UDC 669. 14. 018. 298 : 548. 5

中炭素 Ni-Cr-Mo-V 鋼のオーステナイト結晶 粒生成に及ぼす前熱処理の影響

伊 藤 一 夫*, 常 陸 美 朝*

Effect of Prior Heat Treatment on Austenite Grain Growth of a Medium Carbon Ni-Cr-Mo-V Steel

Kazuo Itô and Yoshitomo Hitachi

Synopsis

Effect of prior heat treatment on the nucleation and growth characteristics of austenite grain during subsequent austenitization of a medium carbon Ni-Cr-Mo-V steel was studied and following results were obtained ;

(1) After quench-tempering or normalize-tempering, growth characteristics of austenite grain during re-austenitization are controlled by prior austenite grains. That is, coarse austenite grains are formed from coarse prior austenite grains.

(2) In case of isothermal annealing as prior heat-treatment, the nucleation and growth characteristics during re-austenitization are not affected by prior austenite grain, and fine austenite grains can be obtained after re-austenitization from coarse prior austenite grains.

1. 緒 言

鋼はその製造過程において、オーステナイト結晶粒（以後単に γ 粒と記す）が一時的に粗大化する。その粗大化した γ 粒は、その後の熱間・冷間加工、前熱処理によって微細化される。焼入性の良い鋼を徐加熱した時、粗大な旧 γ 粒に起因すると思われる粗い組織があらわれることもしばしば経験する。 γ 粒の大きさは鋼材の機械的性質を左右する重要因子であるため、それに関する研究は古くから行われている。 γ 粒の核生成とその成長、前熱処理・前加工・成分・加熱速度等の影響に関する文献^{1)~10)}は多いが、大型鋼材、すなわち、徐加熱した場合に生成しやすい粗大 γ 粒を扱った研究は、Kula と Cohen⁸⁾、Webster と Allen

⁴⁾、本間⁷⁾、⁹⁾らがやっているだけで少ない。Kula と Cohen は高速度鋼をくり返し焼入れした時の γ 粒の挙動について調べ、一度、粗大化した鋼を再び焼入れすると、新たに生成する γ 粒の大きさは旧 γ 粒度に規定されたものとなって、微細化されず、くり返し焼入作業に先だって焼なましを行えば多少微細化されるとしている。Webster と Allen は針状組織を有する 0.2~0.4C-Ni-Cr-Mo-V 鋼を徐加熱すると粗大な γ 粒となり、急速加熱を行うと微細な γ 粒が得られ、その原因として炭化物の粒界移動阻止作用をあげている。本間は 0.2C-Ni-Cr-Mo-V 鋼について、粗大 γ 粒の生成過程を化学成分（Ni の影響）、加熱速度、前熱処理（焼もどし）の観点から調査しているが、この種の鋼を徐加熱した場合、粗大 γ 粒の生成は避けられないものとし、前熱処理として変態点以上の高温焼もどしを行うと多少微細化されるとしている。

これらの文献から判断すると、粗大 γ 粒を有する鋼

昭和50年10月8日 受付

*大同製鋼株式会社研究開発本部中央研究所 渋谷研究室

を前熱処理によって大幅に微細化することはできないように思える。新たに発生した γ 粒の成長挙動は前組織によって異なる^{4), 9)}ことから、筆者らは、粗大な γ 粒を有する鋼に適当前熱処理を施し、その組織を調節すれば、徐加熱を行っても粗大な旧 γ 粒の影響をまったく受けない、微細な γ 粒が得られるだろうと考えた。本研究は、このような観点に立って、徐加熱した時の γ 粒の生成に及ぼす前熱処理の影響を粗大旧 γ 粒に関連させて、中炭素 Ni-Cr-Mo-V 鋼について現象的に調べたものであり、以下にその結果を報告する。

2. 実験方法

2.1 供試材

供試材は、電気炉で溶製・18トン塊に造塊後、550×650mm 角に鍛伸した大型材の中心部から採取し、16mm径×20mm長さの丸棒に荒削りをして試験に供した。その化学成分を Table 1 に示す。 $\alpha \rightarrow \gamma$ の変態点は、自動記録熱膨張計 (Formaster-F) で、加熱速度 220°C/hr で測定したところ、 Ac_1 が 700°C、 Ac_8 が 760°C であった。

