加工および加工後低温焼鈍した 18-8 不銹鋼の X 線解析*

川 崎 正** 篠 田 軍 治***

Tadashi Kawasaki and Gunji Shinoda: X-ray Analysis on 18-8 Cr-Ni Stainless Steel. An X-ray diffractometer study was made to investigate the ferrite formation caused by cold working and the fading by annealing after cold working for non-stabilized type 304 stainless steel. A mixture of annealed iron powder and stainless steel powder was used as the standard sample containing given wt % of ferrite. Comparing the ratio of the line intensities of the ferrite and the austenite which were obtained from the diffracto-pattern of the cold-worked specimens with that of the standard sample, the quantities of the ferrite transformed from austenite by cold working can be easily determined. The diffraction lines most sensitive to cold working were the (111) line of γ phase and the (110) line of α phase. The ferrite formed by cold working almost completely faded away after annealing for 40 min above 400°. The fact that the hardness of specimens did not regain its original value after 850° annealing may have some connection with the carbide precipitation. Some experiments on the changes of mechanical properties caused by cold and hot working were also made.

(Received May 14, 1958)

I. 緒 言

よく知られているように 18-8 不銹鋼は常温で準安定なオーステナイト組織で、冷間加工⁽¹⁾⁽²⁾や長時間の加熱⁽³⁾によつて、オーステナイトの一部がフェライトに変ることがあり、耐蝕性の劣化その他の不都合を生ずようになる。Stabilizer を含まない Type 304 不銹鋼の加工によつて生ずるフェライトを定量的に求め、また加工後の加熱によるフェライトの消滅を調べるために X 線実験を行つた。また非磁性の 18-8 不銹鋼の引拔加工に関連した問題として常温ならびに高温で加工した場合の機械的性質の変化についても実験を行つた。

II. 実験方法

用いた試料は 18.38 % Cr, 8.98 % Ni, 0.08 % C の市販の引拔線で、直径 2 mm に線引後 1050° で焼鈍し酸洗したものである。Table 1 に常温引張試験の結果を示した。X 線照射面積を広くし、また硬度測定を便ならしめるように、素材を軽く圧延して厚さ約 1.5 mm の板状試料として、1050°, 40 min 間再焼鈍して水冷し 表面の酸化皮膜を王水で洗つて実験に供した。

Table 1 Mechanical properties of annealed specimen.

Hardness Rockwell "A"	0.2 % Yield point (kg/mm ²)	Tensile strength (kg/mm ²)	Elongation (%)	Reduction of Area (%)
30	20	62	51	67

加工法としては圧延および引張であつて、前者では約 80 % (厚さの減少より計算) まで、後者では約 50 % (伸び)

まで加工することができた。高温加工は装置の都合上引張加工のみ行い、5 トンアムスラー引張試験に小型管状炉を取りつけ、試料を炉内で 200~800° に加熱して、約 30 % までの加工を行つた。加工後 X 線によつて α 相の生成を調べ、また常温で引張試験と硬度測定を行つた。冷間加工した試料を 200~850° に 40 min 加熱して α 相の消滅を X 線で調べた。

α 生成量を定量するには、 α , γ 両相からの回折線強度の比較によつたが⁽⁴⁾、この場合 α 量の知れた標準試料が必要である。18-8 鋼で 100 % α の標準試料を作ることは困難であるために、よく焼鈍した 0.04 % C 極軟鋼粉末を用いた。100 % γ の標準試料は用いた 18-8 鋼のやすり削粉を 1050° で 40 min 真空焼鈍したものを使つた。これら両粉末を秤量してよく混合し α % 既知の標準試料を作つた。

X 線実験は GX-1 型 X 線ディフラクトメーターによつて行い、時定数 5 sec、試料の回転速度を 0.3°/min とし、500 cps フルスケールで回折線を描かせた。また用いた X 線は CoK α 線である。

III. 実験結果

1 機械的性質

常温圧延による硬度および引張性質の変化を Fig. 1 に示した。炭素鋼と同様に加工によつて強度と硬度は高くなり延性が低下する。0.2 % 降伏点は約 70 % 圧延で焼鈍材の約 6

倍まで上昇しているが、約 50 % 以上の圧延で伸びは殆んど零となる。

Fig. 2 は 200~600° で引張加工したものであるが、常温圧延の場合と傾向において別に変りはない。機械的性質の変化に対して加工温度の影響は殆んどなく軟鋼におけるように 200~300° 加工でとくに硬度や強度が高くなる現象はみられない。Fig. 3 は 0~850° で引張試験を行つた結果

(4) H. P. Klug, L. E. Alexander: *X-ray Diffraction Procedures*, John Wiley & Sons, (1954).

** 姫路工業大学

*** 大阪大学工学部

* 1958 年 4 月本会東京大会に発表

(1) H. C. Fiedler, B. L. Averbach, M. Cohen: Trans. ASM, 47(1955), 267.

(2) N. J. Grant, A. G. Bucklin, W. Rowland: Trans. ASM, 48(1956), 446.

