

博士論文

残留オーステナイト相を含む低合金鋼の
低温変形における加工誘起マルテンサイト変態

Deformation Induced Martensitic Transformation
in Low Alloy Steels Containing Retained Austenite
under Low Temperature Deformation

横浜国立大学大学院

工学府

山下享介

Takayuki Yamashita

2018年3月

概要

残留オーステナイトの変態誘起塑性(Transformation induced plasticity: TRIP)による伸び改善効果を利用した低合金 TRIP 鋼が自動車用構造部品鋼材として実用に至っている。この TRIP 効果は、残留オーステナイトが軟質な母相フェライトの変形を緩和するように加工誘起マルテンサイト変態を生じることで発現し、残留オーステナイトの相安定性がその制御に重要となる。残留オーステナイトの相安定性に影響を及ぼす因子として、残留オーステナイトの体積率、炭素濃度、存在形態、形状、試験温度、ひずみ速度および組織間の変形能差に起因する内部応力などがあり、様々な研究がなされてきた。しかしながら、これらの研究は室温や温間加工を目的とした温度域で行われており、母相フェライトが脆化かつ高強度化するとともに残留オーステナイトの相安定性が低下し、各相の変形能差も変化すると考えられる低温域での研究例はほとんど見当たらない。そこで本研究では、低温域における相間の相対強度差の変化と残留オーステナイトの役割に着目する。そして残留オーステナイトの相安定性に及ぼす因子について調査することで、低温域における低合金 TRIP 鋼の変形挙動と残留オーステナイトの加工誘起マルテンサイト変態挙動について検討する。

供試鋼は残留オーステナイト量の異なる板厚 2.5 mm の低合金 TRIP 鋼:Low- γ 材(0.15%C-1.7%Si-1.5%Mn)および High- γ 材(0.3%C-1.7%Si-1.5%Mn)である。冷間圧延後、フェライト+オーステナイト二相域の 790 °C で 300 s 保持し、その後オーステンパ処理(400 °C-600 s)を施した。得られた組織はフェライト母相と残留オーステナイトおよびベイナイトを含む第二相の複合組織鋼であった。残留オーステナイトはフェライトの粒内および粒界上に分散しており、残留オーステナイトは母相フェライトと Kurdjumov-Sachs(K-S)関係を有していた。X 線回折により得られた残留オーステナイト量は、それぞれ体積分率が 9.4%と 17.2%である。なお 2 鋼種の残留オーステナイト中の固溶 C 量はほぼ等しく(約 1.3%)、炭素濃度の違いによる安定性への影響は極力排除してある。引張試験を室温(293 K)、冷却アルコール中(233 K, 193 K)、液体窒素中(77 K)で実施した。また変形途中の変態挙動を調査するため、1%から 11%までの任意の塑性ひずみを付与する中断試験(293 K, 233 K, 193 K, 77 K)および同領域の変態挙動を見るために変形前から 4%ずつ 12%まで塑性ひずみを付与する中断試験(293 K, 193 K)をそれぞれ実施した。各試料に対し、FE-SEM-EBSD 法による結晶方位解析を行い、引張・中断試験前後における残留オーステナイト量および結晶方位の変化を調査した。また同視野の組織観察から SEM 組織を取得し、デジタル画像相関法を用いてひずみ分布状態を調査した。

両鋼ともに 193 K から 293 K において高延性を示し、温度の低下に伴い引張強度も上昇した。77 K では降伏応力および引張強度ともに上昇したが、伸びは減少し、早期破断を呈した。High- γ 材において降伏応力は逆温度依存性を示した。これは温度の低下による加工誘起マルテンサイト変態の促進によるものと考えられる。EBSD 測定より得られた初期残留オーステナイト量は Low- γ 材および High- γ 材で 10.3 %および 16.9 %であり、XRD より得ら

れた値とほぼ同等であることから局所領域における値であるが妥当な値が得られた。High- γ 材について加工硬化挙動と残留オーステナイト量の変化には相関性が見られた。293 Kでは、残留オーステナイトは変形後期に加工硬化率を維持すると考えられる。一方、低温域では、残留オーステナイトの加工誘起変態が変形初期の高い加工硬化率に寄与していると考えられるが、伸び改善効果としての寄与は小さいと示唆される。

EBSD法による結晶方位解析から、293 Kでは変形後でも一部の残留オーステナイトが残存しており、変形に対し安定な残留オーステナイトの存在が示唆される。多くの残留オーステナイトが引張軸に対し $\langle 111 \rangle$ が平行な方位を有していた。193 Kおよび233 Kにおいても同様の傾向が見られた。これは引張軸に対し $\langle 111 \rangle$ が平行なオーステナイトのSchmid因子が小さく、変形に対し安定であるためと考えられる。また変形後でも母相フェライトと残留オーステナイトはK-S関係を保持しており、多くの母相フェライトは引張軸に対し $\langle 110 \rangle$ へと結晶回転していたことから、母相フェライトと残留オーステナイトは協調的に変形し、オーステナイトはK-S関係を維持しながら $\langle 111 \rangle$ へと結晶回転を生じたと考えられる。

DIC解析によるひずみ分布の解析より、193 Kの4%引張変形により形成するひずみ分布は他の条件と比較して均一にひずみが分布していた。193 Kにおいて4%引張変形までに10%以上の残留オーステナイトが加工誘起マルテンサイトに変態することを考慮すると、マルテンサイト変態に伴う体積膨張がひずみ分布の均一化に寄与したと考えられる。また引張ひずみを階級分けし、各階級のひずみの領域の残留オーステナイト量を調査した結果、4%引張ひずみ以下の領域の残留オーステナイトの割合が変形に伴い増加したことから、残留オーステナイトは高ひずみ領域において優先的にマルテンサイト変態を生じており、ひずみ分布状態が加工誘起マルテンサイト変態挙動に影響することが示唆された。

個々の残留オーステナイトの変態挙動を調査した結果、二次電子像では、フェライト粒内のオーステナイトがマルテンサイトへと加工誘起変態した領域が認められたが、同視野の結晶方位マップではその存在が確認できず、マルテンサイトが周りの母相フェライトとほぼ同じ方位へと変態していた。このようなマルテンサイトのバリエーション規制について調査した結果、一般的なバリエーション規制は受けていなかった。そのため、母相フェライトと同一方位を選択することで、結晶粒界を新たに生み出す必要がなく、エネルギー的に安定なバリエーションが優先されたと考えられる。この現象はある特定の部分や試験温度のみで生じているわけではなく、複数のフェライト粒内および各試験温度において確認された。

記号一覧

a_γ : オーステナイト相の格子定数

σ_n : 公称応力

ε_n : 公称ひずみ

σ_t : 真応力

ε_t : 真ひずみ

$\sigma_{0.2}$: 0.2%耐力

TS: 引張強度

u. El.: 均一伸び

t. El.: 全伸び

$d\sigma/d\varepsilon$: 加工硬化率

M_s : マルテンサイト変態の開始温度

σ : 標準偏差

ε : DIC 解析により得られたひずみ

ε_{xx} : X 軸方向のひずみ

ε_{yy} : Y 軸方向のひずみ

U : 機械的駆動力

γ_0 : マルテンサイト変態時の晶癖面上の変態せん断ひずみ

ε_0 : 晶癖面法線方向の変態垂直ひずみ

θ_0 : 応力軸と晶癖面法線方向のなす角度

σ_0 : マルテンサイト変態時の負荷応力

θ : EBSD 法により得られたピクセル間の方位差

第1章 序論	
1.1. はじめに	1
1.2. TRIP 鋼とは	2
1.2.1. 加工誘起マルテンサイト	2
1.2.2. 変態誘起塑性	4
1.2.3. オーステンパ中の変態挙動と構成組織	6
1.3. TRIP 鋼の引張特性と残留オーステナイトの相安定性に影響する諸因子	8
1.3.1. 試験温度とひずみ速度の影響	8
1.3.2. 変形挙動に及ぼす内部応力の影響	13
1.3.3. 残留オーステナイトの炭素濃度	16
1.3.4. 残留オーステナイトの存在位置・形態	18
1.3.5. 残留オーステナイトの結晶方位	20
1.4. マルテンサイトの結晶学的特徴	24
1.4.1. マルテンサイト変態における結晶方位関係	24
1.4.2. マルテンサイト変態のバリエント	26
1.4.3. バリエント選択則に影響する諸因子	30
1.5. 本論文の構成と目的	33
参考文献	33
第2章 TRIP 鋼の低温引張変形挙動と残留オーステナイトの相安定性	
2.1. はじめに	36
2.2. 実験方法	37
2.2.1. 供試鋼	37
2.2.2. 引張・中断試験条件	38
2.2.3. 組織観察	38
2.2.4. 残留オーステナイト量の測定条件	39
2.3. 実験結果	41
2.3.1. 初期組織	41
2.3.2. 応力-ひずみ曲線	43
2.3.3. 加工硬化曲線	45
2.3.4. 残留オーステナイト量の変化	46
2.4. 考察	49
2.4.1. 降伏応力の温度依存性	49
2.4.2. 測定手法による残留オーステナイト量の比較	50
2.4.3. 加工硬化挙動と残留オーステナイト量の関係	51
2.4.4. 77 K 予加工による引張特性の変化	54

2.5. 小括	57
参考文献	58
第3章 残留オーステナイトの相安定性に及ぼす結晶方位とひずみ分布状態の影響	
3.1. はじめに	60
3.2. 実験方法	61
3.2.1. 供試鋼、引張・中断試験および繰返し除荷試験条件	61
3.2.2. 組織観察、結晶方位解析およびひずみ分布解析	61
3.3. 実験結果	63
3.3.1. 引張・中断試験および繰返し除荷試験前後の組織と 試験片表面および内部の残留オーステナイト量の変化	63
3.3.2. 試験前後の結晶方位変化	66
3.3.3. 試験片表面のひずみ分布状態の変化	67
3.4. 考察	69
3.4.1. ひずみ分布状態に及ぼす試験温度の影響	69
3.4.2. 残留オーステナイトの相安定性に及ぼすひずみ分布状態の影響	70
3.4.3. 残留オーステナイトの相安定性に及ぼす結晶方位の影響	74
3.5. 小括	78
参考文献	79
第4章 個々の残留オーステナイトの加工誘起マルテンサイト変態挙動	
4.1. はじめに	80
4.2. 実験方法	81
4.2.1. 供試鋼および引張・中断試験条件	81
4.2.2. 組織観察および結晶方位解析	81
4.2.3. バリエントの解析方法	81
4.3. 実験結果	85
4.3.1. 初期組織	85
4.3.2. 中断試験前後の結晶方位	87
4.4. 考察	90
4.4.1. フェライト粒内の残留オーステナイトの析出挙動と変態挙動	90
4.4.2. フェライト粒界上に存在する残留オーステナイトの 加工誘起マルテンサイト変態とバリエント選択	91
4.4.3. フェライト粒内に存在する残留オーステナイトの 加工誘起マルテンサイト変態とバリエント選択	93
4.5. 小括	97

参考文献	98
第5章 総括および結論	99
関連公表論文リスト	102
謝辞	103

第1章 序論

1.1. はじめに

近年、自動車産業において環境問題に対する意識向上や安全性への要求の高まりから、軽量化による燃費低減や安全性向上を目的とした自動車用鋼板の高強度化が著しく進んでいる¹⁾⁻⁷⁾。しかし、一般に高強度化は鋼板の延性の低下を招き、部品の成形を困難とするため、加工性に富んだ高強度鋼板の開発が行われてきた²⁾⁻³⁾。その中でも、残留オーステナイトの変態誘起塑性(Transformation induced plasticity: TRIP)を活用することで、優れた強度-延性バランスが期待できる低合金 TRIP 鋼⁴⁾の研究は、1980 年代以降、松村、佐久間らによる薄板鋼の連続焼鈍ラインでの製造を想定した低合金 TRIP 鋼の研究の報告⁵⁾⁻⁷⁾を皮切りに現在まで盛んに行われている。

低合金 TRIP 鋼は、構成組織の違いからいくつかの種類が存在するが、フェライト母相と残留オーステナイトおよびベイナイトを含む第 2 相により構成される TRIP 型複合組織鋼が主流である⁴⁾。複合組織鋼の変形は、硬質第 2 相と軟質な母相フェライトの塑性ひずみ差に起因して発生する内部応力に大きく支配されることが知られているが⁸⁾、TRIP 型複合組織鋼の場合、残留オーステナイトの変態誘起塑性による伸び向上効果(TRIP 効果)および加工誘起マルテンサイトの生成に伴う応力緩和も変形に大きく寄与することが報告されている^{9), 10)}。この TRIP 効果は、残留オーステナイトの体積率および安定性と強い相関を持つことがよく知られている。特に、変形後期に加工誘起変態する適度な安定性を有する残留オーステナイトにより、変形後期まで高い加工硬化率が得られると考えられているため^{11), 12)}、加工に対する安定性について様々な研究が行われている。例えば、鋼板の微細組織の観察を行い、残留オーステナイトの存在形態や形状¹³⁾⁻¹⁶⁾、存在位置¹⁷⁾⁻²⁰⁾、炭素濃度の影響に関する報告^{21), 22)}や引張試験時のひずみ速度^{12), 23)-26)}や温度^{12), 25), 26)}を変化させた場合の機械的特性への影響に関する報告などがある。しかしながら、これらの研究は室温や温間加工を目的とした温度域で行われており、フェライト母相が脆化かつ高強度化し、残留オーステナイトの相安定性が低下すると考えられる温度域での研究例はほとんど見当たらない。低温では、温度の低下に伴う残留オーステナイトの相安定性の低下だけでなく、フェライト母相の高強度化による相間の相対強度差が変化することで、その安定性も変化すると示唆される。

自動車の軽量化に伴い、今後も自動車用鋼板のさらなる強度-延性バランスの向上が望まれている。また TRIP 鋼の機械的特性に大きな影響を及ぼす残留オーステナイトの変態挙動には未だ不明瞭な点もある。本研究では、室温からフェライト相が高強度化かつ脆化する低温域における残留オーステナイトの相安定

性の変化に着目し、低温における TRIP 鋼の変形挙動、残留オーステナイトの相安定性に及ぼす諸因子の影響および個々の残留オーステナイトの変態挙動について調査し、低温域における TRIP 鋼中の残留オーステナイトの役割と加工誘起マルテンサイト変態挙動を検討する。

1.2. TRIP 鋼とは

1.2.1. 加工誘起マルテンサイト

オーステナイトを臨界冷却速度以上で冷却すると、 M_s 点以下でマルテンサイト変態を生じるが、 M_s 点以上の温度でも応力を加えたり、加工を行うとマルテンサイト変態を起こす場合がある。温度が上がるほど、変態量は減少し、あまりに高温になると変形、加工をしてもマルテンサイト変態は生じなくなる。この臨界温度を M_d 点という。すなわち、 M_d 点以下の温度において、オーステナイトを加工することによりマルテンサイト変態を生じながら変形する。この現象を加工誘起変態(Deformation induced transformation)といい、特にこのとき生じるマルテンサイトを加工誘起マルテンサイト(Deformation induced martensite)と呼ぶ⁴⁾。

Fig. 1-1 に温度に対するオーステナイトとマルテンサイトの化学的自由エネルギー変化の模式図を示す⁴⁾。ここでは、オーステナイトは他の組織に変態することなく、同一成分のままマルテンサイトに変態する場合を表している。温度 T_0 はオーステナイトとマルテンサイトの自由エネルギーが等しくなる点である。 T_0 以下の温度になるとオーステナイトよりマルテンサイトの方が安定となるが、変態に必要な駆動力が与えられないとマルテンサイト変態は生じない。このマルテンサイト変態に必要な駆動力は、 M_s 点におけるオーステナイトとマルテンサイトの化学的自由エネルギー差($\Delta G_{M_s}^{\gamma \rightarrow \alpha'}$)で表される。ここで、 M_s 点以上の温度かつ T_0 以下の温度範囲において、外部から変形などによる駆動力が与えられた場合、マルテンサイト変態が生じる。この駆動力を **Fig. 1-1** 上では U' と表す。この外的な駆動力が非常に大きくなる場合、理想的には T_0 でもマルテンサイト変態は生じ、 M_d 点と T_0 は一致すると考えられる。実際には M_d 点は T_0 よりも低温側に存在している。すなわち、ある程度の化学的駆動力がなく、外的な駆動力のみではマルテンサイト変態は生じない。これは外的な駆動力がマルテンサイト変態を生じさせることが可能な応力に達する前に、オーステナイトがすべり変態や結晶回転を起こし、応力を開放してしまうためであると指摘されている⁴⁾。TRIP 鋼はこの M_s 点以上の温度域で準安定に存在するオーステナイトを変形、加工した際に生じるマルテンサイト変態挙動を活用している。

Fig. 1-2 にマルテンサイト変態に必要な臨界応力と温度の関係の模式図を示す²⁷⁾。 M_s 点以上の温度において、マルテンサイト変態の化学的駆動力が温度の上昇とともに減少する場合、マルテンサイト変態を開始するために必要な臨界

応力は、温度の上昇に比例して増加する。特に M_S 点からマルテンサイトの臨界応力がオーステナイトの降伏応力と一致する温度(M_S^c)の間ではこの関係が維持される。 M_S^c 点以上の温度域では、オーステナイトは降伏、塑性変形した後にマルテンサイト変態を起こし、この関係から導かれる応力よりも低い応力でマルテンサイト変態を生じる。**Fig. 1-2**に示すように、温度 T_1 において徐々に応力を負荷した場合、オーステナイトは σ_a でマルテンサイト変態を起こすが、このとき σ_b は M_S 点から M_S^c 点までの臨界応力を外挿した σ_c よりも低い値となる。さらに温度を上昇させ、 M_d 点に到達すると、マルテンサイト変態は生じなくなる。

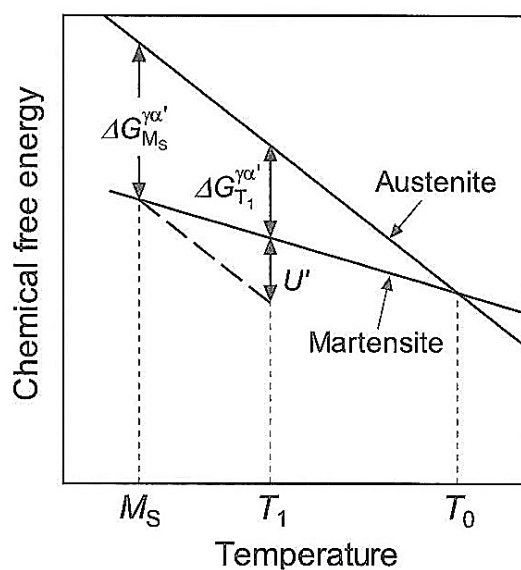


Fig. 1-1 Schematic illustration showing chemical free energy of austenite and martensite as a function of temperature⁴⁾.

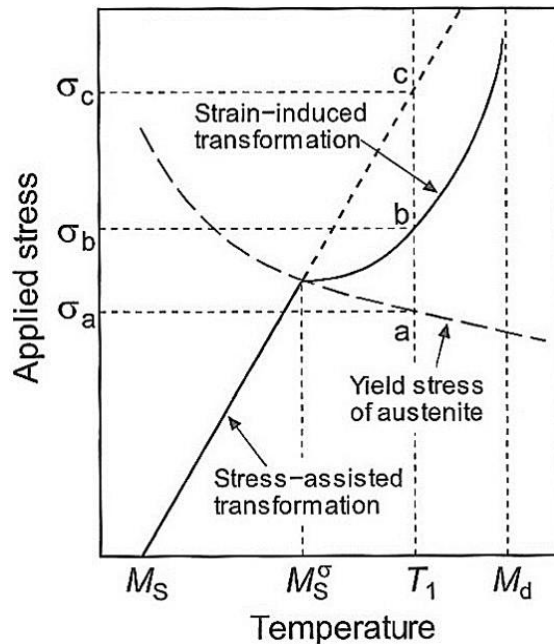


Fig. 1-2 Schematic illustration showing critical stress for martensite formation as a function of temperature²⁷⁾.

1.2.2. 変態誘起塑性

変形や加工をする際に、**1.2.1.項**で述べた加工誘起マルテンサイトが生じると、材料の延性や靱性が著しく向上する場合がある。この現象を変態誘起塑性 (Transformation induced plasticity: TRIP) と呼び、その機械的特性の向上効果のことを TRIP 効果と呼ぶ^{4), 28)}。

靱性の向上は、**Fig. 1-3** に示すように、き裂進展時にき裂先端部近傍における応力集中している領域において加工誘起マルテンサイトが生じ、この領域が硬化することでき裂の伝播を抑制する効果によるものである。

延性の向上は、TRIP 鋼の高い加工硬化率により変形時に生じるネッキングを抑制することにより得られると指摘されている。**Fig. 1-4** に引張試験時における TRIP 鋼の組織の変化の模式図を示す^{2), 28)}。簡便化のため、構成組織を単純化し、母相フェライトと残留オーステナイトの二相組織構造であると仮定している。試験片中に均一に存在している残留オーステナイトが、引張試験時に均一変形域を超えネッキングを開始すると、ネッキング部近傍の応力が高くなり、残留オーステナイトが硬質なマルテンサイトに加工誘起変態する。マルテンサイト変態した領域は他の領域と比較して、硬質であるため、変形はその周りの領域に分散されていく。この結果、局所的な変形は広範囲に分散し、高ひずみ域までネッキングが抑制されることで延性が向上すると考えられている。

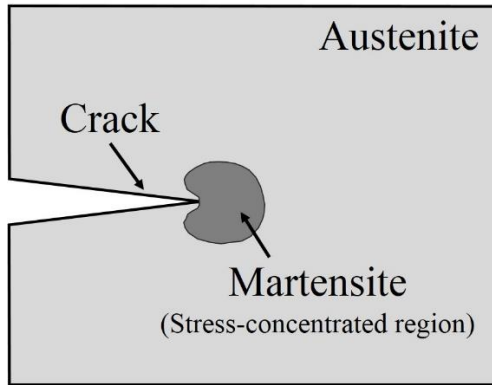


Fig. 1-3 Schematic illustration showing inhibition of crack propagation.

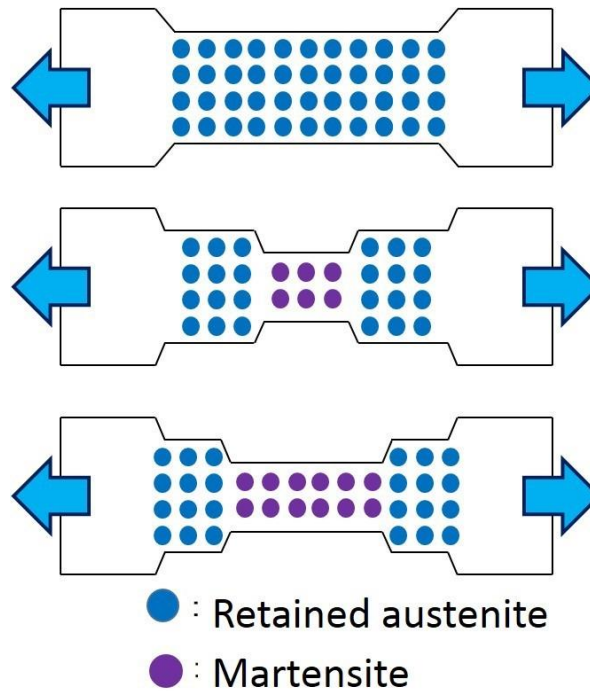


Fig. 1-4 Schematic illustration of the TRIP effect²⁾.

1.2.3. オーステンパ中の変態挙動と構成組織

低合金 TRIP 鋼は、薄板鋼の連続焼鈍ライン(C.A.P.L.)での製造を想定して開発が行われた^{5),6)}。**Fig. 1-5**に、冷延 TRIP 鋼板製造時の代表的な熱処理工程とそのときの各構成相の体積率と炭素濃度の関係の模式図を示す⁵⁾。冷間圧延鋼板を C.A.P.L.で製造する場合、フェライト/オーステナイト二相域における熱処理とその後の緩冷中におけるフェライト相の成長を組み合わせるとオーステナイト中に C および Mn を濃縮させる。フェライト相が十分に成長したら、パーライトが生成しないような大きな冷却速度で 450°C 近傍以下の温度に冷却する。その後ベイナイト変態を起こさせるが、このとき、Si を含んでいることでセメンタイトの形成が抑制されるため、未変態オーステナイト相中にさらに C が濃化する。その結果、未変態オーステナイト相の M_s 点は室温以下となり、**Fig. 1-6**に示すようなフェライト相を母相としてその粒界を中心に残留オーステナイト相やベイナイト相の混在した複合組織が得られる²⁸⁾。この残留オーステナイトが加工、変形をした際にマルテンサイト変態することで TRIP 効果を発現するようになる。TRIP 鋼板の機械的特性には、残留オーステナイトの体積率や安定性と大きな相関があることが指摘されている^{12,29)}。その安定性は、合金成分、試験温度、ひずみ速度、内部応力や残留オーステナイトの存在位置・形態、炭素濃度など様々な因子に支配されている。機械的特性に及ぼす残留オーステナイトの安定性が及ぼす影響について **1.3.節**で詳細を述べる。

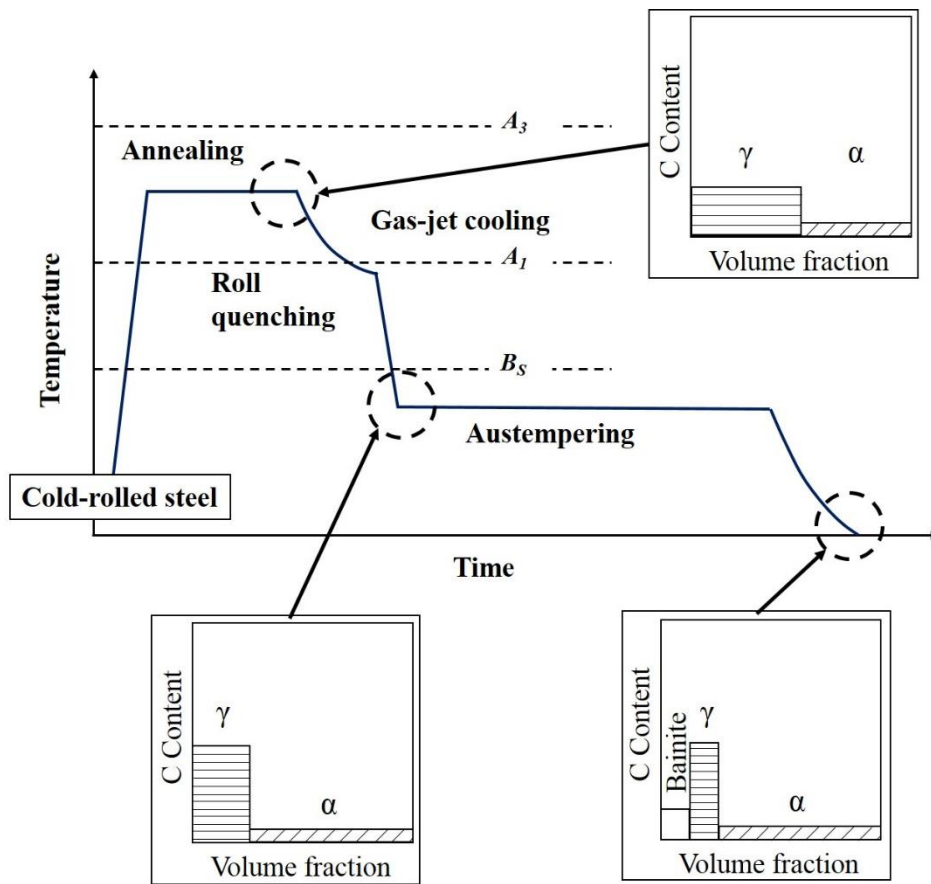


Fig. 1-5 Schematic illustration showing typical heat treatment diagram and change of carbon content in TRIP steel.

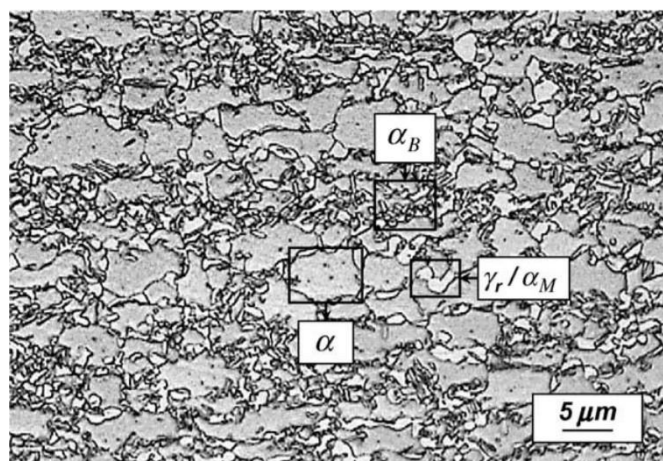


Fig. 1-6 Light optical micrographs of a color-etched TRIP steel microstructure showing a clear difference between the micro-structural constituent.

α : ferrite phase, α_B : bainite, γ_r : retained austenite, α_M : martensite

1.3. TRIP 鋼の引張特性と残留オーステナイトの相安定性に影響する諸因子

1.2.2 項でも述べたように、TRIP 鋼は残留オーステナイトが加工や変形によりマルテンサイト変態を起こす変態誘起塑性により、優れた強度-延性バランスを有する鋼板である。その機械的性質や変形組織の調査は、多くの研究者らにより行われている。本節では機械的特性と各因子の研究例について紹介する。

1.3.1. 試験温度とひずみ速度の影響

低合金 TRIP 鋼は、その優れた強度-延性バランスから自動車用構造部品鋼材として実用化されている。そのため、自動車衝突時のような高速変形挙動やさらなる延性改善を目的とした変形条件の調査が行われている。その一例として試験温度およびひずみ速度を変化させた際の機械的特性とひずみに対する残留オーステナイト量の変化が調査されている。

杉本らは、10~15%程度の残留オーステナイトを有する複合組織鋼を用いて、室温(27°C)から 400°Cまでの温度範囲において引張試験を実施し、TRIP 効果に対して試験温度の影響が強く現れることを明らかにしている^{25),29)}。Fig. 1-7 および Fig. 1-8 に残留オーステナイトを 14.6%含んでいる TRIP 鋼の公称応力-公称ひずみ曲線およびひずみ硬化指数-真ひずみ曲線をそれぞれ示す。初期ひずみ速度は $2.8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ である。また Fig. 1-9 に Fig. 1-7 のうちの代表的な試験温度における残留オーステナイトの変化量と真ひずみの関係を示す。試験温度が 100°C~200°C の範囲において、全伸びが著しく増加している。この異常伸びは、この温度範囲におけるひずみに対する残留オーステナイトの相安定性が特に高くなったことに起因し、残留オーステナイトの TRIP 効果が高ひずみ域においてもひずみ硬化率を高い値に維持させることで優れた全伸びを示したと考えられている。このとき、残留オーステナイト量 f_{γ} は引張ひずみ ε に対して以下の式で関係づけられることが見出されている。

$$\log f_{\gamma} = -k \cdot \varepsilon + \log f_{\gamma 0}$$

ここで、 $f_{\gamma 0}$ は初期残留オーステナイト量、 k は定数でこの値が小さいほど残留オーステナイトのひずみ誘起変態が抑制されていることを意味する。Fig. 1-10 に k 値と試験温度の関係を示す。このとき k 値は破断材の均一変形部の残留オーステナイト量とそのひずみから算出された値である。A~G は残留オーステナイト量および残留オーステナイト中の炭素濃度が異なる鋼であるが、いずれの鋼においても、 k 値は 100°C~200°C の温度域で最小値を生じ、この温度域で最も残留オーステナイトのひずみ誘起変態が抑制されている。しかしながら過度にひずみ誘起変態が抑制された(k 値が低すぎる)場合、高ひずみ域でのひずみ硬化性が持続することはなく、全伸びの向上にはつながらないことも示唆されている。そのため、全伸びの向上のためには、適度なひずみ誘起変態の抑制が必要であると

考えられている。

一方、変形速度(ひずみ速度)の影響に関する調査として、土田らにより、0.2%C-1.5%Si-1.2%Mn の低合金 TRIP 鋼(残留オーステナイト量:10.6%)を用いて、室温にてひずみ速度を変化させた際の加工誘起変態挙動を調査した結果がある²⁴⁾。

Fig. 1-11 に、土田らにより実施されたひずみ速度 $3.3 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1} \sim 3.3 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ および $10^0 \text{ s}^{-1} \sim 10^3 \text{ s}^{-1}$ までの範囲における引張試験の結果を示す。ひずみ速度の増大に伴い、0.2%耐力や引張強度は増大し、均一伸びは減少していた。均一伸びは 10^{-4} s^{-1} までの低ひずみ速度域で優れた値を示したが、ひずみ速度が $3.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ から 10^0 s^{-1} に変化した際に大きく減少していた。この減少は残留オーステナイトの加工誘起変態挙動が影響していると考えられている。**Fig. 1-12** に測定に用いられた 0.2%C-TRIP 鋼の種々のひずみ速度における真ひずみに対する (a) 加工誘起マルテンサイトの体積率および (b) 変態速度の関係を示す。図中のプロット点は X 線回折により得られた値である。また実線および点線は以下の関係式(1.1)から得られたものである。

$$V_{\alpha} = V_{\alpha s} \left(1 - \frac{V_{\gamma 0}}{1 + (k/q)V_{\gamma 0}\varepsilon^q} \right) \quad (1.1)$$

ここで、 V_{α} は加工誘起マルテンサイトの体積率、 $V_{\alpha s}$ は V_{α} の飽和値、 $V_{\gamma 0}$ は初期残留オーステナイト量、 ε は真ひずみ、 k と q は定数である。この結果から、ひずみ速度が $3.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ から $3.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の範囲では、ひずみ速度の増大に伴い、加工誘起変態が起りやすくなっており、 $3.3 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ では変態が起りにくくなっている。 10^0 s^{-1} になると、塑性変形開始後の真ひずみ 0.05 以上で大きく加工誘起変態が生じていた。 $3.3 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ における加工誘起変態の停滞は、ひずみ速度の増加に伴う発熱の影響であると考えられている。また 10^0 s^{-1} における加工誘起変態挙動の変化は、ひずみ速度の増加による発熱の影響と応力増大による変態の促進が重なった影響であるとされている。

このように、TRIP 鋼の機械的特性には試験温度やひずみ速度が大きな影響を及ぼす。その要因となるのは、変形中の残留オーステナイトの加工誘起変態挙動であり、その相安定性が重要な役割を担っている。

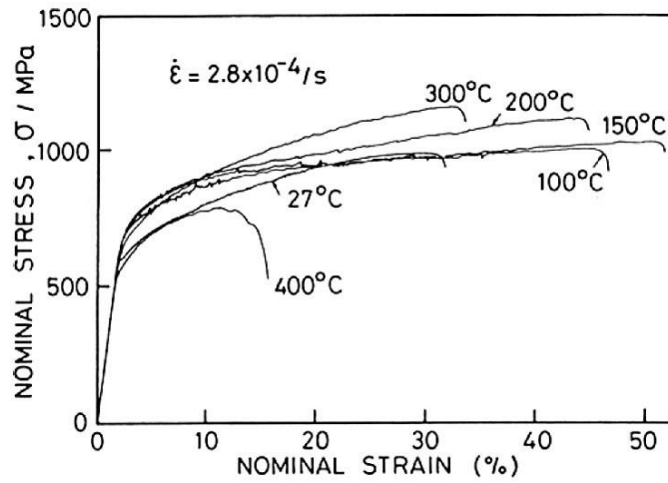


Fig. 1-7 Nominal stress-strain curves of various test temperature²⁵⁾.

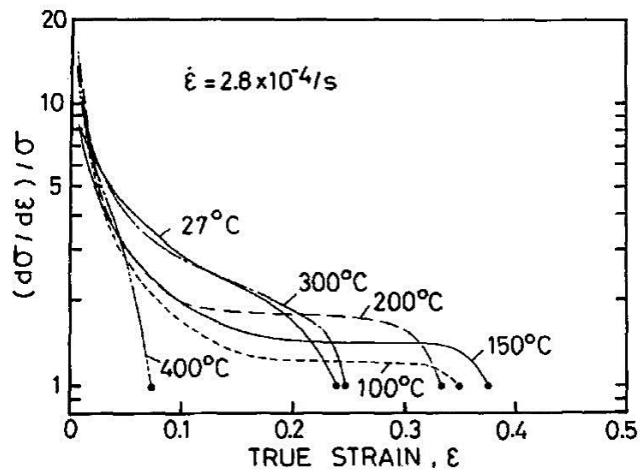


Fig. 1-8 Strain hardenability-true strain curves of various test temperatures between 27 °C and 400 °C²⁵⁾.

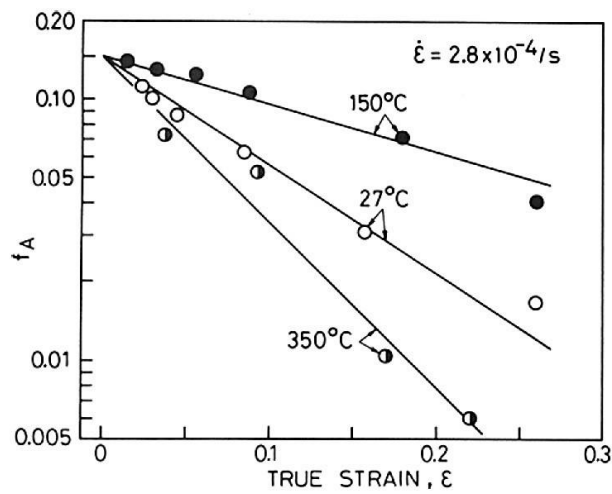


Fig. 1-9 Variations in volume fraction of retained austenite during tensile deformation at a strain rate of $2.8 \times 10^{-4} /s$ and at 27°C, 150°C or 350°C, respectively²⁵⁾.

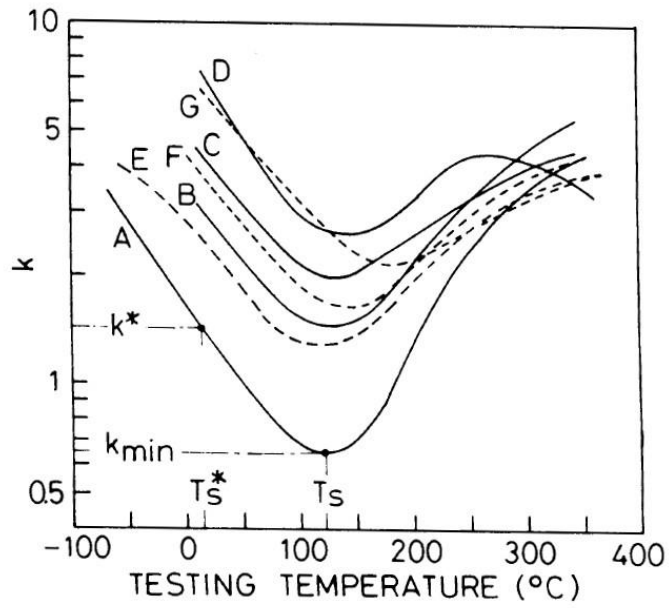


Fig. 1-10 Variations in k-value as a function of testing temperature²⁹⁾.

