研 究

焼結 Si-Ni 鋼の熱処理組織と引張り特性*

鎌田 政智**, 阿南 吾郎***, 徳永 洋一**

Masatomo Kamada, Goro Anan and Youichi Tokunaga: Effect of Heat-treated Structures on the Tensile Properties of Sintered Si-Ni steels.

Sintered low alloy steels with the composition of 2%Si-3%Ni-0~0.6%C were austempered or quenched in water and tempered after ($\alpha+\gamma$) solution treatment, then, the effect of their structures on the tensile properties was studied. The results are summarized as follows:

Ferrite played an important role in improving the ductility of the specimens with mixed structure of ferrite (α), upper bainite (B), and retained austenite (γ_R).

Both in sintered ($\alpha+\beta+\gamma_R$) tri-phase steels and (α +tempered martensite) dual-phase steels, the elongation increased and the strength decreased with increasing the volume fraction of α -phase. In connection with this behavior, as the ratio of hardness of harder phase to that of α -phase increased, the relation between tensile properties and the volume fraction deviated from a linear relationship.

A model for the tensile fracture process of the specimen with (50 vol% $\alpha+\beta+\gamma_R$) mixed structure was proposed. The growth and the coalescence of secondary voids in the α -phase or at the $\alpha/(\beta+\gamma_R)$ interface resulted in the propagation of ductile cracks.

(Received September 11, 1987)

I 緒 言

すでに著者らは、焼結 Si-Ni 鋼にオーステンパー処理を施してベイナイト (以下 B と記す) + 残留オーステナイト (以下 γ_R) の 2 相混合組織とし、強度と延性のすぐれた組合せが得られることを報告した¹⁾。一方、溶製鋼の研究分野でも、最近、オーステンパー処理を基本とした種々の熱処理法が提案されているが^{2~4)}、なかでも Si-Mn 鋼をフェライト (以下 α と記す) + オーステナイト (以下 γ) の 2 相域に溶体化加熱後、オーステンパーを行って ($\alpha+B+\gamma_R$) 3 相混合組織とし、さらにすぐれた強度と延性の組合せが得られることも指摘されている⁴⁾。

そこで本報では、前報¹⁾に引続き 2%Si-3%Ni 焼結鋼を用い、種々の熱処理により ($\alpha+B+\gamma_R$) および (α +低・高温焼戻しマルテンサイト) の混合組織を得て、引張り特性に及ぼす組織成分の影響、とくに α 相の寄与を中心に検討した。

II 実験方法

原料鉄粉には -100 mesh のミルスケール還元粉 (KIP255M) を、添加元素用粉としては -325 mesh の金属 Si 粉 (福田金属箔粉工業製)、平均粒径 $3\mu\text{m}$ のカーボニル Ni 粉 (INCO 製, Type 123)、および天然黒鉛粉 (日本黒鉛工業製, ACP-1000) を用いた。これら

の粉末を、Fe-2wt%Si-3wt%Ni-0~0.6wt%C (以下 wt% は、単に % と記す) の組成となるように配合し、V 型ブレンダーで 1.2 ks 混合した。成形には、ステアリン酸亜鉛のエタノール溶液を塗布した金型を用い、JSPM 標準規格の引張り試験片、および磁気分析試験片 ($4\times 4\times 40\text{mm}$) を以下の手順にて作製した。まず 392 MPa で圧粉し、焼鈍を兼ねて H_2 中 700°C で 3.6 ks の予備焼結を行い、さらに 784 MPa で再加圧して真空中 (10^{-2}Pa) 1250°C , 3.6 ks の本焼結を施した。得られた焼結体の密度は、 $7.00\pm 0.05\text{Mg/m}^3$ であった。これら焼結体は Ar 中、($\alpha+\gamma$) 2 相域で 0.9 ks の溶体化後、種々の温度に設定した塩浴中に投入し、所定時間保持したのち室温まで空冷して各種測定に供した。このほか比較のために、2 相域で溶体化後、焼入れ、焼戻しを施した試料も準備した。

引張り試験は、インストロン型試験機を用いて、歪速度 $6.7\times 10^{-4}\text{s}^{-1}$ で行い、伸びはゲージ長さ 20 mm の歪ゲージ伸び計を用いて測定し、同一条件で作製した試験片 3 本による平均値を求めた。破断後の試料は、SEM による破面観察、および光学顕微鏡による組織観察に供した。また各相の定量は、 γ_R については飽和磁化測定法⁵⁾を、 α および B は光顕写真による線分析法を用いた。

