圧縮焼入による工具鋼の硬度増加について*

大島 聡範** 矢竹 丘*** 萩原 巖****

Toshinori Ôshima, Takashi Yatake and Iwao Hagiwara: Hardness Increment of Tool Steel by "Compression Quenching". In the previous reports it has been pointed out that the application of compressive stress during the cooling process of quench hardening of high carbon alloy steel causes the decrement of retained austenite. The hardening method which is based on this phenomenon was named "compression quenching" by the present authors.

In this paper the degree and factors of hardness increment as well as the effects of sub-zero and aging treatment on the "compression quenching" were studied in comparison with those of normal quenching and ausforming.

The results obtained were as follows:

- (1) The hardness increment of "compression quenching" was caused mainly by the decrement of retained austenite but partly by the work hardening of austenite due to the ausforming effect.
- (2) The hardness of the specimen aged after the "compression quenching" was as high as that of the sub-zero treated one after normal quenching.
- (3) The difference of hardness between compression and normal quenching was kept constant even after additional aging or sub-zero treatment.
- (4) The hardness increment by sub-zero treated normal quenching with the additional aging treatment was larger than that by "compression quenching".
- (5) The hardness increment by ausforming compared to the same degree by "compression quenching", required far large deformation.

(Received October 18, 1966)

I. 緒 言

高炭素合金鋼を焼入途中に、厳密にはその T_c 温度より M_s 以下までの温度範囲を応力を加えつつ冷却すると、引張応力であれば残留オーステナイトが増加し、圧縮応力であれば残留オーステナイトが減少することが知られた⁽¹⁾。ここで T_c 温度とは応力が残留オーステナイト量に影響を与える上限の温度のことであつて、それは引張応力と圧縮応力とは異なる。またその応力は単に等温的に加えても効果は少なく、冷却途中のある温度範囲にわたつて応力を加える必要が認められた。

したがつて冷却途中に圧縮応力を加えるとすくなくとも残留オーステナイトの減少による硬度増加が起るはずであり、またオーステナイトの加工に伴う硬度増加も期待されるであろう。このような意味の硬度増加をねらいとして、 T_c 温度以下から M_s 温度以下までのある温度範囲を圧縮応力を加えつつ焼入する方法を、ここで圧縮焼入と名づけた。

この圧縮焼入は、加工熱処理法の一つであるには違ひな

いが、加工の尺度として変形量よりも応力に重点をおき、その変形量は数%以下であること、またその応力付加も変態前から変態中にかけてのある温度範囲にわたつて行なわれることなど、従来の加工熱処理の形式とは著しく異なる点を有している。

本研究では高硬度の合金工具鋼の一つである Cr-Mo-V 共析鋼について圧縮焼入による硬度増加を実験的に検討し、さらに深冷処理、時効硬化、オースフォーミングなどとの比較を試み、またそれらの方法と圧縮焼入との組合せの効果についても実験した。

II. 圧縮焼入硬度と応力の関係 についての実験

1. 試料および実験方法

(1) 試料および実験方法

試料は全実験を通じ、日本製鋼所において溶製された直径 25 mm および 35 mm の鍛造丸棒であつて、Table 1 のごとき成分である。素材を真空炉にて $1000^{\circ}\text{C} \times 1 \text{ hr}$ 焼純

Table 1 Chemical composition of specimens.

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	V	Cu
0.77	0.36	0.30	0.015	0.012	0.08	1.64	0.29	0.12	0.21

後、試験片を作成した。試料の M_s 点は up-quench によつて 188°C と測定された。 T_c 点は数種の高炭素合金鋼について測定した結果、いずれも M_s 点以上約 150°C であつたので本鋼種の荷重開始温度を 350°C とした。試験片の

** 苫小牧工業高等専門学校機械工学科 (Department of Mechanical Engineering, Tomakomai Technical College, Tomakomai)

*** 富士製鉄株式会社中央研究所 (Central Research Laboratory, Fuji Iron and Steel Co., Ltd., Sagami-hara)

**** 北海道大学工学部冶金工学科 (Department of Metallurgy, Faculty of Engineering, Hokkaido University, Sapporo)

* 1966 年 4 月本会東京大会に発表

(1) 萩原, 金沢, 熊田: 本誌, **23** (1959), 735.

(2) 萩原, 金沢: 本誌, **25** (1961), 213.

温度は表面中央部に点溶接した熱電対により測定した。試片を $900^{\circ}\text{C} \times 1 \text{ hr}$ 加熱後さらに 360°C の塩浴中に急冷し、

Fig. 1 Change of hardness distribution in "Compression Quenching" by various stress.

