

文 献

- 1) M. MANJOINE and A. NADAI: Proc. ASTM., 40 (1940), 822
- 2) M. MANJOINE: J. Appl. Mech., 11 (1944), A211
- 3) D. S. CLARK and D. S. WOOD: Trans. Amer. Soc. Metals, 42 (1950), 45
- 4) P. E. DUWEZ and D. S. CLARK: Proc. ASTM, 47 (1947), 502, 560
- 5) D. S. CLARK and P. E. DUWEZ: J. Appl. Mech., 15 (1948), 243
- 6) W. H. HOPPMAN: Proc. ASTM. 47 (1947), 533
- 7) E. SIEBEL und G. MENGES: Arch Eisenhüttenw., 28 (1957), 31
- 8) T. TSUMURA, S. SAKUI et al.: Proc. 3rd Jap. Congr. Textil Matlos (1960), 95
- 9) 五十嵐: 豊田研究報告, No. 13 (1958), 39
- 10) Th von KARSTEN: Sixth Int. Nat. Congr. Appl. Mech., Paris (1946), J. Appl. Phys. 21 (1950), 987
- 11) G. I. TOYLER: J. Inst Civil Engrs., 26 (1946), 48
- 12) H. G. BARON: J. Iron & Steel Inst. (U.K.), 182 (1956), 355
- 13) 池島: 扶桑金属工業, (1949-5)
- 14) 井上: 鉄と鋼, 41 (1955), 593
- 15) D. S. CLARK and D. S. WOOD: Proc ASTM., 50 (1950), 577
- 16) L. E. MALVERN: J. Appl. Mech., 18 (1951), 203

鋼中の窒化アルミの電子顕微鏡による観察*

(鋼中の窒化アルミの研究—I)

長谷部 茂雄**

Ovservations of Aluminum Nitride in Steel by Electron Microscopy.

(Study on aluminum nitride in steel—I)

Shigeo HASEBE

Synopsis:

Aluminum nitride precipitates in low-manganese steels, an aluminum-killed low-carbon steel and a medium-carbon steel were directly observed by carbon extraction replica. The steels contained 0.005~0.02% N and 0.03~0.12% Al.

1) AlN precipitates extracted from a forged and normalized steel were hexagonal in structure, and rectangular and of thin sheets in shape.

2) AlN precipitates in the steel heated at the 1200°C or above for 6 h after solution-treatment, were of a large rod shape. At 1000~1100°C the precipitates were lengthened, and some of them reached to be distributed into 5 μ or over. At 900°C many AlN precipitates shorter than 1 μ were seen to be scattered. The less the content of N and Al in the steel, the smaller the AlN precipitate. They were 0.1 μ long or shorter and scattered on large numbers.

3) AlN precipitates were arranged along the grain boundary of austenite.

4) Isothermally treated after solution-treatment AlN precipitates were present on the sub-grain boundaries of ferrite, but not in the austenite. The precipitates at the 700°C heating for 2 h were 0.02~0.1 μ long.

5) Si₃N₄ precipitates were found mixed with the AlN precipitates in the ferrite. The former were granular and of different shape from the latter. By electron-diffraction pattern the former were determined to be Si₃N₄ precipitates.

6) Fe₃C particles seemed to become the nuclei forming AlN and promoted the its precipitation.

7) AlN precipitates extracted from an aluminum-killed low-carbon steel subject to anneal-

* 昭和 35 年 4 月本会講演大会にて講演 ** 住友金属工業株式会社中央技術研究所

ing at 700°C after cold rolling, were found in layers parallel to the rolling direction.

8) Some of the AlN precipitates extracted from the steel ingot as cast have been previously precipitated, and they are in boundaries of austenite, and some of them were later precipitated in the ferrite. The former were lined at the central part of ferrite net. The shapes of them were varied with the size of ingots and the content of N and Al.

I. 緒 言

鋼中の窒化アルミ (AlN) が鋼の性質におよぼす影響については多くの報告があり、各種の鋼に重要な影響をおよぼすことが知られている。しかしながら従来の研究は主としてマクロ的な手法によって間接的に行なわれてきた。したがって AlN がどのような機構で影響をおよぼしているかという点については推察の域を出ないものが多く、これらの諸現象の機構を明らかにした報告はほとんど見られない。

1949年に H. F. BEEGHLY のエステルハロゲン法によつて鋼中の AlN の化学分析が可能になつてからは、 AlN の形で存在する鋼中の Al が鋼の性質にいろいろな影響をおよぼすことが明らかになつてきた。しかしこの方法とても鋼をエステルハロゲンで溶解し、その残渣中の N を定量して AlN の量を知るにすぎないために、 AlN が関係すると推察される諸現象の機構を知るにはなお不十分であつた。

したがつて本研究では鋼中の AlN の形態を直接に電子顕微鏡によつて観察し、 AlN が関係する諸現象の機構を明らかにし、 AlN の効果について明確な知識を得ることを目的とした。鋼の高温延性と AlN の関係、溶接熱影響部の割れと AlN の関係、あるいはまた以前より研究が行なわれているオーステナイト結晶粒度におよぼす AlN の影響のような問題も重要な研究課題である。

鋼中の AlN はつぎのような諸現象に影響をおよぼしているようである。

- i) 鋳鋼あるいは鋼塊の高温割れの原因になる^{1)~4)}。
- ii) 溶接構造用鋼の溶接熱影響部の割れに影響する⁵⁾⁶⁾。

- iii) オーステナイト結晶粒を微細にする効果がある。
- iv) フェライト結晶粒の形状に影響およぼす⁷⁾。
- v) 歪時効現象に関係がある。
- vi) 炭素鋼の降伏強度を増加させる効果がある⁸⁾。
- vii) 鋳鋼の常温の衝撃値を低下させる原因になる⁹⁾。
- viii) 炭素鋼のクリープに関係がある¹⁰⁾。

