パテンティングを施した 0.8% 炭素鋼の強度におよぼす オーステナイト化処理の影響について*

平野 坦** 高橋 栄治** 山田 凱朗**

Hiroshi Hirano, Eiji Takahashi and Yoshiro Yamada: On the Effect of Austenitizing Treatment upon the Strength of As-patented 0.8% Carbon Steel. The austenite grain size of 0.8% Carbon steel specimen was varied as a function of reduction in area of prior cold drawing, austenitizing temperature and austenitizing time in order to study the effect of austenite grain size upon the strength of the specimen after isothermal reaction at 510°~580°C.

After these treatments, all the specimens were tensile tested and some of them were observed by an electron microscope. As the reduction in area increases at prior cold drawing, the austenite grain size of the specimen becomes smaller during subsequent austenitizing, and the strength of the specimen increases after an isothermal reaction. When the austenite grain size just prior to quenching into lead bath is small, the strength of the as-patented specimen becomes higher even if the specimen was not cold drawn prior to patenting. At patenting, the lowering of the quenching temperature without changing the austenite grain size results in a slight strengthening of the specimen. As the austenite grain size changes just prior to quenching into a lead bath, the morphology of the resultant pearlite also changes; for example, prior cold drawing makes the as-patented structure of the specimen more semipearlitic and less lamellar pearlitic. This semi-pearlite which contains very fine, dispersed non-lamellar cementite compared to lamellar cementite is thought to contribute to the strengthening of the specimens which were cold drawn prior to patenting.

(Received October 2, 1967)

I. 緒 言

著者らの行なつた実験によると⁽¹⁾, パテンティング前に冷間伸線を施した 0.8% C 鋼線のほうがパテンティング前

に冷間伸線しなかつたそれよりパテンティング後の強度は高い。また、このときのオーステナイト結晶粒は前者のほうが後者より小さい。Mehl らの研究によると⁽²⁾, パーライトの核はオーステナイト結晶粒界で発生し、オーステナイト結晶粒が大きくなると、パーライトの核生成はおくれ

** 株式会社神戸製鋼所 中央研究所 (Central Research and Development Laboratory, Kobe Steel, Ltd., Kobe)

* 1967 年 4 月本会東京大会に一部発表

(1) 平野, 高橋, 山田: 本誌, **32** (1968), 234.

(2) C. Hull, R. A. Colton and R. F. Mehl: Trans. AIME, **40** (1942), 185.

鋼の焼入れ性が向上する。したがって、鉛浴中に急冷したとき、オーステナイト結晶粒が大きいと、試料は比較的低減面して実験に供した。最終線径に加工するまでに施した

Table 1 Chemical composition of specimen. (wt%)

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Al	N	O
0.80	0.22	0.54	0.02	0.026	0.10	0.03	0.07	0.007	0.005	0.0024

Table 2 Process of preparing specimens.

Specimen	Heat treatment and cold drawing	Reduction in area %
I	7 mm ϕ -C.D $\rightarrow$ 3.95 mm ϕ $\rightarrow$ 800°C $\times$ 1 hr-F.C-C.D $\rightarrow$ 2.8 mm ϕ $\rightarrow$ 780°C $\times$ 3 min $\rightarrow$ 580°C $\times$ 1 min $\rightarrow$ A.C-C.D $\rightarrow$ 1.8 mm ϕ	59
II	7 mm ϕ -C.D $\rightarrow$ 2.8 mm ϕ $\rightarrow$ 780°C $\times$ 3 min $\rightarrow$ 583°C $\times$ 1 min $\rightarrow$ A.C-C.D $\rightarrow$ 1.8 mm ϕ	59
III ₀	7 mm ϕ -C.D $\rightarrow$ 1.8 mm ϕ $\rightarrow$ 890°C $\times$ 3 min-F.C $\rightarrow$ 920°C $\times$ 3 min $\rightarrow$ F.C	0
III ₂₀	7 mm ϕ -C.D $\rightarrow$ 2.0 mm ϕ	20
III ₄₀	7 mm ϕ -C.D $\rightarrow$ 2.31 mm ϕ	39
III ₆₀	7 mm ϕ -C.D $\rightarrow$ 2.8 mm ϕ	59
III ₈₀	7 mm ϕ -C.D $\rightarrow$ 3.95 mm ϕ	80
IV	7 mm ϕ -C.D $\rightarrow$ 1.8 mm ϕ $\rightarrow$ 865°C $\times$ 5 min $\left\{ \begin{array}{l} \rightarrow \text{F.C} \\ \rightarrow \text{A.C} \end{array} \right.$	0

