

肌焼鋼における Mn 量適正化によるオーステナイト結晶粒粗大化抑制とそのメカニズム

藤松 威史*・橋本 和弥*・平岡 和彦*・山本 厚之*2

Prevention of Austenite Grain Coarsening of Carburizing Steel during Carburizing by Mn Content Optimization and Its Improvement Mechanism

Takeshi FUJIMATSU, Kazuya HASHIMOTO, Kazuhiko HIRAOKA and Atsushi YAMAMOTO

Synopsis : Carburizing steels are often used for automotive drive train parts which require high fatigue strength and impact value. Prevention of austenite grain coarsening of these steel parts during carburizing is an important issue for exerting high performance. In this study, with a view to preventing the grain coarsening during carburizing, influence of Mn content on grain coarsening temperature was investigated for Ti-modified carburizing steel with ferrite and pearlite microstructure. It was found that grain coarsening temperature was elevated more than 50K by reducing Mn content from 0.8 mass% to 0.4 mass%. This is attributed to the elevated A_{r3} point due to lower Mn content, where ferrite and pearlite microstructure is coarser prior to the carburizing and initial austenite grain is preferably coarse during carburizing. This result showed that the reduction of Mn content in carburizing steel was effective to prevent grain coarsening during carburizing when the microstructure prior to carburizing was controlled as ferrite and pearlite by hot forging, controlled cooling after hot forging, normalizing or full annealing.

Key words : carburizing steel; carburizing; grain coarsening; austenite grain; ferrite transformation.

1. 緒言

浸炭熱処理が施される肌焼鋼は、主に自動車用駆動系部品をはじめとする高い疲労強度や耐衝撃性が要求される分野に用いられる。これらの機能を左右する材料ファクターとして、浸炭後の旧オーステナイト結晶粒度特性が挙げられる。特に結晶粒の粗大化回避については、期待通りの高い機能を発揮させる上で、実用上の重要な課題となっている。また昨今、当該部品の製造コストダウンを図る方策として、より高温で迅速に浸炭熱処理を行なうことも要求されている。結果として、肌焼鋼にはより高温の浸炭温度においても結晶粒粗大化を起こしにくいという特性が強く求められることになる。一般的には微細析出物を利用して結晶粒界をピンニングする、あるいは浸炭前マイクロ組織を粗大化抑制に有利なマイクロ組織に調整するといった対策が有効とされている。前者に対しては、結晶粒界のピン止めに有効な AlN, NbCN, TiC や VN について多くの調査がなされている¹⁻⁷⁾。また、後者に対して浸炭前マイクロ組織をベイナイトの混在した組織ではなく、フェライト-パーライト組織とすれば、オーステナイト初期粒径が適度に大きく、かつ粒径のばらつきが少なくなるために高温まで結晶粒粗大化が抑制されることが報告されている⁸⁾。

一方、これまでに筆者らはピンニング元素として Ti を利用し、浸炭中の結晶粒の耐粗大化特性に優れた冷鍛用肌焼鋼の開発に取組んできた⁹⁾。その結果、Ti 添加の効果のみならず、冷間加工性の向上を目的とした Mn 量の低減が浸炭時の結晶粒粗大化抑制に対して有効に作用しているのではないかという経験的な見方を持っていた。そしてその効果に関し、Mn はオーステナイト生成元素であり、変態点の変化を介して浸炭前マイクロ組織を好都合な方向に変化させたためではないかと推定している。本研究では浸炭時の結晶粒粗大化抑制を目的として、フェライト-パーライト組織に調整した Ti 添加肌焼鋼を用いて、結晶粒粗大化温度に及ぼす Mn 量の影響を調査した。結果として浸炭用の肌焼鋼として標準的な 0.8 mass% 程度の Mn 量を低減することにより結晶粒粗大化温度の向上が確認でき、さらにそのメカニズムの明確化に取組んだのでその結果を報告する。

2. 実験方法

Table 1 に本実験に用いた供試材の A~D 鋼の化学成分を示す。A~D 鋼は各合金成分のうち Mn, Cr 量のみを変化させ、結晶粒界のピンニングに有効な Ti を 0.15 mass% 添加

