

論 文

10Ni-18Co-12Mo-1Ti 系マルエージ鋼の
冷間加工による強化宗木 政一*・河部 義邦*²・高橋 順次*

Strengthening of 10Ni-18Co-12Mo-1Ti Maraging Steel by Cold Working

Seiichi MUNEKI, Yoshikuni KAWABE, and Junji TAKAHASHI

Synopsis:

It has been reported that the maximum tensile strength of maraging steel attainable by applying thermomechanical treatment consisting of hot rolling+aging was about 360 kgf/mm². The purpose of this study was to increase further this tensile strength by changing the alloy composition based on 10Ni-18Co-12Mo-1Ti maraging steel and by applying the thermomechanical treatment consisting of the hot rolling+cold rolling+aging. Cold rolling was effective for increasing the strength of 10Ni-18Co-12Mo-1Ti maraging steel by improving toughness and preventing the unstable fracture in low stress levels. However, strengthening and toughening by cold rolling were strongly dependent upon the hot rolling conditions, because the microstructures were greatly changed. This increase in strength was most pronounced for the specimen having the microstructure with the fine grain and the reduced amount of coarse precipitates formed in the austenite. The tensile strength of 397 kgf/mm² was achieved in the 10Ni-18Co-12Mo-2Ti, 10Ni-20Co-12Mo-1Ti, and 10Ni-18Co-14Mo-1Ti maraging steels which were properly hot rolled and then cold rolled for 80% reduction. When the cold reduction exceeded 80%, the specimen became susceptible to unstable fracture in a low stress level and the tensile strength exhibited a wide scatter, but the highest tensile strength of 438 kgf/mm² was achieved by some of 95% cold rolled specimens in this study.

1. 結 言

本研究はマルエージ鋼高強度化の一環として、前報¹⁾に引き続いて実施したものである。すなわち、前報¹⁾では圧延中に粗大析出物[†]が生成するのを極力抑制して結晶粒の微細化を図るという特殊な加工熱処理法を適用し、その後の時効により 10Ni-18Co-12Mo-1Ti 鋼の引張強さを 360 kgf/mm² にまで高められることを明らかにした。この程度の強度は、マルエージ鋼以外にも強加工を与えたピアノ線やアモルファス、さらにはホイスクーなどでも実現されているが、いずれも線材や極薄板材としてしか製造することができず、構造材料としての用途に限られるのに対し、かなりバルクの状態で高強度を達成させたのが本研究の特徴である。

このマルエージ鋼の最高強度をさらに引き上げるには強化元素をより多く添加しなければならない。しかし、それにともない靱性が大きく低下し、低応力破壊を誘発するため、単純に強化元素の量を増して強度を高めることはできない。一方、マルエージ鋼において冷間加工は強度と靱性を同時に高めることが明らかにされてい

る²⁾³⁾ので、冷間加工を組み合わせた加工熱処理⁴⁾を適用すると高強度化が期待できる。そこで今回は、熱間加工後にさらに冷間加工を加えるという加工熱処理を適用してマルエージ鋼の極限強度の追求を試みた。その際、熱間加工の処理条件によつて粗大析出物の生成状況と結晶粒の微細化の程度が異なり、そのことが冷間加工を加えた場合の強靱化挙動に影響を及ぼすことが予想される。そこで、本研究では冷間加工を加える時点での前組織を3種類に調整するとともに、10Ni-18Co-12Mo-1Ti 鋼とその強化元素の Ti, Co, Mo 量を高めた鋼種を用いて検討したので、その結果を報告する。

2. 実 験 方 法

2.1 供試材と加工熱処理

供試材として、特殊加工熱処理の適用により 360 kgf/mm² の引張強さが得られた 10Ni-18Co-12Mo-1Ti 鋼¹⁾をベースに強化元素の Ti, Co, Mo 量を増加させた 5 鋼種を用い、その目標成分を Table 1 に示した。これらを真空高周波溶解で 10 kg インゴットに溶製し、1200 °C で 24 h の均質化処理後 40 mm と 30 mm の角棒に圧延し、以下の特殊加工熱処理に供した。その特殊加工熱処理、さらに冷間圧延、時効までのすべての処理工

[†] 熱間加工中、オーステナイト相中で生じる析出物を時効による微細析出物と区別するため、粗大析出物と呼ぶ。

昭和 57 年 9 月本会講演大会にて発表 昭和 58 年 2 月 21 日受付 (Received Feb. 21, 1983)

* 金属材料技術研究所筑波支所 (Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals, 1-2-1 Sengen Sakuramura Niihari-gun 305)

*² 金属材料技術研究所筑波支所 工博 (Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals)

