

響について考察した。

(4) (B) に於いては、全般的に固溶体化加熱による硬度の低下と、顕微鏡組織上に認められた析出物の溶体化とは、ほぼ併行して行われることが見られた。1000°C の加熱では析出物が溶け込む場合と、余り溶け込まぬ場合とがある。1100°C では 10mn から数時間にわたって順次析出物の溶体化が観察されたが 1200°C では 10mn にて溶体化の殆んどが完了することが認められた。

(5) (B) に於ける標準 16-25-6 合金に対する C 量 Mo 量、N 量の増減の影響を観察した。即ち Table 1 に示した A~H 迄の 8 グループに就いて C、Mo、N 量中の 2 成分がほぼ一定の場合に他の 1 成分の変動により溶体化が如何に変化するかを個々のグループに就いて比較検討し、終りに C 量、Mo 量、N 量の変化の影響を総合的に考察した。その結果 C 量では低 C の方が時効後及び溶体化後共に硬度は低く、一方高 C の方は溶体化温度 1000°C、1100°C、1200°C の相違による軟化量の差が少い。Mo は多目の方が析出量も多く、分布も均一と

なり、溶体化も Mo の多い方が遅れることが認められた。N 量も溶体化に関しては Mo と同じ様な働きをなし N 量の少い方が少々溶体化が早い、N 量による影響は少い。ただ Ti で脱 N した試料では多少傾向が異なり、時効後の硬度は高いが、加熱による軟化の量、速度共に大きく容易に軟化し、組織上に見られる溶体化は硬度の低下よりも遅れて起つた。

(6) 以上の溶体化現象の実験は、人工的に析出を行わしめて相当量の析出物が凝集した状態より溶体化を行つた為に実際の製造条件中に於ける溶体化より、析出物の溶け込みが多少離しい条件下にて実験したものである。但し試片が小型の為に加熱が実際の大型製品より容易であつた事も考えられる。(昭和 29 年 12 月寄稿)

文 献

- 1) 著者: 鉄と鋼, **38** (1952) No.6, 389
- 2) 著者: 鉄と鋼, **41** (1955) No.5, 524
- 3) 著者: 鉄と鋼, **40** (1954) No.11, 1072
- 4) 著者: 鉄と鋼, **40** (1954) No.8, 785

1.5% C, 12% Cr ダイス鋼の研究*

(V, Mo の影響について)

山中直道**・日下邦男**

INFLUENCE OF VANADIUM AND MOLYBDENUM ON THE PROPERTIES OF AIR-HARDENING DIE STEEL CONTAINING 1.5% CARBON AND 12% CHROMIUM

Naomichi Yamanaka and Kunio Kusaka

Synopsis:

To investigate the influence of vanadium and molybdenum on the properties of air-hardening die steel containing 1.5% carbon and 12% chromium, the authors measured the critical point, hardenability, quenched and tempered hardness, retained austenite, dimensional change and toughness.

The results obtained were as follows:

(1) The critical point was raised with the vanadium and the molybdenum content, respectively. The hardenability increased by the addition of molybdenum and increased slightly by vanadium by its addition up to 0.8%.

(2) Vanadium addition refined the grain size, and the molybdenum had little effect on the grain size. Full hardness was obtained by quenching from 1000°C to 1050°C, and as the vanadium content increased, a slightly higher austenitizing temperature was necessary for obtaining the full hardness.

(3) The quantity of retained anstenite measured by the magnetic method decreased with

* 昭和 29 年 4 月本会講演大会にて講演 ** 特殊製鋼株式会社研究所

vanadium addition, and the molybdenum had little effect on the retention of austenite. The authors found more retained austenite in air-hardening than in oil-quenching from the same temperature, and the amount of retained austenite increased as the austenitizing temperature was raised.

(4) Sub-zero treatment following the original hardening operation caused the transformation of large amount of retained austenite and this breakdown of austenite at -68°C decreased with vanadium addition.

(5) The volume increment resulting from the air-hardening was less than oil-quenching from the ordinary temperature. This increment decreased by the addition of vanadium up to 0.4%, then increased with more vanadium content. A steel containing 0.45% vanadium showed a dimensional change of +0.109% in the direction of hot-working and -0.03% in the transverse direction by air-hardening from 1050°C .

(6) Some of retained austenite in hardened steel decomposed during aging at room temperature and about half of that during the first 24 hrs after the quenching. Small amount of retained austenite decomposed on tempering up to 500°C , and all of the retained austenite decomposed at a temperature between 550°C to 600°C , the secondary hardness was exhibited at 500°C after quenching from 1050°C and was very marked at 550°C after quenching from 1100°C .

(7) The toughness measured by static bending test increased with addition of vanadium up to 1% and then decreased with more vanadium content and also 0.8~1.0% molybdenum increased the toughness.

