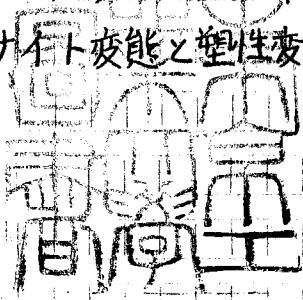


論文 / 著書情報
Article / Book Information

題目(和文)	オーステナイトステンレス鋼単結晶のマルテンサイト変態と塑性変形
Title(English)	
著者(和文)	肥後矢吉
Author(English)	YAKICHI HIGO
出典(和文)	学位:工学博士, 学位授与機関:東京工業大学, 報告番号:甲第658号, 授与年月日:1974年3月26日, 学位の種別:課程博士, 審査員:
Citation(English)	Degree:Doctor of Engineering, Conferring organization: Tokyo Institute of Technology, Report number:甲第658号, Conferred date:1974/3/26, Degree Type:Course doctor, Examiner:
学位種別(和文)	博士論文
Type(English)	Doctoral Thesis

□□□

オーステナイトステンレス鋼単結晶の
マルテンサイト変態と塑性変形



東京工業大学工学部金属工学科

1974年

肥後 矢吉

東大 357258

目次

オ1章. 緒論

1

オ2章. 18-14オーステナイトステンレス鋼単結晶の製作

2-1. 緒言

7

2-2. 実験方法

8

2-3. 試料の組成の決定

10

2-4. 実験結果, まとめ

10

2-5. 参考文献

11

オ2章図面, 表

12

オ3章. 18-14オーステナイトステンレス鋼のマルテンサイト

1

変態に及ぼす熱処理と予歪の影響

3-1. 緒言

15

3-2. 実験方法

17

3-2-1. 本研究におけるMs点の定義

17

3-2-2. Ms点測定用試料の作製

18

3-2-3. Ms点の測定

19

3-2-4. 透過電子顕微鏡によるマルテンサイトVariant
の決定

20

3-3. 実験結果

20

3-3-1. Ms点の焼鈍温度依存性

20

3-3-2. オーステナイト状態での塑性予歪が, その後の冷
却によるマルテンサイト変態に及ぼす影響

22

3-3-3. マルテンサイトVariantの決定

24

3-4. 検討

25

3-5. まとめ

31

3-6. 参考文献

32

オ3章 図面, 表.	33
オ4章. 塑性挙動に及ぼす応力誘発マルテンサイトの影響	
4-1. 緒言	51
4-2. 実験方法	52
4-3. 実験結果と検討	53
4-3-1. オーステナイトステンレス鋼単結晶の応力歪曲線	53
4-3-2. 変態を伴う塑性変形時の変形模様	57
4-3-3. 加工硬化の急激な増大と組織観察	63
4-3-4. 負荷方向の降伏強度におよぼす影響 (S-D効果)	64
4-3-5. オーステナイトステンレス鋼単結晶の -20°C における異常伸び	66
4-4. まとめ	66
4-5. 参考文献	68
オ4章 図面, 表.	69

オ5章. 応力誘発 α' -マルテンサイトの母相となす方位関係に対する外力の影響	
5-1. 緒言	86
5-2. 実験方法	89
5-3. 実験結果	89
5-3-1. 外力付加のまゝとして生じたマルテンサイトと母相との方位関係	89
5-3-2. 引張変形により発生した α' -マルテンサイトの分布	92
5-3-3. α' -マルテンサイト変態に対する引張と圧縮荷重の効果の比較	93

5-4. 検討	94
5-5. まとめ	103
5-6. 参考文献	105
才5章図面, 表	107

才6章. 総括	123
---------	-----

謝辞.	126
-----	-----



第1章 緒論

本論文は、オーステナイト系ステンレス鋼単結晶のマルテンサイト変態と塑性変形の問題を、主として塑性変形のマルテンサイト変態へおよぼす影響、マルテンサイト変態と塑性変形の関連、外力のマルテンサイト変態へおよぼす影響から調べた研究結果をまとめたものである。オーステナイト系ステンレス鋼は、一般に室温以下で冷却するか、塑性変形あるいは外力を与えると、F.C.C相(γ)から、B.C.C相(α)とH.C.P相(ϵ)へマルテンサイト変態を行なう。西山善次先生の大著「マルテンサイト変態—基本編」の序文に述べられているように、マルテンサイト変態は金属材料の性質を強く支配する現象として重要視され、古くから多くの研究がなされている。これはマルテンサイト変態なる現象が科学的興味をひくという点にも理由があると思われる。しかし、それにも増して、最もありふれた金属材料である鋼の強化熱処理法の一部に、マルテンサイト変態が利用されているという、実用的、工業的立場からの重要性が認識されているからでもあると考える。

塑性変形および変態の研究は、ほとんど必ず結晶学的側面を持つ。マルテンサイト変態でも、母相とマルテンサイト相の方位関係等、その例外ではない。本研究のように、マルテンサイト変態と塑性変形の関連、またはマルテンサイト変態への塑性変形、外力の影響を調べようとするものでは、特に、単結晶のように、粒界もなく結晶方位を予め選択できるような試料を用いる実験が望ましいことはいうまでもない。しかし、工業的に最も重要な金属材料である普通鋼、低合金鋼では、この要求を満たすことはむずかしい。それゆえに、次善の策として、オーステナイト系ステンレス鋼単結晶を利用して、単結晶試料の特徴を活かす試みを行なうわけである。

近年におけるマルテンサイト変態に関する理論的な研究の流れは、大別して3つに分けられるといわれる。¹⁾それらは Kaufman と Cohen²⁾に代表される熱力学的考察、鈴木³⁾、Frank⁴⁾による転位論的研究、およびいわゆる現象論の

5) 発展である。また実験的には、昔の主として光学顕微鏡、X線にたよるものから、近年の電子顕微鏡による直接観察を使ったマルテンサイトの微細構造、格子欠陥の観察に力点をおくものへと、巨視から微視へと測定手段も進歩して来たといえよう。

本研究は必ずしも上述の理論的研究の流れに沿ったものとはいえず、実験手段およびそれから得ようとする情報の質も、近年の傾向と一致しているわけではないが、多かれ少なかれそれらと関連していたと考えられる。以下に上述の理論的研究のうち特に本研究と関連があると思われるものを説明し、本研究の動機、その持つ意義、測定手段の利用法などを述べることにする。

KaufmanとCohenは、母相からのマルテンサイト相の発生、成長を熱力学的に考察している²⁾。この時、原子の集団かつ系統的原子移動 (cooperative shear movement) による変態歪の影響は、弾性エネルギーの上昇および外力のポテンシャル変化という形でとり入れられている。外力のポテンシャル変化というものを考える意味があるなら、外力系を適当に選べば、発生するマルテンサイトの結晶方位に優先性が現われるべきである。もし、母相からのマルテンサイト発生時における集団原子移動の臨界段階がわかっているならば、一般的議論としてでなく、特定のマルテンサイト変態にちじて、外力により生じたマルテンサイト相の優先性が、個別に検討、予知できることになる。ところがこの臨界段階は必ずしも自明とされているわけではない。たとえば $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態においても、格子形の変化はKurdjumov-Sachs機構⁶⁾、西山の機構⁷⁾、Bogers-Burgers機構⁸⁾と三種提案されており、それらは2ないし3組の壱断機構の組み合わせよりなる。そして、どの段階の壱断機構が臨界段階を形成するかの理論的検討も行なわれておらず、また実験的な示唆は最近になってようやく現われ始めたのが現状である。一方、いわゆる現象論では格子形を変える変形に加えて、格子形を変えない塑性変形まで考慮して、マルテンサイト変態時の形状変化を議論している。この時もどの段階の変形が臨界段階を形成するかは理論の枠外にあるように思える。

しかし、上の議論を逆向きに考えることにより、外力下で生じたマルテンサイトの結晶方位の優先性を実験的に調べて、これからマルテンサイト変態時における種々な剪断変形の中での臨界段階が推定できそうに思われた。これはたとえ熱力学的な定量的解釈を生じなくても、定性的には直接的な解答をマルテンサイト変態時の原子移動について与えると考えた。これが本研究を始めた動機である。

熱力学的議論はまた、外力の存在がマルテンサイト変態を誘発または押えることを教えてくれる。マルテンサイト変態は、剪断変形を伴うため、一軸応力状態では、たいていマルテンサイト変態は促進される。このことは、巨視的塑性変形の少くとも一部が、マルテンサイト変態による変形によってもたらされることを意味する。その場合、通常のしりによる塑性変形とは異った塑性挙動が期待できよう。実際すでに2つのグループによって、オーステナイトステンレス鋼単結晶^{9), 10)}について、このことが調べられている。しかし幾つかの点がなお十分に調べられていないので、本研究では、塑性挙動についても検討することにした。本研究においてもはっきりした理由づけはできなかったが、予め加えられた塑性変形¹¹⁾が、その後のマルテンサイト変態におよぼす影響がしばしば論じられる。塑性変形なるものは、平均的な塑性歪なるもので記述されておわるべきものでなく、いかなるしり系の働きによって生じたかも考えなくてはいけないものであろう。そしてこのことより、単結晶試料を使ってこそ、マルテンサイト変態に対する予歪効果に関する基礎的データが得られるものと考えた。

なお本研究では現象論にのっとった議論や、その妥当性が検討できるような実験を行なわなかった。それは、本研究で観察された α -マルテンサイトの形状と、その担う変形が現象論の基本的な仮定を必ずしも満しているとは考えなかったからである。また現象論が最も単純、原始的な形で適用される ϵ -マルテンサイトの発生については、現象論を持ち出す必要もないと考えたからにもよる。また、母相と α -マルテンサイトの界面構造、 α -マルテンサイトの成長時に議論される、鈴木、Frankによるマルテンサイト変態の転位論につい

ても、検討することを行なわなかった。それは主としてマルテンサイト発生時の原子移動に本研究の関心があったからであった。

本研究では、古典的研究手段から、近代的研究手段である電子顕微鏡による直接観察までを行なった。しかし、近年の傾向である、マルテンサイト相内の微細構造の観察、それからマルテンサイト変態中の諸機構の推定を行なうことは極力避けた。それは、もっと直観的に理解され、微細構造と無関係に議論される問題を追求したいと考えたからである。

第2章は本研究にとって必要不可欠であった、オーステナイトステンレス鋼単結晶の製作法を記したものである。そして新しく採用した熔融帯微動移動機構について述べた。

第3章は、単結晶試料の M_s 点や、変態のモルホロジーが、熱処理、予歪量、塑性変形様式によってどう変わるかを調べたもので、ある熱処理条件は M_{s0} 点の急激な低下をもたらすことを明らかにした。また変態のモルホロジー、発生するマルテンサイトの variant と予歪の加えられ方に密接な関係があることもわかり、その意味をはっきりさせるためには、単結晶を外力下で変態させて variant と母相との方位関係を調べる必要があることを結論した。

第4章は、塑性変形中に生ずるマルテンサイト変態と、単結晶の塑性挙動との関連を調べたものである。変形温度を適当に選ぶならば、塑性変形は、変形帯に集中して起こることを調べ、その担う剪断歪、剪断方向を明らかにして、変形帯に存在する ϵ -マルテンサイトが材料全体の塑性変形の大部分を担うものであること、そして降伏応力の逆温度依存性、S-D効果の存在を、この ϵ -マルテンサイトの発生の難易と結晶方位から検討してみた。またF.C.C.合金としては異常に大きい直線硬化域の加工硬化とマルテンサイト変態との関連も調べた。

第5章は、外力下での $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態を扱ったものである。ここでは発生する α -マルテンサイトの各 variant の分布と外力の関係を求め、発生する α -variant は外力の負荷方向、および向きに強く依存することを明らかにした。実験は主

として単結晶から作られた薄膜の透過電顕観察により行なった。そして各 variant の分布頻度、および互に双晶関係にある二種の variant の存在位置の相関性から、 $\gamma \rightarrow \alpha$ マルテンサイト変態における臨界的な剪断変形は、 $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$ 方向に生ずるものであることを結論した。これは本研究を始めた動機に対して、中心的な解答を与えた。また α -マルテンサイト中に存在する γ -双晶、または ϵ -マルテンサイトの debris の形態と、 α -マルテンサイト全体の形態から、何ゆえ本研究において、現象論的な approach がとられなかったかの理由についても議論を行なった。

第6章は以上の総括である。

1-2. 参考文献

- 1) 小川恵一(共著), "結晶格子欠陥", 朝倉書店 (1969) 141.
- 2) L.Kaufman and M.Cohen, "Progress in Metal Physics", (Pergamon Press), 1958, Vol.7.
- 3) H.Suzuki, Scientific Reports of R.I.T.U., 6, (1954) 30.
- 4) F.C.Frank, Acta Met., 1, (1934) 15.
- 5) たよは C.M.Wayman, "Introduction to the Crystallography of Martensitic Transformation", (Macmillan), 1964.
- 6) G.Kurdjumov and G.Sachs, Z.Phys., 64, (1930) 325.
- 7) Z.Nishiyama, Sci. Rep. Tohoku Univ., 23, (1934) 637.
- 8) A.J.Bogers and W.G.Burgers, Acta Met., 12, (1964) 225.
- 9) G.Meyric and H.W.Paxton, Trans. Met. Soc. of AIME, 230, (1964) 1010.
- 10) J.F.Breedis and W.D.Robertson, Acta Met., 10, (1962) 1077.
- 11) たよは H.C.Fiedler, B.L.Averbach and M.Cohen, Trans. ASM, 47, (1955) 267.

第2章 18-14オーステナイトステンレス鋼単結晶の製作

2-1, 緒言

第1章で述べた理由によって、本研究の目的を達成するためには単結晶試料が不可欠であった。本研究で採用した単結晶製法は、特別に新しく開発されたものではないが、オーステナイトステンレス鋼単結晶が使われた研究発表が非常に少ない^(1,2)ということを考えて、特に1章を使って、単結晶製法について詳述することにする。

金属単結晶を成長させる方法としては大別して3つの方法がある。すなわち 1) 再結晶を利用する方法。 2) 液相より凝固成長させる方法。 3) 気相溶液より析出させる方法である。成長させた結晶の完全性という観点よりみれば、3)の whisker などの成長に用いられている方法が一番優れている。合金のように偏析が問題になったり、または同一方位を持つ単結晶を多く得ることを目的とし、その結晶の完全性にあまり重きを置かない場合には 1)の歪焼鈍法が優れている。しかし歪焼鈍法の場合、塑性加工によって形状のととのえられた試料を予備焼鈍する手続きが必ずとられる。このことは、素材に集合組織が存在し、その結果、歪焼鈍によって作られる単結晶の方位もかなり制限されることを意味する。また、焼鈍双晶の生じやすい金属、合金では、大きな単結晶が得られにくい。2)の液相より凝固³⁾により単結晶を成長させる方法としては Bridgman 法や Czochralski 法⁴⁾などがあるが、この方法は液相よりの凝固を利用するため合金元素の偏析が問題となる。

本実験に用いた18-14オーステナイトステンレス鋼は高合金鋼であり、また焼鈍双晶の発生しやすい材料である。しかも、本研究では、機械的性質なども調べることを目的として⁵⁾いるため大きな単結晶が必要である。そこで本実験では、Zone Melting⁵⁾を用いて18-14オーステナイトステンレス鋼単結晶を成長させることを試みた。またその時できるだけ合金元素の偏析を防ぐよう努力⁶⁾した。なお単結晶の成長方法の細かい点については、鈴木らの技術資料⁶⁾を参

考になった。

なお、本研究が始まる以前に発表されたオーステナイト系ステンレス鋼¹⁾単結晶を用いた研究は、1959年の Leggett 等¹⁾、1962年の Breedis 等²⁾のものであって、共に液相より凝固成長させる方法をとっている。

2-2. 実験方法

Zone Melting により単結晶を製作するための装置は 坂本庸晃氏の製作による外熱型 Floating Zone Melting 装置を基にして作った。しかし、坂本氏の採用した外熱型 Floating Zone 法は 試料の長時間保持が困難であるため結晶成長速度を遅くすることができないので、この難点を除くため、縦型坩堝を用いた Zone Melt 用装置に改造した。Fig. 2-1 にその溶解部分の概略図を示す。石英管の中に NC 型又は HB 型アルミナ坩堝を入れ、その間に空气中 1000°C で焼成して十分水分を除いたマグネシア粉を充填する。このマグネシアは断熱、および坩堝の高温における軟化と補強する役目をする。マグネシア粉は充填中の短時間にも空気中の水分を吸収するため、充填後 12 時間真空に引いた後、内部のステンレス鋼試料を 800°C ~ 900°C に真空中で高周波誘導加熱することにより、再び乾燥させる。この後、外側の石英管を水冷しながら試料を溶解し、高周波誘導加熱用コイルを下部より上部へ移動させ単結晶を成長させる。結晶の成長速度はこの高周波コイルの移動速度により、制御される。なお充填したマグネシアには上より下まで貫通する細い穴があけてあり、これはマグネシア中のガス、および水分が加熱中に吹き出し、装置を破壊するのを防ぐため重要な役割を果している。また石英管を試料溶解中、水冷するのは、坩堝が溶解中高温のため割れた時、溶けた金属と石英管が接触すると高周波加熱のため石英管との反応が進行し、石英管を破壊するのを防ぐためである。

単結晶の成長およびその方位は、単結晶の成長速度により左右される。たとえば、成長速度の速い時は Striation のある結晶になるといわれる³⁾。したがっ

て、最適成長速度は実験的に求める必要があった。そこで本実験において結晶の成長速度を $0.00 / \text{mm}/\text{min} \sim 5 \text{mm}/\text{min}$ まで可変できるように、高周波誘導加熱コイルの移動速度を制御できる電気回路を設計した。この回路図を Fig. 2-2 に示す。Fig. 2-2 の回路の前段は RC 発振回路とユニジャンクショントランジスタの組合せにより規則的なパルスを生じさせるものである。次にフリップフロップ回路により、そのパルス数を $1/6$ に下げるとともに、パルスを矩形波に変換する。最終段でその矩形波を微分し、パルスが $1/6$ 個に対して、約 0.5 秒間 RC 回路が働くよう時定数を決め、高周波加熱コイルを移動させるモーターをその間だけ回転させる。モーターの回転数は歯車により $1/3600$ に減速する。この回路の特長は、前段の RC 発振回路の時定数を変化させることにより任意に結晶成長速度を制御することと可能にあることにある。欠点としてはモーターがパルス的に動くためコイルの動きは連続的にならないことにあるが、モーターの回転数が $1/3600$ に減速してあるため、結晶成長に対してはほとんど影響はないと考えられる。

単結晶を成長させる目的で Zone Melt を利用する時は Zone Pass の回数は 1 回だけである。したがって、合金の単結晶の成長に Zone Melt を用いることは、単結晶の成長と同時に Zone Refining を行なうことにもなる。この Refining によって生じる合金元素の濃度勾配を推測するため、母相を鉄とした時の各種合金元素の偏析係数を知っておくことは便利である。鉄中の金属元素の Segregation Coefficient を Table 2-1 に、また Zone が 1 回通過した長さ l とその部分の不純物濃度 c との関係を Fig. 2-3 に示す。本実験の溶融帯の長さ l は約 15mm である。したがって Table 2-1 と Fig. 2-3 より Zone Melt を行なった試料の始端より 10cm 程は合金元素の偏析が大きいと考えられるが、それ以後の偏析度はそれほど大きくないと考えられる。そこで、Zone Melt を行なった後の試料長さが約 20cm になるように坩堝および素材の寸法を決め、単結晶を製作した。

2-3. 試料の組成の決定

本研究では、できるだけ容易に制御された実験条件で、マルテンサイト変態を起こさせる必要があった。また実験上、室温においてはオーステナイト相単相であり、マルテンサイト変態が進行しないことも必要であった。具体的にはこれらの要求は、試料の M_s 点、 M_d 点が室温より十分に低いこと、しかし、同時に、約 -100°C 以上であることで達成される。後者の条件は低温浴が容易に作れるということのためである。

合金元素 Cr, Ni は共に M_s 点、 M_d 点を下げる働きをする。しかし、Cr 量が増すとともに、Ni 量を減らすと、 δ 相が凝固時にできるよ^うになり、オーステナイト相の単結晶を作りづらくする。また δ 相も発生しやすくなる。そこで Cr 量には上限が生じることになる。オーステナイト相を安定化させるために Ni 量を増すと M_s 点、 M_d 点が低くなりすぎてしまう。このような事情を考え、鉄鋼便覧⁹⁾を参考にして、18% Cr, 14% Ni なる組成を選んだ。あとに述べるように、この組成の合金の M_s 点は、 -100°C 附近であり、 -40°C 程度の温度で、外力下での変態も起^こり、本研究の目的をとげるためには好都合なものとなった。また単結晶製作時においても、またその後の熱処理によっても、室温ではオーステナイト一相であった。

2-4. 実験結果, まとめ

成長速度、最高加熱温度を種々変えて Zone Melt を行なった結果 18-14 オーステナイトステンレス鋼単結晶を成長させるための最適成長速度は $3 \sim 5 \text{ mm/分}$ であることがわかった。また得られた単結晶のうち最大寸法のものは直径約 10 mm 、長さ $40 \sim 50 \text{ mm}$ であった。また、単結晶成長後の合金元素の各部における化学分析値の一例を Table 2-2 に示す。

この結果より偏析の存在は認められるが、Zone Melt の終端に近い部分は偏析が少なく、また上述のような大きさの単結晶は終端近くにできるため、以下の章で述べる実験を行なうための試料としては十分なものであると考えられた。なお、以下の章で特にその化学成分が重要と考えられる時はその実験に用いた単結晶の化学分析値を示す。

2-4. 参考文献

- 1) R.D.Leggett, R.E.Reed and H.W.Paxton, Trans. Met. Society of AIME, 215, (1959) 679.
- 2) J.F.Breedis and W.D.Robertson, Acta Met., 10 (1962) 1077.
- 3) P.W.Bridgman, Proc. Amer. Acad. Sci., 58 (1923) 165.
60 (1925) 305.
- 4) J.V Czochralski, Z.Phys. Chem.,92 (1918) 219.
- 5) W.G.Pfann, Zone Melting (John Wiley & Sons, New York 1957).
- 6) 鈴木平, 井村徹, 日本物理学会誌, 19 (1964) 731.
19 (1964) 796.
- 7) D.T.J.Hurle, Progress in Material Science (Pergamon Press), 10 (1961) 81.
- 8) 坂本康晃, 中村正久, 鉄と鋼, 55 (1969) 133.
- 9) 鉄鋼便覧, 日本鉄鋼協会編, 丸善(1962) 1688.

Table 2-1. Segregation coefficients of impurity atoms in iron.

Segregation Coefficient $K(\text{Fe})$

K	Atomic Symbol
0	U
0.05	P, S
0.1	Mn
0.2	C, Nb, Ta
0.3	Ni, Sb
0.4	Al, As, Cr, Cu
0.5	Au, Ge, Mo, Pd, Si, Ti, Zr
0.6	Sn
0.7	Be, W
0.8	Co
0.9	
1.0	Re, Pt

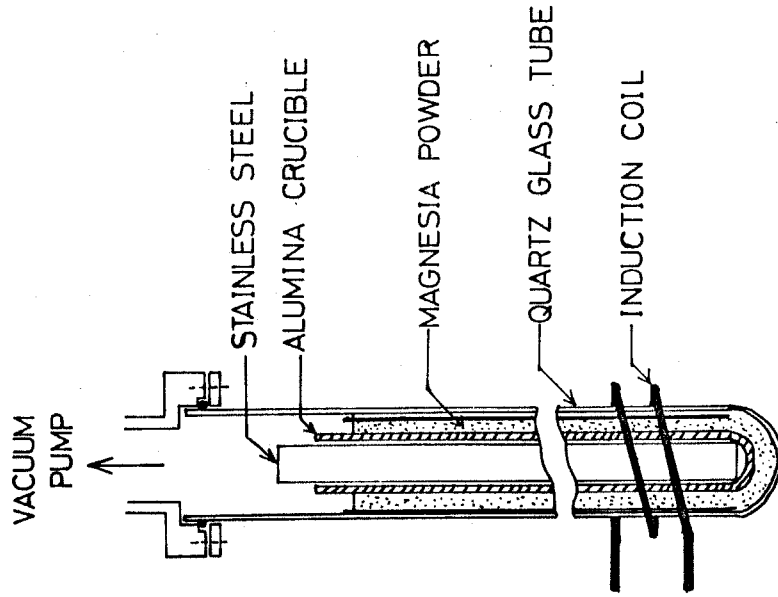


Fig. 2-1. Schematic diagram of an apparatus for single crystal growth by zone melting.

Table 2-2. Chemical compositions of zone melted specimens.

Part	(wt%)		
	Ni	Cr	C
A	14.20	16.92	0.006
B	15.20	16.01	0.005
C	14.30	15.71	0.006
D	14.20	15.84	0.005

A: Material
B: Molten Zone

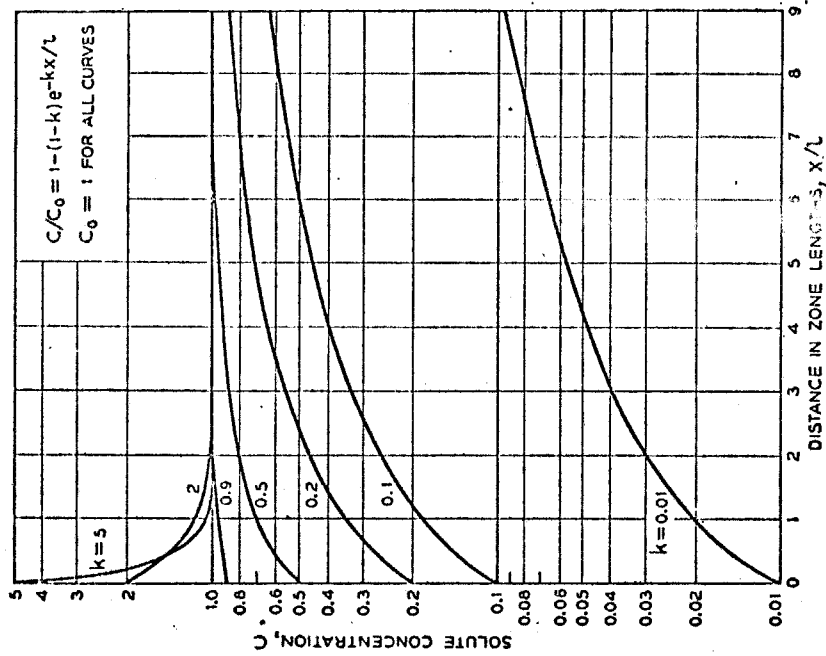
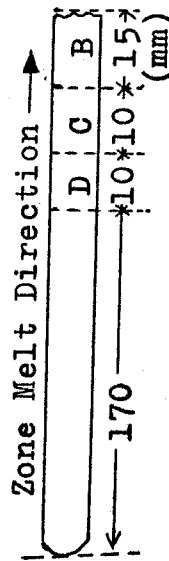


Fig. 2-3. Curves for single-pass zone melting showing solute concentration in the solid versus distance in zone lengths from beginning of charge, for various values of the distribution coefficient k .

オ3章. 18-14オーステナイトステンレス鋼のマルテンサイト変態におよぼす熱処理と予歪の影響

3-1 緒言

オ1章で述べたように、オーステナイトステンレス鋼の他のF.C.C.合金の多くと異なる点は塑性変形中にマルテンサイト変態を起こすことにある。マルテンサイト変態は単純冷却によっても生じる。塑性挙動とマルテンサイト変態に関しては、オ4章とオ5章において詳しく扱うが、単純冷却による変態点(M_s 点)は塑性変形中に生じる変態点(M_d 点)より低温側にあり、通常 M_s 点と M_d 点とは切り離しては考えられない。そこで塑性変形挙動とマルテンサイト変態の関係を調べるにあたり、 M_s 点に関する情報をあらかじめ知っておくことは情報を豊かにする意味で必要となる。またオ5章においては特に塑性変形中に生じた変態を外力付加効果として議論するが、それが変態以前に試料に加えられた予歪効果と分離されねばならない。このためには、回復、再結晶のような大きな組織変化を起こさず、また変形により変態を生じない温度において塑性歪を試料に与え、この予歪がその後の単純冷却中の変態に与える効果を調べておくこともまた必要である。以上の理由により、本研究に用いた試料の M_s 点と予歪の M_s 点におよぼす影響を知ることが本章の目的である。

M_s 点は合金量のみならず、焼鈍温度にも依存する。しかし、この効果は、1) 焼鈍温度により主として決定される内部組織による効果か、または2) 最高加熱温度により決定される結晶粒の大きさによる効果かがはっきりしないのが現状である。オ4, 5章において単結晶を取り扱うため、 M_s 点も結晶粒の影響のない単結晶により求める必要がある。これはまた上に述べた、未だ実験的に明確になっていない問題1), 2)に対する解答を提供するはずである。予歪の変態に対する効果を検討した従来の報告の大部分は、多結晶試料を用いた実験結果に基づいている。多結晶試料の変形は粒界の束縛のため複雑であり、また局所的には必ず多重歪りを起こしている。これは予歪も与えたことの本質的效果か、多重歪りの頻度の効果を観察したものかはっきりしない。本実験は、

才4. 5章の目的を達するため、M_s点の決定と同様に単結晶を用いて行なう必要があり、これはまた、変態に対する予歪の効果を検討した従来よりの報告の大部分の欠点を補うものとなる。すなわち、試料の方位を適当に選んだ単結晶を用いることにより、単一にりや多重にりにより与えられた予歪の効果と、歪の関数としてより単純な実験条件で明らかにすることが出来る。

次に、従来より報告、検討されてきた焼鈍温度、最高加熱温度および予歪のM_s点に対する影響を次に述べる。

結晶粒度とM_s点の関係は広く研究され、一般に結晶粒が小さくなるほど、M_s点は低くなる²⁾と考えられているが、結晶粒の大きさがある程度以上の大きさ(約0.1mm)以上になると、M_s点はほぼ一定となり、結晶粒の大きさの影響は小さくなる^{3) 4)}と考えられる。また、結晶粒の大きさの影響をできる限り除いて、内部に存在する種々の性質、たとえば、急冷による焼入歪⁵⁾の効果、炭素その他の焼鈍時の析出による効果⁶⁾、逆変態により残された内部の転位と利用した転位密度や、転位状態による効果⁷⁾等多くが研究されている。しかし結晶粒界が存在する多結晶試料で実験が行なわれているため、結晶粒界による影響を避けることが出来ない。

同様のことは、予歪(オースフォーミングと呼ばれることもある)のM_s点に対する効果に関する研究に対してもいえる。ことに一般にオースフォーミングといわれる処理は実用上の問題とも相まって、加工を圧延で行ない、またその加工温度が100℃というような高温で行なわれているものが多い。一般にM_s点は加工量が増るとともに低下するが、変態量は加工量の増加とともに一時増加し、その後減少する⁹⁾。しかし、この変態量⁸⁾やM_s点¹⁰⁾の変化傾向は単純ではない。すなわち、Goochら⁸⁾とFiedlerら¹⁰⁾の研究結果を比べてみると予歪の与え方(引張変形と圧縮変形)や材料に含まれる炭素量によっても大きく変わるようである。予歪とその後の冷却により発生したマルテンサイト組織との関係は多結晶試料において透過型電子顕微鏡を用いて、ミクロ的な観察は行なわれているが(たとえばRef. 2-5)、単結晶を用いて行なわれた研究としては、Fe-Ni合金単結晶を用い、発生したマルテンサイトの晶壁面と

オーステナイト状態の加工とを考察した報告と346°Cで0.7%塑性歪を与えたオーステナイトステンレス鋼単結晶を冷却し、その発生の模様を調べた、Breedisら¹¹⁾のものがある。その中でBreedisらはマルテンサイトの変態量は、 prestrain ¹²⁾により減少するがわずかの歪みは、発生の模様には関係ないとはべている。

一般に、塑性予歪により、内部に多くの格子欠陥が残されるが、そのマルテンサイト変態に対する効果は直観的に次のように考えられる。1) 塑性歪を与えることにより、マルテンサイト変態を起しやすくなるポテンシャルサイトができ、これは変態を促進させる効果を生じるであろう。したがって、塑性変形様式により決まるある特別なポテンシャルサイトができ、それから発生した特別のVariantが多くなり得る。また、2) 塑性変形は多くの格子欠陥を残し、これが変態を阻止する効果を持つとも考えられる。結晶全体が格子欠陥でおおわれることはない。この効果は結晶粒界と同様にマルテンサイト変態の成長、伝播を阻止する効果であり、単にMs点を下げることに現われると考えられる。

3-2. 実験方法

3-2-1. 本研究におけるMs点の定義

Ms点は一般には、材料を冷却することによりマルテンサイト変態が開始する温度である。多くは熱膨張や、電気抵抗の測定、磁気分析実験を行なってマルテンサイトの発生を知り、Ms点を決定している。しかしMukherjeeがマルテンサイトの動的な観察に用いた電気抵抗を利用した測定法(マルテンサイトの葉の発生と同時に電気抵抗がわずかに変化することを用いて、マルテンサイトの発生を電氣的パルスとして検出する)¹³⁾や、磁気天秤を用いた磁気分析(マトリックスの γ が常磁性体であるのに対して、 α -マルテンサイトが強磁性体である。そのため感度の良い磁気天秤を用いれば p.p.m. のオーダーのマルテンサイトの発生も検出できる)などの鋭敏な検出装置は別として、一般に

用いられる方法は、マルテンサイトの発生量がある程度多くなると、その発生を知ることができない。そして一般に本章のようなMs点と求める実験は、多結晶を用いて行なわれている。そのため、単結晶と異なり、一つの結晶粒内で発生したマルテンサイトは、その連鎖的な成長を結晶粒界で止められてしまい外部よりの検出が非常にむずかしく、変態開始温度と伝播温度とが区別されないことになってしまう。また本実験で用いたオーステナイトステンレス鋼は、 δ -マルテンサイトとともに ϵ -マルテンサイトも発生する。しかし、 ϵ -マルテンサイトの発生量は、少なく、電気抵抗の変化を6桁まで求めても検出することは不可能な位であった。そのためMs点は本研究においては次のように定義した。

「Ms点はマルテンサイトの表面起伏が光学顕微鏡で試料表面に初めて確認された温度とする。」

なお、光学顕微鏡の倍率は約100倍と400倍を用い、特に多結晶の時は試料の全面を高倍率で調べるようにした。

3-2-2. Ms点測定用試料の作製

3章でも述べたように、本実験に用いている単結晶は、Zone Meltを用いて成長させたものである。したがって、結晶の成長方向に対して合金元素成分の偏析が起こり得る。そこで試料の偏析による影響をできる限り少なくするように考慮した。Fig 3-1に示すように、単結晶の成長方向に対して、垂直に、厚さ約2mm、直径約10mmの円板状試料を切り出し、電解研磨により表面の加工層を取り除いた後、 1000°C / 100hr 真空中で均一化焼鈍を行ない炉冷した。次にこの円板状試料より9個の立方体状の試料をwheel cutterで切り出し、再び表面の加工層を電解研磨で取り除いた後、 1100°C / 3hr アルゴンガス中で均一化焼鈍を行なって、水焼入れした。この9個の試料をそれぞれ 300°C から 1100°C までの各温度で 1hr Arガス中で焼鈍後水焼入れを行ない、Ms点の測定を行なった。なお、変態におよぼす粒界の効果と強

調するため、多結晶試料についても同様の実験を行なった。多結晶の場合は最高加熱温度 700°C と 1000°C にして、結晶粒の大きさを換え、75 hr 焼鈍後冷却その後最高加熱温度以下の種々の温度で単結晶と同様に Ar 中 1 hr 焼鈍後水焼入れし、Ms 点の測定を行なった。素材は熱間圧延材と冷間圧延材の 2 種を用いた。各試料の化学分析値を Table 3-1 に示す。

オーステナイト状態で与えた歪の単純冷却によるマルテンサイト変態におよぼす影響を調べるため、方位を背面反射ラウエ写真より、解析した単結晶より、2 種類の引張方位を持つ試料を wheel cutter により切り出した。それは単一方向の長い $[235]$ 方向と塑性変形開始時より 2 重にりを起こしやすい $[112]$ 方向である。各試料は表面の加工層を電解研磨により取り除いたのち 1000°C アルゴンガス中で 1 時間焼鈍後水焼入れを行なった。その後、室温で種々の量の引張歪を与えたのち Ms 点の測定を行なった。なお塑性変形後の Ms 点の測定用試料は、単結晶成長時の合金元素の偏析を考え、試料の寸法を 1.5mm 角とし、各試料が単結晶の成長方向に対してできる限り同じ位置になるように切り出すよう努めた。

