

## 論文

## 高温浸炭した 2 mass% Si 低合金 2 相鋼の組織

鎌田 真一,\* 小倉 豊史,\*\* 渡部 充,\*\*\*  
橋浦 廣吉,\*\*\*\* 永田 明彦\*

Microstructure of 2 mass% Si Dual-Phase Steels  
Carburized at Elevated Temperature

by

Shin-ichi KAMADA†, Toyoshi OGURA††, Mitsuru WATANABE†††,  
Kokichi HASHIURA†††† and Akihiko NAGATA†

ABSTRACT

The carburizing time is expected to be short at high temperatures, where grains of the dual-phase steel are fine and hardly grow. If it can be used for the elevated temperature case hardening steel, the processing time might become short by reducing carburizing time and by skipping the first step quenching for grain refinement of the un-carburized core. In the present study, the applicability of the dual-phase steel for the elevated temperature case hardening steel has been investigated.

The 2.0 mass% Si- (0.01~0.08) mass% C- (0.1 mass% V, 0.05 mass% Nb and 0.05 mass% Ti) steel were carburized at 1323 K for 10.8 ks, quenched from various temperatures and then tempered at 423 K. The microstructural observation, hardness measurement and tensile test of the core were carried out. When the microstructure was controlled to be dual-phase with  $\alpha + \gamma$  at the carburizing temperature, the grains were fine and no grain growth was observed during the carburizing process. Therefore, the first step quenching for grain refinement might be skipped. The core showed the excellent strength-ductility combination

平成11年4月26日受付

\* 秋田大学工学資源学部材料工学科 〒010-8502 秋田市手形学園町1-1

\*\* ニッテツ電子株式会社 〒743-0063 山口県光市島田3434

\*\*\* 秋田大学鉱山学部物質工学科 〒010-8502 秋田市手形学園町1-1

\*\*\*\* 秋田大学名誉教授 〒010-8502 秋田市手形学園町1-1

† Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering and Resource Science, Akita University, 1-1 Tegata Gakuen-cho, Akita 010-8502, Japan.

†† Nittetsu Electronics Corp., 3434 Shimada, Hikari City, Yamaguchi 743-0063, Japan.

††† Department of Materials Engineering and Applied Chemistry, Mining College, Akita University, 1-1 Tegata Gakuen-cho, Akita 010-8502, Japan.

†††† Professor Emeritus, Akita University, 1-1 Tegata Gakuen-cho, Akita 010-8502, Japan.

compared with the conventional case hardening steel. The distribution of hardness in the carburized layer showed a gentle gradient due to the elevated temperature carburizing. The carburizing time was reduced to be 1/3 compared with the conventional carburizing. The grains in the carburized layer were also refined by additions of V, Nb and Ti.

**Key Words:** Dual-phase steel, Grain refining, Ostwald ripening, Elevated temperature carburizing, Hardness, Tensile property

## 1. 緒言

浸炭処理は鋼の表面硬化法としてかなり古くから広く行われてきた。この方法は鋼中の炭素の拡散を利用するもので、全浸炭深さ ( $\xi$ ) はインシュタインの関係式によって近似すると、

$$\xi = (2D_{\gamma}^{\circ} \cdot t)^{1/2} \quad (1)$$

と表わされる。ここで、 $t$  は浸炭時間、 $D_{\gamma}^{\circ}$  はオーステナイト相 ( $\gamma$  相) 中の炭素の拡散係数である。 $D_{\gamma}^{\circ}$  の値は炭素濃度に応じてかなり変化することが知られているが、Wells<sup>(1)</sup> らの研究によると、0.6 mass% の場合には、

$$D_{\gamma}^{\circ} = 21 \cdot \exp(-16900/T) \text{ mm}^2/\text{s} \quad (2)$$

となることが示されている。Fig. 1 は(1)、(2)両式によって計算した浸炭深さであって、浸炭温度を1223 K から1323 K に高めることは、浸炭時間を3倍に延長することとほぼ同等の効果をもたらすことがわかる。

