

高硬度高強度高靱性過共析鋼の靱性への 焼戻し温度の影響

Effects of annealing temperatures on toughness of
high hard - high strong – high tough hypoeutectoid steel

南埜 宜俊*¹ 萩原 幸司*² 相原 巧*³ 平岡 和彦*⁴ 藤松 威史*⁴
杉本 隼之*⁴ 宮部 一夫*⁵ 浜坂 直治*⁵ 山本 幸治*⁵

Yoritoshi MINAMINO, Koji HAGIHARA, Takumi AIHARA, Kazuhiko HIRAOKA, Takeshi FUJIMATSU,
Toshiyuki SUGIMOTO, Kazuo MIYABE, Naoji HAMASAKA, Koji YAMAMOTO

Synopsis: Hypoeutectoid Fe-0.7C-0.2Mn-2Cr-0.25V steel developed by the authors has high toughness of about 200 J/cm² even at high hardness of 60HRC by using GBA or FM heat treatment. The magnitude of tempering brittleness of this steel was disclosed by Charpy impact test with 10RC notch specimens and 2U notch ones tempered at 200°C to 650°C. The slight degradation of impact values was observed in temperings between 350°C and 400°C. The impact values of GBA specimen tempered at 350°C and FM one at 400°C are both 182 J/cm². The impact values were restored to 367 J/cm² and to 289 J/cm² at 650°C by tempering at higher temperatures above 400°C for GBA and FM heat treatments respectively. On the other hand, the impact values by 2U notch increase monotonously with tempering temperature and there is no tempering brittleness.

Key words: Hypoeutectoid steel; high hardness; high strength; high toughness; Fe-0.7C-0.2Mn-2Cr-0.25V steel; tempering brittleness

1. 緒言

高硬度高強度でありながら従来の常識を覆す高靱性をもつ特殊鋼の開発により、部品の小型軽量化・耐摩耗性の向上・長寿命化・レアメタル代替化などが推進され、ライフサイクルアセスメント評価の飛躍的な改善により省エネ・CO₂排出削減・環境改善などが大きく進展する。さらに生産プロセス・リサイクルなどが容易で低コストで大量生産可能な鋼であれば、輸送機械、土木建設機械分野のような大型機器を必要とする多種多様な分野での新規の革新的で高性能な工業製品の生産につながり、経済や社会の発展に寄与することになる。

例えば、単純な焼入れと焼戻し処理により高硬度で優れた耐摩耗性や転がり疲れ特性をもつ過共析組成のSUJ2鋼は、高炭素高クロム系の軸受鋼として広範囲で利用されている鋼である。しかし、このSUJ2鋼の焼入焼戻材の衝撃特性は、角10×長さ55 mm、深さ2 mmの10RCノッチ試験片を用いたシャルピー衝撃試験によると、硬度が約700 Hv（約HRC60）で室温での靱性が約7～20 J/cm²程

度と低靱性を示す。そのため、硬度を低減して靱性を確保する必要があり硬度が約600 Hv（約HRC55）以下に調整され使用されていることが多い。それ故、高硬度の約700Hvで100 J/cm²以上の高靱性な過共析鋼を開発することを目指し、大阪大学、山陽特殊製鋼、小松製作所の三者は、大阪大学のシーズをもとに長年の共同研究により、SUJ2鋼の組成を出発組成として過共析鋼の改良を重ねて、高硬度高強度高靱性を持つ過共析鋼の最適組成、そしてその鋼に最適な簡便な熱処理方法を見出し、高硬度高靱性を発現する低合金過共析鋼の開発に成功した^{1)~3)}。

我々研究グループが開発した低合金過共析鋼は、Fe-(0.6~0.8) C-(0.2~0.8) Mn-(2.0~3.0) Cr-(0.25~0.45) V鋼を中心とした組成を持つ過共析鋼である^{4) .5)}。これらの開発鋼は炭素と溶質元素量の調整により約700 Hv（約HRC60）の10RCノッチ試験片を用いた常温のシャルピー試験で約150~250 J/cm²の衝撃値を自在に制御することができる優れた過共析鋼である。例として、Fe-0.7C-0.2Mn-2.0Cr-0.25V鋼は、開発した熱処理を施すことにより、硬度が60HRCにも関わらず衝撃値が約

原稿受付日：2019年4月25日

*1 大阪大学名誉教授 工学博士

*2 大阪大学大学院工学研究科 知能・機能創成工学専攻 准教授 工学博士

*3 大阪大学大学院工学研究科 知能・機能創成工学専攻 学生

*4 山陽特殊製鋼株式会社 研究開発センター

*5 株式会社小松製作所 生産本部生産技術開発センター

200 J/cm²を示す。このような高硬度にも関わらず高韌性を発現するのは、結晶粒径を微細にするだけでなく炭化物の制御と粒界改質により粒界を強化することで粒界破壊を抑制し、また、マルテンサイト組織の制御により粒内の塑性変形を最適化することでディンプル延性破壊となることによる。

一般に、炭素鋼や合金鋼は約250~400℃の温度域で焼戻しを受けると、低温焼戻し脆性（300℃脆性）により韌性や延性が低下することが報告されている⁶⁾。そのため、低温焼戻しは200℃以下、そして高温焼戻しは500℃以上で実施されている。上記の開発した高硬度高強度高韌性過共析鋼は、掘削に使用されるカッターヘッドやカッタービット部品などの耐摩耗部品、ベアリング、ギヤ、工具などに適用されることが考えられている。このような部品は、使用中での摩耗、摩擦等により発生する熱により部品の温度が上昇し、焼戻しに類似した熱履歴を受け組織や機械的特性に変化が生じる可能性が存在する。言い換えると300℃程度の温度上昇においても高硬度高韌性を失うことのない耐熱性（耐軟化抵抗性）が備わっていることが求められている。また、それらの各種部品の製造過程において焼戻し処理を施す必要があることから、焼戻し脆性の発現範囲とその程度を明らかにする必要がある。

本研究では、本鋼材の焼入れプロセスにおいて、オーステナイト（ γ ）+炭化物+VCの3相領域の低温領域から焼入れるGBA処理、もしくは γ +VC領域の高温領域から焼入れするFM処理を施すことで優れた衝撃特性を持たせることのできる上記基本鋼の一つとしてのFe-0.7C-0.2Mn-2.0Cr-0.25V鋼に対して、一般に低温焼き戻し脆性領域

を含む温度範囲である200~650℃において焼戻された基本鋼の韌性を調査し、焼戻し脆性の存在の有無とその脆化の程度を明らかにすることを目的とする。

2. 実験方法

Fe-0.7C-0.2Mn-2.0Cr-0.25V鋼を100 kg真空誘導溶解炉にて溶製した。その組成をTable 1に示す。また、この組成の鋼についてFe-C擬二元系計算状態図をThermo-Calcによって作成した。

この鋼材のインゴットに1150℃で300 minのソーキング処理を施し、鍛造により ϕ 40 mm、長さ250 mmの丸棒材とした。Fig.1に示すように、この丸棒材を8 Pa以下の真空炉中において1030℃で15分保持した後、600℃までガス冷し、600℃で3時間保持することでパーライト化し室温までガス冷した。このパーライト材のセメンタイト球状化処理およびCrの分配処理として、810℃まで昇温後1時間保持し、続けて650℃まで降温し1時間保持、再び810℃まで昇温し30分保持、更に650℃まで降温し10時間保持後、室温までガス冷を行った。その後、700℃で約85%鍛造より約15 mm角棒材とし、切断と切削により12 mm角、長さ120 mmの角材にした。

それらの角材にGBA処理、またはFM処理を施した。GBA処理は、Fig.2 a) に示すように、塩浴にて810℃30分保持後に油焼入れを2回繰り返して施す熱処理であり、一方、FM処理は、Fig.2 b) に示すように、塩浴にて900℃60分保持後に油焼入れを行う熱処理である。それらの焼入れ処理後に120℃で40 minの低温焼戻しを施し

Table 1 Chemical composition of steel (N : ppm, other : mass%)

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	Al	V	N
0.7C-0.2Mn -2.0Cr -0.25V	0.69	0.26	0.20	0.009	0.004	0.06	1.99	0.04	0.11	0.014	0.25	64

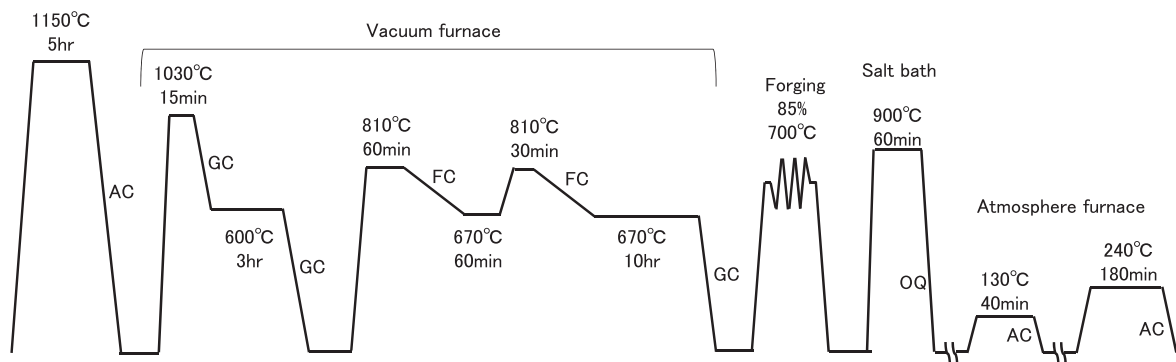


Fig.1 Heat treatments and working before GBA treatment or FM treatment; AC: air Cooling, GC: Gas cooling, and FC: furnace cooling.

