

# 焼入鋼に於ける残留オーステナイトの X線の定量法に就いて(II)

(日本鐵鋼協會第 28 回講演大會講演, 昭, 17, 10 於東京)

下 村 保 光\*

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

Yasumitsu Simomura

**SYNOPSIS:**—1. The method of quantitative determination of residual austenite in quenched steel described in the 1st report was improved in the accuracy of the intensity measurement of diffraction by referring to non-directional gold foil.

2. Applying this method to manganese steels containing about 1.1% carbon quenched from 1050°C into water and tempered at various temperatures, the change of amount of residual austenite due to tempering was measured for six different specimens and the relation between the manganese content in the specimens and the austenite content was determined.

3. These results agreed well with those obtained by the measurement of thermal expansion of quenched specimen; they are also confirmed by the results of a microscopic investigation by Professor Murakami and Dr. Hatta.

### 内 容

- I 緒 言
- II 廻折強度の測定法
  - 1. 黒度測定法の改良
  - 2. 廻折強度計算上の改良
- III 金箔の方向性の影響とこれの対策
- IV 計算式, 試料及び使用X線
- V  $\gamma E_s/E_{Au}$  の決定
- VI 計算の一例
- VII 測定結果
- VIII 結果に対する考察
  - 1.  $P_\gamma-t$  曲線に於ける極大
  - 2. 1.1% C 系マンガ鋼に於けるマンガ含有量(M)と  $P_\gamma$  との関係
  - 3. 顯微鏡的研究との比較
  - 4. 結晶粒粗大化の測定に及ぼす影響
  - 5. 熱膨脹による  $P_\gamma$  の測定
  - 6. オーステナイト→マルテンサイトの變化溫度
  - 7. 試料第 912 の  $P_\gamma$  測定値に於ける第 I 報と第 II 報との相違
  - 8. 顯微鏡的検討
- IX 總 括

### I. 緒 言

第 I 報 に於て, 残留オーステナイトの X 線的定量法を確立し, これを熱膨脹曲線より計算した結果と比較對照し

て, 略その正しさを確認した. 然し更にこの定量法に改良すべき點あるを認め, これを補正し, 一層正確なものとした. 改良した點は, 廻折強度測定法を正確にしたこと, 強度計算を嚴密にしたこと, 及び標準金箔の方向性を除去したことである.

かくして改良した方法を適用することにより, 1050°C より水焼入した, 1.1% C 系のマンガ鋼中の残留オーステナイトの量と焼戻溫度との關係を求めた.

### II. 廻折強度の測定法

#### 1. 黒度測定法の改良

第 I 報では, フィルムの黒度測定に當り, マイクロホトメーターを用ひたが, 今回はマイクロホトコンパレーターを用ひた. これにより改良された點は次の通りである.

i. 著者の實驗室にある兩装置に關する限り, マイクロホトコンパレーターの方が遙かに精度もよく, 感度も大である.

ii. 黒度曲線の横軸の長さが, フィルムの長さと同様に嚴密に對應し, フィルムの長さは目分量で  $10^{-3}$  mm まで読みとれる.

iii. 1 回の測定に於て, フィルム上の同一の點の黒度を反復測定し得る.

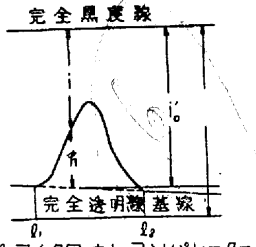
實際の測定に當つては, フィルム上  $5 \times 10^{-2}$  mm 毎に黒

\* 日本特殊鋼會社

度を測定した。

2. 廻折強度計算上の改良

第1圖に示す如く、マイクロホトコンパレーター曲線の、横軸の方向に測つた長さを  $l$  とし完全黒度に對する曲線及びフィルムを照射する光が全然吸収されぬ場合の曲線をそれぞれ、完全黒度線及び完全透明線とする。尚その他の記號を次の如く定める。



第1圖 マイクロホトコンパレーター曲線

$\bar{E}$ : 一定原子面より反射される X線強度の總和

- $E$ : フィルム上の1點に來れる廻折線の強度
- $E'$ : フィルム上の1點に於ける全X線の強度
- $E_0'$ : マイクロホトコンパレーター曲線の基線を生ぜしめたX線の強度
- $i_0'$ : マイクロホトコンパレーター曲線に於ける完全黒度線と基線との距離
- $i$ : マイクロホトコンパレーター曲線に於ける完全黒度線と考ふる點との距離
- $h$ : マイクロホトコンパレーター曲線に於ける考ふる點と基線との距離

然るときは次の關係がある

$$E = E' - E_0' = k \log \frac{i_0'}{i} \dots \dots \dots (1)$$

茲に  $k$  は比例帶數とする。さて、第I報に於ては(1)式に關し次の如き近似的計算をなした。

$$E \doteq k \frac{h}{i} = Kh \dots \dots \dots (1)'$$

茲に  $K$  は比例常數である。従つて、マイクロホトコンパレーター曲線の山が  $l_1$  より  $l_2$  に涉るものとし、該曲線と基線との間の面積を  $A$  とすれば、 $E$  を次の如く看做し得たのである。

$$E = \int_{l_1}^{l_2} E dl = KA \dots \dots \dots (1)''$$

然し乍ら、今回は一般に(1)'の近似が出来るやうな條件でないのみならず、この近似値が適用出来る場合も、これを爲さず(1)に準據した。即ち、

$$E = k \left\{ \int_{l_1}^{l_2} \log i_0 dl - \int_{l_1}^{l_2} \log i dl \right\} \dots \dots \dots (2)$$

但し、この場合  $i_0(l)$  及び  $i(l)$  の函數形が不明なので、微量量  $\Delta l$  を一定に保ち、次の如き便法を採用した。

$$\begin{aligned} \bar{E} &= k \left\{ \int_{l_1}^{l_2} \log i_0 dl - \int_{l_1}^{l_2} \log i dl \right\} \\ &\doteq k \left\{ \sum_j \log i_{0j} \Delta l - \sum_j \log i_j \Delta l \right\} \\ &= K_0 \left\{ \sum_j \log i_{0j} - \sum_j \log i_j \right\} \dots \dots \dots (3) \end{aligned}$$

