



躍動

若手研究者・技術者の取り組みと将来の夢

異常粒成長の未踏を探索

Exploring New Knowledges on Abnormal Grain Growth

今浪祐太

Yuta Imanami

JFE スチール (株)

スチール研究所 構造材料研究部

主任研究員

筆者は、JFE スチールに入社して以来、棒鋼線材の研究開発に携わってきました。新人として部署に配属された後、早い段階で浸炭用鋼の異常粒成長という現象に出会い、これを課題として対策検討を練ってきました。その過程の中で、顕微鏡のレンズ越しに見た異常粒成長の形相に驚き関心を抱くとともに、それが起こる不思議にどうやら魅了されてしまったようです。現在では、異常粒成長の機構解明を主眼とした研究活動を日々行っております。

本稿では、筆者がこれまで取り組んできた研究の中から、異常粒成長に及ぼす球状化焼鈍の影響に関する研究¹⁾について紹介させていただきます。

1 浸炭時の異常粒成長

自動車用の歯車をはじめとした高疲労強度が要求される部材では、SCM420のような低合金鋼に対して浸炭焼入れ焼戻しを施す場合が多いです。浸炭はオーステナイト (γ) 域で長時間の加熱を伴うため、 γ の異常粒成長が発生する場合があります。 γ の異常粒成長は疲労特性の低下要因²⁾とされており、これを防止することが重要です。

Gladman は粒成長の駆動力と粒界をピン止めしている析出粒子のピン止め力の関係を考察し、異常粒成長の臨界条件を求めました³⁾。これによると、 γ 粒の微細化や混粒化は粒成長駆動力を増大させ、異常粒成長を生じやすくさせます。一方、析出粒子の数密度増大 (体積率上昇・微細化) はピン止め力を増大させ、異常粒成長を生じにくくさせます。

このような制御指針にて異常粒成長の防止が検討されていますが、粒成長駆動力と粒界ピン止め力を適切に制御することは、実用部品においては容易ではありません。一般に、浸炭用鋼ではナノサイズの Nb 炭窒化物や Al 窒化物等を析出分散させ、ピン止め力を向上させています^{4,7)}。これら析出物生

成元素の添加量のバラツキや、熱間圧延の加熱条件は析出粒子の分散状態へ影響を及ぼします⁸⁾。また、鉄鋼メーカーが圧延製造した棒鋼線材は、需要家にて熱間あるいは冷間にて鍛造されることで、所望の部品形状へ成形されます。熱間鍛造では、その加熱温度や時間によって析出物の分散状態が変化すると考えられ、また、鍛造後の冷却速度は生成するマイクロ組織の種類を変化させることで浸炭加熱初期の γ 粒径分布に影響を及ぼすとされています⁹⁾。冷間鍛造では、導入されるせん断ひずみによって浸炭加熱初期の γ 粒径が微細化し、粒成長駆動力が増大するとされます¹⁰⁾。また、とくに歯車のような複雑形状へと冷間鍛造する場合、比較的大きなひずみが不均一に分布するため、浸炭加熱時の初期 γ 粒が局所的に微細化し粒成長駆動力が増大しやすい懸念も考えられます。このように、鋼成分や熱間圧延条件、そして部品製造工程がそれぞれ粒成長駆動力およびピン止め力を変化させ、浸炭時の γ 粒成長挙動に影響を及ぼします。筆者の使命は、需要家の部品製造工程を考慮した最適な材料提案であると考えており、これを実現するため、部品製造工程ごとに異なると考えられる異常粒成長の発現機構について研究を進めてきました。

2 冷間鍛造前球状化焼鈍の影響

一般に、冷間鍛造による部品成形に先立って、変形抵抗低減を目的とした軟化熱処理 (球状化焼鈍) が施されます。このような球状化焼鈍は浸炭時の γ 異常粒成長を促進すると報告されています^{11,12)}。球状化焼鈍に伴うマイクロ組織の変化が浸炭加熱初期の γ 粒を微細化させ粒成長駆動力を増大させる可能性、または、Nb 炭窒化物や Al 窒化物を粗大に成長させ数密度が低下しピン止め力が減少する可能性が推定要因として挙げられます。しかしながら、これらの要因について詳細

