

高速度工具鋼の炭化物の形態解析と制御に関する研究

福元, 志保

<https://hdl.handle.net/2324/6787566>

出版情報 : Kyushu University, 2022, 博士 (工学), 課程博士
バージョン :
権利関係 :

高速度工具鋼の炭化物の形態解析と制御に関する研究

令和5年3月

福元 志保

目次

第1章 緒論	1
1.1 高速度工具鋼開発の歴史	1
1.2 高速度工具鋼における共晶炭化物	2
1.3 高速度工具鋼製切削工具の炭化物の役割	6
1.4 研究の方向性と本論文の構成	7
参考文献	10
第2章 高速度工具鋼の共晶炭化物に及ぼす合金元素の影響	14
2.1 緒言	14
2.2 共晶炭化物の形態解析の事前検討	15
2.2.1 実験試料および方法	15
(1) 実験試料	15
(2) 実験方法	16
2.2.2 実験結果および考察	16
2.3 共晶炭化物の形態解析	17
2.3.1 実験試料および方法	18
(1) 実験試料	18
(2) 実験方法	19
2.3.2 実験結果および考察	20
(1) 光学顕微鏡による鑄放し組織の観察	20
(2) FE-EPMA および X線回折による炭化物の解析	22
(3) 液相面状態図による共晶反応解析	30
(4) 共晶炭化物の種類と形態	35
(5) 共晶反応終了温度直上の共晶組織	39
2.4 結言	43
参考文献	44

第 3 章 高速度工具鋼の共晶炭化物に及ぼす熱処理の影響	45
3.1 緒言	45
3.2 実験試料および方法	45
3.2.1 実験試料	45
3.2.2 実験方法	47
3.3 実験結果および考察	48
3.3.1 光学顕微鏡による熱処理組織の観察	48
3.3.2 FE-EPMA および X 線回折による炭化物の解析	50
(1) 組織解析	50
(2) 高温保持中の炭化物の変化	57
3.3.3 共晶炭化物の種類と形態の影響	59
3.4 結言	62
参考文献	63
第 4 章 高速度工具鋼のベラーグ形成に及ぼす MC 炭化物の影響	64
4.1 緒言	64
4.2 実験試料および方法	64
4.2.1 実験試料	64
4.2.2 実験方法	66
(1) 切削試験	66
(2) VC 炭化物酸化試験	66
4.3 実験結果および考察	68
4.3.1 刃先すくい面の解析	68
4.3.2 VC 炭化物の酸化現象	74
4.3.3 すくい面の損傷面の TEM 観察	77
4.3.4 乾式切削試験による工具摩耗評価	80
4.4 結言	83
参考文献	84
第 5 章 総括	85
謝辞	87

第 1 章 緒論

1.1 高速度工具鋼開発の歴史

金属の切削加工に必要な工作機械の代表である旋盤の歴史は古い。1500 年レオナルド・ダビンチが描いた旋盤の素描が近代の旋盤の構造に似ている¹⁾。

水力を駆動源とする紡績機の発明から始まった産業革命以降繰り返された革新の波は Kondratiev の波と呼ばれており、鉄鋼生産に関わる革新は第 3 の波と評されている^{2,3)}。この水力駆動を得たことにより旋盤を代表とする工作機械の発展が始まった。18 世紀初め頃の切削工具の材質は、イギリスの Sheffield で製造された工具の分析によれば炭素鋼であった。用途に応じて添加される C 量が使い分けされていた^{4,5)}。その後、Faraday が炭素鋼に合金を添加し、刃物としての評価が進められて、Mushet が合金鋼を中心に研究を進め、W と Mn を多く含む Mushet 鋼と呼ばれる後の高速度工具鋼に繋がる自硬性鋼を発見し、切削工具用鋼材として広まった^{6,7)}。

Bethlehem Steel の F.W.Taylor^{8,9)}らが、Mushet 鋼と比較し、合金配合を最適化した合金鋼の焼入れ温度を固相線（融点）直下に設定すると、刃先が赤熱状態となっても切削可能であることを 1900 年のパリ万国博覧会で実演した。これが高速度工具鋼の発見、発明であった¹⁰⁻¹³⁾。19 世紀末から 20 世紀初めにかけて、発明された高速度工具鋼は、この鋼の特性を必要とする切削工具や工作機械として飛躍的に発展を遂げることになった。この融点直下の処理を Le Chatelier は高速度工具鋼の熱処理作業者の幸運な誤った熱処理¹⁴⁾、Taylor は単なる事故(a mere accident)であったと表現している¹⁵⁾。Becker によれば Taylor がこの発明の後に考案した Shop Management の概念¹⁶⁾を完成させるためには高速度工具鋼が必要なものであったと述べている¹⁷⁾。この鋼は切削速度を高め、切削加工の効率を高めることに特長があったために、安定した加工が可能となるように工作機械の構造、駆動源であった電動モーターおよび制御の改良が進み、この鋼の特徴を生かした工作機械による工業生産は発展を遂げた^{18,19)}。特に工作機械に関しては、1905 年から 1915 年にかけて、工場内で共有されていたモーター駆動源の進歩による貢献が大きい^{20,21)}。建物内の生産形態に適合した機械毎に駆動モーターの設置が進み、駆動力が大きく、高速まで回転制御が可能な直流モーターの適用が広まったことによる効果大きい²²⁾。

高速度工具鋼が世に周知されると、特殊鋼会社 Böhler をはじめとする様々な特殊鋼メーカーが研究を開始し^{23,24)}、O. A. Böhler は 1904 年に W 鋼と高速

度工具鋼のオーステナイト化温度を変えると冷却時の変態点が異なることを明らかにし、Taylor が考案した鋼の光学顕微鏡組織を報告している²⁴⁾。なお、1903年のHadfieldの報告によればOsmondが1890年にFe-C-W合金鋼が600°Cで焼戻されると、この鋼の硬化現象が確認されたという会話がHadfieldとOsmondの間で交わされた²⁵⁻²⁷⁾。この高速度工具鋼は、工作機械用の切削工具として大量に使われ始め、自動車を代表とする大量生産方式を支えるための不可欠な鋼材となり²⁸⁾、大量生産が行われる建物自体を、製品の工程毎の製造効率を上げるだけでなく、工場内の材料の流れ改善や建物の設計改善を可能とする「Master Machine」と定義されるに至った²⁹⁾。

1940年代までに高速度工具鋼の基本的な研究³⁰⁻³²⁾がなされ、1960年代には切削工具に必要な硬さ、耐久性を実現させる主要な合金元素であるCr, W, VおよびCの性能に関する多くの研究³³⁾が進み、多種の高速度工具鋼が用途や加工費用に応じて使い分けされるようになった。1900年には代表的な添加合金元素としてWが多く添加されていたが、1940年代までにWの一部をMoへ置き換えを可能とするための基礎研究も進んできた³⁴⁾。Thalinerによれば、MoやVは当時高価であり、鋼に添加する元素としては一般的な元素ではなかった³⁵⁾。米国では高速度工具鋼の組成規格は頻繁に修正されており、米国政府機関OPM局よりWからMoへの置換えの指導があり、Allegheny Ludium社は高速度工具鋼AISI M1、Cleveland Twist Drill社はAISI M2、Vanadium Alloy Steel Company社とCrucible Steel社はAISI M3の特許使用権を全ての製造会社へ無償で提供すると決定したと当時の業界誌が報じている³⁶⁾。なお、Böhler社はW節約のため、1916年よりM1とM2に類似した高速度工具鋼を製造していたことを100周年誌で明らかにしている³⁷⁾。Crucible Steel社でのWからMoへの置換え例としては、AISI M10が開発されたとされる³⁸⁾。

1.2 高速度工具鋼における共晶炭化物

1910年にW系のAISI T1、すなわちJISでいうSKH2に相当する基本組成が一般化され^{39,40)}、Cohenらによって、オーステナイト化温度からの焼入れ、その後の焼戻し、サブゼロ処理によって得られる特性についてそれぞれ研究が進められた⁴¹⁾。また、武田⁴²⁾、村上、八田⁴³⁾およびKuo⁴⁴⁾によって、液相から δ 相が晶出し、 δ 包晶反応と M_6C 共晶反応、 δ 共析反応に関する研究が行われた。AISI T1の凝固過程の解析以降、高速度工具鋼の凝固組織の解析は盛んにおこなわれてきた。鑄放し組織に含まれる共晶炭化物には合金組成によって、 M_6C ⁴⁵⁾、 M_2C ⁴⁶⁾、 MC ^{46,47)}が晶出することが知られている。 M_6C 、 MC は安定

な炭化物である。M₆Cはスケルトン状，MCは塊や層状，M₂Cは層状や羽毛状の形態を示す。M₂Cは不安定な炭化物とされ，そのほとんどが分解の過程によって微細化⁴⁶⁾する。一方，共晶炭化物における合金元素の影響も明らかとされている。M₂Cを安定化させる元素はC，V，MoおよびCoであり，逆にM₂Cの分解を促進し，M₆Cを安定化させる元素はSi,NおよびWである⁴⁸⁻⁵⁰⁾。また，AISI M7を基本とする鑄放し組織に含まれるM₂C共晶炭化物については，その基本的な構成と挙動について研究が進んでいる⁵¹⁾。さらに，Co無添加の高速工具鋼の共晶炭化物の形態に及ぼすW，Mo，VおよびNbの影響についての解析も進められている⁵²⁾。

1960年代になると航空機エンジン部品などの難削材切削用に超硬と並行して高性能材のニーズが高まり，65HRCの硬さが得られるSKH50相当のAISI T15⁵³⁾が用いられるようになった。また，T15よりも高い硬さの68~70HRCで高いじん性が得ることを特長とするSKH59相当のSuper High Speed Steelと称するAISI M42^{54,55)}も開発された。この鋼の鑄放し組織はデンドライトと炭化物の共晶組織で構成されている。鋼材のオーステナイト化温度での未固溶炭化物の形態は鑄放し組織に含まれる共晶炭化物に依存することが知られており，この形態は熱間加工によって均一に分散されにくいことが知られている⁵⁶⁾。なお，この分布を微細化させる理想の鑄造プロセスが粉末ガスアトマイズ法であり⁵⁷⁻⁵⁹⁾，1970年に商業生産が開始された。しかし，Cや炭化物形成元素の添加量が適切でないと，鋼材の用途に合った焼戻し後の硬さが得られにくくなったり，焼入れ後に残留オーステナイトが分解しにくくなったり，じん性が低下することになる。そのため，適切なC量の概念を取り入れた合金設計が考案された^{60,61)}。さらに，焼入れ後の焼戻し処理によって，最適な硬さとじん性の調整がなされ，切削工具の使用条件に依存する刃先の摩耗と欠けが抑制されるなど，工具としての耐久性の改良が図られてきた⁶²⁾。

以上述べてきたMushet鋼から高速工具鋼の発見に至り，その後の基本的な合金系の発明，発見について時系列に示した沿革を，Fig. 1.1に示す。高速工具鋼の発見に伴い，焼入れの際の γ 化温度の目安となる溶融開始温度の経験式も考案された。このC当量や溶融開始温度が合金の配合の目安となって，特性の改良が進められてきた⁶¹⁾。用途に求められる硬さは様々で，特に硬さが68HRCを超えるような組成を見出したとしても，鑄放し組織に含まれる共晶炭化物が安定で，分解がほとんど進まない場合には，鋼材に破砕が不十分な大きな棒状の炭化物が残留してじん性を低めてしまう^{63,64)}。刃先の欠けや工

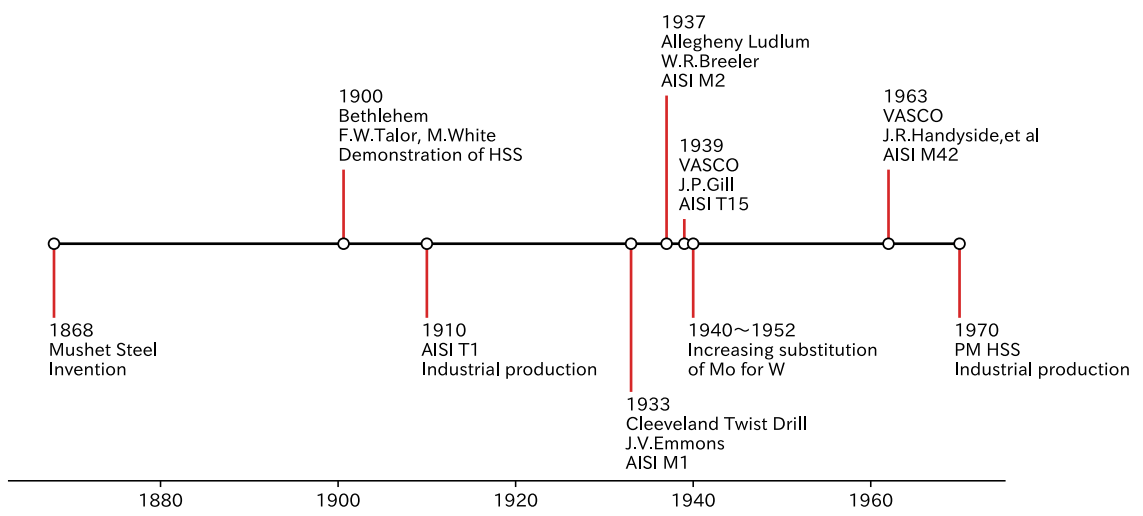


Fig 1.1. History of high-speed tool steel for invention.

具の割れの現象に関するじん性の影響については、オーステナイト (γ) 化温度での γ 基地に固溶していない未固溶の炭化物が、その寸法や分布によっては、有害となることが知られている⁶⁴⁾。高いじん性が必要とされる冷間鍛造用の高速度工具鋼ではこの未固溶の炭化物量を低めてじん性の改良が行われてきた⁶⁵⁻⁶⁷⁾。これらの改良鋼は、硬さよりもじん性を優先しているため、刃先の耐摩耗性を優先する用途には従来の鋼が用いられる。つまり、高速度工具鋼の性能向上や組織制御のためには、まず、凝固過程で生ずる共晶反応における各合金元素の影響を把握する必要がある。そのため、適切な C 量の概念を取り入れた合金設計の手法 (C 当量設計) が考案されており、同時に焼入れ時の γ 化温度の目安となる溶融開始温度の経験式も提案され、この C 当量や溶融開始温度が合金元素の配合の目安となって、特性の改良が進められてきた。それによって、実験と合わせて計算状態図を援用した凝固過程の解析が必要である。例えば、共晶炭化物である M_6C については、その凝固過程の解析とその制御を中心に研究が行われてきたが、近年、さらなる性能の向上を目的として、 M_6C より M_2C の制御を目的とする傾向が強くなっている。より高い 68~70HRC の硬さを得るためには、種々の合金組成の鋼材における M_6C 、 M_2C 、一部に MC を含む共晶炭化物の形態とその高温での安定性について比較することや、共晶炭化物の形態について解析を行う必要がある。 M_2C はこれまで鋼材の熱間加工や焼入れの γ 化温度での保持に対して分解されやすいとされ、例えば、AISI M2 や M42 を用いた高温保持後の M_2C 炭化物の分解挙動が EPMA で確認されている^{68,69)}。

しかし、 M_2C の安定性は十分解明されているとは言い難く、 M_2C の高温での分解挙動を把握する必要がある。さらに、高速度工具鋼においては焼入れ・焼戻しによる組織制御が必須である。高速度工具鋼の用途に求められる特性は様々であり、焼入れ・焼戻し後の硬さや耐摩耗性だけでなく、衝撃試験による衝撃値⁷⁰⁾や回転曲げ疲労試験による疲労強度⁷¹⁾等でも評価されている。C や炭化物形成元素の添加量の不適切な調整は、焼入れ後の残留オーステナイトの過多や焼戻し後の硬さの低下を招く恐れがある。例えば、硬さが 68HRC を超えるような組成を見出したとしても、鑄放し組織に含まれる共晶炭化物が安定で、熱処理中に分解がほとんど進まない場合には、破碎が困難な粗大な棒状の炭化物が残留してしまい⁶³⁾、鋼材の場合には疲労強度やじん性を低めてしまう^{64,71)}。特に疲労強度に対しては、共晶炭化物の層間隔が微細であることが望ましいとされているが、68~70HRC の硬さが得られる高速度工具鋼の共晶炭化物の層間隔について解析された報告例は見当たらない。さらに、金属組織

やじん性などの基礎特性に影響を及ぼす合金元素の影響について評価する際に、合金組成によって硬さが変化してしまうと適切な比較が行えなくなるため、使用時の想定される硬さに揃えて合金元素の影響について考察する必要がある、本研究でもこの点に十分留意して研究を行った。

1.3 高速度工具鋼製切削工具の炭化物の役割

高速度工具鋼の組織は、オーステナイト化温度ではオーステナイトと未固溶の硬質な炭化物で構成されている。工具寿命を評価する上で、この組織と耐摩耗性の関係について評価し、耐摩耗性に寄与する因子を見出すことが重要である。高速度工具鋼を使用した切削工具の寿命を向上させるためには、例えば炭素を増量し、焼入れ・焼戻し硬さと焼戻し軟化抵抗を高めることによって工具寿命が増加することが知られている⁷²⁾。しかし、さらに切削工具として必要な耐摩耗性および工具寿命を伸ばすためには、従来の大気溶解法による高速度工具鋼と比べて、より均一で微細、かつ多量の硬質炭化物を含ませることが可能な粉末冶金法が有効であると考えられる^{73,74)}。粉末冶金法で適切な炭素量に調整した高 C 高 V 系粉末高速度工具鋼は 70HRC 以上の高い焼入れ・焼戻し硬さが得られ、切削性能が大気溶解法によって製造した SKH57 対比で約 10 倍以上の高性能を示すことが確認されている⁷⁵⁾。しかしながら、V 添加は高濃度になるほど添加量に見合った耐摩耗性が得られないこと、さらにオーステナイト基地中の W, Mo の固容量の増量は焼戻し硬さを高めるが、V の増量は熱間加工性と機械的性質を低下させ、硬さを上昇させないことが報告されている⁷⁶⁾。

一方、工具寿命を高める他の手法として、炭素や炭化物形成元素を増量すること以外に、高硬度が得られる Ti や Al の窒化物系薄膜の PVD 処理 (Physical Vapor Deposition) により刃先母材の特性は生かしながら耐摩耗性を改善する手法も実用化されている。TiN や TiAlN は高速度工具鋼に一般的に含まれる MC や M₆C の硬度より硬く⁷⁷⁾、約 3000HV を有している。また、TiAlN では TiN より酸化開始温度が 250°C 高いため、それが工具の優れた耐熱性や耐摩耗性を高めるのに寄与していると考えられている⁷⁸⁾。工具の用途によっては、使用中に PVD 被膜が剥離や摩滅した場合に、耐摩耗性を刃先に求められることもある。

さらに切削においては、刃先の合金元素の最適化や表面改質処理に加え、被削材側にも切り屑が分断されるなどの優れた処理性や、切削後の被削材の加工面の平滑性などの性能が要求される。これらの性能向上のために、被削材に低

融点の鉛を単体で分散させる手法が広く使用されてきたが、環境への配慮から、鉛の代わりに Mn 系硫化物が利用されている⁷⁹⁾。さらに被削材に含まれる非金属介在物や固溶元素が切削中に工具刃先に付着することにより刃先を保護する機能を有するベラーク (Belag) も知られている⁸⁰⁾。被削材に含まれる Al が酸化物として形成され、ベラークとして付着し、工具の逃げ面摩耗の進行が抑制されることが報告されている⁸¹⁾。また、条件が限られるが被削材に含まれる Mn と Si により融点が高い Mn-Si 系酸化物のベラークを形成し、潤滑性を向上させることも確認されている⁸²⁾。以上のように、刃先の保護膜として被削材から供給される元素の酸化物について研究が進んでいるが、刃先の材質から供給される元素についても議論する必要がある。このような元素の挙動について解析された例は見当たらない。また、焼入れ後においても高速度工具鋼に残存する未固溶炭化物量とその分布、ならびに基本的な連続切削による切削工具の摩耗量と基地の組成の相関関係については、近年、解析が試みられてきた⁸³⁾。本研究でも同様に連続切削による切削工具の摩耗量と刃先の損耗について研究を行った。

1.4 研究の方向性と本論文の構成

上述するように、高速度工具鋼の性質の更なる改善要求に対応するためには、じん性を確保しつつ高い硬さを有する組織を理解する必要がある。そこで本研究では、より高い硬さ 68~70HRC を有する高速度工具鋼の最適な組織を得ることを目的として、まず鑄放し組織における種々の共晶炭化物組織の形態と炭化物に含まれる W, Mo および V 等の元素の分布を調査し、炭化物形態に及ぼす合金元素の影響を実験および熱力学計算から考察した。続いて、熱間加工や焼入れを模した熱処理における炭化物形態の変化を解析することにより、炭化物の高温における安定性や共晶炭化物の組織形態変化について評価した。さらに、高速度工具鋼の切削工具としての性能を利用者の見地から評価する必要がある。切削工具に加工した高速度工具鋼を用いて、切削試験を行うと共に、酸化試験により平衡状態の組織を観察し、この鋼に含まれる V, W および Mo 等の元素の挙動や得られた組織および酸化物について解析することにより、切削摩耗に及ぼす高速度工具鋼の表層部組織の影響について評価した。

これまでに高速度工具鋼に用いられた解析技術は X 線回折法や走査型や透過型電子顕微鏡⁸⁴⁾、アトムプローブ電界イオン顕微鏡の発達によって発展してきたが⁸⁵⁾、極微小領域の高精度元素分析 (電界放射型電子プローブ分析, FE-EPMA) や、電子線回折による結晶構造解析の適用例はまだ少なく、工具性能

に關与する炭化物の役割が十分に理解されているとはいいがたい．高速度工具鋼を代表とする合金にはCr, W, Mo, VおよびCoを代表とするレアメタルが多く使用されている．市場で求められる鋼材の性能を達成するために必要な合金元素とその価値については議論されており⁸⁶⁾，高速度工具鋼でも各合金元素の再評価が求められている．本研究ではこれらを踏まえて，(1)高速度工具鋼の鑄放し組織に含まれる共晶炭化物の形態解析と合金元素の役割について評価し，(2)刃先の摩耗におけるVを多く含むMC炭化物の役割を明らかにする系統的な研究を行うことにより，本高速度工具鋼の用途に応じた組織制御の指針を得ることを目的とした．

本論文は以下の5章から構成されている．

第1章は緒論であり，高速度工具鋼に関する過去の技術的な背景，現在に至るまでの高速度工具鋼の鑄放し組織，熱間加工後の組織における炭化物の既知の挙動について整理した．

第2章では，焼入れ・焼戻し後の硬さを68～70HRCに揃えた高速度工具鋼について，共晶炭化物の濃度分布，形態および体積割合に及ぼす構成元素の影響を調査した．一般的な高速度工具鋼の鑄放し試料には， M_2C ， M_6C およびMC炭化物が観察され，SiやV量を増加すると M_2C 炭化物が増加し，WやV量を増加すると M_6C やMC炭化物が増加した．凝固後の M_2C 共晶炭化物の面積率は，共晶反応直上の液相組成に依存して変化した．また， M_2C 炭化物量が增加するに従い，共晶炭化物の形態が微細な繊維，層状の組織から粗大な層状や羽毛状へ変化すると共に，共晶炭化物の層間隔が大きくなる傾向があった．

第3章では，第2章の鑄放し組織の共晶炭化物の高温における安定性について評価した．1140℃保持すると共晶の M_2C 炭化物は M_6C へ分解するが，一部は安定的に残留した．

第4章では，高速度工具鋼製切削工具の刃先の切削および摩耗機構を解明するため，乾式および湿式で切削試験を行った．また，酸化試験により生成する平衡状態の組織や高速度工具鋼の表層部組織を詳細に観察し，生ずる酸化物の形成機構，ならびに摩耗に対する酸化物の保護作用について考察した．旋盤による乾式での連続切削試験後の刃先のMC炭化物表面にはVとFeを主とする酸化物が形成されていた．この表面は電子線の入射方位が同じにも関わらず点が不明瞭になっており，一部は非晶質状態を示唆するハローパターンを示した．このことから，MC炭化物表面に液相が存在した可能性が示唆された．この液相によって刃先が摩耗に対して保護され，刃先の摩耗を抑制したと考えられた．

第5章は総論であり，本研究の内容と得られた成果をまとめ，切削工具，工作機械に代表される耐摩耗材の発展と材料の生産と使用環境下で発生する二酸化炭素排出量の最適化⁸⁷⁾への貢献を示した．

