

オーステナイト結晶粒度の現出に関する研究*

浅田千秋**・門脇 亮***

A STUDY ON THE METHOD FOR REVEALING THE AUSTENITE GRAIN SIZE IN STEEL

Chiaki Asada, Dr. Eng. and Ryo Kadowaki

Synopsis:

In the present investigation, the authors developed the new method for revealing the austenite grain boundaries in the steels. The new method contained the special polishing and the proper etching of the specimens which were hardened and tempered to the brittle sorbitic structure.

The results obtained in this investigation are summarized as follows:

- (1) When the specimens are rapidly cooled and tempered in 550°C, the austenite grain boundaries can be revealed with the etchant (Fe Cl₃-HCl alcohol solution).
- (2) The grain boundaries are revealed by the dark field illumination in details rather than by bright field illumination.
- (3) The actual austenite grain sizes are more easily estimated by the new method, and the results coincide with the grain sizes obtained by the carburizing method under the same austenitizing conditions.

I. 緒 言

オーステナイト結晶粒度の現出法は、滲炭法が最も一般的に用いられており、その他に一端焼入法と2回焼入法がしばしば用いられている。これ等の方法はわが国でも学振19委員会に判定されているが、何れも925°Cに加熱した場合におけるオーステナイト粒度の現出法であつて、肌焼鋼などはこの方法でよい訳であるが、普通の構造用鋼などにこれ等の方法を適用すると実際の熱処理温度における粒度と異なつた粒度を示す恐れがある。従つて925°Cにおけるオーステナイト粒度の現出法とは別に、実際の熱処理温度におけるオーステナイト粒度の現出法を判定しておく必要がある。熱処理粒度測定法としては、実際の熱処理温度における徐冷法、一端焼入法、2回焼入法、酸化法および焼入焼戻法等があるが、いずれも一長一短があり、いずれの方法が最良というわけにはいかない。焼入焼戻法については、夙に米国のVilellaとBain¹⁾等の研究があり、すでにSAEおよびASTMの規格にも制定されている。この方法は鋼材を所定の温度で焼入した後、200°C~250°Cの低温でマルテンサイトの焼戻を行い、特殊な腐蝕液で腐蝕を行つてオーステナイト結晶粒の方位の差を観察して測定する方法である。

著者等がここに述べようとする方法は、Vilella and Bain法とおなじく焼入焼戻を行つてオーステナイト粒度を現出する方法であるが、Vilella and Bain法が低

温焼戻による現出法であるのに対し、著者等の方法は高温焼戻(550°C)を行つて現出する方法であり、腐蝕法も前者と異なつた方法を用いる。これは多くの特殊鋼が550°C附近において焼戻脆性を示しており、これに伴つて鋼中の元素がオーステナイト粒界に偏析または析出する現象に着目したもので、以下この方法について述べようとするものである。

II. 試料及び実験方法

実験に用いた試料はTable 1に示した肌焼鋼第8種(SH 95)、Cr鋼第4種(SCr 90)、Ni-Cr-Mo鋼(SAE 8647)およびSi-Mn-Cr鋼の4鋼種を選んだ後、つぎの如き熱処理を行つた。すなわち、

SH 95 870°C~1h O.Q.

SCr 90 850°C×1h O.Q.

SAE 8647 870°C×1h O.Q.

Si-Mn-Cr 鋼 870°C×1h O.Q.

以上の如き焼入を行つた後、100°C、200°C、300°C、400°C、500°C、550°C、600°C および 650°C の各温度に2h保持して焼戻を行い、各温度における衝撃値とブリネル硬度を求めた。なお、250°Cと550°Cにおける粒度の現出状態を検討するために250°Cの場合は30mn

* 昭和30年10月本会講演大会にて発表

** 大同製鋼株式会社、工学博士

*** 大同製鋼株式会社

Table 1. Chemical composition of specimens.

