高炭素-高クロム鋼の硬度および磁性におよぼす サブゼロ処理の影響について*

小 柴 定 雄** 西 沼 輝 美**

Sadao Koshiba and Terumi Nishinuma: Effect of Subzero Treatment on the Hardness and Magnetic Properties of High Carbon-High Chromium Steel.

High carbon-high chromium steel containing 1.3 % C, 0.4 % Mn, 6 % Cr, 0.4 % W is used as cold dies and magnet for various uses. The authors studied the effect of the quenching temperature on the expansion of steel subjected to subzero treatment and the change of hardness and magnetic properties due to normalizing and quenching, the effect of subzero treatment, and also the behavior of the retained austenite. The results of this experiment are as follows:—(1) The re-begin temperature of transformation shifts higher as the quenching temperature rises in the range of 800~1000°, but the inverse is true as the normalizing temperature of more than 1100°. (2) The retained austenite after quenching changes to martensite by subzero treatment at -72°, and the magnetic saturation and the residual magnetism increase but the coercive force decreases. (3) The more of the retained austenite decomposes to martensite as the subzero treating temperature is lower. (4) The hardness of steel increases to Rc 50~55 by the subzero treatment after normalizing at 1150° including no quenching, but the retained austenite scarcely decomposes even at -183°

(Received November 10, 1955)

I. 緒 言

高 C-高 Cr 鋼は冷間用ダイスあるいは磁石として使用

される。この鋼種について焼きなましと焼入による硬度および磁性の變化とそのサブゼロ処理の影響を研究し、併せてその残留オーステナイトの挙動について考察を行った。

**日立製作所安來工場

* 1955年10月本會金澤大會に発表

II. 實驗試料および實驗方法

実験に供した試料は 5 T 弧光電気爐にて熔製し、約 15 mm 丸に鍛伸し、後焼鈍したもので、その化学成分は C 1.31 %, Si 0.11 %, Mn 0.41 %, Cr 5.81 %, W 0.36 % である。磁気測定試料は 5 mm ϕ $\times$ 120 mm, 熱膨脹試料は 5 mm ϕ $\times$ 75 mm, 硬度試料は 8 mm ϕ $\times$ 10 mm の棒状である。次に低温の測定にはアルメルクロメル熱電対を用いた。その補正は蒸溜水銀の凝固点 -39° , エチルアルコールとドライアイスで達する温度 -72° , 液体酸素の沸点 -183° によつて行つた。

III. 実験結果およびその考察

1. 焼入後の残留オーステナイトの變化

(1) 焼入温度の影響

1150° に 5 min 保持焼準し、800~1000° の各温度に 10 min 保持し油焼入後、簡易熱膨脹計にて常温ないし -72° までのサブゼロ処理による長さの變化を測定した。その結果を Fig. 1 に示す。また硬度および磁性の變化を Fig. 2

Fig. 1 Effect of quenching temperature on the expansion of subzero treated specimen after quenching.

に示す。ただし試料は焼入後 2 min 間油中に放置し、引上げ 8 min 間に硬度あるいは磁気を 10 min 後に膨脹を測定した。

800° および 850° 焼入のものはサブゼロ処理によつて殆んど膨脹を示さないが、900~1000° 焼入のものはいずれも膨脹を示す。これは明らかに残留オーステナイトのマルテンサイト化を示すものである。しかしてその生起温度すなわち変態再開温度 (M_s' 点) は焼入温度を上昇するほど高い方に移動し膨脹量も多い。

次に磁性はサブゼロ処理によつてかなり變化する。飽和磁気の強さ I_{∞} は普通の焼入では焼入温度を上昇するほどほぼ直線的に低下し、残留オーステナイトの多くなることを示すが、サブゼロ処理を行うと、 I_{∞} は増加し、焼入温度による差が少なくなる。残留磁気 Br は I_{∞} とほぼ同様に焼入温度を上昇するほど低下するが、サブゼロ処理を行うと焼入温度 800~900° ではほぼ一定の値を示し、約 10,400 ~ 10,500 gauss に達する。抗磁力 H_c はサブゼロ処理を行うと Br と反対に低下する。また $Br \times H_c$ および $(B \times H)_{max}$ の値はサブゼロ処理によつて 800° 焼入のものを除いてはいずれも増加し、焼入温度の高いほど大きい。

硬度は普通の焼入のままでは約 875° で最高を示すが、それ以上焼入温度を上昇すると残留オーステナイトを増すため硬度を減少する。一方サブゼロ処理を行うと焼入温度を上昇するほど硬

Fig. 2 Relation between quenching temperature and magnetic properties, hardness of specimen which is as quenched and subzero treated.