I. 緒言

高炭素、高クロム鋼は磨耗抵抗が大であるため冷加工用ダイスに用いられるが、1.5% C, 12% Cr⁽¹⁾⁽²⁾のものは加工容易、靱性良好で自硬性大なるため大物でも空冷で容易に硬化し焼入による変形を小ならしめるので複雑な形状のものにも適する。

最近わが国でもネジローラー、ゲージ、各種ダイス、冷間加工用ロール等に使用し始められたが、この鋼種に関する資料に乏しいので吾々は V, Mo を種々に変化させて試料をつくりその影響を調べた。供試材は Table 1 に示す如き成分のもので 35KVA 高周波誘導炉により 7kg 鋼塊を熔製し、之を 20mm 角に鍛造して使用した。

II. 実験結果

(1) 変態点

本多式熱膨脹計により約 $2^{\circ}\text{C}/\text{mn}$ の加熱及び冷却速度で変態点を測定した結果は Table 1 の如くで、Ac 点は V 添加によつて上昇し又 Mo も Ac 点を上昇する傾向を有する。

次に 950° , 1000° , 1050°C より空冷した場合の Ar'' 点生起状況を本多式熱膨脹計で測定した結果は Table 1 記載の如く Ar'' 開始点は何れも焼入温度の上昇によつて低下し、V の多くなるにつれて上昇し、Mo 添加によつて低下する傾向を有する。Fig. 1 は $1000^{\circ}\text{C} \times 20\text{mn}$ 保持後炉冷した場合の変態生起状況を示すもので V を含まぬものは 700°C 附近に Ar₁ を僅か生じ 370°C に Ar'

を生ずるが V を添加するにつれて Ar₁ は消失し 170°C 附近に Ar'' を一部生ずるに至る。然し V が 1% 以上になると再び Ar₁ を生じ Ar'' が消失するようになる。次に Mo を含有しない D-17 は Ar₁ 変態を完結するが Mo を添加するにつれて Ar₁ は次第に抑制され Mo

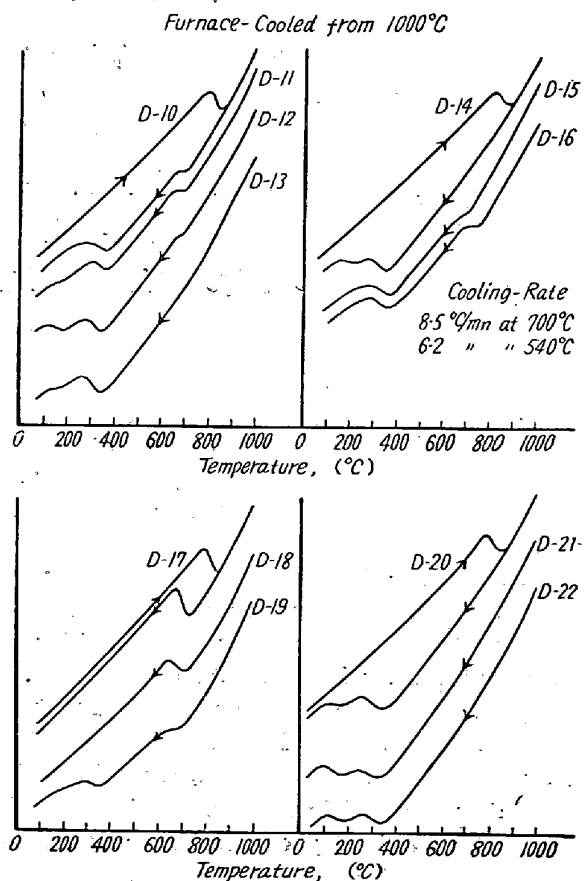


Fig. 1. Dilatation curves during furnace-cooling

Table 1. Chemical compositions of specimens

Steel No.	Chemical composition						Ac (°C)		Ar (°C)		Ar'' (°C) during air cooling			Grain size
	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	Begin	End	Begin	End	950°C × 10mn	1000°C × 20mn	1050°C × 20mn	1050°C × 5h
D-10	1.55	0.26	0.48	12.24	0.84	—	810	875	765	725	220	170	100	G7
—11	1.55	0.23	0.45	12.47	0.80	0.22	810	870	765	710	230	180	115	G8.5
—12	1.55	0.22	0.52	12.50	0.82	0.45	815	875	765	705	240	190	100	G8.5
—13	1.55	0.23	0.50	12.67	0.79	0.62	815	875	765	720	245	190	120	G8
—14	1.58	0.28	0.50	12.67	0.86	0.79	815	880	770	715	260	190	125	G9
—15	1.41	0.29	0.50	12.76	0.81	1.02	825	885	780	735	260	215	135	G9.5
—16	1.54	0.29	0.50	12.85	0.80	1.19	830	895	780	735	260	220	155	G9.5
—17	1.60	0.23	0.51	12.47	—	0.34	815	870	765	720	Ar' 450, 235	175	120	G8
—18	1.54	0.26	0.51	12.76	0.27	0.40	810	875	770	715	275	190	135	G8
—19	1.56	0.27	0.51	12.87	0.58	0.45	815	880	760	715	245	185	125	G8
—20	1.53	0.26	0.50	12.76	0.94	0.40	815	880	765	700	250	180	115	G8
—21	1.54	0.28	0.50	12.58	1.17	0.45	820	885	755	705	235	180	115	G8.5
—22	1.55	0.25	0.49	12.75	1.49	0.43	820	885	765	720	245	185	115	G8

0.9 %以上では Ar', Ar'' のみを生ずるに至る。

次に 10φ 圧延材より外径 10, 内径 3, 厚み 3mm の小試片をつくり, 1000 及び 1050°C に 1h 加熱後鉛浴及び塩浴に恒温焼入を行つて硬度・組織より又熱膨脹をも併用して恒温変態図を作成した。この結果は Fig. 2 の如くパーライト段階と中間段階変態とに分かれ 500°C 前後に過冷オーステナイトの安定なる区域がある。

