

Title	鋼の加工熱処理による強化に関する電子顕微鏡的研究
Author(s)	吉村, 博文
Citation	大阪大学, 1966, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://hdl.handle.net/11094/172
rights	
Note	

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

鋼の加工熱処理による強化
に関する電子顕微鏡的研究

吉 村 博 文

本研究の内容の大部分は、次の機関誌または学会誌に公表された。

- (1) Memoirs Inst. Sci. & Ind. Research, Osaka Univ. 19 (1962) .67
(short note), 日本金属学会誌 27 (1963)、206、Trans. Japan Inst. Metals, 5 (1964) 47、
- (2) 日本金属学会誌、28 (1964)、433. Trans. Japan Inst. Metals, 5 (1964) 97.
- (3) Memoirs Inst. Sci. & Ind. Research, Osaka Univ. 21 (1964)、63
- (4) 日本金属学会誌 28 (1964) 794
- (5) 日本金属学会誌 28 (1964) 820
- (6) 日本金属学会誌 29 (1965) 1120.
- (7) 日本金属学会誌 29 (1965) 1171, Memoirs Inst. Sci. & Ind. Research, Osaka Univ., 23 (1966)、(short note) 掲載予定

目 次

序 文	1
第 1 編 オースフオーミング	5
第 1 章 緒 論	5
第 2 章 従来の研究結果の概要と本研究との関連性	6
第 3 章 ニッケル鋼のオースフオーミング	9
第 1 節 緒 言	9
第 2 節 実験試料及び実験方法	9
1. 試 料	9
2. 実験方法	10
第 3 節 オースフオーミングによる鋼の強化におよぼす炭素の影響	11
1. オースフオーミングされた鉄-ニッケル合金及びニッケル鋼の硬度	11
2. 考 察	12
第 4 節 オースフオーミングされたニッケル鋼の微細組織	14
1. 光学顕微鏡組織	14
2. 透過電子顕微鏡組織及び電子回折図形の解析	14
3. オーステナイト-マルテンサイトの方位関係	18
4. 考 察	20
第 5 節 オースフオーミングされたニッケル鋼の焼戻し挙動	23
1. 硬 度	23
2. 透過電子顕微鏡組織及び電子回折図形の解析	25
3. 考 察	30
第 6 節 ニッケル鋼マルテンサイトの焼戻しによるセメンタイト の析出挙動	31
1. セメンタイトの析出に関する従来の研究	31
2. 透過電子顕微鏡組織及び電子回折図形の解析によるセメンタイトの析出挙 動の解明	32
3. 考 察	37
第 7 節 結 論	38
第 4 章 クロム-ニッケル鋼のオースフオーミング	39
第 1 節 緒 言	39
第 2 節 実験試料及び実験方法	40

1. 試料	40
2. 実験方法	40
第3節 クロム-ニッケル鋼のオースフォーミングによる 強化と微細組織	41
1. 硬度	41
2. 光学顕微鏡組織	42
3. 透過電子顕微鏡組織及び電子回折図形の解析	44
4. 考察	52
第4節 オースフォームされたクロム-ニッケル鋼の焼 戻し挙動	56
1. 硬度	56
2. 透過電子顕微鏡組織	56
3. 考察	59
第5節 結論	61
第5章 オースフォーミングによる鋼の強化について	61
第6章 オースフォーミングに関する総括	64
第2編 マルテンサイトの加工	67
第1章 緒論	67
第2章 従来の研究結果の概要と本研究との関連性	68
第3章 ニッケル鋼マルテンサイトの加工	69
第1節 緒言	69
第2節 実験試料及び実験方法	70
1. 試料	70
2. 実験方法	70
第3節 加工されたニッケル鋼マルテンサイトの 強化と微細組織	71
1. 硬度	71
2. 光学顕微鏡組織	72
3. 透過電子顕微鏡組織及び電子回折図形の解析	73
4. 光学顕微鏡組織との対応	82
5. 考察	82
第4節 加工されたニッケル鋼マルテンサイトの焼戻し挙動	84

1. 硬 度	8 4
2. 透過電子顕微鏡組織及び電子回折図形の解析	8 5
3. 考 察	8 9
第 5 節 結 論	8 9
第 4 章 クロム－ニッケル鋼マルテンサイトの加工	9 0
第 1 節 緒 言	9 0
第 2 節 実験試料及び実験方法	9 0
1. 試 料	9 0
2. 実験方法	9 1
第 3 節 加工されたクロム－ニッケル鋼マルテンサイトの 強化と微細組織	9 1
1. 硬 度	9 1
2. 光学顕微鏡組織	9 2
3. 透過電子顕微鏡組織及び電子回折図形の解析	9 4
4. 考 察	9 9
第 4 節 加工されたクロム－ニッケル鋼マルテンサイトの 焼戻し挙動	1 0 0
1. 硬 度	1 0 0
2. 透過電子顕微鏡組織	1 0 0
3. 考 察	1 0 1
第 5 節 結 論	1 0 3
第 5 章 マルテンサイトの加工による強化について	1 0 3
第 6 章 マルテンサイトの加工に関する総括	1 0 4
第 3 編 本研究の結論と加工熱処理による鋼の強化法の将来性	1 0 6
謝 辞	1 0 8
参考文献	1 0 9

序 文

戦後の産業各界の発展はめざましく、それによつて金属材料の分野においても機械構造用、土木、建築、造船、車輛、航空機などのあらゆる分野から、より強靱な材料が要求されてきた。それは強度が高くかつ強度／重量の比の大きいもので、伸び、絞りが大きくて、衝撃、疲労に対して強い材料である。とくに航空機、ロケット、人工衛星などにおいては、強度／重量の比の大きい材料を使用して軽い設計をすることが必須となつている。このことは車輛その他の産業機械の設計においても同様であり、今日強靱な金属材料は質的にも量的にもますますその重要性を増してきた。化学工業及び刃物などの家庭用器具などの分野においても、ある程度の強度をもたせて、耐食性のすぐれた材料が必要であるが、この化学的性質と機械的性質とは組成的に相反する場合が多く、その用途には極力制限をうける場合が多い。それ故に耐食性がすぐれかつより高い強度を得る方法を考えださねばならない。また工具、型材料のように超硬材料にあつては、従来のように伸びや絞りを最小限度におさえて強度をだすというよりも、いままでと同程度の強度であつても伸びや絞りに余裕があり耐摩耗性のすぐれた材料を得ることができれば非常な進歩といわなければならない。

このように金属材料は二つの面からの要求がある。すなわちいままで製造することのできなかつた極めて強い材料を要求する面と、いままでと同程度の強度でよいから伸び、絞りなどの性質において余裕のある材料を要求する面である。

このようにすぐれた金属材料の開発並びにそのための研究には今日のみならず古くから多くの努力がなされてきた。それには合金元素の添加調整、熱処理、冷間加工などによる強化法があるが、しかし数%の伸びをもちしかも200 Kg/mm以上の強度をもつ材料(超高張力材料)を製造することは非常に困難でありかつ稀であつた。しかし一般の製造が不可能であつてもこれよりはるかに強いものが存在しなかつたわけではない。それは完全結晶に近い⁽¹⁾ひげ結晶(Whisker)である。この結晶の強度は完全結晶に新しく転位を導入するに要する剪断応力に相当し、鉄の場合約1000 Kg/mmの強度を有している⁽¹⁾。しかしあまりにも形状が小さくかつ製造が困難なために一般に供する段階に到らなかつた。しかし最近これらのひげ結晶を繊維状に結合させる繊維冶金法(Fiber Metallurgy)が発見され⁽²⁾、実用化にはほど遠いにしても欠陥のない完全結晶による強化法として注目をあびている。これに対して近年より以上に注目をあびてきたのが鋼の加工熱処理(Thermal mechanical treatment)による強化法である。これは従来鋼の強化法としての合金元素の添加調整、熱処理、加工硬化を適当に組合せた方法で、この方法によつて約300 Kg/mmのきわめて強い材料が得られ、一部実用化され、超高張力材料の開発に画期的な糸口を与えた。ここに掲げる加工熱処理による強化法とは、あくまでも熱処理による強化に加工による強化を加えてより強い材料を得る方法であつて、例えば鋼を焼鈍したりして内部の歪を取り除き柔軟化し、その後加工などするような場合においては、これは加工のみによる強化であつて、熱処理の強化が入っていないから、このような場合の処理は加工と熱処理をされたものであつてもここでは除外して考える。このように加工熱処理による強化法は、前述のひげ結晶のような完全結晶による強化法とは相反する方法で、加工及び熱処理の両方によつて結晶内に多くの格子欠陥を合理的に導入し内蔵させることによつて転位の運動を妨害し転位源の活動を妨害し、その結果として材料を

強化させる方法である。従来の加工及び熱処理による強化法も、すべてこの方向に進んできたわけで、すでに製造にまで到っているものもあり、ピアノ線のような冷間引抜き鋼線もその一例である。このように加工熱処理による強化法は機械的性質の面において特にすぐれかつ大量生産方式及びその経済性においてもかなり有利であり、最も効果的な処理法として今後大いに開発される機運にある。

鋼の加工熱処理は、鋼の熱処理の過程に加工を割り込ませる方法であつて、その方法は変化に富んでおり、それ故に勝手な俗称でよばれており、それをまとめてみると第1表に示すように大体三つに分類することができる。その代表的なものに、鋼のオーステナイトからマルテンサイト変態する過程で変態前のオーステナイトを加工して、しかるのちマルテンサイト変態させる鍛造焼入及びオースフォーミングと、変態後マルテンサイトを加工してマルテンサイト自身を加工硬化させる方法及び変態後適当な焼戻し処理を行なつたのち加工する方法などがある。この他に変態途中で加工する方法もあるが、これは変態前の加工と変態後の加工の丁度中間の方法で、その効果もこれらの処理の効果の中程度のものが得られている。

第1表 加工熱処理による強化法⁽²⁾

分類	方法	応用例
1. 変態前の加工	a、安定オーステナイトの加工	⁽³⁾ 鍛造焼入、熱間加工
	b、準安定オーステナイトを加工し マルテンサイト変態	オースフォーミング ⁽⁴⁾
	c、準安定オーステナイトを加工し パーライトまたはベーナイト変態	オースロールテンパリング ⁽⁵⁾
2. 変態途中の加工	a、マルテンサイト変態途中の加工	サブゼロ加工 ⁽⁶⁾
	b、パーライトまたはベーナイト変態途中の加工	オースロールテンパリング ⁽⁵⁾
3. 変態後の加工	a、マルテンサイトの加工	マルストレイニング ⁽⁷⁾
	b、焼戻しマルテンサイトの加工	焼戻し加工 ⁽⁸⁾
	c、パーライトまたはベーナイトの加工	パテンティングと冷間引抜き加工

このように鋼の加工熱処理は、加工と熱処理を種々組合わせた方法で、その方法には前述の如く多くあり、その中には鋼を著しく強化させるものがあるが、それらの根底をなしているものはやはり変態前の加工（代表としてオースフォーミング）と変態後の加工（代表としてマルテンサイトの加工）である。

前者の変態前の加工において、安定なオーステナイトを加工後焼入する鍛造焼入は、加工されてもすぐに再結晶をおこして加工の効果が消失してしまうので強度の増加はあまり期待されない。むしろこの処理法の特徴は鋼の焼入硬化能を増加し、かつ鍛造と焼入を従来の装置を少し改良することによつて同時に**行なうこと**ができる意味で生産経費の節減が可能である点に重点がおかれている。そこで変態前の加工によつて強度を増加させる目的では、準安定オーステナイトを加工後焼入するオースフォーミングがもつとも効果的で最近これが実用化の方面でも、またその強化原因についての基礎的研究においても世界的に注目をあびるに到つた。このオースフォーミングは変態前の準安定オーステナイトを加工することによつてオーステナイト内により多くの格子欠陥を導入し内蔵させて加工硬化し、その硬化したオーステナイトをもとにしてマルテンサイトを強化させる方法で、間接的にマルテンサイト内の格子欠陥を増加させることによつて強化させる方法である。この準安定オーステナイトを加工することは比較的低温において容易に加工ができるところにも重要な意味をもっている。このように鋼はオースフォーミングによつて強度を飛躍的に増加し著しく機械的性質は改善される⁽⁴⁾。これに対して変態後マルテンサイト自身を直接加工して加工硬化させる方法があり、これが後者のマルテンサイトの加工(マルストレイン⁽⁷⁾)などとよばれている)である。

元来、マルテンサイトは非常に硬くてそれを加工することは不可能であると考えられていたが、最近このマルテンサイトの加工が可能であることが発見され、しかもその加工硬化は著しく、その加工硬化は炭素依存性がきわめて大きい⁽⁷⁾。この方法では強度は著しく上昇するが伸び、絞りは多少減少する⁽⁷⁾。したがって伸び、絞りがそんなに必要でなく強度を特に高くしたいときはマルテンサイトの加工は最も効果的であることになる。またこの処理によつて加工硬化の他に加工軟化現象があり、マルテンサイトの変形様相の解明に有益な資料を与えている。

このように加工熱処理によつて超高張力鋼が得られるが、その原因追究の基礎的研究については著者の研究以外ほとんど**行なわれていない**。将来このような処理による超高張力鋼の開発のためにも、この強化現象に対する基礎的研究を行い、かつその機構解明をしなければ、けつして超高張力鋼の開発は期待できない。

最近わが国においても超高張力鋼の需要はますます増加しつつあるにもかかわらず、その進歩にともなつた新しい製造技術の開発のための基礎的研究は**行なわれていない**場合が多く、単なる不連続な一時的要求に答える表面的研究に過ぎないために総合性に欠き、かつ短命なる場合が非常に多かつた。その意味で著者はこの超高張力鋼製造のための加工熱処理としてのオースフォーミング並びにマルテンサイトの加工による鋼の強化の原因追究のための基礎的研究として、主に電子顕微鏡的に研究を行ない、本論文にまとめた。

その大要は第1編においてオースフォーミングを取り上げ、まず炭素をほとんど含有していない鉄-ニッケル合金と、ある程度の炭素を含有しているニッケル鋼とについてオースフォーミングの効果を調べ、炭素が重要な役割を演じていることをみだし、さらにニッケル鋼及びクロム-ニッケル鋼を用いてオースフォーミングによるオーステナイト及びマルテンサイトの強化の度合を調べ、かつ両相内の格子欠陥を主に薄膜の透過電子顕微鏡法によつて確認し、それらの格子欠陥の種類及び量によつてマルテンサイトの強化がどのように変化するかについて調べた。さらにこれらの鋼をもちいてオースフォームされたものについての焼戻し挙動を調べ、格子欠陥と炭化物の析出の様相を調べオースフォーミングによる炭化物の分散強化について解明した。第2編においてマルテンサイトの加工を取り上げニッケル鋼及びクロム-ニッケル鋼を用いてマルテンサイトの加工及びこれに付ずいてオーステナイトの加工の効

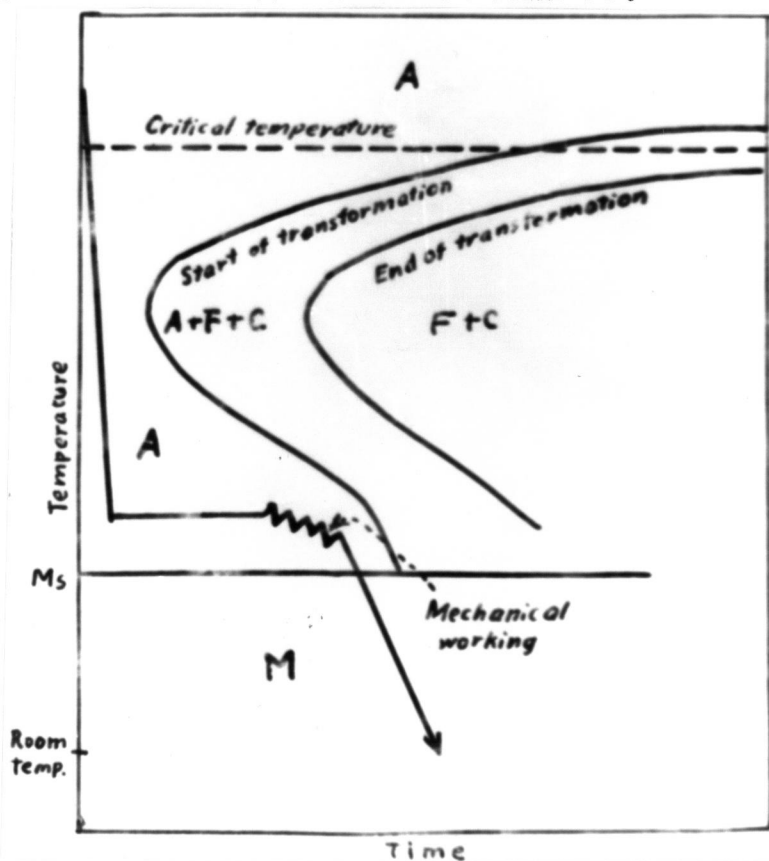
果を調べ、それらの透過電子顕微鏡観察よりその変形様相を明らかにし、さらにそれらの焼戻し挙動を調べて種々の格子欠陥における炭化物析出の様相を明らかにした。第3編において本研究の結果を総括し結論してさらに鋼の加工熱処理による強化法についての将来性について記述した。

このように鋼の加工熱処理に関する研究に、透過電子顕微鏡法を採用し、強化原因を追究したのは著者がはじめてであり、本研究は従来の研究業績とは一段と飛躍したものであり、今後のこの方面の研究発展のためにも、また工業的にも大いに貢献したものであると信じている。

第 1 編 オースフオーミング

第 1 章 緒 論

従来の鋼の強化法は合金元素の添加調整、熱処理、加工硬化などによる方法であるが、これらの処理法を適当に組み合わせることによって従来得ることのできなかつた超高張力鋼が容易に得られるようになった。その鋼の新しい強化法の一つがオースフオーミングである。オースフオーミングは1951年に R. F. Havvey⁽¹⁰⁾ によって行なわれた加工熱処理の一種で、その操作は第1図に示すごとく鋼をオーステナイト化しS曲線の入江まで急冷して準安定オーステナイト状態で塑性加工を行わせる方法である。操作上準安定オーステナイト領域“bay”がある程度広いものでなければならず、オースフオーミングに供する鋼にはおのずから制限がある。



第1図 オースフオーミングの模型的説明図

この処理を施したものは焼戻しすることによって普通焼戻しした場合よりも非常に強くかつすぐれた靱性のある鋼が得られる。特に航空機用材料のように強度/重量の比の大きい材料を必要とするものにこのような処理法が注目され、最近多くの研究がなされ大いに開発される機運にある。

従来の代表的な強靱鋼、例えばSAE 4340鋼は焼入状態において約200 kg/mm²の抗張力を示すが、実用に供する場合にはある程度の伸びを持たせるために普通450°C以上の温度に焼戻しして約150 kg/mm²以下の抗張力の状態で使用している。強靱鋼としてはその他にHY-Tufなどがあるが、いずれも0.3~0.4%炭素でニッケ

ル、クローム、モリブデン、マンガンを種々の量で含有せしめた比較的高珪素の合金鋼で、特に珪素を含有することによつて靱脆性範囲を高温側へ移動することによつて、より高い温度まで高い強度を保持し、抗張力平均 150 kg/mm^2 で伸び 10% 程度を得ることができる (11)。

このように従来の強靱鋼の処理は焼入れ焼戻しによる処理であつて、目的に応じて炭素量を調整して適当な強度をもたせるのであり、明らかに合金元素の添加調整及び熱処理をたくみにとり入れた鋼の強化法であつた。しかしながらオースフォーミングはこれら二つの方法にさらに加工を組合せた方法で加工熱処理の一種である。E. B. Kulaら (12) は従来の強靱鋼 SAE 4340 鋼をオースフォームすることによつて抗張力約 230 kg/mm^2 、伸び 7% という普通焼入れ焼戻しでは得られないすぐれた結果をみだし、またフォードモータースで最初に試みた材料の一つ (13) として、 $0.63\% \text{ C}$ 、 $3\% \text{ Cr}$ 、 $1.5\% \text{ Ni}$ 、 $0.75\% \text{ Mn}$ 、 $0.5\% \text{ Mo}$ 、 $1.5\% \text{ Si}$ の鋼を 90% オースフォームし油冷し、 150°C に焼戻しすることによつて、抗張力約 300 kg/mm^2 、伸び 6% を有する超高張力鋼をみだしている。このようにオースフォーミングによつて得られる鋼は靱性を低下せずしてより高い抗張力を有するのである。

オースフォーミングは第1表で記述したように変態前の加工に属するが、この他のいずれの方法でもオースフォーミングと同程度あるいはそれ以上の強度を得ることができるが、靱性に関してはオースフォーミングによるほど効果的でない。このようにオースフォーミングは鋼の強化法として唯一の方法であり、今後強度/重量の比の高い鋼を得、かつすぐれた靱性を得る方法として注目されるであろう。すでにこのような現象に対してはフォードモータースをはじめ多くの研究者による資料がある (4, 13, 14, 15, 16, 17)。しかしながらこのように靱性を低下せずして超高張力鋼が得られるその原因追究の研究はほとんど行なわれていない。その意味で著者は、この超高張力鋼製造法としてのオースフォーミングによる鋼の強化原因追究のための電子顕微鏡的研究を行つた。その大要はまず炭素を含有していない鉄-ニッケル合金を用いて、オースフォーミングの効果を調べ、さらに炭素を含有したニッケル鋼によつて同様のことを調べて、オースフォーミングによる鋼の強化におよぼす炭素の役割をみいだした。さらにある程度の炭素を含有したニッケル鋼及びクロム-ニッケル鋼を用いて両者のオースフォーミングの効果を確認し、これらについて薄膜の透過電子顕微鏡法を用いて内部組織特にオースフォーミングによつて生じたオーステナイト及びマルテンサイト内の格子欠陥、及びこれらを焼戻しした際の炭化物析出の挙動を観察し、オースフォーミングによる鋼の強化原因及び鋼種によるその効果の差異をみいだした。オースフォーミングに関する研究に透過電子顕微鏡法を採用し、強化原因を追究したのは著者がはじめてであり、本研究は従来の研究業績を一段と飛躍したものであると信じている。

第2章 従来の研究結果の概要と本研究との関連性

第1章で記述したごとく鋼のオースフォーミングによる強化の研究は数多くなされているが、それらはすべてが現象的研究結果であるにもかかわらず、とにかく多くの注目すべき重要なことがらが発表されている。本章ではこれらの大要を述べて本研究との関連性について述べることにする。

オースフォーミングは1951年にはじめて R. F. Harvey (10) によつて行われ、彼は工具鋼をショットピーニングによつてオースフォームし、よりすぐれた硬度が得られることを発見した。その後1954年にオランダの E.

M. H. Lips 及び H. VanZuilen⁽¹⁷⁾ がニッケル-クロム鋼について行ない非常に高い抗張力を得ることができると発表した。これらは一般に焼入硬化能の大きい鋼について行なったのであるが、一方英国の G. R. Bish 及び H. O'Neill⁽¹⁸⁾ は 0.9% C の炭素鋼について行ない、この場合は加工度がわずかである時が最もよい結果が得られることを示した。その後炭素鋼については、P. R. Evans 及び H. O'Neill⁽⁵⁾ が同じような結果を得ると同時に、ある程度以上の加工度になると等温変態が促進されてかえつて硬度は減少することを示した。このことから、オースフォーム鋼は一般にオーステナイト領域 "bay" を広くするマンガン、ニッケル、クロム、モリブデン、バナジウム、タングステンなどを含んだ合金鋼に限られてくる。

1960年になつて前述のごとく E. B. Kula 及び J. M. Dhosi⁽¹²⁾ が SAE 4340 鋼について行ない、また J. C. Shyne, V. F. Zackay 及び D. J. Schmatz⁽⁴⁾ は 0.3~0.6% C の鋼 (クロム、ニッケル、マンガン、珪素、モリブデン、バナジウムを含有している) について行ない、抗張力約 300 kg/mm² まで得ている。Shyne らは当時オースフォーミングによる鋼の強化原因はマルテンサイトの微細化によると考え、マルテンサイト葉の長さ (d) と降伏強度及び破断強度 (σ) との間には、 $\sigma = \sigma_0 + k \cdot d^{-\frac{1}{2}}$ なる関係があることを示している (σ_0 , k は定数)。

その後 Zackay, Justusson 及び Schmatz^(13,14,15,16) 及び Mc Evily 及び Bush⁽²⁰⁾ によつて行われ、また日本では著者以外に田村、茂木、野崎の研究⁽¹⁹⁾ 及び細井の研究⁽²¹⁻²⁵⁾ がある。

これらの研究結果を現象的にみれば、鋼はオースフォームされることによりその硬度、抗張力、降伏強度は加工度とともに飛躍的に上昇し、その上昇度は降伏強度の場合 0.5~0.9 kg/mm² / 1% 加工に従うとされており⁽⁷⁾、また加工温度が上昇するとそれらの強度は低下してくる^(16,26)。

またオースフォーミングの際、オーステナイトの加工硬化度よりも、それより生成されたマルテンサイトの硬化度の方が小さいのが一般のようである⁽⁷⁾。

炭素含有量による変化をみると、炭素含有量が増すにしたがつて強度は増加するが、しかしその増加量の割合は 0.3~0.6% C の間で同じであつて、かならずしも炭素含有量の増加がオースフォーミングによる強化の割合を増加するものではない⁽¹⁶⁾。このことは焼入鋼の場合と同様の傾向を示している。

オースフォームすることによりその強度は飛躍的に上昇するが、それにもかかわらず伸び、絞りもオースフォームしないものと同程度あるいはかえつて上昇するという結果が多く^(16,26)、衝撃値も向上し、遷移温度も低下する^(20,24)。衝撃値は場合によつては異常な上昇をすることもある⁽²⁰⁾。オースフォームされた鋼を焼戻した場合でも、オースフォーミングとしての加工度の高いものほど良好な結果を示す⁽²⁶⁾。しかしながらオースフォームされたものの伸びに関しては焼戻ししない場合はオースフォームされた方が高くても、200°C 付近を境としてそれ以上ではオースフォームしないものより下つている結果もある⁽⁴⁾。

普通焼入れしたクロム鋼などでは焼戻しを行つた場合に二次硬化はほとんどあらわれないが、これをオースフォームすることによつて顕著にあらわれる場合⁽⁴⁾、そしてまた逆にわずかにあらわれていたものが全くあらわれなくなる場合などがある⁽²⁶⁾。

以上のように種々興味ある結果が報告されているが、いずれにしても約 300 kg/mm² という非常に高い抗張力を

示していることは注目に値する。このようにオースフォーミングによつて鋼はきわめて強靱化するが、その強化の理由については未だ判然としておらず、1960年までは前述のごとくShyneら⁽⁴⁾によつて、オースフォーミングによる強化はマルテンサイトの微細化のみによると簡単に考えられていたが、その後Justusson及びSchmatz⁽¹⁶⁾はマルテンサイトの微細化のみが、かならずしもオースフォーミングによる強化の原因でないことを示している。このことはオースフォームされたもののマルテンサイト自身の強度上昇を暗示させるものである。

Kellyら⁽²⁷⁾はオースフォームすることによつて鋼の M_s 点が低下し双晶（以下変態双晶と呼ぶ）のあるマルテンサイトが非常に多くなり、その変態双晶がオースフォーミングによる鋼の強化原因であると述べているが、これは鋼の種類によつて変態双晶の有無がきまり、かならずしもこれのみがオースフォーミングの強化の原因であるとは考えられない。しかしこのような傾向はみられる⁽²⁸⁾。

結局、最近ではオースフォーミングによる鋼の強化原因はマルテンサイト自身の強化が主な原因であると注目されている。

Justusson、Schmatz⁽¹⁶⁾及びRadcliffe、Kula⁽⁷⁾らの多くの研究者は、①オースフォーミングによつて生成されたマルテンサイト内には加工されたオーステナイト内に存在する転位及びその他のすべての格子欠陥がそのまま継承される、②加工されたオーステナイト内の転位及びその他の格子欠陥が原因してマルテンサイト内に多くの転位及びその他の格子欠陥を誘起しうる、③オースフォーミングによつて生成されたマルテンサイト内の格子欠陥とマルテンサイトを加工した際に新しく生成した格子欠陥とは性質を異にする、などの考え方にもとづいて研究をすすめている。

Justussonら⁽¹⁶⁾は抽出レプリカ法による電子顕微鏡観察から、オースフォームしたものの焼戻しマルテンサイトは焼戻ししてもなお多くの炭素の固溶硬化を保持していると報告している。

ごく最近、Cohenら⁽²⁹⁾は衝撃加工によるオースフォーミングの研究を行なった。オースフォーミングによる鋼の強化はやはりマルテンサイトの微細化によると主張している。さらにMcEvilyら⁽³⁰⁾及びG.Thomas⁽³¹⁾は加工中にオーステナイトに極微細な合金炭化物を分散析出し、それがマルテンサイト内に継承されるのであり、またAnsell及びArott⁽³²⁾は加工されたオーステナイト内で、転位に炭素が凝集し、さらにマルテンサイト変態は無拡散変態であるので炭素の富化された領域がそのままマルテンサイト内に継承されることを理論的に示し、この炭素富化領域は炭化物の分散硬化と同じ効果があると説明している。

以上が従来の研究結果の概要であるが、これらの研究に使用された試料はほとんどが普通鋼材であるために、実際にオースフォーミングの強化に寄与する因子、例えば炭素のごときマルテンサイトの強度に著しく影響をおよぼすものの役割が明らかでなく、またオースフォームされたマルテンサイト内の格子欠陥及びそれらの格子欠陥と炭素との相互作用及び焼戻しの際の炭化物の析出挙動を調べるには従来のように機械的性質、光学顕微鏡及びレプリカ法電子顕微鏡観察ではあまりに不十分であるし、事実直接証拠をみいだせない。その意味でこれらの現象を確認し、より詳細に検討する必要がある。

本研究はオースフォーミングによる鋼の強化現象をまず従来の研究結果を総括し検討した上で、オースフォーミングによる鋼の強化は、主にマルテンサイト自身の強化に原因しているとの予想のもとに行なった。その結果、オースフ

オーミングによる鋼の強化はマルテンサイト自身の強化があること、そしてそれには炭素が重要な役割を演じていることをみだし、さらに炭素をある程度含有したニッケル鋼及びクロム-ニッケル鋼を用いて、オースフォーミングによる強化の度合及びそれらの焼戻し挙動を両者について調べ、これらの結果をもとにしてさらに薄膜の透過電子顕微鏡法によつてオースフォームされた鋼のオーステナイト及びマルテンサイト内の格子欠陥及び炭化物の析出挙動を観察し、強化の原因を追究した。この研究によつて従来不明とされていたオースフォーミングに関する種々の現象を明らかにすることができた。

第3章 ニッケル鋼のオースフォーミング

第1節 緒言

オースフォーミングによる鋼の強化はマルテンサイト組織において得られるのであるから、その強化原因の解明にはオースフォーミングによるマルテンサイトの強度及びオーステナイトの強度、さらにそれらの微細組織について詳細に調べる必要がある。従来の研究では専ら普通鋼材について調べられていたことから、実際にオースフォーミングの強化に寄与している因子が明らかでなく、またオースフォームされたオーステナイト内の格子欠陥及びそれよりできたマルテンサイト内の格子欠陥などについても全く不明の状態であつた。

本章ではこれらの点についてより詳細に調べオースフォーミングによる鋼の強化原因を追究した結果を記述する。まず炭素のごときマルテンサイトの強度に著しく影響する元素を含有していない鉄-ニッケル合金を用いてオースフォーミングによるマルテンサイトの強化について調べ、さらにある程度の炭素を含んだニッケル鋼（これは後述のように鉄-ニッケル合金に浸炭処理を施して鉄-ニッケル-炭素合金としたものである）について同様のことを調べ炭素がこのオースフォーミングによる鋼のマルテンサイトの強化に重要な役割を演じていることをまず確認し、さらに薄膜の透過電子顕微鏡法を採用してオースフォームされたニッケル鋼のオーステナイト及びマルテンサイト内の格子欠陥及びこれらの試片を焼戻しした場合の炭化物の析出挙動を調べ、オースフォーミングによる鋼の強化原因を追究した。

第2節 実験試料及び実験方法

1. 試料

(i) 鉄-ニッケル合金の作製

電解鉄、電解ニッケルを真空溶解し金型に鋳込み、 1000°C にて5時間均一化処理後熱間鍛造及び圧延によつて 0.56 mm 厚さの板に仕上げ、さらに表面の酸化物除去のため Descaling Salt ($\text{NaOH } 80\%$, $\text{NaNO}_3 10\%$, $\text{Na}_2\text{CO}_3 8\%$, その他の添加剤)及び酸洗液 ($\text{HCl } 20\%$, $\text{HNO}_3 5\%$, $\text{H}_3\text{PO}_4 5\%$, 水 70%)にて処理し、表面を清浄して鉄-ニッケル合金を作製した。

(ii) ニッケル鋼 (I) の作製

(i)で作製した鉄-ニッケル合金の一部を $-4\sim-8$ メツシユの木炭と炭酸バリウムを6対4の割合で配合した浸炭剤中に挿入し、これらを鋳鉄製ポットに入れて密閉し、 950°C にて6時間浸炭した。その後機械研磨にて表面を清浄にし、しかるのち真空中にて 900°C で2.4時間均一化処理し鉄-ニッケル-炭素合金を作製した（この合金

は以下ニッケル鋼 (I) と呼ぶ)。

(iii) ニッケル鋼 (II) の作製

(i)の場合と同様にして鉄-ニッケル合金を作製し(ii)の場合と同様にして浸炭し鉄-ニッケル-炭素合金を作製した(ニッケル鋼 (II) と呼ぶ)。

ここでニッケル鋼 (I) , (II) は実験中試片の不足のため追加して作製したためにこのように二種類となった。これら鉄-ニッケル合金及びニッケル鋼 (I) , (II) の化学組成を第2表に示す。

第 2 表

試 料	C %	Ni %	Fe
Fe - Ni 合金	-	29.70	bal.
Ni 鋼 (I)	0.42	29.70	bal.
Ni 鋼 (II)	0.44	27.56	bal.

2. 実 験 方 法

(i) 加工度及び炭素の影響

鉄-ニッケル合金及びニッケル鋼 (I) を真空中で900°C にて3時間オーステナイト化し、しかるのち200°C の油浴に焼入して2分間保持後たゞちに圧延によつて加工し、室温に空冷した(オースフォーミング)。オースフォームしないものもこれと比較のために作製したが、これは圧延をしないのみで他は全く同じ処理を行なつた。

鉄-ニッケル合金は室温において光学顕微鏡観察である程度のマルテンサイトを生成していたが、ニッケル鋼においてはそれが認められなかつた。これらの試片を液体窒素に30分間深冷することによつて鉄-ニッケル合金はほとんど全部マルテンサイトになり、ニッケル鋼は光学顕微鏡視野の約半分がマルテンサイトになつた。

(ii) 焼戻しの影響

ニッケル鋼 (II) を真空中にて900°C で3時間オーステナイト化し、しかるのち200°C の油浴に焼入し、5分間保持後圧延によつて22%加工し空冷した(オースフォーミング)。この試片のMs点は常温以下であるために、さらに液体窒素に30分間深冷することによつてオーステナイトの約半分がマルテンサイトに変態した。この場合もオースフォームしないものは圧延しないのみで、他の処理は22%オースフォームされたものと全く同じ処理を行なつた。

このように処理された試片を100~500°C の間で50°C 間隔で各1時間焼戻しを行なつた。

以上(i) , (ii) の処理を施した試片につき、硬度測定、光学顕微鏡及び薄膜の透過電子顕微鏡観察を行なつた。硬度測定はピツカース微小硬度計にてまず荷重500gで組織に無関係に行ない、さらに荷重50gで組織別に行なつた。硬度値は一試片につき10個所測定してその平均値をとつた。

光学顕微鏡観察は次のようにして行なつた。試片の表面をエメリー紙0/4にて軽く研磨したのち、電解研磨(電解液は過塩素酸185cc(比重1.61)、無水酢酸765ccの溶液⁽³⁾と、リン酸200cc、無水クロム酸10

0 gの溶液⁽³³⁾の二種類を使用)した。しかるのち1%ナイトール(HNO₃ 1%のアルコール溶液)にて腐食し組織観察した。

電解研磨液は、以上の二種類とも研磨状態は良好であつた。

透過電子顕微鏡観察は次のようにして行ひた。薄膜の作製はBollmann法⁽³⁴⁾を採用し、電解液にリン酸200 cc、無水クロム酸100 gの混合液を使用し、電解温度80~90°C、電流2.2~2.3 A、電圧12~15 vで行なつた。この方法で薄膜を作製して、メタノールにて洗滌し、その液中に保存した。長時間保存の場合は洗滌後乾燥してデンケータに入れて保存した。

これらの薄膜を日立製HU-11型電子顕微鏡で加速電圧100 kVにて組織観察し、適宜制限視野電子回折図形を撮りその解析を行つて結晶学的解明を行つた。組織観察の一部には傾斜装置を併用し、また適宜暗視野像の観察も行なつた。

第3節 オースフォーミングによる鋼の強化におよぼす炭素の影響

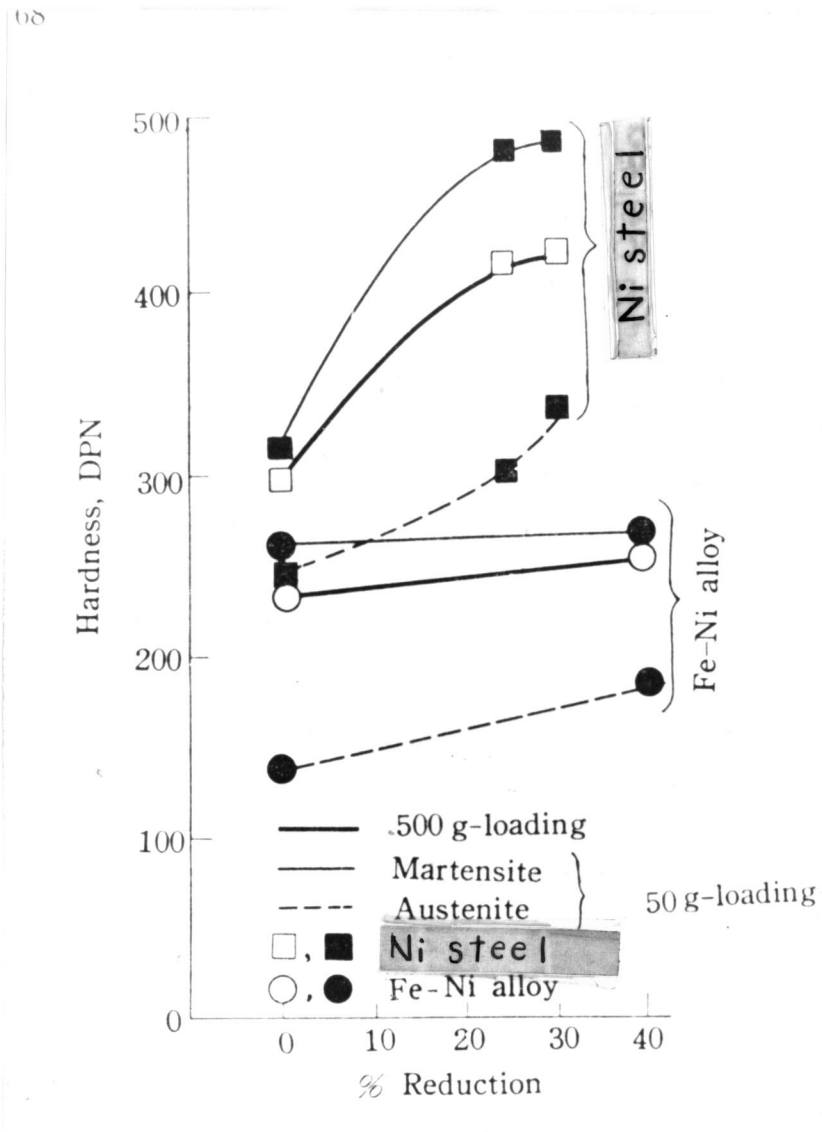
1. オースフォームされた鉄-ニッケル合金及びニッケル鋼の硬度

従来の研究結果では、オースフォーミングの効果におよぼす炭素の役割は解明されておらず、たゞ炭素含有量が増すにつれて0.3~0.6% Cのはんいでは強化度は一定で、⁽¹⁶⁾ 0.6% C以上ではやゞ強化度は低下する^(28, 35)ことのみ示されている。したがつて炭素の重要性について論じた報告はほとんどなかつた。著者は鉄-ニッケル合金及びニッケル鋼(I)を用いてオースフォーミングの効果を硬度測定にて調べた。その結果を第2図に示す。

まず各試片を液体窒素に深冷後500 gの荷重で組織に無関係に硬度測定すると、第2図の太い実線で示したように鉄-ニッケル合金ではオースフォームしてもほとんど硬化していないが、ニッケル鋼では著しく硬化していることがわかる。

さらに50 gの荷重でこれらの試片のオーステナイトの硬度を測定すると、明らかに鉄-ニッケル合金もニッケル鋼も加工硬化し、しかもニッケル鋼の加工硬化の方が鉄-ニッケル合金のそれより大きい(第2図点線)。ただし液体窒素に深冷した鉄-ニッケル合金には、残留オーステナイトは光学顕微鏡観察ではほとんど観察されなかつたので、したがつてこの合金のオーステナイトの硬度は液体窒素に深冷前に測定した。ニッケル鋼は液体窒素に深冷後測定した。同様にして50 gの荷重でマルテンサイトの硬度を測定すると(液体窒素深冷後)、鉄-ニッケル合金ではオースフォーミングによる硬化は認められないが、一方ニッケル鋼では明らかにその硬化が認められ(第2図細い実線)、しかもニッケル鋼ではオーステナイトの加工硬化度よりも、マルテンサイトの硬化度の方が大きい。この場合のニッケル鋼の硬度測定の際の圧痕の様相を光学顕微鏡観察すると、写真1に示すように、オーステナイト及びマルテンサイトともにオースフォーミングによつて硬化していることがわかる。

