

245 kg/mm² 級マルエージ鋼の引張性質の歪み速度感受性に及ぼすオーステナイト結晶粒度および時効前における冷間圧延の影響*

黒田 哲郎**・添野 浩***

Effect of Austenitic Grain Size and Cold Rolling Prior to Aging on Strain Rate Sensitivity of Tensile Properties of 245 kg/mm² Grade Maraging Steel

Tetsurō KURODA and Kō SOENO

Synopsis:

An investigation has been made to clarify the effects of austenitic grain size and cold rolling prior to aging on the strain rate sensitivity in the tensile properties of a 245 kg/mm² grade maraging steel. Austenitic grain size numbers were varied from ASTM NO. 4 to NO. 12. The temperature range in aging was from 475°C to 525°C. For the purpose of clarifying the effect of cold rolling on the strain rate sensitivity in tensile properties, fine grained (ASTM NO. 11~12) plates and coarse grained (ASTM NO. 4~5) plates were cold rolled to 60% reduction in thickness and then aged at 475°C and 500°C. The cross head speeds in a tensile test were 1 mm/min and 0.005 mm/min.

In aged specimens, it is found that the strain rate sensitivity in elongation is increased with increasing their austenitic grain size. This fact is considered to be due to the enhancement of stress concentrations piled up at grain boundaries in coarse grained specimens in plastic deformation.

In cold rolled and aged specimens whose initial grain size is fine (ASTM NO. 11~12), its strain rate sensitivity in elongation is higher than that of specimens with the same grain size aged without cold rolling. On the other hand, in cold rolled and aged specimens whose initial grain size is coarse (ASTM NO. 4~5), its strain rate sensitivity in elongation is lower than that of specimens with the same grain size aged without cold rolling.

1. 緒 言

210 kg/mm² 級および 245 kg/mm² 級¹⁾²⁾, 280 kg/mm² 級マルエージ鋼³⁾などについて、引張性質の歪み速度感受性と時効条件との関係を検討し、基質と整合した微細析出相が主として形成される時効条件、すなわち一般には比較的低温で短時間時効した試料において引張性質の歪み速度感受性が顕著で、低歪み速度の引張りで延性が低減することを報告した。さらに析出硬化元素を多量に含有する 280 kg/mm² 級マルエージ鋼の場合、析出相の成長による強度減少(過時効)もすすみやすく³⁾⁴⁾、過時効試料においても低歪み速度の引張りで延性の顕著な減少が認められた³⁾。

以上のような引張性質の歪み速度感受性は、引張変形の際に形成される応力集中領域に、含有水素が拡散してクラックの発生を容易にするためと考えられ²⁾³⁾、水素脆性の特徴が認められることも明らかにした⁵⁾。既報^{1)~3)5)}では引張変形における応力集中の形成に時効組織が顕著に影響することを指摘し、時効条件の調整によつて引張性質の歪み速度感受性は低減できることを明らかにしたが、時効組織以外の金属組織的因子、例えばオーステナイト粒度や時効前の冷間加工などの影響については明らかにしなかつた。そこで本報告では、比較的広範囲の時効条件(温度と時間)にわたり、歪み速度に敏感な引張性質を示す 245 kg/mm² 級マルエージ鋼について、オーステナイト粒度を変え、またこれらを冷間圧延

* 昭和 54 年 10 月 12 日受付 (Received Oct. 12, 1979)