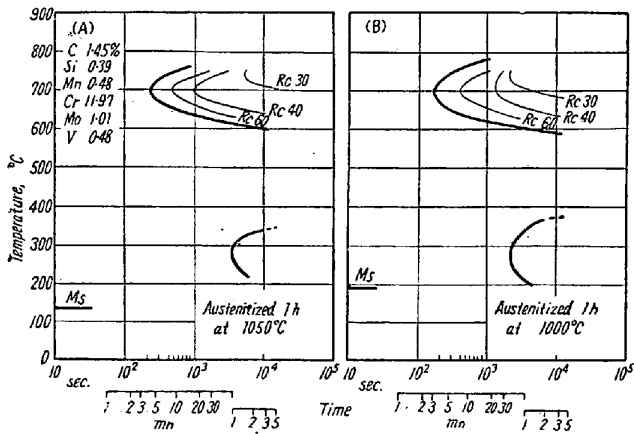


Fig. 2. Time-temperature-transformation curve for the decomposition of austenite.

(2) 焼入硬度及び硬化能

10×10×20 の小試片を 900~1100°C に各 1h 保持して油冷及び空冷後の硬度を測定した。この結果は Fig. 3 (A) の如くであつて油冷の場合は 1000°C 附近で、又空冷の場合には 1000~1050°C で最高硬度 Rc 64 前後が得られる。最高硬度の得られる焼入温度は V の多くなるにつれて高目に移動する。尚、焼入温度の低い場合には油冷の方が空冷より硬度高く、V の増加につれて硬度は低くなつてはいるが、焼入温度が高くなると逆に油冷

の方が空冷より硬度は低くなり、又 V の多い程硬度も上昇する。

本鋼種は自硬性大なるためジョミニー試験を採用出来ぬため冷却速度の異なる管状電気炉を作成し、小試片を 1050°C に 1h 加熱後種々の冷却速度にて炉冷し硬度を測定した。Fig. 3 (B) はこの結果を示すもので、V 添加によつてはあまり影響はないが Mo 添加によつて硬化能が著しく向上することがわかる。

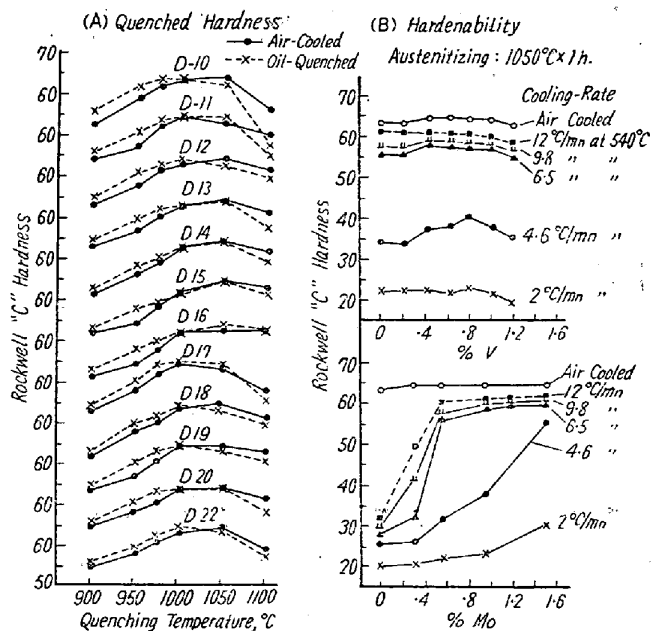


Fig. 3. Quenched hardness (A) and hardenability. (B)

次に酸化法³⁾により 1050°C×5h 加熱後の結晶粒度を求めた結果は Table 1 記載の如く V の多くなるにつれて微細化が認められるが Mo によつては殆んど影響がない。

(3) 焼入による残留オーステナイト量

焼入による変形率は焼入に際して生ずる α -M の炭素含有量と共に残留オーステナイト量に密接な関係を有するので $8\phi \times 50$ 試片を用いて各温度に 1h 保持して油冷及び空冷して残留オーステナイト量を測定した。測定は前報⁴⁾ 同様磁気継鉄法によつた。100% マルテンサイト組織が焼鈍状態と同じ磁気飽和値を有するものと見做して、焼鈍及び焼入状態における磁気飽和値を求め、この差と焼鈍状態の磁気飽和値との比を求めれば之が残留オーステナイト量となる。Fig. 4 (A) は一例として D-10 について磁場 H と $4\pi I$ 値との関係を示したものであるが H=2000 エルステッドに於いて殆んど飽和に達するので、この時の値を磁気飽和値とした。磁気的方法により残留オーステナイトを求めることは最近 J. O. Ward⁵⁾ 等も行つており Fahy permeameter により 2000 エルステッド以上の磁場で焼入時並びにサブゼロ処理によつて分解する残留オーステナイト量を求めている。

Fig. 4 (B) (C) は焼入後 24h の値であつて残留オーステナイト量は焼入温度の上昇によつて急激に増加する。又 V 添加量の多くなるにつれて残留オーステナイト量は減少するが Mo によつては殆んど変化は認められぬ。次に同一温度より空冷したものは油冷の場合よりもオーステナイト量は多くなつてゐるが 1100°C の場合 V

