

混粒に関する研究(II)*

混粒の発生原因について(その1)

益子美明**

STUDIES ON DUPLEX-GRAIN STRUCTURES OF AUSTENITE (II)

Causes of formation of duplex-grain structures in steels (Part-1)

Yoshiaki Masuko

Synopsis:

By the systematic experiments and some theoretical considerations from the view point of grain-growth characteristics of austenite, causes of formation of duplex-grain structures in steels were made clear, and some suggestions were given in relation to the prevention of such structures.

Results of these investigations are summarized as follows:

(1) "Uniform duplex-grains" appear in the stage of abrupt coarsening of austenite resulting from the dissolution of grain-growth inhibitors into it.

(2) "Non-uniform duplex-grains" are due to the primary segregation of grain-growth inhibitors leading to the non-uniform distribution of initial austenite grains on heating through the critical point.

(3) Grain-growth inhibitors are predominantly AlN in Al-treated steels, and the relation between the amount of AlN and its degree of segregation determines whether these steels have "uniform duplex-grains" or "non-uniform duplex-grains".

(4) For the prevention of "duplex-grains", it is necessary to reduce the primary segregation as little as possible and to preserve the suitable amount of AlN in steels.

(5) In addition, it is indicated that "uniform duplex-grains" appear also in the stage of grain-growth after recrystallization of hot-worked steels and "non-uniform duplex-grains" appear also in hyper-eutectoid steels resulting from the primary segregation of carbides.

I. 緒言

前報¹⁾においては混粒をその粒度形態から“混在型の混粒”と“偏在型の混粒”とに分類して、それが鋼質に如何なる影響を有するかを系統的に検討した結果を報告し、両者共に鋼質に対して悪影響を有するが特に“偏在型の混粒”は鋼質をいちじるしく害することを明らかにした。いまこれらの粒度形態を概念的に示せば Fig. 1 の如くである。ただし同図の I-b に属するものは後述のごとく一般には鋳鋼のように一次組織の比較的明瞭なものにおいて見られるものである。また前報¹⁾における供試料の検鏡試験の結果から、混粒の鋼は整粒の鋼に比し結じて不均一な組織を呈することを指摘しており。したがつてこのことから鋼質の不均一性と混粒特に“偏在型の混粒”の間には密接な関係のあることが容易に推察される。

本報においては以上の結果から出發して、混粒が如何

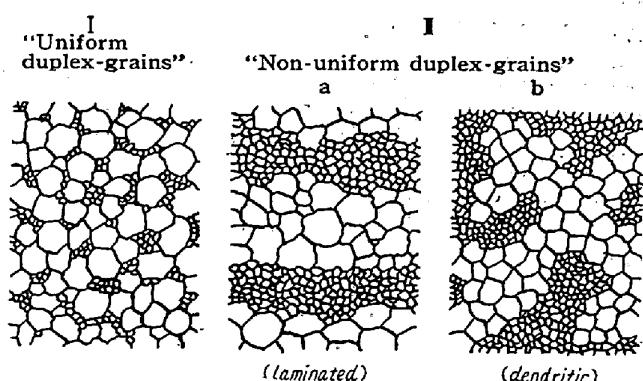


Fig. 1. Three patterns of duplex grain structures of austenite. (schematic)

なる原因に基いて発生し、如何なる過程を通じて形成されるかを実験的に検討し、かつ二、三の理論的考察を加えて混粒の発生機構を明らかにした結果を報告する。

* 昭和31年4月、本会講演大会にて発表

** 住友金属工業株式会社、製鋼所

II. 鋼質の一様性と混粒の関係に関する検討

1. 前報¹⁾の供試鋼 A, B 素材 (Ni-Cr-Mo 肌焼鋼)を使用し、これを $925^{\circ}\text{C} \times 1\text{h} \rightarrow$ 空冷後 $950^{\circ}\text{C} \times 6\text{h} \rightarrow$ 水冷の処理を施して完全に焼入硬化した試料をつくり、その硬度をライツ微小硬度計により無作為的に 100箇所宛測定し (測定面 3cm^2 , 荷重 100 g), その分散を調べた。その結果は Fig. 2 に示すとおりで、供試鋼 A