Steel	Chemical composition									Remarks	
	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo		
SH 95	0.21	0.34	0.81	0.020	0.004	0.20	0.11	1.08	0.27	22φ Rod 870°C×1h	Annealed
SCr 90	0.42	0.28	0.68	0.024	0.023	0.35	0.12	1.12		22φ Rod 850°C×1h	Annealed
SAE 8647	0.48	0.33	0.89	0.015	0.018	0.22	0.51	0.49	0.20	22φ Rod 870°C×1h	Annealed
Si-Mn-Cr steel	0.38	0.90	0.99	0.015	0.016	0.24	0.13	0.13		16×40 Flat bar 870°C×1h	Annealed

と 1h 保持して急冷し、550°C の場合は保持時間の影響と冷却速度について実験した。また、顕微鏡的実験として、(i) 電解研磨法と腐蝕法についての検討、(ii) 明視野照明法と暗視野照明法の比較、(iii) 熱処理粒度と滲炭粒度の比較および (iv) 熱処理粒度と破面粒度の比較、等について行つた。

III. 実験結果

(1) 機械試験

Table 1 に示した 4 種の試料について焼入を行つた後、100°C~650°C の各温度で焼戻を行つて、そのシャルピー値とブリネル硬度を求めた。結果は Fig. 1 に示

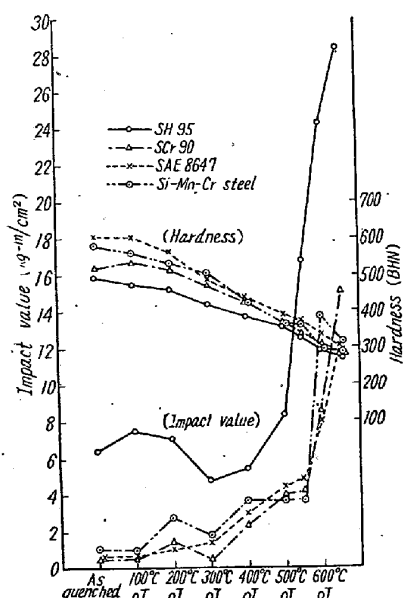


Fig. 1. Mechanical properties at various tempering temperatures.

す通りであるが、300°C と 550°C 附近において焼戻脆性によるシャルピー値の低下している状態が認められる。とくに 550°C 附近における脆性点では、Si-Mn-Cr 鋼の低下が最も顕著であり、SCr 90 がこれに次いでいる。

(2) 電解研磨法

衝撃試験後の試験片を顕微鏡試料として、グラインダーよりエメリーパーパー (000) まで圧延方向について研磨した後、次に示す条件で電解研磨を行つた。

電解液: 過塩素酸 (185cc) + 酢酸 (765cc) + 水 (50cc)

電圧: 28V

電流密度: 1.2A/cm²

液温: 20°C~25°C

極間距離: 15mm

電解研磨における所要時間は Fig. 2 に示す如くであり、約 15sec より 20sec の間において 100% の研磨率を示した。(研磨率の測定は、電解研磨面を 100 倍の顕微鏡で観察し、完全研磨部と不完全研磨部の面積比を測定したものである。)

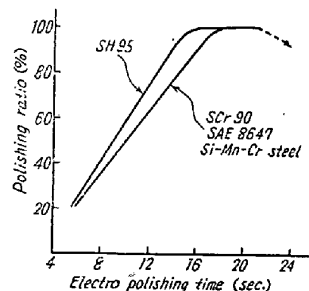


Fig. 2. Relation between electro-polishing time and electro polishing ratio.

なお、機械的研磨と電解研磨による試料表面についてライツ微小硬度計 (荷重 50g) で表面硬度を測定すると、焼入の状態では Hv 30~50 程度、焼戻を行つた状態では Hv 10 程度の硬度差が生じており、何れの場合も機械的研磨の状態では電解研磨の状態より硬度が高く現われている。これは試料表面に生じた加工硬化層 (Beilby 層) の存在を意味していることは明らかであり、オーステナイト粒度を現出する際も、電解研磨によつて Beilby 層を除去した後腐蝕を行つた方が機械的研磨の場合よりも好結果が得られた。Fig. 3 は SH 95

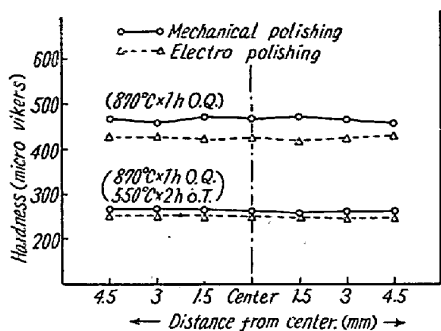


Fig. 3. Comparison of the surface hardness between mechanical polishing and electro-polishing.