このようなことから、作業能率の向上、省エネルギーを目的として高温浸炭が普及しつつある。しかし現用の浸炭用鋼は、高温浸炭はもとより通常の浸炭でも、非浸炭部は $\gamma$ 相単相域で加熱されるため、非浸炭部の結晶粒は粗大化する。このため浸炭後に2段焼入れを行ったり、AlN, NbC, TiN等の微細粒子を鋼中に分散させて、粒界のピン止めを計った鋼を用いて結晶粒成長を抑制している<sup>(2)(3)</sup>。しかしながら、鋼中の微細分散相は高温加熱によって、固溶またはオストワルド成長するので、ピン止めの効果には限界があり、異常粒成長の起こる危険性がある。

一方、低合金2相鋼は $\gamma$ 相とフェライト相 ( $\alpha$  相) の2相からなる組織を有し一般に結晶粒が微細であり、長時間加熱しても粒成長しない特性を有することが知られている。著者らは、前報<sup>(4)</sup>において低合金2相鋼を1223 K で浸炭した場合、浸炭温度において ( $\alpha + \gamma$ ) 2相組織となるように組成を調整すると、浸炭処

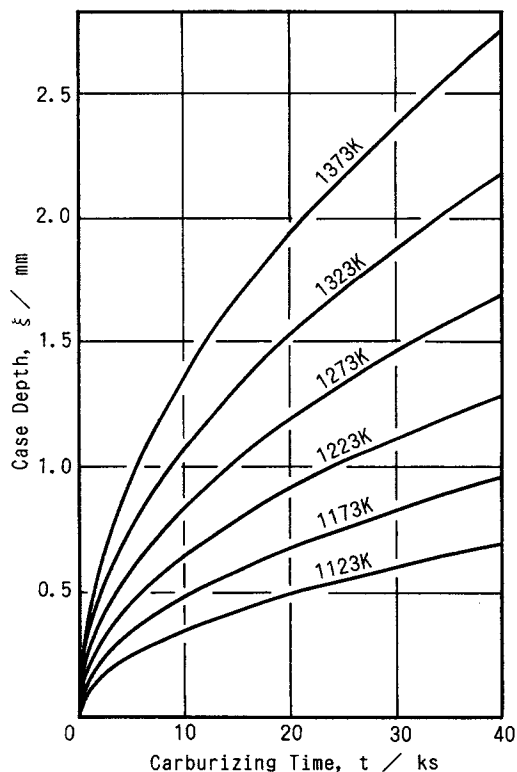


Fig. 1 Effect of carburizing time and temperature on case depth.

理に伴う非浸炭部の結晶粒の粗大化が抑制され、結晶粒微細化のための1次焼入れの省略が可能となることを報告した。しかし高温浸炭における非浸炭部結晶粒の粗大化は、通常の浸炭とは比較にならないほど著しいことが予想される。

そこで本研究では、前報<sup>(4)</sup>で浸炭用鋼として適用可能と判断されたFe-C-Si系低合金2相鋼に高温浸炭を施し、浸炭層および非浸炭部の組織観察、硬さ測定、引張試験を行い、高温浸炭用鋼としての適用性について

て検討した。

## 2. 実験方法

### 2.1 供試材

本実験で使用した試料の化学組成を Table 1 に示す。これらの試料の組成は、前報<sup>(4)</sup>において1223 K で浸炭を行った結果から、Si 量を2.0 mass%とし、 $\gamma$ 相の体積分率は炭素量によって調整した。また、浸炭およびその後の熱処理中にセメンタイトの黒鉛化が起こらないようにCrを0.3 mass%添加した。さらに、浸炭層の結晶粒成長を抑制するためにV, Nb, Tiをそれぞれ添加した。これらの試料をアルミナるつぼを用いて、アルゴン雰囲気中で0.3 kg ずつ高周波溶解後、直径20 mmのインゴットを製造した。その後約1123 K で10 mm 角の角棒に熱間鍛造を行い、旋削によって8 mm 角の棒状試料を作製した。これらの試料に1223 K で焼なましを施し、25%の冷間圧延を行った後1273 K で焼なましを施し組織観察用試料(6 mm ×

6 mm × 8 mm)を作製した。さらに冷間圧延と1223 Kでの焼なましを繰り返し、厚さ2 mmの板状試料とし1273 Kで焼なましを施し切削加工により引張試験片(厚さ2 mm, 標点距離16 mm, 平行部幅6 mm)を作製し、以下の実験に供した。