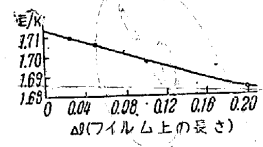
茲に  $K_0$  は常數である。實際には、 $l_2 - l_1$  はフィルム上の長さとして 2~8 mm であるに對し、 $\Delta l = 0.05 \text{ mm}$  とした。

3.  $\Delta l$  の  $\bar{E}$  に及ぼす影響

(3) 式を(2)式に接近させるには、 $\Delta l$  を能ふ限り小さくすればよい。實際には  $\Delta l$  を幾何にとれば兩式の差が實驗誤差の範囲内に來るかを見る爲に、 $\bar{E}$  に及ぼす  $\Delta l$  の影響を計算した。一例を、フィルム第 619 の金の (111) 反射 ( $\text{FeK}\alpha$ ) について示せば、第1表及び第2圖の通りである。

第1表  $\Delta l$  と  $\bar{E}$  との關係

$\Delta l(\text{mm})$	0.025	0.050	0.100	0.200
$\bar{E}/K$	1.710	1.706	1.698	1.684



第2圖  $\bar{E}$  に及ぼす  $\Delta l$  の影響

これより見れば變化は直線的であり、 $\Delta l = 0$  の場合は、 $\bar{E}/K_0 = 1.714$  であり、 $\Delta l = 0.05 \text{ mm}$  に

對應する  $\bar{E}/K_0$  との差は實驗誤差の範囲内である。又オーステナイトの (002) 反射は一般に金の (111) よりも、曲線の山が緩であるから、この差は更に低下する。従つて、 $\Delta l = 0.05 \text{ mm}$  ならば十分である。

III. 金箔の方向性の影響とこれの對策

標準に用ひた金箔は壓延して作つたものである。その厚さは 0.05 mm 程度であるから、普通の箔に比すれば、加工度は少いが、方向性を有する懸念は十分にある。若し方向性を有するならば、金箔の取り付け方の微小な相異により、纖維軸の入射線に對する傾斜が異り、フィルム上の黒度測定點の黒度は撮影毎に異なる。従つて結果は不規則となる。故に先づ該金箔に於ける方向性の有無を検べた。

オーステナイ測定用カメラを用ひ、試料に對し金箔をわざと傾けて捲きつけ撮影した處、金の (111) 反射の最高強度の點は、明瞭にフィルムを中心より外れてゐた。このカメラのスリットは細長型であるから、方向性がなければ、最高強度の點は中心線上になければならぬ。従つてこの箔に方向性があることは明かである。然し直接必要がなかつたから、この方向性の嚴密な解析は行はなかつたが、壓

延した金に普通生じる方向性, 即ち (110)面が壓延面に平行で, 方向軸が [112] であり<sup>2)</sup> 測定に當つては方向軸を試料の軸に略平行に取りつけておいたものとすれば, 生じる廻折圖形は完全に説明される。

従来撮影に當り, 方向性が顯著に認められなかつた理由は, 該金箔の方向性が顯著でない (實際廻折環に濃淡が認められるのは (111) 及び (002) 反射のみである) 上にスリットが細長型である爲, 最高強度の點が方向性のない場合と一致してゐた爲である。

かやうな場合, 正しい結果を得るには, 箔の取りつけ方を嚴密に一定にすれば良いが, これは仲々困難である。従つて根本的對策は, 方向性のない箔を作ることである。

著者は次の如き條件の下に, 鍍金により方向性のない, 鍍金層及び金箔を作つた。鍍金層は試料に直接作つたものであり, 金箔は従来使用した金箔を電解により一部分溶解して薄くし, これを下地として電解折出せしめた。

鍍金の條件:—

電解液: AuCl<sub>3</sub> 8g, KCN 15g を水 1000 cc に溶かす

電流密度: 約 1.4 A/dm<sup>2</sup>

時間: 約 1h

温度: 室温(夏季)

何れの電着層に關しても (1) 方向性のないこと (2) 入射線を通過せしめないだけの厚さを有することを條件として檢した。

以上二つの標準電着膜を用ひ, オーステナイト含有率の異なる種々の試料に關し  $\gamma E/E_{Au}$ <sup>3)</sup> を測定し, その結果を比較した。第 2 表にこれを示す。電着層の幅は 4.5~5.0 mm であり, 金箔の幅は 4.47 mm であつた。然し表中の  $\gamma E/E_{Au}$

第 2 表 直接電着層と金箔との比較

試料 番號	P <sub>γ</sub>	直接電着層による		金箔による		a/b
		フィルム番號	$\gamma E/E_{Au}(a)$	フィルム番號	$\gamma E/E_{Au}(b)$	
1	100	519	1.55	512	1.43	1.03
2	100	425	1.51	114	1.40	1.08
2	100	427	1.65	586	1.58	1.04
4	77	428	1.64	587	1.54	1.06
5	55	548	0.776	581	0.725	1.07
6	31.5	508	0.465	521	0.452	1.03
7	31	471	0.482	572	0.471	1.02
8	20	489	0.315	573	0.274	1.15
平均	—	—	—	—	—	1.07

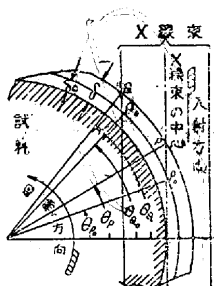
<sup>2)</sup> R. Glocker: Materialprüfung mit Röntgenstrahlen (1936) S. 335.

