

(討24) 低炭素鋼の焼入時効と復元現象

北海道大学工学部金属化学研 ○竹山太郎 松坂 靖
山田 浩

1. 序 論

鉄中の炭素の析出する挙動は、鉄鋼の最も基本的な重要な問題の一つである。一般に析出過程は、 ϵ 炭化物から安定 ϵ × γ タイトへ変るものとして知られている。時効によって析出する最初の炭化物は、電子顕微鏡で観察すると、 $\{100\}$ 面に板状に析出する散面な析出相で、周囲には、整合歪によるコントラストが認められるが、制限視野電子回折像では、固定されない。安定析出相に到る2段の析出過程の中間に復元現象が考えられる。

復元現象は、時効性を低温時効させた後、溶解度曲線以下の高温時効温度で、短時間加熱することによって、その合金が焼入れしたときの状態にまで復帰する現象である。

鉄合金の復元現象については、Geller et al.⁽¹⁾やNacken et al.⁽²⁾等によって、焼入時効した合金や焼入れ後12.2%の歪を与えた後、時効させた合金について、それぞれ研究がなされて、非鉄合金と同様に、復元現象が認められることが明らかにされた。

本研究では、復元処理によって再固溶する条件、過程を明らかにすることによりFe-C系合金の時効析出過程、析出相の安定度、析出相と転位との相互作用など時効による変化を観察した結果について報告する。

用いた試料は、Johnson & Matthey (J.M.)の純鉄と、市販リムド鋼である。その分析成分はTable 1

Table 1 試料化学組成 (単位 wt%)

| 組成 試料 | C | Mn | Si | S | Al | P | N | Fe |
|----------|-------|--------|--------|-------|--------|-------|--------|------|
| J.M.鉄 | 0.03 | 0.0002 | 0.0003 | - | 0.0001 | - | 0.01 | bal. |
| リムド鋼 | 0.042 | 0.34 | tr. | 0.014 | 0.001 | 0.016 | 0.0018 | bal. |

に示す。試料は圧延して0.5mm×3mm×30mmの大きさの試験片を

作成した。この試験片を不透明石英管中に真空にして封じ込み、溶体化処理後0°Cの水中に焼入れした後、時効による変化は硬度および電子顕微鏡によって観察した。

2. J.M. 鉄

i. 焼入時効 730°Cで30分間溶体化処理した後、カプセルのまま水焼入れした試料について30~100°Cの温度範囲で時効した場合、硬度変化は、いずれも顕著でないが、析出物は時効とともに $\{100\}$ 面上に大きく成長する。また転位線上の優先析出も認められる。

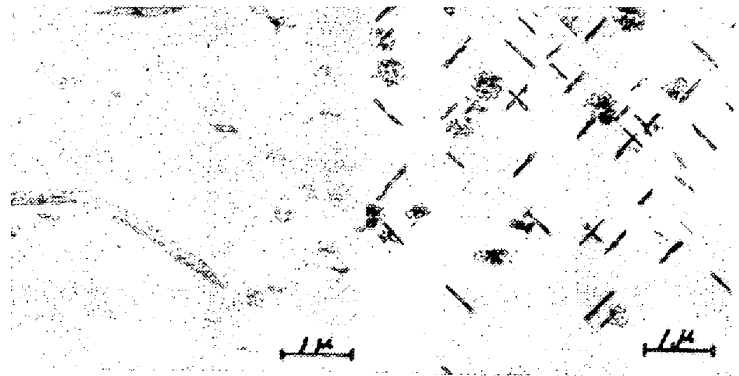


Fig. 1

Fig. 2

。Fig.1は、30°Cで8日間、Fig.2は60°Cで35時間時効した組織を示す。ともに析出相は $\{100\}$ 面に析出する準安定相であ

る。これらの析出相は、200°Cで短時間の復元処理を行っても、再固着しない。なお、30~60°Cのごとき低温で時効した場合、その時効初期の段階において、復元処理を試みたが、明瞭な結果は得られなかった。

ii. 焼入れ歪時効 T30°Cより焼入れした後直ちに、4%の引張り歪を与え、30~100°Cで時効した試料の時効硬化曲線をFig.3に示す。この時効硬化過程を電子顕微鏡を觀察すると、時効とともに微細な析出物が、転位線上にも、母格子内にも析出して来る。Fig.4は、100°Cで20分時効した場合の典型的な転位線上の優先析出を示したものである。この状態は、最高硬化時のもので、転位

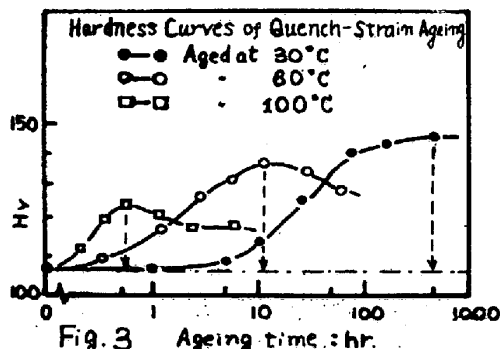


Fig. 3 Ageing time : hr.

