

熱処理による鉄鋼材料の 硬度・金相観察実験

原子力安全工学実験 I - 2

報告者：17210018 北村 龍輝

共同実験者：河野 悠介・北村 龍輝・小林 高樹

実験日：令和元年 5 月 21 日

レポート提出日：令和元年 6 月 4 日

〈本実験の概要〉

炭素含有量による金属組織の変化や硬さの関係について検討するため、鉄鋼材料である S25C・S35C・S45C・SKS93 の 4 種類の試料を用いて金相観察とビッカース硬さ試験を行った。実験の結果、S25C・S35C・S45C では炭素含有量が増えるにつれ、線形的に硬さが増加した。SKS93 も硬さ値が増加したが、SC 材とは増加の仕方が異なった。これは金属組織の違いが原因と考える。

1 目的

炭素含有量の異なる4種類の金属材料の顕微鏡組織(金相)観察と硬さ測定を行い、炭素含有量による組織変化および硬さの変化について検討する。

2 実験原理

2.1 硬度測定^[1]

金属材料の硬さは弾性変形と塑性変形による変形半動を区別無く含んでいるため、物理量としては複量であり、材料変形の本質を表すものではない。しかしながら硬さ試験は簡易な材料評価試験法であり、異種材料間の強度や熱処理や加工度による材料中の強度変化について相対的な変化を知る上ではきわめて有効な材料強度評価法である。また硬さ自体には引張強さや粘り等と関連があるため、硬さ試験は硬さそのものを目的とする場合以外にも多く利用されている。本実験ではマイクロビッカース硬さ試験法で硬さ測定を行う。

ビッカース硬さは対面角 θ が 136° のダイヤモンド4角錐圧子を用いて出来た窪みの表面積で試験荷重を割った値を硬さ値 H として算出する。その算出は式(1)による。

$$H = \frac{F}{S} = \frac{2F \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)}{d^2} \approx 0.1891 \frac{F}{d^2} \quad (1)$$

ただし、 F :試験荷重(N)、 d :窪みの対角線長さ(mm)、 S :窪みの表面積(mm²)、 θ :ダイヤモンド4角錐圧子の対面角(136°)。

この方法では既荷重を除いてくぼみの大小に関わらず形が類似であることから、原則的には荷重の大小は硬さ値に関係しない。したがって、広範囲の硬さに対して硬さ試験値は適用される。硬さ値 H は小数点第一位を切り捨て、整数第一位まで表記される。ビッカース硬さの表示方法は、数値の後に HV を用いるのが普通である。必要に応じてその後ろに試験荷重を付記する。

2.2 平衡状態図

鋼の基本は鉄と炭素との合金であり、炭素と各温度での平衡状態を表したものの、図中の実践ABCとCから右上へ伸びている破線は液相線であり、この温度以上は液体である。その他の実践は変態線を示す。

