

# 冷間圧延用作業ロールの電子顕微鏡組織 (II)\*

安 藤 阜 雄\*\*・後 閑 敬 也\*\*・荒 瀬 健 一\*\*

## ELECTRON MICROSTRUCTURE OF THE WORK ROLL FOR COLD ROLLING (II)

Takuo Ando, Keiya Gokan and Kenichi Arase

### Synopsis:

In sequence of Report I ("Tetsu-to-Hagane" Vol. 43. No. 2, 1957, p. 127), the quenched structures of the small specimens of roll material were examined. By water quenching after holding 3 hours at 860°C, specimens which had been completely spheroidized showed properly distributed carbides in fine martensite matrix. On the contrary, specimens imperfectly spheroidized corresponded to coarse martensite and retained austenite.

Upon heating for successive quenching, the effect of holding temperature and time was examined on another roll material, the best condition for the structure and hardness was found in the neighbourhood of 860°C.

### I. 緒 言

第1報<sup>1)</sup>においては、冷間圧延用4段ミルの作業ロールの良否によつて圧延成績に優劣があり、よいロールの表面焼入層は微細なマルテンサイト地に球状炭化物が均一に分布しており、不良ロールにおいてはマルテンサイト葉は粗大であり、かつ多量のオーステナイトが残留していることをのべ、ついで焼入の前工程としての球状化焼鈍の作業の検討を行い、 $Ac_3$ 点の上より $A_1$ 点下まで充分に徐冷して変態を行わせ引續き緩冷するのが有効であることを記した。本報においては、各種の球状化処理を終えた試料を焼入れて、球状化状態と焼入状態との関係を検し、さらに焼入温度とその保持時間とが焼入組織におよぼす影響について検討した結果を記述する。

### II. 球状化条件の焼入組織におよぼす影響

第1報のVに示した各種の球状化焼鈍組織の試料について、同一条件で焼入れを行い、電子顕微鏡により焼入組織を観察した。試料としてはH, M, N, O, J, K, GおよびIの8種とし(これらの球状化状態については第1報のFig. 4, 5および6を参照されたい)、860°Cに3h保持後、油中に焼入れた。焼入組織はFig. 1および2に示す。(なおレプリカはPreshadow replica法<sup>2)</sup>により作成したが、ややコントラストの弱い感みがあるので、Fig. 3以下は第1報の0.25% collodion-Al-Cr shadow法に戻した。) 球状化履歴をも合せて、これらの試料の分類をTable 1に示す。

#### a. 試料H, M, NおよびOの焼入組織 (Fig. 1)

これらの試料は、780°Cに16h保ち、つぎに700°Cまで徐冷後炉中放冷する過程を、それぞれ1, 2, 4および6回施行したため球状炭化物がしだいに大きくなつていたものである。Fig. 1のHとMとの焼入組織には、文献にみられるごとく判然と認められる<sup>3)4)5)</sup>オーステナイトがマルテンサイトのほかに存在する。これに反し、NおよびOの焼入組織にはオーステナイトがほとんど認められない。これは、球状炭化物が大きくなるにつれ、これにCとCrとを奪われて地の含有量が減少し、したがつて残留オーステナイトを生じがたくなつて全部がマルテンサイトに化するものと思われる。

#### b. 試料J, HおよびKの比較 (Fig. 1, 2)

J, H, Kは焼鈍時に780°Cより700°Cに到る冷却速度を変じているが、冷却速度の最も早いJには焼入の際オーステナイトが多く残留し、Hは残留オーステナイト少なく、Kにはみられない。これは、緩冷するほど炭化物の分布と地の成分とが均一化されるからと思われる。

#### c. 試料G, HおよびIの比較 (Fig. 1, 2)

これらは780°Cにおける保持時間を異にしている。保持時間の短いGも、長いIも、ともに残留オーステナイトは少量であつて、中間のHはやや多いが、本質的には各組織間に差がない。したがつて保持時間の影響は僅少であると考えられる。

\* 昭和30年秋季大会に発表

\*\* 東洋鋼鉄株式会社下松工場

Table 1. Quenching of differently spheroidized specimens.