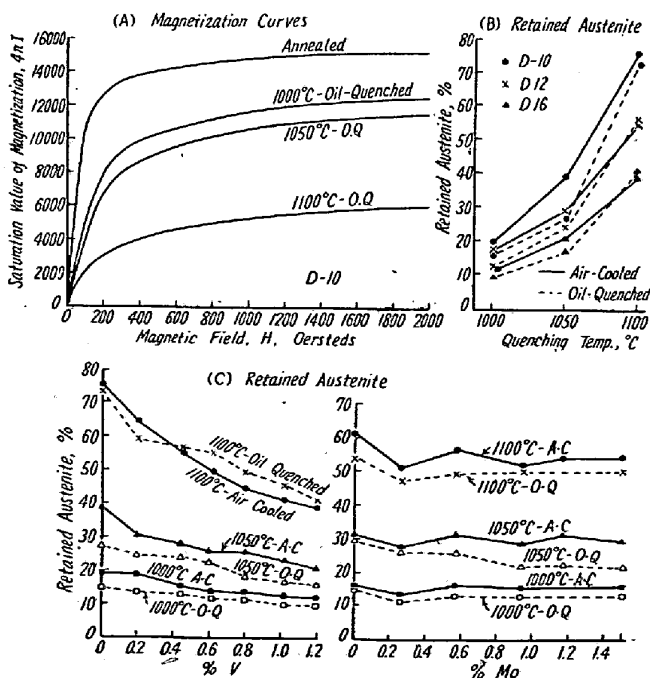


Fig. 4. Effect of Quenching temperature and Alloying Element on the amount of retained austenite.

0.4 %以上では逆に油冷の場合の方が空冷の場合より多くなつてゐる。

(4) サブゼロ処理

硬度の上昇、硬度分布の均一化並びに組織の安定化をはかり経年変形を防止するために、サブゼロ処理を行うことが最近ゲージ類、精密工具等に用いられてゐるので⁶⁾⁷⁾之に関し若干の実験を行つた。処理温度は -68°C とし保持時間は 4h とした。1050°C×1h 空冷及び1000°C×1h 油冷後直ちにサブゼロ処理を行い、硬度の上昇並びに残留オーステナイト量を測定した結果は Fig. 5 の如くである。先ず 1050°C 空冷の場合にはサブゼロ処理による残留オーステナイト分解率は V の多くなる程小となり処理後のオーステナイト量は 10~12% となるが V を含まぬものは少々多い。サブゼロ処理による硬度上昇は Rc 2~3 であり、Rc 66 前後を示すが V の多いものは硬度もやや低目である。Mo による影響は殆んど認められぬ。1000°C 油冷の場合もオーステナイト分解率は V の多い程小さいが処理後は大差なく 5~6% 程度である。硬度は Rc 1.5~2 上昇する。この場合も Mo の影響は殆んど認められぬ。

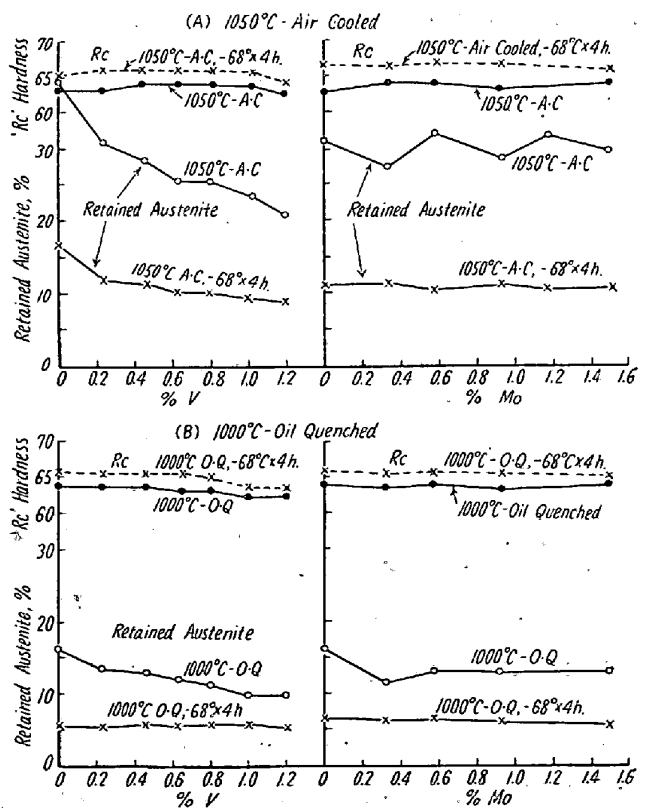


Fig. 5. Hardness change and breakdown of retained austenite by subzero-treatment.

