

オーステナイト化過程における組織変化の観察*

本 間 亮 介**

Observations of Structural Change During Austenitizing

Ryosuke HONMA

Synopsis:

Structural changes during austenitizing of a Ni-Cr-Mo-V steel, which has martensitic structure initially, were observed.

Austenite nucleated at A_{C1} temperature grows with orientation, therefore, shape of residual ferrite becomes acicular. The final structure includes acicular pattern derived from acicular shaped residual ferrite in austenitic matrix. This is the structure that have previously been named "DEC". Variations of heat-treating condition induce the changes of distribution of acicular pattern.

Equiaxed grains formed in DEC, which have been named "LEC", increase with increasing austenitizing temperature, and the increasing rate is smaller in the early stage of its formation and larger in the later stage. Variations of heat-treating condition induce the changes of increasing rate of LEC in the later stage of its formation.

It was shown that, in the case when coarser austenitic grain is formed, relatively rougher distribution of acicular pattern in DEC, larger increasing rate of LEC in later stage of its formation, and larger LEC size are obtained.

It was suggested that examinations on fine austenitic grains which constitute the DEC is important for the explanation of these phenomena.

(Received Jan. 9, 1968)

1. 緒 言

前報^{1)~3)}までにおいて、Ni-Cr-Mo-V 鋼を中心に、オーステナイト結晶粒（以後単に結晶粒と記す）の挙動におよぼす熱処理条件、化学成分の影響などについてのべてきたが、これら一連の報告において、とくに注目すべきもののひとつとして、オーステナイト化過程において観察される“LEC”および“DEC”と呼称した組織の存在が挙げられた。

オーステナイト化加熱の途中、いろいろな温度から水冷した試料を適当な試薬で腐食すると、オーステナイト化開始後間もなく組織は微細な針状を呈する（この場合原組織はマルテンサイトあるいはベイナイトである）。この間もとのオーステナイト結晶粒界はほぼそのまま存続するが、温度が上昇すると、もとの結晶粒内に新たに比較的腐食されにくい結晶粒が現われる。この新たな結晶粒を“LEC”，残りの部分を“DEC”と呼称したのである。LEC は温度の上昇とともにその量を増し，ついには 100% に達するが，そのときの温度は多くの場合， A_{C2} 点より高温である。つまり，熱膨張測定結果からは

オーステナイト化が完了したとみられる状態でも，LEC，DEC なる 2 様の組織が存在するのである。光学顕微鏡的には，熱処理条件の変化は，LEC のサイズの変化をもたらし，これが最終的には結晶粒の変化をもたらすことが観察されている。

結晶粒度におよぼす前処理の影響については，従来から多くの研究が行なわれているが，たとえば今井氏⁴⁾の紹介によるものからも知られるように，それらの多くはいわゆる結晶粒粗大化温度の移動に関するものである。しかし上述の LEC の挙動に関連する結晶粒度の変化は，粗大化温度の高低ではなく，初期の結晶粒度の大小に関するものである。LEC の存在は必ずしも Ni-Cr-Mo-V 鋼のみの特性ではなく，また，条件によつては，比較的低いオーステナイト化温度でもきわめて粗大な結晶粒をもたらすことがあり，このような現象の追求は実際的な重要性をもつものと考えられる。

* 昭和42年10月本会講演大会にて発表
昭和43年1月9日受付

** (株)日本製鋼所室蘭製作所研究所

Table 1. Chemical composition of test material (wt %)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	V
0.22	0.25	0.36	0.008	0.008	3.46	1.76	0.41	0.12

