

化は窒素量の増加につれていちじるしく阻止されるが、冷間引抜後の黒鉛化は窒素による阻止効果がほとんど認められぬ。これは冷間加工による加工歪によつて窒素の溶解度が減少し 650°C までの加熱の途中において窒素が窒化物として析出し有効窒素量が減少し黒鉛化阻止効果があらわれないものと考えられる。

終りに本研究の発表を許可された石原工場長に敬意を表するとともに実験の一部を担当された外岡耀係員に謝意を表します。(昭和 33 年 8 月寄稿)

文 献

1) Austin & Fetzer T. ASM. Vol. 29 (1941),

p. 339

2) Dennis: J. of Iron & Steel Inst. Vol. 171 (1952) p. 59~63

3) E. J. Dulis & G. V. Smith: T. ASM, Vol. 46 (1954) p. 1318

4) Darken, Smith, Filer: J. of Metals Vol. 3 (1951) Dec. p. 1174~1179

5) G. V. Smith, MacMillan, Dulis T. ASM Vol. 43 (1951) p. 692~717

6) 吉崎・安藤: 鉄と鋼, Vol. 39 (1953) p. 334~336, p. 815~6

## 13 Cr 不銹鋼の熱処理における加熱速度の影響\*

(熱処理における加熱速度の影響—II)

作 井 誠 太\*\*・森

勉\*\*\*・山 本 千 秋†

### Effect of Heating Rate on Properties of Heat-Treated 13% Cr Stainless Steel

(Effect of heating rate in heat-treatment—II)

Seita Sakui, Dr. Eng., Tsutomu Mori, and Chiaki Yamamoto

Synopsis:

The effect of heating rate on heat treatment of 13% Cr stainless steel was studied by applying two kinds of heating rates, 3000°C/s and 10°C/mn.

The recrystallization temperature in rapid heating was higher by about 100°C than in slow heating. The grain size immediately after recrystallization was smaller in rapid heating than in slow heating. X-ray photographs, which was taken at the recrystallized specimens, showed that the rapidly heated specimen had a more random directionality than the slowly heated specimen.

A<sub>1</sub> transformation occurred at about 900°C in slow heating and at about 950°C in rapid heating. Martensite, which was formed by quenching from the temperature higher than A<sub>1</sub> point, was finer in rapidly heated specimen, than in slowly heated specimens.

#### I. 緒 言

前報<sup>1)</sup>において、18/8 不銹鋼の焼鈍に際して、熱処理後の性質におよぼす加熱速度の影響を述べた。今回は 13 Cr 鋼薄板を対象とし、再結晶温度、再結晶粒度、再結晶後の板の方向性および、A<sub>1</sub> 変態、マルテンサイト発生の様相に対する加熱速度の影響を報告する。

#### II. 試料および実験方法

試料は Table 1 のような組成を有し、加工度は圧下率で 10%、30%、50%、70% の 4 種類を用いた。なお

Table 1. Chemical composition of the specimen (%)

C	Si	Mn	Ni	Cr
0.086	0.71	0.48	0.06	15.24

厚さは全て 0.30 mm である。この組成の 13 Cr 鋼は Cr 含量の高いことから、A<sub>1</sub> 変態によつて、 $r_1$  相とな

\* 昭和 33 年 10 月本会講演大会にて発表

\*\* 東京工業大学教授、工博

\*\*\* 東京工業大学

† 神奈川工業試験所

らないことが期待される<sup>2)</sup>。

熱処理は、徐熱と急熱の2種類とした。徐熱は普通の電気炉により、加熱速度を  $10^{\circ}\text{C}/\text{mn}$  とし、所定の温度に達すると、ただちに水冷した。急熱は、前報<sup>1)</sup>と同様に、直接電流を試料に流して行つた。ただし、この場合、急熱用の装置および焼入液をペルジャーでおおい、約  $10^{-3}\text{mmHg}$  の真空中においた。したがつて、焼入液としては、水を使用することができないので、オクトイルを使用した。加熱速度は前報の場合より小さく約  $3000^{\circ}\text{C}/\text{s}$  であるが、この程度の加熱速度でも  $1000^{\circ}\text{C}$  までの加熱に、約  $1/3\text{s}$  しかかからず、このため試料の表面は全然酸化しない。したがつて加熱前後の試料表面の組織の比較が可能であり、今回の実験ではとくにこのことを利用して、 $A_1$  変態、マルテンサイト発生の様相を調べた。なお冷却の方法が急熱の場合と、徐熱の場合でことなるが、よく知られているように、 $13\text{Cr}$  鋼は焼入性のよい材料であるから、マルテンサイト発生の様相には影響なく、また再結晶現象にも大きな影響はないと考えてよからう。