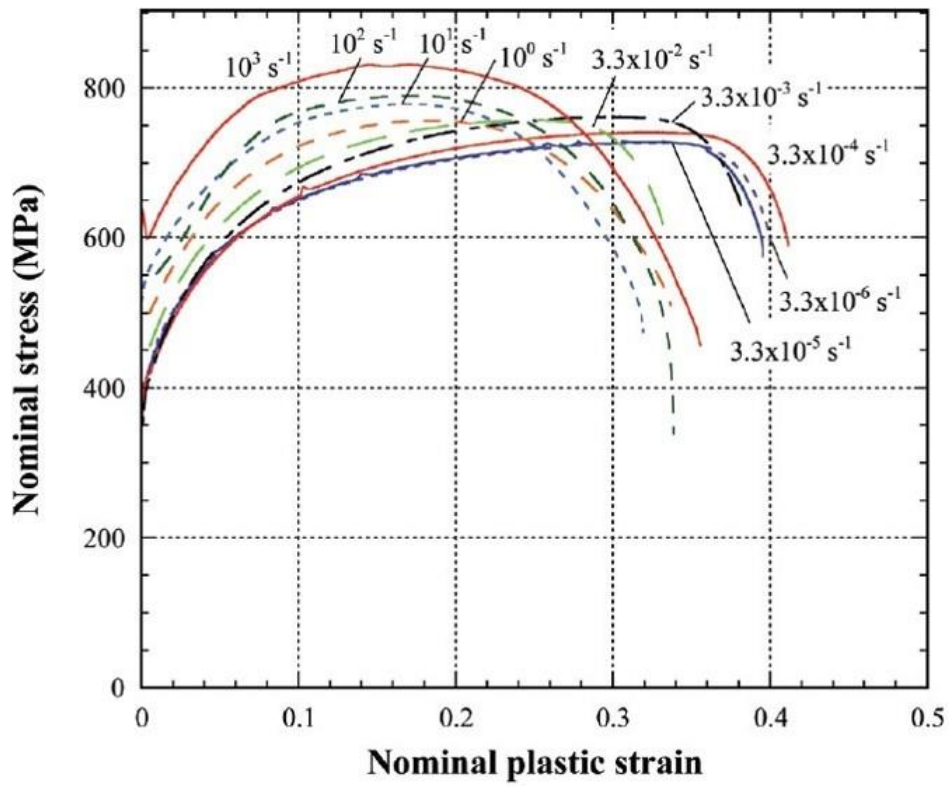


Fig. 1-11 Nominal stress-strain curves of the 0.2mass%C TRIP steel²⁴⁾.

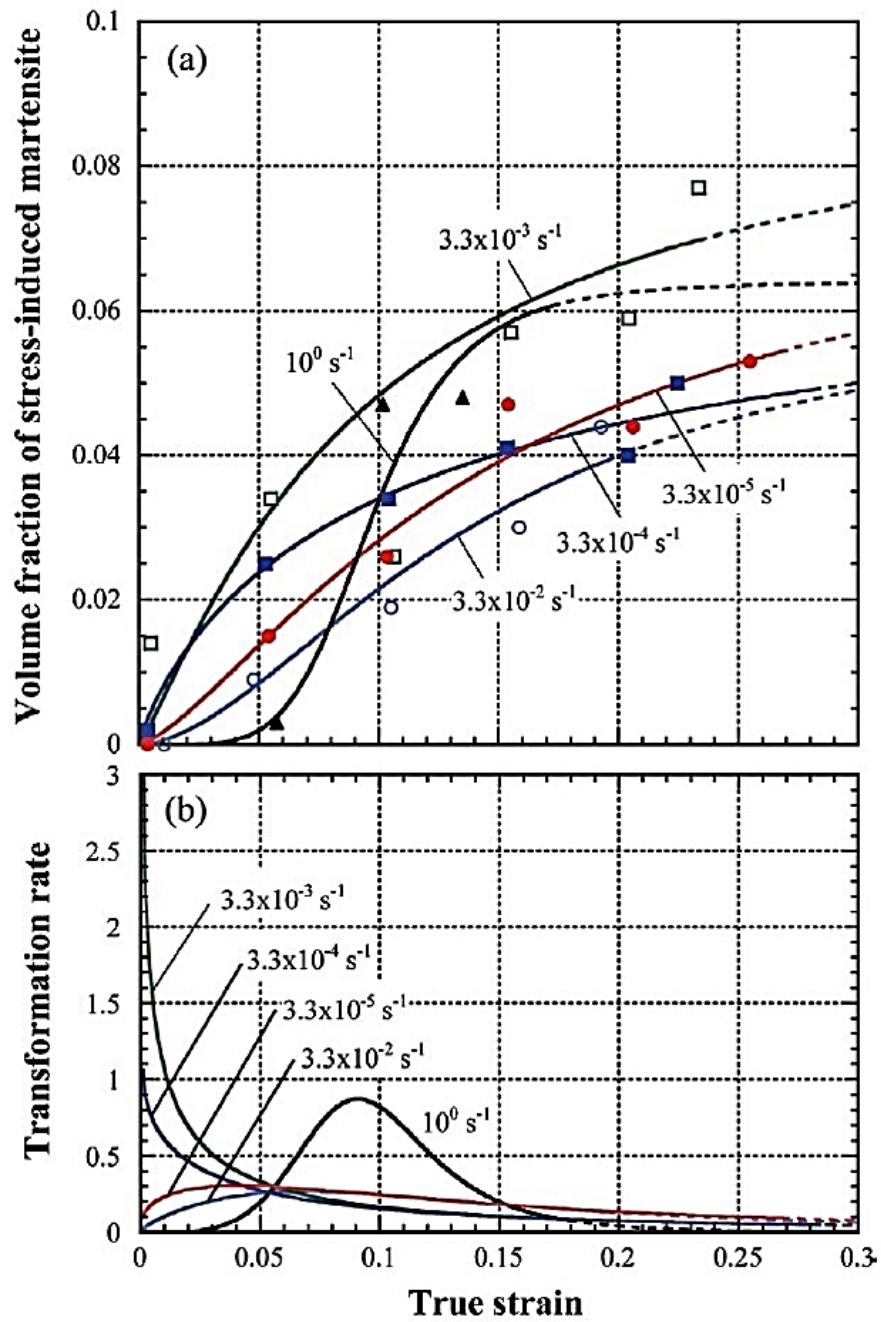


Fig. 1-12 Volume fraction of stress-induced martensite (a) and rate of stress-induced martensitic transformation (b) as functions of true strain at various strain rate in the 0.2mass%C TRIP steel²⁴).

1.3.2. 変形挙動に及ぼす内部応力の影響

低合金 TRIP 鋼の変形に対する残留オーステナイトの役割を正確に検討するために、変形中の残留オーステナイト相の塑性変形・変態挙動を把握することは重要であり、いくつかの研究がなされている。

杉本らは、TRIP 型複合組織鋼板の変形は次の二つの因子に支配されているとしている¹²⁾。

- 1) フェライト母相と残留オーステナイト相+ベイナイト相の変形強度差(または塑性ひずみ差)に起因して発生する内部応力
- 2) 残留オーステナイトのひずみ誘起変態に起因する内部応力の緩和とひずみ誘起マルテンサイト量の増加

そこで杉本らは、X 線回折法を用いて、引張試験下における残留オーステナイト中の内部応力および半価幅を測定し、残留オーステナイトの変形挙動を調査している⁹⁾。**Fig. 1-13**に残留オーステナイト相および α 相(フェライト、ベイナイト、マルテンサイト)の X 線内部応力($\sigma_{X,\gamma}$ および $\sigma_{X,\alpha}$)の測定結果を示す。また**Fig. 1-14**に残留オーステナイト相のみの X 線内部応力およびマイクロメカニクス法より得られた内部応力の結果を示す。なお図中の C1~C4 は炭素量および残留オーステナイト量が異なる鋼であり、残留オーステナイト量は C1: 5.5%, C2: 10.8%, C4: 19.3%である。いずれの鋼種においても、残留オーステナイトは引張の内部応力、 α 相は圧縮の内部応力を生じる。また 20°Cでは、残留オーステナイト相の内部応力は 2%塑性ひずみまで急激に上昇するが、その後、徐々に減少する。一方、残留オーステナイトが安定である 150°C(**1.3.1 項**参照)では、内部応力は変形初期の急激な増加の後も緩やかに増加する。20°Cにおける内部応力の低下は、ひずみ誘起変態時の体積膨張と変態シアーによる塑性緩和およびひずみ誘起変態により生じた加工誘起マルテンサイトが同じ残留オーステナイト粒に共存する未変態オーステナイトを変形させることによる塑性ひずみの増加に起因すると予想している。この内部応力の低下により、硬質相として TRIP 鋼の変形応力を高める役割が、安定な残留オーステナイトと比較して、その影響が小さくなると考えられる。

また内部応力や相間の応力分配挙動を調査するために、中性子回折法を用いたアプローチも行われている。成井らは強度レベルの異なる TRIP 型複合組織鋼板を用いて、飛行時間(Time Of Flight: TOF)法³⁰⁾により引張変形中その場中性子回折実験を行い、相応力、粒応力および加工誘起マルテンサイト変態挙動を検討している^{31), 32)}。**Fig. 1-15**および**Fig. 1-16**に残留オーステナイト量と引張強度の異なる 2 鋼種(590T および 780T)の外力に対する (a) オーステナイトおよびフェライトの相ひずみの変化および (b) 残留オーステナイト量の変化をそれぞれ示す。図中の P1 はフェライトの塑性変形開始点、P2 はマルテンサ

イト変態開始点、P3 はオーステナイトの塑性変形開始点をそれぞれ表している。両鋼とも $P1 < P2 \leq P3$ であることからフェライトは軟質相として振る舞い、巨視的な降伏を引き起こす。一方、高い炭素濃度を有する残留オーステナイトはフェライトより塑性変形し難く硬質相として振る舞い、高い加工硬化を生み出すと考えられる。両鋼の違いはマルテンサイト変態開始点である。残留オーステナイト量の多い 780T ではオーステナイトの塑性変形前にマルテンサイト変態が生じている。これは、大きな長範囲内部応力の発生により、加工誘起変態が促進されたためと考えられている³²⁾。

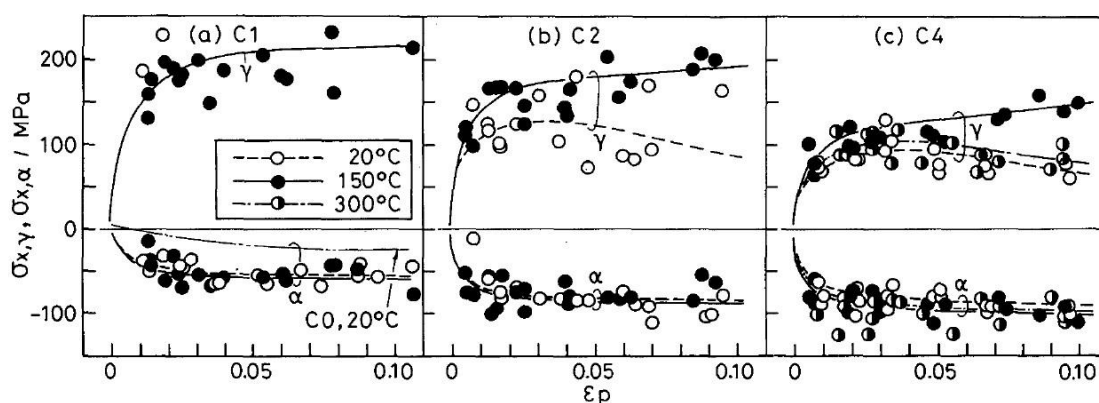


Fig. 1-13 X-ray residual stress of TRIP steel at the surface of the specimen⁹⁾.

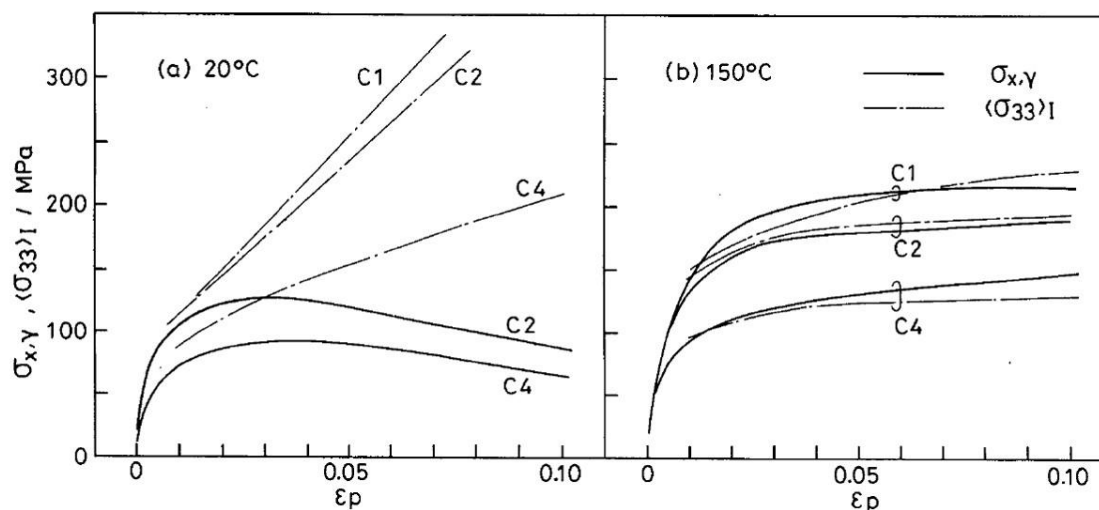


Fig. 1-14 X-ray residual stress in retained austenite obtained by XRD and calculated by micromechanics⁹⁾.

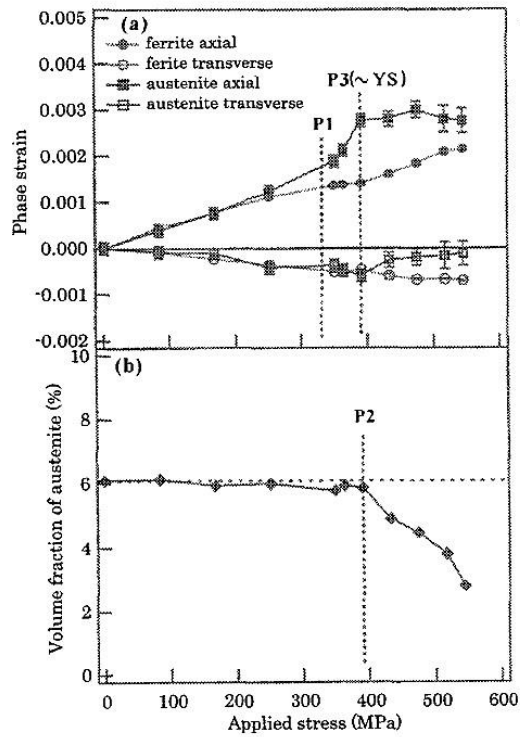


Fig. 1-15 Phase strains (a) and volume fraction of austenite (b) as a function of the applied stress for 590T³¹⁾.

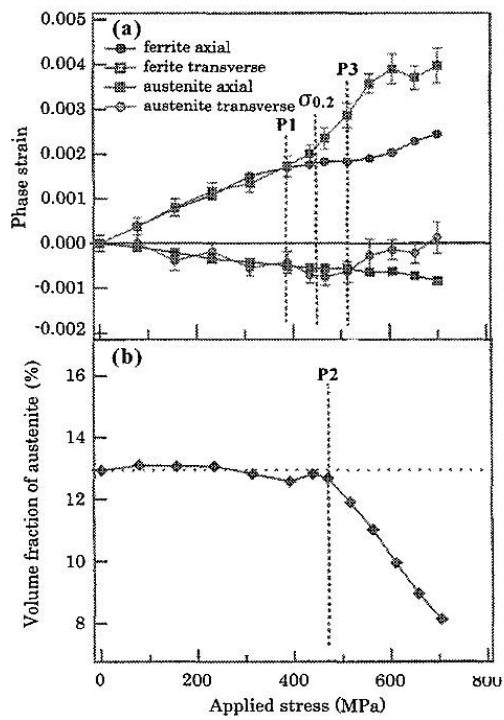


Fig. 1-16 Phase strain and volume fraction of austenite as a function of the applied stress for 780T. (a) Phase strain and (b) volume fraction of austenite³¹⁾.

1.3.3. 残留オーステナイトの炭素濃度

低合金 TRIP 鋼の優れた機械的特性の発現には、残留オーステナイトの相安定性が重要であるということは 1.3.1.項でも述べたが、その安定性に大きな影響を及ぼすものとして、残留オーステナイト中の固溶炭素濃度が挙げられる。

伊丹らは、オーステンパ処理時間のみを変化させることで、残留オーステナイト相の加工安定性を支配する因子の抽出を試みており、残留オーステナイト中の固溶 C 量が多いほど加工に対し、安定であることを見出している²¹⁾。Fig. 1-17 に変形に伴う瞬間 n 値の変化を示す。このとき、瞬間 n 値は、伸び 1%ごとの荷重-伸び曲線から求められている。図中の t はオーステンパ時間を表している。典型的な TRIP 鋼の瞬間 n 値は、低ひずみ域において低く、高ひずみ域になるに従い、単調に増加する傾向を示す。これに対し、 $t=480s$ 材は、低ひずみ域で瞬間 n 値が低く、高ひずみ域で高い傾向を示している。一方、オーステンパ処理時間が短いものは、瞬間 n 値は、低ひずみ域において高く、変形に伴い単調に減少している。これは図中の Dual Phase 鋼(0.09%C-2%Mn)と似たような傾向である。Dual Phase 鋼にも残留オーステナイトは存在し、その加工安定性は極めて低いことが知られている。また Fig. 1-18 に引張変形に伴う残留オーステナイト量の変化、Fig. 1-19 に $t=480s$ における 311γ の X 線回折プロファイルの加工に伴う変化をそれぞれ示す。Fig. 1-18 において $t=480s$ 材の残留オーステナイトの減少量は、オーステンパ処理時間のものに比べて、低ひずみ域で小さく、高ひずみ域で多くなる傾向を示す。これは Fig. 1-17 と関連付けられ、残留オーステナイトの加工誘起変態に伴い、加工硬化し、その結果瞬間 n 値は増加する。加工安定性の低い残留オーステナイトは低ひずみ域における瞬間 n 値を高めるが、強度-延性バランスの向上には寄与しないと指摘している。また Fig. 1-19 では、加工に伴い、残留オーステナイトのピークは減少すると同時に、ピーク位置が低 2θ (高 C)側にシフトしている。これは、固溶 C 量の低い残留オーステナイトから優先的に変態していることを示している。

以上より、強度-延性バランスの向上には、残留オーステナイト中の固溶 C 量が多いほど加工安定性が高くなるため、適切なオーステンパ処理時間が必要となる。

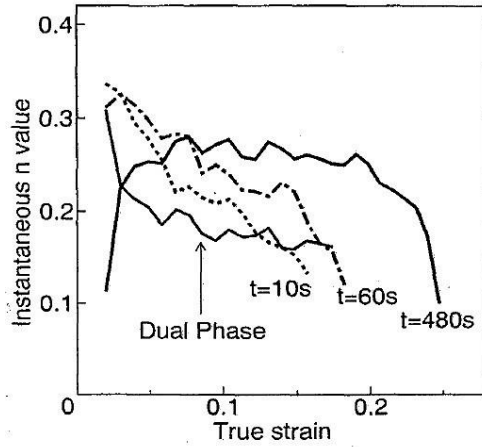


Fig. 1-17 Effect of austemper time on instantaneous n value.

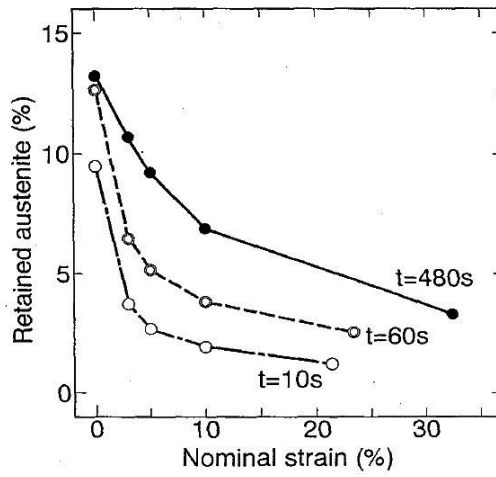


Fig. 1-18 Effect of austemper time (t) on change in volume % of retained austenite with deformation.

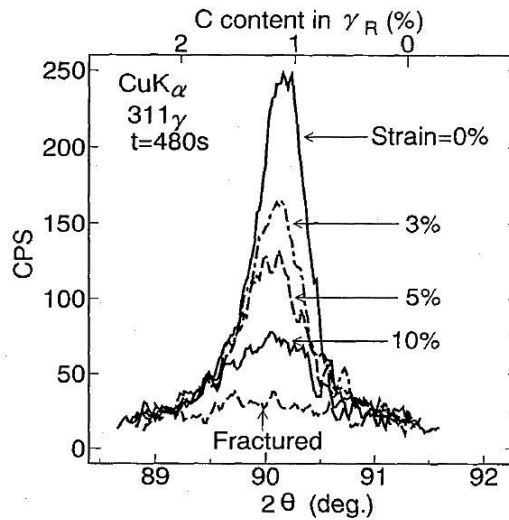


Fig. 1-19 Effect of deformation on the profiles of 480s austempered 311γ XRD.

1.3.4. 残留オーステナイトの存在位置・形態

1.3.3.項では、残留オーステナイト中の炭素濃度が機械的に影響することを記した。残留オーステナイトの安定性には、炭素濃度だけでなく、形状や分布状態および存在位置などが大きく影響することが報告されている。

Matsuda らは、残留オーステナイトを粒界三重点などに塊状に存在するものとベイナイトラス間に存在するものに大別し、形態や分布状態の差が加工硬化能および機械的特性と相安定性に及ぼす影響について検討している¹⁶⁾。供試鋼として、引張強度と残留オーステナイト量が等しく、塊状オーステナイトとラス状オーステナイトの存在比率が異なる2種類のTRIP鋼を用いている。彼らは、両鋼において、塊状オーステナイトは低ひずみ域で変態し、高ひずみ域ではほとんど存在しないことを明らかにしている。またオーステナイト中の炭素濃度にも着目し、低ひずみ域ほど炭素含有量の低い残留オーステナイトが変態していることを確認している。ラス状オーステナイトが、比較的低い炭素含有量でも高ひずみ域まで残存していたことを明らかとし、残留オーステナイトの安定性は炭素含有量のみで説明できず、塊状オーステナイトに比べラス状オーステナイトの方が安定であることを見出した。ラス状オーステナイトが安定な理由として、ラス状オーステナイトはベイナイトのラス間に存在する場合が多く、比較的硬質なベイニティックフェライトに囲まれているため、塑性拘束により変形が抑制されるためであるとしている。

一方、残留オーステナイトの存在位置が安定性に及ぼす影響について、G. K. Tirumalasetty らの報告がある¹⁷⁾。彼らは存在位置と形態の違いから残留オーステナイトを以下の3つのグループに分け、議論している。

Type A : フェライト粒界に存在する残留オーステナイト粒

Type B : 粒内に双晶を有する残留オーステナイト粒

Type C : フェライト粒内に孤立して存在する残留オーステナイト粒

Fig. 1-20 に中断試験前後のEBSD法により得られた結晶方位マップを示す。図中において α 相は灰色、 γ 相はカラーマップで示されている。また図中の丸で囲まれた領域はひずみの付与に伴い、残留オーステナイトの結晶方位が変化した領域を表している。Type A および Type B の残留オーステナイトは5.3%の塑性ひずみを付与した際に加工誘起変態が生じていた。つまり、ひずみに対する安定性が低いことが示唆される。一方、Type C の残留オーステナイトは9.6%ひずみおよび13.4%ひずみを付与した後も残存していることが確認できる。Type C が最も安定となる理由として、ひずみの増大に伴い、オーステナイトがマルテンサイト変態を生じる前に結晶回転が生じることで、軟質なフェライ

ト母相との間に生じる内部応力を緩和するためであると指摘されている。

このように、残留オーステナイトの形態、分布状態や存在位置は、その相安定性に影響することが確認されている。また残留オーステナイトのサイズや連結状態も安定性に影響することが報告されており、微細的な視点から個々の残留オーステナイトの変態挙動を調査することは、TRIP 鋼の変形挙動を解明する上で重要であると考えられる。

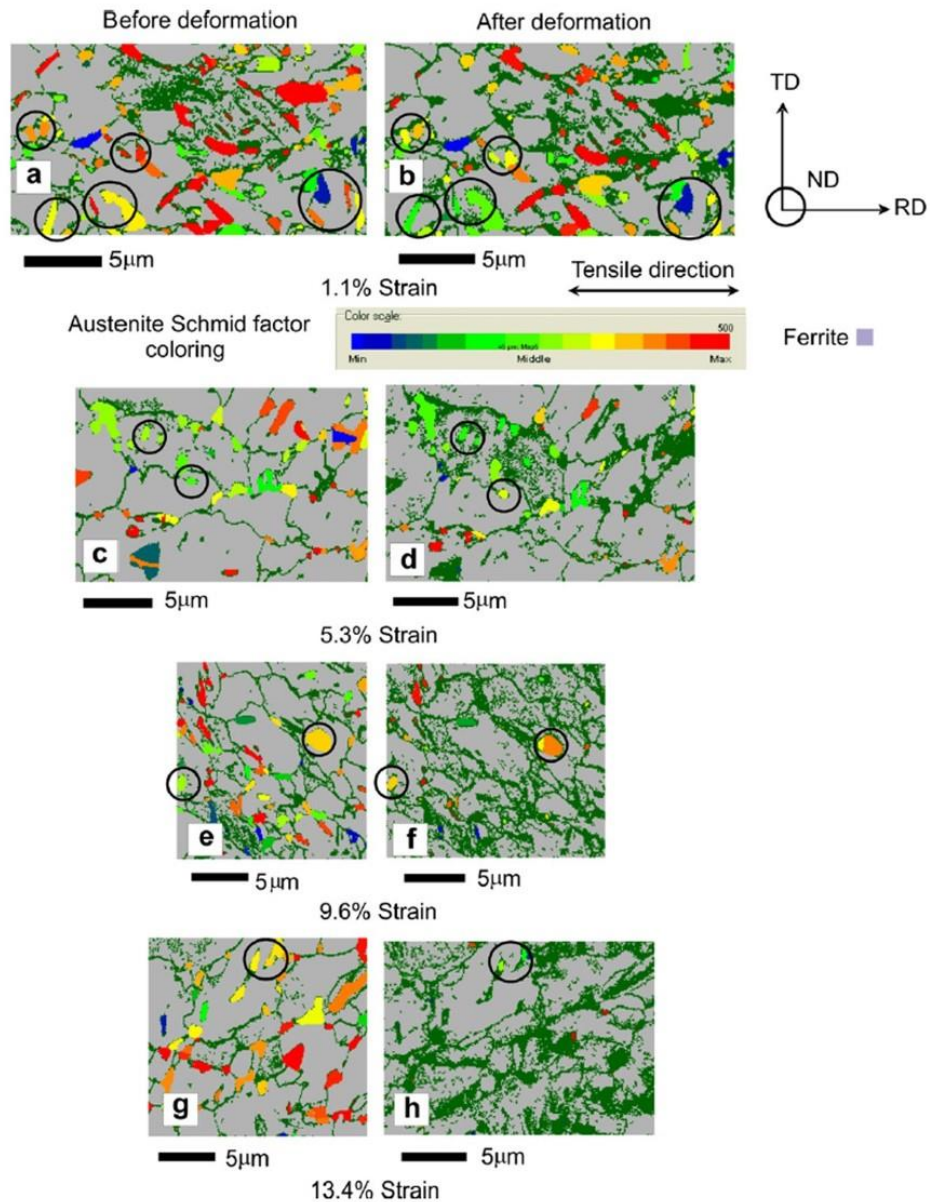


Fig. 1-20 EBSD orientation maps showing changes in the orientation of embedded austenite grains before and after deformation. The black rectangles in the EBSD orientation map indicate the embedded austenite grains which have rotated during the tensile test¹⁷⁾.

1.3.5. 残留オーステナイトの結晶方位

残留オーステナイトの相安定性には様々な因子が影響するが、1.3.2.項で述べたその場引張中性子回折法による測定において残留オーステナイトにはひずみに対して安定な方位があることが示唆されている。

成井らは、その場引張中性子回折法を用いて、構成相の変形挙動について検討している³¹⁾。彼らは[hkl]粒群が同じ構成相内でも変形量が異なることを示している。**Fig. 1-21**にフェライト相およびオーステナイト相の[hkl]粒群の負荷応力と格子面ひずみの関係を示す。フェライト相では、フェライト相の塑性変形開始前では単結晶の弾性異方性を反映した変形挙動となっている。塑性変形開始後では、すべりの生じ難い、あるいは加工硬化の大きい方位の結晶粒が硬質粒となり、結晶粒間での応力分配が生じている。一方、オーステナイト相も降伏前はフェライト相同様、単結晶の弾性異方性を反映した結果となっている。塑性変形域では、特に(200)の増加が著しく、未変態の(200)結晶粒が、硬質粒として振る舞い、加工硬化に寄与していると推測している。また**Fig. 1-22**にひずみに対する各方位のオーステナイト相の回折強度比の変化を示す。回折強度比の変化は一様ではなく、外力に対する結晶粒の方位によって、変態しやすい粒としにくい粒があることが明らかとなっているが、その理由については明確でなかった。

成井らの結果を踏まえ、R. Blondéらは、高出力 X 線回折を用いて、室温および低温における残留オーステナイトの集合組織の変化について考察している³³⁾。**Fig. 1-23**に巨視的な応力に対するフェライトおよびオーステナイトの各方位のピーク強度比の変化を示す。また、**Fig. 1-24**に冷却中および引張試験中の各段階のフェライト相およびオーステナイト相の方位を逆極点図上に表した図を示す。各段階は、冷却前、冷却後、降伏応力近傍および引張強度近傍の4段階である。方位はRD(Rolling direction)、TD(Transverse direction)、ND(Normal direction)の3方向から解析をしている。引張試験前では、フェライト相は{111}<110>、オーステナイト相は{110}<111>が優先方位であり、オーステナイト相では{110}<001>にも比較的弱い集合組織が形成されていた。冷却後でもこの傾向は変わっておらず、結晶回転は生じていないと考えられているが、変態に伴う結晶回転は生じることが可能であるとしている。応力の負荷に伴い、フェライト相では{111}<110>により強い集積が生じていた。一方、オーステナイト相では2種類の集合組織の発達が観察されている。{110}<111>成分は非常に強くなるとともに、{110}<001>成分は消滅していた。この原因は変形に伴う結晶回転により、{110}<111>に集積するとともに、加工誘起変態により、{110}<001>を有するオーステナイトは変態したためと指摘している。この結果は変形に伴うピーク強度比の変化とも一致していた。153 Kにおいても集合組

織の発達は室温よりも顕著に観察されたが、傾向は同様のものではなかった。

しかしながら、これらの結果はバルク試料全体の測定結果であり、個々のオーステナイト粒の変形能や母相との関係などについては調査されておらず、 $\langle 111 \rangle$ を有する残留オーステナイトが変形に対し、安定である理由は未だ明確ではない。

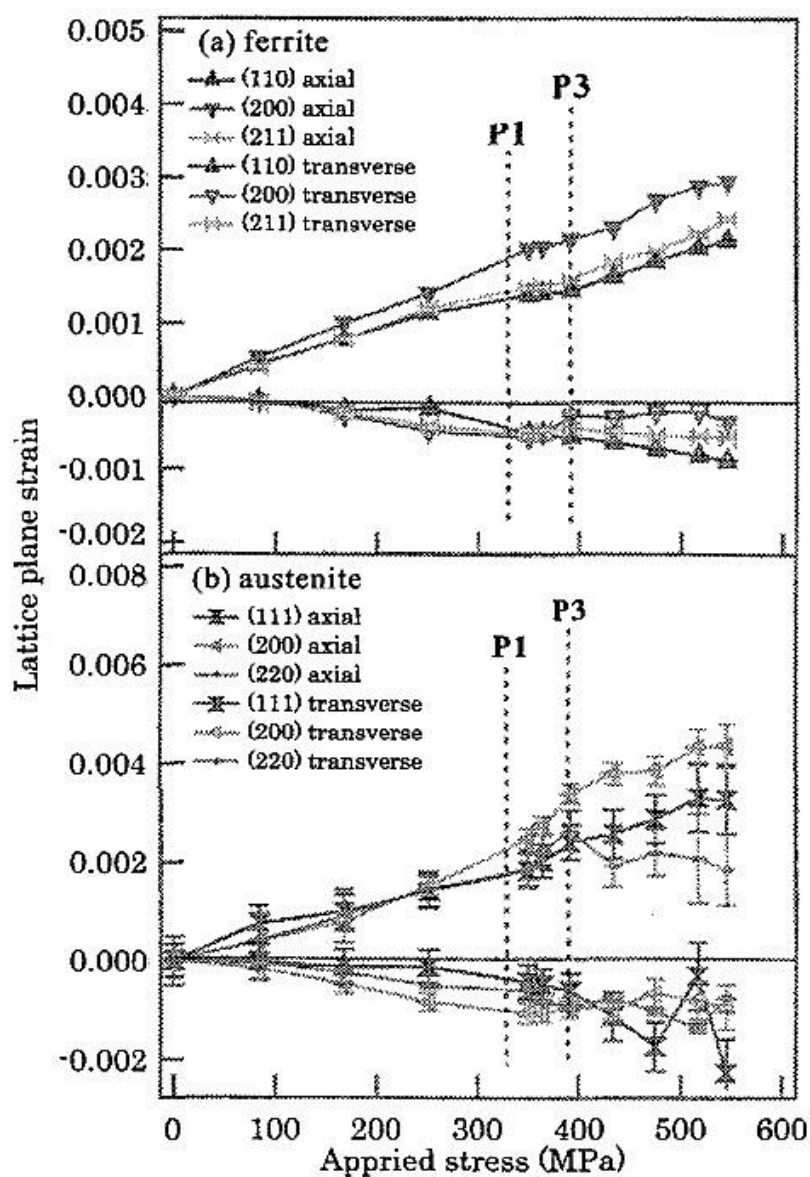


Fig. 1-21 hkl grain strains in ferrite (a) and austenite (b) as a function of the applied stress for TRIP steel³¹⁾.

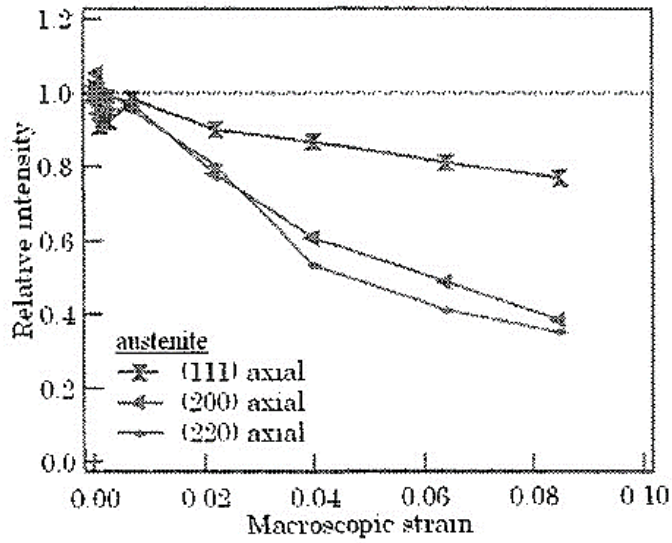


Fig. 1-22 $[hkl]$ dependence of deformation induced martensitic transformation in TRIP steel³¹⁾.

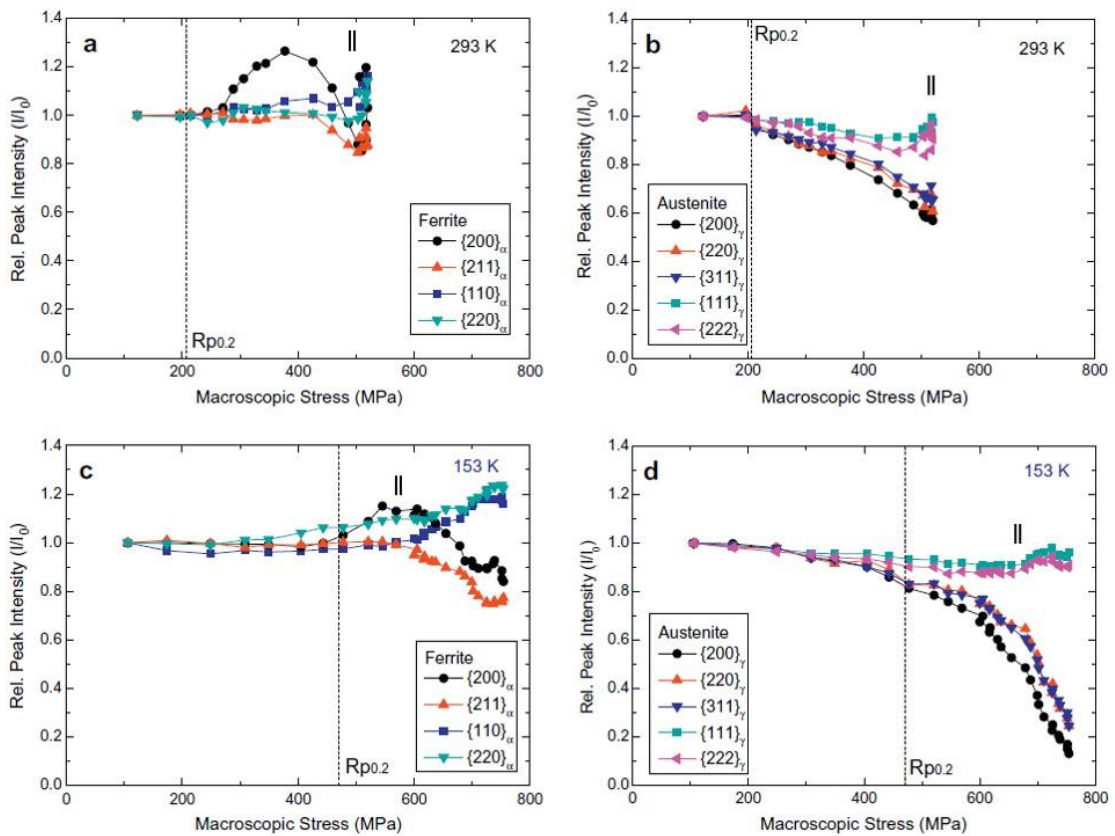


Fig. 1-23 Relative peak intensity of the ferritic matrix and austenite as a function of the macroscopic stress at 293 K and 153 K for the grains with a plane normal oriented along the loading direction. The vertical dotted lines correspond to the macroscopic yield point³³⁾.