な調査は行われておらず、球状化焼鈍が異常粒成長に及ぼす影響機構について明確ではありませんでした。

このような背景のもと、筆者は、Nbを0.024%添加したSCM420の焼ならし材を供試鋼とし、球状化焼鈍を実施した場合とそうでない場合について、冷間鍛造および浸炭模擬熱処理を実施後、旧 γ 粒の比較調査を行いました。その結果を図1に示します。球状化焼鈍を実施していない焼ならし材では、異常粒成長は認められませんでした。一方、球状化焼鈍材では、3時間以上の加熱保持後（図1（g）,（h））に顕著な異常粒成長が発現しており、従来報告と一致する結果が得られました。この後、筆者はセオリーに則って異常粒成長の駆動力とピン止め力について確かめていきますが、ちょっとした沼に足元をとられることになります。

Gladmanによると、 γ 粒の微細化や混粒化は粒成長駆動力を増大させます。図1（a）および（e）を比較すると、球状化焼鈍に伴う γ 粒径の変化や混粒化は認められません。従って、球状化焼鈍によって粒成長駆動力は大きく変化していないと考えられます。ピン止め力については、ナノサイズのNb炭窒化物、Al窒化物をTEM観察して比較し、球状化焼鈍の前後で粒子径分布にほとんど差がないことを確認しております。これら析出物は球状化焼鈍（1033K）の前に実施した焼ならし（1173K）時にサイズや体積率が定まったものと考えられます。ナノ析出物に関する詳細は筆者論文をご参照ください¹⁾。とにかく、球状化焼鈍によってピン止め力は大きく変化していないと考えてしまいました。以上の検討から、粒成長駆動力およびピン止め力の双方について球状化焼鈍の影響

が認められず、球状化焼鈍を施した場合に異常粒成長が生じやすい現象を説明することができません。球状化焼鈍の有無による相違点が、何らかのデータに現れるはず、と考え、あらゆるデータを見直す作業を開始しました。顕微鏡写真を拡大して眺めるなど、データとにらめっこすること数週間、図2に示す顕微鏡写真から気づきを得ました。この写真は、浸炭模擬熱処理の加熱温度（1203K）に到達して直ちに水冷を行った後、旧 γ 粒をエッチングして現出させた結果です。球状化焼鈍材では黒色の斑点が散見されます。図3は、黒色斑点をSEM-EDXにて分析した結果です。黒色斑点は球形状かつCrが濃化していたことから、球状化焼鈍で生じた球状セメントライトであると考えました。

3 球状セメントライトに関する考察

平衡状態図では、供試鋼の浸炭模擬加熱温度（1203K）における安定相は γ 単相です。従って、図2および図3の球状セメントライトは非平衡的に存在したと考えられ、浸炭模擬熱処理の保持時間増大につれて溶解消失していくと予想されます。図4は、球状化焼鈍材を対象に、冷間鍛造後および浸炭模擬熱処理中の組織変化についてSEM-EDXで分析した結果です。浸炭模擬熱処理材については組織凍結を水冷によって行ったため母相はマルテンサイト組織であり、SEM像からは球状セメントライトが識別困難でした。そこで、同図下段にSEM像と同位置のCrマップを併記し球状セメントライトの位置を示しております。これより、加熱保持時間が増大するに

