

## 高 Mn 鋼の炭化物析出におよぼす冷間加工の影響\*

(オーステナイト高 Mn 鋼の研究—IV)

今井勇之進\*\*・斎藤 利生\*\*\*

## Effect of Cold Working on Carbide Precipitation of Hadfield Steel.

(Study on austenitic high-manganese steels—IV)

Yūnoshin IMAI and Toshio SAITŌ

## Synopsis:

Effects of isothermal heating temperature and holding time on carbide precipitations of cold-rolled 13% Mn Hadfield steels, which had three kinds of carbon content 1.2%, 0.9%, and 0.65% were studied by micrography. In addition, effects of the cold-working ratio on carbide precipitations in heating process of both elongated and hammered Hadfield steels were studied by thermal dilatometry.

By cold working, isothermal carbide precipitations of steels were started quickly at all precipitation temperature ranges. When steels were heated isothermally at about 500°C, firstly the carbide films were formed at a slip plane and on grain boundary in steels, and gradually they were grown up to the shape of platelet carbides. As the holding time increases, pearlitic constituents were nucleated at around the platelet carbide and the grain boundary carbide in steels, and gradually they were grown up to the shape of nodular forms. Recrystallized grains were nucleated in deformed austenite grains at carbide precipitation temperature. Therefore, the recrystallized grains were coexistent with the precipitates in steels. With heavy-worked steels, the precipitation of carbides in heating process were started at a lower temperature than in the case of light-worked or none-worked steels, and the more the working ratio was increased, the more the precipitates was increased. But, the severely worked standard Hadfield steels apparently did not precipitate the carbide at temperature below 350°C in continuous heating process.

## I. 緒 言

Hadfield 鋼は加工硬化能の大きい性質を利用して、低い降伏強度を改善するため冷間加工を施して使用され、あるいは磨耗部品などの加工をうける部品に使用される機会が多い。かかる塑性加工をうけた状態では結晶に多くのすべりを生じており、その後の加熱による炭化物析出に対してはこのすべり帯は当然優先析出の場となる。Hadfield 鋼において冷間加工がその後の加熱による炭化物析出を増加せしめることは KRIVOBOK<sup>1)</sup>の顕微鏡組織研究により紹介され、また最近のCOLLETTE<sup>2)</sup>の恒温熱量測定の結果にもしめされている。

さきに著者らは溶体化処理したHadfield鋼の加熱による炭化物析出<sup>3)</sup>ならびに炭化物析出におよぼす合金元素の影響<sup>4-5)</sup>について報告した。本研究は引続き炭化物析出におよぼす冷間加工の影響についてさきに報告した溶体化処理状態と比較し、さらに炭化物析出と再結晶との

関連性などにつきしらべた結果を報告する。

## II. 試料および実験方法

供試材はいずれも高周波炉で溶製して金型鑄造した小鋼塊を熱間鍛造、圧延した後旋削して 10mm φ および 5mm φ の丸棒を得た。各試料の分析結果は Table 1 に

Table 1. Chemical analysis of tested steels (%)

Specimen No.	C	Si	Mn	N	Other elements
No. 16	1.20	0.24	13.71	0.017	—
No. 17	1.26	0.21	13.58	0.019	V 0.22
H 1	0.90	0.50	12.44	0.013	—
L 1	0.65	0.48	14.87	0.040	—

\* 昭和 35 年 10 月本会講演大会にて発表

\*\* 東北大学金属材料研究所 工博

\*\*\* 防衛庁所属東北大学金属材料研究所 工博

しめした。

試料 No. 16, 17 は 1100°C × 1/2 h, H1, L1 は 1050°C × 1/2 h の溶体化処理後水冷し試料の表面層を電解研磨により除去したのち, No. 17, H1, L1 の 3 試料は 10φ → 8φ の冷間圧延をほどこして 8φ × 3 t の恒温加熱用検鏡試験片をとつた。圧延比は約 36% である。また No. 16 は平行部径 7φ の引張試験片により 5~40% の引張加工を施した後, 平行部から 5φ × 70 l の膨張試験片をとつた。さらに H1 は 5φ × 70 l の試験片を定盤上で鋸打して各種の延伸量を与えた試料をつくり, No. 16 とともに連続加熱用の試験片として 300~1000°C 間の膨張変化を測定した。鋸打加工における加工度は試料の延伸量 (ΔL mm) であらわした。これらの引張および衝撃加工試料は前実験<sup>9)</sup>において常温~350°C の膨張測定を行なつた試料を利用した。恒温加熱の要領は前報<sup>9)</sup>とまったく同じであるが, 検鏡は試料の側面約 1/3 をグラインダーでおとし加工方向に平行な面について測定した。恒温加熱試料の 36% 圧延状態における組織は Photo. 1のごとく, いずれも結晶粒が加工方向に変

