

鉄系材料の組織制御に関する研究 (第2報)

機械金属部 金属研究室

臼井一郎

高速度工具鋼について、種々の加工度のPreform、溶体化処理、圧延、焼鈍の工程で得られる結晶粒の大きさから、結晶粒微細化条件を最適化した。SKH51に再結晶処理を行うことにより結晶粒は均一微細組織となる、再結晶処理を行う前に、Preform→溶体化処理を行えば、組織は平均粒径が $2\mu\text{m}$ オーダーの微細組織となる。KHA30に 950°C で78%Preform→ $1240^\circ\text{C}\times 30\text{min}$ の溶体化処理→ 950°C で78%圧延→2次硬化のための $1190^\circ\text{C}\times 5\text{min}$ 溶体化処理なる一連の加工熱処理を施した後の組織は、その結晶粒径が $6.8\mu\text{m}$ と非常に微細となった。 $4.6\mu\text{m}$ の結晶粒径を有するKHA30を 1000°C で $2.5\times 10^{-4}/\text{s}$ のひずみ速度で引張ると300%以上の全伸びを示した。

1. はじめに

鉄系材料は、一般にセラミックス、アルミニウム、プラスチック等の材料に比べると軽量性、耐腐食性に難点があるものの、その材料原価の安さ、加工性のよさ、リサイクルのしやすさ、環境にやさしい等の理由から工業用材料として重要な位置をしめる材料である。しかしながら、最近、工業材料に要求される特性はますます厳しくなっており、低コスト化、高比強度化や新機能の付与が重要な課題となっている。鉄系材料において、本来の特性を損なうことなく、高強度化、高機能化を図る手段として、加工熱処理法を用いた結晶粒の微細化がある。著者らは、高速度工具鋼(以下、HSSという)について、結晶粒微細化に及ぼす再結晶処理前の加工(以下、Preformという)及びその後の溶体化処理の影響等を明らかにした¹⁾。本報告では、種々の加工度のPreform、溶体化処理、圧延、焼鈍の工程で得られる結晶粒の大きさから、結晶粒微細化条件を最適化した。また、結晶粒微細化の応用について、HSSの超塑性化の可能性を調べた。

2. 実験方法

実験に用いた材料は、HSSの中で最も市場性の高い、溶解高速度鋼SKH51と粉末高速度鋼KHA30である。SKH51の加工履歴は、 $1130\sim 1160^\circ\text{C}$ で鍛錬比8の鍛造、 $870^\circ\text{C}\times 4\text{h}$ の焼鈍である。KHA30の加工履歴は、-60メッシュ($250\mu\text{m}$ 以下)アトマイズ粉→ $1100^\circ\text{C}\times 800\text{atm}\times 2\text{h}$ の熱間静水圧プレス→炉冷→ 1100°C で鍛錬比6(83%圧延に相当)の鍛造→焼鈍($750^\circ\text{C}\times 2\text{h}\rightarrow 30^\circ\text{C}/\text{h}$ で $910^\circ\text{C}\rightarrow 910^\circ\text{C}\times 4\text{h}\rightarrow 20^\circ\text{C}/\text{h}$ で 760°C →

$760^\circ\text{C}\times 6\text{h}\rightarrow 20^\circ\text{C}/\text{h}$ で $400^\circ\text{C}\rightarrow$ 空冷)である。これらを所定の寸法に切出し、機械研磨のための再焼鈍を行うことにより供試材とした。再焼鈍条件は、SKH51に対しては、 850°C 保持後炉冷、KHA30に対しては、 $860^\circ\text{C}\times 4\text{h}\rightarrow 20\sim 25^\circ\text{C}/\text{h}\rightarrow 750^\circ\text{C}\times 20\sim 25^\circ\text{C}/\text{h}\rightarrow 600^\circ\text{C}$ である。そして、前報²⁾と同様の加工熱処理を施した。顕微鏡による組織観察は焼入れたままの材料に対し、10%ナイトールエッチングを行った。また、硬さ測定は、焼入れによるマルテンサイトの影響を取り除くため $800^\circ\text{C}\times 1\text{h}$ の焼鈍を行った材料に対し、マイクロピッカース硬さ計を用いて5個の測定値の平均を硬さ値とした。なお、溶体化処理、焼鈍等はすべてAr雰囲気中で行った。さらに、図1に示す試験片を作製し、これを初期ひずみ一定で引張ることにした。使用した装置は(株)島津製作所製の雰囲気加熱装置付精密材料試験機である。試験温度の設定は γ 領域すなわち A_{cs} よりも高温側とした。

