

© 1983 ISIJ

350 kgf/mm² 級マルエージ鋼の特殊加工

論文

熱処理による高強度化

宗木 政一*・河部 義邦*²・高橋 順次*Strengthening of 350kgf/mm² Grade Maraging Steel through Special Thermomechanical Treatment

Seiichi MUNEKI, Yoshikuni KAWABE, and Junji TAKAHASHI

Synopsis :

When the conventional thermomechanical treatment (TMT) was applied to the 10Ni-18Co-14Mo maraging steel, the austenite grain was refined to below 10 μ but the precipitation in austenite could not be suppressed, thus resulting in the rather lower strength. This study has been conducted to achieve the nominal 350kgf/mm² tensile strength by optimizing the thermomechanical processing variables and by modifying the chemical composition of the steel. In order to obtain the microstructure with fine grain and no coarse precipitates formed in austenite, the special thermomechanical treatment (STMT) has been developed. STMT consisted of multipass rolling from the solution treatment temperature to 1 000°C, interrupting the rolling and air cooling to the temperature which is below the nose temperature of precipitation start curve and just above the recrystallization temperature, re-rolling quickly by sufficient amount of reduction, and quenching below room temperature. This interrupted rolling is essential to suppress the strain-induced precipitation. When STMT was applied to two steels, the nominal microstructure was not obtained for the 10Ni-18Co-14Mo steel but was successfully obtained for the 10Ni-18Co-12Mo-1Ti steel. It is, however, essential to choose the correct re-rolling temperature and to employ the adequate amount of reduction, and by optimizing these rolling conditions, the tensile strength of 363kgf/mm² was achieved in the 10Ni-18Co-12Mo-1Ti maraging steel.

1. 緒 言

著者らは、MIHALISIN ら¹⁾が提案した 8Ni-18Co-14-Mo 系統の組成の鋼に加工熱処理を適用して 350 kgf/mm² の公称強度の達成を目標とした研究²⁾を進めてきた。しかし、前報²⁾で示したように最高 340 kgf/mm² の引張強さしか得られず、その公称強度を達成することはできなかつた。その原因としては、本系合金は Mo が多量添加されているため連続圧延による加工熱処理中、歪によつて粗大析出物の生成が促進され時効硬化に必要な硬化要因元素量が低下し、さらにその粗大析出物が延性を低下させ低応力破壊を発生させたことが考えられる。また、前報²⁾で考察したように結晶粒の微細化が不十分なことにより低応力破壊が発生した可能性も考慮しなければならない。しかし、低応力破壊の発生を阻止して 350 kgf/mm² の引張強さを得るに必要な粒径は約 7 μ 以下と推定²⁾されたのに対し、この加工熱処理を

適用すると約 5 μ の微細粒組織が得られるので、結晶粒径の観点からは低応力破壊を阻止する最低条件は満たしていると考えられる。

そこで、本研究は結晶粒の微細化を損なわずに粗大析出物の生成を抑制する方策を検討し、高強度化を図つたものである。そのため、加工熱処理の圧延スケジュールに改善を加えるとともに、加工中の析出が起りにくい組成を選んだ。

一方、マルエージ鋼の強靱性は冷間加工によつて大きく改善⁵⁾⁶⁾されることが明らかにされている。本系合金においても MIHALISIN ら¹⁾と須藤ら⁷⁾の研究があり、冷間加工を組み合わせた処理を適用すれば 350 kgf/mm² の公称強度を得ることはさほど難しいことではないと思われる。しかしながら、著者らの最終目標は極限強度への挑戦であり、冷間加工は次の手段として温存し、冷間加工を加える前の段階で可能な限り強靱性の向上を図ろうとする意図から本研究を行つた。

昭和 57 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 57 年 8 月 16 日受付 (Received Aug. 16, 1982)

* 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%)

Steel	C	Si	Mn	P	S	Ni	Co	Mo	Ti	Al	Fe
10Ni-18Co-14Mo	0.003	0.008	0.010	<0.003	<0.005	10.16	17.33	14.07	0.17	0.052	Bal.
10Ni-18Co-12Mo-1Ti	0.005	0.007	0.010	0.006	<0.005	9.90	18.27	11.74	1.10	0.020	Bal.