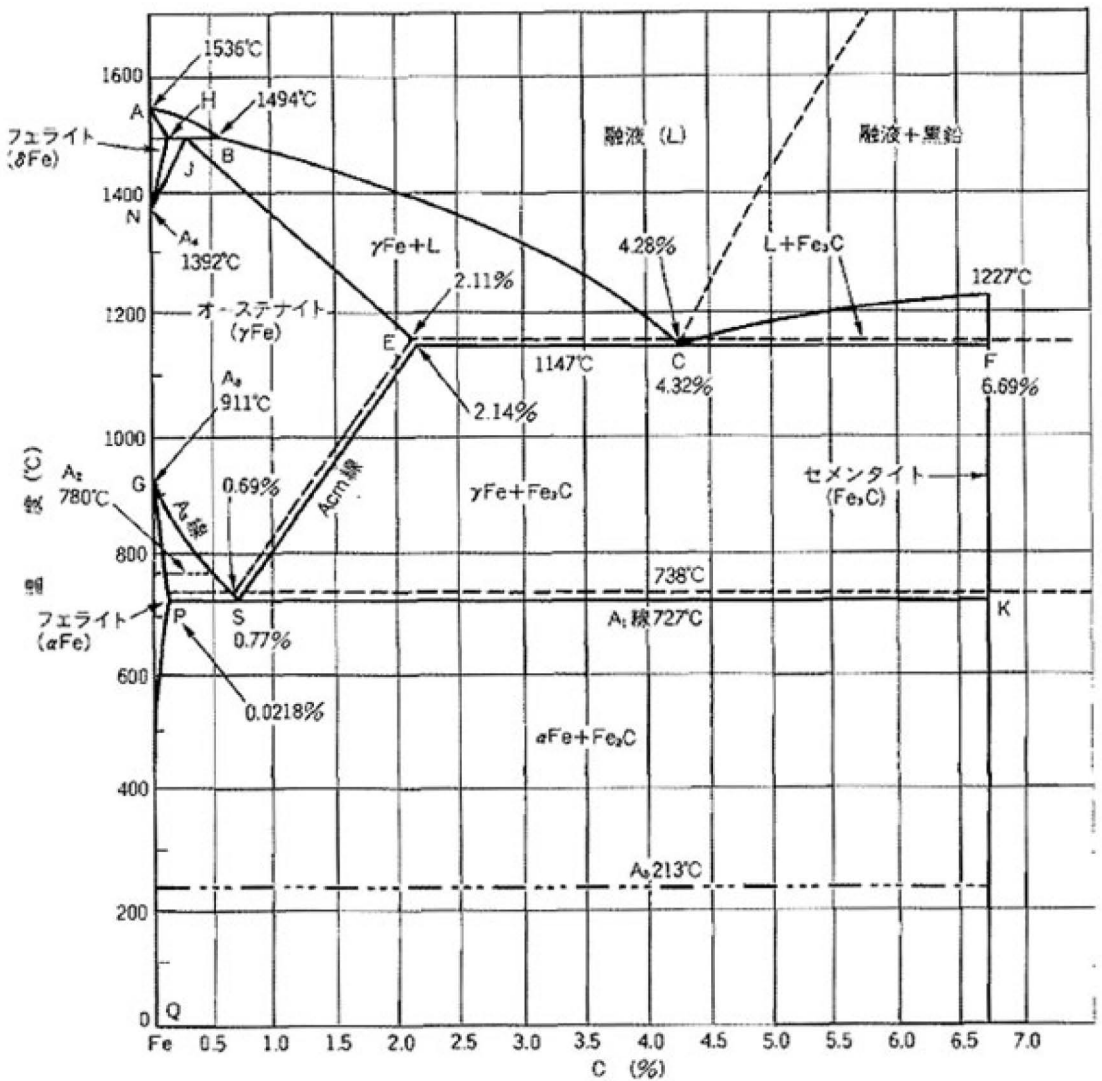


図1 Fe-C 2元系状態図^[2]

3 実験方法^[1]

本実験では、試験片の表面を研削、研磨し、光学顕微鏡で組織を観察する作業と硬さを計測する作業を行った。今回は炭素量の異なる4種類の炭素鋼(S25C、S35C、S45C、SKS93)を試料とした。これらの化学成分を以下の表1にまとめる。各試料を用いた顕微鏡組織観察と硬さ試験を行うため、試料表面を鏡面仕上げして表面だしを行う必要

がある。このため研磨→腐食→検鏡及び全偏組織観察→硬さ試験の順番で行った。
組織観察及び硬さ測定を行うために使用する機器は次のものである。

試料作製用研磨装置：Struers 社製・TYPE(S5629)

光学顕微鏡：オリンパス社製・TYPE(BX51M)

マイクロビッカース硬さ試験機：島津製作所製・TYPE 1 (HMV-1T)

表 1 各実験試料の化学成分 [wt%]

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Fe
S25C	0.22~0.28	0.15~0.35	0.30~0.60	~0.030	~0.035	—	Bal.
S35C	0.32~0.38	0.15~0.35	0.60~0.90	~0.030	~0.035	—	Bal.
S45C	0.42~0.48	0.15~0.35	0.60~0.90	~0.030	~0.035	—	Bal.
SKS93	1.00~1.10	~0.50	0.80~1.10	~0.25	~0.030	0.20~0.60	Bal.

