

論 文

UDC 620.186.82 : 669.112.227.1-134 : 669.112.227.1-153.62 : 669.112.228.1

鋼のオーステナイト結晶粒度に及ぼす鍛造，前熱処理の影響
およびオーステナイトとフェライト結晶粒度の関係*

藤田清比古** · 盛利貞***
大西正之**** · 野間哲郎*****

Effect of Hot Forging, Prior Heat Treatment and Ferrite Grain
Size on Austenite Grain Size of Steels

Kiyohiko FUJITA, Toshisada MORI, Masayuki OHNISHI, and Tetsuro NOMA

Synopsis:

The effects of hot forging and prior heat treatments on the austenite grain size of high purity specimens have been examined, and the relation between ferrite and austenite grain sizes before and after austenitizing has also been investigated. The results are summarized as follows.

- 1) When the austenite grain size of normalized Fe-C alloys is compared with those of as cast specimens and as forged specimens, a fairly good agreement is observed between these two kinds of grain sizes.
- 2) The effect of hot forging on the austenite grain size is studied in normalized Fe-C alloys whose forging ratios are 7 and 44. The difference in the forging ratio does not give any influence on the austenite grain size.
- 3) The changes in prior heat treatments e. g. normalizing, solution treatment, or precipitation treatment do not give marked differences in the austenite grain size in the case of specimens containing carbon and AlN.
- 4) When the specimens are austenitized below their coarsening temperatures, the austenite grain size is nearly same as that of ferrite both before and after the austenitization.
- 5) When the specimens are austenitized in the temperature range above their coarsening temperature their austenite grains become coarser than those of ferrite from which the austenite is formed, but their ferrite grains produced from the coarse austenite grains trend to recover their original ferrite grain size. When these coarsened ferrite grains are again austenitized in the temperature range below its coarsening temperature, the austenite grains are again refined and nearly same as the original fine ferrite grains in the size; the ferrite grain size of the specimen thus heat treated comes back to the original fine grain size. This grain refining is more effective of the α - γ transformation than on the γ - α transformation.

(Received July 19, 1972)

1. ま え が き

鋼のオーステナイト結晶粒度は，その溶製過程において主として化学成分を調節して希望の粒度とする技術が粒度調整法として日常の製鋼作業にとり入れられていることからわかるとおり，化学成分に依存する鋼に固有な特性と考えられていた。しかしながらオーステナイト結晶粒度についての研究が進められるにつれて，加工や前熱処理によっても結晶粒度は変化することを認めた研究が発表されるにおよんで，粒度は鋼の生れに固有な特性であるという概念に疑問が持たれてきた。もしある特定の粒現出法によるオーステナイト結晶粒度が特定の値

を示さないのであれば，前々報¹⁾，前報²⁾において検討した添加元素についての研究結果も加工や熱履歴によって種々に変化することになる。しかしこの方面の研究の進展にもかかわらず，現状ではオーステナイト結晶粒度が造塊後のいわゆる後天的な因子によって決定されることを完全に肯定するほど，粒度と加工および熱処理との

* 昭和44年3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)

***** 神鋼鋼線工業(株)

Table 1. Effect of hot forging on austenite grain size of steels.

Specimen	Austenite grain size number (Thermal etching)						Chemical composition (%)			
	925°C × 4 hr			1 050°C × 4 hr			C	Σ Al	N	O
	As cast	Forging ratio		As cast	Forging ratio					
7		44	7		44					
J 1	0.6	-0.4	-0.3	-0.6	-0.2	-0.5	0.0017	0.001	0.0015	0.0640
J 2	2.7	2.3	2.4	4.3	1.8	2.5	0.0052	0.000	0.0013	0.0043
C 1	1.2	2.6	2.6	3.3	2.7	2.4	0.0057	0.001	0.0012	0.0031
C 2	2.5	2.9	2.8	4.2	3.0	3.2	0.011	~0.001	0.0012	0.0021
C 3	2.9	3.7	3.7	4.1	3.7	3.9	0.012	~0.001	0.0013	0.0026
C 4	—	5.4	5.7	—	1.6	1.4	0.051	~0.001	0.0013	0.0033
C 5	—	6.7	6.3	—	1.2	1.0	0.11	~0.001	0.0013	0.0024
C 6	—	6.1	6.0	—	0.4	0.2	0.51	~0.001	0.0015	0.0010

Prior heat treatment : 950°C × 2 hr AC

相互の定量的関係が明らかにされたとはいえない³⁾。それで前々報、前報と関連してオーステナイト結晶粒度におよぼす鍛造、前熱処理の影響およびオーステナイトとフェライト結晶粒度の関係についても実験を行なったので、その結果を報告する。

2. 鑄造材および鍛造材のオーステナイト結晶粒度

前々報¹⁾ および前報²⁾ において鋼の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研究したが、これらは 12 mm φ の丸棒に熱間鍛造を施した試料についてであった。しかしながら塑性加工は結晶粒度に影響をあたえるといわれている⁴⁾ ので、熱間鍛造比の異なつた試料を用いてその影響を調査した。また鑄造材と鍛造材とのオーステナイト結晶粒度を比較した文献はほとんど見当たらないので、両者の比較も行なつた。使用した試料はオーステナイト結晶粒度にもつとも大きな影響をあたえる元素である C を添加した Fe-C 系試料のうちから、粗粒から細粒を示す C 範囲にわたつて 8 種類を選んだ。その化学組成は Table 1 に示した。表記以外の不純物元素含有量は同種溶解母材より溶製した純鉄試料とほぼ同じと考えられる。このことは以下の試料についても同様である。なおこれらの分析値は溶解母材の化学成分とともに前報、前々報に記載してある。これらは高周波真空溶解装置を用いて溶製し、重量 5 kg、最大直径 78 mm φ の円柱状鋼塊に真空鑄造を行ない、冷却後押し湯の部分で切断し、胴に相当する部分の上部を 6 mm 厚に切断し「鑄造のまま」の試料とした。鋼塊の形状、寸法は試料採取部位とともに Fig. 1 に示した。残つた鋼塊は一辺 50 mm の角材に熱間鍛造し、さらに加熱して一辺 30 mm の角材に鍛伸し、2 等分した。この

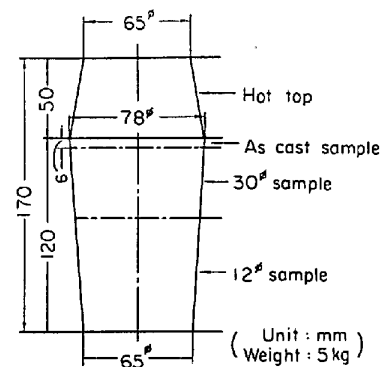


Fig. 1. Sampling position in ingot.

うち鋼塊の頭部に相当する部分は 30 mm φ の丸棒に加熱鍛造し、「30 mm φ」の試料とした。鋼塊の底部に相当する残り半分は一辺 20 mm の角材に熱間鍛造し、これを 2 等分したのちおのおのを一辺 12 mm の角材として、さらに 950°C の温度において前後 2 回に分けて加熱鍛造し 12 mm φ の丸棒に仕上げ「12 mm φ」の試料とした。加熱温度は 1 000~1 050°C でガス炉を用いた。鍛造終了温度は約 620°C で以後は空冷した。このうち直径 30 mm φ の試料、直径 12 mm φ の試料は、鑄造のままの試料との断面積の比の逆数をとつてそれぞれ鍛造比 7、44 の試料と呼ぶ。各試料ともあらかじめ 950°C × 2hr AC (空冷) の前熱処理を施したのち鍛造軸に直角な面を 950°C および 1 050°C の温度で 4hr 保持の熱腐食 (VE と略記) を行なつてオーステナイト結晶粒を現出した。各試料の粒度判定結果は Table 1 に併記した。これによると 925°C で現出した粒の方が 1 050°C で現出した粒よりも大きくなつていものがあるが、これは 925°C で現出した粒の方が、1 050°C で現出した粒に比して現出温度が低いため粒界切れしたところが若干あり、このため実際の粒度よりやや大きく判定したの

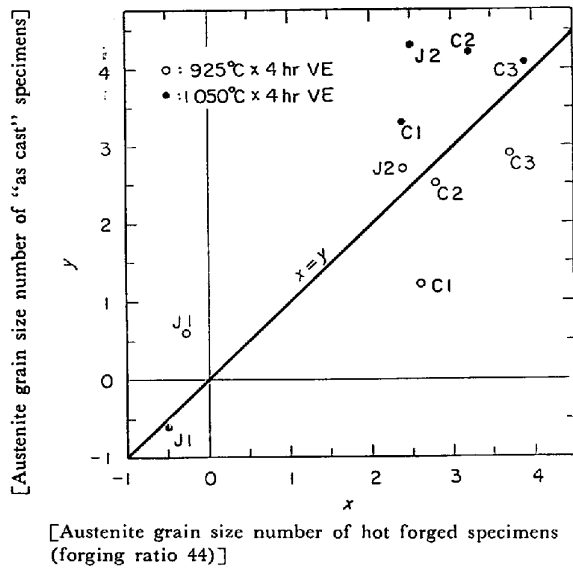


Fig. 2. Relation between hot forging ratio and austenite grain size of various specimens.

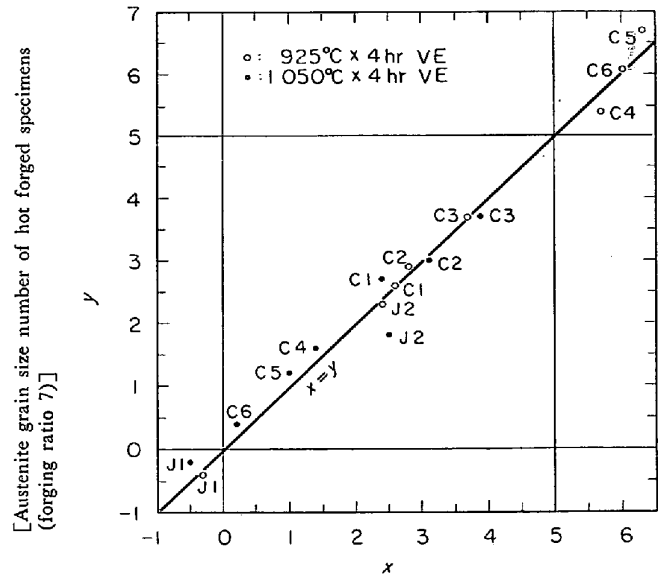


Fig. 3. Relation between hot forging ratio and austenite grain size of various specimens.

が原因である。しかしこの条件はどの鍛造比の試料に対しても同一であるため、定性的に熱間加工の影響を知るといった目的には支障はないものと判断される。

Fig. 2 は横軸 (x 軸) に鍛造比 44 の試料 (12 mm φ のもの) のオーステナイト結晶粒度を、縦軸 (y 軸) に鍛造のままの試料のオーステナイト結晶粒度をとって Table 1 の関係を図示したものであり、Fig. 3 は横軸は Fig. 2 と同じであるが、縦軸は鍛造比 7 の試料 (30 mm φ のもの) のオーステナイト結晶粒度をとって図示した。Fig. 2 の結果はかなりのばらつきはあるが、 $x=y$ の直線をはさんでこの近傍に集まっており、Fig. 3 では両者とも鍛造材であるため、ばらつきはきわめて少なくよい一致を示している。これは鍛造比の差によつてオーステナイト結晶粒度はほとんど変わらないことを意味する。すなわち本実験のように $950^{\circ}\text{C} \times 2\text{hr AC}$ という焼ならしを前熱処理として施し、さらにオーステナイト結晶粒度に何らかの影響をあたえる析出物の析出または消失を考慮しなくてもよい成分範囲においては、熱間加工は結晶粒度に影響をおよぼさないと結論しても差し支えない。

従来オーステナイト結晶粒度は熱間加工の影響を受けるといわれていた。すなわち GROSSMANN⁵⁾ は $\text{C}=0.33\%$, $\text{Ni}=1.17\%$, $\text{Cr}=0.59\%$ のニッケル・クロム鋼の 15 mm 角のピレットを試料とし、これを 1260°C に数時間加熱後、1, 2, 9, 36, 143 の鍛造比に鍛造し、 871°C , 927°C , 982°C , 1038°C の各温度で 8hr 浸炭し、浸炭粒度によつて比較した結果、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強くなつたと述べている。また SCHEMP, SHAPIRO⁶⁾ は $\text{C}=1.0\sim 1.1\%$ の炭素工具鋼を試料に用

