

# 高合金工具鋼の 微細構造検査用 試料作製

## アプリケーション ノート

鋼はその化学成分に基づいて大きく3つのカテゴリーに分類することができます。

- 炭素鋼
- 合金元素が少ない低合金鋼
- 合金元素を6%以上含む高合金鋼

工具鋼は、クロム、ニッケル、バナジウム、タングステン、モリブデンなどの合金元素を多く使用した高合金鋼です。耐摩耗性、靱性、強度、および硬さは工具鋼の最も重要な特性です。上記の合金元素はこれらの機械的性質を改善し、十分な量を加えられると、腐食や熱への抵抗性、高温下での硬さの保持、低温下での強度の保持などの特定の性質を提供します。

**あらゆる産業の最先端生産技術に対する高まる需要**および経済的なプレッシャーにより、鉄鋼メーカーは常に特殊または必要用途に使用される高性能工具鋼合金の品質改善を迫られています。例えば、開孔金型や切削工具用の鋼には高強度や靱性と硬さの組み合わせなどの特定の性質が必要です。さらにこれらの鋼には、高水準の清浄度が要求されます。このような性質は鋼製造の全段階、次工程の鍛造／圧延および熱処理工程での注意深いコントロールにのみより達成されます。

**高品質合金工具鋼の鉄鋼メーカーの金属組織部門での主な要求**は下記のとおりです。

- 大量の試料を効率的に取り扱うこと
  - 可能な場合、すべての鋼品質に1つの標準手順を使用すること
  - ダメージのない炭化物と介在物で良好な琢磨表面にすること
- これは超清浄鋼の炭化物と介在物の構造評価に特に重要です。

**金属組織学の試料の評価**には、炭化物の分布と大きさ、硬化後に焼き戻した鋼の脱炭検出、ミクロ偏析の検出および介在物評価などが含まれます。



冷間加工用工具鋼  
パンチング工具



5%ピクラールでエッチングしたプラスチック用金型鋼、高倍率でいくつかの特異な針状組織とプレート状組織が見える。その他はアモルファスのマルテンサイト (倍率: 1000x, DIC)

## 微細構造検査用試料作製時の課題

**切断:**  
過熱のない効率的な切断



図1: 間違った切断条件による熱損傷

**研磨・琢磨:** 大量の試料の取扱い。微細な炭化物と介在物は軟質基材から引き抜かれることがあり、大きめの炭化物は面出し研磨中に亀裂が入ることがあります。

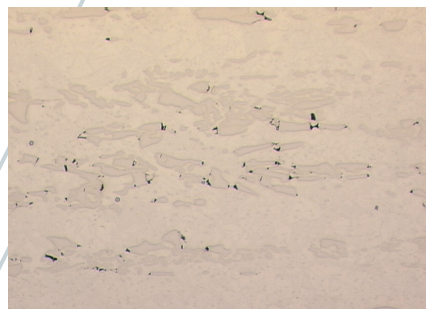


図2: 破壊された一次炭化物 (倍率: 200x)

## ソリューション

- 適切な切断ホイールの選定
- 自動研磨機の使用
- 研磨の機械的損傷を取り除くための十分なダイヤモンド琢磨

# 生産と用途

**高合金鋼の生産工程**は、溶融および再溶融の複雑なプロセスです。まず、鉄と選別されたスクラップの混合物を電気アーク炉で溶融し、その後、インゴットに casting されるか、継続的にブルームやビレットへ casting されます。多くの場合、これらの一次産品は、バー、ロッドまたはプレートの形にさらに処理されます。高い品質が求められる鋼鉄の場合、一次産品は二次製鋼工程の原料として使用することができます。この二次処理は、真空誘導溶融のほか、真空アーク再溶解やエレクトロスラグ再溶解などによって、二重または三重に溶解されることがあります。また、圧力および保護ガスなどが使われることもあります。

この二次処理の主な目的は、酸化物、硫化物、ケイ酸などの不純物を減らし、連続溶融による清浄度の増加と、優れた機械性および物理的特性を持つ均質なインゴットが生成することです。