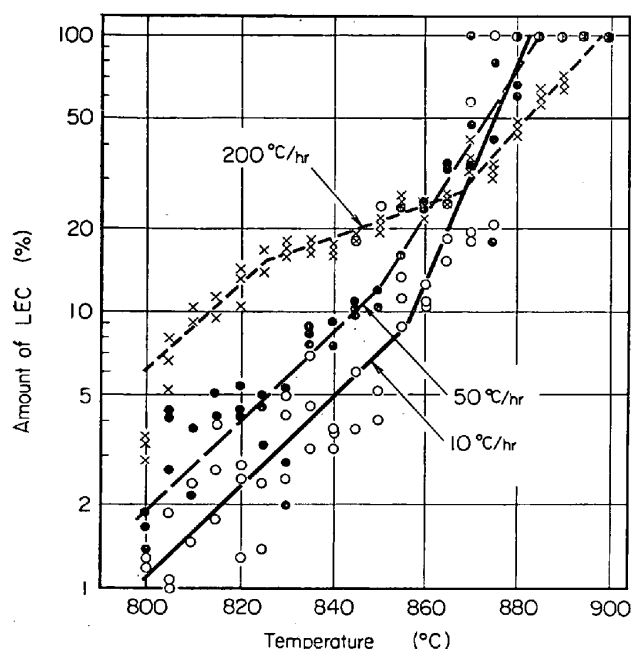


Fig. 1. Increase of the amount of LEC with temperature (The effect of heating rate).

本報告では、このような現象を説明するための手がかりを得るべく行なった、温度上昇に伴う LEC の増加状況の観察、ならびに LEC の母体となる DEC の形成過程を中心としたオーステナイト化過程における組織変化の電子顕微鏡的な観察結果についてのべる。

2. 試験方法

Table 1 に供試材の化学成分を示す。本研究においてしばしば用いられてきたもので、95 t 鋼塊を 200 mm 平方の角棒に鍛造し、焼鈍したものである。

熱処理は約 15 mm 立方の小試験片に切り出したものについて実施した。熱処理は通常の方法ととくに変わるころはなく、小型電気炉を用い、大気中で行なった。

結晶粒界現出、ならびに顕微鏡組織観察のための腐食には、前報までと同様、ピクリン酸飽和水溶液に表面活性剤を添加した試薬を用いた。

LEC の定量はポイント・カウンティング法、また電子顕微鏡観察はフィルミー法によった。

3. 試験結果

3.1 温度上昇に伴う LEC の生成状況

前報²⁾において、結晶粒度におよぼす熱処理条件の影響についてのべたが、顕著な要因のひとつとして加熱速度が挙げられた。そこで、いろいろな加熱速度の場合について LEC の生成状況を観察した。

試験材をあらかじめ 1100°C から水冷し、これを 200, 50 および 10°C/hr の加熱速度で再 オーステナイト化し、途中いろいろな温度から水冷したものについて、LEC 量の測定を行なった。結果を Fig. 1 に示す。

一般的傾向としては、LEC は温度の上昇に伴って、はじめは徐々に増加し、ある温度に達したのち急激に増加する (200°C/hr の場合にのみ途中やや停滞する段階がある)。

LEC が徐々に増加する段階では、その量は同一温度に対しては加熱速度の大きいものほど多いが、温度変化に伴う LEC の増加率については、加熱速度の影響は大きくない。

加熱速度の影響が顕著に現われるのは LEC 生成の後期である。Fig. 1 における LEC 生成後期の直線を次式

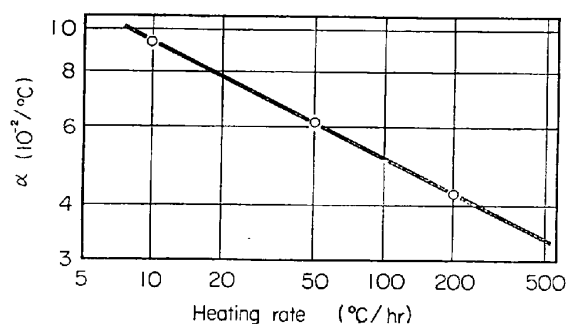
$$\text{LEC}(\%) = C \cdot \exp(\alpha T) \quad \dots\dots\dots (1)$$

C = 定数

水冷温度 (°C)

で表わし、直線の勾配 α と加熱速度との関係をみると Fig. 2 のようになる。すなわち、加熱速度の小さいものほど温度上昇に対する LEC の増加率が大きいことが知られる。

Photo. 1 は LEC 生成後期の 870°C から水冷したときの組織である。LEC (白い部分) と DEC が明りように識別され、加熱速度が小さいものほど LEC サイズが大きいことがわかる。900°C における結晶粒度もこれに伴

Fig. 2. Effect of heating rate on the increasing rate of LEC, α .