なお鋼中の AlN あるいは AlN と推察される析出物の観察の例は 2, 3 の文献^{11)~13)}に見られるが、いずれも不完全であり、上に述べた諸現象の機構を解明することに成功した例は見られない。

II. 実験方法

1) 供試材の成分

供試材の組成を Table 1 に示す。Steel I および II は Al 含有量の異なる低マンガン鋼であり、ともに平炉鋼である。Steel III および IV もおなじく低マンガン鋼であるが、N 含有量の高い高周波炉鋼である。Steel V は低炭素アルミキルド鋼、また Steel VI は中炭素アルミキルド鋼であり、ともに N 含有量の高い高周波炉鋼である。Steel II および IV は Al 添加量をとくに多くし、酸可溶の Al を 0.12% 含有している。なお高周波炉溶解は 50kg の鋼塊であり、N の添加には窒化マンガンあるいは窒化電解鉄を使用した。

2) 加工および熱処理

Steel I ~ IV の低マンガン鋼は丸棒に熱間鍛造したのち各種の熱処理を行なつて顕微鏡試料とした。Steel V の低炭素アルミキルド鋼はおなじく丸棒に熱間鍛造したのち、冷間圧延と再結晶焼鈍を行なつて顕微鏡試料とした。Steel VI の中炭素アルミキルド鋼は鋼塊のままの状態での顕微鏡試料とした。

3) 電子顕微鏡試料の作製

Table 1. Chemical composition of the steels used for study.

Mark of steel	Method of steelmaking	C%	Si%	Mn%	P%	S%	Acid-soluble Al%	Total N%
Steel I	Open hearth	0.20	0.30	1.34	0.015	0.020	0.03	0.006
" II	"	0.20	0.24	1.37	0.011	0.021	0.12	0.005
" III	High frequency induction furnace	0.21	0.29	1.42	0.012	0.022	0.05	0.020
" IV	"	0.21	0.28	1.32	0.015	0.025	0.12	0.020
" V	"	0.08	0.01	0.35	0.017	0.031	0.05	0.015
" VI	"	0.45	0.30	0.83	0.011	0.020	0.045	0.016

顕微鏡試料はブチルセルソルブを少量添加した過塩素酸アルコール溶液を使用して電解研磨した。ついでカーボン抽出レプリカ法¹⁹⁾²⁰⁾によつてカーボン膜上に析出物を抽出して電子顕微鏡によつて観察した。また従来の2段レプリカ法のいわゆるブランクのレプリカに付着して抽出される析出物の観察も行なつた。

第1段および第2段腐食ともに2~10%の硝酸アルコール溶液を主として使用したが、ブロムアルコール溶液も使用した。硝酸アルコール溶液は AlN を溶解する恐れがないか問題であつたので、H. F. BEEGLY のエステルハロゲン法²¹⁾による残渣を長時間浸漬する試験を行なつてその恐れがほとんどないことを確認した。第2段腐食のあとのレプリカ膜の洗滌には1%の塩酸アルコール溶液を使用した。これについても AlN を溶解する恐れのほとんどないことを確認した。

4) その他

電子顕微鏡による観察のほかに H. F. BEEGLY のエステルハロゲン法²¹⁾による AlN の分析もあわせて行ない参考とした。

III. オーステナイト中に析出する AlN の観察結果および考察

1) 焼準処理した試料中の AlN

Photo. 1 および2に熱間鍛造後 900°C に1h加熱し空冷した材料の電子顕微鏡組織を示す。

Photo. 1 は Steel I の場合であり、フェライト中に微細な長方形の析出物が見られる。その電子廻折像によつて六方晶の AlN であることが確認される。AlN は

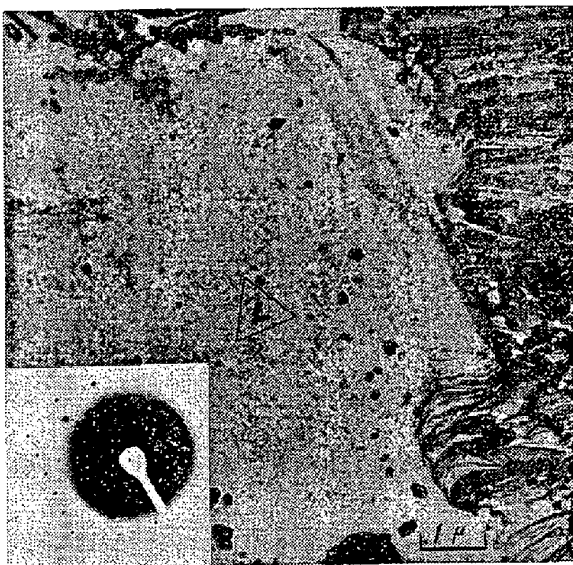


Photo. 1. The AlN precipitates extracted by the carbon extraction replica from the steel-I (shown in Table 1) forged and normalized.

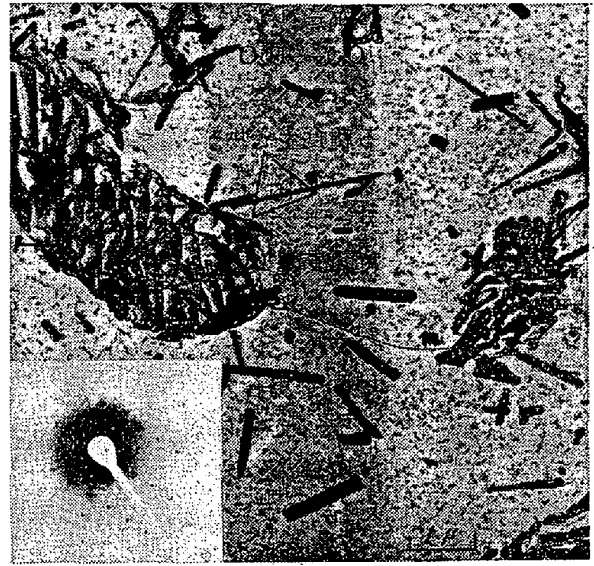


Photo. 2. The AlN precipitates extracted from the steel-W (shown in Table 1) forged and normalized.

