

論文

超サブゼロ処理における残留オーステナイトの挙動

石田直洋* 藤木 栄*

Behavior of retained austenite on super sub-zero treatment

Naohiro ISHIDA and Sakae FUJIKI

Abstract This is a study of sub-zero treatment (SZ) and super sub-zero treatment (SSZ) for JIS-SK3 and Stainless steel. The SZ conditions varied in temperature and sitting time until SZ. The specimens were evaluated for the Rockwell hardness (HRC) and quantity of Retained austenite(R_c).

The results show that the Rockwell hardness increased by varying the SZ conditions. The effects were large with a short sitting time at SZ(at 0~-70). However, the effect of sitting time was not seen at SSZ(-196).

Keywords Sub-zero treatment , Super sub-zero treatment , Rockwell hardness , Retained austenite

1. 緒 言

鋼を焼入れすると、合金元素の種類、添加量および熱処理条件の相違によってマルテンサイト相に多少のオーステナイトが残留する。この残留オーステナイト(以下 R_c という)は硬さの低下や経年変化を引き起こすので、これを防止するためサブゼロ処理が行われている。

筆者らは、焼入れ後長時間放置した鋼に短時間のサブゼロ処理を行っただけで十分な効果があることを報告した¹⁾。本研究では、サブゼロ処理における処理温度とサブゼロ処理前の焼戻し操作が、硬さと R_c 量の変化に及ぼす影響を検討した。

2. 実験方法

供試材は工具鋼 (SK3) およびマルテンサイト系ステンレス鋼 (日立金属: 銀紙5号) の2種類を使用した。供試材の化学成分を表1に示す。

表1 供試材の化学成分 (mass %)

| | C | Si | Mn | P | S | Ni | Cr | Mo |
|--------|------|------|------|-------|-------|------|-------|------|
| ステンレス鋼 | 0.71 | 0.31 | 0.65 | 0.018 | 0.004 | 0.11 | 12.65 | 0.06 |
| SK3 | 0.99 | 0.26 | 0.97 | 0.018 | 0.009 | 0.06 | 0.52 | 0.05 |

また、供試材の形状を図1に、供試材の熱処理およびサブゼロ処理条件を表2に示す。

表2の処理条件で作成した試料のマイクロビッカース硬さ測定、X線による R_c 量測定、金属組織の走査型電子顕微鏡 (SEM) 観察等を行った。硬さの値は3回測定し、その平均値とした。

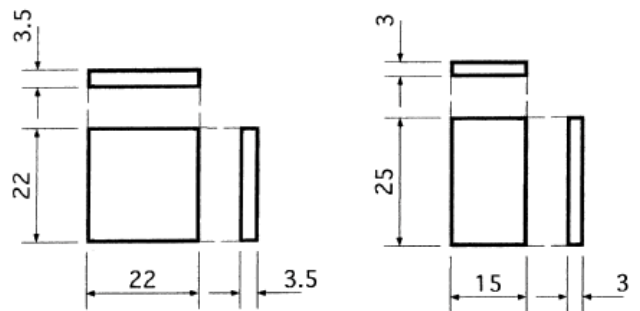


図1 供試材の形状 (mm)

表2 供試材の処理条件

| | |
|------|---|
| 焼入温度 | SK3 (870 ×30分: 油冷) ステンレス鋼 (1200 ×30分: 空冷) |
| 放置時間 | 2時間, 1日, 3日, 10日 |
| 浸漬時間 | 30分 |
| 焼戻温度 | SK3 (50~250) ステンレス鋼 (50~200) |

| | |
|-----------|---|
| サブゼロ処理温度 | 0~-196 (10~11点測定) |
| サブゼロ処理の冷媒 | 0~-10 氷+水 -20~-80 アルコール+ドライアイス ~-196 液体窒素 |

*なお、焼入温度は R_c を多く析出させるためにJISの条件よりも高めに設定した。

*材料技術グループ

3. 結果および考察

3.1 処理温度と硬さの関係

図2および3は、SK3の焼入れ後の処理温度と硬さの関係および処理温度と R_c 量の関係である。図2から、各処理温度とも焼入れ後の放置時間が短いほど硬さは大きいことがわかる。-80では硬さに放置時間の影響が見られなくなった。 R_c は室温放置で安定化するのだから放置時間が短いとサブゼロの効果が高い。しかし、-80以下では、 R_c の安定化よりもサブゼロ処理の効果が上回ったため、放置時間の影響がなくなったと考えられる。また、-196(超サブゼロ処理)では-80に比べて硬さはわずかに増加する。この結果から、硬さはサブゼロ処理(-80)でも十分な効果が得られると判断できる。これは、前報¹⁾と一致する結果であった。図3を見ると、放置時間の影響は図2と同じ傾向であり、 R_c 量は焼入れ後の放置時間が短いほど減少し、-80以下では放置時間による違いがほとんどなくなる。すなわち、 R_c が室温よりも低い温度に冷却されるとマルテンサイト変態を起こし、硬さが増加したとみられる。