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

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	V	Sol. Al	Insol. Al
0.50	0.26	1.01	0.017	0.018	0.07	2.18	1.12	0.51	0.14	0.003	0.001

2.2 熱処理方法

熱処理方法を Fig. 1 に示す。まず、塩浴炉にて、1200°C×30min で粗大 γ 粒 (以後単に粗大旧 γ 粒と記す) を生ぜしめたのち、前熱処理として、(1)焼もどし、(2)焼ならし・焼もどし、(3)恒温焼なましを行い、その後、それらを再オーステナイト化 (以後単に再 γ 化と記す) し、その時の γ 粒を観察した。変態領域での加熱速度は、 γ 粒の生成挙動を左右するものなので、^{4), 9) ~ 9)} 焼もどし処理以外はすべて制御加熱を行い、600°Cから所定のオーステナイト化温度までは100°C/hr で加熱した。

2.3 組織および γ 粒の観察とその測定

組織および γ 粒の観察は鍛伸方向に沿った面で行った。 γ 粒は焼入後低温焼もどしを行い、内部応力を軽減してやると鮮明に現れるので、再 γ 化後 300°C×2 hr で仮焼もどしをし、水 (100cc) + ピクリン酸 (2g) + 表面活性剤—ラウリルベンゼルスルホン酸ナトリウム—(3g)の混合溶液で γ 粒を現出した。組織は1~2%のナイタールで現出した。 γ 粒度は JIS 切断法¹¹⁾により、X, Y 方向それぞれ 200 粒界を切断する距離をマイクロメーター付顕微鏡で測定して求めた。恒温焼なまし材のパーライト領域および

Fig. 1. Heat treating diagram.

その後の再 γ 化時の細い γ 粒領域の面積率は60倍の写真上で点算法により求めた。測定面積は 24.6mm^2 である。この測定面積は予備実験により、面積率がほぼ一定値に達する測定面積を求め、これから設定したものであるが、この点については後述する。

3. 実験結果および考察

Photo. 1 に粗大旧 γ 粒を示す。その粒度番号は0.5であった。

3. 1 前熱処理の影響 (1) 焼もどし

Photo. 2 に γ 粒粗大化処理後の焼もどし組織と、それに対応した再 γ 化時の γ 粒の代表例を示す。焼もどし組織はいずれも粗大旧 γ 粒を貫粒するような形

Photo. 1. Austenite grains after coarsening.

Photo. 2. Microstructure after tempering and austenite grains after re-austenitizing.

で針状組織が走っており、 Ac_1 点近傍の 700°C で焼もどしを行ってもその組織は 400°C 焼もどしに比べると柔らかくなるが消失しない。この傾向は Ac_8 点を完全に通過して 850°C で加熱してもみられる。

再 γ 化時の γ 粒には、**Photo. 2-(d)**に示されているように、A、Bの2種類がみられる。Aの γ 粒（以後単に γ 粒-Aと記す）は、その粒内が白っぽく、粒界は曲線的であるのに対し、Bの γ 粒（以後単に γ 粒-Bと記す）は、粒内に黒い小さな点が針状組織に

沿って無数にあり、その粒界は直線的で、粗大旧 γ 粒を引きついだような形態をしている。本間⁸⁾は、徐加熱した時にあらわれる粗大 γ 粒の研究において、腐食されにくい粒状 γ と比較的腐食されやすい針状 γ 粒を観察し、変態初期にはまず後者が前組織に規制されて発生し、その後、それを母体として前者が生成するとしているが、本実験で観察された γ 粒-Aは、後述するようにその生成挙動が異なるが、粒状 γ 粒に相当するだろう。 γ 粒-Bが本間のいう微細な針状 γ 粒の