3.1 試料準備実験方法

① 研磨作業

No.800(平均粗さ $Ra=20\mu m$)、No.1000($Ra=16\mu m$)、No.1200($Ra=13\mu m$)、No.1500($Ra=11\mu m$)、No.2000($Ra=7\mu m$)の5種類の研磨紙を使用して研磨する。前の研磨紙による研磨痕の方向に対し直交する向きに研磨し、研磨痕が消失するまで行う。

② 琢磨(バフ仕上げ)

琢磨機の回転方向と試料面の研磨方向が直交するように試料を持ち、研磨面を琢磨面に均等に強く押さえつける。琢磨材は粒度 $3\mu m$ のダイヤモンド粉末の懸濁液を使用した。

③ 水洗い

琢磨材を洗い流すために、水道で研磨面をよく洗う。

④ 乾燥

熱風乾燥機を使用し試料全体をよく乾かす。

⑤ 腐食

シャーレに入れたピクルル5%溶液(ピクリン酸+アルコール)を使用する。研磨面をシャーレの底に触れないようにするため、つまようじを2本しき、その上に研磨面を置いて、液中に漬けた状態で腐食を行った。

腐食時間は S25C : 60 秒、S35C : 50 秒、S45C : 50 秒、SKS93 : 40 秒とした。

⑥ メタノール洗浄

腐食を終了させたら、メタノールで腐食液をよく洗い流す。

⑦ 乾燥

熱風乾燥機を用いて試料全体を充分によく乾かす。

3.2 金相観察実験方法

光学顕微鏡の試料台上下ハンドルを操作して試料台を下げ、観察試料を乗せる。試料台上下ハンドルを操作し、試料の腐食面と対物レンズの間隔を 1mm 程度にセットする。試料台をゆっくり降下させ、視野が明るくなってきたら試料台上下ハンドルの微調整ハンドルで試料面にピントを合わせる。低倍率でピントが合ったら、倍率 400 倍の高倍率レンズに切り替え、試料面にピントを合わせる。顕微鏡上部に設置されているデジタルカメラを調整し、撮影する。

4 種類の試料の金相観察を写真で行い、それぞれの組織の違いを比較し、それぞれの金相をスケッチした。

3.3 マイクロビッカース硬さ試験方法

対物レンズに試料が当たらないように試料台上下ハンドルを操作して、試料台に試料を乗せる。レボルバ回し・つまみを調節し、測定用対物レンズ(40 倍)を中央に合わせる。ステージ昇降ハンドルとマイクロメータで視野の中央部に測定部分を移動させる。PC では HMV アプリを起動し、アプリ画面上で試料表面の測定位置でのピントを合わせる。試料表面の測定位置として、汚れや粒界、析出物のないところをなるべく選定する。試験は電動レボルバによって圧子が中央位置に移動し荷重負荷によって硬さ試験が行われる。押し込み荷重は 490mN で保持時間は 5 秒で試験を行う。終了後、圧子は電動レボルバによって元の格納位置に移動する。その後、対物レンズが試料圧痕位置に移動してきて、アプリモニタ上に圧痕形成が観察できる。

4 実験結果

金相観察結果の写真の画像を次のページに示す。それぞれの画像の右側に手書きで簡素な金属組織のスケッチを描いた。

また、マイクロビッカース硬さ試験で得られた 4 種類の鋼材のビッカース硬さを表 2 に示す。赤色の値が最大値で、水色の値が最小値である。これらの値は平均値を算出する際を除いている。

表2 マイクロビッカース硬さ試験の測定結果[HV]

	S25C	S35C	S45C	SKS93
1回目	129	152	194	231
2回目	130	236	178	231
3回目	146	156	194	211
4回目	127	206	171	206
5回目	128	167	213	223
6回目	134	173	192	240
7回目	131	175	208	223
平均	130.4	175.4	193.2	223.8