| Sample | Spheroidizing condition                        | Quenching condition |
|--------|--|---------------------|
| H      | 780°C × 16 h → (10°C/h) → 700°C → furnace cool |                     |
| M      | Repeat above described process 2 times.        |                     |
| N      | " " " " 4 "                                    | 860°C × 3h →        |
| O      | " " " " 6 "                                    |                     |
| J      | 780°C × 16 h → (20°C/h) → 700°C → f.c.         |                     |
| K      | " X " → (5°C/h) → " → "                        | Oil quench          |
| G      | " X 6 h → (10°C/h) → " → "                     |                     |
| I      | " X 32 h → ( " ) → " → "                       |                     |

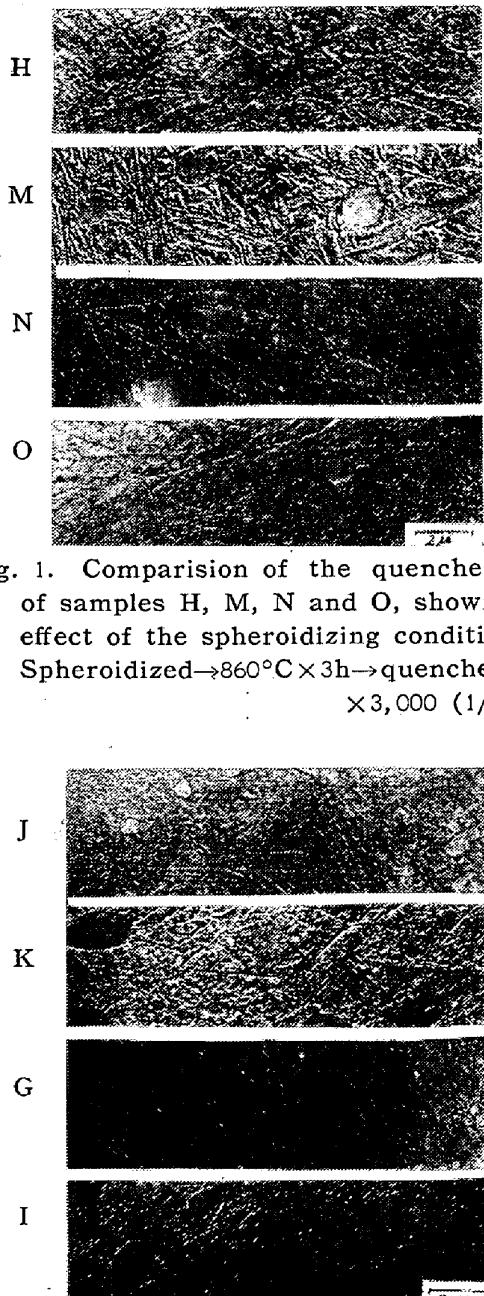


Fig. 1. Comparision of the quenched state of samples H, M, N and O, showing the effect of the spheroidizing conditions.  
Spheroidized → 860°C × 3h → quenched in oil.  
× 3,000 (1/2)

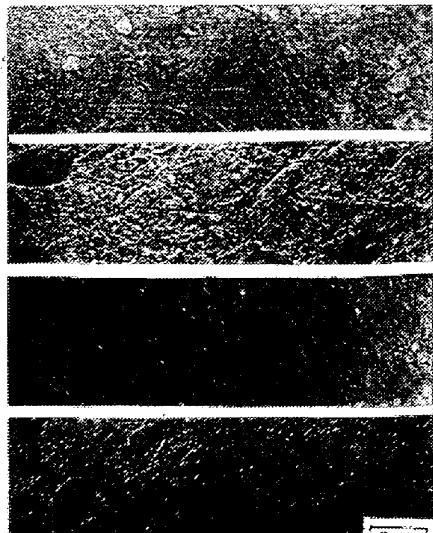


Fig. 2. Quenched structures of samples J, K, G and I, showing the effect of the spheroidizing conditions.  
Spheroidized → 860°C × 3h → quenched in oil.  
× 3,000 (1/2)

### III. 加熱温度、時間の影響

完全に球状化焼鈍した試料につき、焼入のための加熱時間および加熱温度を変じて水冷した組織の状況を検した。これに用いた試料はロール鋼に準ずるもので、C 0.82%, Si 0.36%, Mn 0.29%, P 0.035%, S 0.006%, Cr 1.87%, Ni 0.17%, Mo 0.09%, Cu 0.18% の組成を有し、鍛造後球状化焼鈍を行つたものより 10 mm φ × 10 mm l の試片を切り出して焼入試験を行つた。