3-2-3. Ms 点の測定

3-2-2 で述べた方法により得られた試料の酸化などによる表面状態や、時効などによる Ms 点のバラツキを防止するため、試料は焼入後電解研磨により完全に表面を除去し、約 24 hr 室温に放置した後 Ms 点を測定した。冷却装置はデュワーフラスコに冷媒としてエテルアルコール (室温より -90°C まで) または液化フロンガス (-90°C より -158°C まで) を用い、ドライアイスと液体窒素を用いて 2°C ずつ冷却し、その中で試料を 3 min 冷却したのち表面を観察し、3-2-1 に述べた定義に従って、Ms 点を決めた。冷媒の温度は銅-コンスタンタン熱電対とポテンシオメーターにより測定した。また、 α -マルテンサイトは強磁性体であるのに対して、マトリックスの γ と ϵ -マルテンサイトは常磁性体である。¹⁴⁾ これを利用して、 α -マルテンサイトは磁石

を使っても検出された。

3-2-4. 透過電子顕微鏡によるマルテンサイトの Variant の決定

単一方向領域の長い引張方位を持つオーステナイトステンレス鋼単結晶を、室温で8%塑性変形させた後、液体窒素中につけ約90% α -マルテンサイトに変態させた。この試料より透過電子顕微鏡用薄膜をその板面がオーステナイトの主方向面(111)より 20° 傾くように切り出し、ウインド法により電顕試料とした。電子顕微鏡は日本電子製200kV透過型電子顕微鏡を用い 30° 傾斜装置付ステージを用いた。

3-3. 実験結果

3-3-1. M_s 点の焼鈍温度依存性

1100°Cで均一化焼鈍後、水焼入れをした単結晶試料の焼鈍温度と M_s 点の関係を、Fig.3-2に示す。 α -マルテンサイトの M_s 点 $M_s\alpha$ は焼鈍温度が、400°C以下、および700°C以上ではほぼ一定である。しかし、500°Cに加熱すると、 $M_s\alpha$ 点は急に低くなる。加熱温度が500°Cより700°Cまでは加熱温度が上昇するに従い、 $M_s\alpha$ 点も高くなる。しかし、 ϵ -マルテンサイトの M_s 点、 $M_s\epsilon$ は α -マルテンサイトの M_s 点と異なり、加熱温度による影響はなく、一定である。

Fig.3-3は ϵ と α -マルテンサイトの表面起伏の光学顕微鏡写真である。試料は1100°C3hrアルゴンガス中で均一化焼鈍後水焼入れし、その後、1000°C1hrアルゴンガス中で焼鈍後水焼入れをした。(a)では -80°C に冷却し、表面に(111)f面に沿って発生した ϵ -マルテンサイトの表面起伏があらわれている。(b)は同一試料を -85°C に冷却し、 α -マルテンサイトを発生させたもので、(a)と同一部分の写真である。(a)の写真の右下の方向に見える ϵ -マルテンサイトが、写真(b)において太くなり、 α -マルテンサイトが、もともと ϵ -マルテンサイトのあったところに沿って

発生していることがわかる。しかし、 ϵ -マルテンサイトに関係なく新たに、 α -マルテンサイトが発生している部分や、 ϵ -マルテンサイトがそのまま残っている部分も多くあり、とから α -マルテンサイトが発生するという Reed¹⁵⁾ の結論を必ずしも支持しない。 α -マルテンサイトの表面起伏は、本実験に用いた材料においては非常に細かいラス状のマルテンサイトができていることを示すが、Fig. 3-4 に示すように大きなプレート状のマルテンサイトも発生することもある。Fig. 3-4 (a) はカバーガラスを用いて表面起伏に干渉縞を生じさせてある。Fig. 3-4 (b) は (a) と同一試料の裏面を研磨とエッチングした組織である。マルテンサイトは厚さ 1.5 μm の試料を突き抜けて (111) 面に沿って発生していることがわかる¹⁶⁾。また中央のプレート状マルテンサイトの塊もやはり (111) 面できれいに囲まれている。次に、参考のために、多結晶試料においても同様の実験を行なった。結晶粒の平均直径は冷間圧延材を焼鈍する時の最高加熱温度により決まる。最高加熱温度が 700°C のものは、4.2 μ (Fig. 3-5 (a))、1000°C のものは 28 μ (Fig. 3-5 (b)) であった。この値は結晶粒の平均直径であり、焼鈍双晶が非常に多いため、結晶粒の中には非常に薄いものもある。最高加熱温度が 700°C の試料の M_s 点は、 ϵ と α -マルテンサイト共に液体窒素温度以下であった。最高加熱温度が 1000°C のものは熱間圧延材、および冷間圧延材とも焼鈍温度と、 $M_s \alpha$ 、 $M_s \epsilon$ の関係は単結晶と同様の傾向を示す。Fig. 3-6 に最高加熱温度 1000°C、平均結晶粒直径 28 μ の冷間圧延材の焼鈍温度と $M_s \alpha$ 、 $M_s \epsilon$ の関係を示す。この図が示すように、 $M_s \epsilon$ は結晶粒の大きさだけにより、その後の焼鈍温度には影響されていない。しかし $M_s \alpha$ は焼鈍温度が 500°C 付近で急に下がっており、液体窒素温度付近となる。このことは Fig. 3-2 で、単結晶において示した 500°C 焼鈍による $M_s \alpha$ の低下は結晶粒界の有無によらない現象であることを、さらに示している。Fig. 3-7 に 1000°C で焼鈍した熱間圧延材に発生したマルテンサイトの光学顕微鏡写真を示す。マルテンサイトは単結晶と同様一つの結晶粒内では Fig. 3-7 (b) に見られるよう

に(111)面に沿って発生している(焼鈍双晶のトレースより判明した)。また Fig. 3-7(a) に示すようにその成長は結晶粒界で止められている。またマルテンサイトは必ずしも最大径を持つ結晶粒に最初に発生するわけではないが、比較的大きな結晶粒に発生することがわかった。

3-3-2. オーステナイト状態での塑性予歪が、その後の冷却によるマルテンサイト変態へ及ぼす影響

一般に焼鈍したオーステナイトステンレス鋼を冷却すると、Fig. 3-3(b)に見られるように、4つの(111)面に平行に ϵ , α -マルテンサイトが層状に発生する。そして、 $M_s \alpha$ 点における α -マルテンサイトの変態量は、10%~20%程である。しかし、室温でオーステナイトを塑性変形させた後、マルテンサイト変態をさせるとその M_s 点変態模様は大きく変わる。

Fig. 3-8 に室温におけるオーステナイトステンレス鋼単結晶の応力歪曲線、およびオーステナイトの塑性予歪量と M_s 点との関係を示す。この図で注目されることは、 $M_s \epsilon$ は、予歪がわずかに加わると下がるが、その後予歪量に関係なく一定になることである。しかし、 $M_s \alpha$ は予歪量が増すとともに低くなることに注目したい。また、 $M_s \alpha$ は、オーステナイトの塑性歪量が10%から16%の間で一時的に一定となる。この10%歪の時、試料表面に共役じり線が観察され、Fig. 3-9(a) また Fig. 3-8 の応力歪曲線が加工硬化の開始を示している。すなわち、2重じりが始まり、応力歪曲線が Stage II に入ると $M_s \alpha$ は一時的に一定となり、その後の歪が増すとともに再び $M_s \alpha$ 点は低くなる。Fig. 3-9(b) に25%歪を与えた試料のじり線写真を示す。主じり線とともに共役じり線が明瞭にあらわれている。

Stage II に入り、 $M_s \alpha$ 点が一時的に一定となると、発生するマルテンサイトの模様と変態量に大きな変化があらわれる。以下に、光学顕微鏡によって観察された結果とともに述べる。オーステナイトの予歪量が2%までの Fig. 3-8, A の範囲では ϵ と α -マルテンサイトの M_s 点における変態量とその発生の模

様は、Fig. 3-3 (b) に示した焼鈍した試料と同様、オーステナイトの4つの $\{111\}$ 面に沿って層状に発生し、その変態量は10~20%程である。しかしオーステナイトの予歪量が2~10%の範囲、すなわちBの範囲では、 ϵ と α -マルテンサイトはオーステナイトの主近り面に沿って層状に発生し、しかも α -マルテンサイトはFig. 3-10 (a) に示すようにラス状から大部分がプレート状の大きなマルテンサイトに変わり、その変態量も80%以上になる。オーステナイトの予歪量が10%になるとFig. 3-10 (b) に示すように、 ϵ および α -マルテンサイトはオーステナイトの主近り面に沿って発生するとともに、交叉近り面に沿って発生する。Fig. 3-10 (b), (c) では引張方向と交叉近り線は写真の水平方向である。 α -マルテンサイトが交叉近り面に沿って発生するようになると、 α -マルテンサイトの変態量も減少する。予歪量が16%の試料を冷却したものは ϵ 、 α -マルテンサイトは交叉近り面のみに発し、他の近り面に沿っては発生しない。その変態量も $M_s\alpha$ 点において、Fig. 3-10 (c) に示すように、15~50%に減少する。

次に塑性変形の最初より2重近りをおこしやうい、引張方向が $[112]$ f の単結晶を用いて同様の実験を行なった結果について述べる。

Fig. 3-11 に引張方向が $[112]$ f であるオーステナイト単結晶の応力歪曲線とオーステナイトの塑性歪量と $M_s\alpha$ 、 $M_s\epsilon$ の関係を示す。応力歪曲線は降伏とともに加工硬化を始め、2重近りが塑性変形の初めから始まることを示している。 $M_s\epsilon$ はFig. 3-8と同様に塑性変形が開始するとともに少し低くなるようであるが、この点に関しては定かでない。しかし、その後 $M_s\epsilon$ はオーステナイトの塑性歪量にかかわらず一定となる。 $M_s\alpha$ はオーステナイトの塑性変形量が2%までは減少するが、その後一時一定となった後、急激に低くなる。Fig. 3-8 に示した単一近りの長い試料の塑性歪が25%時の $M_s\alpha$ が焼鈍試料にくらべて約60℃低くなったのに比べて、最初より2重近りのおこる引張方位が $[112]$ f の試料においてはその2倍の120℃も $M_s\alpha$ 点が下がる。したがって $M_s\alpha$ 点を下げる効果は単一近りより多重近りの方が、

より大きいといえる。次にオーステナイトの塑性歪量と発生したマルテンサイトのモルフオロジの関係をみてみよう。Fig. 3-12 はオーステナイトの塑性歪量が2%の試料に発生した α 、 ϵ -マルテンサイトでともにオーステナイト主上り面に平行に発生していることを示すものである。(a)は α -マルテンサイトがオーステナイトの一つの主上り面に平行に発生している部分の光学顕微鏡写真である。(b)は、4%歪を与えたオーステナイトを冷却した時発生した α -マルテンサイトで引張方位が $[112]$ f であるから2つの上り面に平行に発生している。オーステナイトの塑性歪量が8%になっても、 α -マルテンサイトはこの(b)と同様に2つの上り面に平行に発生するが、 ϵ -マルテンサイトは(c)に示すように交叉上り面のみに発生する。塑性歪量が16%になるとFig. 3-12 (d) (e)に示すように、 α -マルテンサイトも ϵ -マルテンサイトも共にオーステナイトの交叉上り面のみに発生する。 α -マルテンサイトの変態量に關しては単一上りの長い試料の時と同様に、 α -マルテンサイトが交叉上り面に沿って発生するようになると変態量は減少する。

3-3-3. マルテンサイトの Variant の決定

3-3-2で述べたようにオーステナイトの塑性変形が単一上りの時は、その後の冷却により発生したマルテンサイトはマクロ的にはオーステナイトの主上り面に平行に発生する。しかし、光学顕微鏡写真からも、変態領域は小さなマルテンサイトの集合であることがわかる。そこで、これらのマルテンサイトの Variant を透過電子顕微鏡を用いて電子線回折により決定し、何種類の Variant が存在するかを調べてみた。

Fig. 3-13 (a) にマルテンサイトの明視野像を示す。黒い部分が、残留オーステナイトであり、沢山の α -マルテンサイトが見える。これらのマルテンサイトの電子線回折像をとれば母相との方位関係が求まる。Fig. 3-13 (b) に回折像の一例を示す。指数に付した添字は b が α -マルテンサイト、 f が残留オーステナイト、 g が ϵ -マルテンサイトよりの回折斑点であることを示す。

電子線はほぼ $[111]_f$, $[011]_b$, $[0001]_h$ 方向より入射している。この電子線回折像は母相とマルテンサイトの間に次のような方位関係のあることを示している。

$$(111)_f \parallel (011)_b$$

$$(111)_f \parallel (0001)_h$$

$$[01\bar{1}]_f \parallel [1\bar{1}1]_b$$

$$[01\bar{1}]_f \parallel [1\bar{1}\bar{1}]_b$$

$$[11\bar{2}]_f \parallel [1\bar{1}00]_h$$

すなわち α -マルテンサイトと母相とは、 $S-N$ 関係¹⁷⁾ を持ち、 α -マルテンサイトと母相とは $K-S$ ¹⁸⁾ の関係を持つ。特に重要な点はこの $(111)_f$ 面はオーステナイトの主切り面であることである。なお、Fig. 3-13 (b) の $(1\bar{1}0)_b$ 回折斑点を用いてこの α -マルテンサイトの Variant の暗視野像をとった結果が Fig. 3-13 (c) である。このような実験をくり返すことによって、Fig. 3-13 (a) の全視野中のマルテンサイトの Variant を求めた結果、発生したマルテンサイトの大部分の $(011)_b$ 面はオーステナイトの主切り面に $(111)_f$ と平行な $K-S$ 関係を持つ Variant 6 個であった。

3-4. 検討

ここでは主に、単結晶試料を用いた結果、明らかになった実験事実を列挙しその意味する事を考えていく。

○ 焼鈍温度の M_s 点に対する影響

1) 500°C 付近における焼鈍は $M_s \alpha$ 点の低下をもたらすが、400°C 以下と 700°C 以上の焼鈍には $M_s \alpha$ は影響されない。しかし、 $M_s \epsilon$ は焼鈍温度には影響されない。この現象はまた、結晶粒界の存在に本質的には影響されない。

2) 同一処理を受けた試料では単結晶試料より多結晶試料の方が M_s 点は低

く、また、結晶粒が小さい程 M_s 点は低くなる。

3) α -マルテンサイト, ϵ -マルテンサイトともに、オーステナイトの $\{111\}$ 面に沿って層状に発生するが、 ϵ -マルテンサイトから常に α -マルテンサイトが発生するとはいえない。

4) 一つの結晶粒内では、 α - ϵ マルテンサイトはともに単結晶と同様、 $\{111\}$ 面に沿って連鎖的に発生するが、その伝播は結晶粒界で阻止される。

・オーステナイト状態での塑性予歪が、その後の冷却によるマルテンサイト変態へ及ぼす影響

1') オーステナイト状態における塑性予歪は $M_s \alpha$ 点を低下させるが、 $M_s \epsilon$ 点は影響されない。

2') 単一にり2重にりの予歪の方が大きな $M_s \alpha$ の低下をもたらす。

3'-1) 予歪量が少ない時は4つの $\{111\}$ 面すべてに沿って α , ϵ -マルテンサイトの変態領域が生じ、 M_s 点における α -マルテンサイトの変態量は10~20%である。

3'-2) 予歪量が増すと、予歪の時働いた主にり面に沿って、 α , ϵ -マルテンサイトの変態領域を生じ、変態量は80%程に増える。

3'-3) 予歪が明瞭な2重にり領域に入ると、交叉にり面に沿ってのみ、 α , ϵ -マルテンサイトの変態領域が生じ、 α -マルテンサイトの変態量は、15~50%程に減少する。

4') 予歪が単一にりの時発生したマルテンサイトの Variant は母相のオーステナイトの主にり面 $(111) f \parallel (011) b$ の関係を持った6種の $K-S$ 関係の Variant が大部分をしめる。また ϵ -マルテンサイトは、オーステナイトの主にり面と $(111) f \parallel (0001) c$ の $S-N$ の関係を持つ Variant である。

以上の実験事実の説明を未だ疑問の余地を残すところをなくすることはできないが、実験結果の範囲内でこれを考え、この事実に関連した従来の報告と併

せて検討したい。

1) の事実⁶⁾に似た現象はすでに(10~14)%Ni-(9.4~9.7)%Cr-Fe合金¹⁹⁾や、Fe-30%Ni合金¹⁹⁾において約300℃の焼鈍によっても観察されている。これらの現象は、不純物、特に侵入型不純物である炭素によるマルテンサイトのembryoの固着効果によって説明されている。しかし、本実験における500℃焼鈍の M_s 点の降下はこれによっては説明できない。本研究に用いた試料中に存在する炭素量は低く、その析出(embryoの固着)が、 M_s 点を下げるならば M_s 点の低下はもっと低温の焼鈍によって生じるべきであろう。あるいは平衡論ではなく、炭素の移動のような速度論によって論じるべきならば、本研究においても M_s 点の低下は300℃付近の焼鈍⁵⁾によってもたらされるべきである。焼鈍温度の違いによる M_s 点の変化と焼入歪¹⁾焼入空孔の存在によって議論することとしばしば行なう。もし、それらが大きな因子であるならば、むしろ高温側の加熱焼入によってそのような効果は、現われるべきであり、これは実験事実1)によって否定される。

この500℃という温度がこの材料にとってどのような意味を持つか知るために、冷間圧延材を種々の温度で1時間焼鈍後水焼入れし、その硬度変化と調べてみた。その結果をFig. 3-14に示す。Fig. 3-14より500℃/1hrという熱処理は再結晶を開始させるものであることがわかる。言い換えるならば、500℃/1hrの熱処理は置換型原子が十分な距離拡散して、より安定な状態へと移れる最低の温度と時間である。この500℃焼鈍による M_s 点の低下現象は、巨視的な合金濃度の変化にどのように影響されるかを知るため、単結晶成長時の偏析を利用して、合金量の多少異なる材料を用いて同様の実験を試みた。単結晶の成長方向に板状試料を切り出し、1000℃3hr均一化焼鈍を行なったのち、1000℃3hr Ar中で焼鈍後水焼入れをした。この試料をFig. 3-15(a)に示すように切り出し、各温度でAr中1hr焼鈍後 M_s 点の測定を行なった。Fig. 3-15(a)に各部分の化学分析値を示す。また、 M_s 点の変化をFig. 3-15(b)に示す。700℃以上の焼鈍温度

における試料Aと試料Bの $M_s\alpha$ の差は5~10°Cであり、測定誤差を考慮するならば、合金元素の単結晶成長時の成分偏析で説明されるものである。²⁰⁾しかし、1100°Cと同じ合金元素成分の差がある試料を500°Cで焼鈍すると $M_s\alpha$ の値の差は35°Cにもなる。しかし、この巨視的な偏析も、この500°Cにおける現象に本質的な影響を持たない。

さらに、この現象に対する塑性変形の影響を知るため、単一上りの長い引張方位〔123〕_hと単一上りの比較的短い試料と切り出し、おのおの500°Cと1000°CでAr中1hr焼鈍後水焼入れし、それぞれ室温で単一上りの4%と2重上りが完全におこっている25%の塑性歪を与え、降伏応力の違いと、 M_s 点を調べた。 M_s 点はFig. 3-2, 8, 11に示されたと同様、焼鈍温度、オーステナイトの予歪量に影響されない。しかし、 $M_s\alpha$ 点は塑性歪の量が増るとともに低くなるが、500°C焼鈍による $M_s\alpha$ の低下現象は、オーステナイトに25%の塑性歪を与えてもそのまま存在し、塑性変形により影響されることはない。また、500°Cの焼鈍によって室温における機械的性質(降伏応力、流動応力、硬度など)の変化もない。以上の結果を考えるとこの500°C焼鈍による $M_s\alpha$ の低下現象は置換型合金元素(Ni, Cr, や他の不純物元素も含め)がオーステナイト中の α -マルテンサイトのポテンシャルサイトを単に固着すると考えるよりも、むしろ、何らかの型でb.c.c.の自由エネルギーを増すような現象がこの焼鈍により生じたと考えるべきである。そして、Maximova¹⁹⁾やMalyshev⁶⁾らの実験結果はこの現象に加えて、炭素などの侵入型不純物元素によるマルテンサイトのembryoの固着が重なったものと考えられるべきであろう。

2)と3)の実験事実は、粒界の存在がマルテンサイト変態の伝播を阻止する働きを持つことを示す。本研究で定義した M_s 点は表面起伏を初めて生じる温度である。そのため、粒界の伝播阻止効果は M_s 点に影響しないとも考えられるかもしれないが、事實はそうではない。実験上、一つの結晶粒の中の一部にマルテンサイトが少し生じ、それらが孤立して存在する状況は認められなか

った。したがって、本実験の材料においてはマルテンサイト変態は必ず、集団的連鎖的に起こるものらしく、この時、粒界の存在は、大きな領域が変態することを阻止する働きを持つ。このため、変態の駆動力の大きい低温側へ測定される M_s 点はあがることになる。

1' ~ 4' の実験事実は塑性変形によって試料中に残った格子欠陥、特に転位が一般に α -マルテンサイトの成長、変態の伝播を阻止する効果を持つと同時に、特定の α , ϵ -マルテンサイトの Variant を優先して発生させる働きを持つことを示している。また、同一予歪量の時には2重上りの方が単一上りよりも M_s 点を下げる効果が大きいことより、試料中に残った転位が多い程 α -マルテンサイトの成長阻止効果が大きいと考えるべきであろう。この阻止効果は結晶粒界の阻止効果と本質的には同様の作用を有すると考えられるが、結晶粒界の阻止効果が M_s 点にも及ぶのに対して、予歪による阻止効果が M_s 点に及ばないのは、 α -マルテンサイトと ϵ -マルテンサイトのその変態機構の違いによると考えられる。 ϵ -マルテンサイト変態は $\{111\} \langle 211 \rangle$ の shear そのもの、すなわち抗張転位の積層欠陥が1原子層おきに入れは完了する。²¹⁾ α -マルテンサイトの変態機構は未だ明かになっていないが、より複雑な機構をとる。予歪により残された転位に M_s 点を下げる効果がないのは、結晶粒界のような変態剪断を起こす面を鋭く曲げる大きな欠陥ではなく、予歪により残された抗張した転位と ϵ -マルテンサイトの変態機構とが非常に似たものであるかと推測される。一方、予歪量が大きくなると、主上り面または、交叉上り面に沿って α , ϵ -マルテンサイトの変態領域ができ、これらの α , ϵ -マルテンサイトの Variant の (011) 面および (0001) 面が、オーステナイトの主上り面または交叉上り面に平行になるという K - S 関係と S - M 関係を持つということは、上に述べたように、塑性変形の幾何学と、活動した転位、加工硬化の原因となっている転位と関係を持つ特定のマルテンサイトの Variant ができやすいことの実験的証しである活動した転位、または残留した転位に関係づけられる変態のポテンシャルサイトができてやすいこと

は想像にむすかしくない。なお、 α -マルテンサイトが集団的に発生し、それらは $\{111\}f$ 面と平行な変態領域を作って、その $\{111\}f$ 面と、 $\{111\}f \parallel \{110\}b$ なる $k-s$ 関係の $\{111\}f$ 面とあること、および、その $\{111\}f$ 面はより高温で生じた ϵ -マルテンサイトのできる面と一致している事実は示唆的であると考える。 ϵ -マルテンサイトが、 $\{111\}f <211>f$ 方向への剪断力的原子移動によって生じることはすでに述べた。原因のいかんにかかわらず、予歪量が多くなると働いた上り系と特別な関係にある $\{111\}f$ 面に平行な ϵ -マルテンサイトができることは、その特定の $\{111\}f$ 面上の $<211>f$ 方向への原子の剪断移動を助け、促進するものがあったことを意味する。 α -マルテンサイトと ϵ -マルテンサイトに上記の特別な関係があることは、 α -マルテンサイトの発生においても、 $\{111\}f$ 面上の剪断的原子移動が重要な要素となっていることを示しているのかもしれない。

このように、働いた上り面と関連づけられる α および ϵ -マルテンサイトがあり、 ϵ -マルテンサイトへの変態は、決った剪断機構で説明される。このことは、基本的には転位論的立場で議論されるべきものであろう。本研究では、まだそのような段階になってないが、この問題を議論するには多分2つの見方があると考えられる。1つは転位によって生じる残留応力を考える方法と、もう一つは転位芯、または拡張転位の積層欠陥における原子配列と、マルテンサイト変態における原子移動と関連づける方法である。たとえば後者については、 α -マルテンサイト芯との積層欠陥と密接な関係を持つという報告があり²²⁾これは本実験の結果を否定するものではない。しかし、このような考え方は、常に間接的な議論を伴う。変態時の原子移動を考えて、特定の Variant が、できやあいという議論を行なうためには、むしろ、変態をそのような原子移動を助けたり、あるいは阻止する外力付加のもとに行なって見る方がより直接的な答が得るはずである。そこで、第5章においては、このような実験を行なった結果については述べる。

3-5. まとめ.

- 1) 500℃における焼鈍は $M_s\alpha'$ 点の低下をもたらすが、 $M_s\epsilon'$ 点は変化しない。この現象は、結晶粒界の存在や、塑性予歪を与えることによっても変化しない。しかし、 $M_s\alpha'$ 点に対する500℃における焼鈍の効果は、微量な成分偏析によって大きく変わる。500℃の焼鈍を行っても、 M_d 点以上の機械的性質は何ら変化しない。500℃焼鈍による $M_s\alpha'$ 点の低下現象は置換型元素の拡散が何らかの原因となっている。
- 2) 同一処理を受けた試料では、単結晶より多結晶試料の方が M_s 点は低く、また、結晶粒が小さい程 M_s 点は低くなる。
- 3) α と ϵ -マルテンサイトは共にオーステナイトの $\{111\}_f$ 面に沿って層状に発生するが、 ϵ -マルテンサイトから α -マルテンサイトが常に発生するとは言えない。
- 4) 一つの結晶粒内では、 α と ϵ -マルテンサイトは共に $\{111\}_f$ 面に沿って連鎖的に発生するが、その伝播は結晶粒界で阻止される。
- 5) オーステナイト状態における塑性予歪により、 $M_s\alpha'$ 点は低下するが、 $M_s\epsilon'$ 点は変化しない。
- 6) 予歪は単一よりも2重よりもの方が大きな $M_s\alpha'$ 点の降下をもたらす。
- 7) 予歪量の多い時は、4つの $(111)_f$ 面すべてに沿って α と ϵ -マルテンサイトの変態領域が生じ、 α -マルテンサイトの変態量は10~20%程である。予歪が単一の時、予歪の時働いた主として面に沿って α と ϵ -マルテンサイトの変態領域を生じ、変態量は80%以上になる。予歪が明瞭な2重の領域に入ると、交叉して面に沿ってのみ α と ϵ -マルテンサイトの変態領域が生じ、 α -マルテンサイトの変態は15~50%と減少する。
- 8) 予歪が単一の時発生したマルテンサイトのVariantの $(011)_b$ 面と $(0001)_h$ 面は、予歪の時働いたオーステナイトの主として面と平行であり、その母相となる方位関係は、 α -マルテンサイトはK-S関係のVariant 6種であり、 ϵ -マルテンサイトはS-N関係のVariant である。

参考文献

- 西山善次, マルテンサイト変態 (基本編) 丸善 (1971) p.210, 220.
- 西山善次, *ibid.* p.205.
- A.R.Entwisle and I.A.Feeney, *Inst. Met. Monograph and Report Series, No.33, (1969)165.*
- M.Umemoto, M.S.Thesis, Northwestern University, Evanston, (1972)
- 西山善次, 清水謙一, 盛川士郎, 日本金属学会誌, 27, (1963)497.
- K.A.Malyshv, N.A.Borodina and V.A.Milmelshtein, *C.A. 50, 16616b.*
- A.Ankara, *J.Iron Steel Inst., 208, (1970)819.*
- たとえば J.G.Gooch and D.R.F.West, *J.Iron Steel Inst., 205, (1967) 555.*
- たとえば 田村今男, 牧正志, 中西陸夫, 岡裕, 水曜会誌, 17, (1970)75.
- H.C.Fiedler, M.L.Averbach and M.Cohen, *Trans. ASM, 47, (1955) 267.*
- J.C.Bokros and E.R.Parker, *Acta Met., 11, (1963)1291.*
- J.F.Breedis and W.D.Robertson, *Acta Met., 11, (1963)547.*
- K.Mukherjee, *Trans. Met. Soc. AIME, 242, (1968)1495.*
- H.Schumann, *Arch. Eisenhuettenw., 38, (1967)647.*
- R.P.Reed, *Acta Met., 10, (1962)865.*
- P.M.Kelly, *Acta Met., 13, (1965)635.*
- 西山善次, *ibid.* p.37.
- 西山善次, *ibid.* p.17.
- 西山善次, *ibid.* p.226.
- P.G.Shewmon, "Transformations in Metals", (McGraw-Hill) 340.
- 竹内栄, 本間敏夫, 日本金属学会誌, 19, (1955)652.
- K.Shimizu, M.Oka and C.M.Wayman, *Acta Met., 18, (1970)1005.*

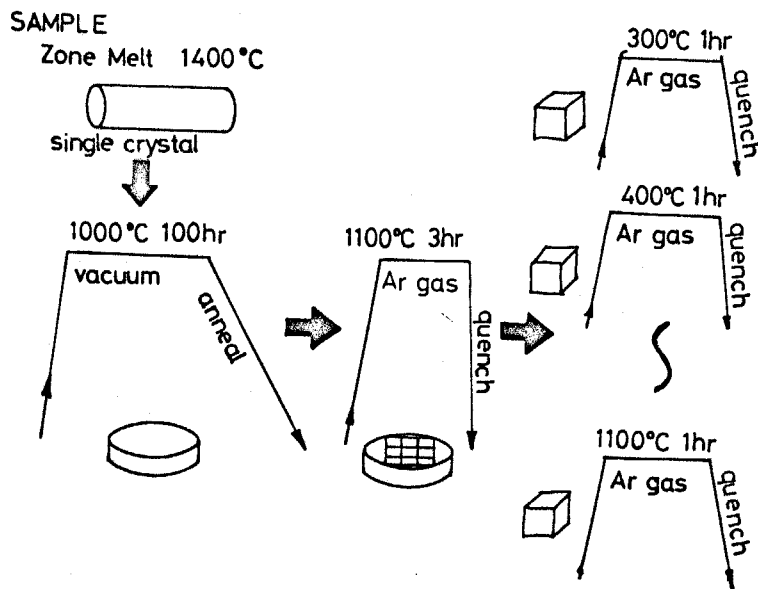


Fig.3-1. Preparation of single crystal specimens for measuring M_s temperatures.

Table 3-1. Chemical compositions of a single crystal and polycrystal specimens. (wt.%)

	Cr	Ni	C
Single Crystal	17.04	14.41	0.01
Polycrystal as cold rolled	17.84	13.73	0.011
Polycrystal as hot rolled	18.00	13.61	0.016

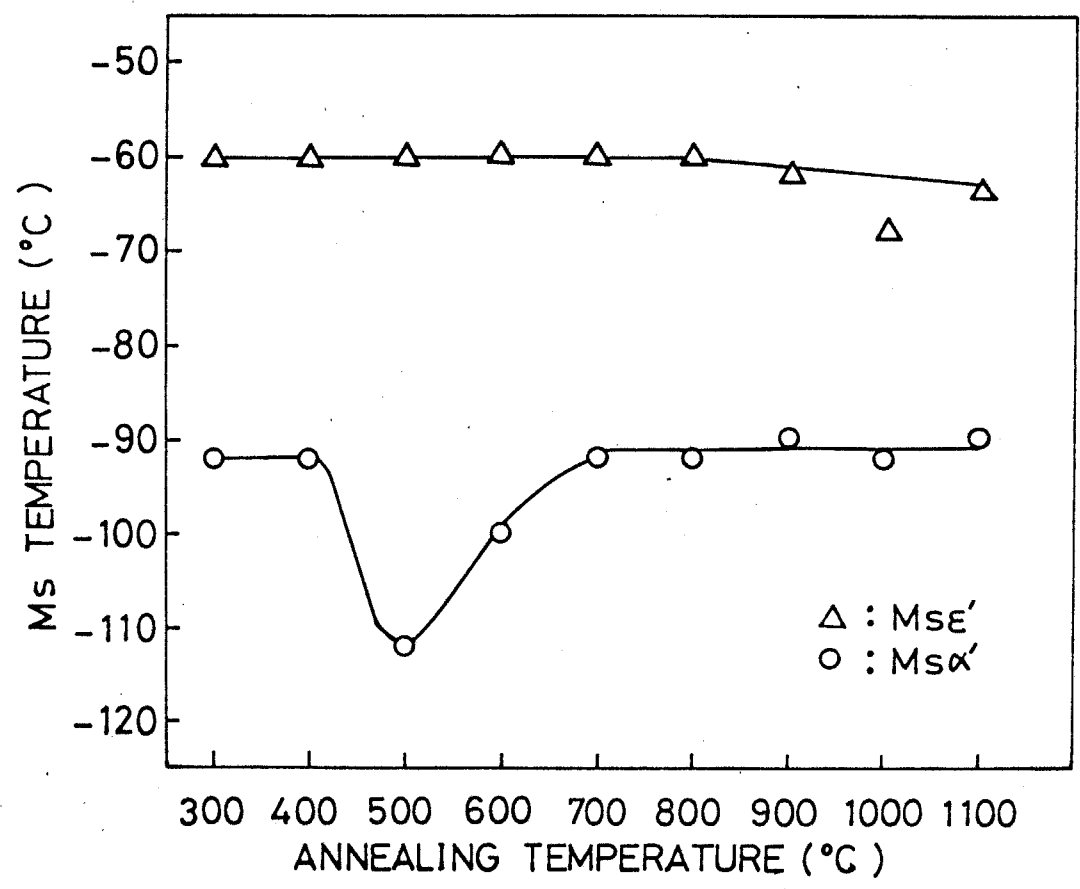
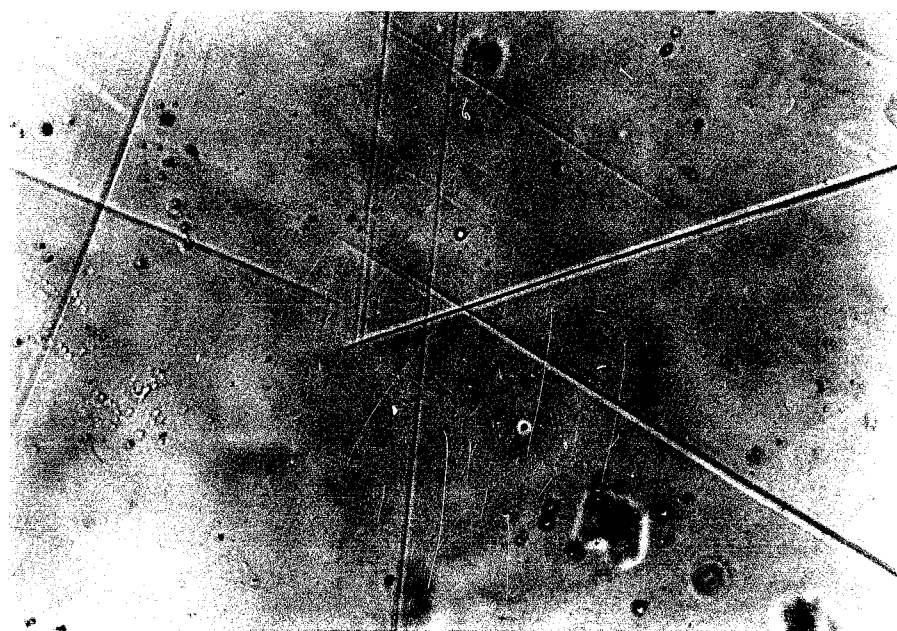


Fig.3-2. Msα and MsE temperatures against annealing temperatures of single crystals.



