

|||||
 論 文
 |||||

亜共析鋼の二相域焼鈍におけるセメンタイトの球状化挙動

鈴木雅人* 平松昭史**

Spheroidization Behavior of Cementite during Annealing at Two Phase Region in Hypo-eutectoid Steels

Masahito Suzuki, Akifumi Hiramatsu

Synopsis:

The hypo-eutectoid steels are used for structural parts, and required for high workability in process to make these parts. To obtain high workability, spheroidization treatment has been applied to hypo-eutectoid steels.

In this study, it was investigated that the effect of microstructure for heating above A_1 point on spheroidization behavior of cementite during slow-cooling-method in hypo-eutectoid steels. Following results were obtained.

The undissolved cementite particles in specimens for heated above A_1 point, grow with contributing to divide austenite grain during slow cooling, and then pearlite is not formed from divided fine austenite grain. Cementite is spheroidized, when there has been large area of interface between ferrite and austenite in specimens for heated above A_1 point, even if there has been no undissolved cementite particles. Therefore in spheroidization for hypo-eutectoid steel by slow-cooling-method, it is also important factor that area of interface between ferrite and austenite of microstructure for heating above A_1 point.

1. 緒言

亜共析鋼はギアやチェーン等の各種機械部品用材として広く使用されている。部品の製造に際して、焼入焼戻しや浸炭焼入れ等により調質される前に部品形状に加工されるため、素材としての亜共析鋼には軟質であることや、延性、曲げ性等の加工性に優れることが要求される。加工性の向上にはセメンタイトの球状化と粗大化が重要であり¹⁻⁴⁾、亜共析鋼には種々の球状化焼鈍が施される。球状化焼鈍の方法は、 A_1 点以下での加熱による等温加熱法と A_1 点以上への加熱を利用する徐冷法に大別される⁵⁾。徐冷法は A_1 点以上に加熱して、一部のセメンタイトをオーステナイト中に溶解させた後に徐冷し、オーステナイトが共析変態する際に、セメンタイトを球状に析出させる熱サイクルであり、等温加熱

法に比べて短時間でセメンタイトの球状化と粗大化が可能である。

共析鋼やCr, Moなどが添加された鋼に徐冷法を適用した場合には、 A_1 点以上への加熱後にオーステナイト中に残存した未溶解セメンタイト粒子数と焼鈍後の球状セメンタイト粒子数がほぼ一致し、未溶解セメンタイトが徐冷に伴う共析変態中に球状かつ粗大に成長するとされている^{5,6)}。また、未溶解セメンタイト粒子数が少ない場合や A_1 点以上の加熱温度からの冷却速度が速い場合には、セメンタイトが球状化せず、加工性を著しく劣化させるラメラ間隔が大きいパーライトや棒状炭化物が生成する^{2-4,7)}。このため、共析鋼やCr, Mo添加鋼の徐冷法におけるセメンタイトの球状化には、適切量の未溶解セメンタイトを残存させることが重要とされている^{5,6)}。

亜共析鋼における徐冷法に関しても、共析鋼と同様に

*技術研究所 鋼材研究部 鋼材第二研究チーム 主任研究員

**技術研究所 鋼材研究部 部長

未溶解セメンタイトが共析変態中に球状に成長すると報告⁸⁻¹⁰⁾されている。しかし、セメンタイトの球状化挙動に及ぼすA₁点以上での均熱後の組織の影響について詳細に検討した例は少なく、徐冷中のパーライトの生成に関する知見も少ない。

そこで、本報告では亜共析鋼の0.36mass% C鋼を用い、A₁点以上での均熱後の組織を変化させて、セメンタイトの球状化挙動に及ぼす未溶解セメンタイトやフェライトとオーステナイトの二相組織の影響を検討した。

2. 実験方法

供試材の化学成分をTable 1に示す。供試材は0.36mass%の炭素を含有する亜共析鋼であり、Ac₁点は715℃である。Fig. 1に供試材の初組織を示す。初組織は初析フェライトとパーライトの混合組織（以下、F + P組織）およびこれに700℃ × 4 hの焼鈍を施したフェライト中に球状セメンタイトが分散した組織（以下、球状θ組織）である。これらの供試材にA₁点以上への加熱後に冷却する種々の焼鈍を施した。焼鈍には富士電波工機株製のformastor-EDPを用いた。試験片の形状は直径3mm、長さ10mmである。

Table 1 Chemical composition of specimen used (mass%)

C	Si	Mn	Cr
0.36	0.19	0.75	0.04

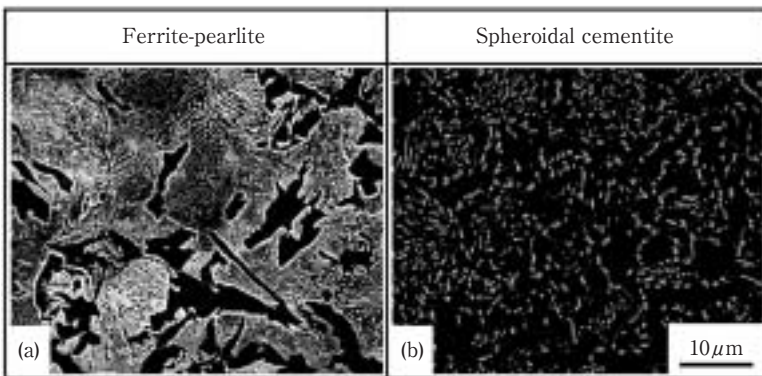


Fig. 1 SEM micrographs showing the initial microstructure of specimens.

