

論 文

UDC 669.14.018.295 : 699.15'24'25'28-194.55 : 621.785.797 : 620.172.2 : 539.4.016

280kg/mm² 級マルエージ鋼の加工熱処理による強靱化*

河部 義邦** · 宗木 政一***

中沢 興三** · 谷 治 治 男***

Strengthening and Toughening of 280kg/mm² Grade Maraging Steel through Thermomechanical TreatmentYoshikuni KAWABE, Seiichi MUNEKI,
Kozo NAKAZAWA, and Haruo YAJI

Synopsis:

In order to improve the strength and toughness of 280 kg/mm² grade maraging steels, the effects of two types of thermomechanical treatments by multiple-pass rolling and single-pass large reduction pressing followed by annealing, on the microstructure, tensile properties and fracture toughness have been investigated. The excellent combination of strength, ductility and toughness can be achieved by the former treatment, particularly in low finishing temperature of the rolling, because uniform and fine grained structure is obtained.

However, the latter treatment leads to the poor ductility, because mixed structure with fine and coarse grains is produced. The strength and ductility of maraging steel could be improved by grain refinement and warm working below recrystallization temperature, but the toughness is essentially unaffected by those factors.

1. 緒 言

著者らは、前報¹⁾において 280 kg/mm² 級マルエージ鋼の強靱性と組織の関連性を検討した。その結果、このような高強度下において延性、靱性を同時に改善するには、残留析出物を完全に固溶した状態でオーステナイト粒を微細化することが必要で、更にそのような組織を得るには基本的には 3 つの処理法が考えられることを明らかにした。本報は、その内の加工熱処理による強靱化について検討を加えたものである。

マルエージ鋼の加工熱処理については、1) 準安定オーステナイトの加工^{2)~4)}(オースフォーミング)、2) 時効前マルテンサイトの加工^{5)~8)}(マルフォーミング)、3) 予備時効後マルテンサイトの加工^{2)~9)}、などの影響が報告されている。これらは主に強化を目標として検討されたが、C量の非常に低いマルエージ鋼ではいずれの加工熱処理の場合も強化量は少なく、強化法としての意義は低いことが指摘されている⁹⁾¹⁰⁾。しかし、延性、靱性を改善する効果については注目すべきものがある。特に、添野ら⁹⁾¹¹⁾は 18Ni マルエージ鋼について各種

の加工熱処理の影響を検討し、延性、切欠靱性の改善に有効であり、これは主にオーステナイト粒の微細化によることを明らかにしている。

オーステナイト粒の細粒化には安定オーステナイトの加工による加工熱処理が有効である¹²⁾¹³⁾が、マルエージ鋼についてこの加工熱処理を適用した報告はほとんど見当たらない。著者らが前報¹⁾において提案した加工熱処理は、靱性を改善するため最初に高温で溶体化処理を行ない、その際粗粒となつたオーステナイト粒を冷却の過程で適切な加工を与え、細粒化し、延性の改善を試みたもので、主に安定オーステナイトの加工に分類される処理法である。本報では、まずこの加工熱処理の影響を検討し、更に比較のため、加工後安定オーステナイト域での加熱の影響についても検討したので、それらの結果を報告する。

2. 試料および実験方法

2.1 試料

供試材として、13Ni-15Co-10Mo 系鋼 (K 記号) と 15Ni-25Co-7Mo 系鋼 (SU 記号) を用い、その化学

* 昭和 49 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 51 年 12 月 3 日受付 (Received Dec. 3, 1976)

** 金属材料技術研究所 工博 (National Research Institute for Metals, 2-3-12 Nakameguro Meguro-ku Tokyo 154)

*** 金属材料技術研究所 (National Research Institute for Metals)

Table 1. Chemical composition of the steels used (wt%).

| Steel | C | Si | Mn | P | S | Ni | Co | Mo | Ti | Al |
|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|------|-------|
| K73 | 0.002 | 0.010 | 0.003 | 0.002 | 0.005 | 13.05 | 14.70 | 10.58 | 0.17 | 0.066 |
| K75 | 0.003 | 0.007 | 0.003 | 0.002 | 0.005 | 13.01 | 14.92 | 10.21 | 0.16 | 0.014 |
| K76 | 0.003 | 0.006 | 0.004 | 0.002 | 0.006 | 13.04 | 14.71 | 10.13 | 0.12 | 0.055 |
| SU92 | 0.002 | 0.010 | 0.003 | 0.002 | 0.006 | 15.03 | 23.81 | 7.79 | 0.20 | 0.075 |
| SU94 | 0.003 | 0.008 | 0.003 | 0.003 | 0.005 | 15.12 | 24.14 | 7.50 | 0.17 | 0.060 |

| Application | |
|-------------|---|
| K73 | Multiple-pass rolling type TMT* for plate (I) |
| K75 | |
| K76 | Single large reduction type TMT (II) |
| SU92 | Multiple-pass rolling type TMT for plate (I) |
| SU94 | |

* Thermomechanical treatment

成分を Table 1 に示した。これらの鋼種はそれぞれ Table 1 の右端に示す加工熱処理に用いた。K73 と SU92 は真空高周波溶解で 7 kg ずつ、他鋼種は 17.5 kg ずつ溶製した。その鋼塊を下記寸法に熱間加工し、加工熱処理に用いる素材とした。

K73 & SU92 30 mm厚×90 mm幅×100 mm長さ

K75 & SU94 23 mm角×120 mm長さ

K76 30 mm角×40 mm高さ

2.2 加工熱処理

Fig. 1 に加工熱処理の模式図を示した。

2.2.1 繰返し熱間圧延による加工熱処理

まず素材をソルトバス中 1250°C で 24 h の均質化処理を行ない、一度室温まで冷却した。その後再び 1250°C で 1 h の溶体化処理を行なった後、直ちに圧延により加工を与えた。その際のパススケジュールは、板の場合は 5 パス、角棒の場合は 4 パスで、以下のとおりである。

