



私の論文

今振り返ってみて、行間にこめた思い、エピソード

加工誘起マルテンサイト変態の オーステナイト粒径依存性

—その原理の理解を求めて

Grain Size Dependence of Deformation

— Induced Martensitic Transformation

中田伸生

Nobuo Nakada

東京工業大学
物質理工学院 材料系
准教授

1 はじめに

今回の「私の論文」では、拙著「Effect of Grain Size on Thermal and Mechanical Stability of Austenite in Metastable Austenitic Stainless Steel¹⁾」を紹介する。会報委員会より執筆依頼をいただいたことを大変光栄に思うが、正直、本稿の筆は重かった。対象論文は、後述するように加工誘起マルテンサイト変態（または、変形誘起マルテンサイト変態）に対するオーステナイトの粒径依存性を微細粒領域まで調査した研究であり、その実験結果の実用性は非常に高いと信じている。ところが、この実験結果に対する考察は極めて定性的であり、athermal マルテンサイト変態ならびに加工誘起マルテンサイト変態に対する粒径依存性を包括的に説明するメカニズムを明らかにするには至っていない。このような不完全な研究を、わざわざ、改めて露呈することを恥ずかしく思うが、「私の論文」の主旨として、「本文中に書ききれなかったことや、行間を埋めるような解説、裏話を執筆者によって紹介する²⁾」とあるようなので、反省の念を込めながら、対象論文の背景と主要な結果、そして、考察の矛盾と今後の課題を書き残してみたいと思う。

2 対象論文の着想経緯

変態誘起塑性 (TRIP : Transformation Induced Plasticity) は、準安定オーステナイトが加工中にマルテンサイト変態

することによって、鋼の延・韌性が向上する現象であり、Zackay らによる高合金TRIP鋼の開発以来³⁾、様々な鋼種の力学特性を改善する手法として利用されてきた。とくに、自動車用高強度鋼板として、広く普及している低合金TRIP鋼（または、TRIP-assisted鋼）は、体積率10~30%で残留する第二相オーステナイトのTRIP効果を積極的に活用することで、優れた強度-延性バランスを実現した実用鋼として広く知られている。この低合金TRIP鋼において、TRIP効果を最大限に発現させるためには、残留オーステナイトの安定性を的確に制御することが重要であり、“どのようにして、熱処理後に多量のオーステナイトを残留させ、かつ、これを加工中に効率よく加工誘起変態させるか”ということを中心とした研究・開発が現在続けられている⁴⁾。低合金TRIP鋼では、オーステンパー処理時のベイナイト変態を利用したC濃化によって、ベイナイトラス間に微細なオーステナイトを残留させるため、その残留オーステナイトの安定性はC濃度に強く依存する。ところが、オーステンパー処理によって未変態オーステナイト中に濃化するC濃度は最大でも1.5%程度であり^{5,6)}、この程度のC濃化ではオーステナイトを室温まで完全に残留させることはできない (1.5%のCを含有した鋼のMs点は100℃程度⁷⁾)。つまり、低合金TRIP鋼に代表される複相鋼中の微細なオーステナイトは、オーステナイト安定化元素の濃化だけでなく、その粒径の微細さに起因して安定化していると考えべきである⁸⁾。このような背景から、オーステナイトの安定性に及ぼすオーステナイト粒径の影響を理

* [今回の対象論文]

松岡禎和, 岩崎竜也, 中田伸生, 土山聡宏, 高木節雄: 「Effect of Grain Size on Thermal and Mechanical Stability of Austenite in Metastable Austenitic Stainless Steel」, ISIJ International, Vol.53 (2013), No.7, pp.1224-1230 (第25回澤村論文賞受賞)

解する必要がある、とくに、冷却中に生じる athermal (非等温的) マルテンサイト変態に対する安定性 (熱的安定性) に加えて、加工中に生じる加工誘起マルテンサイト変態に対する安定性 (機械的安定性) へのオーステナイト粒径依存性を知ることが重要であろう。当然ながら、このような関心は以前から持たれており、様々な先行研究が報告されている⁹⁻¹¹⁾。

