

はだ焼ボロン鋼のオーステナイト粒度特性に及ぼすTiの影響

井口 誠*・長岡 亨*・小林 一博*

Effect of Ti Addition on Austenite Grain Size of Boron Treated Carburizing Steels
Makoto Iguchi, Toru Nagaoka and Kazuhiro Kobayashi

Synopsis: For the purpose of the improvement of cold forgeability and strength of automobile parts, positively boron treated carburizing steels have recently attracted considerable attention. Boron treated steels are added with Ti in order to fix nitrogen and to prevent the formation of boron nitride. Then, AlN cannot precipitate and austenite grains tend to grow coarsely in carburizing process, and therefore boron treated steels are still difficult to be used as cold forging steels.

In order to improve the austenite grain size of boron treated carburizing steels by further addition of Ti through fine dispersion of TiC, the effect of the amount of Ti addition on TiC precipitation behavior and austenite grain growth has been studied. It is discovered that more than 0.13 mass% Ti addition can remarkably improve austenite grain stability of boron treated carburizing steels.

Key words: boron treated carburizing steel; boron; austenite grain size; TiC; AlN; Ti addition; precipitate size of TiC and AlN.

1. 緒言

自動車部品に使用されるギア、シャフト等の動力伝達部品には、耐摩耗性や疲れ特性の向上を目的に浸炭処理を施してから使用するはだ焼鋼が多く用いられる。そして、一般に、はだ焼鋼には、JIS鋼であるSCr系、SCM系、SNCM系でC量が0.15mass%、0.18mass%、あるいは0.20mass%の低炭素鋼が多く使用されているが、近年では、冷間加工性の向上あるいは部品の高強度化を目的として、Bを積極的に添加したはだ焼ボロン鋼が注目されている¹⁻³⁾。

しかし、はだ焼鋼は通常1198K以上の温度で浸炭処理が行われるため、処理中にオーステナイト(γ)結晶粒の粗大化が起こるため、その防止対策が必要である。その対策と

して、JIS鋼等の非ボロン鋼では、通常AlとN添加量を制御しAlNの微細析出によるピン留め効果を利用することによって γ 結晶粒の安定化を図っている⁴⁻⁷⁾。それに対し、ボロン鋼では、焼入性確保のために鋼中に固溶Bを存在させる必要があり、Nを固定する目的で通常0.02~0.04mass%程度Tiを添加している。このため、一般のはだ焼鋼のようにAlNによる結晶粒度調整が行われず、浸炭処理時に γ 結晶粒が粗大化しやすい⁸⁾。このことが、ボロン鋼を浸炭用鋼として使用することを困難にしていると思われる。

その問題に対し、Tiを0.01~0.07mass%程度添加し、TiNあるいはTi(C, N)によって γ 結晶粒調整が可能なが報告されている⁹⁻¹³⁾。しかし、これらも鋼の製造条件によっては凝固時に数 μ m~数十 μ m程度の比較的大きな晶出

Table1. Chemical compositions of materials used. (mass%, N,B;ppm)

Steel	C	Si	Mn	P	S	Cr	Al	Ti	N	B
SCr420	0.20	0.26	0.78	0.015	0.016	1.04	0.019	—	158	—
A	0.20	0.11	0.28	0.012	0.015	1.05	0.009	0.023	52	25
B	0.20	0.11	0.24	0.012	0.014	1.05	0.010	0.072	77	23
C	0.20	0.11	0.26	0.013	0.015	1.06	0.009	0.099	80	26
D	0.20	0.12	0.32	0.013	0.014	1.09	0.010	0.131	65	22
E	0.20	0.11	0.28	0.013	0.015	1.06	0.009	0.150	52	25

* 技術研究所 軸受・構造用鋼研究グループ

物となることがあり、ピン留め効果に寄与しないため γ 結晶粒調整ができなくなる。

そこで、本報では、晶出物であるTiN, Ti(C, N)ではなく、析出物であるTiCを鋼中に微細分散させることによって γ 結晶粒調整を行うことを目的に、従来よりも積極的にTiを添加し、鋼中でのTiCの析出挙動および γ 結晶粒特性に及ぼすTi添加量の影響について検討した。その結果、はだ焼ボロン鋼の γ 結晶粒特性を著しく改善することができたので報告する。

