

# 肌焼鋼の熱間鍛造後のミクロ組織制御による 浸炭時の結晶粒度特性の改善

Improvement for Austenite Grain Stability During Carburizing Process Through Controlling  
Microstructure After Hot Forging in Case Hardening Steel

宮崎 武\*<sup>1</sup> 藤松 威史\*<sup>2</sup>

MIYAZAKI Takeshi and FUJIMATSU Takeshi

Synopsis: Case hardening steels are widely used for gears and shafts for automotive and industrial components, and the process of hot forging is mainly employed to fabricate these parts. In general, forged parts are reheated and held at about 900°C to form the austenite, followed by air cooling (normalizing) after hot forging to obtain uniform ferrite and pearlite microstructure. However, omission of normalizing is desired for cost saving. Thus, from the viewpoint of suppression of coarsening of austenite grain during carburizing process, it is necessary to avoid the formation of bainite during hot forging and subsequent cooling for omission of normalizing. Therefore, this study aims to clarify promising alloy compositions and hot forging conditions for omission of normalizing.

In the present study, JIS SCM420 (0.2C-0.3Si-0.8Mn-1.0Cr-0.2Mo, in mass%) as the base alloy was prepared to promote the formation of bainite by the addition of Mo after hot forging and followed by cooling. Also, JIS SCr420 (0.2C-0.3Si-0.8Mn-1.0Cr) and ECOMAX5 (developed high strength Ni, Mo free and Nb addition steel) were prepared to suppress the formation of bainite by the absence of Mo. Specimens for microstructures were investigated under various forging and cooling conditions by using a thermomechanical simulator (Thermecmaster-Z), and pseudo carburizing heat treatments, *i.e.* without a carburizing gas, were performed to evaluate austenite grain stability. SCr420 and ECOMAX5 (Mo free alloys) have the tendency to suppress the formation of bainite compared to SCM420 during hot forging and subsequent cooling, and the microstructures consist of ferrite and pearlite for extensive forging temperature and cooling conditions. As a result, when omitting normalizing after hot forging, SCr420 exhibits finer austenite grains rather than SCM420 in the following carburizing in the wide range of hot forging conditions, while coarse austenite grain is observed in the formation condition of bainite at relatively high forging temperature followed by fast cooling. On the other hand, ECOMAX5 shows fine and uniform austenite grain even containing bainite after hot forging, because ECOMAX5 has fine Niobium carbonitrides by Nb addition. Accordingly, it clearly indicates that ECOMAX5 could be a promising alloy for omission of normalizing after hot forging.

Keywords: case hardening steel; hot forging; continuous cooling; microstructure; grain growth; recrystallization; strain induced boundary migration; carburizing; grain stability; electron back scattering diffraction.

## 1. 緒言

自動車や建設・産業機械の動力伝達装置（トランスミッション等）の駆動系部品として組み込まれるギヤ・シャフトは、肌焼鋼の代表鋼種であるSCr420 (0.2C-0.3Si-0.8Mn-1.0Cr, mass%) をベースに、SCr420にMoを添加したSCM420 (SCr+0.2Mo) 等が選定される場合が多い。それら肌焼鋼に対する自動車や建産機メーカーのニ

ズとして「高機能化」と「コストダウン」の大きく2つが挙げられる。小型・軽量化や高耐久・高信頼性付与といった部品の「高機能化」に対しては、主に高強度化（ピッチング強度、高・低サイクル疲労強度の向上）が求められる。一方、「コストダウン」について要求されるニーズとしては、省合金型の成分設計や部品製造時の工程省略（焼ならし省略等）の実現が挙げられる。よって、肌焼鋼の開発ニーズは、NiやMoのような希少元素の添加に頼らずに

\*1 山陽特殊製鋼株式会社 軸受営業部 軸受CS室 博士 (工学)

\*2 山陽特殊製鋼株式会社 研究・開発センター 基盤研究室 材料研究グループ長 博士 (工学)

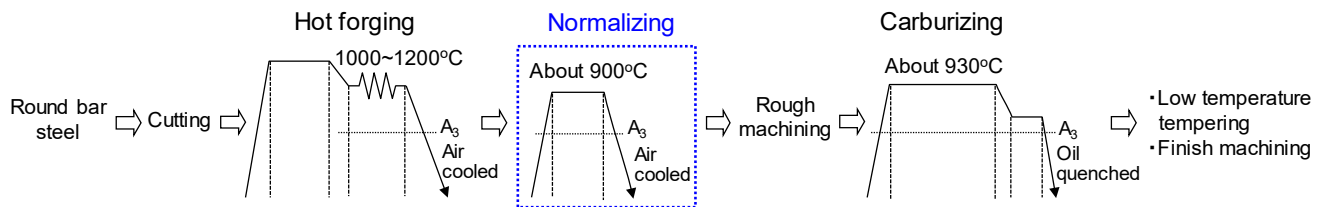


Fig. 1. Typical manufacturing process of hot forging for gears and shafts.

高強度化し、なおかつ工程省略を実現することに集約される。Ni, Moフリーの省合金型高強度鋼については、当社を含めた鉄鋼メーカー各社で研究が進められており、量産・実用化の報告例も多数ある<sup>1-14)</sup>。一方、コストダウンのための工程省略に注目すると依然として課題が残されている。

ギヤ・シャフト部品の代表的な製造工程である熱間鍛造（これを以降では熱鍛と呼ぶ）の加熱加工スケジュールの例をFig. 1に示す。熱鍛は鋼材を切断したブランクを1000~1200°Cの高温で粗成形するため、冷鍛や温鍛に比べて鍛造時の変形抵抗が低く、高い変形能が期待される方法である。その後、ギヤ・シャフト部品は耐摩耗性や疲労強度向上のためオーステナイト域の900~950°C程度に加熱保持し、炭素を侵入拡散させた後に焼入れして表面硬化を図る浸炭熱処理が一般に行われる。しかし、熱鍛後のマイクロ組織によっては浸炭加熱初期のオーステナイト粒径にばらつきが生じることや、AlNやNb炭窒化物等の析出粒子のピン止めが外れることに起因して、浸炭時に混粒の発生を招いてしまう場合がある。混粒を呈すると、その部分が破壊の起点になりギヤ・シャフトの疲労強度や靱性の低下を招くことから<sup>15,16)</sup>、混粒発生を回避して整細粒を維持することが部品の要求特性を確保するうえで重要である。そこで通常、熱鍛後に再びオーステナイト域に加熱・保持してから空冷を行う焼ならしによって均一なフェライト+パーライト組織にすることで、浸炭加熱時にオーステナイトが比較的均一な大きさに形成されるようにして混粒発生の回避が図られている。よって、熱鍛後の焼ならしを省略して部品製造時のコストダウンを実現しようとするれば、熱鍛冷却後のマイクロ組織を浸炭時の混粒回避に有利なように作り込むことが重要になる。

熱鍛後のマイクロ組織形成に及ぼす因子としては、鋼材の化学成分や、熱鍛時の加工温度・加工率、熱鍛後の冷却速度が挙げられる<sup>17)</sup>。例えば熱鍛時の加工温度を低くし、かつ加工率を高めることで熱鍛直後のオーステナイト粒径は細くなり、冷却後にフェライト+パーライト組織を形成しやすくなる。しかし、オーステナイト粒径が細かい場合であっても、熱鍛後の冷却速度が比較的速い条件ではベイナイトが生成するようになる。また、Moを添加した鋼材ではベイナイト変態が起こりやすくなるため、冷却速度が比較的遅い場合にもベイナイトが混在したマイクロ組織を

呈しやすくなる。熱鍛後にベイナイトが混在したマイクロ組織を呈すると、浸炭加熱の過程でオーステナイトに逆変態した直後のオーステナイト粒径（これを以降ではオーステナイト初期粒径と呼ぶ）にばらつきが生じ、フェライト+パーライト組織に比べて浸炭時の混粒を発生させやすくする<sup>18)</sup>。一方、ベイナイトを回避しようとするれば熱鍛後の徐冷が有効な手段として想定されるが、徐冷を行うことによって局所的に粗大なパーライトやベイナイトを含んだ異常粗大組織が形成される場合が経験されている。この場合も、ベイナイトの存在に起因して浸炭時に混粒が発生することから、熱鍛後の焼ならし省略の実現は困難となっていた。

