

# 1.2C-1Si-17Cr-2.5Mo-0.8V 工具鋼の経年ひずみ

渡辺 義雄\*・杉本 公一\*<sup>2</sup>・三輪 一平\*<sup>3</sup>・西沢 誠夫\*

Distortion in Service of a 1.2C-1Si-17Cr-2.5Mo-0.8V Tool Steel  
Yoshio WATANABE, Koh-ichi SUGIMOTO, Ippei MIWA and Masao NISHIZAWA

**Synopsis :** The effects of tempering temperature on distortion in service of a 1.2C-1Si-17Cr-2.5Mo-0.8V, mass%, tool steel which was developed for precision molding die of semi-conductors such as LSI were investigated. When tempered at 490°C after quenched from 1125°C followed by subzero treating, the steel possessed a very small distortion in service less than  $1 \times 10^{-5}$  under cooling-heating cyclic test, in accompany with a significant hardness above 62HRC. The small distortion in service was associated with an increase in retained austenite stability against the martensite transformation which was evaluated by lattice parameter of the retained austenite and its increment on tempering. It was expected that the stabilization of the retained austenite was resulted from dissolution of  $M_3C$  carbides and suppression of  $M_{23}C_6$  alloy carbide precipitation.

**Key words:** tool steel; retained austenite; distortion; secondary hardening; heat treatment; lattice parameter; retained austenite stability; carbide precipitation; precision die.

## 1. 緒言

最近の半導体素子パッケージング用の工具鋼製超精密モールド金型は焼入れ・焼戻し処理後に放電加工処理、プラズマ表面硬化処理などの高温処理が施されることが多くなってきた<sup>1,2)</sup>。このため、このような金型材料には、高温焼戻し状態で、高い硬さ (62 HRC 以上)、優れた耐食性および使用中での小さな金型ひずみ ( $1 \times 10^{-5}$ /年以下、以降では、焼入れ時の熱処理ひずみまたは焼きひずみと区別するため、経年ひずみと称する) が求められている。

現在市販されている熱間工具鋼および冷間工具鋼に、500°C前後の高温焼戻しを施して 62 HRC 以上の硬さを得ることは難しい。このため、松田ら<sup>3)</sup>は SKD11 鋼をベースとして高温焼戻し状態で大きな 2 次硬化を生ずる 1C-1Si-8Cr-2Mo 鋼を開発した。この鋼は 500°C で 2 時間の焼戻しによって 63.5 HRC の硬さが得られるが、Cr 添加量が低いため本質的に耐食性が乏しく、上述の超精密金型に用いることは難しい。そこで著者らは、優れた耐食性と小さな経年ひずみを有する SUS440C 鋼をベースに、2 次硬化元素である Mo と V を添加した 1.2C-1Si-17Cr-2.5Mo-0.8V 鋼を開発した<sup>4)</sup>。しかし、この開発鋼の経年ひずみおよび硬さに及ぼす焼戻し温度の影響については現在のところ明らかでない。

一般に、Fe-C-Cr 系工具鋼に焼入れ後サブゼロ処理を施

したときの組織は粗大な一次炭化物、マルテンサイト ( $\alpha'$ ) 母相、残留オーステナイト ( $\gamma$ ) からなる。2 次硬化温度域で焼戻しを施したとき、 $\alpha'$  母相では微細な  $M_7C_3$ 、 $M_{23}C_6$  合金炭化物の両方またはどちらかが析出する<sup>5,6)</sup>。一方、残留  $\gamma$  内では残留  $\gamma$  の不安定化とそれによる冷却中の  $\alpha'$  変態が生じ、これらが 2 次硬化を生じさせる主な原因であると考えられている<sup>7)</sup>。このような Fe-C-Cr 鋼では、2 次硬化領域における硬さの極大値は残留  $\gamma$  の分解開始温度付近で生ずる<sup>3)</sup>ので、最適な焼戻し温度としては残留  $\gamma$  が分解しない上限温度が採用される。この場合、残留  $\gamma$  の安定性は焼戻し温度によって変化し、使用中の金型寸法を変化させることが予想されるが、このような観点から残留  $\gamma$  特性を調査した研究は現在までなされていない。

そこで本研究では、まず、1.2C-1Si-17Cr-2.5Mo-0.8V 鋼の経年ひずみと硬さに及ぼす焼戻し温度の影響を調査した。ついで、サブゼロ処理を省略して残留  $\gamma$  を多量に残した同じ鋼を用いて、残留  $\gamma$  特性 (格子定数と体積率) と炭化物の析出挙動を詳細に調査し、これらより経年ひずみの焼戻し温度依存性を検討した。

## 2. 実験方法

供試鋼には真空溶解後、ESR 処理、熱間鍛造、熱間圧延、球状化焼鈍し処理を順次施した板厚 20 mm の 1.2C-1Si-17Cr-2.5Mo-0.8V 鋼 (以下では A 鋼と称す) を用いた。比

平成 12 年 6 月 1 日受付 平成 12 年 8 月 3 日受理 (Received on June 1, 2000; Accepted on Aug. 3, 2000)

\* アピックヤマダ (株) 事業支援本部 (Manufacturing Engineering Department, APIC Yamada Co., Ltd., 90 Kamitokuma Toguramachi Hanishina-gun Nagano-ken 389-0898)

\*<sup>2</sup> 信州大学工学部 (Faculty of Engineering, Shinshu University)

\*<sup>3</sup> 信州大学工学部大学院生 (Graduate Student, Shinshu University)

Table 1. Chemical composition of steels A, B and C used. (mass%)

Steel	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	V
A	1.20	0.99	0.59	0.010	0.001	16.81	2.51	0.77
B	1.43	0.21	0.43	0.019	0.002	11.69	0.84	0.24
C	1.31	0.25	0.33	0.018	0.008	18.20	4.02	1.05

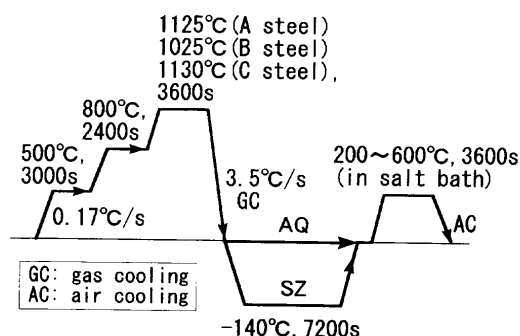


Fig. 1. Heat treatment diagram of steels.

