Cr-Ni 鋼 マルテンサイトおよび オーステナイトの変形について*

茨木 正雄** 吉村 博文***

Masao Ibaraki and Hirofumi Yoshimura : Deformation Modes in Martensite and Austenite of Cr-Ni Steel. The deformation modes in martensite and austenite of Cr-Ni steel were investigated by means of optical and transmission electron microscopy, and the micro-hardness test.

- (1) The deformation in martensite occurred by slip at any degree of deformation.
- (2) The deformation in austenite occurred by deformation twinning, and the formation of ϵ phase and stacking faults. These deformations were accompanied by slip of dislocation.
- (3) The micro-hardness test showed that the martensite was not hardened so much, but the austenite was remarkably hardened. It appeared that martensite was hardened by the interaction of dislocations only, while the hardening of austenite was due to the interaction of dislocations and also due to other faults: deformation twins, ϵ phase and stacking faults.

(Received July 5, 1965)

I. 緒 言

一般に Cr-Ni 鋼 マルテンサイト内には、変態のときの accommodation によつて転位が存在しており^{(1)~(4)}、一方オーステナイト内にはマルテンサイト変態の際のマルテンサイト周囲のオーステナイトおよびわずかに塑性変形されたオーステナイト内に積層欠陥、変形双晶および ϵ 相が存在している⁽¹⁾⁽³⁾⁽⁴⁾。

オーステナイトについては同様の現象が高 Mn 鋼でも確認されている^{(6)~(8)}。一方 Fe-Ni-C 合金のごとく Ni 鋼

では、マルテンサイト内には 100~400 Å の間隔で双晶欠陥、オーステナイト内にはわずかの転位が存在している^{(2)(9)~(11)}。このように鉄系マルテンサイトおよびオーステナイトの内部の格子欠陥は、大体以上の二通りに分類される。

これらの鋼の熱処理による強化は焼入れによつて、マルテンサイト組織にすることであつて、しかもこのマルテンサイトが強いのは主にマルテンサイト内の C の固溶硬化、内部の格子欠陥およびこれらへの炭化物の析出による硬化に原因する。このマルテンサイト自身をさらに強化させる方法が最近急速に発達してきた加工熱処理法であつて、たとえば、オースフェーミングおよびマルテンサイトの加工

** 大阪大学産業科学研究所 (The Institute of Scientific and Industrial Research, Osaka University, Osaka)

*** 大阪大学大学院 学生 (Post Graduate Student of Osaka University, Osaka)

* 1965 年 4 月本会東京大会に発表

- (1) J.A. Venable: Phil. Mag., **7**(1962), 35.
- (2) P.M. Kelly and J. Nutting: J. Iron and Steel Inst., **197**(1961), 199.
- (3) 西山, 清水, 盛川: 本誌, **27**(1963), 497.
- (4) J. Dash and H.M. Otte: Acta Met., **11**(1963), 1169.
- (5) 西山, 清水, 岡: 本誌, **22**(1958), 532.

(6) 西山, 清水: J. Phys. Soc. Japan, **15**(1960), 1963.

(7) 西山, 岡, 中川: 本誌, **28**(1964), 403.

(8) W.N. Roberts: Trans. AIME, **230**(1964), 372.

(9) K. Shimizu: J. Phys. Soc. Japan, **7**(1962), 508.

(10) 田村, 吉村, 茨木, 多賀谷: Memo. Inst. Scien. Indust. Res. Osaka Univ., **9**(1962), 67. (Short Note); 本誌, **27**(1963), 206.

(11) 田村, 吉村, 茨木, 多賀谷: 本誌, **28**(1964), 433.

