

焼入鋼に於ける残留オーステナイトの X線的定量法に就いて(I)

(日本鐵鋼協會第 26 回講演大會講演 昭 15. 10 於東京)

下村 保 光*

ON THE DETERMINATION OF RESIDUAL AUSTENITE IN QUENCHED STEEL BY MEANS OF X-RAY ANALYSIS (I)

Yasumitsu Simomura

SYNOPSIS:—(1) Honda and Sekito's method of determination of residual austenite in quenched steel by means of X-ray analysis was improved, in order to apply it to the case of broad lines due to the quenching stress.

(2) The relation between the tempering temperature and the quantity of the residual austenite in a high-carbon manganese steel quenched from 1050°C was investigated. The result shows that the residual austenite in the surface layer is apparently less than in the interior caused by decarburization of the former, and that the true quantity of austenite is the same throughout the specimen. On heating, the residual austenite decomposes rapidly in the ranges 375~425°C, vanishing completely at 450°C.

(3) The present writer determined also the quantity of the austenites in the quenched steel by means of thermal expansion curves and confirmed the abovementioned results obtained by X-ray analysis.

内 容

- I 緒 言
- II 實 験 装 置
- III 廻折線の強度測定
- IV 試料及び使用 X 線
- V 計算方法及び測定結果
- VI 熱膨脹試験
- VII 結果に對する考察
- VIII 總 括

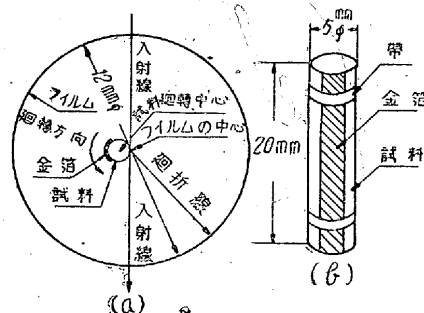
I. 緒 言

焼入鋼中に於ける残留オーステナイトの量は、その鋼の性質を支配する重要因子である。従て、これが正確に測られたならば、残留オーステナイトの量と鋼の特性との関係が明かにされ、鋼の熱處理の指針が得られるであらう。從來オーステナイトとマルテンサイトとの結晶構造の相違を利用して、残留オーステナイトの量を測定する、二三の方法が試みられた¹⁾²⁾が、更にこれを改良發展する必要を認め、本多、關戸兩博士の方法に準據して着手した。

II. 實験装置及び測定装置

撮影装置: 原理は本多、關戸兩博士の装置²⁾と同様である。即ち第1圖に示す如く、半径の一定な圓壩狀試料の周

圍の一部に、幅の一定な金箔 (foil) を、試料の軸と金箔の



長さの方向とが平行になるやうに捲きつけ、試料を廻轉しながら、これに切線的に X 線束をあて試料と金箔との露出時間の比を一定にして、撮影するのである。

第1圖 撮影原理 (a)撮影装置全體 (b)試料

焼入装置及び焼戻装置: 測定試料及び標準試料*の焼入は、本多、西山兩博士³⁾の用ひられ真空焼入装置を採用した。焼戻は勿論真空中で行つた。これは何れも熱處理した試料の表面がそのまま、X線的測定面となり得る爲である。

その他の装置: 強度測定装置として、マイクロホトメーターを、又補助實験装置として、普通の熱膨脹計を使用した。

測定原理: 金及びオーステナイトの廻折線を同時に同一フィルム上に撮影し、金の廻折線を媒介として、全部オーステナイトよりなる試料(標準試料)のオーステナイト線の強度と、測定試料のオーステナイト線の強度とを比較する

* 日本特殊鋼會社

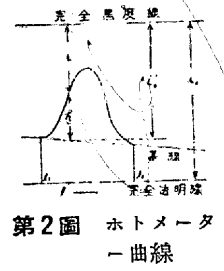
* 本節測定原理の項参照

のである。

III. 廻折線の強度測定法

廻折線の強度は、撮影したフィルムのマイクロホトメーター曲線により判断する。定性的には、屢々その山の高さを以て比較されるが、定量的には更に嚴密な考慮が必要である。筆者は次の如き考察の下に強度測定の方法を採用した。

即ち第2圖に示す如く、マイクロホトメーター曲線の横軸の方向に測つた長さを*l*とし、完全黒度に対する線を完全黒度線フィルムを照射すべき* 光線が全然吸収を受けぬ場合の曲線を、完全透明線と稱することとする。その他の諸記號は次の如き意味をもつ。



第2圖 ホトメーター曲線

- E : フィルム上の1點に於ける廻折線の強さ。
- E_0' : ホトメーター曲線の基線を生ぜしめたX線の強さ。
- E' : フィルム上の1點に於ける全X線の強さ。
- S : フィルムの黒度
- i_0 : ホトメーター曲線に於ける完全黒度線と完全透明線との距離。
- i_0' : ホトメーター曲線に於ける完全黒度線と基線との距離。
- i : 同曲線上の1點と完全黒度線との距離。
- h : 同曲線上の1點と基線との距離。
- I_0 : 同曲線を記録する場合、フィルムに垂直に入射させた光量。
- I : 同上の場合にフィルムを通過した光量。

