

連続加熱，冷却装置における繰返し変態による結晶粒微細化

上野英生*・連 小東*・山本克洋*・鈴木康秀*

Grain Size Refinement in the Continuous Heating and Cooling Equipment

Hideo UENO, Xiaodong LIAN, Katsuhiro YAMAMOTO and Yasuhide SUZUKI

[概要]

結晶粒微細化を目的に，繰返し変態を行う Grange の方法を実製造装置の連続加熱冷却装置を使用して，実用サイズの直径φ19 mm，長さ L 4000 mm の SCM440 に適用した。その結果，処理前に粒度番号 7.5 であった旧オーステナイト粒径が粒度番号 11.5 まで微細化した。そこで，旧オーステナイト粒径が微細化されたワークと従来の熱処理品について機械的性質を調査した。旧オーステナイト粒径が微細化されたワークは，従来の熱処理品と比べて，0.2% 耐力を強度，室温衝撃吸収エネルギーをじん性とした強度－じん性バランスが改善し，延性ぜい性遷移温度は−75℃から−115℃と低温側に移行した。

(2025 年 1 月 21 日受理)

[Abstract]

For the purpose of grain size refinement, the Gange's method executing repeated transformation was applied to the commercial SCM440 of a diameter of 19mm with a length of 4000mm workpiece using the continuous heating cooling system of the actual manufacturing equipment. As a result, the prior austenite grain size was refined from grain size number 7.5 as received workpiece to grain size number 11.5. Therefore, the mechanical properties of thus prior austenite grain refined samples and the conventional heat treated product were investigated. The balance of the strength as 0.2% proof stress and the toughness as room temperature impact absorbed energy of the prior austenite grain refined samples was improved compared with those of the conventional heat treatment product and the ductile-brittle transition temperature was also lowered from form −75℃ to −115℃.

Key words : Grain size refinement, Repeated transformation, Strength toughness balance, Ductile-brittle transition temperature

1. 緒 言

結晶粒微細化は，トレードオフの関係となる鋼の強度とじん性の両方を向上する有効な手段と言われている。牧は⁽¹⁾，オーステナイト粒微細化のための熱処理方法は，(1) オーステナイトの加工（熱間加工）→再結晶，および(2) フェライト→オーステナイト逆変態，の2通りがあると指摘している。その中で，繰返し変態は，加工せずに熱処理だけで，オーステナイト粒の微細化が可能なことが期待される。繰返し相変態によって旧オーステナイト粒径を微細化する，いわゆる Grange の方法を中炭素低合金鋼に適用すると，旧オーステナイト粒径が数μm まで微細化されて材料の強

度韌性バランスが向上することはよく知られている。

しかしながら，室温のワークを加熱炉に装入して所定温度まで昇温して冷却する一般的な熱処理方法（以下，一般熱処理と称す）では，加熱を繰返すとワークの表面近傍の酸化や脱炭が顕著になり，熱処理品質が劣化する懸念がある。とりわけ，シャフト，ボールネジ，巻きばね用素材などに適用する長尺の材料を対象に，繰返し加熱冷却を適用すると，酸化スケールの局所的な脱着に起因する長手方向の不均一冷却により，熱処理品の曲がりが大きくなり，矯正作業とひずみ取り焼なましに時間を要する場合がある。

そこで，一般熱処理よりも熱処理品の曲がりを抑えることのできる実製造装置の連続加熱冷却装置を使用して，実用サイズの直径φ19 mm，長さ L 4000 mm の SCM440 について，Grange の方法を追認したところ，旧オーステナイト粒径が微細化する現象が認められた。そこで，機械的

* 第一熱処理工業(株) (Dai-Ichi Heat Treatment Industry Co., LTD.)