線上の優先析出とともに、母格子内にも多くの析出物が認められる。この析出相は{110}面に析出する安定析出相と異なり、{100}面上に析出している。30~100°Cで充分時効した試料に200°Cで20秒間の復元処理を行うと、母格子内の析出も、転位線上の優先析出もすべて

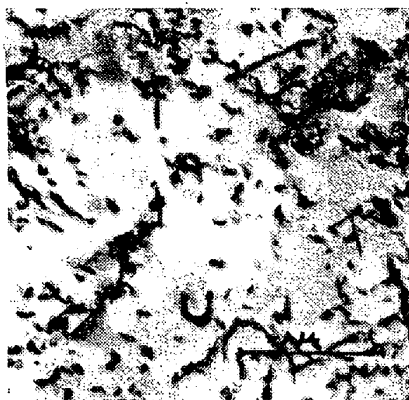


Fig. 4

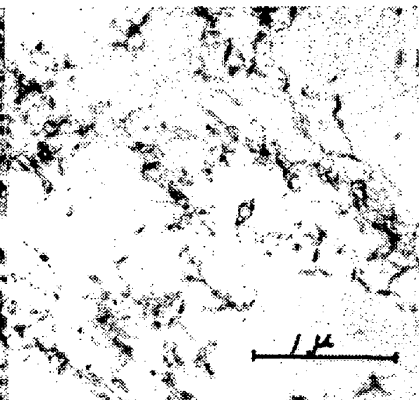


Fig. 5

再固着する。したがって、転位線は細くなり、硬度も軟化して、焼入れ直後歪を与えた状態にもどる。Fig.5は、100°C,20分時効した試料の復元後の組織を示す。この復元処理を行った試料は再時効硬化能を有し、繰返し数回の時効・復元が可能である。なお、200°Cで20分時効した試料は、Fig.6に示すごとく、転位線上に沿った優先析出は認められず、複雑な筋状コントラストを示す板状析出物が、母格子上に析出しているのが觀察される。

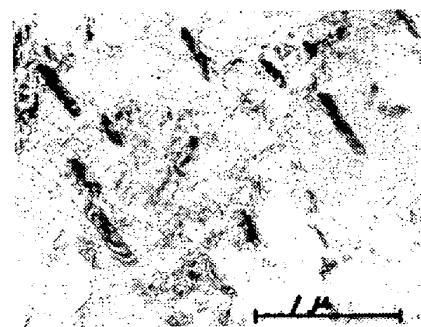


Fig. 6

3. リムド鋼

i. 時効硬化 690°Cで30分間溶体化処理した後カプセルを割って焼入れし、ただちに30~100°Cの間で焼入れ時効を行ったリムド鋼の時効硬化曲線をFig.7に示す。硬化は、30~60°Cの間で顕著に認められる。30°C時効の場合、10時間後より次第に硬化し、250~300時間まで最高硬化状態を示し、その後、時効による硬化はほとんどない。60°C時効の場合は、焼入れ後次第に硬化し、4時間で急激な上昇を示し、約20時間で最高硬度に達した後、徐々に軟化している。この硬化は2段の時効過程を示すものと考えられる。両者の到達最

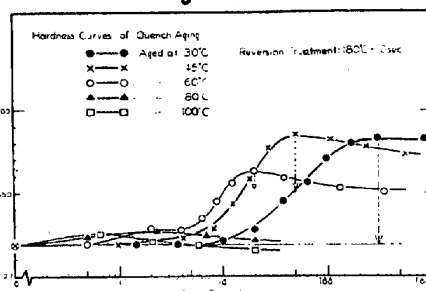


Fig. 7

高硬度を比較すると、焼入れ直後はピッカーズ硬度119を示したものが、30°C時効の場合では、183、60°C時効の場合では、162を示した。

電子顕微鏡観察では、焼入れ直後、析出はほとんど認められないが、30°Cを300時間時効した最高硬化状態では、非常に微細な析出物が試料全面に均一に分散し、その数は $2 \times 10^{15}/\text{cm}^3$ 位である。60°C時効では、Fig.8に示すごとく、観察される析出物は、次第に成長し、20時間時効の最高硬化状態では、{100}面に析出した板状析出物は、約900Åの大きさにまで達している。しかし、50時間時効した試料では、大きな板状析出物はすべて