1 分間保持後圧縮試験機にすばやくセットして 350°C より圧縮荷重をかけつつ室温まで空冷を行なつた。

最初 $25 \text{ mm} \phi \times 35 \text{ mm}$ の一体物の試験片について実験したところ Fig. 1 に示すごとく、圧縮応力の増加につれて中心部より外周部の方が硬化の傾向が大きく、一種の表面硬化現象を示した(それは表面硬化法として実用上興味のあることではある)。これには種々の原因があろうが、主として、冷却中における試片内外の温度差によつて外周部がさきにマルテンサイト変態を起して膨張し、試験片の端面が凹曲面となるため変態の初期に圧縮応力の外周部集中が生ずる結果であると考えられた。そこで、出来るだけ硬化の不均一を防ぎ、かつ端面摩擦による応力の不均一分布^③を避けるべく検討した結果、つぎのごときものが適当であると認められた。すなわち、試験片本体は $10 \text{ mm} \phi \times 10 \text{ mm}$ の円柱とし、さらに同鋼種からなる $10 \text{ mm} \phi \times 7.5 \text{ mm}$ の短い円柱を本体両端面に銅粉と研砂を用いてロウづけした外見上 $10 \text{ mm} \phi \times 25 \text{ mm}$ のものである。

圧縮応力は nominal stress で 54 kg/mm^2 までの影響について実験した。焼入した試験片本体の一端面を高速鏡面研磨機で 5 mm 研磨して得られた中央横断面について、半径方向の硬度分布をビッカース硬度計(荷重 30 kg)で測定した。

2. 実験結果

Fig. 2 に外周部(外側より 1 mm の距離)と中心部の各数回の硬度測定値の平均と圧縮応力との関係を示す。これによれば応力の比較的小さい $0 \sim 20 \text{ kg/mm}^2$ の範囲では応力 1 kg/mm^2 あたり 0.78 Hv の硬度増加率であるが、応力が大なる $35 \sim 55 \text{ kg/mm}^2$ の範囲では 0.33 Hv と、その硬化率は半分以下に減少している。したがって、硬化曲線の形から見れば 50 kg/mm^2 以上の荷重はあまり効果的でないようである。いま圧縮荷重を 50 kg/mm^2 とすれば普通焼入より約 25 Hv 高い硬度が得られる。この値は焼入硬度

800 Hv に対して比較すれば少ないように思われるであろうが、そのわずかの硬度増加が工具鋼では問題になる場合

Fig. 2 Effect of compressive stress on the changes of hardness, strain and retained austenite.

が多く、その評価についてはその他の硬化法と比較して論ずべきもので、このことはⅢの実験において述べる。

このほか、圧縮焼入に伴う試験片の圧縮歪み ϵ 、顕微鏡写真の point counting によつて測定した残留オーステナイト量 γ_R および圧縮焼入後ただちに深冷 (-196°C) 処理した場合の硬度 H_D などと応力との関係も Fig. 2 に示されている。

3. 実験結果の考察

Fig. 2 において変形曲線 ϵ と硬度曲線 H をくらべてみると、両曲線の応力に対する変化率の傾向は逆であることが知られる。一方残留オーステナイト γ_R 曲線と硬度曲線とを比較してみると γ_R の減少率は硬度の増加率に対応して変化しており、いま両曲線より硬度増加量 $\Delta H = H - H_0$ と γ_R の減少量 $\Delta \gamma = \gamma_{R0} - \gamma_R$ (いずれの場合も 0 なる添字は応力ゼロの値) の関係を求めると Fig. 3 のごとく直線関係が得られる。

このことから、圧縮焼入の硬化の主要因子はオーステナイトの変形よりもむしろ残留オーステナイトの減少に関連していると見てよからう。ただし、 ΔH と $\Delta \gamma$ が比例関係にあるということからただちに硬化が残留オーステナイトの減少するだけの理由によるものであると見るのは早計であつて、 ΔH の中にはオーステナイトの加工硬化に伴うオースフォーミング的要素も同時に含まれていると考えなければならないことは、つぎの実験結果から推定される。

Fig. 2 における H_D は圧縮焼入後ただちに -196°C の深冷処理を行なつた後の硬度曲線であるが、それは明らかに応力とともに増加している。もしもこの処理によつて残留

(3) T. A. Read, H. Markus and J. M. McCaughey: *Fracturing of Metals*, ASM, (1952), 228.

オーステナイトが完全に消失したとすれば、そしてマルテンサイトの硬度は一定なものとすれば、 H_D は応力

Fig. 3 Relationship between decrement of retained austenite and increment of hardness due to the compression.

