

## 論 文

UDC 669.14.018.8 : 669.15'24'26-194.56 : 669.112.227.34

18-14 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\*

肥後 矢吉\*\*・森 勉\*\*\*・中村 正久\*\*\*

Martensitic Transformation and Plastic Deformation in 18-14  
Stainless Steel Single Crystals

Yakicki HIGO, Tsutomu MORI, and Tadahisa NAKAMURA

## Synopsis:

Relations between martensitic transformation and plastic deformation have been studied using single crystals of 18%Cr-14%Ni austenitic stainless steel. The  $M_s$  temperature for  $\gamma \rightarrow \alpha$  transformation decreases with plastic deformation due to slip. It has been found that the morphology and the crystal orientation relationships between the martensites and  $\gamma$  have close relations to the slip systems which have been active during plastic deformation. When the martensitic transformation occurs during plastic deformation, the plastic deformation is concentrated in bands parallel to  $\{111\}$  planes of  $\gamma$  and the negative temperature dependence of the yield stress is noted. This is associated with the  $\gamma \rightarrow \epsilon$  transformation. The above plastic bands are parallel to the most stressed  $\{111\}\langle 211 \rangle$  shear system of  $\gamma$  to induce the  $\gamma \rightarrow \epsilon$  lattice change. The occurrence of the  $\gamma \rightarrow \alpha$  transformation results in a decrease in the easy glide strain and in a high strain hardening in the stage II deformation.

## 1. 結 論

18-8 型ステンレス鋼は、焼入状態では準安定 オーステナイト相であるが、これを更に冷却するか、または塑性変形を行なわせると、 $\alpha$  相 (bcc) および  $\epsilon$  相 (hcp) へとマルテンサイト変態を行なう。また、その加工硬化能は、fcc 合金の中では特に大きく、それは塑性変形中に生じるマルテンサイトの存在によるといわれている<sup>1)</sup>。一方、単純冷却によつて起こるマルテンサイト変態は、かなり組織敏感であり、マルテンサイト変態以前の塑性変形の量に影響されることも、古くからわかっている<sup>2)</sup>。このように、塑性変形とマルテンサイト変態は、互いに影響を及ぼし、相互作用を持つものであるが、あとで詳しく述べるように、この点を単結晶を用いて追求した研究は多くない。すなわち、単純冷却によつて生ずるマルテンサイト変態が、前もつて加えられた塑性変形にど

う影響されるかは、塑性変形時に働いたすべり系とすべり量から議論されるべきである。また、塑性変形中に生じたマルテンサイトによるといわれる大きな加工硬化も塑性変形様式、変形模様との関連において考えるべきものであろう。さらに、本質的には剪断変態といわれ、特定の方位関係を持つ相が発生するのが、マルテンサイト変態であるから塑性変形中あるいは外力付加時に発生するマルテンサイトは、結晶軸と外力付加方向の関係に強く依存することが予想される。このようなことを実験的に確かめるには、単結晶試料による研究が望ましいことはいふまでもない。

そこで本研究では、18-14 ステンレス鋼単結晶を用いて、マルテンサイト変態に及ぼすすべりによる塑性変形の影響、塑性変形がほとんどマルテンサイト変態の進行によつて起こる時の変形模様およびこれに及ぼす外力負荷方向の影響、単結晶の応力-歪曲線に及ぼすマルテン

\* 昭和 46 年 10 月, 昭和 47 年 10 月, 昭和 48 年 4 月, 10 月本会講演大会にて発表  
昭和 49 年 12 月 24 日受付 (Received Dec. 24, 1974)

\*\* 東京工業大学精密工学研究所 工博 (Research Laboratory of Precision Machinery and Electronics,  
Tokyo Institute of Technology, 2-12-1 Ōokayama Meguro 152)

\*\*\* 東京工業大学工学部 工博 (Tokyo Institute of Technology)

サイ変態の影響を調べることにした。

## 2. 実験方法

### 2.1 単結晶

本研究に用いた単結晶は、真空溶解した 18.00%Cr-13.61%Ni-0.016%C-Fe 合金を帯溶融<sup>3)</sup>を用いたブリッジマン法<sup>4)</sup>により成長させたものである。単結晶の平均化学組成は、17.7%Cr-13.6%Ni-Fe (<0.01%C) であつた。これらの試料は室温では fcc 構造の  $\gamma$  相であり、低温に冷却するか、または外力を加えると bcc 構造の  $\alpha$  相と hcp 構造の  $\epsilon$  相へマルテンサイト変態する。 $\epsilon$  マルテンサイトの Ms 点 ( $Ms_{\epsilon}$ ) は約  $-70^{\circ}\text{C}$ 、 $\alpha$  マルテンサイトの Ms 点 ( $Ms_{\alpha}$ ) は約  $-100^{\circ}\text{C}$  であつた。しかし、本研究で用いた単結晶の Ms 点は、単結晶成長期に生じた成分偏析のため必ずしも一定ではなかつた。そのため Ms 点の熱処理または塑性変形による変化やマルテンサイトの発生状態を比較する必要がある時は、試験片を単結晶の成長方向に対して同一部分から切り出し、成分偏析による結果のばらつきを防いだ。しかし、他の場合には必ずしも成分偏析の効果を除くことができなかった。

### 2.2 試験片

方位を背面反射ラウエ法にて決定した単結晶より、実験目的に適した方位を持つ引張試験片と圧縮試験片を、ホイール・カッターを使つて切り出した。各試験片は表面の加工層を電解研磨(氷酢酸と60%過塩素酸を9:1の割合で混合した電解液を使用)により取り除いたのち、 $1000^{\circ}\text{C}$  のアルゴンガス中で 1hr 焼鈍後水焼入れした。引張試験片と圧縮試験片の寸法はそれぞれ約  $1.5 \times 1.5 \times 30 \text{ mm}$  と  $1.5 \times 3 \times 3 \text{ mm}$  であつた。

Ms 点測定用試験片は、前にも述べたように単結晶の成長方向に対して同一部分より切り出すことが必要である。そのためには試験片をできるだけ小さくする方がよい。小さくすると Ms 点に対する試料の寸法効果が生じる可能性もあるが、結晶粒の直径が  $0.1 \text{ mm}$  以上であれば、Ms 点に対する結晶粒の大きさの効果はないとされている<sup>5)6)</sup>ので、本研究では試料の寸法を  $1.5 \text{ mm}$  角とし各試料が単結晶の成長方向に対して同じ位置になるように切り出すように努めた。

### 2.3 塑性変形と表面観察

塑性変形は、引張および圧縮変形をインストロン型試験機を用いて行なわせた。歪速度は  $2 \times 10^{-4} / \text{sec}$  であり、試験温度は  $-100^{\circ}\text{C}$  から  $+100^{\circ}\text{C}$  まで変化させた。塑性変形後の試料表面の観察は光学顕微鏡、干渉顕微鏡と走査電子顕微鏡を用いて行なつた。

なお、 $\gamma$  相と  $\epsilon$  相は常磁性であり、 $\alpha$  相は強磁性である<sup>7)</sup>。そこで試験中に発生する  $\alpha$  マルテンサイトの発生と、相対的な発生量の変化を知るため、試験中連続的に透磁率の変化を測定できる装置を製作、使用した<sup>8)</sup>。

なお、研磨後の腐食による  $\alpha$  相の検出のためには、塩化第Ⅱ鉄の希塩酸溶液を腐食液として用いた。

### 2.4 Ms 点の測定

一般に Ms 点は熱膨張や電気抵抗の測定<sup>9)</sup>、磁気分析を行なつて決定している。しかし、測定感度がおのおの異なるので、実際上の Ms 点の定義にはある程度の任意性がある。本研究では、Ms 点を次のように定義した。すなわち、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 400 倍であつた。

Ms 点の測定をするための冷媒にはエチルアルコール(室温より  $-90^{\circ}\text{C}$  まで)と液化フロンガス ( $-90^{\circ}\text{C}$  より  $-158^{\circ}\text{C}$  まで)を用いた。温度は銅-コンスタンタン熱電対とポテンシオメーターを使つて測定した。そして冷媒を  $2^{\circ}\text{C}$  冷却するごとに試料を 3 min 間冷媒中に保持し、Ms 点を求めた。

## 3. 実験結果と検討

### 3.1 $\gamma$ 相で与えた塑性予歪がマルテンサイト変態に及ぼす影響

一般に Ms 点とマルテンサイトの発生模様は焼鈍材と予歪を与えたものでは異なるといわれている。しかし  $\gamma$  相での塑性予歪がマルテンサイト変態に及ぼす影響に関する報告は、大部分が多結晶試料に基づくものである。多結晶試料の変形は粒界の拘束のため複雑であり、しかも局所的には必ず多重すべりを起こしている。これでは、たとえば変態様式が変わつても予歪を与えたことの本質的效果か、多重すべりの頻度の効果を観察したものかはつきりしない。Ms 点は加工量が増す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、その後減少するといわれる<sup>10)</sup>。しかし、この変態量や Ms 点の変化傾向は単純ではない。GOOCH<sup>11)</sup>らと FIEDLER<sup>12)</sup>ら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、試料に含まれる炭素量によつても大きく変わることがわかる。予歪を与えたことと、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電子顕微鏡を用いたミクロ的な観察でも調べられている<sup>2)5)6)13)</sup>。単結晶による研究としては Fe-Ni 合金単結晶において発生したマルテンサイトの晶癖面と  $\gamma$  相での加工の関係を考察した<sup>14)</sup>ものと  $346^{\circ}\text{C}$  で 0.7% 塑性予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 らのものがあるだけである。なお、BREEDIS らはマルテンサイトの変態量は予歪を与えることにより減少するが、わずかの歪みはマルテンサイトの発生形態には関係しないと述べている<sup>15)</sup>。

本節では単一すべりを生じやすい引張方向が  $[235]_f$  方向と塑性変形の開始より二重すべりを起こしやすい引張方向が  $[112]_f$  方向と 2 種類の試験片を用い、単一すべりや多重すべりの塑性予歪を与え、予歪の効果をより単純な実験条件で明らかにすることを試みた。ここで添字  $f$  は fcc ( $\gamma$  相) を表わす。なお、時効による  $M_s$  点のばらつきを避けるため、 $M_s$  点の測定は焼入れ後 24hr 経過してから行なった。

### 3.1.1 $M_s$ 点

Fig. 1 にオーステナイトステンレス鋼単結晶の室温における応力-歪曲線と、与えた塑性予歪量と  $M_s$  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低下するが、その後予歪量の増加にかかわらず一定値を示すことである。一方、 $M_{s\alpha}$  は予歪量が増加するとともに低下するが、 $\gamma$  に与えた塑性予歪が 10% から 16% の間で一時一定となり、予歪量の増加と

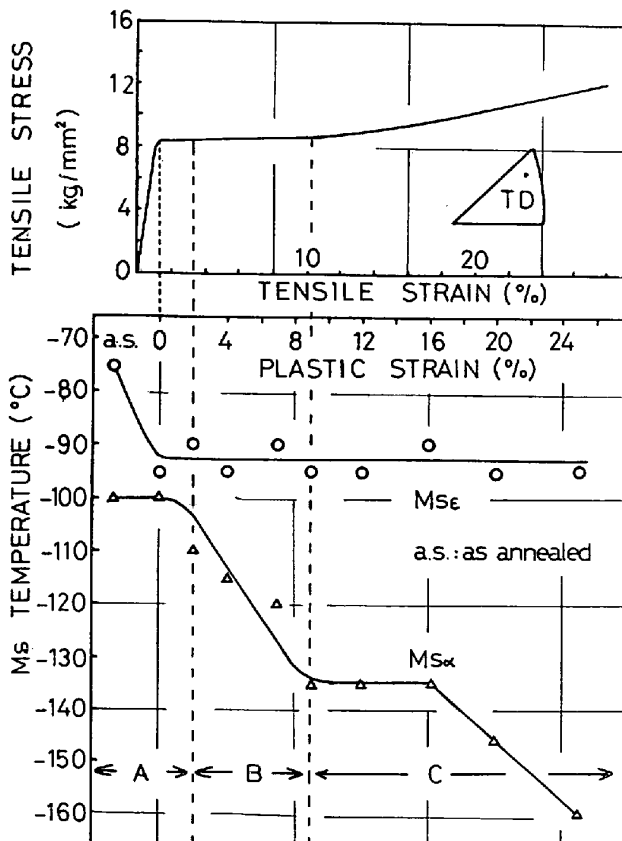


Fig. 1. Stress-strain curve and  $M_{s\alpha}$  and  $M_{s\epsilon}$  temperatures against prestrain given at 24°C in single slip orientation.