(a)

0.1 mm

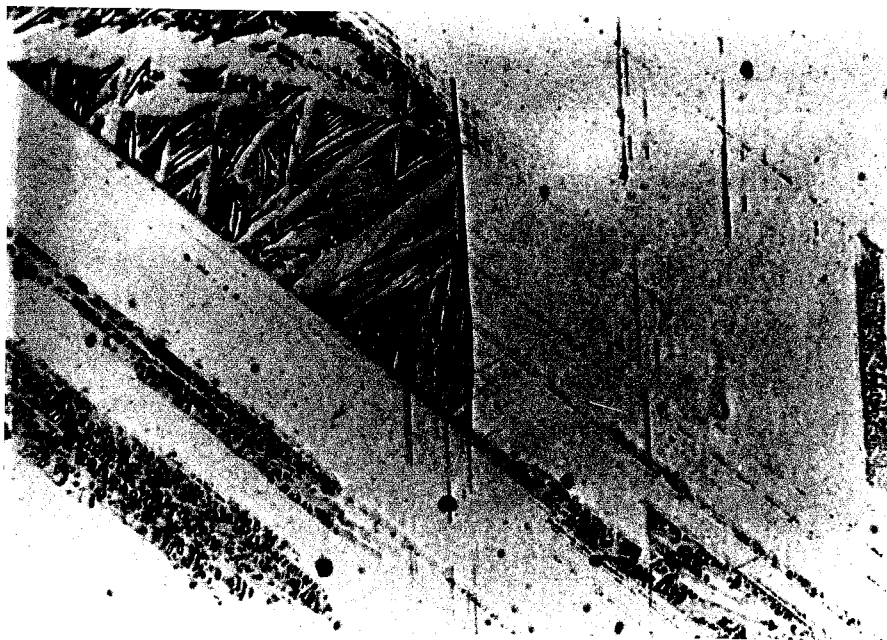
(b)

0.1 mm

Fig. 3-3. (a) Optical micrograph of the ϵ -martensite surface relief formed at -80°C .
 (b) Optical micrograph of the δ and ϵ -martensite surface relief formed at -85°C on the same area of (a).



(a)

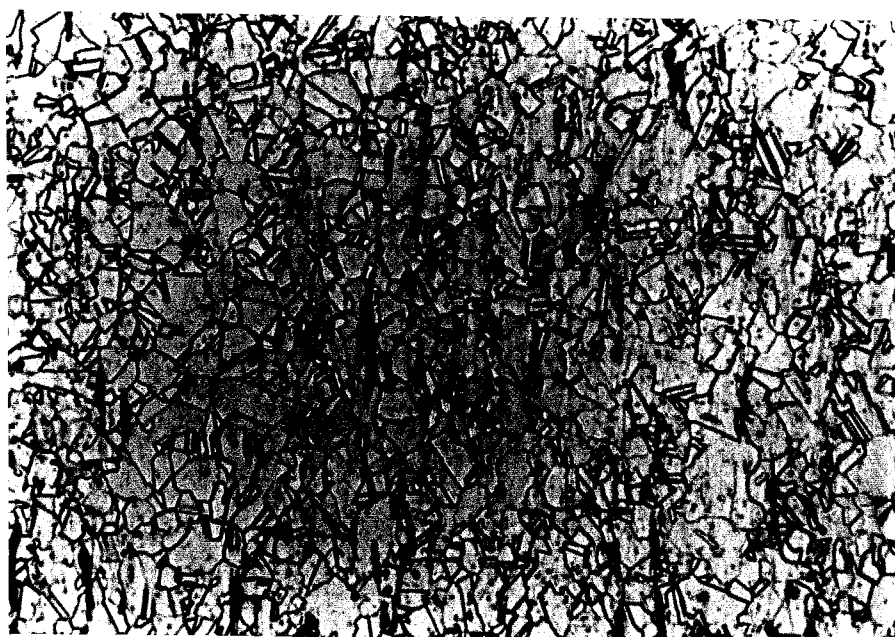
0.1 mm

(b)

0.1 mm

Fig.3-4. a) Optical micrograph of the surface relief of vath and platelike martensite.

b) Optical micrograph of the δ -martensite on the reverse surface of (a), revealed by polishing and etching.



(a)

0.1 mm



(b)

0.1 mm

Fig. 3-5. Optical micrograph of polycrystal grains revealed by etching.

a) Annealed at 700°C for 75 hr. Average grain diameter is 4.2 μ .

b) Annealed at 1000°C for 75 hr. Average grain diameter is 28 μ .

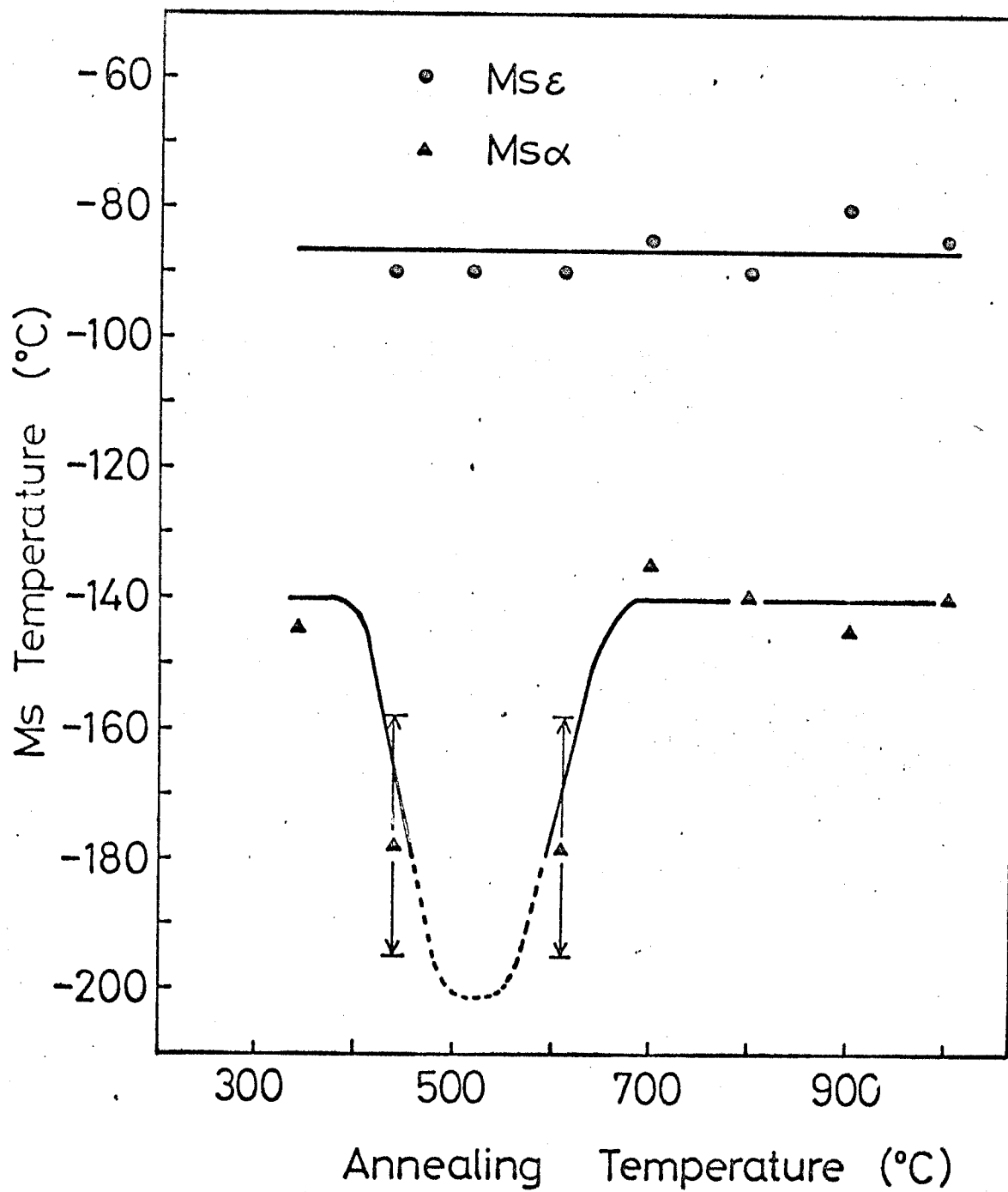


Fig. 3-6. $M_s\delta$ and $M_s\epsilon$ temperatures against annealing temperatures of polycrystals, of which average grain diameter is $28\ \mu$.



(a)

0.1 mm



(b)

0.1 mm

Fig. 3-7, Optical micrograph of α -martensite in a polycrystal, of which average grain diameter is 28μ revealed by polishing and etching.

(a) Transformation zone of α -martensite is stopped at grain boundaries.

(b) Transformation zone of α -martensite is formed along $\{111\}_f$.

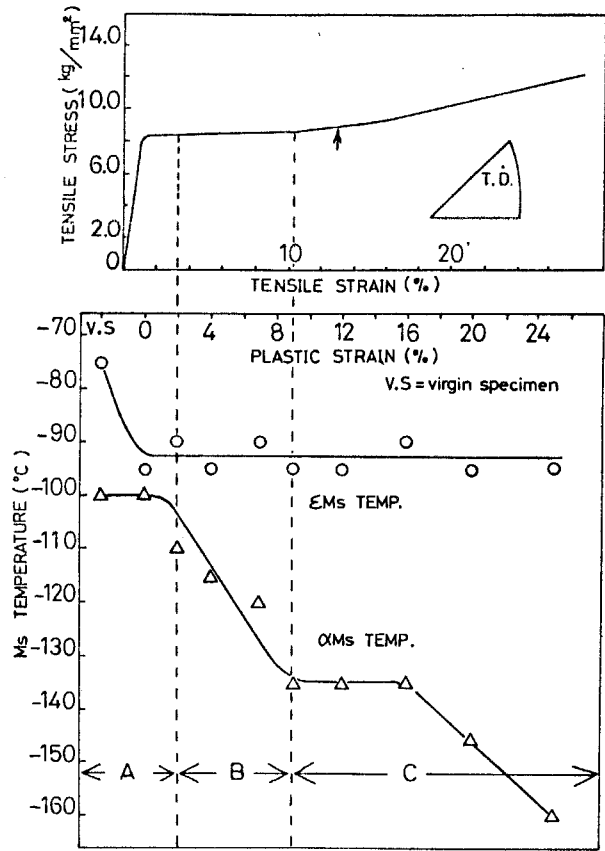


Fig.3-8. Stress-strain diagram and $M_{s\alpha}$ and $M_{s\epsilon}$ temperatures against the variation of prestrain at room temperature of 18-14 austenitic stainless steel single crystals.

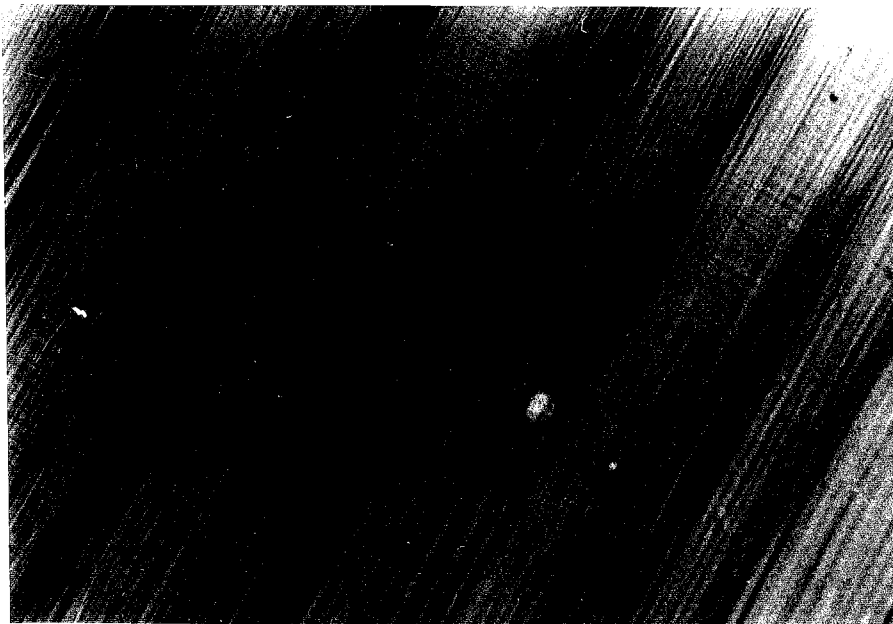
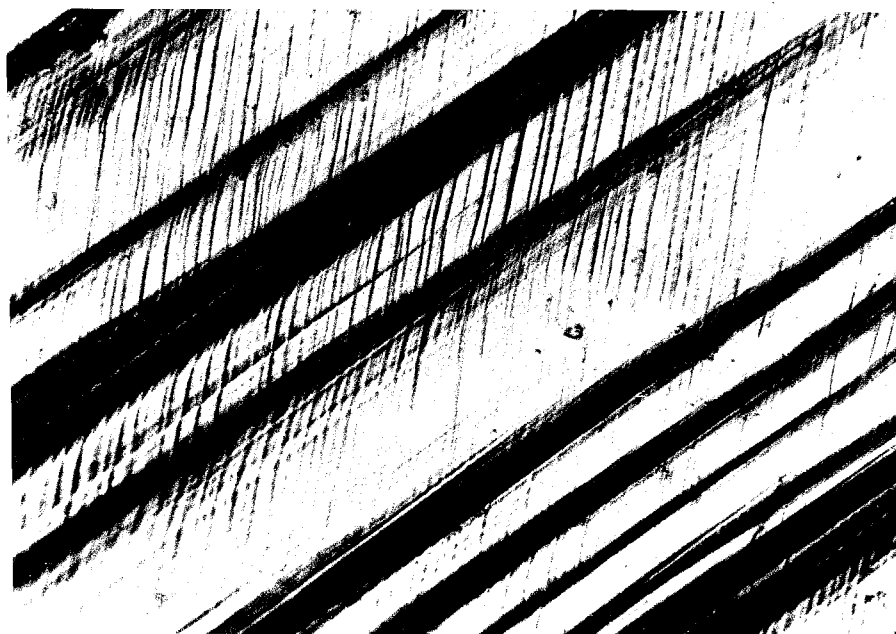


Fig.3-9.(a)

0.1mm



(b)

0.1mm

Fig. 3-9. Primary and conjugate slip lines on the prestrained specimen surface.

a) at 10% strain.

b) at 25% strain.

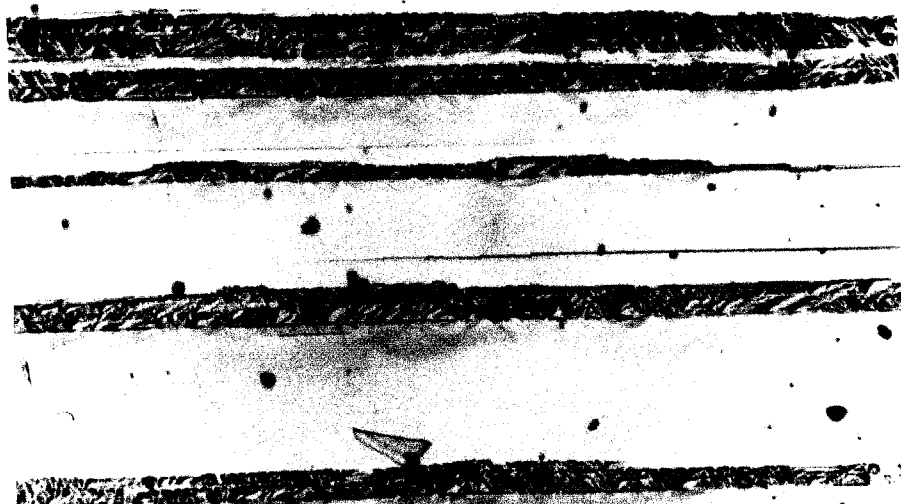


Fig. 3-10. (a)

0.1mm



(b)

0.1 mm

(c)

0.1 mm

Fig. 3-10. Optical micrograph of the α -martensite formed on prestrained specimens.
 a) Single slipped specimen (2~10% of strain), revealed by polishing and etching.
 b) α -martensite surface relief of typical lath martensite is formed along the primary and cross planes on the 10% prestrained specimen.
 c) α -martensite is formed only along the cross plane when the amount of prestrain is 16%.

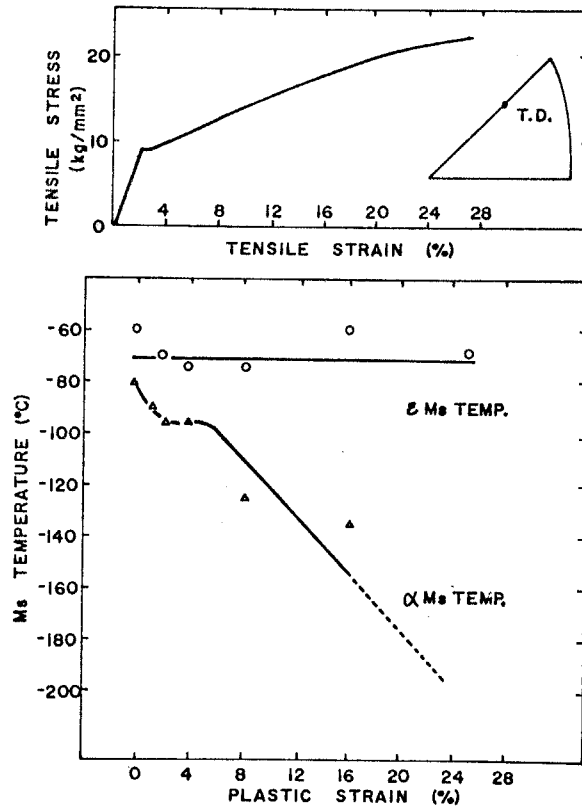


Fig. 3-11. Stress-strain diagram and $M_s\alpha$ and $M_s\epsilon$ temperatures against prestrain at room temperature of stainless steel single crystals. The tensile direction of these specimen was $\langle 112 \rangle_f$.



Fig. 3-12. (a)

50 μ

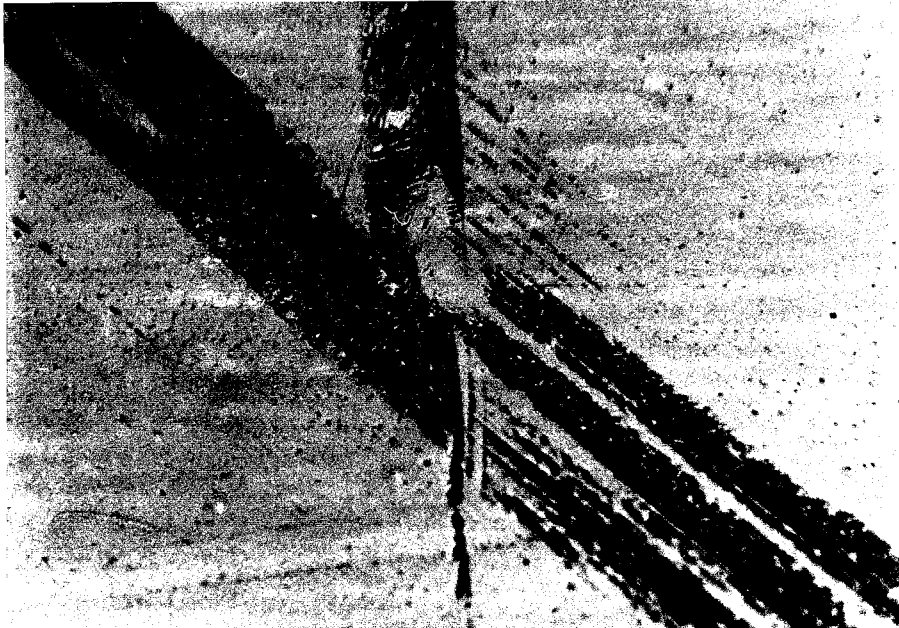


Fig. 3-12. (b)

0.1 mm

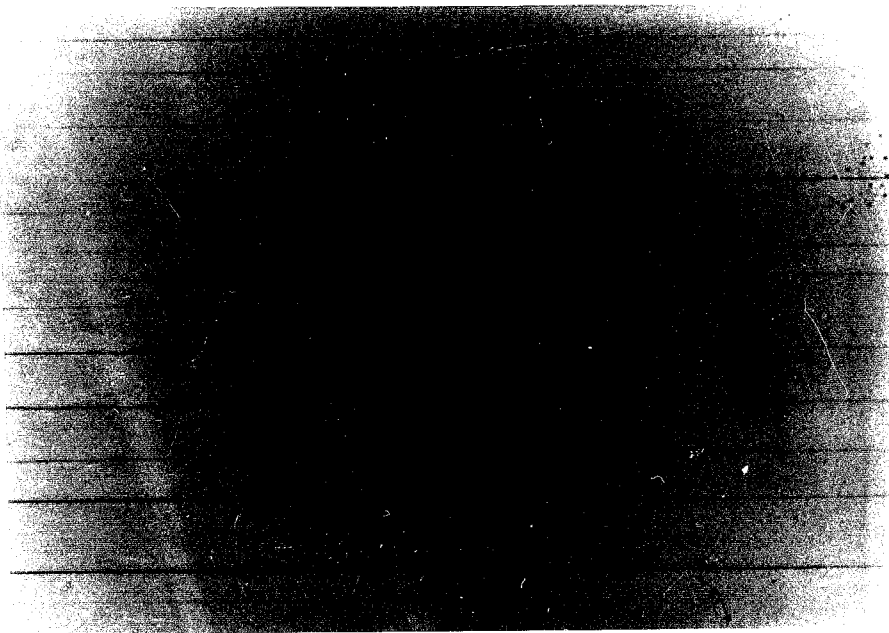
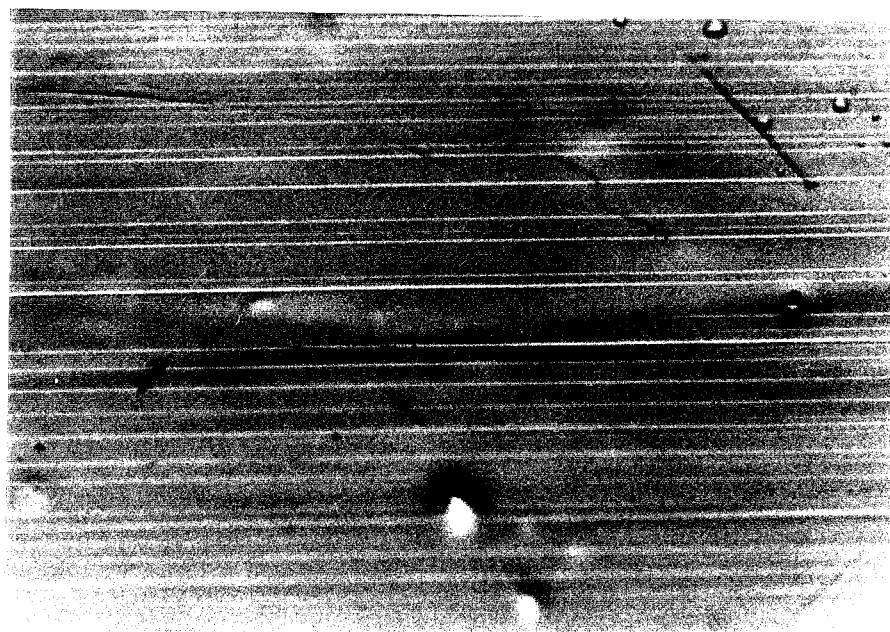


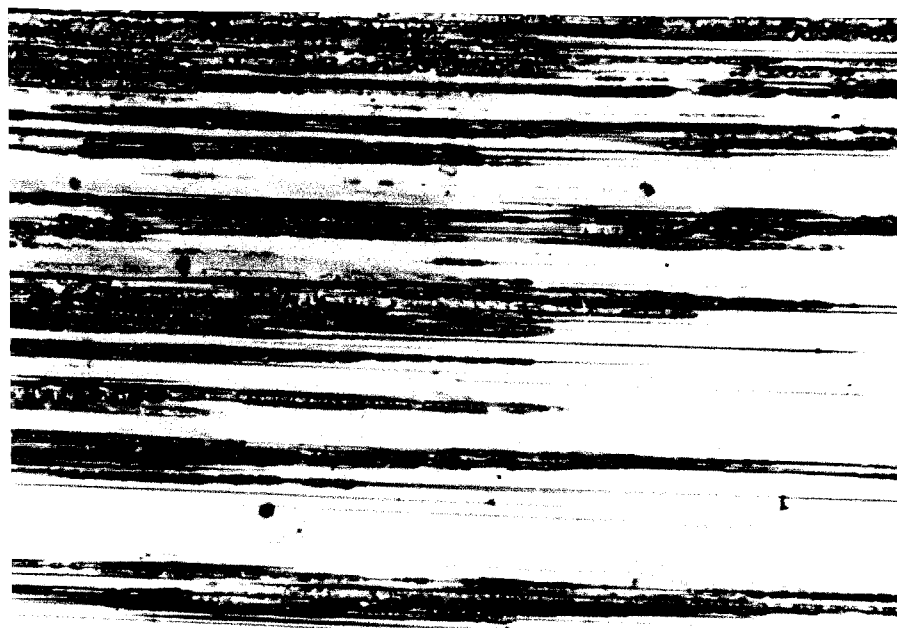
Fig. 3-12 (c)

0.1 mm



(d)

0.1 mm



(e)

0.1 mm

Fig. 3-12. Optical micrograph of martensite formed on prestrained specimens of which tensile direction was $\langle 112 \rangle_f$.

(a) δ -martensite formed along the one of active $\{111\}_f$ plane of the 2% prestrained specimen.

(b) lath δ -martensite formed in bands along the two active slip planes of the 4% prestrained specimen.

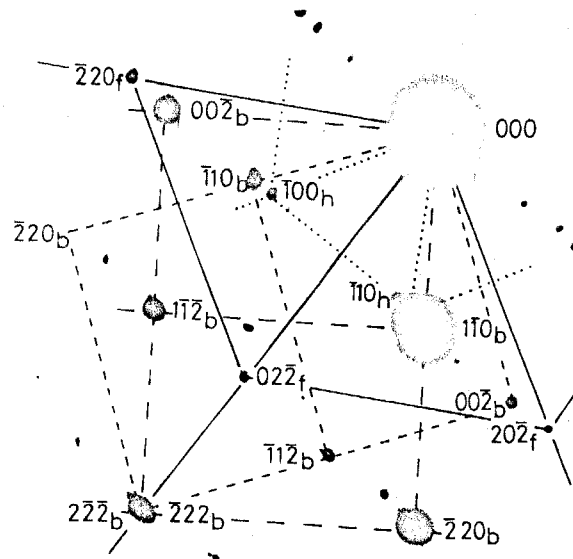
(c) surface relief of ϵ -martensite is formed along only the cross plane of the 8% prestrained specimen.

(d) ϵ -martensite and (e) δ -martensite formed in bands only along the cross plane of the 16% prestrained specimen.



Fig. 3-13. (a)

5M



(b)



(c)

5 μ

3-13. Diffraction pattern and bright and dark field electron micrographs of α and ϵ -martensite transformed at -196°C of 8% prestrained single crystals.

a) Bright field image. (White crystals were α' and dark parts were retained γ .)

b) Diffraction pattern of γ , γ -twin, α' and ϵ' .

c) Dark field image for one of α' -martensite variant taken with the $(110)_b$ diffraction spot of (b).

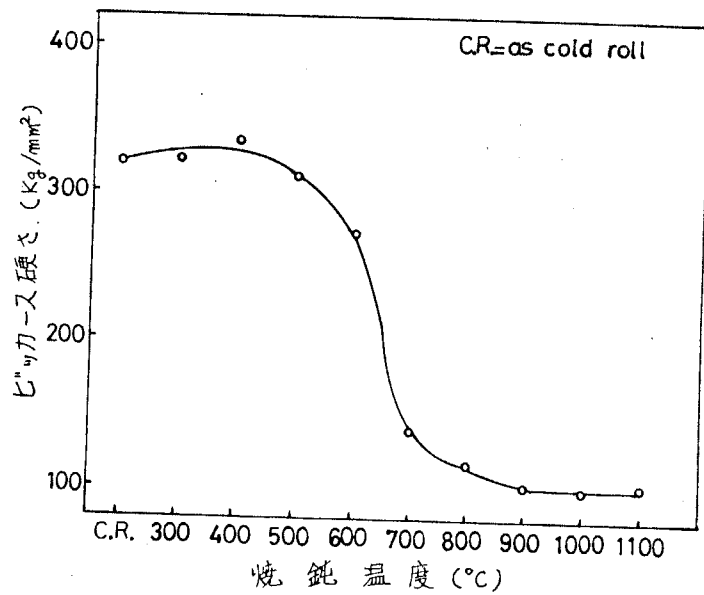
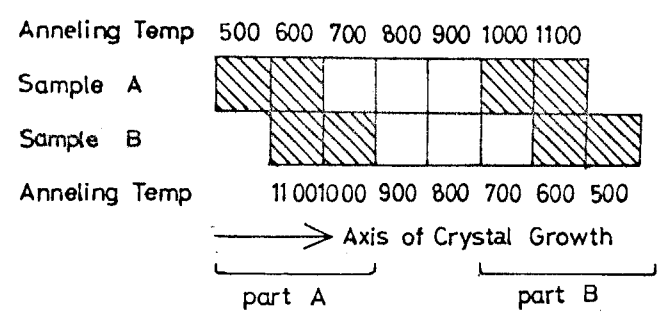


Fig.3-14. Variation of hardness against annealing temperature on cold rolled specimens.

SAMPLE



ALLOY COMPOSITIONS

weight %

	Cr	Ni	C
part A	18.35	13.77	0.001 >
part B	18.08	13.78	0.001 >

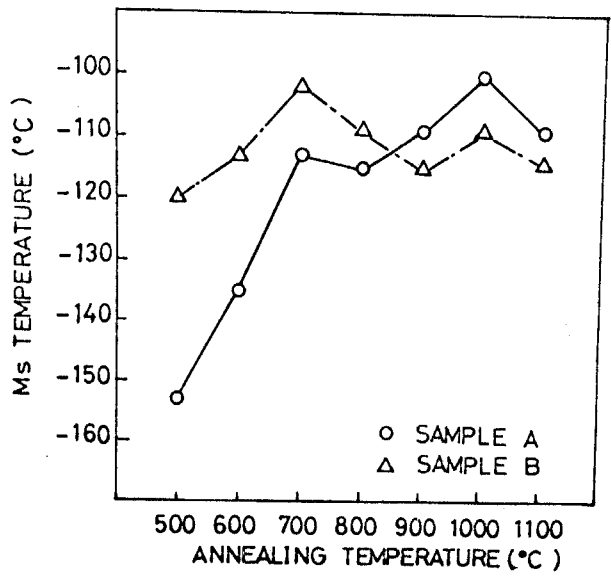


Fig. 7

Fig. 3-15. Effects of segregation on Ms.

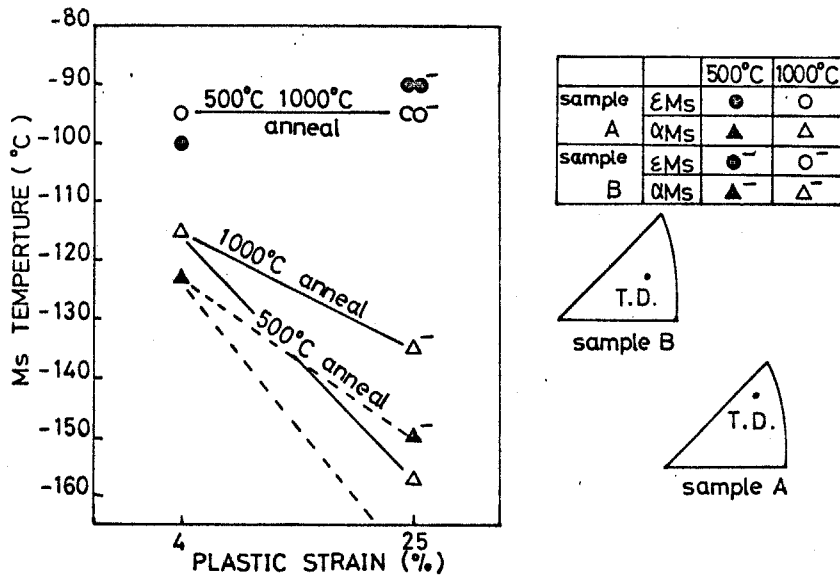


Fig.3-16. Effect of prestrain on Ms temperature of 1000°C and 500°C annealed specimens.