焼鈍のヒートパターンをFig. 2に示す。焼鈍は730℃から770℃の種々の温度にて4 h均熱後、10℃/hまたは2℃/hの速度にて650℃まで冷却する徐冷法である。焼鈍の途中段階からの水焼入れ後および焼鈍後の試料について、組織の観察と定量化を行った。

組織の定量化は5000倍のSEM写真について、(株)ニレコ

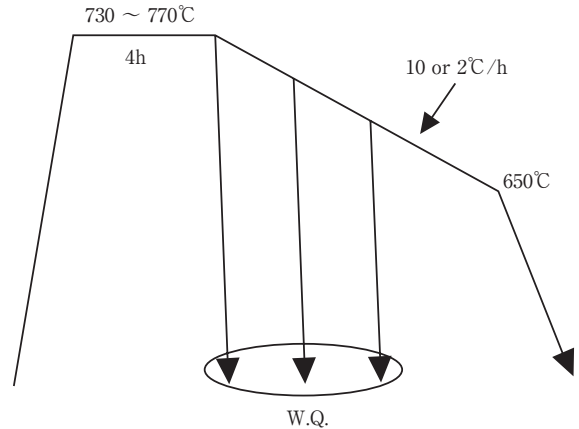


Fig. 2 Schematic illustration of heat pattern.

製LUZEX IIIUを用いて画像解析にて行った。その観察視野は約4500µm²である。焼鈍の各段階におけるセメンタイト粒子数、オーステナイト（焼入れによるマルテンサイト）面積およびフェライトとオーステナイトの界面（以下、α / γ界面）の長さを測定した。

3. 実験結果

3.1 初組織の影響

徐冷法におけるセメンタイトの球状化挙動に及ぼす初組織の影響を調査した。730℃にて4 h均熱後に10℃/hで徐冷した時の組織変化をFig. 3に示す。初組織がF + P組織材の場合、730℃での均熱後にはフェライトとオーステナイトの二相組織（以下、α + γ二相組織）となり、セメンタイトは認められない。一方、初組織が球状θ組織材の場合では、均熱後にはα + γ二相組織となるが、未溶解セメンタイトが認められる。これは、徐冷法の前に施した700℃ × 4 hの焼鈍により、セメンタイトが球状化してフェライトとセメンタイトの界面面積が減少したに加え、セメンタイト中へMnやCr等の元素が濃縮し、セメンタイトが安定化¹⁰⁾したためと考えられる。また、未溶解セメンタイトはオーステナイト粒内に認められる。これは、A₁点以上への加熱時にセメンタイトが溶解して、セメンタイト粒子近傍の地鉄中の炭素濃度が上昇することによりオーステナイトが生成⁸⁾したためと考えられる。

A₁点以上の730℃での均熱後に、未溶解セメンタイトが認められなくなったF + P組織材の場合、焼鈍後にはラメラ間隔の大きいパーライトが認められる。これに対して、730℃での均熱後に未溶解セメンタイトが認められた球状θ組織材の場合、焼鈍後にはパーライトは認

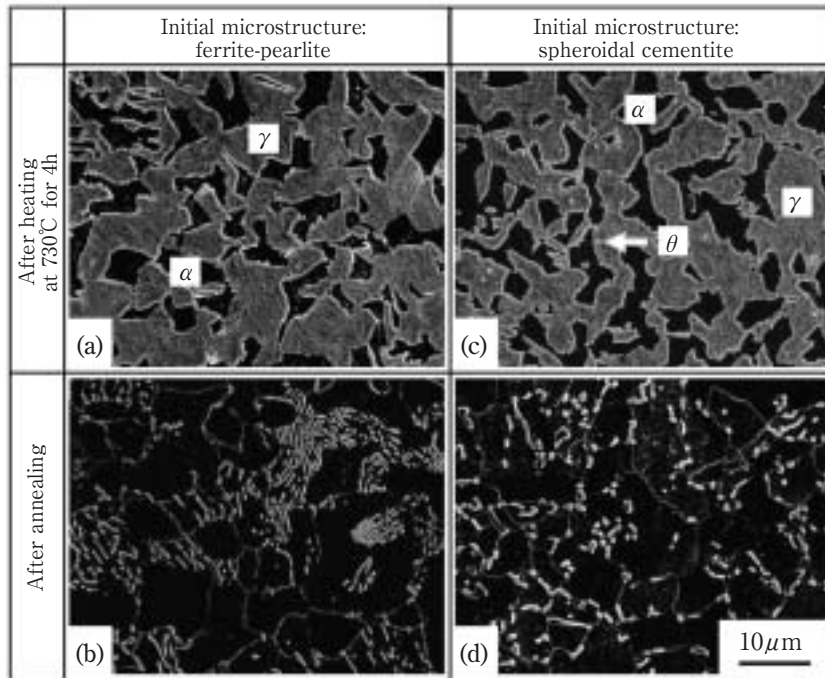


Fig. 3 Changes in microstructure during annealing in cooling rate of 10°C/h from 730°C.