ビッカース硬さー炭素含有率線図

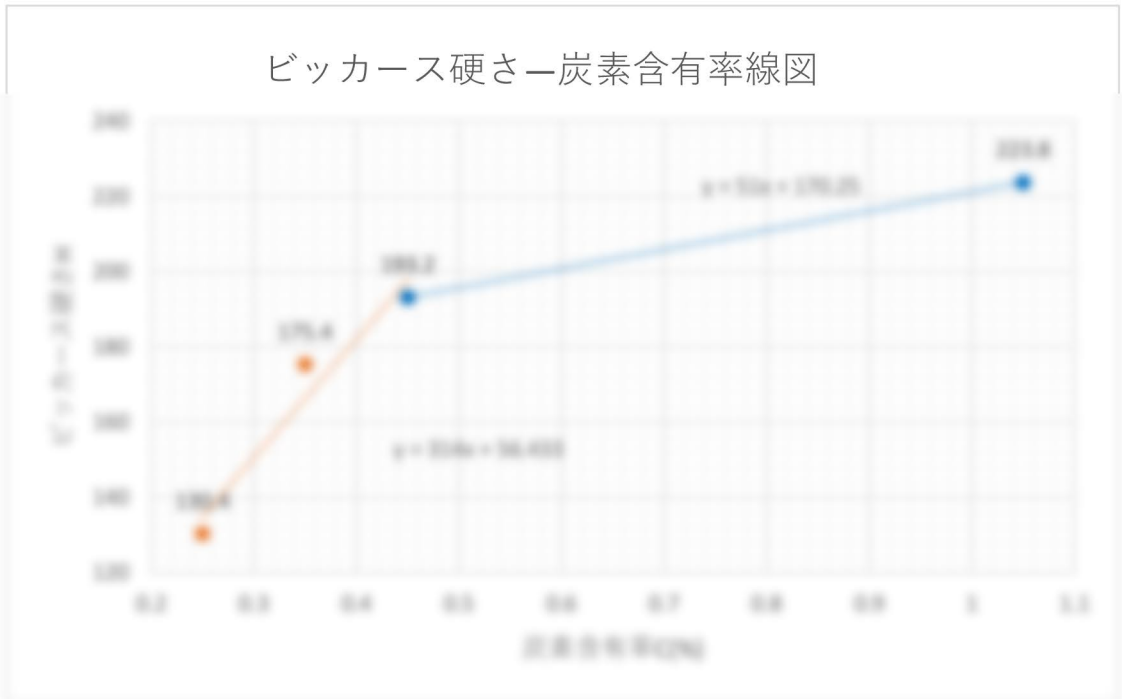
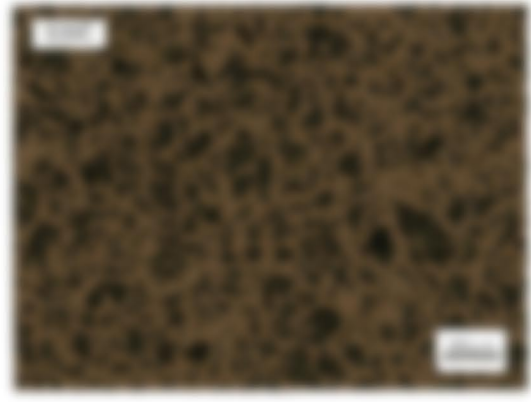
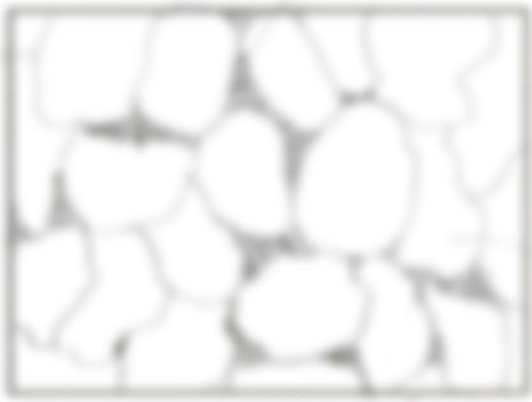


図2 ビッカース硬さー炭素含有率線図

表2のデータよりそれぞれの鋼材の炭素含有率とビッカース硬さの平均値によるグラフを作成した。S25C・S35C・S45Cのデータにおいて最小2乗法を用いて線形近似を行った。45CとSKS93においては2点の線分で結んだ。グラフよりS25C・S35C・S45Cの炭素含有率による硬さの変化とS45CからSKS93への硬さの変化にはずれが生じた。



10.5%

2%

10.5%

10.5%

図3 金相写真とその組織のスケッチ

5 考察

金相観察の結果、炭素含有率が増えるにつれて黒色の部分が増えることが分かった。白色の部分はフェライトであり、黒色はピクリン酸の腐食により黒色に変色したセメントイトを含むパーライト相であると考えられる。SKS93 においては初析セメントイトが確認できた。