参考文献

- 1) Rolt, Lionel Thomas Caswell. A short history of machine tools. MIT Press, 1965, Massachusetts, 28.
- 2) A. Tylecote: The Long Wave in the World Economy, Routledge, London, 1992, 188.
- 3) C. Freeman, F. Louçã: As time goes by. From the Industrial Revolutions to the Information Revolution, Oxford University Press, Oxford, 2001.
- 4) L. Beck: 鉄の歴史（中澤護人訳）II-(1), たたら書房, 米子, 1971, 318.
- 5) L. Beck: Die Geschichte des Eisens in technischer und kulturgeschichtlicher beziehung zweite auflage, Friedrich vieweg und Sohn, Braunschweg, 1891.
- 6) F. M. Osborn: The story of the Mushets, Thomas Nelson & Sons, London, 1952.
- 7) R. F. Tylecote: A history of Metallurgy 2nd ed, London Metals Society, 1992, 168.
- 8) D. Neson: Taylor and the rise of scientific management. Madison Univ of Wisconsin Press, Wisconsin, 1980.
- 9) C. P. Neck, G. Bedeian: Journal of Management History, Vol.2, No.2, 1996, 20.
- 10) American Machinist, 1900, August 16, 25-783.
- 11) F. W. Taylor: On Art of Cutting Metals, American Society of mechanical engineers, New York, 1906.
- 12) W. Haufe, Schnellarbeitsstähle und ihre Wärmebehandlung, Carl Hanser Verlag, München, 1951, 10.
- 13) C. R. Simcoe: The Toolmakers, The history of Metals, America, chapter 6, ASM International, Ohio, 2018.
- 14) Henri Le Chatelier: Frederick Winslow TAYLOR A Memorial Volume, The Taylor Society, The Primpton Press, Norwood, MASS USA, 1920, 16.
- 15) Frank B. Copley: Frederick W. Taylor Father of Scientific Management, Volume 2, 1923, 91.
- 16) F. W. Taylor: Shop Management, Harper & Brothers Publishers, New York and London, 1911.
- 17) O. M. Becker: HIGH-SPEED STEEL 1st ed., McGraw-HILL BOOK COMPANY, NEW YORK, 1910, 21.
- 18) N. Rosenberg: The Journal of Economic History, 23(1963), 414.
- 19) N. Rosenberg: Inside the black box. Technology and economics, Cambridge

- University Press, Cambridge, 1982.
- 20) F. W. Geels: *Technology Management*, 28(2006), 445.
 - 21) L. C. Hunter, L. Bryant: *A History of Industrial Power in the United States, 1780.1930: Volume 3: The Transmission of Power*, The MIT Press, Cambridge Massachusetts, 1991.250.
 - 22) C. Robbins: *Trans. ASME*, 32(1910), 165.
 - 23) F. Heifsig: *Stahl und Eisen*, 21(1901), Jan, 26.
 - 24) O. A. Böhler: *Wolfram- und Rapidstahl.*, Dr Ing Disseration, Wien, 1904, 60.
 - 25) R. A. Hadfield: *Alloys of Iron and Tungsten*, Iron and Steel Institute, London, 1903, 58.
 - 26) 三島 徳七: *高速度鋼とその熱処理*, 科学主義工業社, 東京, 1941.
 - 27) 小柴 定雄: *高速度鋼*, 誠文堂新光社, 東京, 1950.
 - 28) W. J. Abemachy, K. B. Clark, A. M. Kantrow: *Industrial Renaissance*, New York, Basic Books, 1983.
 - 29) L. Biggs: *The rational factory Architecture, Technology and Work in America's Age of Mass Production*, Johns Hopkins University Press, Baltimore, 1996.
 - 30) J. V. Emmons: *Trans. ASST*, 23(1933), 193.
 - 31) W. R. Breeler: *Trans. ASM*, 27(1933), 239.
 - 32) G. A. Roberts: U. S. Patent No 2174285, 1939.
 - 33) C. R. Simcoe: *The History of Metals in America*, ASM International, 2018, 73.
 - 34) K. C. Li, C. Y. Wang: *Tungsten 2nd.*, Reihold, New York, 1947, 355.
 - 35) O. Thaliner: *TOOL-STEEL*, Henry Carey Baird & Co, London, 1902, 8.
 - 36) *Steel*, 1941, Oct 27, 82.
 - 37) J. Fresher, E. Krainer: *100 Jahre Böhler Edelstahl*. Hrsg. Gebr. Böhler & Co. AG, Wien, 1970, 230.
 - 38) P. Pason: *The Metallurgy of Tool Steels*. John Wiley and Sons, New York, 1962, 188.
 - 39) G. A. Roberts: *AIME MET SOC TRANS*, 236(1966), 950.
 - 40) J. A. Mathews: *Iron Age*, 126(1930), Dec. 4, 1672.
 - 41) M. Cohen, P. Gordon: *Heat treatment of high speed steel, Vanadium-Alloys Steel Company, Latrobe PA*, 1946.
 - 42) 武田 修三: *金属の研究*, 6(1932),509.

- 43) 村上 武次郎, 八田 篤敬: 東北帝大理科報告本多博士記念号, 1936, 882.
- 44) K. Kuo: J. Iron Steel Inst., 181, Oct, 1955, 128.
- 45) K. Kuo: J. Iron Steel Inst., 174(1953), 223.
- 46) E. Horn: DEW Tech. Ber. 12, Haft 3, 1972, 217.
- 47) R. Riedel, S. Karagöz and H. Fishmeister: Z. Metallkde, 1983, 199.
- 48) E. Ishikawa, K. Sudo: Tetsu-to-Hagané, 63(1977), 990 (in Japanese).
- 49) H. Fredriksson, S. Brising: Scandinavian Journal of Metall,5(1976), 26
- 50) T. Mukherjee, D. J. Dyson: J. Iron Steel Inst., March, 1972, 203.
- 51) E. Ishikawa, K. Sudo and Y. Matsuda: Denki-Seiko, 50(1979), 159 (in Japanese).
- 52) H. F. Fischmeister, R. Riedl and S. Karagöz: Metall. Trans A, 20(1989), 2133.
- 53) G. A. Roberts: U. S. Patent No 2174285, 1939.
- 54) J. R. Handyside, J. C. Hammaker and D.H. Yates: Metal Prog., 1963 June, 78.
- 55) G. A. Roberts, J. C. Hamaker and A. R. Johnson: Tool Steels 3rd ed., ASM, 1962, 704.
- 56) M. A. Grossmann, E. C. Bain: High speed steel, Wiley, New York, 1931, 111.
- 57) C. L. Kobrin: Iron Age, 200(1967), Dec. 7, 71.
- 58) P. Samal, J. Newkirk: ASM Handbook Powder Metallurgy, ASM International, 2015.
- 59) P. Beiss: ASM Handbook Powder Metallurgy, ASM International, 2015.
- 60) A. B. Kinzel, C. O. Burgess: Technical Publication No. 468, Ame. Inst. Min. and Metallurgical Engineers, 1932.
- 61) G. Steven, J. J. Hauser and T. A. Neumeyer: Trans. A. S. M., 62(1969), 180.
- 62) K. Bundgart, O. Muelders: Arch. Eisenhuettenwes, 35(1964), 1079.
- 63) K. Kiyonaga: Tool Steel, The Iron and Steel Institute of Japan, 2000, 124 (in Japanese).
- 64) K. Kiyonaga: Toward Improved Ductility and Toughness, Climax Molybdenum Development Company, Tokyo, 1971, 207 (in Japanese).
- 65) G. A. Roberts, US Patent, US3117863, 1964.
- 66) Y. Tamura, T. Okuno and Y. Kada: Bull. Jpn. Inst. Met., 32(1993), 450 (in Japanese).

- 67) T. Shimizu, K. Ozaki, S. Nakahama and Y. Matsuda: Bull. Jpn. Inst. Met., 46(2007), 40 (in Japanese).
- 69) X. Zhou, F. Fang, G. Li, J. Jiang: ISIJ Int., 50(2010), 1151.
- 70) M. Godec, T. Večko Pirtovšek, B. Šetina Batič, P. McGuinness, J. Burja and B. Podgornik: Sci Rep 5, 2015, 16202.
- 70) G. A. Roberts: AIME Met. Soc. Trans., 246(1966), 950.
- 71) Y. Murakami: Metal fatigue: Effects of small defects and nonmetallic inclusions 2nd ed., Academic Press, London, 2019, 225.
- 72) K. Shinji, K. Kiyonaga and T. Okuno: Tetsu-to-Hagané, 50(1964), 680 (in Japanese).
- 73) C. L. Kobrin, IRON AGE, 200(1967), Dec. 7, 71.
- 74) F. G. Wilson, P. W. Jackson: Powder Met., 16(1973), 257.
- 75) H. Ando, A. Okayama and K. Soen, Tetsu-to-Hagané, 61(1975), 2629 (in Japanese).
- 76) H. Nakamura, K. Kiyonaga and Y. Yamane: Bull. Jpn. Inst. Met., 27(1988), 477 (in Japanese).
- 77) T.-o. Sato, T. Nishizawa and J. Ishihara: J. Jpn. Inst. Met., 23(1959), 403 (in Japanese).
- 78) T. Ikeda and S. Satoh: J. Jpn. Inst. Met., 57(1993), 919 (in Japanese).
- 79) H. Yaguchi, Tetsu-to-Hagané: 77(1991), 683 (in Japanese).
- 80) H. Opitz and W. Koenig: Arch. Eisenhuettenwes, 33(1962), 841 (in German).
- 81) K. Morishita, T. Ohba, S. Morito: J. Japan Soc. Prec. Eng., 82(2016), 285 (in Japanese).
- 82) K. Morishita, S. Koseki, K. Inoue, S. Morito and T. Ohba: J. Jpn. Soc. Prec. Eng., 82(2016), 372 (in Japanese).
- 83) S. Karagöz, H. F. Fischmeister: Metall. Trans. A, 29(1998), 205.
- 84) H. F. Fischmeister, S. Karagöz and H.-O. André: Acta metal, 36(1988), 817.
- 85) W. Rong, H. F. Fischmeister, S. Karagöz and H.-O. André, G. L. Dunlop: Acta metall. mater. 40(1992), 1727.
- 86) 岡部 徹, 野瀬 勝弘: 廃棄物資源循環学会誌, 22(2011), 403.
- 87) F. W. Geels and Bruno Turnheim: The Great Reconfiguration – A Socio Technical Analysis of Low-Carbon Transitions in UK Electricity, Heat, and Mobility Systems, Cambridge University Press, 2022.

第 2 章 高速度工具鋼の共晶炭化物に及ぼす合金元素の影響

2.1 緒言

高速度工具鋼の性能向上や組織制御のためには、まず、凝固過程で生ずる共晶反応における各合金元素の影響を把握する必要がある。これまで、適切な C 当量設計や焼入れ時の γ 化温度の目安となる溶融開始温度の経験式も提案され、高速度工具鋼用の特性改善には、凝固機構を実験と計算状態図から検討する必要がある。また、共晶炭化物に関しては、性能の向上を目的として M_6C より M_2C の制御を目的とする傾向が強くなっており、凝固時の炭化物の種類と形態を理解する必要がある。さらに、高速度工具鋼の用途に求められる特性は様々であり、焼入れ・焼戻し後の硬さや耐摩耗性だけでなく、衝撃値や疲労強度等でも評価されている。例えば硬さが 68HRC を超えるような組成を見出したとしても、鑄放し組織に含まれる共晶炭化物が安定で、熱処理中に分解や固溶がほとんど進まない、破碎が困難な粗大な棒状の炭化物が残留してしまい、鋼材のじん性を低めてしまう。したがって共晶炭化物の熱的安定性についても理解しておく必要がある。

そこで本章では、より高い硬さ 68~70HRC を有する高速度工具鋼の最適な組織を得ることを目的として、まず鑄造したままの組織（鑄放し組織）における種々の共晶炭化物組織の生成機構を調査した。現在一般的に用いられる高速度工具鋼を基本成分とし、最終製品の硬さは変化させずに W, Mo および V 等の元素濃度を変化させ、凝固組織内の共晶炭化物の分布形態と炭化物に含まれる W, Mo および V 等の元素の分布を調査した。さらに、炭化物形態に及ぼす合金元素の影響を熱力学計算から考察した。共晶炭化物組織の形態変化に関する問題を 2.2 節に、次に硬さを 68~70HRC に揃えた実験試料を作製し、共晶炭化物の形態の解析結果を 2.3 節に述べた。この解析を進めるに際しては、鋼材を焼入れ・焼戻した後のマルテンサイト基地と析出炭化物の状態を考慮する必要もあると思われるが、 M_2C 共晶炭化物の形態が合金元素添加量に依存し、共晶の層間隔が微細な層状や、層間隔が粗大な羽毛状の形態を示す¹⁾。層間隔が微細な層状であれば、炭化物は熱間加工後に破碎され微細化な形態を呈し、棒状の炭化物が少なければじん性が高まることが知られているので¹⁾、焼入れ・焼戻した後のマルテンサイト基地も重要であるが、共晶炭化物組織の形態変化を優先して解析を行った。

2.2 共晶炭化物の形態解析の事前検討

2.2.1 実験試料および方法

(1) 実験試料

本実験に用いた試料の組成を Table 2.1 に示す。いずれも高速度工具鋼用に合金設計したものである。Standard は本研究で基準となる組成であり、AISI M42 や JIS SKH59 に相当し、W を 1.44mass% (以下%と略する)、Mo を 9.44%、V を 1.16%含む組成に調整した試料である。また H-W 試料は、W を 2.30%まで増量したものである。さらに、Mo の影響を調査するために Mo を 8.60%まで低めた L-Mo 試料も設計した。Mo を増量すると熱間鍛造による歩留まりが低くなり試料困難と予想されたので、Mo を低めた。一方、V は高硬度の MC 炭化物を生成するので、これらの元素の効果を調査するために、V を 1.62%まで高めた H-V 試料を作製した。

Table 2.1 Chemical compositions of samples. Marked values are changed on purpose.

Sample No.	Compositions (mass%)							Hardness (HRC)
	C	Si	Cr	W	Mo	V	Co	
Standard	1.11	0.36	3.90	1.44	9.44	1.16	7.93	68.8
H-W	1.10	0.37	3.89	2.30	9.41	1.17	7.95	68.8
L-Mo	1.11	0.36	3.91	1.44	8.60	1.17	7.95	69.0
H-V	1.11	0.36	3.89	1.45	9.44	1.62	7.93	67.7

(2) 実験方法

実験は、まず、各成分に設計した試料について小型真空溶解炉を用いて真空雰囲気中で溶製しておよそ 100mm の角型金型に鑄造した。得られた試料について組織観察を行ったが、本実験試料は硬く切断加工が困難である。そこで、切断加工で観察試料を採取するため角型インゴットを 780°C で焼なまして試料を得た。そこで、本実験では鑄放し試料を大気雰囲気中 1140°C で熱間鍛造を行い、22mm 角の棒鋼試料とし、続いて 1190°C で 30min の減圧雰囲気中で保持した後、 5×10^5 Pa の窒素加圧冷却により焼入れし、さらに 560°C で 1h の焼戻しを 3 回繰り返して、硬さを測定した。焼入れ後に残留した基地の残留オーステナイト (γ) をマルテンサイト変態させ、焼戻しマルテンサイト組織とするために焼戻しを 3 回繰り返した。硬さはロックウェル硬さ試験機 (ミットヨ製 ATK-F1000) を用いて測定した。鑄放し試料は、エメリー紙およびダイヤモンドペーストで鏡面仕上げした後、酸化クロム (Cr_2O_3) のスラリー液で研磨後、再び村上試薬で腐食し、光学顕微鏡で観察した。

2.2.2. 実験結果および考察

Fig. 2.1 に各鑄放し試料の組織を示す。いずれの試料でも得られた組織は初晶セルと最終凝固部に共晶組織で構成されており、共晶を構成する炭化物は様々な形態を有していた。基準試料である Standard, Mo を高めた L-Mo 試料の炭化物は、主にノンファセット共晶の形態を呈していた。これらの共晶形態は、Crocker²⁾および Kurz と Fisher の分類³⁾に当てはめると、層状 (Lamellar) と繊維状 (Fiber, Rod) が混在する組織と考えられた。一方、V を高めた H-V 試料の炭化物は、主に層状のファセット共晶形態を示した。この共晶組織の形態は羽毛状 (Irregular Flake) であった。Standard, H-W および L-Mo 試料の層間隔は光学顕微鏡組織像では比較しがたいが、H-V 試料の層間隔は他の試料に比べて大きくなることが確認された。熱間加工において共晶炭化物が安定で分解がほとんど進まない、大きな棒状の炭化物は熱間加工後の鋼材に残留し、疲労強度やじん性を低めてしまう^{1,4)}。疲労強度に対しては、共晶炭化物の層間隔が微細であることが望ましいとされているが、硬さを揃えた高速度工具鋼での共晶炭化物の解析と、層間隔の評価が必要であることが考えられた。

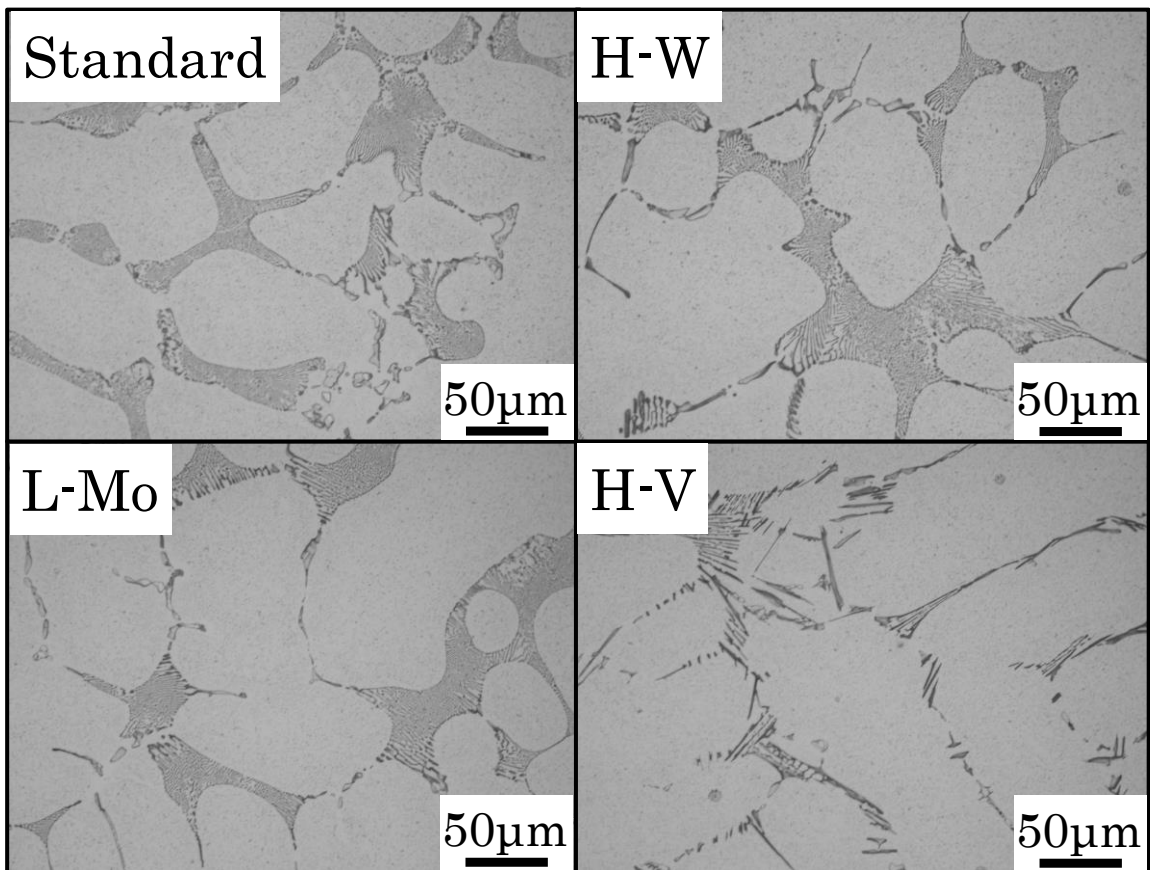


Fig. 2.1 Microstructure and distribution of carbides for as-cast samples for preliminary experiment.

2.3 共晶炭化物の形態解析

2.3.1 実験試料および方法

(1) 実験試料

本実験に用いた試料の組成を Table 2.2 に示す. いずれも高速度工具鋼用に合金設計したものである. Standard は本研究で基準となる組成であり, JIS SKH59 に相当し, W を 1.47mass% (以下%と略する), Mo を 9.25%, V を 1.19%含む組成に調整した試料である. また Mo10 試料は, Mo を 9.64%まで上げたものである. さらに, Si と V の影響を調査するために Si を 0.51%, V を 1.75%まで高めた Si05 試料も設計した. 一方, W や V は高硬度の MC 炭化物を生成するので, これらの元素の効果を検査するために, W を 6.17%まで高めた W7 試料, および W を 7.04%, V を 1.67%, Co を 7.97%添加した W7V2 試料を作製した.

Table 2.2 Chemical compositions of the samples. Marked values are changed on purpose.

Sample type	Compositions (mass%)							Hardness (HRC)
	C	Si	Cr	W	Mo	V	Co	
Standard	1.08	0.31	3.93	1.47	9.25	1.19	7.88	68.4
Mo10	1.07	0.31	3.87	2.50	9.64	1.09	7.88	68.5
Si05	1.26	0.51	3.95	2.44	9.01	1.75	7.98	68.8
W7	1.03	0.31	3.96	6.17	7.14	0.84	7.97	69.7
W7V2	1.22	0.31	4.05	7.04	7.62	1.67	7.97	68.7

(2) 実験方法

実験は、まず、各成分に設計した試料について小型真空溶解炉を用いて真空雰囲気中で溶製しておよそ 100mm の角型金型に鑄造した。得られた試料について組織観察を行ったが、本実験試料は硬く加工が困難である。そこで、切断加工で観察試料を採取するため角型インゴットを 780°C で焼なまして試料を得た。本研究ではこの組織を鑄放し試料とした。なお、高速度工具鋼として用いる際には、鑄放し試料を熱間鍛造し、さらに焼入れ・焼戻しの熱処理工程が必須である。

なお、前節と同様に鑄放し試料を大気雰囲気中 1140°C で熱間鍛造を行い、22mm 角の棒鋼試料とし、続いて 1190°C で 30min の減圧雰囲気中で保持した後に 5×10^5 Pa の窒素加圧冷却により焼入れし、さらに 560°C で 1h の焼戻しを 3 回繰り返す。硬さを測定した。焼入れ後に残留した基地の残留オーステナイト (γ) をマルテンサイト変態させ、焼戻しマルテンサイト組織とするために焼戻しを 3 回繰り返した。硬さはロックウェル硬さ試験機 (ミットヨ製 ATK-F1000) を用いて測定した。試行錯誤の末、Table 2.2 に示す合金組成となったが、この時、ロックウェル硬さも Table 2.2 に示すようにいずれの試料も 68~70HRC の範囲に収めることができた。

鑄放し試料は、エメリー紙およびダイヤモンドペーストで鏡面仕上げした後、酸化クロム (Cr_2O_3) のスラリー液で研磨後、再び村上試薬で腐食し、光学顕微鏡で観察した。初晶 γ 量の面積率は光学顕微鏡組織写真より画像解析ソフト (ImageJ) を用いて求めた。晶出した共晶組織に含まれる各種合金元素の分布を調査するため、電界放射型電子線マイクロアナライザー (Field Emission Electron Microprobe Analyzer : FE-EPMA, JEOL 製, JXA-8530F) を用いて解析した。さらに、X 線回折装置 (リガク製 RINT2500PC) を用いて、X 線管球 : Co, $2\theta = 40 \sim 120^\circ$ の条件で共晶炭化物の結晶構造について同定を行った。FE-EPMA により得た元素の X 線強度を、組成の似た濃度の明らかな標準試料の X 線強度で規格化し、at%濃度に補正した。また、共晶領域に存在する M_2C 炭化物の面積率は、FE-EPMA の分析プローブ径を $0.30\mu\text{m}$, $90\mu\text{m} \times 90\mu\text{m}$ の共晶領域の走査像解像度を 300×300 とした C 組成像を抽出し、二値化し求めた。共晶領域の層間隔も同様にこの二値化像を用いて求めた。一方、平衡状態計算と Scheil-Gulliver 法による凝固計算は Thermo-Calc (バージョン : 2017a, 2022a, データベース : TCFE9, TCFE12) を用いて計算し、炭化物の晶出過程を評価した。

2.3.2 実験結果および考察

(1) 光学顕微鏡による鑄放し組織の観察

Fig. 2.2 に各鑄放し試料の組織を示す。いずれの試料でも得られた組織は初晶セルと最終凝固部に共晶組織で構成されており、共晶を構成する炭化物は様々な形態を有していた。基準試料である Standard および Mo を高めた Mo10 試料の炭化物は、主にノンファセット共晶の形態を呈していた。これらの共晶形態は、Crocker²⁾ および Kurz と Fisher の分類³⁾ に当てはめると、層状 (Lamellar) と繊維状 (Fiber, Rod) が混在する組織と考えられた。一方、Si05 試料、W7 および W7V2 の炭化物は主に層状のファセット共晶形態を示した。Si05 の共晶組織の形態は羽毛状 (Irregular Flake) であり、W7 および W7V2 は肋骨状 (Anomalous complex Regular structure) と呼ばれる特徴を示した。

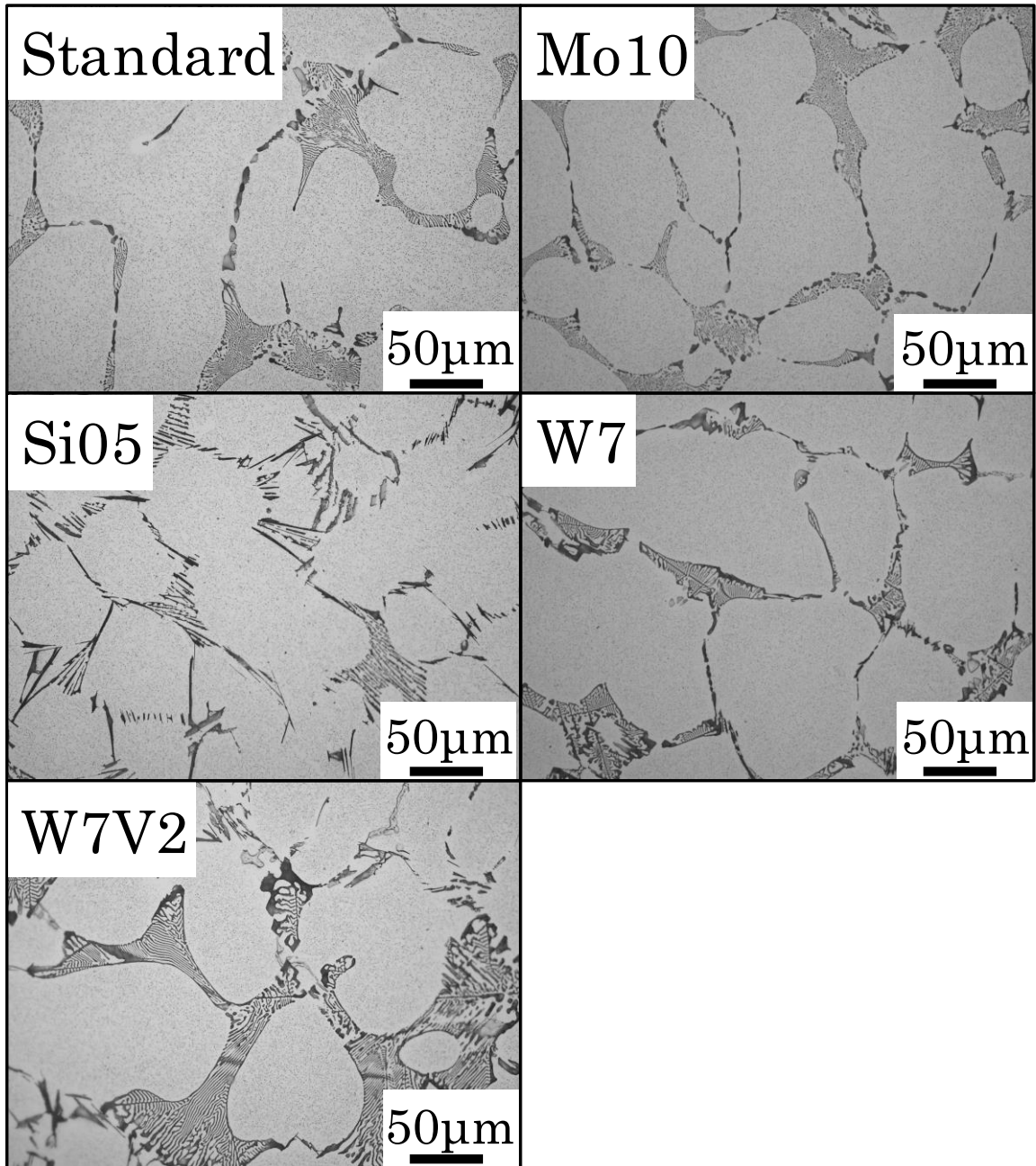


Fig. 2.2 Microstructure and distribution of carbides for as-cast samples.

