

技 術 資 料

鐵 鋼 の サ ブ ゼ ロ 處 理

— 理 論 と 應 用 —

近 藤 正 男*

ON THE SUB-ZERO TREATMENT OF STEEL

Masao Kondo

Synopsis:

In industry of Japan, the sub-zero treatment are widely discussed recently and applied to the manufacture of the ball and roller bearings, tools, gears, etc. The theory and the application of the sub-zero treatment of the steel are briefly outlined as follows.

(1) The retained austenite of the quenched steel can be decomposed by the sub-zero chilling and the hardness of the steel becomes higher and uniform.

(2) The retained austenite decomposes isothermally at room temperature and the length of the steel changes. To prevent the secular change of the length, the gauge or the ball bearing is cooled to the freezing temperature and tempered sufficiently. Thus treated, the change of the length becomes smaller than 10^{-6} of the initial dimension after one year.

(3) The mechanical properties of the steel are improved by the sub-zero treatment of the proper cooling temperature. The impact value of the bearing steel or the life of the tool increases by this treatment.

(4) Stabilization and the transformation of the retained austenite are discussed. The stability increases when the α martensite is decomposed, while it decreases when the precipitation occurs.

(5) Sub-zero treatment is applied to the magnetic steel and the case-hardening steel.

I. 緒 言

寒剤を用いて、金属を常温以下に冷却する事は、状態図や低温の性質の研究に屢々用いられているが、近年我国に於て注目されて来たサブゼロ処理とは、軸受・工具・機械部品等の金属製品を冷却してその性質を改善しようとするものであつて、精密機械工業が必然的に要求して来たものである。これは一面、工業的に利用出来る液体酸素や低温冷却装置が容易に製造出来る様になつたからでもある。

サブゼロ処理又は深冷処理 (Sub-zero treatment, Sub-zero chilling; Tieftemperaturbehandlung) と言うのは、零度以下の温度に冷却する処理を言うので、我国では摂氏、アメリカでは華氏を使用しているから、厳

密に行えば、その内容は多少違ふが $-30^{\circ}\text{F} = -34.44^{\circ}\text{C}$ であつて、工業上は -30°C 以下で処理されることが多いから、あまりその冷却温度範囲を厳密に限定していない。工業上 0°C 以下に冷却する事は、従来漁獲物の長期保存に利用されていたが、金属工業、機械工業に於ても、下記の如き利用範囲がある。

(1) 金属製品を冷却して収縮させ、常温の製品に嵌める。所謂「冷し嵌め」を行う。

(2) 硬度の上昇、硬度分布の均一化を目的として、鋼を焼入後、サブゼロ処理を行う。

(3) 焼入後の鋼の内部応力の減少、靱性の増大を目的として、サブゼロ処理を行う。

(4) 低温に於ける金属、ゴム、プラスチック等の材

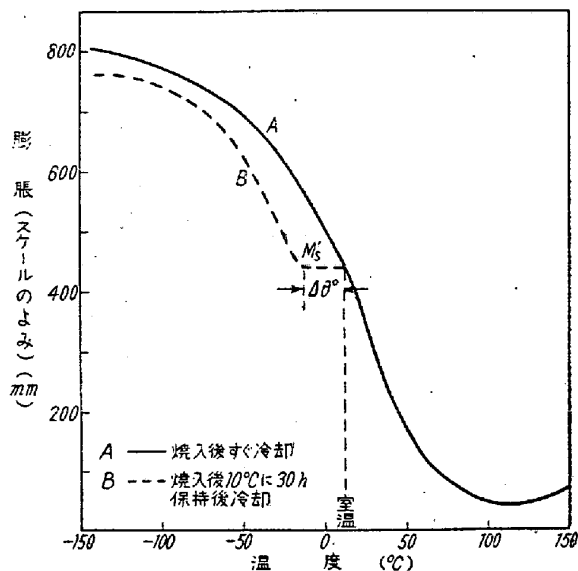
* 不二越鋼材工業株式会社 工博

料、或は低温で使用する計器（例えば航空用計器）の試験、検査に使用する。

(5) 滲炭ガス、復炭ガス等のガスの脱水、湿度除去に用いる。

最近注目されている用途は上記(2)(3)であるから、本輯録では、主としてそれらの項目について記す。

鋼をその A_1 点以上の温度から焼入すると、冷却の途中 Ar'' 変態を生ずるが、高炭素鋼では、その Ar'' 変態が常温で終了せず、未変態のオーステナイトが残留する。その後引続いて 0°C 以下に冷却すれば、 Ar'' 変態は続いて起り、その変態速度は第1図の如く、焼入変態曲線の延長した様になる。その変態終了温度は、炭素鋼で約 -160°C であり、低合金鋼、高速度鋼でもほぼ同温度であるが、変態が終了しても必ずしも、残留オーステナイトが皆無というわけではない。

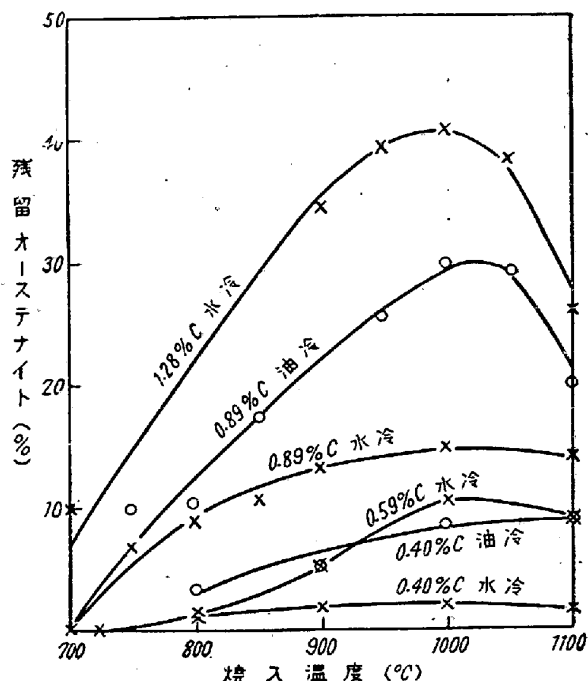


第1圖 焼入後に於ける 30°C 以下の變態曲線 (岡本)

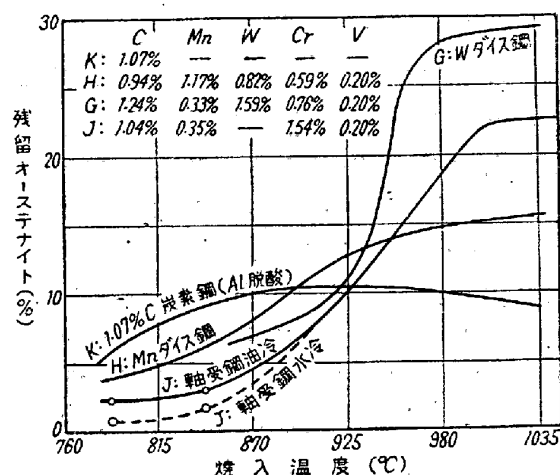
合金を液体酸素、液体窒素で冷却した研究は 1914 年以來数多く、我国でも 1924 年本多博士の研究以來数多い。工業上の応用を直接目的とした研究は 1944 年以來幾多行われているが、M. Cohen は 1945 年以來、この関係の研究を行っている。²⁾⁻⁵⁾⁸⁾²⁴⁾⁻²⁹⁾