### III. 実験結果

#### (a) 硬度

硬度の測定には、荷重  $300\text{g}$  のマイクロヴィッカーズ硬度計を用いた。Fig. 1~Fig. 4 は、加工度  $10\%$ 、 $30\%$ 、 $50\%$ 、 $70\%$  の試料の、加熱による硬度の変化、すなわち軟化の様相を示すものである。軟化開始温度は、加工度  $10\%$  の場合、徐熱で約  $500^{\circ}\text{C}$ 、急熱で  $700^{\circ}\text{C}$  であるが、加工度  $30\%$  になると、かえつて上昇してそれぞれ  $650^{\circ}\text{C}$ 、 $780^{\circ}\text{C}$  となる。加工度がさらに増して、 $50\%$ 、 $70\%$  になると、ふたたびこの温度は下り、徐熱の

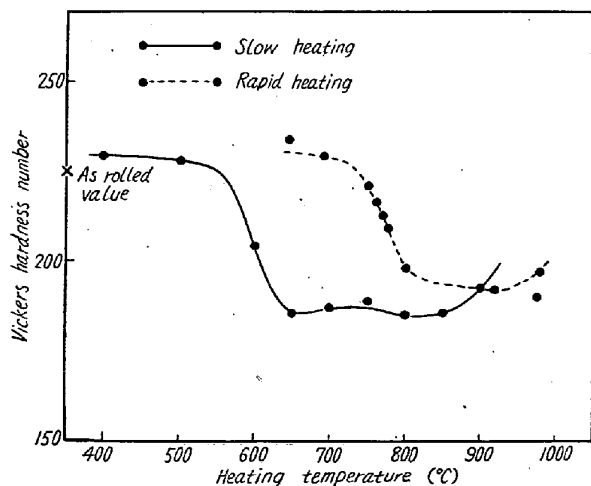


Fig. 1. Change of hardness by heating of the  $10\%$  cold-rolled specimen.

場合には、両者とも  $500^{\circ}\text{C}$  であるが、急熱の場合には、それぞれ約  $750^{\circ}\text{C}$ 、 $650^{\circ}\text{C}$  となる。  $30\%$  以上の加工度のものでは、軟化開始温度は、加工度の増加につれて低下して行くが、加工度  $10\%$  のものはこの傾向よりはずれ、軟化開始温度は加工度  $30\%$  のものより低くなり、特異な性質を示している。加工度  $10\%$  の試料は、十分

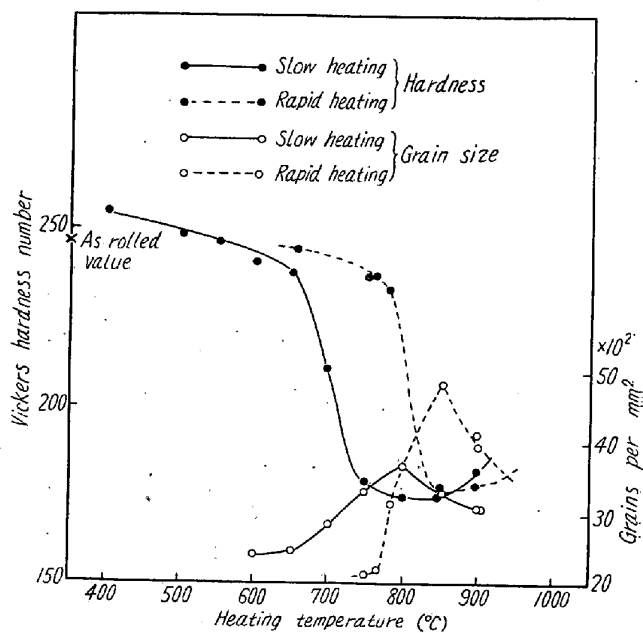


Fig. 2. Changes of hardness and grain size by heating of the  $30\%$  cold-rolled specimen.

