

浸炭処理における結晶粒粗大化抑制

Prevention of Grain Coarsening during Carburizing

藤松威史*¹ 橋本和弥*²

Takeshi Fujimatsu, Kazuya Hashimoto

Synopsis: Carburizing steels are often used for automotive drive train parts which require high fatigue strength and impact value. Prevention of austenite grain coarsening of these steel parts during carburizing is an important issue for exerting high performance. In this study, influence of microstructural differences prior to carburizing on grain coarsening temperature was investigated. It was found that the grain coarsening temperature was elevated by appropriately coarsening ferrite and pearlite microstructure prior to carburizing, and by reducing lamellar carbides in spheroidized microstructure prior to cold forging and carburizing. Suitable control of microstructure prior to carburizing contributes to the prevention of grain coarsening during carburizing.

Key words: carburizing steel; carburizing; grain coarsening; austenite grain; ferrite transformation, spheroidizing;

1. はじめに

自動車のギヤやシャフトのような駆動系部品の素材には、SCr420やSCM420、SNCM420といった主要なはだ焼鋼が使われており、部品表面に高い強度を付与するために主に浸炭処理とそれに続く焼入れ・焼戻しが施される。浸炭処理部品に期待される高い機能を発揮させるには、部品強度の低下を招く浸炭処理中の結晶粒粗大化抑制が不可欠である。近年、部品製造コストの低減やCO₂排出抑制による環境負荷軽減に有利な冷間鍛造や高温（真空）浸炭、あるいはそれらを組み合わせた工程の採用が増加している。ただし、これらの工程では浸炭時の結晶粒粗大化が誘発されやすい問題があり、その対策が実用上の重要課題となっている。

従来から、結晶粒粗大化を抑制するために、鋼中にナノメートルサイズの微細析出物を析出させて、結晶粒界をピン止めする方法が良く利用されてきた。一方、筆者らは、浸炭前のミクロ組織の違いが浸炭の加熱過程でのオーステナイト化挙動を変化させ、それが結晶粒粗大化のしやすさにも影響を及ぼすことを経験している。したがって、結晶粒粗大化問題に効果的に対処するためには、微細析出物だけに頼るだけでなく、浸炭前のミクロ組織にも注意を払う必要がある。本報告では、筆者らが行なった浸炭前ミクロ組織の適正化による結晶粒粗大化抑制の取組みについて示した。

2. 従来研究からの知見

浸炭時の結晶粒粗大化抑制方策は、従来研究¹⁾²⁾に基づいて以下のように集約される。

- ①結晶粒界ピン止めのため、高温・長時間保持しても安定な析出物を利用する。
- ②それらの析出物を浸炭処理に先立ち、より微細かつ大量に析出させておく。
- ③浸炭温度に加熱する過程でオーステナイト粒をより大きく、均一に形成させる。

一般のJISはだ焼鋼は、析出物としてナノメートルサイズのAINを少なからず含んでおり、上記①、②の方策は既に実用材料にも十分活かされている。JISはだ焼鋼よりもさらに結晶粒を粗大化しにくくしたい場合は、Nbを微量添加してAINとNb(C, N)を併用したり³⁾、Tiを添加して微細かつ多量にTiCを析出させることが有効である⁴⁾。はだ焼鋼の成分設計や製造工程設計にあたっては、これらの析出物による結晶粒界ピン止め効果が十分発揮されるように、Al、Nb、Tiなどの添加量や鋼材の圧延・鍛造加熱条件を考慮すれば良い。一方、③の方策は、析出物を利用する方策と併用ができるため非常に有効と考えられるが、関連する研究は行われていなかった。ただし、浸炭前のミクロ組織の種類や大きさが、浸炭の加熱過程で形成されるオーステナイト粒の大きさに影響を及ぼすこと⁵⁾を考慮すると、③の方策を利用するためには浸炭前ミクロ組織を適正にしておく必要があると考えている。

