

a : Martensite tempered at 600°C
b : Bainite formed at 300°C and tempered at 550°C

Photo. 2. Microstructures tempered to the same hardness H_RC 43. ×10,000(2/3)

たときの両者の組織を示す。マルテンサイトの炭化物は非常に微細で球状化しているものが多い (Photo. 2 a)。250°C で生成したベイナイトの炭化物もほぼ同様でかなり球状化しているが、300°C で生成したベイナイトでは、ベイナイト葉内部で一定の角度をなして析出した細長い板状の炭化物が球状化不十分でそのままの形状をなしているものかなり観察される (Photo. 2 b)。このように下部ベイナイトでもその炭化物が球状化せずに板状をなしている場合には、応力集中をうけ脆化を起しやすく⁴⁾遷移温度を上昇させると考えられる。

フェライト基地中に炭化物が微細に分散した状態では、その機械的性質にはマルテンサイトやベイナイト自身の結晶粒度よりも炭化物粒子の形状や分布状態がより大きな影響をおよぼすと考えられる。昇温焼入れでマルテンサイト+ベイナイト混合組織にすることによってベイナイトのみの組織より靱性が向上したのは、先行のマルテンサイトによるベイナイト結晶粒の微細化そのものよりはそのことによって炭化物の析出が微細になったためと考えられる。ただ、本鋼の本実験における条件ではもともとベイナイトよりも靱性のすぐれたマルテンサイトが 25% 混在しているための効果が重複して現われていると考えられる。

5. 結 言

0.6% C-Ni-Cr-Mo 鋼の衝撃性質におよぼすマルテンサイトおよびベイナイト組織の影響を調べつぎの結果をえた。

(1) ベイナイトの靱性は変態温度の低下とともに著しく向上する。

(2) 高強度では (H_RC 50 前後およびそれ以上)、低温で生成したベイナイトおよび昇温焼入れによるマルテンサイト+ベイナイト混合組織の靱性は焼もどしマルテンサイトよりもすぐれている。

(3) 焼もどしによつて強度が低下した場合には (H_RC 45 以下)、250°C 以上で生成した焼もどしベイナイトの遷移温度は同一硬さの焼もどしマルテンサイトよりも高い。昇温焼入れでマルテンサイト+ベイナイト混合組織にすることによつてその靱性はベイナイトのみの組織よりもかなり改善され、変態温度が 250°C の場合には焼もどしマルテンサイトとほぼ等しくなる。

文 献

- 1) 中島, 荒木: 鉄と鋼, 52 (1966), p. 1621
- 2) C. D. BEACHEM: Trans. Amer. Soc. Mech. Eng., J. Basic Eng., 87 (1965), p. 299
- 3) C. D. BEACHEM: Trans. Amer. Soc. Metals, 56 (1963), p. 318
- 4) 横堀: 材料強度学, (1955), p. 77 [技報堂]
- 5) T. YOKOBORI: J. Appl. Mech., 24 (1957), p. 77

鋼のオーステナイト結晶粒度におよぼす熱処理の効果について*

神戸製鋼所, 中央研究所

鈴木 章・木下修司・伊藤孝道・上田武司

Effect of Heat Treatments on the Austenitic Grain Size of Steels

Akira SUZUKI, Shushi KINOSHITA
Takamichi ITO and Takeshi UEDA

1. 緒 言

通常、鋼のオーステナイト結晶粒度を調整するために Al の添加が行なわれているが、この Al 添加によるオーステナイト結晶粒度の微細化には AlN の析出粒子が大きな役割を果たしていることが知られている¹⁾。そのために鋼の加工、熱処理工程における結晶粒度の変化を AlN の挙動と結びつけて理解しようとする試みがなされている²⁾³⁾が、その関係はきわめて複雑で十分理解しがたい。

本研究では、とくに前処理とオーステナイト結晶粒の粗大化温度の関係を AlN の析出量、析出状態との関係において明らかにするために、電子顕微鏡による AlN の観察ならびに化学分析による AlN 量の分析を通じて各種の前処理と粗大化温度の関係について考察してみた。

2. 供試材および実験方法

供試材は Table 1 に示す Al 量の異なつた 2 種類の Cr-Mo 鋼で、いずれも 100kVA 塩基性高周波炉で溶製後熱間圧延によつて 25 mm φ に仕上げた。なお、両供試材の変態点はいずれも $A_{c1}=755^{\circ}\text{C}$, $A_{c3}=845^{\circ}\text{C}$ (3°C/min にて加熱) である。