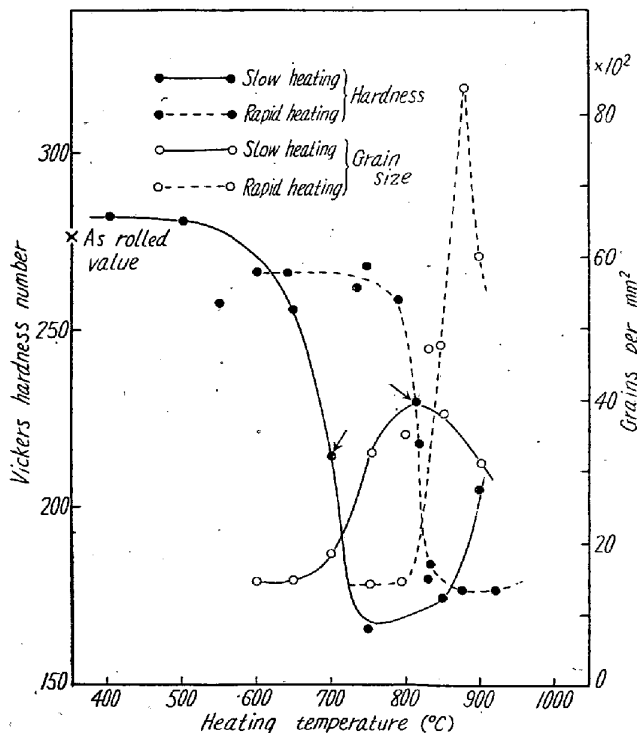


Fig. 3. Changes of hardness and grain size by heating of the  $50\%$  cold-rolled specimen.

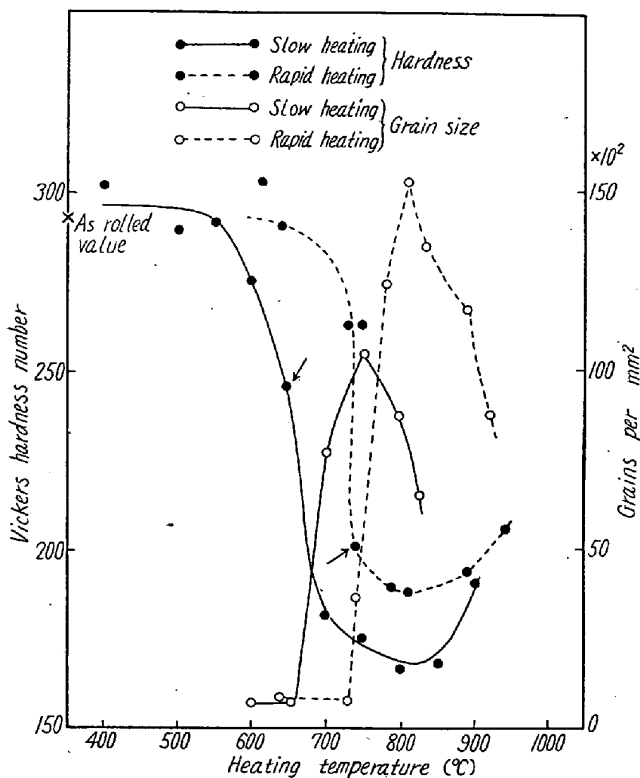


Fig. 4. Changes of hardness and grain size by heating of the 70% coed-rolled specimen.

