Si 含有 4340 鋼の微細組織と機械的性質に及ぼす 改良オーステンパーの影響†

富 田 恵 之* 大 川 剛 義**

Effects of Modified Austemper on Microstructure and Mechanical Properties of Silicon-Modified 4340 Steel

by

Yoshiyuki TOMITA* and Takeyoshi OKAWA**

The effects of the modified austemper (designated MA) on the microstructure and mechanical properties of silicon-modified 4340 steel have been studied with the aim of developing a MA steel for ultrahigh strength applications. The microstructure of the MA steel consisted of triple phases of carbide-free upper bainite, light-tempered martensite and retained austenite. This microstructure was produced by a partial transformation at either 593 or 623K for a required time, followed by oil quenching and subsequent tempering at 473K after austenitization at 1173K (designated 593K-MA, 623K-MA, respectively). Compared to the quenched and tempered steel, the 593K-MA treatment improved the fracture toughness (K_{IC}) at high strength level of 2000 MPa, owing to an increase in total elongation and also improved the Charpy impact energy. According 623K-MA treatment, its K_{IC} was dramatically developed at strength level of 1700 MPa, owing to a remarkable increase in total elongation and Charpy impact energy, as compared to the QT steel. Compared to the corresponding conventional austemper treatment, its K_{IC} becomes significantly increased with a remarkable increase in strength.

Key words : Silicon-modified 4340 steel, Modified austemper, Carbide-free upper bainite, Martensite, Morphology and mechanical stability of retained austenite

1 緒 言

中炭素低合金鋼は通常焼入れ後低温焼もどし処理を施し、低温焼もどしマルテンサイト組織にして、高い強度水準で航空宇宙用輸送機の高性能部材に使用されている¹⁾。しかし、これら低温で焼もどしたマルテンサイト組織は微小き裂に対して極めて敏感で、使用中にぜい性破壊、水素ぜい性あるいは応力腐食割れを引起こしやすい。これら低合金超強力鋼のじん性を改善し、さらには水素ぜい性や応力腐食割れに対する抵抗を増大させる良策として、へき開破壊や応力腐食割れに対して高い抵抗をもつ残留オーステナイト(以下 γ_R と称する^{2)~7)})の積極的な利用があり、近年 Si を添加した低合金超強力鋼のオーステンパーが注目されている^{8)~12)}。これは Si を添加した低合金鋼をオーステンパーするとベイナイト変態に伴う未変態 γ 中への炭素濃度が大きくなり、室温で多量の γ_R が得られるからである^{13), 14)}。

このような観点から前報¹⁵⁾では Si を添加した 4340 鋼(以下 Si 含有 4340 鋼と称する)に 593-673K の温度範囲でオーステンパーを施しその微細組織と機械的性質の関係を調べた。その結果、(1) 593-623K の温度範囲でオーステンパーした場合普通焼入れ焼もどしに比較して破壊じん性値とシャルピー衝撃値が増加するが、強度が低下した；(2) 643-673K の温度範囲でオーステンパーした場合には塊状の γ_R が多量に存在するようになり強度が

著しく低下するとともに延・じん性が劣化した；(3) そのオーステンパー鋼の延・じん性が劣化するのオーステンパーによって残留する γ_R が本質的に軟らかいこととそれが変形中にぜい性的なマルテンサイトに変態しやすいこと、すなわち γ_R の機械的安定性が悪いことと関連していることが明らかとなった。

そこで著者らは Si 含有 4340 鋼の強度と延・じん性のバランスを改善するために、それによって生ずる微細組織がベイナイト、焼もどしマルテンサイトおよび γ_R の三相組織からなる改良オーステンパーを提案した。本報告では改良オーステンパーによる Si 含有 4340 鋼の機械的性質の改善とその改善を支配する微細組織因子について検討した結果を述べる。

2 実 験 方 法

供試鋼は真空中で誘導溶解後真空中で再溶解した Si 含有 4340 鋼で、その化学成分と Ms 温度は Table I に示すとおりである。これらの鋼材から機械加工により圧延方向に対して平行な試験片を切り出し完全焼なましを行った後試料に供した。

Table II は本実験における熱処理スケジュールを示したものである。すべての試験片はアルゴンガス気流中で γ 化し、オーステンパー処理は鉛・錫浴中で、焼もどしはシリコンオイルあるいは中性塩浴中でそれぞれ行った。静的引張試験はインストロン万能試験機を使用してゲ

† 原稿受理 平成 6 年 5 月 27 日 Received May 27, 1994

* 正 会 員 大阪府立大学工学部材料工学科 〒593 堺市学園町, Dept. of Metal. & Mat. Sci., Univ. of Osaka Prefecture, Gakuen-cho, Sakai, 593

** 大阪府立大学大学院 〒593 堺市学園町, Graduate Student, Univ. of Osaka Prefecture, Gakuen-cho, Sakai, 593

Table I. Chemical composition (mass %) and Ms temperature (K) of silicon-modified 4340 steel used.