第4章 塑性挙動におよぼす応力誘発マルテンサイトの影響

4-1. 緒言

本研究に用いた合金は鉄基高合金であり、他のF.C.C 高合金と同様に、単結晶試料の引張変形では明瞭なⅠ段階（容易切り）、Ⅱ段階（直線硬化）、Ⅲ段階（放物線型硬化域）の発生が期待できる。事実、本章で特に問題とする応力誘発マルテンサイトが発生する温度以上では、上述のような典型的な応力-歪曲線と、それにおよぼす試験温度の影響が見られた。しかし本章では、特に塑性変形中におこるマルテンサイト変態が、塑性挙動におよぼす影響のみについて記すこととする。マルテンサイトの発生と機械的性質の関係については多くの報告があるが、大部分は多結晶試料における実験である^{1,2)}。多結晶試料における実験も、もちろん有益な情報をもたらすことを否定するものではないが、簡明な実験結果は、粒界の存在しない単結晶によって得られると考えるのは当然であろう。

本研究の他に、オーステナイトステンレス鋼単結晶の塑性挙動を報告したものにMeyric と Paxton の論文³⁾、Breedis と Robertson の論文⁴⁾がある。Meyric 等は、種々なる温度における応力-歪曲線と変型模様について調べ、また Breedis 等は応力-歪曲線とマルテンサイト変態の関係について調べている。しかし、Meyric 等の実験の欠陥は、試料温度を大幅に変えていることにあり、変態に伴う塑性挙動の特徴を見落している。Breedis 等も、変型様式を詳細に調べていない。その結果、実験結果の解釈にあたって、ステンレス鋼単結晶の、マルテンサイト変態による塑性挙動の特性を落している。以下では、これらの研究が見落している、変態を伴うオーステナイトステンレス鋼単結晶の塑性挙動の特徴を主に記し、塑性変形中に生じるマルテンサイト、応力誘発マルテンサイトがどのように発生し、それが試料全体の塑性変形にどのように寄与するか、また変形応力にはどのように影響するかを調べよう。なお、これらの逆の問題、すなわち、塑性変形を起すために加えた外力が、どのよう

な応力誘発マルテンサイトを発生させるか、ということについても同時に論ずべきであるが、これについては特にオ5章で詳しく述べることにする。なお、単なる歪りによる塑性変形(歪)は、 M_s 点を低下させ、マルテンサイト変態を起しにくくすることをオ3章で明らかにした。本章での実験は M_s 点以上で行なわれている。したがってここで問題とするマルテンサイトは、すべて応力誘発マルテンサイト、すなわち、外力がかかったことによつて生じたマルテンサイトである。

4-2. 実験方法

オ2章に述べた方法により得られた、 $17.7\% \text{Cr} - 13.6\% \text{Ni} - \text{Fe}$ ($< 0.01\% \text{C}$) 単結晶をX-線背面反射ラウエ写真により、方位を決定した。その後、wheel cutterにより、目的とする方位を持った引張試験片(約 $1 \times 1 \times 20 \text{ mm}$)を切り出した。また、幾つかの試料は、引張変形後圧縮試験も行なえるようにした。特に断わらないかぎり、試験片は表面の加工層を電解研磨により除いたのち、 1000°C Ar中/1hr焼鈍後水焼入れを行ない、実験に供した。機械的試験は、引張と圧縮が同時に行なえる治具を製作し、これをインストロン型の試験機に取りつけて行ない、歪速度約 $2 \times 10^{-4} / \text{sec}$ 、試験温度を -100°C から $+100^\circ \text{C}$ まで変えて行なった。また塑性変形中の α -マルテンサイトの発生量を知るため、透磁率の変化を引張試験中連続して観察できる装置を製作した⁵⁾。引張、圧縮試験後の試料の表面と内部の観察は、光学顕微鏡、干渉顕微鏡、日立製走査型電子顕微鏡と日本電子製透過型電子顕微鏡を用いて行なった。

なお、本章において用いた単結晶の M_s 点は、単結晶成長時に生じた合金成分偏析のため必ずしも一定ではなく、 -100°C から -120°C の向にあったが、マルテンサイトの発生状態、温度の影響を比較する必要がある実験のためには、試験片を単結晶の同一部分より切り出し、 M_s 点をそろえるようにして実験を行なった。しかし、他の場合には必ずしも M_s 点は同一とならなかったのは、やむを得ないところである。

4-3 実験結果と検討

4-3-1 オーステナイトステンレス鋼単結晶の応力-歪曲線

Fig. 4-1に代表的な温度における応力-歪曲線と歪量-比透磁率の変化曲線を示す。Fig. 4-1の応力-歪曲線からわかり、この他のFCC合金の塑性挙動と異なるところは、

(1) 低温域では、より低温程降伏応力が小さくなるという、降伏応力の逆温度依存性が現われること。

および

(2) 低温域では、容易に歪が、温度が低くなる程減少し、容易に歪後の加工硬化が著しく大きくなること。

であろう。以下、このおのこのおのについて検討を加えて行く。

(1) 低温域での降伏応力の逆温度依存性

Fig. 4-2は、同一方位 この、偏析が少ないように切出した試料の降伏応力の温度変化を示す。この図の圧縮試験の結果は後に議論するが、引張試験の結果は、明らかに約 -30°C を境にして、それより高温では正常の温度依存性、それより低温では逆の温度依存性が降伏応力に現われることを示している。この逆温度依存性は、降伏応力のみではなく、流れ応力にも現われる。Fig. 4-3は、同一試料をまず室温で0.1%伸ばし、温度を下げ再び0.1%伸ばし、順に試験温度を下げて行なって決定した流れ応力の温度依存性である。加えた歪量は小さいので(-90°C の実験を除いては)応力-歪曲線はほとんど加工硬化を示さない容易に歪域にあり、歪が積算されている効果は小さいものである。

Fig. 4-3の結果も、正の温度依存性と逆の温度依存性が、 -30°C を境にして生ずることを明瞭に示している。正の温度依存性は、固溶体硬化の温度依存性であろうが、逆の温度依存性は、この材料の特徴であり、Breedis等も報告している。Breedis等は、X線によって、降伏応力に逆温度依存性が現われる時には、 ϵ -および α -マルテンサイトが発生していることを認め、 α -マ

ルテンサイトのみ発生するFe-Ni合金では、降伏応力の逆温度依存性が現われないことから、逆温度依存性は、 ϵ -マルテンサイトの発生によってもたらされることを結論している。結果的には、この結論は正しいと考へるが、もっと直接的な実験によって、このことは確かめられる。すなわち、3章で述べたように、 500°C 、 1hr の焼鈍をほどこすと、 $M_{s\epsilon}$ はあまり変わらないが、 $M_{s\alpha}$ は大幅に減少する。このことは、塑性変形によっても、 ϵ -マルテンサイトより、 α -マルテンサイトの方ができにくくなることを示唆する。そこで、 500°C で 1hr の焼鈍をほどこした同一試料について、Fig. 4-3と同一の実験を行なってみたが、 α -マルテンサイトの発生が起きないときも、Fig. 4-3と同じような流れ応力の温度依存性が見られ、塑性変形が ϵ -マルテンサイトの発生によって起こることが、逆温度依存性を生ずる原因であることが確かめられた。すなわち、 δ 相より熱力学的に安定な ϵ 相が発生することで塑性変形を生じ、低温程 δ から ϵ への変態の化学的駆動力が大きくなるということが、逆温度依存性の説明である。なお、変形帯の中には δ -双晶もあった。 δ -双晶の発生は、積層欠陥エネルギーが温度が低い程小さくなるためと理解してよいであろう。Fe-Cr-Ni合金では、低温程積層欠陥エネルギーが減少する。したがって、 δ -双晶の発生だけでも、降伏強度の逆温度依存性は説明できる。しかし、外力、すなわち降伏応力、または流れ応力が ϵ -マルテンサイトまたは δ -双晶の生成時に効果があったものか、あるいは成長時に効果があったものかはわからない。

なお、一度 ϵ 相ができれば、それが成長することは熱力学的により安定な状態に移るのであるから、荷重降下を伴うという議論を無理に行なう必要はない。 ϵ -マルテンサイトの成長は、不完全転位の運動によって生じる。転位の運動は一般には摩擦力という言葉で表現される抵抗をうけ、エネルギー散逸を伴う。

(2) 低温における容易転りの減少と大きな加工硬化

Fig. 4-1において、試験温度が 24°C の応力-歪曲線は容易転りののち、 γ

Ⅱ段階へと移る。オⅡ段階の加工硬化は Paxton³⁾等と同じ $G/500$ (G は剛性率) であり、一般のFCC合金より小さいが、理由はわからない。しかし、試験温度が -42°C になると、 24°C より長い容易じりの長さ Fig. 4-1 のように非常に激しい加工硬化をする*。低温になる程、容易じりは短くなり、 -74°C になるとほとんど観察されなくなってしまう、塑性変形の最初より加工硬化が大きい。また、試験温度が M_s 直上の -94°C になると、塑性変形の初期にはセレイションが見られ、つづいて大きな加工硬化へと移る。

Fig. 4-1における μ_r の増加は、 α -マルテンサイトの発生量と比例していると考えてよい。すなわち、 -42°C 以下の試験温度における大きな加工硬化が急激な μ_r の増加を伴っていることは、 α -マルテンサイトの発生と大きな加工硬化が関係づけられることを示している。またセレイションに対応して μ_r が階段状に増加することから、セレイションは、 α -マルテンサイトのバースト的発生によりもたらされたと考えるが、セレイションについては後で述べる。通常、加工硬化は転位反応や、転位の内部応力を通じて理解される。しかし、ここで問題とする加工硬化の原因は、もっとスケールの大きなものであろう。すなわち、 α -マルテンサイトの発生が硬化をもたらし、流れ応力を増大させ、そのため再び α -マルテンサイトの変態が誘発され硬化量を増すということが繰返されるのが、大きな加工硬化の原因であろう。しかしながら、 α -マルテンサイトの発生が直ちに応力-歪曲線での大きな加工硬化を作るものではない。そのためには、塑性域が必ずふれるような状態で、 α -マルテンサイトを生じた領域が分布する必要がある。このことについては後に詳しく述べる。

Fig. 4-4に、同一引張方位 (Fig. 4-1, No. 5 の方位) の試料における試験温度と容易じりの歪量, ϵ_I 、との関係を示す。高温より -40°C までは他の多くのFCC合金と同様に、試験温度の低下と共に ϵ_I は長くなるが、 -40°C 以下では急に ϵ_I は短くなる。この容易じりの長さに変移の起る温度 -40°C は、降伏応力、流れ応力の温度依存性に遷移の起る温度 -30°C に近

* 24°C におけるオⅡ段階の加工硬化が一般のF.C.C合金より小さいため、Fig. 4-1. では試験温度が -42°C の方がオⅠ段階が短いように見えるが、Fig. 4-4.を参照されたい。

いが、Fig. 4-4の -40°C 以下の急激な容易歪の減少は、単に α -マルテンサイトが低温で発生し易いことの結果であり、 ϵ -マルテンサイトの発生とは直接に関係ない。すなわち、容易歪の大小は、急激な加工硬化の起こりにくさ、起こり易さの別表現であって、すでに述べたように、大きな加工硬化は、沢山の α -マルテンサイトが発生することと関連することが明らかになっている。

ϵ_I の減少が α -マルテンサイトの発生によることを、より明らかにするために次の実験を行なった。室温における予歪は $M_{S\alpha}$ のみを下げる効果があることを第3章で述べた。したがって室温における予歪は、 $M_{S\alpha}$ のみを下げることに期待される。Fig. 4-5(a)に室温で種々の量の予歪を与えたのを、 -74°C で引張変形させた、同一方位の単結晶の応力-歪曲線と、歪量- μ_r の関係を示す。また、Fig. 4-5(b)には、室温における予歪量 $\epsilon_{p.s.}$ と -74°C における ϵ_I の関係を示す。焼鈍した試料はFig. 4-1のように -74°C の塑性変形では、塑性変形の初めから μ_r が増加し、 α -マルテンサイトが発生している。そして容易歪りはほとんど観察されない。しかしFig. 4-5(a)は、室温で予歪を与えた試料は $\epsilon_{p.s.}$ の増加とともに μ_r の増加が遅くなり、 α -マルテンサイトが発生しにくくなることを示しており、Fig. 4-5(b)は $\epsilon_{p.s.}$ の増加とともに ϵ_I が長くなることを示している。したがって、Fig. 4-5(a)(b)の示す実験事実は、 α -マルテンサイトの発生が遅れば、 ϵ_I が長くなることを示しており、これははからずも低温における ϵ_I の減少が低温程 α -マルテンサイトが発生しやすいことを示している。

しかし、第3章で述べたように、本実験に用いた材料の $M_{S\alpha}$ は、室温における予歪量の増加にのりて低下し、 α -マルテンサイトが発生しにくくなる。しかし、 $M_{S\epsilon}$ は予歪によってほとんど影響されない。このことは、塑性変形中の α -マルテンサイトの発生のみが室温の予歪によっておさえられることを予想させる。事実、Fig. 4-5(a)の μ_r の増加する歪は、 24°C における予歪量 $\epsilon_{p.s.}$ の増加とともに遅れてくる。そして、Fig. 4-5(b)に示すように

室温における予歪量 ϵ_{ps} の増加とともに -74°C における ϵ_I も増加し、一般の FCC 金属と明らかな違いを示す。以上の事実は、オーステナイトステンレス鋼単結晶の低温における容易にり量の減少は、 α -マルテンサイトの発生によりもたらされることをさらに示している。

4-3-2 変態を伴う塑性変形時の変形模様

Fig. 4-6 (a) (b) は、 -74°C で 5% の伸び歪を与えた試料の表面走査電顕写真である。このように、塑性変形中に変態が生ずる時は、変形は局所化し、変形が起きた処と起きなかった処が明瞭に区別できるようになる。以後、

Fig. 4-6 (a) のように、変形が集中した帯状 (3次元的には板状) 領域を変形帯と呼ぶ。しかも、このような変態の変形が生ずる温度範囲では、低温程、巨視的にも変形は不均一になり、リュウダース帯の伝播に似た形式で、試料全体の塑性変形が進む。もちろん、低炭素鋼に見られる程、リュウダースフロントがはっきりしていたわけではなく、変形帯が非常に密に分布した領域から、粗に分布した領域へと連続的に変化している。 -40°C で変形帯が現われる時は、リュウダースフロントがわからない位、変形帯は大体一様に分布していた。

多くの場合、変形帯は主圧り面に平行に発生するが (主変形帯)、時には、2次圧り面に平行な変形帯 (2次変形帯) も発生することがあり、これは方位のみでなく、負荷方法 (引張・圧縮) にも依存していた。変形帯は、

Fig. 4-6 (b) からわかるように、内部に微細構造を持つ。変形帯を発生した試料を電解研磨および腐蝕 (腐蝕液は塩化チニル 2 鉄の塩酸溶液) すると、Fig. 4-6 (c) のような組織が現われ、変形帯中には、 α -マルテンサイトも存在していたことがわかる。Fig. 4-6 (d) は、変形帯を中心とした電顕写真の例である。この写真はさらに、(1) 変形帯中には、後に述べるように変形帯に平行な α -マルテンサイトと δ -双晶および、ラス状のマルテンサイトが存在していて、(2) 変形帯の外側の転位活動はほとんどないことを示している。

(2) の結果は、巨視的に、変形が変形帯中に集中しているという観察結果の、

微視的証拠であるが、この量的実証は後に行なう。(1)の結果は、変形帯内の変形は、3種の変形機構の活動によってもたらされたという、複雑な変形様式を考えなくてはならないことを意味する。しかし、とりあえず、変形帯全体としては、以下の方法にしたがって、どの方向へ、どの程度の剪断変形をもたらすのかを検討することにした。

試料表面には、しばしば微細な2次じり線が現われ、それが変形帯によって鋭く折れ曲っている場所がある。しかも、このような場所では、Fig. 4-7のように、変形帯中では、2次じり線は直線状であって、変形帯の担う剪断変形は、その中では均一であることがわかる。2次じり線の折れ曲りを利用すれば、試料表面に平行な方向への剪断変形量が測定できる。また、Fig. 4-8は、干渉顕微鏡写真であって、変形帯のところにはステップがあることを示す。これを利用すれば、試料表面に垂直な方向への剪断変形量が測定できる。また、試料面に平行、および垂直方向への剪断変形量から、全剪断変形量と、剪断変形の方法を求めることができる。

以下は、上のような方法によって -74°C における引張変形によって発生した主変形帯を解析した結果の一列である。試料の引張方向は Fig. 4-9の T、D、方向である。

まず、試料表面に平行な剪断歪 $\tan \theta_p$ を、6本の変形帯について求めた。そして、どの変形帯でも $\tan \theta_p = 0.26$ 、 $\theta_p = 14.5^{\circ}$ であることがわかった。このことは、たとえ試料表面に垂直な方向への剪断歪を測定しなくても変形帯の担う剪断歪は、変形帯によらず一定であることを強く支持する。次に干渉顕微鏡を用いて、試料表面に垂直な方向への剪断歪 $\tan \theta_n$ を求めた。変形帯のステップは比較的正確に求めたが、光学顕微鏡の焦点深度が浅いために、変形帯の中の測定は正確に行うことができなかった。その結果、変形帯の担う、試料表面に垂直な方向への剪断歪は、変形帯ごとに、多少ばらついたが、約40本の変形帯の $\tan \theta_n$ の平均値は、 $\tan \theta_n = 0.17$ 、 $\theta_n = 9.5^{\circ}$ と求めた。これらの値より、変形帯の担う全剪断歪量は、0.31 であり、剪

断方向はステレオグラフを利用して表示すると、Fig.4-9のようになることがわかった。

Fig.4-9には、圧縮試験で現われた変形帯の剪断方向も示してある。圧縮変形では $(T|T)_f$ 面に平行な変形帯の他に $(1|1)_f$ 面に平行な変形帯も現われた。しかし、 $(T|T)_f$ 変形帯の剪断方向 $[121]_f$ は、引張試験で現われた $(T|T)_f$ 変形帯の剪断方向 $[T12]_f$ とは異っていることに注意したい。なお、圧縮試験での $(1|1)_f$ 変形帯の剪断方向は $[112]_f$ であった。また、圧縮試験で現われた変形帯の担う剪断歪はその種類によらず 0.31であり、これは上に述べた引張試験で測定された値と同一であった。

この結果は、変形帯の担う剪断変形量は 30% という莫大なものであること、また、剪断方向は $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$ 方向であることを示している。塑性変形中に変態の起る温度範囲では、降伏応力に逆温度依存性があること、それは ϵ -マルテンサイトの発生によって説明されることをすでに述べた。 γ 相からの ϵ -マルテンサイトの発生は、 $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$ 剪断系の働きによって起る。たとえ、変形帯中には、 ϵ -マルテンサイトの他に α -マルテンサイトがあっても、このことは、変形帯の担う変形は主として ϵ -マルテンサイトでまかなわれていることを示唆する。(実際に、第5章において、 α -マルテンサイトは、全体としては塑性変形に大きく寄与しないことを結論する。) この示唆は、観察される変形帯は $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$ 剪断系での分解剪断応力 (Schmid 因子) の最大の剪断系に平行なものであることを予想させ、実際に、Fig.4-9で示した例ではそのようなものとなっていた。Table 4-1は、Fig.4-9に示した方位の試料の $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$ 剪断系の Schmid 因子であって、正の引張試験を考えて作ってある。(なお、 $(1|T)_f$ 面、すなわち交叉にり面上の剪断系の Schmid 因子は、ほとんどの0であるので省略してある)。

ϵ -マルテンサイトの剪断変形の特徴は、剪断方向が単一方向にのみ可能 (unidirectional) であって、双方向に可能 (bidirectional) でないことにある。そこで、Table 1-4 では、引張に対して剪断可能な $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$

* γ -双相も $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$ の剪断変形である。その担う歪量は、 ϵ -マルテンサイトの2倍である。したがって、方向に就しては、 ϵ -マルテンサイトと γ -双相の区別は本質的でない。

系には正の Schmid 因子を持たせ、圧縮に対して剪断可能な $\{111\}_\gamma$ $\langle 211 \rangle_\gamma$ 剪断系には負の Schmid 因子を持たせた。圧縮試験では、実際に観察された変形帯には、最大の Schmid 因子 (0.46) を持つものに加え、Schmid 因子 0.40 の $(T1T)_\gamma$ $\{121\}_\gamma$ を持つものも入っていた。しかし、この程度の相違があっても、Schmid 因子最大の $\{111\}_\gamma$ $\langle 211 \rangle_\gamma$ 剪断の働きで ϵ -マルテンサイトが発生すると結論してもよいであろう。

以上の結論は、同一の試料に引張変形を与え、これをさらに圧縮しても、引張の際に活動した剪断系はもはや働かず、別の剪断系が活動することを意味する。這りと異って、ここで考えている変形帯は、マルテンサイト相という別の相であって、それは母相より自由エネルギーが低いものである。それゆえ、一度発生した変形帯は、その担う変形量も一定となり、また逆向きの変形を起すこともない。念のため、このことを確かめたのが次の実験である。

すなわち、単結晶を -74°C で 2% 引張変形させ、試料表面を全面観察し、その後 -74°C で 2% 圧縮変形させて表面を観察することを行なった。Fig. 4-10 は、その一例であって、a), b) は最初の引張試験後の走査電顕写真、c), d) は、同一場所の圧縮試験後の走査電顕写真である。これからわかるように、引張試験で働いた変形帯は、それに続く圧縮試験ではまったく成長せず、変形がもとへ戻ることもない。そして圧縮試験では新しく別の変形帯が発生する。

このような実験で興味があるのは、剪断歪量である。たとえば、変形帯全部を ϵ -マルテンサイトで占めると仮定すると、変形の担う剪断歪量は 35.4% となる。これは、前に述べた例の実測値に近い。変形帯中には α -マルテンサイトもあり、また普通の転位も沢山あって、通常のヒリも起っていると思われる。したがって、剪断歪の実測値と理論値が接近していることが単なる偶然であるか、または何か本質的なことを示唆しているのかどうかについては、容易に結論を出すわけにはいかない。

なお、剪断変形量を測定したほとんどすべての変形帯について、ほとんど同一の剪断歪が得られたということは、変形帯はほとんど形成時から大きな歪を担い、

その後、活動を停止することを意味する。このことは、繰返し引張を行なって表面観察を行なっても確認された。すなわち、試料全体としての新たな変形は変形帯の幅が広がるか、先端が成長（試料全体を貫通してない変形帯が貫通している状態へと移行すること）するか、または新しい変形帯の発生が起るかによってまかなわれていた。

一度発生した変形帯が活動を停止する理由は次のようにして理解できる。変形帯の中には α -マルテンサイトが多数存在する。すでに述べたように、 α -マルテンサイトは、本研究を行なったような低温では強度が大きい。すなわち、塑性的に丈夫である。したがって、それは変形帯内部の塑性変形の障害となる。それゆえ、変形帯自体はその内部で加工硬化し、それが成長するより、母相内であらたに変形帯を作る方が、低応力で済むということになる。

ひとつひとつの変形帯の担う剪断歪と剪断方向が以上のようにしてわかるので、これらを積算すれば、発生したすべての変形帯のみが全体として担う変形量が、試料全体の伸びのどの程度の割合を占めるのかが検討できる。このことは表面観察および電顕観察の結果から、変形は変形帯に集中していると定性的に考えた結論の量的な検証である。このような実験を -74°C での引張試験で行なった結果は次のとおりである。

まず、単結晶試験片にゲージマークを打ち、試験前後のマーク間距離を測定して、巨視的伸び歪を求めた。この伸び歪が Schmid 因子最大の $(T_1 T)_s$ $(T_1 T)_s$ 剪断系でまかなわれたと仮定して、 $(T_1 T)_s$ $(T_1 T)_s$ 剪断の剪断歪 γ_m を求めると、 $\gamma_m = 0.078$ となった。一方、試験片のゲージマーク間に現われた変形帯（約 170 本、最大幅 55μ 、平均巾 16μ ）の幅より、変形帯が試験片を貫通しているとして、変形帯の占める割合（ γ ）を求めたが、 $\gamma = 0.25$ となった。各変形帯は、前の実測値 0.30 なる剪断歪をもつとすると、全変形帯の担う積算剪断歪（ γ_d ）は、 $\gamma_d = 0.075$ となる。これは $\gamma_m = 0.078$ と殆んど等しい。すなわち、前述の定性的な結論は量的に確認されたことになる。

なお、4-3-1で、試験温度が M_s 点直上の -94°C においては、塑性変形の初期にセレイションが見られ、 α -マルテンサイトのパーセント的発生によりもたらされたことを述べた。しかし、本節において全体としての塑性歪は、 β -マルテンサイトでまかなわれていることを結論し、オ5章において、 α -マルテンサイトは全体として、塑性変形に大きく寄与しない理由を説明する。この2つの事実が一見矛盾しているように見られるが、実はそうではない。

本節では主として、剪断変形成分を問題としてきた。しかし、 $\beta \rightarrow \alpha$ 変態は¹⁰⁾0.9%の体積膨張を伴っている。 -94°C では1回のパーセントで発生した α -マルテンサイトは、表面観察によれば、試料全体の約5%以上を占めていた。したがって1回のパーセントによって、少なくとも 1.5×10^{-4} の伸び歪を生じたはずである。この方位の試料の引張弾性係数は 15000 Kg/mm^2 であるから¹¹⁾これだけの伸び歪は、 2.3 Kg/mm^2 の荷重降下をもたらしてもよいことになる。実際といた荷重降下は、約 1.5 Kg/mm^2 である。したがって、セレイションの発生は、 β 相より体積の大きい α -マルテンサイトのパーセント的発生によって説明されるものである。なお、以上の荷重降下の評価では、試料のばね定数のみ考え、試料と直列に結ばれている荷重伝達体、ロードセルのばね定数を無視している。しかし、大きさの程度を調べたものとしては許されるであろう。

一般に塑性変形様式を均一変形、不均一変形という分類で記述することがある。ここで調べた、変形帯の発生による塑性変形は、不均一変形の新しいものである。不均一変形と均一変形になぜわかれるかの議論は、(1)ポテンシャルサイトの分布(転位源、変態のembryo等)や、変形の伝播様式(交叉したり、支柱機構)^{12~15)}に原因を求めるものと(2)熱力学的考へから、安定状態は均一変形によってか、または不均一変形によってもたらされるかを考える方法に大別¹⁴⁾される。変形帯は主として、 β -マルテンサイトの発生と成長とによると考えると、これは板状成長を行ない易いものである。この理由から、不均一な変形帯が形成される可能性はあるが、これは十分ではない。次は、なぜそのような平面成長を行ない β -マルテンサイトが群れをなして、ひとつの明瞭な変形帯

を作るかという議論は行なわなくてはならないからである。興味あるのは、(2)のような考えである。この考えによると、ある有限の塑性歪の発生によって、試料のエネルギーが下ると、塑性変形は平均になり易いことが示されていく。¹⁶⁾変態による塑性変形は必ず有限であり、それは試料のもつエネルギーを減少させていく、上の条件を満たしている。したがって、定性的には不均一な変形帯の分布は、(2)のような approach で説明されるものであると思われる。

4-3-3 加工硬化の急激な増大と組織観察

前項において、変態を伴う塑性変形は、変形帯の不均一な発生によって起ることを述べた。変形帯の中には、たいていの場合 α -マルテンサイトが存在する。そして、変形帯自身は、 α -マルテンサイトの存在のために硬化しており、あらたな塑性変形は母相中の変形帯でおおわれていない部分での新しい変形帯の発生によることも述べた。この議論を繰返せば、試料全面が変形帯でおおい尽されるまでほとんど等しい応力レベルで変形が進むことになる。しかし、実際はそうではなく、別の理由によって容易化りは大きな加工硬化域へと移って行く。この過程を詳しく調べたのが次の実験である。

Fig. 4-11は、 -74°C における引張変形初期の応力-歪曲線と歪量-比透磁率の関係の詳細を示したものである。注目すべきことは、比透磁率は2%塑性歪 (Fig. 4-11, A点) より増加を始めること、そして α -マルテンサイトの発生状態は明瞭な直線硬化開始点においても、特別な変化は見られないことである。しかし、直線硬化開始以前と以後の試料の表面を詳しく観察してみると、直線硬化開始以前と以後とで、明瞭な相違が見られる。Fig. 4-6 (a) に例を示すように、歪量が少ない (5%, Fig. 4-11のB点に相当) 時は、一種類の主変形帯のみ現われている。ところが、Fig. 4-12 (a) で示すように、歪量が10%になって直線硬化域に入ると、主変形帯以外にも変形帯が現われるようになる。このような2次変形帯は、Fig. 4-12 (b) に示すように、すでに発生した主変形帯の間の未変形領域に現われ、その領域に新たに発生した主

変形帯の成長を妨げるようになる。2次変形帯の数は、歪量の増大とともに増して行く。2次変形帯の中にも、 α -マルテンサイトが存在することは、Fig. 4-12 (C) の研磨後 etch した場合にも、2次変形帯に相当した領域に α -マルテンサイトの存在にもとづく組織が現われることから明らかである。

以上の観察結果をまとめると次のようになる。何らかの原因によって主変形帯でおおわれていない領域に、2次変形帯が発生し、それが主変形帯の成長を阻止することが、大きな加工硬化の起る本質的な理由である。すなわち、ひとつの変形帯内部の α -マルテンサイトの存在は、その変形帯自身の加工硬化を促す。しかし、応力-歪曲線上に現われる加工硬化は、これでは説明できず変形帯の成長を妨げる他の、 α -マルテンサイトを含む変形帯の発生によって理解されねばならない。

上に述べた何らかの原因によって2次変形帯が発生する理由はよくわからない。しかし、これは、変態を伴わないFCC合金の第II段階が Schmid 因子だけでは説明できない2次上り系の転位の活動によって生ずることと対応している現象であると考えられる。もちろん、2次変形帯の活動は、直線硬化域開始時に突如として起るものではない。すでに述べたように、変形帯の現われ方は、リューター帯的であるが、変形帯の分布は、密な領域から粗な領域へと連続的に変わる。密な領域では、試料全体の巨視的歪が小さい時にも、ある程度2次変形帯が存在している。試料全体の変形帯の分布が大体一様になって、至る処に2次変形帯が現われ、新しい主変形帯の成長が必ず2次変形帯に妨げられるようになった状態が、大きな加工硬化状態である。

4-3-4 負荷方向の降伏強度におよぼす影響 (S-D効果)

Fig. 4-2は、同一方位の試料でも、引張試験と圧縮試験とで降伏強度が異なるという、いわゆるS-D効果 (Strength-Differential effect)^{*}の存在と、たとえ塑性歪を一定値 (Fig. 4-2 では2%) にしても、変態開始温度 (M_α) が異なる事実を示している。これらは同一の原因に由来している。変形

* 鋼のマルテンサイトについては、S-D効果はしばしば議論される。⁽¹³⁾

帯の中には、 ϵ -および α -マルテンサイトおよび δ -双晶があった。後に述べるように、 α -マルテンサイトは全体としては、塑性変形にあまり寄与しない。 ϵ -マルテンサイト、 δ -双晶の生成は $\{111\}_\gamma$ $\{211\}_\gamma$ の剪断系の働きによって生じ、これらは γ と異って単一方向性 (unidirectional) を持つこと、それによって実際に活動した変形帯が説明されたこと (3-4-3) が上の事実を説明する。

Fig. 4-2 の実験に用いた試料で最も働き易い剪断系と、その Schmid 因子 (M) は、引張試験では $(T1T)_\gamma$ $[121]_\gamma$, $M=0.49$ であり、圧縮試験では、 $(T1T)_\gamma$ $[1T2]_\gamma$, $M=0.31$ であった。このことは通常の γ による塑性変形から、変形帯の発生による塑性変形へ移る温度 (M_d) が、Fig. 4-2 においては圧縮試験における方が引張試験におけるよりも低いことを説明する。Fig. 4-2 で、S-D 効果が著しいのは、引張試験での M_d 以下、圧縮試験での M_d 以上である。この温度範囲は、引張試験は変形帯を生じ、降伏応力の逆温度依存性を持つ。圧縮試験では、 γ が生じ、正の温度依存性を持つ。このことが、S-D 効果が強調される理由である。 M_d 以下の降伏応力を、最も働き易い剪断系 $\{111\}_\gamma$ $\{211\}_\gamma$ 系へ分解すると、引張試験では 4.3 Kg/mm^2 , 圧縮試験では 4.0 Kg/mm^2 となつてわずかに圧縮試験の方が小さい。この臨界剪断応力は、温度の違いを考えると、圧縮試験の場合の方がもっと小さくなるべきであるが、上の実験値は、少くとも向きとしては上述の説明が合理的なことを示していると考えられる。

なお、圧縮試験では、 -60°C で $(T1T)_\gamma$ $[1T2]_\gamma$ 剪断系による変形帯の他に $(111)_\gamma$ $[TT2]_\gamma$ 剪断系と思われる $(111)_\gamma$ 面に平行な変形帯も生じた。 $(111)_\gamma$ $[TT2]_\gamma$ 剪断系は、 $M=-0.2$ なる Schmid 因子を持ち、 $(T1T)_\gamma$ $[1T2]_\gamma$ のそれ、 $M=0.31$ に近く、圧縮試験で2番目に働きやすい剪断系である。したがって、それによる変形帯もかなりの頻度で生じる可能性は十分にある。

方向は、外力の最大分解剪断応力のかかる $\{111\}_\beta \langle 211 \rangle_\beta$ 方向である。変形帯の担う剪断歪は、0.3/である。この歪の大部分は外力により最も誘発された ϵ -マルテンサイトの変態歪である。

2) 降伏応力、流し応力の逆温度依存性が見られるが、これは降伏が ϵ -マルテンサイトの発生により生ずるためである。

3) M_d 点以下の温度における容易に領域の減少と大きな加工硬化は、 α -マルテンサイトの発生によりもたらされる。しかし、加工硬化の開始は α -マルテンサイトが主変形帯に発生するだけでは十分ではなく、主変形帯の間の未変態オーステナイト領域に主変形帯の発生・成長を阻止するような、二次変形帯が発生することにより生じる。

4) $M_{s\alpha}$ 点直上の試験温度では応力-歪曲線にセレイションが見られる。このセレイションは、 α -マルテンサイトのバースト的発生による体積膨張のためである。

5) M_d 点と降伏強度は結晶方向と外力の向きにより変わり、S-D効果が見られた。 M_d 点以上では塑性変形は圧りであるが、 M_d 点以下では δ -双晶または ϵ -マルテンサイトへの変態歪による。 M_d 点の引張、圧縮による違いと S-D効果は剪断可能な $\{111\}_\beta \langle 211 \rangle_\beta$ 方向への外力の分解剪断応力の違いにより説明される。

6) 18-14 オーステナイトステンレス鋼は、 M_d 点以上 (-20°C 付近) で 200%以上の異相伸びを示す。大きな伸びの発生のためには α -マルテンサイトの発生は不必要であった。

4-5. 参考文献

- 1) 田村今男, 鉄と鋼, 56, (1970)429.
- 2) F.Abrassart, F.Lecroisey and A.Pineau, Proc. of the 2nd Int. Conf. on the Strength of Metals and Alloys ASM (1970)905.
- 3) G.Meyrick and H.W.Paxton, Trans. Met. Soc. AIME, 230, (1964) 1010.
- 4) J.F.Breedis and W.D.Robertson, Acta Met., 11, (1963)547.
- 5) 肥後矢吉, 東京工業大学修士論文 (昭和45年3月).
- 6) W.J.McGregor Tegart, "Elements of Mechanical Metallurgy", (Mcmillan)1967, pl46.
- 7) F.Lecroisey and B.Thomas, phys. stat. sol., (a)2, (1970)K217.
- 8) H.Shoji, Z.Krist., 77, (1931)381.
- 9) 西山善次, マルテンサイト変態 (基本編)丸善, (1971)38.
- 10) 西山善次, 鉄と鋼, 55, (1969)1041.
- 11) 菊地紀雄, 日本金属学会誌, 35, (1971)518.
- 12) N.F.Mott, Phil. Mag., 44, (1953)742.
- 13) J.K.Koehler, "Imperfection in Nearly Perfect Crystals", (John Wiley & Sons)1952, p.146.
- 14) A.Seeger, "Dislocation and Mechanical Properties of Crystals" (John Wiley & Sons)1957, p.247.
- 15) H.Suzuki, J. Phys. Soc. Japan, 9, (1954)531.
- 16) T.Mori, T.Mura and M.Meshii,
- 17) D.McLean, "Mechanical Properties of Metals", (John Wiley & Sons)1962, p.118.
- 18) 太田文彦 W.C.Leslie and R.J.Sober, Trans. ASM, 60, (1967)459.
- 19) 田村今男, 牧正志, 波戸浩, 油井孝輔, 日本金属学会誌, 33, (1969)1383.

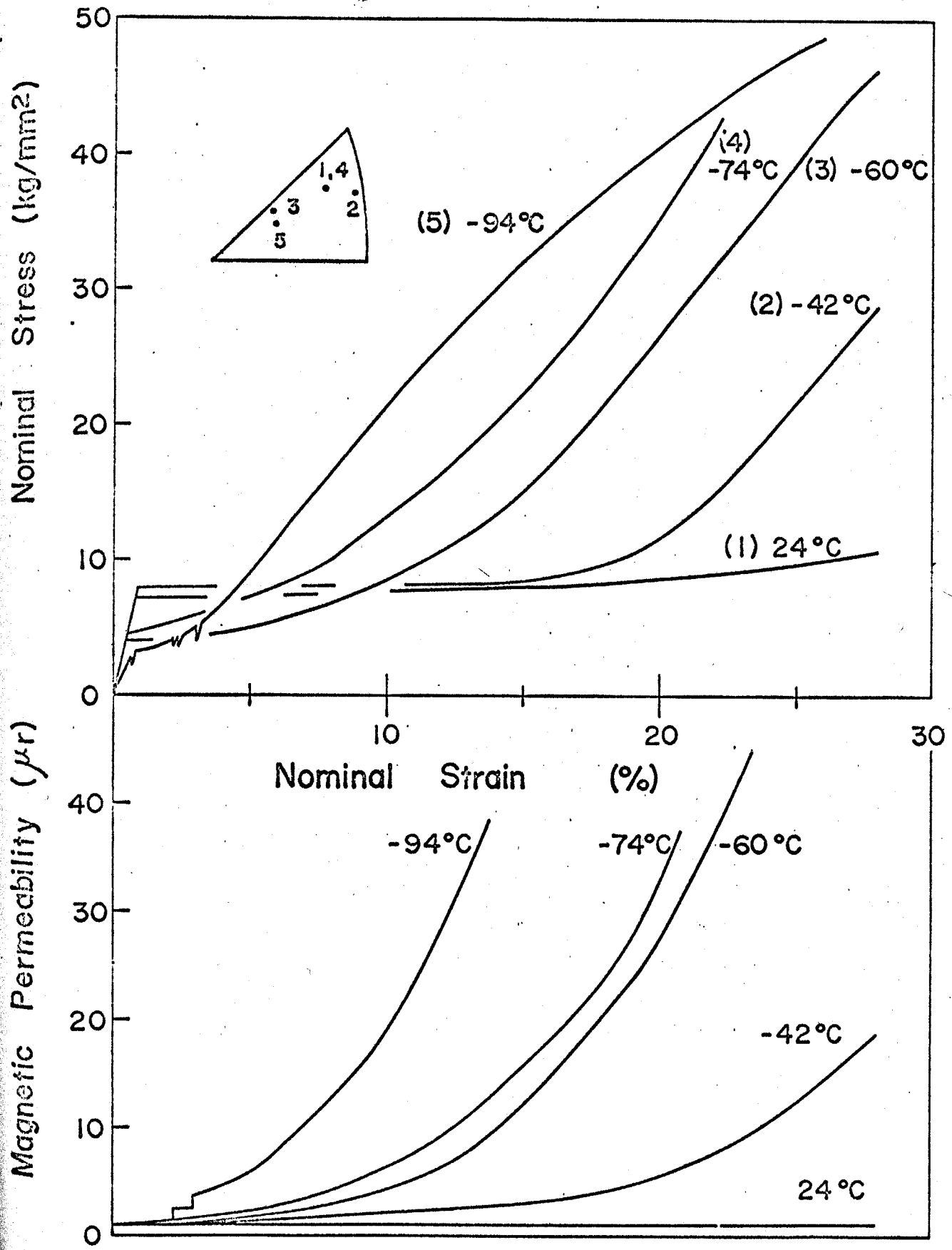


Fig. 4-1. Stress-strain diagrams and change of magnetic permeability of 18-14 stainless steel single crystals.