** (株)日立製作所日立研究所 (Hitachi Research Laboratory, Hitachi Ltd., 3-1-1 Saiwai-cho Hitachi 317)

*** (株)日立製作所日立研究所 工博 (Hitachi Research Laboratory, Hitachi Ltd.)

し、いずれも時効後の引張性質の歪み速度感受性を測定してオーステナイト粒度および時効前における冷間加工などの影響について検討した結果を報告する。

2. 実験方法

本実験に用いた 245 kg/mm² 級マルエージ鋼の化学組成を Table 1 に示す。既報¹⁾²⁾⁵⁾ で用いた試料と同一のものである。10 mm² のビレット材を冷間圧延と焼なまし (900°C, 1 h) をくり返して 2 mm² にし、950°C で 3 h の焼なましを行った。焼なまし後に 2 mm²→0.5 mm² に冷間圧延して、圧延板の圧延方向から Fig. 1 の引張試験片を打ち抜いた。試料のオーステナイト粒度は、引張試験片をそれぞれ 800°C, 900°C および 1000°C で 1 h 溶体化して水冷することで調整した。800°C, 900°C および 1000°C 溶体化材のオーステナイト粒度はそれぞれ ASTM No. 11~12, No. 8~9 および No. 4~5 であった。

時効前における冷間加工の影響を検討する試料は次の方法で作った。すなわち 950°C で 3 h 焼なましした 2 mm² の板を 1.25 mm² に冷間圧延して 800°C・1 h 溶体化→水冷 (オーステナイト粒度: ASTM No. 11~12) および 1000°C・1 h 溶体化→水冷 (オーステナイト粒度: ASTM No. 4~5) し、いずれも 1.25 mm²→0.5 mm² (加工度: 60%) に冷間圧延し、圧延板の圧延および直角方向から Fig. 1 の引張試験片を打ち抜いた。

時効処理は、475°C, 500°C および 525°C で行い、1000 min までの時効は引張試験片を塩浴炉中で加熱し、1000 min を越える長時間時効の場合には、塩浴炉で 1000 min 時効後に試料をアルゴン雰囲気炉に移して時効を続行した。引張試験片はクロスヘッド (Cross-head) の速度を 1 mm/min (歪み速度: $\dot{\epsilon} = 15.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) および 0.005 mm/min ($\dot{\epsilon} = 7.5 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$) に設定して行い、得られた荷重-伸び曲線から引張強さと伸びを求め

Table 1. Chemical composition of the 245 kg/mm² grade maraging steel investigated (wt%).

245-E	Ni	Co	Mo	Ti	Al	C	Si	Mn	P	S
	17.50	12.80	4.00	1.70	0.08	0.004	0.05	0.03	0.005	0.005

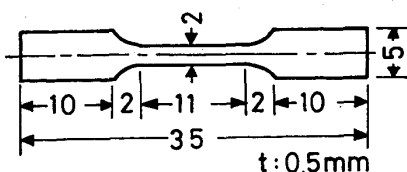


Fig. 1. Tensile test specimen.

た。なお引張試験は室温で行った。

3. 実験結果および検討

3-1 オーステナイト結晶粒度の影響

既報¹⁾²⁾において 815°C で溶体化し、オーステナイト粒度が ASTM No. 10.5~11.5 の試料を 475°C で時効すると、350 min までの時効試料の引張性質は歪み速度感受性が高く、低歪み速度の引張りで延性が顕著に減少するが、500 min 以上の時効試料では 0.005~1 mm/min の範囲の引張りで、一定の延性を示すことを明らかにした。

Fig. 2 および Fig. 3* は、それぞれ 900°C および 1000°C で溶体化後に 475°C で時効した試料を 1 mm/min および 0.005 mm/min で引張った結果を示す。1 mm/min の引張りについてみると、いずれの場合も初期時効試料で顕著な早期脆性破断がみられるが、250 min 以上の時効試料では均一伸びの後に局部伸びをとるもの

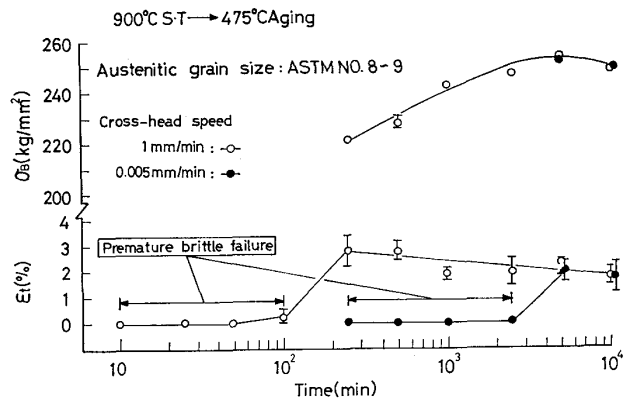


Fig. 2. Tensile properties of the 245-E maraging steel solution treated at 900°C and aged at 475°C for various times.