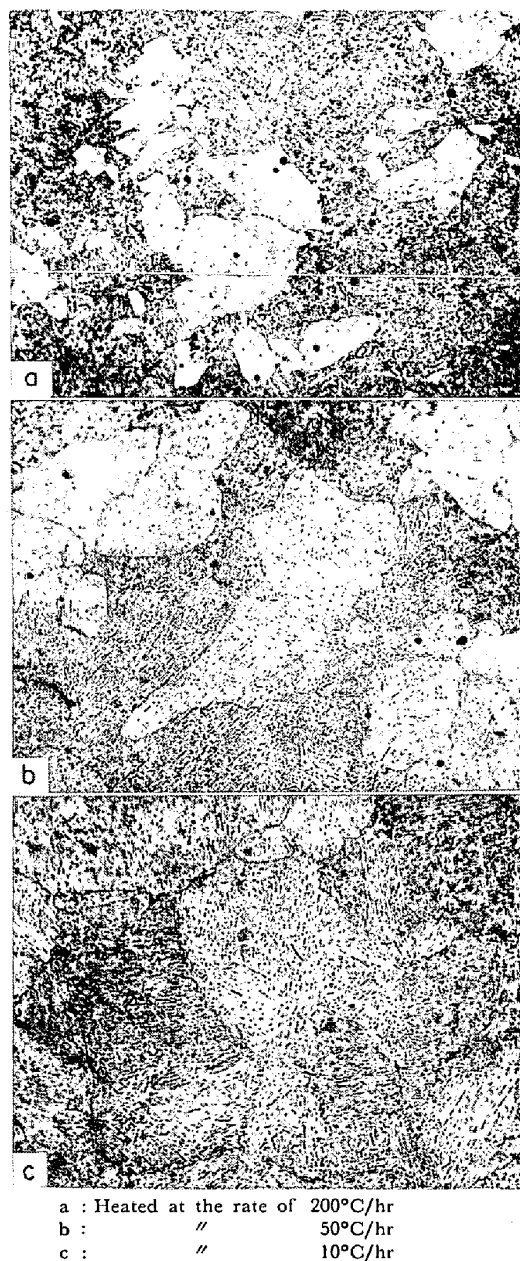


Photo. 1. Microstructure of specimens quenched from 870°C. $\times 100$ (5/6)

つて変わることは前報までにのべたとおりである。

3.2 オーステナイト化過程における組織変化

3.2.1 加熱速度の影響

前節において、LEC の生成状況が加熱速度によつて変わることが知られたが、さかのぼつて、LEC の母体となる DEC の形成過程が加熱速度によつてどのように変わるかを電子顕微鏡的に観察した。

試験片としては、前述のものと同様、1100°C から水冷したのち再オーステナイト化し、途中いろいろな温度から水冷したものを用いた。

Photo. 2 に代表例として 200°C/hr で加熱したときの組織変化を示す。新たに発生したオーステナイトはご

く初期においてすでに方向性を有している。温度の上昇に伴つてこのオーステナイトは方向性をもつて成長するが、そのため残るフェライトの形状も方向性をもつようになり、ついにはオーステナイト（もちろん顕微鏡下ではマルテンサイトである）の地中に針状のフェライトが分布した状態となる。温度がさらに上昇するとこの針状パターンは次第に薄くなり、850°C 付近ではほとんど痕跡程度となる。この針状パターンは初期にはフェライトであつた部分であるが、この材料の A_{c3} 点が 790°C 付近であるところから、Photo. 2 において、すくなくとも 825°C 以上の温度ではそれ自体もオーステナイトであらうと思われる。

光学顕微鏡的に DEC を特徴づけるものは、微細な針状パターンであるが、以上の観察結果から、この針状パターンは初期におけるオーステナイトの成長の方向性に起因するものであることが知られた。