温まで過冷却され、細かいパーライト組織を得ることができ、鋼は強くなることが期待される⁽³⁾。一方、Cohen らの研究によると⁽⁴⁾パーライトの核生成速度は必ずしもオーステナイト結晶粒の大きさに依存せず、また、パーライトの核生成は Mehl らの実験のようにオーステナイト結晶粒界で優先的に起こることはない。

また、Grange⁽⁵⁾は高炭素鋼に冷間加工を施してからパテンティングすると、層状のセメンタイトのほかにフェライト中にセメンタイトの球状に分布したいわゆるセミパーライト領域が増大することを報告している。これらの現象の本質についてはいまだ不明の点が多いので、本研究では主としてオーステナイト結晶粒の大きさを、パテンティング前の冷間加工度、オーステナイト化時間、温度などを変えることにより変化させ、パーライト変態させた後の 0.8% C 鋼の強さおよび組織におよぼすオーステナイト結晶粒の大きさの影響について研究した。鉛浴へ試料を焼入れしたときの冷却速度が、試料の外周部と内部とでできるだけ一様になり、また、冷却速度を大ならしめるため試料の直径は 1.8 mm とした。

II. 実 験 方 法

実験に用いた試料の化学成分を Table 1 に示す。この材料は電気炉で溶製され、その後直径 7 mm まで熱間圧延さ

熱処理および伸線過程を Table 2 に示す。試料 I と II とは他の実験に使用した材料の残りであるため複雑な予備処理となつたが、別に意味はない。試料 I はオーステナイト結晶粒の大きさとパテンティング後の鋼の強度との関係を調べるために用いた。試料 II はパテンティングの高温側焼入れ温度と強さとの関係を調べるために、また、試料 III₀～III₈₀ はパテンティング前の加工度とパテンティング後の強度との関係を調べ、このほかに III₀ と III₆₀ はオーステナイト化時間と強さとの関係を調べるために用いた。試料 IV は加工していない試料についてパテンティング前の組織のあらさとパテンティング後の強度の関係について調べるために用いた。

パテンティング処理は、試料のオーステナイト化加熱はソルトバス中で、試料を所定の温度である時間保持した後すばやく取り出し、鉛浴中にある時間浸漬した後水冷した。オーステナイト結晶粒の大きさの測定はつぎのように行なつた。パテンティングの高温側加熱終了後すばやく試料の一部を水焼入れしてマルテンサイト組織にした後、ピクリン酸飽和水溶液に塩化第一銅および表面活性剤を加えた腐食液中で腐食し、もとのオーステナイト結晶粒界を現出した。一つの試料のオーステナイト結晶粒の大きさの決定のために、約 30 ケ所以上の結晶粒の大きさを測定し、これらの測定値の算術平均値で結晶粒の大きさを表わした。

なお、各実験においては、ソルトおよび鉛温度のばらつきをできるだけ小さくするために、全試料を同時に同じ炉で熱処理した。

(3) M. Gensamer, E. B. Pearsall and G. V. Smith: Trans. ASM, **28** (1940), 380.

(4) M. H. Richman, D. A. Thomas and M. Cohen: Acta Met., **7** (1959), 815.

(5) R. A. Grange: Trans. ASM, **38** (1947), 879.

