

の変形能を調べた結果、大体の傾向として合金元素が多くなるほど変形能が悪くなり、各種鋼種の変形能の一般的傾向ないしその性質を知ることができた。

最後に本研究を行うにあたり、住友金属鋼管製造所、研究部長、池島俊雄博士の直接の御指導をたまわつた。ここに厚く感謝致します。(昭和 32 年 12 月寄稿)

#### 文 献

- 1) たとえば、池島：“高温度における鋼の変形抵抗に関する研究” 住友金属工業報告，昭和24年5月井上：鉄と鋼，Vol. 41 (1955)，No.5 (p.506)，No.6 (p. 593)
- 2) C. L. Clark: The Iron Age, Vol. 153(1944), March 16, p. 52
- 3) H. K. Ihrig: The Iron Age, Vol. 153(1944), April 20, p. 86
- 4) H. K. Ihrig: Metal Technology, Vol. 12 (1945), Oct., T.P. 1932
- 5) C. L. Clark et al: Metal Technology, Vol. 12 (1945), Dec., T.P. 1839
- 6) F. K. Bloom et al: Metal Progress, Vol. 59 (1951), No.2, p. 250
- 7) E. R. Hughes: J. I. S. I., Vol. 170 (1952), March, p. 214
- 8) C. T. Anderson et al: Journal of Metals, Vol. 5 (1953), No.4, p. 525
- 9) J. Dauvergne et al: Revue de Métallurgie, 51 (1954), No.4, p. 254
- 10) R. H. Henke et al: Journal of Métals, Vol. 6 (1954), No.8, p. 883
- 11) たとえば，A. Niedentahl: Arch. Eisenh., 3 (1929/30), Heft 1, S. 79  
池島，森島：鉄と鋼，Vol. 41 (1955)，No. 4, p. 430
- 12) たとえば，前掲文献，6)；池島，森島：住友金属，Vol. 4 (1952)，No.2 p. 33

## 混粒に関する研究 (II)\*

### 混粒の発生原因について (その 2)

益 子 美 明\*\*

## STUDIES ON DUPLEX GRAIN STRUCTURES OF AUSTENITE (II)

### Causes of Formation of Duplex Grain Structures in Steels (Part-2)

Yoshiaki Masuko

#### Synopsis:

Already described in the previous report of the same title. (Refer to the Part-1. p. 476, April, 1958 issue of "Tetsu-to-Hagane".)

#### IV. AIN 量, 偏析および混粒の相互関係

前項までの検討結果から“混在型の混粒”は結晶粒の成長段階において発生し，“偏在型の混粒”は一次偏析に起因することが大体明らかとなつた。しかしながら、さらに、もし偏析がいちじるしければ AIN が多量に存在する場合にも果して“偏在型の混粒”が発生するかどうか、また反対に AIN が少量に存在する場合もし偏析が少なければ、果して均一な粗粒がえられるかどうか、等の疑問が生ずる。すなわち AIN 量、偏析および粒度形態の 3 者の相互関係が問題となる。これを検討するため

に次のごとき実験を行つた。

タンマン炉 (45 KVA) においてマグネシヤ内張の黒鉛坩堝を使用し、C 0.02%, Si 0.03%, Mn tr., P 0.010%, S 0.017%, Cu 0.01%, Ni 0.06%, Cr 0.08% の純鉄を原料とし C 0.65%, Si 0.30%, Mn 0.65% の炭素鋼 5.5 kg を熔製し、成分調整後 Si-Mn 脱酸、Al 脱酸 (0~0.1%) を行い、その一部 (2kg) は 45 mmφ×100 mm の小金型に鑄込んで急冷凝固せしめ残りを熔解坩堝ごとそのまま炉中で徐冷凝固させた。熔解

\* 昭和 31 年 4 月、本会講演大会にて発表

\*\* 住友金属工業株式会社、製鋼所

Table 1. Chemical composition (%) of 0.65% C steels investigated.

