

論 文

UDC 669.15'26'28-194 : 620.186 : 620.192.43 : 548.53 : 548.232

樹枝状偏析をもつ 3Cr-0.8C 鋼の再結晶と焼入組織*

加藤 安利**・田村 今男***

Recrystallized and Quenched Structures of 3Cr-0.8C Steel
Having Dendritic Segregation

Yasutoshi KATO and Imao TAMURA

Synopsis:

An ingot of 3%Cr-0.8%C steel having dendritic segregation was made by uniaxial freezing method. Specimens were cut from the ingot parallel to the freezing direction. They were heated at 1100 or 1200°C for 30 min and hot-rolled to 10, 25 or 40% reduction and directly quenched, or 40% reduction and held for 10 s after hot rolling and then quenched. The rolling direction was parallel to the freezing direction. After rolling and quenching, specimens were annealed at 1200°C for 24 or 48 h. The effect of rolling and annealing on homogenization of dendritic segregation was examined. The microstructure were observed at vertical section of the freezing direction. The results obtained are as follows;

- (1) Dynamic and static recrystallization or grain growth were observed associated with hot rolling. These phenomena occurred almost independent of the microsegregation in the specimen.
- (2) Martensitic quenched structure also formed independent of the microsegregation. Especially, lenticular martensite plates were extended to a large plate as if there is no influence of the concentration fluctuation.
- (3) Since the recrystallization associated with hot rolling refined the austenite grain size, some kinds of improvement of mechanical properties of the steel would be expected. The recrystallization, however, seemed to be not so effective to homogenization of segregation and it is less effective than the long time annealing at high temperature.

1. 緒 言

合金鋼において造塊のときインゴットに生成した樹枝状偏析を含む種々な偏析はなかなか消滅せず、種々な形であとあとまで影響を及ぼすことが多い。たとえば鍛鋼製冷間圧延機ワークロールにおいて、樹枝、樹枝間部のわずかな偏析が残存することによつてわずかな摩耗差が生じ、表面に樹枝状模様が出現する。これが圧延鋼板に転写されて外観を害す。このような冷間圧延機用ワークロール材 (Fe-Cr-C 合金) の凝固時に現われる樹枝状マイクロ偏析については岡本ら¹⁾²⁾によつて報告されている。

このような樹枝状マイクロ偏析を熱間加工と焼なましによつて均一化する研究の過程において、熱間加工再結晶挙動と焼入組織に、2, 3の興味ある現象を認めた。本論文はそれらの現象について述べたものである。

2. 実験方法

供試材は高周波溶解炉で 30 kg 溶製し、底面に鑄鉄製の定盤を有する発熱鑄型に鑄込み、一方向凝固によつて鋼塊を作製し、これより凝固方向と平行に 10 mm 角 × 60 mm 長さの試片を採取し、次の実験に供した。Table 1 に供試材の化学成分を示す。

この試片を 1100°C または 1200°C に 30 min 均熱し、1パスの圧延によつて 10, 25 または 40% の加工 (圧下率) を加え、ロールを出ると直ちに食塩水中に飛び込むようにして焼入れした。また一部の試片はロールを出てから 10 秒間空气中に保持して後食塩水中に焼入れした。これは熱間加工中の動的再結晶と、熱間加工後の静的再結晶を区別しようと考えたからである。圧延にはロール直径 150mm、回転数 12rpm の 2 段圧延機を用い、試料の凝固方向と圧延方向とが一致するように圧延し

* 昭和 52 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 53 年 7 月 5 日受付 (Received July 5, 1978)

** (株)日立製作所勝田工場 (Katsuta Works, Hitachi Ltd.)

*** 京都大学工学部 工博 (Faculty of Engineering, Kyoto University, Yoshidahon-machi Sakyo-ku Kyoto 606)

Table 1. Chemical composition of steel (wt%).