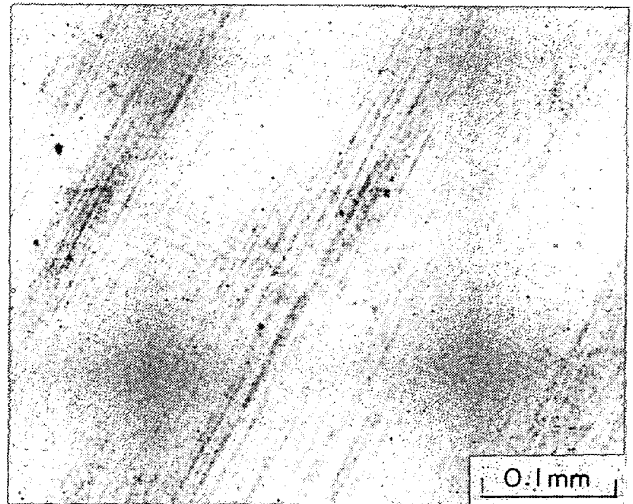


Photo. 1. Optical micrograph of typical primary and conjugate slip bands (10% tensile strain).

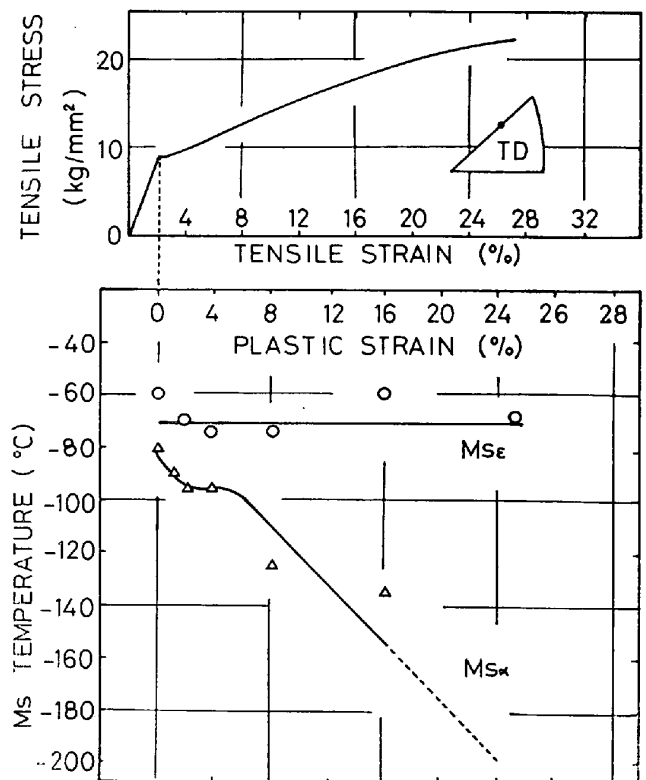


Fig. 2. Stress-strain curve and  $M_{s\alpha}$  and  $M_{s\epsilon}$  temperatures against prestrain given at 24°C in double slip orientation.

もに再び低下する。この  $M_{s\alpha}$  点が一時的に一定となる 10% 歪を与えた試料表面のすべり模様は Photo. 1 に示すように、共役すべり線が観察される。この状態は、Fig. 1 の応力-歪曲線の加工硬化開始に相当している。すなわち、予歪を与えた時、二重すべりが始まり加工硬化が第 II 段階に入ると  $M_{s\alpha}$  は一時一定となり、さらに予歪

量が増すと再び  $Ms_{\alpha}$  点は低下する。

次に、塑性変形の最初から二重すべりをおこしやすい引張方向が  $[112]_f$  方向の試料で、同様の実験を行なった。Fig. 2 にこの試料の室温における応力-歪曲線および  $\gamma$  の塑性予歪量と  $Ms$  点の関係を示す。応力-歪曲線は降伏とともに加工硬化を始め、二重すべりが塑性変形の初めから始まることを示している。 $Ms_s$  は Fig. 1 の結果と同様に、予歪をわずかに与えると、少し低下するようであるが、この点に関しては確かでない。しかし、その後、 $Ms_s$  は  $\gamma$  に与えた塑性予歪量にかかわらず一定となる。 $Ms_{\alpha}$  は  $\gamma$  に与えた塑性予歪が 2% までは減少するが、その後予歪量の増加に対して一時一定となつたのち、急激に低下する。Fig. 1 に示した単一すべり領域の長い試料は塑性予歪量が 25% の時、 $Ms_{\alpha}$  は焼鈍材に比べて約  $60^{\circ}\text{C}$  低くなる。これに比べて、塑性予歪がほとんどすべて二重すべりで与えられる試料においては、予歪量が 25% の時の  $Ms_{\alpha}$  は焼鈍材にくらべて  $120^{\circ}\text{C}$  も低下し、単一すべり領域の長い試料のその 2 倍にもなっている。したがって、 $Ms_{\alpha}$  点を低下させる効果は、予歪を与えた時働くすべり様式が単一すべりより多重すべりの方が、より大きいといえる。これは、試料中に残った転位が多いほど  $\alpha$  マルテンサイトの成長阻止効果が大きいことを示すのであろう。予歪を与えた時の変形様式が単一すべりから二重すべりへ移ると  $Ms_{\alpha}$  が一時一定となるがこの原因についてははつきりしない。しかし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していると考えられる。しかし、結晶粒界の阻止効果が  $Ms_s$  点にも及ぶのに対して塑性予歪による阻止効果が  $Ms_s$  点に及ばないのは、 $\alpha$  マルテンサイトと  $\epsilon$  マルテンサイトの変態機構の相違によると考えられる。 $\epsilon$  マルテンサイト変態は  $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$  の剪断そのものすなわちショックレイ半転位の運動によつて積層欠陥が 1 原子層おきに入れば完了する<sup>16)</sup>。 $\alpha$  マルテンサイトの変態機構はまだ明らかになつていないが、 $\epsilon$ -マルテンサイトのように単一の剪断ではなくより複雑な剪断系の働きにより、格子変態が完了するであろう<sup>17)</sup>。予歪により残された転位に  $Ms_s$  点を下げる効果がないのは、この転位が結晶粒界のような変態を起こすための剪断と無関係な欠陥とは異なり、 $\epsilon$  マルテンサイトを作る転位と非常に似たものであるためであろうと推測される。

### 3.1.2 マルテンサイトの発生模様にあつた影響

焼鈍した試料を単純冷却してマルテンサイト変態させた試料面の組織を Photo. 2 (a) に示す。Fig. 1 の A の範囲、すなわち  $\gamma$  に与えた予歪が 2% までは、Photo. 2 (a) に示した焼鈍試料と同様、 $\gamma$  の 4 つの  $\{111\}_f$  面

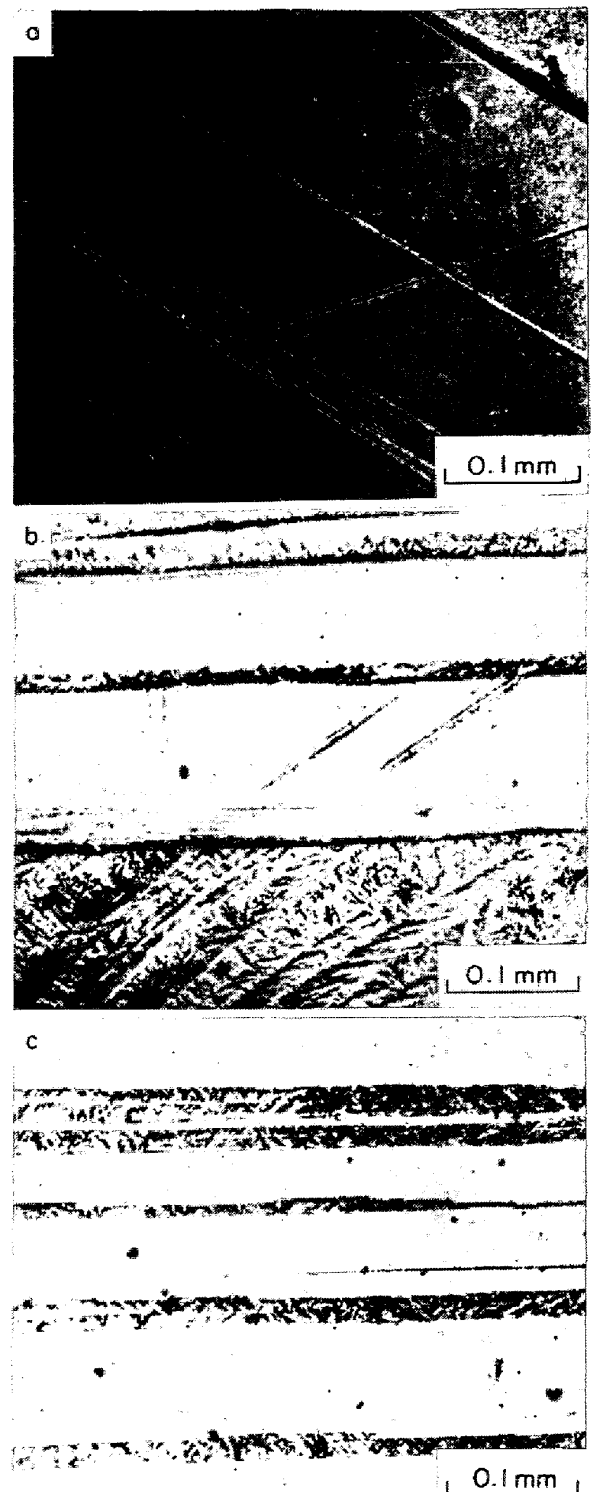


Photo. 2. Martensite surface relief.

(a)  $\alpha$  and  $\epsilon$  martensite formed at  $-85^{\circ}\text{C}$  on an annealed specimen.

(b)  $\alpha$  and  $\epsilon$  martensite formed along the primary and the cross slip planes on a 10% prestrained specimen.

(c)  $\alpha$  and  $\epsilon$  martensite formed along the cross slip plane on a 16% prestrained specimen.

に平行な層状領域にマルテンサイトが発生する。 $Ms_{\alpha}$ における $\alpha$ マルテンサイトの変態量は10~20%程度である。 $\gamma$ に与えた予歪が2~10%の範囲, すなわちBの範囲では $\epsilon$ と $\alpha$ マルテンサイトは $\gamma$ 相に予歪を与えた時に働いた主すべり面に平行な領域にのみ発生し, しかも $\alpha$ マルテンサイトへの変態量は $Ms_{\alpha}$ 点において80%以上になる。予歪が10%になるとPhoto. 2(b)に示すように,  $\epsilon$ および $\alpha$ マルテンサイトは $\gamma$ の主すべり面に平行な領域のみならず, 交叉すべり面に平行な領域にも生じる。それとともに $Ms_{\alpha}$ における $\alpha$ マルテンサイトへの変態量も15~50%に減少する。予歪量が16%の試料を冷却したものでは,  $\epsilon$ と $\alpha$ マルテンサイトはとも

に交叉すべり面に平行な領域にのみ発生し, 他のすべり面に平行な領域には発生しない(Photo. 2(c))。

次に, 塑性変形の最初から二重すべりを起こしやすい引張方向が $[112]_f$ 方向の単結晶を用いて同様の観察を行なった。 $\gamma$ に与えた予歪が2%まではマルテンサイトの発生状態は先に述べた焼鈍材と同様であつた。予歪が2~4%まではPhoto. 3(a)に示すように, 冷却によりマルテンサイトが予歪を与えた時に働いた2つのすべり面に平行な領域に発生する。予歪が8%になつても,  $\alpha$ マルテンサイトはPhoto. 3(a)と同様に2つのすべり面に平行な領域に発生する。しかし,  $\epsilon$ マルテンサイトはPhoto. 3(b)に示すように $\gamma$ の交叉すべり面に平