以上のことから、鉄-ニッケル合金ではオーステナイトは加工硬化しているにもかかわらず、マルテンサイトはほとんど硬化しておらず、一方ニッケル鋼ではオーステナイトの加工硬化は鉄-ニッケル合金よりも大きく、かつそれから生成したマルテンサイトも著しく硬化している。このことからオースフォーミングによる鋼の強化にはある程度の炭素が必要であること、そしてまたオースフォーミングによる鋼の強化は主にマルテンサイト自身の強化が原因していることが明らかとなつた。



第2図 鉄-ニッケル合金及びニッケル鋼の硬度におよぼすオースフォーミングの影響

2. 考 察

以上の結果からオースフォーミングによる鋼の強化にはある程度の炭素が必要であり、しかもその強化は主にマルテンサイト自身の強化に原因していることが明らかとなった。

Justusson 及び Schmatz⁽¹⁶⁾ も鉄-ニッケル合金 (3.15% Ni) で90%オースフォームしてもマルテンサイトの硬度増加は認められなかったことを示し、著者の結果を支持しており、また Radcliffe⁽⁷⁾ も同じような結果を示している。細井⁽²⁵⁾ は鉄-ニッケル合金 (3.172% Ni) を用いて常温でオースフォームしてオースフォーミングの効果があつたと報告しているが、加工による M_s 点すなわち M_d 点がこの合金では常温付近にあるので⁽³⁶⁾、加工によりマルテンサイトが生成し、さらにそれを加工しなかつたかどうか再考を要する。彼らの研究ではさらに炭素を含有した合金について調べなかつたので、炭素の存在の必要性をみいだすことができなかったが、

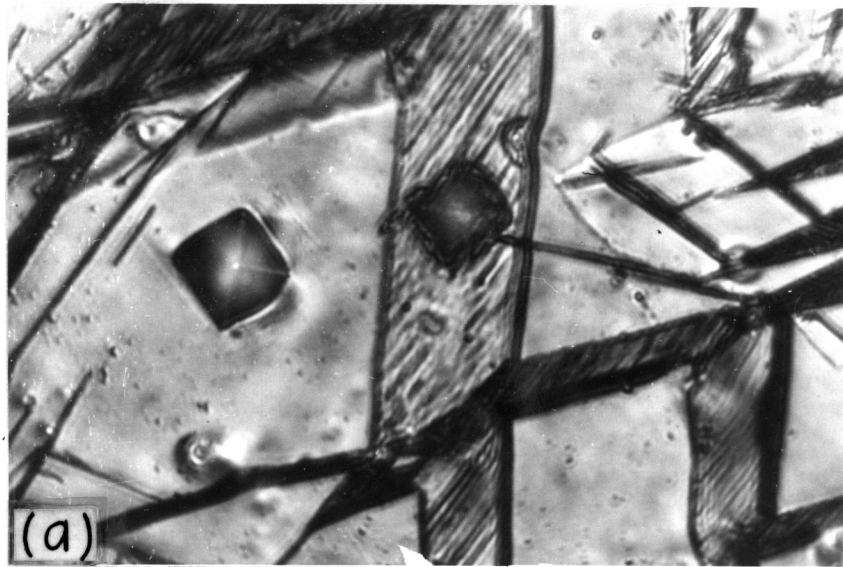


写真1. ニッケル鋼マルテンサイト及びオーステナイトの硬度計による圧痕の光学顕微鏡組織 (a) オースフオームされないもの (b) 30%オースフオームされたもの
腐食液：1%ナイタール

本研究のごとく鉄-ニッケル合金及びニッケル鋼について調べた結果で、はじめて炭素の必要性をみいだすことができた。

鋼中にある程度の炭素が存在していることによつてオースフォーミングにより鋼は強化し、しかもその強化はマルテンサイト自身の強化に原因していることから、従来のマルテンサイトの微細化のみによる強化説から一步飛躍した強化説をうちださねばならない。勿論微細化もある程度強化に寄与することはまちがいないが、それよりもマルテンサイト自身の強化が主な原因で、これについてもつと検討してみる必要がある。

ニッケル鋼ではオースフォーミングによるマルテンサイトの硬化度はオーステナイトの加工硬化度よりも大きい。これはオーステナイトの加工硬化がマルテンサイトに継承されると同時に炭素が存在しているためにマルテンサイト内ではさらに炭化物の析出あるいは析出準備段階による硬化が加算してくるためであると考えられる。オーステナイトの加工硬化がマルテンサイトに継承されるということはオーステナイト内の転位などの格子欠陥がマルテンサイト内に継承されることを意味し、しかもこの現象は鉄-ニッケル合金では認められず、ニッケル鋼で認められていることからして、オースフォーミングには炭素が相当重要な役割を演じていることがわかる。

鋼中にある程度の炭素が存在しておれば、オースフォーミングによる強化が著しくあらわれる理由について、著者の見解は、加工されたオーステナイトの転位にまず炭素が凝集し、転位を固着してマルテンサイト変態でもこの固着された転位は移動できずマルテンサイト内に継承され、普通処理の場合よりもマルテンサイトの転位密度を高め、さらにマルテンサイト内で変態による転位等の格子欠陥と、固着され継承された転位とが相互作用してジヨグなどを形成し、さらにマルテンサイト内では炭素の拡散がより容易であるためにこれらのジヨグなどで極微細な炭化物として析出をおこして、より一層転位の運動を妨害するのでマルテンサイトは強化するのであると考えている。これらのことは後述の透過電子顕微鏡組織の観察からも推測される。

Ansellら⁽³²⁾はオースフォームされたマルテンサイトの強化は加工されたオーステナイト内の格子欠陥に炭素が凝集して炭素の富化領域をつくり、これがマルテンサイト変態に際して、格子欠陥は取り除かれるが、この富化領域はマルテンサイト変態が無拡散変態であるためにマルテンサイト内に入り込み、丁度マルテンサイト内に第2相が存在したと同様の効果をもつて強化するというを理論的に示している。彼らの説は単なる推測であるが、著者は後述の透過電子顕微鏡観察からオースフォームされたマルテンサイト内の転位密度の高いことを認めており、著者の見解がより妥当であると考えている。

第4節 オースフォームされたニッケル鋼の微細組織

1. 光学顕微鏡組織

オースフォーミングの効果が著しくあらわれたニッケル鋼(I)の光学顕微鏡組織を写真2に示す。写真2の(a)はオースフォームしないもの、(b)は30%オースフォームしたもので、いずれも液体窒素に深冷後の組織を示している。

マルテンサイトはいずれの処理においても稲妻型に生成していて、そのうちオースフォームされないものは、マルテンサイトが直線的に生成しており、しかも大きくていわゆる普通にみられる形状を示している。これに対して30%オースフォームされたものはマルテンサイトは微細で、しかも局所的な屈曲が多く複雑な形状を示している。このような組織はすでに多くの研究者によつて認められているもので^(4, 5, 12, 13, 14, 15, 16)あるが、これはオーステナイトの加工によつて生じた転位などの格子欠陥によつて、マルテンサイトの生成が干渉され、このようになったのであろう。

2. 透過電子顕微鏡組織及び電子回折図形の解析

光学顕微鏡で観察されたオースフォーミングによるオーステナイト及びマルテンサイトの組織変化をさらに詳細に調べるために透過電子顕微鏡観察及び回折図形の解析^{*}を行った。試片は光学顕微鏡観察の場合と同様にニッケル鋼

* マルテンサイトの格子常数は、本多、西山の研究⁽³⁷⁾を参考にして、 $a_a = 2.85 \text{ \AA}$ 、 $c_a = 2.91 \text{ \AA}$ とし、オーステナイトの格子常数は、Robertsの研究⁽³⁸⁾を参考にして $a_\gamma = 3.57 \text{ \AA}$ を採用した。

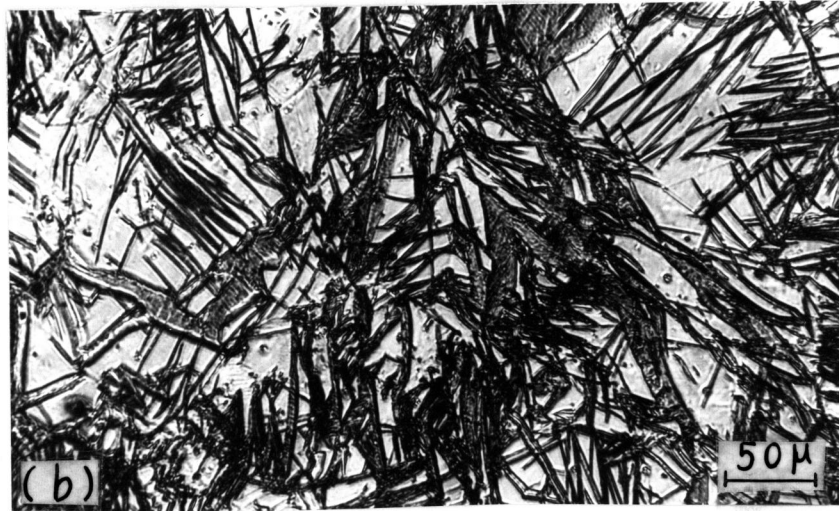
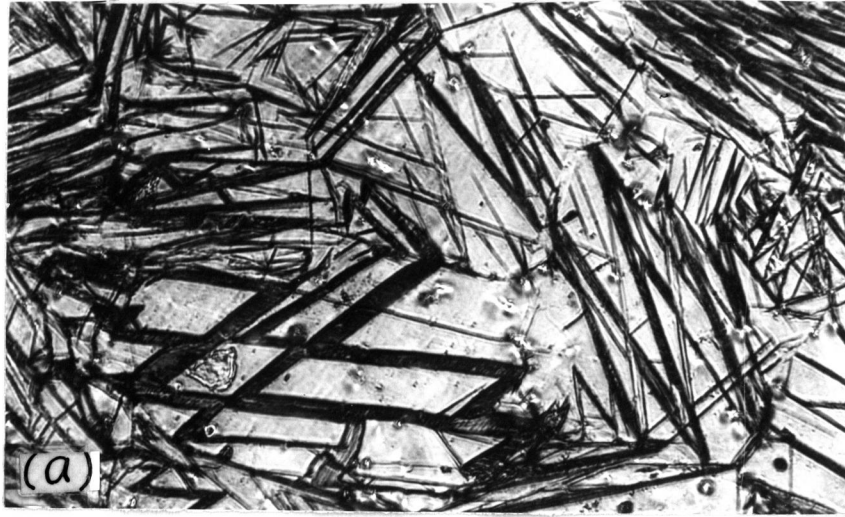


写真2. ニッケル鋼の光学顕微鏡組織
 (a) オースファームされないもの
 (b) 30%オースファームされたもの
 腐食液：1%ナイトール

(I)を使用した。

写真3はオースファームしない普通処理されたニッケル鋼の透過電子顕微鏡組織を示す。マルテンサイト内には約 100 \AA° の間隔で細い平行なバンド (\longleftrightarrow 方向に平行) が観察される。マルテンサイト内のこのような微細組織は鉄-ニッケル合金において西山-清水^(39,40) によつてすでに発見されており、これらのバンドはマルテンサイト変態歪緩和のために生じた変態双晶 (彼らはこの双晶の存在している部分の電子回折図形で、双晶面 $(112)_{\alpha}$ 面に

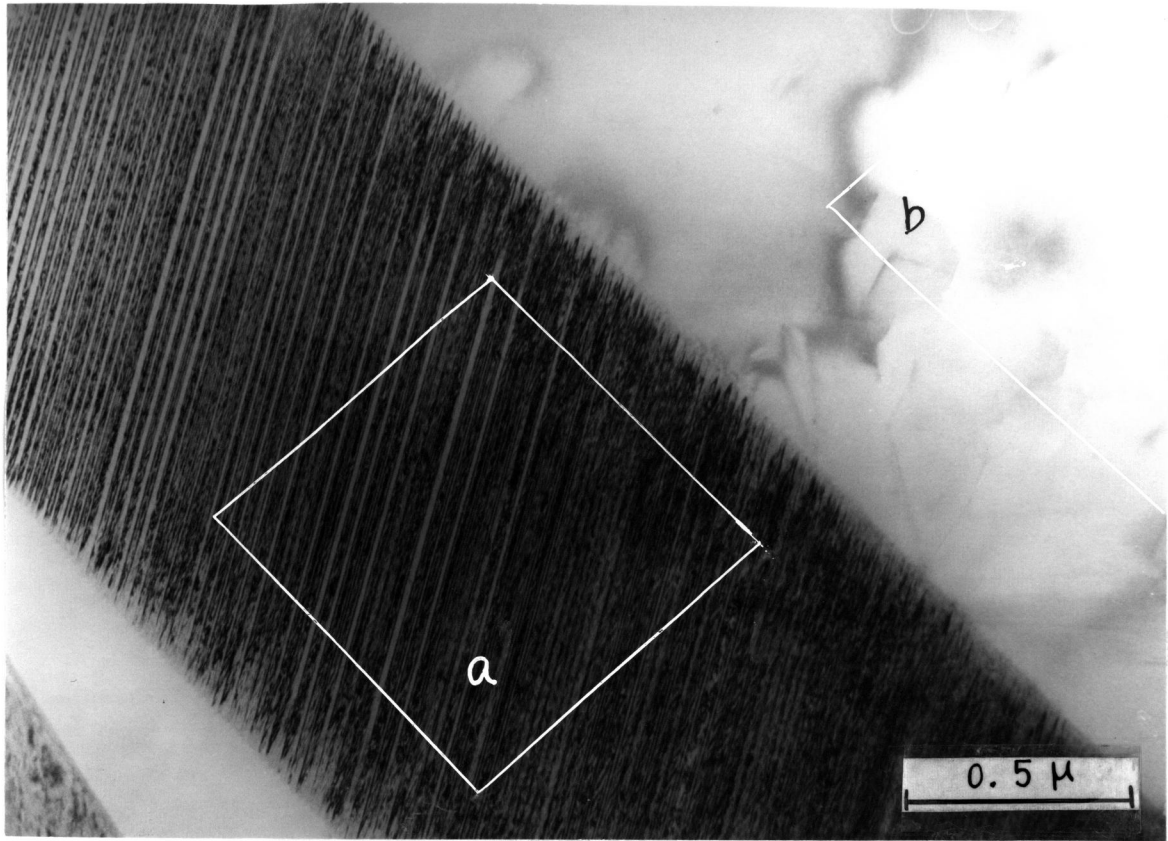


写真3. ニッケル鋼の透過電子顕微鏡組織

垂直方向に streaks があることから、この双晶を欠陥とみなして双晶欠陥とよんでいる)であることが認められている。Kelly, Nutting^(27, 41)も同様の結果を示している。写真3のニッケル鋼のマルテンサイトではこれらのバンドがマルテンサイトを貫いており、バンドの端すなわちマルテンサイトとオーステナイトとの境界に注目すると、マルテンサイト内では双晶が積み重なっており、さらにその双晶内部には3~4本の細かい線と黒い斑点がみられる。この双晶の細かい線と黒い斑点は、双晶による干渉縞とそこに析出している極微細な炭化物によるコントラストであると考えられる。

清水⁽³⁹⁾は鉄-ニッケル合金のマルテンサイトの観察で、変態双晶はマルテンサイトを貫いておらず、しかもそれらは双晶面 $\{112\}$ α 面からかなりずれていることを指摘し、これはマルテンサイト変態の際に双晶変形する以外に別のすべりがおこっていることを暗示している。しかしこのようなことはニッケル鋼においてはみとめられなかった。写真3のオーステナイトでは多少の干渉縞とわずかの転位が観察された。オーステナイト内にわずかでも転位がみら

れることは変態による除の歪の緩和がマルテンサイト内のみならずオーステナイトでもおこっていることを示している。

写真3のマルテンサイト部（a部）の制限視野電子回折図形を写真4（a）に示す。これよりマルテンサイト内のバンドは $(112)_\alpha$ 面を双晶面とする変態双晶であることがわかる。（ α ：マルテンサイト）

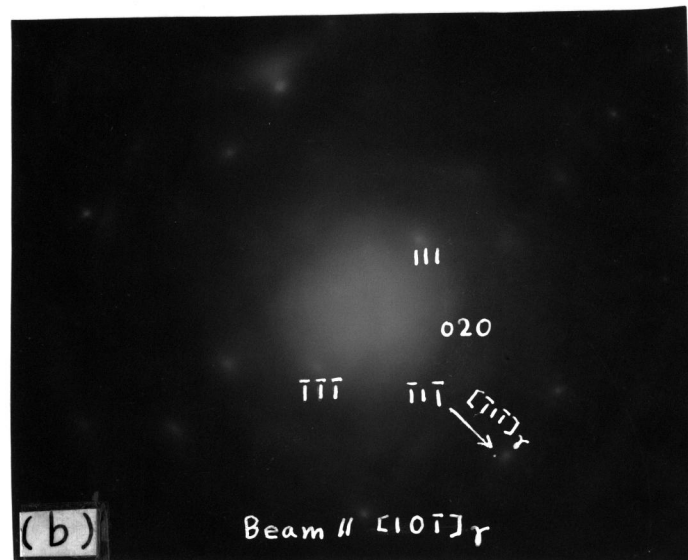
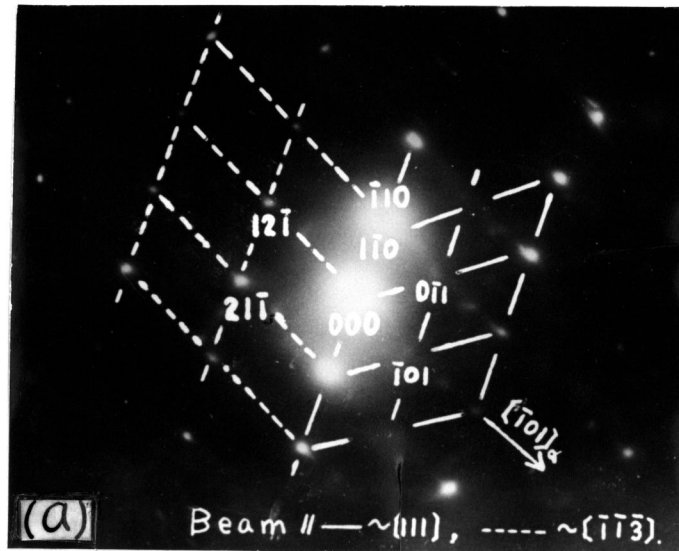


写真4. 写真3のニッケル鋼マルテンサイト（a部）及びオーステナイト（b部）の制限視野電子回折図形

- (a) マルテンサイトの回折図形
- (b) オーステナイトの回折図形

写真3のオーステナイト (b部) の制限視野回折図形を写真4 (b) に示す。これよりもとめたマルテンサイトの晶癖面は大体 $\{259\}_\gamma$ であった。(γ : オーステナイト)

写真5はニッケル鋼の30%オースフォームされた試片の透過電子顕微鏡組織の一例である。マルテンサイトは形状が複雑で、境界は彎曲していて、さらにマルテンサイト内に多くの太い干涉縞が互いに平行に観察される。オースフォームされた試片にはこのような干涉縞がしばしば観察される。これは薄膜になつたために結晶内で非常に複雑な歪が存在していたものが薄膜になつたため彎曲してあらわれたものであると考えられる。このことからオースフォームされたものは、Bulkの状態ではマルテンサイト内あるいはその周囲に相当の応力が存在しているものと考えられ、このことは前述の写真2 (b) のオースフォームされた試片の光学顕微鏡組織でも観察されたように、オースフォームするとマルテンサイトは普通焼入れの場合よりも複雑に屈曲することからも推測される。またオースフォームされたものはマルテンサイトが互いに交叉しているものが多く、これらの相互作用によつてもこのような複雑な応力が存在することが考えられ、写真5でも交叉している部分で干涉縞が多い。

このような現象はオースフォームしないものでも稀に観察されるが、その程度及び頻度においてオースフォームされたものが著しい。写真3においてみられたマルテンサイト内の細い平行な変態双晶も写真5のマルテンサイト内 (b部) にみられ、オースフォームされたものでも同様に変態双晶が存在することを示している。Cohen⁽⁴²⁾ 及び Thomas⁽³¹⁾ はオースフォームすることによつてマルテンサイト内の変態双晶は消滅するという報告をしているが、本研究によりそのようなことはないことが明確に示された。たゞ種々の条件で観察され難いようである。

オースフォームされたマルテンサイトのもう一つの特徴は、写真5からもわかるように組織全体が荒地模様を呈し、写真3のオースフォームされないマルテンサイトに比して鮮明でないことである。これはオースフォームされたマルテンサイトは転位密度が高く、またその転位に炭素が凝集して析出あるいは析出の準備段階にあるように解釈される。このことは前述したようにオースフォーミングによつて鋼が強化するためには炭素が必要であることから予想される。転位密度に関しては後述の焼戻しの場合及び第2章のクロム-ニッケル鋼のオースフォーミングにおいてもより明確に認められており、オースフォームされたマルテンサイトの転位密度は明らかに高い。

写真5のオーステナイトは転位が密に分布し明らかに加工硬化していることが認められる。このようにニッケル鋼のオーステナイトには加工によつて転位のみが存在することも大きな特徴で、後述のクロム-ニッケル鋼のオーステナイトのように積層欠陥、 ϵ 相、変形双晶などの格子欠陥は存在していない。このことからニッケル鋼のオーステナイトの積層欠陥エネルギーはかなり高いものと考えられる。オーステナイトの変形方式の相違は加工硬化の度合にも影響し、かつオースフォームされたマルテンサイトの硬化の度合にもかなり影響する。

3. オーステナイト-マルテンサイトの方位関係

オーステナイトとマルテンサイトの方位関係には西山の関係⁽⁴³⁾、Kurdjumov-Sacksの関係⁽⁴⁴⁾、Greninger-Troianoの関係⁽⁴⁵⁾があるが、本研究においては次のような関係をみとめることができた。

写真3はオースフォームしないニッケル鋼のオーステナイト (b部) とマルテンサイト (a部) を示すが、これらの回折図形写真4によると、 $(\bar{1}1\bar{1})_\gamma // (\bar{1}01)_\alpha$ 、 $[10\bar{1}]_\gamma // [111]_\alpha$ なる関係が得られる。この関係は一応 Kurdjumov-Sacks の関係であるが、前述の三つの方位関係は、いずれも数度の違いで、これを

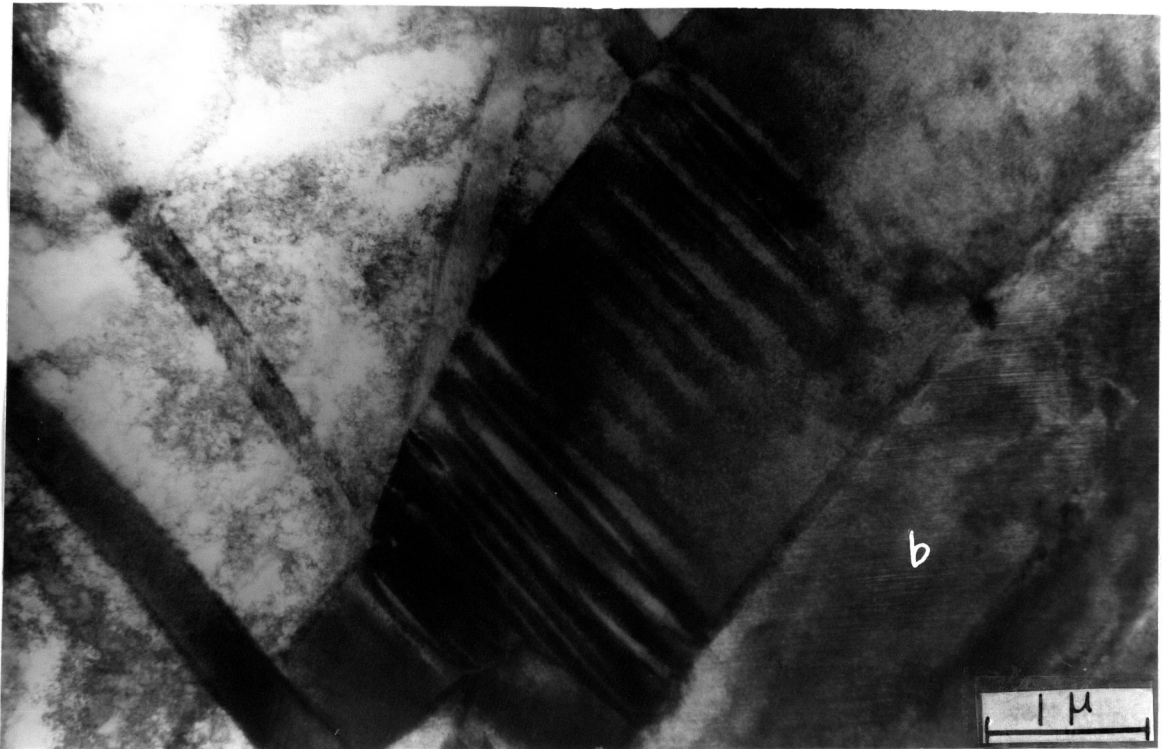


写真5. 30%オースフォームされたニッケル鋼の透過電子顕微鏡組織

電子顕微鏡観察において区別することは困難である。

またオースフォームされたニッケル鋼の場合について調べてみるとやはり同様の結果が得られた。

写真6は30%オースフォームされたニッケル鋼の透過電子顕微鏡組織を示す。マルテンサイト内の荒地模様など前述のオースフォームされた組織と同じ状態を示し、またオーステナイトの加工組織も明らかに認められる。この写真6のオーステナイト (b部) 及びマルテンサイト (a部) の電子回折図形をそれぞれ写真7 (a) (b) に示す。これによると $(111)_\gamma // (011)_\alpha$, $(1\bar{1}0)_\gamma // (\bar{1}\bar{1}1)_\alpha$ なる関係がえられる。これはオースフォームされない場合と全く同じ関係にある。このことはオースフォーミングはオーステナイトとマルテンサイトの方位関係にはなんら影響をおよぼさないことを示している。

Kula ら⁽⁴⁶⁾はSAE4340鋼をオースフォームしたときの優先方位を西山の関係を仮定して決定しているが本研究の結果は彼らの仮定が大体正しいことを示すものである。

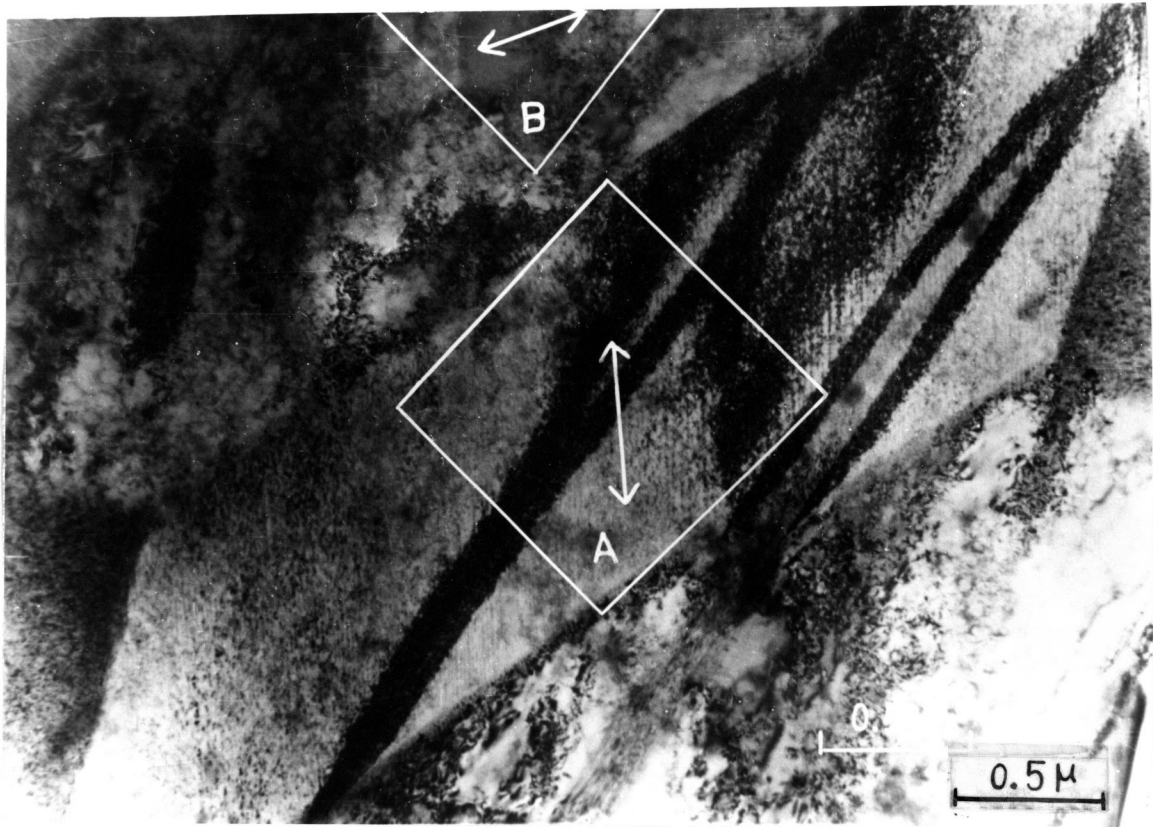


写真6. 30% オースフォームされたニッケル鋼の透過電子顕微鏡組織

4. 考 察

オースフォームすることによつて、まずオーステナイト内に多くの格子欠陥を生じて、オーステナイトは加工硬化する。この加工硬化に寄与する格子欠陥には転位、積層欠陥、 ϵ 相、変形双晶その他点欠陥などがあるが、ニッケル鋼のように比較的積層欠陥エネルギーの高いものには主に転位が存在し、オーステナイトは転位同志の相互作用によつて加工硬化する。しかも炭素が含有されているために転位に炭素が凝集し、転位を固着するであろうから、このような状態のオーステナイトはより一層硬化し、さらにこのように加工硬化したオーステナイトからマルテンサイト変態するときには、オースフォームしない普通処理の場合よりもマルテンサイトにより多くの複雑な応力を与えらる。写真2 (b) の光学顕微鏡組織でのオースフォームされたマルテンサイトの複雑な屈曲及び写真5のオースフォームされた試片の透過電子顕微鏡組織での薄膜の局部的な弯曲による干渉縞がそれを明らかに示している。

Zackayら⁽¹⁵⁾は光学顕微鏡組織観察で、加工されたオーステナイト内のすべり帯を横切つてマルテンサイトが生

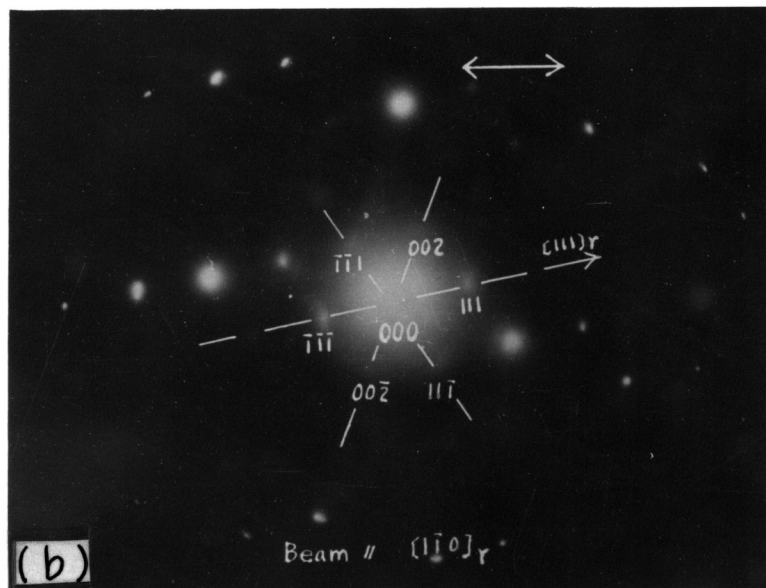
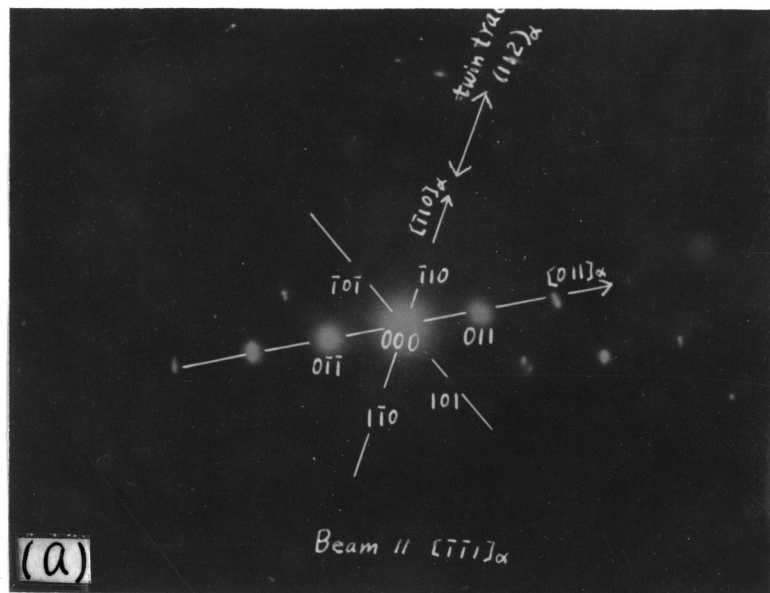


写真7. 写真6の30%オースフォームされたニッケル鋼のマルテンサイト (a 部)
 及びオーステナイト (b 部) の制限視野電子回折図形
 (a) マルテンサイトの回折図形
 (b) オーステナイトの回折図形

成する場合、マルテンサイトはすべり帯で屈曲することを示し、このことから転位などの格子欠陥は明らかにマルテンサイトの生成を干渉することがわかる。

このようにオースフォームされた試片のマルテンサイト変態では、マルテンサイトは非常に複雑な応力をうけ、マルテンサイトの成長が妨害される。このためにオースフォームされたマルテンサイトは微細になる。

一般に組織が微細化すると強度は増加するということから、Shyneら⁽⁴⁾はオースフォーミングによる鋼の強化はマルテンサイトの微細化による考え、降伏強度(σ)とマルテンサイト葉の長さ(d)との間には $\sigma = \sigma_0 + k \cdot d^{-\frac{1}{2}}$ なる関係があることを示した(σ_0 , k は定数)。しかしその後Justussonらの研究⁽¹⁶⁾によれば、同じ加工度でオースフォームしたもので種々のマルテンサイトの長さの異なるものでも降伏強度はほとんど同じであつて、マルテンサイトの微細化のみが、かならずしもオースフォーミングによる鋼の強化の原因ではないことを示している。これはマルテンサイトの微細化以外に別に強化の原因があることを暗示しており、それが本研究によつて明らかにされた。すなわちオースフォーミングによる強化はマルテンサイトの微細化以外にマルテンサイト自身の強化があることで、かつそれには炭素が重要な役割を演じていることである。

したがつてオースフォームされたマルテンサイトの強化は、電子顕微鏡組織でマルテンサイトが荒地模様を呈していることより、マルテンサイト内により多くの格子欠陥が存在し、この格子欠陥と炭素及び炭化物との相互作用によるものであると考えられる。このマルテンサイト内の格子欠陥としては後述の焼戻しの場合において、より明瞭に示されるが、変態双晶と転位が存在している。しかし変態双晶はオースフォームしてもしなくてもいずれにおいても存在しているためにここでは除外し、ここで問題にするのは転位である。

オースフォーミングによつてマルテンサイト内の転位密度が増加する原因を考えてみると、二つの原因が一般的に考えられる。

その一つは、普通処理におけるマルテンサイト変態で認められたように変態歪緩和のための変形は、マルテンサイト、オーステナイトの両相でおこるが、オースフォームされた場合はオーステナイトはすでに加工されて加工硬化しているために、変態歪緩和のための変形はオーステナイトではおこりにくく、それだけマルテンサイトでより多くおこらなければならないことである。これがまずオースフォームされたマルテンサイトの転位密度増加の原因の一つである。

もう一つの原因は、加工されたオーステナイト内にある転位が、マルテンサイト変態するときにマルテンサイト内に入り込むことである。その可能性を考えてみると、まずオーステナイトとマルテンサイトの方位関係からして、オーステナイトの転位でバーガスベクトルが $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle_\gamma$ でマルテンサイトの $\langle 111 \rangle_\alpha$ に平行にあつて $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle_\alpha$ になり得るものは容易に入り込み得ることである。

しかしオーステナイト内の転位でこのようなことが可能なのは一つだけで確率からすれば $1/6$ である。すなわち $(111)_\gamma \parallel (011)_\alpha$, $(1\bar{1}0)_\gamma \parallel (\bar{1}\bar{1}1)_\alpha$ なる関係にある場合は $\frac{1}{2}\langle 1\bar{1}0 \rangle_\gamma$ の転位のみマルテンサイト内に入り得るが、それ以外の $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle_\gamma$ のものはすべてマルテンサイトの $\langle 111 \rangle_\alpha$ と数度くいちがついて容易に入り得ずマルテンサイトの境界などに堆積しあるいは一部は無理に入り得るかもしれない。転位の継承に無理がおこれば、その結果、マルテンサイトの成長は妨害され、それによつてマルテンサイトは微細化すると考えられる。もし炭素が含有されていなくつたら転位は炭素による固着がないために容易に移動ができ、マルテンサイト変態の際に転位は逃げて継承されにくい、炭素が含有されておれば転位は炭素によつて固着されてマルテンサイト変態の際にも容易に移動できず無理にでも継承されることが考えられ、これもオースフォームされたマルテンサイトの強化に炭素が必要な理由になるかも知れない。オーステナイトにおいて炭素による転位の固着があることは、

鉄-ニッケル合金よりもニッケル鋼の方がオーステナイトの加工硬化が大きいことから推測される。

以上のように、オースフォームされたマルテンサイト内の、転位密度の増加する原因について考察したが、前者の変態歪緩和のための変形は、ニッケル鋼の場合はマルテンサイト内では主に双晶変形によつて行われ、しかもオースフォームしてもしなくても大体同じ間隔で双晶が存在していることからあまり問題にする程転位密度を増加する原因にならないであろう。したがつてやはりマルテンサイト内の転位密度を増加させるのは、主にオーステナイト内の転位がマルテンサイト内に継承されることによるものと考えられる。

以上のことからして、オースフォームによる鋼の強化原因は、著者の見解からすれば、まず鋼中にある程度の炭素を含有していて、しかもマルテンサイトの微細化のみならず、マルテンサイト自身の強化がおこつていていることにある。そしてマルテンサイト自身の強化は、加工されたオーステナイト内の転位が炭素によつて固着され、マルテンサイト内に継承されることによつてマルテンサイト内の転位密度を増加し、さらにマルテンサイト内においてそれらの転位への炭素の凝集による転位の固着あるいは極微細な炭化物の析出による転位の移動妨害によつて強化するものと考えられる。

第5節 オースフォームされたニッケル鋼の焼戻し挙動

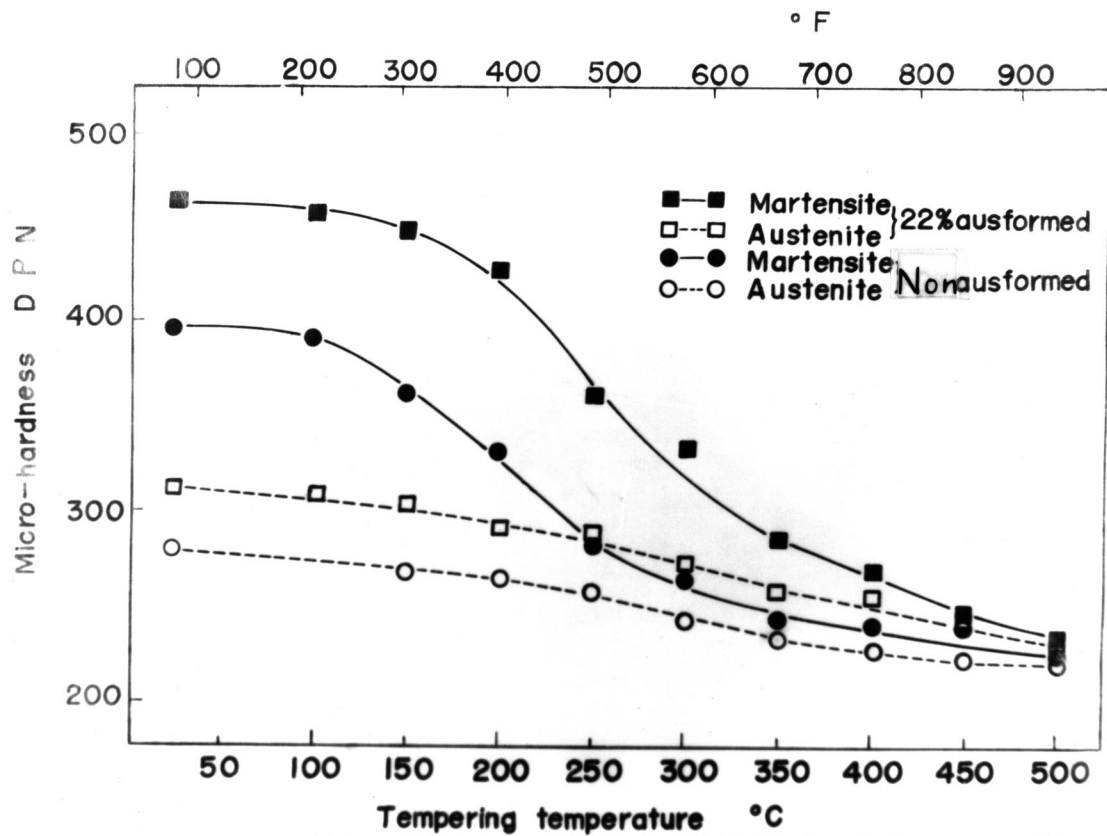
オースフォームによる鋼の強化に炭素が必要である以上、オースフォームされた試片の焼戻しによる炭化物の析出挙動を調べる必要がある。本節ではオースフォームされたニッケル鋼の焼戻しについて調べた。試片はニッケル鋼(Ⅱ)を使用した。

