

# 新しい酸化法による オーステナイト結晶粒の現出について\*

今井勇之進\*\*・広谷 宏\*\*

## A NEW OXIDIZING METHOD FOR REVEALING AUSTENITIC GRAINS

*Yunoshin Imai and Hiroshi Hirotani*

### Synopsis:

A new oxidizing method for revealing austenitic grains is examined by using borax. When the specimen is exposed to air at high temperatures for a few seconds, the austenitic grain boundary is usually more oxidized than the matrix, and when such oxidized specimen is dipped into molten borax, the thin film of oxide melts away into borax, and the grain boundary appears clearly as a thin groove.

According to the results with some carbon steels and special steels, the present method seems to be superior to others in practical use on account of its simple and reliable technique.

### I. 結 言

オーステナイト結晶粒の現出方法は多くの研究者によつて発表されており今日では各鋼材に適した現出方法を採用して結晶粒度を判定している。多くの結晶粒の現出方法は結晶粒界の方が結晶粒内よりも物質的、化学的に active であることを利用している。滲炭法、酸化法もそれであるがこれらの現出方法では熱処理中に炭素あるいは酸素をある時間中導入するので現出された結晶粒の材質は酸素あるいは炭素をより多く含んだもので、したがつてこれら元素の影響下にあることも明らかにされている<sup>1)</sup>一方他元素を導入せずに現出する方法として熱腐蝕法、破面検査法、一端焼入法等多くあるがそれら方法にも鋼材に対する適用範囲がある。熱腐蝕法<sup>2)3)</sup>では結晶粒の成長が起つた場合成長以前の古い結晶粒界が残つていて粒度判定の際困惑したり、破面検査法では混粒の判定が正確に行えず、一端焼入法では自硬性の強い鋼材に対する適用性が薄い。酸化方法の場合材質を変化させない程度の短時間微量酸化を行えばよく、酸化によつてオーステナイト結晶粒を着色させる瞬間酸化法<sup>4)</sup>がよく知られているがこの方法も各鋼種についての酸化度の調整が難しい。加熱試料を数秒間空気にさらした場合、一般に結晶粒界は結晶粒内よりも多く酸化しているのではこの試料を溶けた硼砂の中に浸して試料の薄い酸化膜を溶かすとそこに結晶粒界が溝状に現れて来る。この場合空気にさらす時間が短いので上記酸素などによる影響は無視できる。このことに着眼して理論的にも正しく操作もごく簡単な方法でオーステナイト結晶粒を現出した結

果を報告する。

### II. 実 験 方 法

エメリー紙および羅紗、酸化クロムで試料表面を検鏡できる程度に磨き所定温度、真空中でその試料をオーステナイト化する。(真空度は  $10^{-4}$  mmHg 程度) 所定時間保持して真空炉中に空気を入れて試料を取り出す時に数秒間試料を酸化する。その試料をただちに  $950^{\circ}\text{C}$  位に保たれた溶けている硼砂の中に移し約 30 秒攪拌保持し硼砂に試料の酸化膜を溶かしてから水冷する。したがつて本方法は試料の取出操作の時に自然酸化するものであつて酸化としての特別な操作をしないのが普通である。水冷によつて硼砂の膜は容易にはがれ試料はふたたび輝面を表わす。その試料を洗滌および乾藻しそのまま検鏡する。時には検鏡前に軽く羅紗みがきをする場合もあるが多くはそのままでも充分である。

### III. 実 験 結 果

本実験に使用した材料を Table 1 に示した。純鉄および鉄中の窒素量を種々変えた材料を使用して熱腐蝕法と新現出法との比較をした結果両者によつて現出された結晶粒の大きさにはほとんど差異は認められなかつたが純鉄のオーステナイト結晶粒が成長した状態を熱腐蝕法により現出すると結晶粒成長以前の結晶粒界が残存するが新現出法では酸化した瞬時の結晶粒界のみが明瞭に現

\* 1957年4月本会東京大会にて発表

\*\* 東北大学金属材料研究所

Table 1. Chemical composition of specimeos.

