

技 術 資 料

鋼のオーステナイト結晶粒度におよぼす前処理の影響

今井勇之進*・佐々木 寛**・香川 博幸***

Effect of Pretreatment on Austenite Grain Size of Steel.

Yunoshin IMAI, Hiroshi SASAKI and Hiroyuki KAGAWA

I. 結 言

鋼のオーステナイト結晶粒度は製鋼時における「固有の特性」でいかなる処理によつても、ある特定の現出法たとえば $925^{\circ}\text{C} \times 6 \text{ h}$ の加熱時における結晶粒度は変化せず、その生来の特性にしたがつて特定の値を示すと考えられていた。しかしオーステナイト結晶粒の研究が進められていくうちに、この「固有の特性」に対して疑問をいだかせる多くの研究の結果が報告されて来た。現在ではオーステナイト結晶粒度の「固有の特性」の概念は無条件に肯定されない傾向にあるように思われる。すなわち鋼のオーステナイト結晶粒度は熱処理、熱間加工、冷間加工によつて変化するものであるとは多くの研究者が認めるところである。そこで従来の文献、研究報告より鋼のオーステナイト結晶粒度におよぼす前処理の影響について調べた結果を報告する。

II. 熱処理の影響について

a) 加熱速度の影響

よく知られるごとく GROSSEMAN¹⁾ は C 0.7%, Si 0.29%, Mn 0.79%, P 0.009%, S 0.014%, Ni 0.14%, Cr 0.006% の組成を有する試料を用いて常温から McQuaid-Ehn 法による滲炭温度 (925°C) までの加熱速度が現出する滲炭粒度にどのような影響を与えるかを調べるため、加熱速度を 2h 30mn, 30mn, 5mn の3つの速度で昇温し、おのおの 925°C に 2h 保持して滲炭させた後空冷した。現出した滲炭粒度には、

加熱速度による差異のみられないことを報告しているが一方²⁾ JIS では滲炭粒度現出の場合の条件として、 $925^{\circ}\text{C} \times 6 \text{ h}$ を規定し、 925°C までの昇温時間を 2h と定めているので、その昇温速度にはほぼ近い $400^{\circ}\text{C}/\text{h}$ で加熱した場合と、その温度に 3mn 10s 間で昇温した場合とでは現出した滲炭粒度にはなほだしい差を生じた報告がある。すなわち S15CK 炭素肌焼鋼, SCM21Cr-Mo 肌焼鋼の2種類の試料を用いて、予め 1200°C まで加熱してから水冷、炉冷の前処理をほどこした。使用材の化学組成は表1に示す。

水冷入炉冷した各試料を上述のごとく 925°C まで $400^{\circ}\text{C}/\text{h}$ および 3mn 10s の2種の加熱速度をとり、おのおの 925°C で 6h 滲炭した。その結果は水冷した試料においては S15CK, SCM21 の鋼種の別に関係なく JIS で定められた加熱速度に近い $400^{\circ}\text{C}/\text{h}$ で加熱した場合には、滲炭粒度には巨大な粗粒が出現したが炉冷試料においては両鋼種とも微細な結晶粒が得られた。次に同じ前処理をした試料であつても、加熱速度の急激な場合には得られる滲炭粒度も異なってくる。水冷した S15CK においては 3mn 10s で昇温した場合の粒度は細粒であつたが、炉冷してある試料では反対に顕著な粗粒が見られた。SCM21 においては前熱処理のいかんにかかわらず急激な昇温によつて滲炭しても細粒であつたと報告している。

b) 冷却速度の影響

高温から冷却速度を変化して室温まで冷却させた場合に、オーステナイト結晶粒度にどのような変化をおよぼ

表 1 供試材の化学組成 (重量%)

	No.	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	ΣAl	N ₂
S15CK	78	0.14	0.26	0.54	0.018	0.021	0.22	0.12	0.08	—	0.029	0.009
SCM21	39	0.17	0.36	0.83	0.013	0.008	0.18	0.07	1.09	0.20	0.034	0.013

* 東北大学金属材料研究所, 工博 ** 東北砂鉄鋼業株式会社技術部 *** 東洋工業株式会社材料研究部

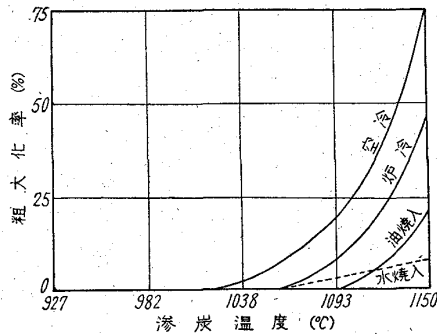


図1 鋼の結晶粒度粗大化におよぼす前処理の影響

すだろうか。GROSSMANN¹⁾は C 0.17%, Si 0.22%, Mn 0.51%, P 0.007%, S 0.004%, Ni 1.68%, Mo 0.23% の組成を有する鋼を用いて、925°C に加熱した後、水冷、油冷、空冷、炉冷した4試料について 925°C × 8h の滲炭粒度を見ると図1のようになり、空冷した試料の粗大化が最もいちじるしい。(粗大化率は粗大化した結晶粒子の占める面積率である。) また炉冷試料の場合には細粒であると報告している。別報告であるが²⁾表2の化学成分を有する試料おのおの数個を用意して前処理として 600°C ~ 1000°C まで 100°C 間隔に、1000°C ~ 1200°C までは 50°C 間隔に 450°C/h の加熱速度で加熱した。各温度に 2h 保持した後、試料を水冷、空冷、炉冷した。この際、冷却速度は変態点付近では、空冷の場合 450°C/mn、炉冷の場合には 200°C/h である。これらについて学振法による 925°C × 6h の滲炭粒度を調べたが、粒の成長特性曲線は、図2、3に示す通りである。S15CK においては水冷した試料の滲炭粒度には粗粒が顕著にあらわれる。SCM21 においては水冷および空冷した場合には粗粒が出現する傾向がみられる。

