

ラスマルテンサイトの加工組織におよぼすフィルム状残留オーステナイトの影響

研究代表者 島根大学総合理工学部 准教授 森戸茂一
共同研究者 島根大学総合理工学部 教授 大庭卓也

1. 緒言

ラスマルテンサイト(以降ラスM)は工具鋼などに現れる重要な組織である。この組織は通常、焼入れと焼もどし処理を施されてから利用される。しかし、フェライトやパーライトのように加工熱処理の初期組織として用いられることはほとんどない。これはラスMの加工性が悪いためであるが、低炭素鋼ラスMの加工は比較的容易であり、その為ラスMを加工熱処理の初期組織として用いる手法が注目されている。例えば Ueji ら[1]は Fe-0.13C 低炭素鋼ラスMに通常の冷間加工—焼鈍処理を行い、粒径 $1\mu\text{m}$ 以下の超微細粒鋼を得ている。また、低炭素鋼ラスマルテンサイトをそのまま部品に加工して使用する試みもなされている[2]。

このラスMを生地組織にした組織制御や利用法ではラスMの加工組織が重要な役割を果たす。報告者の一人は極低炭素鋼ラスMに冷間圧延を施し、その加工組織の発達過程について報告している[3]。それによると、加工初期でラスMは消滅し、新しい加工組織が構築されるとしている。このような組織が発達する理由は、ラス境界は安定した境界ではないため容易に消滅および再構築されるためと考えている。一方、低炭素鋼ではMのラスは圧延によって容易に消滅せず、不均一に剪断、褶曲されたラスが現れること示されている[1,3]。この加工組織の発達過程の違いは加工硬化率の違いにも現れる。Fig.1 に極低炭素鋼と低炭素鋼ラスMおよび極低炭素鋼フェライト組織の圧延率と硬度の関係を示している。これを見ると、極低炭素鋼ラスMでは加工硬化率が低く、特に加工初期では硬度の変化がみられない。それに対して低炭素鋼ラスMは加工硬化率が高く、加工度が上がっても加工硬化率が高いことがわかる。

このような加工組織発達過程の違いは 1)Mラス間に存在する残留オーステナイト(以降 $R\gamma$) フィルム[3], 2)ラスM中の固溶炭素[4]によると考えられている。この二つの要因は互いに密接に関係しており、それぞれの影響を取り除くことは難しい。そのため、 $R\gamma$ と固溶炭素のどちらがどれくらい加工組織形成に影響を与えるのか分かっていない。

本報告では低炭素鋼ラスMに焼もどし処理を施すことにより $R\gamma$ フィルムを制御し、その加工鋼組織の発達過程および機械的性質の変化を示す。また、固溶炭素および窒素を除いた Fe-Ni-Mn 合金ラスMに冷間圧延を施し、その加工組織の発達過程を調査したのでその結果

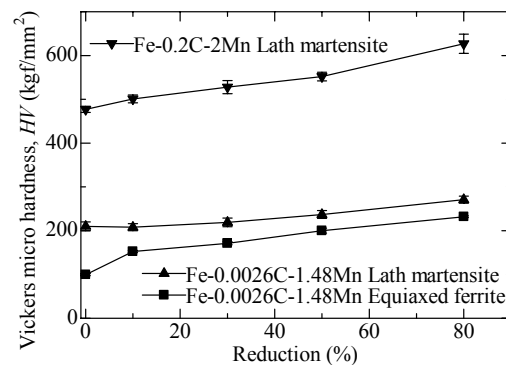


Fig. 1: 極低炭素鋼(Fe-0.0026C-1.48Mn)ラスM, 等軸フェライトおよび低炭素鋼(Fe-0.2C-2Mn)ラスMにおける各圧延率と硬度の関係.

も示す。これらの結果を踏まえて、ラスMの加工組織におよぼすフィルム状 R_γの影響について考察する。

2. 実験方法

使用した合金は Fe-0.2C-2Mn 低炭素鋼と Fe-Ni-Mn 合金である。化学組成を Table 1に示す。低炭素鋼は 1453K で均一化を

Table 1: 試料の化学組成(mass%).

	C	N	Mn	Ni	Fe
低炭素鋼	0.206	-	2.017	-	bal.
Fe-Ni-Mn 合金	0.0013	0.0008	4.41	20.21	bal.

行い、1473K, 600s のオーステナイト化後に水中に焼入れた。その後、473K, 573K, 673K, 773K および 923K で 600s の焼もどし処理を行った。Fe-Ni-Mn 合金も同様に均一化を行った後に、1273k, 86.4ks の水素焼鈍処理を施した。その試料を 1473K, 600s オーステナイト化後に水中に焼入れ、その後液体窒素中で 600s 保持を行った。これらの試料に 10%, 30%, 50%, 80%の冷間圧延を施し、それらを観察用試料とした。

組織観察はすべて板幅方向から行っている。また観察には 3%ナイトール腐食を使用した光学顕微鏡法、走査型電子顕微鏡／後方電子散乱図形解析法 (SEM/EBSD)、透過型電子顕微鏡法 (TEM) を用いた。

機械的性質はビッカース硬度測定と引張試験を行った。ビッカース硬度測定は加重 9.8N, 15s 保持で 8 点の測定を行った。引張試験は平行部 8.5mm, 幅 2.5mm, 厚さ 0.5mm の試料で行った。また、初期歪速度は 2.3×10^{-2} /s で歪ゲージを使用した。