球状化焼鈍試料を S-0 と名付け、以下 Table 2 に示すとき加熱温度および時間により焼入試料を作り、これらを S-1 より S-28 とした。

Table 2. Sample specification.

| Quench temperature<br>°C | Soaking time |      |      |      |
|--------------------------|--------------|------|------|------|
|                          | 15mn         | 30mn | 1 h  | 3 h  |
| 950                      | S-25         | S-26 | S-27 | S-28 |
| 900                      | S-21         | S-22 | S-23 | S-24 |
| 860                      | S-17         | S-18 | S-19 | S-20 |
| 800                      | S-13         | S-14 | S-15 | S-16 |
| 780                      | S-9          | S-10 | S-11 | S-12 |
| 750                      | S-5          | S-6  | S-7  | S-8  |
| 700                      | S-1          | S-2  | S-3  | S-4  |

As annealed.....S-O

焼鈍試料 S-O の組織は完全に球状化しており、炭化物は径 1.5 μ 程度のものを中心に最大径 2.5 μ 位までに発達し、その間に多数の 0.7 μ 程度のものがある。また地はフェライトで均一であり、粒界はほとんど見分けがない。細長い棒状の炭化物もごく一部に認められたが巾広くずんぐりしている。

試料 S-1, S-2, S-3, および S-4 (Fig. 3) は 700 °C にそれぞれ 15mn, 30mn, 1h および 3h 加熱後水焼入を行つたもので、700°C 加熱により球状化炭化物はフェライトにとけ込み小さくなる傾向を示し、フェライトは焼入れ状態で過飽和となり、モザイク結晶粒の稜が鮮明に認められる。結晶粒界には腐蝕されにくい炭素濃度の高い帯があるが、時間とともに炭素が粒界に沿つて

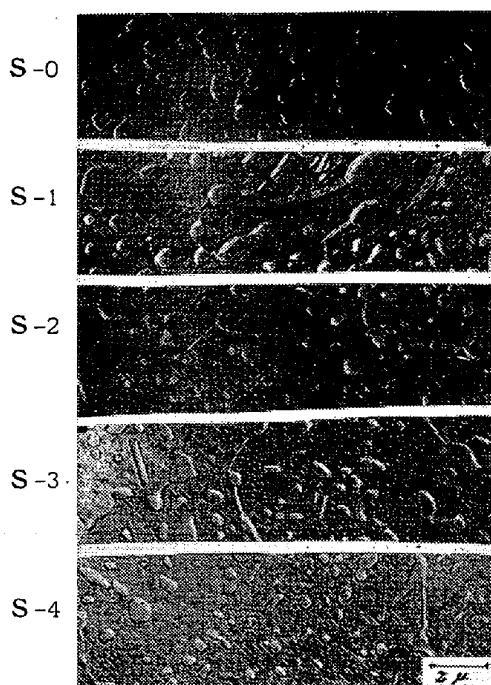


Fig. 3. The electron microstructures of samples S-0, 1, 2, 3 and 4.

S-0: As spheroidized.

S-1~4: Quenched from 700°C.

×3,000 (1/2)

拡散しはじめ、約 1 h で粒界の炭素は粒界面にそう炭化物の薄い壁となる。これは拡散のほぼ平衡に達したことを見すものと考えられる。

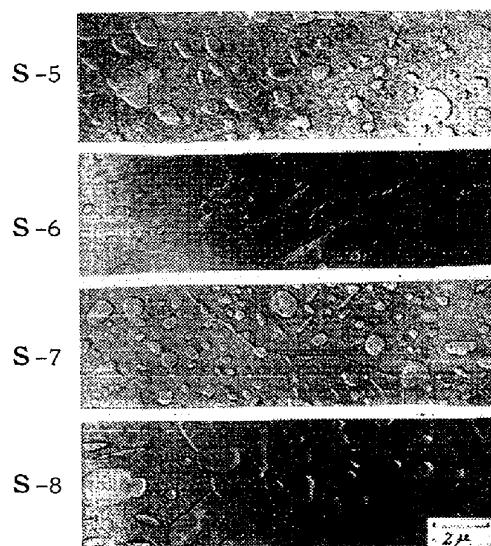


Fig. 4. Electron microstructures of samples S-5, 6, 7 and 8, quenched from 750°C.