*1 研究・開発センター 軸受・構造用鋼グループ、博士（工学）

*2 研究・開発センター 軸受・構造用鋼グループ

3. 結晶粒粗大化抑制の取組み

従来知見を踏まえ、筆者らは浸炭時のオーステナイト粒が大きく均一に形成されるように浸炭前ミクロ組織を調整すれば、結晶粒粗大化が抑えられるとの考え方に立ち、取組みを行なった。この考え方のもと、浸炭前のミクロ組織の違いが、浸炭温度へ加熱する過程で形成される初期のオーステナイト粒径にどのように影響を及ぼすかについて特に注目して調査を行なった。以下に、取組みの対象とした浸炭処理部品の製造工程と浸炭前のミクロ組織について示した。

(1) 鋼材を切削加工して浸炭する、あるいは鋼材を熱間鍛造後に浸炭する工程

浸炭前のミクロ組織は、一般にフェライト-パーライト組織となっている。なお、合金元素を多く含んだ鋼を熱間鍛造した場合や、熱間鍛造後の冷却が比較的速い場合は、フェライト-パーライト組織にベイナイト組織が混在することがあり、フェライト-パーライト組織に比べて浸炭時の結晶粒粗大化を起こしやすい⁵⁾。

(2) 鋼材を冷間鍛造後に浸炭する工程

一般的に冷間加工を容易にする目的で鋼材には球状化焼なましを施され、浸炭前のミクロ組織はフェライトと微細な炭化物の混合組織となっている。冷間加工の影響を残したまま浸炭されることで、結晶粒粗大化が起こりやすい⁶⁾⁷⁾。

以降では、取組みの主要な成果⁸⁾⁹⁾について説明する。

3.1 フェライト-パーライト組織の適正化による結晶粒粗大化抑制⁹⁾

本検討では、切削加工後や熱間鍛造後に浸炭する場合の主要なミクロ組織であるフェライト-パーライト組織の適正化による浸炭時の結晶粒粗大化抑制に取り組んだ。この目的のため、SCr420相当成分に0.15%Tiを添加した鋼をベースとして、フェライト-パーライト組織を変化させる目的で、オーステナイト安定化元素として知られるMn、およびそれと相対する効果を持つCrの量を調整した(Table 1)。また、結晶粒界ピン止め効果をもたらすTiCの量に鋼種間で差が出ないようにC、S、N量を調整した。100kg真空誘導溶解炉で溶製したTable 1に示す実験鋼塊を、

1523Kで60mm角の棒鋼に鍛伸した。続いて、1173Kで3h保持後に空冷する焼ならしによりフェライト-パーライト組織に調整して組織観察を行なった。また、浸炭温度への加熱過程で形成される初期のオーステナイト粒径を確認するため、焼ならしした試験片を1123Kで1.8ks保持後、水冷する熱処理を行ない、旧オーステナイト粒を観察した。さらに、焼ならしした鋼に対し、浸炭を模擬して1323K、1348K、および1373Kの各温度で10.8ks保持後に水冷する熱処理を行なって、結晶粒粗大化温度を確認した。また、フェライト-パーライト組織の粗さに影響を及ぼすとみられる焼ならし温度からの冷却過程におけるフェライト変態開始温度 (Ar_3 点) を測定した。以下に主要な実験結果を示した。

- ・通常のJISはだ焼鋼に0.8mass%程度含有されているMnを0.4mass%に低減すると、焼ならし後に比較的粗いフェライト-パーライト組織になることを見出した (Fig.1)。一方、本実験の添加範囲でのCr量の違いは、フェライト-パーライト組織の粗さに特に影響を及ぼさなかった。

- ・浸炭の加熱過程で形成される初期のオーステナイト粒径は、Mn量が0.8mass%のときでは9.5 μ mであったのに対し、0.4mass%程度のときは15~16 μ mとなり (Fig.2)、上述のフェライト-パーライト組織の粗さを強く反映する結果となった。

- ・結晶粒粗大化状況の観察から、0.4mass%Mn鋼は0.8mass%Mn鋼に対して、結晶粒粗大化温度が少なくとも50K上昇した (Fig.3)。これは、Mn量低減によって浸炭の加熱過程で形成される初期のオーステナイト粒が適度に大きくなったことを通じて、粒成長駆動力となる粒界エネルギーが減少したためとみられる¹⁰⁾。一方、本研究の添加範囲でのCr量の違いは、焼ならし後のフェライト-パーライト粒径を大きく変化させないために、結晶粒粗大化温度にも影響を及ぼさなかった。