(Leitz micro-Vickers hardness tester. P=50g)

について微小硬度を測定した結果である。

(3) 腐蝕法

腐蝕剤は次に示す5種について実験を行った。すなわち、

- (A) ピクリン酸アルコール溶液

- (B) 2% 硝酸アルコール溶液
- (C) ピクリン酸飽和水溶液
- (D) Vilella and Bain 試薬
 - (1) ピクリン酸 1g, 濃塩酸 5cc, エチルアルコール 65cc
 - (2) 塩化第2鉄 5% 水溶液
- (E) 塩化第2鉄塩酸アルコール溶液
 - (塩化第2鉄 1g, 濃塩酸 1.5cc, エチルアルコール 100cc)

以上に示した腐蝕剤の中で、(A) 剤と (B) 剤は特殊鋼の顕微鏡組織検出用として最も広く用いられており (C) 剤は焼戻脆性組織の検出用として、B. C. Woodfine 等²⁾ が用いた腐蝕剤である。(D) 剤は前述した如く Vilella と Bain が焼入後低温焼戻を行った後、この腐蝕剤を用いて着色し、オーステナイト結晶粒の方位の差を観察したものである。また、(E) 剤は著者等がオーステナイト粒度現出の目的で調整したものである。これは、オーステナイト粒界の腐蝕には塩酸が最