形し多数の strain marking があらわれている。

### III. 恒温加熱による析出

#### 1. No. 17 試料の恒温析出

No. 17 試料について測定した恒温析出線図は Fig. 1 (a)にしめした。既報<sup>9)</sup>の溶体化処理状態における析出を比較のため点線で記入した。炭化物析出線は高温側では溶体化処理状態と一致し長時間域で Acm 線をしめすが, 短時間域ではより低温側に C 曲線がひろがつておりその鼻も低温度側に移動している。すなわち時間的にもまた温度的にも冷間加工が炭化物析出を促進することが認められる。低温域の線は長時間後においては差が次第に少なくなるがなお加工試料の析出線がわずかに低温側にある。また PC 析出線 (pearlitic constituent 以下 PC と略す) も鼻の先端が左下方に移動し, かつ析出温度域がとくに短時間側にきわめて広がっている。PC 曲線の上すなわち Ae 線は約 1 h 以上で両者一致するが, 低温長時間域では 350°C × 100 h 溶体化試料は PC 析出が認められないのに対して加工試料では後述の顕微鏡写真に見られるごとく PC 析出はきわめていちじるしい。すなわち PC 析出域の下側は加工により約 30°C

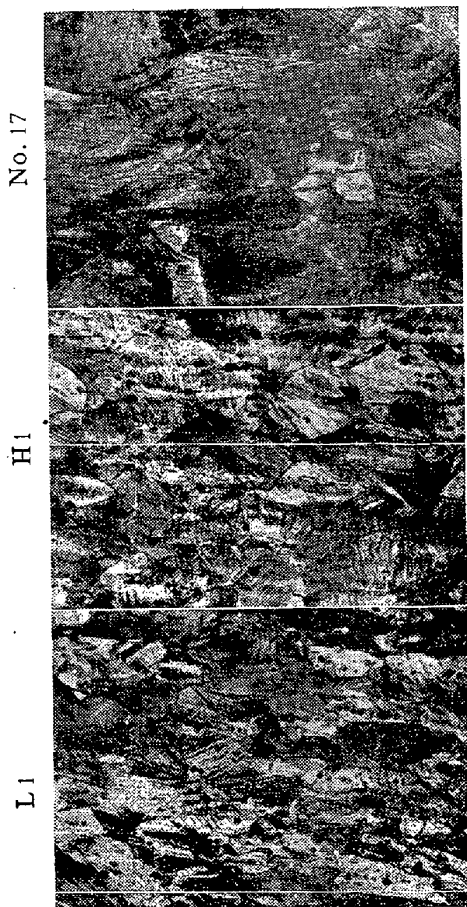


Photo. 1. Microstructure of 36% cold-rolled specimens, electro-polished and etched by 5% Nital. ×100 (5/3)

