高合金工具鋼の熱処理に関する研究(第2報)

--- 高炭素高クロム鋼の残留オーステナイトの 分解に及ぼすサブゼロ処理の影響 ----

Studies on Heat-Treatments of High Alloy Tool Steels

— Effect of Sub-zero Chilling on the Decomposition of Retained

Austenite in a High Carbon High Chromium Steel —

根 本 正*
Tadashi Nemoto

内 容 梗 概

第1報において高炭素高クロム鋼の残留オーステナイト(γ_R)に及ぼす焼入温度の影響およびその分解機構について恒温変態図から説明を加えたが、本報においては同鋼について各焼入温度から油焼入れ後あるいは変態温度 $300\,^\circ$ C 以下の各温度で種々の時間恒温処理後液体酸素($-183\,^\circ$ C)あるいはドライアイスとアルコールとの混合液($-75\,^\circ$ C)に浸漬し、サブゼロ処理による γ_R 量および硬さの変化を測定し、普通焼入れおよび恒温処理によつて生ずる γ_R の変態に及ぼすサブゼロ処理の影響をあきらかにした。これらの結果を要約すると下記のようである。

- (1) サブゼロ処理の効果は 1,050~1,100 $^{\circ}$ C の範囲から油焼入れされた場合に最大である。
- (2) サブゼロ処理で生成したマルテンサイトは普通焼入れのそれに比し低温度から分解しやすい。
- (3) サブゼロ処理は焼入れ後30分以内に施すことが効果的である。
- (4) 恒温処理法による場合は普通焼入法による場合より γ_R 量がはるかに多い。
- (5) ベーナイト生成温度範囲で長時間処理すると γ_R 量は50%に達する。

〔I〕緒 言

最近工具鋼の性能改善の一方法として焼入れ後引続いて低温に冷却し Ar'' 変態量を促進するいわゆるサブゼロ処理が行われるようになつた。従来焼入れで生じた残留オーステナイト (γ_R) は焼戻しにより α 相に変態させてきたが,既成のマルテンサイトの分解をも促進するために生地が軟化する欠点がある。これに対しサブゼロ処理によれば生地のマルテンサイトはそのままとし, γ_R のみをマルテンサイトに変態させるので一層硬さを増すことができる。したがつて本処理は精密機械の部品や工具鋼の性能改善に応用できるのでこれに関する研究結果も数多く発表されている $^{(1)}$

サブゼロ処理に関して 1914 年 Chevenard 氏 $^{(9)}$ が Fe-Ni 合金について研究して以来 本多,岩瀬両博士 $^{(10)}$ の研究に続き,1937 年に Gulyeav 氏 $^{(11)^{\sim}(12)}$ は多量の γ_R を含む合金鋼は -187° C に冷却しても γ_R の変態は 完結しないことをあきらかにした。他方 M. Cohen 氏 一派 $^{(13)^{\sim}(19)}$ は 1942 年以来 Stabilization of austenite の研究の一環としてサブゼロ処理による未変態オーステナイトの変態を熱膨脹曲線から追求し,また今井博士ら $^{(20)}$ の高炭素鋼の焼入後サブゼロ処理時における $^{(20)}$ の高炭素鋼の焼入後サブゼロ処理時における $^{(20)}$ の高炭素鋼の焼入後サブゼロ処理時における $^{(20)}$ 点に及ぼす各種元素の影響に関する研究がある。