特に 800°C ~ 900°C の空冷においては粗粒化の傾向がいちじるしくみられた。注目すべきことは両鋼種とも炉冷した試料は常に細粒であることを述べている。SCM21 の試料は³⁾800°C ~ 1150°C の間に 1h 保持して水冷、炉冷、空冷した試料については、冷却速度の早い水冷、炉冷試料にいちじるしい混粒が生成し、特に900°C 以下の温度での空冷では混粒度が大きい。900°C 以上の高

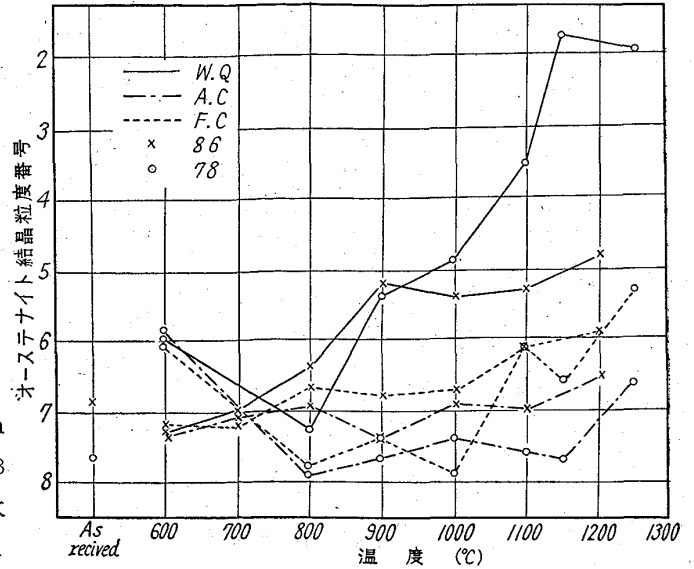


図2 S15CK の前熱処理と滲炭粒度との関係

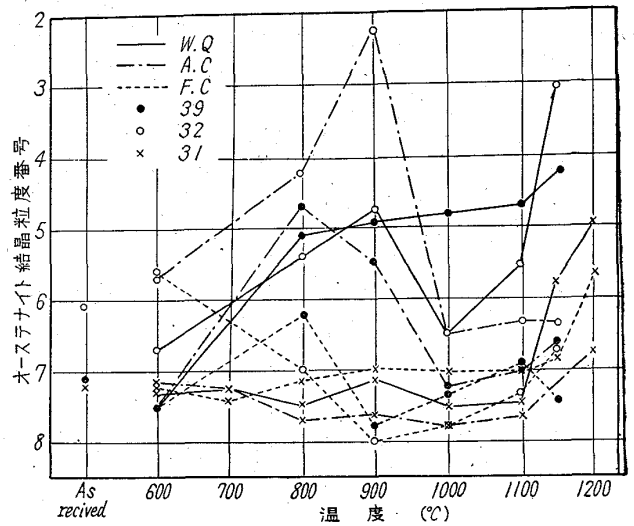


図3 SCM21の前熱処理と滲炭粒度との関係

温からの冷却試料の中水冷試料が混粒を呈していたと報告している。

以上述べてきたように前熱処理としての冷却速度の差異がオーステナイト結晶粒度に影響をおよぼすことは明白である。益子⁵⁾は前熱処理によつて粒度が変化することをジヨミニー一端焼入テスト試料を作つて、焼入テス

表2 供試材の化学組成(重量%)

	No.	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	ΣAl	N ₂
S15CK	78	0.14	0.26	0.54	0.018	0.021	0.22	0.12	0.08	—	0.029	0.009
	86	0.16	0.35	0.50	0.001	0.009	0.03	0.02	0.02	—	0.045	0.009
SCM21	31	0.16	0.22	0.55	0.006	0.021	0.05	0.16	0.97	0.19	0.044	0.011
	32	0.14	0.34	0.77	0.020	0.017	0.18	0.11	1.06	0.18	0.029	0.013
	39	0.17	0.36	0.83	0.013	0.008	0.18	0.07	1.09	0.20	0.034	0.013

ト後 $925^{\circ}\text{C} \times 6\text{h}$ 滲炭して、水冷端から空冷端までの滲炭粒度を見た。その結果、オーステナイト域から急冷した部分程粗大化温度が高かつ微細な結晶粒を呈することを報告し、この原因は滲炭するために昇温する前の組織に影響されるのであり、組織中の炭化物の状態がオーステナイト結晶粒に影響するのだとこの現象を説明している。

c) 繰返し熱処理の影響

一般に、鋼を焼鈍、焼準をくり返すと、オーステナイト結晶粒の粗大化温度は若干低下する傾向を示す。GROSSMANN¹⁾は C 0.18%, Si 0.25%, Mn 0.48%, P 0.010%, S 0.006%, Ni 1.73%, Cr 0.03%, Mo 0.24% の組成の鋼を用いて 870°C より焼準あるいは水冷をくり返すにしたがつて次の加熱によるオーステナイト結晶粒は粗大化の様相を示すことを述べて図4の結果を得た。水冷をくり返された試料は、いちじるしく粗大化温度の低下を示している。

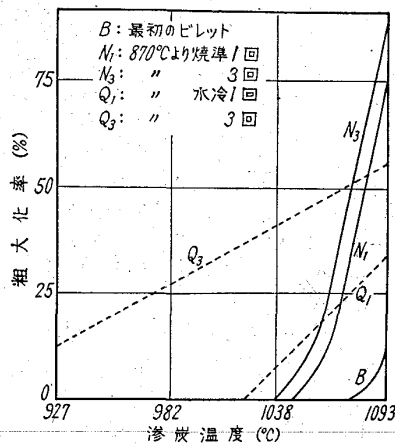


図4 予備処理を行なった鋼の粒度

KULA と COHEN⁶⁾ はくり返して焼入作業した場合のオーステナイト結晶粒の挙動を報告して焼入によって得られたマルテンサイトは、次の加熱であられる初期粒度を前のオーステナイト粒度に規定する傾向があるので、もし高速度鋼が2回の焼入れによつて粗大化したならば第3回目に焼入れしても粗大化したままになっている。しかし第3回目の焼入れをする前に、試料を焼鈍すると、結晶粒を細粒化することはできるがしかしまだ焼入れ前の粒に比べては粗粒であることを述べている。

