

熱間鍛造用型鋼の焼戻し軟化抵抗に与える オーステナイト化温度の影響

Effects of Austenitizing Temperature on Resistance to Temper Softening in Hot Work Tool Steel for Forging

三浦 滉大*¹ 舘 幸生*² 澤田 俊之*³

MIURA Kodai, TACHI Yukio, SAWADA Toshiyuki

Synopsis: We investigated effects of austenitizing temperature T_A on resistance to temper softening in modified JIS SKT4. Generally, variation of T_A affects not only size of martensite (packet, block etc.), but also contents of solid solution elements in austenite. To separate these effects of T_A , four T_A were selected based on solid solution temperature of carbide. In addition, austempering was utilized to coarsen block size with the same T_A . To characterize resistance to temper softening, isothermal holding test at 893 K was done. After this, hardness test and X-ray line profile analysis were performed. The hardness after isothermal holding test decreased with increase of tempering parameter. On the other hand, the hardness increased with increase of T_A . Dislocation density obtained from line profile analysis behaved as the same as hardness. As for resistance to temper softening, hardness and square root of dislocation density holds Bailey-Hirsch relation. Moreover, introducing line tension effect of dislocation, we modified Bailey-Hirsch relation and obtained relatively higher linearity. It let us presume that dislocation strengthening is dominant factor governing variation of hardness. Kinematical analysis was adapted to variation of dislocation density after isothermal holding test. Decrease coefficient m of dislocation density obtained assuming annihilation of edge dislocation pair activated by dislocation climb. Coefficient m decreased with increase of T_A . However, behavior of coefficient m was not explained by only block size. We concluded that the effect of increase of secondary carbides after tempering is relatively larger than block size effect on reduction of dislocation density.

Keywords: hot work tool steel; martensite; X-ray line profile analysis; dislocation density; tempering

1. 緒言

SKT4を代表とする熱間鍛造用型鋼は自動車部品などを成形するハンマー鍛造の金型に使用される。熱間鍛造における被加工材の温度は1473 K程度であるため、被加工材と接触する金型は熱影響を受ける。その熱影響による金型表面の軟化と外力あるいは熱応力が複雑に重畳することで「摩耗」や「き裂」といった損傷が現れる¹⁾。このような高温環境下で使用されるSKT鋼は、機械構造用鋼のNiCrMo鋼をベース成分にVを添加することで熱影響による軟化を抑制した（焼戻し軟化抵抗を高めた）成分系となっている。

前述した「摩耗」と「き裂」の損傷は、いずれも熱影響

を受ける表面の軟化に起因して発生すると考えられ、金型の損傷形態は外力および熱影響とそれに伴う金型材料の軟化挙動（主に硬さと焼戻しパラメータの関係）を用いてモデリングされている^{2,3)}。これらのモデルからも明らかのように、熱影響下でいかに強度を維持するかは、熱間鍛造用型鋼にとって重要な課題である。したがって、損傷を低減し金型寿命を向上させるには、金型材料の焼戻し軟化抵抗の向上および強度劣化のメカニズムに対する理解が重要であると考えられる。

工具鋼が熱影響を受ける場合の強度変化は、主に焼戻しに伴う強度変化として近似して取り扱う場合が多い。そこで、工具鋼の基体組織であるラスマルテンサイトの焼戻し軟化抵抗あるいは転位密度の減少挙動に関する先行研究に

*1 研究・開発センター 新商品開発室 商品開発2グループ

*2 研究・開発センター 研究開発企画室 企画グループ長

*3 研究・開発センター 新商品開発室長 博士（工学）

着目すると、主にマルテンサイトの組織寸法（ブロック、ブロックまたはラス）の影響から解釈する研究^{4,5)}と固溶元素や合金炭化物（以降、二次炭化物と称す）の析出から解釈する研究⁶⁻⁹⁾の主に2種類がある。以降では、これら先行研究を概観し、本研究の位置づけを示す。

Kennettらは、TiおよびNbを含む0.2%C鋼に対しオーステナイト化温度を変えて旧オーステナイト粒径を変化させ、焼入焼戻し後の硬さと転位密度を調査している⁴⁾。473 K焼戻しでは旧オーステナイト粒径が小さい材料の転位密度が高く、873 K焼戻しでは粒径が大きい材料の転位密度が高いことを示している。また、旧オーステナイト粒径によらず、硬さは転位密度の平方根に比例すること⁴⁾（Taylor硬化モデル）を報告している。ただし、旧オーステナイト粒径の差異により転位密度の挙動が異なる要因については言及されていない。

これに対し、吉田らはVおよびNbを含む0.5%C鋼を用いて、オーステナイト化温度を変化させ、873 Kにおける転位密度の減少挙動を詳細に調査し⁵⁾、速度論による解析を転位密度に対して行なった結果、回復の速度係数（転位密度の減少係数）がラスマルテンサイトのブロック径の逆数に比例することを示している⁵⁾。吉田らの結果はKennettらの873 Kの挙動に対する明瞭な説明を与えたと見える。また、吉田らの仮説はブロックを横断する1本の転位を仮定し、その転位に接触する析出物（炭化物）が多いほど、転位密度の減少が抑制される、というものである。このモデルにおいて、炭化物が転位の上昇運動に対する抵抗となる点は重要であると考えられる。

一方で、固溶元素や炭化物の析出から解釈する研究は、例えば西田およびTaninoらの研究^{6,7)}がある。西田らは、VあるいはNbを含有した0.15~0.19%C鋼を用いて実験を行ない、VあるいはNbを含む鋼において二次硬化が発現し、焼戻し軟化抵抗が向上することを示している⁶⁾。また、TEMによる詳細な観察の結果、VあるいはNbを含む鋼ではラス内の転位密度が定性的に高いこと⁶⁾を報告している。なお、Taninoらは、0.56%Nb鋼に関して、Nbの固溶量（溶解度積）を考慮してオーステナイト化温度を上昇させることで、二次硬化が顕著に発現する⁷⁾ことを報告している。また、Klemm-Tooleらは、Vを含む約0.4%Cにおいて、二次炭化物は転位上に析出することで焼戻し中の転位の回復を抑制し、強度に対して粒子分散強化と転位強化の両方に寄与することを報告している⁸⁾。加えて、張らはV、Nb、Tiを含む約0.08%C鋼を炭化物の固溶限温度より高い温度でオーステナイト化した材料の焼戻し軟化抵抗について、3次元アトムプローブおよびラインプロファイル解析を用いて精緻に解析し⁹⁾、V、Nb、Tiを含むいずれの合金も高い軟化抵抗を示し、723 Kでは転位強化、923 Kでは粒子分散強化の寄与が大きいと推定している。

先行研究を総合すると、IVとV属遷移金属の炭化物形成

元素を含んだ鋼は高い軟化抵抗を示し、オーステナイト化温度を上昇させると焼戻し軟化抵抗がさらに向上することが考えられる。しかし、オーステナイト化温度を上昇させることは、マルテンサイトの組織寸法を変化させるだけでなく、Taninoらが示したようにオーステナイト化時の固溶元素量も同時に変化させる可能性がある。