3. 結果

3.1 低炭素鋼ラスMの加工組織発達過程

3.1.1 光学顕微鏡組織観察

Fig.2 に焼入れまま材の光学顕微鏡写真を示す。ブロックやパケットがはっきりしており、典型的な低炭素鋼ラスMであることが分かる。焼もどしによって光学顕微鏡組織は大きく変化しない。50%冷間圧延を施した焼入れまま、473K, 923K 焼もどし材の光学顕微鏡写真を Fig.3 に示す。共に褶曲や剪断されたブロックが観察されるが、焼もどし温度が高いほどそれが目立たなくなり、923K 焼もどしでは緩やかな褶曲はあるもののブロック組織を保ったまま観察される。80%冷間圧延を施すと、すべての試料において、圧延方向に平行な層状組織が観察された。



Fig. 2: 低炭素鋼ラスマルテンサイトの光学顕微鏡写真

3.1.2 加工前組織の TEM 観察

Fig.4 に焼入れまま, 473K, 573K, 923K 焼もどし材の TEM 像を示す。焼入れままと 473K 焼もどし材にはラス間にフィルム状 $R\gamma$ が観察されているが, 573K 以上の焼もどし材にはフィルム状 $R\gamma$ を確認することはできなかった。また, 焼入れまま材のラス厚が $0.23\mu\text{m}$ であるのに対し, 923K 焼もどし材では場所によってはラス幅が $0.38\mu\text{m}$ まで増加しており, ラスの融合が起こっていることが分かる。炭化物は 473K や 573K の低温焼もどしでは細かい針状としてラス境界やラス内部に観察され, 923K 焼もどしでは主にラス境界に球状炭化物として観察された。

3.1.3 低圧下組織の TEM 観察

Fig.5 に 10%冷間圧延を施した焼入れまま, 473K, 573K, 923K 焼もどし材の TEM 像を示す。焼入れまま, 473K 焼もどし材ではラスの形状の大きな変化はないが, 573K と 923K 焼もどし材では一部にラス境界の消滅が観察されている。

30%冷間圧延を施した試料の TEM 像を Fig.6 に示す。焼入れまま, 473K 焼もどし材で, 白線で示すように, 剪断されたラス (Kinked Laths) が観察されている。また, 破線で示すようにラス境界が消滅している箇所もごくまれに観察されている。一方, 573K では一部, 923K 焼もどし材では広い領域でラス境界の消滅と分断が進んでおり, ラス組織の消滅が進んでいることが分かる。

3.1.4 高圧下組織の TEM 観察

50%冷間圧延を施した試料の TEM 像を Fig.7 示す。焼入れままと 473K 焼もどし材では剪断帯が観察されるようになる。573K 焼もどし材ではラス境界の消滅が進行していることが分かり, 923K 焼きもどしではラスとは関係のない転位セルが構築されている。

Fig.8 に示す 80%冷間圧延を施した試料では, どの試料も圧延方向に平行な層状組織となっているが, その間隔は焼もどし温度が高くなるにつれ広がっていくことが分かる。

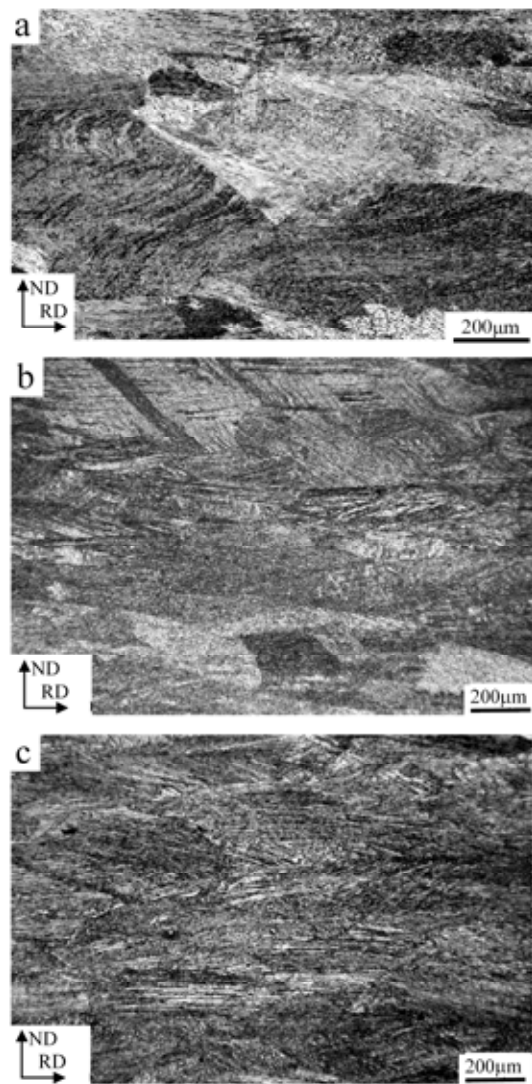


Fig. 3: 低炭素鋼ラスMの 50%冷間圧延試料の光学顕微鏡写真. a) 焼入れまま, b) 473K 焼もどし, c) 923K 焼もどし.