較材として、市販のSKD11相当鋼（以下では、B鋼と称す）を用いた。また、一部の実験には、粉末焼結法によって製造された1.31C-0.25Si-18Cr-4Mo-1V鋼（以下では、C鋼と称す）も用いた。これらの鋼の化学組成をTable 1に示す。

これらの鋼から厚さ15mm、幅20mm、長さ110mmの熱処理ひずみおよび経年ひずみ測定用試験片を作製後、1125°C（A鋼）、1025°C（B鋼）または1130°C（C鋼）で3600s保持後加压ガス冷却し、直ちに-140°Cで7200sのサブゼロ処理を施した。さらに、塩浴中において200~600°Cで3600sの焼戻しを施した(Fig. 1)。ただし、残留 $\gamma$ の格子定数変化および残留 $\gamma$ 内の炭化物析出挙動の調査を容易にするため、焼入れ後のサブゼロ処理を省略した試験片も作製した。以下では、サブゼロ処理を施したものを“SZ材”、省略したものを“AQ材”と称する。

一般に、サブゼロ処理と焼戻しを交互に繰返すことによって、残留 $\gamma$ の分解が加速される<sup>7)</sup>。そこで本研究では、恒温槽を用いた冷却・加熱サイクル試験(Fig. 2)によって経年ひずみを評価した。ここで、繰返し数は最大5回とした。また、サイクル試験の低温側は残留 $\gamma$ の変態がほぼ停止する温度<sup>†</sup>より少し低い温度(-140°C)、高温側は金型使用温度(180°C)より少し高い温度(200°C)とした。

経年ひずみは、冷却・加熱サイクル試験を行った試験片の長さ変化量 $\Delta l$ を元の長さ $l_0$ (=110mm)で除した長手方向ひずみ( $\epsilon_s = \Delta l / l_0$ )によって求めた。本研究では、焼入れ後、サブゼロ処理後、および焼戻し処理後のそれぞれの寸法変化(熱処理ひずみ $\epsilon_H$ )も同様な方法で求めた。

残留 $\gamma$ の体積率はMo-K $\alpha$ 線によって測定した $\alpha$ 相およ

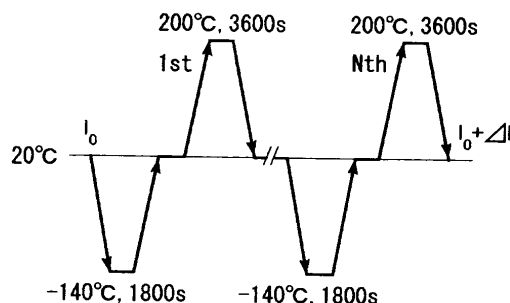


Fig. 2. Accelerated cooling-heating cycle test for measurement of distortion in service.

び $\gamma$ 相の5つの回折面ピーク、 $\alpha(200)$ 、 $\alpha(211)$ 、 $\gamma(200)$ 、 $\gamma(220)$ および $\gamma(311)$ の積分強度から算出した<sup>9)</sup>。一方、残留 $\gamma$ の格子定数はCu-K $\alpha$ 線で測定した $\gamma(220)$ 、 $\gamma(311)$ および $\gamma(222)$ 回折ピーク角度から $2\theta=180^\circ$ での値を外挿して求めた。ただし、炭化物の回折ピークと重なるものについては、多重ピーク分離<sup>10)</sup>を行った。また、本研究では $\alpha(200)$ 、 $\alpha(211)$ および $\alpha(220)$ 回折ピーク角度から $\alpha'$ 母相の格子定数変化も測定した。

硬さ測定にはロックウェル硬さ試験機(Cスケール)を用いた。また、微細組織変化は主に透過型電子顕微鏡(加速電圧200kV)によって観察した。

### 3. 実験結果

#### 3.1 微細組織と残留 $\gamma$ 体積率

焼入れ後サブゼロ処理を施した両鋼の組織の走査電顕写真をFig. 3に示す。A鋼の一次炭化物はB鋼に比較して均一であり、また、その炭化物は $M_{23}C_6$ と少量の $M_7C_3$ からなる(MはFe, Cr, Moを意味する)ことがX線回折、EPMA分析および電解抽出法により確認できた。写真から線分法を用いて求めた一次炭化物の体積率および電解抽出法によって測定した炭化物の質量比はそれぞれ13 vol%、22.9 mass%であった。一方、B鋼では一次炭化物は $M_7C_3$ のみからなり、その体積率と質量比はそれぞれ19 vol%、15.0 mass%であると測定された。

残留 $\gamma$ の体積率は焼入れ状態ではA鋼、B鋼でそれぞれ約32 vol%、16 vol%であるが、サブゼロ処理によりそれぞれ約10 vol%、5 vol%にまで減少する。

†: 松田ら<sup>3)</sup>によれば、SKD11相当鋼(Ms点は約160°C)の焼入れ直後の未変態残留 $\gamma$ 量はサブゼロ処理により減少するが、サブゼロ処理温度が-120°C以下では残留 $\gamma$ は変態せず、残留 $\gamma$ 量は一定となる。Thermo-Calc<sup>®</sup>による計算により、A鋼のMs点はSKD11鋼より高い(焼入れ温度が1125°Cのとき、Ms=205°C)と予想されたので、本研究では低温側として-140°Cを採用した。

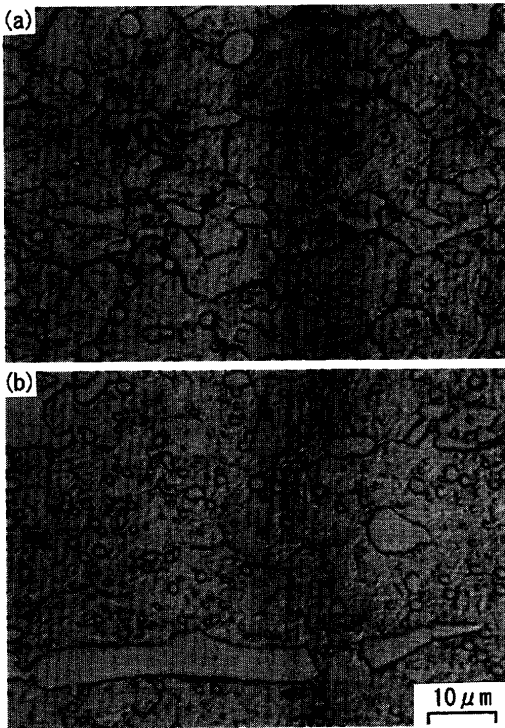


Fig. 3. Scanning electron micrographs of as-quenched steels (a) A and (b) B.