た。それらの熱処理材に対して、250℃～650℃で180 minでの焼戻しを施した後に、Fig.3に示す10RCノッチまたは2Uノッチを持つシャルピー試験片を表面研削と研削加工によって作製した。今後、簡単のために、GBA処理もしくはFM処理した本鋼材を焼戻した鋼材をGBA材とFM材、それらのシャルピー衝撃試験用の10RC試験片と2U試験片をそれぞれ10RC-GBA試験片もしくは10RC-FM試験片、そして2U-GBA試験片もしくは2U-FM試験片と呼ぶ。

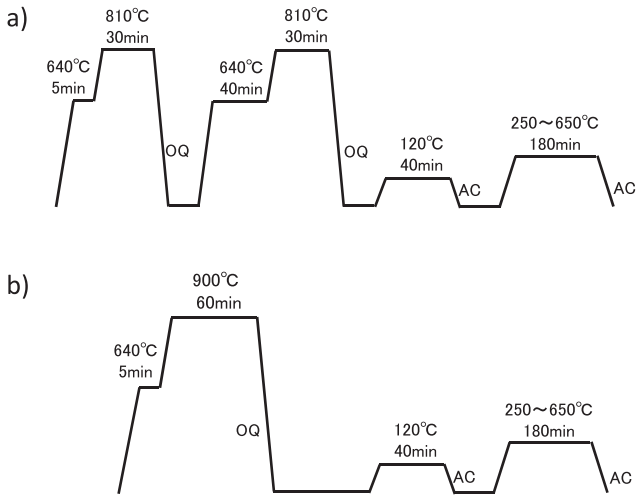


Fig.2 a) GBA treatment and b) FM treatment and tempering process. OQ : Oil Quenching, AC : Air Cooling.

シャルピー試験は、米倉製作所製計装化シャルピー衝撃試験機 CHARPAC-50Cを用いて実施した。試験は常温で行い、ハンマーの持ち上げ角度は147.5°であった。シャルピー衝撃試験片の破断面のマクロ撮影をパナソニック製のデジタルカメラLUMIX DMC-GX8とオリンパス製マクロレンズM.ZUIKO DIGITAL ED 60 mmを用いて行った。また、各水準の試験片から破壊起点が明瞭に観察できる一本ずつを選択し、破断面を日本電子製FE-SEM JSM-7800Fを用いて観察した。観察は加速電圧10 kV、照射電流量10 pA、作動距離10 mmにて行い、破壊起点近傍部について行った。

硬度試験と組織観察用の試料として、GBA材とFM材からマイクロカッターを用いて5×5×5 mm³の試片を切り出した。それらを#220～#2000のエメリー紙での研磨後、0.05 μmアルミナパウダー懸濁液でバフ研磨を行った。研磨した試片のロックウェル硬さをミットヨ製ARK-600の硬度試験機を用いて測定した。また、研磨した試片を以下の腐食液で約60℃にて約15分のマクロ腐食を施し、γ粒界を現出させた。100 mlの蒸留水にピクリン酸を1.25 g溶解させた飽和ピクリン酸水溶液、100 mlの蒸留水に第三価塩化鉄六水和物を9.2 g溶解させた塩化鉄第二水溶液、100 mlの蒸留水にドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムを5.0 g溶解させたドデシルベンゼンスルホン酸ソーダをそれぞれ調合し、ピクリン酸水溶液を200 ml、ドデシルベンゼンスルホン酸ソーダを200 ml、塩化鉄第二水溶液を3 ml、塩酸を1 ml調合し腐食液とした。

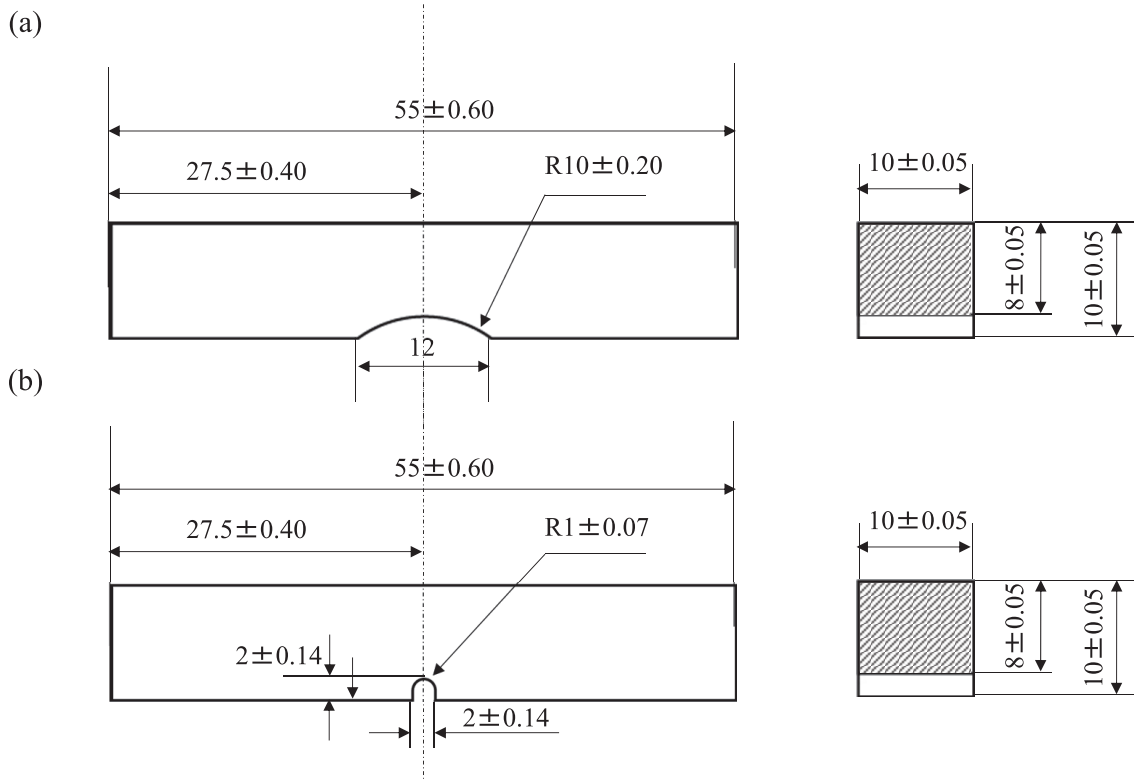


Fig.3 Test pieces of Charpy impact test, a)C-notch and b) U-notch.

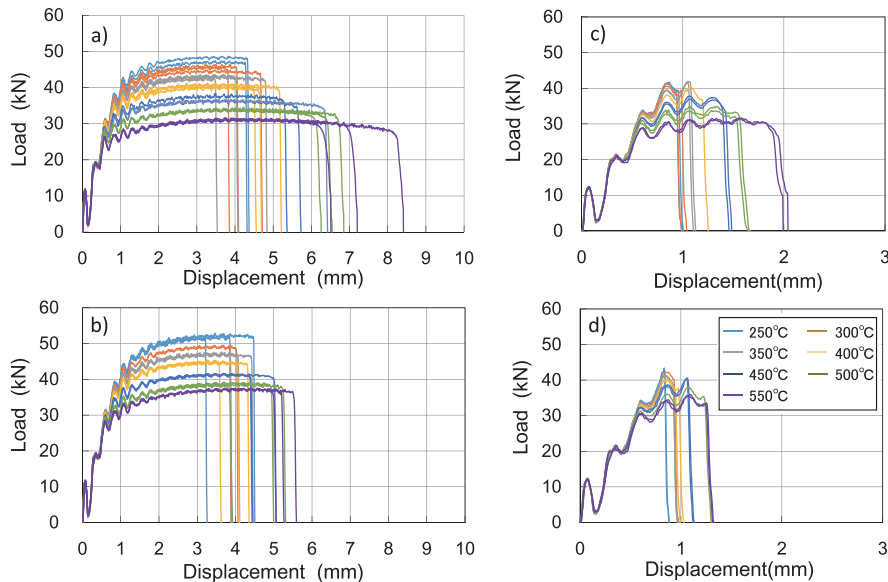


Fig.4 Load-displacement curves of 10RC notch specimens treated by a) GBA and b) FM, and of 2U notch specimens by c) GBA and d) FM tempered at 250 to 550°C.

