亜共析普通炭素鋼の加熱冷却繰返しによる 顕微鏡組織の変化について*

三 浦 寛**

Hiroshi Miura : On the Changes in the Microstructure of Hypo-eutectoid Carbon Steel by Thermal Cycling. The changes in the microstructure of a hypo-eutectoid carbon steel by thermal cycling below A_{c1} was investigated by the point counting method. The maximum heating temperature of thermal cycling was 690°C and the holding time was 240 seconds. In order to find out the characteristic feature of the changes in the microstructure by thermal cycling, the changes in the microstructure by steady (isothermal) heating were compared with those by thermal cycling.

The lamellar pearlite of the original structure was spheroidized and the hardness was decreased by thermal cycling. The finer lamellar pearlite, the quicker this spheroidizing process was proceeded. The rate of the spheroidization by thermal cycling was more than twice as fast as in the case of steady heating. The characteristic features of spheroidization by thermal cycling are as follows. The spheroidized pearlite cementite was fine and uniform. The shape of pearlite colony was not changed so much by the spheroidization. And the spheroidizing process was proceeded very quickly in the colony. It was considered that the rapid spheroidization by thermal cycling was due to the decomposition of the pearlite cementite at many positions and the precipitation of the fine spherical cementite in the proeutectoid ferrite by thermal cycling.

(Received January 10, 1969)

I. 結 言

鉄鋼材料の熱疲労に関するこれまでの研究の多くは、割れ発生までの寿命の推定⁽¹⁾⁽²⁾に関するものであり、熱疲労

に関する金属組織学的な知見は非常に少ない。著者は加熱冷却の繰返し(以下繰返加熱と略す)により材料の金属組織学的性質が変化することが熱疲労の破壊現象の本質的な原因であろうと考えるものである。このため、著者は繰返加熱による顕微鏡組織の変化を系統的に検討し、初析フェライトにおける変化について報告^{(3)~(5)}した。

** 室蘭工業大学金属工学科 (Department of Metallurgy, Muroran Institute of Technology, Muroran)

* 1965年4月本会東京大会に発表

- (1) L.F.Coffin : Trans.ASME, **76**(1954), 931.
- (2) 日本材料学会, 疲労部門委員会研究報告: 材料, **13**(1963), No.131, 554.

(3) 三浦, 大内: 本誌, **30**(1966), 361.

(4) 三浦: 本誌, **31**(1967), 964.

(5) 三浦: 本誌, **31**(1967), 970.

この報告はおもにパーライト組織の変化に関するものである。繰返加熱および定常的加熱(恒温連続的加熱)によるパーライトの変化を定量的に調べることににより、繰返加熱によるパーライトの変化の特色を明らかにすることを目的として行なつた実験結果について述べる。そして、繰返加熱によるパーライトの変化と初析フェライトの変化との関係を明らかにしたい。

パーライトが共析変態点以下の温度で加熱されることにより粒状化することは経験的に知られているが、繰返加熱によるパーライトの変化を検討した報告はほとんど見当たらない。川崎ら⁽⁶⁾は丸棒型試験片を真空カプセルに封入して、「電気炉加熱-水冷方式」の繰返加熱を行なつた場合の低炭素鋼のパーライトの変化について報告している。定常的加熱によるパーライトの変化に関する研究は数多いが、大部分はかなり古い研究であり、定常的加熱によつてはパーライトが粒状化しないと主張する説^{(8)~(10)}、粒状化すると主張する説^{(11)~(12)} 加熱過程に温度変化があれば粒状化すると主張する説⁽¹³⁾ などがあちまちである。最近ではパーライトの粒状化を取扱った論文は非常に少ない。

