

11. 材料の微視組織とミクロ硬さ

1. 目的

炭素含有量が異なる 3 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、各相のミクロ硬さ（マイクロビッカース硬さ）の測定を行い、材料組織の不均一性とミクロ硬さの関係を理解する。また、熱処理等により微視組織を変化させることを通じて構造敏感な量である機械的性質を制御するための基礎的な知見をえる。

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、転位移動に対する抵抗値を上昇させることで達成される。基本的な強化機構としては、表 1 に示す 4 つが挙げられる。

表 1 微視組織変化と強化機構

微視組織変化	強化機構
結晶粒・組織の微細化	結晶粒あるいは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硬化
転位密度の上昇	加工硬化

2.2 マイクロビッカース硬さ

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測定を行う。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荷重で材料に押し込んで図 1 に示すような凹みを作り、凹み表面の総面積で荷重を除いた値である。すなわち、荷重を P kgf、凹み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。

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

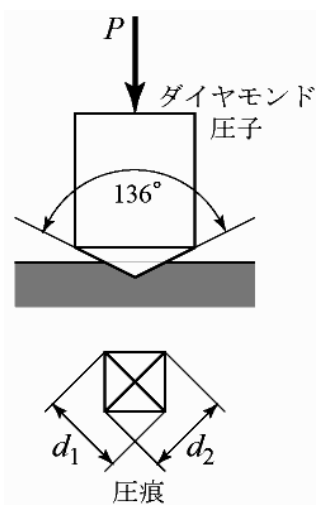


図 1 ビッカース圧子と圧痕

例えば、試験力が 9.8 N (=1 kgf) の時に式 (1) から得られた値が 250 であった場合、「250 HV1」のように「HV」を単位とし、これに試験力 (kgf) を付して表記する（ただし、本実験では試験力を付さずに表記する）。「HV」の「H」は硬さ (hardness) を、また「V」はビッカース (Vicker's) を示す。

材料の硬さとは、塑性変形に対する抵抗値、すなわち転位移動に対する抵抗値を表している。そのため、図 2 に示すように、鉄鋼材料等では硬さと引張強さや疲労強度の間に極めて明瞭な関係が広範囲に成立する。

2.3 構造鈍感・構造敏感

表 2 に、材料の機械的性質について、微視的構造に敏感な性質と鈍感な性質を分類して示す。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材料の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）