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

Ni	Co	Mo	Ti	Al	Fe
10	18	12	1.0	0.1	Bal.
10	18	12	1.5	0.1	"
10	18	12	2.0	0.1	"
10	20	12	1.0	0.1	"
10	18	14	1.0	0.1	"

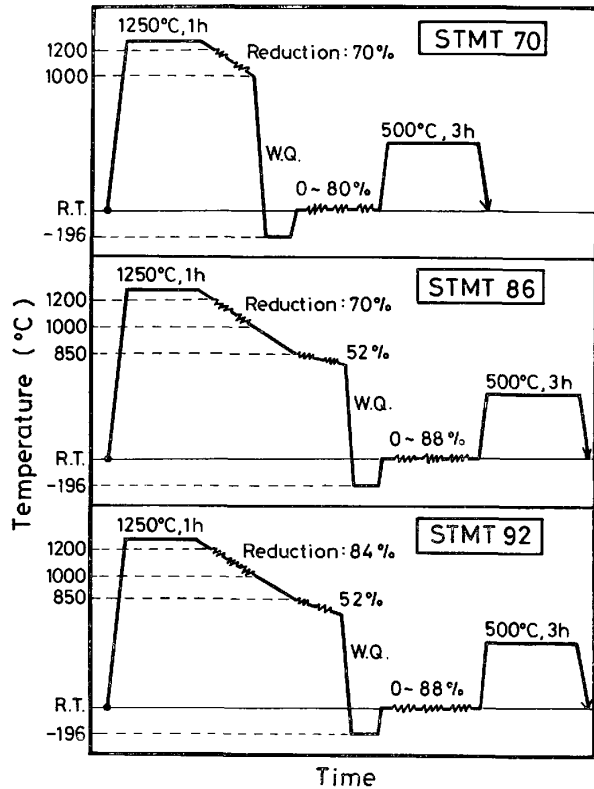


Fig. 1. Schematic diagram of all processes from special thermomechanical treatment (STMT), cold rolling to aging treatment.

程を Fig. 1 に示した。

冷間加工を加える前の組織を変えるため、特殊加工熱処理は総加工度 70, 86, 92% の3条件下で行い、それぞれの処理を STMT 70, STMT 86, STMT 92 と称した。まず STMT 70 は、30 mm 角の試料を用い 1250°C に加熱し 1 h 保持後 1200°C から圧延を開始し、1000°C までの温度で4パスの板圧延を行い、9 mm 厚の板として水冷および液体窒素中にサブゼロ処理した。この処理は、結晶粒微細化の程度は十分とは言えないが、圧延中に生じる粗大析出物を極力抑えた組織状態に調整することを目的とした。

次に STMT 86 は、STMT 70 処理と同様に 30 mm 角の試料を用い、1000°C までに 70% の加工度を与えた後 850°C までの温度範囲では加工を中断して空冷し、850°C 以下ですばやく 52% の加工度を加え、11 mm 角の棒材とする処理である。この処理は、STMT 70 の場合より結晶粒の微細化を図るとともに粗大析出

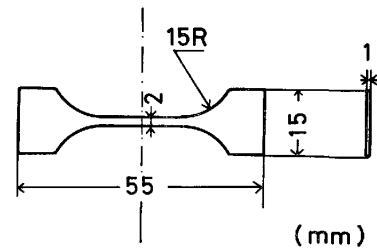


Fig. 2. Dimension of tensile test specimen.

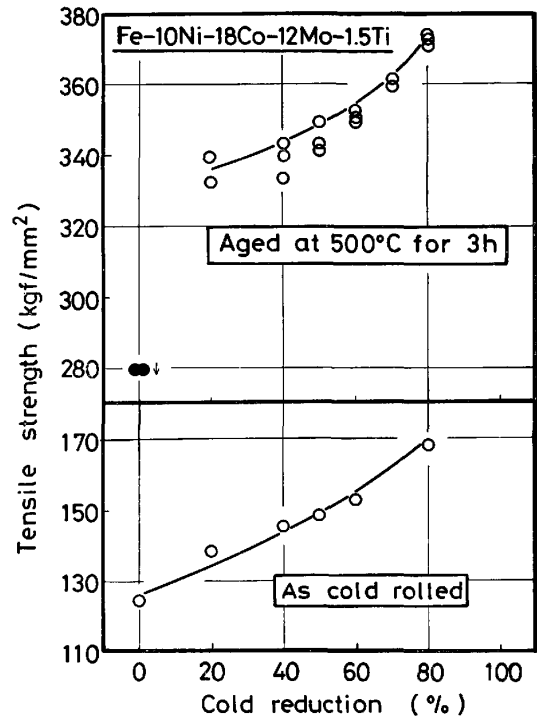


Fig. 3. Effect of cold reduction on tensile strength of 10Ni-18Co-12Mo-1.5Ti steel hot rolled in the condition of STMT 70. (Closed mark means an occurrence of the unstable fracture in a low stress level.)