II. 実験方法

供試材は市販の機械構造用炭素鋼, S 35 C (0.39% C, 0.68% Mn) および電解鉄を素材として大気中溶製 (5 kg) 後、鍛造した Fe-0.32% C 鋼 (0.32% C, 0.13% Si, 0.01% Mn) である。供試材, S 35 C は焼準 (850°C, 空冷) 後、焼鈍 (820°C, 炉冷, 砂冷および空冷) により原組織 (熱処理ままの組織) のパーライトを粗い層状パーライト, 層状パーライトおよび微細パーライトに調整した。Fe-0.32% C 鋼は粗い層状パーライト (830°C, 炉冷) とした。焼鈍後、小円柱型の試験片 (10φ×10 mm) に切削し、小孔をあけたステンレス製の小箱に入れ、9 個まとめて繰返加熱を行なつた。試験片を 690°±5°C に保持中の塩浴中に 5 分間浸漬して加熱し、室温の流水中に急冷する方式にて繰返加熱を行なつた。試験片の浸漬による塩浴の温度低下を防ぐため、塩浴の容量は著しく大きく (80φ×500 mm) した。塩浴は市販の塩化物系中性塩浴剤であり、融点は約 400°C である。繰返加熱の熱サイクルの加熱過程と冷却過程の時間-温度曲線は Fig. 1 に示したとおりである。Fig. 1 は小円柱型試験片に熱電対を溶接し、熱電対の周囲を鋼管で保護して測定

した結果である。試験片の真の温度変化は Fig. 1 より急激であろう。熱サイクルの加熱時間は 120 sec, 保持時間は 180 sec である。加熱速度は熱サイクル初期で約 50°C/sec, 690°~200°C 間の平均冷却速度は約 50°C/sec と測定された。繰返加熱操作は非常に危険ではあるが手で最高 400 サイクルまで行なつた。所要の繰返加熱後、試験片の深さ約 2 mm の横断面中心部の顕微鏡組織とビッカース硬度を調べた。繰返加熱後の組織は後述するポイントカウンティング法によつて組織解析を行なつた。

なお、繰返加熱の場合と同じ加熱速度、保持温度および冷却速度によつて定常的加熱を行ない、試験片の組織と硬度を調べた。

Fig. 1 Time-temperature curves of heating and cooling process of the thermal cycle. Specimen : 10φ×10 mm. Heating : salt bath, 690°C×5 min, Cooling : water

III. 実験結果および考察

1. 加熱冷却繰返しによる亜共析炭素鋼の顕微鏡組織の変化

Photo. 1 は原組織 (HT) が粗い層状パーライトと初析フェライトよりなる場合 (粗い層状パーライトの場合と略する) の繰返加熱による組織の変化である。この写真で明らかのように、繰返数の増加とともに原組織の層状パーライトはその層状性を失い粒状化が進行している。初析フェライトには微粒セメンタイト⁽³⁾が認められる。繰返加熱によるパーライトの粒状化の特色は粒状化によりパーライトコロニーの形が著しく変化しないことである。組織を詳細に観察すると、つぎのとおりである。パーライトの粒状化の優先する位置はフェライト粒界に接するパーライトセメンタイト端部であり、Y 型のフェライト粒界に囲まれた部分のパーライトの粒状化は他の部分より粒状化が進行している。また、Y 型のフェライト粒界においては他の部分より遊離セメンタイトの成長が進行している。これらの観察結果はパーライトセメンタイトが分解し、C 原子の一部はフェライト粒界に遊離セメンタイトとして再析出することを意味している。

(6) 川崎, 笹川, 相沢 : 材料試験, **10** (1961), 215.

(7) 川崎, 笹川, 相沢, 薄井 : 材料試験, **11** (1962), 176.

(8) J. H. Whitley : J. Iron Steel Inst., **97** (1918), 353.

(9) Honda and Saito : J. Iron Steel Inst., **102** (1920), 261.

(10) A. Portrin and V. Bernard : J. Iron Steel Inst., **105** (1921), 145.

(11) C. H. Desh and A. T. Roberts : J. Iron Steel Inst., **107** (1923), 243.

(12) H. Hanemann and F. Morawe : Stahl u. Eisen, **33** (1913), 1350.

(13) 佐藤, 矢嶋 : 鉄と鋼, **37** (1951), 92.