集合体とするには検討を要する。本間⁸⁾は針状 γ 粒の粒界を示している⁸⁾が、 γ 粒-Bの粒内には、腐食条件を変え、600倍の光学顕微鏡で観察を行っても、そのような粒界はあらわれなかった。よって、 γ 粒-Bは微細な針状 γ 粒の集合体とするよりも、単一の結晶粒とする方がより妥当と考えられる。つぎにその生成過程を考える。焼もどしマルテンサイトは高密度の転位を含んだラス状のフェライトと微細な炭化物の集合体から構成されており、隣接するマルテンサイトラスは基本的には同じ方位をもち、小傾角な粒界で分割されている¹²⁾。ラス内の微細な炭化物は加熱途中に凝集する。そして変態初期において、新しい γ 粒は旧 γ 粒界⁵⁾、¹³⁾、ラス境界⁹⁾、炭化物-フェライト境界⁵⁾で核生成し、ラス境界、ラス内の炭化物-フェライト境界で核生成した γ 粒はラス内でその結晶学的方位とある関係を保ちつつ成長するであろう¹⁴⁾。このようにして成長した微細な針状 γ 粒は小傾角粒界で隣接 γ 粒を接しているため、その後、合体¹⁵⁾、粒界移動¹⁶⁾~¹⁸⁾あるいはそれらが協同的に起こること¹⁹⁾により、再配列をくり返し、最終的に粗大な旧 γ 粒は、このように針状組織にならって成長してきた新しい γ 粒で再び占められるようになる。これが本実験で観察された

γ 粒-Bであるとする、現象が説明できる。 γ 粒-Aは旧 γ 粒界あるいは前述した針状 γ 粒の成長過程で生成した大傾角粒界を有する新しい γ 粒が、 γ 粒-Bが生成したのち、それを粒界移動によって侵食しながら成長したものと考えられる。

γ 粒-Bの観察頻度は焼もどし温度が 600°C 以下では比較的少なく、 $20\sim 40\%$ であったが、 $650\sim 750^{\circ}\text{C}$ になると多くなり、約 70% にも達する。さらに温度をあげ、完全に Ac_3 をこすとその頻度は急激に減少して 900°C になるとほとんど γ 粒-Aで占められるように

Fig. 2. Actual austenite grain size number after tempering and re-austenitizing.

Photo. 3. Microstructure after normalized-tempering and austenite grains after re-austenitizing.

なる。

Fig. 2 に、焼もどし温度を変化させた時の再 γ 化時の γ 粒度の推移を示す。 γ 粒-Aの粒界が非常に曲線的であるため、 γ 粒度の測定精度は低く、データはかなりばらついているが、測定精度を勘案すれば、前熱処理として焼もどしを行っても γ 粒は、粗大旧 γ 粒に比べれば小さくなっているが、依然として粗く、その大きさの焼もどし温度依存性はほとんどないといえる。

3. 2 前熱処理の影響(2)―焼ならし・焼もどし―

Photo. 3 に γ 粒粗大化処理後の焼ならし・焼もどし組織とそれに対応した再 γ 化時の γ 粒の代表例を示す。組織は焼もどし材に比べて、針状組織が貫粒している単位結晶粒が小さく、その境界が曲線的である他はほぼ同じ傾向を示している。これは先にのべたように、焼ならし時の γ 粒は、 γ 粒-Aが支配的となり、その結果粗大旧 γ 粒に比べて小さく、その粒界が曲線的になる。再 γ 化時の γ 粒を **Photo. 3-(c)**, **(d)** に示す。 γ 粒-Aが大部分を占め、 γ 粒-Bは少ない。

Fig. 3 に、焼ならし温度とその後の焼もどし温度を変化させた時の再 γ 化時の γ 粒度の推移を示す。

Fig. 3. Actual austenite grain size number after normalized-tempering and re-austenitizing.

データは焼もどしの場合と同様ばらついているが、同じ理由で、 γ 粒度は、焼ならし・焼もどしの温度にほとんど依存しないといえる。また、 γ 粒は、焼もどしの場合と同様かなり粗い。

3. 3 前熱処理の影響(3)―恒温焼なまし―

Photo. 4 に、 γ 粒粗大化処理後の恒温焼なまし組織とそれに対応した再 γ 化時の γ 粒の代表例を示す。パーライト変態は、その初期には **Photo. 4-(a)** に

Photo. 4. Microstructure after isothermal annealing and austenite grains after re-austenitizing.