長さが 0.1μ 以下の非常に微細なものまで観察されるが、腐食生成物が付着しているために形状のはつきりしないものも多い。

Table 2 は Photo. 1 に示した電子廻折像を解析した

Table 2. Lattice spacing measured from the electron diffraction pattern of the extracted particles shown in Photo 1 and the spacing from the ASTM card of X-rays.

No.	Electron diffraction				From the ASTM card of X-ray			
	Example 1		Example 2		AlN		Fe(NO ₃) ₃ ·9H ₂ O	
	Spac-ing (Å)	Int.	Spac-ing (Å)	Int.	Spac-ing (Å)	Int.	Spac-ing (Å)	Int.
1	4.93	M	4.93	M			4.91	24
2			2.78	W			2.80	8.
3	2.69	M	2.70	W	2.70	90		
4	2.50	S	2.50	S	2.49	80		
5	2.37	M	2.38	M	2.36	90	2.40	50.
6			2.12	VW			2.10	20.
7			1.89	W			1.90	32
8	1.83	M	1.84	M	1.83	50	1.84	8.
9	1.68	W	1.69	W			1.70	28.
10	1.42	S	1.42	S	1.42	100	1.42	8.
11	1.35	M	1.36	S	1.35	40	1.37	8.
12			1.33	VW			1.33	12
13	1.30	S	1.30	M	1.31	70		
14	1.25	W	1.25	W	1.25*			
15	1.19	W	1.19	M	1.19	50	1.20	12
16	1.13	VW	1.13	VW	1.13	20		
17	1.055	W	1.06	W	1.05	80		

S (Strong), M (medium), W (weak) and VW (very weak) indicate the diffraction line intensity.

* Calculated from Frevel's data.

結果である。これに示されているように多くの場合 AIN のほかに $\text{Fe}(\text{NO}_3)_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ が共存する場合が見られるが、後者は第1段または第2段腐食に使用した硝酸アルコール溶液による腐食生成物とそのあとの洗滌によつても除去されずに残ったものと思われる。パーライト組織をもつ試料ではパーライト膜の剝離が容易でなく、第2段腐食液に相当長時間浸漬しなければならず、また洗滌もよく行なわれにくいためこのような腐食生成物が付着したままで残ることが多い。

Photo. 2 は Steel II の場合である。非常に大型の AIN が多数散在しているのが見られる。AIN はパーライト組織の中にも見られる。その形状は長方形の薄板状であり薄く透けて見えるものが多い。

エステルハロゲンによる分析の結果、Photo. 1 の試料では 0.003% の N が AIN として固定されており、Photo 2 の試料では 0.016% の N が固定されている。

2) 固溶処理後オーステナイト域で再加熱した試料中の AIN

Steel I ~ IV をアルゴンガス中で 1350°C に 30mn 加熱したのち水冷して AIN を固溶させたのち、ふたたび 900~1300°C の各温度で 6h 加熱した。

1350°C の固溶処理後も Al 含有量の多い Steel II および IV には、なお AIN がわずかではあるが残っているのが認められた。しかし Al 含有量の少ない Steel I および III では AIN はほとんどオーステナイトに溶解している。このような AIN の直接観察の結果はエステルハロゲンによる分析の結果とよく一致していた。

Photo. 3 は Steel IV の 1300°C の場合である。マ

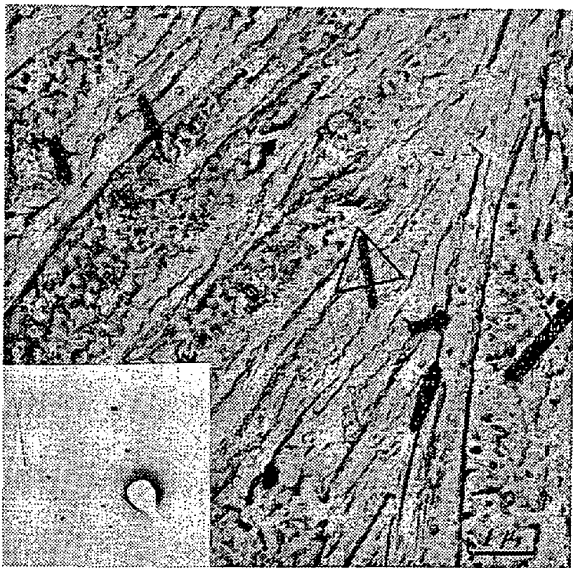


Photo. 3. The AIN precipitates extracted from the steel-IV solution-treated for 30 mn at 1300°C followed by water-quenching.