2. 実験方法

2.1 供試材

前報³⁾で指摘したように、加工熱処理中に生じる析出物は主として Mo の金属間化合物である。そこで加工熱処理中の析出を抑制するため、10Ni-18Co-14Mo (以下 14Mo と略す) 鋼の Mo の一部を Ti で置換えしかも同じ Mo 当量⁸⁾とした 10Ni-18Co-12Mo-1Ti (以下 12Mo-1Ti と略す) 鋼を供試材に加えた。その化学組成を Table 1 に示した。これら 2 鋼種を真空高周波溶解により溶製し、そのインゴットを真空中 1200°C、24 h 均質化処理後、プレスおよび圧延で 30 mm 角棒として以下の処理に供した。

2.2 特殊加工熱処理

前報³⁾で示したように、14Mo 鋼に 1200°C から 800°C の温度範囲で 30 mm 角から 10 パスで 10 mm φ へ連続圧延する通常の加工熱処理 (以下 TMT と略す) を適用すると、1000°C 以下の 6 パスから粗大析出物の析出が始まり、さらに圧延を続けるとその量が増加する。また、無加工連続冷却状態でその析出挙動を調べた結果、析出開始曲線のノーズは約 950°C であることがわかった。そこで、加工中の析出を抑制するには 1000°C 以下での加工を避けることが望ましい。しかし、1000°C 以上で加工を終了したのでは結晶粒の微細化が十分に行われぬ。そこで、結晶粒が細かくしかも析出物の少ない組織を得るため、次のような特殊加工熱処理

(以下 STMT と略す) を考案した。Fig. 1 はその圧延スケジュールを示したものである。すなわち、試料を 1250°C に加熱した後 1200°C から圧延を開始し、1000°C に達した時点で圧延を中断して空冷する。そして、試料の温度が析出開始曲線のノーズ温度以下でしかも再結晶温度直上の温度に達したところで圧延を再開し、すばやく所定の加工度を加え、再結晶による結晶粒の微細化とオースフォームによる強度上昇を図るプロセスである。

そこで、まず圧延再開温度を 850°C と一定にして再圧延時の加工度の影響を調べた。その際、再圧延時の加工度は 0% (1000°C 以上の加工を含めた総加工度 71%)、52% (同 86%)、69% (同 91%) の 3 水準に変化させた。なお比較のために行つた TMT は、1200°C から 900°C の温度範囲を 30 mm 角から 8 パスで 11 mm 角へ連続圧延する圧延スケジュールを用い、総加工度は 86% である。

次に、圧延再開温度の影響も検討した。その際、STMT の再圧延時の加工度は 69% (総加工度 91%) と一定にして、圧延再開温度を 900、850、830°C の 3 水準に変化させた。これらの特殊加工熱処理において圧延中の温度測定は、放射高温計を用い試料がロールを通過後次のパスを通るまでの間に行い、圧延を中断し空冷している間も温度測定をしながら記録し、試料の温度が上述の圧延再開温度に達した時点で圧延を再開し、すばやく所定の加工度を加え、終了後直ちに水中に焼入れたので、圧延終了温度を測定することはできなかった。なお、この実験で比較のために行つた TMT は STMT の総加工度に揃えるため、1200°C から 800°C の温度範囲を 30 mm 角から 10 パスで 10 mm φ へ連続圧延する圧延スケジュールを用いた。

2.3 引張試験

引張試験には平行部直径 2.7 mm、標点間距離 16 mm の丸棒試験片を用いた。機械加工の際の旋盤傷を 03 のエメリー紙で除去した後、500°C で 3 h のソルトバス中時効処理を施し、付着した酸化皮膜を再びエメリー紙で除去した。引張試験は、真空中 200°C で 24 h の脱水素処理後、大気中で主として 10 mm/min の引張速度で行つた。なお、引張試験において破断時の衝撃で平行

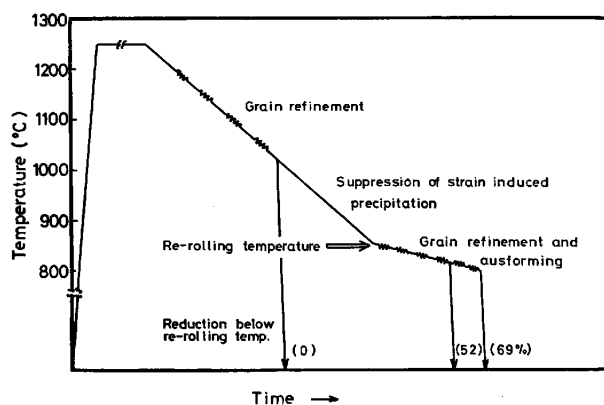


Fig. 1. Schematic time-temperature-deformation profile for STMT.

