

# 浸炭粗大粒防止鋼の開発

## Development of Anti-coarsening Extra-fine Steel for Carburizing

久保田 学<sup>\*(1)</sup>  
Manabu KUBOTA

越智 達朗<sup>\*(2)</sup>  
Tatsuro OCHI

### 抄 録

浸炭部品の製造工程における中間熱処理の省略や高温浸炭化のニーズが大きい。しかしながら、このような工程では粗大粒が発生し、部品の性能に悪影響を及ぼすため、その防止技術の開発が課題であった。このため、析出物の多量・微細分散による粗大粒の防止技術の開発を行った。開発鋼はさまざまな部品加工工程においても優れた粗大粒防止特性を示し、特に1 323Kの高温浸炭においても粗大粒を防止できることを確認した。

### Abstract

There are large needs for omitting intermediate heat treatments in manufacturing process of carburizing units and increasing the carburizing treatment temperature. However, since grain coarsening which often occurs in these processes gives negative impacts on property of units, it is necessary to develop techniques to prevent the grain coarsening. Therefore, we have developed a new technique effective in preventing the grain coarsening by fining precipitate size and increasing its volume. The developed steel shows good property in preventing the grain coarsening in various manufacturing processes of units. In particular, the developed steel proved to prevent the grain coarsening at 1,323K high temperature carburizing.

## 1. 結 言

自動車のギヤ、シャフト、軸受等の駆動系部品は疲労強度、耐磨耗性を向上させる目的で浸炭処理が行われることが多い。このような自動車部品の大きな課題の一つは、製造コストの低減、環境対策等を目的とした、部品の製造工程の簡省略である。

冷間加工によって成型した部品に浸炭処理を行うと、処理中に一部のオーステナイト結晶粒が異常粒成長を起こしやすくなり、いわゆる“粗大粒”が発生することが知られている。粗大粒の発生は部品の疲労、衝撃特性の低下、及び熱処理歪の増加による部品精度の劣化等の悪影響を及ぼす。このため、浸炭処理前に焼準や焼鈍を行い、冷間加工の影響を除去する必要がある。

また、浸炭処理温度を上げることができれば浸炭時間の短縮が可能となり、生産性の向上、省エネルギー化を図ることができる。浸炭温度の高温化は、深い浸炭深さが必要な部品の場合に特に効果的である。例えば1 mmの浸炭深さが必要な部品の場合、通常の浸炭温度である1 203KではCの拡散に約12時間を要するが、1 323Kでは1/4の約3時間で同等のC濃度分布が得られるため、大幅な処理効率の向上となる。しかしながら浸炭温度の高温化に伴って粗大粒が発生しやすくなるため、高温浸炭処理を行った後に一旦変態点以下の温度まで冷却し、その後より低いオーステナイト化温度に再加熱することによって、粗大化した組織を微細化する必要があった。

本報では上記の中間熱処理や浸炭後の再加熱処理を省略し、粗大

粒の発生を防止することを可能とした浸炭粗大粒防止鋼の開発に関して、新日本製鐵の取り組みを述べる。

## 2. 粗大粒防止の考え方

多結晶組織中に微細析出物等の第2相粒子を分散させると、結晶粒界がピン止めされて結晶粒成長が抑制されることは良く知られており、定常粒成長の場合にはZenerによる解析が代表的な理論として知られている<sup>1)</sup>。異常粒成長についても第2相粒子によるピン止め効果との関係が指摘されている。Gladman<sup>2)</sup>は、異常粒成長の臨界条件として次式を導いた。

$$r_{crit} = \frac{6R_0f}{\pi} \left( \frac{3}{2} - \frac{2}{Z} \right)^{-1} \quad (1)$$

ここで、 $r_{crit}$ は臨界析出物粒子半径、 $R_0$ はマトリックス結晶粒半径、 $f$ は析出物の体積分率、 $Z$ は初期混粒度(成長結晶粒半径 $R$ )/マトリックス結晶粒半径( $R_0$ )である。

異常粒成長は、結晶粒界をピン止めする鋼中の微細析出物の半径 $r$ が何らかの原因により(1)式の $r_{crit}$ を超えたときに発生するため、 $r_{crit}$ が小さいほど粗大粒が発生しやすいことになる。すなわち粗大粒は、