(2) FE-EPMA および X 線回折による炭化物の解析

上述した共晶組織に晶出した炭化物を確認するため、鑄放し試料を用いて、FE-EPMA により各元素の組成像を解析し、さらに X 線回折を行った。その結果を供試材毎に Fig. 2.3 から Fig. 2.7 に示す。

(a) 基準試料

鑄放し試料の共晶炭化物は Fig. 2.2 に示したように繊維状と層状の共晶が混在したノンファセット共晶の形態を示している。Standard 試料の共晶部分を拡大すると Fig. 2.3 の BSE 像に示されるように、中央部の繊維状・層状の組織に加え、周囲にやや粗大な組織が観察された。やや粗大な組織は Mo や V の面分析（組成像）に示されるように Mo や V を多く含んでいた。そこで XRD 解析し、同図に示した。なお、X 線回折は $40\sim 120^\circ$ で行ったが、全データを記述すると表示が小さくなるので、代表的な範囲として $40\sim 55^\circ$ の回折ピークを示している。回折ピークの解析より M_2C 、 M_6C および Fe_3C の 3 種類の炭化物が同定された。 M_2C は Si を含有しにくいことが報告されている⁵⁾。そこで、さらに FE-EPMA を用いて各炭化物内部を $1\mu m$ 程度の微小領域で面分析し、各元素の原子濃度 (at%) を解析して、棒グラフとして同図に示した。晶出した共晶炭化物では、中央部の繊維状・層状の組織および周囲の粗大な組織はいずれも Si が少なく、高い Mo および V 濃度を示した。すなわち、デンドライト間隙の共晶炭化物はすべて M_2C と考えられた。なお、C 濃度は M_2C から推定できる理論 C 濃度より低めの値が得られているが、これは、FE-EPMA 分析中の C 濃度の補正の影響と考えられる。一方、Si 組成像に示されるように、鑄放し組織ではデンドライト相内部に Si の強度が高い微細組織が観察された。このことより M_6C は共晶として晶出したものではなく、冷却過程または焼なまし過程で析出した炭化物と考えられた。さらに、Fig.2.3 の C 組成像から、添加元素をほとんど含まず、Fe と C のみで構成されている微細組織もデンドライト相内部に観察された。そこで、その領域を C の組成像内に四角の破線で示し、その下に拡大して示した。 $1\mu m$ 以下の極めて小さい点が分布しており、その点状組織を解析したところ、Fig.2.3 の元素濃度棒グラフに示すように Fe_3C と考えられる相であった。わずかではあるが XRD 解析結果でも示されており、そのため、 Fe_3C と考えられるこの微細組織も同様に冷却過程または焼なまし過程で析出したと考えられた。すなわち、Standard 試料については、鑄放し組織の炭化物の構成は M_2C 、 M_6C および Fe_3C を主体とするものであった。また、初晶デンドライトは Fe の結晶構造の一つである bcc 構造の α 相であった。この試料は鑄放し後に焼きなまし処理を経たことを考慮すると、後述するように初晶

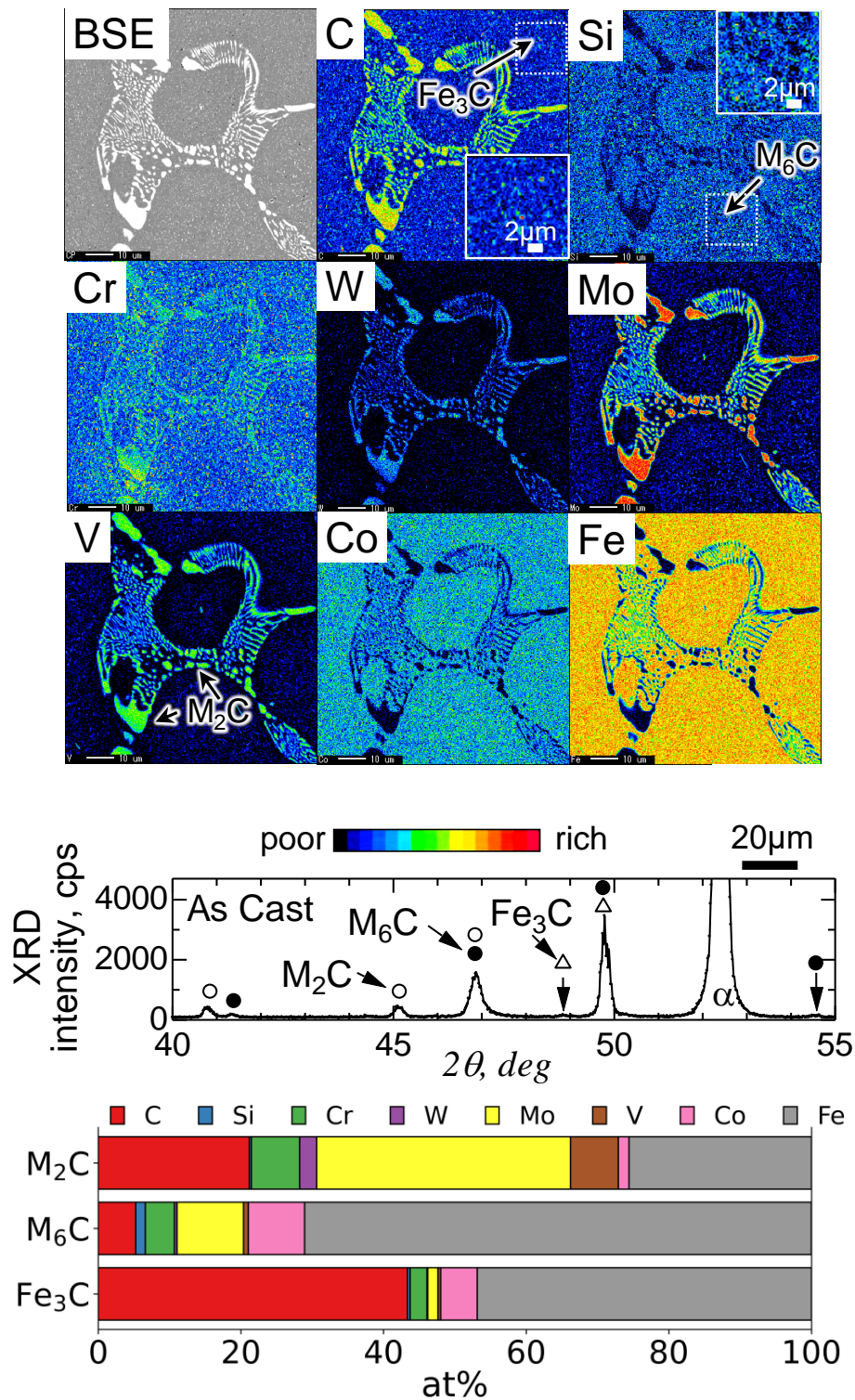


Fig. 2.3 Identification of carbides by distribution of alloying elements and x-ray diffraction for the as-cast Standard sample.

相は γ 相であり，その後の鋳放しの冷却過程によって γ 相から α 相を含むベイナイトに変態したと考えられた．これらの炭化物記号を FE-EPMA 組成像に改めて記した．

(b) Mo 増加試料

Mo を増加させた試料 (Mo10 と記述) の鋳放し組織を Fig. 2.4 に示した．BSE 像から，Fig. 2.3 の Standard 試料と似た組織になっていたが，Standard 試料よりも微細な繊維状と層状の共晶が混在したノンファセット共晶の形態を示している．XRD 解析を行った結果も同図に示したが，Mo10 試料においても Standard 試料と同様の炭化物 (M_2C ， M_6C および Fe_3C) が同定された．さらに，各炭化物相の元素濃度も Standard 試料と同様の傾向がみられ，凝固においては M_2C が，また，冷却過程や焼なまし過程で生ずるデンドライト相内には M_6C および Fe_3C が析出したものと考えられた．

(c) Si 増加試料

Si を増加させた試料 (Si05 と記述) の鋳放し組織は，Fig. 2.5 に示したように層状のファセット共晶形態の共晶炭化物であった．この形態については AISI M2 の羽毛状 (Feather 状) と報告された M_2C 共晶形態⁶⁾と同じであり，Si 組成像に示すように，Si 濃度は低く，Si を含有しにくい M_2C の組成の特徴を示した．XRD 解析から M_2C の他に， M_6C および Fe_3C も検出されており，それぞれの組成割合が上述の M_6C および Fe_3C に類似していることから， M_6C および Fe_3C はデンドライト相内に析出したと考えられた．さらに，XRD 解析から $M_{23}C_6$ のピークが確認された．組成割合から Cr に富む相であることから，Cr 組成像に示した点状 $M_{23}C_6$ が晶出または析出したと考えられた．

(d) W 増加試料

W を増加させた試料 (W7 と記述) の鋳放し組織を Fig. 2.6 に示す．BSE 像より，共晶炭化物は層状というよりむしろ，肋骨状 (Anomalous complex Regular structure) のファセット共晶形態を示した．肋骨状の共晶炭化物は W および Mo を多く含む相であり，一方では上述の試料同様，XRD 解析から M_2C ， M_6C および Fe_3C が検出されている．Si 組成像および濃度分布 (棒グラフ) から，肋骨状の組織は Si も多く含む M_6C であると考えられる．この肋骨状の炭化物は AISI T1 に相当する W 系高速度工具鋼の鋳放し組織として報告された炭化物^{7,8)}と同様の形態であり，W7 でも Si を多く含みやすい M_6C と判断した．

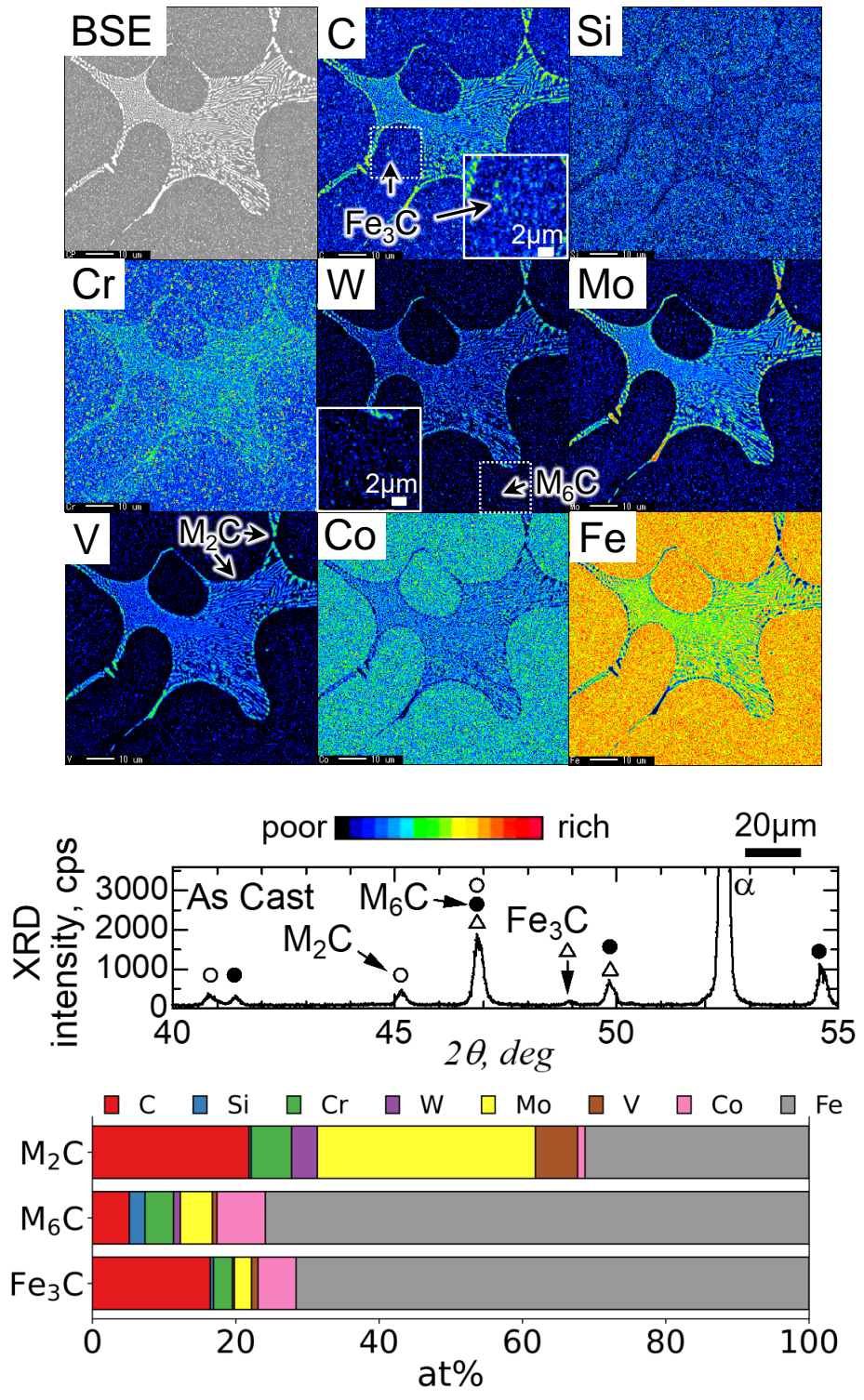


Fig. 2.4 Identification of carbides by distribution of alloying elements and x-ray diffraction for the as-cast Mo10 sample.

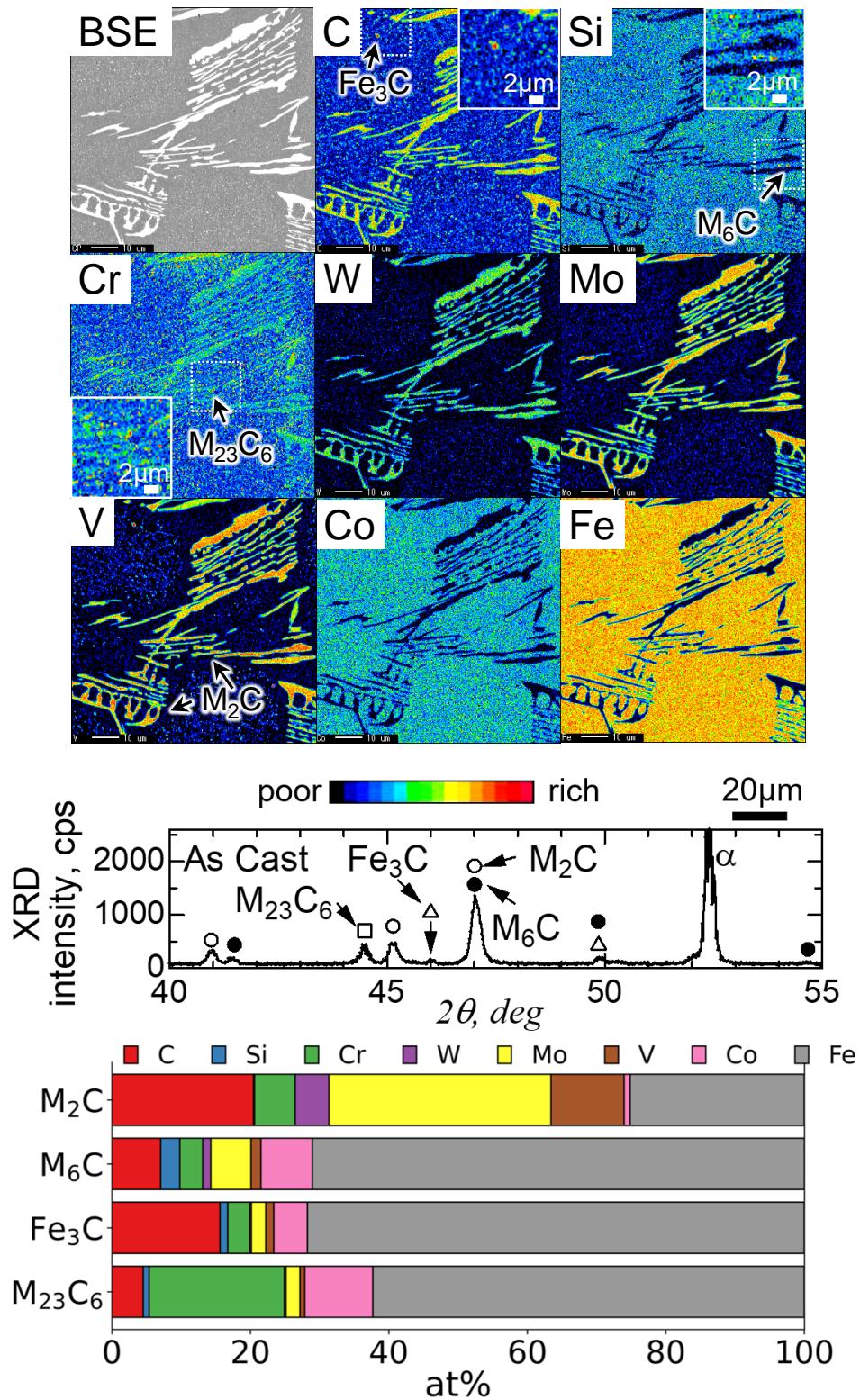


Fig. 2.5 Identification of carbides by distribution of alloying elements and x-ray diffraction for the as-cast Si05 sample.

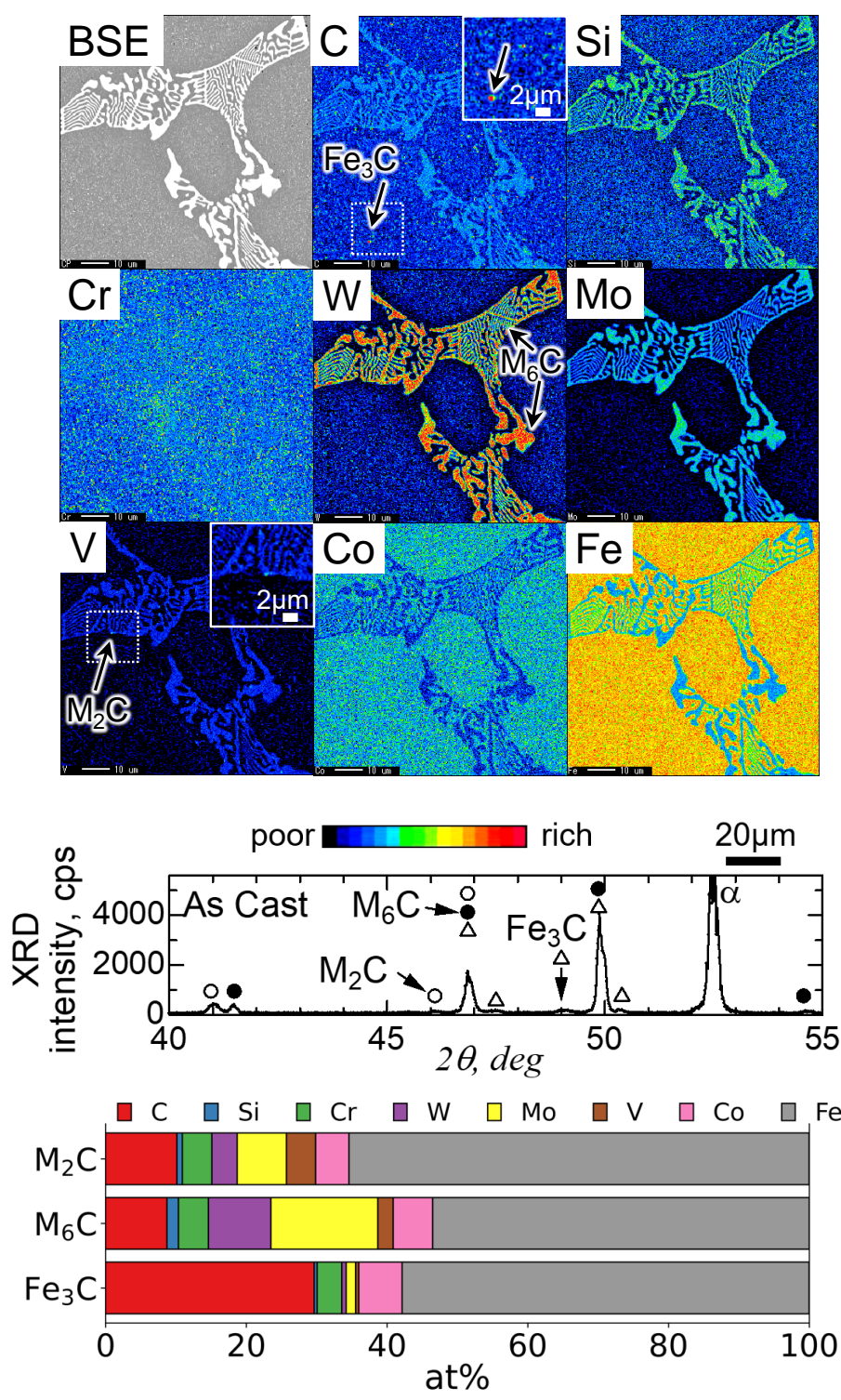


Fig. 2.6 Identification of carbides by distribution of alloying elements and x-ray diffraction for the as-cast W7 sample.