### 2.2 浸炭および熱処理

浸炭は、試料表面を耐水研摩紙によって研摩した後、1323 Kで3.6 ksまたは10.8 ks 固体浸炭を行った。この際の浸炭剤としては、粒径2~5 mmの粒状活性炭に $\text{Na}_2\text{CO}_3$ を6 mass%添加して均一に混合し、1323 Kで3.6 ks 空焼きしたものを使用した。浸炭処理後、1123~1273 Kで1.8 ks 真空加熱して焼入れし、その後423 Kで3.6 ks 焼もどしを行い、組織観察ならびに硬さ測定を行った。なお、浸炭処理のみの組織について検討するために、浸炭後直接水中に焼入れした試料も作製した。また浸炭・熱処理後の非浸炭部の機械的性質を検討するために引張試験を行った。その熱処理は、浸炭・熱処理に際して非浸炭部が受ける熱処理サ

Table 1 Chemical composition of specimens (mass%).

	C	Si	Mn	Cr	P	S	V	Nb	Ti
A1	0.006	1.98	0.25	0.31	0.0007	0.0009	—	—	—
A2	0.028	1.98	0.25	0.31	0.0006	0.0007	—	—	—
A3	0.036	1.99	0.25	0.31	0.0003	0.0007	—	—	—
A4	0.058	1.98	0.25	0.31	0.0004	0.0007	—	—	—
A5	0.077	1.98	0.25	0.31	0.0004	0.0007	—	—	—
B1	0.008	1.99	0.25	0.30	0.0005	0.0005	0.100	—	—
B2	0.023	1.97	0.25	0.31	0.0005	0.0006	0.097	—	—
B3	0.004	1.98	0.25	0.31	0.0005	0.0006	0.100	—	—
B4	0.064	1.98	0.25	0.31	0.0004	0.0005	0.100	—	—
C1	0.008	1.99	0.25	0.32	<0.001	0.0005	—	0.052	—
C2	0.025	2.00	0.25	0.31	<0.001	0.0005	—	0.052	—
C3	0.042	2.00	0.26	0.31	<0.001	0.0005	—	0.052	—
C4	0.060	1.98	0.25	0.31	<0.001	0.0005	—	0.051	—
D1	0.009	1.99	0.26	0.31	0.0004	0.0005	—	—	0.055
D2	0.025	1.99	0.27	0.31	0.0004	0.0005	—	—	0.057
D3	0.042	1.98	0.26	0.31	0.0005	0.0005	—	—	0.058
D4	0.059	1.98	0.26	0.31	0.0004	0.0007	—	—	0.057

イクルと同等となるように、1323 K で10.8 ks 加熱後炉冷し、ついで1123~1273 K で1.8 ks 保持後焼入れを行い、さらに423 K で3.6 ks 焼もどした。この場合も1323 K で10.8 ks 加熱後直接氷水中に焼入れした試料も作製した。

### 2.3 組織観察、硬さ測定ならびに引張試験

浸炭・熱処理後、組織観察用試料の中心を通る断面で切断して光学顕微鏡観察を行い、さらに非浸炭部における $\alpha$ 相と $\gamma$ 相の体積分率ならびに両相の結晶粒半径は、組織写真を画像解析装置によって測定した。また浸炭層における旧オーステナイト粒径の測定および抽出レプリカの透過電子顕微鏡観察による炭化物の確認も行った。

硬さ分布は、微小硬さ計（負荷荷重4.9 N、負荷時間30 s）によって、試料断面を浸炭面から100  $\mu\text{m}$  間隔で測定し、 $H_{\text{V}550}$  となる深さを有効浸炭深さとし、それ以降は200  $\mu\text{m}$  間隔で測定した。

また、非浸炭部の機械的性質を調べるために島津製インストロン型万能試験機を用い、歪速度 $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  で引張試験を行い、引張強さならびに伸びを求めた。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 非浸炭部の組織

Fig. 2 に2 mass% Si 鋼を1323 K で10.8 ks 加熱後水冷した組織を示す。これは1323 K で10.8 ks 浸炭後の非浸炭部の組織を示すものである。ここで、(a)、

