

焼鈍状態では処理しないものに対し 20% 近く衝撃値が低下する。

10. 高温パーナイト域に於ける等温変態の進行はB処理の有無を問わず著しく強靱性を低下させるが、B処理によりこの傾向が助長されることは認められない。300°C附近の等温変態処理は強靱性を少々改良する。

11. 低温に於ける衝撃値はB処理により遷移温度が上昇する傾向を示した。

12. 高温で粗粒化し徐冷することにより、粒界に生ずる網状の Boron constituent の観察が可能である。このものは普通の熱処理の場合には観察し難いが、焼鈍或は不完全焼入時の靱性の低下と関係があると推定される。

13. B鋼はその適切な使用により貴重な合金成分の節約、製造工程の合理化に対し大きな効果が期待される。然し工業化の前提として製鋼より熱処理に至る諸作業の標準化と、焼入性、粒度を含む各種の鋼質試験を各熔解

に対し確実に実施し製品の均一性を保つことが最も重要と考えられる。

終りに本研究の遂行に当り御懇篤な御指導を賜わった東京大学教授工学博士三島徳七先生、東北大学教授工学博士今井勇之進先生、住友金属工業株式会社製鋼所長小出秋彦氏始め多数の方々へ深甚の感謝の意を捧げると共に実験に協力せられた数井良一、友本清一両氏の勞を謝する次第である(昭和 28 年 3 月寄稿)

#### 文 献

1)~23): 前報<sup>24)</sup> の引用文献参照

24) 河井, 井上, 小川: 本誌前號に掲載

25) R. A. Grange, W. B. Seens, W. S. Holt & T. M. Garuey: Trans. A.S.M. (1950) 75

26) 萩原: 本誌 28 (1942) 1209

27) H. Schrader, H. J. Wiester u. H. Siepman: Arch. Eisenhüttenwesen 21 (1950) 21

28) 高尾, 國井: 本誌 38 (1952) 10, 110

## 軸受鋼の熱処理の研究 (I)

(熱処理による機械的性質と寸法安定性との関係)

(昭和 28 年 4 月本會講演大會にて発表)

三橋鐵太郎\*\*・上野 學\*

### STUDY ON HEAT-TREATMENT OF THE BALL BEARING STEEL (I)

*Tetsutaro Mitsuhashi, Dr. Eng. and Manabu Ueno*

#### Synopsis:

Specimens of the ball bearing steel, SUJ 2, were heat-treated by subzero-treatment, oil quenching and tempering, martempering-oil cooling, and martempering-air cooling. Some groups of these were tested in the static notched bending of charpy-type specimens and the compressive breaking of ring shaped one, and the other were studied as to the dimensional stability of retained austenite by various quenching methods. The quantitative determination by point-counting and lineal analysis was carried out in microscopical methods.

The results of experiment were as follows:

1) In the ball bearing steel, SUJ 2, the coarsening temperature of austenite grain was at 870°C, duplex range was from 930°C to 1050°C, and quenching crack was generated by quenching from above 850°C austenitizing temperature. Considering above these, retained austenite and carbide solubility, the best austenitizing temperature was at 840°C±5°C.

2) In the compressive breaking test the oil quenching and tempering was superior to subzero

\*\* 工業技術院機械試験所 工博, \* 〃 所員

heat-treatment, but there was the tempered brittleness at 180°C and 250°C tempering temperature in the static notched bending test. In sabzero-treatment there was no notched brittleness. Both martempering heat-treatment made the specimens generate the primary acicular bainite, and on account of its hardness was too low, but the mechanical properties were very good.

3) From dimensional stability at room temperature by various quenching the experimental equations were gained:

$$\begin{aligned} \text{Sabzero treatment} & \dots\dots\dots x = -99 \cdot 2 [1 - e^{-0.0970t^{0.163}}] + 6 \cdot 72 [1 - e^{-2 \cdot 10t^{0.22}}] \\ \text{Oil quenching} & \dots\dots\dots x = -93 \cdot 8 [1 - e^{-0.0970t^{0.163}}] + 49 \cdot 4 [1 - e^{-1 \cdot 21t^{0.17}}] \\ \text{Interrupted quenching} & \dots\dots\dots x = -90 \cdot 9 [1 - e^{-0.0970t^{0.163}}] + 86 \cdot 4 [1 - e^{-0.564t^{0.147}}] \end{aligned}$$

4) Lineal analysis and point-counting with microscopical photographs without the Hurlbut counter were inadequate for quantitative determination of this degree's retained austenite. Lineal analysis was more convenient in quantitative determination than point counting.

I. 緒 言

最近機械工業の発展、特に航空機の進歩により軸受部分の精度の向上が要望せられるに到つた。当然軸受部の精度及び性能の向上には軸受鋼の材質及び熱処理の相異にもとづく種々の現象を精確に把握することが必要である。米国の或るベアリング会社ではマルテンパリング処理及びサブゼロ処理等の工業化が実施されているとのことである。当試験所において我国の軸受鋼の諸性質の向上を目的として一連の研究を行つてゐるが、今回第1報として結晶粒生長特性とマルテンパリング処理、サブゼロ処理、油焼入焼戻処理による機械的性質の変化、及び焼入した際の残留オーステナイトの常温時効による寸法変化とサブゼロ処理したマルテンサイトの時効による寸法変化との関係、又残留オーステナイトの point counting と lineal analysis の方法による定量法の信頼度について報告する。

II. 実験結果

1) 試料の化学成分

実験に使用した試料は光洋ベアリング株式会社提供の低Cr高炭素鋼で、J.F.S.規格(金属480S)のSUJ.2(軸受鋼2種)に当りその分析結果は第1表の如くである。

試料のNo.1は硬度測定、切欠曲げ試験、寸法安定性測定と結晶粒成長特性測定に使用し、No.2は圧縮試験、残留オーステナイトの測定と結晶粒成長特性測定に用いた。試料の寸法は他の項で記述する。

2) 焼入条件の決定

焼入温度を決定する前に此のCr鋼はオーステナイト領域において如何なる粒子生長特性、混粒域及び結晶粒粗大化温度を示すかを予備的に実験した。Cr鋼は炭素量が過共析なる故各温度に一定時間保持後徐冷する徐冷法を採用し、学振19小委員会の方法に準拠した。各温度での保持時間は2時間としたが、此のCr鋼は保持時間が6時間でも飽和せず<sup>2)</sup>生長を続けるのであるが学振の規定により2時間と決定した。以上の実験の方法と比較するため2回焼入法も並行して行つた。混粒の定義は±1以上粒度の異なる粒子が1/4以上の面積を占める物<sup>3)</sup>として混粒範囲を決定した。此の結果は第1図に示す。丸印は徐冷法で×印は2回焼入法である。これによると混粒域は930°C~1050°Cの温度範囲であり、結晶粒粗大化開始温度は870°Cである。