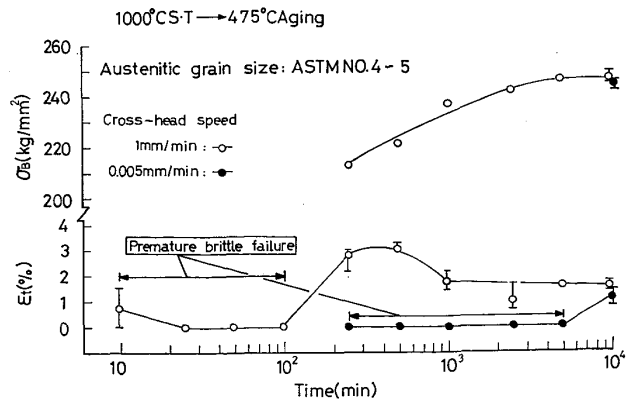


Fig. 3. Tensile properties of the 245-E maraging steel solution treated at 1000°C and aged at 475°C for various times.

* 本報告では同一時効条件で3本の引張試験片を引張り、引張強さと全伸びの平均値とばらつきの範囲を示した。

延性破断を示すようになる。

0.005 mm/min の引張りでは 900°C 溶体化材の場合 (Fig. 2), 2 500 min までの時効試料に早期脆性破断がみられるが, 5 000 min および 10 000 min 時効試料になると延性破断になり, 0.005 mm/min と 1 mm/min の引張りではほぼ等しい伸びを示すようになる。一方, オーステナイト結晶粒が著しく粗大な 1 000°C 溶体化材の場合 (Fig. 3), 5 000 min までの時効試料はすべて早期脆性破断になり, 10 000 min 時効試料において延性の歪み速度感受性が低減するようになるが, 0.005 mm/min の引張りではなお均一伸びの途中で破断する試料もみられ, 伸びの平均値は 1 mm/min の引張りの場合に比較して小さいとしてよい。既報¹⁾ および本報の Fig. 2~3 から明らかなように, 475°C で時効した試料において引張性質に歪み速度感受性がみられなくなる時効時間は, オーステナイト結晶粒が粗大化するほど長時間側に移行することがわかる。

既報¹⁾において 815°C で溶体化後 (オーステナイト粒度: ASTM No. 10.5~11.5) に 500°C で時効した場合, 約 60~70 min 以上時効した試料において 0.005 ~1 mm/min の引張りで延性の歪み速度感受性がなくなること指摘した。Fig. 4 および Fig. 5 は, 900°C および 1 000°C 溶体化後に 500°C で時効した試料の引張性質を示す。900°C 溶体化材では 250 min 以上時効する

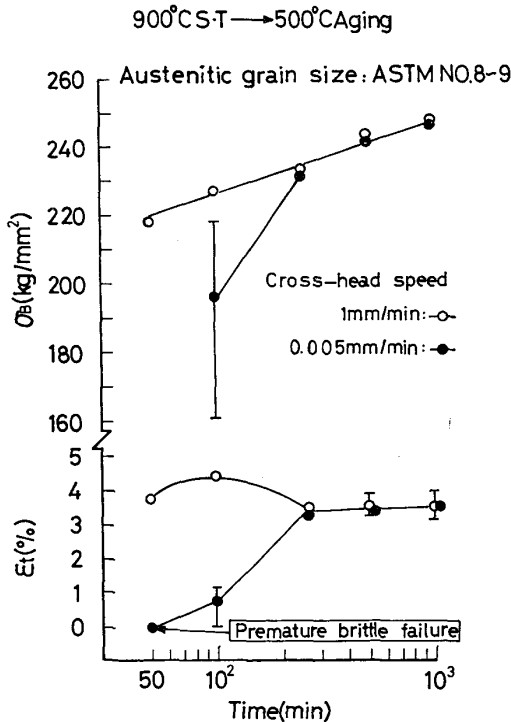


Fig. 4. Tensile properties of the 245-E maraging steel solution treated at 900°C and aged at 500°C for various times.

