

8. 材料の微視組織とマイクロ硬さ

1. 目的

炭素含有量が異なる 4 種類の鉄鋼材料について、徐冷あるいは急冷にともなう微視組織の変化を観察するとともに、マイクロ硬さ（マイクロビッカース硬さ）の測定を行う。これにより、材料組織の不均一性とマイクロ硬さの関係を理解する。また、「構造敏感な量」である機械的性質を熱処理による微視組織の変化を通じて制御するための基礎知識を習得する。

2. 基礎的事項

2.1 金属材料の強化

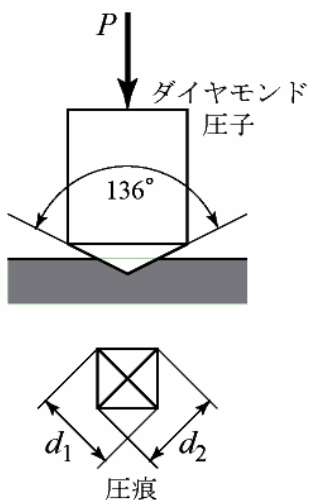
金属材料の強度向上は、熱処理等により微視組織を制御し、転位の移動に対する抵抗値を上昇させることにより達成される。基本的な強化機構として、表 1 に示す 4 つが挙げられる。

表 1 微視組織等の変化と強化機構

微視組織等の変化	強化機構
結晶粒・組織の微細化	結晶粒・組織の微細化による強化
異種原子の固溶	固溶強化
微細異種相の析出	析出強化あるいは時効強化
転位密度の上昇	加工硬化あるいは転位強化

2.2 ビッカース硬さ

本実験では、マイクロビッカース硬さ計を用いて微小領域の硬さを測定する。ビッカース硬さとは、対面角 136° の正四角錐のダイヤモンド圧子を任意の試験力で材料表面に押し込み、試験力を圧痕（図 1 に示す永久くぼみ）の表面積で除した値である。すなわち、試験力を P (N)、圧痕の対角線長さの平均値を $d = (d_1 + d_2)/2$ (mm) とすると、ビッカース硬さ H_V は下式で与えられる。



$$H_V = 0.102 \times 2 \sin 68^\circ P / d^2 \quad (1)$$

例えば、試験力が 9.8 N (0.1 kgf) の時に式 (1) から得られた値が 250 であった場合、「250 HV0.1」のように「HV」を単位と見なし、これに試験力 (kgf) を付して表記する。なお、「HV」の「H」は硬さ (hardness) を、添え字の「V」はビッカースを意味する。なお、「ビッカース」という呼び名は、この硬さ計を商品化したビッカース・アームストロング社 (Vickers-Armstrong Limited) に因んでいる。

材料の硬さとは、塑性変形に対する抵抗値、すなわち転位の移動に対する抵抗値と密接に関係する。そのため、図 2 に示すように、特に鉄鋼材料では硬さと引張強さや疲労強度の間に明瞭な関係が広範囲で成立する。

図 1 ビッカース圧子と圧痕

2.3 構造鈍感・構造敏感

表 2 に、金属材料の微視組織などの微視的構造に対して敏感な性質と鈍感な性質を、機械的性質に限定して示す。熱処理等による強度向上とは、微視的構造の制御を通じて構造敏感な性質である塑性的性質を変化させることである。その一方、同一材料であれば、微視的構造を変化させても構造鈍感な性質である弾性定数などを大幅に変えることはできない。