焼入硬度曲線を求めるため750°C, 800°C, 820°C, 840°C, 850°C, 875°C, 900°C, 950°Cの各温度より油冷してマイクロ硬度計にて測定し、1948年のA.S.M.のHandbookによる硬度換算表にてロックウェル“C”硬度に換算した。

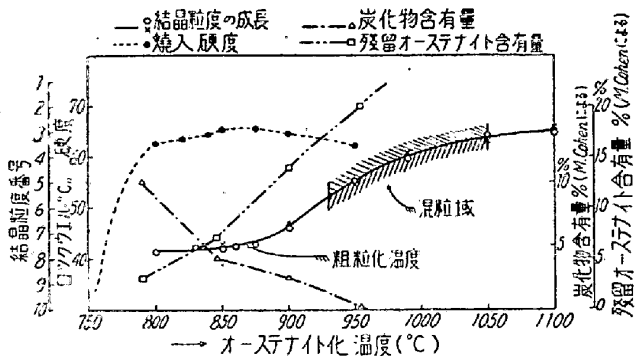
第1表 試験中の化学成分

試料 No.	化 学 成 分						備 考
	T. C%	Si%	Mn%	P%	S%	Cr%	
1	0.87	0.26	0.38	0.041	0.023	1.26	硬度曲げ試験、寸法変化の測定に使用
2	0.99	0.29	0.32	0.002	0.014	1.34	破壊試験、残留オーステナイト、結晶粒成長測定に使用

その結果は第1図に示してある如く焼が入るのは 800°C からである。850°C 以上の温度より焼入すると焼割れを生ずる。故に焼入温度範囲としては 800°C~840°C の範囲が適當であることが知られる。

焼入温度の保持時間は 30 分間である。硬度測定を試料の寸法は 1/2" の直径で 1/2" の高さの円柱状の試片である。

硬度の測定回数を 5 回として、これより母標準偏差を求めた。その実験結果を第2表に示す。



第1図 結晶粒の成長、焼入硬度、炭化物含有量、残留オーステナイト量に関するオーステナイト化温度の影響

的に考えると結晶粒粗大化を開始せずに、炭化物の溶込が適當で、焼入硬度が高く、且又残留オーステナイト量が比較的少なく、焼割れの生ずる危険のない焼入温度は844°C 附近が最適であることになるので以下の実験に於て此の温度を採用した。油焼入処理とサブゼロ処理は 840°C×30 分間加熱して油焼入した。サブゼロ処理は油焼入後約 30 分間以内にベンジンとアルコールにて試料を洗滌し石油エーテル中に液体空気を溶した冷却剤で約 -175°C の温度まで急冷した。試料 1" につき 1 時間の割合で保持して取出した M.I.T. の Cohen 教授<sup>16)</sup> によると焼入後のサブゼロ処理は早い程残留オーステナイトの安定化があらわれず、冷却による残留オーステナイトの分解が完全である。

マルテンパリングして油冷処理したものとマルテンパリングして空冷処理したものは 840°C 焼入温度より 250°C の塩浴に焼入し約 20 分間保持後前者は油冷し、後者は空冷した。次項の機械的試験と寸法の安定性の結果より明瞭であるが約 250°C に 20 分間保持したためにペーナイトが析出して残留オーステナイトの量が少なくなり且又焼入硬度が低くてペアリング鋼規格の焼入硬度 Rc 63 以上には出なかつた。このペアリング鋼は

第2表 オーステナイト化温度と硬度との關係

オーステナイト化の温度	750°C	800°C	820°C	840°C	850°C	875°C	900°C	950°C
硬度 H <sub>RC</sub>								
(1)	10.7	61.9	62.6	64.1	65.4	65.4	65.1	61.8
(2)	10.7	62.6	63.4	64.3	65.5	65.5	64.1	62.2
(3)	11.3	63.3	63.7	64.7	65.2	65.4	64.6	61.3
(4)	11.3	62.9	63.7	64.2	65.4	65.1	64.8	62.5
(5)	11.0	92.5	63.3	64.6	65.4	65.2	64.8	63.2
平均 (x̄)	11.0	62.6	63.3	64.4	65.4	65.3	64.7	62.2
標準偏差 (σ)	0.30	0.52	0.46	0.26	0.11	0.17	0.37	0.72

この表により焼入温度が低いと炭化物の溶け込みが不十分で硬度が低く且又硬度値の振れが大きい、焼入温度が高くなると残留オーステナイトの量が増大するため硬度が漸次減じて再び硬度の値の振れが大きくなる。そして 850°C の温度より焼入すると硬度の振れが一番少ないが焼割れを生ずる。

M.I.T. のCohen 教授の文献<sup>17)</sup> より焼入温度による残留オーステナイト量と炭化物含有量の關係を図示すると第1図の如くなる。即ち焼入温度が高くなると炭化物が固溶し始めるが、それに反し残留オーステナイトは焼入温度が高くなると多くなる。これらの相互關係を総括

840°C より 250°C の塩浴に焼入すると保持時間 5 分間でペーナイトの針状組織が一部の結晶粒にのみ発生し、10 分後には、総ての結晶粒に針状ペーナイトが生じ、15 分後には殆んど全部ペーナイトとなる。

此の針状ペーナイトを 1% ツエフラインクロライドを 2% 硝酸アルコール溶液に加えた腐蝕液でエッチングすると第2図の如く明瞭な針状組織がみられる。然しピクリン酸アルコールと硝酸アルコールではペーナイトの針状組織は不明瞭である。実験の結果この Cr 鋼の Mf の温度は約 215°C 附近にあることが知られる。

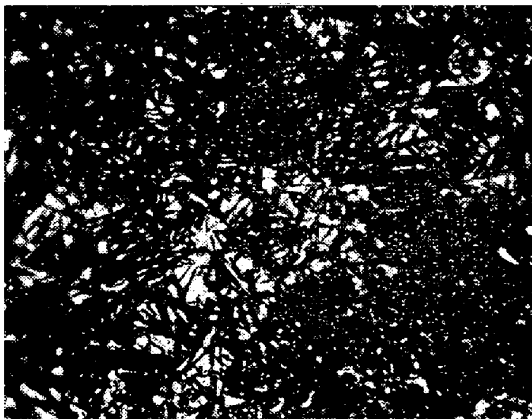
3) 各種熱処理方式による機械的性質の変化



(a) ×1000 (2/3 縮寫)



(b) ×1000 (2/3 縮寫)



(c) ×1000 (2/3 縮寫)

- a) 840°C→250°C×5min ソルトバス焼入
- b) 840°C→250°C×10min "
- c) 840°C→250°C×15min "

