

炭素鋼の凝固とオーステナイト結晶粒の形成に関する研究

学位論文内容の要旨

今日まで、日本における鉄鋼生産技術はめざましい発展を遂げてきたが、将来に向けての技術開発のためには普遍的な技術の蓄積が重要である。最近、鉄鋼の加工プロセスにおいて、結晶粒を微細にする重要性が高まっている。しかし、加工プロセスのみでは結晶粒微細化技術に限界があり、凝固～加工プロセスを見通して結晶粒を微細化する必要がある。これまでの凝固に関する研究において、凝固組織からオーステナイト結晶粒組織へ遷移する過程に関する基本的な研究はほとんどなされていない。

本研究は、炭素鋼の凝固組織からオーステナイト結晶粒組織が形成される過程を調査および検討した。具体的には、一方向凝固実験を行い、オーステナイト結晶粒が形成される過程にある炭素鋼を急冷し、得られた試料の組織観察、溶質濃度分析、デンドライト主軸間隔の測定およびオーステナイト結晶粒径の測定を行った。また、直接有限差分法による数値解析によって過包晶炭素鋼の包晶変態における液相、 δ -フェライト相およびオーステナイト相（以後、液相を“L”、 δ -フェライトを“ δ ”、オーステナイトを“ γ ”と略する）の分率と温度との関係を求めた。

本論文は全7章で構成され、第1章は序論であり、本研究の背景および目的を述べている。

第2章では、過包晶炭素鋼の凝固組織からの γ 結晶粒組織の形成過程を調査した。その結果、包晶反応開始から凝固途中の(L+ δ + γ)相の領域および(L+ γ)相の領域の一部に渡ってデンドライト主軸間隔にほぼ対応した大きさを有する微細な柱状 γ 結晶粒が存在することを明らかにした。さらに、微細な γ 結晶粒の粒界は液相によってピン止めされること、およびそのピン止め効果は液相が完全に消滅する前に失われることを明らかにした。ピン止め効果が失われると γ 結晶粒は粗大化し、微細な γ 結晶粒は消滅した。しかし、リンの添加により液相を低温まで残すことによって微細な γ 結晶粒を低温域まで存在させることができることを示した。

第3章では、亜包晶炭素鋼の凝固組織からの γ 結晶粒組織の形成過程を調査した。その結果、包晶反応開始から γ 単相化までの(L+ δ + γ)相の領域および(δ + γ)相の領域に、デンドライト主軸間隔にほぼ対応した大きさを有する微細な柱状 γ 結晶粒が存在することを明らかにした。微細な γ 結晶粒の粒界は δ 相によってピン止めされ、 δ 相の消滅と共にピン止め効果も失われた。微細な γ 結晶粒が存在する領域の長

さは凝固速度に依存しないが、炭素濃度が増加すると短くなることを示した。ピン止め効果が失われた後の γ 結晶粒の粗大化は亜包晶炭素鋼と過包晶炭素鋼とも同程度であった。 δ 相を試料の低温域まで存在させるためにフェライト安定化元素の Nb、V、Mo を添加した。その結果、微細な柱状 γ 結晶粒の領域の長さは拡大し、拡大化の程度は Nb>V>Mo の順に大きいことを示した。また、オーステナイト安定化元素である Ni を添加しても微細な γ 結晶粒の領域の長さはわずかに短くなることが示された。さらに、 γ 結晶粒界の形成について亜包晶炭素鋼と過包晶炭素鋼の間の対比を検討した。微細な γ 結晶粒の大きさは亜包晶炭素鋼および過包晶炭素鋼の両方ともデンドライトの大きさに対応したが、亜包晶炭素鋼における微細な γ 結晶粒の粒界はデンドライト主軸中心の位置に形成されるのに対して、過包晶炭素鋼におけるそれは、デンドライト樹間位置に形成されるという γ 結晶粒の形成過程の違いを初めて明らかにした。

第4章は、 δ 凝固鋼における γ 結晶粒の形成について検討した。その結果、 δ 凝固鋼は均質な δ 単相の状態から冷却すると $\delta \rightarrow \gamma$ 変態時にはフィンガー状の γ 晶が晶出するという従来の報告に対して、熔融状態から冷却すると $\delta \rightarrow \gamma$ 変態時には柱状 γ 晶が晶出することを示した。その γ 晶の晶出間隔は δ デンドライトの主軸間隔に対応し、 γ 晶はデンドライト主軸部から析出していた。その原因は凝固による溶質濃度偏析により、デンドライトの主軸部が樹間部よりも δ/γ 変態開始温度が高いためであることを示した。

第5章は、 γ 凝固鋼における δ 相の晶出について検討した。 γ 凝固鋼は、同一方位を持つデンドライト集団から一つの γ 結晶粒を形成するが、その後の冷却過程で粗大化することを示した。しかし、凝固時の組成的過冷却を考慮した結果、平衡条件下では γ 相が初晶として晶出する炭素鋼であっても、炭素濃度が 0.56mass%以下では初晶として δ 相が晶出する可能性があり、それを実験的に確認した。

第6章は、デンドライトの微細化について検討した。亜包晶炭素鋼および過包晶炭素鋼の調査結果より δ デンドライトの微細化が γ 結晶粒の微細化の有効な手段である。これまで報告されている4つのデンドライト主軸間隔の予測モデルを用いて、炭素鋼にとって適したモデルの選択を行い、そのモデルを基にデンドライト主軸間隔を小さくするための検討を行った。デンドライト主軸間隔を小さくするためには凝固速度および温度勾配を増加させること、炭素濃度を低くすること、溶質の平衡分配係数を大きくすることが有効であることを示した。