性質を調査し、強度じん性バランスと低温衝撃特性を一般熱処理と比較したので報告する。

2. 連続加熱冷却装置の特長

Fig. 1 に、当社で実施している一般熱処理と連続加熱冷却装置（以下、本法と称す）の概念図を示す。

一般熱処理は、室温のワークを装入し、雰囲気を所定の温度まで上げ、ワークの大きさに対して、インチ 30 分の目安で保持する。保持後、加熱したワークを加熱炉から抽出して、冷却槽中の冷却媒体に浸漬し、所定の時間放置する（以下、この冷却方法を冷却槽冷却と称す）。

本法は、ワークを搬送するライン上に、加熱装置と冷却装置を配置し、連続的に加熱して冷却する。搬送ローラーは、ワークを回転させる機構を設けており、搬送中にワークは均一に加熱および冷却される。加熱装置は、雰囲気温度を制御するガス燃焼や電気抵抗加熱に加えて、ワークの表面に直接渦電流を発生させる誘導加熱も適用できる。加

熱装置の温度は、ワークの材質や大きさに応じて、加熱装置を通過している時間内に所定の温度までに加熱されるように設定している。

このような操作により、本法は一般熱処理よりも曲がりを抑えることができる。

Fig. 2 に、ワークの全長曲がりを本法と一般熱処理と比較した結果を示す。Fig. 2 の上部に示した定義によるワークの全長曲がりは、一般熱処理では 10～15 mm であり、本法では 3 mm 以内である。一般熱処理では、全長曲がりをプレスで 3 mm 以内に矯正した後に、矯正ひずみを軽減する目的でひずみ取り焼なましを実施して出荷している。本法では、これらの 2 工程を省略できる。本法によれば、焼入れ、焼戻しを 8 回繰り返しても、全長曲がりは最大で 3 mm に抑えられており、繰り返しの途中で全長曲がりが大きくなる現象は認められなかった。

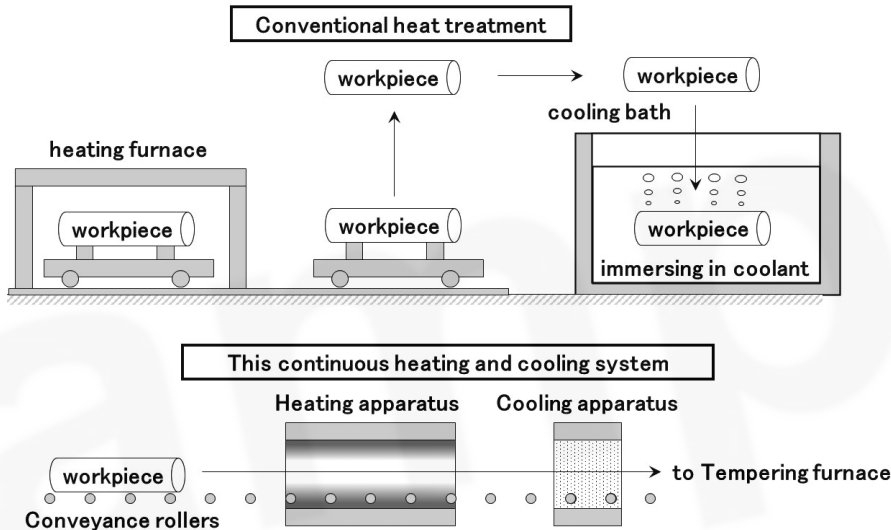


Fig. 1 Schematic illustration of the conventional heat treatment and the continuous heating and cooling method (hereinafter, referred as this method).

Each 15 work pieces of SCM440 with a diameter of 19mm and a length of 4000mm were quenched and tempered aiming to the same hardness in this continuous heating and cooling system and in the conventional heat treatment, respectively.

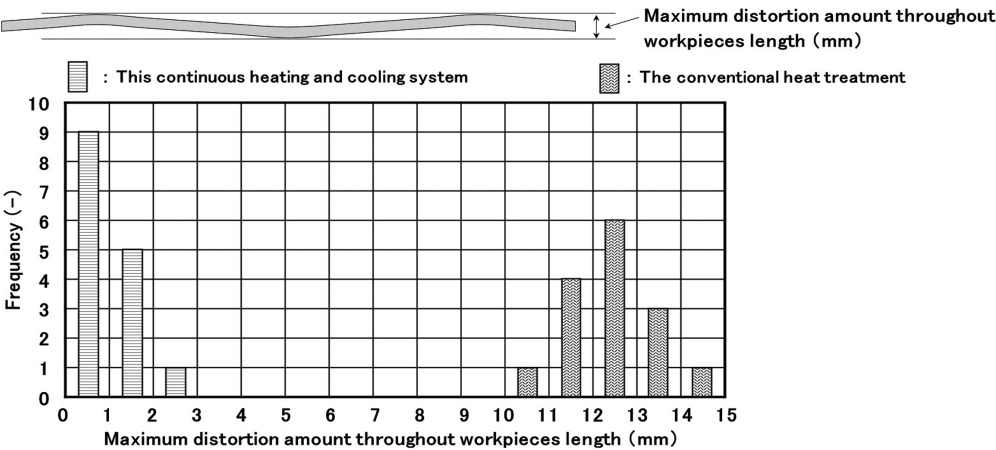


Fig. 2 Comparison of maximum distortion amount throughout workpiece length processed in this continuous heating and cooling system and in the conventional heat treatment.