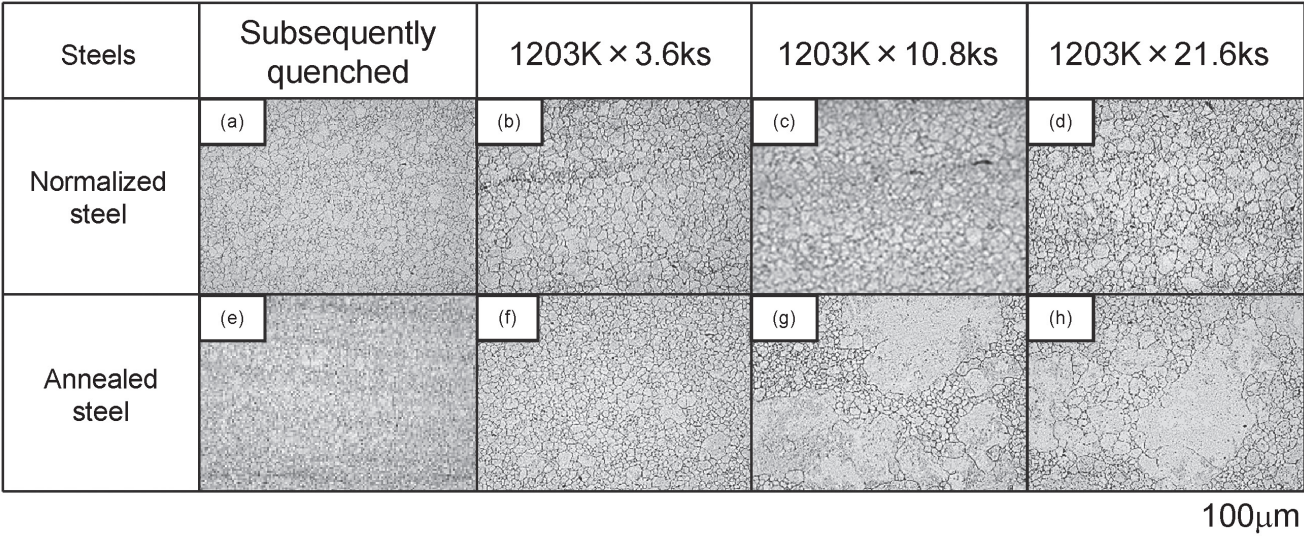


図1 焼ならし材および焼鈍材の浸炭模擬加熱中における旧 γ 粒¹⁾
(a) (e) 1203K到達直後に水冷 (b) (f) 1203Kで3.6ks保持後に水冷
(c) (g) 1203Kで10.8ks保持後に水冷 (d) (h) 1203Kで21.6ks保持後に水冷

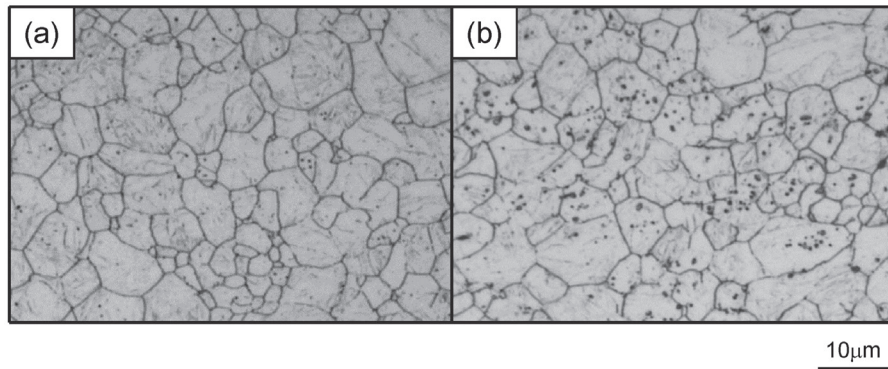


図2 浸炭模擬加熱（1203K）到達直後における旧 γ 粒の拡大像¹⁾
(a) 焼ならし材 (b) 焼鈍材

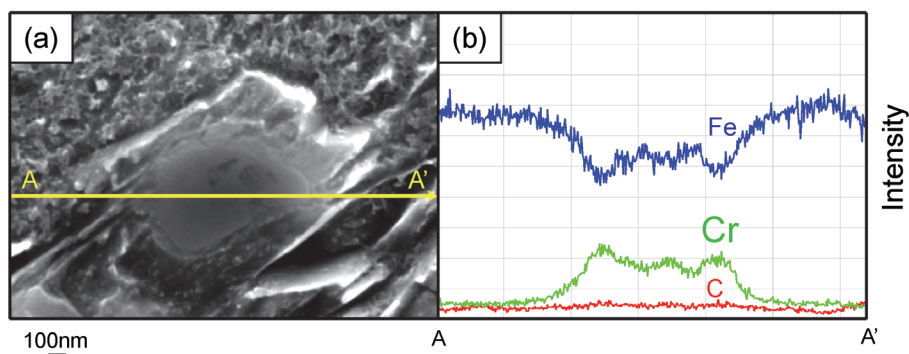


図3 焼鈍材の浸炭模擬加熱（1203K）到達直後における黒色斑点の分析¹⁾
(a) SEM像 (b) EDXライン分析 (Online version in color.)