熱鍛後の徐冷において観察される異常粗大組織の形成に関して、冷却過程でのオーステナイトの粒成長挙動が関与していることが考えられるが、その形成条件やメカニズムは明らかではなかった。熱間加工後の粗大オーステナイト粒形成については、関連研究として鍛造や圧延時の軽圧下付与の影響が報告されている<sup>19-28)</sup>。それら報告の中で、Katsumataら<sup>24)</sup>は、中炭素のNi-Cr-Mo-V鋼を用い1250°Cで5%軽圧下を付与した後、5000 sの等温保持を行うと、オーステナイト粒界の張り出しによるひずみ誘起粒界移動 (strain induced boundary migration) によって数mmを超える粗大オーステナイトが形成されると報告している。またNeishiら<sup>27)</sup>はSCr420やS45Cを900°Cで熱間圧延後に、棒鋼の仕上げ圧延を模擬した3.2%の軽圧下を付与し100 s保持すると、粒度No.3.5 (約120 μm)の粗大なオーステナイトを形成することを報告している。何れの研究からも、軽圧下付与によってオーステナイト中にひずみの不均一性が生じることで粒成長が促進されると見られており、これが前述の異常粗大組織形成の一因である可能性があった。しかしながら、オーステナイトが安定な鋼を除いて、通常はオーステナイト域からの冷却過程で相変態が起こるため、変態前のオーステナイトの結晶方位やひずみ状態の情報を得ることは難しく、その検証が困難となっていた。しかし近年、Miyamotoら<sup>29-31)</sup>はEBSD (Electron Back Scattering Diffraction) 測定で取得したマルテンサイトの結晶方位の情報をもとに、母相オーステナイトとマルテンサイトが特定の方角関係を有することを利用して、母相オーステナイトの結晶方位や、ひずみの状態を再構築する解析技術（オーステナイト再構築法）

を開発している。この再構築法によれば、加工直後のオーステナイト粒の方位回転を見ることで、オーステナイト中のひずみの情報を得ることが可能である。著者ら<sup>32,33)</sup>はSCM420を用いた実験にこの再構築法を適用し、再構築した元のオーステナイト粒のGOS (Grain Orientation Spread, 粒内方位差平均) 値を評価することで、熱間加工直後のオーステナイトのひずみ状態の評価が可能であること、およびその評価のもと加工直後のオーステナイト粒内に不均一なひずみ分布が存在すると徐冷過程において粒成長が促進されることを見出している。他方で、肌焼鋼には焼入性向上のためMoや、浸炭時の混粒回避のためNbを添加する場合があります、それらの元素は熱間加工時のオーステナイトの動的再結晶を遅延させる作用がある<sup>34-41)</sup>。再結晶の抑制効果がオーステナイト中のひずみ状態に影響を及ぼすことで、徐冷過程におけるオーステナイトの粒成長挙動に変化をもたらす可能性も考えられる。

以上をもとに、熱鍛後の焼ならし省略の実現に対して、熱鍛直後のひずみ状態と冷却過程におけるオーステナイトの粒成長挙動の関係、および熱鍛後の冷却速度とマイクロ組織の関係について、鋼の合金成分の作用も交えて詳細に調査することで、浸炭時に整粒を維持するための有効な方策が見出せることが期待される。そこで本研究では、オーステナイト温度域からの冷却過程でベイナイトが生成しやすいSCM420をベース材として、それに対する焼ならし省略時の結晶粒度特性の向上を期待してベイナイトを生成させにくいMoフリーのSCr420、およびNb添加により浸炭時の結晶粒粗大化防止特性に優れるNi, Moフリー高強度

型肌焼鋼として開発したECOMAX5 (SCr420に比べて高Si-低Mn-高Cr-Nb添加の化学成分)<sup>42)</sup>を準備し、種々の熱鍛温度・冷却速度におけるマイクロ組織、および浸炭時の結晶粒度特性(混粒発生の有無)について調査を行った。そしてそれらの結果、熱鍛ままで焼ならしを省略しても浸炭時の結晶粒粗大化抑制に対して有望性の高い合金成分および熱鍛条件を見出した。

## 2. 実験方法

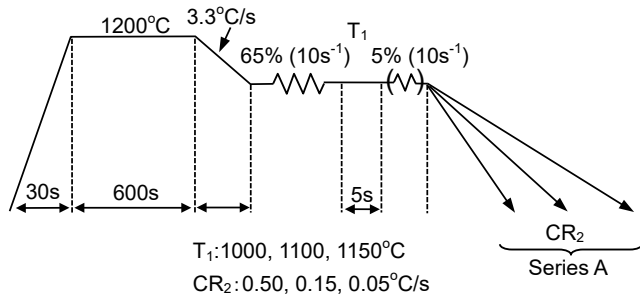
### 2.1 供試材および熱鍛模擬の加工熱処理

本研究ではTable 1に示すSCM420, SCr420, ECOMAX5を用いた。ECOMAX5は開発鋼であるため化学成分は非開示とした。なお、ECOMAX5は合金成分の調整によりMoフリーであってもSCM420並みの焼入れ性を有している。SCr420はSCM420からMoを除いた組成に相当するため、焼入れ性はSCM420には及ばず、通常それらの鋼種は用途に応じて使い分けられている。以後、SCM420, SCr420についてはSCM, SCrと呼称する。各鋼種について、それぞれ真空溶解により100kg鋼塊を溶製し、それらを1250°Cで4 h保持後にφ32 mmに鍛伸を行った。次に鍛伸材について900°Cで1 h保持後に空冷する焼ならしを施した。その後、空冷した鋼材の中周部より直径8 mm, 高さ12 mmの円柱状試験片を切り出した。この試験片に対して、熱間加工再現試験装置(富士電波工機社製・Thermecmaster-Z)を用いて実際の部品の熱鍛を想定したFig.2(a)に示すパターンで加工を行

Table 1. Chemical composition of the alloys in this studied (mass%).

|         | C   | Si   | Mn   | Ni   | Cr   | Mo          | Nb | Al    | N      |
|---------|---|------|------|------|------|-------------|----|-------|--------|
| SCM420  | 0.20  | 0.26 | 0.82 | 0.10 | 1.03 | 0.15        | Tr | 0.028 | 0.0161 |
| SCr420  | 0.20  | 0.25 | 0.82 | 0.10 | 1.03 | <b>0.02</b> | Tr | 0.032 | 0.0167 |
| ECOMAX5 | Developed high-strength steel (Ni, Mo free and Nb addition) |      |      |      |      |             |    |       |        |

(a) Hot forged and continuous cooled pattern



(b) Hot forged and quenched pattern

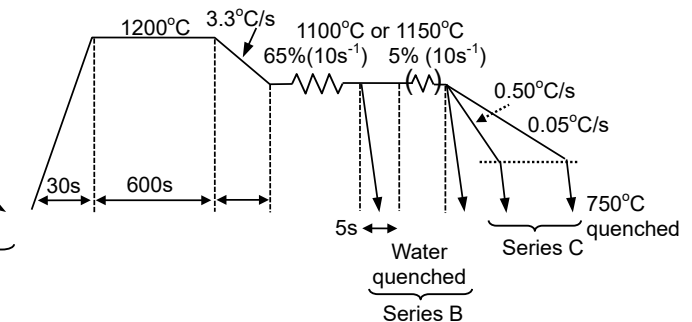


Fig. 2. Heat patterns of (a) hot forging and subsequent continuous cooling, (b) hot forging, cooling and interrupted quenching. Series A: hot forging and continuous cooling to room temperature, Series B: quenching immediately after hot forging, Series C: interrupted quenching after hot forging and continuous cooling down to 750°C

い、熱鍛後のミクロ組織の再現を図った (Fig.2のSeries A)。試験片は真空中で1200℃まで加熱して600 s保持後に加工温度まで3.3℃/sの冷却速度で1000, 1100, 1150℃の各温度に降温した後、それらの各温度でひずみ速度 $10\text{ s}^{-1}$ で65%圧下 (部品の粗成形を模擬した条件) を行い、5 s保持後に室温付近まで連続冷却を施した。その冷却速度として、鍛造品が単体で空冷される場合を想定した0.50℃/s、鍛造品が集積状態で冷却される場合の徐冷を想定した0.05℃/s、およびそれらの中間的な冷却速度である0.15℃/sの3条件を設定した。これらの処理条件を以後ベース条件と呼ぶ。さらに、熱鍛における粗成形後の最終の仕上げ成形を模擬した軽圧下付与の条件として、65%圧下後の5 s保持に引き続いて同温度、同ひずみ速度で5%の軽圧下を付与した後、ベース条件と同様の各冷却速度で冷却した。以後、この処理条件を軽圧下条件と呼ぶ。ベース条件と軽圧下条件の違いは5%軽圧下の有無のみである。