い、鍛造比が一定で鍛造温度が異なる場合と鍛造温度が一定で鍛造比が異なる場合について実験を行なつてい。そして鍛造のままの試料を 927°C , 1093°C で浸炭法によりオーステナイト粒を現出したところ、鍛造温度が高いほど、また加工度が大きいほど結晶粒は粗大化の傾向を示し、GROSSMANN の結果とよく一致している。一方その後の研究発表によると、熱間加工度とオーステナイト結晶粒度とは直接関係がないという説の方が多く、これらは本実験結果と一致する。たとえば荒川、小田⁷⁾ は $\text{C}=0.18\%$, $\text{sol. Al}=0.012\%$, $\text{N}=0.006\%$ の炭素鋼を試料とし、これを 1160°C から鍛造を行ない、鍛造終了温度は 800°C に一定し、鍛造比を 5, 15 および 32 と変化させて、浸炭法で現出させたオーステナイト結晶粒について粗粒化温度を調べているが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見られず、粗粒化温度は加工度に全く影響されなかつたと報告している。さらに田坂⁸⁾ は $\text{C}=1.02\%$, $\text{Cr}=1.51\%$ の軸受鋼を鍛造比 4.5, 15.6, 30.5, 84.5, 190, 720 に熱間鍛造を施し、おのおのから 10 mm φ の丸棒を切り出し、焼ならしおよび球状化焼なましを行なつて試料とし、840, 880, $920^{\circ}\text{C} \times 0.5\text{hr}$ という条件で酸化法によりオーステナイト結晶粒を現出した結果、炭化物の分布が均一で、球状化焼なまし時の炭化物の大きさも同一の条件のもとでは、鍛造比はオーステナイト結晶粒度にほとんど影響をおよぼさないと述べている。また長谷部⁹⁾ によれば鍛造比と粗粒化温度の関係はつぎのとおりである。すなわち試料は酸可溶 $\text{Al}0.03\%$ を含む中炭素鋼で浸炭法によつてオーステナイト粒を現出している。鍛造前

の加熱温度は 1 000, 1 150 および 1 300°C で鍛造終了温度はそれぞれ 800, 950 および 1 100°C とし鍛造比は 2, 5, 10 と変化させ, 鍛造後空冷した. その結果鍛造によつて粗粒化温度は低下するが鍛造温度の影響が大きく, 鍛造前の加熱温度の高低による AlN の析出形態の変化が粗粒化温度の高低の原因になつているものと考えられ, 鍛造比と粗粒化温度との間には関係が認められなかつたと述べている.

以上のごとく炭化物あるいは窒化物が析出していても

鍛造比は結晶粒度に影響をあたえないという文献が多く, したがつて粒界移動の阻止因子として作用する析出物が少ない本実験試料により得られた鍛造比とオーステナイト結晶粒度とは直接関係がないという結果は妥当であると考えられる. なお鍛造温度, なかでも鍛造終了温度はオーステナイト結晶粒度に大きな影響をおよぼすという説が多い^{4) 6) 7) 9) - 11)}が, 本実験においては鍛造温度および終了温度を揃えてあるため, これについて考察することはできなかつた. ただ鍛造比 7 と 44 のオーステナイ

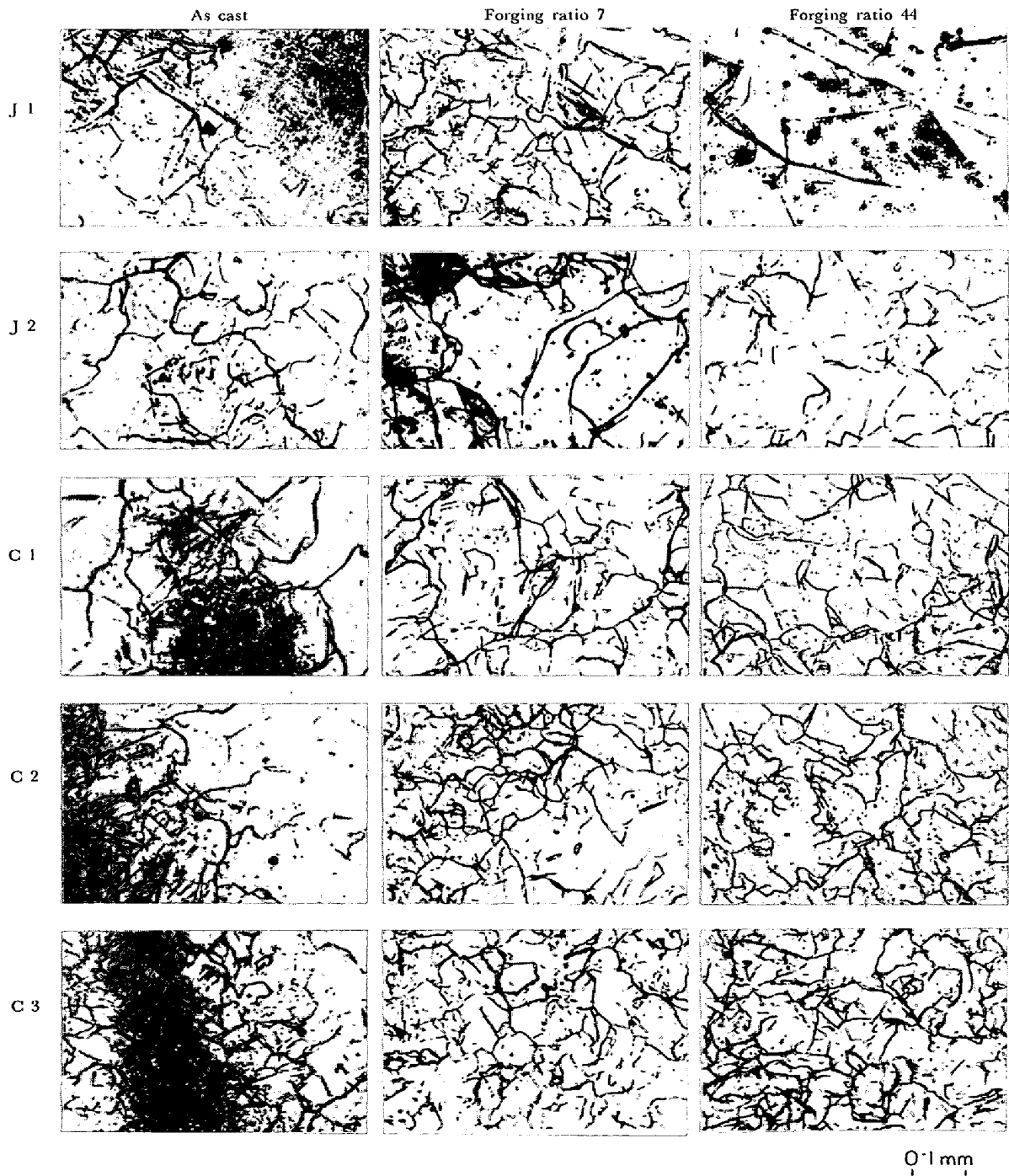


Photo. 1-1. Effect of hot forging ratio on austenite grain size at 925°C×4 hr VE.

ト結晶粒度の関係は Fig. 3 のごとくほぼ $x = y$ の直線上にあるが、鑄造のままの試料と鍛造比 44 の粒度の関係は Fig. 2 に示すごとく $x = y$ の直線に対してややばらつきが目立つ。これは Fig. 3 の試料はすべて同じ温度条件で鍛造を行なっているが、Fig. 2 の試料の一方は鑄造のままである。それゆえこのばらつきは鍛造の影響と考えるよりも、鍛造終了時の熱的條件と鑄塊の冷却条件との差によるものと推定される。なお Photo. 1-1,

Photo. 1-2 は本実験試料のうちの代表的なものの写真である。

3. オーステナイト結晶粒度に及ぼす前熱処理の影響

前熱処理として $950^{\circ}\text{C} \times 2\text{hr AC}$ の焼ならしを行なった試料のオーステナイト結晶粒度と添加元素の関係はすでに前々報¹⁾ および前報²⁾ で報告した。これによると

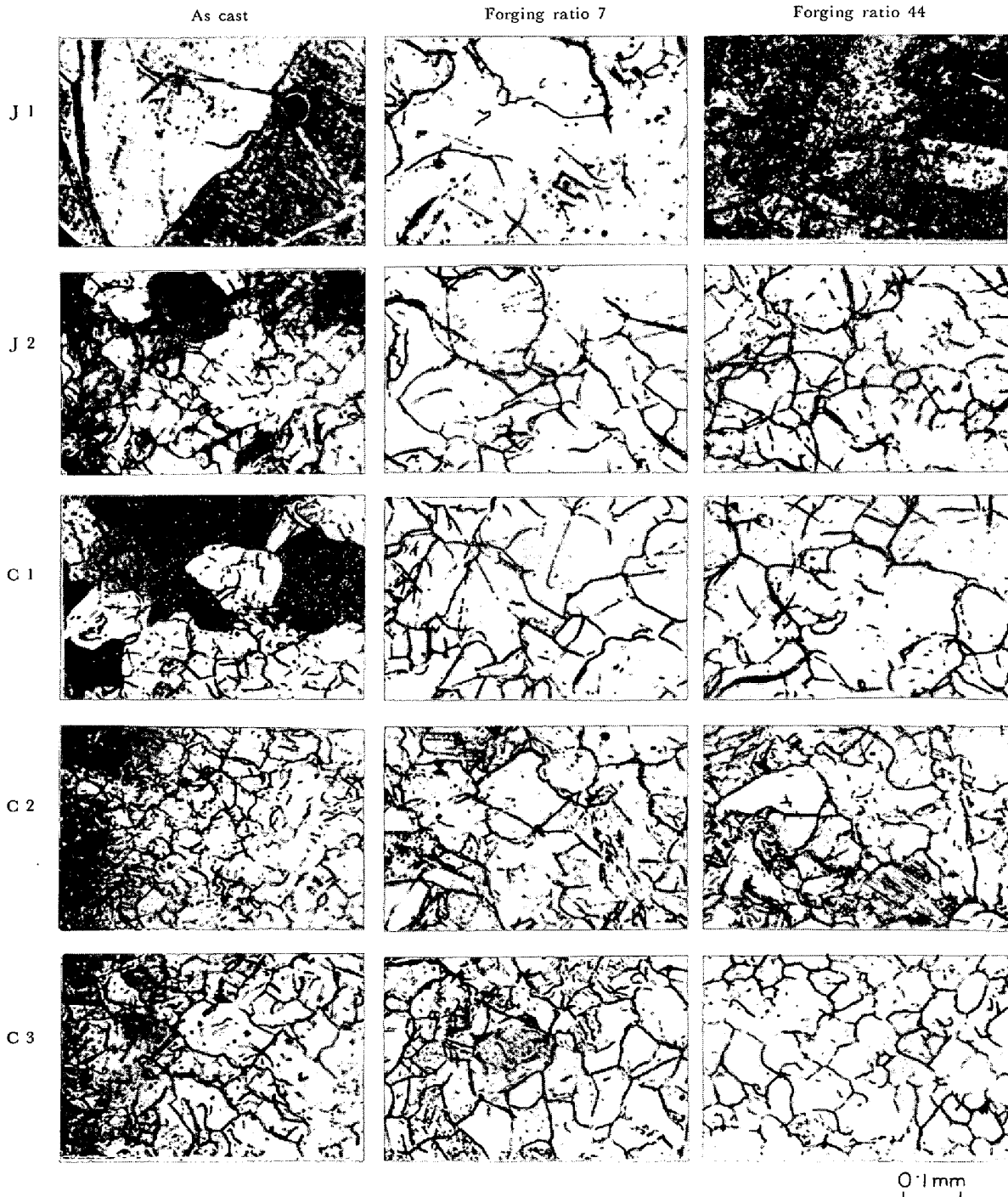


Photo. 1-2. Effect of hot forging ratio on austenite grain size at $1050^{\circ}\text{C} \times 4\text{hr VE}$.

