鋼の焼もどし過程における弾性定数ならびに 塑性変形挙動のX線回折による研究*

平 修 二** 白 砂 洋 志 夫***

X-Ray Diffraction Studies on Elastic Constants and Plastic Deformation Behavior of Tempered Steels

by

Shuji TAIRA

(Department of Engineering Science, Kyoto University, Kyoto)

and Yoshio SHIRASUNA

(Faculty of Science and Technology, Sophia University, Tokyo)

It is well known that X-ray diffraction is advantageous when applied to metallic materials; it is very sensitive to changes in the crystalline structure.

In this paper, X-ray diffraction technique which is very important in studies on mechanical behavior of materials, is applied to the relations between the elastic, plastic deformation behavior and submacro- or micro-structure of tempered steels. Ni-Cr-Mo steel (SNCM 8) and 0.16%C steel (S15C) are used in this experiment. The main results obtained are as follows.

(1) X-ray elastic constants $S_2/2$ and S_1 of (211), (200) diffraction planes are decreased with tempering temperature (250°—350°C), but that of (220) diffraction plane does not change over tested tempering temperature.

(2) Half value breadth of X-ray diffraction profile is changed by plastic deformation. At tempering temperature below 200°C, half value breadth of (110), (220), (200) and (211) diffraction planes decrease with less than 1 % deformation. With over 2 % plastic deformation, the half value breadth essentially remains constant. Its manner is the same as for martensite. On the other hand, at tempering temperature above 400°C, half value breadth of (110), (220), (200) and (211) diffraction planes increase with plastic deformation. Its manner is the same as for annealed metals. Between 250°C and 350°C of tempering temperature, however its behavior depends on the diffraction plane. Half value breadth of (200), (211) diffraction planes change in martensitic manner, but that of (110), (220) diffraction planes in annealed manner.

(Received Aug. 15, 1975)

1 緒 言

X線回折法という物理的実験手段を基軸としたX線材料強度学は、結晶性材料のバルクの強度特性とその巨視的、垂巨視的ならびに微視的要因とを実証主義的研究方法により結びつけるという意味で材料強度学の中で特有な役割をもっている。

本研究は、このX線材料強度学の立場に立って、鋼の強じん化の最も有効な手段である焼入焼もどし処理を施された鋼の、X線の弾性定数の回折面依存性および塑性変形による半価幅変化の回折面依存性を焼もど

し温度と関連させて検討した。

従来、マルテンサイトの変形に対し、金属学的立場に立った研究にX線回折法が利用された例はある。マルテンサイトを塑性変形した際の回折線のひろがりから、変形によりマルテンサイトの、内部構造にどう変化を生じたかという情報を得るためであった。しかし焼もどし過程での検討はされていない。本研究では、低合金鋼(SNCM 8)と炭素鋼(S15C)を試料とし、焼もどし過程でのX線の弾性定数と塑性変形による半価幅の変化をX線回折法を使い実験を行なった。実験結果については、焼もどし過程での各種の炭化物析出の変遷挙動との関係も考察した。

2 実 験 方 法

* 原稿受理 昭和50年8月15日

** 正 会 員 京都大学工学部 京都市左京区吉田本町

*** 正 会 員 上智大学理工学部 東京都千代田区紀尾井町

2・1 X線の弾性定数の測定

供試材としては市販のニッケル・クロム・モリブデン鋼 (SNCM 8) と機械構造用炭素鋼 (S15C) を使用した。おのおのの化学組成を Table I に示す。

試験片の加工は, SNCM8 は 50 mmφ の丸棒から, S15C は 25 mmφ の丸棒からそれぞれブロックを切り出しスライスし平面研削により所定の板厚に仕上げたのちフライス加工で, Fig. 1 に示す形状に加工した。

Table I. Chemical composition of tested materials.

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu
SNCM 8	0.39	0.28	0.80	0.012	0.007	1.60	0.72	0.18	0.02

	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr
S15C	0.16	0.19	0.43	0.013	0.029	0.08	0.02	0.04

Fig. 1. The shape and dimension of specimen.

熱処理は真空炉中で SNCM 8 は 850℃, S15C は 930℃で 1 hr オーステナイト化の後, 前者は油焼入れ, 後者は塩水中焼入れを行なった。さらに焼もどしは, 100℃~300℃はシリコンオイル浴中で, 350℃以上は真空炉中で, 1.5 hr 施した。試験片の平行部は電解研摩で表面層を除去した。

