Fe-Ni-C 合金における残留オーステナイト による TRIP 現象*

牧 正 志** 小野寺秀博*** 田村 今 男****

TRIP Phenomenon in Residual Austenite of Fe-Ni-C Alloy

by

Tadashi MAKI

(Faculty of Engineering, Kyoto University, Kyoto)

Hidehiro ONODERA

(Graduate School, Kyoto University, Kyoto)

and Imao TAMURA

(Faculty of Engineering, Kyoto University, Kyoto)

The relation between TRIP phenomenon and the amount of residual austenite was examined by means of tensile test at various temperatures using Fe-30%Ni-0.2%C specimens containing 13%, 41%, 76% and 100% austenite. The main results are as follows :

(1) The TRIP phenomenon was observed and the maximum elongation (δ_{max}) increased linearly with volume fraction of austenite, when the amount of austenite was more than 41%. In case of 13% austenite, however, the TRIP was hardly observed.

(2) The peak temperature of elongation by TRIP decreased with decreasing the amount of austenite.

(3) In case of the tests at temperatures accompanying TRIP, the serrations caused by the formation of strain-induced martensite were observed in the stress-strain curves of the specimens containing more than 76% austenite.

(4) When the austenite was more than 76%, the phenomenon that 0.2% proof stress drops at temperatures around M_s was observed.

(Received June 24, 1974)

1 緒 言

準安定オーステナイト鋼において変形中にマルテンサイトが生成する場合に著しく延性が増す現象はマルテンサイト変態誘起塑性 (TRIP 現象) と呼ばれ、鋼の強じん化を図るためのひとつの有効な手段として注目されており、比較的多くの研究がなされている^{1)~7)}。著者らも、この TRIP 現象に関する一連の基礎的研究を行ない、合金系、合金組成、ひずみ速度および結晶粒径の影響、さらに強化されたオーステナイトでの TRIP 現象などについて明らかにしてきた^{8)~13)}。これらの研究は TRIP 現象の本質を解明するためになされたものであるため、主に準安定オーステナイト単相の試

料を用いて研究されたものである。準安定オーステナイト単相合金の場合、TRIP 現象によって 100% 近くの大きな伸びが得られるが、強度とくに 0.2% 耐力は低い。それゆえ強化は他の方法にたよらねばならない。強化の最も基本的な方法はマルテンサイトと準安定オーステナイトの 2 相混合組織にすることであろう²⁾。Zackay らの開発した TRIP 鋼も、オースフォームドマルテンサイトによって主な強化を図っており、多量に残留させた準安定オーステナイトの TRIP 現象によって延性を向上させたものである¹⁴⁾。その他、著者らのひとりや田中らによって残留オーステナイト量を変化させた場合の TRIP 現象に関しての報告がなされている。しかし、従来の研究報告では残留オーステナイト量と TRIP 現象の関係はあまり深く解明されていないように思われるので、本研究では、TRIP 現象と残留オーステナイト量との関係を定量的に明らかにす

* 原稿受理 昭和49年6月24日

** 京都大学工学部 京都市左京区吉田本町

*** 京都大学大学院 京都市左京区吉田本町

**** 正 会 員 京都大学工学部 京都市左京区吉田本町

Fig. 1. Optical micrographs of martensites formed by subzero cooling to several temperatures in Fe-30%Ni-0.2%C ($M_s = -57^\circ\text{C}$).

ることを目的とした。

2 実験方法

試料は高周波真空溶解により作製したもので、その化学組成および M_s , M_d 点を Table I に示す。これを熱間圧延および冷間圧延により約 0.5 mm 厚の薄板とし、圧延方向に平行に平行部の長さ 30 mm, 幅 10 mm の引張試験片を作製した。これらを真空加熱炉によって 1150°C , 3 hr オーステナイト化処理を施したのち炉冷した。 M_s 点は室温以下であるためオーステナイト化処理後、室温ではオーステナイト単相である。その後化学研磨によって試料表面をわずかに研磨した後、 M_s 点以下の種々な温度に冷却してマルテンサイト量（残留オーステナイト量）を変化させた。残留オーステナイト量は組織観察による線分法によって求めた。このように残留オーステナイト量の異なる試料およびサブゼロ処理を施さない 100% オーステナイトの試料を用い、種々な温度（ $+40^\circ\text{C} \sim -196^\circ\text{C}$ ）でひずみ速度 $5.5 \times 10^{-4}/\text{sec}$ にて引張試験を行なった。

Table I. Chemical compositions, M_s and M_d temperatures of alloy.