- (1) 浸炭加熱時の 変態によって形成されたマトリックスの結晶粒が微細( $R_0$ 小)であり
- (2) 粒の混粒度が大きく( $Z$ 大)
- (3) ピン止め粒子の数が少ない( $f$ 小、又は $r$ 大)

<sup>\*(1)</sup> 室蘭技術研究部 主任研究員  
北海道室蘭市仲町12 〒050-8550 TEL:(0143)47-2301

<sup>\*(2)</sup> 室蘭技術研究部 主幹研究員 工博

という場合に発生しやすい。

このことから、冷間加工材に粗大粒が発生する理由は、冷間加工によって浸炭加熱時の 変態によって形成される 粒が不可避免的に微細化 ( $R_0$  小) することによって  $r_{crit}$  が小さくなり、析出物の半径  $r$  が  $r_{crit}$  を超えるためであり、また高温浸炭で粗大粒が発生する理由は、高温加熱中に析出物の半径  $r$  がオストワルド成長によって  $r_{crit}$  を超えたり<sup>3)</sup>、あるいは析出物の一部がマトリックス中に溶解したりすることによって  $f$  が減少し、 $r_{crit}$  が析出物の半径  $r$  よりも小さくなるためであると理解できる。

以上より、粗大粒の発生を防止するためのポイントは、鋼成分、製造条件、二次加工条件を制御することによって浸炭処理の段階での微細析出物の多量 ( $f$  大)・微細 ( $r$  小) 分散を図り、析出物の半径  $r$  が  $r_{crit}$  を超えないように制御することであることが分かる。析出物の多量・微細分散のための指針を図1に示す。

- (1) 棒鋼圧延の加熱時に鑄片段階で析出する粗大な析出物を一旦完全に溶体化させる。
- (2) より多くの析出物を溶体化するため、圧延加熱温度を高温化する。析出物を形成する元素は、その溶解度積に応じて、圧延加熱温度で固溶することができる最大量を添加する。
- (3) その後二次加工工程における焼鈍、焼準、又は浸炭加熱の昇温過程で析出物を微細析出させる。

鋼中でピン止め粒子として利用できる微細析出物としてはAIN, Nb(CN), Ti(CN), V(CN) 等が挙げられるが、上記の指針に適する析出物として、圧延加熱時には完全に溶体化でき、浸炭加熱時には相当量を析出させることができる性質を持つものが望ましい。上記の析出物の中では、AINが最も一般的で上記の目的にも適しているため、基軸として利用することを検討した。また、AINのみではピン止め粒子の量が不足する場合も考え、AINに加えてNb(CN)を併用することも検討した。

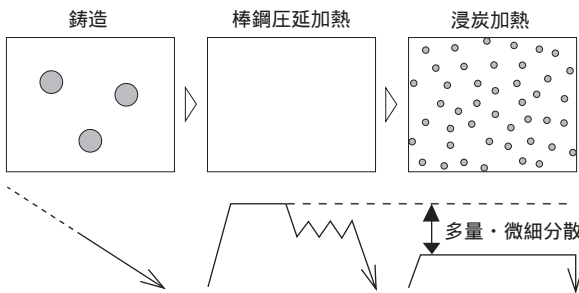


図1 析出物の多量・微細分散の考え方

### 3. 実験方法

粗大粒発生挙動を調査するための供試材として、JIS SCr420を基本成分とし、Al, Nb, Nの添加量を変えたものを用いた。化学成分を表1に示す。No.1から6はAIN量の影響を調査するためAl, Nの添加量を変化させたものであり、Al, Nの添加量の比はAINの化学量論比 (Al/N = 1.94) を狙った。No.7から10はNo.5をベースにNb添加量を変化させたものであり、No.11はNo.10をベースにAl添加量を減少させたものである。

粗大粒の発生挙動、析出物の分散状況は各製造工程の析出物の固溶・析出状態やマトリックス組織の影響によって大きく異なる<sup>4-7)</sup>ことが予想されるため、実験に際しては供試材の履歴を実際の製造工程に極力合わせるよう考慮した。

実験室の真空溶解炉で溶解、鑄造を行い150kgの鑄塊を作成した後、熱間鍛造で50×50mmの角棒とした。その後1573Kで均熱拡散処理を行った後に空冷し、切削加工で44×44mmの圧延素材とした。次に実工程の棒鋼圧延、又は熱間鍛造を模擬するため、実験室において2パスの熱間圧延を行った。熱間圧延は1498K×1.2ksの加熱を行い、1373Kと1233Kでそれぞれ圧下率25%の板圧延を施し、その後空冷する条件で行った。熱間圧延後の1073から773K間の平均冷却速度は0.46K/sであった。作成した圧延板のうち、一部について図2の条件の球状化焼鈍 (SA) 処理、又は焼準処理を行った。焼準は1193K×3.6ksに加熱後空冷する条件で行った。