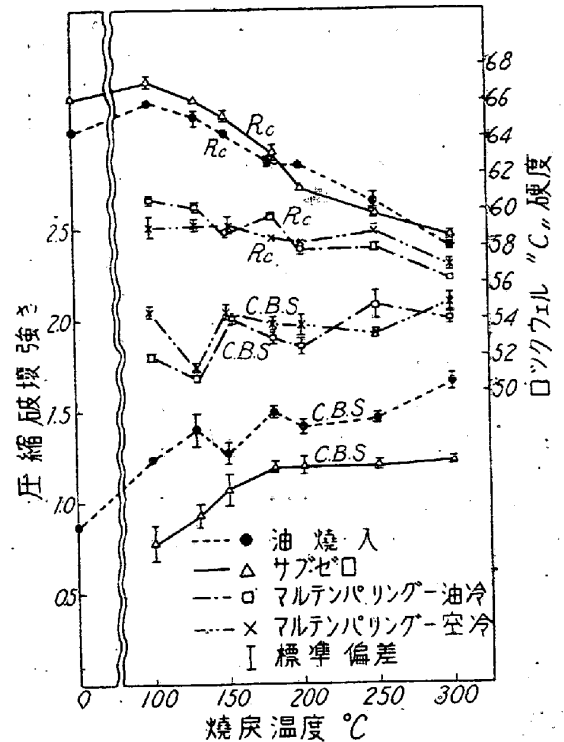
第2圖 下部針状ペーナイト，腐蝕液 1%ツェフラインクロライド+2% 硝酸溶液

前述の如く SUJ 2 の材料を用いた。圧壊試験片の寸法は 40mmφ×30mmφ×10mm のリングで，静的切欠曲げ試験片の寸法は JES の衝撃試験片の寸法と同じである。

従来ベアリング鋼のレース材の圧壊試験に一般に用いられている試験片の寸法は 80mmφ×60mmφ×20mm

で規格の規定では圧壊値は 4t 以上であることが必要である。それ故に著者が使用した圧壊試験片では上記 4t に相当する規定値は力学的計算により算出すると 1t となる。又静的切欠曲げ試験<sup>14)</sup>は硬化状態にある脆性を比較するには有効であると考えて採用した。圧壊試験の特徴としてベアリング鋼の如く規格で Rc 63 以上を必要とするものでは破断まで殆んど弾性変形とみなして差支えなく，圧壊試験片のリングの内側に最大の引張応力が加わり，これがある値以上 ( $\sigma_e$ ) になると破壊する。

焼入温度は各熱処理とも 840°C×30 分間とし，焼戻温度は 100°C, 130°C, 150°C, 180°C, 200°C, 250°C, 300°C とし，そして焼戻時間はいずれも 1 時間である。その実験結果として各熱処理方式による焼戻温度と圧壊値との関係を求めると第3圖の如くなる。

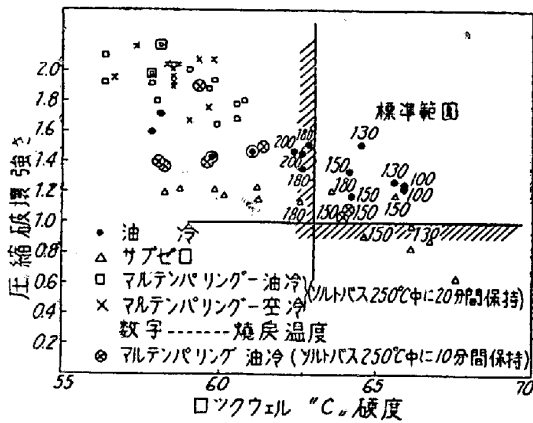


第3圖 圧縮破壊強さ，硬度と焼戻温度との関係

油焼入焼戻処理はサブゼロ処理よりも各温度で圧壊値は高いが硬度はその反対の傾向を示す。油焼入焼戻処理では約 100°C の焼戻しては硬度は上昇し且圧壊値も上昇する。

之は残留応力の一部の除去と或る種の炭化物の析出による硬化現象によると考えられる。250°C の焼戻温度においては残留オーステナイトの分解により軟化がゆるやかになり，圧壊値の増加が阻止され却つて減少がみとめられる。サブゼロ処理では普通の油焼入の場合に比して

焼入後 Rc で2位硬度が高く、約 150°C 迄に徐々にその差が減じて行き、約 200°C 以上の焼戻して逆に硬度が低くなる。サブゼロ処理では約 250°C の残留オーステナイトの分解にもどつく影響は圧壊値にみとめられない。マルテンパー油冷処理とマルテンパー空冷処理では約 250°C の塩浴焼入の際に第1次ベーマイトが析出しているため硬度も低く、焼戻温度が上昇しても著しい硬度低下の傾向もみとめられない。そして圧壊値には約 130°C にて急激な低下があるが、焼戻温度の上昇と共に圧壊値が向上する傾向はみとめられない。このことは残留オーステナイトとマルテンサイトが殆んど残存しないことを意味し、前項の第2圖のマイクロ組織と完全に一致する。次に圧壊値と硬度の関係を図示せば第4圖の如くなる。



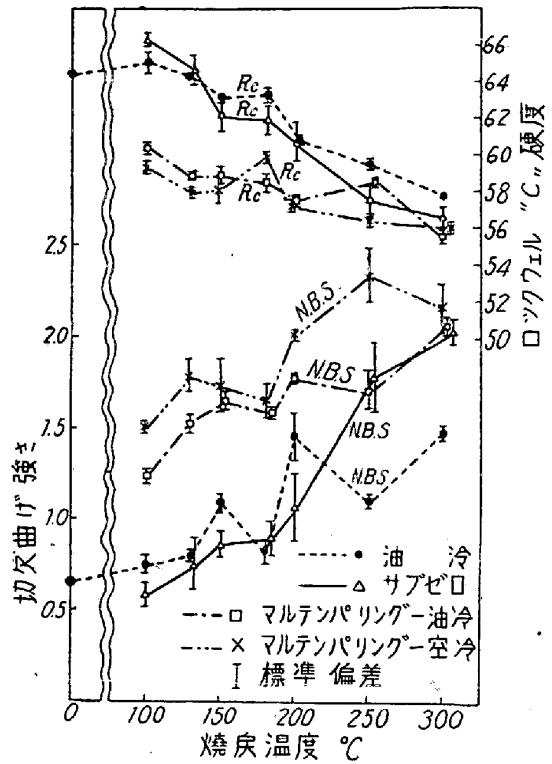
第4圖 壓縮破壊強さと硬度との関係

第4圖によると Rc 63 以上、圧壊値 1.0t 以上の規格範囲に入るのは油焼入焼戻処理では 100°C, 130°C, 150°C の温度で焼戻したものとサブゼロ処理では 150°C, 180°C の温度にて焼戻したものとマルクエンテング油冷処理で 250°C の塩浴焼入にて 10 分間保持して油冷したものとである。