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	V
0.82	0.60	0.37	0.010	0.009	0.10	0.14	2.94	0.26	0.01

た。圧延焼入れ後さらに 1200°C で 24 h または 48 h の焼なましを行い、偏析の均一化される様相を観察した。

試片の中央部垂直断面において光学顕微鏡組織の観察を行った。樹枝状偏析組織および旧オーステナイト粒界の現出には、試片表面をバフ研磨後、少量の表面活性剤を加えた飽和ピクリン酸水溶液を用いて腐食し³⁾、焼入試片におけるマルテンサイト組織の現出には塩酸ピクラーを用いた。旧オーステナイトの平均粒径は 10 視野の写真を用いて線分法により測定した。

また、光顕組織を観察した面において、樹枝状組織の樹枝、樹枝間部における C および Cr のマイクロ偏析を X 線マイクロアナライザー (EPMA) にて測定し、そのときの Cr の最高濃度と最低濃度の比から偏析指数を求めた¹⁴⁾。

熱間圧延および圧延後の冷却時における試片の温度変化はあらかじめ試片中心部に C.A. 熱電対を埋め込んで測定しておき、実験の進行および考察の便に供した。

3. 実験結果及び考察

3.1 圧延後の樹枝状マイクロ偏析

Photo. 1 は圧延後のマイクロ偏析を示す光顕組織である。ここで黒く腐食されているのが Cr 濃度の高いデンドライトの樹枝間部である。加工度が大きくなるとデンドライトアームが変形され、その間隔が狭くなってくる。

Fig. 1 は Photo. 1(b) A-B 部の EPMA による分析結果である。Cr が偏析していることは明らかである。

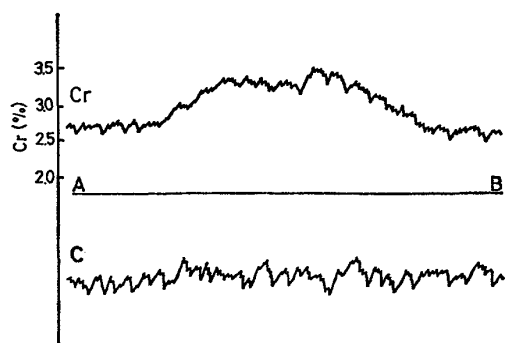


Fig. 1. Concentration distribution of Cr and C across the interdendritic region. Specimen was heated at 1200°C for 30 min, hot-rolled to 10% reduction and quenched.

C の偏析は認め難い。C の分析精度はよくないけれども、1200°C 圧延後急冷しているため、この温度ではオーステナイト中で C は均一に分布していたものと考えられる。

3.2 熱間圧延再結晶組織

Photo. 2 は 1100°C で 10, 25 および 40% 圧延して焼入れした試片のマイクロ偏析と粒界を示す。(a) 10% 圧延後直ちに焼入れしたものはオーステナイト粒は加工前とほとんど同じで、再結晶をおこしていないように思われる。(b) 25% 圧延ではもとの粒界に再結晶粒が生成されているのが認められる。(c) 40% 圧延になると未再結晶粒は圧延方向に長く伸び、再結晶粒が未再結晶粒界に非常にたくさん生成されているのがわかる。Photo. 3 は 1200°C 圧延の場合で、(a) 10% 圧延では再結晶粒は非常に少なく、(b) 25% 圧延では再結晶はほぼ全域に及び、(c) 40% 圧延となると完全に全域に及んでいる。いずれの場合も、再結晶粒は圧延を行わない場合に比して非常に細くなっている。すなわち 1100°C 30 min 加熱後の平均粒径は約 150 μm であるのに対し、Photo. 2(c) では約 20 μm 以下、1200°C 30 min の場合 400 μm に対し Photo. 3(c) では約 40 μm である。このような再結晶粒径の大きさは ZENER-HOLLOMON のパラメータ^{4)~7)} Z で規定され、Z が大きいほど再結晶粒径は小さい。

Photo. 2(d) と Photo. 3(d) は 40% 圧延後焼入れまでの間 10 s 保持したときの効果を示す。Photo. 2(c) と (d) を比較してわかるように、1100°C 40% 圧延直後焼入れでは部分的再結晶であつたのが、10 s 保持することによつて全域に再結晶がゆきわたつたことがわかる。また、Photo. 3(c) と (d) を比較すると 1200°C 40% 圧延で両方とも再結晶は全域に及んでいるが、10 s 保持によつて少し粒径が大きくなつている (Photo. 3(c) の平均粒径は約 40 μm、3(d) のものは約 50 μm)。このような圧延後 10 s 保持の効果をみると、圧延直後焼入れした組織に現われている再結晶はほとんどすべてが動的再結晶であり、1100°C 40% 圧延後 10 s 保持による再結晶は静的再結晶で^{8)~11)}、1200°C 40% 圧延後の 10 s 保持によつては静的再結晶はおこらず、単なる結晶粒の成長粗大化がわずかにおこつたと考えてよいようである。