このとき M_2C は V 濃度割合が比較的高いことから，V 組成像に示すように微小組織として晶出していると考えられた．また， Fe_3C はデンドライト相内部に析出していた．

(e) W および V 添加試料

W および V を同時に高めた試料 (W7V2 と記述) の鑄放し組織を Fig. 2.7 に示す．共晶組織はファセット共晶特有の肋骨状の共晶炭化物であった．肋骨状の炭化物は W7 同様，Si を多く含みやすい M_6C の特徴を示した．XRD 解析から M_2C ，MC および Fe_3C が同定されたが，組成割合のグラフから M_2C には Cr や V が，MC には多量の V がそれぞれ多く含まれる．すなわち，Si および V 組成像において，Si 濃度は低く，V が濃化しているところが M_2C と考えられ，C および V 組成像で著しく高い濃度を示した相が MC と考えられる．なお，BSE 像から M_6C が先に晶出し，その後 MC が晶出したことが考えられる．W7V2 試料の鑄放し組織にも MC が生成された理由としては，他の試料と比較して V が多く含まれていたためと考えられる．

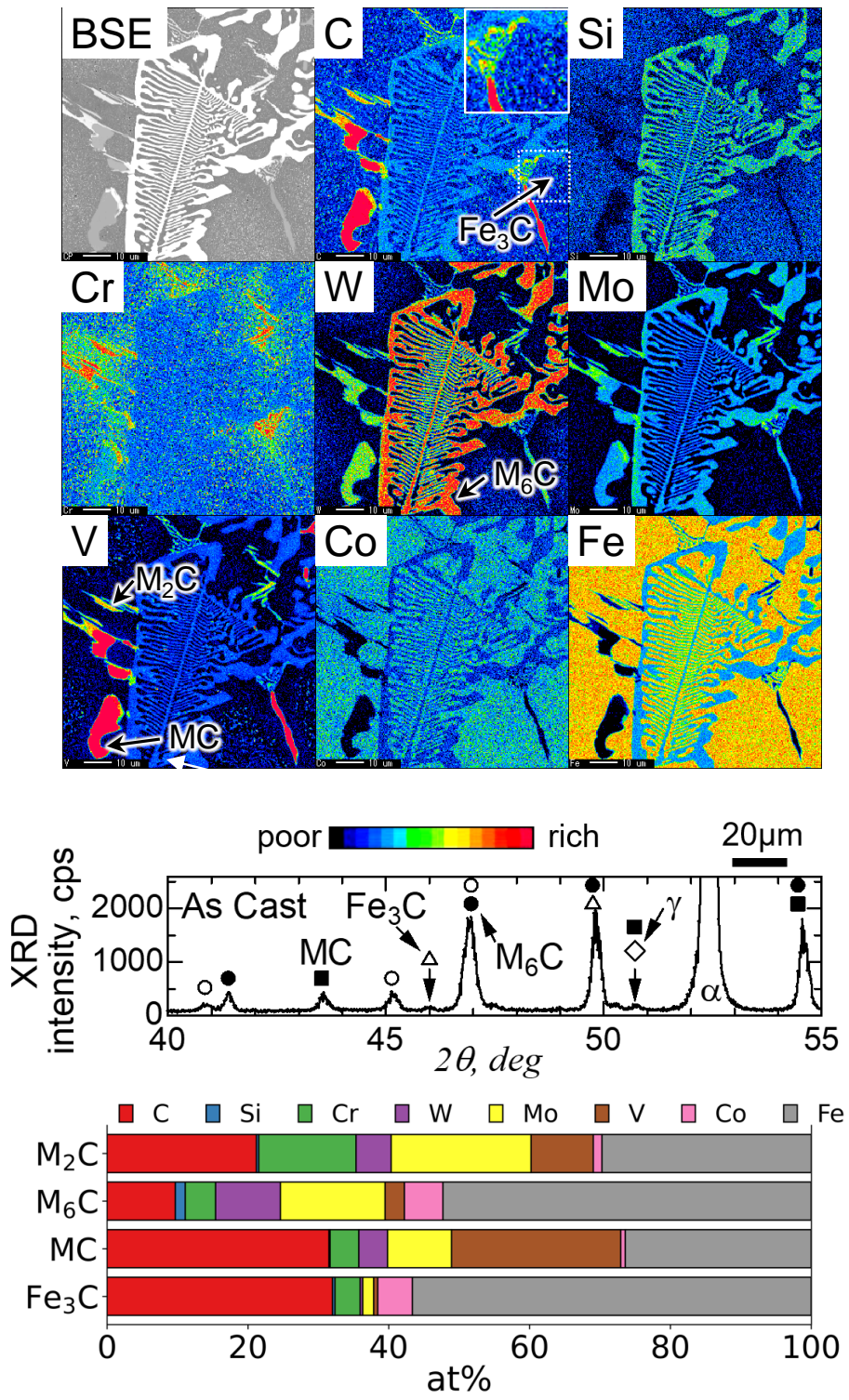


Fig. 2.7 Identification of carbides by distribution of alloying elements and x-ray diffraction for the as-cast W7V2 sample.

(3) 液相状態図による共晶反応解析

FE-EPMA および X 線回折による炭化物の解析によって 5 種類の鑄放し試料の晶出炭化物が確認されたので、Table 2.2 に示す合金組成を用いて熱力学計算を行った。Fig. 2.8 に Scheil-Gulliver の式によって求めた各試料の温度と固相率の関係を示す。Fig. 2.8(a) に Standard, Mo10 および Si05 試料の計算結果を示し、Fig. 2.8(b) に W7 および W7V2 試料の結果を示した。Fig. 2.8(a) より、Standard 試料は、1385°C において初晶 γ 相を晶出し、およそ 0.65 の固相率まで上昇した後、1240°C 近傍で $\gamma + M_2C$ 共晶組織を晶出した。また Mo10 および Si05 も同様に、 γ 相を初晶とし、共晶組織として M_2C が得られた。Fig. 2.2 の XRD 結果における鑄放し組織のデンドライト相は α 相であったが、ThermoCalc の計算では初晶相は γ 相であり、その後の鑄放しの冷却過程によって γ 相から α 相を含むベイナイトに変態したと考えられた。一方、Fig. 2.8(b) に示すように、W を増量した W7 試料は初晶相が γ 相、次いで $\gamma + M_6C$ 共晶、 $\gamma + MC$ 共晶および $\gamma + M_2C$ 共晶の順で晶出する結果が得られた。Fig. 2.6 より、MC 共晶は観察されなかったが、Scheil-Gulliver の式では計算されており、凝固過程にやや違いが見られた。また、W および V を同時に高めた W7V2 試料についても、上述のように W7V2 試料は $\gamma + M_6C$ および $\gamma + MC$ 共晶組織が、凝固過程が観察されたように、Scheil-Gulliver の式では、初晶に γ 相、共晶組織として $\gamma + M_6C$ 、次いで $\gamma + MC$ 、 $\gamma + M_2C$ 組織の晶出が予測された。

さらに 5 種類の試料の組成の変化と凝固過程を理解するために、Table 2.2 に示す合金組成による液相状態図を作成し、C と Mo の関係として Fig. 2.9 に示した。Fig. 2.9(a) に Standard, Mo10 および Si05 試料の液相状態図を示した。なお、Standard 試料の計算結果は Mo10 試料とほとんど一致したので、Mo10 試料の表記を優先して、わずかにずらして表記した。 δ と γ の境界線は $L + \delta \rightarrow \gamma$ の包晶線である。また、 γ と M_2C の境界線は $L \rightarrow \gamma + M_2C$ の共晶線であり、同様に γ と M_6C の境界線は $L \rightarrow \gamma + M_6C$ の共晶線、 γ と MC の境界線は $L \rightarrow \gamma + MC$ の共晶線である。いずれの試料も初期組成は δ と γ の境界線に近い位置の γ 側に位置している。初晶 γ 相の凝固中に液相側に残留する元素濃度が共晶組織の生成に寄与するので、Mo10 試料の凝固過程を例に述べると、残液に含まれる C および Mo 濃度は太い点線に示すように初晶 γ の生成に伴い上昇し、 $\gamma + M_2C$ 共晶線に到達して共晶組織を晶出する経路をたどることが考えられる。なお、液相状態図には $\gamma + MC$ 共晶線や $\gamma + Fe_3C$ 共晶線が計算されたが、Fig. 2.4 から実際の凝固過程では $\gamma + M_2C$ 共晶組織のみが晶出した。また、Fig. 2.9(b) に W7 および W7V2 試料の計算結果を示した。Fig. 2.9(b) に

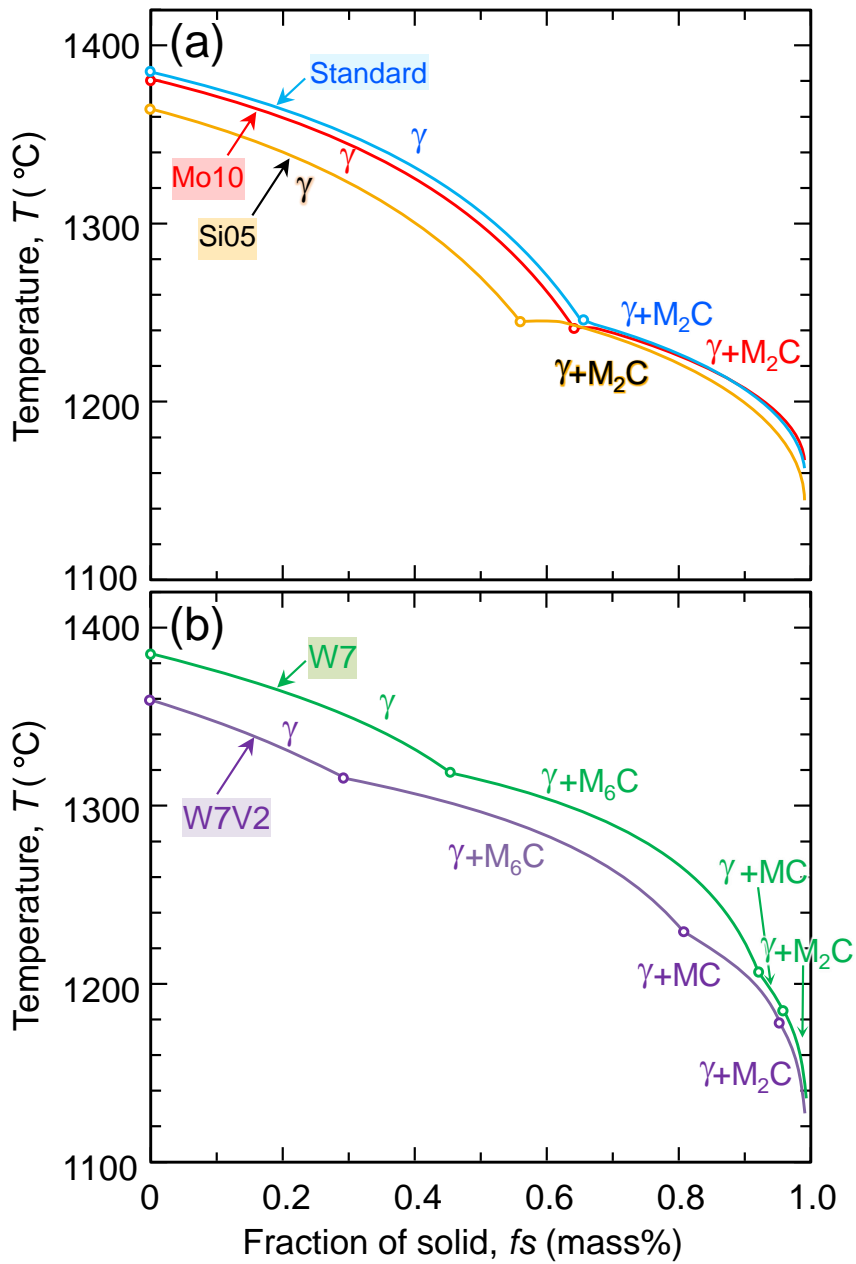


Fig. 2.8 Estimation of solidification sequence and growth by using Scheil-Gulliver's equation of Fe-C-Cr-W-Mo-V-Co alloy system with samples for Standard, Mo10, Si05, W7 and W7V2.

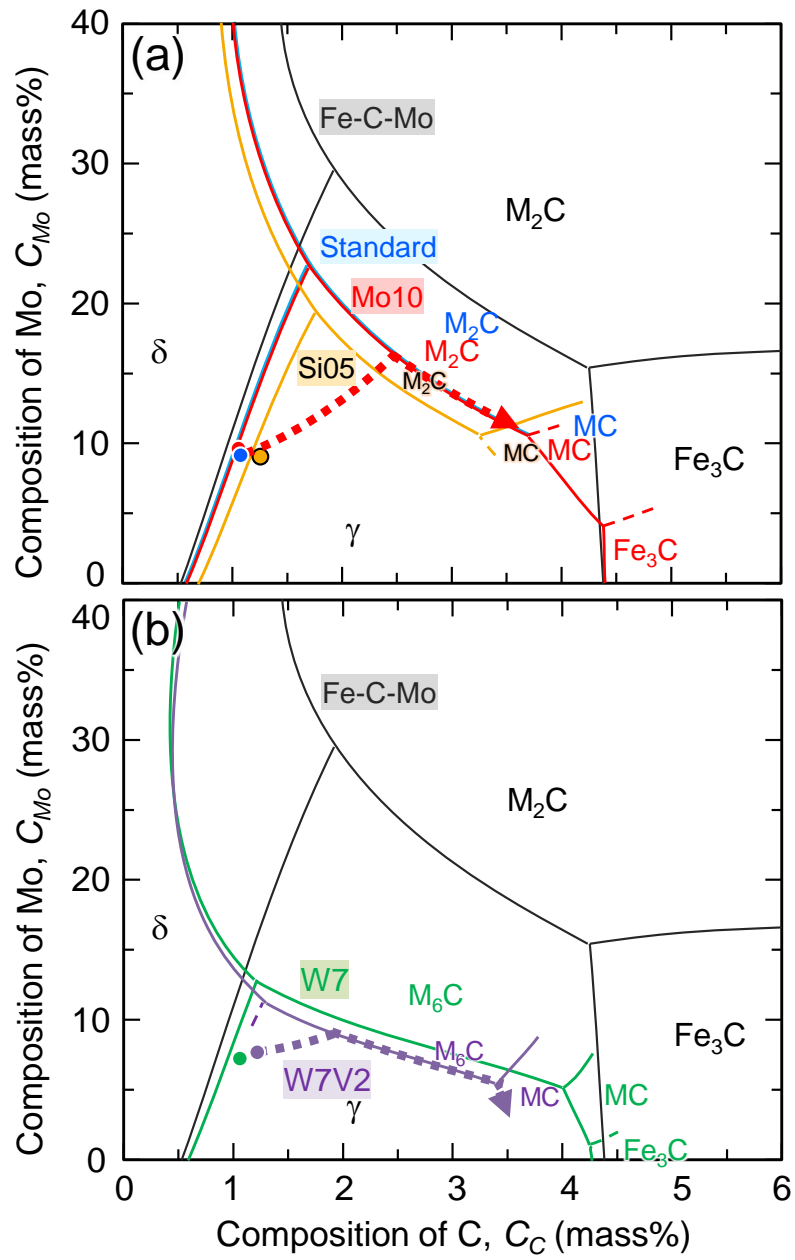


Fig. 2.9 Liquidus projection surface of the Fe-C-Cr-W-Mo-V-Co alloy, C-Mo; figure (a) is for as-cast Standard, Mo10 and Si05 samples and figure (b) is for as-cast W7 and W7V2 samples.

において W7V2 試料の凝固過程に伴う液相中の C および Mo 濃度の濃度を点線で示したが、凝固が進むにつれて両者の濃度が上昇し、 $\gamma + M_6C$ 共晶線の濃度に到達して共晶組織を生じ、その後液相内の C および Mo 濃度は $\gamma + M_6C$ 共晶線に沿って変化し、 $\gamma + MC$ 共晶線で $\gamma + MC$ 共晶組織を形成するものと考えられる。Fig. 2.7 から $\gamma + M_2C$ 共晶組織が生ずると考えられるが、Fig. 2.9(b) に示すように本計算条件では $\gamma + M_2C$ の共晶線を算出できなかった。また、W7 試料においても、 $\gamma + M_2C$ の共晶線を算出できず、 $\gamma + Fe_3C$ の共晶線が算出された。おおよその凝固過程は予測ができるが、より正確に予測するためにはデータベースや計算方法を詳細に見直す必要があると思われる。本研究試料に組成が近い圧延ロール用高炭素ハイス系合金のような casting material においては、液相面状態図を用いて Fig. 2.9 の液相内の合金組成の変化の点線から晶出する相の量を見積もる報告がなされている⁹⁾。本実験において、初期組成から共晶組成までの濃度の変化は、Fig. 2.9(b) の共晶 M_6C までよりも、Fig. 2.9(a) の共晶 M_2C までの組成の変化（増加）が大きいので、Fig. 2.9(a) の合金の方が初晶 γ 量が多いことが考えられる。そこで、Standard および W7V2 試料の Fig. 2.2 の光学顕微鏡組織写真より初晶 γ 量を測定したところ、それぞれ 82.5 area% および 70.0 area% であり、Fig. 2.9(a) に示す初期組成の合金の初晶 γ 量が多いことが確認された。このことから、熱間加工を前提とする高速度工具鋼においても圧延ロール用高炭素ハイス系合金などの casting material と同様に Fig. 2.9 に示す液相面状態図は共晶を伴う凝固過程の推定に有用であると考えられた。

さらに Table 2.2 に示す合金組成による液相面状態図を作成し、C と W の関係として Fig. 2.10 に示した。Fig. 2.10(a) に Standard, Mo10 および Si05 試料の液相面状態図を示した。各試料の共晶 M_2C 共晶線が他の試料の共晶 M_2C 共晶線に Fig. 2.9(a) より近接しており明瞭な差を示しにくい液相面状態図となっているが、上述の Fig. 2.9(a) と同様の傾向を示した。また、Fig. 2.10(b) に W7 および W7V2 試料の計算結果を示した。Fig. 2.10(b) において W7V2 試料の凝固過程に伴う液相中の C および W 濃度の濃度を点線で示したが、凝固が進むにつれて両者の濃度が上昇し、 $\gamma + M_6C$ 共晶線の濃度に到達して共晶組織を生じ、その後液相内の C および Mo 濃度は $\gamma + M_6C$ 共晶線に沿って変化し、 $\gamma + MC$ 共晶線で $\gamma + MC$ 共晶組織を形成するものと考えられる。この過程は上述の液相面状態図として C と Mo の関係として示した Fig. 2.9(b) と同じ凝固過程を示した。

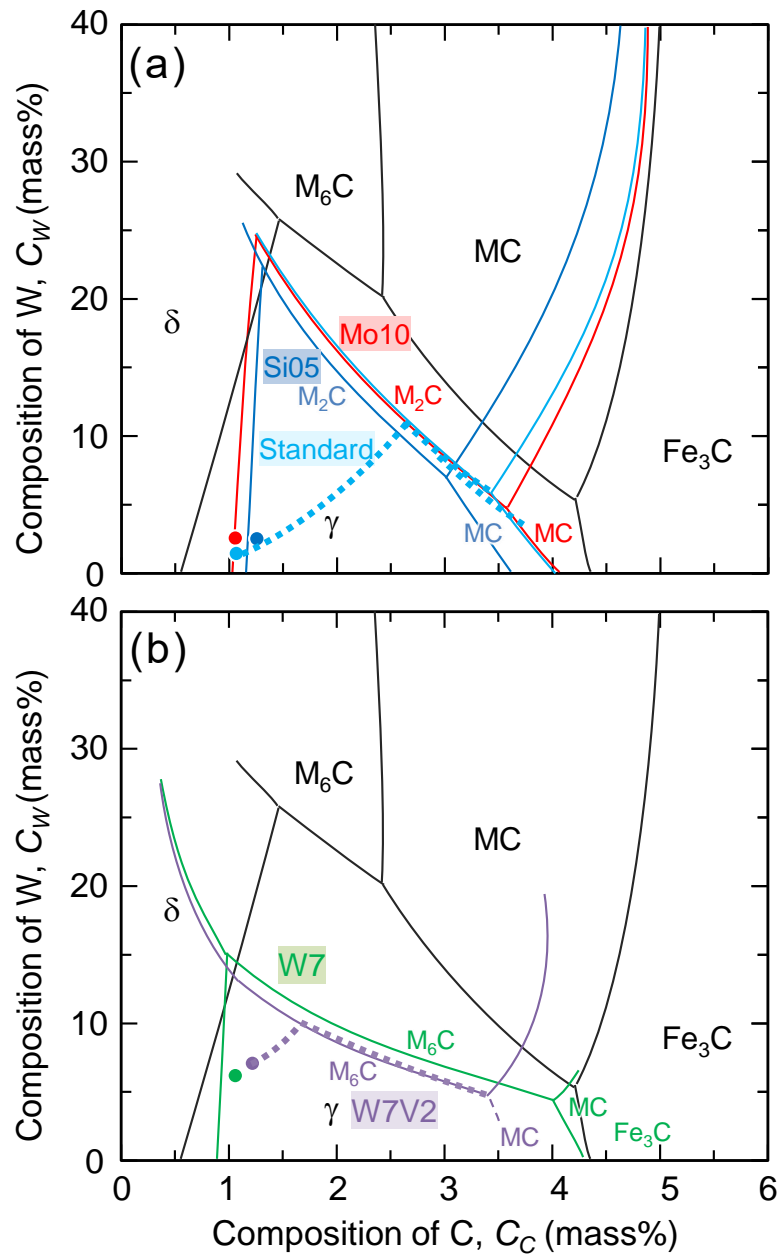


Fig. 2.10 Liquidus projection surface of the Fe-C-Cr-W-Mo-V-Co alloy, C-W; figure (a) is for as-cast Standard, Mo10 and Si05 samples and figure (b) is for as-cast W7 and W7V2 samples.

(4) 共晶炭化物の種類と形態

共晶組織の第2相の体積率は最終製品の性能を左右することから、その体積率を求める必要がある。また、第2相の体積率は共晶反応直上の液相組成と相関関係があるので、共晶領域のFE-EPMAによって得られた元素の組成像を利用して液相組成を求めた。M₂Cに着目し、共晶反応直上の液相領域に相当する枠線で囲った共晶領域の例をFig. 2.11に、共晶領域の平均強度から平均組成に換算した液相組成をTable 2.3に示す。C濃度はSi05試料が高い値を、またMo10試料が低い値を示した。同様に、WはSi05試料が高く、一方Standard試料が低く、また、MoはSi05試料が高く、Mo10試料が低い値を示した。共晶炭化物量と共晶組成の関係を評価するため、共晶領域に存在するM₂C炭化物の面積率を画像解析ソフトにより求めたところ、炭化物量はSi05試料の次に、Standard試料、Mo10試料の順に少なくなった。さらに共晶反応直上の液相領域に相当する共晶領域の組成を用いてFig. 2.8(a)の計算例と同じScheil-Gulliver法により求めたモル固相率99%におけるM₂C晶出量をTable 2.4に示す。SiやV量を増加させたSi05試料の炭化物晶出量が最も多く、Mo10試料が最も少ない計算結果が得られ、この傾向はFE-EPMAより求めた実測のM₂C量の順列とも一致した。前節で、共晶組織の層間隔はMo10、StandardおよびSi05試料の順に大きくなっていることが観察されたが、Fig. 2.11に示すようにM₂Cの形態は微細な繊維状、層状の組織から粗大な層状や羽毛状へ変化していた。2元系合金の共晶組織の解析では共晶形態に関して繊維状(fiber, rod)や層状(lamellar)は共晶の第2相の体積率によって変化することが示されているので^{2,10)}、M₂C炭化物の層間隔と晶出量の関係を調査した。なお、共晶組織の層間隔の計量手法として、インターセプト法によるパーライト組織の層間隔の評価方法^{11,12)}が知られている。Fig. 2.11の白線で示した共晶領域内のγ相と炭化物相の層状組織の厚さ(Apparent depth)を測定し¹³⁾、見かけ上の層間隔(Apparent spacing)として評価した。Fig. 2.12にこの層間隔と測定したM₂C炭化物の面積率(Area %)の関係を示す。▲印および◆印は、γ相およびM₂C相各々の相の厚さを示し、●印は両者を合わせた間隔を示している。炭化物量が増加するに従い、いずれの値も2倍弱大きくなっている。すなわち68~70HRCで使用されることを想定した鋼材の共晶反応直上の液相組成が、繊維状および層状のM₂C炭化物共晶の間隔および形態に影響を及ぼした。なお、この関係から共晶炭化物の層間隔が大きく、大きな棒状の炭化物として熱間加工後の鋼材に残留すると疲労強度やじん性を低めてしまうので、実際の製品には共晶炭化物量を低めた設計を行い、試料硬さを保ったまま機械的特性を向上

させる必要があると思われる。同様に，この制御の概念には鋼材を焼入れ・焼戻した後のマルテンサイト基地と析出炭化物の状態を考慮する必要もあると思われる。

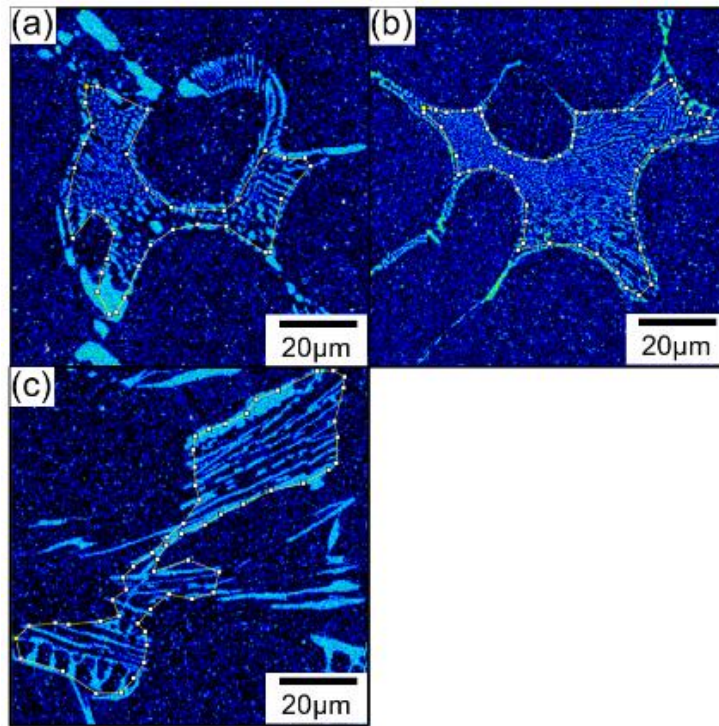


Fig. 2.11 Eutectic microstructure region used for analyzing the fraction of carbides of as-cast(a) Standard, (b) Mo10 and (c) Si05 samples.