次に圧延板から直径16mm、長さ24mmの円柱試験片を作成した。冷間加工工程を想定しているものについては、作成した円柱試験片に据え込み率50%、歪速度1.0の条件で据込み冷間加工を行った。

浸炭を模擬するため、円柱試験片を1223~1323K×18ksの条件で加熱保定した後直ちに水冷し、模擬浸炭後のオーステナイト組織をマルテンサイト組織の旧オーステナイト粒界として凍結した。一部については加熱温度をさらに高くする試験を追加した。

次に模擬浸炭を行った試験片の圧延方向断面の旧オーステナイト粒組織を観察し、JIS結晶粒度番号を測定した。粗大粒の定義をJIS

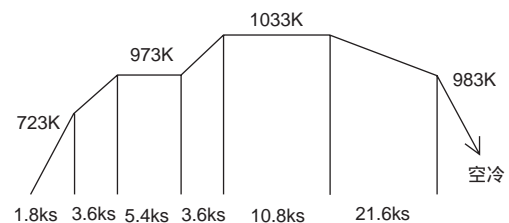


図2 SAパターン

表1 供試材の化学成分

No.	(mass%)									
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Sol.Al	Nb	N	備考
1	0.21	0.26	0.81	0.015	0.014	1.05	0.014	Tr.	0.0056	AIN型
2	0.20	0.26	0.80	0.014	0.015	1.05	0.019	Tr.	0.0112	
3	0.19	0.26	0.81	0.014	0.015	1.05	0.024	Tr.	0.0132	
4	0.20	0.26	0.81	0.014	0.016	1.05	0.028	Tr.	0.0137	
5	0.21	0.26	0.82	0.016	0.013	1.05	0.031	Tr.	0.0152	
6	0.20	0.26	0.82	0.015	0.012	1.05	0.048	Tr.	0.0239	
7	0.18	0.26	0.79	0.016	0.014	1.03	0.028	0.005	0.0136	Nb添加型
8	0.20	0.26	0.80	0.016	0.014	1.04	0.027	0.010	0.0144	
9	0.21	0.25	0.82	0.015	0.013	1.04	0.029	0.020	0.0160	
10	0.20	0.26	0.82	0.015	0.013	1.05	0.029	0.041	0.0155	
11	0.21	0.25	0.80	0.014	0.014	1.03	0.011	0.041	0.0112	

結晶粒度番号で5番以下とし、断面内の全ての視野を観察し、一つでも粗大粒が発生しているものは粗大粒発生と判定した。模擬浸炭温度の低温側から観察を始めて、粗大粒が最初に発生した温度を粗大粒発生温度とし、それぞれの水準について粗大粒発生温度を求めた。なお、組織観察は全てn=2とした。

#### 4. 実験結果及び考察

##### 4.1 AIN及びNb(CN)の固溶 - 析出挙動

微細析出物の分散状態を制御するためには、析出物の固溶 - 析出挙動を把握しておくことが重要である。このため、AIN, Nb(CN)の挙動を調査した。

##### 4.1.1 加熱時の溶体化挙動

AIN型, Nb添加型の材料を各温度に1.2ks保定し、直ちに水冷した後にAIN, Nb(CN)の析出量を調査することによって、各析出物の加熱時の溶体化挙動を調べた。結果を図3, 図4に示す。Al, Nb, Nの添加量が多くなるほど析出物の完全溶体化温度は上昇する。添加量が多い場合は溶体化温度が1500Kを超える場合も見られ、このような成分系の場合は圧延加熱の段階で析出物を溶体化するのは困難となる。なお、このような溶体化挙動は比較的単純な系の場合には析出物の溶解度積からある程度予測可能であるが、Al, Nb, N, C等が複合添加された系の場合には挙動が複雑になるため、Thermo-Calc等の計算ソフトウェアの使用が有効である。