しかし製品にサブゼロ処理を応用するにあたつてはなお不明の点が多々残されている。そこで著者は第1報⁽²¹⁾に引続き高炭素高クロム鋼の熱処理研究の一環としてサ

* 日立製作所日立研究所

ブゼロ処理について主として γ_R および硬さの変化から 追究した。以下これについて述べる。

〔II〕 試料および実験

(1) 試 料

試料は第 1 報 (21) とまつたく同じものが用いられた。 第 1 表は試料の化学成分を示す。

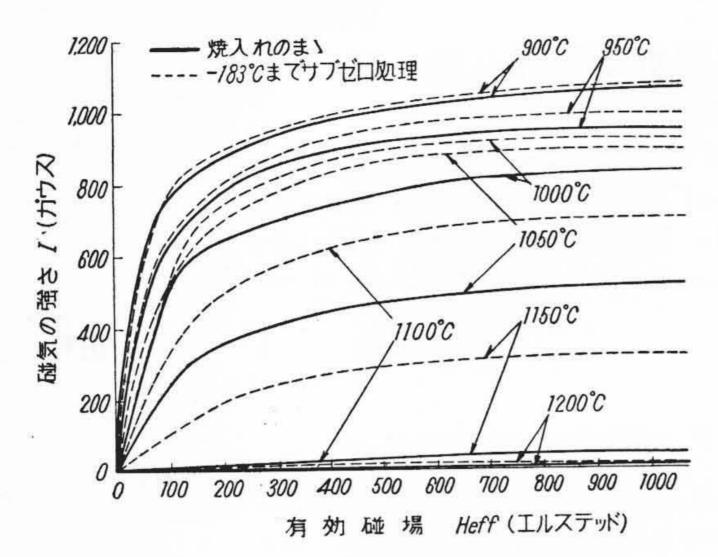
第1表 試料の化学成分(%)

С	Si	Mn	Cr
2.17	0.27	0.32	12.57

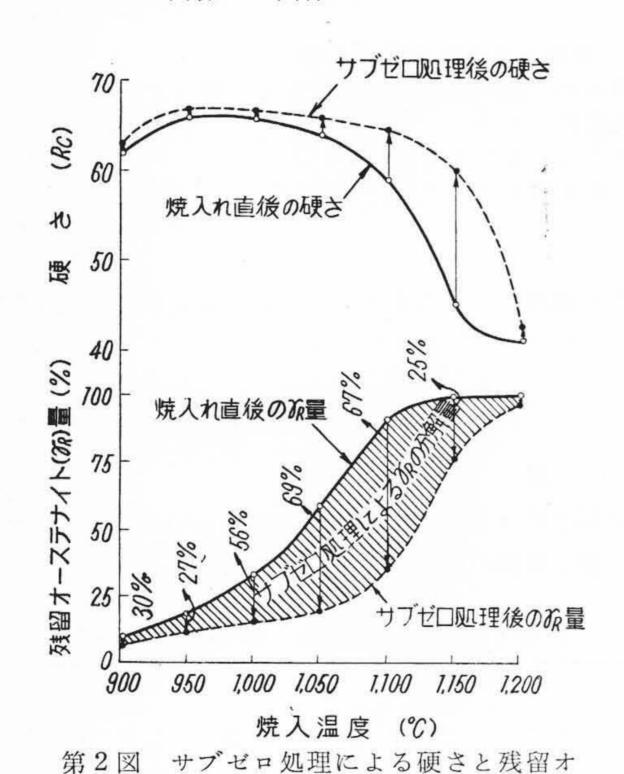
磁化の強さの測定には $5.0~\text{mm}\phi \times 70 \text{mm}l$ の棒状試片,硬さ測定および検鏡には $10~\text{mm}\phi \times 15~\text{mm}l$ の試片が使用された。

(2) 実 験

焼入温度 900~1,200°C の範囲で 50°C おきの各温度から油焼入れそのままの状態および液体酸素(-183°C)あるいはドライアイスとアルコールとの混合液(-75°C)に 10 分浸漬後常温に放置し,試片の温度が室温に復帰した状態の磁化曲線の比較により,サブゼロ処理による γ_R の変態量が求められた $^{(22)}$ 。この場合油焼入れ後サブゼロ処理までに要する時間は約 5 分である。一方これと同時にサブゼロ処理前後の硬さ (Rc) が測定された。また以上の各試片を700°C まで加熱した場合の示差磁気分析を行い硬さが測定された。ついで980°C から変態温度300°C 以下で各種の時間恒温処理された試片について



第1図 サブゼロ処理前後における焼入温度と I-H曲線との関係



ーステナイトの変化 (−183°C まで冷却)

