0.2%C-3%Ni-2%Mo 鋼の機械的性質におよぼす オースフォームの影響*

門 間 改 三** 須 藤 一**
藤 田 正 義*** 久保村 喜 彦****

Kaizo Monma, Hajime Suto, Masayoshi Fujita and Yoshihiko Kubomura: The Effects of Ausforming on the Mechanical Properties of 0.2% C-3% Ni-2% Mo Steel. The effects of ausforming on the mechanical properties of 0.2% C-3% Ni-2% Mo steel were examined. As is generally known, the yield strength increased by ausforming. The hardness and tensile strength of ausformed steel changed in a manner parallel to those of conventionally quenched steel with increasing tempering temperature and showed a clear secondary hardening. The size of θ and Mo_2C particles in ausformed steel was smaller than that in conventionally heat-treated steel. The θ -phase in conventionally heat-treated steel shows a Widmanstätten structure. On the other hand, the θ -phase in ausformed steel precipitates also preferentially on the transformation twins formed by ausforming. When the holding time between ausforming and quenching was prolonged, recovery occurred and the effect of ausforming also decreased. But it appears that recrystallization did not occur during the period between ausforming and quenching even at 800°C.

(Received February 15, 1967)

I. 緒 言

鋼の強靱化を目指して各種の加工熱処理が研究されている⁽¹⁾。そしてオースフォームなどによる強化の機構はかなり明らかになってきた⁽¹⁾。しかし靱性の点に関しては、複雑な破壊の問題につながる事柄であるため、未だほとんど解明されていない。実用材料の強度と靱性の関連性はきわめて重要であり、これに関する知見を得る目的で著者らは種々なる材料を用いて検討しているところであるが、本論文もその一部である。

さてオースフォームは靱性を低下させることなく、強度を向上させる方法であることがしばしば報告されている⁽²⁾。強度と靱性の関連性を追求するうえにこの点は大変興味があるので、鋼の強靱性におよぼすオースフォームの効果を研究することとした。従来のオースフォームはほとんど中炭素鋼かさもなくば Fe-Ni 合金のように炭素をあまり含まないものを試料として実施されてきた。著者らは、将来冷間加工も併用する関係上比較的軟質なマルテンサイトをつくる 0.2% C 鋼を選んだ。この種の鋼

は、いわゆる低炭素マルテンサイト鋼としても興味がある。またオースフォームを行なうために焼入性がよいことと、オーステナイト状態で軟化し難いことが必要であり、このため Mo を添加することとした。また、 A_1 点を下げ、結晶粒の微細化を行ないやすくする意図から Ni を添加した。このような意味で 0.2% C-3% Ni-2% Mo 鋼を用いることとしたが、この鋼はまた 2 次硬化という点でも興味がある。

本報は上記の鋼を用いた一連の研究の第 1 報であり、その機械的性質と、オースフォームの機械的性質におよぼす効果を組織観察を行ないながらしらべた結果を示す。

II. 試 料 お よ び 実 験 方 法

供試材の化学組成を Table 1 に示す。

Table 1 Chemical composition of steel used. (wt%)

C	Ni	Mo	Si	Mn	P	S	Cu	Cr
0.17	2.98	2.01	0.17	0.24	0.05	0.06	0.02	0.02

加工は主にスエーピング機を用いた。仕上り寸法を 6.4 mm ϕ とし、加工度が 20%, 40%, 60% になるよう、あらかじめ所定直径の丸棒に切削した。これらを 950°C で 30 分間オーステナイト化してから、500°, 600°, 700°, 800°, 900°C の各温度に保つた鉛浴に 1.5 min 間浸漬し、これを 1 回の加工で数秒間で 6.4 mm ϕ までおとした。加工温度によって、加工中昇温あるいは降温が肉眼でも観察されたが、最大 100°C 位の表面温度の変動はあつたと思われる。加工後直ちに水冷し Fig. 1 (a) に示す引張試験片を作成後、200°C $\times$ 2 hr 焼戻しを行なつてから引張試験を行なつた。また各加

** 東北大学工学部金属工学科 (Department of Materials Science, Faculty of Engineering Tohoku University, Sendai)

*** 岩手大学工学部金属工学科 (Department of Metallurgy, Faculty of Engineering Iwate University Morioka)

**** 東北大学工学研究科 (The Graduate School of Engineering in the Tohoku University, Sendai)

* 1966 年 10 月本会九州大会に発表

(1) 田村：金属学会会報，2 (1963)，426 (1964) 「鋼の加工熱処理」または本会セミナー「鋼の加工熱処理」テキスト (1964) 参照。

(2) たとえば R.F. Harvay: Iron Age, 168 (1951), Dec. 27, 70, E. M. Lips et al.: Met. Prog., 66 (1954), No. 2, 103, または文献 (1)。

工温度で 60 % 加工したものについては、加工後直ちにその加工温度に保った鉛浴中に戻して、30 sec, 4 min, 30 min

Fig. 1 Tensile specimens.

