

増加したのち、高温焼戻あるいは焼鈍においては特殊炭化物の析出などによつて M_6C 格子定数が次第に減少している。

なお低温の焼戻において析出する炭化物と、高温焼戻における析出炭化物とは形状を異にしており、いずれも一部が凝集している。

(4) 焼鈍状態では、W, Mo, V などはほとんど炭化物に濃縮されており、高W高速度鋼においては炭化物量が 30% に達し、Mo 高速度鋼も約 23% 析出している。この炭化物は、いずれも M_6C を主体とし MC および $M_{23}C_6$ の 3 種の炭化物が存在している。なお焼鈍における炭化物の形状は、粒度が比較的均一な球状炭化物である。

終りに本研究遂行にあたり終始協力された冶金研究所菊田、田中、高堂、守谷の諸氏に謝意を表するとともに、X線回折装置の使用を快諾された日立製作所中央研究所長菊田博士、御協力いただいた光石氏に衷心より謝

意を表する。

文 献

- 1) H. J. Goldschmidt: J.I.S.I. 170 (1952) 189
- 2) K. Kuo: J.I.S.I. 173 (1953) 363
- 3) K. Kuo: J.I.S.I. 174 (1953) 223
- 4) 佐藤, 西沢: 鉄と鋼, 43 (1957) 1069
- 5) 佐藤, 西沢: 鉄と鋼, 44 (1958) 414
- 6) 佐藤, 西沢: 鉄と鋼, 44 (1958) 1088
- 7) 辻, 永見: 鉄と鋼, 44 (1958) 1087
- 8) 小柴, 木村, 原田: 鉄と鋼, 44 (1958) 1186
- 9) 佐藤, 金子, 西沢: 日本金属学会誌, 19 (1955) 336
- 10) 佐藤, 金子, 西沢: 日本金属学会誌, 19 (1955) 385
- 11) 佐藤, 西沢: 鉄と鋼, 43 (1957) 405
- 12) North American Philips Co, Ltd: Norelco Instruction & Operating Manual (1954)
- 13) 武田: 金属の研究, 6 (1929) 455, 509
- 14) A. Westgren, G. Phragmen: Trans. Amer. Soc. Steel Treat., 13 (1928) 539

20% Cr-Fe 合金の窒素吸収に関する組織学的研究(炭素量の影響)*

(耐熱材料における合金元素としての窒素の作用について—IV)

岡 本 正 三**・宮 川 大 海***

Metallographic Study on Nitrogen Absorption of 20% Cr-Fe Alloys (Effect of Carbon Content).

(On the function of nitrogen as an alloying element in heat-resisting materials—IV)

Masazo Okamoto and Ohmi Miyakawa

Synopsis:

High Cr-Fe alloys absorb nitrogen readily when they are heated in the gas at high temperatures. Although such absorbed nitrogen has very interesting effects on the alloys, few studies on this subject have been reported. This paper dealt with the influence of carbon content of 20% Cr-Fe alloys containing 0.04%C, 0.14%C or 0.22%C on the austenite formation due to the nitrogen absorption of these alloys, and clarified the behavior of the formed austenite due to various heat treatments.

The results obtained were as follows:

(1) The absorption of nitrogen during the heating for 4~6 hours in the extremely pure nitrogen, which was predeoxidized and predehydrated by metallic sodium chips, at 1250°C changed the surface zone of 20% Cr-Fe alloys into single austenite phase at the temperatures, and the depth of the austenite zone was enhanced as carbon content of the alloy increased from 0.04% to 0.22%. In inner region of the alloys, a duplex structure of austenite and ferrite was produced by the less content of nitrogen. The higher the carbon content of the alloy

* 昭和 33 年 10 月本会講演大会にて発表 ** 東京工業大学, 工博 *** 東京都立大学工学部

was, the more the amount of austenite became.

(2) 20% Cr-Fe alloys heated for 6 hours in the nitrogen atmosphere at 1250°C was found to contain nitrogen from about 0.3 to 0.45% in the single austenite zone at the surface, and the nitrogen content decreased at the inner zone from the surface. At the higher carbon content of the alloys, however, the nitrogen content of these zones did not greatly concern the depth from the surface. As regards the carbon content, surface zone of the single austenite was likely to have fairly higher carbon level than that in the inner zone consisting of a mixture of both austenite and ferrite, which was presumed to be caused by the diffusion of carbon from the inner zone to the outer surface during the nitrogen absorption.

(3) The austenite formed by the nitrogen absorption decomposed at about 850°C during the furnace cooling from 1050°C. Two stages of transformation were observed to occur during the air cooling of the nitrogen-absorbed alloys from 1050°C, of which one took place at about 650°C and the other at about 150°C. As regards the former, the lower the carbon content of the alloy was, the larger the change became. While, the latter stage became larger as the carbon content of the alloy increased. It was also found that the temperature range in which the change from ferrite to austenite occurred on heating was about 900°C~1050°C.