III. 熱間加工の影響について

a) 熱間加工の影響

前処理としての熱間加工においては、その加工度および加工温度がオーステナイト結晶粒度にどのような影響

を与えるかということは、研究上はもちろん、実際の日常の作業によつても大きな問題である。熱間加工中においては、塑性変形が行なわれると、それにひきつづいて、直ちに再結晶がおり、加工度と加工終了の温度に対応して色々の大きさの結晶粒が得られる。鋼の組織は鍛造の温度範囲においては、一般にオーステナイト単相の状態か、またはオーステナイトと炭化物の共存の状態であつて、この状態に高温加工をほどこすときには、オーステナイト結晶粒は変形し、微細化され、さらに再結晶して成長するが、主として、加工の終了温度によつて結晶粒の大きさは支配されるといつている⁷⁾。この加工終了温度が熱間加工の温度範囲の最低のところであれば再結晶で生成した新しいオーステナイト結晶粒の成長は、ほとんどおこることがなく、したがつて、このような扱いを受けた材料のオーステナイト結晶粒は微細なものとなるであろう。高い温度で加工を終了すると再結晶にひきつづいて結晶粒の粗大化が起る。また鍛造を開始する温度の高低によつてもオーステナイト結晶粒度は影響されることも考えられる。このような前処理としての加工が、その後の JIS 規格によつて示されるオーステナイト結晶粒度にどのような影響を与えるであろうか。

b) 加工度の影響

熱間加工において、加工度を種々に変化させて粒度を調べた。加工度とオーステナイト結晶粒度とは明らかな関係にあり、加工度の増加とともにオーステナイト結晶粒は粗大化温度を低下させてゆく。GROSSMANN¹⁾は C 0.33%, Si 0.24%, Mn 0.69%, P 0.019%, S 0.016%, Ni 1.17%, Cr 0.59% のビレット (6"×6") 5本を使用して、 1260°C に数時間加熱し、その中の1本は直ちに炉からひき出して空冷し、他の4本はそれぞれその温度から 4"×4", 2"×2", 1"×1" および 1/2"×1/2" に鍛造してから空冷した。各試料を 871°C , 927°C , 982°C , 1038°C の各温度で 8 h 滲炭して滲炭粒度を見た。結晶粒の成長特性曲線は図5に示す通りである。

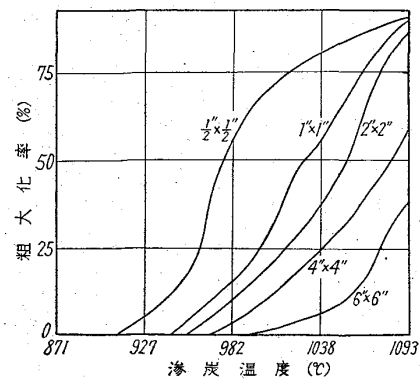


図5 熱間加工の影響

表3 試料の化学組成(重量%)

組成	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Al ₂ O ₃	SiO ₂	残留 酸化物
溶解										
A	1.06	0.21	0.23	0.015	0.021	0.05	0.10	0.005	0.004	0.025
B	1.07	0.23	0.24	0.010	0.014	0.03	0.09	0.007	0.007	0.021
C	1.04	0.24	0.18	0.008	0.013	0.03	0.10	0.006	0.005	0.021
D	1.04	0.22	0.21	0.007	0.014	0.04	0.09	0.008	0.004	0.038
E	1.06	0.25	0.27	0.013	0.016	0.04	0.09	0.006	0.005	0.028
F	1.06	0.22	0.23	0.010	0.015	0.06	0.09	0.008	0.005	0.034

加工度が進むにつれてオーステナイト結晶粒の粗大化温度は低くなり、結晶粒粗大化の感受性が大変強くなっている。このように、加工度の増加とともに結晶粒粗大化の感受性の傾向は SCHEMPP と SHAPIRO の実験からも明らかである。彼らは表3の組成を有する炭素工具鋼の試料を用いて実験した。実験は12"の長さで3"径の試料を980°C, 1090°C, 1200°Cの温度で3"の長さ6"径の一定の寸法に据込み鍛造した試料を927°Cで8h 滲炭した。また別試料10"の長さで2"の径のものを1090°Cの温度からいろいろの加工度に加工して冷却した。さらに927°Cで4, 8, 16h 滲炭し滲炭粒度を見た。その結果鍛造温度が高い程また加工度が大きい程結晶粒は粗大化の様相を示すとして、オーステナイト結晶粒度が変化することを述べている。最近の研究報告によると熱間加工によつて、オーステナイト結晶粒度は変化するが、鍛造温度、鍛造終了温度、加工度、阻止物質の挙動などの問題のうち加工度はオーステナイト結晶粒度に影響しないということが唱えられ、これが大勢を占めつつある。古くからも加工度とオーステナイト結晶粒度とは関係がないとの説⁹⁾もあつたが、それはオーステナイト結晶粒度の「固有の粒度」という観念から論ぜられていた。荒川、小田¹⁰⁾は C 0.18%, Si 0.22%, Mn 0.49%, P 0.014%, S 0.026%, Cu 0.16%, Ni 0.05%, Cr 0.03%, sol Al 0.012%, N 0.006% の試料を1160°Cから鍛造し、鍛造の終了温度を800°Cとして、鍛造比を5, 15 および32と変化させた。さらにこれらを875°C, 925°C, 975°C, 1025°C, 1075°Cの各温度で6h 滲炭した滲炭粒度と加工度との関係は図6に示す。その結果オーステナイト結晶粒度と加工度との間には一義的な関係はみられなく、粗大化温度は加工度に全く影響されていないことが認められたと報告している。田坂¹¹⁾は C 1.02%, Si 0.27%, Mn 0.40%, P 0.007%, S 0.008%, Cu 0.013%, Cr 1.51% の軸受鋼を使用して軸受鋼の寿命について色々な因子を研究した。実験方法としては前記組成の鋼500kgを熱間鍛造し、鍛造比を4.5, 15.6, 30.5, 84.9, 190, 762に鍛造

