

論 文

UDC 620.186.8 : 539.4

鋼のオーステナイト結晶粒度におよぼすアルミニウム,
窒素, 炭素, けい素, およびマンガンの影響*藤田清比古**・盛 利貞***・大西 正之****
橋本 精二*****・矢田 昌宏*****Effects of Aluminium, Nitrogen, Carbon, Silicon, and Manganese
on Austenite Grain Size of SteelsKiyohiko FUJITA, Toshisada MORI, Masayuki OHNISHI,
Seiji HASHIMOTO, and Masahiro YADA

Synopsis:

The present investigation was carried out to know the effect of alloying elements on austenite grain size of high purity iron alloys. The single or combined effects of alloying elements i. e. aluminium, nitrogen, carbon, silicon, and (or) manganese were examined. The results obtained are summarized as follows.

1) Austenite grain size of pure iron-nitrogen alloys was somewhat refined as the content of acid soluble nitrogen was increased up to about 0.02% while that of pure iron-aluminium alloys was not influenced with an increase of acid soluble aluminium of less than 0.5%.

2) The austenite grain size of pure iron alloys was not affected by the increase in AlN and the coarse grains of nearly the same size were observed.

3) Carbon had a strong effect on the austenite grain refinement in the range of concentration of less than about 0.05%, while in the range from 0.1 to 0.5% the fine grained austenite was not affected by a further increase in carbon content, and there was a trend for the grains to be coarsened when the content of carbon was increased beyond 0.5%.

4) Carbon did not show any function to prevent or disturb the austenite grain coarsening.

5) The grain size of the fine grained austenite in iron-carbon alloys was not influenced by the presence of nitrogen, aluminium or by the precipitated AlN. It was controlled mainly by the carbon content itself.

6) The austenite grain was refined by the addition of silicon in the range less than 0.2%, while it was coarsened by the presence of silicon more than 0.2% in the range less than 2.1%.

7) The austenite grain was slightly refined by the addition of manganese in the range less than 13.7%.

8) The austenite grain was finest and the grain size number was 8 to 10 in the alloys containing more than two of carbon, AlN, silicon, and manganese. Carbon played a main role for the grain refinement also in these alloys.

9) The presence of AlN was effective to raise the coarsening temperature, though it was not effective to the austenite grain refinement.

(Received July 19, 1972)

1. ま え が き

結晶粒度は鋼の機械的諸性質に大きな影響を与えるため、その使用目的に応じて適当な粒度に調整しなければならない。したがって製鋼過程において粒度調整の技術が要求される。この場合、粒度とはオーステナイト粒度を指すことが多いが、これが鋼の化学組成に依存するという立場から、オーステナイト結晶粒度におよぼす添加

元素の影響についての研究が多数発表されている。なかでも AlN は安価な金属であり、少量の添加で鋼材の他の

* 昭和43年4月本会講演大会にて発表
昭和47年7月19日受付

** 中部工業大学 工博

*** 京都大学工学部 工博

**** 川崎製鉄(株)

***** 高周波熱錬(株)

***** 日本製箔(株)

性質にほとんど影響を与えず、しかも強力な粒微細化効果を示すことが知られて以来、結晶粒度に関する研究はAlを中心に行なわれた。その結果鋼中にAlがAINの形で適量存在するとその鋼材は細粒を示すことがほぼ定説となり、これに基づいて各製鋼メーカーは粒度調整操業規準を制定し、粒度調整は一応確立された技術として日常の製鋼作業に取り入れられている。

しかしながらこれらの基礎となつた研究およびその後発表された研究の大部分は実用鋼またはそれに近い組成すなわちC, Si, Mnその他の元素の共存する状態におけるAINの挙動が主であり、微細化におよぼす効果もこれらの元素の相乗作用が考えられる。単独に添加した元素のオーステナイト結晶粒度におよぼす影響については、今井、神山、広谷^{2)~4)}の一連の研究があるが、原料鉄、溶製方法から考えてある程度の不純物を含有するものと予想されるので、厳密には純系についての研究とはいえない。そこで著者らはできる限り純系に近い試料を溶製し、はたしてAINが微細化作用を有するかどうかまた共存元素単独の場合の影響や、共存した場合の相乗効果などについて基礎的、組織的な検討を行なつたので報告する。なお本報で対象にした元素はAl, N, C, SiおよびMnである。

2. 試 料

試料はTable 1に示した純鉄11種類を溶解母材として、これらを真空またはアルゴン雰囲気中でマグネシアをつぼを用いて誘導加熱溶解し、脱ガスあるいは必要に応じて黒鉛を添加して脱酸を行なつたのち各目標の元素を添加し、頭部78 mm ϕ 、底部65 mm ϕ 、押し湯部分を含めた高さ約170 mm、重量約5 kgの円柱形鋼塊に真空鑄造した。添加材としてはCは無ホウ素高純度黒鉛、Nは市販窒素ガスを脱水したもの、Alは純度99.997%の金属アルミニウム、Mnは電解マンガン、Siは半導体級金属ケイ素を使用した。

試料の鍛造はまず一辺50 mmの角材に熱間鍛造し、さらに加熱して一辺30 mmの角棒に鍛伸し、2等分した。このうちの鋼塊頭部に相当する部分は30 mm ϕ の丸棒に熱間型鍛造し、鋼塊底部に相当する残りの半分は、一辺20 mmの角材に熱間鍛造し、2等分したのちさらに一辺12 mmの角棒とし、つづいて950°Cにおいて12 mm ϕ の丸棒に熱間型鍛造した。鍛造の際の加熱温度は特記しない場合は1000~1050°Cでガス炉を用いて加熱した。鍛造終了温度は約620°C、終了後は空冷した。本章の実験に用いた試料は、主として12 mm ϕ に鍛造した丸棒で、これを適当な長さ(約70 mm)に

切断し、後述の前熱処理を施したのち、約7 mmの厚さに輪切りとして粒度判定用の試料とした。

使用した試料の記号と化学成分をTable 2.1~2.9に示した。すなわちTable 2.1-1およびTable 2.1-2に純鉄(微量C系)およびFe-C系、Table 2.2にFe-N系、Table 2.3にFe-Al系、Table 2.4にFe-Al-N系、およびFe-Al-N-C系、Table 2.5にFe-C-N系、Table 2.6にFe-C-Al系、Table 2.7にFe-Si系、Table 2.8にFe-Mn系そしてTable 2.9に多元系試料を示した。

3. 実験方法

オーステナイト結晶粒度は鍛造時の最高加熱温度あるいは鍛造終了温度によって影響を受けるといわれている⁵⁾。そこで本実験ではこれら前処理条件を揃えるため、鍛造材を950°Cで2hrアルゴン雰囲気中(約1気圧)において加熱保持後空冷という、焼ならし前熱処理(950°C \times 2hr AGと略記)を行なつてオーステナイト結晶粒現出用の試料とした。

オーステナイト結晶粒現出法として種々の方法⁶⁾が考案されており、最近では焼入れ、焼もどしを行なつた試料を表面活性剤を添加した腐食液で腐食する方法^{7)~9)}が推奨されている¹⁰⁾。

しかし本実験試料のようにC含有量が少ない場合や、不純物元素含有量がとくに少量の場合は適用困難なことが予備実験の結果判明したので、Fe-Mn系に使用したほかは熱腐食法(VEと略記)¹¹⁾を採用した。この方法は、DAY, AUSTIN¹²⁾が提案し、MILLER, DAY¹³⁾が支持した熱処理粒度の一種であるが、高温顕微鏡を用いた研究¹⁴⁾によると現出される粒に時間的おくれがある。しかしながら本研究のように主として変態後長時間(通常4hr)経過した粒を対象とする場合、試料の粒成長(normal grain growth)速度が早くないため、その程度のおくれは問題にならないし、熱腐食法によつて現出された粒界がオーステナイト粒度に対応することは各種の鋼について瞬間酸化法³⁾や熱電子顕微鏡^{15)~17)}によつて確かめられている。さらに鋼種の適用度が広いという特徴もあるのでオーステナイト結晶粒度の研究¹⁸⁾にしばしば用いられており、最近もその妥当性を認めた報告¹⁹⁾があるので本実験に適した粒現出法と考えた。なお試料によつては一部浸炭法(CRと略記)を併用してある。またとくにことわらない場合は粒現出時の所定オーステナイト化温度までの加熱時間は常温より2hr、オーステナイト化時間は4hrである。試料の冷却は真空に保つた石英管ごと空中放冷した。Fig. 1は試料の冷却曲線の一例であ

Table 1. Chemical composition of pure iron used for raw materials (%).

Specimen	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	V	Ti	Al	N	O	H
No 5a)	.023	.05	.008	.010	.014	—	—	—	—	—	—	.0068	.028	.00009
No 6a)	.027	.06	.010	.010	.011	.01	.044	.023	.002	.002	.004	.0016	.028	.00008
No 8b)	.004	tr.	tr.	.020	.007	<.01	<.01	tr.	—	—	.004	.0026	.026	.00004
No 9b)	.002	<.01	<.01	—	—	<.01	<.01	<.01	<.002	<.002	<.002	.0020	.050	.00008
No 12a)	.006	.10	.011	.016	.008	—	—	—	—	—	—	.009	—	—
No 13b)	.001	.002	<.001	—	—	<.005	<.01	<.01	<.001	<.005	<.003	.0014	.016	—
No 14b)	.001	.002	<.01	—	—	<.005	<.01	<.01	<.001	<.005	<.003	.0007	.011	—
No 15b)	.002	.002	<.01	—	—	<.005	<.01	<.01	<.001	<.005	<.003	.0013	.011	—
No 16b)	.001	.002	<.01	—	—	<.005	<.01	<.01	<.001	<.005	<.003	—	.017	—
No 17b)	.003	.008	.008	—	—	—	<.01	<.01	<.001	<.005	.004	—	.0037	—
No 18b)	.002	.002	<.01	—	—	<.005	<.01	<.01	<.001	<.005	<.003	.0011	.0088	—

a) Basic electric furnace pure iron.

b) Electrolytic iron refined in high frequency vacuum induction furnace.

Table 2-1-1. Chemical composition of pure iron series with extreme low carbon and Fe-C alloys [I]. (%)

Specimen	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	V	Mg	Ca	Nb	Mo	Ti	Co	Al		N	O	H	Raw material
																sol.	insol. total				
F*	.003	.007	.0005	.003	.003	.01	.028	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	.0016	.047	.00013	—
P**	.002	.004	<.0005	.003	.004	.004	.005	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	.0068	.049	.00010	—
Y***	.0011	.006	<.01	.002	.004	.002	.006	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	.0008	.01	.00004	—
A 1	.0009	.05	<.01	.013	.008	.010	.020	<.01	.002	—	—	<.01	.030	<.01	.042	.0004	.0004	.0015	.039	.00004	No 5
J 1	.0017	.010	.0006	.010	.006	.0032	.041	.009	.0035	.0002	.0008	—	—	—	.040	.000	.001	.0015	.064	.00009	No 6
J 2	.0052	.055	.0098	.010	.007	.013	.041	.016	.0055	.0001	.0008	—	—	—	—	.006	.001	.0013	.0043	.00002	No 6
J 3	.007	<.03	tr.	.002	.006	<.01	<.01	<.01	<.001	—	—	—	<.005	<.005	—	.005	.001	.0014	.0027	.00004	No 13
J 4	.0012	<.001	.02	.003	.003	<.01	<.01	<.01	<.01	<.001	—	—	<.01	<.01	—	—	.001	.0020	.095	—	No 9
J 5	.015	.011	.02	.009	.017	.07	<.01	<.01	<.01	<.001	—	—	<.01	<.01	—	—	.001	.0036	.0013	—	No 5
J 6	.003	<.01	<.01	.005	.009	<.01	<.01	<.01	<.001	—	—	—	<.01	<.01	.009	.006	.001	.0015	.016	.00008	No 8
C 1	.0057	.073	.0052	.010	.007	.008	.039	.014	.0053	.0007	.0007	<.01	—	—	—	.001	<.001	.0012	.0036	.00005	No 6
O 1	.0061	<.005	<.01	.002	.005	.005	<.01	<.01	<.005	.001	<.001	—	<.01	<.005	—	<.001	<.003	.0013	.0052	—	No 15
C 10	.030	<.005	<.01	.002	.005	.01	<.01	<.01	<.005	<.001	.002	—	<.01	<.005	—	.001	<.003	.0009	.0039	—	No 15
C 12	.075	<.001	.02	.003	.002	<.01	<.01	<.01	<.01	.001	—	—	<.01	<.01	—	.001	<.001	.0030	.0056	—	No 16

* F: Ferrovac iron, ** P: Purron iron, *** Received from other laboratory.

Table 2-1-2. Chemical composition of Fe-C alloys [II].

Specimen	C	Al			N	O	H	Raw material
		sol.	insol.	total				
C 1	·0057	see Table 2-1-1						No 6
C 2	·011	—	—	~·001	·0012	·0021	·00003	
C 3	·012	—	—	~·001	·0013	·0026	·00002	
C 4	·051	—	—	~·001	·0013	·0033	·00002	
C 5	·11	—	—	~·001	·0013	·0024	·00003	
C 6	·51	—	—	~·001	·0015	·0010	·00002	
C 7	·99	—	—	~·001	·0016	·0008	·00003	
C 8	·30	—	—	~·001	·0020	·0013	·00003	No 9
C 9	·61	—	—	~·001	·0023	·0008	·00003	
C10	·03	see Table 2-1-1						No 15
C11	·10	—	—	<·003	·0014	·0033	—	
C12	·075	see Table 2-1-1						No 16
O 1	·006	see Table 2-1-1						
O 2	·005	—	—	<·003	·0014	·0093	—	No 15
O 3	·003	—	—	<·003	·0014	·034	—	
O 4	·002	—	—	<·003	·0015	·059	—	
O 5	·002	—	—	<·003	·0015	·078	—	
AO 1	·004	·005	·003	·008	·0011	·0045	—	No 16
OC 1	·040	—	—	<·003	·0022	·010	—	No 14
AOC 1	·10	·003	·005	·008	·0017	·0071	—	No 16
NI 1	·0013	—	—	—	·012	—	—	No 17
FO 1	·0015	·002	<·001	<·003	·0018	·123	—	No 18
FO 2	·0011	·001	<·001	<·002	·0016	·133	—	
J 8	·008	(S = ·015%)			·0026	·0036	—	No 5

Table 2-2. Chemical composition of Fe-N alloys (%).

Specimen	N	C	O	H	Al*	Raw material
N 1	·0032	·011	·0023	·00001	<·005	No 6
N 2	·0052	·008	·0026	·00003	<·005	
N 3	·011	·010	·0021	·00001	<·005	
N 4	·015	·010	·0019	·00003	<·005	
N 5	·021	·009	·0016	·00002	<·005	

* Nearly 0·001% for each specimens.

る。
 粒度判定法は JIS G 0551-1956²⁰⁾ の総合判定法に準じた。同一試料の同一温度における粒度は 2~3 個, あるいはそれ以上の試片による測定結果を平均したものであり, 個々の試片間の値は後述の Table 6 にその一部を

Table 2-3. Chemical composition of Fe-Al alloys (%).

Specimen	Al	C	N	O	H	Raw material
A 1	0·0004	·009	·0015	·0039	·00004	No 5
A 2	0·0025	·007	·0011	·0034	·00005	
A 3	0·0030	·008	·0012	·0029	·00006	
A 4	0·011	·008	·0015	·0015	·00004	
A 5	0·082	·007	·0012	·0023	·00004	
A 6	0·49	·009	·0012	·0017	·00004	
AO 2	0·021*	·016	·0007	·0041	—	No 16
AO 3	0·082**	·006	·0013	·0031	—	

* AO 2: sol. Al = ·018%, insol. Al = ·003%.

** AO 3: sol. Al = ·057%, insol. Al = ·005%.

示すごとくかなりよく一致している。

Table 2-4. Chemical composition of Fe-Al-N and Fe-Al-N-C alloys (%).

Specimen	C	N	O	Al			H	Raw material
				sol.	insol.	total		
AN 1	·005	·014	·0039	—	—	·083	·00008	No 5
AN 2	·005	·0045	·0037	—	—	·49	·00006	
AN 3	·002	·012	·0068	—	—	·018	·00006	
AN 4	·002	·014	·0028	—	—	·0019	·00004	
AN 5	·002	·0024	·0035	—	—	·0012	·00003	
AN 6	·005	·013	·0024	—	—	·0008	·00004	
AN 7	·008	·0061	·0055	·023	·004	·027	—	No 9
AN 8	·011	·0066	·0043	·039	·004	·043	—	No 5
AN 9	·027	·0057	·0029	·074	·004	·078	—	
AN 10*	·004	·0049	·0051	·028	·002	·030	—	—
ANC 1	·050	·0077	·0011	·015	·002	·017	—	No 9
ANC 2	·14	·0068	·0021	·019	·003	·022	—	No 5
ANC 3	·25	·0092	·0045	·015	·002	·017	—	No 9
ANC 4	·10	·011	·0021	·021	<·001	<·022	—	No 16
ANC 5	·11	·015	·0019	·047	·003	<·050	—	No 13

* Received from other laboratory (Electrolytic iron refined in high frequency vacuum induction furnace.)
 Other impurities: AN 10 (Si<·01, Mn<·01, P=·003, S=·005, Cu<·01, Mg<·001), ANC 5 (Si<·03, Mn=tr., P=·002, S=·006, Cu<·01, Ni<·01, Cr=·01, Mo<·005, Ti<·005, V<·001)

Table 2-5. Chemical composition of Fe-C-N alloys (%).