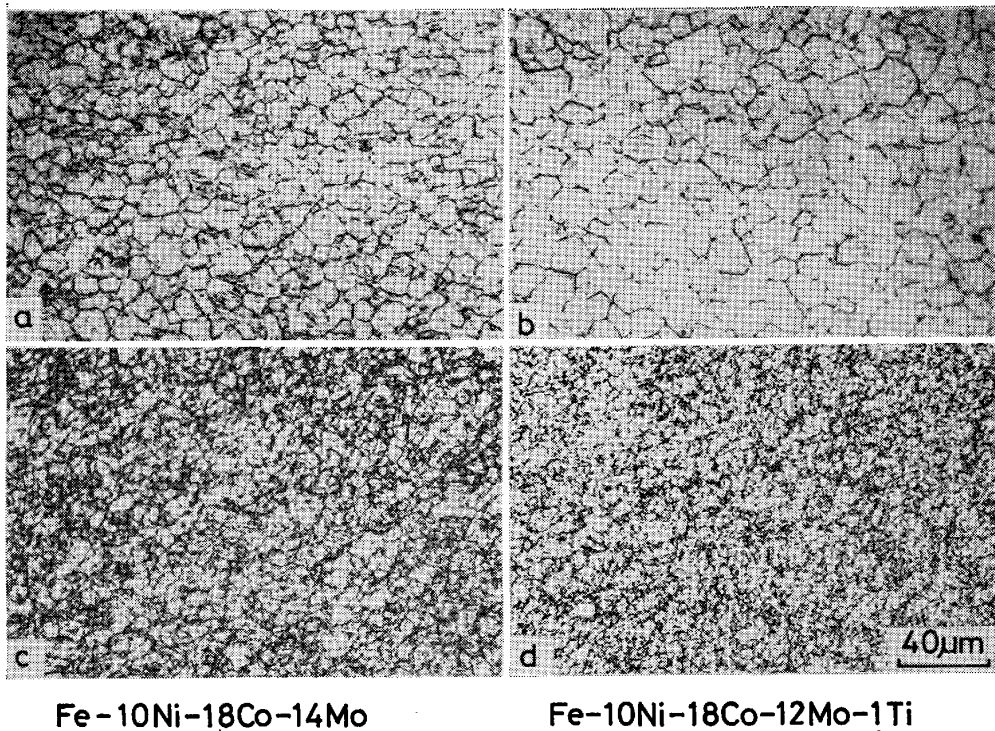


Photo. 1. Optical micrographs observed in two steels during STMT with (a, b) 0% reduction and (c, d) 52% reduction below 850°C.

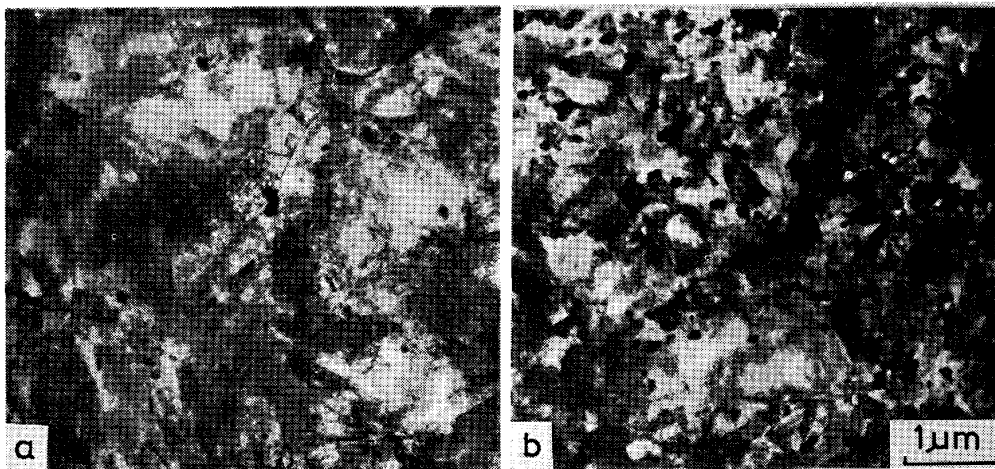


Photo. 2. Transmission electron micrographs observed in 10Ni-18Co-12Mo-1Ti steel after STMT with (a) 52% reduction and (b) 69% reduction below 850°C.