ただし、ここで注意すべき点は、オーステナイトの安定性に対する粒径依存性には臨界粒径が存在し、その臨界粒径は生成するマルテンサイトの種類や形態・サイズによって大きく異なるということである。具体的には、レンズマルテンサイトでは $100\mu\text{m}$ 以下¹²⁾、 ϵ -マルテンサイトであれば $30\mu\text{m}$ 以下¹³⁾、そして、ラスマルテンサイトが生成する鋼では、そのオーステナイト粒径が $10\mu\text{m}$ 以下¹⁴⁾ になると、athermal マルテンサイト変態の開始温度 (M_s 点、レンズマルテンサイトでは、バースト変態が起きる M_b 点) が急激に低下する。低合金 TRIP 鋼中の残留オーステナイトが加工誘起変態によってラスマルテンサイトに変態するのであれば、オーステナイトの機械的安定性に対する粒径の影響は、 $1\mu\text{m}$ 程度の微細粒領域まで調査する必要がある。幸いなことに、著者らのグループでは、特別な合金組成の準安定オーステナイト系ステンレス鋼を用いて、強冷間加工と短時間・低温焼鈍を施すことによって超微細粒オーステナイト鋼を創成するプロセスを独自に開発しており¹⁵⁾、ニーズとシーズが合致する形で研究を開始するに至った。

3 対象論文の主たる実験結果 ～オーステナイトの熱的安定性・ 機械的安定性に対する粒径依存性～

実験には、準安定オーステナイト系ステンレス鋼である Fe-16% Cr-10% Ni 合金 (% = mass%) を用い、特別な加工熱処理を施すことで結晶粒径を $1\sim 80\mu\text{m}$ に変化させた等軸オーステナイト単相組織を準備した。サブミクロンオーダーの超微細粒オーステナイトを得るための組織制御の指針ならびに合金設計と加工熱処理の具体的な条件については、参考文献15) を参照いただきたい。対象論文における主な実験結果を Fig.1 にまとめる。(a) はサブゼロ処理、(b) は短軸引張試験によって増加するマルテンサイト体積率をオーステナイト粒径で整理した結果であり、それぞれは、オーステナイトの熱的安定性ならびに機械的安定性の粒径依存性を示している。両者を比べると、それぞれのマルテンサイト変態において粒径依存性が異なることが一目でわかる。熱的安定性 (a) については、粒径 $10\mu\text{m}$ 以下の領域においてマルテンサイト変態が急激に抑制されており、 $1\mu\text{m}$ 程度にまで細粒化すると、マルテンサイト変態はほとんど生じない。その一方で、機械的安定性 (b) については、いずれのひずみ量においても、

初期オーステナイト粒径に関わらず、同量の加工誘起マルテンサイトが生成しており、粒径依存性を確認することはできない。この結果は、微細なオーステナイトは熱処理後の冷却中にマルテンサイト変態し難いが、加工中には容易にマルテンサイト変態するというを示唆している。つまり、(不安定すぎて微小なひずみで変態してしまうかもしれないが)、TRIP 効果に寄与する残留オーステナイトの量を増やすのであれば、母相中に分散する第二相オーステナイトの粒径を最低でも $10\mu\text{m}$ 以下にするべきであろう。

4 対象論文の考察 ～粒径依存性と空間拘束効果～

4.1 空間拘束効果による加工誘起マルテンサイト変態の非粒径依存性の解釈

オーステナイト粒の微細化によって、athermal マルテンサイト変態が抑制され、熱的安定性が向上することは、様々な研究者によって報告されている。そして、この現象を説明するメカニズムとして、結晶粒微細化強化 (Hall-Petch 効果) による変態抑制機構¹⁵⁾ や幾何学的分割モデル (Geometrical Partitioning model)^{16,17)}、空間拘束効果^{13,14)} が提案されている。この中で、著者らは、空間拘束効果による機械的安定性の非粒径依存性について検討を試みた。空間拘束効果は、マルテンサイト変態が生じる際の変態ひずみに着目したモデルである。通常、マルテンサイト変態では母相/マルテンサイト相間の格子対応に起因した非等方的な変態ひずみが発生するため、この変態ひずみを等方化するために複数のバリアン