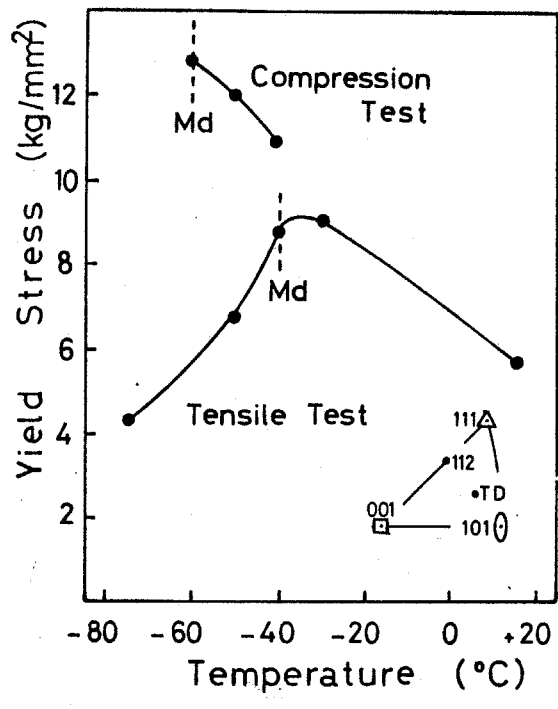


Fig. 4-2. Tensile and compressive yield stress versus temperature.

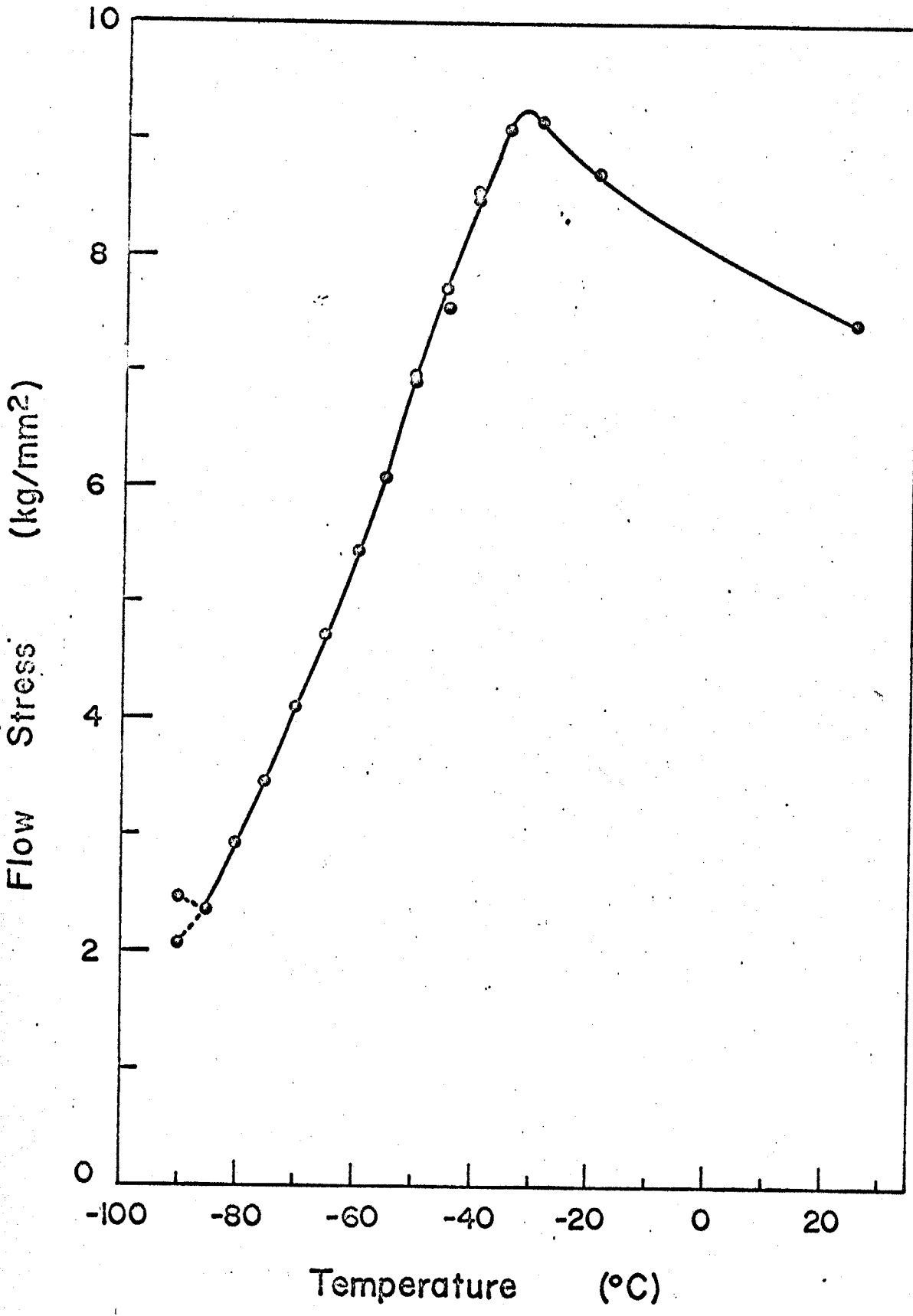


Fig. 4-3. Variation of easy glide stress with temperature.

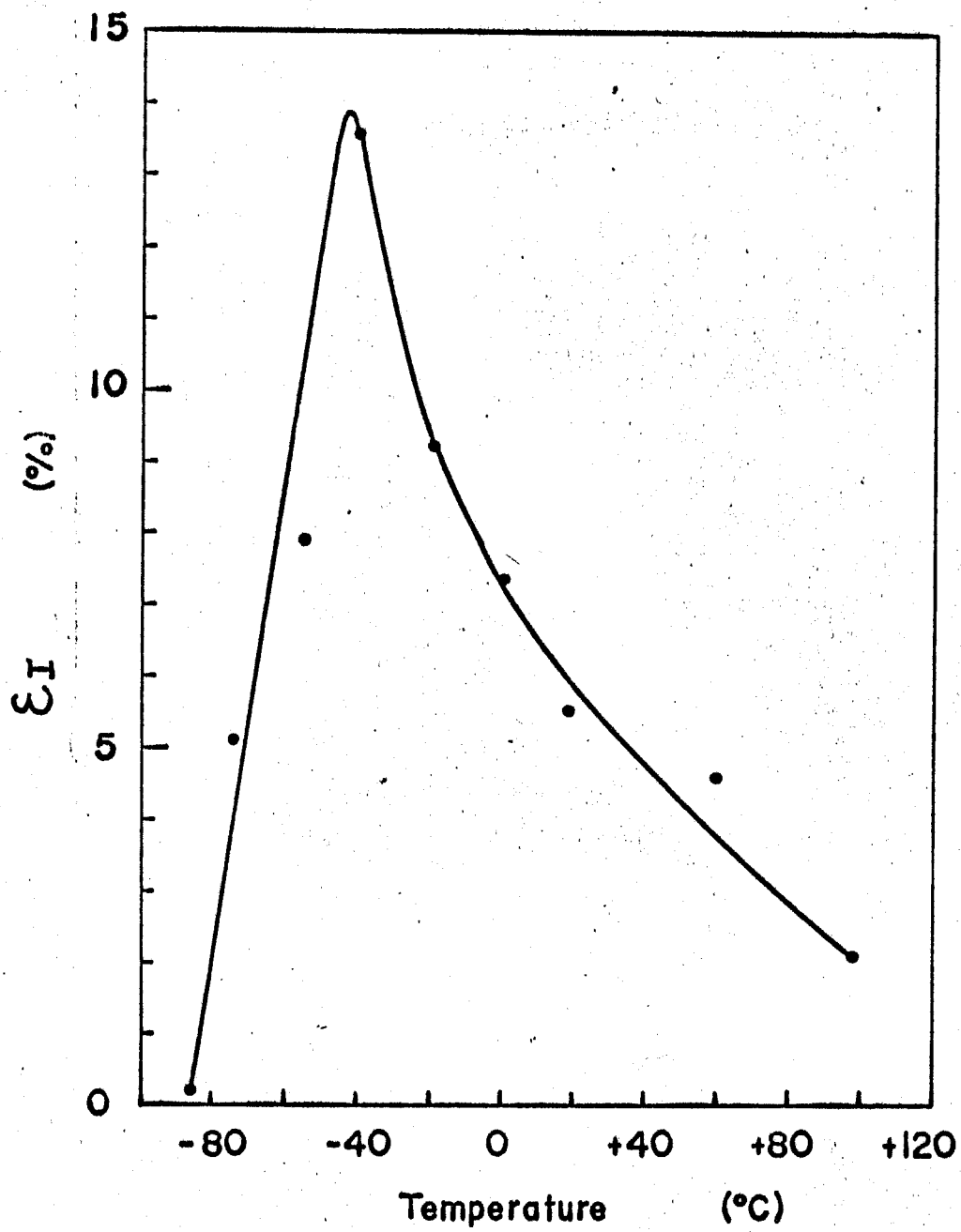


Fig. 4-4. Variation of easy glide strain with temperature.

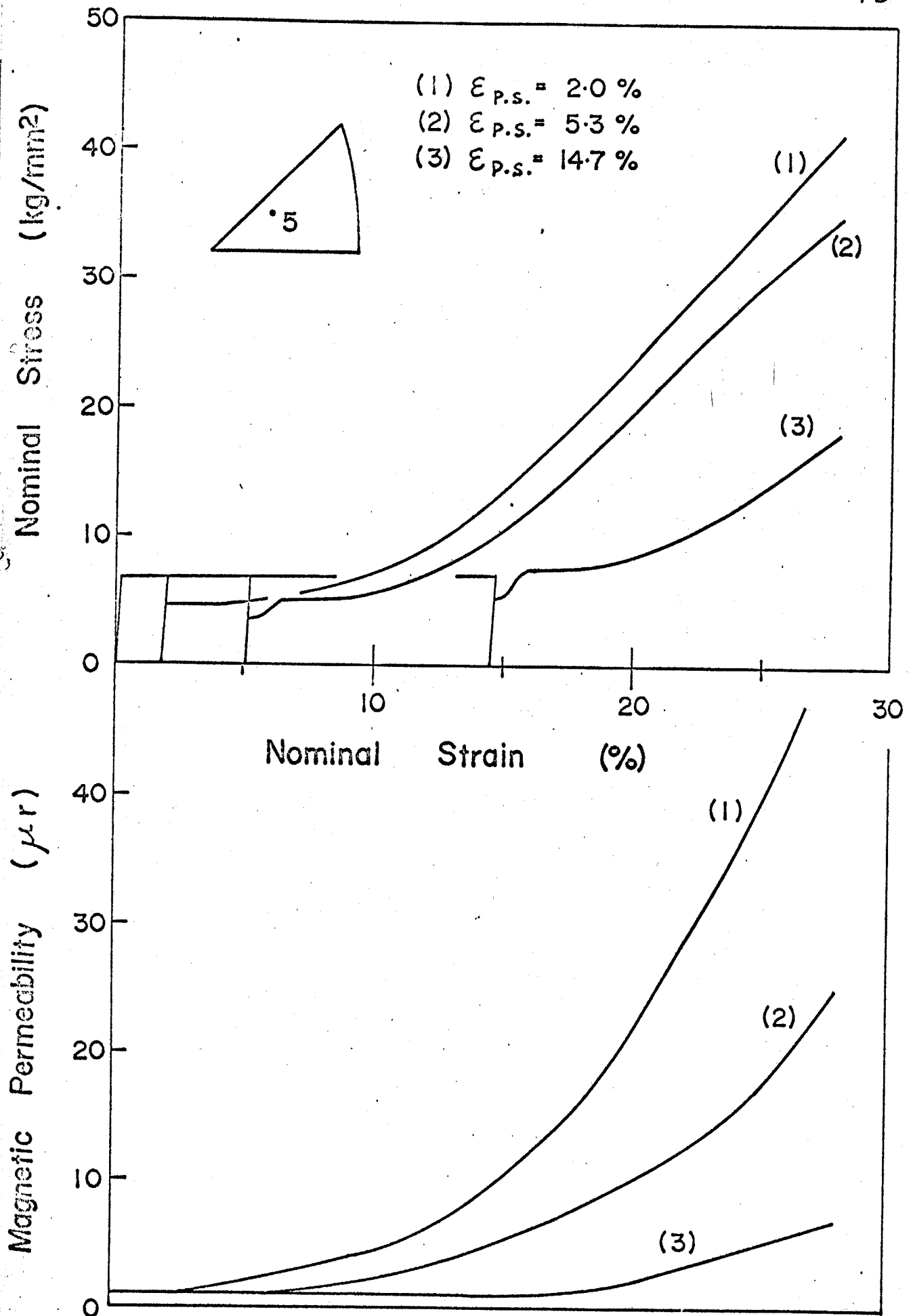
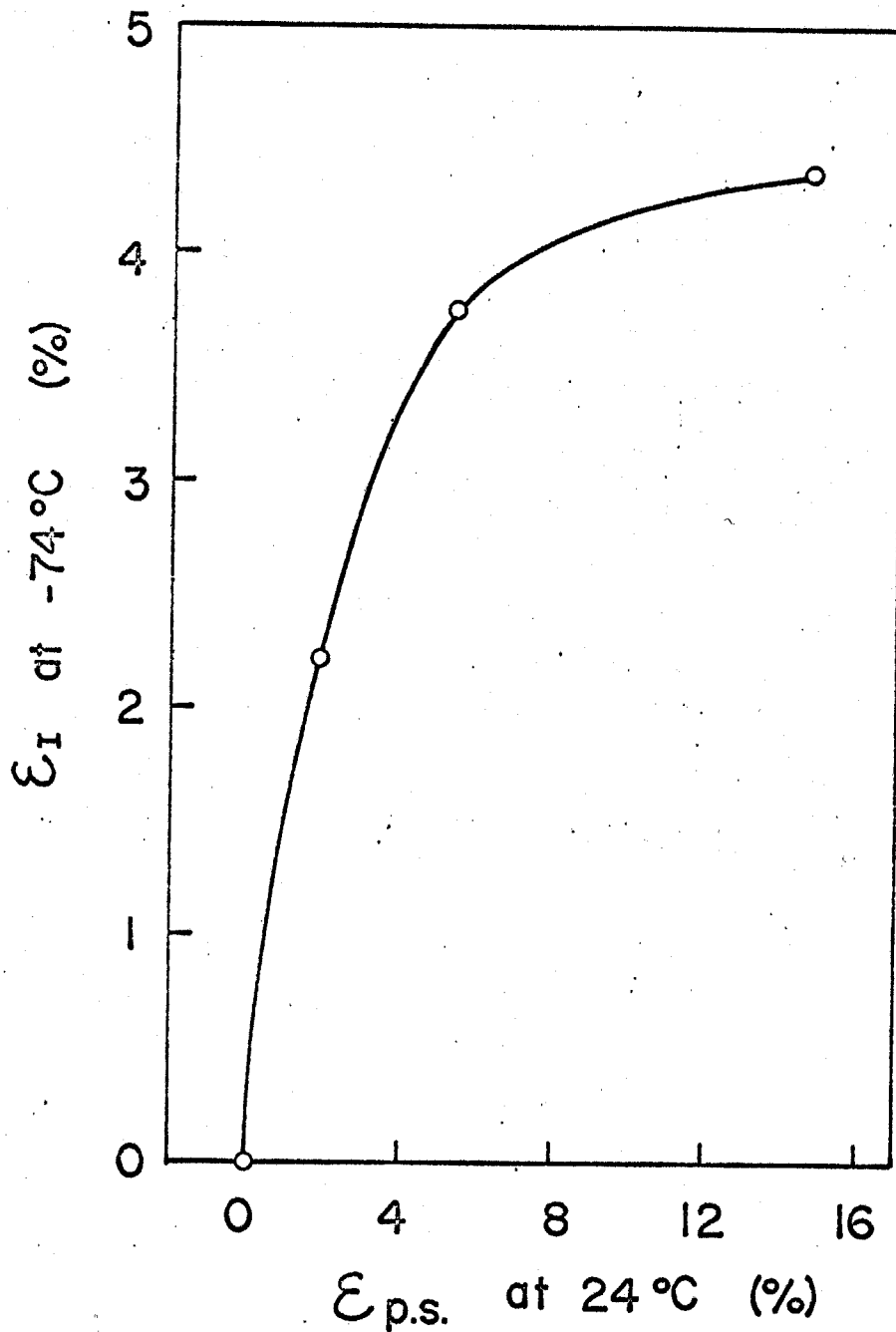


Fig. 4-5. (a)



(b)

Fig. 4-5. a) Stress-strain diagrams and change of magnetic permeability of 18-14 stainless steel single crystals prestrained at 24°C and tested at -74°C.

b) Variation of easy glide strain at -74°C with prestrain given at 24°C.

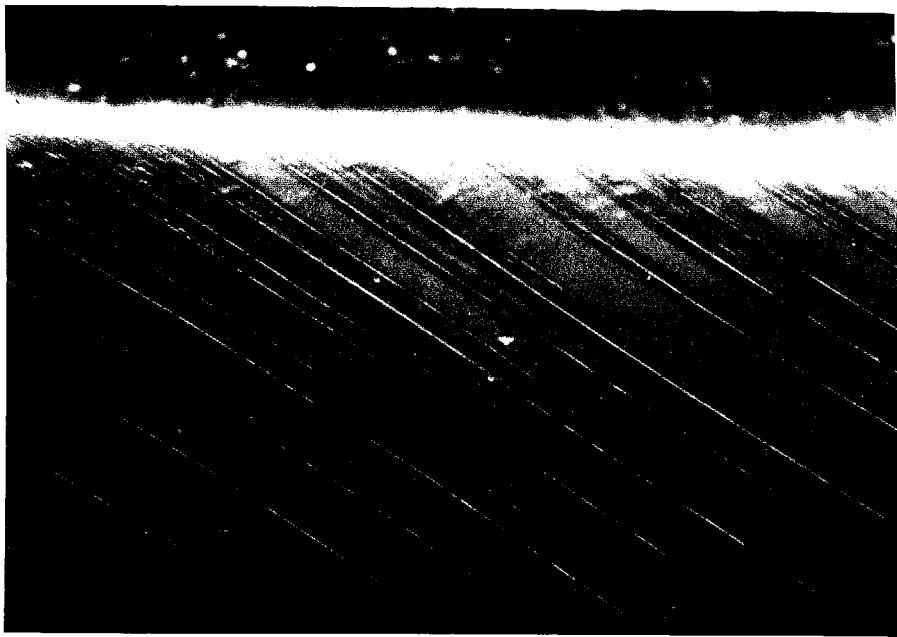


Fig. 4-6. (a)

0.2 mm

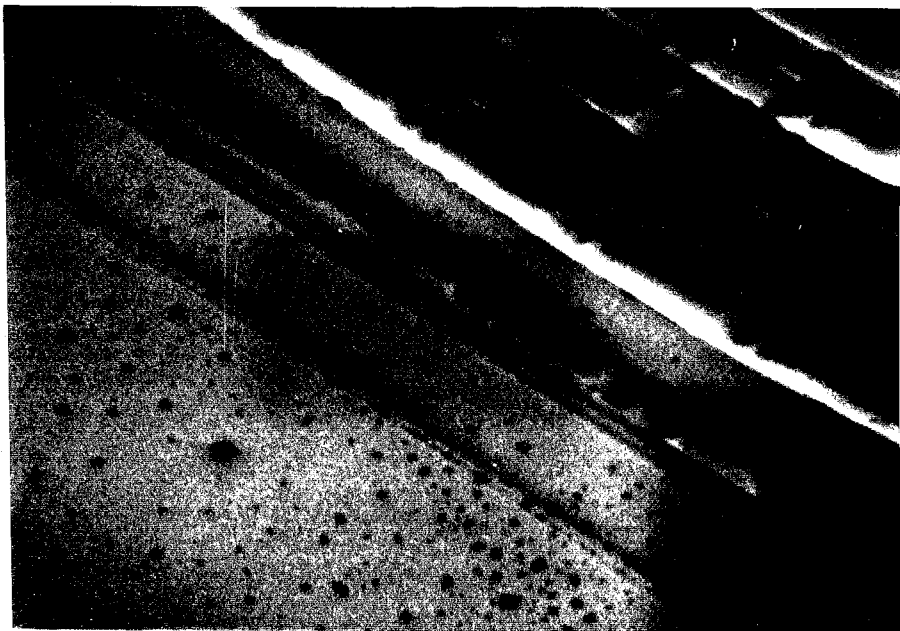
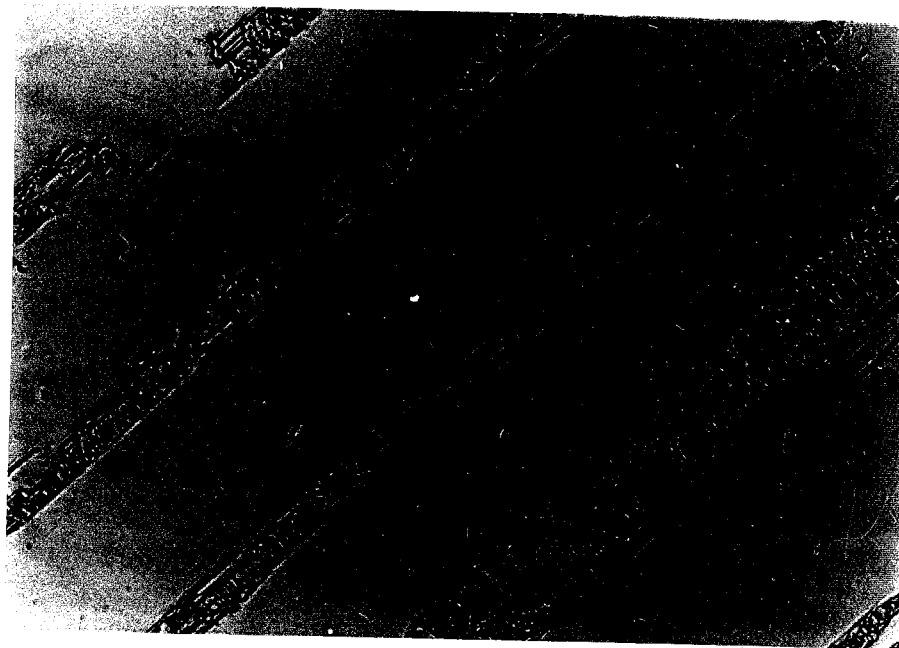


Fig. 4-6. (b)

5 μ



(c)

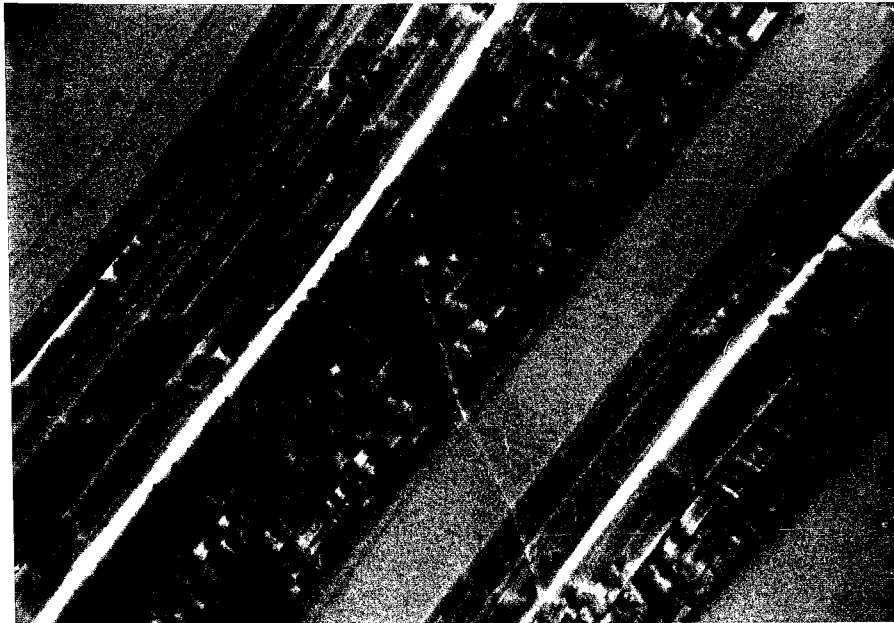
50 μ 

(d)

5 μ

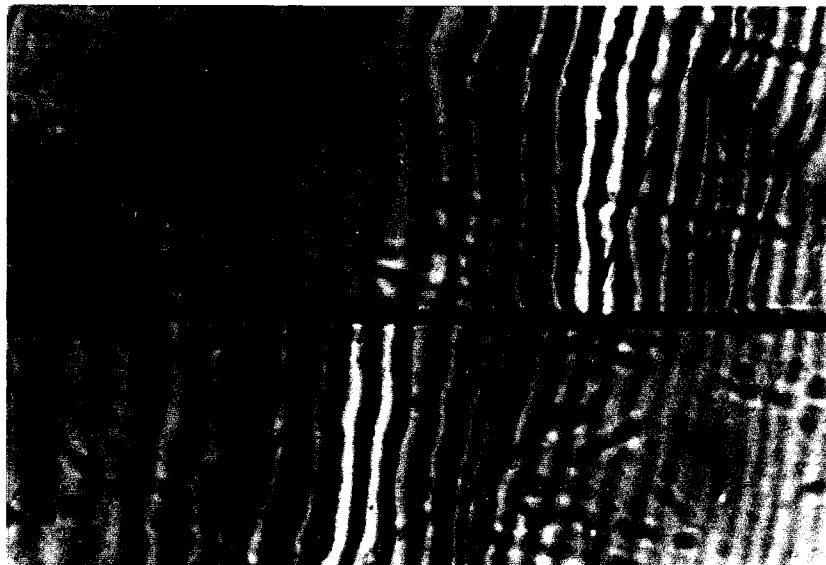
Fig. 4-6. Micrographs of primary deformation bands formed by 5% tensile strain at -74°C .

- a) Scanning electron micrograph of deformation bands.
- b) Enlarged scanning electron micrograph of deformation bands (rough parts).
- c) Optical micrograph of α -martensite in deformation bands revealed by polishing and etching.



20 μ

Fig. 4-7. Scanning electron micrograph of primary deformation bands and conjugate slip line. The conjugate slip line was tilted at the interface of deformation band.



FUJICOLOR 74

0.1mm

Fig. 4-8. Interference micrograph of a deformation band.

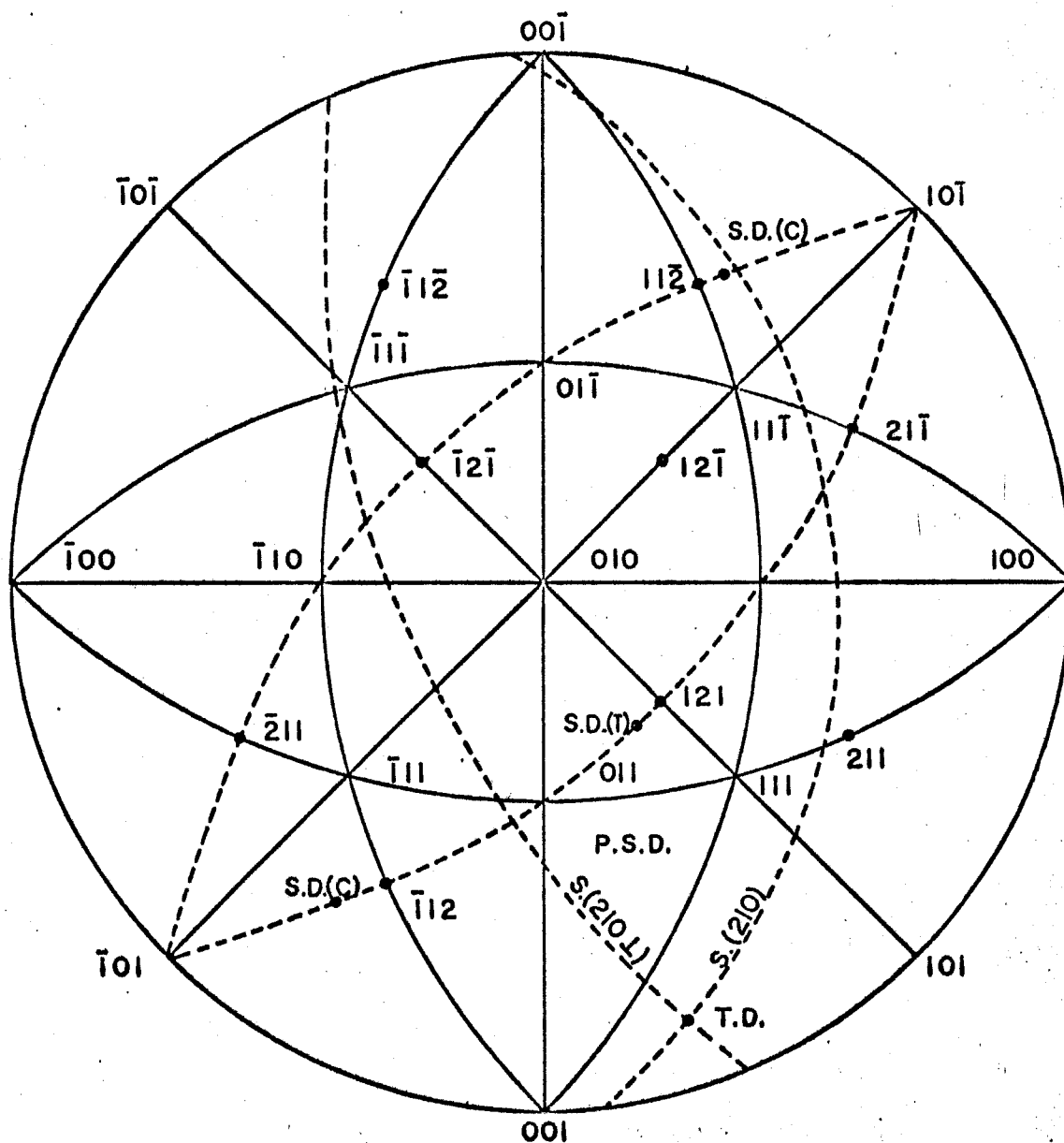


Fig. 4-9. Stereographic projections of the specimen orientation. Dotted lines represent $S.(210)$ & $S.(210\perp)$, (111) and $(\bar{1}\bar{1})$

- T.D.*: Tensile direction.
S.D.(T): Observed shear direction of deformation bands in the tension test.
S.D.(C): Observed shear direction of deformation bands in the compression test.
S.(210), S.(210 \perp): The surface of specimen.

Table 4-1. Schmid factors for the $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$ shear systems.

Shear plane	Shear direction	Schmid factor
(111) (primary)	[112] C.D.	-0.45
	[211]	-0.04
	[121] T.D.	0.40
(111) (critical)	[112] C.D.	-0.46
	[211]	0.14
	[121]	0.20
(111) (conjugate)	[112]	-0.39
	[211]	0.30
	[121]	-0.06

T.D.: Observed shear direction at tension.

C.D.: Observed shear direction at compression.

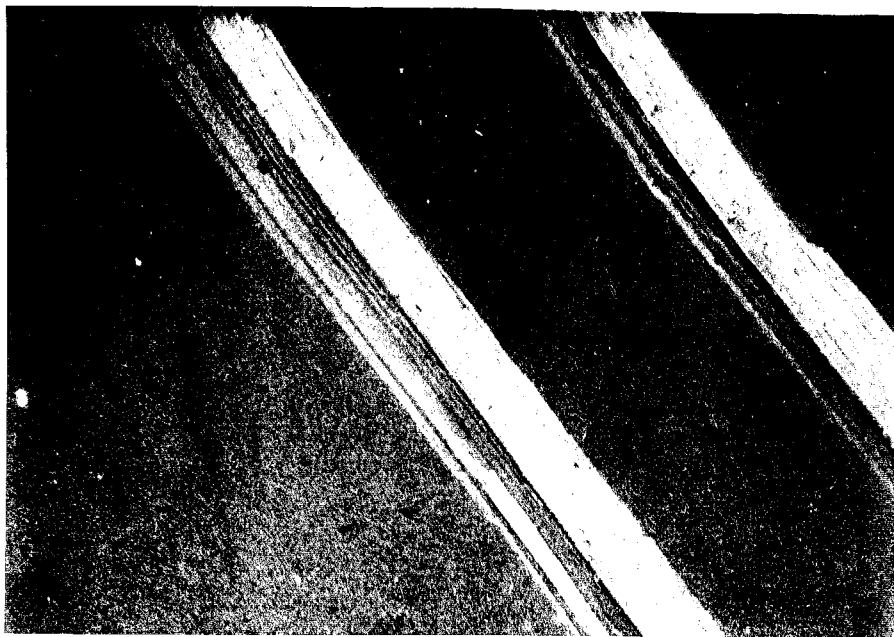


Fig. 4-10.(a)

40μ

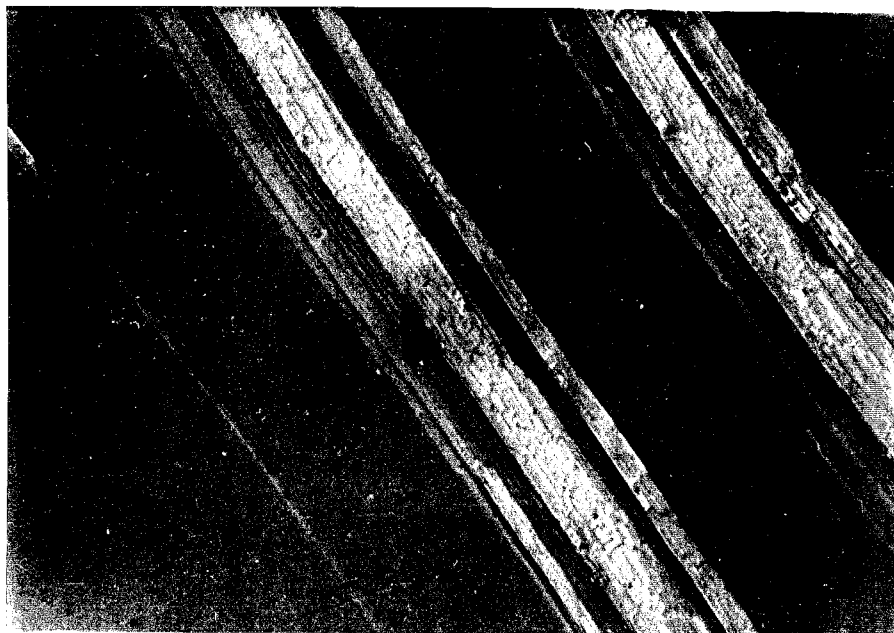
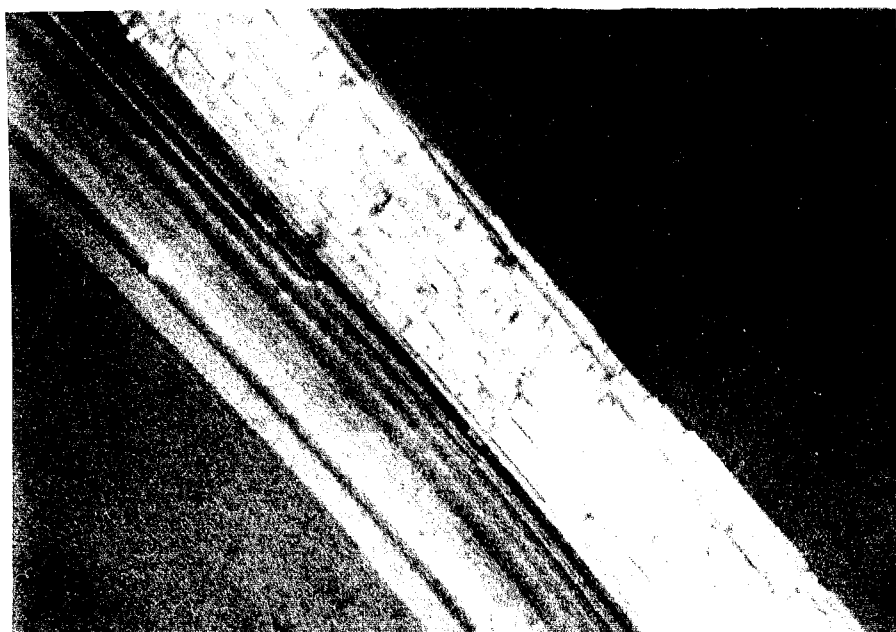


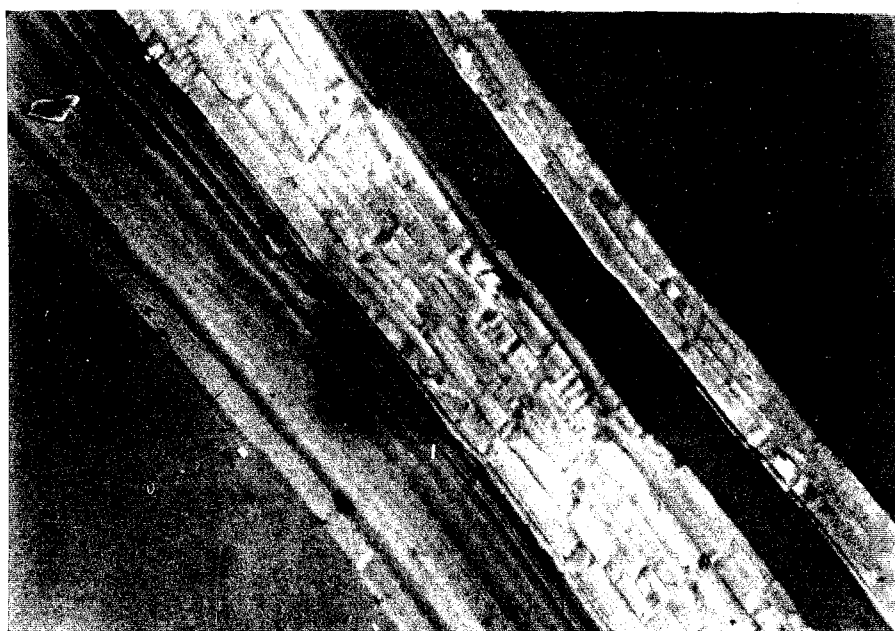
Fig. 4-10.(b)

40μ



(c)

20μ



(d)

20μ

Fig. 4-10. Scanning electron micrograph of deformation bands

(a) formed by 2% tensile strain at -74°C .

