

## 論 文

UDC 669.14.018.252.3 : 669.15'26'28'27'292-194 : 620.186.5

# 高速度鋼における結晶粒の異常成長現象と 結晶粒の微細化処理について\*

辻 克己\*\*・荒尾 潔\*\*\*

## Discontinuous Grain Growth Phenomena and Grain Refining Treatments in High Speed Tool Steel

Katsumi TUJI and Kiyoshi ARAO

## Synopsis:

A discontinuous austenite grain coarsening phenomenon of double hardened high speed tool steel and the procedure to control the grain growth on the second hardening have been studied under various heat treatment conditions. It is found that the discontinuous austenite grain growth is caused by disolution of metastable carbides which have precipitated as a fine dispersion during the early stage of second hardening and that the grain coarsening on the double hardening can be controlled by intermediate heat treatment, i.e., rapid colling from  $\alpha$  zone just under  $A_{C_1}$  or  $\gamma$  zone just above  $A_{C_3}$ .

A heat treatment that the high speed tool steel of 6-5-4-2 type is quenched from  $\gamma$  zone just above  $A_{C_3}$  followed by heating at  $\alpha$  zone just under  $A_{C_1}$ , is effective for preventing the discontinuous austenite grain growth and for refining austenite grain on subsequent austenitization.

## 1. 結 言

高速度工具鋼を繰り返し焼入すればオーステナイト ( $\gamma$ ) 結晶が成長粗大化して脆くなり、破断面がうろこ状を呈すところから、通常これを“Fish Scale”と呼び古くから高速度鋼工具の熱処理欠陥の一つに挙げられてきた。

この繰り返し焼入れに伴い発生する高速度工具鋼  $\gamma$  結晶の異常成長現象は 1923 年に FRENCH ら<sup>1)</sup>によつてはじめて紹介され、その後この問題に関する多くの研究<sup>2)~5)</sup>が行なわれているが、結晶粒の異常成長現象は被加熱物の大きさ、加熱設備、焼入れ温度、あるいは再加熱時の昇温速度など、焼入れ加熱条件によつてその様相が異なり、また異常成長機構そのものにも未だ不明な点が多い。

$\gamma$  結晶異常成長の生因について KULA ら<sup>3)</sup>は繰り返し焼入れの再加熱過程初期において最初の焼入れで生成した針状組織境界ならびに双晶界面に 2 次炭化物が析出し、旧  $\gamma$  粒内に生成する針状  $\gamma$  結晶はこれらの炭化物によつて一時粒成長が阻止され、さらに加熱が進み粒界移動を妨げているこれら 2 次炭化物が再固溶あるいは凝集する

と同時に粒界移動を生じて異常成長が起こると述べ、とくに異常成長発生の条件としてのマルテンサイト ( $\alpha'$ ) あるいはベイナイトなどの針状組織の存在を挙げている。

また GULYAYEV ら<sup>4)</sup>は高速度工具鋼の結晶粒度と焼入れ加熱速度の関係を調べ、 $\gamma$  結晶の成長には  $\alpha + \gamma$  2 相共存域および  $\gamma$  温度域での加熱速度が影響し、繰り返し焼入れの際この温度域を 50~500°C/min の昇温速度で加熱したときに異常成長が起こり、結晶粒が粗大化することを明らかにした。さらにこの  $\gamma$  結晶の異常成長は繰り返し焼入れのみならず、焼なまし状態から加熱する通常の焼入れの場合でも両温度域を 500°C/min の昇温速度で急速加熱したときに現われると述べている。

ところで実際の高速度鋼工具の熱処理では手直し再焼入れをすることがしばしばあり、現場作業上のニーズから結晶粒異常成長防止の試みも数多く行なわれてきたが現在のところ焼なまし以外に異常成長防止の決め手になる効果的な方法がなく、高速度工具鋼を手直し再焼入れする場合には、あらかじめ完全焼なましを行なつたのち再焼入れするのが通例となつている。

著者らは高速度工具鋼  $\gamma$  結晶の異常成長現象とこれを

\* 昭和49年4月本会講演大会にて発表 昭和50年9月29日受付 (Received Sept. 29, 1976)

\*\* (株)神戸製鋼所中央研究所 (Central Research Laboratory, Kobe Steel, Ltd., 1-3-18 Wakinohamacho Fukiai-ku Kobe 651)

\*\*\* (株)神戸製鋼所神戸本社 (Kobe Steel Ltd.)

Table 1. Chemical composition of specimens.

Dia. of specimen (mm)	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	W	V	Co
14φ	0.87	0.30	0.29	0.02	0.02	4.01	4.98	6.16	2.01	0.53
0.6	0.88	0.32	0.29	0.02	0.01	3.98	5.01	6.24	1.98	0.59

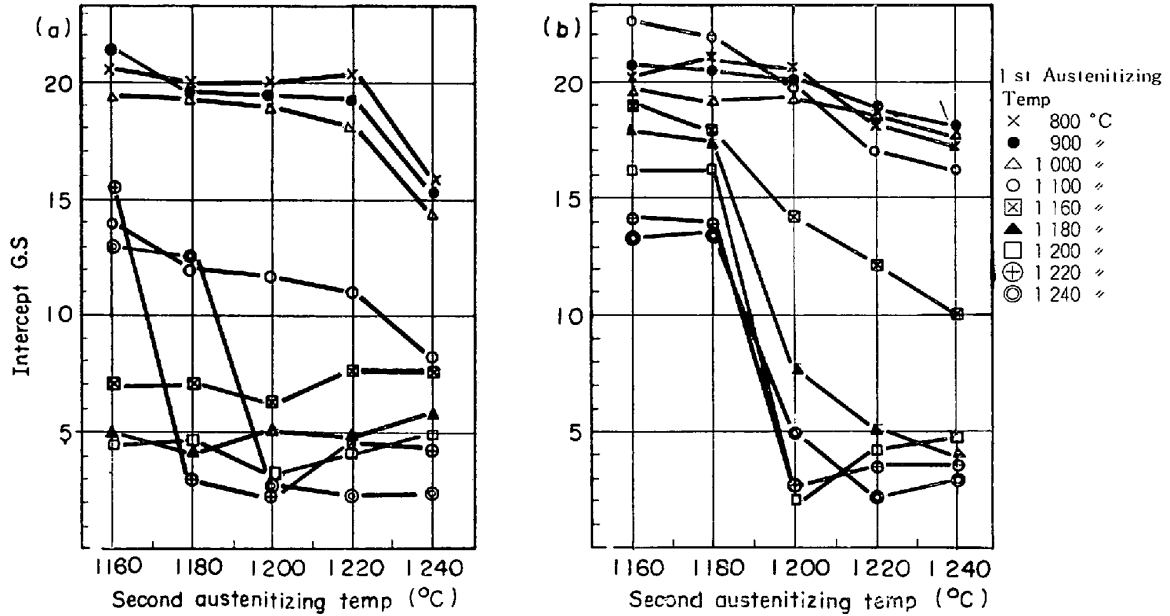


Fig. 1. Effect of second austenitizing temperatures on grain size as a function of various prequenching temperatures.  
 (a) Prequenched from indicated temperatures.  
 (b) Prequenched from indicated temperatures and tempered at 550°C for 1.5hr two times.