ビッカース硬さ試験の結果、S25C・S35C・S45C では炭素含有量が増えるにつれ、線形的に硬さ値が増加したことが分かった。これは炭素含有率が増えるにしたがって、材料中のパーライト組織の割合が増えていくために硬くなっていったと考えられる。また、フェライトの炭素濃度が高い部分において、炭素によって転移がひっかかり、動かなくなるために硬くなる現象の影響も考えられる。どちらの場合であっても炭素濃度の増加に伴って、それぞれの現象の確率は高くなるので、S25C・S35C・S45C における亜共析鋼において炭素濃度の増加によって硬さ値が増加することが確認できた。

S45C と SKS93 の硬さ値の増加具合をみると、S25C・S35C・S45C での増加の具合と比べ、穏やかである。SKS93 は炭素含有率 1%以上であるが、この硬さ値の増加であるのは、過共析鋼の組織であるためと考える。この組織では硬くて脆いセメントイト相があり、単に炭素含有率のみで判断できるものではなくなってしまったと考えられる。¹⁰⁾また、今回使用した SKS93 は切削工具用の合金工具鋼であるため、工具への加工をすることを前提に焼きなましが行われた状態であった可能性がある。そのため、炭素 1%以上である SKS93 がそこまで高い硬さ値を示さなかったと考える。

次回への課題としては、試料の熱処理条件を把握し、さらに異なる炭素含有率の試料をビッカース硬さ試験することにより、より詳しい炭素含有率と硬さ値のデータを得るということを中心したい。

6 課題

(a)鉄鋼の金属組織^{[4][5][6]}

・フェライト

フェライトには α 鉄と δ 鉄がある。 α 鉄は、911℃以下の温度で安定な体心立方晶の鉄と炭素の固溶体である。C がごくわずかししか固溶せず、最大固溶量は 727℃で 0.02% である。磁気変態点(A_1 点、720℃)があり、この温度を境にして低温では強磁性、高温では常磁性である。 δ 鉄は 1392℃から融点までの温度範囲で安定な体心立方晶の鉄と炭素の固溶体である。

・パーライト

冷却過程でA₁線を通過する際にオーステナイトからフェライトとセメンタイトが同時に析出される。このように、1つの相から同時に2つの相に変態することを共析変態といい、この共析変態によって得られる金属組織はパーライトと呼ばれている。炭素含有率は0.77%で一定である。

・セメンタイト

鉄と炭素の化合物で、セメンタイトの炭素含有量は6.68%である。化学式はFe₃Cで表される。金属光沢を有し硬く脆く、常温では強磁性体だが、213°C(A_{cm}変態点)で磁性を失う。層状、球状、針状を呈し、特に球状をしたものを球状セメンタイトと呼ぶ。通常は腐食され難く、白色を呈しているが、ピクリン酸などの溶液で腐食すると黒色になる。

・マルテンサイト

オーステナイト領域から急冷した際、M_s点以下で無拡散変態して生じた組織。焼入れした時に得られる組織で、結晶構造は、体心正方晶及び体心立方晶がある。鋼の熱処理の中で最も硬くもろい組織で、強磁性を示す。マルテンサイトを100~200°Cで焼戻しを行うと、セメンタイトを析出し、若干粘り強くなるが、腐食されやすくなる。この状態のマルテンサイトを焼入れの場合と区別し、焼戻マルテンサイトと呼ぶ。

・オーステナイト

γ鉄のことで、911~1392°Cの温度範囲で安定な面心立方晶の鉄と炭素の固溶体であり、炭素は最大2.11%まで固溶する。軟らかくて粘く、錆に強く、非磁性の特性を持つ。

(b)鉄鋼の熱処理の基本的な処理法^[7]

・焼入れ

焼入れの目的は、機械構造用鋼と工具鋼で異なる。機械構造用鋼に対する目的は、高い強度を付与することであり、焼入れ後に施す焼戻しとの組み合わせによって、要求される機械的性質を得るために重要な熱処理である。工具鋼に対する目的は、炭化物を固溶させて十分な硬さを得ることである。