<sup>3)</sup>  $\gamma E/E_{Au}$  の求め方の具體的指示は VI 参照のこと

$E_{Au}$  の値は何れも, 試料の直径 5.00 mm 金の幅 5.00 mm の場合に換算したものである。本表に見られる如く, 直接電着したものによる  $\gamma E/E_{Au}$  と, 電着金箔によるそれとは略等しいが少しく異なる。然し兩者の比は  $\gamma E$  の如何にかゝらず一定と看做し得る。従つて何れを用ひても ( $\gamma E_i/E_{Au}$ ) / ( $\gamma E_s/E_{Au}$ ) は等しい値が得られることが判る。

即ち  $a > b$  であつても,  $a/b$  が一定であれば, その原因如何にかゝらず測定には差支へない。然し  $a/b$  が上記の値をとることは, 組織の影響ではなく, 兩標準金膜の厚さの影響であることが次のやうにして明らかになる。

今試料の軸に垂直な断面を考へ, 第 4 圖の如く表はす,



第 4 圖 入射線と金との幾何學的關係

廻轉の方向を矢印の通りとし, 廻轉角は OX より測ることとする。又  $\delta_0$  及び  $\delta$  をそれぞれ直接電着層及び電解析出箔の厚さとし, X 線束は OX に垂直に入射すると考へる。 $\delta_0 < \delta$  であるから, 最初入射線が金のみにあたつてゐる状態より, 試料の廻轉により, 試料自身に入射しはじめるのは, 直接電着の場合が早い。即ち直接電着層の場合, 試料が  $\theta_{P_0}$  だけ廻轉し, 電着層の端が P<sub>0</sub> の位置に來た時入射しはじめる。又入射線束が全部 (入射し得べき部分が全部) 試料に入射し始めるのは, 試料が  $\theta_{Q_0}$  だけ廻轉し, 電着膜の端が Q<sub>0</sub> に來た時である。然るに金箔の場合はこれ等の時期はそれぞれ, 試料が  $\theta_P, \theta_Q$  だけ廻轉し, 金の端がそれぞれ P 及び Q に來た時で, 何れも前者より後れる。従つて金の厚さの小なる方が露出が長い。

又最初入射線が試料にのみあたつてゐる状態から, 金にあたり始める時を考へよう。この時は試料への入射が完了する時期は同時であるが, 廻折線が金にさへぎられて, フィルムに到達しなくなるやうな時期は金の厚さの大なる程早い。

以上何れの場合も共に, 金箔の方が  $\gamma E/E_{Au}$  を小さくする傾向をもつ: これの嚴密な計算は困難であるが,  $\delta_0 = 0.04$  mm,  $\delta = 0.07$  mm として概算すれば,  $a/b = 1.1$  位にはなり得る。即ち  $a > b$  は單に幾何學的形狀の相異に起因するものと認められる。

#### IV. 計算式, 試料及び使用 X 線

オーステナイトの含有百分率を算出する計算式は, 第 I

報と全然同一であるが、第I報では(1)''を用いたのに對し今回は(3)を用いた。従つて

$\gamma E_s$ : 全部オーステナイトよりなる標準試料の(002)  $K_\alpha$  反射の  $\bar{E}$

$\gamma E_t$ : 1050°C より水焼入し、 $t^\circ\text{C}$  で 30 mn 焼戻した試料中のオーステナイトによる(002) $K_\alpha$  反射の  $\bar{E}$

$E_{Au}$ : 金の(111) $K_\alpha$  反射の  $\bar{E}$

$p_\gamma$ : オーステナイトの含有百分率

とすれば、 $p_\gamma$  は(4)式で表はされる。

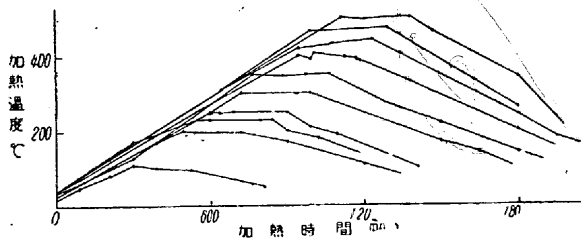
$$p_\gamma = \left( \frac{\gamma E_t}{E_{Au}} \right) \div \left( \frac{\gamma E_s}{E_{Au}} \right) \times 100 \dots \dots \dots (4)$$

次に試料としては、所定成分を配合した上、高周波電気爐で熔解し、3 kg の鋼塊とした後、直徑 10 mm に鍛造し、旋削により徑 5 mm、長さ 20 mm の丸棒に仕上げた。丸棒の軸は鍛造軸と一致してゐる。分析成分は第3表の通りである。

第3表 試料の成分

試料 番號	C%	Si%	Mn%	Fe%
909	1.12	0.03	0.71	殘餘
910	1.12	0.03	1.46	"
911	1.18	0.05	2.58	"
912	1.12	0.06	4.31	"
913	1.15		6.32	"
914	1.21		9.25	"

これを 1050°C より水に焼入れ、各温度で 30 mn 焼戻を行つたものゝ表面より 0.3 mm 内部を測定した。焼戻に於ける加熱冷却の條件は、なるべく一定になるやうにした。一例を試料 第 912 にとり、第5圖に示す。



第5圖 焼戻に於ける加熱冷却曲線

試料第 909 に對しては  $\text{CoK}$  線を用ひたが、その他の試料に對しては  $\text{FeK}$  線を採用した。

### V. $\gamma E_s/E_{Au}$ の決定

第4表の如き化學成分を有し又熱處理を施したものを、オーステナイト 100% の標準試料とした。同表の試料第 1018 は第 I 報で用ひた標準試料である。試料第 914 は實は測定試料(第3表参照)であるが、測定の結果表中記

載の熱處理では全部オーステナイトであることが判つたので、これをも標準試料に採用した。

第4表 標準試料の成分と熱處理

試料 番號	C	Mn	Fe	熱處理	備考
1018	0.4	13.0	殘餘	900°C より放冷	配合成分
914	1.21	9.25	殘餘	1050°C より水焼 及 100°C 焼戻	分析成分

試料の作製法は、第 1018 に関しては第 I 報と同様、第 914 に関しては測定試料のそれと同様である。形状も亦何れも測定試料に等しい。これ等標準試料のオーステナイトが 100% である、と云ふことの確認法も第 I 報と同様である。

$\gamma E_s/E_{Au}$  の測定法も第 I 報と同一である。又標準の金膜としては、直接電鍍層と電着金箔と何れをも用ひた。後者及び前者の結果をそれぞれ第 5 表及び第 6 表に示す。これ等の表に於て第 6 欄の  $(\gamma E_s/E_{Au})'$  は測定結果そのままの値であり、第 7 欄の  $(\gamma E_s/E_{Au})$  は、試料の直徑、金箔の幅共に 5 mm の場合に補正した値である、