板の場合

30 mm→26.5→23→19→15.5→12 mm

圧下率 12% 14 16 19 23%

角棒の場合

23 mm角→楕円→約17 mm角→楕円→12 mm角

角棒圧延ではパスごとに形状が変化するので正確な圧下率は求められないが、平均すると約 30% がパスごとに与えられている。板圧延はロール径 480 mmφ、ロール回転数 48 rpm の条件下で行なっているため、歪速度は約 10sec⁻¹ である。角棒圧延の歪速度は、やや大きい程度である。

圧延時の各パス間隔は一定とし、その時間を 5~20sec の範囲で変化し、圧延終了温度を調整した。圧延終了後は、直ちに水中に焼入れた。

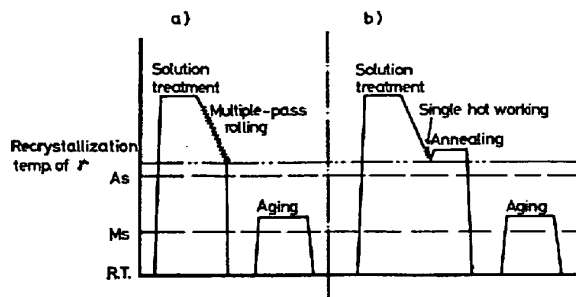
2.2.2 プレスによる一回大加工の加工熱処理

30 mm角×40 mm高さの素材を、水素雰囲気中 1200°C で 24h 均質化処理を行なった後、直ちに 1250°C の大気炉中に移し、1 h 保持した。その素材を炉から取り出し放冷し、1050、975、900、825°C の各温度に達するとプレスにより 40 mm から 7 mm (圧下率82%) へ、一回の大加工を与えた。加工終了後は、直ちに水中に焼入れるもの、および 975°C で、3、10、30 min 加熱した後水中に焼入れる処理を施した。加熱温度の 975°C は、再結晶温度以上で、しかも粒成長速度が遅く、析出が生じがたいという観点から選んだものである。

2.3 前オーステナイト (γ) 粒度の測定

前γ粒度は圧延方向に対して垂直な断面について測定した。試料は、まず 500°C で 30 min の短時間時効を与え、10%クロム酸水溶液中で電解エッチを行ない、前γ粒界を現出させた。ただ、一回大加工による加工熱処理を行なった試料では、引張試験終了後の試験片を組織観察に用いたため、500°C で 4 h の時効を与えている。

前γ粒度は熱延材中の位置によつてかなりのばらつき



a) Thermomechanical treatment by multiple-pass rolling
b) Thermomechanical treatment by single-pass large reduction pressing

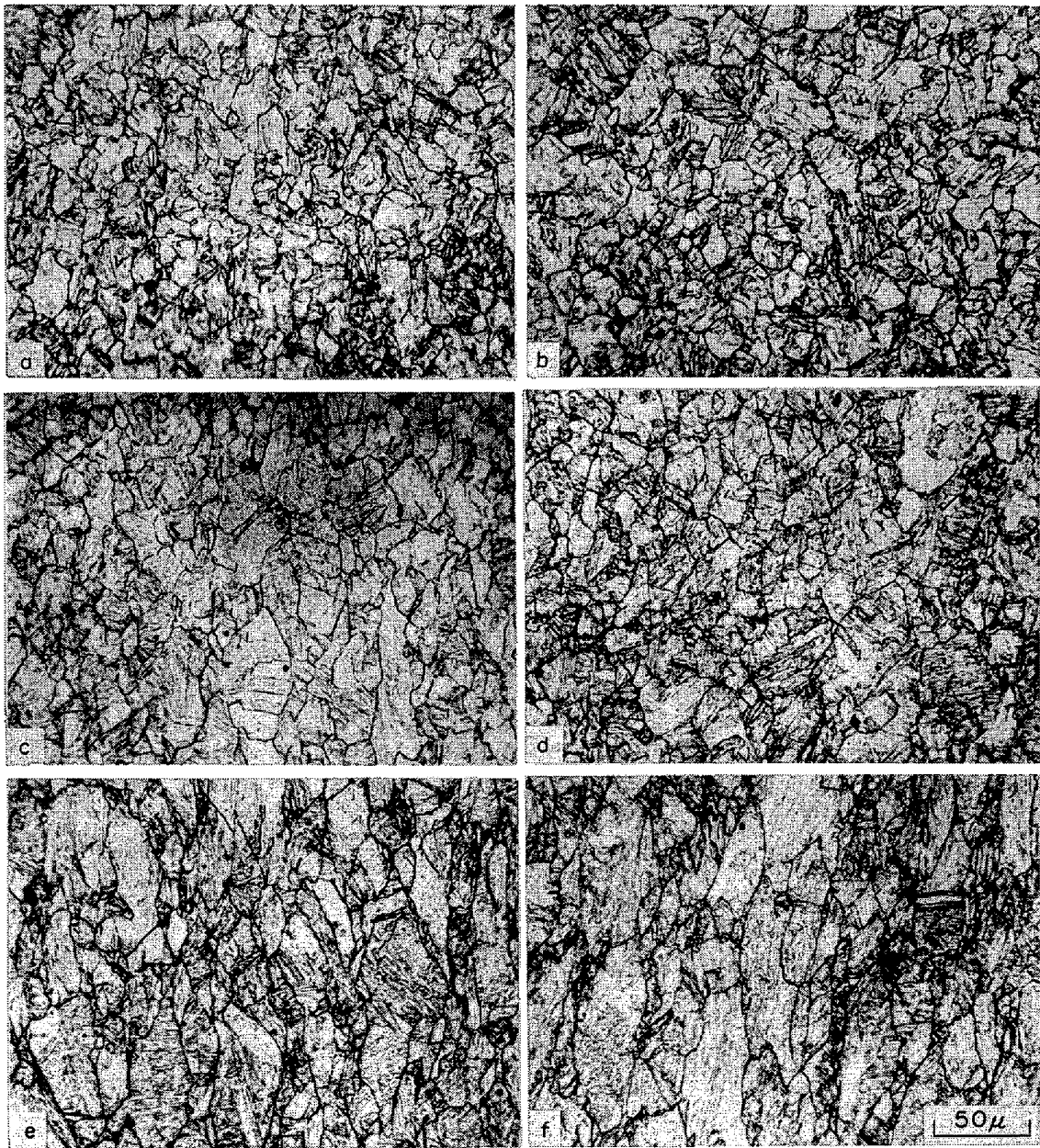
Fig. 1. Schematic drawing of the two types of thermomechanical treatment.