エネルギー集約的な再溶解技術の高コストは耐熱性・耐腐食性マルテンサイト工具鋼および特殊用途の熱間工具鋼の価格に反映されます。

鋼合金鋼は広範囲にわたり、特に厳しい用途の製品は特注で製造されることもあります。下記は高合金工具鋼と用途例、および主な合金元素のおおよその含有量です。

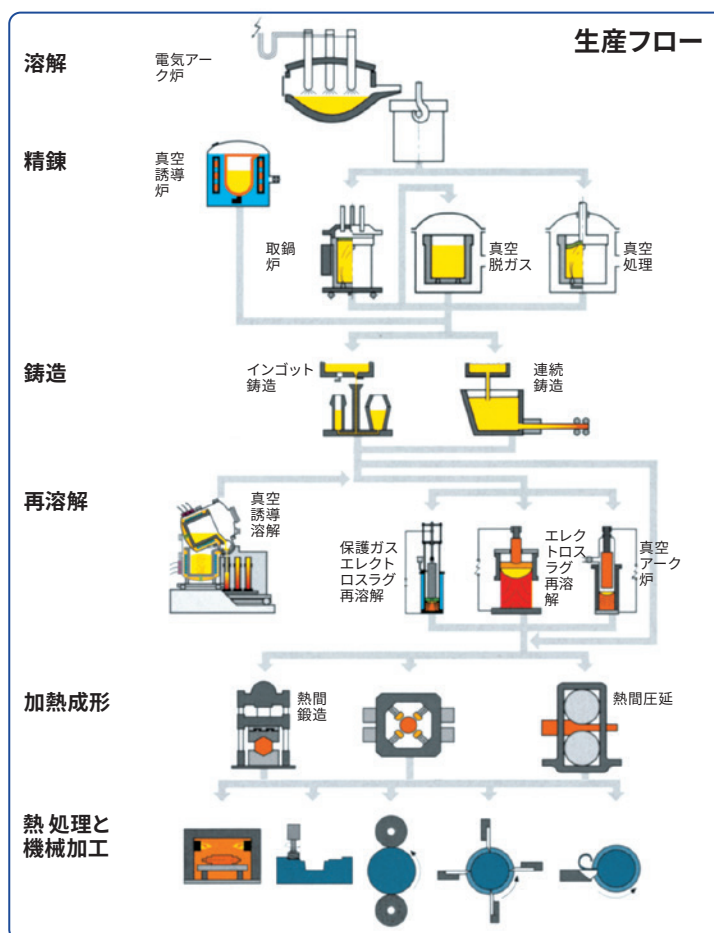


図3: 高合金工具鋼の生産フロー

**冷間加工用工具鋼:** 1.6-2% 炭素、5-12% クロム、パンチ、プレス、深絞り加工、ねじ山転造工具、剪断刃用。  
特性: 高靱性、高圧縮強度、耐摩耗性、良好な窒化性。

**熱間加工用工具鋼:** 0.38% 炭素、5% クロム、1.5-3% モリブデンおよび 0.5% バナジウム、ダイキャスト casting 工具用  
特性: 高熱間強度、靱性、耐摩耗性、耐熱疲労性および耐衝撃性

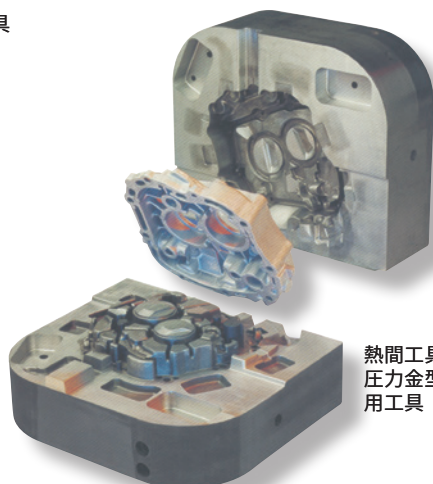
**高速度工具鋼:** 0.75-1.3% 炭素、4.5% クロム、2% バナジウム、6-18% タングステン、4-9% モリブデン、タップ、旋削、フライス工具用。  
特性: 高温下での硬さと靱性保持。