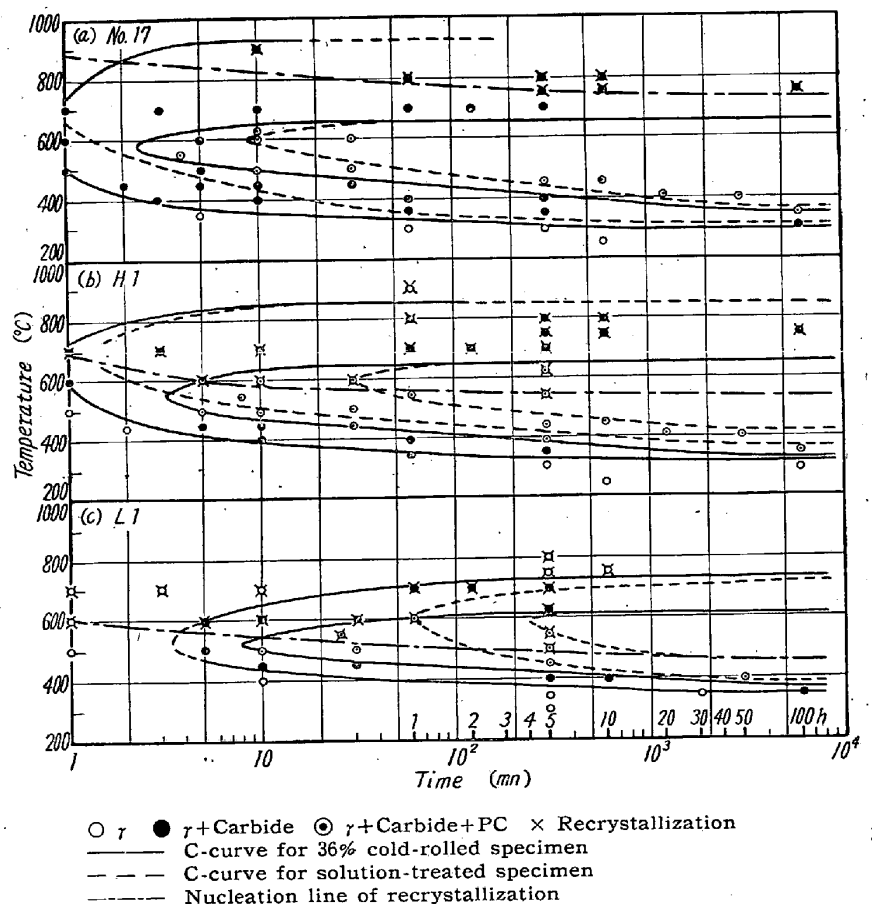


Fig. 1. Isothermal precipitation diagram for 36% cold-rolled No. 17, H1 and L1 steel.

低温側に移動するとみられる。

Fig. 1 (a) の再結晶核生成線は組織中に再結晶が認められる試料を×印で区別して推定したものである。加熱温度のたかいほど再結晶ははやくはじまり、再結晶開始の臨界温度はこの熱処理、加工条件では約 730°C とみられる。本鋼はVが 0.22% 添加されておりVの添加は再結晶温度を上昇する効果がある<sup>7)</sup>から、標準 Hadfield 鋼においてはこれより低い温度と予想される。

Fig. 1 (a) の再結晶開始線は炭化物析出量の多くない所をとおり、P C析出域には再結晶は見られない。炭化物析出の比較的多い温度、時間に保持した試料の組織中においても、再結晶は炭化物析出の少ない位置を選んで核生成していることが認められる。

### 2. H1 試料の恒温析出

H1 試料の測定結果は Fig. 1 (b) にしめた。本鋼における冷間加工の影響はC量の多い No. 17 試料よりも比較的大きくあらわれている。炭化物析出域は低温側側にひろがりまた時間的にもはやくなっている。P C析出域は上部温度 Ae は変らないが低温側にいちじるしくひろがり、かつ鼻の位置は 600°C × 30mn 附近から 550°C × 3mn 附近まで移動している。再結晶開始線は前試料とくらべるとC量が低いので低温側に移動してP C析出域にかかつており、その再結晶臨界温度はほぼ 550°C と推定される。したがって本試料では再結晶粒とP C析出物とが組織内で共存しているが再結晶の核生成は前述のとおり析出の少ない部分を選んでおり、再結晶粒の内部には析出物はまったく存在しないかあるいは少ないものが多い。

### 3. L1 試料の恒温析出

L1 試料の析出線図は Fig. 1 (c) にしめた。冷間加工の影響は H1 と同等以上に析出を促進しており、C%の低いほど炭化物析出におよぼす加工の影響は顕著と考えられる。炭化物析出の鼻は 600°C × 1h 附近から 525°C × 3mn 附近まで移動し、析出温度区域も高温、低温両側にひろくなっている。さらに長時間保持すれば高温側線は Acm に一致するものとみなされる。またP C析出の鼻も 575°C × 4h 附近から 525°C × 8mn 附近に移動し、析出温度区域は高温側は一致しているが低温側は約 80°C の低下がみられる。再結晶開始線は H1 よりさらに低温側に移動し、その臨界温度は約 500°C と推定される。したがって本鋼でもP C析出と再結晶とが同時に進行するが、再結晶はP C析出が相当進んだ後からはじまっている。再結晶により核生成した結晶粒は全く歪のない状態にあるから、再結晶粒からの析出は旧結晶粒からの析出とくらべると析出開始および成長は当然

おそくなるはずである。たとえば Fig. 1 (c) で 500°C に保持した場合約 5h で再結晶がはじまるが、点線の溶体化処理状態における析出線の位置からみるとこの時間は炭化物析出区域内にある。しかし溶体化処理状態が大きい内部歪を内蔵する<sup>8)</sup>のに対して再結晶粒はほぼ完全に歪のない状態にあるから、再結晶粒からの炭化物析出はただちにはじまらず、溶体化処理状態におけるよりもさらに時間的に遅れるものとみなされる。