そこで本研究では、焼戻し軟化抵抗に対するオーステナイト化温度の影響を組織寸法と固溶元素（あるいは二次炭化物）の2つ観点を考慮して検証する。具体的には、オーステナイト化温度を炭化物の固溶限温度を基準に決定し、焼戻し軟化抵抗および転位密度の挙動を調査した。また、オーステナイト化温度を変えずにオーステンパー処理を加えたベイナイト組織を用いて、組織単位としてブロック径の影響を調査した。さらに、転位密度の減少挙動に対する炭化物の影響を調査するため、極低炭素鋼Fe-18Niを用いた実験も行ない、転位密度の減少挙動に与える因子を総合的に考察する。

2. 実験方法

供試材はSKT4改良鋼（以降m-SKT4）を溶製し、鍛伸した材料を用いた。代表成分はFe-0.5%C-1.5%Ni-1.8%Cr-0.5%Mo-0.1%V（mass%、以降、成分の%はmass%を表わす）である。また、一部の実験に関して、Fe-18Ni（Fe-0.002%C-17.95%Ni）、SCM420（Fe-0.208%C-0.25%Si-0.75%Mn-1.05%Cr-0.15%Mo）、S53C（0.539%C-0.16%Si-0.86%Mn-0.18%Cr）を用いた。

m-SKT4の炭化物の固溶限温度の計算はThermo-Calc[®]（TCFE10データベース）による平衡計算を行なった（Fig. 1）。Fig. 1より、炭化物の固溶限温度1194 Kを挟むように1143、1203、1223、1273 Kの4水準のオーステナイト化温度を設定した。そして、m-SKT4に対して上記4温度-1.8 ksで保持後、油冷した。この1143~1273 K間の変化で、オーステナイト中の固溶V量の変化

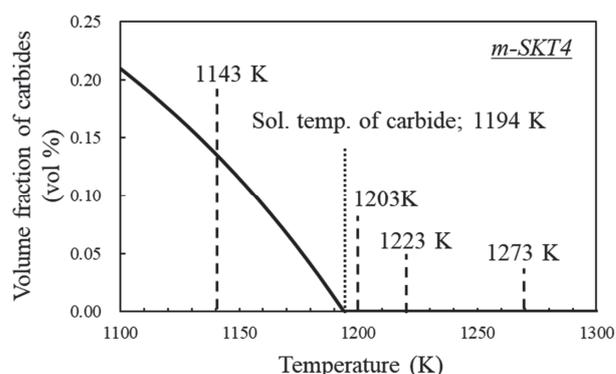


Fig. 1 Variation of volume fraction of carbides as a function of equilibrium temperature in m-SKT4.

は約0.058% (C量で0.015%) である (Fig. 3)。この平衡計算の妥当性を確認するため、電解抽出液のICP分析¹⁰⁾を実施し、固溶V量を実測した。また、オーステナイト中の固溶元素量を間接的に評価するため、フォーマスタ試験による M_s 点測定 (冷却速度100 K/s)、X線回折を用いた比較法による残留オーステナイト量および焼入れまま硬さを評価した。また、焼入れまま試料の研磨面に対し、飽和ピクリン酸アルコール溶液によるエッチングを施し、旧オーステナイト粒径を切断法で評価した。なお、ブロック径は焼戻した試料 (Fig. 2 (a) (b)) に対し、加速電圧25 kV、ステップサイズ50 nmの条件でEBSD測定を行なった。本研究では、 15° 以上の方位差を有する境界をブロック境界と定義し、計測面積から算出した円相当直径の面積荷重平均をブロック径と定義する。

焼戻し軟化抵抗は、主に焼戻温度を変数とする試験

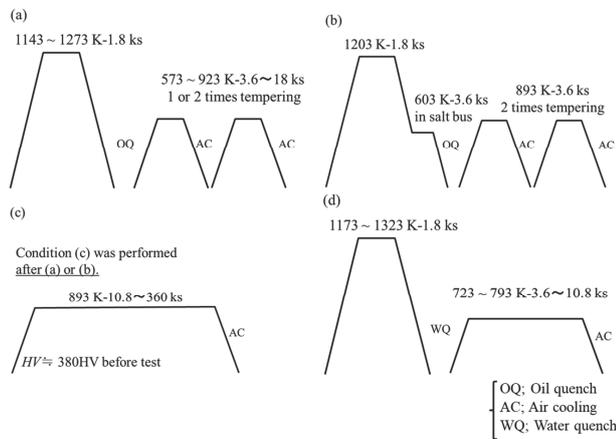


Fig. 2 Heat treatment conditions. (a) Quenching and tempering, (b) Austempering, (c) Isothermal tempering test after (a) or (b) for m-SKT4, (d) Quenching and tempering for Fe-18Ni.

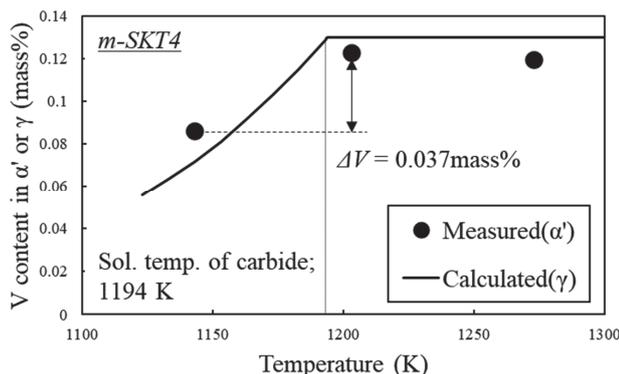


Fig. 3 V content in α' or γ as a function of temperature. Measured value of as-quenched α' in m-SKT4 are analyzed by ICP-mass analysis.

(Fig. 2 (a)) と等温保持試験 (Fig. 2 (c)) の2つの実験を行なった。焼戻温度を変数とする場合は焼入れ後、573~923 K-3.6~18 ks保持-空冷1回または2回の焼戻しを行ない (Fig. 2 (a))、室温硬さを評価した。等温保持試験では、各オーステナイト化温度に対して焼戻し硬さを、Fig. 2 (a) の条件で $HV \approx 380$ に調質した試験片を用意した。その試験片に対し保持温度を893 K、保持時間を10.8 ks~360 ksまで変化させ、空冷した試験片の室温硬さを評価した。室温硬さはロックウェル硬さ (5点測定) あるいはピッカース硬さ試験 (10点測定) により評価した。

m-SKT4の場合、1143~1194 Kにおいてオーステナイト相と平衡する炭化物量も変化するため (Fig. 1)、軟化抵抗に及ぼす組織寸法と固溶元素との効果を厳密に分離することは困難である。本研究ではこの点を考慮し、オーステンパー処理を行ない、ブロック径を大きく変化させた試料を作製した。具体的にはFig. 2 (b) に示すように、1203 Kでオーステナイト化後、603 Kのソルトバス中に焼入れし、3.6 ks保持後に油冷した。その後、893 K-3.6 ks-空冷2回の焼戻し条件で $HV \approx 380$ に調質した後、等温保持試験を実施した。