Table 2. Chemical composition of specimens group-I. (%)

Series	Specimen	Chemical composition (%)								AlN dissolved temperature (calculated value)
		C	Si	Mn	Al			N	O	
					sol.	insol.	total			
Pure iron	J 3	0.007	<0.03	tr.	0.005	0.001	0.006	0.0014	0.0027	—
Fe-C	C 11	0.10	—	—	—	—	<0.003	0.0014	0.0033	—
Fe-Al-N	AN 1	0.005	—	—	—	—	0.083	0.014	0.0039	1 242°C
	AN 8	0.011	—	—	—	0.004	0.043	0.0066	0.0043	1 063°C
Fe-Al-N-C	ANC 4	0.10	—	—	0.021	<0.001	<0.022	0.011	0.0021	1 052°C
	ANC 5	0.11	<0.03	tr.	0.047	0.003	0.050	0.015	0.0019	1 178°C
Fe-Al-N-Mn	ANM 1	0.005	<0.03	0.42	0.033	0.001	0.034	0.015	0.0038	1 135°C
Fe-Al-N-C-Mn	ANCM 1	0.085	<0.03	0.40	0.041	0.003	0.044	0.015	0.0028	1 161°C
Fe-Al-N-C-Si-Mn	ANCMS 1	0.10	0.20	0.47	0.035	0.003	0.038	0.0083	0.0028	1 076°C

Table 3. Chemical composition of specimens group-II. (%)

Series	Specimen	C	Al			N	O
			sol.	insol.	total		
Fe-O (Extreme low C steel)	O 1	0.0061	<0.001	<0.001	<0.003	0.0013	0.0052
	O 2	0.0045	—	—	<0.003	0.0014	0.0093
	O 3	0.0026	—	—	<0.003	0.0014	0.034
	O 4	0.0022	—	—	<0.003	0.0015	0.059
	O 5	0.0020	—	—	<0.003	0.0015	0.078
Fe-C	C 10*	0.030	0.001	<0.001	<0.003	0.0009	0.0039
	C 12	0.075	—	—	0.001	0.0030	0.0056
Fe-O-C	OC 1	0.040	—	—	<0.003	0.0022	0.010
Fe-Al-O	AO 1	0.0041	0.005	0.003	<0.008	0.0011	0.0045
	AO 2	0.016	0.018	0.003	<0.021	0.0007	0.0041
	AO 3	0.0062	0.057	0.005	<0.062	0.0013	0.0031
Fe-Al-O-C	ACO 1	0.10	0.003	0.005	<0.008	0.0017	0.0071
Fe-Al-C	AC 1	0.13	0.017	0.004	<0.021	0.0013	0.0025
	AC 2	0.14	0.044	0.002	0.046	0.0006	0.0056
Fe-Al-N	AN 4*	0.002	—	—	0.0019	0.014	0.0028

* AlN dissolved temperature <920°C

C は微量範囲で オーステナイト結晶粒を著しく微細化させる元素であり、たとえば C が 0.05% 以上含まれると 920°C におけるオーステナイト結晶粒度は粒度番号 6 程度の細粒となる。しかし高温度における成長阻止作用はなく 1050°C 以上では粒成長を起し粗粒になる。一方従来 オーステナイト結晶粒の微細化作用が顕著だといわれていた AlN は単独では微細化作用を示さず、オーステナイト結晶粒の成長、とくに高温度における粗大化を妨げる作用を有し、オーステナイトの初期結

晶粒を微細化するのは C であるとの結論を得た。また Al, N は単独で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もわかった。

しかしながら AlN のオーステナイト粒度におよぼす影響はその析出時期や形態に大きく依存すると考えられており¹²⁾、これらは前熱処理に左右されるので、前熱処理を変えた場合のオーステナイト結晶粒度と添加元素の関係をしらべた。前熱処理としては前記の 950°C×2hr AC の焼ならし処理のほか、1200°C×2hr の溶体化処

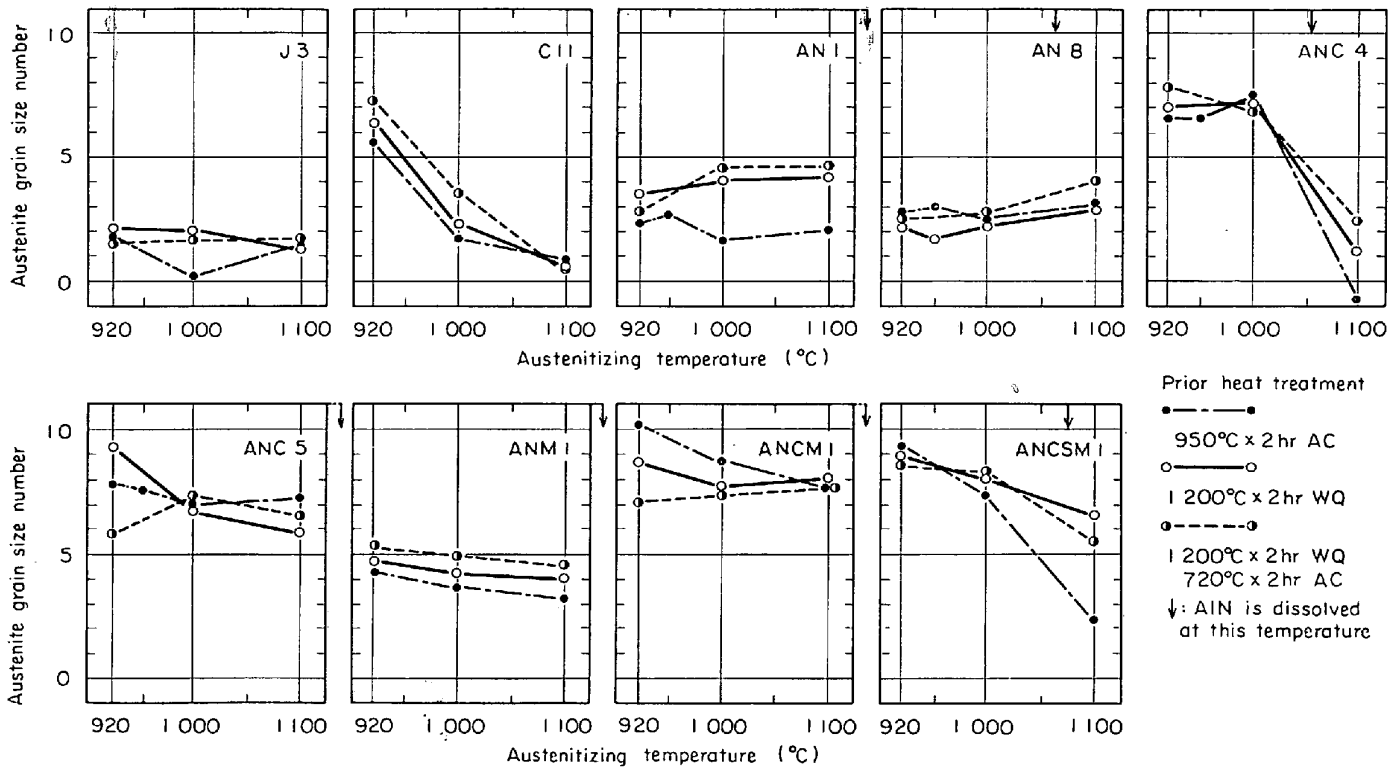


Fig. 4. Effect of prior heat treatment on austenite grain size of specimens group I.

理および $1200^{\circ}\text{C} \times 2\text{hr WQ}$ 後 $720^{\circ}\text{C} \times 5\text{hr AC}$ なる AIN 析出処理などである。試料は前々報、前報の実験に用いたものの中から Fe-微量 C 系 (純鉄), Fe-C 系, Fe-O 系, Fe-AIN 系, Fe-C-AIN 系, 多元系などを適宜選んで使用した。これらはすでに報告したごとく, 所定の添加元素以外の不純物含有量をできる限り低値となるように配慮して溶製した真空溶解鑄造材を $12\text{ mm } \phi$ の丸棒に熱間鍛造したもので, Table 2 (グループ I) および Table 3 (グループ II) に化学成分を示した。実験方法も前報に準じ, それぞれの前熱処理を施したのち, 真空中で所定のオーステナイト化温度まで 2hr で昇温し, 4hr 保持し熱腐食法で粒界現出を行ない, オーステナイト結晶粒度を比較した。なお前熱処理の加熱は Ar 雰囲気中で行なった。実験はまず Table 2 の試料について実施した。その結果を Fig. 4 に示す。図からわかることは AIN を含有しているとしていないとにかかわらず, 前熱処理を変えてもオーステナイト結晶粒度やその成長の挙動はほとんど同じだということである。これは, AIN についていえばオーステナイト化前の AIN が固溶しているも, 地と coherent な関係にあつても, また incoherent な関係にあつても, C が共存しなければ 920°C における粒は細粒ではない。そして C が存在していれば AIN を含有していない試料 C11 でも 920

$^{\circ}\text{C}$ の粒は細粒である。しかしながら C11 が 1000°C においてすでに粗粒化を起こしているのに対して, AIN を含有している試料は AIN が消失する温度 (平衡定数¹³⁾よりの計算値) までは粗粒化していない。これらの現象はすでに報告¹⁾した結果と同一であり, 本実験によつて C と AIN のそれぞれの役割りおよび効果にとくに追加しなければならないような新事実は見当たらない。もつとも Fig. 4 を詳細に見ると前熱処理によつて同じオーステナイト化温度における粒度が若干異なるものもあるが, 大局的には結論を左右するものではない。

つぎに Table 3 の試料について $950^{\circ}\text{C} \times 2\text{hr AC}$ と $1200^{\circ}\text{C} \times 2\text{hr WQ}$ の前熱処理を行なった場合のオーステナイト結晶粒度を比較した。その結果を Fig. 5-1, Fig. 5-2 に示したが, 傾向はすでに述べた Fig. 4 と同様, 前熱処理による粒度の差は認められなかつた。本報の試料にこのような前熱処理を行なった場合, これによつてオーステナイト結晶粒度が変化しなかつたのは, 後述の特定の粒度の考察と関連するが, オーステナイト化時に固溶しにくい析出物も存在せず, かつ粒現出法に, オーステナイト化温度で 4hr と十分な保持時間を要する熱腐食法を採用したことが原因と考えられる。なお Photo. 2-1, Photo. 2-2 および Photo. 2-3 は前熱処理の影響を調査した試料の代表的な写真である。

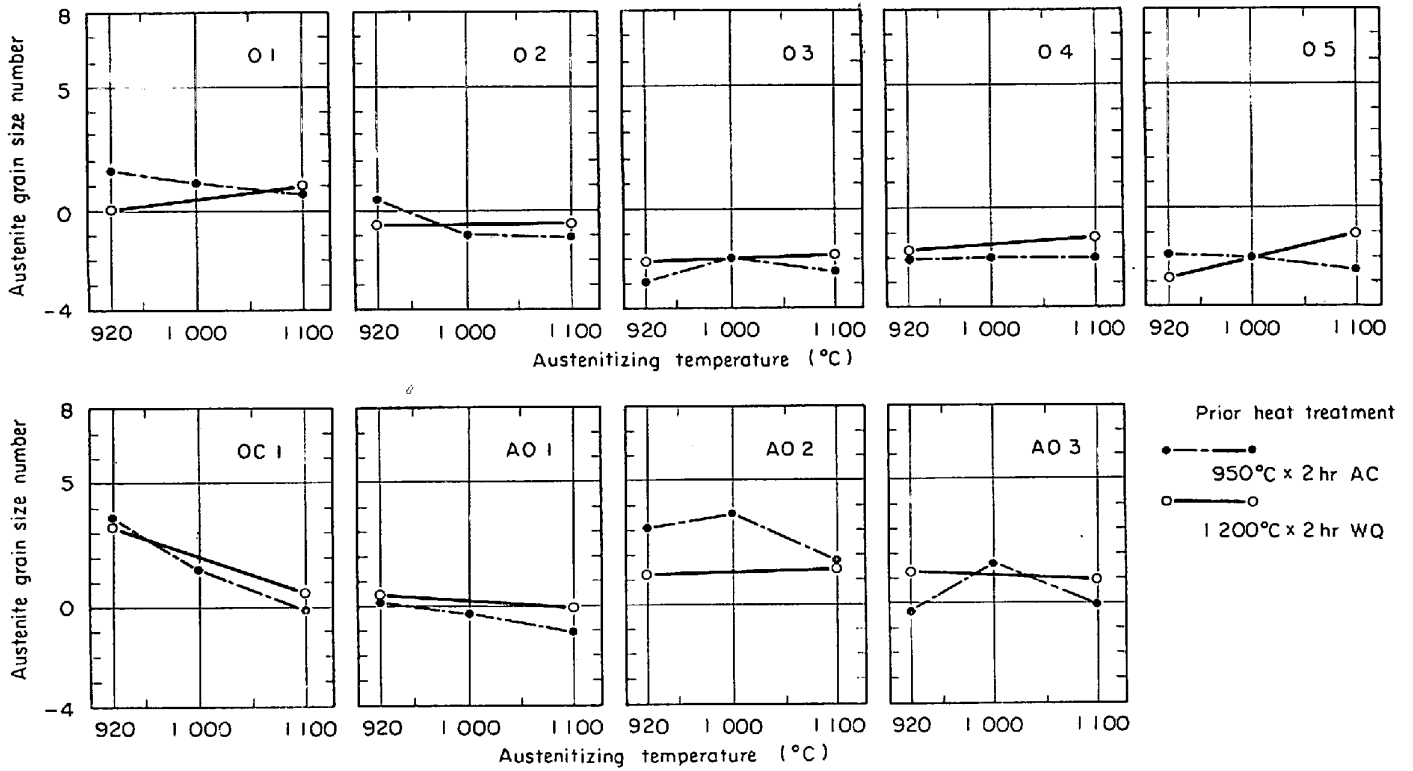


Fig. 5-1. Effect of prior heat treatment on austenite grain size of specimens group-I.