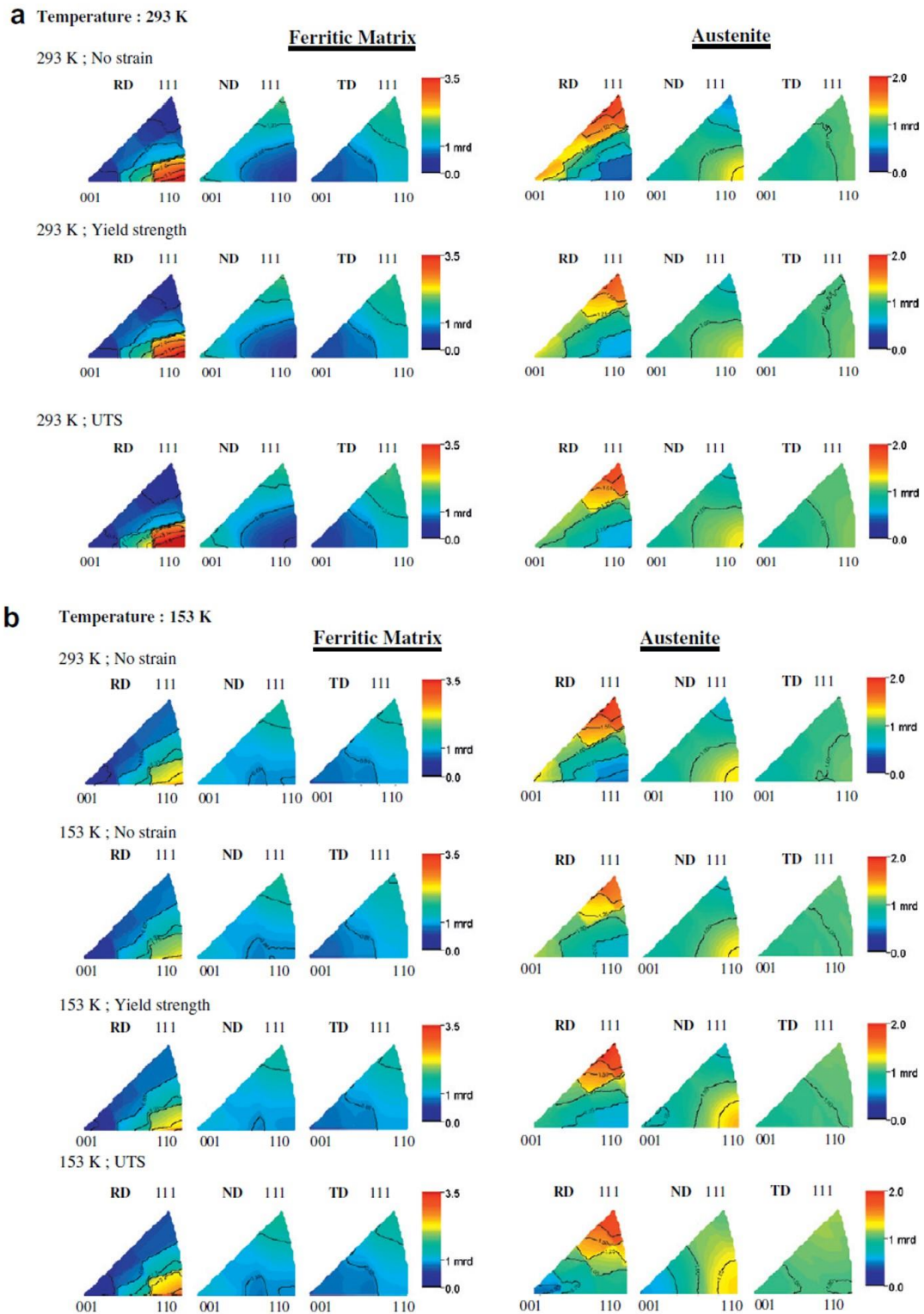


Fig. 1-24 Texture evolution of the ferritic matrix and austenite represented as inverse pole figures reconstructed from the ODFs for different strain steps at a temperature of 293 K (a) and 153 K (b). The scale is in multiples of random distribution³³).

1.4. マルテンサイトの結晶学的特徴

1.2.1.項において加工誘起マルテンサイトについて述べたが、一般的に鉄鋼材料のマルテンサイト変態は、面心立方(FCC)構造を有する母相オーステナイトから、体心立方(BCC)構造もしくは体心正方(BCT)構造を有するマルテンサイトが生成する。このとき、母相オーステナイトとマルテンサイトの間には、ある特定の結晶方位関係が存在する。本節ではマルテンサイトの結晶学的特徴について記述する。

1.4.1. マルテンサイト変態における結晶方位関係

マルテンサイトは母相オーステナイトと特定の結晶方位関係を満足しながら生成する。それらは Kurdjumov-Sachs(K-S)関係³⁴⁾、Nishiyama-Wassermann(N-W)関係³⁵⁾、Greninger-Troiano(G-T)関係³⁶⁾と呼ばれる。詳細を以下に記載する。

K-S 関係： $(111)_\gamma // (011)_{\alpha'}$, $[\bar{1}01]_\gamma // [\bar{1}11]_{\alpha'}$

N-W 関係： $(111)_\gamma // (011)_{\alpha'}$, $[11\bar{2}]_\gamma // [0\bar{1}1]_{\alpha'}$

G-T 関係： $(111)_\gamma \sim 1^\circ \text{ from } (011)_{\alpha'}$, $[\bar{1}01]_\gamma \sim 2.5^\circ \text{ from } [\bar{1}11]_{\alpha'}$

K-S 関係および N-W 関係は、共通の面平行関係を有しているが、方向平行関係に差異があり、両者には約 5° 程度の差が存在する。G-T 関係は両者の中間の関係となっている。K-S 関係において、平行関係を持つ面として $(111)_\gamma$, $(\bar{1}\bar{1}1)_\gamma$, $(1\bar{1}\bar{1})_\gamma$, $(11\bar{1})_\gamma$ の 4 面を取ることができ、**Fig. 1-27** に示すようなトンプソンの四面体として表現される。方向は一つの面につき、6 種類存在し、2 つずつが逆方向の対をなしている(**Fig. 1-28 (a)**)。対となるマルテンサイトは互いに双晶関係にある。したがって、1 つのオーステナイトから生じるマルテンサイトの結晶方位関係は $4 \times 6 = 24$ 通りあることとなる。この 24 種類の結晶をバリエント(variant : 兄弟晶)と呼ぶ。なお N-W 関係では逆方向の対が存在しないため、そのバリエントは 12 種類である(**Fig. 1-28 (b)**)。バリエントについては 1.4.2.項で詳細を説明する。

オーステナイト/マルテンサイトの境界には、およそ一定の結晶面となっている部分が存在し、晶癖面と呼ばれている。晶癖面はマルテンサイトの形態や化学組成により、いくつか種類が存在する(**Table 1-1**)³⁷⁾。晶癖面は、マルテンサイト変態における無歪・無回転の面と対応しており、マルテンサイトの結晶学に関する現象論的理論を用いる際に重要視されている。

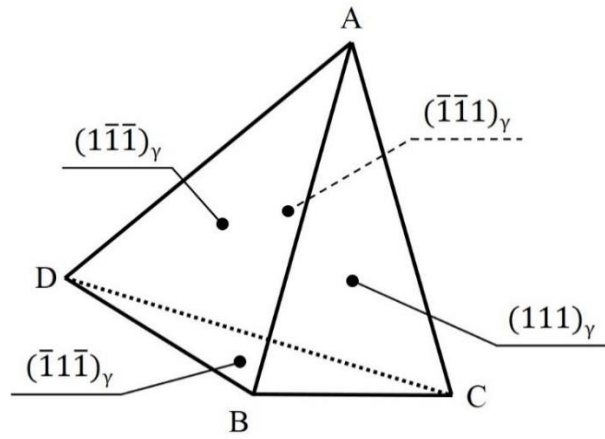


Fig. 1-27 Schematic illustration of Thompson tetrahedron. Each plane of ABC, ABD, ACD and BCD corresponds to $(111)_\gamma$, $(1-1-1)_\gamma$, $(-1-11)_\gamma$ and $(-11-1)_\gamma$, respectively.

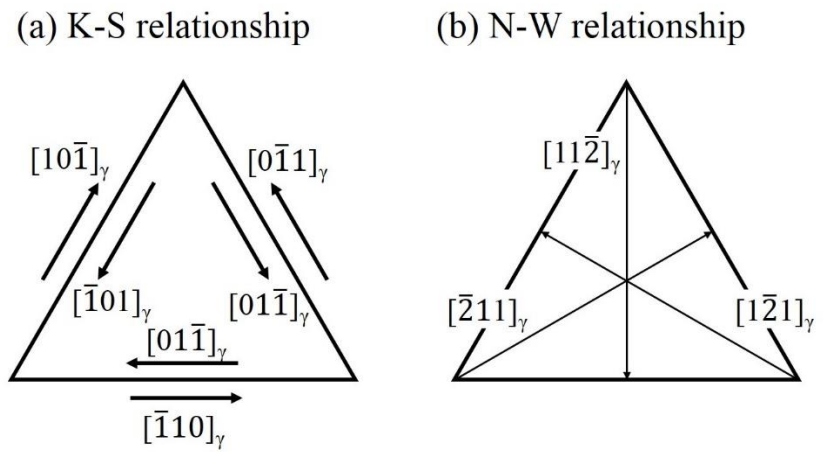
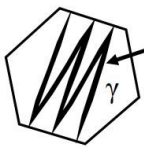
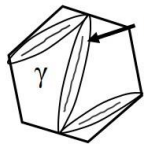
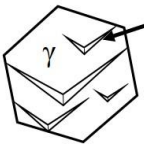
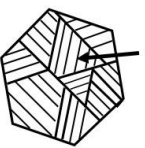


Fig. 1-28 Schematic illustration of shear direction on $(111)_\gamma$.

Table 1-1 Features of plate, lenticular, butterfly and lath martensite³⁷⁾.

Martensite type	Plate	Lenticular	Butterfly	Lath
Shape				
Ni concentration in Fe-Ni alloy	High	←—————→		Low
Formation temperature	Low	←—————→		High
Substructure	Twins	Twins + dislocations	Twins + dislocations	Dislocations
Crystal orientation relationship	G-T	G-T, N-W or K-S	N-W or K-S	K-S
Habit plane	$\{3\ 10\ 15\}_\gamma$	$\{3\ 10\ 15\}_\gamma$ or $\{2\ 5\ 9\}_\gamma$	$\{2\ 2\ 5\}_\gamma$	$\{5\ 5\ 7\}_\gamma$ or $\{1\ 1\ 1\}_\gamma$

1.4.2. マルテンサイト変態のバリエント

1.4.1.項でも述べたように、1つのオーステナイトから生成するマルテンサイトの結晶方位の種類は、K-S 関係および N-W 関係においてそれぞれ 24 種類と 12 種類存在する。近年 EBSD 法の発達に伴い、個々のマルテンサイトがどのバリエントに該当するかを特定することにより、マルテンサイト変態挙動の解明が試みられている^{38), 39)}。このバリエント解析法として、極点図法⁴⁰⁾や回転マトリクス法⁴¹⁾などがあげられる。この項では極点図法の概略およびラスマルテンサイトにおいて K-S 関係を有するバリエントの詳細について記載する。

Table 1-2 に 24 種類の K-S バリエントのオーステナイトとの結晶方位関係を示す⁴⁰⁾。鋼のマルテンサイト変態としてラス状、バタフライ状、レンズ状、薄板状が知られているが、大半の熱処理用実用鋼の焼入れ組織であるラスマルテンサイトは、その最小単位であるラス、同一結晶方位を有するラスの集団であるブロック、オーステナイトとの共通最密面が同じブロックの集団であるパケットから成ることが知られている⁴²⁾。各バリエントのマルテンサイトラスが集合することで 1 つのブロックを、また同一の $\{111\}_\gamma$ を共有する 6 種類のバリエント(例えば、 $(111)_\gamma$ であれば V1~V6)は一つのパケットに属している。

Table 1-2 中の軸および回転角は、Variant1(V1)を基準としたとき、残りの 23 種類のバリエント(V2~V24)を V1 に重ね合わせるときの共通回転軸および回転角を表している。24 種類のバリエントを $(001)_\alpha$ 極点図上に描いたものを **Fig. 1-29** に示す。極点図上の数字はバリエントの番号である。極点図法では、まず EBSD により測定したあるバリエントのマルテンサイトを V1 に重なるように $(001)_\alpha$ 極点図上にプロットする(V1 粒)。次に周辺のマルテンサイトを V1 粒との相対関係を保持したまま極点図にプロットし、理想方位と比較することでバ

リアント番号を同定する。なお、加工に際しては、24種類のバリエントの結晶方位を(001) γ 極点図上に描くことで、オーステナイトのすべり系との関係を把握できる(第4章参照)。またV1~V6の幾何学的関係をFig. 1-30に示す。V1-V2、V3-V4、V5-V6は互いに $\Sigma 3$ 双晶関係であり、V1-V4、V2-V5、V3-V6はそれぞれ $\Sigma 1$ 対応粒界となる。Fig. 1-30において、 $\Sigma 1$ 関係であるバリエントの極点は隣接することがわかる。これらのバリエントはBainグループと称され、1つのオーステナイト粒界には3種類存在する。またパッケージは、マルテンサイト/オーステナイト間の最密面平行(Close-packed plane parallel)関係を共有する領域とみなせることから、CPグループと称されることもある。

加工などにより、応力やひずみ加わることによって析出する加工誘起マルテンサイトでは、強力なバリエント規制が働き、応力や変形、変態に伴うひずみを緩和させるようなバリエントが優先的に析出することが報告されている⁴³⁾。次項ではこのバリエント規制に影響する因子とその理論について説明する。

Table 1-2 Twenty-four variants in K-S relationship⁴⁰⁾.

Variant	Plane parallel	Direction parallel	Rotation from Variant 1	
No.		$[\gamma] // [\alpha']$	Axis (indexed by martensite)	Angle [deg.]
V1	(111) γ //(011) α'	$[-1\ 0\ 1] // [-1\ -1\ 1]$	—	—
V2		$[-1\ 0\ 1] // [-1\ 1\ -1]$	[0.5774 -0.5774 0.5774]	60.00
V3		$[0\ 1\ -1] // [-1\ -1\ 1]$	[0.0000 -0.7071 -0.7071]	60.00
V4		$[0\ 1\ -1] // [-1\ 1\ -1]$	[0.0000 0.7071 0.7071]	10.53
V5		$[1\ -1\ 0] // [-1\ -1\ 1]$	[0.00000.70710.7071]	60.00
V6		$[1\ -1\ 0] // [-1\ 1\ -1]$	[0.0000 -0.7071 -0.7071]	49.47
V7	(1-11) γ //(011) α'	$[1\ 0\ -1] // [-1\ -1\ 1]$	[-0.5774 -0.5774 0.5774]	49.47
V8		$[1\ 0\ -1] // [-1\ 1\ -1]$	[0.5774 -0.5774 0.5774]	10.53
V9		$[-1\ -1\ 0] // [-1\ -1\ 1]$	[0.1862 0.7666 0.6145]	50.51
V10		$[-1\ -1\ 0] // [-1\ 1\ -1]$	[0.4904 -0.4625 0.7387]	50.51
V11		$[0\ 1\ 1] // [-1\ -1\ 1]$	[0.3543 -0.9329 -0.0650]	14.88
V12		$[0\ 1\ 1] // [-1\ 1\ -1]$	[0.3568 -0.7136 0.6029]	57.21
V13	(-111) γ //(011) α'	$[0\ -1\ 1] // [-1\ -1\ 1]$	[0.9329 0.3543 0.0650]	14.88
V14		$[0\ -1\ 1] // [-1\ 1\ -1]$	[-0.7387 0.4625 -0.4904]	50.51
V15		$[-1\ 0\ -1] // [-1\ -1\ 1]$	[-0.2461 -0.6278 -0.7384]	57.21
V16		$[-1\ 0\ -1] // [-1\ 1\ -1]$	[0.6589 0.6589 0.3628]	20.61
V17		$[1\ 1\ 0] // [-1\ -1\ 1]$	[-0.6589 0.3628 -0.6589]	51.73
V18		$[1\ 1\ 0] // [-1\ 1\ -1]$	[-0.3022 -0.6255 -0.7193]	47.11
V19	(11-1) γ //(011) α'	$[-1\ 1\ 0] // [-1\ -1\ 1]$	[-0.6145 0.1862 -0.7666]	50.51
V20		$[-1\ 1\ 0] // [-1\ 1\ -1]$	[-0.3568 -0.6029 -0.7136]	57.21
V21		$[0\ -1\ -1] // [-1\ -1\ 1]$	[0.9551 0.0000 -0.2962]	20.61
V22		$[0\ -1\ -1] // [-1\ 1\ -1]$	[-0.7193 0.3022 -0.6255]	47.11
V23		$[1\ 0\ 1] // [-1\ -1\ 1]$	[-0.7384 -0.2461 0.6278]	57.21
V24		$[1\ 0\ 1] // [-1\ 1\ -1]$	[0.9121 0.4100 0.0000]	21.06

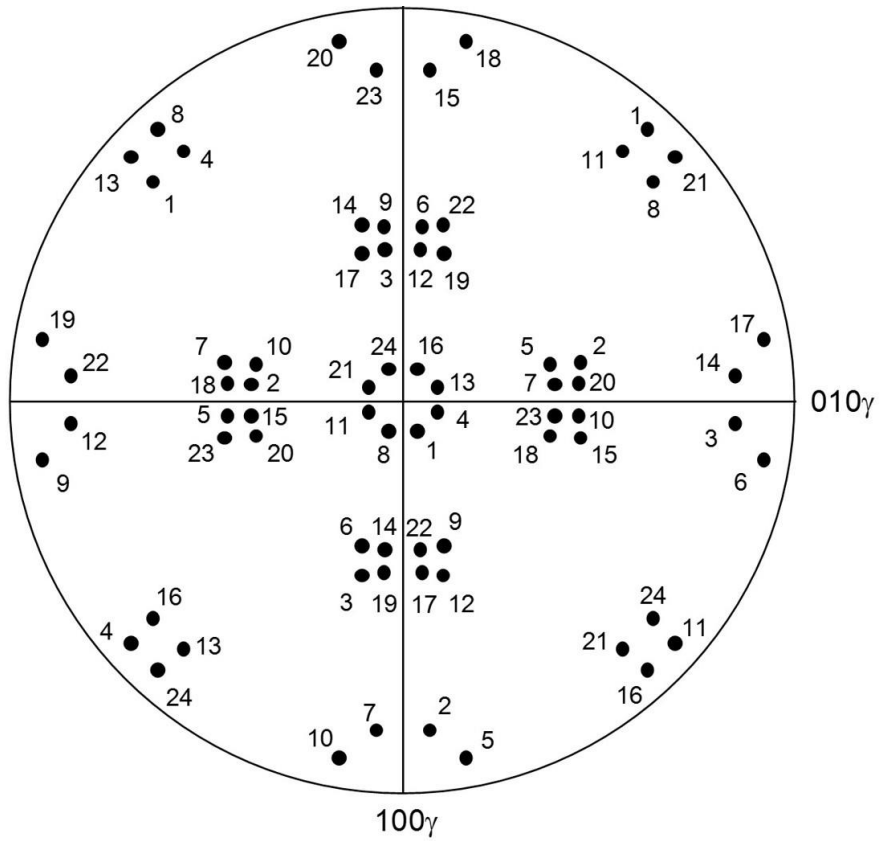
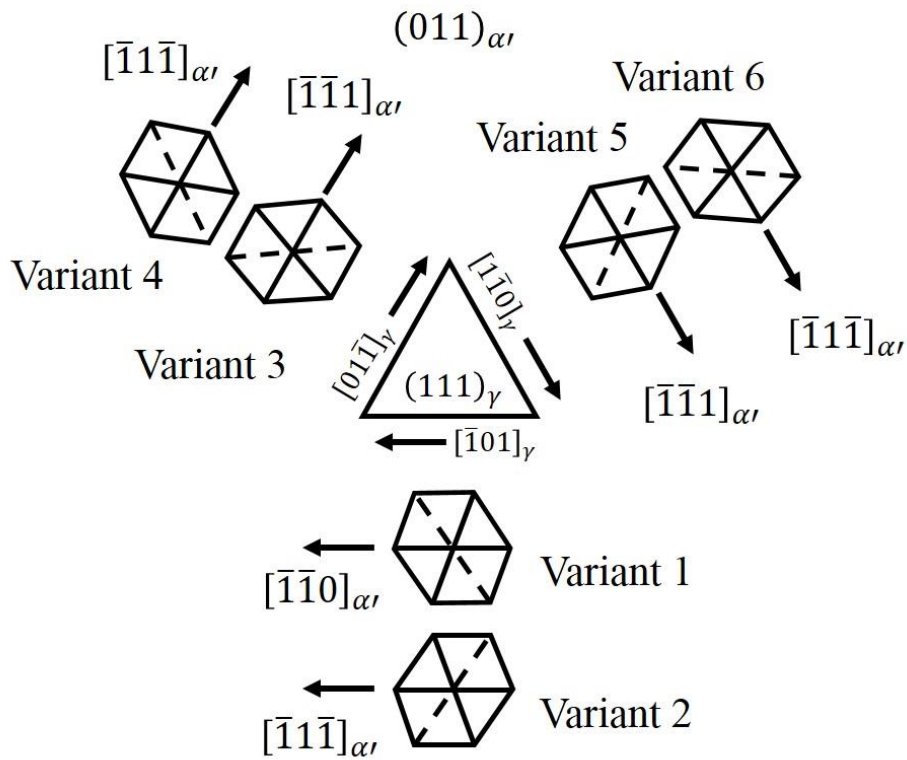


Fig. 1-29 $[001]\alpha'$ standard stereographic projection of one of the K-S variants (V1) on which the $[001]\alpha'$ axes of 23 other variants (V2 to V24) are plotted as solid marks⁴⁰.



Variant	Misorientation from Variant 1 (V1)
V2	twin relation ($\Sigma 3$)
V3	10.53° from twin relation
V4	10.53°
V5	10.53° from twin relation
V6	21.06° from twin relation ($\Sigma 11$)

Fig. 1-30 Schematic illustration showing the orientation of K-S variants in a packet⁴⁰.

1.4.3. バリエント選択則に影響する諸因子

1.4.2.項にてマルテンサイト変態のバリエントについて説明した。格子欠陥における核生成や相変態に伴い発生する変態ひずみにより、特定のバリエントが優先的に生成する現象がバリエント選択(バリエント規制)である⁴⁴⁾。バリエント選択により同一方位の生成相が核生成すると、多くの核が生成しても最終的に大角粒界が形成されず、組織微細化に寄与しないため、相変態を利用した組織を微細化する上でバリエント選択の理解は重要となるため、様々な調査が行われている⁴⁵⁾⁻⁴⁷⁾。ここでは、相変態・析出における最も一般的な母相粒界と異相界面での核生成におけるバリエント選択および加工誘起変態に伴うバリエント選択について記述する。

過冷度が小さいとき、母相粒界が最も優先的な核生成サイトとなる。母相粒界では、両側の母相に対して特定の結晶方位関係を持つ生成相が生成できるため、粒内よりも生成可能なバリエントは多いが、実際には強いバリエント選択が働き、限られたバリエントの生成相しか生成しない。このようなバリエント選択が働くのは、核生成時の異相界面エネルギー増加分をなるべく小さくし、かつなるべく多くの母相粒界を消費するようなバリエントが選択されるためである。結晶の優先生成面である晶癖面が粒界面に対して平行に近いバリエントのうち、結晶方位関係を持たない反対側の母相についても特定の結晶方位関係からのずれができるだけ小さくなるようなバリエントが優先的に選択されることが明らかになっている⁴⁶⁾。また方位関係を持たない側でも半整合界面が形成されることも指摘されている⁴⁷⁾。

一方、加工誘起変態におけるバリエント選択では、強いバリエント選択があることが指摘されている⁴⁴⁾。まず、特定のバリエントが集団で生成する理由として、異なるバリエント間で変態ひずみを緩和する自己緩和機構がある⁴⁸⁾。また、せん断型変態では、核生成時の異相界面エネルギー増加分をなるべく小さくし、かつなるべく多くの母相粒界を消費することに加えて、変態ひずみを緩和しやすいバリエントが選択されることが明らかとなっている⁴⁶⁾。さらに、加工誘起マルテンサイトは、すべり面によるバリエント選択を受けることが指摘されている。Miyamotoらは、オースフォームを施したオーステナイト粒内でマルテンサイト変態が生じる場合、(1)その最密面がオーステナイトの主あるいは共役すべり面と平行であり、(2)成長方向(最密方向)が主および共役すべり面上の共通最密方向と一致するバリエントが優先的に生成することを報告している(Fig. 1-31)⁴⁹⁾。また加工誘起マルテンサイト変態を起こすためには、化学的駆動力の不足を補うだけの機械的駆動力を必要とする⁵⁰⁾。引張応力(σ_0)を付与したときのマルテンサイト変態に対する機械的駆動力は、Patel と Cohenにより提唱されている以下の式(1.2)で表される⁵¹⁾。

$$U = \frac{1}{2} \sigma_0 \{ \gamma_0 \sin 2\theta_0 + \varepsilon_0 (1 + \cos \theta_0) \} \quad (1.2)$$

ここで、 γ_0 はマルテンサイト変態時の晶癖面上の変態せん断ひずみ、 ε_0 は晶癖面法線方向の変態垂直ひずみ、 θ_0 は応力軸と晶癖面法線方向のなす角度である (**Fig. 1-32**)。マルテンサイト変態により生じる変態ひずみはバリエントごとに異方性があるため、機械的駆動力 U もバリエントごとに異なる。 U が大きいほど、応力負荷時に生成しやすく、かつ引張ひずみを緩和できるバリエントであるといえる。

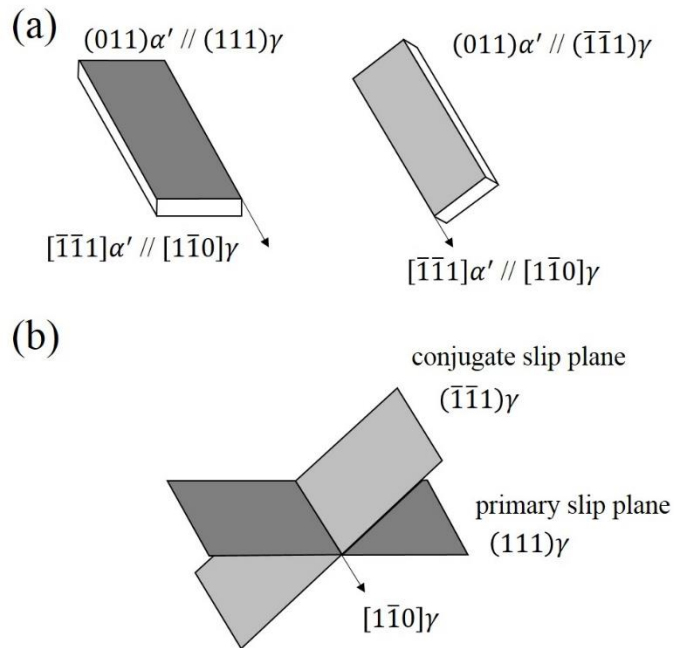


Fig. 1-31 Schematic illustration of martensite lath (a) and variant restriction by both primary and conjugate slip plane⁴⁹⁾.

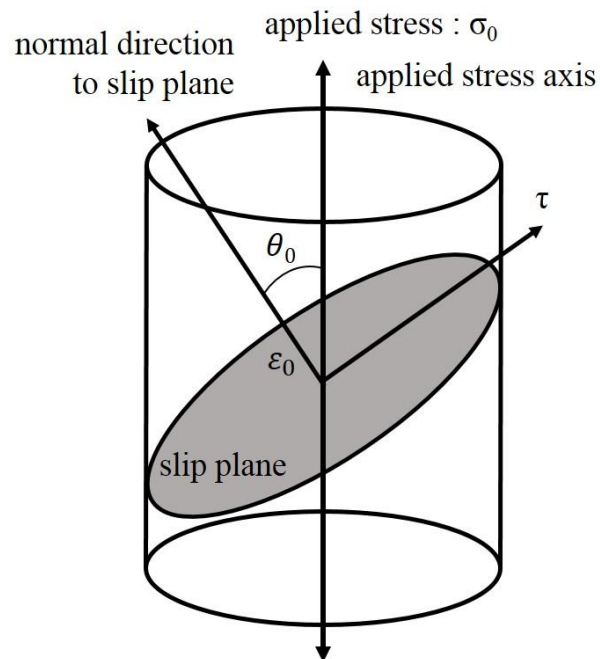


Fig. 1-32 Schematic illustration showing relation between applied stress axis, habit plane and transformation strain. γ_0 is the transformation shear strain along the transformation shear direction on the habit plane, and ϵ_0 is normal component of the transformation strain⁵⁰⁾.

1.5. 本論文の構成と目的

本研究では、自動車用薄鋼板として実用化されている TRIP 鋼の変形挙動と残留オーステナイトの変態挙動に関する基礎的な研究として、室温からフェライト母相が高強度化かつ脆化する低温域までの温度範囲における TRIP 鋼のフェライト/オーステナイトの二相間の強度差と残留オーステナイトの相安定性の変化に着目し、低温域における TRIP 鋼の変形挙動、個々の残留オーステナイトの変態挙動および相安定性に及ぼす諸因子について調査し、変形における残留オーステナイトの役割と加工誘起マルテンサイト変態挙動を検討することを目的とする。

本論文は 5 章から成っており、その構成は以下のようなになる。

第 1 章は序論であり、本研究の背景について述べた。

第 2 章では、残留オーステナイト量の異なる 2 種類の TRIP 鋼を用いて 77 K~293 K の温度範囲において低温引張試験を行い、その変形挙動と試験前後の残留オーステナイト量について調査した。その得られた結果より、低温域における引張特性と残留オーステナイト量の関係性を評価するとともに低温域における TRIP 効果の影響について検討した。

第 3 章では、残留オーステナイトの相安定性に及ぼす因子について、EBSD 法および DIC 法を用いて、残留オーステナイトの存在位置、結晶方位およびひずみ分布状態の影響について調査した。

第 4 章では、中断試験前後の組織を EBSD 法により解析し、個々の残留オーステナイトの変態挙動について調査した。特に、フェライト粒内に存在する残留オーステナイトの特異な変態挙動に着目し、フェライト粒内の残留オーステナイトの生成メカニズムとバリエーション規制について検討した。

第 5 章では、各章での研究結果を総括した。

参考文献

- 1) 小宮幸久: R&D, 神戸製鋼技報, 52(2002), 2-5
- 2) 新日本製鉄(株) “鉄の薄板・厚板がわかる本” 日本実業出版社, 24-33
- 3) M. Takahashi: *Nippon Steel Technical Report*, 88(2003), 2-7
- 4) 田村今男: 鉄と鋼, 56(1970), 429-445
- 5) 佐久間康治, 木村徳俊, 伊丹淳, 樋渡俊二, 河野治, 坂田国臣: 新日鉄技報, 354(1994), 17-21
- 6) O. Matsumura, Y. Sakuma, H. Takechi: *Trans. Iron and Steel Inst. Japan*, 27(1987), 570-579
- 7) 武智弘, 水井正也, 松村理, 佐久間康治: 製鋼研究, 320(1986), 1-7

- 8) 杉本公一, 坂木庸晃, 栗橋俊也, 宮川大海: 鉄と鋼, 72(1986), 2101-2108
- 9) 杉本公一, 小林光征, 松島英浩, 橋本俊一: 日本機械学会論文集 A, 61(1995), 80-86
- 10) P.J. Jacques, Q. Furnemont, F. Lani, T. Pardoën, F. Delannay: *Acta Mater.*, 55(2007), 3681-3693
- 11) 河野治, 脇田淳一, 高橋学: 鉄と鋼, 82(1996), 333-337
- 12) 杉本公一, 小林光征, 橋本俊一: 日本金属学会誌, 54(1990), 657-663
- 13) 杉本公一, 翠正宏, 小林光征, 白沢秀則: 鉄と鋼, 76(1990), 1356-1363
- 14) P.J. Jacques, J. Ladrière, F. Delannay: *Metall. Mater. Trans. A*, 32 (2001), 2759-2766
- 15) K. Sugimoto, M. Misu, M. Kobayashi, H. Shirasawa: *ISIJ Int.*, 33(1993), 775-782
- 16) H. Matsuda, H. Noro, Y. Nagataki, Y. Hosoya: *Sci. Forum*, (2010), 638-642
- 17) G.K. Tirumalasetty, M.A. van huis, C. Kwakernaak, J. Sietsma, W.G. Sloof, H.W. Zandbergen: *Acta Mater.*, 60(2012), 1311-1321
- 18) E.P. Kwon, S. Fujieda, K. Shinoda, S. Suzuki: *Mater. Sci. Eng. A*, 528(2011) 5007-5017.
- 19) R. Petrov, L. Kestens, A. Wasilkowska, Y. Houbaert : *Mater. Sci. Eng. A*, 447(2007), 285-297.
- 20) I.B. Timokhina, P.D. Hodgson, E.V. Pereloma: *Metall. Mater. Trans. A*, 35 (2004), 2331-2341
- 21) 伊丹淳, 高橋学, 潮田浩作: 鉄と鋼, 81(1995), 673-678
- 22) A. Itami, M. Takahashi, K. Ushioda: *ISIJ Int.*, 35(1995), 1121-1127
- 23) 土田紀之, 荒木俊幸, 山口祐子, 深浦健三: 鉄と鋼, 98(2012), 558-566
- 24) 土田紀之, 尾崎溪香: 鉄と鋼, 99(2013), 524-531
- 25) K. Sugimoto, M. Kobayashi, S. Hashimoto: *Metall. Trans. A*, 23 (1992), 3085-3091
- 26) 齊藤賢司, 池田周之, 榎井浩一, 赤水宏, 冨田佳宏: 日本機械学会論文集 A., 71(2005), 465-471
- 27) G. B. Olson and M. Cohen: *J. Less-Common Metals*, 28(1972), 107-118
- 28) B. C. De Cooman: *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.* 8(2004), 285-303
- 29) 杉本公一, 臼井登, 小林光征, 橋本俊一: 鉄と鋼, 78(1992), 1480-1487
- 30) 新村信雄: 日本結晶学会誌, 16(1974), 355-368
- 31) 成井章記, 陳世昌, 友田陽, 神山崇: 日本機械学会論文集 A, 75(2009), 501-506
- 32) 諸岡聡, 友田陽: 鉄鋼材料の加工硬化特性への新たな要求と基礎研究, (2011), 251-256
- 33) R. Blondé, E. Jimenez-Melero, L. Zhao, J. P. Wright, E. Brück, S. van der Zwaag, N. H. van Dijk: *Acta Mater.*, 60(2012), 565-577

- 34) G. Kurdjumov, G. Sachs: *Zeits. F. Phys.*, 64(1930), 325-343
- 35) B. V. N. Rao: *Metall. Trans. A*, 10(1979), 645-648
- 36) A.B. Greninger, A.R. Troiano: *Trans. AIME*, 145(1941), 289-291
- 37) H. Sato, S. Zaefferer: *Acta Mater.*, 57(2009), 1931-1937
- 38) 三代大和, 南部将一, 井上純哉, 小関敏彦: 鉄と鋼, 98(2012), 425-433
- 39) 張朔源, 森戸茂一, 小溝裕一: 鉄と鋼, 97(2011), 399-405
- 40) S. Morito, H. Tanaka, R. Konishi, T. Furuhashi, T. Maki: *Acta Mater.*, 51(2003), 1789-1799
- 41) 森本敬治, 吉田冬樹, 竹上伊知郎, 北原弘基, 辻伸泰: 鉄と鋼, 93(2007), 591-599
- 42) 日本金属学会 “鉄鋼材料 講座・現代の金属学 材料編 4” 丸善 (1985)
- 43) 小野寺秀博, 岡弘, 田村今男: 日本金属学会誌, 42(1978), 898-905
- 44) 牧正志, 古原忠, 辻伸泰, 森戸茂一, 宮本吾郎, 柴田暁伸: 鉄と鋼, 100(2014), 1062-1075
- 45) 宮本吾郎, 金下武士, 知場三周, 古原忠: 日本金属学会誌, 79(2015), 339-347
- 46) T. Furuhashi, S. Takaki, H. Watanabe, T. Maki: *Metall. Mater. Trans. A*, 27 (1996), 1635-1646
- 47) T. Furuhashi, K. Oishi, T. Maki: *Metall. Mater. Trans. A*, 33(2002), 2327-2335
- 48) G. Miyamoto, A. Shibata, T. Maki, T. Furuhashi: *Acta Mater.* 57(2009), 1120-1131
- 49) G. Miyamoto, N. Iwata, N. Takayama, T. Furuhashi: *Acta Mater.* 60(2012), 1139-1148
- 50) I. Tamura: *Met. Sci.* 16(1982), 245-252
- 51) J. R. Patel, M. Cohen: *Acta Metall.* 1(1953), 531-536

第 2 章 TRIP 鋼の低温引張変形挙動と残留オーステナイト相の安定性

2.1. はじめに

低合金 TRIP 鋼の優れた機械的特性には第二相組織である残留オーステナイトの変態誘起塑性による伸び改善効果(TRIP 効果)が大きな寄与を果たしている¹⁾⁻³⁾。TRIP 鋼の変形挙動は、フェライト母相と残留オーステナイト相+ベイナイト相の変形強度差または塑性ひずみ差に起因して発生する内部応力と残留オーステナイトの加工誘起変態に起因する内部応力の緩和と加工誘起マルテンサイト量の増加に支配されるため⁴⁾、TRIP 鋼の変形挙動を調査する上で残留オーステナイトの加工誘起変態挙動と相安定性が非常に重要なものとなるため、TRIP 鋼の機械的特性の温度^{4), 5)}やひずみ速度^{4), 6), 7)}に対する依存性や残留オーステナイトの相安定性におよぼす因子⁸⁾⁻¹¹⁾などの様々な研究がなされている。

本章では、フェライト母相が高強度化かつ脆化する低温域から室温の温度範囲におけるフェライト母相と残留オーステナイトの相間の相対強度差と残留オーステナイトの相安定性の変化に着目し、低温域において残留オーステナイト量の異なる 2 種類の低合金 TRIP 鋼を用いて単軸引張変形を与える。その際の TRIP 鋼の引張特性の温度依存性および加工硬化挙動と残留オーステナイトの変態量の関係について調査し、低温域における引張変形挙動と残留オーステナイトの役割について検討した。

2.2. 実験方法

2.2.1. 供試鋼

供試鋼は、残留オーステナイト量の異なる板厚 2.5 mm の 2 種類の低合金 TRIP 鋼である。**Table 2-1** に各鋼板の化学組成を示す。供試鋼は、冷間圧延後、フェライト+オーステナイト二相域(790°C)で 300s 保持後、400°Cで 600s 間オーステンパ処理を施した。以下、残留オーステナイト量の少ないものを Low- γ 材、多いものを High- γ 材と称する。**Table 2-2** に両鋼の残留オーステナイト量および残留オーステナイト中の固溶 C 量を示す。なお表中の残留オーステナイト量および固溶 C 量は X 線回折(X-Ray Diffraction)法により得られた結果から算出した。管球は Cu-K α 線を用いた。固溶 C 量は式(2.1)¹²より算出した。

$$a_{\gamma} = (0.3553 \pm 0.0001) + (0.00105 \pm 0.00002)C \text{ (at\%)} \quad (2.1)$$

Table 2-2 に示すように両鋼の C を除く化学組成および残留オーステナイト中の固溶 C 量はほぼ等しくなっており、添加元素の影響¹⁰および C 濃度の違いによる残留オーステナイトの安定性に及ぼす影響¹¹を極力排除してある。

Table 2-1 Chemical composition of the test steels.

Steels	C	Si	Mn	P	S	Al	N
Low- γ	0.15	1.73	1.48	0.005	0.0010	0.008	0.0014
High- γ	0.31	1.74	1.49	0.006	0.0010	0.008	0.0014

Table 2-2 The initial volume fraction of retained austenite and carbon content austenite of the test steels.