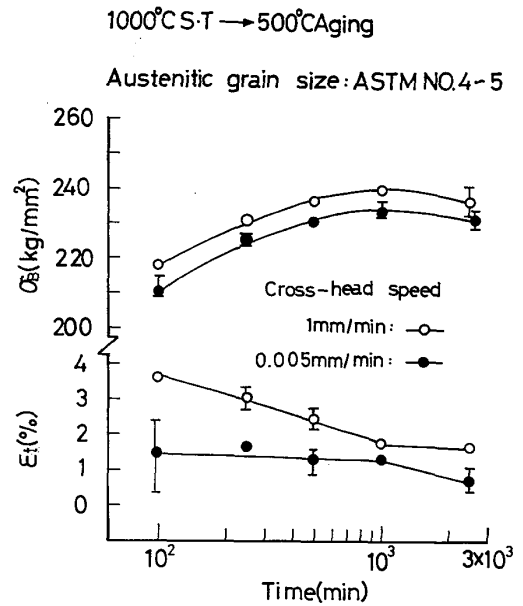


Fig. 5. Tensile properties of the 245-E maraging steel solution treated at 1000°C and aged at 500°C for various times.

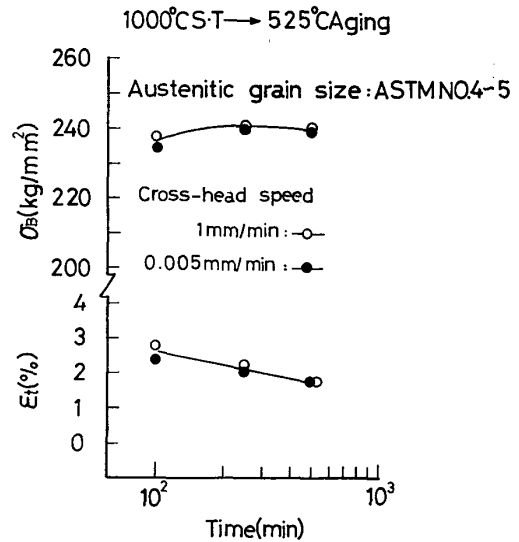


Fig. 6. Tensile properties of the 245-E maraging steel solution treated at 1000°C and aged at 525°C for various times.

と延性の歪み速度感受性が認められなくなる。一方, 1 000°C 溶体化材では, 2 500 min まで時効した試料において検討したが, 0.005 mm/min の引張りで得られる伸びは 1 mm/min の引張りの場合に比較して小さく, 延性の歪み速度感受性はなお消失していない。1 000°C 溶体化材の場合, 500°C で 2 500 min 時効してもなお延性の歪み速度感受性がみられたので, 525°C についても検討した。結果を Fig. 6 に示すが, 525°C で 100~500 min 時効した試料に関する限り引張性質に歪み速度感受性がみられなかった。なお Fig. 2~6 などにおける時効

条件は、既に報告¹⁾²⁾した時効にともなう比抵抗減少の測定結果から、いずれも逆変態 γ 相の生成開始を示す時効時間より短時間側の時効に相当しているので、Fig. 2~6などで長時間の時効後に強度減少が認められる場合もあるが、これは析出相の生長による過時効のためと考えてよい。