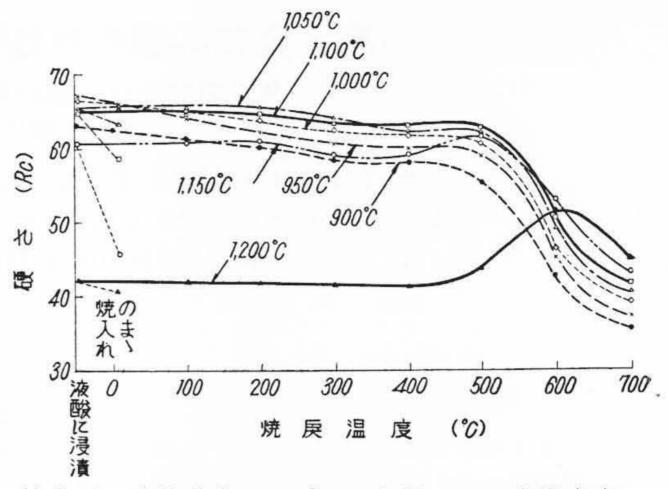
上述の方法でサブゼロ処理の効果が究明された。

〔III〕実験結果

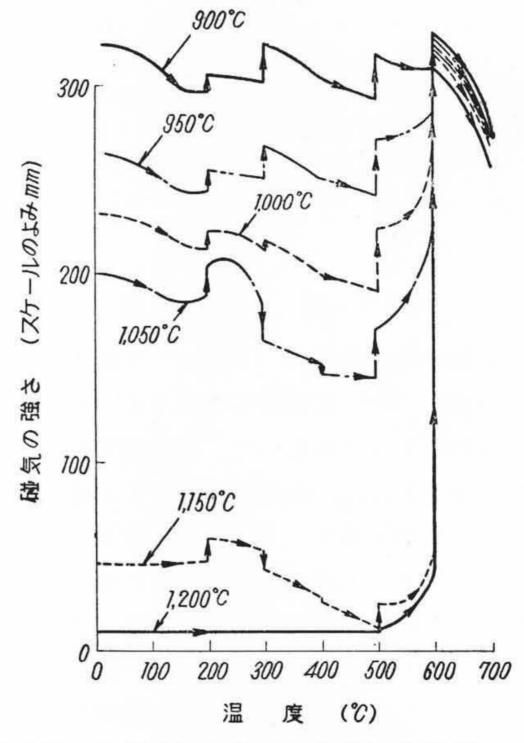
(1) 油焼入れ後のサブゼロ処理

(A) 焼入温度と γ_R 量および硬さとの関係

第1図は各焼入温度から油焼入れのまま(実線)およびサブゼロ処理後(点線)の磁化曲線を示し,第2図はこれから求められたサブゼロ処理前後の γ_R 量と硬さを示す。これらから知られるようにサブゼロ処理により磁化曲線は実線から点線に変化し飽和磁気 (I_∞) の値が増加する。したがつて γ_R 量は実線から点線まで減少し,その減少する割合は焼入温度 $1,050^\circ$ C の範囲で最大である。サブゼロ処理後の γ_R 量は処理前と同様に焼入温度が低い方が少いが,焼入温度 $1,050^\circ$ C 以上で γ_R



第3図 液体酸素にサブゼロ処理された高炭素高クロム鋼の焼戻温度と硬さとの関係 (-183°C まで冷却)



第4図 各温度から油焼入れ後液体酸素にサブゼロ処理された高炭素高クロム鋼の示差磁気分析結果 (-75°C まで冷却)

量が急増する。一方硬さもサブゼロ処理により増加し、その増加する割合は焼入温度 $1,150^{\circ}$ C において最大となるが、絶対値は 950° C において最大である。また焼入温度が $1,200^{\circ}$ C の場合には γ_R 量および硬さともほとんどサブゼロ処理により変化することなく γ_R が安定である(第2図)。

(B) サブゼロ処理後の焼戻による γ_R の変化

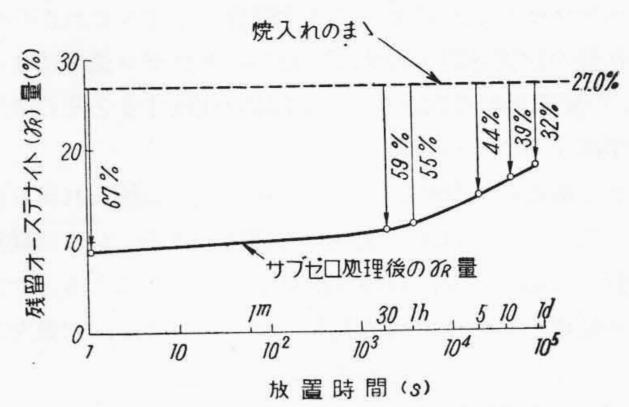
第3図は各焼入温度から油焼入れ後サブゼロ処理された試片の焼戻温度と硬さとの関係を示す。これより焼入温度 $1,050\sim1,150$ $^{\circ}$ $^{\circ}$ の範囲では約 500 $^{\circ}$ $^{\circ}$ において二次硬化を示すが,その硬さの増加量はサブゼロ処理を施さない場合より少ないが,焼入温度が 1,200 $^{\circ}$ においてはサブゼロ処理前後の硬さ曲線に相違がなく, γ_R が安定で