Table 1 Chemical compositions of test pieces (mass%).

Steel grade	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo
JIS SCM440	0.41	0.22	0.83	0.016	0.017	0.01	0.03	1.17	0.17

3. 繰返し変態実験の結果

3.1 供試材

供試材として、機械的性質が確認できる市販の直径 ϕ 19 mm、長さL 4000 mmのSCM440を使用した。Table 1に、供試材の化学成分を示す。

尚、実験当初で結晶粒微細化を追求する中で、市販の素材をそのまま熱処理すると混粒が生じることがあったので、焼ならし処理を実施した。以下、この焼ならし処理材をスタート材と称す。

3.2 加熱温度の設定

古原⁽²⁾によると、効率的な微細化のためには、逆変態完了後の粒成長を抑制するため、逆変態温度をできるだけ低く、保持時間もできるだけ短くすることが必要であるとされている。そこで、供試材の逆変態温度を推測する目的で、組織凍結実験を実施した。長さ40 mmに切断したスタート材の中心部に ϕ 3.2 mmのシース型熱電対を埋め込み、 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ の精度で温度制御できる小型試験炉（光洋サーモテックKBF668N）内で加熱し、 680°C から 800°C までの所定の温度に到達してから5分間保持した後に、5秒以内に水冷した。平均加熱速度は 680°C における $0.4^{\circ}\text{C}/\text{秒}$ から、 800°C における $0.6^{\circ}\text{C}/\text{秒}$ であった。但し、これらの平均加熱速度は、本法における実操業の加熱速度をイメージしたものではない。

水冷後の試験片は、半切し、切断面について、荷重300gでマイクロピッカース硬さを測定した。所定の温度に加熱したスタート材がオーステナイトに逆変態していれば、水冷によるマルテンサイト変態により、硬さが上昇することが考えられる。

Fig. 3に組織凍結実験結果による加熱温度と水冷後の硬さとの関係を示す。水冷後の硬さは、加熱温度が 700°C まで焼戻しの効果により、スタート材より硬さが低下しているが、加熱温度 710°C から上昇し、加熱温度 770°C 以上では、すべての硬さ測定点が600 HV0.03以上となっていることを確認した。Fig. 4に、加熱温度 750°C と加熱温度 770°C の水冷後のマイクロ組織写真を示す。マイクロ組織は、鏡面研磨面をエチルアルコールに、硝酸を適宜混合した溶液に浸漬して現出させた。加熱温度 750°C では、腐食され易い炭化物が主体と思われる黒色状の組織が散見されるが、加熱温度 770°C では、ほぼ、全面がラス状マルテンサイトとなっていることを確認した。

これより、供試材の加熱変態開始温度（以下、Ac1と称す）は 700°C 、加熱変態終了温度（以下、Ac3と称す）は 770°C であると推測した。ここでは、組織凍結実験で推測したAc3を逆変態温度とした。

3.3 繰返し加熱冷却実験

繰返し加熱冷却実験における加熱温度は、加熱装置の温

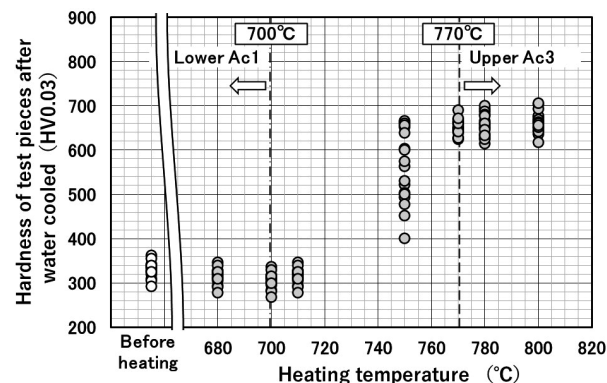


Fig. 3 Relations between heating temperature and hardness after water cooled by experiments for quenching micro structure from elevated temperature to room temperature.