第4表 電着金箔の  $(\gamma E_s/E_{Au})$

試料 番號	熱處理	フィルム 番號	$E_{Au}$	$\gamma E_s$	$(\gamma E_s/E_{Au})'$	$(\gamma E_s/E_{Au})$
1018	900°C より放冷	512	1.750	2.802	1.601	1.47
"	"	513	2.127	3.251	1.526	1.40
"	焼入のみ	514	2.205	3.060	1.386	1.40
"	"	517	2.349	2.893	1.230	1.24
"	100°C 焼戻	629	1.453	2.223	1.532	1.53
"	"	635	1.460	1.885	1.290	1.32
"	"	636	1.082	1.420	1.315	1.32
"	"	630	1.663	2.347	1.410	1.41
平均	—	—	—	—	—	1.38

第6表 直接電着の  $(\gamma E_s/E_{Au})$

試料 番號	熱處理	フィルム 番號	$E_{Au}$	$\gamma E_s$	$(\gamma E_s/E_{Au})'$	$(\gamma E_s/E_{Au})$
1018	900°C より放冷	519	2.800	2.964	1.058	1.55
914	焼入のみ	425	2.221	2.320	1.495	1.52
平均	—	—	—	—	—	1.53

### VI. 計算の一例<sup>1)</sup>

前節により  $\gamma E_s/E_{Au}$  を求めたから、次には各測定試料につき  $\gamma E_t/E_{Au}$  を求め、これ等の値を(4)式に代入して  $p_\gamma$  を求めればよい。この計算の一例として、焼入れたまゝの試料第 912 を挙げる。マイクロホトコンパレータ<sup>2)</sup>曲線<sup>3)</sup>は第6圖の通りである。第7圖(a)(b)はそれぞれ第6圖の  $\text{Au}(111)K_\alpha$  及び  $\gamma(0.02)K_\alpha$  を擴大したものである。

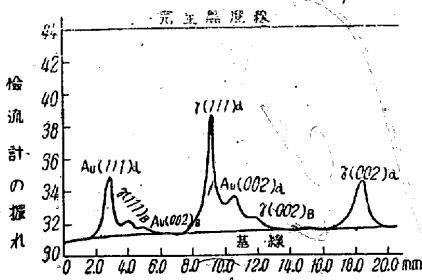
$E_{Au}$  を求めるには、第7圖(a)を使用する。同圖の横軸

<sup>1)</sup> 前節の  $\gamma E_s/E_{Au}$  もこれと同様にして求めた。  
<sup>2)</sup> 電着金箔を用ひて撮影したフィルムである。

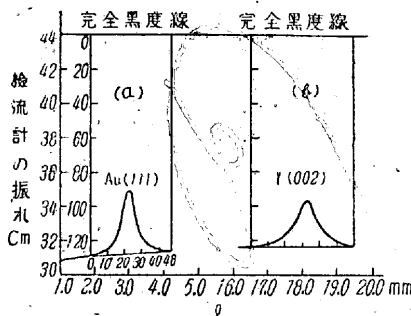
第7表 Au (111)  $K_{\alpha}$  の強度計算 (1)

$j$	$ij$	$\log_{10} ij$	$j$	$ij$	$\log_{10} ij$	$j$	$ij$	$\log_{10} ij$	$j$	$ij$	$\log_{10} ij$
1	128.8	2.110	13	124.5	2.095	25	92.0	1.964	37	123.3	2.091
2	128.5	2.109	14	123.6	2.092	26	"	"	38	123.7	2.092
3	128.4	2.109	15	122.5	2.088	27	93.7	1.972	39	124.1	2.094
4	128.0	2.107	16	121.4	2.084	28	99.2	1.997	40	124.5	2.095
5	127.8	"	17	119.2	2.076	29	106.0	2.025	41	125.0	2.097
6	127.5	2.106	18	117.0	2.068	30	111.0	2.045	42	"	"
7	127.0	2.104	19	114.0	2.057	31	115.0	2.061	43	125.4	2.098
8	"	"	20	111.0	2.045	32	117.8	2.071	44	125.6	2.099
9	126.4	2.102	21	107.0	2.029	33	120.0	2.079	45	125.9	2.100
10	126.0	2.100	22	102.7	2.012	34	121.2	2.084	46	126.0	2.100
11	125.4	2.098	23	98.5	1.993	35	122.0	2.086	47	126.1	2.101
12	125.0	2.097	24	94.0	1.973	36	122.8	2.089	48	126.1	2.101

$\sum_j \log_{10} ij = 99.467$



第6図 マイクロホトコンパレーター曲線



第7図 マイクロホトコンパレーター曲線

化は極めて小であるから、

第8表 Au (111)  $K_{\alpha}$  の強度計算 (2)<sup>o</sup>

$n$	$m$	$i_0' n$	$\log_{10} i_0' n$
1	10	129.0	2.111
2	10	128.3	2.108
3	10	127.9	2.107
4	10	127.1	2.104
5	8	127.0	"

$$\sum_j \log_{10} i_0' n = 101.129$$

$\Delta l' = m \Delta l$  ( $m$  は正整数) なる  $\Delta l'$  毎に区切り  $n$  番目の  $\Delta l_n'$  間の  $i_0'$  の平均  $i_{0n}'$  をとつて次の如く看做した。

$$\sum_{j=h}^{j=h+m-1} \log_{10} i_0' n = m \log_{10} i_0' n$$

即ち、第8表  $n=2$  の場合について云へば

<sup>o</sup>  $\log_e ij = \log_e 10 \log_{10} ij$  であるから、 $\log_e ij$  の代りに  $\log_{10} ij$  を求めた。

1 mm の長さは、フィルム上の 0.05 mm に相当する。

これを  $\Delta l$  にとる。即ち (3) 式の  $ij$  を同圖の横軸 1 mm 毎に読み、 $\sum_j \log_{10} ij$  を求めた。その結果を第7表に示す。 $j$  は  $ij$  を左より数へた数である。

$i_0$  に対する結果は第8表に示す。但し、この場合、 $i_0'$  の  $l$  による變

$$h=10+1=11 \quad m=10$$

であるから

$$\sum_{j=11}^{j=20} \log_{10} i_0' j = 10 \log_{10} i_0' j = 2.108 \times 10 = 21.08$$