* 第73回講演大会にて発表 講演番号 195 昭和42年5月18日受付

熱処理にあたっては恒温保持中の温度変化をできるだけ小さくし($\pm 3^\circ\text{C}$), 急熱を行なうためには塩浴を用い, 所定の温度まで 4~8 min で加熱した. AIN の分析は学振制定のブロムエステル法に準じた. 結晶粒の現出にはオーステナイト状態から水焼入れを行ない, これをピクリン酸飽和水溶液にドデシルベンゼンスルホン酸ソーダと塩化第1銅を加えた液にて腐食する方法を用い, さらに結晶粒度の測定は学振制定第2法(線分法)で行なつた.

電子顕微鏡観察のための試料はカーボン抽出レプリカ法により AIN を抽出し作製した. レプリカの作製には第1段腐食液として 1%硝酸アルコール溶液, 第2段腐食液としては 4%硝酸アルコール溶液を用い, 自然剝離した.

3. 試験結果および考察

3.1 加熱温度, 時間と析出 AIN 量

1200°C に 1 hr 保持して AIN を完全に固溶させた後の冷却過程, ならびに溶体化後一度室温まで急冷した後の再加熱過程において, 600~1150°C 間の各温度 (50°C 間隔) にいろいろの時間保持した場合の AIN の析出量を求めた結果を Fig. 1, 2 に示す. 加熱過程において析出させた場合, AIN 含有量の少ない sample B では 750~800°C において AIN の析出量が急激に減少し, 900°C では 5 hr 加熱しても 60 ppm 程度しか析出していないにもかかわらず, Al 含有量の多い sample A では 1000~1050°C にいたつてもなおかなりの量の AIN が析出している. また冷却過程における AIN 析出量と温度の関係は Al 含有量によつてやや異なる曲線を示し, Al 量の多い sample A では 700°C 付近の最大のほかに 1050°C 付近において極大を示す. 冷却過程での恒温保持の場合, 1000~800°C の温度域で析出量が少ないのは加熱過程にくらべて析出速度が非常におそく, 平衡に達していないためと思われる. また両過程における 700~750°C 付近での析出量の最大は α - γ 変態と関係があり, フェライト中での N の溶解度がオーステナイト中でのそれに比較して非常に小さいこと⁴⁾, Al, N とともにフェライト中での拡散速度はオーステナイト中よりもかなり大きいことに起因している. さらに sample A の冷却過程における析出曲線が 1050°C 付近で極大を示すのは温度と AIN の析出速度ならびに AIN の溶解度の相対的な関係によるもので, 高温ほど拡散は容易であり, したがつて析出速度も大であるが, 同時に溶解度も大きくなり, 析出 AIN 量が減少する結果と考えられる.

3.2 溶体化後のオーステナイト化温度とオーステナイト結晶粒度

供試材を 1200°C に 1 hr 加熱保持して AIN をオーステナイト中に固溶させた後水冷し, 再び 850~1150°C

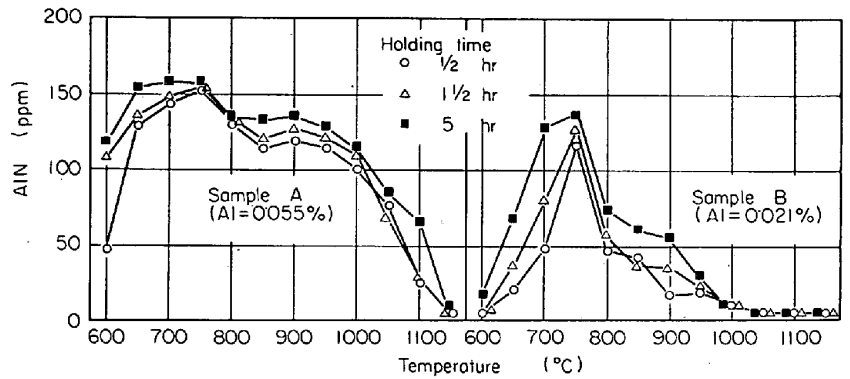


Fig. 1. Amount of AIN in steels reheated at various temperatures after solution quenching at 1200°C.