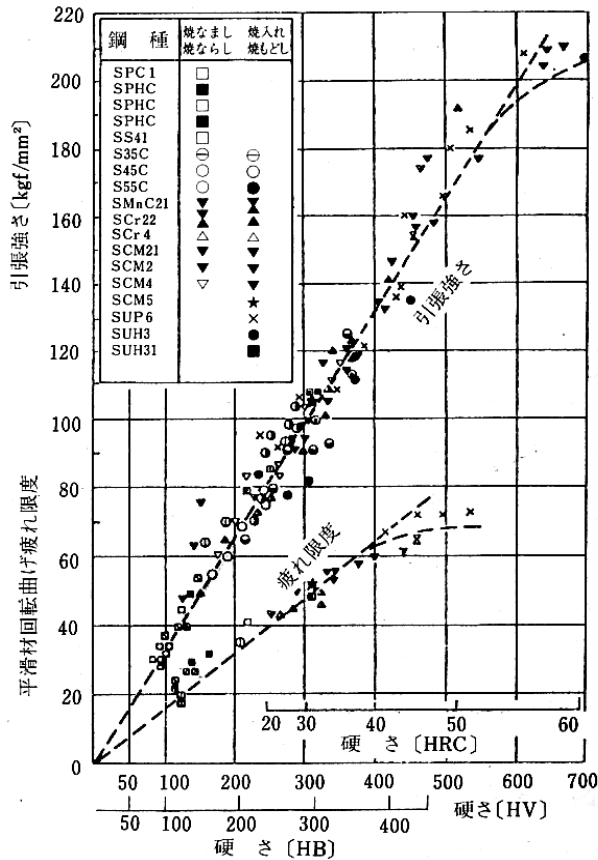


図 2 鉄鋼材料の硬さと引張強さおよび疲労強度の関係⁽¹⁾

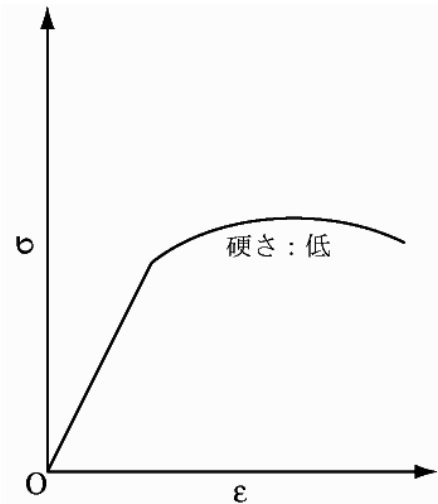


図 3 硬さが異なる材料の応力-ひずみ曲線

〔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。両材を引張り試験に供した場合、その応力-ひずみ曲線は相対的にどのように異なるのか。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。炭素は最も安価で、かつ最も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等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、高炭素鋼および铸铁に分類される。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（以降、この分類に従い説明する）。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。

表3 Fe-C系の相の名称⁽²⁾

相の名称	記号等	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 が積層された共析複合組織.
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.

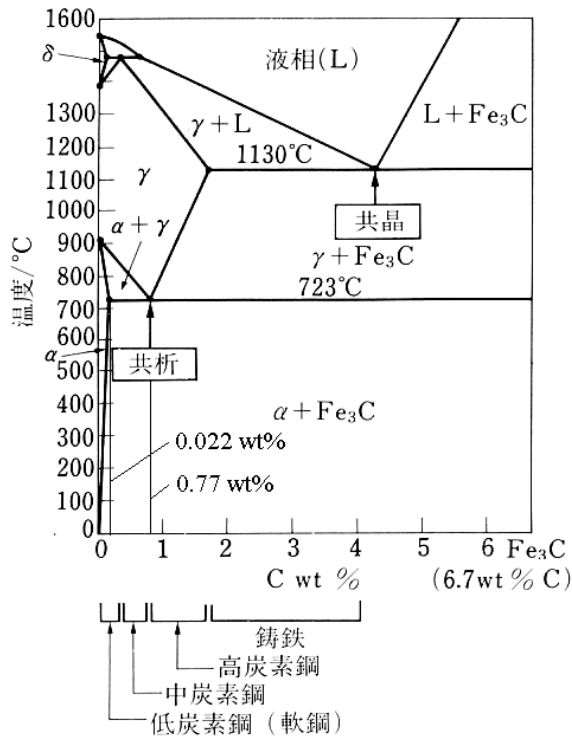


図4 Fe-C系の平衡状態図⁽²⁾

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となると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