1200°C 40% 圧延では動的再結晶をおこして定常状態に

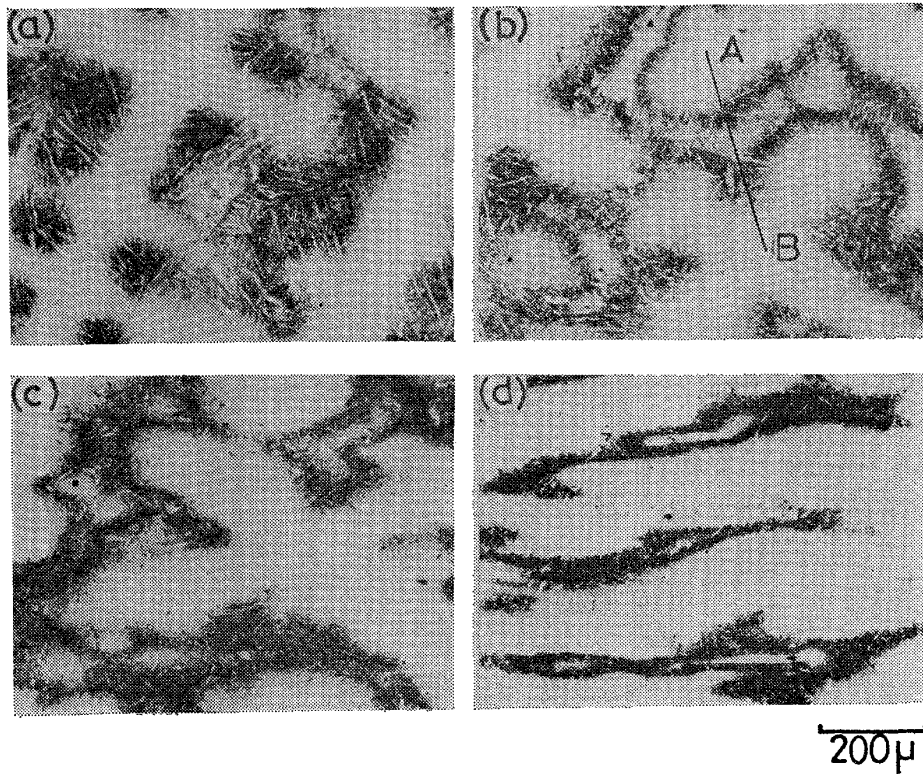


Photo. 1. Dendritic structures. Specimens were heated at 1 200°C for 30 min and hot-rolled to (a) 0%, (b) 10%, (c) 25% and (d) 40% reduction, and then quenched.

