© 1985 ISI,J

高速度工具鋼の再結晶による超微細結晶粒及びその応用

論文

鳥阪 泰憲*・臼井 一郎*²・中沢 克紀*・宮川 松男*³

High-speed Tool Steel Having Recrystallized Hyperfine Grains and Its Application

Yasunori TORISAKA, Ichiro USUI, Yoshinori NAKAZAWA and Matsuo MIYAGAWA

Synopsis :

There is a limit to grain refinement of high-speed tool steel by usual recrystallization process at the austenite region even after working with a large reduction.

In a series of our experiments, however, it was shown that in steel specimens processed through preforming and then solution treatment, the grain size after recrystallization was extremely refined. Tests carried out in a range of commercial high-speed tool steels quantitatively clarified the effect of preform reduction, solution temperature, reduction for recrystallization and annealing temperature on the final grain sizes.

Furthermore, it was shown that high-speed tool steel with fine grain sizes was possible to become super-plastic and its total elongation exceeded 300% over a suitable range of temperatures and strain rates.

1. 緒 言

高速度鋼（以下、HSS）のオーステナイト域における再結晶では、たとえ強加工を与えても結晶粒超微細化には限度があることを予備実験で調べた。Photo. 1 (a) は溶解高速度鋼（以下、C/W HSS）及び粉末高速度鋼（以下、P/M HSS）に 70% 以上の強加工を与えた後のオーステナイト域における再結晶終了組織を示したもので、P/M HSS は結晶粒が約 5 μm 程度であり、C/W HSS は 10 μm を若干越えているものもあることがわかる。

しかしながら、著者らは強加工を与える前に、ある程度の加工（以下、Preform）及び溶体化処理を経験した HSS の再結晶終了組織は著しく微細化することを見出した。これを Photo. 1 (b) に示す。この場合、Preform の加工度、溶体化処理温度及び再結晶のための加工度が大きな問題となる。

Preform は、一般に市販品は 950°C～1100°C の間で強加工（だいたいの場合、鍛造もしくは圧延）が施されているので、あえて行う必要はないと思われる。

Photo. 2 (1) (a) 及び (1) (b) は、市販品→1240°C×30 min 溶体化→急冷 (W. Q.)→950°C で 78% 圧延→急冷 (W. Q.) の後、前者 (C/W HSS) は 1100°C×5 min の、後者 (P/M HSS) は、1075°C×5 min

の条件で再結晶させたもので、結晶粒が著しく微細化していることがわかる。

しかしながら、何ら加工を受けていない材料、例えば SKH 51 フトマイズ粉→常温で、7000 kgf/cm² のボンチ圧縮→500°C×30 min の予備焼結→1250°C×5 h の本焼結→炉冷材に 1240°C×30 min の溶体化処理を施さない場合と施した場合の再結晶終了組織は、Photo. 2 (2) (a) 及び (2) (b) に示すように、4.1 μm 及び 3.1 μm とそんなに大差はない。

以上から、Preform→溶体化処理を経験した材料でなければ、再結晶終了後の結晶粒超微細化は期待できないことがわかる。

著者らは、ここで一つの大きな仮定を導入し、以後の実験を進めることにした。

すなわち、「加工→焼なましの履歴を受けた素材に、ある加工を与えた場合の素材への影響は後の加工に律速される。」

次に、溶体化処理温度についてであるが、一般に溶体化処理温度が低いと、Photo. 1 (c) に示すように、たとえ Preform を行つても得られる結晶粒は、(a) よりも微細であるが (b) に比較して非常に粗大なものとなる。

逆に高すぎると、結晶粒は超微細になるが、粒界炭化

昭和 59 年 5 月 16 日受付 (Received May 16, 1984)

* 工業技術院機械技術研究所 工博 (The Mechanical Engineering Laboratory, Agency of Industrial Science and Technology, 1-2 Namiki Sakura-mura Niihari-gun Ibaraki pref. 305)

*² 佐賀県工業試験場 (The Saga Prefectural Industrial Research Institute)

*³ 長岡技術科学大学 工博 (The Technological University of Nagaoka)

- (a) Rolled with 78% and then annealed for 300s.
(left) annealed at 1100°C, (right) annealed at 1125°C
(b) Preformed, solution treated at 1260°C for 1.8 ks, rolled with 78% and then annealed at 1100°C for 300s.
(left) preformed with 17%, (right) preformed with 5%
(c) Preformed with 5%, solution treated at 1190°C for 1.8 ks, rolled with 78% and then annealed at 1100°C for 300s.