Photo. 3 は同様の組織観察を 50°C/hr の加熱速度でオーステナイト化した場合について行なつた結果である。傾向としては Photo. 2 に示した 200°C/hr の場合と同じであるが、方向性をもつて成長する新たなオーステナイトの幅がより大きく、そのため針状パターンがより荒い分布を示す結果となつている。

3.2.2 前焼鈍の影響

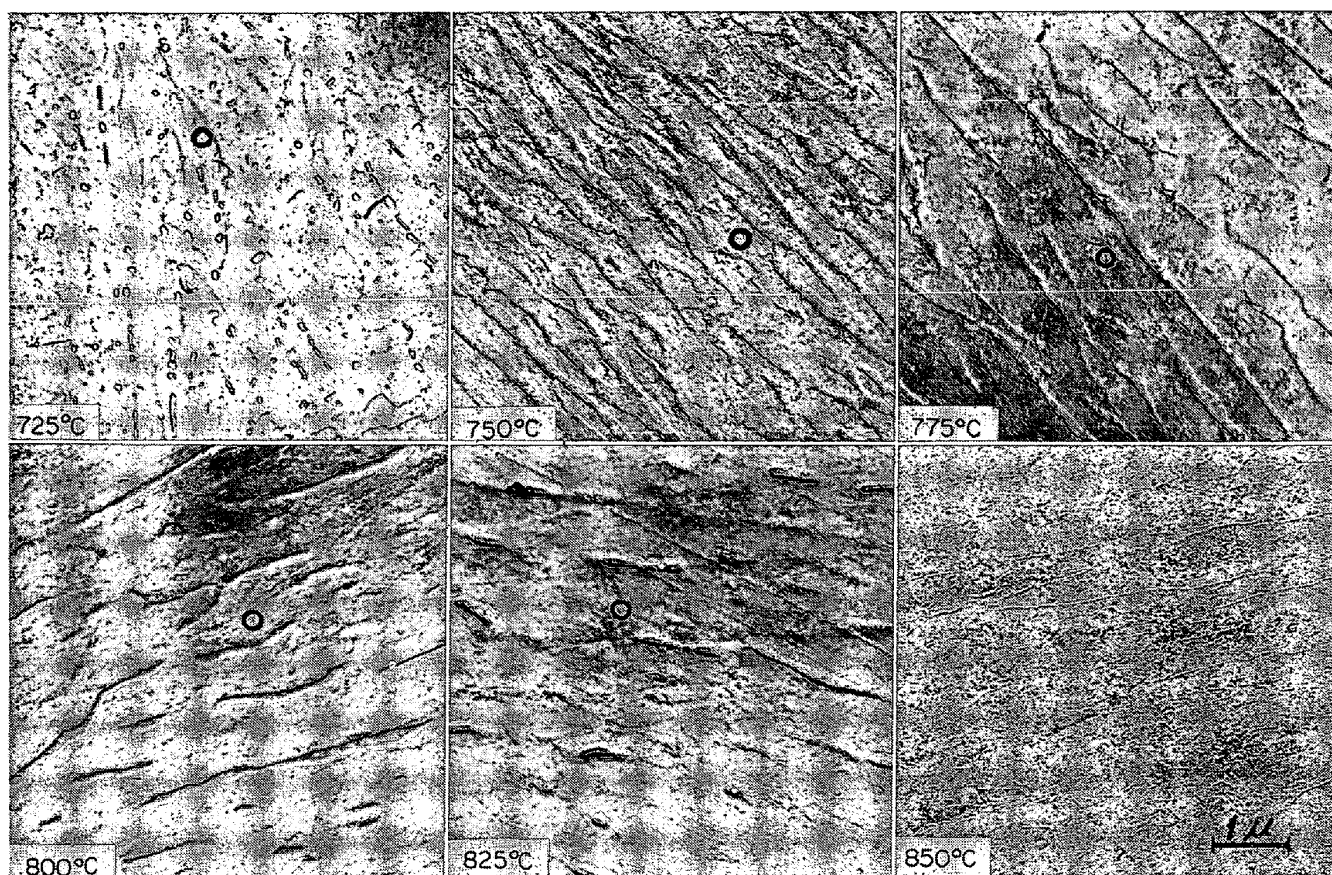
結晶粒度に顕著な変化をもたらす熱処理条件として、前述の加熱速度のほかに前焼鈍温度がある²⁾。すなわち、あらかじめ 1100°C から水冷した試験片を、いろいろな温度で焼鈍したのち、同一条件で再オーステナイトしたところ、焼鈍温度が 650°C と 700°C の間で再オーステナイト化後の結晶粒度に明らかな差を生じ、700°C 以上で焼鈍した場合により微細な結晶粒が得られている。