Table 2.3 Average compositions of the main elements in liquid phase just above eutectic temperatures estimated from the eutectic area of M_2C .

Sample type	(mass%)						
	C	Cr	W	Mo	V	Co	Fe
Standard	1.71	4.33	2.57	18.7	2.16	6.22	Bal.
Mo10	1.47	4.48	3.60	15.5	1.85	6.71	Bal.
Si05	1.94	4.30	5.29	17.6	3.41	6.00	Bal.

Table 2.4 Measured fraction of M_2C carbide and its estimated value using Scheil-Gulliver equation at 99% of the molar fraction. The types of carbides at 1140 °C are also estimated.

Sample type	Eutectic M_2C		Calculated equilibrium carbide vol% at 1140°C	
	Measured area% by image analysis	Calculated vol% by Scheil-Gulliver	M_2C	M_6C
Standard	41.0	15.4	8.14	22.3
Mo10	37.1	11.7	5.28	20.7
Si05	43.2	18.5	13.4	18.4

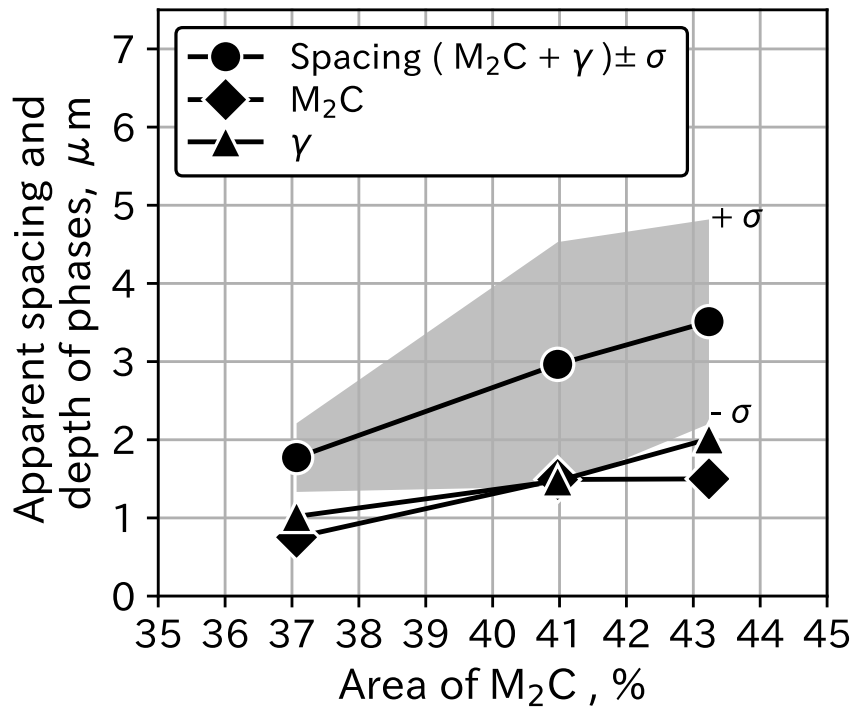


Fig. 2.12 Influence of M_2C area fraction on the depth of each austenite and carbide phases, and the total apparent lamellar spacing.

(5) 共晶反応終了温度直上の共晶組織

上述したように液相面状態図により共晶反応を伴う凝固過程はおおよそ理解できた。Fig. 2.13 に縦軸を V としたグラフも示したが、Fe-C-V 3 元系合金では MC が晶出する傾向を示すのに対し、Standard 試料は M_2C の晶出が推定できる。しかしながら、共晶炭化物は残液の濃度に大きく依存するので、最終凝固部で晶出する炭化物を推定するためには最終凝固温度、または共晶反応終了直上の温度における液相と炭化物の状態を把握しておく必要がある。そこで炭化物の面積率が一樣に変化した Standard 試料、Mo10 試料および Si05 試料について、共晶反応終了直上の相を C と V の状態図としてまとめた。計算には Thermo-Calc の Scheil-Gulliver の式を用いたが、ソフトウェアは最終凝固部における相をマップ (図示) するコマンドがないため、C と V 以外の合金元素はそのままの濃度を用いて、C と V だけ系統的に変化させて Scheil-Gulliver の式により固相率 99% の条件での共晶炭化物を計算した。

Standard 試料の基本組成を用いて、C と V だけ系統的に変化させて計算した結果を Fig. 2.14 に示す。図の点状 (・) は計算した合金組成を示し、●印は本研究の Standard 試料の C および V 濃度を示している。なお、晶出する相の構成に合わせて境界線も示した。Standard 試料も含めて C が約 2%、V が約 4% の範囲では、 $\gamma + M_2C$ 共晶が最終組織として形成され、また、C が約 2.3% を超える場合や V が比較的高い場合は $\gamma + M_2C + MC$ 共晶が最終組織として示された。共晶反応を示す二元系合金の共晶凝固過程の解析例^{14,15)}によれば、組成によって Kofler が提案した共晶反応の Coupled zone と呼ぶ領域を通過する合金としない合金が存在し、Coupled zone を通過する場合は 2 相が競合して通常見られる共晶が成長するが、通過せずに生成される共晶は異常形態 (Anomalous) を示すとされている。Coupled zone は 2 元系合金の共晶反応における共晶の第 1, 2 相が同じ速度 (similar velocity) で成長する領域として定義されている¹⁴⁾。多元系共晶合金の Coupled zone の解析例はないが、多元系でもこの zone が存在しうると考えれば、Fig. 2.14 の炭化物生成の γ と M_2C を含む領域はその Coupled zone と呼ばれる領域に相当するものと思われる。

さらに、Mo10 および Si05 試料における共晶反応終了直上の温度 (最終凝固部) の関係も Fig. 2.15 および Fig. 2.16 に示した。Fig. 2.14 の Standard 試料と比較すると、中央の γ と M_2C を含む領域 (共晶面) の広さは Fig. 2.15 に示した Mo10 の共晶面が広く、逆に Fig. 2.16 に示す Si05 の領域が狭くなった。今後、さらなる調査が必要ではあるが、3 種の試料の γ と M_2C の共晶面の広さが Coupled zone と強い相関があると仮定した場合、Fig. 2.11 の組織は共晶領域の

広さに対応して通常の共晶組織と異常形態(**Anomalous**)を示しており，凝固過程の経路と **Coupled zone** を共晶面としたときの関係を推定できるものと思われた．

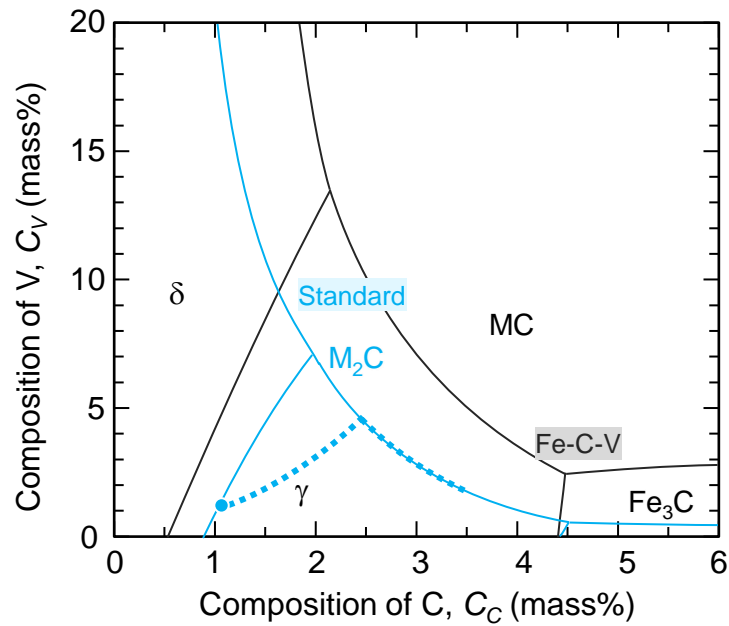


Fig. 2.13 Liquidus projection surface of the Fe-C- V alloy and as-cast Standard sample.

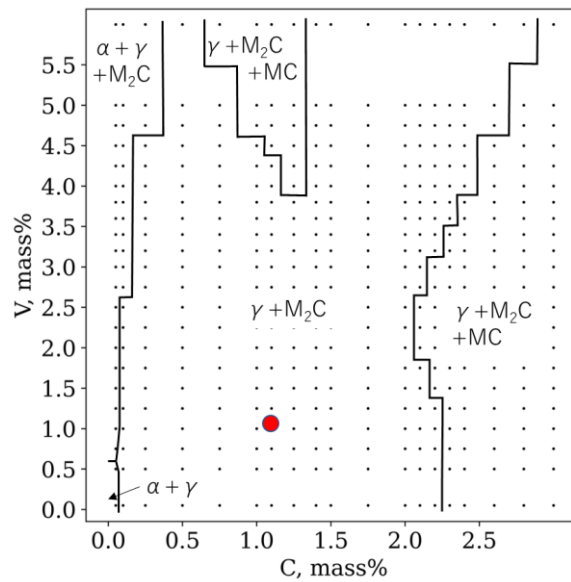


Fig. 2.14 The C - V diagram for solidus surface of Fe-C-Cr-W-Mo-V-Co alloy system with samples for Standard. Red circle means initial composition of C and V for Standard sample.

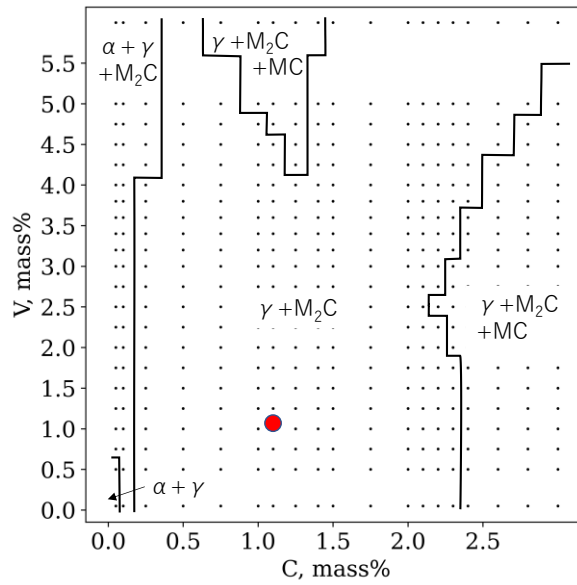


Fig. 2.15 The C – V diagram for solidus surface of Fe-C-Cr-W-Mo-V-Co alloy system with samples for Standard. Red circle means sample for Mo10.

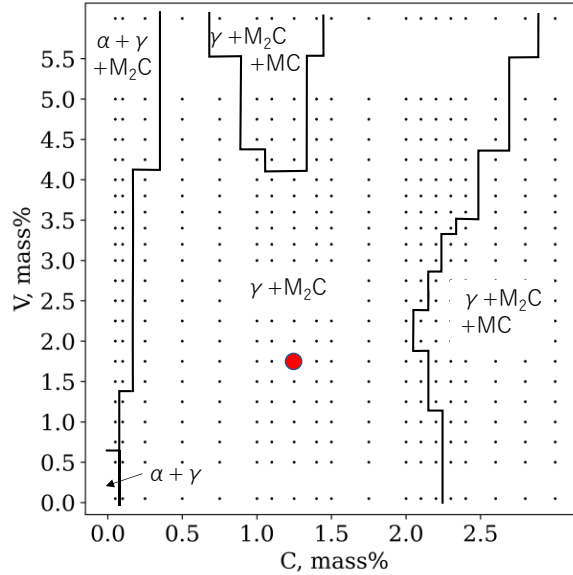


Fig. 2.16 The C – V diagram for solidus surface of Fe-C-Cr-W-Mo-V-Co alloy system with samples for Standard. Red circle means sample for Si05.

2.4 結言

高速度工具鋼を用いて、硬さ 68～70HRC が得られる鋼材に相当する焼入れ・焼戻しまで考慮した鑄放し組織における M_2C 、 M_6C および MC 共晶炭化物について、構成される元素の濃度分布や共晶炭化物の形態を解析して以下の知見を得た。

- (1) 一般的な高速度工具鋼の凝固過程において Si や V 量を増加すると M_2C 炭化物が増加し、 W や V 量を増加すると M_6C や MC 炭化物が晶出した。
- (2) 凝固直後の M_2C 共晶炭化物の面積率は、共晶反応直上の液相組成に依存して変化した。
- (3) 高速度工具鋼の M_2C 共晶炭化物量が増加すると、共晶炭化物の形態が微細な繊維、層状の組織から粗大な層状や羽毛状へ変化し、炭化物の層間隔も大きくなる傾向があった。

参考文献

- 1) K. Kiyonaga: Tool Steel, The Iron and Steel Institute of Japan, 2000, 124 (in Japanese).
- 2) M. N. Croker, R. S. Fidler, R. S. and R. W. Smith, Proc. Roy. Soc., 335A(1973),15.
- 3) W. Kurz, D. J. Fisher: Fundamentals of Solidification, 4th ed., Trans Tech Publication Ltd., Zurich, 1998.
- 4) Y. Murakami: Metal fatigue: effects of small defects and nonmetallic inclusions 2nd ed., Academic Press, London, 2019, 225.
- 5) H. Wisell: Metall. Mater. Trans. A, 22(1991), 1391.
- 6) R. H. Barkalow, R. W. Kraft and J. I. Goldstein: Metall. Trans. B, 3(1972), 919.
- 7) M. A. Grossman, E. C. Bain: J. Iron Steel Inst., CX(1924), 249.
- 8) K. Kuo: J. Iron Steel Inst., 181(1955), 128.
- 9) K. Ogi, Y. Ono, H Zhou, H Miyahara: Tetsu-to-Hagané, 81(1995), 912 (in Japanese).
- 10) A. Hellawell: Metals and Materials, 1967, 361.
- 11) R. T. Dehoff, F. N. Rhines: Quantitative Microscopy, Mcgraw-Hill, New York: Mcgraw-Hill, 1968.
- 12) E. E. Underwood: Quantitative Stereology, Addison-Wesley, USA, 1970.
- 13) M. Doube, M. M. Kłosowski, I. Arganda-Carreras, F. P. Cordelières, R. Dougherty, J. S. Jackson, B. Schmid, J. R. Hutchinson and S. J. Shefelbine: Bone, 47 (2010),1076.
- 14) R. Elliot: Eutectic Solidification Processing Crystalline and Glassy Alloys, Butterworths, England, 1983, 55.
- 15) A. Kofler: Z. Metallkunde, 41(1950), 221.

第3章 高速度工具鋼の共晶炭化物に及ぼす熱処理の影響

3.1 緒言

前章に示すように，硬さ 68～70HRC を目標硬さとしたときの高速度工具鋼の凝固組織は，基本的に M_2C ， M_6C および MC 共晶炭化物とデンドライトから構成される組織を呈しており，Si や V 量を増加すると M_2C 炭化物が増加し，W や V 量を増加すると M_6C や MC 炭化物が晶出する傾向があった．また，凝固直後の M_2C 共晶炭化物の面積率は，共晶反応直上の液相組成に依存して変化し，凝固で得られる炭化物の割合の推定の指針を得た．しかしながら，高速度工具鋼は，焼入れ・焼戻し工程を得て製品化されるので，熱処理工程において晶出した各炭化物の種類や割合が変化する．一方，前章より高速度工具鋼の M_2C 共晶炭化物量が増加すると，共晶炭化物の形態が微細な繊維，層状の組織から粗大な層状や羽毛状へ変化し，炭化物の層間隔も大きくなる傾向が示された．熱処理を含めた圧延工程において，過剰かつ粗大な炭化物はプロセス制御を困難にするだけでなく，最終製品のじん性や疲労強度等の低下を招く恐れもある．

そこで本章では，硬さ 68～70HRC を有する高速度工具鋼の熱処理後の最適な組織を得ることを目的として，前章で示した鑄放し試料を熱処理し，形成された種々の共晶炭化物組織の形態と炭化物に含まれる W，Mo および V 等の元素の分布に及ぼす熱処理の影響を評価した．

3.2 実験試料および方法

3.2.1 実験試料

本実験に用いた試料の組成を Table 3.1 に示す．なお，本組成は第2章で用いた試料と同等の組成になる．前章同様，いずれも高速度工具鋼用に合金設計したものであり，Standard は本研究で基準となる組成であり，JIS SKH59 に相当し，W を 1.47mass%（以下%と略する），Mo を 9.25%，V を 1.19%含む組成に調整した試料である．また Mo10 試料は，Mo を 9.64%まで上げたものである．さらに，Si と V の影響を調査するために Si を 0.51%まで高めた Si05 試料も設計した．一方，W や V は高硬度の MC 炭化物を生成するので，これらの元素の効果を調査するために，W を 6.17%まで高めた W7 試料，および W を 7.04%，V を 1.67%，Co を 7.97%添加した W7V2 試料を作製した．

Table 3.1. Chemical compositions of the samples. Marked values are changed on purpose.

Sample type	Compositions (mass%)							Hardness (HRC)
	C	Si	Cr	W	Mo	V	Co	
Standard	1.08	0.31	3.93	1.47	9.25	1.19	7.88	68.4
Mo10	1.07	0.31	3.87	2.50	9.64	1.09	7.88	68.5
Si05	1.26	0.51	3.95	2.44	9.01	1.75	7.98	68.8
W7	1.03	0.31	3.96	6.17	7.14	0.84	7.97	69.7
W7V2	1.22	0.31	4.05	7.04	7.62	1.67	7.97	68.7

3.2.2 実験方法

実験は、前章で示したように各成分に設計した試料について小型真空溶解炉を用いて真空雰囲気中で溶製しておよそ100mmの角型金型に鑄造し、780°Cで焼なまして鑄放し試料とした。なお、高速度工具鋼として用いる際には、鑄放し試料を熱間鍛造し、さらに焼入れ・焼戻しの熱処理工程が必須である。この時、熱間鍛造や焼入れの高温保持における鑄放し試料の不安定な共晶炭化物の安定な炭化物への分解が進むことが予想される。そこで、炭化物の変化を調査するために、実際の熱履歴工程をモデル化し、ステンレスパイプに大気封止し、大気雰囲気中、1140°Cで16h保持後、大気中に取り出し放冷した高温保持試料を作製した。

なお、前章同様、本実験では各試料の焼戻し後の硬さを揃えることにより、硬さに及ぼす合金組成および組織の影響を明確に評価できると考えた。そこで、本実験では鑄放し試料を大気雰囲気中1140°Cで熱間鍛造を行い、22mm角の棒鋼試料とし、続いて1190°Cで30minの減圧雰囲気中で保持した後に 5×10^5 Paの窒素加圧冷却により焼入れし、さらに560°Cで1hの焼戻しを3回繰り返す、硬さを測定した。硬さはロックウェル硬さ試験機（ミットヨ製 ATK-F1000）を用いて測定した。試行錯誤の末、Table 3.1に示す合金組成となったが、この時、ロックウェル硬さもTable 3.1に示すようにいずれの試料も68~70HRCの範囲に収めることができた。

高温保持試料は、エメリー紙およびダイヤモンドペーストで鏡面仕上げした後、酸化クロム(Cr_2O_3)のスラリー液で研磨後、再び村上試薬で腐食し、光学顕微鏡で観察した。初晶 γ 量の面積率は光学顕微鏡組織写真より画像解析ソフト（Image J）を用いて求めた。晶出した共晶組織に含まれる各種合金元素の分布を調査するため、電界放射型電子線マイクロアナライザー(Field Emission Electron Microprobe Analyzer : FE-EPMA, JEOL 製, JXA-8530F)を用いて解析した。さらに、X線回折装置（リガク製 RINT2500PC）を用いて、X線管球 : Co, $2\theta = 40 \sim 120^\circ$ の条件で共晶炭化物の結晶構造について同定を行った。元素濃度の解析においてはFE-EPMAにより得た元素のX線強度を、組成の似た濃度の明らかな標準試料のX線強度で規格化し、at%濃度に補正した。

3.3 実験結果および考察

3.3.1 光学顕微鏡による熱処理組織の観察

Fig. 3.1 に各鑄放し試料を 1140°C で 16h 熱処理した後の組織を示す。Standard では、高温保持中に炭化物が粗大化する傾向があった。さらに、軽微ではあるが初晶デンドライト相に粒状の析出物が観察された。Mo10 試料も同様に、保持中に炭化物が粗大化すると共に、デンドライト相内に粒状の析出が確認された。Si05, W7 および W7V2 試料は高温保持にも関わらず、光学顕微鏡による組織の大きな変化は確認されなかったが、W7 試料は Standard および Mo10 と同様、初晶デンドライト相内に粒状の析出物が本実験条件で最も顕著に析出していた。

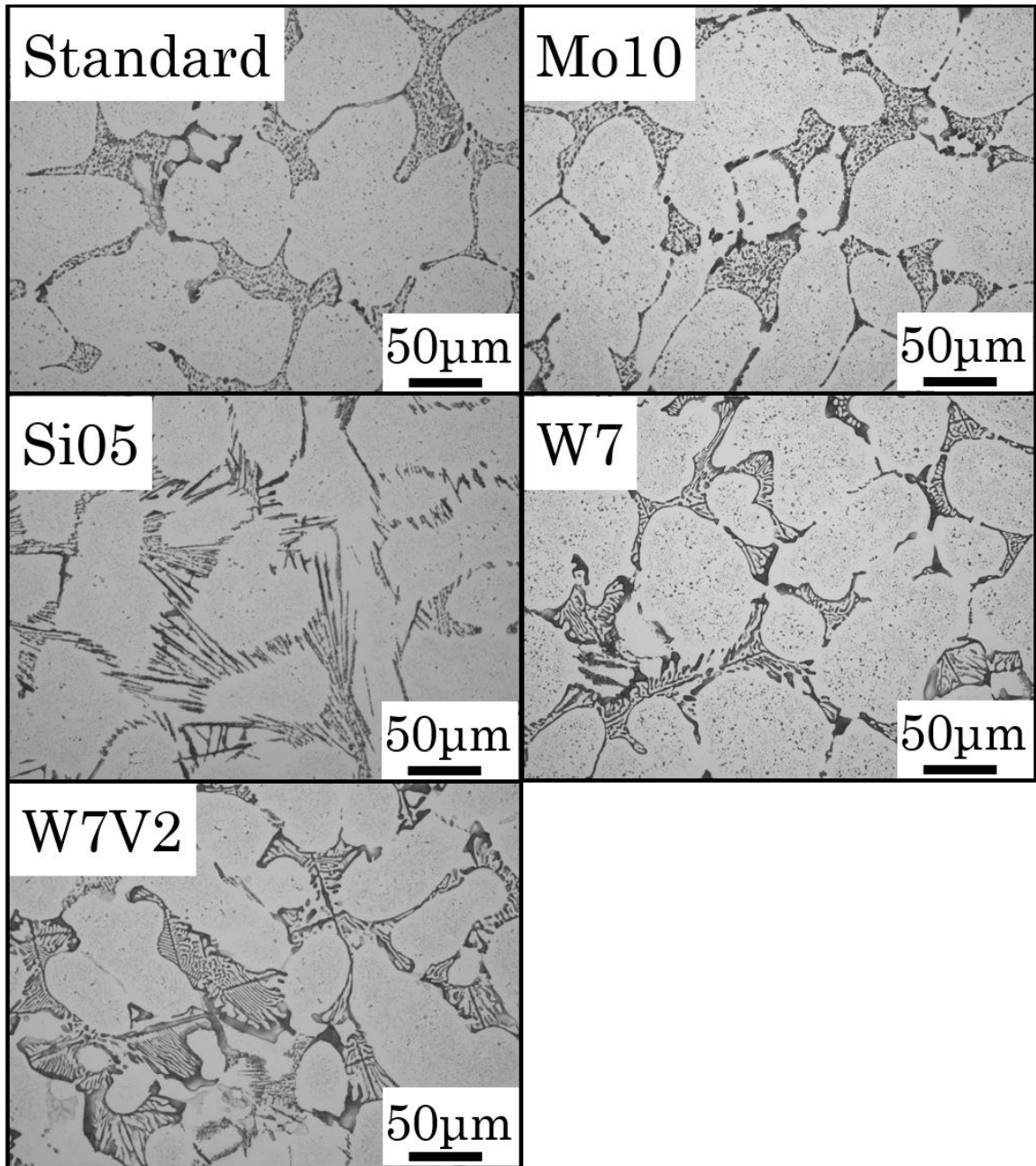


Fig. 3.1 Microstructure and distribution of carbides for heat-treated samples at 1140°C for 16h.