* 昭和62年6月本協会春季大会にて一部発表、昭和62年9月11日受理。

** 九州大学工学部鉄鋼冶金学教室、〒812 福岡市東区箱崎。

*** 九州大学大学院、〔(現)株〕神戸製鋼所。

III 実験結果および考察

III-1 ($\alpha + B + \gamma_R$) 3相鋼の組織と引張り特性

本実験で採用した熱処理は、試料を ($\alpha + \gamma$) 2相域に加熱後、オーステンパー処理や焼入れ、焼戻しを行うものであるが、 α 量を調整するには、まず Fe-2%Si-3%Ni-C 系合金の断面状態図を知る必要がある。Fig. 1 は、熱膨張試験によって求めた結果を示す。図中に例示したように、740°C 一定で溶体化加熱した場合、試料の C 含有量によって α 量のみが変化し、共存する γ 相の C% は常に a 点 (ほぼ 0.55%) で一定となる。一方、0.3%C 鋼を 680°C~840°C 間に加熱すると、($\alpha + \gamma$) 混合組織中の α 量はほぼ 60~0vol%, γ 相に含まれる C 量は c~b (0.7~0.3%) の範囲で変化することになる。

Fig. 2 は、0.2~0.4%C の 2%Si-3%Ni 鋼を ($\alpha + \gamma$) 2相域の 780°C で 0.9 ks 溶体化加熱し、種々の条件で

Fig. 1 Vertical section of phase diagram of Fe-2%Si-3%Ni-C system.

Fig. 2 Effect of austempering temperature and time on the amount of retained austenite of Fe-2%Si-3%Ni-0.2~0.4%C compacts.

オーステンパー処理を施してベイナイト変態を進行させ、空冷した試料の γ_R 量を示す。図中、○印中の数値が γ_R の vol% である。Fig. 1 からわかるように、780°C 加熱状態では、 α 相と約 0.45% の C を含んだ γ 相が各試料の C 量に応じた量比で存在している。ついでこれらを恒温ベイナイト変態させると、C 量の高い試料ほど溶体化温度で多量の γ が存在するため全体的に γ_R 量も高い値を示しているが、その等量線の傾向はいずれの試料でも大差はない。これは、 γ 相中に含まれる C% がほぼ同一であることを意味しているだけでなく、恒温変態挙動は、溶体化時に共存する α 相の量によってあまり影響を受けないことも示唆している。なお、($B + \gamma_R$) 2相鋼の延性改善にはなるべく多量の γ_R 相が残存することが望ましいので⁶⁾、以下の実験では、Fig. 2 でほぼ共通して最大の γ_R 量が得られた 440°C × 0.24 ks のオーステンパー処理を施すことにした。

次に、オーステンパー条件を一定にして、溶体化加熱温度を変化させた場合の引張り特性について検討した。ただし、この場合は、前述のように α 量だけでなく γ 相に含まれる C% も変化することになる。1 例として Fig. 3 に 0.3%C-2%Si-3%Ni 鋼による結果を γ_R 量の変化と対応させて示す。まず伸び値に着目すると、A₁ 点 (680°C) 直上でいったん急激に上昇したのち、温度上昇とともに低下する傾向にある。そして注目すべきは、伸びのピーク値を示す 700°C 加熱の試料で、オーステンパー処理後の γ_R 量が数 vol% しか存在しないことである。この事実は、本焼結鋼の ($\alpha + B + \gamma_R$) 3相混合組織において、延性改善に関しては γ_R 相よりも α 相の寄与が支配的であることを示唆している。

Photo. 1 は、Fig. 3 に用いた代表的な試料の光顕組織

Fig. 3 Effects of solution treatment temperature on the tensile properties and the amount of retained austenite of Fe-2%Si-3%Ni-0.3%C compacts, austempered at 440°C for 0.24 ks.

Photo. 1 Microstructures of Fe-2%Si-3%Ni-0.3%C compacts, austempered at 440°C for 0.24 ks after (α+γ) solution treatment at (a) 700°C, (b) 740°C, (c) 780°C.