Photo.2は原組織が微細パーライトの場合の原組織と400サイクル後の組織である。原組織が微細パーライトの場合の粒状化はパーライトコロニー内外ではほぼ同時に起こる。そして、粒状化は原組織が層状パーライト(Photo.1)の場合より急速である。

Photo.3はFe-0.32% C 鋼の場合の組織の変化を示したものである。Fe-0.32% C 鋼の繰返加熱によるパーライトの粒状化は市販のS35Cの場合と比較して著しく急速であり、フェライト粒界に遊離セメンタイトとして析出する傾向がきわめて著しい。400サイクル後ではパーライトセメンタイトの大部分が遊離セメンタイトとして粒界に析出している。

Fig.2は原組織と繰返加熱によるパーライトコロニー量

ニー量が減少している。この減少率は原組織のパーライトが微細なほど大きい。コロニー量の減少はパーライトの粒状化の程度に対応するものであり、繰返加熱によるパーライトの粒状化はパーライトが微細なほど急速に進行することを示している。なお、Fig.2のコロニー量はパーライトの粒状化が著しく進行した場合には粒状化の程度と対応しなくなる傾向がある。これはパーライトコロニー内部における粒状化を無視しているためである。現在、パーライトの粒状化の程度を定量的に示す方法はない。種々の方法にてポイントカウンティングを行ない、つぎの方法が組織と最も対応することが明らかとなった。すなわち、検鏡倍率400倍の組織を2000倍まで引伸ばしを行ない、印画紙上に100×100mmの測定視野(15視野以上)を選び、総計400

Photo.1 Microstructures, as annealed (HT) and after thermal cycling.
HT: 0.39% C, ferrite+coarse lamellar pearlite ($\times 400$)

Photo.2 Microstructures, as normalized (HT) and after thermal cycling. HT: 0.39% C, ferrite+fine lamellar pearlite ($\times 400$)

Photo.3 Microstructures, as annealed (HT) and after thermal cycling.
HT: pure Fe-0.32% C, ferrite+coarse lamellar pearlite ($\times 400$)

の変化との関係を前報⁽³⁾と同じ方法で測定した結果を示したものである。パーライトコロニーはパーライトセメンタイトが密集した部分と定義し、コロニー周辺部に認められる優先的に成長した粒状セメンタイトはコロニー量に含まないで測定した。Fig.2にて明らかなように原組織の如何にかかわらず、いずれの場合も繰返数の増加に伴ないコロ

格子点(格子間距離5mm)の直下に位置する組織を分類して数える方法である。この報告では上述のポイントカウンティングの方法を「簡便法」と称し、前報⁽⁴⁾⁽⁵⁾にて用いた通常の方法(組織の量を2格子点中央の数として測定する方法)を「全数法」と呼び、これらを区別することにする。

Fig.3は「簡便法」にて測定したパーライトの粒状化率と繰返数の関係である。パーライトの粒状化率(Sph)はつぎの式で求め、

$$Sph = (C + cf) / (P + C + cf) \times 100 (\%)$$

P : 層状のパーライトセメンタイトの格子点数

C : 粒状のセメンタイトの格子点数

cf : 微粒セメンタイトの格子点数

なお、層状のパーライトセメンタイトは(長さ)/(巾) ≥ 2 , および分解不可能な微細なパーライトと定義した。パーライトの粒状化の程度を上式で示すことには異論もあるが、「全数法」より組織との対応性がよい。

Fig.3 によると繰返数の増加とともに粒状化率が増加する。原組織が微細パーライトの場合の 400 サイクル後の粒状化率は粗い層状パーライトの場合の約 2 倍 (92%) であった。Fe-0.32% C 鋼と S 35 C とを粒状化率が 50% に到達するために要する繰返数で比較すると、Fe-0.32% C 鋼のパーライトの粒状化の速さは S 35 C の 10 倍以上である。このように「簡便法」によると、パーライトの粒状化を定量的に比較することが容易となる。パーライトが微細なほど粒状化が急速なのは、パーライトが微細なほどパーライトセメンタイトに分解しやすい不安定な部分が多いためと考えられる。Fe-0.32% C 鋼のパーライトの粒状化が著しく急速なのは、市販の S 35 C より不純物元素、とくに Mn のごとき炭化物を安定化する元素が少ないためと考えられる。