**プラスチックモールド鋼:** 0.3% 炭素、12-17% クロム、自動車、医療機器、消費材の成形プラスチックパーツ用。  
特性 硬度な表面仕上げ用に琢磨可能、並外れた靱性および硬さ、良好な耐腐食性。

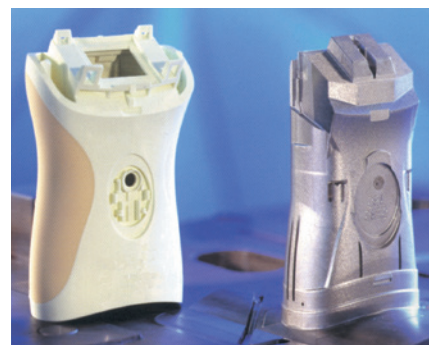
鋼は工具製造には、焼き戻し状態で使用されます。工具の加工後に窒化または高周波焼入れにより、表面硬化が行われます。工具の操作条件は様々であり、時において極端な条件が必要とされます。このため、難度と要求の高い用途に最適な工具を選定できるように、工具鋼の合金には豊富なバリエーションが存在します。



高速切削工具



熱間工具鋼。圧力金型 casting 用工具



モールドプラスチック用工具

# 高合金工具鋼の 試料作製時の問題

高合金工具鋼の熱処理特性は品質基準であるため、切断時の熱影響を避けて実際の微細構造を確保する必要があります。大きな部分や故障解析試料を切断する場合、この試料作製手順は細心の注意を払って行う必要があります。

高合金工具鋼の研磨および琢磨で最も難しいことは、炭化物と非金属介在物を保持することです。冷間加工用具鋼では、一次炭化物は非常に大きいため研磨中に簡単に破壊されます。完全に焼き戻しされた条件では、二次炭化物は非常に細かいため、柔らかい母材から容易に引き抜かれてしまいます。(1ページ、図2の破壊された炭化物の顕微鏡写真を参照のこと)。

生産の様々な段階で、多種・多量の高合金工具鋼の試料を作製することは困難です。これを行うにはワークフロー、自動機器、標準手順を特に効率的に構成することが必要です。



## 高合金の試料作製の 推奨事項

### 切断

試料の大部分は、機械的方法によってスラブや分塊圧延材料を標準的なサイズに粗く切断したものです。熱処理サンプルまたは故障分析のための重要な切断は、常に金属組織学用の切断機で行われます。高合金工具鋼は、熱損傷に非常に敏感です。適切な切断ホイールの選択には、特別な注意が必要です。また切断には十分な冷却を確保しなければなりません。酸化アルミニウムの軟質切断ホイールまたはレジンボンドされた立方窒化ホウ素の切断ホイールをお勧めします。



### 埋込み

試料の大きさと数量、またこれらの必要な情報によって、試料を埋め込まない、もしくは熱間もしくは冷間埋込みを行うかを決めます。良好なエッジ保持を必要とする表面処理試料は、繊維強化樹脂 (デュロファスト) を使用して熱間埋込みをします。エッジ保持を必要としない試料で、寸法が試料ホルダーに適している場合は、埋込みをしません。多数の試料作製の際のサイズの標準化には、矩形のシリコン埋込みカップFlexiFormでの冷間埋込みをお勧めします。試料と樹脂間のすき間による汚染を避けるために、冷間埋込み樹脂はほとんど収縮がないことが重要です。



### 研磨・琢磨

高合金工具鋼の試料作製の主な要件は、炭化物の形状、数量、サイズの真の状態、および変形のない基材内の非金属介在物の保持です。大容量の高合金鋼試料の場合は、全自動面出し機および研磨機で処理することで、高速かつ効率的なワークフローと再現可能な結果を保証します。工具鋼は硬いため、ダイヤモンドによる精研磨が、SiCフォイルで研磨するよりも効率的で経済的です。場合によっては、ダイヤモンド琢磨工程後に最終的な酸化物研磨を行うことで、炭化物にコントラストを付け識別に役立ちます。

以下は自動研磨・琢磨装置と半自動装置を使用する試料作製方法のご提案です。

これらの経験に基づいた方法で、優れた再現結果を得ることができます。特定の要件または個人の好みに合わせて、多少の変更が必要になるかもしれません。

表1の試料作製データは、ストルアスのMAPS-2またはアブラプラン/アブラポール-20を使用した埋込みなし、または冷間埋込みを施された65x30 mmの6個の試料に対するものです。