1. 硬 度

オースフォームしないものと2%オースフォームしたもののマルテンサイト及びオーステナイトを常温から500°Cまで50°C間隔で各1時間焼戻し、その硬度変化を調べた。荷重50gでマルテンサイト及びオーステナイトの硬度を各組織についてそれぞれ10回測定し、その平均値を焼戻し温度に対して示すと第3図のようになる。

まずオースフォームされないマルテンサイトの硬度は100°Cまでは硬度低下はなく、それ以上で低下しはじめ、300°C付近まで急に低下し、それ以上では徐々に低下して500°Cでオーステナイトの硬度とほぼ一致した。Wiernechell, Cohen⁽⁴⁷⁾によれば、-60°C位からマルテンサイトは炭素が格子欠陥などに凝集して時効をおこし、温度が上昇するに従つて ϵ 炭化鉄を析出し、硬度が最大値に達して後低下をおこすと説明している。すなわち100°C付近までは ϵ 炭化鉄析出によるマルテンサイトの炭素の固溶硬化の減少も、 ϵ 炭化鉄による析出硬化によつて補われるため硬度低下がみられないと考えられる。150°C付近からはこの炭化物も粗大化し析出硬化よりも固溶硬化の減少の方が著しくなつて硬度は低下しはじめ、300°C付近は普通鋼の場合の焼戻しの第三段階に相当し ϵ 炭化鉄は消失してセメントイトが析出し、したがつて硬度低下も著しい。本研究で用いたニッケル鋼では普通鋼の場合の焼戻しの第二段階すなわち残留オーステナイトの分解はない。500°C付近では焼戻しマルテンサイトの硬度はオーステナイトのそれと一致し、したがつてオーステナイト化がおこつていていると考えられる。このことより、本研究で用いたニッケル鋼は M_s 点は常温以下で A_s 点は500°C付近にあることがわかる。

オースフォームしないオーステナイトの硬度は、焼戻し温度の上昇とともに焼鈍効果のために少し硬度が低下するだけで大きな変化はない。この場合のわずかの硬度低下はマルテンサイト変態の際のマルテンサイト周囲のオーステ



第3図 オースフォームされたニッケル鋼の焼戻しによる硬度変化

ナイトが変態歪緩和のための変形によつて生じた転位を、焼戻しによつて移動消失するためと考えられる。

22%オースフォームされたマルテンサイトの硬度は常温でオースフォームしないものより高く明らかにオースフォームによる強化が認められる。これを焼戻しすると200°C付近まではほとんど硬度は低下せず、200°Cを越えると急に低下し、300°C付近まで続き、500°Cでオーステナイトの硬度とほぼ一致する。全焼戻し温度を通じて22%オースフォームされたものはオースフォームされないものより硬度は高く、より高い焼戻し温度まで高い硬度を保持している。すなわち耐焼戻し性が大きい。

常温においてオースフォームされたものがされないものに比して硬度が高いのは前述のごとくマルテンサイト内の転位密度の増加と炭素によるこれら転位の固着が考えられる。そしてそれ以上の温度における焼戻しにおいては、 ϵ 炭化鉄及びセメンタイトの析出がおり、しかもこれらの炭化物の析出は、ともにオースフォームしないものと同ほとんど同じ焼戻し温度においておこると考えられるが、ただ転位密度が高いために析出の分布状態及びその形状に相当

ちがった様相を示すものと予想され、とくに耐焼戻し性が大きいことは炭化物の分布状態に原因していることが考えられる。これらについては次の透過電子顕微鏡組織の観察によつて明らかにされた。

2. 透過電子顕微鏡組織及び電子回折図形の解析

写真8 (a) はオースフォームせず200°Cで焼戻ししたニッケル鋼の透過電子顕微鏡組織である。

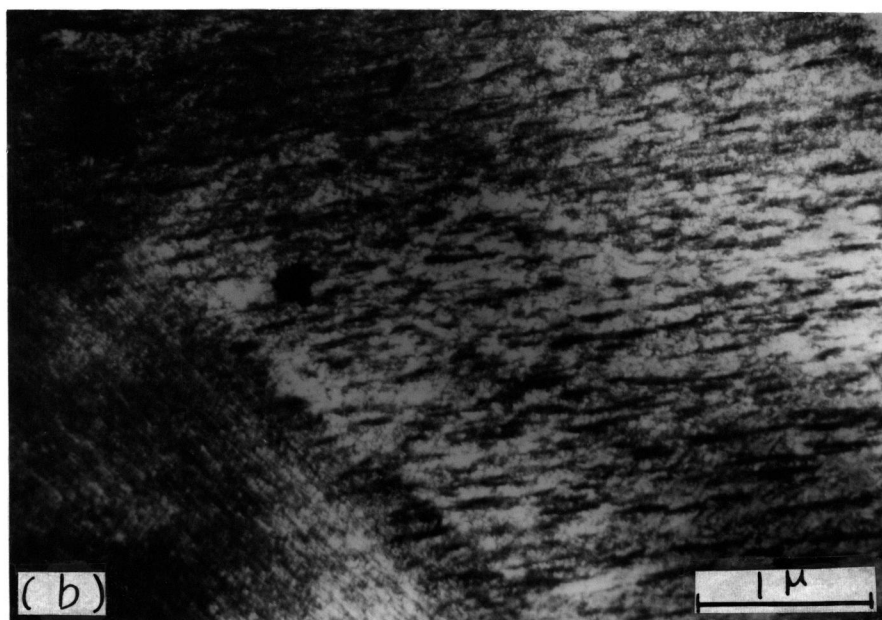
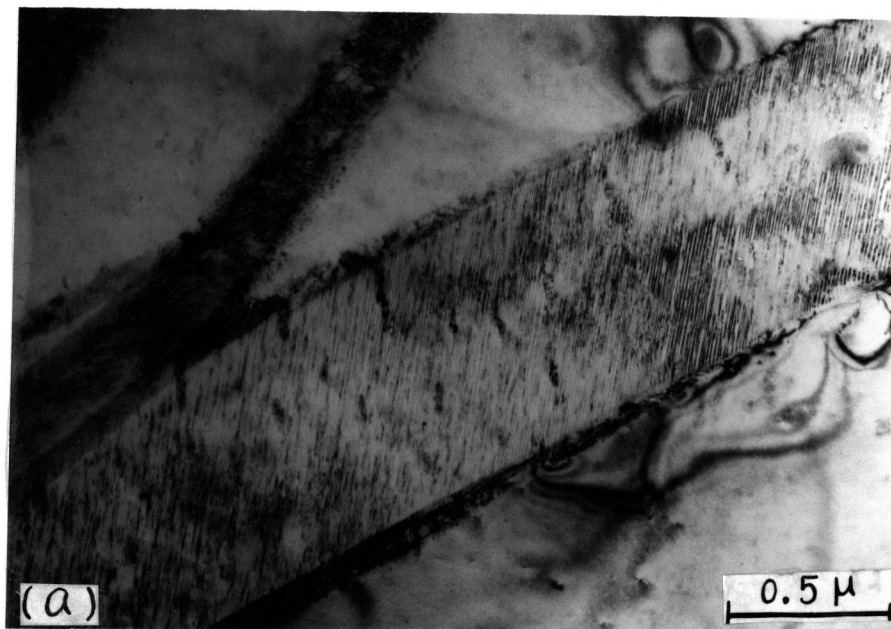


写真8. 200°C焼戻しされたニッケル鋼の透過電子顕微鏡組織
(a) オースフォームされないもの
(b) 22%オースフォームされたもの

焼戻しマルテンサイト内には、数100 Å²の間隔で互いに平行なバンドが観察され、そのバンドに沿って極微細な黒い斑点が認められる。マルテンサイトの電子回折図形の解析によつて、マルテンサイト内のバンドは{112} α面に平行な変態双晶であることがわかつた。また黒い斑点は双晶境界に析出した極微細なε炭化鉄によるコントラストであると考えられる。オーステナイトには数個所に平滑な干渉縞が観察され、またわずかの転位が観察される。

双晶境界にみられる極微細な斑点は、焼戻ししないもの(写真3)においても観察されたが、200℃焼戻しではそれがかなり成長していることから、やはりこれはε炭化鉄によるものと考えられる。このようにマルテンサイト内の微細な斑点は、一応炭化物によるものと考えても大体差支えない。

写真8(b)は22%オースフォームされ200℃焼戻しされたマルテンサイトの組織を示す、オースフォームしない場合と同様に双晶境界に沿って炭化物がみられるが、その他にさらに転位が密に分布し、その転位に微細な炭化物(おそらく転位の交叉したところなどが炭化物の析出場所になるであろう)が析出している。

写真9(a)はオースフォームされない試片を300℃で焼戻ししたときのマルテンサイト組織を示す。焼戻しマルテンサイト内には双晶とその双晶境界に沿って析出し成長した板状の炭化物がみられ、また転位が部分的にみられるが、それは次の写真9(b)の22%オースフォームされた場合よりも少ない。

写真9(b)は22%オースフォームされ300℃焼戻ししたマルテンサイト組織である。焼戻しマルテンサイト内には双晶及びその双晶境界に沿って析出した炭化物、また多くの転位が観察される。300℃焼戻しではε炭化鉄に代つて主にセメントイトが析出し⁽⁴⁸⁾、それは双晶境界では大きく成長し転位ではあまり大きく成長していない(セメントイトの回折図形による確認は、400℃焼戻しのものにおいて確認している)。したがつて双晶境界のような面欠陥では炭化物は大きく成長しうるが、転位のような線欠陥ではある程度以上には成長できないようである。このようにオースフォームされたマルテンサイトは焼戻しに際して炭化物は双晶境界に沿って析出するものと、密度の高い転位に沿って極微細に析出するものがあり、転位に析出したものはあまり大きく成長できないために高い焼戻し温度まで炭化物粒の細かさを保持して分散している。300℃焼戻しではすでに局部的に転位が消滅して鮮明になつている部分もみられる。

写真10はオースフォームされないマルテンサイトを400℃で焼戻ししたときの組織(a)と組織(a)の制限視野B部の回折図形(b)を示す。400℃で焼戻しされたマルテンサイト内には部分的に帯状の双晶がみられ、そこには互いに平行な数本の干渉縞が観察される。しかもこの双晶は焼戻しマルテンサイトを貫いているものとそうでないもの(C部において明瞭にみとめられる)との二種類があり、途中で切れているものはその先端の一辺がある方向を有しており→方向に平行であり、帯状になつている方向は-----に平行である。すなわち双晶と試料面との交叉のトレースが-----に平行になつている。

双晶以外に平行四辺形状の黒い帯状のものがみられるが、これはセメントイトであつて、この平行四辺形状の一辺は双晶の先端辺に平行な→方向に平行であり、他の一辺は帯状の双晶に平行な-----には⊥平行である。このことはセメントイトは双晶境界に沿って析出して、しかもある一定の方向に優先的に成長していることを示している。組織の観察には電子顕微鏡に傾斜装置を併用して、転位が多く観察される状態で行なつたが、オースフォームされないマルテンサイトの焼戻し組織ではあまり転位は観察されず、オースフォームされたものに比して転位密度は低い。

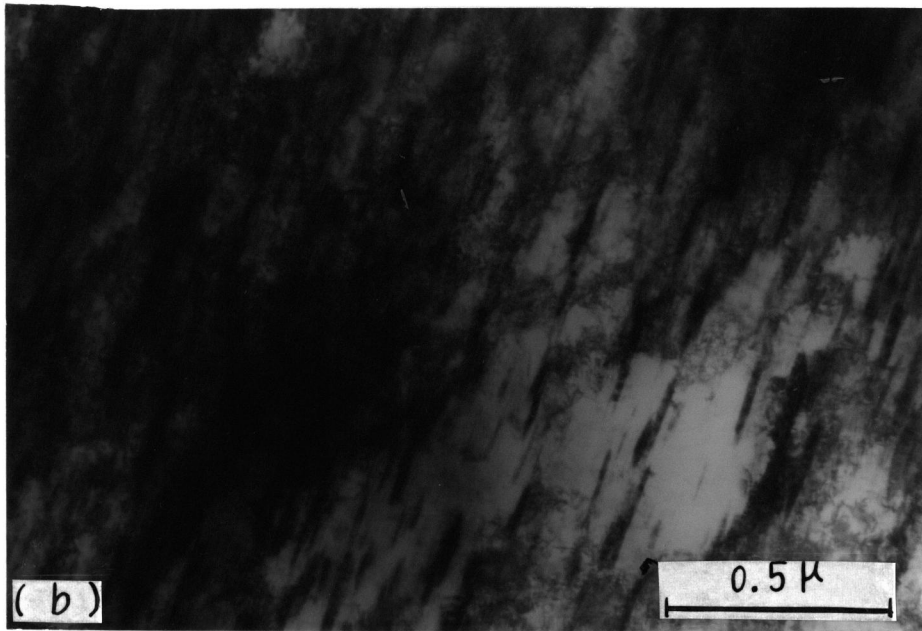
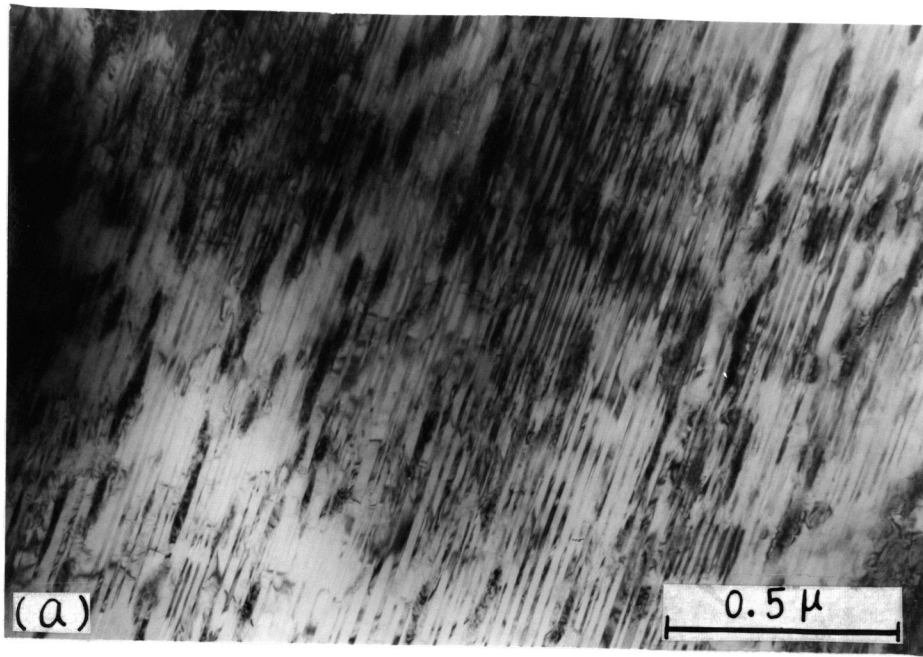


写真9. 300℃焼戻しされたニッケル鋼の透過電子顕微鏡組織

- (a) オースファームされないもの
- (b) 2.2%オースファームされたもの

組織 (a) の焼戻しマルテンサイトの制限視野 B 部の回折図形 (b) によると、双晶面 (112) α 面と試料面 ($\bar{1}15$) α 面との交叉したトレースは、組織 (a) において \longleftrightarrow 方向に平行になるが、実際に観察される双晶境界は \dashrightarrow に平行になつており、 \longleftrightarrow 方向から 10° (反時計まわり) ずれている。これは 400°C 焼戻しによつて転位などの移動があるためにこのような双晶の移動があつたものと考えられる。これはマルテンサイト変態の際に生じた

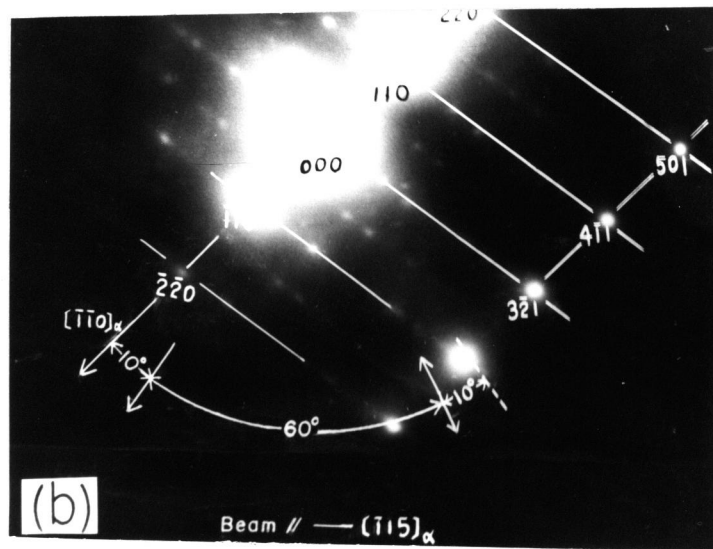
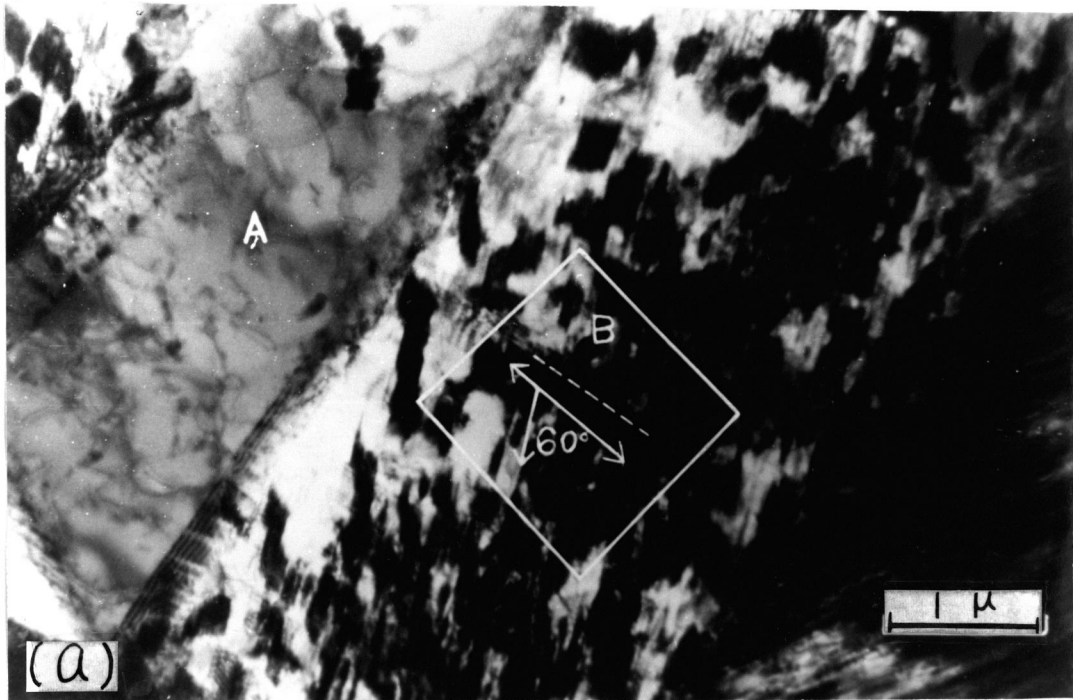


写真10. 400℃焼戻しされたニッケル鋼の透過電子顕微鏡組織(a)と組織(a)のB部の制限視野電子回折図形(b)

ずれでなく、焼戻しによつて生じたものであると考えられる。

以上のことから、オースフォームしないで400℃焼戻しした場合には、変態双晶が消滅しつつあり、実際におこりうる双晶面よりある程度ずれており、また転位密度は低い。セメントライトは、もともと存在していた変態双晶の双晶境界 $\{112\}_\alpha$ 面に析出しており、しかも→方向(解析の結果では $\langle 111 \rangle_\alpha$ 方向)に優先的に成長している。この双晶境界でのセメントライトの実際の中を調べてみると500~4000Åであつた。400℃焼戻しにおけるセメントライトの析出挙動については第5節で詳述する。

写真11は2.2%オースファームされ400℃で焼戻ししたときの組織(a)と焼戻しマルテンサイト(B部)の回折図形(b)を示す。組織(a)の焼戻しマルテンサイト内には、前述のオースファームしないで400℃焼戻しした場合と同じように平行四辺形状のセメンタイト(回折図形によるセメンタイトの確認は後述の写真12で行なっている)が観察され(c部)、またオースファームし300℃焼戻しで多く観察された分散した極微細なセメンタイト

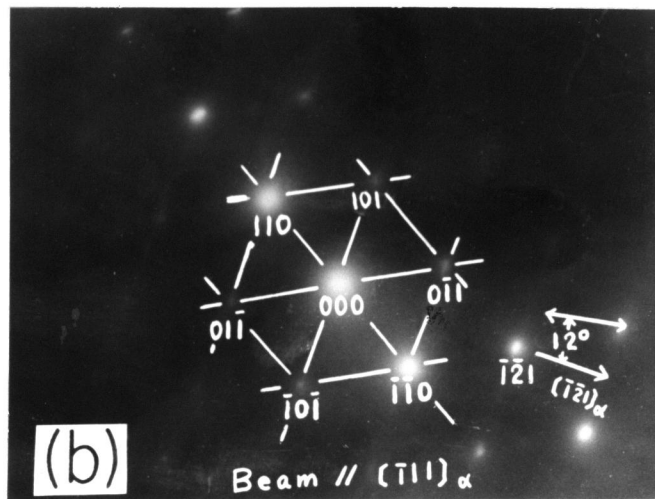
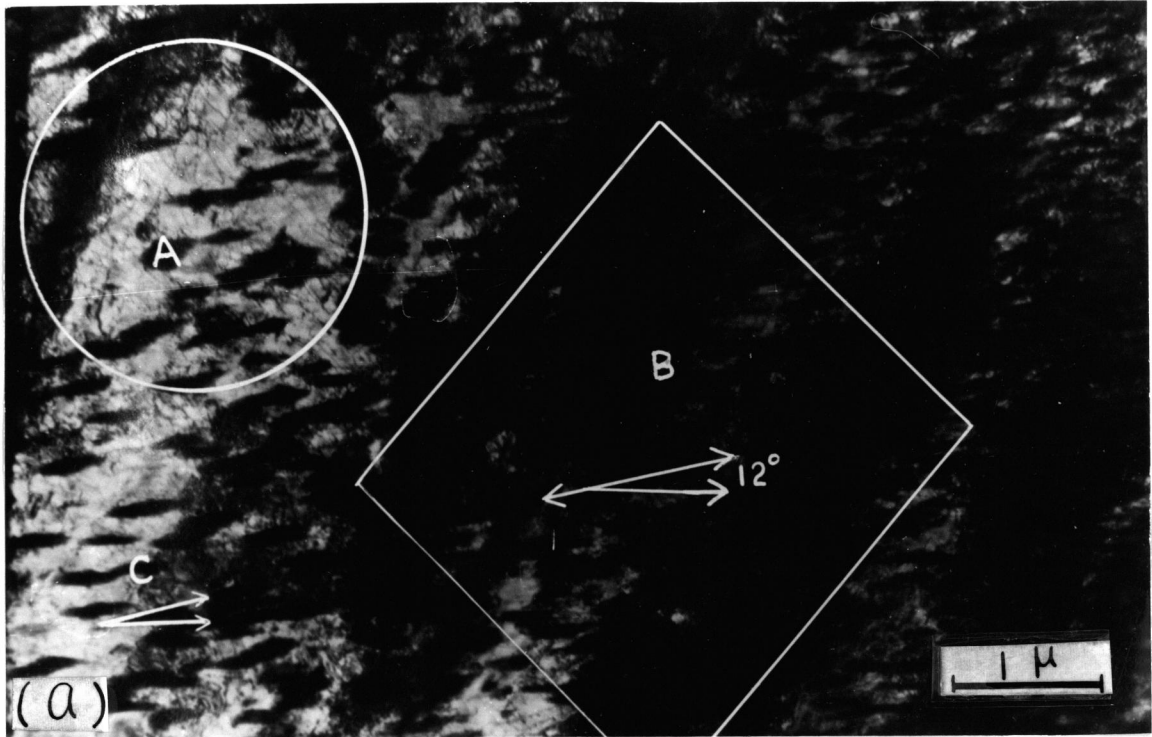


写真11. 2.2%オースファームされ400℃焼戻しされたニッケル鋼の透過電子顕微鏡組織(a)と組織(a)のB部の制限視野電子回折図形(b)

も少なくなっている。また特にA部では、かなりの転位が観察され、多少の極微細なセメンタイト及び平行四辺形のセメンタイトとの連結も認められる。平行四辺形状のセメンタイトの各辺は、 \longleftrightarrow 方向及び \rightarrow 方向に平行になつており、組織(a)のB部の回折図形(b)より、 \longleftrightarrow 方向は(112) α 面と試料面($\bar{1}11$) α 面との交叉したトレースに平行であることがわかり、また \rightarrow 方向は(112) α 面上の $[11\bar{1}]$ α 方向を試料面($\bar{1}11$) α 面に投影した方向に平行である。このことから、セメンタイトは(112) α 面の双晶境界に沿つて析出し、双晶剪断方向 $[11\bar{1}]$ α 方向に優先成長したことがわかる。しかし双晶が観察されない(双晶の有無は傾斜装置にて調べた)ことから、オースフォームし400°C焼戻しでは、双晶はすでに消滅してしまつてゐることがわかる。このように双晶の消滅は、オースフォームした方がしないものに比して、やゝ早いようである。

もとの双晶境界面(112) α 面上でのセメンタイトの真の巾を幾何学的に調べてみると、500~2000Å^oで、オースフォームした方が、オースフォームしないものよりかなり小さい。しかしもとの双晶境界で成長したセメンタイトの数は、オースフォームしたものでもしないものでもほとんど同じであるから、したがつて双晶境界でのセメンタイトの量は、22%オースフォームした方が少ないことになる。この原因は、オースフォームされたマルテンサイトは、転位密度が高いために炭化物が双晶境界で析出する以外に転位でも微細に析出し、この転位で析出した量だけ双晶境界で析出する量が減少させられるからであろう。Justusson ら⁽¹⁶⁾も、オースフォームされたものとされないものの焼戻しマルテンサイトにおける炭化物を抽出レプリカ法によつて観察し、オースフォームされると炭化物の量が著しく減少することを示しており、しかも本研究における両者の差よりも大きい結果を報告している。マルテンサイトの転位密度が高いと、炭化物の析出量が減少することについてはWilson⁽⁴⁹⁾及びBreyerら⁽⁵⁰⁾による加工されたマルテンサイトの焼戻しの結果と類似している。

3. 考 察

以上のように、オースフォームされたニッケル鋼の焼戻しによる挙動を調べてきたが、以下これらの種々の現象について考察してみよう。

硬度測定ではオースフォームされたものの方がマルテンサイトは明らかに硬度は高く、しかも全焼戻し温度を通じてオースフォームされないものに較べて高い硬度を示し、しかもその高い硬度がより高い焼戻し温度まで保持される。このことはJustusson ら⁽¹⁶⁾も指摘しており、彼らは、0.35%C-12%Cr-4%Ni鋼をオースフォームし焼戻した場合、430°Cまで降伏強度は変化しないことを示している。このようにオースフォームされたマルテンサイトは焼戻しに際して、その高い硬度及び降伏強度をより高い焼戻し温度まで保持する。すなわち耐焼戻し性が大きいのが特徴である。

透過電子顕微鏡観察からすれば、まずオースフォームされたマルテンサイトの硬度が高いのはマルテンサイト内の転位密度の増加とこれら転位への炭素の凝集による転位の固着が原因であることがわかるが、さらにこれを焼戻した場合の耐焼戻し性の大きなることについては次のように考えることができる。オースフォームされたマルテンサイトは転位密度が高く、このような状態では炭化物の析出場所も多く与えられ、焼戻しに際して炭化物は双晶境界及びそれ以外にこれらの転位にも析出した状態となり、しかも析出した炭化物は双晶境界のような面欠陥ではかなり容易に成長できても、転位のごとき線欠陥では成長しにくく、転位においてはある一定の大きさになるとそれ以上の成長が不

可能である。したがって一定の大きさにまでなつたら、それ以後は炭素は転位などを通じて拡散して双晶境界にきて、そこで成長しはじめる。しかし転位密度が高ければ、それだけ炭素は転位において凝集され、あるいは極微細な炭化物として保持されるために、その量だけ双晶境界で析出する量が少なくなる。これがオースフォームされると、双晶境界でのセメンタイトの巾が小さくなる理由である。このように転位に析出していて、しかも焼戻しに対しても容易に成長し得ないような微細な炭化物が、転位密度の増加に比例して多く存在しておれば、より高い焼戻し温度においても、微細な炭化物の分散硬化が保持されて、硬度はあまり低下しないはずである。これがオースフォームされたマルテンサイトの耐焼戻し性の大なる原因である。

300℃付近の焼戻しでは、 ϵ 炭化鉄に代つてセメンタイトが析出し⁽⁴⁸⁾、いわゆる ϵ 炭化鉄と地との連結のよさによる硬化(Coherency hardening)はなくなり、硬度は低下するはずであるが、オースフォームされたマルテンサイトは、オースフォームされないものに比して転位密度が高く、この転位に極微細にセメンタイトが析出していて、依然として硬度は低下しない。しかしさらに焼戻し温度がますますつれて次第に転位密度も低下し、かつ転位に析出した微細なセメンタイトも転位が消滅するまゝに双晶境界のセメンタイトに集合して、双晶境界でのセメンタイトが次第に成長してきて、硬度も著しく低下し、ついにはオースフォームされないものと同じ硬度にまで低下してくるのである。硬度が低下する原因は、このほかに400℃付近の焼戻しによつて双晶が消滅していくのも一つの原因であろう。

オースフォームされたマルテンサイトの耐焼戻し性の大なることについて、Justussonら⁽¹⁶⁾は準安定オーステナイトの加工の際にオーステナイト内に極微細な合金炭化物が析出していて、それがマルテンサイトに継承されてその分散硬化によるという考えをもっており、McEvilyら⁽³⁰⁾及びThomasら⁽³¹⁾もこれを支持している。しかしこれは合金炭化物を生成するような元素を含んだものみに適用されるものであつて、ニッケル鋼のような場合には適用されない。

第6節 ニッケル鋼マルテンサイトの焼戻しによるセメンタイトの析出挙動

これまでオースフォームされたニッケル鋼のマルテンサイト及びこれを焼戻した場合の組織を透過電子顕微鏡によつて観察してきたが、その結果によると、オースフォームされたマルテンサイトは転位密度が高く、300℃までの焼戻しにおいてはマルテンサイトの双晶境界及び転位に微細に炭化物が析出しており、また400℃の焼戻しではセメンタイトは主に双晶境界に沿つて板状に析出し成長していることがわかつた。このようにセメンタイトが板状に析出する一定方向に優先的に成長していて、その結果としてセメンタイトが平行四辺形に観察されることを示したのは著者がはじめてであるので、新たに本節においてこのセメンタイトの析出、成長挙動について詳述する。

1. セメンタイトの析出に関する従来の研究

セメンタイトの析出に関する研究は、専ら光学顕微鏡法、抽出レプリカ電子顕微鏡法⁽⁵¹⁾、X線法⁽⁵²⁾により行われてきたが、地の格子欠陥とセメンタイトとの関係及びその形態についての詳細な観察には透過電子顕微鏡法がもつとも効果的である。

透過電子顕微鏡法によるセメンタイトの析出に関する研究はKellyらのオースフォームなどの特殊な処理をしない普通焼入れ焼戻しされた炭素鋼についての研究^(27,41)があり、これによると、セメンタイトは双晶のない低炭

素鋼マルテンサイトではウイドマンシュテツテン状に、また双晶のある高炭素鋼マルテンサイトでは双晶境界に沿って析出すると報告している。その研究結果は著者の研究結果と大体一致しているが、彼らの研究では詳細なことが不明である。彼らの研究ではみいだされていない新しい現象、さらにオースフォームされたものについての新しい現象が本研究においてみいだされた。

最近西山、清水⁽⁵³⁾はペーナイト変態機構解明の一部として、焼戻しマルテンサイトの観察をも合せて、焼戻しマルテンサイトのフェライト地とセメンタイトの方位関係を透過電子顕微鏡法によつて調べている。方位関係についてはPitschら⁽⁵¹⁾の研究があり、本研究では彼らの方位関係に対する的確な証拠を与えた。

普通焼入れ焼戻しに関する透過電子顕微鏡的研究では、その他に二～三の研究^(54,55)があるが、いずれも詳細な取扱いが少ない。

著者の研究によつて明らかにされた後述のセメンタイトの析出挙動は、その後、Wellsら⁽⁵⁶⁾によつても報告され、本研究の妥当性を強めている。

オースフォームされたもののセメンタイトの析出に関する研究は、Justussonらの抽出レプリカ法によるもの⁽¹⁶⁾があるが、この方法によると、地の格子欠陥とセメンタイトとの関係が明確でなく、かつ結晶学的解明が不可能であるので、このようなことを調べるにはやはり透過電子顕微鏡法によらねばならない。その他に二～三、これに関する研究があるが、ここであえてとりあげるほどの価値のあるものではない。

本節では透過電子顕微鏡によつてセメンタイトの析出に関して新しい事実を記述するとともに、オースフォームによるセメンタイトの析出の変化について述べ、セメンタイトの析出挙動に新しいモデルを提示した。なお第4節と関連しているので写真10と写真11を引用して解析を行なった。

2. 透過電子顕微鏡組織及び電子回折図形の解析によるセメンタイトの析出挙動の解明

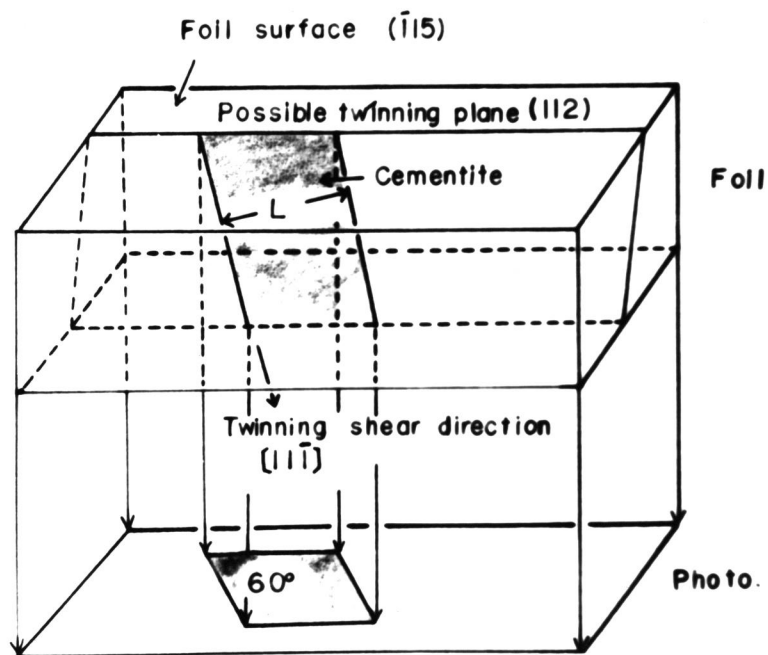
写真10は前述の如くオースフォームしないで400℃焼戻しの組織(a)及び焼戻しマルテンサイト(B部)の回折図形(b)を示す。組織(a)の焼戻しマルテンサイト内のセメンタイトは平行四辺形状に観察され、その各辺は \leftrightarrow 方向と \rightarrow 方向には ∇ 平行である。回折図形(b)の解析結果によると、 \leftrightarrow 方向は双晶面(112) α 面と試料面($\bar{1}15$) α 面との交叉したトレースに平行で(しかし実際に観察されている双晶の境界は400℃焼戻しのため反時計まわりに10°ほどずれている)、 \rightarrow 方向は双晶面(112) α 面上の双晶剪断方向 $[11\bar{1}]$ α 方向を試料面($\bar{1}15$) α 面に投影した方向である。このことから写真12(a)にみられる焼戻しマルテンサイト内に析出しているセメンタイトは、双晶境界(112) α 面に沿つて析出し、しかも $[11\bar{1}]$ α 面内双晶剪断方向に優先的に成長していることがわかる。この焼戻しマルテンサイトの地とセメンタイトとの関係を模型的に表示したのが第4図である。この幾何学的表示からセメンタイトの双晶境界(112) α 面上で $[11\bar{1}]$ α 方向と直角方向の長さすなわちセメンタイトの巾(L)を、試料面($\bar{1}15$) α 面上での投影されたもの巾より計算してもとめてみると500~4000Åの範囲であつた。

以上はオースフォームされない普通処理されたものを焼戻した場合についてであるが、オースフォームされたものについて調べてみると、ほぼ同じような結果が得られた。

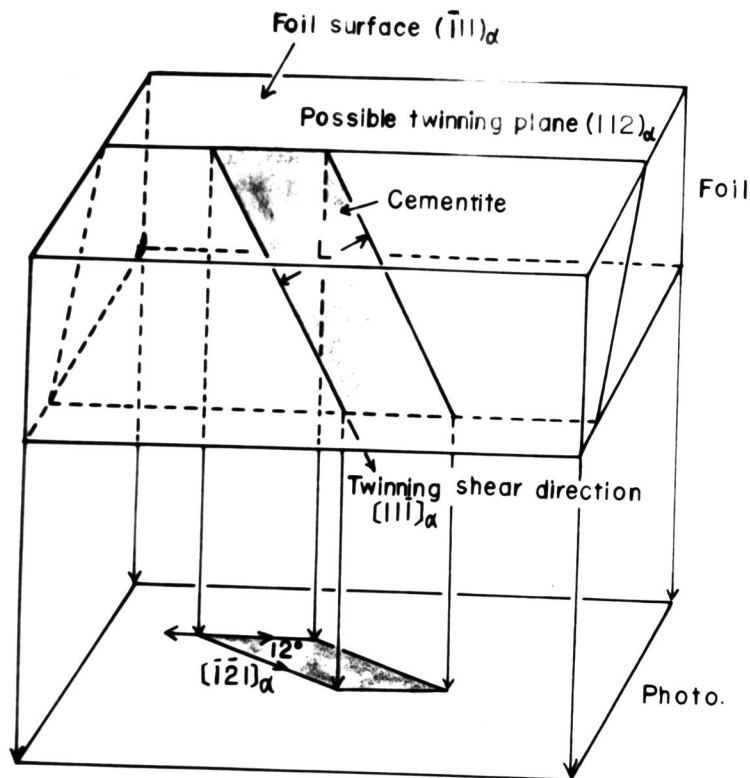
写真11は2%オースフォームされ400℃焼戻しされた組織(a)と焼戻しマルテンサイトB部の回折図形(b)

を示す。焼戻しマルテンサイトの組織 (a) では、まずオースフォームされているために転位密度が高く、特にA部においてそれが明瞭にみられ、セメンタイトとの連結も鮮明に認められる。部分的に転位の交叉点などに細かいセメンタイトが存在しているものも観察され、明らかに転位も析出の場所になり得ることを示している。しかし大きく成長しているセメンタイトは平行四辺形状を呈している。平行四辺形状は特にC部において明瞭に認められ、その各辺は \leftarrow 方向と \rightarrow 方向に平行である。写真11(a)の組織のB部の回折図形(b)の解析結果によると、セメンタイトの一边 \leftarrow 方向は双晶境界(112) $_{\alpha}$ 面と試料面($\bar{1}11$) $_{\alpha}$ 面の交叉したトレースに平行で、またセメンタイトの他の一边 \rightarrow 方向は双晶境界(112) $_{\alpha}$ 面上の $[11\bar{1}]_{\alpha}$ 方向を試料面($\bar{1}11$) $_{\alpha}$ 面上に投影した方向に平行である。 $[11\bar{1}]_{\alpha}$ 方向は写真10の場合と同様にマルテンサイト変態の際の双晶剪断方向であつて、このオースフォームされた場合も、オースフォームされない場合と同様にセメンタイトは双晶境界に析出し、しかも双晶剪断方向に優先的に成長していることが明らかとなつた。なお写真11(a)では双晶境界はみられないので、これを傾斜装置によつても調べてみたが、やはり確認されなかつた。したがつてオースフォームされたものでは400℃付近の焼戻しでは双晶は消滅してしまつていようである。以上の結果を、模型的に表示すると第5図のようで、オースフォームしない場合(第4図)と同様の挙動を示していることがわかる。たゞ双晶境界でのセメンタイトの中を同じようにして調べてみると、オースフォームしない場合よりもせまく500~2000A°であつた。

以上のようにセメンタイトの析出及び成長に関してはオースフォームしてもしなくても双晶がマルテンサイト内に存在している以上同じ挙動を示し、セメンタイトは主に双晶境界に沿つて析出し、しかも双晶剪断方向に優先的に成長していることがわかつた。以上はセメンタイトが平行四辺形状に観察された場合であるが、これは第4図及び第5図からもわかるように、セメンタイトのある断面を観察しているからであつて、いつもこのように平行四辺形状に観察されるものではなく、長い帯状にみられる場合があつてもよい。その例が写真12である。