物を抑制した組織に調整することを目的とした。

STMT 92 は、STMT 86 よりさらに微細な結晶粒組織とするため、40 mm 角の試料を用い 1200°C から 1000°C の温度範囲での加工度を 84% に増加させ、それ以降の処理工程は STMT 86 に揃えたものである。これらの特殊加工熱処理を行った後、冷間圧延後の厚さが 1 mm になるように所定厚さの試料を切り出し、冷間圧延を 0 から 88% まで行つた。ただし、STMT 70 処理は最終圧延後の厚さが 9 mm のため、冷間加工は最大 80% までとした。そして、いずれの処理材もステンレス鋼製パックに大気中で封入した後、500°C で 3 h ソルトバス中で時効した。

2.2 引張試験

0 から 88% まで冷間圧延された 1 mm 厚の板材から、Fig. 2 に示す平行部の幅 2 mm、長さ 55 mm、厚

さ 1 mm の薄板引張試験片を打ち抜きにより作製した。そして、打ち抜きの際の傷を最終 03 のエメリー紙で除去した後上記の方法で時効を施し、付着した酸化皮膜を再びエメリー紙で除去した。その試験片を真空中 (1×10^{-5} Torr) 200°C で 24 h の脱水素処理を施した後、大気中 10 mm/min のクロスヘッド速度で引張試験を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 冷間加工による強靱性の向上

Fig. 3 は、10Ni-18Co-12Mo-1.5Ti 鋼 STMT 70 材の引張強さにおよぼす冷間加工度の影響を示したものである。冷間圧延のままの状態では、引張強さは加工度 0% で 125 kgf/mm^2 を示し、加工度の増加とともに強度が上昇し 80% で約 170 kgf/mm^2 に達している。この試料を 500°C で 3 h 時効すると、冷間加工を行っていない状態では低応力破壊が発生しているが、冷間加工が加わると低応力破壊が阻止されるようになり、しかも加工度とともに強度は上昇し、80% 加工度で 375 kgf/mm^2 に達している。また、Fig. 4 に 10Ni-20Co-12Mo-1Ti 鋼の結果を示したが、この鋼種の時効材では、加工度 0, 20% そして 40% の一部でも低応力破壊が発生している。ところが、加工度が 40% 以上に増加すると低応力破壊が阻止され、しかも加工度の増加とともに強度が上昇している。この 2 鋼種の結果からも明らかのように、本実験に用いた超強力マルエージ鋼においても冷間加工により強靱性の向上を図ることが可能で、本研究のように極限強度を追求するうえにも冷間加工は極めて有効な処理であることが理解されよう。

3.2 冷間加工による強化におよぼす前組織の影響

Photo. 1 に、10Ni-20Co-12Mo-1Ti 鋼について 3 種類の特種加工熱処理を行った状態での光学顕微鏡組織を示した。オーステナイト結晶粒径は、特種加工熱処理における総加工度が増加するにともない細くなること

わかる。すなわち、 1200 から 1000°C までで 70% の加工度を与えただけの STMT 70 材では、他の 2 種類の処理材と比べやや粗粒の 30μ で、しかも圧延方向にやや引き伸ばされた粒組織である。ところが、 1000°C までの温度で 70% 圧延後 850°C 以下で再び 52% の加工度を与えた STMT 86 材では、整粒で微細な 16μ の結晶粒となつている。そして、STMT 86 材よりも 1000°C までの加工度を増した STMT 92 材では、さらに細かい 12μ の結晶粒組織が得られている。

Photo. 2 は、Photo. 1 と同一試料の透過電顕組織で、圧延中に生じた Mo の金属間化合物から成る粗大析出物の様相を示したものである。STMT 70 と 86 材では粗大析出物が少なく、STMT 92 材では著しく増加し