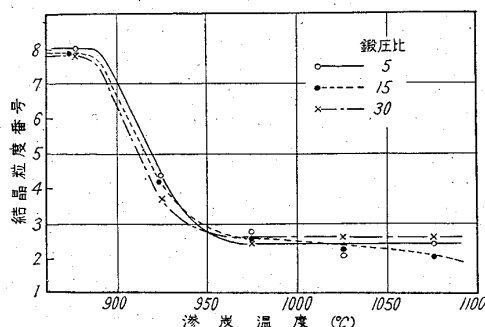


図6 オーステナイト結晶粒度におよぼす鍛圧比の影響 (加工のまま)加工終了温度800°C

表4 鍛造比とオーステナイト粒度との関係

オーステナイト化の条件	鍛造比	4.5	15.6	30.5	84.9	190	762
840°C × 30分	8<	8<	8<	8<	8<	8<	8<
880°C × 30分	7.7	7.7	7.6	7.5	7.5	7.6	7.6
920°C × 30分	7.3	7.2	7.2	7.3	7.2	7.3	7.3

し、840, 880, 920°Cの各温度に30mn間のオーステナイト化条件で酸化法によりオーステナイト結晶粒度を判定した。結果は表4の通りである。それより鍛造比が粒度に余り影響していないことが報告されている。

加工度はオーステナイト結晶粒度に影響を与えないとする研究は多く、種々の鋼種または実験の方法によつて証明¹²⁾されている。

c) 鍛造温度、および鍛造終了温度の影響

上述のように加工に伴う問題のうち加工度とオーステナイト結晶粒の間には一義的な関係はないが、その他の問題がオーステナイト結晶粒にどのような影響をおよぼすかについて実験した報告がある。すなわち鍛造温度、鍛造終了温度が結晶粒におよぼす影響について実験している。SCHEMPP と SHAPIRO⁹⁾は前処理としての鍛造温度が高いと、オーステナイト結晶粒は粗大化することを述べ、鍛造の開始温度もまた結晶粒に影響をおよぼすことを指摘している。

SPILARSKI および LUKOMSKI¹³⁾も C 0.46%, Mn 0.97%, P 0.017%, S 0.032% の試料を使用して数種

の加工をしたが加工開始温度が高い程結晶粒は粗大化することを述べている。さらにこの開始温度が結晶粒に影響をおよぼす実験報告¹⁴⁾がある。C 0.16%, Si 0.29%, Mn 0.76%, P 0.017%, S 0.008%, Cu 0.15%, Ni 0.07%, Cr 1.02%, sol Al 0.030%, N 0.0108% の組成の S Cr21 を使用して、70mm ϕ の熱間圧延素材を 1100~1200°C に約 1h 加熱後、それぞれ表面温度が 1000°C, 900°C, 800°C になるまで空冷して、その温度で鍛造を開始した。これらについて J I S 規格通り 925°C で 6h の滲炭粒度を見ると、1000°C での粗大化温度は最も高く 900°C がそれにつき、800°C の場合が最も低くなっていることが認められた。SANDERS¹⁵⁾は前処理としてではないが C 0.48~0.53%, Si 0.15~0.30%, Mn max 0.040%, P max 0.040%, S max 0.050%, Cr 0.8~1.10% の材料を使用して、種々の温度で加工度を変化させて、鋼の性質を調べたうちで、鍛造温度を 980°C~1175°C に高めることにより、その材料の機械的な性質は改善され、さらに鍛造温度を高めて 1205°C~1260°C での鍛造ではオーステナイト結晶粒の微細化が行なわれて組織が均一になったことを述べている。

前処理としての鍛造終了温度もオーステナイト結晶粒度に大きな影響をおよぼす。荒川、小田¹⁰⁾は前述したように加工度とオーステナイト結晶粒度とは一義的な関係はないと報告していたが、鍛造の終了温度と大きな関係があるとして、加工終了の温度を 700~900°C に変化させて加工比を一定とした試料の滲炭によるオーステナイト結晶粒の成長特性曲線を図示すると図 7 となつたと報告している。加工終了温度によつて結晶粒の粗大化温度に差を生じ、低温で加工を終了した場合のオーステナイト結晶は粒低温での粗大化がいちじるしいことが明瞭に認められる。実験方法としては S Cr21 の素材を 1160°C \pm 50°C に加熱し鍛圧比を 5, 15, 30 とし、加工終了温度を各鍛圧ごとに 700, 800, 900°C とした。さらに滲炭温度として 875, 925, 975, 1025, 1075°C の

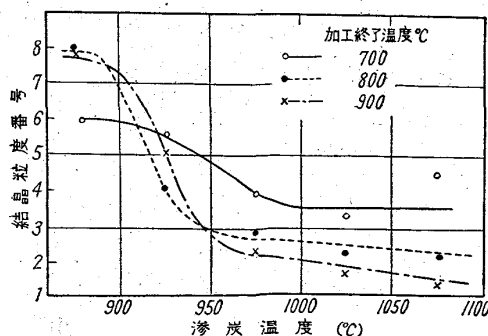


図 7 オーステナイト結晶粒度におよぼす加工終了温度の影響(加工のまま)鍛圧比 15

各温度で 6h 滲炭させて、オーステナイト結晶粒度の成長特性曲線を求めている。図 7 から 800 および 900°C で加工終了した試料の粗大化温度は図 6 の粗大化温度と一致するが 700°C, つまり 3 つの実験の中の最も低温で加工を終了した場合には 875°C での滲炭粒度はすでに粗大化していて、その後の粗大化は緩慢で他の試料にくらべて細かいことがわかる。萩原¹⁶⁾は前処理の影響という訳ではないがシートバーから熱間圧延によつて薄板を製造する際に結晶粒は熱間圧延の仕上り温度が高いほどまた焼鈍温度の高いほど粗大化すると報告している。