それらの腐食面のSEM像を日本電子製FE-SEM JSM-7800Fにて加速電圧10 kV、照射電流量11 pA、試料距離10 mmの条件で撮影した。その1000倍のSEM画像3枚から、イノテック社製画像処理・解析ソフトQuick Grain Proを用いて、旧 γ 粒径を測定した。一方、炭化物の観察には、2%ナイトールにて10~25秒腐食し組織を現出させ、上記のFE-SEMにてSEM像を得た。その画像より、上記と同様にイノテック社製画像処理・解析ソフトQuick Grain Proを用いて炭化物の数、大きさ、アスペクト比を測定した。

EBSD分析用試片を、機械研磨後にOPS混濁液を用いて30 min程度の腐食研磨を行い作製した。その各試片に対して、FE-SEMとTSL社製のEBSD装置を用いて加速電圧10 kV、照射電流18 pA、試料距離15 mmとし、試片を70°傾けて倍率1000倍、測定領域30 μm ×30 μm 、stepサイズ0.05 μm で測定対象の相をGBA試料では α と γ と炭化物の三相、FM試料では α と γ の二相としてEBSD測定を行った。TSL OIM Data Collection 7を用いてデータに対してGrain dilation法を用いて、単独で存在するピクセルをその周囲でCI値の最も高いピクセルで置き換えるクリーンアップ処理を1回行った。EBSD測定データの解析より得られたデータから逆極点図を作製し、結晶方位差が15°以上の領域を同一のマルテンサイト粒径とみなして粒界線を逆極点図上に描画し、マルテンサイト粒径の平均値を測定した。今後、マルテンサイトをMと記述する。

3. 実験結果と考察

例として、250~550°Cで焼戻した10RC-GBA、10RC-FM、2U-GBA、2U-FM試験片を用いて計装化シャ

ルピー衝撃試験で得た荷重変位曲線をFig.4に示す。これら4種の試験片の曲線は以下の3つの領域の曲線で構成されている。シャルピー衝撃試験片のハンマーが試験片に接触し衝撃が加わると、荷重が急激に上昇する領域①の曲線、その後の荷重の増減は少ないが変位が大きく変化する領域②の曲線、そして僅かな変位で荷重が急激に低下する領域③の曲線と分類される。領域①では、各温度で焼戻した鋼材の曲線がほとんど重なっており、焼戻し温度による違いが極めて少ないことを示している。過共析鋼では引張試験での弾性域での曲線が焼戻しによって大きな変化を示さないことから⁷⁾、焼戻しの影響がほとんど観察されない領域①の曲線は弾性変形と密接に関係している曲線であると類推される。領域②は、荷重の増減は少ないが変位が大きく変化しており、また焼戻し温度が高くなると荷重が低下していることから、塑性変形が主たる変形領域といえる。Fig.5に示すシャルピー衝撃試験後の破面（下が10RCノッチ部分）の光学写真では、断面の収縮量が大きいため試験片が大きな塑性変形を経て破断していることを示している。また、引張試験で得られる降伏点に対応していると考えられる①と②の推移点における荷重も焼戻し温度が高くなると低下している。領域③では、僅かな変位で荷重が急激に低下していることは、Fig.5に示されるように亀裂の起点が観察される試験片のノッチ側近傍で亀裂が発生した直後に極めて短時間で亀裂が伝播し、完全破断に至ることを示している。荷重変位曲線で囲まれる面積は試験片が変形して破断することで衝撃試験機のハンマーの運動エネルギーの一部を吸収した量に対応している。き裂の発生と進展に消費されるエネルギーは、亀裂の発生と同時に荷重が極めて短時間急激に低下していることから、領域①の弾性変形と領域②の塑性変形に消費されるエネルギーに比べ

て、相対的にかなり小さいことを示している。10RC-GBAの破断荷重は10RC-FM試験片の荷重に比べて低いが、破断変位についてはGBA材の変位はFM材より大きい。ほとんどの破断変位は焼戻し温度とともに大きくなるが、300℃～400℃焼戻し材の破断変位は250℃焼戻し材よりも低い値となるものが見られた。また破断時の荷重に着目すると、ほとんどの鋼材は最大の荷重で破断しているが、高温で焼戻した鋼材では最大荷重で破断を起こさず最大荷重を経てから破断している。また、2U-GBAと2U-FM試験片の荷重変位曲線は10RC-GBA材と10RC-FM材のそれらと比較すると荷重は低く変位は短い、曲線の形状では類似した傾向がみられる。

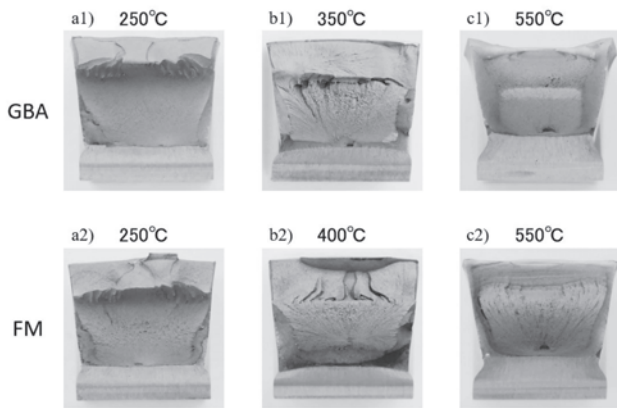


Fig.5 Fractured surface of 10RC notch 0.7C-0.2Mn-2.0Cr-0.25V steels specimen treated by 1) GBA and 2) FM and annealed at various temperatures.

硬度とシャルピー衝撃値をFig.6に示す。10RC-GBA試験片の衝撃値は、200℃で188 J/cm²程度、250℃焼戻しで197 J/cm²程度、そして350℃で181 J/cm²程度と最も低くなり、550℃で254 J/cm²程度と高くなり、その後の高温の焼戻しでかなり上昇し650℃で367 J/cm²程度となっている。一方、10RC-FM試験片の衝撃値は、200℃で206 J/cm²程度、250℃焼戻しで197 J/cm²程度、400℃で182 J/cm²程度と最低値を示し、550℃で206 J/cm²程度までとほとんど変化せず上昇が遅れ、その後の高温の焼戻しで緩やかに衝撃値が上昇し650℃で289 J/cm²程度となっている。10RC-GBAと10RC-FM試験片で比較すると、400℃までの焼戻しでは同程度の大きさであるが、高温での焼戻しでは10RC-FM試験片の衝撃値が10RC-GBA試験片のそれよりも約50 J/cm²程度低い値を示している。一方、2U-GBA試験片と2U-FM試験片の衝撃値の両方とも最低値を示さずに焼戻し温度の上昇に応じて単調に増加している。また、500℃までの焼戻しでは、ほぼ同じ程度の衝撃値を示すが、高温での焼戻しでは、10RCノッチ試験片の衝撃値と同様に、2U-FM試験片の衝撃値の上昇が遅れ2U-GBA試験片のそれよりも約50 J/cm²程度低い値を示している。500℃～550℃近傍での2U-FM試験片の衝撃値の上昇がほとんどないことは、高温でのFM処理によりM相中のCr濃度が高くなることから高温焼戻し脆性の存在を暗示するが、本研究の目的から離れているので、ここでは検討しない⁶⁾。