示されているように粗大旧 γ 粒界に沿って進行し、変態がさらに進むと Photo. 4-(b) に示されているように粒内でも生ずる。恒温焼なまし時の未変態オーステナイトは処理後の空冷過程でマルテンサイトになるが、Photo. 4-(a), (b) の白い部分がこれに相当する。パーライト領域を高倍率の光学顕微鏡で観察すると層状パーライトは少なく、大部分はこれが崩れて球状炭化物+フェライト組織となっていた。

Photo. 4-(c), (d) はこれらを再 γ 化した時の γ 粒の状態を示す。粗大な γ 粒-A, Bと、粒度番号が9~10の細かい γ 粒 (以後単に γ 粒-F と記す) の3種類があらわれている。 γ 粒-A, Bは前組織がマルテンサイト領域で生成したものであるのに対し、 γ 粒-Fはパーライト領域から生成したものであることはPhoto. 4の上段と下段を対比してみれば明らかである。 γ 粒-Fは層状パーライトコロニー、球状炭化物-フェライト境界で核生成^{5), 6)} 成長したもので、それらは大傾角粒界で隣接 γ 粒と接しているため安定的に存在し、その結果パーライト領域で生成した γ 粒は小さいものとなるであろう。 γ 粒-A, B, Fは同時多発的に核生成し、それが成長するものと考えられるが、その成長過程で、 γ 粒-A, Bは隣接する γ 粒-Fを侵食してゆく。 γ 粒-Aが γ 粒-Fを侵食している様子はPhoto. 4-(c)の記号Mで示す位置にみられる。 γ 粒-A, Bが γ 粒-Fを侵食してゆく過程ならびに γ 粒-F同士が侵食しあう過程と、 γ 粒-Aが γ 粒-Bを侵食してゆく過程とは異なるようである。すなわち、前者はNielsen²⁰⁾ が二次元モデルで示している幾何学的合体 (Geometrical Coalescence) のような機構でその過程が進行すると考えられるのに対し、後者は粒界移動によって進行するものと考えられる。このように考えたその根拠はPhoto. 4-(c), (d) に矢印, I, II, IIIで示すそれぞれの粒界の様子である。矢印Iの先端は γ 粒-Bが γ 粒-Fを侵食しているところを、矢印IIは γ 粒-F同士が侵食しあっているところを、矢印IIIは γ 粒-Aが γ 粒-Bを侵食しているところを示す。前2者はそれぞれが接している粒界が一部消失あるいは消えかかっているし、後者はそのような形跡が全くみえず、 γ 粒-B内で、ある特定な方向に沿って粒界は移動している。このある特定な方向とは、前組織であるマルテンサイトの針状組織であろう。 γ 粒-B内の黒い小さな点は前組織であるマルテンサイトの針状組織に沿っていることを前にのべたが、この黒い小さな点の分布方向に沿って γ 粒-Fが優先的に成長しているのがよく観察された。その典型的な例をPhoto. 5に示す。この小さな黒い点々がなんである

Photo. 5. Preferential growth of austenite grain-A. Arrows indicate orientation of preferential growth. Specimen was isothermal annealed ($800^{\circ}\text{C} \rightarrow 640^{\circ}\text{C} \times 2.5 \text{ hr}$, Air Cooled) and re-austenitized.