表 2 構造鈍感・敏感な性質（機械的性質）

構造鈍感	構造敏感
弾性定数（ヤング率，剛性率，ポアソン比等）	塑性的性質（降伏応力，引張強さ，延性等）

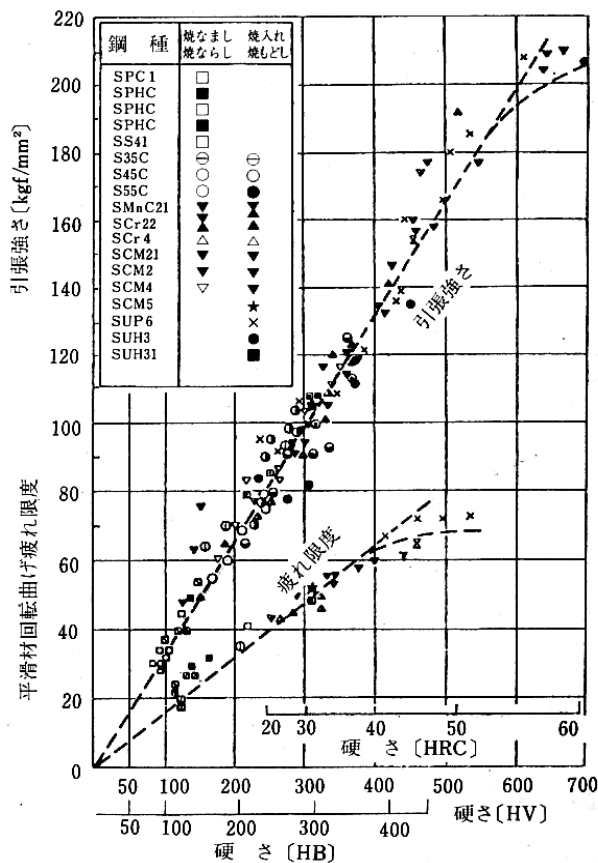


図 2 鉄鋼材料の硬さと引張強さおよび疲労強度の関係⁽¹⁾

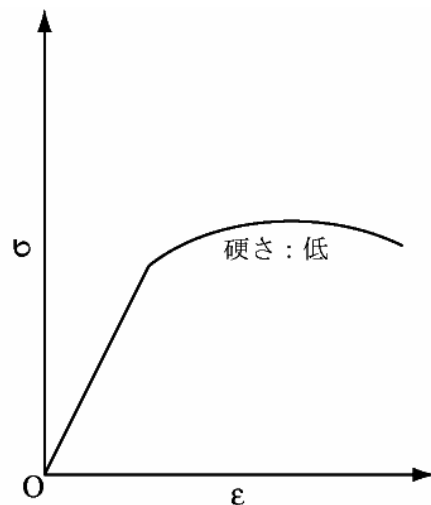


図 3 硬さが異なる材料の応力-ひずみ曲線

[問題] 亜共析鋼 (3.2 節参照) に、2 種類の熱処理を加えて微視組織を変化させたとする。一方の硬さは低く、他方の硬さは高いとする。両材の引張試験を行った場合、応力-ひずみ曲線は相対的にどのように異なるか。ヤング率、降伏応力および伸びに注目して、図 3 に高硬さを有する材料の応力-ひずみ曲線を書き込みなさい。

3. 徐冷時の微視組織変化

3.1 平衡状態図

図 4 に、Fe-C 系の平衡状態図を示す。表 3 には、この平衡状態図に記載されている各相の名称、記号、結晶構造および性質状態をまとめて示す。

炭素は、最も安価かつ有効な鉄の強化元素であり、通常 0.04~4 wt% の範囲で添加される。炭素添加量を増加させると鉄の機械的性質は顕著に変化することから、炭素鋼はその添加量に応じて低炭素鋼、中炭素鋼、高炭素鋼および鋳鉄に分類される。また、723°C で炭素添加量 0.77 wt% において共析点が存在することから、0.77 wt% までを亜共析鋼、0.77 wt% では共析鋼、それを超える場合を過共析鋼と分類することもできる。

表 3 Fe-C系の相の名称⁽²⁾

相の名称	記号	結晶構造	性質・状態等
液相	L	—	Fe中にCが溶解した液相.
フェライト	α	bcc	Cをランダムに固溶した侵入型固溶体. 723°Cで最大固溶限0.022 wt%. 純鉄では914°C以下で安定.
オーステナイト	γ	fcc	Cをランダムに固溶した侵入型固溶体. 1147°Cで最大固溶限2.14 wt%. 純鉄では914~1391°Cで安定.
δ -Fe	δ	bcc	Cをランダムに固溶した侵入型固溶体. 1490°Cで最大固溶限0.08 wt%. 純鉄では1391~1536°Cで安定.
パーライト	$\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$	—	α 相と Fe_3C が積層された共析組織.
セメンタイト	Fe_3C	—	FeとCの化合物. Cを6.7 wt%含む. 硬くて脆い.
マルテンサイト	α'	bct	γ 域からの急冷時に無拡散変態により形成される準安定相.

