

超高炭素鋼の組織に及ぼす純度の影響

小川俊文*¹ 小野幸徳*¹ 古賀弘毅*¹ 安彦兼次*²

Influence of Purity on the Microstructure of an Ultrahigh Carbon Steel

Toshifumi Ogawa, Yukinori Ono, Hiroki Koga, Kenji Abiko

市販の高純度電解鉄と高純度黒鉛を原料としてコールドクルーシブル溶解炉で Fe-2mass% C 合金を溶製した。純度は 27 元素について成分分析を行った結果、99.9978mass%であった。また、均質組織部分から分析試料を採取して炭素濃度の均質性を調査したところ相対標準偏差が 1%未満と極めてバラツキが少ないことが確認できた。凝固組織における初析セメントの形態や熱処理で得られる析出炭素及び炭化物の形態は純度の影響を大きく受けることが明らかになった。

1 はじめに

鉄 - 炭素合金は鉄鋼材料のベースとなる合金であるため、これまでに数多くの研究が行われてきている。しかしながら、それらの研究で用いられている試験片には微量不純物元素が数多く含まれており、鉄に及ぼす炭素本来の影響はまだ十分には解明されていない。鉄 - 高炭素合金には、軸受鋼、工具鋼、鋳鉄などがあり、これらの材料についても機能・特性を向上させるための研究が行われているが、合金元素や不純物元素を ppm レベルで制御する研究はこれまでほとんど行われていない。一方、近年コールドクルーシブルタイプの溶解炉を用いることで、kg オーダーでの超高純度鉄の溶製が可能となり¹⁾、超高純度鉄そのものに関する研究や超高純度鉄をベースにした合金の研究が行われている。²⁻⁴⁾

リサイクルを視野に入れた単純組成の鉄鋼材料の研究開発が注目されている現在、鉄 - 高炭素合金の高純化というアプローチからの研究は、是非着手すべきである。

そこで本研究では、均質な高純度鉄 - 高炭素合金を溶製し、凝固組織や熱処理組織に及ぼす純度の影響を明らかにすることを目的とした。

2 実験方法

2-1 溶解原料と溶解

高純度合金には、市販の高純度電解鉄と高純度黒鉛を用いた。低純度合金には機械構造用炭素鋼と高純度黒鉛を用いた。溶解重量は 1kg とし、炭素濃度が 2mass%となるように原料を秤量して溶解炉のルツボにセットした。

溶解は富士電機(株)製のコールドクルーシブル溶解炉で行った。原料を水冷銅ルツボに入れて溶解装置にセットした後、 10^5 Pa 台まで減圧した。その後、アルゴンを 300mmHg 導入して溶解した。加熱は高周波(120kW, 30kHz)で行い、トータル溶解時間は約 15 分とした。黒鉛の溶け残りが無いことを目視確認した後、速やかに高周波加熱を止め、そのまま水冷銅ルツボ中で凝固させた。

2-2 組織観察と成分分析

溶製したインゴットを縦半分に分断後、切断面を 1 μ m まで研磨して 3%ナイトール溶液でエッチングを行い組織観察を行った。均質組織部分から成分分析用の試験片を切り出し、27 元素について元素分析を行った。また、炭素濃度の均質性を調べるために均質組織部分から 5ヶ所、急冷組織部分や引け巣付近から 4ヶ所試料を採取し元素分析を行った。

次に、均質組織部分から切り出した 1cm 角の試験片を用いてアルゴン雰囲気中で熱処理を行い、試験片中心部の組織観察を行った。

3 結果と考察

溶製したインゴットは、直径 6 cm、高さ 7 cm ほど

*¹ 機械電子研究所

*² 東北大学金属材料研究所

のドングリ型である。純度を確認するため 27 元素について成分分析を行った。その結果を表 - 1 に示す。分析結果から推計すると、低純度合金の純度は 98.7102mass%、高純度合金の純度は 99.9978mass%であった。