- ・Table 1の通り、Mn量が0.8mass%から0.4mass%程度になると、 Ar_3 点が25~30K上昇しており、Mn低減は Ar_3 点上昇をもたらした。この効果により、フェライト変態がより高温で起こることによって、フェライト-パーライト組織が適度に大きく形成されるとみている。一方、Cr量の違いによる Ar_3 点の差はほとんど無かった。

Table 1⁹⁾ Chemical compositions of the steels used (mass%) and measured Ar_3 point.

Steel	C	Si	Mn	S	Ni	Cr	Al	Ti	N	Ar_3 (K)
0.8Mn-1.4Cr	0.22	0.21	0.81	0.013	0.11	1.39	0.029	0.15	0.0045	1008
0.4Mn-1.4Cr	0.22	0.19	0.42	0.013	0.11	1.39	0.032	0.15	0.0042	1038
0.4Mn-2.5Cr	0.22	0.20	0.40	0.014	0.11	2.50	0.034	0.15	0.0053	1033

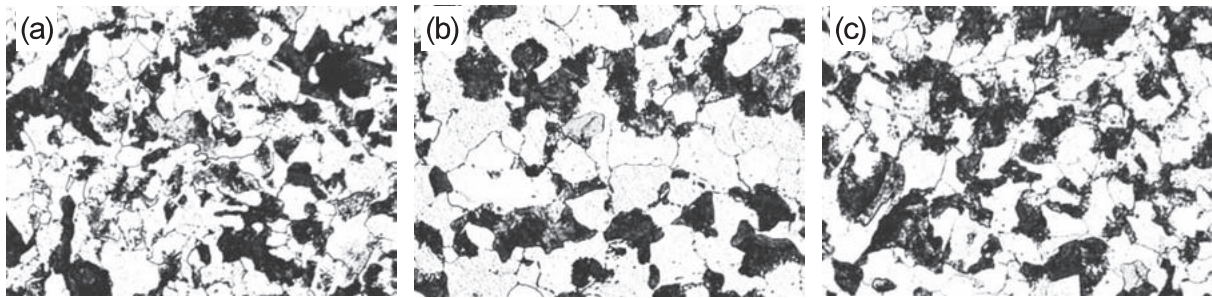


Fig.1⁸⁾ Optical microstructures after normalizing.
(a) 0.8Mn-1.4Cr, (b) 0.4Mn-1.4Cr, (c) 0.4Mn-2.5Cr

25µm

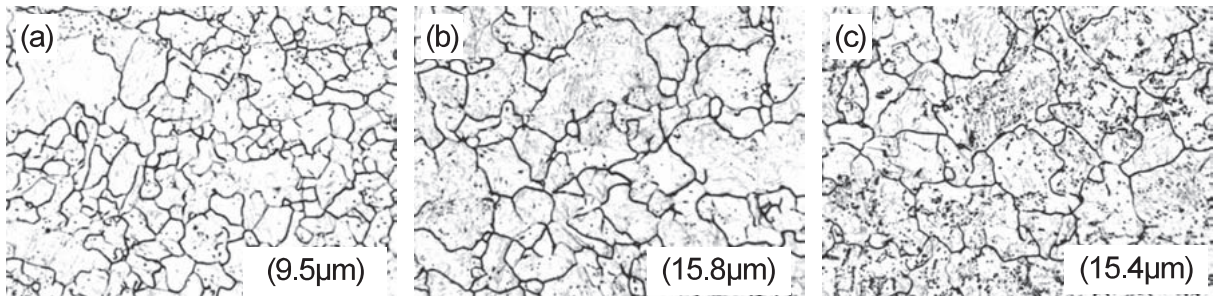


Fig.2⁸⁾ Initial austenite grain of steels heat treated at 1123K for 1.8ks and quenched in water.
Average initial austenite grain diameter shown in parenthesis.
(a) 0.8Mn-1.4Cr, (b) 0.4Mn-1.4Cr, (c) 0.4Mn-2.5Cr