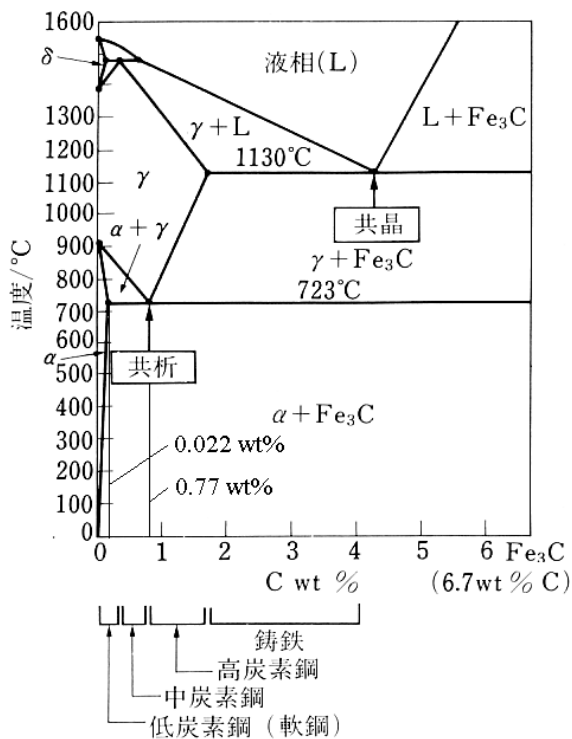


図 4 Fe-C系の平衡状態図⁽²⁾

3.2 相変化

図 5(a)~(c)に、本実験で扱う工業用純鉄、亜共析鋼、共析鋼をオーステナイト域から徐冷した際の相変化を模式的に示す。工業用純鉄の場合 (図 5(a))、914°Cでオーステナイト粒界にフェライトが核生成し、これが成長して組織は全てフェライトへ同素変態する。その後、相変化が生ずることなく室温まで冷却されてフェライト単相の多結晶体となる。

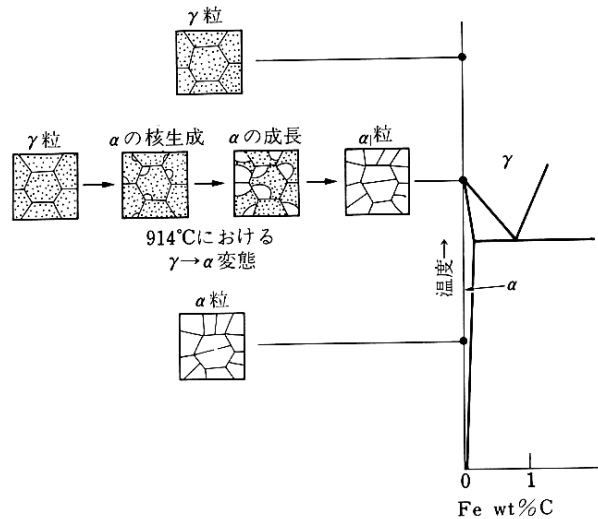


図 5(a) 工業用純鉄の相変化⁽²⁾

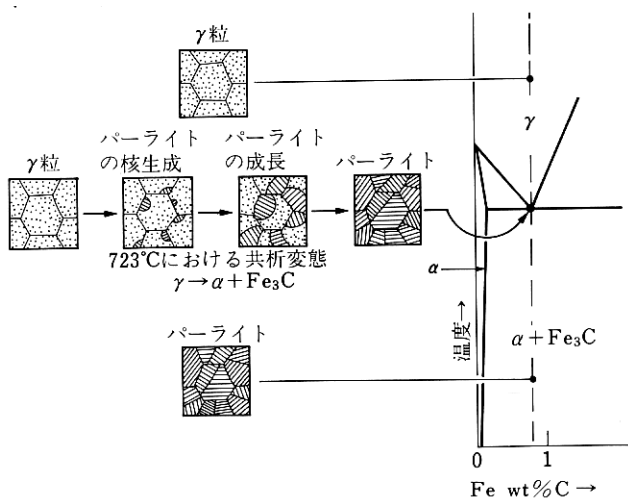


図 5(b) 共析鋼の相変化⁽²⁾

共析鋼の場合 (図 5(b)), 723°Cでパーライトがオーステナイト粒界に核生成し, これが成長してすべてパーライトとなる. その後, 相変化することなく室温まで冷却される.