2. 供試材および実験方法

2.1 供試材

本実験に用いた供試材の化学成分をTable 1に示す。 γ 結晶粒特性に及ぼすTi添加量の影響を調査する目的で、供試材にTi添加量を0.023~0.150mass%まで変化させたA~E鋼と、その比較鋼としてSCr420を用いた。A~E鋼は、SCr420に対し、N, Si, Mnを低減し、Bを添加した成分系となっている。Nを低減した理由は、TiNの生成量をできるだけ少なくするためである。また、Si, Mnを低減した理由は、冷間加工性の向上とB添加によるジョミニー焼入性の向上を考慮に入れたためである。

これら6鋼種 (SCr420, A~E鋼) を100kg真空溶解炉にて溶製し、1523Kに加熱後熱間鍛伸にて ϕ 20の丸棒に加工し、供試材とした。そして、 ϕ 20鍛伸材を用い以下に示す方法で種々の調査を行った。

2.2 実験方法

- (1) 6鋼種の供試材を1573Kで溶体化処理を行った後、外径15mm、高さ15mmに加工し1223K~1523Kの各温度で1h保持後水焼入れを行った。そして、抽出レプリカ法によってTEM (Transmission electron microscope) 試料を作製し、TEM観察を行い、析出物の同定および析出物粒径の測定を行った。ただし、析出物の同定は回折パターンとエネルギー分散型分析装置 (EDX分析装置) を用いて行った。また、TEM観察により $n=20$ の析出物粒径を測定し、その平均値で析出物粒径を評価した。
- (2) E鋼について、上記 (1) と同様の熱処理を行い、その試料を用いて塩酸加熱分解法にて固溶Tiと析出物に含まれるTiに態別し、固溶Tiのみを誘導プラズマ発光分光分析 (ICP) によって定量分析を行った。
- (3) 供試材6鋼種に925°C-1hの焼ならし処理を行った後、外径14mm、長さ21mmの端面拘束型圧縮試験片に加工し、加工率: 0%の試料と加工率: 70%で冷間加工を加えた試料を作製した。そして、これらの試料を用いて1198~1323Kの各温度で6h保持後水焼入れ (以下この処理を擬似浸炭処理と称す) を行い γ 結晶粒度を調査した。昇温速度はすべて300K/hとした。また、 γ 結晶

粒界の現出にはピクリン酸飽和水溶液+界面活性剤を用い、 γ 結晶粒判定にはJIS G 0551に記載の方法を用いた。

3. 実験結果および考察

3.1 析出物の成長挙動

(1) 加熱温度とAIN粒径との関係

供試材にSCr420を用い、1223Kで1h保持後水焼入れを行った試料中の析出物について同定を行った。Fig.1にTEM観察で認められた析出物の明視野像および回折パターンを示し、Fig.2にその析出物のEDX分析結果を示す。回折パターンがAINの面間隔に一致したことからEDX分析でAlおよびNのピーク (C: レプリカ試料のC膜ピーク) が確認されたことから判断して、この析出物はAINであるということが分かる。また、同様の調査によって1223~1473Kの各温度で1h保持した試料においてもAINが析出物として確認された。

次に、1223~1523Kの各温度で1h保持した材料から作製した試料を用いてTEM観察を行い、加熱温度と析出物粒径との関係について調査した。Fig.3に各温度で確認されたAINのTEM写真を示す。何れの温度でもAINが確認されたが、

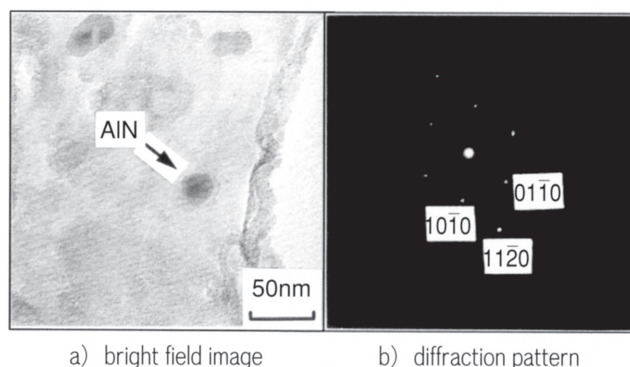


Fig. 1. TEM micrographs of AlN precipitates in SCr420 quenched after heating at 1223K for 1h.