第4図 写真10の焼戻しマルテンサイト内の双晶境界とセメンタイトとの模型的説明図



第5図 写真11の22%オースフォームされ400℃焼戻しマルテンサイト内の双晶境界とセメンタイトとの模型的説明図

写真12は22%オースフォームし400℃に焼戻した場合の組織(a)及び組織(a)のB部の回折図形(b)を示す。A部がオーステナイトでB部が焼戻しマルテンサイトを示す。焼戻しマルテンサイト内には一定方向 \longleftrightarrow 方向に平行な黒いバンドが観察され、このバンドがセメンタイトによるコントラストと考えられ、またその周囲には転位が観察され、オースフォームされたことによつて、転位密度が高くなつてゐることもわかる。写真12(a)の焼戻しマルテンサイトのB部の回折図形(b)の解析結果^{*}この回折図形は焼戻しマルテンサイトの地のフェライトとセメンタイトによる回折図形であることがわかつた。試料面は地の $(112)_\alpha$ 面であり、かつまたセメンタイトの $(001)_\theta$ 〔但し θ はセメンタイトをあらわす〕面であることがわかる。この回折図形より焼戻しマルテンサイトにおける地のフェライトとセメンタイトとの間には、次の方位関係が得られた。

$(112)_\alpha \parallel (001)_\theta$, $[1\bar{1}0]_\alpha \parallel [100]_\theta$, $[11\bar{1}]_\alpha \parallel [010]_\theta$ この関係によつて、Pitschらの方位関係⁽⁵¹⁾に対する的確な証拠を確認した。

前述したごとく写真12の焼戻しマルテンサイト内のセメンタイトは、写真10及び写真11でみられるような平行四辺形状でなく \longleftrightarrow 方向に平行なバンドとして観察される。このことは写真12(b)の回折図形から、双晶剪断方向が試料面に平行な $[11\bar{1}]_\alpha$ 方向であつて、双晶面が $[11\bar{1}]_\alpha$ 方向を晶帯軸とした $(112)_\alpha$, $(\bar{1}2$

* セメンタイトの格子常数は、Lipsonの研究⁽⁵²⁾より $a=4514\text{Å}$, $b=5079\text{Å}$, $c=6730\text{Å}$ とした。

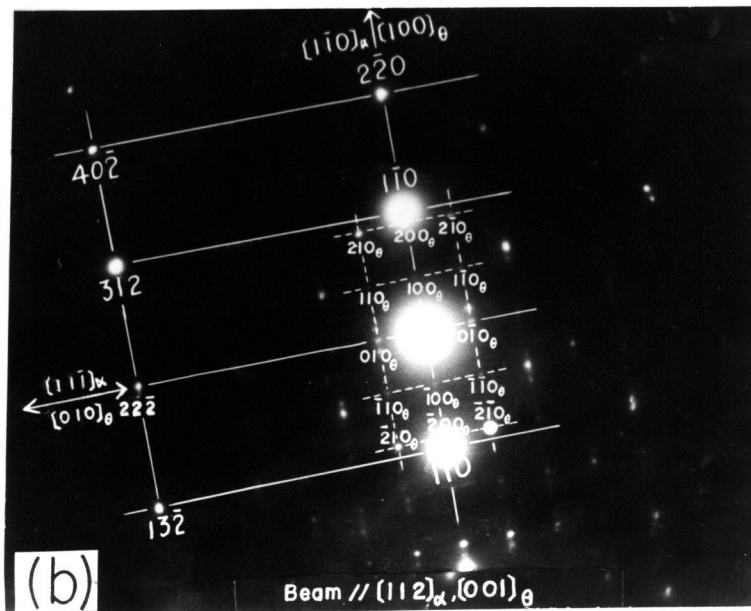
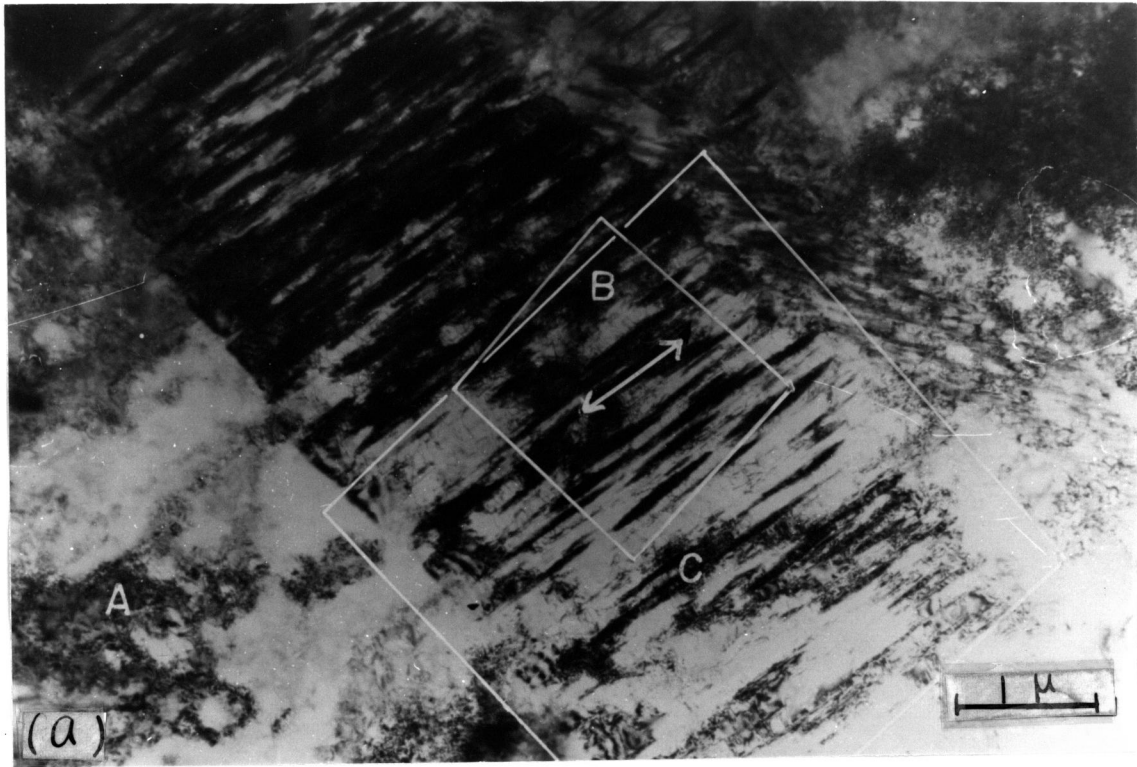


写真 12. 22%オースフォームされ400°C焼戻しされたニッケル鋼の透過電子顕微鏡組織(a)と組織(a)のB部の制限視野電子回折図形(b)。

1) α , $(2\bar{1}1)_\alpha$ の面のいずれかにあつて、セメンタイトはこのいずれかを双晶面とする双晶境界に沿つて板状に析出し、しかも試料面に平行な $[11\bar{1}]_\alpha$ 方向の双晶剪断方向に優先的に成長していることを示している。したがつて写真12(a)の場合のようにセメンタイトが平行四辺形状にみられなくてもセメンタイトの析出挙動は

写真10及び11の場合と全く同様である。

写真12の回折図形(b)からわかるようにセメンタイトの優先成長方向 $[11\bar{1}]_a$ 方向はセメンタイト自身の $[010]_c$ 方向である。この方向性のより詳細な観察のために回折図形のセメンタイトの $(\bar{2}\bar{1}0)_c$ 面による回折斑点で暗視野をとると、写真13に示すごとく写真12(a)の焼戻しマルテンサイトのC部のセメンタイトのコントラストが反転し、セメンタイトは \longleftrightarrow 方向に平行な方向すなわち地の $[11\bar{1}]_a$ 方向及びセメンタイトの $[010]_c$ 方向に優先的に成長していることがより正確に認められた。以上の結果をもとにして、写真12(a)にみ

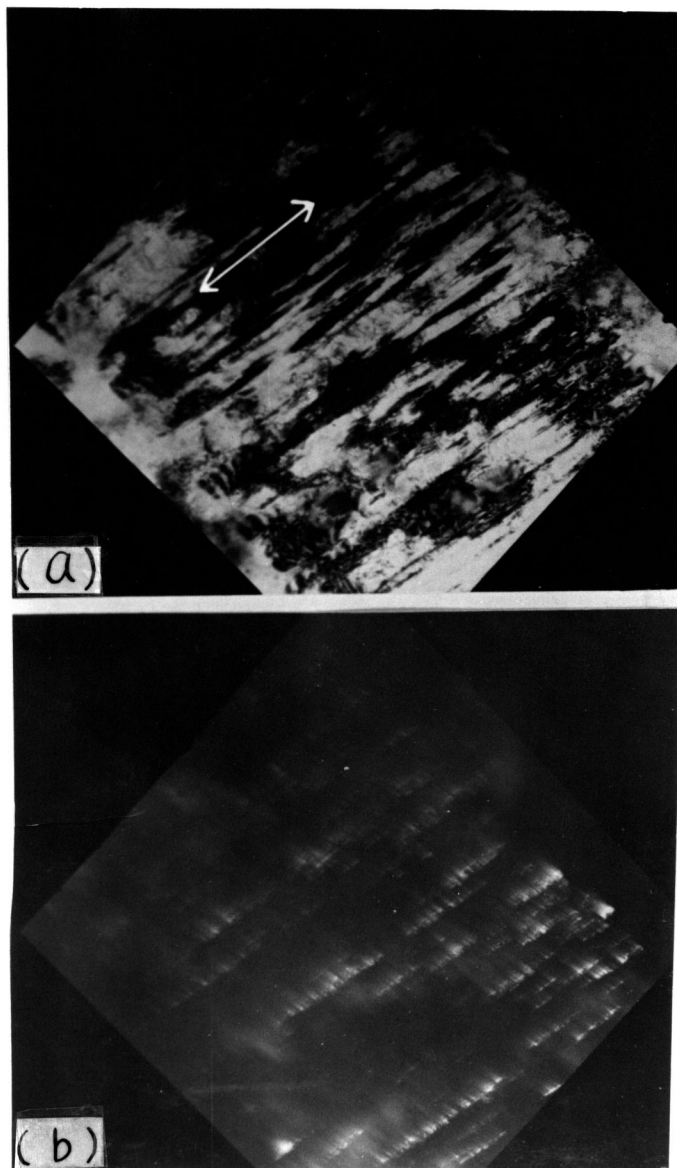
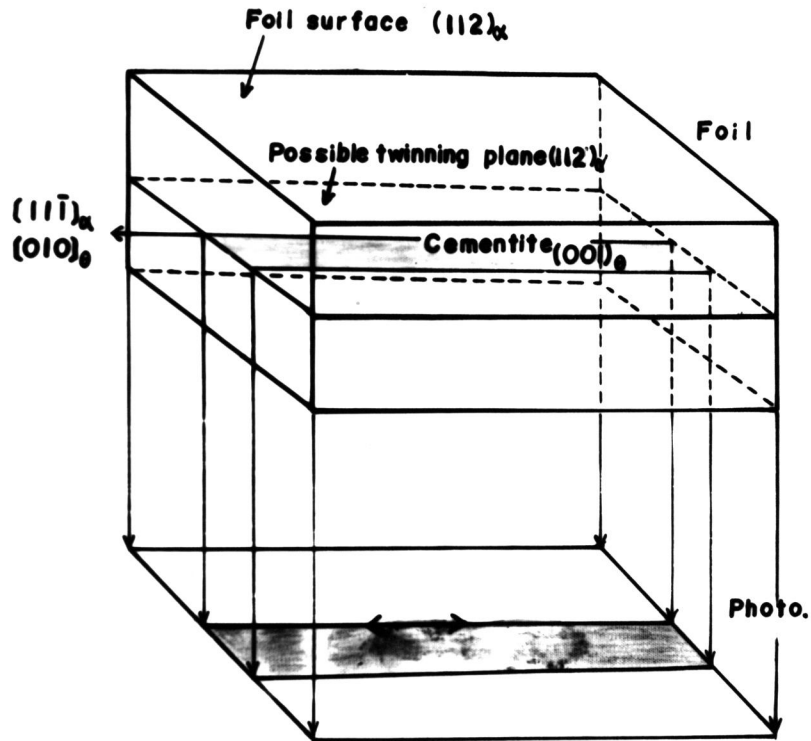


写真13. 22%オースフォームされ400℃焼戻しされたマルテンサイトの透過電子顕微鏡組織(a)と、同じ視野のセメンタイトの $(\bar{2}\bar{1}0)_c$ 面の回折斑点による暗視野像(b)。写真12の組織(a)のC部と対応する。

られた組織の地とセメンタイトとの関係を、一応双晶面が試料面に平行な場合について模式的に示すと第6図のようになり、焼戻しマルテンサイトにおける地のフェライトとセメンタイトは前述の方位関係を有しながら双晶境界 $\{112\}_\alpha$ 面に沿って析出し、双晶剪断方向 $\langle 111 \rangle_\alpha$ 方向に、またセメンタイトの $[010]_\alpha$ 方向に優先的に成長することがわかった。



第6図 写真12の2.2%オースフォームされ400℃焼戻しマルテンサイト内の双晶境界とセメンタイトとの模式的説明図

3. 考 察

透過電子顕微鏡法によつて焼戻しされたニッケル鋼マルテンサイトのセメンタイトの析出及び成長挙動を調べたが結局セメンタイトはマルテンサイト内に双晶が存在しておれば、主に双晶境界に析出し、双晶境界の $\{112\}_\alpha$ 面上で双晶剪断方向 $\langle 111 \rangle_\alpha$ 方向に優先的に成長することがわかった。双晶境界に析出の際も地とセメンタイトとは、 $(112)_\alpha \parallel (001)_\theta$, $[1\bar{1}0]_\alpha \parallel [100]_\theta$, $[11\bar{1}]_\alpha \parallel [010]_\theta$ なる結晶学的方位関

係を有しており、これよりセメンタイトの優先成長方向はセメンタイト自身の〔010〕 θ 方向であることもわかった。このことは地の<111> α 方向とセメンタイトの〔010〕 θ 方向とが両相の原子の連結が非常によいことを暗示している。

双晶境界でのセメンタイトの中はオースフォームされることによつてせまくなっているが、これはオースフォームされると前述のごとくマルテンサイト内の転位密度が増加し、転位の交叉などもあつてジヨグなどが多く存在し、これらである程度以上の大きさには成長し得ない状態で存在しているセメンタイトがあるために、それだけ双晶境界でのセメンタイトの量は少なくなるものと考えられる。したがつてオースフォームされたものとそうでないものの焼戻しマルテンサイト内でのセメンタイトの析出量の両者の差は、双晶境界でのセメンタイトの量だけ論じても不十分で、転位などに存在しているものも考えなければならぬから、全体としての量的な差はここでは決定できない。しかしオースフォームされたものの方がやゝ少ないものと考えられる。それはオースフォームされたものは転位密度が高いため転位に炭素が保持され、それだけ析出する量を減少させるからである。

セメンタイトの成長は、以上のように双晶境界においてより容易であるが、このことはセメンタイトの成長は転位のごとき線欠陥よりも双晶境界のごとき面欠陥の方が容易であることを示すものである。

Justusson ら⁽¹⁶⁾は抽出レプリカ法による電子顕微鏡観察によつて、オースフォームしたものとししないものの焼戻しマルテンサイト内の炭化物の量的な関係を論じ、オースフォームされたマルテンサイトは焼戻しに際して炭化物の析出量が少なく、焼戻しマルテンサイトは、なお多くの炭素を固溶して高い焼戻し温度まで固溶硬化を保持しているであろうといっている。彼らの研究結果では、抽出された炭化物は、おそらく双晶境界で析出した炭化物のみであつて、転位などで微細に析出しているものは抽出されなかつたために、このように炭化物の量的な顕著な差がみられたのであろう。

第7節 結 論

鉄-ニッケル合金及びニッケル鋼のオースフォーミングによる強化原因を追究した結果を総括し結論すると次のようになる。

i) オースフォーミングによる鋼の強化には、ある程度の炭素が必要である。したがつてニッケル鋼ではオースフォーミングによつてマルテンサイトの硬度は著しく上昇する。このことはオースフォーミングによる鋼の強化は、従来いわれているようなマルテンサイトの微細化のみが原因でなく、マルテンサイト自身の強化が主な原因であることを示している。さらにオースフォームされたニッケル鋼マルテンサイトは耐焼戻し性が大きい。

ii) オースフォームされたニッケル鋼の透過電子顕微鏡組織では、オーステナイトは転位密度は高く明らかに加工硬化していることを示しており、またこれよりできたマルテンサイトは局所的な複雑な応力が存在していると同様に、オースフォームされないもののマルテンサイトに比して転位密度が高く、これら転位同志の相互作用、転位の炭素による固着及び転位での極微細な炭化物の分散強化がおこっているようである。

オースフォームされたマルテンサイトを焼戻しした場合、炭化物は双晶境界及び密度の高い転位に分散して析出し、この状態がより高い焼戻し温度まで保持されるために耐焼戻し性が大きいのである。

400℃焼戻しされたマルテンサイトでは、セメンタイトは主に双晶境界{112} α 面上で双晶剪断方向<11

1> α 方向に優先成長する。このセメンタイトの中はオースファームするとせまくなっている。これはオースファームすることによってセメンタイトが分散して析出することを示している。

以上のことからオースフォーミングによる鋼の強化にはある程度の炭素が必要であり、しかもその強化はマルテンサイト自身の強化が主なる原因である。このマルテンサイト自身の強化は、マルテンサイト内の転位密度の増加と極微細な炭化物の分散硬化に原因すると結論づけられる。

第4章 クロム-ニッケル鋼のオースフォーミング

第1節 緒 論

オースフォーミングによってマルテンサイトは著しく強化されるが、その強化の原因を解明するには、これらの処理によってできたマルテンサイト及びオーステナイトの格子欠陥の種類を確認し、そしてそれらの格子欠陥の種類及び量によってマルテンサイトの強化がどのように変化するかということを明らかにする必要がある。このことは特に鋼の種類によるオースフォーミングの効果の差異を知るうえにも重要なことである。本章ではクロム-ニッケル鋼のオースフォーミングによる強化について報告し、その原因について考察する。

オースフォーミングによる鋼の強化は、著者らをはじめとする数人の研究者によって確認され、現在その強化の原因について議論が展開されている。現在までに報告されている結果を総括し検討した結果からすれば、オースフォーミングによる鋼の強化は、マルテンサイトの微細化と、第3章において記述したマルテンサイト自身の強化、すなわちマルテンサイト内の転位密度の増加とこれら転位への炭素の凝集及び極微細な炭化物の分散析出による硬化によるという考え方がもつとも有力である。このうちとくにマルテンサイトの強化に主因をなすものは転位密度の増加である。これについては第3章のニッケル鋼において確認したように、まずオースフォーミングによってオーステナイトの転位密度が増加し、転位同志の相互作用によってオーステナイトが硬化し、これよりできたマルテンサイトも転位密度が増加して強化していることが判明し、しかもこの場合にはオースファームされたマルテンサイトは、オーステナイトの加工硬化と同程度あるいはそれ以上の硬化を示し、著しいオースフォーミングの効果があることを示した。

オースファームされたマルテンサイトの強化は転位密度の増加の他に、炭化物の分散強化が原因しているが、この分散析出させる源は転位であるので、本章では主に転位密度の増加に注目して記述する。

第3章においては、オースフォーミングにおいてオーステナイトに転位のみが存在する場合のマルテンサイトの強化について解明したのであるが、本章はニッケル鋼よりもオーステナイトの積層欠陥エネルギーの比較的低いクロム-ニッケル鋼(57)を用いて、オースフォーミングによってオーステナイト内に転位及び転位以外の格子欠陥が存在する場合に注目して、それらの格子欠陥がマルテンサイトの転位密度の増加、すなわちマルテンサイトの強化にどのような役割を演じているかについて考察した。

クロム-ニッケル鋼マルテンサイト内には変態歪緩和のための変形によって転位が存在することがすでに知られている(57,58,59,60)が、これをオースファームした場合に、これらの格子欠陥はどのように変化し、かつこれを焼戻した場合の強度及び格子欠陥の変化、さらに焼戻しにともなう炭化物の析出挙動についてはまだ研究がない。クロム-ニッケル鋼マルテンサイトはニッケル鋼の場合のように内部に変態双晶は存在せず、転位のみが存在している

ので、転位の存在している状態での炭化物の析出挙動、さらにオースフォームされて転位密度を増してきたときの析出挙動についての研究はほとんどなく、この点について詳細でない。したがって本章では、第3章のニッケル鋼の場合と比較しながら、オースフォームされたクロム-ニッケル鋼の焼戻しの挙動をも調べ、炭化物の析出挙動と強度変化について考察した。

第2節 実験試料及び実験方法

1. 試料

電解鉄、電解クロム、電解ニッケルに電極炭素を添加して真空溶解し、しかるのち鋼塊を真空中にて1100℃にて8時間均一化焼鈍後、熱間鍛造及び圧延により約1mm厚さの板に仕上げた。炭化物除去などの表面研磨は第3章における場合と同様に行なった。しかるのちさらに真空中にて1100℃で5時間焼鈍後焼入れ(600~900℃での炭化物析出阻止のため)し、冷間圧延により約0.7mm厚さの板に仕上げ、クロム-ニッケル鋼を作製した。その化学組成は、Cr:14.56%, Ni:6.27%, C:0.38%, Fe:bal.であつた。

2. 実験方法

i) 加工度の影響

試片を1100℃にて3時間オーステナイト化し、200℃の油浴に焼入し、5分間保持後たゞちに圧延により10, 20及び30%各々加工し空冷した(オースフォーミング)。尚加工中にマルテンサイト化していないことは、Greninger-Troiano法⁽⁶¹⁾で確認した。空冷で光学顕微鏡視野の約半分がマルテンサイトであつた。このオースフォームされた試片と比較のためにオースフォームしないものも作製した。また10%オースフォームされたものの一部は液体窒素に30分間深冷した。

ii) 焼戻しの影響

i)と同一組成の試片を使用して、オースフォームされないもの及び30%オースフォームされたものを100, 200, 300, 400℃の各温度で1時間焼戻した。焼戻し処理には、100℃焼戻しには沸騰水、それ以上の焼戻しには塩浴を使用した。

以上(i), (ii)の処理を施した試片につき、硬度測定、光学顕微鏡及び薄膜の透過電子顕微鏡観察を行なった。硬度測定には、ピツカース微小硬度計を使用し、荷重25gでマルテンサイト及びオーステナイトを各々について10回測定し、その平均値をとつた。

光学顕微鏡観察は次のようにして行なった。試片の表面をエメリー紙0/4にて軽く研磨したのち、電解研磨(電解液は磷酸200CC、硫酸1000CCの電解液を使用して、電解温度80℃)した。しかるのちピクリン酸塩酸アルコール溶液にて表面腐食し組織観察した。

透過電子顕微鏡観察は次のようにして行なった。薄膜はBollmann法⁽³⁴⁾によつて作製し、電解液は磷酸200CC、硫酸1000CCの混合液を使用し、電解温度80~90℃、電流0.9~1.2A、電圧13~15Vで行なった。

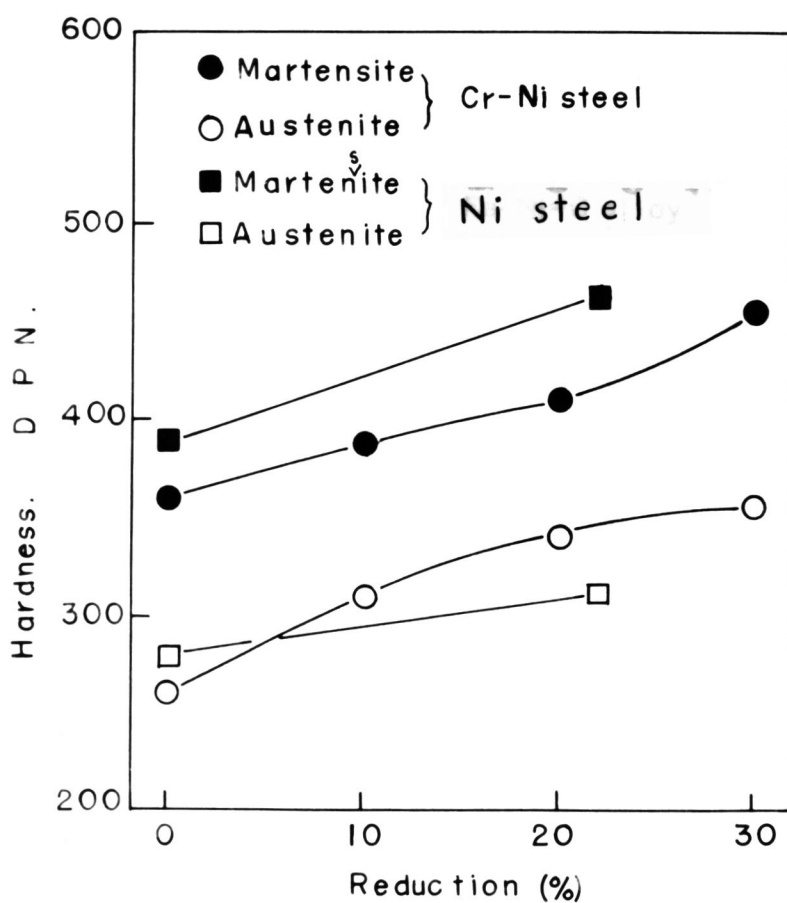
これらの薄膜を日立製HU-11型電子顕微鏡で加速電圧100KVにて組織観察し、適宜制限視野電子回折図形を撮り、解析して結晶学的解明を行なった。またマルテンサイト内の転位のバーガースベクトル、分布及び密度決定のため電子顕微鏡に傾斜装置を併用した。

第3節 クロム-ニッケル鋼のオースフォーミングによる強化と微細組織

1. 硬 度

第7図はクロム-ニッケル鋼及びこれと比較のために第3章にて記述したニッケル鋼のオースフォーミングによるオーステナイト及びマルテンサイトの硬度変化を示す。

クロム-ニッケル鋼ではオーステナイトは積層欠陥エネルギーが低い⁽⁵⁷⁾ので、加工硬化が大きく、ニッケル鋼



第7図 クロム-ニッケル鋼マルテンサイト及びオーステナイトの硬度におよぼすオースフォーミングの加工度の影響

のそれに比して大きい。一方マルテンサイトは20%オースフォームまではあまり硬化せず、またオーステナイトの硬化度に比して小さく、ニッケル鋼のマルテンサイトの硬化度に比しても小さい。しかし、それ以上30%程度の加工になるとオーステナイトの硬化度もやゝ減少しているにもかかわらず、マルテンサイトの硬化度は大きくなり、またニッケル鋼のマルテンサイトとは同程度の高い硬化度を示している。

要するにクロム-ニッケル鋼では、20%程度のオースフォーミングまでは、オーステナイトは著しく加工硬化するが、マルテンサイトはそれほど硬化せず、30%程度のオースフォーミングになるとオーステナイトはあまり加工硬化しないのに対してマルテンサイトはやゝ硬化度が上昇する。これは丁度、ニッケル鋼の場合と同様の硬化の様相が20%オースフォームまで丁度対称的な傾向にある。

Radcliffeら(7)によると、オースフォーミングによるマルテンサイトの強化は、オーステナイトの積層欠陥エネルギーの相違、換言すれば鋼の種類によるオーステナイトの加工硬化の度合にあまり関係なく、ほとんど一定で加工度だけに関係すると述べている。しかし本研究のようにオースフォーミングによるマルテンサイトの強化度は鋼の種類によつてかなり変化する。

ここで考えなければならないことは、オーステナイトの加工硬化がそのままマルテンサイトに継承されないことである。今もし加工されたオーステナイト内のある種の格子欠陥がマルテンサイト内に継承されるものとすれば、どのような格子欠陥が継承されて、どのようなものが継承されないかという問題になつてくる。要するにマルテンサイト変態とオーステナイト内の格子欠陥との相互反応の問題である。このことについては次の光学及び透過電子顕微鏡観察の結果から考察する。

2. 光学顕微鏡組織

写真14は(a)オースフォームしないもの、(b)10%オースフォーム、(c)20%オースフォーム、及び(d)30%オースフォームされた試片のオーステナイト及びマルテンサイトの組織を示す。

写真14(a)のオースフォームされない組織では、マルテンサイトは任意の方向に生成しており、マルテンサイト及びオーステナイトのいずれも内部に微細組織はみとめられず平滑な組織を示している。

写真14(b)の10%オースフォームされた組織では、オーステナイトには細い平行あるいは交叉した条が観察され、またマルテンサイトはこの条に平行あるいは交叉して生成している。

写真14(c)の20%オースフォームされた組織では、オーステナイトには多少の条が観察され、またマルテンサイトは10%オースフォームに比して不規則である。

写真14(d)の30%オースフォームされた組織では、オーステナイトには条は観察されず、またマルテンサイトは形状がより不規則で複雑に屈曲した組織を示している。

10及び20%オースフォームされた組織(写真14(b)及び(c))でオーステナイトにみられた細い平行な条は、後述の電子顕微鏡観察で確認されたように ϵ 相及び変形双晶によるものと考えられ、これらはオーステナイトの加工硬化に寄与するものと考えられる。またこのオーステナイト内の条はマルテンサイト変態にも関係していることは10%オースフォームの場合(写真14(b))、マルテンサイトがこの条に平行あるいは交叉していること及び次の結果からもわかる。すなわち写真15に示すように10%オースフォームされ空冷された試片で、このオース

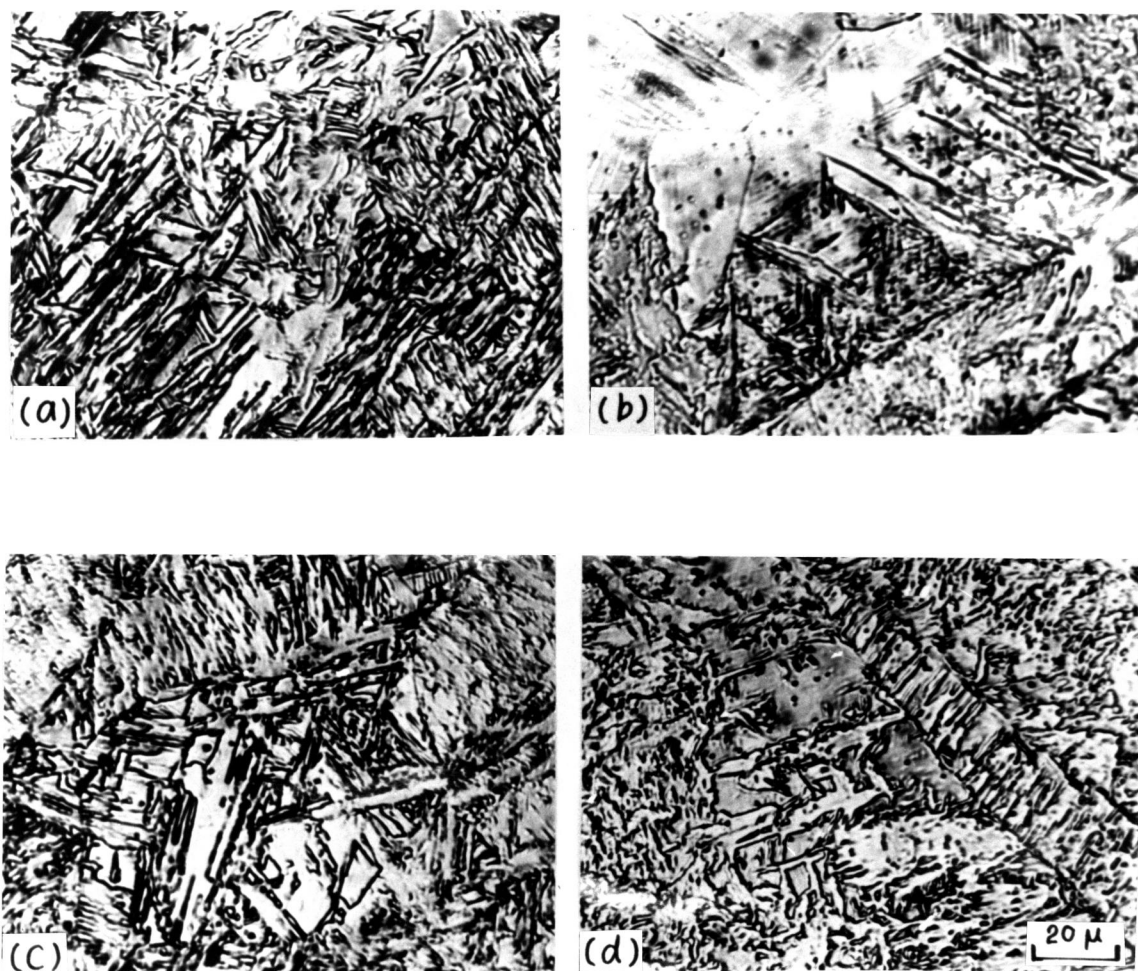


写真14. クロム-ニッケル鋼の光学顕微鏡組織。(a)オースフォームされないので、(b)10%オースフォーム、(c)20%オースフォーム、(d)30%オースフォーム。

腐食液：ピクリン酸塩酸アルコール溶液

テナイトにみられる条(写真15(a))は、液体窒素に深冷することにより条自身がマルテンサイトになつたり、またこの条に沿つたり交叉したりしてマルテンサイトが生成されるのが観察された(写真15(b))。写真15(a)及び(b)は同じ視野で、(a)は10%オースフォーム後空冷したもの、(b)は10%オースフォーム後空冷し、さらに液体窒素に深冷したものである。

このように条自身がマルテンサイトになつたり、また条に沿つたり交叉したりしてマルテンサイトが生成するということは、同一試片でオーステナイト(fcc)からマルテンサイト(bccあるいはbct)及びε相(hcp)からマルテンサイトへの各々の変態過程が共存していることを暗示させるものである。(fcc:面心立方晶, bcc:体心立方晶, bct:体心正方晶)。

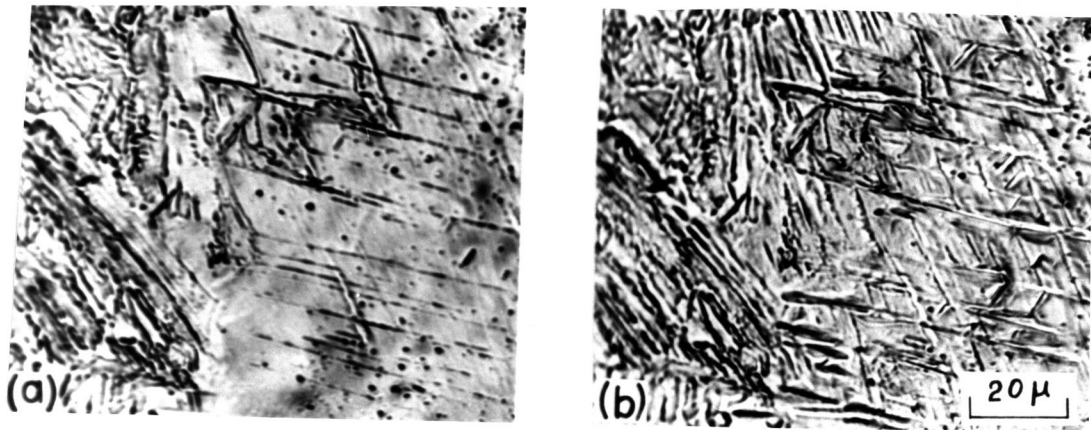


写真15. 10%オースフォームされたクロム-ニッケル鋼の光学顕微鏡組織

(a) 空冷のまま, (b) 空冷後液体窒素に深冷

腐食液：ピクリン酸塩酸アルコール溶液

30%オースフォームされた組織（写真14（d））では、マルテンサイトが不規則に生成しており、オーステナイトには細かい条は観察されなかつたが、これは第3章のニッケル鋼の場合と同様の組織でオーステナイトには転位が多く存在しており、その転位密度の高いオーステナイトからマルテンサイトが生成していることを意味している。このことは30%オースフォームの範囲で硬度変化がニッケル鋼の場合とほぼ同じ傾向にあることから推測される。

3. 透過電子顕微鏡組織及び電子回折図形の解析

光学顕微鏡で観察されたオースフォーミングによるオーステナイト及びマルテンサイトの組織変化をさらに詳細に調べるために透過電子顕微鏡組織の観察及び回折図形の解析を行なった。

写真16はオースフォームされない試片の組織を示す。マルテンサイトは任意の方向に生成しており、これは光学顕微鏡組織（写真14（a））と対応するものである。マルテンサイト内には転位がみられ、またオーステナイト内には多少の転位と所々に面欠陥がみられる。これはマルテンサイト変態の際の変態歪緩和のために両相が変形したた

めに生成されたものと考えられる。これらのことは多くの研究者によつてみとめられている結果(57,58,59,60)と一致している。

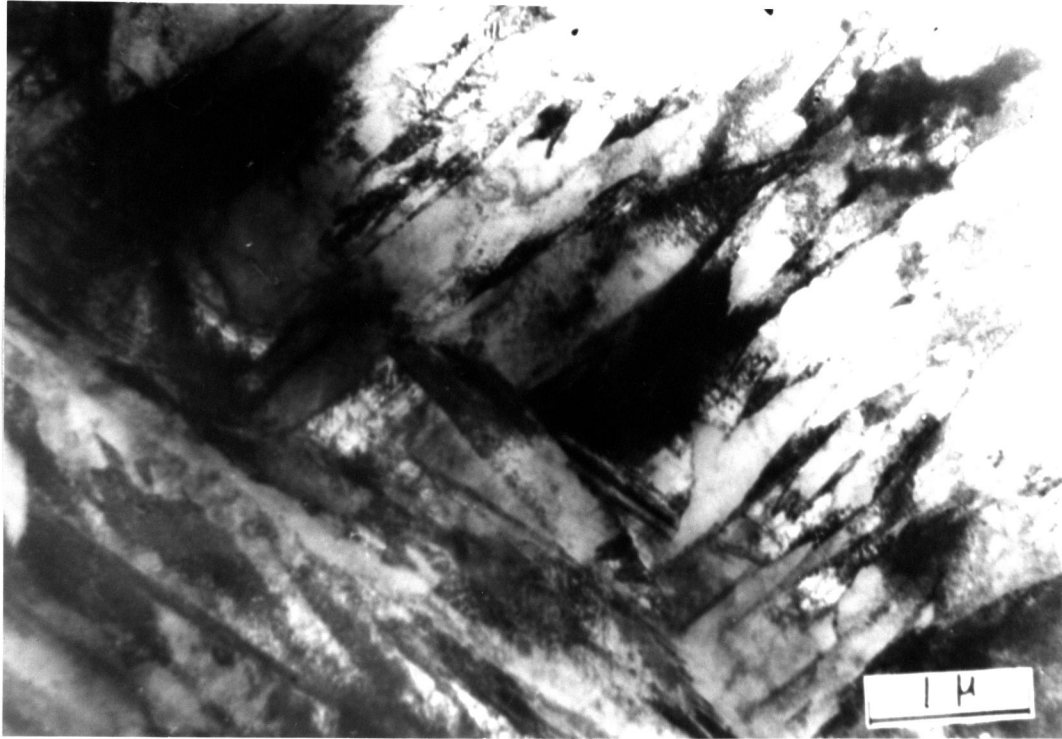


写真16. クロム-ニッケル鋼の透過電子顕微鏡組織

写真17は10%オースフォームされた組織を示す。まずオーステナイト内には数100~1000Å⁰の間隔で細かい互いに平行な条が観察され(A部)、これは光学顕微鏡で観察された条(写真14(b))に対応するものである。さらにこの条を横切つて食つたようにして生成している別の相が観察され(BあるいはM部)、そしてオーステナイト内のこの条に平行してこの相内にも同様の条が所々に不明瞭であるがみうけられる。写真17のこれらA及びB部の回折図形を撮ると、写真18(a)及び(b)となり、その解析結果を写真18(a')及び(b')に示す。これより写真17で観察されたA部の条はオーステナイト内に生じた ϵ 相及び変形双晶であることがわかる。またこの

* ϵ 相の格子常数は、Troianoらの研究(63,64)よりの $a = 2.522 \text{ \AA}^0$ 、 $c = 4.066 \text{ \AA}^0$ を参考にした。