さて、定義により、

$$S = \log \frac{I_0}{I} \quad \text{又} \quad I_0/I = i_0/i$$

$$\therefore S = \log \frac{i_0}{i} \quad \dots \dots \dots (1)$$

然るに撮影に當り、露出を適當にすれば、次の關係を満足する。即ち*k*を常數とすれば

$$E = kS \quad \dots \dots \dots (2)$$

ここに適當の露出と稱するは I_0/I が $\log_{10} I_0/I < 2$ を満足するやうな結果を與へるものである。

次に、 E' は廻折X線と同一の波長のもののみよりな

* $S = \log_{10} I_0/I$ とすることが多い。然し本節の議論では、何れの型でも差支へない。

るとし、基線の黒度もこれにより、且これ以外にはないとする。然る時は、(1)及び(2)を考慮すると次の關係が導かれる。

$$\begin{aligned}
 E &= E' - E_0' \\
 &= k \left(\log \frac{i_0}{i} - \log \frac{i_0'}{i_0'} \right) = k \log \frac{i_0'}{i} = k \log \left(\frac{i+h}{i} \right) \\
 &= k \log \left(1 + \frac{h}{i} \right) = k \left\{ \frac{h}{i} - \frac{1}{2} \left(\frac{h}{i} \right)^2 + \frac{1}{3} \left(\frac{h}{i} \right)^3 \right. \\
 &\quad \left. + \dots \dots \dots \right\} \dots \dots \dots (3)
 \end{aligned}$$

然るに本實驗に於ては、 $i \gg h$ であつたから、 $i_0' \doteq i \gg h$ である。従つて(3)式は次のやうになる。

$$E \doteq k \frac{h}{i} \doteq Kh \quad \text{但し} \quad K = k/i_0 \quad \dots \dots \dots (4)$$

即ち、一つのフィルムに關しては、X線の強度 E はホトメーター曲線の高さ h に比例すると見て差支へない。ホトメーター曲線の山が、 l_1 より l_2 に渉るものとすれば、一定原子面からの廻折線の強度 \bar{E} は次の如くなる。

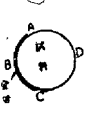
$$\bar{E} = \int_{l_1}^{l_2} E dl \doteq K \int_{l_1}^{l_2} h dl = KA \quad \dots \dots \dots (5)$$

茲に、 A は基線を底邊とするホトメーター曲線の山の面積である。

以上の所論が正しいか否か、又正しいとしても、本實驗條件が前項近似の條件を満足するか否かを實驗的に検討した。筆者はこれらの實驗的證明の基礎を、廻折X線の強度が廻折に與かる結晶の量に比例すると云ふことに置いた。* 然る時は(5)が正しければ、次の二つの結果が豫期される。

- イ. 廻折に與かる結晶の量(廻折線の強度)は、マイクロホトメーターの山の面積に比例する。
- ロ. 廻折に與る結晶の量さへ等しければ、諸種の原因により、マイクロホトメーターの曲線の山の形が、不規則にならうとも、山の面積は等しい。

實驗は次の如くして行つた。圓壘狀の銅の試料に、オーステナイトの測定に用ひる金箔を捲きつけ主實驗と同様の方法で廻折寫真をとつた。但し露出した銅の部分ADC(第3圖参照)と金の部分ABCとの比を色々變へる爲に、圓壘の半徑を種々に變へた。且銅に次の二種を用ひた。



第3圖

- 第1種 高周波電氣爐で溶解し、20 mm 角に金箔を捲きつけた試料鑄造した、1 kg の鑄塊を常溫加工により直徑の断面圖

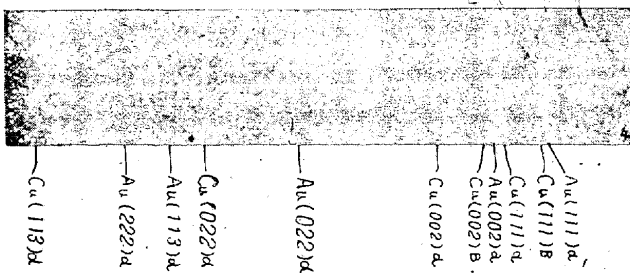
* 廻折線の強さを定めるその他の條件、例へば結晶粒の大きき等は同一と考へる。

10 mm の丸棒に延ばしたのより、旋盤で所定の形状に加工したもの。

第2種 上記同様の鑄塊を所定鍛造温度で、同一直径の丸棒とし、これを旋盤加工により所定の形状にした上

150°C で 6 h 焼鈍したもの。

即ち第1種の試料は極度の残留歪力を有し、試料第2種は残留歪力の殆どないものである。銅の不純物、残留歪力の値等は直接関係なき故、特に測定はしなかつた。使用X線は CoK で、Au (002) K_α を媒介として、Cu (111) K_α の強さを標準化して比較した。この2線は、第4圖の如



第4圖 (5)式の實驗的證明の爲に撮影せる寫眞

く、比較的接近した線であるが、マイクロホトメーター曲線は、山の麓が少し重なる程度で、面積の測定に當つては、曲線の延長により、山の形を定めても、餘り誤差の憂ひはないと考へられる。 \bar{E} が h に比例すると考へた場合は、第1表、第5圖に、(5)式による場合は第2表、第6圖に示してある。各圖共、曲線1は第1種試料、曲線2は第2種試料に関するものである。即ち第6圖によれば、前記