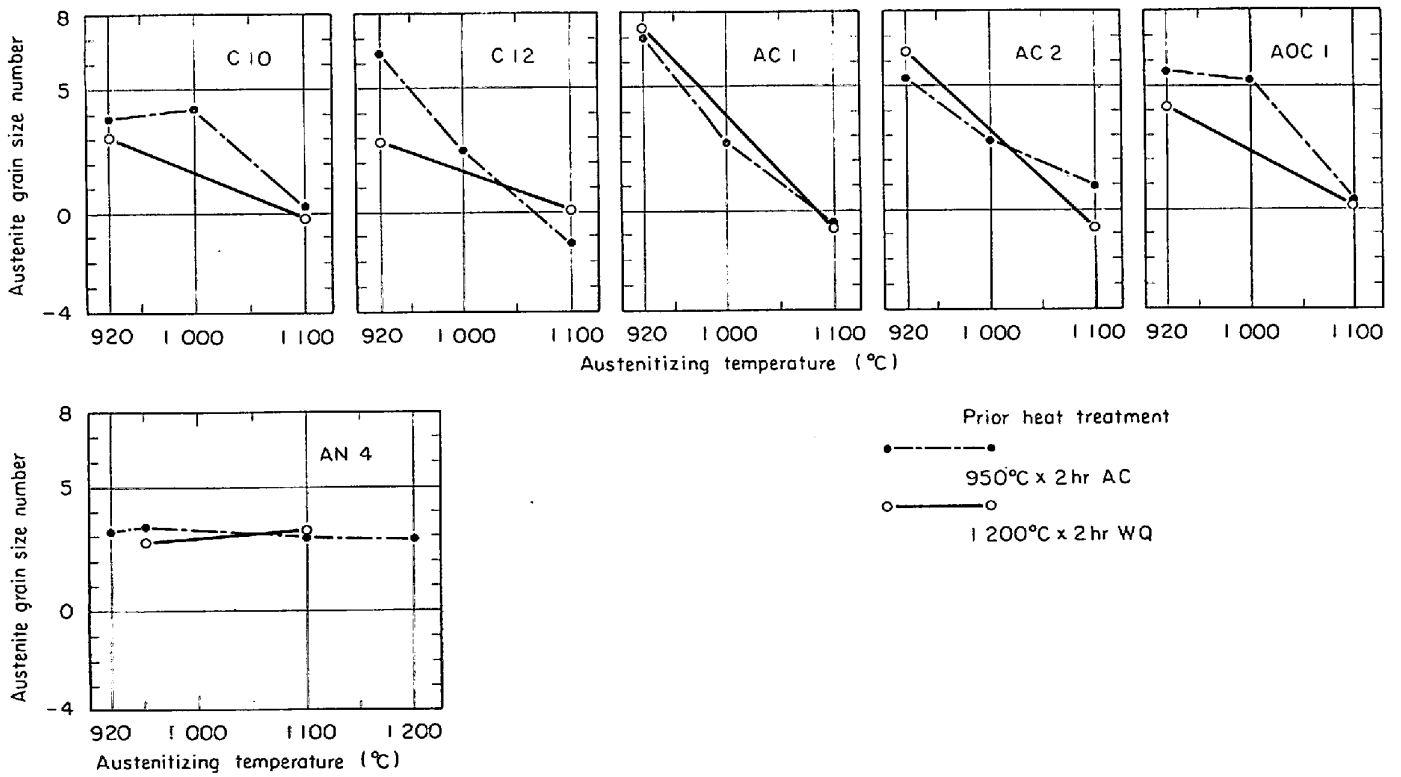


Fig. 5-2. Effect of prior heat treatment on austenite grain size of specimens group-II.

Table 4. Chemical composition of various specimens and their grain size after repeated austenitizing treatment.

Series	Specimen	Chemical composition (%)								Grain size number after repeated	
		C	Si	Mn	Al			N	O	$\gamma_{1100 \rightarrow 920}$	$\alpha_{1100 \rightarrow 920}$
					sol.	insol.	total				
Pure iron	J3	0.007	<0.03	tr.	0.005	0.001	0.006	0.0014	0.0027	2.2	1.6
	J6	0.003	<0.01	<0.01	—	—	0.006	0.0015	0.016	0.7	1.5
Fe-C	C5	0.11	—	—	—	—	~0.001	0.0013	0.0024	5.9	6.9
	C10	0.030	<0.005	<0.01	0.001	<0.001	<0.003	0.0009	0.0039	4.3	5.0
	C11	0.10	—	—	—	—	<0.003	0.0014	0.0033	7.5	6.4
	C12	0.075	<0.001	0.02	—	—	0.001	0.0030	0.0056	6.2	5.7
Fe-Al-C	AC1	0.13	—	—	0.017	0.004	0.021	0.0013	0.0025	—	—
	AC2	0.14	—	—	0.044	0.002	0.046	0.0006	0.0056	—	—
Fe-AlN-C-Si-Mn	ANCSM1	0.10	0.20	0.47	0.035	0.003	0.038	0.0083	0.0028	8.7	7.9
	ANCSM2	0.12	0.54	0.44	0.027	0.002	0.029	0.0064	0.0029	5.6	6.8
Fe-AlN-Si-Mn	ANSM1	0.013	0.23	0.45	0.030	0.003	0.033	0.0053	0.0035	5.1	4.4
	ANSM2	0.008	0.52	0.44	0.022	—	—	0.0050	0.0029	2.8	4.2
Fe-C-Si-Mn	CSM1	0.12	0.15	0.47	0.008	<0.001	<0.009	0.0012	0.0009	6.4	6.9
	CSM2	0.12	0.50	0.45	0.007	0.001	0.008	0.0038	0.0020	5.9	6.0
Fe-Mn	M2'	0.007	0.05	0.36	0.006	<0.001	<0.007	0.0010	0.0020	2.5	3.1
Fe-Si-Mn	SM2	0.011	0.38	0.39	0.009	—	—	0.0012	0.0012	3.0	3.5
Fe-AlN-C-Mn	ANCM1	0.085	<0.03	0.40	0.041	0.003	0.044	0.015	0.0028	8.7	8.4
Fe-AlN-Mn	ANM1	0.005	<0.03	0.42	0.033	0.001	0.034	0.015	0.0038	—	—
Fe-AlN-C-Si	ANCS1	0.12	0.17	tr.	0.016	0.002	0.018	0.0078	0.0031	8.6	7.8
Fe-AlN-Si	ANS1	0.009	0.17	tr.	0.033	0.002	—	0.0038	0.0018	3.6	2.8
Fe-AlN-C	ANC4	0.10	—	—	0.021	<0.001	<0.022	0.011	0.0021	7.3	7.2
	ANC5	0.11	—	—	0.047	0.003	0.050	0.015	0.0019	6.3	7.5
Fe-O	O1	0.006	<0.005	<0.01	<0.001	<0.001	<0.003	0.0013	0.0052	1.6	1.0
	O2	0.0045	—	—	—	—	<0.003	0.0014	0.0093	—	—
	O3	0.0026	—	—	—	—	<0.003	0.0014	0.034	—	—
	O4	0.0022	—	—	—	—	<0.003	0.0015	0.059	—	—
	O5	0.0020	—	—	—	—	<0.003	0.0015	0.078	—	—
Fe-O-C	OC1	0.040	—	—	—	—	<0.003	0.0022	0.010	—	—
Fe-Al-O	AO1	0.0041	—	—	0.005	0.003	0.008	0.0011	0.0045	1.1	1.3
	AO2	0.016	—	—	0.018	0.003	0.021	0.0007	0.0041	3.1	2.1
	AO3	0.0062	—	—	0.057	0.005	0.062	0.0013	0.0031	1.8	1.4
Fe-Al-O-C	AOC1	0.10	—	—	0.003	0.005	0.008	0.0017	0.0071	6.3	6.4

4. オーステナイト結晶粒度とフェライト結晶粒度との関係

鋼を常温から加熱していくと、フェライトはオーステナイトに変態するが、変態によつて生じたオーステナイト結晶粒の大きさを、変態前のフェライト結晶粒の大き

さおよびこのオーステナイトを冷却した場合に生じるフェライト結晶粒の大きさと比較し、これらの関係について考察した。試料は前々報¹⁾、前報²⁾の実験に用いたものの中から、オーステナイト結晶粒の微細化効果の著しいCおよび粒成長阻止作用の顕著なAINを含有したもの、また比較材としてこれらを含めないものなどを

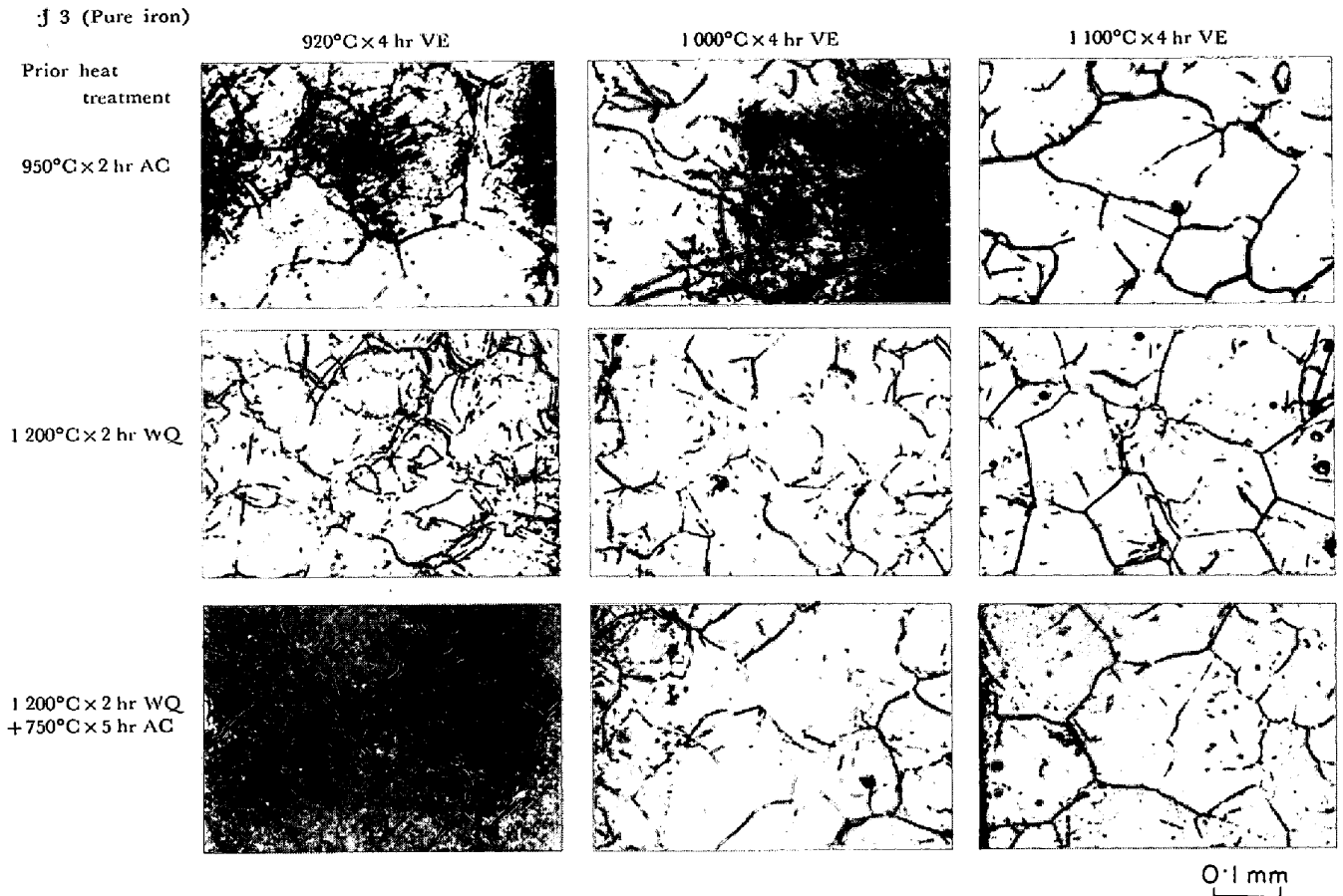


Photo. 2-1. Effect of prior heat treatment on austenite grain size of pure iron.

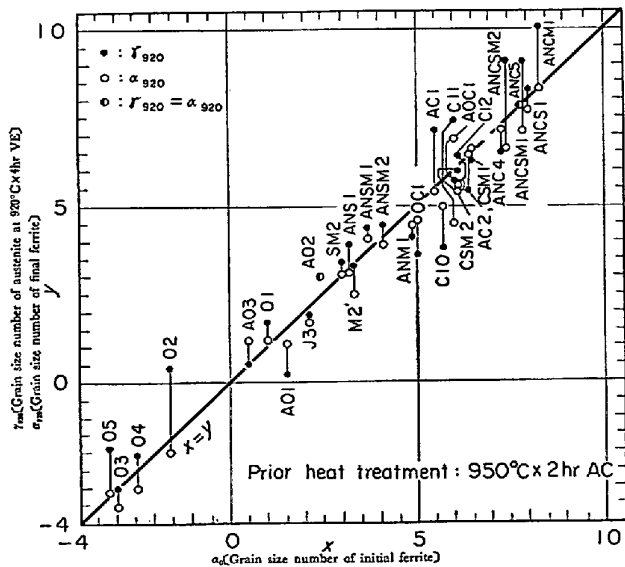


Fig. 6. Relation between initial ferrite grain size and austenite grain size at 920°C or final ferrite grain size.