(4) The austenite retained by quenching in the single austenite zone was fairly stable in the heating at temperatures below about 600°C, but it tended to decompose by the temperatures above this, and broke down completely by the tempering for 30 minutes at 650°C or thereabouts.

(5) Such retained austenite was sensible to the subzero-treatment considerably, but higher carbon alloys were less sensible. In the same alloy, the sensibility was less at the outer surface. While, the holding at room temperature after quenching was found to stabilize the retained austenite. This effect was stronger in the outer zone of the same alloy and with the higher-carbon alloys.

I. 緒 言

高 Cr-Fe 合金を熔融状態または固体状態でも非常に高温におくときは、大気中でもかなりよく窒素を吸収すること¹⁾²⁾は材料学的にかなり重要な意味をもつと考える。しかるに、これについては一般に関心が薄いようで、吸収された窒素が合金にいかなる変化を与えるかについての研究は少ない。窒素はオーステナイト生成の元素であり、同時にまた結晶粒を微細化し、Cと異なり鋼の靱性、延性を害わずに常温および高温の強度を高める元素である^{3)~9)}。この報告はこのような窒素を合金表面から吸収させることによつて利用せんとすることの基礎的研究であつて、まず 20% Cr-Fe 合金をきわめて純度の高い窒素雰囲気中で加熱して表面より窒素を吸収させ、そのフェライト組織がオーステナイト化する状況や、生成されたオーステナイトの熱処理挙動などを素材のC濃度との関係において検討したものである。

II. 窒素吸収と窒化について

研究内容に入る前に、窒化 nitriding なる語を使用しないでことさら窒素吸収 nitrogen absorption なる語を用いた点について簡単にふれておく。一般に用いられる意味の窒化では、これに適した特殊の合金鋼を使用

し、NH₃ 気流中で鋼がフェライト組織であるような比較的低温で長時間活性の窒素に鋼をふれさせて、表面にいちじるしく硬い窒化物を生ぜさせるものである。これに対して著者らの研究目標は Cr 含量の高いものを使用し、これにかなりの高温で分子状の窒素をふれさせ、一般には窒化物を表面に生成させることなしに、かなりの深さまで窒素を吸収させて、処理の温度で含窒素固溶体をつくらせ、その性状変化を組織学的に検討して工業的応用面を開拓しようとするにある。これが窒素吸収なる語を用いたゆえんである。窒素が固溶された相からは往々にして窒化物の析出がみられるが、処理の温度で、例えば AlN のごとき窒化物をつくらせることは窒素の吸収によつて強靱な材料をえようとする目的から遠いように考えられるので、この問題はここではとりあげぬことにした。

III. 試料と実験法

原料金属としての国産電解鉄、純度 99.2% の英国製テルミット Cr、加炭材としての高純度フェロカーボン (3.96% C, 0.13% Si, 0.014% Mn, 0.003% P, 0.020% S) を使用し、また脱酸剤として Mn および Si をそれぞれ 0.2% 加え、Cr 20% で C を 0%, 0.1% および 0.2% とした 3 種の高純度の合金 200 g

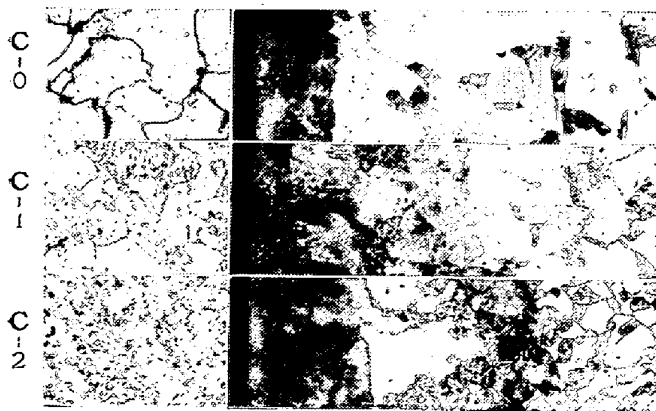
ずつを実験室的にタンマン炉、アルミナ坩堝中で約5分間以内で急速溶解し、角状のシェル型に铸込んだものを試料とした。各試料の記号をそれぞれ C-0, C-1, および C-2 とする。これらの铸造試料は 1000°C で圧延し、1050°C で焼鈍後 500°C まで冷却するのに約 1 $\frac{1}{2}$ h を要して炉冷し、表面をエメリーペーパーで 02 まで研磨して、N 雰囲気中で 1250°C に 4~6h 加熱した。N 中に存在する微量な酸素および水分は合金を酸化し易く、これによつて N 吸収量がかなり相異なるので、N は純度の高いものをえらび、これをさらに金属 Na の細片をつめたガラス管の中を通すことによつて十分に脱酸素および脱湿し、これによつて得たきわめて高純度の N 雰囲気中で N を吸収せしめた。これら N を吸収させた材料について、検鏡、熱膨脹測定、硬度測定などを行つて生成したオーステナイト層を組織的にしらべた。