Specimen	C	N	sol. Al	insol. Al	Si	Mn	P	S	Cu	O	H	Raw material
CN 1	·002	·0090	·002	·002	·005	<·01	·005	·008	·010	·0058	·00002	No 9
CN 2	·006	·0095	·001	tr.	·023	<·01	·005	·008	·011	·011	·00005	
CN 3	·035	·0085	·003	·002	·026	<·01	·004	·007	·009	·0014	·00004	
CN 4	·60	·0056	·009	·006	—	—	—	—	—	—	—	

Table 2-6. Chemical composition of Fe-C-Al alloys (%).

Specimen	C	sol. Al	insol. Al	O	N	Raw material
AC 1	·13	·017	·004	·0025	·0013	No 15
AC 2	·14	·044	·002	·0056	·0006	

Table 2-7. Chemical composition of Fe-Si alloys (%).

Specimen	Si	C	N	O	H	Raw material
Si 1	0·12	·006	·0012	·0022	·00003	No 6
Si 2	0·18	·010	·0014	·0023	·00002	
Si 3	0·55	·014	·0015	·0021	·00002	
Si 4	1·13	·013	·0014	·0020	·00002	
Si 5	2·12	·017	·0013	·0032	·00002	

Table 2-8. Chemical composition of Fe-Mn alloys (%).

Specimen	Mn	C	N	O	H	Raw materials
M 1	0·063	·010	·0011	·0032	·00005	No 6
M 2	0·11	·009	·0013	·0030	·00004	
M 2'	0·36	·007	·0010	·0020	·00005	No 13
M 3	1·08	·009	·0013	·0030	·00004	No 6
M 4	2·17	·009	·0013	·0023	·00004	
M 5	6·22	·009	·0013	·0030	·00007	
M 6	9·92	·006	·0015	·0034	·00017	
M 7	13·7	·008	·0016	·0035	·00012	

Other impurities
 M2' (Si=·05, P=·002, S=·005, Cr=·01, sol. Al=·006, insol. Al<·001, Cu<·01, Ni<·01, Mo<·005, Ti<·005, V<·001)

Table 2-9. Chemical composition of multicomponent alloys (%).

Series	Specimen	C	Si	Mn	P	Al		N	O	H	S	Cu	Raw material	
						sol.	insol.							
Fe-Al-N-C-Si-Mn	ANCSM 1	·10	·20	·47	·016	·035	·003	·0083	·0028	·00006	·009	·025	No 12	
	ANCSM 2	·12	·54	·44	·016	·027	·002	·0064	·0029	·00005	·008	·024		
Fe-Al-N-Si-Mn	ANSM 1	·013	·23	·45	·016	·030	·003	·0053	·0035	·00006	·008	·025		
	ANSM 2	·008	·52	·44	·016	·022	·003	·0050	·0029	·00005	·008	·028		
Fe-C-Si-Mn	CSM 1	·12	·15	·47	·002	·008	<·001	·0012	·0009	·00005	·006	<·01		No 13
	CSM 2	·12	·50	·45	·016	·007	·001	·0038	·0020	·00004	·009	·028		No 12
Fe-Si-Mn	SM 2	·011	·38	·39	·002	·009	<·001	·0012	·0012	·00003	·005	<·01		No 13
Fe-Al-N-Mn-C	ANCM 1	·085	<·03	·40	·002	·041	·003	·015	·0028	·00008	·006	<·01		
Fe-Al-N-Mn	ANM 1	·005	<·03	·42	·002	·033	·001	·015	·0038	·00007	·006	<·01		No 13
	ANM 2*	·002	·03	·33	·013	ΣAl=·019		·0096	·0034	·00007	·011	—		
Fe-Al-N-C-Si	ANCS 1	·12	·17	tr.	·016	·016	·002	·0078	·0031	·00008	·008	·024		No 12
Fe-Al-N-Si	ANS 1	·009	·17	tr.	·017	·033	·002	·0038	·0018	·00007	·009	·023		

* Received from other laboratory [Decarburized basic oxygen steel (C = 0.04%) in hydrogen atmosphere, after hot rolling.]

Other impurities

ANCSM 1,2, ANSM 1,2, CSM 2, ANCS 1, ANS 1 (Ni ≦ 0.01, Cr ≦ 0.01, Mo < 0.005, Ti < 0.005, V = 0.001 ~ 0.005)

CSM 1, SM 2, ANCM 1, ANM 1 (Ni < 0.01, C ≦ 0.01, Mo < 0.005, Ti < 0.005, V < 0.005)

ANM 2 (N in AlN = 0.0075)

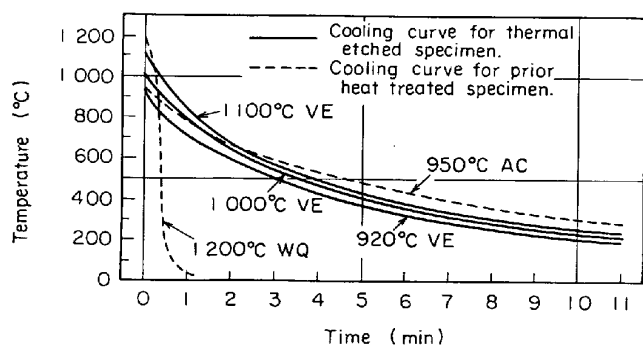


Fig. 1. Cooling curve of specimens.

4. 実験結果ならびに考察

4.1 固溶窒素、固溶アルミニウムおよび AlN の影響

4.1.1 固溶窒素の影響

まずオーステナイト結晶粒度におよぼす固溶窒素 (N と略記) の影響であるが、これは Table 2.2 に組成を示したとおり、純鉄に窒素のみを添加して溶製した試料を用い N = 0.021% 以下の範囲で窒素の影響を調査した。N 以外の組成は比較材として同種溶解母材を同じ方法により溶製した試料の分析値 (Table 2.1.1 の J1, J2 C1) から推定されるように、他の不純物も少なく、とくに Al その他の窒化物生成元素はできる限り低値に保つ

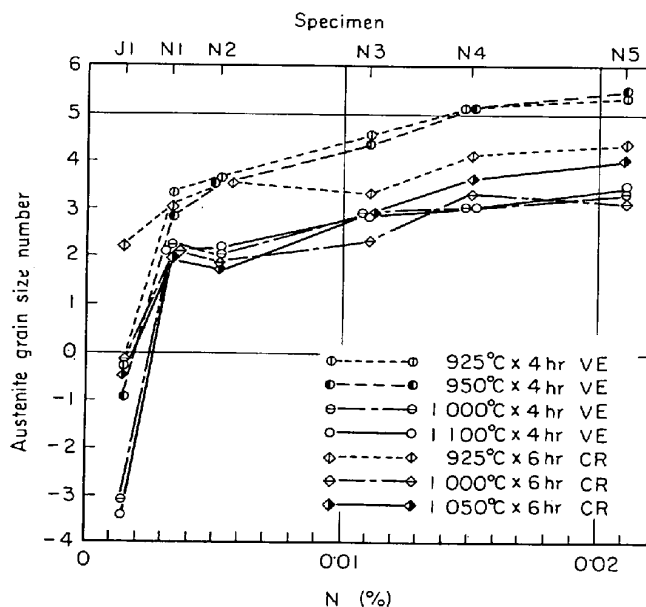


Fig. 2. Effect of nitrogen on austenite grain size of Fe-N alloys.

た。この試料を用いてオーステナイト結晶粒度を測定した結果を Fig. 2 に示した。図からわかるとおり、オーステナイト化温度 925°C ~ 950°C における粒度は N が 0.032% 以上になると粒度番号で 3 ~ 5 を示し、N 含有量が増すにつれて、粒は細粒化の傾向を示している。こ

Table 3. Effect of nitrogen on austenite grain size. Data from other alloy series.

Specimen	Chemical composition (%)			Austenite grain size number (Thermal etching)			
	N	C	O	920°C × 4hr	950°C × 4hr	1 000°C × 4hr	1 100°C × 4hr
C 2	0.012	0.11	0.021	3.8	2.7	2.5	1.3
J 3	0.014	0.07	0.027	1.9	0.5	0.1	0.8
O 3	0.014	0.03	0.034	-3.0	-2.5	-1.5	-2.5
J 6	0.015	0.03	0.016	-2.4	-1.6	-0.1	0.6
A 1	0.015	0.09	0.039	1.2	1.1	0.8	1.5
CN 1	0.090	0.02	0.058	1.0	1.2	1.5	1.1
CN 2	0.095	0.06	0.011	2.4	2.0	2.0	1.5
AN 6	0.13	0.05	0.024	3.2	3.1	3.2	2.1

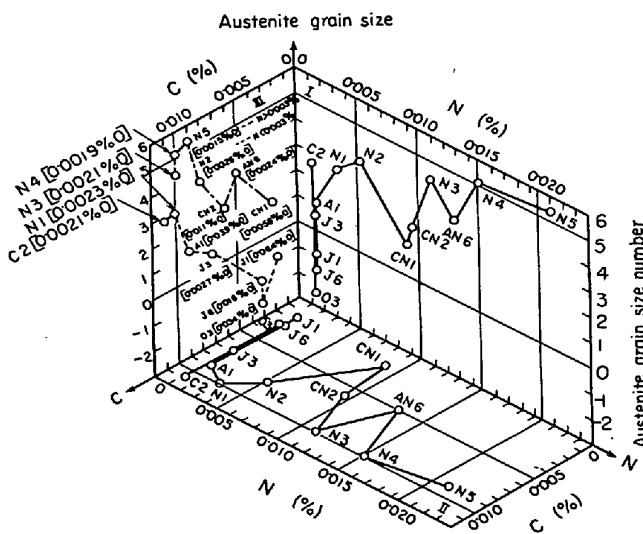


Fig. 3. Effect of nitrogen and carbon on austenite grain size of Fe-N alloys.

の傾向はオーステナイト化温度が1 000°C, 1 100°Cと上昇しても同様であり, さらに浸炭法によつて粒を現出した場合も同様であった. Fig. 2 に示した結果はNの影響を調査するため, N以外の不純物含有量および溶解条件をなるべく同一に揃えて同一時期に溶製したN系列の試料についての結果であるが, 他の目的で溶製した他系列の試料のなかからN以外の元素の含有量の比較的少ないものを選んでNの影響を考察した. それら試料の結晶粒度を Table 3 に示した. この表からわかるとおり, 各試料間のオーステナイト結晶粒度の相互関係はオーステナイト化温度を変えてもほぼ同じであるので, 950°Cで現出した粒度とN含有量との関係を Fig. 2 のN系の試料のそれとともに Fig. 3 のI面に図示した. この図からわかるとおり, N含有量が増加しても粒は必ずしも微細化せず, CN1, CN2, AN6のごとく粒が大きい試料も認められる. しかしながら, これはN量の影響であるとはいえない. すなわちこれら試料は同図I面のC含

有量を示した図から明らかとなっており, C含有量がその他のN系試料より低くなつてゐる. それで同図III面にC含有量と結晶粒度の関係を図示したところ, 破線で示したN含有量が約0.003%以下の試料群と鎖線で示したN含有量約0.003%以上の試料群との2群に分かれ, それぞれの試料群がC量の増加につれて結晶粒が微細化しており, 結晶粒度はC含有量と密接な関係をもつことがわかる. そしてN含有量によつて破線および鎖線で示した2群に分かれたことは, C含有量が同一の場合は, N含有量の多い試料のほうが粒が細かいこと, すなわちNは粒を微細化する元素であることを示している. このことはすでに述べた Fig. 2 のN系列の試料がそのC含有量がJ1をのぞいて0.01%前後でほぼ一定という条件で, 粒がN量の増加につれて細くなつてゐることと一致する. それゆえ, Fe中に固溶したNはオーステナイトを微細化する元素であると結論される.

なお Fig. 3 のIII面において, オーステナイト結晶粒度がCやN含有量の関係から推定されるよりも粗粒の試料(同図の破線や鎖線の谷に相当する試料たとえばO3, J6, CN2)は, 各試料のO含有量を比較すれば明らかとなごとく, そのO量が高いことがわかる. すなわちOはオーステナイト結晶粒度を粗粒化する傾向があるものと判断される. なおO含有量が高いにもかかわらず, 粒がやや細かいJ1の試料は, この試料の溶解母材に使用した原料純鉄No6の純度がやや悪く, したがつて他の試料に比して不純物が多くなつたことがその原因と思われる. またO量の高いA1の試料の粒が他に比して幾分小さいのは, この試料のC含有量が若干高いため, これによる微細化効果が現われたものと推定される.

以上を考察すると固溶状態のNはオーステナイト結晶粒度を微細化する傾向がある. その他C, Oなどもオーステナイト結晶粒にかなりの影響を与える元素であると判定されたが, これについては後で詳細に考察する.

なお925°Cというオーステナイト化温度は, JIS G

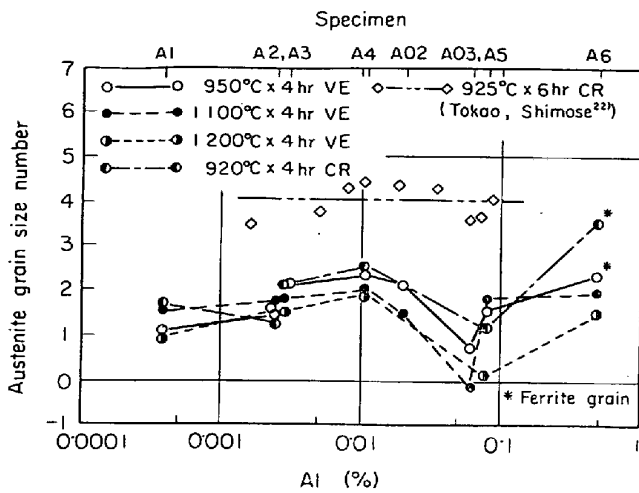


Fig. 4. Effect of aluminium on austenite grain size of Fe-Al alloys.

0551²⁰⁾の鋼のオーステナイト結晶粒度試験方法のうち浸炭法の規定に準じたものであるが、念のため950°Cでも粒現出を試みたが950°Cにおける粒度とほとんど差異は認められなかった。この傾向は本項で考察した以外の試料についても同様であった。

4.1.2 固溶アルミニウムの影響

つぎに Table 2.3 に示した試料を用いて、オーステナイト結晶粒度におよぼす固溶アルミニウム (Al) と略記) の影響を Al=0.49% までの範囲で検討し、その結果を Fig. 4 に示した。このうち Al の試料は比較材で Al 含有量のきわめて低い純鉄試料である。また A2, A3 の試料中の Al はその O 含有量から考えて Al₂O₃ 型であるため Al の影響を考察する試料とはならないが、Fig. 4 にはこれらもまとめて示してある。図から明らかなように Al の含有量を増加しても、オーステナイト結晶粒度はほとんど変化せず、粒度番号でほぼ 1~3 の間

にあり、温度の変化による粒の成長もあまり認められない。ただ AO3 の粒度番号は他の試料より 2 近く小であるが、これは C 含有量が 0.006% と他の試料より低いことが原因と思われる。これら Fe-Al 系試料は Table 2.3 に示したように、N 含有量は 0.0015% 以下できわめて少なく、オーステナイト中での AlN の生成は A6 以外は考えられず、A6 でも 0.002% 程度以下の Al しか AlN にならないので無視できる。したがって Al が Al₂O₃ 型の Al である試料 A2, A3 を除外しても、約 0.5% 以下の Al はオーステナイト結晶粒度にほとんど影響をあたえないことがわかった。なお Al 含有量の多い A6 の試料の 1000°C 以下では、平衡状態図²¹⁾より判定するとオーステナイト領域に入っていない。またこの試料は熱腐食を行なうと表面に薄い酸化被膜が生成し、粒度の判定がやや困難であった。さらにこれらの浸炭法による粒度は浸炭層が薄くて、十分な粒度判定が行なえなかつた。

Fe-Al 2 元系における Al のオーステナイト結晶粒度への影響については、高尾、下瀬²²⁾の研究があり、その結果も Fig. 4 に併記した。粒度番号は本実験結果より約 2 程度大きい。本実験と同様 Al 含有量によつてオーステナイト結晶粒度は変化していない。なお結晶粒が本実験より小さい理由として高尾らが試料溶解に使用した純鉄は、真空溶解し C で脱酸を行なったものであるが、O 含有量が 0.0005% 以下ときわめて低いことを考えると C が幾分残留し、そのため細粒化したものと推定される。そのほかにも Al の影響を調査した研究²³⁾はあるが、いずれも AlN が析出するような条件下での結果であり、本研究と直接比較はできない。なお実験条件は異なるが今井、広谷⁴⁾の結果は本研究の傾向と同じである。

Table 4. Effect of AlN on austenite grain size.