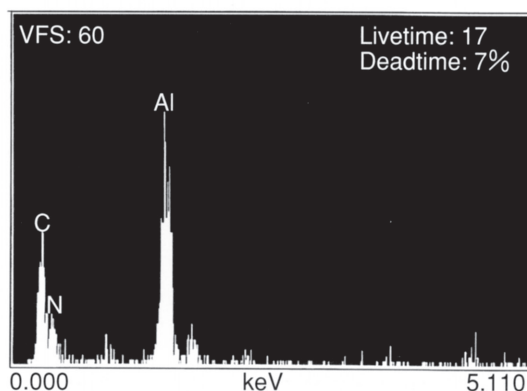


Fig. 2. EDS analysis of AlN precipitates in SCr420 quenched after heating at 1223K for 1h.

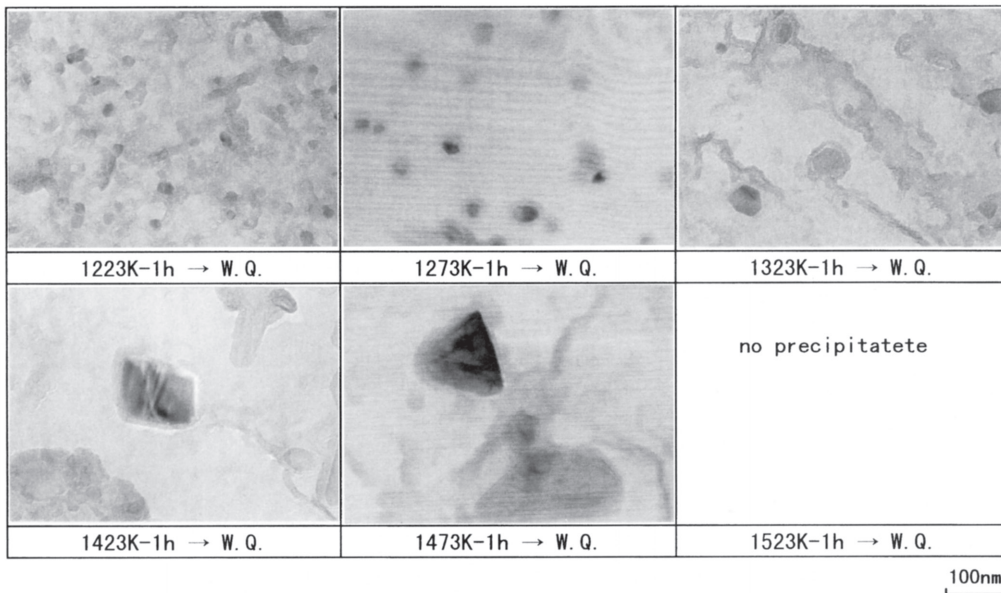


Fig. 3. TEM micrographs of AlN precipitates in SCr420 quenched after heating for 1h at various temperature.

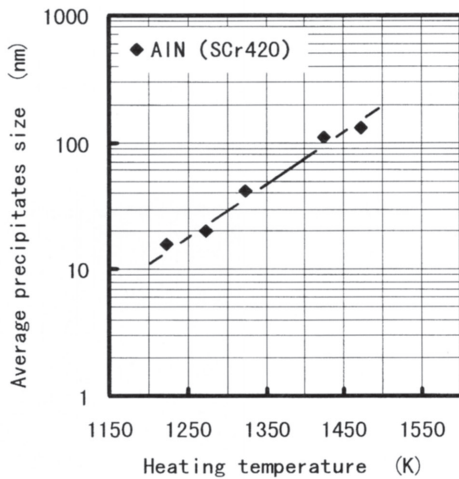


Fig. 4. Effect of heating temperature on AlN precipitates size (holding time:1h) .