さらに、加工直後のオーステナイトの観察を目的として、Fig.2(b)に示すように1100℃や1150℃で65%加工後、あるいは65%加工後に5 s保持を経て5%軽圧下後、0.05 s以内に水冷 (加工温度から500℃までの冷却速度は試験片表面部で約500℃/s) を行い、加工直後のオーステナイト粒の凍結を図った (Fig.2のSeries B)。なお、試験片を一様に水冷するためアルゴン雰囲気中で実施した。また加工後の冷却途中におけるオーステナイトの粒成長挙動の観察を行うため、Fig.2(b)に示すように1100, 1150℃の各加工温度でベース条件や軽圧下条件において0.50℃/sや0.05℃/sで連続冷却を行う過程で、フェライト変態温度直上の750℃に到達した時点からHeガスによる急冷 (60℃/s) を実施した (Fig.2のSeries C)。冷却途中から急冷する実験は、何れも真空雰囲気中で実施した。また、全ての条件において、加工中の試験片の塑性拘束を緩和するため、潤滑剤として雲母薄片を試験片の上下面に挟んで加工を行った。

## 2.2 熱鍛を模擬した試料の組織観察

何れの加工熱処理条件も組織観察は、試料中心を通る圧縮軸方向に平行な断面の中心付近で行った。連続冷却した試料は機械研磨後にダイヤモンドペーストで鏡面に仕上げ、5%ナイトール液で腐食して観察した。オーステナイト域から水冷もしくは冷却途中にHe急冷した試料については旧オーステナイト粒径を確認するために、ダイヤモンドペーストで鏡面に仕上げた後、水に飽和ピクリン酸、トデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、シュウ酸、および塩化第二鉄を加えた水溶液を用いて腐食することにより、旧オーステナイト粒界を現出させてから光学顕微鏡観察を行った。

さらに、オーステナイト再構築法を用いて個々のオー

ステナイト粒のひずみ状態を解析した。そのために、オーステナイト域から水冷もしくは冷却途中にHe急冷した試料のマルテンサイト組織のEBSD観察を実施した。試料調整のため、光学顕微鏡観察の手順と同様にしてバフ研磨まで行ってから、さらに試料表面付近のひずみを除去するためコロイダルシリカ研磨を20~25 min実施した。オーステナイト再構築法の概略は冒頭に説明した通りであり、以下では具体的な設定条件について説明する。まず、EBSD測定を行って得られた水冷もしくは急冷材のマルテンサイトの結晶方位データからCI (Confident Index) 値が0.2以上のデータを用いて、元のオーステナイトの方位を求める解析プログラムを使用してオーステナイト粒を再構築した。再構築の条件は、熱間加工直後の水冷材ではメッシュサイズ $4\times 4\ \mu\text{m}^2$ 、ステップサイズ $2\ \mu\text{m}$ とし、オーステナイトの粒成長が起こる徐冷途中からの急冷材ではメッシュサイズ $8\times 8\ \mu\text{m}^2$ 、ステップサイズ $4\ \mu\text{m}$ とした。ここで、メッシュサイズとは再構築を行う際の1つの単位領域を指し、ステップサイズとは隣接したメッシュ間の移動距離を表す。再構築したデータから、TSLソリューションズ社製の解析用ソフトウェアOIM Analysis  $\times 64$  (Ver.7) を用いて、オーステナイトの方位マップを作成し、さらにその各粒の平均方位差から塑性変形の程度を反映するGOS (Grain Orientation Spread, 粒内方位差平均) 値を求め、各オーステナイト粒のひずみ状態についての解析を行った。ここでGOS値とは、各結晶粒の平均方位を持つピクセルを基準として粒内の各ピクセルの方位差を平均した値であり、各オーステナイト粒の方位差は各粒が受けている塑性ひずみの程度と関係があるとされている。なお方位マップはいずれも圧縮軸に平行な方向を参照して表示した。

## 2.3 AIN定量測定

熱間加工時のオーステナイトの動的再結晶、および加工後の冷却過程におけるオーステナイトの粒界移動に対する抵抗力として寄与するピン止め粒子に関して、その影響を考察するためAIN析出量の定量測定を行った。AINの定量にあたり、10%臭素メタノールにより抽出したAINを含む残渣を $0.2\ \mu\text{m}$ メッシュのフィルターで捕集後、0.1%水酸化ナトリウム溶液を加え水蒸気蒸留を行い、残渣に含まれるNを回収した。続いて吸光度法によりN量を定量し、その量をもとにAIN量に換算した。なお本手法におけるNの定量限界値は5 ppm (AINとしての定量限界値は15 ppm) である。

## 2.4 擬似浸炭およびオーステナイト初期粒観察の熱処理

熱鍛工程を模擬した熱間加工冷却後の試料に対して、浸炭熱処理の昇温・保持を模擬した擬似浸炭を行い、浸炭時の結晶粒度特性 (混粒発生の有無) を評価した。そ

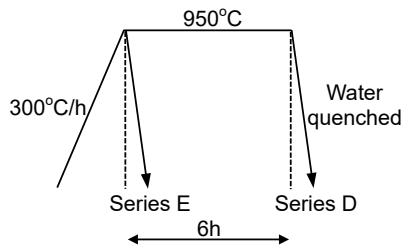


Fig. 3. Heat patterns of pseudo-carburizing for 6h at 950°C, then quenched in water (Series D), heating at 950°C and immediately quenched in water to observe the initial austenite grain at 950°C (Series E).

のためにFig.3に示すように部品の浸炭条件を模擬して、室温から300°C/hで昇温し950°Cで6 h保持後に水冷し、オーステナイト粒の観察を行った (Fig.3のSeries D)。擬似浸炭とは浸炭性のガスを導入せずに熱履歴のみを付与する方法であり、実験炉で簡便に処理ができ、また処理途中で試料を実験炉から取り出して急冷凍結を行うことができるため、オーステナイト粒の経時変化を把握できるといった特徴がある。浸炭加熱過程においてオーステナイトに逆変態した直後のオーステナイト初期粒径が強く影響を及ぼすことを既に述べた。本論文では、室温から300°C/hで昇温し擬似浸炭温度である950°Cに到達直後に水冷した条件におけるオーステナイト粒径をオーステナイト初期粒径とみなし (Fig.3のSeries E)、上記と同様の方法により旧オーステナイト粒界を腐食して、光学顕微鏡観察を行った。

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 連続冷却材のマイクロ組織観察結果

Moの有無が熱鍛冷却後のマイクロ組織に及ぼす影響の確認を目的として、SCMおよびSCrの1150°Cベース条件における0.05, 0.15, 0.50°C/sで連続冷却後の光学顕微鏡組織写真をFig.4に示す。SCM, SCrともに0.05°C/sの徐冷を行うと整細なフェライト+パーライト組織になる (Fig.4a, 4b)。0.15°C/sになるとSCMではフェライト+パーライト+ベイナイト組織 (Fig.4c) を呈するのに対して、MoフリーのSCrはフェライト+パーライト組織であり、ベイナイトは生成していない (Fig.4d)。さらに冷却速度の速い0.50°C/sになるとSCMはフェライト+ベイナイト組織を呈し (Fig.4e)、SCrもこの冷却速度ではフェライト+パーライトだけでなくベイナイトが混在した組織になる (Fig.4f)。なおECOMAX5は1150°Cベース条件でSCrと同様のマイクロ組織を呈することを確認した。したがって、Moフリーの成分系はSCMに比べて熱鍛後の冷却においてベイナイトを形成しにくいことが明らかである。

次に熱鍛冷却後のマイクロ組織に及ぼす加工条件の違い (軽圧下の有無) の影響について調査を行った。SCMは1100°C、ECOMAX5は1150°Cにおけるベースならびに軽圧下条件の光学顕微鏡組織写真をFig.5に示す。SCMは1100°Cベース条件において0.05°C/sの徐冷を行うとFig.4(a)と同様に整細なフェライト+パーライト組織 (Fig.5a) を呈するのに対して、1100°Cで軽圧下を付与した場合はパーライトやベイナイトを含んだ異常粗大化した組織の形成が認められている (Fig.5b)。ここで、本論文