第1表 高さによる強さ

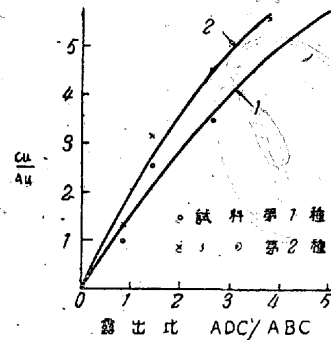
露出比	試料第1種				平均
	曲線 番號	$h_{Au(002)}$ mm	$h_{Cu(111)}$ mm	h_{Cu}/h_{Au}	
0.859	1031	37.4	38.6	1.03	1.01
	1032	36.4	36.4	1.00	
	1033	35.5	35.5	1.00	
1.427	951	15.3	42.6	2.78	2.59
	953	14.8	37.0	2.50	
2.670	1051	14.0	50.5	3.37	3.49
	1052	14.5	49.0	3.62	
3.830	1066	11.0	63.0	5.75	5.62
	1067	12.0	66.2	5.52	

露出比	試料第2種				平均
	曲線 番號	$h_{Au(002)}$ mm	$h_{Cu(111)}$ mm	h_{Cu}/h_{Au}	
0.859	1111	32.4	43.0	1.33	1.31 ₃
	1112	34.1	45.0	1.32	
	1113	34.1	44.1	1.29	
1.427	1151	17.0	53.8	3.17	3.17
	1154	17.0	54.0	3.17	
2.670	1211	12.2	57.5	4.70	4.59
	1212	10.7	48.0	4.49	
3.830	1202	8.5	48.5	5.71	5.59
	1203	13.0	71.4	5.48	

第2表 (5)式による強さ

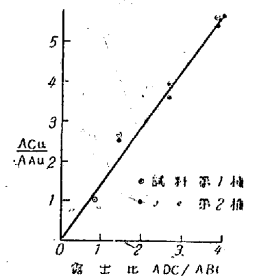
露出比	試料第1種				平均
	曲線 番號	$A_{Au(002)}$ mm	$A_{Cu(111)}$ mm	A_{Cu}/A_{Au}	
0.859	1031	13.83	14.44	1.043	1.029
	1032	13.83	13.31	0.963	
	1033	12.41	13.41	1.081	
1.427	951	7.67	20.49	2.67	2.59
	953	7.46	18.77	2.50	
2.670	1051	6.50	23.89	3.68	3.63
	1052	7.00	25.17	3.59	
3.830	1066	6.15	36.34	5.91	5.45
	1067	7.55	37.59	4.98	

露出比	試料第2種				平均
	曲線 番號	$A_{Au(002)}$ mm	$A_{Cu(111)}$ mm	A_{Cu}/A_{Au}	
0.859	1112	17.96	17.96	1.00	1.04
	1113	16.74	17.87	1.07	
	1151	7.57	20.00	2.69	
1.427	1154	8.14	21.41	2.64	2.67
	1211	6.86	26.29	3.83	
2.270	1212	5.22	21.68	4.15	3.99
	1202	4.95	27.09	5.47	
3.830	1203	6.41	37.40	5.84	5.65



第5圖 露出比と山の高さとの關係

圖中 ADC/ABC は $\frac{ADC}{ABC}$ の誤



第6圖 露出比と山の面積との關係

イロ共に實驗的に確められた譯である、第5圖によれば、試料第1種及び第2種の各々については、略直線的關係が成立する。即ち内部歪が一定のものに關しては、比例關係が略成立する。然し直線1と2とは一致しない、即ち内部歪が異ると、比例關係は成立しない。従つて、同一熱處理を受け、残留歪力が略等しいものについては、 \bar{E} は h に比例すると見て差支へないが、熱處理を異にする爲に残留歪力の異なるものに關しては、 \bar{E} は A に比例すると考へなければならぬ。

尙一定の内部歪を有するものに關しては山の高さも、山の面積も、共に直線的關係を保つと云ふことより、 \bar{E} の變化は、山の形を相似的に變化させないで、幅は略一定に保ち、主として高さのみを變化させることが判る。これが、定性的概略的に \bar{E} を判斷する場合に、 h を比較する根據である。

以上の所論により、 \bar{E} の測定に當つては、(5)式を採用

することとした。

VI. 試料及び使用 X 線

標準オーステナイト試料は、0.5% C, 12.5% Mn 残余 Fe の配合となし、タンマン爐で溶かしたものを用いた。試料の大きさ及び形状は、測定試料と同一で、これを 1000°C より水中に焼入れ、オーステナイト組織とした。特に化学分析を行ふことはしなかつたが、金箔を捲きつけないで撮影した處、オーステナイト線以外は現れなかつた。又磁氣的試験でも、これを確めた。

試料としては、1.12% C, 4.31% Mn, 0.06% Si, 残余 Fe なる成分の鋼を所定形状になし、150°C より水に焼入れ、更にこれを各種温度で焼戻した。焼戻温度に於ける保持時間は、30 mn である。

試料の形状及び大きさは、直径 5 mm, 長さ 20 mm の圓棒であり、金箔は、厚さ 0.05 mm, 幅 5.22 mm, 長さ 20 mm である。

又 X 線としては、CoK_α を用いた。

V. 計算方法及び測定結果

諸種の量を次の記號で表はす。

標準試料の (002)K_α の山の面積 = γA_s

t°C で焼戻した試料中のオーステナイトによる (002)