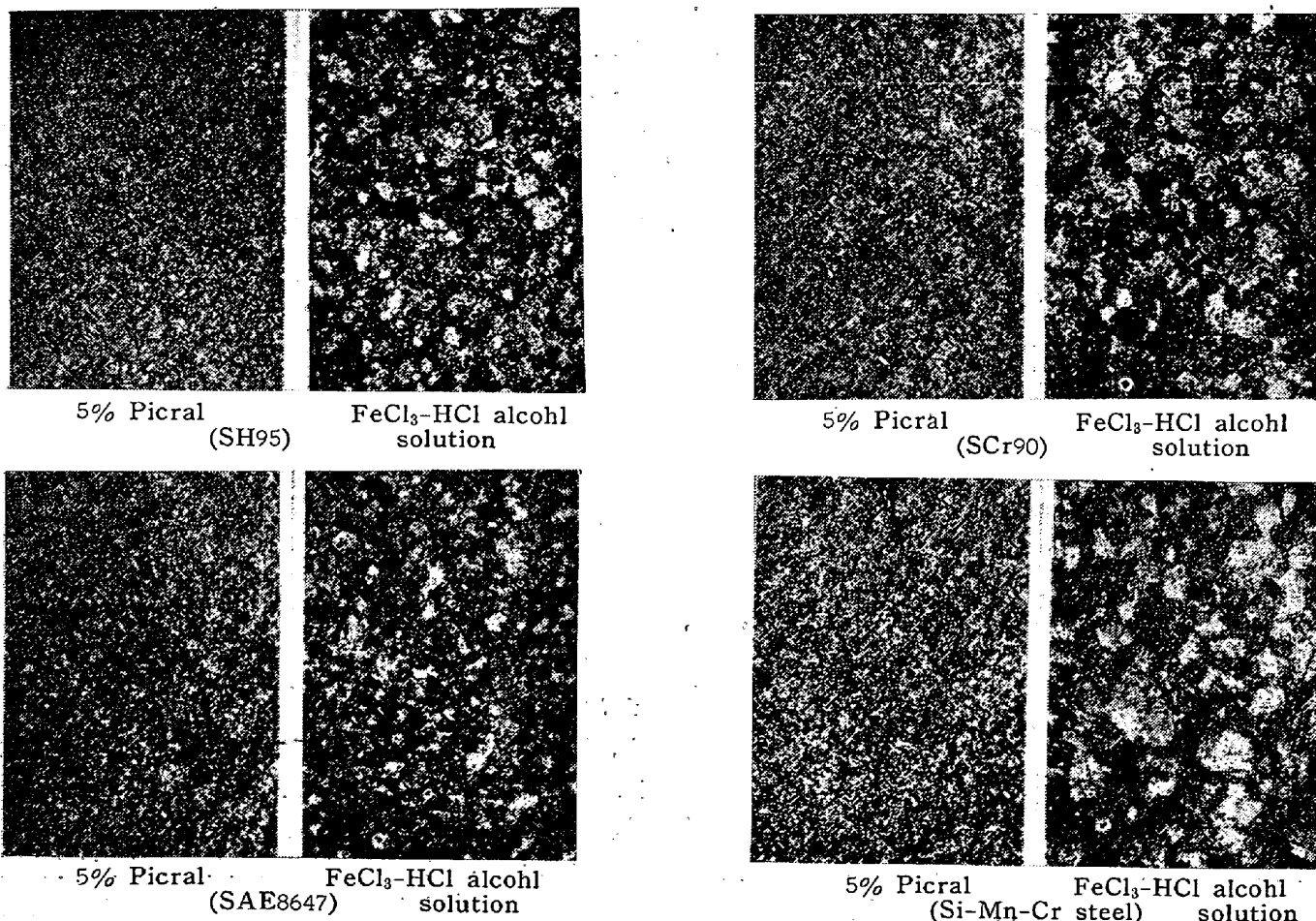


Photo. 1. The various microstructures etched with 5% picral and (1g FeCl₃+1.5cc HCl+100cc C₂H₅OH) solution, showing the apparent differences in these etchants.

Specimens slowly cooled from 550°C. (x100)

も効果的であることを実験の結果知ることが出来、微量の塩化第2鉄とともにエチルアルコールに溶解して、粒界の腐蝕を徐々に行うべく調整したものである。(腐蝕の進行が急速度である場合は、粒界が腐蝕される前に粒内が腐蝕されやすく、粒内と粒界の判別が困難になる。)

腐蝕の結果を示すと、(A) 剤と (B) 剤は粒度の現出が困難であり、(C) 剤はやや明瞭に現出されるが、粒度の測定は不可能である。(D) 剤と (E) 剤は前三者に比較して粒度の現出が容易であり、又粒度測定も可能であるが、両腐蝕剤について各焼戻温度(とくに 250°C と 550°C) における粒度の現出状態を比較すると次の通りである。

(i) 250°C 焼戻の場合: 保持時間は 30mn と 1 h にて油冷を行つた試料の、(D) 剤と (E) 剤による腐蝕の結果は、両者とも粒度は明瞭に現われ、保持時間による差異は、とくに認めなかつた。腐蝕時間は、(D) 剤が約 22sec ((1) 液約 20sec, (2) 液約 2sec) を要し (E) 剤は約 1mn を要した。

(ii) 550°C 焼戻の場合: 1h, 2h, 5h および 10h 保持した後、急冷(油冷)と徐冷(炉冷)を行つて粒度を比較したが、急冷の場合より徐冷の場合の方が粒度の現出は容易であつた。また粒度の測定も充分可能であり、250°C の場合よりも優れている。保持時間は 2h 以上を必要とする。尚、650°C で急冷して韌性状態にした後 550°C に再加熱して徐冷すると粒度の現出が一層容易になる。腐蝕時間は (D) 剤が約 13sec ((1) 液約 10sec (2) 液約 2,3sec) を要し、(E) 剤は約 40sec を要した。粒度の現出結果は (E) 剤の方がよい。