められず、セメンタイトはおおむね球状である。

球状 θ 組織材における730°Cでの均熱後と焼鈍後のセメンタイト粒子数の変化をFig. 4に示す。焼鈍後のセメンタイト粒子数は $0.13 \mu\text{m}^{-2}$ であり、730°Cに均熱した後の未溶解セメンタイト粒子数の $0.015 \mu\text{m}^{-2}$ に比べて、顕著に増加している。このことから、亜共析鋼の徐冷法では、未溶解セメンタイトの成長のみではセメンタイトの球状化を説明できず、徐冷中に新たに球状セメンタイトが生成すると考えられる。したがって、亜共析鋼に徐冷法を適用する場合、共析鋼とは異なり、未溶解セメン

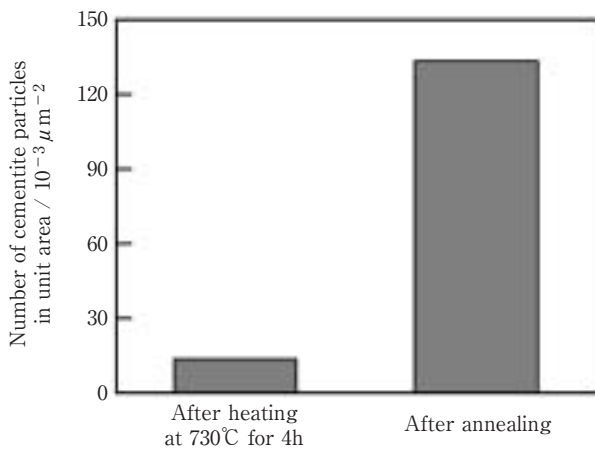


Fig. 4 Changes in number of cementite particles during annealing (initial microstructure: spheroidal cementite.)

タイトが残存しなくても、セメンタイトが球状化する可能性が示唆される。

3.2 加熱温度の影響

球状 θ 組織材を用いて770°Cにて4hの均熱後に10°C/hで徐冷した際の組織変化をFig. 5に示す。730°C加熱の場

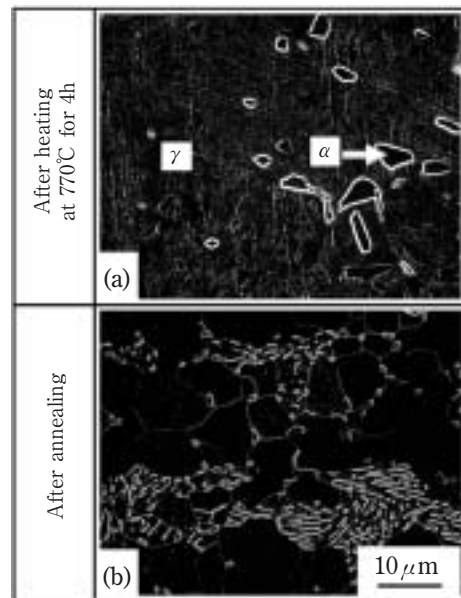


Fig. 5 Changes in microstructure during annealing in cooling rate of 10°C/h from 770°C (initial microstructure: spheroidal cementite.)

合 (Fig. 3 (b))とは異なり、加熱温度を770℃の高温にすると、未溶解セメンタイトは認められず、オーステナイトの体積率が増加し、焼鈍後にはパーライトが認められる。このように加熱温度を高温にすることにより、セメンタイトが完全に溶解し、オーステナイトの体積率が増加すると、セメンタイトは球状化せずにパーライトが生成する。

3.3 冷却速度の影響

3.1節にて述べたように、亜共析鋼の徐冷法ではA₁点以上への加熱により未溶解セメンタイトが残存しなくても、セメンタイトが球状化する可能性が示唆された。共析鋼では未溶解セメンタイトが比較的少ない場合でも、冷却速度を低下させることにより、セメンタイトが球状化することが報告されている⁶⁾。そこで、亜共析鋼において、未溶解セメンタイトが残存しない場合のセメンタイトの球状化挙動に及ぼす冷却速度の影響について検討した。730℃での均熱後に未溶解セメンタイトが残存しないF + P組織材 (Fig. 3 (a)) を用いて2℃/hにて冷却した後の組織をFig. 6に示す。冷却速度を2℃/hと遅

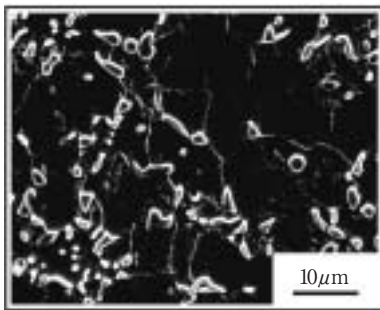


Fig. 6 Microstructure of the specimen after annealing in cooling rate of 2°C/h from 730°C (initial microstructure: ferrite-pearlite.)