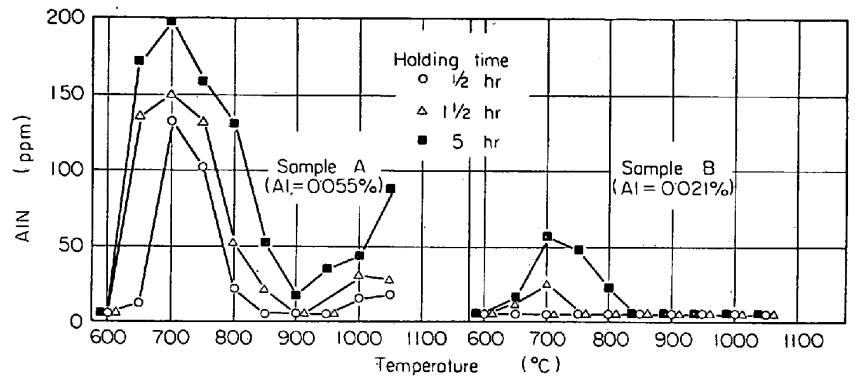


Fig. 2. Amount of AIN in steels heated at various temperatures on cooling from solution treated temperature of 1200°C.

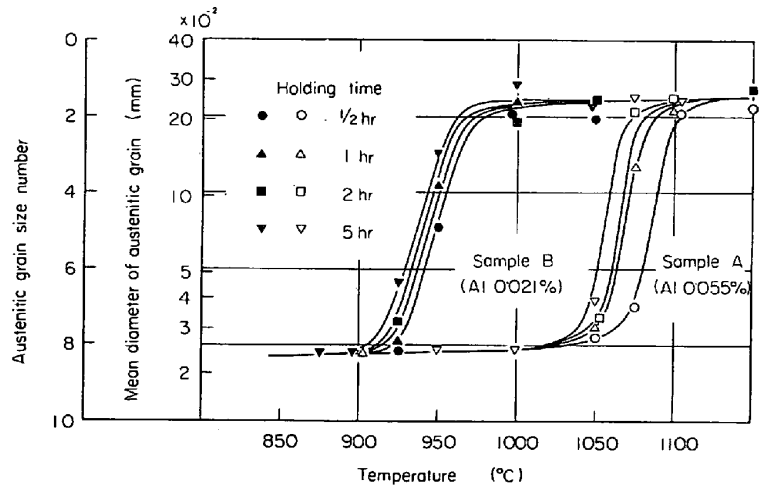


Fig. 3. Growth characteristics of austenitic grains of steels solution quenched at 1200°C.

の温度に加熱した場合の加熱温度, 時間と結晶粒度の関係を Fig. 3 に示す. この場合の析出 AIN 量は Fig. 1 の温度と AIN 量の関係にそのまま対応するものである. 両供試材間において粗大化前の結晶粒度には差がなく, 単に細粒-粗粒の遷移温度のみが異なることから, この程度の Al, N 量の場合には初期粒度 ($\alpha \rightarrow \gamma$ 変態直後のオーステナイト結晶粒度) はほとんど影響をうけないことがわかる.

3.3 前処理と結晶粒粗大化温度の関係および電子顕微鏡による AIN の観察

Table 2 に AIN の挙動を主体に考えた熱処理を行な

Table 1. Chemical composition of steels (%).

| Samples | C | Si | Mn | P | S | Cu | Ni | Cr | Mo | ΣAl | sol. Al | ΣN |
|---------|------|------|------|-------|-------|------|-------|------|------|-------|---------|--------|
| A | 0.22 | 0.26 | 0.45 | 0.005 | 0.008 | 0.08 | <0.10 | 1.05 | 0.15 | 0.055 | 0.048 | 0.0067 |
| B | 0.20 | 0.26 | 0.45 | 0.005 | 0.008 | 0.08 | <0.10 | 0.99 | 0.15 | 0.021 | 0.013 | 0.0063 |

Table 2. Austenitic grain coarsening temperatures on reaustenitizing after various heat treatments.

