低サイクル疲労過程における残留オーステナイト の変態挙動およびクラックの観察*

今井 勇之進** 熊谷 真一郎***

Transformation of Retained Austenite and Observation of Cracks under Low-Cycle Fatigue Testing

by

Yūnoshin IMAI and Shin-ichiro KUMAGAI

(The Research Institute for Iron, Steel and Other Metals, Tohoku University, Sendai)

The low-cycle fatigue properties of quenched and tempered Fe-21%Ni-0.17%C steel containing 18 and 27 volume percent retained austenite were tested mainly by the X-ray diffraction technique. The fatigue tests were carried out at 20°C under constant total bending strain range of 0.9, 1.3 and 1.6% without regard to the mean strain. The results obtained are as follows:

(1) The carbon steel that contains retained austenite presents its characteristic features regarding its changes in half-value breadth, particle size and microstrain estimated upon its martensite phase value, during its fatigue process under the low cycle fatigue testing. These features are similar to those which are revealed by the carbon steel that does not contain retained austenite.

(2) The values of steel in half-value breadth, particle size and microstrain, as they are estimated upon its martensite phase, are various, dependent on various factors, such as the stage of crack initiation and failure, the strain range applied and the tempering conditions, so that their mean value determined on the values estimated in the wide diffraction region where cracks have been abundantly initiated, is at the present time far from being adequate to be taken for the constant estimation of the fatigue damage in martensitic steel.

(3) The amount of martensite in the retained austenite induced in the course of the fatigue is various, dependent on the tempering conditions preceding the fatigue test, even within one strain field, and the mode of stabilization of the retained austenite in this case is similar to that of the thermal stabilization.

(4) Earlier fatigue cracks are recognized as having occurred not only in nonmetallic inclusions and in prior austenite grain boundaries, but along the edges of martensite leaves.

(Received Nov. 30, 1970)

1 緒 言

マルテンサイト鋼の低サイクル疲労過程における微視的組織変化や疲労クラックの発生・伝ばに関する問題は実用上ばかりでなく学問的にも興味ある点であるが、従来この方面の研究はほとんどなされていない。^{1,2)}

先に筆者等は³⁾この方面の研究の第一段階として、残留オーステナイト（以下 γ_R と略記）をほとんど含まないマルテンサイト鋼の定ひずみ低サイクル疲労過程における微視的組織変化をX線的・電子顕微鏡的に調べ、その結果を焼なまし材や冷間加工材に関する従来

の結果と^{4)~12)}比較検討するとともに、クラックの発生・伝ばとマルテンサイト葉との関係についても簡単に触れ、マルテンサイト鋼特有の低サイクル疲労現象を指摘した。

しかしマルテンサイト鋼には化学組成や熱処理条件¹³⁾により必然的に γ_R の含まれるもののほか、TRIP 鋼のようにじん性向上のために意識的に γ_R を含ませるものなどがあり、 γ_R を含むマルテンサイト鋼の低サイクル疲労過程におけるマルテンサイト相や γ_R 相の微視的組織変化やクラックの発生・伝ばなどに関して前報と同様の研究を行なうことは興味がある。

本研究では18%以上の γ_R を含む Fe-Ni-C 鋼の焼入れ、焼もどし材につき、全ひずみ範囲一定の塑性疲労を行ない、疲労過程におけるマルテンサイト相の微

* 本報を「X線によるマルテンサイト鋼の低サイクル疲労に関する研究(第2報)」(X-Ray Investigation of Low-Cycle Fatigue in Martensitic Steels, II)とする。

原稿受理 昭和45年11月30日

** 正 会 員 現 東北大学名誉教授

*** 正 会 員 東北大学金属材料研究所 仙台市片平

視的組織をX線と電子顕微鏡で調べるとともに、クラック発生・伝ばとマルテンサイト相との関係などについても簡単に触れる。なお疲労現象に大きな影響をおよぼすと考えられる r_R 相については疲労過程における r_R 量の変化のみを本報では取上げ、微視的組織変化については、本研究で用いた鋼の r_R が疲労過程で減少または消失してX線や電子顕微鏡的に測定困難となるため、この点は後報にゆずることとする。

2 実験方法

2.1 試験片

供試材は真空溶解した 0.17%C-21%Ni 鋼で、その化学組成と機械的性質を Table I に示す。

Table I. Chemical compositions (wt %) and mechanical properties.