くした場合には、焼鈍組織にパーライトは認められずセメンタイトはおおむね球状である。一方、730℃から10℃/hにて冷却した場合には、Fig. 3 (c) に示すようにパーライトが認められる。このように、共析鋼とは異なり、亜共析鋼の徐冷法においては、未溶解セメンタイトが残存しなくても、A₁点以上の均熱温度からの冷却速度を低下させることにより、セメンタイトを球状化できる場合がある。

4. 考察

4.1 未溶解セメンタイトの影響

3.1節にて述べたように、A₁点以上での均熱後の未溶解セメンタイトの有無により、セメンタイトの球状化挙動が異なった。この原因を検討するため、焼鈍における徐冷中の組織変化に及ぼす未溶解セメンタイトの影響を調査した。10℃/hでの徐冷に伴うセメンタイト粒子数とオーステナイト体積率の変化をFig. 7に示す。初組織が球状θ組織の場合、730℃での均熱において、未溶解セメンタイトが残存しており、初組織がF + P組織の場合には未溶解セメンタイトは残存しない。いずれの初組織の場合でも、730℃からの徐冷においてセメンタイト粒子数は、ある温度までほとんど変化せず、さらに冷却すると急増した後、緩やかに増加する。セメンタイト粒子数が急増する温度は初組織、すなわち730℃での均熱後の未溶解セメンタイトの有無により異なり、未溶解セメンタイトが残存しない場合には675℃であるが、未溶解セメンタイトが残存する場合には685℃と高温である。オーステナイト体積率に関しては、いずれの初組織

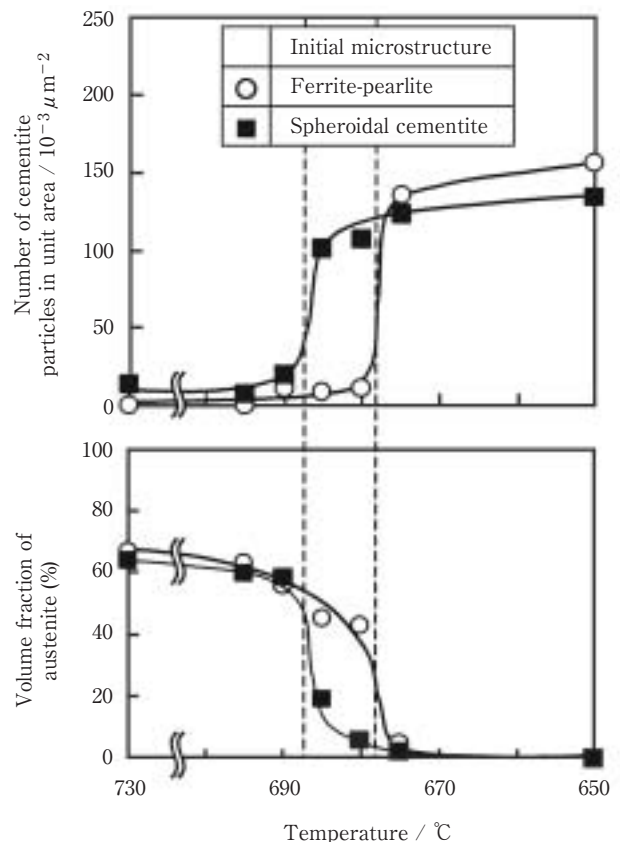


Fig. 7 Changes in number of cementite particles and volume fraction of austenite during annealing in cooling rate of 10°C/h from 730°C.

の場合にも、730℃での均熱後では約65%と同等である。徐冷に伴うオーステナイト体積率の変化は、セメンタイト粒子数の増加と対応しており、セメンタイト粒子数が急増する温度においてオーステナイト体積率は急激に減少する。このように、いずれの初組織の場合も、オーステナイトがフェライトとセメンタイトに変態する際に新たなセメンタイト粒子を生成する。この時、730℃での均熱後に未溶解セメンタイトが残存する場合には、未溶解セメンタイトが残存しない場合に比べて高温で変態が進行し、セメンタイトは球状に成長する。

10℃/hでの徐冷に伴う組織変化をFig. 8に示す。730℃での均熱後に未溶解セメンタイトが残存しないF + P組織材を、690℃まで徐冷すると、Fig. 8 (a)に示すように $\alpha + \gamma$ 二相組織のフェライト粒界に少量のセメンタイトが認められる。セメンタイト粒子数が急増する直前の680℃まで徐冷すると、Fig. 8 (b)に示すように若干のパーライトと球状セメンタイトおよび多量の未変態オーステナイトが認められる。675℃まで冷却するとFig. 8 (c)に示すように変態は完了し、多量のパーライトが認められる。このように未溶解セメンタイトが残存しない場合、未変態のオーステナイト粒は粗大なまま比較的低温にまで過冷された後に変態し、パーライトが生成する。

一方、730℃の均熱において未溶解セメンタイトが残存する球状 θ 組織材を、セメンタイト粒子数が急増する直前の690℃まで徐冷すると、Fig. 8 (d)に示すように $\alpha +$