Specimen	Austenite grain size number					
	Thermal etching					Carburizing
	920°C × 4hr	950°C × 4hr	1 000°C × 4hr	1 100°C × 4hr	1 200°C × 4hr	925°C × 6hr
A 1	1.2	1.1	0.8	1.5	1.0	1.6
AN 6	3.2	3.1	3.2	2.1	2.2	2.6
AN 5	2.3	2.5	2.7	1.2	0.6	1.9
AN 4	3.2	3.5	3.8	2.9	2.0	2.6
AN 3	2.9	3.3	1.9	1.9	2.3	3.5
AN 1	2.3	2.6	1.6	2.0	2.1	2.5
AN 2	1.1	2.1	0.8	1.7	2.5	3.8
AN 7	1.4	2.1	2.4	1.6	—	—
AN 8	2.6	2.9	2.6	3.0	—	—
AN 9	4.4	4.4	4.8	5.0	—	—
AN 10	-0.3	-1.3	-2.0	-2.0	—	—

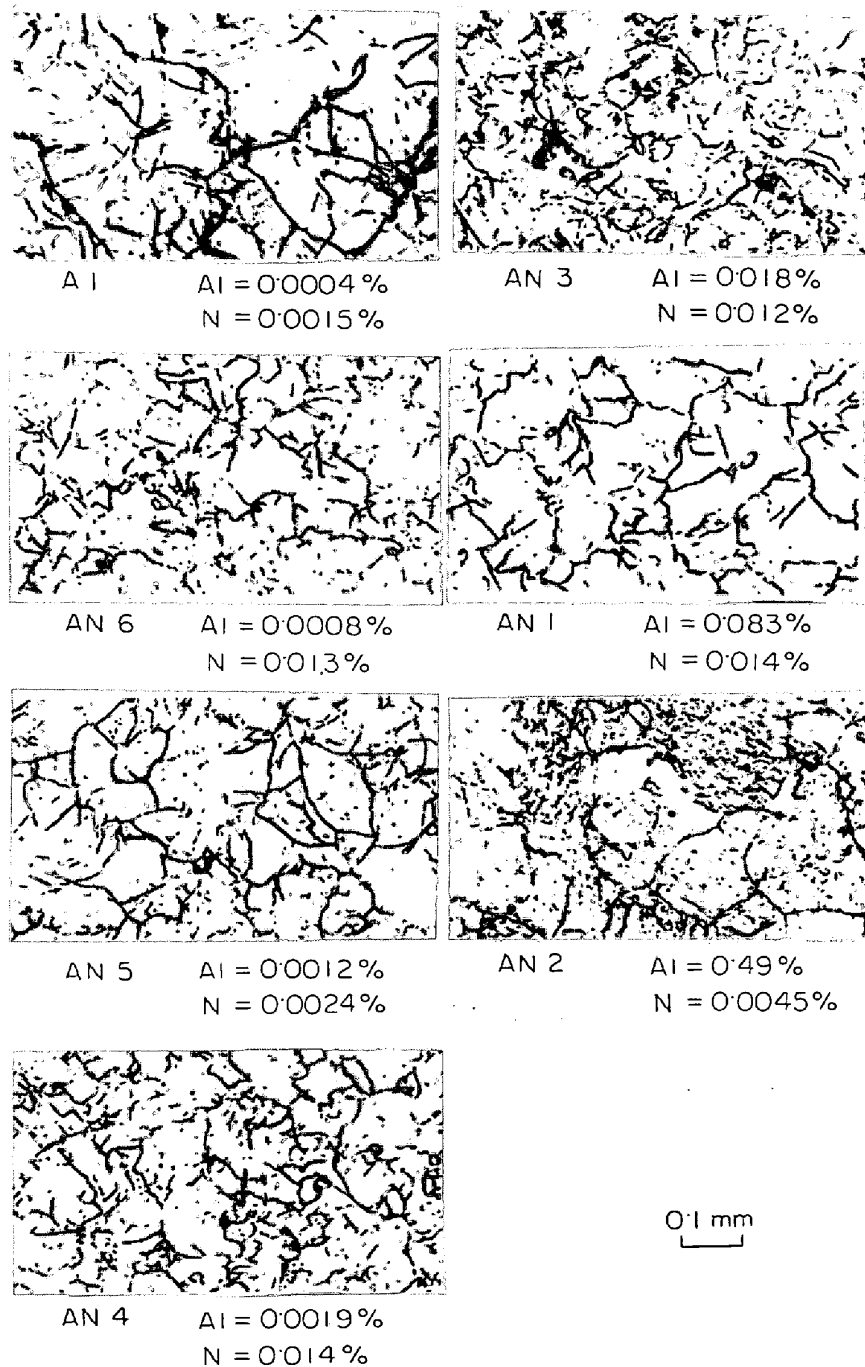


Photo. 1. Austenite grain structure of Fe-AlN alloys at 950°C×4hr VE.

4.1.3 AlN の影響

つぎに Fe-Al-N 3 元系を試料にしてオーステナイト結晶粒度におよぼす AlN の影響を調査した。まず Table 2.1 の Al と Table 2.4 に示す AN1~AN10 の試料を用い、オーステナイト結晶粒度の測定結果を Table 4 に、また 950°C でオーステナイト化したものの中から代表的な写真を Photo. 1 に示した。この表よりわかるとおり、試料 Al および AN5 を除き、これらの試料は約 0.0045~0.014% 程度の N を含み、かつ Al の量を

増しても、すなわち AlN が生成しているにもかかわらず、オーステナイト結晶粒は粒度番号 2~4 程度であり、あまり変化しない。これは従来の定説^{10)14)22)~55)}とちがひるしく異なる結果である。そこで試料中における AlN の析出量とその消失温度とを検討した。すなわち DAREN, SMITH, FILER⁵⁶⁾によれば

$$\text{AlN(solid)} = \text{Al}_T + \text{N}_T \dots \dots \dots (1)$$

なる反応において、その平衡定数 K_T は次式で与えられる。

Table 5. Relation between austenite grain size and precipitated AlN contents.

Specimen	AlN (%)		Austenite grain size number 920°C × 4hr VE
	Calculated equilibrium value at 920°C.	Analysed value after 920°C × 4hr WQ.	
AN 1	0.038	0.024	2.3
AN 2	0.011	0.011	1.1
AN 3	0.015	0.011	2.9
AN 4	0	0.00	3.2
AN 6	0	0.00	3.2
AN 7	0.008	0.015	1.4
AN 8	0.014	0.018	2.6

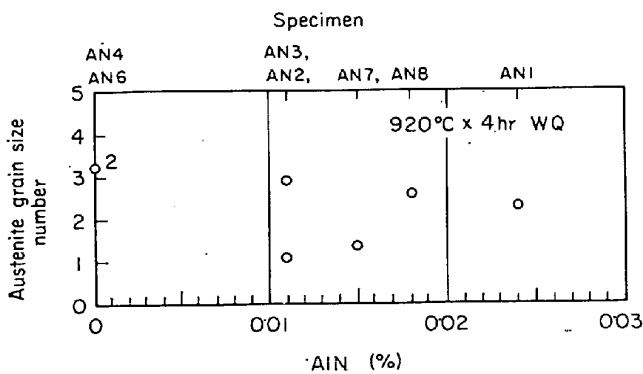


Fig. 5. Effect of AlN on austenite grain size of Fe-AlN alloys.

$$\log K_T = -(7400/T) + 1.95 \dots \dots \dots (2)$$

ただし T は温度 (K) である。いま $K_T = [\%Al]_T [\%N]_T$ として 920°C における AlN の析出量を計算すると Table 5 のとおりである。また同表中分析値とあるのは 950°C × 2hr AC 後、2 hr で 920°C に昇温し、この温度で 4 hr 保持するオーステナイト結晶粒の現出と同じ熱履歴を与えたのち水冷した試料について、ヨウ素アルコール法⁵⁷⁾で態別定量分析した AlN の量である。Fig. 5 は Table 5 に示した 920°C における析出 AlN の分析値と Table 4 に示したオーステナイト結晶粒度の関係を図示したものである。Fig. 5 によれば AlN の量が増加してもオーステナイト結晶粒は微細化せず、粒度番号 1 ~ 3 の粗粒を示している。これは今まで報告された多くの研究結果と相違している。たとえば BORN, KOCH²⁴⁾ は 12 kg 塩基性高周波炉、5 t 塩基性電弧炉および 90 t 平炉を用いて試料を溶製し、AlN とオーステナイト結晶粒度の関係を調査し、AlN 型の N が 0.0035% (AlN としては 0.010%) 以上になると粒度番号約 7.5 の細粒となり、それ以下では粗粒になると結論している。試料の組成は C = 0.12 ~ 0.33%, Si = 0.00 ~ 0.52%, Mn = 0.33 ~ 1.32%, S = 0.010 ~ 0.031% であり、N = 0.005

~ 0.008% と大体一定で Al 含有量を 0.005 ~ 0.120% の範囲で変化させてあり、AlN 型の N の値が 0.0003 ~ 0.0070% であることも分析によつて確かめている。粒の現出は浸炭法である。これと本実験条件との相違点は C 含有量 Si, Mn その他の不純物元素含有量および前処理条件などである。また加藤、伊藤²⁵⁾は C = 0.58 ~ 0.82%, Si = 0.11 ~ 0.31%, Mn = 0.35 ~ 0.82%, sol. Al = 0.002 ~ 0.025%, N = 0.0014 ~ 0.018% の試料を真空、Ar ガス、H₂-H₂O 混合ガスあるいは N₂ ガス中で溶製し 925°C における浸炭粒度を調査し、sol. Al = 0.008% (AlN に換算して 0.012%) 以上で細粒になると結論している。以上の実験と本実験の相違点として C 含有量, Si, Mn その他の不純物元素含有量および前処理の条件などが考えられる。一方高尾、下瀬²²⁾の実験は高純度の Fe-Al-N 系の試料、すなわち C = tr., N = 0.0065%, O = 0.0005%, S < 0.005% の試料について Al 量を種々に変化して AlN 量とオーステナイト結晶粒度との関係を調査し、Al = 0.007% (AlN 量に換算して約 0.010%) 以上で粒は微細化すると述べている。この実験条件と本実験とはきわめて類似しており、結果が一致しない原因は不明であるが、前述のとおり高尾らの試料の O 含有量がきわめて低いことから考えると、C による脱酸処理を行なつたとき微量の C が残留したのではないかと推定する以外に不一致の説明ができない。微量 C によるオーステナイト結晶粒の微細化作用については後述する。これらのほかにも AlN を含有すると粒が微細になるという研究結果は多数発表されているが多くは C の共存する鋼種を試料としている。たとえば GLADMAN, PICKERING⁴⁶⁾ は C = 0.05 ~ 0.12%, Si = 0.23 ~ 0.30%, Mn = 0.56 ~ 0.86%, Al = 0 ~ 0.150%, N = 0.008 ~ 0.016% の試料を高周波炉を用いて大気中または真空中で溶製して、AlN のオーステナイト結晶粒度粗粒化温度におよぼす影響および析出粒子の形状、分布状態などが微細化におよぼす影響を調査している。これは AlN を含有した鋼はすべて細粒鋼となるので、研究対象を粗粒化の挙動にむけたものである。粒現出法は徐冷法であるが C 含有量が低いのでかなり早い冷却速度を必要としている。その結果 0.08% Al で粗大化温度がもつとも高くなつていますが、それ以上でもほとんど低下しない。これらの試料の N 含有量は、Al をすべて AlN として析出させるには少なすぎるので、AlN に着目すれば粗粒化温度は AlN 量とともに増大し、0.02% で 1030°C となり、それ以上はほぼ一定となつている。CHATTERJEA, NIJHAWAN⁴⁴⁾ は C = 0.22 ~ 0.40%, Si = 0.046 ~ 0.28%, Mn = 0.55 ~ 1.24%, Al = tr. ~ 1.20%, N = 0.002 ~ 0.0085% の試料

を高周波炉, 電弧炉, 酸性および塩基性平炉で溶製し, オーステナイト結晶粒度におよぼす AlN の効果を考察し, 0.02~0.05% Al が結晶粒粗大化抑制効果が著しくそれ以上でも以下でも効果は減少すると述べている。

このように従来の研究によれば, 鋼中にほぼ 0.01% 以上の AlN が含有される場合には例外なくオーステナイト結晶粒は細粒であるが, 本実験においては Fig. 5 に示したとおり試料 AN1, AN2, AN3, AN7, AN8 は 920°C において 0.01% 以上 AlN を含むにもかかわらず粒は微細化しない。この原因については熱腐食法による粒現出に問題があるのではないかと考え浸炭粒度も測定した。他の研究者は浸炭法を採用している場合が多いからである。しかしながら浸炭法によつても Table 4 に示したとおり粒度に決定的な差は認められない。両方法にあまり差がないことはすでに他の研究者¹⁵⁾⁶⁸⁾によつても認められている。Table 4 には 925°C × 6hr の浸炭法によるオーステナイト結晶粒度を示したが, 浸炭剤によつて粒度が異なることがあると古くからいわれており⁵⁹⁾, PETER, WIESENECKER⁶⁰⁾はこれは浸炭時に C とともに浸炭剤中に不純物として含まれる N が侵入して粒に影響をおよぼすためと報告している。この点について検討した。すなわち J2 (N=0.0012%) および N5 (N=0.0021%) について浸炭層の N 分析を行なつた結果は Fig. 6 のとおりである。同図には PETER, WIESENECKER⁶⁰⁾が Cr-Mn 浸炭鋼を用いて行なつた同様の実験結果も併示してある。図からわかるとおり, 浸炭すると低窒素鋼 (J2) の場合は C とともに N がかなり侵入するが高窒素鋼 (N5) の場合には窒化されない。浸炭時に侵入する N は C と同様に粒生成後に侵入するからあまり大

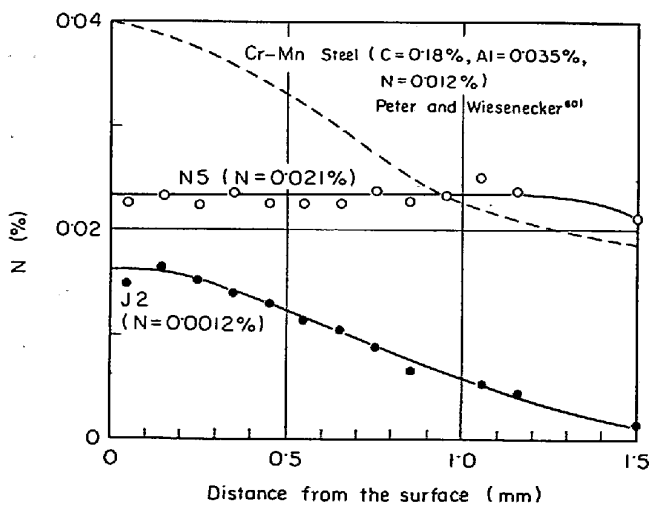


Fig. 6. Penetration depth of nitrogen by carburization.

きな影響を与えるとは考えられない。

一方 STRANSKY, KRALOVA⁶¹⁾は熱腐食による粒は高温において粒界に偏析した Al が蒸発するため, Al による粒成長阻止作用がなくなり, 粒が急速に大きくなると述べている。しかし本実験の程度の Al 含有量の場合, Fe と Al の蒸気圧から考えて Al のみ優先蒸発することは考えにくい。それよりも本実験条件, すなわち熱腐食時の真空度 (10^{-4} ~ 10^{-5} Torr.) から判断すると Al の蒸発よりも酸化の懸念のほうが大きい。事実 Al 含有量の高い試料の場合, 表面に部分的に酸化物が生成したこともあつた。それゆえ Al の蒸発による粒の成長は考慮しなくてもよい。

以上述べたとおり本実験の試料は Fe-Al-N 純 3 元系に近く, 他の研究者の試料は実用鋼に近い。C その他の元素の含有量にかなりの差があり, これらの影響が考えられるのでつぎに C の影響を調査した。

4.2 C および C と共存する AlN の影響

4.2.1 C の影響

Table 2-1 の試料を用いて C=1% までの範囲で熱腐食法および浸炭法によつてオーステナイト結晶粒度におよぼす C の影響を調査し, その結果を Table 6 および Fig. 7 に示し, さらに一部をすなわち同一系統の溶解母材で溶製した試料群のうち極微量 C のものをのぞいて Fig. 8 に図示した。この表および図中にはいわゆる純鉄試料も微量 C の影響を考察するために記入してある。Photo. 2-1 は Fe-微量 C 系, Photo. 2-2 は Fe-C 系の 920°C における代表的な試料の写真である。Table 6 および Fig. 8 に 950°C × 4hr VE の粒度が幾つよりも記入されているのは, 再現性を確認するため実験の時期, 実験装置, 実験者とを変えて行なつた結果である。なお Fig. 7 にはこれらの粒度の平均値を示してある。

以上の表および図からわかることは, C が 0.01% 以上含まれると粒はかなり微細となり, 0.05% 以上では完全に細粒で粒度番号は 5~6 より大になり, 1000°C 以上の粗粒化を起こす場合を除いては C 量が増すとさらに微細化し, 0.5% 以上になると粒が再び粗大になる傾向がある。920°C および 950°C の粒のうち C10, OC1 の試料が他の試料が示している傾向よりやや粗粒となっているが, この試料ほど顕著ではないにしても同一傾向を示す試料が他にもいくつか見られる。これらの試料はすべて溶解母材として No 13 およびこれと同系統の原料純鉄 No 14~16 を使用して溶製したもので, 程度の差こそあれ粒はやや大きめである。これらの原料純鉄は他の試料を溶製するときを使用した原料純鉄に比して,

Table 6. Effect of carbon on austenite grain size.