平成 19 年 1 月 26 日受付 平成 19 年 5 月 30 日受理 (Received on Jan. 26, 2007; Accepted on May 30, 2007)

* 山陽特殊製鋼(株) 研究・開発センター軸受・構造用鋼グループ (Bearing & Engineering Steel Group, Research & Development Center, Sanyo Special Steel Co., Ltd., 3007 Nakashima Shikama-ku Himeji 672-8677)

* 2 兵庫県立大学大学院工学研究科 (Graduate School of Engineering, University of Hyogo)

Table 1. Chemical compositions of steels (mass%).

Steel	C	Si	Mn	S	Ni	Cr	Mo	Cu	Al	Ti	N
Steel A	0.22	0.21	1.21	0.013	0.11	0.90	0.01	0.13	0.032	0.15	0.0039
Steel B	0.22	0.21	0.81	0.013	0.11	1.39	0.01	0.13	0.029	0.15	0.0045
Steel C	0.22	0.20	0.40	0.014	0.11	2.50	0.01	0.12	0.034	0.15	0.0053
Steel D	0.22	0.19	0.42	0.013	0.11	1.39	0.01	0.12	0.032	0.15	0.0042

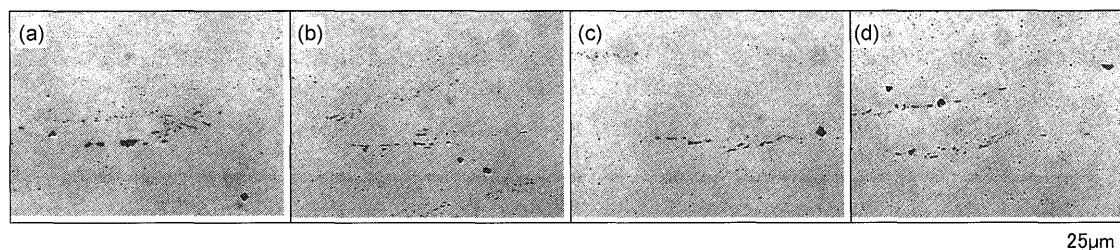


Fig. 1. Optical microstructures of typical nonmetallic inclusions. (a) Steel A, (b) Steel B, (c) Steel C, (d) Steel D.

している。Crはフェライト生成元素であり、Mnのオーステナイト安定化作用とは相対する位置付けであるが、Mnの効果をより確からしめる狙いで本実験において、その影響を確認した。また、各鋼種のC, S, およびN量は一定となるように調整し、100 kg真空誘導溶解炉により実験鋼塊を作製した。これらの鋼において、鋼塊凝固時に形成される比較的大きなTiNや $Ti_4C_2S_2$ は結晶粒界をピンニングする効果が小さいとみられる⁷⁾。ここで、後述する方法にしたがって作製した各鋼種の角60 mm供試材について、その中周部における代表的な介在物の光学顕微鏡写真をFig. 1に例示するが、前述したTiNや $Ti_4C_2S_2$ を含むこれらの介在物はいずれも比較的大きく、かつ、その大きさ、形態、および分布状態に鋼種間で大きな差異は認められない。そこで、主として結晶粒界のピンニングに寄与する微細なTiCの形成に消費されるTi量を(1)式に従って求めると、A鋼では0.098 mass%, B鋼では0.096 mass%, C鋼では0.090 mass%, およびD鋼では0.097 mass%となり、各鋼種間で大きな差異は無い。

TiCを形成するTi量(mass%)

=Ti添加量(mass%) - TiNを形成するTi量(mass%)

- $Ti_4C_2S_2$ を形成するTi量(mass%) (1)

このことから、結晶粒界のピンニングに寄与するTiCの析出量に鋼種間の差はほとんど生じないものとみられる。また、いずれの鋼種も0.03 mass%程度のAlを含有するが、NがTiNの形成に優先的に消費され、かつTiがNに対して過剰に添加されているため、結晶粒界のピンニングに寄与する微細なAlNは析出しないと考えられる。次に、Fig. 2に示すように1523Kで10.8ks保持の加熱を行った後、角60 mmに鍛造した。さらに1173Kで10.8ks保持後に空冷する焼ならしを施してフェライト-パーライト組織に調整した。これらの供試材について、浸炭温度への昇温過程にお