γ 二相組織のフェライト粒界とオーステナイト粒内のそれぞれにセメンタイトが認められる。フェライト粒界のセメンタイトはオーステナイト粒内のセメンタイトよりも粒子径が大きい。Fig. 7に示したように、690℃においては、セメンタイト粒子数は増加していない。したがって、690℃まで徐冷した時の組織で認められるフェライト粒界の球状セメンタイトは、これまでに亜共析鋼の徐冷法において報告されているように⁸⁻¹⁰⁾、オーステナイト粒内に残存した未溶解セメンタイトが徐冷中に成長したものと考えられる。また、この時点でオーステナイト中に認められる小さなセメンタイト粒子は成長前の未溶解セメンタイトと考えられる。680℃まで冷却するとFig. 8 (e)に示すように、未溶解セメンタイトが残存しないF + P組織材の場合と異なり、オーステナイト体積率は顕著に減少し、残存するオーステナイト粒は微細でフェライト粒間に存在する。その後、675℃まで徐冷すると、Fig. 8 (f)に示すように変態はほぼ完了し、フェライト粒界に大きな球状セメンタイトが認められる。このように球状 θ 組織材の場合、未溶解セメンタイトが成長することにより変態が高温で進行するとともに、未変態のオーステナイト粒が微細に分割される。高温ほど原子の拡散は速いが、パーライトの生成速度および成長速度は高温で変態するほど、すなわち過冷度が小さいほど遅い¹¹⁾。このため、 α / γ 界面に新たなセメンタイトが生成すると¹¹⁾、680℃での組織 (Fig. 8 (e)) に認められたよう

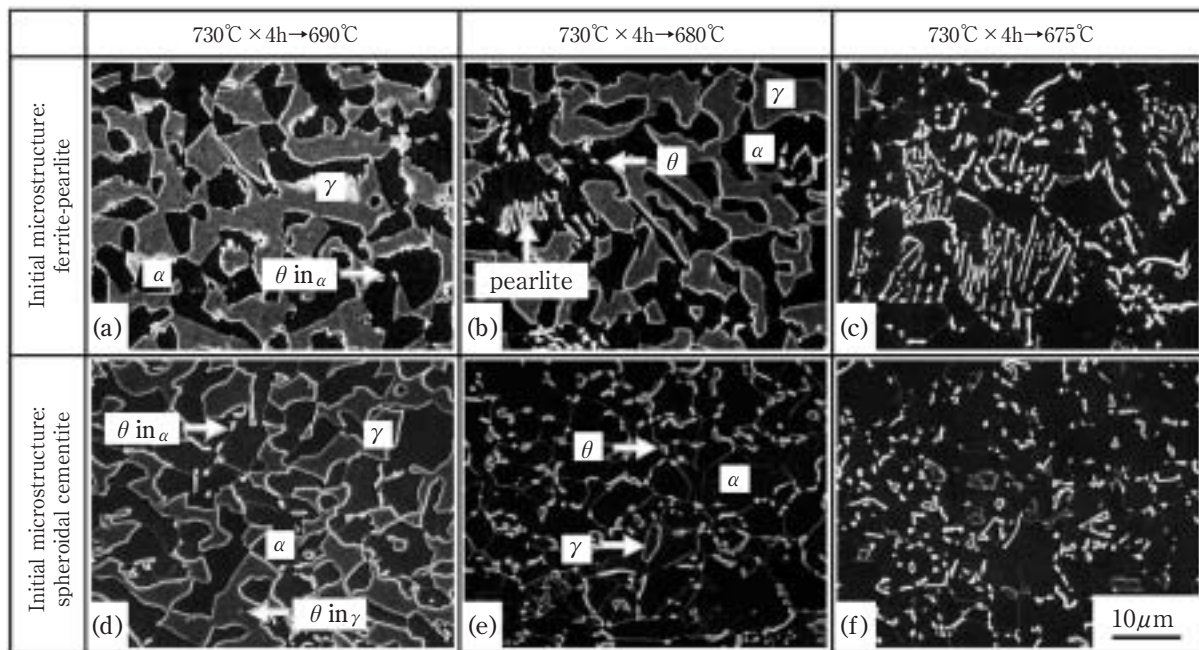


Fig. 8 Changes in microstructure during annealing in cooling rate of 10℃/h from 730℃.

な微細なオーステナイト粒では、粒内全域の固溶炭素が生成したセメンタイトにまで拡散し、セメンタイトが球状に成長すると考えられる。最終的にパーライトを生成せずに675℃での組織においてフェライト粒界に認められたような大きな球状セメンタイトが生成すると考えられる。

以上の結果より、亜共析鋼の徐冷法では、 A_1 点以上での均熱後の未溶解セメンタイトは、それ自体が球状に成長することに加え、変態を比較的高温で進行させかつ未変態のオーステナイト粒を微細にすることにより、セメンタイトの球状化に寄与していると考えられる。

4.2 フェライトとオーステナイトの二相組織の影響

亜共析鋼においては3.3節で示したように、 A_1 点以上での均熱後に未溶解セメンタイトが存在しない場合でも冷却速度を低下させることにより、セメンタイトの球状化が可能であり、セメンタイトの球状化を左右する組織因子は未溶解セメンタイトの有無のみではないと考えられる。亜共析鋼における徐冷法の場合、 A_1 点以上での均熱後の組織は共析鋼とは異なり、 $\alpha + \gamma$ 二相組織であり、加熱条件を変更することにより未溶解セメンタイトの有無以外に、オーステナイトの体積率が変化する。また、その後の徐冷に伴う変態において、新たなセメンタイトの

生成サイトとなる α / γ 界面¹¹⁾の面積も加熱条件によって変化する。そこでセメンタイトの球状化に及ぼすオーステナイト体積率および α / γ 界面面積の影響について検討した。