適宜選んで使用した。なお C 含有量の高い試料 (C > 0.15%) の組織はパーライトの存在する割合が大で、フェライト粒度が判然としないので、本実験の試料

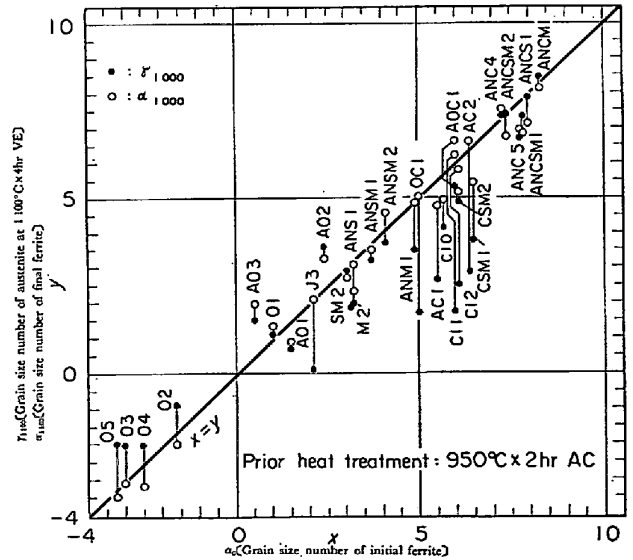


Fig. 7. Relation between initial ferrite grain size at 1000°C or final ferrite grain size.

には選ばなかつた。しかしながらオーステナイト結晶粒度におよぼす C の影響は 0.10% 以上では顕著でないので、C 含有量の高い試料の挙動は C = 0.10% の試料より類推できるものと考えた。試料は真空溶解鑄造材を

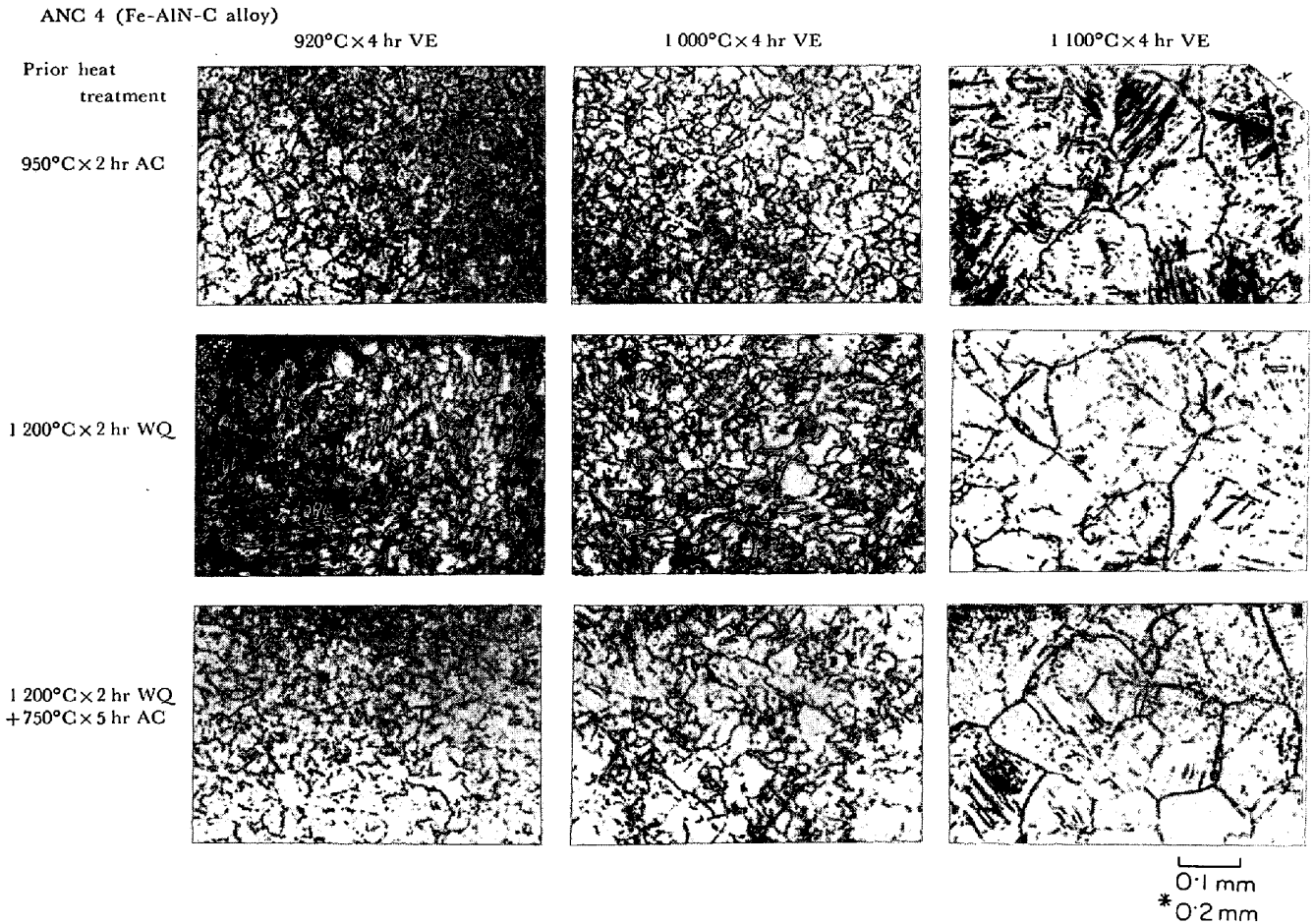


Photo. 2-2. Effect of prior heat treatment on austenite grain size of Fe-AlN-C alloy.

12 mm φの丸棒に熱間鍛造したもので、Table 4に化学成分を示した。鍛造材は初期条件を揃えるため、Ar 雰囲気中で 950°C×2hr AC の焼ならし処理を、また一部は 1 200°C×2hr WQ の溶体化処理を前熱処理として行なったのち、約7 mmの厚さに輪切りとし、鍛造方向に直角の面でまずオーステナイト化前のフェライト結晶粒度を測定し、これを α_0 とした。測定方法はピクラーールまたはナイトールでフェライト粒界を腐食、現出し、JIS G0552-1957¹⁴⁾の総合判定法に準拠した。 α_0 を測定した試料は腐食組織を落したのち、真空中において所定のオーステナイト化温度 ($t^\circ\text{C}$) に 4hr 保持し、熱腐食法を用いてオーステナイト粒界を現出させ、JIS G0551-1956¹⁵⁾の総合判定法に準じて粒度を測定し、これを γ_t とした。なおオーステナイト化温度までの試料の所要加熱時間は常温より 2hr、オーステナイト化後の冷却は真空中に保った石英管に入れたままの状態であらゆる放冷した。 γ_t を測定した試料はさらに表面を研磨したのち、 α_0 の測定に準じてオーステナイト化後のフェライト結晶粒度 α_t を測定した。

以上の測定結果を Fig. 6~9 に示した。まず 950°C

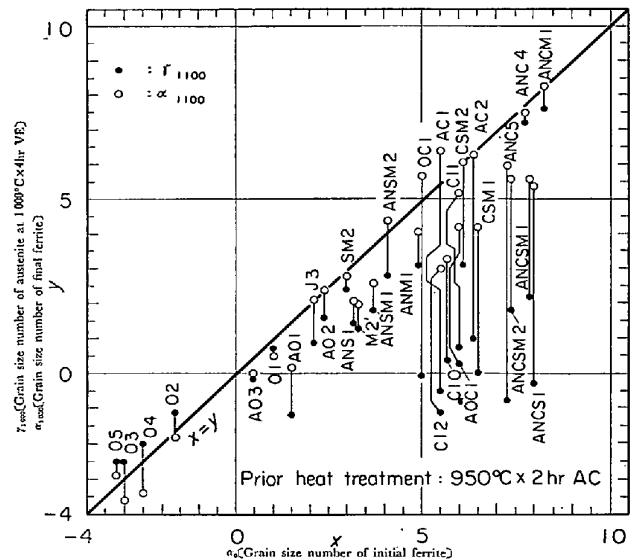


Fig. 8. Relation between initial ferrite grain size and austenite grain size at 1 000°C or final ferrite grain size.

×2hr AC の焼ならし前熱処理を施した試料を 920°C×4hr VE を行なったときのオーステナイト結晶粒度

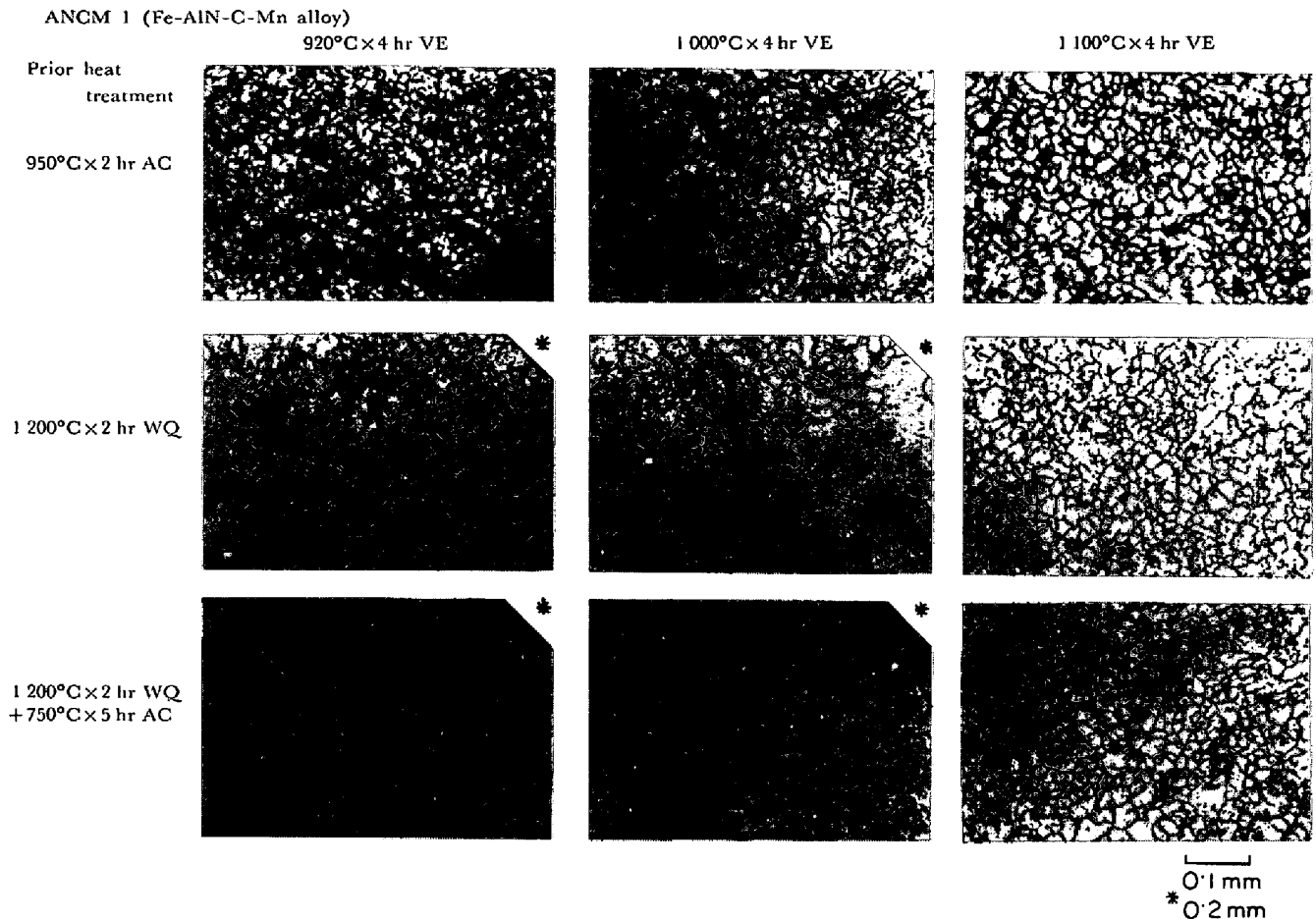


Photo. 2-3. Effect of prior heat treatment on austenite grain size of Fe-AlN-C-Mn alloy.