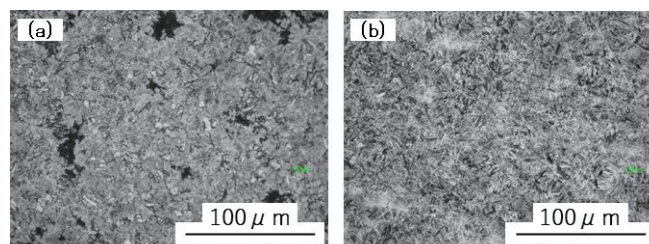


Fig. 4 Microstructure of water cooled test pieces after heating at 750°C (a) and at 770°C (b).

度ロバスト性を考慮して、組織凍結試験による逆変態温度の推測値の 770°C よりも 10°C 高い 780°C とした。

Fig. 5に、マイクロ組織に及ぼす繰返し加熱冷却回数の影響を示す。加熱冷却1回で、スタート材のベイナイト主体とする組織が、ラス状マルテンサイトになっている。繰返し加熱冷却2回では、加熱冷却1回目に比べて、マイクロ組織全体が細かくなっている。しかし、繰返し加熱冷却回数を4回および8回に増やしても、マイクロ組織全体が細くなる傾向は見受けられない。そこで、マイクロ組織全体の細かさをより明確に評価するために、鏡面研磨面をピクリン酸飽和水溶液に、表面界面活性剤を適宜混合した溶液に浸漬して、旧オーステナイト粒界を現出させた。

Fig. 6に、旧オーステナイト粒径の大きさに及ぼす繰返し加熱冷却回数の影響を示す。旧オーステナイト粒径の大きさは、JIS G 0551に規定される結晶粒度標準図との比較による評価方法により測定した旧オーステナイト粒径の大きさは、スタート材の粒度番号7.5が、加熱冷却1回で粒度番号9.0に微細化した。繰返し加熱冷却2回で、加熱冷却1回目に比べて、旧オーステナイト粒径の大きさはさらに微細化し、粒度番号11.5になった。繰返し加熱冷却4回および8回では、旧オーステナイト粒径の大きさに変化は認められず、繰返し加熱冷却2回と同等の大きさであった。

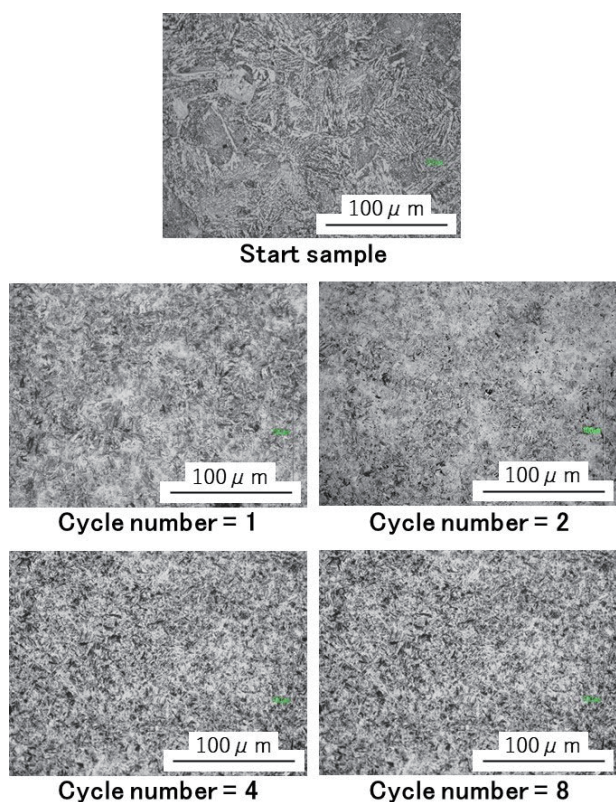


Fig. 5 Influence of cycle number of repeated cooling after heating on microstructure.