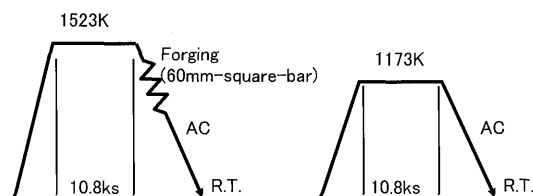


Fig. 2. Hot forging and normalizing.

けるオーステナイト初期粒径の観察、擬似浸炭試験による旧オーステナイト粒径の観察、ならびに浸炭前マイクロ組織形成に影響を及ぼすと考えられる焼ならし温度からのフェライト変態開始温度(Ar_3 点)測定を実施した。

2・1 オーステナイト初期粒径の観察

前述のように本研究における主眼であるMn量の適正化による浸炭時の結晶粒粗大化抑制の効果は、浸炭前マイクロ組織の変化によりもたらされると推定している。そこで最終的な浸炭後の旧オーステナイト粒径以上に、浸炭前マイクロ組織の変化が反映され易いとみられる浸炭温度への昇温過程におけるオーステナイト初期粒径の観察を行なった。本実験におけるオーステナイト初期粒径とは、後述の擬似浸炭試験の昇温過程におけるオーステナイト変態完了温度(Ac_3 点)直上の1123Kでの平均オーステナイト粒径と定義する。まず、焼ならし済みの角60 mm供試材の中周部から角15 mmで長さ10 mmの試験片を切り出し、後述する擬似浸炭と同じ300K/sの昇温速度で1123Kに加熱し、1.8 ks保持後に水焼入れした。その後、飽和ピクリン酸溶液と界面活性剤を用いて試験片の旧オーステナイト粒界を現出し、光学顕微鏡によりマイクロ組織写真を撮影した。撮影したマイクロ組織写真を用いてJIS G 0551の切断法により結晶粒度番号を求めたのち、オーステナイト初期粒径を算出した。

2.2 擬似浸炭試験

浸炭時の結晶粒粗大化特性を評価するために、本実験では簡便のために擬似浸炭試験を採用した。擬似浸炭とは浸炭熱処理のヒートカブのみを模し、実際には浸炭せずに粒度観察を行なう慣例的な方法である。オーステナイト初期粒径観察と同様に、角15mmで長さ10mmの試験片を切り出し、Fig. 3に示すように1323K, 1348K, および1373Kの各温度にて10.8ks保持後水冷を施し、試験片の平均旧オーステナイト粒径を上記のオーステナイト初期粒径と同様の方法で測定した。

2.3 変態点測定

本供試材のMnならびにCr量の差異が焼ならしによるフェライト形成の差異をもたらすとの推定に基づき、本実験の焼ならし条件における Ar_3 点測定を実施した。角60mm供試材の中周部から直径3mmで長さ10mmの試験片を切り出し、Fig. 4に示すように焼ならし温度の1173Kから0.27K/sの速度で冷却した際の各鋼種の Ar_3 点を測定した。この冷却速度は角60mmの鋼材を1173Kから空冷したときの冷却速度の実測値に基づいて決定した。変態点測定には、全自動変態記録測定装置Formaster-F (Fuji electronic industrial Co. Ltd. 製)を使用した。なお、フェライト変態の核となり得る鋼中のTiNやTi炭硫化物がフェライト形成に影響を及ぼす可能性も考えられるが、Fig. 1に既示したように各鋼種間でこれらの介在物の大きさ、形態、および分布状態に大きな差異が無いことを確認している。

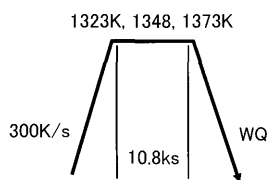


Fig. 3. Heat treatment for simulated carburizing.

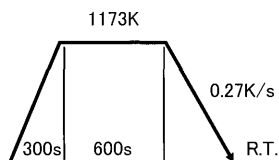


Fig. 4. Heat treatment for measurement of Ar_3 .