Photo. 1. Optical microstructures of HSS after recrystallization.

物の角形粗大化及びレデブライト共晶組織が生じる。そこで、溶体化処理温度の限界を求めるために、C/W 及び P/M HSS に種々の温度で 30 min の溶体化処理を行うことにした。この結果を Photo. 3 に、また、これらの結晶粒径を溶体化処理温度に対してプロットした結果を Fig. 1 に示す。

これらの結果から、粒界炭化物の角形粗大化が生じない上限温度は、1240°C 前後であると思われる。

故に、本研究では、950°C における種々の加工度の Preform (圧延)→1240°C×30 min 溶体化処理→950°C における種々の加工度での圧延→種々の温度での 5 min 焼なまし、からなる一連の工程を C/W 及び P/M HSS に施し、線分法によりそれらの結晶粒の大きさを求め、結晶粒超微細化の最適条件を検討すると同時に、その応用についても若干の考察を行った。

- (1) Solution treated at 1240°C for 1.8 ks, rolled with 78% and then annealed for 300s.
(a) annealed at 1100°C (C/W HSS)
(b) annealed at 1075°C (P/M HSS)
(2) Rolled with 78% and then annealed for 300s (DAP SKH 51).
(a) no solution treatment, annealed at 1075°C
(b) solution treated at 1240°C for 1.8 ks, annealed at 1125°C

Photo. 2. Optical microstructures of HSS after recrystallization.

2. 実験方法

C/W 及び P/M HSS 材としては、最も市場性のある SKH 51 及び KHA 30 を用いることにした。これらの化学成分を Table 1 に示す。

SKH 51 の加工履歴は、1130°C~1160°C で鍛錬比 8 (88% 圧延に相当) の鍛造→連続焼鈍炉による 870°C×4 h 焼鈍である。また、KHA 30 は (KHA : Kobe High Atomel の略) 溶製材における JIS の SKH 57 に相当し、その加工履歴は、-60 メッシュ (250 μm 以下) アトマイズ粉→1100°C×800 atm×2 h の熱間静水圧プレス→炉冷→1100°C で鍛錬比 6 (83% 圧延に相当) の鍛造→焼鈍 (750°C×2 h→30°C/h で 910°C→910°C×4 h→20°C/h で 760°C→760°C×6 h→20°C/h で 400°C→空冷) である。

そして、これらの材料を放電加工により、所定の寸法 (3, 5, 10×15×120 mm) に切り出し、その後、機械研磨のための再焼鈍を行うことによつて供試材とした。

再焼鈍条件は、SKH 51 に対しては、850°C 保持後炉冷、KHA 30 に対しては、860°C×4 h→20~25°C/h で 750°C×3 h→20~25°C/h で 600°C→空冷であった。そして、これらの材料に Fig. 2 に示す加工熱処理を施

Photo. 3. Optical microstructures of HSS solution treated at various temperatures for 1.8 ks.

した。

顕微鏡による組織観察（すべて横断面とした）は、焼入れたままの材料に対し、10% ナイタルを用いて、エッチングを行つた。また、硬さ測定は、焼入れによるマルテンサイトの影響を取り除くため 800°C×1 h の焼なましを行つた材料に対し、マイクロビッカース硬さ計（荷重：1 kgf×10 s）を用いて 5 個の測定値の平均をとり、硬さ値とした。

なお、溶体化処理、焼なましなどはすべて Ar 雰囲気中における電気炉で行つた。

Table 1. Chemical composition (wt%).