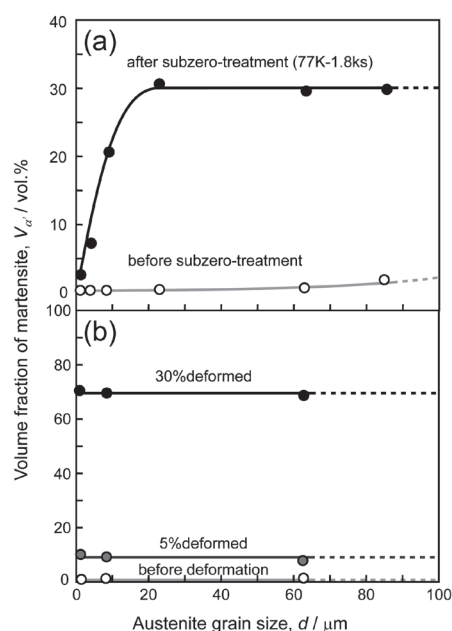


Fig.1 Effect of austenite grain size on change in martensite fraction through (a) subzero-treatment and (b) uniaxial tensile deformation¹⁾.

トが生成すると考えられている (マルチバリエーション変態)¹⁸⁾。ところが、オーステナイト粒径が個々のマルテンサイト晶と同程度にまで微細化した場合、空間的な制約により、その粒内に生成するマルテンサイトのバリエーションは、1つ、もしくは少数に限定されるであろう (シングルバリエーション変態)。そして、このような状況では変態ひずみが等方化されないため、弾性ひずみエネルギーの著しい増大を招き、結果として、athermalマルテンサイト変態が抑制されると考える。このモデルは、前述したようにオーステナイトの熱的安定性が急激に向上する臨界粒径が存在すること、さらに、その臨界粒径が、生成するマルテンサイトの種類や形態・サイズによって異なるという実験事実をよく説明できる。この空間拘束効果によれば、機械的安定性に粒径依存性が顕れない理由も、以下のように定性的に説明することが出来る。弾性ひずみエネルギーの変化がマルテンサイト変態を支配する因子であり、その最小化を達成するために複数のバリエーションが生じているのであれば、加工誘起変態においては、外部応力に都合の良い変態ひずみを生み出すバリエーションのみが優先的に生成し、内部応力を緩和するため、弾性ひずみエネルギーの大きな増加を生み出さない。つまり、加工誘起マルテンサイト変態では、マルチバリエーション変態ではなく、シングルバリエーション変態が主たる変態モードとなる。その結果、オーステナイト粒径による変態モードの遷移を議論する必要はなく、粒径依存性も顕れないと考えられる。これが、対象論文における著者らの主張である。実際、結晶粒径60 μm の比較的大きなオーステナイト粒内に生成するマルテンサイトの結晶学的特徴を調査したところ (Fig.2)、athermalマルテンサイト変態 (a) では、複数のバリエーションが等価に生成するマルチバリエーション変態が生じているのに対して、加工誘起マルテンサイト変態 (b) では、ある特定のバリエーションのみが優先的に生成するシングルバリエーション変態に近い挙動を示していた。