** 積層欠陥も共存しているものと思われるが回折図形では確認できないし、写真17の条件では組織からの判定もしにくい。これらの格子欠陥近傍には多くの転位もみられる。

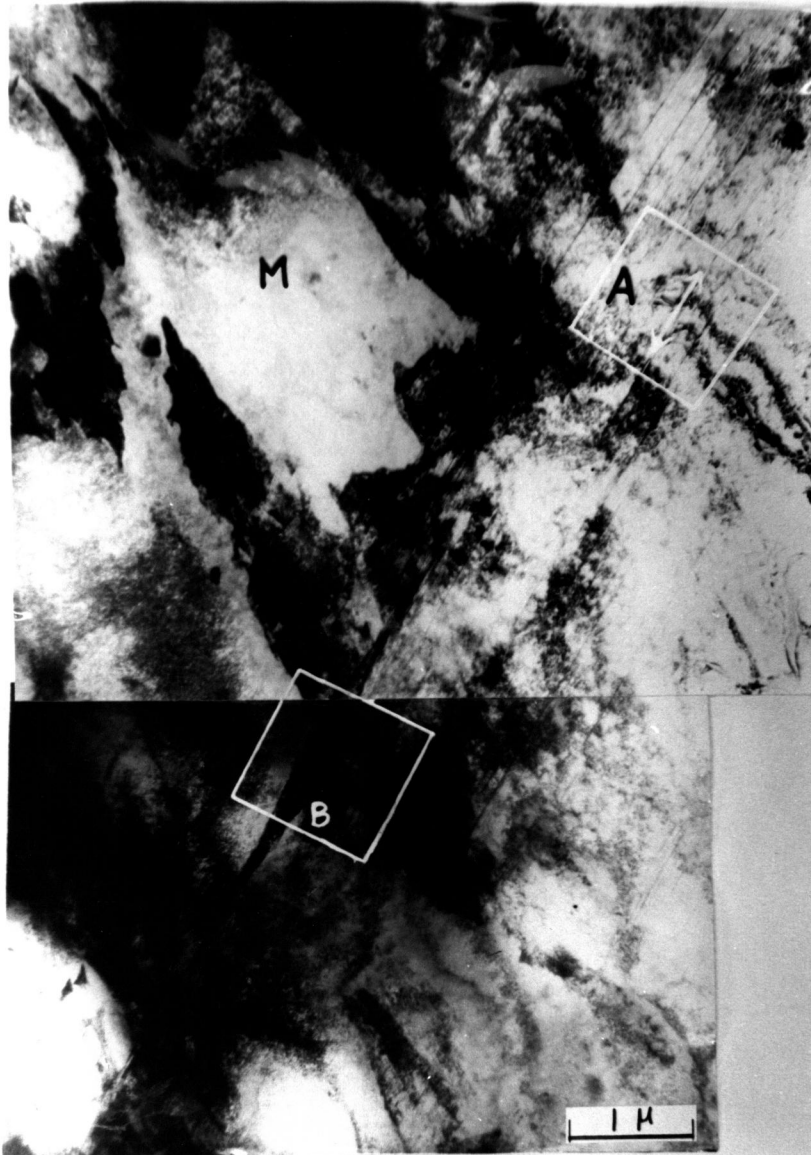


写真17. 10%オースフォームされたクロム-ニッケル鋼の透過電子顕微鏡組織

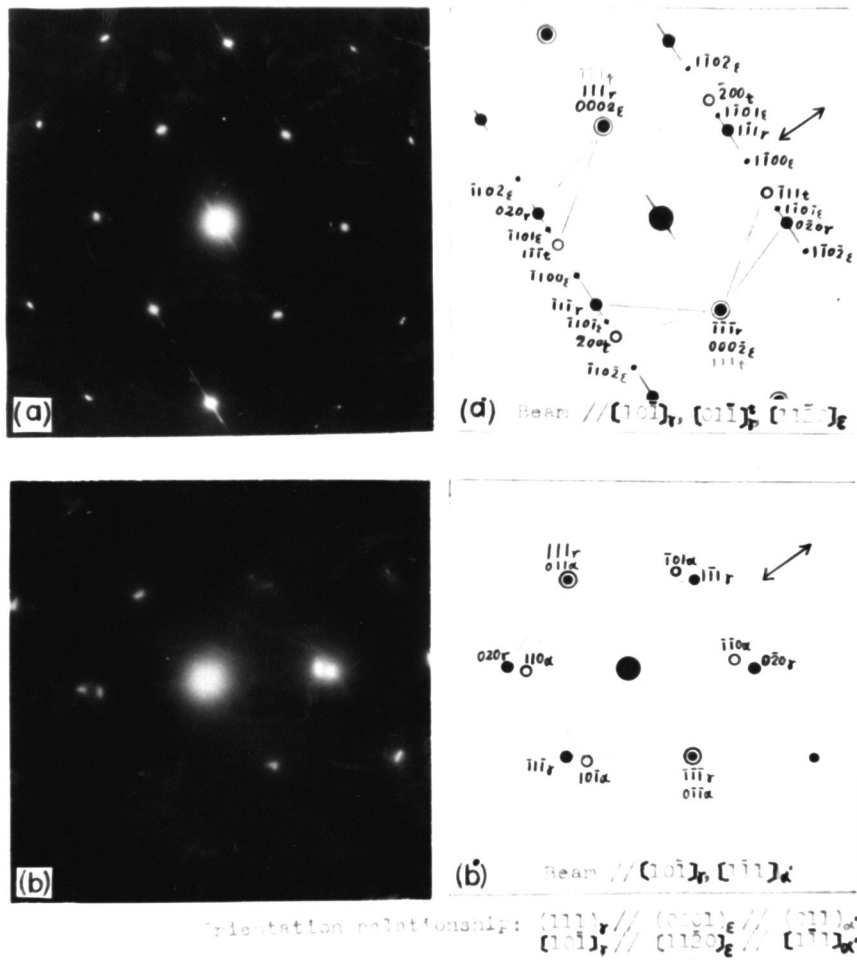


写真 18. 写真 17 の 10% オースフォームされたクロム-ニッケル鋼の組織内の A 部及び B 部の制限視野電子回折図形と解析結果
 (a) A 部のオーステナイトの回折図形
 (a') オーステナイトの回折図形の解析結果
 (b) B 部のマルテンサイト及びオーステナイトの回折図形
 (b') マルテンサイト及びオーステナイトの回折図形の解析結果

オーステナイトのこれらの格子欠陥を横切つて食つたように生成している別の相 (B 部及び M 部) はマルテンサイトであることがわかる。この組織からすれば、まずオースフォームングによつて加工されたオーステナイトに ϵ 相、変形双晶及び転位が存在し、これらの格子欠陥^{*}の存在しているオーステナイトが冷却されることによつてマルテンサ

* ϵ 相もオーステナイト内の格子欠陥と考えた。

イトを生成し、これらの格子欠陥をマルテンサイトが食って成長したように観察される。

このときのオーステナイト、 \mathcal{E} 相、マルテンサイトの各相間の方位関係は次の通りである。

$(111)_{\gamma} // (0001)_{\mathcal{E}} // (011)_{\alpha}$, $[10\bar{1}]_{\gamma} // [11\bar{2}0]_{\mathcal{E}} // [1\bar{1}1]_{\alpha}$ (γ :オーステナイト, \mathcal{E} : \mathcal{E} 相, α :マルテンサイト),

この方位関係からすれば、後述の考察で詳細に論ずるが、加工されたオーステナイトに \mathcal{E} 相が存在しておれば、これを冷却することによって \mathcal{E} 相はさらにマルテンサイトに変態する可能性を示している。事実写真17でも、 \mathcal{E} 相が存在していたと思われる部分をマルテンサイトが食つたようにして生成している。これは光学顕微鏡組織の写真15(a), (b)においてもそれを裏付けるような結果を得ている。結局加工されたオーステナイトに \mathcal{E} 相が存在しておれば、その後のマルテンサイト変態では、 \mathcal{E} 相から α のマルテンサイトに、また \mathcal{E} 相になつていない転位密度の高いオーステナイトは直接マルテンサイトにそれぞれ変態するものと考えられる。

変形双晶について考えてみると、変形双晶はオーステナイトの $(111)_{\gamma}$ 面を境として鏡面对称となつていただけで \mathcal{E} 相のごとき別の相にはなつていない。したがつて変形双晶のあるオーステナイトよりマルテンサイト変態するときは $(111)_{\gamma}$ 面を境として鏡面对称にあるオーステナイトがそれぞれマルテンサイトに変態し、もとの変形双晶境界はマルテンサイトに、前述の方位関係から $(011)_{\alpha}$ 面の境界を残すか⁽²⁹⁾、あるいは変形双晶が一度消滅(detwinning)して双晶のないオーステナイトとなり、マルテンサイト内部に境界を残さないかである。いずれがおこりやすいかは明らかでないが、前者の場合のようにマルテンサイトに境界を残す可能性が大きいようである。このことは写真17のマルテンサイト部でもみられたが、次の電子顕微鏡観察の結果からも推測できる。10%オースフォームされた試片の空冷状態でオーステナイトに \mathcal{E} 相、変形双晶及び転位が存在している状態をさらに深冷すると、写真19(a)に示すようにオーステナイトはほとんど存在しておらず、マルテンサイトが生成し、しかもその中に一方向(\longleftrightarrow 方向に平行)に条が観察される。このマルテンサイト内のA部の回折図形の解析結果(写真19(b)及び(b'))によれば、この条はマルテンサイトの $(011)_{\alpha}$ 面に平行でかつ前述の方位関係からすればオーステナイトの $(111)_{\gamma}$ 面に平行である。これは \mathcal{E} 相の晶癖面及び変形双晶境界に平行であるが、このうち \mathcal{E} 相は前述のごとくそれ自身がマルテンサイトに変態しうるから(この可能性は後述の考察の項で詳細に説明する)、このような条は残さないと考えられるので、このマルテンサイト内の条はもとのオーステナイトの $(111)_{\gamma}$ 面に存在していた変形双晶により形成された境界であると考えられる。

30%オースフォームされた組織は光学顕微鏡組織でも観察されたようにオーステナイト内には \mathcal{E} 相などによる条はほとんど観察されず、またマルテンサイトは形状が不規則であつたが、これは電子顕微鏡組織においても写真20に示すようにこれに対応する組織が観察された。この場合にはオーステナイト(A)及びマルテンサイト(M及びT)ともに転位密度が高い状態であつた。この状態ではオーステナイトは \mathcal{E} 相を経てマルテンサイトに変態する可能性は10及び20%オースフォームに比して少なくなり、大半が転位密度の高いオーステナイトから直接マルテンサイトに変態することが予想され、この場合オーステナイト内の転位は第3章のニッケル鋼の場合と同様なことによりマルテンサイトに継承されるものと考えられる。オースフォームするとマルテンサイト内に変態双晶がより多く存在するようになるが⁽²⁸⁾、本研究のクロム-ニッケル鋼でもその傾向がみられた(写真20のT部)。そしてこの双晶も

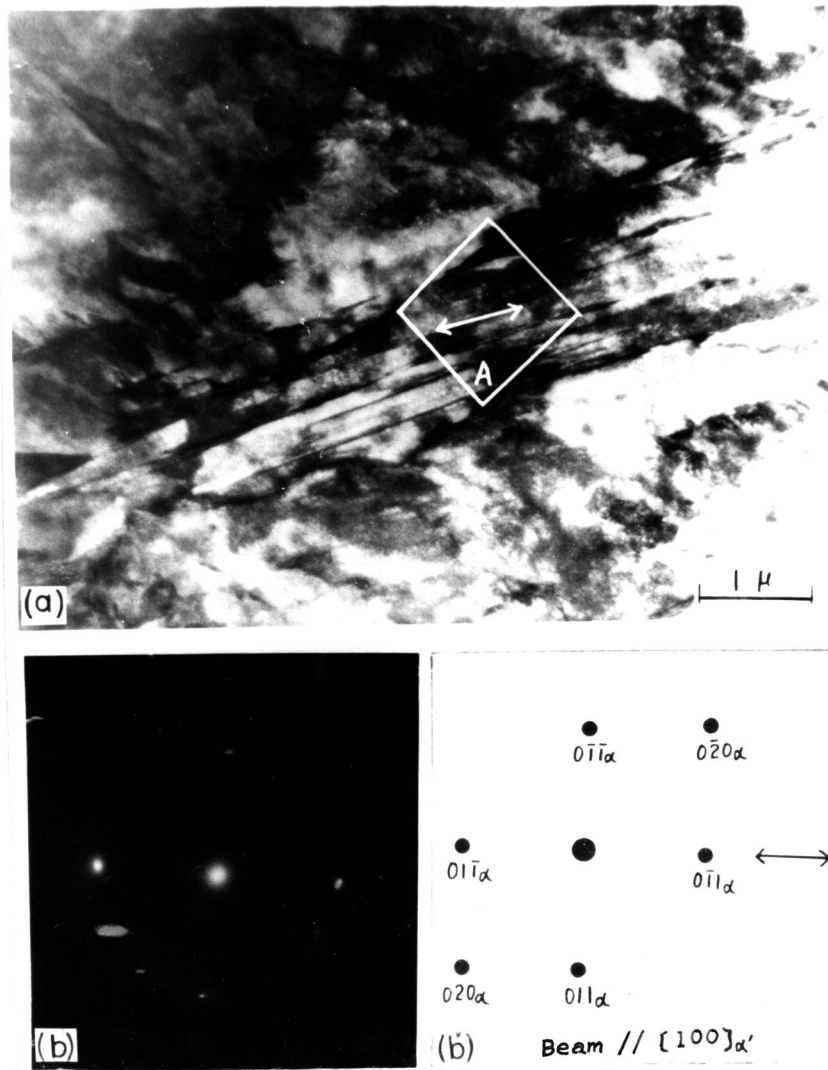


写真 19. 10%オースフォーム後液体窒素に深冷したクロム-ニッケル鋼マルテンサイトの透過電子顕微鏡組織(a)と、組織(a)のA部の制限視野電子回折図形(b)及びその解析結果(b)

オースフォームによるマルテンサイトの強化に多少寄与していると考えられるが、しかしその主因をなすものはやはり転位であり、以下このオースフォームされたマルテンサイト内の転位の分布とバーガースベクトルについて調べ、これより転位密度を推定する。第3章のニッケル鋼マルテンサイトでは、双晶が存在していて転位の確認が困難であったのでクロム-ニッケル鋼において行なった。それにはまずオースフォームされない普通処理されたマルテンサイト内の転位の分布、バーガースベクトル及び密度について調べる必要がある。

写真 21 はオースフォームされない普通処理のマルテンサイト組織及びその回折図形を示す。まず回折図形で、入射電子線 $\parallel [\bar{3}11]_{\alpha}$ 方向の状態を $[112]_{\alpha}$ 方向を軸として約 8° 傾斜する。そのときの組織が (a) で回折

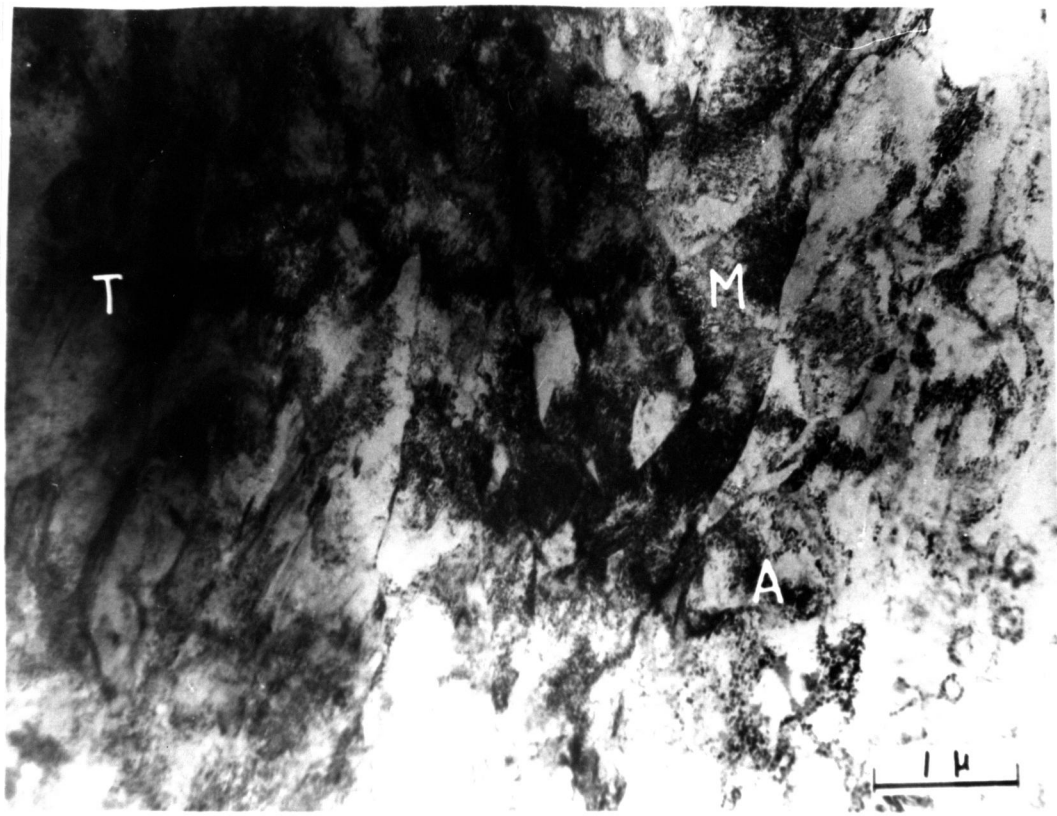


写真20. 30%オースフォームされたクロム-ニッケル鋼の透過電子顕微鏡組織

図形が(a')である。(a')の条件で見える可能性のある転位はHirsch⁽⁶²⁾らの転位のコントラストについての理論から、 $g \cdot b = 0$ (g : 逆格子ベクトル, b : バーガスベクトル) すなわち $[112]_a \cdot b = 0$ の条件を満足しないもので、 $\frac{1}{2}[11\bar{1}]_a$ 以外のバーガスベクトルをもつ転位である。しかしこの条件(a')での組織(a)では転位は見られないので、これらのバーガスベクトルをもつ転位は存在していない。だから $\frac{1}{2}[11\bar{1}]_a$ のバーガスベクトルをもつ転位のみが存在する可能性がある。次に入射電子線 $\parallel [\bar{3}11]_a$ 方向にして、これを $[\bar{1}\bar{2}\bar{1}]_a$ 方向を軸にして約 8° 傾斜したときの組織が(b)で、回折図形が(b')である。この条件では組織(b)において多くの転位が観察され、これらの転位は $[\bar{1}\bar{2}\bar{1}]_a \cdot b = 0$ の条件以外のバーガスベクトルすなわち $\frac{1}{2}[1\bar{1}1]_a$ 以外のバーガスベクトルをもっている可能性があるが、(a)及び(a')で示したように $\frac{1}{2}[11\bar{1}]_a$ 以外のものは存在していないことが判明しているから、結局マルテンサイト内の転位は $\frac{1}{2}[\bar{1}\bar{2}\bar{1}]_a$

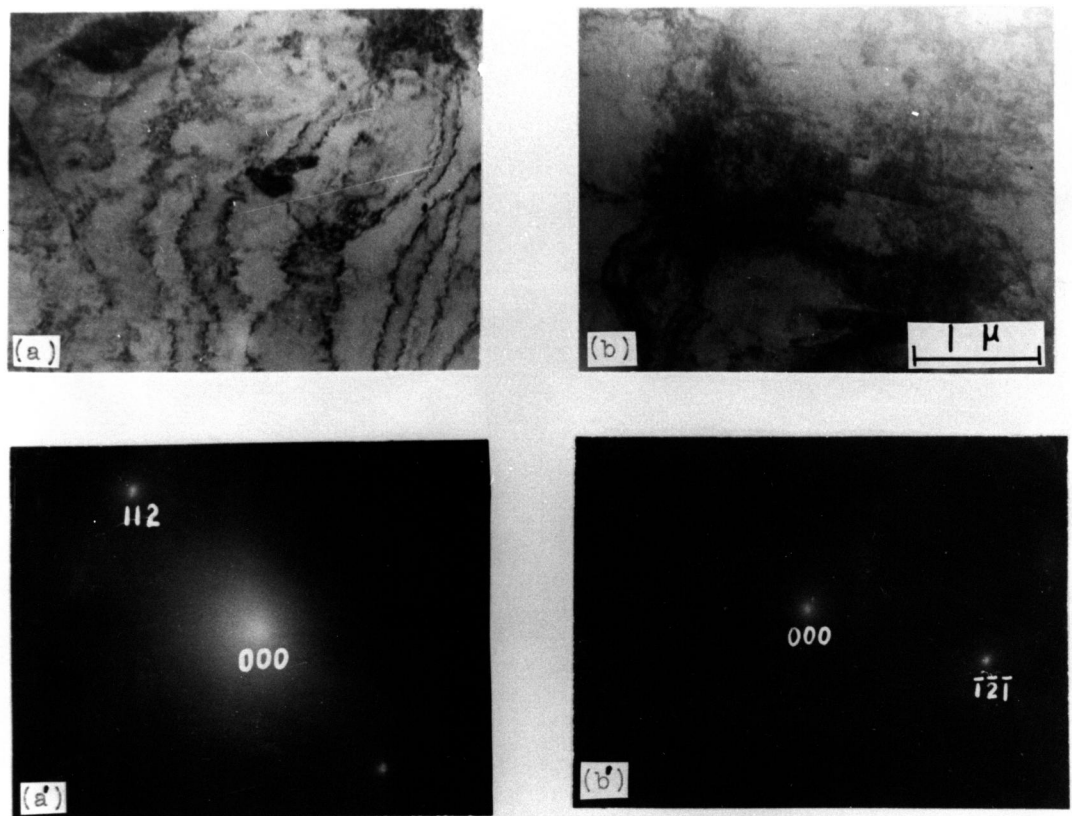


写真21. クロム-ニッケル鋼マルテンサイトの透過電子顕微鏡組織 (a 及び b) と電子回折図形 (a' 及び b'), 回折図形 (a') の条件における組織 (a) では転位は見られないが、これを傾斜して回折図形 (b') の条件における組織 (b) では、多くの転位が見られる。

$11\bar{1}$] α のバーガースベクトルをもつたものになる。このことはニッケル鋼のマルテンサイトにはマルテンサイト変態の際の変態歪緩和のための変態双晶がマルテンサイト全体に存在しており、双晶面 $\{112\} \alpha$ 面上で、一通りの $\langle 111 \rangle \alpha$ 方向しか剪断方向がないということからも推測できる。写真21の場合の転位密度は大体 $10^{10} \sim 11 \text{ cm}^{-2}$ であつた。

30% オースフォームされたマルテンサイトについて同様にして調べてみると、写真22に示すように、この場合は入射電子線 $\parallel [111] \alpha$ 方向の状態で $[\bar{1}10] \alpha$, $[01\bar{1}] \alpha$, $[\bar{1}01] \alpha$ の各々の方向を軸にして傾斜したときの組織で、いずれの条件でも多くの転位が観察され、少なくとも二種類以上のバーガースベクトルをもつた

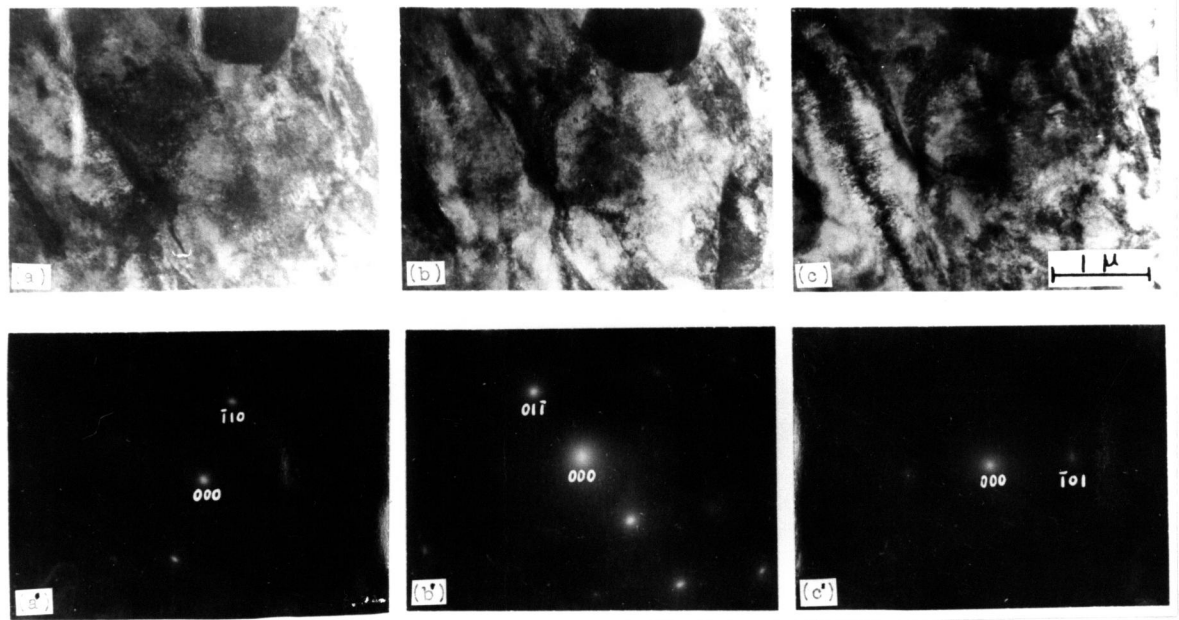


写真22. 30%オースフォームされたクロム-ニッケル鋼マルテンサイトの透過電子顕微鏡組織と電子回折図形、回折図形 (a', b', c') の条件下における組織 (a, b, c) において多くの転位が見られる。

転位が存在していることが判明した。これらの転位は各々 $\frac{1}{2}[11\bar{1}]_a$, $\frac{1}{2}[\bar{1}1\bar{1}]_a$ 及び $\frac{1}{2}[\bar{1}11]_a$ などのバーガースベクトルを有する可能性がある。オースフォームしたものとならないものの試片において、一種類のバーガースベクトルの転位に関しては転位の分布及び密度はほとんど同じであるが、30%オースフォームしたものではこの転位の分布及び密度が二種類以上あることから、オースフォームされないものに比して全体としての転位密度は高いことになる。

4. 考 察

クロム-ニッケル鋼をオースフォームした場合、20%オースフォーミングまで、オーステナイトは著しく加工硬化し、しかもその硬化度はニッケル鋼の場合よりも著しく、さらに加工度がますとオーステナイトはそれほど硬化せず、ニッケル鋼の場合とはほぼ同じ程度の硬化度を示してくる。一方マルテンサイトは20%オースフォーミングまで

あまり硬化せず、それ以上30%オースフォーミングでより硬化する傾向がある。組織観察では、20%までの加工ではオーステナイトには ϵ 相、変形双晶が存在しており、それ以上では主に転位のみで、一方マルテンサイトではいずれにおいても多くの転位が存在し、そのうち30%オースフォームされたものでは、局部的に変態双晶が存在しているようであった。

両相のオースフォーミングによる硬度変化の原因を組織観察の結果から考察してみよう。

オーステナイトが20%オースフォーミングまで著しく加工硬化する原因は、やはりオーステナイト内に転位以外に ϵ 相及び変形双晶が存在するからであろう。要するにこれらの面欠陥が存在することは異相の結晶境界が存在することであり、明らかに転位の移動を妨害し、強化に著しく寄与する。このことは組織(写真17)のオーステナイト部のこれらの面欠陥近傍が転位密度が高くなっていることから推測される。これらの格子欠陥が存在することによって加工硬化が著しい例は、高マンガン鋼の場合(65, 66, 67, 68)においても認められている。

20%以上30%程度のオースフォーミングでは、加工硬化度はあまり顕著でなく、丁度ニッケル鋼のオーステナイトの加工硬化とは同じになるのは、このような加工度では、ニッケル鋼の場合と同様に転位の相互作用による加工硬化であるからである。30%オースフォームの場合のようにオーステナイトが強加工されると転位密度を増し、転位は同一すべり面上に存在する同符号のものが互いに折力をおよぼし合うことによつて積層欠陥を形成するための拡張ができにくくなる。このようにオーステナイトに積層欠陥が存在しにくくなることは ϵ 相などが存在しにくいことになる。したがつてこのような強加工ではほとんど転位のみとなるのである。

次にこのような状態のオーステナイトからできたマルテンサイトの強度とオーステナイト内の格子欠陥との関連について考察する。

20%オースフォームまでマルテンサイトはあまり硬化せず、それはニッケル鋼の硬化度より小さく、また20%以上のオースフォームでは硬化度がまし、それはニッケル鋼のそれとは同程度である。この現象がもとのオーステナイトの加工硬化の変化すなわちこの加工硬化に寄与しているオーステナイト内の ϵ 相、変形双晶及び転位などの格子欠陥とどのような関係にあるかについて回折図形よりもとめられた結晶学的方位関係から考察してみよう。

○ ϵ 相について

ϵ 相はオーステナイトからマルテンサイトを生成する一過程を演じているであろうことは光学顕微鏡の観察及び電子顕微鏡組織の観察及びその回折図形よりもとめられたオーステナイト、 ϵ 相、マルテンサイトの各相間の方位関係からも推測できる、光学顕微鏡組織写真15(a)(b)においては、オーステナイト内の ϵ 相などによる条が、深冷することによつて、その条自身がマルテンサイトになつたり、その条に交叉したりしてマルテンサイトが生成したりすることを示し、電子顕微鏡組織では、写真18に示す回折図形より次のような方位関係がもとめられた。すなわち $(111)_\gamma // (0001)_\epsilon // (011)_\alpha$, $[10\bar{1}]_\gamma // [11\bar{2}0]_\epsilon // [1\bar{1}1]_\alpha$ である。

この方位関係は、第8図に示すように、オースフォーミングによつてオーステナイトの最稠密原子面 $(111)_\gamma$ 面に平行して(a)、まず一原子面毎に積層欠陥を生じて ϵ 相を形成し(b)、冷却によつてさらに ϵ 相の底面 $(0001)_\epsilon$ でのshearによつてマルテンサイトが生成するという可能性を示している。この変態過程は本研究のクロム-ニッケル鋼のようにオーステナイトの積層欠陥エネルギーの低いもの(57)では、オーステナイトから直接マ

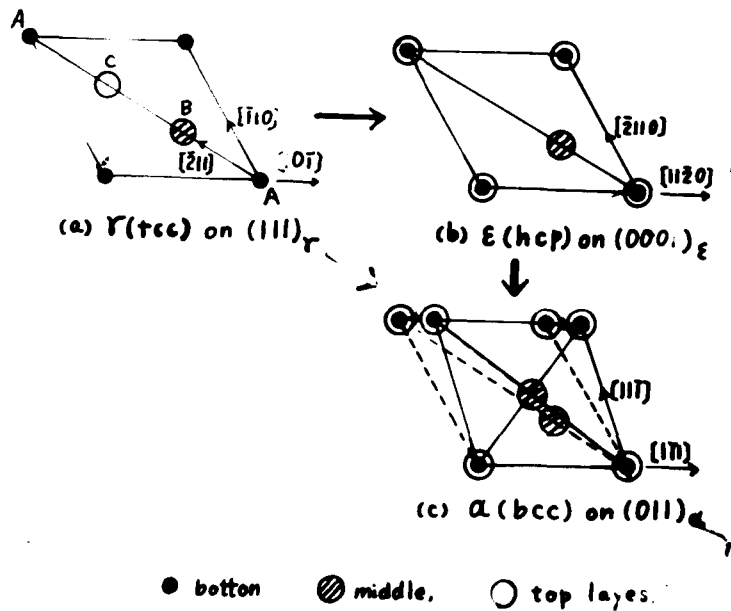
ルテンサイトを生成するものに比して容易におこるもので、Venableら^(58,60,69)の指摘した18-8不銹鋼におけるマルテンサイト変態の核生成の問題にも関連するものである。このように加工によつてオーステナイトに ϵ 相が生成すれば、それがマルテンサイトに変態し得ることは、以上のことからエネルギー的にもまた結晶学的にも一応納得できる。ただしオーステナイトそのものがすべて ϵ 相を経てマルテンサイトに変態するというのではなく、オースフォーミングによつてオーステナイトに ϵ 相が存在すれば、それはマルテンサイトに変態し得るだけのことで、 ϵ 相になつていない転位密度の高いオーステナイトは直接マルテンサイトに変態するものと考えられる。 ϵ 相からマルテンサイトを生成する場合、 ϵ 相なる格子欠陥はオーステナイトからのマルテンサイト変態の一過程を演じているのであつて、マルテンサイト内への格子欠陥の継承にはならず、また転位密度の高いオーステナイトからのマルテンサイトへの直接変態では、転位は第3章のニッケル鋼の場合と同じようなことでマルテンサイト内に継承されるものと解釈すべきである。したがつてオーステナイトを加工して ϵ 相が生成するようなオーステナイトの積層欠陥エネルギーの低い鋼は加工によつてオーステナイトに転位のみ存在するような積層欠陥エネルギーの高いものに比してその後のマルテンサイト内の格子欠陥の量がオーステナイト内の ϵ 相の量だけ少なくなり、それだけマルテンサイトの強化の度合が少なくなると考えられる。これが10及び20%オースフォーミングでは、クロム-ニッケル鋼の場合マルテンサイトがオーステナイトの加工硬化ほど硬化せず、またニッケル鋼のマルテンサイトほど硬化しない原因であろう。

○変形双晶について

変形双晶はオーステナイトの(111) γ 面を境として鏡面対称となつていているだけで ϵ 相のごとき別の相にはなつていない。したがつて変形双晶のあるオーステナイトよりマルテンサイト変態するときは(111) γ 面を境として鏡面対称にあるオーステナイトがそれぞれマルテンサイトに変態し、もとの変形双晶境界はマルテンサイトで(011) α 境界を残すか⁽²⁹⁾、あるいは変形双晶が一度消滅(detwinning)して双晶のないオーステナイトになつて、それからマルテンサイトになり、マルテンサイト内に境界を残さないかである。いずれがおこりやすいかは明らかでないが、前者の場合のようにマルテンサイトに境界を残す可能性もかなりあるようである。このことはすでに電子顕微鏡組織の観察の結果からも推測され、またZackayら⁽¹⁵⁾によつても同じようなことが光学顕微鏡的に確認され、またCohenら⁽²⁹⁾によつて電子顕微鏡的に確認されている。しかしこの双晶境界によるマルテンサイト内の{011} α 境界は電子顕微鏡的にはあまり頻繁に観察されるものではなく、強化に著しく影響をおよぼすものではないであろう。

○転位について

第3章のニッケル鋼のようにオーステナイトの積層欠陥エネルギーの高い鋼では、オーステナイトを加工すると転位のみによつて変形するが、クロム-ニッケル鋼のようにオーステナイトの積層欠陥エネルギーの低い鋼では、転位及び転位以外に転位が拡張してできた積層欠陥が一原子層毎に存在してできた ϵ 相の形成などによつて変形する。しかしクロム-ニッケル鋼のような場合でも30%オースフォーミングのようにオーステナイトが強加工されると転位密度を増し、転位は同一すべり面上の同符号のものが互いに折力をおよぼし合うことによつて積層欠陥を形成するための拡張ができにくくなり、積層欠陥が存在しにくくなつて ϵ 相は存在しにくくなつてくる。この状態では、オーステナ



第8図 オーステナイト→ ϵ 相→マルテンサイトの変態過程における各相の原子配列

イトは ϵ 相を経てマルテンサイトへ変態する可能性は10及び20%オースフォームに比して少なくなり、大半が転位密度の高いオーステナイトから直接マルテンサイト変態することが予想され、この場合オーステナイト内の転位は第3章のニッケル鋼の場合と同様のことによりマルテンサイト内に継承され、マルテンサイト内の転位密度を増加するものと考えられる。

オースフォームされたマルテンサイトが、されないものに比して転位密度が高いことは、本研究によつて電子顕微鏡組織観察で、転位のコントラストについての理論⁽⁶²⁾からの関係を使つて確認したが、この転位密度が高いことのみが、オースフォームされたマルテンサイトの強化を演じているのではなく、この転位と炭素との相互作用によつて強化しているのではすでに第3章において記述したとおりである。いずれにしても転位密度が高くなければならないが、たゞクロム-ニッケル鋼のようにオーステナイトに ϵ 相が生成したりすると、その転位密度の増加の

割合が、転位のみによる場合よりも少なくなるということが本章における重点である。

このように30%オースフォームされた試片では、オーステナイトには ϵ 相が存在せず主に転位が存在しているために、硬度も10及び20%オースフォームの場合ほど増加しないが、一方マルテンサイトの方はより以上に増加している。これは ϵ 相よりマルテンサイトへの変態がほとんどなく、転位密度の高いオーステナイトから直接マルテンサイト変態するため、マルテンサイト内の転位の継承の割合が10及び20%オースフォームされた場合に比して多いためと考えられる。このように30%オースフォームの場合は組織的にもニッケル鋼の場合とほぼ同じ状態にあるために硬化の傾向も類似している。

第4節 オースフォームされたクロム-ニッケル鋼の焼戻し挙動

クロム-ニッケル鋼のオースフォーミングによる強化は、第3章のニッケル鋼の場合とはかなり違った様相を示している。したがってこれを焼戻した場合にも強度及び組織において、ニッケル鋼の場合とかなり違った挙動を示すことが予想され、本章においてその焼戻し挙動を硬度測定及び透過電子顕微鏡観察によつて、ニッケル鋼の場合と比較しながら検討した。

1. 硬 度

クロム-ニッケル鋼のオースフォームしないものと及び30%オースフォームしたもののマルテンサイトを常温から400℃まで100℃間隔で各1時間ずつ焼戻し、その硬度変化を調べた。その結果を、これと比較のためにニッケル鋼の場合も合せて示すと第9図のようになる。

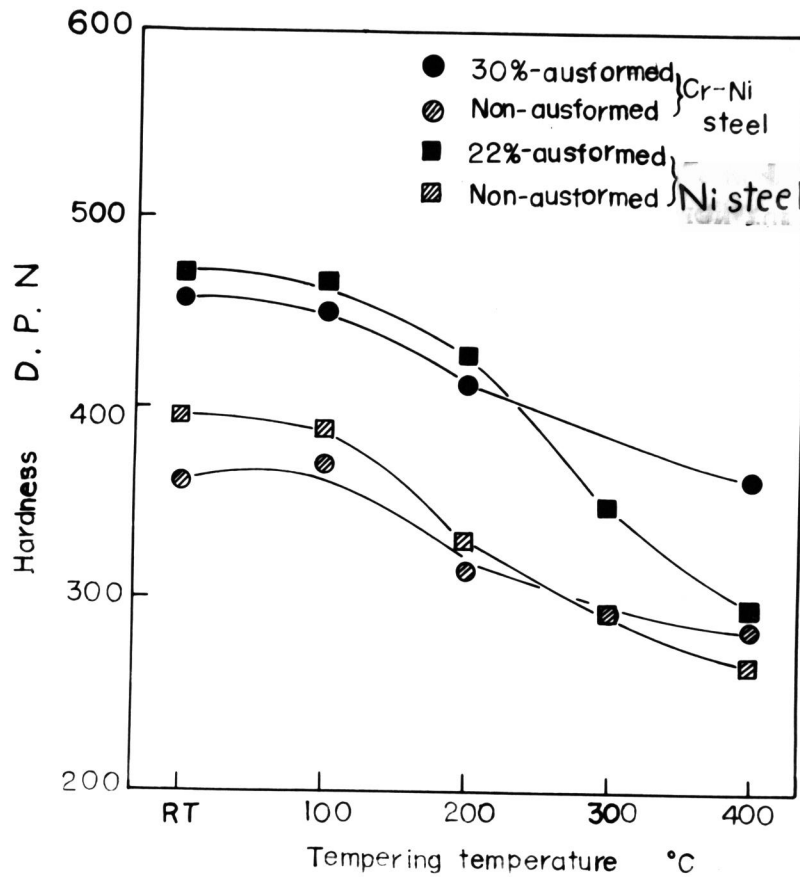
まずクロム-ニッケル鋼ではオースフォームされないもののマルテンサイトは、100℃までの焼戻しでは、硬度は低下せず、それ以上で次第に低下している。しかしニッケル鋼の場合ほど低下は著しくない。

これに対して30%オースフォームされたクロム-ニッケル鋼のマルテンサイトは、室温において明らかにオースフォームされないものに比して硬度は高く、かつ焼戻しに対してもその硬度はある程度低下はするが、それはニッケル鋼の場合ほど著しくない。しかも400℃までの焼戻しでは、30%オースフォームされたものとされないものとの硬度の差は常温における差とほとんど同じで、より高い硬度がより高い焼戻し温度まで保持されている。したがってそれはニッケル鋼の場合よりも耐焼戻し性ははるかに大きい。このことからクロム-ニッケル鋼マルテンサイトはニッケル鋼に比してオースフォーミングによる強度上昇はあまり著しくないが、耐焼戻し性の面ではるかにすぐれている。このことはクロムを含む鋼では、400℃付近の焼戻しで多少二次硬化を示すことと⁽²²⁾、またクロム-ニッケル鋼ではマルテンサイト内に双晶がほとんど存在せず主に転位が存在することなどに関係しているようである。このことについては透過電子顕微鏡組織の観察結果から考察することにする。

2. 透過電子顕微鏡組織

クロム-ニッケル鋼のオースフォームされないものと30%オースフォームされたものを400℃で1時間焼戻した試片の薄膜を透過電子顕微鏡法により組織観察を行なった。これによつて第3章のニッケル鋼において見られた析出挙動とは別の新しい結果が得られた。

写真23はオースフォームされない試片を400℃で焼戻した透過電子顕微鏡組織である。焼戻しマルテンサイト内には、ある程度の転位とかなり多くのウイドマンシュテツテン状に析出したセメンタイトが観察され、その量は



第9図 クロム-ニッケル鋼及びニッケル鋼マルテンサイトの焼戻しによる硬度変化

ニッケル鋼の場合とは多少少ないようである。セメタイトは地のある特定の結晶学的な面に沿って析出しており、その部分の制限視野電子回折図形の解析結果より、その面を調べてみると $\{110\}_\alpha$ 面であつた。優先成長方向はこの二次元的な取扱いではも定められないが、ニッケル鋼の場合は $\langle 111 \rangle_\alpha$ 方向であつたことから、この場合も $\{110\}_\alpha$ 面上の $\langle 111 \rangle_\alpha$ 方向ではないかと思われる。このようにクロム-ニッケル鋼マルテンサイトを焼戻しすると、ニッケル鋼とちがつて $\{110\}_\alpha$ 面に沿って析出し成長する。ウイドマンシユテツテン状にセメントイトが析出する例は、Kelly ら(27, 41) によつて低炭素鋼の焼戻しでも確認されており、マルテンサイト内に双晶が存在せず転位のみ存在するときの析出の特徴である。

30% オースフォームして 400°C に焼戻しした組織を同様にして透過電子顕微鏡観察すると写真 24 のようである。まず 400°C においてもかなり多くの転位が存在しており、しかもオースフォームされないものよりも転位密度