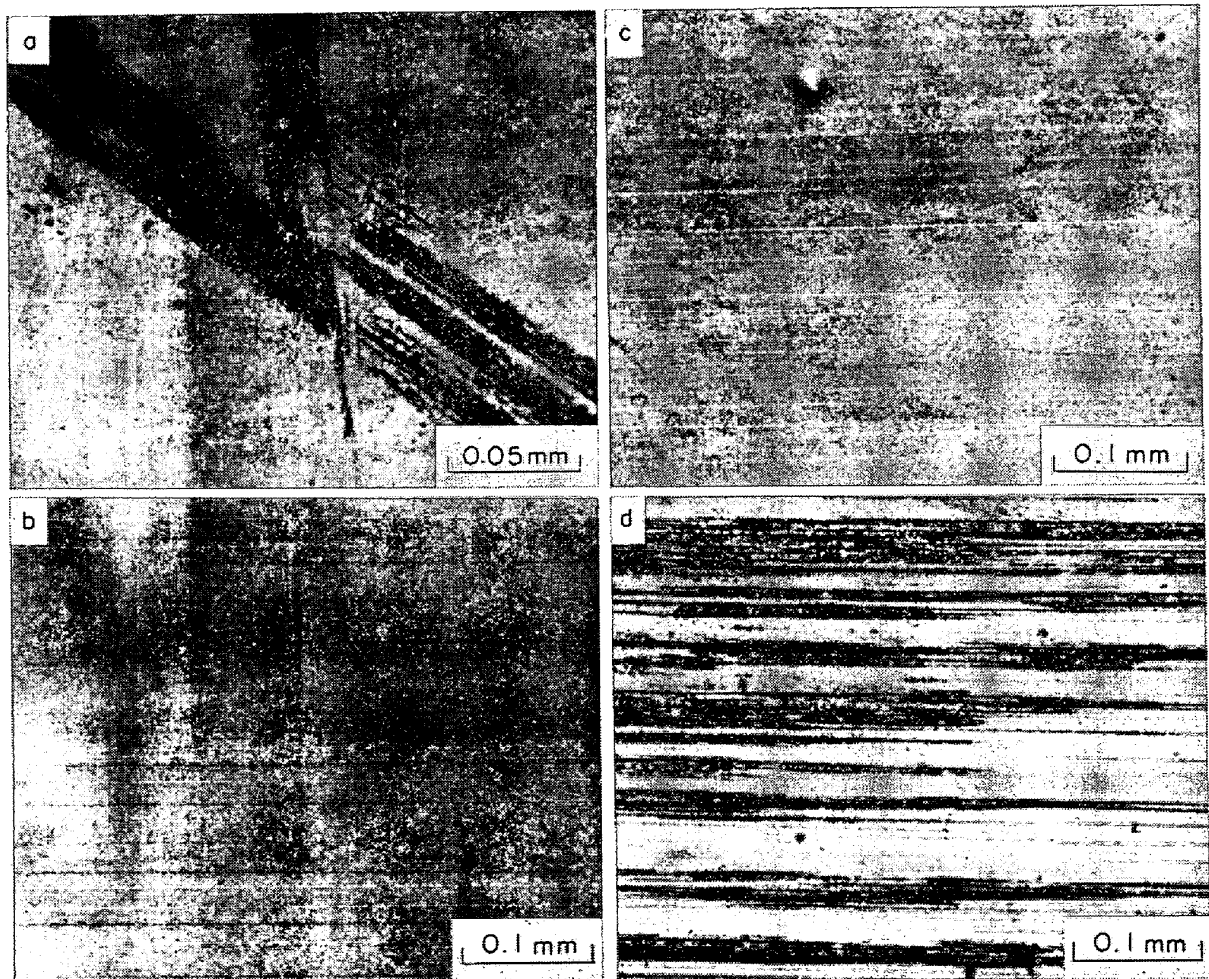


Photo. 3. Optical micrographs of martensite formed on prestrained specimens with double slip orientation.

- (a) Lath shape  $\alpha$  martensite (revealed by polishing and etching) formed in bands along the two active slip planes (4% prestrain).
- (b) Surface relief of  $\epsilon$  martensite formed along only the cross slip plane (8% prestrain).
- (c) Surface relief of  $\epsilon$  martensite formed in bands only along the cross slip plane (16% prestrain).
- (d) Surface relief of  $\alpha$  and  $\epsilon$  martensite formed in bands only along the cross slip plane (16% prestrain).

行な領域にのみ発生するようになる。  $Ms_{\alpha}$  点における  $\gamma \rightarrow \alpha$  への変態量は、 $\alpha$  マルテンサイトが予歪を与えた時に働いたすべり面に平行な領域に発生するときは80%以上であつた。予歪量が16%になると $\alpha$ と $\epsilon$ マルテンサイトはともに $\gamma$ の交叉すべり面に平行な領域にのみ発生する (Photo. 3 (c) (d))。二重すべりを起こす試料でも、単一すべり領域の長い試料と同様に $\alpha$ マルテンサイトが交叉すべり面に平行な領域にのみ発生するようになると  $Ms_{\alpha}$  点での  $\gamma \rightarrow \alpha$  への変態量は15~50%に減少する。

$\gamma$ の予歪が単一すべりで与えられる時には、そのあとの冷却により発生したマルテンサイトはマクロ的には $\gamma$ の主すべり面に平行な領域に発生する。そして、光学顕微鏡観察によると変態領域は小さな $\epsilon$ マルテンサイトの集合したものであることがわかる (Photo. 3 (a))。KELLY の報告からみて<sup>18)</sup>、このような領域中には層状領域に平行な  $\{111\}_{\gamma}$  面と平行な  $\{110\}_{\epsilon}$  を持つ $\alpha$ マルテンサイトが存在することが予想される。ここで添字 b は bcc ( $\alpha$  マルテンサイト) を表わす。実際に電顕観察電子線回折によつて $\alpha$ マルテンサイトと母相のなす格子方位関係を調べ、同時に $\epsilon$ マルテンサイトと母相の格子方位関係も検討してみた。

単一すべりの長い、引張方位が  $[235]_{\gamma}$  である試料を室温で8%引張塑性変形させたのち、液体窒素中につけ $\alpha$ マルテンサイトへ約90%変態させた。この試料より主すべり面  $(111)_{\gamma}$  から  $20^{\circ}$  傾けて透過電子顕微鏡用薄膜試料を切り出し、窓枠法により電顕試料とした。透過電子顕微鏡は加速電圧が200kVのJEM 200であり  $30^{\circ}$  傾斜装置付ステージを用いた。

Photo. 4 (a) は発生したマルテンサイトの透過電子顕微鏡による明視野像である。黒い部分が残留オーステナイトと $\epsilon$ マルテンサイト、白い部分が $\alpha$ マルテンサイトである。また、Photo. 4 (b) は回折図形の一例である。電子線は予歪を与えた時に働いた $\gamma$ の主すべり面にほぼ垂直に入射している。指数に付した添字はbが $\alpha$ マルテンサイト、fが残留オーステナイト、hが $\epsilon$ マルテンサイトよりの回折斑点であることを示す。この結果は電子線がほぼ  $[111]_{\gamma}$ ,  $[011]_{\alpha}$ ,  $[0001]_{\epsilon}$  方向より入射していることを示している。この電子線回折図形は母相とマルテンサイトの間に次のような方位関係があることを示している。

$$(111)_{\gamma} // (011)_{b1} // (011)_{b2}$$

$$(111)_{\gamma} // (0001)_{\epsilon}$$

$$[\bar{1}01]_{\gamma} // [\bar{1}1\bar{1}]_{b1}$$

$$[\bar{1}01]_{\gamma} // [11\bar{1}]_{b2}$$

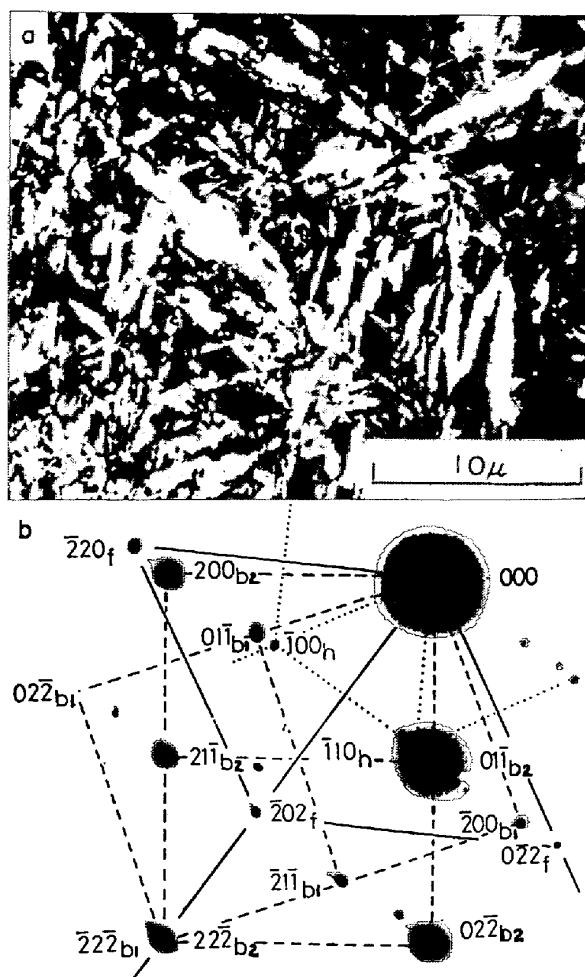


Photo. 4. (a) Electron micrograph of a transformed zone whose normal is nearly parallel to the electron beam. The white crystal is  $\alpha$  martensite. The black region consists of the matrix and  $\epsilon$  martensite. (b) Electron diffraction pattern indicating the existence and the orientation relation of the  $\gamma$ , and  $\alpha$  and  $\epsilon$  martensites.

$$[\bar{1}\bar{1}2]_{\gamma} // [\bar{1}100]_{\epsilon}$$

すなわち $\epsilon$ マルテンサイトと母相とは西山-庄司の方位関係<sup>19)</sup>を持ち、 $\alpha$ マルテンサイトと母相とは KURJUMOV-SACHS の関係<sup>20)</sup>を持っている。なお、 $\epsilon$ マルテンサイトは上にあげた1種のvariantしかなかったが、 $\alpha$ マルテンサイトには6つのvariantがあつたことが電子回折および暗視野観察より確認された。ただし、これらの6つのvariantと母相とのK-S関係を記述するのに用いる  $\{011\}_{\alpha}$  面は、すべて母相の主すべり面  $(111)_{\gamma}$  と平行であつた。

予歪を与えると  $Ms_{\alpha}$  点が低下するとともに、特別のvariantが優先して発生することは、塑性変形によつて試料中に残つた格子欠陥、特に転位が一般に $\alpha$ 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ことを示していると同時に、特定の  $\alpha$ 、 $\epsilon$  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。すなわち、この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存在するであろうことは容易に推測できる。なお、 $\alpha$  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つて、その  $\{111\}_f$  面を、 $\{111\}_f // \{011\}_b$  とする KURDJUMOV-SACHS 関係の  $\{111\}_f$  面とすること、および、その  $\{111\}_f$  面はより高温で生じた  $\epsilon$  マルテンサイトのできる面と一致している事実は、 $\alpha$  マルテンサイトの変態機構に対して示唆的である。 $\epsilon$  マルテンサイトが  $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$  方向への剪断的原子移動によつて生じることがよく知られている<sup>16)</sup>。原因のいかにかわらず、予歪量が多くな

ると働いたすべり系と特別の関係にある  $\{111\}_f$  面に平行な  $\epsilon$  マルテンサイトができることは、その特定の  $\{111\}_f$  面上の  $\langle 211 \rangle_f$  方向への原子の剪断移動を助け、促進するものがあつたことを意味する。 $\alpha$  マルテンサイトと  $\epsilon$  マルテンサイトに上記の特別な関係があることは  $\alpha$  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つていていることを示唆していると考える。

### 3.2 マルテンサイト変態を伴う時の塑性変形様式

Photo. 5(a)(b) は  $-74^\circ\text{C}$  で 5% の伸び歪を与えた試料表面の走査電子顕微鏡写真である。塑性変形中に変態が生じる時は、変形はこのように局所化し、変形した部分としなかつた部分とが明りように区別される。以後 Photo. 5(a)(b) のように変形が集中した帯状 (3