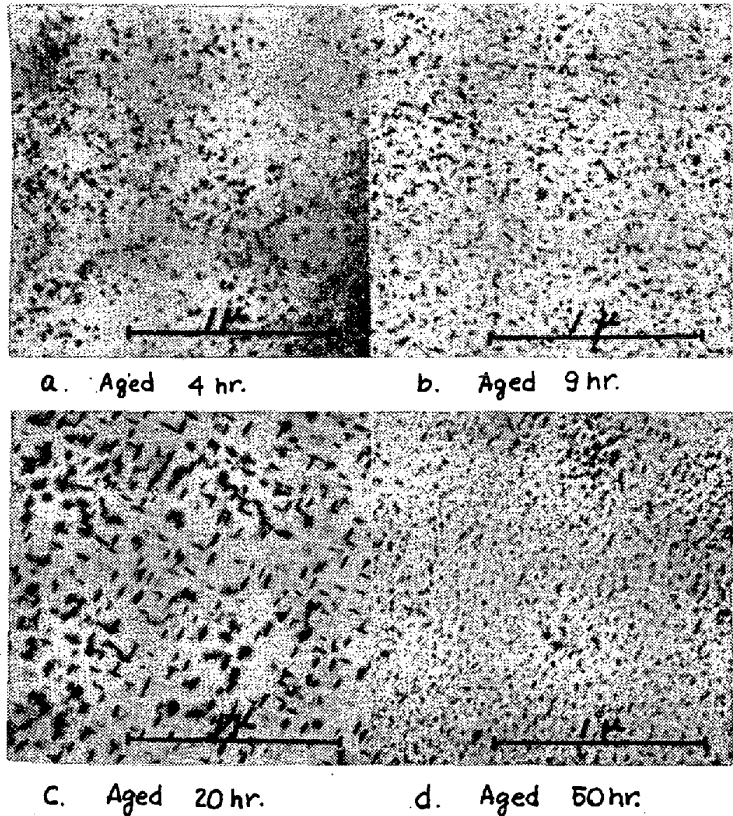


Fig. 8

消失し、微細な100~300Å程度の析出物が均一に析出している。その後、時効による析出物の成長は余り顕著ではない。

ii. 復元処理 30°Cを時効硬化した試料は、Fig.9に示すごとく、160~200°Cの範囲の温度で短時間衝撃的な熱処理を行うと、硬度は完全に元の焼入れ直後の値にまで軟化する。

復元した試料の電子顕微鏡観察では、微細な析出物は完全に消滅し、焼入れ直後と同様の組織を示す。この復元した試料は、同様に再時効硬化能を有し、Fig.10に示すごとく、時効・復元の繰り返しが可能である。初めの2回の時効・復元サイクルでは、時効時間、到達硬度値は、ほぼ同じであるが、回を重ねるに従って、最高硬度値も、復元率も次第に減少している。これは、180°Cで10秒間の復元処理を繰り返すことによつて、180°C時効による析出物が次第に増加するためである。

Fig.9に示す硬度が焼入れ直後の値まで戻る最少保持時間(log.t)を復元処理温度(1/T)に対してプロットし、その傾斜から、復元の活性化エネルギーを求め、6500 Cal/molを得た。

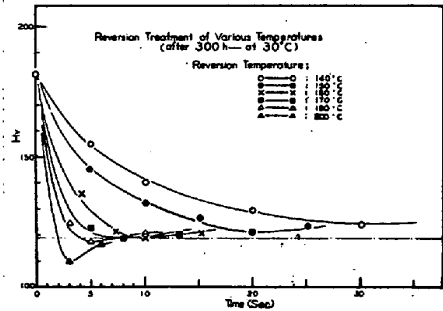


Fig. 9

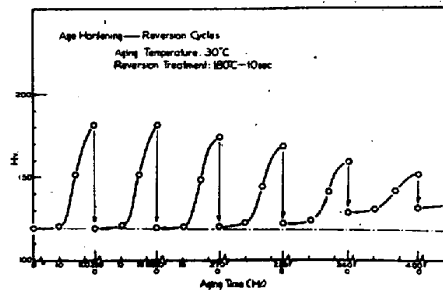


Fig. 10

60°Cで時効した試料は、180°C、10秒間の復元処理によって、硬度は必ずしも完全に焼入れ状態まで復帰しない。各時効時間毎に、180°Cで10秒間の復元処理を行った後、硬度を測定して得た復元硬度曲線をFig.11に示す。