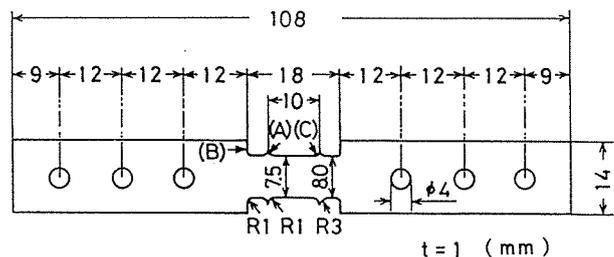


図1 引張り試験片の形状、寸法

3. 結果及び考察

最初に、鋼中の粒界炭化物の粗大化が生じない溶

体化処理温度の限界を求めるため、SKH51、KHA30に種々の温度で溶体化処理を行った。図2に結晶粒径に及ぼす溶体化処理温度の影響を示す。図から、上限温度は1240℃前後と考えられ、この温度を溶体化処理温度と決定した。

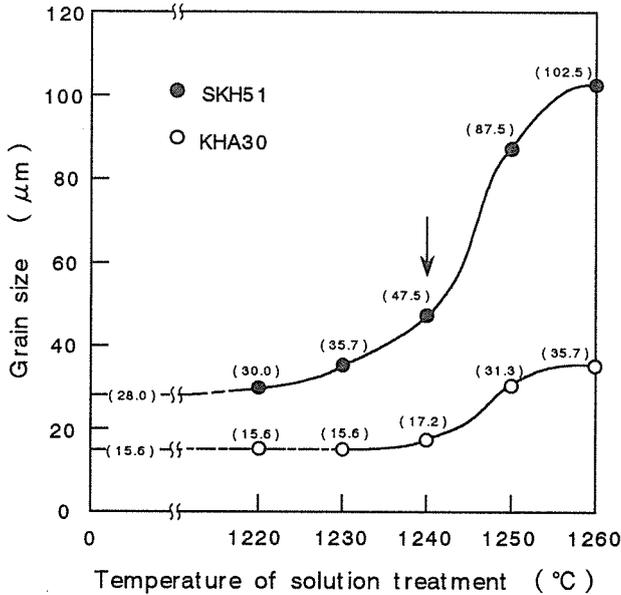


図2 結晶粒径に及ぼす溶体化処理温度の影響

図3にKHA30の再結晶ダイヤグラムを示す。この図と前報のSKH51の再結晶ダイヤグラムから、「Preform→溶体化処理を施した素材に再結晶処理を行うと結晶粒は著しく微細になる。しかしながら、再結晶のための加工度が0%すなわち再結晶させない場合、逆にPreformは溶体化処理後の結晶粒を著しく粗大化させる。その場合、SKH51ではPreformが40%を越えた時点で粗大化が始まるが、KHA30では数%から粗大化が始まり、40%付近で極大に達し、その後微細化に移行する」ことが判る。ここで、もしSKH51に88%のPreformを加えたとすれば前報の図の○印は45μm付近の位置にくることが予想され、またKHA30に83%のPreformを加えたとすれば、図3の○印は15μm付近の位置にくることが予想される。そして、これらの45μm及び15μmはちょうど図2の↓印に一致する。逆に言えば、図2のSKH51は88%のPreformを、またKHA30は83%のPreformをうけていたことになる。しかしながら、本実験では図2の試験片には何らPreformを与えていないことから、このPreformは素材の製造元における鍛錬工程で導入されたものと考えざるを得ない。事実、先に述べたようにSKH51では88%に相当するS8 (JIS規格：鍛錬比8) が、KHA