既報²⁾³⁾⁵⁾で指摘したように、AlおよびCu系の析出硬化型合金を対象とした多数の研究⁶⁾および最近のマルエージ鋼に関する研究^{7)~11)}などから、微細な整合析出相が形成されている比較的初期の時効試料においては、転位が析出相を剪断して運動することができ、すべり帯の分布は不均一と考えてよい。さらに交さすべりもおこりにくく⁹⁾、このため粒界に転位の集積による応力集中が形成しやすいと推定される^{7)~9)}。このような応力集中領域に含有される微量の水素が拡散してクラックを発生させるために低歪み速度の引張りで延性が低減すると考えられ²⁾³⁾、水素脆性の特徴が認められることも明らかにした⁵⁾。既報²⁾³⁾⁵⁾で詳しく述べたように、時効時間を長くし、あるいは時効温度を上昇させると、析出相の成長および半整合析出相の形成などにより、単純引張りにおいてすべり帯が不均一に分布する傾向も漸次低減し、これともない粒界に大きい応力集中が形成される傾向も低減して延性の歪み速度感受性が認められなくなると考えられる。しかし転位の集積による粒界における応力集中の大きさは、粒径を d とすると、ほぼ \sqrt{d} に比例するとみられるので、同一時効条件の試料でもオーステナイト結晶粒が大きい試料ほど、粒界に大きい応力集中が形成される傾向があると考えられる。このような理由により、延性の歪み速度感受性を除去するために、オーステナイト結晶粒が粗大な試料ほど、一定温度で長時間の時効あるいは時効温度を上昇させる必要があると考えられる。

3.2 時効前における冷間圧延の影響

Fig. 7およびFig. 8は、それぞれ800°Cおよび1000°C溶体化後に60%冷間圧延して475°Cで時効した試料の引張性質を示す。Fig. 7から、圧延および直角方向は2500min以上の時効で延性に歪み速度の影響が認められなくなる。既報¹⁾²⁾では815°C溶体化材を475°Cで時効すると、500min以上の時効で延性に歪み速度の影響が認められなくなることを示した。本報で用いた試料のオーステナイト粒度は、ASTM No. 11~12で、既報¹⁾²⁾の815°C溶体化材のオーステナイト粒度(ASTM No. 10.5~11.5)に比較して微細である。したがって、800°C溶体化材を475°Cで時効すれば、既報¹⁾²⁾の結果から推定して約500min以上の時効で延性

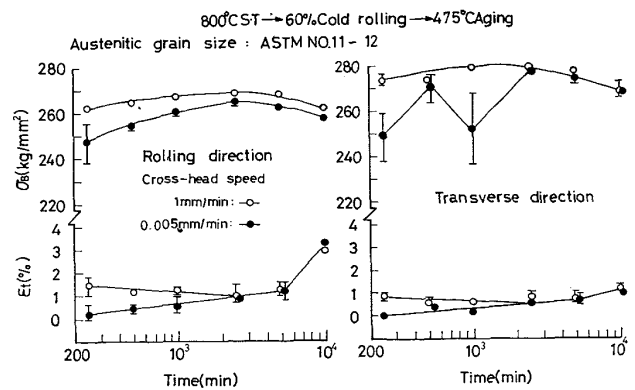


Fig. 7. Tensile properties of the 245-E maraging steel solution treated at 800°C, cold rolled to 60% reduction in thickness and aged at 475°C for various times.

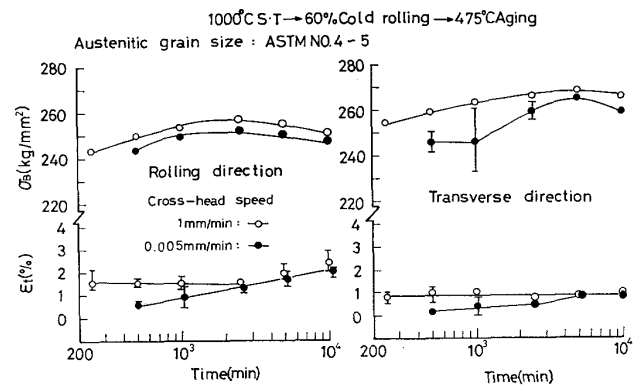


Fig. 8. Tensile properties of the 245-E maraging steel solution treated at 1000°C, cold rolled to 60% reduction in thickness and aged at 475°C for various times.