となる。従つて、 $\sum_j \log_{10} i_0' j$  の計算は

$$\begin{aligned} \sum \log_{10} i_0' j &= 2.111 \times 10 + 2.108 \times 10 + 2.107 \times 10 \\ &\quad + 2.104 \times 10 + 2.104 \times 8 = 101.129 \end{aligned}$$

としたのである。かくして第7表と第8表との結果より  $E_{Au}$  は次の如くなる。

$$E_{Au} = K_0 (101.129 - 99.467) = K_0 \times 1.662$$

次に  $\gamma E_t$  を求めるには、第7圖 (b) を使用し、 $E_{Au}$  の場合と同様にする。然しこの場合は、 $i_0' j$  の  $l$  による變化は一層僅少であるから、 $m$  を更に大にした。結果はそれぞれ第9表及び第10表に示した。これ等より  $\gamma E_t$  は次の如くなる。

$$\gamma E_t = K_0 (125.341 - 123.90) = K_0 \times 2.051$$

以上の結果より

$$\gamma E_t / E_{Au} = 2.051 / 1.662 = 1.231$$

を得る。然しこの場合の試料の直径は 4.36 mm、金の幅は 447 mm である。かやうに一般には、試料毎にその直径及び金の幅は異なる。従つてX線に對する金の露出と試料の露出とは異なる。故に二つ以上の異つた試料につき、 $\gamma E_t / E_{Au}$  を比較するに當つては、試料の直径及び金の幅がそれぞれ一定直径  $d_0$  及び  $b_0$  の場合の  $\gamma E_t / E_{Au}$  に換算しなければならぬ。 $d_0, b_0$  に對する金の露出比  $\sigma_0$  は次の通りである。

$$\sigma_0 = (\pi d_0 - b_0) / b_0$$

又測定に際しての直径  $d$  の試料と幅  $b$  の金箔との露出比  $\sigma$  は次のやうになる。

$$\sigma = (\pi d - b) / b$$

従つて、 $\gamma E_t / E_{Au}$  の換算に當つて、これに乗すべき係數

第9表  $\gamma(002)K_{\alpha}$  の計算(1)

$j$	$i_j$	$\log_{10} i_j$	$j$	$i_j$	$\log_{10} i_j$	$j$	$i_j$	$\log_{10} i_j$	$j$	$i_j$	$\log_{10} i_j$
1	122.8	2.090	16	117.6	2.070	31	97.2	1.988	46	117.6	2.070
2	122.7	2.089	17	117.2	2.069	32	95.5	1.980	47	118.2	2.073
3	122.5	2.088	18	116.8	2.067	33	94.0	1.973	48	118.9	2.075
4	122.0	2.086	19	116.2	2.065	34	92.6	1.967	49	119.2	2.076
5	121.9	"	20	115.4	2.062	35	93.0	1.968	50	119.6	2.078
6	121.7	2.085	21	114.6	2.059	36	94.0	1.973	51	120.0	2.079
7	121.4	2.084	22	114.0	2.057	37	96.4	1.984	52	120.2	2.080
8	121.0	2.083	23	112.8	2.052	38	99.0	1.996	53	120.4	2.081
9	120.8	2.082	24	111.6	2.048	39	104.0	2.017	54	121.0	2.083
10	120.4	2.081	25	110.0	2.041	40	108.0	2.033	55	121.2	2.084
11	120.0	2.079	26	109.2	2.035	41	111.0	2.045	56	121.4	"
12	119.5	2.077	27	106.0	2.025	42	113.4	2.055	57	121.7	2.085
13	119.0	2.076	28	105.0	2.021	43	115.0	2.061	58	122.0	2.086
14	118.6	2.074	29	101.6	2.007	44	116.0	2.064	59	122.0	2.086
15	118.1	2.072	30	99.5	1.998	45	117.0	2.068	60	122.2	2.087

$\sum_j \log_{10} i_j = 123.290$

第10表  $\gamma(002)K_{\alpha}$  の計算(2)

$n$	$m$	$i_{on}'$	$\log i_{on}'$
1	30	122.9	1.226
2	"	209.0	2.008

$\sum_i \log_{10} i^2 j' = 125.341$

$\rho$  は、

$$\rho = \sigma_0 / \sigma = \{(\pi d_0 - b_0) / b_0\} / \{(\pi d - b) / b\}$$

となる。今

$$b_0 = d_0 = 5 \text{ mm}$$

とすれば、 $d = 4.36 \text{ mm}$   $b = 447 \text{ mm}$  であるから

$$\rho = 1.03$$

となる。従つて、標準化した  $\gamma E_i / E_{Au}$  は

$$\gamma E_i / E_{Au} = 1.23 / \times 1.03 = 1.27$$

となる<sup>7)</sup>

最後に、第5表の  $\gamma E_s / E_{Au} = 1.38$  と上に求めた  $\gamma E_i / E_{Au} = 1.27$  とを(4)式に代入すれば、 $p_{\gamma}$  を得る。

$$p_{\gamma} = 1.27 / 1.38 \times 100 = 91.8\%$$

## VII. 測定結果

かくして測定計算した結果は第11表の通りである。各数値は何れも数回測定の平均値である。又測定が電着金箔のみのもの、直接鍍金のもの及び両者を併用したものの區別も記入した。尚数値を記入する代りに微少と記したものは、廻折強度弱く、強度測定の精度を期し得られぬものである。之を圖示すれば夫々第7圖の曲線第(909)、(910)、(911)、(912)、(913)、(914)が得られる。

<sup>7)</sup> 第5表及び第6表の  $(\gamma E_s / E_{Au})'$  より  $(\gamma E_s / E_{Au})$  への換算もかやうにした。

<sup>8)</sup> 第11表第912の  $t=0$  の  $p_{\alpha}$  が91.1となつてゐるのは3回測定の平均値をとつたからである。

第11表 測定結果 (C%は何れも1.1%)