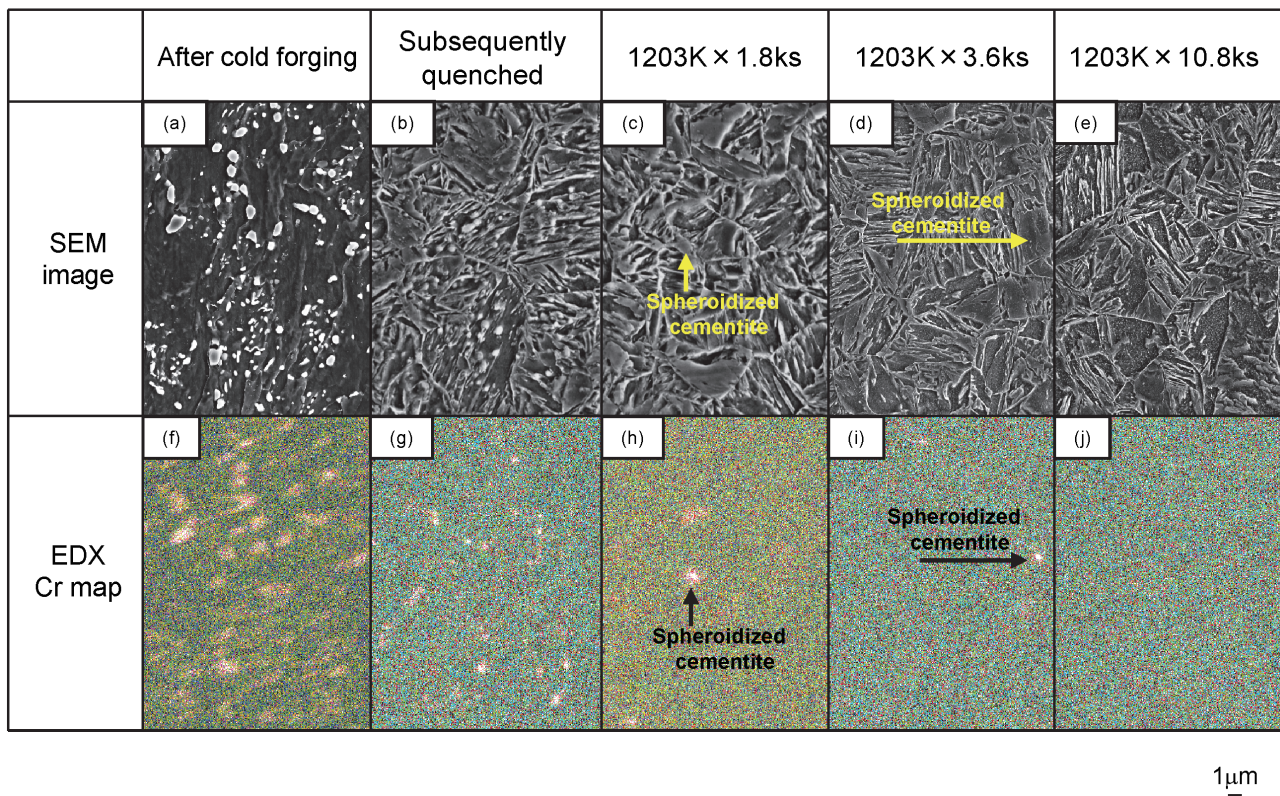


図4 焼鈍材の浸炭模擬加熱における球状セメンタイトの変化¹⁾
(a) ~ (e) SEM像 (f) ~ (j) Crマップ (Online version in color.)

つれて球状セメンタイトが溶解消失していくことが確認できました。また、3.6ks保持後には未だわずかに球状セメンタイトが存在していましたが、10.8ks保持後には消失していました。すなわち、異常粒成長が生じる時期(図1)と球状セメンタイトの消失する時期は概ね一致しています。