Steels	Volume fraction of retained austenite	Carbon concentration in retained austenite (mass%)
Low- γ	9.4	1.31
High- γ	17.2	1.32

2.2.2. 引張・中断試験条件

供試鋼より、**Fig. 2-1**に示すような平行部長さ 30 mm、平行部幅 4 mm の引張試験片を RD(Rolling direction)方向に平行になるように NC(Numerical Control)ワイヤカット放電加工機を用いて採取した。試験に供する前に、引張試験片の ND(Normal direction)面および TD(Transverse direction)面を機械研磨後および過塩素酸エタノールを用いた電解研磨(253K, 31V, 30sec)により表面を仕上げた。引張試験および中断試験には島津製作所製の AUTOGRAPH(AG-20k NIST)を用いた。弾性域補正のため、平行部にひずみゲージを設置し、変位の測定を実施した。

引張試験および中断試験は室温(293 K)、冷却アルコール中(233 K, 193 K)および液体窒素中(77 K)の 4 条件、一定のクロスヘッド速度 0.5 mm/min(初期ひずみ速度： $2.8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)で実施した。中断試験では、室温および冷却アルコール中で 1%、3%、5%、11%まで塑性ひずみをそれぞれ付与した。なお 11%ひずみは High- γ 材の液体窒素中の破断伸びと同程度のひずみである。低温にて引張試験を実施する際、各試験温度で 1 時間保持した後、試験を実施した。

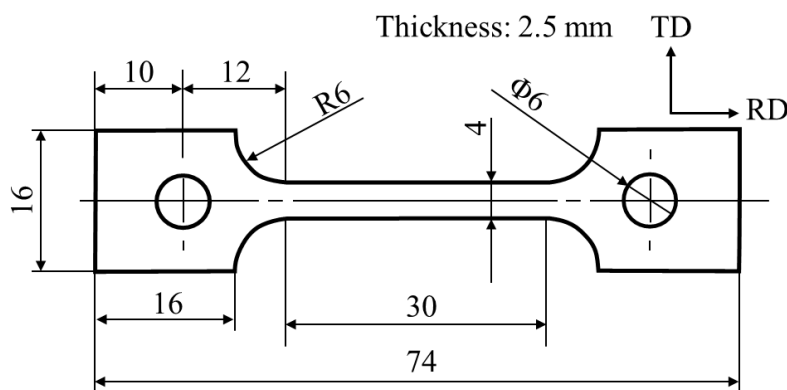


Fig. 2-1 Configuration of the tensile test specimen in the present study.

2.2.3. 組織観察

組織観察は、光学顕微鏡(Optical Microscope : OM)、走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope : SEM, キーエンス製, 加速電圧 10kV)および電界放出走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope with a Field Emission type gun : FE-SEM, 日本電子製, 加速電圧 20kV)を用いて実施した。組織観察に際して、試験片 TD 面に対し、エメリー研磨紙(#800, 1200, 2400)を用いて 0.5 mm~1.0mm 程度機械研磨をした後、丸本ストルアス社製の自動電解研磨装置(レクトロポール 5)により、過塩素酸エタノール(過塩素酸 : エタノール = 9 : 1)で電解研磨を行い、表面を鏡面に仕上げた。電解研磨条件は **Table 2-3** に示す

条件下で実施した。OM および SEM による組織観察では、電解研磨仕上げ後、ナイタール(エタノール：硝酸=95：5)を用いて鏡面を腐食した試料を用いた。

Table 2-3 Conditions of electro-polishing.

	Electrolytic polishing voltage (V)	31~34
Low- γ	Electrolytic polishing temp. (K)	253
	Polishing time (sec)	15 × 2 or 3 times
	Electrolytic polishing voltage (V)	30~33
High- γ	Electrolytic polishing temp. (K)	253
	Polishing time (sec)	15 × 2 or 3 times

2.2.4. 残留オーステナイト量の測定条件

残留オーステナイト量測定は 2.2.1.項で述べた XRD 法以外に 2 種類の手法を用いて実施した。一つ目は FE-SEM により得られる後方電子散乱(Electron Back Scattered Diffraction : EBSD)図形を TSL 社製の OIM(Orientation Image Microscope)システムで解析を行う EBSD 法における相マップ(Phase map)を用いて算出した。試料は試験片の均一変形をしている試験片の平行部を、ファインカッターを用いて切り出した後、TD 面を 2.2.3.の組織観察条件と同条件で表面を鏡面に仕上げた。EBSD 測定は TD 面に対し行い、ステップサイズは 0.050 μm 、解析には Confidence Index(CI)値が 0.05 以上のデータのみを用いた。

2つ目の手法は中性子回折法を用いた測定である。中性子回折の測定は大強度陽子加速器施設(Japan Proton Accelerator Research Complex: J-PARC)内の物質・生命科学実験施設(Materials & Life Science Experimental Facility: MLF)の BL20(iMATERIA)ビームライン^{13),14)}にて実施した。装置の模式図を Fig. 2-2 に、また試験片の取り付け方の参考例¹⁵⁾を Fig. 2-3 に示す。試験は、Low- γ 材および High- γ 材に対して、未変形時、293 K における 10%ひずみ付与材および 29%ひずみ(破断後の試験片平行部の均一変形領域)の 3 条件の試験片に対して実施した。試験片の形状は、未変形材は幅 9 mm、長さ 60 mm の板状の試験片を熱処理後の板材からファインカッターにより切り出したものを用いた。変形材は Fig. 2-1 に示した引張試験片の平行部の均一変形領域から長さ 15 mm となるように切り出したものを用いた。測定条件は室温(293 K)においてビームパワー 150 kW のビームタイムでの測定で回折ヒストグラムの積算時間は変形前材で約 15 分、変形材で 30 分とした。ビームスポットサイズは 20 mm×20 mm とした。体積率は得られた回折ヒストグラムに対してリートベルト解析を、MAUD

ソフトウェア¹⁴⁾を用いて行うことで算出した。

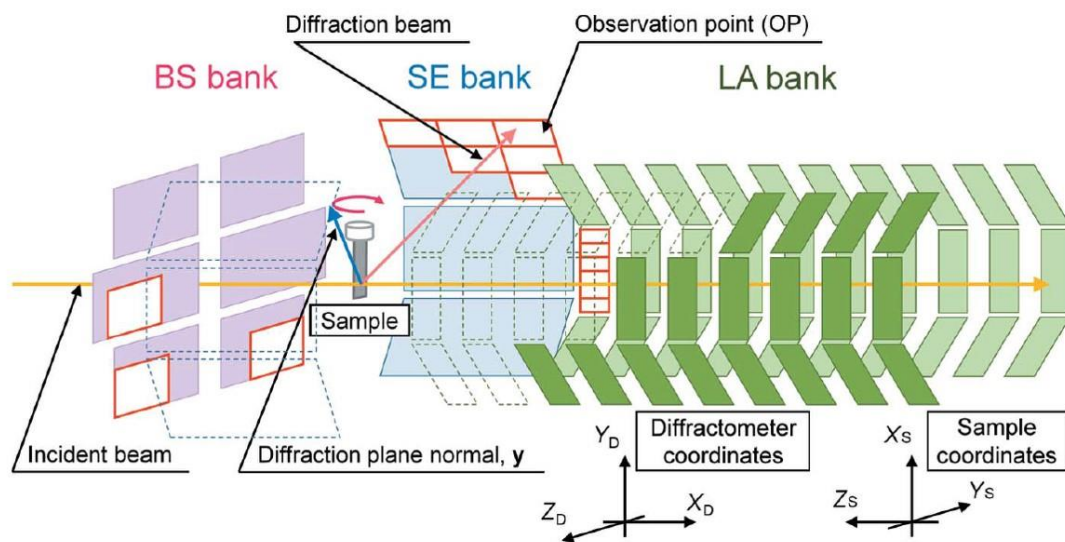


Fig. 2-2 Schematic illustration of detector positions of iMATERIA instrument¹⁴⁾.

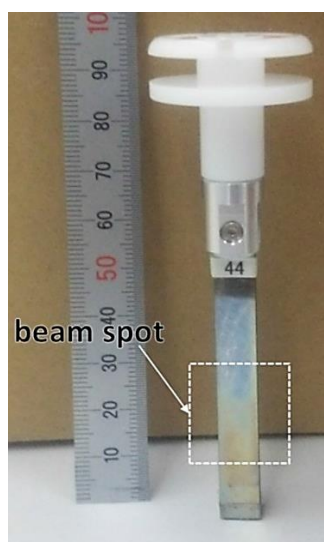


Fig. 2-3 Appearance of test sample. Laminated sample attached to sample holder¹⁵⁾.

2.3. 実験結果

2.3.1. 初期組織

Fig. 2-4 および **Fig. 2-5** に試験に用いた低合金 TRIP 鋼の初期組織の光学顕微鏡写真および SEM 写真をそれぞれ示す。**Fig. 2-4** より、(a) Low- γ 、(b) High- γ ともに圧延方向に平行に Mn の偏析による Mn バンドの形成が確認された。低合金 TRIP 鋼の組織は、**Fig. 2-5** より両鋼とも母相フェライトと第二相である残留オーステナイトおよびベイナイトで構成されていた。残留オーステナイトはフェライト母相の粒内および粒界上に分散していた。

Fig. 2-6 に (a) Low- γ 材および (b) High- γ 材の EBSD 法より得られた相マップをそれぞれ示す。相マップからも SEM 観察同様、オーステナイトが α 相の粒内および粒界上に分散していることが確認された。**Table 2-4** に XRD 回折、相マップおよび中性子回折から得られた初期残留オーステナイト量をまとめたものを示す。EBSD 測定より得られた残留オーステナイト量は XRD 回折から得られた結果とほぼ一致していた。そのため、局所的な領域の体積率であるが妥当な値であると考えられる。一方、中性子回折より得られた値は、両鋼とも XRD および EBSD の値よりも高い値を示した。中性子回折は XRD や EBSD と比較して広範囲を測定できるというメリットがある¹⁶⁾。そのため、統計精度の高い値が得られることが期待される。また中性子回折はビーム強度が高く、分解能も高いため、非常に微細な残留オーステナイトについても測定できたため、XRD や EBSD による測定よりも高い値を示したと考えられる。

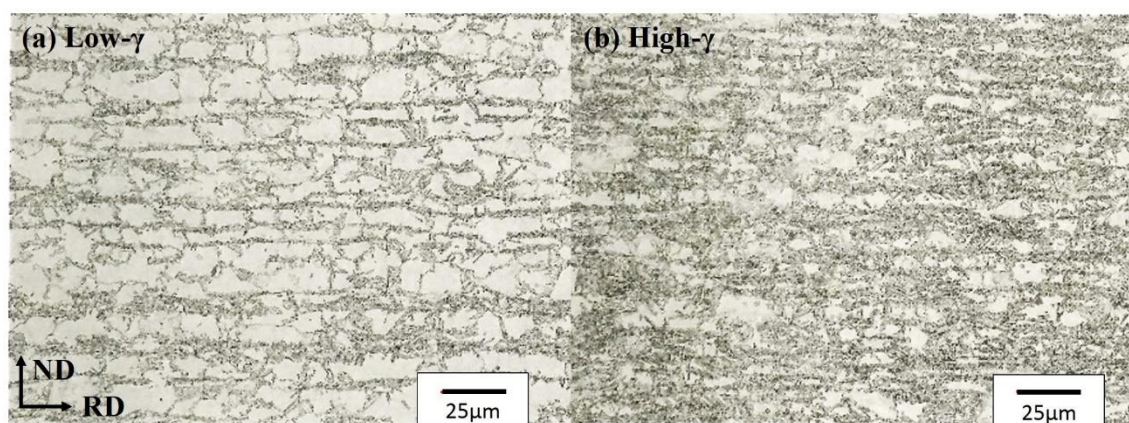


Fig. 2-4 Optical micrographs of the Nital-etched (a) Low- γ and (b) High- γ samples after heat treatment.

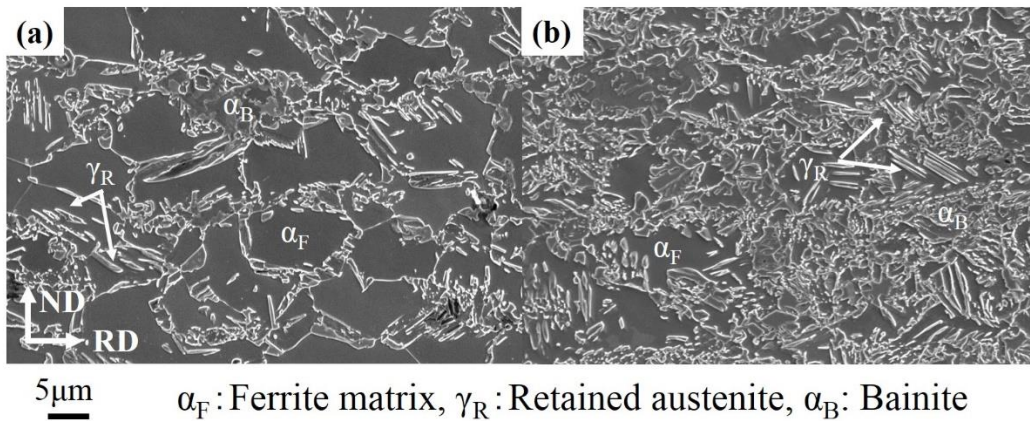


Fig. 2-5 SEM images of the Nital-etched (a) Low- γ and (b) High- γ samples before after heat treatment. α_F is ferrite, α_B is bainite and γ_R is retained austenite.

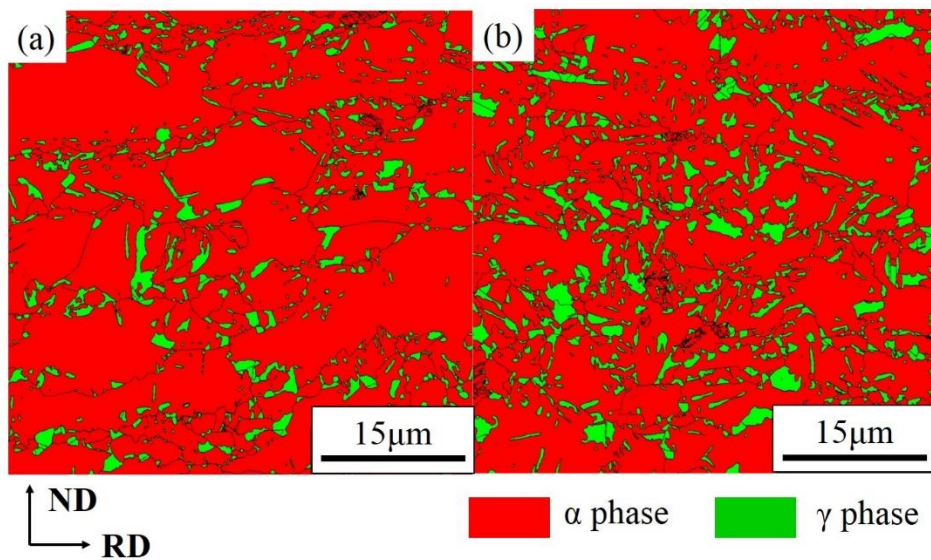


Fig. 2-6 EBSD phase maps of (a) Low- γ and (b) High- γ in the TD section after heat treatment for red zone is α phase and green zone is γ phase.

Table 2-4 The volume fraction of retained austenite obtained by XRD, EBSD phase map and ND (neutron diffraction), respectively.

Steel	XRD	EBSD	ND
Low- γ	9.4 %	10.3 %	11.3 %
High- γ	17.2 %	16.9 %	20.4 %

2.3.2. 応力-ひずみ曲線

本研究で用いた Low- γ 材および High- γ 材の公称応力-公称ひずみ曲線を Fig. 2-7 および Fig. 2-8 にそれぞれ示す。また Table 2-5 に両鋼の引張特性をまとめたものを示す。193 K~293 K において両鋼ともに高延性を示すとともに、温度の低下に伴い引張強度は上昇した。残留オーステナイト量の違いによる延性への影響はほぼ見られなかった。一方、引張強度は高い残留オーステナイト量を有する High- γ 材の方が 193 K~293 K において高い値を有していた。193 K~293 K の温度範囲において 0.2%耐力は Low- γ 材では温度の低下に伴い、わずかながら上昇していたが、High- γ 材では温度の低下に伴い、0.2%耐力が低下する逆温度依存性を示していた。77 K では 0.2%耐力および引張強度ともに他の試験温度と比較して上昇したが、伸びは減少し、早期破断を呈した。

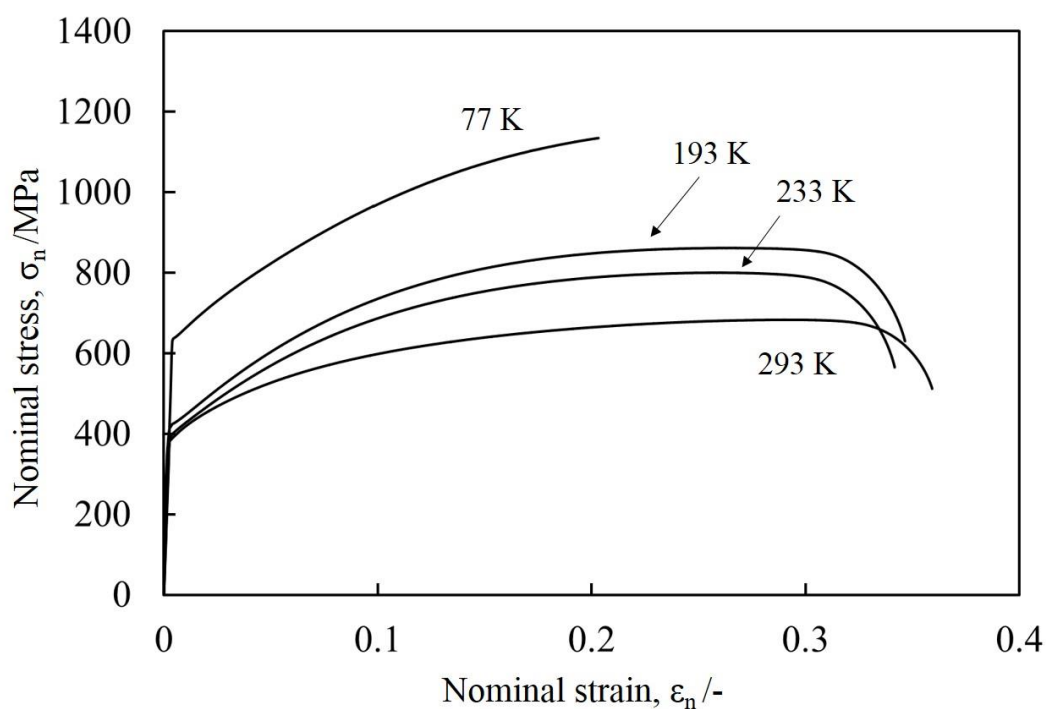


Fig. 2-7 Nominal stress-strain curves of Low- γ at low temperatures.

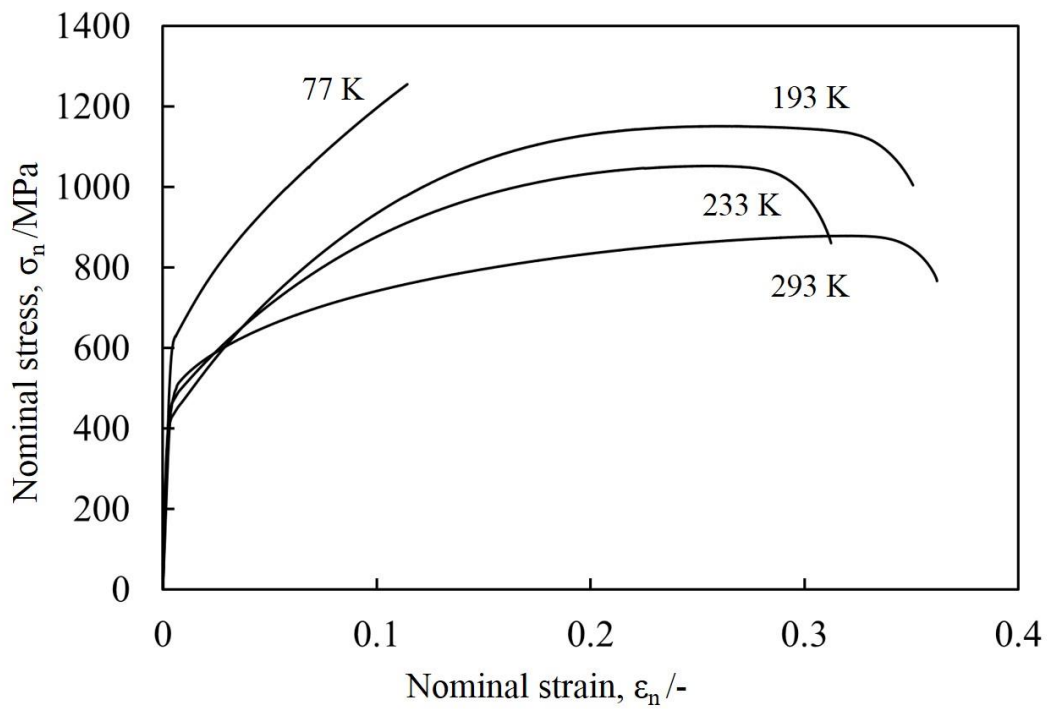


Fig. 2-8 Nominal stress-strain curves of High- γ at low temperatures.

Table 2-5 Tensile properties of the test steels.

Steels	Test temp. (K)	YS (MPa)	TS (MPa)	u. El (%)	t. El (%)
Low- γ	293	381	678	32.0	35.9
	233	396	803	30.1	34.0
	193	420	962	26.1	34.6
	77	613	1134	20.3	20.3
High- γ	293	491	876	33.5	36.2
	233	473	1084	27.7	31.2
	193	427	1152	26.2	35.1
	77	625	1277	10.8	10.8

2.3.3. 加工硬化曲線

Fig. 2-9 および Fig. 2-10 に両鋼の真応力-真ひずみ曲線に加工硬化率の変化を加えたものをそれぞれ示す。両鋼とも温度の低下に伴い、加工硬化率は上昇しており、High- γ 材ではその上昇が顕著に確認された。293 K では、両鋼とも3%ひずみ程度まで大きな減少を示し、その後は減少が緩やかとなり、低い値ながらも高ひずみ域まで持続する特徴が現れている。193 K および 233 K では、Low- γ 材、High- γ 材ともに直線的に加工硬化率が減少しており、ひずみ 10%程度までの変形中期まで高い加工硬化率を維持している。77 K では、変形初期(2~3%ひずみ)の加工硬化率が非常に大きいですが、その後、加工硬化率の減少は緩やかとなり、塑性不安定に至らず早期破断していた。両鋼の試験温度による加工硬化挙動の変化は、残留オーステナイトの相安定性および変態量と関連づけられると考えられる。詳細は 2.4.3.項にて記述する。

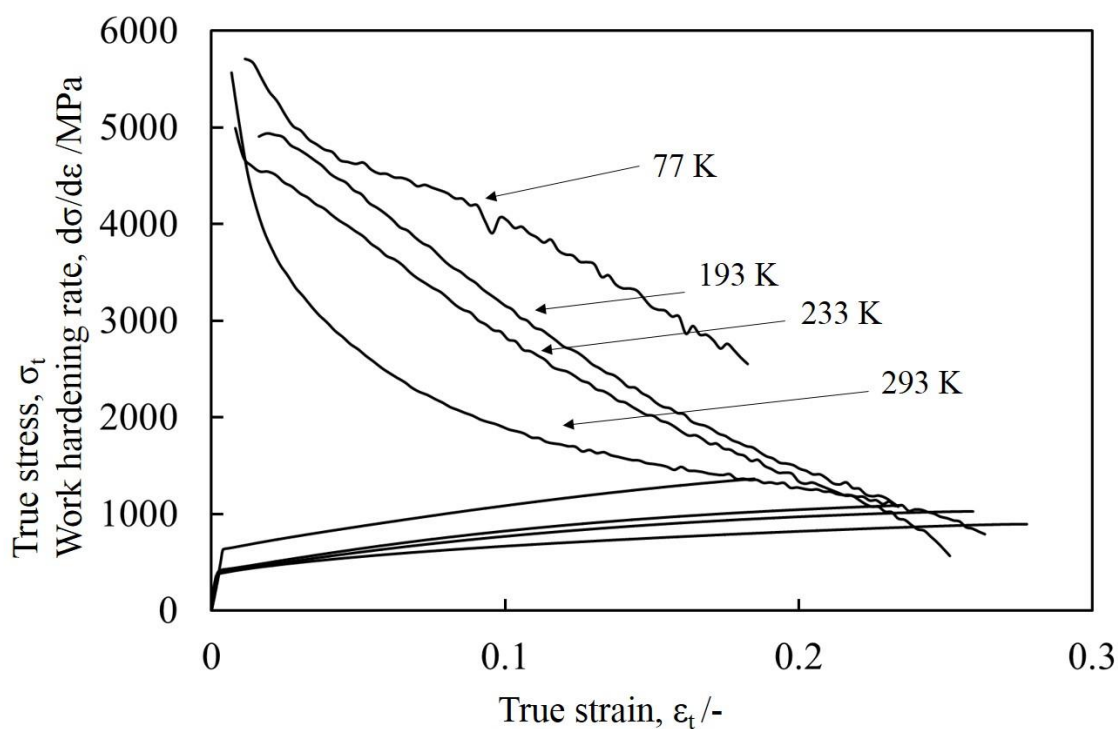


Fig. 2-9 Work-hardening rate and true stress – true strain curves of Low- γ at low temperatures.

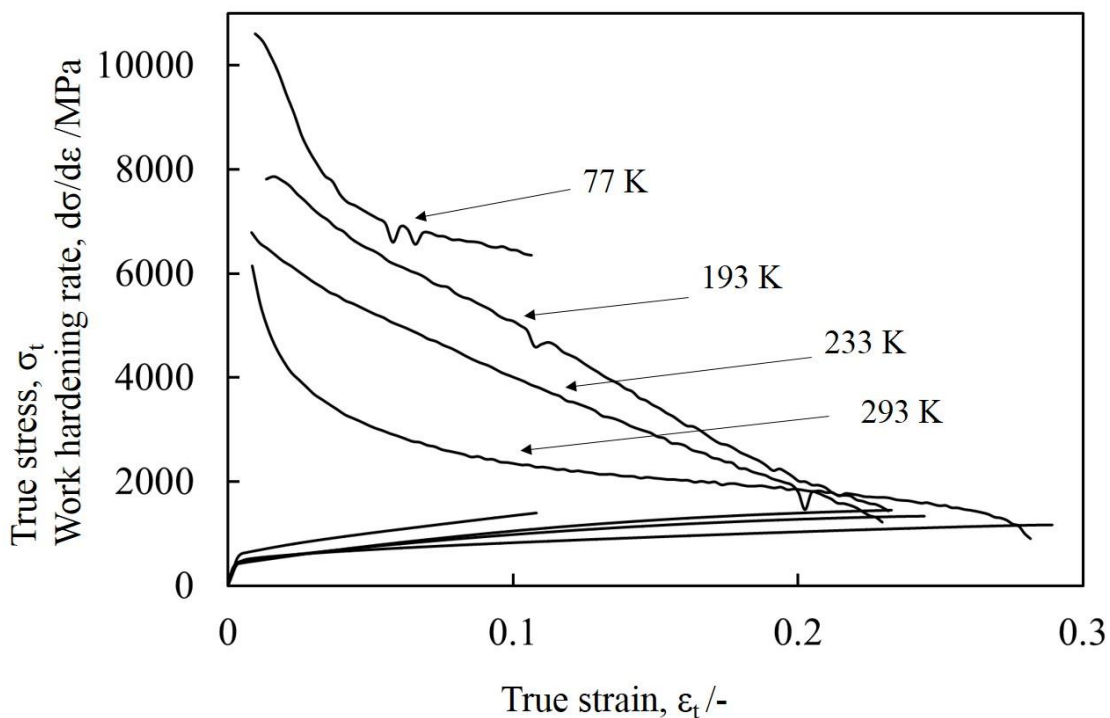


Fig. 2-10 Work-hardening rate and true stress - true strain curves of High- γ at low temperatures.

2.3.4. 残留オーステナイト量の変化

Fig. 2-11 および **Fig. 2-12** にひずみに対する EBSD 法の相マップより得られた残留オーステナイト量の変化をまとめたものを示す。193 K によるサブゼロ処理では両鋼とも残留オーステナイトの変態はほとんど観察されなかった。一方、77 K におけるサブゼロでは High- γ 材では 4%程度の残留オーステナイト量の減少が確認された。

Low- γ 材

293 K では、3%ひずみまでほとんど残留オーステナイト量は変化していなかった。その後、10%ひずみまで直線的に残留オーステナイト量が減少していた。10%ひずみよりも高ひずみ側では残留オーステナイトの変態は生じにくくなっていた。破断後の均一変形部(28%ひずみ)で約 1.8%の残留オーステナイトが残存していた。193 K~233 K の温度域では、1%ひずみの段階で変態が室温と比較して進行していた。233 K では、10%ひずみまで直線的に残留オーステナイト量は減少し、10%ひずみでほぼ全て変態していた。193 K では 5%ひずみ~10%の段階でほぼ全ての残留オーステナイトがマルテンサイト変態していた。77 K では、193 K よりもさらに変態が促進され、3%ひずみの段階で全体の 8

割程度の残留オーステナイトが変態しており、低ひずみ域で残留オーステナイトの変態はほとんど完了したと示唆される。

High- γ 材

293 K では、1%ひずみではほとんど変態しておらず、3%ひずみから 10%ひずみの間徐々に減少していた。破断後の均一変形領域(29%ひずみ)において 6%程度の残留オーステナイトが残存していた。193 K および 233 K では、残留オーステナイト量の変化はほぼ同様であり、1%ひずみの段階で 293 K と比較して残留オーステナイトの減少量が大きかったため、温度が低下したために、残留オーステナイトの安定性が低下し、マルテンサイト変態が促進されたと考えられる。その後、10%ひずみまでにはほぼ全ての残留オーステナイトが変態していた。10%ひずみ以降では残留オーステナイトはほとんど残存していないことから、低温における高延性への TRIP 効果の寄与は不明瞭である。**2.4.3.項**で低温域における TRIP 効果の影響について検討する。77 K では、3%ひずみまでにほぼ全ての残留オーステナイトが変態しており、残留オーステナイトの相安定性が著しく低下していることが確認された。

両鋼の 293 K において破断後の均一変形領域において一部残存していた残留オーステナイトは、局部変形の際、くびれの発生を抑制する TRIP 効果としての役割を果たすと示唆される。

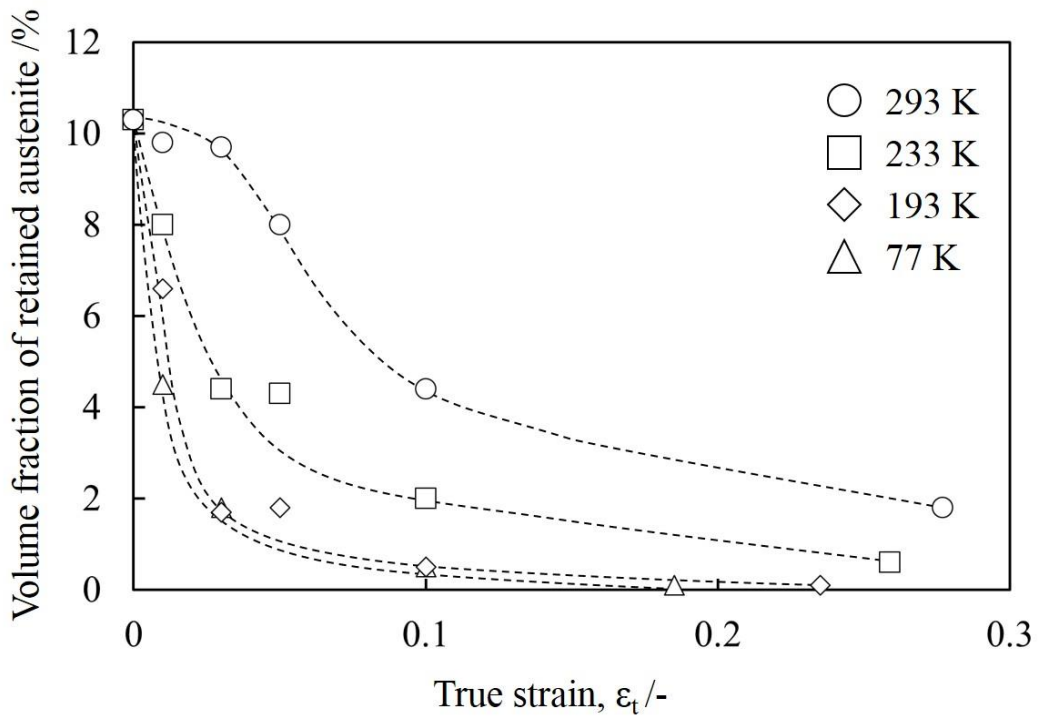


Fig. 2-11 Volume fraction of retained austenite in the Low- γ before and after straining at low temperatures.

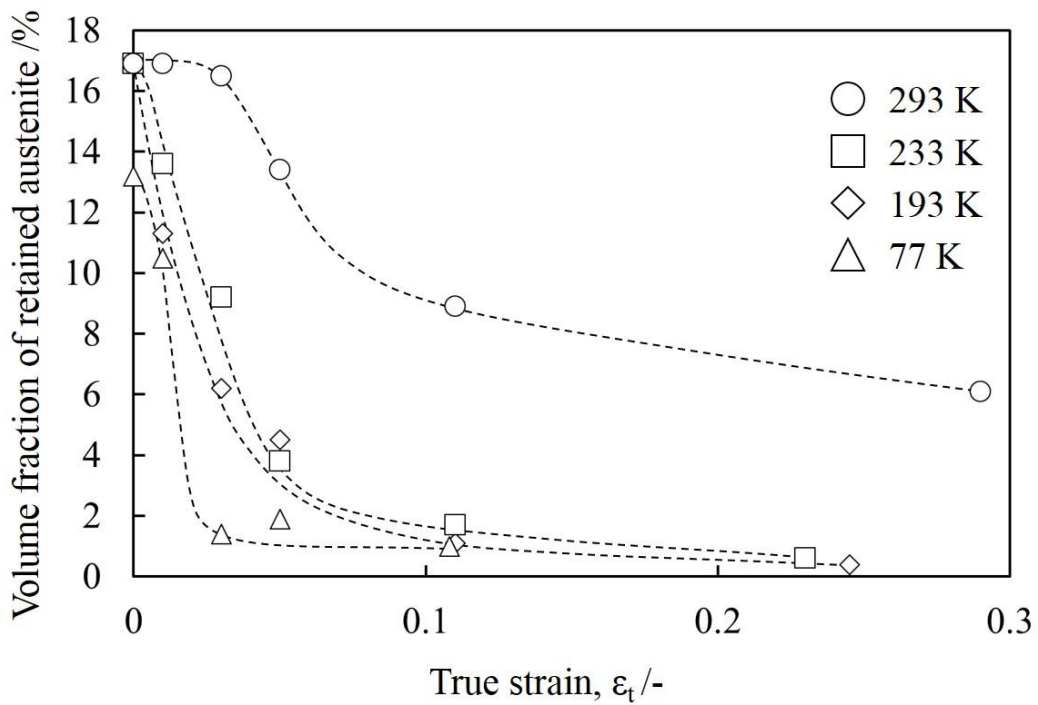


Fig. 2-12 Volume fraction of retained austenite in the High- γ before and after straining at low temperatures.

2.4. 考察

2.4.1. 降伏応力の温度依存性

2.3.2.項において High- γ 材の降伏応力(0.2%耐力)が逆温度依存性を示すことを指摘した。Fig. 2-13 に Low- γ 材および High- γ 材の各試験温度における 0.2%耐力をまとめたものを示す。Low- γ 材では温度の低下に伴い徐々に 0.2%耐力は上昇しているが、High- γ 材では温度の低下に伴い減少している。0.2%耐力が逆温度依存性を示す現象は準安定なオーステナイトを有する鋼においても示すことが報告されている^{17), 18)}。準安定オーステナイト鋼の場合、試験温度が Ms 点に近づくにつれ、降伏応力が減少する。これは温度の低下に従い、オーステナイトの安定性が低下することで加工誘起変態が促進されること(マルテンサイトのバースト現象を伴う変態)に起因し、変態歪により見かけ上の 0.2%耐力が低下するためと考えられている。本研究で用いた鋼の Ms 点は以下の式を用いて算出した¹⁹⁾。

$$M_s = 550 - (360 \times \%C) - (40 \times \%Mn) - (0 \times \%Si) \quad (2.2)$$

このとき、Mn 濃度は供試鋼の Mn 濃度に 1.5 をかけた値である。Ms 点は Low- γ 材および High- γ 材でそれぞれ 262.7 K、258.5 K であった。77 K および 193 K における High- γ 材の各試験温度における冷却後の残留オーステナイト量測定では、193 K では変態がほぼ確認できず、77 K では 4%程度の残留オーステナイトが加工誘起変態していた。このことから Ms 点は 77 K~293 K の間であると推測される。また本研究で用いた弾性限界近傍の残留オーステナイト量測定では、残留オーステナイトの変態は確認されなかった。しかしながら、室温におけるその場中性子回折引張試験におけるひずみに対する残留オーステナイトの変化量を測定した結果では、オーステナイトが降伏するよりも早い段階でマルテンサイト変態が誘発していることが報告されている²⁰⁾。これらのことから、本研究で用いた鋼においても降伏応力近傍で加工誘起マルテンサイト変態が温度の低下に伴い促進されており、準安定オーステナイト鋼と同様に降伏応力(0.2%耐力)が逆温度依存性を示したと考えられる。また Low- γ 材において 0.2%耐力の低下が確認されなかったのは、残留オーステナイト量が少ないため、温度の低下に伴う加工誘起マルテンサイトの生成量が小さく見かけ上の 0.2%耐力の低下への影響が小さかったと考えられる。一方、77 K において残留オーステナイト量によらず 0.2%耐力がほぼ等しい値であったのは、温度の低下に伴うフェライトの高強度化により、フェライトと残留オーステナイトの強度が逆転したために生じたと考えられる。つまり、室温では残留オーステナイトは硬質相として十分に内部応力を高めることが指摘されているが、77 K ではフェライト相の方が硬質となり、残留オーステナイト量によらず、フェライトの強度が耐力を決定するようになると示唆される。

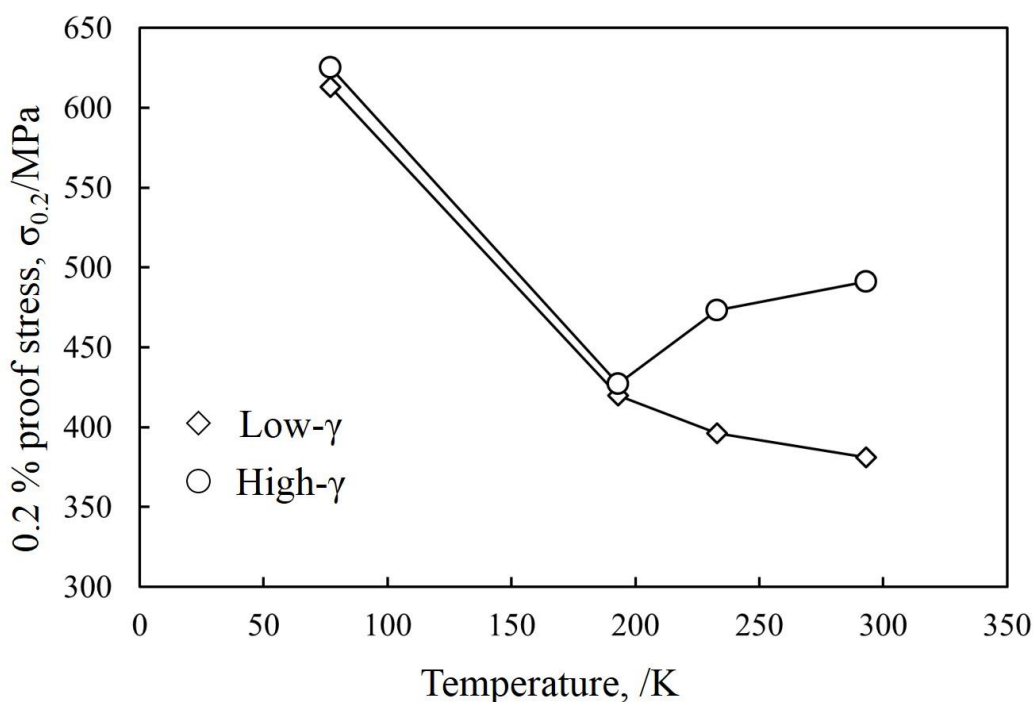


Fig. 2-13 Temperature dependence of 0.2 % proof stress of the test steels.