25µm

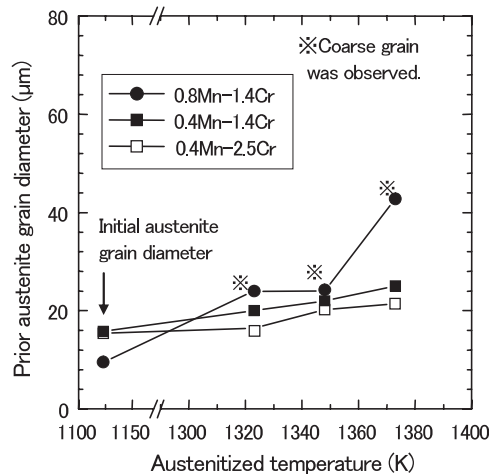


Fig.3⁹⁾ Variation of prior austenite grain diameter after austenitizing.

本検討から、Mn量をJISはだ焼鋼レベルの0.8mass%から0.4mass%に低減すると、浸炭前ミクロ組織である焼ならし後のフェライト-パーライト組織が適度に大きくなることを通じて、浸炭時に結晶粒が粗大化しにくくなることを見出した。したがって、熱間鍛造後に直接フェライト-パーライト組織となる場合や、熱間鍛造後に制御冷却、もしくは焼ならしや完全焼なましを実施して浸炭前ミクロ組織をフェライト-パーライト組織に調整する場合には、析出物による結晶粒界のピン止め効果と併せてMn量適正化による浸炭時の結晶粒粗大化抑制作用が期待できる。なお、Mn量の調整以外にも、熱間鍛造温度の変更や熱間鍛造後の冷却速度を制御するなどの方法によって適度に大きいフェライト-パーライト組織を形成させることも有効とみられる。

3.2 冷間鍛造-浸炭工程での結晶粒粗大化抑制⁹⁾

冷間鍛造部品を浸炭する工程では、冷間加工状態の鋼を浸炭温度へ加熱する過程で、いったんフェライトの再結晶が起こる⁶⁾⁷⁾。そして、その再結晶フェライト粒の大きさや均一性が、それに続くオーステナイト粒の形成に強く関与することを介して、結晶粒粗大化温度を左右する⁶⁾⁷⁾。同工程で結晶粒粗大化を起こしにくくするには、浸炭温度への加熱過程において再結晶フェライト粒を大きく、均一に形成させれば良いとみている。再結晶挙動に対して、母相中の第二相粒子が影響を及ぼすことが知られる¹¹⁾¹²⁾。はだ焼鋼を冷間鍛造する前には、一般に球状化焼なましが行われるので、この場合には炭化物が第二相粒子としてフェライト再結晶に影響を及ぼすと考えられる。

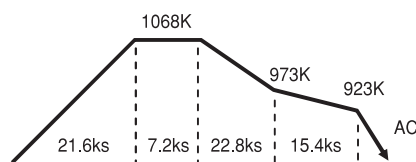
そこで本検討では、冷間鍛造-浸炭工程での結晶粒粗大

化を抑制するにあたり、炭化物形成元素として知られ、球状化焼なまし組織の形成に強く影響を及ぼすと予測されるCrを、SCr420に対して増量した鋼材 (Table 2参照) を試作して調査を行った。なお、同鋼はCr増量による焼入性の過剰な増加を抑える狙いで、Mn量を0.35mass%に低減した。また、結晶粒界ピン止め効果を担うAINの量に鋼種間で差が生じないように両鋼のAl、N量は同程度としている。この鋼塊を1523Kで直径65mmの棒鋼に鍛伸後、1173Kで10.8ks加熱してから空冷する焼ならしを実施して、ミクロ組織の均質化を図った。続いて、Fig.4の条件で球状化焼なましを施してから、直径14mmで長さ21mmの円柱型試験片を作製し、拘束圧盤を用いて試験片の両端面が固着される条件のもとで70%の冷間据え込み