焼入れによって高い硬さを得るためには、必ず所定の温度に加熱してオーステナイト組織にしなければならない。適正温度より低い場合には不完全焼入れになり、高すぎる場合には韌性や延性の面で問題が生じる。オーステナイト組織状態から水冷や油冷等で急冷し、マルテンサイト組織や微細パーライト組織に変態させ、硬くさせる。

炭素鋼の焼入れ温度は、基本的には鉄-炭素系平衡状態図から決められる。例えば、亜

共析鋼である S45C の A_1 変態点は約 727°C であるので、標準焼入温度範囲は 820～870°C である。750°C (A_1 変態点と A_2 変態点の中間の温度) から焼入れしたとき、この温度における加熱状態ではオーステナイト (γ Fe) とフェライト (α Fe) の混合組織であるため、これを急冷するとオーステナイトはマルテンサイトに変態するが、フェライトは室温まで変化しない。850°C (標準焼入温度の範囲) から焼入れしたとき、この温度で加熱したときには、完全なオーステナイト組織が得られるため、急冷して M_s 点を通過すれば理想的なマルテンサイト組織が得られる。1000°C (標準焼入温度よりもかなり高温) から焼入れしたとき、焼入れによって完全なマルテンサイトが得られるが、850°C のときのマルテンサイトに比べ粗大であり、脆化していることが予想される。

・焼戻し

焼入硬化した鉄鋼材料は、そのままでは非常に脆いので、耐摩耗性が最重視される切削工具や刃物類であっても必ず焼戻しを行う。また、機械構造用鋼は、焼戻しによって最終製品の機械的性質が調節されている。

焼戻温度は、その目的に応じて 100～200°C の低温領域、または 450～600°C の高温領域が用いられており、前者は低温焼戻し、後者は高温焼戻しと呼ばれている。焼戻しの共通の目的は、過飽和に固溶した炭素を炭化物として十分に析出させることであるため、十分な加熱保持が必要である。

焼入れによって生じたマルテンサイトは、通常焼入マルテンサイトと呼ばれる。一例として、1000°C で焼入れした SCM435 では、120°C で焼戻ししたときの組織は焼入マルテンサイトの形態のままだが、焼戻温度が高くなると、生地はフェライトに変化する。焼戻組織は焼戻マルテンサイトと呼ばれる。焼入マルテンサイトを 100～200°C で加熱すると、遷移炭化物 (熱的に不安定で加熱温度が高くなると Fe_3C に変化) である ϵ 炭化物 ($Fe_{2.11}C$) が析出する。非常に微細な組織で一般の SEM では観察が困難である。350°C であれば、微細な針状の炭化物の析出が確認できるようになる。ただし、この 350°C 付近の温度で焼戻しを行うと脆化 (低温焼戻脆性) するため、この付近の温度での焼戻しは避けることが推奨されている。高温焼戻しは 400～650°C の範囲で行う焼戻しのことで、機械構造用鋼をはじめ多くの鋼種に適用されている。一例として、600°C で 2 時間および 700°C で 24 時間焼戻した SCM435 の場合、600°C で焼戻しを施すと、微粒子状のセメンタイト (Fe_3C) が多量に析出している様相が観察できる。700°C で長時間焼戻したところ、焼戻しによって析出した炭化物は球状を呈していることが確認できる。

・焼きなまし

焼きなましには大きく 3 つの種類に分けられ、完全焼きなまし、球状化焼きなまし、低温焼きなましがある。

完全焼きなましは機械構造用炭素鋼および機械構造用合金鋼にはよく行われる処

理で、主な目的は組織の調整と軟化である。機械構造用鋼は、 A_1 変態点よりも $30\sim 50^\circ\text{C}$ 程高温に加熱してオーステナイト組織にしてから徐冷すると、フェライトと層状パーライトの均一な組織が得られる。加熱温度は、高くなるほど結晶粒が粗大化するため、必要以上の高温にすることは、韌性が低下するなど機械的性質の面で好ましくない。加熱保持時間は肉厚 25 mm について約 40 分が適しており、得られる硬さは、冷却速度が速いほど硬くなる。完全焼きなまししたときの金属組織は、各鋼種の平衡状態にはほぼ準じて変化するため、機械構造用炭素鋼であれば、パーライトの占有率から炭素含有量を推定することができる。共析鋼である SK85 の完全焼きなまし組織は 100% パーライトであり、 1% 以上の炭素を含有する SKS3 の場合は、パーライトの他に結晶粒界に沿った初析セメントライトが析出する。ただし、このような多量のパーライトの存在は、焼入れ時に炭素の過剰固溶の原因となり脆化するため、市販の SK 材や SKS 材の場合は完全焼きなましすることはない。