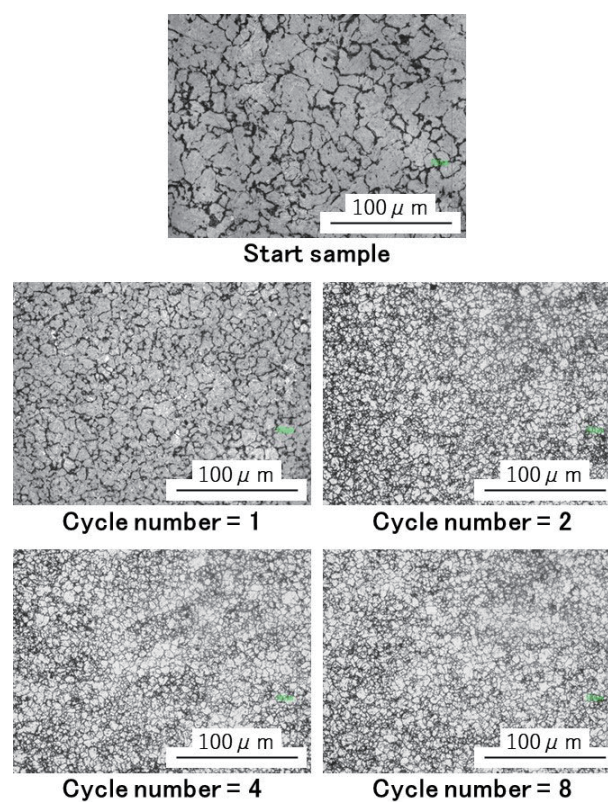


Fig. 6 Influence of cycle number of repeated cooling after heating on prior austenite grain size.

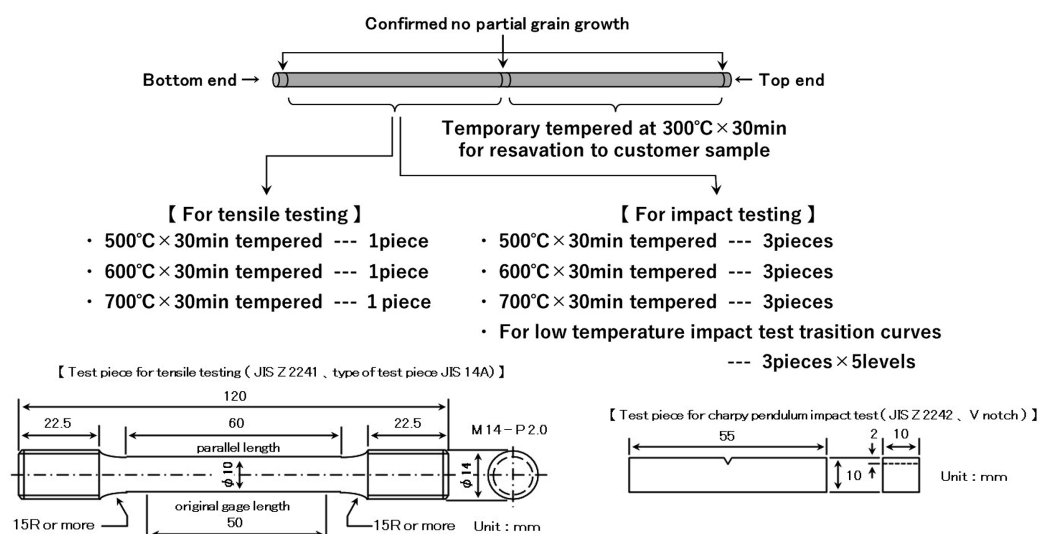


Fig. 7 Method of cutting position of each rough test pieces from investigating bar and shapes of test pieces for mechanical properties.

以下、繰返し加熱冷却2回で旧オーステナイト粒径の大きさを微細化したワークを結晶粒微細化材と称する。

3.4 室温における機械的性質の調査結果

結晶粒微細化材を一般熱処理の加熱炉で500℃、600℃および700℃で、それぞれ、30分焼戻して機械的性質を調査した。Fig. 7に、各試験片の切り出し方法と機械的性質調査用試験片の形状を示す。結晶粒微細化材は、予め、ボトム端面近傍、中央部、トップ端面近傍の3か所の結晶粒を確認し、混粒が無いことを確認した。

比較のために、本法における通常の熱処理条件、すなわち、1回の加熱で十分なオーステナイト化を確保するため

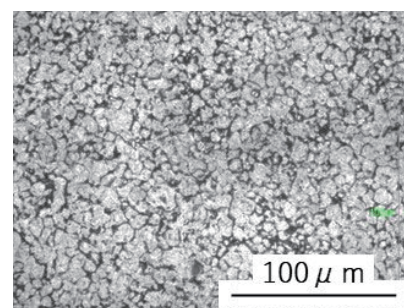


Fig. 8 Prior austenite grain size of conventional quenched and tempered test piece.

