

Fig. 1 に示した各鋼について常温時効をさらに長期間行なつたが 5 年経過後においても、硬化した試料と硬化しなかつた試料のどちらにも硬さの変化はみられなかつた。長期間時効では前報¹⁾の実験で 12 年間常温時効をした結果もまったく同様であつた。

3.2 焼戻時効

Fig. 2 は 40°C および 70°C, Fig. 3 は 100°C 時効の結果を縦軸を Fig. 1 と同様にして示したものであり、これらの結果をつうじていずれの試料鋼でも焼戻温度を高くすれば硬化は急速に起こるが、到達する最高硬度値は低くなる。また炭素量の多い鋼は少ないものに比べて硬化はより速やかに行なわれることも常温時効と同様である。Fig. 2 においては各試料の硬化は、40°C では時効処理開始後約 1.5 hr 程度、70°C では約 30 min, また Fig. 3 の 100°C 時効では約 30 min 以下の時間を経た後硬さ上昇がみられるが、これらの各場合をつうじて鋼種 A の 0.02% C 含有試料では硬化しているけれども、鋼種 B および鋼種 C では 0.02% C, また鋼種 D では 0.04% C 量以下の鋼には硬化を生じないことも常温時効の場合と同様である。Fig. 4 は Fig. 1~3 の結果により、各試料鋼の時効による硬さ増加量を鋼の炭素量に対して、常温および 100°C 時効の場合について例示したものである。これによれば、大気中溶製 Al 添加試料鋼もアルミナ質および高アルミナ質ルツボによる真空溶解試料鋼の 3 者は硬化量においては類似の傾向をもつようであり、また鋼種 B 中の真空溶解 Al 添加試料鋼とマグネシアルツボによる真空溶解試料鋼とは類似の傾向がみられるとみなしてよいようである。常温時効では図示

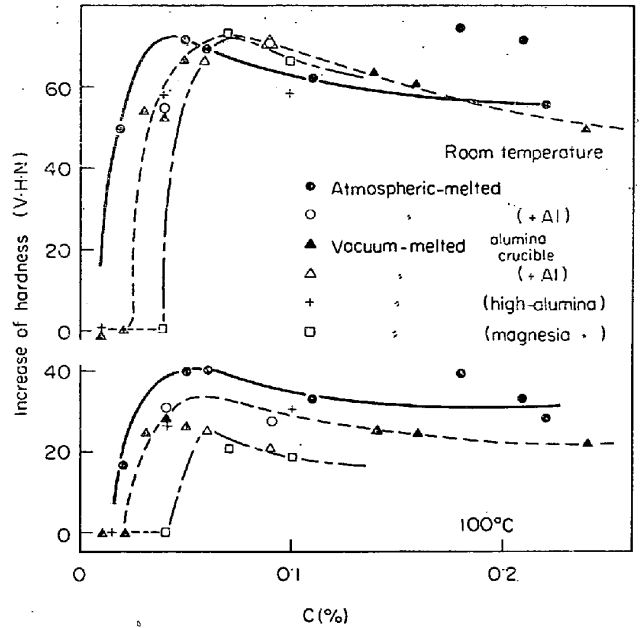


Fig. 4. Relation between the hardness-increase due to aging at indicated temperatures and the carbon contents of specimens.

のように、最大硬化量を生ずる鋼の炭素量が真空溶解鋼は大気中溶製鋼よりも 0.02~0.03% 程度多いと考えられるが、この量は鋼中空素の減少量に相当するものであろう。また焼戻時効の場合は図の 100°C 時効の場合にみられるように真空溶解鋼は大気中溶製鋼よりも硬化量は少であり、ことにマグネシアルツボを使用した試料鋼はもつとも硬化量が少ない結果を示した。

4. 結 言

アルミナ、高アルミナ、マグネシヤ質の市販ルツボを使用して炭素約 0.25% 程度以下の低炭素鋼を高周波真空溶解し、その焼戻時効性を大気中溶製鋼と比較してルツボ材の影響について調べた。その結果真空溶解により鋼の硬化性は減少し、大気中溶製鋼の炭素 0.02% 含有試料ではかなりの硬化性が認められるのに対して、アルミナ質およびマグネシヤルツボを使用した真空溶解鋼では、それぞれ 0.02% および 0.04% 以下の炭素量の鋼には硬化性が認められなかつた。