なお、Fe-0.32% C 鋼には微粒セメンタイトがほとんど認められないが、保持時間を短かく (30 sec 以下) すると微粒セメンタイトが多数析出する。

Fig.2 Effect of the original microstructure (HT) on the relation between the pearlite colony and the number of thermal cycles

Fig.3 Relation between the ratio of spheroidization of pearlite and the number of thermal cycles. The Sph was measured by the modified point counting method

2. 定常的加熱による亜共析炭素鋼の顕微鏡組織の変化

Photo.4 は原組織が粗い層状パーライトの場合の保持時間が 50 hr および 200 hr 後の組織である。定常的加熱によりパーライトは分解し、粒状化する。初析フェライトには微粒セメンタイトは析出しない。定常的加熱によるパーライトの粒状化の特色は粒状化が緩慢であり、特定のセメン

タイトが優先成長することである。そして、この優先成長はフェライト粒界においてとくに著しい。定常的加熱の場合も原組織のパーライトが微細なほどパーライトの粒状化が急速である。

Fig.4 は定常的加熱の場合の保持時間とパーライトコロニー量および粒状化率の関係を示したものである。原組織が微細パーライトの場合は保持時間 100 hr にてパーライ

Photo.4 Microstructures after steady heating. Original microstructure : same as HT of Photo.1. Steady heating : $690^{\circ}\text{C} \times t \text{ hr}$, WC ($\times 400$)

Fig.4 Relation between the ratio of spheroidization of pearlite and pearlite colony, and the holding time of steady heating

トコロニーが消失しているのに対し、原組織が粗い層状パーライトの場合は 200 hr 後においてもコロニーが残存している。すなわち、微細パーライトのパーライトの粒状化は粗い層状パーライトの場合の 2 倍以上急速である。原組織が粗い層状パーライトの粒状化率は 100 hr まで急激に増加するが 100 hr 以上ではほとんど変化しない。これは定常的加熱の場合のパーライトの粒状化は一部のパーライトセメンタイトのとくに不安定な部分で起こり、残部のパーライトセメンタイトはすでに粒状化を開始しているセメンタイトの成長のための C 原子供給源となるためと考えられる。

Fe-0.32% C 鋼の定常的加熱後の組織 (写真省略) は Photo. 3 と類似した組織であり、市販の S 35 C の場合より粒状化が著しく急速であった。

3. 加熱冷却繰返しと定常的加熱の比較

Photo.5 は繰返加熱および定常的加熱によるパーライトの粒状化の相違を示す典型的な組織の一例であり、検鏡倍率は 1000 倍である。繰返加熱の場合の粒状化は見掛け上

は長いパーライトセメンタイトが寸断され、短い棒状のセメンタイトとなり、その後に粒状化するように観察される。Photo.5 より繰返加熱の場合の粒状セメンタイトは非常に微細であり、大きさが均一であることが明らかである。コロニー内の粒状セメンタイトの直径は原組織のパーライトセメンタイトの厚さ(巾)とほぼ同じである。コロニー周辺に優先成長したセメンタイトが認められるが、これらは粒界に析出している遊離セメンタイトである。一方、定常的加熱の場合は著しく成長したセメンタイトが多く、粒界における優先成長が著しい。コロニー内における粒状セメンタイトは楕円形であり、大きさが不均一である。そして、原組織のパーライトセメンタイトの厚さより大きいものが認められる。このように繰返加熱の場合と定常的加熱の場合とはパーライトの粒状化の状態が異なる。要するに繰返加熱の場合は均一な大きさの粒状セメンタイトになるのに対し、定常的加熱の場合は不均一な大きさの粒状セメンタイトとなり、粒界における遊離セメンタイトの成長が著しい。このような相違は、繰返加熱によりパーライトセメンタイトの分解する位置が定常的加熱の場合より多くなるためと考えられる。

Cyclic heating 400 cycle Steady heating 200 hr
Photo.5 Typical spheroidized pearlite of the cyclic heating and steady heating ($\times 1000$)