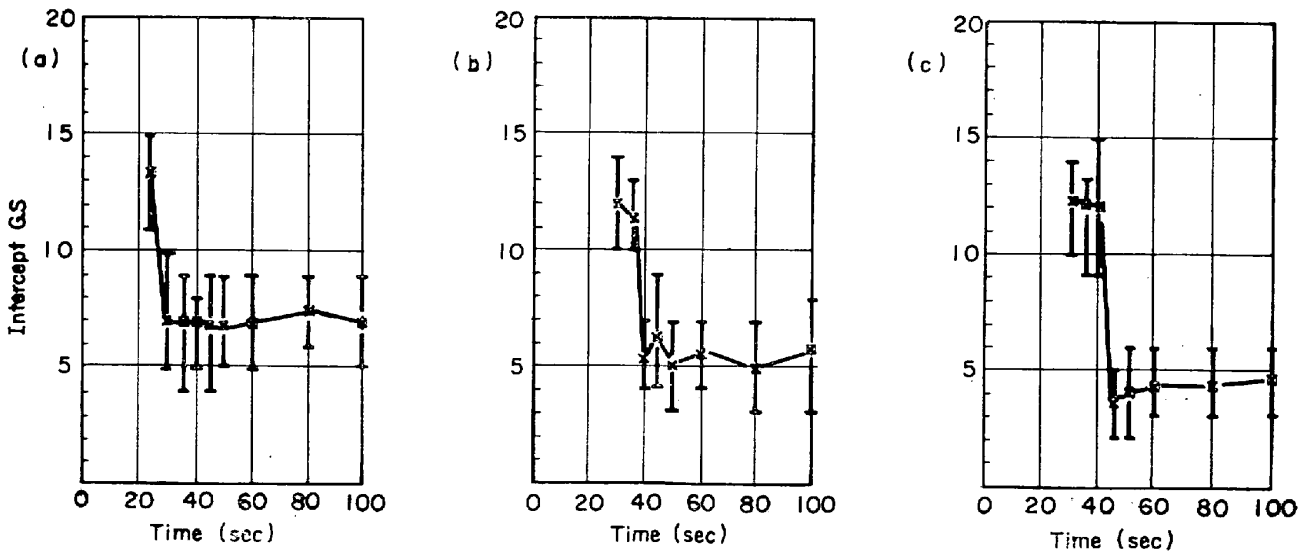


Fig. 2. Effect of holding time at second austenitizing temperature (1220°C) on  $\gamma$  grain size followed by water quench.  
 Prequench : (a) 1180°C × 3 min O.Q. (b) 1200°C × 3 min O.Q. (c) 1220°C × 3 min O.Q.

防止するための整粒条件について調べ、その結果、高速度工具鋼は再焼入れの際完全焼なましでもなくとも、もつと簡単な前処理によつて $\gamma$ 結晶の異常成長は防止す

ることができ、しかも微細粒組織を得ることが確認できたのでこれらの実験結果について報告する。

## 2. 供試材および実験方法

供試材は通常の製造工程に流れている JIS-SKH9 でその化学組成は Table 1 のごとくである。

繰返し焼入れ試験ならびに整粒化試験はおもに14φ 圧延材を用い、また結晶粒に及ぼす再焼入れ時の昇温速度の影響を調べるために一部0.6φ 線材を試験片として使用した。試験片の焼入れ加熱はすべてソルトバスで行ない整粒加熱処理には小型電気炉を使用した。

なお結晶粒度の測定は試料を鏡面研磨後、5%Nitalで腐蝕し、光学顕微鏡を用いた任意の10視野について分割法 (Snyder-Graff) により粒度を求めた。

## 3. 実験結果

### 3.1 結晶粒の異常成長現象

#### 3.1.1 1次焼入れ温度ならびに2次焼入れ温度の影響

Fig. 1(a) は14φ×10 試験片を800~1240°C 範囲の温度で加熱後油冷して1次焼入れを行ない、この焼入れ試片を予熱せずに1160~1240°C の温度に再加熱して繰返し焼入れしたときの結晶粒度を示す。1次焼入れ温度が低い場合は繰返し焼入れを行なっても結晶粒の異常成長は起こらない。しかし1次焼入れ温度が1100~1200°C の範囲になると繰返し焼入れで結晶が粗大化する傾向が認められ、さらに1次焼入れ温度が高くなると再焼入れ温度が低い場合には細粒になるが、2次焼入れ温度がある限界を越えると急激に結晶粒が粗大化する。この結晶粒の粗大化は1次焼入れ温度が1220°C の場合1180°C、また1240°C の場合には1200°C

と1次焼入れ温度が高くなるにつれて上昇する傾向を示す。したがって1160~1200°C の温度で1次焼入れしたものに粗大化温度が認められず、繰返し焼入れですべて粗粒になるのは粗大化温度が1160°C 以下にあるためと考えられる。

1次焼入れ後550°C×1.5hr 2回の焼戻しを行なった試料を繰返し焼入れする場合は Fig. 1(b) のごとく粗大化温度は若干高温側に移動し、1次焼入れ温度が1180°C 以上になって初めて結晶粒の異常成長が現われる。

つぎに繰返し焼入れ加熱におけるγ結晶成長の様相を調べるために1180, 1200, 1220°C の各温度で1次焼入れした試料を1220°C のソルトバスに浸漬し、2次焼入れ加熱時間と結晶粒度の関係を求めた結果 Fig. 2 のごとく再焼入れ加熱でのγ結晶の異常成長現象は1次焼入れ温度が低いほど早く始まり、1次焼入れ温度が高くなるにつれておくれる傾向が認められ、異常成長後の結晶粒も1次焼入れ温度が高いほど粗大になる。Fig. 3 は1220°C で1次焼入れしたのち1200, 1180°C と2次焼入れ温度を変えて再加熱し、同じようにγ結晶の成長について調べた結果を示す。これによると2次焼入れ温度が低いと異常成長の始まるのが遅く、しかも結晶粒の成長は比較的ゆるやかに進み、細粒期、混粒期を経て粗大化して行く。また異常成長後の結晶粒は極端に粗大化する。