あることが知られる(21)。次に第4図は各温度から油焼 入れ後サブゼロ処理された試片の段階示差磁気分析結果 を示す。この場合各温度における保持時間は30分であ る。これによると 200°C では焼入温度 1,200°C を除いて いずれも磁気が増加し、300°Cでは焼入温度900~1,000°C のものが磁気の増加を示すに対し、1,050~1,150°C 焼入 れのものは逆に減少する。 ついで加熱温度が 400℃ で は各試片とも磁気が減少し、500℃ でふたたび増加後 600℃ で著しい増加を示す。その高温側における磁気増 加の割合は焼入温度が高いほど大きい。一方焼入温度が 1,200℃ の場合, 400℃ 以下ではまつたく磁気の強さの 変化が起らないが、500℃ 以上で急激な増加を示すこと が知られる。

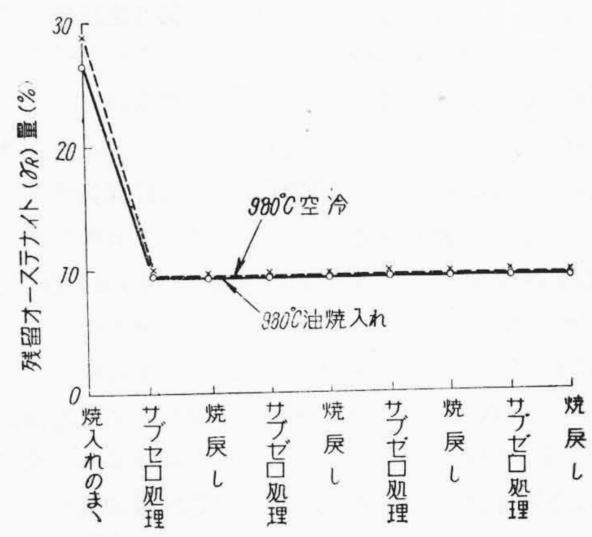
以上のように γ_R は二つの温度範囲で変態するが、焼 入温度 1,050~1,150℃ の場合には 200℃ からの加熱過程 における磁気の減少する割合が大きく、さらに300℃に 保持中にもそれが減少する。これはこの温度範囲から焼 入れされた場合にはサブゼロ処理によるマルテンサイト 生成量がもつとも多いために変態歪も増大するからマル テンサイトが焼戻されやすく, また 1,200°C の場合に はオーステナイトが安定であるために低温側において (400℃ 以下) 磁気変化を示さないものと推察される。

(C) 7R の分解に及ぼす放置時間と循環処理の影

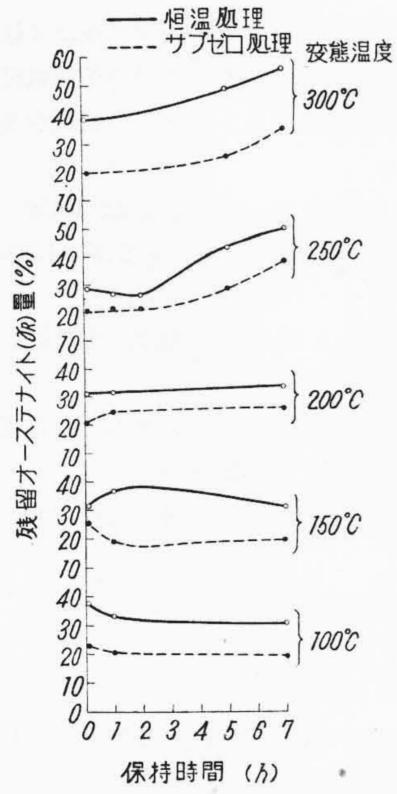
第5図は980°Cから油焼入れ後の室温における放置時



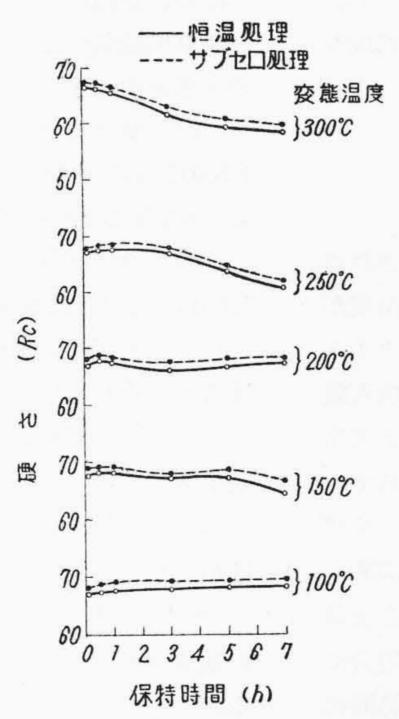
第5図 オーステナイトの安定化に及ぼす室温にお ける放置時間の影響 (-75°C まで冷却)