(b)、(c) における $\gamma$ 相の体積分率はそれぞれ0.1, 0.6, 1.0である。これから明らかなように(a)、(c)に比べて $\gamma$ 相の体積分率が0.5に近い(b)の結晶粒はきわめて微細である。そこで $\alpha : \gamma$ の比が1:1に近い2.0 mass% Si-0.04 mass% C 鋼の非浸炭部の結晶粒径の1323 K における経時変化を Fig. 3 に示す。両相の比が1:1の2相組織でも結晶粒は成長するが、その速度は非常に遅い。そこで $\gamma$ 単相と2相組織を同様に1323 K で加熱した場合の結晶粒半径の経時変化を Fig. 4 に示す。従来の浸炭用鋼は単相域で行われるため、その結晶粒半径は100  $\mu\text{m}$  以上となる。一方、2相組織の場合は $\gamma$ 単相に比較してきわめて微細で、その成長速度も遅く、3.6 ks 加熱で10~15  $\mu\text{m}$ 、180 ks 加熱で25~30  $\mu\text{m}$  と約1/5程度である。

高山ら<sup>(5)</sup>によれば、単相組織における結晶粒成長は単純な粒界移動であるが、2相組織の場合は $\alpha$ 相と $\gamma$ 相の化学組成が異なるために、これらの結晶粒の成長には溶質原子の拡散を必要とする。その結果、単相組織の結晶粒成長は2乗則によって記述され、2相組織においては3乗則あるいは4乗則に従って成長する。そこで、1323 K で10.8 ks 加熱後水冷した試料の $\gamma$ 相の体積分率と、両相の結晶粒半径との関係を Fig. 5 (a) に示す。この熱処理は1323 K で10.8 ks 浸炭後の非浸炭部の結晶粒径を示すものである。ここで、Si 濃度が同じであればC量の高い試料、C濃度が同じならSi量の低い試料ほど $\gamma$ 相の体積分率は高くなる。

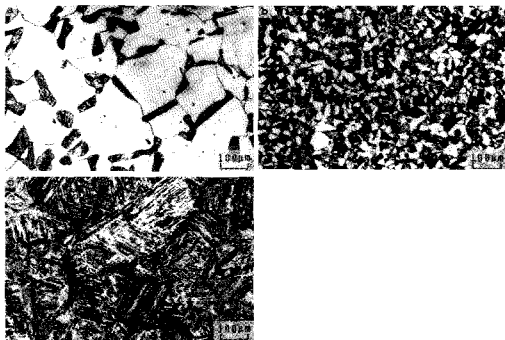


Fig. 2 Microstructure of 2% Si steels heated at 1323K for 10.8ks and then quenched. The carbon content of these specimens were (a) 0.01% C, (b) 0.04% C and (c) 0.08% C, respectively.

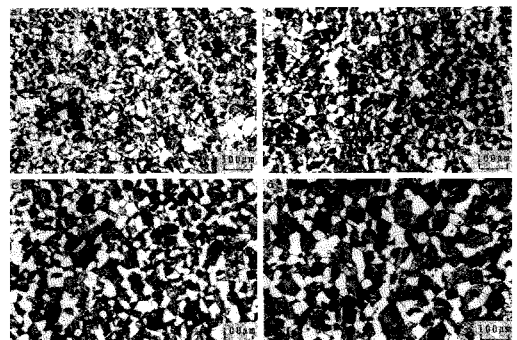


Fig. 3 Microstructure of 0.04% C-2% Si steels heated at 1323K for various time and then quenched. Annealing time of these specimens were (a) 3.6 ks, (b) 10.8 ks, (c) 36 ks and (d) 180 ks, respectively.

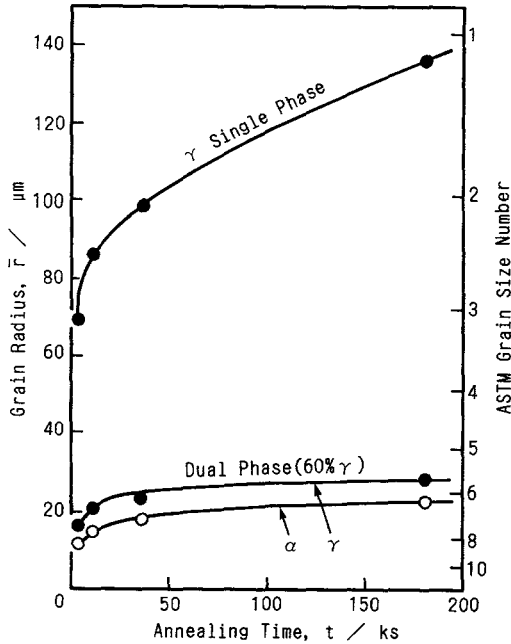


Fig. 4 Effect of annealing time at 1323K on grain radius in  $\gamma$  single phase structure and dual phase structure.