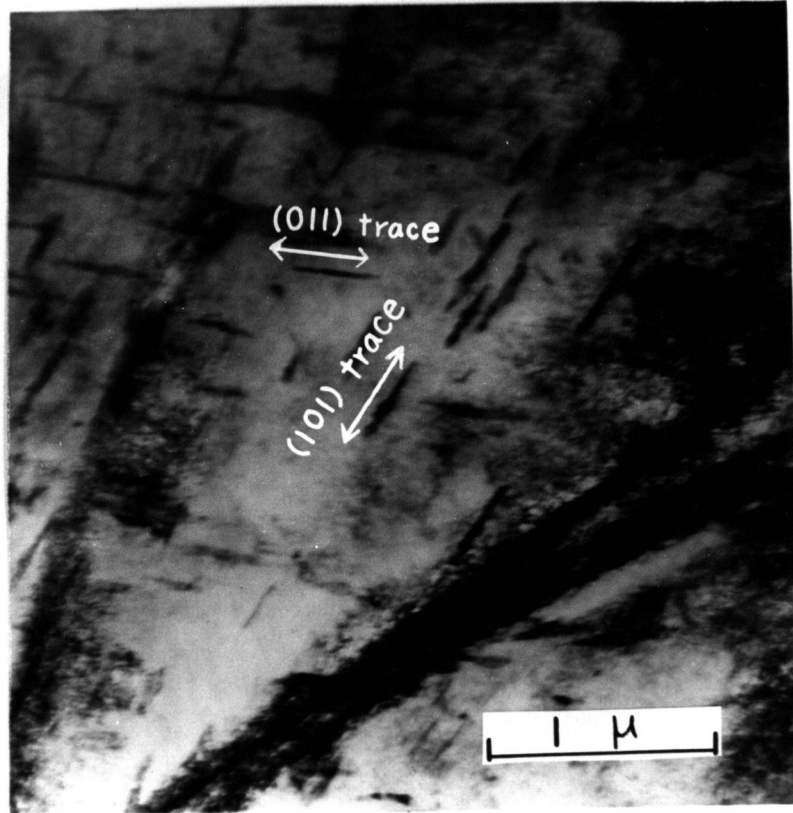


写真23. 400℃焼戻しされたクロム-ニッケル鋼マルテンサイトの透過電子顕微鏡組織

は高いようであり、かつ部分的にセメンタイトがウイドマンシュテツテン状に析出しており、それぞれ $\{110\}_\alpha$ 面に平行して析出している。しかし30%オースファームによる組織の変化は、 $\{110\}_\alpha$ 面に析出しているセメンタイトの量がオースファームしないものに比して少ないことである。しかもニッケル鋼のオースファームされたものを400℃で焼戻した場合よりもその量ははるかに少ない。

まずオースファームされないものより $\{110\}_\alpha$ 面での析出量が少ないのは、30%オースファームすることによつてマルテンサイト内の転位密度が増し、各々の転位が炭素を保持することによつて炭化物に供給される量がそれだけ減少し、しかも転位密度が高いことは転位の交叉なども多く、炭化物の核生成する位置も多く与えられることに

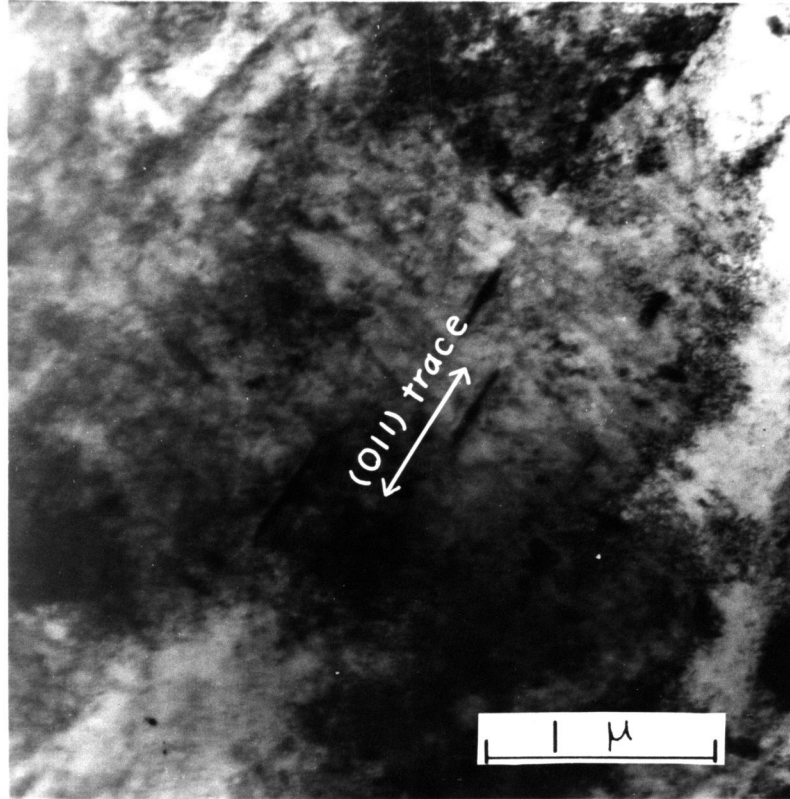


写真24. 30%オースファームされ400℃焼戻しされたクロム-ニッケル鋼マルテンサイトの透過電子顕微鏡組織

なり、炭化物は全体に分散して細かく析出することになる。細かく分散して多く析出すれば、なかでも $\{110\}_\alpha$ 面上で認め得る大きさまで成長するものはわずかになつて見かけ上は析出量が少ないように観察される。転位が多く存在する場合は、転位が炭素を保持するため、それだけ炭素の固溶硬化が大きく、また炭化物が一個所に集中して析出、成長せず、全体に分散して細かく析出すれば、それだけ分散による強化がある。これがオースファームされたクロム-ニッケル鋼の耐焼戻し性に関係している。

3. 考 察

クロム-ニッケル鋼マルテンサイトを焼戻しすると炭化物は、ニッケル鋼マルテンサイトを焼戻しした場合のように双晶境界などで主に析出成長する場合と異なり、転位で析出し、しかも $\{110\}$ α 面に沿ってウイドマンシュテッテン状に成長する。このことからニッケル鋼のようにマルテンサイト内に双晶が存在していないクロム-ニッケル鋼では、マルテンサイトの焼戻しでは $\{110\}$ α 面が析出、成長する面となる。この面は丁度 α -鉄のすべり面である。

このようにクロム-ニッケル鋼とニッケル鋼とでは析出の様相が異なるが、オースフオーミングという処理に対してニッケル鋼と共通してみられることは、オースフオーミングされたマルテンサイトを焼戻しすると、析出物としてみとめうるだけの大きさの炭化物の量が少ないことである。析出がおこる場合、地に格子欠陥が存在すればそこが析出の核生成の位置となり、格子欠陥が多ければそれだけ核生成の位置も多く与えられ、析出粒の数もふえることになる。しかし析出粒の多少にかかわらず、析出する炭化物の量は、地に過飽和に固溶している炭素量しかおこらないわけで、析出粒の大きさはその炭素が析出粒に均一に供給されるか、あるいは特定の条件にあるものに対してより優先的に供給されるかのちがいによつて決定される。例えばニッケル鋼のようにマルテンサイトに双晶が存在する場合、双晶境界のごとき面欠陥に沿つて、またクロム-ニッケル鋼のように転位が存在する場合は $\{110\}$ α 面に沿つて、それぞれ炭化物が優先的に成長するが、いずれの場合でもオースフオーミングされたもののようにマルテンサイト内の転位密度が高い場合などは、これら転位である程度以上には成長しえないが、一応核生成しある程度にまでなつて存在しているものがあるために、炭素がそれだけそこに保持され、その量だけ優先的に成長するものへの炭素の供給量が少なくなつてくる。これがオースフオーミングされたマルテンサイト内の焼戻しによるみかけ上の炭化物の量が少なくなる原因である。このように観察されるみかけ上の炭化物が少なく、かつ転位密度が高い場合には、炭素による転位の固着及び極微細炭化物の分散硬化が存在していることを意味する。このことはクロム-ニッケル鋼及びニッケル鋼の両者においていえることであるが、さらにクロム-ニッケル鋼の場合、マルテンサイト内に転位のみ存在する場合は、より以上の成長をするためには $\{110\}$ α 面が成長面となるが、しかしこれはニッケル鋼マルテンサイトのように双晶境界なる面欠陥で成長するように容易でない。これは実際の観察においてもみとみられている。すなわちこの場合の析出はまず転位へ炭素が凝集し、それによつて転位は固着され、さらに $\{110\}$ α 面で成長がおこるわけだが、 $\{110\}$ α 面には双晶境界のような面欠陥がないためその成長が困難で、それだけ炭化物の析出、成長が抑制され、それだけ析出する量が少なくなる。したがつてそれだけ硬度低下もニッケル鋼に比して少なくなり、これがクロム-ニッケル鋼の耐焼戻し性をより大きくしている原因の一つである。

さらにもう一つオースフオーミングされたクロム-ニッケル鋼の耐焼戻し性の大なる原因がある。ニッケル鋼のマルテンサイトには、もともと双晶が存在していて、それによるマルテンサイトの硬化があるが、 400°C 焼戻しではそれがほとんど消滅していて、いわゆる双晶による強化が 400°C 焼戻しで急になくなつていくが、クロム-ニッケル鋼ではこのような現象がなく、たゞ拡散による転位の移動によつて徐々に転位密度が低下するため、焼戻しによる硬度低下もニッケル鋼の場合ほど急げきでない。これもクロム-ニッケル鋼の耐焼戻し性の大なる原因である。たゞし、この双晶の消滅に関しては、オースフオーミングの処理にかかわらずニッケル鋼においても共通している現象で、ただクロム-ニッケル鋼とニッケル鋼とを比較した場合にのみ問題にすべきことである。

第5節 結 論

クロム-ニッケル鋼のオースフォーミングによる強化について研究した結果を総括し結論すると次のようになる。

Ⅰ) クロム-ニッケル鋼のオースフォーミングで、オーステナイトに ϵ 相 (hcp)が存在する場合は、オーステナイトの加工硬化は著しいが、それよりできたマルテンサイトは、オーステナイトの硬化度ほど硬化せず、またニッケル鋼マルテンサイトのそれほど硬化しない。オーステナイト内に多くの ϵ 相が存在する場合のマルテンサイト変態では、オーステナイトからマルテンサイトに、また ϵ 相からマルテンサイトに変態することが可能で、 ϵ 相を経て変態するときは ϵ 相は格子欠陥の継承にはならない、したがってクロム-ニッケル鋼のようにオーステナイトを加工して ϵ 相が存在するようなものは、ニッケル鋼のように転位のみ存在するようなものより、その後のマルテンサイト内の格子欠陥の量が ϵ 相の量だけ少なくなり、それだけマルテンサイトの強化の割合が少なくなる。

Ⅱ) オースフォーミングにおいて、加工度が増した場合は、オーステナイト内には ϵ 相は存在せず主に転位が存在し、この状態よりできたマルテンサイトはニッケル鋼のマルテンサイトと同様に硬化度が大きい。

Ⅲ) オースフォームすることによつて、マルテンサイト内には二種類以上のバーガースベクトルを有した転位が存在している。

Ⅳ) オースフォームされたマルテンサイトは、焼戻しにおいて、炭化物は転位に分散して析出するために、 $\{110\}_\alpha$ 面にウイドマンシュテツテン状に析出するものが少なく、したがって耐焼戻し性は大きい。しかもこの耐焼戻し性はニッケル鋼の場合よりも大きい。

以上のことから、クロム-ニッケル鋼は、オースフォーミングによつてニッケル鋼ほど硬化しないが、しかし耐焼戻し性の面ではニッケル鋼のそれよりすぐれている。

第5章 オースフォーミングによる鋼の強化について

第3章及び第4章の結果からすれば、オースフォーミングによる鋼の強化には、ある程度の炭素が必要であり、しかもその強化はマルテンサイトの微細化のみならず、マルテンサイト自身の強化が原因である。このマルテンサイト自身の強化は、マルテンサイト内の転位密度の増加とその転位の炭素による固着及び極微細な炭化物の分散硬化に原因している。マルテンサイトがこのような強化状態になる過程を考えると、鋼中に炭素が存在していて、加工されたオーステナイト内の転位は炭素によつて固着され、容易に動けなくなり、マルテンサイト変態によつてマルテンサイト内に入り込み、さらにマルテンサイト内において炭素による転位の固着及び転位のジョグなどでの極微細な炭化物の析出による硬化によつてマルテンサイトは強化するのであると考えられる。マルテンサイトをこのような強化状態にする源はやはり転位であり、オースフォーミングによる鋼の強化を論ずる場合は、まず加工されたオーステナイト内の転位などの格子欠陥と、それより生成したマルテンサイトの転位との関係を検討してみる必要がある。

オースフォームされたマルテンサイトの転位密度の増加に関しては第3章及び第4章において記述しているが、その転位密度増加の原因としては二つ考えられる。

その一つは、オースフォームされた場合はオーステナイトは加工硬化しているからマルテンサイト変態の際に変態歪緩和のための変形は、オーステナイトではおこりにくく、それだけマルテンサイトでより多くおこらなければなら

ないということである。しかしこれによるマルテンサイト内の転位密度の増加は少ないものと考えられる。

もう一つの原因は、加工されたオーステナイト内の格子欠陥の継承によるものである。そのうち転位についてはさきに簡単に触れているが、まず加工されたオーステナイト内の転位で、バーガースベクトルが $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle_\gamma$ でマルテンサイトの $\langle 111 \rangle_\alpha$ 方向に平行であつて、しかもマルテンサイト内で $\frac{1}{2}\langle 111 \rangle_\alpha$ になりうるもののみ容易に入りうる可能性がある。しかしこのような状態の転位は、オーステナイトマルテンサイトの方位関係からすれば確率は $1/6$ で、その他の $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle_\gamma$ のバーガースベクトルをもつたものはマルテンサイトの $\langle 111 \rangle_\alpha$ 方向と数度くいちがつている。このような転位はマルテンサイト内には容易に入りえず、オーステナイトマルテンサイト境界に堆積するか、あるいは炭素によつて固着されているために一部は無理に入るであろう。このことは逆にマルテンサイトの成長を妨害するものであり、したがつてその結果としてマルテンサイトは微細になる。

次にオーステナイト内に転位以外の格子欠陥、例えば ϵ 相、変形双晶が存在する場合について考えてみる。

ϵ 相は簡単な結晶学的な shear によつてマルテンサイトに変態し、したがつて ϵ 相はマルテンサイト内への格子欠陥の継承にはならない。したがつてオーステナイトを加工して ϵ 相が生成するようなオーステナイトの積層欠陥エネルギーの低い鋼は、加工によつて転位のみ存在するような比較的積層欠陥エネルギーの高いものに比してその後のマルテンサイト内の格子欠陥（ここでは転位ということになる）の量がオーステナイト内の ϵ 相の量だけ少なくなり、それだけマルテンサイトの強化の度合が少なくなると考えられる。これが第4章のクロム-ニッケル鋼マルテンサイトが、20%程度までのオースフォームングでは、ニッケル鋼のそれほど強化しない原因である。

この他オーステナイト内の格子欠陥としては変形双晶があるが、これはそのままマルテンサイト内にその境界をのこすか、あるいはオーステナイトの状態一度消滅 (detwinning) して、したがつてマルテンサイト内に境界を残さないかのいずれかの過程をとるが、いずれにしても、マルテンサイトの強化の度合に著しい影響をおよぼすほどのものではないようである。事実変形双晶によるマルテンサイト内の境界は実験的にもあまり多く観察されるものではない。

以上のようにオースフォームされたマルテンサイト内の転位密度は、オーステナイト内の格子欠陥の種類によつてかなり変化する。しかしこのようにオーステナイト内の格子欠陥によつてマルテンサイト内の転位密度が変化するとしても、オースフォームされないものに比するとオースフォームされたもののマルテンサイトの転位密度は高く、しかもこの転位の炭素による固着、極微細な炭化物の分散硬化が存在する。

オースフォームされたマルテンサイトの強化が、転位密度の増加、炭素による転位の固着、極微細炭化物の分散硬化によるとすれば、これらは次のようにあらわすことができる(70)。

まず転位密度の増加によつて転位同志の相互作用による硬化は、それを変形させるに要する変形応力 (σ_d) に相当し、次のようにあらわせる。

$$\sigma_d \approx a_1 \mu b \sqrt{\rho}$$

(a_1 : 0.5~1, μ : 剛性率, b : バーガースベクトル, ρ : 転位密度)

炭素による転位の固着はいわゆるコットレル効果として知られているが、その固着力 (σ_c) は次のようにあらわせる。

$$\sigma_c = a_2 \epsilon^2 c$$

(a_2 : 常数, ϵ : 原子の misfit による歪, c : 濃度)

微細な炭化物が分散している場合、そこを転位が通り抜けていくに要する応力 (σ_p) は次のようにあらわせる。

$$\sigma_p = a_3 \mu b / l$$

(a_3 : 常数, μ : 剛性率, b : バーガースベクトル, l : 析出物の間隔)。

これらがオースフォームされたマルテンサイトの強化に寄与するものである。すなわち $\sigma_d + \sigma_c + \sigma_p$ がマルテンサイトの強化度になる。オースフォームされた鋼の降伏強度となると、これにマルテンサイトの微細化の効果が加わってくる。結晶粒径と降伏強度の関係⁽⁴⁾ $\sigma = \sigma_0 + k d^{-1/2}$ (σ : 降伏強度, σ_0 : 結晶自身の強度, k : 常数, d : 結晶粒径) より、オースフォームされた鋼の降伏強度は次のようにあらわせる。

$$\begin{aligned} \sigma &= \sigma_0 + \sigma_d + \sigma_c + \sigma_p + k \cdot d^{-1/2} \\ &= (\sigma_0 + a_1 \mu b \sqrt{\rho} + a_2 \epsilon^2 c + a_3 \mu b / l) + k \cdot b^{-1/2} \end{aligned}$$

この式の妥当性については未だ詳細な検討を行っていないが、本研究により得られたオースフォームされたマルテンサイトの強化におよぼす原因より、大体このようにあらわせるのではないかと考えている。

オースフォーミングにより鋼は著しく強化し、しかも耐焼戻し性が大きくなる。そしてこの耐焼戻し性は、ニッケル鋼よりもクロム-ニッケル鋼の方がすぐれている。

これはまずオースフォームされた鋼はマルテンサイト内の転位密度が高いために、析出する位置が多く与えられて、焼戻しに際して炭化物が微細に分散して析出し、しかも転位密度が高いと転位が保持する炭素の量も多く、したがってそれだけ固溶硬化も大きく、かつ炭化物の成長もおおくて、より高温での焼戻しまで、固溶硬化及び分散硬化が保持されるためである。焼戻し温度が高くなっても、転位が消滅して転位密度が低下しない限り、より高い強度が保持され、耐焼戻し性は大きい。

ニッケル鋼マルテンサイト内にはもともと変態双晶が存在しているため、焼戻しに際して双晶境界が炭化物成長に比較的都合がよいが、クロム-ニッケル鋼マルテンサイトにはこのような双晶が存在せず転位のみであるので分散析出には都合がよいが、炭化物成長に対してはニッケル鋼ほど容易でない。

したがってクロム-ニッケル鋼の方がニッケル鋼より炭化物の成長がおそく、それだけ固溶硬化、炭化物分散硬化がより高温での焼戻しまで保持される。これがクロム-ニッケル鋼の耐焼戻し性の大なる原因の一つであるが、この他にクロムの拡散速度が遅いこと⁽¹¹⁾ も原因の一つであると考えられている。

オースフォーミングにより鋼は著しく強化し、耐焼戻し性が向上する他に、靱性が低下しないという利点をもっている。以下靱性について考えてみる。

Justusson ら⁽¹⁶⁾ によれば、炭素量の少ない鋼をオースフォームすると絞りには低下する傾向があるが、炭素量が多くなるとむしろ上昇する。また著者のクロム鋼についての研究によれば、⁽²⁸⁾ 炭素量が0.5%以上になるとオースフォーミングによる硬化度が小さくなる。このように炭素量が高くなると、オースフォーミングによつて強度上昇は少なくなるが、靱性が大きく改善される傾向がある。さらに Zackay ら⁽²⁶⁾ によれば、鋼のオースフォーミングにおいて、ある臨界加工温度以上では、加工度の如何にかかわらず、普通焼入れ焼戻しと同程度あるいはそれ以

上の靱性を示す。

一般に強度が上昇すると靱性は低下するものであるが、オースフオーミングの場合はほとんど低下せず、むしろ上昇する場合があります、また上記のような特異な現象もある。ところがこれらの靱性の問題についてはほとんど理論的に研究されておらず放置されている。

工業的な意味で伸び、絞りということは、破断がおこるまでの変形量のことで、伸び、絞りが大きいということは破断がおこりにくいことを意味する。変形に際してある障害物に多くの転位が堆積した場合、そこに大きな応力集中がおこる。このような局部的応力集中がおこるとそこには破断することになる。それ故に変形に際して生ずる多くの転位が局部的に堆積しないように障害物が試片全体に細かく多く分布し、多くの場所に転位が堆積するようにすれば、一つの障害物には堆積する転位は少なくなり、破断するまでの変形量が大きくなる。このような場合、靱性が大きいという現象を示すわけである。

オースフォームすることにより、炭化物が微細に分散して析出すれば、上述のごとく転位の局部的堆積がなくなり靱性は低下しないであろう。場合によつては上昇することがあつても差支えない。オースフォームすることによつてマルテンサイトが微細化することも同様の意味で靱性を改善する役割を果していると考えられる。Cohen は⁽⁴²⁾、1963年英国でHadfield Memorial Lectureを行つたとき、この問題に触れ、オースフォームすることによりマルテンサイトが微細化するから靱性が低下しないのであらうと述べている。

この他靱性の低下しない原因については、オースフォームすることによつて M_s 点が低下して残留オーステナイトが増加することにも多少関係しているようである(28, 35)。

しかしいずれにしてもこのオースフォームされた鋼の靱性に関してはほとんど解明されていないと云つても過言ではない。

第6章 オースフオーミングに関する総括

鉄-ニッケル合金、ニッケル鋼及びクロム-ニッケル鋼のオースフオーミングに関する実験結果を総括し結論すると次のようになる。

○鉄-ニッケル合金及びニッケル鋼の場合、

- 1) 硬度測定の結果によつてオースフオーミングによる鋼の強化にはある程度の炭素が必要であり、しかもその強化は主にマルテンサイト自身の強化が原因であることを認めた
- 2) 光学顕微鏡観察によつてオースフォームされたマルテンサイトは明らかに微細化し、しかも局部的に屈曲していることを認めた。
- 3) 透過電子顕微鏡観察の結果、オースフォームされたニッケル鋼において次のことが明らかとなつた。
 - i) オーステナイト内では転位密度がきわめて高く加工硬化している。
 - ii) マルテンサイトには局部的に干涉縞があり、複雑な応力が存在している。
 - iii) マルテンサイト内の転位密度はオースフォームされないものより高く、かつ組織全体が荒地模様を呈し、析出の準備段階にあるようである。

IV) オースフォームされてもマルテンサイト内には変態双晶が存在している。
 V) オースフォームされてもオーステナイト-マルテンサイトの方位関係は従来の方位関係を満足している。
 4) オースフォームされたニッケル鋼マルテンサイトの焼戻しに際しては、200℃付近までその硬度の低下はなく、250～300℃で急激な硬度低下があり、500℃でオースフォームされないものとは一致した。全焼戻し温度においてオースフォームされたものはされないものに比して硬度は高く、より高い焼戻し温度までより高い硬度が保持される。すなわち耐焼戻し性が大きい。

5) オースフォームされたニッケル鋼マルテンサイトを焼戻した際の透過電子顕微鏡観察の結果、次のことが明らかとなった。

i) オースフォームされ焼戻されたマルテンサイト内には、もともと変態双晶が存在しており、また転位密度が高く、かつそれらの双晶境界及び転位で微細な炭化物が分散して析出している。

ii) 焼戻し温度が増すと双晶境界のような面欠陥で析出した炭化物は板状に成長するが、転位のような線欠陥で析出したものは成長がおそく微細であり、かつ転位密度が高いために転位に保持される炭素量だけ全体としての析出成長が抑制される。したがってこの転位の炭素による固着と炭化物の分散硬化がより高い焼戻し温度まで保持される。これが耐焼戻し性の大なる原因である。

iii) 400℃焼戻しでは、オースフォームされたものも、されないものも焼戻しマルテンサイト内で主に双晶境界に板状に析出し、セメンタイトのある方位関係を有している。しかも双晶境界では双晶剪断方向 $\langle 111 \rangle_{\alpha}$ 方向に優先的に成長している。双晶境界でのセメンタイトの巾はオースフォームすることによつてある程度せまくなっている。

○クロム-ニッケル鋼の場合

1) 硬度測定の結果、10及び20%オースフォームまでは、オーステナイトは著しく加工硬化し、それ以上の加工ではあまり硬化せず飽和値に達する。一方マルテンサイトは20%オースフォームまではあまり硬化せずそれ以上で硬化の割合が増加する。

2) 10%及び20%オースフォームされたオーステナイト内には、光学顕微鏡で細かい平行あるいは交叉した条が観察され、それは電子顕微鏡観察より ϵ 相(hcp)及び変形双晶であることがわかった。それでマルテンサイトはオーステナイトのこれらの格子欠陥自身から及びこれらに沿つたり交叉したりして生成しており、またマルテンサイト内には転位のみ観察された。そのときのオーステナイト、 ϵ 相、マルテンサイトの結晶学的方位関係は $(111)_{\gamma} // (0001)_{\epsilon} // (011)_{\alpha}$, $[10\bar{1}]_{\gamma} // [11\bar{2}0]_{\epsilon} // [1\bar{1}1]_{\alpha}$ であった。

3) 10%及び20%オースフォームのようにオーステナイトに ϵ 相が存在する状態からマルテンサイト変態する場合は、オーステナイトから直接または ϵ 相からマルテンサイトを生成することが可能で、 ϵ 相を経てマルテンサイト変態するときは ϵ 相はマルテンサイト生成の一過程を演じているのであつて格子欠陥の継承にはならない。したがつてオーステナイトに ϵ 相が存在するような鋼は、オーステナイトの加工硬化ほど硬化しない。

4) オーステナイト内の変形双晶はマルテンサイト内に $\{110\}_{\alpha}$ 境界を残す可能性がある。

5) 30%オースフォームでは、オーステナイトには ϵ 相及び変形双晶はほとんど観察されず、主に多くの転位が観察された。

6) オースフォームしない普通処理されたマルテンサイト内には、一種類のバーガースベクトルをもつた転位が存在しているが、オースフォームされたものは少なくとも二種類以上のバーガースベクトルをもつた転位が存在している。このことからオースフォームされたマルテンサイト内の転位密度が高いことがわかる。

7) オースフォームされたクロム-ニッケル鋼マルテンサイトは焼戻しに際して、ニッケル鋼よりも耐焼戻し性が大きい。400℃焼戻しされたものの透過電子顕微鏡観察によると、セメンタイトが地の{110}α面に沿って析出し成長しているが、この他に密度の高い転位に分散して析出しているものがある。析出量はオースフォームしたものが少ないものに比して少ないようで、またニッケル鋼の場合よりも少ない。

以上の結果から、オースフォーミングによる鋼の強化原因を結論すると次のようになる。

オースフォーミングによる鋼の強化は、まず鋼中にある程度の炭素を含有していて、しかもマルテンサイトの微細化のみならずマルテンサイト自身の強化がおこっていることにある。そしてマルテンサイト自身の強化は、加工されたオーステナイトよりマルテンサイト変態する際に、マルテンサイト内により以上の変態歪緩和のための変形による転位密度の増加と、加工されたオーステナイト内の転位が炭素によつて固着され、マルテンサイト内に継承されることによつて転位密度を増加し、マルテンサイト内においてさらにそれらの転位への炭素の凝集による転位の固着及び極微細な炭化物の分散析出硬化による。オーステナイトよりマルテンサイトに転位が継承される量は、オーステナイトにε相が存在しておれば、それだけ少なく、マルテンサイトの強化度は減少する。これがクロム-ニッケル鋼がニッケル鋼ほどマルテンサイトが強化しない原因である。

焼戻しに際しては、オースフォームされたマルテンサイトは転位密度が高いため炭化物が分散析出し、しかもこの分散状態はより高い焼戻し温度まで保持されるので耐焼戻し性が大きい。マルテンサイト内にもともと変態双晶が存在していると、双晶境界は炭化物の成長が容易であるが、転位のみの方は成長が容易でない。したがつてマルテンサイト内は転位のみの方が耐焼戻し性は大きい。これはクロム-ニッケル鋼の方がニッケル鋼より耐焼戻し性が大なる原因になる。

以上のようにニッケル鋼はオースフォーミングによる強化は大きいですが、耐焼戻し性はそれほど大きくなく、一方クロム-ニッケル鋼はオースフォーミングによる強化はあまり大きくないが、耐焼戻し性は非常に大きい。

第 2 章 マルテンサイトの加工

第 1 章 緒 論

鋼の加工熱処理による強化法には、第 1 表において記述したように、大別して変態前の加工と変態後の加工がある。そのうち鋼の強度を著しく増加させるものに、変態前の加工ではオースフォーミング、そして変態後の加工ではマルテンサイトの加工がある。オースフォーミングについては第 1 編において記述したので、本編においては、後者のマルテンサイトの加工について記述する。

マルテンサイトを加工することによつて、鋼の強度を著しく増加させる方法が、最近各方面で注目され開発されんとしている。

加工によつて鋼を強化させるには、加工前の地の強度を熱処理によつてできるだけ強いものとしておいて、しかるのちに加工によつてその地を加工硬化させねばならない。そうすることによつて熱処理されたものよりも、より強力なものが得られる。熱処理によつて強力な鋼を得るには、鋼の組織をマルテンサイト組織にすることであるが、これをさらに加工することによつて硬化させれば、より以上に強力な鋼が期待される。これがマルテンサイトの加工による強化法である。

第 1 編におけるオースフォーミングは、変態前のオーステナイトを加工硬化させてしかるのちマルテンサイト変態させマルテンサイトを間接的に強化させる方法であるのに対して、マルテンサイトの加工は、マルテンサイトを直接加工硬化させる方法である。しかしいずれの方法もマルテンサイト自身を強化させるという点で共通している。

元来マルテンサイトは非常に硬くて脆く、それを加工することは不可能であるとされていたが、0.4% C マルテンサイトでは 10% 程度の加工が可能であり、0.2% C マルテンサイトでは 80% 程度の加工が可能である⁽⁷¹⁾。マルテンサイトを加工すると、きわめて急激な強化がおこるが、現象的にはオースフォーミングによる強化と多少違った挙動を示す。

マルテンサイトの加工による強度増加は、純鉄の場合とよく似ており、一般に単純な加工硬化によつて強度が増加するものであると考えられている⁽⁷⁾。炭素量が多いほど強度の増加が著しく、炭素量の影響がきわめて大きい。このようにマルテンサイトを加工することにより、強度は著しく増加するが、それにともなつて伸び、絞りも急激に低下する。マルテンサイトを加工すると明瞭な上下降伏現象があらわれたり、またわずかの加工では多少加工軟化する傾向もある⁽⁵⁰⁾。さらにこれらを焼戻しすると、硬度低下がおこりにくくなり、耐焼戻し性が大きくなることも興味がある現象である⁽⁴⁹⁾。

以上はマルテンサイトの加工による強化に関する研究であるが、加工による変形の様相については R i c h m a n の^(72,73)研究、及び田村の研究⁽⁷⁴⁾がある。

R i c h m a n はニッケル鋼をもちいて光学顕微鏡及び X 線法によつてマルテンサイトの変形様相を研究した。それによると 0.1% C 以下のマルテンサイトはすべりによつて変形し、0.1~0.4% C のマルテンサイトは、すべりと双晶変形の両方によつて変形し、0.4% C 以上では主に双晶変形によつて変形することを示し、この結果から、Winchell⁽⁴⁷⁾の計算した 0.4% C 以上でのマルテンサイトの変形応力の変化を説明しようとした。変形双晶の晶癖面は $\{112\}_\alpha$ 、 $\{013\}_\alpha$ 、 $\{089\}_\alpha$ 、 $\{127\}_\alpha$ 、 $\{0,1,13\}_\alpha$ の各面で、 $\{112\}_\alpha$ 面が現われる頻度が最も多く、 $\{0,1,13\}_\alpha$ 面は最も少ない。そしてこのうち $\{112\}_\alpha$ 面は勿論であるが、 $\{013\}_\alpha$ 、 $\{089\}_\alpha$ 、 $\{127\}_\alpha$ の各面を双晶面とする双晶変形を考えて、これらの双晶生成の可能性を強張している⁽⁷³⁾。

ごく最近田村はクロムニッケル鋼マルテンサイトの加工による硬度変化と変形の様相を調べ⁽⁷⁴⁾、この場合は加工軟化はあられずに加工硬化し、しかもそのときの変形は転位によるすべり変形であることを示している。この他にマルテンサイトの加工に関してはK o l l y⁽²⁷⁾ら及びK r a u s s⁽⁷⁵⁾らによつても簡単な報告がある。

このようにマルテンサイトを加工した場合には、種々の強度変化がみられ、また組成によつてその変形の様相も異なることが判明している。このことは加工硬化の程度にも影響することを示しており、またマルテンサイトに既存の格子欠陥と、加工によつて新しくできる格子欠陥との関係及びそのときの強化の度合など多くの興味ある問題がある。

これらの問題を解明するには、まず各組成においてマルテンサイト内部に存在する格子欠陥の種類を確認し、さらにこれらを加工した場合の変形の様相を調べて、種々の変形様相による硬化の度合を詳細に調べる必要がある。その意味で本編ではマルテンサイト内に双晶がすでに存在しているニッケル鋼と、転位のみが存在しているクロムニッケル鋼を用いて、加工による硬度変化を調べ、その変形様相と主に透過電子顕微鏡を用いて確認し、マルテンサイトの加工による鋼の強化原因を追及し検討した。マルテンサイトの加工による強化原因追及を透過電子顕微鏡で研究したのは著者がはじめてであり、従来の研究業績を一段と飛躍させたものであると信じている。

第2章 従来の研究結果の概要と本研究との関連性

第1章で記述したごとく、マルテンサイトの加工に関しては、すでに多くの研究がなされており、それは工業化の方面でも、また変形機構解明の基礎的研究の方面においてもかなり行われており、そのなかには注目すべき重要なことがらも報告されている。本章ではこれらの研究の経過を記述し、著者の行つた研究との関連性について記述する。

フェライト及び焼戻しマルテンサイトの加工についての研究は数多くあるが、焼入れしたままのマルテンサイトの加工についてはまだその歴史が浅い。

マルテンサイトの加工について最初に研究したのはW i l s o n⁽⁴⁹⁾であろう。1957年に彼は0.47% C及び0.74% Cの炭素鋼マルテンサイトに圧痕をつけて、その周囲の加工された部分と、加工されない部分の焼戻しによる硬度変化について調べ、ついで光学及び抽出レプリカ法電子顕微鏡観察を行つた。それによると焼戻しに対しては、加工された部分は耐焼戻し性が大で、しかもその原因は加工によつてできた転位が炭素を保持することによつて、炭化物の析出が抑制されることによると説明した。その後しばらくマルテンサイトの加工に関する主な研究はなかつたが、1962年になつてからR a d o l i f f⁽⁷⁾らによつて、マルテンサイトの加工による機械的性質の変化について報告された。彼らの報告では、4310及び4340鋼のマルテンサイトを加工すると、わずかの加工で強度は著しく増加し、その強化度はオースフォーミングによる場合よりも大きく、そしてある程度以上の加工になると、その強化度は少なくなつてくる。このマルテンサイトの加工による強度増加の様相は、丁度純鉄の場合とよく似ており、彼らは単純な加工硬化によつて強度が増加するものであらうと考えている。炭素量が多い程強度増加は著しく、炭素量の依存性がきわめて大きい。これはオースフォーミングの場合と傾向がよく似ている。

このように加工によつてマルテンサイトは強化するが、それにとまつて伸び、絞りは急に低下する。

同じく1962年にB r o y e r⁽⁵⁰⁾は、4340鋼マルテンサイトの加工について調べているが、それによると約3%

以上加工すると、応力-伸び曲線に明瞭な上下降伏現象があらわれるようになる。そして約1%加工までは降伏強度は増し、1.44%で少し軟化し、3%加工で再び強化して明瞭な上下降伏点を示す。彼らはこの現象に対して、マルテンサイトが加工によつて生じた転位の応力場のために転位の周囲に炭素原子の応力透起規則化 (Stress induced Ordering) をおこし、この規則化によつて転位が固着されるためであろうと説明している。

マルテンサイトの加工による機械的性質の変化に関する研究とともに加工によるマルテンサイトの変形機構に関する研究も発表されている。

1963年Richman⁽⁷²⁾がニッケル鋼を用いて光学顕微鏡及びX線法でマルテンサイトの変形様相を研究し、0.1% C以下でマルテンサイトはすべりによつて変形し、0.1~0.4% Cマルテンサイトはすべりと双晶変形によつて変形し、0.4% C以上では主に双晶変形によつて変形することを示し、これをもつてWinchell^(4,7)の計算した0.4% C以上のマルテンサイトの変形応力の変化を説明している。変形双晶の晶癖面は $\{112\}_\alpha$ 、 $\{013\}_\alpha$ 、 $\{089\}_\alpha$ 、 $\{0.113\}_\alpha$ の各面で、 $\{112\}_\alpha$ 面が現われる頻度が最も多く $\{0.113\}_\alpha$ 面が最も少ない。その後さらに $\{127\}_\alpha$ 面もみいだしている⁽⁷³⁾。そして焼入された鉄-ベリリウム合金は常温で体心立方晶であり、しかも高炭素鋼マルテンサイトのような内部に双晶がなくても、加工した場合に同様の晶癖面があるので、これらを双晶面とする双晶の形成を強張している。

これらの研究では、まずマルテンサイト内にもともと存在している変態による双晶と加工による双晶との関係及びこれらによるマルテンサイトの強化及び軟化との関係、さらに $\{013\}_\alpha$ 、 $\{089\}_\alpha$ などの晶癖面の正体を明らかにするために、著者はこれらについて主に透過電子顕微鏡を採用して詳細に調べ、これらに対する的確な証拠を与え、マルテンサイトの加工による変形様相、加工硬化、加工軟化現象を明らかにした。さらにクロム-ニッケル鋼マルテンサイトで、変態双晶の存在していない場合について、同様のことを調べ、マルテンサイトの変形様相及びその強化について明らかにした。

第3章 ニッケル鋼マルテンサイトの加工

第1節 緒言

ニッケル鋼のマルテンサイト内には変態のときに生じた変態双晶が約 100 \AA の間隔で $\{112\}_\alpha$ 面に平行に存在している。本章ではマルテンサイト内にこのように変態双晶が存在している場合において、まず加工による変形様相及び加工による強度の変化について詳細に述べる。

ニッケル鋼マルテンサイトを加工した場合、Richman^(72, 73)によれば、その変形は0.4% C以上では主に変形双晶によるとしており、その変形双晶の晶癖面は $\{112\}_\alpha$ 面がもつとも多く、その他に $\{013\}_\alpha$ 、 $\{089\}_\alpha$ 、 $\{0.113\}_\alpha$ 、 $\{127\}_\alpha$ 面などがあると報告している。しかしこのような変形双晶と、もともと存在している $\{112\}_\alpha$ 変態双晶との間の関係は十分に解明されておらず、たゞKelly⁽²⁷⁾及びKraus⁽⁷⁵⁾による簡単な報告があるのみである。

マルテンサイトを加工した場合の機械的性質については、実用鋼マルテンサイトを加工すると加工硬化が著しく、しかもその加工硬化は炭素量依存性がきわめて大きい⁽⁷⁾。またBreyer⁽⁵⁰⁾によれば、実用鋼マルテンサイトを

加工すると加工硬化及び加工軟化現象をおこすと同時に明瞭な上下降伏現象があらわれることを報告している。しかしこれらの実用鋼によるマルテンサイトの加工に関する研究は、いずれもマルテンサイト内の格子欠陥などについての詳細な研究が行われておらず、このような現象は今まで未解決の問題として取り残されていた。そこで本研究は、ニッケル鋼のようにマルテンサイト内にもともと存在している変態双晶と、加工による変形双晶との相互関係を主に透過電子顕微鏡法によつて究明し、加工硬化、加工軟化、できれば上下降伏現象の出現の原因を解明せんとしたものである。

第 2 節 実験試料及び実験方法

1. 試料

電解鉄、電解ニッケルを真空溶解し金型に鋳込み、 1000°C にて5時間均一化処理を行い、熱間鍛造及び圧延によつて 0.56mm 厚さの板に仕上げ、さらに表面の酸化物除去のための Descaling salt 及び酸洗液（第1編第3章第2節のものと同じ）にて処理し、表面を清浄にして鉄-ニッケル合金を作製した。この鉄-ニッケル合金を $4\sim 8$ メツシュの木炭と炭酸バリウムを6対4の割合に配合した浸炭剤中に挿入し、これらを鑄鉄製ポットに入れて密閉し、 950°C にて6時間浸炭した。その後機械研磨にて表面を清浄にし、しかるのち真空中にて 900°C で24時間均一化処理し、鉄-ニッケル-炭素合金（この合金を以下ニッケル鋼とよぶ。この合金は第1編第3章第2節のニッケル鋼（II）と同じである）を作製した。この試片の化学組成は、 $27.56\% \text{Ni}$ 、 $0.44\% \text{C}$ 、 Fe 、 bal であり、また M_s 点は常温以下であつた。

2. 実験方法

I) 加工度の影響

ニッケル鋼を真空中で 900°C で3時間オーステナイト化し、空冷後液体窒素に30分間深冷した。この処理によつて光学顕微鏡視野で約半分がマルテンサイトに変態した。この試片を室温で圧延によつて3、5、10、20%加工し、またこれらと比較のために加工しない試片をも作製した。

II) 焼戻しの影響

以上のように処理された試片を、 100 、 200 、 300 、 400°C の各温度で1時間焼戻した。

以上（I）（II）の処理を施した試片につき、硬度測定、光学顕微鏡及び薄膜の透過電子顕微鏡観察を行なつた。硬度測定には、ピツカース微少硬度計を使用し、荷重 25g で組織別に硬度測定した。その硬度値は1試片につき10箇所測定し、その平均値をもとめた。