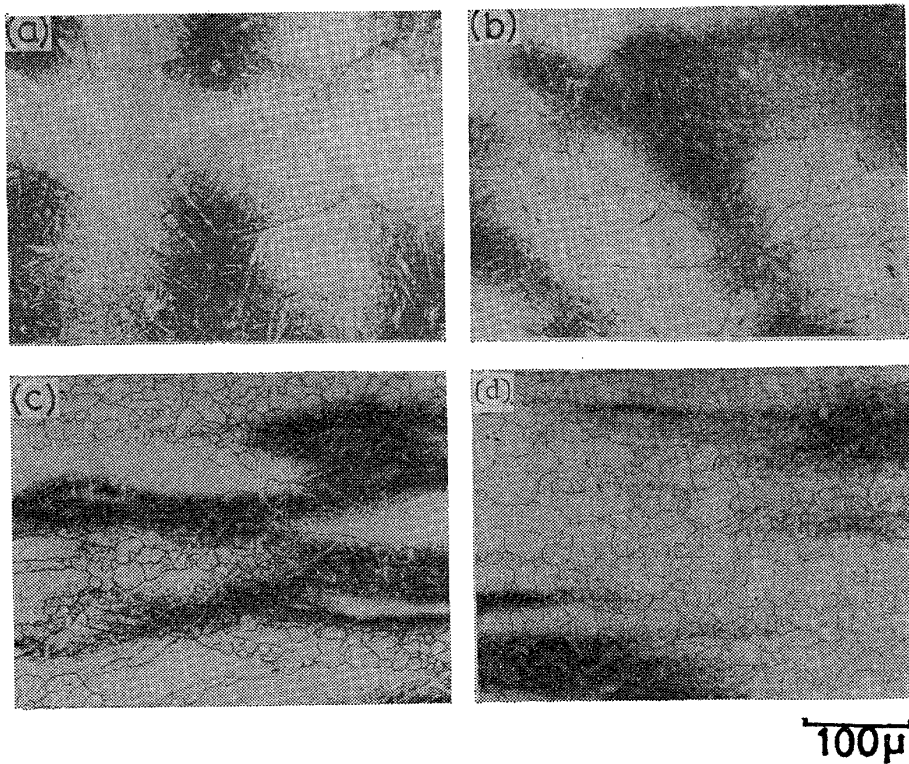


Photo. 2. Recrystallization structures associated with rolling at 1 100°C. Specimens were heated at 1 100°C for 30 min and hot-rolled to (a) 10%, (b) 25% and (c) 40% reduction and then quenched and (d) 40% reduction and held for 10s after rolling and then quenched.

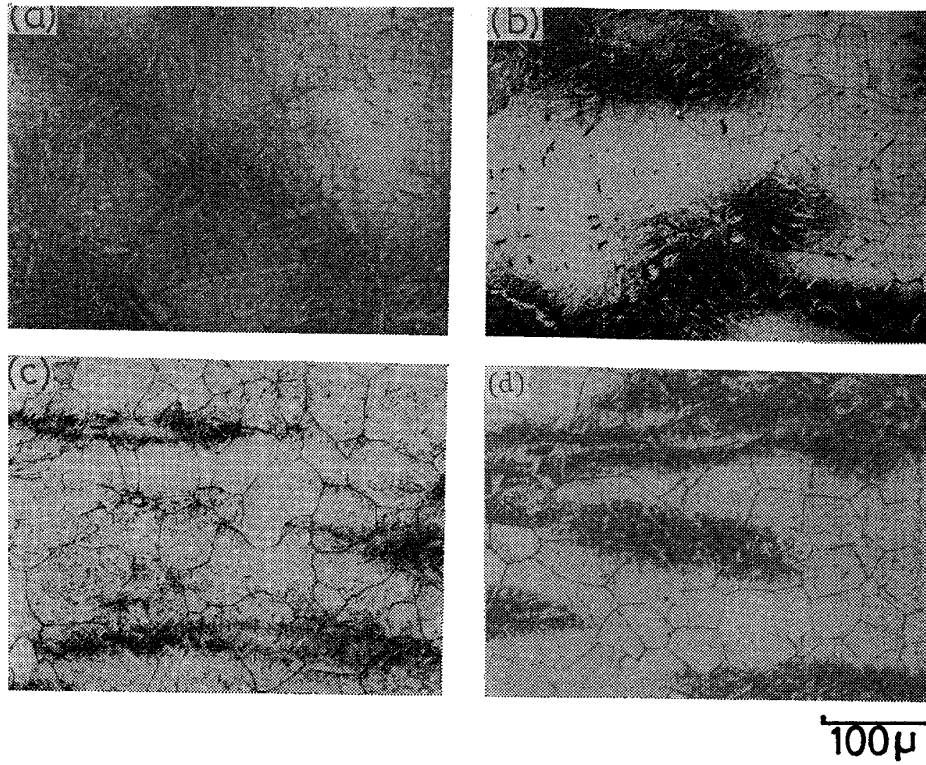


Photo. 3. Recrystallization structures associated with rolling at 1200°C. Specimens were heated at 1200°C for 30 min and rolled to (a) 10%, (b) 25% and (c) 40% reduction and then directly quenched, and (d) 40% reduction and held for 10 s after rolling and then quenched.