C	Si	Mn	P	S	N	Ni
0.17	0.001	TR.	0.003	0.003	0.002	20.96

Tempering (2 hr)	$\sigma_{0.2}$ (kg/mm ²)	σ_B (kg/mm ²)	δ (%)	H_V
As IWQ*	115	142	15	460
150°C	110	129	17	367
250°C	101	109	17	340
350°C	92.0	99.5	21	320
450°C	87.5	92.0	30	282

Quenching temperature : 850°C

* Ice water quench

0.22 mm 厚さの冷間圧延板から引張試験片素材と疲労試験片素材を切出し、 $\alpha' \rightleftharpoons \gamma$ 変態を利用して試験片素材組織の方向性を除いた。これを 850°C から氷水焼入れし、20~450°C × 2 hr 焼もどし後空冷した。その後試験片素材表面を 0.20 mm 厚さまで電解研磨除去し、幅 12 mm、長さ 35 mm のたんざく状疲労試験片と平行部の幅 10 mm、長さ 20 mm の引張試験片を作製した。

2.2 低サイクル疲労試験

疲労試験は前報と同様 2 本の丸棒に試験片を狭み、試験片表面が丸棒に密着するように曲げ変形し、これを交互に行なって全ひずみ範囲一定の両振繰返し曲げ疲労試験とした。試験片表面の最大曲げひずみ量 (ε) は ε (%) = $100 t / (2r + t)$ (r : 丸棒半径, t : 試験片厚さ) で算出し、丸棒径を変えて調節した。曲げ繰返し速度は 10 cycle/min であり、試験は室温 (20°C) で行なった。

所定回数の繰返し曲げ後試験片を取外し、試験片の永久変形による残留たわみ量を測定した。次に適当な径の丸棒に押しあてて反対側に反してたわみを矯正し、試験片表面層の r_R 量およびマルテンサイト相の (211) 回折線半価幅をX線的に、疲労クラック発生の有無を光

学顕微鏡で調べた。また疲労破断材における表面層の硬度 (荷重 50 g 以下)、積分幅法によるマルテンサイト相の particle size と microstrain、表面層から作製した薄膜の透過電子顕微鏡組織 (加速電圧 100 kV) を調べた。

2.3 X線測定

マルテンサイト相の半価幅, particle size および microstrain のX線測定条件を Table II に示す。X線の照射面積は $5 \times 12 \text{ mm}^2$ である。半価幅として $K\alpha$ 二重線を分離せずに便宜的な値 ($K\alpha$ 回折線高さの $1/2$ のところの幅) を求めたこと, particle size および microstrain として $\{110\}$ に垂直な方向の値を積分

Table II. X-ray conditions.

	Half-value breadth	Particle size or microstrain
Diffraction plane	(211) α'	(110) α' , (220) α'
Characteristic X-ray	Fe-K α	Fe-K α
Filter	Mn	Mn
Tube voltage (kV)	30	30
Tube current (mA)	10	10
Glancing angle (°)	8	8
Scanning speed (2 θ °/min)	2	0.2
Slit divergene (°)	3	3
Time constant	0.5	0.5
Counter	GM	GM

Fig. 1. Examples of twinned-martensite in tempered specimens.