そこで、このような前焼鈍が DEC の形成過程にどのような影響をおよぼすかを知るため、試験片をまず 1100°C から水冷し、ついで 650°C・3hr→水冷、750°C・3hr→水冷なる 2 様の前焼鈍を施したのち、50°C/hr で再オーステナイト化し、途中のいろいろな温度から水冷して組織観察を行なつた。Photo. 4 にその結果を示す。

針状パターンは、650°C 前焼鈍のほうがより荒い分布を呈している。すなわち、前述の加熱速度の影響と同様に、DEC における針状パターンは、より大きな結晶粒をもたらす場合により荒い分布を呈することが知られる。

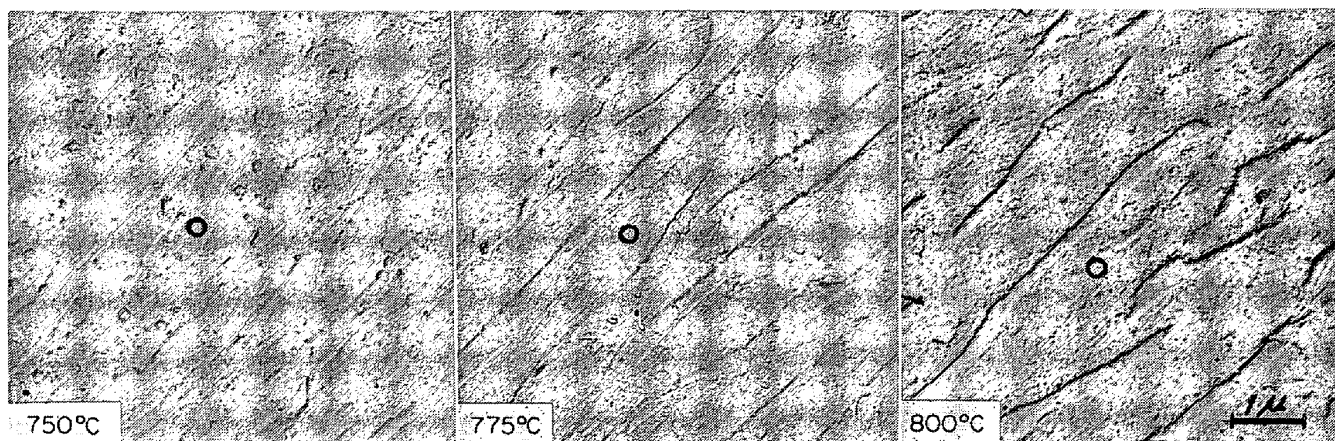
4. 考 察

オーステナイト化の過程において LEC と呼称した組織が存在し、熱処理条件によつてそのサイズが変わり、



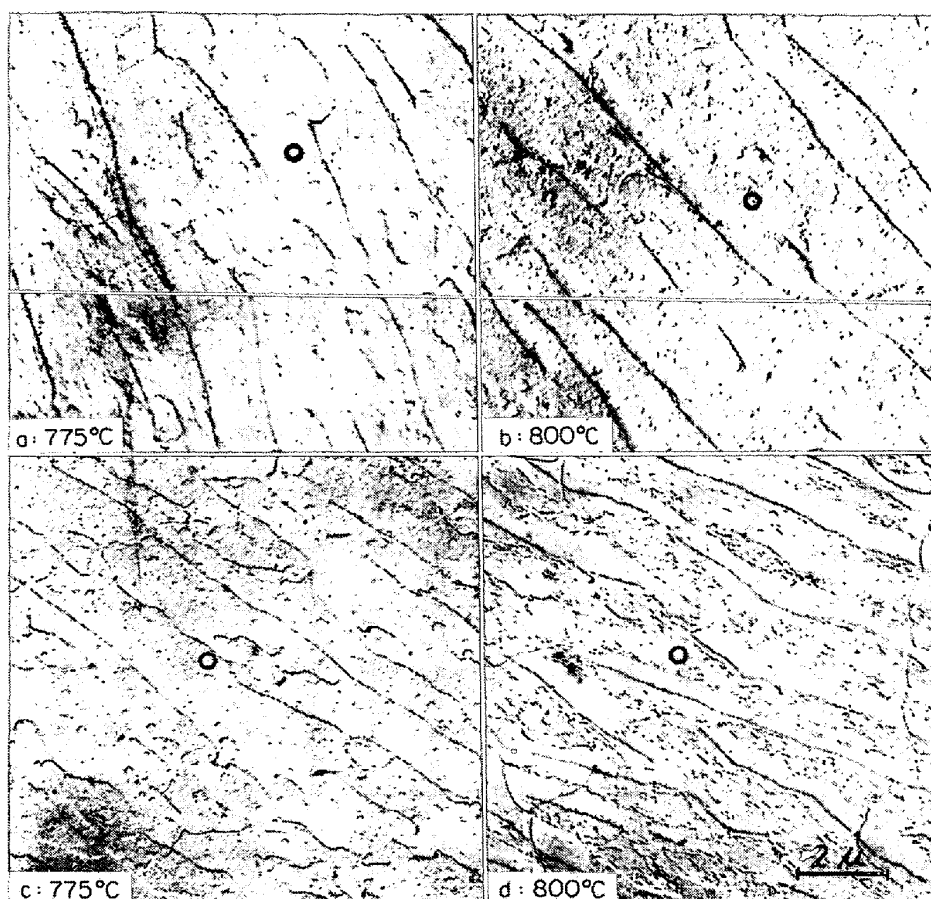
Circle mark shows area of new austenite.

Photo. 2. Microstructure of specimens quenched from the temperatures indicated
(Heated at the rate of 200°C/hr).



Circle mark shows area of new austenite.

Photo. 3. Microstructure of specimens quenched from the temperatures indicated.
(Heated at the rate of 50°C/hr).



a and b : Pre-treated at 650°C
d and c : " 750°C
Circle mark shows area of new austenite.