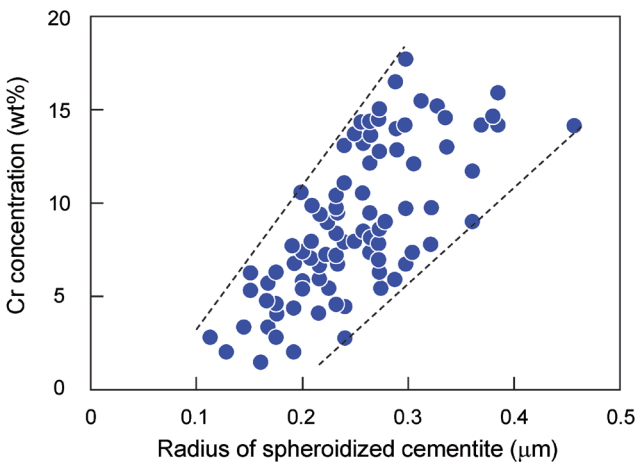


図5 焼鈍材の浸炭模擬加熱(1203K)到達直後における球状セメンタイトのサイズとCr濃度の関係¹⁾

Cr_3C は Fe_3C (セメンタイト)よりも標準生成自由エネルギーが小さいため¹³⁾、セメンタイトの熱的安定性はCrが濃化するほど向上すると考えられます。図5は浸炭模擬処理の加熱温度に到達した直後における球状セメンタイトのサイズ(半径)とCr濃度の関係を示します。球状セメンタイトのサイズとCr濃度は広範囲に分布しており、また、粗大な球状セメンタイトほどCr濃度が高い傾向を有しておりました。セメンタイトの溶解に要する時間はセメンタイトのサイズとCr濃度に依存するため、早期に溶解するセメンタイトもあれば、比較的長期にわたって残存するセメンタイトもあるということになります。このような、球状セメンタイトの不均一な溶解挙動が、球状化焼鈍した場合における異常粒成長の促進要因であると推定いたしました。そして、球状セメンタイトが溶解すると、その位置における結晶粒界とピン止め力のつり合いが崩壊し、局所的な粒成長を招くことで異常粒成長の核が生じるという機構を提案いたしました(図6)。筆者の論文では、球状セメンタイトのピン止め力やDICTRAを用いたセメンタイトの溶解シミュレーションについても論じております。ご興味のある方はぜひご参照頂ければ幸いです¹⁾。