(5) 焼入及びサブゼロ処理による寸法及び容積変化
外径、端面共に研磨して $10\phi \times 50$ 試片をつくり 1000

°C×1h 油冷, 1050°C×1h 空冷及び -68°C×4h のサブゼロ処理を行つた後焼鈍状態に対する長さ及び直径の変化を 1μ の精度を有するコンパレーターにて測定した。この結果は Fig. 6 (A) に示す如くで 1050°C で空冷の場合長さの方向は何れも膨脹を示し V 1% までは大した変化なく +0.1% 前後を示すが V 1.2% になると膨脹量が大きくなる。直径方向では V 0.22% 以下は収縮を示し V がこれ以上では 0.03% 前後の膨脹を示す。1000°C 油冷の場合は 1050°C 空冷の場合より長さ方向の膨脹量はかなり大きく V を含まぬもので +0.193% を示し之より V の多くなるにつれて膨脹量は減少するが、V 1.2% で又増大する。次に直径方向の膨脹量も 1050°C 空冷の場合よりも大きく、変化率は V を含まぬもので +0.13%, V 0.2% で +0.06% に減少し次に V 0.8% で山を生じこれ以上の V% に対してやや減少する。Mo による影響は殆んど認められぬ。1050°C 空冷後サブゼロ処理を行うと長さ及び直径共にかなり膨脹し長さ及び直径変化率は D-10 で +0.280, +0.23%, D-14 で夫々 +0.210%, +0.15% を示す。

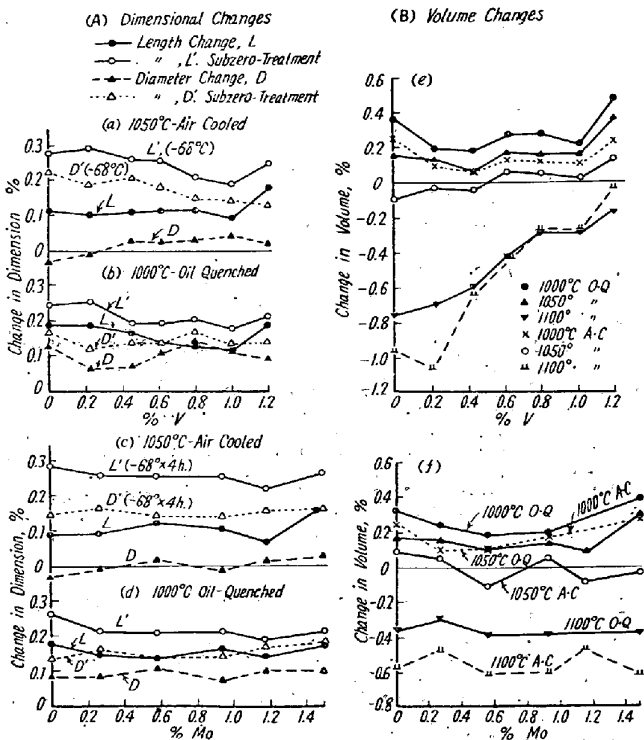


Fig. 6. Dimensional and volume changes.

1000°C 油冷後サブゼロ処理した場合の長さ及び直径変化率は 1050°C 空冷後サブゼロした場合よりも一般に小さい値を示す。前者は後者より残留オーステナイトは少いがマルテンタイト中の炭素濃度が低いために膨脹量も小さくなるものと考えられる。

Fig. 6 (B) は 8φ×50 試片を用い、水中秤量法により 1000~1100°C 1h 保持後油冷及び空冷した後の比重を測定し、焼鈍状態に対する容積変化を求めたもので、Mo によつては大した変化は認められない。1000°C 空冷, 1000°C, 1050°C 油冷の場合には何れも容積膨脹を示し変化量は V 0.4% まで次第に減少し、0.6~0.8% で山を生じ、V 1% でやや減ずるが V 1.2% で再び大となる。1050°C 空冷の場合には容積変化は極めて少く、V 0.4% 以下では収縮を示す。

(6) 焼戻による長さ及び直径の変化

10φ×50 試片を 1000°C 油冷及び 1050°C 空冷せるものにつき各温度に 1h づつ焼戻を行い長さ及び直径の変化率を測定せる結果は Fig. 7 に示す如くであつて、油冷, 空冷共に 500°C までは次第に収縮し 550~600°C で残留オーステナイトの分解に伴つて膨脹を示している。而してこの膨脹量は 1050°C 空冷の方が 1000°C 油冷の場合よりも大である。

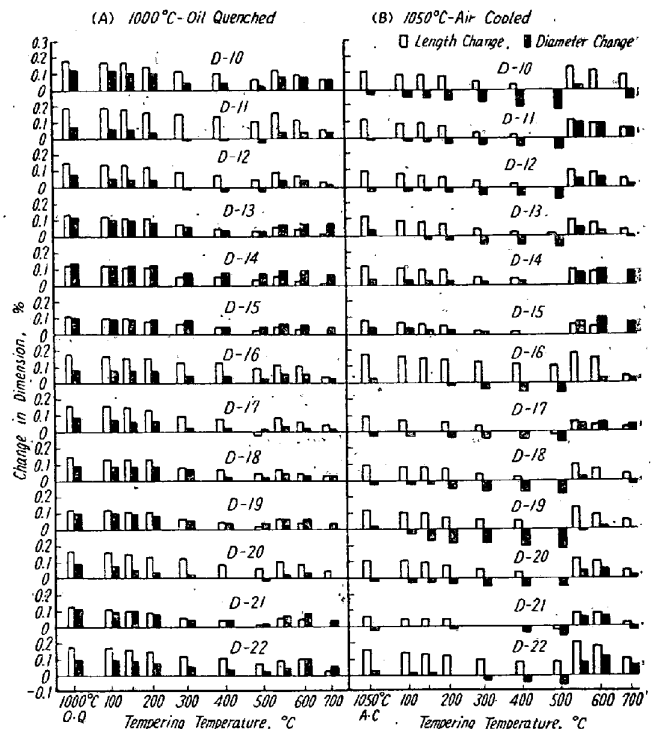


Fig. 7. Effect of tempering temperature on the dimensional changes.