小さなサイズまたは多数の試料作製には、半自動研磨機や琢磨機でも良好な再現結果を得ることができます。

表2のデータは、テグラミン-30を使用した、試料ホルダーにクランプされた直径30 mmの6個の埋込み試料に対するものです。



研磨

| 工程 |                 | PG     | FG                 |
|----|-----------------|--------|--------------------|
|    | 作業面             | 砥石     | MD-アレグロ            |
|    | 研磨剤             | 種類     | Al2O3              |
|    |                 | サイズ    | #150               |
|    | 懸濁液/<br>ループリカント | 水      | ダイヤプロ<br>アレグロ/ラルゴ9 |
|    | rpm             | 1450   | 150                |
|    | 加圧力 [N]/<br>試料  | 50     | 50                 |
|    | 時間 (分)          | 必要に応じて | 9                  |

琢磨

| 作業工程 |                 | DP 1     | DP 2             |
|------|-----------------|----------|------------------|
|      | 作業面             | MD-Dac   | MD-Nap           |
|      | 研磨剤             | 種類       | ダイヤモンド           |
|      |                 | サイズ      | 6 μm             |
|      | 懸濁液/<br>ループリカント | DP-懸濁液 P | ダイヤプロ<br>Nap B 1 |
|      | rpm             | 150      | 150              |
|      | 加圧力 [N]/<br>試料  | 50       | 25               |
|      | 時間 (分)          | 6        | 4                |

備考：ダイヤモンド懸濁液「ダイヤプロ」は、以下のとおりに DP-ダイヤモンド懸濁液 P で置き換えることができます：FG 9 μm の場合、DP 2 (1 μm) と DP-ループリカント青／緑を併用します。

表1: 大型自動装置による高合金工具鋼の試料作製条件

研磨

| 工程 |                 | PG         | FG                 |
|----|-----------------|------------|--------------------|
|    | 作業面             | MD-ピアノ 220 | MD-アレグロ            |
|    | 研磨剤             | 種類         | ダイヤモンド             |
|    |                 | サイズ        | #220               |
|    | 懸濁液/<br>ループリカント | 水          | ダイヤプロ<br>アレグロ/ラルゴ9 |
|    | rpm             | 300        | 150                |
|    | 加圧力 [N]/<br>試料  | 35         | 35                 |
|    | 時間 (分)          | 必要に応じて     | 9                  |

琢磨

| 作業工程 |                 | DP 1       | DP 2        | OP 1*   |
|------|-----------------|------------|-------------|---------|
|      | 作業面             | MD-Dac     | MD-Nap      | MD-Chem |
|      | 研磨剤             | 種類         | ダイヤモンド      | アルミナ    |
|      |                 | サイズ        | 3 μm        | 0.1 μm  |
|      | 懸濁液/<br>ループリカント | ダイヤプロ Dac3 | ダイヤプロ NapB1 | OP-A懸濁液 |
|      | rpm             | 150        | 150         | 150     |
|      | 加圧力 [N]/<br>試料  | 35         | 25          | 15      |
|      | 時間 (分)          | 6          | 1           | 1       |

備考：ダイヤモンド懸濁液「ダイヤプロ」は、以下のとおりに DP-ダイヤモンド懸濁液 P で置き換えることができます：FG 9 μm の場合、DP 1 (3 μm)、DP 2 (1 μm) と DP-ループリカント青／緑を併用します。

\*オプション

表2: 卓上半自動装置による高合金工具鋼の試料作製条件

## エッチングと構造解釈

### エッチング

通常、工具鋼のサンプルは、通常、介在物および炭化物のサイズと構成を識別するために、最初にエッチングせずに検査します。構造を明らかにするには、多様な濃度のナイトールまたはピクリン酸が使用されます。例えば、冷間加工された鋼の炭化物分布を示す場合は、10% のナイトールで母材を黒くすることで、一次炭化物が白く浮き立ちます。細かい球状パーライトの場合、ピクリン酸に軽く浸してから2% のナイトールに浸すことで、コントラストがはっきりし、着色を回避します。



図4: 10% ナイトールでエッチングされた冷間加工された工具鋼、一次炭化物は白く際立つ (倍率:100x)