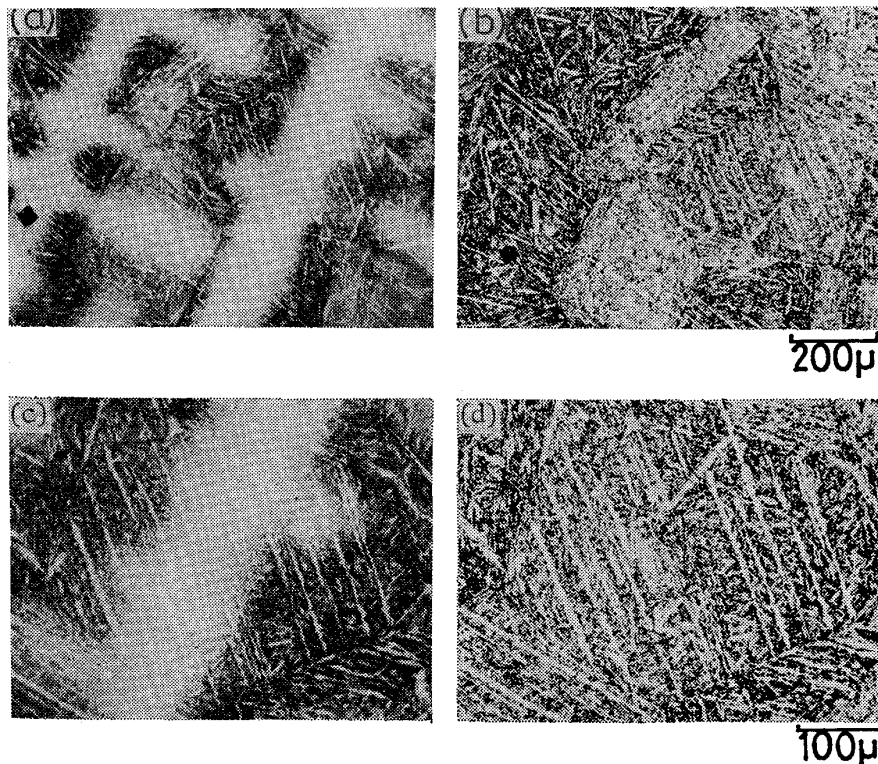


Photo. 4. Two pairs of optical micrographs of the identical positions showing the dendritic structures [(a) and (c)] and martensite structures [(b) and (d)]. Specimen was heated at 1200°C for 30 min and quenched.