次に Fig. 8 は 1000°C 油冷及び 1050°C 空冷後サブゼロ処理を行つた試片を各温度に 1h 焼戻して長さ及び直径変化率を測定せる結果でサブゼロ処理を行わぬ場合に比して、500°C までの焼戻による収縮が著しく、又 550°C における膨脹量は逆に小さくなつている。

(7) 焼戻硬度

Fig. 9 は小試片を 1000°C×1h 油冷, 1050°C×1h 空

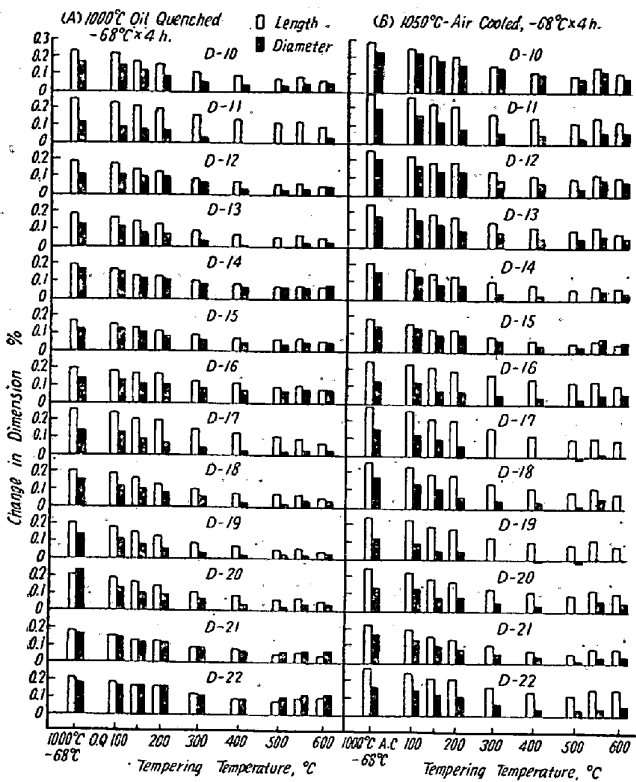


Fig. 8. Effect of tempering temperature on the dimensional changes after subzero-treatment.

冷及びサブゼロ処理せるものを各温度に 1h 焼戻した場合の硬度曲線である。1000°C 油冷の場合は 1050°C 空冷の場合に比して 400°C までの焼戻による硬度の低下がやや大であり、又 500°C に於ける二次硬化は 1050°C 空冷の場合のが著しい。図の点線はサブゼロ処理をした

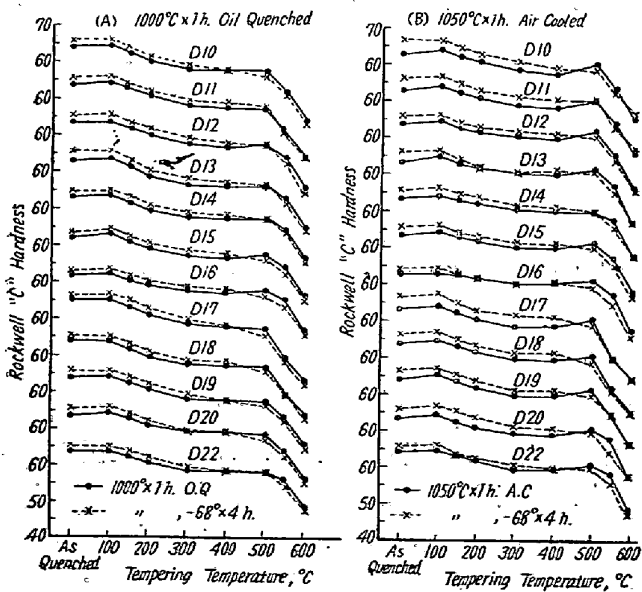


Fig. 9. Effect of tempering temperature on the hardness.

ものの硬度曲線で 400°C までの焼戻では硬度は高目であるが 500°C 以上では急に軟化し、サブゼロ処理しないものよりも硬度は低くなる。

Fig. 10 は V, Mo を変化したものにつき焼入温度を変えた場合の硬度曲線を示したものである。1050°C 空冷のときは 500°C で、1100°C 油冷、空冷の場合は 550°C で二次硬化を生ずるがこの程度は V, Mo の多いほど著しい傾向を示す。1100°C 焼入では V を含まぬ D-10 は残留オーステナイトが多く硬度は低いが V の多くなるにつれて硬度は上昇している。

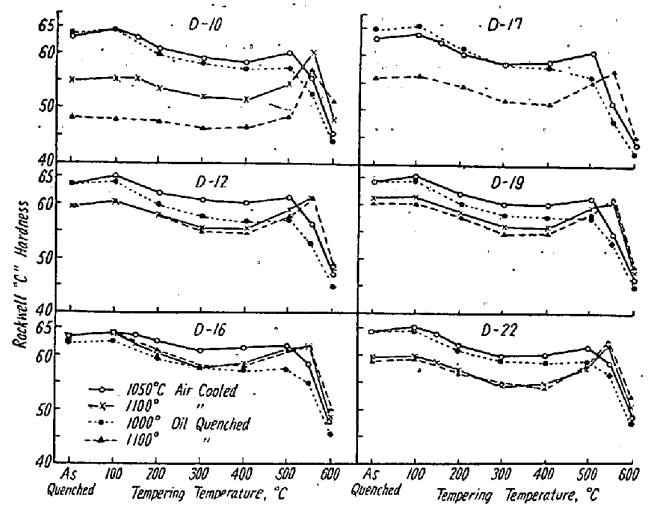


Fig. 10. Effect of tempering temperature on the hardness after various treatments.