IV. 冷間加工の影響について

冷間加工もまたオーステナイト結晶粒度に影響を与えるが従来の研究報告で冷間加工とオーステナイト結晶粒度との関係に關したものは割合少ない。冷間加工をほどこした試料をオーステナイト域まで昇温したならば、オーステナイト結晶粒度がどのように変化するかは、その研究者、実験方法などによつて必ずしも一致した傾向を示していない。一方は冷間加工によつて結晶粒は粗大化すると述べ、他方においては反対の実験報告を出している。冷間加工によつてオーステナイト結晶粒が粗大化すると言ふ説は古くは SANVEUR¹⁷⁾の実験でブリネル硬度試験した試料の圧痕がついた変形部は再加熱するとオーステナイト結晶粒成長の傾向を示すという研究報告がある。同様に SCHEMPP と SHAPIRO⁸⁾ は曲げをうけた試料の曲折部は滲炭後のオーステナイト結晶粒が粗大化しており、さらに表 5 を示して冷間引抜きによつても、その後のオーステナイト結晶粒度は粗大化し、粗大化温度が低下すると McCARTHY¹⁸⁾ の説を紹介して述べている。表 5 は McCARTHY のデータである。冷間加工によつてオーステナイト結晶粒が微細化するという説は SCHEMPP と SHAPIRO⁸⁾ が別実験によつて報告している。実験は 300 kg の荷重でブリネル硬度を測定した後の圧痕の個所に滲炭後細粒の円周が生じることを述べている。PORTEVIN は熱間圧延により 9mm ϕ にした 0.85% C, 0.5% Mn の試料を用いて、921°C から 527°C の鉛浴に焼入後、ダ

表 5 冷間引抜きの粗大化温度についての影響

直径	面積 In	減少率	硬さ HB	粗大化 温度 °C
0.361	0.1023		91.8	927
0.330	0.0855	16.5	99.3	899
0.296	0.0642	37.3	102.6	871
0.268	0.0564	44.8	103.4	871
0.239	0.0448	56.3	103.6	816
0.210	0.0346	66.2	106.3	
0.181	0.0257	74.8	107.1	

表 6 供試材 化学 成分

供試材	化 学 成 分 (%)								オーステナイト 粒 Gc925°C×6h	Al 添加 %
	C	Si	Mn	P	S	Cu	Cr	可 溶 Al		
E	0.34	0.05	0.75	0.015	0.025	0.18	0.10	0.103	8.0	3.0 (取 鋼)
D	0.31	0.05	0.65	0.014	0.030	0.17	0.09	0.015	4.5	3.5 (取 鋼)

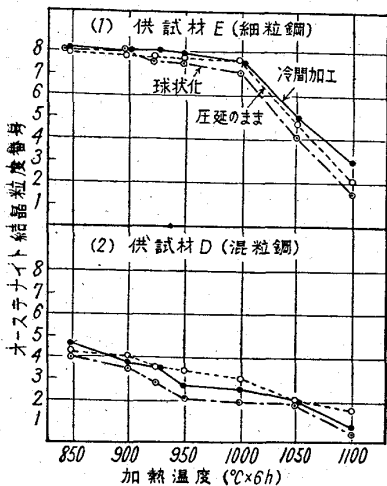


図 8 各供試料の結晶粒成長特性

イスを通して9 mm~6mm の直径に落している。さらに鉛浴焼入れをくり返して6 mm~2mm に落している。その結果 920°C で 8h の滲炭粒度は小さくなっていると述べている。益子²⁰⁾は表6の Al キルド鋼を用いて球状

したがって、次の加熱における粗大化温度が上昇することを認めた。この実験では熱間圧延したままの材料とまた焼鈍した材料についても実験し図示しているが冷間圧延度の増加に伴って一般に粗大化温度は上昇する傾向を見せている。しかし粗大化温度の成長は漸進的ではなく、圧下率の低い所で一時むしろ低下する点が見られる(図9)。滲炭粒度を現出させるために升温する以前に750°C で焼鈍した試料については粗大化温度は上昇している。McCarthy¹⁸⁾も実験によつて、冷間加工度の小さいときには一時粗大化温度は低下するが、加工度が大になると上昇することを述べている。さらに LESLIE, RICKELT, DOTSON および WALTON²²⁾らは低炭素鋼を使用して、オーステナイト結晶粒の60%加工したものとまた全く加工しないものとを比較して60%加工した試料の結晶粒粗大化温度が上昇することを指摘している。冷間加工のオーステナイト結晶粒への影響は粗大化温度が単に上昇するとか、また低下するというだけでなく、冷間加工度に臨界点があつて、その点の前後によつて粗大化温度に差異が生ずるものと思われる。

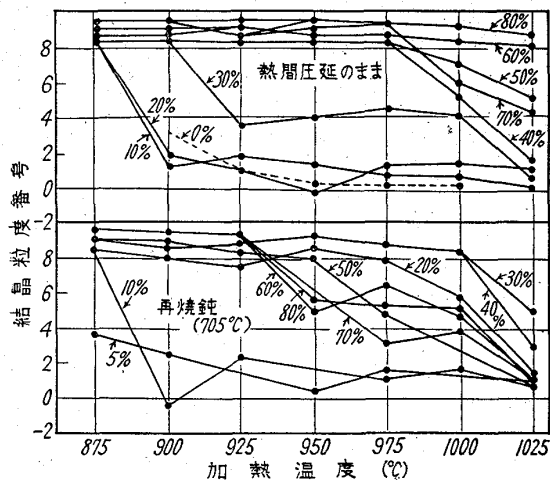


図 9 冷間圧延率の変化と結晶粒の成長特性

化処理をほどこした円板に 250 t プレスで深絞りをしその最も加工量の大きなカップ上端の円周部より試料を採取して実験している。その結果は図8に示してあるが、冷間加工によつて粗大化温度が上昇すると結論している。河村、石田²¹⁾などは C 0.15%, Si 0.25%, P 0.006%, S 0.010%, T.Al 0.025%, T.N 0.0115%, Al₂O₃ 0.016% の組成を有する鋼を使つて 10~80% 冷間圧延の影響を調べている。結果は図9に示す通りであるが、熱間圧延によつて、粗大化温度の低くなつた材料を選んで冷間圧延をしたところが圧下率が大きくなるに