を示す。そのため、いずれも引張試験片の平行部断面に相当する位置を観察した。前 γ 粒径は、400 粒界を横切る平均截片長さ (\bar{d}) を求め、それに 1.78⁽⁴⁾ を乗じた値を採用した。その際、板材では板厚方向と板幅方向の截片長さが異なるので、両者の平均を截片長さ (\bar{d}) として用い、また粒の変形を示すものとして grain aspect ratio ($\bar{d}w/\bar{d}t$) を求めた。なお、加工熱処理開始直前の γ 粒径はいずれも約 1.5 mm で、著しい粗粒である。更に、微視的残留応力を求めるため、CrK α 線を用

い、マルテンサイトの (211) 面での X 線半価幅を測定した。

2.4 引張および破壊靱性試験

引張および破壊靱性試験片は、試験片の軸方向が圧延方向と平行になるように採取した。しかし、一回大加工による加工熱処理では加工方向が板厚方向なので、円盤上試料の中央部から試験片を切り出した。これらの試験片はすべて、500°C で 4 h の最高硬さ状態に時効して試験に供した。試験片形状、試験方法は前報⁽¹⁾と同様で



| | | | |
|---------|-----------------|--------|-----------------|
| | Finishing temp. | | Finishing temp. |
| a) SU92 | 960°C | b) K73 | 950°C |
| c) " | 860°C | d) " | 850°C |
| e) " | 800°C | f) " | 780°C |

Photo. 1. Optical micrographs of the plates of SU92 and K73 produced by thermomechanical treatment by multiple-pass rolling, showing the effect of finishing temperature.

ある。

3. 実験結果

3.1 繰返し熱間圧延による加工熱処理

この加工熱処理においては、実験方法で述べたように、圧延時の各パス間隔は一定とし、その時間を変えて圧延終了温度を調整した。そこで、組織、機械的性質の変化を圧延終了温度との関係という観点から整理し、以下に示す。

Fig. 2 および Photo. 1 は板材の結果を示したものである。溶体化状態、すなわち圧延開始前に約 1.5 mm もあつた γ 粒径は、この加工熱処理により 30~45 μ に細粒化する。細粒化の程度は圧延終了温度が 950°C か

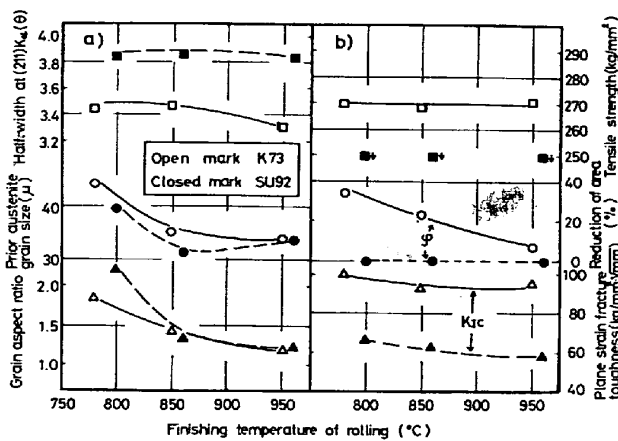


Fig. 2. Effect of finishing temperature on a) microstructure and b) mechanical properties in the plate produced by thermomechanical treatment by multiple-pass rolling.