亜共析鋼の場合 (図 5(c)) には, 上記の 2 種類の変態が A_1 および A_3 変態点でそれぞれ生ずる. すなわち, 冷却されて A_3 変態点に達するとオーステナイト粒界から初析フェライトが核生成・成長し, さらに温度が低下して A_1 変態点に達すると残存するオーステナイトがすべてパーライトへ変態する. 結果として室温では, フェライト+パーライトからなる 2 相組織となる.

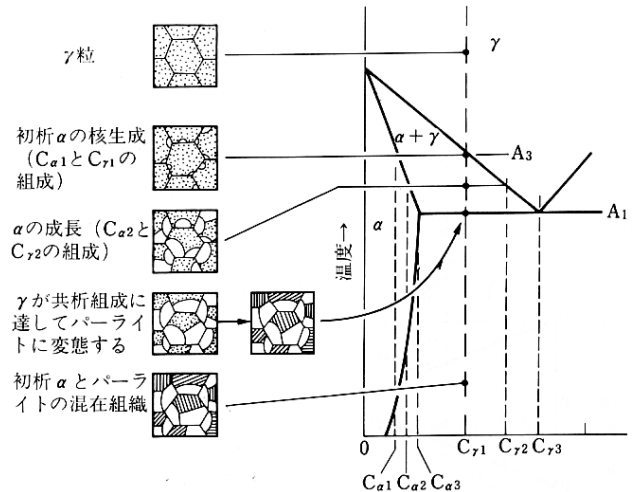


図 5(c) 亜共析鋼の相変化⁽²⁾

3.3 レバールール

亜共析鋼をオーステナイト域から A_3 変態点以下の温度まで徐冷すると, 前述のようにフェライトとオーステナイトの 2 相となる (図 5(c)). この領域におけるフェライトの炭素含有量は, 温度が低下するにつれて $C_{a1} \rightarrow C_{a2} \rightarrow C_{a3}$ の経路を, またオーステナイトの炭素含有量は, $C_{\gamma1} \rightarrow C_{\gamma2} \rightarrow C_{\gamma3}$ の経路に沿って変化する. 結果として, A_1 変態点直上の温度でフェライトの炭素含有量は C_{a3} ($=0.022$ wt%), オーステナイトの炭素含有量は $C_{\gamma3}$ ($=0.77$ wt%) に達する.

ここで, 材料全体の炭素含有量を C wt%, その重量を W kg, フェライトおよびオーステナイトの重量をそれぞれ W_a kg および W_γ kg とすると, 重量と炭素量の関係から以下の式が成立する.

$$W = W_a + W_\gamma \quad (2)$$

$$(C/100)W = (C_{a3}/100)W_a + (C_{\gamma3}/100)W_\gamma \quad (3)$$

上式を整理すると, オーステナイトの重量比 W_γ/W はレバールールと呼ばれる以下の関係で与えられる.

$$W_\gamma/W = (C - C_{a3}) / (C_{\gamma3} - C_{a3}) \quad (4)$$

式 (4) に具体的な値を代入して W_γ/W を求めれば, A_1 変態点直上でのオーステナイトの重量比を求めることができる. A_1 変態点以下となった場合には, 重量比はほぼそのままオーステナイトがパーライトへ変態するだけであるから, W_γ/W はパーライトの重量比に等しい. さらにフェライトとパーライトの比重はほぼ同じであるから, 以上で求めた重量比 W_γ/W は, 室温におけるパーライトの体積率 V_p/V (V_p, V : パーライトおよび全体の体積) と等しい.