### 4. 析出物の形態

Photo. 2 は炭化物の代表的な形態をしめた。低温域における炭化物析出は結晶粒界からの析出よりもすべり面への析出が優先しておこる。すなわち (a) ではすべり面の析出はかなり多いが粒界の析出はまだ認められない。しかし温度が高くなると (b) のごとく短い時間ですべり面と粒界の両者から同時に析出をはじめ、時間の経過とともに析出炭化物は次第に板状に成長する。700°C 以上の高温域では (c) のごとく粒界およびすべり面に析出した炭化物は微粒の連続としてあらわれ、長

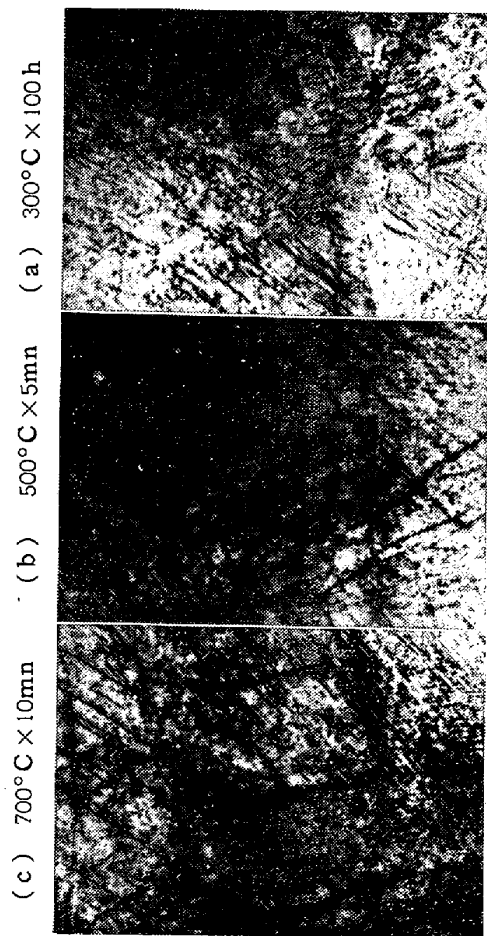


Photo. 2. Carbide precipitation, specimen No. 17, (electropolished surface)

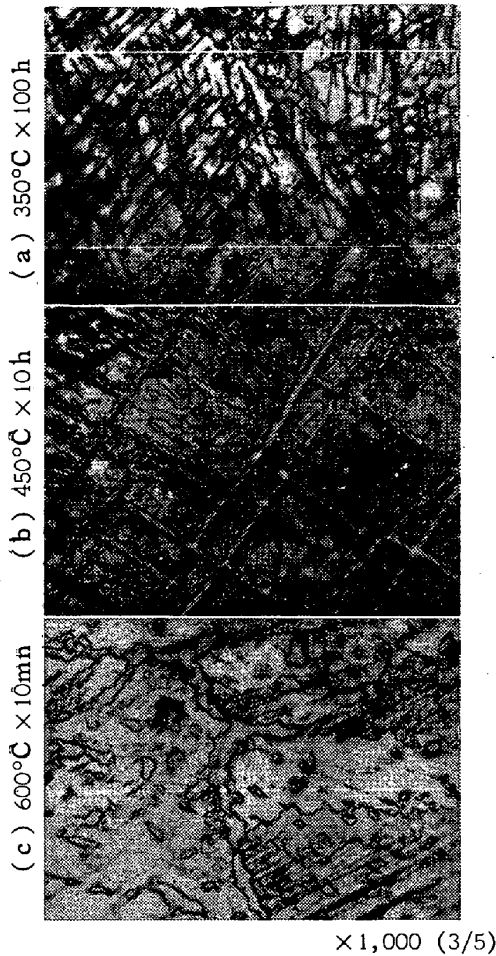


Photo. 3. Pearlitic constituent, specimen No. 17 (electropolished surface)

時間の保持により炭化物粒子は次第に凝集して大粒に成長するが板状成長はおこらない。炭化物析出に引続いて P C 析出域に入ると板状炭化物の両側から P C が核生成して次第に不規則な塊状に成長してくる。P C の形態は Photo. 3 のごとくである。組織はいずれも No. 17 試料についてしめしたが他の低炭素試料でも析出物の形態はまったく同じである。