2.4.2. 測定手法による残留オーステナイト量の比較

変形前の残留オーステナイト量を EBSD 法および中性子回折法で測定した結果、残留オーステナイト量によらず測定手法により両鋼で違いが見られた。そこで、引張・中断試験前後において EBSD 法により得られた残留オーステナイト体積率とより高い統計精度の測定が可能な中性子回折法から得られた残留オーステナイト体積率を比較することで、EBSD 法による残留オーステナイト量の測定が妥当であるかについて本項で検討する。

Fig. 2-14 に 293 K における真ひずみに対する引張・中断試験前後の残留オーステナイト量を EBSD 法および中性子回折法により測定した結果を示す。中性子回折法はいずれの試験条件においても EBSD 法よりも高い値を示した。中性子回折法は試験片表面のみならず、バルク材全体を測定できるため、優れた統計精度を有すること、また分解能が高いため、より微細な残留オーステナイトも検出可能であること^{14), 15)}に起因すると考えられる。しかしながら、ひずみに対する残留オーステナイトの減少傾向は測定手法によらず、似たような傾向を示していた。つまり、EBSD 法で鋼中の残留オーステナイト量を正確に評価したい場合、複数回の測定を実施し、視野ごとの誤差を含めた値を求める必要があるが、変形に対する残留オーステナイトの変化(変態挙動)の評価は可

能であると考えられる。また XRD 法を残留オーステナイト量測定に用いなかった理由として、変形後期において残留オーステナイト量が著しく低下した際、XRD 法ではピーク強度が小さくなり、残留オーステナイト量を算出することが困難となったためである。そのため、本論文では EBSD 法により残留オーステナイト量を求めた。

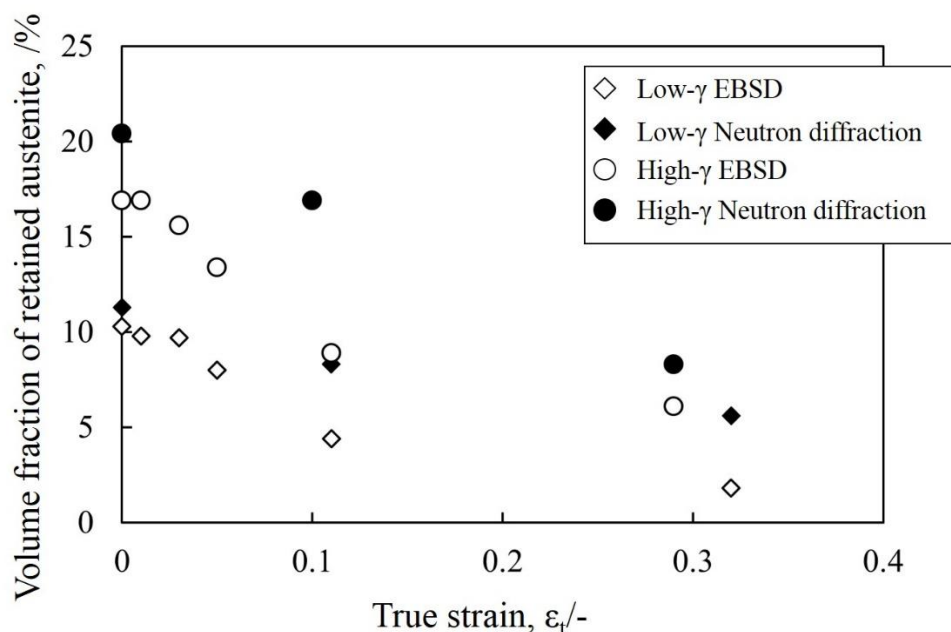


Fig. 2-14 The volume fraction of retained austenite before and after straining at 293 K obtained by EBSD phase map and neutron diffraction.

2.4.3. 加工硬化挙動と残留オーステナイト量の関係

2.3.3.項にて試験温度により加工硬化挙動が変化すること、またその加工硬化挙動には残留オーステナイトの相安定性が影響すると示唆されることについて述べた。本項では加工硬化率および残留オーステナイト量の変化の関係についてまとめる。

一般的に結晶の加工硬化率は 3 段階のステージにわけることができるとされている。それらはそれぞれステージ I (容易すべり段階)、ステージ II (線形硬化段階)およびステージ III (放物線硬化段階または動的回復段階)と呼称されている²¹⁾。このような加工硬化段階は金属単結晶において顕著にみられるが、多結晶金属においても形成される²²⁾。ステージ II は非熱的硬化段階であり、主すべり系の転位集団と 2 次すべり系の林転位との相互作用によりセル構造が形成される段階である。またステージ III は、動的回復により転位の対消滅が生じる割合が高くなり、加工硬化率が徐々に減少する段階である。

ここで、**Fig. 2-15** に High- γ 材の各試験温度の加工硬化率—真ひずみ曲線に対し、加工硬化曲線上に近似直線を描いたものを示す。 θ_1 および θ_2 はステージⅡとステージⅢにそれぞれ対応している。77 K および 293 K において θ_{1-77K} および θ_{2-293K} は低ひずみ領域(3%ひずみ以下)で大きく減少している。一方 193 K および 233 K では、ステージⅡおよびステージⅢ(θ_{1-193K} , θ_{2-193K} , θ_{1-233K} , θ_{2-233K})はゆるやかに減少している。また **Fig. 2-16** にひずみに対する残留オーステナイト量の変化に対して **Fig. 2-15** に描いた加工硬化率の近似直線と同等のひずみ量の範囲の残留オーステナイト量の変化に対する近似直線をそれぞれ θ'_1, θ'_2 として描いたものを示す。

各試験温度において加工硬化率の変化が残留オーステナイト量の変化と相関性がある。293 K では、変形初期の加工硬化率が大きく減少する θ_{1-293K} の領域(1%~2%ひずみ)では、残留オーステナイト量はほとんど変化していない(θ'_{1-293K})。その後、 θ_{2-293K} の領域(10%から 25%ひずみまで)では、加工硬化率の減少は徐々に緩やかになり、低い値で持続するようになる。このとき残留オーステナイト量の変態はほとんど生じなくなり、この段階では変形に対し残留オーステナイトは安定であると考えられる。この領域では、徐々に残留オーステナイトが加工誘起マルテンサイト変態することで、TRIP 効果により、加工硬化率の減少が抑制されたと考えられる。

次に、193 K および 233 K では、 θ_{1-193K} および θ_{1-233K} の領域では 293 K と比較して加工硬化率の減少が緩やかであった。この範囲(θ'_{1-193K} および θ'_{1-233K})において残留オーステナイトは急激に減少していた。この急激な残留オーステナイト量の変化が、加工硬化率の増大に寄与していると考えられる。その後、残留オーステナイトのほとんどが変態し、加工硬化率も徐々に減少していくようになる(θ'_{2-193K} および θ'_{2-233K})。そのため、残留オーステナイトは変形初期で加工誘起マルテンサイト変態をすることで、高い加工硬化率の発現に寄与するが、本来の TRIP 効果として変形後期において加工硬化率の維持への寄与は小さいと考えられる。

77 K では、 θ_{1-77K} の領域(1%~3%ひずみ)において著しい加工硬化率の低下が見られた。このとき残留オーステナイト量も急激に減少しており、そのほとんどすべてが変態していた。その後の θ_{2-77K} の領域では、マルテンサイト変態は生じず、加工硬化率の減少も緩やかになっていた。そのため、母相フェライト中における加工誘起マルテンサイトによるひずみ分配により高い加工硬化率を示したと考えられる。

このように加工硬化率と残留オーステナイト量の変化には相関性があると考えられる。室温と低温では、変形挙動に対する残留オーステナイトの役割は異なると示唆され、残留オーステナイト量だけでなく、変態のタイミングも引

張特性には重要となると考えられる。

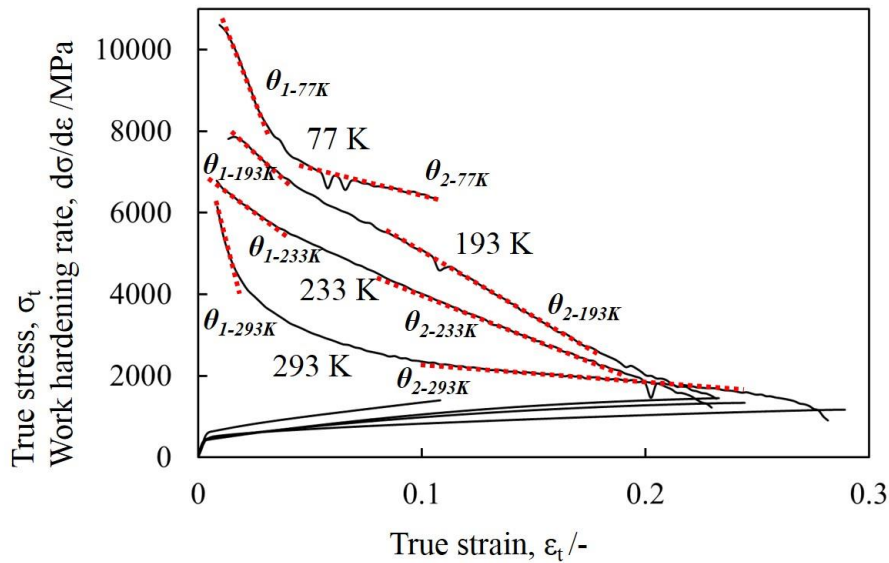


Fig. 2-15 Work-hardening rates and true stress - true strain curves of the test steel at low temperatures. Red dashed lines indicate tangential components of work-hardening rates in the early and final stages.

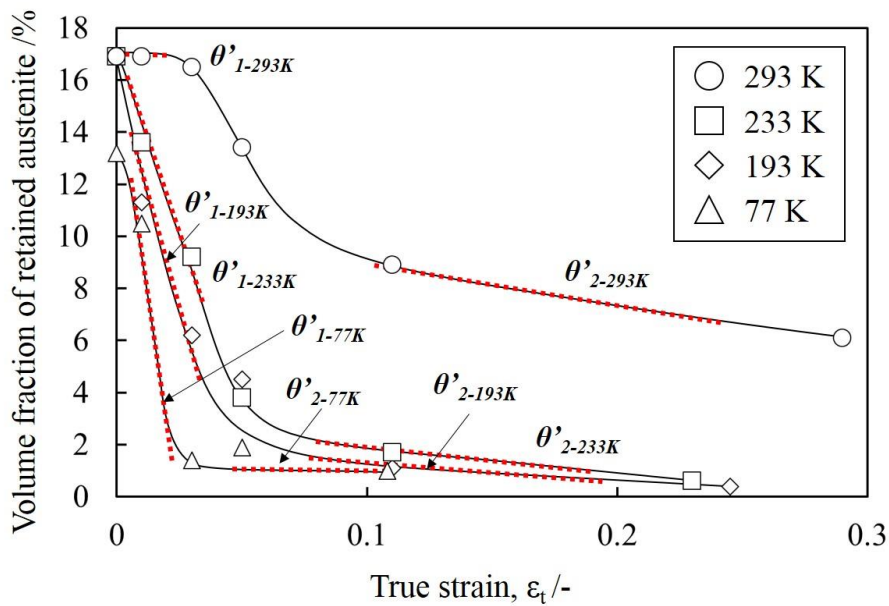


Fig. 2-16 Volume fraction of retained austenite after straining at each test temperature. Red dashed lines indicate tangential components of the trend line of volume fraction of retained austenite. The range of tangential components of $\theta'1$ and $\theta'2$ in horizontal axis represent the same range as the tangential components of work-hardening rate in early and final stage in Fig. 2-15.

2.4.4. 77 K 予加工による引張特性の変化

193 K および 233 K における引張試験にて、両鋼とも優れた強度－延性バランスを示した。一般的に TRIP 鋼の高延性の発現メカニズムは、残留オーステナイトの変態が適度に抑制され、変形の進行に伴い、徐々に加工誘起変態することで、くびれの発生を抑制させるとともに変形に伴う内部応力の緩和によるものであると考えられている。しかしながら、193 K および 233 K では、鋼中の残留オーステナイトは約 10%ひずみの段階でほとんど変態してしまっており、10%よりも高ひずみの領域では TRIP 効果の寄与は小さいものと考えられる。そこで鋼中の残留オーステナイトが 77 K では低ひずみ域(3~5%の塑性ひずみ)でほぼ変態することを利用して、各試験温度において残留オーステナイトの有無が変形挙動に及ぼす影響について調査した。

Fig. 2-17 に High- γ 材に対し、77 K で 5%程度の塑性ひずみを付与する中断試験後、193 K, 233 K および 293 K の各試験温度で引張試験を実施して得られた公称応力－公称ひずみ線図を示す。また **Fig. 2-18** に同試験で得られた真応力－真ひずみ線図に加工硬化率の変化を加えたものを示す。77 K で中断試験後の試験片を簡便のため、77 K 予加工材と称する。293 K では、77 K 予加工材は通常の 293 K 引張材とは異なる変形挙動を示し、引張強度の上昇と全伸びの低下が見られた。また加工硬化率も TRIP 鋼の低い値ながら高ひずみ域まで持続する挙動ではなかった。これは残留オーステナイトが全て加工誘起マルテンサイトとなったことでフェライト－マルテンサイト(Dual Phase : DP)鋼のような変形挙動²³⁾を示したと示唆される。一方、193 K では、77 K 予加工材および引張試験材は全伸びに若干の違いは見られるもののほぼ同等の応力－ひずみ曲線を示した。**Fig. 2-16(c)** の加工硬化曲線もほぼ一致していることから、193 K における加工硬化挙動には残留オーステナイトの加工誘起マルテンサイト変態挙動はほとんど影響を及ぼしておらず、193 K における著しい強度－延性バランスの向上は TRIP 効果によるものではないことと推察される。233 K では 293 K と 193 K の間のような挙動を示していた。233 K は 193 K よりも 5%ひずみ付近では残留オーステナイトが 1%程度多く残存する傾向にあるため、この残留オーステナイトの有無の差が変形挙動および加工硬化挙動の違いに影響を及ぼしていることが示唆される。

よって、低温域における優れた強度－延性バランスは TRIP 効果による延性向上効果の影響は小さく、母相フェライトの高強度化と残留オーステナイトの相安定性の低下による加工誘起マルテンサイトの生成促進によるものであると示唆される。

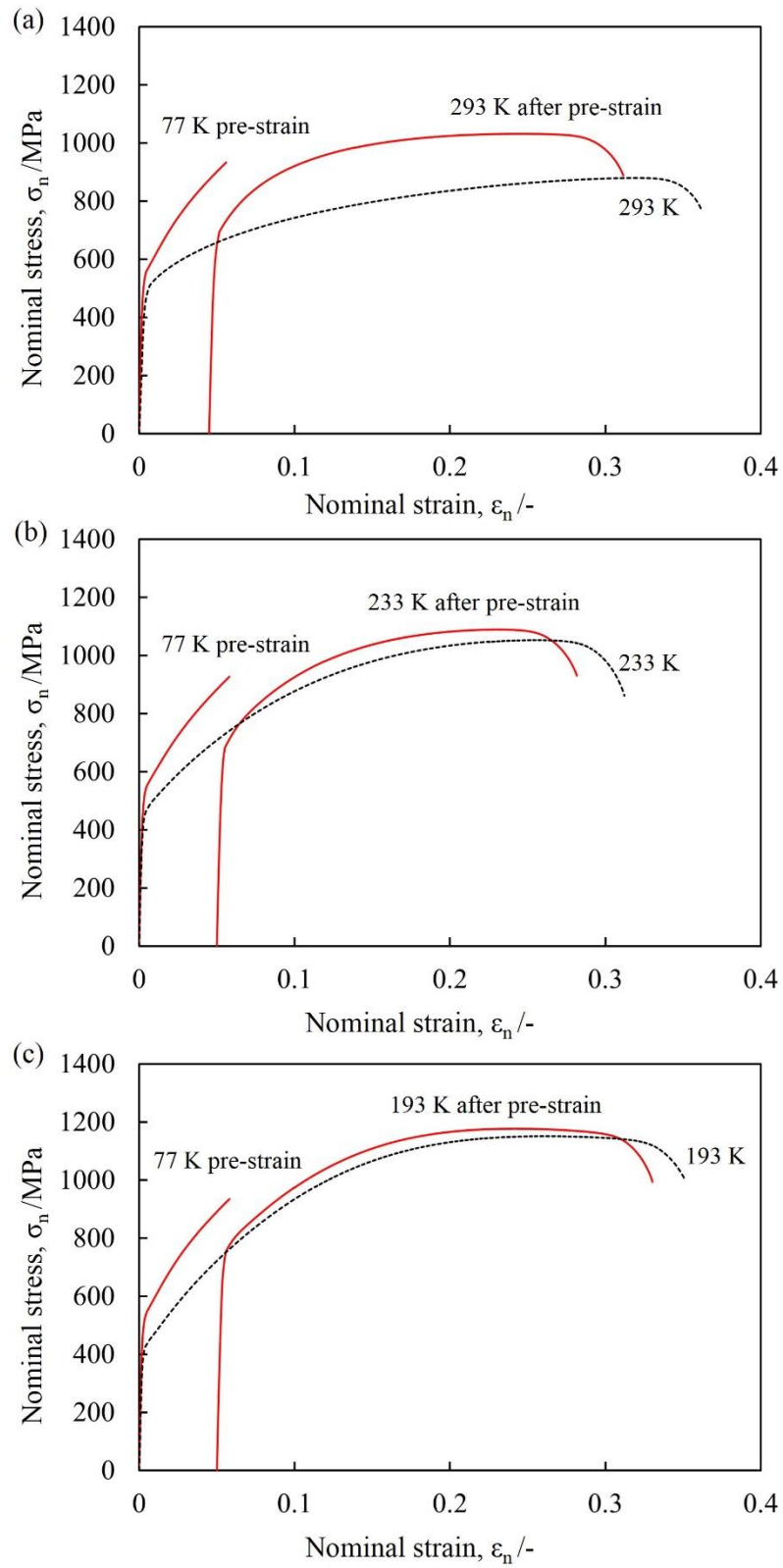


Fig. 2-17 Nominal stress-strain curves at (a) 293 K, (b) 233 K and (c) 193 K after pre-straining at 77 K.

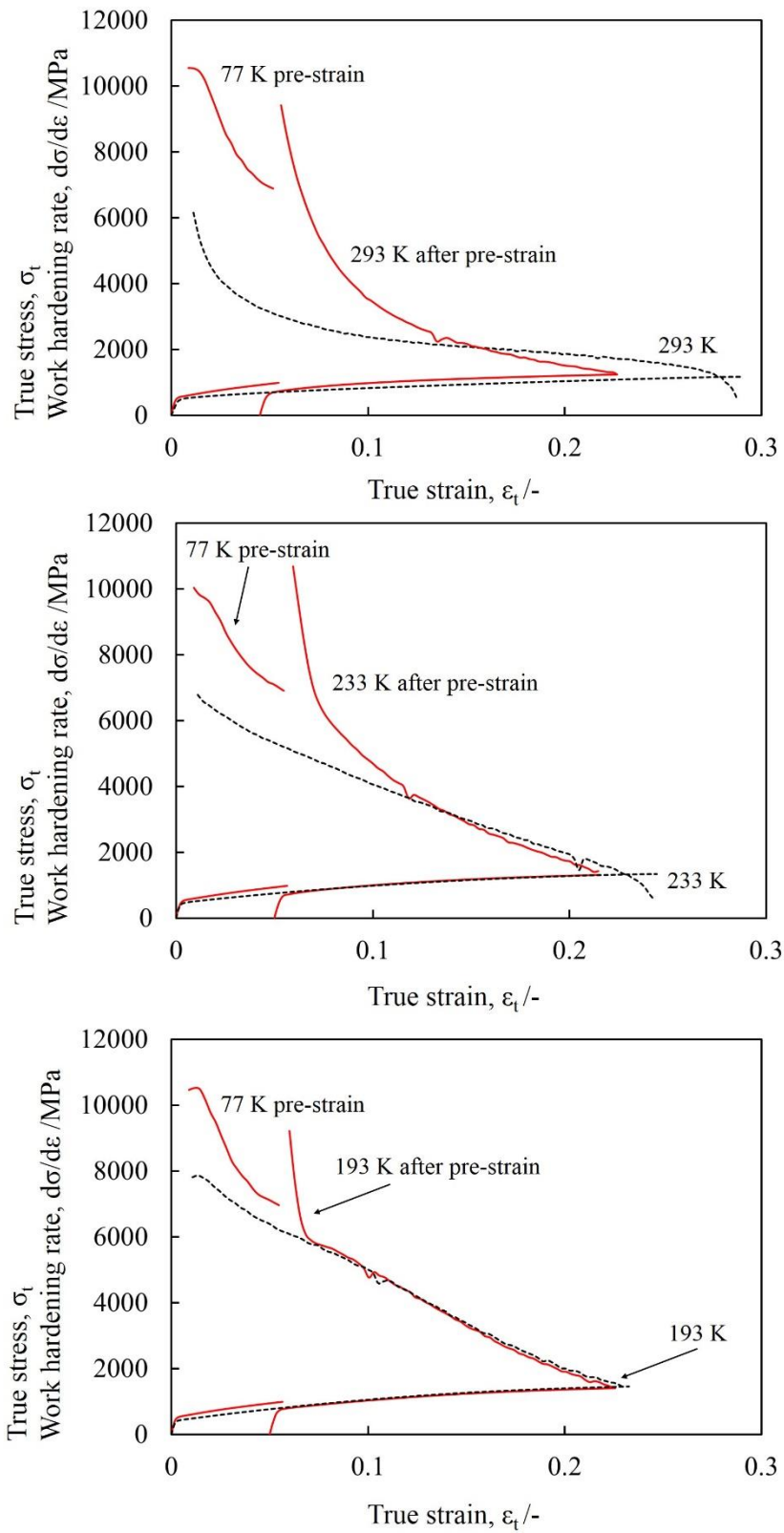


Fig. 2-18 Work-hardening rate-true strain curves at (a) 293 K, (b) 233 K and (c) 193 K after pre-straining at 77 K.

2.5. 小括

残留オーステナイト量の異なる 2 種類の低合金 TRIP 鋼を用いて、低温における引張変形挙動、加工硬化挙動および残留オーステナイト量の変化について調査した結果、以下の結論を得た。

- (1) 本研究で用いた低合金 TRIP 鋼は、フェライト母相中に残留オーステナイトおよびベイナイトが分散する複合組織であった。残留オーステナイトは、プレート状、塊状、島状の形態で母相中に分散しており、EBSD 法の相マップより得られた体積率はそれぞれ 10.3%と 16.9%であった。この値は XRD 法により得られた値とほぼ等しく、局所領域ではあるが妥当な値であると考えられる。
- (2) 引張試験に用いた両鋼とも、193 K~293 K の温度範囲において優れた強度－延性バランスを示した。77 K では 0.2%耐力および引張強度は上昇していたが、伸びは減少し、早期破断を呈していた。193 K および 233 K では、加工硬化率は、変形初期で大きな値を示し、真ひずみ量の増加とともに直線的に減少していた。
- (3) 引張変形に対する残留オーステナイト量の変化を調査した結果、293 K では両鋼とも他の試験温度と比較して残留オーステナイトは最も安定であり、破断後の試験片平行部の均一変形領域においても全てのオーステナイトが変態したわけではなく、一部は残存していた。残存したオーステナイトは、局部変形のくびれの発生の抑制に消費されたと考えられる。一方、193 K および 233 K では、5%ひずみ程度まで残留オーステナイト量は急激に減少し、11%ひずみにおいてほぼ全ての残留オーステナイトが変態していた。また 77 K では、3%ひずみまでにはほぼ全ての残留オーステナイトが変態しており、著しい安定性の低下が示唆される。
- (4) High- γ 材において、降伏応力の逆温度依存性が確認された。これは温度の低下に伴う残留オーステナイトの安定性の低下により、加工誘起マルテンサイト変態が促進されたためと考えられる。Low- γ 材では 0.2%耐力が温度の低下に伴い、ほとんど変化していなかったが、これは High- γ 材と比較して残留オーステナイト量が少ないことに起因すると考えられる。77 K では残留オーステナイト量によらず 0.2%耐力はほぼ等しい値を示した。
- (5) 加工硬化率と残留オーステナイト量の変化にはよい相関性が確認された。

293 K では残留オーステナイトは TRIP 効果により、加工硬化率の低下を抑制していると考えられる。一方、低温では、残留オーステナイトは変形早期の段階で加工誘起マルテンサイトとなることで、高い加工硬化率に寄与したと考えられる。

- (6) 低温では、TRIP 効果による延性向上効果は小さくなっていると考えられる。そのため、低温における優れた強度－延性バランスの発現は、温度の低下に伴うフェライト母相の高強度化と加工誘起マルテンサイト変態の促進による高強度化であると考えられる。

参考文献

- 1) M. Takahashi: *Nippon Steel Technical Report*, 88(2003), 2-7
- 2) 新日本製鉄(株) “鉄の薄板・厚板がわかる本” 日本実業出版社, 24-33
- 3) 田村今男: 鉄と鋼, 56(1970), 429-445
- 4) 杉本公一, 小林光征, 橋本俊一: 日本金属学会誌, 54(1990), 657-663
- 5) K. Sugimoto, M. Kobayashi, S. Hashimoto: *Metall. Trans. A*, 23 (1992), 3085-3091
- 6) 土田紀之, 荒木俊幸, 山口祐子, 深浦健三: 鉄と鋼, 98(2012), 558-566
- 7) 土田紀之, 尾崎溪香: 鉄と鋼, 99(2013), 524-531
- 8) G.K. Tirumalasetty, M.A. van huis, C. Kwakernaak, J. Sietsma, W.G. Sloof, H.W. Zandbergen: *Acta Mater*, 60(2012), 1311-1321
- 9) H. Matsuda, H. Noro, Y. Nagataki, Y. Hosoya: *Sci. Forum*, (2010), 638-642
- 10) 伊丹淳, 高橋学, 潮田浩作: 鉄と鋼, 81(1995), 673-678
- 11) 中垣内達也, 松田広志, 松岡才二, 田中靖: 鉄と鋼, 97(2011), 279-287
- 12) L. Cheng, A. Bottger, Th. H. de Keijser and E. J. Mittemeijer: *Scr. Metall. Mater.* 24 (1990) 509-514
- 13) T. Ishigaki, A. Hoshikawa, M. Yonemura, T. Morishima, T. Kamiyama, R. Oishi, K. Aizawa, T. Sakuma, Y. Tomota, M. Arai, M. Hayashi, K. Ebata, Y. Takano, K. Komatsuzaki, H. Asano, Y. Takano, T. Kasao: *Nucl. Inst. Method Phys. Res. A*, 600(2009), 189-191
- 14) Y. Onuki, A. Hoshikawa, S. Sato, P. Xu, T. Ishigaki, Y. Saito, H. Todoroki, M. Hayashi: *J. Appl. Cryst.*, 49(2016), 1579-1584
- 15) Y. Onuki, A. Hoshikawa, S. Sato, T. Ishigaki, T. Tomida: *J. Mater. Sci.* 52(2017), 11643-11658
- 16) 佐藤成男, 小貫祐介, 菖蒲敬久, 城鮎美, 田代均, 轟秀和, 鈴木茂: 金属, 86(2016), 654-660
- 17) 牧正志, 友田陽, 田村今男: 日本金属学会誌, 38(1974), 871-876

- 18) 野原清彦, 小野寛, 大橋延夫: 鉄と鋼, 63(1977), 772-782
- 19) 杉本公一, 臼井登, 小林光征, 橋本俊一: 鉄と鋼, 78(1992), 1480-1487
- 20) 成井章記, 陳世昌, 友田陽, 神山崇: 日本機械学会論文集 A, 75(2009), 501-506
- 21) 杉本公一, 坂木庸晃, 福里俊郎, 宮川大海: 鉄と鋼, 71(1985), 994-1001

第3章 残留オーステナイトの相安定性に及ぼす

結晶方位とひずみ分布状態の影響

3.1. はじめに

第2章では、低合金 TRIP 鋼が低温域において優れた強度－延性バランスを示すこと、またその優れた引張特性の発現には残留オーステナイトの相安定性が大きな影響を及ぼすことを明らかとした。残留オーステナイトの相安定性には、試験温度¹⁾やひずみ速度²⁾の他に固溶 C 量³⁾や存在位置・形態^{4), 5)}などが影響することが知られている。存在位置が安定性に影響する理由として、炭素濃度の不均一性が報告されている⁴⁾が、周りの母相との強度差やそれに起因するひずみ分布状態の不均一性なども影響すると考えられる。しかしながら、現状そのような報告はほとんどなされていない。また、その場引張中性子回折法による研究から残留オーステナイトの結晶方位により、その相安定性が変化する可能性が示唆されている⁶⁾。しかしながら、結晶方位の影響に関する研究は中性子回折法⁶⁾や高出力 X 線回折法⁷⁾によるその場観察が主流であり、微細組織と関連付けて調査している例は非常に少ない。そこで本章では、低温における残留オーステナイトの相安定性の変化に着目し、低温域において引張・中断試験および繰返し除荷試験を実施し、その際の残留オーステナイトの変態挙動を、DIC 法および EBSD 法により調査し、ひずみ分布状態および結晶方位が残留オーステナイトの相安定性に及ぼす影響について検討した。

3.2. 実験方法

3.2.1. 供試鋼、引張・中断試験および繰返し除荷試験条件

結晶方位回折には 2.2.1.項で述べた Low- γ 材および High- γ 材を用いた。またひずみ分布解析には High- γ 材のみを用いた。引張・中断試験条件は 2.2.2.項で述べた 77 K ~ 293 K 間の 4 種類の温度で実施した。変形段階の残留オーステナイトの変態挙動を調査するために中断試験および繰返し除荷試験も実施した。中断試験では、77 K ~ 293 K 間の 4 種類の温度で 1, 3, 5, 11% の 4 種類の塑性ひずみをそれぞれ付与した。同視野の微細組織および結晶方位を解析するため、High- γ 材に対し、293 K および 193 K にて変形前から 4% ずつ 12% まで塑性ひずみを付与し、その際の微細組織および結晶方位を測定する繰返し除荷試験も実施した。中断試験および繰返し除荷試験の模式図を Fig. 3-1 に示す。

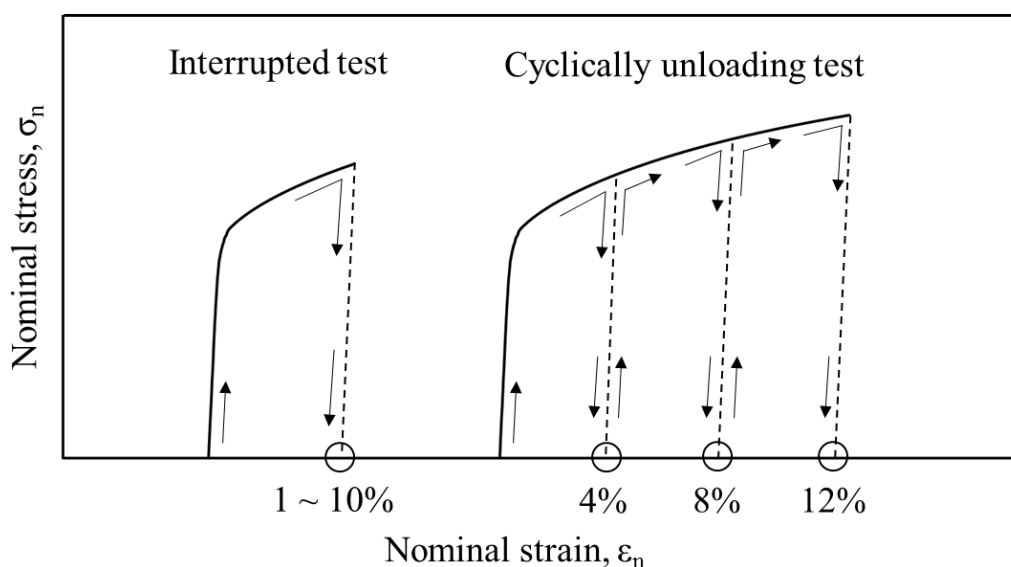


Fig. 3-1 Schematic illustration of interrupted test and cyclically unloaded test.

3.2.2. 組織観察、結晶方位解析およびひずみ分布解析

引張・中断試験前後の組織観察、結晶方位解析には各試験後の試験片平行部の均一変形領域を切り出した後、2.2.3.項で述べた条件で試験片横断面 (Transverse Direction: TD) を鏡面にまで仕上げ、電界放出走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope with a Field Emission type gun : FE-SEM, 日本電子製, 加速電圧 20kV) を用いて実施した。結晶方位解析は 2.2.4.項で述べた条件と同様の条件で電子線後方散乱回折 (Electron Back Scattered Diffraction: EBSD) 法を実施し、TSL 社製の OIM (Orientation Image Microscope) システムで解析を行った。繰返し除荷試験前後では、試験片の平行部法線方向 (Normal Direction:

ND)面を予め鏡面に仕上げた後、ひずみを付与する前後で同視野の組織および結晶方位を FE-SEM を用いて測定した。また結晶方位解析には第 2 章でも用いた中性子回折法による集合組織測定も実施した。中性子回折法に用いた供試鋼は 2.2.4.項で述べた Low- γ 材および High- γ 材を用い、試験片形状および試験条件は同様である。集合組織の解析には得られた回折ヒストグラムに対してリートベルト解析を、MAUD ソフトウェア⁸⁾を用いた。

ひずみ分布の解析は、デジタル画像相関(Digital image correlation: DIC)法により実施した。変形前、4%、8%、12%の塑性ひずみを付与した同領域における SEM 組織を繰返し除荷試験前後で取得し、得られた SEM 組織について市販のデジタル画像相関法ソフトウェア(VIS-2D)を用いてひずみを算出した。なお、解析はサブセット 51 pixel、ステップ 3 pixel の条件で実施した。

3.3. 実験結果および考察

3.3.1. 引張・中断試験および繰返し除荷試験前後の組織と

試験片表面および内部の残留オーステナイト量の変化

供試鋼の初期組織は 2.3.1.項の Fig. 2-4 および Fig. 2-5 に示すようなフェライト母相と第 2 相である残留オーステナイトとベイナイトが分散した複合組織鋼である。また Fig. 3-2 に、293 K における繰返し除荷試験前後の同視野の二次電子像(Secondary Electron Image: SEI)を示す。変形後の組織に着目するといずれの温度においても変形前には存在していなかった点状のコントラストがフェライト粒内に現れており(図中白矢印)、それらはすべり線に沿うように配列している。このコントラストは 193 K においても確認された。この点状のコントラストについては、フェライト粒内に極微細に存在していた残留オーステナイトが加工誘起マルテンサイト変態を起こした可能性や、本観察領域では各ひずみにおいて EBSD 観察を行っているため長時間電子線が照射され、試料表面に多くの炭素が堆積した状態にあり、これらの炭素が優先的にすべり線などの凸部に堆積することで形成したコントラストの可能性もあるが詳細については不明である。Fig. 3-3 に 293 K および 193 K における試験片表面を測定した繰返し除荷試験前後の同視野の相マップと残留オーステナイト量を合わせて示す。12%ひずみにおいて 293 K では 7%ほど残留オーステナイトが残留しているのに対し、193 K では早期に残留オーステナイト量が減少しており、2.3.4.項の残留オーステナイト量の変化と同等の結果が得られた。この相マップから得られた残留オーステナイト量を 2.3.4.項で示した Fig. 2-12 の 293 K および 193 K の結果と合わせて Fig. 3-4 に示す。残留オーステナイト量の減少傾向は試験片表面および内部においてほぼ同等であったため、表面観察による残留オーステナイトの変態挙動への影響はほとんどないと考えられる。

Fig. 3-5 に中断試験前後の EBSD 法により得られた 293 K における相マップに IQ (Image quality) マップを重ねたものを示す。IQ 値はディフラクションパターン発生点の結晶性の良し悪しを表す指数であり、値が低いほど暗くなる⁹⁾。この IQ 値の大小とそのデータの信頼性指数である CI 値によって、 α 相であるベイナイトとフェライトを区別できると指摘されている¹⁰⁾。これは、ベイナイトがフェライトと比較して多量の転位を有するために IQ 値が低くなることを利用している。そのため、多量の転位を含んでいるマルテンサイトも同様に IQ 値および CI 値が低くなり暗いコントラストとなると考えられる。したがって、結晶方位マップに IQ マップを重ねることで加工誘起マルテンサイトの存在を識別することができるようになると考えられる。図中に白矢印で示した暗い領域は加工誘起マルテンサイトを示している。またベイナイト領域(バンド状の領域)において加工誘起マルテンサイトの生成が優先的に確認された。このこ

とから母相組織の違い、つまり存在位置の違いが残留オーステナイトの相安定性に影響することが示唆される。

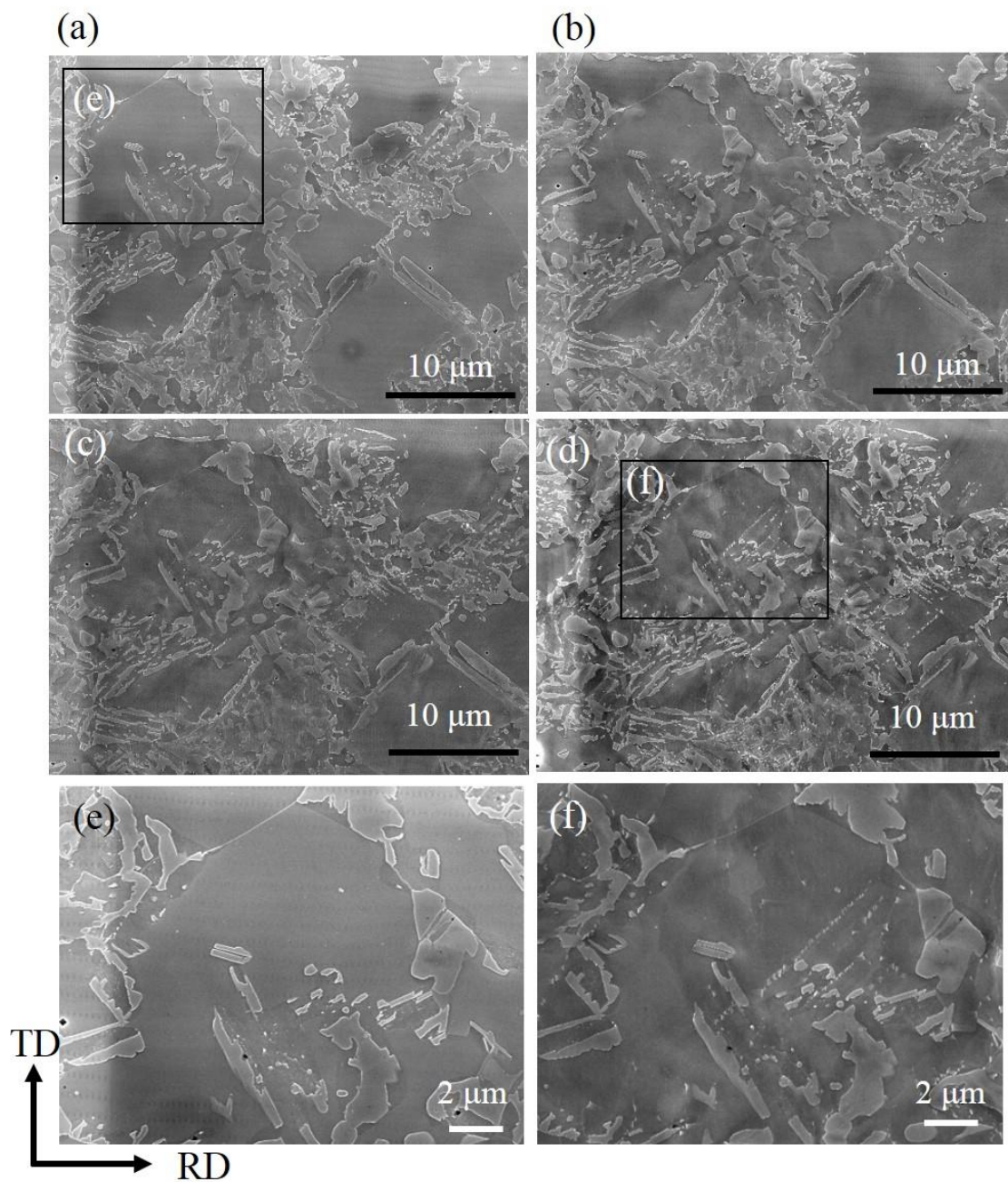


Fig. 3-2 SEM images of cyclically unloaded test that observed the same field of view at (a) 0 %, (b) 4 %, (c) 8 % and (d) 12 % strain at 293 K. (e) and (f) is magnified image in (a) and (d).