保持してから水冷し、上と同様に機械的性質を調べた。焼戻特性に対するオースフォーミングの効果を調べる場合は、600°C で 60 %, 80 % 加工したものを用いた。この場合の 80 % 加工材は、大同製鋼中研の御好意で遊星ロールで圧延した板材で、これより Fig. 1 (b) のごとき試験片を採取した。これらの試料を各温度で 1 hr 焼戻しを行ない、組織と機械的性質を調べた。なお、引張試験は島津オートグラフ 5000 kg を使用し、試験速度 0.5 mm/min で行なった。耐力の決定には、正確を期するためストレインゲージを試料に貼布し、歪計を併用した。

透過電子顕微鏡試料としては、0.5 mm 厚さの板を用い、オースフォーミングの効果をみるものとしては遊星ロールで 80 % 加工したものを使用した。

III. 実験結果ならびに考察

Fig. 2 は普通の焼入れをしたもの、および 600°C で 60 %

Fig. 2 Relation between mechanical properties and tempering temperature of ausformed and conventionally heat-treated steels.

オースフォーミング後焼入れしたものの機械的性質が焼戻温度によつてどのように変化するかを調べた結果である。こ

れにみるとおり、オースフォーミングによつて引張強さ、降伏点がともに上昇するが、降伏点の上昇はとくに大きく、降伏比が非常に大きくなる。Shyne ら⁽³⁾は 1 % Ni-2 % Cr-Mo-V 中炭素鋼のオースフォーミングを行ない、300°C 焼戻した場合、オースフォーミング材の降伏比が大きくなることを示しているが、200°C 以下の焼戻しの場合は降伏比は小さいという結果を得ている。この相違は鋼種、試料の大きさ、製造法などの差にもとづくのであるかもしれないが、マルテンサイト鋼は通常 200°C で焼戻して使用するので、200°C 焼戻して高い降伏比を示すことは技術的に重要である。Zackay ら⁽⁴⁾は 3 % Cr-Mo-V 鋼、および 12 % (Cr, W, Mo, V) 鋼のオースフォーミングを行なった。それによると、オースフォーミングによつて硬度水準が上昇し、焼戻軟化抵抗が小となるが、2次硬化は不明瞭になるという結果を得た。本実験によれば、2次硬化現象はオースフォーミング材でも明瞭に現われた。Justusson ら⁽⁵⁾は 3 % Cr-1.5 % Ni 鋼の 330°C 焼戻材の絞りと炭素量の関係調べている。それによると、0.3 % C 鋼ではオースフォーミングにより絞りはやや減少し、0.57 % C 鋼では増加することを示している。本実験では Fig. 2 にみるとおり、オースフォーミングにより絞りが僅かに減少しており、Justusson らの低炭素鋼の場合と一致する。

Fig. 3 はオースフォーミングの温度および加工量を変えたときの硬度変化(左図)と、60 % オースフォーミング後再びその温度に保った鉛浴中に試料をもどし、所定時間焼なましを行なつてから焼入れたものの硬度を示している。当然のことながら加工量が大となるほど硬化するが、加工温度時の影響は必ずしも明らかでない。加工後恒温保持の間が長くなるほど軟化するが、800°C で 30 分間保持しても加工の効果は若干残っている。Fig. 4 は同様の実験を行なったときの引張強さ、降伏点を示す。硬度の結果よりも加工温度の影響が明瞭に表われている。H-11 鋼について行なった Zackay の結果⁽⁴⁾では、800°C で加工したものは、オースフォーミングの効果が非常に小さくなっているが、本試料では相当に顕著である。

Fig. 5 は Fig. 4 の試験と同時に得た絞りの結果を示すものである。オースフォーミングの加工度が 0 % のとき、絞りの値が一定でないのは、たとえば、500°C の値はオーステナイト化温度より 500°C の鉛浴に焼入れ、ここで、他の試料がオースフォーミング加工をするのに要したのと等しい時間、つまり 1.5 min 間保持してから焼入れたものである。このようなマルクエンチング的な操作を行なうと、強度は Fig. 4 にみるとおり変化しないのに、絞りが保持温度の低下とともに減少することは注目し値する。この原因は明らかでないが、オーステナイト結晶粒界に脆化を誘引する何かの変化が起こるのではなからうか。500°C で加工を行

(3) J.C. Shyne et al: Trans. ASM, **52** (1960), 346.

