論文

極細ハイス線材の微細組織と機械的特性

上山 友幸* 藤原 弘* 飴山 恵*

松永 卓** 吉本 隆志**

Microstructure and Mechanical Properties of Extrafine High-Speed Steel Wire

Tomoyuki UYEYAMA*, Hiroshi FUJIWARA*, Kei AMEYAMA*

Suguru MATSUNAGA** and Takashi YOSHIMOTO**

(Received on December 8, 2005)

The relationship between the mechanical properties and microstructure of an extrafine high-speed steel wire has been studied. The microstructure of the extrafine wire mainly consists of a ferrite parent phase, MC and M_6C carbides. From the results of tensile tests, some of the wires indicate a discontinuous yielding behavior. These wires with a discontinuous yielding behavior indicate superior elongation compared with typical yielding wires. The occurrence of discontinuous yielding is strongly affected by the volume fraction of the carbides as well as size distribution. The discontinuous yielding appears in the case of a small volume fraction (<30%) of the carbides, or a small volume fraction of the finer carbides (<2 μ m). This implies that the carbon content in the matrix phase is higher in the material that shows the discontinuous yielding behavior. That is, the dissolution of the carbides leads to a higher carbon content in the ferrite matrix; thus, carbon solute atoms pin the dislocations, which contribute to the typical yielding behavior. Therefore, the productivity and the drawing process of the extrafine high-speed steel wire can be expected to have an improvement by controlling carbide size as well as volume fraction.

Key words: drawing, high-speed steel, tension test, carbide, discontinuous yielding

1. 緒言

高速度鋼（以下、ハイスと称する。）は現在、JISで13種類が規定されている¹⁾。鋼種によってその使用法は様々であり、一般切削工具、難削材切削工具をはじめ、金型、押出し型、ダイス等、切削工具以外の用途にも幅広く用いられている²⁾。さらに、連続焼入れ・焼きもどしの熱処理を行うことにより、0.04mm以下の極細線材の製造も行われており、上記の用途だけに限らず、ICチップおよびCPUパッケージの電気特性検査用のプローブピン、セラミックコンデンサーチップ突き上げピン、セラミックグリーンシート穴あけパンチなど、半導体、電機、自動車関連部材など、新しい分野への利用が進められている³⁾。

ハイスの母相中には多数の炭化物が析出している。炭化物の種類、形状、大きさ、分布状態などが工具の性能に大きく影響するため、ハイスの炭化物に関する研究は多数行われている、例えば、常陸ら⁴⁾は最大炭化物粒子径と母相の平均結晶粒径には一定の関係があること、硬さは一次炭化物の大きさに比例すること、耐摩耗性は炭化物の大きさに

依存することなどを明らかにしている。他にも、西田ら⁵⁾は熱処理を行うことにより、母相への炭素固溶量に変化することで炭化物含有量が変化し、母相の結晶粒径の増大にともない炭化物の含有率が低下すること、また、引張強度は炭化物粒子径が小さいほど高くなることなどを明らかにしている。

これらのことから、極細ハイス線材についても、炭化物の含有率、炭化物粒子径が機械的性質に大きな影響を及ぼすことは推測できるが、製品となる線径まで、線引加工と焼きなましとを繰り返して行なうことにより、線材の組織がどのような影響を受けるか、機械的特性にどのような変化が起こるかということについて検討した例はない。

本研究では、極細ハイス線材の線引加工の過程における微細組織変化と機械的特性との関係について、炭化物の含有率や炭化物粒子径などの組織学的観点から詳細な検討を行った。

2. 実験方法

供試材として、直径5.5mmの熱間圧延線材を冷間・乾式にて直径1.72mmまで伸線した。その後、引抜き速度15m/min、1パスあたりの断面減少率21.9%~31.1%で線引

* 立命館大学 〒525-8577 草津市野路東1-1-1

** (株)不二越 〒931-8511 富山市米田町3-1-1

加工を行い, 1 パス毎に Fig.1 に示す熱処理を行なった. このような加工を複数パス行い, 最終的に直径 0.25mm までの線引過程において種々の線径を有したハイス線材を使用した. また, 本研究で用いた線材は, 線引加工後にひずみ除去のために, Fig.1 に示すように 1133K で 18ks 保持し, 1033K に炉冷し 18ks 保持した後, 823K まで炉冷, 823K から窒素ガス急冷という手順の熱処理を行った. このハイス線材の化学組成を Table 1 に示す.