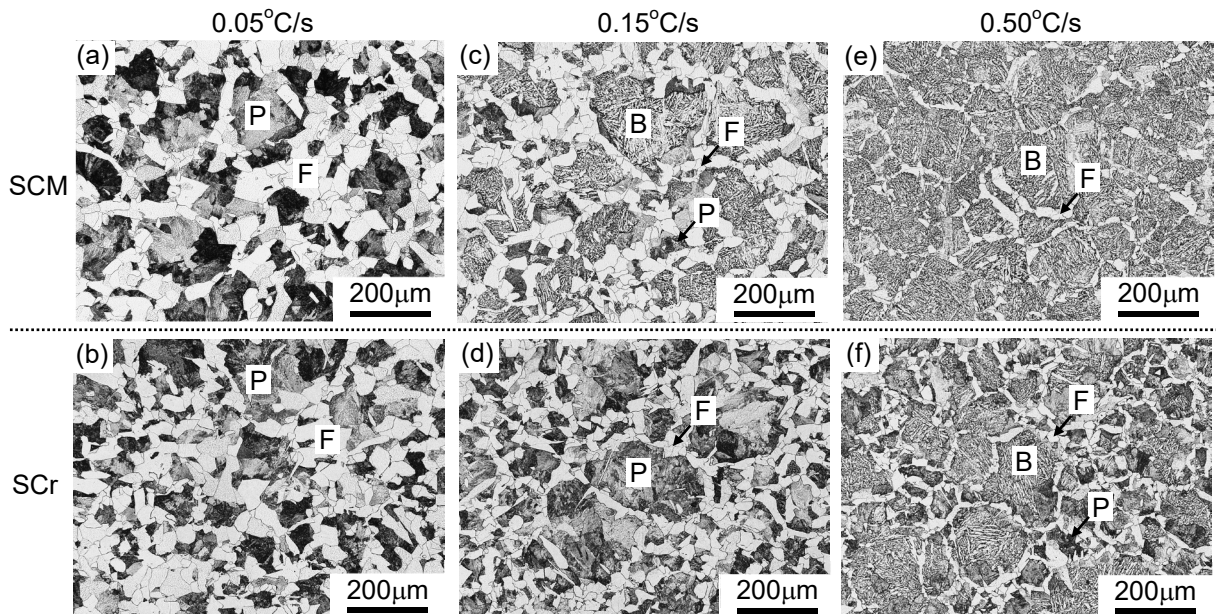


Fig. 4. Optical microstructures of the specimens cooled at various cooling rates after 65% compression at 1150°C (Series A, base condition). SCM (a), (c), (e). SCr (b), (d), (f). (a, b) 0.05°C/s, (c, d) 0.15°C/s, (e, f) 0.50°C/s

における異常粗大組織とは、局所的に存在するパーライトやベイナイトを含んだ400 μmを超える組織と定義している。一方、SCMの1100℃ベース条件ならびに軽圧下条件において比較的冷却速度の速い0.50℃/s冷却材では、ともにフェライト+ベイナイト組織を示し (Fig.5c, 5d), ミクロ組織には若干のばらつきが有るものの、Fig.5(b)で示したような400 μmを超える異常粗大組織は生成していない。すなわち、加工後の冷却速度が比較的速い条件のもとでは軽圧下を付与した条件下でも異常粗大組織は形成され難いことが分かった。さらに、SCMと加工温度は異なるが、ECOMAX5の1150℃ベース条件および軽圧下条件について0.05℃/sで徐冷後の光学顕微鏡組

織写真を同じくFig.5に示す。ベース条件では整細なフェライト+パーライト組織であるのに対して (Fig.5e), 軽圧下条件では局所的に400 μmを超える異常粗大組織が認められるものの、ベース条件と同様にフェライト+パーライト組織を呈している (Fig.5f)。すなわち、ECOMAX5では異常粗大組織の形成そのものは避け難いものの、狙い通りベイナイトの混在は回避されている。

以上の結果をもとに、65%加工後に軽圧下を付与した条件について、加工温度および加工後の連続冷却速度を因子として鋼種毎にミクロ組織、および異常粗大組織形成の状況を整理したマップ図をFig.6に示す。SCMでは1100℃や1150℃、SCrとECOMAX5は1150℃の比較

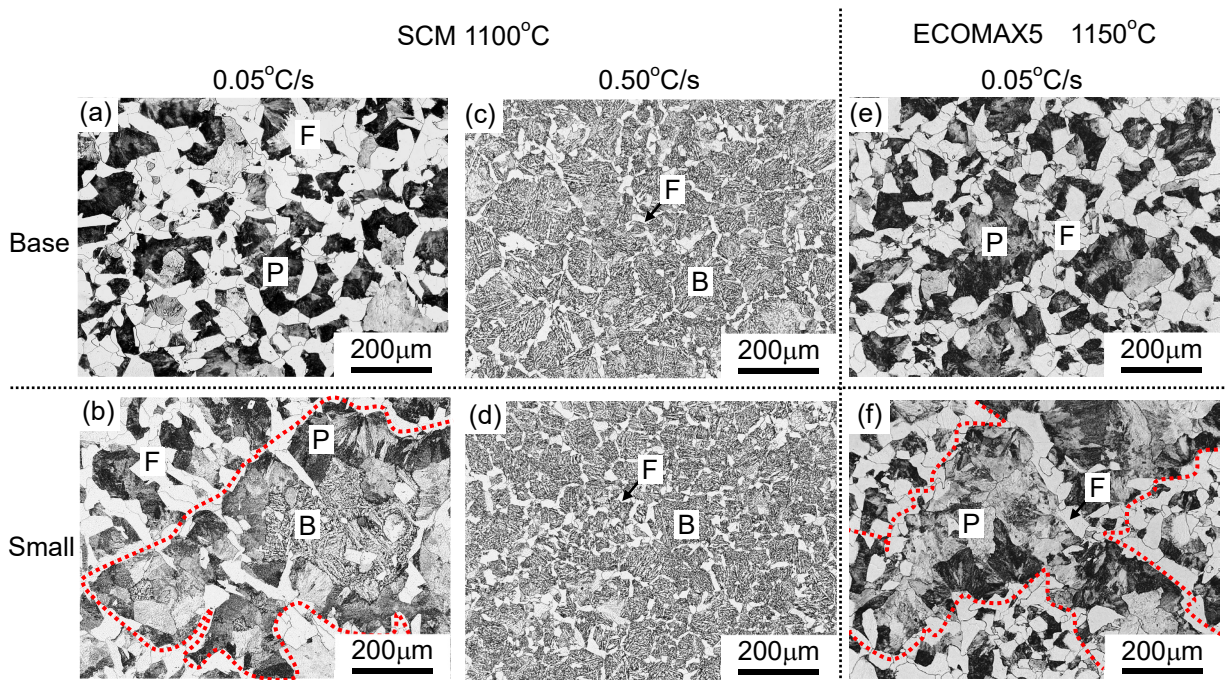


Fig. 5. Optical microstructures of the specimens cooled at various cooling rates after compression at 1100°C in SCM or 1150°C in ECOMAX5 (Series A). Base condition: SCM (a) 0.05°C/s, (c) 0.50°C/s and ECOMAX5 (e) 0.05°C/s. With small compression: SCM (b) 0.05°C/s, (d) 0.50°C/s and ECOMAX5 (f) 0.05°C/s. Red dashed lines in (b) and (f) indicate abnormally coarse microstructure.

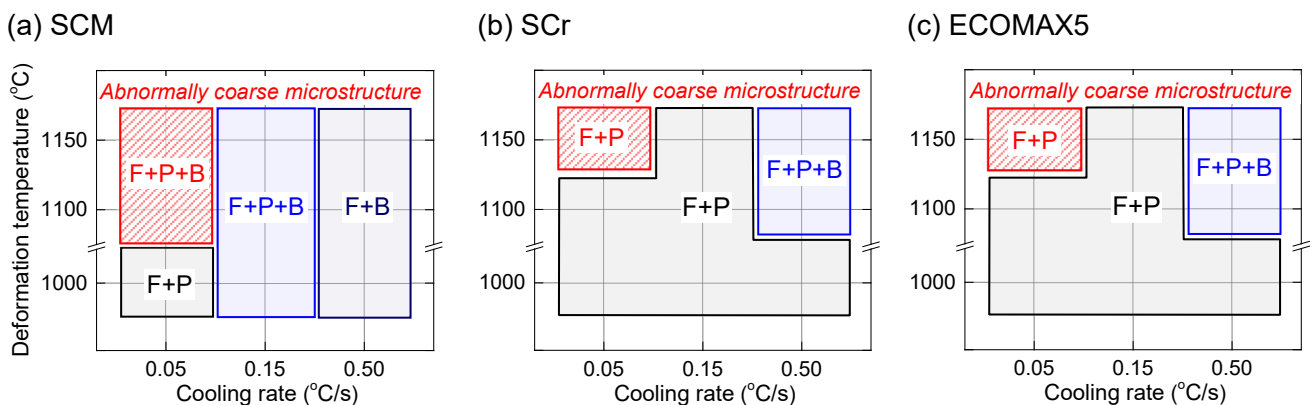


Fig. 6. Effects of deformation temperature and cooling rate on the microstructure after hot forging (SeriesA, with small compression). (a) SCM, (b) SCr, (c) ECOMAX5.