Photo. 4. Effect of pre-treating temperature on structural changes during austenitizing (Heated at the rate of 50°C/hr, and quenched from the temperatures indicated).

これが結晶粒度の変化に直接的に関連することをこれまでの報告で明らかにしたが、以上にのべた結果から、熱処理条件によつて LEC の生成状況ならびに DEC の形成過程にも変化がおり、LEC サイズ（したがって結晶粒のサイズ）が大きくなる場合には、LEC 生成の後期において、温度上昇に伴う LEC 量の増加率がより大きく、さかのぼつて DEC における針状パターンの分布がより荒くなることが知られた。

DEC における針状パターンの分布状況の変化は、Photo. 2 と 3 との比較から知られるように、オーステナイト化の初期において、未変態フェライトを侵食しつつ方向性をもつて成長する新たに発生したオーステナイトのサイズの大小に起因している。これらのオーステナイトがさらに成長してしだいにその幅を増し、ついに互いに隣接したもの同士が接触した場合、その境界部が粒界（あるいは亜粒界）を形成するか否かは、これまでの観察では明らかでないが、もし接触した時点で境界部がそのまま粒界を形成するものとすれば、DEC 内における

針状パターンの分布状況は、針状オーステナイト粒のサイズの問題に置きかえて考えることもできる。

BAEYERTZ⁵⁾あるいは NEHRENBERG⁶⁾はマルテンサイトあるいはベイナイトのような針状の原組織を有する鋼のオーステナイト化においては、新たに発生したオーステナイトは、まず原組織の形状を引き継いだ針状のオーステナイト粒を形成することをのべている。この場合、針状オーステナイトがそれぞれ単結晶で、内部に粒界をもたないとすれば、針状オーステナイトのサイズは、原組織の針状粒のサイズで決まり、熱処理条件によつては変わらないことになるが、このような点についての厳密な検討は行なわれていない。