A_1 点以上の種々の温度に加熱後、650℃まで2℃/hにて徐冷した際の組織変化をFig. 9に示す。 A_1 点以上での加熱条件は「730℃×4h」、「750℃×4h」および「770℃×4hの後に720℃×4h」（以下、770℃+720℃加熱と記す）であり、 A_1 点以上での均熱においてセメンタイトを完全に溶解させるためF+P組織材を用いた。ここで、730℃にて均熱後および焼鈍後の組織はそれぞれFig. 3 (a)とFig. 6と同一である。いずれの加熱条件においても、徐冷開始前の組織は $\alpha + \gamma$ 二相組織であり、セメンタイトは認められない。730℃加熱では焼鈍後のセメンタイトは球状であり、高温の750℃加熱では、球状セメンタイトに加えパーライトが認められる。さらに、770℃+720℃加熱では多量のパーライトが認められる。

A_1 点以上での均熱後のオーステナイト体積率をFig.10に示す。730℃加熱ではオーステナイト体積率は68%であり、焼鈍後のセメンタイトは球状である。オーステナイト体積率が77%と大きい高温の750℃加熱では、焼鈍後の組織には若干のパーライトが認められた。一方、

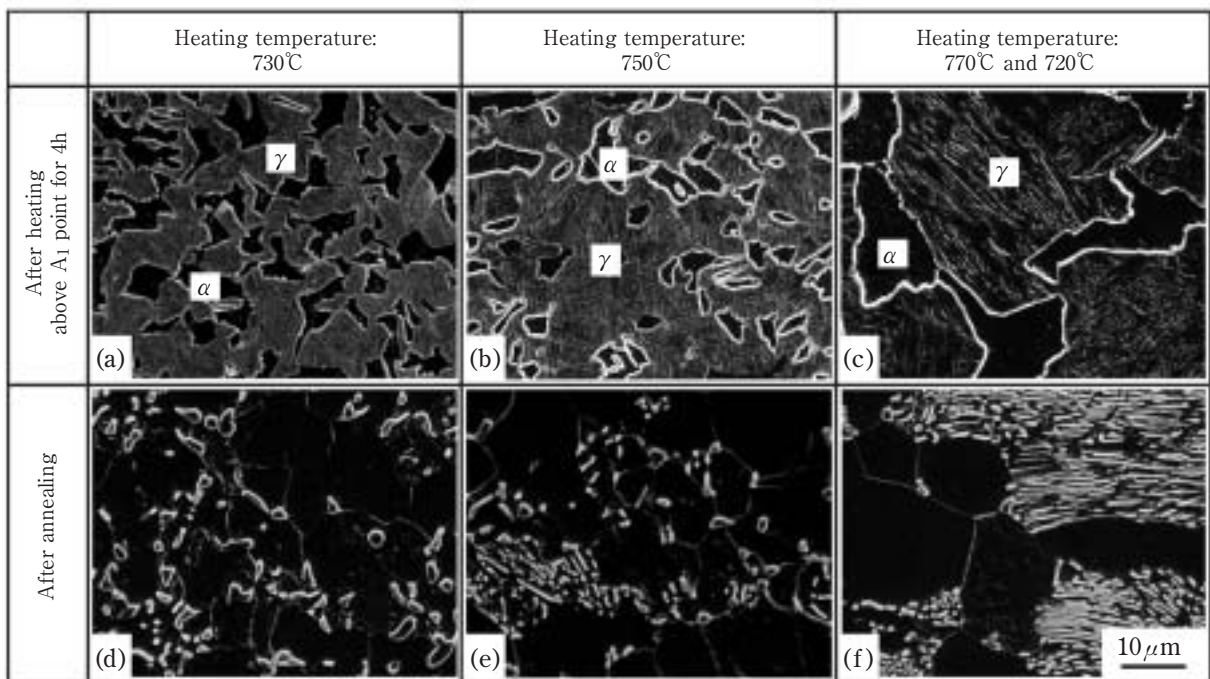


Fig. 9 Changes in microstructure during annealing in cooling rate of 2℃/h from heating temperature above A_1 point (initial microstructure: ferrite-pearlite.)

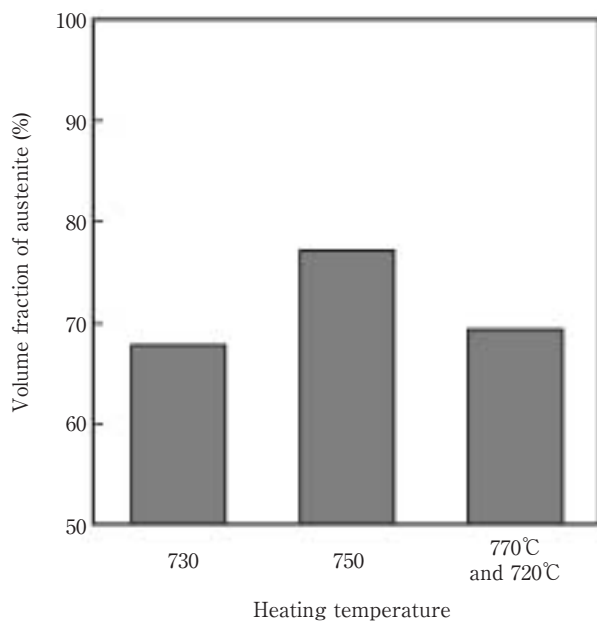


Fig. 10 Volume fraction of austenite in the specimens after heating above A_1 point for 4h (initial microstructure ferrite-pearlite.)