また、両相の結晶粒半径はそれぞれの相の体積分率の減少に伴って微細になるが、両相を総合した平均結晶粒半径は $\alpha$ ： $\gamma$ の比が1：1のときに最も微細になり、3.6 ks加熱で $15 \mu\text{m}$ （ASTM 結晶粒度番号7以上）、10.8 ks加熱の場合 $20 \mu\text{m}$ （ASTM 結晶粒度番号6以上）となっており、結晶粒微細化のための熱処理を必要としないことが期待できる。一方、現用の浸炭用鋼は $\gamma$ 相単相相域で加熱されることから、本供試材の場合では3.6 ksで $70 \mu\text{m}$ （ASTM 結晶粒度番号3）、10.8 ksでは $90 \mu\text{m}$ （ASTM 結晶粒度番号2）と粗粒となっている。また、浸炭後1123 Kから焼入れし、423 Kで焼もどしたときの非浸炭部の結晶粒半径と $\gamma$ 相の体積分率との関係をFig. 5 (b)に示す。ここでは焼入れ温度が1123 Kのために非浸炭部が $\gamma$ 相単相のものではなく、全て $\alpha$ 相単相もしくは $\alpha + \gamma$  2相となる。なお、両相を総合した平均結晶粒半径が最小となる $\gamma$ 相の体積分率が0.5より若干低いのは、1323 Kでの加熱に際して平均結晶粒半径が最小となる試料は、焼入れ温度の1123 Kでは $\gamma$ 相の体積分率が0.5以下となるため、焼入れのための加熱における初期結晶粒半径が

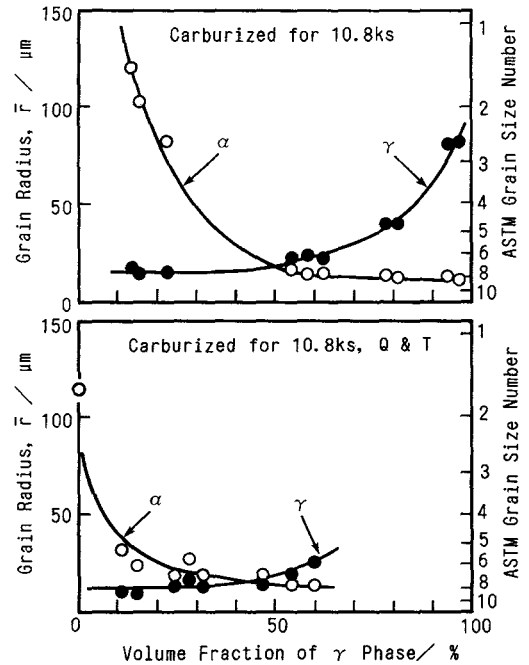


Fig. 5 Mean grain radius of  $\alpha$  and  $\gamma$  grains of the core after carburizing at 1323K for 10.8 ks (a) and then quenched from 1123 K (b).

最小となる $\gamma$ 相の体積分率が0.5以下となるためと考えられる。

### 3. 2 浸炭層の組織

$(\alpha + \gamma)$  2相域で浸炭処理する本研究の場合でも、浸炭の進行に伴って浸炭層の炭素濃度が増加し、組織は $\gamma$ 相単相となる。そのために、本供試材でも浸炭層の結晶粒成長は通常の浸炭と同様 $\gamma$ 相単相の粒成長となる。Fig. 6に1323 Kで10.8 ks浸炭後焼入れ焼もどした各種試料の浸炭層の組織を示す。浸炭層はいずれも焼もどしマルテンサイト組織であるが、炭化物形成元素を添加した試料の旧オーステナイト結晶粒径は2 mass% Si鋼に比べて著しく微細なことが分かる。これはFig. 7に示す炭化物抽出レプリカの透過電子顕微鏡観察結果からも明らかのようにマトリックス中に $0.2 \mu\text{m}$ 程度の微細な炭化物が均一に分散しており、これらが旧オーステナイト結晶粒の成長をピン止めしているためと考えられる。そこで、浸炭後種々の温度から焼入れたときの旧オーステナイト結晶粒径と焼入れ温度の関係をFig. 8に示す。全ての焼入れ温度に