Kinds of samples	Note
Pure iron	0.03% C
Carbon steel	0.3% C
//	0.7% C
//	0.9% C
Iron contained	0.005% N + 0.25% Mn
N	
//	0.008% N + //
//	0.012% N + //
//	0.016% N + //
//	0.020% N + //
//	0.025% N + //
1C 1Cr steel	1% C + 1% Cr
1C 1Mn steel	1% C + 1% Mn
1C 1Ni steel	1% C + 1% Ni
High Cr iron	6% Cr
//	10% Cr
Cr-Mo steel	0.36% C + 2.96% Cr + 0.26% Mo

出されることを最初に観察したり。多くの鋼の場合本現出法でオーステナイト結晶粒を現出すると組織の一部がマルテンサイトになるが 0.7% C 鋼のオーステナイト結晶粒の一例として示した Photo. 1 のようにマルテン

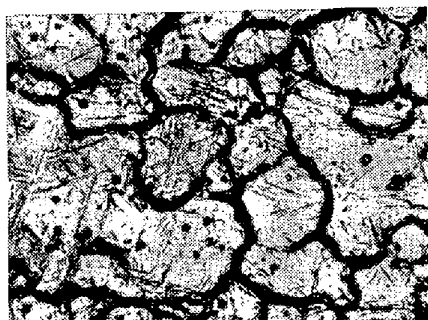


Photo. 1. 0.7% C steel ×220 (1/2)  
Austenitizing at 1000°C, 1h  
Dipped in borax at 900°C, 30sec→W.Q.

サイト変態による起伏の為に粒度判定が困難になるようなことは無い。マルテンサイトが生じないように試料を硼砂浴から空冷し 100°C の湯中に入れその後水冷をして硼砂膜を剝離した場合も Photo. 2 にみるような満足

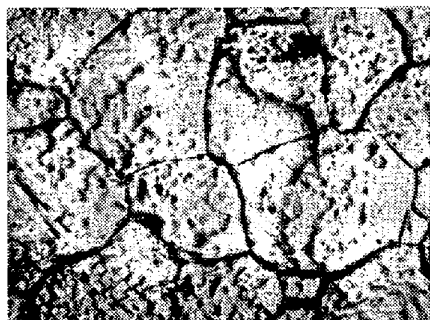


Photo. 2. 0.7% C steel ×400 (1/2)  
Austenitizing at 1000°C, 20mn  
Dipped in borax at 900°C, 30 sec then  
air-cooled, tempered at 100°C→W.Q.

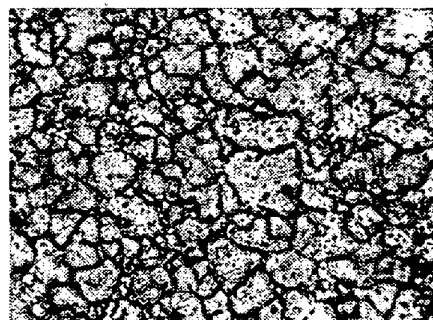


Photo. 3(a). 0.7% C steel ×110 (1/2)  
Austenitizing at 950°C, 3h  
Dipped in borax at 900°C, 20 sec→W.Q.

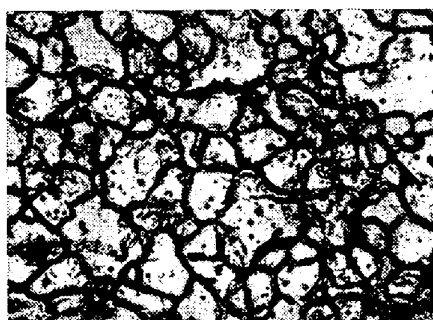


Photo. 3(b). 0.7% C steel ×110 (1/2)  
Austenitizing at 1000°C, 3h  
Dipped in borax at 900°C, 20 sec→W.Q.

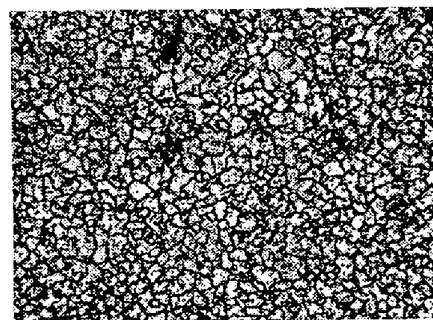


Photo. 4. Iron contained 10% Cr ×110 (1/2)  
Austenitizing at 1000°C, 3h  
Dipped in borax at 900°C, 30 sec→W.Q.

すべき結果が得られた。しかしこの方法は硼砂浴から水冷する方法に比較して手間がかかる。Photo. 3 (a) (b) は 0.7% C 鋼を用いてオーステナイト化温度を変化させた場合のオーステナイト結晶粒を新現出法で示したものでありオーステナイト化温度の上昇にともなうオーステナイト結晶粒の成長を知ることができる。高 Cr 鋼を高温度で空气中にさらすと緑色の酸化 Cr 膜が生じるがこの場合も新現出法によれば Photo. 4 のごとくオーステナイト結晶粒を明確に現出出来る。その他化学成分の異なった試料を用いてそれらのオーステナイト結晶粒を新現出法で顕わしその例として Photo. 5, 6, 7, 8 を掲げた。いずれも粒度を判定するに充分なものである。つぎに硼砂浴の用意を省いて真空中でオーステナイト化した後同