幅法 (回折線強度分布を Gauss 関数と仮定) で求めたことは前報と同様である。ただし本研究で用いた試料の焼入れ・焼もどし組織には Fig. 1 に示すような双晶マルテンサイトが視野面積の 30~40% 程度を占めており、積層不整の影響により見掛け上 particle size は小さく、microstrain は大きく求まることが予想される。しかし本報では積層不整の影響を考慮せずにこれらの値を求め、疲労前後における相対的变化について

*1 本文では最大クラックが試験横断面表面の $1/3$ 以上に達したものを疲労破断材と呼ぶこととする。

でのみ考察した。

γ_R 量は $\gamma_R(\text{vol } \%) = I_\gamma / (1.09 I_{\alpha'} + I_\gamma)$ の式から算出した。上式において I_γ は (220) および (311) γ_R 相回折線の総積分強度、 $I_{\alpha'}$ は (220) および (211) マルテンサイト相回折線の総積分強度を示す。¹⁵⁾¹⁶⁾ 上式を求める際に用いた測定原理の詳細は略す。なおこの際に使用したX線は $\text{FeK}\alpha$ 線 (Mn フィルター) で、積分強度は計数管法で記録した回折線の面積で測定した。

3 実験結果および考察

3.1 γ_R の挙動

Fig. 2 は焼もどし材とその疲労破断材 ($\epsilon = 1.3\%$) の γ_R 量を示す。350°C 以下での焼もどし材では γ_R 量が約 18% で一定値を示すが 450°C 材では焼もどし加熱中にマルテンサイトのオーステナイト化が一部進行し、 γ_R 量は 27% まで増加している。これらの焼もどし材を疲労破断させると、焼入状態のものと 150°C および 450°C 材では γ_R が完全にマルテンサイト化するのに反し、250°C および 350°C 材では γ_R の約 50% が未変態で残る。

Fig. 2. Volume percent of retained austenite in tempered specimens or in fatigued.

Fig. 3(a) は焼もどし材の γ_R 量 (Fig. 2 参照) をおのおの 100% としたときの、疲労過程 ($\epsilon = 1.3\%$) における γ_R 量の減少率を焼もどし温度毎に示したものである。このように疲労破断前に γ_R が消失するような焼入れ材と 150°C および 450°C 焼もどし材でも、疲労過程における γ_R の減少挙動に大きな違いのあることがわかる。図中 450°C 材の変態挙動のみが対数繰返し数に対して明りょうな 2 段変化を示すのは、焼もどし中に生じたオーステナイトと焼入時に存在していた γ_R との変態挙動に差異があるためと考えられるが、

Fig. 3. Change of retained austenite during low-cycle fatigue at 20°C

本報ではこの点の検討を行なわなかった。

以上の γ_R 量の変化は $\epsilon = 1.3\%$ で疲労させた場合であるが、 ϵ を 1.6% にすると Fig. 3(b) に示すごとく変態曲線が $\epsilon = 1.3\%$ の場合より低繰返し数側へ、 $\epsilon = 0.9\%$ の場合には高繰返し数側へ一様に移動しているだけで、変化の傾向は同様であった。

Fig. 4 は Fig. 3(a) の結果を焼もどし温度と対数繰返し数との関係で表わした γ_R の等量変態曲線である。図より明らかなように、250~350°C 付近の焼もどし材に γ_R の加工誘起変態安定化を示す bay が存在する。

Fig. 4. Transformation diagram of retained austenite in tempered specimens during low-cycle fatigue at 20°C

Fig. 5 は一方向応力で引張変形 ($\epsilon = 10^{-2}$, 20°C) したときの伸びと γ_R 減少率との関係を示す。このように γ_R の加工誘起変態安定化が 250°C 材で最高であり、450°C 材、焼入れ材の順で小さくなることは上記疲労材の場合と同様である。ただし γ_R 減少率の絶対値を Fig. 3 の疲労材の場合と詳しく比較するのは、応力負荷方法やひずみ速度により加工誘起変態量が変化する¹⁷⁾¹⁸⁾ ことよりみて無意味であろう。

Fig. 5. Change of retained austenite by uniaxial tension at 20°C.