ルテンサイトの組織の中に棒状の AIN が見られる。これは 1300°C に加熱されてもなお固溶せずに残っていたものである。高温であるために太い棒状に成長したものと思われる。

Photo. 4 は Steel IV の 1100°C の場合である。AIN はその数を増し厚さは薄くなっている。長さはいろいろで、いちじるしく長いものや、0.1 μ あるいはそれ以下の微細なものが混在するようになる。

Photo. 5 はおなじく Steel IV の 900°C の場合である。長さが 0.1~1 μ 程度の微細な AIN が多数散在している。高い倍率で観察すれば長さが 0.1 μ 以下のも

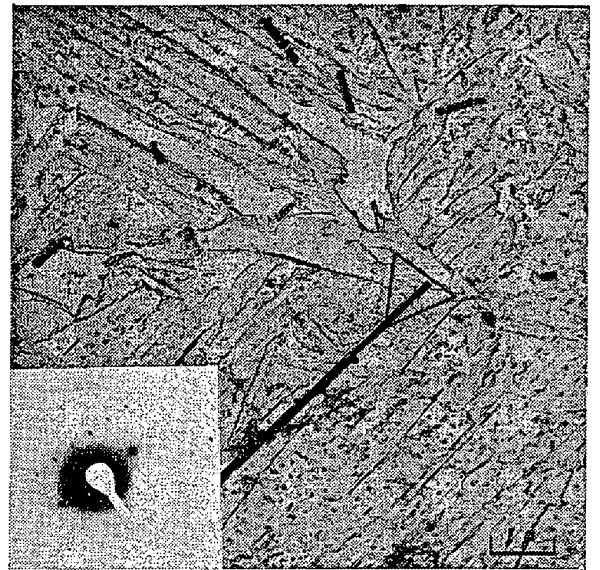


Photo. 4. The AIN precipitates extracted from the steel-IV solution-treated at 1350°C, water-quenched and then heated for 6 h at 1100°C.

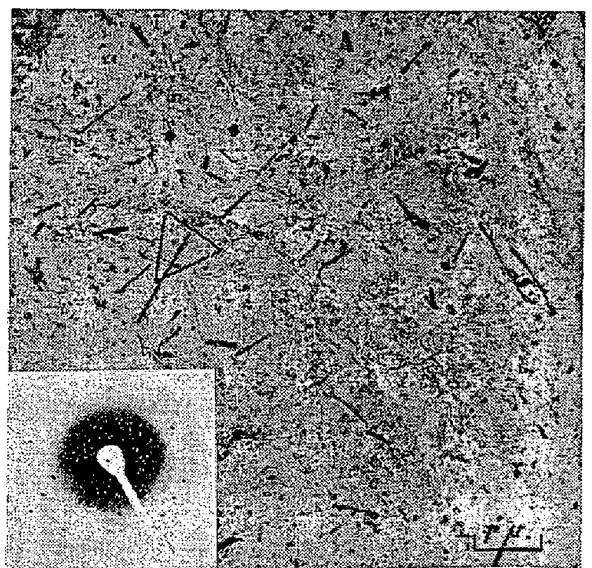


Photo. 5. The AIN precipitates extracted from the steel-IV solution-treated at 1350°C, water-quenched and then heated for 6 h at 900°C.

のも多数認められる。

Steel I~IV を比較すると、Nおよび Al 含有量の少ない試料ほどおなじ温度で析出する AlN の形状は微細となるが、Steel I および III と Steel II および IV では Al 含有量に大差がありその形状はかなり異なる。Steel I と Steel III の 900°C の場合の AlN がもつとも微細であり、その長さが 0.1μ 以下のものが無数に散在するのが観察された。これは N および Al 含有量の少ない試料ほど AlN の析出量が少なく、したがって析出物の凝集する傾向が少ないためと考えられる。

なお Photo. 1 および 2 に示したように焼準試料中の AlN には大型の棒状のものから微細なものまでいろいろの大きさのものが見られたが、Photo. 3~5 に見られたような各温度における析出物の形状の変化からみて、Photo. 1 および 2 に見られる比較的大型の AlN は焼準処理以前の高温度の鍛造温度においてすでに析出していたものと考えられる。

3) 固溶処理後徐冷した試料中の AlN

1350°C に 30mn 加熱して AlN を固溶させたのち 100°C/h の速度で 900°C まで徐冷した試料中の AlN を観察した。

Photo. 6 は Steel IV の場合である。非常に大型の AlN は高温度で徐冷中に析出し、その後成長したものであり、比較的小型のものは低温度で析出したものと思われる。Photo. 5 のように固溶処理後再加熱した場合に見られた 0.1μ 程度の微細な AlN はここではほとんど認められない。また Photo. 6 の試料を低い倍率で見れば AlN はオーステナイトの粒界に連なって析出し

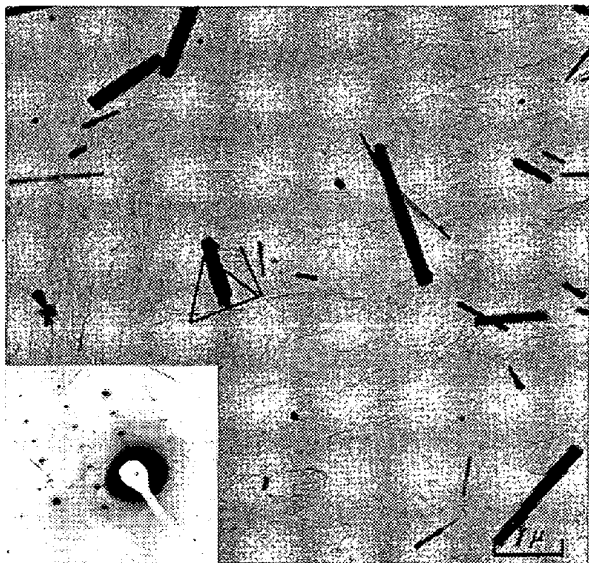


Photo. 6. The AlN precipitates extracted from the steel-IV slow-cooled from 1350°C to 900°C at the rate of 100°C/h.