	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	W	V	Co
SKH 51 (C/W)	0.86	0.35	0.28	0.02	0.01	0.07	0.16	4.13	4.59	5.70	1.90	—
KHA 30 (P/M)	1.25	<0.35	<0.28	<0.02	<0.01	<0.07	—	4.0	5.0	6.0	3.0	8.0

Fig. 1. Effect of solution temperature on the grain size.

Fig. 2. Heat diagram to obtain the recrystallized structure.

また、Photo. 1~3 は Table 1 に示した化学成分をもつ材料を用いたものである。

3. 実験結果

Fig. 3 は、種々の加工度による Preform→溶体化処理 (0% Preform の場合は行わなかつた)→種々の加工度による圧延、からなる一連の履歴を受けた SKH 51 素材に、再結晶のための焼なまし（すべて 5 min）を施したときのビッカース硬さを示したものである。

一般に、HSS 材のビッカース硬さ変化は次式、 ΔH_V

Fig. 3. Effect of annealing temperature on the hardness at room temperature for SKH 51 heated for 300s.

＝焼入れ時のマルテンサイト変態による硬さ変化（残留オーステナイト量による変化も含む）＋炭化物の分散析出状態による硬さ変化＋残留応力による硬さ変化，で現れると考えられる．そこで，本実験では，先に述べたように，再結晶のための焼なまし温度が高いため，冷却時に生成するマルテンサイトの影響を除く意味で，すべて $800^{\circ}\text{C} \times 1\text{h}$ の焼なましを施した．Fig. 3 の硬さ値が全般に低いのはこのためである．

そして，各点の顕微鏡観察を種々行つた結果，ビッカース硬さが最も低い点，すなわち Fig. 3 中の $\rightarrow$ 印が組織観察から再結晶終了温度であることが判明した．

Fig. 4 は線分法で求めた，これらの結晶粒の大きさを z 軸にとつて，Preform の加工度を x 軸に，再結晶のための加工度を y 軸にとつて 3 次元表示したものである．なお，図中の $\circ$ 印は，再結晶のための加工度を 0% とし，破線の下に $\bullet$ 印と同じ温度で焼なましを行つたもので，再結晶終了組織に対する比較組織となつている．

これらの結果から，Preform の加工度が大きいほど，また再結晶のための加工度が大きいほど微細な結晶粒が得られることがわかる．

しかしながら，再結晶のための加工度が 0% のときは逆に粗大化し，Preform が 40% 付近を越えると，結晶

Fig. 4. Recrystallization diagram of SKH 51.

Fig. 5. Relation between rolling reduction for recrystallization and temperature required for 100% recrystallization in SKH 51.

粒は著しく粗大化する．

なお図中， $\circ$ 印の $15\mu\text{m}$ は，先に述べたように，溶体化処理は行っていないので， $15\mu\text{m}$ から $32\mu\text{m}$ への増大は，ここでは考えないことにする．

Fig. 5 は，SKH 51 の再結晶終了温度が再結晶のた

めの加工度に対して、どのように変化するかを示したものである。

この図から、SKH 51 の再結晶終了温度は再結晶のための加工度には何ら影響を受けないが、Preform に対しては、大きく左右されることがわかる。そして、この場合の限界の加工度は数%である。

Fig. 6, Fig. 7 及び Fig. 8 はすべて KHA 30 に関するもので、SKH 51 の場合の Fig. 3, Fig. 4 及び Fig. 5 に対応する。

KHA 30 も SKH 51 と同様に、Preform の加工度が大きいほど、また再結晶のための加工度が大きいほど微細な結晶粒が得られる。しかしながら、再結晶のための加工度が 0% のときは、Preform の加工度が大きいほど、逆に粗大化するが、SKH 51 とは異なり、40% 前後である極大値を有する。

また、KHA 30 は一般に再結晶のための加工度が大きくなるに従って、再結晶終了温度は低下する傾向があるが、Preform が 5% 及び 39% では、極大及び極小値を有する (Fig. 8 参照)。

これは、Preform が 5% と 39% の間では、SKH 51 同様、再結晶終了温度は再結晶のための加工度何ら影響されないことを示唆しているものと思われる。

Fig. 6. Effect of annealing temperature on the hardness at room temperature for KHA 30 heated for 300s.