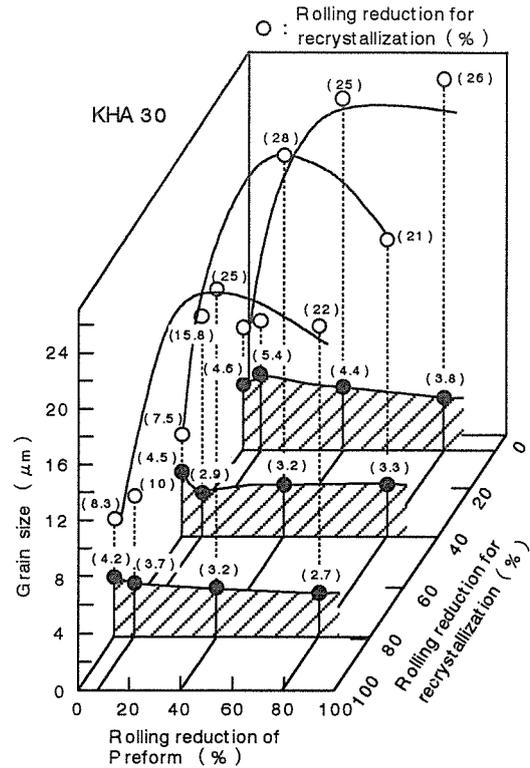


図3 KHA30の再結晶ダイヤグラム

30では83% 圧延に相当するS6が加えられているのである。以上のことから、「加工焼なましの履歴を受けた素材に、ある加工を与えた場合の素材への影響は後の加工に律速される」ことが考えられる。ここでいう素材への影響は残留応力ではなく、2次炭化物の挙動である。そして、この挙動は溶体化処理を施すことによってよりいっそう明白に現れる。すなわち、HSSにPreformを施すと一般に炭化物は粉碎され均一分散の状態に近くなる。そして、現場では、このPreformを1100℃以上かつ強加工で行うことが多いため、回復軟化が著しく、残留応力の蓄積はほとんど考えられない。また、均一分散された炭化物はその加工温度が高いため、一部再固溶し冷却過程及び次の焼鈍過程で再析出するようになる。よって、炭化物はよりいっそう均一に分散された状態になる。今このような均一分散された状態に、ある程度の再Preformを施せば、逆にこの状態は乱されることになる。すなわち、加工による素材への影響は後の再Preformに律速されることになる。そして、次にこの状態を溶体化処理温度に加熱すれば、オーステナイト母相への炭化物の固溶はPreform時よりもはるかに促進され、また試料全域で一様に進む。故に、粒界移動を困難にしていた炭化物は減少することになるため、それだけオーステナイト結晶粒の成長が

容易となり、そのため図3の○印で示したように Preform の増大につれて得られる焼入材の結晶粒も大きくなる。しかしながら、KHA30の場合は40%付近で結晶粒が極大値を有していたが、これはももとの炭化物自体が非常に小さく均一に分布しているため、40%以上のPreformを加えると逆にこの均一分散が乱されることになるためと考えられる。次に、この状態を急冷すればマルテンサイトの針状組織境界及び双晶境界に2次炭化物が、Preformを施さない場合に比べより多く固溶した分だけ逆にそれが多量にかつ一様に析出することになる。そして、これらの炭化物は旧オーステナイト粒内または粒界に生成するオーステナイトの再結晶微粒子の成長を完全に阻止するため、Preform → 溶体化処理を施した後の再結晶終了組織は先に示したように非常に微細なものとなる。さて、HSSは2次硬化を出させるために、一般にSKH51では1240℃で、KHA30では1190℃で数分の溶体化処理を必ず行う。その場合、靱性向上のために結晶粒は極力小さくなければならない。しかしながら、上記温度は再結晶終了温度をはるかに越えているため、2次再結晶が進むことによる結晶粒粗大化が著しくなることが予想される。そこで、再結晶組織が一番微細であると思われる条件、すなわちSKH51では78%Preform → 溶体化処理 → 78%圧延 (以下A材) 及び0%Preform → 溶体化処理 → 78%圧延 (以下B材) の2種類を、KHA30では78%Preform → 溶体化処理 → 78%圧延 (以下C材)、0%Preform → 溶体化処理 → 78%圧延 (以下D材) 及び39%Preform → 溶体化処理 → 78%圧延 (以下E材) の3種類をとり上げ、これらを種々の高温で5min保持することにより、結晶粒粗大化の限界温度を調べることにした。これを図4に示す。なお、図中丸印はすべて5min保持であるが、四角印は丸印を30min保持に延長したもので、■は●印に□は○印に対応したものである。これより2次再結晶開始温度はA～E材共に1150℃であることがわかる。また、1200℃まではA～E材共に加熱時間に対してそれほど結晶粒は粗大にならないが、ほぼ1250℃以上では急速に粗大化することがわかる。そして、一般に0%及び39%Preformよりは78%Preformの方が、加熱温度に対する結晶粒粗大化の傾向は小さく、さらにSKH51よりはKHA30の方がこの傾向は小さい。先に述べたように、0%Preformは実際には製造元の加工履歴を受けているため、上記現象は一見矛盾しているように思えるが、これは製造元における加工温度 (1100℃以上) と著者の行ったPreform温度 (930℃) との違いから生