部が飛散する試料も現れ、絞りを測定することができなかつた。そこで、引張試験の荷重-変位曲線から標点間の伸びを求め、全伸びを算出して延性の目安とした。

3. 実験結果および考察

3.1 特殊加工熱処理による組織調整

Photo. 1 は、特殊加工熱処理における圧延再開温度が 850°C で、再圧延時の加工度が 0 および 52% の両鋼種の圧延方向に直角な断面の光学顕微鏡組織を示した

ものである。14 Mo 鋼の前オーステナイト結晶粒径は、再圧延時の加工度 0% の約 26 μ から 52% の 19 μ へとあまり微細化が進行していない。これに対し 12Mo-1Ti 鋼の場合は、0% の約 32 μ から 52% の 8 μ へと顕著な微細化が認められる。このように両鋼種間で結晶粒の微細化挙動に違いが生じたのは、圧延再開温度の 850°C が 14 Mo 鋼では再結晶温度以下に相当したのに対し、12Mo-1Ti 鋼では再結晶温度以上の温度に相当したためと思われる。

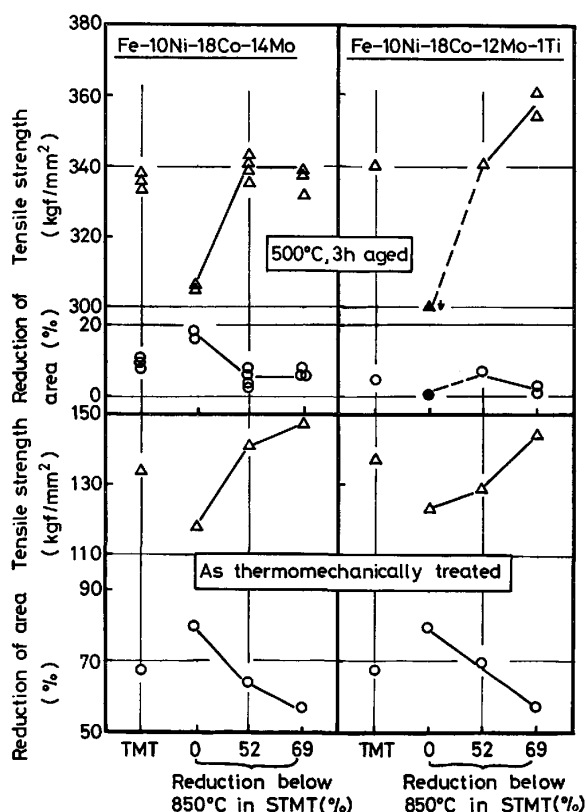


Fig. 2. The effects of thermomechanical processing on strength and ductility for two steels before and after aged conditions. Closed mark means an occurrence of the unstable fracture in a low stress level.

Photo. 2 は、12Mo-1Ti 鋼の透過電顕組織である。再圧延時の加工度が 52% の場合は粗大析出物は非常に少ないが、69% になると粗大析出物はやや増加し、圧延再開温度 850°C の STMT では析出を完全には抑制できないことがわかる。

Fig. 2 は、両鋼種の引張強さと絞りにおよぼす加工熱処理条件の影響を示したものである。まず加工熱処理のままの状態では、14 Mo 鋼は STMT の再圧延時の加工度が 0% から 52% にかけて引張強さが 118 kgf/mm² から 140 kgf/mm² へと急激に上昇し、52% から 69% にかけてはゆるやかに上昇して 146 kgf/mm² に達している。これに対して 12Mo-1Ti 鋼では、0% から 52% にかけては強度はあまり上昇せず、52% から 69% へかけて大きく上昇し 144 kgf/mm² に達している。このように、両鋼種間で強度の上昇挙動に違いが生じたのは、Photo. 1 で指摘したように 14 Mo 鋼と 12Mo-1Ti 鋼では再結晶温度が異なることに基因すると考えられる。すなわち、14 Mo 鋼では 12Mo-1Ti 鋼に比べて再結晶温度が高いため圧延再開温度の 850°C が再結晶温度以下に相当し、再圧延時の加工度が 52% の状態において

すでに再結晶温度以下での加工の影響を強く受けている。一方 12Mo-1Ti 鋼では、再圧延時の加工度が 52% では再結晶が生じ、加工度が 69% になると試料温度が低下するため再結晶温度以下でも加工が加えられる。すなわちオースフォームによつて強度が上昇したと考えられる。