II. 残留オーステナイト

残留オーステナイトの量は、X線分析で測定されることが最も多い。第2図は炭素鋼について油焼入と水焼入の場合の残留オーステナイト量を測つた結果である¹⁾が油焼入の方が水焼入のものより量の多い事は今ではよく知られている。又炭素量の如何に拘らず約 1000°C に残留オーステナイト量の極大がある。第3図は特殊鋼につ



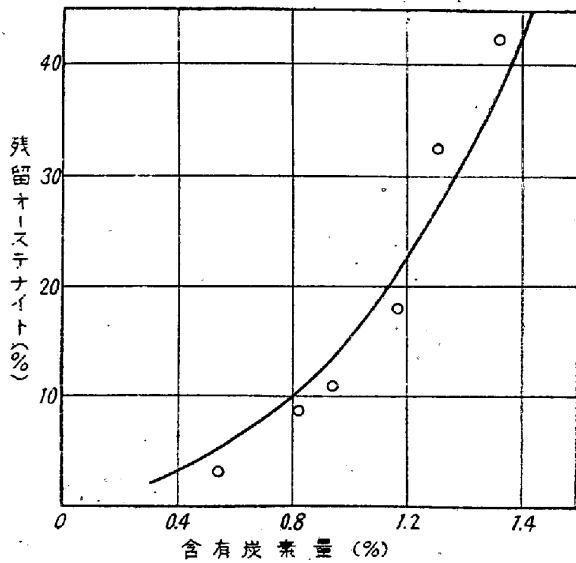
第2圖 炭素鋼の残留オーステナイト(田丸, 開戸)



第3圖 特殊鋼の残留オーステナイト (M. Cohen)

いて求めたもので²⁾⁴⁾ いづれも、或る温度範囲で急激にその量を増している。即ち W 1.59%, C 1.24% のダイス鋼で $920\sim 980^\circ\text{C}$ 、軸受鋼で $800\sim 1000^\circ\text{C}$ である。

残留オーステナイトの有無はX線分析によらないで、約 250°C に於ける残留オーステナイトの分解による膨脹量で推定する事が出来る。又試料を磁化した場合の、飽和磁気の強さで比較する事も出来る。この方法で求めた値は、X線分析で求めた値とよく一致する¹⁾。第4図は飽和磁気測定によつて、 A_3 及び A_{cm} 線の直上から焼入した場合の残留オーステナイト量を求めたものであるが、炭素量の増加と共に増加して行くことがよくわかる⁸⁾。顕微鏡組織写真について、Point Account 法或は

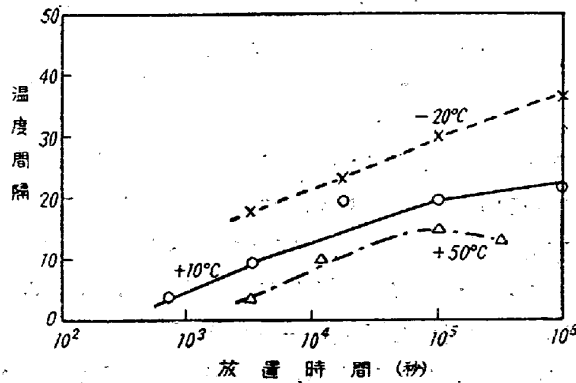


第4圖 含有炭素量と残留オーステナイト

Lineal Analysis 法で測る方法は M. Cohen⁶⁾, 三橋博士⁷⁾の研究があるが焼入温度の低い場合には困難である。

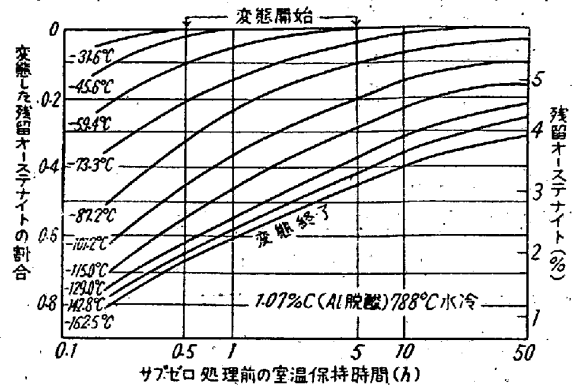
III. 残留オーステナイトの安定化とサブゼロ処理によるその分解

鋼を焼入して常温迄冷却し、すぐ 0°C 以下に冷却すると、Ar'' 変態は引続いて進行するが、常温に保持してから冷却すると、変態は継続して起らず、或る温度迄冷却してから変態が始まる²⁾⁴⁾⁹⁾。第1図B曲線はその一例であるが、この常温に於ける放置時間が長い程、その残留オーステナイトの安定化している温度区間が長くなる(第5図)。この温度区間は鋼種によつて異なる。

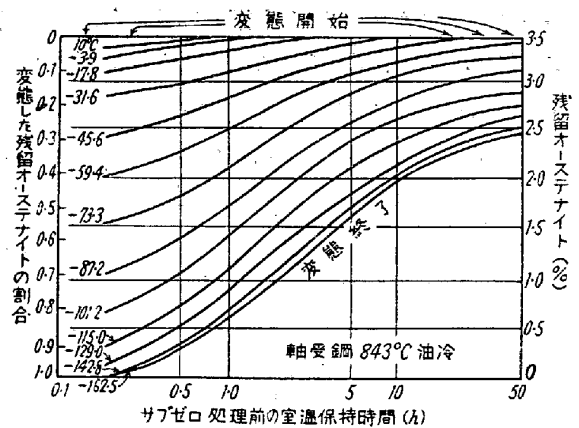


第5圖 常温(+10°C), 50°C -20°C 放置による残留オーステナイトの安定化(岡本)

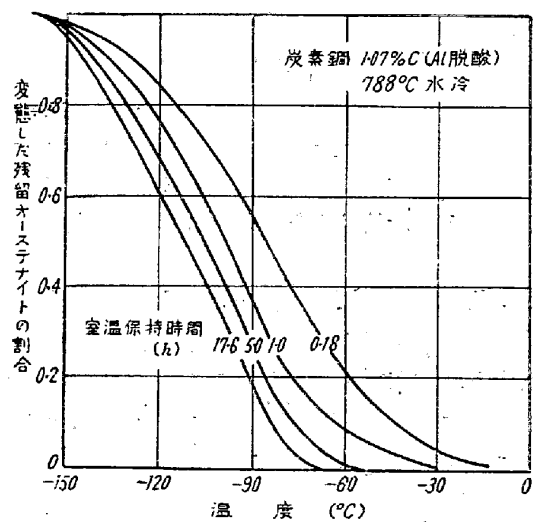
残留オーステナイトの分解量も、常温に放置する時間の長くなる程少くなるのであつて²⁾³⁾、第6図は 1.07% C 炭素鋼、第7図は軸受鋼の例である。この曲線は焼入温度の低い程、常温保持時間の長い方へずれる。又分



第6圖 サブゼロ処理による残留オーステナイトの分解量(炭素鋼) (M. Cohen)



第7圖 サブゼロ処理による残留オーステナイトの分解量(軸受鋼) (M. Cohen)



第8圖 サブゼロ処理に及ぼす室温保持時間の影響 (M. Cohen)

解量の多い方へずれる。残留オーステナイトの安定化 (Stabilization) に伴つて、変態の開始点は低温度側へずれるが、その終了温度は殆んど変わらない²⁾(第8図)。この Ar'' 変態は常温以下では、冷却速度に殆んど無関係に進行するものである。M. Cohen の研究²⁾⁻⁴⁾から見れば