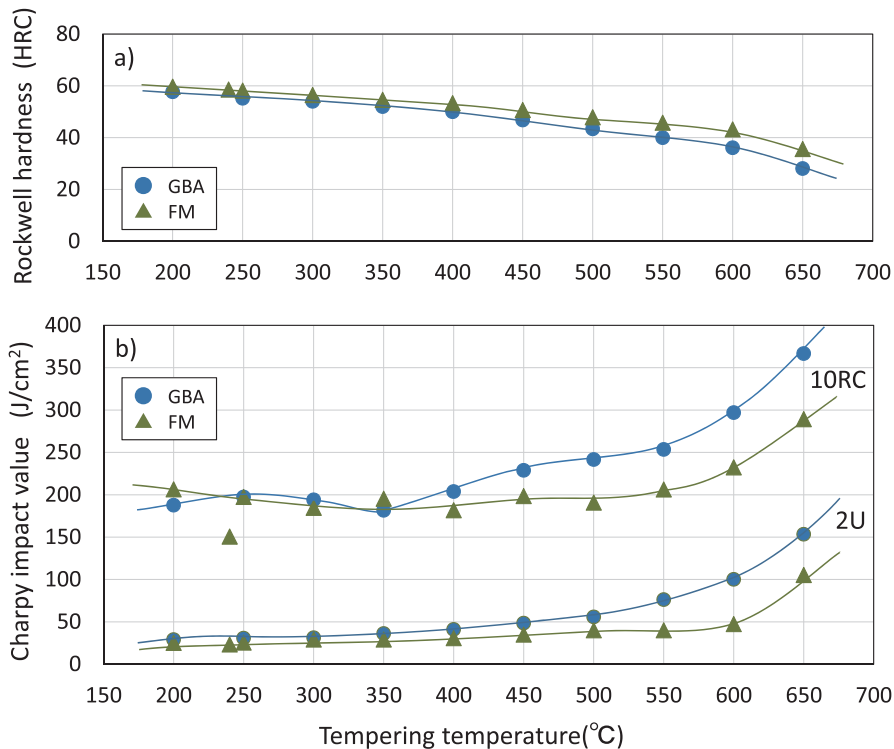


Fig.6 a) Vickers hardness and b) Charpy impact value (J/cm²) of 10RC notch 0.7C-0.2Mn-2.0Cr-0.25V steels specimen treated by GBA and FM and annealed at various temperatures.

GBA材とFM材の硬度は、それぞれ、250℃焼戻しで56HRCと58HRC、550℃焼戻しで40HRCと46HRCであり、共に、焼戻し温度が高くなると減少している。しかし、それらの硬度の温度依存性は単調に低下するのではなく、400℃～500℃付近で低下の度合いが変わり、低温での硬さと高温部での硬さの要因が異なっていることを暗示している。Table 2にThermo-Calc 法による200℃～600℃で本鋼の α 相中に固溶している炭素の計算平衡濃度、GBA材の熱処理温度810℃およびFM材の熱処理温度900℃における γ 相中の固溶している炭素元素の計算平衡濃度を示す。900℃では γ 相に固溶する炭素量は0.66 mass%Cであり、810℃では0.56 mass%Cであることから、FM材ではGBA材より高炭素過飽和濃度のMが生成されているために全温度においてFM材の硬度はGBA材の硬度に比べて高い値を示している。

Table 2 Solid solubility of carbon in Fe-0.2Mn-2.0Cr-0.25V steel at various temperatures.

T(°C)	200	250	300	350	400	450
C(mass%)	5.1×10^{-7}	3.2×10^{-6}	1.4×10^{-5}	4.7×10^{-5}	1.3×10^{-4}	3.3×10^{-4}
T(°C)	500	550	600	810	900	**
C(mass%)	7.2×10^{-4}	1.4×10^{-3}	2.7×10^{-3}	5.6×10^{-1}	6.6×10^{-1}	**

Fig.7にシャルピー衝撃試験により破断された10RC-GBAと10RC-FM試験片の破面をSEM観察した結果を示す。また、Fig.8に2U-GBA試験片と2U-FM試験片のそれらを示す。Fig.7に示す低温250℃での焼戻し材、最小の衝撃値を示した350℃での焼戻し材、高温550℃での焼戻し材の10RC-GBA試験片の破面はディンプル延性破壊の模様を示し、へき開破壊や粒界破壊をしている箇所は見ら

れなかった。温度が高くなるにつれてディンプル模様が細かくなっている傾向が見受けられる。一方、10RC-FM試験片では、10RC-GBA試験片と同様に全体としてディンプル模様であり焼戻し温度が高いほどディンプルの模様が細かくなっており、10RC-GBA試験片と比較すると、ディンプルサイズが細かく深さが浅い。特徴的なことは、最小の衝撃値を示した400℃での破面では、ディンプル模様は細かく、その深さは極めて浅い。ディンプルの底には炭化物が存在していることが観察され、ディンプル模様は、炭化物の存在形態と密接な関係を持つと推測される。一方、Fig.8に示す2U-GBA試験片では、低温250℃での焼戻し材はディンプル延性破壊と劈開破壊が観察される。しかし、350℃での焼戻し材、高温550℃での焼戻し材の破面はディンプル延性破壊の模様である。また、550℃では細かいディンプルで覆われている。一方、2U-FM試験片では、250℃での焼戻し材の破面はディンプル破面と粒界脆性破面が混在している。400℃では、粒界脆性破面が観察されなくなり、ディンプル延性破壊と劈開破壊が混在している。550℃では、深さの極めて浅いディンプル模様となっている。ここで、2U-GBA試験片では粒界破壊が観察されず、2U-FM試験片で粒界破壊があるのは、後述する旧 γ 粒径の差(GBAは約3.7 μm 、FM材は約5 μm)に起因すると思われる。このように、同じ鋼材で同じ熱処理でありながら、10RCノッチ試験片と2Uノッチ試験片で破面の模様が異なることは、ノッチ部分での応力状態が異なり、特に2Uノッチの形状のために応力が集中してかかる狭い範囲に存在する粒界は転位が急激に堆積され粒界割れの起点となるくさび状の亀裂を発生する可能性が高くなると推測される。

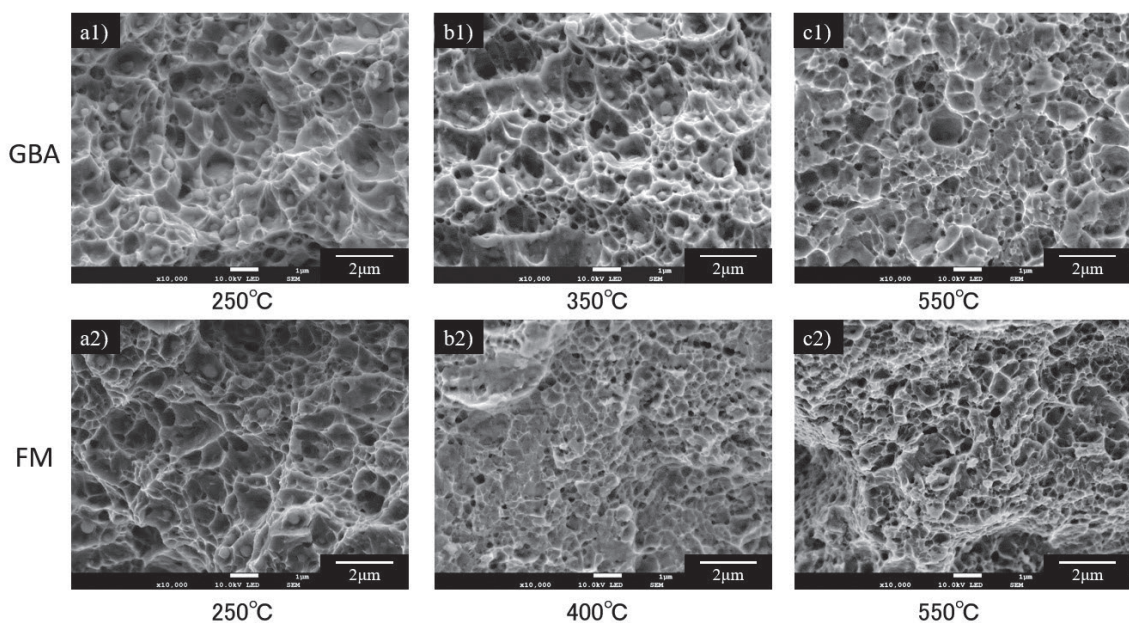


Fig.7 SEM images of rapture interface of 10RC notch test pieces after Charpy impact test of steels treated by GBA or FM and then annealed at various temperatures.