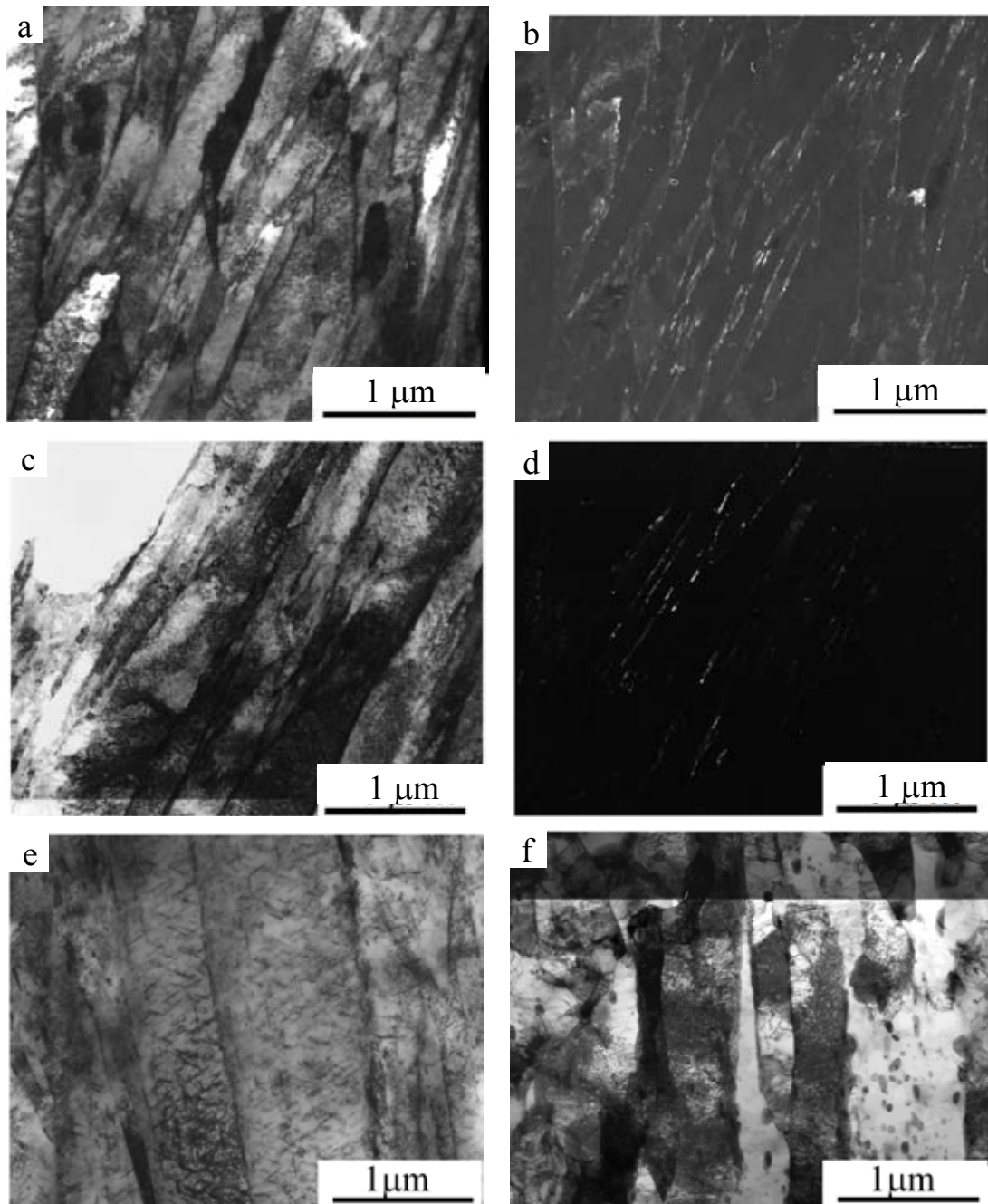


Fig. 4: 低炭素鋼焼もどしラスMのTEM写真. a) 焼入れまま, b) aにおける $R\gamma$ の暗視野像, c) 473K 焼もどし, d) cにおける $R\gamma$ の暗視野像, e) 573K 焼もどし, f) 923K 焼もどし.

3.1.5 各焼もどし材の降伏挙動と硬度変化

Fig.9 に各圧延率における硬度を焼もどし温度ごとに示している。他の試料と比べ、焼入れままと473K 焼もどし材では圧延初期に硬度の上昇が見られ、後期でも硬度の上昇が見られた。また、焼もどし温度の上昇と共に硬度が下がり、極低炭素鋼ラスMの硬度変化に近づいていることが分かる。