III. 実験結果および考察

1. パテンティング後の鋼の強度 におよぼすオーステナイト 結晶粒の大きさの影響

Table 3 に示した処理によりオーステナイト結晶粒度を変えた試料のパテンティング材の機械的性質を **Table 4** に示す。パテンティング前の加工度が 59% の試料 I_a~I_c および加工度 0% の試料 I_{a'}~I_{c'} とともに、オーステナイト結晶粒が大きいほどパテンティング後の強度は低下している。また、パテンティング前の 95% の冷間加工がオーステナイト結晶粒の微細化に大きく寄与していることがわかる。

Table 3 Patenting treatments done to clarify the effect of austenite grain size upon the strengths of 0.8% C steel.

Specimen	Reduction in area prior to patenting	Condition of heat treatment	
		Salt bath	Lead bath
I _a	59%	955°C×3 min-F.C (7 min)→895°C×3 min	→570°C×1 min→W.Q.
I _b	59%	955°C-F.C (7 min)→895°C×3 min	
I _c	59%	895°C×3 min	
I _{a'}	0%	955°C×3 min-F.C (3 min 20 sec)→895°C×3 min	→570°C×1 min→W.Q.
I _{b'}	0%	955°C-F.C (3 min 20 sec) 895°C×3 min	
I _{c'}	0%	895°C×3 min	

where specimens I_{a'}~I_{c'} were heated to 950°C×10 min and then air cooled to remove the effect of cold drawing.

Table 4 The strengths and austenite grain sizes of specimens prepared in accordance with Table 3.

Specimen	0.2% proof stress (kg/mm ²)	4% flow stress (kg/mm ²)	Austenite grain size just prior to quenching (μ)
I _a	79.9	110.5	31
I _b	81.0	114.0	28
I _c	86.2	117.0	22
I _{a'}	67.3	90.4	43
I _{b'}	69.5	94.6	—
I _{c'}	73.4	97.3	39

Table 5 Heat treatments done to reveal the relationship between quenching temperature and strength of 0.8% C steel under constant austenite grain size. These results are also shown.

Specimen	Heat treatment process	0.2% proof stress (kg/mm ²)	3% flow stress (kg/mm ²)
II _a	1100°C×3 min→850°C×30 sec	84.7	112.4
II _b	1100°C×3 min		
	→570°C×1 min→W.Q.	80.2	110.1

つぎにオーステナイト結晶粒の大きさを一定にし、焼入れ温度のみをかえてパテンティングを行なった。用いた試料は **Table 2** に示した試料 II で、59% 加工を施した材料である。このパテンティング処理およびパテンティング後の鋼の強度を **Table 5** に示す。試料 II_a は 1100°C で 3 分間加熱した後すばやく他の 850°C のソルト浴中に浸漬し

た。オーステナイト結晶粒の成長速度は 1100°C から 850°C に急冷することにより、大きく減少すると考えられ、試料 II_a と試料 II_b のオーステナイト結晶粒は、鉛浴に急冷する直前ではほぼ同じ大きさであると考えられる。したがって、試料 II_a に比し試料 II_b の強度が低いのは、鉛浴中での冷却速度が遅くなり、したがって試料 II_a の場合よりも、S 曲線の高温側でパーライト変態を開始したためパーライト組織があらくなつたためと考えられる。

2. パテンティング前の冷間加工度と パテンティング後の強さ

5 種類の試料 III₀~III₈₀ に **Table 2** に示した予備処理、

すなわち 890° および 920°C での 2 回の焼準を行なった後の試料の一部を引張り試験した。その結果を **Table 6** に示す。最終線径 1.8 mm まで伸線した後の試料の 0.2% 耐力をもあわせて同表に示した。

パテンティング処理は III₀ から III₈₀ までの五つの加工度のちがう試料について **Table 7** に示すように 580°C および 510°C の鉛浴温度で行なった。このパテンティング処理を行なった後の試料の 0.2% 耐力と 3% 変形応力を **Fig. 1** に加工度を横軸にとつて表わす。オーステナイト結

晶粒の大きさもあわせて **Fig. 1** に示した。この実験に用いた試料 III₀~III₈₀ は加工後 2 度の焼準を行なっているにもかかわらず、それらの強さは一致せず、直径の大きい試料ほど弱い。これは焼準後の空冷時に太径の試料ほど冷却速度がおそくなるためパーライト組織が粗くなつたことが原因である。したがって冷間加工後の機械的性質には、加工

硬化と加工前の組織の影響が含まれている。そこで、試料Ⅳを用いてパテンティング前の組織のあらさとパテンティ

Table 6 Tensile test results of specimens $\text{III}_0 \sim \text{III}_{80}$ before and after cold drawing to 1.8 mm dia.