##### 4.1.2 冷却中の析出挙動

加工フォーマスターを用いて冷却中のAIN, Nb(CN)の析出挙動を調査した。Nb添加型の材料を用い、圧延, 熱間鍛造を模擬するため、1523KにてAIN, Nb(CN)を一旦溶体化し、1273Kにて50%の圧下を行った後に冷却を開始し、CCT線図を作成した。冷却後の試験片から化学分析用サンプルを採取してAIN, Nb(CN)の析出量を測定し、別途測定した1123K x 7.2ks加熱 - 水冷材のAIN, Nb(CN)の析

出量を最大析出量とすることによって、それぞれの冷却速度における析出率を算出した。

図5, 表2より、中で固溶状態のAINは、実用上の冷却速度範囲内ではほとんど析出しないことが分かる。すなわち、圧延材, 又は鍛造材の段階で既に析出しているAINは、圧延加熱, 又は鍛造加熱の段階でマトリックス中に固溶していない、溶け残りのAINであるということが言える。従って、圧延材, 又は鍛造材中のAIN析出量は、圧延加熱, 又は鍛造加熱で析出物の溶体化が十分に行われているかどうかを判定する指標として使用することができる。一方、中で固溶状態のNb(CN)は冷却速度が比較的大きい場合には析出量が比較的少ないが、変態時に析出量が増加することが分かる。

##### 4.1.3 加熱中の析出挙動

Nb添加型の材料を用いて、加熱中のAIN, Nb(CN)の析出挙動を調査した。1573K x 1.8ksの加熱によって析出物を溶体化した後に空冷したものを素材とし、等速加熱を行った。所定の温度に達したところで直ちに水冷し、各温度における析出量を調査した。図6より、加熱過程ではAIN, Nb(CN)とともに変態に伴って急速に析出量が増加することが分かる。従って、浸炭加熱の前段階で析出物が固溶状態にあっても浸炭加熱の昇温過程で急速に析出するため、浸炭加熱の前に予め析出処理を行う必要はないことが分かる。

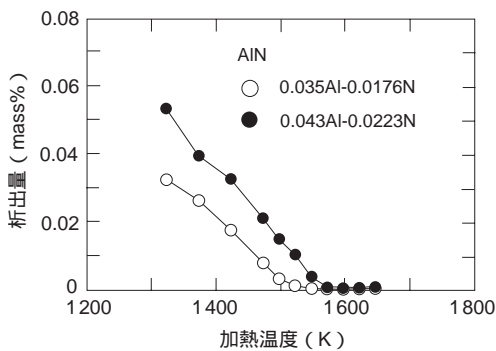


図3 AIN型の析出物の溶体化挙動

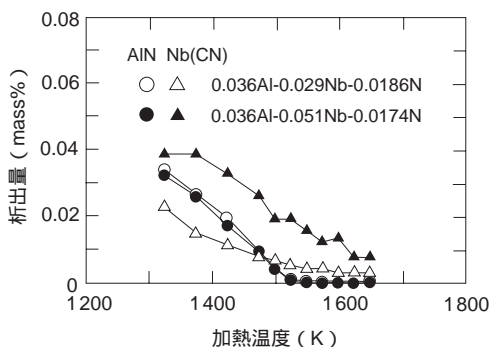


図4 Nb添加型の析出物の溶体化挙動

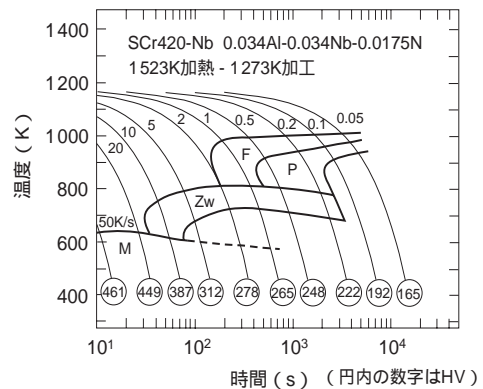


図5 SCr420-Nb鋼の変態挙動

表2 AIN, Nb(CN)の冷却中の析出率 (%)

	冷却速度 (K/s)									
	50	20	10	5	2	1	0.5	0.2	0.1	0.05
AIN	2	1	2	1	1	2	2	4	4	7
Nb(CN)	24	29	32	32	32	41	44	50	68	82