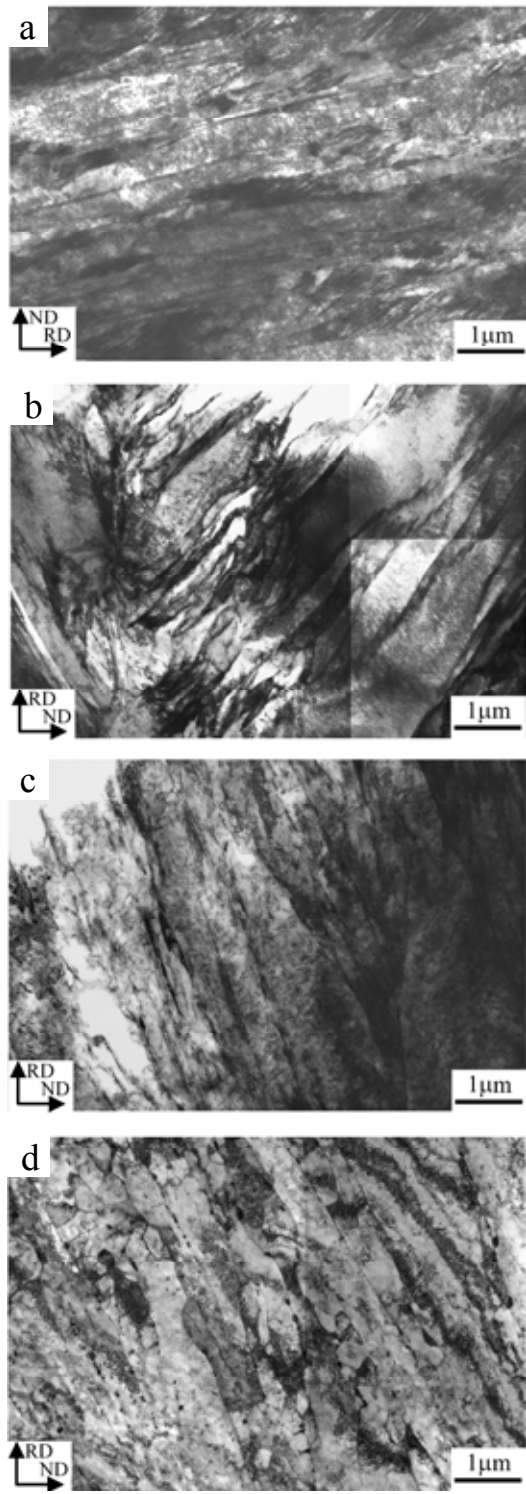


Fig. 5: 10%冷間圧延を施した低炭素鋼焼ラスMの TEM 写真. a) 焼入れまま, b) 473K 焼もどし, c) 573K 焼もどし, d) 923K 焼もどし.

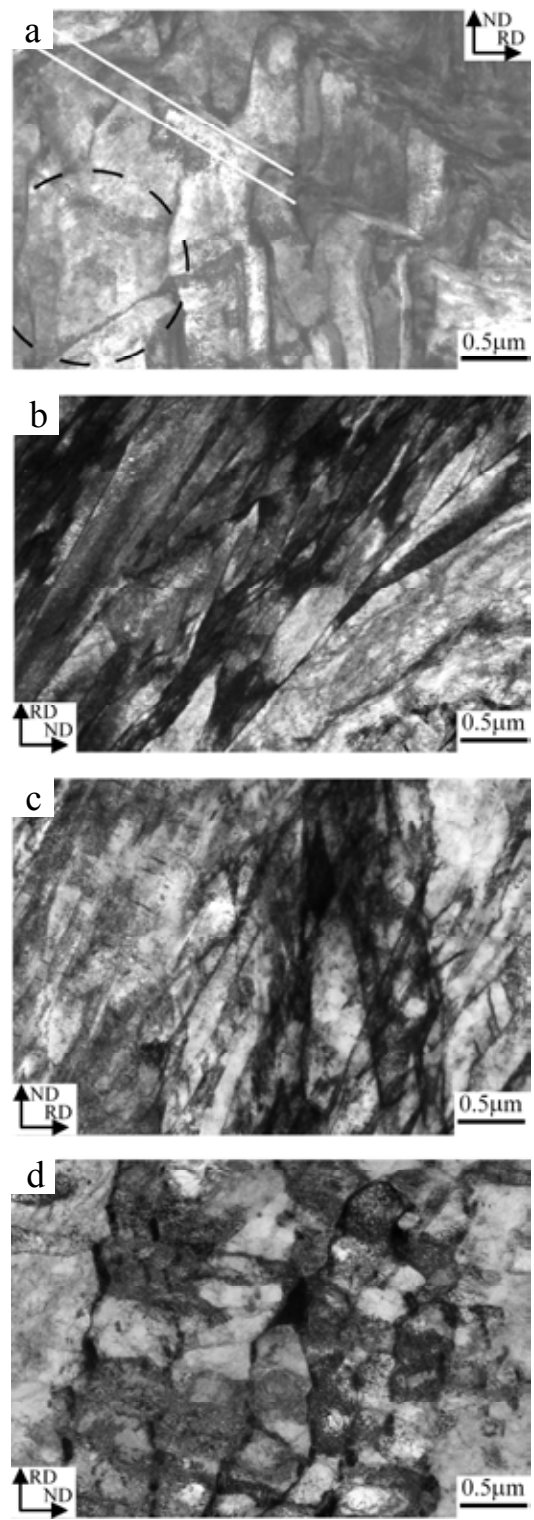


Fig. 6: 30%冷間圧延を施した低炭素鋼焼ラスMの TEM 写真. a) 焼入れまま, b) 473K 焼もどし, c) 573K 焼もどし, d) 923K 焼もどし.