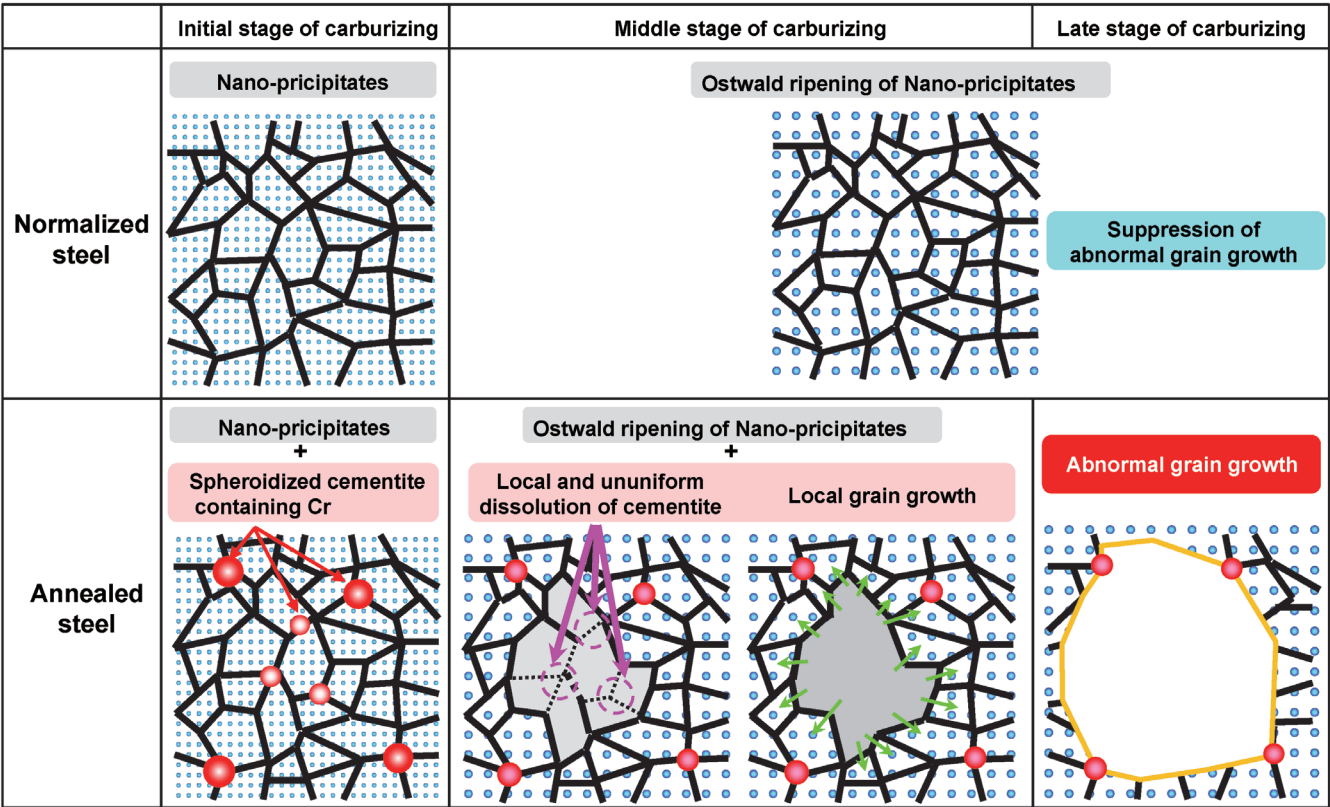


図6 球状化焼鈍が浸炭時の γ 粒成長に及ぼす影響機構¹⁾
(Online version in color.)

4 おわりに

従来理論に基づいた考察を行うことは、大きく道を外さず本質をとらえていくために必要不可欠と思います。一方で、現在でも未解決の難課題や未解明な現象は、従来理論のみでは説明できないケースがほとんどであると感じます。ブレイクスルーのためには何らかの新しい気づきが必要です。そのために粘り強くデータを検証することがとても大切と本稿で紹介した研究で筆者は学びました。最近では、原子レベルでの観察や各種その場観察など分析技術の向上が著しく、検証のやりがいのあるデータがたくさん採れるようになっていきます。異常粒成長の解明へ向けて今後も粘り強く研究を続け、未だ誰も知らない新しい知見を発見していきたいと思います。今後ともよろしくお願いいたします。

参考文献

- 1) 今浪祐太, 山下孝子, 富田邦和, 長谷和邦: 鉄と鋼, 103 (2017), 36.
- 2) 瓜田龍実, 並木邦夫, 飯久保知人: 電気製鋼, 59 (1988), 33.
- 3) T.Gladman: Proc. Roy. Soc., 294 (1966), 298.
- 4) 村上俊夫, 畑野等, 家口浩: 神戸製鋼技報, 56 (2006), 59.
- 5) K.A.Alogab, D.K.Matlock, J.G.Speer and H.J.Kleebe: ISIJ Int., 47 (2007), 1034.
- 6) 神谷尚秀, 田中優樹, 井上圭介, 石倉亮平: 電気製鋼, 88 (2017), 85.
- 7) 神谷尚秀, 田中優樹, 石倉亮平: 電気製鋼, 89 (2018), 3.
- 8) 今浪祐太, 岩本隆, 西村公宏: 熱処理, 58 (2018), 97.
- 9) 玉谷哲郎, 井口誠, 佐藤紀男, 坪田一一: 熱処理, 37 (1997), 356.
- 10) 藤松威史, 中崎盛彦, 福本信次, 山本厚之: 鉄と鋼, 95 (2009), 161.
- 11) 久保田学, 越智達郎: 新日鉄技報, 378 (2003), 72.
- 12) 富永剛, 千葉貴世, 佐藤紀男: 山陽特殊製鋼技報, 2 (1995), 28.
- 13) 西沢泰二: 日本金属学会会報, 12 (1973), 401.

(2023年5月16日受付)

先輩研究者・技術者からのエール

九州大学 名誉教授

高木 節雄

ふえらむの「躍動」に投稿することになったのでコメントをお願いしたいとの連絡があり、現役を引退した身ではあるが、教え子の頼みということもあって引受けることにしました。今浪祐太氏は、九州大学工学部・材料工学部門の学生として、2007年4月に卒業研究のために私の研究室に配属されました。大学院修士課程への進学希望ということもあり、卒業研究としては「鋼の加工性および延性に及ぼす硬質VC粒子と軟質Cu粒子の影響」という難しい課題を与えました。鋼の析出強化といえば炭化物などの硬質粒子を分散させるというのが一般的ですが、転位でせん断変形できる金属粒子を分散させると、転位と分散粒子の間に引力型の相互作用が生じます。研究の目的は、硬質粒子と軟質粒子の割合を調整して、鋼の降伏応力と加工硬化特性を任意に制御することにありました。同氏は、与えた研究課題の目的を的確に理解し、自ら積極的に実験に取り組む姿勢が見受けられました。修士課程終了後は鉄鋼会社への就職を希望していたので、JFEスチール(株)に採用されて現在に至っています。修士論文との関係もあってか、採用後は分散粒子の粒界ピン止効果が関与する異常粒成長に関す