IV. 実験結果とその考察

1. N 吸収による顕微鏡組織の変化

Photo. 1 は各試料の N 吸収前および N 吸収後の顕微鏡組織で、この検鏡試料および後述の焼入、焼戻、およびサブゼロ処理を行つた試料は断面が 11×11mm の铸造試料を 1000°C で断面減少率 47% の圧延を施して、8×8mm とし、1050°C に 1h 焼鈍後炉冷したものである。N 吸収前 C-0 はほとんどフェライト単相であるが、C-1 および C-2 ではフェライト粒界およびその付近に炭化物のあつまりがみられる。また C 濃度の高いほど結晶粒は微細になる。

これらの試料を 1250°C に 6h N 雰囲気中で加熱後 500°C まで冷却するのに約 1 $\frac{1}{2}$ h を要して炉冷し検鏡すると、各試料とも N 吸収温度で周辺部はオーステナ



Left: Heated at 1050°C for 1h and furnace-cooled.
Right: Nitrogen absorbed at 1250°C for 6h
and furnace-cooled.

Photo. 1. Microstructures of 20% Cr-Fe alloys.
×50 (1/2)

イト単相であつたことをしめす組織となり、さらに内部へ入るとフェライトともオーステナイトであつた組織成分との混合組織となり、C はオーステナイト中に入つて炭化物としての微粒はほとんどみとめられなくなる。またこれらもとオーステナイト相であつた部分は、写真のごとく、その分解様式が二つ以上あることが知られるが、これについては後述する。このもと単一オーステナイト層であつた部分の深さは、炉冷状態で、C-0 では約 0.5mm であるが、C 濃度の増すにつれて増加し、C-1 では約 0.9mm, C-2 では約 1.2mm となる。内部に入つてフェライト粒界のもとオーステナイトであつた部分も C 濃度とともにその量をます。また前述のごとききわめて高純度の N 雰囲気中で N 吸収を行つた試料では酸化はほとんど起らず、したがつて N 吸収後の試料の重量増加は吸収した N 量とみなしうが、この量も C 濃度とともに増加し、C-0 では単位表面積 (1cm²) 当り約 2.0mg であるが、C-1 では約 2.2mg, また C-2 では約 2.4mg となつている。Photo. 2 は 1250°C に真空中で

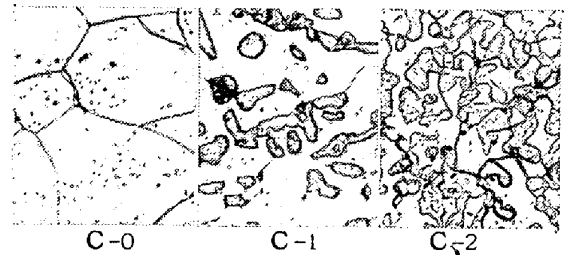


Photo. 2. Microstructures of specimens
(without N-absorption) water-quenched
from 1250°C (1/3h) ×150 (1/2)

20mn 保持して水冷した各試料の顕微鏡組織で、これにより C-0 は N 吸収の温度でほとんどフェライト単相であるにかかわらず、素材の C 濃度が増すにつれてこの温度でしだいにオーステナイトが増加することがわかる。前述のごとく N 吸収量が C 濃度とともに増加するのは、このように C 濃度とともに N 吸収の温度でオーステナイト量が増し、これが N の吸収を容易ならしめるためと思われる。原則的には N 吸収量は同一試料では加熱温度が高いほど多いはずであるが、N 吸収温度における試料の組織もまたこれに関係することは当然と考えられる。しかし今回は 1250°C 以外の温度における N 吸収は行わなかつた。

なお Photo. 1 の炉冷試料におけるフェライトの一部にはオーステナイトから初析出したものがあると思われるが、 δ フェライトと α フェライトとは炉冷試料では識別できない。写真にはそれぞれ試料表面から約 1.8mm の深さまでの組織しかしめしていないが、このフェライトともオーステナイトであつた部分の混合組織は断面

が 8×8 mm 程度の試料の中心部までほとんど一様で、試料表面のもと単一オーステナイト層であつた部分より内に入ると、10 kg の荷重によるヴィツカース硬度は表面よりの深さによつてほとんど変わらない。N の拡散は試料の中心部まで行われたことがわかるが、この程度の N 吸収では C-2 試料でも試料中心部のフェライト相を消すにはいたらないことを知つた。

2. N 吸収試料の N および C の分析結果

Table 1 は各試料を 1250°C で 6 h N 吸収させたときのもと単一オーステナイト層であつた部分および内部のフェライトともオーステナイトであつた部分との混合組織の N の分析結果で、また Table 2 はその場合の C の分析結果で、いずれも同時に N 吸収前のものについても表示した。これらの数値をうるには、もと単一オーステナイト層であつた部分は各試料とも表面からの深さによつて内外二層に二等分して分析に供し、さらにこれより約 1 mm の深さにわたつて内部の混合組織の分析試料を採取した。これらの分析結果から単一オーステナイト層の N 濃度は 0.3 ないし 0.45% 程度で表面から内部へ向つて減少の傾向がある。ただし C-2 ではこの傾向は少い。また内部の混合組織中の N 濃度は素材の C 濃度が増すほどやや増加する。