### 3.2 SZ材の特性

Fig. 4aに、SZ材の硬さ(HRC)に及ぼす焼戻し温度の影響を示す。A鋼はB鋼に比較して二次硬化が顕著に現れる。また、A鋼の硬さは焼戻し温度500°Cのとき極大となり、その値はほぼ63 HRCとなることがわかる。

Fig. 5aに、焼入れ、サブゼロ処理、焼戻し処理を順次施したときの熱処理ひずみ( $\epsilon_H$ )の変化を示す。A鋼の試験片は、焼入れによって収縮後、サブゼロ処理によって膨張し、この後の焼戻しによって収縮するが、その収縮量はFig. 4bに示されるように、焼戻し範囲200~500°Cではほぼ一定である。一方、B鋼では、このような焼戻し温度域において収縮量は一定でなく、焼戻し温度が高くなるのに伴い収縮量は大きくなる傾向が認められる(Fig. 4b)。なお、B鋼ではA鋼と異なり、焼入れ時に試験片は膨張したが、これは残留 $\gamma$ 量が相対的に少ないことによる。

Fig. 4cに経年ひずみ( $\epsilon_S$ )に及ぼす焼戻し温度の影響を示す。ただし、後述する理由から、繰り返し数は $N=5$  cyclesとした。A鋼の経年ひずみはB鋼より全体に小さく、とくに420~490°Cの焼戻し温度範囲でほぼ0となる。このとき、この焼戻し温度範囲では、残留 $\gamma$ 量( $f_\gamma$ )の変化は認められない(Fig. 4d)。一方、残留 $\gamma$ が減少する焼戻し温度域では、経年ひずみが大きくなることが認められる。

いま、許容できる経年ひずみを $1 \times 10^{-5}$ 以下としたとき、これと62 HRC以上の高い硬さを両立する焼戻し温度域はA鋼では450~490°Cの範囲にあるが、B鋼では200°C以下の焼戻し温度を除き、この条件を満足する焼戻し条件はないことがわかる。なお、 $1 \times 10^{-5}$ 以下の経年ひずみが得ら

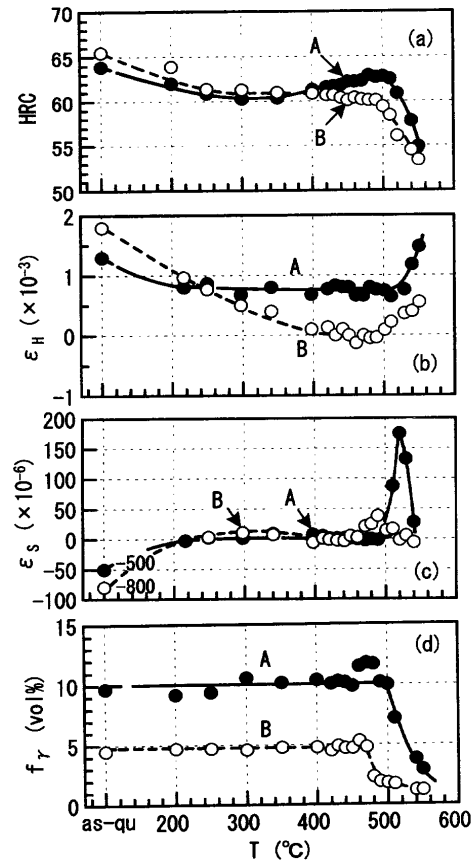


Fig. 4. Variations in (a) hardness (HRC), (b) distortion during heat treatment ( $\epsilon_H$ ), (c) distortion in service ( $\epsilon_S$ ) and (d) volume fraction of retained austenite ( $f_\gamma$ ) in SZ specimens of steels A and B.

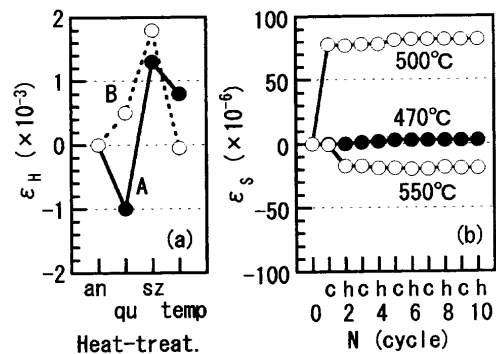


Fig. 5. Variations in (a) distortion during heat treatment ( $\epsilon_H$ ) of steels A and B and (b) distortion in service ( $\epsilon_S$ ) as a function of cycle number for AQ specimens of steel A tempered at 470°C, 500°C or 550°C. (an: annealing, qu: quenching, sz: subzero treating, temp: tempering at 490°C for steel A or at 470°C for steel B, c: cooling, h: heating)

れる焼戻し温度の上限温度はA鋼では490°C、B鋼では460°Cであり、約30°Cの差がある。

### 3.3 AQ材の経年ひずみと残留 $\gamma$ の格子定数変化

Fig. 5bに、A鋼のAQ材の焼戻し材に冷却・加熱サイクル試験を施したときの経年ひずみの変化の代表例を示す。それらの経年ひずみは、残留 $\gamma$ が存在する場合は1サイクル目の冷却時に大きく膨張し、その後は少し膨張するが5