3. 実験結果

3.1 オーステナイト初期粒径の観察結果

Fig. 5に示すようにオーステナイト初期粒径はMn量の影響を大きく受け、Mn量が1.21 mass%であるA鋼、および0.81 mass%であるB鋼の同粒径は各々8.5および9.5 μm であり、Mn量が0.40 mass%, および0.42 mass%であるC鋼、およびD鋼の同粒径は各々15.4および15.8 μm であった。なお、C, D鋼はCr量がそれぞれC鋼で2.50 mass%, D鋼で1.39 mass%と大きく異なるもののオーステナイト初期粒径の差はほとんど無く、同粒径におよぼすCrの影響は認められなかった。

3.2 擬似浸炭試験結果

Fig. 6に各温度での擬似浸炭後の試験片の平均旧オーステナイト粒径を示す。なお、Fig. 6中の※印は観察視野内に結晶粒度番号で3番相当の粗粒が認められたことを表わしており、結晶粒粗大化発生の目安とした。得られた知見を以下に示す。A, B鋼では1323Kの擬似浸炭後に一部粗大化が観察され、1348K以上では急激な平均粒径値の上昇が認められた。一方C, D鋼では本実験の擬似浸炭温度範囲（最高1373K）では整粒を保った。Fig. 7は擬似浸炭温度1323Kの際の旧オーステナイト粒径観察写真を例示したものである。当試験結果から0.4 mass% Mn鋼では0.8 mass% Mn鋼に対して少なくとも50Kの結晶粒粗大化温度上昇効果が認められたことになる。なお、本調査の範囲では結晶粒粗大化温度に対するCrの影響は認められなかった。

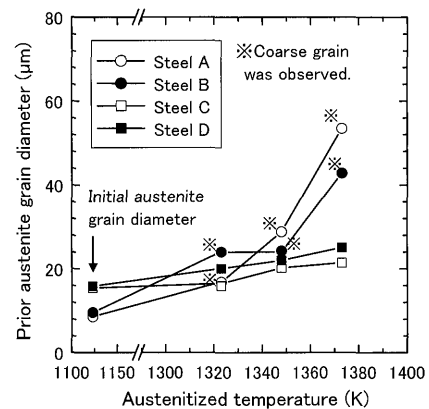


Fig. 6. Variation of prior austenite grain diameter after austenitizing.

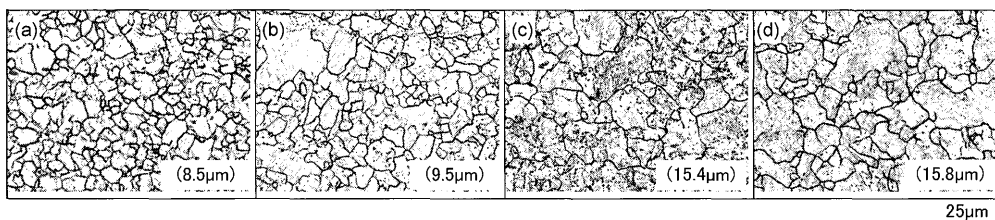


Fig. 5. Initial austenite grain of steels heated to 1123K for 1.8ks and quenched in water. Average initial austenite grain diameter shown in parenthesis. (a) Steel A, (b) Steel B, (c) Steel C, (d) Steel D.

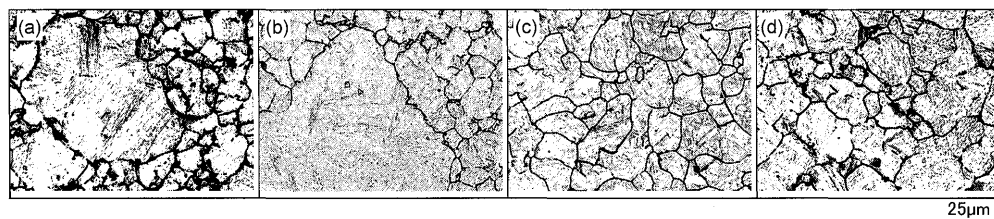


Fig. 7. Optical microstructures of steels heated to 1323K for 10.8 ks and quenched in water. (a) Steel A, (b) Steel B, (c) Steel C, (d) Steel D.