3.3.2 FE-EPMA および X 線回折による炭化物の解析

(1) 組織解析

上述した共晶組織に晶出した炭化物を確認するため、1140°C、16h 保持試料の組織を FE-EPMA により各元素の組成像を解析し、さらに X 線回折を行った。その結果を供試材毎に Fig. 3.2 から Fig. 3.6 に示す。

(a) 基準試料

加熱保持後の組織を Fig. 3.2 に示す。共晶炭化物の BSE 像のコントラストに大きな変化は認められないが、共晶炭化物は分断され、C 組成像では濃淡が発生し、W および V を多く含みやすい M_2C の特徴¹⁾を示した。すなわち、 M_2C は塊状として加熱保持後も残留していた。一方、Si 組成像からは粒状に成長した領域が観察された。W 組成像と共に拡大した組織も示したが、 M_2C 炭化物の一部が分解したと考えられる。XRD 結果より M_6C は残存していることと、この領域の濃度分布（棒グラフ）が鑄放し組織の M_6C と同様に Si を多く含みやすい M_6C の特徴¹⁾を示していることから、この領域は M_6C と判断した。なお、XRD 解析では Fe_3C の回折ピークは無くなっており、1140°C 保持によって Fe_3C は消滅していた。なお、一方では γ 相のピークが検出された。

(b) Mo 増加試料

Mo を増加させた試料（Mo10 と記述）の加熱保持後の組織を Fig. 3.3 に示す。Fig. 3.2 と同様に共晶炭化物の BSE 像のコントラストに大きな変化は認められないが、 M_2C は加熱保持によって粗大化した。さらに Si を多く含みやすい M_6C も熱処理により生成しており、Standard 試料と同様の傾向が確認された。しかしながら、V 組成像には、緑色の粒状組織に混ざって、赤色で示される V が極めて高い組織が点在している。そこで元素濃度を解析したところ、多量の V および C を含んでいた。XRD 解析と照合させると、この炭化物は熱処理により生成した MC と考えられた。なお、Mo10 試料においても Standard 試料と同様に、熱処理によって Fe_3C が消滅し、 γ 相のピークを検出した。なお、Standard 試料の加熱後の組織に析出しなかった MC が Mo10 試料に析出している。Fig. 3.3 の Mo10 試料の M_2C に含まれる W 量は Fig. 3.2 の Standard 試料よりわずかに多く、逆に V の含有量がわずかに少ない。そのため Mo10 試料の M_2C 以外の組織に V が分配されたと考えられ、MC の析出を助長したと思われた。

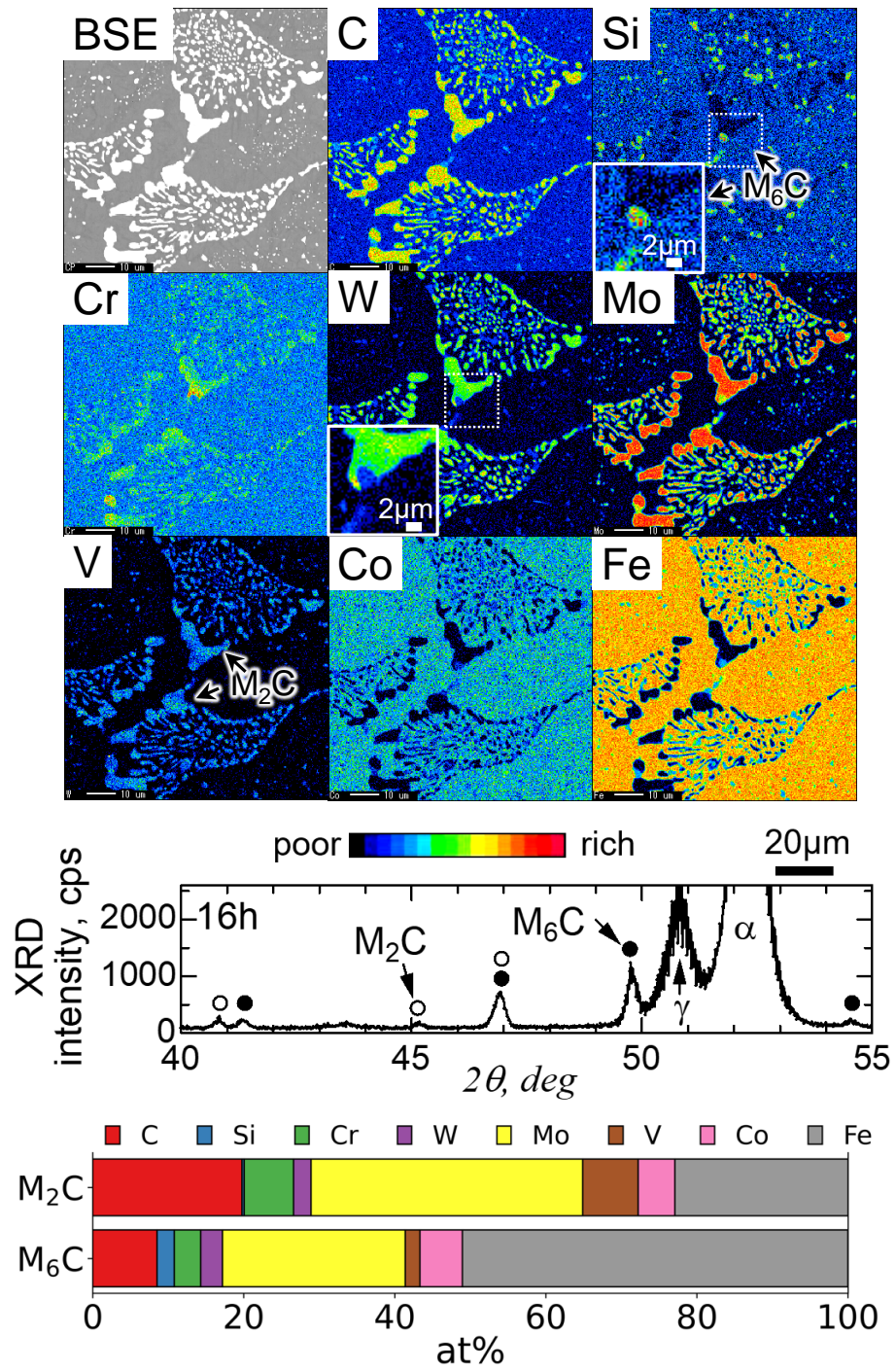


Fig. 3.2 Decomposition of carbides in the as-cast Standard sample caused by heat-treatment at 1140°C for 16h.

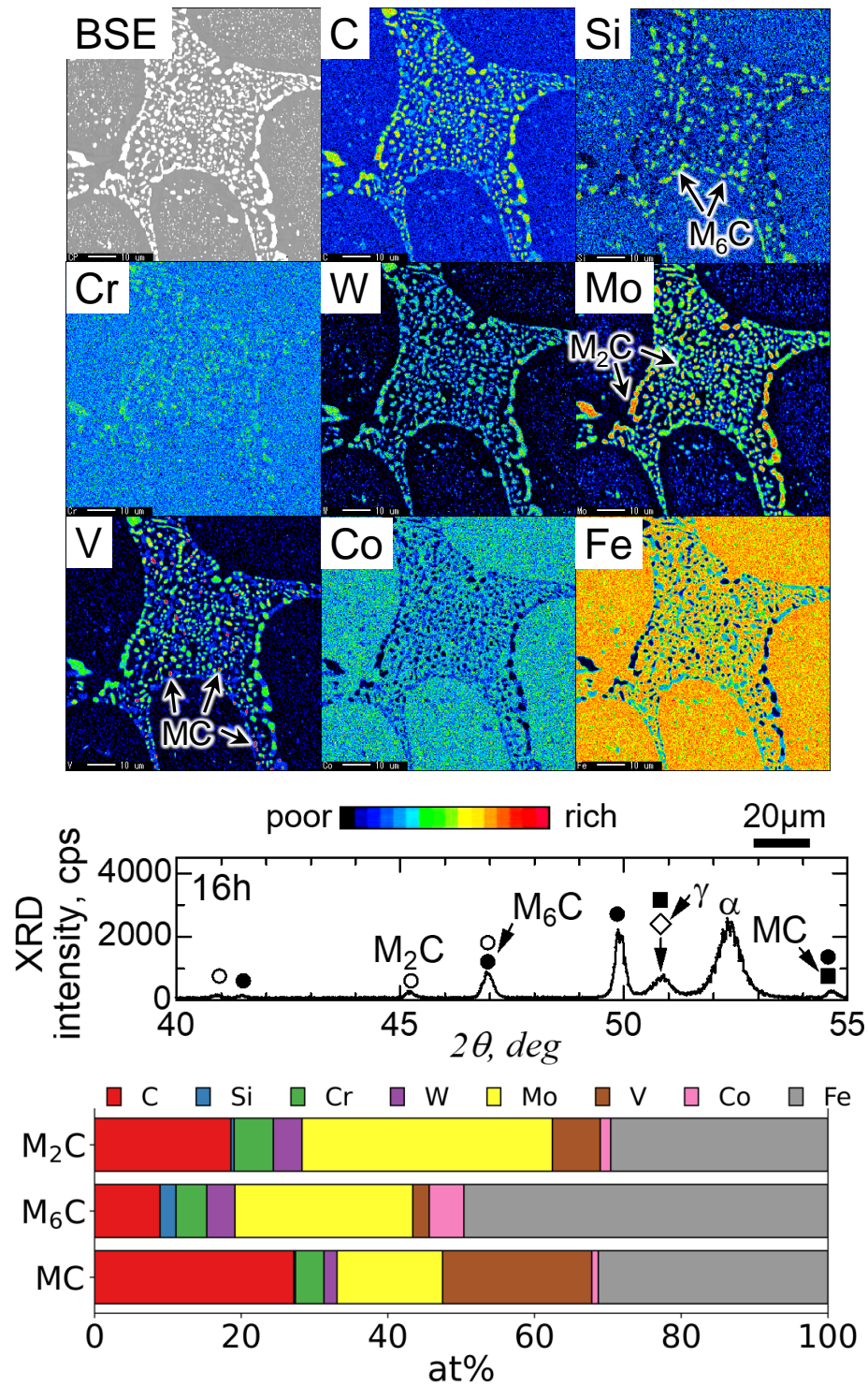


Fig. 3.3 Decomposition of carbides in the as-cast Mo10 sample caused by the heat-treatment at 1140°C for 16h.

(c) Si 増加試料

Si を増加させた試料 (Si05 と記述) の加熱保持後の組織を Fig. 3.4 に示す. BSE 像における白い像を示す層状の共晶組織は Fig. 2.5 と同様に大きな変化が認められないが, Si 組成像に示すように Si を多く含みやすい M_6C が析出し, また, V 組成像に示すように V を多く含みやすい MC が M_2C 近傍に生成していた. なお, 鑄放し組織に検出された $M_{23}C_6$ は, 高温保持後は XRD 解析と, Cr 組成像からも消滅していた. 以上のように, Si05 試料の加熱保持後は, Standard および Mo10 試料と同様に, M_2C が MC や M_6C へ分解していたと思われる. この分解のし易さについては, 凝固の冷却速度に依存する報告例²⁾があるが, 本報告の試料は冷却速度が同じとなるように鋼塊から採取しており, 試料間の炭化物の分解し易さの差異は確認できなかった.

(d) W 増加試料

W を増加させた試料 (W7 と記述) の加熱保持後の組織を Fig. 3.5 に示す. 肋骨状の M_6C 共晶炭化物の大きな形態の変化は無いが, 熱処理によりやや丸みを帯びて粗大に成長していた. しかしながら, M_6C の組成割合は, 鑄放し組織とほとんど変化がなく, 熱処理後も安定して存在していた. XRD 解析より, Fe_3C は消滅し, M_2C は僅かに残存し, 新たに MC が生成した. C および V 組成像において, M_6C と基地の境界に C の著しく高い相が生成しており, その組成割合も V を多く含有する MC の特徴に極めて類似していることから MC が析出したと判断した. すなわち, 加熱保持によって M_2C が分解し, 微小な MC と未分解の M_2C が残留していた.

(e) W および V 添加試料

W および V を同時に高めた試料 (W7V2 と記述) の加熱保持後の組織を Fig. 3.6 に示す. 加熱によって鑄放し組織の共晶組織の層間隔が広がり成長している. M_6C 共晶炭化物についての大きな濃度変化は無かった. XRD 解析では M_2C および MC のピークが検出されたが, M_2C は Si 濃度が低く, V 組成像の高い領域に残存し, MC は初晶で晶出した場所以外に, V 組成像で明確に示されるように, M_6C と基地の境界に析出していた.

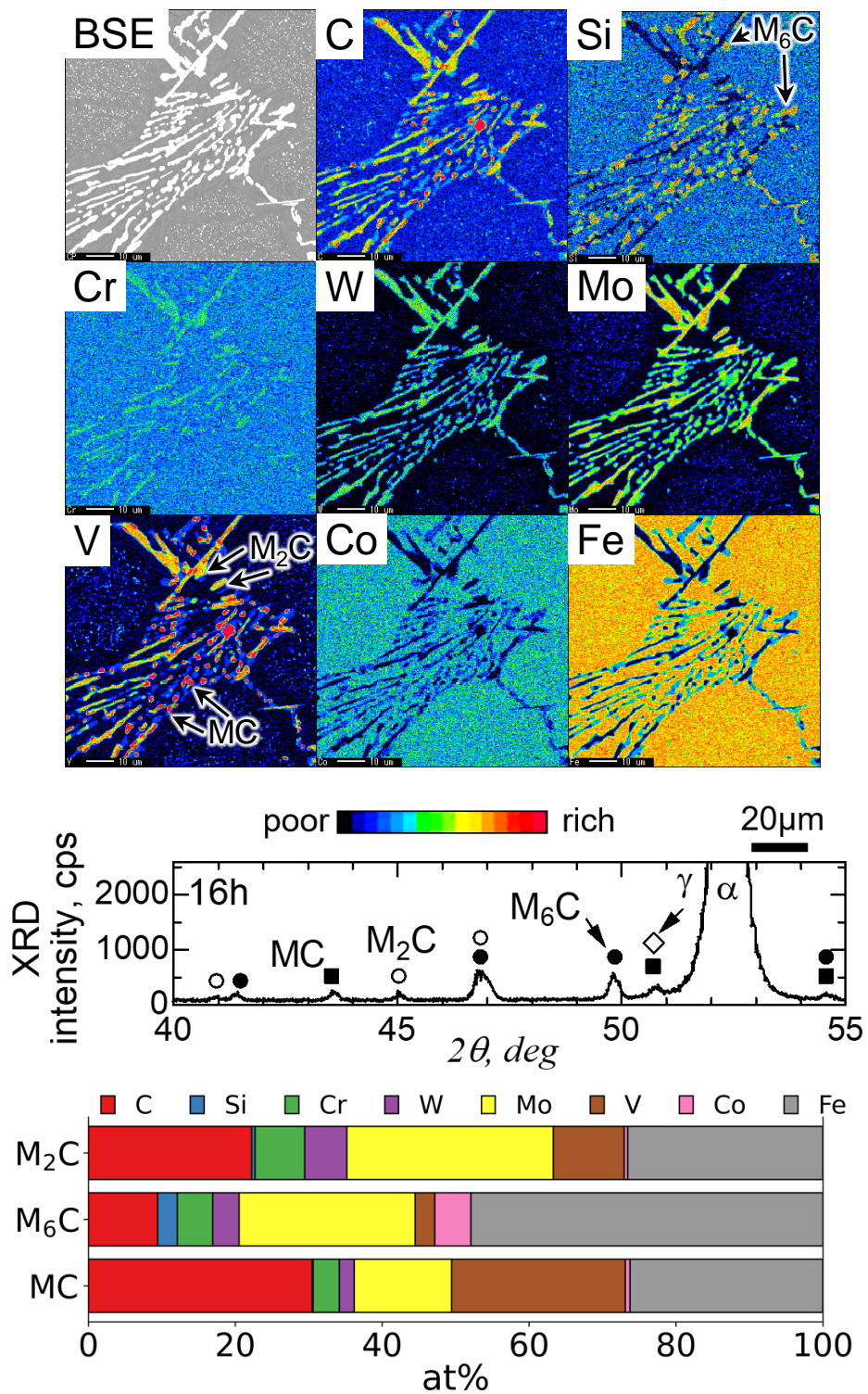


Fig. 3.4 Decomposition of carbides in the as-cast Si05 sample caused by the heat-treatment at 1140°C for 16h.

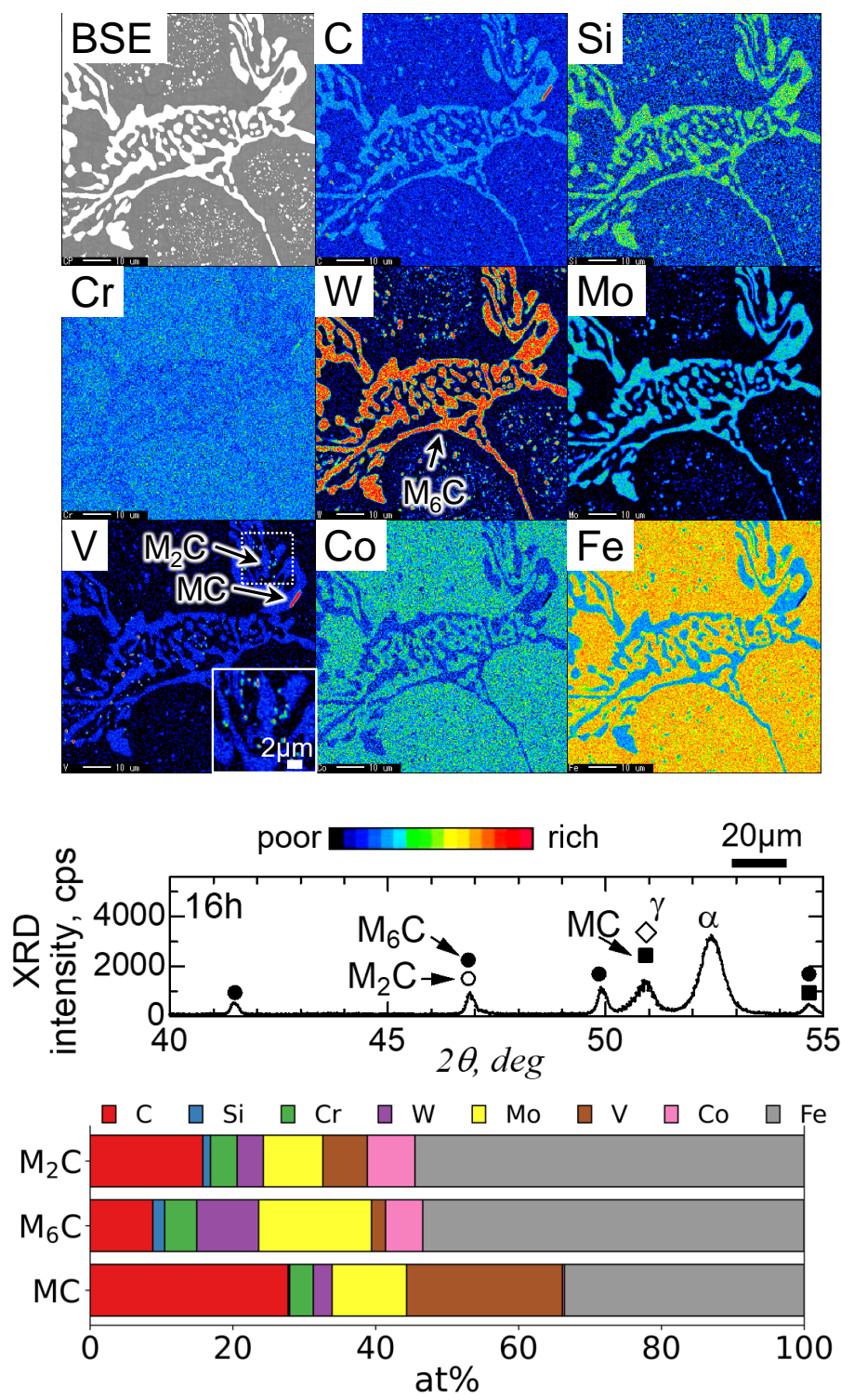


Fig. 3.5 Decomposition of carbides in the as-cast W7 sample caused by the heat-treatment at 1140°C for 16h.

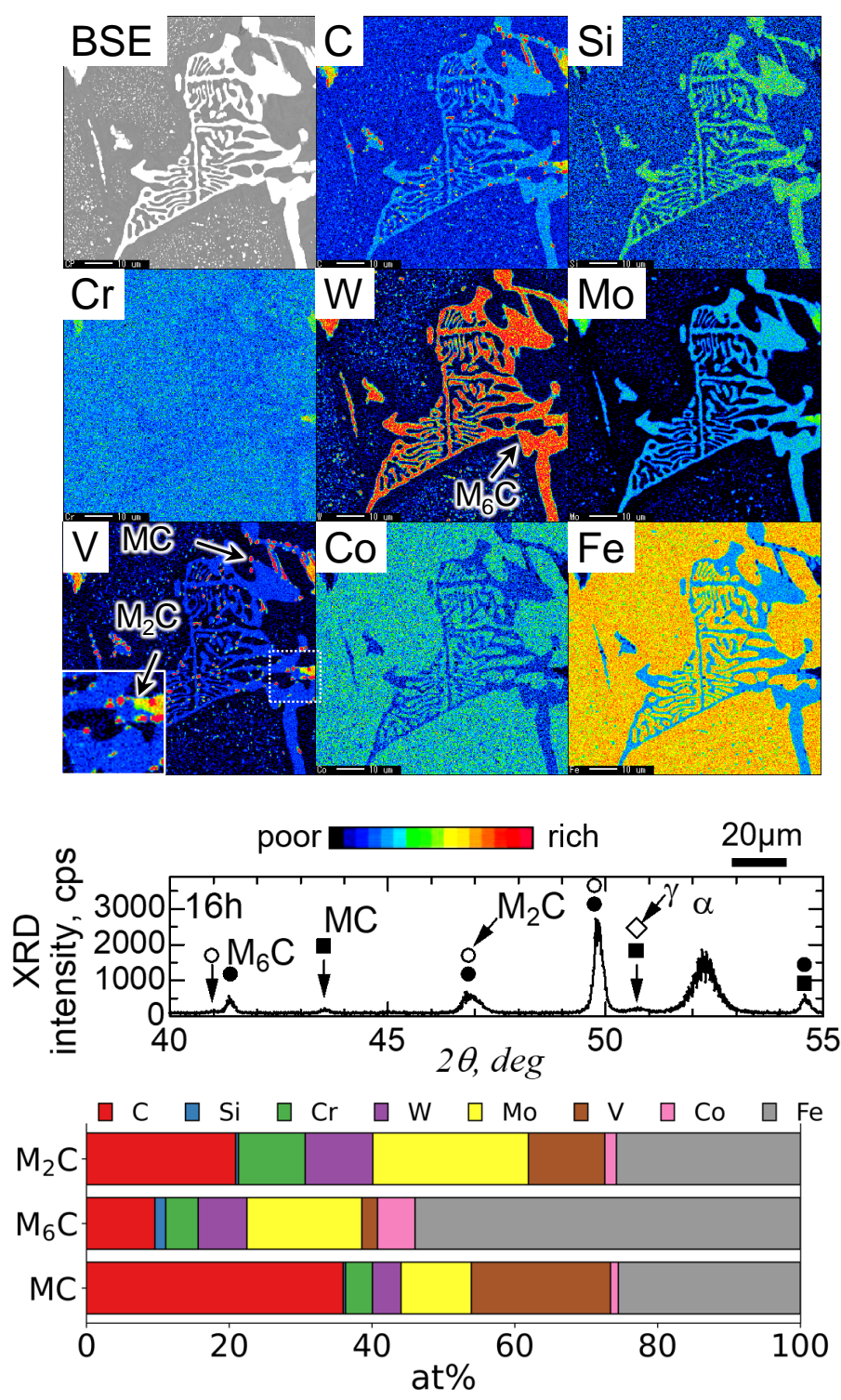
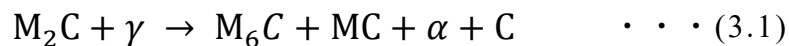


Fig. 3.6 Decomposition of carbides in the as-cast W7V2 sample caused by the heat-treatment at 1140°C for 16h.