Fig.5 は原組織が粗い層状パーライトの場合の繰返加熱と定常的加熱による組織と硬度を比較した図である。繰返加熱 1 サイクルの補正保持時間⁽⁴⁾は 190 sec である。図中の C_p はパーライトコロニー内部の粒状セメンタイトの全数を検鏡倍率 1000 倍(引伸倍率 5000 倍)にて測定した値である。

前述のごとく繰返加熱の場合と定常的加熱の場合ではパーライトの粒状化過程が幾分異なり、粒状化率(Sph)により繰返加熱と定常的加熱とを比較することには多少問題があるが、繰返加熱の場合のパーライトの粒状化の速さは定常的加熱の場合の 2 倍以上であると考えてよい。 C_p が最大値となる時間により繰返加熱と定常的加熱とを比較すると、繰返加熱の場合はパーライトの粒状化が 15 倍以上急速に進行していることになる。図は省略したが、パーライトコロニー量(P)によつて比較すると、繰返加熱の場合の粒状化の速さは定常的加熱の 5 倍以上急速である。硬度(H_v)はいずれの場合も補正保持時間(繰返数、保持時間)の増加とともに減少し、補正保持時間が同じ場合、硬度は同じかあるいは繰返加熱のほうがわずかに低い。硬度がほ

ぼ同じになるのは繰返加熱の場合、パーライトが粒状化しても著しく分散することがないことに対応するものと考えられる。

上述のように Sph , C_p および P を比較した結果、繰返加熱によるパーライトの粒状化の速さは定常的加熱の場合の 2~15 倍であることが明らかとなった。

Fig.5 Relation between calibrated holding time and ratio of spherodization, number of spheroidized pearlite cementite and hardness

前述のごとく、繰返加熱の場合パーライトセメンタイトがあたかも機械的に寸断され、その位置で粒状化したようにして進行している。そして、 C_p も著しく大きい。このことは繰返加熱の場合は扁平状のパーライトセメンタイトの多くの位置でセメンタイトの分解と粒状化が同時に進行することを示すものである。セメンタイトの分解が起こる不安定な位置はセメンタイトの凹部(曲率の大きい部分)⁽¹⁴⁾と考えられる。繰返加熱の冷却過程に試験片全体の熱応力、パーライトコロニーとフェライト間の微視的熱応力およびセメンタイトとフェライト間の微視的熱応力などが、パーライトセメンタイトの凹部付近に集中するため凹部が分解しやすくなるものと考えられる。これらの熱応力が如何なる機構でセメンタイトを分解させるかは明らかでないが、凹部付近に転位が発生する可能性が考えられるので将来検討したい。Fe-0.32% C 鋼 (Photo.3) の場合は繰返加熱の場合であつても粒界において遊離セメンタイトが成長する傾向が認められた。市販の亜共析炭素鋼は繰返加熱によるパーライトの粒状化がフェライト粒界付近において著しい。これらの実験事実はパーライトセメンタイトの分解によつて生じたC原子がフェライト粒界に拡散し、遊離セメンタイトとして再析出することによりパーライトセメンタイトの分解および粒状化が進行することを示すものと考え

(14) 佐藤, 西沢: 本誌, 20 (1956), 51.

られる。

Photo. 6 は粒界のセメンタイト (パーライト) が微粒セメンタイトの C 原子供給源であることを示す組織である。Photo. 6 は電解鉄および電解ニッケルを素材として溶製した 2% Ni 鋼 (0.18% C, 2.02% Ni) の炉冷材の原組織と繰返加熱 (600°C 4 min WC) を 400 サイクル行なつた組織である。Photo. 6 にて明らかなように繰返加熱により粒界のセメンタイトが分解し、その C 原子がフェライト粒内に拡散して微粒セメンタイトとして析出する。したがって、パーライトセメンタイトが分解した場合、C 原子はフェライト粒界を経由してフェライト粒内に拡散すると考えなければならない。すなわち、微粒セメンタイトの析出もパーライトの粒状化を促進する重要な因子である。しかし、繰返数の増加に伴う微粒セメンタイトの数の増加には一定の限度 (熱サイクルの諸元により定まる) があり、その成長は緩慢なので微粒セメンタイトがパーライトの粒状化を促進するのは繰返加熱初期の過程と考えなければならない。