転位密度の減少に及ぼすオーステナイト化温度の影響は、吉田らの仮説⁵⁾によれば、炭化物と転位の相互作用が前提となっている。そのため、炭化物を含まない、あるいは微量な炭化物量では、オーステナイト化温度を上昇させても、転位密度の減少挙動は変化しないと考えられる。この仮説を検証するため、Fe-18Niを用いて、1173Kおよび1323Kでオーステナイト化後水冷し、723~793 K-3.6~10.8ksの焼戻しを行ない (Fig. 2 (d))、転位密度を評価した。

転位密度はmodified-Williamson-Hall/modified-Warren-Averbach法^{11,12)} (以降、修正法、と称す) を用いて評価した。測定試料は鏡面まで機械研磨した後、電解研磨で50 μ m以上研磨し、表面の加工変質層の影響を除去した¹³⁾。X線源はCu-K α 線を用いて、計数時間2 s、ステップサイズ0.02 $^\circ$ の計数時間法により測定した。K α_2 の影響はRatchingerの方法¹⁴⁾により除去した。装置起因のピークブロードニングの影響は、LaB₆ (NIST製SRM660c) を用いて補正した。また、ピークのフィッティングには、擬フオークト関数を用いた。解析に用いた α Feの面指数は{110}、{200}、{211}、{220}、{310}の5つである。解析に用いたパラメータをTable 1にまとめて示す。

Table 1 Parameters for line profile analysis; Burgers vector b , contrast factor C_{h00} , parameter q .

Steel	b (nm)	C_{h00}^E	C_{h00}^S	q^E	q^S
m-SKT4	0.248	0.262	0.298	1.372	2.652
Fe-18Ni	0.249	0.295	0.330	1.610	2.694

3. 実験結果

3.1 m-SKT4の固溶元素量, M_s 点, 残留オーステナイト量, 焼入れまま硬さに与えるオーステナイト化温度の影響

Fig. 3にm-SKT4のオーステナイト化温度に対する固溶V量の変化を示す。平衡計算結果（実線）に対して電解抽出液のICP分析で実測した固溶V量（●）は概ね一致することを確認した。固溶V量の増加は、炭化物の固溶限温度を超えると飽和する傾向である。加えて、Fig. 4 (a) ~ (d)に、オーステナイト中の固溶炭素量（計算値）、 M_s 点、残留オーステナイト量および焼入れまま硬さの結果を示す。いずれのパラメータも、炭化物の固溶限温度を超えるとオーステナイト化温度に対する変化は飽和している。これら挙動はオーステナイト化温度に対する典型的な挙動¹⁵⁾である。以上より、本研究のオーステナイト化温度範囲において、m-SKT4は平衡計算に近い固溶状態が達成されていると総合的に判断した。

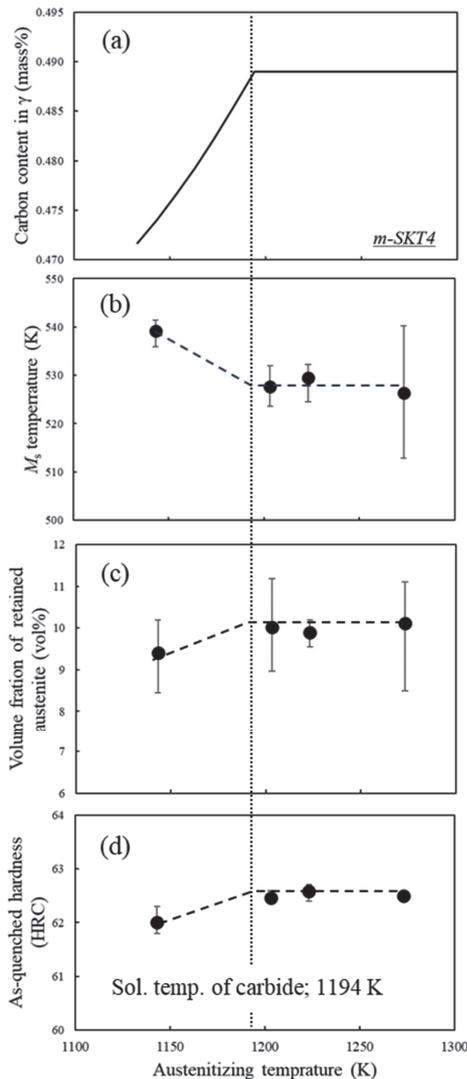


Fig. 4 Variations of (a)calculated carbon content in austenite, (b) M_s temperature, (c)volume fraction of retained austenite, (d)as-quenched hardness as a function of austenitizing temperature.

3.2 m-SKT4の組織寸法に与えるオーステナイト化温度の影響

Fig. 5 (a) ~ (c)に各オーステナイト化条件 (Fig.2 (a)) で熱処理したm-SKT4 ($HV \approx 380$) の等温保持試験前における結晶方位マップを示す。また、Fig. 6 (a)

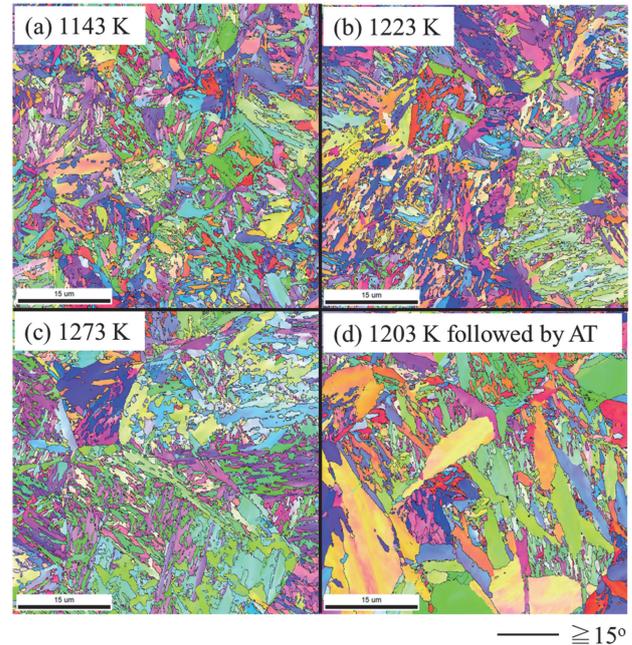


Fig. 5 Crystallographic orientation maps in m-SKT4 austenitized at (a)1143 K, (b)1223 K, (c)1273 K and (d)1203 K followed by austempering(AT) at 603 K. All specimens were tempered to approximately 380HV.