Photo 1 は、550°C で徐冷した場合について (A) 剤と (E) 剤による腐蝕の結果を比較したものであるが

(A) 剤ではほとんど粒度が現出されていないのに反し (E 剤) の場合は明瞭に現出されていることがわかる。

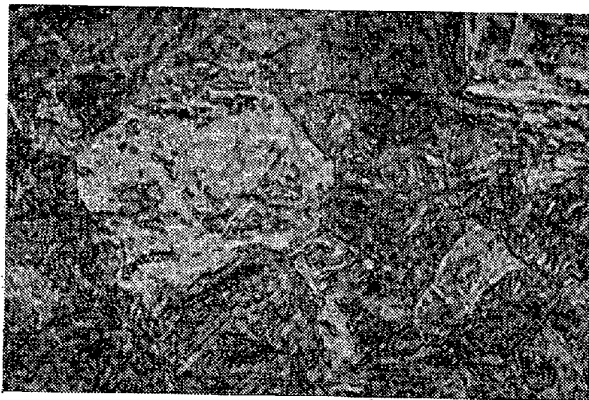
(4) 暗視野照明法による粒度の測定³⁾

550°C で徐冷した場合におけるオーステナイト粒度は Photo 1 に示した如く、普通の明視野照明法でも明瞭に測定されるが、これを暗視野照明法で観察すると、明視野照明法とは反対の現象が現われて興味深い。すなわち、明視野照明法は垂直照明であるために粒界は黒く現われるが、暗視野照明による場合は傾斜照明であるため鋼種によつては粒界に析出物が白く連鎖状に現われているのを認めることが出来る。なお、粒内と粒界の対照が明瞭であるために、粒度の測定は明視野照明の場合より容易である。(Photo. 2 参照)

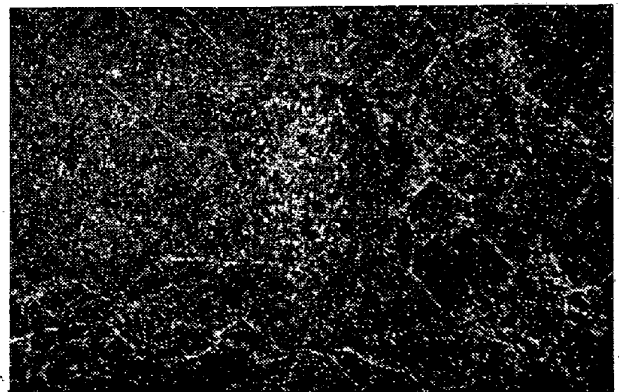
(5) 熱処理粒度と滲炭粒度の比較

以上述べた方法によりオーステナイト粒度を現出した後、この方法の実用性を検討すべく、従来最も工業的に用いられている滲炭法と比較検討した。実験に当つては滲炭粒度を測定する試料は木炭(60)+炭酸バリウム(40)の滲炭函に封入し、また熱処理粒度を測定する試料は滲炭函の隣に位置させた後、925°C に 6h 保持した。冷却の場合は、滲炭試料は炉内に放置したまま 200°C/h の速度で徐冷して滲炭粒度を現出した。なお、熱処理粒度試料は直ちに炉中より取り出して油中に焼入れした後、250°C と 550°C の各温度で焼戻を行つて前述の方法で粒度を現出した。両者の粒度を比較した結果は Table 2 に示したが、測定数値はほとんど一致しており、本法による熱処理粒度は実用上の精度を有していることを認めた。(Photo 3 参照)

なお、熱処理粒度を高倍率で見ると、オーステナイト粒内に幾多の Subgrain が認められ、これによつて粒



Bright field



Dark field

Photo. 2. Microstructures of a temper brittle specimen shown by bright field and dark field illumination.

(Si-Mn-Cr steel, 870°C O.Q. 550°C F.C., ×500)