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	V	Ms
0.41	1.70	0.80	0.006	0.0009	0.80	0.41	1.76	0.03	558

Ms temperature was measured by standard dilatometry.

Table II. Heat treatment schedule.

Designation of steel	Heat treatment
MA	Austenitize at 1173K for 3.6 ks, transform isothermally at 593K for 740 or 623K for 700 s, quench in oil, temper at 473K for 7.2 ks.
CA	Austenitize at 1173K for 3.6 ks, transform isothermally at 593K for 1200 s or 623K for 1000 s, cool in oil.
QT	Austenitize at 1173K for 3.6 ks, quench in oil, temper at 473, 573 or 673K for 7.2 ks.

MA modified austemper; CA conventional austemper; QT quench and temper.

ージの長さが 12.5 mm で, ゲージ断面の形状が 1.5 mm × 4.0 mm の試験片を用いてひずみ速度 $6.75 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で行った. 平面ひずみ破壊じん性 (K_{IC}) 試験は標準 CT 試験片を用いて, ASTM 規格 (E-399-72) に準拠して行い, また 2 mmV ノッチシャルピー衝撃値 (E_{ch}) は最大容量 49 J のシャルピー衝撃試験機を用いて求めた. 顕微鏡組織は光学顕微鏡と透過電子顕微鏡により観察した. ベイナイト組織は 5 % ピクラル腐食液で現出させ, ベイナイト体積率は光学顕微鏡による点算法で測定した. その測定誤差は $\pm 2.5\%$ であった. γ_r の形態は薄膜による透過電子顕微鏡 (TEM) で直接観察した. γ_r の定量およびその機械的安定性* (* γ_r は塑性変形を受けることによってマルテンサイトに変態しやすいがその変態のし難さの度合を示す) はデイフラクトメーターを用いた X 線回折法 (MoK α 線, Zr フィルター) で行った. γ_r の定量に使用した回折面は (200) α , (211) α , (200) γ , (220) γ および (311) γ であり, 試料は集合組織の影響を避けるために回転させた. γ_r の機械的安定性を調べるために, 本実験では平行部の長さが 12.5 mm でその断面形状が 1.5 mm × 10 mm の試験片を用いて引張試験を行った. 機械的安定性は X 線回折により機械的安定性のパラメータである MSA (%) = $[(3\% \text{ あるいは } 5\% \text{ の引張変形}$

を受けた試験片の平行部の γ_r 量)/(同じ試験片の変形を受けていない頭部の γ_r 量)] × 100 を求め評価した.

3 実験結果および考察

3・1 微細組織

Table III に 593 および 623K で改良オーステンパー処理した鋼 (以下 593K-MA および 623K-MA 鋼と称する), 593 および 623K で通常のオーステンパー処理した鋼 (以下 593K-CA および 623K-CA 鋼と称する) および焼入れ焼もどし処理した鋼 (以下 QT 鋼と称する) の微細組織の組成を示す. なお, Table III に示した結果は前報で得られた TEM 観察の結果を踏まえたものである. この結果から, 593K-MA 鋼では炭化物をほとんど含まない上部ベイナイト (以下ベイナイトと称する) (50 vol.%), 低温焼もどしマルテンサイト (以下マルテンサイトと称する) (43 vol.%) および γ_r (7 vol.%) からなる三相混合組織を有し, 623K-MA 鋼ではベイナイト (50 vol.%) とマルテンサイト (40 vol.%) の基地中に 10 vol.% の γ_r が分散する三相混合組織であることが分かる. さらにこれら MA 鋼の組織を光学顕微鏡で観察した. その結果, 593K-MA 鋼では細長いラス状のベイナ

Table III. Microconstituent of variously heat-treated steels.