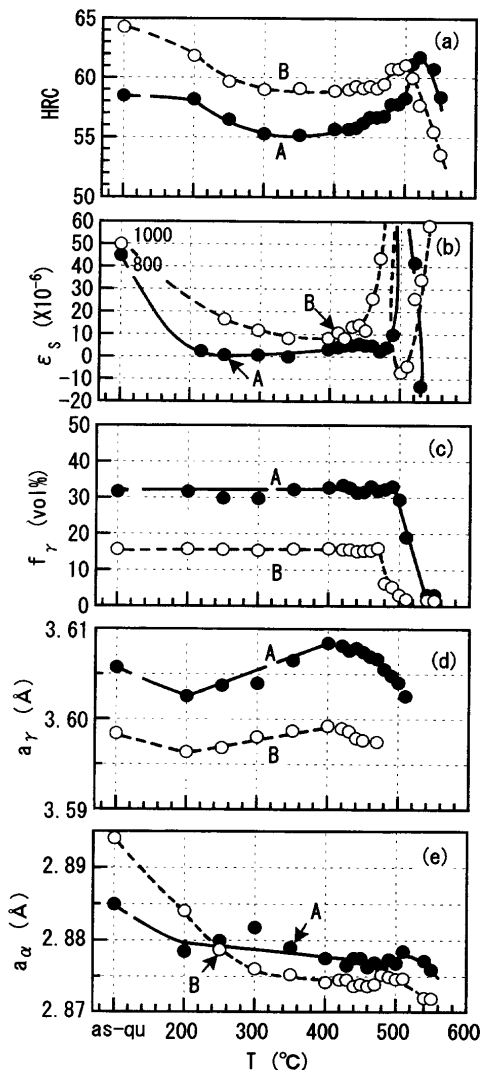


Fig. 6. Variations in (a) hardness (HRC), (b) distortion in service ( $\epsilon_s$ ), (c) volume fraction of retained austenite ( $f_\gamma$ ), (d) lattice constant of retained austenite ( $a_\gamma$ ) and (e) lattice constant of martensite or ferrite matrix ( $a_\alpha$ ) for AQ specimens of steels A and B.

サイクルでほぼ一定となることがわかる。一方、残留 $\gamma$ のほとんどが $\alpha'$ に変態する場合（焼戻し温度550°C以上）では、1サイクル目の加熱時に収縮し、その後少し収縮するものの経年ひずみはほぼ一定となることがわかる。

AQ材の経年ひずみ( $N=5$  cycles)に及ぼす焼戻し温度の影響をFig. 6bに示す。AQ材の経年ひずみの焼戻し温度依存性はSZ材とほぼ類似するが、A、B両鋼の経年ひずみの値は全体に増加し、かつその焼戻し温度依存性はより顕著に現れる。

AQ材の焼戻し温度にともなう残留 $\gamma$ 体積率および $\alpha'$ 相、 $\gamma$ 相の格子定数 $a_\alpha$ 、 $a_\gamma$ の変化をみると、A鋼では焼戻し温度が490°C、B鋼では460°C以下では残留 $\gamma$ 量はほぼ一定で変化しないが(Fig. 6c)、残留 $\gamma$ の格子定数は焼戻し温度によって大きく変化することがわかる(Fig. 6d)。すなわち、両鋼とも焼戻し温度が200°Cで残留 $\gamma$ の格子定数はいったん低下し、最小となった後、400°Cまで増加し、その後再

び低下する。このような残留 $\gamma$ の格子定数の変化はA鋼においてとくに顕著に現れる。また、その格子定数の値も全体に高い。参考のため、残留 $\gamma$ の格子定数変化と対応する $\gamma(311)$ と $\gamma(222)$ ピークプロファイルの変化をFig. 7に示す。

残留 $\gamma$ の格子定数に及ぼす焼戻し温度の影響についてはCohenとKoh<sup>11)</sup>による研究がある。高速度工具鋼(0.7C-18W-4Cr-1V, mass%)を用いた彼らの報告によれば、残留 $\gamma$ の格子定数は焼戻し温度の上昇にともない単調に減少する。Fig. 6dのような本結果は彼らの報告と異なり、新しい知見と考えてよいであろう。このような残留 $\gamma$ の格子定数変化は経年ひずみと密接に関係するが、これについては考察で述べる。

$\alpha'$ 相の格子定数の変化は必ずしも残留 $\gamma$ の格子定数変化と対応せず、焼戻し温度の上昇にともない単調に小さくなること、およびA鋼の $\alpha'$ 相の格子定数変化はB鋼に比較して小さい傾向が認められる(Fig. 6e)。とくに興味深いのは、二次硬化が生ずる焼戻し温度域(400~500°C)において残留 $\gamma$ 相の格子定数は大幅に変化するのに対し、 $\alpha'$ 相の格子定数はほぼ一定である点である。参考のため、Fig. 7に $\alpha(220)$ ピークプロファイルを示す。

### 3.4 AQ材の炭化物析出挙動

まず、焼入れままおよび400°C未満の温度域で焼戻しを施したA鋼のAQ材において薄膜観察を行ったところ、焼入れままの状態ですでに $\alpha'$ 母相中に多数の $M_3C$ が存在していた(Fig. 8)。InoueとMasumoto<sup>12)</sup>によれば、焼入れまま材に存在するこれらの $M_3C$ は焼入れ時の冷却中に過飽和な炭素によって析出したものと考えられる。焼戻し温度が200°C以下ではその体積率の変化と新たな $\epsilon$ 炭化物の析出は認められないが、200°C以上では $M_3C$ 体積率が減少する（再固溶する）ことが観察された。なお、3.1において一次炭化物としては $M_7C_3$ と $M_{23}C_6$ のみが検出され、 $M_3C$ は検出されなかったが、これは $M_3C$ 炭化物の体積率が相対的に低く、かつこれらの炭化物ピークに重なるためと考えられる。

つぎに、400~490°Cの焼戻し温度域において、薄膜観察を行ったところ、400°C以下で認められた $M_3C$ 炭化物がすべて消失していた。 $\alpha'$ 母相中および残留 $\gamma$ 相中に明瞭な二次炭化物の析出を確認することはできなかったが、残留 $\gamma$ 相中には二次炭化物の析出の前段階と予想されるひずみ場が観察された(Fig. 9)。

明瞭な二次炭化物の析出は、残留 $\gamma$ がほとんど分解する540°C以上の焼戻し温度域で認められ、A鋼のAQ材ではFig. 10に示すような微細な $M_{23}C_6$ が観察された。この $M_{23}C_6$ が残留 $\gamma$ と $\alpha'$ のどちらの相で析出したかについては明確な証拠は得られなかった。なお、A鋼には2.5 mass%のMoが添加されているが、EDX分析の結果、従来の報告<sup>5,6)</sup>と同様に、Moの多くは $M_{23}C_6$ のMの中にFeおよびCrとともに固溶していた。