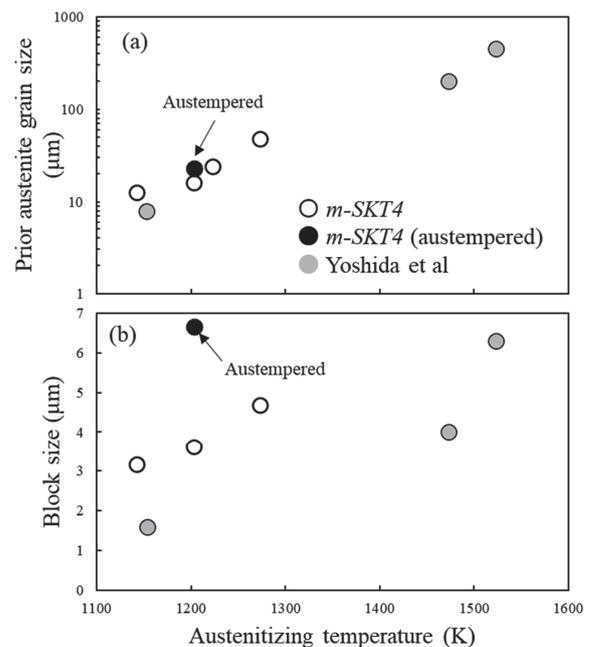


Fig. 6 Variations of (a)prior austenite grain size and (b)block size as a function of austenitizing temperature. Gray markers show data of Yoshida et al.⁵⁾

(b) にオーステナイト化温度に対する旧オーステナイト粒径とブロック径の変化を示す。オーステナイト化温度の上昇に伴い旧オーステナイト粒径およびブロック径は増加した。また、これらの組織寸法の大小関係は、吉田らの値⁵⁾と比較しても矛盾は無いと考える。なお、本研究ではTEM観察は実施していないため正確なラス幅は不明であるが、EBSDデータからラス幅を見積もる手法¹⁶⁾から、ラス幅を定量化した結果をTable 2に示す。本研究では、オーステナイト化温度とラス幅には明確な相関は見られなかった。

3.3 m-SKT4の焼戻し軟化抵抗と転位密度の減少に与えるオーステナイト化温度の影響

Fig. 7にm-SKT4における焼入焼戻し後 (Fig.2 (a)) の硬さを示す。ここでは、次式の焼戻パラメータ P を用いて硬さを整理した。

$$P = T(20 + \log t) \quad (1)$$

T は焼戻温度 (K)、 t は焼戻時間 (h) である。 P の増加に伴い硬さは減少するが、オーステナイト化温度の上昇に伴い硬さは増加した。

Fig. 8 (a) (b) にm-SKT4における893 K等温保持試験後 (Fig. 2 (c)) の硬さと転位密度をそれぞれ示す。Fig. 7と同様に P を用いて整理した。Fig. 8 (a) より、 P の増加に伴い硬さは減少し、オーステナイト化温度の上昇に伴い硬さは増加した。一方、試験前の転位密度は $8.4 \sim 9.2 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ (modified Williamson-Hallプロットの傾き $\phi =$

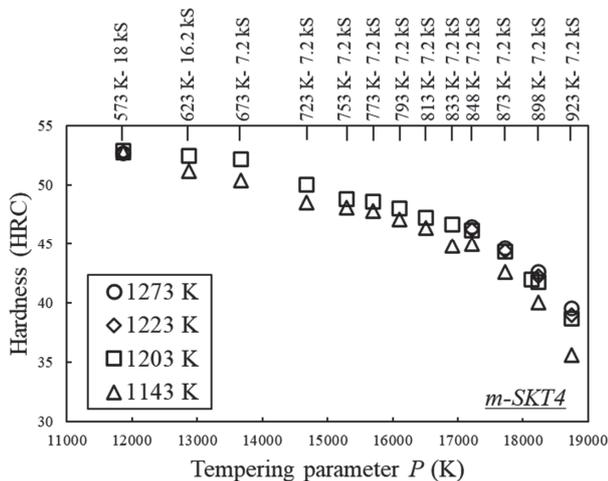


Fig. 7 Variation of hardness in m-SKT4 as a function of tempering parameter.

Table 2 Lath width evaluated from EBSD data. Step size is $0.05 \mu\text{m}$. In this evaluation, lath boundary is defined as a boundary with misorientation of 1 to 5° .

Austenitizing temperature	1143 K	1203K	1273 K	1203 K followed by austempered
Lath width (μm)	0.27	0.19	0.25	0.22

$0.064 \sim 0.067$) とほぼ一定であり、 P に対する転位密度の変化は硬さと同様な挙動を示した (Fig. 8 (b))。この転位密度の挙動について、試験条件は異なるが吉田らの結果⁵⁾と一致する。

3.4 m-SKT4の転位密度の減少に与えるオーステンパー処理の影響

転位密度の減少に与える組織寸法の効果を検証するため、m-SKT4に対しオーステンパー処理を実施した (Fig. 2 (b))。Fig. 5 (d) の結晶方位マップから、粗大なベイナイト組織が形成していると考えられる。また、ブロック径は約 $6.7 \mu\text{m}$ (Fig. 6 (b)) である。

Fig. 9に893 K等温保持試験後 (Fig. 2 (c)) の転位密度を示す。ここでは、オーステンパー材の893 Kにおける保持時間は108と360 ksの2水準で行なった。試験前の転位密度はベイナイトの方が高いが、360 ks後の転位密度はマルテンサイトとはほぼ同様な値であった。

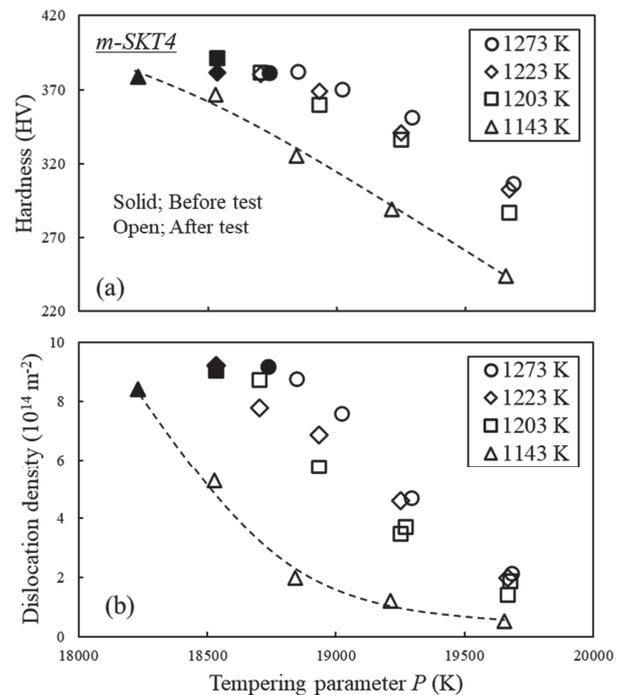


Fig. 8 Variations of (a)hardness and (b)dislocation density in m-SKT4 as a function of tempering parameter after isothermal tempering test at 893 K.

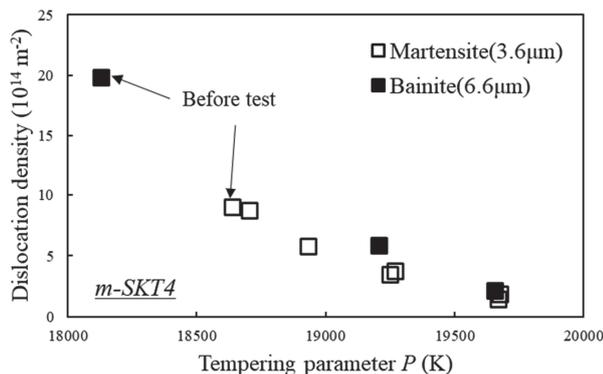


Fig. 9 Variation of dislocation density in m-SKT4 as a function of tempering parameter after isothermal tempering test at 893 K. Both specimens were austenitized at 1203 K.