V. 前処理と AlN の挙動について

a) AlN と Al₂O₃

今まで述べてきたように前処理によつてオーステナイト結晶粒度が変化するのも結晶粒成長を阻止する因子に変動がおこることが推思される。しかしその要因については余り明確化されていない。従来オーステナイト結晶粒を支配する因子としては、色々な阻止因子が発表されてきたが、主として AlN²³⁾²⁴⁾²⁵⁾, Al₂O₃²⁶⁾²⁷⁾, AIS²⁸⁾²⁹⁾, met Al³⁰⁾ など製鋼造塊時に強制脱酸剤として添加される Al によるものと思われる。中でも Al₂O₃, AlN が結晶粒阻止因子として重要な役割りを果たすという研究発表が多い。このような微細な介在物が結晶粒の成長を阻止したりまた粒界の移動を妨げたりすると考えられる。これらが結晶粒の阻止因子として働く場合には、その含有量はもちろんであるがその分散の形、分散微粒子の大きさにも影響があるように思われる。Born と Koch²⁵⁾またその他の研究者によつて AlN が結晶粒微

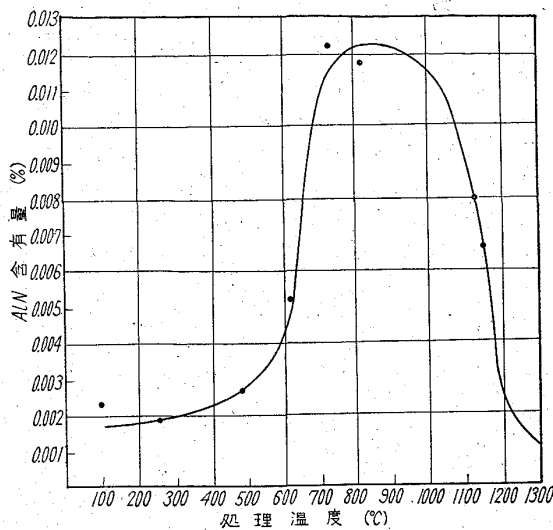


図10 熱間圧延鋼板の AlN 含有量の熱処理による変化 (Beeghly)

細化の主因子であり、 Al_2O_3 はオーステナイト結晶粒度成長阻止因子としては重要度が薄いと報告している。AlN のオーステナイト域での溶解度 (図10⁸¹⁾) から考えてもこの考えが最も妥当なように思われる。わが国においても阻止因子として AlN が大きな働きを示すことは多くの報告がある。長谷部⁸²⁾、荒川、小田⁸³⁾はこの AlN を電子顕微鏡で直接観察し引張、加工したときの AlN の挙動や型態について観察した結果を報告している。

b) 熱処理と AlN

永田、加藤⁸⁴⁾によれば2種の冷却条件を有する試料を室温から 400°C/h で再加熱すると、炉冷した試料では 0.0089% の AlN の析出量があつたが Ac_1 直下でもほとんど変化しなかつた。実験は C 0.14%, Si 0.26%, Mn 0.54%, P 0.018%, S 0.021%, Cu 0.22%, Ni 0.12%, Cr 0.08%, ΣAl 0.029%, N_2 0.009%, Al_2O_3 0.008% の試料を使用して鍛造比を 8 とし、1200°C から炉冷、水冷した。炉冷した場合と異なつて水冷し

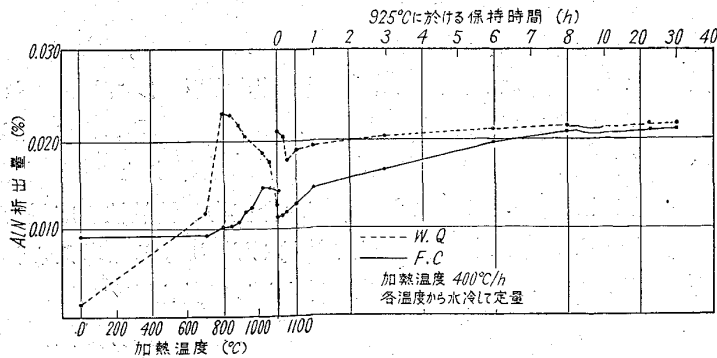


図11 前処理した試料の再加熱途上の AlN 析出量 S15CK ΣAl 0.029% N_2 0.009

た試料では常温から再加熱すると始めは 0.0014% しかなかつた AlN が Ac_1 直下において 0.0124% まで急激に増加し、炉冷した試料の AlN 析出とはいじりしく異なつている。これは図 11 に示す通りである。 $Ac_1 \sim Ac_3$ の間まで加熱すると 800°C で水冷した試料は急激に多量の AlN の析出をはじめ、 Ac_3 以後は昇温とともにオーステナイト中に溶解してゆく。925°C で昇温を停止して、保持すると始めの間はなお 800°C 以後の AlN の減少は続くが、約 10mn 後にはふたたび増加をはじめ、保持時間の増加とともに増大する。一方炉冷試料においては始めから AlN が徐々に析出しており時間とともにその析出量が多くなる。しかし水冷、炉冷した試料共、析出する AlN 量は 8h から 10h の保持でほぼ一致するのは、925°C での AlN の平衡値に到達したものである。また炭素肌焼鋼を用いて 1200°C より水冷炉冷の試料を 925°C に再加熱保持して、オーステナイト結晶粒の成長過程を高温顕微鏡で観察したが水冷した試料では 925°C に達する頃からオーステナイトの巨大な粒界があらわれはじめ約 20mn 間保持すると、粒界は明瞭に観察出来た。炉冷試料においては 925°C に 3h 保持してもオーステナイト結晶粒は細粒であり変態終了後に認められた結晶粒と同様であつた。前処理によつて水冷した試料では、オーステナイト域に入ると AlN はほとんど析出し終つており、したがつて AlN は生成したオーステナイトの粒界に無関係に分布していると思われる。しかも変態後 AlN がオーステナイトの中に溶解していくので変態後直ちに粗大化してゆくものと考えられる。したがつてオーステナイト生成初期の AlN の挙動がオーステナイト結晶粒度に大きな影響を与えるのもと思われる。炉冷した試料は Ac_3 変態を通過の後も 925°C \times 6h まで AlN が連続的に析出するので、その温度に保持したときには粒界の移動は阻止されて結局細粒を保つのであると述べている。