的高温で軽圧下を付与し、かつ0.05℃/sで徐冷した条件下でのみ異常粗大組織が形成されていることが分かる。ただし、SCrやECOMAX5の場合はSCMとは異なり異常粗大組織内にベイナイトが混在していないという特徴がある。また、何れの鋼種もこれらの加工温度で軽圧下を付与した条件であっても、冷却速度が0.05℃/sよりも速い条件下では異常粗大組織は形成されていない。さらにMoフリーのSCrやECOMAX5の場合は1100℃あるいは1150℃で加工し、0.50℃/sで冷却した場合の限定された条件下でのみベイナイトが生成しており、SCMに比べてその生成条件範囲が狭くベイナイトの抑制に有利なことが明確となった。

軽圧下付与の有無によって徐冷後のマイクロ組織に大きな違いが生じることから、その原因を明らかにするためには熱間加工直後のオーステナイト粒径や、熱間加工後の冷却過程におけるオーステナイトの粒径変化に着目した検証が必要である。そこで、SCMの結果を中心に以降で検証を行った。

### 3.2 熱間加工後水冷材のオーステナイト粒観察結果

オーステナイト粒径やひずみ分布に及ぼす軽圧下付与の影響の確認を目的として、SCMを用い1100℃で65%加工直後に水冷した試料（ベース条件）、および65%加工後に5 s保持を経てから5%軽圧下直後に水冷した試料のオーステナイト粒の観察を行った。Fig.7に水冷したオーステナイト粒の光学顕微鏡写真、およびEBSD観察によって得られたマルテンサイトの結晶方位情報を基に再構築したオーステナイトの方位マップを示す。ベース条件（Fig.7a, 7c）は等軸のオーステナイト粒から構成されて

いることが分かる。Ohtakara ら<sup>35)</sup>はSCM420を用いた1パスの圧延実験から、1150℃加熱後に1000℃で33%以上の圧下を加えた場合、オーステナイトは全面が再結晶していることを報告している。よって、Fig.7(a), 7(c)の観察結果における1100℃ベース条件の加工直後のオーステナイトは動的再結晶状態にあると考えられる。また65%加工後に5%軽圧下を付与した条件（Fig.7b, 7d）のオーステナイト粒はベース条件と同様の等軸状であり、平均粒径もベース条件43 μm、軽圧下条件41 μmであり、大きな差異は生じていない。ただし、軽圧下直後のオーステナイト粒は、動的再結晶後に軽度の塑性ひずみが導入された状態にあると推測される。このような加工条件の違いがオーステナイト粒のひずみ状態に及ぼす影響について、前述のGOS値を指標にして次節で検証を行った。

### 3.3 熱間加工後冷却途中急冷材のオーステナイト粒観察結果

3.1節でSCMを1100~1150℃で軽圧下後に徐冷した条件では400 μmを超える異常粗大組織が形成されることを述べた。そこで、加工条件の違いが冷却過程のオーステナイトの粒成長過程に及ぼす影響に着目した調査を行った。SCMを用い1100℃の65%加工後（ベース条件）とそれに続いて軽圧下後に0.05℃/sで徐冷する途中、あるいは冷却速度の比較的速い0.50℃/sで冷却する途中の750℃（フェライト変態直上）から急冷した条件のオーステナイト粒の光学顕微鏡観察写真をFig.8に示す。Fig.7で示した1100℃加工直後に比べて粒径は明らかに大きくなっていることから、何れの条件も750℃までの冷却過程で粒成長が起こっていることが分かる。また、冷却速度

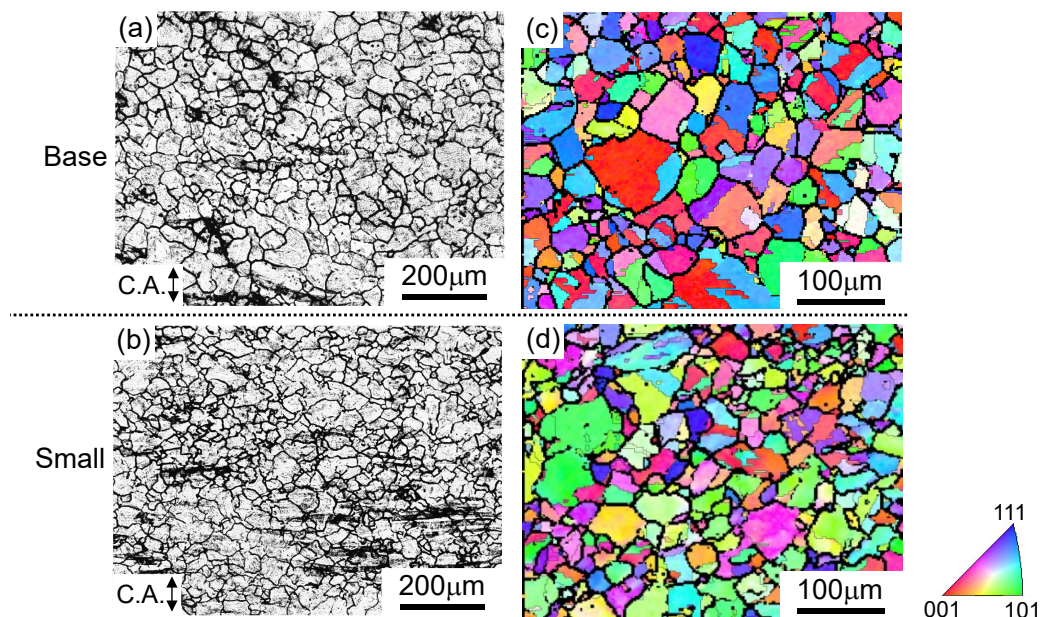


Fig. 7. Optical microstructures and austenite orientation maps reconstructed from martensite orientation maps in the specimens water quenched just after compression at 1100℃ in SCM (Series B). Base condition (a), (c) and with small compression (b), (d).

の遅い条件ほど粒成長が可能な温度域内での保持時間が長くなるために、ベース条件の場合の粒径は0.05℃/s冷却材 (Fig.8a)の方が0.50℃/s冷却材 (Fig.8c)に比べて大きい。ただし、何れの冷却速度でも異常粗大オーステナイト粒は形成されていない。一方、軽圧下を付与後に0.05℃/sの徐冷 (Fig.8b)を行うと、400 μmを超える異常粗大粒が観察されるようになる。ただし、軽圧下を付与しても0.50℃/sの比較的速い速度で冷却した場合には、異常粗大オーステナイト粒は形成されないことが分かる (Fig.8d)。この理由として、0.05℃/sでの徐冷に比べてオーステナイト粒が高温にさらされて粒成長するための時間が短いためと考えられる。以上の結果から、軽圧下後の徐冷過程において異常粗大オーステナイト粒が形成されていることから、その発生に対して軽圧下の付与が決定的な影響を与えていることが示唆される。

そこで、粒成長の駆動力である粒界エネルギーやひずみエネルギー、粒成長の抑止力となるAINによる粒成長抑制のピン止め力の観点から、徐冷過程におけるオーステナイト粒成長挙動に関して軽圧下の有無の影響を考察した。

まずピン止め粒子の影響に関して、Table 2に1100℃でのベース条件および軽圧下条件の加工直後の試料、および0.05℃/sでの徐冷途中の750℃から急冷した試料におけるAIN析出量の測定結果を示す。なおTable 2で示した4~11 ppmのAIN量は、AINとしての定量限界値が15 ppmであることから有意差については議論しないものとする。Table 2の通りベース条件および軽圧下条件の加工後の徐冷過程におけるAIN析出量は同程度であるとみると、軽圧下の有無によらず粒成長抑制に有効なピン止め粒子の影響に差異はないと考えられる。次に粒界エネルギーについて検討する。ベース条件と軽圧下条件での加工直後の平均粒径は前述の通り41~43 μmの範囲で同等であることから、粒成長の駆動力になる粒界エネルギーも加工条件によらず同等と考えられる。

以上より、軽圧下付与によって粒成長が促進された原因として、加工直後のひずみエネルギーが影響した可能性が残される。そこで、EBSD測定データを用いて熱間加工後のオーステナイトの状態を再構築し、粒内の塑性変形の程度を反映するGOS値を求めて検証を行った。Fig.9(a)

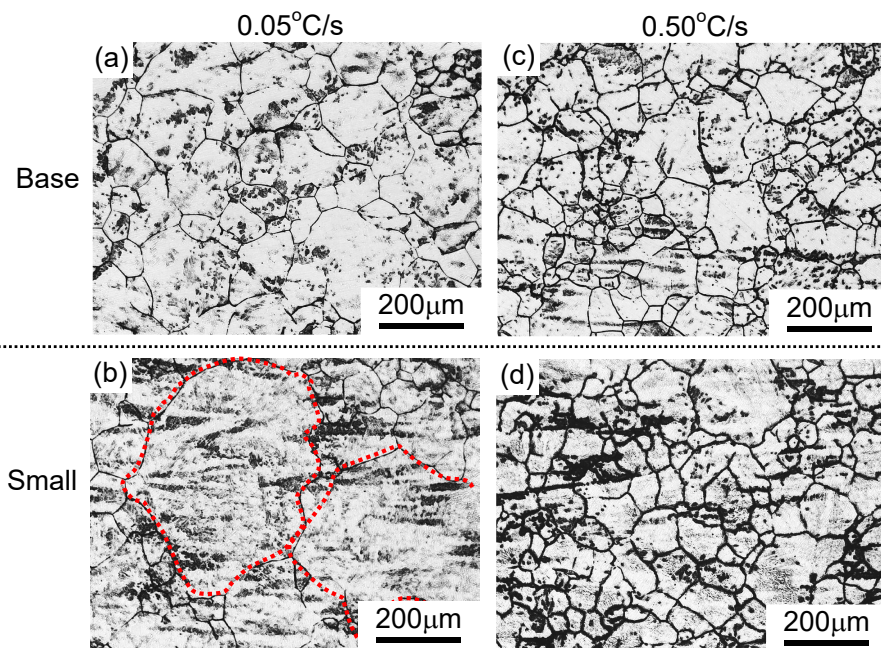


Fig. 8. Optical microstructures of the specimens cooled at 0.05℃/s and 0.50℃/s after compression at 1100℃, then quenched from 750℃ in SCM (Series C). Base condition (a) 0.05℃/s, (c) 0.50℃/s. With small compression (b) 0.05℃/s, (d) 0.50℃/s. Red dashed lines in (b) indicate abnormally coarse austenite grain.