に、鉄－炭素二元系平衡状態図の炭素含有量 0.4 質量％に相当する A3 線の温度に 50℃を加えた 830℃で焼入れた試験材についても同様な方法で評価した。この試験材を通常 QT 処理材と称す。Fig. 8 に、通常 QT 処理材の旧オーステナイト粒径の大きさを示す。旧オーステナイト粒径の大きさは、前掲の Fig. 6 の加熱冷却 1 回と、ほぼ、同等であり、粒度番号は 9.0 である。機械的性質の調査は室温 (23 ± 5℃) で実施した。

Fig. 9 に、各供試材の室温における機械的性質の調査結果から、0.2%耐力を強度、室温衝撃吸収エネルギーをじん性としてプロットした強度－じん性バランスを示す。これより、結晶粒微細化は通常 QT 材と比較して、強度－じん性バランスが良好であると評価できる。

3.5 低温衝撃試験の結果

衝撃吸収エネルギーはワークの硬さに依存することから、じん性に対する結晶粒微細化の効果を延性ぜい性遷移温度（以下、遷移温度と略す）で、定量的に評価することができる。そこで、前掲の Fig. 9 に示した 600℃で焼戻した結晶粒微細化材と通常 QT 材について、低温衝撃試験を実

施し、遷移温度を比較した。

Fig. 10 に、低温衝撃試験の結果から、横軸に温度、縦軸に、衝撃吸収エネルギーおよび脆性破面率をプロットしたグラフを示す。右側のグラフが遷移曲線である。遷移温度は JIS Z 2242 付属書 D により、脆性破面率 50％に相当する温度とした。これより、遷移温度は、結晶粒微細化材で -115℃、通常 QT 材で -75℃であることがわかった。

4. 考 察

本調査の動機付けとなった Grange の研究⁽³⁾では、AISI1045 鋼 (JIS S45C 相当鋼) の試験片を 1500°F (816℃相当) に加熱した鉛浴中に浸漬し、約 20 秒で室温まで冷却する操作を 4 回繰返すことによって、結晶粒度番号が ASTM#6 から ASTM#12 まで微細化すると報告されている。

一方で、本調査では、繰返し変態による結晶粒微細化は 2 回で飽和し、旧オーステナイト粒径の大きさは粒度番号 11.5 であった。牧は⁽¹⁾、急熱・急冷ができない場合にはそれほど顕著な微細化が起こらず、高々 10 μm 程度 (粒度番号 10.0～10.5 相当) であると指摘している。

本調査と Grange の研究とでは鋼種が異なり、また、Grange が研究した試験片の大きさや形状の詳細については、原文献およびその参考文献から確認できなかったが、急熱・急冷の目安として、本調査における加熱速度と冷却速度との差異について対比してみた。

4.1 急熱について

Fig. 11 に、本調査における加熱中のワークの表面温度と中心温度を伝熱計算で推定した結果を示す。本法では、ワークが回転していることから、熱電対装着による加熱中の実測は困難であり、伝熱計算により推定している。伝熱計算の精度については、加熱装置の出口側に設定してある放射温度計によるワークの表面温度の実測値と対比して評価している。加熱装置の出口側における表面温度の推定値は、実測値と多少の差異があるものの、ワークの中心温度が、今回の組織凍結実験で逆変態温度とした Ac3 に達するまでに、900 秒以上を要しており、Grange の研究における約 20 秒に対して、数 10 倍以上も長かったことは推定できる。