また Table 2 に示すように単一オーステナイトであつた部分の C 濃度は、これよりさらに内部に入つた混合組織中の C 濃度よりも高い。これは C が N 吸収時に表面の単一オーステナイト中へ内部から拡散吸収されたことを示すもので興味深い現象である。

3. N 吸収不均一材の熱膨脹測定

Fig. 1 は Cr 10%-Ni 合金を中性体として N を吸収させた不均一材の示差膨脹曲線を求めたもので、N 吸収前のものは C-2 についてのみ図示した。これらの熱膨

脹測定試料は断面が 6×5 mm の鑄造試料を 1000°C で断面減少率 17% の圧延を施して 5×5 mm とし、1050°C に 30mn 焼鈍後炉冷したもの、およびこれらを 1250°C に 4 h N 雰囲気中で加熱後炉冷したものである。いずれの場合も加熱曲線が右下に傾くのは中性体の膨脹係数が試料のそれよりはるかに大きいためである。

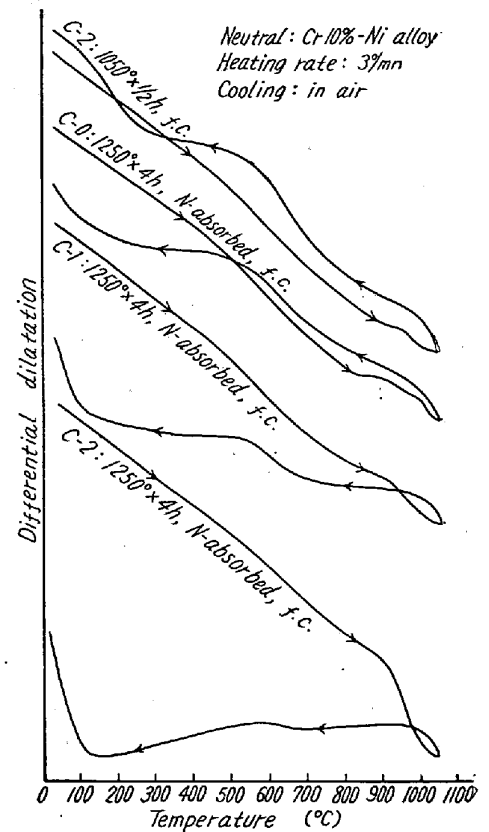


Fig. 1. Differential dilatation curves of 20% Cr-Fe alloys.

N 吸収を行わない場合、C-2 において 950°C 付近でオーステナイトの生成をしめすわずかの収縮がみられるが、この収縮は C 濃度の低下とともに一層少なくなる。また空冷時の膨脹曲線からオーステナイトの二段変態の起つたことが推測されるが、このうち高温度にあられる第一段変態は C 濃度の低下によってあまり変わらないが低温度にあられる第二段変態は C-0 ではほとんどみられないようである。

1250°C で 4 h の N 吸収を行つた場合、C-2 では 900

Table 1. N content of specimens before and after nitrogen-absorption.

N (%)	Specimen mark	Before the N-absorption	After the N-absorption		
			Single austenite zone		Mixed zone of ferrite and austenite
			Outer	Inner	
	C-0	0.033	0.45	0.32	0.13
	C-1	0.043	0.43	0.33	0.17
	C-2	0.043	0.39	0.38	0.18

Table 2. C content of specimens before and after nitrogen-absorption.

C (%)	Specimen mark	Before the N-absorption	After the N-absorption		
			Single austenite zone		Mixed zone of ferrite and austenite
			Outer	Inner	
	C-0	0.04	0.07	0.08	0.03
	C-1	0.14	0.17	0.19	0.10
	C-2	0.22	0.29	0.29	0.17

°C 付近からオーステナイトの生成をしめす急激な収縮が始まり、1050°C 付近でこの収縮は終る。この収縮量は C-1, C-0 ではしだいに少なくなっているが、これは C 濃度の低いほど N 吸収量少なく、したがって加熱時のオーステナイト化が少ないためである。ただ C-0 において 850°C 付近からあらわれるかなり大きな膨脹の原因（この傾向は C-1 および N 吸収を行わない場合の C-2 においても図のごとくわずかに認められる）についてはさらに検討を要する。空冷時の二段変態のうち、高温にあらわれる拡散をとまなう第一段変態は C 濃度の低いものほど、したがってこの場合 N 吸収の程度の少ないものほど大であり、また低温にあらわれるマルテンサイト変態である第二段変態は C 濃度の高いものほどしたがって N 吸収の程度の多いものほど大となる。

4. N 吸収層の焼入による組織および硬度変化

Fig. 2 は 1250°C で 6 h N 吸収後炉冷した各試料を各温度に 20mn 保持して油冷した場合の表面硬度と焼入温度との関係である。前述の分析結果から各試料の表

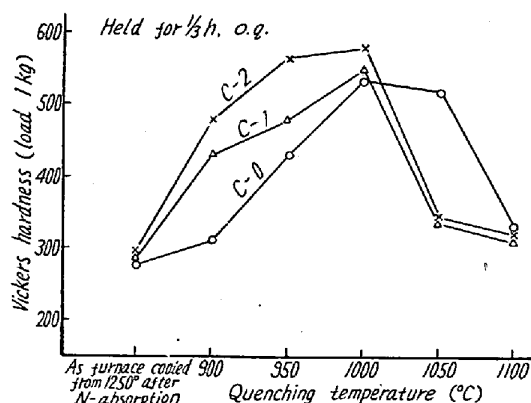


Fig. 2. Relation between surface hardness of N-absorbed specimens and quenching temperatures.