Designation of steel	Microconstituent
593K-MA	Mixed structure of carbide-free upper bainite (50 vol.%), light-tempered martensite (43 vol.%), and retained austenite (7 vol.%).
623K-MA	Mixed structure of carbide-free upper bainite (50 vol.%), light-tempered martensite (40 vol.%), and retained austenite (10 vol.%).
593K-CA	Mixed structure of carbide-free upper bainite (88 vol.%) and retained austenite (12 vol.%).
623K-CA	Mixed structure of carbide-free upper bainite (82 vol.%) and retained austenite (18 vol.%).
QT	Light-tempered martensitic structure containing little retained austenite.

Fig. 1. Optical micrographs of MA steels (observed in transverse sections).

イトフェライトがマルテンサイトを微細に分割するように現れた (Fig. 1(b)). 一方, 623K-MA 鋼において生成するベイナイトフェライトは 593K-MA 鋼に比較してその幅がやや大きくなるが, やはりマルテンサイトを微細に分割した (Fig. 1(c)). 593K-CA 鋼ではベイナイト基地に 12 vol.% の γ_r を含む二相混合組織であり (Fig. 1(d)), 623K-CA 鋼ではベイナイト基地に 18 vol.% の γ_r が分散した二相混合組織であった (Fig. 1(e)). QT 鋼では焼もどし温度にかかわらず γ_r をほとんど含まない低温焼もどしマルテンサイト組織であった (Fig. 1(a)).

3・2 機械的性質

Table IV は MA, CA および QT 鋼の室温における機械的性質の結果を示したものである。これらの結果は以下のように要約される。(1) 593K-MA 鋼では QT 鋼に比較して 2000 MPa の引張強度水準で K_{Ic} が改善されるとともに E_{ch} と破断伸び (TE) が向上した;(2) 623K-MA 鋼では QT 鋼に比較して強度はやや低いが, 1700 MPa の引張り強度水準で K_{Ic} が著しく改善されるとともに TE と E_{ch} が向上した;(3) これら MA 鋼を同じ温度で変態させた CA 鋼に比較した場合 593K-MA 鋼の場合強度と K_{Ic} が著しく改善され, また 623K-MA 鋼の場合には強度が向上するとともに K_{Ic} と E_{ch} が著しく改善された。これら MA 鋼の強度が高いのはマルテンサイト相が適量存在し, かつそのマルテンサイトがベイナイ

Table IV. Mechanical properties of variously heat-treated steels.

Designation of steel	σ_y (MPa)	σ_u (MPa)	TE (%)	K_{Ic} (MPa $\cdot$ m $^{1/2}$)	E_{ch} (J)
593K-MA	1420	1990	13.5	84.5	23.8
623K-MA	1204	1700	14.9	91.8	27.8
593K-CA	1230	1610	17.5	72.5	27.0
623K-CA	1010	1320	16.5	73.8	28.4
473K-QT	1600	1950	7.8	62.3	17.1
573K-QT	1600	1950	10.9	68.1	20.4
673K-QT	1430	1705	11.5	71.6	22.1

σ_y : 0.2% offset yield stress; σ_u : ultimate tensile strength;
TE: total elongation; E_{ch} Charpy impact energy.

トによって有効的に細分化されたことによるものと考えられる。一方, 延・じん性の改善は MA 鋼に存在する γ_r の形態に強く依存するものと思われる。

3・3 フラクトグラフィ

MA 処理によって延・じん性が改善される理由を明らかにするために MA 鋼の K_{Ic} 試験後の予き裂直下の破面を QT および CA 鋼の破面と比較して観察した。その結果次のことが分かった。(1) QT 鋼の予き裂直下ではデインプル破面 (矢印 A) と擬へき開破面 (矢印 B) の混合からなっていた (Fig. 2(a)); (2) MA 鋼の予き裂直下では γ_r のき裂鈍化あるいはき裂ブランチング効果²⁾によって生じたと思われる微細なデンプル破面あるいは著しく隆起した破面が多く観察された (Fig. 2(b) および

(a) QT steel. (b) 593K-MA steel. (c) 623K-MA steel. (d) 593K-AT steel. FP indicates fatigue precrack. Arrows A and B indicate dimple and quasi-cleavage fatigue surface.

Fig. 2. SEM fractographs of CT specimens.

(c); (3) CA 鋼の予き裂直下ではベイナイトブロックの大きさに相当する破面が見られるとともに, 予き裂と破面の境界や構成されている個々の破面の境界に帯状のデンプル (矢印 A) が観察された (Fig. 2(d)). これらの結果から MA 鋼における延・じん性の改善には γ_R が大きく貢献し, かつその機械的安定性に強く依存することが示唆された.