3.4 線分法

第 2 相 (本実験ではパーライト) の体積率は 3 次元的な値であることから, その値を求めることは非常に困難である. しかしながら, 3 次元的な情報を 2 次元的な情報, すなわち写像として捉えることはできる. そこで本実験では, 別途配布する亜共析鋼 (S25C) の組織写

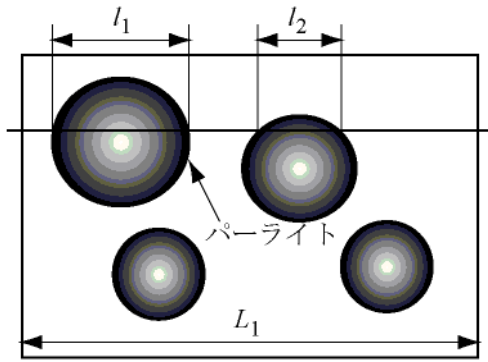


図6 線分法の説明図

真を用いて、パーライト体積率を以下の方法で推定する。具体的には、以下で説明する。

まず、組織写真に任意の直線を引き、その線のパーライト通過率を求める。例えば、図6のように長さ L_1 の直線がパーライトを通過した長さが l_1 および l_2 ならば、通過率は $l_{m1}/L_1 = (l_1 + l_2) / L_1$ である。この操作を複数回繰り返す(本実験では10回)、各直線の通過率を平均して、パーライトの面積率を求める。さらに、各人が求めたパーライトの面積率を平均して、体積率を推定する。

4. 急冷時の微視組織変化

4.1 TTT線図

図7(a)に、工業用純鉄のTTT線図(time-temperature-transformation diagram)を示す。純鉄を 914°C 以上のオーステナイト域(図中「fcc安定域」)から徐冷した場合、ノーズ(図中、C字型の部分)の上側を通り、1および99%変態線を通過して「安定bcc」域に達すれば、オーステナイトはすべてフェライトへ拡散変態する。一方、ノーズを通過しないように急冷し、マルテンサイト変態開始温度 M_s および変態終了温度 M_f を通過させればオーステナイトは無拡散変態し、すべてマルテンサイトと呼ばれる準安定相となる。この熱処理は鉄鋼材料において最重要であり、焼入れ(quenching)と呼ばれる。

図7(b)には、共析鋼のTTT線図を示す。共析鋼を 723°C 以上のオーステナイト域(図中「 γ 安定域」)からノーズの上側を通過して「 $\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$ 安定」域まで徐冷すれば、すべてパーライトへ変態する。一方、ノーズを通過しないように急冷し、マルテンサイト変態開始温度 M_s を通過させれば、オーステナイトは冷却温度に応じた割合だけマルテンサイトへ変態する。

共析鋼ではノーズが相対的に右へ移動しているため、純鉄の場合と異なり、比較的低い冷却速度でもマルテンサイト変態が生じる(すなわち、焼入性が高い)。しかしながら、共析鋼では変態終了温度 M_f 温度が低いため、冷却終了温度によっては、オーステナイトが残留する。