Specimen	As-normalized		After cold drawing
	0.2% proof stress (kg/mm ²)	3% flow stress (kg/mm ²)	0.2% proof stress (kg/mm ²)
III_0	67.2	105.2	67.2
III_{20}	68.6	107.8	102.9
III_{40}	59.6	94.7	113.6
III_{60}	58.5	92.5	113.7
III_{80}	44.9	86.0	129.8

Table 7 Condition of patenting performed to determine the effect of reduction in area upon strength of specimen.

Specimen	Condition of patenting
A	890°C×3 min→510°C×1 min→W.Q.
B	890°C×3 min→580°C×1 min→W.Q.

Table 8 The strengths of air cooled and furnace cooled 0.8% C steel before and after patenting.

Specimen	Before patenting, 3% flow stress	Condition of patenting	0.2% proof stress (kg/mm ²)	3% flow stress (kg/mm ²)
Air cooled	108.6 (kg/mm ²)	890°C×3 min→583°C×1 min→W.Q.	81.3	110.5
		890°C×3 min→510°C×1 min→W.Q.	92.3	118.2
Furnace cooled	75.8 "	890°C×3 min→583°C×1 min→W.Q.	80.1	110.0
		890°C×3 min→510°C×1 min→W.Q.	90.5	117.2

ング後の試料の強さの関係を調べた。このパテンティング処理の条件とパテンティング前後の試料の強さを Table 8 に示す。このように、パテンティング前の組織があらくて弱い試料ほどパテンティング後もわずかではあるが強度が低くなる傾向がある。

以上の実験から、加熱前の冷間加工によってオーステナイト結晶粒は微細化され、また、冷間加工を施さない場合でももとのパーライト相が微細であれば、オーステナイト結晶粒も微細化すると考えられ、しかも、オーステナイト結晶粒が小さいほどパテンティング後の試料の強度は上昇することがわかる。しかし、以上の実験結果は、パテンティング時のオーステナイト化加熱温度がかなり高く、もとのセメンタイトがほぼ完全に溶け込んだ状態で鉛浴中へ急冷してパーライトを成長させた場合に相当する。そこで、つぎにオーステナイト化時間をかえてパテンティングを行ない、パテンティング後の強度と組織およびオーステナイト結晶粒の大きさについて調べた。この実験に用いた試料は試料 III_0 および試料 III_{60} である。オーステナイト化加熱温度は 805°C、鉛浴温度は 510°C で、試料を鉛浴中に 1 分

間保持した後水冷した。Fig.2 にパテンティング後の試料の強度を示す。オーステナイト化加熱時間は最高 3 分で、805°C でのこれだけの時間のオーステナイト化処理ではま

Fig.1 Strengths of as-patented specimens and austenite grain sizes vs. reduction in area of prior drawing.

Fig.2 Strengths of as-patented specimens and austenite grain sizes vs. austenitizing time at 805°C.

だオーステナイト結晶粒があまり粗大化していないので、曲線は右下りになつていない。これらの試料のパテンティ

においては Photo.1 (h) に見られるようにラメラパーライト領域がよく発達している。しかし、試料 III₆₀ は試料

Photo.1 Microstructures of specimens after patenting. ($\times 7600$)
Cold drawn prior to patenting
(a)~(d): 59%, (e)~(h): 0% Austenitizing time.
(a) and (e): 15 sec, (b) and (f): 30 sec, (c) and (g): 60 sec, (d) and (h): 180 sec.