大竹⁸⁵⁾は C 0.11%, Si 0.03%, Mn 0.46%, P 0.010%, S 0.029%, T. Al 0.038%, sol Al 0.033%, N as AlN 0.0027% の組成を有する鋼を表 7 の熱処理条件で処理した。

さらに 950°C \sim 1150°C の間で各温度に 20mn 間保持後の結晶粒子の成長状況を調べて図12に示した。I 群では相当量の AlN の析出がおこつてゐるが II 群では余り析出量が多くなく、d においては全く AlN の析出は認めなかつた。III 群の f においても AlN の析出量はほとんどない。I, II の両群では一応ほとんど過飽和の状態でも過冷されてい

表 7 熱 処 理 条 件

組 別	熱 処 理 条 件	N as AlN (%)	
I	a	1200°C×30mn→F.C.→900°C×6h→A.C.	0.0005
	b	1200°C×30mn→800°C Pb Quench×2h→A.C.	0.0024
	c	1200°C×30mn→700°C Pb Quench×2h→A.C.	0.0023
II	d	1200°C×30mn→W.Q.	0.0000
	e	1200°C×30mn→W.Q.→700°C×400°C Pb Quench→A.C.	0.0025
III	f	1200°C×30mn→F.C.→930°C×1h→W.Q.	0.0001
	g	1200°C×30mn→F.C.→930°C×1h→W.Q.→700°C×4h(Pb Bath)→A.C.	0.0027

る。このように過飽和に過冷されたAINの加熱時の析出は、きわめて容易であつて、析出物は微細かつ均一に分布するのが通則であると述べ、AINの結晶成長阻止力はAINの大きさが小さくその分布が均一になつたものほどいちじるしいと結論して、併せて熱処理のオーステナイト結晶粒への影響はAINの含有量の多い試料が顕著

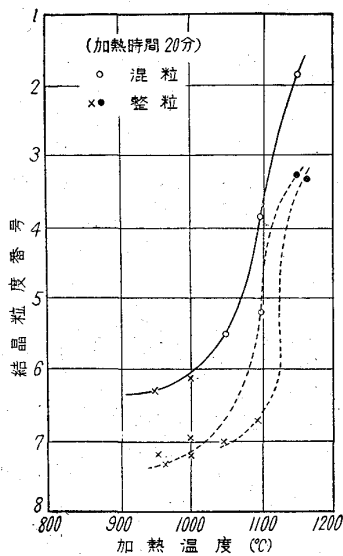


図12. 粒成長におよぼす熱処理の影響

であることを報告している。次にAINを恒温で析出せしめた場合のAINとオーステナイト粒度との関係は、AINが完全にオーステナイトの中に溶け込む温度まで加熱した後、種々な温度に一定時間保持してAINを析出せしめると、その保持温度によつて、その温度に特有な結晶粒の粗大化を起す現象からCr肌焼鋼(SCr22)を用いてAINの大きさや分布とオーステナイト結晶粒度が各保持温度によつて示す成長特性を調べた報告³⁶⁾がある。使用した材料の化学組成はC 0.21%, Si 0.23%, Mn 0.64%, P 0.014%, S 0.05%, Cu 0.15%, Ni 0.09%, Cr 1.02%, sol Al 0.022%である。実験は14mmφに圧延された試料を用いて、1100°C×1h保持後、950, 900, 850, 800, 700および600°Cに30mn間保持した後水冷した。これらの試料の滲炭粒度は図13に示すような成長特性を有する。図に見るごとく、950~800°CでAINを析出させた場合には結晶粒の成長は漸進的な成長を示すが700~600°Cで析出させた場合には突然型の成長が見られた。各温度に保持した場合のAINの析出量は表8に示した。AIN分布の状態は電子顕微鏡によつて観

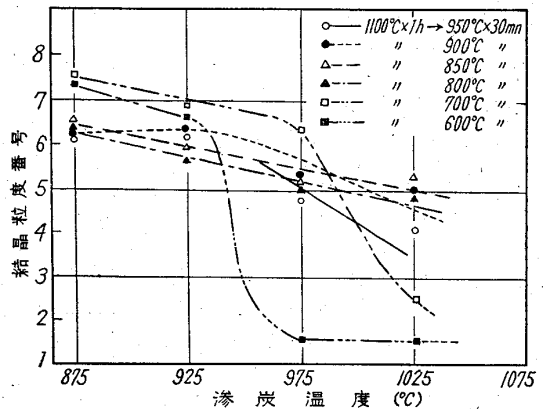


図13. AINを恒温析出せしめた鋼材の結晶粒成長特性曲線

表 8 恒温析出条件とAIN量との関係

析 出 条 件	N (AIN) %
1100°C×1h→950°C×30mn→W.Q	0.0022
〃 900 〃	0.0023
〃 850 〃	0.0027
〃 800 〃	0.0030
〃 700 〃	0.0041
〃 600 〃	0.0040

察したが、700°C前後の温度で析出させた場合には、比較的均一に分布し、低い温度で析出せしめた場合には、フェライトとパーライトの境界面に偏析したAINが認められる。このようなAINの分布状態もオーステナイト結晶粒度に差異を生ぜしめると報告している。

c) 加工とAIN

熱間鍛造は通常材料を1100~1200°C近くまで昇温してから行なうので、多くの場合AINは熱間加工時に、オーステナイト中に固溶されるが、加工後の冷却条件によつて析出するAINの大きさや、分散されたときの形および析出量に変化がおり、この変化が熱間加工後のオーステナイト結晶粒度に差異を生ずる原因となる。オーステナイト域でAINがオーステナイトの中に固溶されることはBEEGHLY³²⁾, LESLIE²²⁾その他多くの実験がある。加工比が増加すればAINの破壊、分散が激しく