図4にSK3のSEMによる金属組織観察の結果を示す。細く針状に現れているのがマルテンサイトの結晶粒であり、丸く白い粒は焼入れ時に固溶しきれなかった炭化物である。組織は均一なマルテンサイト相を成しており、処理温度および焼入れ後の放置時間による違いは見られ

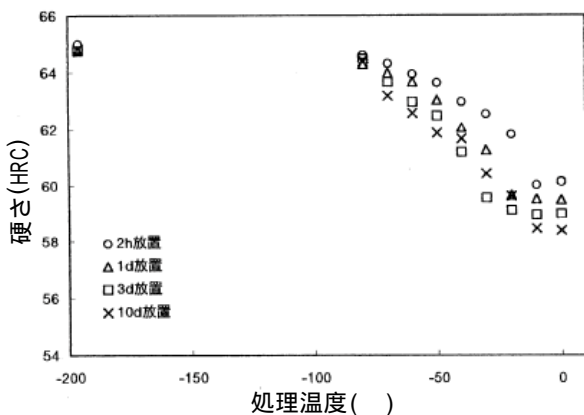


図2 処理温度と硬さの関係 (SK3)

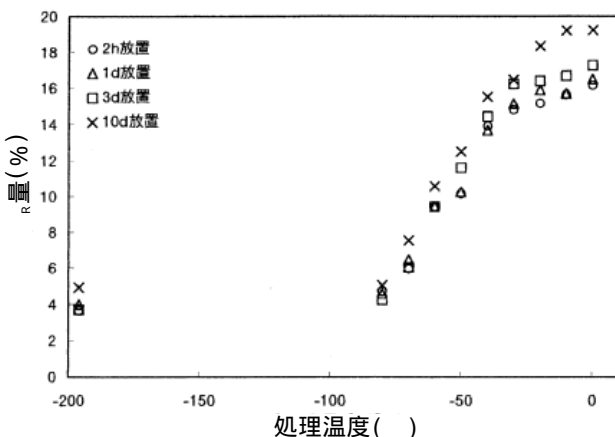


図3 処理温度と R_c 量の関係 (SK3)

なかった。図3の処理温度0では R_c が15~20%と多く存在しているが、SEMによる組織観察では R_c は確認できなかった。その理由は、 R_c が焼入れ時のマルテンサイト結晶の成長段階で変態できなかった部分であり、マルテンサイトに比べて組織現出されないため、SEMでは見えなかったと思われる。

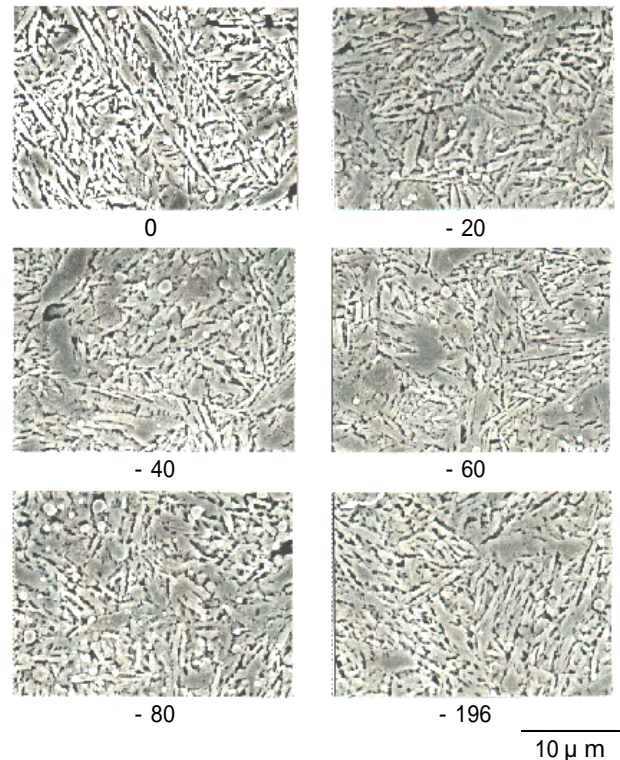


図4 SEMによる金属組織観察 (SK3 10日放置)