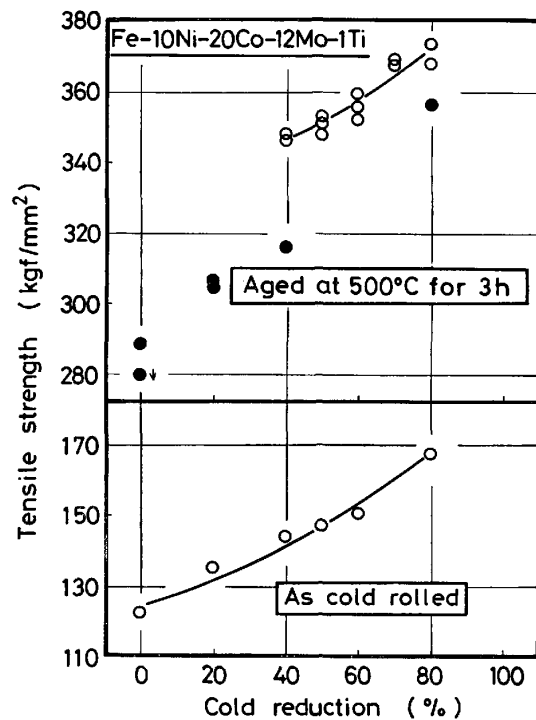
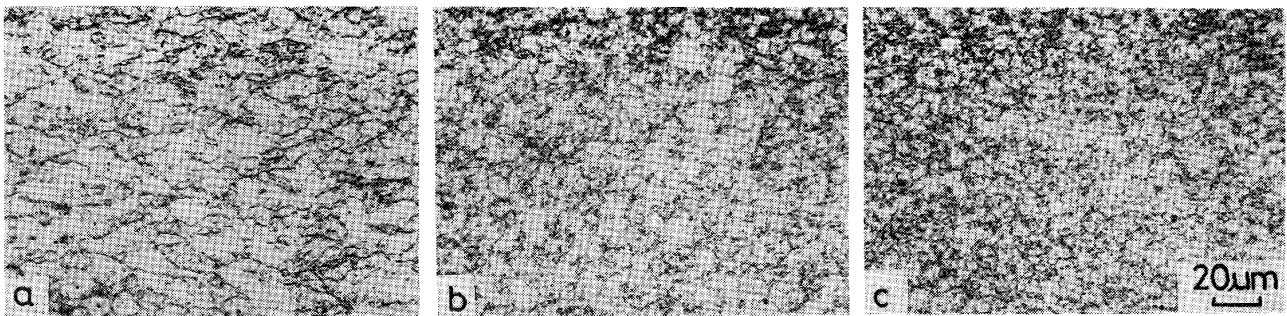


Fig. 4. Effect of cold reduction on tensile strength of 10Ni-20Co-12Mo-1Ti steel hot rolled in the condition of STMT70.



a) STMT 70, b) STMT 86, c) STMT 92

Photo. 1. Optical micrographs showing the change of grain size by rolling condition in special thermomechanical treatment for 10Ni-20Co-12Mo-1Ti steel.

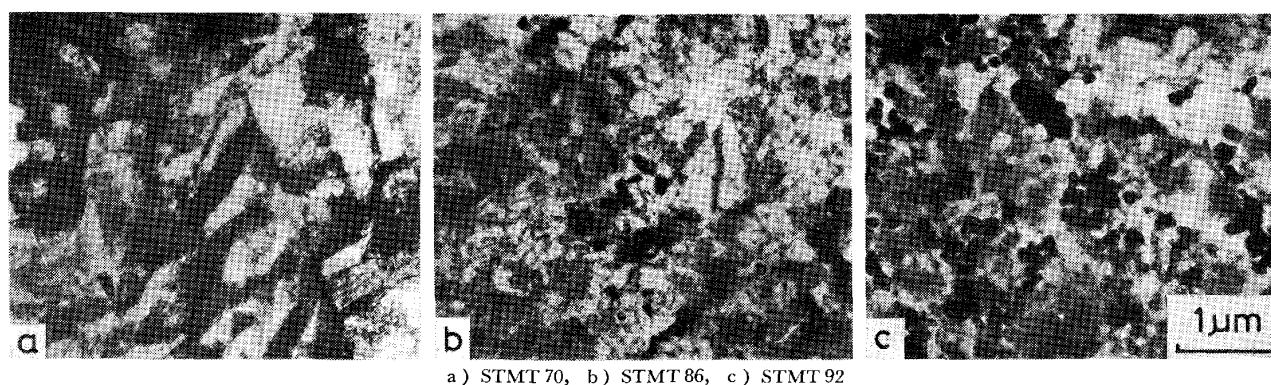


Photo. 2. Transmission electron micrographs showing the morphology of coarse precipitates formed during special thermomechanical treatment for 10Ni-20Co-12Mo-1Ti steel.