行なわれて次の熱処理粒度や、滲炭粒度の現出のための加熱したときどのような挙動を示し、それがオーステナイト結晶粒度との関係はどうなるであろうか。荒川、小田³⁴⁾は電子顕微鏡によつて観察し、加工によつて分散された AlN は加工終了温度が高くて、かつ徐冷された場合にはパーライトとフェライトの境界面に近いフェライト側に境界面にそつて直角方向にならぶ傾向を認めている。この現象は加工後の冷却変態の際にフェライトは窒素の溶解度が小さいために、パーライトの窒素が富化されて境界面に析出するためであると報告している。そしてさらに、オーステナイトの結晶粒内部には AlN の析出は見られない。このような分布をしている AlN は結晶粒成長阻止力は最も大きい。一方低温で加工を終了した場合には AlN は微細な柱状となつてフェライト中に分散している。加工中の結晶のすべり、およびその後の再結晶の段階に AlN が析出し、その段階においてはまた、核の生成頻度が大きいために比較的均一に散らばつたものと思われる。比較的均一に散らばつた AlN は結晶粒の阻止力としては余り効果がなく、再加熱の際にははしたがつて、比較的低温でも結晶粒が粗大化するものであるとして、加工による結晶粒におよぼす影響を説明している。BORN, Koch²⁵⁾らもオーステナイト結晶粒と AlN の関係については、AlN のオーステナイト中への固溶現象だけでなく AlN の析出の形態に注意して研究する必要があることを指摘している。冷間加工においても AlN の析出は、わずかであるが等温析出速度を増加することを LESLIE, Rickelt, DOTSON, WALTON²²⁾らは炭素鋼を使つて加工しない材料と加工 60% した材料との AlN の恒温析出量を調べて報告している。

VI. 結 言

前処理がオーステナイト結晶粒度にどのような影響をおよぼすかについて文献、研究報告などから調べてみた。その結果古くからいわれていたオーステナイト結晶粒度の、固有の粒度とか、「先天性」という考え方は全く薄ぎ、前処理によつて結晶粒度が変化することは明らかとなつた。しかし各学者の説または研究者達の報告は必ずしも一致した傾向を示さないので今後もこの問題についてはさらに検討する必要があるものと思われた。

(昭和37年7月寄稿)

文 献

- 1) M. A. GROSSMANN: Trans. Amer. Soc. Metals, 22 (1934), 61
- 2) 大同製鋼: 学振 19 委, 5484
- 3) 大同製鋼: 学振 19 委, 5337

- 4) 永田, 加藤: 鉄と鋼, 44 (1958) 3, p.428
- 5) 益子: 鉄と鋼, 42 (1956), p. 482
- 6) E. KULA, & M. COHEN: Trans. Amer. Soc. Metals, 46 (1954), p. 727
- 7) 岡本: 鉄鋼材料, (コロナ社) (1961), 60
- 8) R. SCHEMPF & C. L. SHAPIRO: Trans. Amer. Soc., Metals, 125 (1937), Iron and Steel Div. 411
- 9) 柳沢, 山下: 住友金属技術報告, 昭和14年 鉄と鋼, 25 (1940) 12, p. 1027
- 10) 荒川, 小田: 学振 19 委, 6269
- 11) 田坂: 鉄と鋼, 44 (1958) 3, p. 416
- 12) 長谷部: 鉄と鋼, 47 (1961) 10, p. 510, 512, 1514
- 13) S. PLARSKI and H. LUKOMSKI: Wiadmosci Inst. Metallurg Metalarze, 5 (1938), p. 50
- 15) W. E. SANDERS: Trans. Amer. Soc. Metals., 22 (1934), p. 1051
- 16) 萩原: 鉄と鋼, 39 (1953) 3, p. 333
- 17) SANVEUR: Proceedings International Association Testing Materials, 11 (1912)
- 18) B. L. MCCARTHY: Iron Age, Oct. 10 and 17 (1935)
- 19) PORTVIN: Metal Progress, 32 (1937), p. 166
- 20) 益子: 鋼の結晶粒度に関する研究, 昭和35年
- 21) 河村, 石田: 鉄と鋼, 43 (1957), p. 241
- 22) W. C. LESLIE, R. L. RICKELT, C. L. DOTSON, C. S. WALTON: Trans. Amer. Soc. Metals, 46 (1954), p. 1470
- 23) E. HONDERMONT, H. SCHRADER: Arch. Eisenhüttenw., 12 (1939), p. 393
- 24) J. SCHUYTEN: Trans. Amer. Soc. Metals., 44 (1952), p. 853
- 25) K. BORN and W. KOCH: Stahl u. Eisen, 72 (1952), p. 1268
- 26) T. SWINDER, G. R. BOLSOVER: J. Iron & Steel Inst. (U.K.), 134 (1936), p. 457
- 27) C. H. HARTY: Trans. Amer. Soc. Metals, 33 (1935), p. 113
- 28) M. BEEYERTY: Trans. Amer. Soc. Metals, 30 (1942), p. 458
- 29) C. E. SIMS: Trans. Met. Soc. Amer. Inst. Min., Met & Pet. Eng., 162, (1945), p. 734
- 30) A. W. McQUAID: Trans. Amer. Soc. Metals, 23 (1935), p. 798
- 31) H. F. BEEGLY: Anal. Chem., 21 (1949), 12
- 32) 長谷部: 鉄と鋼, 47 (1961) 10, p. 1514
- 33) 荒川, 小田: 学振 19 委, 6407, 6597
- 34) 永田, 加藤: 鉄と鋼, 45 (1959) 3, p. 326
- 35) 大竹: 熱間における鋼の諸性質について(1961)55
その他参考文献
- 36) FRANSIS S. ROAD: Meeting of American Iron and Steel Inst., 21 (1924)
Foundry Trade J. Dec. 4 (1924), p. 482
- 37) FESZEZENKO-CZAPIWSKI and ADAM SZOZENPANSKI: Hutnik 1066~81 Chem. Zenta, 4099
- 38) R. L. SOLTER and C. W. BEATTIE: J. Metals, 3, 721, 1951
- 39) A. E. FOKK: Iron Age, 148 Aug. 28 (1941) 35, Sep. 4, 51