静的引張応力や繰返し応力下で γ_R がマルテンサイト化することはすでによく知られているが、焼もどし温度によって γ_R の加工誘起変態量に差が生ずるとする報告は見あらず、TRIP 鋼などに直接関係する興味ある問題点であるが、詳しい考察は行なわなかった。しかし引張変形や疲労過程で加えられるひずみ量と過冷度とがマルテンサイト変態の駆動力として等価であるという観点からみれば、上述の γ_R の加工誘起変態安定化現象が焼もどしによる熱的安定化現象と関係することは予想される。

Fig. 6 は焼もどし材を -196°C まで深冷処理したときに認められる γ_R の減少率と焼もどし温度との関係である。このように γ_R の熱的安定化は $250\sim 350^\circ\text{C}$ 焼もどし材で最大となり、疲労過程や引張変形での加工誘起変態安定化の傾向とよく対応する。

$\gamma_R(T)$ Volume percent of retained austenite in tempered specimen

$\gamma_R(-196^\circ\text{C})$: Volume percent of retained austenite in subzero cooled specimen after tempering

Fig. 6. Thermal stabilization of retained austenite by tempering.

3・2 半価幅と硬度の変化

Fig. 7 は焼もどし材とその疲労破断材 ($\epsilon=1.3\%$) におけるマルテンサイト相半価幅および硬度と焼もどし温度との関係を示す。このように 450°C 以下の焼

Fig. 7. Relation between tempering temperature and hardness or half value breadth in tempered specimens or in fatigued.

もどし材を疲労させることによりマルテンサイト相半価幅が減少する傾向や疲労破断後の半価幅値が焼もどし温度によって異なる点は γ_R を含まない炭素鋼マルテンサイトの場合と同様であり、半価幅のひずみ量依存性を考慮するまでもなく、マルテンサイト鋼の低サイクル疲労損傷量を半価幅と定量的に関連づけることは困難である。

上述のとおり、 20% 程度の γ_R の有無は低サイクル疲労におけるマルテンサイト相半価幅の変化にほとんど影響しないが、硬度変化に対しては γ_R の影響が明らかに認められた。すなわち γ_R をほとんど含まない炭素鋼では $250\sim 450^\circ\text{C}$ 焼もどし材で疲労軟化が認められ、 200°C 以下の焼もどし材でも目立った硬化が認められなかったのに反し、本研究の結果では焼もどし温度にかかわらず疲労後の硬度は上昇しており、これが γ_R のマルテンサイト化と関係することは明らかである。 450°C 材の疲労後の硬度が 350°C 材のそれよりやや高いのは、前者の γ_R (27%) が疲労過程で変態完了するのに反し、後者の γ_R (18%) が 50% 以上未変態で

Fig. 8. Change of half value breadth during low-cycle fatigue ($\epsilon=1.3\%$).

あることによると考えられる。

Fig. 8は疲労過程 ($\epsilon=1.3\%$) におけるマルテンサイト相半価幅の変化とクラック発生および破断繰返し数を示す。半価幅変化の傾向は γ_R を含まない炭素鋼の場合と同様である。なおクラック発生および破断時期は焼もどし温度が高くなるほどおこれる傾向が認められたが、 γ_R との関係については明らかでない。

3・3 Particle Size と Micro Strain の変化

Fig. 9はFig. 7と同じ試片で測定した焼もどし材と疲労破断材におけるマルテンサイト相の particle size (D) と microstrain ($\Delta d/d$) の値を示す。350°C 以下の焼もどし材では疲労により D は増大し、 $\Delta d/d$ は減少する。しかし450°C材では疲労前後の変化が小さいとはいえ、変化の傾向は逆である。すでに述べたように D や $\Delta d/d$ の絶対値には問題があるので相対的な変化傾向をみると、上述の結果は γ_R を含まない炭素鋼の場合と同様であり、 D と $\Delta d/d$ の疲労前後における変化 (Fig. 9) は、いずれも疲労前後における半価幅変化 (Fig. 7) を定性的に説明できる方向に起っている。

Fig. 9. Relation between tempering temperature and microstrain or particle size of martensite in tempered specimens or in fatigued.