×3,000 (1/2)

試料 S-5, 6, 7 および 8 (Fig. 4) は  $Ac_1$  直下に各時間保持して焼入されたもので、この温度でフェライト中に固溶する炭素濃度は最大となり、1 h 焼鈍するとほとんど固溶が終ると考えられる。結晶粒界における炭

素の濃縮は 15 mn ではほとんど起らず、30 mn で部分的に起り、1 h 位で盛んとなり、3 h でも相当はつきり認められる。粒界の炭化物の成長は 750°C では 3 h でも認められるが、さきの 700°C の場合は 1 h ではなく終っている。このように、750°C では 700°C の場合よりもフェライト中の炭素固溶量は増すが、拡散速度はそれに比例して増さないので拡散現象は 700°C の場合より長く続くようである。

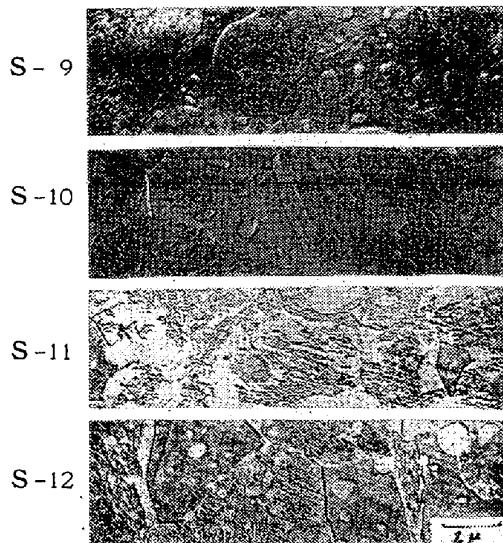


Fig. 5. Electron microstructures of samples S-9, 10, 11 and 12, quenched from 780°C.

×3,000 (1/2)

試料 S-9, 10, 11 および 12 (Fig. 5) は 780°C に加熱し焼入れた状態であるが、この温度は本鋼の場合  $\alpha + \gamma + (Fe, Cr)_3C$  の 3 成分共存温度域に当る<sup>6)</sup>ため、加熱状態の組織はフェライトを地とする球状炭化物を含む相と、球状炭化物をほとんど固溶してしまったオーステナイト相領域とから成っている。15 mn の加熱を行つた S-9 では、加熱時においてオーステナイトとなつた領域も、まだ均一なオーステナイト相となりきらず、したがつて焼入組織は非常に不均一相を呈している。すなわち結晶粒界および球状炭化物の附近は炭素濃度が高いところであつて、滑らかな残留オーステナイトとなり粒内の他部には針状のマルテンサイトがみられる。したがつてこの試料では球状セメンタイトを含むフェライト結晶粒と、マルテンサイトおよび球状化セメンタイトを含むオーステナイト結晶粒とから成る。30 mn 加熱した S-10 では炭素固溶量の異常に高い部分が減少し、マルテンサイトが多く現われている。1 h 加熱を行つた S-11 では加熱時のオーステナイトはほとんど均質となると考えられ、焼入れにより大部分がマルテンサイトに変態し残留オーステナイトの量は少い。3 h 加熱した S-12 も

1 h のものとほぼ同様であるが、加熱時におけるオーステナイト相はさらに均一となつてゐる。

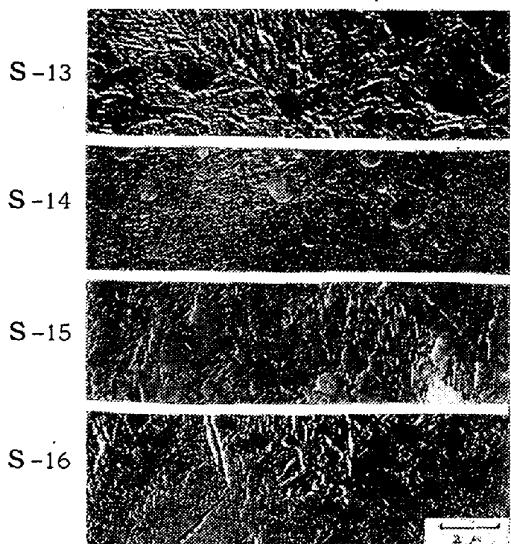


Fig. 6. Electron microstructures of samples S-13, 14, 15 and 16, quenched from 800°C.  $\times 3,000$  (1/2)