3・4 改良オーステンパー鋼の γ_R の機械的安定性

MA 鋼に存在する γ_R の機械的安定性を調べるため安定性のパラメータである MSA 値を求めその結果を Table V に示した. なお, Table V には比較のため CA 鋼の MSA 値の結果も同時に示した. その結果以下のことが分かった. (1) CA 鋼に 3 % ひずみを加えた後の (MSA)_{3%} 値は変態温度にかかわらず約 60 % であるが, MA 鋼における (MSA)_{3%} 値は変態温度にかかわらず約 90 % の高い値を示した. さらに 5 % ひずみを加えた CA 鋼の (MSA)_{5%} 値は変態温度にかかわらず約 40 % に低下するが MA 鋼の (MSA)_{5%} 値は変態温度にかかわらず約 80 % の高い値を示した.

3・5 改良オーステンパー鋼の γ_R の形態

上述の結果から MA 鋼の延・じん性が優れているのは MA 鋼に存在する γ_R の機械的安定性がきわめて高いことによることが示唆された. そこで, MA 鋼中に存在

Table V. Mechanical stability of retained austenite of variously heat treated steels.

Designation of steel	(MSA) _{3%}	(MSA) _{5%}
593K-MA	90.8	82.5
623K-MA	89.9	81.2
593K-CA	60.5	40.9
623K-CA	59.1	40.3

(MSA)_{3%} and (MSA)_{5%} are percent ratio of retained austenite content of gauge length to retained austenite content on head of tensile specimens after 3 and 5 % uniaxial plastic-deformation, respectively.

する γ_R の機械的安定性がなぜ高いのかを明らかにするために MA 鋼を 3 % 塑性変形させた後残留している γ_R の形態を TEM で観察した. その結果, 3 % 変形させた MA 鋼中に存在する γ_R の形態は基本的に三つのタイプからなることが分かった. その代表的な結果を Fig. 3 ~ 5 に示した. すなわち, 第一のタイプはベイナイトフェライトの境界に残留する薄膜状の γ_R である (Fig. 3 (b) において矢印で示す). この種の γ_R は炭素濃度が高い上に周囲の比較的剛性のあるベイナイトに拘束されているため厳しい変形を受けてもマルテンサイトに変態せず高い機械的安定性を示し, 鋼の延・じん性の向上に貢献するものと考えられる.²²⁾⁹⁾ 第二のタイプはマルテンサイトのラス境界に存在する薄膜状の γ_R である (Fig. 4 (b)

(a) Bright field image; (b) Dark field image of 002 γ diffraction spot. Incident beam direction is [100] γ . Arrow indicates γ_R .

Fig. 3. TEM micrographs after 3% plastic deformation of 623K-MA steel (observed in transverse section).

(a) Bright field image. (b) Dark field image of 200 γ diffraction spot. Incident beam direction is [111] α . Arrow indicates γ_R .

Fig. 4. TEM micrographs after 3% plastic deformation of 623K-MA steel (observed in transverse section).

(a) Bright field image. (b) Dark field image using 200 γ diffraction spot in (c) M and B show martensite and bainite, respectively. Arrow indicates γ_R .

Fig. 5. TEM micrographs after 3% plastic deformation of 623K-MA steel (observed transverse section).

において矢印で示す). この γ_R は第一のタイプの γ_R より炭素濃度が低いがベイナイトより剛性のあるマルテンサイトに束縛されているため変形によってマルテンサイトに変態し難く, 鋼の延・じん性の改善に大きく寄与することが報告されている. 第三のタイプはマルテンサイトのバケットとベイナイトのバケットの間に存在する不規則な形状をもつ γ_R である (Fig. 5 (b) において矢印で示す). この種の γ_R はベイナイトとマルテンサイトが隣接しているため上述の第二のタイプの薄膜状の γ_R より塑性拘束度はやや劣るが, ベイナイトに隣接しているため第二のタイプの γ_R より炭素濃度は高いと考えられる. それ故, 前二者と同様この γ_R も機械的安定性が高く鋼の延・じん性の向上に大きく貢献するものと考えられる.

以上の結果から, 改良オーステンパーした Si 含有 4340 鋼の機械的性質が優れているのは炭化物をほとんど含まない針状のベイナイト相とそのベイナイトによって微細に分割されたマルテンサイト相が適量存在し, かつその基地中にきわめて機械的安定性の高い独特な形態をもつ γ_R が分散していることによると結論される.

4 結 論

改良オーステンパー (MA) した Si 含有 4340 鋼の微細組織と機械的性質について検討し, 以下のような結果を得た.