を示す。最大の伸び値が得られた 700°C 溶体化加熱材では多量の α 相が存在し、代わりに (B+γ_R) 相は少ない。なお結果は省略するが、Fig. 3 で加熱温度が 700°C 以下で急激に伸び値が低下したのは、α 相のほかに層状パーライト相が混在してくるためであり、これは SEM 観察によって、ディンプル破面のほかにへき開破面が混在していることからもうかがわれる。

III-2 引張り特性に及ぼす α 相の影響

Fig. 4 は、2%Si-3%Ni 鋼の α 量を調整するために、C 量を 0~0.6% の範囲に変化させた試料について、740°C で 0.9 ks の溶体化加熱後、440°C×0.24 ks のオーステンパー処理を施した場合の引張り特性を α 量で整理したものである。同様に 740°C×0.9 ks で溶体化加熱して水焼入れしたのち、200°C×3.6 ks の低温焼戻し、

および 600°C×3.6 ks の高温焼戻しを行った場合の結果をそれぞれ Fig. 5 および Fig. 6 に示す。いずれの結果でも、α 量の増加とともに伸びが上昇し、強度は低下するが、その挙動は硬質相の種類によってかなり差異がある。たとえば Fig. 4 の硬質相が (B+γ_R) 相の場合には、α 量に対して伸び値が直線的に変化するのに比べ、Fig. 5 の低温焼戻しマルテンサイトの場合は、α 量が 50vol% 付近まで増加してもほとんど伸びの上昇はみられない。

ところで溶製材の場合には、2 相混合組織をもつ鉄合金の引張り変形挙動について、すでにいくつかの報告⁷⁻⁹⁾があり、引張り特性を決定する因子の 1 つとして、組合せた 2 つの相の硬さ、あるいは強さの比が挙げられている。すなわち、強度比 (硬質相/軟質相) が 3 以下の場合、試料全体にわたって歪量が均一になるため、両者の

Fig. 4 Effect of ferrite content on the tensile properties of Fe-2%Si-3%Ni-0~0.6%C compacts, austempered at 440°C for 0.24 ks after (α+γ) solution treatment at 740°C.

Fig. 5 Effect of ferrite content on the tensile properties of Fe-2%Si-3%Ni-0~0.6%C compacts, quenched in water after (α+γ) solution treatment at 740°C, and tempered at 200°C for 3.6 ks.

Fig. 6 Effect of ferrite content on the tensile properties of Fe-2%Si-3%Ni-0~0.6%C compacts, quenched in water after $(\alpha+\gamma)$ solution treatment at 740°C, and tempered at 600°C for 3.6 ks.

体積比と引張り特性はほぼ直線的な関係を示すが、強度比が3以上になると、両者の変形が不均一となり直線関係からずれてくることが示されている。

本焼結鋼についても、マイクロビッカース硬度計を用いて α 相と各硬質相の硬度比を測定したところ、 α 量と引張り特性が直線的な関係であった Fig. 4 (硬質相: $B+\gamma_R$)、および Fig. 6 (高温焼戻しマルテンサイト) では、その値が1.2~1.3程度、また、直線関係から大きくずれた Fig. 5 (低温焼戻しマルテンサイト) では3.7となり、溶製鋼と同様の挙動を示すことがわかった。ただ、気孔周辺部の応力集中によって不均一な変形が助長されることを考慮すると、硬度比が引張り特性に及ぼす影響は、焼結鋼の方がより鋭敏になるものと考えられる。

III-3 引張り破断過程

Photo. 2 は、 α 量がそれぞれ (a) 85 vol%, (b) 50 vol%,

(c) 20 vol% の $(\alpha+B+\gamma_R)$ 3 相混合組織をもつ試料の引張り破面を SEM 観察した結果を示す。いずれも延性破壊特有のディンプル破面を呈しているが、 α 量に応じてその形態に若干の差異がある。まず (a) においては、大部分が α 相のディンプルで占められており、所々に矢印 1 で示すような剥離面が現れている。これは、変形の容易な α 相と変形抵抗の大きい $(B+\gamma_R)$ 相の界面で塑性的なギャップが生じた結果、引張り軸に垂直な面で両者が分離したことを意味し、光顕組織との対応でその大きさが妥当であることも確認している。このような 2 相界面の剥離によって延性き裂の伝播が容易になり、伸び値は α 単相鋼よりも低下するが、一方、両相界面の摩擦抵抗により強度の上昇がもたらされる。この傾向は α 量が減少するとさらに大きくなり、破面にも Photo. 2(b) のように α 相と $(B+\gamma_R)$ 相の剥離面が増加してくる。同時に、矢印 2 で示した微細なディンプルも若干存在するが、これは $(B+\gamma_R)$ 相が破断した部分に相当する。Photo. 2(c) では、破面のほとんどが $(B+\gamma_R)$ 相内をき裂が伝播した微細なディンプルで占められている。点状する α 相 (矢印 3) は、十分に塑性変形して、伸びの向上に寄与していると思われるが、その体積分率だけ荷重に対する硬質相の断面積が減少するので、 α 相を含まない $(B+\gamma_R)$ 2 相鋼より強度が低い。このように、破面の SEM 観察によってもある程度、引張り破断の挙動を推定できるが、これをさらに確認するために以下のような観察を行った。