Mark	C	Si	Mn	P	S	Cu	Cr	Total N	Sol. Al	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Remark
DU 0	0.64 (0.63)	0.36 (0.36)	0.66 (0.65)	0.011 (—)	0.020 (—)	0.01 (—)	0.09 (—)	0.0113 (0.0114)	— (—)	— (—)	No addition of Al
DU 2	0.65 (0.64)	0.34 (0.33)	0.64 (0.64)	0.012 (—)	0.019 (—)	0.01 (—)	0.08 (—)	0.0110 (0.0110)	0.008 (0.008)	0.018 (0.016)	0.02% addition of Al
DU 5	0.68 (0.66)	0.36 (0.36)	0.67 (0.67)	0.010 (—)	0.020 (—)	0.02 (—)	0.10 (—)	0.0120 (0.0120)	0.015 (0.013)	0.020 (0.018)	0.05% addition of Al
DU 1	0.63 (0.63)	0.35 (0.35)	0.62 (0.62)	0.012 (—)	0.019 (—)	0.01 (—)	0.09 (—)	0.0110 (0.0114)	0.027 (0.023)	0.018 (0.016)	0.10% addition of Al

( ): Slowly solidified specimen.

鑄込条件はすべて同一にそろえ、最高熔解温度は 1600°C, Si-Mn または Al 処理温度は 1570°C, 鑄込温度 1550°C に一定した。かくしてえられた鋼塊はその高さの 1/2 において横断して一次組織を調べつぎに 1150~1200°C でこれを 20 mmφ に鍛伸した。ただし徐冷凝固試料はこれを表面旋削によつて急冷凝固試料の外径 4<sup>5</sup> mm に等しくしてから鍛伸を行い両者に同一の鍛造比を与えた。鍛伸した素材はこれを 900°C×1h→空冷を施した後にそれぞれの結晶粒度試験、金相試験および分析試験に供した。なおオーステナイト結晶粒度は徐冷法によつて 850~1200°C×6h の値を求めた。Table 1 には供試材の化学成分を示し、Table 2 には粒度試験、分析

試験その他の結果を総括して示す。ただし同表中粒度については代表として 925°C×6h の値を掲げている。また偏析度  $\sigma_s$  は供試材に 850°C×1h→水冷の処理を施して完全に焼入硬化した試料をつくり、その中心縦断面について前述と同様にして求めた微小硬度の分散度(標準偏差)であり、平均粒度  $\bar{N}$  および混粒度  $\sigma$  は前報と同様にして求めたものである。

Fig. 7 には鑄造状態における各供試材の一次組織、Fig. 8 にはえられた混粒組織の代表例を示す。

以上の結果より Al の添加量を増すにつれて一次組織は漸次微細化し、それに伴つて偏析度も低下し、また結晶粒も漸次微細化する傾向にあることがわかる。また同

Table 2. Relation between the content of AlN, the degree of segregation and the grain distribution patterns of austenite in 0.65% C steels.

Mark	AlN (%)	Degree of segregation ( $\sigma_s$ )	Grain distribution pattern of austenite (925°C×6h)			Remark
			Average grain size ( $\bar{N}$ )	Degree of duplexity ( $\sigma$ )	Distribution pattern	
DU 0-1	tr	±47.7	3.2	±1.1	Coarse grains	Rapidly solidified specimen
" 2	tr	±53.0	3.0	±1.8	Non-uniform duplex grains	Slowly solidified specimen
DU 2-1	0.0069	±41.5	4.1	±1.0	Coarse grains	Rapidly solidified specimen
" 2	0.0051	±48.8	3.7	±1.4	Non-uniform duplex grains	Slowly solidified specimen
DU 5-1	0.0140	±20.0	5.4	±2.1	Uniform duplex grains	Rapidly solidified specimen
" 2	0.0117	±37.9	3.4	±2.8	Non-uniform duplex grains	Slowly solidified specimen
DU 1-1	0.0242	±16.2	7.7	±1.0	Fine grains	Rapidly solidified specimen
" 2	0.0212	±25.6	4.3	±2.4	Non-uniform duplex grains	Slowly solidified specimen