を加えた。この70%冷間据え込み材を使い、浸炭温度まで加熱する過程で形成される再結晶フェライト粒、および初期のオーステナイト粒の観察を行なった。再結晶フェライト粒は1003Kで600s保持後に水冷した試料について、オーステナイト粒はSCr420については1083K、2.1mass%Cr鋼では1123Kでそれぞれ1.8ks保持後に水冷した試料について観察した。観察位置は、いずれも浸炭時のオーステナイト結晶粒粗大化が特に起こりやすい試験片中周部とした¹³⁾。また、70%冷間据え込み材に対し、1123K~1173Kで10.8ks保持後に水冷する熱処理を行い、結晶粒粗大化温度を確認した。得られた主要な結果を以下に示した。

Table 2⁹⁾ Chemical compositions of the steels used. (mass%)

Steel	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Al	N
SCr420	0.22	0.21	0.80	0.014	0.006	0.10	0.92	0.022	0.0179
2.1mass%Cr	0.23	0.21	0.35	0.014	0.012	0.10	2.12	0.022	0.0181

Fig.4⁹⁾ Schematic diagram of spheroidizing.

・球状化焼なまし組織は、両鋼ともにフェライトと炭化物の混合組織であるが、2.1mass%Cr鋼はSCr420に見られるようなラメラ状炭化物が非常に少ない球状炭化物主体の組織であった (Fig.5、Fig.6)。Cr増量は、球状炭化物の形成に明らかに有益な作用をもたらした。本検討材とは炭素量が大きく異なるが、0.8mass%C鋼を用いた研究でCr量が多いと炭化物が球状化しやすいとの報告がある¹⁴⁾¹⁵⁾。

・2.1mass%Cr鋼の再結晶フェライト粒径は平均6.6 μ mであり、SCr420の4.8 μ mより明らかに大きくなった。また、SCr420には再結晶粒が非常に微細な箇所が局所的に観察された (Fig.7(a)で○で囲んだ所)。その周辺には規則的に並んだ炭化物が見られることから、冷間加工前時点ではラメラ状炭化物が存在していたとみられる。このことから、再結晶フェライト粒を均一に大きく形成させるには、冷間加工前に行なう球状化焼なましにおいてラメラ状炭化物を極力減らすことが不可欠とみている。なお、関連の従来知見として、第二相粒子が集まった所では再結晶しやすいこと¹²⁾¹⁶⁾¹⁷⁾や、温間加工の事例でラメラ状炭化物を含む組織は球状炭化物を含む組織より再結晶しやすいことが報告されている¹⁸⁾。

・浸炭の加熱過程で形成された初期のオーステナイト粒は、SCr420の平均8 μ mに対し、2.1mass%Cr鋼では平均11 μ m程度と大きく、粒径のばらつきも少なかった (Fig.8)。2.1mass%Cr鋼では、上述のように再結晶フェライト粒が大きく形成されたことを通じて、目論見通りにオーステナイト粒を適度に大きくすることができた。この効果により、SCr420の結晶粒粗大化温度が1123Kであったのに対し、2.1mass%Cr鋼では1173Kとなり、50Kの向上が認められた。

以上の通り、冷間加工に先立ち、ラメラ状炭化物が少なく、球状炭化物主体の均質な球状化焼なまし組織に調整しておくこと、冷間加工後に浸炭温度に加熱する過程でオーステナイト粒が大きくかつ均一に形成されやすくなり、結晶粒が粗大化しにくいことを見出した。なお、均質な球状化焼なまし組織を得る手段としては、本検討で利用したCrの増量以外にも、球状化焼なまし条件を適正にすることも有効と考えられる。

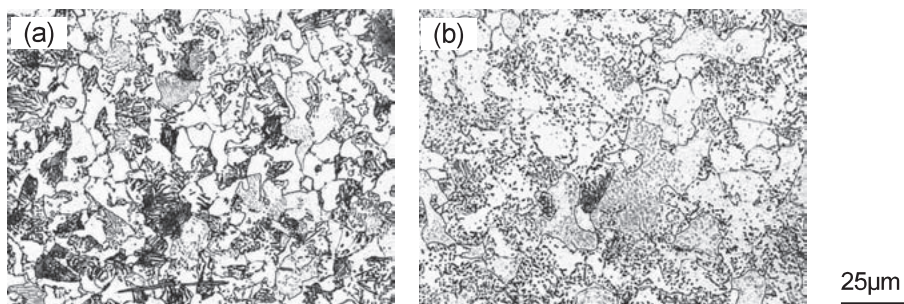


Fig.5⁹⁾ Optical microstructures of the spheroidized annealed steels.
(a) SCr420, (b) 2.1mass%Cr