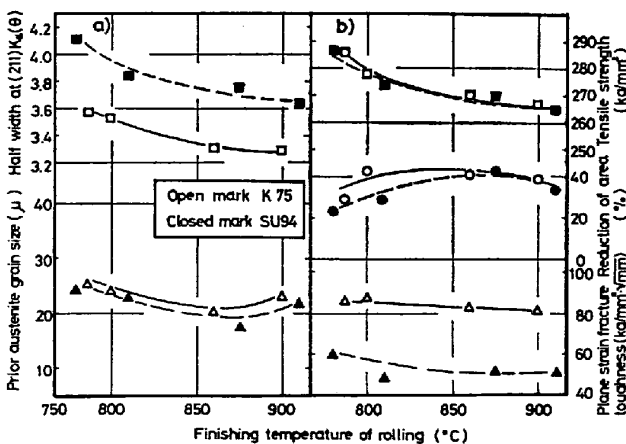


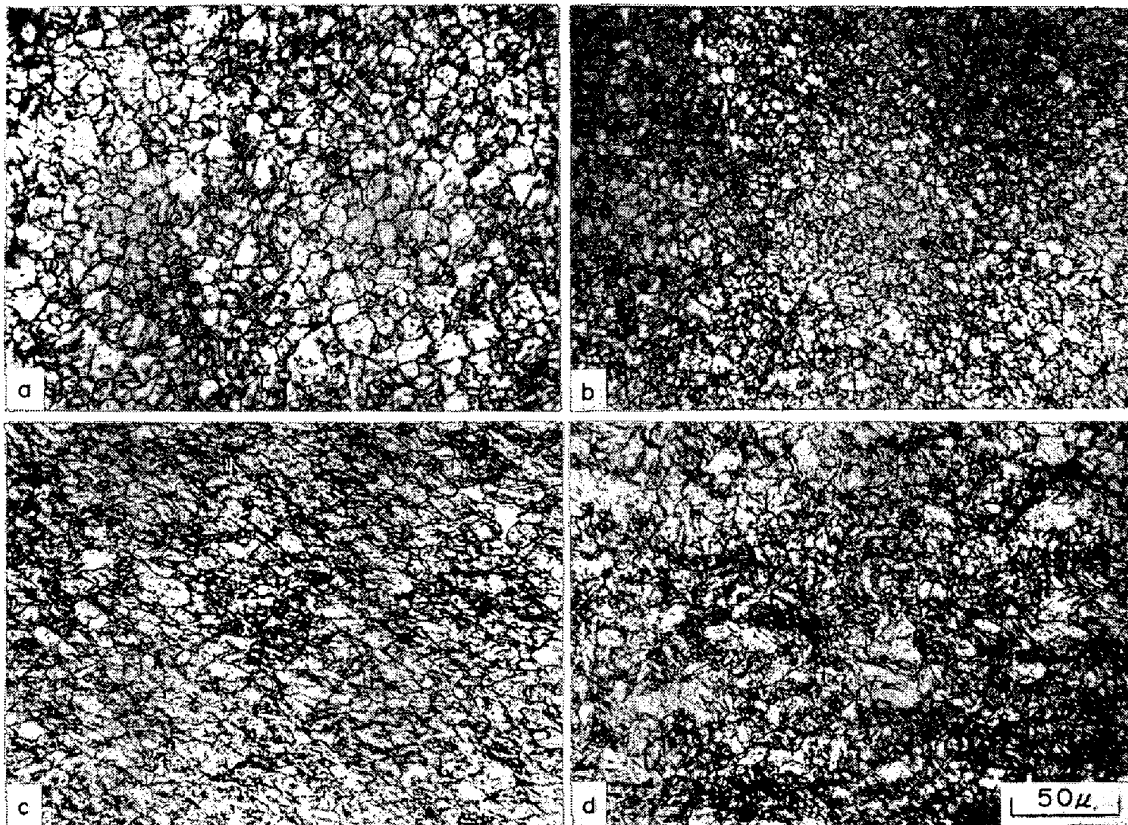
Fig. 3. Effect of finishing temperature on a) microstructure and b) mechanical properties in the square bar produced by thermomechanical treatment by multiple-pass rolling.

ら 850°C に低下してもほとんど変わらず、更に低くなるとやや大きくなる。この傾向は grain aspect ratio と組織の変化から明らかなように、圧延終了温度が低くなるほど細粒化に有効な再結晶温度以上での加工の割合が減少し、再結晶温度以下での加工が増加するためである。このような再結晶温度以下での加工の増加に伴い、X線半価幅はわずかに増加するが、大きな変化は見られない。

次に、このような組織変化に対する機械的性質の変化を Fig. 2 (b) に示した。引張試験において、SU92 は圧延終了温度にかかわらずすべて低応力破壊が生じている。一方、K73 では低応力破壊が阻止され、正常な強度が得られている。その場合、強度は圧延終了温度にまったく依存しないが、絞りは圧延終了温度の低下に伴い、大きく増加する。K_{Ic} は両鋼種間で約 30 kg/mm²√mm の差があるが、いずれも圧延終了温度には依存しない。

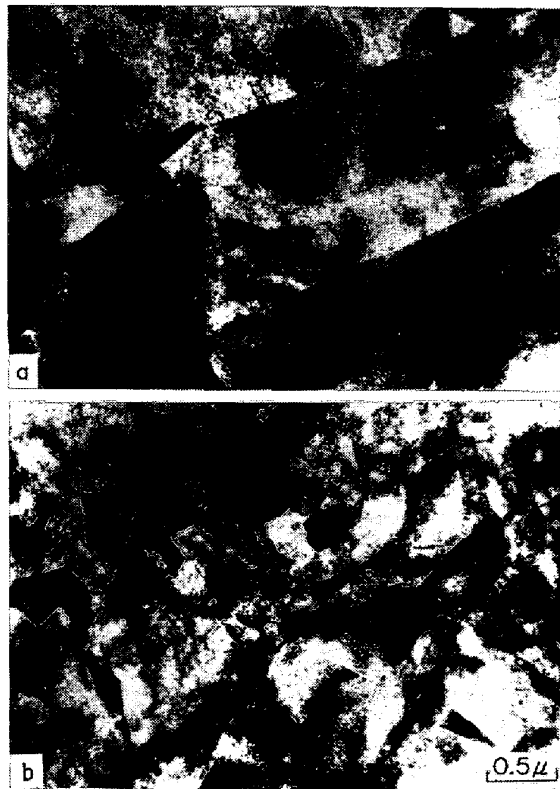
Fig. 3 および Photo. 2, 3 は角棒材の結果を示したものである。角棒材の場合は、上述の板材の場合より更に細粒な組織が得られ、前 γ 粒径は 15~25 μ になる。このように角棒材と板材で細粒化の程度が異なるのは、主にパスごとの圧下率の差によるものと思われる。また SU94 の方が K75 より若干細粒になる傾向が認められる。圧延終了温度の影響については、終了温度が高い範囲では、温度低下に伴いやや細粒になり、更に低下すると徐々に粗粒化する傾向がある。このような変化は板材の場合と同様な理由によるもので、またこの結果と上述の板材の結果を合わせて考慮すると、両鋼種とも再結晶温度は 900°C 前後にあるものと推定される。X線半価幅は圧延終了温度が低くなるほど増加し、特に終了温度が 800°C を切るようになると大きく増加する。このように再結晶温度以下での加工が強く加えられた様子は、Photo. 2 の前 γ 粒形状の変化に明りように示されている。更に、Photo. 3 に示すように圧延終了温度の低下に伴いマルテンサイトラスは著しく微細化する。