K_α の山の面積 = γA_t

金の (111)K_α の山の面積 = $A_u A$

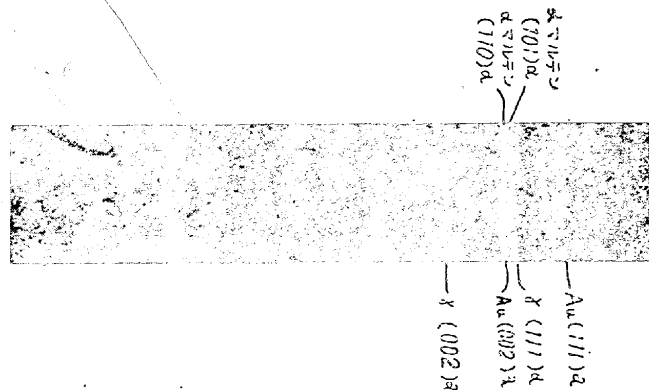
オーステナイトの含有百分率 = P_γ

然るときは、次 P_γ の如く計算される。

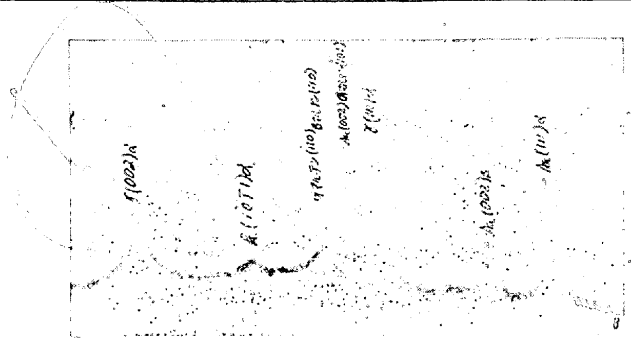
$$P_\gamma = \left(\frac{\gamma A_t}{A_u A} \right) \div \left(\frac{\gamma A_s}{A_u A} \right) \times 100 \dots \dots \dots (6)$$

撮影した寫眞及びそのマイクロホトメーター曲線の一例

を示せば夫々第7圖及び第8圖の通りである。



第7圖 オーステナイト測定に當りて撮影せる寫眞



第8圖 第7圖のマイクロホトメーター曲線

これ等より計算した結果は、第3表、第4表及び第5表に示す。第5表に示した値を得る爲に、表面より 0.3 mm 内部の面を出すには、15% 硝酸で表面を腐蝕し去り、鏡紙 1F で、手により軽く磨りて凹凸を除いた。然し、かやう

第3表 ($\gamma A_s/A_u A$) の値

曲線番號	AuA	γA_s	($\gamma A_s/A_u A$)	($\gamma A_s/A_u A$)平均
614	11.53	10.10	0.876	0.886
616	7.95	7.13	0.896	

第4表 試料表面の残留オーステナイトの量

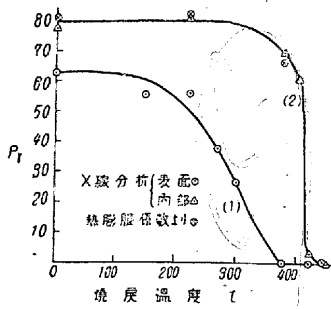
熱處理	曲線番號	AuA	γA_t	($\gamma A_t/A_u A$)	($\gamma A_t/A_u A$)平均	P_γ
焼入のみ	671	12.02	6.50	0.541	0.554	62.5
	672	10.72	5.77	0.538		
	673	11.78	6.89	0.584		
150°C 焼戻	602	8.71	4.32	0.496	0.500	56.4
	603	8.53	4.29	0.503		
225°C 焼戻	701	7.66	3.99	0.521	0.502	56.6
	702	7.83	3.99	0.510		
	703	7.87	3.74	0.475		
268°C 焼戻	764	10.98	4.02	0.366	0.333	37.6
	765	9.68	3.18	0.329		
	766	9.80	3.00	0.313		
300°C 焼戻	631	7.72	1.68	0.218	0.228	26.5
	632	6.93	1.65	0.238		
	633	7.38	1.69	0.229		
375°C 焼戻	オーステナイト線現れず			0	0	0

第5表 試料表面より 0.3 mm 内部の残留オーステナイトの量

熱處理	曲線番號	AuA	γA_t	($\gamma A_t/A_u A$)	($\gamma A_t/A_u A$)標準	($\gamma A_t/A_u A$)平均	P_γ
焼入のみ	991	7.10	3.76	0.530	0.688	0.688	77.7
	992	6.95	3.73	0.537	0.697		
	994	7.29	3.81	0.523	0.679		
268°C 焼戻	1081	8.17	4.75	0.581	0.705	0.720	81.3
	1083	9.67	5.80	0.600	0.728		
	1084	9.02	5.40	0.599	0.727		
375°C 焼戻	971	8.03	3.96	0.493	0.616	0.621	70.1
	974	9.76	4.82	0.494	0.618		
	975	6.06	3.04	0.502	0.628		
400°C 焼戻	1091	9.10	4.27	0.496	0.569	0.544	61.4
	1092	9.14	3.91	0.428	0.519		
425°C 焼戻	981	7.40	0.16	0.021 ₁	0.026 ₅	0.025 ₃	2.9
	983	7.49	0.15	0.020 ₂	0.025 ₃		
	984	7.58	0.15	0.019 ₆	0.025 ₆		
450°C 焼戻	オーステナイト線現れず			0	0	0	0