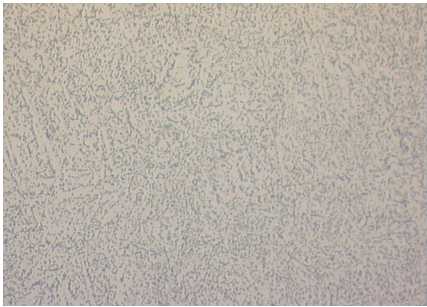
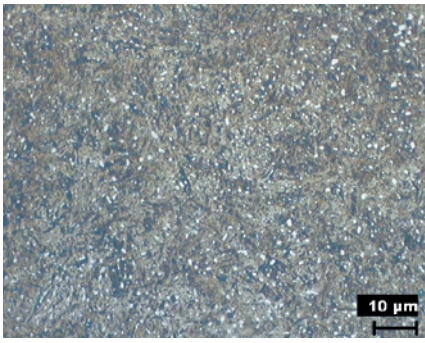


図5: ピクラーとナイトールで熱間加工された工具鋼、球状パーライト (倍率: 500x)



最終熱処理後の高速度工具鋼、炭化クロムとマルテンサイト超微細構造

エッチング液の混合と取り扱いには、標準的な安全対策を講じる必要があります。

ナイタール  
100 ml エタノール  
2-10 ml 硝酸 (注意: 爆発性のため、溶剤は10%を超えないでください!)

ピクリン酸 エッチング液:  
100 ml エタノール  
1-5 ml 塩酸  
1-4 g ピクリン酸

### 構造解釈

一般に、高合金鋼は、通常の鉄-炭素合金 (フェライト、パーライト、マルテンサイト、オーステナイト) と同じ構造相になりますが、固溶体は特定量の合金元素を吸収します。炭素は、クロム、タングステン、バナジウムなどのいくつかの合金元素を持つ複雑な炭化物を形成します。また、鉄中の炭素の溶解度も変化します。シリコン、クロム、タングステン、モリブデン、バナジウムなどの合金元素を添加すると、鉄-炭素系平衡状態図のアルファ面積が増加し、ニッケルとマンガンの添加はガンマ面積を増加します。これらの特性は、高合金工具鋼の熱処理に特に重要な時間-温度変換に影響を与えます。

冷間工具鋼の主な構造は、レデブライトです。その粗い構造は、熱間圧延または鍛造によって大きな一次炭化物を持つフェライト・パーライトのマトリクスに変化します。(図6) その後の完全な焼き戻しは、二次炭化粒子を形成するのに役立ちます(図7)。

完全熱処理条件下で熱間加工された工具鋼は、理想的には非常に微細な球状のパーライトを含む焼戻されたマルテンサイトマトリックスが見られます(図5)。不均等な化学構成は腐食問題を起こしやすい

ため、熱処理を行って、一次構造からの偏析を可能な限り均等化することが重要です(図8)。

プラスチックモールド鋼は、熱処理の前に炭化物のストリングを持つ「アモルファス」マルテンサイトを示す耐食性工具鋼です(図9)。焼き戻し後、細かく分散した炭化物が見られます(図10)。高合金工具鋼の炭化物の均等な分布は、粉末冶金プロセスによって改善します。

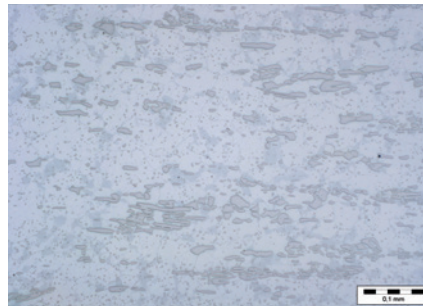


図6: はじめの熱間成形後の冷間加工用工具鋼、短時間の仕上げ酸化物研磨によってわずかにコントラストが付き、フェライト・パーライトのマトリクス中で大きな一次炭化物が見られる(倍率: 200x)



図7: 完全に熱処理された冷間加工用工具鋼 微細な二次炭化物の散乱と小さな白色の一次炭化物が見られる(倍率: 200x)



図8: 偏析が見られる熱間加工用工具鋼 (倍率: 100x)