次に、機械的性質については、Fig. 3 (b) に示すように、両鋼種とも低応力破壊が阻止され、正常な強度が得られている。そして、強度は圧延終了温度 850°C 程度まではほぼ一定であるが、更に終了温度が低下すると大きく増加する。一方、絞りは圧延終了温度の高い範囲では終了温度の低下に伴いやや増加し、更に終了温度が低くなるとほぼ強度の上昇に対応する形で若干減少する。ただこの場合でも、絞りの値自体は非常に優れた値を保っている。しかも、このような引張性質は両鋼種間でまったく差がない。K_{Ic} は板材の場合と同様に、圧延終了温度にはよらず、ほぼ一定である。



Finishing temp : a) 910°C b) 875°C c) 810°C d) 760°C

Photo. 2. Optical micrographs of the square bar of SU94 produced by thermomechanical treatment by multiple-pass rolling, showing the effect of finishing temperature.



Finishing temp : a) 910°C b) 710°C

Photo. 3. Transmission electron micrographs of SU94, showing the effect of finishing temperature of rolling on martensite lath size.

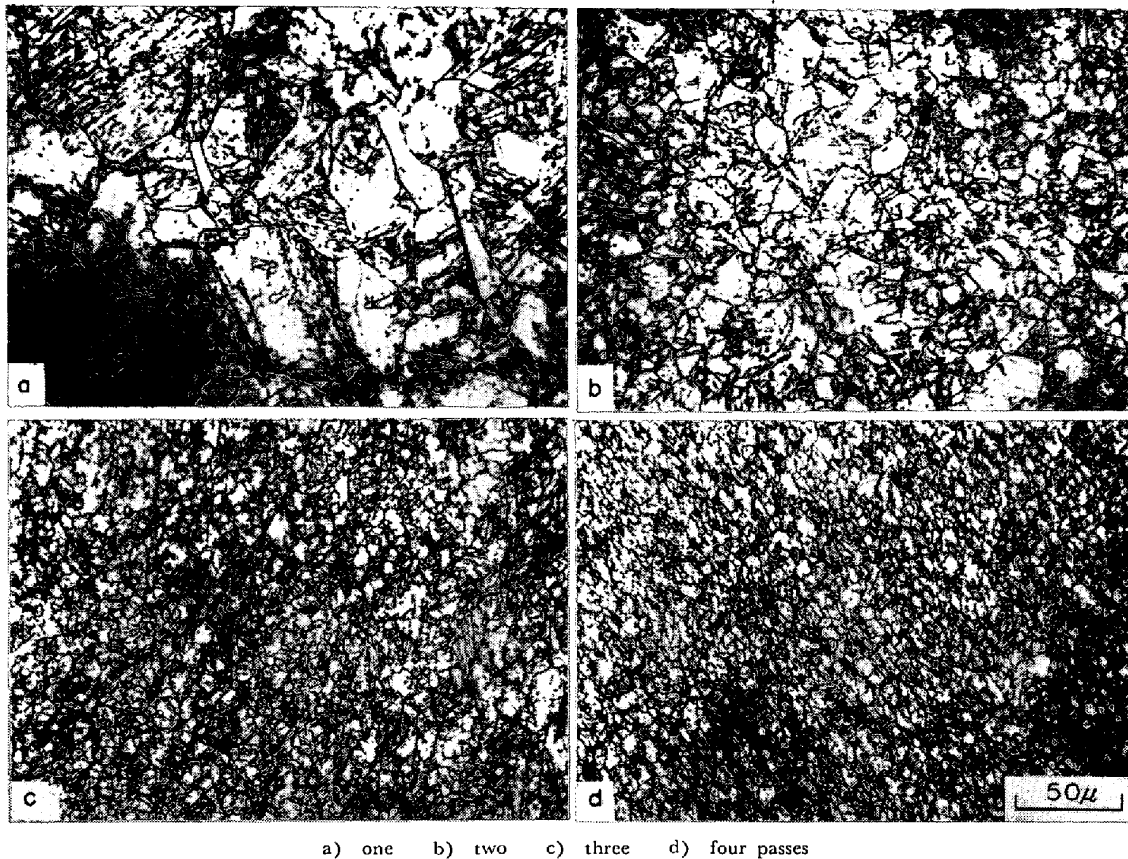


Photo. 4. Change of austenite grain size during multiple-pass rolling of the SU94 (finishing temperature of rolling is 875°C).