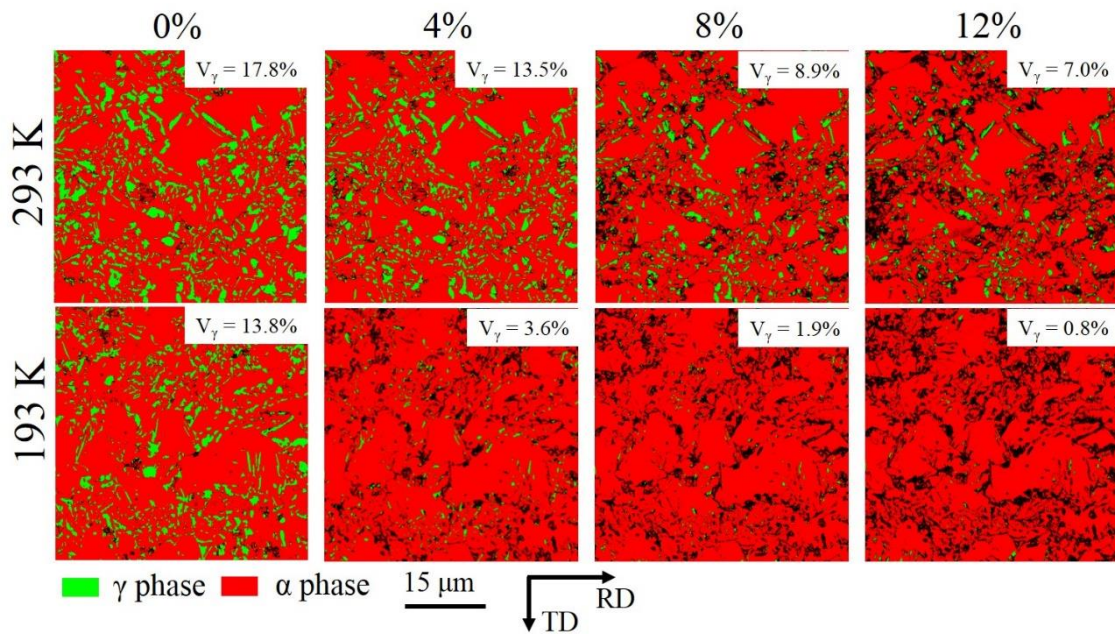


Fig. 3-3 EBSD phase map of cyclically unloaded test at 193 K and 293 K that observed the same field of view. The value indicate the volume fraction of retained austenite.

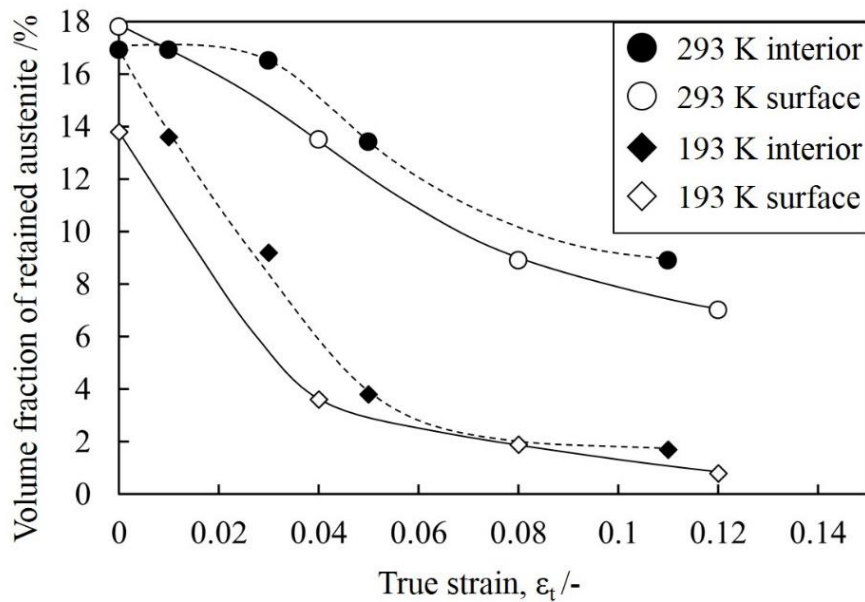


Fig. 3-4 The volume fraction of retained austenite at the surface and interior of the deformed specimens at 193 K and 293 K.

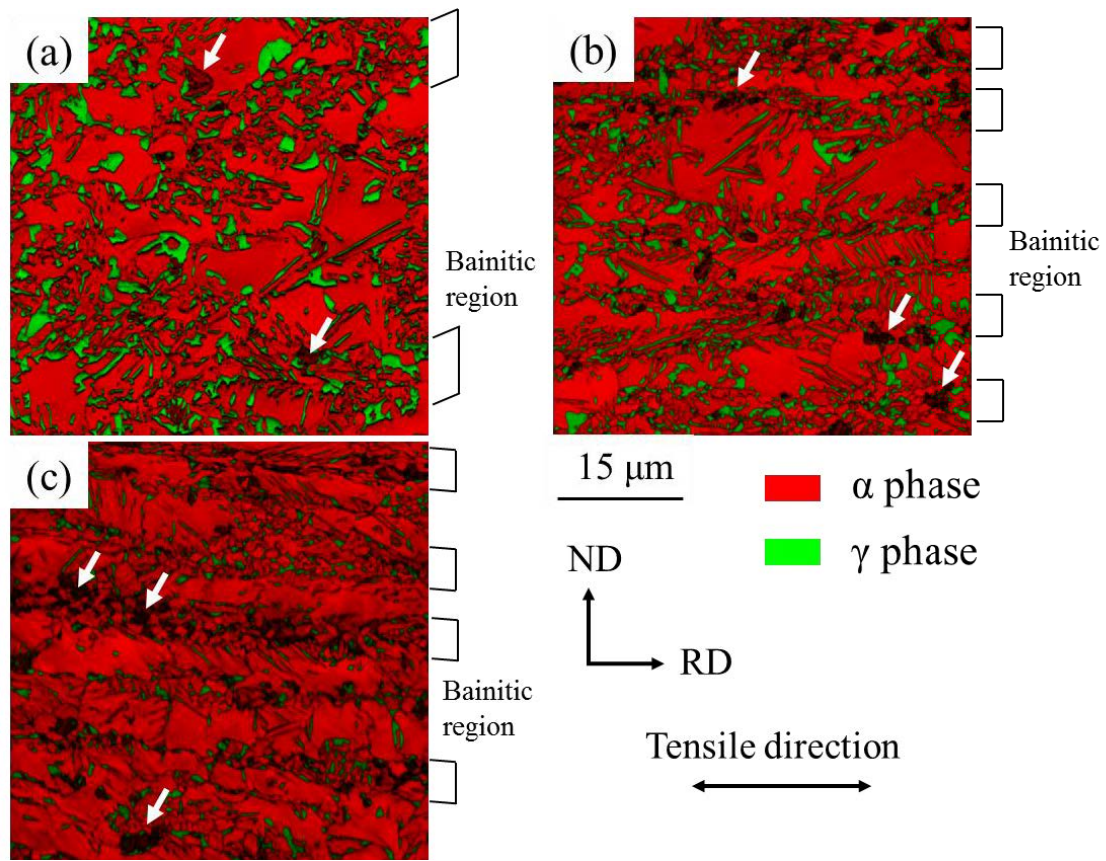


Fig. 3-5 EBSD phase maps overlaid their image quality maps of the deformed specimens under (a) 1% strain, (b) 3% strain and (c) 10% strain at 293 K. Arrows indicate deformation-induced martensite near bainitic region.

3.3.2. 試験前後の結晶方位変化

Fig. 3-6 に 293 K における試験片内部を測定した中断試験前後の結晶方位マップを示す。塑性ひずみを 11%付与後および破断後の結晶方位マップにおいて引張軸に対し<111>が平行な方位の残留オーステナイトが比較的多く観察された。**Fig. 3-6(d)-(f)**の数値は視野中に含まれる<111>から 15°以内の方位を有する残留オーステナイトの割合を示している。引張試験前では 23%程度であったが、11%ひずみにおいてその割合が増加し、約 40%程度を示した。この傾向はほぼ残留オーステナイトが変態してしまっているが、一部が残存していた 193 K および 233 K でも同様であった。一方、77 K では引張軸に対し、引張軸に対し、<111>が平行な残留オーステナイトの割合はほとんど変化していなかった。母相 α 相も同様に<110>を示す α 相の割合の変化は他の試験温度と比較しても小さかった。

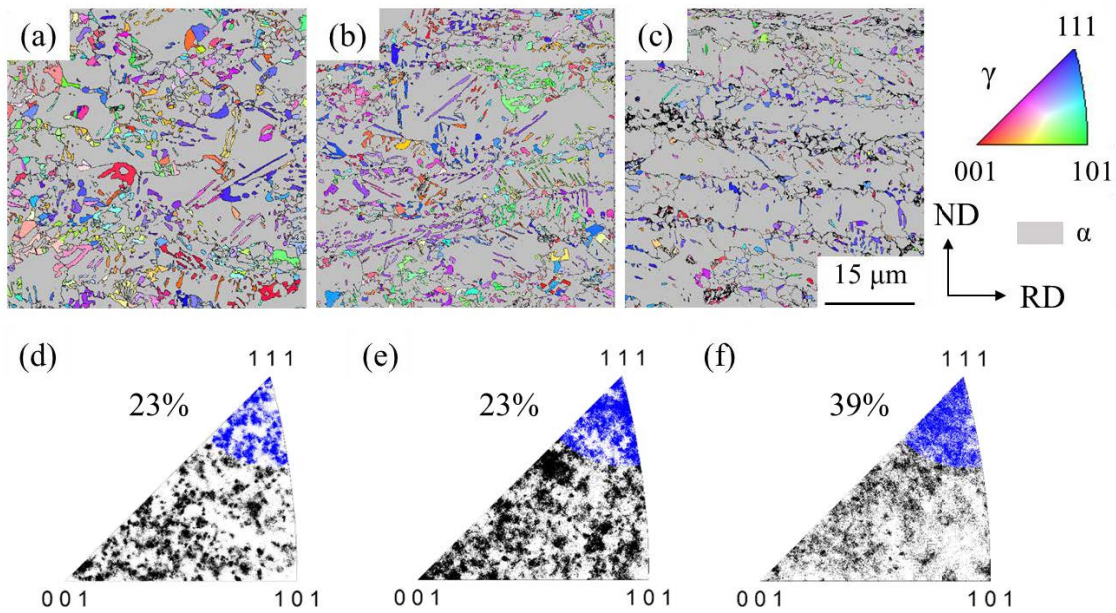


Fig. 3-6 Orientation maps of retained austenite phase under (a) 1% strain, (b) 3% strain and (c) 10% strain at 293 K. Their inverse pole figures are shown in (d)-(f), respectively. The orientations near the $\langle 111 \rangle$ zone normal (tolerance angle of 15°) are highlighted with the ratio.

3.3.3. 試験前後のひずみ分布状態の変化

Fig. 3-7 に **Fig. 3-3** と同領域の 293 K および 193 K における各引張ひずみの ϵ_{xx} ひずみ分布を示す。DIC 解析では、変形前後での特徴点を追跡することによりひずみを算出しているが、**Fig. 3-2** に示すような変形前に存在しないコントラストが現れると解析が困難となる。そこで、8%ひずみ付与材および 12%ひずみ付与材については、それぞれ 4%ひずみ付与材および 8%ひずみ付与材の SEM 像を参照画像とすることで解析を行った。つまり、いずれのひずみ分布においても巨視的に付与されたひずみは 4%であり、カラーバーは巨視ひずみの 2 倍である 8%を最大とし、最小値を 0%としている。また各図中に平均ひずみとヒストグラムより算出した標準偏差の値も併せて示す。293 K では、4%ひずみを付与した段階で、ひずみがほぼゼロの領域と巨視ひずみの 2 倍以上のひずみが発生している領域が観察できる。これらの高ひずみ領域と低ひずみ領域は最大せん断応力方向である 45 度の方向に連続して分布する傾向にある。フェライト単相鋼においても同様の傾向があることが報告されており¹¹⁾、本特徴は組織によらない金属材料の変形における基本的な性質であると示唆される。293 K の 8%ひずみ付与材および 12%ひずみ付与材においても 4%ひずみ付与材と同様のひずみ分布を呈しており、変形初期に優先的に変形した領域が、変形の進行に伴いより多くのひずみを担うことを意味している。一方、

193 K の 4%ひずみ付与材では、293 K と比較して 4%程度の平均ひずみの領域が多く観察された。また 8%ひずみ付与材および 12%ひずみ付与材では、4%ひずみ付与材では存在していなかった高ひずみ領域および低ひずみ領域が発生しており、引張ひずみの付与によりそのひずみ分布状態が変化していた。

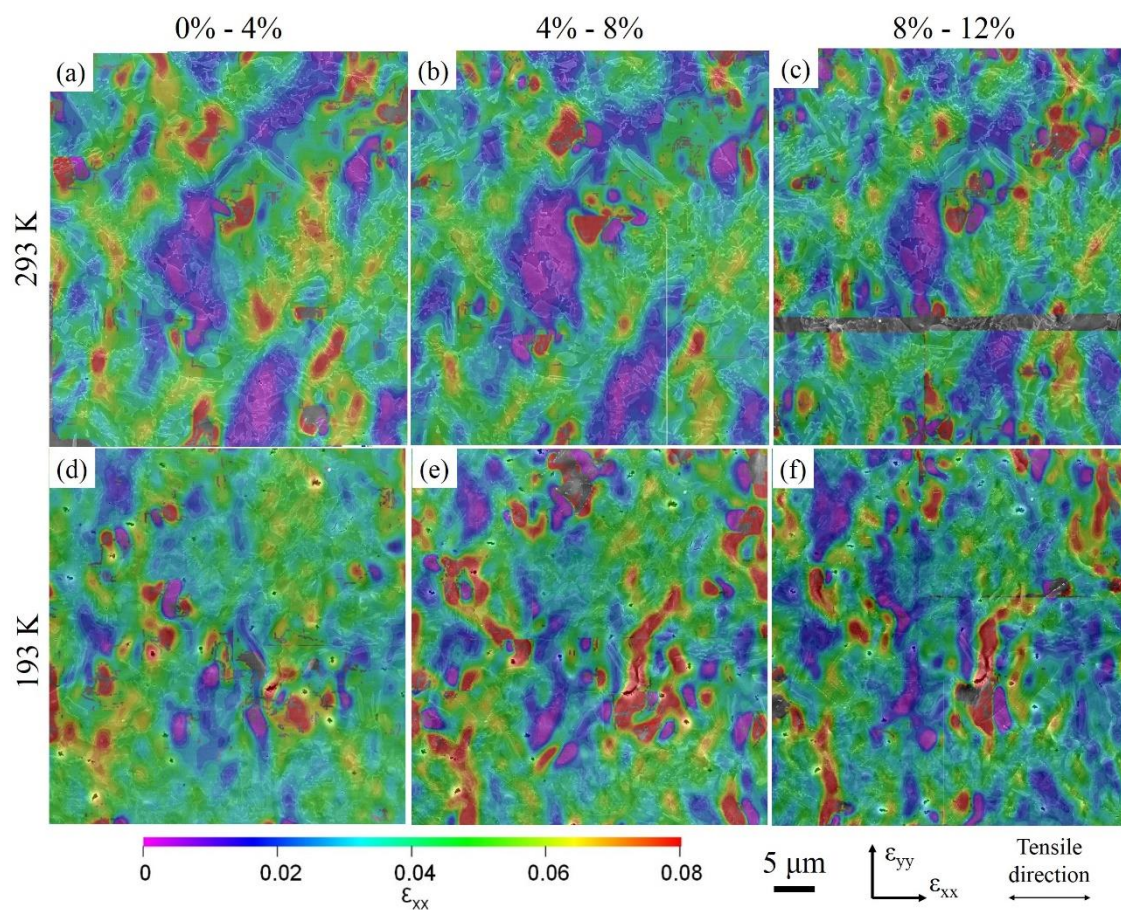


Fig. 3-7 Strain distribution maps (ϵ_{xx}) obtained by DIC analysis after (a) 0 to 4% strain, (b) 4 to 8 % strain and (c) 8 to 12 % strain at 293 K. (d) 0 to 4 % strain, (e) 4 to 8 % strain and (f) 8 to 12 % strain at 193 K.

3.4. 考察

3.4.1. ひずみ分布状態におよぼす試験温度の影響

Fig. 3-8 に DIC 解析より得られたひずみと標準偏差の関係を示す。標準偏差はヒストグラムの広がりに対応しており、ひずみの分布状態を示す一つの指標であると言える。すなわち、標準偏差が大きいほど、高ひずみ領域と低ひずみ領域のひずみ差が大きく、より不均一なひずみ分布状態であることを意味している。Fig. 3-8 より、ひずみと標準偏差の間には試験温度によらず比例関係が存在していると示唆される。この具体的なメカニズムの詳細は明らかではないが、他の金属材料においても同様の傾向は観察されている。しかし、193 K の 4%引張材は、他の条件と比較して標準偏差が低いことから、ひずみが比較的均一に分布していることが見て取れる。他の試験条件と 4%ひずみ付与材の大きな違いは、残留オーステナイトの減少量であり、193 K では 4%のひずみ付与までに 10%以上の残留オーステナイトがマルテンサイトへと加工誘起変態しており、さらにこれは組織中で均一に生じるため、加工誘起変態に伴う体積膨張がひずみを担うことにより、ひずみ分布の均一化をもたらした可能性が考えられる。

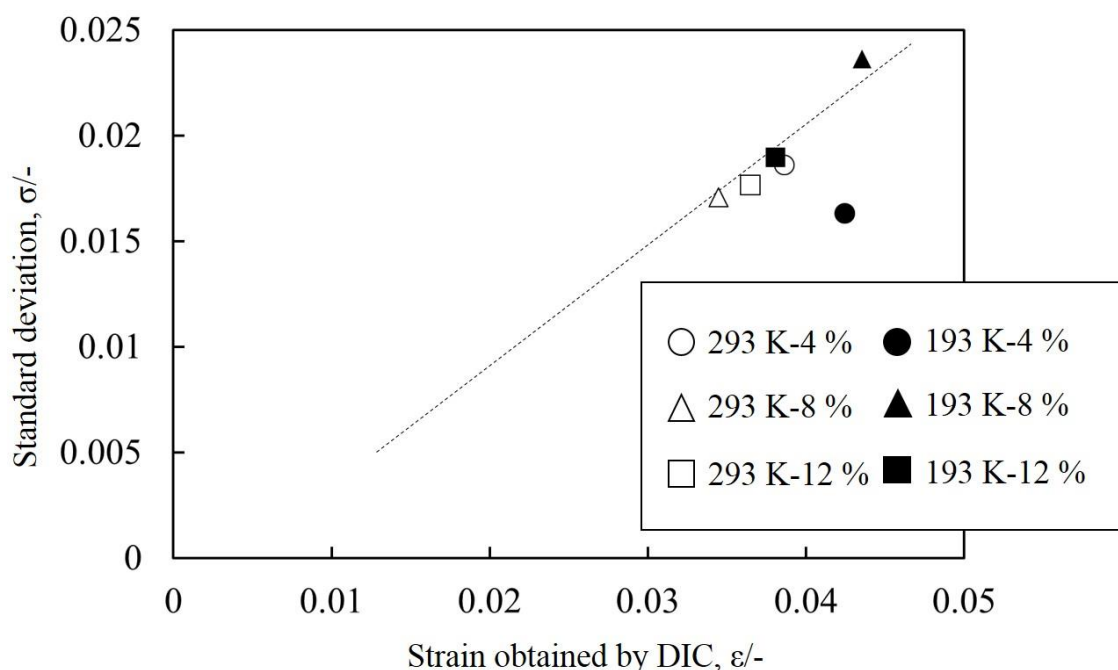


Fig. 3-8 The relation of standard deviation and strain obtained by DIC analysis.

3.4.2. 残留オーステナイトの相安定性におよぼすひずみ分布状態の影響

Fig. 3-9 に 0~2 %、2~4 %、4~6 %、6 % < の 4 階級のひずみ分布と同領域の相マップを示す。ひずみ分布から各ひずみ領域をトレースし、相マップ上に重ね合わせることで各ひずみ領域の残留オーステナイト量を算出した。各ひずみ領域は、4%ひずみ付与時のひずみ分布状態を用いて定義した。Fig. 3-10 に 293 K および 193 K における引張ひずみと各ひずみ領域の残留オーステナイト量を、Fig. 3-11 に 293 K および 193 K における各ひずみ領域の残留オーステナイトが視野全体の残留オーステナイト量に占める割合をそれぞれ示す。Fig. 3-10 より、変形前 (0 %) における高ひずみ域 (6 % <) 中に存在する残留オーステナイト量は極めて少ないことがわかる。この結果は、高ひずみ領域が残留オーステナイトの存在しない領域で形成する傾向にあることを示唆しており、 α 相に対して γ 相が比較的硬質であるために、残留オーステナイトが存在しない領域で優先的に変形が進行したと考えることが出来る。各試験温度における各ひずみ領域が占める残留オーステナイトの割合 (Fig. 3-11) から、4%以下の低ひずみ領域における残留オーステナイトの割合が引張ひずみの付与に伴い、増加していることが見受けられる。つまり、高ひずみ領域で優先的に残留オーステナイトがマルテンサイトへと変態する傾向にあると考えられる。これは、サイズや炭素濃度などの安定性に及ぼす因子が同程度の残留オーステナイトであっても周辺の母相の変形状態によってはその加工誘起マルテンサイトの生じ易さが異なることを示唆している。高ひずみ領域において優先的に加工誘起変態が生じる理由として、加工誘起変態がひずみにより誘起されている可能性と高ひずみ領域において母相フェライトが活発にすべり変形を生じているため、母相フェライトと残留オーステナイトの界面で応力集中が生じ、その応力を駆動力として加工誘起変態が誘起されている可能性が考えられるが、いずれが主要な役割を担うかは不明瞭である。

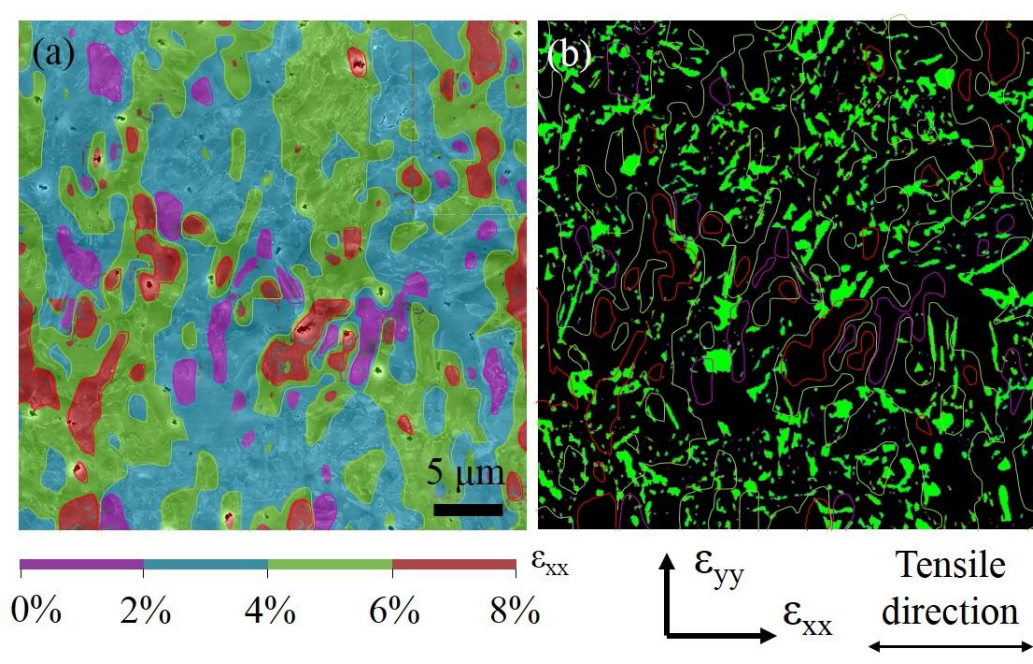


Fig. 3-9 (a)The strain distribution maps separated into 4 class and (b) the EBSD phase map of γ phase in same region of (a).

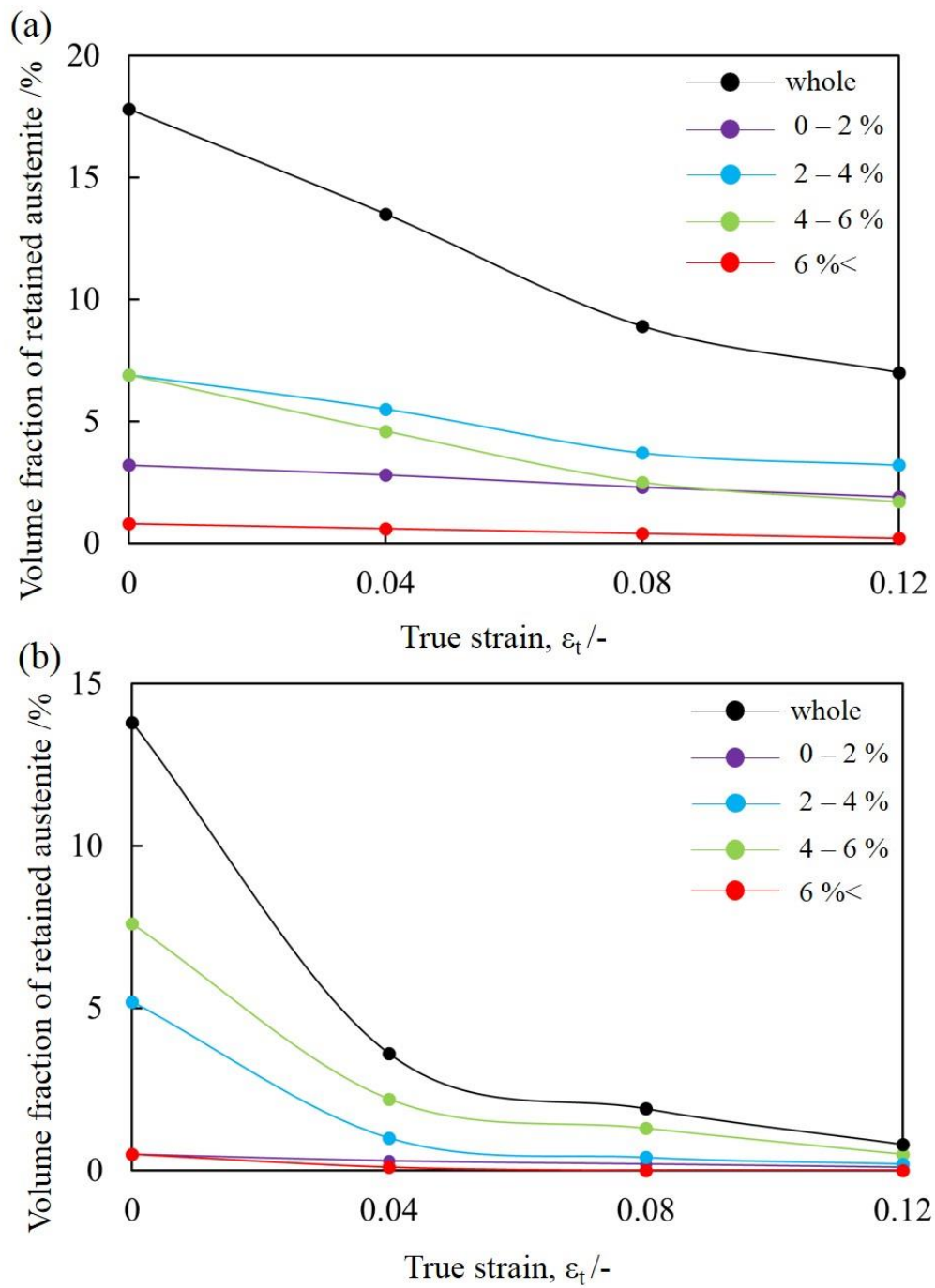


Fig. 3-10 Volume fraction of retained austenite in each 4 class strain region as a function of true strain at (a) 293 K and (b) 193 K.

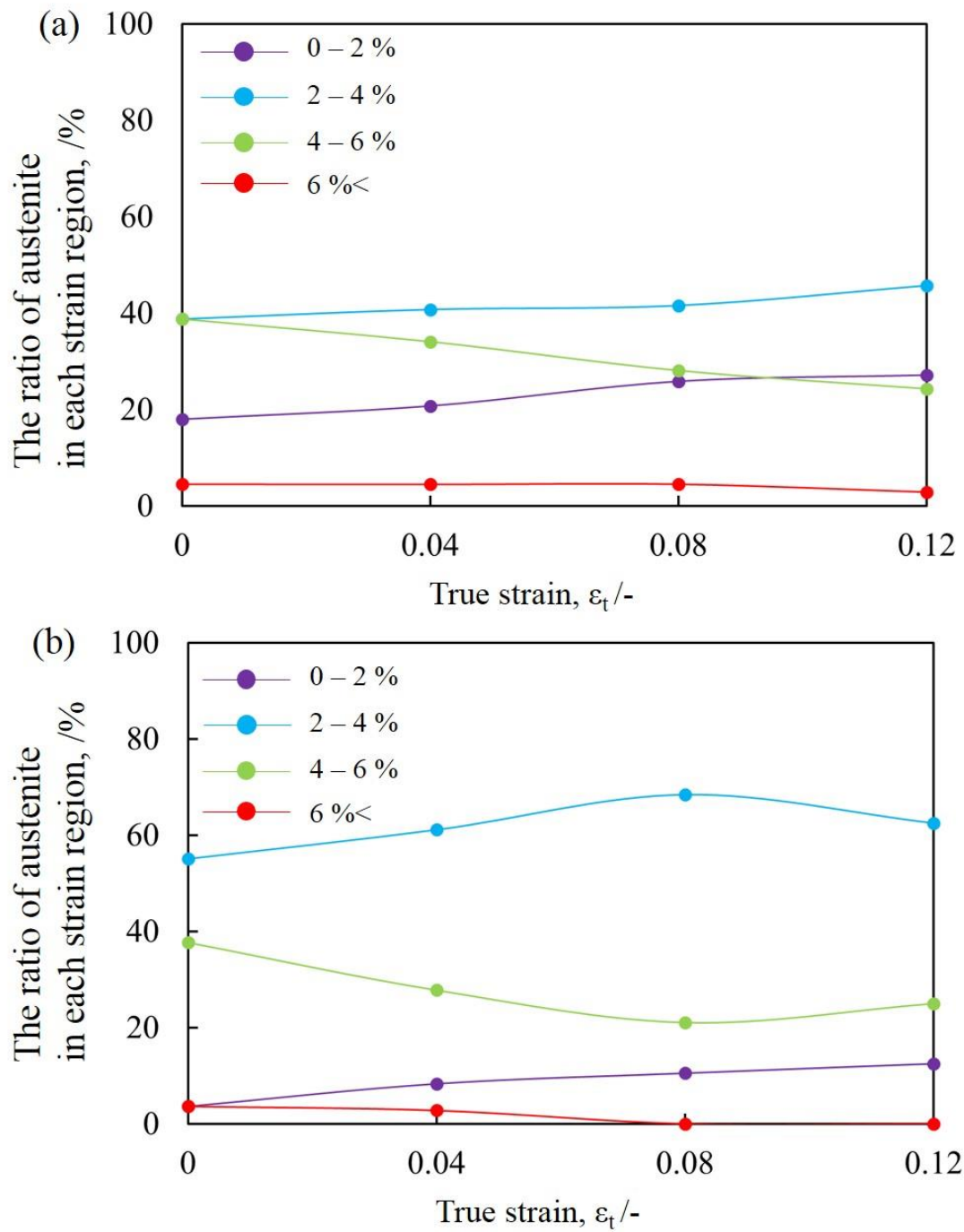


Fig. 3-11 Volume ratio of austenite in each 4 class strain region as a function of true strain at (a) 293 K and (b) 193 K.

3.4.3. 残留オーステナイトの相安定性に及ぼす結晶方位の影響

3.3.2.項にて 193 K~293K の試験温度において 11%ひずみ付与後、引張軸に対し<111>が平行な残留オーステナイトが多く残存することを述べた。残留オーステナイトの相安定性に結晶方位が影響する可能性があることは、その場引張中性子回折法⁶⁾や高出力 X 線回折を用いたその場引張試験⁷⁾において指摘されているが、その理由については明確でない。本項では、残留オーステナイトの相安定性に及ぼす結晶方位の影響について検討する。

Fig. 3-12 に各試験温度における引張軸に対し<100>, <110>, <111>である残留オーステナイトの割合をまとめたものを示す。なお、各方位から 15 度以内の残留オーステナイト量を全体の残留オーステナイト量で除すことで算出している。193 K~293 K では、<111>オーステナイトの 5%ひずみ付与までは割合はほとんど変化していない。その後 11%ひずみ付与後、明らかに<111>オーステナイトの割合が増加しており、その値は 40%程度であった。その後、破断後の均一変形領域においても 40%程度の割合を維持していた。一方、<100>オーステナイトおよび<110>オーステナイトの割合は変形前後でほとんど変化していなかった。77 K ではいずれの方位も変形前後で値は変化していなかった。同様の傾向は、中性子回折による結晶方位解析でも得られた。**Fig. 3-13** に中性子回折により得られた γ 相の結晶方位解析の結果を示す。中性子回折では、Low- γ 材、High- γ 材ともに引張試験前において RD 方向に平行な<100>および<111>を示すオーステナイトの割合が高かった。引張ひずみの付与に伴い、<100>を有するオーステナイトの割合は減少し、<111>を有するオーステナイトの割合は EBSD 測定と同様に増加していた。このような引張軸に対して<111>が平行なオーステナイトが多く残存する傾向は、その場引張中性子回折試験⁶⁾や高出力 X 線を用いたその場観察試験⁷⁾による報告とも一致していた。

293 K における繰返し中断試験における試験片表面の同視野を変形前から 4%, 8%, 12%ひずみまでそれぞれ観察し、各方位から 15 度以内の方位を有する残留オーステナイト量をまとめたものを **Fig. 3-14** に示す。このとき、各引張ひずみにおいて変形前に各結晶方位を有する残留オーステナイトのみを選択し、選択したオーステナイトの方位変化を追っている。つまり、方位回転により増加した残留オーステナイトは含まれていない。これにより、方位回転の影響を除外した初期の残留オーステナイトの結晶方位が安定性に与える影響を明確化できると考えられる。**Fig. 3-14** より、引張変形に伴い、<100>および<110>オーステナイトの割合は減少するのに対し、<111>オーステナイトの割合は **Fig. 3-12** と比較して顕著ではないが、わずかながら増加していた。つまり、<111>を有する残留オーステナイトは他の結晶方位と比較しても安定であることを示唆している。また **Fig. 3-12** で<111>オーステナイトの割合が顕著

に増加したのは、方位回転による<111>オーステナイトの増加によると考えるのが妥当である。引張軸に対し<111>を有する残留オーステナイトが変形に対し安定である理由として、引張軸に対し<111>が平行なオーステナイトは塑性変形し難いことと結晶回転により引張軸に対し<111>が平行なオーステナイトが増加したことに起因すると考えられる。

また母相の変形挙動を検討するために **Fig. 3-15** に引張軸に対し<100>, <110>, <111>が平行な α 母相の引張変形に伴う割合の変化をまとめたものを示す。割合は **Fig. 3-12** と同様に各方位から 15 度以内の方位を有する α 母相を α 母相全体で除することで算出した。193 K~293 K の温度範囲において、変形に伴い引張軸に対し<110>が平行な α 相の割合が増加しており、破断後では 4 割以上の α 相が<110>を有していた。一方、<100>および<111>の割合は変形前後でほとんど変化していない。77 K では、いずれの方位も変形前後での明確な割合の変化は見られなかった。ここで、変形前において残留オーステナイトは母相フェライトと Kurdjumov-Sachs の関係¹¹⁾を有している。個々の残留オーステナイトの変態挙動および詳細な結晶方位関係の解析は第 4 章 4.3.1.項にて述べる。変形後においても残存していた残留オーステナイトは母相フェライトと K-S 関係を維持していた。これは残留オーステナイトとフェライト母相が協調的に変形していることを示唆しており、 α 相と γ 相の協調的な変形により結晶回転することで引張軸に対し<111>が平行なオーステナイトの割合が増加したと考えられる。

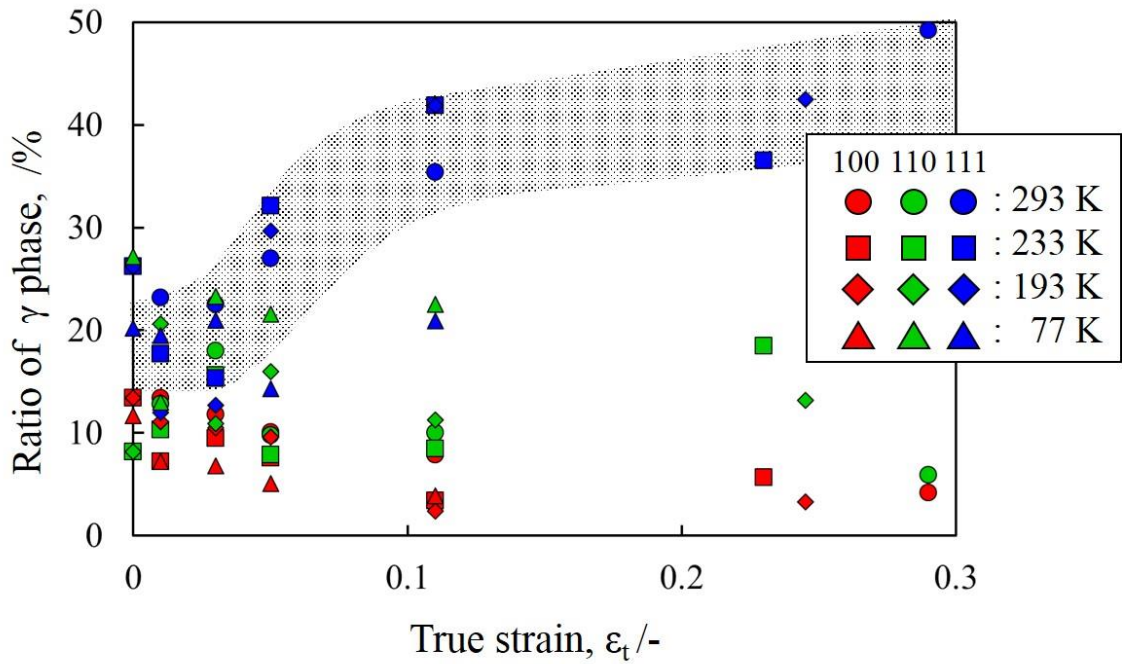


Fig. 3-12 Volume ratio of retained austenite near the zone normal to <100>, <110> and <111> with a tolerance angle of 15° . Shaded area highlights the increase of relative ratio with <111> austenite.