ング後の組織を Photo.1 に示す。15~30 秒の 805°C における加熱でオーステナイトに溶け込みを終了しなかつた炭化物がパーライト変態後多数残っているのが Photo.1 (a), (e) に観察される。これらの球状セメンタイトが存在する場所の周囲ではパーライトラメラの発達はほとんど見られずセメンタイトはほぼ点状に析出している。しかし、オーステナイト化時間が 1 分になると Photo.1 (c), (g) に見られるように溶け残りのセメンタイトは写真上では認められなくなるが、未発達のラメラパーライトの間に非常に細かいセメンタイトが点状に析出した組織が存在している。Grange⁽⁵⁾にしたがつて、これをセミパーライトと呼ぶことにする。オーステナイト化時間が 3 分になると、試料 III₀

III₀ に較べてセミパーライト領域は広く、オーステナイト化加熱が 1 分の場合とあまりかわらない組織を示す。このようにパテンティング前の冷間加工によるセミパーライト領域の増加は Grange⁽⁵⁾ の実験結果と一致する傾向である。この実験では加熱時間は 3 分以下であるが、さらに長時間加熱した場合のパテンティング後の強度を試料 III₀ を用いて調べた。この結果を Fig.3 に示す。なお、オーステナイト化加熱温度は 810°C、鉛浴温度は 525°C であった。長時間のオーステナイト化加熱によりオーステナイト結晶粒が粗大化しすぎるとパテンティング後の鋼の強度が低下しており、これは Table 4 の実験結果と定性的に一致している。

一般に 0.8% C 鋼のパテンティング後の組織は、わずかの初析フェライトとパーライト組織から成っているが、パ

Fig.3 Strengths of as-patented specimens and austenite grain sizes vs. austenitizing time at 810°C.

ーライト組織はラメラパーライトとセミパーライトに大別できる。初析フェライト領域は非常に少ないので無視しうると仮定すると、鋼の強度はラメラパーライトとセミパーライトの両者の占める割合とそれらの組織のあらさにより主として定まる。Photo.1(a)に見られるように、オーステナイト化加熱の際の未溶解のセメンタイトの存在する領域のセミパーライト組織はあまり微細でないが、未溶解のセメンタイトのない場合には、Photo.1(c)にもみるとおり非常に細かいセミパーライトが出現しておりその粒子間

隔はパーライトラメラ間隔よりかなり小さい。また、パーライトラメラ間隔は Mehl ら⁽⁶⁾によると、恒温変態の温度により一義的に規定されてしまう。したがって、Fig.2に示したように、冷間加工をパテンティング前に施すことによりパテンティング後鋼の強度が大きくなるのは、ラメラパーライトに比し非常に微細なセメンタイトを含むセミパーライト領域が増加し、これが強度上昇に寄与していることが一原因であろう。

IV. 総 括

直径 1.8 mm の 0.8% 炭素鋼線について、パテンティングのオーステナイト化加熱条件およびパテンティング前の試料の冷間加工度、組織を変えてパテンティングを行ない、主として強度とオーステナイト結晶粒の大きさについて調べた。主な結果はつぎのようである。

(1) パテンティング前の冷間加工によりつぎのオーステナイト化加熱時のオーステナイト結晶粒は微細化し、加工度の大きいほどこの微細化の傾向は著しい。

(2) パテンティングの際の高温加熱によるオーステナイト結晶粒が粗大化すると、パテンティング後の鋼の強度は低下する。

(3) パテンティング前の冷間加工により、あるいはオーステナイト化時間を少なくすることにより、オーステナイト結晶粒が微細化するとセミパーライト領域が増大し、ラメラパーライト領域が減少する。

(4) パテンティングの際の鉛浴浸漬直前の鋼のオーステナイト結晶粒の大きさが同じであつても、オーステナイト化加熱温度が高いと、パテンティング後の鋼の強度はわずかながら低下する。

(6) G.E. Pellissier, M.F. Hawkes, W.A. Johnson and R.F. Mehl: Trans. ASM, **30** (1942), 1049.