次に 500°C, 3 h の時効処理を施すと、14 Mo 鋼では 0% の 305 kgf/mm² から 52% の 340 kgf/mm² へと引張強さは上昇するが、69% 加工材では 52% 加工材よりも強度はやや低下する傾向が認められる。一方 12Mo-1Ti 鋼では、0% 加工材では低応力破壊が生じているが、52% 加工材で 340 kgf/mm², 69% 加工材では 360 kgf/mm² に達している。

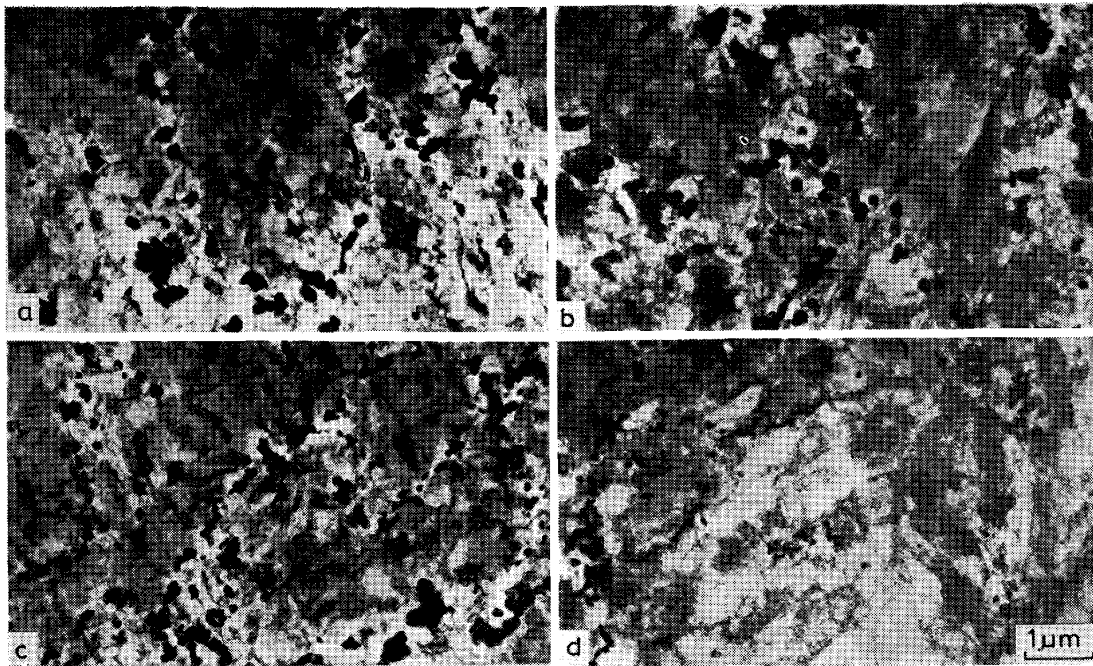
このように STMT を適用すると、12Mo-1Ti 鋼では細粒で析出物の少ない組織が得られ強度の上昇を図ることができたが、14 Mo 鋼では析出抑制の効果が十分ではなく、また結晶粒の微細化も不十分で強度の上昇を図ることができなかつた。そこで、結晶粒の微細化と析出抑制の両者を同時に満たす条件をさらに探索するため、再圧延時の加工度を 69% に揃えて圧延再開温度の影響を検討した。

3.2 特殊加工熱処理における圧延再開温度

Photo. 3 は、14 Mo 鋼の透過電顕組織を示したものである。TMT を施した場合は、粒界および粒内に多量の析出物が認められる。また、STMT を適用した場合も、圧延再開温度が 900°C, 850°C と高い場合は多量の析出物が認められ、830°C では析出物はかなり減少しているものの、14 Mo 鋼は全般的に加工熱処理中に析出が生じやすい鋼種であることがわかる。一方 12Mo-1Ti 鋼は、Photo. 4 に示すように、TMT を適用した場合は多量の析出物が認められるが、STMT ではかなり析出が抑制され、しかも圧延再開温度の低下にともない析出抑制の効果が顕著になる。