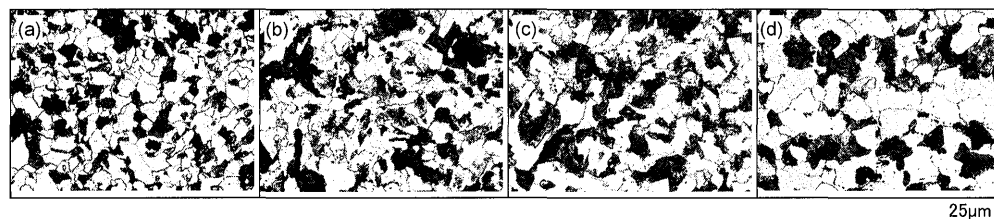


Fig. 8. Optical microstructures after normalizing. (a) Steel A, (b) Steel B, (c) Steel C, (d) Steel D.

Table 2. Ferrite transformation start temperature during cooling from 1173K.

Steel	Mn(mass%)	Cr(mass%)	A_{r3} (K)
A	1.21	0.90	998
B	0.81	1.39	1008
C	0.40	2.50	1033
D	0.42	1.39	1038

3.3 変態点測定結果

Table 2に示すように A_{r3} 点はA, B, C, D鋼の順に高い結果となった。ここでMn量のみが異なるB鋼(0.81 mass% Mn)とD鋼(0.42 mass% Mn)の A_{r3} 点の差は大きく、Mn量の低減には A_{r3} 点を上昇させる効果があるとみられる。また、Cr量のみが大きく異なるC鋼(2.50 mass% Cr)とD鋼(1.39 mass% Cr)の A_{r3} 点の差はわずかであり、本研究の範囲においては、 A_{r3} 点に及ぼすCr量の影響はMn量の影響に比べて小さいとみられる。

4. 考察

本実験結果から、Mn量の適正化(Mn量低減)による浸炭時のオーステナイト結晶粒粗大化特性の改善は明らかであり、0.8 mass%から0.4 mass%へのMn量低減により少なくとも50Kの結晶粒粗大化温度上昇の効果を認めた。Fig. 5に示すように、A, B鋼に比べてMn量を低減したC, D鋼では擬似浸炭時のオーステナイト初期粒径が適度に大きくなっており、これが粒成長の駆動力となる粒界エネルギーを減少する¹⁰⁾ために結晶粒粗大化が抑制されたと推定される。Gladmanらの研究にも、上記と同様にオーステナイト初期粒径が大きいと異常粒成長が高温まで抑制されることが示されている¹⁾。一方、本研究においてMn量が同等でCr量のみを変化させたC鋼とD鋼のオーステナイト初期粒

径の大きさはほとんど変化していなかった(Fig. 5)。そのため、Cr量の変化は旧オーステナイト粒度特性に大きな影響を及ぼさなかったと考えられる。

なお、フェライト-パーライト組織をオーステナイト化する場合、オーステナイトは主にフェライト-パーライト界面から優先的に析出する⁸⁾ため、オーステナイト初期粒径の大きさは、焼ならし後のフェライト-パーライト粒の大きさの影響を受けると考えられるが、予想通りの結果であり、Fig. 8に示すようにC, D鋼のフェライト-パーライト組織はA, B鋼に比べて明らかに粗くなっている。このように各鋼種間でフェライト-パーライト組織が変化した原因として、合金元素量の変化の影響、およびフェライト変態の核となり得る鋼中の介在物の影響が考えられる。ただし、後者の介在物の影響について、Fig. 1で既に示したように各鋼種間で介在物の大きさ、形態、および分布状態に大きな差異が見られないことから、これらの介在物は特にフェライト-パーライト組織の変化に影響を及ぼしていないとみられる。そこで、前者の合金元素の影響に関して、特に焼ならし後のフェライト-パーライト組織の粗さを反映する擬似浸炭時のオーステナイト初期粒径の変化をもたらした各鋼種間のMn量の違いに注目し、Mn量の違いが焼ならし後のフェライト-パーライト組織の変化に及ぼす影響について以下に考察を行なった。フェライト変態に及ぼす冷却速度の影響に関して、加速冷却を行なうとフェライト粒径が微細化することが報告されている¹¹⁾。梅本¹²⁾は、加速冷却の効果をオーステナイトからフェライトに変態するときのフェライト粒径 D_α を表わす(2)式を用いて説明した。