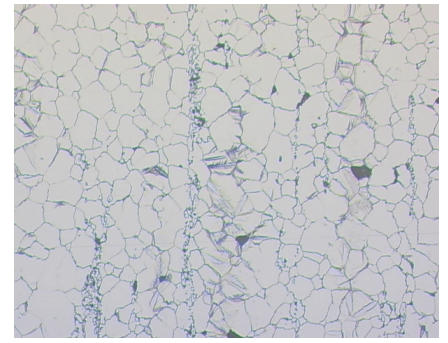


図9: エッチングされたプラスチック用金型鋼 100x  
5%ピクラール、アモルファスマルテンサイトと繊維状の一次炭化物

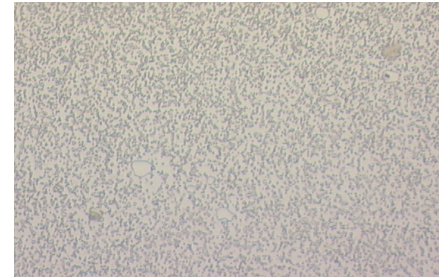


図10: 焼きなまし後のプラスチック用金型鋼 500x  
微細なカーバイドが見られる

粉末成形プロセスとそれに続く熱間静水圧プレスにより、均質で偏析のない鋼製品が製造されます。これは、機械加工により製造するのに費用がかかるような特殊な異形状の製品に特に適しています。(図11と図12)

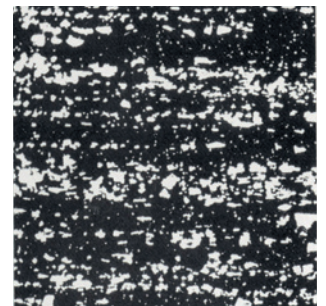


図11: 従来の製法で製造された鋼における炭化物分布

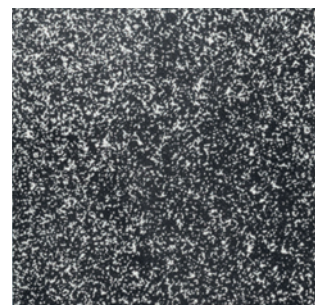


図12: 従来の製法で製造された鋼における炭化物分布

**Struers ApS**  
Pederstrupvej 84  
DK-2750 Ballerup, Denmark  
電話 +45 44 600 800  
Fax +45 44 600 801  
struers@struers.dk  
www.struers.com

## まとめ

高合金工具鋼の大部分は現在お客様の用途に合わせて作られています。これには非常にクリーンで、物理特性および冶金特性のある材料の製造が求められます。初回鍛造と最初の形成段階から、最終的な熱処理された半製品まで、微細構造検査は、製造および熱処理工程を管理するために重要です。

微細構造検査用試料作製における主な課題は、大量サンプルの管理と、一貫性のある研磨表面仕上げを維持して生産することです。炭化物および介在物の大きさ、形態および分布は、高合金工具鋼の主な品質指標であるため、試料作製において保持される必要があります。自動の研磨および琢磨は、ダイヤモンドを使用して精研磨および琢磨を行うことで、良好で再現可能な結果を提供します。あらゆる種類の工具鋼に適用可能な1つの試料作製条件を使用すると、取り扱いがより簡単かつ効率的になります。

## アプリケーションノート

高合金工具鋼の金属組織試料作製

エリザベス・ワイトマン、アンネ・グエスニエル、Struers A/S、コペンハーゲン  
ジュディ・アーナー、Struers Inc、米国オハイオ州ウエストレイク  
ビル・テイラー、Struers, Ltd., 英国グラスゴー

## 参考文献

Schumann, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1968  
Dohmke Verlag W. Giradet, Essen, 1977  
Metals Handbook, Desk Edition, ASM, Metals Park, Ohio, 44073, 1985  
Color Metallography, E. Beraha, B. Shpigler, ASM, Metals Park, Ohio, 44073, 1977  
Metallographic etching, G. Petzow, ASM, Metals Park, Ohio, 44073, 1978

## 謝辞

情報と試料材料、図示、ページ2と3の写真、ページ5の図6、11、12、ページ1の開孔工具およびページ6のスタンプツールの写真の複製をご提供頂いたオーストリア、カーフェンベルクのBöhler Edelstahl GmbH様に感謝の意を表します。J. Hofstätter氏およびA. Dreindl氏のご協力に心より感謝いたします。

Struersの装置、アクセサリ、消耗品に関する詳細は、www.struers.com を参照するか、または地域のStruersの代理店にご連絡ください。