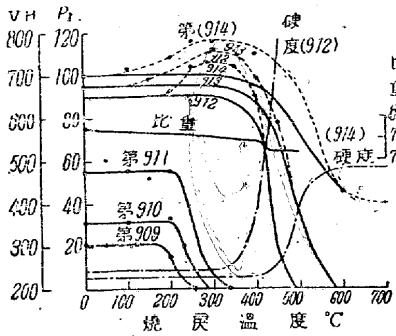
Mn%(番號) t°C	測定結果 (C%は何れも1.1%)					
	0.71 (909)	1.46 (910)	2.58 (911)	4.31 (912)	6.31 (913)	9.25 (914)
0	20.5○	31.5×	55.2⊗	91.1○	94.4○	100.2⊗
50	20.9○	—	61.8×	—	—	—
100	—	31.5⊗	54.5○	88.3○	—	103.0○
120	21.1○	—	—	—	—	—
150	—	—	51.5⊗	—	97.9○	—
200	15.3○	32.8⊗	54.8○	93.2○	—	108.0⊗
235	—	20.2⊗	56.7×	—	—	—
250	—	—	33.8○	104.1○	—	116.6○
260	0.0○	微少×	—	—	—	—
300	—	—	微少×	106.1○	113.1○	113.1○
350	—	—	—	104.1○	—	—
400	—	—	—	90.0○	98.0○	109.4○
425	—	—	—	56.8○	—	—
450	—	—	—	19.7○	77.4○	—
500	—	—	—	0.0○	48.2○	99.6○
550	—	—	—	—	微少○	—
600	—	—	—	—	—	45.0×
700	—	—	—	—	—	40.0△

○電着金箔 ×直接鍍金 ⊗併用 △結晶粒の成長顯著な爲廻折圖形が斑點化する。強度目分量

## VIII. 結果に対する考察

### 1. $P_{\alpha}-t$ 曲線に於ける極大

試料第914を250°Cで焼戻したものを、入射線に對しわざと傾け、セミユニバーサルカメラを使用して撮影した處、第7圖を得た。これを見ると結晶粒の顯著な成長が見られるが、これについては後に述べる。この時用ひたスリットは細長型であつたから、方向性がなければ各廻折線の最高強度の點は一樣にフィルムの中心線にのる筈であるが、第7圖の(002)反射の最高強度の點が中心を外れてゐる。従つて、この試料には方向性があることが判る。然し試料の軸を入射線に垂直にすれば、この最高強度の點は中



第8圖 測定結果

心線上に移動する。従つて方向性のない試料を細長型スリットで撮影したものと圓形の外見は類似するが、強度は強くなる筈である。試料の軸に垂直に入射した場合、(111)及び(00

2)の反射の最高強度の點が、共にフィルムを中心線上にあることより、オーステナイトは試料の軸に[011]が一致するやうな方向性をもつてゐることが判る。<sup>9)</sup>

$P_\gamma-t$  曲線に於て焼入した状態よりも大なる  $P_\gamma$  を示すものは、何れも同様な現象が認められた。従つて第(912), 第(913), 第(914)曲線の極大は、加熱による方向性の發達の爲のもので、實際に  $P_\gamma$  が增大する爲のものではない。

オーステナイトの増減は比重にも現れる。従つて、第6圖の  $P_\gamma-t$  曲線の極大が見掛上のものであれば、比重

第12表 焼戻温度と比重との關係(1)

焼戻温度	焼入のまま	100°C	200°C	250°C
比重	7.9537	7.9265	7.9267	7.9066

(2)

焼戻温度	300°C	350°C	400°C	425°C	450°C
比重	7.9132	7.9013	7.9848	7.8380	7.8508

は、増加しない筈である。このやうな見地から、第912のX線試料そのものについて比重を測定した。測定に當つては試料表面をエメリー紙で手により軽く磨き、01より04まで進めた上、清淨なベンゾールで洗つた。結果は第12表及び第6圖比重曲線によつて示してある、これによつてもオーステナイトの増加は見掛上のものである。

オーステナイトの變化は硬度にも現れる、即ちオーステナイトがマルテンサイトに變れば、硬度は上昇すべく、オーステナイトが増加すれば、硬度は低下する筈である。これを利用して極大が見掛上のものであるか否かを検討した。測定装置はピツカース硬度計を用ひ、荷重を5kgとし

第13表 焼戻温度と硬度との關係(1)

焼戻温度	焼入のまま	100°C	200°C	250°C	300°C	350°C
第912	241	254	236	236	244	265
第914	229	227	232	—	236	—

(2)

焼戻温度	400°C	425°C	450°C	500°C	690°C	700°C
第912	376	613	739	—	—	—
第914	225	—	—	401	473	473

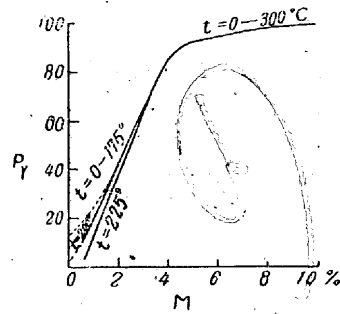
<sup>9)</sup> 試料の軸は鍛造軸に一致してゐる。

た。測定面は平面とすべきであるが、平面にする爲の加工の影響が顯著なので、比重測定後の圓塲面そのままを用ひた。試料第912, 第914に對する結果は第13表及び第6圖の硬度曲線に示す。これよりも極大が見掛上のものであることが明かである。

上記所論により、正しい  $P_\gamma-t$  曲線は、第6圖の實線曲線、第912, 913, 914と見るべきである。

### 2. 1.1% C系マンガ鋼に於けるマンガ含有量(M)と $P_\gamma$ との關係

第6圖より第9圖を得る。これによれば、4%以上のMnを含む場合は、300°C以下の焼戻では残留オーステナイトの量は變化しないが、M < 4%以下の場合は變化し225°Cまでの各焼戻温度に於ける  $P_\gamma$  とMとの關係は圖の通りである。



第9圖  $P_\gamma-M$  曲線

低温焼戻の場合の  $P_\gamma-M$  曲線は、M=4.23%に折點を有する二つの直線よりなると考へてよい。この實驗式は次の通りである、

$$M > 4.23\% \quad P_\gamma = 80 + 24M \quad 0 < t < 300^\circ\text{C}$$

$$M > 4.23\% \quad P_\gamma = 21.3M \quad t = 200^\circ\text{C} \quad \left( \begin{array}{l} 0 < t < 175^\circ\text{C} \text{ の} \\ \text{ときも略これ} \\ \text{に準ず} \end{array} \right)$$