Table 2. The amount of AIN analyzed by extraction residue method (ppm).

|                        | Water quenched<br>just after compression at 1100 °C | 0.05℃/s slow cooling →<br>quenched from 750℃ |
|------------------------|---|--|
| Base condition         | *4 (*N content =1)                                  | *11 (*N content =4)                          |
| With small compression | *6 (*N content =2)                                  | 15 (N content =5)                            |

\*Reference value



に1100℃ベース条件の加工直後のGOSマップを示す通り、全面が等軸粒で構成されており、大部分の粒のGOS値は低いことから全面が動的再結晶を完了した状態（ひずみの少ない状態）と判断される<sup>32, 33</sup>。なお一部に認められるGOS値の高い粒は、動的再結晶直後に新たに變形を受けてひずみが蓄積されたオーステナイト粒と考えられる。1100℃の軽圧下条件は、Fig.9(b)にGOSマップを示すように、方位差の大きなオーステナイト粒と小さなオーステナイト粒が混在していることから、部分動的再結晶状態にあると判断される<sup>32, 33</sup>。次に徐冷過程におけるオーステナイトのひずみ分布の変化を調査した。1100℃でのベース条件ならびに軽圧下条件の徐冷途中に900℃から急冷した条件のGOSマップをFig.9(c), 9(d)に示

す。ベース条件の加工直後に散見されるひずみの多く導入されたGOS値の高いオーステナイト粒は徐冷中に減少していることが分かる (Fig.9c)。一方、軽圧下条件では加工直後にはGOS値の高いオーステナイト粒が多数存在しているが、900℃時点のGOSマップではその割合は大きく減少しており、それに代わり900℃時点において異常粗大オーステナイト粒が生成している様子が認められる (Fig.9dの中央付近)。その異常粗大粒のGOS値は周囲の粒に比べて低いことから、ひずみが少ない状態（エネルギー的により安定な状態）に変化している。よって、異常粗大粒はひずみ誘起粒界移動によって隣接するGOS値の高い粒を蚕食しながら粒成長することにより形成されたものと考えられる。

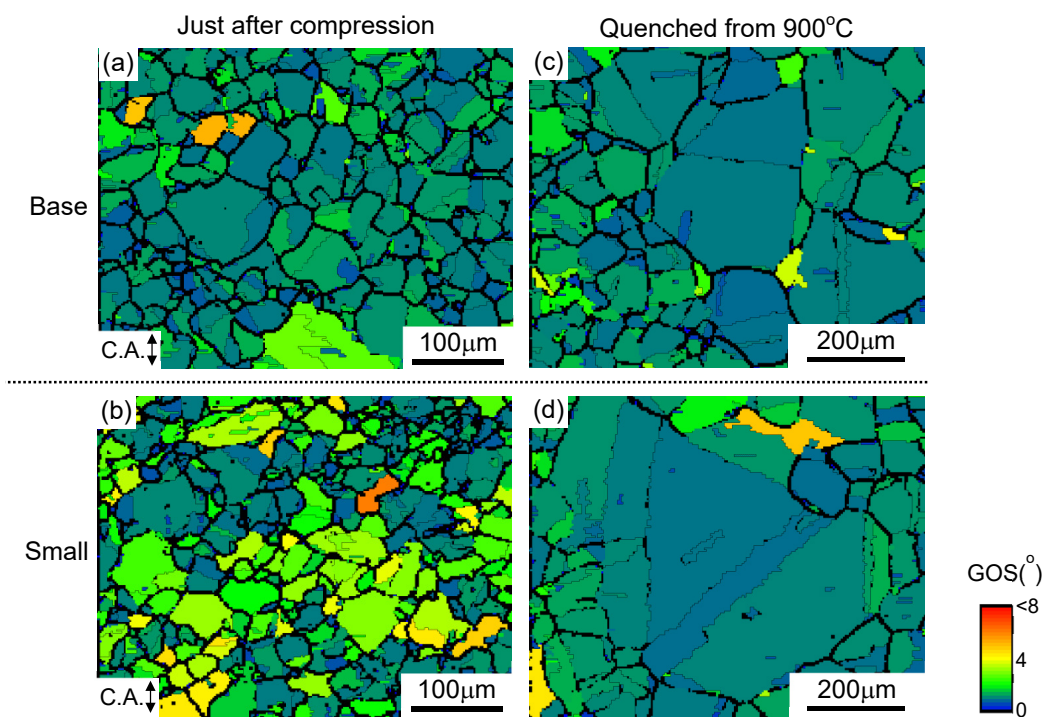


Fig. 9. GOS maps reconstructed austenite in the specimens water quenched just after compression at 1100℃ (a, b), and cooled at 0.05℃/s after compression, then quenched from 900℃ (c, d) in SCM. Base condition (a), (c) and with small compression (b), (d).

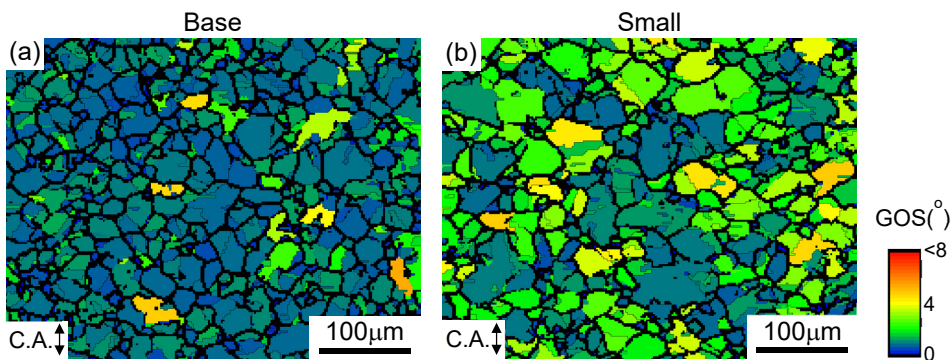


Fig. 10. GOS maps reconstructed austenite in the specimens water quenched just after compression at 1150℃ in ECOMAX5 (Series B). (a) Base condition, (b) with small compression.

Moフリーで、かつNbを添加したECOMAX5については1150℃ベース条件の徐冷材は整細なフェライト+パーライト組織を呈するのに対して、軽圧下条件のそれはマイクロ組織の構成は同じであっても異常粗大組織が一部に形成されていたことをFig.5(e)とFig.5(f)で示した。ECOMAX5の1150℃加工直後における再構築オーステナイトのGOSマップをFig.10に示すように、ベース条件では全面が動的再結晶状態 (Fig.10a) を示すのに対して、軽圧下条件になると部分動的再結晶状態 (Fig.10b) を呈している。この軽圧下後のオーステナイトのひずみ分布の傾向と徐冷後の異常粗大組織形成の状況との関係はSCMと類似している。したがって、ECOMAX5の軽圧下条件ではSCMと同じく、徐冷中にひずみ誘起粒界移動が生じて異常粗大オーステナイト粒が形成されたものと判断される。

すなわち、ベイナイトを回避しようとして熱間加工後に徐冷を行う際、加工条件によってはオーステナイトが不均一なひずみ分布を残した部分動的再結晶状態から徐冷されることになり、それに起因して粒成長が促進されることで異常粗大オーステナイト粒を形成する場合があることが分かった。そして、異常粗大オーステナイト粒の形成を経由して変態することで異常粗大組織が現れていることが見出された。