この結果をみると規格の硬度と圧壊値の点においてサブゼロ処理よりも油冷処理の方が優つている。そしてこの規格範囲に入る点の数が多いためである。次に焼戻温度と切欠曲げ抗力との関係を各熱処理方式にもとづいてプロットすると第5圖の如くなる。

この実験結果によるとマルテンパー処理では各焼戻温度において硬度は一般に低目にあらわれ、且又焼戻温度の上昇するにつれて硬度が低下する傾向は存在しないが然し切欠曲げ抗力は他の処理に比して良好であり、焼戻温度と共に急に良くなる。マルテンパー空冷処理はマルテンパー油冷処理よりも切欠曲げ抗力が優秀である。

サブゼロ処理すると 200°C の焼戻温度までは油焼入



第5圖 切欠曲げ強さ硬度と焼戻温度との関係

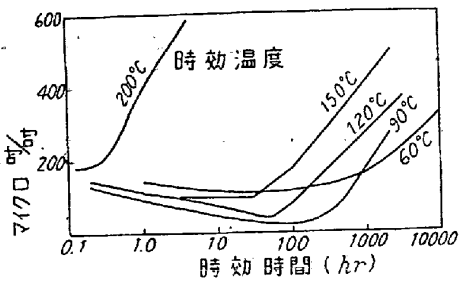
処理の方が優秀であるが、200°C より急に切欠曲げ抗力が良好となる。然も油焼入処理にて表われる 180°C と 250°C の焼戻温度における切欠脆性があらわれない。

油焼入処理で現れる 250°C 焼戻温度の切欠脆性は残留オーステナイトが分解して下ベーマイトに変化するためと考えられる。然し 180°C 焼戻温度での切欠脆性は Jack の ε-窒・炭化物の析出によるのではなく残留オーステナイトが丁度 180°C×1 時間の所で分解し始めるためと考えられる。

この理由は高炭素鋼の焼戻機構は大体3段階の変化に區別され、第1段階の焼戻変化は約 80°C~160°C の間で起り硬度の増加と著しい容積の減少と磁気僅かな低下をとめない、これは Jack の ε-窒・炭化物の析出と考えられている。第2段階は残留オーステナイトの 250°C での分解で、第3段階は中間炭化物のセメントタイトへの変化である。上述の 180°C の切欠脆性はこの第1段階の焼戻範囲よりはずれているので残留オーステナイトが Ar'' 以下のベーマイトに変態するに帰因すると思う。之を定量的に説明するため B. L. Ayerbach & Morris cohen<sup>7)</sup> の 1.0% C, 1.5% Cr, 0.2% V のボールベアリング鋼を油焼入したものと、それをサブゼロ処理したものについての各焼戻温度における寸法の時効変化の実験データを借用して次の様な計算を試みた。

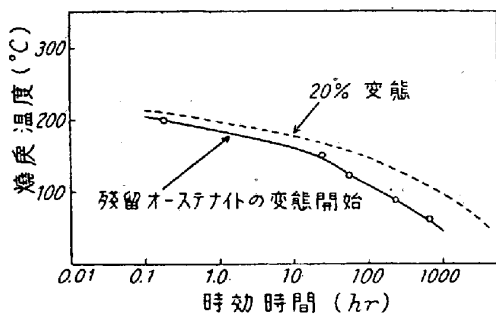
サブゼロ処理しても約2%の残留オーステナイトが残存するので、サブゼロ処理したものの寸法の時効変化か

ら 100% マルテンサイトの寸法変化を求め、これを油焼入したものの寸法の時効変化の量より減じたものは残留オーステナイトのみが各焼戻温度において分解するときの寸法の時効変化を示す。それをグラフにプロットすると第 6 圖の如くなる。



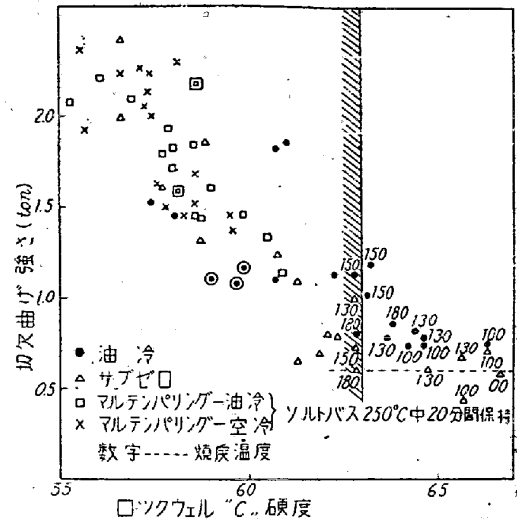
第 6 圖 軸受鋼の焼戻、時効に於ける残留オーステナイトの變化による長さの関係

斯の如く残留オーステナイトは 200°C 以下の低温度の焼戻でも時間の経過と共に分解し始めて Ar'' 以下のベーナイトに変態する。焼戻温度が低いとオーステナイトの分解が始まる潜伏期間が長くなることがみとめられる。この第 6 圖より残留オーステナイトが Ar'' 以下ベーナイトに変態する際の焼戻における変態開始線を求めると第 7 圖の如くなる。



第 7 圖 低温焼戻に於ける残留オーステナイトの変態曲線

この図より 1 時間焼戻した横軸の所の変態開始線をみると丁度焼戻温度が約 180°C である。即ちベアリング鋼を 180°C で 1 時間焼戻処理すると残留オーステナイトが分解し始める開始線にかゝり、その為残留オーステナイトの膨脹が開始されるので切欠曲げ試験の際に脆性を示すのであると考える。ところが 150°C で焼戻すると 10 時間以内保持しても残留オーステナイトの変態開始線にかゝらないで脆性を生じないと考えられる、又 180°C の脆性は 250°C の残留オーステナイトの脆性とは変態生成物のベーナイトの性質が異なるものと考えられる。