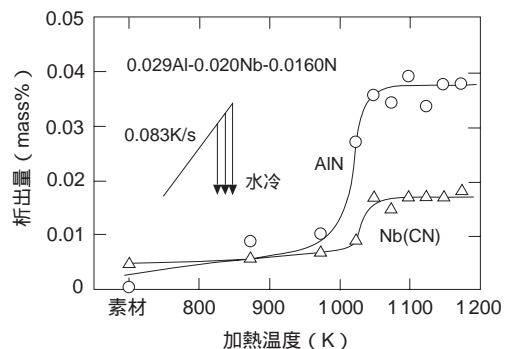


図6 昇温時のAIN, Nb(CN)の析出挙動

4.2 製造工程別の粗大粒発生挙動

析出物の分散状態や素材のミクロ組織は、部品の製造工程(加工・熱履歴)によってそれぞれ異なる。このため、代表的な製造工程別に粗大粒発生挙動を調査した。

4.2.1 圧延 - 冷間加工 - 浸炭工程

この工程は、引抜き加工の後に浸炭を行うシャフト類の製造工程に相当する。

No.1~6(AIN型)の粗大粒発生温度に及ぼすAl添加量の影響を図7に示す。Al添加量の増加に伴ってN添加量も増加しているため、図7はAINの量を増加するほど粗大粒発生温度が上昇することを示している。これは、浸炭時の析出物の体積分率( $f$ )が大きくなるためであると考えられる。しかしながら、ある量を超えて添加すると、粗大粒発生温度はかえって低下するという挙動を示す。圧延後のAIN量を図8に示す。No.6のように多量のAl, Nを添加した場合、本実験の圧延加熱温度(1498K)ではAINを完全に溶体化することができない。このため、浸炭加熱の過程で析出する微細AINが比較的粗大な未固溶のAINを核として析出し、浸炭時の微細AINの数がかえって減少するため、粗大粒発生温度が低下するものと思われる。すなわち、Al, Nの過度の添加は悪影響を及ぼすため、粗大粒防止のためのAl, N添加量の最適量が存在する。

粗大粒発生温度に及ぼすNbの影響を図9に示す。粗大粒発生温度はNbの添加によって低下するが、No.9について圧延後に徐冷(1073~773K間の平均冷却速度0.12K/s)を行うと、Nbを添加していないNo.5と同等のレベルに上昇する。圧延後のミクロ組織を写真1(a)(b)(c)に示す。Nbを添加していないNo.5のミクロ組織はフェライ

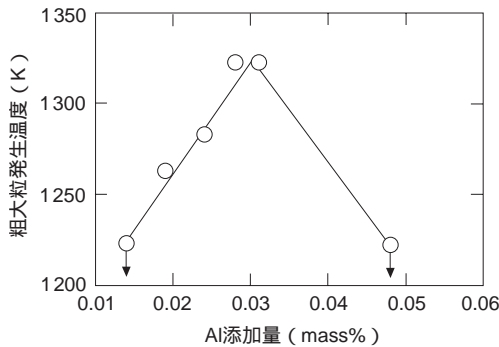


図7 Al添加量と粗大粒発生温度の関係(No.1~6)

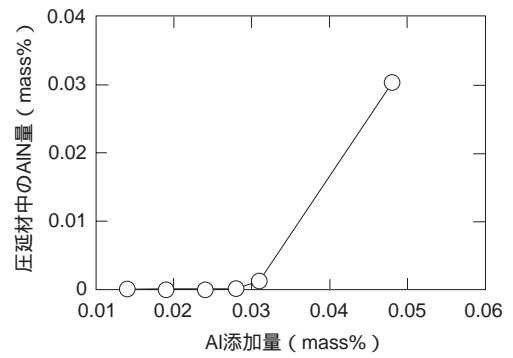


図8 Al添加量と未溶解AIN量の関係(No.1~6)

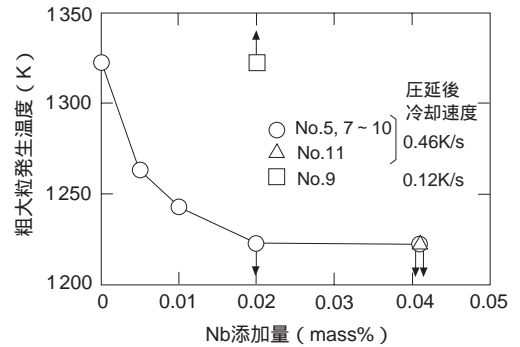


図9 Nb添加量と粗大粒発生温度の関係(No.5, 7~11)