文 献

- 1) 山田, 横山, 中村, 漆原: 金属学会誌, 21(1957) 3, p. 141
- 2) 山田, 横山, 中村, 漆原: 金属学会誌, 21(1957) 4, p. 231

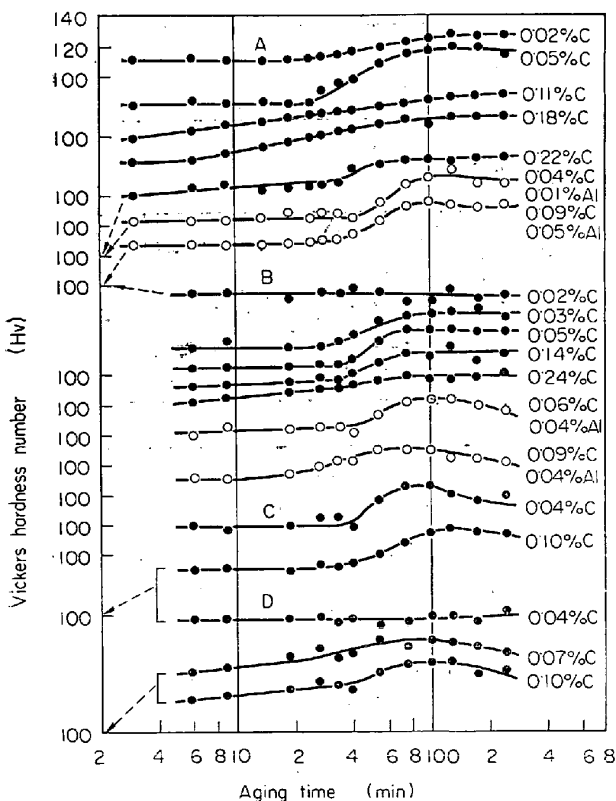


Fig. 3. Aging at 100°C of specimens after water-quenching from 700°C-1 hr.

(236) 珪素鋼の 2 次再結晶過程について

住友金属工業, 中央技術研究所 ○松岡 孝
Kinetics of Secondary Recrystallization in Silicon Iron

Takashi MATSUOKA

1. 結 言

不純物を適当に分散させた珪素鋼を処理することによ

つて (110)[001] 集合組織を有する板をつくるのが可能であることを報告した。この集合組織は2次再結晶によつてできるものであるが、2次再結晶粒の核生成や成長についての報告は少なく、わずかに PHILIP, LENHART²⁾ が発表している程度である。PHILIP らは不純物として MnS を分散させた珪素鋼についての観察を行ない、2次再結晶粒と1次再結晶粒の混在する状態から、2次再結晶粒は板厚内部に発生すると発表している。さらに恒温焼鈍による2次再結晶部分の拡がり方から、2次再結晶の潜伏期間を測定し、その活性化エネルギー 103 kcal/mol をえた。しかしながら再結晶過程における不純物 MnS の様相はまったく明らかにしていない。

本研究は不純物として炭化物あるいは窒化物を用いた場合について2次再結晶粒の成長について調べるとともに、さらに再結晶過程での不純物の状態を電子顕微鏡で観察したものである。

2. 供試材と実験方法

供試材は前報¹⁾ で用いたもので、みな (110)[001] 2次再結晶集合組織の形成が良好であったものである。化学成分を Table 1 に示した。圧延熱処理工程は前報同様であるが、最終焼鈍は第2回冷間圧延板の試料を Ar 気流中の炉へ挿入、また焼鈍後は水冷することによつて行なつた。焼鈍温度の変化は炉の調節電流を少なくするようにして ±2°C 以下とした。

1次再結晶粒は光学顕微鏡で、2次再結晶粒はマクロ組織で観察した。不純物の電子顕微鏡観察は抽出レプリカ法で行なつた。

3. 実験結果

3.1 2次再結晶核の形成と粒の成長

第2回冷間圧延板を2次再結晶温度以下で焼鈍すると1次再結晶は起こるが、しかし焼鈍時間を長くしても1次再結晶粒の成長は進まず、2/100 mm 程度の大きさで変わらない。