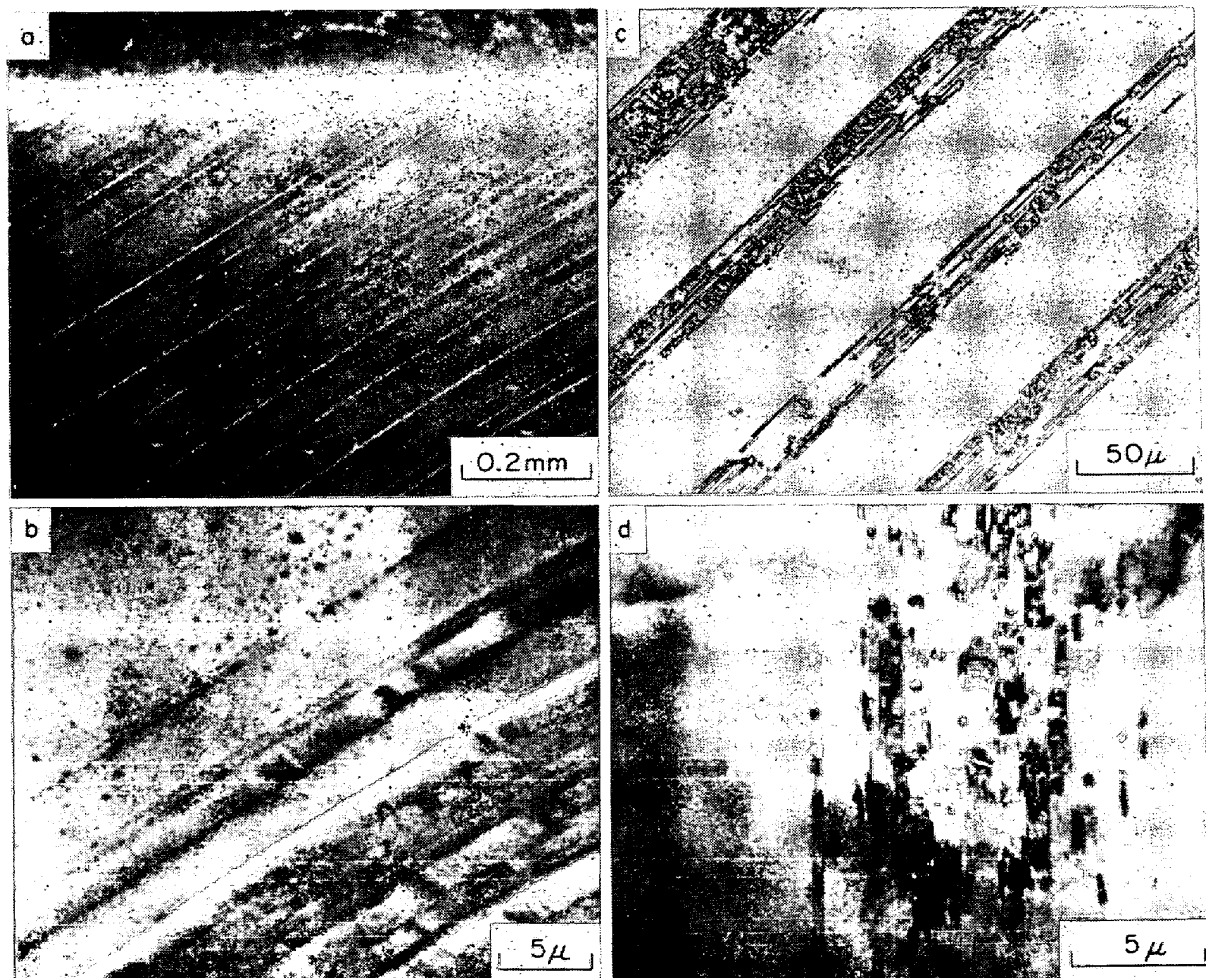


Photo. 5. Primary deformation bands formed by 5% tensile strain at  $-74^\circ\text{C}$ .

- (a) Scanning electron micrograph of surface relief.
- (b) Enlargement of (a).
- (c) Optical micrograph of  $\alpha$  martensite in deformation bands, revealed by polishing and etching.
- (d) Transmission electron micrograph of a deformation band.



次的には板状) 領域を变形帯と呼ぶ. ここでは, この变形帯の性質と, この变形帯が試料全体の塑性変形にどのように寄与しているかを調べた結果について述べる.

变形帯を作りながら変形が進行する温度範囲では低温ほど, 巨視的な变形帯の分布も不均一になり, リューダース帯の伝播に似た形式で变形帯が生成し, 試料全体の塑性変形が進む. しかし, 低炭素鋼に見られるほどリューダスフロントが明りようではなく, 变形帯の分布が非常に密な領域から粗な領域へと連続的に変化している. なお,  $-40^{\circ}\text{C}$  で变形帯が現われる時は, リューダスフロントがわからないほど, 变形帯はだいたい一様に分布していた.

多くの場合, 变形帯は主すべり面に平行に発生するが(主变形帯), 時には, 2次すべり面に平行な变形帯(2次变形帯)も発生した. これは試料の方位のみでなく, 負荷方法(引張, 圧縮)にも依存していた. 变形帯は, Photo. 5 (b)からもわかるように, 内部に微細構造を持っている. 变形帯が発生した試料を電解研磨後腐食すると变形帯中には $\alpha$ マルテンサイトが存在していることがわかる(Photo. 5 (c)). Photo. 5 (d)は变形帯を中心にとつた透過電子顕微鏡写真の一例である. この写真は, 变形帯の外側の転位活動がほとんどなく, 巨視的には変形が变形帯に集中していることの別の証拠である. また变形帯の電子線回折より, 变形帯中には变形帯に平行な $\epsilon$ マルテンサイトと $\gamma$ 双晶および, ラス状の $\alpha$ マルテンサイトが存在していることがわかった. この結果は, 变形帯内の変形は転位を含めて4種の変形機構の活動によつてもたらされており, 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. そこで以下に, 变形帯の剪断方向と变形帯の担う剪断歪量を求め, その結果から变形帯の変形を担う機構を検討する.

試料表面には, しばしば微細な2次すべり線が現われそれが变形帯によつて鋭く折れ曲がつている場所がある. しかも2次すべり線は变形帯中でも直線状であつて(Photo. 6 (a)) 变形帯の担う剪断変形は, その中では巨視的には均一であることを示している. 2次すべ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, Photo. 6 (b)は变形帯の白色光による干渉顕微鏡写真であり, 变形帯をはさんでステップがあることがわかる. 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求まる. さらに, 試料表面に平行および垂直な方向への剪断量から全剪断変形量と, 剪断変形方向を求めることができる. このようにして $-74^{\circ}\text{C}$ における引張変形によつて発生した主变形帯を解析した結果の一例を Fig. 3 に示す. 試料の引張

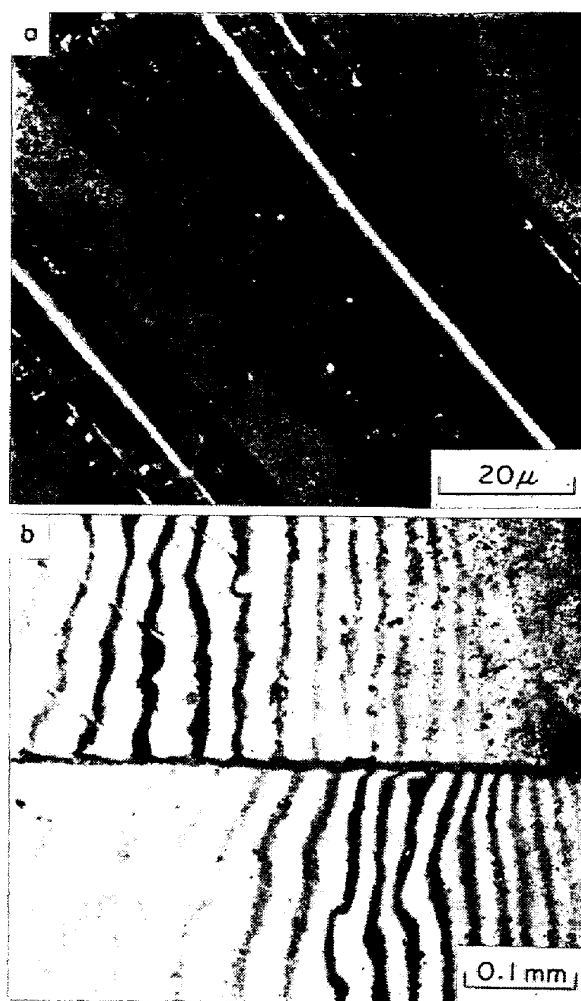


Photo. 6. (a) Scanning electron micrograph of surface relief indicating primary deformation bands and a secondary slip line. The slip line was tilted at the interface of the deformation bands.

(b) Interference micrograph of surface tilting due to formation of a deformation band.

方向は図のTD方向である.

まず,  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_f$  面に平行な主变形帯の試料表面に平行な剪断歪  $\tan \theta_p$  を, 6本の变形帯について求めた. その結果, どの变形帯においても,  $\tan \theta_p = 0.26$  ( $\theta_p = 14.5^{\circ}$ ) であつた. 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せずとも变形帯の担う剪断歪は, 变形帯によらず一定であることを示している. 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. 变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, 变形帯の幅の測定を正確に行なうことが困難であつた. その結果, 变形帯の担う試料表面に垂直な方向への剪断歪は, 变形帯ごとに多少ばらついたが, 約40本の变形帯の  $\tan \theta_n$



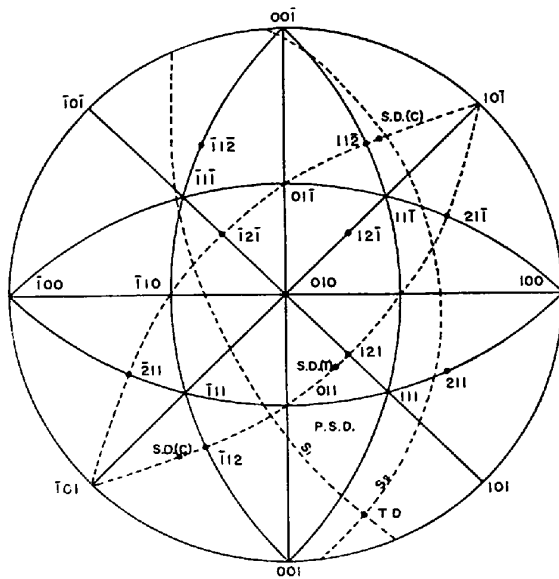


Fig. 3. Stereographic presentation of the determination of the shear direction of the deformation bands formed under the tensile and the compressive loading. TD is the loading axis, SD(T) and SD(C) are the observed shear directions at tension and compression, respectively. Dotted lines are traces of two specimen surfaces, S1 and S2, and (111) and  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$  planes.

の平均値は 0.17 であり,  $\theta_n = 9.5^\circ$  となつた. これらの値より, 変形帯の担う全剪断歪量は 0.31 であることがわかつた. そして, 剪断方向は Fig. 3 のステレオグラフ上に表示したとおりであつた. また, Fig. 3 には圧縮試験で現われた変形帯の剪断方向も示した. 圧縮変形では  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_f$  面に平行な変形帯のほかに  $(111)_f$  面に平行な変形帯も発生した. しかし,  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_f$  変形帯の剪断方向  $[\bar{1}12]_f$  は, 引張試験で現われた  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_f$  変形帯の剪断  $[121]_f$  とは, 異なつてゐる. 圧縮試験での  $(111)_f$  変形帯の剪断方向は  $[1\bar{1}2]_f$  であつた. なお, 圧縮試験で現われた変形帯の担う剪断歪もその種類によらず 0.31 であつた. これは上に述べた引張試験で測定された値と同一である. この結果, 変形帯の担う剪断変形量は 30% という大きなものであり, また剪断方向は  $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$  方向であることが確かめられた.