| No. | Heat treatments | Sample A (Al=0.055%) | | Sample B (Al=0.021%) | |
|-----|----------------------------------|----------------------|------------------------------|----------------------|------------------------------|
| | | AlN (ppm) | Coarsening* temperature (°C) | AlN (ppm) | Coarsening* temperature (°C) |
| 1 | 1200°C × 1hr WQ | <5 | 1025~1050 | <5 | 900~925 |
| 2 | 1200°C × 1hr → 1050°C × 5hr WQ | 86 | 925~950 | <5 | 875~900 |
| 3 | 1200°C × 1hr → 800°C × 3hr WQ | 115 | 925~950 | 10 | 875~900 |
| 4 | 1200°C × 1hr WQ → 900°C × 1hr AC | 120 | 1025~1050 | 30 | 900~925 |
| 5 | 1200°C × 1hr WQ → 800°C × 3hr WQ | 130 | 925~950 | 60 | 875~900 |
| 6 | 1200°C × 1hr WQ → 700°C × 3hr WQ | 150 | 1025~1050 | 115 | 925~950 |

* Holding time : 5 hr

| No. | Heat treatments | Electron micrographs | Identifications |
|-----|--------------------------------------|----------------------|-----------------|
| 2 | 1200°C × 1hr → 1050°C × 5hr WQ. | | |
| 4' | 1200°C × 1hr WQ → 900°C × 5hr WQ. | | |
| 5' | 1200°C × 1hr WQ → 800°C × 5hr WQ. | | |
| 6' | 1200°C × 1hr WQ → 700°C × 5hr WQ. | | |

Photo. 1. Electron micrographs (replicas) of AlN in sample A after various heat treatments.

つた後オーステナイト化したときの結晶粒粗大化温度（粗大化開始温度）ならびにその熱処理後の析出 AlN 量を示す。この表からわかるように、同一供試材においても、その前処理により粗大化温度は変化し、その度合は Al 含有量の多い方が顕著である。

Photo. 1 に sample A に対して典型的な 4 種類の処理を行なった場合の抽出レプリカ法による AlN の電子顕微鏡写真を示す。それぞれの処理番号は Table 2 のそれに対応するものであるが、プライムをつけたものは観察、同定を容易にするために加熱保持時間を長くしたもので、処理 4' では処理後の冷却方法も異なっている。

処理 2 で見出される AlN は 0.5~1 μ 程度の大きいもので棒状、板状、あるいは角ばった形状を有している。

処理 4' では大きさは大体 0.3 μ 以下で、小さいものは粒界に多く析出しているのが認められた。

処理 5' では 0.1 μ 以下の微細な AlN が α 相中に析出しているのが認められるが、オーステナイト（マルテンサイト）中にはそれらは認められなかった。

処理 6' では均一に析出する AlN と思われる微細な析出物が認められるが、同定はできなかった。

なお、処理 4'~6' において Table 2 に示す処理 4~6 のように保持時間を短くした場合には、処理 4'~6' と同傾向の観察結果が得られたが、いずれの場合にも析出物が小さいため同定できなかつた。

オーステナイト結晶粒の粗大化を抑制するためには、オーステナイト化温度において適量の AlN が存在していることが第 1 条件であるが、その他にその析出状態も問題になりそうである。ZENER⁶⁾ によると析出物が粒界移動を阻止する力は析出物の半径に逆比例し、析出物の量に比例する。したがってこの場合にも、粗大化温度を高くするには、できるだけ高い温度まで適量の AlN が微細に、しかも均一に分布していることが好ましい。

このような観点ならびに Photo. 1 の結果から Table 2 における sample A の結果について考えると、粗大化温度におよぼす前処理の効果はその後のオーステナイト化温度における AlN の析出状態におよぼす効果と考えられる。すなわち、処理 1, 6 では高温からの急冷により固溶されていた AlN がつぎのオーステナイト化のための加熱、あるいは析出速度、析出量の大きい 700°C の加熱により微細かつ均一に分散し、また処理 4 でもオーステナイト領域への再加熱により AlN が析出し、しかも加熱時間も長くないので凝集することもなく微細かつ均一に分散し、これがつぎのオーステナイト化のときにもそのまま引きつがれるものと考えられる。しかしながら処理 3, 5 では前処理温度が $\alpha + \gamma$ 2 相領域のため、AlN が α 相中に優先的に析出して分布に不均一を生じ、これが粗大化温度の低下をひき起こしたものと考えられる。また処理 2 では高温で粗大な AlN が析出するため粒成長阻止に有効な AlN の量が減少し、これが粗大化温度の低下の原因と考えられる。以上のようなことはもちろん sample B についても考えられるが、sample B では Al 含有量が少ないために粗大化温度が相対的に低く、前処理の効果がいちじるしくあらわれないものと推察される。