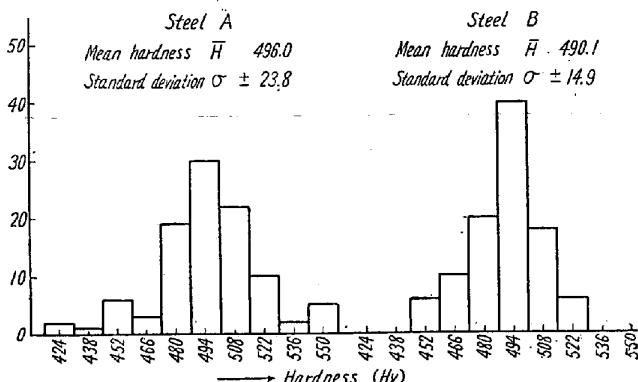


Fig. 2. Hardness distribution of Ni-Cr-Mo case-hardening steels in as-quenched state. ($950^{\circ}\text{C} \times 6\text{h} \rightarrow$ water-quench)

(“偏在型”の混粒鋼)は供試鋼 B (細粒鋼)に比して明らかに硬度の分散が大であり、焼入時のオーステナイト化状態においてより大なる不均一性の存在していたこ

とが推察される。一方同様に前報¹⁾の供試鋼 M2, M3 素材 (C 0.80% 炭素鋼)を使用し、これを $900^{\circ}\text{C} \times 1\text{h} \rightarrow$ 炉冷後 $925^{\circ}\text{C} \times 6\text{h} \rightarrow$ 水冷の処理を施して完全に焼入硬化した試料をつくり、前述と同様にして微小硬度の分散を調べた。その結果は供試鋼 M2 (細粒鋼)は平均硬度 $\bar{H} = 841.6$, 標準偏差 $\sigma = \pm 29.3$, 供試鋼 M3 (“混在型”の混粒鋼)は平均硬度 $\bar{H} = 840.0$, 標準偏差 $\sigma = \pm 31.5$ を有して両者にほとんど大差がない。したがつてこの場合には両供試鋼共焼入時のオーステナイト化状態においてその均一性に大差がなかつたものと推察される。

2. 前項 1. の供試鋼 A, B 素材を $925^{\circ}\text{C} \times 1\text{h} \rightarrow$ 空冷後、 $850^{\circ}\text{C} \times 1\text{h} \rightarrow$ 炉冷 ($700 \pm 50^{\circ}\text{C}$ の平均冷却速度は約 $3^{\circ}\text{C}/\text{mn}$)の処理を施してその顕微鏡組織を観察するに、Fig. 3 よりわかるごとく供試鋼 A は供試鋼 B に比してフェライトおよびパーライトの層状組織の発生が明瞭でかつ層間距離が大きく、全体として不均一な組織を呈しているのが注目される。

一方同様に前報の供試鋼 N1, N3 素材 (C 1.0% 炭素鋼)を使用し $900^{\circ}\text{C} \times 1\text{h} \rightarrow$ 炉冷後 $850^{\circ}\text{C} \times 1\text{h} \rightarrow$ 炉冷の処理を施してその顕微鏡組織を観察するに、両者間に過共析セメンタイトの分布に若干の差が認められ供試鋼 N1 (粗粒鋼)に比して供試鋼 N3 (“混在型”の混粒鋼)の方がやや不均一な分布を示すが、上述の供試鋼 A, B 間のごときいちじるしい差は認められない。

層状組織は明らかに冷却変態時の核作用物質の層状分布を物語るものであつて、一般にはこれが一次偏析に起因するものと考えられている^{2~4)}、したがつて上述のごとくこの層状組織が特に“偏在型の混粒鋼”においていちじるしいのは明らかにかかる鋼が大なる一次偏析を有することを物語つているものであつて、これが焼入硬度の分散の大なる原因であり、また前報¹⁾で述べた複峯型の粒度分布を示す原因であると考えられる。

3. 前述の供試鋼 A, B 素材を $925^{\circ}\text{C} \times 1\text{h} \rightarrow$ 空冷後、 $870^{\circ}\text{C} \times 1\text{h}$ より空冷または水冷してこれを $\text{Ac}_1 \sim \text{Ac}_3$ (Ac_1 は 724°C , Ac_3 は 810°C) の温度に鉛浴を使用して再加熱し、所定の温度に $0 \sim 1\text{h}$ 保持後水冷して加熱時におけるオーステナイト結晶粒の生成および成長状況を光学並に電子顕微鏡により観察した。代表的な試料の顕微鏡写真を Fig. 4 および Fig. 5 に示す。かかる処理においてはまず Ac_1 に達すればオーステナイトが生成し、これは温度および時間に応じて成長するが、これを水冷す