(b) formed by 2% elongation and 2% compression at -74°C .
The same area of (a).

(c) enlarged micrograph of (a).

(d) enlarged micrograph of (b).

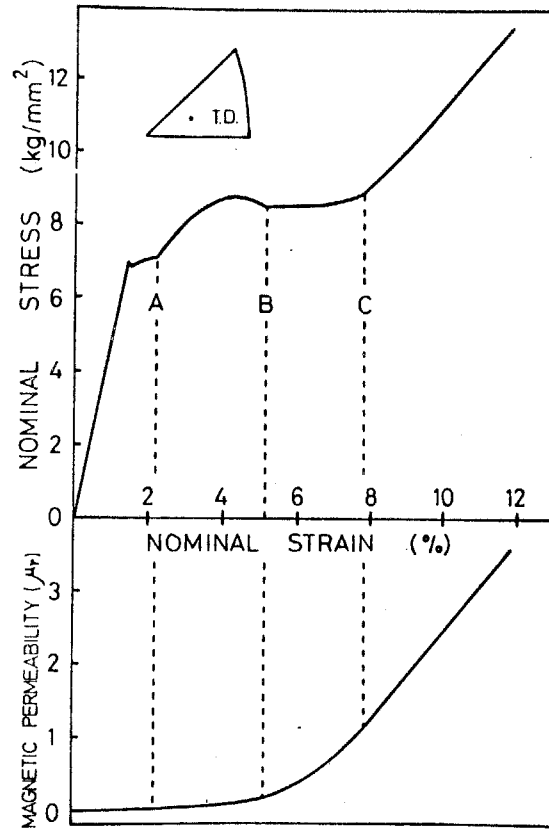
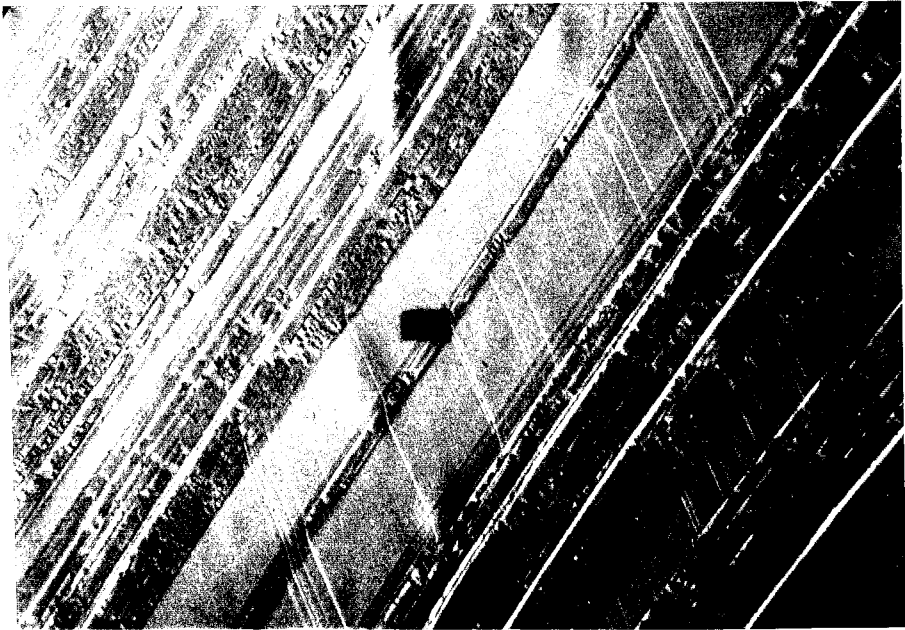
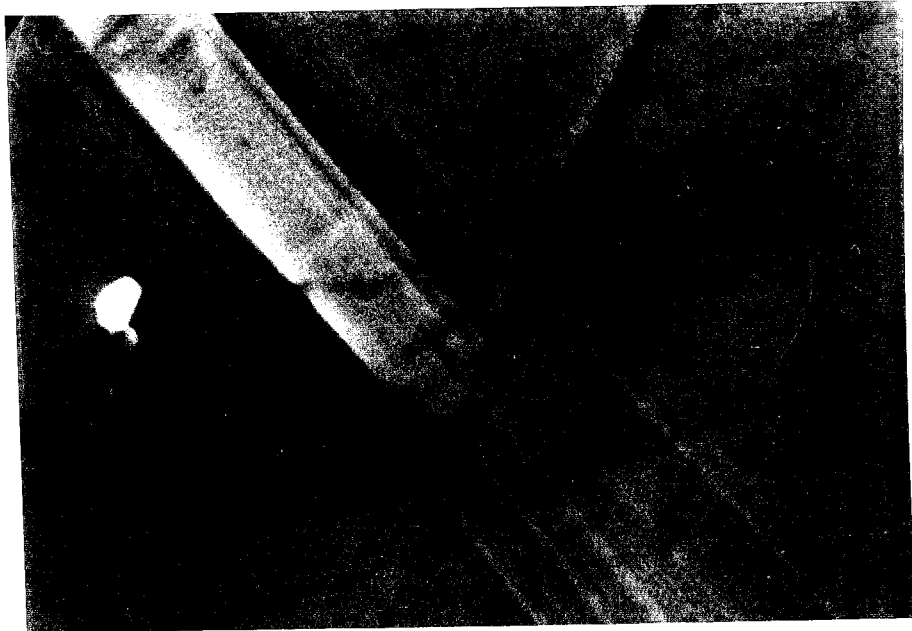


Fig. 4-11. Detailed stress-strain diagrams and change of magnetic permeability of 18-14 stainless steel single crystals. at -74°C .



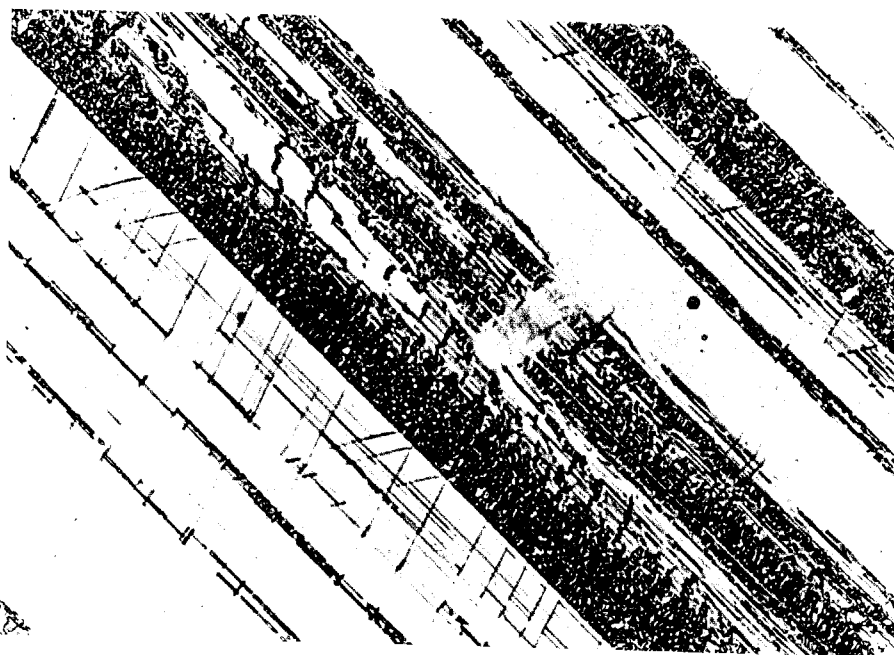
(a)

50 μ



(b)

5 μ



(c)

50 μ

Fig. 4-12. Micrograph of primary and secondary deformation bands.

- a) Scanning electron micrograph of primary and secondary deformation bands formed by 10% tensile strain at -77°C
- b) Scanning electron micrograph of deformation bands showing that the secondary deformation bands hindered the growth of a primary deformation band.
- c) Optical micrograph of α -martensite in primary and secondary deformation bands revealed by polishing and etching.

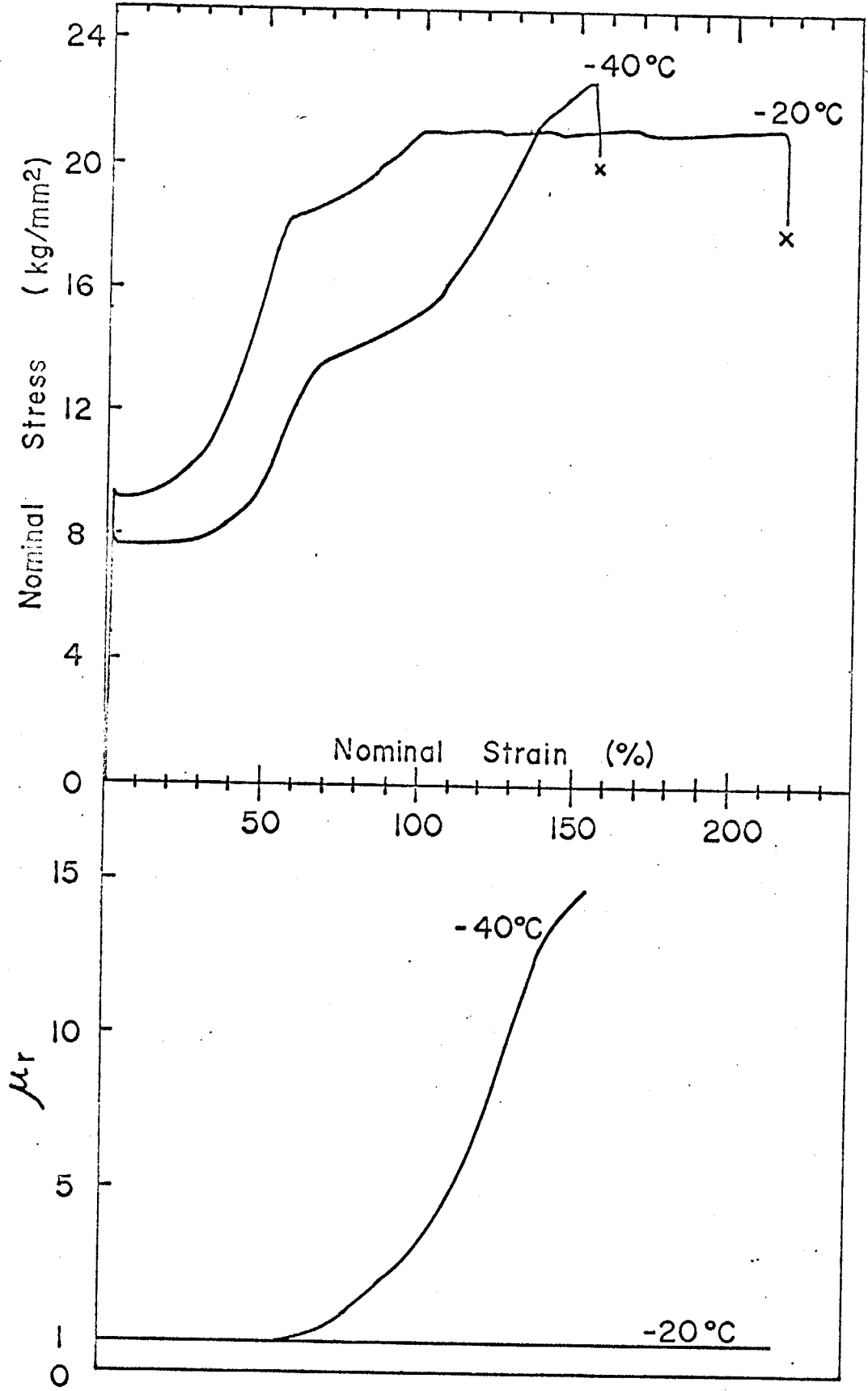


Fig. 4-13. Stress-strain diagrams and change of magnetic permeability of 18-14 stainless steel single crystals at -20° and -40°C.

第5章、応力誘発 γ -マルテンサイトの母相となす方位関係に対する外力の影響

5-1. 緒言

マルテンサイト変態を特徴づけるものとして、(1) この変態は母相中の集団かつ系統的な原子の剪断移動によって生じるということがあげられる。同時にまた、(2) 発生するマルテンサイト結晶と母相結晶の間には特別な方位関係があることも確立されている。たとえば、FCC (γ) から HCP (ϵ) への変態は、庄司-西山 (S-N) 関係¹⁾ で記述され、FCC から BCC (α) への変態は、Bain²⁾, Pitsch³⁾, 西山⁴⁾, Kurdjumov-Sachs (K-S) 関係⁵⁾ で記述される。上の (1), (2) がもし互に関係していると仮定するなら、特別な方位のマルテンサイトの variant は特別な剪断系での原子移動によってもたらされたといえよう。実際、 $\gamma \rightarrow \epsilon$ 変態は、母相中の $\{111\}_\gamma \langle 211 \rangle_\gamma$ 剪断系¹⁾ での原子移動によって生じると考えられ、このことは第4章においても巨視的観察から理解することができた。 $\gamma \rightarrow \epsilon$ 変態では、単純な剪断系の働きによって発生した ϵ -マルテンサイトの方位が説明されることは、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態に際しても特別な方位関係を持つ α -マルテンサイトは特別な剪断系での原子移動によってもたらされるという上の仮定に現実的なひびきを与える。そしてこの仮定が実験的に検討でき得るという予想を与える。事実、後に述べるように、それを示唆する幾つかの報告もすでに発表されている。

第3章において、予歪を与えたオーステナイトステンレス鋼単結晶を単純冷却すると、発生するとおよび α -マルテンサイトの変態領域は互に平行であること、また、S-N関係、K-S関係を記述する $\{111\}_\gamma$ 面も互に平行であること、さらに、この $\{111\}_\gamma$ 面は、予歪を与えた時の入り様式と密接に関係していることを述べた。そしてこのことは、 α -マルテンサイトの発生にも、特別な剪断系での原子移動が存在しており、それが転位による残留応力または転位芯付近での原子配列によって助けられることを予想させた。

以上の一般的予想および第3章の結果からの予想は、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態を外力下で

行なわれしめ、いわゆる応力誘発マルテンサイトを作り、その中の α -マルテンサイトの variant に優先性があることを調べることによって確かめられると考える。すなわち外力の方向と向きを適当に変えて、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態を行なわれしめれば、その外力によって原子の剪断移動が助けられる α -マルテンサイトの variant が優先的に発生すると考えるわけである。そこで本章ではこのような試みを行なった実験結果について述べ、それから $\gamma \rightarrow \alpha$ の変態中の原子移動がいかなるものであるかを考えることにする。なおオ4章において、変態を伴う塑性変形中に現われる変形帯の表面観察結果を示したが、その中に存在する α -マルテンサイトの形態は、限られた分類の中に入ることがわかる。マルテンサイトの現象論で議論されるように α -マルテンサイトの形態もまたその方位と関連づけられると仮定するならば、この結果は、本章で行なう実験およびその解析が可能であることを強く示唆する*。

外力や内部応力の存在が母相 γ より発生する α -マルテンサイトの方位関係や分布(優先性)に影響していることを報じた文献もすでに幾つかある。たとえば、Fe-Ni 合金単結晶において、Bogers は圧縮試験を行ない、発生した α -マルテンサイトの方位をX線⁶⁾で調べており、特別な方位の α -マルテンサイトができることを報告している。Jesserらもまた鉄を銅やニッケル薄膜^{7), 8)}上へ蒸着し、薄膜上に発生したマルテンサイトを研究している。その結果応力存在の効果により、特別な方位のマルテンサイトが発生することを明らかにしている。しかし、薄膜を用いた研究によってでは、大きな結晶に発生するマルテンサイト変態を代表させることはできない。文献6~8の実験結果の特徴は、Bain または Pitsch 関係という、極めて対称性のよい方位関係が現われていることである。このことは使われた結晶と応力付加方法が対称性がよかったことによ

* α -マルテンサイトと母相との方位関係は、マルテンサイトの現象論においても論じられる。その時、数学的処理手段として、格子不変変形なる剪断系の働きを考える。本章で問題とする $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態中に働く剪断系は、現象論のそれとまったく異なる。現象論における格子不変なる剪断系の働きは、格子形を変えない塑性変形であるのに対し、本章で考える $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態中の剪断系の働きは、格子形を変える剪断変形である。なお本章においては、現象論的 approach はとらない、その理由は後に述べる。

っていそうである。 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態で、一つの特別な剪断系による原子移動が重要な役割を果たすと考えるならば、むしろ対称性のよくない応力を試料にかけた場合の方が、そのような剪断歪を推定する実験方法として適しているはずである。このような動機をもったか否かはわからないが、Stoneも、非対称な外力をオーステナイトステンレス鋼単結晶に加えて、発生する α -マルテンサイトのいろいろな variant の方位をX線(集合組織解析装置)によって決定し、各 variant の占める割合を報告している。彼の報告では外力のかけ方が、何ゆえ測定された variant の占める割合に影響するかの検討がなされてない。さらにまた、X線による解析は、一つ一つの variant を分離識別することもしない。これは後に述べるような、一つ一つの variant の位置を識別したことによ、て得られる有益な情報を落してしまう。

よって本研究では、オーステナイトステンレス鋼単結晶に対称性のよくない外力を付加し、発生する α -マルテンサイトの variant を電子顕微鏡、電子回折によって調べ、一つ一つの variant の位置を識別して観察することを試みた。またできるだけ多くの variant を調べることによって、分布も決定し、観察結果が試料全体の性質を代表できるようにする注意も払った。マルテンサイト変態中の原子移動は、⁽¹⁰⁾ じりの場合と異って、単一方向性(unidirectional)を持つこともわかっている⁽¹⁰⁾ので、同一方位の試料に対し、引張りと圧縮を行ない、単一方向性を持つ変態中の原子移動が、生じた α -マルテンサイトの分布に及ぼす影響も調べた。また塑性変形によって発生する内部応力等、性格のはっきりしない応力の効果をできるだけ除くため、本研究においては、試料には約2%の塑性歪を与えるにとどめた。また外力付加効果は、変態の化学的駆動力の小さいMd点で最も著しいと考えたので、詳しい電顕観察は、Md点で変態した試料で行なったが、外力付加の温度の影響も調べた。後に述べるように、本研究によって得られた結果は、オーステナイトステンレス鋼の γ 相より α -マルテンサイトが発生する時は、 $\{111\}_f <211>_f$ 系の剪断的変形が、その変態の臨界的な段階になっていることを示している。

なお本章の主なる目的は、 $\gamma \rightarrow \alpha$ マルテンサイト変態における原子移動の臨界段階を議論することにあつたが、実験方法の関係で、変形帯全般およびその構成物についても知見が得られた。したがつて、本章は、 α 4章に記した、変態の塑性挙動に及ぼす影響を、微視的な立場から検討したものともなっている。また構成体の一つ一つについても、興味ある結晶が得られたので、これについても記すことにする。

5-2. 実験方法

外力付加のもとにマルテンサイト変態を発生させる試料は、引張または圧縮試験を -70°C から -30°C で単結晶にほどこすことによつて作った。与えた歪量は2%である。したがつて、Md 点は2%の塑性歪で定義される。引張、圧縮試験、および試験以前の試料の調製方法は、 α 4章とまったく同じである。ただし圧縮試験は $1.5 \times 3 \times 3 \text{ mm}$ の寸法の試料を作つて行なつた。歪を与えた後、表面観察、および研磨腐食後の光顕観察を行なつた後、 α 3章に述べた方法により、透過電顕観察用薄膜試料を作つた。方位関係をできるだけ正確に決定する実験では、変形帯にほぼ平行になるような薄膜試料を作つたが、他の場合には、試料板面に平行な薄膜とした。なお Fig. 5-1 に、本章で述べる実験に用いた試料に荷重を与える方向（引張または圧縮方位）と、試料の板面方向を与えてある。用いた電子顕微鏡は、 30° 傾斜装置付、J E O L 社製加速電圧 150 kV のものであつた。

5-3. 実験結果

5-3-1. 外力付加のもとで生じたマルテンサイトと母相との方位関係

2%の塑性歪を与える外力付加条件のもとに生じるマルテンサイトは、 α 4章で述べたように、明瞭な変形帯の中に存在する。Fig. 5-1 の方位を持った試料では、変形帯は、引張試験では $(1\bar{1}\bar{1})_f$ 面に平行に発生した。また圧縮試験では、 $(1\bar{1}\bar{1})_f$ 面に平行な変形帯の他に、 $(111)_f$ 面に平行な変形帯も生じ

た。変形帯の電顕写真を、 -40°C で引張変形を加えた試料について Fig. 5-2 (a), (c), (d) に示す。Fig. 5-2 (a) ではラス状 α -マルテンサイトの他に、変形帯に平行な lamella が見られる。Fig. 5-2 (c), (d) は、この lamella を同定するためにとった暗視野像である。この時試料を適当に傾斜させ、Fig. 5-2 (b) のように、電子線を $[\bar{1}01]_f$ に平行にし、制限視野回折像をまずとって、lamella の中には γ -双晶、 ε -マルテンサイトがあることを確認した。次に双晶からの $(111)_f$ 回折線、および ε -マルテンサイトからの $(101)_h$ 回折線を使って暗視野像をとった。なお α -マルテンサイトの同定法については後に詳しく述べる。

このように、変形帯の中には α および ε -マルテンサイト、 γ -双晶があったが、これらは本研究の実験条件ではいつも共存していた。しかし、 ε -マルテンサイトと γ -双晶の量は、互に相補的であって、たとえば引張荷重を与えた場合、 -40°C では γ -双晶の方が多かったが、 -74°C では γ -双晶はほとんど見られなかった。

次に α -マルテンサイトと母相との方位関係について述べる。本研究に用いたオーステナイトステンレス鋼のように積層欠陥エネルギーの低い材料では、 α -マルテンサイトと母相との間の方位関係は、Kurdjumov-Sachs (K-S) に近い関係であり、しかも Kelly によると一つの $\{111\}_f$ 面に平行に層状に発生した α -マルテンサイトは6種の K-S variant であって、これらの $\{110\}_b$ 面は、この $\{111\}_f$ 面と平行の関係にあることもわかっている¹¹⁾。オ3章で述べたように室温で予歪を与えた試料中に群をなして存在する(帯状に現われる) α -マルテンサイトについても、以上のことは確認されているので、変形帯の α -マルテンサイトもそのような特性を持つと予想した。

Fig. 5-3 は -74°C での引張試験で変形帯を発生させた試料の変形帯の電顕写真である。入射電子線は、変形帯にほとんど垂直にしてある。さらにこの試料を菊池線を利用して、電子線が $(\bar{1}1\bar{1})_f$ 面と正確に垂直になるように傾けて制限視野回折像をとった。こうして Fig. 5-3 に見られる4つの α -マルテン

サイトの方位を決定し、母相との方位関係を求めて、 α -マルテンサイトと母相の格子関係を求めたが、その結果は $K-S$ 関係⁵⁾で最もよく記述されることがわかった。すなわち、 α -マルテンサイトについては、

$$\{110\}_b // \{111\}_f, \{111\}_f \text{面上で } \langle \bar{1}\bar{1}1 \rangle_b // \langle 1\bar{1}0 \rangle_f$$

($\pm 1.5^\circ$ 以内)

である。同時にまた、 ε -マルテンサイト¹⁾についても方位関係を求めたが、それは $S-N$ 関係、

$$\{0001\}_h // \{111\}_f, \langle \bar{1}100 \rangle_h // \langle 11\bar{2} \rangle_f$$

であった。なお以上の実験精度は $\pm 1/4^\circ$ である。ここで重要なことは、これらの方位関係を記述する、 $\{111\}_f$, $\{110\}_b$, $\{0001\}_h$ 面は、変形帯全体に平行な $\{111\}_f$ 面と平行なことである。

この結果、以後本章においては、 α -マルテンサイトは $K-S$ の関係、 ε -マルテンサイトは $S-N$ の関係を持つと考えて透過電顕観察を行なうことにした。Fig 5-4は以後の解析に用いた図である。この図は試料面をステレオ投影面として、結晶学的に可能な24種の $K-S$ variantのうち、 $\{110\}_b$ が $(\bar{1}1\bar{1})_f$ 面と平行な関係を持つ variant 6種のいろいろな方位を同時に投影したものである。各 variant の記号は Table 5-1にあげてある。

Fig. 5-4を利用すれば、試料面に平行に採取した薄膜を傾けて、 $(\bar{1}1\bar{1})$ 変形帯中に存在する任意の α -variantの回折像を得ることができ、これを使ってその暗視野像がとれる。これをすべての α -variantについて繰返せば、一つ一つの α -variantの位置と、同一のvariantに属する α -マルテンサイトの分布(傾度)が決定されるわけである。Fig. 5-5 (a), (b), (c), (d)は実際に利用した、試料を傾けて得られた各 variant からの回折像である。以下に示す α -variantの電顕暗視野像は、 $\{110\}_b$ によるものを用いている。

なお、すでに一つの変形帯中には、変形帯と平行な $\{111\}_f$ 面を K-S 関係の $\{111\}_f$ 面とする 6 種類の α -variant しか存在しないことがわかっているので、上の操作は、一つの変形帯については 6 回以下しか必要はなかった。以下は上の実験を行なって得た結果である。

5-3-2. 引張変形により発生した α -マルテンサイトの分布.

まず外力効果の最も大きい Md 点で発生した α -マルテンサイトについての観察結果を述べる。Fig. 5-6, Fig. 5-7, Fig. 5-8 は -40°C での引張荷重のもとで発生した変形帯の透過電顕写真である。それぞれ (a) は明視野像, (b) ~ (f) は、それぞれ異った α -variant からの $(110)_b$ 回折線による暗視野像である。これらの電顕像から、各々の α -variant を色分けによって容易に判別し得るようにしたのが (g) である。このようにして判別した α -variant の数は約 300 個であって、その分類、現われた頻度を Table 5-1 に示す。Figs. 5-6, 5-7, 5-8 および Table 5-1 から次のことがわかる。

(1) 観察された α -マルテンサイトの $\{110\}_b$ 面と $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_f$ 面が平行な variant は 6 種であるが、わずかの α -variant を除いて特に 1-6, 1-3, 1-5, 1-2 の 4 種の variant が大部分を占めている。なお X 線によって、ステンレス鋼において得られた Stone の結果とこれらは同じ傾向を示している。⁹⁾

(2) 互に双晶関係の α -マルテンサイト variant, たとえば 1-6 と 1-3 および 1-5 と 1-2 は、互に隣り合って発生しており、1-6 と 1-3 の双晶の variant はほとんど同じ頻度で観察されている。双晶関係にある 2 つの variant が互に隣り合って発生しやすい傾向のあることは Kelly らによっても報告されている。¹²⁾

上の観察結果 (1) は α -マルテンサイト variant の中で外力により特に誘発されたものが発生したことを表わしており、(2) はある種の variant は外力よりもむしろそれ以前に発生したマルテンサイトにより生じた内部応力によって誘発されたもの (局所的な連鎖的発生) であることを示している。

同様の観察を -50°C と -74°C で引張変形させた試料についても行った。その結果、温度が低くなるにしたがい variant 1-1~1-6は均一に発生するようになる。これは低温になる程 γ は過冷され、 $\gamma \rightarrow \alpha$ への変態の化学的駆動力が大きくなること、および低温程 α -マルテンサイトの連鎖的発生の頻度が高くなることの結果と考えられる。

5-3-3. α -マルテンサイト変態に対する引張と圧縮荷重の効果の比較.

Md点、 -60°C での圧縮変形によって発生した α -マルテンサイトは、マルテンサイトの $\{110\}_b$ 面が $(\bar{1}1\bar{1})_f$ および $(111)_f$ 面と平行な variant であって、計12種類観察された。しかし $(\bar{1}1\bar{1})_f$ 面と $(111)_f$ 面とは、試料板面の対称性が良かったために電顕のもとでは区別することはできなかった。表面観察でも $(\bar{1}1\bar{1})_f$ および $(111)_f$ 面に平行な変形帯の存在が確認されたが、 $(\bar{1}1\bar{1})_f$ 面に平行な変形帯の方が数が多かった。電顕試料でも、二つの変形帯のうち一種類の方が頻度が大きく現われた。そこで仮に頻度が大きく現われた変形帯を $(\bar{1}1\bar{1})_f$ 変形帯と考えることにし、電顕観察はそれらの変形帯に限って行なうことにした。

Fig. 5-9 (a) は、そのような変形帯の明視野像の一例である。また、Fig. 5-9 (b) は暗視野像から決定した Fig. 5-9 (a) の各 α -variantを区別した写真である。Fig. 5-9 (a), Fig. 5-9 (b) のような電顕像からどの variant に属するか調べた α -マルテンサイトの数は約100個であった。Table 5-1に、これらのマルテンサイトの分布頻度を示す。なお、観察した変形帯が $(111)_f$ 面に平行である可能性もあったが、その可能性が正しい場合のマルテンサイトの現われる頻度は、Table 5-1の中のかっこ内の数字で表わしてある。かっこをつけてない数字は、変形帯を $(\bar{1}1\bar{1})_f$ 面と考えた場合であるが、どちらが正しかったとしても本章での結論、すなわち、 α -マルテンサイトが現われる時の臨界段階の剪断変形についての結論には変わりはない。

Figs. 5-6, 5-7, 5-8 と Fig. 5-9 を比べ、Table 5-1 の整理結果を見てわかることは、引張変形と圧縮変形とでは、異った α -マルテンサイトができやすいということである。たとえば、引張試験では実際には発生していないといえる、1-1, 1-4 の variant が圧縮試験では最も頻度大きく現われている。また引張変形で最も多く現われた、1-3, 1-6, の variant は、圧縮変形ではまったく現われてない。この事実は、引張の外力と圧縮の外力がマルテンサイト変態に対し大きく影響することを示している。このことは Burgers と Klostermann により指摘されたように、¹⁰⁾ 変態を生ずる変形方向は不可逆的であることを検証したことになるかと考える。この理由は後に明らかになる。

5-4. 検討

本研究に使用した材料のように、 α および ε という二種のマルテンサイトがある材料では、 α -マルテンサイトの生成が ε -マルテンサイトを經由するという議論がよく行なわれる。これは ε および α -マルテンサイトの量の間に相関がある¹³⁾ ということが重要視されたり、電顕観察によって α -マルテンサイトはそれに接した ε -マルテンサイトと共存することがある¹⁴⁾ ことがわかっているからである。時には、二つの ε -マルテンサイト、 γ 相、 γ -双晶の交叉点に α -マルテンサイトが生じると主張される^{15), 16)}。しかし、ほとんど同一の観察結果から、 α -マルテンサイトの発生によって生じた内部応力のために、 ε -マルテンサイトがその周辺に発生したと結論する者も¹⁷⁾ いて、簡単には上のような主張が確定されるものではない¹⁸⁾。本研究でも、多くの α -マルテンサイトのまわりには ε -マルテンサイトが存在していることを示す電顕写真が得られている。しかし、それを根拠に α -マルテンサイトの発生が ε -マルテンサイトを經由したかどうかという議論を行なうつもりはない。それは次の理由による。もし上のような議論を $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態において考えなくてはならないなら、それは ε -マルテンサイトに固有な原子配列を、 $\gamma \rightarrow \alpha$ への変態における必要な原子配列変化の

中間段階としてとらえるか、または ϵ -マルテンサイトの発生によって生じた内部応力の間接効果を考えることによつてとらえるということになる。しかし、本研究の結果によれば、引張荷重のもとで発生する α -マルテンサイトは、 ϵ -マルテンサイトおよび γ -双晶という、二つの異つた原子配列を持つ構成物と共存していた。しかも -40°C では、 γ -双晶の方が多く、 -50°C では ϵ -マルテンサイトの方が多くなり、 -74°C ではほとんど ϵ -マルテンサイトとなつていた。このことは、 $\gamma \rightarrow \alpha$ への変態で、 ϵ -マルテンサイトに特有な原子配列を中間段階として考える必要がないことを示している。板状に発生した ϵ -マルテンサイトおよび γ -双晶のまわりの内部応力は、外力と同一の性格のものである。したがつて、特に ϵ -マルテンサイトまたは γ -双晶による内部応力の役割を重要視する必要がないと考えるわけである。

第4章においては、 $\gamma \rightarrow \epsilon$ への変態は $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$ 剪断によつて起こるということをも基本にして、変形帯の剪断変形の方角、降伏強度の逆温度依存性、S-D効果¹⁹⁾を議論した。 $\gamma \rightarrow \alpha$ への変態においても、Bogers-Burgers⁵⁾による二重剪断機構¹⁹⁾、およびKurdjumov-Sachsによる剪断機構⁵⁾が提案されており、これらは共に $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$ 剪断系での剪断変形を $\gamma \rightarrow \alpha$ への変態に必要なものと考えている。そこでまず、外力効果を $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$ 剪断系の剪断変形を外力が助けるかどうかということから検討することにした。特に以下ではBogers-Burgersによる2つの $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$ 系の剪断系による変態機構を問題としてみる。Table 5-2はFig. 5-1にその方位を示した本実験に用いた試料の $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$ 剪断系のSchmid factorである。 $\gamma \rightarrow \alpha$ への変態でも $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$ 方向の剪断は一方にのみ可能であり、逆方向には不可能なので、Table 5-2の各Schmid factorには符号をつけてある。(+)と(-)の符号は、それぞれ引張変形と圧縮変形時に剪断が可能な方向を表わす剪断系を示している。

Bogers-Burgersによる二重剪断機構では、二つの $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$ 剪断系が共に働く。どちらの剪断系が先に働くとか、または同時に働くという