ト・パーライト組織であるが、Nbを添加したNo.9のミクロ組織はフェライト・パーライト・ベイナイトの混合組織である。ベイナイトが発生した理由は、圧延加熱時に固溶したNbによって焼入れ性が上昇したためと考えられる。徐冷によってミクロ組織をフェライト・パーライト組織とすると粗大粒発生温度が上昇することから、Nb添加による粗大粒発生温度の低下は、組織因子を介した影響によるものであることが分かる。

写真1(d)(e)(f)に50%据込み冷間加工材の模擬浸炭における加熱初期のオーステナイト結晶粒を示す。圧延組織にベイナイトが発生しているものはマトリックスの結晶粒が顕著に微細になり、また混粒度も大きいことが分かる。すなわち、(1)式における $R_0$ が小さく、 $Z$ が大きくなることによって $r_{crit}$ が小さくなり、粗大粒が発生したものと考えられる。従って、この工程の場合は析出物の制御に加えてベイナイトを発生させないことが必要であり、製造に当たって

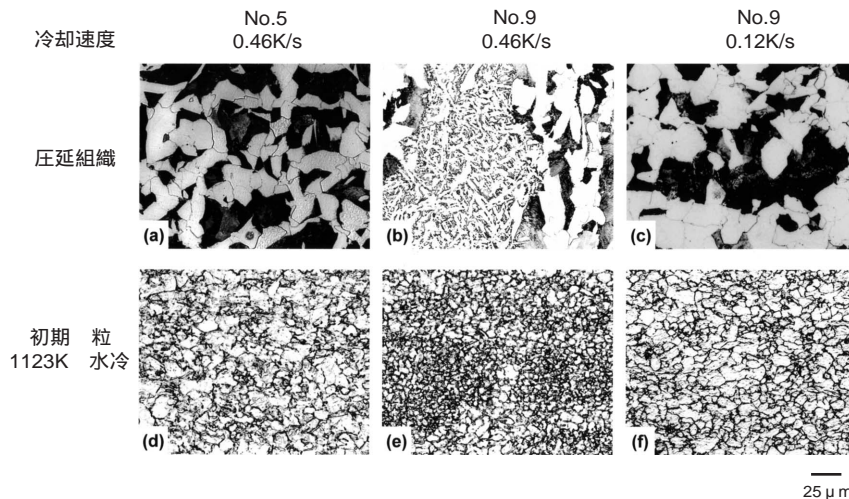


写真1 圧延組織、初期粒に及ぼすNb, 圧延後冷却速度の影響

は素材の焼入れ性と圧延条件にも留意する必要がある。

4.2.2 圧延 - SA - 冷間加工 - 浸炭工程

この工程は、冷間加工で成型される比較的小型のギヤ、浸炭軸受類の製造工程に相当し、SAを経由することが特徴である。

SA経由材の粗大粒発生温度に及ぼすNbの影響を図10に示す。図中には示していないが、No.5以外のAIN型(No.1~4, 6)についても1223Kの模擬浸炭において全て粗大粒が発生することを確認している。前節の圧延 - 冷間加工 - 浸炭工程とは逆に、AINのみでは粗大粒を防止することができず、Nbの添加が必須である。しかしながらAl添加量を低減したNo.11は、Nb添加量が多いにも関わらず粗大粒発生温度が非常に低いため、SA経由工程についてもAINがピン止め粒子として有効に働いていると考えられる。

粗大粒発生温度はNbの添加量が多いほど上昇する傾向にあるが、0.02%と0.04%の差は認められないことから、0.02%より添加量を増やしても粗大粒防止効果の向上は少ないと思われる。また、粗大粒発生温度はSAを経由しない前節の結果と比べて低下しており、SAを経由することによって粗大粒が発生しやすくなるのが分かる。この理由として、SA時の長時間加熱によってピン止め粒子が成長、粗大化する、/ 二相域の保定によって析出物の分散状態に偏りを生じる等が考えられる。以上より、SAを経由する工程の場合はAIN, Nb(CN)を併用することが必要である。

4.2.3 熱間鍛造 - 焼準 - (高温)浸炭工程

この工程は、大型ギヤ類の製造工程に相当する。この工程は冷間鍛造工程を含まないため比較的大粒が発生しにくいものの、最近の生産性向上の要求から高温浸炭化が指向されている<sup>9-9)</sup>。従って、この工程においても粗大粒の防止が求められている。特に、浸炭深さを深くする必要があるCVT(Continuously Variable Transmission)用の動力伝達部品は高温浸炭のニーズが大きい<sup>10)</sup>。