1523KではAlNが確認されなかった。これは1523KでAlNが全固溶したためと考えられる。また、Fig.3から保持温度が高くなるにつれAlNがオストワルド成長をしていることが分かる。次に、TEM観察により測定した各温度におけるAlNの平均粒径測定結果をFig.4に示す。AlN粒径は1223Kで16nm程度で加熱温度が高くなるに従って大きくなり1473Kで約130nm程度になっていることが分かる。この値は、Gladman等によって報告されたAlN粒径¹⁴⁾ に対し若干小さい値となっているが、大きな差は無い。

(2) 加熱温度とTiC粒径との関係

供試材にE鋼を用い、1223Kで1h保持後水焼入れを行った試料中の析出物の同定を行った。Fig.5にTEM観察で認められた析出物の明視野像および回折パターンを示し、Fig.6にその析出物のEDX分析結果を示す。回折パターンがTiC

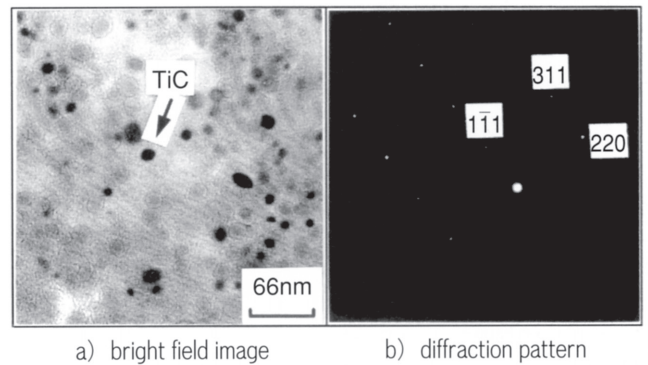


Fig. 5. TEM micrographs of TiC precipitates in steel E quenched after heating at 1223K for 1h.

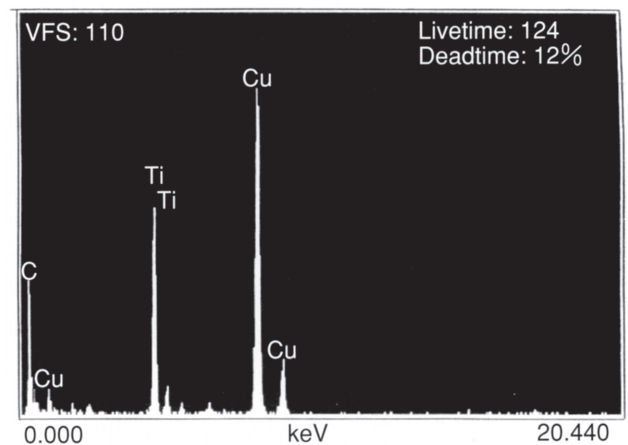


Fig. 6. EDX analysis of TiC precipitates in steel E quenched after heating at 1223K for 1h.

の面間隔と一致しかつEDX分析結果でTiおよびCのピーク (Cuのピークは試料メッシュによる) のみが確認されたこ

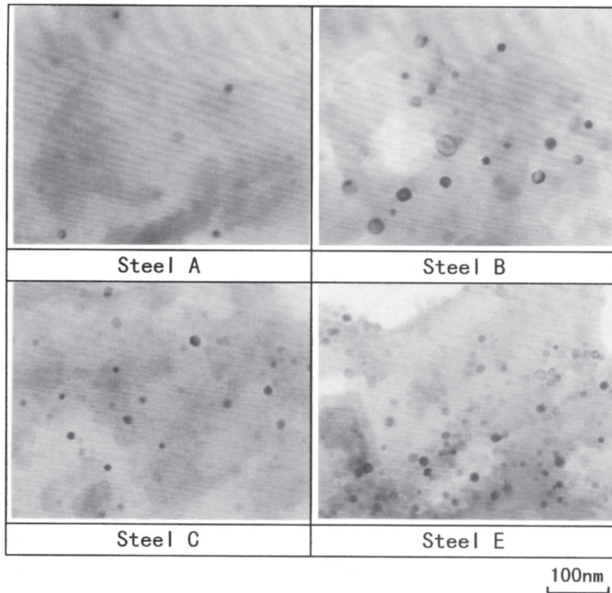


Fig. 7. TEM micrographs of TiC precipitates in steels quenched after heating at 1223K for 1h.