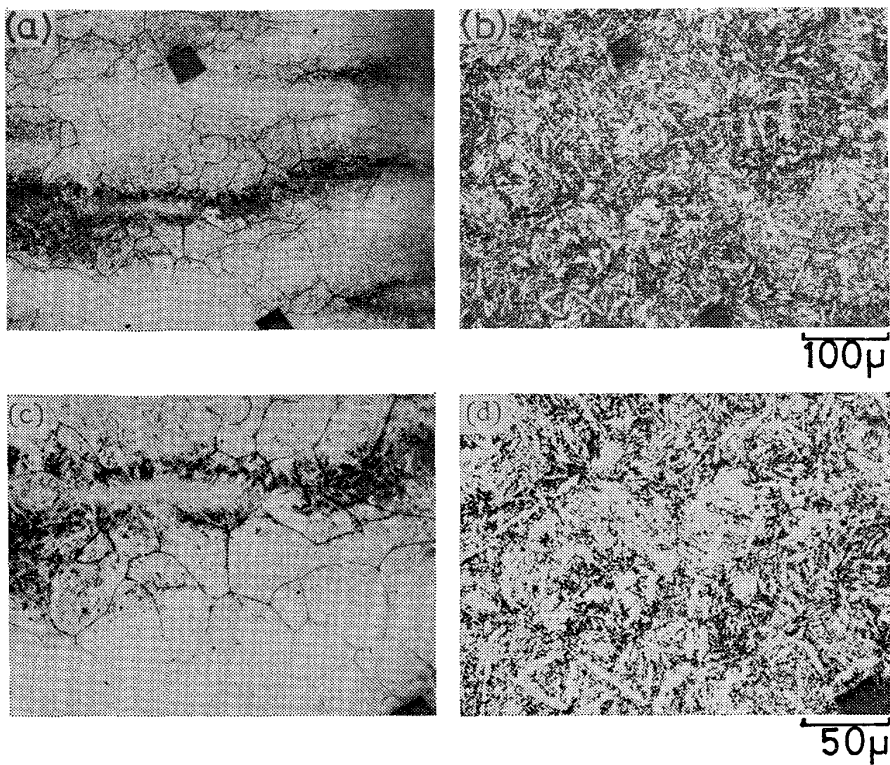


Photo. 5. Two pairs of optical micrographs of the identical positions showing the dendritic structures [(a) and (c)] and martensite structures [(b) and (d)]. Specimen was heated at 1 200°C for 30 min, rolled to 40% reduction and quenched.

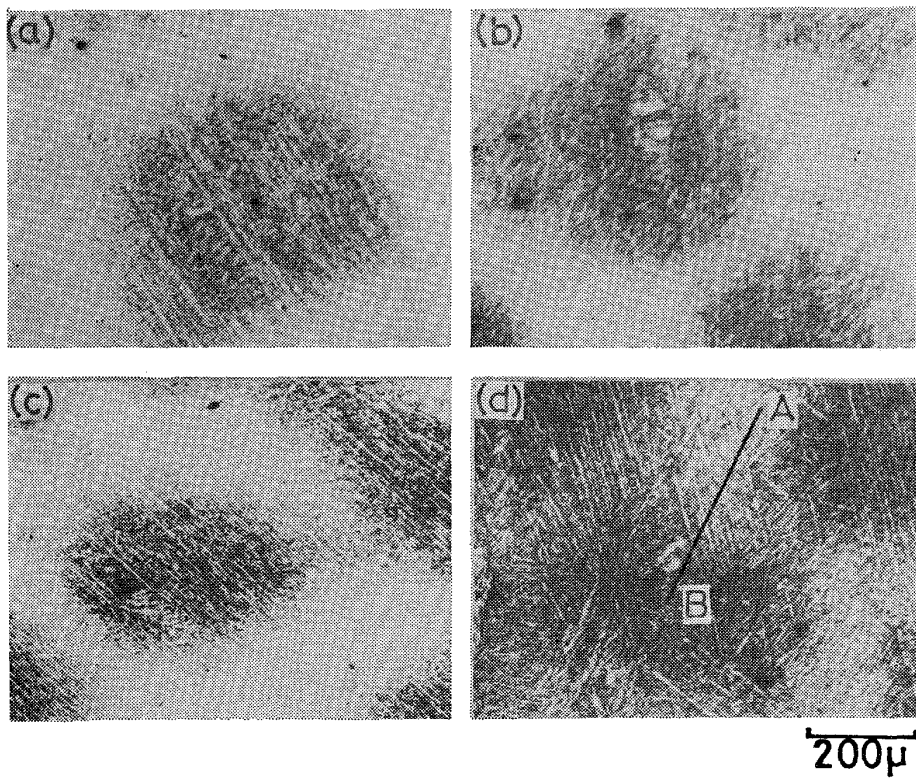


Photo. 6. Homogenization effect of rolling and annealing on dendritic structure. Specimens were heated at 1 200°C for 30 min, rolled to (a) 0%, (b) 10%, (c) 25% and (d) 40% reduction and quenched, followed by annealing at 1 200°C for 48h and quenching.

まで達しており、内部の蓄積エネルギーが少なくその温度に 10 s 保持しても新しく静的再結晶をおこすだけの蓄積エネルギーがなく、結晶粒が少し成長するだけにとどまるようである。

さらに Photo. 2, 3 を通じていえることは、結晶粒界は組成的偏析（樹枝、樹枝間部）とほとんど関係なく分布し、再結晶挙動もほとんど偏析に左右されずにおこっているようである。少し詳細にみると Photo. 2 において再結晶粒は白い腐食されにくい部分（Cr 量の少ない部分）におこりやすいようにも見えるが、黒い部分は粒の存在を判別しにくいかもしれない。また Photo. 3 (d) において黒い部分では再結晶粒径が少し小さいような気もする。しかし大局的にはあまり関係がないようである。