ば、残留オーステナイトの分解を目的としてサブゼロ処理をする場合には、焼入後常温に放置する時間は30分以内がよい様である。

オーステナイトの安定化に関する現象は、特殊元素の添加によつて影響を受ける。M. Cohen は軸受鋼、工具鋼、ダイス鋼、高速度鋼について研究^{2)~5)}、J. O. Ward 等は1% C, 0.3% Mn 鋼に Mn, Cr, Ni を添加した場合について研究を行つている¹⁰⁾。900°C 油焼入の場合の Mn, Cr, Ni の影響については、Mn は焼入後の残留オーステナイトを増すが、大部分 -78°C 迄に分解する。Ni も同様であるが、Mn 程には著しくない。Mn は残留オーステナイトの安定化に対する影響を減少するが、Cr は逆に、残留オーステナイトの安定度を増し、サブゼロ処理の場合のオーステナイト変態量を減少する。

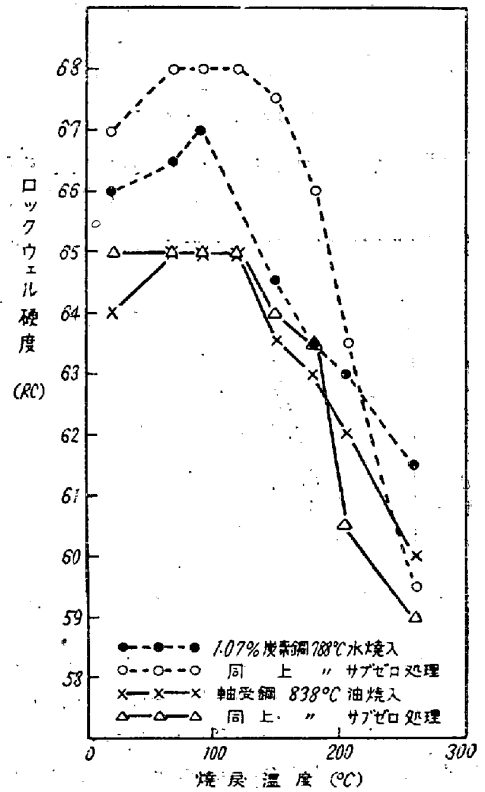
一般に、Ar' 変態は、急激に起るものであつて、普通の焼入では如何に冷却を速くしても、その変態を抑制する事は出来ないと考えられているが、0.6% C, 6% Mn 鋼及び 0.7% C, 15% Cr 鋼について行つた研究によれば¹¹⁾¹²⁾、食塩水焼入後、直ちに液体空気又は液体窒素に焼入すると、その冷却途中に起るべき Ar' 変態の一部を抑制する事が出来る。そしてそれを加熱すると、恒温的にマルテンサイト変態を進行させる事が出来る。即ち 15% Cr, 0.7% C の高クロム鋼を 1275°C より 5°C の 10% 食塩水に焼入した後、液体窒素に入れてもマルテンサイト変態を完全に阻止する事は出来なかつたが、-150°C に焼入したものよりもマルテンサイトの量は 7% 少なかつた。これを加熱して、この鋼の Ms 点である -65°C より低い任意の温度に持来すと、その温度に於て格子変態型の速度で変態が進行する。この変態は新しいマルテンサイトの核が次々に生じて進行する様である。

IV. サブゼロ処理による硬度上昇と硬度の均一化

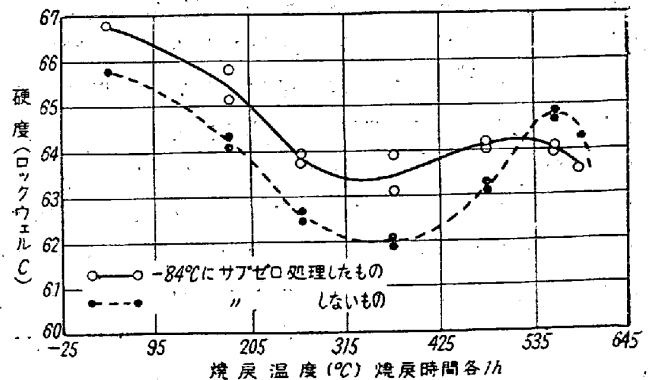
サブゼロ処理によれば、残留オーステナイトがマルテンサイト化する為硬度が上昇する。炭素含有量を異にする試料について取つた値¹³⁾は第1表の如くなつてゐる。特殊鋼について、サブゼロ処理による硬度上昇及び焼戻による硬度変化をとると⁵⁾第9図の様になり、サブゼロ処理をしたものは焼戻後にも硬度が高くなつてゐる。第10図は高速度鋼について、サブゼロ処理後焼戻して硬度変化を見たものであり¹⁴⁾サブゼロ処理をしたものは焼戻による軟化は少いが、二次硬度の上昇も少く、二次硬度の最高を示す温度は、焼入のままのものより約 10°C 低い。各種の鋼について、サブゼロ処理温度と硬

第1表 サブゼロ処理による硬度上昇 (田丸)
試料寸法 1×1×1 1/8 吋

炭素含有量 %	焼入温度 °C	ブリネル硬度 (2ヶ所平均)		
		中央	側邊	液體空氣に浸漬後
0.59	805	588	622	632
0.71	802	622	642	683
1.02	800	642	622	684
1.10	840	622	605	689
1.19	890	592	582	—
1.28	950	578	569	658
1.48	1050	524	491	—

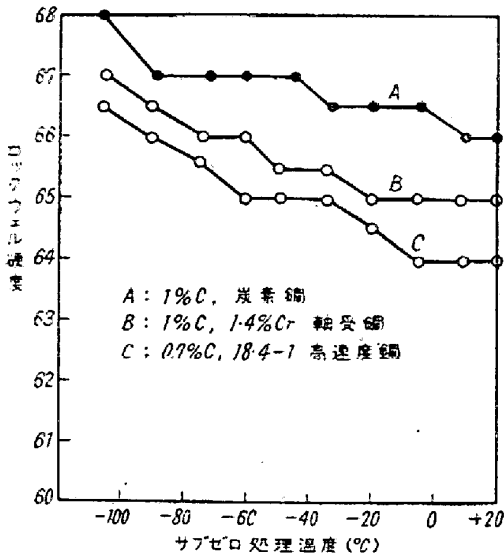


第9圖 サブゼロ処理後焼戻による硬度變化

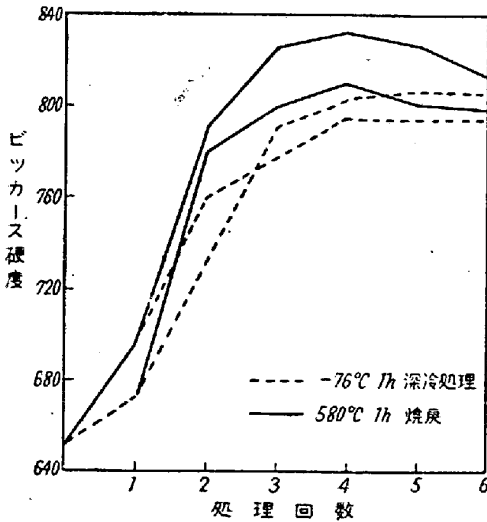


第10圖 高速度鋼 (18-4-1 型 1280°C 加熱 425°C オーステンパー) (B. H. d'Entrémont)

度との関係をとると、第11図の如くになり、処理温度が高くなる程硬度は大となる。サブゼロ処理を繰返すと



第 11 圖 サブゼロ処理温度の硬度に及ぼす影響 (H. E. Boyer)