Photo. 1 は1220°C×3 min 焼入れ試片を1220°C のソルトバスに浸漬したときの異常成長前 (浸漬時間35 sec) および異常成長後 (浸漬時間100 sec) の電子顕微鏡組織を示すが、異常成長前の細粒組織には結晶粒内に非常に微細な粒状炭化物が認められるのに対し、粗大化

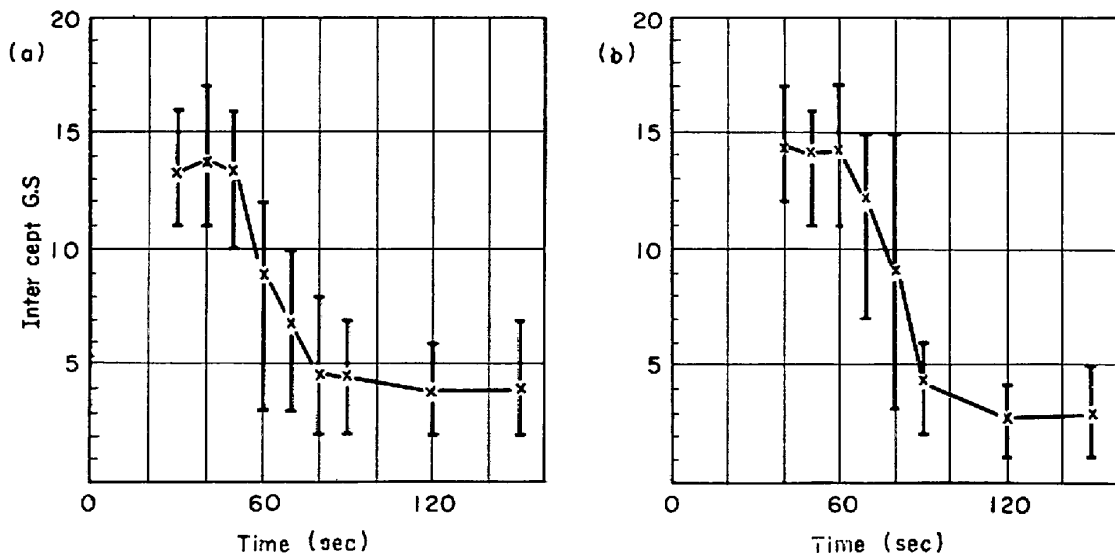


Fig. 3. Effect of the holding time at austenitizing temperatures (a: 1200°C, b: 1180°C) on the grain size followed by water quench. Prequench: 1220°C×3 min O.Q.

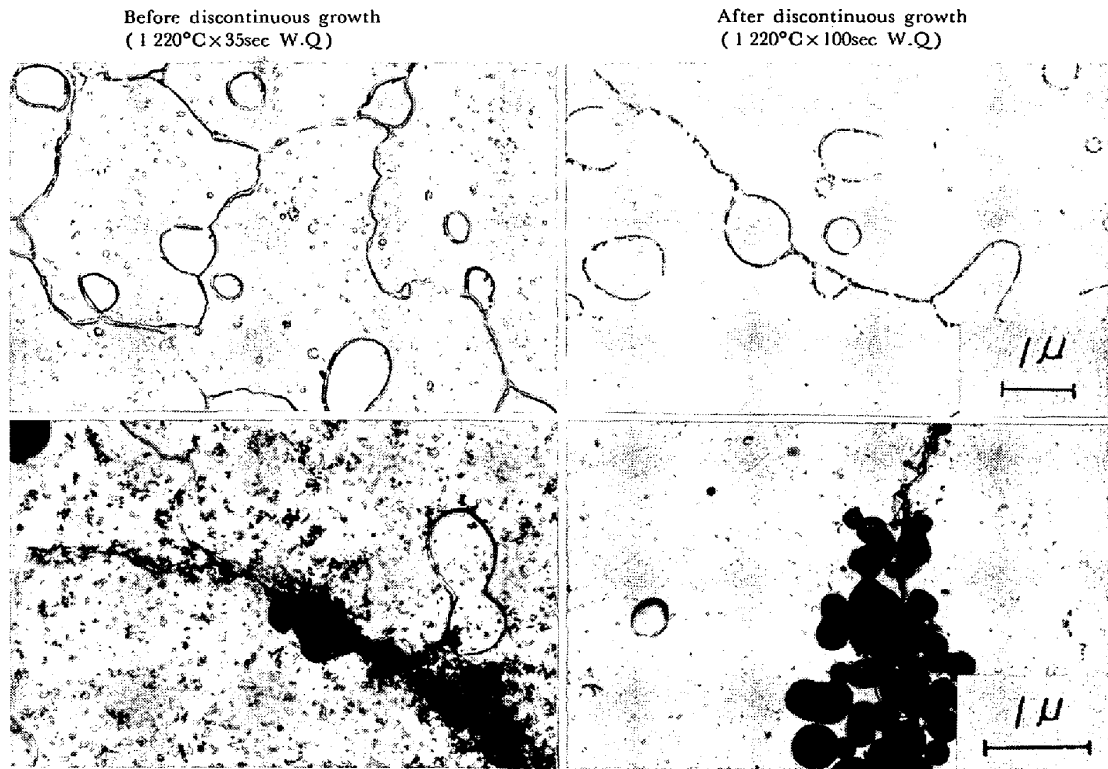


Photo. 1. Microstructures before and after discontinuous grain growth during the second austenitizing at 1220°C.

後の組織には全くこれが認められない。異常成長直前の細粒組織に析出するこれら微細炭化物は通常の焼入れ組織に存在しないことから判断すると、最初の焼入れで過飽和に固溶するCおよび合金元素が2次焼入れの加熱過程で析出して生じた2次炭化物と推測され、加熱が進みこの2次炭化物が再び $\gamma$ に固溶したときに $\gamma$ 結晶は異常成長することがうかがえる。

3.1.2 2次焼入れ加熱昇温速度の影響

焼入れした高速度工具鋼を再加熱する際、2次炭化物が析出する時間的余裕のないほどの速さで2次焼入れ温度に急速加熱した場合、はたして $\gamma$ 結晶の異常成長が起こるか否かを調べるために1220°C×3min油冷の0.6φ焼入れ試片を用い、これを予熱せずに直接1220°Cのソルトバスに浸漬して繰り返し焼入れを行ない $\gamma$ 粒度を調べた結果、普通焼入れが粒度16.3に対し、繰り返し焼入れが15.4と、やや結晶は大きくなるが、いわゆる結晶粒の異常成長は認められない。そこで再加熱過程での2次炭化物の析出に影響を及ぼす2次焼入れ昇温速度と結晶粒度の関係を確かめるために、1220°Cで1次焼入れした0.6φ試片をFig. 4に示す肉厚円筒に挿入したままソルトバスに浸漬し、所定時間加熱後試験片のみ円筒から引き抜きただちに水冷して2次焼入れを行ない結晶粒度を測定した。なお2次焼入れ加熱浸漬時間については、まえもつてシース熱電対により肉厚円筒中心