4. 総 括

Al 量の異なる 2 つの Cr-Mo 鋼を用いて、熱処理と AlN の挙動とオーステナイト結晶粒の粗大化温度について検討した結果、つぎのことが明らかになった。

(1) AlN はオーステナイト結晶粒の初期粒度にはほとんど影響をあたえず、その結晶粒微細化作用は粒成長阻止にある。

(2) オーステナイト結晶粒の粗大化温度を高くするにはできるだけ高温まで適量の AlN が微細かつ均一に析出分散していることが好ましい。したがって存在する AlN の量が少ない場合には温度による AlN の量的変化が問題になるが、多い場合にはいろいろな処理による AlN の析出状態の変化が重要になる。

文 献

- 1) たとえば K. STRANSKY and M. KRALOVA: Metal treatment and drop forging, 30 (1963), p. 487
- 2) 今井, 佐々木, 香川: 鉄と鋼, 48 (1962), p. 1592
- 3) 今井, 佐々木: 日本金属学会誌, 28 (1964), p. 371
- 4) L. S. DARKEN and R. W. GURRY: Physical

Chemistry of Metals, (1953), McGraw-Hill, p. 372

5) W. C. LESLIE, R. L. RICKETT, C. L. DOTSON and C. S. WALTON: Trans. Amer. Soc. Metals, 46 (1954), p. 1470

6) J. E. BURKE: Grain Control in Industrial Metallurgy, (1949), Amer. Soc. Metals, p. 56

迅速窒化鋼の窒化層について*

特殊製鋼

工博 日下邦男・津金不二夫・鶴見州宏

On the Nitrided Case of Rapid Nitriding Steel

Dr. Kunio KUSAKA, Fujio TSUGANE and Kunihiko TSURUMI

1. 緒 言

一般にガス窒化は 50hr 以上を要し窒化法の欠点とされているが、数年前より開発された Ti を約 2.5% 含む迅速窒化鋼は数時間で十分な硬化層が得られるすぐれた特性を持ちすでに実用化されている。しかし一方窒化層境界で硬度が著しく変化する欠点もあり、従来の窒化鋼とはかなり異なつた性質を示している。迅速窒化鋼については種々研究されているが^{1)~6)}、窒化層についてはほとんど検討されておらず、また窒化の機構も明らかでないのでそれらについて検討した結果を報告する。

2. 試料および実験方法

100 kg 真空溶解炉によつて溶解した迅速窒化鋼 N6 と 10 t エル炉により大気溶解した標準窒化鋼 N1 (JIS SACM 1) を用いた。試料の組成を Table 1 に示す。

窒化処理として通常の方法および 2, 3 の塩浴窒化を行なつた。まず窒化層を X 線回折により窒化相を同定し、代表的なものの窒素分布、組織、硬度、格子定数などについて N1 鋼と N6 鋼を比較し検討した。X 線回折は Co K α 線と Fe K α 線を用い試料表面よりエメリー紙または平面研磨機により研削し、その都度回折した。窒素濃度は表面付近は酸による溶解法により、また内部は切粉により求め組み合わせた。

3. 実験結果および考察

3.1 X 線回折結果

Fe-N 系平衡状態図において室温で窒化物として現われるものは ζ 相 (Fe₂N), ϵ 相 (Fe₃N) および γ' 相 (Fe₄N) の 3 種であるが、 ϵ 相は広い成分範囲にわたつているため組成により回折線位置が大ききずれ、また ζ 相と回折線位置がきわめて類似しているのとくに区別しないことにした。Fe target では K β による回折線が多少現われたが Co target とほとんど同一の相が検出できた。N6 鋼の 525°C にて 60hr ガス窒化したときの回折線の 1 例を Fig. 1 に示す。種々の処理を行なつた試料について求めた結果を整理すると Fig. 2 のごとくなつた。ここで α' 相は冷却速度の速い場合のマルテンサイトの名付けたが、窒化層の α 相はひずみが大きい

* 第 73 回講演大会にて発表 講演番号 158 昭和 42 年 5 月 10 日受付