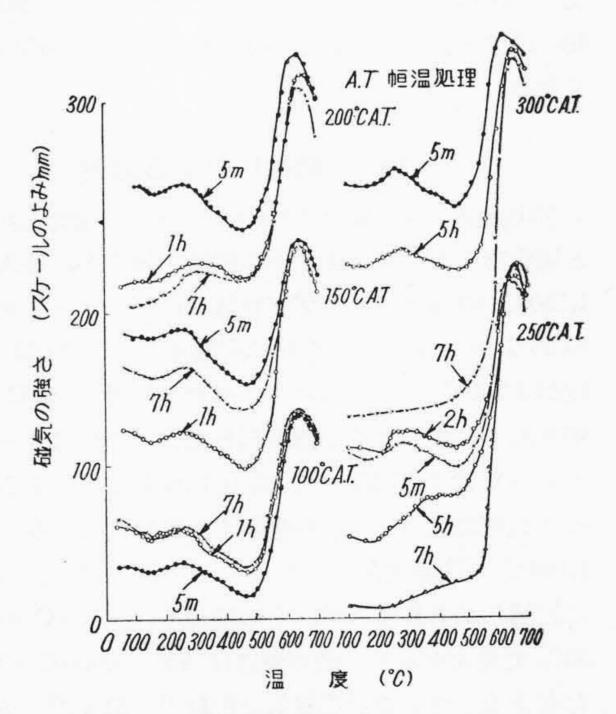
残留オーステナイトの分解に及ぼす繰 第6図 返し処理の影響 (-75℃ まで冷却)



第7図 サブゼロ処理前後の残留 第8図 サブゼロ処理前後の硬さ オーステナイト量に及ぼす恒温 変態温度における保持時間の影 響 (-75℃ まで冷却)



に及ぼす恒温変態における保 持時間の影響 (-75°C まで 冷却)



第9図 300℃ 以下の各変態温度で種々の 時間恒温処理後油焼入れされた高炭素高 クロム鋼の示差磁気分析結果

間がサブゼロ処理効果に及ぼす影響を示す。これから焼入れ後の放置時間が増すにしたがいサブゼロ処理による γ_R の変態量が漸次減少し、24時間放置するとその効果が半減することが知られる。

また第6図は980°Cから空冷あるいは油焼入れ試片についてサブゼロ処理は焼戻し $(200°C \times 30分)$ を4回繰返し行つた場合の γ_R 量の変化を示す。これによるとサブゼロ処理の効果は1回で大きく現われ、次後は回数を増してもほとんど効果を示さないことがわかる。

(2) 恒温処理後のサブゼロ処理

第7図は最高加熱温度 980℃ から変態温度 300℃ 以下 の各温度で種々の時間保持後油焼入れされた試片のサブ ゼロ処理による γ_R 量の変化を示し、第8図は硬さの変 化を示す。まず保持時間による γ_R 量の変化をみると変 態温度 200℃ 以下では保持時間が増してもほぼ一定であ るに対し、250℃以上では保持時間とともにそれが著し く増加し、250℃ および 300℃ で7時間保持すると約 50%の 7 量が存在する。これらをサブゼロ処理すると γ_R 量が減少するが、 $5\sim7$ 時間保持のものは処理後も なお $30\sim40\%$ の γ_R 量が存在する。一方硬さは変態温度 200℃ 以下の場合には保持時間が増してもほぼ一定値を 示すが, 250℃ で 3 時間以上および 300℃ で 1 時間以上 保持すると保持時間とともに硬さが減少する。次に第 9 図は各変態温度で各種の時間恒温処理後油焼入れされ た試片の示差磁気分析結果を示す。これより知られるよ うにいずれも磁気が2段に増加し、100℃を除くほかの 変態温度では保持時間が増すにしたがい高温側における 磁気増加量が増し、とくにこの傾向はベーナイト変態温 度の 250℃ 以上において著しい。 すなわち恒温処理時 間が増すと高温側で安定なオーステナイトが残留しやす くなる。