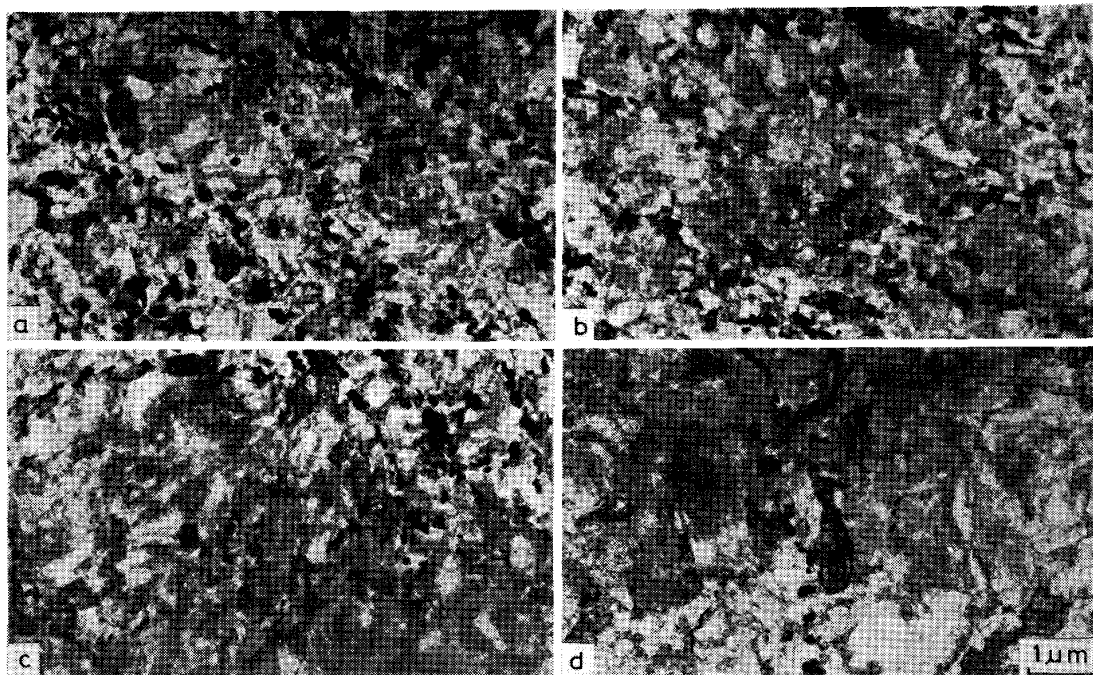
しかし、両鋼種ともまたいずれの処理条件の場合も析出を完全に抑制することはできないので、この程度の組織変化が強靱性に有意な影響を及ぼすか否かを明らかにしなければならない。しかし、単純に引張強さと延性を求めたのでは、この組織変化の影響を検出するのは難しいと思われる。そこで、大気中で引張速度を変えて試験し、遅れ破壊感受性を調べた。これは次のような意図による。一般に強靱性を損なう組織、例えば焼もどし脆性を起こした組織は遅れ破壊感受性を高めることが知られている⁹⁾¹⁰⁾ので、遅れ破壊感受性を比較すれば強靱性に及ぼす組織変化の影響を敏感に検出できる可能性がある。

Fig. 3 は、総加工度が 91% で本系合金に主として



a) after TMT, b) after STMT re-rolled at 900°C
 c) after STMT re-rolled at 850°C, d) after STMT re-rolled at 830°C

Photo. 3. Transmission electron micrographs of 10Ni-18Co-14Mo steel.



a) after TMT, b) after STMT re-rolled at 900°C
 c) after STMT re-rolled at 850°C, d) after STMT re-rolled at 830°C

Photo. 4. Transmission electron micrographs of 10Ni-18Co-12Mo-1Ti steel.

用いた引張速度 10 mm/min の試験結果である。14Mo 鋼の場合、引張強さは TMT と STMT でほとんど差はない。しかし、全伸びは TMT よりも STMT の方が高く、さらに STMT の圧延再開温度が低くなるほど

上昇する傾向が認められた。一方、12Mo-1Ti 鋼では TMT 材はすべて低応力破壊が生じ、STMT の 900°C 圧延再開材でも低応力破壊の生じやすい傾向が認められる。しかし、850°C や 830°C 圧延再開材では低応力破

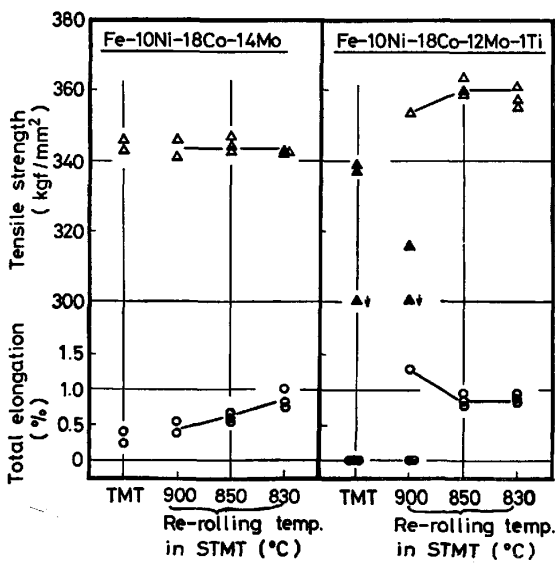


Fig. 3. The effects of thermomechanical processing variables on strength and ductility for two steels aged at 500°C for 3 h. (crosshead speed: 10 mm/min) Closed mark means an occurrence of the unstable fracture in a low stress level.