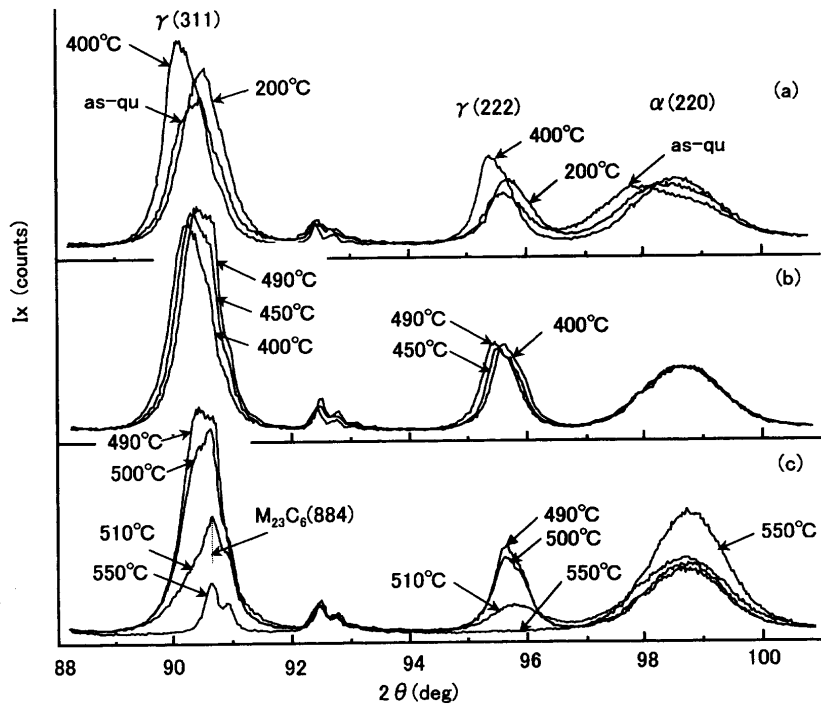


Fig. 7. Changes in  $\gamma(311)$ ,  $M_{23}C_6(884)$ ,  $\gamma(222)$  and  $\alpha(220)$  peak profiles with tempering temperature in AQ specimens of steel A.

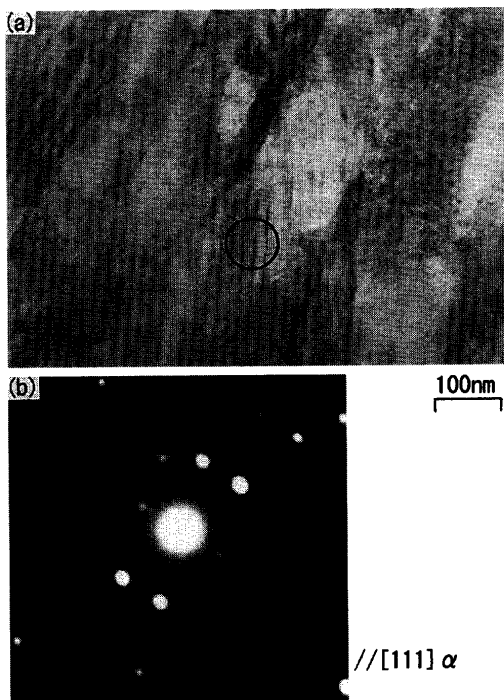


Fig. 8. Transmission electron micrographs showing  $M_3C$  carbides in martensitic matrix of as-quenched steel A. (a): bright field image and (b): selected area diffraction pattern of encircled area in (a).

B鋼のAQ材では、焼戻し温度470°Cにおいて既に $\alpha'$ 母相中に長さ200nmのWidmanstatten状の $M_7C_3$ 炭化物が観察される(Fig.11)。この場合、残留 $\gamma$ 中にはなんらの炭化物も認められなかった。

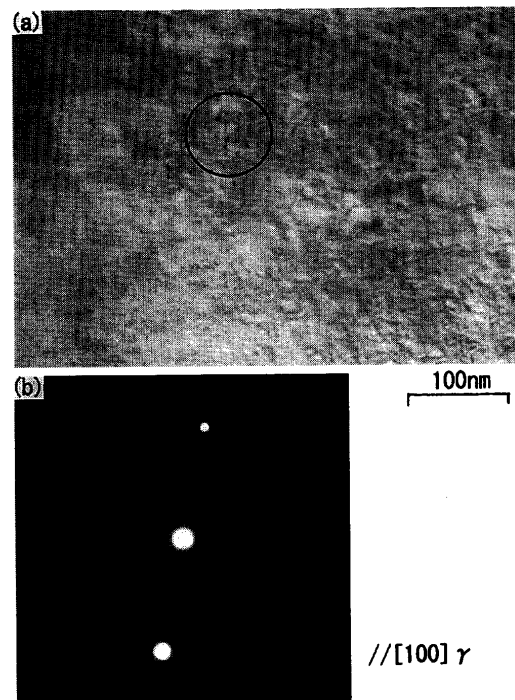


Fig. 9. Transmission electron micrographs showing microscopic strain fields in retained austenite of AQ specimen of steel A tempered at 480°C. (a): bright field image and (b): selected area diffraction pattern of encircled area in (a).

## 4. 考察

### 4.1 2次硬化機構

Fig. 6aに示されるように、A鋼ではより顕著な2次硬化が現れた。A鋼のAQ材において、2次硬化を生ずる焼戻

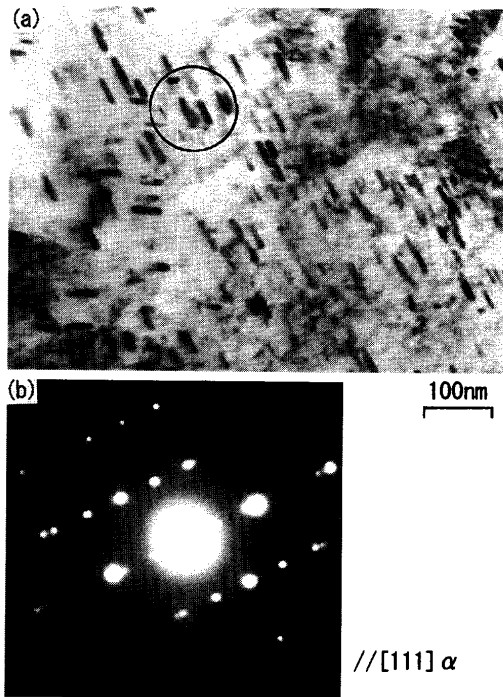


Fig. 10. Transmission electron micrographs showing  $M_{23}C_6$  carbides in AQ specimen of steel A tempered at  $600^\circ\text{C}$ . (a): bright field image and (b): selected area diffraction pattern of encircled area in (a).