に軟化した状態においても、その組織が加工状態と変わらず、再結晶による結晶粒の微細化、あるいは粗大化が見られない。従来の種々の研究<sup>3)</sup>によれば、この程度の加工度のものでも、再結晶は起るといわれている。周知のごとく、13 Cr 鋼は、加熱温度が上昇すると、 $A_1$  変態を起してしまつて、変態による結晶粒の変化が起きる。われわれの実験では、等速加熱すなわち加熱温度が一定の速度で上つて行く熱処理を行つているため、再結晶が始まる前に、 $A_1$  変態を行つてしまい、再結晶が観察されなかつたとも考えられる。すなわち再結晶の潜伏期が非常に長いものと考えるのである。また薄板では、このように 10% 程度の加工では、再結晶は起らず、回復または二次再結晶によつてのみ軟化するものかも知れない。われわれのうちの一人が行つた Al の薄板の実験<sup>4)</sup>では、等温加熱による時は、加工度 19% の試料は一次再結晶を起さず、二次再結晶のみを起した。現在この問題を系統的に研究中である。

再結晶開始温度は、図の曲線中に矢印で示してあり、徐熱の場合加工度 30% および 50% の試料は 700°C であり、加工度 70% の試料では 650°C であつて、終了温度は加工度 30% の試料で 800°C、50% で 800°C、70% では 750°C となる。急熱せる場合には、再結晶開始温度は加工度 50% で約 800°C、70% で約 750°C

となり、終了温度は加工度 30% で約 880°C、50% で約 850°C、70% で約 800°C となつている。再結晶終了後加工度のいかにかわらず、徐熱せる場合には約 900°C より、また急熱せる場合には約 950°C より硬度はふたたび増加する。これは  $A_1$  変態によつてフェライトの一部がオーステナイトになり、これが急冷されてマルテンサイトを作るためである。後に示すようにこの状態はきわめて不均一な組織であつて、試料が薄板であるためマイクロヴィッカーズにより硬度を測定しているため、測定値が非常にばらつく。この理由により、図にはこの模様を表わすことは止めた。

#### (b) 再結晶粒度

Fig. 2, Fig. 3, Fig. 4 に、加工度 30%, 50%, 70% の試料の加熱による結晶粒の変化を示してある。従来急熱は再結晶粒度を微細にするとよくいわれているが、同一温度、たとえば加工度 70% の試料で、加熱温度 800°C の場合について、結晶粒度を比べることは意味がない。それは徐熱した試料では、再結晶が終つた後、結晶粒成長がすでに進んでいるのに対し、急熱した試料では、再結晶が終了したばかりであつて、結晶粒成長が未だ行なわれていないからである。したがつて、再結晶粒度としては、温度—粒度曲線の極大の点、すなわち再結晶終了直後の値を採用して比較する。Fig. 2, Fig. 3, Fig. 4 に示すごとく、再結晶粒の大きさは、急熱した場合の方がいずれも小さくなつている。これは前報<sup>1)</sup>で報告した 18/8 不銹鋼の場合と同じである。再結晶粒度に関しては、Sachs および Johnson の式があつて、これを核発生速度  $N$  と、核成長速度  $G$  を用いて表わしている。両者の式は多少こととなるが、いずれにしても  $N/G$  が大きくなると、再結晶粒は小さくなるという点では一致している。本実験の結果も、このことを利用すれば説明がつく。すなわち急熱すると、再結晶現象が過熱されて高温で起り、この時  $G$  も大きくなるが、 $N$  は  $G$  の増加よりさらに大きな増加を示すとすればよい。

#### (c) 方向性

$MoK\alpha$  特性線を用い、X線回折写真をとつて、試料の方向性を簡単に調べてみた。この時 X 線の光束は、試料の表面に垂直に当てたので、(110) 極点図でいえば、中心部より約 80° の円の円周を、(200) 極点図でいえば、中心部より約 76° の円の円周を調べたことになる。加工状態においては、加工度 70% の試料は、Sachs 等<sup>5)</sup>が加工度 98.5% の純鉄板において得た結果と一致している。加工度 10% の試料は、Gensamer 等<sup>6)</sup>が軟鋼の焼鈍板で得た結果と一致し、加工度 50% の試料は、上

の両者の混合した方向性を示している。(これは白色X線による(110)の線において、とくに顕著に判る)したが、再結晶によつていちじるしく方向性の変ると考えられるところの、加工度70%の試料について、再結晶後の方向性におよぼす。急熱の効果を調べてみた。