Photo. 3(a) は、 α 量が 50 vol% の試料の破面 (Photo. 2, (b)) に Ni メッキを施し、内部組織と破面の関係を見たものである。き裂の伝播は、主に α 相内で起こっていることがわかる。また、同試料の破面近傍を観察した Photo. 3, (b) では、 α 相内や、 α 相と $(B+\gamma_R)$ 相界面において気孔が合体、連結しつつある様子もうかがえる。つまり、延性クラックは、 $(B+\gamma_R)$ 相の硬質部を回避して α 相の軟質部、あるいは両者の界面に沿って伝播していることになる。

以上の観察結果をもとにして、 α 量が 50 vol% 程度の

Photo. 2 SEM images of fracture surfaces of Fe-2%Si-3%Ni-0.3%C compacts, austempered at 440°C for 0.24 ks after $(\alpha+\gamma)$ solution treatment at 740°C.

α content: (a) 85 vol%, (b) 50 vol%, (c) 20 vol%

Fig. 7 Schematic representation on the tensile fracture process of Fe-2%Si-3%Ni-0.3%C compacts. (α content: 50 vol%)

Photo. 3 (a) Fracture of Fe-2%Si-3%Ni-0.3%C compact, austempered at 440°C for 0.24 ks after ($\alpha+\gamma$) solution treatment at 740°C, (b) and its microcracks near the fracture surface.

($\alpha+B+\gamma_R$) 3 相混合組織試料における引張り破断過程を模式的に示すと、Fig. 7 のようになる。まず、Fig. 7, (a) の組織に引張り荷重が加わると、(b) 図のように徐々に気孔が引張り方向に変形、拡大し¹⁰⁾、その周囲の応力集中部にボイドが発生する。この現象は、主に変形量の大きい α 相や、塑性的なギャップが生じる α 相と ($B+\gamma_R$) 相の界面で起こり、とくに硬軟両相の界面に気孔が存在する部分では、不均一な変形が助長されて、界面が剝離しやすくなる。なお、焼結鋼の気孔は、溶製材の延性破壊における 1 次ボイドとみなすことができるので、ここで発生したボイドは、いわゆる 2 次ボイドと同様に考えられる。($B+\gamma_R$) 部に 2 次ボイドが発生しにくいのは、もともと α 相より耐力が高いことに加えて、 γ_R 相が加工誘起変態して、変形抵抗が大きくなるためである。変形がさらに進行すると、(c) 図のように気孔の拡大、

Fig. 8 Relation between tensile strength and elongation of the specimens used in this investigation.

2 次ボイドの成長、合体、および新たなボイドの発生が起こり、最終的には、 α 相内や α 相と硬質相の界面において気孔やボイドが連結し破断に至る。ただ、実際の試料では、硬軟両相が複雑に混り合っているので、Photo. 2, (b) の SEM 像で見たように ($B+\gamma_R$) の硬質部をき裂が伝播する部分があることは言うまでもない。

最後に本報のまとめとして、強度と延性の組合せという観点から Fig. 4~6 を評価すると Fig. 8 のようになる。なお、結果の詳細は省略したが、参考までに同図には、Ni を含まない 2%Si 鋼で ($\alpha+\gamma$) 2 相域溶体化後、オーステンパー処理を施した試料のデータも併示してある。硬質相の種類やその体積率に応じて、強度と伸びの組合せはかなり異なるが、全般的に見てそのバランスが最も良好なものは、●印で示した ($\alpha+B+\gamma_R$) 3 相鋼であると結論できる。

IV 結 言

2%Si-3%Ni 焼結鋼を ($\alpha+\gamma$) 2 相域で溶体化加熱したのち、オーステンパー処理または焼入れ、焼戻しを行ってその引張り特性を検討した結果、以下のことがわか

った。

(1) オーステンパー処理を施した ($\alpha + B + \gamma_R$) 3 相混合組織材では、延性改善に α 相の存在がとくに有効である。

(2) ($\alpha + B + \gamma_R$) 3 相混合組織、および (α + 焼戻しマルテンサイト) 2 相混合組織のいずれにおいても、 α 相の増加とともに伸びが上昇し、強度は低下するが、 α 相と硬質相の硬度比が高いものほど、その挙動は直線的な関係からずれる傾向にある。