面の N 濃度は C-0 では 0.45%, C-1 では 0.43% また C-2 では 0.39% 程度であり、C 濃度はそれぞれ 0.07%, 0.17%, 0.29% 程度である。900°C の焼入によつて C-2 および C-1 ではすでに硬化がみられるが、C-0 ではあまり変らない。この硬化は Fig. 2 の示差膨脹曲線における加熱時の急激な収縮、すなわちオーステナイトの生成に対応するものであるが、900°C の焼入によつて上記のごとく C-2 または C-1 の方が C-0 より硬化の程度が大きいのは、C-2 または C-1 の方が C-0 よりやや低温でオーステナイト化をはじめためである。しかし 900°C の焼入によるマルテンサイトの生成は検鏡では明らかでない。焼入温度が 950°C になると C-0 もマルテンサイトを生成してかなり硬化す

る。950°C の油冷試料を検鏡すると、各試料とも炭化物、窒化物あるいはこれら相互の固溶相の微粒はその分布状態に濃淡の差を生じ、これら微粒のあまり存在しないマルテンサイトと、これらが多数存在するフェライトとの混合組織となつている。1000°C からの焼入によつて各試料とも最高硬度をしめすが、C-0 と C-2, C-1 との硬度差が少なくなることから、C-2 ではもちろん C-1 でもすでにオーステナイトを残留しはじめたと思われるが、検鏡ではわからない。1050°C から油冷すると C-2 および C-1 では焼入による残留オーステナイトが多量となり硬度は急激に下るに対して、C-0 では硬度は 1000°C 油冷の場合とあまり変らない。さらに焼入温度を 1100°C に上げると、C-2 および C-1 では完全にオーステナイト単相となるが、C-0 にはなおマルテンサイトがわずかにみられる。

Tisinai ら¹⁰⁾は C-2 と類似の組成をもつ 2 種の鋼、すなわち 21.27% Cr, 0.31% C, 0.32% N (ここでこの鋼を No.1 とする)、および 21.15% Cr, 0.35% C, 0.38% N (No.2 とする) の鋼を水焼入した場合、マルテンサイトの現われ始める焼入温度を 927°C, マルテンサイト量の最も多い温度を 982°C, また安定なオーステナイトの生じ始める温度を No.1 では 1037°C, No.2 では 982°C, さらにマルテンサイトの消失する温度をそれぞれ 1093°C, 1037°C としているが、油冷と水冷の差はあるとしても、これらの結果は C-2 についての上述の結果とかなりよく一致している。

つぎに、1250°C で 6 h N 吸収後炉冷した各試料を 1100°C に 20mn 保持して油冷した場合の単一オーステナイト層の硬度分布を Fig. 3 にしめす。前述のごとく C-0 の単一オーステナイト層は表面部に多量にオーステナイトを残留するが、内部に入るにつれて N 濃度が低くなりマルテンサイト化が進む結果、図のごとく、内部に入るにつれてかなり急に硬度をます。また、内部フェライト粒界のオーステナイト相はフェライトと平衡関係にあるので、その組織的変化、硬度などは同じくフェラ

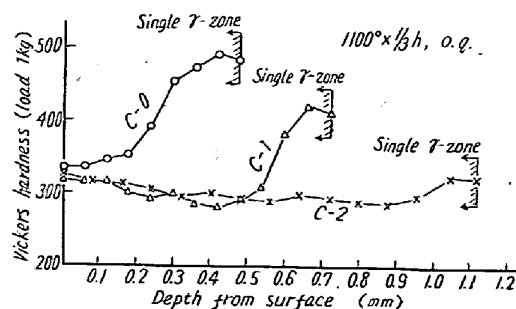


Fig. 3. Hardness distribution of "single austenite zone" after quenching.