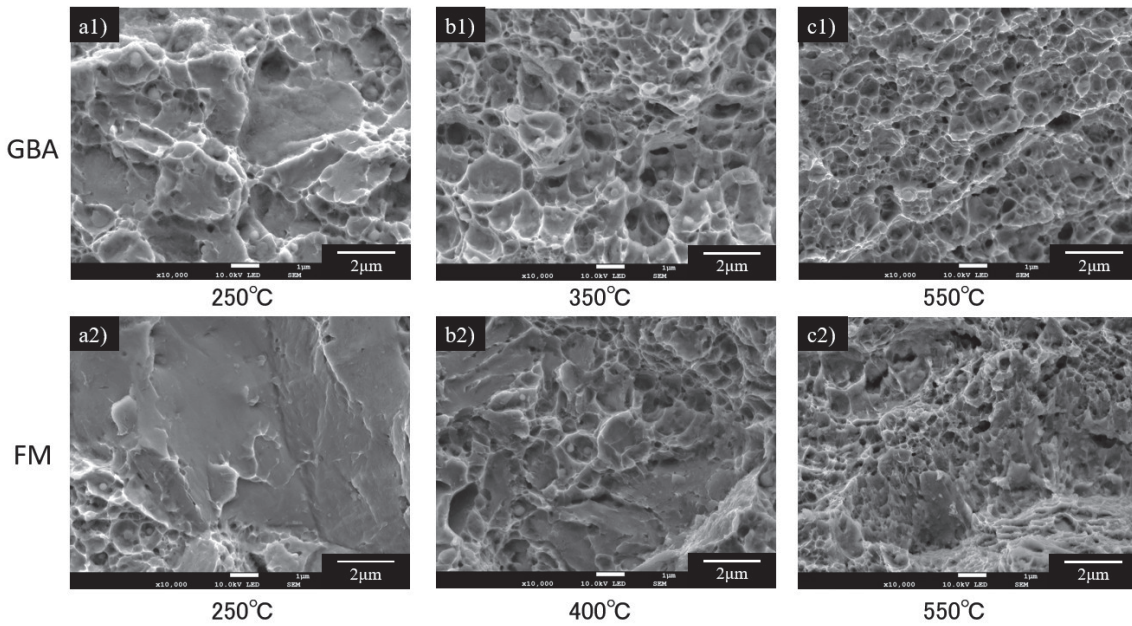


Fig.8 SEM images of rapture interface of 2U test pieces after Charpy impact test of steels treated by GBA or FM and then annealed at various temperatures.

硬度と衝撃値の関係をFig.9に示す。10RCノッチ試験片と2Uノッチ試験片の両方において、硬度が低下すると衝撃値が上昇する負の相関が存在し、一般的に認められている二律相反の経験則と同じ傾向を示している。また、10RC-GBAと10RC-FM試験片の衝撃値は硬度に対して、一本のラインで描くことができる依存性を示しており、そして2U-GBA試験片と2U-FM試験片も同様な依存性を示している。硬度に対する衝撃値はGBA材とFM材が区別なく同じライン上に並ぶのは興味深い。

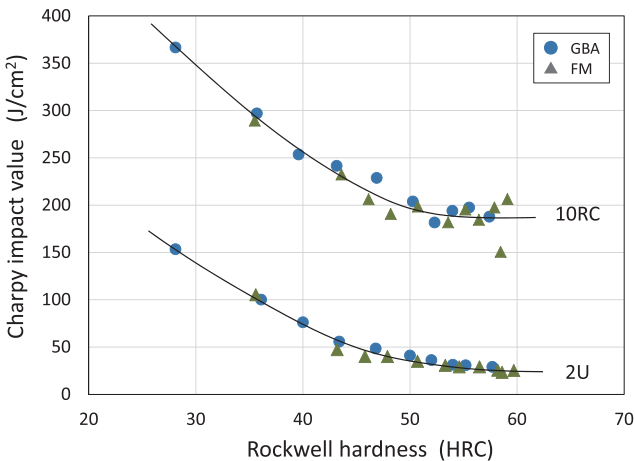


Fig.9 Relation between Charpy impact values and hardness of 0.7C-0.2Mn-2.0Cr-0.25V steels treated by GBA and FM treatments and following annealing at various temperatures.

10RCノッチ材と2Uノッチ材の衝撃値の間には、低温焼戻しで約160 J/cm²の差、そして高温焼戻しで約200 J/cm²

の差が存在することがわかる。ここで、10RCノッチ試験片によるシャルピー衝撃値SJ (10RC) と2Uノッチ試験片によるシャルピー衝撃値SJ (2U) が亀裂生成までのエネルギー JFと亀裂伝播のためのエネルギー JPの和とするなら、それぞれ、以下のように表すことができ、また、上述のように、JFに比べて、JPが相対的にかなり小さいことから、

$$SJ(10RC) = JF(10RC) + JP(10RC) \approx JF(10RC) \dots (1)$$

$$SJ(2U) = JF(2U) + JP(2U) \approx JF(2U) \dots (2)$$

と近似して記述でき、この鋼材の靱性は亀裂生成のためのエネルギーが重要な役割を持っていることになる。それ故、10RCノッチと2Uノッチ試験片によるシャルピー衝撃値の差、

$$\Delta SJ = SJ(10RC) - SJ(2U) \approx JF(10RC) - JF(2U) \dots (3)$$

となり、一般的に、10RCノッチ試験片での亀裂発生部分近傍の変形領域と総変形量、即ち、吸収し蓄積されるエネルギーは2Uノッチ試験片の亀裂発生部分近傍のそれらに比べて大きいと推測されることから、その差、即ち、 ΔSJ は低温焼戻しで約160 J/cm²であり高温焼戻しで約200 J/cm²であることから、焼戻し温度の上昇により、Fig.5の断面収縮量が示すように、10RCノッチ試験片の亀裂発生部分近傍の変形領域と総変形量が大きくなったと推測できる。

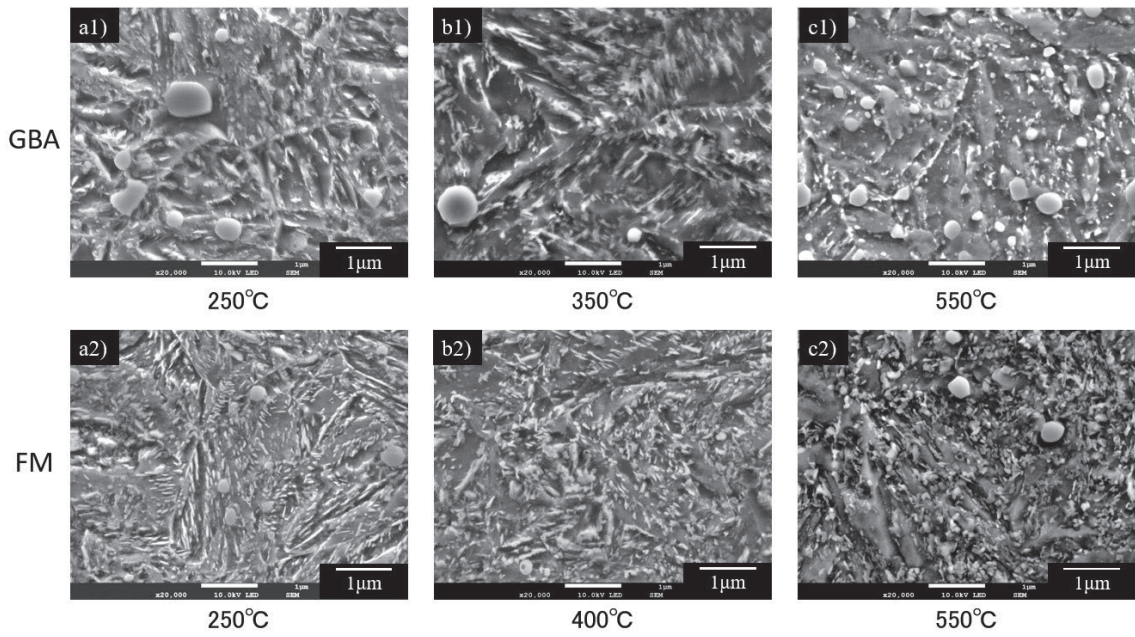


Fig.10 SEM images of steels treated by GBA or FM and then annealed at various temperatures.

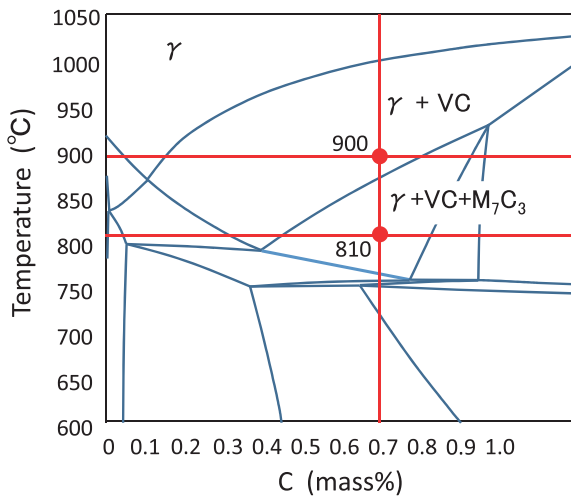


Fig.11 Calculated phase diagram of Fe-0.2Mn-2.0Cr-0.25V steel.