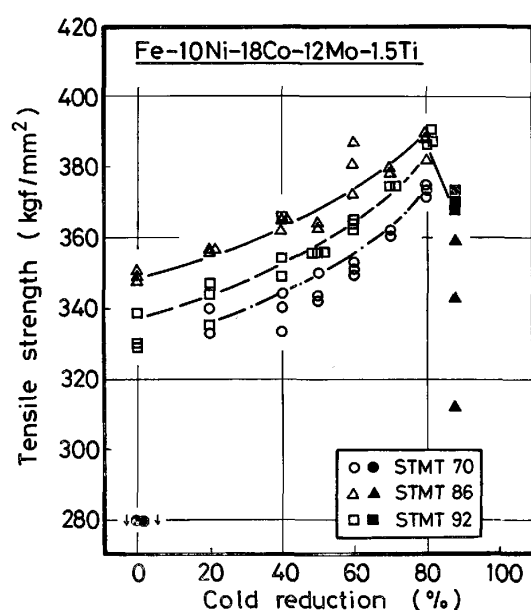


Fig. 5. Effect of cold reduction on tensile strength of 10Ni-18Co-12Mo-1.5Ti steel hot rolled in three conditions and aged at 500°C for 3 h.

ている。このように、STMT 92 処理では圧延中断前の加工度を増して細粒化の促進を図っているため、加工によって誘発される析出開始曲線が短時間側に移行し、1000°C から 850°C の温度範囲での圧延中断では析出抑制効果が不十分となり、多量の析出物を生じてしまった。そのため、本実験に用いた特殊加工熱処理条件は 3 種類の典型的な組織状態に調整したことになった。まず STMT 70 処理は、結晶粒は他の 2 処理に比べやや粗いが粗大析出物のほとんどない組織、STMT 86 処理は STMT 70 よりも結晶粒は細かく粗大析出物も少ない組織である。そして STMT 92 処理は、結晶粒は 3 処理のなかでもつとも細かくなっているものの、粗大析出物が全面にわたって多量生成した組織である。

Fig. 5 は、10Ni-18Co-12Mo-1.5Ti 鋼の上記 3 種類の処理材について、引張強さにおよぼす冷間加工度の影

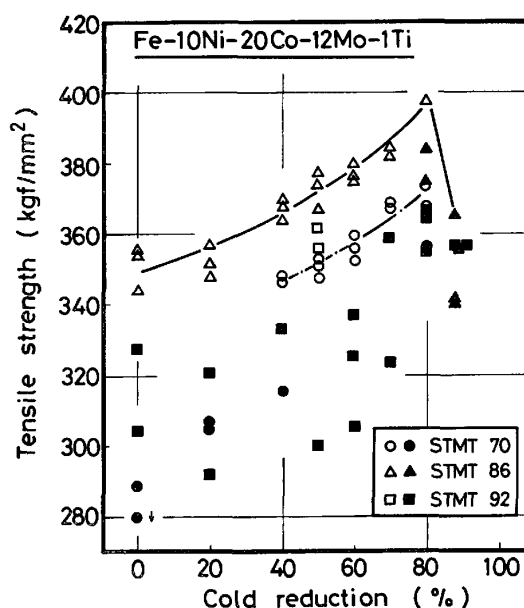


Fig. 6. Effect of cold reduction on tensile strength of 10Ni-20Co-12Mo-1Ti steel in three conditions and aged at 500°C for 3 h.

響を示したものである。Fig. 3 ですでに示したように、STMT 70 の 0% 加工材で低応力破壊が発生しているほか、3 処理材とも冷間加工度 80% まで加工度の増加とともに強度が上昇している。また、前処理の違いによる強度上昇の傾向には差異がなく、STMT 70, 92, 86 の順に高強度が得られている。しかしながら、88% の冷間加工度では STMT 86, 92 材ともに低応力破壊となつている。

次に、10Ni-20Co-12Mo-1Ti 鋼における同様の関係を Fig. 6 に示した。この鋼種の場合は、冷間加工度 0 から 70% にかけて低応力破壊の発生が阻止されているのは STMT 86 材のみで、STMT 70 では 40% までの加工度領域でまた STMT 92 ではほぼ全冷間加工度にわたって低応力破壊が発生している。この低応力破壊が発生した原因は、STMT 70 の場合低加工度側に集中

していることと、Photo. 1 の結晶粒径の結果からも明らかのように、冷間加工前の特殊加工熱処理で得た結晶度の大きさが低応力破壊発生の際の臨界粒径よりも大きかったためと考えられる。また、冷間加工度 40% 以上で低応力破壊が阻止された場合でも強度が STMT 86 材の水準に達していないのは、この処理材は 1200 から 1000°C までの温度で 70% の加工度を与えた後直ちに急冷しているため、STMT 86 材のようにオースフェムによる強化量が少なかったためと思われる。ところが、STMT 92 の場合は、STMT 86 材よりも微細な結晶粒が得られてはいるが、多量存在する粗大析出物が破壊の起点になりやすく低応力破壊の発生を促進したものと考えられる。