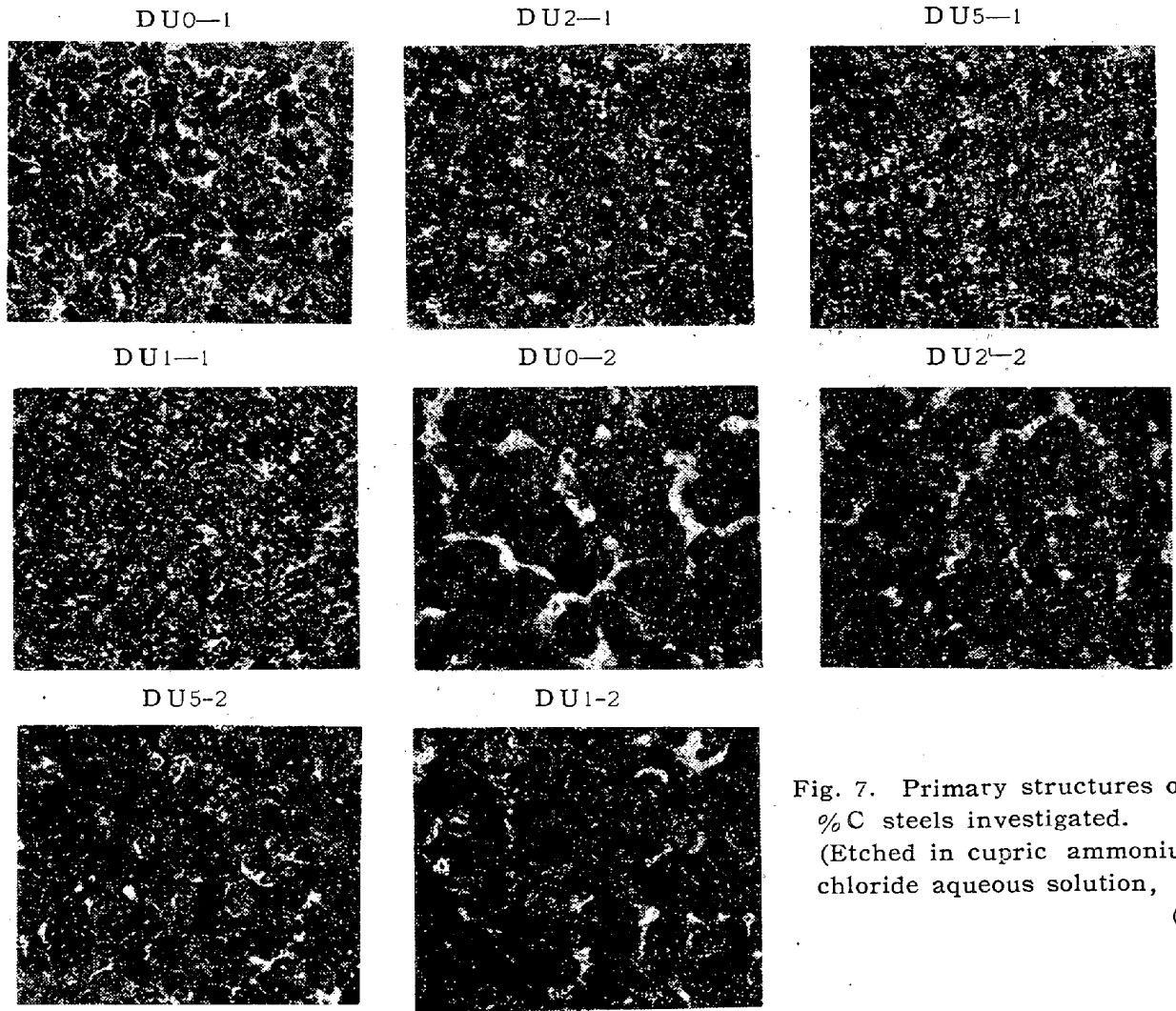


Fig. 7. Primary structures of 0.65% C steels investigated. (Etched in cupric ammonium chloride aqueous solution,  $\times 25$  (1/2))