の歪み速度感受性が消失すると考えられる。Fig. 7の結果は800°C溶体化→60%冷間圧延→475°C時効において、延性が歪み速度に依存なくなる時効時間が800°C溶体化→475°C時効の場合に比較して長時間側に移行することを示している。この理由は60%冷間圧延後に時効すると800°C溶体化→475°C時効の場合に比較して特に比較的短時間時効後の強度レベルが増加して延性が低減するためと考えられる。なおFig. 7から明らかのように、圧延および直角方向とも2500min以上の時効によりわずかながら強度が減少し、延性が増加するようになるが、このような時効段階になると延性が歪み速度に依存しなくなる。

1000°Cの溶体化材を60%冷間圧延後に時効したFig. 8によると、圧延方向は2500min以上、直角方向は5000min以上の時効で、延性に歪み速度感受性がみられなくなり、Fig. 3との比較から明らかのように、1000°C溶体化→60%冷間圧延→475°C時効により引

張性質が歪み速度に依存しなくなる時効時間が 1000°C 溶体化→475°C 時効に比較して短時間側に移行すること

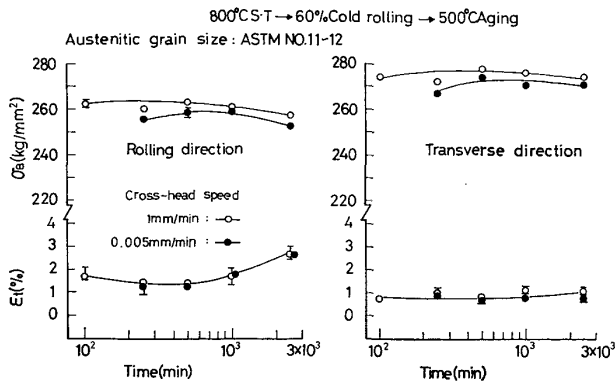


Fig. 9. Tensile properties of the 245-E maraging steel solution treated at 800°C, cold rolled to 60% reduction in thickness and aged at 500°C for various times.

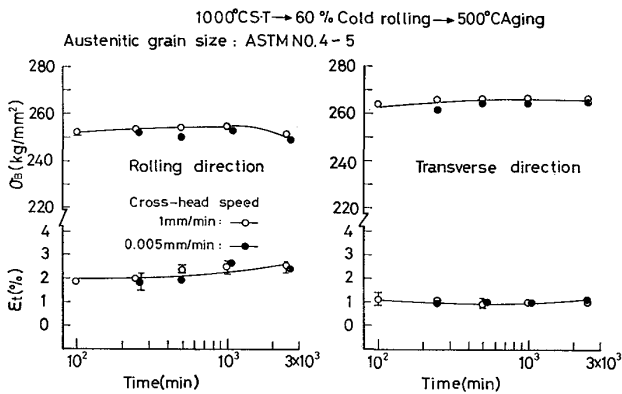


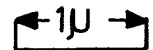
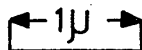
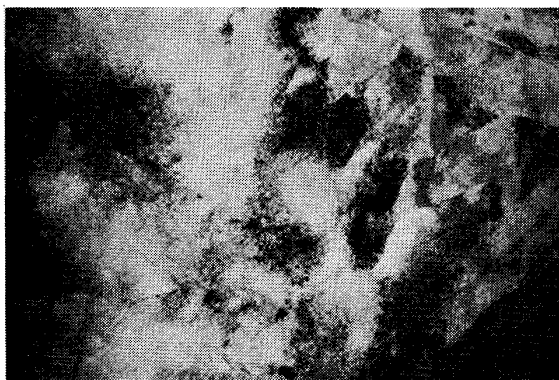
Fig. 10. Tensile properties of the 245-E maraging steel solution treated at 1000°C, cold rolled to 60% reduction in thickness and aged at 500°C for various times.