2次再結晶温度範囲に焼鈍温度を上げると、2次再結晶粒が形成される。その発生位置は板厚内部で、それが成長して板厚表面に達する。したがって表面からの観察では1次再結晶粒しかみられない場合でも、表面からの研磨を進めると2次再結晶粒が観察されるようになる場合がある。2次再結晶粒の成長する段階においても1次再結晶粒は成長せず 2/100 mm ぐらいの大きさとどまり、2次再結晶粒に食われていつているようである。

第2回冷間圧延板を2次再結晶温度範囲で焼鈍すると焼鈍時間がある時間に達すると急激に2次再結晶粒が成長する。2次再結晶開始後 10 min ぐらいの短時間の間に試料全面が2次再結晶粒で覆われるようになる。これから2次再結晶の潜伏期間を求めることができる。潜伏期間と焼鈍温度の関係が Fig. 1 である。これから活性

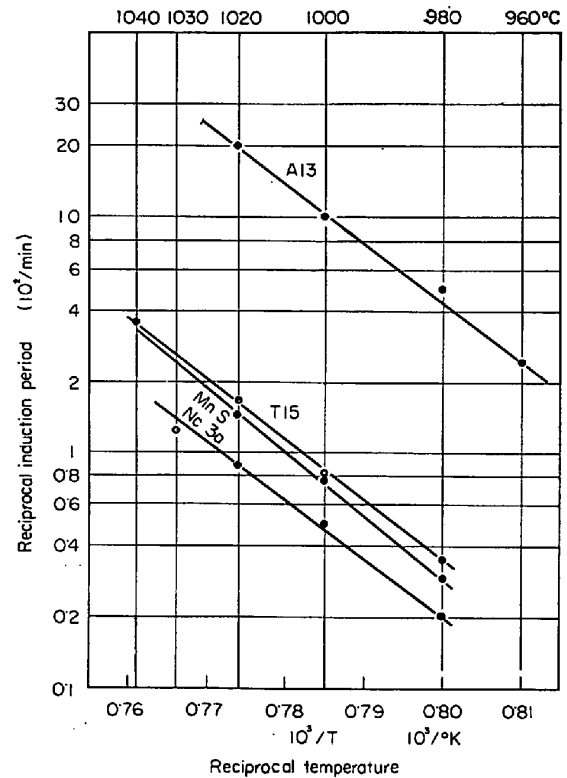


Fig. 1. Relationship between induction period of secondary recrystallization and annealing temperature.

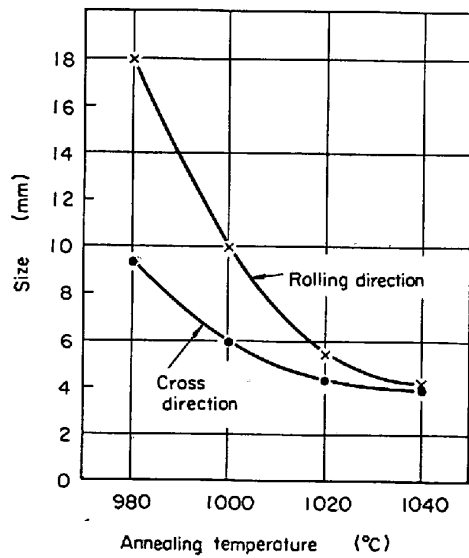


Fig. 2. Effect of annealing temperature on the size of secondary recrystallization grain. Heat T15

Table 1. Chemical composition. (wt%)

Heat	C	Si	Mn	P	S	N	Added element
T12	0.05	3.14	0.42	0.002	0.003	0.0028	0.12 Ti
T15	0.05	3.32	0.24	0.002	0.003	0.0030	0.15 Ti
NC3a	0.05	3.28	0.23	0.005	0.003	0.0045	0.03 Nb
A13	0.04	2.95	0.30	0.003	0.003	0.0068	0.013 Al

化エネルギーを求めると NC3a; 120 kcal/mol, A13; 110 kcal/mol, T15; 120 kcal/mol となる。0.1%Mn-0.055%S-珪素鋼の第2回冷間圧延板について実験した結果も併記した。その活性化エネルギーは 130kcal/mol であつた。