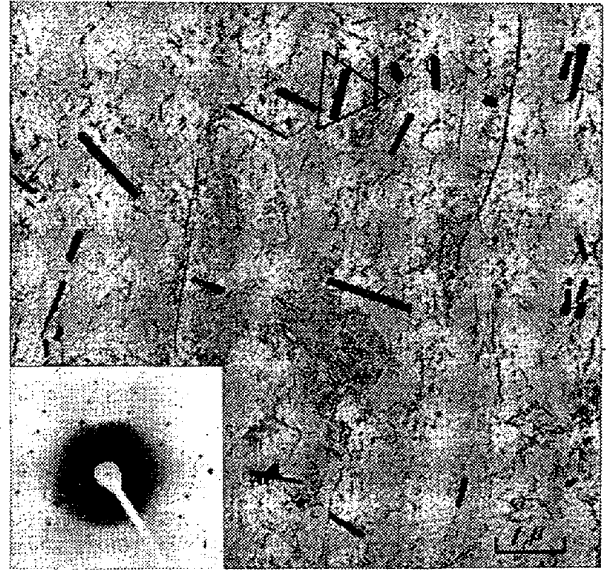


Photo. 7. The AlN precipitates extracted from the steel-IV heated for 10 mn at 1000°C immediately after solution-treated at 1350°C.

ていることがわかる。

4) 固溶温度より 900~1200°C の炉に移して加熱した試料中の AlN

Photo. 7 は Steel IV を 1350°C で固溶処理したのち 1000°C の炉に移して 10mn 保持したのち水冷した試料の場合である。長さ 1μ 程度の AlN が連なって抽出されている。これはオーステナイトの粒界にそつて析出したものと思われる。

AlN を過飽和に溶解したオーステナイトから析出する AlN はこのようにオーステナイトの粒界にそつて析出することがわかる。なお低温度になるほど、また N および Al 含有量の少ない試料ほど析出する AlN は微細であった。

IV. フェライト中に析出する AlN の観察結果および考察

1) 固溶処理後フェライト域で恒温処理した試料中の AlN

Steel I~IV をアルゴンガス中で 1350°C に 30mn 加熱して AlN を固溶させたのち、ただちに 600~800°C の炉に移してふたたび 2~6h 加熱した。

Photo. 8 は Steel III の 700°C の場合である。700°C で 2h 保持したのちこの温度から水冷した。フェライト中には微細な析出物が抽出されているが、オーステナイト中にはそのような析出物は見られない。

Photo. 9 は Photo. 8 のフェライト中の析出物を高倍率で観察したものである。微細な析出物はフェライト

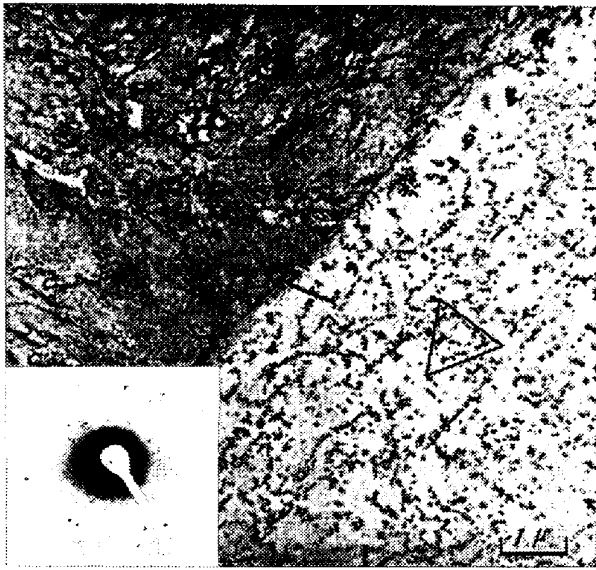


Photo. 8. The AlN and Si₃N₄ precipitates extracted from the steel-III (shown in Table 1) treated isothermally at 700°C for 2 h after solution-treated at 1350°C.

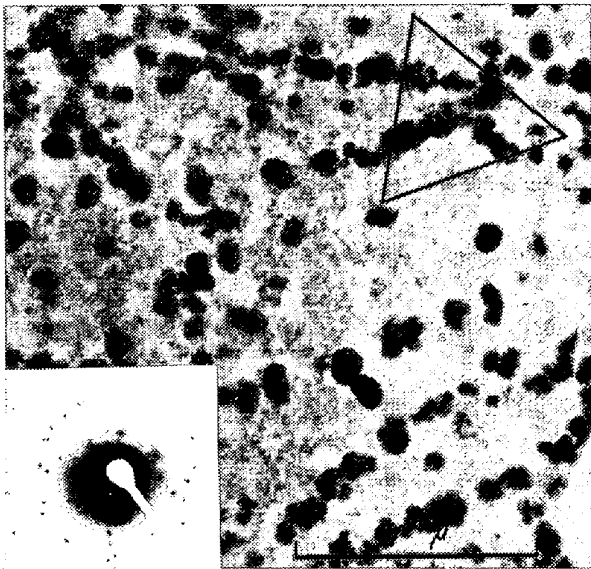


Photo. 9. The same precipitates as shown in Photo. 8 observed by the higher magnification. The fine AlN and Si₃N₄ particles are precipitated on the subgrain boundaries of ferrite.

の亜粒界にそつて分布していることがわかる。オーステナイト中に析出する AlN とおなじく長方形のもののほかに粒状をしたものも見られる。析出物の長さは0.02~0.1μ ていどである。

Table 3 は Photo. 9 に示した電子廻折像を解析した結果である。これによつて抽出物には AlN のほかに Si₃N₄ も含まれていることがわかる。長方形の板状の抽出物はおそらく AlN であり、粒状のものの中に Si₃N₄ が含まれているものと思われる。

Table 3. Lattice spacing measured from the electron diffraction pattern of the extracted particles shown in Photo 9 and the spacing from the ASTM card of X-rays.