がわかる。この理由については後述する。

Fig. 9 および Fig. 10 は、それぞれ 800°C および 1000°C で溶体化後に 60% 冷間圧延して 500°C で時効した試料の引張性質を示す。いずれの場合も 250 min 以上の時効試料に関する限り、延性に歪み速度感受性が認められない。とくに Fig. 10 と Fig. 5 との比較から、1000°C 溶体化→60% 冷間圧延→500°C 時効により、引張性質が歪み速度に依存しなくなる時効時間が 1000°C 溶体化→500°C 時効の場合に比較して著しく短時間側に移行している。この理由は次のように考えられる。すなわち、Photo. 1 に電子顕微鏡による透過観察の一例を示すが、とくに 60% 冷間圧延後に時効した試料にはセル組織の存在が顕著である。粗大なオーステナイト結晶粒の試料を 60% 冷間圧延後に時効すると、セル組織の形成がオーステナイト結晶粒を分割するような役割をし、結果としてオーステナイト結晶粒が微細化されて、時効によつて比較的容易に引張性質の歪み速度感受性を除去することができると考えられる。

4. 総 括

(1) オーステナイト粒度 No. 8~9 および No. 4~5 の 245 kg/mm² 級マルエージ鋼を 475°, 500° および 525°C で等温時効し、延性の歪み速度感受性と時効時間および時効温度との関係を検討した。これらの結果および既報¹⁾²⁾ のオーステナイト結晶粒度 No. 10.5~11.5 の試料についての結果を総合すると、低歪み速度の引張りにおいて延性の減少がおこらないようにするには、オーステナイト結晶粒が粗大な試料ほど一定の時効温度では長時間の時効を要しあるいは時効温度を上昇させる必



1000°C, 1 h
↓
475°C-2500 min Aging

1000°C, 1 h
↓
60% Cold rolling
↓
475°C-2500 min Aging

Photo. 1. Transmission electron micrographs of the 245-E maraging steel.

要がある。例えばオーステナイト結晶粒度 No. 4~5 の試料を 500°C で 2 500 min まで時効しても、なお低歪み速度の引張りで延性の減少が認められるが、525°C 時効の場合、実験した 100~500 min 時効試料のいずれにおいても延性の歪み速度感受性は認められなかった。

(2) オーステナイト結晶粒度 No. 11~12 および No. 4~5 の試料を 60% 冷間圧延後に 475° および 500°C で等温時効し、延性の歪み速度感受性を検討した。延性の歪み速度感受性を除去するために要する時効時間は、微細オーステナイト粒試料を冷間加工後に時効する場合には、溶体化材を直接時効する場合よりも長時間側にずれ、また粗大オーステナイト粒試料を冷間加工後に時効する場合には、それと逆の傾向になる。

以上の研究を行うにあたり、熱心に実験に従事された橋本健一氏に深甚なる謝意を表す。

文 献

- 1) 添野 浩, 黒田哲郎, 田口和夫: 鉄と鋼, 64 (1978), p. 1056
- 2) K. SOENO, T. KURODA, and K. TAGUCHI: Trans. ISIJ, 19 (1979), p. 484
- 3) 添野 浩, 田口和夫, 土屋正利: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 665
- 4) 添野 浩, 近崎充夫, 土屋正利: 鉄と鋼, 63 (1979), p. 505
- 5) 添野 浩, 田口和夫: 鉄と鋼 (投稿中)
- 6) A. KELLY and R. B. NICHOLSON: Precipitation Hardening, Progress in Material Sci., 10 (1963), p. 148
- 7) 安中 嵩, 荒木 透: 日本金属学会誌, 36 (1972), p. 1202
- 8) 安中 嵩, 荒木 透: 日本金属学会誌, 38 (1974), p. 877
- 9) 河部義邦, 金尾正雄, 宗木政一: 鉄と鋼, 59 (1973), p. 1388
- 10) 河部義邦, 金尾正雄, 中沢興三, 宗木政一: 鉄と鋼, 60 (1974), p. 269
- 11) 河部義邦, 中沢興二, 金尾正雄, 宗木政一: 鉄と鋼, 60 (1974), p. 1613

1) 添野 浩, 黒田哲郎, 田口和夫: 鉄と鋼, 64