各温度で焼戻した鋼材を2%ナイトール腐食により現出した組織のSEM像をFig.10に示す。その焼戻し組織は、母相+大きな球状炭化物+小さな球状炭化物+針状または板状の焼戻し炭化物で構成されている。これらの炭化物の同定を実験的に行っていないのでFig.11に示す鋼の計算状態図によって推定する。状態図によると、810°Cでの熱処理は基本鋼では $\gamma + VC + M_7C_3$ 相の3相共存領域であり、高温の900°Cでは、 $\gamma + VC$ 相の2相領域での熱処理である。低倍の3000倍で観察すると、GBA材では約0.8 μm 以下の球状化された大きな炭化物が全体に分散し、一方、FM材では約0.3 μm 以下の同種の炭化物が数は少ないが観察された。状態図が示すように M_7C_3 炭化物は約880°C以上では存在しない炭化物であるが、この炭化物はCrを含み溶体化に対して安定な炭化物である。FM処理は900°Cでの

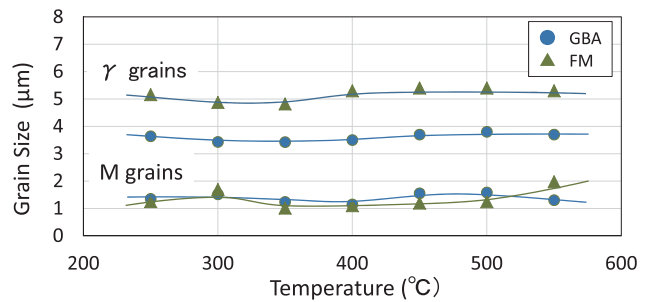


Fig.12 Austenitic grain size and tempered martensitic grain size of the steel treated by GBA or FM and then annealed at various temperatures.

熱処理であるが60 minという時間では、完全に溶解せずに大きさと数を減少させた未溶解炭化物として残存していると考えられ、この炭化物を M_7C_3 炭化物と推定した。その M_7C_3 炭化物以外に、GBA材とFM材の両方に、約0.1 μm 以下の球状の小さな炭化物が観察される。この炭化物の形状が微細で球状であることから高温で生成する炭化物であると考えられVCと推定できる。これら以外の炭化物として、0.1 μm 以下の微小な針状もしくは板状の微細な形状の炭化物が観察される。これは炭素過飽和M相が焼き戻して分解しM相中に析出し生じた炭化物である。焼戻し温度による焼戻し炭化物形状については詳細に後述するが、GBA材とFM材の炭化物は焼戻し温度の上昇に従ってサイズを大きくし数を減少させている。これらの炭化物の大きさと数の変化は、Fig.7と8の破面で観察されるディンプル

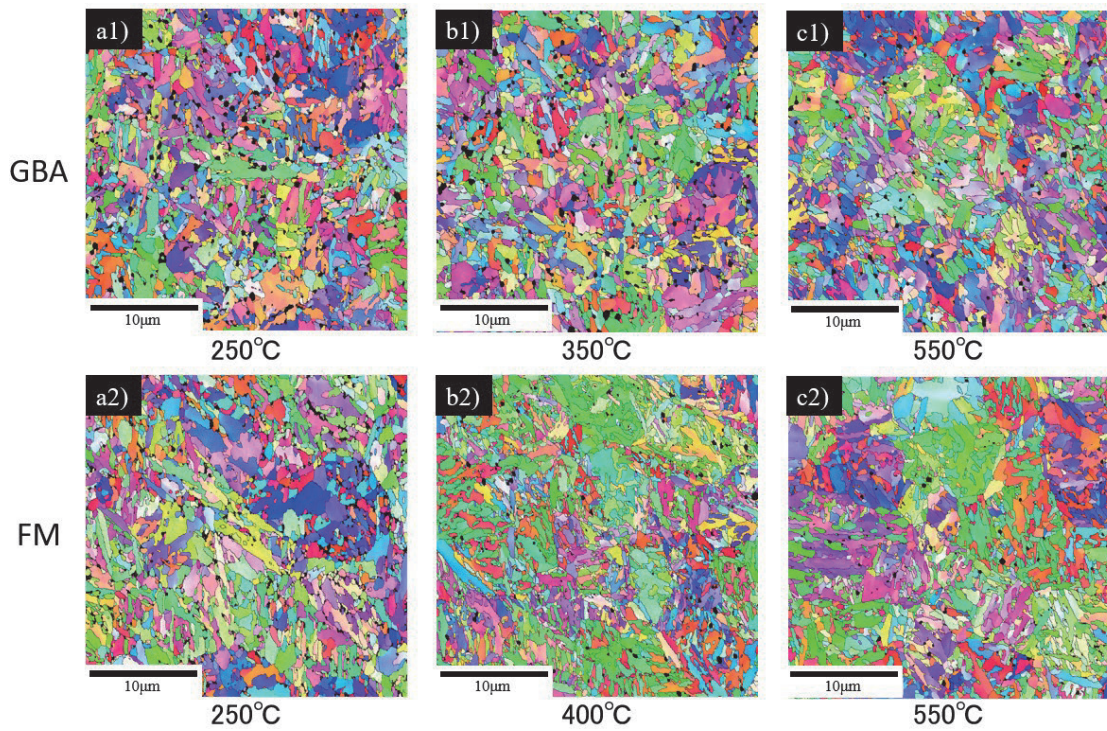


Fig.13 Inverse pole figures of steels treated by GBA or FM and then annealed at various temperatures.

模様と密接な関連を持っているように思われる。

Fig.12に焼戻し温度に対する旧 γ 粒径と焼戻しM粒径の依存性を示す。ここで、M結晶粒はEBSD測定から得られた逆極点図 (Fig.13) から結晶方位差が 15° 以上の領域を同一のM結晶粒として評価したものであり、ブロックサイズに相当すると考えられる⁶⁾。GBA材とFM材の旧 γ 粒径はそれぞれ約 $3.6\ \mu\text{m}$ と約 $5.2\ \mu\text{m}$ であり、焼戻しによりほとんど変化せず、ほぼ一定である。250°C~550°Cまでの焼戻しでは、粒界移動に必要な鉄原子や溶質原子の拡散現象が極めて小さく、また炭化物による粒界のピンニングのために、旧 γ 粒径はほとんど変化しないことになる。また、GBA材とFM材のM結晶粒径もともに約 $1.4\ \mu\text{m}$ であり、大きさは変化していない。極めて微細なM結晶粒は大きな結晶粒成長の駆動力持つにも関わらず、Fig.10に示される微細な焼戻し炭化物がM相のラス境界などに析出し粒界をピンニングしているために、焼戻し処理によってほとんど粒界移動することができずM結晶粒成長もほとんど生じないと考えられる。Fig.13の逆極点図からGBA材とFM材のM結晶粒径の形状を表すアスペクト比を評価した結果をFig.14に示す。GBA材のアスペクト比がFM材のそれより若干高いが、焼戻し温度に依存せずGBA材とFM材が約0.45の一定のアスペクト比を示すことから、焼戻しによる旧 γ 粒径やM粒径が示す結晶粒サイズと形状にはほとんど差がない。即ち、これらは、300°C~450°Cで観察された衝撃値の若干の低下をもたらす脆性現象の要因とはならないといえる。

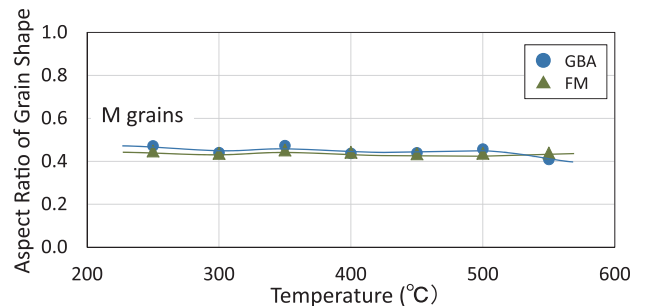


Fig.14 Aspect ratio of martensitic grains of the steel treated by GBA or FM and then annealed at various temperatures.