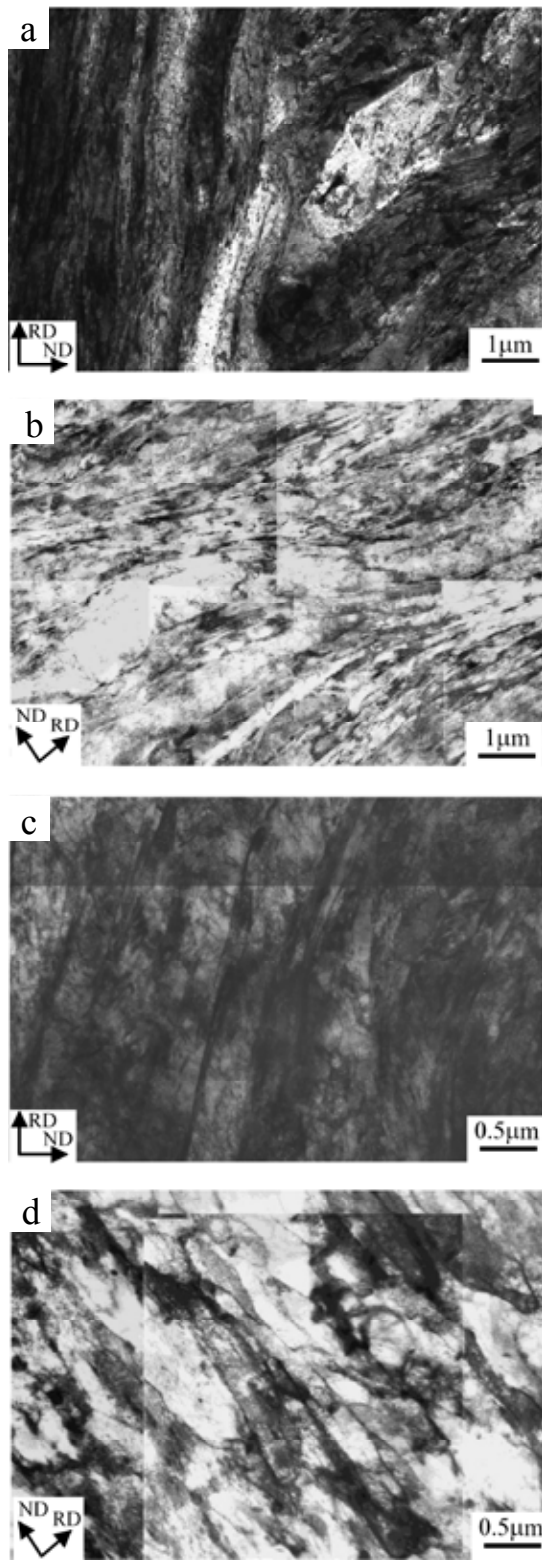


Fig. 7: 50%冷間圧延を施した低炭素鋼焼ラスMの TEM 写真. a) 焼入れまま, b) 473K 焼もどし, c) 573K 焼もどし, d) 923K 焼もどし.

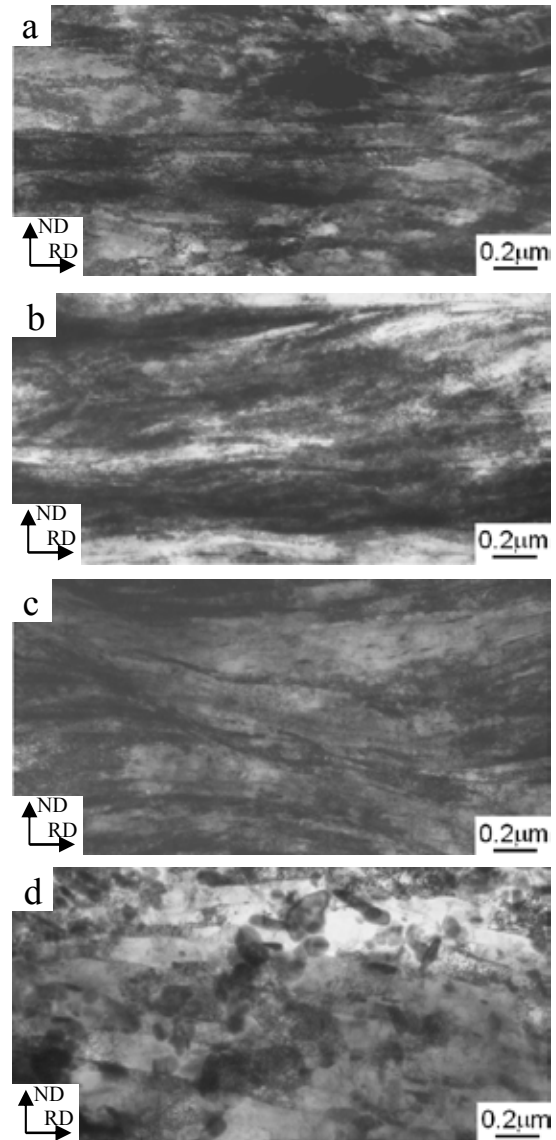


Fig. 8: 80%冷間圧延を施した低炭素鋼焼ラスMの TEM 写真. a) 焼入れまま, b) 473K 焼もどし, c) 573K 焼もどし, d) 923K 焼もどし.

次に各試料に対して引張試験を行った。その結果を Fig.10 に示す。まず、焼入れままと 473K 焼もどし材はほとんど同じ曲線を描くが、573K 焼もどしで加工硬化率が低下することが分かる。また、673K で降伏点が明瞭に現れる。このとき、降伏強度は 573K の時より高くなるが加工硬化率が低く、1%で 573K の曲線と重なる。さらに焼もどし温度が上昇すると、

それによって応力-歪曲線が低応力側に移動する。このときの加工硬化率は 673K とほとんど同じである。

3.2 Fe-Ni-Mn 合金ラスMの加工組織発達過程

3.2.1 加工前組織

Fig.11 に SEM/EBSD 解析による IQ 図を示す。この図を見ると典型的なラスMに見えるが、Fig.11 で灰色で示される $R\gamma$ ブロックが多数観察される。Fig.12 は TEM 像であり、この図からラス境界に $R\gamma$ フィルムが存在していることが分かる。ただし、低炭素鋼の場合と異なり、 $R\gamma$ フィルムにむらがあり、厚いところと薄いところが存在していることが分かる。これは他の低炭素および低窒素鋼ラスMでは観察されない特徴である。