Fig. 7. Recrystallization diagram of KHA 30.

Fig. 8. Relation between rolling reduction for recrystallization and temperature required for 100% recrystallization in KHA 30.

4. 考 察

Fig. 4 及び Fig. 7 で、「Preform→溶体化処理を施した素材に再結晶処理を行うと、結晶粒は著しく微細になる。しかしながら、再結晶処理のための加工度が 0%, すなわち再結晶させない場合、逆に Preform は溶体化処理後の結晶粒を著しく粗大化させる。その場合、SKH 51 では、Preform が 40% を越えた時点で粗大化が始まるが、KHA 30 では数%から粗大化が始まり、40% 付近で極大に達し、その後微細化に移行する。」ことは

先に述べたとおりである。ここで、もし、SKH 51 に 88% の Preform を加えたとなれば、Fig. 4 の○印は 45 μm 付近の位置にくることが予想され、また KHA 30 に 83% の Preform を加えたとなれば、Fig. 7 の○印は 15 μm 付近の位置にくることが予想される。

そして、これらの 45 μm 及び 15 μm は、ちょうど Fig. 1 の→印に一致する。逆に言えば、Fig. 1 の SKH 51 は 88% の Preform を、また KHA 30 は 83% の Preform を受けていたことになる。

しかしながら、本実験では、Fig. 1 の試験片には何ら Preform を与えていないことから、この Preform は素材の製造元における鍛錬工程で導入されたものと考えざるを得ない。事実、先に述べたように、SKH 51 では 88% 圧延に相当する S8 (JIS 規格: 鍛錬比 8) が、KHA 30 では 83% 圧延に相当する S6 が加えられているのである。

以上のことは先に述べた大きな仮定、すなわち「加工→焼なましの履歴を受けた素材にある加工を与えた場合の素材への影響は後の加工に律速される。」の正しさを実証しているものと思われる。

ここでいう素材への影響は、残留応力ではなく (Fig. 3 及び Fig. 6 において、○印は再結晶組織を示さなかったことから明らかである。)、2 次炭化物の挙動である。そして、この挙動は溶体化処理を施すことによって、よりいつそう明白に現れる。

すなわち、HSS に Preform を施すと、一般に炭化物は粉碎され均一分散の状態に近くなる。そして現場では、この Preform を 1100°C 以上かつ強加工で行うことが多いため、回復軟化が著しく、残留応力の蓄積はほとんど考えられない。

また、均一分散された炭化物はその加工温度が高いため一部再固溶し、冷却過程及び次の焼鈍過程で再析出するようになる。よって炭化物はよりいつそう均一分散された状態になる。

今、このような均一分散された状態に、ある程度の再 Preform を施せば、逆にこの状態は乱されることになる。

すなわち、加工による素材への影響は、後の再 Preform に律速されることになる。そして次に、この状態を溶体化処理温度に加熱すれば、オーステナイト母相への炭化物の固溶は、Preform 時よりもはるかに促進され、また試料全域で一様に進む。故に、粒界移動を困難にしていた炭化物は減少することになるため、それだけオーステナイト結晶粒の成長が容易となり、そのため Fig. 4 及び Fig. 7 の○印で示したように、Preform の

増大につれて得られる焼入材の結晶粒も大きくなることになる。しかしながら、KHA 30 の場合は、40% 付近で結晶粒が極大値を有したが、これはももとの炭化物自体が非常に小さく均一に分布しているため、40% 以上の Preform を加えると、逆にこの均一分散が乱されることになるためであろう。

次に、この状態を急冷すれば、マルテンサイトの針状組織境界及び双晶境界に 2 次炭化物が、Preform を施さない場合に比べ、より多く固溶した分だけ、逆にそれが多量にかつ一様に析出することになる。

そして、これらの炭化物は旧オーステナイト粒内または粒界に生成するオーステナイトの再結晶微粒子の成長を完全に阻止するため、Preform→溶体化処理を施した後の再結晶終了組織は、先に示したように非常に微細なものとなる。