3・4 電子顕微鏡組織

Fig. 10(a)(b)は150°Cおよび450°C焼もどし材とその疲労破断材 ($\epsilon=1.3\%$) の substructure を示す。150°C材では半価幅、particle size および microstrain の疲労前後における変化よりみて、転位の減少あるいは再配列が疲労材中で生じているはずであるが、電子顕微鏡的には目だった変化は認められなかった。450

Fig. 10. Change of substructure in specimens tempered at 150°C and 450°C by low-cycle fatigue.

150°C.....(a), 450°C.....(b)

°C材では疲労による転位の再配列が生じ、明りょうな subgrain が形成される。なお350°C以下の焼もどし材では150°C材と同様、電子顕微鏡組織の疲労による目だった変化は認められなかった。以上の傾向は γ_R を含まない中炭素鋼焼もどし材の場合と同様であり、二次硬化を示さない含炭素鋼の焼もどし材に共通な現象と考えられる。

ただし、以上の組織変化は薄膜試料の作製方法^{*2}よりみて疲労クラックから相当離れた場所^{*}で観察していると考えられ、350°C以下の低温焼もどし材でもクラック近傍での substructure 変化はあるものと予想される。

3・5 残留たわみ量の変化

Fig. 11は疲労過程 ($\epsilon=1.6\%$) における残留たわみ量の変化を示す。焼入材と150°C材では数回の繰返し曲げで残留たわみ量は γ_R の減少により相当減少し、その後はほぼ一定になる。しかし250°C以上の焼もどし材ではほとんど変化しない。

Fig. 12はFig. 11とFig. 3(b)の結果から求めた疲労

*2 試片の片面のみを化学研磨除去(過酸化水素-弗化水素-水)し、10 μm 程度の薄膜にし、それを Bollmann 法で電解研磨仕上げした。

Fig. 11. Change of residual deflection during low-cycle fatigue.

Fig. 12. Relation between volume percent of retained austenite and residual deflection.

過程の γ_R 量と残留たわみ量との関係を示すものである。焼入材と 150°C 材では γ_R 量が減少すると残留たわみ量も減少しており、Fig. 11 で示したように数回の繰返し曲げで残留たわみ量が減少するのは、前述のごとく変形容易な γ_R の減少とそれとともなう変態誘起塑性の低下で説明できる。しかし高温焼もどし材、たとえば 450°C 材では γ_R 量と残留たわみ量との間にはほとんど関係が認められず、マルテンサイト相の疲労軟化による残留たわみ量の増加と γ_R の減少による塑性の低下とが互いに打消し合うようになるためとも考えられる。

3.6 クラック観察

Fig. 13 は焼入材を疲労させたときに生じた同一試片表面におけるクラック発生状況の光学顕微鏡写真を示したものである。疲労後ナイトルで軽く腐食して組織を現出した。

写真で明らかなように、応力方向に対し 45~90° 範囲の方向に沿ったクラックが多く認められ、繰返し数とともに数と大きさを増してゆく。初期クラックは非金属介在物 (量的に少ない) や旧オーステナイト粒界 (写真(a)), マルテンサイト葉の縁辺 (写真(b)) 等に沿ってほぼ同時期に発生するが、クラック数が増すにつれてマルテンサイトの縁辺に沿った短いクラックが多く認められるように見受けられる。

このようなクラックは他のマルテンサイト葉 (矢印 M) や旧オーステナイト粒界 (矢印 GB) 等に突きあ

Fig. 13. Examples of low-cycle fatigue cracks in IWQ specimen ($N=100$, $\varepsilon=1.3\%$).