3.2.2 加工組織の発達

Fig.13 に各圧延率における TEM 像を示す。10%冷間圧延でラスはほとんど残っている事が分かる。また、圧延前材では観察されなかった変形双晶が多く観察された。ただし、一部ラス境界が消滅している箇所が観察されている (Fig.13(b)) が、観察視野は少ない。30%では破線で示すようにラス境界が消滅している箇所が見られるようになる。 $R\gamma$ フィルムはまだ観察されるが、ごくわずかである。80%では他の試料同様全面圧延方向に平行な層状組織になっていた。

Fig.14 に圧延率と硬度の図を示す。これを見ると硬度は極低炭素鋼ラスMだが、圧延初期の硬度の上昇は低炭素鋼ラスMと同じである。ただ、圧延後期の加工硬化率の上昇は低炭素鋼ラスMの方が高く、極低炭素鋼ラスMの挙動に近い。

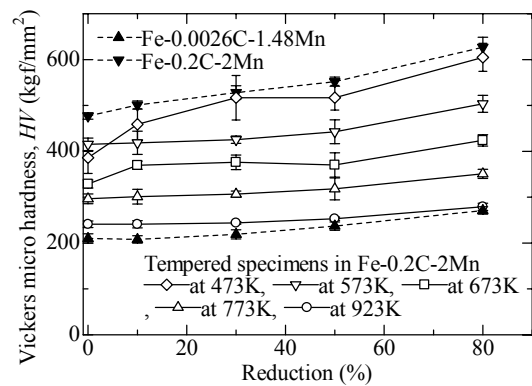


Fig. 9: 低炭素鋼焼もどしラスMの圧延率と焼もどし温度の関係。

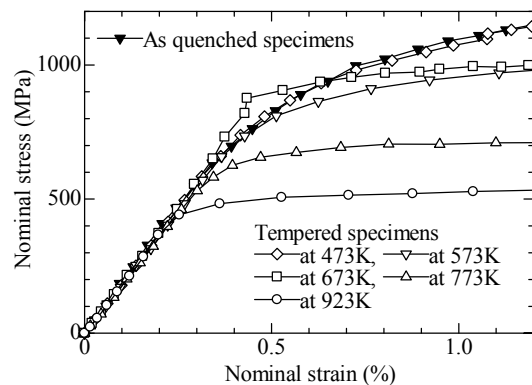


Fig. 10: 各焼もどしラスM試料の応力-歪曲線。

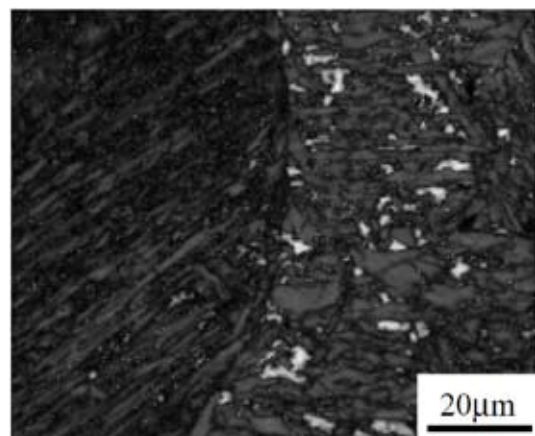


Fig. 11: Fe-Ni-Mn 合金ラスMの IQ マップ。白い箇所は $R\gamma$ ブロック。

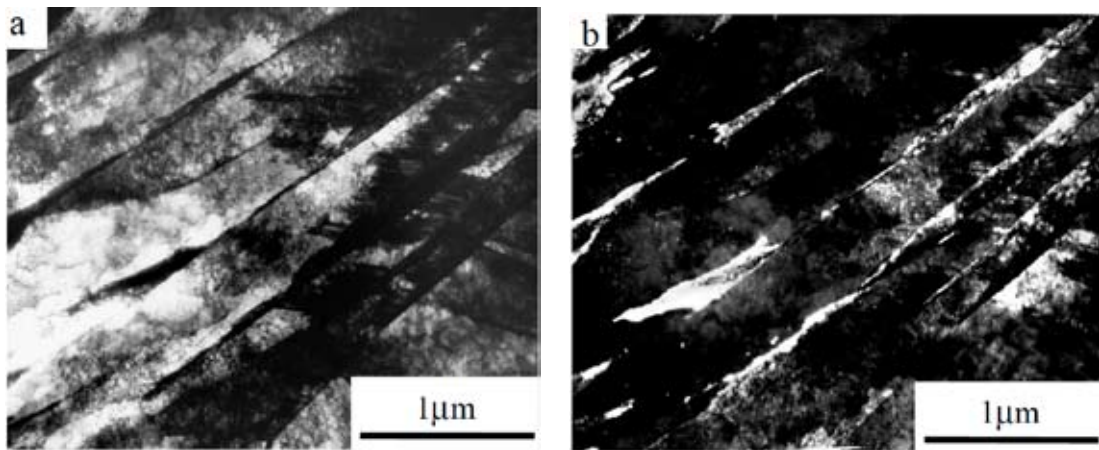


Fig. 12: Fe-Ni-Mn 合金ラスMの TEM 像. (a) 明視野像, (b) 暗視野像. 暗視野像は $R\gamma$ からの回折を使用した.