Compositions (wt%)							M_s	M_d
Ni	Si	Mn	S	P	C	Fe	($^\circ\text{C}$)	($^\circ\text{C}$)
29.89	0.21	0.22	0.002	0.004	0.23	bal	-57	≈ 0

3 実験結果

残留オーステナイト量を変化させるために M_s 点

*1 M_s 点は室温以下に冷却しながら（冷却速度約 $2.5^\circ\text{C}/\text{min}$ ）連続的に電気抵抗を測定し、その変化から決定した。一方、 M_d 点は 100% オーステナイトの試料を種々な温度で引張試験した後の破断した試片を用いて組織観察を行ない、試片の破断部先端から 5 ~ 10 mm 程度はなれた平行部（均一伸びのみうけた部分）に加工誘発マルテンサイトが観察される上限の温度を M_d 点とした。

（ -57°C ）以下の -68°C , -103°C , -196°C の各温度に冷却した。冷却後の光学顕微鏡組織を Fig. 1 に示す。中央部にミドリブのある典型的なレンズ状マルテンサイトが生成している。このマルテンサイトは burst 現象を伴って変態するため、写真に示したように稲妻状に生成する。冷却温度が下がるにつれてマルテンサイト量が増加しているのがわかる。冷却温度と残留オーステナイト量の関係を Table II に示す。 M_s 点において burst 現象のため一度に多量のマルテンサイトが生成するので、 M_s 点よりわずかに低い -68°C に冷却するだけで 24% のマルテンサイトが生成し、残留オーステナイトは 76% となる。また液体窒素温度に冷却しても 13% の残留オーステナイトが存在していた。本研究では、サブゼロ処理を施さない 100% オーステナイトおよび Table II に示したように残留オーステナイト量を 76%, 41%, 13% と変化させた 4 種類の試片を用いて以下に示す引張試験を行なった。

Table II. Amount of residual austenite in Fe-30% Ni-0.2%C cooled to several temperatures below the M_s . ($M_s = -57^\circ\text{C}$)

Subzero temperature	-68°C	-103°C	-196°C
Amount of residual austenite	76%	41%	13%

Fig. 2 に残留オーステナイト量の異なる各試験片について、引張試験により得られた応力-ひずみ曲線のうち代表的な温度のものを示す。(a)は $+40^\circ\text{C}$ 試験の結果である。この場合 M_d 点以上であるため、安定オーステナイトとマルテンサイトの混合組織の場合の試験である。オーステナイト量が減少するにつれ強度が上昇し、伸びは低下している。(b)の -30°C 試験は 100% オーステナイトの場合に最も顕著な TRIP 現象が起こり伸びが最高となる温度である。100% オーステ

Fig. 2. Stress-strain curves obtained by tensile tests at various temperatures in the specimens having different amount of residual austenite.

ナイトの場合、約10%ひずみから細かいセレーションが観察される。これは加工誘発マルテンサイトによって生じたものである。一方、76%以下の残留オーステナイトの試料ではセレーションはほとんど認められない。(c)は M_s 点直下の -60°C 試験である。100%オーステナイト材（実際には M_s 点直下であるため試験前にわずかのマルテンサイトが生成している）では変形初期から比較的振幅の大きいセレーションが現われ、加工硬化が大きくなっている。また76%オーステナイトでも細かいセレーションが観察されるようになる。しかし、41%オーステナイトの場合は、組織観察の結果加工誘発マルテンサイトは生成しているにもかかわらずセレーションは認められない。41%および13%オーステナイトともに、より低温での試験でもセレーションは観察されなかった。著者らは以前、本研究と同じ組成の Fe-Ni-C 合金において100%オーステナイトの場合でも母相オーステナイトの結晶粒径が小さくなると、加工誘発マルテンサイトが生成しても応力-ひずみ曲線にはセレーションが観察されなくなことを明らかにした¹³⁾。つまり、セレーションが明りょうに現われるには比較的大きなマルテンサイトが一度に多量に生成することが必要であると考えられる。本研究の場合もセレーションの消滅は残留オーステナイトの微細化と関係があると思われる。つまり、Fig. 1 に示したように41%オーステナイトでは残留オーステナイト