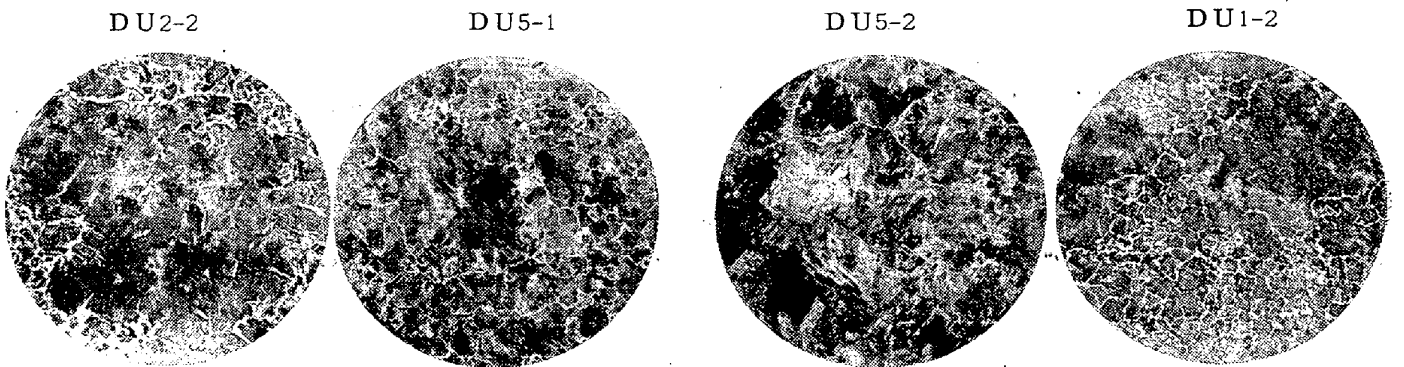


Fig. 8. Duplex grain structures at  $925^{\circ}\text{C} \times 6\text{h}$  in 0.65% C steels. (Etched in 5% picral,  $\times 100$  (1/2))

一溶解の急凝固した試料と徐凝固した試料を比較すれば、後者は前者に比して一次組織がきわめて粗大で、偏析度もはなはだ大であることがわかる。成分的には後者では可溶 Al および AlN が減少しているのが認められる。これらの事情と混粒度を関連づけて見るに徐凝固した偏析の多い試料はいずれの場合も“偏在型の混

粒”を呈し、急凝固した偏析の少ない試料では可溶 Al または AlN の少ない場合に粗(整)粒となり、多い場合に細(整)粒となる。ただしその中間の場合には“混在型の混粒”を呈する。この場合には可溶 Al または AlN が少ないために粗大化温度が低下し  $925^{\circ}\text{C} \times 6\text{h}$  の加熱条件で、すでに突然成長段階にかゝっているためである。

## V. 実験結果に対する考察

一般に結晶粒の成長は粒界エネルギーによつて推進されるものと考えられているが、もしその粒界に細かく分散した異相が存在すれば、これが粒界の移動を妨げて成長を抑制するわけである。