たると、伝ばが一時阻止されるように見える。しかし写真(d)の矢印Aで示すように、やがてマルテンサイト葉や粒界を横断してゆく。なお焼もどし材の写真は示さなかったが、焼もどし温度が高くなるほどクラック発生前のすべり線が明りょうに認められるようになる以外は Fig. 13 と同様のクラック発生傾向が認められた。なお以上のクラック観察結果については後報で詳しく検討する予定である。

4 総括

20%前後の γ_R を含む Fe-21%Ni-0.17%C 鋼の焼入れ・焼もどし材につき低サイクル疲労過程における組織変化を主としてX線的に調べるとともに、光学顕微鏡によるクラック観察を行なった。その結果を総括すると次のとおりである。

(1) γ_R を含む鋼の低サイクル疲労過程におけるマルテンサイト相の半価幅, particle size および microstrain の変化傾向は γ_R を含まない中炭素鋼の場合と同様である。

(2) 多くのクラック発生場所を含むような広い範囲の平均値として求められるマルテンサイト相の半価幅, particle size および microstrain の値はクラック発生時や破断時においても繰返しひずみ量や焼もどし条件によって変化するため、これらの値を疲労損傷の定

量化に使用するのとは現在のところ難かしい。

(3) 疲労過程で生ずる γ_R のマルテンサイト化量は同一ひずみ範囲においても労疲前の焼もどし条件によって異なり、このときの γ_R の安定化は焼もどしによる熱的安定化と関係がある。

(4) 初期発生クラックは非金属介在物や旧オーステナイト粒界ばかりでなく、マルテンサイト葉の縁辺に沿った場所でも認められた。

(昭和45年10月14日 日本金属学会昭和45年度秋期大会講演)

参 考 文 献

- 1) Hinton, R. W., ASM Trans., **61**, 176 (1968).
- 2) Beadmore, P., and C. E. Feltner, Fracture, p. 607 (1967).
Proc. 2nd Inter. Conf. on Fracture, Brighton
- 3) 今井勇之進, 熊谷真一郎, 材料, **19**, 1121 (1970).
- 4) Taira, S., T. Goto, and Y. Nakano, The 11th Jap.
Cong. Research Met. Mat., p. 25 (1968).
- 5) 平 修二, 後藤 徹, 中野善文, 材料, **17**, 1135(1968).
- 6) 平 修二, 後藤 徹, 三原 豊, 材料, **18**, 385 (1969).
- 7) 平 修二, 後藤 徹, 三原 豊, 材料, **18**, 1093(1969).
- 8) 平 修二, 後藤 徹, 中野善文, 材料, **19**, 441 (1970).
- 9) Feltner, C. E., and C. Laird, Acta Met, **15**, 1633(1967).
- 10) Klesmül, M., and P. Lukášp, JISI, 1043 (1965).
- 11) Feltner, C. E., and C. Laird, Czech. J. Phys., B14,
176 (1968).
- 12) Lukáš, P., and M. Klosnil, Ryš P., Z. Metalkde.,
56, 109 (1965).
- 13) たとえば Zackey, V. F., E. R. Parker, D. Fahl, and
R. Busch, ASM Trans., **60**, 252 (1967).
- 14) たとえば, 佐藤進一, 鋼の加工熱処理 (日本金属学会セ
ミナー), p. 19 (1964).
- 15) Averbach, B. L., and M. Cohen, Trans. AIME, 176,
401 (1948).
- 16) Miller, R. L., ASM Trans., **57**, 892 (1964).
- 17) Powell, G. W., E. R. Marschall, and W. A. Backofen,
ASM Trans., **50**, 478 (1958).
- 18) Bressanelli, J. P., and A. Moskowitz, ASM Trans.,
59, 223 (1966).
- 19) たとえば, 泉山昌夫, 日本金属学会誌, **25**, 799 (1961).