あとで述べるように, 塑性変形中に変態の起こる温度範囲では, 降伏応力に逆温度依存性がある. これは,  $\epsilon$  マルテンサイトの発生によると説明されている<sup>15)</sup>.  $\gamma$  相からの  $\epsilon$  マルテンサイトの発生は  $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$  剪断系の働きによつて起こる<sup>16)</sup>. たとえ, 変形帯中には  $\epsilon$  マルテンサイトのほかに  $\alpha$  マルテンサイトがあつても, 変形帯の剪断が  $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$  であることは, 変形帯の担う変

Table 1. Schmid factors for the  $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$  shear systems. The specimen orientation is given in Fig. 3.

| Shear plane                              | Shear direction           | Schmid factor |
|------------------------------------------|---------------------------|---------------|
| $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$<br>(Primary)   | $[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$ | -0.45         |
|                                          | $[2\bar{1}\bar{1}]$       | -0.04         |
|                                          | $[121]$                   | 0.40          |
| $(111)$<br>(Critical)                    | $[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$ | -0.46         |
|                                          | $[2\bar{1}\bar{1}]$       | 0.14          |
|                                          | $[121]$                   | 0.20          |
| $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$<br>(Conjugate) | $[\bar{1}\bar{1}\bar{2}]$ | -0.39         |
|                                          | $[2\bar{1}\bar{1}]$       | 0.30          |
|                                          | $[121]$                   | -0.06         |

形は主として  $\epsilon$  マルテンサイトでまかなわれていることを示唆する. そして, この  $\epsilon$  マルテンサイトによつて低温の逆温度依存性が現われるのである. 実際に,  $\alpha$  マルテンサイトは互に双晶関係にある variant が隣接して発生しており, このことを考慮に入れると  $\alpha$  マルテンサイトは全体としては剪性変形に大きく寄与しない<sup>21)</sup>. なお,  $\gamma$  双晶も  $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$  剪断系の剪断によつてできる. ただし, その担う歪量は  $\epsilon$  マルテンサイトの変態歪の 2 倍である. 剪断方向に関しては  $\epsilon$  マルテンサイトと  $\gamma$  双晶の区別はない. しかし, 透過電顕による電子線回折と暗視野観察より, 本節の試験温度 ( $-74^\circ\text{C}$ ) では  $\gamma$  双晶の発生は無視できるほど微少であることがわかつた.

以上の結果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) が最大の剪断系に平行なものであることを予想させる. Table 1 は Fig. 3 に示した方位の試料の  $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$  剪断系の Schmid 因子である. なおここで,  $(111)_f$  交差すべり面の剪断系の Schmid 因子はほとんど 0 であるので省略してある.

$\epsilon$  マルテンサイトを  $\gamma$  相から作る時の剪断変形の特徴は, 剪断方向が単一方向にのみ可能 (unidirectional) であつて, 双方向に可能 (bidirectional) でないことにあつた<sup>22)</sup>. そこで, Table 1 では, 引張に対して剪断可能な  $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$  系には正の Schmid 因子を持たせ, 圧縮に対して剪断可能な剪断系には負の Schmid 因子を持たせた. Fig. 3 と Table 1 を対照すると, 引張試験で実際に観察された変形帯の剪断方向は最大の Schmid 因子 (+0.40) を持つ  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_f [121]_f$  剪断系であることがわかる. また圧縮試験で実際に観察された変形帯も, 最大の Schmid 因子 (-0.46) を持つ  $(111)_f [\bar{1}\bar{1}\bar{2}]_f$  剪断系と 2 番目に大きい Schmid 因子 (-0.45) を持つ  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_f [\bar{1}\bar{1}\bar{2}]_f$  剪断系に属するものであつた. なお, この 2 つの Schmid 因子の値の間にはほとんど違いがない. 以上の

結果は外力付加のもとで発生する  $\epsilon$  マルテンサイトは、Schmid 因子が最大の  $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$  剪断系の働きでその発生を助けられた variant であることを示す。

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。すべりと異なつて、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つて、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こすこともないことになる。このことを確めたのが次の実験である。

すなわち、単結晶を  $-74^\circ\text{C}$  で 2% 引張変形させ、試料表面を全面観察し、その後  $-74^\circ\text{C}$  で 2% 圧縮変形させて表面を観察した。Photo. 7 はその一例であり、(a)(c)は最初の引張試験後の、そして(b)(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。

本章の結果で興味があるのは、変形帯の担う大きな剪断歪量である。たとえば、変形帯全部を  $\epsilon$  マルテンサイトと占めると仮定すると、変形帯の担う剪断歪量は 35.4% となる。これは、変形帯の担う剪断歪の実測値に近い。変形帯中には  $\alpha$  マルテンサイトもあり、また普通の転位も多くあり、通常のすべりも起こっていることは完全には否定できない。したがつて、変形帯の担う剪断歪の実測値と  $\epsilon$  マルテンサイトの担う剪断歪の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、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

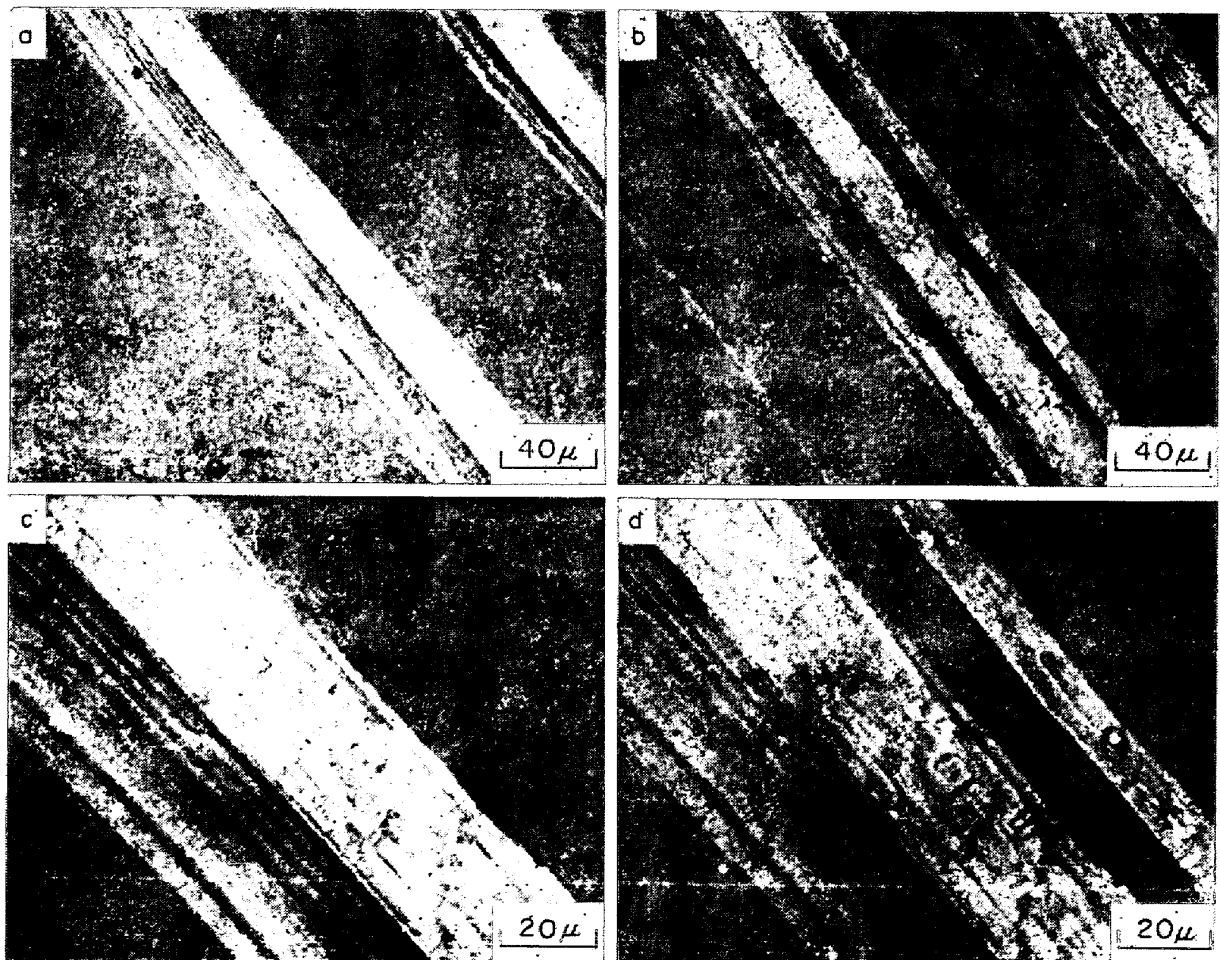


Photo. 7. Scanning electron micrographs of surface relief due to formation of deformation bands.  
 (a) 2% tensile strain at  $-74^\circ\text{C}$ .  
 (b) 2% tensile strain and 2% compressive strain at  $-74^\circ\text{C}$ . The same area of (a).  
 (c) and (d) are enlarged micrographs of (a) and (b), respectively.

を停止することを意味する。このことは、繰り返し引張を行なつて表面観察を行ない、確認した。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、試料全体を貫通していない変形帯が貫通している状態へと先端が成長するか、または新しい変形帯の発生が起こることによつ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 $\alpha$ マルテンサイトが多数存在する。 $\alpha$ マルテンサイトは本研究で行なつたような低温試験では強度が大きい。すなわち、塑性的に丈夫である。したがつてそれは変形帯内部の塑性変形の障害となる。それゆゑ、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、母相内で新たに変形帯を作る方が低応力で試料全体の塑性変形が進むことになる。

塑性変形の初めから変形帯が現われる時は、塑性変形は変形帯に集中し、変形帯の外部でのすべりによる塑性変形は無視できることを、表面観察、透過電顕観察から結論した。したがつて、変形帯の担う変形量の総和は巨視的な変形量と一致しなくてはならない。このことは次の実験で確かめられた。

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な伸び歪(0.031)を求めた。この伸び歪が Schmid 因子最大の  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_f[121]_f$  剪断系でまかなわれたと仮定して、 $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_f[121]_f$  剪断の剪断歪  $\gamma_m$  を求めると、 $\gamma_m=0.078$  となつた。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  $55\mu$ 、平均幅  $16\mu$ )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( $r$ )を求めた。その結果  $r$  は 0.25 であつた。各変形帯は 0.30 なる剪断歪を持つとすると、全変形帯の担う積算剪断歪( $\gamma_d$ )は  $\gamma_d=0.075$  となる。これは先に計算した  $\gamma_m=0.078$  とほとんど等しい。すなわち前述のマルテンサイト変態を伴う時の変形は  $\{111\}_f\{112\}_f$  系剪断を行なう変形帯に集中しており、変形帯の剪断歪量が 30% であるという結論は巨視的にも確認されたことになる。

### 3.3 塑性挙動におよぼす応力誘起マルテンサイトの影響

本研究に用いた合金は fcc 高合金であり、他の fcc 高合金と同様に、単結晶試料の引張変形では明りような第 I 段階(容易すべり)、第 II 段階(直線硬化)、第 III 段階(放物線型硬化域)の発生が期待できる。事実、以下で特に問題とする応力誘起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、以下では特に塑性変形中に起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述べる。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<sup>23)24)</sup>。多結晶試料における実験も有益な情報をもたらすが、粒界の存在しない単結晶による実験はより有益であろう。

オーステナイトステンレス鋼単結晶の塑性挙動を調べたものに、MEYRIC と PAXTON<sup>25)</sup>、BREEDIS と ROBERTSON<sup>15)</sup>の研究がある。これらの研究が見落としていると思われるステンレス鋼の特徴を特に強調して、以下に本研究で得られた塑性挙動と応力誘起マルテンサイトの発生状況との関連について述べたい。

Fig. 4 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。図の応力-歪曲線でほかの fcc 合金の塑性挙動と異なる大きな点は、(1)低温域では、より低温ほど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、容易すべり歪が温度が低くなるほど減少し、容易すべり後の加工硬化が著しく大きくなることである。以下でこれらの現象について詳しく検討する。

#### 3.3.1 低温域における降伏応力の逆温度依存性

Fig. 5 は同一方位、かつ、偏析が少ないように切り出した試料の引張および圧縮の降伏応力の温度変化を示

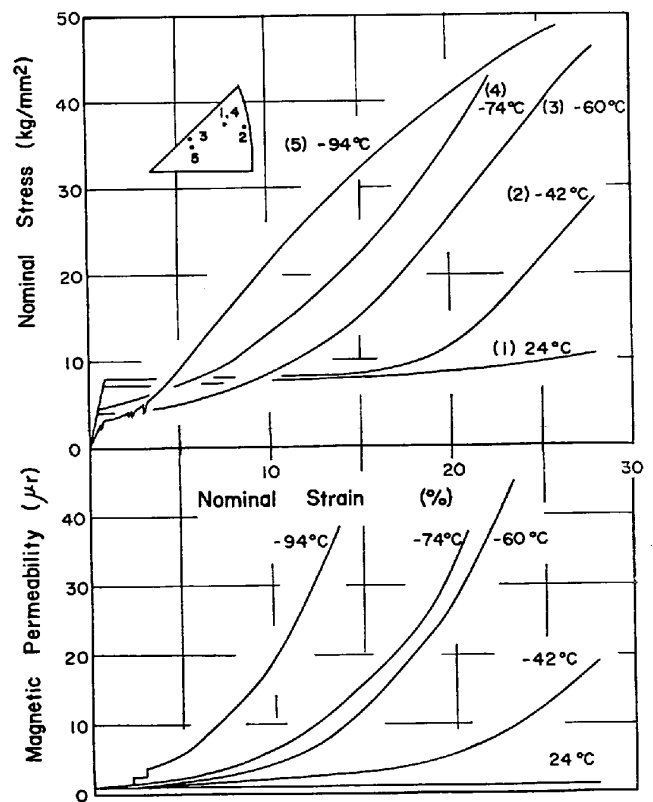


Fig. 4. Stress-strain curves and change of magnetic permeability.