一方、Fig.10に示されるように、焼戻し温度に対して高温で生成された大きな M_7C_3 炭化物と微細なVC炭化物の形態の変化はほとんどないが、焼戻し炭化物の形状変化が著しい。Table 2に示されるように、 αFe 中の炭素固溶度は250~550°Cで $5.1 \times 10^{-7} \sim 1.4 \times 10^{-3} \text{ mass\%C}$ というように極めて小さな濃度範囲の中で変化しているため、その固溶度線はFig.11の状態図上で垂直に描かれており、温度に対して焼戻し炭化物の析出量の総量的な変化は極めて少ないことを示している。その故、焼戻し炭化物の析出に対する焼戻し温度の影響は、主として炭化物の形状とそれに関連した粒数の変化として現れる。M相中に焼戻しで析出した微細で針状の炭化物と微細なVC炭化物との区別が困難であることから、それらを区別することなくSEM画像から評価した炭化物量と粒サイズ (円相当径) の関係、及び扁平率を示すアスペクト比と粒サイズとの関係をFig.15に示す。但し、高温相で極めて安定であり焼戻しにより形

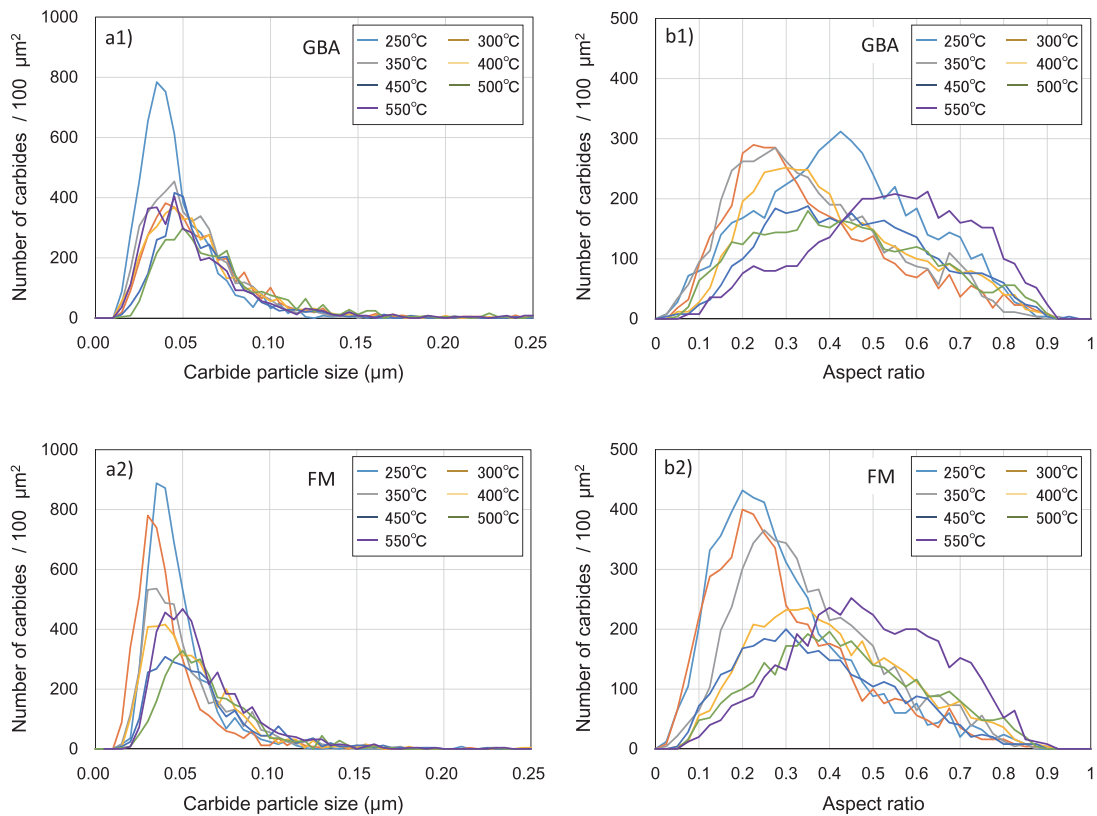


Fig. 15 a) Relation between number and particle size of carbides, and b) relation between number and aspect ratio of carbides of 1) GBA or 2) FM treatments.

状や大きさの変化をほとんど受けないVC炭化物はアスペクト比が約0.9の球状に近い形状であり数十nm程度と微細で数量も極めて少ないことから、Fig.15に示される分布の考察においては無視できるものである。言い換えると、約0.02 μm以上の粒径に対する分布、及びアスペクト比が約0.8以下の分布が焼戻し炭化物の形状変化と密接に関係している。

GBA材では、250°Cでの焼戻し炭化物のサイズは微細であり (Fig.10 a1))、焼戻し炭化物のサイズ分布に対する粒数分布では約0.03 μm近傍にピークをもつ分布となっている (Fig.15 a1))。その形状はFig.15 b1) に示すように0.4~0.45のアスペクト比で粒子数のピークを示すことから、比較的短く太い楕円状の炭化物粒子が多く存在していることがわかる。350°Cの焼戻し炭化物は約0.04 μmにピークを持つ分布をもつ炭化物へと成長し、その粒数を少なくしている。また、その炭化物形状はかなり扁平な形状でありアスペクト比の約0.25辺りに粒子数のピークを持ち、ラスMの境界や旧γ粒界に沿うように多く観察される。一方、アスペクト比0.4~0.7程度比較的短く太い楕円状の粒子の数が減少している。このことは、350°Cの焼戻しではアスペクト比の高い炭化物の粒子数が減少し、アスペクト比の低い形状 (針状、棒状、板状など) の炭化物が出現したことになる。一般に、析出現象は、高温もしくは長時間になれば、析出粒子は時間とともに析出

数を増やし大きく成長し、高温になれば粒子の成長が加速され、成長は早く大きく球状に近い形状をもち数の減少傾向を示す、即ち、数の減少と粗大化とアスペクト比の高い球状に近づく形状の変化を示す。このような傾向にないことから、低温の250°Cでの焼戻し炭化物とは異なる焼戻し炭化物が350°Cの焼戻しで出現したことを暗示している。この第3段階で出現したアスペクト比の低い炭化物が衝撃値を低下させ僅かな脆化を誘発したと考えられる。550°Cの焼戻し温度では、焼戻し炭化物の粒度分布には大きな変化は見られないが、アスペクト比約0.6程度に粒子が多く出現しており、球状に近い焼戻し炭化物が多く析出している。したがって扁平率の高い炭化物が減少したことで、衝撃値が回復したといえる。

一方、FM材では、250°Cでの焼戻し炭化物は微細で量も若干多く (Fig.10 a2))、サイズ別の粒子数分布では約0.03 μm近傍でピークを持つ分布となっている (Fig.15 a2))。その形状はFig.15 b2) に示すようにアスペクト比に対する粒子分布はアスペクト比0.2でピークをもつ分布になっており、長い針状の形状が多く観察される。400°Cでの焼戻し炭化物は扁平率が若干大きな炭化物が多く、サイズ別の粒子数分布では0.04 μm辺りにピークを持ち、その粒子数を250°Cのものに比べて半減させている。そのアスペクト比は約0.35辺りにピークを持ち球状化へと進んでいる。更に高温での550°Cでの焼戻しでは、比較的大

きな炭化物が析出し0.07~0.08 μm 程度のサイズの粒子が多く、その扁平率も低く、球状化が進んでいる。このときアスペクト比が0.45程度で粒子数のピークを持ち、それ以上のアスペクト比を持つ炭化物も多くなっている。

このように、本鋼材の焼戻し挙動で、GBA材とFM材では焼戻し炭化物の析出形態が異なることが分かった。これに関して、その挙動に影響を及ぼすラスとレンズマルテンサイトの量を定量的に調べておらず、焼戻し炭化物の同定を行っていないために詳細な考察はできない。また、Fig.11の本鋼の状態図とFe-C鋼の状態図が異なることから、焼戻して同じ現象が起こるとは言えないものの、後述のFe-C鋼の焼戻し挙動を参考にして、低合金鋼である本鋼のM相の焼戻し挙動に関して考察するには示唆に富むものと考えられる。一般に、2元系Fe-C鋼のM相は低炭素側~約0.6 mass% CでラスMが形成され、約0.6~1.0 mass% Cの濃度範囲の場合はラスMとレンズMの混合組織となり、約1.0 mass% C以上の高炭素側でレンズMが形成されることが知られている⁶⁾。その2元系Fe-C高炭素鋼のM相の焼戻しの過程は3段階で整理されている。第1段階は、70℃~150℃の温度範囲で炭素過飽和M相が低炭素M相と ϵ 炭化物に分解されていると明らかにされている。第2段階は、230℃~300℃の温度範囲で残留 γ 相の、低炭素M相と ϵ 炭化物への分解が起こる。第3段階は、250℃~360℃の温度範囲で ϵ 炭化物はマトリックス中に固溶し消滅するとともに新たにセメンタイトが析出していると考えられている。このときのセメンタイトの析出によりM相中の固溶Cはほとんど無く、フェライトとなっていることが知られている。更なる高温ではセメンタイトのオストワルト成長が進んでいると考えられる。