試験片にかかる荷重は, 試験片のX線照射部分の裏側にひずみゲージを貼り, インストロン型万能試験機

(島津製作所製 IS-5000) を使い荷重(引張り)とひずみとの関係をおのおのの試験片であらかじめ求め, それにより決定した。X線応力測定装置は, ジュルツ法を基本とした低回折角応力試料台 (東芝製 SU-110) を通常の回折装置 (東芝製 ADG-102) に取り付けたものを用いた。この試料台は, $2\theta = 40^\circ$ の低回折角での応力測定の他に同一波長の特性X線で数種の回折面⁴⁾を使って応力を測定することが可能である。Fig. 2 に, ジュルツ法を原理とした応力測定機構を示し, Fig. 3 に実験で用いた装置を示す。

弾性定数 $S_1, S_2/2$ を求める手順は, (200), (211), (220) 回折面について, CrK α 線, CoK α 線で Table II に示す条件で, 種々の既知の引張応力下での $2\theta_\psi - \sin^2\psi$ を求めた。

この $2\theta_\psi - \sin^2\psi$ 線図の各応力段階についての直線の傾き M_1 を求め σ_1 に対しプロットした $M_1 - \sigma_1$ 線図を作成し(1)式を用い弾性定数 $S_2/2$ を得た。

$$\frac{S_2}{2} = \frac{1+\nu}{E} = \frac{1}{2} \cot \theta_0 \frac{\partial}{\partial \sigma_1} \left(\frac{\partial 2\theta_\psi}{\partial \sin^2 \psi} \right)$$

Fig. 3. Stress measurement attachment mounted on the X-ray diffractometer.

Fig. 2. Reflection method for the stress measurement.

Table II. Conditions of X-ray diffraction for experiment of elastic constants.

Diffraction plane	(200)(211)	(220)
Characteristic X-ray	Cr K α	Co K α
Filter	V	Fe
Tube voltage (kV)	30	30
Tube current (mA)	8	10
Slit breadth of incident beam (mm $\times$ deg.)	0.5 $\times$ 3	0.5 $\times$ 3
Slit breadth of receiving beam(deg.)	0.5	0.5
Scanning speed (deg./min.)	1	1
Time constant (sec.)	16	16

$$=k_1 \frac{\partial M_1}{\partial \sigma_1} = k_1 m_1 \quad (1)$$

S_1 は、 $2\theta_{\phi} \sin^2 \psi$ 線図の各応力段階の $\psi=0$ における回折角 $2\theta_{\phi=0}$ を求め σ_1 に対してプロットし、 $2\theta_{\phi=0}-\sigma_1$ 線図を作成しその傾き m_1' を得た。これより(2)式を用い、 S_1 を求めた。

$$S_1 = -\frac{1}{2} \cot \theta_0 \frac{\partial 2\theta_{\phi=0}}{\partial \sigma_1} = k_1 m_1' \quad (2)$$

なお、回折線ピーク位置は、1/2 半価幅法を使い決定した。その他の測定法の条件などは、X線材料強度学とX線応力測定標準を参考にした。

2.2 塑性変形挙動

供試材として 2.1 と同一な市販のニッケル-クロム-モリブデン鋼 (SNCM 8) を用いた。化学組成を Table I, 試験片の形状寸法を Fig. 1 に示す。平面研削とフライス加工で厚さと形状を整えたのち、平行部をエメリー紙 (#600) で仕上をした。熱処理は真空炉中で $850^\circ\text{C} \cdot 1\text{hr}$ オーステナイト化ののち、油焼入れ、さらに真空炉中で $350^\circ\text{C} \sim 600^\circ\text{C}$, $200 \sim 300^\circ\text{C}$ はシリコンオイル浴中でそれぞれ焼もどし処理を行ない冷却は水中にて急冷した。

引張りによる塑性ひずみの測定は平板試験片の平行部に $5 \cdot 10 \cdot 5\text{mm}$ 間隔の標線をけがき、所定の塑性

Table III. Conditions of X-ray diffraction for experiment of plastic deformation behavior.

Diffraction plane	(110) (220) (200)(211)
Characteristic X-ray	Co K α
Filter	Fe
Tube voltage (kV)	35
Tube current (mA)	8
Slit breadth of incident beam (mm)	0.8 2.0 1.6
Slit breadth of receiving beam (mm)	0.05 0.12 0.10
Scanning speed (deg/min)	1/16 1/16 1/16
Chart speed (mm/min)	20 10 10
Time constant (sec)	10 10 10

変形の後、試験機チャックよりとりはずし、コンパレータで標線間隔を測定しこれより求めた。試験機はインストロン型万能試験機 (島津製作所 IS-5000) を使用した。塑性ひずみ測定のと度 (110), (220), (200), (211) 面の回折線を、自記X線回折装置 (島津製作所製 VD-1) を用い Table III に示す条件で求め、それより半価幅を求めた。

3 実験結果および考察

3.1 Ni-Cr-Mo 鋼のX線弾性定数の回折面依存性

$100^\circ\text{C} \sim 600^\circ\text{C}$ の焼もどし温度での (200), (211), (220) 回折面でのX線弾性定数 $S_2/2$ ならびに S_1 の結果を Fig. 4 に示す。