である。いずれの方法もマルテンサイト内の格子欠陥を増加させる方法である。オースフォーミングについては別に報告しているので^{(10)~(12)}、本研究はマルテンサイトの加工およびこれに付随するオーステナイトの加工について報告する。

著者らはすでに Ni 鋼のマルテンサイトおよびオーステナイトの加工について報告し⁽¹³⁾、加工によつてマルテンサイト内部には変形双晶が生成して硬化し、オーステナイトは転位密度を増し硬化することが判明した。Richman⁽¹⁴⁾によれば、マルテンサイト内のこの変形双晶は 0.4% C 以上のもので生成するとしている。しかし Cr-Ni 鋼ではオーステナイトの積層欠陥エネルギーは低いため⁽¹⁵⁾、一般に加工によつてオーステナイトには転位以外に積層欠陥、変形双晶および ϵ 相の生成が予想され、またこの鋼のマルテンサイトの加工による変形様相は未だ明らかでなく、しかもこの鋼のマルテンサイトおよびオーステナイトの加工硬化の様相もほとんど解明されていない。ただ田村によつて、硬度変化について一部報告されている⁽¹⁶⁾。そこで本研究は鋼の加工熱処理による一強化法としてマルテンサイトおよびこれに付随するオーステナイトの加工硬化について Cr-Ni 鋼を用いて調べ、すでに報告した Ni 鋼の場合⁽¹³⁾と比較しながら、その加工硬化に寄与する格子欠陥についての解明を主に透過電子顕微鏡的に研究した。

II. 実験方法

電解鉄、電解クロム、電解ニッケルに電極炭素を添加して真空溶解し、しかるのち鋼塊を真空中にて 1100°C にて均一化焼鈍後、熱間鍛造および圧延にて約 1 mm 厚さの板に仕上げた。表面を研磨したのち真空中にて 1100°C で 5 hr 焼鈍後水焼入 (600°~900°C での炭化物析出阻止のため) し、冷間圧延によつて約 0.7 mm 厚さの板に仕上げた。その化学組成は Cr: 14.56%, Ni: 6.27%, C: 0.38%, Fe: bal. であつた。

この試片を 1100°C にて 3 hr オーステナイト化し、200°C の油浴に焼入れし、5 min 間保持後空冷した。空冷で約半分がマルテンサイト化した。これを冷間圧延にて、5, 10, 20% 各々加工した。また一部の試片は空冷後さらに液体窒素に 30 min 間深冷したのち室温で 20% 加工した。

このように処理された試片を硝酸、硫酸電解液にて電解研磨および腐食し、しかるのちピクリン酸塩酸アルコール溶液にてさらに腐食して光学顕微鏡観察し、また電解研磨で薄膜を作製して、透過電子顕微鏡観察および回折図形の解析を行なつた。硬度測定は荷重 25 g でマルテンサイトおよびオーステナイトの各々について 10 回測定しその平

均値をとつた。

III. 実験結果および考察

1. 光学顕微鏡組織

Photo.1 は加工せず普通処理された試片のマルテンサ

Photo.1 Optical micrographs of Cr-Ni steel. (a) Non-deformed and (b) 20%-deformed. ($\times 700$) Etchant: HCl-pical.

イトおよびオーステナイト組織(a), および(a)と同じ処理をしたのち、室温で冷間圧延により 20% 加工した組織(b)を示す。まず組織(a)はマルテンサイトは任意の方向に生成しており、マルテンサイトおよびオーステナイトのいずれも内部に sub-structure はみとめられず平滑な組織を示している。組織(b)ではマルテンサイトは組織(a)のそれに比べて、複雑に屈曲しており、またオーステナイトには strain-marking が観察され、明らかに加工による組織変化がみとめられる。マルテンサイトは既報⁽¹³⁾の Ni 鋼マルテンサイトを加工した場合と異なり、内部にはなにも sub-structure はみられないが、これはおそらくこのマルテンサイトの加工による変形は転位によるすべり変形であることが予想される。一方オーステナイト内にみられる strain marking は加工によつて生じた ϵ 相、変形双晶および積層欠陥であると考えられる(これは後述の電子顕微鏡観察によつていずれも確認された)。

2. 透過電子顕微鏡組織

光学顕微鏡で観察された普通処理および加工されたマル

(12) 茨木, 吉村: 1965 年 4 月本会東京大会にて発表; 本誌投稿中。

(13) 田村, 吉村, 岩崎, 茨木: 本誌, **28**(1964), 820。

(14) R.H. Richman: Trans. AIME, **227**(1963), 159。

(15) J.F. Breedis: Trans. AIME, **230**(1964), 1583。

(16) 田村: 西山善次教授退官記念シンポジウム講演予稿 (June, 5.1965), p. 43。

テンサイトおよびオーステナイトの組織変化を、さらに詳細に調べるために透過電子顕微鏡観察および回折図形の解

いる^{(2)~(4)}。

同様の試片を室温で5%加工した場合には **Photo.3** に

Photo.2 Transmission electron micrograph of non-deformed Cr-Ni steel.