500°C 附近の温度に保持した場合のすべり面への炭化物の析出および成長の過程を図示すると Fig. 2 のごとくあらわされる。まずすべり面にうすい炭化物の膜が形成され次第に厚さを増して板状炭化物となり、続いて板状炭化物の各所に P C 核を生成して次第に塊状の P C に成長してくる。したがって Photo. 3 のすべり面に成長している P C の脊にはかならず炭化物が存在することがわかる。γ 晶では 1 個の結晶粒について 4 個のすべり面が可能であり各すべり面から析出、成長が行なわれるため、Photo. 3 (b) にみられるごとくきわめて錯綜した組織となり、P C の成長が加工しない材料にくらべてきわめて早くなることは容易に推察できる。

5. 析出と再結晶との関係

冷間加工により高 Mn 鋼の炭化物析出温度域は低温側に相当ひろがるため、再結晶開始線は前述のごとく炭化物析出域からはじまり、ある温度にわたって析出と再結晶とが重複してあらわれる。したがってある種の銅合金に報告されている<sup>9)</sup>と同様に軟化現象と析出硬化との重複が起り得る。Fig. 3 は各温度に 5 h

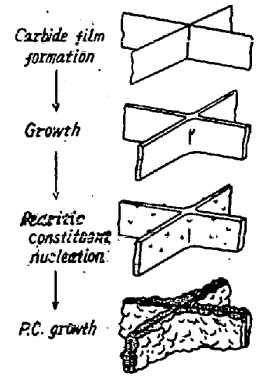


Fig. 2. Schematic carbide precipitation process at slip plane in the specimen isothermally heated at about 500°C.

保持した試料の硬度測定結果をしめした。各試料の硬度曲線は再結晶による軟化曲線 (a) と炭化物析出による硬化曲線 (b) との合成の結果として図にしめした形態をとるものと考えられる。析出硬化の最も大きいのは P C 析出域であるから、特に再結晶開始温度が P C 析出域にかかる材料、たとえば H 1, L 1 試料などでは測定曲線をそのまま軟化曲線として再結晶を判断するとあやまりやすいことがわかる。また No. 17 試料で硬度の最高値が得られる温度が溶体化処理状態<sup>9)</sup>の 550°C にくらべて 450°C と低温にずれているのは、前述した冷間加工による炭化物析出域の拡大と炭化物成長速度の増加

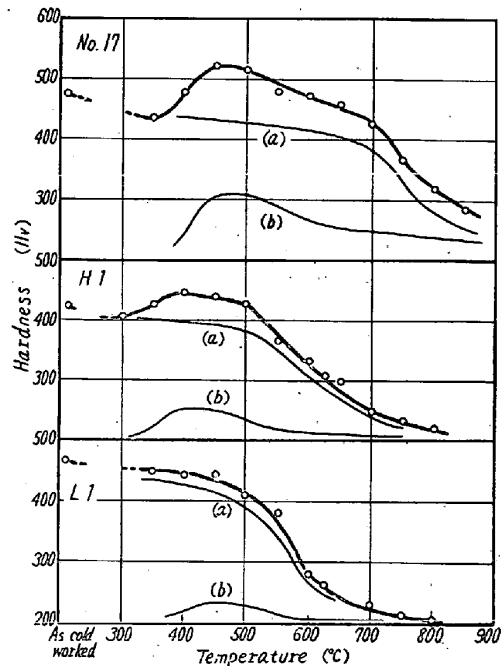
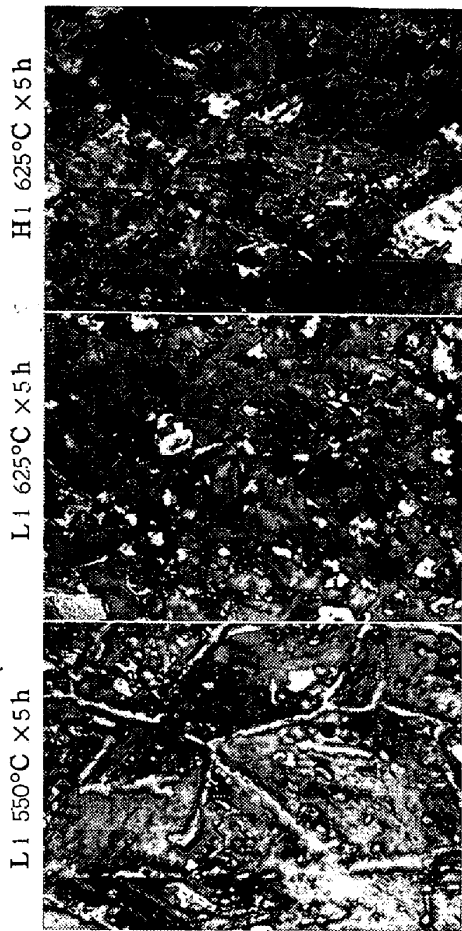


Fig. 3. Relations between hardness and temperature in 36% cold-rolled steels, heated isothermally for 5h at various temperatures.