800°Cで加熱焼入れした試料 S-13, 14, 15, 16 (Fig. 6) ではフェライト地の結晶粒はもはや存在せず、全部が加熱により  $r + (Fe, Cr)_3C$  領域に入つてゐる。15 mn 加熱後の焼入組織 (S-13) は、炭素が粒界および特定結晶面に沿つて流れ出しあはじめた状態で、炭素濃度分布が急勾配であるのでマルテンサイトの腐蝕像はややベーナイトに似た外観を示してゐる。30mn 加熱を行うと (S-14) 炭化物のとけ込みも一応落着き緻密なマルテンサイト地になるがまだ処々に粗い組織を伴つてゐる。1 h (S-15) あるいは 3 h (S-16) 保持すると、時間が経つにしたがい炭化物の地への固溶が進行し、炭化物の周囲は炭素濃度が高いため焼入れ状態で残留オーステナイトが生じるようになる。とくに 3 h 加熱焼入れの状態では残留オーステナイトの量が多い。

860°Cに加熱焼入れた試料 S-17, 18, 19, 20, (Fig. 7) は、この温度で炭素の拡散が充分に早いことを示してゐる。15 mn 加熱 (S-17) では  $1\mu$  以上の炭化物はかなり減少しているが、固溶した炭素はオーステナイト中を速やかに拡散して、オーステナイトの炭素濃度を均一化するため、焼入組織には残留オーステナイトは極めてわずかで、ほとんどすべてがマルテンサイト組織である。30mn 加熱のもの (S-18) および 1 h 加熱のもの (S-19) もほぼ同様で、焼入マルテンサイトはより均一となつておらず、この加熱条件では完全に均一な  $r + carbide$  相であつたものと思われる。3 h 加熱 (S-20) では少量の残留オーステナイトがみられる。S-20 の組織に

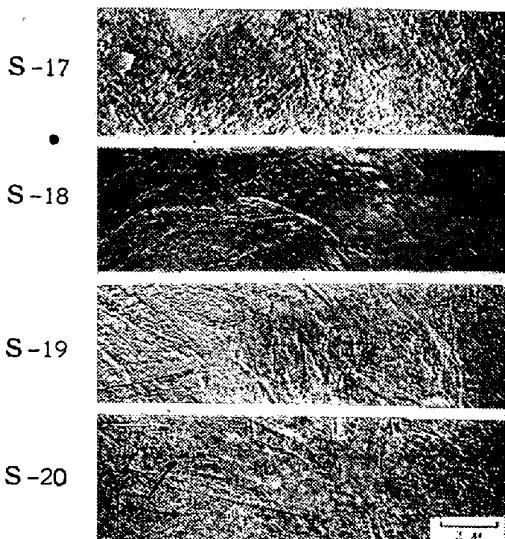


Fig. 7. Electron microstructures of samples S-17, 18, 19, and 20, quenched from 860°C.  $\times 3,000$  (1/2)

おいて大きなマルテンサイトに囲まれた部分（矢印のところ）はすなわち残留オーステナイト中に微小なマルテンサイトの含まれる領域である。

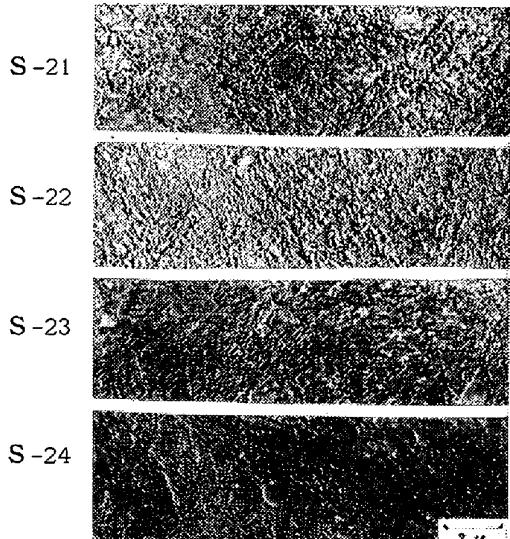


Fig. 8. Electron microstructures of samples S-21, 22, 23, and 24, quenched from 900°C  $\times 3,000$  (1/2)

試料 S-21, 22, 23 および 24 (Fig. 8) は 900°Cに加熱焼入れしたもので、860°Cの場合より一層活性化され炭化物の固溶が進行し、15mn (S-21) 30mn (S-22) のものは炭化物が小さくなり、マトリックスの炭素濃度が高い所は残留オーステナイトとなり、その間がマルテンサイトになる。1 h 加熱すると (S-23) 炭素の分布は均一になるので残留オーステナイトはほとんど生じない。3 h 加熱すると (S-24) 小さな炭化物はほとんど溶け込み終り、マルテンサイト葉の大きさも大きく（帶  $1\mu$ ,