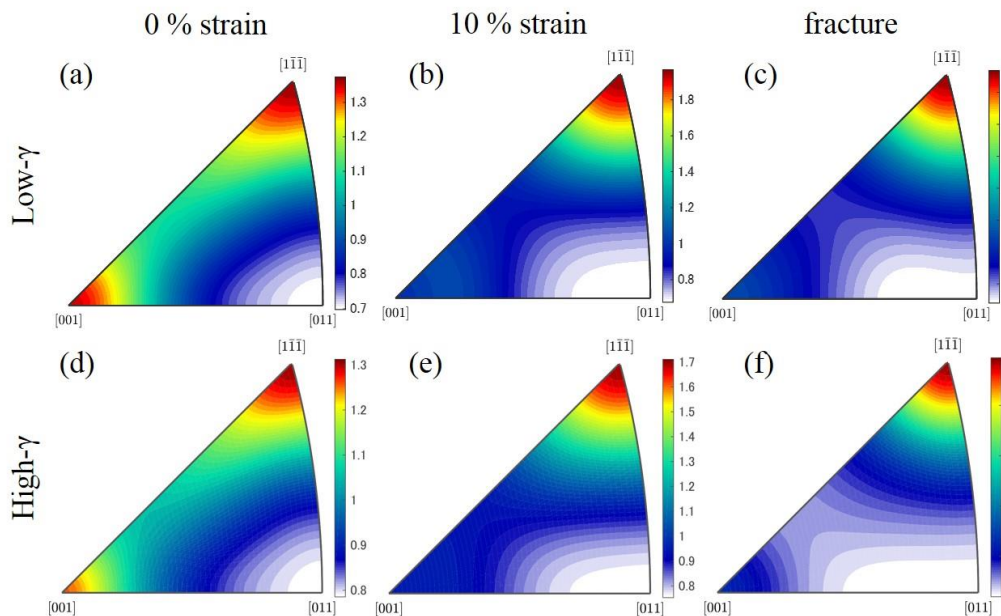


Fig. 3-13 Orientation of retained austenite in Low- γ (a)-(c) and High- γ (d)-(f) normal to RD obtained by neutron diffraction measurements under tension at 293 K: (a), (d) 0% strain, (b), (e) 10% strain, (c) 27% strain (fracture) and (f) 29% strain (fracture).

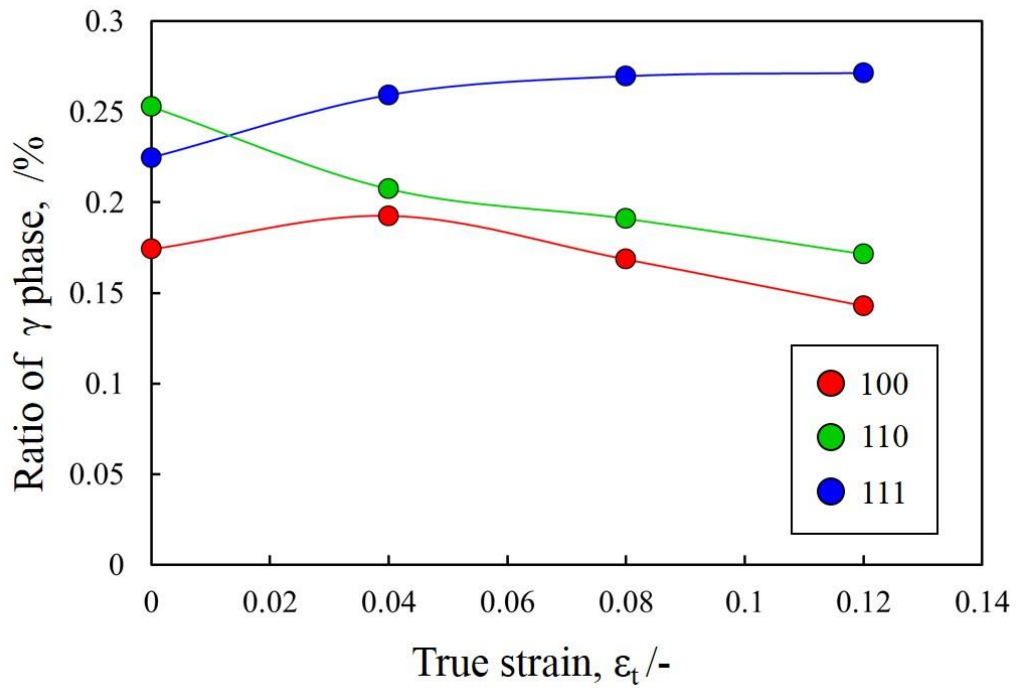


Fig. 3-14 Volume ratio of retained austenite near the zone normal to $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ and $\langle 111 \rangle$ with a tolerance angle of 15° on the specimen surface without crystal rotation at 293 K.

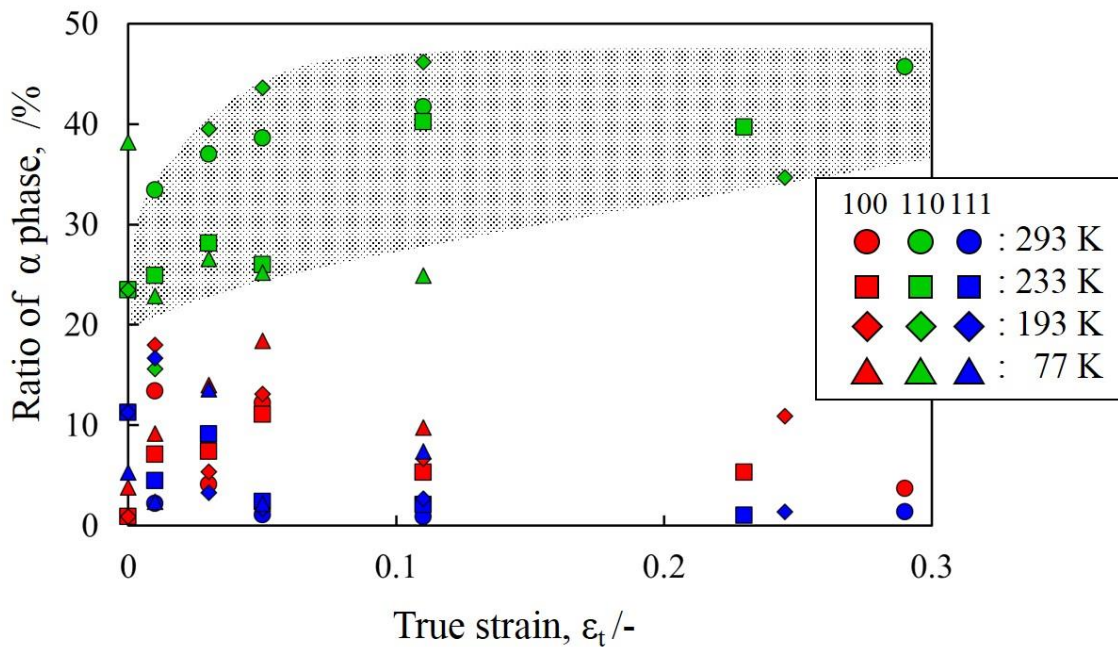


Fig. 3-15 Volume ratio of ferrite near the zone normal to $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ and $\langle 111 \rangle$ with a tolerance angle of 15° . Shaded area highlights the increase of relative ratio of $\langle 110 \rangle$ ferrite.

3.5. 小括

本章では、残留オーステナイトの相安定性に影響する因子として結晶方位およびひずみ分布状態について検討し、以下の結果を得た。

- (1) EBSD 法により得られた引張・中断試験前後の相マップから、比較的硬質相であると考えられるベイナイト領域近傍に存在する残留オーステナイトが早期に変態することが示唆された。
- (2) 引張・中断試験前後の結晶方位解析から 193 K ~ 293 K の温度範囲において引張軸に対し、 $\langle 111 \rangle$ が平行な残留オーステナイトが変形に対し安定であった。これは引張軸に対し $\langle 111 \rangle$ が平行な残留オーステナイトは塑性変形し難いためであると示唆される。そのため、残留オーステナイトの塑性変形の難易も安定性に影響すると考えられる。
- (3) 引張・中断試験前後の母相 α 相の結晶方位変化を調査した結果、 α 相は引張軸に対し、 $\langle 110 \rangle$ が平行な粒の割合が変形に伴い増加していた。変形前に母相 α 相と残留オーステナイトは K-S 関係を有していた。変形後では $\langle 110 \rangle \alpha$ 近傍には $\langle 111 \rangle \gamma$ が多く残存していたことから母相 α 相の変形に伴い、協調的に残留オーステナイト相も $\langle 111 \rangle$ へ結晶回転を生じたことが示唆される。このような残留オーステナイトは結晶回転による応力緩和と塑性変形し難く安定である $\langle 111 \rangle$ へ回転したことから、他の方位の残留オーステナイトより安定であったと考えられる。そのため、塑性変形の難易だけでなく、結晶回転の影響も考慮する必要がある。
- (4) 77 K における引張・中断試験前後の結晶方位解析の結果から、残留オーステナイトは方位によらず 3% 程度のひずみでほとんど変態していた。
- (5) 193 K の 4% 引張変形により形成するひずみ分布は他の条件と比較しても均一にひずみが分布していた。193 K において 4% 引張変形までに 10% 以上の残留オーステナイトが加工誘起マルテンサイトに変態することを考慮すると、マルテンサイト変態に伴う体積膨張が変形を担うことでひずみ分布が均一化したと考えられる。
- (6) 4% 引張ひずみ以下の領域の残留オーステナイトの割合が引張変形に伴い増加したことから、残留オーステナイトは高ひずみ領域において優先的に加工誘起マルテンサイト変態を生じることが示唆された。

これらの結果から、残留オーステナイトの相安定性には、従来から指摘されている試験温度やひずみ速度、残留オーステナイト中の炭素濃度、存在位置・形態やサイズ以外にも塑性変形の難易、結晶方位およびひずみ分布状態も影響することが確認された。残留オーステナイトの相安定性はこれら因子から一意的に決定することはできず、個々の因子がそれぞれ影響している。そのため、今後はこれら因子を複合的に解析することで、残留オーステナイトの変形における役割をより明確化できると期待される。

参考文献

- 1) 杉本公一, 小林光征, 橋本俊一: 日本金属学会誌, 54(1990), 657-663
- 2) 土田紀之, 荒木俊幸, 山口祐子, 深浦健三: 鉄と鋼, 98(2012), 558-566
- 3) 伊丹淳, 高橋学, 潮田浩作: 鉄と鋼, 81(1995), 673-678
- 4) G.K. Tirumalasetty, M.A. van huis, C. Kwakernaak, J. Sietsma, W.G. Sloof, H.W. Zandbergen: *Acta Mater*, 60(2012), 1311-1321
- 5) . Matsuda, H. Noro, Y. Nagataki, Y. Hosoya: *Sci. Forum*, (2010), 638-642
- 6) 成井章記, 陳世昌, 友田陽, 神山崇: 日本機械学会論文集 A, 75(2009), 501-506
- 7) R. Blondé, E. Jimenez-Melero, L. Zhao, J. P. Wright, E. Brück, S. van der Zwaag, N. H. van Dijk: *Acta Mater.*, 60(2012), 565-577
- 8) Y. Onuki, A. Hoshikawa, S. Sato, P. Xu, T. Ishigaki, Y. Saito, H. Todoroki, M. Hayashi: *J. Appl. Cryst.*, 49(2016), 1579-1584
- 9) 鈴木清一: 顕微鏡, 39(2004), 121-124
- 10) E.P. Kwon, S. Fujieda, K. Shinoda, S. Suzuki: *Mater. Sci. Eng. A*, 528(2011) 5007-5017.
- 11) 田畑亮, 鶴園弘明, 定松直, 足立吉隆: 熱処理, 55(2015), 368-377

第4章 個々の残留オーステナイトの加工誘起マルテンサイト変態挙動

4.1. はじめに

鉄鋼材料は、合金設計と熱処理による組織制御によって多彩な組織を形成することができ、それにより、多種多様な特性を引き出すことが可能となる¹⁾。そのため、鉄鋼材料を完全な単相で用いることは少なく、実用鋼では第2相を積極的に活用した複合組織鋼として利用する²⁾。近年、自動車用薄鋼板の高強度化への要求から、Dual Phase 鋼(フェライト+マルテンサイト鋼)や低合金 TRIP 鋼(フェライト+残留オーステナイトおよびベイナイト)などが開発されている^{2),3)}。特に低合金 TRIP 鋼は残留オーステナイトの変態誘起塑性(Transformation induced plasticity: TRIP)による伸び改善効果を活用することで、優れた強度-延性バランスを発現する鋼板である⁴⁾⁻⁶⁾。TRIP 効果には、母相フェライトの変形を緩和するように生じる加工誘起マルテンサイト変態が重要な役割を果たすことが指摘されており⁷⁾、その変態挙動を理解することは非常に重要である。しかしながら、低合金 TRIP 鋼中の個々の残留オーステナイトの加工誘起変態挙動に着目した例は未だ少ない。

また一般的な鉄合金におけるマルテンサイトは、面心立方(FCC)構造を有する母相オーステナイトから、体心立方(BCC)構造もしくは体心正方(BCT)構造を有するマルテンサイトが生成し、このとき母相オーステナイトとマルテンサイトの間には、ある特定の結晶方位関係が存在しており、Kurdjumov-Sachs(K-S)関係($(111)\gamma//\langle 011\rangle\alpha'$, $[-101]\gamma//[-1-11]\alpha'$)の場合⁸⁾、24通りのバリエーションが存在する⁹⁾。しかし、応力やひずみに加わることで生じる加工誘起マルテンサイトでは、強いバリエーション規制が働き、応力またはひずみを緩和するバリエーションが優先されることが指摘されている¹⁰⁾。

本章では、母相フェライトもしくはベイナイト中に K-S 関係をもって逆変態により生じた残留オーステナイトを有する低合金 TRIP 鋼を用いて、引張変形に伴う個々の残留オーステナイトの加工誘起マルテンサイト変態挙動とその結晶学的特徴について検討した。

4.2. 実験方法

4.2.1. 供試鋼および引張・中断試験条件

供試鋼は 2.2.1.項で述べた High- γ 材を用いた。引張・中断試験は 2.2.2.項で述べた 77 K~293K の 4 種類の試験温度で実施した。中断試験における付与ひずみ量は 1, 3, 5, 11%の各塑性ひずみまで引張ひずみを付与した後、試験を中断した。また 3.2.2.項で述べた同視野を観察するために実施した繰返し除荷試験も実施した。ひずみ 0%から 4%ずつ 12%までの塑性ひずみを繰返し付与するものを 193 K および 293 K の試験温度でそれぞれ実施した。

4.2.2. 組織観察および結晶方位解析

組織観察および結晶方位解析は 2.2.3.項および 3.2.3.項で述べたものと同様の条件で実施した。結晶方位解析には電子線後方散乱回折(Electro back scattered diffraction: EBSD)を用いた。引張試験および中断試験後の試験片均一変形領域を切り出し、表面を 0.5 mm~1 mm 程度機械研磨後、電解研磨(2.2.3.項 Table 2-3 参照)により表面を鏡面に仕上げたものを試験片として用いた。引張・中断試験後の試験片の試料横方向 (Transverse Direction: TD)から測定を行い、TSL 社製の OIM(Orientation Image Microscope)システムで解析した。繰返し除荷試験では試験片の試料法線方向(Normal Direction: ND)から各ひずみにおいて同視野の領域を測定した。ステップサイズは 0.05 μm 、解析には Confidence Index(CI)値が 0.05 以上のデータを用いた。

4.2.3. バリエーションの解析方法

本研究では、EBSD 法により得られた逆変態オーステナイトとマルテンサイトの結晶方位情報を元に、極点図法⁹⁾によりマルテンサイトのバリエーション番号を決定した。

マルテンサイトとオーステナイト母相は K-S 関係を保持するとき、24 通りのマルテンサイトバリエーションが存在する。この 24 通りのバリエーション(V1~V24)におけるオーステナイト/マルテンサイト間の共通最密面および共通最密方向の関係をまとめたもの⁹⁾を Table 4-1 に示す。V1~V6, V7~V12, V13~V18, V19~V24 は、(111) γ , (1-11) γ , (-111) γ , (-1-11) γ をそれぞれ最密面として共有する同一パケット(Packet 1, 2, 3, 4)となる。この Table 4-1 と対応するように 24 種類の K-S バリエーションの(001) α' 極点図をオーステナイトの(001) γ 標準ステレオ投影図上に重ねた結果を Fig. 4-1 に示す⁹⁾。この(001) α' 極点図と、観察されたマルテンサイトの(001) α' 極点図を比較することでバリエーションを決定した。

加工誘起マルテンサイトのバリエーション規制は以下の 2 種類の規制について調査した。

(1) すべり面によるバリエント規制¹¹⁾

Miyamoto らは、オースフォームを施したオーステナイト粒内でマルテンサイト変態が生じる場合、(1)その最密面がオーステナイトの主あるいは共役すべり面と平行であり、(2)成長方向(最密方向)が主および共役すべり面上の共通最密方向と一致するバリエントが優先的に生成することを報告している (Fig. 4-2)。そこで各バリエントの Schmid 因子を計算し、選択したバリエントの Schmid 因子の大小を調べることで、このすべり面によるバリエント規制が働いているかを検討した。

(2) 機械的駆動力によるバリエント規制¹²⁾

加工誘起マルテンサイト変態を起こすためには、化学的駆動力の不足を補うだけの機械的駆動力を必要とする。引張応力(σ_0)を付与したときのマルテンサイト変態に対する機械的駆動力は、Patel と Cohen により提唱されている以下の式で表される。

$$U = \frac{1}{2} \sigma_0 \{ \gamma_0 \sin 2\theta_0 + \varepsilon_0 (1 + \cos \theta_0) \} \quad (3.1)$$

ここで、 γ_0 はマルテンサイト変態時の晶癖面上の変態せん断ひずみ、 ε_0 は晶癖面法線方向の変態垂直ひずみ、 θ_0 は応力軸と晶癖面法線方向のなす角度である (Fig. 4-3)。マルテンサイト変態により生じる変態ひずみはバリエントごとに異方性があるため、機械的駆動力 U もバリエントごとに異なる。 U が大きいほど、応力負荷時に生成しやすく、かつ引張ひずみを緩和できるバリエントであるといえる。しかしながら、変態時の応力を求めることは困難であるため、応力 σ_0 で引張った際の単位応力あたりの機械的駆動力(U/σ_0)として算出した。

Table 4-1 Twenty-four variants in K-S relationship.

Variant	Plane parallel	Direction parallel	Rotation from Variant 1	
No.		$[\gamma] // [\alpha']$	Axis (indexed by martensite)	Angle [deg.]
V1	(111) γ //(011) α'	$[-1\ 0\ 1] // [-1\ -1\ 1]$	—	—
V2		$[-1\ 0\ 1] // [-1\ 1\ -1]$	$[0.5774\ -0.5774\ 0.5774]$	60.00
V3		$[0\ 1\ -1] // [-1\ -1\ 1]$	$[0.0000\ -0.7071\ -0.7071]$	60.00
V4		$[0\ 1\ -1] // [-1\ 1\ -1]$	$[0.0000\ 0.7071\ 0.7071]$	10.53
V5		$[1\ -1\ 0] // [-1\ -1\ 1]$	$[0.0000\ 0.7071\ 0.7071]$	60.00
V6		$[1\ -1\ 0] // [-1\ 1\ -1]$	$[0.0000\ -0.7071\ -0.7071]$	49.47
V7	(1-11) γ //(011) α'	$[1\ 0\ -1] // [-1\ -1\ 1]$	$[-0.5774\ -0.5774\ 0.5774]$	49.47
V8		$[1\ 0\ -1] // [-1\ 1\ -1]$	$[0.5774\ -0.5774\ 0.5774]$	10.53
V9		$[-1\ -1\ 0] // [-1\ -1\ 1]$	$[0.1862\ 0.7666\ 0.6145]$	50.51
V10		$[-1\ -1\ 0] // [-1\ 1\ -1]$	$[0.4904\ -0.4625\ 0.7387]$	50.51
V11		$[0\ 1\ 1] // [-1\ -1\ 1]$	$[0.3543\ -0.9329\ -0.0650]$	14.88
V12		$[0\ 1\ 1] // [-1\ 1\ -1]$	$[0.3568\ -0.7136\ 0.6029]$	57.21
V13	(-111) γ //(011) α'	$[0\ -1\ 1] // [-1\ -1\ 1]$	$[0.9329\ 0.3543\ 0.0650]$	14.88
V14		$[0\ -1\ 1] // [-1\ 1\ -1]$	$[-0.7387\ 0.4625\ -0.4904]$	50.51
V15		$[-1\ 0\ -1] // [-1\ -1\ 1]$	$[-0.2461\ -0.6278\ -0.7384]$	57.21
V16		$[-1\ 0\ -1] // [-1\ 1\ -1]$	$[0.6589\ 0.6589\ 0.3628]$	20.61
V17		$[1\ 1\ 0] // [-1\ -1\ 1]$	$[-0.6589\ 0.3628\ -0.6589]$	51.73
V18		$[1\ 1\ 0] // [-1\ 1\ -1]$	$[-0.3022\ -0.6255\ -0.7193]$	47.11
V19	(11-1) γ //(011) α'	$[-1\ 1\ 0] // [-1\ -1\ 1]$	$[-0.6145\ 0.1862\ -0.7666]$	50.51
V20		$[-1\ 1\ 0] // [-1\ 1\ -1]$	$[-0.3568\ -0.6029\ -0.7136]$	57.21
V21		$[0\ -1\ -1] // [-1\ -1\ 1]$	$[0.9551\ 0.0000\ -0.2962]$	20.61
V22		$[0\ -1\ -1] // [-1\ 1\ -1]$	$[-0.7193\ 0.3022\ -0.6255]$	47.11
V23		$[1\ 0\ 1] // [-1\ -1\ 1]$	$[-0.7384\ -0.2461\ 0.6278]$	57.21
V24		$[1\ 0\ 1] // [-1\ 1\ -1]$	$[0.9121\ 0.4100\ 0.0000]$	21.06

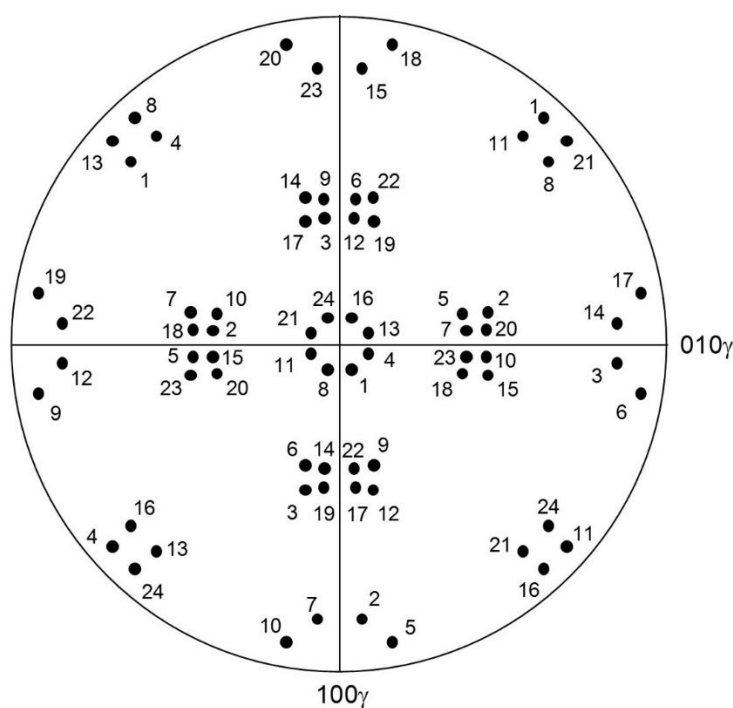


Fig. 4-1 $[001]\alpha'$ standard stereographic projection of one of the K-S variants (V1) on which the $[001]\alpha'$ axes of 23 other variants (V2 to V24) are plotted as solid marks.

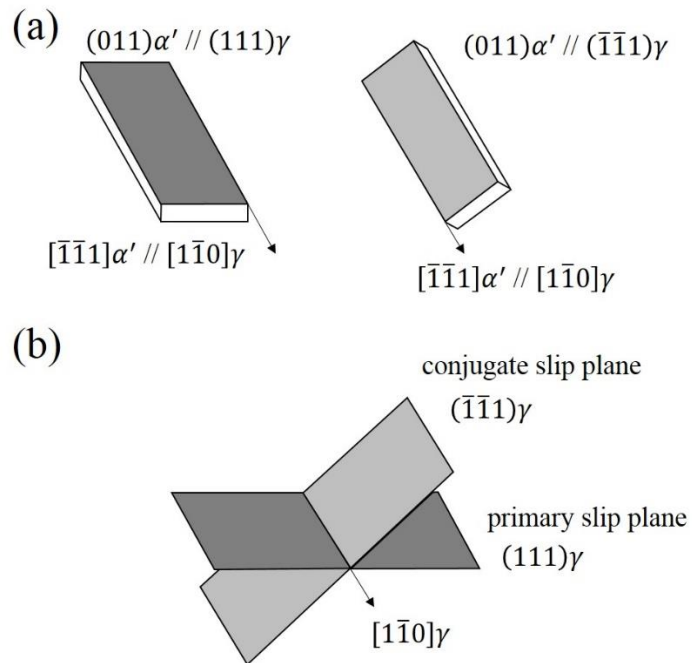


Fig. 4-2 Schematic illustration of martensite lath (a) and variant restriction by both primary and conjugate slip plane.

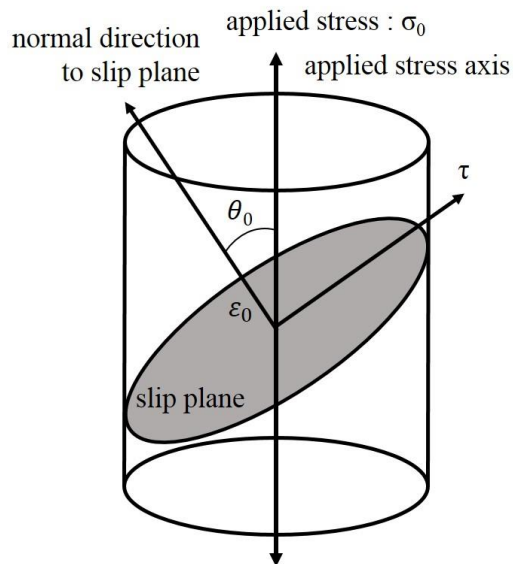


Fig. 4-3 Schematic illustration showing relation between applied stress axis, habit plane and transformation strain. γ_0 is the transformation shear strain along the transformation shear direction on the habit plane, and ϵ_0 is normal component of the transformation strain.

4.3. 実験結果

4.3.1. 初期組織

Fig. 4-4 に High- γ 材の初期組織、 α 相および γ 相の結晶方位解析を実施した一例を示す。結晶方位は試料横方向(Transverse Direction: TD)から取得した。Fig. 4-4(a)より、残留オーステナイトは母相フェライトの粒界・粒内およびベイナイト上に分散しており、その形態は島状(island)、プレート状(plate)および塊状(block)であった。フェライト母相中に存在する残留オーステナイトは様々な方位を有していた。一方、ベイナイト領域内では一つの領域内で残留オーステナイトは一種類の方角のみを有していた。フェライト母相中に存在する残留オーステナイトと母相フェライトの結晶方位関係を調査した結果の一例として、Fig. 4-4(b)の残留オーステナイト(黒四角で囲まれた紫色の残留オーステナイト粒)について解析した結果を Fig. 4-4(c) および Fig. 4-4(d)に示す。Fig. 4-4(c) および Fig. 4-4(d)は $\{111\}\gamma$ と $\{110\}\alpha$ を重ねた極点図および $\langle 110 \rangle\gamma$ および $\langle 111 \rangle\alpha$ を重ねた極点図をそれぞれ表している。図中の $(111)\gamma$ と $(101)\alpha$ および $[-101]\gamma$ と $[-111]\alpha$ がそれぞれ重なり合っていることから、これらの方角が平行であるといえる。同様に Fig. 4-4(b)中の黒矢印で示した他の2つのオーステナイトもそれぞれ K-S 関係を有しており、 $(-1-1-1)\gamma//(-101)\alpha$, $[1-10]\gamma//[-1-11]\alpha$ と $(-1-1-1)\gamma//(-101)\alpha$, $[0-1-1]\gamma//[111]\alpha$ であった。フェライト粒内に存在するいずれの残留オーステナイトもフェライト母相と K-S 関係を有していた。一方、フェライト粒界上に存在する残留オーステナイトおよびベイナイト領域内に存在する残留オーステナイトについて結晶方位関係を調査した結果、フェライト粒内に存在する残留オーステナイトは隣接するいずれかのフェライト母相と K-S 関係を有しており、ベイナイト領域に存在するオーステナイトも同様に母相ベイナイトと残留オーステナイトが K-S 関係を満たしていた。

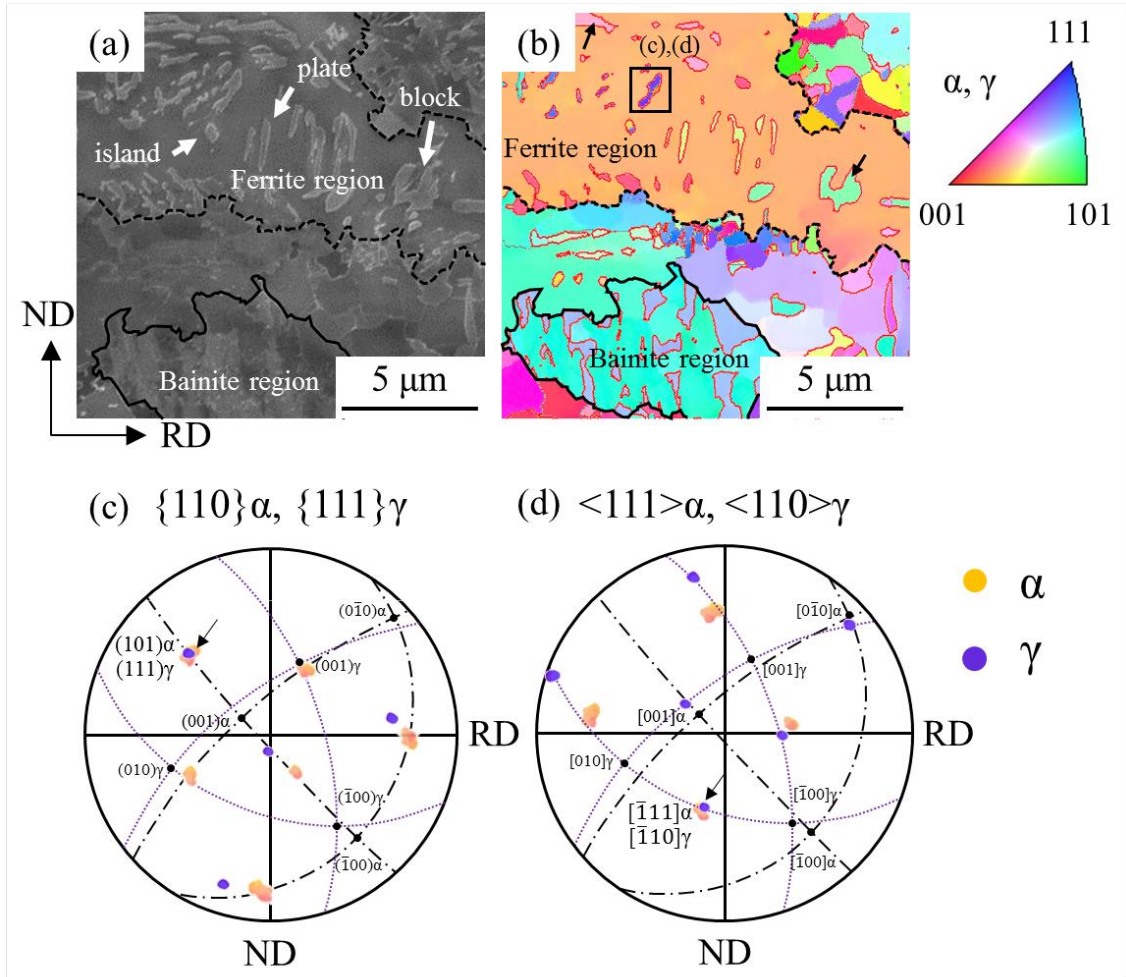


Fig. 4-4 Microstructure of as-received TRIP steel sheet on the TD plane: (a) secondary electron image, (b) IPF orientation map normal to RD, (c) pole figure of $\{011\}\alpha$ and $\{111\}\gamma$, and (d) pole figure of $\langle 011 \rangle\alpha$ and $\langle 110 \rangle\gamma$. The plate-like austenite marked by square in (b) represents the variant of $\{111\}\gamma$ satisfying K-S orientation relationship with $\{110\}\alpha$ of the ferrite matrix in (c) and (d). Arrows in (b) indicate the other two variants.

4.3.2. 中断試験前後の結晶方位

Fig. 4-5 に 77 K における破断後の試験片平行部 TD 面の均一変形領域に対し、結晶方位解析を実施した結果を示す。77 K の破断後では、ほぼ全ての残留オーステナイトは変態していた。**Fig. 4-5(a)** の二次電子像 (Secondary Electron Image: SEI) では、フェライト粒内に多数のコントラストが確認できた。**Fig. 4-5(b)** は **Fig. 4-5(a)** と同一領域の α 相の結晶方位マップであるが、結晶方位マップ (inverse pole figure map: IPF マップ) 上のフェライト粒内にはコントラストを確認することはできない。そのため、このようなコントラストの領域は、加工誘起マルテンサイトであると示唆される。このようなコントラストが存在する領域の局所方位差を調査した結果、ほぼ方位差は存在せず、結晶粒界や亜粒界の形成も観察されなかった (**Fig. 4-5(d)**)。しかし、結晶方位マップ上に IQ (image quality) マップを重ねるとフェライト粒内にコントラストが確認でき、IQ マップのコントラストは SEI のコントラストと良い対応関係を示した (**Fig. 4-5(c)**)。3.3.1. 項でも述べたように IQ 値はディフラクションパターン発生点の結晶性の良し悪しを表す指数であり、値が低いほど暗くなる¹³⁾。この IQ 値の大小とそのデータの信頼性指数である CI 値によって、 α 相であるベイナイトとフェライトを区別できると指摘されている¹⁴⁾。これは、ベイナイトがフェライトと比較して多量の転位を有するために IQ 値が低くなることを利用している。そのため、多量の転位を含んでいるマルテンサイトも同様に IQ 値および CI 値が低くなり暗いコントラストとなると考えられる。したがって、結晶方位マップに IQ マップを重ねることで加工誘起マルテンサイトの存在を識別することができるようになると考えられる。よって、SEI 上および IQ マップ上で確認されたコントラストの領域は加工誘起マルテンサイトであると考えられる。この SEI および IQ マップ上のコントラストが IPF マップ上で観察されなかったことは、加工誘起変態により生成したマルテンサイトが母相フェライトと同じ方位へと変態したことを示している。この現象はある特定のフェライト粒内のみで生じているわけではなく、複数のフェライト粒内で観察された。**Fig. 4-6** に **Fig. 4-5** の視野を含む 77 K におけるより広範囲の IPF マップと IPF マップに IQ マップを重ね合わせたものを示す。図中赤矢印で示すように複数のフェライト粒内で母相フェライトと同一方位を有する加工誘起マルテンサイトの存在が示唆された。またこのようなマルテンサイトはいずれの試験温度でも観察することができた。**Fig. 4-7** に 293 K において 11% 程度の塑性ひずみを付与した中断試験後の TD 面を観察した IPF マップおよび IPF マップに IQ マップを重ね合わせたものを示す。293 K においても複数のフェライト粒内に母相と同一の方位を有する加工誘起マルテンサイトが多数確認された。

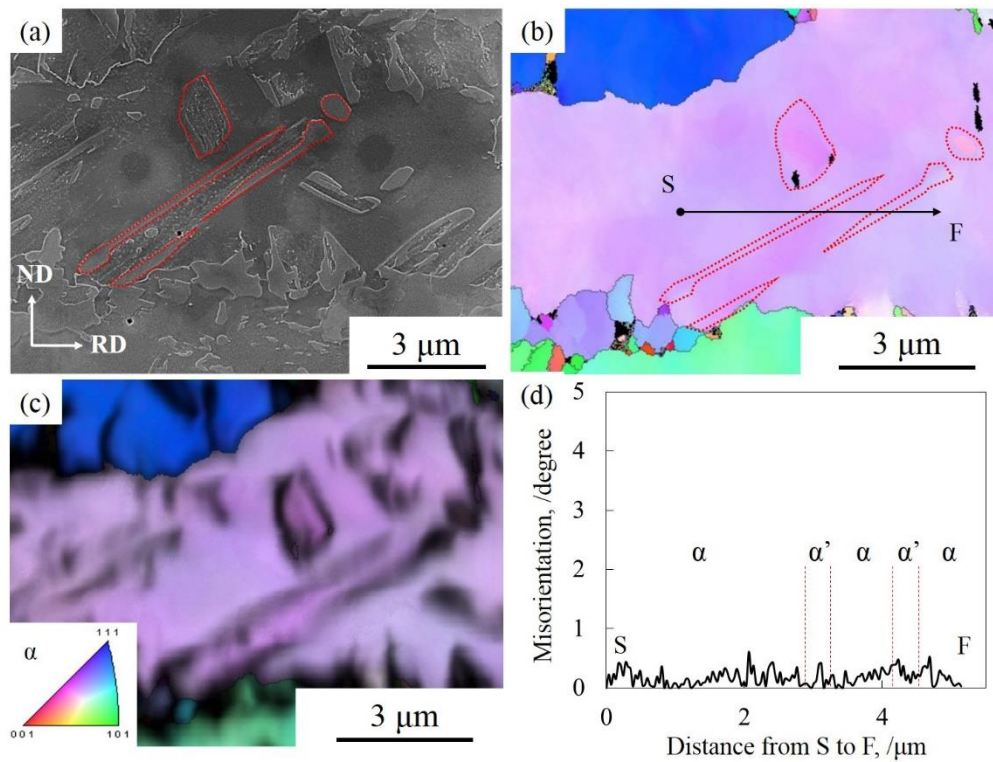


Fig. 4-5 (a) Secondary electron image, (b) inverse pole figure map of α phase in the TD section, (c) inverse pole figure map with image quality map of α phase and (d) line profiles of misorientation along the arrow in (b) after tensile test at 77 K, respectively.