(3) B. Cina: J. Iron and Steel Inst., 179(1955), 230.

である。普通の炭素鋼では温度が高くなつて強度が低下すると伸びは増すが、不銹鋼では図の如く高温では強度のみ

ならず延性もまた低下している。

2. X 線 実 験

(1) 標準 試 料

α % 既知の標準試料の回折線の一例を Fig. 4 に示した。図の (a) は 18-8 鋼粉末 (100 % γ) に対するものでオーステナイトの (111), (200), (220) および (311) 面からの回折線が明瞭にており、(311) 線から格子常数を計算してみると $a_{\gamma} = 3.582 \text{ \AA}$ が得られた。(b) および (c) はそれぞれ $\alpha = 10 \text{ wt \%}$ および $43 \text{ wt \%}$ α の標準試料に対するもので、

Fig. 1 The changes of mechanical properties of the specimen caused by cold-rolling.

Fig. 2 The changes of mechanical properties of the specimen caused by hot-stretching.

Fig. 3 The results of hot tensile test.

Fig. 4 X-ray diffraction patterns for standard samples, time constant = 5sec, Rotating speed of specimen = $03^\circ/\text{min}$ (Speed of chart = 3.3 mm/min).

オーステナイトの線のほかに、フェライトの (110), (200) および (211) 回折線が現われている。 α % の多いものほど α 相からの回折線が強く、 γ からの線の強度が弱くなっている。両相の回折線強度の比較に当り、どの面からの線をとって比較すべきか問題であるが、互いに最も近い面と考えられるもの、同じ面指数をもつ面などをとることにし、 α からの回折線強度を H_α , γ からのものを H_γ として

$$R = H_\alpha / (H_\alpha + H_\gamma) \dots \dots \dots (1)$$

と α % との関係を調べその結果を Fig. 5 に示した。強度としては積分強度をとるべきであるが、標準試料では

Fig. 5 Line intensity ratio plotted as function of ferrite wt % for standard sample.

加工その他による線の拡がりか極めて僅かであり、積分強度をとつてもピークの高さをとつても同じ結果を得た。

(2) 常温 加工 による α の 生 成

常温で約 10~80 % の圧延および約 2~50 % の引張加工

を加えた試料について X 線実験を行った。Fig. 6 はその一例で、(a) は 2.5 % の引張加工を加えたものに対する回

Fig. 6 X-ray diffraction patterns for cold worked specimens. Time constant=5sec, Rotating speed of specimen=0.3°/min (Speed of chart=3.3mm/min).

折線であるが、このような極く僅かの加工によつても α の (111) 線が明瞭に現われる。加工度が進むにつれて α からの線が強くなり γ の線が弱くなるが、加工度に対して最も敏感に変化するのは γ (111) 線と α (110) 線である。(b) 図は 24.7 % 圧延のもので α , γ 両相からの線がでている。圧延加工度が 80 % に達すると (c) 図に示したように γ からの線は殆んど現われないようになり、オーステナイトの殆んどすべてがフェライトに変つたと考えられる。

加工した試料の γ (111) および α (110) 線の強度をそれぞれ $H_{\gamma(111)}$ および $H_{\alpha(110)}$ として

$$R_1 = H_{\alpha(110)} / (H_{\alpha(110)} + H_{\gamma(111)}) \quad \dots\dots\dots (2)$$

から R_1 を求めて Fig. 5 の曲線 II から α 量を求めてみると

Fig. 7 The transformed ferrite wt % is plotted as function of degree of cold working.

このように X 線ディフラクトメーターを用うと比較的簡単に α 生成量を測定することができ、また極く僅かの加工によつて生ずる微量の α を鋭敏に検出することができる。

(3) 高温加工による α の生成

200~600° で約 10 % および 20 % の引張加工を加えた試料について、以上と同じ方法で α の定量を行った。一例

として、200° で 19.9 % 加工した場合の結果を Fig. 8 に示した。比較のために常温で 17.8 % 加工した場合のものを図の下に (Fig. 8 (a)) 示してある。このように加工温度が高くなれば α の生成は少くなり、400° および 600° で加工した場合には殆んど α の生成をみる事ができなかった。

Fig. 9 は各温度で約 20 % 引張つた試料の α 量を示すも

Fig. 8 X-ray diffraction patterns for specimen cold worked at (a) room temperature and (b) at 200°.

Fig. 9 Amount of ferrite after hot working.

ので、約 400° 以上で加工しても α は現われない。 α がなくなる加工温度は加工法が変れば異なるかも知れないが、これについては後の実験にゆずる。

(4) 加工後の低温焼鈍の影響

常温で 43.7 % の圧延を行つてから 200~850° の各温度で 40 min 分焼鈍し α 相の変化を調べた。Fig. 10 の太い実線で示したように、200° 40 min の焼鈍で α 相はかなり

Fig. 10 Changes of the quantities of ferrite (solid line) and those of hardness (broken line) by annealing.