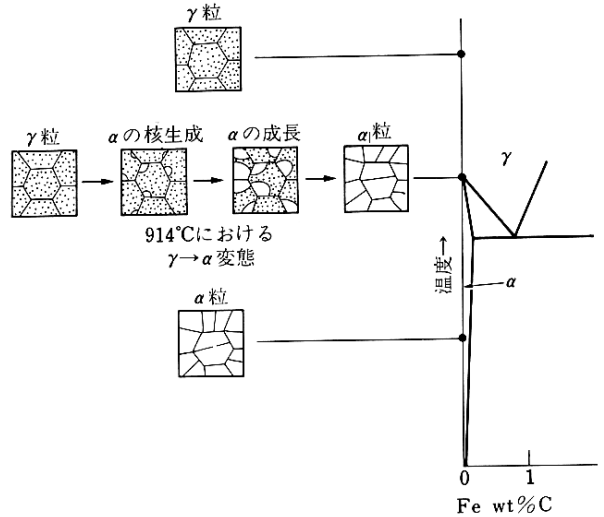


図5(a) 工業用純鉄の相変化⁽²⁾

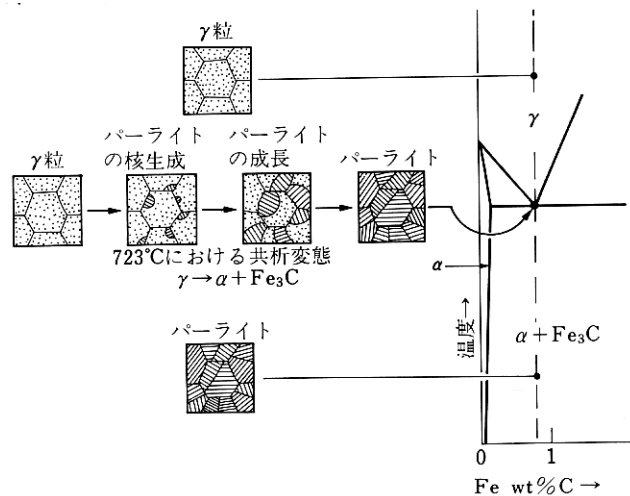


図5(b) 共析鋼の相変化⁽²⁾

の多結晶体となる。

共析鋼の場合 (図 5(b)), 723°C以下でパーライトがオーステナイト粒界に核生成し,これが成長して組織は全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+パーライトの2相組織となる.

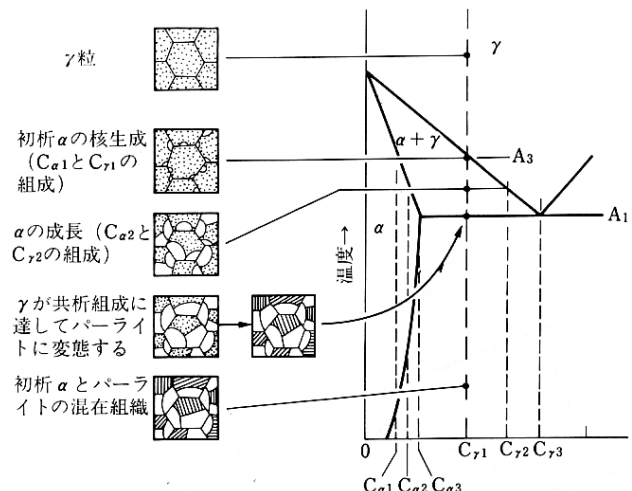


図 5(c) 亜共析鋼の相変化⁽²⁾

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, $C_{\gamma1} \rightarrow C_{\gamma2} \rightarrow C_{\gamma3}$ の経路をたどって変化する. A_1 変態点直上の温度では,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%) に至る.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ことがわかる.

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

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) の組織写真を用いて,そのパーライト体積率を以下の方法で推定する.

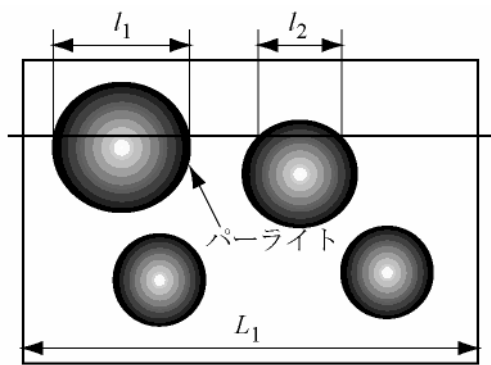


図 6 線分法の説明図

まず、組織写真に任意に直線を引き、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 であったならば、通過率 $l_{m1}/L_1 = (l_1 + l_2) / L_1$ である。この操作を 10 回繰返す。その後、10 本の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、その体積率を推定する。

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 字型部分) の上側を通過して 1 および 99% 変態線を通過し、フェライト (図中「安定 bcc」) へ変態する。一方、ノーズを通過しないように急冷した場合には、マルテンサイト変態開始温度 M_s および終了温度 M_f を通過することとなり、オーステナイトはすべてマルテンサイトと呼ばれる準安定相へ変態する (焼入れ)。

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」) から徐冷した場合、ノーズの上側を通過してパーライト (図中「 $\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$ 」) へ変態する。一方、ノーズを通過しないように急冷した場合、 M_s 温度を通過してオーステナイトはマルテンサイトへ変態を開始する。純鉄と異なる点は、ノーズが相対的に右へ移動しているため、比較的低い冷却速度でもマルテンサイト変態が生じやすく、また M_f 温度が低下しているため、一部オーステナイトが残留することである。