Fig. 3. Change in elongation with test temperature in the specimens having different amount of residual austenite

イトはマルテンサイトによって細かく分割されており、非常に小さな領域になっている。13%オーステナイトの場合はさらに極端に小さくなっている。このような分割されて小さくなったオーステナイトから加工誘発マルテンサイトが生成しても、それらは非常に小さいのでセレーションとして現われなくなったものと考えられる。

Fig. 3 はオーステナイト量が異なる場合の伸びと試験温度の関係をもとめて示したものである。100%オーステナイトの場合、 M_s 点と M_d 点の間で伸びが最高となる典型的な TRIP 現象が起こっている。残留オーステナイト量が76%, 41%と減少しても伸びは peak を示し、TRIP 現象が起こっている。しかし最高伸びの値は大きく低下している。また、最高伸びが得られる温度が残留オーステナイト量が減少するにつれて低温側へ移行する傾向があることがわかる。一方、13%オーステナイトの場合には伸びの peak は認められず、TRIP 現象がわからなくなる。なお、100%オーステナイト試片を M_s 点 (-57°C) 以下の温度で試験すると、試験前にすでに冷却のためマルテンサイトが生成してしまうので実質上100%オーステナイトにはならない。同様に、各残留オーステナイト量の場合 Table II に示したそれぞれのサブゼロ温度以下での試験では、試験前にマルテンサイトが新たに生成するので、残留オーステナイト量が変化してしまう。このような理由のために、本研究では Fig. 3 に示したように各オーステナイト量について全温度範囲 ($+40 \sim -196^\circ\text{C}$) で引張試験を行っていない。

Fig. 4 は0.2%耐力および引張強さと試験温度の関係を示す。0.2%耐力、引張強さとともに残留オーステナイト量が少ないほど大きい。+40°Cの安定オーステナイトの場合は、0.2%耐力、引張強さとともに混合の法則が成立する。準安定オーステナイトの場合、

Fig. 4. Change in 0.2% proof stress and tensile strength with test temperature in the specimens having different amount of residual austenite

M_s 点近傍の温度で 0.2% 耐力が低下する現象が知られている⁷⁾⁹⁾¹⁷⁾¹⁸⁾。この現象は burst 現象を伴ってマルテンサイトが生成する Fe-Ni-C 合金で最も顕著にみられるものであり、 M_s 点近傍ではオーステナイトが降伏する以前に低応力でマルテンサイトが誘発され、この変態によるひずみのために見掛け上の 0.2% 耐力が低下するためである。本研究においても 100% オーステナイトおよび 76% オーステナイトでこのような現象がみられた。しかし、41%、13% と残留オーステナイト量が少なくなると 0.2% 耐力の低下はみられなくなることが明らかとなった。

4 考 察

Fig. 3 に示したように残留オーステナイト量が変わった場合、100%、76%、41% オーステナイトの場合は TRIP 現象が起こり伸びの増加がみられるが、13% 程度になると TRIP 現象がほとんど起こらず伸びの上昇に寄与しないことが明らかとなった。ここでは、TRIP 現象による伸びの増加量と残留オーステナイト量の関係について検討する。TRIP 現象による伸びの増加量を示す尺度として Fig. 5 に示す方法を採用する。つまり、準安定オーステナイトの TRIP 現象によって得られた最高伸びの値 (δ_{max}) は TRIP 現象が起こらないとしたとき (つまり安定オーステナイトと考えた場合) の伸びの値 (δ_0) に TRIP 現象が起こったことによってひきこされた伸びの増加量 ($\Delta\delta$) が加わったものと考えることができる。しかし、現実

Fig. 5. Schematic illustration of increase in elongation caused by TRIP.