以上の結果から、多少結晶粒径が大きくても粗大析出物の生成を抑制した組織に調整しておけば、冷間圧延の加工度を高めることによりある程度の高強度化を図ることは可能であろう。一方、STMT 92 のように結晶粒を微細化しても多量の粗大析出物が残留する組織状態では、冷間加工を加えた場合低応力破壊を阻止して高強度化を図ることはむずかしいと思われる。いずれにしても、冷間加工の前処理として結晶粒はやや粗くても析出のみをほぼ完全に抑制した STMT 70、結晶粒は微細化されているが析出物が多量生成した STMT 92 のような処理では高強度化を図るには適切でなく、結晶粒の微細化と析出抑制の両者を同時に満たす STMT 86 のような特殊加工熱処理が冷間加工を加える前処理として必要であるといえよう。

3.3 Ti, Co, Mo 量の増加による強化

すでに述べたように、10Ni-18Co-12Mo-1Ti 鋼に特殊加工熱処理のみを適用し、その後時効処理によって得られる最高強度は 360 kgf/mm² であり、これ以上の高強度化を図るため Mo や Ti 量を増加すると低応力破壊が発生して強度は逆に減少した。しかし、3.1 で示したように特殊加工熱処理後に冷間加工を行うと強靱性が向上し、強化元素量の増加による高強度化が可能となる。そこで、最も高い強度が得られた STMT 86 処理材について、次に強化元素量の影響を検討した。

Fig. 7 は、10Ni-18Co-12Mo-1Ti 鋼をベースとして Ti 量を増加したときの強度変化を示したものである。まず 10Ni-18Co-12Mo-1Ti 鋼の強度は、冷間加工度 0% の 335 kgf/mm² から加工度とともに上昇し 80% で約 380 kgf/mm² に達している。この上昇傾向は、Ti 量が 0.5 および 1% 増加してもほぼ同様である。また、Ti 量の 0.5% ずつの増加による強度上昇は約 10 kgf/mm² で、10Ni-18Co-12Mo-2Ti 鋼の 80% 加工

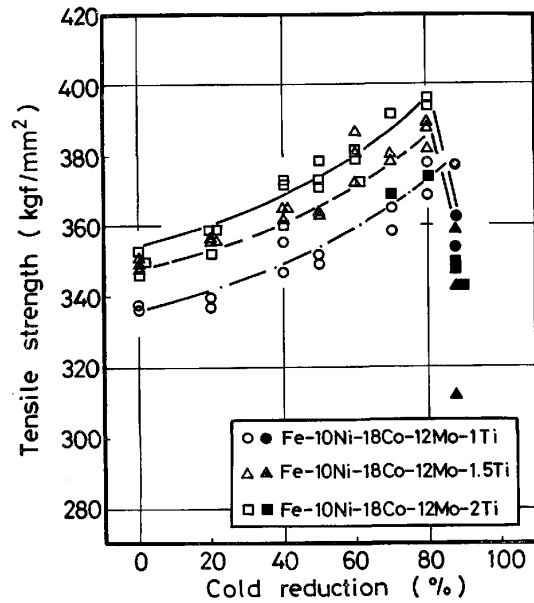


Fig. 7. Effects of cold reduction and increase of Ti contents on tensile strength of 10Ni-18Co-12Mo-1Ti steel hot rolled in the condition of STMT86 and aged at 500°C for 3 h.

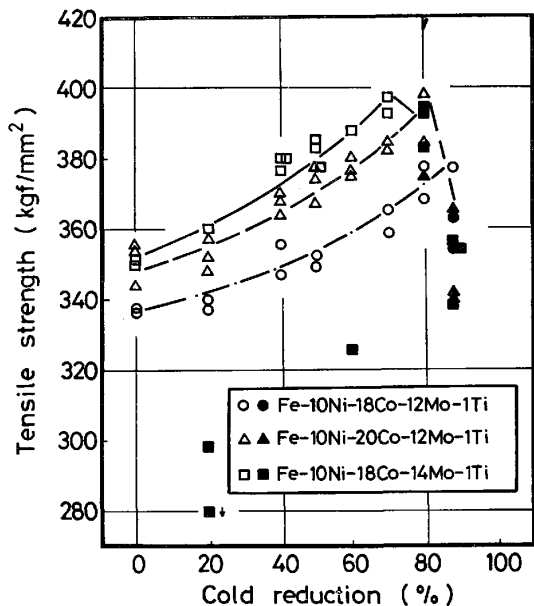


Fig. 8. Effects of cold reduction and increase of Co or Mo contents on tensile strength of 10Ni-18Co-12Mo-1Ti steel hot rolled in the condition of STMT86 and aged at 500°C for 3 h.