Photo. 4 は、最も細粒な組織が得られた場合、すなわち SU94 試料の角棒圧延で、圧延終了温度が 875°C の場合について、圧延過程の進行に伴う γ 粒の変化を示したものである。この組織には次の 2 つの現象が示されている。一つは、圧延パスごとには再結晶が生じ、 γ 粒径は順次細粒化することである。他の一つは、圧延の過程でやや混粒を含む組織になつても、後続する圧延パスにより整粒化されていくことである。

3.2 プレスによる一回大加工の加工熱処理

この加工熱処理では、1250°C に加熱した素材を炉から取り出し放冷し、1050, 975, 900, 825°C に達するとプレスにより一回の大加工を与えた後、直ちに 975°C に加熱保持し、再結晶の挙動を検討した。

Photo. 5 は、再結晶挙動におよぼす加工温度と加熱保持時間の影響を示したものである。加工後、直ちに水中に焼入れたものは a), b) に示した。加工温度が高い場合は、大部分再結晶しており、局部的に粗大な γ 粒の未再結晶部分が残っている。加工温度が低くなると、この未再結晶部分が多くなるとともに、再結晶した部分での γ 粒の大きさが著しく細くなる。

プレス加工を行なった後、直ちに 975°C に加熱した場合の変化は、プレス加工温度 825°C の例を c)~e)

に示した。加熱時間に伴い、すでに再結晶していた γ 粒は成長を起し、大きくなる。一方、未再結晶部分は、加工温度が低い場合ほど短時間側から再結晶を開始し、30 min 加熱後にはすべて再結晶が完了している。しかし 975°C での加熱により再結晶した部分は、 γ 粒が非常に大きくなる。そのため、全体としてみると著しい混粒組織を呈し、この点が、前述の繰返し熱間圧延による加工熱処理の場合と最も異なる点である。

Fig. 4 は、引張試験の結果を示したものである。プレス加工後直ちに水冷した試料は、いずれも降伏と同時に破壊が生じ、延性は非常に悪い。加熱時間に伴い延性はいくぶん改善されるが、約 10 min で飽和している。その場合、加工温度の低い試料ほど延性は良くなる傾向が認められる。強度は未再結晶部分の多い場合のみやや高く、他はほぼ一定である。 K_{Ic} は加工温度、加熱時間にほとんど依存しない。このことは γ 中で析出がほとんど生じていないことを示唆するものであろう。

4. 考 察

4.1 延性、靱性におよぼす組織因子の影響

本実験における加工熱処理の最大の目標は γ 粒の微細粒化である。しかし、 γ 粒の調整を目標として変化させ

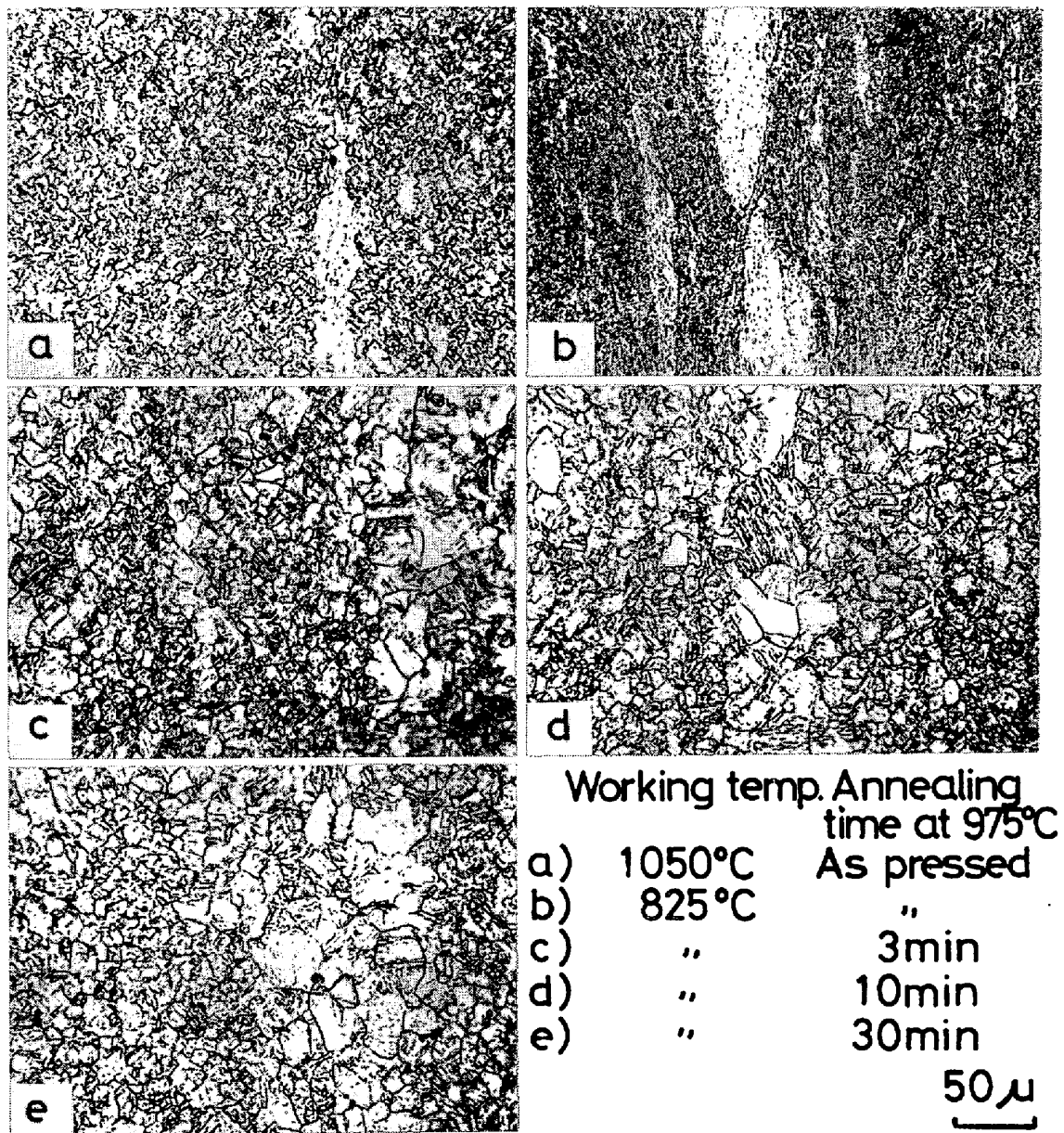


Photo. 5. Optical micrographs of K76 produced by thermomechanical treatment by single-pass large reduction pressing followed by annealing, showing the effect of working temperature and annealing time at 975°C.