### 3.4 擬似浸炭およびオーステナイト初期粒観察結果

熱鍛後の焼ならし省略のためには、熱鍛後のマイクロ組織の状態から浸炭を行っても整粒を維持できることが必須である。そこで、SCM, SCr, ECOMAX5の軽圧下条件での連続冷却材で得られるマイクロ組織 (Fig.5, Fig.6) に対して、浸炭熱処理の熱履歴のみを模擬した950℃で6h保持の擬似浸炭後を行い、混粒発生の有無を確認した。それを示した各合金のマップ図をFig.11に、また擬似浸炭後のオーステナイト粒の観察結果をFig.12に示す。本論文において混粒とは局所的に100 μmを超える粗大粒が観察される状態と定義している。SCMの場合は徐冷後に異常粗大組織が観察された条件、および0.15℃/s冷却後にフェライト+パーライト+ベイナイト組織が観察された条件下において混粒が発生する (Fig.11a, 12a)。ただし、1000℃徐冷材におけるフェライト+パーライト組織や、0.50℃/s冷却材におけるフェライト+ベイナイト組織の場合には混粒を回避できている。一方、SCrはMoフリーの成分系であるためにフェライト+パーライト組織を形成しやすいことに起因して、SCMに比べて擬似浸炭後に整粒を示す領域が広がっており、1150℃で加工後に0.50℃/sで冷却した条件 (フェライト+パーライト+ベイナイト組織) でのみ混粒が認められる (Fig.11b,

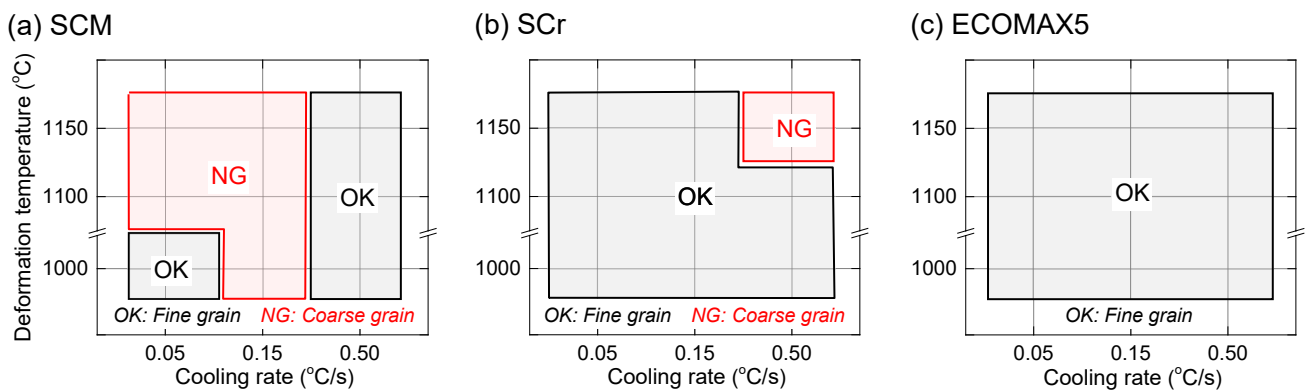


Fig. 11. Effects of deformation temperature and cooling rate on the austenite grain stability after pseudo-carburizing for 6h at 950°C (Series D, with small compression). (a) SCM, (b) SCr, (c) ECOMAX5.

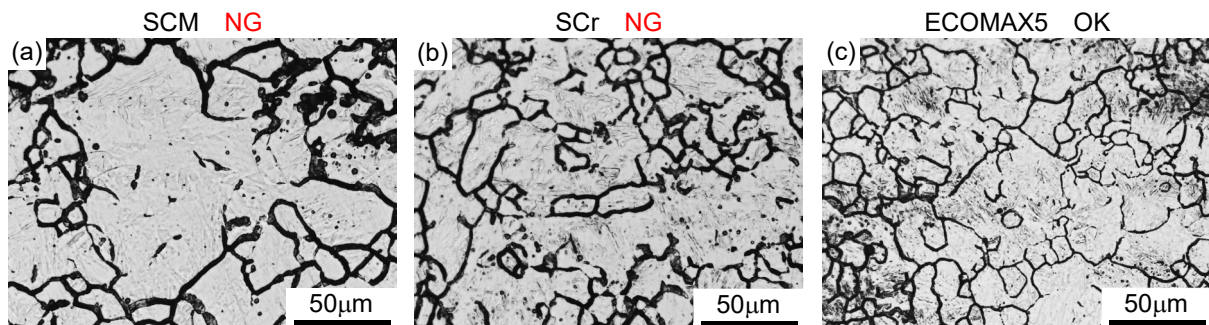


Fig. 12. Optical microstructures of the specimens after pseudo-carburizing for 6h at 950°C (Series D, with small compression). (a) SCM: compression at 1150℃ followed by 0.15℃/s. (b) SCr and (c) ECOMAX5: compression at 1150℃ followed by 0.50℃/s.

12b)。ECOMAX5の場合は、フェライト+パーライト+ベイナイト組織から擬似浸炭を行った場合でさえも整粒を維持できている。したがって、Moフリー化によるベイナイト生成の抑制に加えて、Nb添加により微細なNb炭窒化物をピン止め粒子として活用した成分系を活用することで、比較的広範な条件下で熱鍛後の焼ならしを省略できる可能性が見出される (Fig.11c, 12c)。

ECOMAX5が結晶粒度特性に優れる理由をさらに考察するため、各鋼種でフェライト+パーライト+ベイナイト組織を呈した条件 (SCMは1150℃加工-0.15℃/s冷却材, SCrやECOMAX5では1150℃加工-0.50℃/s冷却材) に対し、擬似浸炭の加熱過程におけるオーステナイト逆変態直後の初期粒径を調査し、それらの比較を行った。ここでは、室温から300℃/hで昇温し擬似浸炭温度の950℃に到達直後に水冷することにより、その時点のオーステナイト初期粒径を観察できるようにした。Fig.13にその観察結果を示す。SCMはベイナイトの占める面積率が多いことに起因して950℃到達時点で既に混粒を呈している。SCrはSCMに比べると混粒の程度は改善されているが、粒径にばらつきが認められている。一方、ECOMAX5はSCMやSCrに比べて明らかにオーステナイト初期粒径のばらつきが小さく、それに起因して浸炭時に整粒が維持されると考えられる。ECOMAX5のオーステナイト初期粒の粒径ばらつきが小さい理由の一つとして、Nb添加によって形成する微細なNb(CN)粒子がピン止めに寄与していることが考えられる。さらに、ECOMAX5はSCrに比べてSi増量, Mn低減, Cr増量をしていることにより、熱間加工後の冷却過程における $A_{r3}$ 点, および浸炭加熱時の逆変態過程における $A_{c1}$ 点の何れも上昇させる作用があり、それがオーステナイト初期粒径に影響を及ぼしている可能性がある。関連する研究として、筆者らの一人は今回検証に用いたECOMAX5と共通するSCrに対して低Mn-高Cr組成の肌焼鋼を用いて、熱鍛後にベイナイトが生成している状態からの逆変態過程を調査している<sup>43)</sup>。それによると、低Mn-高Cr型組成ではオーステナイトへの逆

変態過程が均質に進行しやすく、それにより比較的粗くかつ均一なオーステナイトが形成されやすくなり、その結果、浸炭時の結晶粒度特性が改善されると報告している。なお、同研究では比較的均一なオーステナイト粒形成の理由を浸炭加熱時の $A_{c1}$ 点の上昇と関連付けて考察しているが、今回のECOMAX5における結晶粒度特性の改善が同様の作用によって生じているかは現時点で明確ではなく、今後の検証課題としたい。

#### 4. まとめ

肌焼鋼におけるコストダウンの課題の一つである熱鍛後の焼ならし省略の実現に向け、Moフリーの合金成分にすることによる熱鍛後のマイクロ組織の制御を通じて、熱鍛ままの状態から浸炭を行い結晶粒粗大化抑制が可能であるか検証した結果、以下の知見を得た。

- ①MoフリーのSCrは、Moを添加したSCMに比べて熱鍛後の冷却中にベイナイトが形成されにくく、幅広い熱鍛温度・冷却速度のもとでフェライト+パーライト組織が得られる。そのため、SCrは熱鍛後に焼ならしを省略して浸炭を行っても、SCMに比較して幅広い条件で整粒を維持できる。ただし、SCrではベイナイトが混在した組織になると浸炭時の混粒抑制が困難になる。
- ②熱鍛後にベイナイトを回避するため徐冷を施すと、Moフリーの成分系では異常粗大組織の形成は避けられないものの、それらがフェライト+パーライト組織から構成されることにより、後の浸炭では整粒が維持される。一方、SCMの場合、フェライト+パーライト組織にベイナイトが混在した異常粗大組織が形成されるため、焼ならしを省略して浸炭を行うと混粒が生じる。
- ③異常粗大組織は合金成分によらず比較的高温で軽圧下を付与し、徐冷を施した条件で出現する。この理由は、軽