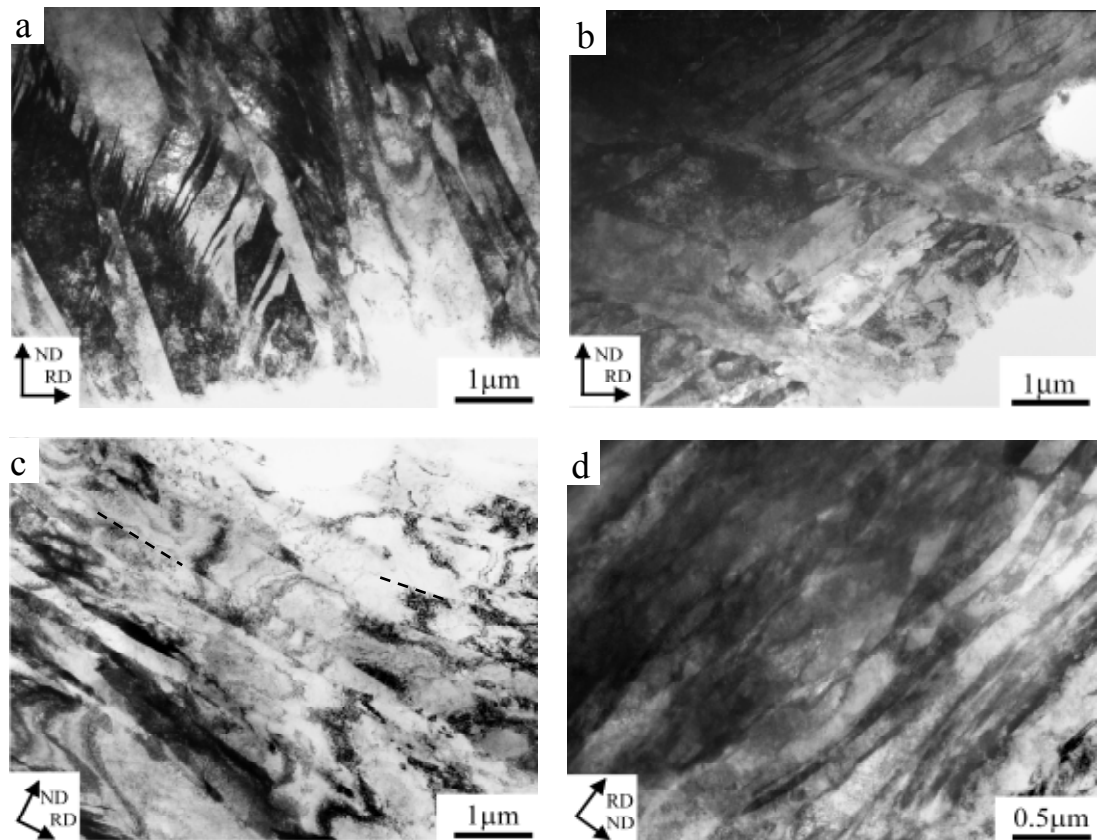


Fig. 13: 冷間圧延を施した Fe-Ni-Mn 合金ラスMの TEM 像. (a) (b) 10%, (c) 30%, (d) 80% 冷間圧延材.

4. 考察

4.1 加工組織に及ぼす $R\gamma$ の影響

低炭素鋼ラスMの加工組織の発達は、 $R\gamma$ フィルムが確認できる焼入れままと 473K 焼もどし材ではラス境界が高压下まで保たれ剪断を受けるような変形をされるのに対し、高温焼もどし材ではラス境界が崩れ、ラスが分断されて新しい加工組織が形成されている。これは高温焼も

どしでは極低炭素鋼ラスMの加工組織とよく似ていることを示している。また、固溶炭素および窒素のほとんど含まれない Fe-Ni-Mn 合金では加工初期は低炭素鋼ラスMの焼入れのままの加工組織を示すが、圧延後期になると極低炭素ラスMと同じような加工組織となる。

以上のことから、低炭素鋼ラスMの焼入れままや 473K 焼もどし材では、 $R\gamma$ フィルムが加工時の転位の運動を妨げるためラス境界が高圧延まで残り、褶曲した加工組織が発達すると考えられる。Fe-Ni-Mn 合金でも同様に圧延によりラス境界が消滅しない。しかし、低炭素鋼ラスMと異なり、 $R\gamma$ への固溶炭素の移動が無いいため圧延により $R\gamma$ が不安定となり、圧延後期では $R\gamma$ の効果はなくなり、極低炭素ラスMの場合と同じようにラス組織の消滅、転位セルの構築が起こると考えられる。

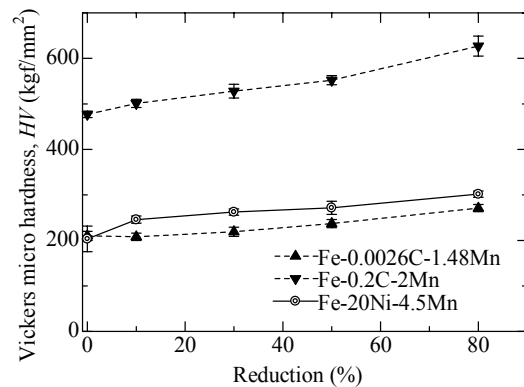


Fig. 14: 極低炭素鋼，低炭素鋼および Fe-Ni-Mn 合金ラスMの圧延率と硬度の関係。

4.2 加工組織に及ぼす焼もどしの影響

$R\gamma$ フィルムが存在する状況で加工を受けた場合、ラス界面に不均一な応力集中がおき剪断が入る。巨視的に観察されたものが光学顕微鏡で観察された剪断されたブロックであると考えられる。光学顕微鏡観察では 573K 以上の焼もどし材、つまり $R\gamma$ フィルムが存在しない試料でも剪断帯が観察されている。これはラス境界の微細炭化物が転位の運動を阻害させているためと考えられる。ただ、フィルム状 $R\gamma$ と比べ炭化物間の間隔が広いいため、ラス境界の消滅にはあまり寄与していないと考えられる。