Photo. 1はこの結果を示す一例であつて加工度70%の

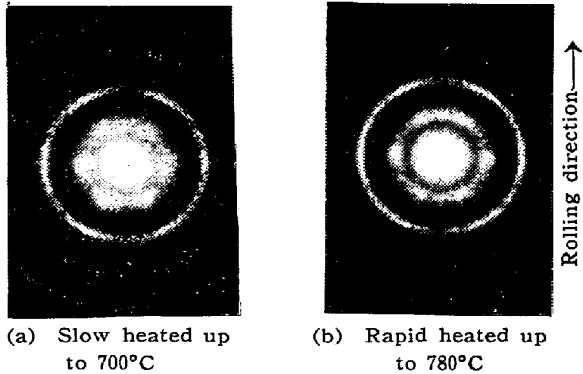


Photo. 1. X-ray photographs of the recrystallized specimen. (MoK $\alpha$  radiation)

試料の急熱、徐熱それぞれの再結晶直後の試料の回折写真であり、圧延方向は上向きにとつてある。これによると、徐熱急熱ともに Gensamer らの軟鋼の再結晶板の結果と一致する回折環土の濃淡を与えるが、急熱した場合の方がやや分散が大きくなつていて、randomな方向を持った試料に近くなつている。再結晶聚合組織の発

生に関しては、これを Oriented nucleation theory によつて説明するものと、Selective growth theory によつて説明するものの2つの考え方がある。本実験の結果は、これらの説に決定的な例証を与えるものでなく、どちらの説によつても解釈はつけられるものである。すなわち急熱すると、再結晶現象が過熱されて不安定な状態を招き、加工組織の主方向からはずれているために、低温では再結晶核となりにくかつた部分まで核となつてしまうとするか (Oriented nucleation theory), あるいは核は低温でも高温でも random な方位のものができるが、低温では matrix に対し、ある一定の方位の核のみ成長するのに対し、過熱されて不安定な状態となつた時は、別の方位のものもまた成長可能となると考える (Selective growth theory) かである。板は一般に複雑な聚合組織を持ち、その分散度もかなり大きいから、以上の両説に対し、何か決定的な例証を与える実験を、単純な繊維組織を持つ引抜線について行いたいと考えている。

#### (d) 顕微鏡組織

加工度70%の試料を選んで、加熱による顕微鏡組織の変化を、Photo. 2, Photo. 3に示す。加工状態においては、結晶粒は相当に至んでいるが、徐熱せる場合、650°Cの加熱において、すでに再結晶核の発生が見られ(Photo.

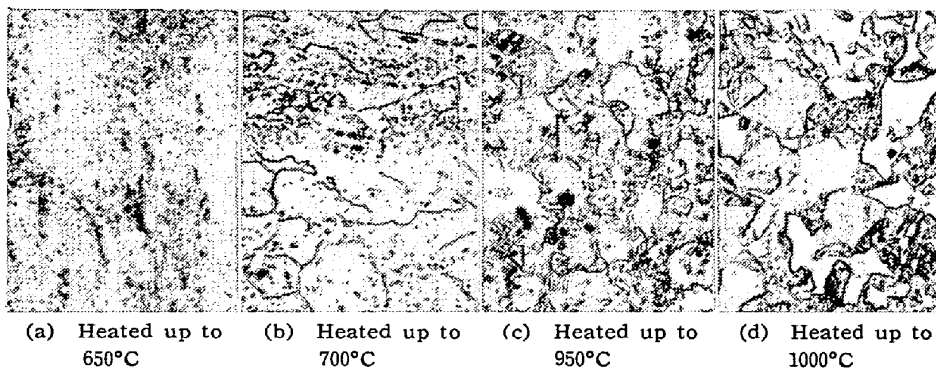


Photo. 2. Microstructures of the 70% cold-rolled specimens after slow heating.  $\times 600$  (1/2)