一方突然成長の原因については次の二点が挙げられている。すなわち

- (1) 結晶粒界に異相の存在する場合
- (2) 再結晶繊維組織の存在する場合

この中(2)については F. D. Rosi, B. H. Alexander および C. A. Dube<sup>9)</sup> が銀について認めているごとく、これは冷間加工または一次再結晶後に優先的な方位を有する結晶粒の存在する場合であつて、当面問題としているオーステナイト結晶粒の成長においては一応考慮外として差支えないものと考えられる。(1)については古くは Z. Jeffries および R. S. Archer<sup>9)</sup> がタングステンについて認めており、また最近では P. A. Beck, M. L. Holzuworth および P. R. Sperry<sup>10)</sup> が Al-Mn 合金, E. Kula および M. Cohen<sup>11)</sup> が高速度鋼について、中間相または炭化物の存在によつて結晶粒の成長が抑制されその溶解によつて結晶粒の突然成長が起りその結果混粒の出現することを見出している。ただしこの場合突然成長の起り受める場所は P. A. Beck 等<sup>10)</sup>も認めているごとく異相の分散粒子が加熱によつて徐々に溶解ないし還集を開始する場所であつて、このような出発点を予知することは出来ない。これはその異相の分散形態に依存するわけである。しかしながら一旦ある場所に大きな結晶が現われると、これは周囲の小さな結晶粒を蚕食して成長をつづける一方、かゝる大きな結晶粒は時間の経過と共に多くなつて来て、さらに加熱温度を増せば一応均一な粗粒の形態を呈する。すなわちその成長段階において大粒と小粒の比較的均一に混つた“混在型の混粒”形態が発生するわけである。しかしもしその異相が非常に不均一な分散系をなしており、それに伴つてその大きさと濃度に場所的な差が発生しておればそれが母相に溶け込む温度および速度も異なり、したがつて全体として見れば突然成長を早く起して粗粒を呈する場所または極端にはほとんど成長阻止相を含まぬ場所となほ突然成長を起さずに細粒を呈する場所またはすでに突然成長段階にかゝつて混粒の形態を呈する場所とが偏在した形態を呈する結果となる。すなわち“混在型の混粒”が発生するものと考えられる。

以上の観点から、いま本研究における実験結果に基い

て混粒の発生機構に対し二、三の考察を加えればつぎのごとくである。

### (1) 結晶粒成長阻止粒子としての AIN

Zener<sup>12)</sup>は阻止粒子の大きさと結晶粒の大きさの間には平衡状態においてつぎの関係式が成立すると報告している。

$$R = \frac{r}{f}$$

ここに  $f$ : 阻止粒子の体積百分率 (%)

$R$ : 結晶粒の平均曲率半径 (mm)

$r$ : 阻止粒子の平均曲率半径 (mm)

いま、AIN の平均大きさを L. S. Darken, P. R. Smith および E. W. Filer<sup>13)</sup>, K. Born および W. Koch<sup>14)</sup>等の報告に見られるごとく  $2 \times 10^{-3} \text{ cm}$  と考え、その大きさも一様であり、形状を便宜上球形と仮定し、その密度を  $3.24^{15)}$ として計算すると粒度番号 8 以上の細粒と平衡を保つに必要な AIN 量は  $\times 10^{-3}$  以上の重量%として算出される。この値は一応 Table 2 の値よりは小さいが AIN の分散系の仮定と使用数値の誤差を考慮に入れればよく一致した値と見ることが出来よう。

また Fig. 6 より見て AIN の急減に伴つて結晶粒の粗大化と混粒度の増大を示していることは明らかに AIN の阻止作用と看做しうる。また同図の供試鋼 A においても  $950^\circ \text{C}$  前後で結晶粒の粗大化と混粒度の増大に不連続な推移が認められるのは AIN 量の少ない程その完全溶解温度が低下するという W. C. Leslie 等<sup>16)</sup>の研究結果から見れば容易に説明することが出来る。さらに突然成長段階においてはすでに村上武次郎博士<sup>17)</sup>の指摘しておられるごとく、全部が粒度番号 No. 7 から No. 6, No. 5 をへて No. 4 になるのではなく、No. 7 と新しく生成された No. 4 の比率が徐々に変化して結局 No. 4 になるとしているのは明らかに前述の AIN の成長阻止作用を物語っているものと考えられる。