3.5 Fe-18Niの転位密度の減少に与えるオーステナイト化温度の影響

転位密度の減少に及ぼすオーステナイト化温度の影響は、吉田らの仮説⁵⁾から、炭化物と転位の相互作用が前提条件である。そのため、炭化物を含まない、あるいは微量な炭化物量では、オーステナイト化温度を上昇させても、転位密度の減少挙動は変化しないと考え、極低炭素Fe-18Niの転位密度の挙動を調査した。

Fig. 10に、Fe-18Niにおける焼入れ焼戻し後の転位密度を示す。焼入れのままの転位密度は約 $2.1 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ ($\phi = 0.012$)であり、先行研究^{17,18)}の結果と一致した。 P の増加に伴い転位密度は減少するが、オーステナイト化温度1173 Kと1323 Kの間に有意な差は観測されなかった。なお、硬さ変化のデータは省略するが、オーステナイト化温度によらず、焼入れのまま硬さは $HV = 229$ 、 $P=14808$ の硬さは $HV=226$ であった。

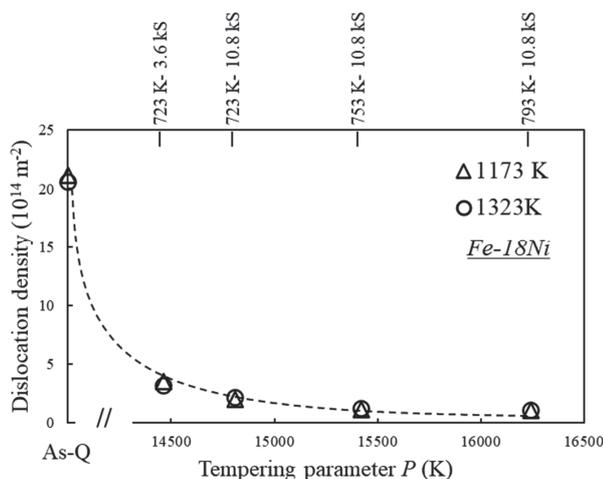


Fig. 10 Variation of dislocation density in Fe-18Ni as a function of tempering parameter.

4. 考察

4.1 転位密度の絶対値

本章では、焼戻し軟化抵抗（強度）を転位密度の挙動と関連づけた上で、強化機構および速度論的解析を用いて考察する。それらの考察をする上で、転位密度の絶対値は重要な意味を持つため、本研究における取り扱いを本節で述べる。

Masumuraらは、マルテンサイト中の固溶炭素に起因した正方晶化の効果により、修正法で求めた転位密度が過大評価される¹⁹⁾ことを明らかにしている。そして、焼戻しを加え、正方晶性を排除した0.55% C鋼の真の転位密度を $4.5 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ と報告している¹⁹⁾。岩村および高木らも同様に、0.26% C鋼までの転位密度は $4.5 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ である²⁰⁾と報告している。本研究に用いたm-SKT4も約0.5% Cを含むため、転位密度算出に対する正方晶性の影響を受ける可能性があると考え、X線回折のピーク形状および転位密度と焼戻しパラメータの関係を検証した。

Fig. 11に焼入れまま材の{200}のラインプロファイルを示す。比較としてm-SKT4に近い炭素量のS53Cおよび0.2% CのSCM420も合わせて示す。m-SKT4の焼入れまま材において、低角側へ裾が広がる非対称なピークであることを確認した。この非対称性を非対称擬フォークト関

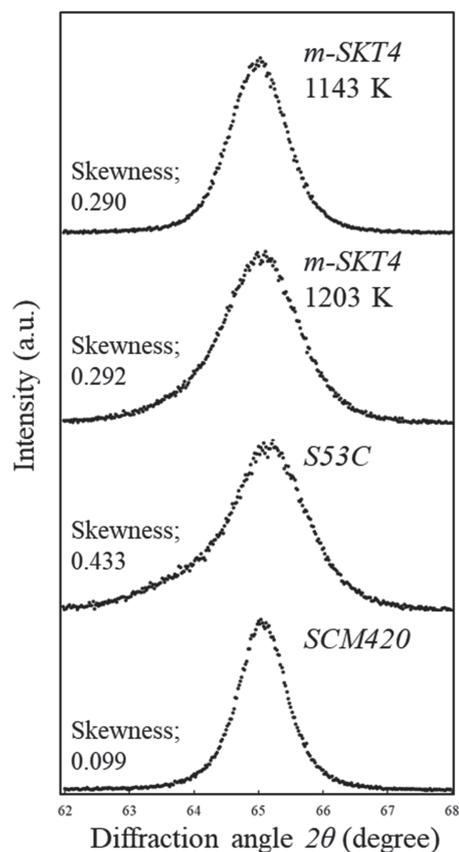


Fig. 11 {200} diffraction peaks in the as-quenched m-SKT4, S53C and SCM420.

数のskewnessのパラメータを用いて簡易的に評価した結果も図中に示す。ここでskewnessが0の時は対称なピーク、正に大きい場合は低角側にピークの裾が長いことを表わす。オーステナイト化温度の上昇および炭素量の増加に伴いskewnessは増加する傾向である。したがって、m-SKT4においても、修正法で転位密度を評価する際に固溶炭素の影響が示唆される。

Fig. 12に焼戻しパラメータ ($P < 17000$) に対する転位密度の変化を示す。 P の増加に伴い転位密度は減少し、S53CおよびSCM420の $P = 12870$ における転位密度はそれぞれ $3.4 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ 、 $4.4 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ である。これは先行研究の焼戻した類似鋼^{21,22)}と概ね一致した。一方、m-SKT4の転位密度は $P > 16000$ の範囲で、 $4.5 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ 未満の値が得られた。m-SKT4は炭素と強い引力相互作用を持つ $V^{23)}$ が添加されており、炭素と V の相互作用により固溶炭素の影響が高い P まで維持されたと考えるが、詳細は不明である。以降の解析では、m-SKT4の固溶炭素の影響を受けない真の転位密度が $4.5 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ と仮定し、固溶炭素の影響が小さく、残留オーステナイトも完全に分解していると考えられる $P > 16000$ 以上のデータを用いて解析する。

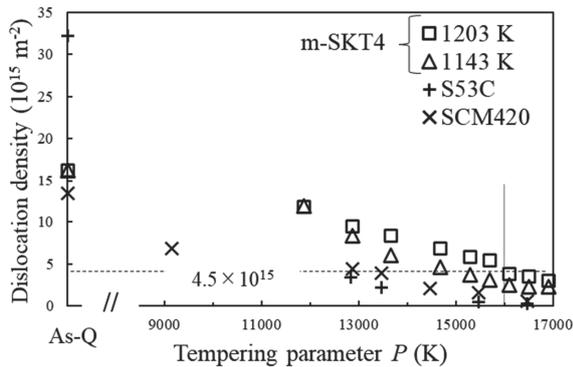


Fig. 12 Variation of dislocation density in m-SKT4, S53C and SCM420 as a function of tempering parameter.