析を行なった。

Photo.2 は普通処理された試片の組織を示す。マルテンサイトは任意の方向に生成しており、これは光学顕微鏡組織と対応するものである。そしてマルテンサイト内には転位が観察され、これはマルテンサイト変態の際の accommodation によるものと考えられる。またオーステナイト内には、多少の転位とところどころに面欠陥(おそらく

Photo.4 (a) Transmission electron micrograph of austenite in 5%-deformed Cr-Ni steel, and (b), (b') diffraction patterns at the selected area A indicated in the micrograph(a). Showing the deformation twins in deformed austenite.

示すようにマルテンサイトの変形は転位のみによるすべり変形であった。

Photo.4 は同様に5%加工の試片の組織(a)および組織(a)のA部の回折図形(b)と解析結果(b')を示す。まず組織(a)の地は回折図形(b)およびその解析結果(b')よりオーステナイトであることがわかり、また組織(a)で平行四辺形状にみられる band は変形双晶であることがわかる。またC部には積層欠陥がみられる、すなわち5%程度の加工ではオーステナイトの変形は転位によるすべり変形以外にところどころで変形双晶および積層欠陥による変形がある。

つぎに20%加工の試片について調べてみると **Photo.5** に示すようにマルテンサイト内(M部)にはやはり転位が存

Photo.3 (a) Transmission electron micrograph of martensite in 5%-deformed Cr-Ni steel, and (b) diffraction pattern at the selected area A indicated in the micrograph(a).

相、変形双晶および積層欠陥)がみられる。これらのことは多くの研究者によつてみとめられている結果と一致して

Photo.5 Transmission electron micrograph of martensite and austenite in 20%-deformed Cr-Ni steel.

Photo.7 (a) Transmission electron micrograph of martensite in the sub-zero cooled and 20%-deformed Cr-Ni steel, and (b) diffraction pattern at the selected area A indicated in the micrograph (a). Showing the cloudy distribution of dislocations in deformed martensite.

Photo.6 (a) Transmission electron micrograph of austenite in 20%-deformed Cr-Ni steel, and (b), (b') diffraction patterns at the selected area A indicated in micrograph (a). Showing the deformation twins and ϵ phase in the deformed austenite.

在しておりオーステナイト内(A部)には変形双晶などによると思われる条が観察された。20%加工された試片のオーステナイトにみられるこの条について、さらに詳細に調べてみると、つぎのような結果がえられた。すなわち **Photo.6(a)** に示すように、まずオーステナイト内には組織全体に約 1000 Å の間隔で平行な条が観察され、その部分A部の回折図形(b)およびその解析結果(b')より、それらの条は変形双晶および ϵ 相(hcp 構造)であることがわかる。すなわち 20% の加工になると 5% 加工で観察された転位、変形双晶 および 積層欠陥の形成による変形以外に hcp 構造の ϵ 相形成による変形が加わっている。しかもそれらの間隔は 5% 加工の約 5000 Å に比して約 1000 Å とはるかにせまい。

以上の試片は空冷状態でオーステナイト、マルテンサイトが半々であるから、加工した場合には主にオーステナイトが加工され、マルテンサイトがあまり加工されない可能性があるために、この試片を液体窒素に sub-zero 冷却することによつて、さらにマルテンサイトの量を増して、しかるのち室温で 20% 加工した。その組織では **Photo.7** に示すようにやはり転位のみが観察され、明らかにマルテンサイトの変形は転位のみによるすべり変形であることが明らかとなった。

以上の結果から加工された Cr-Ni 鋼マルテンサイトお

よびオーステナイトの変形様相は、まずマルテンサイトではいずれの加工度においても、転位によるすべり変形であ

Fig.1 Micro-hardness of martensite and austenite in deformed Cr-Ni steel measured by a load of 25 g. $\bar{x}$ represents spread.