×300 (3/5)

Photo. 4. Recrystallization structure (electropolished and etched by 5% Nital)

によるものである。

Photo. 4 は析出物と再結晶粒との共存する代表的な組織の例をしめした。いずれも再結晶粒は比較的析出の少ない地を選んで核生成しており、再結晶粒内には析出物はほとんどみられない。また再結晶粒の成長は炭化物析出域内においてきわめておそく、Acm 線をこえてから急速な成長が行なわれる。おそらく組織中の地に点在する析出物が障碍となつて再結晶粒の成長をはばむものと思われる。

#### IV. 連続加熱による析出

##### 1. 静的引張加工試料の析出

0~40% の引張加工を与えた No. 16 試料の加熱膨張曲線は Fig. 4 にしめした。溶体化処理状態で 600°C 附近にあらわれている収縮は加工度の増加にしたがつて次第に大きくなる。また収縮の終了温度は 650°C 附近で略々一定しているが、収縮の開始温度は約 500°C から加工度の増加とともに次第に低温側に移動し、加工度 40% では 370°C まで低下している。すなわち加工度の

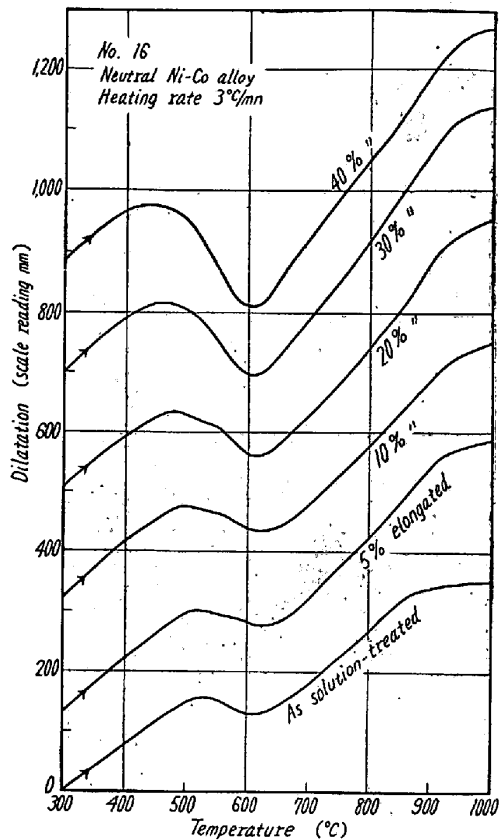


Fig. 4. Heating differential dilatation curves for elongated specimens of No. 16 steel.