γ_{920} (●) とオーステナイト化後のフェライト結晶粒度 α_{920} (○) を縦軸(y軸)にとり、横軸(x軸)にはオーステナイト化前のフェライト結晶粒度 α_0 をとつて Fig. 6 に図示した. 同図に $x=y$ の直線を引いたが、 γ_{920} または α_{920} が α_0 に等しければ、図中の点はこの線上に乗ることになる. 同図のほとんどの点は $x=y$ の線をはさんでその近傍に集まっている. このことは α_0 が巨粒(または粗粒)である Fe-O 系(これは Fe-微量 C 系, すなわち純鉄とも考えられる)の試料の場合であれば、それが変態して生じたオーステナイト粒も巨粒(または粗粒)であり、さらにこのオーステナイトが変態したフェライトも巨粒(または粗粒)であることを示している. また α_0 が細粒である C を含む試料の場合は γ_{920} も、また α_{920} も細粒である. このように α_0 , γ_t , α_t の相互間には顕著な相関関係がみられ、結晶粒度はそれぞれ前段階の粒度に支配されていることがわかつた. そしてこのこと自体は合金元素に関係なく成立する. なお図中●印は γ_t と α_t がたまたま一致したときの記号である.

Fig. 7 は 1 000°C×4hr VE を行なつたときの α_0 - γ_{1000} - α_{1000} の関係を示したもので、 γ_{1000} (●印) が $x =$

y の線より大きく下方へ移動したものが見受けられるが、これは 920°C において細粒を示した C を含む試料のうち、1 000°C においてオーステナイト結晶粒が粗粒化したもので、AlN を含有しないか、または含有量が少なくこの温度ですでに AlN が消失した試料に見られる. しかし α_{1000} (○印) のプロットは $x=y$ の直線の近傍に集まり、たとえオーステナイトが粗粒化してもオーステナイト化後のフェライト粒度は、オーステナイト化前のいわゆる元のフェライト粒度 (α_0) に戻ること示している. なお α_{1000} が α_0 の粒より大きい(粒度番号が小)場合も 2, 3 見受けられるが、これについては後で考察する.

Fig. 8 は 1 100°C×4hr VE の場合の α_0 - γ_{1100} - α_{1100} の関係を示したもので、傾向は Fig. 7 の場合と類似しているが、 α_0 が細粒で、かつ 1 100°C で粗粒化した試料のなかで α_{1100} が α_0 より粒が大きいものも見受けられる. この傾向は Si を含む試料に多い. このような傾向を示した試料を中心に適宜選択して再度 920°C×4hr VE でオーステナイト化したときの粒度 $\gamma_{1100-920}$ とオーステナイト化後のフェライト粒度 $\alpha_{1100-920}$ を Table 4 の

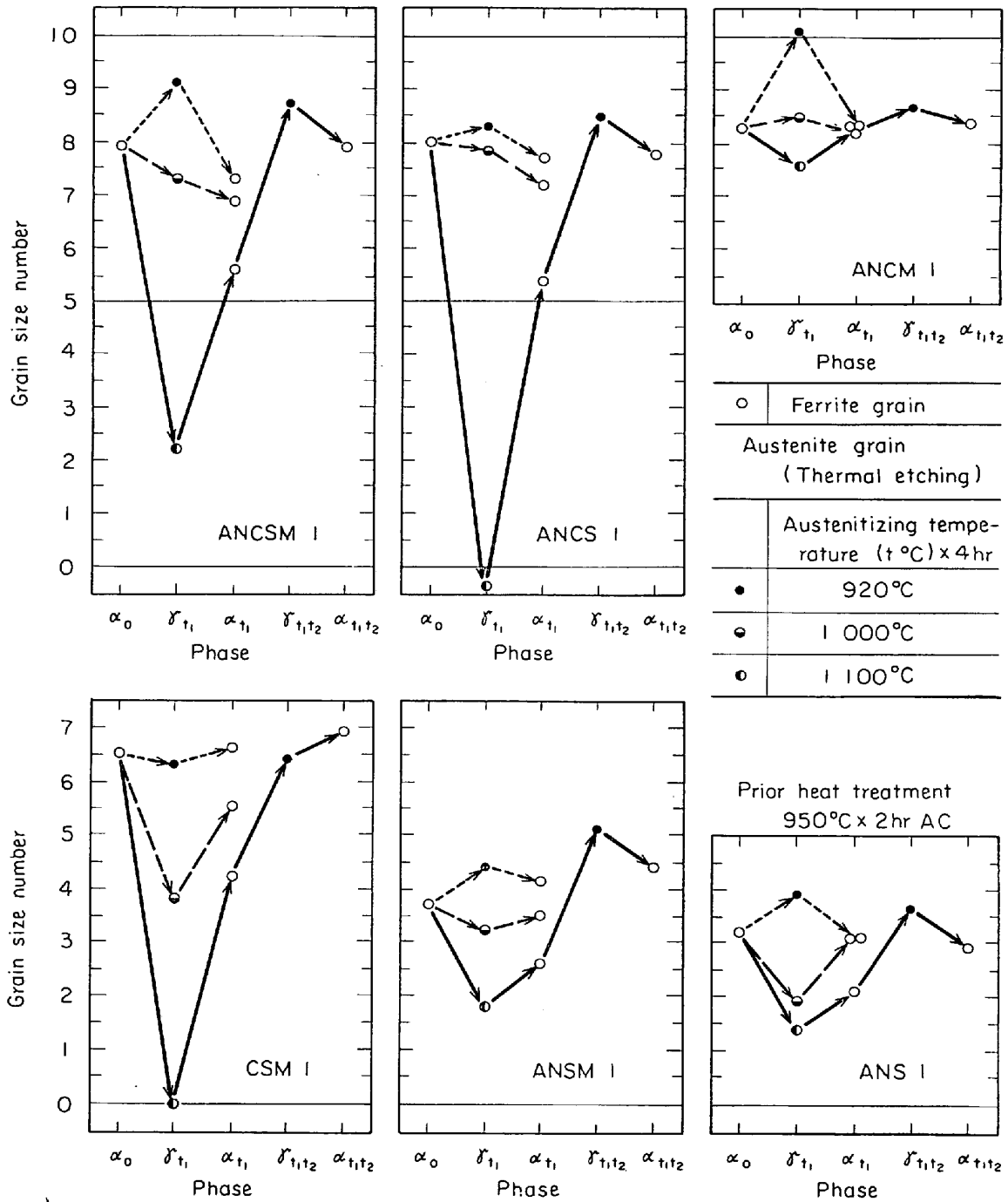


Fig. 9. Relation between ferrite and austenite grain size after repeated austenitizing treatment.

右欄に示し、代表的なものを Fig. 9 に図示した。図からわかるとおり、 γ_{1100} が粗粒化し、 α_{1100} も α_0 より粗粒化していても、再加熱して $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態を行なわせた場合に生じた $\gamma_{1100-920}$ は本来の粒度ともいえる α_0 にほぼ等しく、これをさらに $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態させたときの $\alpha_{1100-920}$ も α_0 に等しい。

以上の関係は AIN の有無に関係なく成立している。そして C が 0.05% 以下の微量の範囲では α , γ 変態点を高温あるいは低温のいずれの側から通過しても粒度

はほとんど変化しないが、C が 0.05% 以上で元来細粒の特性を持ちながら粗粒化している場合も $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態点を通過させると元の細粒に戻る事がわかった。換言すると、焼ならし材を粗粒化（2次再結晶）温度以下でオーステナイト化し、その温度に一定時間（少なくとも A_3 変態が完了し、新しい相の粒が配列し終るに要する時間以上）保持した場合のオーステナイト結晶粒度とオーステナイト化前後のフェライト結晶粒度は等しい。そしてこれは試料の化学組成や粒度に関係なく成立する。さら

に本来細粒となるべき特性を持った鋼の組成であれば、それが粒の成長を起こして粗大化していても、相変態を行なわせることによつて元の細粒に戻る性質があり、この性質は $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態時より $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態時により顕著に見られる。なお明確ではないが Si は $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態時におけるこの傾向を妨げる作用があるように思われる。このように見ると本来細粒となるべき特性は、本実験に使用した程度の不純物含有量であれば、その鋼の特性といふことができる。この場合その特性がいかなる機構で結晶粒度を決定する情報を伝達するかが問題となる。HOFFMAN, FISCHER¹⁶⁾ は微量の C ($C \leq 0.011\%$) を含む鋼塊 (100 $\phi \times 260$ mm) のフェライト結晶粒は C 含有量の増加に伴つて微細になると報告しているが、これは加工を加えられていない鑄造のままの状態においても C が効果のあることを示しており、その役割りの重要性が伺える。

また変態点の通過が条件であるから、ここで起こる現象にも着目する必要がある。変態点における変態相の核形成については、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態の場合はオーステナイトの粒界およびその転位密度に依存し¹⁷⁾、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態の場合はフェライトと炭化物の界面の面積に依存する¹⁸⁾といわれている。以上の報告および本実験事実とを併せ考えると、粒度についての情報は C が炭化物の形で伝達するものと推定できる。この根拠は 0.05% という C 含有量はほぼ α -フェライトの C の最大固溶量 0.0218%¹⁹⁾ をやや超過した量に相当し、はじめて炭化物の析出が考えられること、そして炭化物の析出は可逆でありさらに α から γ への変態過程において γ 相析出の核となる α と炭化物の界面の面積が多いほど変態直後の γ 粒が微細になると報告^{20)~24)} されているからである。もつとも α と炭化物の界面の面積の増加につれて変態直後の粒度はと

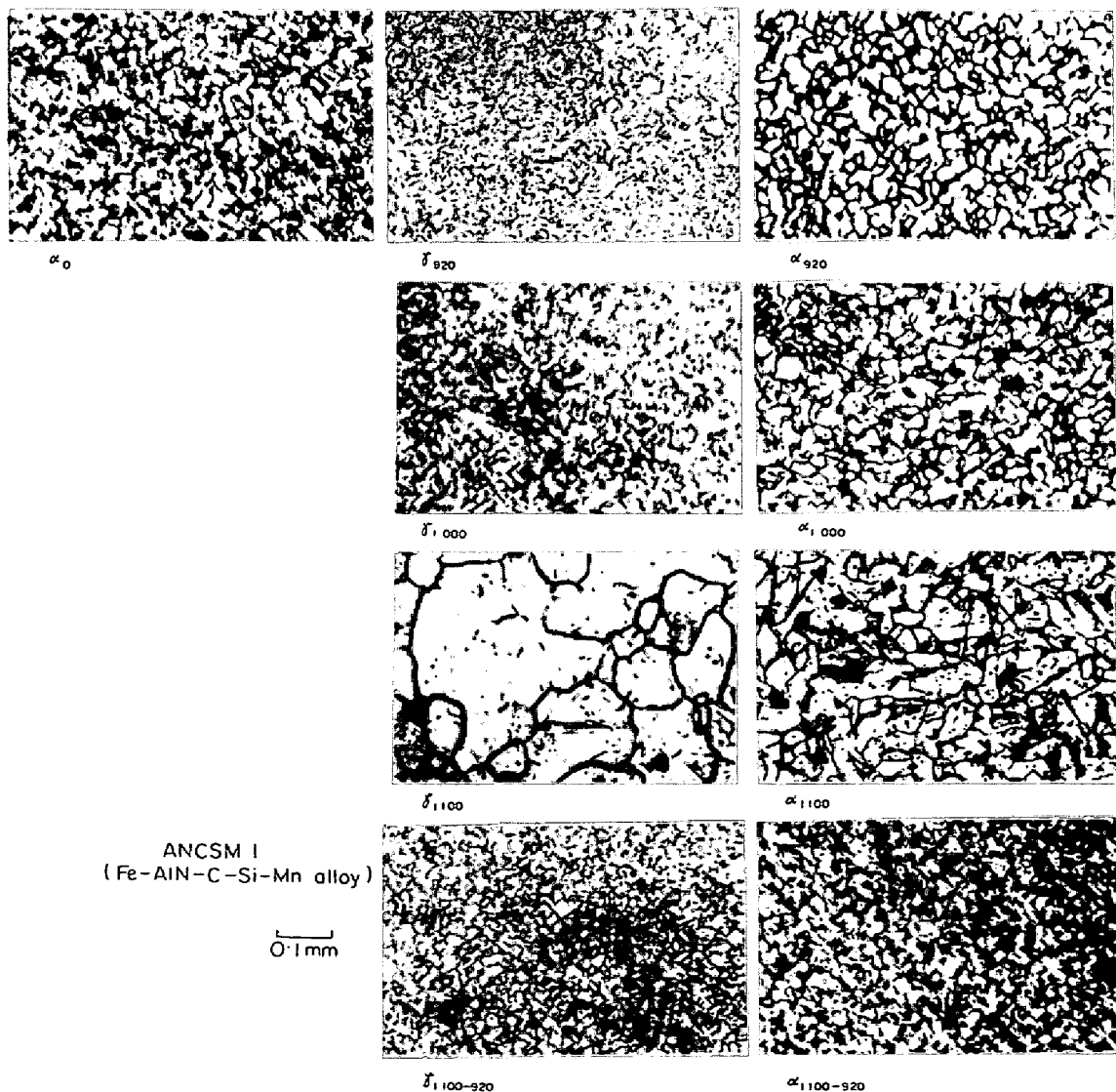


Photo. 3-1. Relation between ferrite and austenite grain size.