Specimen	C (%)	Austenite grain size number								
		Thermal etching						Carburizing		
		920°C × 4hr	925°C × 4hr	950°C × 4hr	1 000°C × 4hr	1 050°C × 4hr	1 100°C × 4hr	925°C × 6hr	1 000°C × 6hr	1 050°C × 6hr
FO 2	·0011	—	—	-2.7	-2.6	—	-2.7	—	—	—
Y	·0011	—	-0.7	—	—	-2.5	—	—	—	—
J 4	·0012	—	—	-1.3, -1.2, -0.8, -1.8	-1.6	—	-2.3	—	—	—
NI 1	·0013	—	—	-0.8	-0.9	—	-0.8	—	—	—
FO 1	·0015	—	—	-2.3	-2.5	—	-2.4	—	—	—
J 1	·0017	—	-0.3	-1.0	-1.1	-0.5	-1.5	2.2	-0.2	-0.5
O 4	·002	-2.1	—	-2.3	-2.0	—	-2.0	—	—	—
O 5	·002	-1.9	—	-1.7	-2.0	—	-2.5	—	—	—
P	·002	—	1.8	—	—	0.6	—	—	—	—
O 3	·003	-3.0	—	-2.5	-1.5	—	-2.5	—	—	—
J 6	·003	-2.4	—	-1.6	-0.1	—	0.6	—	—	—
F	·003	—	2.2	—	—	0.7	—	—	—	—
AO 1	·004	0.2	—	-0.1	0.7	—	-1.2	—	—	—
O 2	·005	0.4	—	-0.6	-0.9	—	-1.1	—	—	—
J 2	·0052	—	2.4	2.9	2.9	2.5	2.2	3.1	1.6	1.9
C 1	·0057	2.4	2.6	1.8, 1.0	1.8	2.4	1.3	3.7	0.5	1.4
O 1	·006	1.7	—	1.8	1.1	—	0.7	—	—	—
J 3	·007	1.9	—	0.5	0.1	—	0.8	—	—	—
J 8	·008	—	—	2.2	1.8	—	2.0	—	—	—
A 1	·009	1.2	—	1.1	0.8	1.0*	1.5	1.6	—	—
C 2	·011	3.8	2.8	2.5, 1.8, 3.9	2.5	3.2	1.3	3.3	—	1.2
C 3	·012	4.3	3.7	3.3, 2.3, 3.1, 3.6	3.9	3.9	3.1	3.7	—	2.9
J 5	·015	—	—	2.9	2.8	—	1.3	—	—	—
C 10	·030	3.8	—	3.0	4.2	—	0.3	—	—	—
O 1	·040	3.6	—	3.9	1.7	—	-0.1	—	—	—
C 4	·051	5.7	—	5.7, 5.3, 5.6, 5.7	4.2	—	1.4	6.1	—	4.7
C 12	·075	6.4	—	6.0	2.5	—	-1.2	—	—	—
AOC 1	·10	5.7	—	5.8	5.3	—	0.3	—	—	—
C 11	·10	5.5	—	5.5	1.7	—	0.9	—	—	—
C 5	·11	6.8	—	6.3, 5.6, 5.7, 6.5	1.6	—	-0.9	7.0	—	-0.9
C 8	·30	6.6	—	5.1, 5.0, 5.2	2.8	—	0.4	—	—	—
C 6	·51	6.7	—	5.8, 5.2, 6.4	1.8	—	0.0	7.6	—	-0.7
C 9	·61	5.6	—	5.5, 5.0	-0.2	—	-0.5	—	—	—
C 7	·99	5.5	—	5.5	-1.0	—	-1.9	2.7	—	-0.3

* 1 200°C × 4hr VE.

純度がやや高いようである。このことより試料の総合的な純度が上るほど粒は粗大になる傾向が認められる。たとえば J 8 の粒が他に比してやや細いのは S 含有量がやや高く純度が低いためと推定される。同様に NI 1 が細かいのは N 含有量が高いためである。

C の影響について、DIGGES⁶²⁾は C=0.23~1.21% の範囲で 925°C の結晶粒度は同じであると報告し、一方 MILLER, DAY⁶³⁾は C は粗粒化元素であると述べているが、これらは微量 C 域について検討されておらず、また試料中の不純物元素の含有量も高いので、本結果と直接比較することはできない。

以上の結果から判断すると C はオーステナイト結晶粒を著しく微細化する元素といえる。ただし微細化するのは C が 0.5% までであり、これ以上になると粗粒化の傾向が多少認められた。C によるオーステナイト結晶粒の微細化効果は盛、時実、岡本⁶⁴⁾の研究結果からも裏づけ

られる。すなわち Table 1 に示した溶解母材 No 5 を用いて本実験と同様の真空溶解鋳造法により溶製後、丸棒に鍛造した C 含有量 0.007% の純鉄試料 B 0 と 0.077% の微量 C を含む試料 C 0 とを 1 300°C × 2hr WQ (水冷) の熱処理を施したのち、920°C × 6hr CR した場合のオーステナイト結晶粒度はそれぞれ 1.2 および 4.8 で、980°C × 2hr AC の前熱処理ののち 980°C × 6hr VE した場合のオーステナイト結晶粒度はそれぞれ 0.5 および 6.4 であつた。松下、佐川、白石⁶⁵⁾は純鉄を湿水素処理によつて脱炭、脱窒し、C < 0.0001~0.0097% の試料を作製し、粒界自己拡散の活性化エネルギーを求めたところ、このような微量 C の範囲においても活性化エネルギーは C 量の増加につれて増大し、C が結晶粒成長を抑制するという彼らの前報⁶⁶⁾の結果を裏付けているが、これは本実験結果とも一致する。また草川、大谷⁶⁷⁾は C = 0.01% の純鉄を大気溶解すると結晶粒度は 5.0 であつた

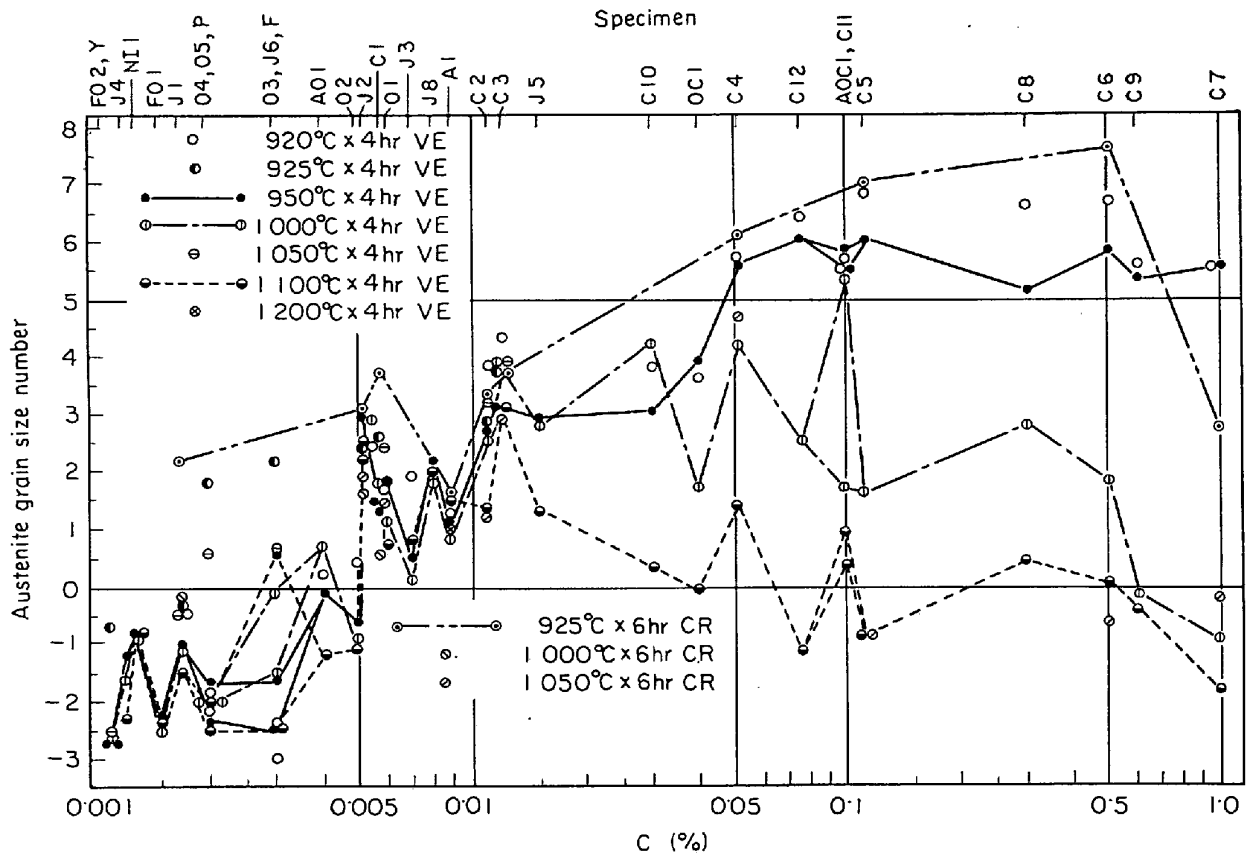


Fig. 7. Effect of carbon on austenite grain size of Fe-C alloy series I.

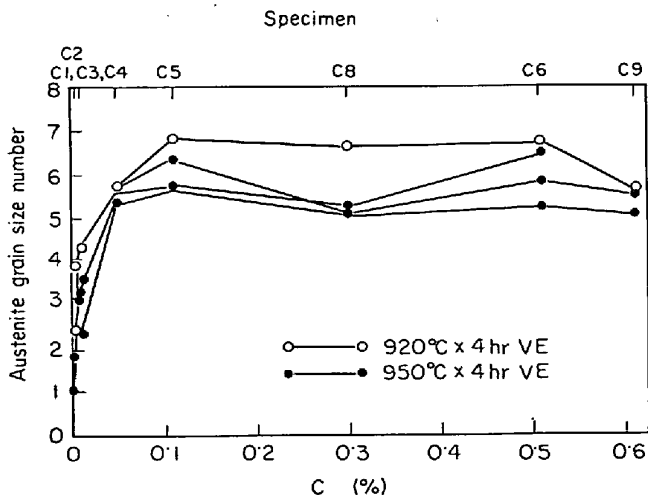


Fig. 8. Effect of carbon on austenite grain size of Fe-C alloy series II.

が、真空溶解すると $C=0.003\%$ と減少し、結晶粒度は 1.9 となり、さらにこれを真空アーク溶解を行なうといつそう粗大になつたと報告している。この研究はフェライト粒についてであるから本実験結果と直接比較はできないが、真空溶解中に黒鉛で脱酸すると粒が細かくなつたと報告していることと合わせ考えると、草川らの研究結果は本節の結論である微量 C による粒の微細化効果

で説明できる。その他フェライト結晶粒については ALLEN, REES, HOPKINS, TIPLER⁶⁸⁾も研究している。これはスウェーデン鉄を大気溶解後、真空溶解炉で水素脱酸して作成した $C=0.0025\sim 0.117\%$ の微量 C 試料 12 種について実験しているが、これも本実験と同様極微量 C 試料のフェライト粒度は 1~3 の粗粒であるが、C が増加するにつれて粒は微細化し、0.117% の試料ではフェライト粒度は 4~5 を示している。

なお本節で C の影響を調査した試料の O 含有量は 0.0008~0.133% と試料によつてかなりの差異がある。この影響については続報⁶⁹⁾で詳細な検討を行なうが、FO 1, FO2, O4, O5 などの試料の粒度からもわかるとおりオーステナイト結晶粒度におよぼす効果は C とは逆で、O はやや粗粒化させる傾向がうかがえる。しかしこの効果は C ほど強くはない。

4.2.2 C と共存する AlN, N および Al の影響

つぎに C と AlN が共存する場合のオーステナイト結晶粒度におよぼす影響を検討した。Table 2.4 の AN 7~9, ANC 1~5 に示すように N 約 0.006~0.015%, Al 約 0.017~0.078% を含み、C の含有量が種々に異なる試料について実験し、その結果を Table 7 および Fig. 9 に、またその一部の写真を Photo. 3 に示した。

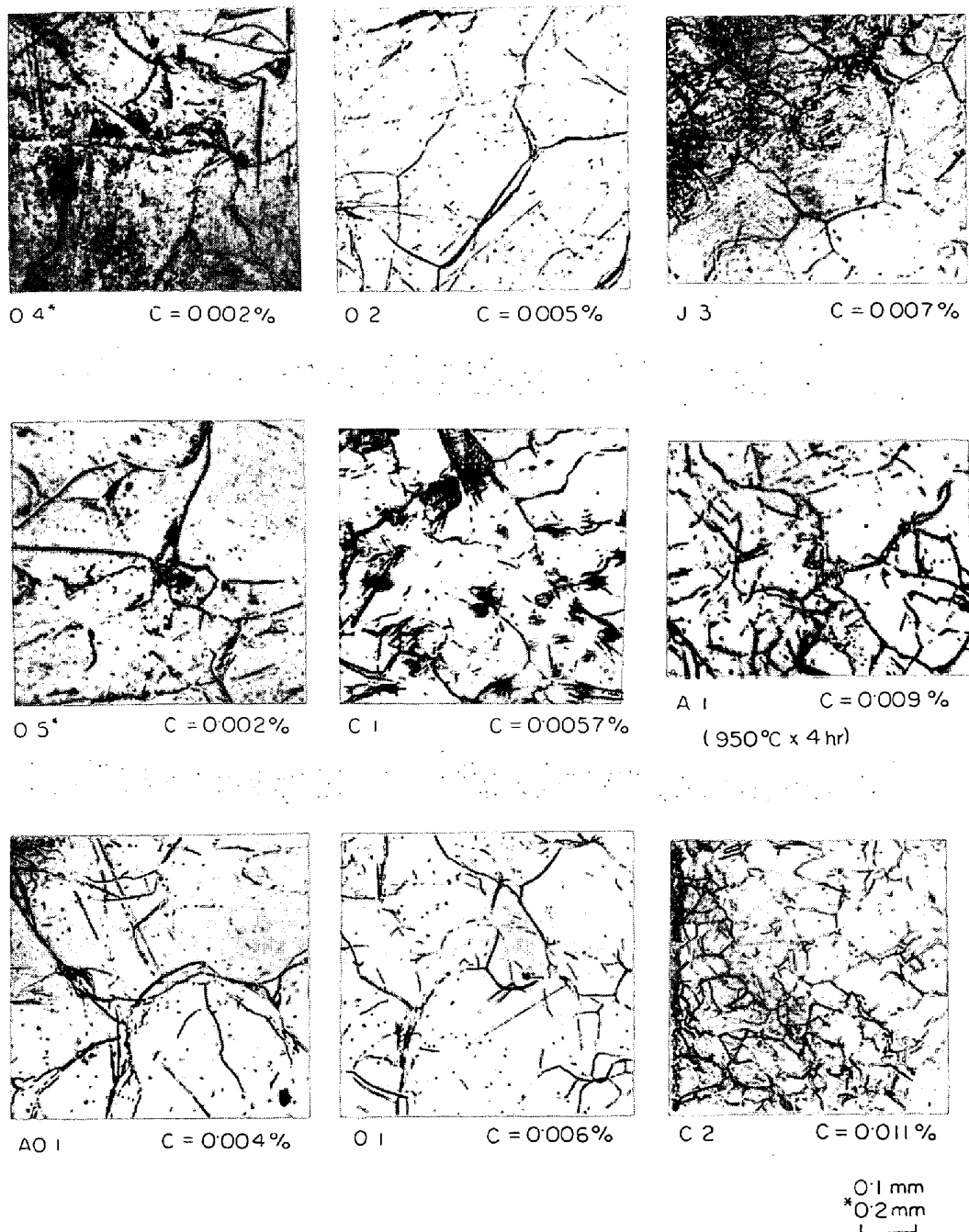


Photo. 2-1. Austenite grain structure of extreme low carbon alloys at 920°C × 4hr VE.