以上によつて Al 処理鋼における“混在型の混粒”は結晶粒の成長阻止作用を有する AIN のオーステナイトに対する溶解による突然成長に起因することおよび AIN が少なくなる程突然成長の温度の低下することが明らかである。さらにこれに関連して興味あるのはオーステナイト結晶粒の成長性におよぼす高温加工の影響に関する研究<sup>18)</sup>において著者が指摘したごとく再結晶後の結晶成長の段階においても“混在型の混粒”の発生することである。この場合もその機構は全く同一で結晶粒は AIN の固溶の進行と共に成長するが、この過程において大粒と小粒の混合形態が出現するものと考えられる。

したがって“混在型の混粒”は一般的に成長阻止粒子の溶解に基づく結晶粒の成長段階において発生するものといえよう。

## (2) 結晶粒成長阻止粒子の偏析について

AIN が鋼中においてその一次晶の粒界に偏析し、これが多い場合にはいわゆる Rockcandy Fracture を起すことはすでに報告されているところであり<sup>19)~24)</sup>、これを鍛錬すれば、AIN の分布もその一次晶の破壊に伴って変化することは容易に考えられるが、前述のごとく一般に一次偏析は鍛錬後においてもそれが層状組織の原因になるごとく、容易に除去されるものではなく、したがって AIN も層状に偏析していることは想像に難くない。事実本研究における試料 DU1-2 についてその偏析部分より試料を採取して分析したところ AIN 0.0551% の高値を示し (平均は 0.0212%) AIN の層状偏析が認められた。

かゝる AIN の偏析が存在すれば前項 (1) より見て当然これが“偏在型の混粒”発生の原因になりうるわけで、要するに“偏在型の混粒”は AIN を多量に含んだ部分と少量しか含まない部分の結晶粒成長特性のずれより発生するものといえよう。前掲 Table 2 の偏析度と混粒度に関する実験結果は明らかにこのことを裏書して

いる。

以上は鍛錬した状態における AIN の層状偏析について主として述べたが、鑄造状態においてはこれが一次晶に応じて所謂 dendrite 状に偏析することは当然である。前述の試料 DU1 の鑄造状態における急冷凝固試料と徐冷凝固試料のオーステナイト結晶粒度形態を示すのが Fig. 9 である。前者が比較的均一な粒度分布を示すのに対し後者は明らかに dendrite 組織の影響を受けた不均一な“偏在型の混粒”を呈している。また同図には C 1.0% の Cr-Mo 鋼の例によつて過共析炭化物の一次偏析によつて上記同様の“偏在型の混粒”が発生する場合を示しておいた。この種の混粒が前掲 Fig. 1 の II-b に示した“偏在型の混粒”である。

以上 (1), (2) の考察を総合して結論されることは結晶粒成長阻止粒子の多寡にかゝらずその偏析がいちじるしい場合には“偏在型の混粒”が発生し、偏析の少ない場合には結晶粒成長阻止粒子の溶解による突然成長段階において“混在型の混粒”が発生することである。いまこれらの関係を Al 処理鋼の 925°C×6h における粒度形態を対象として概念的に図示すれば Fig. 10 のごとくになり、前述来の混粒の発生原因が明らかであろう。同図に実線で示したものはその上, 下の点線で示した

成長曲線の平均化されたものとしてわれわれが通常観測するもので、前報<sup>1)</sup>における C 0.70% 炭素鋼 (H1) および Ni-Cr-Mo 肌焼鋼 (A) は I-c の場合, C 0.30% Al キルド鋼 (G1), C 0.80% 炭素鋼 (M3), C 1.00% 炭素鋼 (N3) および Ni-Cr-Mo 肌焼鋼 (D) は I-b の場合, C 0.80% 炭素鋼 (M4) および C 1.00% 炭素鋼 (N4) は I-b の場合に相当するわけである。

## VI. 総括並に結言

まず前報で使用した Ni-Cr-Mo 肌焼鋼, C 0.80% 炭素鋼および C 1.00% 炭素鋼を使用して、鋼質の一様性と混粒の関係ならびに結晶粒成長阻止物質の溶解と混粒の関係を検討し、つぎに C 0.65% 炭素鋼を熔製して AIN 量一偏析一混粒の相互関係に対し系統的な検討を加えた。最後にこれらの実験結果に対し