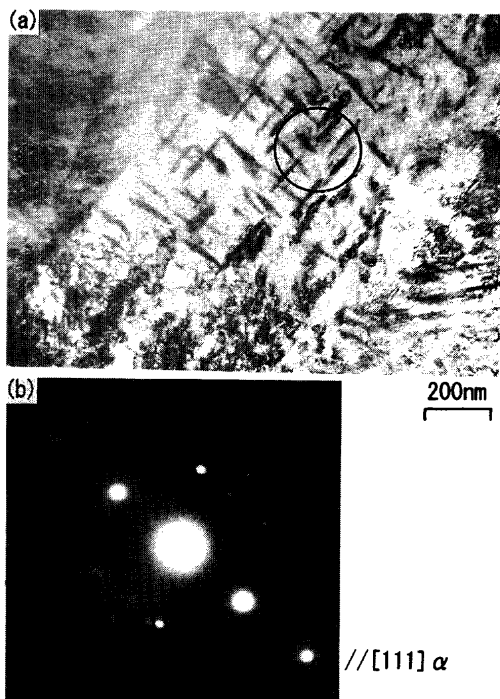


Fig. 11. Transmission electron micrographs showing  $M_7C_3$  carbides in martensitic matrix of AQ specimen of steel B tempered at  $470^\circ\text{C}$ . (a): bright field image and (b): selected area diffraction pattern of encircled area in (a).

し温度域は残留 $\gamma$ が安定に存在する焼戻し温度域( $400\sim 490^\circ\text{C}$ )と残留 $\gamma$ の一部または全部が変態または分解する焼戻し温度域 ( $500^\circ\text{C}$ 以上)に分けられる(Fig. 6c)。後者の

焼戻し温度域では, Fig.10に示すような微細 $M_{23}C_6$ が $\alpha'$ 母相に析出していた。したがって,  $500^\circ\text{C}$ で焼戻しを施した試験片の顕著な硬さの増加(Fig. 6a)は, 冷却中に生ずる残留 $\gamma$ から $\alpha'$ への変態と $\alpha'$ 母相内での炭化物析出の両者に起因していると考えてよいであろう。

一方, A鋼のAQ材を $400\sim 490^\circ\text{C}$ の温度域で焼戻したとき,  $\alpha'$ 母相および残留 $\gamma$ 相中に二次炭化物の析出の証拠を得ることはできなかったが, Fig. 9に見られるように, 残留 $\gamma$ 相中にひずみ場が観察された。また, Fig. 7b, cに見られるように,  $450\sim 490^\circ\text{C}$ 焼戻し材には(311) $\gamma$ ピークの他に弱い $M_{23}C_6$ ピークが認められた。したがって, この焼戻し温度域では, 残留 $\gamma$ 中には解像不可能な極微細な $M_{23}C_6$ が析出し, これが二次硬化に役立っていると考えられる。B鋼のAQ材と比較したとき, A鋼はより大きな二次硬化を生じた。従来の報告<sup>3)</sup>のように, B鋼では比較的低い焼戻し温度で $M_7C_3$ が析出し(Fig.11), かつ粗大化するのに対し, A鋼では $M_{23}C_6$ 析出と粗大化が高温焼戻しまで抑制されていた。これがA鋼の大きな二次硬化に貢献していると考えられる。

二次硬化に対しては,  $\alpha'$ 相にも $M_{23}C_6$ の極微細析出の可能性はあるが,  $\alpha'$ 母相の格子定数は $400\sim 490^\circ\text{C}$ 焼戻し材ではほぼ一定であった(Fig. 6e)。したがって, もし $\alpha'$ 母相に $M_{23}C_6$ の極微細析出が起こっているならば, 残留 $\gamma$ から $\alpha'$ への炭素拡散の可能性もあるかもしれない。

残留 $\gamma$ 内での $M_{23}C_6$ 炭化物の析出はWhiteとHoneycombe<sup>13)</sup>によっても認められている。ただし, これらの $M_{23}C_6$ 炭化物は高速度工具鋼を $300\sim 400^\circ\text{C}$ で焼戻したときに残留 $\gamma$ 内に析出し, 析出温度が低いため二次硬化に貢献しないと結論されている。今後, どのような合金系の場合に $M_{23}C_6$ 炭化物が二次硬化に貢献するかについての調査が必要となるであろう。

#### 4.2 小さい経年ひずみ

##### 4.2.1 経年ひずみの発生機構

一般に, 工具鋼の経年ひずみは工具鋼の冷却中または工具鋼に外力が負荷されたときに残留 $\gamma$ の化学的安定化状態が破られ(不安定化し),  $\alpha'$ 変態することによって生ずる<sup>7)</sup>。これを考慮すると, 焼戻しを施した工具鋼を $180^\circ\text{C}$ 近辺で使用したときに生ずる経年ひずみは次の2つから生ずるひずみの和と考えることができる。

(1) 残留 $\gamma$ の一部が $\alpha'$ 変態することによって生ずる膨張(引張)ひずみ

(2) 上記のフレッシュ $\alpha'$ からの $\epsilon$ 炭化物析出によって生ずる収縮(圧縮)ひずみ

Fig. 5bより, 残留 $\gamma$ が存在する場合(焼戻し温度が $530^\circ\text{C}$ 以下の場合), 1サイクル目の冷却で試験片の長さは増加し, その後経年ひずみは少し増加するが, その後はほぼ飽和して一定となる。このように見かけ上, 経年ひずみとしては膨張ひずみのみを生ずるので, (1)の $\alpha'$ 変態が主