(2) 高温保持中の炭化物の変化

Standard, Mo10 および Si05 試料の鑄放し組織で主に晶出している炭化物は M_2C であった。 M_2C 共晶炭化物の形態に関して、 Fig. 3.1 の光学顕微鏡、または Fig. 3.2, 3.3 および 3.4 の BSE 像に示すように、形態が Standard と Mo10 試料は繊維状と層状が混在するノンファセット共晶、 Si05 試料は羽毛状のファセット共晶であった。 さらに Mo10, Standard および Si05 試料の順で共晶の炭化物の層間隔は広がっているように観察された。 共晶の層間隔は凝固の冷却速度に依存することが報告²⁾されているが、本研究では冷却速度が同じとなるように試料を採取したので、試料毎の冷却速度の差による影響は小さいと考えられる。 一方、共晶組織の成長において、第2相がノンファセット共晶の金属間化合物では曲率半径や溶質拡散に依存すること、ファセット共晶では比較的離れて共晶が成長することが示されている^{3,4)}。 M_2C を構成する W や Mo の濃度は Mo10 試料より Standard 試料がやや多く、層間隔がやや大きくなったと考えられる。 また、Si05 試料の炭化物はファセット共晶であるので、さらに共晶の層間隔が広がったと考えられる。 このような形態を示す炭化物は 1140°C で加熱保持することによって、一部の未分解の M_2C を残して MC および M_6C に分解していた。 この分解についての詳細な解析⁵⁻⁷⁾が報告されており、本研究の Mo10 および Si05 試料にも同様な傾向が見られている。 また、高速度工具鋼 AISI M2 の室温から 1000~1150°C で加熱保持し、基地を α 相から γ 相に変態させた後の M_2C 共晶炭化物の分解挙動として以下の反応式が示されている⁸⁾。



Standard 試料に相当する AISI M42 の組織解析事例では、1100°C, 1150°C で 1h 保持後の焼なまし組織に MC が存在したという報告例⁹⁾があるが、本報告の Standard 試料に MC 炭化物は確認されなかった。 FE-EPMA による V 組成像では Mo10 試料にわずかに MC が点在していたものの、Si05 試料の MC よりは軽微な量であった。 したがって、デンドライト相の形態は Standard や Mo10 試料に比べやや異なるものの、 M_2C 共晶炭化物は式(1)と同様な分解が生じたものと考えられる。 さらに、Fig. 3.2, 3.3 および 3.4 の BSE 像に示すように、分解で生ずる M_6C は微細なものが生成している。 高速度工具鋼としては、熱間加工・熱処理を経て使用されるが、その際のオーステナイト化温度における未固溶の硬質炭化物は経験的に微細分散状態が良好とされている¹⁰⁾。 本研究で用いた試料はいずれも硬さを 68~70HRC の範囲に収めているが、Mo はやや多めにした Mo10 試料が製品として上述の硬質炭化物が微細分散である状態が良好

とされることを考慮すると高速度工具鋼に適していると思われる。

また、W7 および W7V2 試料に観察された肋骨状 M_6C については 11.02～18.58%W の高速度工具鋼の炭化物組織の解析で安定な炭化物である^{11,12)}と報告されているが、本研究での 6.17～7.04%W の組成で、1140℃に加熱保持しても安定であった。また比較的硬い MC 炭化物も分散した。特に W7V2 試料では共晶 MC と熱処理により分解した MC が分散している。高速度工具鋼の製造工程における熱間加工において肋骨状 M_6C が粉砕し分散することがあれば、MC を含めて硬い高速度工具鋼が設計できると思われる。

3.3.3 共晶炭化物の種類と形態の影響

Standard, Mo10 および Si05 試料の共晶領域の例 (Fig. 2.11) を改めて Fig. 3.7 に示す. この液相領域に相当すると考えられる枠線の液相組成について再び Table 3.2 に示し, 1140°Cの平衡状態における組織の種類と体積割合を解析し, 再び Table 3.3 に示す. Standard 試料には M_2C と M_6C 炭化物が計算された. Mo10 は Standard より少ない M_2C 量が計算された. 同様に Si05 には 3 種の試料の中では最も多い M_2C 量が得られた. M_6C 炭化物は Standard が最も多く, Si05 が最少であった. 平衡計算によりいずれの試料でも 1140°Cでは M_2C 炭化物が安定して存在することが示された. これまでの報告では凝固過程で晶出した M_2C 炭化物の高温での不安定性, すなわち, 1140°Cで 16h 保持後に確認された M_2C 炭化物は不安定な状態で, 分解に至る途中の過程の状態であると推定されるものが多かったが, 本実験結果によれば M_2C 炭化物は 1140°Cにおいて一部は分解するものの安定な炭化物であり, 高温保持でも M_2C 炭化物は残留することが示された.

上述したように, 高速度工具鋼の鑄放し組織は共晶炭化物による網状組織で構成されており, 熱間加工によって鍛造, 圧延方向に展伸されて鋼材となる. この圧下率を 85~86%に高めても網状組織は残留し易いこと^{13,14)}が知られている. この残留した網状組織に大きな共晶炭化物が残留すると, 用途によっては鋼材のじん性を低め破壊に繋がり, 工具の耐久性を低めてしまう¹⁰⁾. したがって, M_2C 炭化物のうち繊維状のような形態を有する鋼材はじん性を損なわず, 高い硬さを有すると考えられる. しかしながら逆に, 安定な共晶炭化物として知られる粗大な MC 炭化物が残留する鋼材は, アブレイブによる摩耗を抑制し工具の価値を高めること¹⁵⁾があることも報告されている. すなわち, M_2C 炭化物のうち羽毛状のものや肋骨状 M_6C 炭化物は, さらなる摩耗性向上を目指すことができると考えられる. 以上のことから, 高速度工具鋼に求められる理想の炭化物組織は必ずしも微細である必要はなく, 工具の使用条件や求められる性能に依存するものであり, その組織は炭化物の種類 (M_2C , M_6C および MC) の選択, 共晶反応直上の液相組成, および高温での分解特性を理解することにより制御できるものと考えられる. 同様に, この制御の概念には鋼材を焼入れ・焼戻した後のマルテンサイト基地と析出炭化物の状態を考慮する必要もあると思われる.

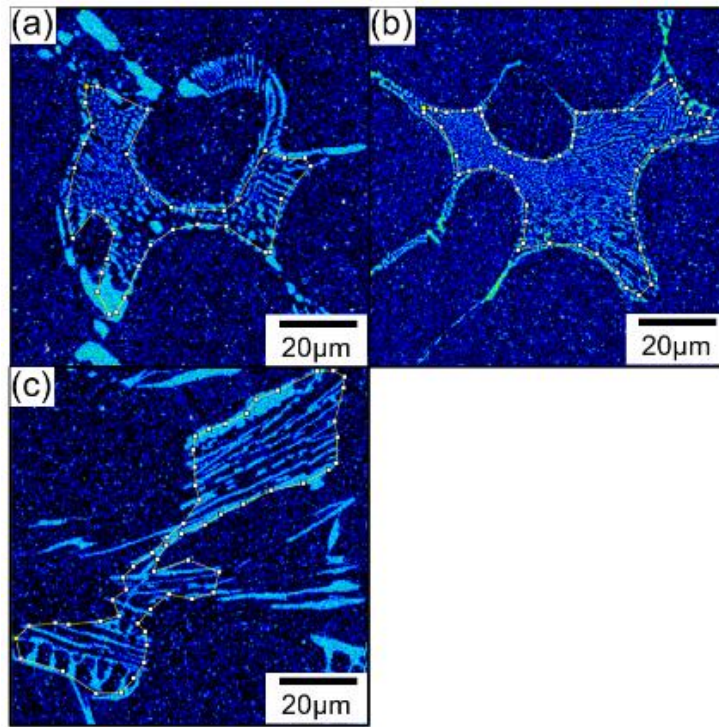


Fig. 3.7 Eutectic microstructure region used for analyzing the fraction of carbides of as-cast(a) Standard,(b) Mo10 and (c) Si05 samples.

Table 3.2. Average compositions of the main elements in liquid phase just above eutectic temperatures estimated from the eutectic area of M_2C .

Sample type	(mass%)						
	C	Cr	W	Mo	V	Co	Fe
Standard	1.71	4.33	2.57	18.7	2.16	6.22	Bal.
Mo10	1.47	4.48	3.60	15.5	1.85	6.71	Bal.
Si05	1.94	4.30	5.29	17.6	3.41	6.00	Bal.

Table 3.3. Measured fraction of M_2C carbide and its estimated value using Scheil-Gulliver equation at 99% of the molar fraction. The types of carbides at 1140 °C are also estimated.

Sample type	Eutectic M_2C		Calculated equilibrium carbide vol% at 1140°C	
	Measured area% by image analysis	Calculated vol% by Scheil-Gulliver	M_2C	M_6C
Standard	41.0	15.4	8.14	22.3
Mo10	37.1	11.7	5.28	20.7
Si05	43.2	18.5	13.4	18.4

3.6 結言

硬さ 68~70HRC を有する高速度工具鋼の熱処理後の最適な組織を得ることを目的として、第 2 章で示した鑄放し試料を熱処理し、種々の共晶炭化物の形態と元素分布を解析して以下の知見を得た。

- (1) 鑄放し試料を 1140°C 保持すると M_2C 炭化物は残留しつつ、 M_6C が析出した。

参考文献

- 1) H. Wisell: Metall. Mater. Trans. A, 22(1991), 1391.
- 2) H. F. Fischmeister, R. Riedl and S. Karagöz: Metall. Trans A, 20(1989), 2133.
- 3) M. N. Croker, R. S. Fidler, R. S. and R. W. Smith, Proc. Roy. Soc., 335A(1973),15.
- 4) W. Kurz, D. J. Fisher: Fundamentals of Solidification, 4th ed., Trans Tech Publication Ltd., Zurich, 1998.
- 5) E. Horn: DEW Tech. Ber. 12, Haft 3, 1972, 217.
- 6) E. Ishikawa, K. Sudo: Tetsu-to-Hagané, 63(1977), 990 (in Japanese).
- 7) H. Fredriksson, S. Brising: Scandinavian Journal of Metall, 5(1976), 268.
- 8) H. Fredriksson, M. Hillert and M. Nica: Scandinavian Journal of Metall, 8(1979), 115.
- 9) M. Godec, T. Večko Pirtovšek, B. Šetina Batič1, P. McGuinness, J. Burja and B. Podgornik: Sci Rep 5, 2015, 16202.
- 10) K. Kiyonaga: Toward Improved Ductility and Toughness, Climax Molybdenum Development Company, Tokyo, 1971, 207 (in Japanese).
- 11) T.-o. Sato, T. Nishizawa and Y. Murai: Tetsu-to-Hagané, 45(1959), 409 (in Japanese).
- 12) S. Koshiha, S. Kimura, H. Harada: Tetsu-to-Hagané, 46(1960), 1446 (in Japanese).
- 13) M. A. Grossmann, E. C. Bain: High speed steel, Wiley, New York, 1931, 111.
- 14) G. Hoyle, High speed steels, Butterworths & Co, England, 1988, 44.
- 15) W. E. Hendrer: J. Eng. Mater. Technol. 114(1992), 459.

第4章 高速度工具鋼のベラーグ形成に及ぼす MC 炭化物の影響

4.1 緒言

前章から、高速度工具鋼のじん性を確保しつつ硬さを 68~70HRC まで向上させた鋼材の鑄造過程における M_2C 、 M_6C および MC 共晶炭化物について解析し、1140°C保持において M_2C 炭化物は残留しつつ、 M_6C が析出することを明らかにした。しかしながら、切削工具材料として高速度工具鋼を用いるためには実際に切削試験を行い、切削中の組織や元素の変化を明らかにする必要がある。

特に、切削工具の刃先の保護膜として被削材から供給される元素の酸化物に関する報告も進みつつある¹⁾。切削特性を向上させるためには、刃先の材質から供給される元素についても議論する必要があると考えられるが、このような元素の挙動について調べた例は見当たらない。また、高速度工具鋼に含まれる焼入れにおいて未固溶の炭化物量とその分布、基地の組成に基づく基本的な連続切削による切削工具の摩耗量との相関関係については解析が試みられてきたが、炭化物分布を含めた組織との関係をより詳細に理解する必要がある。

そこで、本研究では、切削工具材料として知られる高速度工具鋼を用いて、切削試験を行うと共に、酸化試験により平衡状態の組織を観察し、この鋼に含まれる V、W、Mo 等の元素の挙動や得られた組織および酸化物について解析することにより、切削摩耗に及ぼす高速度工具鋼の表層部組織の影響を評価した。

4.2 実験試料および方法

4.2.1 実験試料

実験に用いた供試材の組成を Table 4.1 に示す。Cr、W および Mo をそれぞれ 4 mass% (以下%と略記する)、6.5% および 5% を目標に配合し、V の影響を明確にするために、2~5% の 4 水準の試料を作製した。なお、C は V およびその他の元素の添加量に合わせて 1~1.8% に調整した。各成分に合金設計した高速度工具鋼試料を小型真空溶解炉で溶製して角型インゴットに鑄造した後、熱間鍛造を行なって 25mm 角の棒鋼とした。その後、試料を 1190°C で 30 分保持した後、5bar の窒素加圧下で焼入れした。最後に 540~580°C で 1hr を 2 回繰り返して試料を焼戻し、ロックウェル硬さが 66.5 ± 0.5 HRC になるように調整した。MC 炭化物の面積割合は、鏡面研磨後村上液で MC 炭化物以外の炭化物を腐食し、ナイトル液で基地を腐食後、光学顕微鏡で撮影した白点の MC 炭

化物のみを画像解析ソフトで算出した．この白点の MC 炭化物は 1190℃で 30 分保持した後の基地に未固溶状態の炭化物である．

Table 4.1 Chemical compositions of samples.

(mass%)							
No.	C	Si	Mn	Cr	W	Mo	V
2V	1.02	0.51	0.29	4.15	6.46	5.36	1.91
3V	1.24	0.52	0.31	4.17	6.48	5.41	2.83
4V	1.54	0.53	0.31	4.22	6.47	5.35	4.24
5V	1.83	0.52	0.32	4.18	6.51	5.26	5.26

4.2.2 実験方法

(1) 切削試験

試料を切削工具とするため、刃先の形状がすくい角 20° 、逃げ角 0° 、刃先 R 3、刃先角度 60° となるように加工した。一方、被削材は JIS 4051 で規定された熱間圧延ままの S45C（代表組成 Fe - 0.42~0.48mass% C - 0.15~0.35mass% Si - 0.60~0.90mass% Mn）製の直径 50mm、硬さ 92.6HRBW の丸棒を用いた。切削試験は汎用的な旋盤を用い、連続回転による外周旋削加工により行なった。切削速度を 9.4m/min、送り 0.2mm/回転、切り込み 0.1mm、切削距離 47m とし、乾式で旋削を行った。試験後は試料の刃先のすくい面の組織を走査型電子顕微鏡（SEM, 日立ハイテクノロジー製, S3600N）で観察すると共に、摩耗量をレーザー顕微鏡で測定し摩耗深さを評価した。さらに、すくい面の酸化物の付着状況を電界放射型電子線マイクロアナライザー(Field Emission Electro Microprobe Analyzer : FE-EPMA, JEOL 製, JXF8500) で解析し、さらにすくい面の直下の領域を透過型電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscopy : TEM, 日立ハイテクノロジー製, HF-2100) で観察した。鮮明な像を得るため、TEM 観察用の薄膜試料を作製する際は、集束イオンビーム加工観察装置 (Focused Ion Beam system: FIB, 日立ハイテクノロジー製, FB-2000A) を用いて加工した。続いて、Table 4.1 の 4 種の供試材の刃先の切削温度を高めるために、切削速度を 94m/min に高めて、送り 0.2mm/回転、切り込み 0.1mm、切削距離 47m の条件で、乾式雰囲気と水溶性加工油による湿式雰囲気の 2 水準の雰囲気で旋削加工試験を行い、上記と同様にすくい面の摩耗量を測定した。

(2) VC 炭化物酸化試験

後述するように、試料内部には V を多量に含む MC 炭化物が生成した。そこで、MC 炭化物の大気中での酸化挙動と生成される酸化物について調査するため、VC 粉末の酸化挙動を調査した。実験は市販の VC 粉末を 1300°C で 1h の真空焼結処理した後、大気雰囲気で 700°C の加熱処理を 30min 行い、得られた試料を X 線回折装置 (リガク製 RINT2500PC, X 線管球 : Co) と X 線光電子分光装置 (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis : ESCA, 島津/KRATOS 製, AXIS-HS) による生成物の結晶構造について同定を行なった。酸化させた試料の表面の酸化被膜が薄い場合、X 線回折装置では微量の酸化被膜を検出しにくいことが想定されたので、最表面の微量の酸化被膜を同定するために ESCA を用いた。この試料の加熱処理温度として 700°C に設定した根拠

を以下に述べる． 1) V の酸化物と Fe の酸化物の混合体は共晶反応により V_2O_5 の融点より低い 656°C となることが示されている²⁾． 2) 高速度工具鋼製のホブと呼ばれる歯切り工具の乾式切削のすくい面の直下の推定刃先温度が 600°C 以上と推定する報告³⁾がある． 3) V の酸化物として VO_2 、 V_2O_3 および V_2O_5 が知られており、それぞれの酸化物の融点が 1967°C ⁴⁾、 1940°C ⁵⁾ および 690°C ⁶⁾ である．加熱処理温度からの冷却過程で V の酸化物が結晶化せずに非晶質状態となることも想定されたので、加熱温度を V_2O_5 の融点直上の 700°C に設定した．

試料を切削試験用として作製した工具の刃先に含まれる MC 炭化物のみを解析した場合、刃先表面に露出した MC 炭化物表面の変化が観察されにくくなることが想定されたので、VC 炭化物単体の大気中での酸化挙動を評価するに至った．

4.3 実験結果および考察

4.3.1 刃先すくい面の解析

Fig. 4.1 に各供試材の焼入れ・焼戻し後の MC 炭化物の光学顕微鏡組織を示す。いずれの試料でも、得られた組織は灰色で観察される焼入れ・焼戻しした基地組織と白色で示される 1190°C で加熱保持した後も未固溶だった炭化物で構成されていた。また、炭化物は熱間加工により一方向に配列して分布していた。供試材 2V から 5V まで比較すると、供試材の V 添加量が増量するにつれ炭化物も増量するように観察された。そこで、各供試材について炭化物の面積割合を解析し、炭化物形成に影響を及ぼすと考えられる V との関係を図 4.2 に示した。合金元素の上昇に伴い、MC 炭化物の面積割合はおよそ 2% から 12% へ上昇した。

続いて、炭化物が連続するとその間隙が破壊の起点となると考え、比較的一様に炭化物が分布した供試材 3V を代表的な試料とした。乾式切削試験前および試験後における刃先のすくい面の摩耗部を観察すると共に、FE-EPMA により各元素に対する分布を解析し、Fig. 4.3 に示した。上段には試験前の刃先の分析結果を示しているが、高濃度の C が点在しており、これは Fig. 4.1 で示された炭化物に相当すると考えられた。しかし、C 分布と同一場所には V と Mo が対応しており、さらにこれらの炭化物は、刃先に含まれる高速度工具鋼の合金組成から V を多く含む MC 炭化物と、Mo を多く含む M_6C 炭化物にそれぞれ対応していると考えられた。このとき、MC や M_6C 炭化物には Fe は多く含まれないので、2 種類の炭化物が存在する領域では基地より Fe 濃度は低下していた。一方、酸素(O)の分布は、切削試験前では酸素の検出は無視できるほど微量であった。上段に対して下段には切削試験後の元素マッピングを示したが、V および Mo の分布はあまり変化が見られなかった。しかしながら、切削試験前には無視できるほどだった O が、切削後には多くの領域で検出され、切削加工中に酸化物が生成されていることが示唆された。O の分布は V とは比較的多く重なっており、一方、Mo を多く含む M_6C 炭化物には多く検出はされなかった。なお、O は Fe や Cr と結合していることも考えられるが、あまり明確ではなかった。O の範囲と炭化物の一致性を確認するため FE-EPMA の V と O のカウント数による強度分散図を図 4.4 に示した。なお、縦および横軸はそれぞれ V と O の存在量を 1 秒当たりのカウント数 (cps) で示している。V と O の存在量の組み合わせ数を頻度 (Frequency) として示した。少ない頻度であるが 75cps 以上の O かつ、30cps 以上の V のカウント数分布に基づく相関分析により得た相関係数は 0.63 と正の相関を示した。Fig. 4.4 に示した破線内の V と

Oは後述するVの酸化物として多く存在していた。すなわち、切削加工前はVはそのほとんどがMCとして存在しており、切削加工によりMCからVの酸化物に変化したことが示唆された。なお、MoとOの分布については明確な規則性が見いだせず、M₆C炭化物はMC炭化物と比べてEPMAで検出できる程度の酸化は進行しにくいと思われた。頻度(Frequency)が256を超える領域はVとOのカウント数が少ない箇所の検出結果を示しているので、Vの酸化物として検出されにくい領域を意味する。

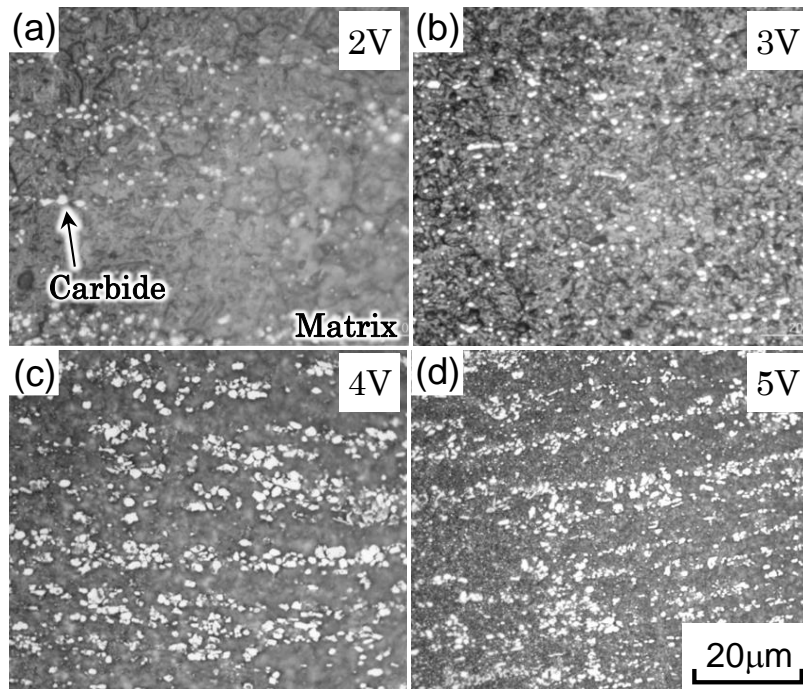


Fig. 4.1 Microstructure and distribution of carbides for samples.

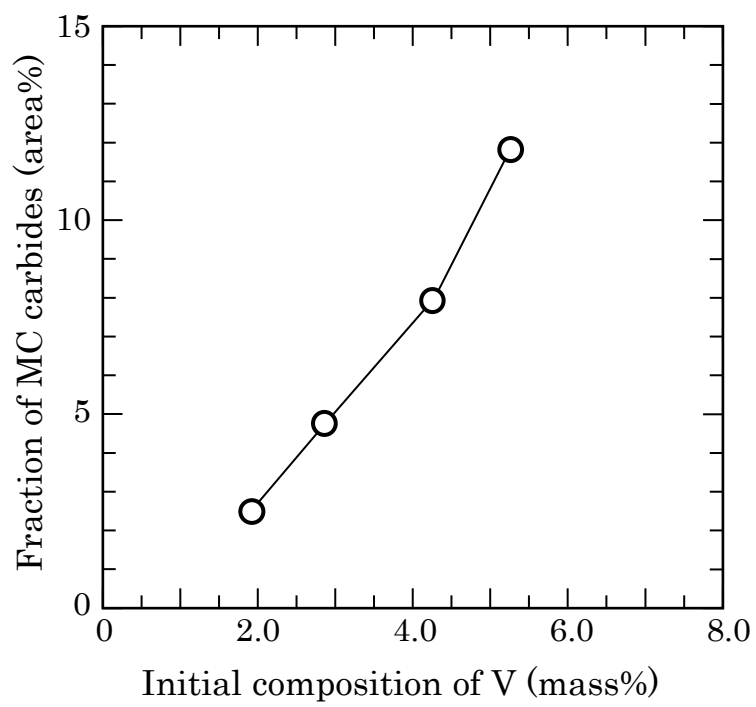


Fig. 4.2 Relationship between area fraction of MC carbides and initial composition of V.

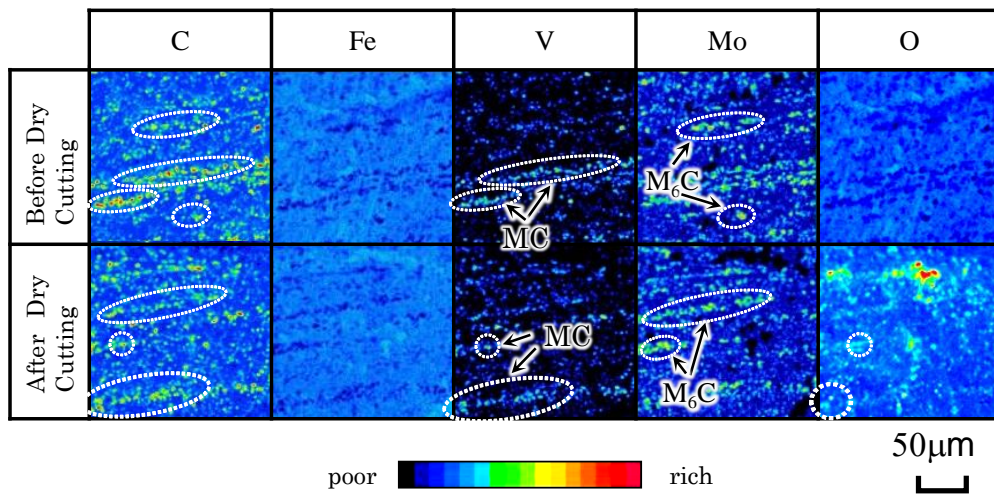


Fig. 4.3 Distribution of alloying elements on the rake face of before and after cutting experiment.