[IV] 結果に対する考察

高炭素高クロム鋼は 1,150°C 以上から油焼入れされると炭化物+オーステナイトの組織を示すが、焼入温度が 1,150°C の場合でもサブゼロ処理によりオーステナイトの 25% がマルテンサイトに変態する。しかるに焼入温度が 1,200°C の場合にはサブゼロ処理で-183°C まで冷却されてもまつたく変態が起らない。これはオーステナイトの C および Cr の固溶度を増すためである。サブゼロ処理により γ_R が変態する量は焼入温度 1,050~1,100°C の範囲で最大である。一方硬さは γ_R の変態量に比例して上昇するが、その増加率は 1,150°C の場合に 33% で最大を示し、最高硬さは 950~1,000°C の範囲に存在する。ついで示差磁気分析結果(第4図)からわかるように焼入温度 1,050~1,100°C の場合には 230°C 以上において著しく磁気が減少する。これはサブゼロ処理に

よりマルテンサイト量が増加し、変態歪が増すためにそれが加熱時に焼戻しされやすいためと考えられる。

次に焼入れ後の室温における放置時間がサブゼロ処理効果に及ぼす影響(第5図)をみるに焼入れ後ただちにサブゼロ処理することがもつとも効果的であり、1日放置するとその効果が半減することが知られる。これとほぼ同様な結果が M. Cohen 氏 $^{(23)(24)}$ および今井博士 $^{(25)}$ $^{(26)}$ によつてえられている。したがつて焼入れ後 30 分以内でサブゼロ処理に移ることが好ましい。

さらにサブゼロ処理 \subset 焼戻しの循環処理の影響 (第6図) をみるに、最初の処理で大部分の γ_R が変態するから 2 回以上実施してもその効果がほとんどないことが知られる。

またサブゼロ処理後焼戻した場合の二次硬化を示す温度は焼入焼戻しの場合よりわずかに低温側に移行することが Hodde d'Entremont 氏 $^{(27)}$ により認められているが、本実験結果にはそれが明瞭に現われない。

次にサブゼロ処理効果に及ぼす恒温処理の影響 (第7,8図) をみるに変態温度 250° C 以上においては保持時間とともに γ_R 量が著しく増加し,7時間以内の保持時間では短時間保持の方が γ_R 量が少く,また硬さも大きい。これは恒温処理後の示差磁気分析結果(第9図)からも知られるように保持時間とともに高温側で変態する γ_R 量が増加するためである。

[V] 結 言

以上高炭素高クロム鋼のサブゼロ処理効果に及ぼす焼 入温度,室温における放置時間,冷却→加熱の循環処理 および恒温処理法の影響を究明した。これらの結果を要 約すると次のようである。

- (1) サブゼロ処理による γ_R の変態量は 1,050~ 1,100°C から油焼入れされた場合に最大であるが、1,200°C の場合にはオーステナイトの分解は起らない。
- (2) サブゼロ処理による硬さの増加は、焼入温度 1,150℃ の場合に最大である。
- (3) サブゼロ処理で生成したマルテンサイトは普通 焼入れのそれに比し低い温度から分解しやすい。
- (4) サブゼロ処理は焼入れ後30分以内に実施すれば 効果的である。
- (5) ベーナイト生成温度範囲で恒温処理すると γ_R 量が著しく増加する。
- (6) 以上の結果からサブゼロ処理を施行する場合の焼入温度としては 950~1,000℃ が適当と考えられる。

なお, さらに焼入れ後サブゼロ処理すると歪が増大するので, 歪が少ない焼入れにより変形を少なくするサブゼロ処理法を探究する考えである。

終りに臨み終始懇切なる御指導を賜わつた村上武次郎博士に深甚なる感謝の意を捧げるとともに、御援助を賜わつた日立製作所日立研究所三浦所長ならびにつねに御指導と御鞭撻下された小野健二博士に感謝の意を表す。また実験に熱心に従事された八重樫、秋山両君に深謝する。

参考文献

(1) Orloe Brown: Materials & Methods,

24, 1445 (Dec-1946)