Fig. 9 には Fig. 8 に示した Fe-C 系試料の 920°C × 4hr VE のオーステナイト結晶粒度も併記した。この図は C 含有量を横軸に示してあるが、AlN の析出している試料 (Fe-C-Al-N 系) も、AlN の含まれない試料 (Fe-C 系) も、C の含有量が増すにつれて粒は微細化しており、この傾向は AlN の有無にかかわらずまったく同様で C 含有量に支配されていることが明らかである。

AlN の影響についてはこれが整合であるか不整合であるかがしばしば問題になるので、一部の試料については前熱処理として 1100°C × 6hr WQ の溶体化処理を施

して AlN を完全に消失させたのち 920°C × 4hr のオーステナイト結晶粒度を調べたが、Table 7 に示したとおりほとんど結晶粒度に差は認められなかった。なおこれについては続報⁷⁰⁾でも考察する。

また Table 2.5 に示すように N を約 0.006~0.009% 含み C の含有量の種々異なる Fe-C-N 系の試料についても実験を行ない、Table 8 に示す結果を得た。この結果の一部を Fig. 9 に併記した。この図からわかるとおり、微細化の程度はやはり C 量に依存している。

つぎに Table 2.6 に示した 2 種類の Fe-C-Al 系試料

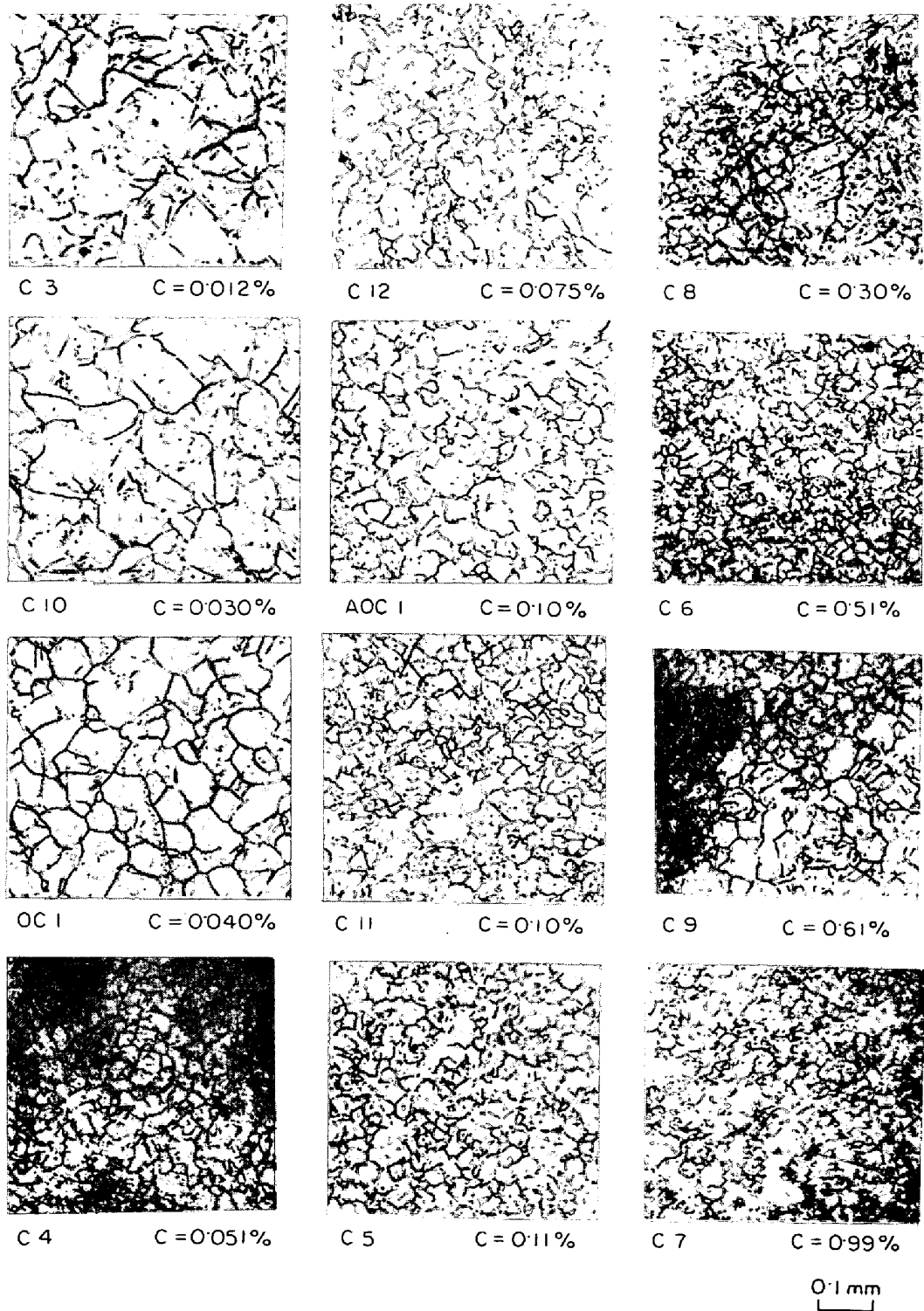


Photo. 2-2. Austenite grain structure of carbon alloy series at 920°C x 4hr VE.

の粒度測定を行ないCと共存する Al の影響を調べた。Table 9はその結果で、この一部はFig. 9に併記した。920°C の粒度をCを含まず Al のみを含む試料の粒度 (Fig. 4)と比較すると微細化しているが、これはFig. 9に示したようにCの影響と考えることができる。そして1000°C, 1100°Cと温度が上昇するにしたがつて粒が粗大化している点もFe-C系と全く同一の傾向と判断で

きる。それゆえFe-C-Al系の試料におけるAlの影響は顕著でないといえる。

4.2.3 C共存の有無によるAlNの挙動の相違について

以上述べた結果によれば、オーステナイト結晶粒度の微細化に寄与するAlNの効果は明白ではないが、多くの研究者の従来の結果を見ると、まったく効果がないと

Table 7. Effect of carbon and AlN on austenite grain size.

Specimen	Austenite grain size number (Thermal etching)					
	920°C × 4hr	920°C × 4hr*	950°C × 4hr	1 000°C × 4hr	1 100°C × 4hr	1 200°C × 4hr
AN 3	2.9	2.2 ^{a)}	3.3	1.9	1.9	2.3
AN 7	1.4	—	2.1	2.4	1.6	—
AN 8	2.6	2.1 ^{b)}	2.9	2.6	3.0	—
AN 9	4.4	—	4.4	4.8	5.0	—
ANC 1	6.1	6.7 ^{a)}	7.4	6.7	6.6	—
ANC 4	6.5	7.0 ^{b)}	6.6	7.4	0.8	—
ANC 5	7.8	9.3 ^{b)}	7.5	6.8	7.1	—
ANC 2	7.1	6.4 ^{a)}	6.7	7.1	1.4	—
ANC 3	6.7	6.1 ^{a)}	7.6	7.6	-0.3	—

* Prior heat treatment: Solution treatment [a) 1 100°C × 6hr WQ, b) 1 200°C × 2hr WQ.]

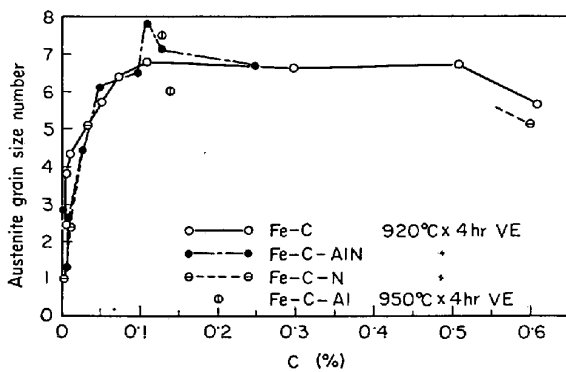


Fig. 9. Effect of carbon, aluminium and nitrogen on austenite grain size of Fe-C, Fe-C-AlN, Fe-C-N and Fe-C-Al alloys.

結論するのは早計である。しかしながら 0.05% 程度以上のCと共存しないかぎりオーステナイト結晶粒がAlNによつて細粒にならないことは確実であり、これはCが共存するか否かによつて AlN の挙動に差を生ずるのではないかと推定されるので、まず化学分析によつて AlN の析出挙動と量を調べた。C をほとんど含まない試料 AN3 およびCを含む試料 ANCI を 1 100°C × 6hr WQ の溶体化処理を行ない AlN を溶解させたのち、オーステナイト結晶粒現出時と同様に 920°C に 2 hr で昇温し、加熱途中で 300, 500, 600, 700, 760, 800, 850, および 920°C の各温度より水冷し、AlN を分離定量⁵⁷⁾した。この結果を Table 10 に示した。表から明らかなおと AN3, ANCI とともに 700°C 付近から析出が進み、800~850°C で最大の析出量を示している。その後 920°C に達すると一たん析出した AlN が再溶解している。この傾向は他の多くの研究者^{44) 46) 52) 54) 56) 71)}によつても認められている。ただ AN3 は ANCI に比べると 300~700°C の間で徐々に析出が起こっているが、これはN含有量が多いためであろう。以上のようにCが存在する場合と存在しない場合とで、AlNの析出状態がどのよう

Table 8. Effect of carbon and nitrogen on austenite grain size.

Specimen	Austenite grain size number (Thermal etching)			
	920°C × 4hr	950°C × 4hr	1 000°C × 4hr	1 100°C × 4hr
CN 1	1.0	1.2	1.5	1.1
CN 2	2.4	2.0	2.0	1.5
CN 3	5.1	5.2	—	—
CN 4	5.1	2.4	-0.3	-1.4

Table 9. Effect of carbon and aluminium on austenite grain size.

Specimen	Austenite grain size number (Thermal etching)			
	920°C × 4hr	950°C × 4hr	1 000°C × 4hr	1 100°C × 4hr
AC 1	7.1	7.5	2.7	-0.5
AC 2	5.4	6.0	2.9	1.0

に変わるかを化学分析により検討したが、両者の間には顕著な変化は認められなかつた。

つぎに電子顕微鏡を用い AlN の析出状態がCの存在によつて影響されるか否かを調べた。使用した試料は、ANCI と AN7 とである。熱処理は 950°C × 2hr AC の前熱処理後 920°C まで 2 hr で昇温加熱し、その昇温過程で各温度より水冷し透過電子顕微鏡写真を撮影して AlN の析出状態を観察した。詳細⁷²⁾は省略するが、その結果両者とも各温度における析出状態には大きな差異は認められなかつた。しかも粒度番号 (920°C × 4hr VE) は ANCI の場合 6.1 の細粒を示し、AN7 では 1.4 の粗粒を示すのであるから AlN の析出粒子はオーステナイトの初期粒度を微細化する効果はないと考えられる。一方 AlN を含まない試料 C5 を 950°C × 2hr AC 後 920°C × 4 hr WQ したのものについて電子顕微鏡観察を行なつたが、

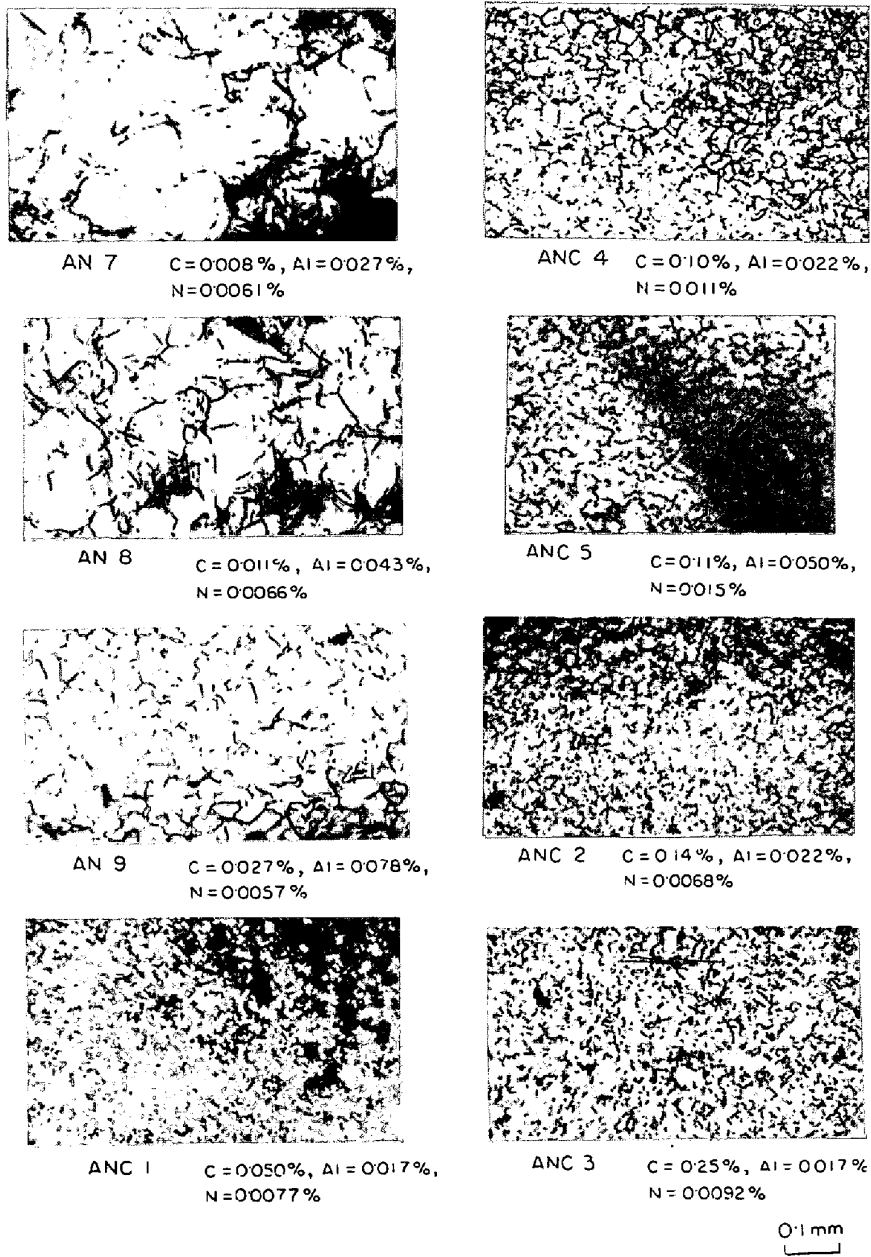


Photo. 3. Austenite grain structure of Fe-C-AlN alloys at 920°C×4hr VE.

Table 10. Precipitated AlN contents of reheated and quenched specimens after solution treatment (1100°C×6hr, WQ). (%)

Reheated temperature / Specimen	300°C	500°C	600°C	700°C	760°C	800°C	850°C	920°C
AN 3	·0029	·0096 ·0070 ·0062	·0082	·0070 ·0067 ·0085	·0152	·0193	·0188	·0117 ·0108
ANC 1	·0035	·0032	—	·0044	—	·0105	·0147	·0080 ·0070

粒内に全く析出物は見られなかつた。なおこの試料の920°Cの粒度は6・8の細粒であり、したがつてこの微細化はCによるものと判断される。以上のようにANCIとAN7とではAINの析出や分布の状態さらに析出の挙動などには明瞭な差異は認められず、Cが共存する場合としない場合とのAINの析出状態は変化がないと推定される。したがつてオーステナイト結晶粒度におよぼすCとAINの効果はお互に独立しており、相互作用は少ないと思われる。CとAINのそれぞれのオーステナイト結晶粒に対する影響は後述する。

4.3 Si, Mn およびこれらと共存する C, AIN の影響

AINによるオーステナイト結晶粒の微細化作用を論じた従来の研究では試料の大部分は、既述のとおりCはもちろんSi, Mnなどの元素が含有されている実用鋼か、これに近い組成をもつたものであつた。これらの共存元素のうちCの効果についてはすでに考察したので、さらにSi, Mnの影響について調査した。

4.3.1 Si および Mn の影響

Table 2.7の試料を用いてSi=2.12%までの範囲でSiの影響を、またTable 2.8の試料を用いてMn=13.7%までの範囲でMnの影響を調査した。純鉄としては同系列の母材より溶製したJ1を選び比較材とした。

オーステナイト結晶粒度におよぼすSiの影響をFig. 10に、またMnの影響をFig. 11に示した。図から明らかなおとおりSiを0.2%含有すると、920°C×4hr VEによるオーステナイト結晶粒は粒度番号4程度まで微細化するが、さらにSi含有量が増加すると粒度番号で0程度の巨大粒になる。一方Siを含有する試料は浸炭による粒界の形成が不完全で粒度の測定が不可能なものが多く、正確を期しがたいので、浸炭粒度については検討を保留した。オーステナイト結晶粒度におよぼすSi単独の影響については比較すべき文献が見当たらなかつた。

つぎにMnの影響については、Mnは0.1~1%程度含まれると950°C×4hr VEでは粒度番号3~4の粗粒である。Mn含有量が増大すると熱腐食法の場合は粒界が太く深くなるので、はたして真の粒界を示しているかどうか問題があり浸炭粒度のほうが信頼できる。また焼入れ粒度は判定がきわめて困難で不確実であつた。したがつて以上の結果から浸炭粒度を中心に判断すると、Mnは微量(0.1%)添加で結晶粒をやや微細化し、さらに増加してもあまり粒度に変化をあたえないと考えられる。Photo. 4は代表的な試料の各現出法によるオーステナイト結晶粒の写真である。オーステナイト結晶粒度に

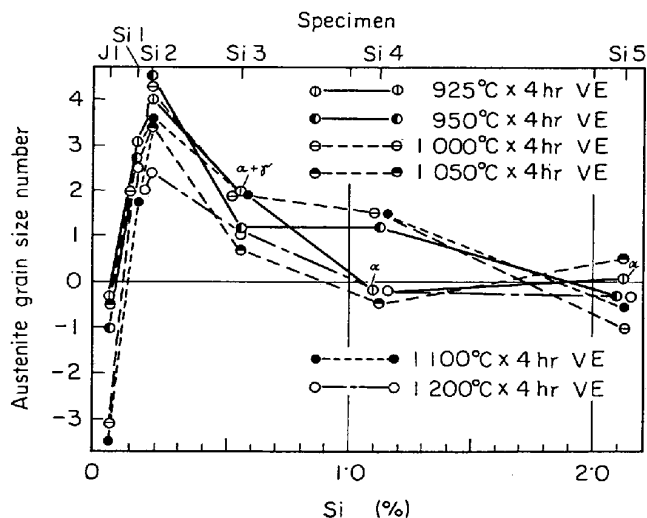


Fig. 10. Effect of silicon on austenite grain size of Fe-Si alloys.