図 - 1 は、高純度合金のインゴット断面のマクロ組織である。中心上部には引け巣があり、表層には凝固時の水冷銅ルツボとの接触による厚さ 1 mm の急冷組織があった。そして、引け巣と急冷組織以外の大部分は均質な組織であり、低純度合金のマクロ組織も同様であった。炭素濃度分析を均質組織部分 5ヶ所、急冷組織部分や引け巣付近 4ヶ所採取して行った結果、均質組織部分における濃度のバラツキは、相対標準偏差 1%以下と極めて小さかった。他の部分の炭素濃度は均質組織部分よりも 25%ほど低めであった。

図 - 2 にインゴットの均質な部分のミクロ組織を示す。どちらとも初析セメンタイトとパーライトから成る組織である。しかし、初析セメンタイトが、低純度合金では結晶粒界に沿って網目状に析出していたのに対し、高純度合金では板状に析出しているのが観察された。また、低純度合金においては、初析セメンタイトと隣接した整ったパーライト組織が形成されているが、高純度合金においては、板状初析セメンタイトとパーライト組織との間にフェライト相が存在している。

熱処理によって凝固組織を崩すために、オーステナイト単相になる 1150 で保持時間を変えて熱処理を行った。図 - 3 は、そのうちの 1 時間保持後、5 /min で室温まで冷却したときのミクロ組織を示している。低純度合金では、片状の黒鉛が粒界に析出していたのに対して、高純度合金は、いわゆるブルースアイ組織のように周囲がフェライトで囲まれた塊状の黒鉛が析出しており、基地パーライト組織中のセメンタイトの粒状化が進んでいる部分が観察された。

図 - 4 は、オーステナイトとセメンタイトが共存する温度域 950 で 15 時間保持後、850 まで 1 /min で降温し、室温まで空冷、その後再度 700 で 3 時間保持して室温まで空冷した場合のミクロ組織である。析出黒鉛の形態は純度によらずほぼ同じであった。しかし、その析出黒鉛を取り巻く基地は、純度の違いで異なっていた。低純度合金の方は、パーライト組織がかなり壊れてきて炭化物の粒状化が進行しつつもための炭化物が混在している状態であった。一方、高純度合金

表 - 1 成分分析結果

元素	低純度合金	高純度合金
C	2.01	2.11
N	49	1.02
O	20	1.48
S	157	1.38
Al	6.3	2
As	16.2	0.9
B	3.09	0.55
Ba	6.5	< 0.1
Bi	0.1	< 0.1
Cd	< 0.001	< 0.001
Co	25.7	0.4
Cr	1436.6	0.4
Cu	110	0.9
Ga	10.5	< 0.1
Mg	< 0.02	< 0.01
Mn	4645	0.03
Ni	204	< 0.1
P	517	0.5
Pb	< 0.02	0.03
Sb	2	< 0.3
Se	< 0.03	< 0.03
Si	5260	5
Sn	7.4	< 0.3
Te	< 0.01	< 0.01
Ti	169.3	0.4
V	248	6
Zn	4.3	< 0.2
純度	98.7102	99.9978