第 12 圖 高速度鋼の繰返サブゼロ処理が硬度に及ぼす影響 (K. J. Beck)

温度の上昇する場合があります、第 12 図は Co 10% の高速度鋼について、サブゼロ処理を施したものと、焼戻をしたものの硬度変化をしらべた結果である⁽¹⁴⁾。即ち、同一焼入をした上記高速度鋼試片を 4 個作り、その 2 つはサブゼロ処理(-76°C に 1 hr 冷却)、他の 2 つは焼戻(580°C に 1 hr 加熱)をした。次いでその各から、上記条件でサブゼロ処理をしたものと、焼戻をしたものを作り、次いで各同一処理を繰返して、硬度変化を見たのである。この結果ではサブゼロ処理を施したものが硬度は低い。

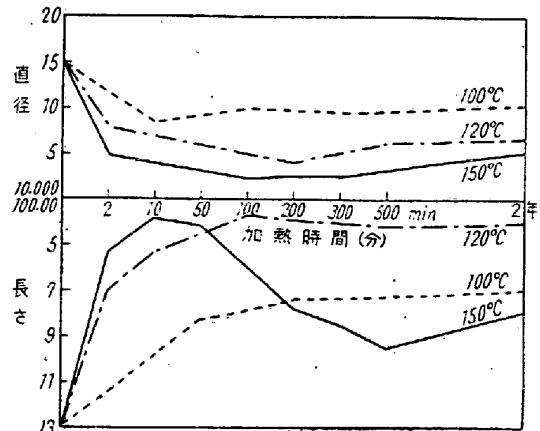
鋼の Ar¹¹ 変態に於ては、マルテンサイトの生成が、或る数の原子を単位にして瞬間的に起るのであつて、顕微鏡組織からもわかる様に、残留オーステナイトの部分とマルテンサイトの部分を識別出来る場合が多い。従つ

て、ロックウェル硬度計やピッカース硬度計で焼入した試片をはかると、残留オーステナイトが多い程、硬度測定値に不均一が生ずるのである。従つて特に硬度の均等を望む硬度標準片にはサブゼロ処理を施して、硬度を均等化する事がある。

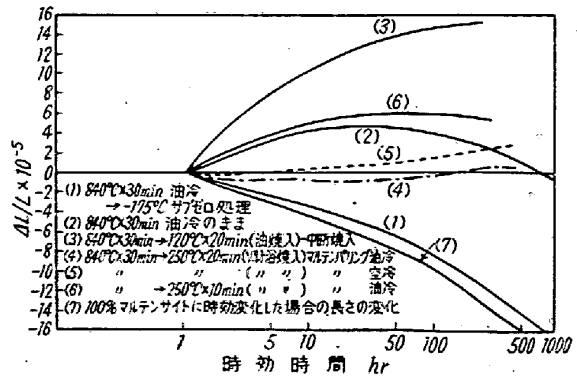
V. 経年變形に及ぼすサブゼロ処理の影響

ゲージは普通炭素鋼又は特殊工具鋼で製造せられるのであるが、焼入焼戻して後ラッピング仕上を行つた後に常温に於て徐々に変形を起すので、その変形を防止するために枯し (aging 或は seasoning) が行われている。焼入鋼の常温或は加熱時に於ける経年變形は第 13 図⁽¹⁵⁾、第 16 図の様収縮と膨脹とが現われている。収縮は α-マルテンサイトが β-マルテンサイトに變化する事がその主要原因であり、膨脹は残留オーステナイトがマルテンサイトに變化する事によるのである。従つて経年變形を防止する為にはこの両影響を除去することが必要である。

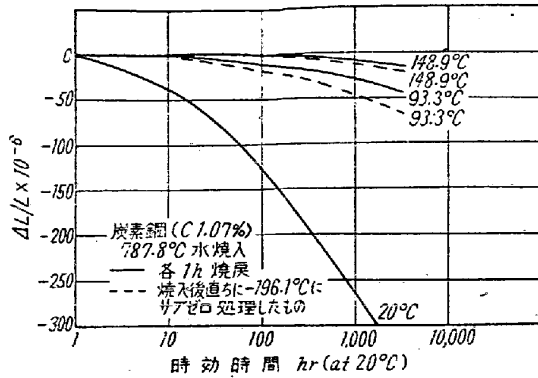
第 14 図は軸受鋼に各種の熱処理を施した場合の経年變形を示したものであつて⁽¹⁾、サブゼロ処理を施したも



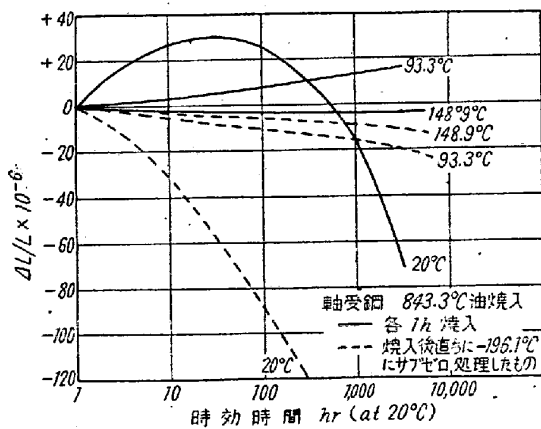
第 13 圖 焼入後加熱保持による形状變化 (橋本)



第 14 圖 各種熱処理を施した軸受鋼の経年變形 (三橋, 上野)



第 15 圖 炭素鋼の経年變形に及ぼすサブゼロ処理の影響 (M. Cohen)



第 16 圖 軸受鋼の経年變形に及ぼすサブゼロ処理の影響 (M. Cohen)

のは収縮を示すのみである。第 15 図は 1.07% C 炭素鋼について、第 16 図は 1.5% Cr 軸受鋼について、サブゼロ処理が経年變形に及ぼす影響を求めたものである²⁾。M. Cohen は圧延方向とそれに直角方向の経年變形を求めたが著しい差はなかつた。第 2 表は軸受鋼について、繰返しサブゼロ処理の影響を求めたもので³⁾、先にサブゼロ処理をし、そのあとで、焼戻をして、その組合せを 10 回繰返した場合の経年變形は小さい。第 3 表は同じくマルクエンチング後のサブゼロ処理の影響を求めたもので⁵⁾で、この場合も同様の結果である。第 4 表は高速度鋼についての結果⁵⁾で、サブゼロ処理の有無に拘らず、565°C 焼戻後油冷を 3 回繰返した後 480°C 焼戻空冷を追加したものの経年變形が小さい。

第 5 表は高炭素鋼クロム鋼 (C 1.5%, Cr 12%) についての結果であつて、同様にサブゼロ処理と、焼戻後油冷とを繰返すと経年變形が小さくなる。M. Cohen の低合金鋼に関する研究によれば、

- (1) 経年變形は、焼戻温度が高い程小さくなる。
- (2) 低温度で長時間焼戻する方が、高温度で短時間焼戻するよりも経年變形が小さい。
- (3) Cr, W, Mn 等を添加した鋼は経年變形量が小さい。
- (4) 150°C 以下の焼戻温度では、焼戻前にサブゼロ

第 2 表 軸受鋼の経年變形 (M. Cohen)