ことはおそらく変態時に存在した応力によるのであろう。対称性の良い方向から外力を付加した Bogers の実験⁶⁾では、特にどちらの剪断系に優先性があるということはないので、二つの剪断系が同時に働いたらしく、対称性のよい α -マルテンサイトができています。本研究では対称性の悪い外力を付加しているので、一方の剪断系に優先性が生じ得る。そこで、Bogers - Burgers の二重剪断機構に必要な二つの $\{111\}_f <211>_f$ 剪断系のうち、一方を σ_1 剪断系、もう一方を σ_2 剪断系と名づけて区別することにした。そして σ_1 剪断系が働いた後、これと組み合わせられる適当な σ_2 剪断系が働いて、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態での原子配列変化が完了すると考えた。さらにまた次のような仮定をおいた。すなわち、「 σ_2 剪断系が起こる時、 σ_1 剪断系の剪断面は固定され、かつ、 σ_1 剪断面と σ_2 剪断面に共通な方向も固定される。」と仮定した。この仮定に基づき、Table 5-2 に列挙した、種々な剪断系を、 σ_1 剪断系および σ_2 剪断系としても $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態が生じた時に現われるすべての α -マルテンサイトの variant を並べたものが Table 5-1 に示してある。なお、Table 5-1, Table 5-2 には、Thompson tetrahedron²⁰⁾ による記号を使って、剪断方向を表わすことをして、記号の煩雑さをさけてある。たとえば、Fig. 5-10 に示すように、今 σ_1 剪断が α 面 $-(111)_f$ 上で $D\alpha$ の方向に起こり、 σ_2 剪断が β 面 $-(\bar{1}11)_f$ 上で $C\beta$ の方向におき、この時 α 面と、 α 面と β 面に共通な CD 方向が固定されるならば、Table 5-1 の 1-6 の variant ができる。同様にして σ_1 剪断が α 面上の $C\alpha$ 方向に起こり、 σ_2 剪断が β 面上で $D\beta$ 方向に起これば、Table 5-1 の 1-3 の variant が生じる。なお、Fig. 5-10 より 1-6 と 1-3 の二つの variant は互に双晶の関係にあることがわかる。

σ_1 剪断が起こった後の原子移動は自動的に生じ、 σ_1 剪断こそ外力に助けられると考えると、Table 5-1 と Table 5-2 の Schmid factor の値より、試料に引張荷重および圧縮荷重を与えた時に発生が予想される variant を推測することができる。すなわち引張荷重をかけた時には 1-6 と 1-5 の発生が予想され、圧縮荷重をかけた時には 1-1 と 1-2 の発生が予想される。

Table 5-1の最右欄に示した実際に観察された α -variantを、以上の期待される α -variantと比べてみる。 -40°C での引張荷重下で発生した α -マルテンサイトは、少数を除いて上の期待通りのものと、それらと双晶関係にあるものとなっていることがわかる。同様なことが -60°C における圧縮荷重下で発生した α -マルテンサイトについてもいえる^{*}。なお、Table 5-2でわかるように、 $(\bar{1}1\bar{1})_f [1\bar{1}2]_f$ 剪断系と $(111)_f [\bar{1}\bar{1}2]_f$ 剪断系はほとんど同じ Schmid factor を持っているので、 $(111)_f [\bar{1}\bar{1}2]_f$ 系も α 1剪断系として働く可能性がある。このとき期待できる α -マルテンサイトは、2-1, 2-2 variant である。そしてこれらは $(111)_f$ 面に平行な変形帯中に存在するはずである。 $(111)_f$ 面に平行な変形帯も認められたが、すでに述べたように、Table 5-1に実測された α マルテンサイトの頻度を与えた時は、変形帯を $(\bar{1}1\bar{1})_f$ 面に平行なものと仮定してしまった。もし仮定が正しくないなら、圧縮で生じる α -マルテンサイトの頻度は、Table 5-1のからこ内に与えたものとなる。こうしても圧縮荷重下で現われた α -マルテンサイトは、 α 1剪断が外力で助けられると考えたことから期待されるものおよびそれらの双晶になっていることに注意したい。

以上の結果は α 1剪断が $\beta \rightarrow \alpha$ 変態への原子移動の中で臨界的な段階となっていて、外力がこれを助けるならばその変態は容易に進行するということを支持している。しかしこのためには、外力の存在のために最も発生が期待できる α -variantと双晶関係にある α -variantがなせ頻度大きく現われ、そのための α 1剪断は決して外力に優先的に助けられたものでなかったことを議

*なお、試料板間の対称性のためと、電顕傾斜装置(最大 30°)の制約のために、互に双晶関係にある1-1と1-4のvariantは区別することができなかった。そのためTable 5-1には、1-1, 1-4をまとめて発生頻度を与えておいた。他の双晶関係にあるvariantすなわち1-2と1-5、および1-3と1-6は同じ頻度で現われ、その発生位置にも相関があった。このことからTable 5-1に与えた1-1と1-4の発生頻度は、片一方にかたよったものでなく、大体同じ頻度に分けられるものであり、またそれらの発生位置にも互に相関があったと考えているが、これは合理的であろう。

論しなくてはならない。本研究では、この説明を次のように考える。すなわち Fig. 5-10 に示したように、互に双晶関係にある α -variant は、本体は正反対の向きの剪断によって生ずる。このことは、双晶関係にあるものが同時に存在すれば、変態によって生じた内部応力を最も減らす効果を生ずることを意味する。このためには、両者が接近して存在する必要もあり、そのようなことは頻繁に見られた。もちろん互に双晶関係にある二つの variant が同時に発生すると考えるより、外力にその片 1 剪断が助けられるものがまず発生し、そのために生じた内部応力が、それと双晶関係にあるものの発生を助けたと理解すべきである。すなわち局所的連鎖反応によって、双晶関係にある variant ができたと考えるべきであろう。双晶関係にある α -マルテンサイトの variant が対になって存在していることは、それらの変態歪が試料全体の塑性歪にはあまり寄与しないことを意味する。このことが才 4 章で述べた、変形帯の変形はその中に存在する α -マルテンサイトにはほとんど依存しないことも説明する。

以上の議論の結論を、その重要性からもう一度繰返す。「 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態に際しては、 $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$ 剪断系による原子移動が臨界的な段階になっている。それに続く変形は自動的に進む。」 Dash 等も、Fe-Ni 合金の単純冷却によって生じたマルテンサイトを電顕で観察し、微小なマルテンサイトは $\{111\}_f$ 面と平行になることから、 $\gamma \rightarrow \alpha$ マルテンサイト変態は $\{111\}_f$ 面上の剪断²¹⁾によって始まると主張している。

単なる原子配列の変化のみを考えれば、双晶関係にある 2 つの α -variant は、地の双晶関係にあるところから発生したという議論が出ておかまわないだろう。実際に、 -40°C では γ -双晶も多かった。しかし -74°C での引張荷重下でも双晶関係にある variant が同じ頻度で発生しており、この時変形帯の中は α と ϵ -マルテンサイトにより占められており γ -双晶は無視できるほど少ないことはすでに述べた。このことより、双晶関係の variant が γ -双晶より発生したと考えるのは妥当でないだろう。なお Md 点以下になると低温程、片 1 剪断を外力が助けるということから期待される variant やそれと双晶関係にある

variant 以外の variant も発生頻度が増す。このことは低温になる程変態が過冷されており、変態の化学的駆動力が増加し、外力効果すなわち機械的駆動力が相対的に減少する結果と思われる。

以下に Olsen と Jesser¹²⁾ にならって、24種の K-S variant おのおの Bain²³⁾変形と外力との相互作用エネルギーについて簡単な検討を行なってみた結果を述べたい。Table 5-1に、単位体積の母相が、試料の引張(圧縮)方向に単位の引張応力をかけた状態のもとで、Bainの変形で記述される変態歪を伴って α -マルテンサイトになった時の外力と α -マルテンサイトの相互作用エネルギーを示す。Bain変形全体を考える限り、負の相互作用エネルギーを持つ variant は引張荷重下で優先し、正の相互作用を持つものは、圧縮荷重下で優先することになる。たとえば引張において、Table 5-1の variant 4-5と3-6は、1-6や1-5とほとんど同じ相互作用エネルギーを持つ。その違いは5%以内である。しかし、後の二つの variant が引張時に多く発生していたのに対し、前の二つの variant は観察されなかった。Bain変形は、 $\gamma \rightarrow \alpha$ への原子移動をまとめたものであって、実際には $\gamma \rightarrow \alpha$ への変態は、幾つかの段階に分かれて進むものであろう。本研究では、たとえばそれを Bogers-Burgers の二重剪断機構に分けて考えてきたのである。本章で仮定したように、もし一つの段階がおこれば次の段階は自動的に進行すると考えるならば、相互作用エネルギーは、応力下での特定の variant の優先的な発生を予測させるような measure とはならない。実際上に述べた相互作用エネルギーが負の大きな値を持つが観察されなかった variant は、本研究で $\alpha 1$ 剪断系と考えている $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$ 系 Schmid factor がほとんど0か負の値を持つことに注意したい。この結果は本研究の主張である $\alpha 1$ 剪断系として、 $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$ 方向の剪断がおこることが、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態にとって重要であることを支持するものであるといえよう。

なお $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態への剪断機構については Kurdjumov-Sachs⁵⁾は Bogersら¹⁹⁾と異った機構を提唱している。しかし Kurdjumov-Sachs らの変態機構にお

いても $\{111\}_\gamma \langle 211 \rangle_\gamma$ 剪断系の働きを考えており、彼らの機構を本章で採用したとしても本章の結論には変わりはない。

以上、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態機構の σ_1 剪断は $\{111\}_\gamma \langle 211 \rangle_\gamma$ 系であること、そして変態に際してその方向へ剪断変形することが臨界的な段階になることを結論してきた。 $\{111\}_\gamma \langle 211 \rangle_\gamma$ 方向への剪断は一方向性であり、逆方向へ剪断変形をすることはないと考えてよい。 γ -双晶が存在し、双晶面が σ_1 剪断面と一致しているならば、母相の剪断方向と γ -双晶の剪断方向とは正反対になる。このことは lamella 状の γ -双晶のまわりの母相内で、 σ_1 剪断が外力で助けられる α -マルテンサイトが発生しても、 γ -双晶の部分は、同一方位の α -マルテンサイトへ変わることがむずかしいことを予想させる。実際、Fig. 5-11 (a) に示すような場所で、 γ -双晶からの回折線を使って、Fig. 5-11 (b) の暗視野像をとると、 α -マルテンサイト中に、 γ -双晶が残っていて、 α -マルテンサイトへ変態してない状況が見られる。ただ、 α -マルテンサイト中に残った γ -双晶は、 α -マルテンサイトの生成に伴う変形によって、全体として大きく変形しているだけである。なお、互に双晶関係にある二種の α -variant が対になって存在しても、これは、片一方の variant は母相から生じ、もう一つの variant は γ -双晶から生じたということにはならないことをすでに結論した。Fig. 5-11 (b) のような電顕写真がしばしば見られるということは、この結論への支持であると考えられる。

なお、Stone により Fe-Cr-Ni と、Fe-Ni 合金⁹⁾における α -マルテンサイト variant の X線による観察がおこなわれている。Fe-Cr-Ni 系合金についての観察結果は本実験と良く一致する。しかし、Fe-Ni 合金についての観察結果は Fe-Cr-Ni 合金に関する結果とまったく異った variant の分布頻度を与え、本章で述べた $\gamma \rightarrow \alpha$ 機構では説明できないものである。この二種の合金の違いは積層欠陥エネルギーが異なるため、マルテンサイトが発生する段階で Fe-Ni 合金は、Fe-Ni-Cr 合金と異った原子の動きをするのではないかと考えさせる。しかし、Bogers-Burgers の二重剪断機構のきっ

かけとなった Bogers の実験は Fe-Ni 合金で行なわれている。また Dash 等が α -マルテンサイトの生成初期は $\{111\}_f$ 面に平行な剪断系での原子移動によると結論した根拠となった実験も、Fe-Ni 合金で行なわれている²¹⁾。さらに、剪断系については明言していないが、Magee の Fe-Ni 合金の $\gamma \rightarrow \alpha$ マルテンサイト変態の発生初期を問題とした電顕観察でも²⁴⁾、 $\{111\}_f$ 面に平行な微小な板状マルテンサイトの存在を確認している。このことは、 $\{111\}_f$ 面に平行な剪断が働いてマルテンサイトの核ができたと予想させるに十分である。したがって、Stone による Fe-Ni 合金の応力誘発マルテンサイトの分布頻度が、本研究の結論では説明できないことを、上のような皮相的な説明ですますわけには行かないように思われる。一つの可能性は、Stone の実験では、 α -マルテンサイトの成長時に外力効果が現われたとすることにある。本研究で採用した実験方法を使って、Fe-Ni 合金系の $\gamma \rightarrow \alpha$ マルテンサイト変態をもう一度検討することを提案したい。

マルテンサイト変態の研究の間でしばしば採用される、いわゆるマルテンサイトの現象論^{25), 26), 27), 28) (1~11)}なるものがある。それは確かに有用であろう。実際4章で問題とした変形帯の形態とその担う剪断変形の関連は、現象論の最も原始的な理解をもって説明できるものといえる。しかし、本章で $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態を特に考えた時、現象論による解析をとらなかった。それは以下の理由による。

オーに、現象論では晶界面が無歪、無回転となるように解析を進める。巨視的には単一界面となる、母相-マルテンサイトの境界ができる場合を除いて²⁶⁾、このことはマルテンサイトが偏平楕円体となっていることを必要条件としていふと考える。均一な変態歪（一般には eigen 歪）を持つオ二相は、非常に平べったい偏平楕円体をしている時のみ、そして、変態歪を記述する結晶軸と、楕円体の主軸がある特別な方位関係にある時のみ、変態歪が有限でも、ほとんどゼロの弾性エネルギーを生ずることがわかるからである²⁸⁾。ところが本章で示した電顕写真から、 α -マルテンサイトはラス状をしていて、偏平楕円体では記述できないものであることがわらう。このことは計算によって無歪、無回

転なる面を押し出しても、それを比較すべき観察結果が存在していないことを意味する。

オ二に、現象論では Bain 変形と格子不変変形とが重なって、マルテンサイトを全体として眺めた時には、大体均一とみなせる変形をしているものと考えられる。ところが、Fig. 5-11 (b) に例をあげたように、 α -マルテンサイトの中に残った γ -双晶の形の変化は、 α -マルテンサイトの変形 (形状変化) はかなり不均一なものである。このように、 α -マルテンサイトの中の変形が不均一であることを示す証拠はしばしば見られる。Fig. 5-12 は別の例である。これは -78°C での引張荷重下で変態した領域の明視野像で、 α および ε マルテンサイトが変態生成物となっている。Fig. 5-12 の中央に示した α -マルテンサイトの中には、 α -マルテンサイトができる以前からあった ε -マルテンサイトの debris が見られる^{*}。この debris の傾きは、debris 毎に異なっている。すなわち巨視的にも、 α -マルテンサイトの中の変形は不均一のように見える。以上の観察結果も、本研究において、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態に現象論を適用することを躊躇させた。

オ三の理由は、すでに緒言で脚註に述べたことと関連している。本章の主目的は、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態で格子形が変わる時の臨界的な原子移動を、変態におよぼす外力効果から探ろうとしたことにある。ところが現象論では、Bain 変形に、格子形を変えない変形が登場する。外力効果をこの変形全体に対して考えても、本章の意図とした原子移動は議論できないことはもちろんである。むしろ本章は、Bain 変形を剪断変形という素過程に分けて、どの素過程が臨界段階であるかを決めたことに対応していると言えよう。

*もしかしたら、この debris は、 ε -マルテンサイトそのものかも知れない。しかし、この写真をとる時、 ε -マルテンサイトからの回折像を使った暗視野像をとらなかつた。それゆえ、 ε -マルテンサイト自身か、debris かは、はっきりしない。しかし、地中に存在する ε -マルテンサイトへの連続性からいって、 α -マルテンサイトができる以前に、 ε -マルテンサイトがあった場所に現われていると考えることができる。 ε -マルテンサイトは、地中に存在する時、平行な platelet である。

5-5. まとめ

本章においては $\gamma \rightarrow \alpha$ マルテンサイト変態が特別な剪断系での原子の移動によりもたらされると考え、外力の方向および向きがマルテンサイト変態に及ぼす効果を調べた。そして特定の外力により起きる剪断系により誘発された各 α -マルテンサイト晶の variant の母相となす方位関係、分布および位置を透過電子顕微鏡により求めた。そして次の結果を得た。

- (1) α -マルテンサイトの variant の分布は加えられた外力の方向および向きに大きく依存する。
 - (2) 加えられた外力と発生した variant の種類の分布より、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態の臨界的段階は $\{111\}_\gamma \langle 211 \rangle_\alpha$ 方向の剪断系であり、この剪断が生ずれば、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態をするために必要な他の剪断は自動的に生ずることがわかった。
 - (3) 外力により最も誘発される α -マルテンサイトはその変態歪を打ち消すような双晶の関係にある variant と対になって発生する。
 - (4) α -マルテンサイトは、それと同時に γ -双晶あるいは ε -マルテンサイトが発生しても、発生する variant に変化はなく、 α -マルテンサイトが γ -双晶あるいは ε -マルテンサイトから発生したと考える根拠はない。
 - (5) γ -双晶はその周囲が α -マルテンサイトへ変態しても、 α -マルテンサイト中で γ -双晶として存在する。しかし、 γ -双晶は α -マルテンサイト変態時の剪断歪により曲げられ、その形態より、 α -マルテンサイトの格子不変歪は不均一であることがわかる。
 - (6) α -マルテンサイト中に、その変態以前に発生した ε -マルテンサイトの debris が存在し、それが一つの α 晶内で不均一に曲げられている部分が多く観察される。このことは(5)と同様、本研究に用いた材料に発生する α -マルテンサイトの格子不変歪が結晶内で不均一であることを示している。
- 以上が本章のまとめであり、本研究の目的である、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態の臨界的段階の剪断を求めたわけである。しかし、本章において「 $\alpha 2$ 剪断が起こる時、 $\alpha 1$

剪断系の剪断面は固定され、かつ α 1剪断面と α 2剪断面に共通な方向も固定される」と仮定してきた。この仮定は本研究においてはその正誤を確認することはできなかったが、本研究の実験結果は、この仮定により良く整理できた。

5-6. 参考文献

- 1) H.Shoji, Z. Krist., 77, (1931)381.
- 2) E.C.Bain, Trans. AIME, 70, (1924)25.
- 3) W.Pitsch, Phil. Mag., 4, (1959)577.
- 4) Z.Nishiyama, Sci. Rep. Tohoku Univ., 23, (1934)637.
- 5) G.Kurdjumov and G.Sachs, Z. Phys., 64, (1930)325.
- 6) A.J.Bogers, Acta Met., 10, (1962)260.
- 7) J.E.Matthew and W.A.Jesser, Phil. Mag., 20, (1969)999.
- 8) G.H.Olsen and W.A.Jesser, Acta Met., 19(1971)1009.
- 9) G.A.Stone, M.S.Thesis, University of California, Berkeley, 1971.
- 10) W.G.Burgers and J.A.Klosterman, Acta Met., 13, (1965)568.
- 11) P.M.Kelly, Acta Met., 13, (1965)635.
- 12) P.M.Kelly and J.Nutting, J. Iron Steel Inst., 197, (1961)199.
- 13) 西山善次, 鉄と鋼, 55, (1969)1041.
- 14) 西山善次, 清水謙一, 盛川士郎, 日本金属学会誌, 27, (1963)497.
- 15) J.A.Venable, Phil. Mag., 7, (1962)35.
- 16) F.Lecroisey and A.Pineau, Metallurgical Transactions, 3, (1972)387.
- 17) J.Dash and H.M.Otte, Acta Met., 11, (1963)1169.
- 18) 西山善次, マルテンサイト変態 (基本編), 丸善 (1971)50.
- 19) A.J.Bogers and W.G.Burgers, Acta Met., 12, (1964)255.
- 20) N.Thompson, Proc. Phys. Soc., B66, (1953)481.
- 21) S.Dash and N.Brown, Acta Met., 14, (1966)595.
- 22) G.H.Olsen and W.A.Jesser, Acta Met., 19, (1971)1299.
- 23) たとえば西山善次, *ibid.* p.253.
- 24) C.L.Magee, "Phase Transformation"(ASM), 1970, p.137.
- 25) J.S.Bowles and J.K.Mackenzie, Acta Met., 2, (1954)224.
- 26) D.S.Lieberman, M.S.Wechsler and T.A.Reed, J.Appl. Phys., 26 (1955)473.

- 27) C.M.Wayman, "Introduction to the Crystallography of Martensitic Transformations" (Macmillan), 1964.
- 28) J.D.Eshelby, Proc. Roy. Soc. London, A241, (1957) 376.

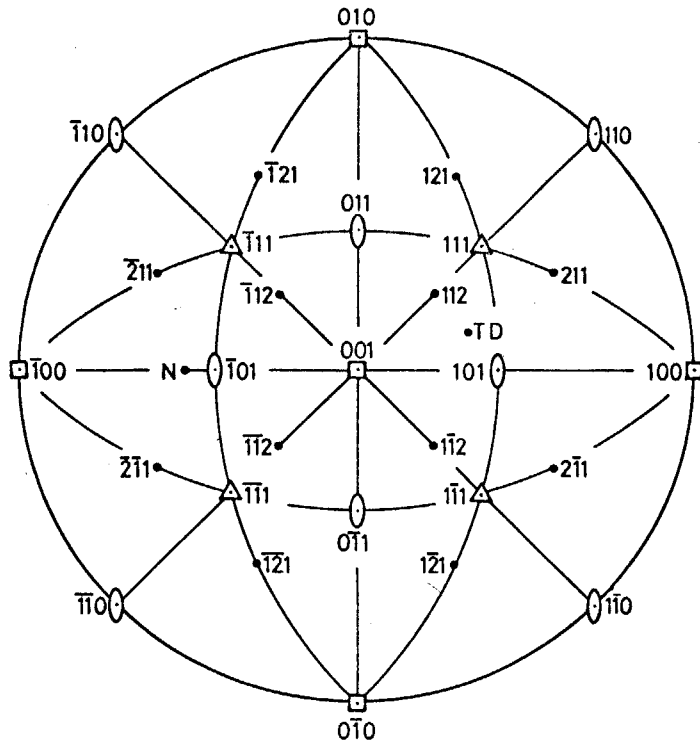


Fig. 5-1. Stereographic projections of the specimen orientations and $\{111\}$ and $\langle 211 \rangle$ poles. T.D. and N stand for the tensile (compressive) direction and the flat surface normal, respectively.

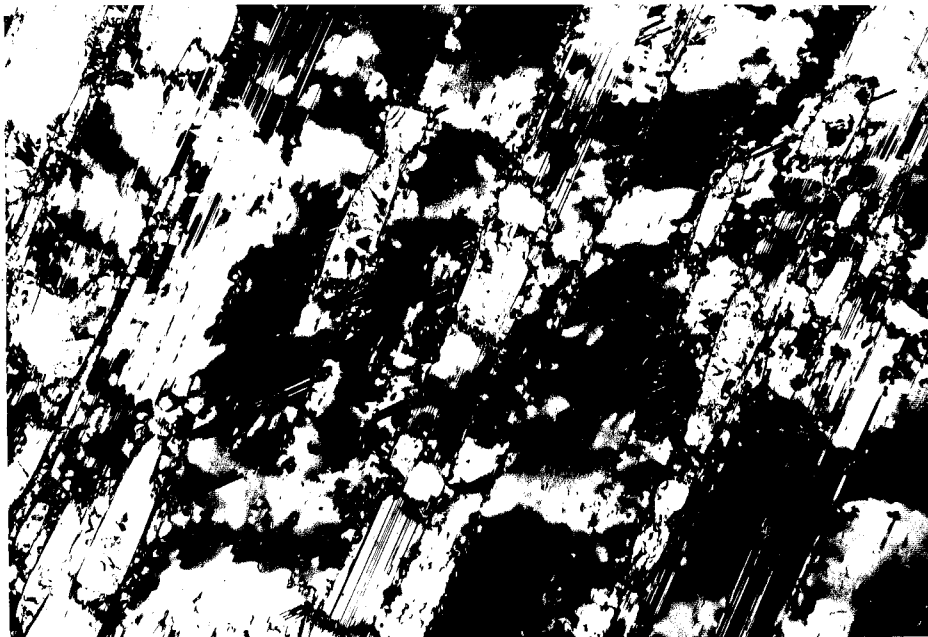
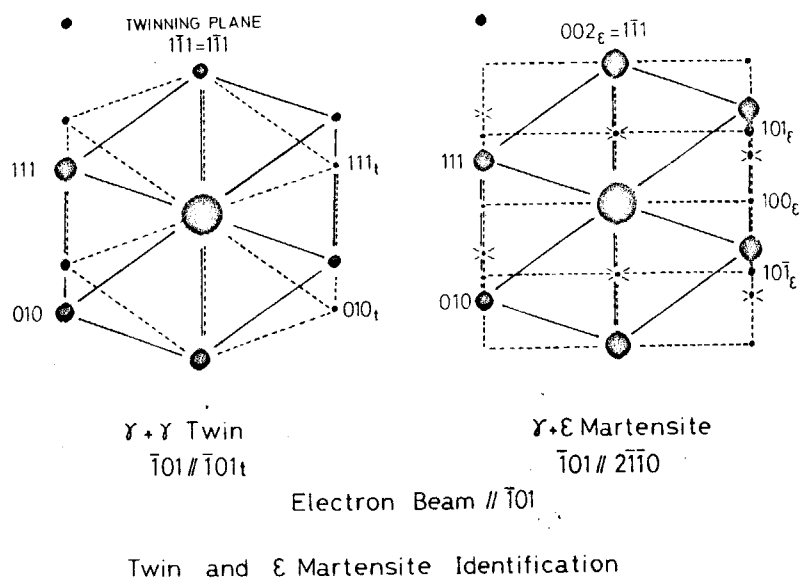
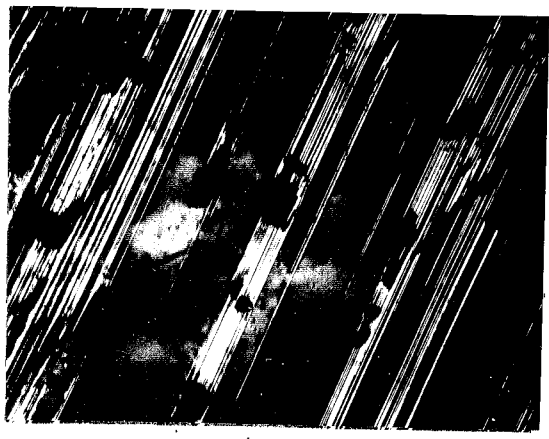


Fig. 5-2. (a)

2 μ



(b)



(c)

2 μ



(d)

2 μ

Fig. 5-2. Bright and dark field electron micrographs of a deformation bands formed at -40°C under tension, showing the γ -twin and ϵ -martensite.

- a) Bright field image.
- b) γ -twin and ϵ -martensite identification.
- c) Dark field image for γ -twin, taken with the $\langle 111 \rangle_t$ spot.
- d) Dark field image for ϵ -martensite, taken with the $\langle 100 \rangle_e$ spot.



5 μ

Fig. 5-3. Bright field electron micrograph of a deformation band formed at -74°C under tension, showing α and ϵ -martensite. Using those martensite crystals, orientation relationship of each variant was determined.

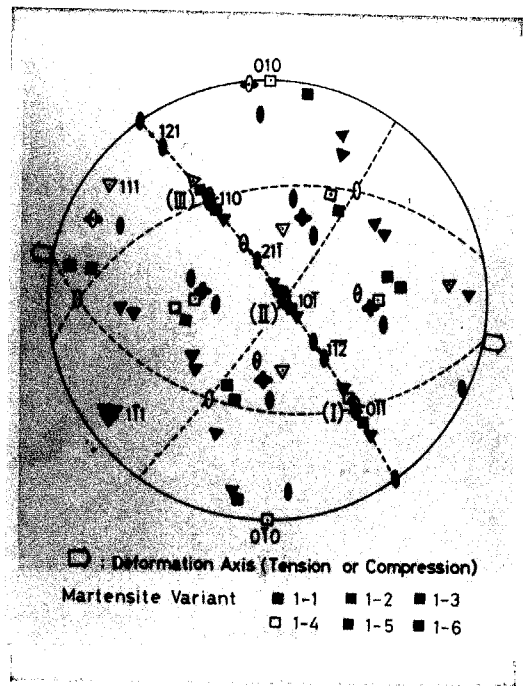
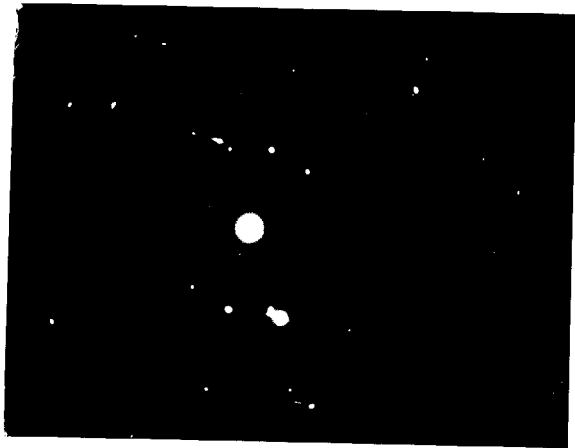


Fig. 5-4. Stereographic projections of $\{001\}$, $\{011\}$ and $\{111\}$ poles of γ and α -martensite variants (1-1~6) on the flat surface of the specimen. Dotted lines stand for $\{111\}$ planes.



(a)



(b)



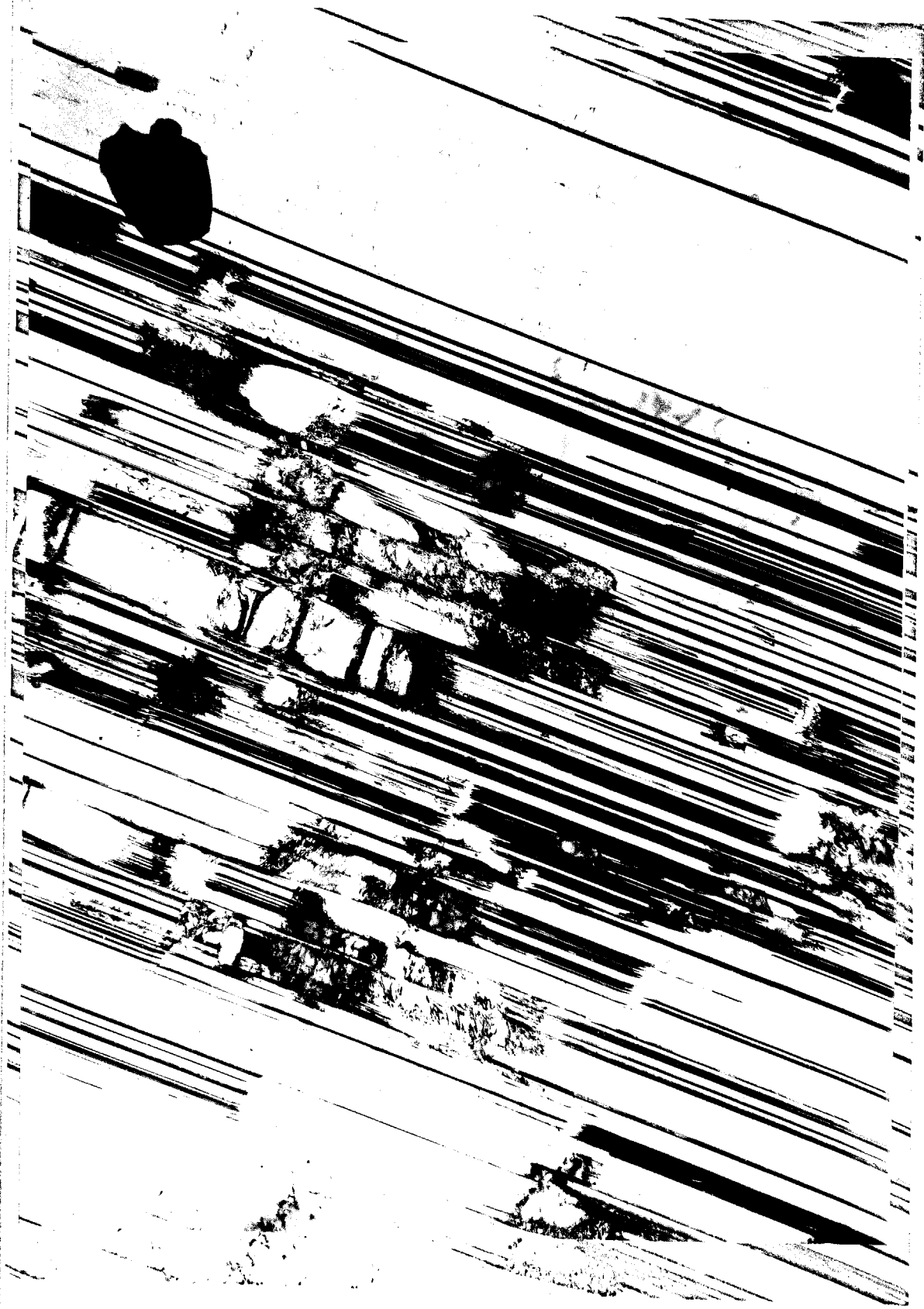
(c)



(d)

Fig. 5-5. Diffraction spots of γ and α -martensite variants. Using the $\langle 110 \rangle_b$ spots, the dark field images were taken in Figs. 5-6, 7, 8, 9.

- a) Diffraction spots of variant 1-1, 4.
- b) Diffraction spots of variant 1-2.
- c) Diffraction spots of variant 1-3 and 1-5.
- d) Diffraction spots of variant 1-6.