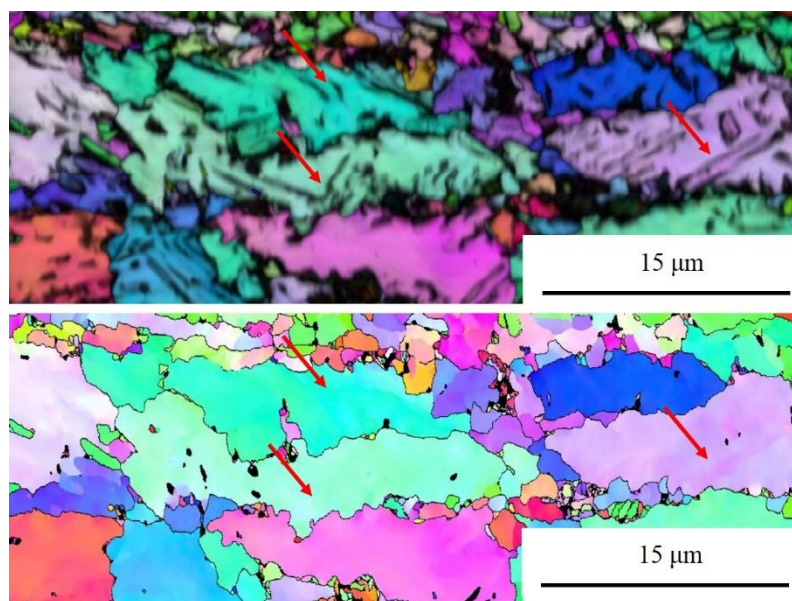


Fig. 4-6 (a) inverse pole figure map of α phase with image quality map and (b) inverse pole figure map of α phase after fractured (11% strain) at 77 K.

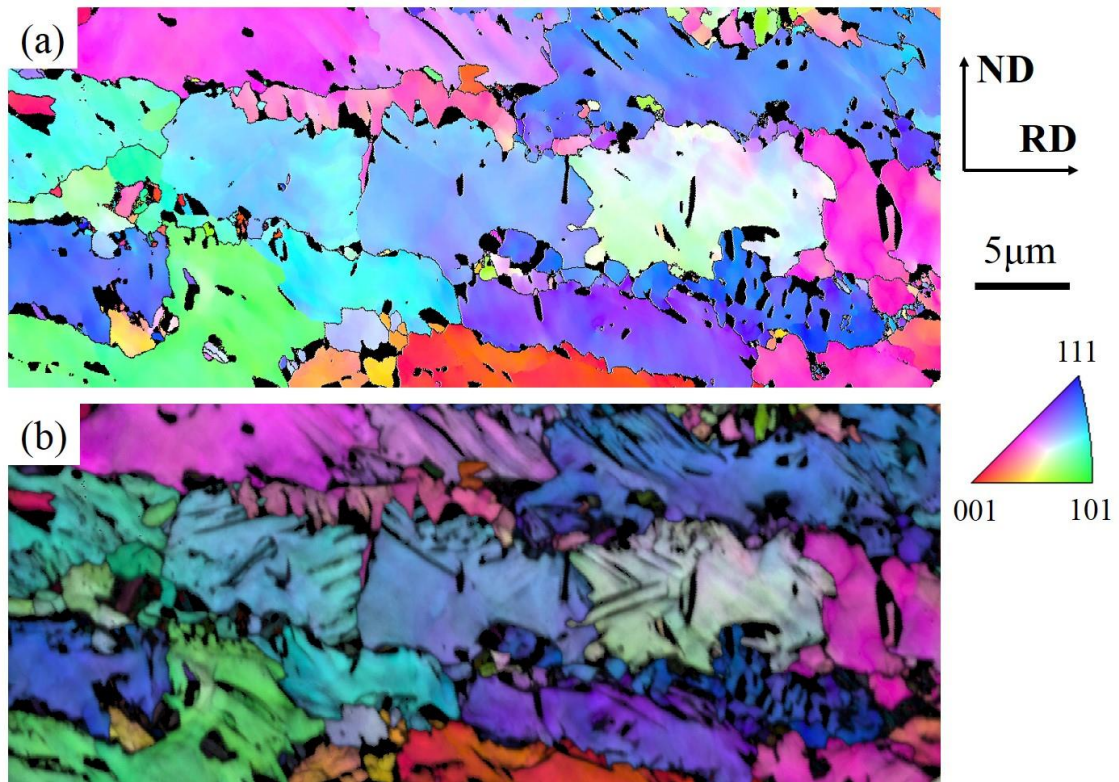


Fig. 4-7 (a) inverse pole figure map and (b) inverse pole figure map with image quality map of α phase after 11 % strain at 293 K.

4.4. 考察

4.4.1. フェライト粒内の残留オーステナイトの析出挙動と変態挙動

本研究で用いた低合金 TRIP 鋼では、残留オーステナイトがフェライト粒内・粒界上およびベイナイト領域に存在していた。フェライト粒内の残留オーステナイトは様々な結晶方位を有しており、またベイナイト領域の残留オーステナイトは一つのベイナイト粒で同じ方位を有していた。そこでまずフェライト粒内およびベイナイト領域に存在する残留オーステナイトの生成メカニズムについて検討した。

本研究で用いた High- γ 材の TD 面から観察した熱処理前(冷間圧延後)の組織を **Fig. 4-8** に示す。熱処理前の組織はフェライトおよびパーライトの 2 相で構成されていた。母相フェライト粒内には、微細なセメントライト、孤立したパーライトおよび変形帯が多数観察された。

まず、ベイナイト領域に存在する残留オーステナイトの生成メカニズムについて検討する。フェライト+オーステナイトの 2 相域における焼鈍しでは、パーライト領域が優先的にオーステナイトに変態する。その後のオーステンパ中にオーステナイトの一部がベイナイトに変態したと考えられる。オーステンパ後、室温まで冷却した際に残存したオーステナイトが、ベイナイト中に存在する残留オーステナイトとなる。したがって、ベイナイト領域に存在する残留オーステナイトは一つのベイナイト粒内において同一方位を示すとともに母相ベイナイトと K-S 関係を満たしていたと考えられる。このような変態挙動は、本研究に用いた鋼の特異な現象ではないと示唆される。例えば、K-S 関係を有しながらベイナイト変態する例として、未変態オーステナイトとベイニティックフェライトが K-S 関係を有して析出することが報告されている¹⁵⁾。

次にフェライト粒内に析出した残留オーステナイトの生成メカニズムについて検討する。**Fig. 4-4** 中のフェライト粒内には、ほぼ方位回転が存在しないため、フェライト+オーステナイトの 2 相域における焼鈍しにより、完全に回復または再結晶したと考えられる。このとき、オーステナイトはフェライト粒内に多数存在した変形帯、孤立したパーライトおよびセメントライトの欠片を核として析出したと考えられる。フェライト粒内に析出した残留オーステナイトはフェライト母相と K-S 関係を有していた。マルテンサイトからオーステナイトが逆変態で析出するとき、全てのポケットまたはブロックと K-S 関係を満たす旧オーステナイト粒と同一の方位のオーステナイトが形成することが知られている¹⁵⁾⁻¹⁷⁾。これは、マルテンサイト変態により生じた残留ひずみを緩和するように同一方位のオーステナイトが選択されるためと考えられている。しかしながら、本鋼ではフェライト母相中に方位回転がほとんどないことから、残留応力が存在しておらず、また複数のバリエーションが観察された。その

ため、特定のバリエント規制は作用せず、界面のエネルギーを低下させるために K-S 関係を満たす 24 通りのオーステナイトバリエントが等価に形成されたと考えられる。

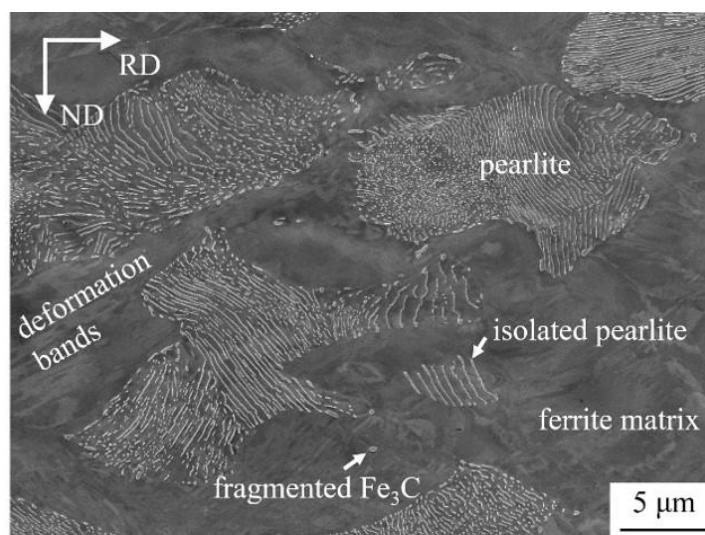


Fig. 4-8 Secondary electron image of fragmented cementite and isolated pearlite in the ferrite matrix for the TRIP steel sheet as cold-rolled.

4.4.2. フェライト粒界上に存在する残留オーステナイトの

加工誘起マルテンサイト変態とバリエント選択

フェライト粒界上に存在する残留オーステナイトは隣接するいずれかの母相フェライトと K-S 関係を有しており、加工誘起変態をすればいずれの母相フェライトとも異なる方位のマルテンサイトとなっていた。このときに働くバリエント規制について検討した。

バリエント解析では、生成した加工誘起マルテンサイトおよび元の残留オーステナイトの結晶方位が必要となる。そこで解析には繰返し除荷試験により得られた同視野観察の結果を用いた。バリエント解析の一例として、**Fig. 4-9** に 193 K で中断試験を実施した際のフェライト粒界上に存在する残留オーステナイトに着目した IPF マップを示す。**Fig. 4-9(a)** は 0% ひずみにおける視野、**Fig. 4-9(b)** は 8% ひずみを付与した視野である。フェライト粒界上に存在する残留オーステナイト(黒矢印)は右側のフェライト粒(ピンク色)と K-S 関係を有していた。しかしながら、加工誘起マルテンサイトはいずれの母相フェライトとも違う方位へと変態していた。また残留オーステナイトは 1 つの結晶粒であったが、加工誘起マルテンサイトは 2 種類のバリエントを選択していた。**Fig. 4-10** にバリエント解析の結果を示す。いずれも各バリエントに対する(a)機械的駆動力および(b)Schmid 因子を計算した結果である。バリエント番号は $\alpha'_1 =$

V4、 $\alpha'_2=V22$ である。いずれのバリエントも機械的駆動力は最大値をとっておらず、比較的低い値であった。一方、Schmid 因子についてはいずれのバリエントも大きな値を示した (Schmid factor ≥ 0.48)。繰返し除荷試験から得られた視野中に存在した粒界上の残留オーステナイトの多くが主すべり系($\{111\}$ - $\langle 110 \rangle$)において高い Schmid 因子を示すバリエントを選択する傾向にあった。そのため、フェライト粒界上に存在する残留オーステナイトは、すべり面によるバリエント規制を受け、高い Schmid 因子を有するバリエントを優先的に選択する傾向があると考えられる。

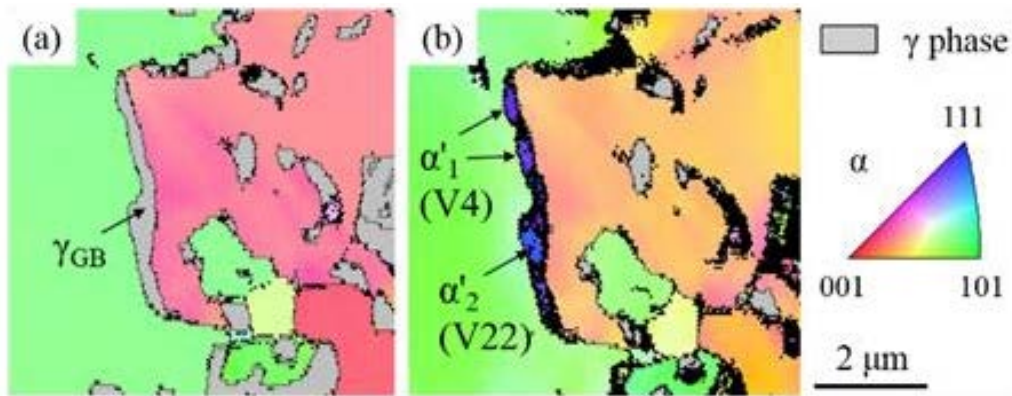


Fig. 4-9 Transformation of austenite at the α grain boundary during interrupted tensile test at 193 K: IPF orientation maps of α or α' phase at (a) 0% strain and (b) 8% strain.

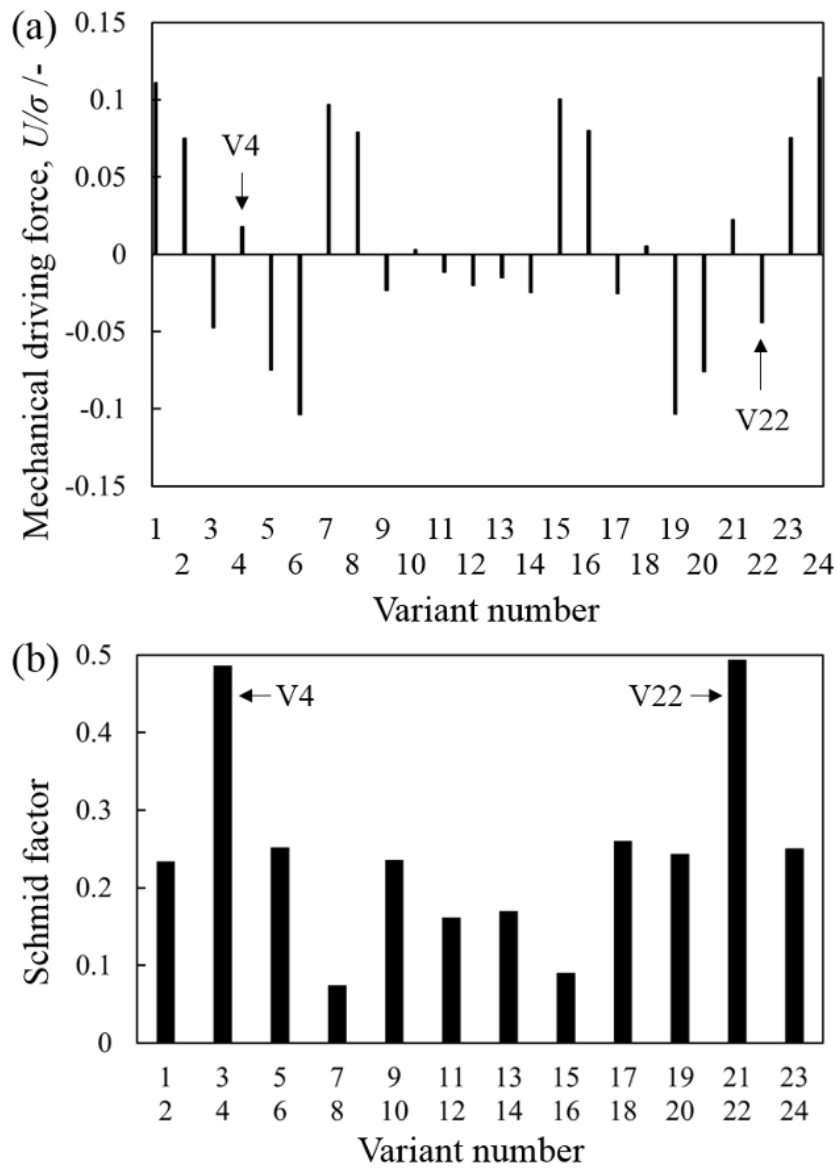


Fig. 4-10 Mechanical driving force (a) and Schmid factor (b) of twenty-four K-S variants for the retained austenite shown in Fig. 4-9. The variants of α'_1 and α'_2 were V4 and V22, respectively.

4.4.3. フェライト粒内に存在する残留オーステナイトの

加工誘起マルテンサイト変態とバリエーション選択

母相フェライト粒内に存在する残留オーステナイトは、加工誘起変態した際、母相フェライトとほぼ同一の方位を有するマルテンサイトもしくは母相フェライトと異なる方位のマルテンサイトに変態することが確認された。そこで、どのようなバリエーション規制がフェライト粒内に存在する残留オーステナイトの加工誘起変態に作用しているかについて検討した。

Fig. 4-11 に解析に用いた 193 K の繰返し除荷試験により得られた IPF マップおよび方位差のラインプロファイルを示す。ラインプロファイルは **Fig. 4-11(a)-(c)** 上の黒線上を解析した結果であり、S と F はそれぞれラインプロファイルの始点と終点である。また図はそれぞれ(a), (d)0%ひずみ、(b), (e)4%ひずみ、(c), (f)8%ひずみをそれぞれ付与した後の結果である。 α 相の結晶方位は引張軸に対し、平行な方向から取得し、 γ 相は灰色で示してある。0%ひずみでは残留オーステナイトは母相フェライトと K-S 関係を有して分散していた。4%ひずみ付与後、残留オーステナイトの一部が加工誘起マルテンサイトに変態していた。このマルテンサイトの方位は母相フェライトとほぼ同じ方位となっており、方位差はほとんど存在しておらず、フェライトとマルテンサイトの明確な境界は確認できなかった(**Fig. 4-11(e)**)。この加工誘起マルテンサイトのバリエーション規制について調査した結果を **Fig. 4-12** に示す。各バリエーションに対して、(a)は機械的駆動力、(b)は Schmid 因子について計算した結果である。母相と同じ方位のマルテンサイトのバリエーション番号は V10 である。機械的駆動力および Schmid 因子はともに低い値を示した。そのため、機械的駆動力およびすべり変形によるバリエーション規制よりもフェライトとマルテンサイトの界面エネルギーを下げる効果が大きかったためと考えられる。また **Fig. 4-11(b)** 上では、母相フェライトと同一方位の加工誘起マルテンサイトへと変態していた残留オーステナイトの一部は、母相フェライトと異なる方位のマルテンサイトへと変態した部分も存在していた。この母相フェライトと異なる方位を示したマルテンサイトのバリエーション番号は V8 であった。同一のオーステナイトから生じたバリエーションであるため、機械的駆動力および Schmid 因子の値は **Fig. 4-12** に示す値である。その結果、機械的駆動力は同一方位のマルテンサイトと同様に低い値であったが、Schmid 因子は高い値を示した(Schmid factor = 0.47)。また **Fig. 4-12(c)** の 8%ひずみ付与後では、フェライト粒内のマルテンサイト近傍における局所方位差が増大していた。これはフェライト母相中のフェライト/マルテンサイトの界面においてひずみが集中したためと考えられる。そのため、同一方位を有する加工誘起マルテンサイトは、明確な結晶粒界などの境界を形成しないが、硬質相としてフェライトの高強度化に寄与していると示唆さ

れる。

以上より、フェライト粒内に存在する残留オーステナイトは、粒界上に存在する残留オーステナイトよりも界面をなくすことによる界面エネルギーの低下の効果が大きく、フェライト母相と同一方位のバリエントを優先的に選択する傾向にあると考えられる。またすべり変形によるバリエント規制も受ける可能性があり、Schmid 因子が最大となるようなすべり面によるバリエント規制も働くことが示唆される。

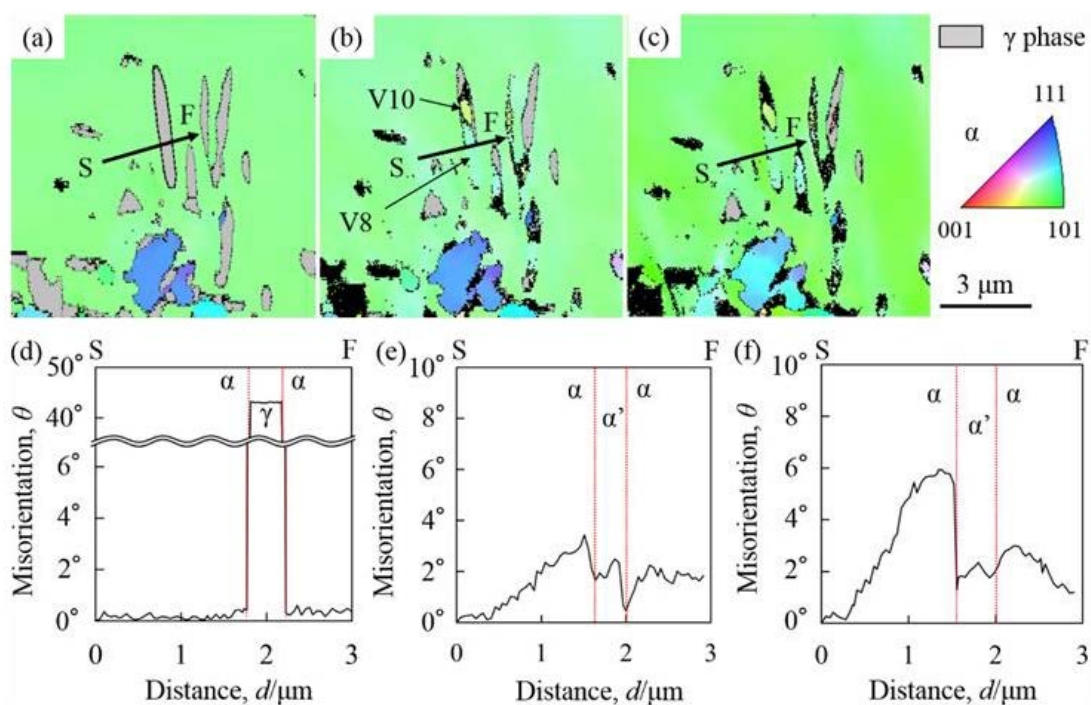


Fig. 4-11 Transformation of austenite in the ferrite matrix during interrupted tensile test at 193 K: IPF orientation maps of α or α' phase at (a) 0% strain, (b) 4% strain and (c) 8% strain, and (d)-(f) line profiles of misorientation along arrows indicated in (a)-(c), respectively.

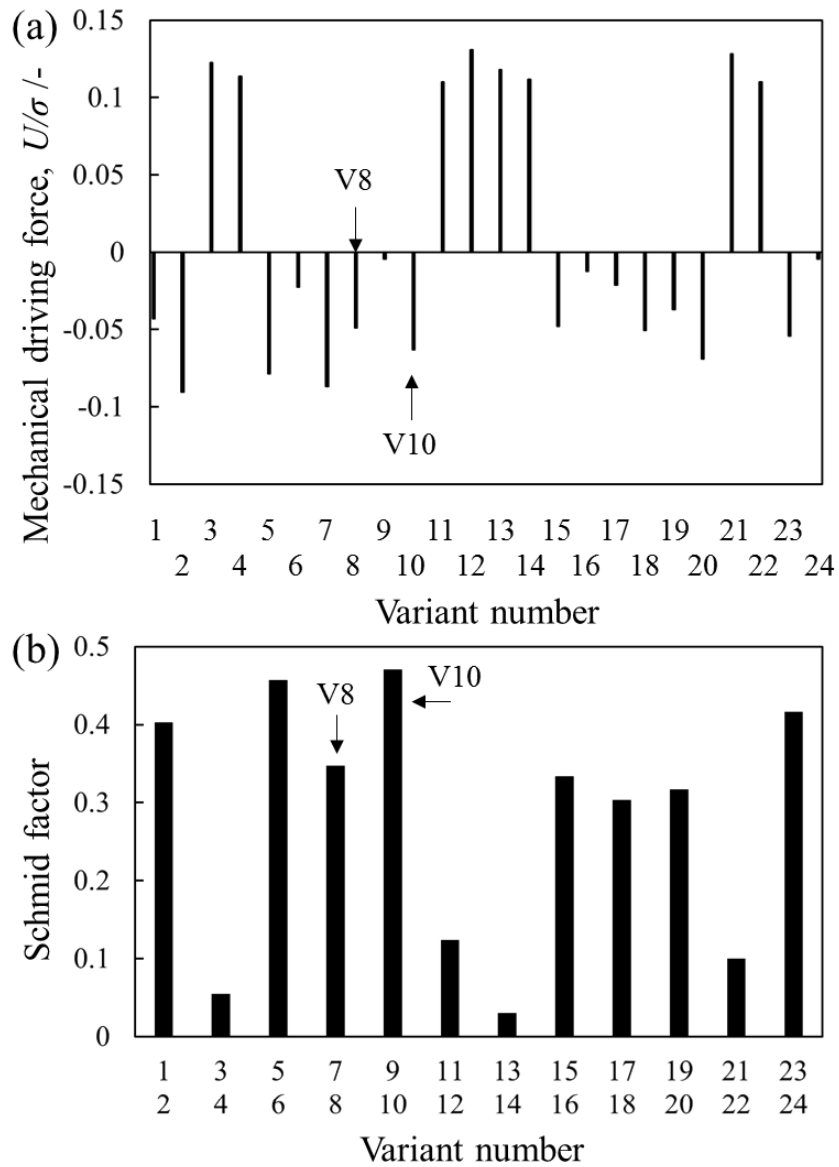


Fig. 4-12 Mechanical driving force (a) and Schmid factor (b) of twenty-four K-S variants for the retained austenite shown in Fig. 4-11. The orientation of the variant V8 was the same as that of the ferrite matrix, but the orientation of V10 was different.

4.5. 小括

低合金 TRIP 鋼に対し、77 K から 293 K の温度範囲で引張・中断試験を実施し、熱処理による組織形成および試験前後の残留オーステナイトの結晶方位変化について調査し、低合金 TRIP 鋼中の加工誘起マルテンサイト変態挙動について以下の結果を得た。また得られた結論の微細組織を模式的に表した図を **Fig. 4-13** に示す。

- (1) 熱処理前の組織はフェライト・パーライトの 2 相で構成されていた。熱処理による逆変態により生成したオーステナイトは、フェライト母相の粒界・粒内およびベイナイト領域に存在していた。いずれのオーステナイトも母相 α 相と K-S 関係を有していた。
- (2) フェライト粒内に存在していた一部の残留オーステナイトは、変形に伴い母相と同じ方位を有する加工誘起マルテンサイトへと変態していた。この現象はある特定の領域や試験温度のみで生じるものではなく、77 K~293 K のいずれの試験温度かつ複数のフェライト粒内でも確認できた。
- (3) 母相と同じ方位を有する加工誘起マルテンサイトへと変態していた残留オーステナイトは、一般的なバリエント選択則に従ってはいなかった。そのため、母相と同様の方位となることで新たな結晶粒界を形成することなく、エネルギー的に安定であるバリエントが優先されたと考えられる。
- (4) フェライト粒内に存在している残留オーステナイトの周りの母相は、変形の進行に伴いその結晶方位が変化していた。このことから、生成した加工誘起マルテンサイトは硬質相として内部応力を高める働きをしていると示唆される。
- (5) フェライトの粒界上に存在していた残留オーステナイトは、隣接するいずれの母相とも異なる方位へと変態していた。これらのバリエントの多くはすべり変形が最も生じやすい、すなわちオーステナイトの Schmid 因子が最大となるバリエントを選択していた。

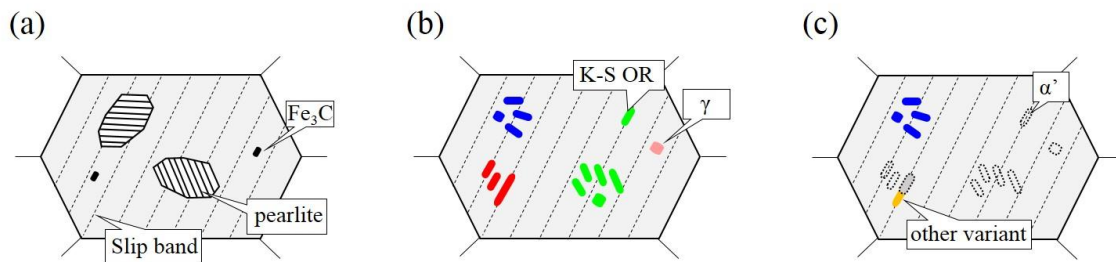


Fig. 4-13 Schematic illustration of martensitic transformation of retained austenite in ferrite matrix: (a) after cold-rolled, (b) after annealed in $\alpha + \gamma$ region and (c) after tensile deformation.

参考文献

- 1) 牧正志, 古原忠, 辻伸泰, 森戸茂一, 宮本吾郎, 柴田暁伸: 鉄と鋼, 100(2014), 1062-1075
- 2) 新日本製鉄(株) “鉄の薄板・厚板がわかる本” 日本実業出版社, 24-33
- 3) M. Takahashi: *Nippon Steel Technical Report*, 88(2003), 2-7
- 4) 田村今男: 鉄と鋼, 56(1970), 429-445
- 5) O. Matsumura, Y. Sakuma, H. Takechi: *Trans. Iron and Steel Inst. Japan*, 27(1987), 570-579
- 6) B. C. De Cooman: *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.* 8(2004), 285-303
- 7) 杉本公一, 小林光征, 橋本俊一: 日本金属学会誌, 54(1990), 657-663
- 8) G. Kurdjumov, G. Sachs: *Zeits. F. Phys.*, 64(1930), 325-343
- 9) S. Morito, H. Tanaka, R. Konishi, T. Furuhashi, T. Maki: *Acta Mater.*, 51(2003), 1789-1799
- 10) T. Furuhashi, S. Takaki, H. Watanabe, T. Maki: *Metall. Mater. Trans. A*, 27 (1996), 1635-1646
- 11) G. Miyamoto, N. Iwata, N. Takayama, T. Furuhashi: *Acta Mater.* 60(2012), 1139-1148
- 12) J. R. Patel, M. Cohen: *Acta Metall.* 1(1953), 531-536
- 13) 鈴木清一: 顕微鏡, 39(2004), 121-124
- 14) E.P. Kwon, S. Fujieda, K. Shinoda, S. Suzuki: *Mater. Sci. Eng. A*, 528(2011) 5007-5017.
- 15) T. Furuhashi, H. Kawata, S. Morito, G. Miyamoto and T. Maki: *Metall. Mater. Trans. A* 39 (2008) 1003-1013.
- 16) Y. Tomota, W. Gong, S. Harjo and T. Shinozaki: *Scr. Mater.* 133 (2017) 79-82.
- 17) T. Shinozaki, Y. Tomota, T. Fukino and T. Suzuki: *ISIJ Int.* 57 (2017) 533-539.
- 18) N. Nakada, T. Tsuchiyama, S. Takaki and S. Hashizume: *ISIJ Int.* 47 (2007) 1527-1532.

第 5 章 総括と結論

本論文では、残留オーステナイトを含む低合金 TRIP(Transformation Induced Plasticity)鋼の変形挙動と残留オーステナイトの変態挙動に関する基礎的な研究として、室温からフェライト母相が高強度化かつ脆化する低温域までの温度範囲における残留オーステナイトの相安定性の変化と残留オーステナイトおよび加工誘起マルテンサイトの役割に着目し、低温域における TRIP 鋼の引張変形挙動、残留オーステナイトの相安定性に及ぼす結晶方位およびひずみ分布状態の影響および個々の残留オーステナイトの加工誘起マルテンサイト変態挙動について調査することで、低温域における残留オーステナイトの加工誘起マルテンサイト変態挙動について検討した。

第 1 章では、本研究の目的とその背景について述べた。

第 2 章では、残留オーステナイト量の異なる 2 種類の低合金 TRIP 鋼(Low- γ 材、High- γ 材)を用いて 77 K~293 K の温度範囲において引張試験を行った。その際の残留オーステナイト量を電子線後方散乱回折(Electron Back Scattered Diffraction: EBSD)法および中性子回折法により測定し、低温域における引張変形挙動および加工硬化挙動と残留オーステナイト量の関係について調査した。TRIP 鋼は両鋼とも 193 K~293 K の温度範囲において優れた強度-延性バランスを示した。このとき、特に High- γ 材において降伏応力(0.2 %耐力)は逆温度依存性を示すことが確認された。これは温度の低下に伴う加工誘起変態の促進に起因すると考えられる。77 K では、降伏応力および引張強度は上昇したが、伸びは減少し、早期破断を呈した。High- γ 材の加工硬化挙動と残留オーステナイト量の関係について検討した結果、77 K~293 K の温度範囲において加工硬化挙動には加工誘起マルテンサイト変態挙動が影響していることを明らかとした。また 193 K~293 K の温度範囲における残留オーステナイトの役割を明確化するために、77 K で 3~5%程度のひずみを付与することで残留オーステナイトがほぼ全て変態することを利用して、77 K で予加工をした後、193 K~293 K の各試験温度で引張試験を実施した。その結果、293 K では 77 K 予加工材は引張強度が上昇し、全伸びが低下したが、193 K ではほぼ同等の強度と延性が得られた。以上から、293 K では、残留オーステナイトは従来 of 知見と同じく TRIP 効果による伸び向上効果に寄与しているが、193 K および 233 K では、マルテンサイト変態の促進と低温に伴うフェライト母相の高強度化により優れた強度-延性バランスを発現したと示唆された。

第 3 章では、残留オーステナイトの相安定性に及ぼす因子として、結晶方位およびひずみ分布状態の影響に着目し、EBSD 法およびデジタル画像相関(Digital image correlation: DIC)法を用いて解析を行い、それらの影響を評価した。引張変形に伴い、193 K~293 K の温度範囲において残留オーステナイトは引張軸に対し<111>が平行なオーステナイトが多く残存していた。オーステナイトの<111>は他の方位と比較し、塑性変形し難く、変形に対し安定であると考えられるとともに、母相との協調的な変形により結晶回転を生じ、その割合が増加することが示唆された。また DIC 法による解析から、ひずみ分布状態には加工誘起マルテンサイト変態が影響すること、また高ひずみ域に存在する残留オーステナイトはより変態しやすい傾向にあることを明らかとした。

第 4 章では、引張・中断試験および繰返し除荷試験前後の試験片表面および内部に対し、EBSD 法による結晶方位解析を行い、個々の残留オーステナイトの変態挙動とそのときのバリエーション選択について調査した。残留オーステナイトはフェライト母相の粒内および粒界上およびベイナイト中に母相と Kurdjumov-Sachs (K-S)の関係性を有して分散していた。フェライト粒内に存在する残留オーステナイトの多くが、フェライト母相と同一の方位を有するマルテンサイトへと変態していた。このとき、一般的なバリエーション規制は受けておらず、界面エネルギーを低くするように母相フェライトと同じ方位のバリエーションを選択していた。このようなマルテンサイト変態はある特定の部分で生じているわけではなく、77 K~293 K のいずれの試験温度および複数のフェライト粒内で確認できた、また、このようなバリエーションを選択したマルテンサイトは明確な粒界は確認できないが、フェライト/マルテンサイト界面近傍で変形に伴い、局所方位差が変化していたことから、マルテンサイトは硬質相として加工硬化に寄与していると考えられる。またフェライト粒内に存在し、母相フェライトと異なる方位のマルテンサイトも存在しており、このようなマルテンサイトは、残留オーステナイトの主すべり系の Schmid 因子が最大となるバリエーションを選択していたことから、すべり変形によるバリエーション規制を受けていたことを確認した。一方、フェライト粒界上に存在する残留オーステナイトは、隣接するいずれかの母相フェライトと K-S 関係を有していた。引張変形後、加工誘起変態を生じ、いずれの母相フェライトとも異なる方位のマルテンサイトへと変態するが、すべり変形によるバリエーション規制を受けていた。以上のように、残留オーステナイトはその存在位置により変態挙動が異なるが、加工誘起マルテンサイトは硬質相として働くことを明らかとした。

以上のように、本研究では残留オーステナイトを含む低合金 TRIP 鋼を用い、

低温引張変形挙動と残留オーステナイトの相安定性に及ぼす因子および加工誘起マルテンサイト変態挙動について検討した。これらの結果は残留オーステナイトを含む複合組織鋼の変形挙動と種々の因子に影響される残留オーステナイトの相安定性を考える上で重要となると考えられる。本研究の意義、そして今後の展望として以下のような点が考えられる。

- 低温における引張変形挙動と残留オーステナイトの変態挙動を調査した結果、変形早期に変態する安定性の低い残留オーステナイトの役割が明確化でき、優れた強度－延性バランスの発現には安定性を向上させるだけでなく、どのようなひずみ量(または応力)で変態させるかも重要となる。適切な安定性の残留オーステナイトを用いることが理想的な強度－延性バランスを導くと示唆される。また試験温度の低下により変形早期に変態する残留オーステナイトの加工誘起変態は応力により誘起されると示唆されることから残留オーステナイトの安定性を考える上で今後は負荷する応力が重要なパラメータとなると考えられる。
- 残留オーステナイトの相安定性に結晶方位が影響することは、集合組織制御による安定性の制御が可能であることを示唆している。加えてひずみ分布状態が安定性に影響することや存在位置により個々の残留オーステナイトの変態挙動が異なることは、残留オーステナイトの分散状態や母相との相間の相対強度差なども安定性を議論する上で重要となる。そのため、本研究で用いた TRIP 型複合組織鋼だけでなく、ベイナイト母相やマルテンサイト母相を有する TRIP 鋼においても残留オーステナイトの相安定性に及ぼす各因子の影響をより明確化することで、最適な条件の残留オーステナイトを用いることが可能となり、より優れた複合組織鋼の開発が期待できる。

したがって、これからさらに需要が高まると考えられる高張力鋼板を開発する上で、本研究により得られた結果は学術面のみならず工業的にも役立つと期待される。

関連公表論文リスト

第 2 章および第 3 章に関連した論文

Takayuki Yamashita, Norimitsu Koga, Osamu Umezawa: Mechanical Stability and Deformation-Induced Transformation of Retained Austenite in TRIP steels at Low Temperatures, *Key Engineering Materials*, 741(2017), 36.

Takayuki Yamashita, Norimitsu Koga, Osamu Umezawa: Influence of Deformability of Retained Austenite on Martensitic Transformation in Tension for Low Alloy Steel at Low temperature, *ISIJ Int.* to be submitted.

第 4 章に関連した論文

Takayuki Yamashita, Norimitsu Koga, Osamu Umezawa: Martensitic Transformation of Retained Austenite in Ferrite Matrix for Low Alloy Steel, *Mater. Trans.*, 59, No. 5(2018), to be published.

謝辞

本研究を進めるにあたり、多大なるご指導を承りました横浜国立大学大学院工学研究院教授 梅澤修先生に深甚なる謝意を表します。本研究の取りまとめに際し、横浜国立大学大学院工学研究院教授 廣澤渉一先生、同教授 中尾航先生、同准教授 長谷川誠先生、同准教授 前野智美先生には副査として助言を頂くとともに、本論文の細部にわたりご指導いただきました。

本研究の遂行にあたり、横浜国立大学大学院助教 古賀紀光先生には、装置の使用法から実験結果に対する考え方まで初歩的なものから専門的なものまで多岐にわたりご指導いただき、感謝の意を表します。

原子力研究開発機構 諸岡聡氏、新日鐵住金株式会社 川田裕之氏には本研究の遂行にあたり、研究方針や内容について貴重なご意見とご指導をいただきました。深く感謝いたします。

茨城大学フロンティア応用原子科学研究センター 小貫祐介先生には、中性子回折法の実験を遂行するにあたり多大なるご協力をしていただきました。深く感謝いたします。

日々の研究室生活を送る上で、研究室の卒業生、在校生の皆様に支えられ、恵まれた環境で楽しく過ごすことができました。心から感謝申し上げます。

最後に、本研究の遂行と私の将来について、寛容な心で絶え間ない援助をいただいた両親と家族に感謝します。

本研究における中性子回折試験は大強度加速器施設 J-PARC の物質・生命科学実験施設の BL20 茨城県材料構造解析装置(iMATERIA)で実施させていただきました。(課題番号：2016 PM0001)