球状化焼きなましは、層状セメントライトを球状化する処理で、炭素工具鋼(SK)、合金工具鋼(SKS)、軸受鋼(SUJ)には必須の熱処理である。機械構造用鋼への球状化焼きなましの役割は、非塑性加工性と韌性を向上させることである。そのため、冷間でヘッダー加工を行うボルト、冷間鍛造などを行う構造部品には、必然的に球状化焼きなまし材が使用される。工具鋼や軸受鋼は完全焼きなましを施すと、層状に配列した薄板状のセメントライトが多量に生成するため、被削性が悪くなる。また、このような薄板状のセメントライトは球状セメントライトと比べて、焼入れによって過剰に固溶しやすいため、焼入れ後の機械的性質が脆弱である。そのため、工具鋼や軸受鋼には必ず球状化焼きなましが施されて市販されている。球状化焼きなましは種々の方法で行われており、鋼種や前組織の状況に応じて最適手段が適用されている。

A) 長時間加熱法

変態点 A_1 直下の温度に長時間加熱する。長時間要するが、焼入品に適用することによって、他の方法よりも軟質の処理品を得ることができる。

B) 繰り返し加熱冷却法

変態点 A_c1 直上、 A_1 直下で加熱と冷却を繰り返した後、徐冷する。このときの現象は、変態点 A_c1 より高い温度ではセメントライトの分断が、 A_1 より低い温度では球状化が進行する。

C) 等温保持徐冷法

$760\sim 780^\circ\text{C}$ に加熱した後、 $700\sim 720^\circ\text{C}$ 程まで冷却し、その温度で数時間保持後 650°C 程まで徐冷し、その後空冷する。種々の鋼種に適用でき、制御も容易なため、工業的規模では最も多く利用されている。

・焼ならし

焼ならしとは、機械構造用鋼を対象としてよく行われる熱処理で、変態点より高い温

度で加熱保持してから空冷する操作のこと。熱間鍛造された鋼は結晶粒が粗大化して組織的にも不均一だが、焼ならしを施すことによって結晶粒が微細化して均一組織になる。

完全焼きなました機械構造用鋼は軟らかすぎて切削加工が困難だが、焼ならしによって若干硬化するため、被削性の改善を目的として施される例も多く、焼入れの代替処理として利用されることもある。

焼ならしによって得られる金属組織は基本的にはフェライトとパーライトの混合組織である。ただし、オーステナイト化温度が異なると、同一寸法であり同一鋼種であってもそれらの占有率は異なる。オーステナイト化温度が高くなると、パーライトの占有率は増加して硬さも高くなる。

7. まとめ

S25C・S35C・S45C・SKS93の4種類の試料を用いて、金相観察と硬度試験を行った。金相観察においてはフェライト相が白く呈しているのが観察でき、ピクリン酸による腐食によってセメンタイト相が黒く変色したため、パーライト相が黒く見える結果となった。炭素含有率が増えるにつれてパーライト層が増えていき、SKS93では初析セメンタイトが確認できた。ビッカース硬さ試験では炭素含有率が増えるにつれて硬さ値も増加した。しかし、SC材での硬さ値の増加の仕方とS45CからSKS93への硬さ値の増加の仕方にはズレがあった。これは金属組織の違いによるものと考えられる。

[参考文献]

[1] 福井大学工学部機械・システム工学科原子力安全工学コース編、「原子力安全工学実験」、2019

[2] <http://kousyoudesignco.dip.jp/mate10-2.html>

[3] 岡崎陽香、「熱処理における鉄鋼材料の硬度・金相観察」、2019

[4] <http://www.netushori.co.jp/story/07.html>

[5] 日本材料学会、「改訂 機械材料学」、2016

[6] <http://www.hitachi-metals-ts.co.jp/zatsugaku/heat-treatment04.html>

[7] 仁平宜弘、「熱処理のしくみと技術」、ナフメ社、2017