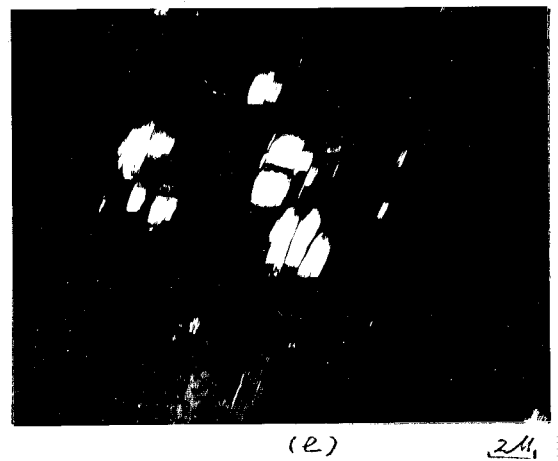


2M

Fig. 5-6-(a)



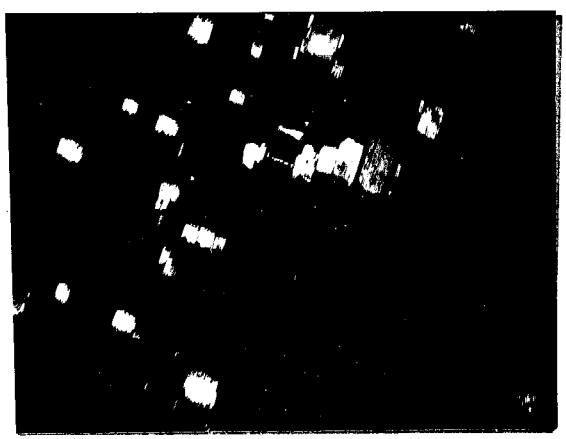
(b) 2μ



(e) 2μ



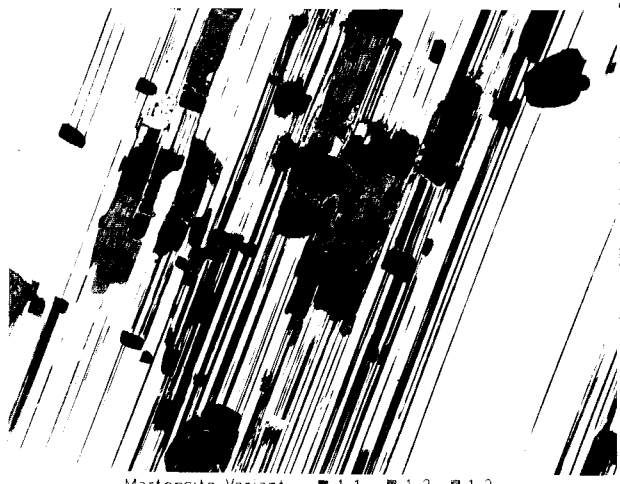
(c) 2μ



(f) 2μ



(d) 2μ



Martensite Variant

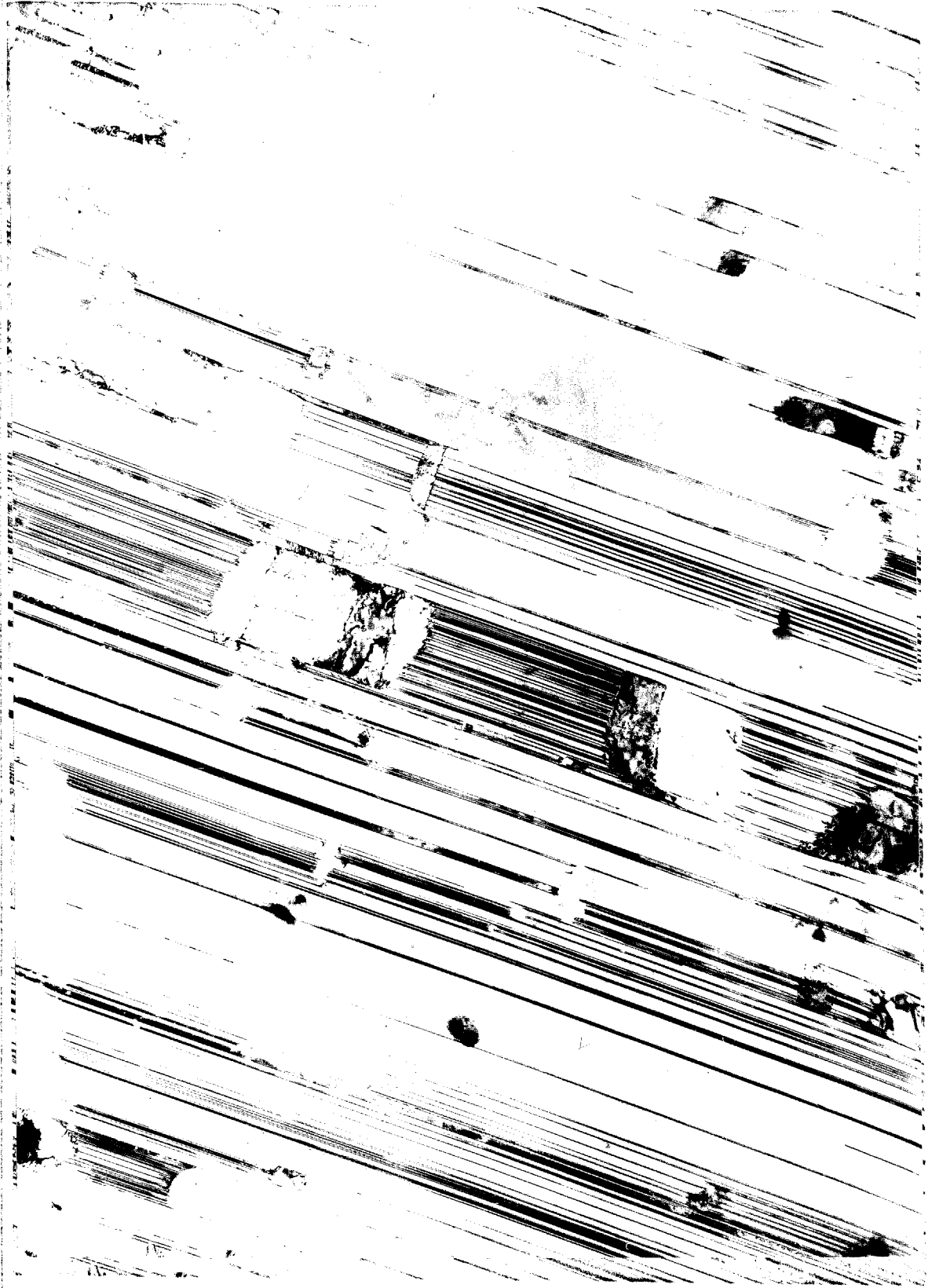
■ 1-1	■ 1-2	■ 1-3
□ 1-4	■ 1-5	■ 1-6

(g) 2μ

Fig. 5-6. Bright and dark field electron micrographs of a deformation band formed at -40°C under tension, showing the distribution and location of various α' variants. The dark field images were taken with the <110> b spots shown in Fig. 5-5.

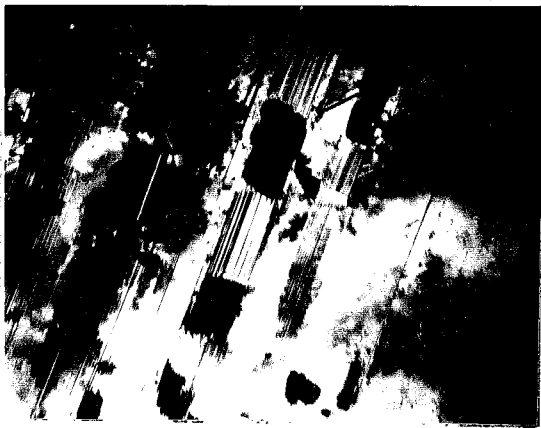
- a) Bright field image.
- b) Dark field image for the 1-1, 1-4 Variants.
- c) Dark field image for the 1-2 Variants.

- d) Dark field image for the 1-3 Variants.
- e) Dark field image for the 1-5 variants.
- f) Dark field image for the 1-6 Variants.
- g) Montage micrograph showing each variant separately with color.



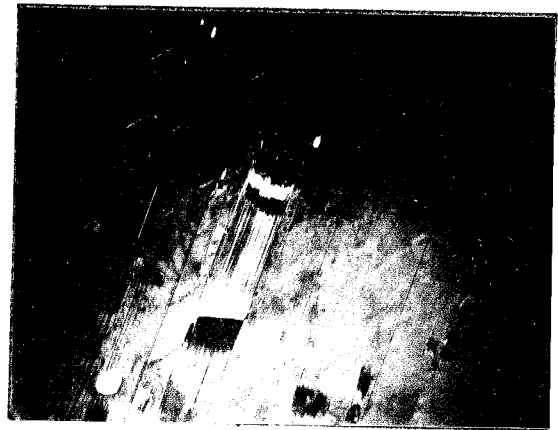
2 μ

Fig. 5-7. (a)



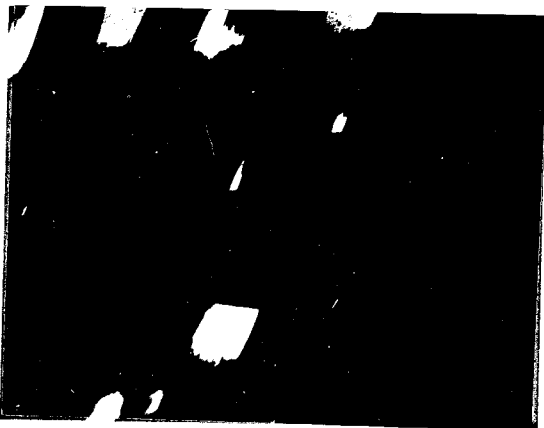
(b)

2M



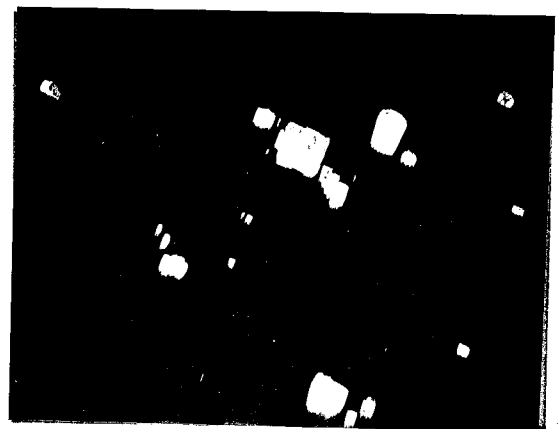
(e)

2M



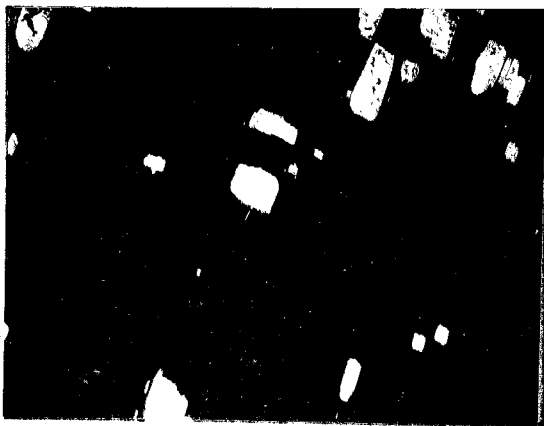
(c)

2M



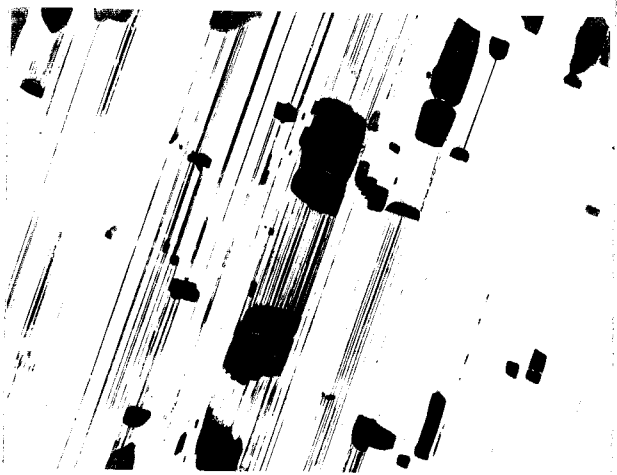
(f)

2M



(d)

2M



Martensite Variant

■ 1-1	■ 1-2	■ 1-3
□ 1-4	■ 1-5	■ 1-6

(g)

2M

Fig. 5-7. Bright and dark field electron micrographs of a deformation band formed at -40°C under tension, showing the distribution and location of various α' variants. The dark field images were taken with the $\langle 110 \rangle_b$ spots shown in Fig. 5-5.

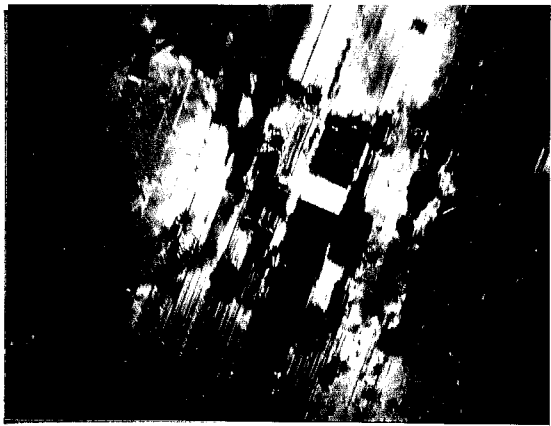
- a) Bright field image.
- b) Dark field image for the 1-1, 1-4 variants.
- c) Dark field image for the 1-2 variants.

- d) Dark field image for the 1-3 variants.
- e) Dark field image for the 1-5 variants.
- f) Dark field image for the 1-6 variants.
- g) Montage micrograph showing each variant separately with color.



24

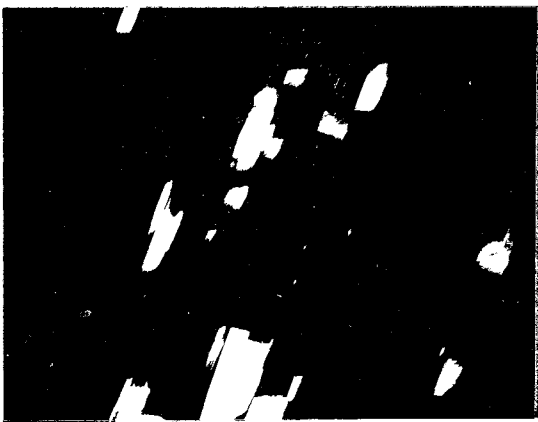
Fig. 5-8.(a)



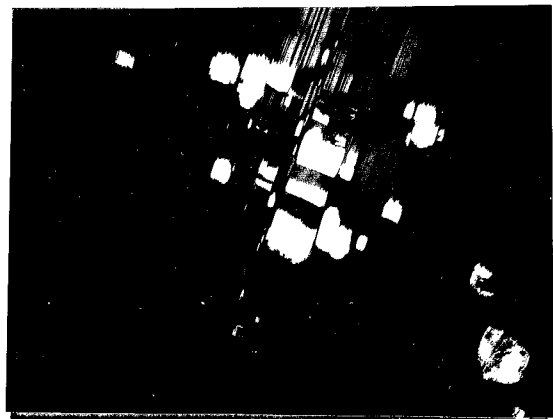
(b) 2μ



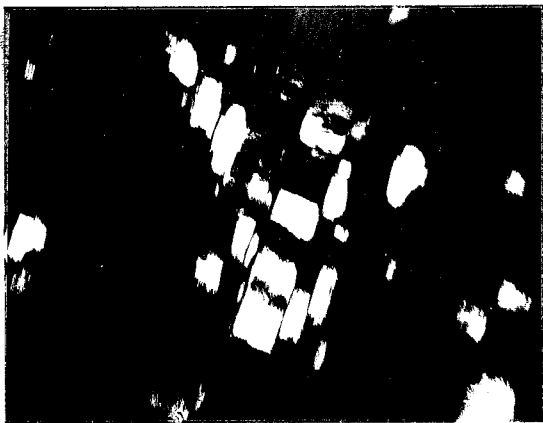
(e) 2μ



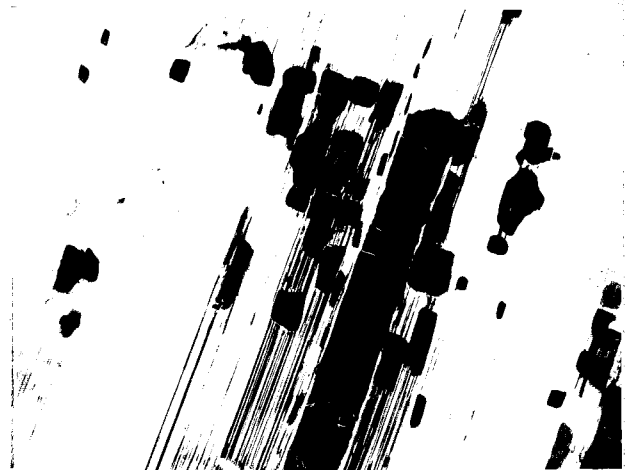
(c) 2μ



(f) 2μ



(d) 2μ



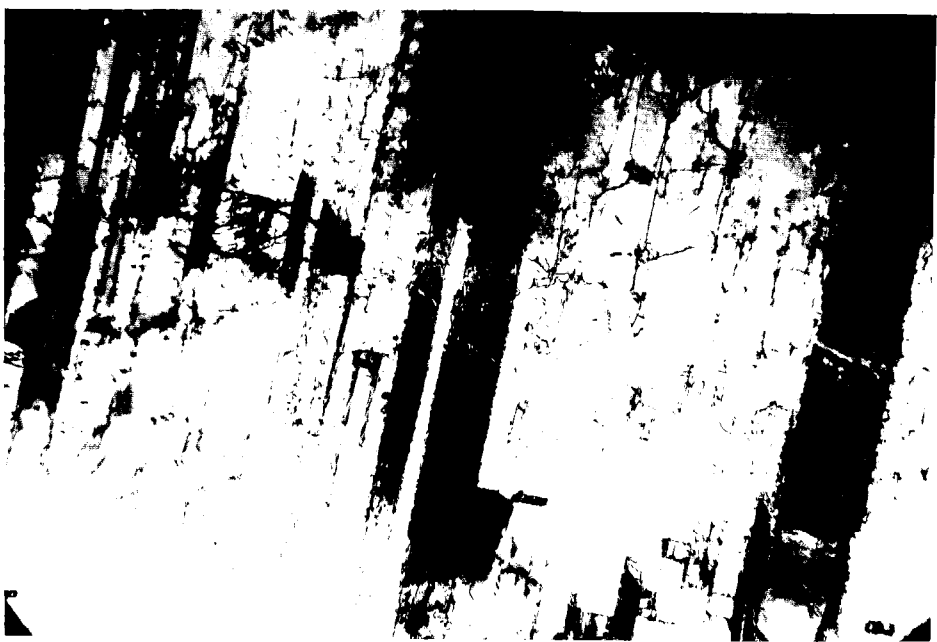
Martensite Variant ■ 1-1 ■ 1-2 ■ 1-3
□ 1-4 ■ 1-5 ■ 1-6

(g) 2μ

Fig. 5-8. Bright and dark field electron micrographs of a deformation band formed at -40°C under tension, showing the distribution and location of various α' variants. The dark field images were taken with the $\langle 110 \rangle_b$ spots shown in Fig. 5-5.

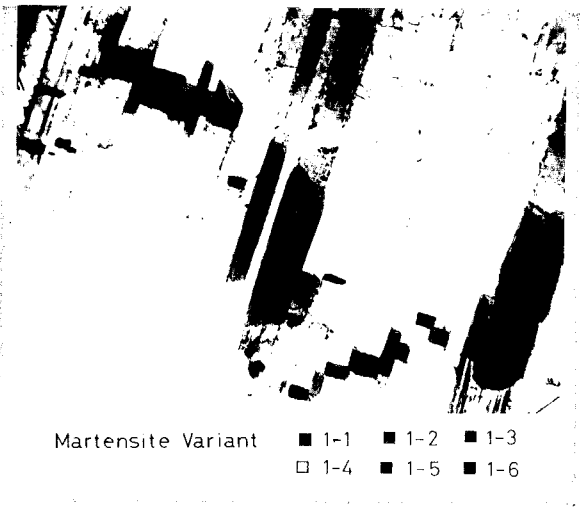
- a) Bright field image.
- b) Dark field image for the 1-1, 1-4 Variants.
- c) Dark field image for the 1-2 Variants.

- d) Dark field image for the 1-3 Variants.
- e) Dark field image for the 1-5 Variants.
- f) Dark field image for the 1-6 Variants.
- g) Montage micrograph, showing each variant separately with color.



(a)

2 μ



Martensite Variant ■ 1-1 ■ 1-2 ■ 1-3
□ 1-4 ■ 1-5 ■ 1-6

(b)

2 μ

Fig. 5-9. Bright and montage electron micrographs of a deformation band formed at -60°C under compression.

a) Bright field image.

b) Montage micrograph showing each variant separately with color.

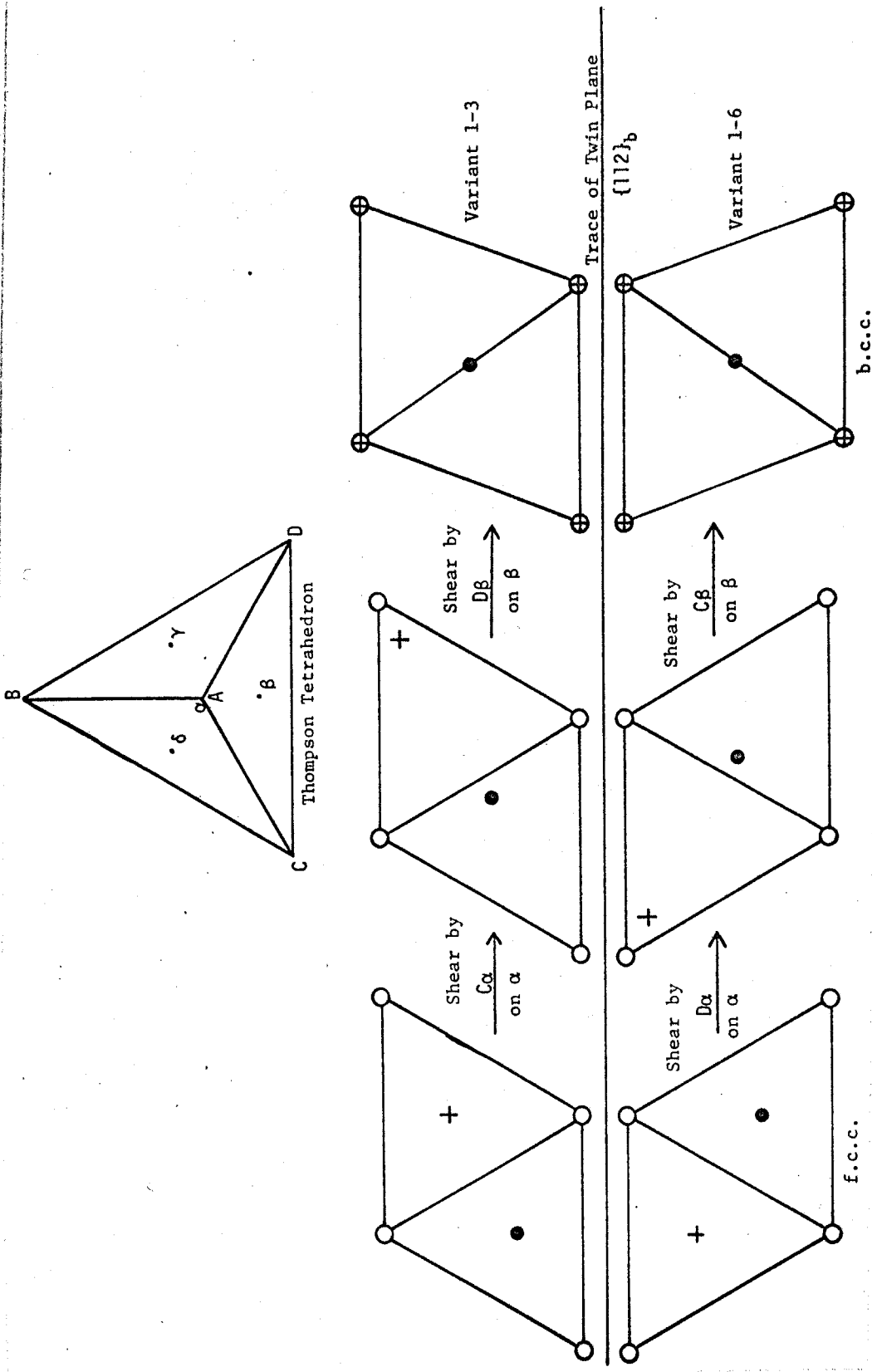
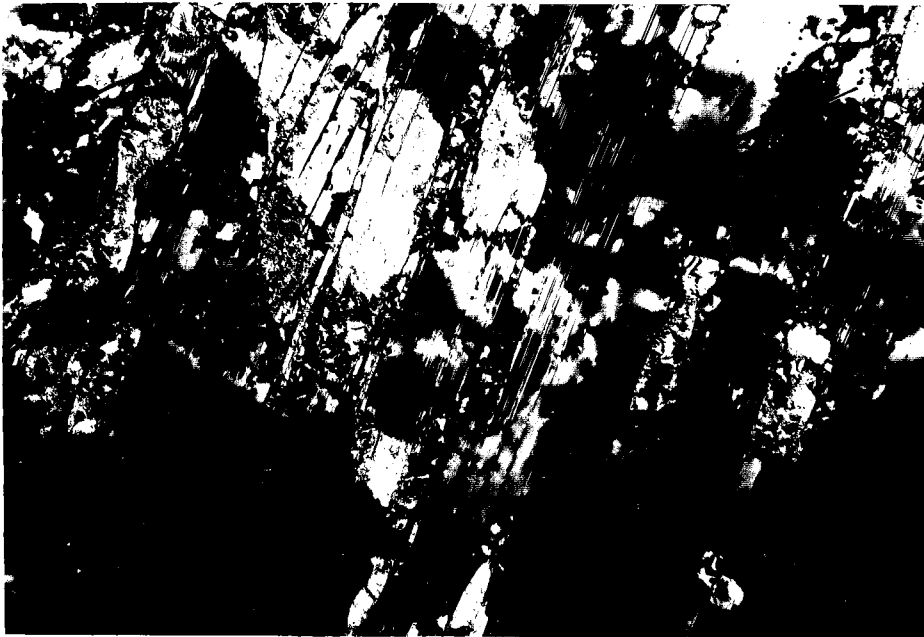
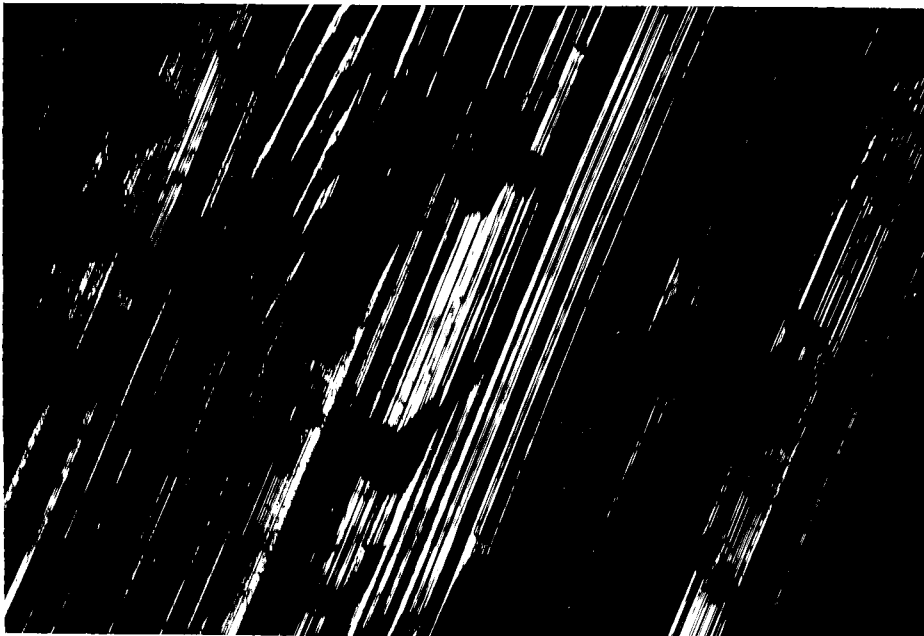


Fig. 5-10. Atomic movement involved in the proposed transformation process from f.c.c. to b.c.c., based on the Burgers double shear mechanism¹⁹⁾. 1-6 and 1-3 are in a twin-related orientation to each other. Open circles, closed circles and cross marks represent respectively atoms in the first, the second and the third layer of the $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_f$ or the α plane in the Thompson tetrahedron notation in the f.c.c. lattice. The atoms in the b.c.c. lattice are projected on the $(110)_b$ plane.



(a)

2μ

(b)

2μ

Fig. 5-11. Bright and dark field electron micrographs of a deformation band formed at -40°C under tension.
a) Bright field image.
b) Dark field image for γ -twin, taken with the $\langle 111 \rangle_t$ spot corresponding to (a).



2M

Fig. 5-12. Bright field electron micrograph indicating the debris of ϵ -martensite.

Table 5-1. Possible K-S variants in relation to the double shear mechanism *1 and their observed frequency.

Variant notation	K-S relation		Twin-related variant	Double shear processes		Interaction energy *2	Observed frequency	
	Plane (γ) // (α')	Direction [γ] // [α']		1st shear	2nd shear		Tension	Compression
1	(111) (110)	[101] [111]	1 - 4	B α	C δ	0.109 0.072 0.007 0.042 -0.119 -0.120	12% 30%	24% 69%
		[011] [111]	1 - 5	B α	D γ			
		[110] [111]	1 - 6	C α	D β			
		[101] [111]	1 - 1	C α	B δ			
		[011] [111]	1 - 2	D α	B γ			
		[110] [111]	1 - 3	D α	C β			
2	(111) (110)	[101] [111]	2 - 4	C δ	B α	0.137 0.104 0.024 0.053 -0.060 -0.082	(24%)	(69%)
		[011] [111]	2 - 5	C δ	A β			
		[110] [111]	2 - 6	B δ	A γ			
		[101] [111]	2 - 1	B δ	C α			
		[011] [111]	2 - 2	A δ	C β			
		[110] [111]	2 - 3	A δ	B γ			
3	(111) (110)	[101] [111]	3 - 4	A β	D γ	0.012 0.056 -0.038 -0.056 -0.098 -0.114		
		[011] [111]	3 - 5	A β	C δ			
		[110] [111]	3 - 6	D β	C α			
		[101] [111]	3 - 1	D β	A γ			
		[011] [111]	3 - 2	C β	A δ			
		[110] [111]	3 - 3	C β	D α			
4	(111) (110)	[101] [111]	4 - 4	D γ	A β	0.014 0.033 -0.010 -0.048 -0.117 -0.104		
		[011] [111]	4 - 5	D γ	B α			
		[110] [111]	4 - 6	A γ	B δ			
		[101] [111]	4 - 1	A γ	D β			
		[011] [111]	4 - 2	B γ	D α			
		[110] [111]	4 - 3	B γ	A δ			

*1 Mechanism proposed by Bogers and Burgers.¹⁴⁾

*2 Interaction energy is calculated when the unit volume is transformed into α' with the corresponding Bain strain under the unit tensile stress.

Table 5-2. Schmid factors for the $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$ shear systems

Shear plane	Shear direction	Schmid factor	Symbol
$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ (primary)	$[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$	-0.310	B α
	$[\bar{2}\bar{1}\bar{1}]$	-0.165	C α
	$[121]$	0.490	D α
(111) (critical)	$[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$	-0.280	C δ
	$[2\bar{1}\bar{1}]$	-0.095	B δ
	$[\bar{1}\bar{2}\bar{1}]$	0.383	A δ
$(\bar{1}\bar{1}1)$ (conjugate)	$[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$	-0.164	A β
	$[211]$	0.148	D β
	$[\bar{1}\bar{2}\bar{1}]$	-0.018	C β
$(11\bar{1})$ (cross)	$[112]$	0	D γ
	$[\bar{2}\bar{1}\bar{1}]$	0	A γ
	$[1\bar{2}\bar{1}]$	0	B γ

第6章 総括

塑性挙動から考えれば、大部分のF.C.C合金と、オーステナイトステンレス鋼の異なるところは、オーステナイトステンレス鋼には $\gamma \rightarrow \alpha$, $\gamma \rightarrow \epsilon$ のマルテンサイト変態があり、この変態が塑性変形中にも生ずることにある。一方、マルテンサイト変態自身は、格子形を変えるための原子移動が集団的に起こり、それは主に剪断変形で表わされることが自明のこととされている。しかし、この剪断変形の臨界的な段階については、未だ確立されたものがないのが現状であった。本研究の主なる目的は、外力で生ずるマルテンサイト、特に α -マルテンサイト相の優先性を調べて、上に述べたマルテンサイト変態における臨界的な剪断原子移動を検討することにある。このためには必然的に塑性変形中のマルテンサイト変態全般の検討を行なう必要があった。同時にまた、他のF.C.C合金の塑性挙動とは異なるところがあるオーステナイトステンレス鋼の塑性挙動についても、幾つかの新しい知見が得られた。これらの研究は、すべて単結晶で行なったが、単結晶試料の特徴を使って、単純冷却によって生ずるマルテンサイト変態に対する、予歪効果、熱処理効果についても検討することができた。

本論文の内容を要約すると、次の通りである。

第1章は緒論であり、マルテンサイト変態に関する一般的な研究の方向と、本研究の目的、内容について概略を述べたものである。

第2章は本研究にとって必要不可欠であったオーステナイトステンレス鋼単結晶の製作法を詳述したものである。単結晶は、アルミナ坩堝中で帯熔融により成長させたが、その最適成長速度は3~5 mm/hrであった。得られた単結晶は直径10 mm、長さ40~50 mmであり、成長方向に対して合金元素の偏析がわずかに認められた。

第3章は単結晶試料の M_s 点や、変態のモルロジーが熱処理、予歪量、塑性変形様式によりどのように変わるかを調べたものである。そして次の結果が

得られた。

- (1) 500°C における焼鈍は、 $M_{s\alpha}$ の低下をもたらす。しかし $M_{s\epsilon}$ はほとんど変わらない。この現象は、結晶粒界、塑性予歪の有無に影響されない。また M_d 点以上における機械的性質には、 500°C 焼鈍の効果は現われない。 500°C 焼鈍による M_s 点の低下は、置換型元素の拡散が何らかの原因となっている。
- (2) オーステナイト状態での塑性予歪は、 $M_{s\alpha}$ を低下させる。予歪が単一じりより二重じりの方が $M_{s\alpha}$ は大きく低下する。しかし $M_{s\epsilon}$ は影響されない。
- (3) 予歪が単一じりの時、予歪量が数%の時は発生するマルテンサイトは焼鈍材と同様のモルホロジーを示し、 α -マルテンサイトの変態量は M_s 点で10~20%である。予歪量が増すと、 M_s 点における α の変態量は80%以上になり、主じり面に沿って層状に発生する。 α -variantの $(011)_b$ 面と ϵ -マルテンサイトの $(0001)_h$ 面は主じり面に平行な $\{111\}_f$ 面と、K-S関係およびS-N関係を持つものが多い。
- (4) 予歪が二重じりの時は、 α 、 ϵ -マルテンサイトは共に交叉じり面に沿って層状に発生する。

才4章は、塑性変形中に生じるマルテンサイト変態と単結晶の塑性挙動との関連を調べたものである。主なる結果は次のように要約される。

- (1) $M_{d\alpha}$ 点以下の温度においては、試料全体の塑性変形の大部分は $\{111\}_f$ 面に平行に発生する変形帯に集中する。変形帯の担う剪断歪は0.31である。その剪断方向は、外力の最大分解剪断応力のかかる $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$ 方向であり、この剪断歪は大部分外力により最も誘発された ϵ -マルテンサイトの変態歪によりまかなわれている。
- (2) 降伏応力、流れ応力の逆温度依存性が見られるが、これは降伏が ϵ -マルテンサイトの発生により生ずることで説明される。
- (3) $M_{d\alpha}$ 以下の温度における大きな加工硬化は、 α -マルテンサイトの発生によりもたらされる。しかし、加工硬化の開始は、 α -マルテンサイトが主変形帯に発生するだけでは不十分であり、主変形帯の間の未変態のオーステナイト

領域に、主変形帯の発生、成長を阻止するような共役変形帯が発生することによって生ずる。

(4) M_d 点と降伏強度は結晶方向と外力の向きにより変わり、 $S-D$ 効果が見られた。 M_d 点以上では塑性変形は均一であるが、 M_d 点以下では γ -双晶または ϵ -マルテンサイトへの変態歪による。 M_d 点の引張、圧縮による違いと、 $S-D$ 効果は剪断可能な $\{111\}_\gamma \langle 211 \rangle_\gamma$ 方向への外力の分解剪断応力の違いにより説明される。

(5) M_s 点直上の試験温度では、応力-歪曲線にセレイションが見られるが、これは α -マルテンサイトのバースト的発生による体積膨張のためである。

(6) 18-14オーステナイトステンレス鋼は、 M_d 点付近で200%以上の異常伸びを示すが、大きな伸びの発生のためには、 α -マルテンサイトの発生は不必要である。

第5章は外力下での $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態を生じた単結晶を用いて、 α -マルテンサイト約400個を透過電子顕微鏡により観察し、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態における集団的な原子移動の臨界的な段階を検討したものである。得られた結果は次のように要約される。

(1) α -マルテンサイトの variant の分布は、加えられた外力の方向と向きに大きく依存する。

(2) 加えられた外力の方向、向きと発生した variant の種類の分布より、 $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態の臨界的段階は $\{111\}_\gamma \langle 211 \rangle_\gamma$ 方向の剪断変形であり、この剪断が生ずれば $\gamma \rightarrow \alpha$ 変態に必要な他の剪断変形は自動的に生じる。

(3) 外力により最も誘発される α -マルテンサイトは、その変態歪を最も打ち消すような双晶の関係にある variant と対になって発生する。

(4) γ -双晶はその周囲が α -マルテンサイトに変態しても変態しない。しかし、 α -マルテンサイトの変態歪により一つの α 晶内に残った γ -双晶は、不均一に曲げられ、格子不変歪が不均一であることを示していた。一つの α 晶内に残った ϵ の debris の形態も α -マルテンサイトの形状変形は不均一であることを支持していた。

謝辞

本研究がここにまとまったのは、今日までの長い間、多くの方々の協力、援助、激励があったからである。著者の指導教官である森勉助教授には、本研究の始めから基本的なことより教えていただいた。また、中村正久教授には著者が学部学生の時から指導、援助していただいた。Dr. F. Lecroisey が電顕の使用法を教えてください、さらにマルテンサイト変態に関する討論をしてくださったことは、本研究を行う上で非常に役にたった。古屋一夫君には卒業研究の一部として、単結晶の制作と幾つかの実験に協力していただいた。Prof. W. G. Burgers と西山善次先生は、本研究の幾つかの結果に関心を示され、直筆の手紙を下された。このことは若き著者を感動させるものであった。藤沢信彦君と加藤雅治君には、論文の清書にあたって協力していただいた。その他、多くの方々の協力、援助に厚く感謝の意を表したい。