イトと平衡関係にある単一オーステナイト層の最深部とほとんど変わらないが、このことは他の試料でも同様である。試料のC濃度が高くなると残留オーステナイト量は増加し、C-1の単一オーステナイト層は最深部を除いてほとんどオーステナイトのままに残り、C-2ではさらにこの傾向が強い。このように各試料ごとに単一オーステナイト層の焼入組織が異なるのは、すでにのべたごとく、そのNおよびC濃度が試料によつて、また同一試料でも表面よりの深さによつてかなり相異なるため、C-0ではN濃度の高い表面部に残留オーステナイトが多く、C-1ではC濃度がC-0より高いため一般に残留オーステナイト量はC-0より多いが、やはりN濃度の低い最深部には残留オーステナイトは少ない。またC-2ではN、C濃度がともに高いためほとんど一様にオーステナイトが残留する。Fig. 3において単一オーステナイト層の最深部で硬度がやや下る傾向がみられるのは、フェライト相がこの部分にわずかにみられるためと思われる、またC-1およびC-2の残留オーステナイト相の硬度が表面部でやや高いのは焼入時における1100°C、20mnの加熱では、オーステナイト中に未溶解の炭化物、窒化物などの微粒が存在するためと思われる。

5. N吸収層の焼戻に対する挙動

1250°Cに6h N吸収後炉冷した試料を1100°Cより油焼入し、これを400°Cより50°Cおきに30mn焼戻して空冷することを段階的に進めると、各試料の単一オーステナイト層の硬度分布はFig. 4のごとくなる。すなわち前述のごとく、これら3種の焼入試料はC濃度の高いものほど表面に厚く残留オーステナイトが存在するが、この相は焼戻に対して容易に硬化せず、600°C付近までそれほど大した硬度の変化はみられないが、600°C付近の焼戻によつて粒界からトルスタイト的分解の起りはじめるのが認められ、650°Cの焼戻によつてまったく分解し、硬度は一旦やや上昇するが、700°Cの焼戻によつてかなりいちじるしい低下の傾向をしめす。Photo. 3はこのような残留オーステナイトの分解の様相をしめしたものである。同じくもと単一オーステナイト相であった部分でも、内部へ入るとC-0、C-1、C-2の順序にマルテンサイトがしだいに多くなり、この相の現われた部分はC-0では400°C付近からすでに硬化をはじめ、450°C付近で最高硬度をしめし、その戻された組織は腐蝕されやすくなり、550°Cを過ぎるとしだいに軟化する。C-1ではこのような硬化がC-0よりやや高温度でおこる傾向があり、550°C付近で最高硬度をしめし600°Cでもあまり軟化しない。さらにC-2では550°C

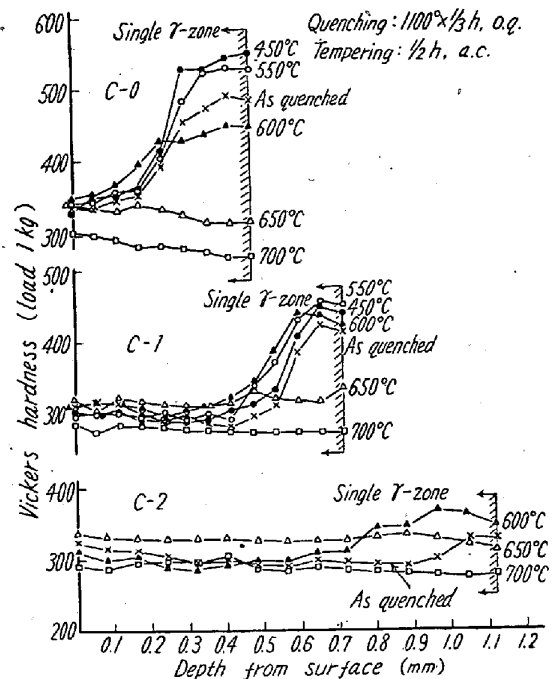


Fig. 4. Relation between hardness distribution of "single austenite zone" and tempering temperatures.

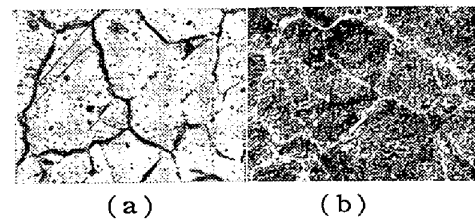


Photo. 3. Microstructures of "austenite-phase" of N-absorbed and quenched C-2 specimen after tempering at 600°C×1/2h (a) or at 650°C×1/2h (b) ×150(1/2)
N-absorption treatment: 1250°C×6h, f. c.
Quenching: 1100°C×1/3h, o. q.

付近まではそれほど大きな硬度上昇はなく、600°C付近で最高硬度をしめす。なお、内部フェライト粒界のマルテンサイトのあらわれた部分も焼戻によつて同様の硬度変化をする。これらの硬化の原因についてはのちほど考察する。

以上はN吸収によつてできた単一オーステナイト層および内部フェライト粒界のオーステナイト相の焼戻挙動を主として検鏡、硬度測定によつて検討したが、これらの挙動はFig. 5に示すごとく示差膨脹曲線によつてさらに明らかである。すなわち、Fig. 5は1250°Cに4h N吸収を行つて炉冷した試料を1100°Cに20mn保持して油冷したものの、Cr 10%-Ni合金を中性体とした示差膨脹曲線で、加熱曲線の傾斜が各試料ごとに異なるのは油冷による残留オーステナイト量が異なるためで、