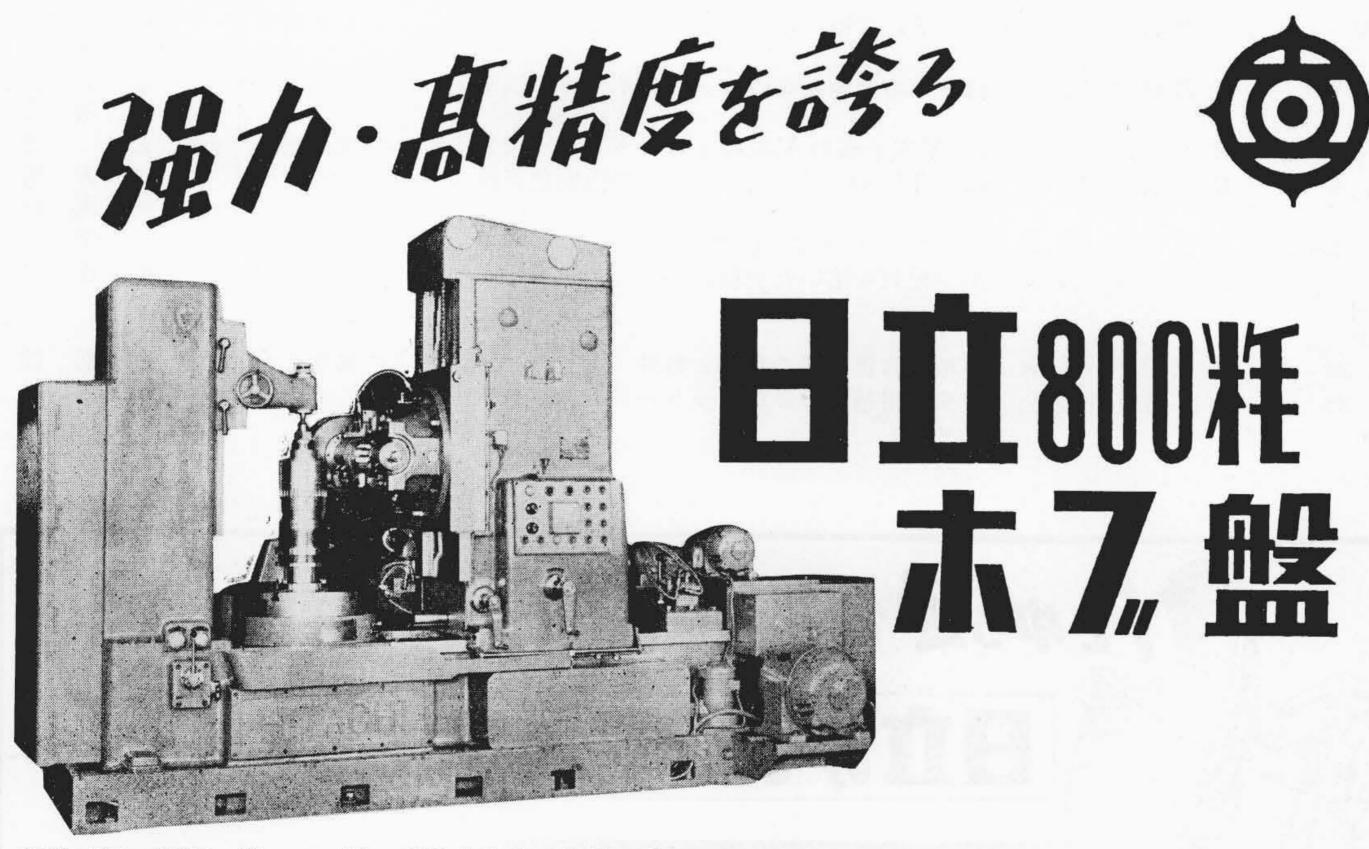
- (2) K. Kunze: Stahl u. Eisen, 70, 227 (1950)
- (3) Rolland S. Jamison: Modern Machine Shop, 2 (Oct-1951)
- (4) J. Y. Riedel: Metal Prog., 67 (Feb-1953)
- (5) Jhon L. Everhart: Materials & Methods, 37, 115 (Feb-1953)
- (6) 近藤: 鉄と鋼, 40, 634 (1954)
- (7) 石塚: 鉄と鋼, 40, 293 (1954)
- (8) 石塚: 日本金属学会誌, 19, 62 (1955)
- (9) Chevenard: Rev. Metallurg., 11, 841 (1914)
- (10) K. Honda, K. Iwase: Trans. Amer. Soc.
 - Steel Treat. 9, 391 (1927)
- (11) A. P. Gulyaev: Metallurg, 12, 65 (1937)
- (12) A. P. Gulyaev: Ibid,

14, 64 (1939)