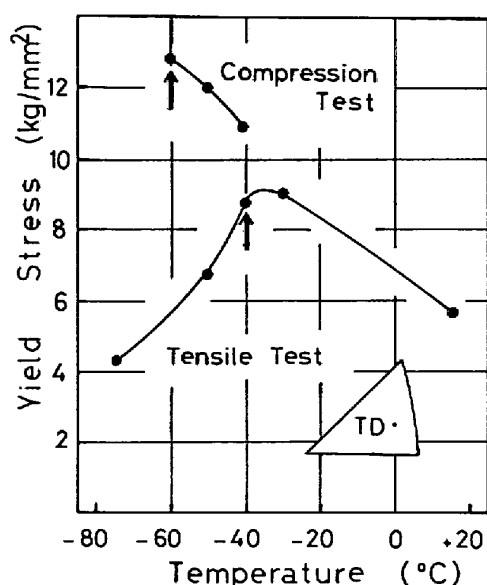


Fig. 5. Tensile and compressive yield stress versus temperature. The arrow indicates the temperature below which formation of deformation bands, consisting of mainly  $\alpha$  and  $\epsilon$  martensite, replaces slip at the early stage of plastic deformation.

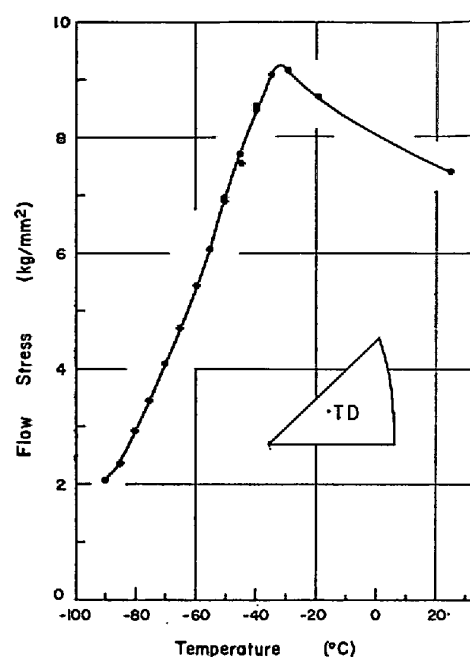


Fig. 6. Easy glide flow stress at various temperatures.

す。なお、この図で剪断の降伏応力表示をとらなかつたのは試験温度や負荷の向きによつて降伏の際の剪断方向が異なるからである (3.2 参照)。この図の圧縮試験の結果は 3.3.4 項で議論するが、引張試験の結果は、明らかに約  $-30^{\circ}\text{C}$  を境にして、それより高温では、降伏応力の正常な温度依存性、それより低温では、逆の温度依存性が現われることを示す。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. 6 は同一試料をまず室温で 0.1% 伸ばし、温度を低下して再び伸ばし、順に試験温度を下げて決定した流れ応力の温度依存性である。加えた歪量が小さいため、 $-90^{\circ}\text{C}$  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すべり域にあり、歪が積算されている効果は小さい。Fig. 6 の結果も、正の温度依存性から逆の温度依存性への遷移が  $-30^{\circ}\text{C}$  で生ずることを明りように示している。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 らも報告している<sup>15)</sup>。BREEDIS らは X 線によつて降伏応力に逆温度依存性が現われる時には、 $\epsilon$  および  $\alpha$  マルテンサイトが発生しており、 $\alpha$  マルテンサイトのみの発生する 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、逆温度依存性はマルテンサイトが発生することによつてもたらされると結論している。

結果的にはこの結論は正しいと考えるが、もつと直接的な実験によつてこのことは確かめられる。本研究に用いた素材は  $500^{\circ}\text{C}$  で 1hr 焼鈍することにより  $M_{s\epsilon}$  をほとんど変化させず、 $M_{s\alpha}$  のみを大幅に低くすることができる。また、塑性変形によつても  $\epsilon$  マルテンサイトより  $\alpha$  マルテンサイトの方が発生しにくくなる<sup>20)</sup>。そこで  $500^{\circ}\text{C}$  1hr の焼鈍をほどした同一試料について Fig. 6 と同一の実験を行なつてみたが、 $\alpha$  マルテンサイトの発生がなくとも Fig. 6 と同一の流れ応力の温度依存性が見られた。もちろん、この際変形による透磁率の変化も同時に測定して、 $\alpha$  マルテンサイトは  $-65^{\circ}\text{C}$  以上では発生しなかつたことを確認している。このことは、塑性変形が  $\epsilon$  マルテンサイトの発生によつて生じ、それが降伏応力の逆温度依存性を起こす原因となつていたことのうらづけであると考えられる。低温程、 $\gamma$  から  $\epsilon$  への変態の化学的駆動力が大きいため、降伏が変態によつて起これば、降伏応力が低温程小さくなることは理解できる。なお、すでに述べたように、変形帯の中には  $\gamma$  双晶も存在している場合もある。Fe-Cr-Ni 合金の積層欠陥エネルギーは低温程小さいので<sup>27)</sup>、 $\gamma$  双晶の発生が降伏をもたらすと考えても、降伏応力の逆温度依存性は理解できない。しかしながら、変形帯には必ず  $\epsilon$  マルテンサイトは存在するが、 $\gamma$  双晶は降伏応力が逆温度依存性を示す範囲では、低温になると現われなくなるということから<sup>21)</sup>われわれは、本研究で見られた降伏応力の逆温度依存性は本質的には  $\epsilon$  マルテンサイトの発生にもとずくと

主張したい。

### 3.3.2 低温における容易すべりの減少と大きな加工硬化

Fig. 4 において、試験温度が  $24^{\circ}\text{C}$  の応力-歪曲線は容易すべりののち第Ⅱ段階へと移っているが、第Ⅱ段階の加工硬化は MEYRICK<sup>24)</sup> らが報告している G/500 (G は剛性率) と同程度であり、一般の fcc 合金より小さい。しかし、試験温度が  $-42^{\circ}\text{C}$  になると、 $24^{\circ}\text{C}$  より長い容易すべりの後非常に大きな加工硬化を生じる。Fig. 4 では試験温度が  $-42^{\circ}\text{C}$  の方が第Ⅰ段階は短いように見えるが、これは、 $24^{\circ}\text{C}$  における第Ⅱ段階の加工硬化が一般の fcc 合金に比べて小さいためであり、同一方位の試料で、第Ⅰ段階と第Ⅱ段階を互に外挿して求めた容易すべりの長さは、 $24^{\circ}\text{C}$  より  $-42^{\circ}\text{C}$  の方が長いことが示される (Fig. 7)。低温になるほど容易すべりは短くなり、 $-74^{\circ}\text{C}$  になるとほとんど観察されなくなり、塑性変形の最初より大きな加工硬化を示す。また試験温度が  $M_{s\alpha}$  点の直上の  $-94^{\circ}\text{C}$  になると、塑性変形の初期にはセレイションが見られ、続いて大きな加工硬化へと移る。

Fig. 4 における比透磁率  $\mu_r$  の増加は、 $\alpha$  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、 $-42^{\circ}\text{C}$  以下の試験温度における大きな加工硬化が急激な比透磁率  $\mu_r$  の増加を伴っていることは、 $\alpha$  マルテンサイトの発生と大きな加工硬化が関連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  $\mu_r$  が階段状に増加することから、 $\alpha$  マルテンサイトのバースト的発生により、セレイションが観察されたことがわかる。

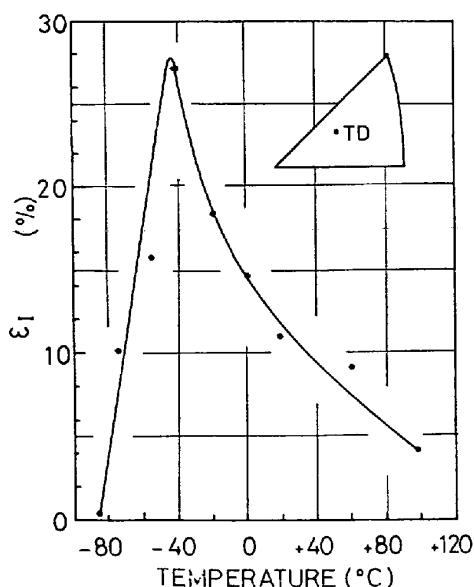
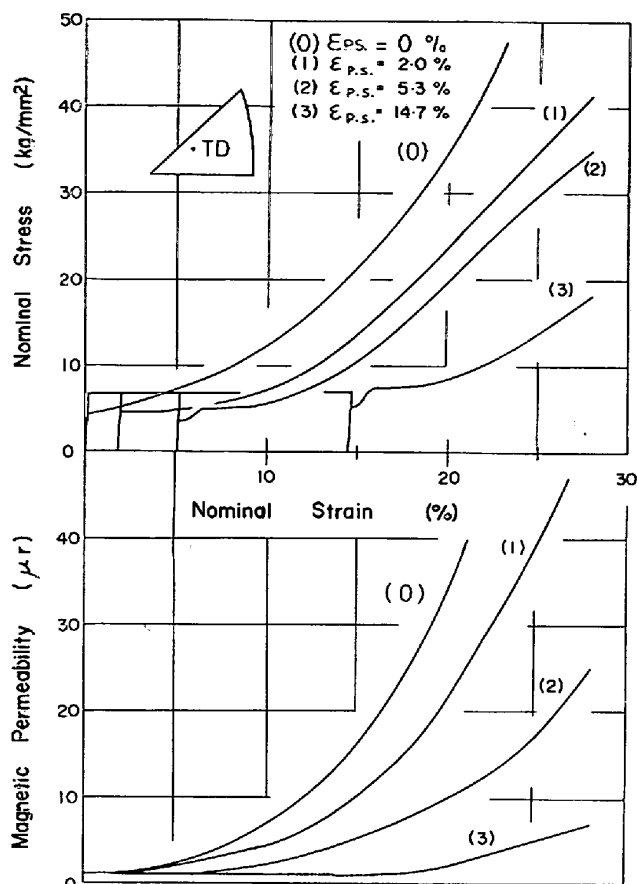


Fig. 7. Easy glide strain ( $\epsilon_1$ ) as a function of temperature.