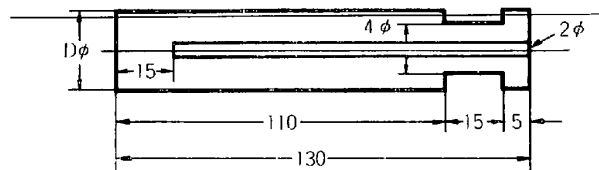


Fig. 4. Tube for reducing the heating rate 0.6φ specimens.

Table 2. Effect of the heating rate of the second austenitizing on the grain growth in double quenching (1220°C×3min O.Q.).

Dia of tube (mm)	Heating rate at 900°C(°C/sec)	Intercept grain size
4φ	80.6	11.8
8	33.1	8.6
12	20.8	7.2
16	16.7	5.5
20	13.3	4.3

の試料挿入位置温度がソルトバス温度より約1%低い1210°Cに達するまでの時間を測定しておき、この昇温時間に3minの保持時間を加えたものをそれぞれの浸漬時間とした。Table 2は肉厚円筒径および加熱曲線より求めた900°Cにおける昇温速度と結晶粒度の関係を示すが、円筒肉厚が大きく再焼入れ加熱時の昇温速度が小さくなるにつれて $\gamma$ 結晶は粗大化し、結晶粒の異常成長には再加熱時の昇温速度が影響することがうかがえる。

### 3.1.3 2次焼入れ予熱の影響

Fig. 5は0.6 $\phi$  焼入れ試片(1220°C×3min 油冷)を再焼入れする際の間温度の730~930°Cでソルトバスにより予熱したのち、ただちに2次焼入れ温度まで昇温し、2min 保持後水冷して繰り返し焼入れしたときの予熱温度ならびに保持時間と結晶粒度の関係を示す。予熱温度が低く、730°Cの場合は結晶粒の粗大化は認められないがAc<sub>1</sub>点近くの780°Cになると2次炭化物が析出するため保持時間とともに結晶粒が粗大化していく。また結晶粒の粗大化は $\alpha + \gamma$ 相域で予熱したときに最も大きく、予熱温度がこの温度域をこえ $\gamma$ 域に入ると粗粒化の傾向がかえって小さくなる。

### 3.2 結晶粒の異常成長防止

#### 3.2.1 整粒条件

一般に繰り返し焼入れでの $\gamma$ 結晶の異常成長を防止するには再焼入れ前に完全焼なまし処理を施すことが必要とされているが、焼入れ試片を600~900°Cの温度で加熱後急冷し、これを1220°Cで再焼入れして光学顕微鏡により結晶粒を観察した結果、Fig. 6の模写図に示すごとく850~900°Cおよび750~800°Cに整粒可能温度域があり、この温度域で1hr以上加熱すれば加熱後徐冷しなくても再焼入れでの $\gamma$ 結晶の異常成長は防止することができ、また一部に混粒が現われるが保持時間が長くなるにつれて整粒化が進み整粒温度域は広がる。なお高温部と低温部の整粒処理では再焼入れ後の結晶粒の様相に若干違いがあり、750~800°Cで整粒処理したものは再焼入れ後、Photo. 2のごとく一つの結晶粒の中に亜粒界(Sub-boundary)が認められるのに対し850°C以上の温度で整粒処理を行ない再焼入れしたものは通常の焼入れ組織に認められるものとほとんど変わらない。

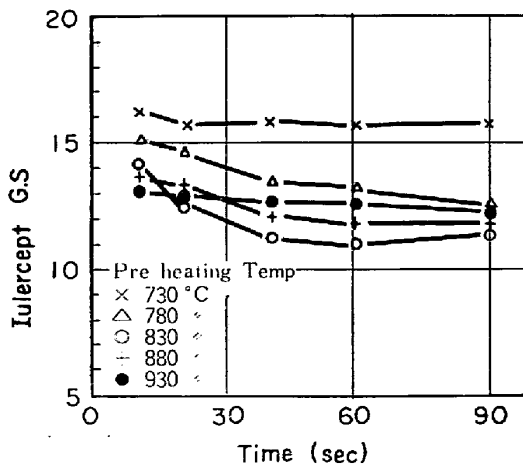


Fig. 5. Grain size vs preheating time of the second austenitizing in 0.6 $\phi$  specimens on double quenching at 1220°C.

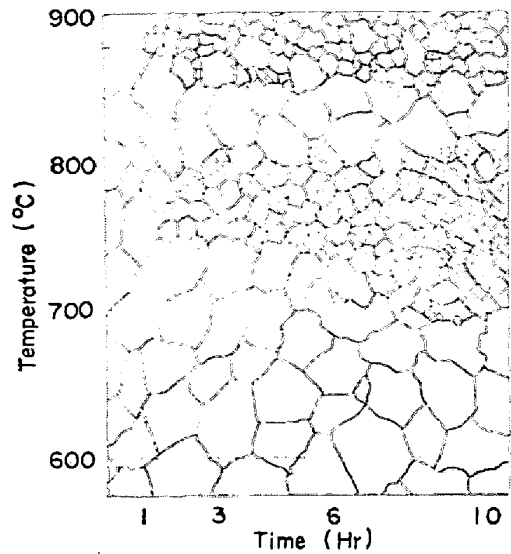


Fig. 6.  $\gamma$  grain model in double quenching affected by intermediate heat treatment.



Photo. 2. A typical austenite grain with substructure which was observed after the following treatment was conducted. 1220°C×3min O.Q.→780°C×3hr A.C→1220°C×3min O.Q.