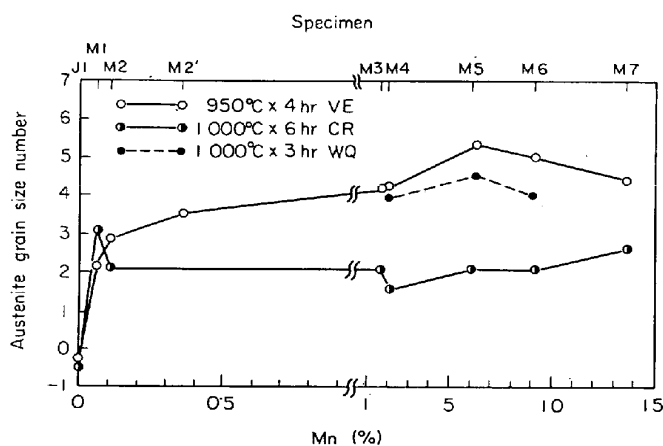


Fig. 11. Effect of manganese on austenite grain size of Fe-Mn alloys.

およぼすMnのみの影響についても文献は見当たらないが、吉松、中川⁷³⁾はC \approx 0.08%, Mn=0.55~1.26%を含む低マンガン鋼の結晶粒度を粒度番号4としており、SCHUYTEN⁷⁴⁾はC \approx 0.15%, Mn=1~2%を含む高純度低マンガン鋼のオーステナイト結晶粒度を900~1200°Cの温度範囲で各2hr保持後の焼入れ粒度を測定し、粒度番号3~4で不変であると述べている。BOULGER, FRAZIER⁷⁵⁾は工業的に溶製した熱間圧延セミキルド鋼のCおよびMn含有量を種々変化させた試料について1700°F(927°C)における浸炭粒度を測定している。それによるとC=0.14~0.17%の試料でMnを0.20%から1.25%へ増加させた場合、オーステナイト結晶粒度は粒度番号で3.5から1.8へとやや粗大化している。これらの結果は本実験結果と粒度番号や傾向がほぼ同じであるが、試料に約0.1%前後のCを含んでおり、直接比較することはできない。C含有量が比較的低いものと

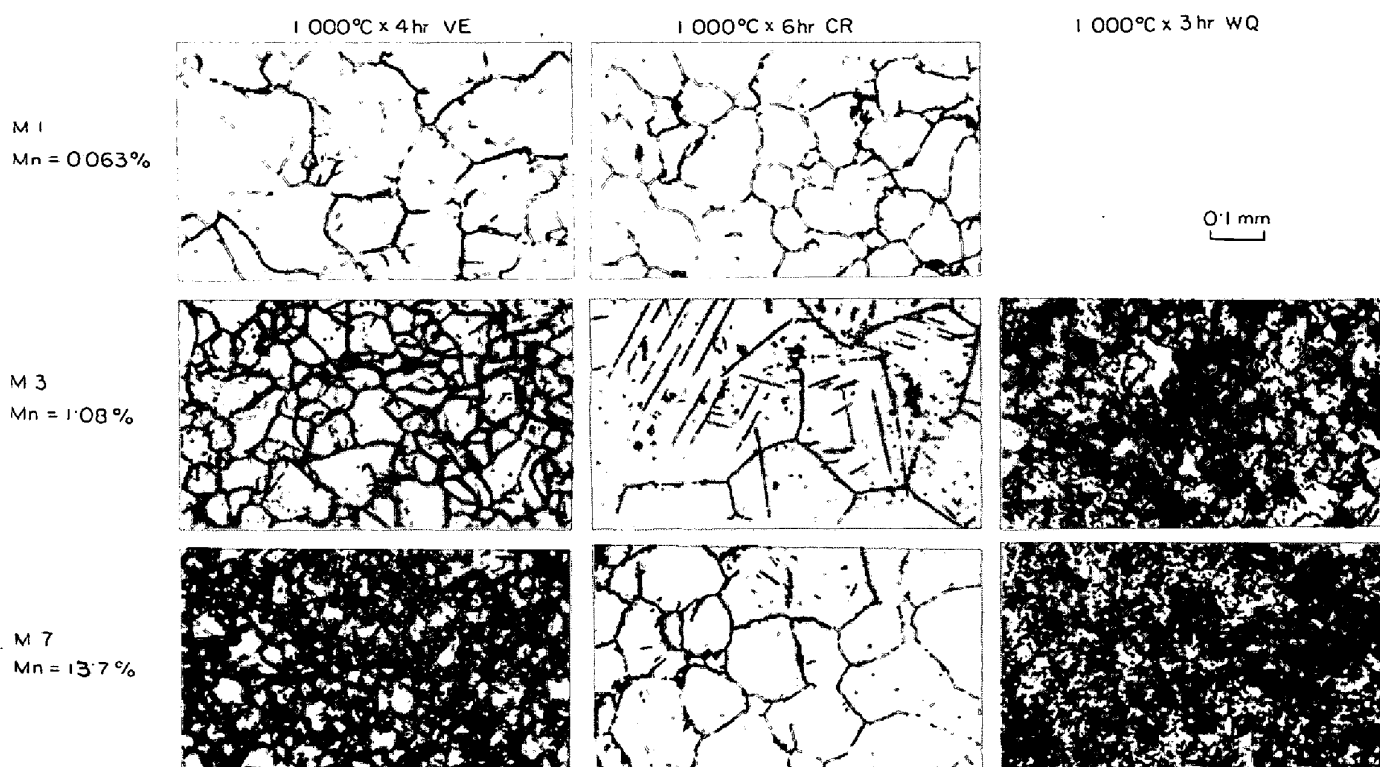


Photo. 4. Austenite grain structure of Fe-Mn alloys at 1000°C.

しては、フェライト粒度についてのデータであるが、ALLEN, REES, HOPKINS, TIPLER⁶⁸⁾の報告がある。彼らは $C = 0.032 \sim 0.053\%$, $Mn = 0.46 \sim 2.04\%$ の試料を水素脱酸した真空溶解純鉄を原料に溶製し、そのフェライト結晶粒度を測定した結果、 $Mn = tr.$ で粒度番号3~4であったのが、 Mn 量の増大につれて微細化し、 $Mn = 2.04\%$ で粒度番号8になつたと述べている。これも本実験結果と傾向は類似しているが、本実験試料よりC含有量が5~10倍高いため粒度は一致していない。またANDERSON, SPREADBOROUGH⁷⁶⁾およびPRIESTNER, EARLEY, RENDALL⁷⁷⁾も Mn による粒の微細化を認めている。一方DAVY, GLOVER⁷⁸⁾は亜共析鋼に0.025~2%の Mn を添加すると、焼なまし時に粒界に形成される炭化物が減少する傾向にあり、したがって界面エネルギーを減ずると述べているが、このような場合は Mn 量の増加につれて粒は粗大化するものと思われる。しかしながらこの効果は Mn 単独のものでなくCとの相互作用によるもので、本実験試料には適用できない。

4.3.2 C, AlN, Si および Mn のうち2種類以上 が共存する場合の影響

Table 2.9 に示した試料を用いて C, AlN, Si, Mn のうち2種類以上が共存する場合のオーステナイト結晶粒度におよぼすこれらの元素の影響を調査した。C含有

量としては $920^\circ C \times 4hr$ VE の粒がもつとも微細化する0.1%程度を、Al量としては従来粒を微細化させるのに十分と考えられている0.03%付近を、N量としては0.007%前後を、Si量としては普通鋼の含有量に相当する0.2%と0.5%を、 Mn 量も同じく普通鋼の含有量である。0.5%を目標として選んだ。Table 11は以上の試料のオーステナイト結晶粒度測定結果であり、

Table 11. The combined effect of AlN, C, Si and (or) Mn on austenite grain size of specimens.

Specimen	Austenite grain size number (Thermal etching)			
	920°C × 4hr	950°C × 4hr	1 000°C × 4hr	1 100°C × 4hr
ANCSM 1	9.1	8.2	7.3	0.2
ANCSM 2	9.1	9.1	7.5	1.8
ANSM 1	4.9	4.9	3.2	1.8
ANSM 2	4.5	4.5	3.7	2.8
CSM 1	6.3	6.0	3.8	0.0
CSM 2	6.0	5.9	4.9	3.1
SM 2	3.4	2.7	3.2	2.4
ANCM 1	10.1	10.0	8.5	7.6
ANM 1	1.9	1.8	2.0	2.1
ANM 2	3.9	—	—	—
ANCS 1	8.3	8.4	7.9	-0.3
ANS 1	3.9	3.8	1.9	1.4

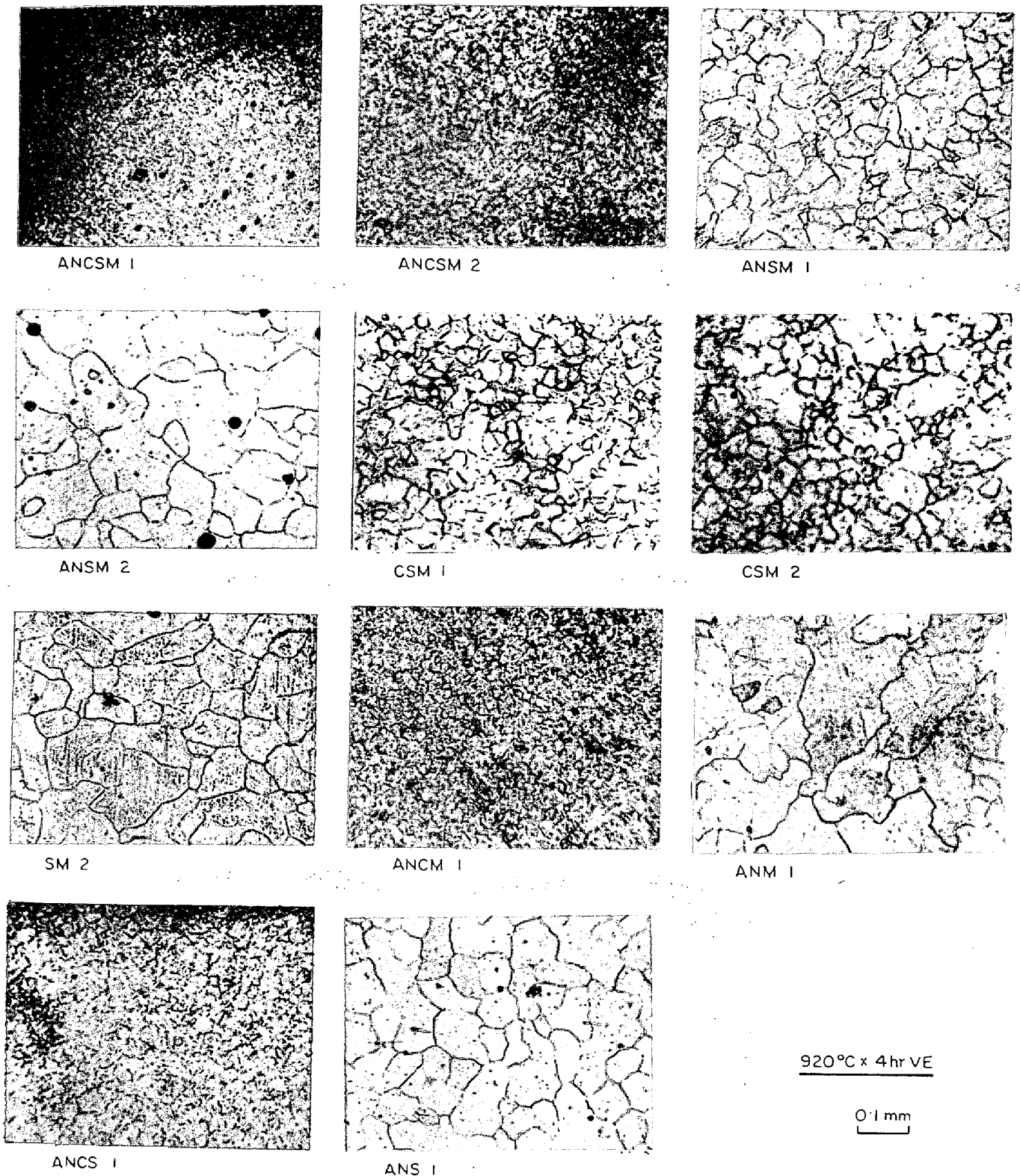


Photo. 5-1. Austenite grain structure of multicomponent alloys at 920°C.

Photo. 5-1, Photo. 5-2 はそのなかの代表的な写真である。このうち 920°C×4hr VE の値を、すでに述べた各元素の単独添加の場合の値とともに、添加元素別に Table 12 に整理した。これからわかるとおり、各元素

が 920°C においてオーステナイト結晶粒度におよぼす影響は、つぎのようにまとめることができる。

(1) 920°C のオーステナイト結晶粒の微細化にもつとも有効に作用する元素は C である。

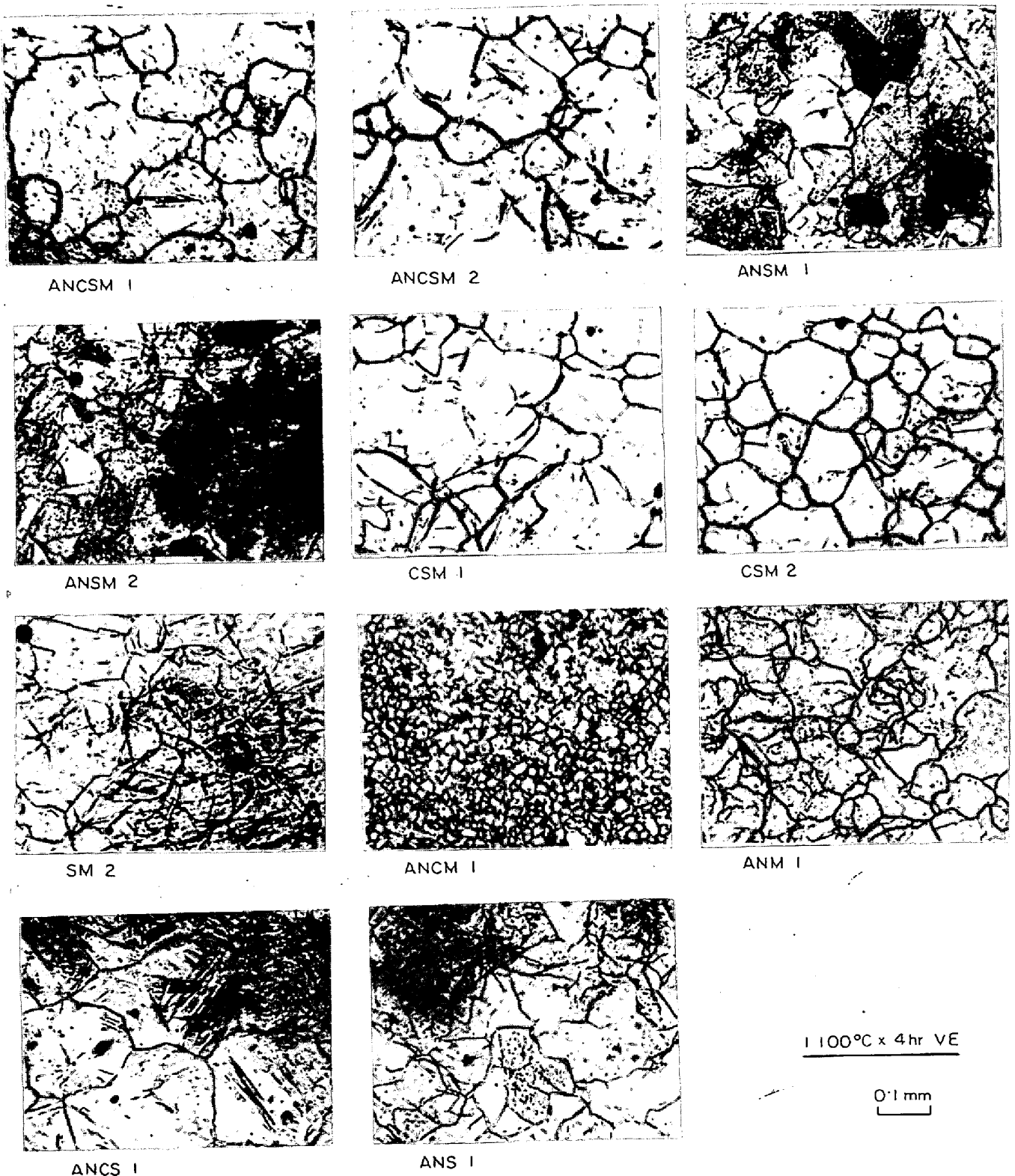


Photo. 5-2. Austenite grain structure of multicomponent alloys at 1100°C.