2次再結晶粒の成長速度は非常に高く、測定不可能であつた。2次再結晶の完了した後の結晶粒の大きさは

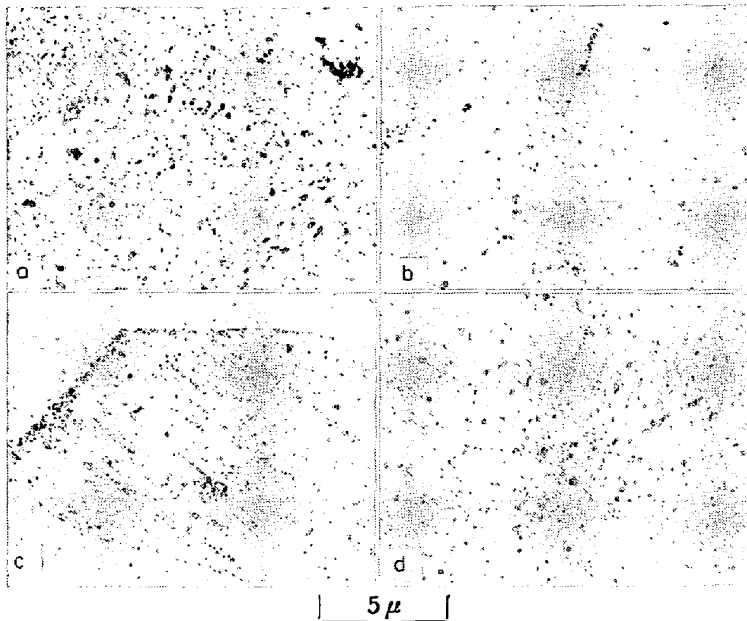


Photo. 1. Electron micrographs of final gage strips of heat T15 annealed for 5 min at (a) 650°, (b) 700°, (c) 800° and (d) 900°C respectively.

Fig. 2 に示すように焼鈍温度が高くなるほど小さくなる。この傾向は圧延方向にとくに顕著で、焼鈍温度の低い時は伸長粒であったものが、温度上昇により丸い粒となる。さらに温度を高めると2次再結晶が起こらなくなる。

3.2 不純物の観察

再結晶過程での不純物の観察には Ti 添加鋼 T15 を使用した。この第2回冷間圧延板を 5 min Ar 気流中で焼鈍し、抽出レプリカで電子顕微鏡観察を行なった。1次再結晶段階での様相を Photo. 1 に示した。

焼鈍温度 600°C ではまだほとんど再結晶しておらず、不純物 TiC の分布状態の変化はほとんどないようである。焼鈍温度 650°C で再結晶粒界が現われるが、粒界と不純物の直接的な関連はわかりにくい。不純物が粒界に存在して粒界の移動を妨げていることを示すものはなさそうである。しかし粒界は直線的でなく小さく曲つているのが観察される点では不純物との関連を見せているのであろう。700°C 焼鈍で粒界へ不純物が付着している様子が見られる。800°C 焼鈍で不純物の存在状態の変化が明りように観察され、不純物は列状に並んでいる。粒界はこの不純物を掃き寄せているような状態を示し、一方の結晶粒には不純物が少なく、他方の粒には残つていて、粒界に不純物が集められたような様子である。900°C 焼鈍でも同じような傾向がみられるが、800°C 焼鈍の場合ほど顕著でない。

焼鈍温度を 1000°C にし、1次再結晶粒と2次再結晶粒の各部分を観察したのが Photo. 2 である。1次再結晶粒の1部は不純物が少なく他方には多く、粒界に不純物が付着している。2次再結晶部分には大きな不純物が残されている。この残つた不純物は電子回折による同定の結果、その格子定数が TiC よりかなり TiN に近づいていることが明らかになった。