Fig. 7は1180°C、1200°Cおよび1220°Cの各温度で1次焼入れした試片を670~840°Cで5hr加熱後急冷し引き続き1220°Cで再焼入れしたときの整粒温度と結晶粒度の関係を示す。これによると1次焼入れ温度が高い場合は整粒可能温度範囲が狭く、1次焼入れ温度が低くなるにつれて広がる傾向を示し整粒可能限界温度は上昇する。また整粒処理後のかたさは処理温度が上昇するにしたがつて低下するが、1次焼入れ温度が1220°Cの場合は780°Cを越えると再び上昇を始め、1200°Cおよび1180°Cでは800°Cを越えて硬化する。ところで整粒処理では加熱後急冷するためこの硬化現象は加熱温度がAc<sub>1</sub>変態点を越えることを意味し、また硬度が上昇し始める温度と粗大粒が現われる温度がほぼ一致するところから整粒可能限界はAc<sub>1</sub>およびAc<sub>3</sub>変態点と関連があると見受けられる。なおFormaster Fを用いて焼入れ試片の変態点を測定した結果もTable 3のご

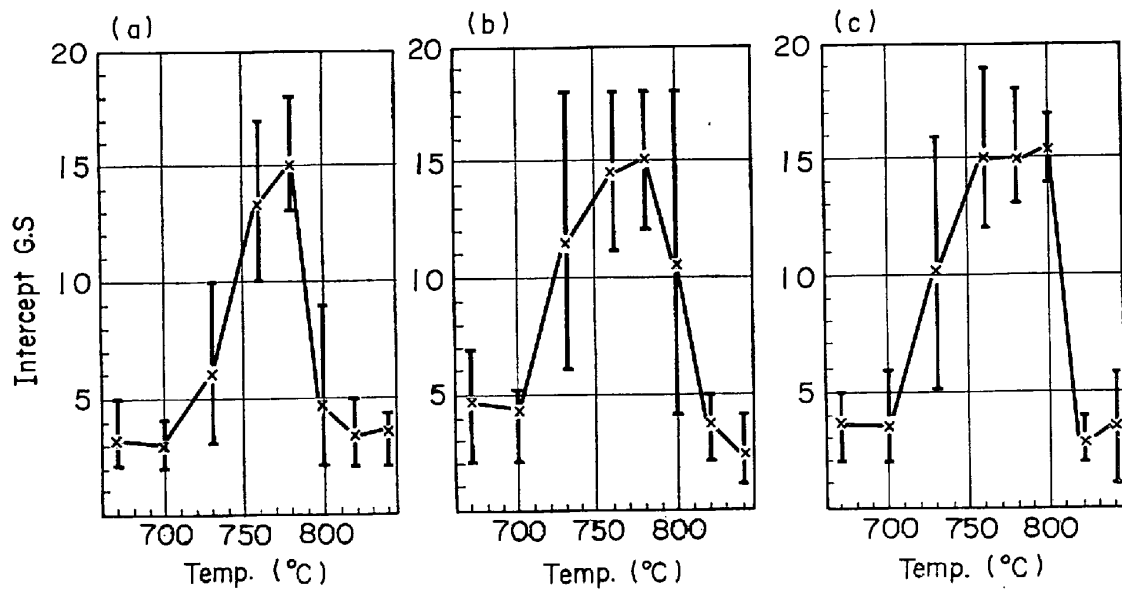


Fig. 7. Effect of prior heating temperatures on the grain size after the second quenching from 1 220°C. The holding time at each temperature is 5hr. Prequench : (a) 1 220°C×3 min O.Q (b) 1 200°C×3 min O.Q (c) 1 180°C×3 min O.Q

Table 3.  $\alpha \rightleftharpoons \gamma$  transformation temperature at different condition.

Specimen	Heating		Cooling	
	Ac <sub>1</sub> (°C)	Ac <sub>3</sub> (°C)	Ar <sub>3</sub> (°C)	Ar <sub>1</sub> (°C)
Annealed	817	855	764	702
Quenched				
1 180°C×3 min O.Q	810	852	737	685
Quenched				
1 200°C×3 min O.Q	809	855	736	690
Quenched				
1 220°C×3 min O.Q	800	854	729	684

とく、焼入れ材の Ac<sub>1</sub> 点は焼なまし材に比べて低く、しかも焼入れ温度が高くなるにつれて Ac<sub>1</sub> 変態点が下がる傾向が認められる。

以上のことから整粒加熱条件としては Ac<sub>1</sub> 点直下の  $\alpha$  温度域か、Ac<sub>3</sub> 点直上の  $\gamma$  温度域で一定時間加熱することが必要であり、Ac<sub>1</sub>~Ac<sub>3</sub> の 2 相域で整粒処理を行なっても再焼入れでの結晶粒の粗大化は防止することができない。

### 3.2.2 整粒加熱昇温速度および冷却速度の影響

整粒温度として 780~880°C の範囲を選び、この温度に急熱 (200°C/min) する場合と徐熱 (3°C/min) する場合の 2 次焼入れ後の結晶粒を比較したが、その結果は Fig. 8 のごとく、急熱の場合  $\alpha + \gamma$  の 2 相共存域では整粒化されず再焼入れ後の結晶粒が粗大化するのに対し、徐熱の場合はこの温度域で整粒処理を行なつたものでも極端な粗大粒が認められない。これは昇温過程の  $\alpha$  域において 2 次炭化物の析出とこれに伴う  $\alpha'$  の分解が

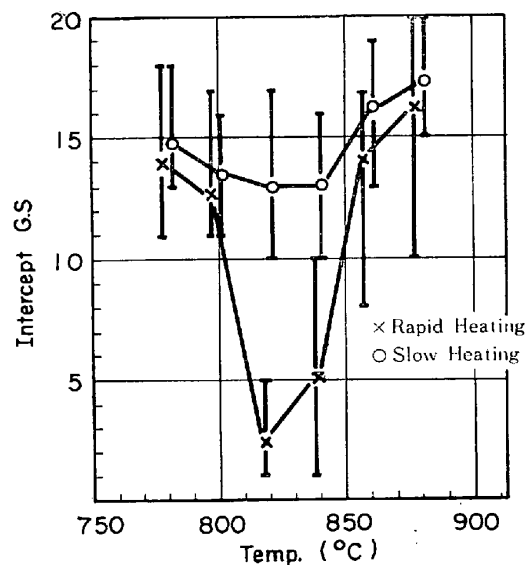


Fig. 8. Effect of heating rate of prior heat treatment on the grain size after the second quenching at 1 220°C. Prequenched from 1 220°C.