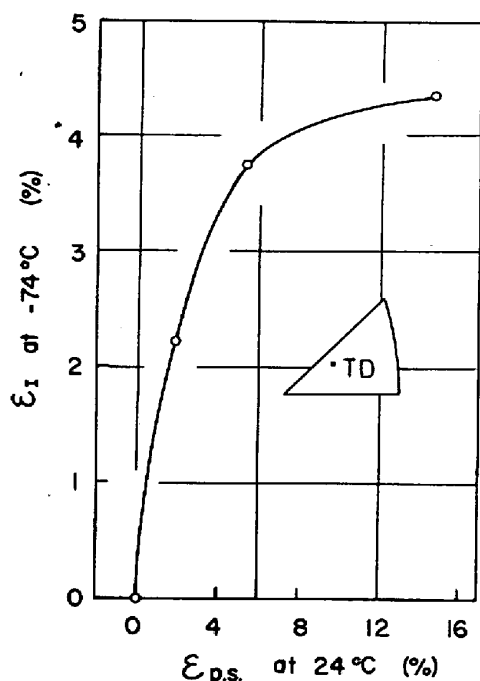
Fig. 7 に、Fig. 4, No 5 に示したのと同じ引張方位の試料における試験温度と容易すべり域の歪量、 $\epsilon_1$ 、との関係を示す。高温より  $-40^{\circ}\text{C}$  までは他の多くの fcc 合金と同様に、試験温度の低下とともに、 $\epsilon_1$  は長くなるが  $-40^{\circ}\text{C}$  以下では急に  $\epsilon_1$  は短くなる。この容易すべりの長さに遷移の起こる温度  $-40^{\circ}\text{C}$  は、降伏応力流れ応力の温度依存性に遷移の起こる温度  $-30^{\circ}\text{C}$  に近い。しかし、Fig. 7 の  $-40^{\circ}\text{C}$  以下の急激な容易すべり歪の減少は、たんに  $\alpha$  マルテンサイトが低温で発生しやすいことの結果であり、 $\epsilon$  マルテンサイトの発生とは直接に関係ない。すなわち、容易すべりの大小は、急激な加工硬化の起りにくさ、起りやすさの別の現われであつて、大きな加工硬化は、多量の  $\alpha$  マルテンサイトが発生することと関連することをすでに述べた。

さらに、 $\epsilon_1$  の減少が  $\alpha$  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つた。室温における予歪は  $M_{s\alpha}$  のみを特に下げる効果があることを 3.1 で述べた。Fig. 8 (a) に室温で種々の量の予歪を与えたのち、 $-74^{\circ}\text{C}$  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- $\mu_r$  の関係を示す。また Fig. 8 (b) には、室温における予歪量  $\epsilon_{ps}$  と  $-74^{\circ}\text{C}$  における  $\epsilon_1$  の関係を示す。焼鈍した試料は Fig. 4 のように、 $-74^{\circ}\text{C}$  の塑性変形では、塑性変形の初めから  $\mu_r$  が増加し、 $\alpha$  マルテンサイトが発生し、容易すべりはほとんど観察されなかつた。しかし、Fig. 8 (a) は、室温で予歪を与えた試料は  $\epsilon_{ps}$  の増加とともに  $\mu_r$  の増加が遅くなり、 $\alpha$  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. 8 (b) は  $\epsilon_{ps}$  の増加とともに、 $\epsilon_1$  が長くなることを示している。したがつて、Fig. 8 (a), (b) の示す試験事実は、 $\alpha$  マルテンサイトの発生が遅れば  $\epsilon_1$  が長くなることを示している。すなわち、低温における  $\epsilon_1$  の減少は、低温ほど  $\alpha$  マルテンサイトが発生しやすいためであると結論できる。

なお 3.3.2 で、試験温度が  $M_{s\alpha}$  点直上の  $-94^{\circ}\text{C}$  においては塑性変形の初期にセレイションが見られ、これは  $\alpha$  マルテンサイトのバースト的発生によりもたらされたことを述べた。しかし、3.2 において全体としての塑性歪は、 $\epsilon$  マルテンサイトでまかなわれており、 $\alpha$  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ことを述べた。この 2 つの事実が一見矛盾しているかのように見られるが、この点に関する知見を以下に述べる。本項では主として、剪断変形成分を問題としてきた。しかし、 $\gamma \rightarrow \alpha$  変態は 2.4% の体積膨張を伴なっている<sup>28)</sup>。引張軸方向への伸び歪は  $\alpha$  マルテンサイトの方位にも依存するであろうが、 $\alpha$  マルテンサイトには種々



(a)



(b)

Fig. 8. (a) Stress-strain curves and change of magnetic permeability of the crystals prestained at 24°C and tested at -74°C. (b) Easy glide strain at -74°C as a function of prestrain given at 24°C.

る方位のものが混っているので、体積歪の 1/3 を  $\alpha$  マルテンサイトが持つ平均伸び歪と近似する。-74°C では 1 回のバーストで発生した  $\alpha$  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 回のバーストによつて、少なくとも  $4 \times 10^{-4}$  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、15 000 kg/mm<sup>2</sup> であるから<sup>29)</sup> これだけの伸び歪は、6 kg/mm<sup>2</sup> の荷重降下をもたらしてもよいことになる。実測された荷重降下は、約 1.5 kg/mm<sup>2</sup> である。

したがって、セレイションの発生は、 $\gamma$  相より体積の大きいマルテンサイトのバースト的発生によつて説明されるものであると結論してよいであろう。なお、以上の荷重降下の評価では、試料のバネ定数のみ考え、試料と直列に結ばれている荷重伝達棒、ロードセルのバネ定数が有限であることを無視しているが、大きさの評価としてはさしつかえないものとする。

### 3.3.3 低温における加工硬化の急激な増大

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、ここで問題とする低温における大きな加工硬化の原因は、もつとスケールの大きなものであろう。すなわち、 $\alpha$  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  $\alpha$  マルテンサイトの変態が誘起され硬化量を増加し、この現象が繰り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、 $\alpha$  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もたらすものではない。

3.2 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つて起こることを述べた。変形帯の中には  $\alpha$  マルテンサイトが存在する。そして、変形帯自身は  $\alpha$  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。この議論を繰り返せば、試料全面が変形帯でおおい尽く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り、その後大きな加工硬化が開始されるはずである。しかし、実際は試料全面が変形帯でおおい尽くされる以前に容易すべりは大きな加工硬化域へと移つて行く。この過程を詳しく検討したのが以下の実験である。

Fig. 8 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。比透磁率は、2% 塑性歪 (Fig. 8, A 点) より増加を始め  $\alpha$  マルテンサイトの発生状態は明りような直線硬化開始点 (C 点) においても、特別な変化は見られない。しかし直線硬化開始以前と以後とで、試料表面に明りような相違が見られる。Photo. 5 (a) に例を示したように、歪量

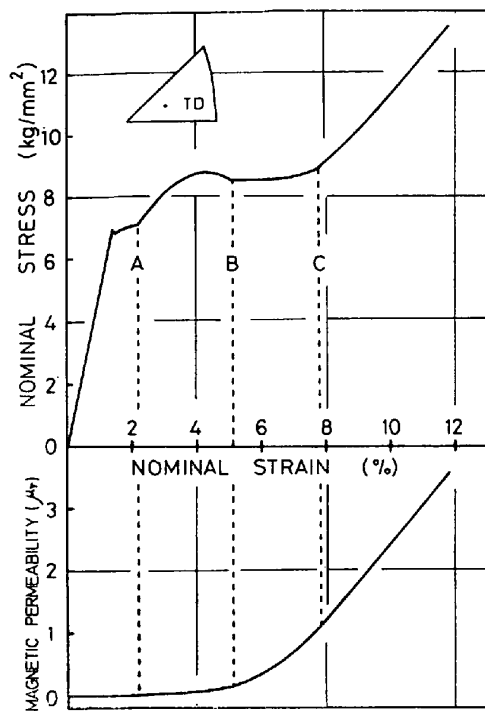


Fig. 9. Stress-strain relation and change of magnetic permeability at  $-74^{\circ}\text{C}$ .

が少ない、図の5%、B点に相当した歪の時は試料表面には、1種類の主変形帯のみが観察された。ところが、Photo. 8 (a) に示すように、歪量が10%になり、直線硬化域に入ると、主変形帯以外にも変形帯が観察される。このような2次変形帯は、Photo. 8 (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加して行く。2次変形帯の中にも $\alpha$ マルテンサイトが存在する。これは、Photo. 8 (c) の研磨後腐食した組織写真より、2次変形帯に相当した領域に $\alpha$ マルテンサイトの存在にもとづく組織が観察さ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。何らかの原因によつ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こる本質的な理由である。すなわち、ひとつの変形帯内部の $\alpha$ マルテンサイトの存在は、その変形帯自身の加工硬化をもたらす。しかし、応力-歪曲線上に現われる加工硬化は、これでは説明できない。変形帯の成長を妨げる他の $\alpha$ マルテンサイトを含む変形帯の発生によつて理解されなければならない。

上に述べた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

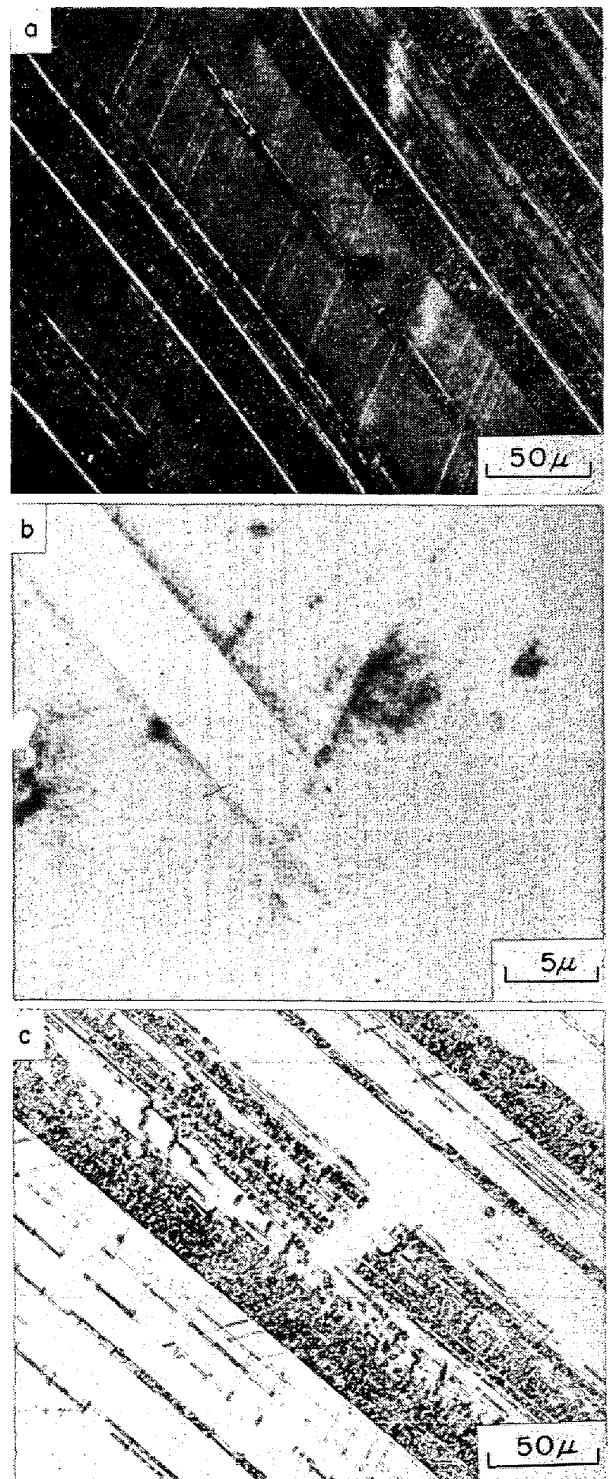


Photo. 8. Primary and secondary deformation bands.  
(a) Scanning electron micrograph of surface relief (10% tensile strain at  $-74^{\circ}\text{C}$ ).  
(b) Scanning electron micrograph of surface relief showing that a secondary deformation band hinders the growth of a primary deformation band.  
(c) Optical micrograph of  $\alpha$  martensite in primary and secondary deformation bands revealed by polishing and etching.