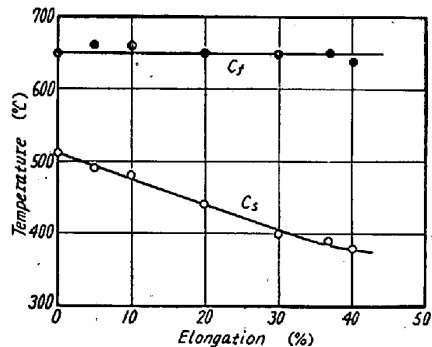
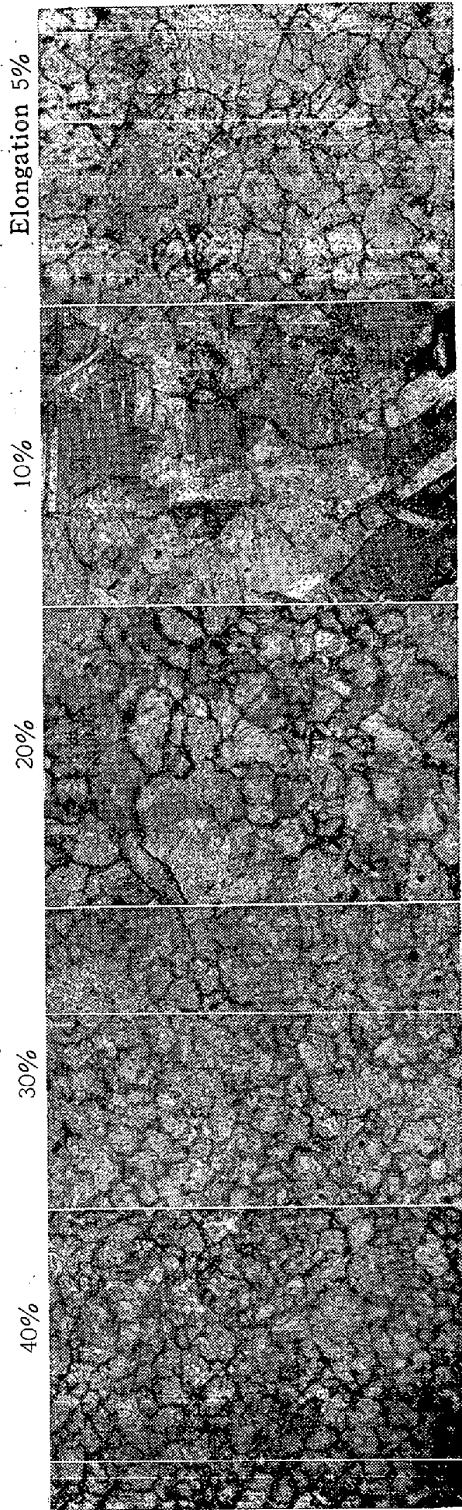


Fig. 5. Relations between contraction temperatures and elongation in thermal dilatation curves for elongated specimens of No. 16 steel,  $C_s$ : starting temperature of contraction,  $C_f$ : Finishing temperature of contraction.

増加にしたがつて収縮は低温度からはじまると同時に収縮量も次第に大きくなることわかる。以上の関係を加工度に対してとると Fig. 5 のごとくなる。 $C_s$ ,  $C_f$  はそれぞれ収縮の開始、終了温度をしめす。この 600°C 附近の収縮は主として  $\gamma$  からの板状炭化物の析出によるとみなされる<sup>3)</sup>が、前述のごとく結晶のすべり面が板状炭化物の優先析出面となるから加工度が大きくすべり面の密度が大きい試料ほど析出しやすくなり、析出量も多

くなることは当然である。また Fig. 7 によれば  $\gamma$  の分解は加工度の大きい場合でも約 350°C 以下の温度では分解しないように見られるが、これは本鋼の成分組成すなわち標準 Hadfield 鋼の組成範囲でいい得ることで、C 量がさらに増加した場合は C。温度はさらに低温側に



×100 (3/5)

Photo. 5. Recrystallization structure of elongated No. 16 steel, heated up to 1,000°C, thermal etch.

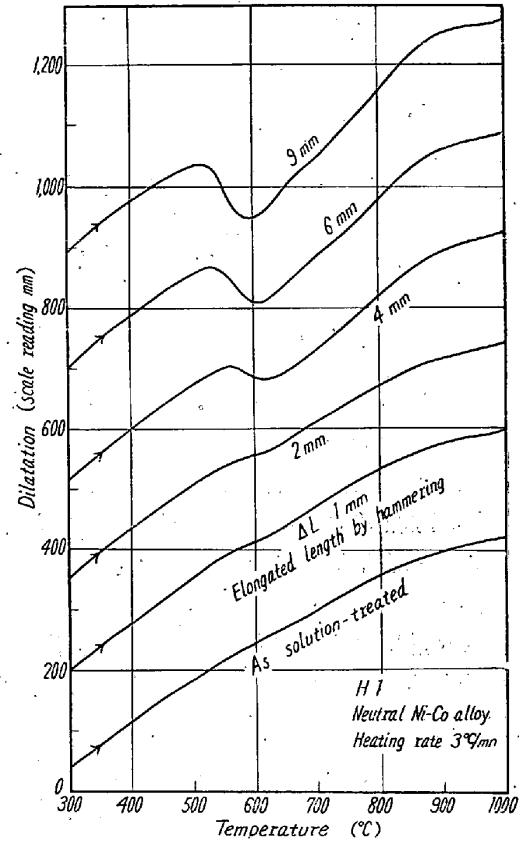


Fig. 6. Heating differential dilatation curves for hammered specimens of H1 steel.