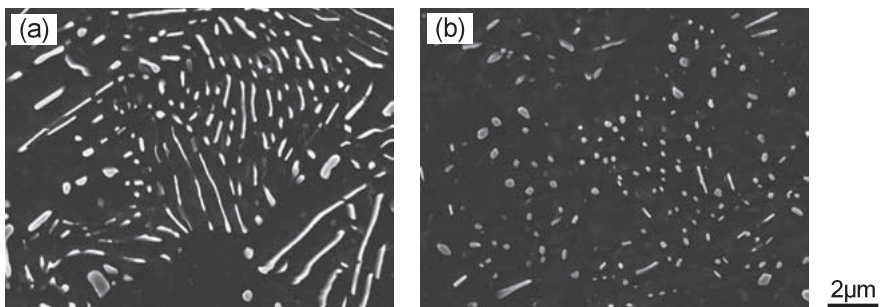


Fig.6⁹⁾ Scanning electron micrographs of the spheroidized annealed steels.
(a) SCr420, (b) 2.1mass%Cr

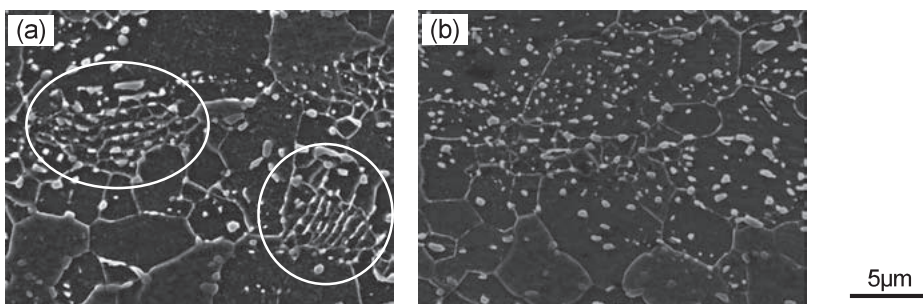


Fig.7⁹⁾ Scanning electron micrographs of recrystallized ferrite of 70% cold-upset cylindrical specimen heated to 1003K for 600s and cooled in water.
(a) SCr420, (b) 2.1mass%Cr

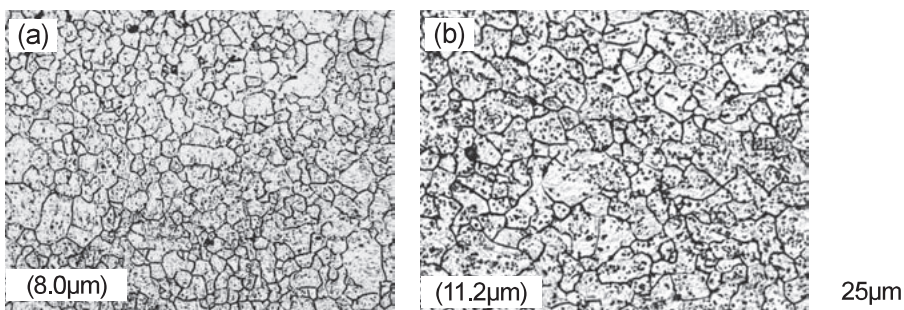


Fig.8⁹⁾ Prior austenite grain of 70% cold-upset cylindrical specimen heat treated at T(K) for 1.8ks and quenched in water. T=1083K for (a) SCr420. T=1123K for (b) 2.1mass%Cr. Average austenite grain diameter is shown in parenthesis.