階が Schmid 因子だけでは説明できない 2 次すべり系の転位活動によつ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こるものではない。すでに述べたように、変形帯の現われ方はリュードス帯的であるが、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つて、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。

### 3.3.4 負荷方向の降伏強度に及ぼす影響

Fig. 5 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ことを示している。また、同図には 2% の塑性歪でマルテンサイトができた時の温度を矢印で記してある。この温度が荷重のかける向きで異なることは図から明らかであろう。これらは同一の原因に由来している。変形帯の中には、 $\epsilon$  と  $\alpha$  マルテンサイトおよび  $\gamma$  双晶があつた。 $\alpha$  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ことはすでに述べた。 $\epsilon$  マルテンサイトと  $\gamma$  双晶の生成は、 $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$  剪断系の働きによつて生じ、これらはすべりと異なつて単一方向性 (unidirectional) を持つこと<sup>21)</sup>、またそれによつて実際に活動した変形帯が説明されたこと (3.2 節) が上の事実をよく説明した。

Fig. 5 の実験に用いた試料で最も働きやすい剪断系とその Schmid 因子 ( $M$ ) は、引張試験では  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_f [121]_f$ ,  $M=0.49$  であり、圧縮試験では、 $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_f [1\bar{1}\bar{2}]_f$ ,  $M=0.31$  であつた。このことは通常のすべり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 (矢印で示した温度) が、Fig. 5 に用いた試料で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。また同図で、引張試験と圧縮試験の降伏応力の相異が著しいのは、引張試験での矢印で示した温度以下、圧縮試験での矢印で示した温度以上である。この温度範囲は、引張試験では変形帯を生じ、降伏応力の逆温度依存性を持つている。圧縮試験ではすべりが生じ、正の温度依存性を持つている。このため降伏応力の相違が強調される。矢印で示した温度での降伏応力を最も働きやすい  $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$  剪断系へ分解すると、引張試験では  $4.3 \text{ kg/mm}^2$ 、圧縮試験では、 $4.0 \text{ kg/mm}^2$  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、温度の相異を考えると圧縮試験の場合の方がもつと小さくなるべきであるが、上の実験値は、少なくとも傾向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、 $-60^\circ\text{C}$  での圧縮試験では、 $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_f [1\bar{1}\bar{2}]_f$  剪断系による変形帯の他に  $(111)_f [\bar{1}\bar{1}\bar{2}]_f$  剪断系に平行な変形帯も見られた。この剪断系は  $-0.28$  という Schmid 因子を持ち、 $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})_f [1\bar{1}\bar{2}]_f$  のそれは  $0.31$  に近く、圧縮試験で 2 番目に働きたす剪断系である。したがつて、それによる変形帯もかなりの頻度で生じることとも不思議ではない。

以上に述べたこと、および 3.2 と 3.3.1 で述べたことからわかるように、我々は塑性変形時にマルテンサイトが発生しやすくなることは、外力の存在のためであり、塑性歪の蓄積の結果ではないと考えている。しかもそれは、単なる変態時の体積変化を通して仕事をする静水圧成分によるのではなく、マルテンサイト変態時の剪断的原子移動を助ける外力の剪断成分によると考えている。たとえば、単に体積変化のみを考えるなら、 $\gamma \rightarrow \epsilon$  変態は体積収縮を伴う<sup>23)</sup>ので、圧縮荷重の方が引張荷重よりも  $\gamma \rightarrow \epsilon$  変態は促進されるべきである。しかしながら実験結果はこれと逆になつており、 $\gamma \rightarrow \epsilon$  変態時における剪断変形を外力が助けると考えると、 $\epsilon$  マルテンサイトの発生 の難易の負荷方向 依存性も合理的に理解でき、発生する  $\epsilon$  マルテンサイトの variant も説明できた。同様なことが  $\alpha$  マルテンサイトの発生に対する外力効果についても言えることはすでに報告した<sup>21)</sup>。すなわち、 $\gamma \rightarrow \epsilon$  マルテンサイト変態は、 $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$  系の複合剪断により生じ、外力は、 $\gamma \rightarrow \alpha$  への格子変化を生じる  $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$  剪断系の働きを助ける剪断応力の存在を通じて、 $\gamma \rightarrow \alpha$  マルテンサイト変態に影響する。そして、静水圧効果は、剪断変形を助ける方向性のある外力の効果に比べて無視できる。この観点からすれば、すべりによる塑性変形が特定形態のマルテンサイトを特に優先して作る (3.1) というこゝも、すべり変形で残された転位の内部応力の成分の大小によつて理解されるべきことになる。現段階ではまだ不明であるが、単一すべり二重すべりに応じて、働いたすべり系で決まる特定の転位が優先して残留し、内部応力の分布も完全にランダムな状態ではない可能性は十分にあると考えることは可能であろう。

### 3.3.5 $-20^\circ\text{C}$ における異常伸び

Fe-Ni, Fe-Ni-Cr 合金はある温度範囲において非常に大きな塑性を示す<sup>23)30)</sup>。本研究に用いたオーステナイトステンレス鋼単結晶においても、ある温度範囲において異常に大きな伸びを観測したので、その結果を述べる。

本研究に用いたオーステナイトステンレス鋼単結晶の破断に至るまでの引張伸びは、引張方位とあまり関係なく、大部分の試験温度において、50~60% 程度であつ

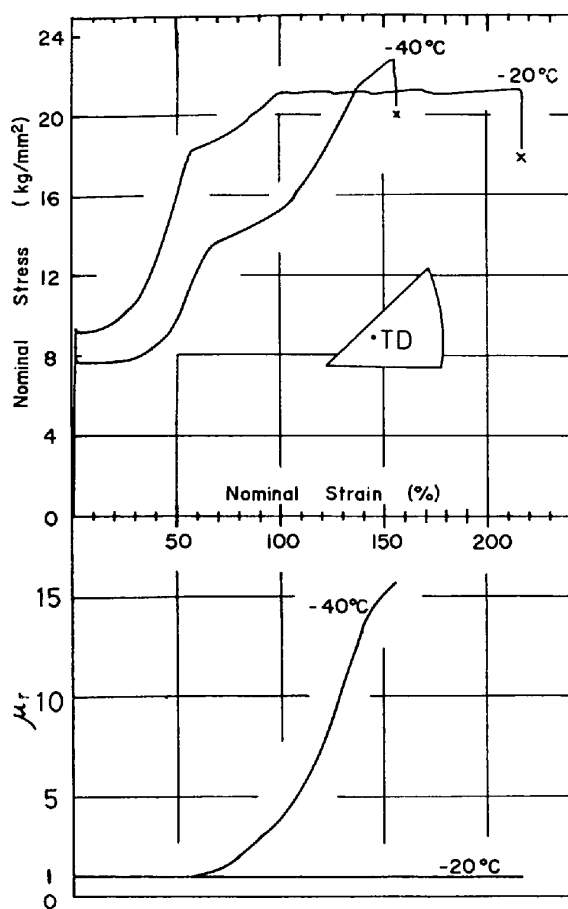


Fig. 10. Stress-strain curves and change of magnetic permeability at  $-20^{\circ}\text{C}$  and  $-40^{\circ}\text{C}$  testing.

た。しかし、試験温度が  $-40^{\circ}\text{C}$  においては破断までの引張伸びは、約 150% になり、 $-20^{\circ}\text{C}$  においては、200% 以上にもなった。Fig. 10 にこの応力-歪曲線と歪量と比透磁率  $\mu_r$  の関係を示す。図より 200% 以上の伸びを示す試験温度  $-20^{\circ}\text{C}$  において  $\mu_r$  の増加はないこと、つまり、 $-20^{\circ}\text{C}$  では  $\alpha$  マルテンサイトは発生していないことがわかる。すなわち、本研究に用いた 18-14 オーステナイトステンレス鋼は、Fe-Ni 合金と異なり非常に大きな伸びの発生のためには  $\alpha$  マルテンサイトの発生は不必要である。興味あることは  $-40^{\circ}\text{C}$  の実験結果にも現われている。この温度では塑性変形の初めは  $\alpha$  マルテンサイトの発生がなく、大きな容易すべりを持ち、第Ⅱ段階の加工硬化も大きくない。伸び歪が 60% になると第Ⅱ段階へと移るがこの歪付近から  $\alpha$  マルテンサイトが発生し始め、その量が増すと再び大きな加工硬化へと移り、絞れて破断する。これは  $\alpha$  マルテンサイトが大量にできると加工硬化が大きくなることの再確認である。

#### 4. 結 論

帯溶融を用いて成長させた 18-14 オーステナイトステンレス鋼単結晶を用いて、マルテンサイト変態に及ぼすすべりによる塑性変形の影響、塑性変形がほとんどマルテンサイト変態の進行によつて起こる時の変形模様、およびこれに及ぼす外力付荷方向の影響、単結晶の応力-歪曲線に及ぼすマルテンサイト変態の影響を調べ、以下の結論を得た。

(1) マルテンサイトの発生以前に与えたすべりによる塑性歪は、その後の単純冷却によつて生じる 18-14 ステンレス鋼のマルテンサイト変態に影響する。すなわち歪量が少ない時は、働いたすべり系に平行な層状領域に  $\epsilon$  マルテンサイトと  $\alpha$  マルテンサイトが発生する。歪量が増すと、交叉すべり面に平行な層状の変態領域がこれにとつてかわる。 $\epsilon$  マルテンサイトの Ms 点は歪量であり変わらないが、 $\alpha$  マルテンサイトの Ms 点は歪量の増大とともに低下する。この効果は、単一すべりより二重すべりの方が大きい。

(2) 温度が低くなるとすべりによる塑性変形はマルテンサイト変態による塑性変形によつて変わる。塑性歪は局所的に集中して発生し、 $\{111\}_f$  面に平行な層状領域を作る。これは  $\epsilon$  マルテンサイトを作る  $\{111\}_f \langle 211 \rangle_f$  剪断系の剪断応力が最大になる面に平行にでき（主変形帯）、その担う剪断歪はほとんど一定の値 0.31 となる。

(3) 主変形帯に加えて、2 次変形帯も発生する。2 次変形帯が主変形帯の新たな発生と成長を阻止するように試料全体に分布すると、容易すべりは停止して大きな加工硬化へ移る。

(4) マルテンサイト変態を起こす剪断系の剪断方向は一方向性であるため、塑性変形が変態の進行によつて生ずる時は同一方位の試験でも、引張荷重下と圧縮荷重下の降伏強度は異なる。これに応じて  $\alpha$  と  $\epsilon$  マルテンサイトの発生する温度も負荷方向に依存する。これらは、マルテンサイト変態における剪断原子移動を外力が助けるということから合理的に説明できる。

最後に、本研究遂行中、種々の討議をしていただいた F. LECROISEY 博士 (CETIM, France) と実験の一部に協力していただいた古屋一夫氏に感謝する。実験材料の素材は大同製鋼(株)中央研究所福井彰一博士から提供を受けたことを記し謝意を表したい。

#### 文 献

- 1) 田村今男: 鉄と鋼, 56(1970), p. 61
- 2) 西山善次: マルテンサイト変態(基本編), 丸善(1971), p. 210

- 3) W. G. PFANN: Zone Melting (John Willey & Sons, New York.) (1957)
- 4) P. W. BRIDGMAN: Psoc. Amer. Acad. Soci., 58 (1923), p. 165; 60(1925), p. 305
- 5) A. R. ENTWISLE and I. A. FEENEY: Inst. Met. Monograph and Report Series, (1969) 33, p. 165
- 6) M. UMEMOTO: M. S. Thesis, Northwestern University, Evanston (1972)
- 7) H. SCHUMANN: Arch. Eisenhüttenw., 38 (1967), p. 647
- 8) 肥後矢吉: 東京工業大学修士論文 (昭和 45 年 3 月)
- 9) K. MUKHERJEE: Trans. Met. Soc. AIME, 242 (1968), p. 1495
- 10) 田村今男, 牧 正志, 中西陸夫, 岡 裕: 水曜会誌, 17(1970), p. 75
- 11) J. G. GOOCH and D. R. F. WEST: JISI, 205 (1967), p. 555
- 12) H. C. FIEDLER, M. L. AVERBACH and M. COHEN: Trans. ASM, 47(1955), p. 267
- 13) 西山善次, 清水謙一, 盛川士郎: 日本金属学会誌, 27(1963), p. 497
- 14) J. C. BOKROS and E. R. PARKER: Acta Met., 11(1963), p. 1291
- 15) J. F. BREEDIS and W. D. ROBERTSON: Acta Met., 11(1963), p. 547
- 16) H. SHOJI: Zeits. Krist., 77(1931), p. 381
- 17) たとえば A. J. BOGERS and W. G. BURGERS: Acta Met., 12(1964), p. 255
- 18) P. M. KELLY: Acta Met., 13(1965), p. 635
- 19) 西山善次: マルテンサイト変態(基本編), 丸善 (1971), p. 37
- 20) G. KURDJUMOV and G. SACHS: Z. Phys., 64 (1930), p. 325
- 21) Y. HIGO, F. LECROISEY and T. MORI: Acta Met., 22(1974), p. 313
- 22) 西山善次: マルテンサイト変態(基本編), 丸善 (1971), p. 38
- 23) 田村今男: 鉄と鋼, 56(1970), p. 429
- 24) F. ABRASSART, F. LECROISEY and A. PINEAU: Proc. of the 2nd Int. Conf. on the Strength of Metals and Alloys ASM (1970), p. 905
- 25) G. MEYRICK and H. W. PAXTON, Trans. Met. Soc. AIME, 230(1964), p. 1010
- 26) Y. HIGO, K. FURUYA, T. MORI and T. NAKAMURA: Trans. ISIJ, 13(1973), p. 409
- 27) F. LECROISOY and B. THOMAS: Phys. Stat. Sol., (a) 2(1970) K217
- 28) J. F. BREEDIS and W. D. ROBERTSON: Acta Met., 10(1962), p. 1077
- 29) 菊池紀雄: 日本金属学会誌, 35(1971), p. 518
- 30) 田村今男, 牧正志, 波戸浩, 油井孝輔: 日本金属学会誌, 33(1969), p. 1383