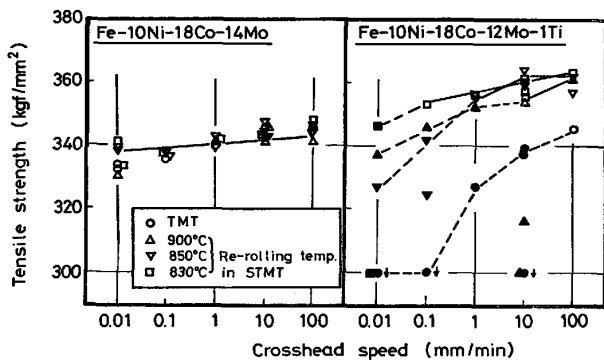


Fig. 4. The effects of crosshead speed during tensile test on strength for two steels variously thermomechanically treated and aged at 500°C for 3 h. Closed mark means an occurrence of the unstable fracture in a low stress level.

壊が起こらず、しかも強度は上昇し 360 kgf/mm² に達している。

このように、12Mo-1Ti 鋼では TMT 材に比べ STMT 材の方が明らかに強靱性が優れ、しかも STMT における圧延再開温度を高すぎないように設定すると優れた強靱性の得られることがわかる。これらの点をさらに明確にするため、Fig. 4 に引張強さの引張速度依存性を示した。14 Mo 鋼の引張強さは、引張速度を変えても、また加工熱処理の条件を変えてもほとんど変わらない。Photo. 3 で示したように、この鋼種でも STMT における圧延再開温度が 830°C の場合は粗大析出物の生成を抑制する効果が認められたが、引張強さを高める

効果を引き出すに至っていない。したがって、14 Mo 鋼では STMT を適用しても強度の上昇を図ることはできないと結論できよう。

一方、12Mo-1Ti 鋼の引張強さは引張速度とともに処理条件に強く依存する。まず、100 mm/min の引張速度の場合はいずれの処理条件下においても低応力破壊は発生していないが、TMT 材は STMT 材に比較して引張強さは約 15 kgf/mm² 低い。また、引張速度の低下とともに、いずれの処理材も低応力破壊が発生するが、低応力破壊の発生し始める引張速度は TMT 材の方が STMT 材よりも高速度側にあり、また STMT 材では圧延再開温度が高いものほど速くなる傾向が認められる。このことは、TMT 材、STMT 高温圧延再開材、STMT 低温圧延再開材の順に遅れ破壊感受性が高いことを意味している。そして、この傾向は Photo. 4 に示した粗大析出物の析出状況と良く対応している。したがって 12Mo-1Ti 鋼の上記傾向は、TMT 材に比べ STMT 材の方が時効硬化に寄与する析出物の容積率が高く、また延性を劣化させる粗大析出物の容積率が低いことに基因するといえよう。そして、12Mo-1Ti 鋼は STMT を適用して高強度化を図ることはできるが、そのためには圧延再開温度を適切に選択することが不可欠である。

上記のように 12Mo-1Ti 鋼の強靱性は、加工熱処理の処理条件に極めて敏感であることが示されたが、この点を説明するため Fig. 5 に模式図を示した。まず、TMT を行くと圧延スケジュールの後半が析出開始曲線の内側に入り込み粒界および粒内に多量の析出物が生じ、脆化を促進する。次に STMT の場合は、圧延再開

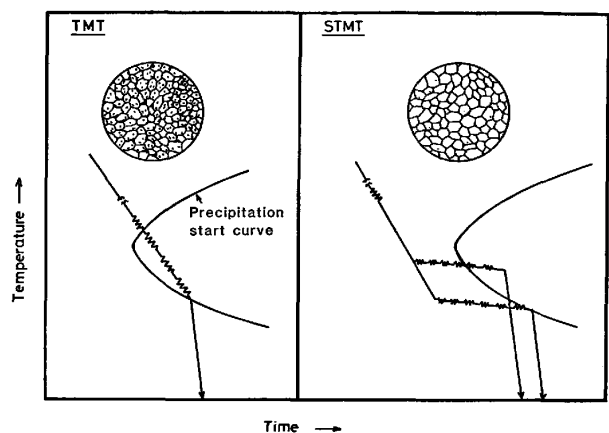


Fig. 5. Schematic illustration of interaction between rolling schedule and precipitation behavior in both TMT and STMT and the resulting microstructure.