起こり、さらに析出した 2 次炭化物の安定化がある程度進むためと考える。

Fig. 9 は整粒加熱後約 1°C/min の冷却速度で炉冷した場合と水冷した場合の再焼入れ後の結晶粒度を示す。加熱後炉冷するケースはいうまでもなく一般に行なわれている焼なましであり、1 次焼入れで生じた  $\alpha'$  は完全に分解するため再焼入れで結晶粒が異常成長することはない。これに対し、加熱後水冷する場合は加熱温度が  $\alpha + \gamma$  2 相域では再加熱のとき  $\gamma$  結晶が異常成長を起

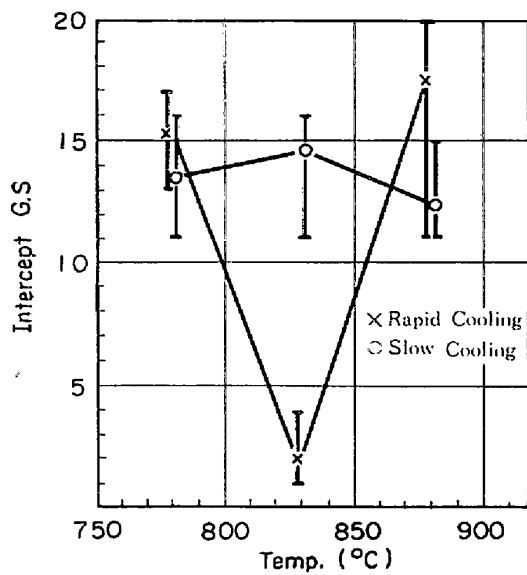


Fig. 9. Effect of cooling rate of prior heat treatment on the grain size after the second quenching at 1220°C. Prequenched from 1220°C.

こし粗大粒を生じ、また $\gamma$ 域では混粒が生じやすい。しかしこのように $\gamma$ 結晶が異常成長する場合は別として、一般に整粒処理は急冷するほうが再焼入れ後の結晶粒が微細化する。

3.2.3 繰り返し整粒処理効果

繰り返し焼入れの際  $Ac_3$  点直上の  $\gamma$  領域で整粒処理を行なうと  $\gamma$  結晶の異常成長が防止できるだけでなく再焼入れ後微細粒が得られることが明らかになったが、この領域で整粒処理をしたものには混粒が出るおそれがある。そこで混粒の発生を防ぎ、かつ微細粒組織を得るために  $\gamma$  域の1次整粒と  $\alpha$  域の2次整粒を組み合わせた繰り返し整粒処理 (Fig. 10参照) を行ない、その整粒効果について調べた。

Fig. 11 は焼入れ試片を 820~900°C の温度で 1hr 加熱後水冷して1次整粒を行ない、引き続き 780°C × 3hr 空冷の2次整粒を施したのち、1220°C で再焼入れをしたときの1次整粒処理温度と結晶粒度の関係を示す。これによれば1次2次と整粒処理を繰り返すほうが結晶粒は小さくなり、とくに  $Ac_3$  点直上温度で1次整粒を施した場合に結晶粒の微細化効果が大きい。なお繰り返し整粒処理における1次整粒は被加熱物全体がその温度に

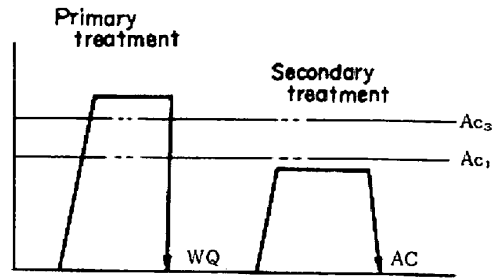


Fig. 10. Heating diagram of double grain refining treatment.

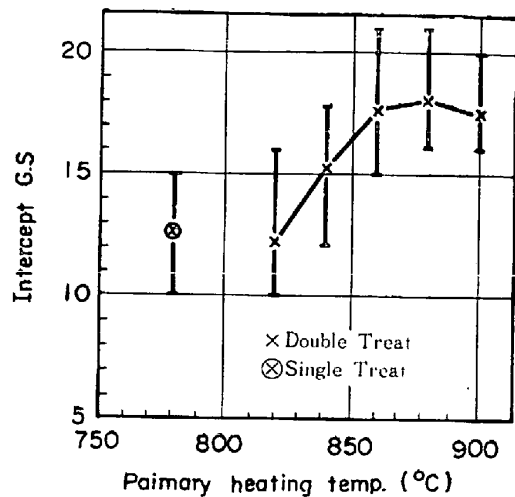


Fig. 11. Grain size after final quenching as a function of the heating temperature of the primary grain refining treatment followed by the secondary treatment of 780°C × 3 hr. A.C. which were inserted between double quenching from 1220°C.

均熱されるだけの時間があれば十分であり、また2次整粒も同じ  $\alpha$  域  $Ac_1$  点直下での一回の整粒処理に比べ加熱時間は短くてすむ。つぎに結晶粒度に及ぼす1次整粒加熱昇温速度ならびに冷却速度の影響について調べた結果、Table 4のごとく昇温速度は結晶粒度にほとんど影響しないが、1次整粒加熱後の冷却速度は速いほど再焼入れ後の結晶粒が微細化することが確認される。

4. 考 察

4.1 結晶粒の異常成長現象について

KULA は繰り返し焼入れにおける  $\gamma$  結晶の異常成長現象

Table 4. Effect of heating and cooling rates of the primary grain refining treatment on the grain size after the second austenitizing.

Primary quench	Primary grain refining	Secondary grain refining	Secondary quench	Intercept grain size
1220°C × 3 min O.Q.	780°C × 4hr → 880°C × 1hr W.Q.	780°C × 1hr A.C.	1220°C × 3 min O.Q.	16.6
//	780°C × 4hr → 880°C × 1hr F.C.	//	//	11.3
//	880°C × 1hr W.Q.	//	//	16.5
//	880°C × 1hr F.C.	//	//	12.1

象を調べその中で具体的に組織変化を観察したわけではなく、多くの点で推論の域を脱しないが、 $\gamma$ 結晶の異常成長機構についてつぎのごとく述べている。すなわち高速度工具鋼を繰り返し焼入れするとき再焼入れの加熱過程で炭化物 (Proeutectoid Carbide) が析出し、 $\gamma$ 化初期に生じた針状 $\gamma$ 粒はこの炭化物によつて粒成長が阻止され比較的高温までこのままの状態を維持する。ついで加熱が進み最初の焼入れ温度近くになり粒界移動を妨げているこれら2次炭化物粒子が凝集あるいは再固溶して粒界が解放されると同時に相隣接する結晶粒の間に次式のごとき粒成長駆動力が働き $\gamma$ 結晶の異常成長が起こるとしている。

$$C\sigma\left(\frac{d_2^3}{d_1^3} - \frac{d_1^3}{d_2^3}\right) = C\sigma\left(\frac{1}{d_2} - \frac{1}{d_1}\right) = \frac{C\sigma}{d_2}(1-K)$$