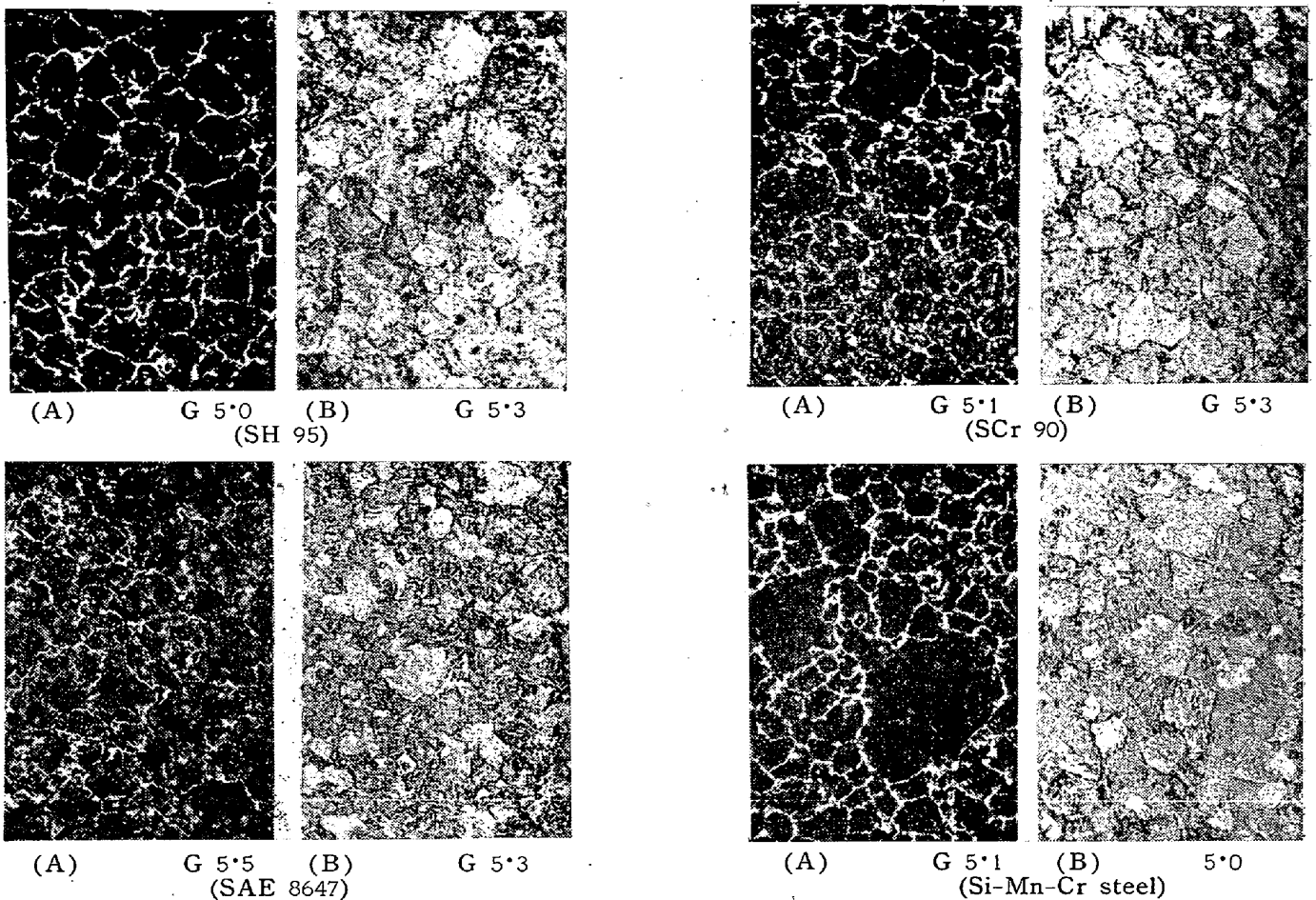


Photo. 3. Comparison between carburized grain size and actual grain size. (x100)

(A) Carburized grain size (925°C×6h carburized)

(B) Actual grain size (925°C×6h hardened and 550°C×2h slowly cooled)

度の測定を誤り易いが、Subgrain の粒界はオーステナイトの粒界に比して腐蝕が浅いため、依倍率による粒度の測定には支障にはならない。

果は Table 3 に示す如く両者の測定値はほぼ一致しており、両者間には直線的な関係のあることが認められた。(Fig. 4 参照)

Table 2. Relation between carburized grain size and actual grain size.

Steel	Carburized grain size		Actual grain size			
			925°C×6h O.Q.		925°C×6h O.Q.	
	925°C×6h Carburized		250°C×1h O.T.	550°C×2h F.C.		
SH95	G	5.0	G	5.2	G	5.3
Scr90		5.1		5.5		5.3
SAE8647		5.5		5.2		5.3
Si-Mn-Cr steel		5.1		5.3		5.0

(6) 熱処理粒度と破面粒度の比較

焼入状態および焼入後 100°C より 650°C までの各温度で焼戻を行った試料の破面について、Jernkontoret 法により破面粒度を測定し、熱処理粒度と比較した。結

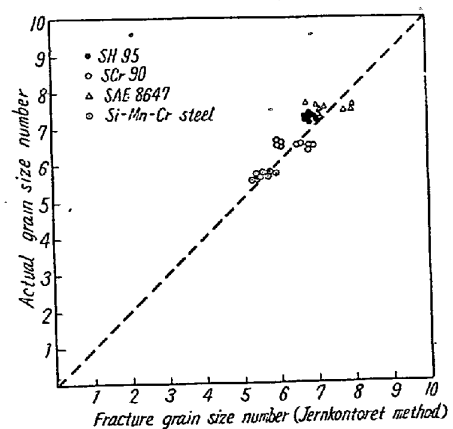


Fig. 4. Relation between fracture grain size and actual grain size.