記號	處 理	硬 度 (Rc)	20°C に於ける経年變形 (長さの變化 10 ⁻⁶)			
			1 日後	7 日後	1 月 後	3 月 後
A	120°C × 10h 連続焼戻	64.5	0	0	0	0
B	120°C × 1h 焼戻 10 回繰返す	65.0	0	0	0	-1
C	120°C × 1h 焼戻し、-195°C サブゼロ処理 10 回繰返す	64.5	0	-3	-5	-7
D	-195°C サブゼロ処理、120°C × 1h 焼戻し 10 回繰返す	65.0	0	0	0	0

第 3 表 マルクエンチング処理の場合の経年變形 (軸受鋼) (M. Cohen)

記號	處 理 (焼入は Ar ¹¹ 變態點直上に焼入、一定時間保ち急冷)	硬 度 Rc	20°C に於ける長さの變化 (10 ⁻⁶)			
			1 日後	7 日後	1 月 後	3 月 後
A	120°C × 1h 焼戻	65.0	0	+27	+48	+60
B	150°C × 1h "	64.0	0	0	0	+2
C	205°C × 1h "	62.5	0	-2	-4	-6
A'	-195°C サブゼロ処理 120°C × 1h 焼戻	65.5	0	-6	-10	-12
B'	" 150°C × 1h "	64.0	0	-4	-6	-7
C'	" 205°C × 1h "	63.0	0	-3	-5	-5
D'	" 120°C × 10h "	66.0	0	-3	-5	-6
E'	" " 焼戻のみ 10 回繰返す	66.0	0	0	0	0
F'	" " 兩者交互に 1 回繰返す	66.0	0	-3	-4	-5
G'	120°C × 1h 焼戻 -195°C サブゼロ処理 兩方交互に 10 回繰返す	65.0	0	-2	-3	-4

第4表 高速度鋼の經年變形 (M. Cohen)

記號	焼入後の處理	硬度 20°Cに於ける長さの變化 (10 ⁻⁶)					
		Rc	1日後	7日後	1月後	3月後	1年後
XI-A	焼戻せず	65.0	0	-36	-70	-100	-150
XI-B	565°C×2 1/2 h 空冷	65.0	0	+22	+35	+43	+48
XI-C	" 315°C×1h 空冷	64.5	0	+18	+33	+46	—
XI-D	" 480°C×1h "	65.0	0	+10	+19	+30	+43
XI-E	" 565°C×1h "	64.0	0	+4	+9	+12	—
XI-F	565°C×2 1/2 h 空冷 3回 315°C×1h 空冷	64.5	0	+5	+9	+11	—
XI-G	565°C×2 1/2 h 油冷 "	64.0	0	-7	-3	+1	—
XI-H	565°C×2 1/2 h 油冷 3回 "	65.0	0	-3	-5	-6	—
XI-I	" 480°C×1h 空冷	65.0	0	0	0	0	—
XII-C	-195°Cサブゼロ處理 565°C×2 1/2 h空冷 315°C×1h 空冷	64.0	0	+14	+26	+33	—
XII-H	" 565°C×2 1/2 h油冷 3回 "	64.0	0	0	+1	+2	—
XII-I	" 480°C×1h 空冷	64.0	0	0	0	0	—
XIII-H	{ " 565°C×2 1/2 h油冷 1回 } " " 2回 }	64.5	0	0	0	0	—
XIII-I	{ " 315°C×1h 空冷 } " 565°C×2 1/2 h油冷 1回 } " " 2回 }						
	{ " 480°C×1h 空冷 }	65.0	0	-1	-2	-2	—

第5表 高炭素高クロム鋼の經年變形 (M. Cohen)

記號	焼入後の處理 (焼入後空冷)	硬度 20°Cに於ける長さの變化 (10 ⁻⁶)					
		Rc	1日後	7日後	1月後	3月後	1年後
XIII-A	焼戻せず	64.5	0	+12	+14	+7	-14
B	260°C×2h 空冷	60.5	0	+12	-1	-4	-9
C	510°C×2h 空冷	61.5	0	+85	+125	+150	+165
D	510°C×2h 油冷	63.0	0	+25	+30	+33	+28
E	510°C×1h 油冷 232°C×1h 空冷	62.0	0	+30	+115	+190	—
F	" 油冷 2回 "	63.0	0	+210	+310	+370	—
G	" 油冷 3回 "	61.0	0	+80	+150	+185	—
XIV-A	-90°Cサブゼロ處理	66.0	0	-26	-51	-78	-118
B	-90°Cサブゼロ處理 510°C×2h 空冷	60.5	0	+30	+46	+54	+60
C	-195°Cサブゼロ處理 510°C×2h 空冷	60.5	0	+39	+55	+65	+72
D	" 345°C×1h 油冷	63.0	0	-9	-7	-12	—
E	" 510°C×1h 油冷 3回 230°C×1h 空冷	62.0	0	+55	+97	+135	—
F	-195°Cサブゼロ處理 510°C×1h 油冷 交互3回繰返す } 230°C×1h 空冷 }	59.5	0	-1	-2	-2	—
G	-195°Cサブゼロ處理 510°C×1h 油冷 交互4回繰返す } 230°C×1h 空冷 }	58.5	0	-1	-2	-3	—

処理をした場合、処理をしないものに比べて経年變形による収縮速度が大きい。

(5) 150°C焼戻後にサブゼロ処理をしたものは、しないものより僅かに収縮速度が大きいだけである。

(6) 常温より高い焼入剤に焼入すると、高温度焼戻をしなければ経年變形が大きい。従つて経年變形を小さくする様になると、硬度は低くなる。

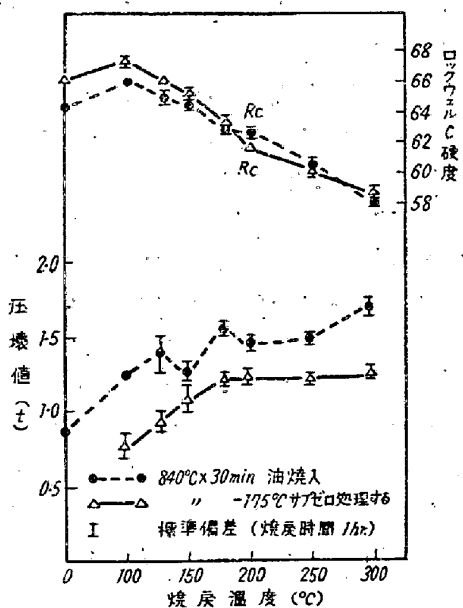
(7) マルクエンテングにサブゼロ処理と繰返焼戻を施すと、硬度が高くて、しかも経年變形の小さいものが出来る。

VI. サブゼロ處理の機械的性質に及ぼす影響

1952年、アメリカ視察団は、彼地のベアリングレース製造工場に於けるサブゼロ處理が重要な工程と見なされていると報告している¹⁶⁾。その處理温度は -60°C ~ -73°C という事であるが、大型軸受例えば径 500 mm の輪で、その 2×10^{-5} 即ち 10 μ の永久變形を生じると寸法規格を外れる場合がある。永久變形を生じるときは、軸対象に變形することは少く、平均 2×10^{-5} でも、特に變形の大きい方向があれば、真円度は悪くなるので特に内輪に対してサブゼロ處理を行うことになつてい

るそうである。

サブゼロ処理を行った場合の機械的性質について、三橋博士・上野学士は、外径40mm、内径30mm、巾10mmの軸受鋼の輪を840°Cに30分焼入したものの焼戻温度と、各種熱処理後の圧壊試験値（輪の一直径方向に荷重を加えて破壊するに要する荷重）と硬度とを求めた¹⁷⁾。又シャルピー衝撃試験片を用いて静的切欠曲げ試験を行った。この場合サブゼロ処理としては、-175°C保持で保持時間は1inにつき1時間の割合である。この結果によれば第17図の如く、サブゼロ処理をしたものは、圧壊強度に於ても、曲げ強度に於ても、油焼入のままのものより低くなっている。