$$D_\alpha = (2/\pi)^{-1/6} (\sqrt{I_s}/\alpha)^{-1/3} D_\gamma^{1/3} \dots \dots \dots (2)$$

I_s はオーステナイト粒界面での単位面積当たりのフェラ

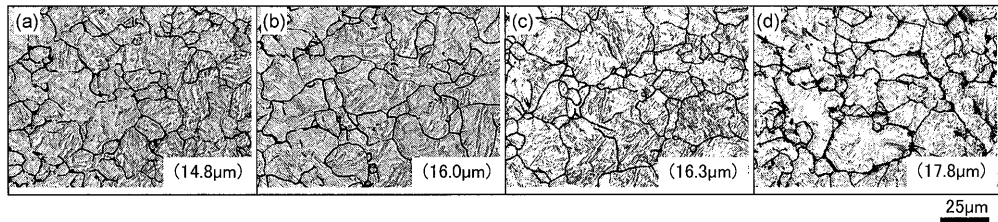


Fig. 9. Microstructures of steels heated to 1173K for 10.8 ks and quenched in water after hot forging. Average prior austenite grain diameter shown in parenthesis. (a) Steel A, (b) Steel B, (c) Steel C, (d) Steel D.

イトの核生成速度であり、時間によらず一定と仮定されている。また、(2)式ではフェライトはオーステナイト粒界表面でのみ核生成して軸比3:1の回転楕円体として成長し、その短軸長さ r と時間 t との関係が $r=\alpha t^{1/2}$ で与えられると仮定されている。 α はparabolic rate constant¹²⁾と称される。 D_γ はオーステナイト粒径である。(2)式における \sqrt{t}/α 比は変態温度域が低くなるほど大きくなると言われており、加速冷却で変態温度域が下がることでフェライト粒が微細化するとされる¹²⁾。本研究においてMn量を低減した鋼の焼ならし後のフェライト-パーライト粒径が大きくなった原因として、加速冷却の場合とは逆にMn量低減による A_{r3} 点の上昇に連動してフェライト変態温度域が高くなる(\sqrt{t}/α 比が小さくなる)こと、およびMn量低減が焼ならし時のフェライト-パーライト変態前のオーステナイト粒径を大きくする効果があることの2点が考えられる。そこで、焼ならし時のフェライト-パーライト変態前のオーステナイト粒径について観察を行った。ここでは本実験の条件による熱間鍛造材の中周部から切り出した角15 mmで長さ10 mmの試験片を焼ならし温度の1173Kで10.8 ks保持後に水冷し、この試験片の旧オーステナイト粒径を焼ならし時のフェライト-パーライト変態前のオーステナイト粒径の指標とした。その結果、Fig. 9に示すようにMn量の違いに関わらずA~D鋼の旧オーステナイト粒径の差はわずかであり、Mn量低減が焼ならし時のフェライト-パーライト変態前のオーステナイト粒径を大きくする効果は認められなかった。したがって、Mn量低減により焼ならし後のフェライト-パーライト粒径が大きくなったのは、主にMn量低減に起因する A_{r3} 点の上昇にともなって高温域でフェライトに変態することでフェライト粒が大きく成長し易かったためと推測される。さらに、フェライト変態に続くパーライト変態の際には比較的大きなフェライト粒が分散しているために、パーライトのブロックサイズがそれを反映して大きくなったとみられる。以上より、焼ならしでフェライト-パーライト組織に調整した肌焼鋼において、Mn量適正化により浸炭時のオーステナイト結晶粒粗大化特性が改善したメカニズムは以下のように整理される。