Fig.1 Schematic diagram of heat treatment after wire drawing

Table 1 Chemical composition (mass%)

C	Cr	Mo	W	V	Co	Fe
1.26	3.96	5.02	6.09	3.00	7.79	bal.

微細組織の観察および同定には, 走査型電子顕微鏡(SEM), 透過型分析電子顕微鏡(TEM/EDS, 加速電圧:200kV), X 線回折装置を用いた. 炭化物体積率, 炭化物粒子径の計測には画像解析ソフト analySIS Pro5(Soft Imaging System 社)を用いた. また, 炭化物粒子がほぼ球状であることから, 個々の炭化物の長軸の長さを炭化物粒子径として評価した.

TEM 観察用の試料は, 電解 Ni メッキを線材に施し, 直径 3mm の棒状とした後, 厚さ約 0.2mm に切断し, 機械研磨, 電解研磨して作製した. 電解研磨は $C_2H_5OH+HClO_4$ の混合液を用い, 液温 243K で行った.

機械的性質は, 線材をそのまま引張試験して評価した. 引張試験は常温で, 初期ひずみ速度は $5.0 \times 10^{-5} s^{-1} \sim 5.0 \times 10^{-3} s^{-1}$ の間で行った.

3. 実験結果および考察

3.1 極細ハイス線材の微細組織

Fig. 2 に, 線材の X 線回折結果を示す. 横軸は Bragg の反射角を示す. Fig.2(a)は直径 1.52mm 線材の線引前, (b)は断面減少率 23.4%で直径 1.33mm に線引加工後, (c)は(b)の線材を Fig.1 に示した熱処理後の X 線回折結果である. Fig.2(a) ~ (c)のいずれにおいても, 回折ピークに大きな変化はなく, 母相のフェライト相(bcc), M_6C , MC 炭化物の存在が確認できる.

Fig. 3 に, ハイス線材の線引方向に垂直な断面の組織を示す. Fig. 3 の(a) ~ (c)は直径 1.52mm から断面減少率 23.4%の線引加工ならびに熱処理を行った試料, (d) ~ (f)は直径 0.43mm から断面減少率 31.1%の線引加工ならびに熱処理を行った試料の SEM 組織写真である. Fig.3 (a), (d)は線引前, (b), (e)は線引後, (c), (f)は Fig.1 に示した熱

処理後の組織に対応している. 様々な寸法の, ほぼ等軸な炭化物が多数分散している. なお, 本研究で観察した試料では, 線引加工によるキャビテーションの発生は認められなかった. また, これらの SEM 観察結果から, 線径の違い,

Fig.2 XRD results of the wire cross section

Fig.3 SEM micrographs of the wires before and after the drawing process, and after the heat treatment

また線引前後、そして熱処理前後において、ほぼ同様の組織を呈していることがわかる。

TEM 観察により、さらに詳細に炭化物の観察を行った Fig.4 の TEM 組織では、**A**や**B**の炭化物が観察されるが、ほとんどの炭化物はこれらのような等軸形状を示していた。Fig.5 に、これらの炭化物の EDS 分析結果を示す。Fig.5(a) の**A**炭化物には Fe, W, Mo, V が含まれていることから、W, V が一部置換した M_6C タイプ、一方、(b)の**B**炭化物には VC に W, Mo が一部置換した MC タイプの炭化物であると推定される。