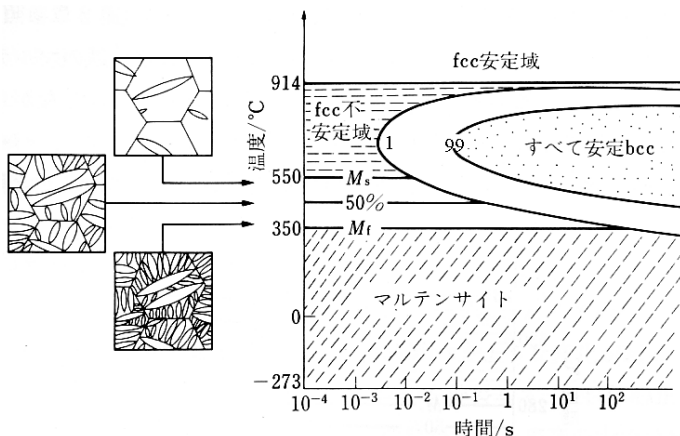


図7(a) 工業用純鉄のTTT線図⁽²⁾

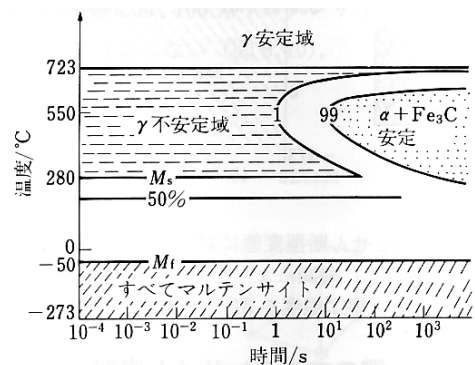


図7(b) 共析鋼のTTT線図⁽²⁾

4.2 マルテンサイト変態

徐冷した場合、オーステナイトからフェライトやパーライトへの変態は原子の拡散によっ

て生じ、炭素の拡散をとめないながら、母相である鉄原子は熱活性化過程を通じて原子配列を変化させつつ変態が進行する。一方、急冷（焼入れ）によるオーステナイトからマルテンサイトへの変態は無拡散で生じ、オーステナイト粒界に凸レンズ型のマルテンサイトの核が生成した後、これが高い速度でオーステナイト粒内において成長する（図7(a)左図参照）。マルテンサイトの結晶構造はフェライトと同じであるが、同相は以下の特徴を有する。

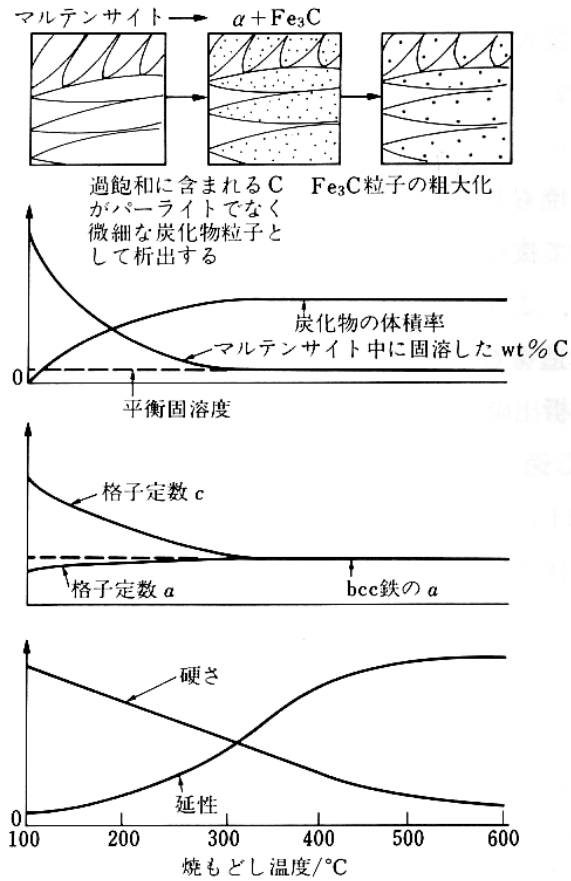


図8 焼戻し時のマルテンサイトの変化⁽²⁾

1. 旧オーステナイト粒が細分化され、微細組織となる。
2. マルテンサイト変態時に炭素原子が拡散できないため、炭素鋼のマルテンサイトは炭素を過飽和に固溶している。
3. 高い転位密度を有する。

4.3 焼戻し

マルテンサイトの硬さは高いが延性は非常に低いため、焼入れのままでは使用できない。そのため、 A_1 変態点以下の温度で加熱し、延性を回復させた後に使用する。この熱処理は、焼戻しと呼ばれる。通常、焼入れは焼戻しを前提として実施される。

焼戻しにより、過飽和に固溶した炭素原子は、微細なセメンタイト粒子として析出する。図8に示すように、焼戻しにより硬さは低下するが延性は回復し、強度と延性のバランスの良好な状態となる。なお、焼戻しについては以上の説明に留め、これに関する実験は行わない。