た圧延終了温度が再結晶温度以下になる場合が多く、圧延終了温度の変化と γ 粒径の変化を単純に対応させることはできなかつた。そのような内でも、延性におよぼす前 γ 粒径の影響は、次の場合に最も良く示されている。すなわち、15Ni-25Co-7Mo系鋼の平滑引張試験では板圧延の場合は低応力破壊が生じ、角棒圧延の場合は低応力破壊が阻止されていることである。板材の γ 粒径は約35 μ (終了温度960°C)、角棒材の場合は約22 μ (同910°C)であるので、前報¹⁾で示した低応力破壊を阻止するに必要とされる臨界粒径は、この両者間の値である。一方、13Ni-15Co-10Mo系鋼では γ 粒径約35 μ (同、

950°C)の板圧延の場合にも低応力破壊が阻止されているが、これは K_{Ic} が高いことによりその臨界粒径が35 μ より大きくなるためであろう。更に、角棒圧延で圧延終了温度が高い場合に、延性と γ 粒径の変化の対応する傾向が認められる。

圧延終了温度が再結晶温度以下に低下した場合は、再結晶温度以下で γ 相状態における加工、すなわち一種の冷間加工の影響が重複してくる。この影響は、組織上には微視的残留応力の増加と、マルテンサイト・ラスの微細化として現われている。冷間加工は、マルエージ鋼の延性、靱性の改善に有効であることが現象的には明らか

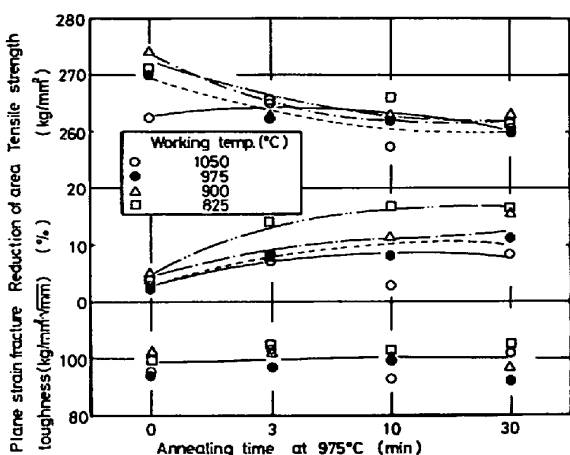


Fig. 4. Effect of annealing time at 975°C immediately after single-pass large reduction pressing at various temperature on tensile properties.

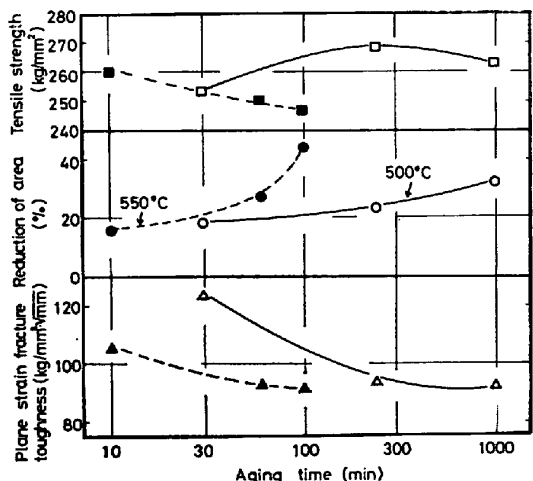


Fig. 5. Effect of aging time at 500 and 550°C on tensile properties and fracture toughness of 13Ni-15Co-10Mo maraging steel.

にされている⁹⁾¹⁰⁾。本実験においても、圧延終了温度が低く、前 γ 粒径が大きくなる領域においても優れた延性を示すのは、この冷間加工の効果によるものと思われる。更に、結晶粒が引伸ばされることによる若干の応力集中の程度の変化も考慮する必要がある。この点も含めて、 γ 粒径と冷間加工の影響を分離、検討することが必要で、これらの点は今後の課題である。

一方、 K_{Ic} で示される靱性は、合金成分のみに依存し γ 粒径にも冷間加工にも依存しない。しかし、冷間加工により強度上昇が認められる場合でも K_{Ic} は低下しないことから、強度水準を考慮すると K_{Ic} は冷間加工により若干改善されるものと思われる。

今までは、すべて 500°C で 4 h 時効の最高硬さ状態に時効した結果について述べてきたので、ここで時効処

理の影響について簡単にふれることにする。Fig. 5 は、K73 板圧延材について、引張性質と K_{Ic} におよぼす 500°C と 550°C での時効時間の影響を示したものである。最も注目される点は、時効組織の影響が絞りで示される延性と、 K_{Ic} で示される靱性とは相反することである。絞りは不完全時効状態では最高時効状態より低く、過時効状態で大きく改善される。一方、 K_{Ic} は不完全時効状態で高く、過時効状態では最高時効状態とほとんど変わらない。このように、延性、靱性は最高時効状態以外では片輪の状態で、しかも延性の良い過時効状態、靱性の良い不完全時効状態の場合でも強度水準を考慮すると最高時効状態の場合より優れているわけではない。結局、今までにも指摘してきた¹⁰⁾ように、強度、延性、靱性の最良の組み合わせは、最高時効状態に処理した場合に得られるものと思われる。

4.2 加工熱処理方法の比較

上述の時効処理の影響を検討したデータを含めて、Fig. 6 に強度と絞り、 K_{Ic} の関係を示した。 K_{Ic} は両鋼種間では明りような差があるが、加工熱処理による差は認められず、強度水準のみに規制されて変化している。一方、絞りは、両鋼種間ではほとんど差がなく、加工熱処理の方法、処理条件によつて大きく変動している。その内で、強度と絞りの最も良い組み合わせが得られるのは角棒材の繰返し熱間圧延による加工熱処理の場合で、次