No.	Electron diffraction		From the ASTM card of X-rays			
			AlN		Si ₃ N ₄	
	Spacing Å	Int.	Spacing Å	Int.	Spacing Å	Int.
1	2.69	S	2.70	90		
2	2.60	M			2.58	70
3	2.48	S	2.49	80	2.48	20
4	2.36	S	2.36	90		
5	2.32	W			2.31	60
6	1.92	VW			1.93	20
7	1.84	M	1.83	50		
8	1.77	W			1.76	40
9	1.58	M	1.56	100	1.59	40
10	1.48	VW			1.49	50
11	1.42	S	1.42	100	1.42	40
12	1.36	M	1.35	40	1.35	40
13	1.34	M	1.33	100		
14	1.31	M	1.31	70	1.30	30
15	1.285	VW			1.295	20
16	1.25	W	1.25*			
17	1.12	VW	1.13	20		
18	1.05	W	1.05	80		

S (strong), M (medium), W (weak) and VW (very weak) indicate the diffraction line intensity.

* Calculated from Frevel's data

W. C. LESLIE らは炭素鋼の窒化層の中の Si₃N₄ とと思われる大型の析出物を光学顕微鏡及び2段レプリカの電子顕微鏡写真によつて示している²²⁾。それによれば Si₃N₄ は不定形の粒状をしている。大きさは Photo. 2 に見られるものより非常に大きい形状の点では似ている。

Photo. 8 ではオーステナイト中に AlN その他の析出物は認められないが、これはオーステナイト中の N がフェライト中に移行して AlN あるいは Si₃N₄ として析出するためと考えられる。このことは沢村らの熱力学的な計算²³⁾によつてフェライト中では N はほとんど AlN あるいは Si₃N₄ となつて析出するということから推察できる。

Photo. 8 および 9 は 700°C で 2 h の場合であるが、6 h 加熱した場合には、AlN とと思われる長方形の析出物は長さ方向に成長し、Si₃N₄ とと思われる粒状の析出物の中にはたがいに融合して連なるものが見られる。

2) 固溶処理後フェライト域で再加熱した試料中の AlN

Steel I~IV を 1350°C に 30mn 加熱したのち水冷し、ついで 600~800°C で 2~6 h 焼鈍した。

Photo. 10 は Steel III を 700°C で 6 h 焼鈍した場

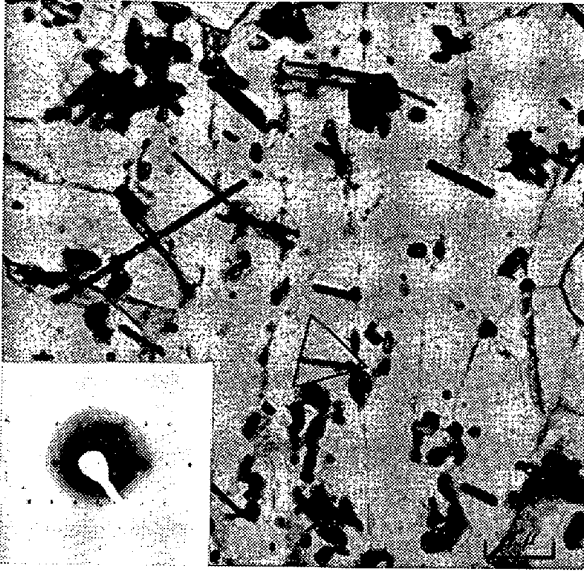


Photo. 10. The Fe_3C and AlN precipitates extracted from the ferrite of the same steel as shown in Photo 8 which is solution-treated at 1350°C , water-quenched and then tempered at 700°C for 6 h. The AlN precipitates are larger than those precipitated isothermally.

合である。大型の粉状の抽出物は Fe_3C であり長方形の板状の抽出物が AlN である。 Si_3N_4 も少量共存しているようである。

固溶処理後再加熱した場合には、さきの Photo 8 および 9 のように固溶処理後恒温処理した場合と比較して、析出する AlN はかなり大きい。これは Fe_3C の析出が AlN の析出の核となつてその析出を促進するためと考えられる。

3) 冷間加工後再結晶焼鈍した試料中の AlN

Steel V を 1350°C で固溶処理したのち空冷し、ついで断面減少率 50% の冷間圧延をあたえ、これに 700°C で 6 h の再結晶焼鈍を行なつた。Photo. 11 に、抽出された析出物を示す。大型の球状化した Fe_3C が抽出されているほか、非常に微細な針状および粒状の抽出物がある。電子廻折像の解析によつて AlN と $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ が主成分であり、このほかに Si_3N_4 も共存することがわかつた。針状の析出物はその形状からおそらく AlN であり、粒状の抽出物には $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ と Si_3N_4 が混在しているものと思われる。なお AlN と思われる針状の析出物には偏析が認められ、 AlN の析出層が冷間圧延の方向に平行な層をなして分布している。

4) 鋼塊中の AlN

鋼塊中の AlN の形態を観察するために鋼塊より採取した試料を使用した。Steel I および III は 2t 鋼塊、ほかの Steel はいずれも 50kg 鋼塊である。