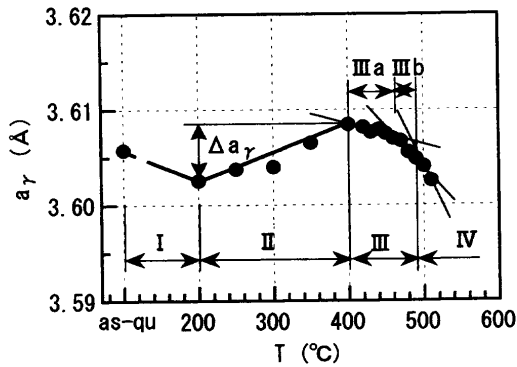


Fig. 12. Typical variation in lattice constant of retained austenite showing four regions I through IV. (steel A)

に経年ひずみの支配因子と考えてよいであろう。 $\alpha'$  変態量は主に残留  $\gamma$  の安定性と関連するので、以下では残留  $\gamma$  の安定性、すなわち残留  $\gamma$  の格子定数およびその変化挙動の結果を用いて経年ひずみを考察する。なお、焼戻し温度が 540°C 以上の場合に生じた収縮ひずみ (Fig. 5b) は主に上の (2) に起因したものと考えられる。

#### 4.2.2 残留 $\gamma$ の格子定数変化

AQ材の残留  $\gamma$  の格子定数変化と炭化物の析出挙動より、残留  $\gamma$  の格子定数の焼戻し温度依存性は、Fig. 12 に示すように領域 I から領域 IV に分けることができる。領域 III は格子定数の減少があいから、さらに IIIa と IIIb の 2 段階に分けられる。

一般に、 $\gamma$  の格子定数は炭素と窒素の固溶量に大きく影響され、Cr, Mo, V などの固溶量の影響は小さい<sup>14)</sup>。したがって、上述の残留  $\gamma$  の格子定数変化は固溶炭素濃度変化、つまり炭化物の析出挙動と関連づけて考えてよいであろう。以下では、とくに重要な領域 II と領域 III の残留  $\gamma$  の格子定数変化を中心に述べる。

4.1 で述べたように、A 鋼の AQ 材を領域 III (400~490°C) で焼戻しを施したとき、残留  $\gamma$  内には  $M_{23}C_6$  の極微細析出が予想された。これらの炭化物析出は残留  $\gamma$  中での固溶炭素の消費を招き、結果として残留  $\gamma$  の格子定数を小さくしたと考えられる。さきに述べたように、残留  $\gamma$  から  $\alpha'$  母相への炭素の拡散が起こり、極微細の  $M_{23}C_6$  が析出する可能性があるならば、これも残留  $\gamma$  の格子定数の減少に寄与すると考えられる。なお、領域 IIIb は上述の反応が活発に起こった結果生じたものと予想される。

TEM 観察の結果、領域 II では、 $\alpha'$  母相中に焼入れ時の冷却中に生じた長さ 100~200 nm の  $M_3C$  炭化物が観察されたが (Fig. 8)、焼戻し温度が上昇するにともないその量は減少し、400°C 焼戻し材には  $M_3C$  炭化物が全く観察されなかった。したがって、この領域での残留  $\gamma$  の格子定数の増加は  $\alpha'$  母相の  $M_3C$  炭化物の再溶解に伴う過飽和な炭素が残留  $\gamma$  へ拡散し、濃化したために起こったものと考えられる。いま、Fig. 6d から求められる 200~400°C の焼戻し温度範

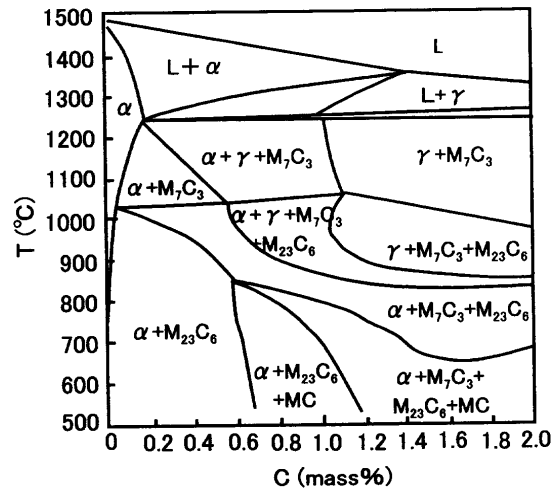


Fig. 13. Equilibrium diagram of Fe-(17Cr-2.5Mo-0.8V)-C system computed by THERMO-CALC.

囲での残留  $\gamma$  の格子定数の増加分  $\Delta a_\gamma$  (Å) (Fig. 12 参照) を次式<sup>15)</sup>に代入して、領域 II で残留  $\gamma$  中に濃化される固溶炭素量  $\Delta C_\gamma$  (mass%) を計算すると、0.136 mass% と計算された。

$$\Delta a_\gamma = 0.044 \Delta C_\gamma \dots \dots \dots (1)$$

Thermo-Calc<sup>8)</sup> を用いて作成した A 鋼の平衡状態図 (Fig. 13) から、1125°C 加熱時の  $\gamma$  内の炭素濃度は 0.37 mass% であると計算される。したがって、領域 II で再固溶し、残留  $\gamma$  中に濃化する炭素濃度は初期濃度に比較して多いと考えてよい。

#### 4.2.3 経年ひずみの支配因子

Fig. 6b と 6d の比較より、経年ひずみの小さい A 鋼は B 鋼に比較して残留  $\gamma$  の格子定数が全体に大きく、また領域 II における格子定数の増加量  $\Delta a_\gamma$  がより大きい特徴をもつことがわかる。また、領域 IIIb のように、残留  $\gamma$  の格子定数が大きく低下する焼戻し温度域では経年ひずみは大きくなる。これらの事実より、工具鋼の経年ひずみは領域 III の残留  $\gamma$  の格子定数がある限界値以上であれば極めて小さくなること、および残留  $\gamma$  の格子定数が限界値以下となると経年ひずみは大幅に増加することが予想される。

Fig. 14 に、C 鋼の AQ 材 ( $f_\gamma = 36$  vol%) の経年ひずみと残留  $\gamma$  の格子定数の焼戻し温度依存性を示す。C 鋼では、残留  $\gamma$  の格子定数の値が全体に大きいにもかかわらず、200~350°C 焼戻し温度域での経年ひずみが大きくなっている。また、同じ温度域で格子定数の増加量  $\Delta a_\gamma$  が極めて小さいことがわかる。これらの結果は、経年ひずみの支配因子として残留  $\gamma$  の格子定数とともに、領域 II での  $\Delta a_\gamma$  値を考慮する必要があり、この値がある程度大きいことが経年ひずみを小さくするのに有効であることを示唆する。この  $\Delta a_\gamma$  値の増加は残留  $\gamma$  中への炭素の固溶量の増加、すなわち、残留  $\gamma$  の安定性の増加を意味するが、その限界値につ