最後に亜包晶炭素鋼および過包晶炭素鋼の凝固において、 γ 結晶粒の粒界形成場所の相違および粗大化に及ぼすピン止め効果を明らかにしたことにより結晶粒を凝固プロセスにおいて積極的に微細化することが可能であることを示した。

学位論文審査の要旨

主 査 教 授 工 藤 昌 行
副 査 教 授 石 井 邦 宜
副 査 教 授 井 口 学
副 査 助 教 授 伊 藤 洋 一

学 位 論 文 題 名

炭素鋼の凝固とオーステナイト結晶粒の形成に関する研究

近年、鉄鋼強度をこれまでの倍以上とするために、加工・熱処理によって結晶粒をより微細にする研究が進められている。一方、コスト低減の方向から near net shape 化も進められており、その場合加工・熱処理のみでは結晶粒を微細化することは出来なくなる。したがって両者の要求を同時に満たすためには凝固直後から結晶粒を微細化することが必要であり、そのためには初晶のデンドライト形成からその後の結晶粒形成までの一連の変態過程を明確にすることが重要である。しかし炭素鋼のこの過程に関する検討は少ない。

本研究は、0.03%から 0.74%までの炭素濃度範囲を扱い、デルタ単相凝固、包晶変態を伴う凝固およびガンマ単相凝固にいたる一連のオーステナイト (γ) 結晶粒の形成過程を調査したものである。

本論文は、全7章で構成され、第1章では、本研究の背景および目的を述べている。

第2章では、過包晶炭素鋼における δ デンドライトから γ 結晶粒までの形成過程を述べている。ある温度領域で急冷した試料には、上部から液相(L)とデルタデンドライト(δ)の2相共存領域、 $(L + \delta + \gamma)$ 3相共存領域、 $(L + \gamma)$ 2相共存領域および γ 単相領域が形成した。実際凝固では平衡凝固と異なり、包晶反応は一定温度で終了せず、 $(L + \delta + \gamma)$ の三相共存の温度範囲が存在した。また $(L + \delta + \gamma)$ 3相共存領域および $(L + \gamma)$ 2相共存領域の一部が微細 γ 結晶領域となり、 $(L + \gamma)$ の残りの領域および γ 単相領域が粗大化し γ 結晶領域となった。また微細 γ 結晶の短径はデンドライト主軸間隔にほぼ対応していた。したがって初晶デンドライトから直接粗大 γ 結晶粒が形成されるのではなく、その前にデンドライト形態を引き継いだ微細 γ 結晶粒が形成されることを初めて明らかにした。また微細 γ 結晶粒界に存在する液相量が少なくなると、粗大な γ 結晶粒へ遷移することを、燐の添加量を増した実験で明らかにした。

第3章では、亜包晶炭素鋼の凝固組織からの γ 結晶粒組織の形成過程を述べている。ここでは $(L + \delta)$ 2相領域、 $(L + \delta + \gamma)$ 3相共存領域、 $(\delta + \gamma)$ 2相共存領域および γ 単相領域が形成し、 $(L + \delta + \gamma)$ 領域および $(\delta + \gamma)$ 領域は、微細な γ 領域となっている。微細領域の γ 結晶粒の短径は、デンドライト主軸間隔にほぼ対応した大きさとなっている。しかし粒界の形成場所は異なり、過包晶組成では δ デンドライトの間隙に γ

結晶粒界が形成するが、亜包晶組成では δ デンドライトの幹に形成することを初めて明らかにした。また微細 γ 結晶粒は δ 相によって粗大 γ 結晶粒への成長を抑制された。この結果を利用し、フェライト安定化元素である Nb、V、Mo を添加して微細 γ 結晶領域の拡大を試みた結果、予測通り領域の長さを拡大することが出来た。

第4章では、 δ 凝固における γ 結晶粒の形成について述べている。 δ 単相化した状態からの γ 相はデンドライト主軸部で析出し始め、最終的には δ デンドライトの主軸間隔に対応した柱状形態となっていることを明らかにした。これは亜包晶組成と見掛上似ているが、この理由は凝固時の溶質濃度偏析により、デンドライトの主軸部が樹間部よりも δ/γ 変態開始温度が高いためであることを明らかにした。

第5章では、 γ 凝固鋼における δ 相の晶出について述べている。 γ 凝固では、同一方位を持つデンドライト集団はそのまま一つの結晶粒を形成し、その後の冷却過程で粗大化することを明らかにした。また平衡条件下で γ 相が初晶として晶出する炭素鋼であっても、炭素濃度が 0.56mass%以下では初晶として δ 相が晶出することを実験およびデンドライト先端における過冷却の検討で明らかにした。

第7章では、これまでの γ 結晶粒がデンドライトの大きさと直接関係することから、デンドライトの微細化を進めるための因子を検討している。これまで報告されている4つのデンドライト主軸間隔の予測モデルを用いて、炭素鋼にとって適したモデルの選択を行い、そのモデルを基にデンドライト主軸間隔を小さくするための検討を行った結果、凝固速度および温度勾配を増加させること、炭素濃度を低くすること、溶質の平衡分配係数を1に近づけることが有効であることを明らかにした。

これを要するに、著者は、炭素鋼の初晶デンドライトからオーステナイト結晶粒の形成までの一連の過程を研究し、粒界形成位置、結晶粗大化の抑制因子、結晶微細化のための溶質元素等を明らかにしており、金属凝固学に貢献するところ大なるものがある。

よって著者は、北海道大学博士（工学）の学位を授与される資格あるものと認める。