さて、HSS は 2 次硬化を出させるために、一般に SKH 51 では 1240°C で、KHA 30 では 1190°C で数分の溶体化処理を必ず行う。その場合、靱性向上のために結晶粒は極力小さくしなければならない。

しかしながら、上記温度は再結晶終了温度をはるかに越えているため、2 次再結晶が進むことによる結晶粒粗大化が著しくなることが予想される。そこで、再結晶組織が一番微細であると思われる条件、すなわち、SKH 51 では、78% Preform→溶体化処理→78% 圧延 (以下、A 材) 及び、0% Preform→溶体化処理→78% 圧延 (以下、B 材) の 2 種類を、KHA 30 では、78% Preform→溶体化処理→78% 圧延 (以下、C 材)、0% Preform→溶体化処理→78% 圧延 (以下、D 材) 及び 39% Preform→溶体化処理→78% 圧延 (以下、E 材) の 3 種類をとり上げ、これらを種々の高温で 5 min 保持す

Fig. 9. Effect of annealing temperature on the grain size.

(top) After recrystallization when annealed at 1075°C.
(D) preformed with 0%, (C) preformed with 78%
(bottom) Annealed at 1190°C.
(D) preformed with 0%, (C) preformed with 78%

Photo. 4. Optical microstructures of KHA 30 preformed, solution treated at 1240°C for 1.8 ks, rolled with 78%, and then annealed for 300 s.

ることにより、結晶粒粗大化の限界温度を調べることにした。これを Fig. 9 に示す。

なお、図中、丸印はすべて 5 min 保持であるが、四角印は丸印を 30 min 保持に延長したもので、■は●印に□は○印に対応したものとなっている。

これより、2 次再結晶開始温度は、A～E 材共に 1150°C であることがわかる。

また、1200°C までは A～E 材共に加熱時間に対して、それほど結晶粒は粗大にならないが、ほぼ 1250°C 以上では急速に粗大化することがわかる。そして、一般に、0% 及び 39% Preform より 78% Preform の方が、加熱温度に対する結晶粒粗大化の傾向は小さく、さらに、SKH 51 より KHA 30 の方が、この傾向は小さい。

先に述べたように、0% Preform は実際には製造元の加工履歴を受けているため、上記現象は一見矛盾しているように思えるが、これは製造元における加工温度 (1100°C 以上) と著者らの行った Preform 温度 (950°C) との違いから生じるもので、一般に Preform 温度が低く、その加工度が大きいほど、2 次再結晶における結晶粒粗大化の傾向は小さいことが結論づけられるものと思われる。

いずれにしても、KHA 30 に、950°C で 78% Preform → 1240°C × 30 min の溶体化処理 → 950°C で 78%

Fig. 10. Size of specimens for superplastic test.

Fig. 11. Effect of testing temperature and strain rate on the total elongation and flow stress in KHA 30.

Fig. 12. Time-temperature curve during superplastic test.

圧延 → 2 次硬化のための 1190°C × 5 min 溶体化処理なる一連の加工熱処理を施した後の組織は、Photo. 4 右下に示したように、結晶粒が 6.8 μm と非常に微細であることから、実用材料としては、十分使用可能と思われる。なお、Photo. 4 の C, D は Fig. 9 の C, D に対応したものである。

次に、再結晶による結晶粒微細化の応用についてであるが、最も可能性のあるのが、HSS の超塑性化である。

著者らは KHA 30 を使用してこれを確かめることにした。すなわち、KHA 30 に 0% Preform → 950°C で 5% 加工後 W. C. → 1150°C × 5 min の焼なまし後 W.

(top) before testing, (bottom) after testing

Photo. 5. Specimen of KHA 30 after superplastic testing to failure at 1000°C at a strain rate of $2.5 \times 10^{-4}/s$.