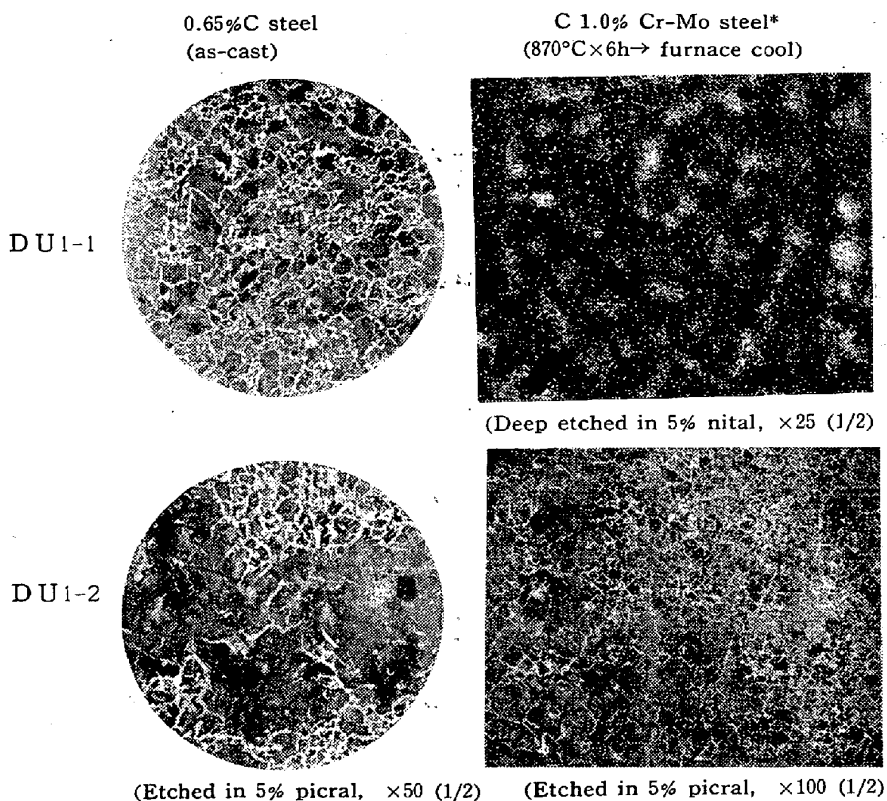


Fig. 9. Examples of dendritic grain distribution pattern in 0.65% C steels and a C 1.0% Cr-Mo steel. (\* C 1.01%, Si 0.47%, Mn 0.67%, P 0.015%, S 0.010%, Cu 0.16%, Cr 1.06%, Mo 0.24%).

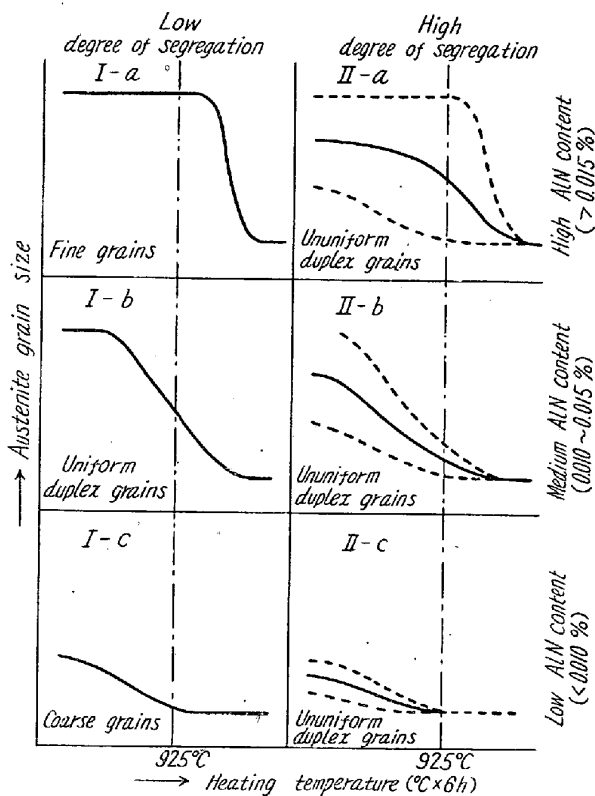


Fig. 10. Schematic diagrams of the cause of formation of duplex grain structures of austenite in Al-treated steels.