3.3 焼入マルテンサイト組織

Photo. 4 は 1 200°C 30 min 加熱し圧延せずに焼入れた組織で、代表的な 2 視野 [(a), (b) および (c), (d)] を示す。(a), (c) は樹枝状偏析の濃淡を主として示し、(b), (d) は (a), (c) とそれぞれ同一視野、同一倍率の塩酸ピクリン酸腐食によるマルテンサイト組織を示している。樹枝状偏析は Fig. 1 で示したように Cr の偏析で、樹枝部で 2.5%Cr、樹枝間部で 3.5%Cr、濃度差約 1%Cr 程度である。

マルテンサイト組織 (b), (d) ではレンズマルテンサイト（針状）が長く発達して生成しており¹²⁾¹³⁾、それらの間にラスマルテンサイトが生成しているが、それらのマルテンサイトは、特にレンズマルテンサイトはほとんど樹枝状偏析とは関係がないかのように生成されている。そしてオーステナイトの粒界から粒界までまたは互いに衝突するまで発達している。Cr 濃度の差による Ms 点の差があつても、Ms 点の高い部分で発生したマルテンサイトはその勢に乗って Ms 点の低い部分まで貫通し成長してゆくようである。

Photo. 5 は 1 200°C 40% 圧延の試片について観察した同様な組織の 2 例を示す。(a) と (b), (c) と (d) は同一視野、同一倍率で、(a), (c) は偏析と粒界を示し、(b), (d) はマルテンサイト組織を示している。前述のように 1 200°C 40% 圧延により、動的再結晶と思われる再結晶をおこして微細粒となつており、マルテンサイト組織はそれだけ微細になり、レンズはそれほど長く発達していないが、Photo. 4 で示したと同様にレンズとラスのマルテンサイトからなり偏析とはほとんど関係のない組織を示している。

3.4 焼なましによる均一化

Photo. 6 は 1 200°C で 0, 10, 25 および 40% 圧延し

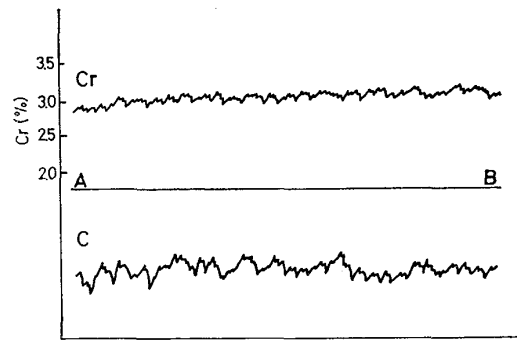


Fig. 2. Concentration distribution of Cr and C across the interdendritic region. Specimen was heated at 1 200°C for 30 min, hot-rolled to 40% reduction and quenched, followed by annealing at 1 200°C for 48h.

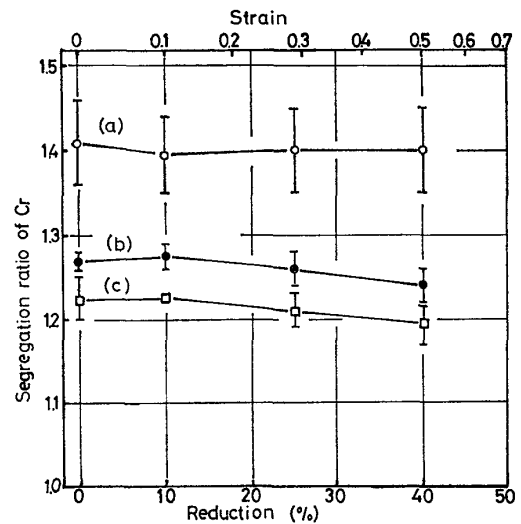


Fig. 3. Effect of rolling and annealing on homogenization of microsegregation. Segregation ratio of Cr is the ratio of maximum and minimum content of Cr in the microstructure measured by EPMA.

- (a) heated at 1 200°C for 30 min and rolled.
- (b) treatment (a) plus annealing at 1 200°C for 24 h.
- (c) treatment (a) plus annealing at 1 200°C for 48 h.