第 8 圖 切欠曲げ強さと硬度の関係

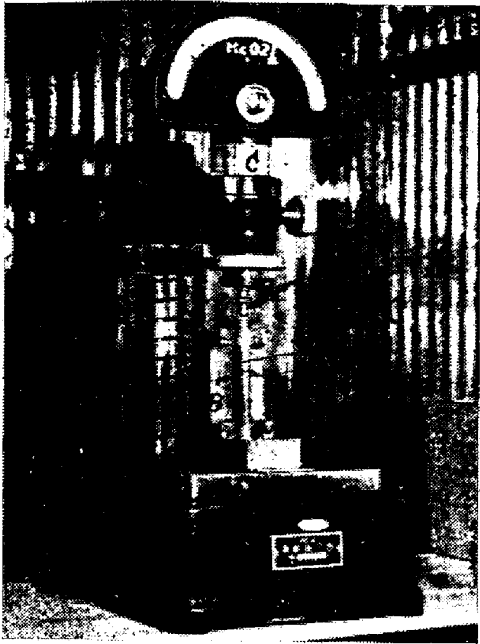
第 8 圖に示す如く硬度と切欠曲げ抗力との関係をまとめるとマルテンパリング処理は硬度が低く切欠曲げ抗力が良好であり、油焼入処理とサブゼロ処理は硬度が高く切欠曲げ抗力が低いのである。Rc 63 以上で曲げ抗力 0.6t 以上の範囲のものは油焼入処理とサブゼロ処理以外になく、油焼入処理では焼戻温度 100°C, 130°C, 150°C の 3 種のものが多く、サブゼロ処理では 100°C, 130°C のものが多いのである。図中の記号は第 4 圖と同じである。

4) 各種熱処理方式にもとづく寸法の安定性

Cohen 教授の一連の寸法安定性に関する実験方法<sup>4)5)</sup>を参考として寸法変化による残留オーステナイトの定量法及び 1 箇月以内の測定による 1 年以上の寸法変化を求め得る実験式を求めた。材料は第 1 表の No. 1 を用い、試片の寸法は 10mmφ×100mm の円柱で、両端は 50mm の曲率半径をもつ球面となつている。この試片は第 9 圖の如き支持台によつて支えられ、理研製の測微指示計のアンピル上に設置され、この装置全部が恒温槽中におかれる。

測微計の精度は ±0.2 μ 程度であり、ベアリング鋼の膨脹係数は 1×10<sup>-5</sup> 位であり、100mm の長さの試片ではその値は 1 μ であるので充分測定は可能である。恒温槽の測定期間中の温度は 150°±2°C であつた、熱処理後に酸化膜を除去し試料が充分常温に達するまで時間間隔をおき焼入後 1 時間目より測定を開始する。最初 1 時間の寸法変化は各測定値より推定される。空冷の場合は常温に達した後 1 時間後より測定を行つた。

現在我国では残留オーステナイトを定量的に正確に測定する方法がないが、残留オーステナイトの量<sup>10)</sup>は次式



A: 試料  
B: 支持器  
C: コムパレーター  
第 9 圖 精密測長装置

にて求められると報告されている。残留オーステナイト量(%) =  $3.05 \times 10^{-14} [820 - (Ms - 88^\circ F)]^{5.32} \dots [1]$   
この [1] 式は 0.75~1.35% C, 0~2.8% Cr, 0~5.4% Ni の化学成分範囲の鋼種に適用し得ると報告している。此の式より残留オーステナイト量は成分にあまり作用されず主として Ms 温度、即ちマルテンサイト変態開始温度に影響される。それで著者は Cohen 教授の X 線により測定した際と同じ熱処理条件でサブゼロ処理と油焼入処理と中断焼入処理を行つた。そうすると Cohen の残留オーステナイト量の測定値を著者の前述の 3 種の熱処理に採用してもよい。

次の如き熱処理後の組織と含有量を推定すれば次の如し。

(a) 840°C × 30 分間 → 油焼入 → -175°C サブゼロ処理……→ (4% 炭化物 + 2% 残留オーステナイト + 94% マルテンサイト)

(b) 840°C × 30 分間 → 油焼入……(4% 炭化物 + 7% 残留オーステナイト + 89% マルテンサイト)

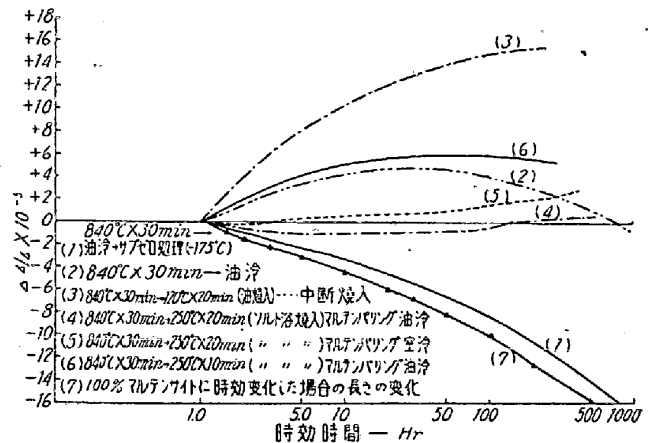
(c) 840°C × 30 分間 → 120°C × 20 分間(油浴焼入) → 空冷(中断焼入処理)……(4% 炭化物 + 9.5% 残留オーステナイト + 86.5% マルテンサイト)

(d) 840°C × 30 分間 → 250°C × 20 分間(塩浴焼入) → 油冷……(250°C に 20 分間も保持した為に残んどベナイトで残留オーステナイトは殆んどなし)

(e) 840°C × 30 分間 → 250°C × 20 分間(塩浴焼入) → 空冷……((d) に同じ)

(f) 840°C × 30 分間 → 250°C × 10 分間(塩浴焼入) → 油冷……(一部ベナイトがあるがそれ以外にマルテンと残留オーステナイトがある。この残留オーステナイトの量を寸法変化により測定する方法を示す)。

以上の (a)~(f) までの熱処理による寸法変化の時効曲線は第 10 圖の如くなる。



第 10 圖 各種焼入によつて硬化した軸受鋼の室温に於ける寸法変化

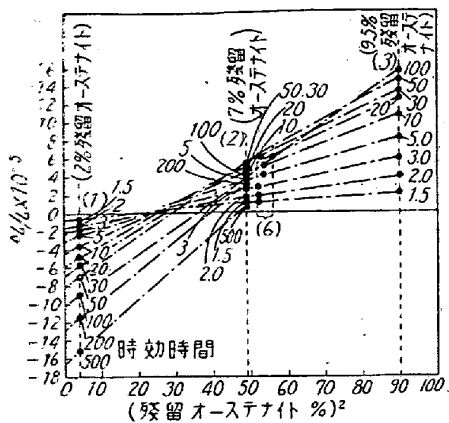
マルテンサイトの分解について Cohen 教授の<sup>9)</sup>は製造の際の Stress relief の式をマルテンサイトの分解の場合に当てはめ、次式を導いている。

$$y = a[1 - e^{-Kt(1-S)}] \dots [2]$$

$$\log \log \frac{a}{a-y} = (1-S) \log t + \log \frac{K}{2.3} \dots [3]$$

但し y: t 時間における寸法変化 ( $\Delta L/L \times 10^{-5}$ ),  
a: 分解の最後における寸法変化 ( $\Delta L/L \times 10^{-5}$ )  
S: 応力除去の係数 (温度の函数)  
K: 恒数 (温度の函数)