5. 実験

5.1 実験予定

本実験は、2日に渡って実施される。実験予定を以下に記載する。

- 【1日目】
- ・1時限目：実験目的および基本的事項の説明
 - ・2時限目：実験開始

- 【2日目】
- ・1時限目：引き続き実験

- ・2時限目：ディスカッション、レポートの書き方に関する注意事項の説明

※ただし、各班の進捗状況に応じて変更するので、教員の指示に従うこと。

5.2 供試材および熱処理条件

表4に、本実験で使用する供試材の炭素含有量、熱処理条件および記号をまとめて示す。なお、表中の「A0」等の記号は本実験で定義したものであり、JIS規格ではない。

5.3 実験手順

実験は、以下に示す手順に従って行う。

1. 各供試材の表面を#2,000のエメリ紙で研磨後、さらにアルミナ粉末を用いてバフ研磨を行い、鏡面状に仕上げる。
2. A25材およびA45材以外は、教員の指導の下で硬さの測定を行う。硬さは任意の位置で3点以上測定し、測定値の平均値をデータとする。使用する試験力は、表5を参照すること。ただし、状況に応じて適宜変更しても良い。なお、硬さの換算には備え付けの早見表を使用しても良い。測定終了後、ナイトール腐食液(1%硝酸+99%メチルアルコール)を用いて腐食を行う。
3. A25材およびA45材は、ナイトール腐食液を用いて腐食を行った後、教員の指導の下で硬さの測定を行う。フェライトおよびパーライトの硬さは、表5に示す低い試験力の下で各3点以上測定し、測定値の平均値を各相のデータとする。さらに、高い試験力(表5参照)の下で平均的な硬さを3点以上測定する。なお、硬さの換算には備え付けの早見表を使用しても良い。
4. 硬さの測定終了後、白板に測定結果を記入する。また、測定結果をそれぞれ記録する。
5. 光学顕微鏡を用いて組織観察を行う。

表4 供試材および熱処理条件

材料名	炭素含有量 (wt %)	950°C, 1h 徐冷	950°C, 1h 急冷
工業用純鉄	0.006	A0	Q0
S25C	0.25	A25	Q25
S45C	0.45	A45	Q45
共析鋼	0.77	A77	Q77

表5 試験力

材料名	平均的な硬さ測定時の試験力 (gf)	各相の硬さ測定時の試験力 (gf)
A0, Q0	100	—
A25, A45	300	50
Q25, A77	300	—
Q45, Q77	300	—

6. レポート作成手順

【表紙】

表紙に、必要事項を記入する。

【目的・実験方法】

本実験の目的・実験方法を簡潔にまとめる。その際、テキストを写すのではなく、自分の言葉で記載すること。

【結果】

ガイドラインを次に示す。

1. 線分法を用いて求めたパーライト体積率を表にまとめる。また、測定に使用した組織写真のコピーを添付する。
2. レバールールにより求めたパーライト体積率を示す。
3. 硬さの測定結果を、徐冷材については表に、急冷材については炭素含有量と硬さの関係図としてまとめる。
4. その他の取得データがあればまとめて示す。

【考 察】

ガイドラインを以下に示す。なお、1～4の考察は通常、記載されるべき内容である。

1. レバールールにより算出したパーライト体積率と線分法により得られたパーライト体積率を比較し、考察を加える。
2. A25材およびA45材の各相とA0材およびA77材の関係について考察を加える。
3. A25材およびA45材の各相の硬さと、両材の平均的な硬さの関係について考察を加える。
4. 急冷材について考察を加える。
5. その他

【注 意】

1. レポートは、実験終了後1週間以内に担当教員に提出すること。やむを得ず提出が遅れる場合には、必ず担当教員に連絡すること。
2. 数人で検討することはかまわないが、文章が文献の抜書きであったり、あるいは他の学生のレポートと同一であった場合、大幅に減点されることがあるので注意すること。
3. レポートの受理等については、担当教員から「注意」があるので指導に従うこと。

【参考図書】

1. 不二越表面強化研究会，知りたい表面強化，ジャパンマシニスト社，(1988)。
2. M. F. Ashby, D. R. H. Jones 著，堀内 良ほか共訳，材料工学，内田老鶴圃，(1996)。
3. 日本材料学会，機械材料学，日本材料学会，(1991)。
4. 宮川大海，鉄鋼材料学，朝倉書店，(1984)。
5. 宮川大海，金属学概論，朝倉書店，(1988)。
6. 黒木剛司郎・大森宮次郎・友田 陽，金属の強度と破壊，森北出版，(1989)。