No.5, 9の模擬高温浸炭時のJIS結晶粒度を表3に示す。AIN型のNo.5, Nb添加型のNo.9のいずれも模擬浸炭温度を1343Kに高温化しても粗大粒は発生しないが、No.9の方が(1)式のfが大きくなるため、より安定的に粗大粒を防止できると考えられる。以上より、開発鋼は鋼成分の最適化 + 製造工程の最適化による析出物

表3 模擬高温浸炭時のJIS結晶粒度

鋼種	1 323K × 5.4ks	1 333K × 5.4ks	1 343K × 5.4ks	1 343K × 18ks
No.5	#8.4	#8.4	#8.5	#7.5 + 6.4
No.9	#8.9	#9.0	#8.6	#7.7

の多量・微細分散技術によって、1323~1343Kの高温浸炭においても粗大粒の発生を防止できることを確認した。

5. 結 言

鋼成分の最適化 + 製造工程の最適化による析出物の多量・微細分散技術に基づいて浸炭用鋼の粗大粒発生挙動を調査し、以下の点を明らかにした。

- (1) 中で固溶状態のAINは実用上の冷却速度範囲内では析出しませんが、Nb(CN)は 変態時に一部析出する。一方、加熱過程ではAIN, Nb(CN)ともに 変態に伴って急速に析出量が増加する。
- (2) 圧延 - 冷間加工 - 浸炭工程：AINの量を増加するほど粗大粒発生温度が上昇するが、Al, Nの過度の添加は悪影響を及ぼすため、粗大粒防止のためのAl, N添加量の最適量が存在する。粗大粒発生温度はNbの添加によって低下する。これはベイナイトの発生により浸炭時のR<sub>p</sub>が小さく、Zが大きくなることによる。
- (3) 圧延 - SA - 冷間加工 - 浸炭工程：粗大粒発生温度はNbの添加量が多いほど上昇するが、AINもピン止め粒子として有効に働いている。Nbの効果は0.02%程度の添加で飽和する傾向にある。
- (4) 熱間鍛造 - 焼準 - (高温)浸炭工程：AIN型のNo.5, Nb添加型のNo.9のいずれも模擬浸炭温度を1343Kに高温化しても粗大粒は発生せず、1323~1343Kの高温浸炭においても粗大粒を防止できることを確認した。

浸炭部品の製造工程には本研究で調査した工程の他にもさまざまなものがあるため、それぞれの工程に適した粗大粒防止技術の開発に取り組むことが重要である。

参考文献

- 1) 西沢: 鉄と鋼 .70(15) ,1984(1984)
- 2) Gladman, T.: Proc. Roy. Soc. A. 294, 298(1966)
- 3) Gladman, T., Pickering, F. B.: JISI. 205(6), 653(1967)
- 4) 木下修二, 上田武司, 鈴木章: 日本金属学会誌 .36(5) 403(1972)
- 5) 木下修二, 上田武司, 鈴木章: 鉄と鋼 .59(8) ,125(1973)
- 6) 藤田清比古, 盛利貞, 大西正之, 野間哲郎: 鉄と鋼 .59(8) ,131(1973)
- 7) 子安善郎: 熱処理 .26(6) 405(1986)
- 8) 原田典恒, 山田雄一, 加藤和彦: 三菱自動車テクニカルレビュー .12 ,47(2000)
- 9) 壺野欣成, 中野修, 福田耕一, 藤原輝元, 福田康弘: Toyota Technical Review .52(1) , 84(2002)
- 10) 藤原克哉, 伊達陽一郎, 有安健: 三菱自動車テクニカルレビュー .13 ,114(2001)

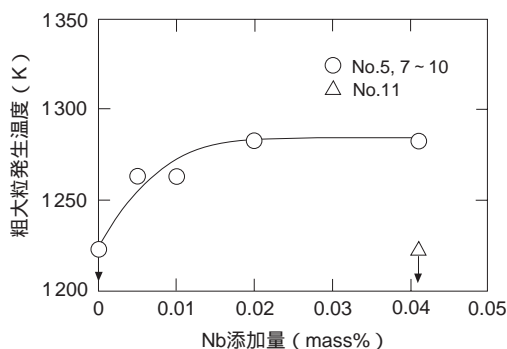


図10 Nb添加量と粗大粒発生温度の関係 (No.5, 7~11)