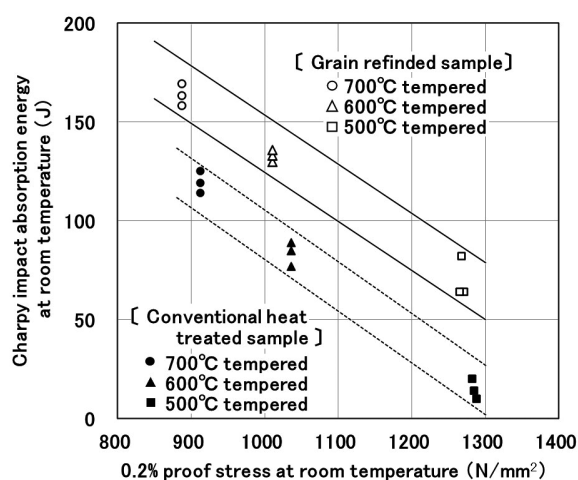


Fig. 9 Comparison between grain refined samples and conventional heat treated samples on the relation between strength as 0.2% proof stress and toughness as Charpy absorption energy at room temperature.

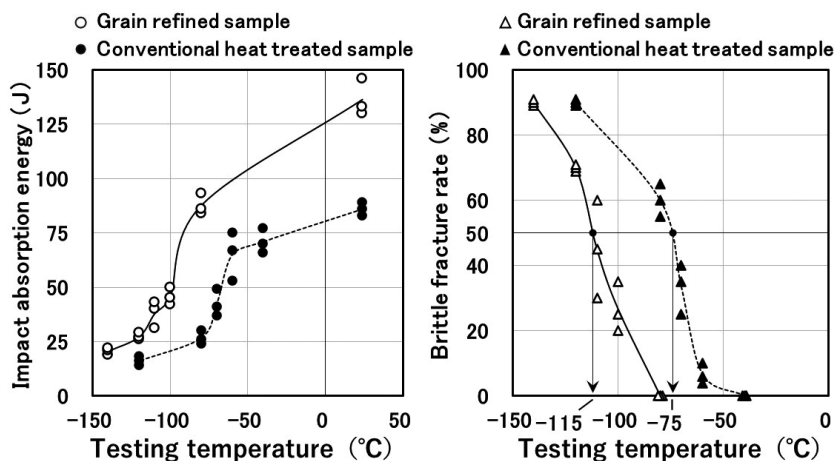


Fig. 10 Comparison between grain refined samples and conventional heat treated samples of low temperature impact test results (Each sample were tempered at 600℃).

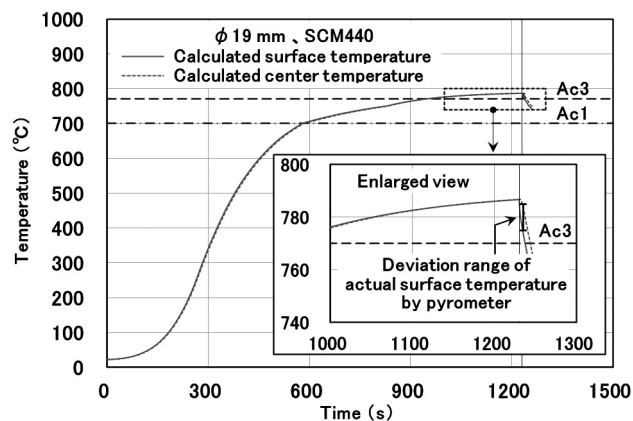


Fig. 11 Estimation of surface and center temperature of work piece during heating in this method by thermal calculation.

急熱がオーステナイト結晶粒に及ぼす影響については、古原⁽²⁾が解説している鉄鋼の逆変態熱処理のメタラジーが示唆に富む。古原は、フェライト相とオーステナイト相が持つ自由エネルギーが等しい温度 (T_0) より低い温度では組成変化を必要とし、 T_0 より高い温度ではマルテンサイトの逆変態の駆動力が生じると指摘している。しかしながら、今回調査した SCM440 のような低合金鋼では、 M_s 点および T_0 点が高く、昇温中の拡散を抑えることができる超急速加熱処理が必要になると指摘している。