には無関係に一定となるはずである。ただし、無荷重焼入の試験片には残留オーステナイトは深冷処理によっても完全に消失せずにわずかながら存在し(しかしそれは顕微鏡的に定量するのは困難な量であつた。)応力の増加に伴つてその深冷後の残留オーステナイトも減少する傾向が認められるので、そのための H_D 増加も考慮しなければならないが、そのような微量の残留オーステナイトの変化だけでは説明し難いほど実際の H_D の応力に対する増加率は大きく見える。したがって圧縮焼入後深冷による硬度増加の中には、残留オーステナイトの減少の他にオーステナイトの加工硬化に伴うオースフォーミングの因子が若干含まれていると推定される。

しかしながら、残留オーステナイトの減少による硬化とオーステナイトの加工による基づくマルテンサイト自身の硬化とを別々に求めることはこれだけの実験からでは無理なので、今後残留オーステナイト量を正確に測定した上で論議することにした。なおここではマルテンサイトの硬化因子の一つを簡単にオーステナイトの加工硬化という言葉で表現したけれども、その硬化の機構は実はマルテンサイト内の転位や変形双晶などにも関連をもつものであることが知られている。しかしオースフォーミングの硬化機構を論ずることはこの論文の目的ではないので上述のような表現に止める。

III. 圧縮焼入と他の硬化法との比較

1. 実験方法

前述のロウづけ試験片は多数の実験を行なうには不便なので、この実験では直径 8 mm、長さ 12 mm の一体の試験片を用いた。これは内外の圧縮効果の均一性を高めるため直径を一層小さくしたものであり、また端面からの冷却

の影響を避けるために荷重に際しては試験片と同じく 350 °C に加熱された 30 mmφ×10 mm の当て金を両端に挟んで行なつた。圧縮応力は 50 kg/mm² および 2 kg/mm² の 2 種類とし、前者を圧縮焼入、後者を普通焼入とした。前者については硬度増加に効果的な応力の上限が 50 kg/mm² 付近であるとの理由によるものであり、後者は無荷重の普通焼入における試験片両端面での冷却条件を圧縮焼入の場合と同じくするため最小限の荷重を付加したものである。実験の条件は前項とほとんど同様であるが、今回は時効の進行を阻止する意味で荷重をかけたまま 100°C から水冷した。その他時効処理は沸騰水中に、深冷処理は液体窒素中(−196°C)に浸漬して行なつた。

上記各処理をおえた試験片は湿式マイクロカッターで中心軸と平行な縦方向に 2 分割し、切断面を高速鏡面研摩機で研ぎ落して中心軸を通る縦方向断面を現出させ、この面について硬度測定を行なつた。硬度は試験片外周から 1 mm, 2.5 mm, 4 mm, (中心) の各位置について縦方向に 1 mm 間隔で 10 点ずつ測定し、分散分析を行なつた。

2. 実験結果と考察

(1) 位置による硬度分布の差について

普通焼入および圧縮焼入における縦および横方向の硬度の変化は 95% の信頼度で有意差なしと判定された。これは両者をさらに時効、深冷および深冷後時効したものについても同様であつた。よつて以下に代表的硬度として全平均を示し、これに 95% 信頼度の信頼限界を付記した。

(2) 普通焼入と圧縮焼入の比較および両者に対する時効ならびに深冷処理の影響

Fig. 4 の第一列に示すごとく普通焼入の硬度 822 Hv に

Fig. 4 Hardness increment of "Normal" and "Compression" quenchings by aging and sub-zero treatment.

対し圧縮焼入では 845 Hv となり、 $\Delta H=23$ の硬度増加を示した。

つぎに普通焼入および圧縮焼入したものについて、それぞれ $100^{\circ}\text{C} \times 30 \text{ min}$ の時効処理を行なった結果、Fig. 4 の

Fig. 5 Age hardening curves of as quenched and sub-zero treated specimens.

第 2 列に示すごとく普通焼入・時効は $845 \text{ Hv} (\pm 2.5)$ 圧縮焼入・時効では $869 \text{ Hv} (\pm 2.4)$ となり、それぞれ硬度増加を示したが両者の硬度差 $\Delta H = 24$ は時効前の値 $\Delta H = 23$ とほとんど変わらず、圧縮焼入の効果が時効処理後においてもそのまま引きつがれたことが知られた。また両者についての 10 hr までの時効曲線は Fig. 5 のごとくであり、その硬度差は 1 hr 付近でのピークをすぎ過時効による硬度低下が起きてもおおとんど変わらず保たれている。

つづいて深冷処理の影響であるが、Fig. 4 の第 3 列に示したごとく普通焼入・深冷の $869 \text{ Hv} (\pm 4.1)$ に対し圧縮焼入・深冷は $890 \text{ Hv} (\pm 2.9)$ で $\Delta H = 21$ となり、この場合も焼入状態における両者の硬度差がほとんど変わらず受けつがれている。なお深処理による硬度増加については II においてすでに考察したのでここでは触れない。

ここで注目したいのは、圧縮焼入後時効処理を行なうと普通焼入後深処理した場合と同じ硬度になり得るということである。もしも深冷処理という手段が実際上困難な場合やそれによる硬化が期待できない場合（焼入後長時間室温放置または低温焼戻が必要な製品では残留オーステナイトの安定化によつて深冷硬化が期待し得ない）には圧縮焼入後時効処理することの方が有利である。