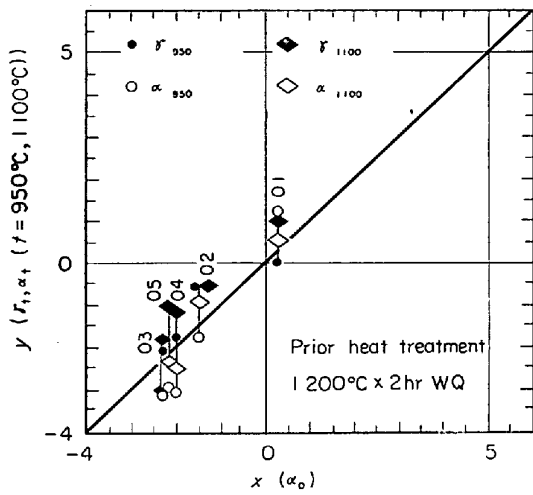


Fig. 10. Relation between initial ferrite grain size and austenite grain size or final ferrite grain size.

もかく変態完了後の粒度が限りなく微細化するという事は考えられない。このことはすでに報告したとおりオーステナイト結晶粒度は C が 0.1% 付近までは C 量の増加につれて微細化するが、これ以上では C 含有量が増加しても粒度はあまり変わらず 0.5% 以上になると再びやや粗粒化の傾向が見られること、および同一 C 量の試料であれば前熱処理として炭化物の凝集により界面面積が減少する徐冷試料の場合でも、炭化物が微細化して界面面積が増加する急冷試料の場合でもオーステナイト化温度に 4hr 保持したオーステナイト結晶粒度はほぼ等しいことなどから知られる。Fig. 10 は Fe-O 系試料に前熱処理として 1200°C×2hr WQ の溶体化処理を施した場合の結果である。C を含む細粒の試料に前熱処理として急冷操作を行なう場合は常温の組織が微細なパーライトまたはマルテンサイトとなり α_0 の測定が困難であつた。したがって細粒鋼の場合が図には含まれずデー

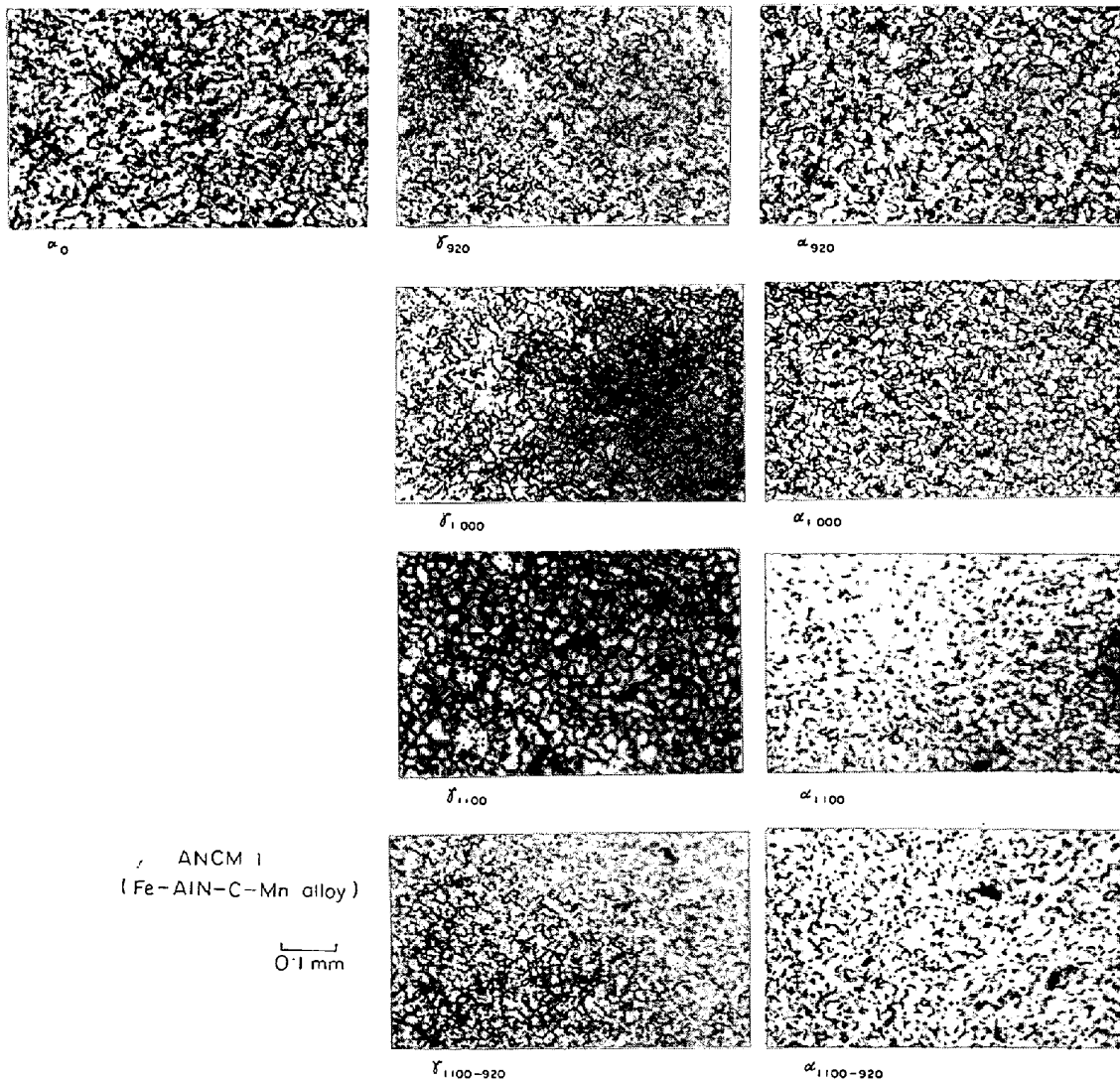


Photo. 3-2. Relation between ferrite and austenite grain size.

タは少ないが、溶体化処理後水冷した試片についての結果は、 $950^{\circ}\text{C} \times 2\text{hr}$ AC の焼ならしを前熱処理として施したものと同一の傾向を示した。

なお粗粒化温度以下でオーステナイト化した場合のオーステナイト結晶粒度はオーステナイト化前のフェライト粒度 (α_0) にほぼ等しいということは、盛、時実、岡本²⁵⁾が Nb, Ta 添加鋼についての研究において述べており、荻野、谷田、北浦、足立²⁶⁾も Nb 添加鋼について研究し、 $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態によつて形成されるオーステナイトの初期粒度は Nb 含有量にほとんど無関係に変態前の組織によつて決定されると述べている。しかしそのほかに $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態の場合のその他の研究結果^{27)~30)}は、2, 3 があるが、これらは主として炭化物の挙動について述べたもので、結晶粒度については述べていない。また PAXTON³¹⁾ の論文では $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態直後の初期粒度の変化について述べているが、4hr 程度の長時間加熱保持後の粒度

については記述されていない。GROSSMANN⁵⁾ は $C=0.18\%$ の Ni-Mo 鋼を 870°C より空冷または水冷を繰り返すとオーステナイト結晶粒度は次第に粗大化の傾向を示すと報告し、また KULA, COHEN³²⁾ は焼入れ操作を繰り返した場合、つぎの加熱であられる初期粒度は前のオーステナイト粒によつて規定されるので、前の粒が粗大化していればつぎにあられる粒も粗大化すること、および焼なましによつて細粒化できるが、それでも第1回の焼入れ前の粒にくらべて粗粒であることなどを高速鋼を用いて説明している。これらは試料がいずれも合金鋼であるためか本実験結果とは一致しない。

一方 γ を冷却した場合の変態過程についての研究は比較的多い³³⁾。しかしそのほとんどが $\gamma \rightarrow$ パーライト (またはマルテンサイト、ベーナイト、ウィドマンステッテン組織) に関するものであり、本実験結果と直接比較はできない。

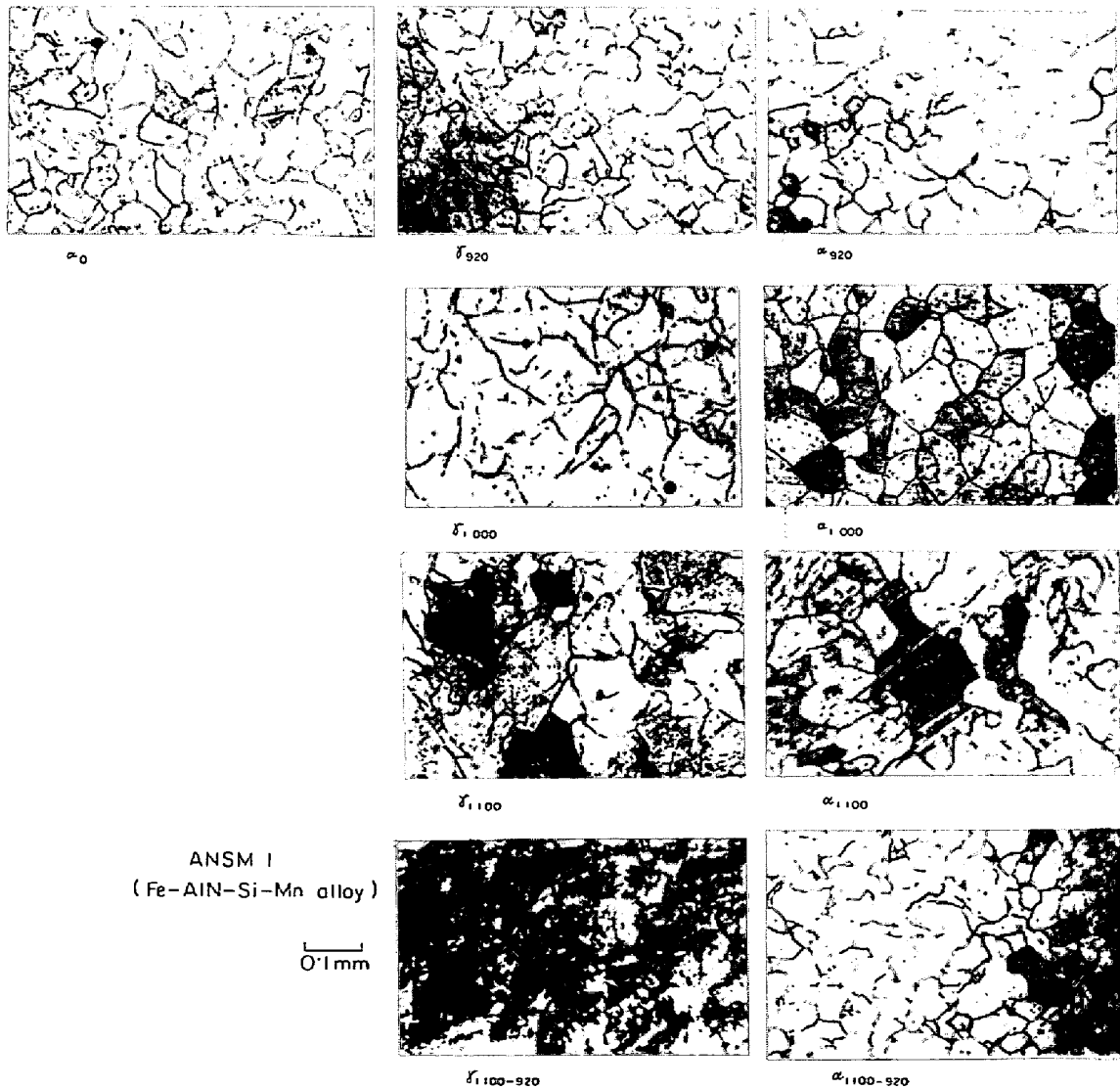


Photo. 3-3. Relation between ferrite and austenite grain size.