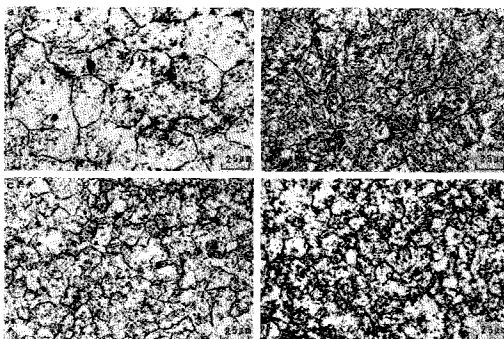


Fig. 6 Micrographs of  $\gamma$  grains in the carburized layer after carburizing at 1323 K for 10.8 ks subsequently quenched from 1223 K. The chemical composition of these samples were (a) 2% Si, (b) 2% Si-0.1% V, (c) 2% Si-0.05% Nb and (d) 2% Si-0.05% Ti, respectively.

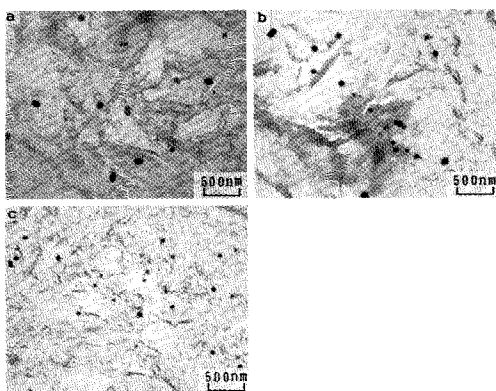


Fig. 7 Transmission electron micrographs of carbide extraction replica for carburized layer after carburizing at 1323 K for 10.8 ks and then quenched from 1223 K. The chemical composition of these specimens were (a) 2% Si-0.1% V, (b) 2% Si-0.05% Nb and (c) 2% Si-0.05% Ti, respectively.

において、2 mass% Si 鋼は Nb, Ti 添加鋼より旧オーステナイト結晶粒径が粗大であり、焼入れ温度の上昇に伴い粒成長している。一方、Nb, Ti 添加鋼では 1223 K まではほとんど結晶粒成長は起こらず、1273 K 以上でわずかに成長する傾向がある。これは焼入れ温度の上昇に伴って炭化物の固溶度が増大し炭化物の析出

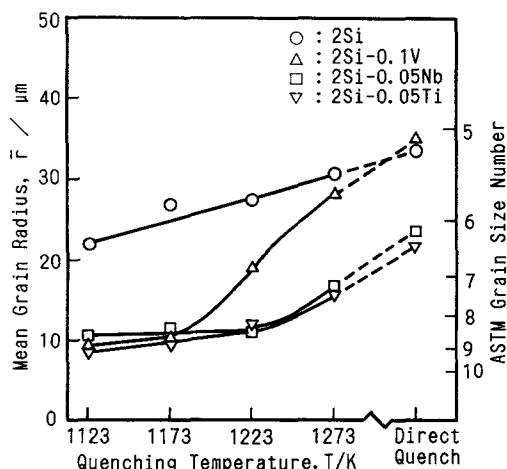


Fig. 8 The relationships between grain size of  $\gamma$  grains in the carburized layer and quenching temperature.