長さ  $15\mu$  位), その間に残留オーステナイトが存在する。また球状炭化物は安定した球形を示し, 3 h 加熱で充分平衡に達したと考えられる。

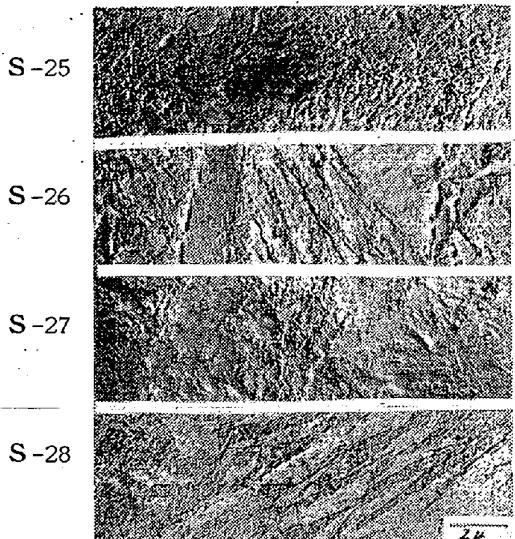


Fig. 9. Electron microstructures of samples S-25, 26, 27 and 28, quenched from 950°C.  
×3,000 (1/2)

950°C に加熱焼入れた試料 S-25, 26, 27 および 28 (Fig. 9) では球状炭化物の分解固溶は約 1 h で終り, その後オーステナイト粒の成長とともに 3 h で均質なオーステナイトになるものと考えられる。1 h や 3 h 経過後焼入れた組織は (S-27, S-28) 多量の残留オーステナイトが存在しており, マルテンサイトは大きな針葉状をなしているのがみられる。

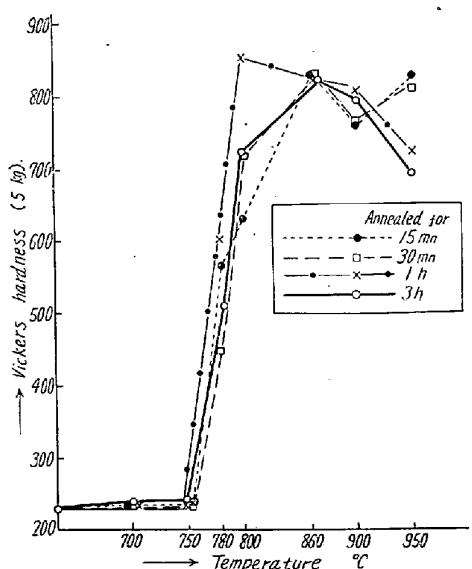


Fig. 10. Effect of the heating condition on hardness after quenching.

Fig. 10 にこれら焼入試料の硬度測定値を示してある。縦軸は荷重 5 kg のビッカース硬度数で、5 点測定

の平均値であり、横軸は焼入加熱温度である。750°C 以下では、硬度は焼純状態と変りはないが、780°C 以上ではオーステナイトが生じ、これが焼入れによりマルテンサイトとなるに応じて硬化する。860°C 以上では温度の高いほど硬度は低下する傾向をもつ。950°C では保持時間の短いほど硬度が高いが、これは短時間の加熱では残留オーステナイトの量が少なくマルテンサイトも微細であるということによると考えられる。また 860°C 加熱の場合は硬度に対して加熱時間の影響が認められないが、860°C の組織は加熱時間の如何に拘らず、非常に残留オーステナイトが少なく、マルテンサイトが大部分であることと一致している。