200°C 焼戻の場合の  $P_\gamma-M$  曲線は外挿すれば原點を通る。このとは、1.1% Cの炭素鋼に同一熱處理を施したとき、残留オーステナイトが消失することを意味するが、從來の研究結果によると、單純炭素鋼は200°Cで焼戻しても多少オーステナイトが残留する故、 $t=0\sim 175^\circ\text{C}$ の曲線の如く、この曲線も亦更に低マンガンの領域で彎曲するものであらう。

### 3. 顯微鏡的研究との比較

村上博士及び初田氏<sup>19)</sup>の顯微鏡的研究の結果から考へると、1%系のマンガ鋼に於て全部オーステナイトとなるべき焼入温度  $t_0$  とMとの關係は次の通りである。但し炭化物が析出してゐるも  $\alpha$ 相がなければ  $p_\gamma=100$ と考へる。

$$\text{即ち, } t_0=900^\circ\text{C} \quad \text{では} \quad M > 5\%$$

$$t_0=1200^\circ\text{C} \quad \text{では} \quad M > 7\%$$

従つて、大體に於て

$$t_0=1050^\circ\text{C} \quad \text{では} \quad M > 6\%$$

で全部オーステナイトになると考へてよいであらう。然る

<sup>19)</sup> 村上, 初田: 金屬の研究 8 (1932) 132

に第8圖より、 $M=6\%$ に對する  $p_v$  は  $94\%$  となる。この差は焼入條件の相異、兩氏の得られた結果よりの著者の誘導法が極めて概略的であること等より生じたものと見られ、寧ろ比較的良好な一致と考へてよいであらう。

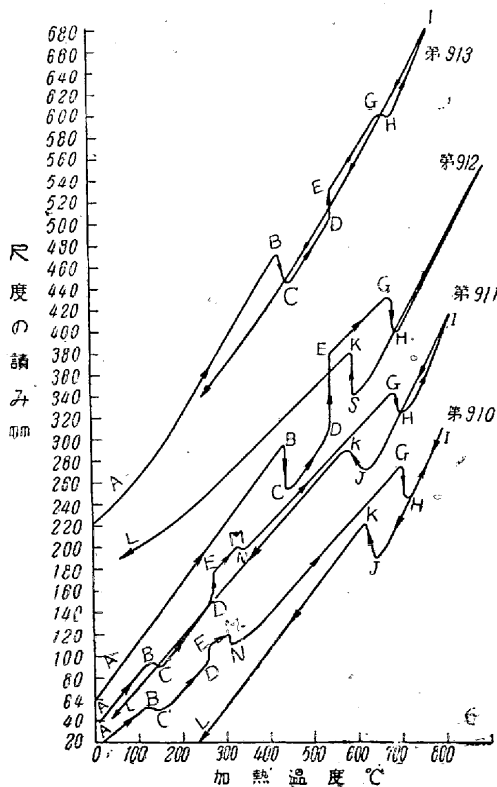
4. 結晶粒粗大化の測定に及ぼす影響

$M$  が大となるに従ひ、第7圖に示すやうに結晶の成長が著しい。然し試料を絶えず廻轉して撮影するから圖形は斑點化しない。然し第914の試料を  $700^\circ\text{C}$  に於て焼戻した場合は試料を廻轉しても圖形は斑點化した。従つて黒度測定が出来ず目分量で  $P_v$  を定めた。第11表には△印でこれを示した。

然し  $700^\circ\text{C}$  以下の溫度に於ける焼戻でも、廻轉により宛全には斑點化が防がれなかつたかも知れない。それは、 $t=400^\circ\text{C}$  及び  $t=500^\circ\text{C}$  の測定値の、曲線第(814)よりの外れが大きいことから推察される。然しこれは試料に生じてゐる方向軸の入射線に對する傾きの微少な差によるとも考へられる。

5. 熱膨脹法による  $P_v$  の測定

第I報(13)式により、オーステナイトの含有率を求め、 $X$ 線的測定値  $P_v$  を確かめる目的を以て、焼入れたまゝの各試料の熱膨脹試験を行ひ第10圖を得た。何れも加熱速度は、 $30^\circ\text{C}/\text{mn}$  冷却は爐中冷却したが高温では約  $10^\circ\text{C}/\text{mn}$



第10圖 焼入鋼の熱膨脹曲線は縦軸に沿ふて平行に移動してある。

であつた。且各變化溫度に於て定溫保持はしなかつた。但し、第912のみは第I報の條件と同一である。

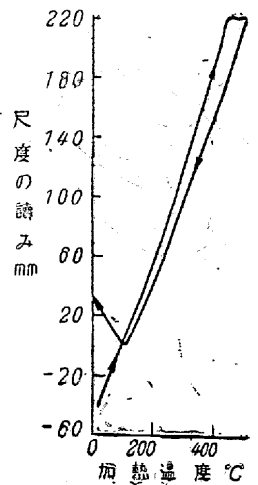
これ等は何れも第I報に於て述べた焼入鋼の熱膨脹曲線の一般的特性を有する、只第910、第911等の低マンガン鋼に於ては、加熱曲線のオーステナイト→マルテンサイト變化の溫度以上 ( $300\sim 400^\circ\text{C}$ ) で顯著な收縮を生じる。著者はこれを炭化物の析出と解釋した。又試料第910の加熱曲線に於ける、オーステナイト→マルテンサイト溫度 ( $260^\circ\text{C}$ ) と炭化物析出の溫度 ( $310^\circ\text{C}$ ) との間の曲線が純粹な  $\beta$ -マルテンサイトの膨脹曲線と考へられる。<sup>11)</sup> その他の試料は、第910よりも残留オーステナイトが安定な爲、定溫保持を行はない場合は、この溫度範圍に於ても残留オーステナイトはまだ存在する可能性は十分にある故、第910と同様には考へられない。尙今回は圖の縦軸に、 $\delta l/l$  をとらず、これに比例する所の尺度の讀みをそのまま記録した。 $e_{PA}$  の計算に當つても、 $\delta l/l$  の代りに尺度の讀みを用ひて差支へないことは勿論である。その他の點に於ては第I報と全然同様である。かやうにして計算した結果は第14表の通りである。即ち  $X$  線的測定の結果と極めて良好な一致を示す。(これ等の計策は、 $a_A=1.80$ ,  $a_B=0.35$  として行つた。尙  $a_A$ ,  $a_B$ ,  $a_{AB}$  及び  $e_{PA}$  の意味は第I報を参照され度し。但しこゝでは  $\delta l/l$  の代りに尺度の讀みを mm で表はした數値を用ひた。)