4.2 強度と転位密度の関係

本研究では焼戻し軟化抵抗の強度指標として硬さ (Fig. 7,8) を用いて評価した。まず、修正法から得られた転位密度を用いて硬さとの関係を議論する。Fig. 13 (a) にピッカース硬さと転位密度の平方根との関係を示す。オーステナイト化温度によらず硬さの広い範囲でBailey-Hirschの関係²⁴⁾が成立する。したがって、焼戻しに伴う硬さ変化は主に転位強化量の変化であり、オーステナイト化温度の上昇に伴う硬さの増加 (Fig. 7, 8) は主に転位密度の違いに帰着できると考える。

最近の研究では転位強化量に対し転位の性質や弾性応力場も影響することが報告されている²⁵⁻²⁷⁾。本研究でも

Fig. 13 (a) の関係を詳細にみると非線形性が示唆され、この理由について転位強化の理論式から考察する。

m-SKT4における転位の配置パラメータ M^* は、 $16000 < P < 18000$ の範囲で約1、 $P \geq 18000$ の範囲で0.9程度であり、ラス内部の転位分布は概ねランダムであると考えられる。よって、転位の構造を3次元格子モデル²³⁾で仮定し、その時の転位強化量は以下のように表される²⁷⁾。

$$\Delta\sigma = 2M\beta Gb \sin\theta \times \frac{\sqrt{\rho}}{\sqrt{3}} \quad (2)$$

M はTaylor因子、 β は線張力係数、 G は剛性率、 b はバーガースベクトルの大きさ、 θ は転位の張出角度、 ρ は転位密度である。線張力係数 β は次式で表される。

$$\beta = \frac{1}{4\pi k} \ln\left(\frac{R}{R_0}\right) \quad (3)$$

R は転位の弾性応力場半径、 R_0 は転位芯半径、 k は転位係数で、バーガースベクトルと転位線ベクトルの成す角度で決まる定数である。詳細は先行研究²⁷⁾に譲るが、林立転位により転位がピン止めされ、張出した際の転位性質の変化と異符号の転位間の相互作用を考慮したモデルで線張力係数 β_{70} を計算した。張出角を 70° ²⁷⁾、 R_0 は 0.5 nm ²⁸⁾、転位が張出す前のバーガースベクトルと転位線ベクトルの角度は修正法から得たらせん成分の割合 S (Fig. 14)を用いて算出した。本計算で得られた β_{70} の範囲は $0.25 \sim 0.44$ である。

式 (2) を用いるため、硬さから降伏強度 (0.2%耐力)

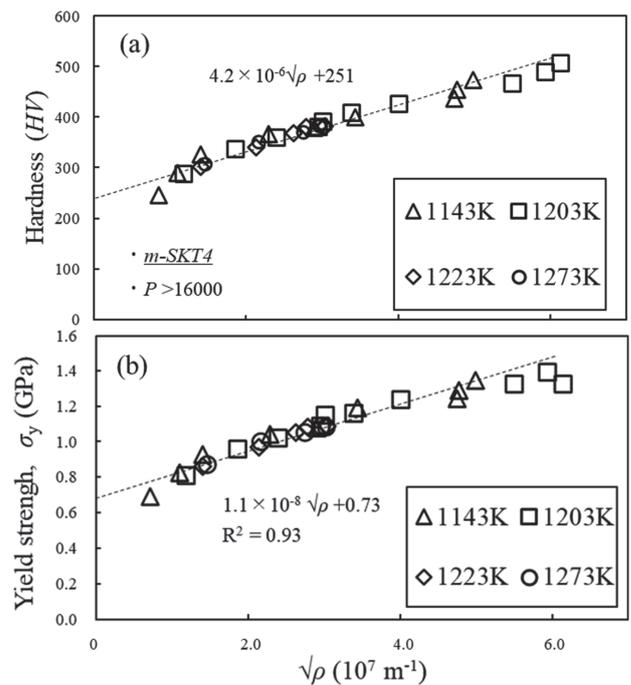


Fig. 13 Relation between (a)Vickers hardness, (b)yield strength and square root of dislocation density in m-SKT4.

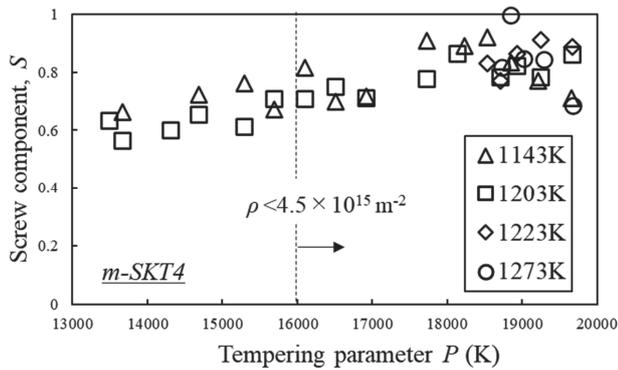


Fig. 14 Variation of screw component as a function of tempering parameter.

への換算を行なう。換算式は以下の式²⁹⁾を用いた。

$$\sigma_y = 0.29 \times HV \quad (4)$$

ここでHVの単位はSI単位である。m-SKT4の一部の試験片について、JIS 14A号（平行部直径6 mm、標点長さ30 mm）、初期ひずみ速度 $4.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の室温引張試験を実施し、式(4)の妥当性を検証した。HV = 287~508において、式(4)の換算値は誤差-9~5%の範囲で一致した。したがって、本研究では式(4)を用いてm-SKT4の硬さを降伏強度に変換することは妥当であると判断する。なお、換算に用いたデータにおいて、X線回折から得られる残留オーステナイト量はほぼ0であり、強度に対する残留オーステナイトの影響は無視できると考える。

Fig. 13 (b) に降伏強度と転位密度の平方根との関係を示す。ここでは、実測した降伏強度と換算値を区別せずプロットしている。Fig. 13 (b) から得られた見掛けの傾きは赤間ら³⁰⁾の冷間圧延した鉄の降伏強度と $\sqrt{\rho}$ の傾き 1.8×10^{18} と概ね一致した。さらに、Fig. 15に降伏強度を $\beta_{70}\sqrt{\rho}$ でプロットした結果を示す。Fig. 13 (b)と比較し高い相関を得た。このことはm-SKT4の転位強化に対し、転位密度に加えて線張力係数の変化も考慮する必要が

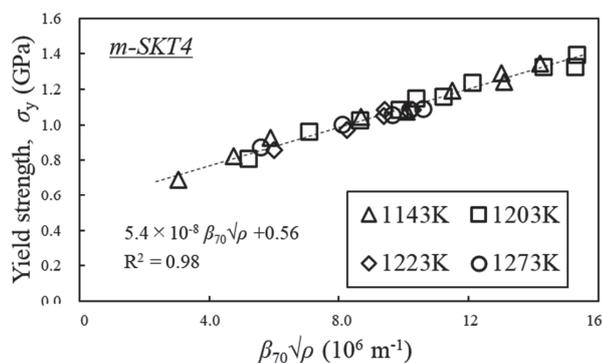


Fig. 15 Modified Bailey-Hirsch relation in m-SKT4.