4. 考 察

2次再結晶の潜伏期間は2次再結晶の核形成の時間と

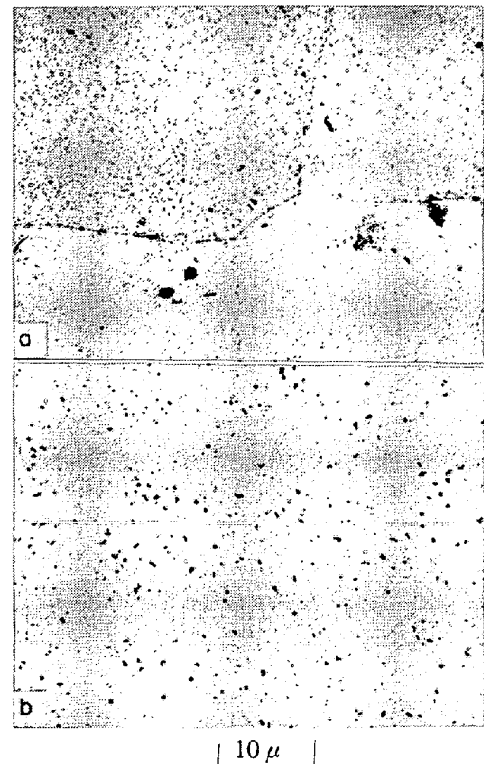
考えられる。DUNN³⁾ は2次再結晶粒の核はマトリックス粒より大きな結晶粒であると述べている。このためにはある粒がマトリックス粒より大きく成長しなければならない。マトリックス粒は分散不純物でその成長が抑制されているから、ある粒が大きくなるためには1部で不純物が固溶か凝集するかしてその抑制力が低下する必要がある。Ar 雰囲気中の恒温焼鈍という脱炭、脱窒の起こり難い状態でも2次再結晶が起こつたし、またその不純物の2次再結晶温度での溶解度から考えて、不純物の凝集による存在形態の変化が抑制力の低下の原因であろう。

PHILIP²⁾ は2次再結晶核形成を決めるものは不純物の固溶凝集であるとして大きな不純物に小さな不純物が食われる過程の計算を行ない、2次再結晶潜伏期間を求めた。その結果不純物 MnS の場合の潜伏期間の活性化エネルギーの1部が MnS の溶解熱および S の拡散の活性化エネルギーの和であることが示された。実験的に PHILIP は 103 kcal/mol をえた。AINSLIE⁴⁾ によれば珪素鉄中の MnS の溶解熱は 25 kcal/mol S の拡散の

活性化エネルギーは 50 kcal/mol で和は 75 kcal/mol にしかすぎず、まだ 103 kcal/mol の大きさを説明しえない。

このことは2次再結晶核形成に不純物の形態変化が重大な意味を有するであろうが、さらに隠されたものがあると考えられる。

本研究の結果に上記の考え方を適用して考えてみる。不純物は炭化物、窒化物であるから、拡散する元素は C



(a) Primary recrystallization grains
(b) Secondary recrystallization grain

Photo. 2. Electron micrographs of final gage strips of heat T15 annealed at 1000°C.

Table 2. Activation energy of induction period of secondary recrystallization. (kcal/mol)

Heat	T 15	NC 3a	A 13	MnS-treated heat	MnS-treated heat
Inclusion	TiC	NbC	AlN	MnS	MnS
Present investigation	120	120	110	130	103 ⁽¹⁾
Heat of solution	54 ⁽²⁾	42 ⁽³⁾	38 ⁽⁴⁾	25 ⁽⁵⁾	25 ⁽⁵⁾
Activation energy of diffusion	21 ⁽⁶⁾	21 ⁽⁶⁾	18 ⁽⁷⁾	50 ⁽⁵⁾	50 ⁽⁵⁾
Sum	75	63	56	75	75

- (1) PHILIP²⁾ (2) SAWAMURA⁸⁾ (3) SMITH⁹⁾
 (4) SAWAMURA⁷⁾ (5) AINSLIE⁴⁾ (6) LEAK⁵⁾
 (7) LEAK⁶⁾

かNとなる。珪素鋼中のCやNの拡散の活性化エネルギーには LEAK^{5,6)}の結果を用いた。珪素鋼中の不純物の溶解熱はえられていないので純鉄中の値で代用する。AlN, TiCの溶解熱は沢村⁷⁾の結果でTiCは δ 鉄中のAlNは α 鉄中のである。NbCのはSMITH⁹⁾の γ 鉄中の値である。これらをまとめたのがTable 2である。溶解熱と拡散の活性化エネルギーの和と実験値を比べると、およそ50 kcal/molぐらい実験値のほうが大きい。この値は純鉄の自己拡散の活性化エネルギーに近い。すなわちGRAHAM¹⁰⁾やBUFFINGTON¹¹⁾によれば57 kcal/molである。このことから2次再結晶核の形成には鉄の拡散が関連していることが推察される。