(8) 焼戻による残留オーステナイトの分解

Fig. 11 (A) (B) は 1000°C 油冷及び 1050°C 空冷後常温時効及び焼戻をした場合の残留オーステナイトの変化を求めたもので何れも焼入後常温時効によつて残留オーステナイトは数%分解し、而もその大部分は焼入後 24h 以内に進行する。1050°C 空冷の場合は焼入後 24h 以内に分解する量がやや多くその後の分解量は少くなっている。

1000°C 油冷の場合は 150 日常温放置により 24h 後の値よりも 1.5~2% 程度分解する。焼戻によつては、200°C まで僅か分解し、400°C までは安定で 500°C より分解を始め、550°C で著しく 600°C では完全に分解する。Mo の少ないものは残留オーステナイトがやや不安定であるが、V によつては殆んど影響は認められぬ。

サブゼロ処理を行つた後の残留オーステナイトは、かなり安定となり常温時効では殆んど分解せず焼戻によつても安定で 500°C で僅か分解し、550~600°C で完全に分解する。

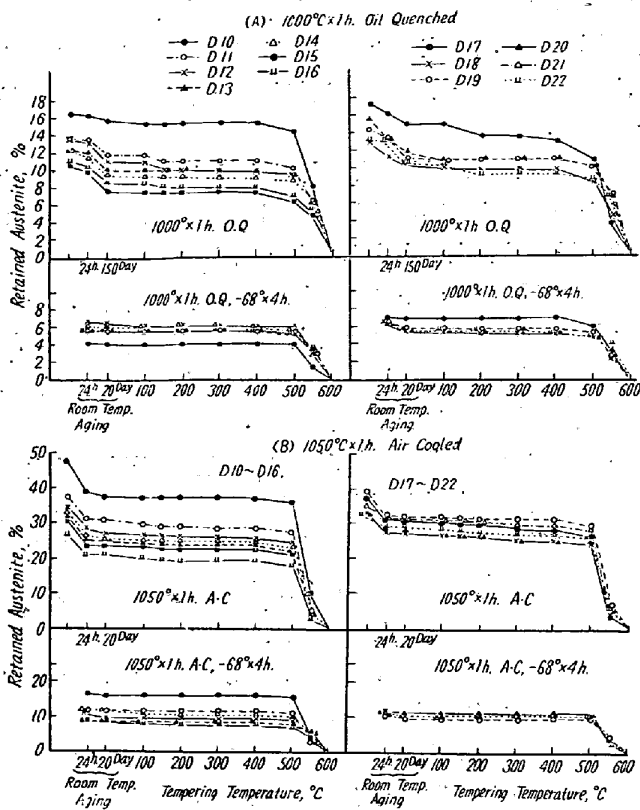


Fig. 11. Effect of tempering temperature on the decomposition of retained austenite.

(9) 靱性試験

20mm 角鍛造材より 7φ×50 試片を削り出し 1000° 及び 1050°C×1h 保持後油冷及び空冷し、175°C×1h 焼戻後静的曲げ試験を行い靱性の比較を行つた。即ち、アムスラー試験機で 40mm 支点間の中央に荷重を加え 1/100mm ダイヤルゲージを用い撓み量の測定を行つた。Table 2 はこの結果を示すもので V は 0.8% 附近で、又 Mo は 0.9% 附近で靱性は最大となる。1000°C 油冷の場合は 1050°C 空冷の場合より靱性は大であるが

Table 2. Results of bending test

Steel No.	100°C×1h oil quench, 175°C×1h				1050°C×1h air cool, 175°C×1h			
	Bend strength (kg)	Deflection (mm)	Absorbed Energy (kg cm)	'Rc' Hardness	Bend strength (kg)	Deflection (mm)	Absorbed Energy (kg cm)	'Rc' Hardness
D-10	970	0.92	44.6	60.0	800	0.72	28.8	61.3
-11	1,030	0.93	47.9	60.6	820	0.78	32.0	61.3
-12	920	0.82	37.7	59.2	740	0.65	24.1	61.4
-13	950	0.88	41.8	59.2	850	0.76	32.3	61.5
-14	1,090	0.97	52.8	59.4	950	0.85	40.4	61.6
-15	1,050	0.90	47.3	58.0	880	0.79	34.8	61.1
-16	650	0.60	19.5	57.0	840	0.71	29.8	60.5
-17	820	0.72	29.5	61.1	760	0.68	25.8	62.0
-18	850	0.74	31.4	60.2	720	0.67	24.1	61.6
-19	1,030	0.87	44.8	60.0	840	0.74	31.1	61.7
-20	1,000	0.86	43.0	60.0	900	0.81	36.5	61.6
-21	1,050	0.92	48.3	60.3	870	0.77	33.5	61.2
-22	1,030	0.84	43.3	59.8	780	0.72	28.1	61.5