(2) C約0.1%を含有すれば、AlNが含まれなくても細粒(粒度番号6~7)である。

(3) CとAlNとの共存する試料はすべて細粒(6以上)であるが、その粒度はCのみの場合とほとんど変

わらない。

(4) CもAlNも含まれていない試料は粗粒(4以下)である。

(5) AlNを含有していても、Cが存在しない試料の

Table 12. Comparison of the single or combined effect of added element on austenite grain size (920°C×4hr VE) of specimens.

Added elements	Extreme low C (C=0.001~0.008%)				With C (C=0.1%)			
	Without AlN		With AlN		Without AlN		With AlN	
	Specimen	Grain size number	Specimen	Grain size number	Specimen	Grain size number	Specimen	Grain size number
Without other added element	F	2.2*	AN 1	2.3	C 4	5.7	ANC 1	6.1
	P	1.8*	AN 2	1.1	(C=0.051%)		ANC 2	7.1
	Y	-0.7*	AN 3	2.9	C 12	6.4	ANC 3	6.7
	A 1	1.2	AN 4	3.2	(C=0.075%)		ANC 4	6.5
	J 1	-0.3*	AN 5	2.3	C 0††	6.4	ANC 5	7.8
	J 2	2.4*	AN 6	3.2	(C=0.077%)			
	J 3	1.9	AN 7	1.4	C 11	5.5		
	J 4	-1.2**	AN 8	2.6	(C=0.10%)			
	J 6	-2.4	AN 9	4.4	AOC 1	5.7		
	J 8	2.2**	AN 10	-0.3	(C=0.10%)			
	C 1	2.4			C 5	6.8		
	O 1	1.7			(C=0.11%)			
	O 2	0.4			C 8	6.6		
	O 3	-3.0			(C=0.30%)			
	O 4	-2.1						
	O 5	-1.9						
	AO 1	0.2						
FO 1	-2.3**							
FO 2	-2.7**							
NI 1	-0.8**							
BO†	0.5							
Si added	Si 2	4.0	ANS 1	3.9			ANCS 1	8.3
	Si 3	2.0						
Mn added	M 2	2.8	ANM 1	1.9			ANCM 1	9.9
	M 2'	3.3	ANM 2	3.9				
	M 3	4.1						
Si and Mn added	SM 2	3.4	ANSM 1	4.9	CSM 1	6.3	ANCSM 1	9.1
			ANSM 2	4.5	CSM 2	6.0	ANCSM 2	9.1
Grain size according to the former theory	coarse		fine		coarse		fine	

* 925°C×4hr VE, **950°C×4hr VE

† Prior heat treatment 980°C×2hr AC, 980°C×4hr VE; C=0.007%, N=0.0015%, Al=0.007%

†† Prior heat treatment 980°C×2hr AC, 980°C×4hr VE; N=0.0019%, Al=0.003%

場合中粒 (4.5以下) ないし粗粒で, Si, Mn を同時に含有しない場合は粗粒である。

(6) Si 0.2%, Mn<1% が単独または共存する場合はやや結晶粒を微細化する傾向がある。

(7) C, AlN, Si, Mn を同時に含有する試料の結晶粒度はもつとも微細 (8~10) である。これは商用鋼材で従来広く認められている定説に一致している。たとえば PRIESTNER, EARLEY, RENDALL⁷⁾ は実用鋼のオーステナイト結晶粒度番号は 10 位まで微細化するが, 所定の添加元素のみを添加した高純度鋼では 4~6 程度にまでしか細粒化しないと述べている。

4.3.3 粗粒化温度におよぼす添加元素の影響

オーステナイトが 2 次再結晶を起こす温度を粗粒化温

度と呼ぶが, 粗粒化温度におよぼす C, AlN などの添加元素の影響をみるため, 代表的な試料を 920, 1000, 1100°C でオーステナイト化した粒度を Fig. 12 にまとめて示した。すなわち同図の上半部 (A) は C を含む試料について, 下半部 (B) は C を含まない試料について示した。そして Table 11 に示した多元系試料のほかに Fe-C 系の試料 J3, C5, Fe-C-AlN 系の試料 ANC4, ANC5 および Fe-Mn 系試料 M2' の粒成長挙動も併記した。これによると 920°C で細粒であった C のみを含む試料 C5 (C=0.11%) は 1000°C ですでに粗粒化し, C と Si, Mn が共存し AlN を含まない試料 CSM 1, 2 も同様の傾向を示している。これに対して 920°C で同じく細粒を示す C を含有する試料のうち, AlN が共

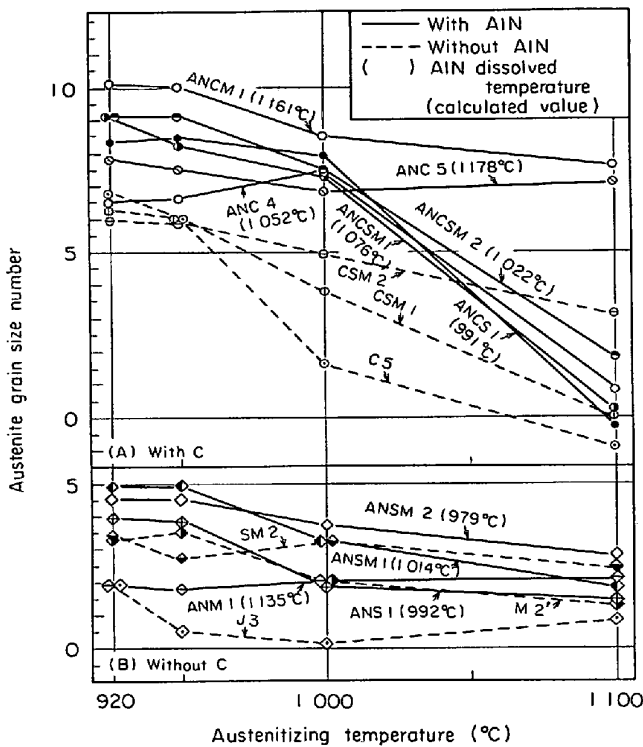


Fig. 12. Effect of added elements and austenitizing temperature on coarsening behavior of austenite grain size.

存する試料 (ANC 4, 5; ANCM 1, ANCSM 1, 2; ANCS 1) は 1000°C でほとんど成長せず, さらにそのうちの一部, すなわち AlN 含有量の異なる試料 (ANC 5, ANCM 1) は 1100°C になっても細粒のままである. これより AlN は粒の成長を阻止し, 粗粒化温度を高くする作用, 換言すれば 2 次再結晶を阻止する効果が大きることがわかる. このことは同時に記入してある AlN の消失温度 (後述の計算値) を参照すればより明白となる.

また AlN を含有するが, C が存在しない試料 (ANSM 1, 2; ANM 1, ANS 1) の粒度は温度によつてほとんど変化しない. AlN も C も含有しない純鉄 (J3), Fe-Mn 系 (M2'), Fe-Si-Mn 系 (SM 2) の試料も温度による変化は顕著でない. このようにオーステナイト結晶粒の粗大化温度が AlN の消失温度と密接な関係をもつということは, 最近ではたとえば ERASMUS²⁹⁾によつても指摘されている.

4.3.4 AlN 析出量とオーステナイト結晶粒との関係

以上で AlN が粗粒化温度を高める, すなわち 2 次再結晶を阻止する効果の大きいことがわかつたので, さらに析出 AlN 量とオーステナイト結晶粒度との関係について考察を試みた. 析出 AlN 量は (2) 式を使用して計

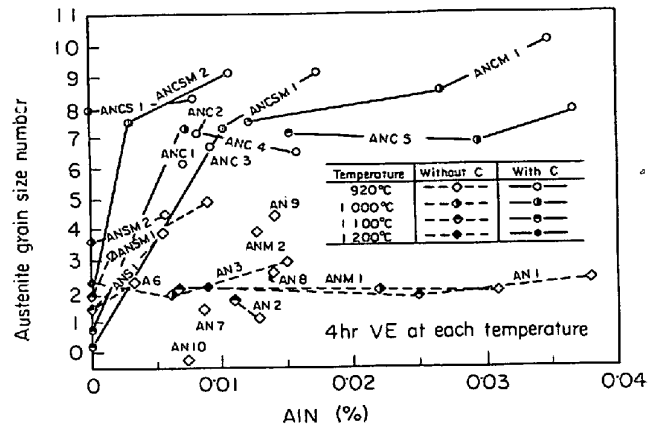


Fig. 13. Effect of carbon and AlN (calculated value) on coarsening behavior of austenite grain size.

算した. Al_7 の値は 酸可溶 Al の分析値を用いたが, これが不明の試料については全 Al 量をもつてこれに当てた. また試料のなかには状態図より判断すると温度によつて一部 α 相になっているものもあるが計算の場合これを無視した. Fig. 13 は析出 AlN 量の計算値とオーステナイト粒度との関係を示したもので, Photo. 6 はそのなかの代表的な顕微鏡写真である. これよりわかることは C あるいは Si, Mn を含む場合, AlN の減少にしたがつて粒は次第に大きくなり, とくに AlN 量が 0 に近づくと急に粗粒化している.

一方, 920°C の温度においてオーステナイトが細粒であるか, 粗粒であるかは, AlN の量に関係なく C の存在で決定されていることは明らかである. なお試料 ANCS 1 の 1000°C における粒が計算上では AlN が消失しているにもかかわらず細粒である理由は, 計算による AlN 消失温度 (991°C) が 1000°C とほぼ同じであり, また 1100°C における粒が粒度番号 -0.3 の粗粒であることなどを考えると, 1000°C においても AlN が若干残留していたためか, あるいは実験上のばらつきかもしれない. しかしながらこの点以外はすべて合理的な傾向を示している.

以上の結果を総合すると, オーステナイト結晶粒度におよぼす C, AlN, Si, Mn の影響として本実験に用いた試料の含有量の範囲では, つぎのようにまとめられる.

(1) オーステナイト結晶粒度におよぼす Al と N の効果は AlN が粒成長, とくに 2 次再結晶による粒の成長を阻止する.

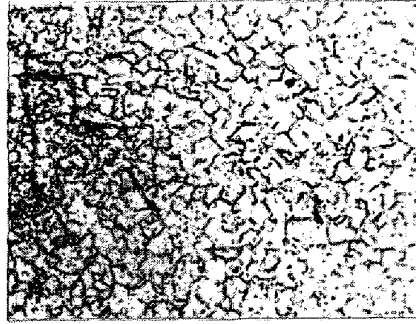
(2) C は粒を微細化するが粗粒化温度を高めない. 換言すれば C はオーステナイト変態完結直後の粒を細か

920°C x 4hr VE



ANC 5 C=0.11%, sol. Al=0.047%, N=0.015%,

1000°C x 4hr VE

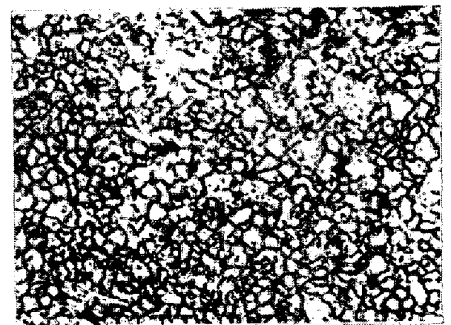
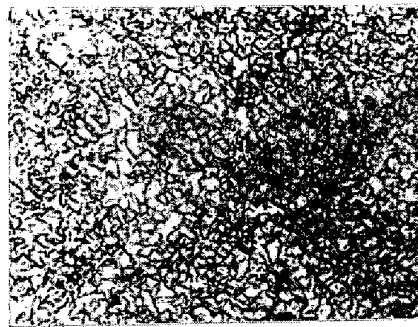
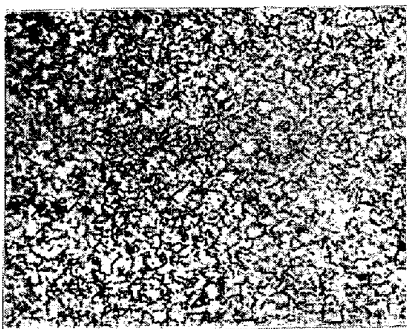


ANCM 1 C=0.085%, Mn=0.40%, sol. Al=0.041%, N=0.015%

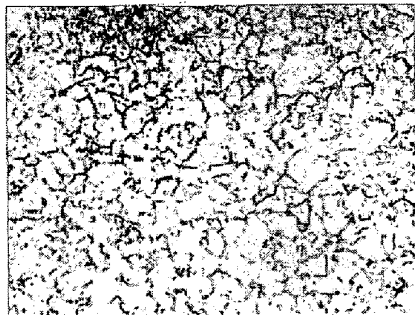
1100°C x 4hr VE



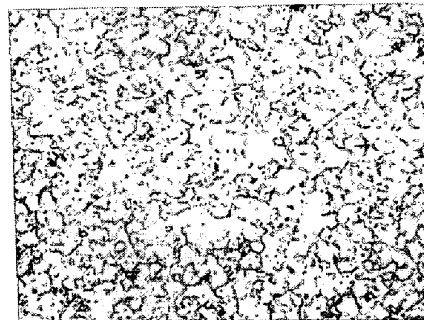
AIN dissolved at 1178°C



AIN dissolved at 1161°C



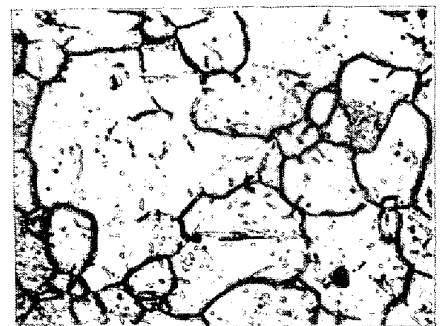
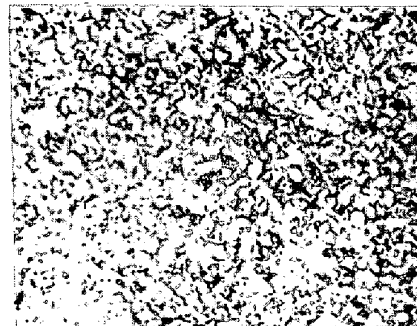
ANC 4 C=0.10%, sol. Al=0.021%, N=0.011%,



AIN dissolved at 1052°C



ANCSM 1 C=0.10%, Si=0.20%, Mn=0.47%, sol. Al=0.035%, N=0.0083%,



AIN dissolved at 1076°C

Photo. 6. Microphotographic relation between austenite grain size and the dissolved temperature of AIN.