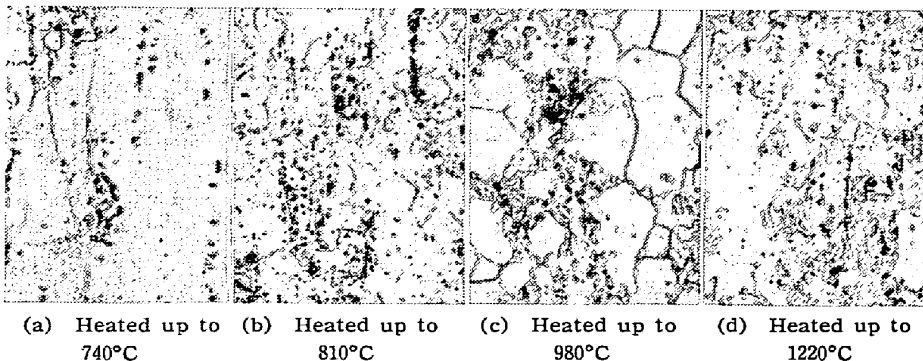


Photo. 3. Microstructures of the 70% cold-rolled specimens after rapid heating.  $\times 600$  (1/2)

2(a)) 加熱温度が上昇して700°C 800°Cとなると (Photo. 2(b)) 再結晶は終つて結晶粒はきれいにそろつてくる。さらに温度が上昇すると A<sub>1</sub> 変態によつてオーステナイトの生成が起り、これが焼入によつてマルテンサイトとなつて現われる。この模様を Photo. 2(c), (d)に示すが、顕微鏡組織的にはすでに900°Cで A<sub>1</sub> 変態が始まることが判つている。950°Cの加熱では、まだ微細であつたマルテンサイトも、1000°Cの加熱では大きくなつており、このことは、徐熱せる場合にはすでに1000°Cで生成したオーステナイトは大きく成長することを示している。

Photo. 3(a), (b), (c), (d)は、急熱した場合の組織変化である。すなわち Photo. 3(a)は、加熱温度740°Cの場合で、再結晶がすでに始

まっていることを示す。Photo. 3 (b) は、加熱温度  $810^{\circ}\text{C}$  の組織であつて、再結晶終了直後と考えられ、徐熱せる場合と比べて、再結晶粒は小さくなつてゐることを示す。Photo. 3 (c) (d) は、さらに加熱温度が上つて  $A_1$  変態が起こり、焼入によつてマルテンサイトを発生しているものであるが、徐熱せる場合と比べると、高温になつても発生するマルテンサイトが微細であることが特長である。これは急熱せる場合には、オーステナイトの成長に必要な時間の短いこと、および高温ではフェライトと平衡するオーステナイトの量がかえつて減少することから理解される。また徐熱の時はマルテンサイトはフェライトの結晶粒界に主として存在し、その配置も全組織に均一に行き渡つてゐるが、急熱の時はフェライトと、マルテンサイトはそれぞれ群を作つて集まつてゐる傾向がある。これは加工状態で炭化物が不均一に分布しているものが、急熱では一様に拡散する時間がなかつたものとする。なお急熱せる場合には、組織的に判断すると、約  $950^{\circ}\text{C}$  から  $A_1$  変態は始まり、これは加工度によつて変らない。

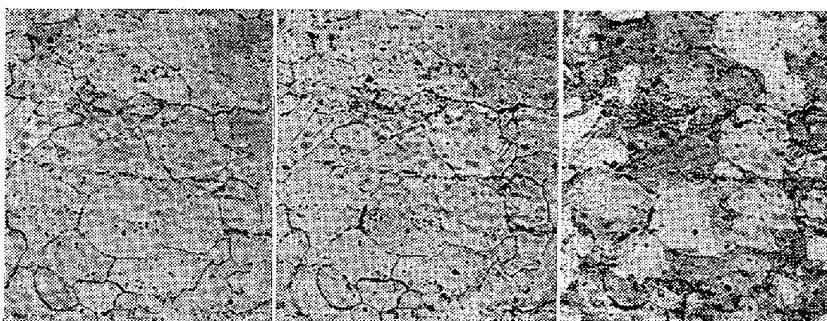
#### (e) 焼鈍材の $A_1$ 変態におよぼす急熱の影響

急熱は真空中で行つたため、試料の表面が酸化せず、加熱前後の組織の変化が直接観察できることはすでに述べた。しかし、加工材を用いてこの種の実験を行うことは適当ではない。それは、マルテンサイトによる表面の浮彫りのほかに、再結晶のそれが重なり、問題が複雑になるからである。マルテンサイト発生におよぼす急熱の効果調べるために、試料を真空中で  $970^{\circ}\text{C}$  に 2h 保持後、 $30^{\circ}\text{C}/\text{h}$  の冷却速度で徐冷して、十分にフェライト粒を大きくした試料を用いた。この種の実験は、近年 13 Cr 鋼の表面硬化法として用いられている。高周波焼入における組織変化、および熔接組織の解釈に役立つものとする。