にして測定面を作ると、試料の直径が 5 mm より小であるのみならず、試料毎に異なる。この状態で計算した ($\gamma A_t/A_u A$) の値が第5表に於ける ($\gamma A_t/A_u A$) である。然し、これでは

$(\gamma_{As}/AuA)=0.886$ (第3表参照)とした場合の、(6)式を



第9圖 焼戻温度とオーステナイト残留量との關係

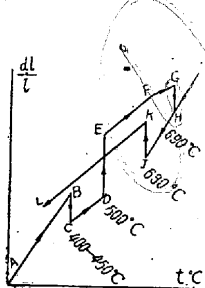
適用し得ない。それ故(6)式を適用し得るやうに、直径5mmの場合に、これを換算したものが、同表の (γ_{At}/AuA) 標準である。換算係数が試料毎に異なるのは勿論である。

以上の結果を圖示すれば、第9圖曲線(1)(表面)及び(2)(内部)の通りとなる。

VI. 熱膨脹試験

X線の測定の結果を確める目的を以て熱膨脹試験により、残留オーステナイトを測定した結果を考察する。

今回の実験に用ひた用ひた試料を焼き入れて、熱膨脹曲線をとると、一般に第10圖の如く如くなる。各變化の生



第10圖 焼入鋼の熱膨脹曲線

じる温度及び加熱冷却速度は圖中に記入してある。これ等の變化を筆者は次の如く解釋した。*

- BC: α マルテンサイトより β マルテンサイトへの變化
- DE: 残留オーステナイトより β マルテンサイトへの變化
- GH: A_{c1} 變態

JK: A_{v1} 變態

F: β マルテンサイトのパーライト (α -Fe+ Fe_3C) 化の完結點

BC, DE の變化は一般にある温度範圍で起るものである。

然し一定温度に長時間保てば、略變化を完了するが、更に少しく温度をあげれば變化は多少進行するかもしれぬ。

然し、その爲に CD に於て α -マルテンサイトが、又 EF に於てオーステナイトが残る量は、極めて僅少と考へられる。従つて筆者は、第10圖を次の如く解釋した。

AB: α -マルテンサイト、 β -マルテンサイト及び残留オーステナイトの混合物の膨脹曲線

CD: β -マルテンサイト、パーライト (α -Fe+ Fe_3C) 及び、残留オーステナイトの混合物の膨脹曲線。但し β マルテンサイトのパーライト化による長さの變化の

* 高温廻折寫真により解析すべきである。何れ行ふつもりである。

影響をも含める。

EF: β -マルテンサイト、パーライトの混合物の膨脹曲線

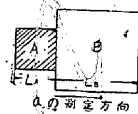
FG: パーライトの膨脹曲線、但しパーライトの粗大化による收縮の影響をも含める。

HI: オーステナイトのみの膨脹曲線。

従つて、CD の中に α マルテンサイト、EF の中にオーステナイトが混合せぬ爲には、BC, DE の變化を完了させて置かねばならぬ。

さて、熱膨脹係数 α より残留オーステナイトの量を計算するに當り、 α 及び各相及び系の割合 p は、その接尾字により、その相及び系を區別することとする。又簡單の爲、 β マルテンサイトとパーライトとを1相と考へて B とし、 β マルテンサイトのパーライト化による影響及び、パーライトの粗大化による收縮の影響をも無視する。従つて、EF は B 相の膨脹曲線であり、CD は B 相とオーステナイト (A 相) とよりなる系 (AB) の膨脹曲線となる

α 's と p_A との關係は、A, B 兩相の集合状態によつて異なる。今 A, B 兩相の集合状態が第11圖の如くであり、兩



第11圖 AB 兩相の集合状態

相間に何等掣肘がないとする、この場合は「系 AB の物理的性質は相 A 及び B の物理的性質により獨立的に支配される」と考へてよい。従つて、次の關係が成立する。

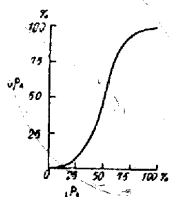
$$\alpha_{AB} = p_A \alpha_A + p_B \alpha_B = p_A \alpha_A + (1 - p_A) \alpha_B \dots (7)$$

$$\therefore p_A = \frac{\alpha_{AB} - \alpha_B}{\alpha_A - \alpha_B} \dots (7)_1$$

然るに、こゝに採用した物理的性質は長さに関するものであるから、 p_A, p_B 等は長さの割合である。一方 X 線により測定した p_V は質量の割合である。故に p_A と p_V とを比較するには、長さの割合を質量の割合に換算しなければならぬ。長さの割合、容積の割合及び質量の割合を、夫々 $e p_A, v p_A$ 及び $w p_A$ とする。 $e p_A$ より $w p_A$ への換算の中間手段として、 $e p_A$ より $v p_A$ の換算をするに當り、 V 及び L を諸相の容積及び長さとするれば次の關係が導かれる。

$$v p_A = \frac{V_A}{V_A + V_B} = e p_A \frac{L_A^2}{L_A^2 - L_A L_B + L_B^2} = \frac{e p_A^3}{1 - 3e p_A + 3e p_A^2} \dots (8)$$