- Mn量を低減することで A_{r3} 点が上昇し、焼ならし温度から空冷する際に、より高温でフェライトに変態して大

きく成長することでフェライト-パーライト粒が適度に大きくなる。さらに擬似浸炭の昇温過程で、焼ならし後のフェライト-パーライト粒の大きさを反映してオーステナイト初期粒径が適度に大きくなる。これにより粒成長の駆動力となる粒界エネルギーが減少するため、浸炭時の結晶粒粗大化がより高温まで抑制される。

上記のメカニズムに照らすと、本研究の添加範囲でのCr量の差異は A_{r3} 点を大きく変化させないために、焼ならし後のフェライト-パーライト粒径を変化させることがなく、粗大化温度への影響が顕在化しなかったものと解釈される。

本研究では、焼ならしを行って浸炭前マイクロ組織をフェライト-パーライト組織に調整した肌焼鋼に対し、Mn量の適正化による浸炭時の結晶粒粗大化抑制効果が確認されたのであるが、これに止まらず、熱間鍛造後に直接フェライト-パーライト組織が得られる場合や、熱間鍛造後に制御冷却もしくは完全焼鈍しを実施して浸炭前マイクロ組織をフェライト-パーライト組織に調整する場合に対して、ピンニング成分の添加とは独立の項目としてMn量の適正化による浸炭時の結晶粒粗大化抑制効果が期待できるものである。なお、実用上、熱間鍛造時や焼ならし時の加熱温度の違いや、熱間鍛造後や焼ならし後の冷却速度の違いによってフェライト-パーライト組織の大きさが変化することが想定されるため、これらの条件が大きく変化した場合でもMn量の適正化による浸炭時の結晶粒粗大化抑制効果が発揮されるかどうかについては、今後、確認を行なう必要がある。

5. 結言

(1) 肌焼鋼において熱間鍛造まま、鍛造後制御冷却、および焼ならしならびに完全焼鈍しにより浸炭前マイクロ組織としてフェライト-パーライトを得る場合において、Mn量の低減は浸炭時のオーステナイト結晶粒粗大化抑制に有効である。

(2) 本研究の擬似浸炭試験において、Mn量を0.8 mass% (規格鋼材の一般的なレベル) から、0.4 mass% に低減した際の結晶粒粗大化温度の上昇効果は50K以上であった。

(3) 同効果はMn量の低減にともなう Ar_3 点の上昇を介して、浸炭前ミクロ組織のフェライト-パーライト粒径、さらには浸炭昇温時のオーステナイト初期粒径を適度に大きくすることによりもたらされているとみられる。

文 献

- 1) T.Gladman and F.B.Pickering: *J. Iron Steel Inst.*, **205** (1967), 653.
- 2) Y.Ogino, H.Tanida, M.Kitaura and A.Adachi: *Tetsu-to-Hagané*, **57** (1971), 533.
- 3) L.J.Cuddy and J.C.Raley: *Metall. Trans. A*, **14A** (1983), 1989.
- 4) M.Kubota and T.Ochi: *Nippon Steel Tech. Rep.*, **378** (2003), 72.
- 5) Y.Kurebayashi and S.Nakamura: SAE Technical Paper Series, (1995), No. 950209.
- 6) M.Iguchi, T.Nagaoka and K.Kobayashi: *Sanyo Tech. Rep.*, **6** (1999), 41.
- 7) K.Hashimoto, T.Tanaka, H.Nishimori and K.Hiraoka: Spec. Publ. Soc. Automot. Eng., SP-1951, (2005), 1.
- 8) T.Tamatani, M.Iguchi, T.Sato and K.Tsubota: *Netsu Shori*, **37** (1997), 356.
- 9) T.Fujimatsu, K.Hashimoto, T.Tanaka, H.Nishimori and M.Iguchi: *Materia Jpn.*, **45** (2006), 141.
- 10) S.Takaki: *Netsu Shori*, **34** (1994), 260.
- 11) M.Umemoto, Z.H.Guo and I.Tamura: *Tetsu-to-Hagané*, **70** (1984), S1493.
- 12) 梅本 実: 第131・132回西山記念技術講座, 日本鉄鋼協会編, 東京, (1989), 97.