0.1mm

くするが、2次再結晶による成長を阻止する作用はない。

(3) 少量の Si, Mn はオーステナイト結晶粒を多少細かくする傾向がある。

現在 AlN が結晶粒を微細化させる機構については定説はなく、AlN は変態あるいは再結晶の核として作用するという考え方⁸³⁾と粒成長を阻止するという考え方⁴²⁾⁸⁰⁾⁸¹⁾とがある。このうち核として作用するという説は鋼中に多量の Al と N を添加する IN 鋼について報告されており、これより添加量の少ない本実験の試料の Al と N の成分範囲にも成立するか否かは明らかでないが、結果から判断するとこのような効果はないものと思われる。

一方、粒成長を阻止するという説も、いわゆる析出物が粒界の移動を阻止するという従来の立場(これにも元の粒界に析出している析出物が効果的とする説⁸⁰⁾と再結晶粒界に優先析出する析出物が効果的とする説⁸¹⁾とがある)と析出以前の状態が粒成長阻止に有効だという考え方^{82)~86)}とがある。

前者は ZENER⁸⁷⁾, GLADMAN⁸⁸⁾, 久保寺, 中岡, 須田⁸⁹⁾, GLADMAN, PICKERING⁴⁶⁾, 荻野, 谷田, 北浦, 足立⁹⁰⁾, らが粒成長理論^{91)~94)}と組み合わせて、析出物の大きさと結晶粒界移動の阻止効果について理論を展開し、その結果を数式で示している。後者については LESLIE, MICHALAK, KEH, SOBER⁸²⁾は純鉄に微量の Mn と O を添加したとき、その cluster が再結晶粒の形成と成長を阻止し、MnO となれば粒成長阻止作用を持たないと結論し、低炭素鋼中の Al と N についても同様であつたと述べている。JOLLEY⁸⁴⁾も低炭素アルミキルド鋼のフェライトの再結晶を阻止するのは、Al と N が cluster または雰囲気を形成するときであり、AlN の析出後は粒界移動を妨げる効果は小さいと述べている。MICHALAK, SCHOONE⁸⁶⁾もこの事実を認めている。これらは粒界や亜粒界における溶質元素の濃化が粒界移動を阻止するという、いわゆる Impurity-Drag 効果⁹⁵⁾を鋼において実証したものである。

本実験のデータからでは AlN の粒成長阻止の機構は判然としないが、AlN の消失によつて粒成長(2次再結晶)がおこることより推定すると、析出物としての AlN の効果が考えられる。

5. ま と め

従来 N と Al とを添加した鋼は、これが鋼中で AlN となつて析出するのでオーステナイト結晶粒は細粒となるといわれていた。しかしこれは C その他の不純物が共存する実用鋼を試料にした場合の結論であるので、今回は純系に近い試料について結晶粒におよぼす AlN の効

果を中心に考察した。すなわち、できる限り不純物の少ない純鉄に N, Al, C, Si, Mn を単独添加し、各元素のオーステナイト結晶粒度におよぼす影響を検討し、また AlN を鋼中に析出させた場合、それに C, Si, Mn などを同時に添加した場合の影響についても調査した。オーステナイト結晶粒の現出法は主として熱腐食法を採用し、粒現出試料の前熱処理として焼ならし(950°C × 2hr AC)を行なつた。

その結果はつぎのとおりである。

1) N が約 0.02% 以下の範囲において鋼に含有されると、オーステナイト結晶粒は N の増加につれて微細化するが、その効果はあまり大きくない。

2) Al が約 0.5% 以下の範囲において、固溶状態の Al はオーステナイト結晶粒度にはほとんど影響をおよぼさず、オーステナイト結晶粒度は 3 以上にはならない。

3) 純鉄に N と Al とを添加し、0.01% 以上の AlN を析出させても、オーステナイト粒は微細化せず、粒度番号で 1~4 程度の粗粒ないし中粒である。

4) C は微量範囲でオーステナイト結晶粒をいちじるしく微細化させる元素である。たとえば 920°C でオーステナイト化した結晶粒度は C が 0.05% 以上含まれると粒度番号 6 程度の細粒となり、C=0.1% 程度で粒度番号 6~7 である。それ以上 C 含有量が増加しても粒度はあまり変わらず、0.5% 以上になると再び粗粒化の傾向が見られる。

5) 純鉄に C と N および Al を同時に添加した場合の 920°C におけるオーステナイト結晶粒は、C とともに微細化し、その程度は純鉄に C のみを添加した場合とほとんど同じであつた。

6) 溶体化処理(1100°C × 6hr WQ)した試料を 920°C に再加熱、その加熱過程での析出 AlN 量を定量した。その結果 AlN 析出量は 700°C を超えると急激に増加するが、C の共存の影響による析出量の変化は認められなかつた。

7) 透過電子顕微鏡によつて AlN の析出状態を調査したが C を含む場合と含まない場合での AlN の析出状態の差異は認められなかつた。

8) Si は約 2.1% 以下の範囲で純鉄に添加すると約 0.2% まではオーステナイト結晶粒を細粒化し、それ以上添加すると粗大化の傾向を示した。925°C において、Si=0.2% までは粒度番号 4 程度のオーステナイト結晶粒を示すが、Si=0.5% 付近では粒度番号 2 程度の粗粒となる。

9) Mn は 13.7% 以下の範囲で純鉄に添加するとオーステナイト結晶粒をやや細粒化する。たとえば 950°C

において Mn=0.11% で粒度番号3であり、それ以上 Mn 量を増加しても粒度はあまり変化しないようである。

10) Fe に C, AlN, Si, Mn のうち2種類以上を同時に添加し、オーステナイト結晶粒度におよぼすこれら元素の共存の影響を調査した。920°C においては、C を含有しない試料は、たとえ AlN, Si, Mn が存在しても粗粒ないし中粒(粒度番号4以下)であるが、C を含有し、Si, Mn が共存する試料にあつては、AlN が存在する場合もつとも細粒(粒度番号9以上)となる。

11) オーステナイトの粗粒化温度と添加元素との関係进行调查した結果 AlN の存在する試料の粗粒化温度は高いことが判明した。

12) 試料中に析出する AlN 量と粗粒化温度との関係を調べたところ、C あるいは C, Si, Mn を同時に含む試料においては AlN 量と関連がありオーステナイト中に析出した AlN が温度上昇にともなつて消失すると、粒も粗大化する。しかし C を含まない試料においては、AlN 量とオーステナイト結晶粒度との間に関連性は認められなかつた。

13) 以上の結果より、AlN はオーステナイト結晶粒の成長、とくに2次再結晶による粗粒化をさまたげ、C はオーステナイトの初期結晶粒、すなわち A_c_3 変態のさいの γ 粒を微細化するが、2次再結晶を阻止する作用は認められないと結論される。

この研究を実施するに当たり原料純度を提供された大平洋金属株式会社新発田工場、株式会社神戸製鋼所中央研究所ならびに種々ご援助を賜つた神戸製鋼所平野坦氏、成田貴一博士、八木芳郎博士、小山伸二氏、大同製鋼株式会社加藤剛志博士、住友金属工業株式会社赤松経一氏、新日本製鉄株式会社山本里見氏、前出弘文氏に深く感謝します。

文 献

- 1) S. EPSTEIN and H. S. RAWDON: Amer. Soc. for Steel Treat., 12(1927), p. 337
- 2) 今井勇之進, 神山政宏: 学振19委, 4211(1956) [鉄と鋼, 42(1956), p. 179]
- 3) 今井勇之進, 広谷宏: 学振19委, 4212(1956) [鉄と鋼, 42(1956), p. 180]
- 4) 今井勇之進, 広谷宏: 学振19委, 4387(1956)
- 5) たとえば, 今井勇之進, 佐々木寛, 香川博幸: 鉄と鋼, 48(1962), p. 1592
- 6) たとえば, 学振製鋼第19委員会: 「鋼のオーステナイト結晶粒度測定方法」(1964. 3)
- 7) J. BRAUNDER: Arch. Eisenhüttenw., 34(1963), p. 173
- 8) G. A. DREYER, D. E. AUSTIN, and W. D. SMITH: Metal Prog., 86(1964) July, p. 116
- 9) N. N. POPOVA and R. B. MALASHENKS: Zavodskaya Laboratoriya, 33(1967), p. 200 [English translation: HB No 7147, Brucher Trans.]
- 10) たとえば, 足立彰, 荻野喜清: 日本金属学会誌, 30(1966), p. 394
- 11) D. McLEAN: Grain Boundaries in Metals, (1957), p. 54 Oxford Univ. Press
- 12) M. J. DAY and I. B. AUSTIN: Trans. ASM, 28(1940), p. 354
- 13) 鶴野達二, 国武隼人: 学振19委, 4206(1956. 7)
- 14) 沢村宏, 盛利貞, 藤田清比古, 一瀬英嗣: 水曜会誌, 13(1958), p. 423
- 15) 佐々木申二, 岸本長彦, 上田隆三, 黒田徹, 岡本一: 日本金属学会誌, 16(1952), p. 165
- 16) G. W. RATHENAU and G. BAAS: Acta Met., 2(1954), p. 875
- 17) R. D. HEIDENREICH: J. Appl. Phys., 26(1955), p. 757, p. 879
- 18) たとえば, M. T. LÉGER et P. DÉTREZ: Mem. Sci. Rev. Met., 60(1963), p. 513; 成田貴一, 宮本醇: 鉄と鋼, 50(1964), p. 174; 盛利貞, 時実正治, 岡本健太郎: 同上, 55(1969), p. 485 など
- 19) A. DOMAS, E. BICSAK, und M. FILIPESCU: Arch. Eisenhüttenw., 40 (1969), p. 489
- 20) JIS G 0551 「鋼のオーステナイト結晶粒度試験方法」(1956)
- 21) P. ROCQUET, G. JEGADEN, and J. C. PETTIT: JISI, 205 (1967), p. 437
- 22) 高尾善一郎, 下瀬高明: 水曜会誌, 12(1955), p. 537
- 23) たとえば, 田上豊助: 鉄と鋼, 43(1957), p. 991 など
- 24) K. BORN und W. KOCH: Stahl u. Eisen, 72 (1952), p. 1268
- 25) 加藤健, 伊藤悌二: 鉄と鋼, 40 (1954), p. 1051
- 26) 高尾善一郎, 野田忠夫, 国井和扶, 高田寿: 同上 40(1954), p. 216
- 27) 高尾善一郎, 野田忠夫, 国井和扶, 高田寿: 水曜会誌, 13(1955), p. 51
- 28) 益子美明: 鉄と鋼, 42(1956), p. 482; 44(1958) p. 28, p. 447, p. 559
- 29) 沢村宏, 盛利貞: 同上, 41(1955), p. 1082
- 30) 沢村宏, 盛利貞: 同上, 41(1955), p. 1175
- 31) J. GORRISSEN: JISI, 162(1949), p. 16
- 32) 田上豊助: 鉄と鋼, 43(1957), p. 991
- 33) 田上豊助: 学位論文「ボイラ用低炭素キルド鋼の製鋼法の研究」(1961), p. 42
- 34) 池田正: 学振19委, 4552 (1957)
- 35) 錦織清治: 学振19委, 4695 (1957)
- 36) 小林佐三郎: 学振19委, 4696 (1957)
- 37) 山陽製鋼(株)技術部: 学振19委, 4819 (1957)
- 38) 小柴定雄: 学振19委, 4820 (1957)
- 39) 高尾善一郎: 関西鉄鋼技研, 094 (1957)

- 40) Physical Chemistry of Steelmaking Committee: Basic Open Hearth Steelmaking II Ind Ed., (1951) p. 361 [AIME]
- 41) 遠藤勝治郎, 大竹正: 日本金属学会誌, 19 (1955), p. 51, p. 389, p. 393
- 42) W. C. LESLIE, R. L. RICKETT, C. L. DOTSON and C. S. WALTON: Trans. ASM, 46(1954), p. 1470
- 43) 長谷部茂雄: 鉄と鋼, 46(1960), p. 332, p. 1284, 47(1961), p. 809, p. 1514, 48(1962), p. 761; 日本金属学会会報, 1(1962), p. 527
- 44) A. B. CHATTERJEA and B. R. NIJHAWAN: Iron Steel, 40(1967), p. 288, p. 342
- 45) M. P. SIDNEY: *ibid.*, 40(1967), p. 269
- 46) T. GLADMAN and F. B. PICKERING: JISI, 205 (1967), p. 653
- 47) C. DASARATHY and R. C. HUDD: Acta Met., 15(1967), p. 1665
- 48) F. A. HULTGREN: Blast Furn. Steel Pl., 56 (1968), p. 149
- 49) M. J. MORGEN, G. H. J. BENNETT, and A. T. MALE: JISI, 207(1969), p. 598
- 50) J. WYSZKOWSKI, A. TERESZKOWSKA und J. KONARSKI: Stahl u. Eisen, 89(1969), p. 768
- 51) 中村素, (前田豊生*), 栗山良員, 雑賀喜規, 深川宗光: 石川島播磨技報, 3(1963), p. 7, p. 14, p. 117, p. 128, p. 233, p. 325; 4(1964), p. 7 [* 前田は 3(1963), p. 117, 128 のみ]
- 52) 中村素, 栗山良員, 雑賀喜規, 深川宗光, 谷岡慎一, (小島正男**): 同上, 4 (1968), p. 185, p. 419 [**小島は 4(1964), p. 419 のみ]
- 53) 氏家信久: 日本金属学会々報, 5(1966), p. 17
- 54) 今井勇之進, 佐々木寛: 日本金属学会誌, 28 (1964), p. 371
- 55) 足立彰, 荻野喜清: 同上, 30(1966), p. 394
- 56) L. S. DARKEN, R. P. SMITH, and E. W. FILER: Trans. AIME, 191(1951), p. 1174
- 57) 日本学術振興会編: 鉄鋼迅速分析法, (1966), p. 499 [丸善]
- 58) 小田昭午, 滝川岩一: 学振19委, 7659(1963); 赤沢唯一, 小田正午, 滝川岩一: 鉄と鋼, 49 (1963), p. 1500
- 59) E. HOUDREMONT and H. SCHRADER: Metal Treat., 2(1937) Spring, p. 18
- 60) W. PETER und I. WIESENECKER: Stahl u. Eisen, 82(1962), p. 23
- 61) K. STRANSKY and M. KRALOVA: Metal Treat. Drop Forg., 31(1964), p. 255
- 62) T. G. DIGGES: Trans. ASM, 26 (1938), p. 408
- 63) O. D. MILLER and M. J. DAY: *ibid.*, 30 (1942), p. 541
- 64) 盛利貞, 時実正治, 岡本健太郎: 鉄と鋼, 55 (1969), p. 485
- 65) 松下幸雄, 佐川竜平, 白石春樹: 同上, 51 (1965), p. 1067
- 66) 白石春樹, 佐川竜平, 松下幸雄: 同上, 49 (1963), p. 1474
- 67) 草川隆次, 大谷利勝: 同上, 49(1963), p. 1472
- 68) N. P. ALLEN, W. P. REES, B. E. HOPKINS and H. R. TIPLER: JISI, 174(1953), p. 108
- 69) 藤田清比古, 盛利貞, 津島健治, 平沢良和, 福井敏: 鉄と鋼投稿中 [59 (1973) No 7 掲載予定]
- 70) 藤田清比古, 盛利貞, 大西正之, 野間哲郎, 同上投稿中 [59 1973) No 掲載予定]
- 71) H. F. BEEGLY: Anal. Chem., 21(1949), p. 1513
- 72) 盛利貞, 藤田清比古, 大西正之, 学振19委, 8428 第 3-153 (1967)
- 73) 吉松史朗, 中川竜一: 金属材料技術研究所報告 6(1963), p. 167
- 74) J. SCHUYTEN: Trans. ASM, 44 (1952), p. 853
- 75) F. W. BOULGER and R. H. FRAZIER: Trans. AIME, 200(1954), p. 645
- 76) E. ANDERSON and J. SPREADBOROUGH: JISI, 206(1968), p. 1223
- 77) R. PRIESTNER, C. C. EARLEY and J. H. RENDALL: *ibid.*, 206(1968), p. 1252
- 78) L. D. T. DAVY and S. G. GLOVER: J. Aus. Inst. Metals, 13(1968), p. 71
- 79) L. ERASMUS: Iron Steel, 39(1966), p. 477
- 80) R. L. SOLTER and C. W. BEATTIE: Trans. AIME, 191(1951), p. 721
- 81) H. BORCHERS, Z-Q KIM, und H. H. HOFF: Arch. Eisenhüttenw., 35 (1964), p. 57, 36 (1965), p. 311
- 82) W. C. LESLIE, J. T. MICHALAK, A. S. KEH, and R. I. SOBER: Trans. ASM, 58(1965), p. 672
- 83) R. H. GOODENOW: *ibid.*, 59(1966), p. 804
- 84) W. JOLLEY: JISI, 205(1967), p. 321
- 85) I. L. DILLAMORE, C. J. E. SMITH, and T. W. WATSON: Met. Sci. J., 1(1967), p. 49
- 86) J. T. MICHALAK and R. D. SCHOONE: Trans. AIME, 242(1968), p. 1149
- 87) C. S. SMITH: *ibid.*, 175(1948), p. 15
- 88) B. T. GLADMAN: Proc. Roy. Soc., A 294 (1966), p. 298
- 89) 久保寺治朗, 中岡一秀, 須田豊治: 日本金属学会誌, 31(1967), p. 527
- 90) 荻野喜清, 谷田英雄, 北浦正弘, 足立彰: 鉄と鋼, 57(1971), p. 533
- 91) O. O. MILLER: Trans. ASM, 43(1951), p. 260
- 92) W. M. WILLIAMS and C. S. SMITH: *ibid.*, 45 (1953), p. 533
- 93) P. FELTHAM: Acta Met., 5(1957), p. 97
- 94) M. HILLERT: *ibid.*, 13(1965), p. 227
- 95) J. W. CAHN: *ibid.*, 10(1962), p. 789