減少し、その後 400° までは徐々に、それ以上の温度で急に減少して、700° 40 min の焼鈍で α は殆んど消失する

圧延後 700° 以上の温度で焼鈍した試料の回折線は Fig. 4 (a) に示したものとほぼ同様であるが、圧延による選択方位が残るためか、 γ (220) の回折線が Fig. 4 (a) のものに比して著しく強くでる。また Fig. 6(b) および (c) のように加工によつて生じた回折線の拡がりは、700° 以上の焼鈍で殆んどもとの状態まで恢復し鋭い回折線が現われる。しかし 10~70 % 常温圧延後焼鈍による硬度の変化を調べてみると Fig. 10 の点線のようになつて、850° 40 min の焼鈍でも硬度の方は完全には恢復していないようである。図の如く約 400° と 700° で僅かの硬化がみられ、軟化が 2 段におこっている。X 線回折線が 700° 以上の温度で殆んどもとの状態まで恢復しているにもかかわらず、硬度が完全に恢復していないのは加工後の焼鈍中におこる炭化物の析出によるものと考えられる⁽⁶⁾。

IV. 考 察

100 wt % α 標準試料としては上述のように焼鈍した極軟鋼やすり削粉を使用した⁽⁷⁾が、Table 2 に示すように、 α Fe と Cr との格子常数の差が比較的小さいこと、またこの極軟鋼 (100 wt % α 標準試料) の回折線より求めた α Fe の格子常数と、加工によつて生じたフェライトの格子常数とはこの表に示したようによく一致していることから、極軟鋼を 100 wt % α 標準物質として使うことは差し支えないと思われる。

Table 2 Lattice constant.

Material	Å
Ferrite (100 % α standard sample)	2.857
Transformed ferrite by cold working	2.857
Austenite in specimen	3.582
Chromium	2.878*

* R. Glocker : Materialprüfung mit Röntgenstrahlen unter besonderer Berücksichtigung der Röntgenmetallkunde, (1936).

Table 3

Cold rolling (%)	Transformed ferrite wt %	
	Using γ (111) and α (110) with Eq. (2)	Using γ (200) and α (110) with Eq. (3)
13.0	2.0	2.2
17.8	6.2	6.0
33.8	44.5	44.0
51.1	71.0	72.0

(5) G. Shinoda, T. Kawasaki : Tech. Rep. Osaka Univ. (1958), 印刷中。

また α 相の定量には加工に対して最も敏感な γ (111) 線と α (110) 線とを用いたが、他の回折線の比較によつても結果には殆んど変りがなかつた。Table 3 はその一例を示したもので、 γ (200) と α (110) とを用いて α 量を求めた場合、 γ (111) と α (110) とから求めた場合と殆んど結果に変化はないようである。しかしこの場合加工が進むにつれて、 γ (200) 線と α (110) 線とでは線の拡がりの程度が同じでないで、積分強度をとり、それぞれ $I_{\alpha(110)}$ および $I_{\gamma(200)}$ を測定して

$$R_2 = I_{\alpha(110)} / (I_{\alpha(110)} + I_{\gamma(200)}) \dots \dots \dots (3)$$

この R_2 と Fig. 5 の曲線 III とから α 量を求めた値である。

X 線が試料の表面に侵入する深さは約数十ミクロンの程度であるから、この方法で試料内部における変態を詳細に調べるには、腐蝕その他で表面層を除かねばならない。線引加工のような場合では試料表面と内部で α 生成量が異なる⁽⁸⁾ことがあるのでこの点については今後の実験にまきたい。

ディフラクトメーターによる記録上の任意の一点は、 $0.6745/\sqrt{2T\bar{n}}$ の蓋然誤差を含んでいる⁽⁷⁾。ここで T は時定数、 $\bar{n}$ は平均計数率である。これからフェライト量測定値の誤差を計算すると 5 % 以下となり、またこの方法によつて検出するフェライトの最少量は約 0.1 wt % となる。このようにフェライト検出の感度が著しく高いことはこの方法の一つの特徴である。

V. 結 言

X 線ディフラクトメーターを使うと、加工によつて生じた極く僅かな α 相でも鋭敏に検出でき、 α 相の定量は高い精度でしかも比較的簡単に行うことができる。加工によつて生じた α 相は約 600° 以上の加熱によつて殆んど消失し、回折線も焼鈍材と同じように鋭くなるが、硬度は 850° 加熱でも完全に恢復しない。これは炭化物の析出に関連するものであろう。

200~600° で加工しても常温加工と同じ程度の加工硬化がおこり、一方約 400° 以上で加工すると α 相が殆んどでないで線引その他の加工は常温以上の適当な温度で行うことが好ましい。

ディフラクトメーターの調整、取扱いについて御援助下された大阪大学工学部戸村光一氏に謝意を表します。

(6) K. W. Andrews: J. Iron and Steel Inst., **184** (1956), 274.

(7) 戸村, 篠田: X 線, **9** (1956), No. 1, 3.