Cohen<sup>9)</sup> は 100% マルテンサイトの収縮を推定するため油焼入処理の場合とサブゼロ処理の場合に注目し、近似的にオーステナイトの膨脹とマルテンの収縮とは相加的に取扱えるとしているが、著者は (a) (b) (c) の曲線より残留オーステナイト含有量と寸法変化と時効時間の関係を求めてみると第 11 圖の如くなる。(a) のサブゼロ処理は 2% 残留オーステナイトが残存するので、その 2 乗を横軸にとり、各時効時間における寸法の変化量を第 10 圖の (1) よりもとめ縦軸にプロットする。同様に (b) と (c) の場合も処理してみると、(a) (b) (c) の同じ時効時間の点を結ぶと非常にきれいな直線となる。然しあるものは大きな曲率を持つ曲線となる。このことは第 11 圖よりも明瞭である。此の第 11 圖より



第 11 圖 残留オーステナイトと時効時間による寸法変化の關係

100% マルテンサイトの時効の寸法変化は横軸が 0 である縦軸の各点を求めてグラフにプロットすればよい。この点を求めて寸法変化の時効曲線を示せば第 10 圖の (7) の▲印実線の如くなる。

今  $a=110e$  (Cohen の実験値より求めた) として第 10 圖の (7) の曲線より  $y$  と  $t$  を求め [3] 式に代入して  $S$  と  $K$  を求めると  $S=0.837$ ,  $K=0.097$  となる。故に 100% マルテンサイトの収縮の実験式は、

$$\log \log \frac{110}{110-y} = 0.163 \log t - 1.375 \dots [4]$$

$$(K_0=0.097, S=0.837, a=110, y_1=10)$$

$$y = -110[1 - e^{-0.0070t^{0.163}}] \dots [5]$$

となる [ $y_1$  は  $t=1$  のときの焼入直後よりの寸法変化] 此の実験式を求める際に焼入後 1 時までの寸法変化を  $10(\Delta L/L \times 10^{-5})$  だけ収縮したと仮定すると原点付近で非常によく直線になる。又第 11 圖は焼入によつて生じた残留オーステナイトの定量にも使用し得る。例えば第 10 圖の (6) の熱処理の如く、 $840^\circ\text{C} \times 30$  分間加熱して  $250^\circ\text{C} \times 10$  分間塩浴焼入して油冷したもの常温における寸法の時効変化を求める。この時効変化曲線より各時効時間における寸法変化の値を第 11 圖にプロットすると黒丸印に示す様に縦軸に並行に列んで来る。故に (6) の熱処理をすると残留オーステナイト量は約  $\sqrt{54} \approx 7.4\%$  となる。次に残留オーステナイトの分解の実験式<sup>7)</sup>を次に示す、

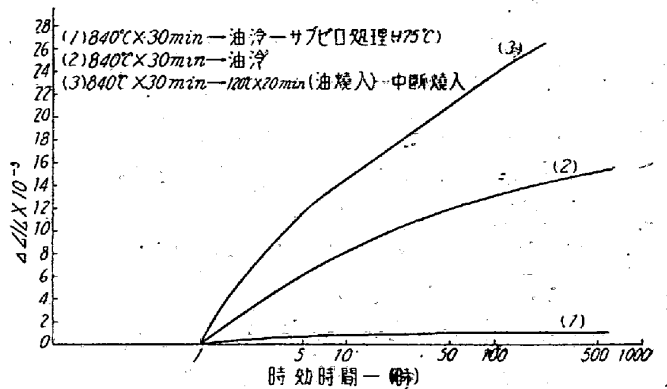
$$\log \log f/f - Z = g \log t + \log h/2.3 \dots [6]$$

$Z$ :  $15^\circ\text{C}$  における  $t$  時間ときの残留オーステナイトの膨脹量

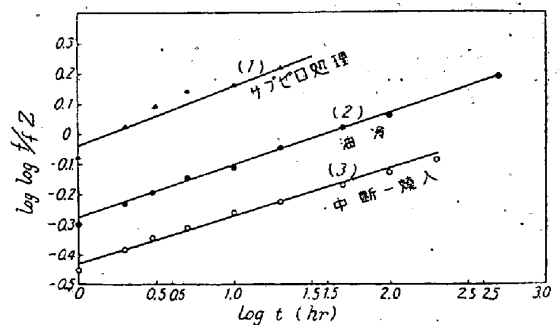
$f$ : 残留オーステナイトの全膨脹量

$g, h$ : 恒数  $t$ : 時効時間

第 10 圖より (1)-(7), (2)-(7), (3)-(7) の差を求



第 12 圖 軸受鋼の  $15^\circ\text{C}$  に於ける残留オーステナイトの分解



第 13 圖 方程式  $\log \log f/f - Z = g \log t + \log h/2.3$  に適應する  $15^\circ\text{C}$  に於ける残留オーステナイトの分解

めて時効時間に対してプロットすると第 12 圖の如くなる。これはサブゼロ処理、油焼入焼戻処理、中断焼入処理による残留オーステナイトのみの分解曲線を示す。この図より焼入直後より 1 時間までの膨脹量を考慮に入れて  $\log \log f/f - Z$  を縦軸に  $\log t$  を横軸にとり原点付近において直線となるように各熱処理の場合の  $f$  を定める、それを第 13 圖に示す。サブゼロ処理の場合  $f=7$ 、油焼入処理の場合は  $f=51.5$ 、中断焼入処理の場合は  $f=90$  である。第 13 圖より各熱処理の場合の残留オーステナイトの分解の実験式を求めれば

サブゼロ処理

$$\log \log 7/7 - Z = 0.22 \log t - 0.04 \dots [7]$$

$$(h=2.10, f=7, Z_1=6)$$

油焼入処理

$$\log \log 51.5/51.5 - Z = 0.17 \log t - 0.28 \dots [8]$$

$$(h=1.21, f=51.5, Z_1=35)$$

中断焼入処理

$$\log \log 90/90 - Z = 0.147 \log t - 0.425 \dots [9]$$

$$(h=0.864, f=90, Z_1=50)$$

となる。(但し  $Z_1$  は  $t=1$  時間ときの残留オーステナ



イトの膨脹量)

[5] 式で示す 100% マルテンサイトの収縮の実験式を求めたので、これにマルテンサイトの百分率を掛けて [7], [8], [9] 式との和を求め、それを 0.96 で割ると各熱処理にもとづく寸法変化の実験式となる。(セメントイトの含有量が 4% ある故に)。