(3) 深冷処理後の時効処理について

興味深いことには、深冷処理の後に時効処理すると普通焼入も圧縮焼入もほとんど同じ硬度になる。すなわち Fig. 4 の最終列に見るごとく普通焼入・深冷・時効は $913 \text{ Hv} (\pm 2.4)$ を示したのに対し、圧縮焼入・深冷・時効も $915 \text{ Hv} (\pm 4.6)$ と両者はほぼ同等となり硬度差はほとんどなくなった。また (b) における焼入後の時効による硬度増加は普通焼入の 23 Hv に対して圧縮焼入の 24 Hv と両者はほぼ等しかつたが、深冷後においては時効による硬度増加は圧縮焼入の 25 Hv に対して普通焼入では 46 Hv となりほとんど二倍近い増加値を示した。両者についての時効曲線をみ

ると Fig. 5 のごとく硬化のピーク付近で両者の硬度差はほとんどなくなっている。

普通焼入試料の時効硬化率が焼入後と焼入・深冷後で非常に異なり、焼入・深冷後においては圧縮焼入試料に比してほとんど 2 倍の硬度増加を示すことについては判然としない。深冷後の時効によつて残留オーステナイトが不安定となり、時効過程の初期にことごとく分解するためか、あるいは深冷処理において生ずるマルテンサイト変態の付加にりによつて生ずる転位または格子欠陥とそこへの炭化物の析出に關することなのか、今後の研究問題であらう。

(4) オースフォーミングとの比較

圧縮焼入がオースフォーミングと異なる点を有することを緒言において述べた。しかしながら応力には塑性変形が伴なうものであることを考慮するならば、圧縮焼入の硬化因子の中にオースフォーミング的效果が全くないとは断定できない。それがどの程度含まれているかということは測定し難いが、ここでは単に両者の比較実験を試みた。

工具鋼に対する実験例⁽⁴⁾を参考にして最初の実験では加工温度に $500^{\circ}\text{C} \sim 400^{\circ}\text{C}$ の間を選定し、圧縮焼入と比較するためにこれと同じ圧縮応力 50 kg/mm^2 を加えることにした。そのため試験片を 500°C のソルトバスに短時間保持後取り出し、同じ温度の当て金を用いてただちに荷重をかけ、 400°C に至つて荷重を除き 100°C から水冷した。その結果 11.3% の圧縮歪みと $831 \text{ Hv} (\pm 3.7)$ の硬度が得られた。これを圧縮焼入と比べると歪みにおいて約 2 倍大きく硬度において 14 Hv 低く、普通焼入の硬度よりは 9 Hv だけ高いという結果になつた。換言すればオースフォーミングによる硬度増加は、同じ荷重による圧縮焼入のその約 $1/3$ であつたということになる。

以上の実験は圧縮焼入と直接比較することを重点において同一荷重を選んだのであるが、これだけではオースフォーミングとしては加工歪みが少ない嫌がある。そこでつぎに荷重を増して 100 kg/mm^2 とし、荷重温度範囲はオーステナイトがより多く安定になるように少し下げて $450^{\circ} \sim 350^{\circ}\text{C}$ として実験を行なつた。その結果は圧縮歪み 18.7% 、硬度 $835 \text{ Hv} (\pm 3.1)$ となつて、加工歪みの増加と加工温度の低下にもかかわらずオースフォーミングによる硬度増加は軽微であり、依然として圧縮焼入硬度にはおよばぬことが知られた。これよりみると、圧縮焼入と同等の硬化を得ようとすれば非常に多量の加工変形を与える必要があらう。

IV. 総 括

(1) 圧縮焼入による硬度増加は主として残留オーステナイトの減少によるものであるが、オーステナイトの加工硬化によるオースフォーミング的因子も若干含まれている

(4) 田村, 茨木, 野崎: 本誌, 29 (1965), 605.

のと考えられる。

(2) 圧縮焼入後時効すると普通焼入後深冷処理したものと同等の硬度が得られる。

(3) 圧縮焼入と普通焼入の硬度差は両者をそれぞれ時効あるいは深冷処理した後も変わらず一定に保たれている。

(4) 深冷処理後の時効による硬度増加は圧縮焼入よりも普通焼入の方が大きかった。

(5) オースフォーミングによつて圧縮焼入と同程度の硬度増加を生ぜしむるには、はるかに多量の加工変形が必要であることが判つた。

本研究に多大の協力を与えられた現在富士製鉄株式会社中央研究所金沢正午博士に感謝するとともに、実験の一部に協力された大林、岩城、徳山、稲葉の諸氏ならびに試料を提供された株式会社日本製鋼所に謝意を表する。