かは現時点では不明であるが、マルテンサイトラスを反映したものであることは間違いない。すなわち、 γ 粒-Bが変態初期においてマルテンサイトラスに規制された微細な針状 γ 粒の合体、粒界移動あるいはそれらが協同的に起こることにより単一粗大 γ 粒に成長すると考えられることを前にのべたが、その過程においてなにかが一部、残存することが充分考えられる。こころみに、 γ 粒-A, Bのかたさを微小硬度計で測定 (Hv, 1 kg, 5点測定) したところ、 γ 粒-Aが Hv 538, Bが Hv 574 で γ 粒-Bが γ 粒-A よりややかたかった。

このように、 γ 粒-Fは γ 粒-A, Bによって侵食されるが、それがどの程度であるかを知るために、パーライト領域の面積率と γ 粒-F領域のそれとの相関性を調べた。面積率は60倍の写真上で点算法によって求めた。測定面積は予備実験によって信頼できる面積率を求めるのに必要な測定面積を検討し、 24.6mm^2 とした。その予備実験の結果を Fig. 4 に示す。

検討は、 γ 粒-F領域が5~10%, 20~25%, 35~40%のものについて行った。1試料当り 19mm^2 以上で測定すれば信頼できる面積率が求まる。

Fig. 4. Relationship between measured area and area fraction.

Fig. 5. Co-relationship between area fraction of pearlite and that of fine grain.

Fig. 5 は、このようにして求めたパーライト領域の面積率と γ 粒-F 領域のそれとの相関性を示す。この図に示されているように、パーライト領域の面積率と γ 粒-F 領域のそれとは対応関係にあるが、1:1 の関係でない。すなわち、後者は前者よりいくらか少なく、その割合はパーライト領域が20%以下では大きくそれ以上では小さい。これらは1次の関係にあり、パーライト領域の面積率を P 、 γ 粒-F 領域のそれを F とすると、 $P=C \times F$ (C : 定数) であらわせる。定数 C を図より求めると、この式はつぎのようになる。

$$F=0.40P \quad (P<20\%) \quad \cdots \cdots (1)$$

$$F=0.88P \quad (P>20\%) \quad \cdots \cdots (2)$$

(1), (2)式は、パーライト領域が少ないと、そこで生成した γ 粒-F のうち60%は γ 粒-A, B で侵食され、それが多くと12%しか侵食されないことを示している。この相関性は20%あたりで遷移現象を示しているが、これはパーライト領域が少ないとパーライトは旧 γ 粒界に断続的に生成し、多いと連続的になり、その境界が20%前後であることから理解できる。

4. ま と め

中炭素 Ni-Cr-Mo-V 鋼について、徐加熱した時の γ 粒生成におよぼす前熱処理の影響を、粗大旧 γ 粒に関連させて調べたところ、つぎのことが明らかになった。

(1) 前熱処理として、焼もどしならびに焼ならし・焼もどしを行った場合、再 γ 化した時の γ 粒はそれらの処理温度に依存せず、粗大旧 γ 粒 (粒度番号0.5)・針状組織に強く影響される。その粒度番号は約2.5と粗い。

(2) 前熱処理として恒温焼なましを行うと、再 γ 化した時の γ 粒は、その粒度番号が9~10と小さく、徐加熱を行っても安定に存在する。

(3) 前組織がマルテンサイトあるいは焼もどしマルテンサイトのものを再 γ 化した時の γ 粒には、その粒界が直線的で粗大旧 γ 粒をそのまま引きついたと思われる γ 粒と、それを粒界移動でもって侵食し、成長した γ 粒との2種類がみられる。

(4) 前組織がマルテンサイトとパーライトとの混合組織のものを再 γ 化すると、パーライト領域で生成した細かい γ 粒は、マルテンサイト領域で生成した2種類の粗い γ 粒に侵食される。その割合はパーライト領域が少なく、それが粗大旧 γ 粒界に断続的に生成していると多い。

(5) パーライト領域の面積率を P 、再 γ 化した時の細かい γ 粒の領域のそれを F とすると、 P と F の関係は次式であらわせる。

$$F=0.40P \quad (P<20\%)$$

$$F=0.88P \quad (P>20\%)$$

本研究を遂行するにあたり、実験を精力的に担当された大同製鋼株式会社中央研究所、田村哲也氏に感謝の意を表します。

(文 献)