(1) MA は 1173K で γ 化後 593 あるいは 623K のベイナイト変態温度域で部分変態させた後油焼入れし, 続いて低温焼もどし処理をする熱処理で, その微細組織は

炭化物をほとんど含まない上部ベイナイト, 低温焼もどしマルテンサイトおよび γ_R の三相からなっている.

(2) 593K で MA 処理した鋼 (593K-MA 鋼) では焼入れ後 573K で焼もどし処理した鋼に比較して 2000 MPa の引張強度水準で K_{IC} が改善されるとともにシャルピー衝撃値と破断伸びが向上した.

(3) 623K で MA 処理した鋼 (623K-MA 鋼) の場合焼入れ後 673K で焼もどし処理した鋼に較べて 1700 MPa の引張り強度水準で K_{IC} が著しく改善されるとともにシャルピー衝撃値と破断伸びが向上した.

(4) これら MA 鋼は同じ温度で変態させた通常のオーステンパー処理鋼に比較して強度が顕著に向上するとともに K_{IC} が著しく改善された.

(5) 微細組織の観察, フラクトグラフィ, X 線回折の結果から, これら MA 鋼の機械的性質が優れているのは針状のベイナイト相とそのベイナイトによって微細に分割されたマルテンサイト相が適量存在し, かつその基地中にきわめて機械的安定性の高い独特な形態をもつ γ_R が分散していることによると結論された.

最後に本実験にご協力下さった川崎製鉄(株)製鋼技術研究所に感謝の意を表します.

参 考 文 献

- 1) 富田恵之, 材料, **40**, 133 (1991).
- 2) D. Webster, Trans. ASM, **61**, 816 (1968).
- 3) H. W. Hayden and S. Floreen, Trans. ASM, **61**, 474

- (1968).
- 4) W. Beck, J. O. Bockris, M. A. Genshaw and P. K. Subramanyan, *Metall. Trans.*, **2**, 883 (1971).
 - 5) R. A. McCoy and W. W. Geberich, *Metall. Trans.*, **4**, 539 (1973).
 - 6) R. O. Ritchie, M. H. C. Cedeno, V. F. Zackay and E. R. Parker, *Metall. Trans. A*, **9**, 35 (1978).
 - 7) T. V. Venkatasubramanian and T. J. Baker, *Metall. Trans. A*, **11A**, 200 (1980).
 - 8) 篠田研一, 山田利郎, 熱処理, **20**, 326 (1990).
 - 9) V. T. T. Miihkinen and D. V. Edmonds, *Mater. Sci. Technol.*, **3**, 431, 441 (1987).
 - 10) 沢井 巖, 内田尚志, 熱処理, **30**, 27 (1990).
 - 11) 松村 理, 佐久間康治, 武智 弘, 鉄と銅, **77**, 1304 (1991).
 - 12) K. Tsuzaki, C. Nakao and T. Maki, *Mater. Trans. JIM*, **32**, 658 (1991).
 - 13) S. J. Matas and R. F. Heheman, *Trans. Metall. Soc. AIME*, **221**, 179 (1961).
 - 14) H. K. D. H. Bhadeshia and D. V. Edmonds, *Met. Sci.*, **17**, 411, 420 (1983).
 - 15) 富田恵之, 大川剛義, 材料, **43**, 509 (1994).
 - 16) Annual Books of ASTM Standards, American Society for Testing and Materials, ASM Standards E23-72, Philadelphia, PA, 1972.
 - 17) R. L. Miller, *Trans. ASM*, **61**, 592 (1968).
 - 18) Y. Tomita and K. Okabayashi, *Metall. Trans. A*, **14A**, 485 (1983).
 - 19) Y. Tomita and K. Okabayashi, *Metall. Trans. A*, **14A**, 2387 (1983).
 - 20) Y. Tomita and K. Okabayashi, *Metall. Trans. A*, **16A**, 73 (1985).
 - 21) Y. Tomita and K. Okabayashi, *Metall. Trans. A*, **16A**, 83 (1985).
 - 22) V. T. T. Miihkinen and D. V. Edmonds, *Mater. Sci. Technol.*, **3**, 422 (1987).
 - 23) B. V. N. Rao and G. Thomas, *Metall. Trans. A*, **11A**, 441 (1980).
 - 24) M. Sarikaya, B. G. Steinberg and G. Thomas, *Metall. Trans. A*, **13A**, 2227 (1982).
 - 25) J. J. Yi, K. J. Yu, I. S. Kim and S. J. Kim, *Metall. Trans. A*, **14A**, 1497 (1983).