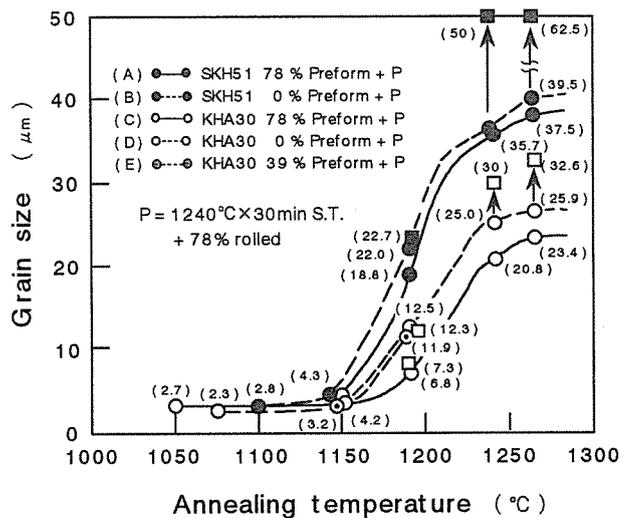
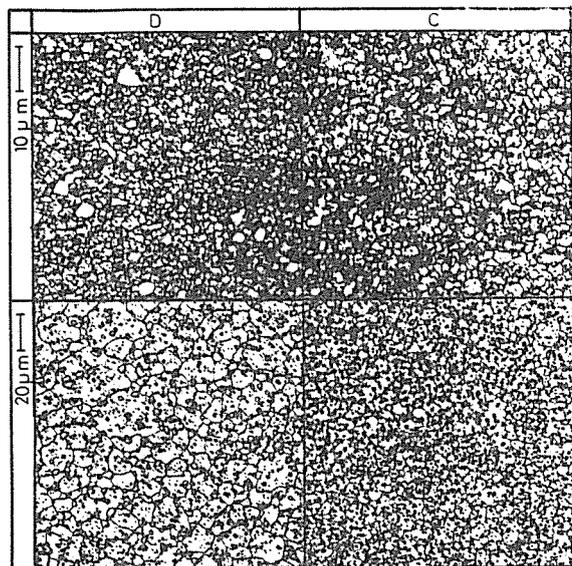


図4 結晶粒径に及ぼす焼鈍温度の影響

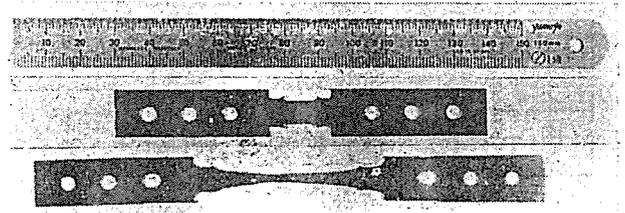
じるもので、一般にPreform温度が低くまたその加工度が大きいほど2次再結晶における結晶粒粗大化の傾向は小さいことが結論づけられるものと思われる。いずれにしても、KHA30に950℃で78%Preform → 1240℃ × 30minの溶体化処理 → 950℃で78%圧延 → 2次硬化のため の1190℃溶体化処理なる一連の加工熱処理を施した後の組織は、図5の右下に示したように結晶粒が6.8μmと非常に微細であることから実用材料としては十分使用可能と思われる。なお、図5のC、Dは図4のC、Dに対応したものである。



(top) After recrystallization when annealed at 1075°C.
 (D) preformed with 0%, (C) preformed with 78%
 (bottom) Annealed at 1190°C.
 (D) preformed with 0%, (C) preformed with 78%