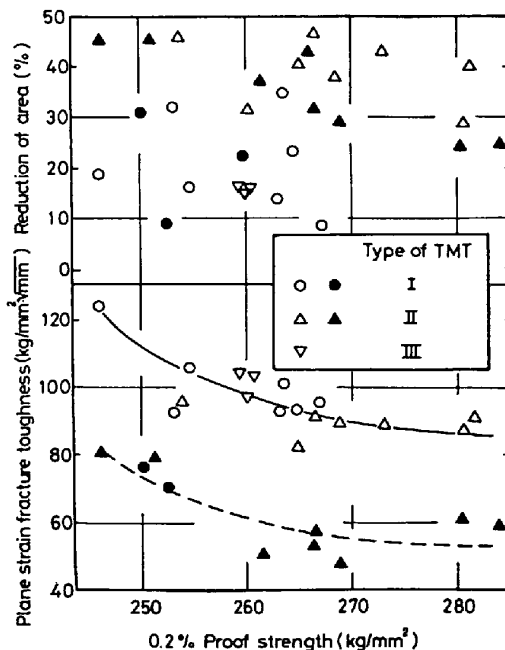


Fig. 6. Comparison of mechanical properties of the two steels among various thermo-mechanical treatments shown in Table 1. Open circle refers to 13Ni-15Co-10Mo steel and closed circle to 15Ni-25Co-7Mo steel.

が板圧延の場合、その次がプレスによる一回大加工の加工熱処理の場合である。角棒圧延の場合に最良の性質が得られたのは、パスごとの圧下率が大きく、整粒の微細粒組織が得られたため、一方、一回大加工による加工熱処理で良い性質が得られなかつたのは、混粒組織を解消することができず、延性が大きな粒径に規制されるためであろう。

結局、強度、延性、靱性の良い組合わせを得るためには、整粒状態の微細粒とした後、 γ 状態で再結晶温度以下での加工、すなわちオースフォーミングを与える処理が極めて有効であろう。

5. 結 論

280 kg/mm² 級マルエージ鋼の強靱化を目的とし、繰返し熱間圧延とプレスによる一回大加工の2種類の加工熱処理の影響を検討した。その結果を要約すると次のとおりである。

(1) 繰返し熱間圧延による加工熱処理の場合

i) 圧延開始前の粗大オーステナイト粒は圧延パスにしたがつて順次細粒化し、特に圧延パスごとの圧下率が大きい場合は整粒状態の微細粒になる。

ii) 圧延終了温度が低下するほど、強度、延性、靱性の組合わせが改善される。これは、オーステナイト粒の微細化と再結晶温度以下での加工、すなわち冷間加工の効果によるものである。

iii) 延性はオーステナイトの微細化と冷間加工の両者により改善される。一方、靱性はこの両者に影響を受けず、変化しない。しかし、冷間加工による強度上昇を考慮すると、靱性もまた、冷間加工により改善されると言える。

(2) プレスによる一回大加工の加工熱処理の場合

i) プレスによる一回大加工直後には、局部的に粗大なオーステナイト粒の未再結晶部が残留している。この状態では延性は非常に悪い。

ii) 加工後、直ちに 975°C に加熱すると、加熱時間に伴い未再結晶部は再結晶して行く。しかし、その部分にはかなりの粗粒となり、全体としては著しい混粒組織となる。

iii) 975°C での加熱時間に伴い、延性は改善される。しかし、その改善は混粒組織になることにより制限を受け、延性は比較的低い。

終りに本研究を遂行するに当たり、御指導御鞭達をいただいた金属材料技術研究所強力材料研究部長津谷和男博士、多くの助言をいただいた強力材料研究部の諸氏、および困難な加工熱処理実験に協力された工業化研究部溶解圧延室の齊藤正、本多均一、小島重信の諸氏に感謝の意を表する。

文 献

- 1) 河部義邦, 中沢興三, 宗木政一: 鉄と鋼, 62 (1976) 9, p. 1229
- 2) E. B. KULA and C. F. HICKEY, Jr.: Trans. Met. Soc. AIME, 230(1964) 7, p. 1707
- 3) 安中 嵩, 荒木 透: 金属学会誌, 31(1967) 9, p. 1058
- 4) 安中 嵩, 荒木 透, 渡辺 敏: 金属学会誌, 32 (1968) 10, p. 1008
- 5) 添野 浩, 黒田哲郎, 土屋正利, 田口和夫: 鉄と鋼, 62 (1976) 2, p. 220
- 6) H. W. MAYNOR, Jr. and C. C. BUSCH: Metals Eng. Quarterly, 6 (1966) 1, p. 20
- 7) J. A. ROBERSON and A. M. ADAIR: Trans. Met. Soc. AIME, 245 (1969) 9, p. 1937
- 8) 大沢恂他: 金属学会誌, 32 (1968) 1, p. 95
- 9) 添野 浩, 黒田哲郎, 土屋正利, 田口和夫: 鉄と鋼, 62 (1976) 9, p. 1249
- 10) 河部義邦: 金属学会々報, 14 (1975) 10, p. 767
- 11) 添野 浩, 黒田哲郎, 土屋正利, 田口和夫: 鉄と鋼, 62 (1976) 8, p. 1009
- 12) 梶 晴男, 木下修司, 林 登: 鉄と鋼, 58(1972) 13, p. 1759
- 13) 田中智夫, 榎並禎一: 鉄と鋼, 58 (1972) 13, p. 1775
- 14) W. ROSTOKER and J. R. DVORAK: Interpretation of Metallographic Structures, (1965), p. 195 [Academic Press]