ある²⁵⁻²⁷⁾ことを示唆している。これらの解析結果から、 $P > 16000$ のm-SKT4の強度変化は主に転位強化が支配的であると推定する。

4.3 転位密度の減少に与えるオーステナイト化温度の効果

4.2節では、焼戻しに伴う強度変化は転位強化が支配的であると推定した。本節では、強度を支配する転位密度の減少に対する要因を考察する。吉田らは転位密度の減少速度に与えるブロック径の影響⁵⁾を報告した。吉田らの仮説では、転位の上昇運動に対し、炭化物（析出物）が転位運動の抵抗となり、ブロック径の増加により、転位1本が接触する炭化物数が増加することで転位密度の減少が抑制される。具体的には、後述する転位密度の減少係数 m がブロック径の逆数に比例する⁵⁾ことを示している。本研究では、この仮説について検証する。

まず、吉田らの仮説では転位の上昇運動に対する抵抗として、「炭化物」の存在が前提条件である。Fig. 10に示したように極低炭素鋼Fe-18Niにおいて、オーステナイト化温度を1173 Kから1323 Kに上昇させても、転位密度の減少挙動はほとんど変化しなかった。この結果から、吉田らが提案するように転位密度の減少に対し炭化物が影響すると考えられる。

次に、893 Kの等温保持試験の結果（Fig. 8,9）から得られた転位密度の挙動を次式の微分方程式³¹⁾に基づいて解析する。

$$\frac{d\rho}{dt} = -m(\rho - \rho_{\infty})^n \quad (5)$$

ρ は転位密度 (m^{-2})、 t は時間 (s)、 m は転位密度の減少係数、 ρ_{∞} (m^{-2})は無限時間焼戻した時の転位密度 (10^{-10} m^{-2} と仮定³²⁾する)である。 n は転位密度の減少機構に依存する指数であり、転位の上昇運動により転位が粒界へ吸収される場合は $n=1$ 、転位の上昇運動による異符号の転位対の合体消滅する場合は $n=2$ とモデリングされている³³⁾。m-SKT4を解析した結果、 $n=2$ の場合の相関係数が高い結果が得られた⁵⁾ことから、 $n=2$ の転位密度の減少係数 m を求めた。なお、Fig. 14に示した通り、焼戻しパラメータの増加に伴い、らせん成分の割合 S は増加し、刃状成分は減少する^{5,21)}。刃状転位はらせん転位と異なり、空孔と相互作用するため³⁴⁾、刃状転位の上昇運動とそれに伴う刃状転位対の合体消滅が、転位密度の減少の過程となると考えられる。

Fig. 16 (a) ~ (c) に893 Kの等温加熱試験から得られた減少係数 m を示す。Fig. 16 (a) はオーステナイト化温度、(b) はマルテンサイトのブロック径の逆数、(c) オーステナイト化時の固溶V量（計算値）で m 値をプロットしている。なお、(b)における1223 Kのブロック径はEBSD測定を実施していないため、Fig. 6の結果から得られる旧

オーステナイト粒径とブロック径の関係から内挿した値である。

Fig. 16 (a) より、オーステナイト化温度の上昇に伴い m 値は減少し、炭化物の固溶限温度を超えると m 値の変化は飽和する。一方で Fig. 16 (b) に示すように、 m をブロック径の逆数でプロットすると、見掛け上ブロック径のわずかな変化で m が減少することになる。加えて、ブロック径の大きいベイナイトとブロック径の小さいマルテンサイトの m 値を統一的に整理することできない。以上、①減少係数 m の炭化物の固溶限温度以上のオーステナイト化温度に対する変化の飽和、②ブロック径の逆数に対する m 値の傾き、③ベイナイトとマルテンサイトの m 値の比較、これら3点を考慮すると、m-SKT4における1143~1273 Kのオーステナイト化温度の影響は、組織寸法の効果より

も固溶元素（あるいは二次炭化物）の効果⁶⁻⁹⁾の方が相対的に大きい (Fig.16 (c)) と推定する。

3.1で示したように、平衡計算および各種パラメータの挙動から、1143~1273 Kの範囲でオーステナイト化時の固溶元素量は増加すると判断した。具体的には固溶V量は約0.037%増加する (Fig. 3)。このV量の変化は見掛け上小さいが、西田らの実験結果⁶⁾ (文献6のFig.1) の923~973 Kの焼戻し範囲において、0.15%C-0.111%V鋼の焼戻し硬さは、0.17%C-0.075%V ($\Delta V = 0.036\%$) よりも $\Delta HV \approx 20\sim 30$ 程度高い。西田らは転位密度を定量化していないが、4.2で示したように硬さと転位密度には相関があることから、このような微量なV量の増加でも焼戻し軟化抵抗は向上すると考えられる。また、Michaudらが指摘しているように、熱間工具鋼において、オーステナイト化温度を上昇させることは一次炭化物を固溶させ、焼戻しにおける二次炭化物の体積率を増加させる³⁵⁾。したがって、オーステナイト化時の固溶元素の増加とそれに伴う焼戻し時の二次炭化物の増加により、転位と接触する炭化物数⁵⁾が増加し、刃状転位の上昇運動に対する抵抗力が向上したと推測する。なお、本研究は二次炭化物量を直接定量化していないため、二次炭化物の定量化は今後の課題とする。

5. 結言

熱間鍛造用型鋼SKT4の改良鋼 (m-SKT4) の焼戻し軟化抵抗に与えるオーステナイト化温度の影響を、組織寸法と固溶元素（あるいは二次炭化物の析出）の観点から検証した。以下に、本研究で得られた結論を示す。

(1) 平衡計算から得られたm-SKT4の炭化物の固溶限温度1194 Kを挟む1143~1273 Kのオーステナイト化温度で焼入れした結果、マルテンサイト中には平衡濃度に近いVが観測された。また、オーステナイト化温度の上昇に伴う M_s 点、残留オーステナイト量および焼入れまま硬さは、炭化物の固溶限温度を境界として変化が飽和する典型的な挙動を示した。したがって、本研究のオーステナイト化温度範囲において、m-SKT4は平衡計算に近い固溶状態が達成されていると総合的に判断した。

(2) m-SKT4において、オーステナイト化温度の上昇に伴い焼戻し軟化抵抗（硬さ）が向上すること、および転位密度の減少が抑制されることを確認した。硬さと転位密度の間にはBailey-Hirschの関係が成立すること、および線張力係数の効果を取り入れた解析から、高温焼戻し後のm-SKT4の強度変化は主に転位強化が支配的であると推定した。