Fig.4 TEM micrograph of carbide particles in the 1.33 wire after the heat treatment

(a) **A** shown in Fig.4

(b) **B** shown in Fig.4

Fig.5 EDS analysis of carbide particle

3.2 引張試験結果

Fig.6(a)(b)は、それぞれ 2 パス線引加工で直径 0.66mm にした線材と 4 パス線引加工で直径 0.28mm にした線材を初期ひずみ速度 $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で引張試験を行った結果で、小さいひずみ領域のみ示している。Fig.6(a)では通常の引張特性を示しているが、(b)では不連続降伏を示している。同一組成のハイス線材であるにもかかわらず、弾性変形から塑性変形へ滑らかに遷移する通常の引張特性を示すハイス線材と、弾性変形終了後ほぼ一定の応力で変形が進行した（不連続降伏と呼ぶ）のち変形の増加に伴い応力も増加する特性を示すハイス線材が認められた。これら 2 通りの傾向は、引張試験の初期ひずみ速度を $5.0 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1} \sim 5.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の範囲で変化させても同様であった。不連続降伏を示すハイス線材の引張試験において、不連続降伏域の終了後に試験を中断し、その試料表面を SEM 観察した結果を Fig.7 に示す。写真の水平方向が線引方向に一致して

(a) $\phi 0.66\text{mm}$ (Strain rate ; $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)

(b) $\phi 0.28\text{mm}$ (Strain rate ; $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)

Fig.6 Stress-strain curves of (a) 0.66mm and (b) 0.28mm wires (Strain rate; $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)

Fig.7 SEM micrograph of wire surface after discontinuous yielding (Arrows indicate the stretcher strain patterns)

おり、写真の白色粒子が炭化物である。試料表面には矢印で示すような不連続降伏に特有のストレッチャーストレインが観察された。

線径と破断までの伸びとの関係をまとめた結果を Fig.8 に示す。不連続降伏を示した試料を DY(Discontinuous Yielding)、通常の引張特性を示した試料を NY(Normal Yielding)で示した。この図より、ほぼ同じ線径の線材においても、通常の引張特性を示すものと不連続降伏を示すものの両方が存在することがわかる。また、ほぼ同じ線径の線材で比較したとき、不連続降伏を示す線材の破断時の真ひずみは、通常の引張特性を示す線材のそれよりも平均で 11.2%高い値を示した。このように、不連続降伏の発生は線径に依存せず、また不連続降伏現象が発生することにより伸びが増加することがわかる。

Fig.8 Relationship between wire diameter and true strain at the fracture (DY; Discontinuous Yielding, NY; Normal Yielding)

3.3 微細組織と機械的性質

Fig.3 に示したように、線引加工前後や熱処理前後において微細組織に大きな変化は見られないが、さらに詳細に検討するために、画像解析により炭化物体積率を求め比較した。Fig.9 に、線径と炭化物体積率の関係を示す。この結果から、不連続降伏を示す線材は炭化物体積率が約 40%以下に分布しており、30%~40%の間には通常の引張特性を示す線材と不連続降伏を示す線材とが混在しているが、30%以下では通常の引張特性の線材しか認められなかった。そこで、熱処理前後における炭化物体積率と機械的性質の関係について検討するために、直径 0.28mm の線材に対して 1173K で 3.6ks の熱処理を行った。Fig.10 に、 $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の初期ひずみ速度で引張試験を行った結果のひずみの小さい領域を示す。図からわかるように、熱処理前には炭化物体積率が 41.6%で通常の引張特性を示したハイス線材が、熱処理を行うことで炭化物体積率が 27.0%に減少すると不連続降伏を示すようになる。このことから、不連続降伏現象は、炭化物体積率の大小と密接な関係が認められる。