た後、1 200°C で 48 h 焼なまし後の偏析の状態を示している。焼なまし前の Photo. 1 と比較すればかなり偏析の度合いが小さくなつていることが感じられる。Photo. 6 (d) の A-B 部を EPMA で走査して Cr と C の濃度分布をしらべると Fig. 2 のようになり、Fig. 1 と比較して偏析が顕著に少なくなつていことがわかる。

Cr の最高濃度と最低濃度の比（偏析指数¹⁴⁾）を種々な処理を行つた試片について求めて整理すると Fig. 3 のようになる。本研究で用いた 0.8C-3Cr 鋼の場合、40%

程度の圧延ではそれほど偏析解消均一化に有効ではなく、高温長時間の焼なまし均一化に最も有効な処理であることがわかる。

前述のように、熱間圧延によつて鋼は再結晶をおこす。再結晶は拡散によつて律速され、原子の活発な運動によつてひきおこされる¹⁵⁾。それゆえ、原子の拡散が行われ、偏析の解消に有効であろうと考えられるが、現実の再結晶における原子の移動は再結晶粒と未再結晶粒との界面付近にのみ限定され、長範囲の原子の拡散はそれほど大きくおこらない。それゆえ、偏析解消にはそれほど効果的ではないことがわかった。しかし強加工をするとある程度の均一化効果があることは明瞭に認められる。これはデンドライトアーム間隔を狭くすることにより拡散距離を短くする効果かも知れない¹⁶⁾。

4. 結 言

一方向凝固によつて樹枝状マイクロ偏析をもつ 3Cr-0.8 C 鋼の熱間圧延と焼なましによる均一化についての研究過程において次のような興味ある現象を認めた。

(1) 熱間加工に関連しておこる再結晶には動的小よび静的再結晶あるいは単なる粗大化などの現象をともなうが、それらは偏析とはほとんど関係なしにおこるようである。

(2) 焼入マルテンサイト組織も偏析による多少の濃度変動にはほとんど関係なしに生成する。特にレンズマルテンサイトは濃度変動を乗り越えて勢いよく生成する。

(3) 熱間圧延にともなう再結晶によつて結晶粒の微細化がおこり、性質の改善は期待されるが、偏析を解消し

均一化するためにはそれほど大きな効果はない。

文 献

- 1) 岡本 平, 松尾秀助, 岸武勝彦: 鉄と鋼, 63 (1977), p. 936
- 2) 岸武勝彦, 松尾秀助, 岡本 平: 鉄と鋼, 63 (1977), p. 1108
- 3) 牧 正志, 田村今男: 熱処理, 17(1977), p. 316
- 4) C. ZENER and J. H. HOLLLOMON: J. Appl. Phys., 15 (1944), p. 22
- 5) M. L. BERNSHTEIN: Steel in USSR, 2 (1972), p. 151.
- 6) 作井誠太, 酒井 拓: 鉄と鋼, 63(1977), p. 285
- 7) 作井誠太, 酒井 拓, 武石和夫: 鉄と鋼, 62 (1976), p. 856
- 8) R. A. P. DJAIC and J. J. JONAS: JISI, 4 (1972), p. 256.
- 9) R. A. P. DJAIC and J. J. JONAS: Met. Trans., 4(1973), p. 621.
- 10) 大内千秋, 大北智良, 三瓶哲也: 鉄と鋼, 63 (1977), p. A53
- 11) 田村今男, 牧 正志, 後藤裕規, 吉岡 剛: 日本学術振興会耐熱金属材料委員会研究報告, 19 (1978), p. 339
- 12) 牧 正志, 田村今男: 日本金属学会会報, 13 (1974), p. 329
- 13) 牧 正志, 津崎兼彰, 田村今男: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 515
- 14) 稻山正孝, 梅田高照, 松山隼也: 鉄と鋼, 60 (1974), p. 1094
- 15) 尾崎良平, 長村光造, 足立正雄, 田村今男, 村上陽太郎: 金属材料基礎学, (1978), p. 100 [朝食書店]
- 16) J. D. LAVENDER and F. W. JONES: JISI, 9 (1949), p. 14