- 1) M. Beayertz: Trans. ASM, 30 (1842), 458
- 2) A. E. Nehrenberg: Trans. AIME, 188 (1950), 162
- 3) E. Kula and M. Cohen: Trans. ASM, 46 (1954), 727
- 4) D. Webster and G. B. Allen: JISI, 200 (1962) 2, 520
- 5) R. Speich and A. Szirmai: Trans. AIME, 245 (1969) 5, 1063
- 6) 本間: 鉄と鋼, 51 (1965) 11, 2183
- 7) 本間: 鉄と鋼, 54 (1968) 8, 898
- 8) 本間: 鉄と鋼, 58 (1972) 1, 119
- 9) 木下, 上田: 鉄と鋼, 59 (1973) 10, 1261
- 10) 木下, 上田, 鈴木: 日本金属学会誌, 36 (1972) 5, 403
- 11) JIS G 0552 (1957) 鋼のフェライト結晶粒度試験方法
- 12) 松田, 井上, 三村, 岡村: 鋼の強靱性 (Climax Molybdenum Development, 1971), 47
- 13) R. R. Judd and H. W. Paxton: Trans. AIME, 242 (1968), 206

14) S. S. DeYachenko and V. P. Kozients :
The physics of metals and metallogra-
phy, 18 (1964) 2, 90	17) J. L. Walter and E. F. Koch : Acta Met.,
11 (1963), 923
15) H. Fujita : J. Phys. Soc. Japan, 16 (1961),
397	18) H. Hu : Acta Met., 10 (1962), 1112
16) J. L. Walter and E. F. Koch : Acta Met.,
10 (1962), 1059	19) 古林 : 鉄と鋼, 56 (1970) 6, 734
	20) J. P. Nielsen : Trans. Met. Soc. AIME,
200 (1954), 1084

工業用レーザの使用による表面硬化と合金化

(Metal Prog., 108 (1975) 3, 67~74)

レーザ光線は熱源として使用して金属表面に二つの方法で適用できる。一つは表面を溶解あるいは著しく荒らさずに変態硬化させる。他は表面の様な平滑な被膜を溶かしそこに必要な合金元素を加えることにより基材上にあらゆる合金の層を作る。この報告の実験は Avco Ererett 研究所で開発設計製作された HPL 工業用レーザを使用して行われた。

熱処理用レーザは正しい電力密度を得るためビームエネルギーを表面上に広げねばならない。これは特殊の熱処理テレスコープでスポットの大きさと深さを増すことで行われる。ここに述べる多くの応用は加工品表面のレーザ電力 7.5kW min, スポット径約64mm, 電力密度230W/mm²で行われた。レーザによる硬化と溶融の差, 並にケースの浅深の差はビーム電力, スポット径処理速度のみによって容易に制御できる。レーザはまた融通のきく熱処理方法で, 大焦点深度のため不規則表面の部品や100mmの直径差ある部品の処理ができる。

HPL 工業用レーザは出力 51kW の連続波 CO₂ ユニットで出力は自動制御され, 全熱処理システムは電力調整装置, 制御器, レーザ源, 光線指令装置, 加工品取付装置より成る。レーザを熱処理に適用するため光線を広げ強度を減少すると光線の吸収能力が減じるのでこれを強化するため適当な被覆が使用される。金属酸化物, 磷酸塩被覆および黒鉛が有効で経済的である。プロセスの融通性のため光線の幅と長さを独立に調節できることが要求される。Arco 熱処理光機は光線が加工面上を掃く運動をしつつ急速に振動することによりこれが得られる。1方向および2方向振動方式がある。

レーザの適用範囲は全部分の均一加熱を要するものでなく, 表面加熱を含む用途であり, 2.5mm以上厚い部品の全断面加熱は時間が無駄である。在来競争相手は高周波誘導硬化, 浸炭窒化および火炎焼入れである。表面成分の変化を生じる従来の熱処理法はC, NあるいはCr等の元素の拡散による。それは表面温度を増すことによって迅速化される。レーザは容易に薄い表面層を溶かし液体層に合金添加されほとんど同時に拡散する。添加できる元素の種類は恐らく処理時間の短縮以上重要な利益である。変態表面硬化においては表面の僅かの部分のみあるいは精密な硬化パターンが必要な場合, その部分に吸収媒剤で型板刷込み, 印刷或はスタンプすることができる。