差が認められなかつた。

(2) サブゼロ処理温度の影響

1150° 焼準、850° 油焼入 10 min 後 0~-72° の各温

Fig. 3 Relation between magnetic properties and temperature of subzero treatment of specimen which is oil quenched from 850° after normalizing of 1150°.

度に 1 hr サブゼロ処理を行い、サブゼロ処理温度の影響を求めた。その結果を **Fig. 3** に示す。サブゼロ温度の低いほど残留オーステナイトの分解が多く、 I_{∞} はほぼ直線的に増大する。Br も I_{∞} とほぼ同様の傾向を示し、Hc は逆に低下する。Br $\times$ Hc は約 -10° で、 $(B \times H)_{\max}$ の値は約 -30° で最高を示す。

(3) 焼入後の放置時間の影響

1150 $^{\circ}$ 焼準 850 $^{\circ}$ 油焼入後の常温における放置時間を 10 min~24 hr に變え、0 $^{\circ}$ および -72° にサブゼロ処理を行った結果を **Fig. 4** に示す。サブゼロ処理温度 0 $^{\circ}$ の場

Fig. 4 Effect of exposing time in room temperature after quenching on the magnetic properties due to subzero treatment.

合は放置時間の長いほどサブゼロの効果が少ない傾向にあるが大きな差異がない。しかしサブゼロ温度が -72° の場合にはやゝ顯著に現われる。

2. 焼準後の殘留オーステナイトの變化

1100~1210 $^{\circ}$ の各温度に 5 min 間保持空冷 10 min 後簡易熱膨脹計にて求めた長さの變化を **Fig. 5** に示す。焼準温度 1100 $^{\circ}$ および 1120 $^{\circ}$ の場合のマルテンサイト變態

Fig. 5 Effect of normalizing temperature on the expansion of subzero treated specimen after normalizing.

すなわち Ms 點は常温以上にあり、これをサブゼロ処理を行うと變態再開温度 Ms' 點は約 -10° ~ -25° に生起する。1150 $^{\circ}$ 焼準の場合は Ms 點が常温附近で、その顯微鏡組織はマルテンサイトをわずかに含むほとんどオーステナイト

からなる。**Photo. 1** はその顯微鏡組織である。これをサブゼロ処理を行うと、約 -50° より膨脹を開始する。焼準温

Photo. 1 Normalizing structure of 1150 $^{\circ}$.

度 1210 $^{\circ}$ の場合は -72° のサブゼロ処理を行うも膨脹を起さない。

次に 1150 $^{\circ}$ 焼準後 -10° ~ -72° の各温度に 1 min~1 hr 保持し硬度の變化を求めた。その結果を **Fig. 6** に示す。 -10° ~ -50° においてはあまり大差なく、

Fig. 6 Relation between hardness and holding time in various temperature of subzero treatment after normalizing of 1150 $^{\circ}$.

-72° においてはかなり硬度を増大する。なお各サブゼロ処理温度における保持時間の影響はあまり明らかでなく、硬度にはあまり大きな影響はないようである。

る。Photo. 2

は 1150 $^{\circ}$ 焼準後 -72° に 30 min 保持サブゼロ処理を行ったものの顯微鏡組織を示す。前述の焼準状態と同様オーステナイト結晶粒界が明らかに現われ、その粒内に粗大な針状マルテンサイトが見られる。

Photo. 2 Subzero treated structure in -72° after normalizing of 1150 $^{\circ}$.

次に 1100 $^{\circ}$, 1120 $^{\circ}$ および 1140 $^{\circ}$ に焼準

10 min -72° 後に 1 hr 保持サブゼロ処理を行った結果は **Table 1** の如くである。焼準温度の低いほどマルテンサイト化が進行し、磁性が良くなっているが、しかし大部分オーステナイトが残存しているので概して磁性は悪い。また参考に 1150 $^{\circ}$ 焼準後 -183° にサブゼロ処理を行つてみたが、硬度は Rc 53.7~55.5 に増加するも、磁性はやはり良くない。すなわち I_{∞} 約 446, Br 2000, Hc < 3, Br $\times$ Hc $\times 10^{-3}$ 86, $(B \times H)_{\max} \times 10^{-3}$ 26 程度である。

Table 1 Magnetic properties due to subzero treatment in -72° of specimens, applying different normalizing temperature.