δ_{max} : maximum elongation (with TRIP)
 δ_0 : elongation of stable austenite (without TRIP)
 $\Delta\delta$: amount of increase in elongation by TRIP

Fig. 6. Change in δ_{max} and δ_0 (ref. Fig. 5) with volume fraction of austenite.

には TRIP 現象が起こる 温度では当然オーステナイトは準安定であるから、 δ_0 は実験的には求めることはできない。それゆえ、ここでは M_d 点以上の温度でオーステナイトが安定である場合 (+40°C 試験) の値をもって δ_0 とした。 δ_0 は温度が変化してもそれほど大きく変化しないものと考えられる。Fig. 6 は残留オーステナイト量による δ_{max} および δ_0 の変化をまとめたものである。ともに残留オーステナイト量が減少すると低下するが、 δ_{max} の低下量の方が大きい。図中ハッチで示した量、つまり $(\delta_{max} - \delta_0)$ が TRIP 現象によって増加した伸びの量 $\Delta\delta$ である。 $\Delta\delta$ と残留オーステナイト量の関係を Fig. 7 に示す。ここに示したように残留オーステナイト量が少なくなると TRIP 現象による伸びの増加量は小さくなっている。このことは、TRIP 現象が残留オーステナイトを源として起こることを考えれば当然のことである。むしろここで注目すべきことは、TRIP 現象がほとんど認められなかった 13% オーステナイトは例外として、100%、76%、41% オーステナイトの場合ほぼ直線的に変化し、しかも 0% オーステナイトに外挿すると $\Delta\delta$ が 0 点を

Fig. 7. Change in $\Delta\delta$ (amount of increase in elongation by TRIP) with volume fraction of austenite.

通ることである。このことは、TRIP 現象による伸びの増加量と残留オーステナイト量の間には一種の混合の法則が成立することを意味している。このことから、マルテンサイトと準安定オーステナイトの2相合金で TRIP 現象が起こるときの最高伸びの値は次式のように表わすことができる。

$$\delta_{\max} = \delta_0 + \Delta\delta_{100} \times (\text{VFA}) \quad (1)$$

ここに、 $\delta_{\max}$ は TRIP 現象による最高伸び値、 δ_0 は残留オーステナイトが安定で TRIP 現象が起こらない場合の伸び値、 $\Delta\delta_{100}$ はオーステナイト単相のときの TRIP 現象によって生じた伸びの増加量、(VFA) は残留オーステナイト量を示す。この式は結局、残留オーステナイト量が減少すると最大伸びの値は低下するが、残留オーステナイトの中だけをみれば、100% オーステナイトと同程度の TRIP 現象による伸び増大の寄与をすることを意味しているわけである。 $\Delta\delta_{100}$ の値は合金系や合金組成によって変化する。本合金の場合約40%であるが、オーステナイトの積層欠陥エネルギーの低い Fe-15% Cr-12% Ni 合金の場合は約50%となる^{*2}。また、炭素は $\Delta\delta_{100}$ の上昇に非常に有効な合金元素である¹⁰⁾。

本研究の場合、残留オーステナイトが41%のときは明りょうな TRIP 現象が起こるのに対して、13%程度に少なくなると TRIP 現象はほとんど認められなかった。ただし本研究ではこの間の残留オーステナイト量については研究していないので、TRIP 現象に有効に働く最少の残留オーステナイト量については不明である。しかし、田中ら¹⁵⁾は20~30%残留オーステナイトの場合でも TRIP 現象の効果が認められることを報告している。それゆえ、マルテンサイトとオーステナイトの2相合金で TRIP 現象の効用を利用して伸びの増大を図ろうと思えば、10~20%以上の残留オーステナイトは必要であろうと思われる。

さらに本研究によって残留オーステナイト量が減少するほど伸びが最高となる温度が低温側へ移行することが明らかになった。これは残留オーステナイトの安定度の変化によるものと考えられる。つまり、 M_s 点以下の種々な温度に冷却してマルテンサイトを生成させると、残留オーステナイトからさらにマルテンサイトを生成させるためには最終サブゼロ温度より低い温度に冷却することが必要である。すなわち残留オーステナイトの実質上の M_s 点は最終サブゼロ温度近傍となるわけである。このような残留オーステナイトの安定化のために TRIP 現象の起こる温度域が低温側へ移行したものであろう。