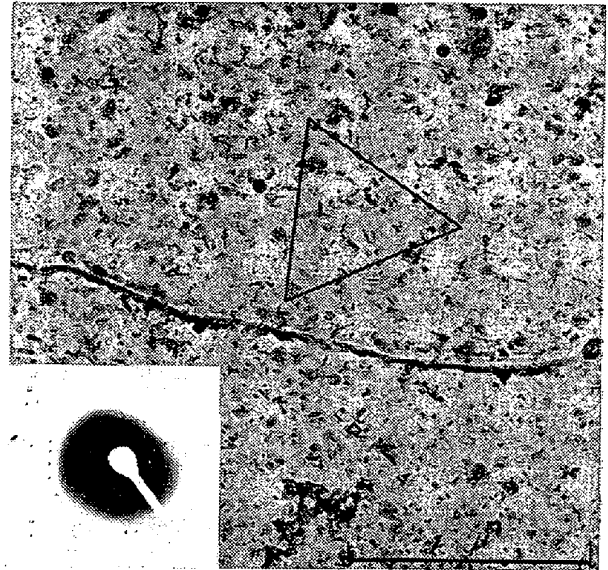


Photo. 11. The fine AlN precipitates extracted from the steel-V (shown in Table 1) which is solution-treated at 1350°C , air-cooled, cold-rolled and then annealed at 700°C for 6 h. The great number of fine needle-like AlN particles and fine granular $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ or Si_3N_4 particles are extracted.

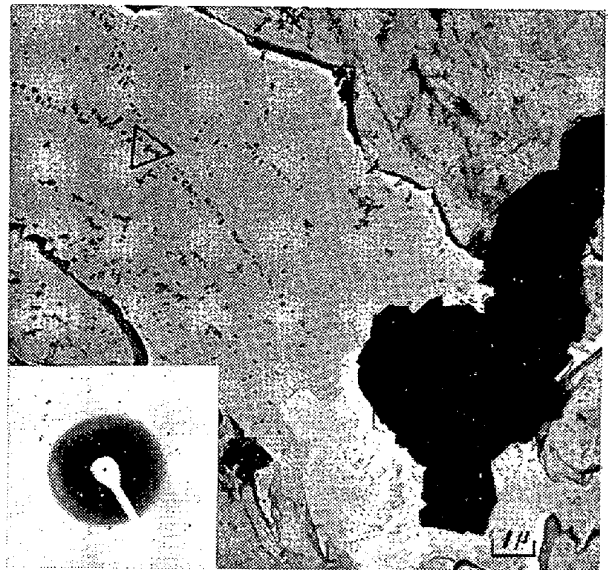


Photo. 12. The AlN precipitates extracted from the steel-W (shown in Table 1) which is sampled from the ingot as casting and heated at 750°C for a short time to change pearlite into martensite. The fine AlN precipitates are lined in the central part of ferrite.

Photo. 12 は Steel W の 50kg 鋼塊から採取した鑄造のままの試料の場合である。 750°C に短時間加熱したのち水冷してパーライトの部分を変えてマルテンサイトに変えた。網状のフェライトの中には微細な AlN が析出している。Photo. 8 のように恒温処理を行なつた場合と

は AlN の分布の状態が多少異なっている。すなわち Photo. 8 のようにフェライトの亜粒界にそつて析出しそいと見られるもののほかに、網状のフェライトの中央部に線状に連なつて析出しているものが見られる。なお Photo. 12 の右側には大型の酸化物が抽出されている。この鋼塊は 50kg の小型であるために、オーステナイトの粒界にそつて AlN が充分析出する余裕がないままに比較的急速に冷却され、そのうちフェライトが生成されてその亜粒界にも AlN などの析出が見られたものと考えられる。2t 鋼塊では 50kg 鋼塊に比較してオーステナイト域の冷却速度がおそいため AlN はその大部分がオーステナイトの粒界にそつて析出する。これもまた N および Al 含有量の多少によつて影響をうける。

V. 結 言

以上は低マンガン鋼、低炭素アルミキルド鋼および中炭素鋼中の AlN をカーボン抽出レプリカによつて直接に観察した結果であるが、つぎにそれを要約した。試料の N 含有量は 0.005~0.020%, Al 含有量は 0.03~0.12% である。

- 1) 熱間鍛造および焼準処理した試料中に析出している AlN を抽出レプリカによつて示した。鋼中の窒化アルミは六方晶の AlN であり、長方形の板状の析出物である。
- 2) 固溶処理後オーステナイト域で再加熱したとき析出する AlN の形態の変化を示した。AlN は 1200°C 以上の高温では大型の棒状の析出物として存在し、1000~1100°C では長さ方向の成長がいちじるしく、6h の加熱によつて 5~6 μ を越える長大なものが見られる。900°C では長さが 1 μ 以下の微細なものが多数散在して析出している。しかも N および Al 含有量の少ない試料ほど析出する AlN は微細であり、長さが 0.1 μ あるいはそれ以下のものが多数散在するのが観察された。
- 3) AlN の固溶温度から徐冷したとき析出する非常に大型の AlN を示した。
- 4) AlN はオーステナイトの粒界に析出する。
- 5) 固溶処理後フェライト域で恒温処理したとき AlN はフェライトの亜粒界に析出する。フェライトと共存するオーステナイト中には析出していない。700°C で 2h の恒温処理の場合には AlN の長さは 0.02~0.1 μ 程度であつた。
- 6) フェライト中に析出する AlN は Si_3N_4 の析出をとともなう。 Si_3N_4 は微細な粒状の析出物であり、AlN とは形状の相異と電子線解析によつて確認される。
- 7) Fe_3C の析出は AlN の生成の核となりその析出

を促進する。

8) 低炭素アルミキルド鋼の冷間圧延後の再結晶焼鈍によつて析出する AlN は冷間圧延の方向に析出層をなして分布している。

9) 鑄造したままの鋼塊中の AlN にはオーステナイトの粒界に析出したものとフェライトの亜粒界に析出したものがある。中炭素鋼塊の網状のフェライトの中央付近に AlN が線状に析出しているのを示した。なおその形態は鋼塊の大きさおよび N と Al 含有量によつて影響をうける。