る研究に従事しています。Zenerのピン止効果を利用した場合、分散粒子径が小さいほど結晶粒も微細に保たれますが、析出物の固溶限に対応して結晶粒径が変化するという欠点があります。析出物が均等に消失した場合は、結晶粒も等しく成長しますが、実際には、析出物の分布の不均一性などが原因となって異常粒成長が起こることがあります。同氏は、低合金鋼で起こる異常粒成長の挙動を丹念に調査し、その原因究明に取り組んできました。数多くの炭化物粒子について、Cr濃度と粒子径の関係を調査するなど、粘り強く実験に取り組む姿勢は、学生時代と全く変わっていないと思いました。大学では落語研究部に所属していたこともあり、当時から話術に長けていました。しばしば学会等で話を聞く機会がありますが、在学時の指導通りに、聞く側の立場に寄り添った話ができていると思いました。社会に出て13年が経過し、研究者として今が一番脂がのっている時期です。鉄鋼は確かに成熟産業ではありますが、環境対策や資源の有効利用などの社会的要求に応えるために、解決すべき課題は山積みです。後に続く若手の研究者や技術者の手本となるように、これからの益々の活躍を期待しています。

山陽特殊製鋼(株) 研究・開発センター部長

藤松 威史

棒線分野の研究開発で既に活躍をされている今浪祐太さんの記事「異常粒成長の未踏を探索」を読ませていただきました。今浪さんとは、これまでも鉄鋼協会のさまざまな部会でご一緒させて頂く機会がありました。そこで、拙筆ながら、かつて同じフィールドの研究にも携わった経験のある筆者からコメントをさせていただきました。

ご執筆の記事にある「異常粒成長」は鉄鋼の分野でも古くから知られる現象であり、優れた研究も既に多くあります。一方、記事タイトルに「未踏を探索」という言葉が続くことは、記事内容も鑑みるに、この分野に未だ明らかではなく、なおかつ実用上解決すべき課題が残されていたということだと思えます。

棒線分野での「異常粒成長」は、鉄鋼メーカーから出荷された鋼材(中間製品)を需要家で部品に加工し、最終的に部品に強度を付与するために浸炭焼入処理を行う際の高温での加熱中に発生することがあります。この現象は疲労強度の低下要因と考えられており、その抑制が求められます。また、部品の加工を冷間鍛造によって行った場合に、その後の浸炭の加熱中の異常粒成長が起こりやすくなります。その一因は、筆者の以前の研究によれば冷間

鍛造時のひずみの加わり方にあると考えられますが、それだけではなく、冷間鍛造をしやすくするための事前の鋼材の軟化熱処理(球状化焼鈍)にも原因が潜んでいることを今浪さんのご研究が新たに光を当てています。

球状化焼鈍を行うことの何が異常粒成長の引き金となるかは記事中で考察されていますのでここでは詳細には触れません。今浪さんが現象解明に至ったアプローチを見ると、実現象が従来理論と乖離しているように見えても、諦めずに、ブレイクスルーのために粘り強く現物の観察を行い、そこからひらめきを得て、新たな理屈をもって課題を解決するという、研究のお手本のような流れが見えます。直面した異常粒成長への尽きせぬ好奇心が、現象解明に至ることができた原動力ではなかったかと想像いたします。筆者が大学生のころには鋼の研究は十分尽くされているという風潮が一部にあり、「鉄鋼冶金」を冠した学科も既に無い時代でした。それに惑わされずに鉄鋼の分野に飛び込んだ研究者にとって、鋼には“未踏”で“探索”すべき分野がまだまだあるという今浪さんの研究内容は、大いに励みとなります。

次代の鉄鋼を切り拓く研究者として今浪さんのさらなるご活躍を期待しております。