とから判断して、この析出物はTiCであることが分かる。TiCは、Fig.7に示すようにTiを添加したA~E全ての供試材で確認され、析出物数はTi添加量に比例し多くなっていた。また、E鋼を用いて保持温度を1223~1523Kと変化した試料においても、同様の分析方法によって析出物がTiCであることが確認され、析出物組成に及ぼす保持温度の影響は認められなかった。

次に、AIN粒径の測定と同様の方法を用い、加熱温度とTiC粒径との関係について調査した。Fig.8に各温度で確認されたTiCのTEM写真を示し、Fig.9に各温度におけるTiCの平均粒径測定結果を示す。TiC粒径は1223Kで約10nm、1473Kで約110nm、1523Kで約170nmと加熱温度が高くな

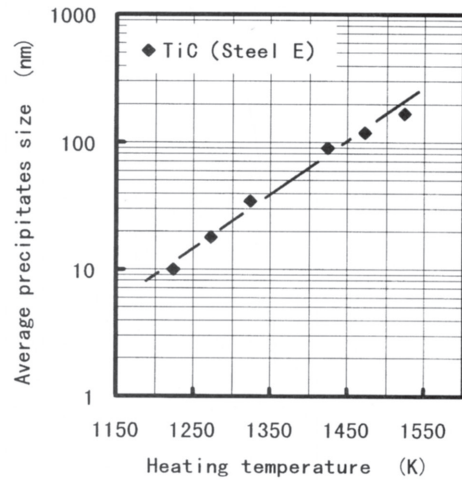


Fig. 9. Effect of heating temperature on TiC precipitates size (holding time:1h).

るに従ってオストワルド成長をしている。同一温度においてFig.4に示すAIN粒径とTiC粒径を比較すると、AIN粒径に対しTiC粒径の方が若干小さいことが分かる。このことから、析出物の大きさから判断してもTiCはAINと同様にピン止め粒子として作用し、結晶粒度調整に十分利用できるものであることが分かる。

3・2 TiCの固溶特性

TiCの加熱温度と固溶量との関係を調査するために、供試材にE鋼を用い、1223~1523Kの各温度で1h保持後水焼入れを行った。そして、その各試料の固溶Ti量をICP分析装置にて測定した。Fig.10に加熱温度と固溶Ti量との関係を示す。加熱温度が高くなるにつれて固溶Ti量は増加し、加熱温度が1523Kで約0.084mass%のTiがマトリックスに固溶していることが分かる。

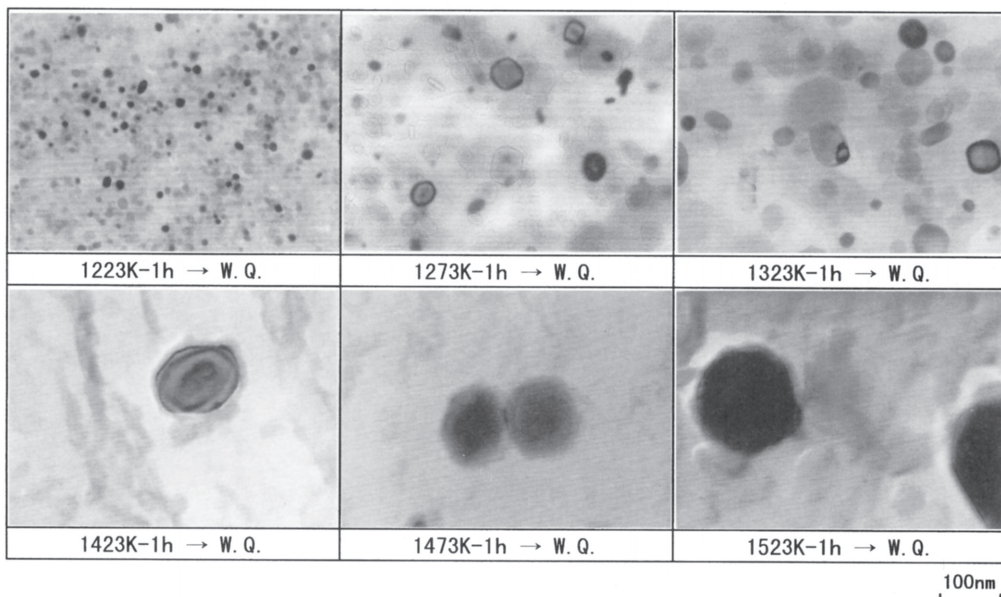


Fig. 8. TEM micrographs of TiC precipitates in steel E quenched after holding for 1h at various temperature.