本鋼のGBA材では γ 相内でCr元素やV元素はC元素と炭化物を形成し0.3 μm 程度の大きさの M_7C_3 炭化物と微細なVC炭化物として存在するので γ 相中のそれらの濃度は低くなり、その結果マトリックスに固溶する炭素量は810℃の加熱の場合はTable 2より0.56 mass% Cである。その γ 相を焼入れて生成されるM相は上述の2元系Fe-C鋼のM相と近い挙動をすることが期待される。低炭素側~約0.6 mass% Cの2元系Fe-C鋼のM相はラスMであることから、本鋼材のGBA材のM相は、ラスMのみ、もしくは若干のレンズMを含んだラスMといえる。本研究では、GBA処理の油焼入れ後に120℃で40分の仮焼戻し後に各温度で焼戻し処理を行っている。この仮焼戻しは、Fe-C系鋼材の焼戻し温度70℃~150℃での第1段階に相当し、M相は低炭素M相と ϵ 炭化物に分解されていると考えられる。その後の250℃での焼戻しは、Fe-C鋼の焼戻し温度の230℃~300℃の第2段階に相当し、残留 γ 相が、低炭素M相と ϵ 炭化物に分解している可能性が高い。そのためGBA材での250℃での焼戻し炭化物は ϵ 炭化物と推察され、GBA材のラスMは炭素過飽和度が低いので焼戻し炭化

物の析出の駆動力が低く生成量が少なく、更に、炭素過飽和度が低いことでM相内の歪量(歪応力)が少ないために球状により近い炭化物形態を持つ可能性が高い。これによりFig.15 a1), b1) に示されるように0.03 μm のサイズで粒数がピークを持ち、約0.4のアスペクト比で粒数がピークを持っていると考えられる。本研究の300℃~350℃の焼戻しは高炭素Fe-C鋼の250℃~360℃での第3段階に相当し、 ϵ 炭化物はマトリックス中に固溶し消滅するとともに新たにセメンタイトが析出しているといえる。Fig.15 b1) に示されるように、350℃の焼戻しにより焼戻し炭化物の扁平率が0.2に低下していることは、350℃での焼戻しで準安定な ϵ 炭化物が消失し、より安定であるアスペクト比の低いセメンタイトがラス境界や旧 γ 粒界に板状に析出することで、見かけ上のアスペクト比を下げていると考えられる。450℃以上の焼戻しではセメンタイトの析出によりM相中の固溶炭素量はほとんど無くフェライトとなっていることから、それ以上のセメンタイトの析出はほぼ終了しセメンタイトのオストワルト成長が進んでいると考えられる。したがって炭化物の数は少なくなりアスペクト比が大きいほうにピークが移ることで分布は緩らかな山状になっている。これにより破壊やき裂の進展を助ける板状の炭化物や粒界に偏析していた微細な炭化物が減少し、またマルテンサイト変態で導入された転位密度が減少するために衝撃値が増加したと考えられる。

FM処理での900℃加熱では本合金は γ +VC領域であり、 γ 相内に固溶する炭素量はTable 2より0.66 mass% Cである。V元素はVC炭化物として存在し γ 相中にはほとんど固溶せず、一方、2 mass%のCr元素はM相中に固溶している。そのCr元素はMs点を降下させる元素でありレンズMを増加させる可能性がある。また、Cr元素は ϵ 炭化物を安定にして、M相の焼戻しでの第1段階開始温度を低下させ第3段階終了温度を上昇させる。2 mass% Cr元素の固溶により第3段階の終了温度が440℃まで上昇するという報告がある⁷⁾。それ故、固溶炭素量0.66 mass% Cは、上述のFe-C鋼のラスMとレンズMの混合組織の0.6~1.0 mass% Cの濃度範囲内にあり、しかも γ 相は2 mass%のCr元素を固溶するために、焼入れにより生成するM相は、GBA処理に比べて多くのレンズMを含んだラスM組織と考えられる。炭素過飽和度の高いM相は炭化物析出の駆動力が高く析出速度は大きく、更に、Cr元素の存在で第1段階開始温度が下がることから ϵ 炭化物はより微細になりその数を増やすことになると考えられる。また、炭素過飽和度が高いことは、侵入型炭素が多く格子歪が大きいためにアスペクト比の小さい扁平な析出形態になりやすいと考えられる。更に、多く存在するレンズM中に生じた焼戻し炭化物は主としてミッドリブで析出することから、GBA材とは異なった析出形態を持つと考えられる。このことから、250℃の焼戻しでは、Fig.10 a2) とFig.15 a2) , b2)

に示されるように、0.03 μm のサイズで粒数が高いピークを持ち、アスペクト比が0.2で炭化物粒数がピークを示している。Fe-C系では250℃～360℃である第3段階は、FM材では2 mass%Crの固溶Cr元素により第3段階の終了温度が440℃まで上昇する可能性があり、第3段階の焼戻し過程の範囲は440℃まで広がることになる。その第3段階で出現するアスペクト比の低い炭化物が僅かな脆化を誘発したとみられることから、FM材の焼戻し脆化の温度範囲は440℃付近の高温まで存在し、GBA材では、衝撃値の回復が450℃ぐらいから開始するが、FM材はそれより100℃ほど高い550℃から衝撃値の回復が生じることになる。このことが、Fig.6で示される高温焼戻し領域で10RC-FM試験片の衝撃値が10RC-GBA試験片のそれよりも約50 J/cm²程度低い値を示していることの原因と考えられる。

4. 結言

開発したFe-0.7C-0.2Mn-2.0Cr-0.25V鋼は、GBA処理、またはFM処理を施すことにより、高硬度の60HRCにも関わらずシャルピー衝撃値が約200 J/cm²の高韌性を示す。工業的用途では、焼戻しは部品性能を左右する重要な生産プロセスであり、本鋼材の焼戻し脆性の有無と程度を明らかにする必要があるため、GBA処理鋼材とFM処理鋼材について調査を実施した。

10RC試験片では、GBA処理鋼材とFM処理材は、焼戻し温度が200℃から350℃～400℃近辺まで上昇すると、わずかな衝撃値の低下が観察され、GBA処理鋼材の衝撃値は350℃で181 J/cm²であり、FM処理鋼材では衝撃値が400℃で182 J/cm²となった。更に焼戻し温度が上昇すると衝撃値が回復し、200 J/cm²を回復する焼戻し温度はGBA処理鋼材では400℃でありFM材では550℃であった。650℃ではGBA処理鋼材の衝撃値は367 J/cm²であり、FM処理鋼材の衝撃値は289 J/cm²となった。一方、2U試験片では、GBA処理とFM処理材とも、350℃近辺で約30 J/cm²程度の値を示し、焼戻し脆性を示さずに、焼戻し温度とともに衝撃値を増加した。この焼戻し脆化は焼戻し炭化物のサイズや形状と密接な関係があると推察された。わずかな焼戻し脆性は存在するが、本研究の鋼は熱処理において、必要に応じて広い温度領域で熱処理が選定可能であることを明らかにした。

参考文献

- 1) 日刊工業新聞, 「高硬度・韌性を両立 過共析鋼 部品小型化に貢献 山陽特殊鋼など, 2017年2月20日
- 2) 鉄鋼新聞, 新特殊鋼技術を開発 山陽特殊製鋼 コマツ 阪大と共同 高硬度と高韌性両立, 2017年2月6日
- 3) 産業新聞, 過共析鋼の高韌性化技術開発 工具・軸受け鋼同等の硬度 韌性5倍以上, 2017年2月6日
- 4) 出願番号:特願平2015-185149, 高硬度かつ韌性に優れた鋼, 出願人:国立大学法人大阪大学,株式会社小松製作所,山陽特殊製鋼, 出願日:2015年9月18日
- 5) 平塚悠輔, 山本幸治, 南埜宜俊:山陽特殊製鋼技報,24 (2017) 1,52-54.
- 6) 牧正志:鉄鋼の組織制御 その原理と方法,内田老鶴圃, (2015) 94.
- 7) 真仁田清澄, 金澤健二, 前原智恵, 高崎惣一, 阿部孝行:日本機械学会論文集(A編), 71 (2005) 702, 346-352.
- 8) 鉄鋼材料と合金元素編集委員会:新版鉄鋼材料と合金元素, 一般社団法人日本鉄鋼協会, (2015) 453-477.