温度が 900°C のように高い場合は、TMT と同様に圧延スケジュールの後半が析出開始曲線の内側に入り込んで多量の析出物を生じる。ところが、圧延再開温度を低くすると最終パス、あるいは急冷する直前で析出開始曲線にかかるにすぎないので、析出が抑制され高強度が得られたものと考えられる。しかし、圧延再開温度が低すぎると再結晶が起こらず、結晶粒の微細化を図ることができなくなる。この限界温度を把握するため、圧延再開温度 800°C の実験も行った。しかし、圧延機容量の制限から圧延を行うことができず断定はできないが、結晶粒径の観察結果から本実験で行った 830°C 程度が 12 Mo-1Ti 鋼で目標組織が得られる限界であろう。

4. 結 言

前報までの研究で、MIHALISIN らが提案した 8Ni-18Co-14Mo 系の組成の鋼種に連続圧延型の加工熱処理を適用したのでは 350 kgf/mm² の公称強度が得られないこと、そしてその主因は加工熱処理中に粗大析出物の生成を阻止できないことによることを明らかにした。そこで、本研究は結晶粒の微細化を損なわずに粗大析出物の少ない組織に調整して高強度化を図るため、加工熱処理プロセスに改善を加えるとともに、析出が起こりにくい組成を選んで検討を加えた。得られた結果は次のとおりである。

(1) 本系合金のように Mo 量が多く加工熱処理中析出が生じやすい鋼に対して、結晶粒の微細化を損なわずに粗大析出物の生成を抑制するため、次の特殊加工熱処理法を考案した。この特殊加工熱処理は、連続圧延による通常の加工熱処理とは異なり、加工歪みによつて析出が最も促進されやすい温度区間での加工を中断して空冷し、その後析出開始曲線のノーズ温度以下でしかも再結晶温度直上の温度に達した時点で加工を再開し、すばやく所定の加工度を加える処理である。

(2) この処理を 10Ni-18Co-14Mo 鋼に適用しても目標組織が得られない。これは、加工熱処理中 Mo を含む金属間化合物の析出速度が速く、また再結晶温度が

高いため、析出抑制と結晶粒の微細化を両立させることができないからである。

(3) それに対して 10Ni-18Co-12Mo-1Ti 鋼では、特殊加工熱処理の適用により目標の組織が得られたが、そのためには処理条件を正確に制御しなければならない。そして、本合金の組織が処理条件に敏感なのは、特殊加工熱処理中に析出が生じるか否かの限界組成であることに基因することを示した。

(4) 本実験で明らかにされた特殊加工熱処理の最適条件は、1250°C で溶体化処理後 1000°C までの温度区間では圧延を行い、その後圧延を中断して空冷した後、850~830°C で圧延を再開し、すばやく約 70% の加工度を加える処理である。

(5) そして、上記条件の特殊加工熱処理を両鋼種に適用した結果、10Ni-18Co-14Mo 鋼では 340 kgf/mm² の引張強さしか得られないのに対し、10Ni-18Co-12Mo-1Ti 鋼では 363 kgf/mm² の強度が得られた。

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内山郁博士、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) J. R. MIHALISIN and C. G. BIEBER: J. Met. (1966) Sept., p. 1033
- 2) 宗木政一, 河部義邦: 鉄と鋼, 66 (1980), p. 1177
- 3) 宗木政一, 河部義邦, 高橋順次: 鉄と鋼, 68 (1982), p. 1008
- 4) 河部義邦: 熱処理, 21 (1981), p. 324
- 5) 添野 浩, 田口和夫, 土屋正利: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 665
- 6) 萩原益夫, 河部義邦: 鉄と鋼, 66 (1980), p. 667
- 7) 須藤 一, 尹 鐘大: 日本金属学会誌, 45 (1981), p. 641
- 8) 宗木政一, 河部義邦, 中沢興三, 谷治治男: 鉄と鋼, 64 (1978), p. 605
- 9) 中里福和, 寺崎富久長: 鉄と鋼, 61 (1975), p. 841
- 10) 亀田 純: 日本金属学会会報, 19 (1980) 8, p. 595