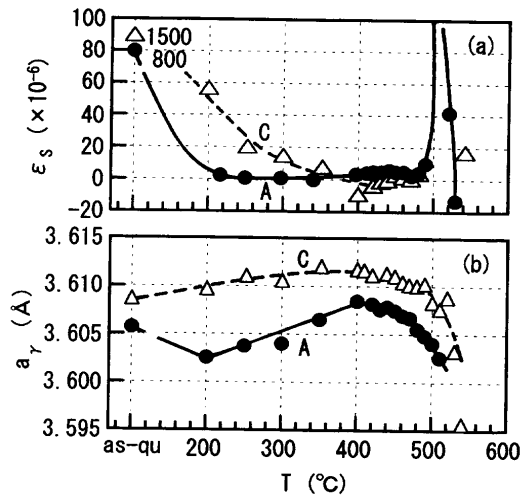


Fig. 14. Variations in (a) distortion in service ( $\epsilon_s$ ) and (b) lattice parameter of retained austenite ( $a_\gamma$ ) as a function of tempering temperature in steel C.

いては現在のところ明かでない。

領域IIの低温側において、B鋼のAQ材は比較的大きい経年ひずみを有した(Fig. 6b)。上述の考え方に従えば、これはB鋼の残留 $\gamma$ への炭素の濃化が促進されず、残留 $\gamma$ の安定性が低いことに起因すると考えられる。Fig. 4bで示されたように、B鋼の熱処理ひずみは焼戻し温度が200~400°Cの範囲で大きく変化した。炭化物析出に起因すると考えられるこのような挙動も、B鋼の領域IIの経年ひずみに関与していると予想される。

最後に、Fig. 5のように、工具鋼の焼入れ、サブゼロ処理、および焼戻しによって生ずる熱処理ひずみは経年ひずみに比較して極めて大きく(490°Cで焼戻したとき、A鋼の最終熱処理ひずみは $0.8 \times 10^{-3}$ )、経年ひずみの発生機構を考える上で、これらの熱処理ひずみの影響を無視することはできないと予想される。しかしながら、上述の議論から、経年ひずみに対して、この熱処理ひずみの影響は残留 $\gamma$ の格子定数およびその増加量に比較して小さいと考えられる。

## 5. 結言

(1) 1.2C-1Si-17Cr-2.5Mo-0.8V鋼(A鋼)のSZ材は焼戻し温度が490°Cのとき最高の硬さ(62HRC以上)と極

めて小さい経年ひずみ( $<1 \times 10^{-5}$ )を生じた。

(2) A鋼の顕著な二次硬化に対して、400~490°Cの焼戻し温度域では主に残留 $\gamma$ 相および $\alpha'$ 母相での $M_{23}C_6$ の極微細析出が貢献し、500°C以上の焼戻し温度域では、 $M_{23}C_6$ による析出硬化に加えて焼戻し後の冷却中に生ずる $\alpha'$ 変態が寄与することが考えられた。

(3) A鋼の残留 $\gamma$ は焼戻し温度が490°Cまでは変態せずに安定であった。また、その残留 $\gamma$ の格子定数はSKD11相当鋼(B鋼)に比較して高い格子定数を有したが、残留 $\gamma$ の格子定数(安定性)は焼戻し温度にともなって大きく変化する新知見が得られた。この残留 $\gamma$ の格子定数変化は焼戻し温度によってI~IVの4つの領域に分けられた。

(4) A鋼の小さな経年ひずみは、 $M_3C$ が再固溶し、かつ $\alpha'$ 母相および残留 $\gamma$ 内において特殊炭化物の析出が抑制されたために、残留 $\gamma$ の格子定数(固溶炭素濃度)が高められ、結果的に $\alpha'$ 変態に対する安定性が増加したことによって得られたと考えられた。また、経年ひずみは、残留 $\gamma$ の格子定数の値と焼戻し温度域200~400°Cでの残留 $\gamma$ の格子定数増分の2つに主に支配されることが提案された。

本研究の遂行にあたり、日立金属(株)冶金研究所の内田憲正博士には平衡状態図の作成等につきまして数々のご示唆を頂きました。ここに記して深く感謝致します。

## 文 献

- 1) T.Yamaguchi: *Seikei Kakou*, **9** (1997), 350.
- 2) F.Tohyama: *The Plastics*, **44** (1998), 16.
- 3) Y.Matsuda, K.Sudoh and Y.Hitachi: *Denki Seiko*, **60** (1989), 311.
- 4) Y.Watanabe and M.Nishizawa: unpublished data.
- 5) T.Sato and M.Nishizawa: *J. Jpn. Inst. Met.*, **24** (1959), 473.
- 6) T.Sato, T.Nishizawa and K.Murai: *Tetsu-to-Hagané*, **44** (1958), 565.
- 7) B.S.Lement, B.L.Averbach and M.Cohen: *Trans. Am. Soc. Met.*, **41** (1949), 1061.
- 8) B.Sundman, B.Jansson and J.O.Andersson: *Calphad*, **9** (1985), 153.
- 9) H.Maruyama: *J. Jpn. Soc. Heat Treat.*, **17** (1977), 198.
- 10) X線回折の手引(改定4版), 理学電気(株)編, 東京, (1991).
- 11) M.Cohen and P.K. Koh: *Trans. Am. Soc. Met.*, **27** (1939), 1015.
- 12) A.Inoue and T.Masumoto: *J. Jpn. Inst. Met.*, **42** (1978), 787.
- 13) C.H.White and R.W.K.Honeycombe: *J. Iron Steel Inst. Jpn.*, **197** (1961), 21.
- 14) 稔野宗次: 鉄鋼における変態と析出, 日本金属学会編, 仙台, (1969), 160.
- 15) B.D.Cullity: *Element of X-ray Diffraction*, 2nd ed., Addison-Wesley Pub. Co. Inc., Massachusetts, (1978), 508.