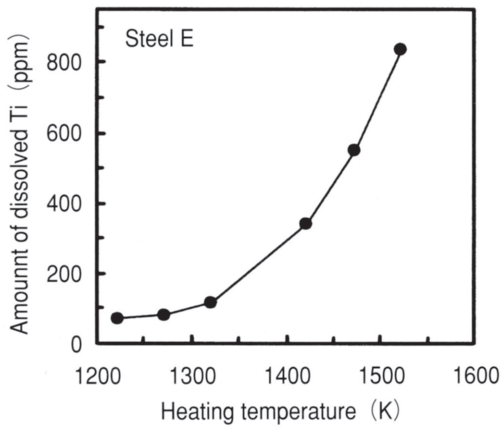


Fig. 10. Effect of heating temperature on amount of dissolved Ti (holding time:1h).

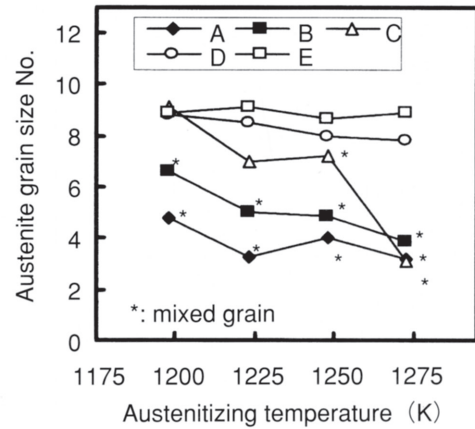


Fig. 12. Grain coarsening behavior of cold-worked specimens.

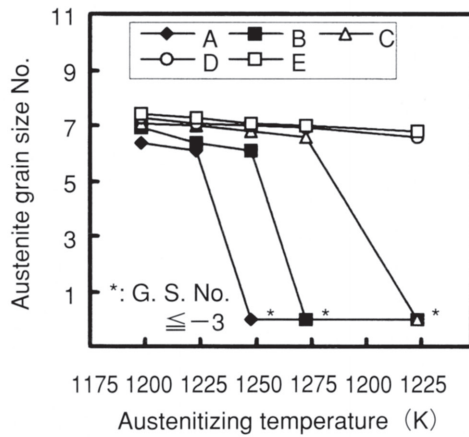


Fig. 11. Grain coarsening behavior of specimens without cold working.

ここで、後述する γ 結晶粒度特性調査において、ピン留め粒子として効果をもつ微細なTiC ($\leq 50\text{nm}$) の生成に寄与するTi量について考察する。 γ 結晶粒度特性調査では、加熱温度1523Kで鍛伸を行っている。そのため、微細なTiCの形成に寄与しているTi量は、1523Kで固溶しているTi量に等しいと考えられる。すなわち、Tiを0.15mass%添加したE鋼の場合、約0.084mass%のTiが γ 結晶粒度調整に有効なTiCを形成すると考えられる。

3.3 γ 結晶粒度特性とTi添加量の関係

供試材にA~E鋼を用いて1198~1323Kの各温度で擬似浸炭処理を行い、 γ 結晶粒度特性を調査した。Fig.11は冷間加工を行っていない材料における擬似浸炭温度と γ 結晶粒度との関係を示し、Fig.12は70%冷間据込み加工を行った材料の擬似浸炭温度と γ 結晶粒度との関係を示している。また、Fig.13はA鋼とE鋼における冷間加工材の γ 結晶粒度