さて本実験は C 含有量が 0.14% 以下の試料について実施したが，これらの試料の結晶粒の挙動に関する特性としては

i) 920~950°C においては，オーステナイト変態は比較的短時間に完了する。

ii) 920~950°C に数時間保持しただけでは，その間におけるオーステナイト結晶粒の成長速度は大きくない。

iii) 粗粒化（2次再結晶）温度は 920~950°C より高温である。

iv) 初期結晶粒度を微細化する元素は主として C であり，他の元素も変態または再結晶の核生成に効果的なほど多量³⁴⁾には含有されていない。
などが考えられる。

さらにこれらの条件を満足する粒現出のための熱処理法を一般的に書くと，鋼をオーステナイトの状態に加熱

保持する場合に

a) 加熱速度については，試料中で物理的にも化学的にも，はなはだしい非平衡を生じないこと。たとえば JIS の浸炭法¹⁵⁾の加熱速度（約460°C/hr）程度の徐熱，

b) 加熱温度については，前記の試料の特性 i)~iii) では 920~950°C としたが，これは供試材が低炭素鋼の場合であつて，一般にはその温度が粗粒化（2次再結晶）温度以下であること，

c) 保持時間については，その間に $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態が十分完了すること，またその間に粒の成長があまり見られないこと，

などである。そして以上のような条件を満足すれば，オーステナイト結晶粒はある特定の粒度を示すということである。このことは供試材をなんらかの処理で，より粗粒にしてもあるいはより細粒にしても，上記の条件で

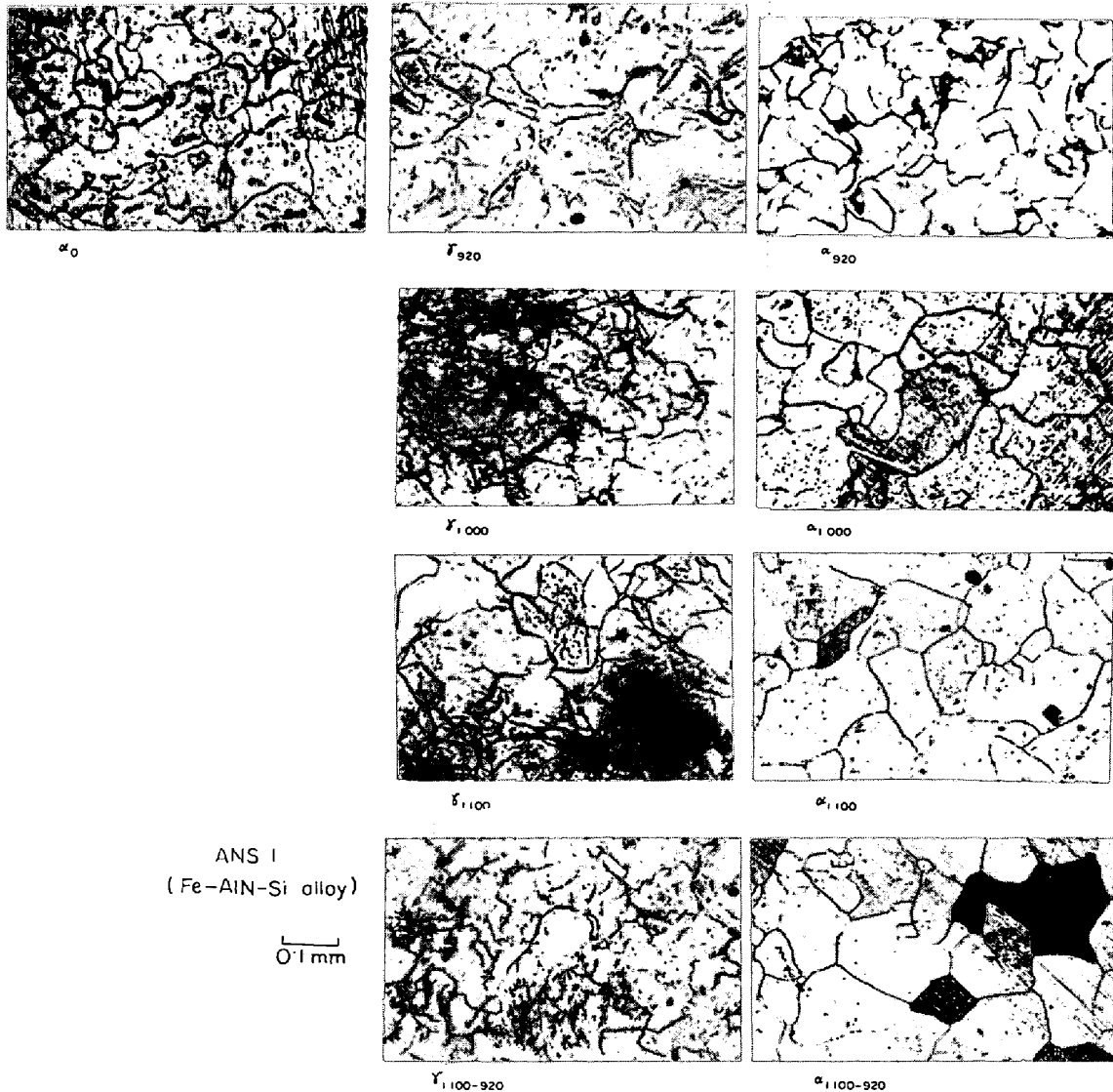


Photo. 3-4. Relation between ferrite and austenite grain size.

粒現出を行なえば、特定の粒度になることを示唆している。すなわち粗粒化温度以上に加熱して粗粒になった試料、たとえば ANCSM 1 や ANCS 1 なども $\gamma_{1100-920}$, $\alpha_{1100-920}$ は α_0 または γ_{920} と同程度の細粒を示す。一方微細化した場合は本試料では粒現出法の点で困難があり実験できなかつたので、他の試料で行なつた結果を述べる。すなわち細粒化の前処理³⁵⁾を施し、オーステナイト結晶粒を粒度番号 13 に微細化した C=0.33% のアルミニウムキルド鋼を 920°C×4hr VE によつて γ 細粒化-920 を現出すると粒度番号 8 で細粒化処理前の粒度を示す。また C<0.1% の純鉄および C=0.3% のスエーデン炭素鋼を高周波誘導加熱炉を用いて A_{C_3} 温度以上に急熱、急冷を 3~24 回繰り返した場合のオーステナイト結晶粒度は浸炭法で測定した限りでは処理前の粒度と一致する³⁶⁾。

このような「特定の粒度」は少なくともこの実験に使用した材料に類する普通炭素鋼については存在するものと思われる。ただしこのオーステナイト粒もその現出温度において時間とともに成長 (normal grain growth) するのであるから、一定不変の粒度ではないが、オーステナイト結晶粒度を論ずる上での一つの基準にすれば、前々報や前報のようにオーステナイト粒度と添加元素の関係を考察するうえで好都合であり、実用的には意義があると考えられる。

Photo. 3-1, Photo. 3-2, Photo. 3-3 および Photo. 3-4 はオーステナイト結晶粒度とフェライト結晶粒度との関係を調査した試料の代表的な写真である。

5. ま と め

鋼のオーステナイト結晶粒度におよぼす鍛造および前熱処理の影響を調査し、さらにオーステナイト化前後のフェライト粒度とオーステナイト粒度との関係を考察し、以下に述べる結果を得た。使用した試料は所定の元素以外の不純物をできる限り少なくするよう留意して溶製した真空溶解鑄造材で、粒現出法は熱腐食法である。

1) Fe-C 系試料を用い、その鑄造のまま、鍛造比 7 および鍛造比 44 のものについて、950°C×2hr AC の前熱処理ののちオーステナイト化温度 925°C および 1050°C のオーステナイト結晶粒度を比較したが、各試料、各温度とも鍛造の影響によつて粒度は変化しなかつた。なかでも鍛造終了温度を揃えた鍛造比 7 と 44 とはとくに良好な一致を示した。

2) C, AlN を含有する試料について、オーステナイト結晶粒度におよぼす前熱処理の影響を検討した。施した前熱処理は 950°C×2hr AC の焼ならし処理、1200

°C×2hr WQ の溶体化処理および 1200°C×2hr WQ 後 720°C×5hr AC の AlN 析出処理である。その結果同一試料についてはいかなる前熱処理を行なつてもほぼ同じ粒度を得た。したがつて焼ならし処理で得た結論、すなわち C は微量範囲でオーステナイト結晶粒度を著しく微細化させるが、AlN は単独では微細化作用を示さず、オーステナイト結晶粒の成長、とくに高温時の粗粒化を阻止する効果があるという事実を否定するような現象は認められなかつた。そしてオーステナイト結晶粒度は前熱処理に関係なく、その化学成分とオーステナイト化温度に支配されることを示した。

3) オーステナイト化前後のフェライト結晶粒度とオーステナイト結晶粒度との関係を調査し、つぎの結論を得た。

(i) 粗粒化 (2次再結晶) 温度以下でオーステナイト化した場合、オーステナイト結晶粒度とその前後のフェライト粒度は等しい。

(ii) 粗粒化温度以上でオーステナイト化した場合、オーステナイト結晶粒度はオーステナイト化前のフェライト粒度より粗大化するが、粗大化後に生成するフェライト粒度はもとのフェライト粒度に戻る傾向がある。

(iii) このような試料を再び粗粒化温度以下でオーステナイト化すると最初のフェライト粒度に近いオーステナイト粒度が得られ、これを冷却変態させたフェライト粒度も最初のフェライト粒度に等しくなる。このことから細粒化効果は $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態時よりも $\alpha \rightarrow \gamma$ 変態時に一層顕著である。これは Fe_3C が存在するためであろう。

本研究を実施するに当たり原料純鉄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援助を賜つた神戸製鋼所成田貴一博士、小山伸二氏、住友金属工業株式会社赤松経一氏さらに研究実験の一部を分担された中部工業大学山口隆生講師、京都大学工学部冶金学教室西村喜美江嬢に深く感謝します。

文 献

- 1) 藤田清比古, 盛利貞, 大西正之, 橋本精二, 矢田昌宏: 鉄と鋼, 59(1973), p. 764
- 2) 藤田清比古, 盛利貞, 津島健治, 平沢良和, 福井 敏: 同上, 59(1973), No. 7 掲載予定
- 3) 「鉄鋼技術の進歩」: 鉄と鋼, 51 (1965), p. 550
- 4) たとえば今井勇之進, 佐々木寛, 香川博幸: 同上, 48 (1962), p. 1592
- 5) M. A. GROSSMANN: Trans. ASM, 22 (1934), p. 61
- 6) R. SCHEMPP and C. L. SHAPIRO: Trans. AIME, 125 (1937), p. 411

- 7) 荒川武二, 小田昭午: 学振 19 委 6269 (1961)
- 8) 田坂鋼二: 鉄と鋼, 44 (1958), p. 416
- 9) 長谷部茂雄: 同上, 47 (1961), p. 1514
- 10) W. E. SANDER: Trans. ASM, 22 (1934), p. 1015
- 11) 萩原信夫, 大木幸夫, 肥後実男, 田中誠一: 鉄と鋼, 39 (1953), p. 333
- 12) たとえば T. GLADMAN and F. B. PICKERING: JISI, 205 (1967), p. 653
- 13) L. S. DARKEN, R. P. SMITH, and E. W. FILER: Trans. AIME, 191 (1951), p. 1174
- 14) JIS G 0552 「鋼のフェライト結晶粒度試験方法」(1957)
- 15) JIS G 0551 「鋼のオーステナイト結晶粒度試験方法」(1956)
- 16) A. HOFFMAN and W. A. FISCHER: Arch. Eisenhüttenw., 35 (1964), p. 1069
- 17) L. ZWELL, L. A. GORMAN, and S. WEISSMANN: Trans. ASM, 59 (1966), p. 491
- 18) R. F. MEHL and W. C. HAGEL: Prog. Metal Phys., 6 (1956), p. 74
- 19) 田中良平: 鉄と鋼, 53 (1967), p. 1601
- 20) M. A. GROSSMANN: Trans. ASM, 21 (1933), p. 1079
- 21) M. A. GROSSMANN: *ibid.*, 22 (1934), p. 861
- 22) E. S. DAVENPORT and E. C. BAIN: *ibid.*, 22 (1934), p. 879
- 23) G. A. ROBERTZ and R. F. MEHL: *ibid.*, 31 (1943), p. 613
- 24) 美馬源次郎, 堀 茂徳, 中桐明和: 日本金属学会誌, 24 (1960), p. 805
- 25) 盛 利貞, 時実正治, 岡本健太郎: 鉄と鋼, 55 (1969), p. 485
- 26) 萩野喜清, 谷田英雄, 北浦正弘, 足立 彰: 同上, 57 (1971), p. 533
- 27) 大和久重雄, 飯島一昭: 日本金属学会誌, 18 (1954), p. 362
- 28) M. M. LABID, A. A. GOLDESTANEK, C. HANDFORD and G. BULLOCK: JISI, 185 (1957), p. 207
- 29) G. MOLINDER: Acta Met., 4 (1956), p. 565
- 30) A. A. GOLDESTANEK, C. HANDFORD, and G. BULLOCK: JISI, 188 (1958), p. 237
- 31) H. W. PAXTON: Transformation and Hardenability in Steels, (1967), p. 3 [Climax Molybdenum Co.]
- 32) E. KULA and M. COHEN: Trans. ASM, 22 (1934), p. 61
- 33) たとえば F. C. HULL and R. F. MEHL: Trans. ASM, 30 (1942), p. 381
R. F. MEHL: JISI, 159 (1948), p. 113,
H. I. AARONSON: Decomposition of Austenite by Diffusional Processes, (1962), p. 387 [AIMA] など
- 34) 氏家信久: 日本金属学会会報, 5 (1966), p. 17
- 35) R. A. GRANGE and E. R. SCHACKELFORD: U. S. Patent No. 3,178,324 (1965)
- 36) 盛 利貞, 藤田清比古, 一瀬英爾: 未発表