第14表 熱膨脹試験より求めた  $p_v$

試料	$a_{AB}$	$e_{PA}$	$p_v$
910	1.00	0.436	31.6
911	1.12	0.521	55.8
913	1.40	0.720	95.0
914	—	1.000	150.0

6. オーステナイト→マルテンサイトの變化溫度

残留オーステナイトが焼戻によつて、マルテンサイトに變る溫度は必ずしも  $p_v-t$  曲線の傾度の急な點でないことは第I報で述べた通りであるそれ故實際  $X$  線的に定量した試料の残留オーステナイトが、如何なる溫度でマルテンサイトに變化するかを見る爲に、試料第913を焼入れ  $450^\circ\text{C}$  焼戻の場



第11圖

<sup>11)</sup> 熱膨脹曲線の各變化に對する著者の解釋の實驗的證明は何れ發表する豫定である。



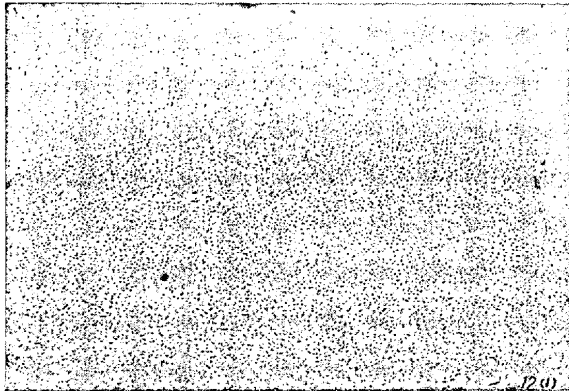
合と同様の加熱速度、保持時間及び冷却速度で熱膨脹曲線を求めた處第 11 圖を得た。即ち、冷却に當つて 100°C 附近より急激にマルテンサイトに變つてゐるのである。

### 7. 試料第 912 の $P_v$ の測定値に於ける第 II 報と第 I 報との相違

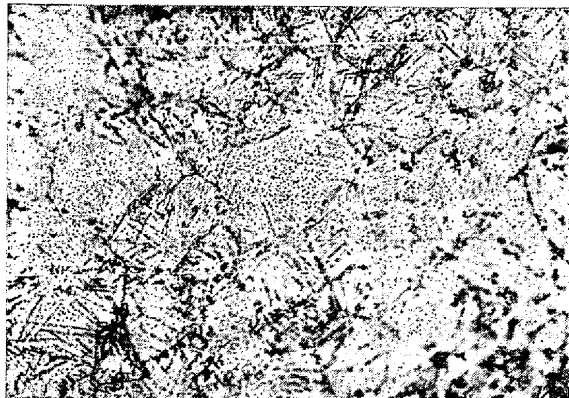
第 I 報では、焼入れた状態では、試料第 912 の残留オーステナイトは約 8.0% であつたが、今回の測定では 90% となつた。これは測定法が改善された爲で、勿論今回の値が正しい。第 I 報の結果が熱膨脹曲線より求めた値と一致し、今回のそれが異ると云ふ矛盾は、第 I 報の第 8 表により完全に除去されるのみならず、今回の測定値の正しさをも認め得る。

### 8. 顯微鏡的検討

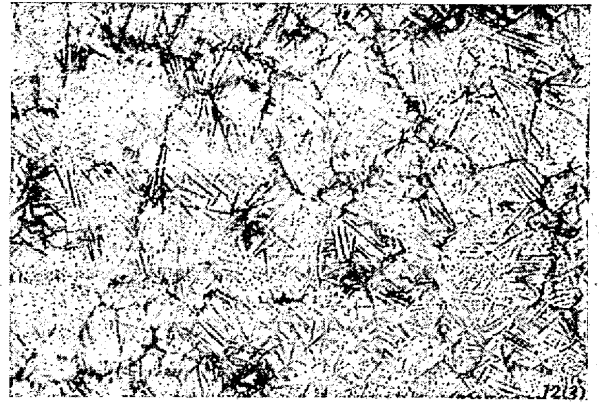
各試料の各熱處理に於ける顯微鏡組織を見、X 線的測定



第 12 圖 (1) 第 913, 焼入組織



第 12 圖 (2) 第 913 500°C 焼戻組織



第 12 圖 (3) 第 913 500°C 焼戻組織

の結果を定性的に確めた。1 例を試料第 913 にとり第 12 圖に示す。又ピクリン酸曹達で處理して炭化物を検した處炭化物の析出状態とこれ等各組織とは第 I 報試料第 912 と同様の對應を示した。

## IX. 總 括

以上の結果を總括すると次の通りである。

1. 第 I 報に述べた残留オーステナイトの X 線的測定法を主として次の 2 點につき改良した。

イ. 黒度の測定及び計算

ロ. 標準金箔の方向性の除去

2. この改良した測定法を、1.1% C 系のマンガン鋼に適用し次の關係を求めた。

イ. 焼戻温度と残留オーステナイト含有量との關係

ロ. 一定熱處理に於ける残留オーステナイト含有量とマンガン量との關係

3. これ等の結果を、X 線以外の諸種の方法で検討しその正しさを確認した。

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。

## 論 說 大 要 は 邦 文 で お 書 き 下 さ い

今回日本工學會會誌「工學と工業」に

一、各社員學會會誌に發表の原著論文梗概の掲載

を同會から勧めて参りましたので、當協會では同會社員學會として、これに賛成致しました。(昭和 18 年度第 5 回理事會記事参照)

従來は論說の大要は(要旨, Synopsis, Zusammenfassung), 邦文又は歐文で(英, 佛, 獨文等)書いて戴いて居りましたのを、これからは總て邦文で 300 字以内にお書きを願つて、それを工學會會誌の原稿に致したいと存じます。

尙「鐵と鋼」誌には、今迄通り歐文に翻譯して掲載致します。