量がピン止め力に影響を及ぼす程度に減少するためと考えられる。しかし、いずれの温度でもその結晶粒径は、無添加鋼の1/2以下 ( $10\sim 15\ \mu\text{m}$ ) と極めて微細である。また V 添加鋼の場合では、1223 K 以上の焼入れ温度での粒成長が著しくなり、1323 K から直接焼き入れた場合には 2 mass% Si 鋼と変わらなくなる。Fe-2Si-C-V 系では、Nb, Ti 系に比べて炭化物の固溶度が大きく、1223 K 以上では  $\gamma$  相単相となるために結晶粒が粗大化するものと考えられる。

### 3. 3 浸炭層の硬さ分布

1323 K で 10.8 ks 浸炭後焼入れ・焼もどしを行った試料の硬さ分布を Fig. 9 に示す。比較のために 1223

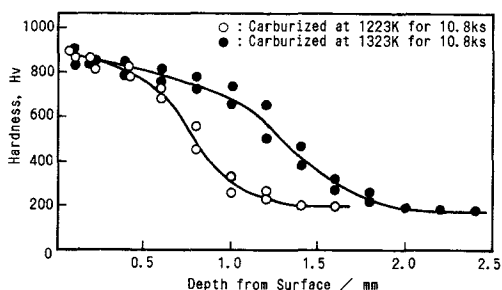


Fig. 9 Distributions of hardness in the carburized layer of 2% Si steels carburized at 1323 K and 1223 K for 10.8 ks subsequently quenched from 1123 K.

Kで10.8 ks 浸炭した試料の結果も併せて示す。いずれの場合も焼入れ温度は1123 K、焼もどし温度は423 Kである。一般に、高温浸炭材は緩やかな硬さ分布勾配を示すと言われており、本研究の場合にも1323 Kで浸炭した試料は1223 Kに比較して緩やかな硬さ分布勾配を示している。一方、有効浸炭深さを  $H_v550$  とすると、1323 Kで10.8 ks 浸炭の有効浸炭深さは約1.1~1.3mm、1223 Kで10.8 ks 浸炭のものでは約0.7~0.8mmと2倍近い浸炭深さが得られた。また、1323 Kで3.6 ks 浸炭のものでは0.7~0.8mmとなり、同じ浸炭深さを得るために必要な浸炭時間は1223 Kの1/3程度である。1323 Kで1223 Kと同一浸炭深さを得るために要する浸炭時間を(1)、(2)式で概算すると、今回の実験結果と同様に約1/3となり、浸炭温度を100 K上昇することは処理時間の短縮に大きく寄与することが分かった。

### 3.4 非浸炭部の機械的性質

Fig. 10に1323 Kで10.8 ks 浸炭後焼入れ・焼もどしを行った試料の非浸炭部の引張強さと伸びを示す。ま

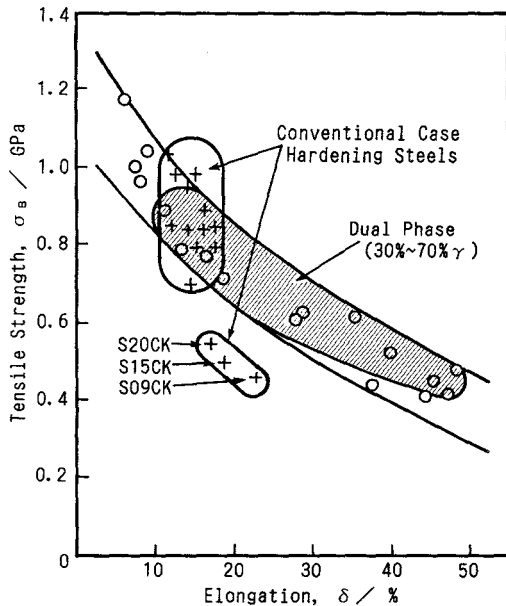


Fig. 10 Tensile strength and elongation of the core after carburizing at 1323 K for 10.8 ks and quench-tempering. Conventional steels were quenched twice for grain refinement.

た2段焼入れを行った現用の浸炭用鋼の非浸炭部の機械的性質も併せて示した。低合金2相鋼の強度はオーステナイト（焼入れ温度ではオーステナイトであるが、その後急冷されるために室温ではマルテンサイトである）の体積分率に比例し、伸びは反比例することが知られている。本供試材の強度-延性のバランスは現用の浸炭用炭素鋼に比べて格段に優れており、浸炭温度で( $\alpha + \gamma$ )2相組織となる試料は、同一強度レベルでは伸びが炭素鋼の2倍以上、同一伸びでは強度が1.5倍程度になる。このように、低合金2相鋼は結晶粒微細化処理を省略しても強度-延性のバランスが優れており、2段焼入れした現用の浸炭用合金鋼と同程度であることから、高温浸炭後結晶粒微細化のための熱処理を省略できると考えられる。