焼鈍温度の上昇にともない2次再結晶粒が小さくなるのは核形成頻度が粒成長速度より相対的に大きくなるためである。焼鈍温度が高すぎると2次再結晶が起こらないで1次再結晶粒の成長が起こるのは不純物が急速に変化し、2次再結晶核のできるまで1次再結晶粒を小さく抑えておくことができないためであろう。

電子顕微鏡により粒界に0.1 μ ぐらいの不純物が多く観察された。このような不純物をともなつた粒界は移動が困難であろう。これと共に不純物のついていない粒界がみられたが、これは移動しやすく2次再結晶核の形成に何らかの役割を果していると考えられる。

焼鈍によつて不純物が一方に並ぶ配列を見せた場合があつたが、これは圧延による向き方向と関連するものと考えられる。そして2次再結晶粒が圧延方向に長く伸びることに影響していると思われる。

粒界に見る不純物としては未焼鈍時に存在した0.1 μ ぐらいのものばかりでなく、さらに凝集してきているようである。これには固溶状態からの析出の他に前述のようにTiCの固溶、再析出、凝集も考える必要があり、この不純物の挙動については今後さらに検討する必要がある。

5. 結 言

2次再結晶粒の成長過程の観察によつて次のことが明らかになつた。

(1) 2次再結晶粒は板厚内部から発生する。その時周囲の1次再結晶粒の大きさは2/100 mm ぐらいの大

きさである。

(2) 2次再結晶粒の普通圧延方向に伸びた伸長粒であるが、焼鈍温度が高くなるとむしろ小さく、また丸味を帯びる。さらに高くすると2次再結晶しなくなる。

(3) 2次再結晶の潜伏期間の活性化エネルギーは不純物TiCで120 kcal/mol, NbCで120 kcal/mol, AlNで110 kcal/molである。MnSでは130 kcal/molであつた。この値は不純物の溶解熱と拡散の活性化エネルギーの和より大きい。

(4) 1次再結晶粒界に不純物TiCが付着している状態が観察された。2次再結晶粒にはかなり大きい不純物が点在していた。粒界移動と不純物の関係についてはさらに検討する必要がある。

文 献

- 1) 松岡: 鉄と鋼, 52 (1966), p. 1635~1640
- 2) T. V. PHILIP and R. E. LENHART: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng., 221 (1961), p. 439~445
- 3) C. G. DUNN: Acta Met., 1 (1953), p. 163~175
- 4) N. G. AINSLIE and A. U. SEYBOLT: J. Iron & Steel Inst. (U. K.), 194 (1960), p. 341~350
- 5) D. A. LEAK and G. M. LEAK: J. Iron & Steel Inst. (U. K.), 189 (1958), p. 256~262
- 6) D. A. LEAK, W. R. THOMAS T. M. LEAK: Acta Met., 3 (1955), p. 501~507
- 7) 沢村, 盛: 鉄と鋼, 41 (1955), p. 1082~1090
- 8) ibid., 43 (1957), p. 31~38
- 9) R. P. SMITH: Trans. Met. Soc., Amer. Inst. Min., Met. & Pet. Eng., 236 (1966), p. 220~221
- 10) GRAHAM and TOMLIN: Phil. Mag., 8 (1963), p. 1581~1585
- 11) BUFFINGTON, HIRANO and COHEN: Acta Met., 9 (1961), p. 434~439

(239) B 処理鋼の特性におよぼす Ti の影響

三菱製鋼, 東京製鋼所

理博 阿部 吉彦・○岩城 朗
田村 稔・小沼 茂

Co-Ordinated Effects of Ti on the Characteristics of B-Treated Steel

Dr. Yoshiko ABE, Akira IWAKI
Minoru TAMURA and Sigeru ONUMA

1. 緒 言

鋼の焼入性向上に対する経済効果をねらつたものにB処理鋼があるが、この場合のBはオーステナイトに固溶しない限り実質的な効果があらわれないのでその存在形態を問題にする必要がある。ところでBは酸素および窒素との親和力が強くそのため製造条件次第ではその存在形態が変化するのみか同一チャージ内でもununiformityになるケースが予測される。この意味においてB処理鋼