#### IV. 考 察

前節の焼入試験の組織につき総合して考察すると、球状化物を均一に分布している高炭素 Cr 鋼の焼純組織は加熱条件によって炭化物の分解固溶状態がそれぞれ異なるので、焼入を行つた際の組織は複雑に変化する。

a. 750°Cまでの加熱では、地はフェライトのままで炭化物が若干固溶して地の C 濃度が高まり、結晶粒界にも変化が生ずるが、本質的には大きい変化はない。

b. 780°C附近は  $\alpha$  相、 $\gamma$  相および炭化物の 3 相共存範囲で、加熱時間の短い内は  $\gamma$  相内の C 濃度は不均一であるが、次第に均一となり炭化物はある程度以上溶け込まず共存する。焼入組織には残留オーステナイトがみられる。

c. 800°C以上の加熱からの焼入組織を決定するものは炭化物のオーステナイトへの固溶量と、オーステナイト中の炭素の拡散速度である。

(1) 800°Cにおいては、短時間の加熱で地は比較的均一となり、焼入組織はマルテンサイトとなるが、一方炭素の拡散速度はそれほど速くないので、オーステナイトは炭化物の近傍のみに炭素が濃化して不均一となり、焼入れると残留オーステナイトを生ずる。

(2) 950°Cの高温では、オーステナイトの炭素固溶度も高まり炭化物の消耗も速いが、炭素の拡散も速いので地のオーステナイトは短時間で均一となり、さらに保持を続ければオーステナイト粒は成長し、炭化物はほとんどなくなつて地の炭素濃度は平均に高まり、両々相俟つて焼入に際し多量の残留オーステナイトを生ずるにいたる。

(3) (1) と (2) との中間である 860°C および 900°C は炭化物の固溶はそれほどいちじるしくなく、一方において炭素の拡散速度は充分に速いので、加熱時の状

態は均一なオーステナイト地に炭化物の平等分布した状態であり、これを焼入れれば地は緻密なマルテンサイトとなる。地の緻密さでは、 $860^{\circ}\text{C}$  加熱が $900^{\circ}\text{C}$  加熱よりも遙かにまさつている。

さきに第1報でえたよいロールの組織はC(3)で論じたものに当り、悪いロールの組織はC(2)にのべた過熱によるものに類似しているのは興味深いことである。もとより良好な組織をうるためには、適正な焼入れの条件を選ぶのみでなく、素材の熔製より球状化焼鍊にいたるまでのすべての工程が良好に遂行されねばならず、ロール素材を焼入れる際の質量効果も考慮されねばならないので、全作業によく注意して最良の製造法を採用し、かつ常に均一な作業管理を行うことが必要であると思われる。

## V. 総括

1. 作業ロール鋼種に準ずる高炭素低Cr鋼の各種球状化焼鍊組織が、これに引続く焼入作業後の組織におよぼす影響を電子顕微鏡により検した。球状化が完全であれば地は緻密なマルテンサイトとなるが、球状化不完全のものから残留オーステナイトを生じ易い。 $A_3$ 点より $A_1$ 点までの間を充分に徐冷して球状化した試料は、焼入れにより緻密なマルテンサイト地に炭化物を均一に分布させることができる。焼鍊サイクルを反復することは有効である。

2. 同様な別の高炭素低Cr鋼を球状化焼鍊し、各種の温度および時間で加熱後、水焼入れして検鏡し、焼入条件の影響を検した。焼入温度が低いときは、炭素の拡

散が不充分なため、その温度におけるオーステナイトの炭素濃度は不均一で、焼入組織に残留オーステナイトを生ずる。また焼入温度が高きに失すれば、炭化物の固溶が進み、その温度におけるオーステナイトは均一であるがCとCrの濃度が高く、かつ結晶粒が大きくなり、変態しがたくなるため、残留オーステナイトを多く生ずる。最も適当な温度は $860^{\circ}\text{C}$ 近辺であると考えられ、この温度で均熱後焼入すれば、良好な組織をうることができる。各試料の硬度測定からも全く同様のことことが判明した。

以上の研究に関し、第1報に引き続き御援助を賜った関東特殊製鋼KKの標正、小林一喜両氏ならびに当社上司同僚各位に厚く御礼申上げる。(昭和31年6月寄稿)

## 文獻

- 1) 安藤、後閉、荒瀬: 鉄と鋼, 43 (1957) No. 2, p. 127
- 2) W. L. Grube & S. R. Rouze: A.S.T.M. Proceedings 52 (1952) p. 573
- 3) ASTM Committee E-4: A.S.T.M. Proceedings 52 (1952) p. 543
- 4) ASTM Committee E-4: A.S.T.M. Proceedings 53 (1953) p. 505
- 5) A. E. Austin: A.S.T.M. S.T.P. No. 155 (1954) p. 109
- 6) W. Tofaute, A. Sponheuer u. H. Bennek: Archiv f. d. Eisenhüttenwesen, 8 (1934/1935) p. 499