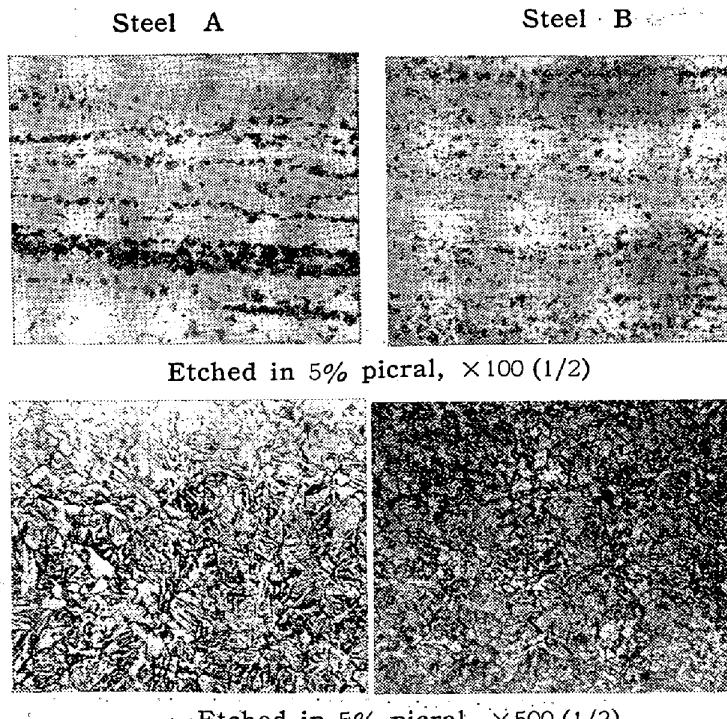


Fig. 3. Microstructures of Ni-Cr-Mo case-hardening steels in as-annealed state. ($850^{\circ}\text{C} \times 1\text{h} \rightarrow$ furnace cool.)