Normalizing temperature ($^{\circ}\text{C}$)	Residual induction Br(gauss)	Coercive force Hc(Oe)	$\text{Br} \times \text{Hc} \times 10^{-3}$	$(\text{B} \times \text{H})_{\text{max}} \times 10^{-3}$	Magnetic saturation I_{∞} (gauss)
1100	4,600	61	280	113	631
1120	2,300	47	108	46	376
1140	800	47	38	10	185

3. 実験結果に対する考察

一般にマルテンサイト変態は普通の拡散変態とは異なり、一定温度に保持しても変態は進行せず、ある温度区域を冷却されるときのみ進行する。従つてこの温度区域すなわち Ms 点と Mf 点が常温の上下にまたがるような場合には常温にては當然残留オーステナイトが生ずる。

本鋼種の場合には焼入温度を上昇するほど残留オーステナイトを増し、Br を減じ、Hc を増す。また焼入前の焼準温度が 1150° 以上の場合はほとんど大部分のオーステナイトを残存する。焼入後サブゼロ処理を行つて残留オーステナイトを分解させると Br を増すが同時に Hc を減少する。これはある程度残留オーステナイトがマルテンサイトの共存において Hc を増加することを示し、一般に焼入温度が高いと Hc の高いこと、恒温浴焼入の Hc の高いこと、水冷あるいは油冷にくらべて空冷の Hc の高いことなどはいずれも残留オーステナイトに起因するものと考えられる。

マルテンサイト変態区域内で冷却を中断して、その温度に長時間保持しても多くの場合変態はほとんど進行せず、かつ再び冷却を始めてもある温度下つてからでなければ変態は起らない。この現象は *stabilization* と呼ばれ、変態の再開始する温度を前述の如く Ms' 点で表わしている。

stabilization による温度のずれについては詳細な研究があるが、焼入温度による Ms' 点の異なることについてはあまり研究を見ない。本実験によれば $800 \sim 1000^{\circ}$ においては焼入温度の高いほど Ms' 点が高い (Fig. 1 参照)。一般に焼入温度が高いほど一次 Ar'' すなわち Ms 点が高い

と考えられる故、焼入温度の高いほど温度のずれが少ない。しかし焼準 ($1100 \sim 1210^{\circ}$) 後のサブゼロ処理の場合はこれと反対で、この温度範囲では焼準温度の低いほど膨脹開始温度が高い (Fig. 5 参照)。これは焼準温度と冷却速度

(空冷)によるマルテンサイトとオーステナイトの生成配分量とその残留オーステナイトの安定性に起因するものと考えられる。

なお上述のサブゼロ処理による磁性の変化からも明らかに、残留オーステナイトを完全になくすことは困難である。また焼準によるオーステナイトを焼入せずに直ちにサブゼロ処理を行つても完全にマルテンサイト化することは出来ない。これは 1150° 焼準の場合 Ms 点が低温にあるためと考えられる。また -183° に下げた場合もほとんどオーステナイトは分解しない。

IV. 結 言

上述の実験結果を要約すると次の通りである。

- (1) 焼入後サブゼロ処理による変態再開始温度 Ms' 点は焼入温度が高いほど高温に移動するが、焼準のままのものをサブゼロ処理をすると変態再開始温度は焼準温度の高いほど低温になる。
- (2) 焼入後 -72° にサブゼロ処理を行うと、残留オーステナイトが分解し、 I_{∞} , Br は増すが、Hc は減少する。
- (3) サブゼロ処理温度は低いほど残留オーステナイトの分解が多く、Br は増すが、Hc が低下する。
- (4) 焼入後の常温放置による *stabilization* はサブゼロ処理温度 -72° の場合や、著しく現われる。
- (5) 焼準後焼入せずにサブゼロを行うと硬度は Rc 50 ~ 55 に増加するが、残留オーステナイトはあまり分解されない。これは -183° に冷却しても同様である。