図5および6は、ステンレス鋼の焼入れ後の処理温度と硬さの関係および処理温度と R_c 量の関係である。図5から、各処理温度とも焼入れ後の放置時間が短いほど硬さは増加している。-80あたりからはほとんど差がなくなり、-196(超サブゼロ処理)でも硬さはあまり変わらず、SK3と同様の傾向がみられた。しかし、図6を見ると、 R_c 量は焼入れ後の放置時間の影響を受けていないことがわかる。 R_c 量は0~-130で90%以上存在しており、 R_c のマルテンサイト変態で R_c 量が減少し、硬さが増加する傾向と異なっている。

図7にステンレス鋼のSEMによる金属組織観察の結果を示した。組織は均一な R_c 相を成しており、旧オーステナイト結晶粒界もはっきりとわかる。また、細かな針状に見えるのがマルテンサイトの結晶であり、放置時間が短いほどマルテンサイトへの変態量が多いことも確認できた。図6の R_c 量がほとんど減少しないのに図5の硬さが増加した理由は、処理温度の低下に伴い、旧オーステナイト結晶粒の粒界付近からマルテンサイト組織が析出しているため硬さが増加しているとわかった。

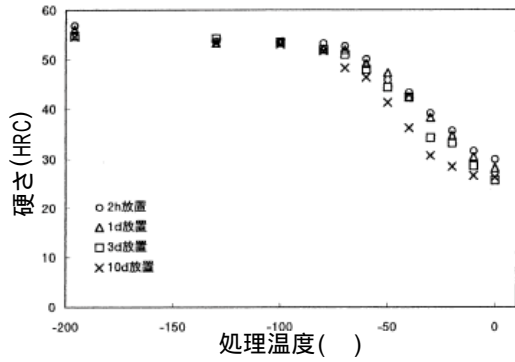


図5 処理温度と硬さの関係(ステンレス鋼)

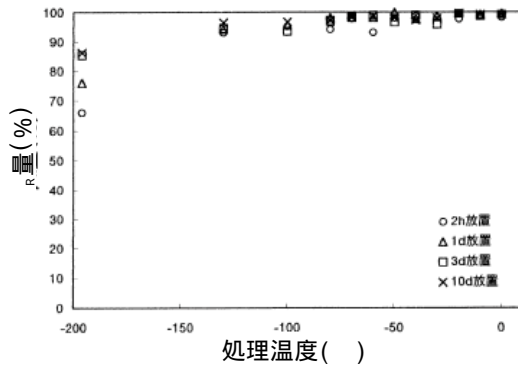


図6 処理温度と R 量の関係(ステンレス鋼)

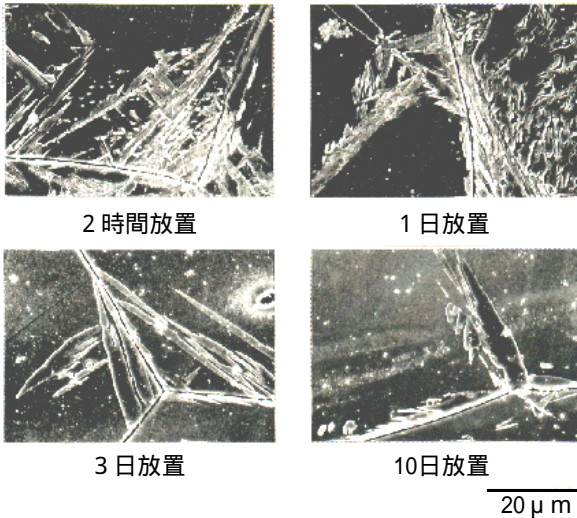


図7 SEMによる金属組織観察(ステンレス鋼 処理温度 0)

3.2 焼戻し後のサブゼロ処理の効果

焼戻し後におけるサブゼロ処理の効果を検討するため、50～250 の温度で焼戻し後にサブゼロ処理を行い、硬さおよび R 量を測定した。

図8および9に、SK3の硬さと焼戻温度の関係および R 量と焼戻温度の関係を示した。100 以下の焼戻しではその後のサブゼロ処理の効果で R 量が減少し、硬さが増加している。しかし、150 では R の安定化の影響で R 量の減少がわずかとなり、サブゼロ処理の効果が低下していることがわかる。また、200 以上で焼戻しを行った場合は、その後にサブゼロ処理を行っても硬さは増加せず、焼入マルテンサイトからの炭化物析出および R の分解の影響により、焼入れのみよりも硬さが低