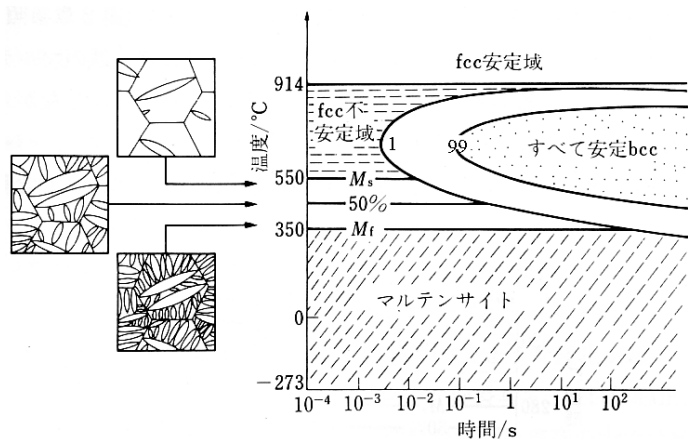


図 7(a) 工業用純鉄の TTT 線図⁽²⁾

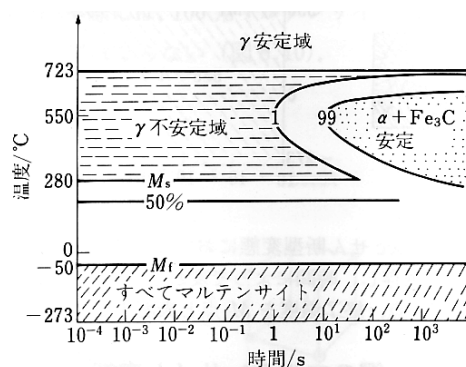


図 7(b) 共析鋼の TTT 線図⁽²⁾

4.2 マルテンサイト変態

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拡散型であり、鉄原子は熱活性化過程により配列を変化させつつ変態が進行する。一方、オーステナイトからマルテンサイトへの変態はせん断型であり、オーステナイト粒界に凸レンズ型の核が生成した後、音速に近い速度でオーステナイト粒内を成長する (図 7(a)左図参照)。フェライトもマルテンサイトも基本的に bcc 構造であるが、上記のように変態のメカニズムが異なり、また生成したマルテンサイトは以下の特徴を有する。

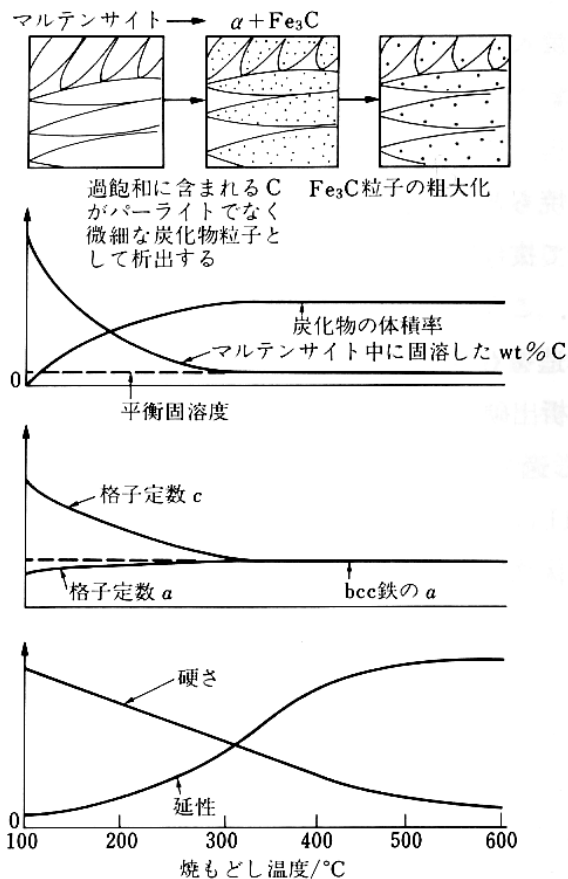


図8 焼戻し時のマルテンサイトの変化⁽²⁾

- (1) 旧オーステナイト粒が細分化され、微細組織となっている。
- (2) 炭素鋼では、変体時に炭素原子が拡散できず、これを過飽和に固溶している。
- (3) 転位密度が著しく上昇する。
- (4) 以上の結果、高硬さを有する。