従って、Grange の研究よりも大幅に加熱速度が低い本調査では、急熱によるオーステナイト結晶粒微細化の効果は期待し難いと考ええる。

4.2 急冷について

Fig. 12 に、880°C に加熱した $\phi 30$ mm のワークを本法の冷却装置と一般熱処理の冷却槽冷却で冷却した際の中心温度を実測した例を示す。本法の冷却装置の長さは、加熱装置よりも短く、 $\phi 30$ mm のワークであれば、中心に熱電対を装着して、冷却中の温度変化を実測することは可能である。本法の冷却装置による冷却速度は、冷却槽冷却と比較して高く、ほぼ、20 秒で室温まで冷却されることが確認された。本冷却装置の冷却は、冷却媒体を噴射する形式を採用しており、噴射によって、細かく分散した冷却媒体が連続的に加熱されているワークに衝突することが考えられる。従って、冷却速度が高かった要因としては、ワークに衝突する個々の冷却媒体の大きさが小さく、熱伝達能が低い蒸気膜段階が短くなり、速やかに、熱伝達能が高い核沸騰段階に移行することによるものと考えられる。

今回のワークの直径は $\phi 19$ mm であり、実測した直径 $\phi 30$ mm のワークよりも質量効果は小さく、ほぼ、Grange の研究における 20 秒で冷却できていたものと推定される。

急冷が一次オーステナイト結晶粒の大きさに及ぼす影響については、梅本、田村⁽⁴⁾の解説が参考になる。Jonson-Mehl 式の展開によると、均一核生成にしろ、粒界核生成にしろ、公称粒径は核生成速度と成長速度の比に逆比例すると指摘している。定性的には、冷却速度が高くなるにつれて、短時間で温度が下がり、結晶粒の再配列を支配すると考えられる拡散速度が低くなり、成長速度が抑えられる

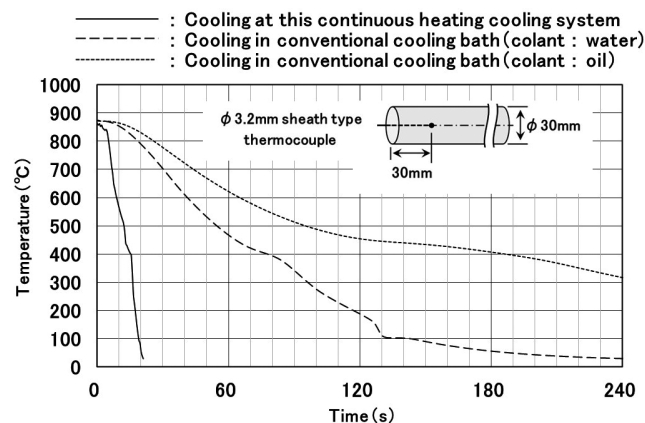


Fig. 12 Actual measured values of center of $\phi 30$ mm SCM440 specimen by each cooling method.

こと、かつ、過飽和度が高くなり、核生成の駆動力が大きくなることによって、オーステナイト結晶粒が微細化することは推定できる。しかしながら、定量的な効果や繰り返しの効果については、考察しきれず、今回の調査では、冷却速度が、ほぼ、Grange の研究と同等レベルであったことから、急冷がオーステナイト結晶粒の微細化に一定の効果があったものとするに留めておきたい。

以上の考察により、今回の結果は、急冷のみを繰り返した場合の結晶粒微細化効果によるものと考えられる。

5. 結 言

一般熱処理よりも曲がりを抑えることができる連続加熱冷却装置を使用して、実用サイズの直径 $\phi 19$ mm、長さ L 4000 mm の SCM440 について、繰返し変態による結晶粒微細化効果の追認と機械的性質を調査した。以下に、確認された事項を記す。

1. 繰返し加熱冷却による結晶粒微細化効果は 2 回で飽和し、粒度番号が 7.5 であった旧オーステナイト粒径は粒度番号が 11.5 になった。
2. 結晶粒微細化効果により、0.2% 耐力を強度、室温衝撃吸収エネルギーをじん性とした強度－じん性バランスが改善した。
3. 結晶粒微細化効果により、延性じん性遷移温度は -115°C となった。

今回の結果は、設備の加熱能力の制約から、Grange の研究におけるような高い加熱速度は実現できず結晶粒微細化は、急冷による効果に限定されるものであったと考えられる。

参 考 文 献

- (1) 牧 正志：鉄鋼の組織制御 その原理と方法、(内田老鶴圃, 2015) pp.183-184.
- (2) 古原 忠：熱処理 **57** (2017) 327-330.
- (3) R. A. Grange : TRANSACTION OF ASM **59** (1966) 26-29.
- (4) 梅本 実, 田村今男：日本金属学会会報 **24** (1985) 262-269.