くなった。

図10に焼戻し後にサブゼロ処理を行ったSK3の金属組織観察の結果を示した。サブゼロ処理前に100 の焼戻しを行った場合は、サブゼロ処理のみと比べ組織にはほとんど差がみられない。しかし、150 以上で焼戻しを行った場合はそれらと比較すると、異なる組織となった。150 および200 の焼戻し後にサブゼロ処理を行っても、それ以上硬さは増加しない理由は、焼入マルテンサイト組織が、フェライトと炭化物からなる焼戻マルテンサイト組織に変化するためである。

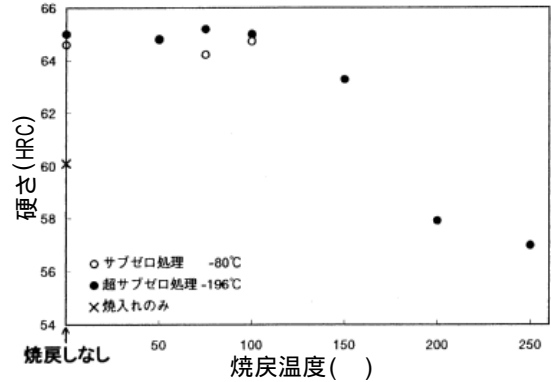


図8 硬さと焼戻温度の関係(SK3)

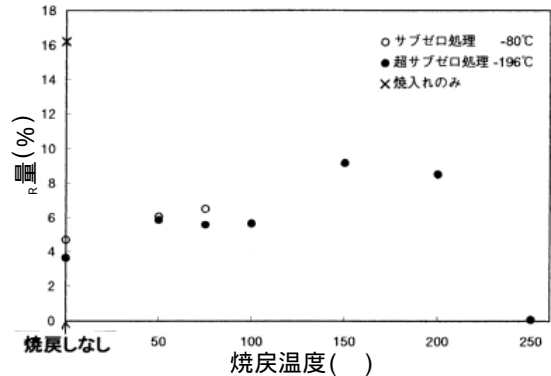


図9 R 量と焼戻温度の関係(SK3)

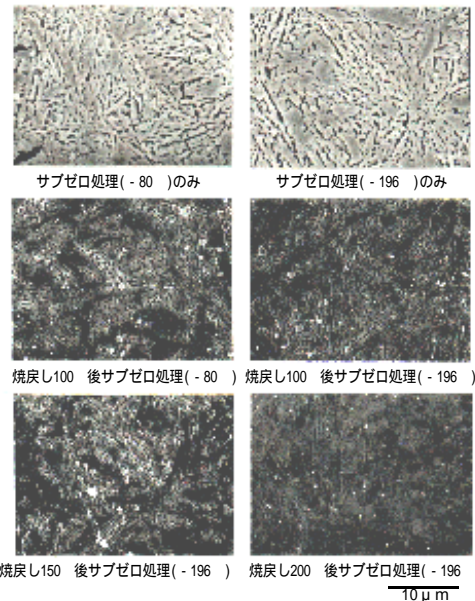


図10 SEMによる金属組織観察(SK3)

図11および12に、ステンレス鋼の硬さと焼戻温度の関係および R_c 量と焼戻温度の関係を示した。200 以下の焼戻しでは、焼戻温度の違いによる硬さへの影響はみられず、50~200 のすべての試料がサブゼロ処理のみとほとんど同じ硬さであった。しかし、図12では、焼戻温度が200 まで変化しても R_c 量は減少せず、90%以上存在していることがわかる。これは、マルテンサイト変態で R_c 量が減少することにより、硬さが増加するという傾向と異なっている。

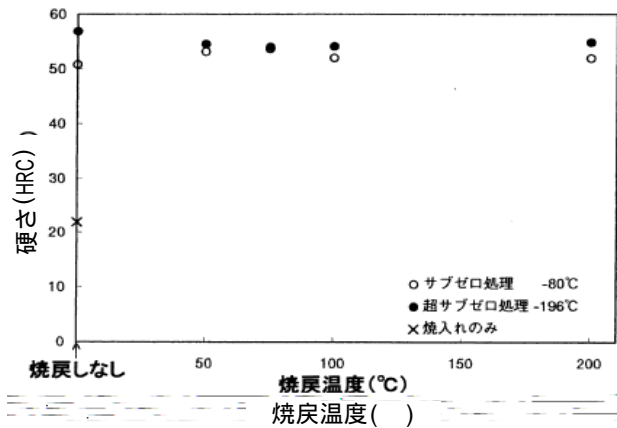


図11 硬さと焼戻温度の関係(ステンレス鋼)