第17図 圧壊値に及ぼすサブゼロ処理の影響 (三橋, 上野)

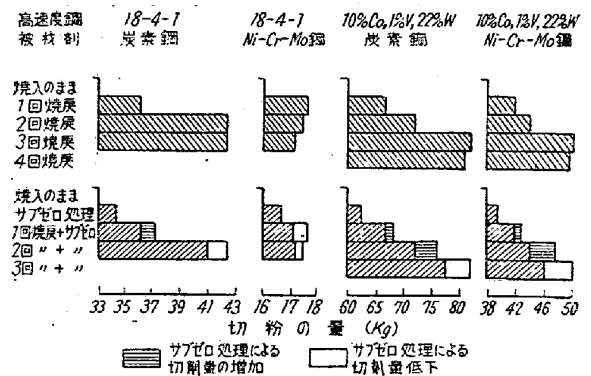
第6表 軸受鋼の繰返衝撃耐久力

熱 處 理	耐久時間 (分)			
	第1回	第2回	第3回	平均
820°C油焼入150°C焼戻	85	145	55	95
〃 〃 -50°Cサブゼロ処理	140	70	—	105
〃 〃 -80°C 〃	145	70	220	145
〃 〃 -183°C 〃	60	45	40	50

機械的性質に影響があるのは、サブゼロ処理の温度であつて、第6表はその影響を示したものである。試験片は外径52.25mm、内径44.80mm、巾15.2mmの輪で、その一直径方向に衝撃エネルギー0.62kgmで毎分208回の衝撃を与え、破壊する迄の時間を比較した。これは一例であるが、液体酸素浸漬のものは衝撃耐久力が低いが、適当な温度に冷却したものは機械的性質が向

上している。

K. J. B. Bolfeは二種類の高速度鋼について、切削試験を行い、サブゼロ処理をした工具の性能を試験した¹⁴⁾。高速度鋼は18-4-1型と10%コバルトを含むものである（焼戻は580°C、サブゼロ処理は-76°C）。第18図は被削材として炭素鋼とNi-Cr-Mo鋼とを用いた場合で、2回或は3回焼戻をして、サブゼロ処理をしたものが耐久力は太となつている。

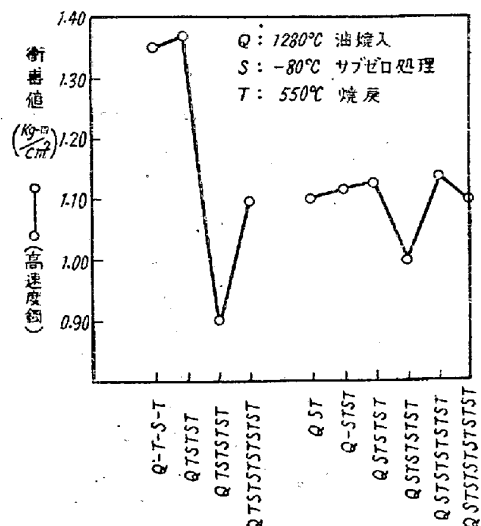


第18図 高速度鋼工具による切削試験結果 (580°C 焼戻 -76°C サブゼロ処理)

(K. J. B. Wolfe)

焼入後直ちにサブゼロ処理をしてその後焼戻をしたものと、焼入後焼戻をして後サブゼロ処理をしたものについて衝撃疲労試験或は衝撃値を求めた結果によれば、焼戻してからサブゼロ処理したものの方が良好である。しかも繰返焼戻—サブゼロ処理をする場合には1回乃至2回行ったものが最も良好である（第19図）。

S. M. Depoy¹⁸⁾は高速度鋼バイトにサブゼロ処理を施して切削量の増大した事を報告している。試験に用いた高速度鋼は、モリブデン高速度鋼(M-2)、Co約9%



第19図 繰返サブゼロ処理の効果

第7表 (S. M. Depoy)

鋼種 記號	主要成分 (%)				
	C	W	Mo	V	Co
M-2	0.85	5.78	4.57	1.59	—
M-36	0.86	5.39	4.41	1.65	8.63
T-1	0.73	17.76	—	1.07	—
T-5	0.85	18.03	0.78	1.94	8.56

焼入焼戻	焼入温度	鹽浴温度
No. 1	1190°C	621°C
2	1218	594
3	1246	594
4	1260	594
5	1274	594
6	1288	594
7	1320	594

第8表 サブゼロ処理による衝撃値増加

(S. M. Depoy)

鋼種 記號	焼入 焼戻	ロックウェル 硬度 (Rc)		衝撃値 (ft-lb)	
		サブゼロ 處理	サブゼロ 處理セズ	サブゼロ 處理	サブゼロ 處理セズ
M-2	No. 1	63.5	65.0	33	29
	2	63.5	66.5	42	15
	3	64.0	67.0	7	6
M-36	No. 1	64.0	66.5	18	12
	2	64.0	67.0	21	7
	3	64.5	67.5	4	4
T-1	No. 1	63.0	65.0	31	22
	2	63.5	65.5	20	51
	3	63.5	66.5	8	8
T-5	No. 1	64.0	66.5	15	13
	2	64.5	68.0	4	4
	3	65.5	67.0	4	4

第9表 サブゼロ処理による工具壽命の増加

(S. M. Depoy)

鋼種 記號	焼入 焼戻	平均作業時間 (分)		壽命迄の切削量		サブゼロ処理に よる壽命増加 (%)
		サブゼロ處理セズ	サブゼロ處理	サブゼロ處理セズ	サブゼロ處理	
M-2	1	15.85	17.60	15.00	16.88	12.5
	2	20.36	29.20	19.80	27.38	38.3
	3	29.29	45.32	27.20	42.60	56.5
M-36	1	3.22	3.50	2.98	3.22	8.0
	2	20.86	28.95	19.10	27.40	43.5
	4	32.18	47.38	30.85	46.00	49.0
T-1	3	4.26	4.69	4.00	4.35	8.5
	5	15.18	20.10	14.30	18.55	29.8
	7	20.52	29.02	18.83	26.58	41.0
T-5	4	2.41	3.18	2.28	3.05	33.7
	6	13.65	18.61	13.30	17.43	31.2
	7	34.21	49.15	31.80	46.30	45.5

のモリブデン高速度鋼(M-36) 18-4-1型高速度鋼(T-1)とCo約9%のW高速度鋼(T-5)であつた。焼入は1190°Cから1320°C迄7種類、塩浴温度は621°Cのものゝ594°Cのものを用いてオーステンパーをし、焼戻は565°Cに2hrづつ行い、サブゼロ処理はその焼戻の間へ挟んで-76°Cに冷却した。第7表に成分と処理温度を示した。第8表及第9表はその結果であつていづれも硬度は低い、衝撃値及び切削時間、切削量はサブゼロ処理によつて増加している。