- (13) Paul Gordon: M. Cohen, Trans, Amer. Soc. Metals, 30, 569 (1942)
- (14) S. G. Flectcher, M. Cohen: Trans. Amer. Soc. Metals, 34, 216 (1945)
- (15) S. G. Flectcher, B. L. Averbach, M. Cohen: Trans. Amer. Soc. Metals, 40, 703 (1948)
- (16) R. T. Howard, M. Cohen: Trans. Amer. Inst. Met. Eng., 172, 413 (1947)
- (17) W. J. Harris, M. Cohen: Metals Technology 15 (Sept-1948), Technical Pub., No. 2446
- (18) B. L. Averbach, M. Cohen: Trans. Amer. Soc. Metals, 41, 1024 (1949)
- (19) M. Cohen: Metallurgia, 40, 308 (1949)
- (20) 今井,泉山: 日本金属学会講演, (1956-4月) 概要 59
- (21) 根本: 日立評論, 別冊 16, 41 (1956)
- (22) 根本: 日本金属学会 20,6 (1956),

日立評論, 別冊 11, 21 (1955)

- (23) M. Cohen, P. Gordon: Iron Age 148 42 (1942)
- (24) M. Cohen; Metal Progress, 54, 823 (1948)
- (25) 今井,泉山: 日本金属学会誌, 18, A5 (1954)
- (26) 今井, 泉山: 日本金属学会誌, 18, A-23 (1954)
 - 27) B. Hedde d' Entremont: Machines ét métaux, 221 (Juli-1948)



近代工業の躍進に伴つて、特に高精度歯車の多量生産が要求されるようになり、同時に生産コストの低減が要求されております。日立強力型 800 粍 木ブ盤は高精度、重切削、多用途を目的として設計されたものです。

日立製作所

日立製作所社員社外講演一覧

(昭和32年2月受付分)

講演月日	主催	演 題	所 属	講 演 者
1. 28	化学工学協会	煙霧の濃度測定方法	日立工場	橋本清隆
2. 19	化 学 学 会	煙害の実態とその防止対策	日立工場	橋本清隆
. 28	日本鋳物協会	鋳物砂高温性質に及ぼす水分の影響	日立工場	磯 野 好 》
2 28	日本鋳物協会	鋳物砂高温性質に及ぼす乾燥温度の影響	日立工場	磯 野 好 氵
3. 2	山口県鉄工業協会	キュポラに依る高級鋳鉄熔製について	笠戸工場	行 元 」
2. 8	北海道開発局	日立U06ドラグラインの整備について	亀有工場	稲 葉 英二
3. 16	日本機械学会	空気機械の種類と応用	川崎工場	印 牧 宗一郎
3. 16	日本機械学会	圧縮機および送風機の型式選定	川崎工場	伊藤. 元
4. 2~ 5	日本金属学学会	低合金工具鋼の熱処理研究 (3報)	多賀工場 日立研究所	大 内 康 ī 根 本 ī 八重樫 敏 #
4. 2~ 5	日本金属学学会	低合金工具鋼の熱処理研究 (4報)	多賀工場日立研究所	大 内 康 元 根 本 元重樫 敏 加
1. 30~2. 1	通 産 省	調節計の実用	多賀工場	島田
2. 14	照 明 学 会	アメリカにおける照明器具工場の実状	亀戸工場	鈴木繁
2. 24	群馬県X線技師会	マグネットスイッチを使用した 2/100 秒の電子管タイマー	亀戸工場	石 橋 正 1
4. 29	国鉄X線技師会	X線装置における開閉器の諸問題について	亀戸工場	和田正
2. 28	日本電信電話公社	当社における安全管理の概要	亀戸工場	寺 下
3. 21	島根県X線技師会	X線装置の散乱波防護について	亀 戸 工 場	和田正
4月	電 気 四 学 会	H°01 波通過抵抗型濾波器について	戸塚工場	村 井 幹
4. 10	神奈川県工業試験 所	溶液による白金合金中のロジウムの分光測定	戸塚工場	池田
4月	応用物理学会		中央研究所	片桐信二.市毛啓
4. 5	炭化物研究会		中央研究所	北川柴田則
3. $31\sim4.3$			中央研究所	渡辺
4. 9~11	日本物理学会	X	中央研究所	古畑芳黒崎重
5. $22 \sim 24$	日本航空学会		中央研究所	堀 栄
2月 4月 5月	日本科学技術連盟	直交配列を用いた実験計画	中央研究所	島田正
2. 28	電気化学協会	各種, 膠質黒鉛の粒度と特性	中央研究所	牟 田 明
2. 28	冷凍機製造協会		本 社	高 橋 秀