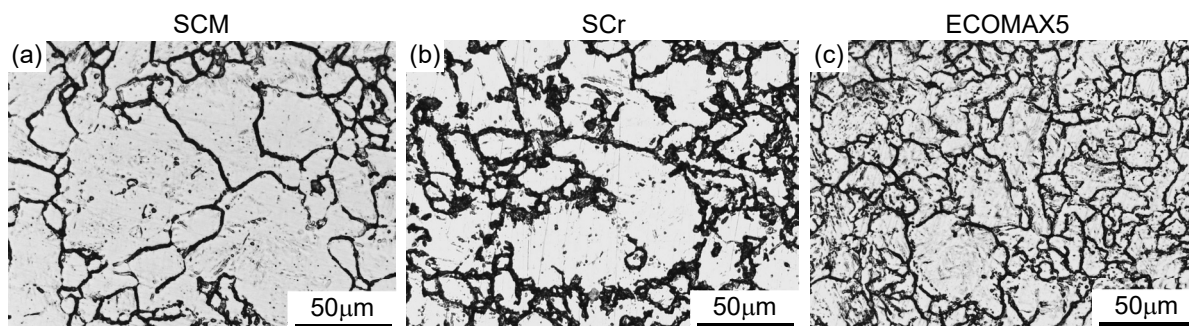


Fig. 13. Optical microstructures of the specimens after heating at 950℃ and immediately quenched in water (Series E, with small compression). (a) SCM: compression at 1150℃ followed by 0.15℃/s. (b) SCr and (c) ECOMAX5: compression at 1150℃ followed by 0.50℃/s.

圧下付与によってオーステナイトに不均一なひずみが導入されることで、ひずみ誘起粒界移動によるオーステナイトの粒成長が促進され、それにより生じた異常粗大オーステナイト粒を経由して変態が起こるためと考えられる。

④Moフリー化によって熱鍛冷却時のベイナイト生成が抑制されやすく、なおかつ微細Nb炭窒化物のピン止め効果を利用した当社開発鋼ECOMAX5は、熱鍛後にベイナイトが混在した組織を呈しても、浸炭時に比較的均一なオーステナイト粒が形成されることで整粒を維持しやすく、熱鍛後の焼ならし省略に対して有望性が高い。今後は、ECOMAX5の熱鍛ままでの浸炭時の結晶粒度特性の優位性と、高強度特性（耐ピッチング、低サイクル疲労、耐衝撃特性）を活かせる部品への展開が期待される。

### 参考文献

- 1) Y.Kurebayashi and S.Nakamura: *Denki Seiko*, 65 (1994)1, 67.
- 2) Y.Kurebayashi and S.Nakamura: *Denki Seiko*, 69 (1998)1, 57.
- 3) Y.Kurokawa, Y.Kamata, T.Takayama, T.Hashimoto and A.Mataga: *Materia Jpn.*, 37 (1998)6, 522.
- 4) T.Ochi, H.Takada, M. Kubota, H.Kanisawa and K.Naitoh: *Shinnittetsu giho*, 370 (1999), 11.
- 5) T.Hanyuda and S.Nakamura: *Denki Seiko*, 71 (2000)1, 59.
- 6) Y.Kurebayashi and S.Nakamura: *Denki Seiko*, 71 (2000)1, 65.
- 7) M.Kubota and T.Ochi: *Shinnittetsu giho*, 378 (2003), 72.
- 8) T.Fujimatsu, K.Hashimoto, T.Tanaka, H.Nishimori and M.Iguchi: *Materia Jpn.*, 45 (2006)2, 141.
- 9) S.Nakamoto, H.Goto, M.Nishikawa and N.Tsunekage: *Sanyo Technical Report*, 19 (2012)1, 38.
- 10) K.Nakayama, T.Miyazaki and K.Inoue: *Denki Seiko*, 85 (2014)2, 133.
- 11) T.Fujimatsu, T.Maruyama and M.Nakasaka: *Materia Jpn.*, 56 (2017)2, 79.
- 12) K.Obayashi, K.Okada, D.Kasai, Y.Adachi, H.Sato, T.Sugiura, S.Ito, S.Ozawa, T.Koyama: *Materia Jpn.*, 57 (2018)2, 72.
- 13) Y.Imanami, T.Iwamoto, K.Nishimura: *Materia Jpn.*, 58 (2019)2, 108.
- 14) M.Horimoto, K.Miyazaki, S.Todo, A.Shiga and H.Imataka: *Shinnittetsu giho*, 412 (2019), 103.
- 15) T.Urita, K.Namiki and T.Iikubo: *Denki Seiko*, 59 (1988)1, 33.
- 16) R.E.Thompson, D.K.Matlock and J.G.Speer: *Steel Innovations, Fatigue Research, Sheet/Hydro/Gas Forming Technology & Advanced High Strength Steel Development*, SAE Int, (2007), 263.
- 17) I.Tamura: *Tetsu-to-Hagané*, 74 (1988)1, 18.
- 18) T.Tamatani, M.Iguchi, T.Sato and K.Tsubota: *Netsu Shori*, 37 (1997)6, 356.
- 19) D.R.Dimicco and A.T.Davenport: *Proc. Int. Conf. on the Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite*, Metall. Soc. AIME, New York, (1982), 59.
- 20) M.Katsumata, M.Machida and H.Kaji: *Proc. Int. Conf. on the Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite*, Metall. Soc. AIME, New York, (1982), 101.
- 21) T.Tanaka, T.Enami, M.Kimura, Y.Saito and T.Hatomura: *Proc. Int. Conf. on the Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite*, Metall. Soc. AIME, New York, (1982), 195.
- 22) C.Kasamatsu, M.Matsushita, M.Aihara and T.Yamamoto: *CAMP-ISIJ*, 4 (1991), 1892.
- 23) T.Inoue, S.Nanba and N.Furukawa: *33rd Mechanical Working and Steel Processing Conf. Proc.*, ISS-AIME, Pennsylvania, (1992), 411.
- 24) M.Katsumata, H.Hori and M.Miyagawa: *Tetsu-to-Hagané*, 81 (1995)7, 745.
- 25) H.Asahi, A.Yagi and M.Ueno: *Metall. Trans. A.*, 29A (1998), 1375.
- 26) 長谷和邦, 星野俊幸, 天野虔一: 実用構造用鋼の材質造り込み技術検討部会報告書, 日本 鉄鋼協会, 東京, (2000), 29.
- 27) Y.Neishi, S.Murakami, H.Furuta and M.Akiyama: *J. Jpn. Soc. Technol. Plast*, 41 (2000), 916.
- 28) T.Ochi, A.Monden, S.Yamazaki and M.Okonogi: *Tetsu-to-Hagané*, 98 (2012)9, 511.
- 29) G.Miyamoto, N.Takayama and T.Furuhara: *Scr. Mater.*, 60 (2009), 1113.
- 30) G.Miyamoto, N.Iwata, N.Takayama and T.Furuhara: *Acta. Mater.*, 58 (2010), 6393.
- 31) G.Miyamoto, N.Iwata, N.Takayama and T.Furuhara: *ISIJ Int.*, 51 (2011)7, 1174.
- 32) T.Miyazaki, T.Fujimatsu, G.Miyamoto and T.Furuhara: *Tetsu-to-Hagané*, 106 (2020)2, 108.
- 33) 宮崎武: 東北大学博士論文, (2020).
- 34) C.Ouchi, T.Okita, T.Ichihara and Y.Ueno: *Trans. ISIJ*, 20 (1980)12, 833.
- 35) Y.Ohtakara and K.Takada: *Denki Seiko*, 52 (1981)3, 158.

- 36) Y.Maehara, T.Kunitake and N.Fujino: *Tetsu-to-Hagané*, 67 (1981)2, 362.
- 37) M.G.Akben, I.Weiss and J.J.Jonas: *Acta. Metall.*, 29 (1981), 111.
- 38) H.L.Andrade, M.G.Akben and J.J.Jonas: *Metall. Trans.*, 14A (1983), 1967.
- 39) M.G.Akben, B.Bacroix and J.J.Jonas: *Acta. Metall.*, 31 (1983), 161.
- 40) A.I.Fernández, P.Uranga, B.López and J.M.Rodríguez-Ibabe: *Mater. Sci. Eng A.*, 361 (2003), 367.
- 41) B.Pereda, A.I.Fernández, B.López and J.M.Rodríguez-Ibabe: *ISIJ Int.*, 47 (2007)6, 860.
- 42) *Sanyo Technical Report*, 26 (2019)1, 65.
- 43) 藤松威史: 兵庫県立大学博士論文, (2009).

■ 著者



宮崎 武



藤松 威史