5 結 論

Fe-30%Ni-0.2%C 合金を用い、残留オーステナイト量を13%、41%、76%、100%と変化させて種々な温度で引張試験を行ない、TRIP 現象と残留オーステナイト量の関係について研究した。得られた主な結果を次に示す。

(1) オーステナイト量が41%以上の場合には明りょうな TRIP 現象が起こり伸びの増大がみられたが、13%の場合には TRIP 現象が認められなかった。それゆえ、マルテンサイトとオーステナイトの2相合金で TRIP 現象の効果をj得るためには、少なくとも10~20%以上の準安定オーステナイトを含むことが必要と思われる。

(2) 残留オーステナイト量が減少するにつれて TRIP 現象による最大伸びの値は低下したが、残留オーステナイト自身は100% オーステナイトと同程度の TRIP 現象への寄与をすることが明らかとなった。つまり、TRIP 現象が起こることによる伸びの増加量とオーステナイト量の間には一種の混合の法則が成立する。その結果、マルテンサイトと残留オーステナイトの2相合金で TRIP 現象が起こる場合の伸びの最大値は残留オーステナイト量と比例的関係 (1)式) がある。

(3) 残留オーステナイト量が減少するにつれて TRIP 現象の起こる温度が低温に移行する。

(4) TRIP 現象が起こる場合の応力-ひずみ曲線に、100%および76% オーステナイトの場合セレーションが観察されるが、41%以下の場合には加工誘発マルテンサイトが生成してもセレーションは現われない。

(5) 76% 以上のオーステナイト量の場合は、0.2% 耐力が M_s 点近傍で低下する現象が生じたが、41%以下の場合にはこのような現象は認められなかった。

参 考 文 献

- 1) Bressanelli, J B., and A. Moskowitz, Trans. ASM, 59, 223 (1966).

*2 未発表、牧 正志、下岡貞正、田村今男。

- 2) Zackay, V. F., E. R. Parker, D. Fahr, and R. Busch, Trans. ASM, **60**, 252 (1967).
- 3) 深瀬幸重, 江波戸和男, 大久保延弘, 村尾誠一, 日本金属学会誌, **32**, 38 (1968).
- 4) 平山俊成, 小切間正彦, 日本金属学会誌, **34**, 830 (1970).
- 5) Lecroisey, F., and A. Pineau, Met. Trans., **3**, 387 (1972).
- 6) 藤田 達, 三沢博士, 提 汪永, 鉄と鋼, **58**, 1693 (1972).
- 7) 瀬尾省逸, 宮崎 亨, 矢島悦次郎, 森田喜久男, 日本金属学会誌, **37**, 1172 (1973).
- 8) 田村今男, 牧 正志, 波戸 浩, 油井孝輔, 日本金属学会誌, **33**, 1483 (1969).
- 9) 田村今男, 牧 正志, 鋼の強靱性, Climax Moly., 183 (1971).
- 10) Tamura, I., T. Maki, S. Shimooka, M. Okada, and Y. Tomota, Proc. of 3rd Conf. High Strength Material Steels, Havířov, Czechoslovakia, 118 (1972).
- 11) 牧 正志, 岡 裕, 田村今男, 水曜会誌, **17**, 334 (1972).
- 12) 友田 陽, 牧 正志, 田村今男, 材料, **22**, 329 (1973).
- 13) 牧 正志, 友田 陽, 田村今男, 日本金属学会投稿中
- 14) Tamura, I., Y. Tomota, and M. Ozawa, Proc. of 3rd Conf. on Strength of Metals and Alloys, Cambridge, England, **1**, 611 (1973).
- 15) 田中 実, 山本 襄, 金属学会昭和48年度福岡大会講演概要, 161 (1973).
- 16) 田村今男, 友田 陽, 山岡幸男, 金谷三郎, 小沢正俊, 赤尾 明, 鉄と鋼, **59**, 96 (1973).
- 17) Bolling, G. F., and R. H. Richman, Phil. Mag., **19**, 247 (1969); Acta Met., **18**, 673 (1970).
- 18) Fahr, D., Met. Trans., **2**, 1883 (1971).