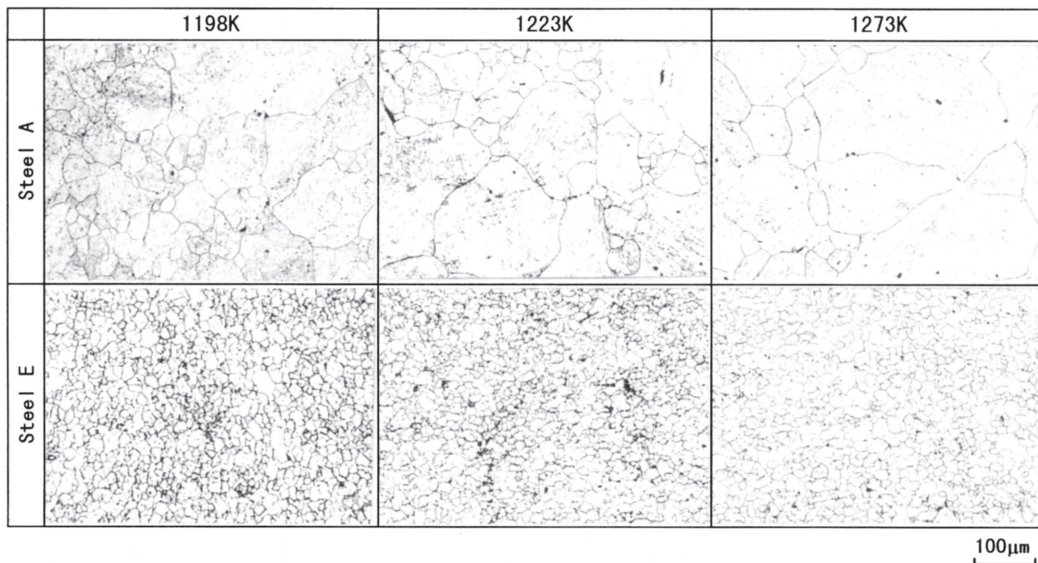


Fig. 13. Austenite grain structure of cold-worked specimens after heating at various temperature.

写真を示している。Fig.11~13から明らかなように、Ti添加量が増加するにつれ結晶粒粗大化温度は高温側に移行している。すなわち、Tiを0.023mass%添加したA鋼や0.072mass%添加したB鋼では、70%冷間加工を行なうと1198Kで混粒を発生しているのに対し、0.131mass%添加したD鋼や0.150mass%添加したE鋼では、70%の冷間加工を行っても1273Kで混粒を発生していない。したがって、Tiを鋼中に0.131mass%以上添加することにより、 γ 結晶粒度特性は著しく改善され、冷間鍛造用鋼として十分適用可能な鋼となることが分かる。

4. 結論

Ti添加量を変化させた供試材を用い、TiCの析出挙動および γ 結晶粒度特性を調査した結果、以下に示す知見が得られた。

- (1) 1223~1523Kの温度域でAIN平均粒径とTiC平均粒径を測定した結果、全ての温度においてAINに比べTiCの方が微細になっており、TiCによって結晶粒の粗大化を抑制することが可能であることが分かった。
- (2) 0.150mass%Tiを添加した場合、1323~1523Kの温度域で温度が高くなるにつれ固溶Ti量が増加し、1523Kで約0.084mass%の固溶Tiが存在していることが分かった。

- (3) Ti添加量が増加するに従って鋼中に微細に分散したTiC量が増加し、 γ 結晶粒粗大化温度は高温側に移行する。
- (4) 0.13mass%以上のTi添加によって、70%冷間加工材であっても1273Kで混粒が発生せず、 γ 粒度特性が著しく改善され、冷間鍛造用鋼として十分使用できることが分かった。

文 献

- 1) 長岡亨, 井口誠, 小林一博: 材料とプロセス, 11(1998), 1334.
- 2) 村井暢宏, 相原賢治: 材料とプロセス, 3(1990), 861.
- 3) 紅林豊, 中村貞行: 電気製鋼, 69(1998), 57.
- 4) 足立彰, 荻野喜清: 日本金属学会誌, 30(1966), 394.
- 5) 木下修司, 上田武司, 鈴木章: 鉄と鋼, 59(1973), 88.
- 6) 坪田一一, 高橋武士, 小林一博: 鉄と鋼, 67(1981), 562.
- 7) 富永剛, 千葉貴世, 佐藤紀男: 山陽特殊製鋼技報, 2(1995), 28.
- 8) R.S.Archer: Metal Prog., 66(1946), 667.
- 9) 松田昭一, 奥村直樹, 岡村義弘: 鉄と鋼, 60(1974), 174.
- 10) 松田昭一, 奥村直樹: 鉄と鋼, 60(1974), 175.
- 11) 小林洋, 笠松裕: 鉄と鋼, 67(1981), 1990.
- 12) 土田豊, 鈴木信一: 鉄と鋼, 68(1982), 191.
- 13) 柘植敏行, 大木喬夫, 脇門恵洋, 林健次: 材料とプロセス, 2(1989), 751.
- 14) T.Gladman and F.B.Pickering: J. of Iron and Steel Inst., 205(1967), 653