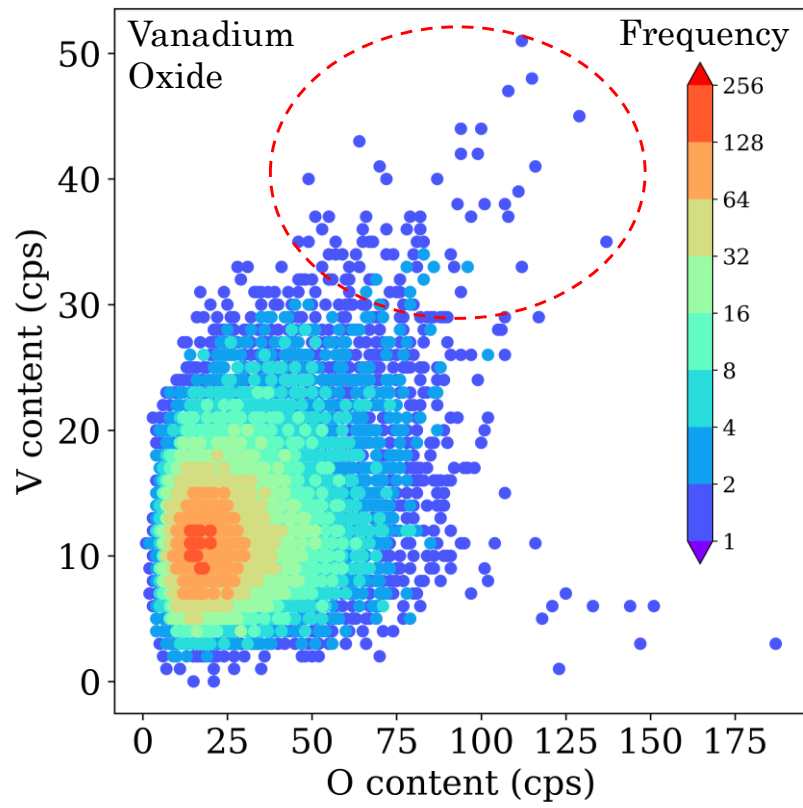


Fig. 4.4 Distribution of chemical composition of vanadium and oxygen in oxygen-riched area.

4.3.2 VC 炭化物の酸化現象

刃先の MC の酸化機構を明確にするために、VC 炭化物粉末の焼結品を大気雰囲気中で加熱した試料を作製した。その切断面について X 線回折を行った結果を Fig. 4.5 に示したが、加熱前にみられた VC 炭化物に加え、 V_2O_3 と VO_2 のピークが確認された。続いて、試料の最表面における V_2O_3 と VO_2 以外の酸化物を特定するために ESCA を用いて結合エネルギーを測定した。その結果を Fig. 4.6 に示したが、516.8eV をピークとするプロファイルが得られた。V の各酸化物値と比較したところ、 V_2O_3 および VO_2 の明確なピークは認められず、 V_2O_5 にピークが一致していた。Fig. 4.5 および Fig. 4.6 の2つの解析結果から VC 炭化物の酸化挙動としては、大気中で高温に晒されると酸素供給量が多い最表層では V_2O_5 となり、内部では V_2O_3 および VO_2 の複合酸化物を生成するものと考えられた。これらの酸化物の生成は処理温度である 700°C で生じていることから、切削中の工具刃先においても VC が酸化して Fig. 4.4 に示すように V の酸化物が生成したものと考えられた。

刃先の摩耗については、一般に機械的作用によるアブレシブ摩耗と熱的、化学的作用による凝着摩耗と拡散摩耗に分類される。すくい面の観察結果から、すくい面の摩耗は硬い突起による機械的作用によって発生した摩耗というよりは、切削に伴い切削温度が上昇し、すくい面の表面酸化と、付着物である酸化物による凝着摩耗の形態を示していると思われた。このような酸化現象については、供試材と類似の V や Mo を含む熱延用高速度工具鋼製ロールにおいて、そこに含まれる MC や M_6C 炭化物の 600°C での酸化については MC 炭化物のみが酸化すると報告されている⁷⁾。また、高速度工具鋼製のホブと呼ばれる歯切り工具の乾式切削のすくい面の直下の推定刃先温度が 600°C 以上との推定例もある³⁾。一方、VC 炭化物粉体での酸化機構については VC 炭化物の $500\sim 580^\circ\text{C}$ の範囲で酸素雰囲気での酸化試験後の X 線回折法によって V_2O_5 が生成されていることが報告されている⁸⁾。さらに VC 単結晶が 500°C で酸化を開始することも報告されている⁹⁾。これらの報告と Fig. 4.4~4.6 の結果から、本実験条件である被削材 S45C を用いた乾式の切削試験においても、Fig. 4.3 に示した乾式切削では刃先のすくい面の温度が 600°C 以上の高温となって、刃先に含まれる MC 炭化物が V_2O_5 等の酸化物へ変化したものと考えられた。次節に透過型電子顕微鏡を用いて乾式の切削試験後のすくい面の MC 炭化物の表面を観察した。

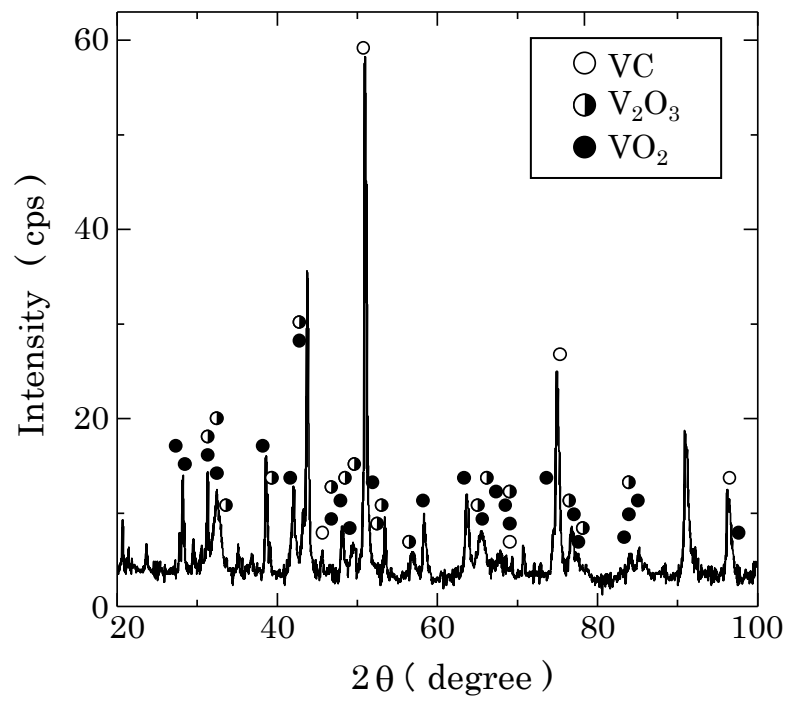


Fig. 4.5 XRD pattern of VC particle after oxidizing.

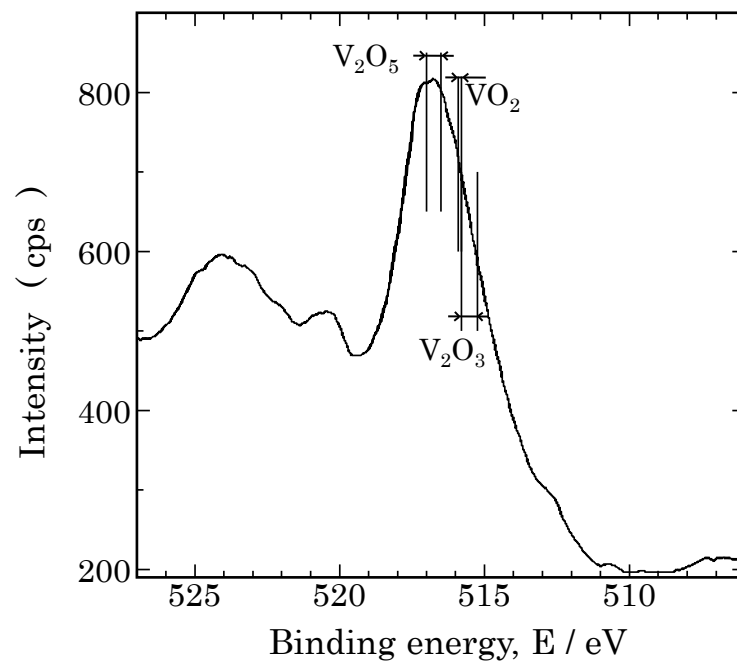


Fig. 4.6 Binding Energy of V_2O_5 , V_2O_3 and VO_2 .

4.3.3 すくい面の損傷面の TEM 観察

より詳細に刃先表面を調査するため、乾式切削後の摩耗したすくい面について TEM により観察し、その断面組織を Fig. 4.7(a)に、また Fig. 4.7(a)内の破線の領域を拡大した組織を Fig. 4.7(b)に示した。なお、Coating と記した最表面の白色層は試料の汚染を防ぎ、観察しやすくするために処理した Ni メッキ保護皮膜である。Fig. 4.7(a)の最表面においても観察はされるが、Fig. 4.7(b)の拡大像より Ni メッキ保護皮膜直下から 5nm 程度の領域に MC 表面と、その表面による等厚干渉縞が確認された。電子線回折パターン (Fig. 4.7(c),(d)) より MC 内部は fcc 構造の電子線回折像を示した。しかしながら、V の酸化物を含むと思われる MC 表面には、電子線の入射方位が同じにも関わらず点が不明瞭になっており、一部は非晶質状態を示唆するハローパターンを示した。このことから、MC 表面に液相が存在した可能性が示唆される。Table 4.2 は TEM-EDX による元素についての同じ位置の分析値を at%で示す。すくい面は摩耗によって露出した MC の酸化物以外に Fe を含む酸化物も確認された。MC 表面における分析結果は V_2O_5 より O が少ないが、MC より O と Fe 濃度が高い傾向にあった。被削材も乾式切削加工においてはすくい面に加工で生じた凝着物が存在することも想定され、これらの酸化層の中でも大気中で加熱保持した Fe 系酸化物(Fe_2O_3)と V 系酸化物(V_2O_5)の混合体は共晶反応により V_2O_5 と FeV_4O_{13} の系として融点が $656^\circ C$ となることが示されている²⁾。本実験でもこのような複合酸化物または酸化物共晶が生成されていると考えられた。すなわち、乾式切削において切削中のすくい面に付着した酸化物の融点は低く、切削中は酸化物は共晶反応の融点を超えて熔融状態にあり、切削終了時に急速凝固することで O や Fe を含む非晶質層を形成したと推測された。

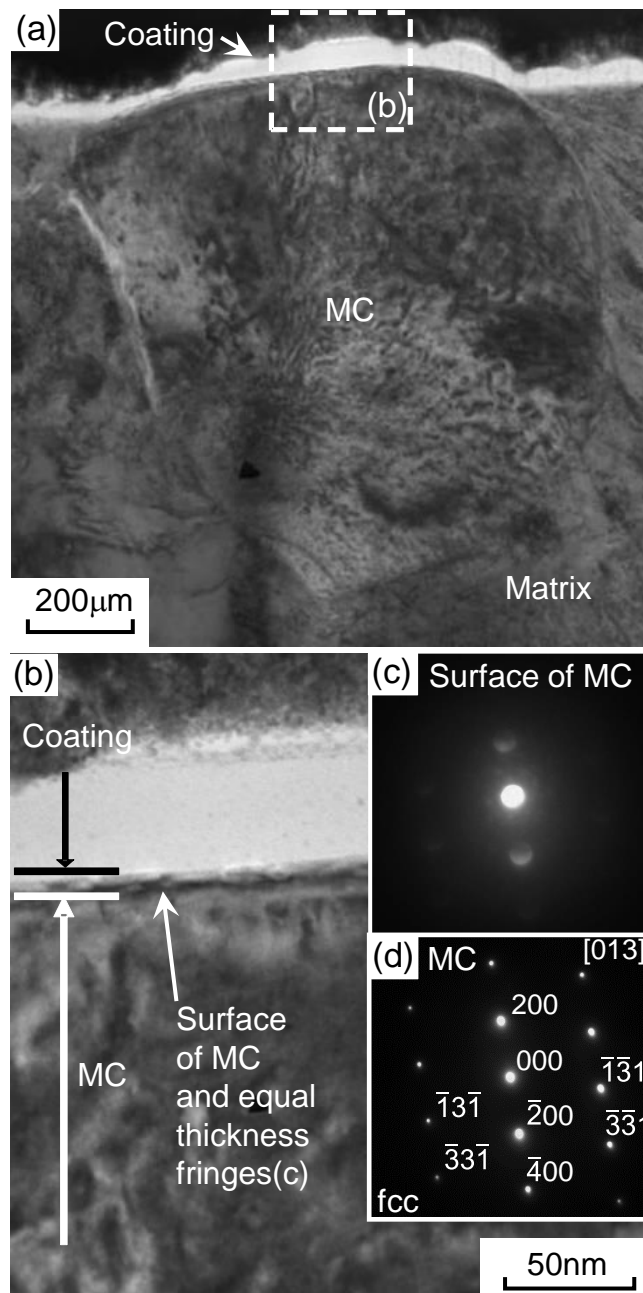


Fig. 4.7 TEM images on the rake face of sample insert;(a) wide area,(b) high magnification of figure (a), and (c) and (d) show diffraction patterns of surface of MC and equal thickness fringes and MC area, individually.

Table 4.2 Chemical composition of surface of MC and MC by TEM-EDX.

phase	(at%)				
	O	V	Fe	Mo	W
Surface of MC	17.1	55.9	7.4	13.2	6.4
MC	7.8	65.3	4.0	15.1	7.8

4.3.4 乾式切削試験による工具摩耗評価

Fig. 4.8 に 2V, 3V, 4V および 5V 供試材の乾式と湿式切削後のすくい面をレーザー顕微鏡で表面粗さから測定した摩耗深さの結果を示す. 湿式および乾式いずれの切削条件においても, MC 炭化物面積率の増加に伴い, すくい面の摩耗が抑制される傾向にあった. 2V 材では乾式の摩耗量は約 $90\mu\text{m}$, 湿式の場合は約 $40\mu\text{m}$ と他の供試材と比べて著しく多かった. しかしながら, 3V 供試材では V 量や炭化物量の増加は少ないものの, 摩耗量はほぼ 1/2 まで著しく減少した. さらに 5V 材では本実験では乾式では $10\mu\text{m}$, また湿式では $5\mu\text{m}$ を示し, 最も摩耗量が少なくなった. 一般的に, 摩耗量は炭化物等の硬質相の量により改善されることが知られている. Fig. 4.2 より 5V 供試材の MC 炭化物の総量は約 12%を示していることから, この増加が摩耗量の改善に効果を示したと考えられた. 乾式での摩耗量はその傾きから, およそ $4\mu\text{m}/\text{area}\%$ の割合で MC 炭化物量の上昇と共に低下し, 湿式ではおよそ $1.3\mu\text{m}/\text{area}\%$ の減少率を示した. 上述したように, 刃先の摩耗については, 機械的作用によるアブレシブ摩耗と熱的, 化学的作用による凝着摩耗と拡散摩耗に分類され, アブレシブ摩耗は被削材に含まれる硬質粒子によって摩耗が進行し, 凝着摩耗は被削材と刃先の反応により生じることが示されている¹⁰⁾. 乾式切削では供試材である刃先の材質は Fe 系の高速度工具鋼, 被削材も S45C の炭素鋼でもある. 熱的な摩耗現象として, 凝着摩耗がすくい面で生じており, この面に露出した MC 炭化物の表面の V の酸化物, Fe を多く含む刃先の基地や被削材の酸化物が, 切削過程で混合し, この面の付着物として生成されていることからアブレシブ摩耗と凝着摩耗が同時に生じているものと考えられる. MC 炭化物の増加により, 刃先と被削材の接触が少なくなり, アブレシブ摩耗抑制作用に加えて, 凝着摩耗の熱的な摩耗現象も抑制されたものと思われる. 一方, 湿式切削では十分冷却されていると考えられるので, MC 炭化物増量で摩耗が減少しているのは硬質の MC 炭化物によるアブレシブ摩耗を抑制する機構であると考えられる. なお, V が増加するにつれ, 湿式切削と乾式切削の摩耗量の差が小さくなった現象は, 切削温度の上昇によって液相となった酸化物による刃先の摩耗から保護する潤滑作用によって摩耗が抑制される現象であると考えられる. これは刃先を保護する潤滑作用を得る元素が被削材の Fe だけでなく, 刃先の材質である V を含有する高速度工具鋼からも供給されたことによって起きたともいえる. MC 炭化物と刃先の Fe 基地からの酸化物を形成した酸素の供給源としては, 切削条件として切削油を使用しない乾式切削であるため, この酸素供給源が大気であることが確認^{11,12)}されていることから, 今回の乾式切削試験でも酸素は

大気から供給されたと考えられた。なお、Fig. 4.3, Fig. 4.4 および Table 4.2 に示した組成の特徴により被削材を炭素鋼 S45C としたときの刃先に露出した MC 炭化物の表面に MC の酸化物以外に Fe を含む酸化物の混合物が確認された。これらの酸化物だけでなく、切削温度の上昇によって、被削材に添加された合金元素と MC 炭化物が反応し、その生成物が液相となり、刃先を保護する可能性も示唆された。

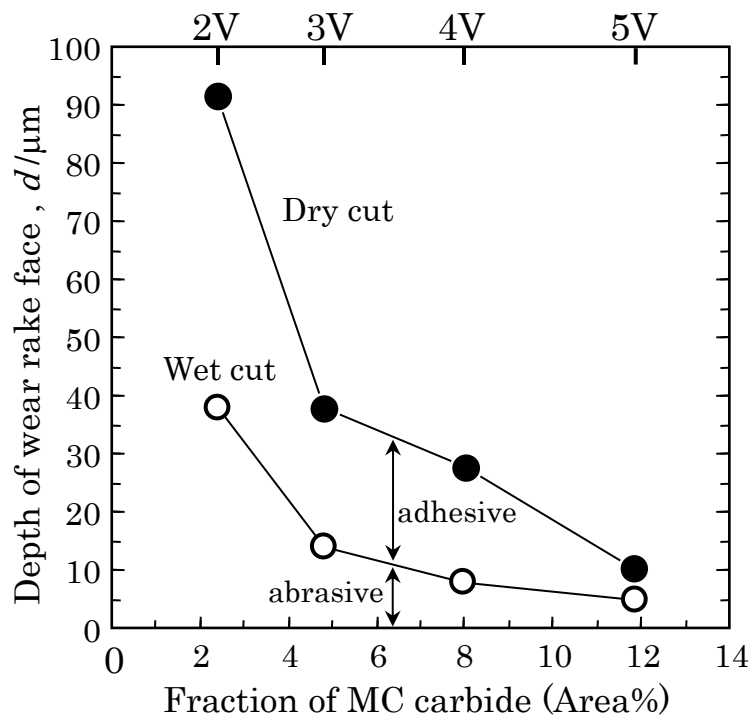


Fig. 4.8 Depth of wear rake face between wet cut and dry cut.

4.4. 結言

高速度工具鋼製切削工具の刃先の切削および摩耗機構を解明するため、乾式および湿式で切削試験を行った。また、酸化試験により平衡状態の組織を観察し、高速度工具鋼の表層部組織を詳細に観察し、生ずる酸化物の形成機構を調査し、摩耗に対する酸化物の保護作用について考察した。

- (1) 旋盤による乾式での連続切削試験後の刃先の MC 炭化物表面には V と Fe を主とする酸化物が形成されていた。この表面は電子線の入射方位が同じにも関わらず点が不明瞭になっており、一部は非晶質状態を示唆するハローパターンを示した。このことから、MC 表面に液相が存在した可能性が示唆された。
- (2) VC 炭化物を 700°C で酸化させると、最表層は V_2O_5 、その内部は V_2O_3 、 VO_2 の複合酸化物を生成した。
- (3) 乾式および湿式環境による連続切削試験により、MC 量の増加に伴い、いずれの条件でもすくい面の摩耗量は減少した。湿式ではアブレシブ摩耗が主として生ずるが、乾式では凝着摩耗も合わさることから、摩耗量の増加が著しかった。また、乾式ではアブレシブ摩耗と凝着摩耗が生じるため、アブレシブ摩耗が主体の湿式よりも摩耗量が多いが、MC 量の寄与が大きく 5%V 材ではその差が著しく小さくなった。

参考文献

- 1) K. Morishita, T. Ohba, S. Morito: J. Japan Soc. Prec. Eng., 82(2016), 285 (in Japanese).
- 1) H.-H.Kim, J.-W.Lim and J.-J.Lee: ISIJ Int., 43(2003), 1983.
- 2) W. D. Malan, G. Akdogan, P. Taskinen, J. Hamuyuni and J. Zietsman: Calphad, 63(2018), 12.
- 3) T. Aiso and T. Matsushita: Tetsu-to-Hagané, 106(2020), 121 (in Japanese).
- 4) CAS番号 12036-21-4, CAS: CAS (Chemical Abstracts Service) Number.
- 5) CAS番号 1314-34-7.
- 6) CAS番号 1314-62-1.
- 7) H.-H. Kim, J.-W. Lim and J.-J. Lee: ISIJ Int., 43(2003), 1983.
- 8) C. Santafé and C. Borgianni: Oxid Met., 9(1975), 415.
- 9) M. D. Antonik, R. J. Lad and T. M. Christensen: Sur. Interface Anal., 24(1996), 681.
- 10) K. Ono, S. Kawamura, M. Kitano and T. Shimamune: Riron Sessaku Kogaku, Gendai Kogaku Sya, (2003) (in Japanese).
- 11) E. M. Trent and P. K. Wright: Metal Cutting, 4th ed, Butterworth-Heinemann, Oxford, (2000), 325.
- 12) T. Iwasaki, T. Aiso and K. Watari: Tetsu-to-Hagané, 104(2018), 208 (in Japanese).

第5章 総括

第1章では緒論であり、高速度工具鋼に関する過去の技術的な背景、現在に至るまでの高速度工具鋼の鑄放し組織、熱間加工後の鍛伸組織における炭化物の既知の挙動について整理した。また、高速度工具鋼の鑄放し組織に含まれる共晶炭化物の形態解析と合金元素の役割について評価し、刃先の摩耗におけるVを多く含むMC炭化物の役割を明らかにする系統的な研究を行うことにより、本高速度工具鋼の用途に応じた組織制御の指針を得る研究の重要性を示した。

第2章では、焼入れ・焼戻し後の硬さを68~70HRCに揃えた高速度工具鋼について、共晶炭化物の濃度分布、形態および体積割合に及ぼす構成元素の影響について評価した。一般的な高速度工具鋼の鑄放し試料には、 M_2C 、 M_6C およびMC炭化物が観察され、SiやV量を増加すると M_2C 炭化物が増加し、WやV量を増加すると M_6C やMC炭化物が増加した。凝固後の M_2C 共晶炭化物の面積率は、共晶反応直上の液相組成に依存して変化した。また、 M_2C 炭化物量が増加するに従い、共晶炭化物の形態が微細な繊維、層状の組織から粗大な層状や羽毛状へ変化すると共に、共晶炭化物の層間隔が大きくなる傾向があった。

第3章では、第2章で示した鑄放し試料を熱処理し、種々の共晶炭化物の高温における安定性について評価した。鑄放し試料を1140℃保持すると M_2C 炭化物は M_6C へ分解するが、一部は安定的に析出した。高速度工具鋼の共晶炭化物の形態に及ぼす合金元素の影響を示した。

第4章では、高速度工具鋼製の切削工具の刃先の摩耗現象を明らかにするために、刃先の組織調査を行った。乾式切削では、刃先の表面にFe、VおよびOで構成される保護酸化物が構成されていた。Feは切削工具と被削材から、Vは刃先に含まれるVを多く含むMC炭化物から供給されたと考えられた。MC炭化物には刃先の耐摩耗性を向上させるVが含まれている。乾式切削では、MC炭化物表面に液相が存在した可能性が示唆された。この切削条件での刃先には、ベラーグと呼ばれるFeとVの酸化物の刃先の付着物が観察され、共晶反応によって熔融した結果である。この付着物には被削材と切削工具の間で、液体潤滑剤としての役割があり、刃先の保護に有効である。切削加工における高速度工具鋼のベラーグ形成に及ぼすMC炭化物の影響を示した。

以上のように本研究では、高速度工具鋼の鑄放し組織に含まれる M_2C 、 M_6C およびMCの共晶炭化物の形態に及ぼす合金元素の影響を研究し、鍛造製品である高速度工具鋼製切削工具の刃先摩耗におけるMC炭化物に含まれるVと刃

先に付着した Fe の酸化物が流体潤滑剤となり，刃先を保護する役割について研究したものである．本研究で得られた成果は，市場で高速度工具鋼に要求される特性を満足する最適な合金元素の選択とその組成の決定に反映され，切削工具，工作機械に代表される耐摩耗材の発展と材料の生産と使用環境下で発生する二酸化炭素排出量の最適化に貢献することを望んでいる．

謝辞

本研究の遂行にあたり，適切なお指導とご配慮を承りました宮原広郁教授に心より感謝の意を表します。

また，論文校閲の労をとられ，貴重なご助言を賜りました土山聡宏教授，田中將己教授に深く感謝いたします。

とりわけ，実験と考察を進める上で，多くの助言を頂いた元日立金属株式会社コンサルタント 渡辺力蔵氏に深く感謝いたします。

試料の作製ならびに実験の遂行にあたっては株式会社プロテリアル 冶金研究所の担当各位に深く感謝いたします。

以上，関係各位に対し謝意を表するとともに，本研究の公表を許可された，元冶金研究所所長 佐藤光司氏，岸上一郎氏，冶金研究所所長 上野友典氏に深くお礼を申し上げます。

令和4年12月
著者

注：日立金属株式会社は，令和5年1月4日に商号を株式会社プロテリアルに変更。