Photo. 4 は、 $1070^{\circ}\text{C}$  まで急熱した試料の組織の変化を示すもので、Photo. 4 (a) は加熱前、(b) は加熱急冷後、(c) は (b) の状態をふたたび腐蝕した組織であつて、全て同一部分を示し、おのおのの結晶粒は、(a), (b), (c) でよく対応している。(以下同じ) これによると、Photo. 4 (b) より判るように、表面浮彫りは加熱前のフェライトの粒界に発生している。すなわちマルテンサイト発生のもとであるオーステナイト

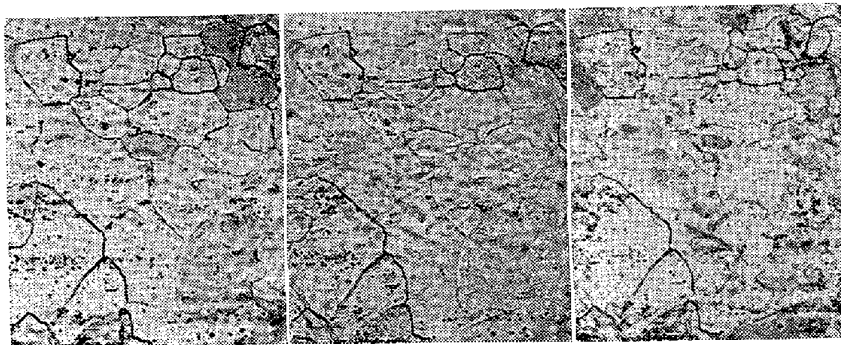
はフェライトの粒界より生成、成長することを示している。Photo. 4 (c) は、この表面浮彫りが、マルテンサイトであることを確認するために、ふたたび腐蝕したものであるが、これを裏づけている。

Photo. 5 は、 $1090^{\circ}\text{C}$  まで加熱された場合の組織の変化であつて、写真のならば前と同様である。(以下同じ) 表面浮彫りは、 $1070^{\circ}\text{C}$  加熱の試料と同じく、フェライトの粒界に発生している。しかしこれをふたたび腐蝕した Photo. 5 (c) には、前の表面浮彫り以外のところにも、新しい粒界のできてゐることを示している。すなわち、表面浮彫りは主としてフェライトの粒界にのみ起つてゐるのに対し、粒内にも新しい粒界が存在している。この試料は、前もつて十分に焼鈍したため、炭化物はフェライトの粒界に析出しているものと考えられる。加熱温度の低い場合には、 $A_1$  変態によつて、炭素の多い粒界にのみオーステナイトは発生し、これは焼入によつて全てマルテンサイトとなる。加熱温度が上昇すると炭素量の少い粒内にもオーステナイトは生成し、これを焼入すると、炭素量の多い、フェライトの粒界にできたオーステナイトは、マルテンサイトとなつて、幾何学的な変形を起し、表面浮彫りをともなうが、炭素量の少い、フェライト粒内のオーステナイトは、焼入をされても、変形を起ささないか、あるいは認められない位少量とな



(a) Before heating (b) After heating (c) Etched after heating

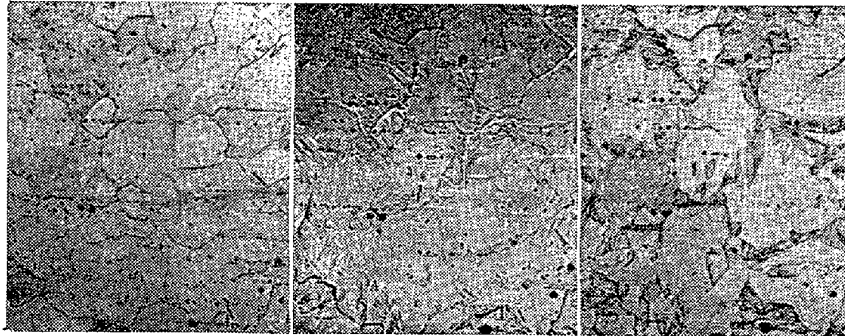
Photo. 4. Change of microstructure by rapid heating and rapid cooling. Heating temperature:  $1070^{\circ}\text{C}$   $\times 400$  (1/2)