Fig. 4. Changes in elastic constants $S_2/2$, S_1 of (200), (211) and (220) diffraction planes with tempering temperature. (SNCM 8)

(200), (211) は 300°C を中心に 250°C から 350°C の範囲で、 $S_2/2$, S_1 が低くなる。しかし (220) では、この温度域での変化は認められない。このような弾性定数の回折面依存性は、本来、多結晶体を構成する各結晶粒に弾性異方性があり、Voigt, Reu β , 長島らのモデルから理論的に考察され、多くの実験結果との関連も検討されている。X線弾性定数と方位関数との関係は、Voigt と Reu β の中間に入ることが、数多く報告されている。 300°C 近辺のX線弾性定数と方位関数との関係は、上記のような関係からはずれることになる。これは、マルテンサイトの焼もどしの過程で、この温度域は ϵ 炭化物の消失と θ 相 (安定な炭化物) の析出が生ずるところであることは知られ、これらの析出相の変遷は、separate nucleation の機構をとり、この温度域で消失する ϵ 相と析出する θ 相の双方の析出物により拘束される結晶面が増すために、このような特異な弾性挙動を示すと考えられる。これら焼もどし過程での析出物の消失、生成の晶癖面と弾性異方性

の特異性との関係は, 次の塑性変形挙動との関連も含め, 電顕観察の結果などと関連させ詳細な検討を要する。

3・2 X線弾性定数の回折面依存性の SNCM 8 と S15C との比較

3・1 の結果が SNCM8 特有のものであるか否かを確認するために S15C について (200), (211) の結果を Fig. 5 に示す。また, S15C は, 焼入時に残留オーステナイトがほとんど生成しない鋼で, 上記 SNCM8 の結果に残留オーステナイトの分解を含んでいるか否かも確認するためでもある。Fig. 5 に示すとおり, この二つの回折面の X線弾性定数の焼もどし温度に伴う変化は SNCM8 と同じである。これにより SNCM8 の結果は焼もどしマルテンサイト特有なもので残留オーステナイトの分解による影響でないことが確かめられた。

Fig. 5. Changes in elastic constants $S_2/2$, S_1 of (200), (211) and (220) diffraction planes with tempering temperature. (S15C)

3・3 塑性変形挙動

3・3・1 塑性ひずみと (110), (220), (200), (211) 面の半価幅 200℃～600℃の各焼もどし温度の試験片の塑性ひずみと半価幅の関係を (110), (220), (200), (211) 面について, その結果を Figs. 6～9 に示す。各回折面共, 250℃以下の焼もどしでは, 半価幅が塑性ひずみ 1 %位で減少し, その後ひずみが増加しても, 半価幅の値はほとんど変化せず一定をとる。これは焼入れのままのマルテンサイトの塑性変形の挙動と一致し, 焼入時のマルテンサイトの塑性変形特性が比較的低い焼もどし温度域まで持続していることが確かめられた。これとは対照的に, 400℃以上の焼もどしでは, 塑性ひずみと半価幅との関係は, 通常の焼なまし材と同様な, 塑性ひずみの増加とともに半価幅

Fig. 6 Changes in half value breadth of (110) diffraction plane by plastic deformation.

Fig. 7. Changes in half value breadth of (220) diffraction plane by plastic deformation.

Fig 8 Changes in half value breadth of (200) diffraction plane by plastic deformation.

Fig 9 Changes in half value breadth of (211) diffraction plane by plastic deformation.

が増すという傾向を示している。このマルテンサイト型の半価幅の変化と焼なまし材型の半価幅の変化は、焼もどし過程での250℃～350℃温度帯の上、下で入れかわる。この境となる温度帯では、塑性ひずみの増加に伴う半価幅の変化の様式に回折面依存性が認められる。

3・3・2 250℃～350℃焼もどし温度域での塑性ひずみの増加に伴う半価幅変化の回折面依存性について (110), (220) 面の半価幅の変化が、250℃でマルテンサイト型から焼なまし型に変わるのに比べ、(200), (211) 面のそれは、350℃で変わる。この温度域では、巨視的な強度因子たとえば静的引張強さなどでは何らの特異性を示さないが、微視的には、結晶面により、マルテンサイト型の変形挙動すなわち転位の消滅ならびに再配列による半価幅の減少と焼なまし材型の変形挙動、すなわち転位の増殖が変形とともに生じるこの二つの様式が同時に起こっていると考えられる。この挙動と、焼もどし過程での ϵ 炭化物の消失と θ 相(炭化物)の析出とのそれぞれの晶癖面との関係とを結びつけるにはさらに詳細な実験検討を要する。しかし、この250℃～350℃の温度域では微視的には複雑な変形挙動を生じていることは確かである。Fig. 10 では、250℃～350℃温度域ではこれより高温側の焼もどしと低温側の焼もどしで、塑性変形挙動が異なり、半価幅の変化に回折面依存性があることを示すものである。

さらに Fig. 11 は、焼もどし過程における塑性変形に伴う半価幅の挙動と各炭化物の析出との関係をまとめたものである。ここでは各回折面の塑性ひずみの増加に伴う半価幅の変化をマルテンサイト型と焼なまし材型と区別した。

4 ま と め

(1) SNCM8 の焼もどし過程におけるX線弾性定数

Fig. 10. Changes in half value breadth of (110), (220), (200) and (211) diffraction planes by plastic deformation at remarkable tempering temperature range.