4.2 空間拘束効果による解釈の矛盾

上述した空間拘束効果は、外部応力に対して都合の良いバリエーションのみが生成しており、言い換えれば、マルテンサイトの変態ひずみが材料のマクロな塑性ひずみを担っているともいえる。ところが、実際に生成するマルテンサイトの変態ひずみは、これを満足しないことに容易に気付く。加工誘起変態で生成するマルテンサイトはオーステナイト母相と Kurdjumov-Sachs の方位関係 (K-S関係) を有している。この K-S関係を有するマルテンサイトバリエーションのうち、オーステナイトの主すべり面に対して K-S関係の共通最密面が平行となるバリエーション (Fig.2b中の packet1 のグループ) が生成し易く、その中でも、主すべり面と共役すべり面の両方に対して K-S関係の共通最密方向が平行となるバリエーション (Fig.2b中の V5と V6) が大半を占める。Fig.3は、この引張方向とマルテンサイトバリエーションの幾何学的関係について、オーステナイトの結晶方位を Thompson の四面体に見立てて模式的に示している。マルテンサイト変態の特徴として、変態ひずみの主軸は晶癖面内に存在する傾向にあり、K-S関係を満足する鉄系のマルテンサイト変態においても同様の状況が成立つことがマルテンサイト現象論を用いた解析によって明らかにされている¹⁹⁾。つまり、加工誘起マルテンサイト変態における変態ひずみの方向は、主すべり面内に存在しており、引張方向と一致することはないのである。以上の結果は、オーステナイトの機械的安定性に粒径依存性が顕れない理由を空間拘束効果では完全に説明できないことを意味しており、これが対象論文の不完全な点である。なお、加工誘起マルテンサイト変態におけるバリエーション選択 (Fig.2bで V5と V6バリエーションが優先的かつ等価に生成) は、Patel & Cohen が提唱する機械的駆動力²⁰⁾で説明できない上、Bogers & Burgers モデル²¹⁾を基とした2種類²²⁾、もしくは1種類²³⁾の部分転位の運動によってマルテンサイトの核が生成するというすべり

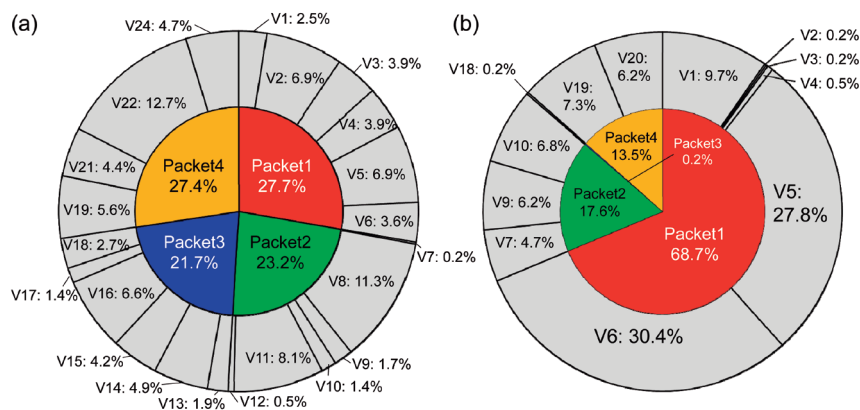


Fig.2 Area fraction of each martensite variants and packets after subzero-treatment (a) and 30 % tensile deformation (b)¹⁾.

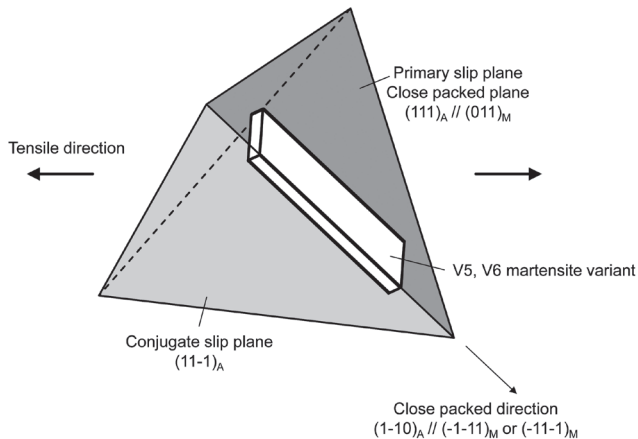


Fig.3 Schematic illustration showing the geometrical arrangement between tensile direction and preferentially formed variant of deformation-induced martensite.