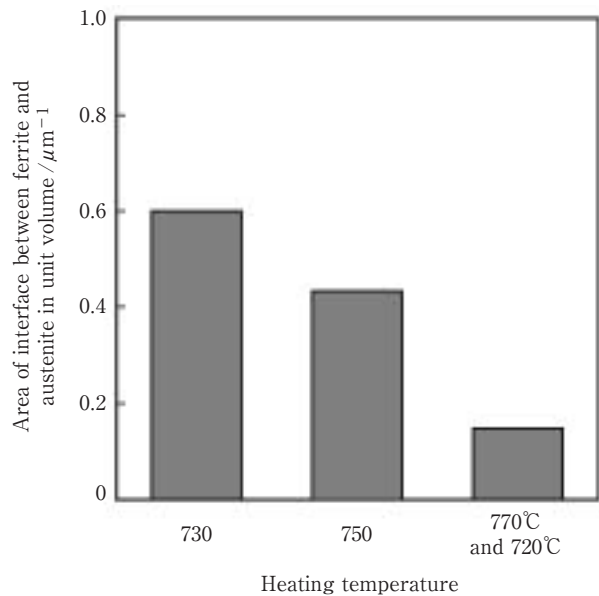


Fig. 11 Area of interface between ferrite and austenite in the specimens after heating above A_1 point for 4h (initial microstructure: ferrite-pearlite.)

770°C + 720°C加熱のオーステナイト体積率は69%であり、730°C加熱と同等であるにもかかわらず多量のパーライトが生成した。したがって、亜共析鋼の徐冷法において、 A_1 点以上での均熱後のオーステナイト体積率ではセメンタイトの球状化を説明できない。

A_1 点以上での均熱後の α/γ 界面面積をFig.11に示す。セメンタイトが球状化した730°C加熱では、 α/γ 界面面積は $0.60\mu\text{m}^{-1}$ である。これに対して、 α/γ 界面面積が $0.43\mu\text{m}^{-1}$ と少ない750°C加熱では若干のパーライトが生成した。770°C + 720°C加熱の場合、 α/γ 界面面積はさらに少ない $0.15\mu\text{m}^{-1}$ であり、多量のパーライトが生成した。このように A_1 点以上での均熱後に α/γ 界面面積が多い場合には、未溶解セメンタイトが残存しなくても、セメンタイトを球状化することが可能である。一方、未溶解セメンタイトが残存せず、かつ α/γ 界面面積が少ない場合には、セメンタイトは球状化しない。すなわち、亜共析鋼の徐冷法によるセメンタイトの球状化挙動に対しては、 A_1 点以上での均熱後の未溶解セメンタイトの有無に加えて、 α/γ 界面面積も重要な因子であると考えられる。

4.3 A_1 点以上での均熱後の組織因子の影響

亜共析鋼の徐冷法におけるセメンタイトの球状化挙動

の模式図をFig.12に示す。 A_1 点以上での均熱後に未溶解セメンタイトが残存する場合(a)、徐冷中に未溶解セメンタイトが成長することにより高温で変態が進行する。未変態のオーステナイト粒は微細に分割され、フェライト粒間に残存する(b)。4.1節で述べたように、高温で変態が進行すると微細なオーステナイト粒からは球状のセメンタイトが生成する(c)。

α/γ 界面面積が大きく、未溶解セメンタイトが残存しない場合(d)、徐冷中にフェライトが生成して、オーステナイトの体積率が減少する際に、オーステナイト粒は分割されて微細になる(e)。その後、未溶解セメンタイトが残存する場合と同様に、フェライト粒間に残存した微細なオーステナイト粒から球状セメンタイトが生成すると考えられる(f)。

α/γ 界面面積が小さく、未溶解セメンタイトが残存しない場合(g)、徐冷中にフェライトが生成して、オーステナイトの体積率が減少しても、未変態のオーステナイト粒は粗大なままである(h)。この場合、オーステナイト粒が微細な場合に比べて、セメンタイトの核生成サイトとなる α/γ 界面面積が少ないため、核生成頻度が小さくなり、さらに過冷された後にセメンタイトの析出が進行すると考えられる。過冷度が大きくなると、炭素の拡散が遅くなることに加え、パーライトの生成・成長速度が速くなるため、新たにセメンタ