材で引張強さが最高の 397 kgf/mm² に達している。しかしながら、この 10Ni-18Co-12Mo-2Ti 鋼では加工度 70, 80% において一部低応力破壊を生じているものもみられ、本合金系において Ti 量を増加して強度を高めることができる限界添加量は 2% 程度と考えられる。

Fig. 8 は、Co と Mo をそれぞれ 2% 増加したときの引張強さの変化を示したものである。ベース材より

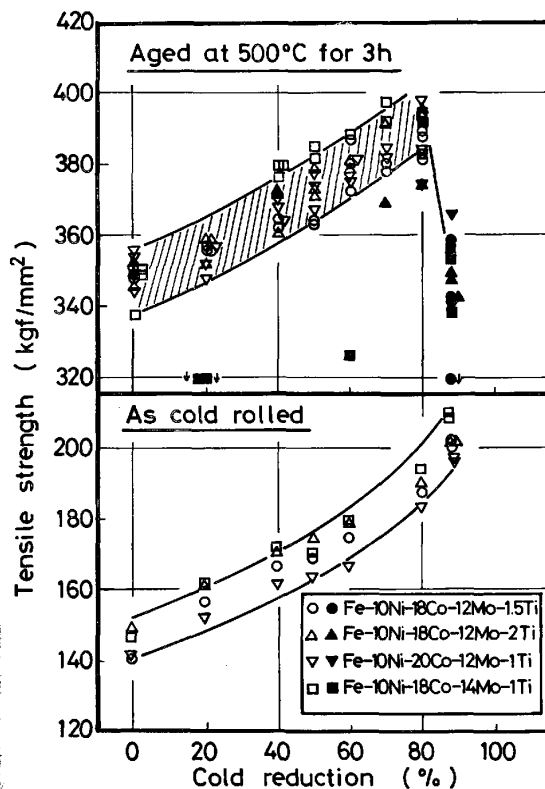


Fig. 9. Effect of cold reduction on tensile strength before and after aging for four steels hot rolled in the condition of STMT86.

Co 量を 2% 増加させると約 20 kgf/mm² 強度が上昇し、80% 加工材で 397 kgf/mm² の引張強さが得られた。しかし冷間加工度が 88% になると、Ti 量を増加させた鋼種と同様にすべて低応力破壊を起こしている。Mo 量を 2% 増加させた 10Ni-18Co-14Mo-1Ti 鋼では、冷間加工度にとまなり強度の上昇傾向が Ti や Co で強化した鋼種の場合より若干急になつている。そして 70% 加工材で 397 kgf/mm² に達しているが、80% 以上に加工度を増すと、低応力破壊を起こしている。また、この鋼種では 20, 60% の加工材でも低応力破壊を発生している試料があり、他の鋼種に比べ低応力破壊に対する感受性が高いものと思われる。

Fig. 9 は、10Ni-18Co-12Mo-1Ti 鋼に Ti, Co, Mo をそれぞれ増加させた 4 鋼種の STMT 86 材について、時効前後の引張強さの冷間加工による変化をまとめて示したものである。時効前の冷間圧延のままの状態では、引張強さは 0% の 140~150 kgf/mm² から加工度とともに上昇し、88% で 195~205 kgf/mm² に達している。これらを 500°C で 3 h 時効すると、4 鋼種間の強度幅は時効前の状態よりやや広がるものの、ハッチで示したように強度は時効前と同様に上昇し、10Ni-18Co-12Mo-2Ti, 10Ni-20Co-12Mo-1Ti, そして 10Ni-18Co-

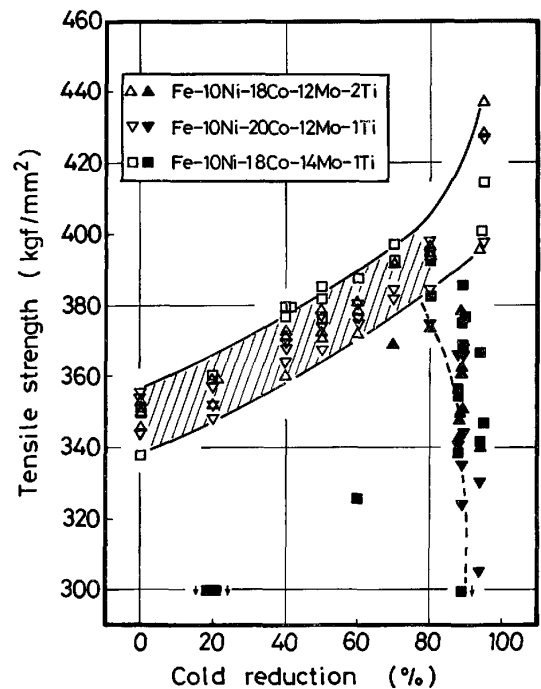


Fig. 10. Relationship between tensile strength and cold reduction for three steels hot rolled in the condition of STMT86 and aged at 500°C for 3 h.