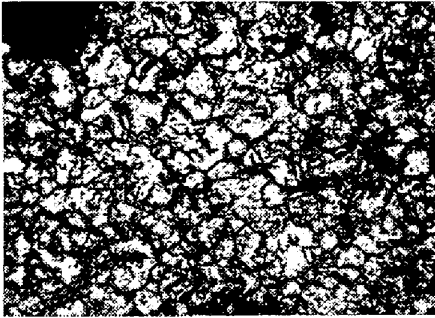


Photo. 5. 1% C, 1% Cr steel  $\times 110$  (1/2)  
Austenitizing at  $1000^{\circ}\text{C}$ , 3 h  
Dipped in borax at  $900^{\circ}\text{C}$ , 20 sec  $\rightarrow$  W.Q.

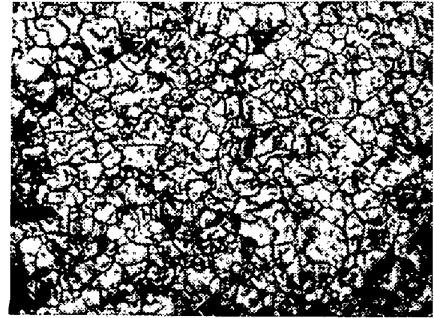


Photo. 7. 1% C, 1% Ni steel  $\times 110$  (1/2)  
Austenitizing at  $1000^{\circ}\text{C}$ , 1 h  
Dipped in borax at  $900^{\circ}\text{C}$ , 20 sec  $\rightarrow$  W.Q.  
slightly repolished.

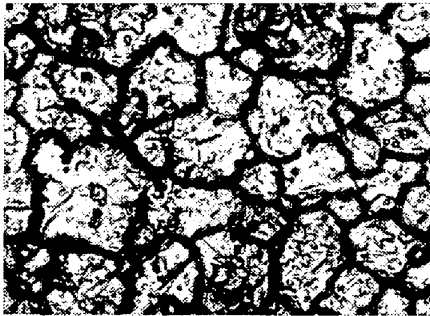


Photo. 6. 1% C, 1% Mn steel  $\times 220$  (1/2)  
Austenitizing at  $1000^{\circ}\text{C}$ , 1 h  
Dipped in borax at  $900^{\circ}\text{C}$ , 20 sec  $\rightarrow$  W.Q.

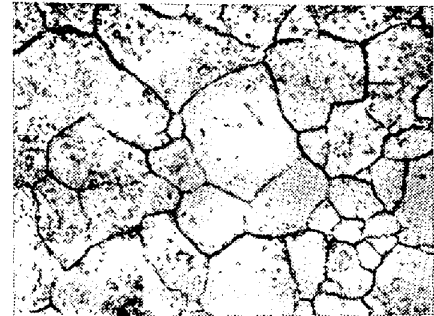


Photo. 8. 0.36% C, 2.96% Cr, 0.26% Mo steel  
Austenitizing at  $1000^{\circ}\text{C}$ , 1.5 h  
Dipped in borax at  $900^{\circ}\text{C}$ , 20 sec  $\rightarrow$  W.Q.

$\times 380$  (1/2)

じく酸化させその試料表面に硼砂粉末をのせて実験を行った。この方法によつても結晶粒の現出は可能ではあるが充分な方法とは思われない。この操作では局部的に溶けた硼砂が生じ輝面が斑点状に現れ、一様な輝面にするには硼砂粉末を試料に附着させてからこの粉末を溶かす為にヒーターなどを使用しなければならない。また別に磨いた試料を真空炉のかわりにコークス中で加熱してオーステナイト化した後溶けた硼砂中に投入し水冷してみたが満足すべき結果は得られなかつた。

#### IV. 結 言

Table 1 に掲げた種々な材料のオーステナイト結晶粒を硼砂を使用した新しい方法で現出しその適用性に関

して検討した。その結晶新現出法は炭素鋼のみならず低合金鋼、高 Cr 鋼に関しても充分に適用性があり結晶粒度の判定に困惑しないことを指摘した。

(昭和 32 年 9 月寄稿)

#### 文 献

- 1) A. Færden: Metallurgia, 54 (1956), 3
- 2) 今井・神山: 鉄と鋼, 42, 3 (1956), 179
- 3) 今井・広谷: 鉄と鋼, 42, 9 (1956), 785
- 4) M. J. Olney, Metal Treat., 19 (1952), 347
- 5) 今井・広谷: 鉄と鋼, 42, 3 (1956), 180
- 6) 遠藤・大竹: 日本金属学会誌, 19 (1955), 51
- 7) 今井・広谷: 鉄と鋼, 43, 3 (1957), 344