C. なる一連の加工熱処理を施し、結晶粒を $4.6 \mu m$ に整えた後、次の試験片加工を容易にするため $700^\circ C \times 1 h$ の焼なましを行って、Fig. 10 に示す試験片を作製し、これを初期ひずみ速度一定で引張ることにした。使用した装置¹⁾は、株式会社島津製作所製の高温用サーボバルサーである。

試験温度の設定は、 γ 領域、すなわち A_{c3} よりも高温側とした。

なお、KHA 30 の A_{c1} 及び A_{c3} は測定していないので不明であるが、KHA 30 が SKH 57 に相当することから、これらの点を推定すれば、 $A_{c1}=841^\circ C$ 、 $A_{c3}=880^\circ C$ となることが予想される。

次に、ひずみ速度であるが、一般の超塑性材料では、よく $10^{-3}/s$ 付近が採用されることが多いことから、本実験でもこれに合わせて $10^{-4}/s \sim 10^{-3}/s$ で引張ることにした。そのときの実験結果を Fig. 11 及び Fig. 12 に示す。なお、Fig. 12 の (A), (B), (C) は Fig. 10 の (A), (B), (C) に対応した温度であるが、試験開始時から破断時まで (A) (B) (C) 共にほとんど一定であることがわかる。

Fig. 11 の () 内は全伸び量 (%) を、[] 内はそのときの流動応力 (MPa) を荷重-変位曲線の最大ピーク時で示したもので、また○印は比較検討のために、加工及び熱処理を何ら施さない結晶粒径 $15.6 \mu m$ の供試材そのものを引張つた結果を示したものである。

これより、試験温度 $= 1000^\circ C$ 、ひずみ速度 $= 2.5 \times 10^{-4}/s$ で全伸び量が最大に達することがわかる。

このときの破断後の試験片形状を Photo. 5 に示す。

試験条件は異なるが、HSS で超塑性が発現し、100% 前後の伸びが得られたというソ連の報告²⁾があるが、本実験では最大値で 332% の伸びが得られ、この値は結

晶粒径 $15.6 \mu m$ の供試材の場合に比較して、3 倍近くに相当し、また流動応力で 2 倍以上の差が出たことは注目値する。今回は結晶粒径が $4.6 \mu m$ のものを使用した。もし Fig. 7 に示されている $2 \mu m$ 台のものを使用すれば、さらに上記の差が大きくなることが当然予想される。しかしながら、これは今後の課題としたい。

5. 結 言

SKH 51 及び KHA 30 に再結晶処理を施すことにより次の諸点を明らかにした。

(1) SKH 51, KHA 30 共に再結晶処理を行うことにより、それらの結晶粒は均一微細組織となる。

(2) 再結晶処理を行う前に、Preform → 溶体化処理を行えば、(1) で得られた組織は平均粒径が、 $2 \mu m$ オーダーの超微細組織となる。そしてこの場合、Preform 温度は極力低く、また溶体化処理温度は極力高くする必要がある。

(3) 上記 Preform の回数が組織に与える影響は最後の Preform に律速される。ただし、その場合、Preform と次の Preform の間に、焼なましなどの熱履歴が与えられていることを前提とする。

(4) KHA 30 に $950^\circ C$ で 78% Preform → $1240^\circ C \times 30 min$ の溶体化処理 → $950^\circ C$ で 78% 圧延 → 2 次硬化のための $1190^\circ C \times 5 min$ 溶体化処理なる一連の加工熱処理を施した後の組織は、その結晶粒径が $6.8 \mu m$ と非常に微細であることから、実用材料としては十分使用可能と思われる。

(5) 数 μm の結晶粒径を有する HSS は超塑性発現の可能性がある。例えば、(1) で得られた $4.6 \mu m$ の結晶粒径を有する KHA 30 を $1000^\circ C$ で、 $2.5 \times 10^{-4}/s$ のひずみ速度で引張ると、300% 以上の全伸びを示す。

本研究を行うにあたり、HIP 済みの資料を提供していただいた株式会社神戸製鋼所中央研究所の滝川博氏に心から感謝する。

文 献

- 1) 谷貝昌幸, 鳥阪泰憲, 中沢克紀, 金戸孝夫, 辻修: 金属, 54 (1984) 2, p. 19 [アグネ]
- 2) A. C. Базык, A. C. Пустовгар, M. B. Казаков and A. E. Гвоздев: Металловедение и термическая обработка металлов (1981. 3), p. 21