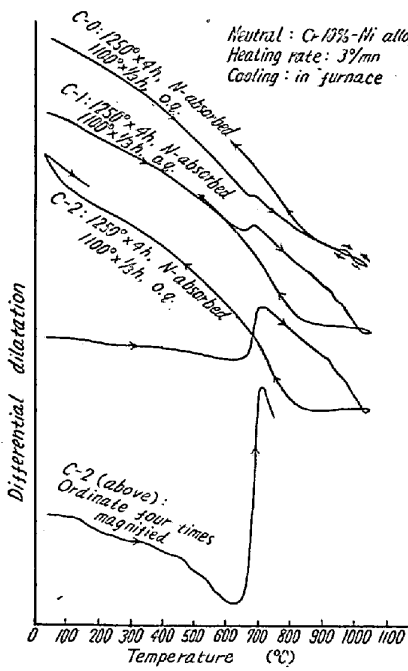


Fig. 5. Differential dilatation curves of N-absorbed and oil-quenched 20% Cr-Fe alloys.

C-2 では前述のごとく残留オーステナイト量が最も多いため、曲線の傾きは他のものに比べて最もゆるやかである。また、加熱時に、650°C 付近にみられる明瞭な膨脹は前述のごとき残留オーステナイトの分解をしめすもので、やはり残留オーステナイト量の最も多い C-2 ではこの膨脹が最も大きく現われる。さらに C-2 の加熱曲

線を例にとつて、図のごとく、常温より 700°C 付近までの加熱曲線の模様を縦軸のみ 4 倍に拡大してみると、600°C 以下で数次にわたり膨脹の停滞がみられるが、これは主として単一オーステナイト層の深部および内部フェライト粒界のオーステナイト相中のマルテンサイトにおける析出に対応するものと思われ、これより前述のごとき、これらの部分の焼戻による硬化の原因の一つがマルテンサイトにおける析出に因ることが推定される。

また Fig. 6 は C-2 を例にとり、1250°C で 4 h N 吸収後炉冷した試料を 1100°C に 20 mn 保持して油冷し、これを 600°C に 30mn 保持して空冷した場合の Cr 10%-Ni 合金を中性体とした示差膨脹曲線で、空冷時の膨脹曲線は 150°C 付近で残留オーステナイトの二次マルテンサイ

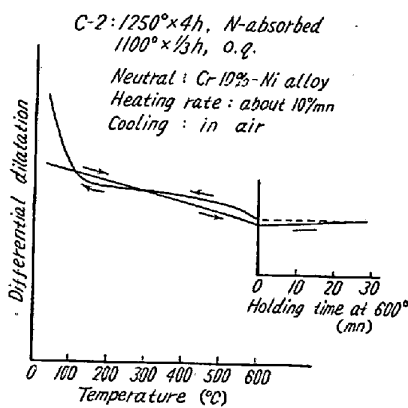


Fig. 6. Differential dilatation curve of N-absorbed and oil-quenched C-2 specimen by the heating up to 600°C, holding at 600°C for 30 minutes and then air cooling.

ト化の起つたことをしめし、これより焼戻温度からの空

冷による残留オーステナイトの二次マルテンサイト化もまた、前述のごとき焼戻状態でマルテンサイトのあらわれるような単一オーステナイト層の深部および内部フェライト粒界のオーステナイト相の焼戻による硬化の他の原因であることがわかる。

さて、Fig. 5 に示した示差膨脹測定の主目的は前述のごとく N 吸収によつて生成されたオーステナイトの焼戻挙動を明らかにするためであるが、同図の冷却曲線の冷却速度として N 吸収処理後の炉冷におけると大体等しい速度を採用し、Photo. 1 にしめされた N 吸収材のもとオーステナイトであつた部分の炉冷時の分解様式を推定した。この冷却曲線より炉冷時にはオーステナイトからフェライトへの変態が 850°C 付近で起ることがわかる。また、C-2 を例にとり図のごとく常温まで炉冷してみたが、この冷却曲線より 200°C 付近でフェライトへ変態しきらなかつたオーステナイトのマルテンサイト変態の起つたことがみとめられる。

6. 単一オーステナイト層のサブゼロ処理に対する挙動
1250°C で 6 h N 吸収後炉冷した各試料を 1100°C よ

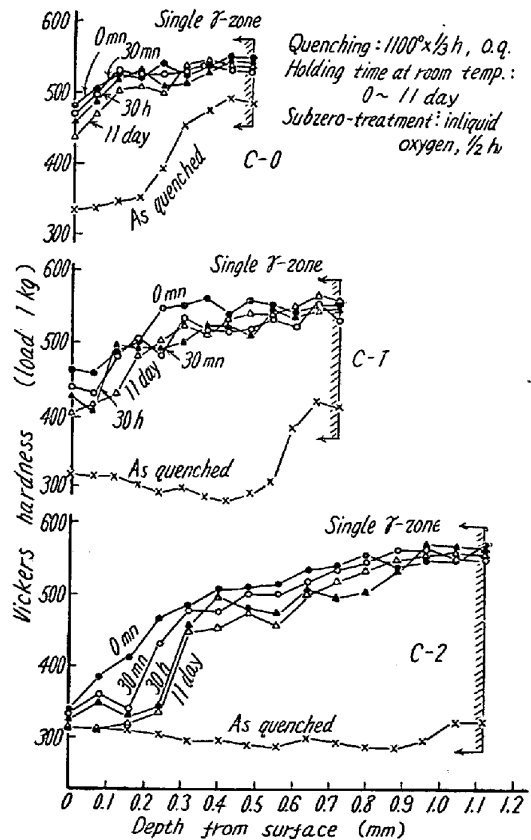


Fig. 7. Relation between hardness distribution of "single austenite zone" after the subzero-treatment and the intermediate holding time at room temperature after quenching.