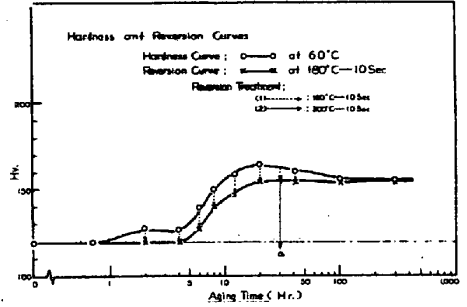
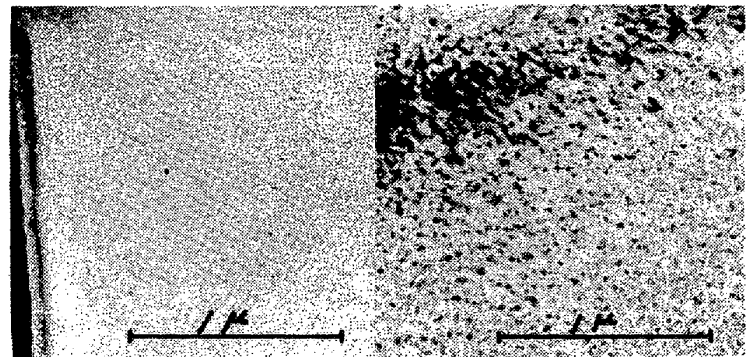


Fig. 11

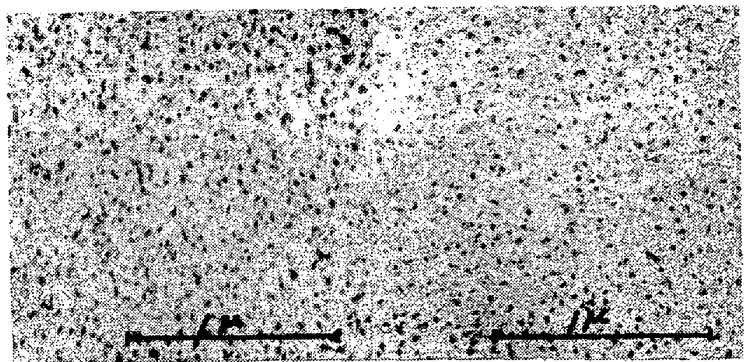
4時間時効までは、完全に復元が認められるが、硬度が急激に上昇する頃から、復元量は減少を示し、20時間後の最高硬化状態は、 $\frac{1}{4}$ しか復元しない。300時間時効した試料では、復元現象は、ほとんど認められない。この復元による硬度曲線は、リムド鋼を、60°Cで時効した場合、2種類の析出相が時効中に生成・再溶解していることを示している。硬化は2析出相の和によるものである。復元する割合は、180°Cで安定な析出物の量によって決定される。この現象は、Fig.12に示す電子顕微鏡写真によって、明らかにされた。

Fig.12は、Fig.8と同一試料を、180°C、10秒間復元処理したものである。Fig.12aは、完全な再固溶を示しているが、Fig.12b,c.では、成長した板状の析出物が消失し、小さな、180°Cで安定な析出物のみが認められる。Fig.12dは、Fig.8と殆んど同じ組織を示している。従って、Fig.8cから、Fig.8dに変わる析出物の不連続な現象は復元処理によって明らかにされた。従って、60°Cで20時間時効した状態から、50時間時効した状態の間で、大きな板状析出物が消滅して、微細な析出物のみが多数認められるのは、前者が不安定であること、また、見かけ上析出物が最大の状態で最高硬化を示すごとく考えられるが実際には、微細なより安定な析出物が、すでに析出して、硬化に寄与していることが復元処理によって、明らかにされた。



a. Aged 4hr

b. Aged 9hr



c. Aged 20hr

d. Aged 50hr

Fig.12 Reversion Treatment

以上、乙種の鋼について、復元によって時効・析出の変化を観察したFe-C合金では、焼入れ時効の場合、復元は認められない。(2) 焼入れ後、歪を与えて時効した試料は、復元処理によって、転位線上、ならびに母格子内の析出物も、すべて固溶する。両者の関係は、まだ明らかでない。

リムド鋼の時効では、30°Cで時効した場合は、完全に復元するが、60°Cで時効した場合は、乙種の析出物からなることを明らかにした。鋼の時効においては、不純物、および格子欠陥の存在は、微細な析出物に対して、大きな影響を与えている。

文献 1) W.Geller et al. Z.Metallk. 40(1949)16 2) M.Nackem et al. Arch. Eisenh. 29(1958)35