以上のように、炭化物体積率が不連続降伏発現の重要な

因子であることが確認されたが、炭化物体積率が 30%~40%の間では、通常の引張特性を示す線材と不連続降伏を示す線材が混在している。そこで、不連続降伏現象と炭化物との関連性をさらに詳細に明らかにするために、炭化物体積率が 30%~40%を示すハイス線材について、炭化物粒子の寸法と不連続降伏の発生の関連性について検討を行った。

炭化物体積率が 30%~40%を示すハイス線材において、観察した炭化物の総数に対する $2 \mu\text{m}$ 以下の炭化物の個数の割合および $4 \mu\text{m}$ 以上の炭化物の個数の割合と線径の関係を、それぞれ Fig.11(a), (b) に示す。これらの図からわかるように、不連続降伏を示す線材の炭化物粒子の分散状況は、通常の引張特性を示す線材のそれと比較して、 $2 \mu\text{m}$ 以下のものがより低く、一方、 $4 \mu\text{m}$ 以上のものがより高いという特徴を持つ。すなわち、不連続降伏と通常の降伏を示す線材には、粒子径の異なる炭化物の個数の割合に明確な相違が認められる。

Fig.9 Relationship between carbide volume fraction and wire diameter (DY; Discontinuous Yielding, NY; Normal Yielding)

一般に、不連続降伏が起こる理由は、転位が固溶炭素原子等に固着され、転位源を活動させるために必要な応力が変形応力よりも高くなるためである⁶⁾。本研究における極細ハイス線材では、前述のように炭化物粒子の量や寸法に差異が認められ、同一の化学組成であっても炭化物粒子がより少ない線材においては、母相中の炭素量が多くなっていると推測される。すなわち、本研究の線材では、炭化物が母相へ再固溶し、炭素原子が転位を固着することによって不連続降伏現象が起きたと考えられる。

また、高温で保持した際に、より小さな炭化物ほど再固溶しやすい。そのため炭化物の体積率が小さいだけでなく、小さな寸法の炭化物の個数も少ない線材で不連続降伏が発生するものと考えられる。

Fig.8 の不連続降伏を示す線材は、ほぼ同径の線材と比較して数%高い伸びを示すことから、極細ハイス線材の炭化物量を制御することで、不連続降伏現象を利用した効率のよい線引加工を行うことが期待できる。

Fig.10 Stress-strain curve of the wires. Carbide Volume Fraction, Vf.;(a) 41.6% ,(b) 27.0%

Fig.11 Relationship between carbide particle size distribution and wire diameter (DY; Discontinuous Yielding, NY; Normal Yielding)

4. 結 言

極細ハイス線材の微細組織と機械的特性について詳細に検討した。その結果、以下のことが明らかとなった。

1. 同一組成のハイス線材であるにもかかわらず一部の線材において不連続降伏の発生が認められた。
2. 不連続降伏が発生するハイス線材は、同じような直径の通常の引張特性を示すハイス線材と比較して平均 11.2%の破断時の真ひずみが増加した。
3. ハイス線材における不連続降伏現象の発生は、炭化物体積率や炭化物の寸法が重要な要因となっている。本研究で用いた極細ハイス線材においては、不連続降伏の発生のための条件は、炭化物体積率が 30%以下と比較的少なく、かつ、30%~40%の中間領域においては $2\mu\text{m}$ 以下の微細な炭化物の割合が低いことである。

参 考 文 献

- 1) JIS G 4403 (2000) .
- 2) 日本鉄鋼協会編:鋼の熱処理, (1969), 丸善 .
- 3) 吉本隆志・松永卓・和田敏秋:塑性と加工, **45**-12 (2004),73-80 .
- 4) 常陸美朝・松田幸紀:電気製鋼, **58**-4(1987),251-259 .
- 5) 西田友久・武藤睦治・辻井信博:材料, **41**-468(1992), 1403-1409 .
- 6) 日本金属学会編:金属便覧, (1990), 344, 丸善 .