Fig.10 に示したように 573K 以上の焼もどし材でも焼もどし温度の上昇によって加工硬化率が低下する。これは焼もどしにより炭化物が粗大化することによってラス境界の保護能力が低下し、ラス組織が容易に消滅するようになったためと考えられる。ただ、673K 焼もどし材の加工硬化挙動だけが、他の試料と異なっている。これは炭化物の球状化[5]など炭化物形態の変化による効果と考えられるが、詳細を検討する必要がある。

4.3 $R\gamma$ フィルムの形状と固溶炭素

Fig.4 で示したように低炭素鋼ラスMの $R\gamma$ はラス間に薄いフィルム状に存在している。473K 焼もどしを施した試料においてもフィルムの形態に変化は見られなかった。Fig.15 に示すように Fe-0.2mass%N 合金でも低炭素鋼ラスMと同じ均一なフィルム状 $R\gamma$ が観察されている[6]。それに対し Fe-Ni-Mn 合金の $R\gamma$ は均一なフィルム状にはならず、 $R\gamma$ の厚い領域と薄い領域が混在している。Fe-Ni-Mn 合金ラスMの $R\gamma$ フィルムが不均一である理由は、マルテンサイト変態が完全に終了していないためラス境界が接触するまで成長していないためと考えられる。その為、変態駆動力が上がれば極低炭素鋼のようにラス同士が接触すると考えられる。低炭素・窒素

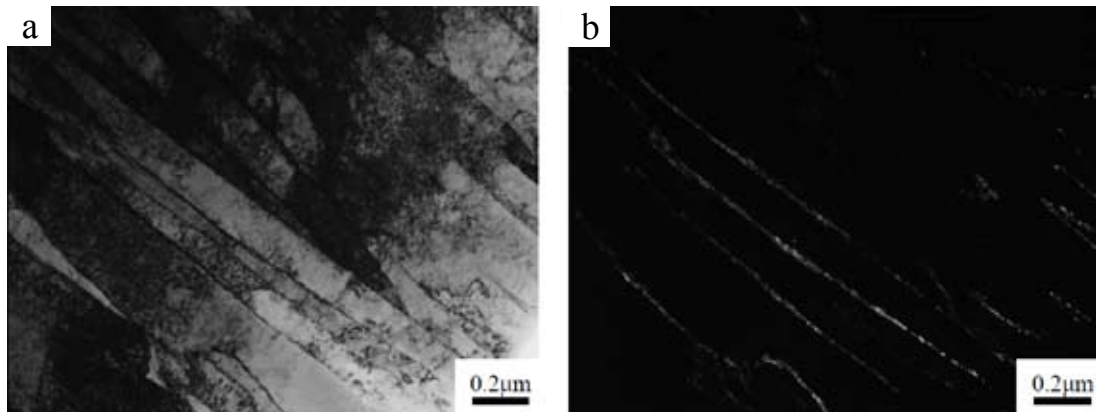


Fig. 15: Fe-0.2mass%N 合金ラスMのTEM像. (a) 明視野像, (b) 暗視野像. 暗視野像は $R\gamma$ からの回折を使用した. [6]

鋼ではマルテンサイト変態は室温で終了しており、本来ならラス同士は接触しているはずである。実際には、ラスが成長しラス同士の間隔が狭くなったとき、オーステナイトへの歪や応力によりラスの成長速度が遅くなると考えられる。そのときに鋼に含まれる炭素および窒素が $R\gamma$ フィルムに固溶し、フィルム状 $R\gamma$ として安定化すると考えられる。

5. 結言

以上の結果から以下の結論が得られた。

- ・ラスMの加工組織は、 $R\gamma$ フィルムがある場合、ラス境界を保ったまま加工が進行し、剪断や褶曲されたラスが現れ、最終的には層状組織となる。 $R\gamma$ フィルムがないときは、ラス組織は加工初期に消滅し、新しい加工組織が構築される。
- ・固溶炭素はラス境界に直接影響を及ぼさないが、 $R\gamma$ フィルムに固溶することでフィルムを安定化させる働きがある。また、 $R\gamma$ が均一にフィルム化するため、ラス境界全体を保護する。

6. 謝辞

本研究はJFE21世紀財団の研究助成をうけて行われた。TEM観察は島根大学総合科学研究支援センター物質機能分析分野および総合理工学部物質科学科小野教授の装置を利用して行われた。

7. 参考文献

1. R. Ueji, N. Tsuji, Y. Minamino and Y. Koizumi: *Acta Mater.*, **50** (2002) 4177.
2. 友田陽、青山誠、竹中正鋭、倉富英明、谷本一郎: *機械学会論文集*, **62** (1996-7) 1605.
3. S. Morito, T. Ohba and T. Maki: *Mater. Sci. Forum*, **558-559** (2007) 933.
4. K. Nakashima, Y. Fujimura, T. Tsuchiyama and S. Takaki: *Mater. Sci. Forum*, **539-543** (2007) 4783.
5. T. Ohmura, T. Hara and K. Tsuzaki: *Scripta Mater.*, **49** (2003) 1157.
6. 岩見祐貴: 修士論文, 島根大学, (2008).