(4) V.F. Zackay et al: J.I.S.I. sp. rep., **76**, 14.

(5) W.M. Justusson et al: Trans. ASM, **55** (1962), 640.

なうと、強度が著しく上昇し、絞りの低下はない。しかし高温加工の場合は絞りの低下がみられる。また加工後 30

ここで 1.5 min 保持してから水冷したもので、通常のマルテンサイトの組織を示す。(b) は 600°C で 60 min 加工後、

Fig.3 Hardness of ausformed steel tempered at 200°C. Left: Quenched immediately after ausforming. Right: Held at the ausforming temperature after ausforming.

Fig.4 Yield strength and tensile strength of ausformed steels tempered at 200°C. A, A': Quenched immediately after ausforming. B, B': Held at the ausforming temperature after ausforming.

Fig.5 Contraction of area of ausformed steel tempered at 200°C. Left: Quenched immediately after austempering. Right: Held at the ausforming temperature after ausforming.

分間保持したものは、いずれも強度が低下するが、絞りは 500°C 保持の場合はほとんど回復しない。かかる現象も粒界脆化に関係があると思われる。

Photo.1 は 600°C でオースフォーミングを行なったときの組織を示す。(a) は 950°C より一旦 600°C に急冷し、

直ちに焼入れたときの組織で、マルテンサイトが鍛伸方向に伸びている。(d) は 600°C で 60% 加工後、再び 600°C に保持した鉛浴に戻して 1.5 min 保ち、その後焼入れたものの組織である。(b) に較べて、マルテンサイトの方向性は不鮮明となつてはいるが、オーステナイト粒は鍛伸方向に伸びている。(b)、(d) に比較的軽くエッチしたときの組織であるが、同じ試料を強くエッチしたときの組織は(c)、(e) のごとくなつた。(c) は(b) とほとんど同じであるが、(e) は(d)

Photo.1 Microstructures of martensite. (x1680)

- (a) 950°C → 600°C × 1.5 min → W.Q.
- (b) 950°C → 600°C × 1.5 min → 60% ausformed → W.Q.
- (c) 950°C → 600°C × 1.5 min → 60% ausformed → 600°C × 1.5 min → W.Q.
- (d) lightly etched
- (e) deeply etched

と違った感じであり、これからオーステナイト粒内で回復が起こったことがうかがわれる。

Photo.2 Micro-structures obtained by replica technique.
(a) $950^{\circ}\text{C} \times 30 \text{ min} \rightarrow 800^{\circ}\text{C}$, 0% Work $\rightarrow$ W.Q.
(b) $950^{\circ}\text{C} \times 30 \text{ min} \rightarrow 800^{\circ}\text{C}$, 60% Work $\rightarrow$ W.Q.
(c) $950^{\circ}\text{C} \times 30 \text{ min} \rightarrow 800^{\circ}\text{C}$, 60% Work $\rightarrow$ $800^{\circ}\text{C} \times 30 \text{ min} \rightarrow$ W.Q.

Photo.3 Microstructure of steel ausformed at 700°C by 60% and followed by austempering at 700°C for 30 min and quenching. ($\times 1000$)

Photo.2 は組織をレプリカ法で観察した一例である。
(a) は普通のマルテンサイト組織, (b) は 800°C で 60 % オ

ースフォームした組織である。(c) は 800°C で 60 % 加工後、再び 800°C で 30 分間恒温保持してから焼入れたもの

Photo.4 Extraction replica of specimens tempered at 500°C for 1 hr.

(a) Conventional heat treatment
(b) Ausformed at 600°C by 80%

Photo.5 Extraction replica of specimens tempered at 700°C for 1 hr.

(a) Conventional heat treatment
(b) Ausformed at 600°C by 80%

の組織である。これにみるごとく、 800°C で 30 分間保持しても、この合金では再結晶が起こらないらしく、多分回復の段階に止まっている。

700°C で 60 % 加工後、引続き 700°C に保持した場合はフェライトと思われる相が析出する。**Photo.3** は 700°C で 30 分間保持した場合で、白くみえるのがフェライトである。Fig.3 によればこの場合の硬度はなお通常のマルテンサイトよりも硬いことは興味深い。