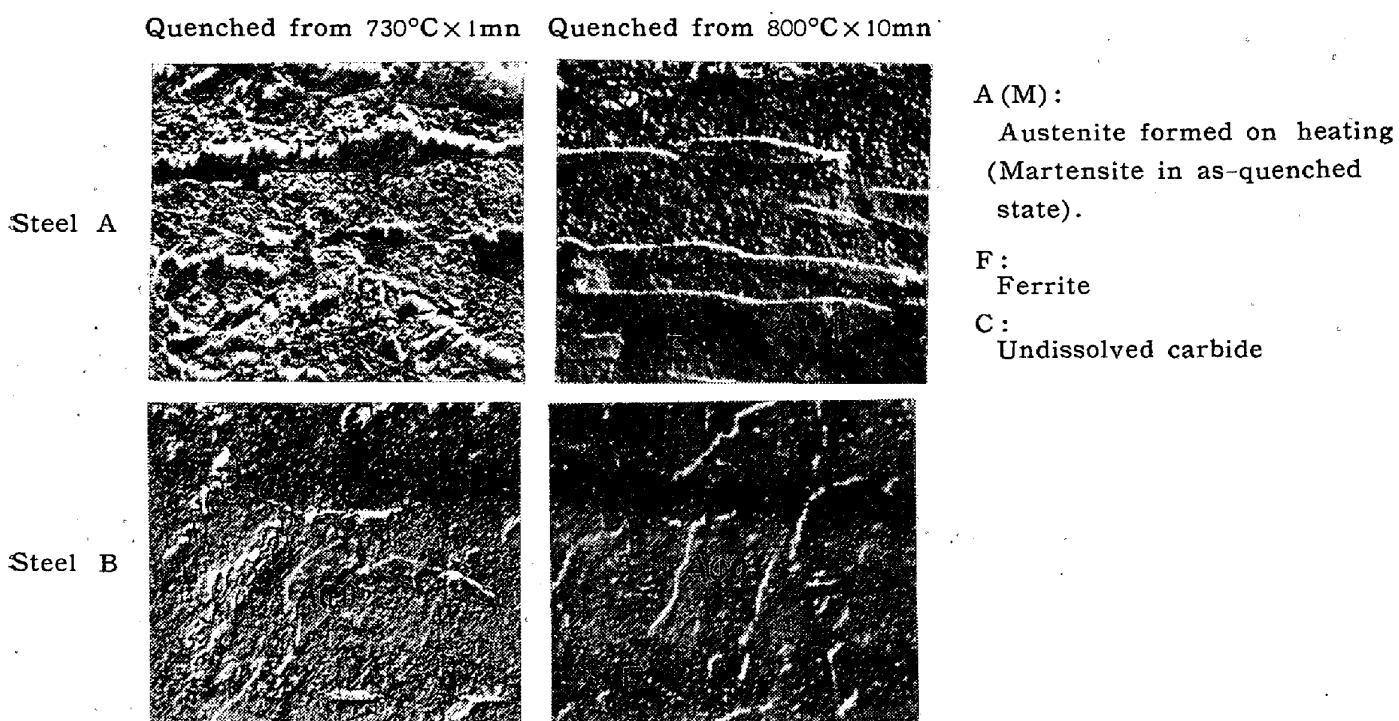


Fig. 4. Early stages in nucleation and growth of austenite in Ni-Cr-Mo case hardening steels on heating through the critical range.
(Etched in 5% picral with 1% zephiran chloride, formvar-Al replica→Cr shadow, $\times 5,000(1/2)$ —direct magnification $\times 2,000$, photographic enlargement $\times 2.5$)

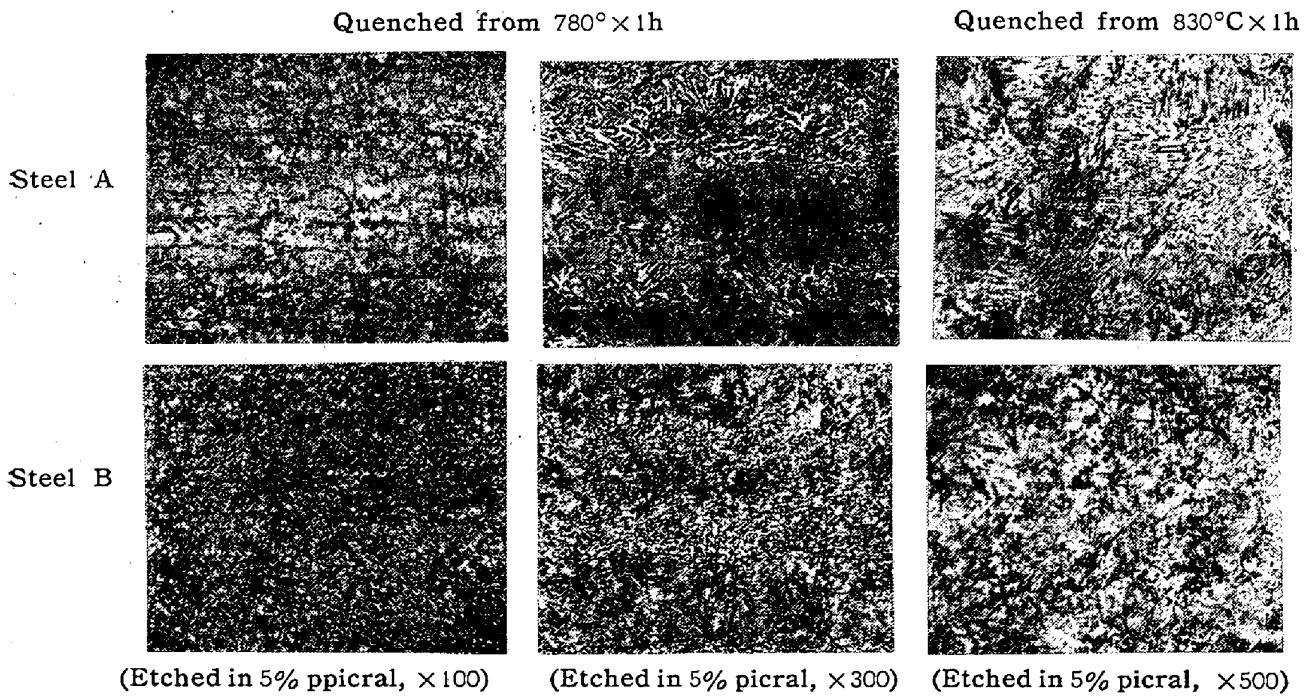


Fig. 5 Growth of austenite in Ni-Cr-Mo case-hardening steels on heating through the critical range.

ればマルテンサイトに変化し、焼入前にこのオーステナイトと共に存していたフェライトおよび未溶解炭化物はそのまま常温まで持ちきたらされるので、適当な腐蝕液を使用すれば三者のコントラストは明瞭になり、したがつ

て加熱時にオーステナイトが如何なる場所から生成し、如何に成長してゆくかがわかるわけである。本実験においては腐蝕液として 5% ピクラールに Zephiran chloride を 1% 添加したものを使用した。

本供試鋼の場合にはその等温変態曲線⁶⁾よりわかるごとく空冷においても充分ペイナイトノーズにかかるために、再加熱前の組織は水冷の場合のマルテンサイト組織の場合と同様に全体として針状組織を呈するゆえ再加熱時におけるオーステナイトの生成、成長の模様は両者ほとんど同一である。