14Mo-1Ti の 3 鋼種の最高強度がいずれも 397 kgf/mm² に達した。このことから、強化元素の強度上昇におよぼす影響は、1% の Ti と 2% の Co あるいは Mo がほぼ同程度であるといえよう。

このように、80% 加工材で 3 鋼種とも約 400 kgf/mm² の強度に達したが、加工度を 88% に増加するとすべて低応力破壊が発生した。しかし、高強度化に対し冷間加工度を 80% 以上に増すことは無意味なのだろうか。なぜなら、大沢ら⁵⁾は 210 kgf/mm² 級 18Ni マルエージ鋼に伸線加工を施し、最高 96% の加工度まで強度が上昇する結果を得ている。また、尹ら⁶⁾は 8Ni-20Co-14Mo 鋼に伸線加工で 98% の冷間加工度を与え、最高 438 kgf/mm² の引張強さを得たと報告している。そこで、STMT 86 の 88% 加工材にさらに冷間加工を加え、0.4 mm 厚までの薄板試験片を作製し、加工度 89, 94, 95% の結果を追加して Fig. 10 に示した。この図からも明らかなように、95% 加工材では 80% までのハッチの延長上よりもやや高目の値が得られ、最高 438 kgf/mm² の引張強さが得られた。しかし、加工度が 80% を超えると同一加工度で低応力破壊を生じる場合と生じない場合とが共存し、低応力破壊に対する感受性は明らかに高くなっている。

4. 結 言

前報¹⁾で、マルエージ鋼に熱間加工のみを利用した加

工熱処理を適用した場合、得られる最高強度は約 360 kgf/mm²であることを示した。本研究はさらに高強度化を図るため、その最高強度が得られた 10Ni-18Co-12Mo-1Ti 鋼と強化元素量をさらに増加した鋼種について、熱間加工+冷間加工+時効を組み合わせた加工熱処理を適用してマルエージ鋼の極限強度を追求したものである。得られた結果は次のとおりである。

(1) 10Ni-18Co-12Mo-1Ti 鋼と Ti, Co, Mo 量を増加した 5 鋼種について、熱間加工を 3 条件で行い、結晶粒径と粗大析出物の量の異なる組織に調整した。その後、冷間加工+時効の処理を施し高強度化を図った。いずれの組成や前組織の試料においても冷間加工により強靱性が改善され、加工度の増加にともなつて引張強さは上昇した。

(2) しかし、冷間加工前の組織が結晶粒が粗い場合、または粗大析出物が多い場合には冷間加工を施した際低応力破壊が発生しやすいことがわかった。したがつて、熱間加工は結晶粒の微細化と粗大析出物の生成抑制の両者を満たす条件下で行うべきことが示された。

(3) 結晶粒が微細で粗大析出物の少ない組織に調整された 10Ni-18Co-12Mo-2Ti, 10Ni-20Co-12Mo-1Ti, および 10Ni-18Co-14Mo-1Ti の 3 鋼種は冷間加工度 80% あるいは 70% 材で引張強さが約 400 kgf/mm²に達した。しかし、加工度が 88% に増加するといずれも低応力破壊が発生し、強度は逆に低下した。

(4) しかし、冷間加工度 95% の試料で最高 438 kgf/mm² の引張強さが得られた。この場合、同一処理材で低応力破壊が生じる試料も共存し、引張強さは大きなばらつきを示した。

(5) 以上の結果を総合的に判断すると、マルエージ鋼に冷間加工を加えた加工熱処理を適用すると冷間加工を用いなかつた場合に比べ引張強さを 40~70 kgf/mm² 高められる。しかし、冷間加工度が 80% を超えると低応力破壊に対する感受性が増加し、強度上昇は頭打ちになる傾向が認められた。

終わ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古林英一博士、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谷治治男氏に心より感謝いたします。

文 献

- 1) 宗木政一, 河部義邦, 高橋順次: 鉄と鋼, 69 (1983) 8, p. 983
- 2) 添野 浩, 田口和夫, 土屋正利: 鉄と鋼, 65 (1979) 6, p. 665
- 3) 萩原益夫, 河部義邦: 鉄と鋼, 66 (1980) 6, p. 667
- 4) 宗木政一, 河部義邦, 高橋順次: 鉄と鋼, 67 (1981) 13, S 1375
- 5) 大沢 恂, 萩原好敏, 中川 昭, 井上和政, 森井 惇雄, 小泉義明: 日本金属学会誌, 32 (1968) 1, p. 95
- 6) 尹 鐘大, 形浦安治, 須藤 一: 日本金属学会誌, 46 (1982) 11, p. 1068