硬度は低い。

Fig. 12 は 10φ 圧延製品を 7φ×50 に加工後熱処理を変えた場合、焼戻温度と靱性の関係を求めたものである。(A) は 1000°C×1h 油冷した場合で 200°C までの焼戻で靱性は急激に上昇し、250°C 附近に山を生ずるが焼戻温度が更に上昇するとオーステナイト中からの炭化物析出によつて靱性は低下し 500°C で谷を生ずる。次に 550°C 焼戻では残留オーステナイトの分解によつて靱性は急に上昇する。同図 (C) は 1000°C 油冷後サブ

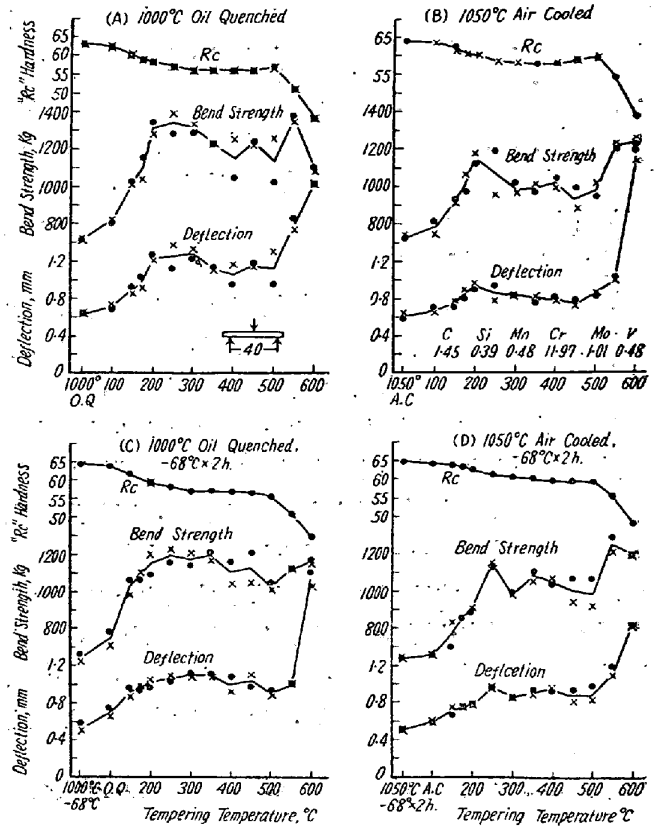


Fig. 12. Effect of tempering temperature on the bend strength and deflection.

ゼロ処理をした場合の変化にしてサブゼロによる硬度上昇により靱性は若干低下するが 300°C 以上における靱性低下の割合は減少する。(B) は 1050°C 空冷の場合であつて 200°C 焼戻で靱性は最大になるが 1000°C 油冷の場合に比すれば靱性も低く、硬度は高くなつている。

III. 結 言

以上 1.5% C, 12% Cr, 0.8% Mo に V を変化させたもの及び V 0.4% 含むものに Mo を変化させてその影響を調査したが、これらの結果を要約すれば次の如し。

- (1) 変態点は V, Mo によつて上昇の傾向を示す。又焼入硬化能は Mo によつて著しく向上する。
- (2) 結晶粒度は V の添加によつて微細化され、Mo 添加によつては大差がない。
- (3) 焼入硬度は 1000°C 油冷, 1050°C 空冷で Rc 64 前後の最高硬度が得られるが V の多くなるにつれて最高硬度の得られる焼入温度は高目に移動する。
- (4) 焼入によつて残留するオーステナイトは空冷の方が油冷の場合よりも多く、V の添加によつて減少し Mo の添加によつては変化は殆んど認められぬ。又焼入温度上昇によつて残留オーステナイトは急激に上昇する。
- (5) -68°C のサブゼロ処理により残留オーステナイトは 50~60% 程度分解されるが、1050°C 空冷, 1000°C 油冷共にこの分解率は V の多くなる程小となり、Mo 添加によつては殆んど影響がない。サブゼロ処理により残

留オーステナイトはかなり安定となり常温時効では殆んど分解しない。硬度はサブゼロ処理により 1050°C 空冷の場合は Rc 2~3, 1000°C 油冷の場合は Rc 1.5 内外上昇する。

(6) 焼入による長さ及び直径変化率は空冷の方が油冷の場合より小さい。V 0.45% の D-12 は 1000°C 油冷で長さ及び直径変化率は夫々 +0.157%, +0.07% 1050°C 空冷で夫々 +0.109%, -0.03% を示す。サブゼロ処理によつては長さ及び直径共にかなり膨脹する。

(7) 靱性試験の結果によれば V 0.8% 附近で、又 Mo は 0.9% 附近で靱性が最大となる。

終りに本研究の発表を許可された石原工場長に敬意を表すると共に、変形率測定に関し御援助をいただいた大沢恂氏並びに実験の一部を担当された外岡耀・平山政隆両係員にも謝意を表します。(昭和 30 年 1 月寄稿)

文 献

- 1) Grill, Roberts, Johnotin, George "Tool Steel" (1946) p 380
- 2) Materials & Methods 36 (1952) p. 114
- 3) SAE Handbook (1952) p. 126
- 4) 山中, 日下: 鉄と鋼, 39 (1953) p. 1271
- 5) J. O. Ward, M. D. Jepson, J. R. Rait: J. Iron & Steel Inst. 175 (1952) p. 1
- 6) John L. Everhart: Materials & Methods 37 (1953) p. 115
- 7) B. S. Lement, B. L. Averbach, M. Cohen: T. ASM 41 (1949) p. 1061