上述のように繰返加熱の場合は急速にパーライトの粒状化が進行し、粒状化により微細でしかも均一な大きさの粒状セメンタイトに変化する特色を有している。そして、パーライトの粒状化は初析フェライトの影響を受ける。すなわち、前述した熱サイクルの冷却過程の熱応力のほかに、微粒セメンタイトの析出もパーライトの粒状化を促進する因子と考えなければならない。このように繰返加熱による組織の変化には二、三の特色を有し、定常的加熱の場合とは本質的に異なつた因子が存在するものと考えなければならない。すなわち、繰返加熱中の空孔および転位などの挙動についても検討し、繰返加熱による組織の変化との関係を明らかにする必要があると考えられる。

As annealed After 400 cycles
Photo. 6 Microstructure, as annealed and after thermal cycling. Specimen : 0.18% C, 2.02% Ni. Thermal cycle : 600°C × 4 min WC (×400)

IV. 総 括

亜共析炭素鋼を共析変態点以下で加熱冷却繰返しを行なつた場合の顕微鏡組織の変化、とくにパーライトの粒状化現象をポイントカウンティング法により詳細に調べて報告した。

熱処理により加熱冷却繰返し前の組織 (原組織) を粗い層

状パーライト、層状パーライトおよび微細パーライトにして「塩浴浸漬加熱-水冷方式」により、共析変態点以下の繰返加熱を行ない、原組織とパーライトの粒状化過程の関係を調べた。さらに、繰返加熱による組織の変化の特色を明らかにするため、繰返加熱と同じ加熱および冷却条件の定常的加熱 (恒温連続加熱) を行ない、その組織の変化を調べた。パーライトの粒状化過程の組織解析は数種の方法にて行なつた。パーライトの粒状化の程度を測定するポイントカウンティング法として新たに「簡便法」を用いた。この方法は従来の方法を多少修正したものであり、パーライトの粒状化の程度は粒状化率 ($Sph\%$) にて表わした。

繰返加熱により層状パーライトは粒状化し、硬度は減少する。パーライトの粒状化は原組織のパーライトが微細なほど急速に進行する。原組織が微細パーライトの場合のパーライトの粒状化の速さは原組織が粗い層状パーライトの場合の 2 倍以上であつた。不純物元素を含まない亜共析炭素鋼のパーライトの粒状化率は市販の亜共析炭素鋼の 10 倍以上急速に進行する。

定常的加熱の場合の原組織とパーライトの粒状化との関係は繰返加熱の場合と同じであつた。

繰返加熱の場合のパーライトの粒状化の速さは定常的加熱の場合の 2 倍以上であつた。繰返加熱によるパーライトの粒状化は粒状化したパーライトセメンタイトが微細で、しかも大きさが均一であり、粒状化によりパーライトコロニーの形が著しく崩れないことに特色を有している。一方、定常的加熱の場合はフェライト粒界における遊離セメンタイトの成長が著しく、パーライトコロニー中においても特定のセメンタイトが優先成長する傾向がある。

繰返加熱によるパーライトの粒状化が定常的加熱の場合より急速である原因を検討した結果、繰返加熱によりパーライトセメンタイトの多くの位置で分解しやすくなることおよび初析フェライト中に微粒セメンタイトが析出するためであることが明らかとなつた。すなわち、パーライトセメンタイトの C 原子がフェライト粒界を経由してフェライト粒内に拡散し、微粒セメンタイトの C 供給源となるため、繰返加熱初期にパーライトセメンタイトの粒状化を促進するものと考えられる。

繰返加熱による亜共析炭素鋼の組織の変化は初析フェライトに微粒セメンタイトが析出すること、およびパーライトの粒状化が著しく急速であり、粒状化により微細でしかも均一な粒状セメンタイトになることに定常的加熱の場合にはみられない特色がある。これらの特色と熱疲労現象との関係は現状では明らかでないが、熱疲労現象の金属組織学的解明を目的として行なつた一連の実験結果について引き続き報告する予定である。

終りに本研究に際し御助言をいただいた北海道大学工学部 萩原教授および室蘭工業大学 金森教授に謝意を表す。