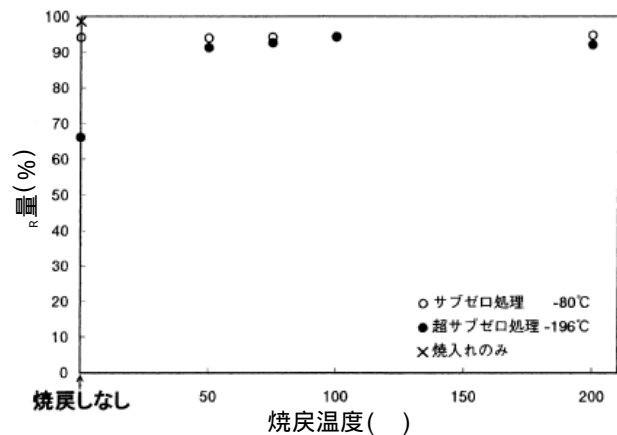


図12 R_c 量と焼戻温度の関係(ステンレス鋼)

その理由は、図13に示すステンレス鋼の金属組織観察から明らかになった。網目状に成長した針状結晶はマルテンサイトであり、旧オーステナイト結晶粒界もわずかに観察できる。サブゼロ処理前に200 以下の焼戻しを行った試料は、サブゼロ処理のみと同じようにマルテンサイト変態を起こしていることが確認できた。図12の R_c 量がほとんど減少しないのに図11の硬さが増加した理由は、処理温度の低下に伴う R_c のマルテンサイト変態によるものであることがわかった。

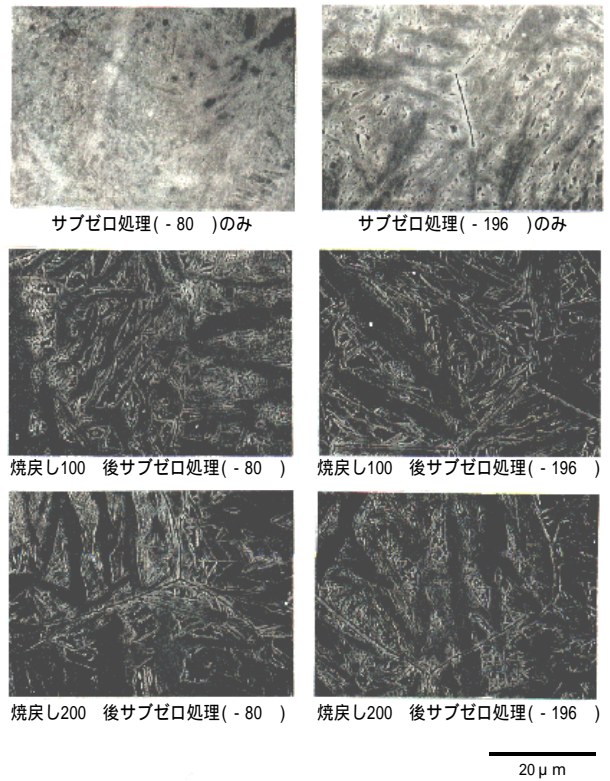


図13 SEMによる金属組織観察(ステンレス鋼)

4. 結 言

- 1) SK3およびステンレス鋼の0 ~ -70 におけるサブゼロ処理では、焼入れ後の放置時間が短いほど硬さが増加したが、-80 のサブゼロ処理および-196 の超サブゼロ処理では放置時間が長くても硬さが増加した。
- 2) SK3の R_c は、サブゼロ処理温度の低下に伴いマルテンサイト変態し、その量が減少した。
- 3) ステンレス鋼の R_c は、金属組織観察によってマルテンサイト変態することが確認できた。
- 4) SK3は100 以下の焼戻し後にサブゼロ処理を行っても硬さが増加することがわかり、また、ステンレス鋼は200 以下の焼戻し後にサブゼロ処理を行っても効果があることがわかった。

5. 参考文献

- 1) 石田直洋, 藤木 栄: 東京都立工業技術センター研究報告, 26, 17-20 (1997).
(原稿受付 平成11年8月9日)