(3) α 相を 50vol% 程度含む ($\alpha + B + \gamma_R$) 3 相混合組織材の引張り破断は、まず、 α 相内または α 相と硬質相界面に存在する気孔が拡大し、ついでその近傍で 2 次

ボイドが発生したのち、成長、合体しながらき裂が伝播する延性破壊が支配的である。

文 献

- 1) 三浦, 酒田, 徳永: 粉体および粉末冶金, **33** (1986), 132.
- 2) 澤井, 内田, 神坂: 鉄と鋼, **71** (1985), S1292.
- 3) 松村, 佐久間, 武智: 鉄と鋼, **71** (1985), S1293.
- 4) 松村, 佐久間, 武智: 鉄と鋼, **72** (1986), S635.
- 5) 高木, 徳永, 富村: 鉄と鋼, **73** (1987), S539.
- 6) 篠田, 山田: 熱処理, **20** (1980), 326.
- 7) 田村, 友田, 山岡, 金谷, 小沢, 赤尾: 鉄と鋼, **59** (1973), 454.
- 8) 友田, 黒木, 田村: 鉄と鋼, **61** (1975), 107.
- 9) 友田, 田村: 鉄と鋼, **68** (1982), 1147.
- 10) 沖, 秋山, 庄司: 粉体および粉末冶金, **30** (1983), 316.

会 告

第26回粉体に関する討論会

共 催: 粉体粉末冶金協会他

日 時: 昭和63年10月27日(木)~29日(土)

会 場: 石川県社会福祉会館

〒920 金沢市本多町3-1-10 TEL 0762(63)4181

討論主題: (1)粉体分散系の性状と制御, (2)粉体の生成, 物性と新素材, (3)粉体プロセスと単位操作, (4)粉粒体一般

(一般講演約50件, 特別講演2件の予定)

参 加 費: (要旨集を含む)

〔登録費〕 一般: 予約5,000円, 当日6,000円

学生: 2,000円

〔懇親会〕 4,000円

申込方法: 氏名, 勤務先, 住所, 懇親会出欠を記入の上, 参加費(登録費+懇親会費)を添えて, お申し込みください。

送金方法: 現金書留または郵便振替にて

郵便振替口座番号 金沢2-8862

口座名 第26回粉体に関する討論会

申込締切: 昭和63年10月22日(土)

申 込 先: 〒920 金沢市小立野2-40-20

金沢大学工学部物質化学工学科内

第26回粉体に関する討論会

世話人 江見 準 TEL 0762(61)2101 内線 316

昭和63年度 材料科学基礎講座

—材料の極限領域を探る—

主 催: 日本材料科学会

協 賛: 粉体粉末冶金協会他

プログラム:

11月24日(木) 微量の解析

○SAM, μ -XPS アルバックファイ 大岩 烈

○SIMS 材料科学技術振興財団 工藤 正博

○原子吸光, ICP 金材技研 大河内春乃

○赤外吸収, ラマン分光 日本分光 池田 照樹

11月25日(金) 微小構造の解析

○X線回折(トポグラフ) 理学電機 荒木 宏侑

○透過型電子顕微鏡 日本電子 紫富 邦夫

○走査型電子顕微鏡 日立 永谷 隆

○新しい光学顕微鏡 オリンパス光学 内野 文雄

日 時: 昭和63年11月24日(木)~25日(金)

会 場: 総評会館 2階

千代田区神田駿河台3-2 TEL 03(253)1771

参加定員: 100名

受 講 料: 会員及び協賛学協会会員 20,000円

学生, 院生 5,000円

一般 30,000円

(テキスト代を含む)

申 込 先: 〒102 千代田区四番町8-1 錦堂華房内

日本材料科学会基礎講座係 TEL 03(262)9166

問 合 先: 〒305 つくば市千現1-2-1

金属材料技術研究所 吉原一祐

TEL 0298(51)6311 FAX 0298(51)4556

申込締切: 昭和63年11月18日(金)

申込方法: 官製はがきに次の項目を記入して, 上記の申込先へお申込下さい。

- ①「昭和63年度材料科学基礎講座」申込, ②氏名(ふりがな), ③勤務先, ④同所在地(〒付記), ⑤自宅住所(〒付記), ⑥連絡先(自宅または勤務先いずれかを指定)及び電話番号, ⑦申込資格(会員, 協賛学協会会員, 学生, 院生, 一般の別), ⑧受講料振込依頼先銀行名及び振り込み依頼者名

払込方法: 受講料は, 三菱銀行市ヶ谷支店 日本材料科学会普通口座 4933697 へ申込締切日までに振り込下さい。