図5 Preform → 1240℃ × 30minの溶体化処理 → 78%圧延 → 5minの焼鈍を施したKHA30の光学顕微鏡写真

次に、再結晶による結晶粒微細化の応用についてであるが、最も可能性のあるのが、HSS の超塑性化である。著者らはKHA30に0%Preform →950°Cで5%加工後W.C. →1150°C×5minの焼なまし後W.C.なる一連の加工熱処理を施し、結晶粒を4.6μmに整えた後、次の試験片加工を容易にするため、700°C×1hの焼なましを行って図1に示す引張り試験片を作製した。なお、KHA30のAc1及びAc3は測定していないので不明であるが、KHA30がSKH57に相当することから、これらの点を推定すれば、Ac1=841°C及びAc3=880°Cとなることが予想される。次にひずみ速度であるが、一般の超塑性材料ではよく10⁻³/S付近が採用されることが多いことから、本実験でもこれに合わせて10⁻⁴/S~10⁻³/Sで引張ることとした。実験結果を図6に示す。図6の()内は全伸び量(%)を、[]内はその時の流動応力(MPa)を、荷重-変位曲線の最大ピーク時で示したもので、また○印は比較検討のために加工及び熱処理を何ら施さない結晶粒径15.6μmの供試材そのものを引張った結果を示したものである。これより、試験温度=1000°Cひずみ速度=2.5×10⁻⁴/Sで全伸び量が最大に達することがわかる。このときの破断後の試験片形状を図7に示



(top) before testing, (bottom) after testing

図7 引張試験前後の試験片形状

す。試験条件は異なるがHSSで超塑性が発現し、100%前後の伸びが得られたという旧ソ連の報告があるが、本実験では最大値で332%の伸びが得られ、この値は結晶粒径15.6μmの供試材の場合に比較して3倍近くに相当し、また流動応力で2倍以上の差が出たことは注目に値する。今回は結晶粒径が4.6μmのものを使用したが、もし図3に示されている2μmのものを使用すれば、さらに上記の差が大きくなることが予想される。

4. おわりに

高速度工具鋼に再結晶処理を施すことにより次の諸点を明らかにした。

(1) KHA30に950°Cで78%Preform→1240°C×30minの溶体化処理→950°Cで78%圧延→2次硬化のための1190°C×5min溶体化処理なる一連の加工熱処理を施した後の組織は、その結晶粒径が6.8μmと非常に微細となった。

(2) 数μmの結晶粒径を有するHSSは超塑性発現の可能性はある。例えば、4.6μmの結晶粒径を有するKHA30を1000°Cで2.5×10⁻⁴/Sのひずみ速度で引張ると、300%以上の全伸びを示した。

参考文献

- 1) 鳥阪泰憲, 白井一郎, 中沢克紀, 宮沢松男, 鉄と鋼, 第6号, 735-742, 1985
- 2) 白井一郎, 平成7年度佐賀県工業技術センター研究報告書

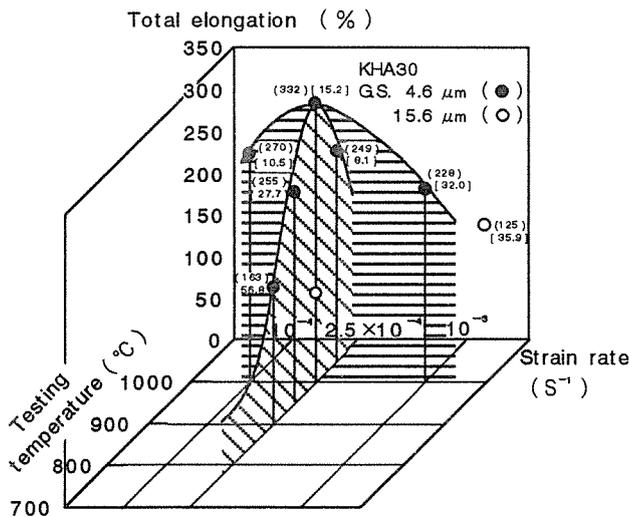


図6 KHA30における全伸び量と流動応力に及ぼす引張試験温度とひずみ速度の影響