ドリル・ハックソー・タッブ・ホブ・ブローチ等の工具にサブゼロ処理を施して耐久力を増加したという報告がある¹⁹⁾。

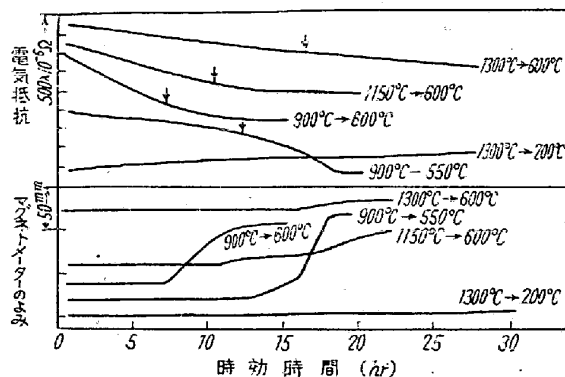
サブゼロ処理を施す場合、1回で処理温度に冷却しないで、最初-30°C~-40°Cに冷却し、更に処理温度に冷却する方が効果的な場合もある。サブゼロ処理時間は普通2hr~3hrであるが、大きいものは径に比例して6hrも処理することもある。

AISI 2340鋼(C 0.36%, Ni 3.53%)を焼入した場合には残留オーステナイトの影響は弾性限と降伏点に現われるが、抗張力・伸にはあまり影響しない。焼入後焼戻すると、175°C~205°Cの間で靱性が著しく増加し、この温度範囲でのみ残留オーステナイトの影響が現われ、サブゼロ処理をして焼戻したものが靱性が大となる。従つてサブゼロ処理と205°C焼戻を行うと靱性と強度とを増大することが出来て、抗張力203 kg/mm²、弾性限105 kg/mm²降伏点179 kg/mm²伸10%絞40%に達する²⁰⁾。

VII. 残留オーステナイトの時効變化について

オーステナイトをその変態点以下の温度に急冷し、そ

の温度に保持していると、最初変化のない期間があり、その後に変態が始る。これは恒温変態としてよく知られた現象であるが、この変化のないと思われる期間にも何等かの変化が起つているのであつて、第 20 図は高

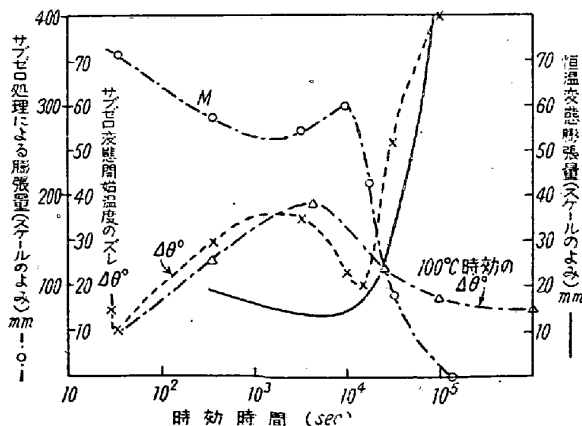


第 20 図 高速度鋼の恒温変態開始以前の電気抵抗の變化 (門間)

速度鋼について、恒温変態の生ずる以前の期間に於ける電気抵抗の變化を求めたものである²⁰⁾。第 20 図で例えば 900°C 加熱、600°C 恒温変態では、変態の生じていない期間は、Magnetometer のよみは一定で、その増加する点で変態が生ずる。又電気抵抗は、変態の生じていない間減少を続け、変態が始るとその減少が少なくなる。この電気抵抗の減少は炭化物の微細な析出がオーステナイトの内部に生じている事を示している。

軸受鋼を 1000°C に 30 分加熱後油焼入し、常温 100°C、200°C に焼戻し、一定時間保持して 0°C 以下迄冷却すると、その冷却途中でマルテンサイト変化を生ずる。その温度と常温との差 40° は焼戻温度に於ける保持時間の増加と共に最初増加し、極大を経て減少し、次いで増加に転ずるのである。

第 21 図はその 200°C 焼戻のものについて、 40° と、



第 21 図 サブゼロ処理前の時効時間の影響
軸受鋼 1000°C 30 分焼入 (岡本・小高)
200°C 時効

焼戻後のサブゼロ処理に於けるマルテンサイト変態膨脹量 M 及び 200°C 恒温変態の場合の膨脹量を比較したものである。オーステナイトが分解を始める点は保持時間約 150 分であつて、この時期に相当して 40° の増大、 M の減少が始つている。

15% Cr, 0.7% C 鋼について研究の結果によれば²²⁾

(1) 食塩水に焼入して均一なオーステナイトにすれば、 Ar'' 変態点以上に再加熱して変態の生じないうちに冷却した場合にはオーステナイトの安定化は起らない。即ち 40 は再加熱保持時間に拘らず変化しない。(2) 冷却途中でマルテンサイトを生じたものは、 Ar'' 点以上に加熱すると、加熱温度の高い程、加熱時間の長い程 40 は増す。(3) 再加熱温度を 500°C として、この温度から冷却すると、マルテンサイトの存否如何に拘らず炭化物がオーステナイトから析出して、オーステナイトのマルテンサイト化が容易になる。即ち 40 が減少する。これらの研究結果からすれば、第 21 図の現象は、マルテンサイトの分解によるオーステナイトの安定化と、残留オーステナイトからの炭化物 cluster の生成によるオーステナイトの不安定化との両者が重複して起る為であつて、サブゼロ処理による機械的性質の向上は、マルテンサイト・オーステナイト共存の場合、マルテンサイト変態の急激な生成によつて、ミクロ的に生ずる大きい引張応力の存在が、その後の微細なマルテンサイトの生成によつて緩和される為であると考えられる。現に残留オーステナイトの機械的性質に及ぼす影響は予想とは逆に弾性限・降伏点・破断応力及び引張に於けるエネルギー吸収を減少する²³⁾。しかしあまり低温に冷却すると目に見えないマイクロクラックが生ずるから機械的性質が減少すると考えられている。

VIII. 其 他

(1) 肌焼鋼の焼入にサブゼロ処理の適用

ニッケル肌焼鋼・ニッケルクロム肌焼鋼に対して、焼入した滲炭部分の残留オーステナイトをサブゼロ処理によつて分解する事が注目されている。ニッケル鋼では、焼入によつて中心部硬度を適当に出しても、周辺部は残留オーステナイトが多くて硬度が充分に出ない事が多いので、この様な場合にサブゼロ処理をする。特に精密歯車では残留オーステナイトが多いと大きい寸法変化を生ずる事があるのでサブゼロ処理をする事が望ましい。第 10 表は肌焼鋼 3316 を 900°C でガス滲炭後 788°C 迄炉冷して油焼入した結果²³⁾、表面硬度はサブゼロ処理を施さないとき Rc 換算で 45、サブゼロ処理を施せば

第 10 表 肌焼鋼のサブゼロ処理による
硬度上昇 (Boyer)

熱 處 理	表 面 硬 度	
	ロックウ エル ISN	ロックウエ ル C 換算
焼 入	83	45
焼入後 149°C 焼戻	83	45
焼入後 -84.4°C × 3h サブゼロ処理	91	62
焼入後 -84.4°C × 3h サブゼロ処理後 149°C 焼戻	91.5	63
焼入後 149°C 焼戻後 -84.4°C × 3h 処理	90	60

Rc 換算 60~63 になる。これらは滲炭層 1.0~0.8mm であるから、ロックウエル硬度計ではかれれば、焼入したまゝのもの Rc 58, サブゼロ処理のもの Rc 60 となつて、あまり差が認められないが、実際表面硬度は第 9 表の様に大きい差があるので、磨耗抵抗も異なる。

(2) 磁石鋼に対する適用

磁石鋼にサブゼロ処理を施して、焼入の際の残留オーステナイトをマルテン化すれば、残留磁気も抗磁力も大となるのであつて、特に磁石に最も必要な表面又は先端部等残留オーステナイトの多かつた処が著しく大となる。この場合の処理は焼入後 -80°C に 4 hr 保持した後 150°C に 1 hr 焼戻するのがよい。