光学顕微鏡観察は次のようにして行なつた。試片の表面をエメリー紙 $0/4$ にて軽く研磨したのち、電解研磨（電解液は過塩素酸 185CC （比重 1.61 ）、無水酢酸 765CC 、蒸留水 50CC ⁽³³⁾）し、しかるのちV11e11a試薬で腐食して行なつた。

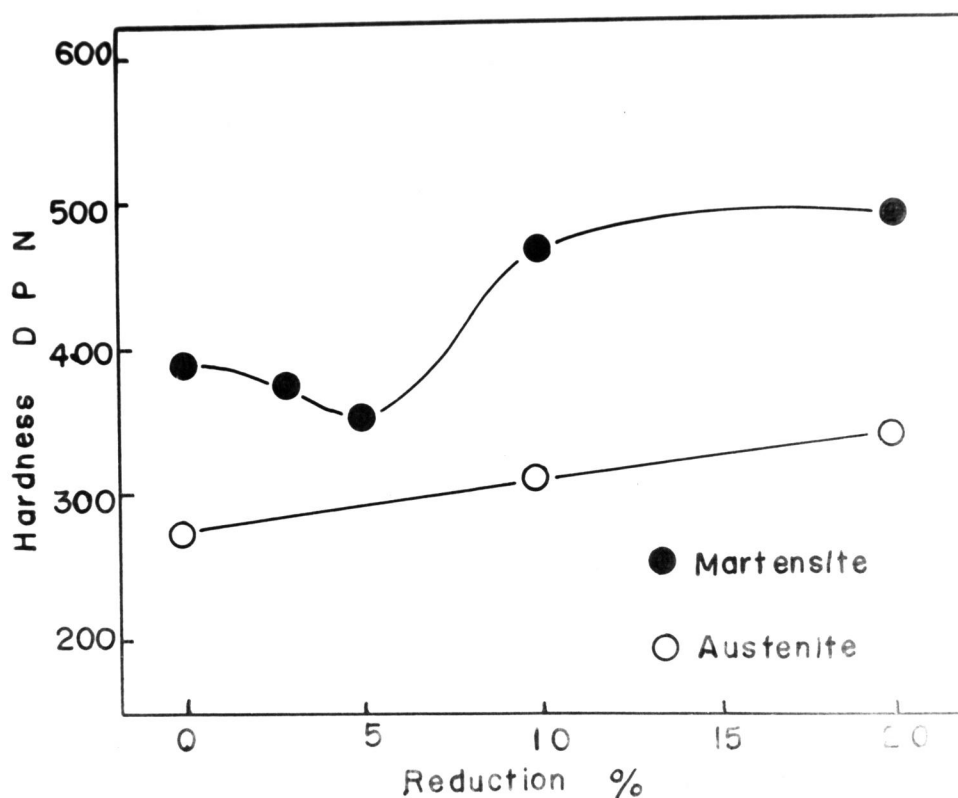
透過電子顕微鏡観察は次のようにして行なつた。薄膜の作製はBollmann⁽³⁴⁾法を採用し、電解液に氷酢酸 135CC 、無水クロム酸 25g 、蒸留水 7CC の混合液を使用し、電解温度 30°C 以下、電流 $0.5\sim 0.8\text{A}$ 、電圧 $25\sim 30\text{V}$ で行なつた。この方法で薄膜を作製して、メタノールにて洗滌し、その液中に保存した。

これらの薄膜を日立製HU-11型電子顕微鏡で加速電圧 100KV にて組織観察し、適宜制限視野電子回折図形を撮り、その解析を行なつて結晶学的解明を行なつた。組織観察には傾斜装置を併用し、また適宜暗視野像の観察も行なつた。

第 3 節 加工されたニッケル鋼マルテンサイトの強化と微細組織

1. 硬 度

加工されたマルテンサイト及びオーステナイトの硬度と加工度との関係を第 10 図に示す。



第 10 図 ニッケル鋼マルテンサイト及びオーステナイトの硬度
におよぼす加工度の影響、

マルテンサイトの硬度は3%加工まではほとんど変化しないが、これは本研究で用いた試片は光学顕微鏡視野の約50%がオーステナイトである試片であるために、最初の3%程度の加工では主にオーステナイトが加工されてマルテンサイトはほとんど加工されないためであろう。5%加工すると加工しないものに比して約30 D P Nの硬度低下が起こり、明らかに加工軟化を示し、さらにそれ以上の10%加工で急激に加工硬化し、加工しないものに比し約80 D P N及び5%加工の場合に比し約120 D P N上昇している。そしてそれ以上の加工ではほとんど加工硬化せず一定値に飽

和している。このようにニッケル鋼マルテンサイトのように内部に変態双晶が存在しているものを加工した場合の特徴は、わずかの加工によつて加工軟化の現象を示し、さらに加工度を増すと急激に加工硬化し、そして一定値に飽和することである。また加工されたマルテンサイトの硬度の測定値がかなりばらついていることも見逃がすことはできない。

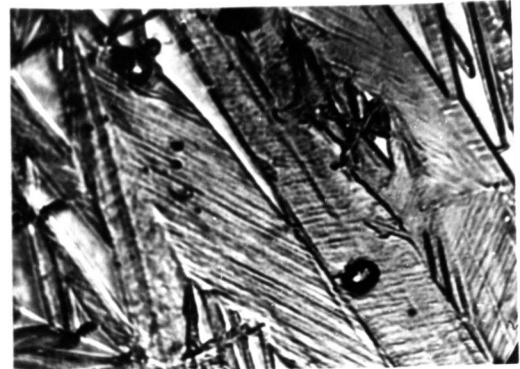
オーステナイトの硬度は、加工度とともに直線的に上昇している。

2. 光学顕微鏡組織

写真25はいずれもマルテンサイトとオーステナイトの光学顕微鏡組織で、(a)加工されないもの、(b)5%加工、(c)10%加工、(d)20%加工された組織である。



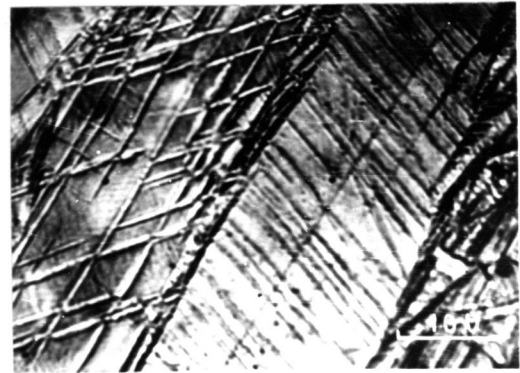
(a) 0%



(b) 5%



(c) 10%



(d) 20%

写真 25、ニッケル鋼マルテンサイトの光学顕微鏡組織、

(a) 加工なし、(b) 5% 加工

(c) 10% 加工 (d) 20% 加工

腐食液：V i l l e l l a 試薬

まず加工されないもの(a)では、マルテンサイト内に変態双晶によると思われる細かい平行な条が観察されるが、あまり明瞭でなく、概して平滑な組織を示している。しかし5%加工された(b)では、この平行な条が加工されない

場合よりも巾広くなり、より明瞭に観察される。10%加工(c)では、平行な条以外に巾広い平行あるいは交叉した条が観察され、さらに20%の強加工(d)になると種々の方向に巾広い交叉した条が明瞭に観察される。この巾広い交叉した条に注目すると、交叉部を突抜けてマルテンサイト境界に達しているものと、交叉部で途切れているものが見られる。またマルテンサイト境界はこれら条によつて著しく屈曲している。

光学顕微鏡組織観察では、丁度Richman⁽⁷²⁾によつて観察されたものとは同じであつた。

3. 透過電子顕微鏡組織と電子回折図形の解析

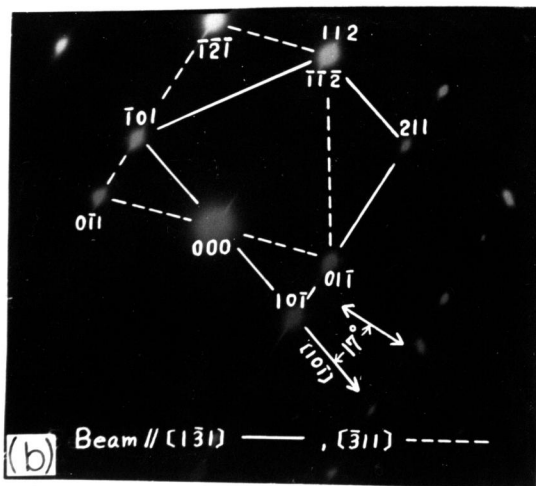
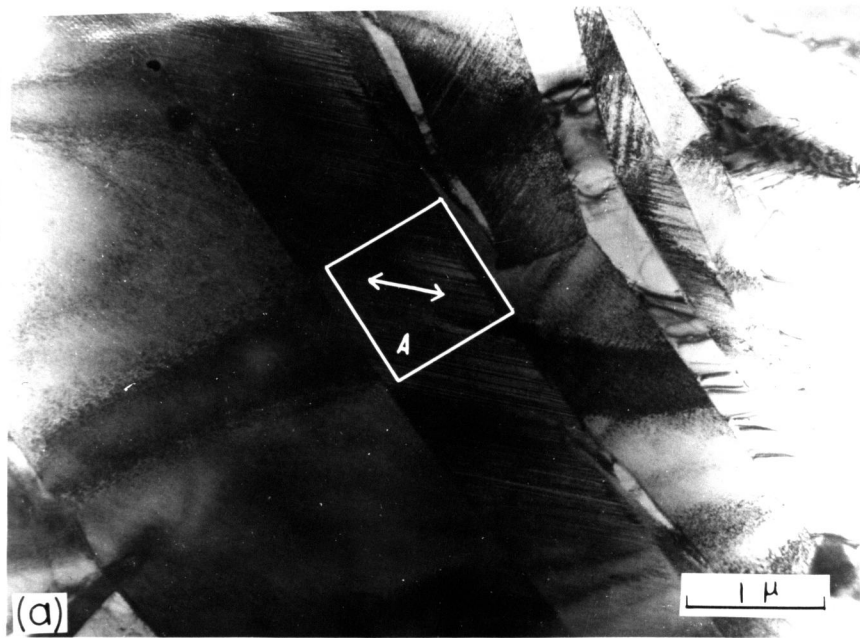


写真 26、ニッケル鋼の透過電子顕微鏡組織(a)と組織(a)のA部の制限視野電子回折図形

光学顕微鏡によつて観察された加工されたニッケル鋼マルテンサイト内の種々の組織を、さらに透過電子顕微鏡によつて詳細に観察した。

写真26はニッケル鋼の加工しない試片の透過電子顕微鏡組織(a)及び組織(a)のA部の制限視野電子回折図形(b)を示す。まず組織(a)ではマルテンサイト内に \longleftrightarrow 方向に約 100Å の間隔で平行なバンドが観察される。これらのバンドはすでに変態双晶であることが認められており、^(39.41)光学顕微鏡で観察された細かい平行な条(写真25(a))に対応するものであり、回折図形(b)でも $(112)_\alpha$ 面を双晶面とする双晶関係を示している。この場合の双晶面は試料面 $(1\bar{1}1)$ に垂直で、組織(a)に観察されるバンドの巾は実際の変態双晶の巾を示しており大体 100Å 程度である。

次にこのような試片を圧延によつて20%加工し、その組織観察及び回折図形の解析を行うと、光学顕微鏡で観察されたマルテンサイト内の巾広い平行あるいは交叉した条は、後述のように加工の際に生じた変形双晶であることがわかり、その変形双晶は写真27~29に示す様に、もともと存在していた変態双晶と同一あるいは異なつた $\{112\}_\alpha$ 面で双晶変形しており、変態双晶と変形双晶との間の関係として典型的な三つの型が観察された。

写真27はその第一番目の特徴ある組織で、20%加工された組織(a)及び組織(a)のA部の回折図形(b)である。組織(a)ではマルテンサイト内に \longleftrightarrow 方向に平行なバンドが観察され、A部の回折図形(b)により、この平行なバンドは $(112)_\alpha$ 面に生成した変態双晶であることがわかつた。この場合も変態双晶は試料面 $(\bar{1}10)_\alpha$ 面に垂直で、バンドの巾がそのまま変態双晶の巾を示しているが、マルテンサイトの境界B及びCに注目すると、これらの部分では明らかに境界が屈曲しており、かつその屈曲に対応している双晶の巾はかなり広く、 600Å に達しているものもあり、加工されないものに比して明らかに巾が広がっている。これは加工によつて、もともと存在していた変態双晶と同一の双晶面 $(112)_\alpha$ 面で双晶剪断方向 $[11\bar{1}]_\alpha$ 方向に地を双晶変形し、したがつて一つの変態双晶を成長させ(twin growth)両隣の変態双晶と合体して巾広くなつたものか、あるいはこれとは逆に変態双晶と正反対の剪断方向 $(\bar{1}\bar{1}1)_\alpha$ 方向に剪断応力がかかつて、変態双晶がもとの地の状態にもどされ、いわゆる変態双晶の消滅(detwinning)がおこり、両隣の地が合体して巾広くなつたか、いずれかによるものと考えられる。しかしこの二つの過程は、いずれを地にとり、いずれを双晶にとるかによつて全く同じことを意味し、結果的には一つのマルテンサイト内に存在する変態双晶の数が減少し、したがつて双晶境界が減少する結果となる。このように加工によつて変態双晶と同一の双晶面及び双晶剪断方向をもつ双晶変形がおこることが認められた。なおオーステナイト部では転位密度が高く明らかに加工硬化していることを示している。

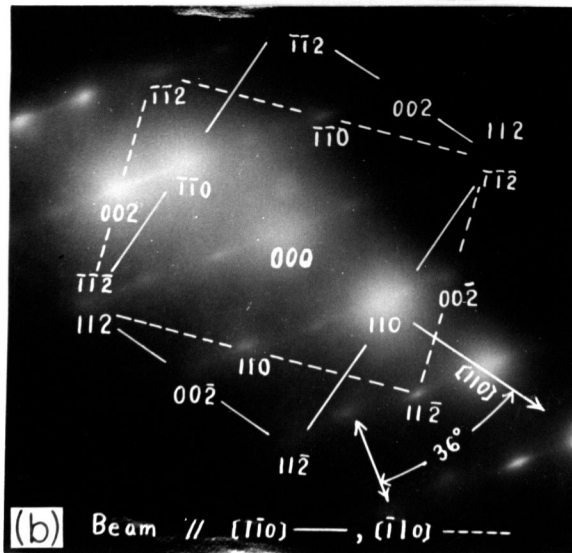
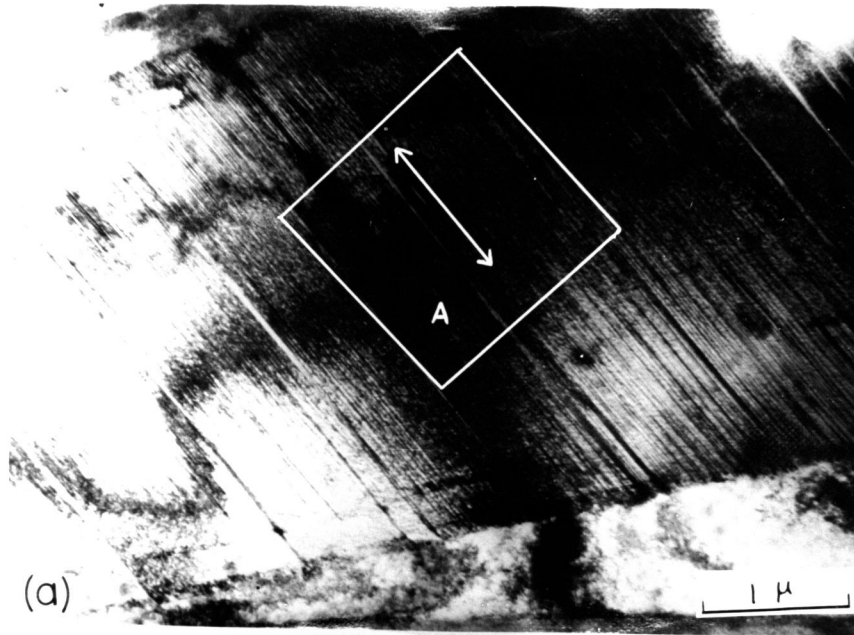


写真 27 20%加工されたニッケル鋼の透過電子顕微鏡組織 (a)
と組織 (a) のA部の制限視野電子回折図形 (b)

同様の20%加工の場合でも、変態双晶と変形双晶が交叉した場合が観察され、写真28はその組織(a)と回折図形(b)を示している。組織(a)において、マルテンサイト内に \longleftrightarrow 方向に平行な細いバンドと \longleftrightarrow 方向に平行な巾広いバンドが互いに交叉しているのが観察される。この組織(a)におけるA部の回折図形(b)を解析すると、 $(112)_\alpha$ 、 $(\bar{1}21)_\alpha$ 及び $(2\bar{1}1)_\alpha$ の面のいずれかを双晶面とする双晶関係を示しており、さらにこの回折図形(b)に組織(a)の \longleftrightarrow 及び \longleftrightarrow 方向を対応すると、 \longleftrightarrow 方向は試料面 $(\bar{3}11)_\alpha$ 面に垂直な $(112)_\alpha$

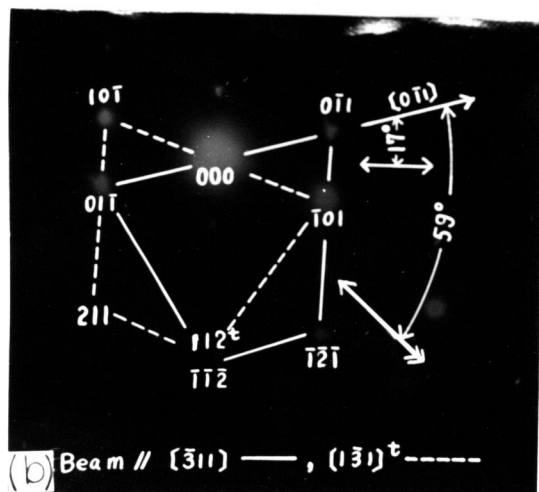
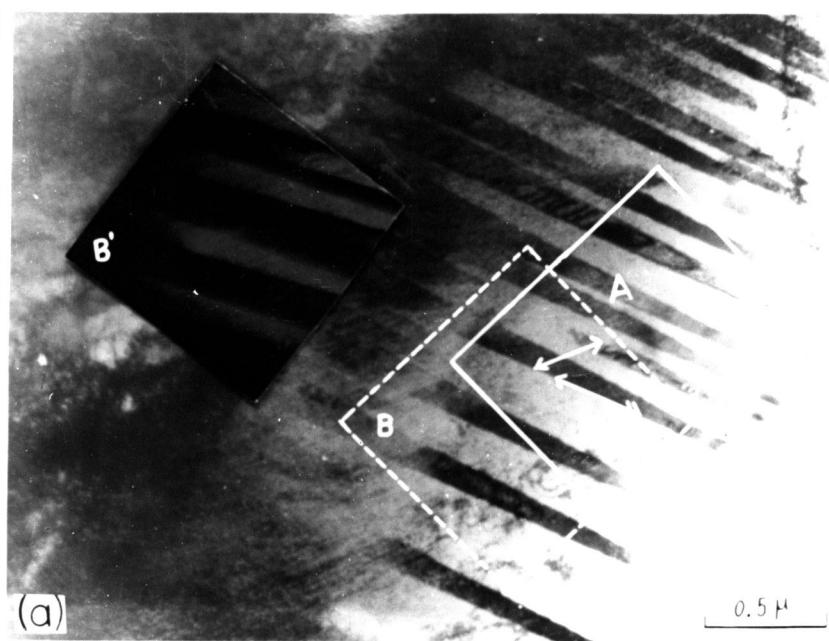


写真 28、20%加工されたニッケル鋼の透過電子顕微鏡組織 (a) と組織 (a) のA部の制限視野電子回折図形 (b)、双晶の $(10\bar{1})_t$ 面による回折斑点での暗視野像を B' (Bと対応する) に示す。

面のトレースに、また \longleftrightarrow 方向は試料面 $(\bar{3}11)_\alpha$ と約 42° 傾いた $(2\bar{1}1)_\alpha$ 面のトレースに一致した。さらに回折図形 (b) で双晶の $(10\bar{1})_t$ 面による回折斑点で暗視野像を撮ると、組織 (a) のB部は B' のように \longleftrightarrow 方向に平行な巾広いバンド及び明瞭ではないが \longleftrightarrow 方向に平行な細いバンドのいずれもが反転し、明らかにこれらは双晶であることを示している。組織から判断して \longleftrightarrow 方向に平行なバンドが変態双晶であり、 \longleftrightarrow 方向に平行な巾広

いバンドが変形双晶であると考えられ、変態双晶は加工しない場合と同様に約 1000 \AA の間隔であるのに対して、変形双晶は $1000 \sim 5000 \text{ \AA}$ の間隔で不均一に生成している。この場合の変形双晶面 $(2\bar{1}1)_{\alpha}$ 面は変態双晶面 $(112)_{\alpha}$ 面と同一の双晶剪断方向 $[11\bar{1}]_{\alpha}$ 方向を有し、したがってこの場合の加工による変形双晶は変態双晶と同一の双晶剪断方向で違った双晶面で生成されたもので、組織 (a) に示すごとく変態双晶は変形双晶によって屈曲していない。

マルテンサイトの加工では以上の他に、変態双晶と双晶面も双晶剪断方向のいずれもが異なる変形双晶が観察された。写真 29 がその一例で、前述と同様に 20% 加工された組織 (a) 及び組織 (a) の A 部の回折図形 (b) を示す。組

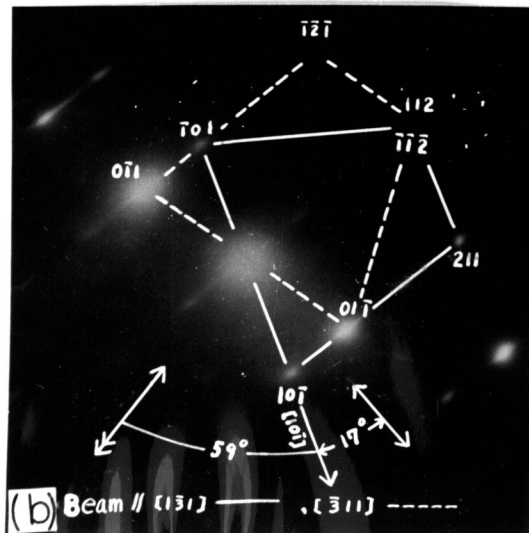
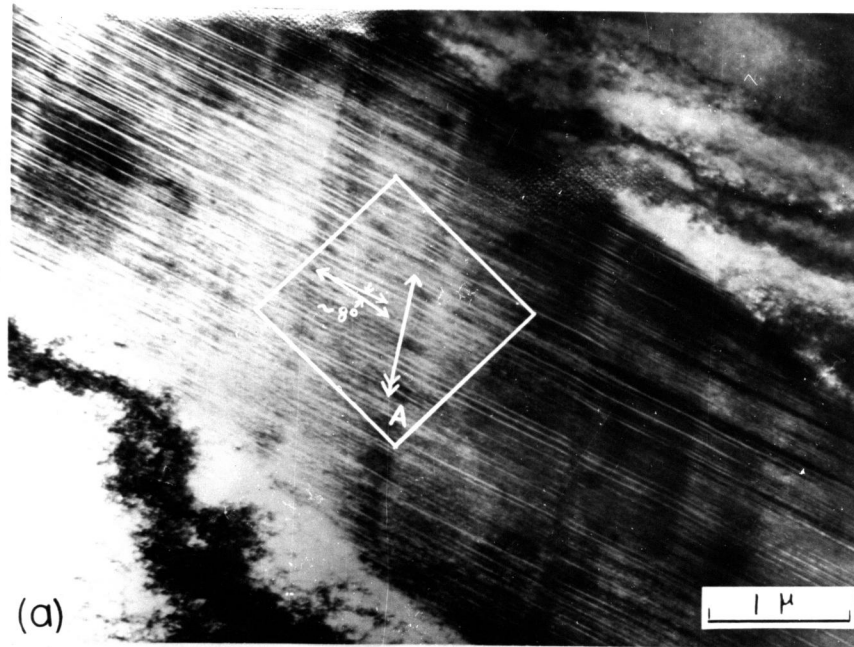
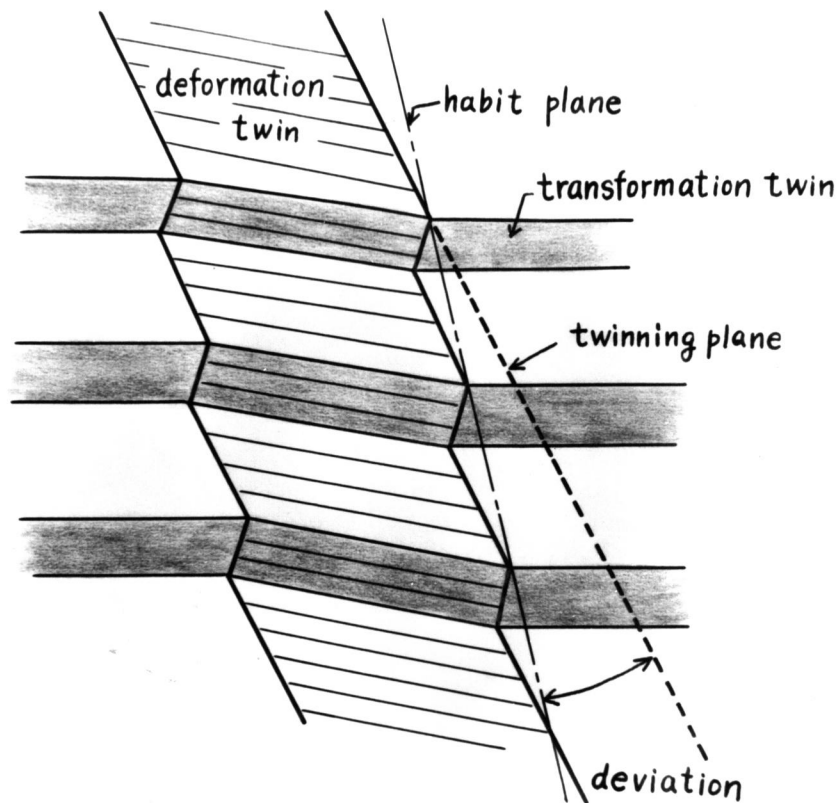


写真 29 20%加工されたニッケル鋼の透過電子顕微鏡組織 (a) と組織 (a) の A 部の制限視野電子回折図形 (b) 、

織 (a) を回折図形 (b) の解析結果に対応すると、組織 (a) のマルテンサイト内の \longleftrightarrow 方向に平行して (112) α 変態双晶 (試料面 $(1\bar{3}1)$ α 面に垂直) が存在していることがわかり、またこの変態双晶と \longleftrightarrow 方向に平行な巾広い不明瞭ではあるが変形双晶が交叉しており、その交叉部では変態双晶が約 8° 屈曲しているのが観察される。変形双晶の境界 (\longleftrightarrow 方向に平行) に注目すると、その境界は直線性が悪く変態双晶との交叉部で複雑に屈曲している。これは第11図に示すごとく、その晶癖面はもとの双晶面からかなりずれていることを意味するもので、 \longleftrightarrow 方向を基



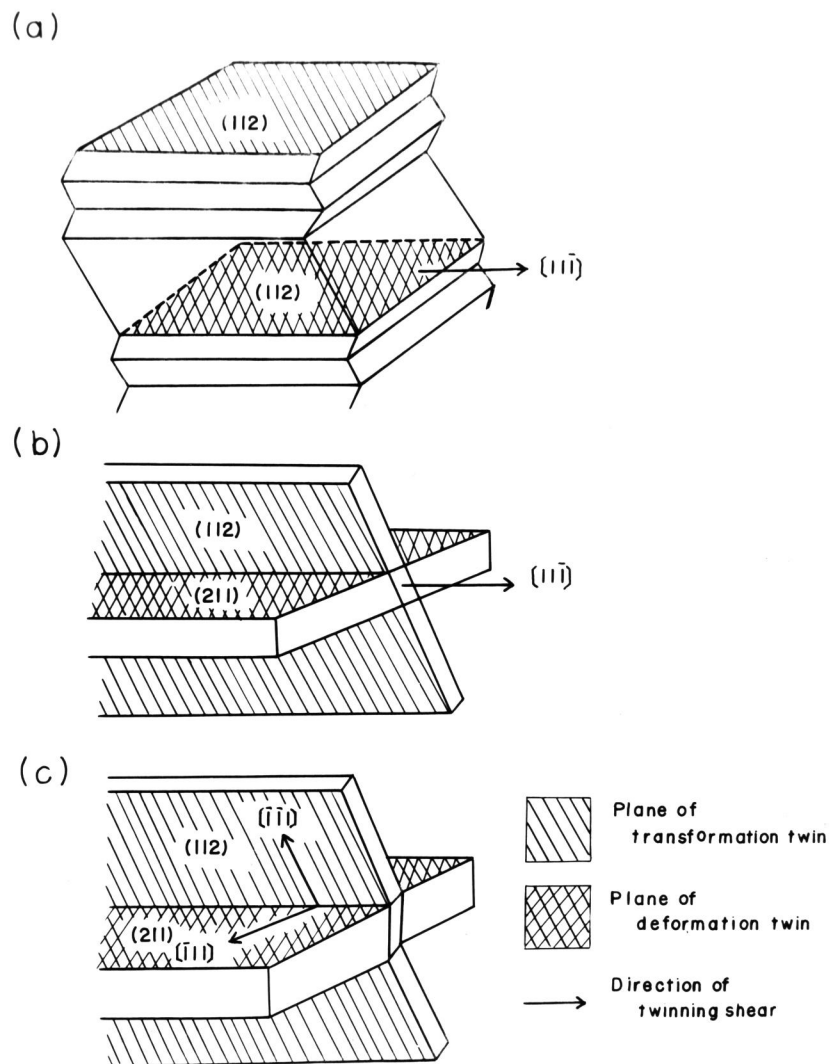
第 11 図 変形双晶の晶癖面が、変態双晶によつて双晶面よりずれる模式的説明図

準として双晶面を決定することは不合理である。そこで組織 (a) で観察される変態双晶と変形双晶との交叉部におけ

る変態双晶の屈曲に注目して変形双晶面の決定を試みた。すなわち変態双晶の存在しているところへ変形双晶ができる際に、変態双晶は二次的に双晶変形させられると考え、そのときの試料面における屈曲の角度を求め、実際に観察された約 8° の屈曲角と合致するような双晶面を探した。その結果 $(211)_\alpha$ $(\bar{1}11)_\alpha$ 双晶が試料面における屈曲角と非営によく一致し(約 8.2°)、これが実際の変形双晶であると考えられる。この $(211)_\alpha$ $(\bar{1}11)_\alpha$ 変形双晶は、 (112) $(11\bar{1})_\alpha$ 変態双晶との双晶面及び双晶剪断方向のいずれもが異つている場合である。なお本多⁽⁷⁶⁾は斑素鉄中に形成される変形双晶の交叉について研究し、変形双晶の交叉をその交叉線によつて $\langle 110 \rangle$ 型と $\langle 012 \rangle$ 型に分類し、 $\langle 110 \rangle$ 型は交叉できないといっているが、本研究の場合、双晶が互いに交叉しているものはすべて $\langle 110 \rangle$ 型以外のものに属し、本多の考えと何ら矛盾しない。

以上のように加工によつて生成される変形双晶は、もともと存在している変態双晶との間の関係として、(a)双晶面及び双晶剪断方向のいずれもが一致する場合(このときは変態双晶の消滅あるいは成長がおこる)、(b)双晶面が異なり双晶剪断方向が一致する場合、(c)双晶面及び双晶剪断方向のいずれもが一致しない場合の三つの型があり、このいずれの場合もおこり得ることが認められた。これを模式的に区示すると第12図のようにあらわせる。交叉部では(b)の場合は変態双晶及び変形双晶ともに屈曲しないが、(c)の場合はそのいずれもが屈曲する。しかして(a)のような変態双晶の消滅あるいは成長は加工初期におこり、次に(b)のように剪断方向が同じで双晶面の異なるものがおこりやすく、(c)は比較的強加工によらなければ形成されないものであると考えられ、事実実験的にもその傾向は認められた。

以上は加工された一つのマルテンサイト内における変態双晶と変形双晶との間の関係であるが、これらの場合以外、に変形双晶同志が交叉している場合も観察された。写真30がその一例である。組織(a)においてマルテンサイト内で \rightarrow 、 \leftarrow 及び \leftrightarrow 方向にそれぞれ平行なバンドが互いに交叉しているのが観察される。A部の回折図形(b)を解析し($(112)_\alpha$ 、 $(2\bar{1}1)_\alpha$ 、 $(\bar{1}21)_\alpha$ 面のいずれかでの双晶関係を示している)、組織(a)のこれらに対応させると \leftarrow 方向は $(1\bar{1}2)_\alpha$ 面の試料面上のトレースに一致し、また \leftrightarrow 方向に平行なバンドは試料面を電子顕微鏡の傾斜装置によつて数度傾斜させるとマルテンサイト全体に均一にあらわれることから、これはもともと存在していた変態双晶と考えられる。 \rightarrow 方向及び \leftrightarrow 方向はどの $\{112\}_\alpha$ 面のトレースにも一致せず、 \leftarrow 方向に平行なものはむしろRichman⁽⁷²⁾の報告している変形双晶の晶癖面 $\{089\}_\alpha$ 面のトレースに近い。しかし回折図形(b)の双晶の $(\bar{2}11)_\alpha$ 面による回折斑点で暗視野像を撮ると、組織(a)のA部はA'のごとく \rightarrow 及び \leftrightarrow 方向に平行な巾広いバンドが反転し、このことから \rightarrow 方向に平行な巾広いバンド及び \leftrightarrow 方向に平行なバンドは $(112)_\alpha$ 、 $(2\bar{1}1)_\alpha$ あるいは $(\bar{1}21)_\alpha$ 面のいずれかを双晶面とする変形双晶であることがわかった。そしてそれらは、 \rightarrow 方向に平行なものは $(112)_\alpha$ 双晶面のトレースにもつとも近く試料面 $(311)_\alpha$ 面上で時計まわりに 4° だけずれているだけであり、また \leftarrow 方向に平行なものは、 $(2\bar{1}1)_\alpha$ 双晶面のトレースより時計まわりに 11° だけずれている。それ故に \rightarrow 方向に平行な変形双晶は $(112)_\alpha$ 面で、また \leftarrow 方向に平行な変形双晶は $(2\bar{1}1)_\alpha$ 面で双晶変形するときにそれぞれ第11図で示したように (112) $(11\bar{1})_\alpha$ 変態双晶(\leftarrow 方向に平行)と交叉部で屈曲されながら生成し、それぞれ $(112)_\alpha$ 及び $(2\bar{1}1)_\alpha$ 面よりかなりずれた晶癖面をもつた $(112)_\alpha$ $(11\bar{1})_\alpha$ 変形双晶及び $(2\bar{1}1)_\alpha$ $(11\bar{1})_\alpha$



第 1 2 図 変形双晶と変態双晶との関係

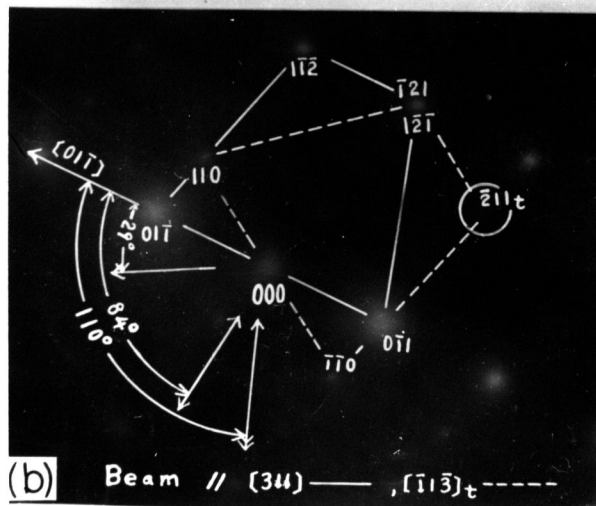
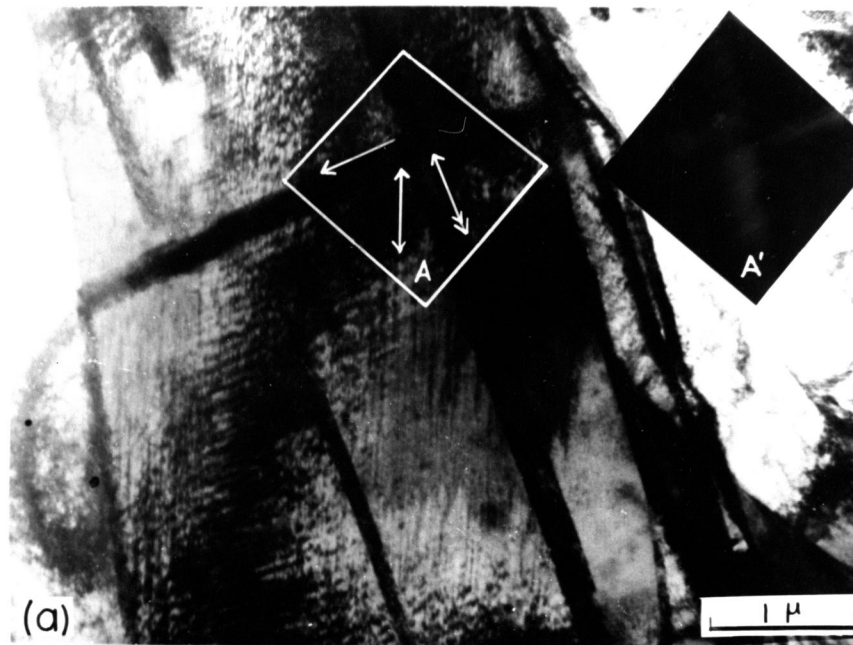


写真 30、20%加工されたニッケル鋼の透過電子顕微鏡組織 (a) と組織 (a) の A 部の制限視野電子回折図形 (b)、

変形双晶になつたものと考えられる。この場合 \rightarrow 及び \leftarrow 方向に平行な変形双晶は双晶剪断方向が同じで双晶面が異なる場合である。このように変形双晶は変態双晶によつてかなり屈曲させられて生成することから Richman⁽⁷²⁾の報告している $\{089\}_\alpha$ 、 $\{0,1,13\}_\alpha$ 面などの晶癖面をもつ変形双晶もやはり $\{112\}_\alpha$ 変形双晶であつて、細かい変態双晶との交叉によつて晶癖面は双晶面よりかなりずれて観察されたものと考えた方が妥当である。

4. 光学顕微鏡組織との対応

光学顕微鏡で観察された組織で、まず加工されないものにおけるマルテンサイト内の細かい平行な条(写真25(a))は、マルテンサイト変態のときに生じた変態双晶によるものであり、5%加工(写真25(b))でそれらの中が広くかつ明瞭に観察されるのは前述のごとく加工によつて変態双晶の消滅あるいは成長がおこつたため、すなわち変態双晶と双晶面及び双晶剪断方向に一致して双晶変形したためである。また10及び20%加工(写真25(c)(d))で観察された交叉した条はもともと存在する変態双晶と双晶面を異にする変形双晶ができたり、一つのマルテンサイト内で変形双晶同志の交叉がおこつたためである。