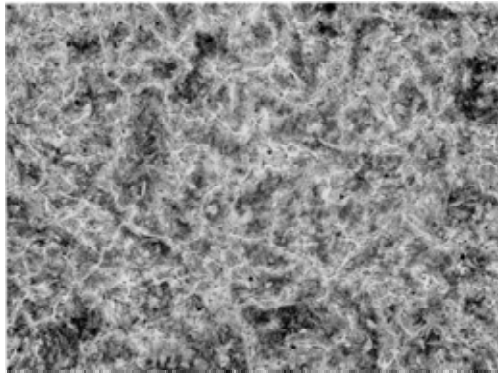
C : mass %

その他の元素 : mass ppm

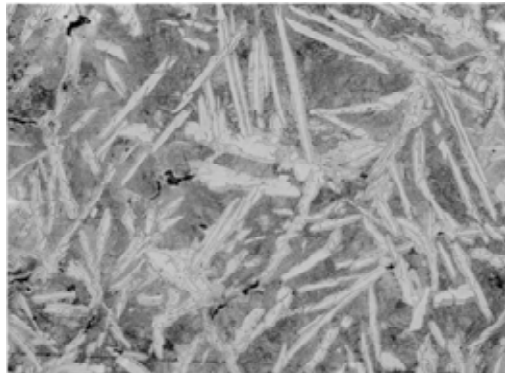
純度 : mass %



図 - 1 高純度合金断面のマクロ組織

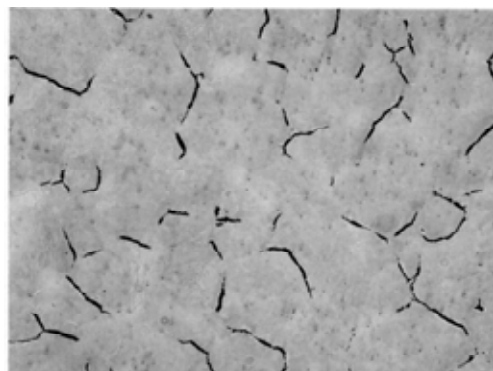


(a) 低純度合金 200 μm



(b) 高純度合金 200 μm

図 - 2 インゴットの均質部分のマイクロ組織

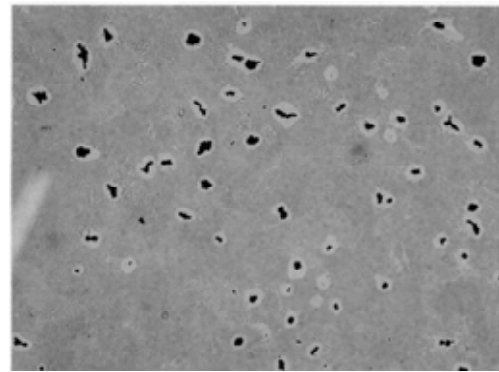


(a) 低純度金属 200 μm

図 - 3 オーステナイト単相域熱処理後のマイクロ組織

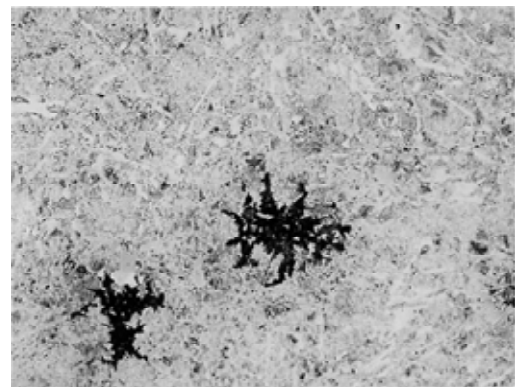
の方は、パーライト組織が完全に消えており、全域で炭化物の粒状化が完了してはいないものの、フェライト基地に粒状炭化物が分散しているような状態になっていた。

以上の結果より、一般に炭化物が析出する状態にお



(b) 高純度合金 200 μm

図 - 3 オーステナイト単相域熱処理後のマイクロ組織



(a) 低純度合金



(b) 高純度合金 100 μm

図 - 4 オーステナイト/セメンタイト共存域熱処理後のマイクロ組織

いては、純度が高くなるほど炭化物の成長速度は大きくなり、炭化物が粒状化する状態においては、粒状化が促進されると考えられる。

コールドクルーシブル溶解炉を用いて、組織が均質な純度 99.9978mass%の高純度鉄 - 高炭素合金を溶製することができた。また、鉄 - 高炭素合金において、凝固組織の初析セメンタイトの形態及び熱処理で得られる析出炭素と炭化物の形態は、純度に大きく影響されることが明らかになった。

5 参考文献

- 1) K. Abiko, T. Nakajima, N. Harima and S. Takaki: Phys. Status. Solidi. (a), 167 (1998) 347-355.
- 2) K. Abiko, S. Takaki, T. Yokota, and S. Satoh: Mater. Trans., JIM 41 (2000) 102-108.
- 3) T. Ogawa, N. Harima, S. Takaki and K. Abiko: Mater. Trans., JIM 41 (2000) 95-101.
- 1) K. Abiko and K. Sadamori: UHPM-97; Phys. Status. Solidi. (a), 167 (1998) 275-287.