(3) 冷し嵌めに対する適用

冷し嵌めについては、嵌合部の雄を冷却し、常温の雌に嵌合させるのであつて、20°C から -80°C に冷却する場合、雄は直径で第 11 表の如く収縮する。直径 2 in

第 11 表 サブゼロ冷却による収縮量
(+20°C から -80°C へ冷却)

鋼 種	長さ 10mm につき μ
工 具 鋼	11
軸 受 鋼	11
燐 青 銅	16
アルミニウム 青銅	16
眞 鍮	18
アルミニウム	22
マグネシウム	23

以上は雄のみ冷却、2 in より細い場合は雌を電氣的・熱湯・熱油・hot blast 等で加熱して焼き嵌めと併用すると楽である。

IX. サブゼロ処理の冷却方法

サブゼロ処理に用いられる冷却方法は種々ある。即ち

- (1) 液体酸素・液体窒素等に浸漬する。(第 12 表)
- (2) ドライアイス等の寒剤で冷却する。()

第 12 表 サブゼロ処理に使用される寒剤及冷却劑

成 分		温 度
NaCl	24.8% 氷 75.2%	-21.3
NH ₄ Cl	20 % 氷 80 %	-15.4
CaCl ₂ ·6H ₂ O	58.8% 氷 41.7%	-54.9
NaCl·2H ₂ O	21.8% NaNO ₃ 20.5% 氷 57.7%	-25.5
NaCl·2H ₂ O	19.7% NH ₄ Cl 17.6% 氷 62.7%	-25.0
エーテルとドライアイス (CO ₂)		-78.0

冷 却 液	温 度 (°C)
液 體 へ リ ウ ム	-268.8
液 體 水 素	-252.81
液 體 窒 素	-195.81
液 體 酸 素	-183.
液 體 メ タ ン	-161.37
液 體 エ タ ン	-103.72
液 體 無 水 燐 酸	- 87.43
液 體 鹽 素	- 85.03
液 體 ア ン モ ニ ヤ	- 33.36
液 體 亞 硫 酸	- 9.99

第 13 表 重要冷媒特性表

冷媒の名稱	アンモニヤ NH ₃	炭酸ガス CO ₂	フロン F-12 CF ₂ Cl ₂
分 子 量	17.03	44.00	120.9
飽和壓力			
kg/cm ² +30°C	11.89	73.34	7.59
-15°C	2.41	23.34	1.86
臨界溫度 °C	133	31	115
凝 固 點 °C	-77.7	-78.5	-155
蒸發熱 -15°C	313.5	65.3	38.6
理論冷凍能力 kcal/m ³			
+25°C -15°C	529	2440	319
臭	臭氣甚し	無臭	無臭
爆 發 性	13~27%	なし	なし
燃 性	不 燃	不 燃	不 燃
腐 蝕 性	銅及銅合金を侵す	なし	—
用 途	一般製氷, 冷蔵用	船用, 製氷用	船用, 冷蔵用
使用溫度範圍	約 0°C ~ -50°C	約 0°C ~ -50°C	約 0°C ~ -100°C
壓縮機種類	往 復 式	往 復 式	往 復 式

(3) アンモニヤ・フロン等を断熱膨脹させて、その冷却によつて、任意に温度調節の出来る冷蔵庫式冷却槽を作り、その中で冷却する。第 13 表に重要冷媒の特性を挙げた³¹⁾。

X. 結 語

以上、鉄鋼製品に適用されるサブゼロ処理について、現在迄の資料を纏めて、その理論と応用について概説した。即ち、焼入による残留オーステナイトを分解して、経年変形の防止、硬度上昇、硬度均一化、磁氣的性質の

向上、機械的性質の向上、軸受・工具・歯車に於ける性能向上を計る為にサブゼロ処理を行う研究について述べた。

本技術資料の文献調査には、東北大学今井勇之進教授の多大な御援助を受け、又サブゼロ処理の研究には技術指導をいただいた。尙本研究には、不二越鋼材工業株式会社常務取締役橋浦彦三氏、機械試験所三橋鉄太郎博士の多大な御援助を得た。茲に記して謝意を表す。

(昭和 29 年 2 月寄稿)

文 献

- 1) 田丸, 開戸: 金屬の研究 8 (1931) p. 595.
- 2) S. G. Fletcher, B. L. Averbach, M. Cohen: Trans A.S.M. 34 (1945) p. 246.
- 3) S. G. Fletcher, B. L. Averbach, M. Cohen: Trans A.S.M. 40 (1948) p. 703.
- 4) B. L. Averbach, M. Cohen, S. G. Fletcher: Trans A.S.M. 40 (1948) p. 728.
- 5) B. L. Lement, B. L. Averbach, M. Cohen: Trans A.S.M. 40 (1948) p. 1061.
- 6) 齋藤: 金屬材料及加工法, 炭素鋼篇(1942) p. 194.
- 7) 三橋, 上野: 鐵と鋼 39 (1953) p. 722.
- 8) R. T. Howard, M. Cohen A.I.M.E. (1947) Technical Publication, No. 2215.
- 9) 岡本, 小高: 日本金屬學會誌 16 (1952) p. 81.
- 10) J. O. Ward, M. D. Jepson, J. R. Rait: J. Iron & Steel Inst. 170 part 1 (1952) p. 1.
- 11) S. C. Das Gupta, B. S. Lement: J. Metals 3 (1951) p. 727.
- 12) Kurdjumow, Maksimova: Doklady, Akad. Nauk. SSSR 61 (1948) p. 83, 73 (1951) p. 95.
- 13) 田丸: 金屬の研究 3 (1926) p. 308.
- 14) E. Kunze: Stahl u. Eisen 70 (1950) 227.
- 15) 橋本: 精密機械器具用材料 上 (1943) p. 99.
- 16) 下田: 日本金屬學會誌 16 (1952) A 242.
- 17) 三橋, 上野: 機械試験所所報 7 (1953) p. 209.
- 18) S. M. Depoy: Trans. A.S.M.E. 66 (1944), p. 645.
- 19) R. S. Jamison: Modern Machine Shop(1951).
- 20) 門間, 樹林, 平田: 日本金屬學會誌 16 (1952) p. 328.
- 21) P. P. Petrosyan: Doklady Akad. Nauk. S. S. S. R. 59 (1948) p. 1109.
- 22) S. C. Das Gupta, B. S. Lement, J. Metals 5 (1953) p. 530.
- 23) Boyer, Miller: Materials and Methods, March (1946).
- 24) F. K. Gradner, M. Cohen: A.I.M.E. 154 (1943) p. 306.
- 25) B. L. Averbach, M. Cohen: A.I.M.E. 159 (1948) Technical Publication No. 2342.
- 26) B. L. Averbach, M. Cohen: Trans. A. S. M. 41 (1949) p. 1024.
- 27) B. S. Lement, B. L. Averbach, M. Cohen: Trans. A. S. M. 41 (1949) p. 1061.
- 28) R. W. Balluffi, M. Cohen, B. L. Averbach: Trans. A.S.M. 43 (1951) p. 479.
- 29) L. S. Castleman, B. L. Averbach, M. Cohen: Trans. A.S.M. 44 (1952), p. 240.
- 30) J. Plateau, J. Duffot, C. Crussared, Rev. Métallurgie 49 (1952) p. 815.
- 31) 長岡: 岩波講座「冷凍」(1941) p. 8.