上述のような針状オーステナイトから通常観察される粒状オーステナイト結晶粒へ移行する機構については、KULA と COHEN⁷⁾、あるいは WEBSTER と ALLEN⁸⁾らの提唱する説がある。すなわち、温度が上昇すると針状オーステナイト

のいくつかは他に優先して成長を開始し、隣接粒を消費しつつすみやかに成長を遂げる。この場合、得られる結晶粒のサイズは、優先的に成長しうる針状粒の数によつて決まる。

この説を提唱する過程においては成長途上にある粒状結晶粒の明りような観察結果は示されていないが、この説にしたがえば、本研究における LEC がこれに相当するものとみられ、Fig. 1 および Photo. 1 に示した結果から、結晶粒の粗大となる場合には、比較的少数の針状粒が急速に成長するとの考え方に対しても問題はなさそうである。

針状オーステナイト粒の成長性の支配因子としては、KULA と COHEN⁷⁾、WEBSTER と ALLEN⁸⁾ともに炭化物の粒界移動阻止作用を挙げている。しかし、いわゆる表面張力説によれば⁹⁾、粒成長のための駆動力は結晶粒のサイズの関数と考えることができる。したがって、この場合、炭化物の作用はあるとしても、そのほかにすくなくとも針状オーステナイト粒のサイズについても考慮

さるべきものと思われる。

前述のように、熱処理条件に伴う DEC 内の針状パターンの分布状況の変化が、本質的に方向性をもつて成長したオーステナイト粒のサイズの変化に置きかえられるものであるとすれば、その小結晶粒の成長性に関する検討を介して、DEC の形成過程におよぼす熱処理条件の影響と、LEC の生成状況におよぼすそれとの関連性についての説明の可能性があるように思われる。

5. 結 言

Ni-Cr-Mo-V 鋼を用いて、オーステナイト化過程における LEC の生成状況の観察、ならびに LEC の母体となる DEC の形成過程についての電子顕微鏡的な組織観察を行なった。結果を要約するとつぎのとおりである。

(1) 温度上昇に伴う LEC 量の増加は初期においては徐々に、後期においては急激におこる。加熱速度によつて、後期における LEC 量の増加状況が変わる。

(2) オーステナイト化の初期においては、新たに発生したオーステナイトは方向性をもつて成長し、そのため未変態フェライトも方向性をもち、ついにはオーステナイトの地中に針状のパターンが分布した状態となる。これが DEC と称した状態で、加熱速度あるいは前焼鈍によつて、DEC における未変態フェライトに起因する

針状パターンの分布状況が変わる。

(3) これらのことから、結晶粒が粗大となる場合には、LEC生成の後期における温度上昇に対する LEC 量の増加率がより大きく、さらにさかのぼつて DEC における針状パターンの分布がよりあらかんという一連の関係が示された。

(4) このような関係の本質的な説明には、DEC を構成しているとみられる方向性をもつた小オーステナイト粒のサイズについての検討が重要となることが示唆された。

文 献

- 1) 本間: 鉄と鋼, 51 (1965) 11, p. 2181
- 2) 本間: 鉄と鋼, 51 (1965) 11, p. 2183
- 3) 本間, 鈴木: 鉄と鋼, 53 (1967) 7, p. 195
- 4) 今井, 佐々木, 香川: 鉄と鋼, 48 (1962) 12, p. 1592
- 5) M. BAEYERTZ: Trans. Amer. Soc. Metals, 30 (1942), p. 458
- 6) A. E. NEHRENBURG: Trans. AIME, 188 (1950), p. 162
- 7) E. KULA and M. COHEN: Trans. Amer. Soc. Metals, 46 (1954), p. 727
- 8) D. WEBSTER and G. B. ALLEN: J. Iron Steel Inst., 200 (1962) 2, p. 520
- 9) J. E. BURKE and D. TURNBULL: Progress in Metal Physics, 3 (1952), p. 220