サブゼロ処理(840°C×30分間加熱→油焼入→約-175°Cにサブゼロ処理)

$$x = -99.2[1 - e^{-0.0970t^{0.163}}] + 6.72[1 - e^{-2.10t^{0.22}}] \dots \dots \dots [10]$$

油焼入処理(840°C×30分間加熱→油焼入)

$$x = -93.8[1 - e^{-0.0970t^{0.163}}] + 49.4[1 - e^{-1.21t^{0.170}}] \dots \dots \dots [11]$$

中断焼入処理(840°C×30分間加熱→120°C×20分間油冷焼入→油冷)

$$x = -90.9[1 - e^{-0.0970t^{0.163}}] + 86.4[1 - e^{-0.66t^{0.147}}] \dots \dots \dots [12]$$

今上式による計算値と実測値を比較すると第3表の如し

用した。試料の寸法は φ6mm×2mm の円板である。Cohen 教授は Lineal Analysis に Hurlbut Counter を使用しているが、著者は顕微鏡写真を 1000 倍の倍率で連続的に 0.5mm の視野までとり、それを測長機で長さを測定した。

Point Counting は 1000 倍の倍率で試料の一部を顕微鏡写真にとり、これを印画に焼付ける際に基盤の目の如きものを入れて焼付け、その基盤の目を色々と変えて 10 枚焼付印画をつくる、この 10 枚について面積を計算した。この Lineal Analysis と Point Counting の 10 回の測定結果を統計的に処理して、その関係とその定量法の信頼度について報告する。

平均値の信頼限界は次の様に与えられる。有意水準 2% の場合、試料の数を  $n$ 、試料平均を  $\bar{x}$ 、試料から求めた母標準偏差を  $\sigma$  とすれば自由度  $\phi = n - 1$  となり、 $t$  分布表<sup>13)</sup> から  $\alpha$  と  $\phi$  とで求めた  $t_0$  値を用いて次式により計算する

但し  $\mu$  は求める平均値とする。

$$\bar{x} - t_0 \sigma / \sqrt{n} < \mu < \bar{x} + t_0 \sigma / \sqrt{n} \dots \dots \dots [13]$$

第3表 方程式 [10], [11], [12] によつて計算した値と実測値との比較

サブゼロ処理			油焼入処理			中断焼入処理		
時効時間 (hr)	計算値 ( $\mu$ )	実測値 ( $\mu$ )	時効時間 (hr)	計算値 ( $\mu$ )	実測値 ( $\mu$ )	時効時間 (hr)	計算値 ( $\mu$ )	実測値 ( $\mu$ )
115.8	-8.2	-9.1	50.7	3.9	4.7	2	3.0	3.9
380.0	-11.7	-13.6	101.1	3.2	3.8	52	13.1	14.5
644.0	-13.3	-15.6	406.0	1.3	1.5	123	14.1	14.9
1032.0	-15.0	-15.8	718.5	0	0.1	217	14.7	15.5

此の第3表によると時効時間が長くなると計算値と実測値と良く一致するにいたる。

5) Point Counting と Lineal Analysis による残留オーステナイトの定量

確実な残留オーステナイトの定量法として次の3つの方法が考えられる。(i) X線による定量法<sup>11)</sup> (ii) Point-Counting による定量法<sup>12)</sup> (iii) Lineal Analysis による定量法<sup>12)</sup>がある。

著者は軸受鋼第2種を 1100°C×30分間加熱して徐冷し炭化物を完全にオーステナイトの地に固溶させた後に、850°C, 900°C, 950°C に 10分間加熱して油焼入したのちに直ちに 275°C に 5秒~10秒の間焼戻を行つて、マルテンサイトを黒色に残留オーステナイトを白色にあらわれる様にした。腐蝕剤は 4% 硝酸アルコールに 1% ツェフェラインクロライドを添加したものを使

試料から求めた平均値  $\bar{x}$  が  $\pm 1\%$  の誤差範囲におさまるためにとるべき試料の数は次式にてあたえられる。

$$[13] \text{ 式より直ちに } t_0 \sigma / \sqrt{n} = 1 \dots \dots \dots [14]$$

故に信頼度 95% のとき試料平均が  $\pm 1\%$  の精度をもつためにとるべき試料の数は

$$n_{95} = t_0^2 \sigma^2 / 4\sigma^2 \dots [15] (\alpha = 0.05 \text{ のとき, } t \text{ 分布より } t_0 = 2 \text{ となる})$$

又信頼度 65% のときの試料平均が  $\pm 1\%$  の精度を持つためにとるべき試料の数は

$$n_{65} = t_0^2 \sigma^2 / \sigma^2 \dots [16] (\alpha = 0.35 \text{ のとき, } t \text{ 分布より, } t_0 = 1 \text{ となる})$$

以上の統計的処理により Lineal Analysis と Point Counting による焼入温度相異にもとづく残留オーステナイトの定量した値の信頼度とその関係については第4表に示す。

第4表 ポイント・カウンティングとリニール・アナリシスの再現性

No.	オーステナイト化温度 850°C—油冷				オーステナイト化温度 900°C—油冷				オーステナイト化温度 950°C—油冷			
	Lineal Analysis		Point Counting		Lineal Analysis		Point Counting		Lineal Analysis		Point Counting	
	Pct	$(x-\bar{x})^2$	Pct	$(x-\bar{x})^2$	pct	$(x-\bar{x})^2$	Pct	$(x-\bar{x})^2$	Pct	$(x-\bar{x})^2$	Pct	$(x-\bar{x})^2$
1	18.7	3.64	13.6	0.07	17.8	14.60	15.5	2.02	20.5	24.50	23.3	0.37
2	14.1	7.25	14.2	0.76	12.0	4.08	16.7	0.53	17.1	2.40	22.4	2.28
3	21.7	24.10	15.0	2.79	14.7	0.46	21.1	16.59	14.5	1.10	28.0	16.72
4	12.9	15.30	12.8	0.28	13.5	0.27	19.6	7.13	17.8	5.06	23.2	0.51
5	17.3	0.25	13.5	0.03	14.9	0.77	18.1	1.37	13.5	4.21	26.8	8.35
6	13.2	12.90	15.2	3.50	13.0	1.04	16.6	0.11	13.6	3.80	23.5	16.80
7	14.2	6.71	10.9	5.90	13.0	1.04	14.7	4.97	15.4	0.02	23.3	0.37
8	19.3	6.30	11.0	5.43	12.5	2.31	14.8	4.54	12.8	7.56	22.8	1.23
9	17.3	0.25	12.8	0.28	13.1	0.85	16.7	0.05	13.8	3.06	22.4	2.28
10	19.2	5.81	14.3	0.94	15.7	0.23	15.5	2.04	16.5	0.90	23.4	0.26
Σ	167.9	82.5	133.3	19.98	140.2	25.70	169.3	39.35	155.5	52.61	239.1	49.17
平均 $\bar{x}$	16.79		13.33		14.02		16.93		15.55		23.91	
標準偏差 $(\sigma)$	3.07		1.49		1.69		2.09		2.42		2.34	
$\mu$ ( $\alpha=0.05$ $\phi=9$ $t_0=2.262$ )	14.59 < $\mu$ < 18.99		12.26 < $\mu$ < 14.40		12.81 < $\mu$ < 15.23		15.43 < $\mu$ < 18.43		13.82 < $\mu$ < 17.28		22.24 < $\mu$ < 25.58	
$n_{0.5}$	37		9		12		18		24		22	
$n_{0.5}$	10		3		3		5		6		6	