4.3 焼戻し

マルテンサイトは極めて硬く延性が低いいため、そのまま実用に供することはできない。そのため、 A_1 変態点以下の温度で過熱して焼戻しを行い、延性を回復させた後に使用する。焼戻しにより、過飽和に固溶した炭素原子は、微細に分散する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が良い材料として実用に供することができる。なお、焼戻材については以上の説明に留め、本実験では扱わない。

5. 実験

5.1 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および熱処理条件等をまとめて示す。表中の「(100 gf)」等は硬さ測定時に使用する目安の試験力を示している。試験力については、教員の指導に従い、必要に応じて変更してよい。なお、表中の「A0」等の名称はこの実験に限ったものであり、JIS規格の名称ではない。

表4 供試材

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 (100 gf)	Q0 (100 gf)
S25C	0.25	A25 (50 gf)	Q25 (500 gf)
共析鋼	0.77	A77 (500 gf)	Q77 (500 gf)

5.2 実験手順

- 1) 試料表面を#2,000のエメリ紙で研磨後、バフ研磨を行い、鏡面状に仕上げる。
- 2) A25材を担当している学生以外は、教員の指導の下で硬さ測定を行う。硬さは任意の位置で3点測定し、硬さの平均値をデータとする。使用する試験力については、表4を参照すること。硬さの換算には、硬さ計横にある早見表を使用する。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。
- 2') A25材を担当している学生は、先にナイトール腐食液を用いて腐食を行い、その後教員の指導の下で硬さ測定を行う。硬さはフェライトおよびパーライトで各2点測定し、それぞれの硬さの平均値をデータとする。使用する荷重については、表4を参照のこと。硬さの換算には、硬さ計横にある早見表を使用する。

- 3) 硬さ測定終了後、黒板に測定結果を記入する。測定データをノート等に記録する。
- 4) 全員の硬さ測定が終了した後、光学顕微鏡を用いて組織観察を行う。
- 5) 線分法の説明(5.3節参照)を行った後、実験は終了する。

6. レポート作成手順

表紙：ディスカッション時に配布する用紙に必要事項を記入し、表紙として添付する。
目的・実験方法：本実験の目的・実験方法を簡潔にまとめ、2ページ程度にまとめる。

結 果

- 1) 線分法を用いて、パーライト体積率を求めた結果を表にまとめる。なお、測定に使用した組織写真のコピーを添付すること。
- 2) レバールールによるパーライト体積率の算出方法を結果とともにまとめる。
- 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) その他のデータがあれば添付する。

考 察 (1~4の考察は必ず記載すること)

- 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との整合性について考察する。
- 2) A25材の各相とA0材およびA77材の関係について、組織および硬さに注目して考察を加える。
- 3) マルテンサイト変態にともなう組織の微細化、炭素原子の過飽和な固溶、高転位密度が高硬さをもたらす理由について考察する。
- 4) 急冷材における炭素含有量と硬さの関係について説明する。
- 5) その他

注 意

- 1) レポートは、ディスカッション終了後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、必ず担当教員に連絡すること。
- 2) レポートが合格点に達しない場合、レポートを返却することがある。その際、再提出は返却後1週間以内とする。
- 3) 数人で検討することはかまわないが、文章が他の学生のレポートや文献と同一である場合、大幅に減点するので注意すること。

参考文献 (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・金子純一・大塚正久共訳, 材料工学, 内田老鶴圃, (1996).

参考図書 (社)日本材料学会, 機械材料学, (社)日本材料学会, (1991).
宮川大海, 鉄鋼材料学, 朝倉書店, (1984).
宮川大海, 金属学概論, 朝倉書店, (1988).
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).