$C$  : 結晶粒の形状に関する常数

$\sigma$  : 単位面積当りの平均界面エネルギー

$K$  :  $\frac{d_2}{d_1}$  結晶粒のサイズコントラスト

ところで $\alpha'$ 前組織を $\gamma$ 化温度に加熱したときに生じる $\gamma$ 結晶の挙動についてはこれまで多くの研究が行なわれており、低合金鋼では針状 $\gamma$ の生成および成長過程を観察し、 $\gamma$ 結晶の粗大化は必ずしも炭化物など析出粒子の挙動によつて生じるのではなく、むしろ結晶学的な関連で起こるとする報告<sup>6-8)</sup>が多い。

しかしながら高速度工具鋼のような高合金鋼では低合

金鋼と異なり再加熱の過程で析出する多数の2次炭化物を無視するわけにいかないし、また旧 $\gamma$ 粒界をこえて成長粗大化する $\gamma$ 結晶の異常成長現象にはこれら2次炭化物の挙動が重要な役割りを果たすことが十分考えられる。事実、異常成長前後の組織を電顕観察した結果も異常成長直前の組織には $0.01\mu$ 程度の非常に微細な2次炭化物が多数析出するのに対し異常成長後の組織には全くこれが認められず $\gamma$ 結晶の異常成長は2次炭化物の挙動と密接な関係のあることがうかがえる。

KJULA<sup>3)</sup> および GROBE<sup>2)</sup>は粒界移動阻止因子として作用するこの炭化物粒子を $M_6C$  および  $M_{23}C_6$  としているが再加熱昇温過程の非常に短い時間に $M_6C$  あるいは $M_{23}C_6$ のごとき安定な2次炭化物が析出するとは考え難いし、また異常成長直前の組織に認められる微細炭化物を電子線回折し、これをASTMカードと照合した結果もTable 5のごとく $M_6C$ ,  $M_{23}C_6$ よりはむしろ $MoC$ とよく符合する。ただ回折像が多結晶を示すring patternになり(Photo. 3参照) $M_2C$ と $MC$ の微細炭化物が混合することも考えられ、この電子線回折結果からただちに $MoC$ と断定することはできないが、少くともこれら炭化物はGROBEらの提唱するような $M_6C$ ,  $M_{23}C_6$ など高速度工具鋼の焼戻し加熱最終段階において析出する安定な2次炭化物ではなく、 $M_6C$ ,  $M_{23}C_6$ の析出に至るまでの一連の炭化物反応の中で現われ、しかも比較的容易に消滅する一種の遷移炭化物では

Table 5. Measurements of  $d$  value of precipitate,  $\text{\AA}$ .

Precipitate		A.S.T.M Index									
		$M_6C$		$M_{23}C_6$		MC		$M_2C$		MoC 12H	
$d$	Intensity	$d$	$I/I_1$	$d$	$I/I_1$	$d$	$I/I_1$	$d$	$I/I_1$	$d$	$I/I_1$
2.56	M	2.75	80							2.56	50
		2.53	80					2.53	50	2.44	100
2.43	V S			2.37	80	2.40	100	2.31	40	2.29	100
								2.22	100	2.12	80
2.28	S			2.17	60						
				2.04	100						
2.11	V S	2.25	80	1.88	60	2.07	100				
		2.12	100	1.80	60						
1.73	V W V W			1.68	60			1.71	40		
1.49	S	1.54	60	1.29	60					1.51	80
		1.43	60	1.25	80	1.47	50	1.48	80		80
1.26	M	1.35	80	1.23	60						
		1.30	100	1.17	60			1.32	50	1.28	50
		1.27	60	1.08	100	1.25	25	1.24	50	1.26	
		1.11	80	0.99	60			1.22	50		
		1.08	80	0.97	60						
		0.99	60	0.93	100						



Table 6. Analysis of carbide and calculated composition of matrix after different heat treatments.

Heat treatment	Amount of carbide (wt%)	Composition of carbide (%)					Composition of matrix (%)				
		C	W	Mo	Cr	V	C	W	Mo	Cr	V
780°C × 3hr A.C	20.8	4.14	25.09	17.67	10.59	8.84	0.01	1.18	1.65	2.28	0.21
880°C × 3hr F.C	21.0	4.20	25.37	18.31	11.55	8.77	—	1.05	1.43	2.00	0.21

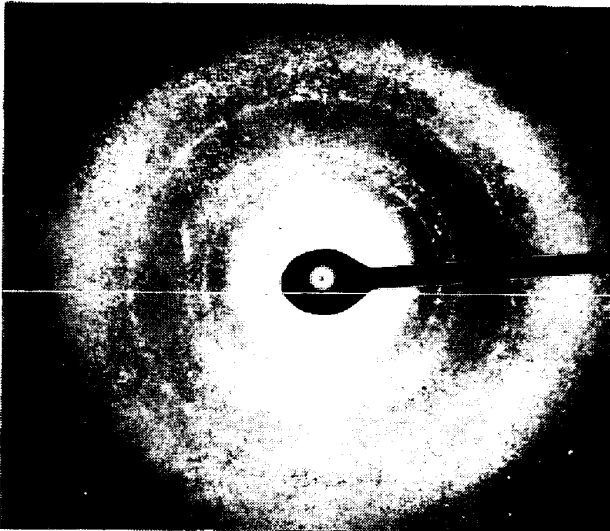


Photo. 3. Electron diffraction pattern obtained from precipitates shown in Photo. 1: before discontinuous grain growth.

ないかと思われる。

0.6φ 試片を繰り返し焼入れしても結晶粒の異常成長が起こらないのは昇温速度が速く、この遷移炭化物が析出する時間的余裕のないまま再焼入れ温度になるためである。また GALYAYEV は 18-4-1 型高速度工具鋼を供試材に繰り返し焼入れを行ない、再焼入れ昇温速度が 50~500°C/min のときに  $\gamma$  結晶の異常成長が現われることを認めたが、この場合の 50~500°C/min は遷移炭化物が析出する限界速度であり、これ以上の昇温速度では遷移炭化物の析出が起こらず、また下限の 50°C/min 以下では一たん析出した遷移炭化物が安定な 2 次炭化物に変化するために結晶粒の異常成長が起こらないと考える。

#### 4.2 整粒処理について

焼入れ後  $Ac_1$  点直下温度で長時間加熱する  $\alpha$  域整粒処理は一種の高温焼戻しであり、 $\alpha'$  中に過飽和に固溶された合金元素は  $M_6C$ ,  $M_{23}C_6$ ,  $MC$  などの安定な 2 次炭化物として完全に析出するため、この状態のものを再焼入れしても遷移炭化物の析出がなく、 $\gamma$  結晶が異常成長することはない。