Tempered martensite embrittlement

Fig. 11. Relation between tempering temperature and changing characteristic in half value breadth of (110), (220), (200) and (211) diffraction planes.

$S_2/2$, S_1 の値が300℃近くで低くなる。しかし回折面依存性があり (200), (211) 面は低下するが、(220) はほとんど変化しない。この原因は炭素の過飽和マルテンサイトからの焼もどしによる析出過程で、 ϵ 炭化物から θ 炭化物へ変わる温度と一致しており、今後 ϵ 炭化物の消滅と θ 炭化物の析出におけるそれぞれの炭化物の晶癖面との関係を詳細に検討する必要がある。一方この温度域は、旧オーステナイト粒界への不純物元素の析出が生ずる温度であり、粒界析出物の影響をも考慮する必要があるが、回折面依存性があり (220) がほとんど変化しないということからすれば、粒界析出物は二次的影響であると考えられる。

(2) 焼入時の残留オーステナイトの分解がこの温度域に関係するが、残留オーステナイトがほとんどない S15C の結果も SNCM8 と同様であった。このことから残留オーステナイトの分解はこの温度域の特異性とは関係がないと推察できる。

(3) 焼もどし材の塑性ひずみの増加と半価幅の変化は、(110), (220), (200), (211) 面で、250℃以下の焼もどしでは、その挙動がマルテンサイトの変形と同じで塑性変形の初期で半価幅が小さくなり、その後一定かわずかな増減を示す。一方 400℃以上の焼もどし材は、4 種の回折面共に、焼なまし材の挙動と同様で、塑性変形とともに半価幅が増す。しかし、この二つの型式の間の温度域250℃～350℃では、半価幅の挙動に回折面依存性が確認され、(110), (220) 面は焼なまし材型、(200), (211) はマルテンサイト型の挙動を示す。この温度域が、 ϵ 炭化物から θ 炭化物へ移行する温度に相当し、これらの析出挙動と関係した微視的に複雑な塑性変形挙動を生じていると考えられる。

(4) 250℃～350℃で焼もどされた鋼は、微視的には、その弾性変形および塑性変形に特異な挙動を示すことがわかった。またこの温度域は鋼の低温焼もどしぜい性を生ずる温度域でもある。これらの特異な微視的変

形挙動との関係は、今後、破壊力学的手法とも関連させた実験により明らかにする必要がある。

5 あ と が き

本研究の大部分は著者の一人が昭和49年度に財団法人私学研修福祉会の国内研修生として京都大学工学部平研究室で指導を受けたものである。ご教授賜った研究室の皆様に謝意を表します。またX線弾性定数の測定に用いた東芝製 Co X線管球は、財団法人服部報公会の「工学研究奨励援助金」で購入したものである。同会に謝意を表します。実験に使用した装置の改造および試験片の加工に協力いただいた上智大学クルップホール工作工場主任野口健三氏はじめ技術員の皆様々に感謝の意を表します。

最後に、一年間の国内留学の期会を与えていただきました私学研修福祉会ならびに上智大学理工学部機械工学教室の皆様々に感謝の意を表します。

(昭和50年7月18日 第12回材料強度に関するシンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 日本材料学会編, X線材料強度学, 基礎編, 第1章 (1973) 養賢堂
- 2) Miller, M. F., and N. N. Breyer, Trans. ASM, **67**, 891 (1969).
- 3) Sharma, V.K., and N.N. Breyer, Metall. Trans., **5**, No.1, 301 (1974).
- 4) 池内保一, 藤原晴夫, 材料, **18**, 301 (1969).
- 5) 日本材料学会編, 講習会テキスト “X線回折技術”, 49 (1973).
- 6) 林紘三郎, 材料, **21**, 486 (1972).
- 7) 日本材料学会材料強度部門委員会編, X線応力測定法標準 (1973) 日本材料学会
- 8) 長島普一, 武智 弘, 加藤 弘, 第6回X線材料強度に関するシンポジウム前刷, p.17 (1967) 日本材料学会
- 9) Hale, K.I., and D. Mclean, JISI, **201**, p.337(1963).
- 10) Honeycombe, R.W.K., ISI Spec. Rept., No. 86, p. 1 (1964).