結晶粒の成長特性の観点から二、三の考察を加えた。

以上の結果から Al 処理鋼においては、“混在型の混粒”の発生主原因は結晶粒成長阻止作用を有する AlN のオーステナイトに対する溶解に基く結晶粒の突然成長にあり、“偏在型の混粒”の発生主原因は成長阻止粒子 AlN の一次偏析にあり、後者の場合には AlN の偏析によって加熱時の初期粒度形態からすでに不均一な粒度分布形態を呈することが明らかとなった。

さらに、“混在型の混粒”は上記同様の機構によりオーステナイト状態における加工—再結晶後の結晶成長段階においても発生することおよび過共析鋼においては炭化物の一次偏析によっても“偏在型の混粒”が発生することを指摘した。なお上に発生主原因と述べたのは前報でも指摘したごとく、実際の鋼の中においては上記突然成長の要因と一次偏析の要因が複合している場合が多くそのどちらの要因が支配的であるかによつて一は“混在型の混粒”となり、他は“偏在型の混粒”になるものと考えられるからである。

さらに、本研究の結果から混粒の発生を防止するためには、鋼中に適量の AlN を生成せしめることおよび

一次組織を微細化してその偏析を極力減少せしめることの必要であることが明らかとなった。

終りに臨み、本研究遂行に当り終始御懇切なる御指導と御鞭撻をいただいた当所兎玉藤雄技師長、技術部長住友元夫博士、宮内弘平技術部次長に対し深甚なる感謝の意を表すると共に、実験に協力された清水郁夫、畑一夫の両氏に対し深謝する次第である。(昭和32年10月寄稿)

#### 文 献

- 8) F. D. Rosi, B. H. Alexander and C. A. Dube: Trans. AIME., 194 (1952) 189
- 9) Z. Jeffries and R. S. Archer: "The Science of Metals", McGraw-Hill, 1924
- 10) P. A. Beck, M. L. Holzworth and P. R. Sperry: Transactions, A.I.M. & M. Engrs, 180 (1949) 163
- 11) E. Kula and M. Cohen: Transactions, A.S.M. 46 (1954) 727
- 12) "Grain Control in Industrial Metallurgy", A.S.M., (1949)
- 13) L. S. Darken, P. R. Smith and E. W. Filer: J. Metals, Dec., (1951) 1174
- 14) K. Born u. W. Koch: Stahl u. Eisen, 72 (1952) 1268
- 15) Gmelins Handbuch der Anorganische Chemie, 8 Auflage, S. 146
- 16) W. C. Leslie, R. L. Reckett, C. L. Datson and C. S. Walton: Transactions, A. S. M. 46 (1954) 1470
- 17) 村上: 日本金属学会誌, 第6巻(上), 昭17年, p. 102
- 18) 益子: 鉄と鋼, 42 (1956) 242
- 19) C. H. Loring ana C. W. Beattie: J. Metals, 3 (1951) 721
- 20) 益子: 鉄と鋼, 43 (1957) 340
- 21) 沖, 小幡: 日本金属学会誌, 17巻, No.5 (昭28年) p. 243
- 22) T. N. Armstrong: Foundry, 79 (1951) 114
- 23) 沖, 小幡: 日本金属学会誌, 16巻, No.8 (昭27年) p. 517
- 24) "Applied Physics, Science in World War II, (1948), Little, Brown & Company, Boston, p. 356