(8) 式を圖示すれば、第12圖の通りである。



第12圖 pAとvPAとの關係

次に、諸相の質量及び比重を夫々M及びSで表せば、

$$w_{PA} = \frac{M_A}{M_A + M_B} = \frac{V_A}{V_A + V_B \frac{S_B}{S_A}}$$

$$= \frac{v_{PA}}{1 - (1 - v_{PA}) \left(1 - \frac{S_B}{S_A}\right)}$$

$$= v_{PA} F \dots\dots\dots (9)$$

茲に $F = \frac{1}{1 - (1 - v_{PA}) \left(1 - \frac{S_B}{S_A}\right)} \dots\dots\dots (10)$

Fの性質を見る爲に、オーステナイトの格子常数を 3.59 Å, B相のそれを 2.86 Å とすれば (10) 式は次の如くなる。

$$F = \frac{1}{1 - 0.025 (1 - v_{PA})} \dots\dots\dots (11)$$

即ち, SA と SB との差は極めて小なる爲, F は第6表に示す如く, 1 に極めて近い函数である。従つて, 近似的には vPA より wPA への換算の必要なく

第6表 FとvPAとの關係

vPA	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1.0
F	1.02	1.02	1.02	1.02	1.01	1.01	1.01	1.00	1.00	1.00	1.00

$$v_{PA} \doteq w_{PA} \dots\dots\dots (12)$$

と見做して差支へない。

上記所論により, a's から wPA を計算する式として, (7)1 (8) 及び (12) より次の關係を得る。

$$e_{PA} = \frac{a_{AB} - a_B}{a_A - a_B}, \quad v_{PA} \doteq w_{PA} = \frac{e_{PA}^3}{1 - 3e_{PA} + 3e_{PA}^2} \dots\dots\dots (13)$$

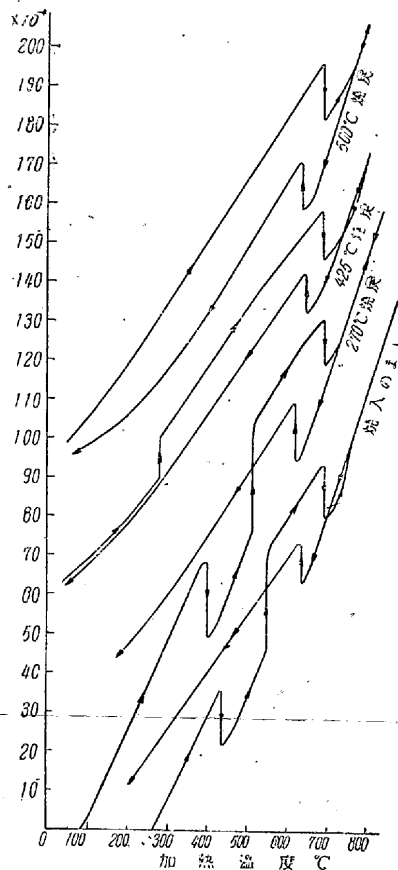
さて, 熱膨脹曲線より a's を求めるに當り, aAB は第10圖 CD より直接求められるが, この温度範圍に相當する aA, aB は直接には求められない。故にこの温度範圍まで, 曲線 EF, IJ を延長して求めるのが最も妥當であるが, 實際には困難なので, 便宜上 EF, IJ より直接求めた a を以て, 夫々 aB, aA とした。

第16圖は實測した焼入焼戻試料の熱膨脹曲線を例示するものである。これ等より求めた a's, ePA 及び vPA(≐wPA)

第7表 焼戻温度と pA との關係

熱處理	aAB × 10 ⁹	aB × 10 ⁹	aA × 10 ⁹	ePA	vPA(≐wPA)
焼入のみ	26.0	16.0	32.0	0.62	0.81
270°C 焼戻	26.0	16.0	32.0	0.62	0.81
375°C "	25.0	16.0	32.0	0.56	0.67
425°C "	16.0	15.0	32.0	0.028	2.4 × 10 ⁻⁴
455°C "	15.5	15.0	32.0	0.020	2.8 × 10 ⁻⁶
475°C "	15.3	15.0	32.0	0.018	7.0 × 10 ⁻⁶
550°C "	16.0	16.0	32.0	0.000	0.000

を第7表に, 又焼戻温度と vPA(≐wPA) との關係を第9圖に⊗印で示す。これによれば, vPA(≐wPA) はX線による測定の結果に良く一致し, 膨脹法も X線の方法も共に正しいことを示す。*



第16圖 焼入焼戻鋼の熱膨脹曲線。曲線は縦軸式沿ふて平行に移動してある。

VII. 結果に對する考察

第9圖に於て,

(1) 曲線は曲線(2)よりも著しく低くオーステナイトは表面よりも内部に著しく多いことを示してゐる。然るに, 田丸, 關戸兩博士⁴⁾によれば, 徑 5mm, 長さ 15mm の 0.9% C 炭素鋼を, 脱炭及び滲炭なきやう注意して, 1000°C より油中に焼入れた場合には残留オーステナイトは表面に於いて遙かに