(a) Before heating (b) After heating (c) Etched after heating

Photo. 5. Change of microstructure by rapid heating and rapid cooling. Heating temperature:  $1090^{\circ}\text{C}$   $\times 400$  (1/2)

つて、腐蝕した場合のみその存在が判るとすれば、以上の現象の解釈はつく。すなわち後者はマルテンサイトではなく、通常のフェライトであると考えれば簡単に説明がつく。なおこれは、残留オーステナイトとはその組成からいつて考えられない<sup>2)</sup>。



(a) Before heating (b) After heating (c) Etched after heating  
Photo. 6. Change of microstructure by rapid heating and rapid cooling. Heating temperature 1250°C ×400 (1/2)

Photo. 6 は 1250°C まで急熱した試料の組織の変化である。Photo. 6 (b) を (a) と比較すれば、加熱によつて加熱前のフェライトの粒界が明瞭でなくなり、また発生した表面浮彫は、加熱前のフェライトの粒界を貫いていることが判る。これは高温では、フェライト粒自身が成長していることを示している。Photo. 5 (c) はこれを確認し、かつ高温より焼入して生成するマルテンサイトの特長をも示している。すなわちマルテンサイトの粒界は直線的であつて、地のフェライトに対し、結晶学的方位関係を持つていようと思われる。マルテンサイト自身は、高温におけるオーステナイトに対応するものであるから、高温で生成するオーステナイトは、フェライトに対し、結晶学的な方向に成長して行くと考えられる。Rickett<sup>2)</sup>等もこのことを指摘しており、高温で  $\delta$  相となつたものを急冷する時は、オーステナイトは  $\delta$  相に対し、結晶学的な面に沿つて成長して行くと述べている。なお Photo. 6 (c) は、熔接部によく現われる組織であつて、高温にまで過熱された試料の典型的なものと考えられるが、急熱によつてのみ現われるものではない。

#### IV. 総 括

13 Cr 不銹鋼の熱処理、とくに加工材の再結晶現象、 $A_1$  変態、マルテンサイト発生の様相に対する加熱速度の影響を調べ、つぎの結果を得た。

(1) 急熱により、再結晶温度は上昇する。再結晶開始温度は、加工度のいかんにかかわらず、約 100°C の上昇を起すが、再結晶終了温度は加工度の増加によつて、上昇の程度は小さくなる。すなわち加工度 30% の試料は、約 80°C 上昇するが、加工度 70% の試料になると、約 50°C の上昇を起す。

(2) 再結晶粒度は、急熱した場合の方が、いずれも小さい。

(3)  $A_1$  変態は、徐熱せる場合約 900

°C より始まる。一方急熱した場合には、この温度は上昇して約 950°C となる。これは加工度によつて変らない。

(4) 徐熱急熱ともに、 $A_1$  変態によつて  $\gamma$ -相とはならなかつた。これは時間の短いこと、および試料の組成から理解できる。

(5)  $A_1$  変態後焼入によつて生成するマルテンサイトは急熱した場合の方が、高温まで微細である。しかし加熱温度がさらに上昇すると、粗大になる。

終りに貴重な試料を提供して下さいた日本金属株式会社に感謝する。また実験を手伝つてくれた瓦林弘定君に御礼申し上げます。(昭和 33 年 10 月寄稿)

#### 文 献

- 1) 作井誠太・森 勉: 鉄と鋼, 44 (1958) 136
- 2) Rickett, White, Walton, Butler; Trans. A.S.M 44 (1952) 138
- 3) 例えば Anderson, Mehl; Trans. A.I.M.E., 161 (1945) 140
- 4) 作井誠太, 小宮正二, 未発表論文
- 5) Kurdjumow, Sachs; Z. Physik, 62 (1930) 592
- 6) Gensamer, Lustman; Trans. A.I.M.E. 125 (1937) 501
- 7) 高瀬孝夫, 浅村均: 鉄と鋼, 42 (1956) 387