供試鋼Aにおいては再加熱に際して A_{c1} 点に達してまず点々とオーステナイトが生成され、これは初めの組織の影響をうけてやや針状を呈するが全体としては層状に配列され、かつこのオーステナイトはその層状方向に優先的に成長し、その結果不均一な初期粒度形態を呈するに至る。これに対し供試鋼Bにおいては比較的均一な分散点においてオーステナイトが生成され、これはやがて粒状を呈しあつ等軸的に成長し、その結果全体としては均一な初期粒度形態を呈するに至る。

かかる現象は明らかに鋼中における結晶粒成長阻止物質の分散状態と密接な関連を有するものと考えられ、“偏在型の混粒鋼” A はこの成長阻止物質が層状を呈して不均一に分散しているものと判断される。

III. 結晶粒成長阻止物質の溶解と 混粒の関係

前述の供試鋼A, B素材を $925^{\circ}\text{C} \times 1\text{ h} \rightarrow$ 空冷後、 $850 \sim 1200^{\circ}\text{C}$ の各温度に 6 h 保持後冰水冷して、この状態における AlN の分析を行った。ただし分析は H. F.

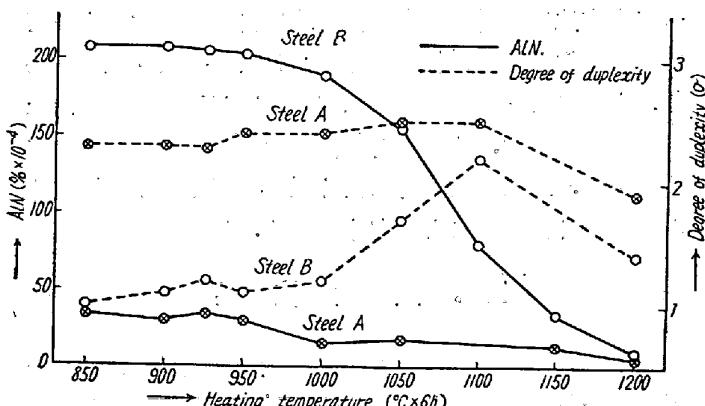


Fig. 6. Relation between the degree of duplexity and the dissolution of AlN in Ni-Cr-Mo case-hardening steels.

Beegly のエステル・ハロゲン法⁷⁾に準じて行つた。その結果は Fig. 6 に示すとおりであり、これには比較のため前報りの Fig. 1 より混粒度 σ を再録した。供試鋼 Bにおいては AlN の急減する 1050°C 前後において結晶粒の突然成長が起り、これにともなつて混粒度が増加し 1100°C で最大に達して“混在型の混粒”的形態を呈する。これに対して供試鋼 Aにおいては全体として AlN の量が少なくその推移は比較的明瞭でないが、加熱温度の上昇とともに減少し、減少の比較的大なる温度が 950°C 附近であることおよびこの附近より結晶粒が粗くなり混粒度も上昇する傾向にあることが注目される。

以上の結果より混粒の発生と AlN の溶解との間には極めて密接な関係のあることがわかる。すなわち AlN が存在することによって結晶粒の成長が抑制され、これが消失することによって急激に成長を開始し、この成長段階で“混在型の混粒”を発生するのである。“偏在型の混粒”については、前項Ⅱの検討結果を考え合わせると、この AlN が不均一な分布状態で存在するためにそれが多い部分と少ない部分ができる、それぞれの部分において矢張り上記同様な成長過程をとる結果全体としては不均一な粒度分布形態をとるものと考えられる。上記供試鋼 A の場合 AlN の全量は少ないが矢張り 950°C 前後で結晶粒が粗くなり、混粒度が上昇しているのはこのためであろう（続く）（昭和 32 年 10 月寄稿）

文 献

- 1) 益子美明: 鉄と鋼, 43 (1957) p. 1307
- 2) D. K. Bullens: "Steel and Its Heat Treatment", (1938) vol. 1, p. 113.
- 3) 古沢、児島: 日本国金属学会誌, 18 (1954) 599
- 4) “軸受用鋼の最近の諸問題”, NSK Bearing Journal, No. 606, July, 1956, p. 33
- 5) A. E. Nehrenberg: Journal of Metals, Jan., (1950); Transactions AIME, vol. 188, p. 162
- 6) "Atlas of Isothermal Transformation Diagrams", USS, p. 104
- 7) H. E. Beegly: Analytical Chemistry, 24 (1952) 1713