り油冷直後、液体酸素中に 30mn 浸漬してサブゼロ処理を行った場合の単一オーステナイト層の硬度分布を Fig. 7 にしめす。この処理によつて C-0 の焼入による残留オーステナイトはごく表面部を除いてほとんどマルテンサイト化する結果、硬度はほとんど一ように上昇する。また C-1 では表面部の残留オーステナイトが C-0 よりやや多く、C-2 では図のごとくさらにこの傾向が強い。これより単一オーステナイト層のサブゼロ処理に対する感受性は、焼入状態で単一オーステナイト層のかなり深部までほとんど一ようにオーステナイトである C-1 および C-2 を比較するに、表面に近いほど、また C 濃度の高いほど小さいことがわかる。C-0 では焼入による残留オーステナイト量が内部へ入るにつれていちじるしく減少するので、このような比較は困難であろう。さらに焼入後常温における放置時間を図に示すごとくいろいろ変えてサブゼロ処理を行った結果、常温放置による N 吸収層のオーステナイトの安定化は C-1 および C-2 を比較するに、C 濃度の高いほど、また表面に近いほどいちじるしいことを知った。

V. 総 括

20% Cr-Fe 合金の N 吸収によるオーステナイト化の状況や、そのオーステナイトの熱処理挙動などを素材の C 濃度、0.04%、0.14%、および 0.22% との関係において検討し、つぎの結果をえた。

1. 20% Cr-Fe 合金を窒素雰囲気中で 1250°C に 4~6h 加熱すると、試料表面からある深さまで単一オーステナイトとなり、さらに内部はフェライトとオーステナイトとの混合組織となる。この試料表面の単一オーステナイト層の深さおよび内部オーステナイト相の量は C 濃度の高いほど多い。

2. 1250°C に 6h N 吸収を行わせると、単一オーステナイト中には 0.3~0.45% 程度の N が吸収され、その N 濃度は表面より内部へすすむにつれて減少する傾向がある。ただし C 濃度が増すとこの傾向は少なくなる。また N 吸収時に C が内部から表面の単一オーステナイト層中へ拡散吸収され、単一オーステナイト層中の C 濃度は内部混合組織中のそれよりかなり高くなる。

3. N 吸収によつてできたオーステナイト相は炉冷によつて 850°C 付近で分解する。この分解によつて生じたフェライトのオーステナイトへの加熱変態は 900°C 付近から始まり、1050°C 付近で終る。また空冷時にはオーステナイトの二段変態がみられるが、第一段変態は C 濃度の低いもの、したがつて N 吸収の程度の少ないものほど大であり、また第二段変態は C 濃度の高いもの、したがつて N 吸収の程度の多いものほど大となる。

4. 焼入によつて残留した N 吸収層中のオーステナイトは低温度ではかなり安定であるが、600°C 30mn の焼戻によつて粒界より分解し始め、650°C ではまったく分解する。

5. 焼入された N 吸収層中の残留オーステナイトのサブゼロ処理に対する感受性は概してかなり大であるが、素材の C 濃度の高いほど、また同一試料では表面に近いほどこの感受性は小さくなる。また焼入後常温放置による残留オーステナイトの安定化は C 濃度の高いほど、また表面に近いほどいちじるしい。

終りに窒素の分析についてご援助をいただいた鉄興社の小久保源太郎部長殿に厚くお礼申し上げます。

文 献

- 1) G. Bandel: Arch. f. Eisenhüttenw., **11** (1938~39), 139
- 2) G. F. Tisinai, J. K. Stanley and C. H. Samans: Trans. A.S.M., **48** (1956), 356
- 3) R. Franke: Trans. A.S.M., **23** (1935), 968
- 4) W. Tofaute und H. Schottky: Stahl u. Eisen, **14** (1940), 71
- 5) R. Scherer: Iron Age, **2** (1941), 35
- 6) H. Krainer und O. Mirt: Arch. f. Eisenhüttenw., **15** (1942), 468
- 7) 下川: 鉄と鋼, **29** (1943), 843
- 8) C. B. Post and W. S. Eberly: Trans. A.S.M., **43** (1951), 243
- 9) V. E. Zackay, J. F. Carlson and P. L. Jackson: Trans. A.S.M., **48** (1956), 509
- 10) G. F. Tisinai and C. H. Samans: Trans. A.S.M., **49** (1957), 747