誘発機構でも説明できない。そのため、現状としては、すべり面、もしくは、それが発達した転位壁に発生する応力集中が、マルテンサイト変態を誘起しているものと考えられる。このような、加工誘起マルテンサイトの変態機構に関する議論は半世紀前から行われており、その真相は未だに解明されていないようである。応力／ひずみ誘起マルテンサイト変態の分類とその歴史に興味がある方は、参考文献24)を紐解いていただきたい。

5 おわりに

対象論文では明記しなかったが、本稿では、オーステナイトの熱的安定性ならびに機械的安定性の粒径依存性、そして、加工誘起マルテンサイト変態の非粒径依存性を空間拘束効果で説明することのメリット・デメリットを概説した。読者の皆様には、著者の恣意性ととともに、対象論文が未完成であることを理解いただけたと思う。改めて、現象を正しく理解し、説明することが如何に難しいかを感じている。その一方で、実際の複相組織中の第二相オーステナイトの加工誘起変態挙動を議論する場合、合金元素の分配による化学的安定性や積層欠陥エネルギーの変化、残留オーステナイトに働く静水圧応力^{25,26)}、母相とオーステナイト相の弾塑性変形挙動の差異に起因した応力・ひずみ分配、そして、母相／オーステナイト相間での結晶方位関係とすべりの連続性も考慮しなければならない。このような状況を考えると、果たして、オーステナイトの安定性が結晶粒径にどれほど影響を受けているのか、疑問に感じることもある。課題は山積されている。今後は、一層、物事の細部まで追求する細やかさと、複雑な問題の中から本質を見抜く大胆さを兼ね備えて、材料研究に携わりたいと思う。

参考文献

- 1) Y.Matsuoka, T.Iwasaki, N.Nakada, T.Tsuchiyama and S.Takaki : ISIJ Int., 53 (2013), 1224.
- 2) 田中將己 : ふえらむ, 21 (2016), 29.
- 3) V.F.Zackay, E.R.Parker, D.Fahr and R.Bush : ASM Trans. Quart., 60 (1967), 252.
- 4) K.Sugimoto, A.Nagasaka, M.Kobayashi and S.Hashimoto : ISIJ Int., 39 (1999), 56.
- 5) 篠田研一, 山田利郎 : 熱処理, 20 (1980), 326.
- 6) M.Takahashi, H.Yoshida and S.Hiwatashi : Proc. Int. Conf. on TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys, (2003), 103.
- 7) G.R.Speich and W.C.Leslie : Metall. Trans., 3 (1972), 1043.
- 8) 柴田浩司 : 熱処理, 32 (1992), 2.
- 9) 牧正志, 友田陽, 田村今男 : 日本金属学会誌, 38 (1974), 871.
- 10) 野原清彦, 小野寛, 大橋延夫 : 鉄と鋼, 63 (1977), 772.
- 11) V.Shrinivas, S.K.Varma and L.E.Murr : Metall. Mater. Trans. A, 26 (1995), 661.
- 12) M.Umemoto and W.S.Owen : Metall. Trans., 5 (1974), 2041.
- 13) 中津英司, 宮田武志, 高木節雄 : 日本金属学会誌, 60 (1996), 928, 936.
- 14) S.Takaki, K.Fukunaga, J.Syarif and T.Tsuchiyama : Mater. Trans., 45 (2004), 2245.
- 15) 高木節雄 : 鉄と鋼, 80 (1994), N529.
- 16) P.J.Brofman and G.S.Ancell : Metall. Trans. A, 14A (1983), 1929.
- 17) J.C.Fisher, J.H.Hollomon and D.Turnbull : Metall. Trans., 185 (1949), 691.
- 18) H.S.Yang and H.K.D.H.Bhadeshia : Scr. Mater., 60 (2009), 493.
- 19) S.Morito, H.Tanaka, R.Konishi, T.Furuhara and T.Maki : Acta Mater., 51 (2003), 1789.
- 20) J.R.Patel and M.Cohen : Acta Metall., 1 (1953), 531.
- 21) A.J.Bogers and W.G.Burgers : Acta Metall., 12 (1964), 255.
- 22) G.B.Olson and M.Cohen : J.Less-Common Metals, 28 (1972), 107.
- 23) M.Kato and T.Mori : Acta Metall., 24 (1976), 853.
- 24) 田村今男 : 日本金属学会誌会報, 15 (1976), 517.
- 25) 津崎兼彰, 牧正志 : 熱処理, 32 (1992), 70.
- 26) N.Nakada, Y.Ishibashi, T.Tsuchiyama and S.Takaki : Acta Mater., 110 (2016), 95.

(2016年8月24日受付)