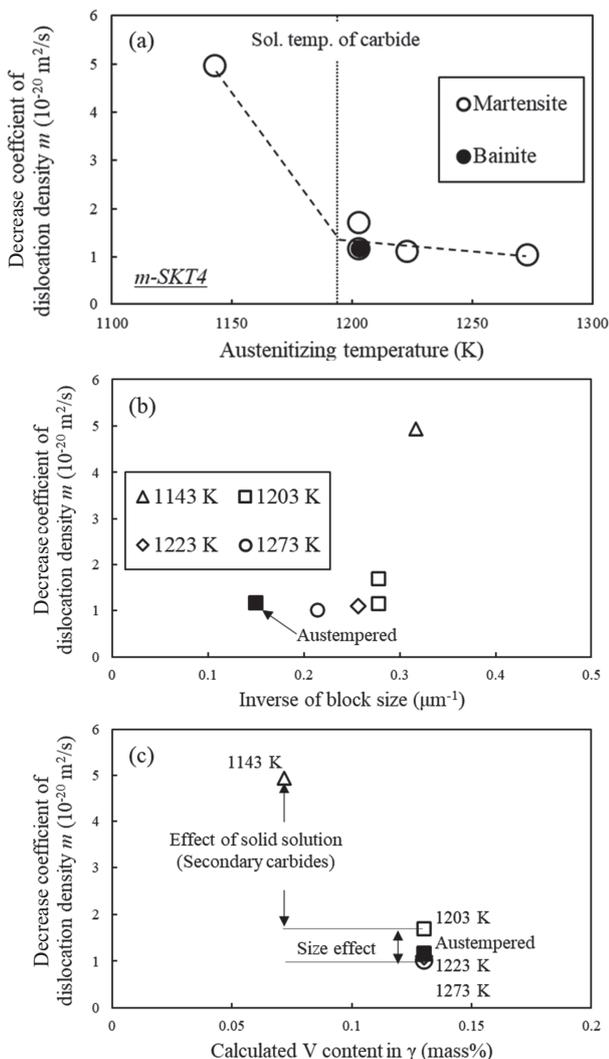


Fig. 16 Variation of decrease coefficient of dislocation density m obtained from Fig. 8(b) as functions of (a) austenizing temperature, (b) inverse of block size and (c) calculated V content in austenite. Note that block size austenitized at 1223 K is interpolated from Fig. 6.

(3) 893 Kの等温保持試験の結果に対して速度的解析を行ない、転位密度の減少係数 m を求めた。オーステナイト化温度の上昇に伴い減少係数 m は減少した。次の3点を考慮すると、減少係数 m に対するオーステナイト化温度の影響は、ブロック径の効果よりも固溶元素量の増加に伴う焼戻し時に析出する二次炭化物量の増加の効果の方が相対的に大きいと結論した。

- ①オーステナイト化温度に対する減少係数 m の変化は、炭化物の固溶限温度を超えると飽和する。
- ②ブロック径の逆数でプロットすると、見掛け上ブロック径のわずかな変化で m が減少する。
- ③オーステンパー処理した粗大なブロック径のベイナイト組織の減少係数 m は、ブロック径の小さいマルテンサイトと変わらず、ブロック径の効果だけでは減少係数 m を説明できない。

謝辞

本研究のラインプロファイル解析と強化機構に関して、九州大学の高木節雄名誉教授、および東京都市大学の熊谷正芳教授から多大なご指導とご助言を頂きました。お二方との出会いが無ければ、本論文を完成することはできませんでした。この場を借りて心より謝意を表します。

参考文献

- 1) R A. Mesquita: *Tool steels – Properties and Performance*, Taylor & Francis, (2017), 35.
- 2) 森下弘一, 鈴木寿之: 塑性と加工, 45(2004)520, 310.
- 3) 岡島琢磨, 大江彰平, 吉田広明, 五十川幸宏, 石川孝司: 電気製鋼, 82(2011)2, 125.
- 4) S. C Kennett, G. Krauss, K.O. Findley: *Scr. Mater.*, 107(2015), 123.
- 5) 吉田晋士, 荒井勇次, 原卓也, 加藤雅治: 鉄と鋼, 106(2020)10, 757.
- 6) 西田卓彦, 谷野満: 日本金属学会誌, 29(1965)7, 728.
- 7) M. Tanino, K. Aoki: *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, 8(1968)5, 337.
- 8) J. Klemm-Toole, J. Benz, S. W. Thompson, K. O. Findley: *Mater. Sci. Eng. A*, 763(2019), 138145.
- 9) 張咏杰, 趙超, 佐藤充孝, 宮本吾郎, 古原忠: 鉄と鋼, 106(2020)6, 362.
- 10) 城代哲史, 石田智治, 猪瀬匡生, 藤本京子: 鉄と鋼, 99(2013)5, 362.
- 11) T. Ungár; A. Borbély: *Appl. Phys. Lett.*, 69(1996), 3173.
- 12) 増村拓朗, 高木節雄, F. Jiang, 土山聡宏, 鉄と鋼, 104(2018)11, 717.
- 13) F. Jiang, K. Hirata, T. Masumura, T. Tsuchiyama, S. Takaki: *ISIJ Int.*, 58(2018)2, 376.
- 14) W. A. Rachinger: *J. Sci. Instrum.*, 25(1948), 254.
- 15) 牧正志: 山陽特殊製鋼技報, 2(1995)1, 2.
- 16) 山崎重人, 今村亮祐, 光原昌寿, 池田賢一, 波多聰, 中島英治, 渡辺肇, 金谷章宏: *Proc. Mater. Mech. Conf.*, 2011, JSME, Tokyo, (2011), OS0205.
- 17) 増村拓朗, 高木節雄, 土山聡宏: 鉄と鋼, 106(2020)3, 183.
- 18) H. Dannoshita, H. Hasegawa, S. Higuchi, H. Matsuda, W. Gong, T. Kawasaki, S. Harjo, O. Umezawa: *Mater. Sci. Eng. A*, 854(2022), 143795.
- 19) T. Masumura, K. Inami, K. Matsuda, T. Tsuchiyama, S. Nanba, A. Kitahara: *Acta Mater.*, 234(2022), 118052.
- 20) 岩村真歩, 塚原真宏, 井戸原修, 三阪佳孝, 高木節雄: 鉄と鋼, 107(2021)10, 853.
- 21) 増村拓朗, 浦中祥平, 松田恭輔, 高木節雄, 土山聡宏: 鉄と鋼, 106(2020)11, 826.
- 22) H. Uchima, M. Kumagai, J. Shimbe, A. Tanabe, Y. Mizuno, Y. Onuki: *ISIJ Int.*, 62(2022)5, 998.
- 23) T. Nishizawa, K. Ishida, H. Ohtani, C. Kami, M. Suwa: *Scand. J. Metall.*, 20(1991), 61.
- 24) J. E. Bailey, P. B. Hirsch: *Philos. Mag.*, 5(1960)53, 485.
- 25) 高木節雄: 鉄と鋼, 105(2019)10, 941.
- 26) 中川康太郎, 林桃希, 高野(佐藤)こずえ, 松永裕隆, 森広行, 北原周, 小貫祐介, 鈴木茂, 佐藤成男: 日本金属学会誌, 84(2020)12, 374.
- 27) 高木節雄: 溶射, 62(2025)1, 35.
- 28) 高木節雄, 塚原真宏, 井戸原修, 三阪佳孝: 材料, 74(2025)1, 33.
- 29) 高木節雄: 溶射, 61(2024)2, 88.
- 30) 赤間大地, 土山聡宏, 高木節雄: 材料, 66(2017)7, 522.
- 31) F. J. Humphreys, M. Hatherly: *Recrystallization and related annealing phenomena* 2nd ed., Elsevier Science Ltd, Oxford, (2002), 133.
- 32) 加藤雅治: 入門 転位論, 第6版, 裳華房, 東京, (2007), 67.
- 33) R. Sandström: *Acta Metall.*, 25(1977)8, 897.
- 34) 美浦康宏: までりあ, 45(2001)5, 371.
- 35) P. Michaud, D. Delagnes, P. Lamesle,

MH. Mathon, C. Levallant: *Acta Mater.*,
55(2007)14, 4877.

■ 著者



三浦 滉大



館 幸生



澤田 俊之