$\alpha$  域整粒処理後の matrix の組成は Table 6 のごとく焼なまし状態とほとんど変わらないが、組織的には焼なましと異なり、多数の 2 次炭化物が微細に析出し再結晶した  $\alpha$  がこれら微細炭化物により粒界を固着され旧  $\gamma$  粒内に subgrain を形成する。これを再焼入れ加熱すると亜粒界に析出する 2 次炭化物を核に  $\gamma$  が生成し  $\alpha$  と一定の方位関係を保ちながら成長するため、再焼入れ後の組織は普通の焼入れ組織と異なり一つの結晶の中に subgrain を持った組織になる。なおこの  $\alpha$  域で整粒処理後再焼入れしたものは一見微細粒に見えるが旧  $\gamma$  粒内に亜粒界を生じるだけで、本来この  $\alpha$  域整粒処理には細粒化作用はない。

焼入れ後  $Ac_3$  点直上の温度に加熱した場合、過飽和に固溶された合金元素のうち、この温度と平衡量の合金元素が  $\gamma$  中に固溶されたまま残り、他の大部分のものは炭化物として析出する。この合金元素の析出はエネルギーの面から見て、1 次炭化物への凝集、 $\gamma$  粒界への析出などが考えられるが、新たに生成した  $\gamma$  粒界には微細な  $M_6C$ ,  $MC$  が析出し、加熱急冷後はこれら微細炭化物に固着された  $\gamma$  粒内に  $\alpha'$  が生成する。このように  $Ac_3$  点直上で加熱急冷処理を行なったものは  $M_6C$ ,  $MC$  が微細に分散するため再焼入れ加熱において  $\gamma$  核生成 site が多くまた微細炭化物が結晶粒成長阻止因子として作用する結果、生成する  $\gamma$  結晶は焼なまし状態から行なう通常の焼入れに比べ小さくなる。ただ一部に混粒を生じるのは加熱急冷処理で生成した  $\alpha'$  から再焼入れの際、遷移炭化物が析出し、この遷移炭化物の引き金作用のため局部的に  $\gamma$  結晶の粗大化が起こり混粒組織が現われると考える。

焼入れ後  $Ac_1 \sim Ac_3$  の  $\alpha + \gamma$  2 相共存域で加熱急冷処理を行なうと、加熱時に  $\alpha'$  部分と  $\gamma$  部分でそれぞれ前述のごとく違った組織変化が起こり、また冷却の際  $\gamma$  が  $\alpha'$  に変態するため、処理後の組織は  $\alpha'$  が分解し再結晶した  $\alpha$  に 2 次炭化物が析出した部分と  $\alpha'$  が混在した炭化物分布が不均一な組織になる。これを再焼入れ温度に加熱すると  $\alpha$  と  $\alpha'$  の部分で  $\gamma$  核生成ならびにその成

長条件が異なるため、不整粒生成の確率が高く、小数の大粒が優先成長を起し粗大粒組織が現われるのではないかとと思われる。

$Ac_3$  点直上より急冷し引き続き  $Ac_1$  点直下で加熱する繰り返し整粒処理を行なったのち再焼入れをした場合に微細粒組織が得られるのは過飽和に固溶した合金元素のほとんどのものが  $Ac_3$  直上温度での加熱の間に  $M_6C$ ,  $MC$  として  $\gamma$  粒界に析出し、急冷後  $\alpha'$  に固溶する残りの合金元素も  $Ac_1$  直下温度の加熱で  $M_6C$ ,  $M_{23}C_6$ ,  $MC$  として  $\alpha'$  組織境界および双晶界面に微細に析出し、繰り返し整粒処理後の組織は安定化した微細炭化物が均一に分散した組織になる。これを再焼入れ加熱すると微細に分散するこれら炭化物を核に  $\gamma$  結晶が生成し、しかもこの 2 次炭化物が  $\gamma$  結晶の成長阻止因子として有効に作用するため焼入れて微細粒が生成すると考える。

## 5. 総 括

以上 6-5-4-2 型高速度工具鋼を供試材に繰り返し焼入れで現われる  $\gamma$  結晶の異常成長とこれの防止について実験的検討を加えたがその結果を要約するとつぎのごとくである。

1. 高速度工具鋼  $\gamma$  結晶の異常成長は再焼入れ昇温過程の短い時間に  $\alpha'$  から析出する  $0.01\mu$  程度の非常に微細な  $MoC$  あるいは  $M_2C$  などのある種の遷移炭化物によつて初期  $\gamma$  結晶が一時粒成長を阻止され、さらに温度が上り粒界移動が妨げているこれら遷移炭化物が再固溶し粒界が解放されたときに駆動力が働き粒界移動を生じ  $\gamma$  結晶の異常成長が起こる。

2. 前述のごとく  $\gamma$  結晶の異常成長は再加熱昇温過程で析出する遷移炭化物の挙動により生じる。したがつて異常成長が起こるのは再加熱昇温速度がある範囲に限られ、この限界をこえ急熱した場合は遷移炭化物が析出しないため  $\gamma$  結晶は異常成長せず、また昇温速度が極端に遅い場合一たん析出した不安定な遷移炭化物が  $M_6C$ ,  $MC$  などの安定炭化物に変化するため繰り返し焼入れでも  $\gamma$  結晶の異常成長は起こらない。

3. 高速度工具鋼結晶の異常成長を防止するためには再焼入れ前処理として完全焼なましまでしなくても、 $Ac_1$  点直下温度または  $Ac_3$  点直上の温度で一定時間加熱し空冷するだけで結晶粒の異常成長は防止することができる。

4.  $Ac_3$  点直上温度から急冷し引き続き  $Ac_1$  点直下温度で加熱する繰り返し整粒処理には細粒化効果があり再焼入れ前にこの処理を行なえば繰り返し焼入れでの  $\gamma$  結晶の異常成長が防止できるだけでなく再焼入れ後微細粒組織を得ることができる。

## 文 献

- 1) H. J. FRENCH, J. STRUSS, and T. G. DIGGES: Trans. Amer. Soc. Steel. Treat, 4(1923), p. 353
- 2) A. H. GROBE, G. A. ROBERT, D. S. CHAMBER: Trans. ASM, 46(1954), p. 759
- 3) E. KULA, and M. COHEN: Trans. ASM, 46(1954), p. 727
- 4) A. P. GULYAYEV and R. P. LESHINSKAYA: Fizika. Metal, 13 (1962) 2
- 5) J. P. GILL: Trans. ASM, 24(1936), p. 735
- 6) 木下, 上田: 鉄と鋼, 59 (1973) 9, p. 55
- 7) 渡辺, 邦武: 鉄と鋼, 61 (1975) 1, p. 96
- 8) 本間: 鉄と鋼, 58 (1972) 1, p. 119