移動の可能性もある。

1,000°C まで加熱後炉冷した各試料の再結晶組織を Photo. 5 にしめた。組織は真空中の加熱時に熱腐食によつてあらわれたものであるが、再研磨試料と比較して結晶粒に変化ないことは確認している。再結晶粒は加工度 10% 試料が最も粗大化しており、5% および 20% 試料には粗大粒が混粒となつて存在する。30% では粗大結晶はなくなりおおむね齊粒となつてゐるが、40% ではさらに細粒の増加がみられる。すなわち引張加工度は 10% 程度で最も粗粒化し、さらに加工度の増加にしたがつて細粒化することがわかる。

## 2. 衝撃加工試料の析出

H1 試料に各種延伸量の鍛打加工を与えた場合の各膨張曲線は Fig. 6 にしめた。本鋼は C 量が No. 17 より低いため溶体化処理状態では 600°C 附近の収縮はきわめてわずかである。加工度の増加につれて収縮は次第に大きくあらわれ、収縮開始温度が次第に低温側に移動することは前の引張加工の場合とまったく同様である。強度の鍛打を施した試料でも Fig. 4 とくらべると収縮量が少ないが、これは加工法の差によるものではなく前述した C 量の大小すなわち炭化物析出に対する  $\gamma$  の安定度による相異である。No. 16 試料を鍛打した場合は 40

%引張加工の場合以上の大きい収縮が見られた。

1,000°C まで加熱後の再結晶組織は加工度が比較的小さい  $4L$  2mm 試料が最も粗粒であり、前後の加工度では粗粒をまじえた混粒となつている。 $4L$  6mm 以上では齊粒となるがその粒度は No. 16 試料ほど細粒化していない。おそらく両鋼の inherent な粒度の差によるものであろう。

## V. 結 言

Hadfield 鋼の炭化物析出におよぼす冷間加工の影響をしらべるため、約 36% 圧延加工を施した 3 種の C 量の高 Mn 鋼の恒温炭化物析出を溶体化処理状態と比較した。また連続加熱における炭化物析出におよぼす静的引張加工ならびに衝撃加工における加工度の影響について実験した結果、以下の結論を得た。

1. 恒温加熱による炭化物および PC の析出は冷間加工により時間的にもまた温度的にもきわめて促進され、恒温析出線図における両 C 曲線は左下方に移動してくる。

2. 析出物の形態は低温域ではすべり面えの板状炭化物析出が粒界に優先してあらわれる。温度が高くなると粒界およびすべり面における炭化物膜の形成にはじまり次第に厚い板状炭化物に成長する。PC 析出域に入ると板状炭化物の周囲および粒界に PC が核生成して次第に塊状に成長する。700°C 以上では炭化物は微粒子の連続から凝集の経過をとる。

3. 冷間加工後の再結晶開始線は多くの場合炭化物析出域を横切つている。したがつて再結晶軟化と析出硬化

とが重複して硬度曲線にあらわれる。

4. 再結晶の核生成は組織的に析出物の少ない地を選んで行なわれるが、炭化物析出温度域内においては再結晶粒の成長はきわめておそく Acm 線をこえた後に大きい成長が行なわれる。

5. 炭化物析出におよぼす加工度の影響は、静的および衝撃のいずれも加工度の大きいほど析出量は多く、かつより低温から析出を開始する。しかし標準 Hadfield 鋼の組成では加熱過程において 350°C 以下から  $\gamma$  が分解しはじめることはない。

6. 再結晶組織は静的引張加工では 10%、鍛打加工でも比較的加工度の小さい範囲で最も粗大化し、加工度が増加すると細粒齊粒化する。

おわりに熱心に実験に協力していただいた中沢巖君に謝意を表する。  
(昭和 36 年 5 月寄稿)

## 文 献

- 1) V. N. KRIVOBOK: Trans. ASST, 15 (1929) 893
- 2) G. COLLETTE: Arch. Eisenhüttenw., 28 (1957), p 229
- 3) 今井, 斎藤: 鉄と鋼, 46 (1960), 25
- 4) 今井, 斎藤: 鉄と鋼, 46 (1960), 1451
- 5) 今井, 斎藤: 鉄と鋼, 47 (1961), 929
- 6) 今井, 斎藤: 日本金属学会誌, 投稿中
- 7) 佐藤, 西沢, 本田: 鉄と鋼, 40 (1954), 1115
- 8) H. Bühler u. E. HERRMANN: Arch. Eisenhüttenw., 27 (1956), 269
- 9) M. COOK & H. J. MILLER: J. Inst. Metals, 49 (1932), 247