4. まとめ

筆者らの結晶粒粗大化抑制の取組みから、浸炭部品の主要な製造工程に対し、下記のような適正な浸炭前ミクロ組織を造り込んでおくと、浸炭の加熱過程で適度に大きくて均一なオーステナイト粒が形成されやすくなり、浸炭時に結晶粒が粗大化しにくいことを見出している。

- ・ 熱間鍛造（または切削）－浸炭工程：フェライト－パーライト組織を適度に大きくする
- ・ 球状化焼なまし－冷間鍛造－浸炭工程：ラメラ状炭化物が少ない均質な球状化焼なまし組織にする

すなわち、浸炭部品の結晶粒粗大化問題に対処する際に、浸炭前ミクロ組織を適正にする手段を講じることが有効であると結論される。その取組みにあたっては、本検討で行なったように光学顕微鏡レベルで浸炭前のミクロ組織や浸炭初期のオーステナイト粒径を観察することが有力な手段となる。本検討においては、主要合金成分のMnやCrの調整を通じて、上記した望ましい浸炭前ミクロ組織を得ることができた。この方法以外にも、熱間鍛造温度の変更や熱間鍛造後の冷却速度制御によってフェライト－パーライト組織の粗さを変えることが可能と考えられるし、また、球状化焼なまし条件の最適化によってラメラ状炭化物を減らすことができると考えられる。浸炭前のミクロ組織に着眼した一連の検討から得た知見を、析出物の結晶粒界ピン止め効果を利用する従来手法と併せて適用することにより、部品の製造コストダウンや環境負荷軽減に有利な反面、結晶粒粗大化問題を誘発しやすい冷間鍛造や高温（真空）浸炭、およびそれらを組合せたプロセスにおいても結晶粒粗大化を抑えることが可能である。

参考文献

- 1) L.J.Cuddy and J.C.Raley : Metall. Trans. A, 14A (1983), 1989.
- 2) T.Gladman and F.B.Pickering : J. Iron and Steel Inst., 205 (1967), 653.
- 3) Y.Kurebayashi : Denki Seiko, 67 (1996), 26.
- 4) M.Iguchi, T.Nagaoka and K.Kobayashi : Sanyo Technical Report, 6 (1999), 41.
- 5) T.Tamatani, M.Iguchi, T.Sato and K.Tsubota : Netsu Shori, 37 (1997), 356.
- 6) K.Shiwaku, J.Koarai, H.Sawada and K.Kaneko : R&D Kobe Steel Engineering Reports, 35, no.2 (1985), 49.
- 7) T.Ohshiro, S.Okushima, T.Ikeda, K.Kaneko and

H.Sawada : Fundamentals of Microalloying Forging Steels (1987), 315.

- 8) T.Fujimatsu, K.Hashimoto, K.Hiraoka and A.Yamamoto : Tetsu-to-Hagane, 93 (2007), 649.
- 9) T.Fujimatsu, K.Hashimoto, K.Hiraoka, S.Fukumoto and A.Yamamoto : Tetsu-to-Hagane, 95 (2009), 169.
- 10) S.Takaki : Netsu Shori, 34 (1994), 260.
- 11) 牧正志 : 第177・178回西山記念技術講座, 日本鉄鋼協会編, 東京, (2002), 1.
- 12) F.J.Humphreys and M. Hatherly : 再結晶と金属組織の制御ナノ・ミクロレベルの基礎から実用技術まで, (小菅張弓訳), 静岡新聞社, (2003)
- 13) T.Fujimatsu, M.Nakasaka, S.Fukumoto and A.Yamamoto : Tetsu-to-Hagane, 95 (2009), 161.
- 14) T.Nakano and H.Kawatani : Tetsu-to-Hagane, 58 (1972), 2012.
- 15) T. Nakano, H. Kawatani and S. Kinoshita : Tetsu-to-Hagane, 62 (1976), 100.
- 16) D.T.Gawne and G.T.Higgins: J. Mater. Sci., 6 (1971), 403.
- 17) E.Koken, N.Chandrasekaran, J.D.Embury and G.Burger : Mater. Sci. Eng., A104 (1988), 163.
- 18) T.Yamaguchi, S.Furimoto, T.Furuhara and T.Maki : CAMP-ISIJ, 18 (2005), 702.

■ 著者



藤松 威史



橋本 和弥