つぎに抽出レプリカ法による焼戻過程の観察結果について述べる。通常焼入れ材もオースフォーム材とともに 300°C 以上の焼戻しで明らかに Fe_3C (θ) 相の析出が確認された。焼戻温度の上昇にしたがつて θ は多少大きくなる。**Photo.4** は $500^{\circ}\text{C} \times 1 \text{ hr}$ 焼戻しの場合であり、細い板状にみえるのが θ である。80 % オースフォームをしたものの θ (b) は通常焼入れ材中の θ (a) よりも細いことが特徴である。焼戻温度が 550°C になると、 θ は著しく減少する。新相の析出は明らかでないが、Fig.2 より 2 次硬化が起こっている段階である。 600°C 以上の焼戻し材には M_6C と Mo_2C とが観察される。**Photo.5** は $700^{\circ}\text{C} \times 1 \text{ hr}$ 焼戻したものを示すが、電子回折の結果針状にみえるのが Mo_2C 、黒い球状にみえるものが M_6C と確認された。普通焼入れしたものとオースフォーム材とを比較してみると、オースフォーム材 (b) 中の Mo_2C は普通熱処理材 (a) におけるよりも幾分微細である。なお矢印の M_6C はその形状から前に存在していた θ のところに析出しているように認

められる。また M_6C はもとの オーステナイト粒界やマルテンサイト葉の境界部に多い。

ースフォーミング材では変態双晶上にも析出してくる。田村ら⁽⁸⁾は Fe-27.56% Ni-0.44% C 鋼について、オースフ

Photo.6 Transmission electron microphotographs of conventional heat-treated and ausformed steels. ($\times 20000 \times 3/5$)

薄膜の透過電子顕微鏡観察結果について述べる。Photo. 6 は普通焼入焼戻し材とオースフォーミング材とを比較して示したものである。まず、焼入状態 (a, a') をみると、普通焼入れ材では低炭素マルテンサイト鋼特有の多量の変態転位が存在するのに対して、オースフォーミング材では転位のほかに湾曲した変態双晶が非常に多く認められた。オースフォーミングによつて変態双晶が現われやすくなることはすでに Kelly が 0.48% C 鋼について⁽⁶⁾、田村ら⁽⁸⁾が 13.7% Cr-0.59% C 鋼について認めているが、低炭素鋼でも類似な現象が起こることがわかった。

b, b' は 400°C で焼戻したものの組織である。普通焼入れ材では Widmannstätten 状に θ が析出するのに対して、オ

Photo.7 Transmission electron microphotograph of conventionally heat-treated steel after tempering at 650°C for 1 hr. ($\times 80000$)

ースフォーミング材の 400°C 焼戻しによる θ は、普通焼入、焼戻材中の θ よりも小さいことを認めているが、本鋼種でもこの傾向は同様であつた。700°C で焼戻した場合を比較してみると、c, c' にみるごとく、針状の Mo_2C の大きさはオースフォーム材中のほうが普通焼入れ材よりも小さい。このことはすでに Photo.5 においても示した。

なお Photo.7 は普通焼入れ材の 650°C $\times$ 1 hr 焼戻し組織である。矢印で示したとおり、Widmannstätten 状の Mo_2C は析出初期においては小粒の集団からなり、これらは転位上に優先析出したものと考えられる。

IV. 総 括

0.2% C-3% Ni-2% Mo 鋼を用いて、普通焼入れしたものとおースフォーミングを施したものの機械的性質を調べ、その組織観察を行なつた。この結果、本鋼種ではオースフォーミングにより強度、とくに降伏点の向上が顕著であつた。焼戻しに伴う機械的性質の変化は普通焼入れの場合と類似しており、明らかな 2 次硬化を示す。組織観察の結果、オースフォーミングにより湾曲した双晶が多数現われ、 θ や Mo_2C の析出状態も微細化することがわかつた。オースフォーミング後、加工温度に恒温保持して、オースフォーミング効果の減衰していく様子を調べた。この結果、上記恒温保持により強度低下がみられるが、これとともにオーステナイトが回復を起こすようである。しかし 800°C という高温保持でも再結晶までは到らないらしい。500°C の恒温保持で、加工度零でも絞りが減少する。しかし加工度を高めても絞りはさらに減少することはない。500°C、30 分間恒温保持することによつて強度は低下するのに靱性は回復しないことから、オースフォーム加工中に粒界脆化が起こることが考えられる。

本研究の遂行に当り、鋼材御提供の上、遊星圧延機で 80% オースフォーミングを行なつていただいた大同製鋼株式会社中央研究所、浅田所長および同所研究員の方々に厚く謝意を表します。

(6) P.M.Kelly: Electron microscopy and strength of crystals. Interscience, (1963), 917.

(7) 田村, 吉村, 茨木: 本誌, 28 (1964), 794.

(8) 田村, 吉村, 茨木: Inst. Sci. Ind. Res. Osaka Univ., 21 (1964), 63.