り、一方オーステナイトでは、変形双晶、積層欠陥および ϵ 相形成による変形である。もちろんいずれの加工度においても転位によるすべり変形は伴っている。

3. 硬 度

Cr-Ni 鋼マルテンサイトおよびオーステナイトの加工硬化曲線と、これと比較のために既報⁽¹³⁾の Ni 鋼マルテンサイトおよびオーステナイトのそれをあわせて Fig.1 に示す。

まず Cr-Ni 鋼ではマルテンサイトは加工硬化はしているけれどもオーステナイトの加工硬化度はほとんど硬化せず、しかも Ni 鋼のマルテンサイトほど硬化していない。しかし Ni 鋼のマルテンサイトのように 5% 加工で加工軟化もおこらずば一定で硬度は上昇している。一方 Cr-Ni 鋼のオーステナイトは加工硬化は著しく、しかも Ni 鋼のそれに比して大きい。

† 加工しないマルテンサイトおよびオーステナイトの硬度をもとにして、20% 加工されたときの両相の硬度上昇率を求めると、Cr-Ni 鋼では、マルテンサイトは約 22%、オーステナイトは約 40% となり、Ni 鋼では、マルテンサイトは約 29%、オーステナイトは約 15% となる。

結論的にいうなれば Cr-Ni 鋼マルテンサイトおよびオーステナイトの加工によって、まずマルテンサイトはあまり硬化しないが、オーステナイトは著しく硬化する。これは Ni 鋼の場合と対称的な傾向にある。Ni 鋼と比較して変形の様相もマルテンサイトおよびオーステナイトとで対称的な様相をとっており、Ni 鋼はマルテンサイトは変形双晶による変形、オーステナイトは転位によるすべり変形⁽¹³⁾であるのに対して、Cr-Ni 鋼になるとマルテンサイトは転位によるすべり変形、オーステナイトは転位によるすべり変形以外に変形双晶、 ϵ 相および積層欠陥形成による変形がある。したがって加工硬化曲線でもオーステナイトの方がマルテンサイトよりも加工硬化の度合いが大きいのはマルテンサイトの加工硬化は転位の相互作用のみによるのに対して、オーステナイトは転位の相互作用による以外に変形双晶境界、 ϵ 相および積層欠陥による変形の障害が加算されるためである。オーステナイト内に変形によって変形双晶、 ϵ 相および積層欠陥が形成されて著しく加工硬化する例は高 Mn 鋼^{(5)~(8)}においてもみとめられている。

IV. 総 括

Cr-Ni 鋼マルテンサイトおよびオーステナイトの加工による変形様相と、その加工硬化について光学および透過電子顕微鏡観察、硬度測定によって研究した。その結果を総括するとつぎのようになる。

(1) マルテンサイトの変形様相はいずれの加工度においても転位によるすべり変形であつた。

(2) オーステナイトの変形様相は変形双晶、 ϵ 相および積層欠陥形成による変形であつた。もちろんいずれの加工度でも転位によるすべり変形をともなっている。

(3) 加工硬化曲線ではマルテンサイトはあまり加工硬化しないがオーステナイトは著しく硬化する。これはマルテンサイトは転位のみの相互作用による加工硬化であるが、オーステナイトは転位同志による硬化以外に変形双晶、 ϵ 相および積層欠陥による変形の障害が加算されているためであると考えられる。

本研究遂行にあたり、終始御指導いただいた京都大学田村今男教授および大阪大学西山善次名誉教授に対して厚く御礼申し上げます。また当研究所においては実験結果に対する考察などに助言いただいた杉本、岡本両博士、電子顕微鏡観察および組織の解釈などに御協力いただいた佐藤博士、是枝氏に対して感謝の意を表します。