### 3.5 高温浸炭用鋼としての最適組成

以上のように、Fe-C-Si系低合金2相鋼は高温浸炭用鋼として有望な鋼種と考えられるが、そのためには非浸炭部の組織は浸炭温度で安定な( $\alpha + \gamma$ )2相組織となる必要がある。1223 Kにおける適正域については、前報<sup>(4)</sup>でも示したように1.5 mass% Si程度で十分に広い2相域が得られたが、1323 Kの場合には2 mass% Si程度以上の添加を必要とする。そこでFe-C-2Si鋼が種々の温度において、安定な2相組織を得るためのC量の適正域をFig. 11に示す。なお、当然のことながら従来の浸炭用鋼はいずれの温度においても $\gamma$ 相単相である。本供試材では浸炭温度を1323 Kとした場合、オーステナイト体積分率が非浸炭部の結晶粒微細化に有効な0.3~0.7となるC量は約0.02~

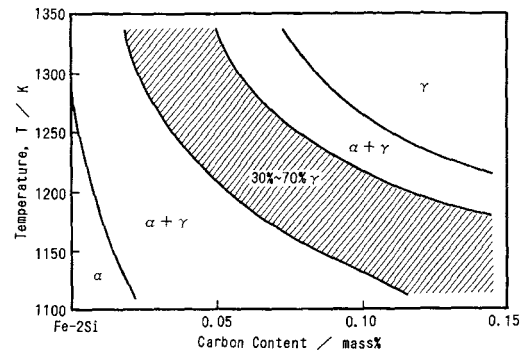


Fig. 11 Suitable carbon content for obtaining fine grain structure in the core at various carburizing and quenching temperature.

0.05%である。一般にSiは浸炭鋼の表面炭素濃度を減少させ、焼入れ硬さを低下させると言われている<sup>(6)</sup>が、本実験結果では十分な表面硬さならびに有効浸炭深さが得られており、本質的な悪影響は認められなかった。

#### 4. 結言

1323 Kで( $\alpha + \gamma$ )2相組織となるようなFe-C-Si系低合金2相鋼を高温浸炭し、組織観察、硬さ分布、非浸炭部の結晶粒径ならびに機械的性質を測定し、高温浸炭用鋼としての適用性について検討し次の結果を得た。

(1) 高温浸炭の場合でも、浸炭温度で( $\alpha + \gamma$ )2相組織となるように組成を調整すると、浸炭処理に伴う非浸炭部の結晶粒粗大化が抑制され結晶粒微細化のための1次焼入れの省略が可能となる。

(2) 高温浸炭後の非浸炭部の機械的性質は、2段焼入れを行った現用の浸炭用炭素鋼に比べて格段に優れた強度-延性のバランスを示し、浸炭用合金鋼と同程度である。

(3) 高温浸炭によって、浸炭層の硬さ分布勾配は緩

やかになる。また、同一浸炭深さを得るために必要な浸炭時間は、通常の浸炭温度である1223 Kの約1/3程度で済み処理時間の短縮に大きく寄与する。

(4) 浸炭層の旧オーステナイト結晶粒径は、V, Nb, Ti等の炭化物形成元素の添加によって、無添加材の1/2以下と極めて微細である。

(5) 1323 Kで安定な2相組織を得るためのSi量は2 mass%程度であり、この組成の材料は結晶粒微細化のための熱処理を必要としない高温浸炭用鋼として有望な鋼種と期待できる。

#### 参考文献

- (1) C. Wells, W. Batz and R. F. Mehl: Trans. AIME., 188 (1950), 553.
- (2) 浅田千秋, 渡辺敏幸: 電気製鋼, 34 (1963), 122.
- (3) 倭文邦郎: 金属表面技術, 19 (1968), 159.
- (4) 鎌田真一, 橋浦広吉, 西沢泰二: 日本金属学会誌, 47 (1983), 359.
- (5) 高山武盛, 魏明鏞, 西沢泰二: 鉄と鋼, 68 (1982), 1016.
- (6) 日本鉄鋼協会: 鋼の熱処理, (1957), 363.