Point Counting は試料の1部分の顕微鏡写真一枚をもとにして10回測定したときのバラツキを示すので Lineal Analysis に比較して母標準偏差が小さくなっている。Point Counting では、850°C, 900°C, 950°Cの順で焼入温度が高くなるにつれて残留オーステナイトが多くなっているが、Lineal Analysis では反対の傾向を示す。このことより試料中には残留オーステナイトの偏在があることをみとめられる。Lineal Analysisは0.5mmの視野まで測定したので Point Counting よりも母標準偏差は大きい。Lineal Analysisの平均値はその試料の残留オーステナイト量を示しているものと思う。Lineal Analysis でも信頼度95%のとき±1%の精度をもつためにとるべき試料の数  $n_{0.5}$  は850°Cの焼入温度では37, 900°Cの焼入温度では12, 950°Cの焼入温度では24である。此の様に0.5mmまでの視野では信頼度は非常に悪いので Cohen の報告の如く5mm位の視野までの Lineal Analysis が此の程度の残留オーステナイトの場合必要ではないかと考えられる。然し5mm位の視野を1000倍の顕微鏡写真で連続的に写真に撮った後に Lineal Analysis を行うことは経済的な点と労力の点において困難であるので、当然 Cohen 教授が使用した Hurlbut Counter の如き電動の長さ測定装置を必要とするとの結論を下さざるを得ない。一般的にいえば Point Counting より Lineal Analysis の方が能率的である。

### III. 結 論

以上の実験結果を総括すると次の如くなる。

(1) 軸受鋼第2種の鋼材では結晶粒の粗大化開始温度は870°Cであり、混粒域は930°C~1050°Cの温度範囲で650°C以上の温度より焼入すると焼割れを生ずる。以上の外に残留オーステナイトの含有量、炭化物の固溶する量等を考察すると840°C±5°Cの焼入温度が最適と考えられる。

(2) サブゼロ処理は従来の油焼入処理に較べて硬度は Rc 1~2だけ高くなるが、切欠曲げ試験及び圧壊試験の結果は劣る。軸受鋼にマルテンパーリング処理を実施するためには成分の炭素量、Cr量を増すか、V等の他の合金元素を添加することが必要である。軸受鋼第2種の規格の成分範囲のものではマルクエンチング処理を実施する際に第I次のペーナイトを生ずる。切欠曲げ試験は低温焼戻における試験法として脆性に対して敏感であるが、切欠の精度に注意する必要がある。現在の硬度規定 Rc 63以上で圧壊値規定(80×60×40mm)で4t以上の場合には油焼入処理がサブゼロ処理より優っている。

切欠曲げ試験の結果によると油焼入処理の場合には180°Cと250°Cとの2つの焼戻温度で切欠脆性を示すが、サブゼロ処理ではこの温度での切欠脆性を示さない。この切欠脆性はいずれも残留オーステナイトの分解

にもとずくと考えられる。マルテンパーリング処理は第 I 次のベーナイトの析出のため焼戻温度によつて圧壊値は向上せず、それに反して切欠曲げ試験は焼戻温度が高くなるにつれて向上する。

(3) 軸受の大型レースでは寸法の安定法が重要な因子となることが前述の実験で明瞭である。第 1 段階として油焼入後(焼戻を行わず)の寸法変化を測定した。それに対する寸法変化の実験式 [10], [11], [12] を求め、その計算値と実測値を比較した。それによると時効時間が長くなると計算値と実測値とは一致する様になる。又寸法変化の測定により未知の試料の残留オーステナイトの定量方法について述べた。そして又寸法変化を測定することによりベーナイトが析出しているかどうかは決定し得る。

(4) 残留オーステナイトの量を Lineal Analysis と Point Counting で比較検討した。Point Counting については試料の一部分を 1000 倍の顕微鏡写真にとり、それについて Point Counting を実施した時の信頼度を示す。Point Counting は相当のばらつきがあり、此の様な約 10% 位の残留オーステナイトの定量測定には不適當である。0.5mm の視野まで連続的に 1000 倍の顕微鏡写真をとる Lineal Analysis を実施したが尙相当のばらつきが存在するので、当然 5mm の視野までの Lineal Analysis を実施することが必要である。

終りに臨み液体空気による実験に対する注意と御指導をたまわつた科学研究所黒田正夫先生に感謝すると共に本研究の実験を担当され熱心に仕事をされた東大冶金学科学学生北西碩君及び当所の矢口剛君に感謝の意を表す。(昭和 28 年 5 月密稿)

### 文 献

- 1) 學振 19 小委員会第 6 號報告・鐵と鋼 27 (1941) p 145
- 2) 三島徳七, 三橋鐵太郎: 鐵と鋼, 36 (1950) p.17
- 3) 鋼の熱處理と作業標準 (日本鐵鋼協會編) p.54
- 4) B. L. Averbach & M. Cohen: A.I.M.E. 159 (1948) Technical Publication No. 2342
- 5) S. G. Fletcher & M. Cohen: Trans. A.S.M. 34 (1945) p.216
- 6) S. G. Fletcher, B. L. Averbach & M. Cohen: Trans. A.S.M. 40 (1948) p703
- 7) B. L. Averbach & M. Cohen: Trans. A. S. M 41 (1949) p.1024.
- 8) B. L. Averbach, M. Cohen & S.G. Fletcher: Trans. A.S.M. 40 (1948) p.728
- 9) B. L. Lemsnt, B. L. Averbach & M. Cohen: Trans. A.S.M. 41 (1949) p 1061
- 10) M. Cohen: Trans A.S.M. 41 (1949) p.35
- 11) Frank K. Gradner & M. Cohen: A. I. M. E 154 (1943) p.306
- 12) Robert T. Howard & M. Cohen: A.I.M.E. 1947, Technical Publication No. 2215
- 13) 森口繁一著:初等數理統計學, p.187
- 14) J. E. de Graaf & J. H. van der Veen: Journal of the Iron & Steel Institute, 173 (1953) p.19