多い。これは, 表面が内部よりも冷却速度が大であり, 従つて焼入効果が大きい爲である。一方西山博士³⁾によれば 5mm 角の 1.28% C 炭素鋼を, 1065°C より真空水焼入すると, オーステナイトは, 内部よりも表面に於て少ない。同博士はこれを熱歪の爲と解釋して居られる。又この試料の表面に於ける α マルテンサイトの軸比が, 内部のそれよりも, 小であることの原因の一つとして脱炭をも考慮されてゐる。従つて表面に於けるオーステナイトの少い原因の一

* 實際には兩相間に制肘があるであらう。然るにこれを無視した結果が, X線分析の結果と良好な一致を示すのは, 兩相間の制肘が小であるか, 又は系全體として制肘の効果が打ち消される爲であらう。又第10圖 CD 温度範圍の aA は第7表のものより小であり, aA の vPA に及ぼす影響を第8表に示す。

第8表 aA と vPA の關係

焼戻温度	aA	
	31 × 10 ⁻⁹	30 × 10 ⁻⁹
焼入のみ	0.89	0.94
270°C	0.89	0.94
375°C	0.77	0.85

つとしても亦脱炭を考慮してよいであらう。殊に、田丸、關戸兩博士の結果を考へ合せると、脱炭の影響が大きく考へられる。これを確めるため、1050°Cより水に焼入れた試料



第17圖 脱炭状態の顯微鏡寫眞
倍率 70 寫眞上方の境界線が表面

を、真空中で 800°C 30 mm 加熱後爐中冷却して焼鈍を行ひ、炭化物を析出させたものゝ顯微鏡検査を行つた。第17圖にこれを示す。同圖の白色網狀部分は Fe₃C であるが、表面の近くに少いことが明かである。これは焼鈍操作中の脱炭よりも寧ろ、焼入する際の加熱

による脱炭と考へて然るべく、残留オーステナイトが表面に於て少ない原因も主としてこれによると見てよい。

第9圖曲線(2)△印は表面より 0.3 mm だけ内部の測定値で、極めて僅かの表面層を除いては、内部を通じて同一の値と看られる。³⁾ 従つて試料全體の平均値と考へてよい、表面除去に當つて腐蝕しただけでは新表面は凹凸が多いので、平滑にする爲に鍍紙で軽く擦つた。勿論この場合摩擦の影響は考へられるが炭素鋼に於けるαマルテンサイトからも、手を以てエメリー紙で軽く磨く程度ならば、變化しない³⁾ のであるから、マンガン鋼に於けるオーステナイトの如きは心配ないと考へた。

曲線(2)⊗印は(13)式を用ひ、熱膨脹係數より計算した値であり、試料全體の平均値と看做れる。これが X 線的測定の結果と良好な一致を示すことにより、兩測定法の正しいことが判る。然し乍ら(13)式の計算に當つては a_A , a_B 共に CD の溫度範圍に對應する値よりも大なる値(即ち高温の値)を採用してゐるから、實際は更に大なる v_{pA} を示すべきである。 a_A の v_{pA} に及ぼす影響は第8表に示してある。 a_B の影響は a_A と逆であるが遙かに小である。さうすれば、X 線的測定の結果との開きが大きくなるが、マイクロホトメーター曲線に於ける基線の微少なる相違は、 p_V に數%の差を容易に導入する可能性がある。 p_V の更に嚴密な決定は第 II 報に譲り、第1近似として本法の正しさを認めて良いと思ふ。

又、オーステナイト含有量の極めて小なるか、或は極めて大なる時は、膨脹試験の方が詳細な定量が出来ることは第12圖より明かである。

第9圖曲線(2)によれば、残留オーステナイトのマルテンサイト化は、焼戻溫度 3000°C までは殆ど起らず、375°C ~ 425°C で最も顯著であり、450°C で完結することが判る。

焼戻するときの、オーステナイト→マルテンサイトの變化溫度は、第16圖に示す如き熱膨脹曲線より判り、この變化溫度と熱膨脹試験にかける前の焼戻溫度との關係を示すと第9表の如くなる。この表で(イ)焼戻溫度が高くなると

第9表 焼戻溫度と残留オーステナイトのマルテンサイト化溫度の關係

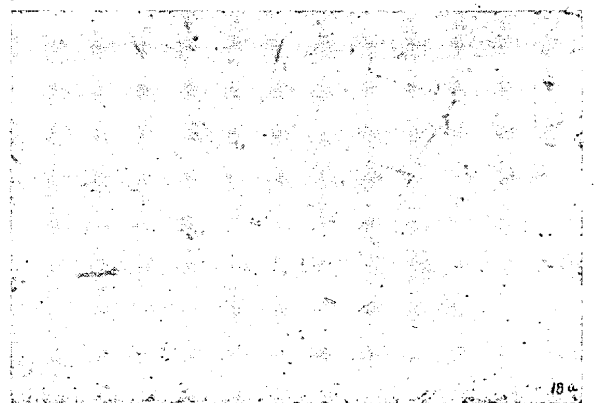
焼戻溫度 °C	常温	270	375	425	455	475
變化溫度 °C	545	510	500	280	270	260