Table 3. Relation between fracture grain size and actual grain size.

Heat treatment	SH 95		SCr 90		SAE 8647		Si-Mn-Cr steel	
	Fracture grain size	Actual grain size	Fracture grain size	Actual grain size	Fracture grain size	Actual grain size	Fracture grain size	Actual grain size
As quenched	7	7.1	7	6.6 (?)	8	7.4 (?)	6	5.8 (?)
100°C O.T.	7	7.2	7	6.7 (?)	8	7.5 (?)	6	5.8 (?)
200°C O.T.	7	7.2	7	6.7	7.8	7.3	6	5.7
300°C O.T.	6.7	7.2	6.7	6.7	7	7.4	5.5	5.8
400°C O.T.	6.7	7.2	6.7	6.7	7	7.3	5.5	5.6
500°C O.T.	6.7	7.2	6	6.8	7	7.3	5.5	5.8
550°C O.T.	6.7	7.2	6	6.5	7	7.5	5.5	5.7
600°C O.T.	6.7	7.2	6	6.7	7	7.4	5.5	5.8
650°C O.T.	6.7	7.1	6	6.7	7	7.4	5.5	5.7

IV. 結 言

925°Cにおけるいわゆる滲炭粒度とは別に、実際の熱処理状態における熱処理粒度を知る必要がある。著者等はこの方法の一つとして、構造用特殊鋼の焼戻の際に起る焼戻脆性の現象を利用して熱処理粒度を現出さす方法について研究を行った。なお従来おなじく焼入焼戻法として行われている Vilella および Bain の低温焼戻法 (250°C) も併せて試験した。実験に使用した鋼種は肌焼鋼第8種、クロム鋼第4種、SAE 8647、および Si-Mn-Cr 鋼の4種である。その結果を要約すると次の如くである。

- (i) 250°Cで焼戻した場合：保持時間に関係なく、Vilella 試薬、塩化第2鉄塩酸アルコール溶液ともにオーステナイト粒度の現出は容易である。
- (ii) 550°Cで焼戻した場合：焼戻後急冷した場合より徐冷した場合がよく、保持時間は2h以上を必要とする。なお、塩化第2鉄塩酸アルコール溶液の方がVilella 試薬よりも操作が容易であり、粒度の現出も明瞭である。
- (iii) 250°Cと550°Cの場合を比較すると、前者がマルテンサイト結晶粒の腐蝕であるのに反し後者は元素の粒界偏析を利用した粒界腐蝕であり、粒度現出の容易

な点において後者の方が優れている。

(iv) 粒度を測定する場合の顕微鏡的方法として、暗視照明について実験したが、粒界と粒内の対照が明瞭に現われ、測定が容易に出来た。

(v) 本法について従来最も広く実用されている滲炭法と比較したが、両者の測定値はほとんど一致しており、本法の実用上の精度はよいことを認めた。なお、Jernkontoret 法による破面粒度とも比較をしたが、両者間には直線的な関係のあることを認めた。

以上の如くであり、この方法は若干の熟練を要するが肌焼鋼を含めた構造用特殊鋼の熱処理粒度の測定に適しており、とくに、すでに熱処理済の試料について、その儘のオーステナイト粒度を測定出来る点に特徴がある。

(昭和30年12月寄稿)

文 献

- 1) E. C. Bain and J. R. Vilella: ASM Metals-Hand Book (1948) 399
- 2) B. C. Woodfine: J.I.S.I. Vol. 173, part 3, 240
- 3) 浅田, 門脇, 江口: 電気製鋼, 24, No.5 (1953) 237
- 4) 門脇: 電気製鋼, 24, No.6 (1953) 285