おわりに本研究を行なうにあたり御指導を賜つた名古屋大学教授武田修三博士および助教授永井直記博士に対しあつく感謝の意を表します。また本研究は住友金属工業株式会社中央技術研究所の上司の方々の御指導と、和歌山製造所試験課柳沢陸郎君の協力により行なわれたことを記して感謝の意を表します。

(昭和 36 年 1 月寄稿)

文 献

- 1) S. C. DESAI: J. Iron & Steel Inst. (U.K.), 191 (1959), 250~256
- 2) B. L. BIGGS: J. Iron & Steel Inst. (U.K.), 192 (1959), 361~377
- 3) 谷口, 栗田, 井上: 鉄と鋼, 46 (1960), 291~293
- 4) 長谷部: 鉄と鋼, 46 (1960), 1284~1286
- 5) 長谷部: 溶接学会誌, 28 (1959), 511
- 6) 長谷部: 鉄と鋼, 46 (1960), 1286~1289
- 7) H. HOFF: Stahl u. Eisen, 75 (1955), 949
- 8) H. WIESTER, W. BADING, H. RIEDEL u. W. SCHOLZ: Stahl u. Eisen, 77 (1957), 773
- 9) C. E. SIMS a. H. M. BANTA: Welding J., 28 (1949), 178~s
- 10) J. GLEN: J. Iron & Steel Inst. (U.K.), 155 (1947), 501
- 11) G. BANDEL: Arch. Eisenhüttenw., 11 (1937), 137~144
- 12) A. B. CHATTERJEA a. B. R. NIJHAWAN: Metal Treatment & Drop Forging, 24, (1957), 54~60
- 13) C. H. LORIG a. A. R. ELSEA: Trans. Amer. Foundrymen's Assoc., 55 (1947), 160~174
- 14) L. S. DARKEN, R. P. SMITH a. E. W. FILER: Trans. Met. Soc. Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng., 191 (1951), 1174
- 15) 長谷部: 住友金属, 10 (1958), 155
- 16) W. C. LESLIE, R. L. RICKETT, C. L. DOTSON a. C. S. WALTON: Trans. A.S.M., 46 (1954) 1470~1499
- 17) W. KOCH, C. I-GENSH u. H. ROHDE: Arch. Eisenhüttenw., 27 (1956), 701
- 18) W. KOCH u. O. GAUTSCH: Arch. Eisenhüt-

- tenw., 30 (1959), 727
 19) R. M. FISHER: A.S.T.M. Special Tech. Pub., No. 155, 49
 20) 芥川, 内山, 深見: 鉄と鋼, 43 (1957), 1222
 21) H. F. BEEGLY: Anal. Chem., 21(1949), 1513
 22) W. C. LESLIE, K. G. CARROLL a. R. M. FISHER: J. Metals, 4 (1952), 205
 23) 沢村, 盛: 鉄と鋼, 41 (1955), 1082~1090

Mn-Cr バネ鋼の恒温変態による機械的性質*

上野 学**・内山 郁***・星野 明彦***

Mechanical Properties of Isothermally Transformed Mn-Cr Spring Steel.

Manabu UENO, Iku UCHIYAMA and Akihiko HOSHINO

Synopsis:

For purpose of making clear the relation between the microstructure and the mechanical properties, firstly the isothermal transformation diagram of the Mn-Cr spring steel were determined, and mechanical properties were also determined with the specimens austenitized at 850°C and isothermally transformed at each temperature, ranging between 300°C (above Ms point) and 650°C.

This diagram presented a doubly curved shape on account of a carbide-forming element such as chromium, and the pearlite transformation was sluggish as compared with the bainite transformation, so it led to be suitable for a hardenability.

It was found that the content of the transformed martensite, quenched into an oil bath at 200°C, was less than that into a metal bath on account of the stabilization of austenite.

The extraction replica method was the most available for making clear the carbide character, showing that the shapes of carbides in the bainite differed from those in the pearlite, and that the carbide became finer with decrease of transformation temperature in a bainite range.

Most of the mechanical properties showed the irregular behavior in the upper bainite range. The mechanical properties were also plotted against Rockwell hardness and it was found that the tensile strength and endurance limit were proportional to the hardness, while the yield strength was out of proportion on account of the lower yield-tensile ratio in the pearlite range.

The reduction of area showed a striking drop in the upper bainite range, but was increased gradually with decrease of transformation temperature. It was concluded that the reduction of area was depending mainly on the structure obtained at each temperature.

As to the impact value, no remarkable change was observed.

I. 緒 言

バネ鋼は車輛の振動エネルギーを吸収するために用いられるもので、特殊鋼の中でもこのバネ鋼の占める生産高は大きく、今後共増大していくであろう。バネでは、設計はもちろんのこと材料の選択および熱処理作業が性能を左右する因子となる。それにもかかわらずバネ鋼の熱処理に関する研究報告は、他鋼種に関するものほど見受られないのであるが、最近のバネ材の大型化に伴い耐久力の点より焼入性が重要視されるようになり、JIS規格に新たに Mn-Cr 鋼の sup 9 および B 添加により焼入性の向上を目的とした sup 11 が追記されたことより考えてもバネ鋼の焼入性が不完全焼入による疲労限の低

下りを避ける方向に進んでいることが明らかである。

Mn-Cr バネ鋼の熱処理に関する資料は少なく H バンドのみであつて、恒温変態曲線図がないためまず恒温変態曲線図を作成したのち、その図に基づいて、各温度で恒温変態により得られた変態生成物のいろいろの機構的性質について調べた。

II. 実験方法

(1) 供試材 この実験に使用した試材の化学組成は Table 1 に示されている。

* 昭和 35 年 4 月本会講演大会にて講演

** 金属材料技術研究所, 工博

*** 金属材料技術研究所