變化溫度が低くなり(ロ)焼戻溫度が 400°C 以上となると再加熱に當り、該焼戻溫度以下で變化することが判る。

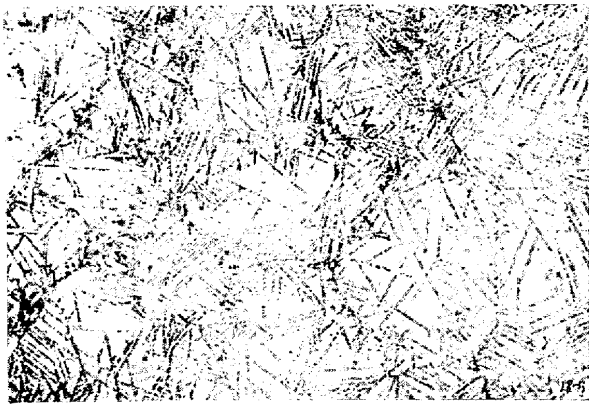
(イ)、焼戻溫度が高い程残留オーステナイトよりの炭化物の析出が多量となる爲に、オーステナイトが不安定となり變化しやすくなることによると考へられる。このことはX線寫眞の炭化物の反射線の強さからも推定されるが顯微鏡的にも次のやうにして確められる。即ち、400°C 及び 500°C で焼戻した顯微鏡組織は、第18圖 A, B の如く、焼戻溫度の高い方がマルテンサイトが多いが、同じ檢鏡面をピクリン酸曹達で處理し炭化物のみを出現せしめた寫眞



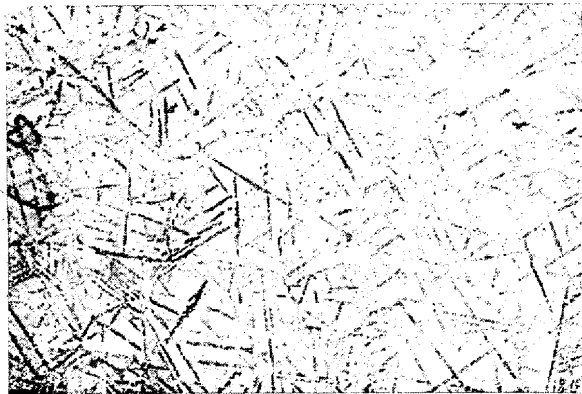
第18圖 A 400°C 焼戻(組織) ×440



第18圖 a 400°C 焼戻(炭化物) ×440



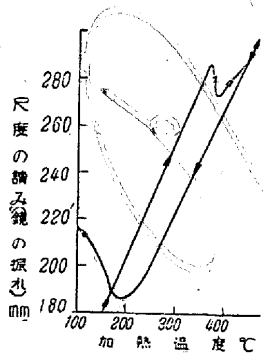
第18圖B 500°C 焼戻(組織) ×440



第18圖b 500°C 焼戻(炭化物) ×440

はそれぞれ第18圖 a, b の如く焼戻温度の高い方が炭化物(針状)の析出が増加してゐる。

(ロ)の現象は、 $A_{\gamma'}$ と $A_{\gamma''}$ との間に、 A_{γ} 変態の生じない温度範囲があると云ふことに對する、本多、菊田兩博士の理論³⁾により合理的に説明される。



第19圖 焼戻温度以下に於ける残留オーステナイトの變化の確認

次に焼戻を膨脹計中で行ひ長さの變化を測定して、第19圖を得た。即ちオーステナイト→マルテンサイト變化は、焼戻温度で起らず 200°C 附近で生じる。このことも上記兩博士の理論より豫期される所である。従つて、第9圖曲線(2)より、オーステナイト→マルテンサイト

變化温度が 420°C 附近にあると速断してはならぬ、何となれば、上述の理由により、本曲線は該温度を窺知すべき性質のものでなく、單に焼戻温度と残留オーステナイトの量との關係を示してゐるにすぎないからである。

VIII. 總 括

1. 焼入マンガン鋼の残留オーステナイトのX線の測定法を考究した。
2. 熱膨脹計による残留オーステナイトの定量法を案出した。
3. 以上 1, 2 の結果はよく一致し、兩方法の正しいことを示してゐる。
4. の残留オーステナイトの測定法を考究するに當り、次の事が同時に明かとなつた。即ち、1050°C より眞空水焼入した、1.12% C, 4.31% Mn, 0.06% Si, 殘餘 Fe なる成分の鋼は

(イ) 第9圖曲線(2)の示す如き、焼戻温度と残留オーステナイトの量との關係を有し、(ロ)焼戻に於て、残留オーステナイト→マルテンサイトの變化は必ずしも焼戻温度に於て起るとは限らず、(ハ)第10圖 CD まで加熱した場合これより更に高温に加熱するか低温に冷却するかにより、それぞれ異つた變化温度を有することが判つた。

終りに臨み、本研究は日本特殊鋼株式会社々長工學博士渡邊三郎氏の御指導並に研究方針に基いて實施したものであることを特記して謝意に代へると共に、終始御丁寧な御指導を賜はつた、本多、村上兩博士に深甚なる謝意を表する次第である。尙實驗に計算に、筆者を援助された横山昇君の勞を多とするものである。

参 考 文 獻

- 1) 本多, 大澤: 金屬の研究 6 (1229) 6
- 2) 本多, 關戸: 金屬の研究 8 (1931) 8
- 3) 本多, 西山: 金屬の研究 10(1933) 1
- 4) 田丸, 關戸: 金屬の研究 8 (1931) 595
- 5) 本多, 菊田: 金屬の研究 1 (1924) 454