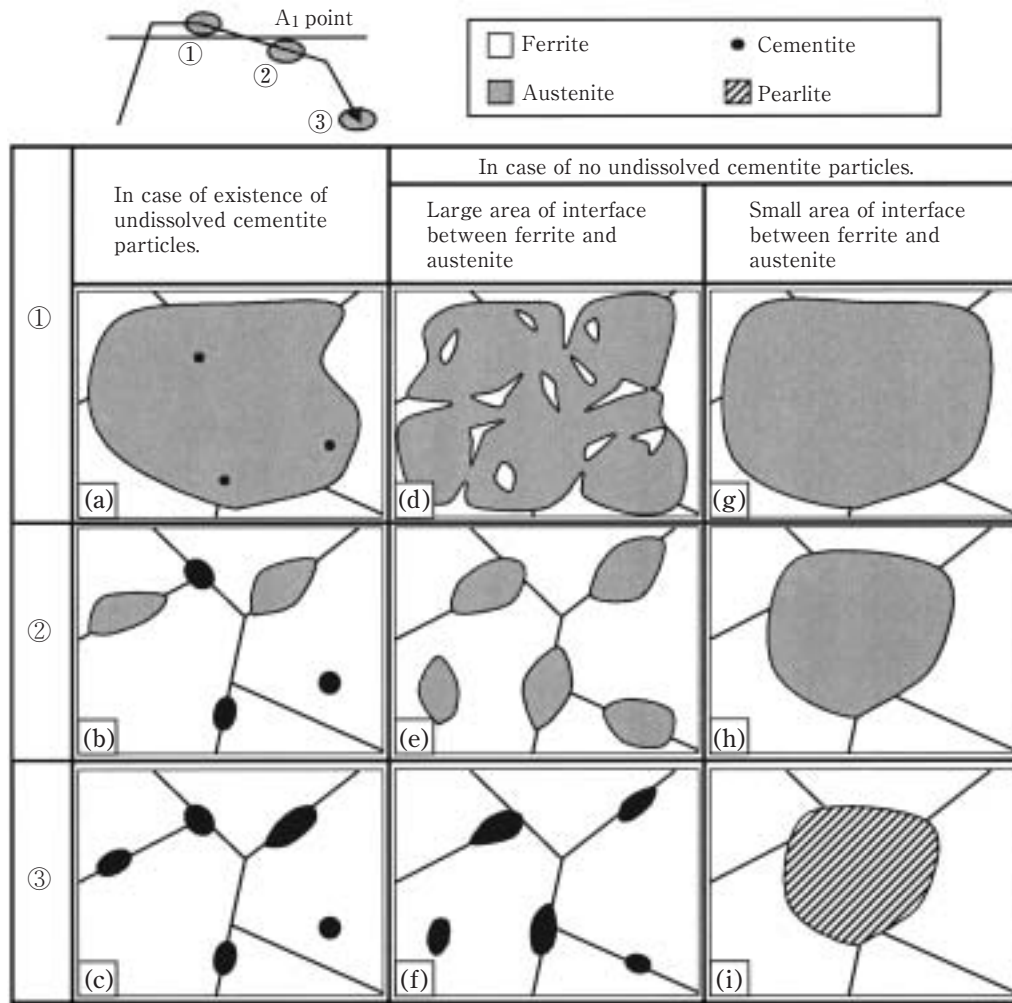


Fig.12 Schematic illustration of spheroidization behavior of cementite during slow-cooling-method in hypo-eutectoid steels.

イトが核生成してもパーライトとして成長すると考えられる (i)。

5. 結 言

0.36mass% C鋼を用いて、亜共析鋼の徐冷法によるセメンタイトの球状化挙動に及ぼすA₁点以上での均熱後の組織の影響について検討し、以下の結果を得た。

- (1) A₁点以上での均熱後の未溶解セメンタイトは、それ自体が球状に成長することに加え、変態を比較的高温で進行させかつ未変態のオーステナイト粒を微細にすることにより、セメンタイトの球状化に寄与していると考えられる。
- (2) A₁点以上での均熱後の α / γ 界面面積が大きい場

合には、セメンタイトが残存しなくてもパーライトが生成しにくく、セメンタイトは球状化する。

- (3) 亜共析鋼の徐冷法によるセメンタイトの球状化に関しては、共析鋼とは異なり、未溶解セメンタイトの有無のみではセメンタイトの球状化を説明できず、 α / γ 界面面積も重要な因子であると考えられる。

参考文献

- 1) T. Inoue, Y. Ochida and S. Kinoshita: Tetsu-to-Hagane, 61 (1975), 808.
- 2) T. Hoshino, K. Amano, N. Tabata and S. Nakano: Kawasaki Steel Giho, 23 (1991), 105.
- 3) M. Suzuki, N. Ookubo and A. Hiramatsu: Nisshin Steel Tech. Rep., 81 (2001), 1.
- 4) M. Suzuki, M. Akiduki and A. Hiramatsu: CAM-ISIJ, 18 (2005), 567.
- 5) 例えば, S. Kinoshita: Netsushori, 15 (1975), 237.
- 6) T. Nakano and H. Kawatani: Tetsu-to-Hagane, 58 (1972), 2012.
- 7) T. Inoue and S. Kinoshita: Tetsu-to-Hagane, 62 (1976), 875.
- 8) Y. Kanetsuki, K. Yasunaga and H. Mori: Tetsu-to-Hagane, 78 (1992), 477.
- 9) T. Ochi, T. Mori and Y. Okuno: CAM-ISIJ, 3 (1990), 1830.
- 10) T. Ochi and Y. Koyasu: CAM-ISIJ, 4 (1991), 2046.
- 11) W. Dahl著, 小林俊郎, 梶野俊彦訳: 鉄鋼材料工学, 新日本鑄鍛造協会, 大阪, (1988), 14.