5. 考 察

1) 硬度変化について

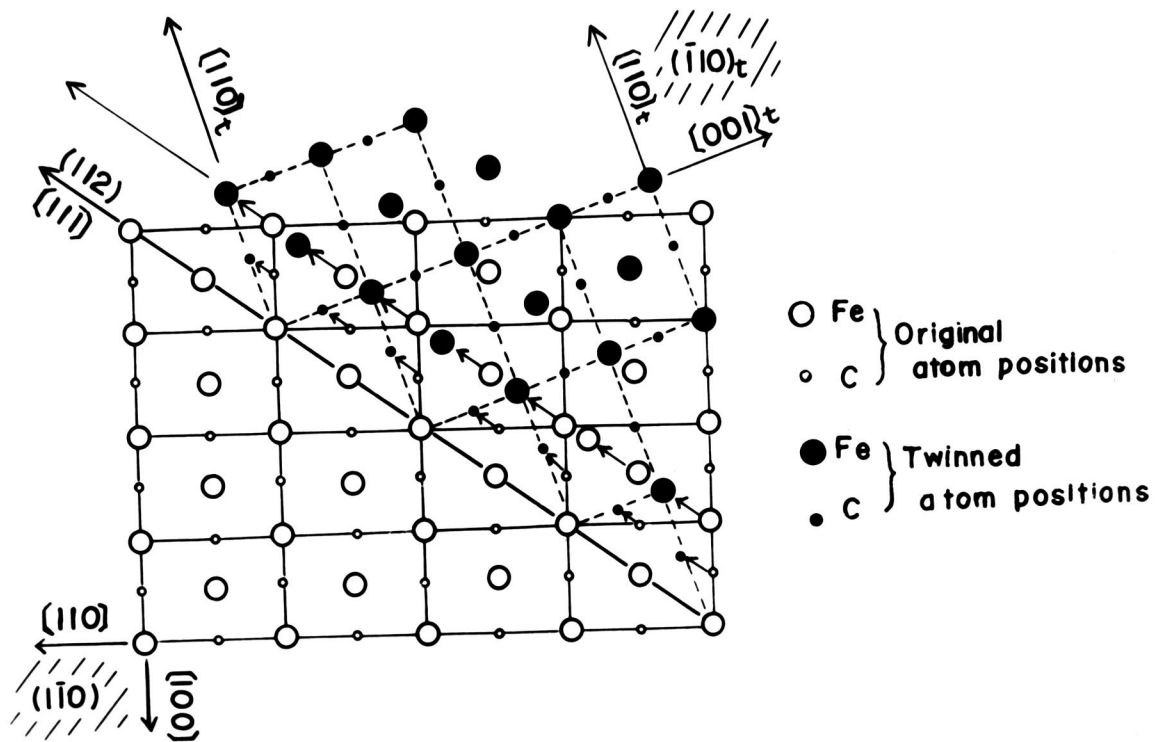
5%加工の場合の加工軟化に関しては、光学顕微鏡組織(写真25(b))で変態双晶が加工しないものに比して巾広くしかも明瞭に観察され、そしてそれは透過電子顕微鏡観察によつて解明されたように、変態双晶と同じ双晶面及び双晶剪断方向をもつ双晶変形をおこすことより、変態双晶が消滅したりあるいは成長したりして変態双晶が減少するということの説明できる。すなわちマルテンサイト内に存在する変態双晶の数が減り、それにとまつてそれだけ双晶境界が少なくなり変形に対する障害が少なくなつたためと考えられる。しかし10%加工では光学顕微鏡で変態双晶と交叉した変形双晶が多く観察され(写真25(c))、さらに20%加工ではその頻度は著しく、また変形双晶同志の交叉も観察された(写真25(d))ことから、10%程度の加工になると、前述の加工軟化の効果も存在するけれども、それ以上に双晶同志の交叉(写真28,29,30)が頻繁におこり、したがつてそれだけ双晶境界が増加する。しかも交叉する双晶が互いに衝突した場合、その双晶面によつては交叉出来る場合と出来ない場合がある。(76)交叉出来る場合においても、その交叉部では多重双晶(Multiple twinning)をおこし、そこを中心にかんがりの応力が集中し、また交叉出来ない場合(交叉線が $\langle 110 \rangle$ 型るとき)は、その交叉部では、それ以上の変形が出来ないことを意味し、その部分に強力な応力が作用しているわけである。その部分に強い強力を与えれば結局は破壊にいたるわけで、このような交叉部は決定的な変形の障害となる。すなわち硬度上昇の原因となるわけである。これは硬度測定の場合に、硬度の圧痕による変形が双晶変形による場合においてであるが、転位によるすべり変形による場合でも同様のことがいえる。そのときには転位は双晶と交叉してすべらなければならないので、そのときの双晶境界は転位の移動をさまたげ(Slowsky⁽⁷⁷⁾によれば、転位が双晶と交叉するとき、双晶転位を生成するとしている)、したがつてマルテンサイト内に双晶が多く存在することは、それだけ双晶境界の数が増すことで、その後の双晶変形においても、転位によるすべり変形においても、それは強化の原因となり得る。このようなことが、10%程度の加工における急激な加工硬化の原因であろうと考えられる。10%以上の加工では硬度が飽和して加工硬化があまり顕著でないのは従来の体心立方晶金属の加工硬化の傾向とよく似ているが、本研究の場合は、一つのマルテンサイト内で前述の加工硬化と加工軟化に原因する双晶変形が同時におこっている状態にあるためである。また本研究で用いた試片は多結晶であり、オーステナイトとマルテンサイトが混在しているため、マルテンサイト一つ一つの加工度は種々異なつていることが考えられ、これらのことが硬度の測定値のばらつきが大きい原因である。

マルテンサイトの加工硬化はこのように非常に複雑であるが、これをオーステナイトの加工硬化と比較してみると、少なくとも10%加工ではマルテンサイトの加工硬化はオーステナイトのそれより大きく、これはオーステナイトが加工によつて転位密度を増加することによつて転位同志の相互作用によつて加工硬化するのに対してマルテンサイトは少なくとも10%以上の加工の場合には双晶同志の交叉がおこるために加工硬化の度合もオーステナイトの転位のみによる場合よりもかなり大きいものと考えられる。しかしこのような挙動は合金の積層欠陥エネルギーに依存するものと考えられ、仮にオーステナイトの積層欠陥エネルギーの低い合金においては、後述のように加工によつてオーステナイト内に積層欠陥や ϵ 相を生成し、マルテンサイト内には転位のみが存在し、本研究のニッケル鋼の場合の傾向とはかなり様子が変わってくるのが期待される。

Breyer⁽⁵⁰⁾らはAISI 4340鋼のマルテンサイトのある程度加工すると上下降伏現象があらわれることを報告し、その原因を加工によつて生じたマルテンサイト内の転位の周囲の炭素原子の応力誘起規則化(Stress induced ordering)によつて説明しているが、これについても、この鋼のマルテンサイトを加工した場合に、まずその変形が転位によるすべり変形かあるいは双晶変形であるかを解明すれば、より明確な原因が得られるのではないかと考えられ、今後の研究に負うところが大きい。

II) Tetragonalityと双晶面について

本研究においては電子回折図形の解析にあつてマルテンサイトの正方性(Tetragonality)は考慮していないが、0.44% Cのマルテンサイトでは $c/a \cong 1.02$ であり⁽³⁷⁾、この場合の $\{112\}_\alpha$ 面での双晶剪断変形量を考えてみると、 $\{hkl\}_\alpha$ 面の l が2となる $(112)_\alpha$ グループの面で双晶変形するときは0.70であり、 l が1となる $(211)_\alpha$ 及び $(121)_\alpha$ グループのときは0.73となり $(112)_\alpha$ グループの方が剪断変形量が少なくすむ。さらに浸入型に固溶している炭素原子の移動について考えてみると $(211)_\alpha$ グループの例えば $(2\bar{1}1)_\alpha$ 面での双晶剪断変形では、地の $00\frac{1}{2}$ にある炭素原子は双晶の $\frac{1}{4}\frac{1}{4}\frac{1}{4}$ に、また地の $\frac{1}{2}\frac{1}{2}0$ にあるものは双晶の $\frac{1}{4}\frac{1}{4}\frac{3}{4}$ に移動することになり、これは双晶変形後炭素原子はさらに双晶の $00\frac{1}{2}$ 及び $\frac{1}{2}\frac{1}{2}0$ にそれぞれ再移動しなければならないことを意味している。これに対して $(112)_\alpha$ グループの双晶変形するときの鉄原子及び炭素原子の移動は第13図に示すごとく、炭素原子は地の $00\frac{1}{2}$ にあるものは双晶の $\frac{1}{2}\frac{1}{2}0$ に、また地の $\frac{1}{2}\frac{1}{2}0$ にあるものは双晶の $00\frac{1}{2}$ にそれぞれ移動し、炭素原子の位置は地と双晶とで $(112)_\alpha$ 面を境として鏡面対称であつて炭素原子の再移動を必要とせずきわめて都合がよい。したがつてマルテンサイト変態の際の変態歪緩和のために生成されるマルテンサイト内の変態双晶は $(112)_\alpha$ グループの面に生成されることが考えられる。加工による変形双晶の場合には $\{112\}_\alpha$ 面の各面への剪断応力のかかり方によつて種々の $\{112\}_\alpha$ 面での双晶変形がおこるが、それでもなお $\{hkl\}$ の l が2となるような $(112)_\alpha$ グループの変形双晶の生成が優先されることが推測される。このことは本研究における変態双晶と双晶面及び双晶剪断方向が同一であるような変形双晶を生成しやすいという結果によつても期待されることである。



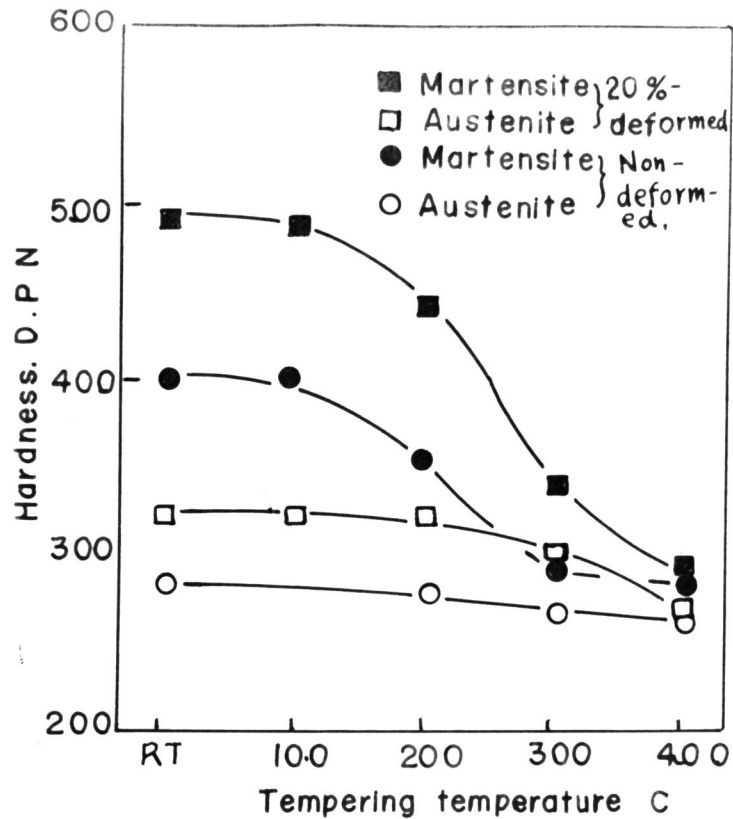
第 13 圖 正方晶マルテンサイト内における (112) 面での
 双晶変形による鉄原子及び炭素原子の移動

第 4 章 加工されたニッケル鋼マルテンサイトの焼戻し挙動

1. 硬 度

20%加工されたニッケル鋼マルテンサイト及びこれに付ずいしてオーステナイトの焼戻しによる硬度変化を第 14 図に示す。尚加工されていないニッケル鋼の焼戻し硬度変化も比較のために示した。

20%加工されたマルテンサイトは 100°C 付近までは、ほとんど硬度の変化はなく、これ以上の焼戻し温度において急速に硬度は低下する。しかし加工されないマルテンサイトを焼戻した場合と比較すると、全焼戻し温度を通じて硬度は高い。たゞ加工されたマルテンサイトは硬度低下の割合が大きく、それはオースファームされたものより大きくなり、しかも低下の開始温度も、加工しないものとはほぼ同じで約 200°C 付近である。



第 14 図 20%加工されたニッケル鋼マルテンサイト及びオーステナイトの焼戻しによる硬度変化

オーステナイトは焼戻しによつて、焼鈍効果のために次第に硬度は低下している。

2. 透過電子顕微鏡組織及び電子回折図形の解析

透過電子顕微鏡の観察は400°Cで1時間焼戻したものについて行なつた。

写真31は室温で22%加工して400°Cに1時間焼戻した組織(a)と、その電子回折図形(b)を示す。組織(a)では \longleftrightarrow 方向に互いに平行に黒い帯状の層が観察される。この部分の回折図形(b)の解析結果によつて、この図形はマルテンサイトの焼戻しによつて、フェライト地とセメンタイトによる回折図形であることがわかつた。この回折図形から焼戻しマルテンサイトにおけるフェライト地とセメンタイトとの間には次のような関係が

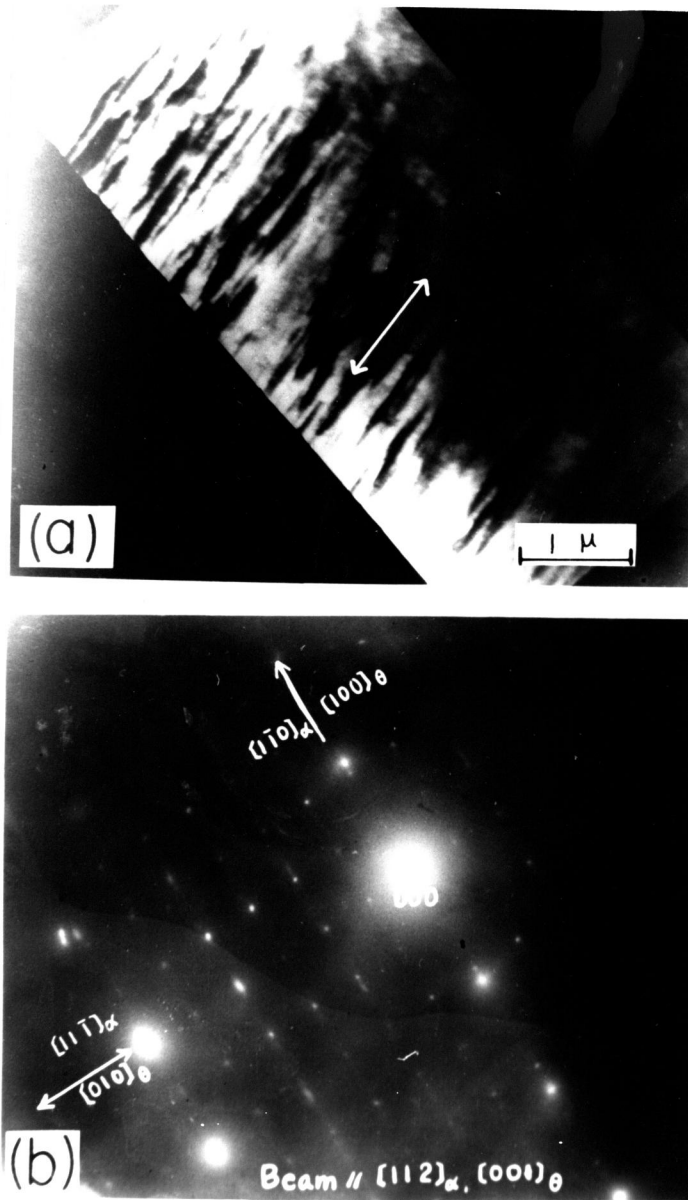
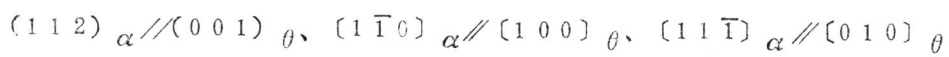


写真 31 20%加工され400℃焼戻しされたニッケル鋼の焼戻しマルテンサイトの透過電子顕微鏡組織 (a) とその電子回折図形 (b)

成立することがわかる。



この関係は22%オースフォームされ400℃焼戻しされた場合と一致している(写真12参照)。

このようにセメンタイトが一定方向に長い層状として観察される場合は、試料面が $(112)_{\alpha}$ 面であることから、セメンタイトは双晶面に析出し、 $[11\bar{1}]_{\alpha}$ 方向に優先的に成長している。これらについては普通処理及びオー

スフォームされたものと全く同様の挙動を示している。

次の写真32では加工による著しい変化がみられた。写真32は前述と同様に20%加工し、400℃で1時間焼戻した組織である。この組織でもセメンタイトは層状であるが、まず→方向に沿って成長しているセメンタイトが-----に平行な境界で→→方向に曲げられている。このような組織は前述の普通処理及びオースフォームされ

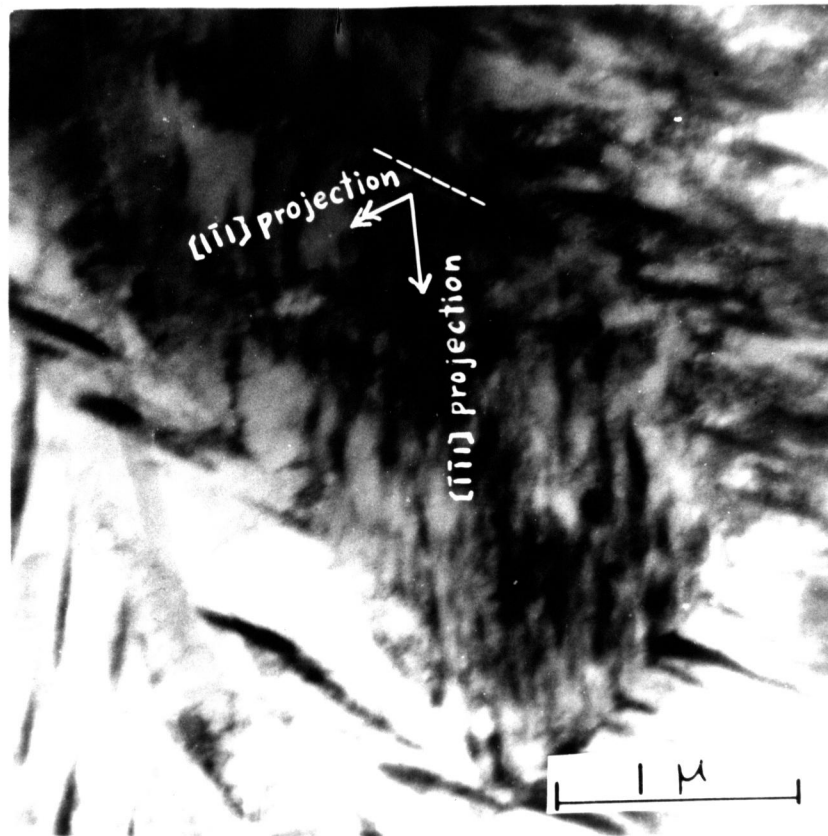
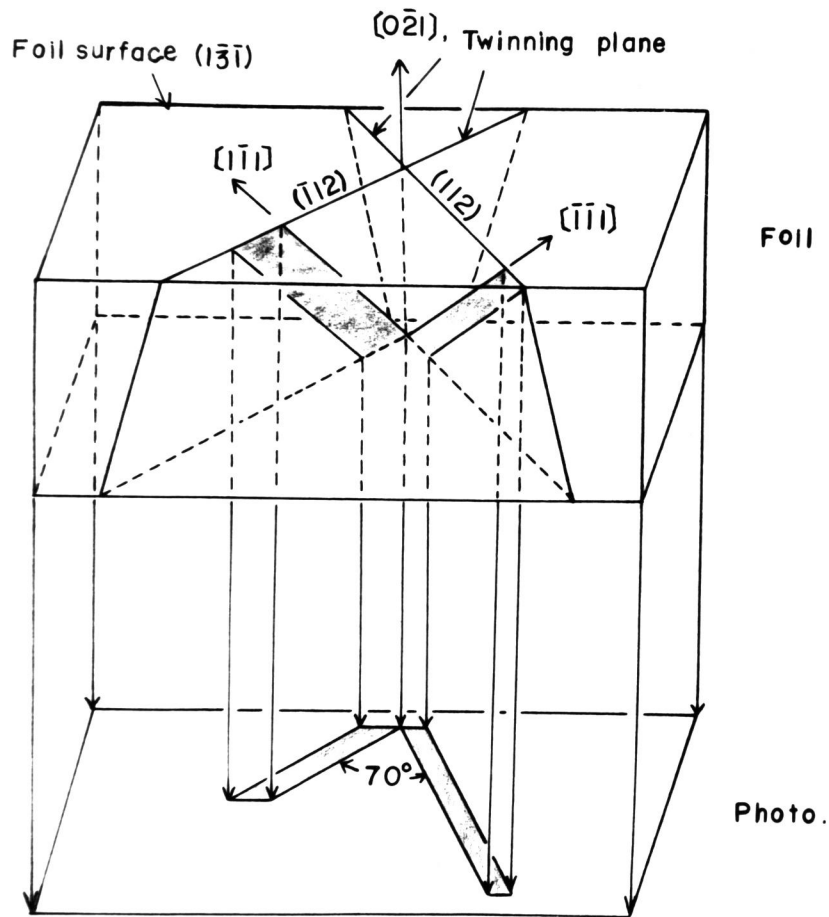


写真 32. 20%加工され400℃焼戻されたニッケル鋼の
焼戻マルテンサイトの透過電子顕微鏡組織、

たものにはみられなかった。この部分の電子回折図形の解析結果では、試料面は $(1\bar{3}\bar{1})_{\alpha}$ 面で→方向は $[\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha}$ 方向を、また→→方向は $[1\bar{1}1]_{\alpha}$ 方向をそれぞれ試料面 $(1\bar{3}\bar{1})_{\alpha}$ 面上に投影したものであることがわかった。このように一つの焼戻マルテンサイト内で二方向にセメンタイトが析出成長している例は、ニッケル鋼においては、はじめてである。これはもともと存在している変態双晶と加工によつてできた変形双晶の双方においてセメ

ンタイトが析出し、両者の双晶の剪断方向 $[1\bar{1}1]_{\alpha}$ 及び $[\bar{1}\bar{1}1]_{\alpha}$ 方向に優先成長したものであると考えられる。組織の観察結果と回折図形よりもめられたセメントタイトと地に存在していた変態双晶及び変形双晶との関係を模型的に図示すると第15図のようになる。この場合の双晶同志の交叉では交叉線に平行な方向は $[0\bar{2}1]_{\alpha}$ 方向で、本多^(7.6) のもめた双晶の交叉の可能性についての報告と何ら矛盾しない。



第15図、写真32の20%加工し400°C焼戻されたマルテンサイト内の双晶境界とセメントタイトとの模式的説明図

このようにニッケル鋼マルテンサイトを加工し、焼戻すると、変態双晶と加工による変形双晶のそれぞれの双晶境界に沿って析出し、その双晶剪断方向に優先的に成長する。組織では、すでに双晶の痕跡はみられなく、400°C 1時間の焼戻しでは、双晶はほとんど消失しているようである。

3. 考 察

加工されたニッケル鋼マルテンサイト内には、変態双晶と変形双晶とが存在している。この状態を焼戻ししたときの炭化物の析出の様相は、これらの双晶境界によつて左右され、しかも焼戻しによる硬度変化にも相当の影響をおよぼす。

前述のように普通処理されたニッケル鋼マルテンサイト内に変態双晶が存在する場合の焼戻しでは、炭化物は双晶境界に沿つて析出し、双晶剪断方向に優先成長する。したがつて炭化物の析出成長に対しては双晶境界は都合のよいものである。

加工された場合には、この変態双晶の他に加工によつてできた変形双晶の影響が加わる。しかし双晶境界におけるものでも、加工によるものでも同じ挙動を示し、それは第15図に示されたように、各々の双晶境界に析出し、各々の双晶剪断方向に優先的に成長する。したがつて加工によつて、より多くの双晶を形成すれば、その双晶の量だけ炭化物の析出成長を促進する。この点はオースフォームされた場合のように転位密度を増加する場合と根本的に異なる。したがつて硬度の低下状態もオースフォームした場合よりも著しい。このことからして、マルテンサイト内に変態による場合でも、加工による場合でも、いずれによつても双晶が存在することは、炭化物の析出成長を促進し、耐焼戻し性を低下する。すなわち耐焼戻し性はあまり良好でない。耐焼戻し性があまり良好でない原因としては、この他に400℃付近の焼戻しで、マルテンサイト内の双晶が消滅することも原因の一つである。

このようにマルテンサイトを強加工することによつて多くの変形双晶を形成して著しく硬化するが、耐焼戻し性の面では良好でない。

第5節 結 論

加工されたニッケル鋼マルテンサイト及びオーステナイトの硬度及び組織変化について調べた結果を総括し結論すると次のようになる。

I) 硬度測定の結果、マルテンサイトは5%までの加工で加工軟化し、これ以上の加工で加工硬化し、ある一定値に達した。オーステナイトは一定に徐々に加工硬化した。

II) 光学顕微鏡観察では加工されないマルテンサイト内には変態双晶によると思われる多くの平行な条が観察され、5%加工ではその巾が広くなり、さらに5%以上では変形双晶と思われる比較的巾広い平行あるいは交叉した条が観察された。

III) 加工されたマルテンサイト内の透過電子顕微鏡観察では、つぎのことが示された。

①光学顕微鏡で観察された巾広い平行あるいは交叉した条は加工の際に $\{112\}_{\alpha}$ 面に生じた変形双晶であった。②変形双晶と、もともと存在していた変態双晶との間の関係としては、(a)双晶面及び双晶剪断方向のいずれもが一致する場合、この種の変形双晶はマルテンサイトの加工初期において容易に形成され、変態双晶の成長及び消滅がおり変態双晶の双晶境界が減少する。(b)双晶面が異なり、双晶剪断方向が同じ場合及び(c)双晶面及び双晶剪断方向ともに異なる場合がそれぞれ確認された。③加工された一つのマルテンサイト内で変態双晶及び変形双晶のいずれとも交叉している変形双晶も観察された。④変態双晶と双晶面及び双晶剪断方向のいずれもが異なつた $\{112\}_{\alpha}$ 面で形成される変形双晶はしばしば $\{112\}_{\alpha}$ 面からずれた晶癖面を有していた。

オーステナイトには加工によつて転位のみ存在していた。

IV) 加工されたマルテンサイトを焼戻した場合、一応加工されないマルテンサイトに比して全焼戻し温度を通じて硬度は高いが、しかしオースフォームされたニッケル鋼マルテンサイトに比すると耐焼戻し性はあまり良好でない。

V) 加工され焼戻されたマルテンサイトの透過電子顕微鏡観察では、変形双晶及び変態双晶に沿つて炭化物は析出する。したがつて加工によつて変形双晶が多く形成されれば、それだけ析出も促進される。これが耐焼戻し性があまり良好ではない原因である。

以上の結果から、加工されたマルテンサイトの強化現象を結論すると、ニッケル鋼マルテンサイトは低加工では加工軟化し、強加工で著しく加工硬化する。しかし耐焼戻し性はオースフォームされたニッケル鋼及びクロム-ニッケル鋼の場合ほど良好でない。

第 4 章 クロム-ニッケル鋼マルテンサイトの加工

第 1 節 緒 言

クロム-ニッケル鋼マルテンサイト内には、変態のときに生じた転位が存在しており^(57, 58, 59, 60,)、一方オーステナイト内にはマルテンサイト変態の際のマルテンサイト周囲のオーステナイト及びわずかに塑性変形されたオーステナイト内に積層欠陥、変形双晶及び ϵ 相が存在している。^(57, 58, 59, 60, 78)。オーステナイトについては同様の現象が高マンガ鋼でも確認されている。^(65, 66, 67, 68)

本章ではこのクロム-ニッケル鋼マルテンサイト及びこれに付随するオーステナイトの加工について述べる。

第 3 章においてニッケル鋼マルテンサイト及びオーステナイトの加工について記述し、加工によつてマルテンサイト内部には変形双晶が生成して硬化し、オーステナイトは転位密度を増して硬化することが判明した。しかしクロム-ニッケル鋼ではマルテンサイトの加工による変形様相は未だ明らかでなく、またオーステナイトの積層欠陥エネルギーは低い⁵⁷⁾ために、一般に加工によつてオーステナイトには転位以外に積層欠陥、変形双晶及び ϵ 相の生成が予想される。しかもこの鋼のマルテンサイト及びオーステナイトの加工硬化の様相もほとんど解明されていない。たゞ⁽⁷⁴⁾田村によつて、硬度変化について一部報告されている。そこで本章ではクロム-ニッケル鋼を用いてマルテンサイト及びオーステナイトの加工硬化について調べ、すでに記述したニッケル鋼の場合と比較しながら、その加工硬化に寄与する格子欠陥についての解明を主に透過電子顕微鏡的に研究した。

第 2 節 実験試料及び実験方法

1. 試 料

電解鉄、電解クロム、電解ニッケルに電極炭素を添加して真空溶解し、しかるのち鋼塊を真空中にて1100°Cにて8時間均一化焼鈍後、熱間鍛造及び圧延により約1mm厚さの板に仕上げた。酸化物除去などの表面研摩は第1編第3章第2節における場合と同様に行なつた。しかるのちさらに真空中にて1100°Cで5時間焼鈍後水焼入れ(600~900°Cでの炭化物析出阻止のため)し、冷間圧延により約0.7mm厚さの板に仕上げてクロム-ニッケル鋼を作製した。その化学組成は、1.456%Cr、6.27%Ni、0.38%C、Fe、Bal、であつた。

2. 実験方法

I) 加工度の影響

この試片を1100℃にて3時間オーステナイト化し、200℃の油浴に焼入れし、5分間保持後空冷した。空冷で約半分がマルテンサイト化した。これを室温で、冷間圧延にて、5、10、20%各々加工した。また一部の試片は空冷後さらに液体窒素に30分間深冷し、しかるのち室温で20%加工した。

II) 焼戻しの影響

I) と同一組成の試片を使用して、加工されないもの及び20%加工されたものを100、200、300、400℃の各温度で1時間焼戻しした。

以上(I)(II)の処理を施した試片につき、硬度測定、光学顕微鏡及び薄膜の透過電子顕微鏡観察を行なった。硬度測定にはピツカース微小硬度計を使用し、荷重50gで、組織別に硬度を測定した。硬度値は1試片につき10個所測定し、その平均値をもとめた。

光学顕微鏡観察は次のようにして行なった。試片の表面をエメリー紙0/4にて軽く研摩したのち、電解研摩(磷酸200CC、硫酸100CC、電解研摩⁽³³⁾80℃)し、しかるのち、ピクリン酸塩酸アルコール溶液にて表面腐食して行なった。

透過電子顕微鏡観察は次のようにして行なった。薄膜の作製はBollmann⁽³⁴⁾法を採用し、電解液に磷酸200CC、硫酸100CCの混合液を使用し、電解温度80℃、電流0.9~1.2A、電圧13~15Vで行なった⁽³³⁾。この方法で薄膜を作製して、メタノールにて先滌し、その液中に保存した。

これらの薄膜を日立製HU-11型電子顕微鏡で加速電圧100KVにて組織観察し、適宜制限視野電子回折図形をとり、その解析を行って結晶学的解明を行なった。組織観察には傾斜装置を併用し、また適宜暗視野像の観察も行なった。

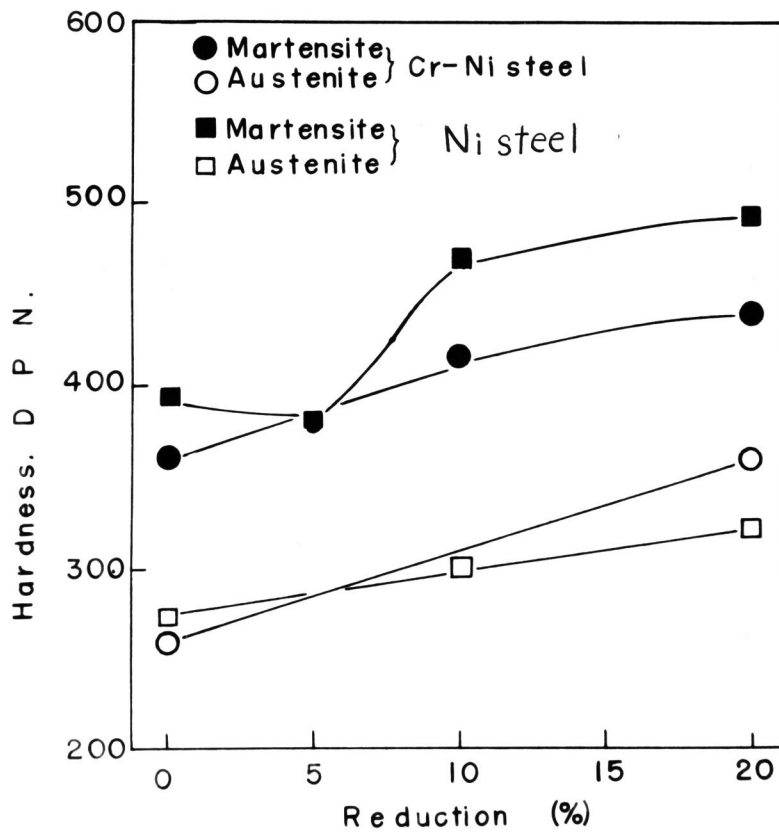
第3節 加工されたクロム-ニッケル鋼マルテンサイトの強化と微細組織

1. 硬度

クロム-ニッケル鋼マルテンサイト及びこれに付ずいてオーステナイトの加工による硬度変化と、これと比較のために第3章第3節のニッケル鋼マルテンサイト及びオーステナイトのそれをあわせて第16図に示す。

まずクロム-ニッケル鋼ではマルテンサイトは加工硬化はしているけれどもオーステナイトの加工硬化度ほど硬化せず、しかもニッケル鋼のマルテンサイトほども硬化していない。しかしニッケル鋼のマルテンサイトのように5%加工で加工軟化もおこらずほゞ一定で硬度は増加している。一方クロム-ニッケル鋼のオーステナイトは加工硬化は著しく、しかもニッケル鋼のそれに比して大きい。

結論的にいふならば、クロム-ニッケル鋼マルテンサイト及びオーステナイトの加工によつて、まずマルテンサイトはあまり硬化しないが、オーステナイトは著しく硬化する。これはニッケル鋼の場合と対称的な傾向にある。



第 16 図 クロム-ニッケル鋼マルテンサイト及びオーステナイトの硬度におよぼす加工度の影響

2. 光学顕微鏡組織

写真 33 は加工せず普通処理されたクロム-ニッケル鋼のマルテンサイト及びオーステナイト組織 (a) 及び (a) と同じ処理をしたものをさらに室温で冷間圧延により 20% 加工した組織 (b) を示す。

まず組織 (a) はマルテンサイトは任意の方向に生成しており、マルテンサイト及びオーステナイトのいずれも内部に微細組織は認められず、平滑な組織を示している。

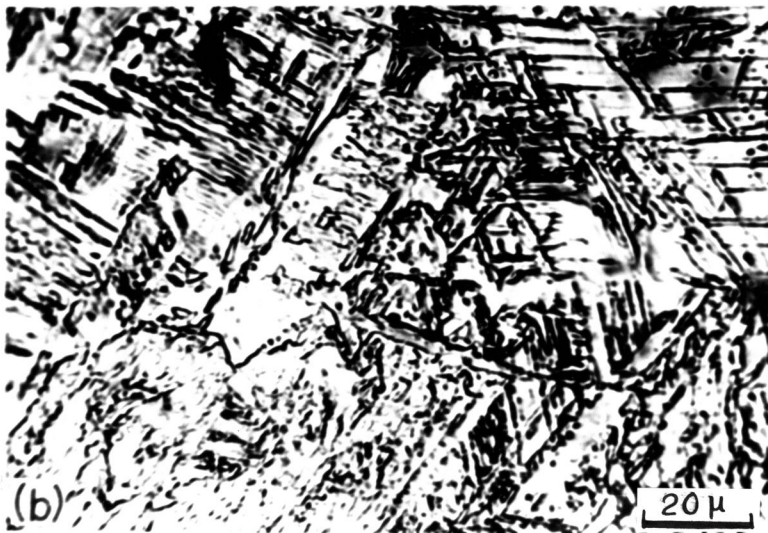


写真 33、クロム-ニッケル鋼の光学顕微鏡組織

(a) 加工なし

(b) 20%加工

腐食液：ピクリン酸塩酸アルコール溶液

組織 (b) ではマルテンサイトは組織 (a) のそれに比べて複雑に屈曲しており、またオーステナイトには多くの条が観察され、明らかに加工による組織変化がみられる。マルテンサイトはニッケル鋼マルテンサイトを加工した場合と異なり、内部にはなにも微細組織はみられないが、これはおそらくこのマルテンサイトの加工による変形は転位よるすべり変形であることが予想される。一方オーステナイト内にみられる条は、高マンガン鋼にあらわれる⁽⁶⁵⁾ものとよく類似しており、 ϵ 相、変形双晶及び積層欠陥によるものであると考えられる(これは後述の電子顕微鏡観察に

よつていずれも確認された)。

3. 透過電子顕微鏡組織及び電子回折図形の解析

光学顕微鏡で観察された普通処理及び加工されたマルテンサイト及びオーステナイトの組織変化をさらに詳細に調べるために、透過電子顕微鏡観察及び電子回折図形の解析を行なった。

写真34は普通処理されたクロム-ニッケル鋼の組織を示す。マルテンサイトは任意の方向に生成しており、これは光学顕微鏡組織と対応するものである。そしてマルテンサイト内には転位が観察され、これはマルテンサイト変態の際の変態歪緩和のためによるものと考えられる。オーステナイト内には多少の転位と面欠陥がみられる。これらのことは、多くの研究者によつてみとめられている結果と一致している^(57, 58, 59, 60)。

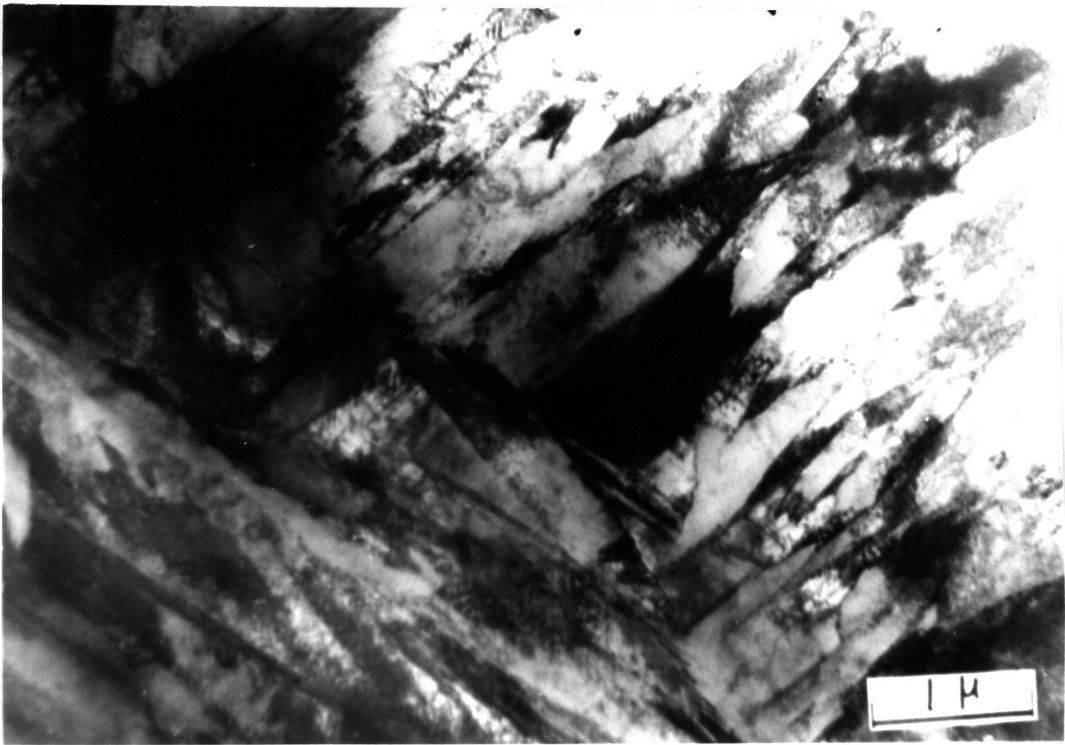


写真 34、 クロム-ニッケル鋼の透過電子顕微鏡組織

5%加工では写真35に示すようにマルテンサイトの変形は転位のみによるすべり変形であることがわかる。

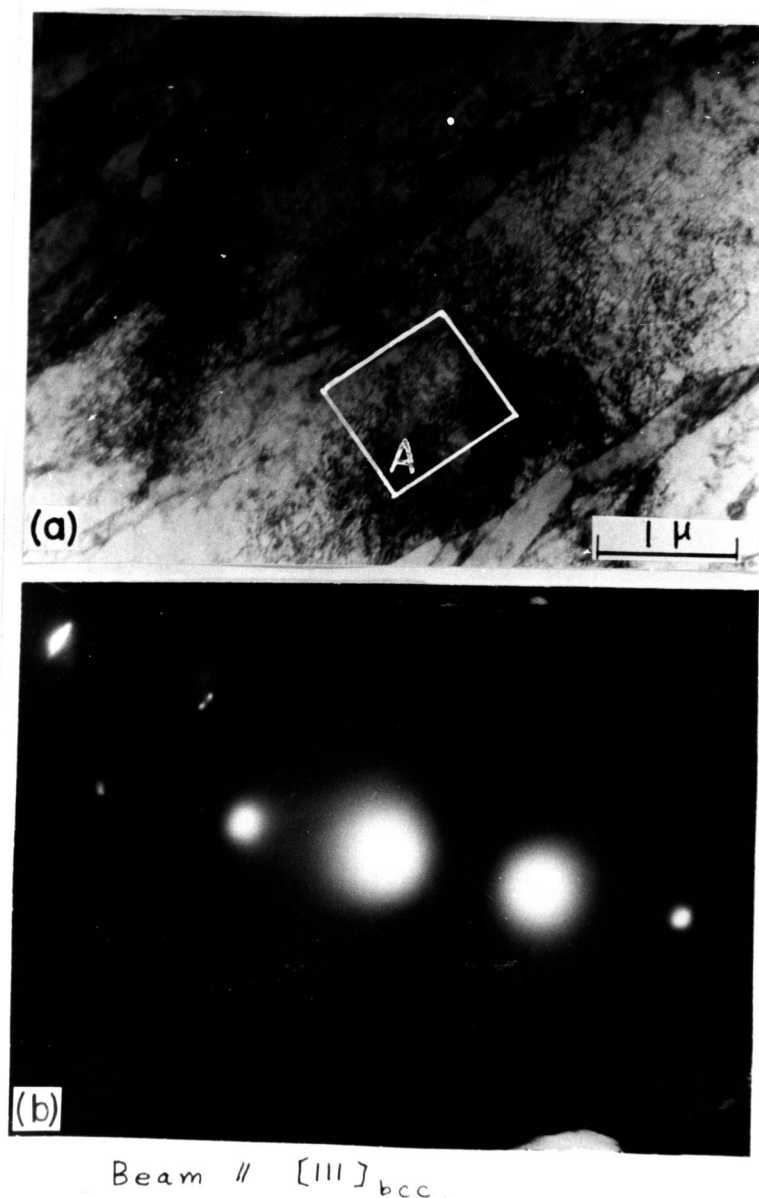


写真 35 5%加工されたクロム-ニッケル鋼のマルテンサイトの透過電子顕微鏡組織 (a) と組織 (a) のA部の制限視野電子回折図形 (b)、

写真36は同様に5%加工の試片の組織 (a) 及び組織 (a) のA部の制限視野電子回折図形 (b) と解析結果 (b') を示す。まず組織 (a) の地は回折図形 (b) 及び解析結果 (b') よりオーステナイトであることがわかり、また組織 (a) で平行四辺形状にみられるバンドは変形双晶であることがわかる。またC部には積層欠陥がみられる。

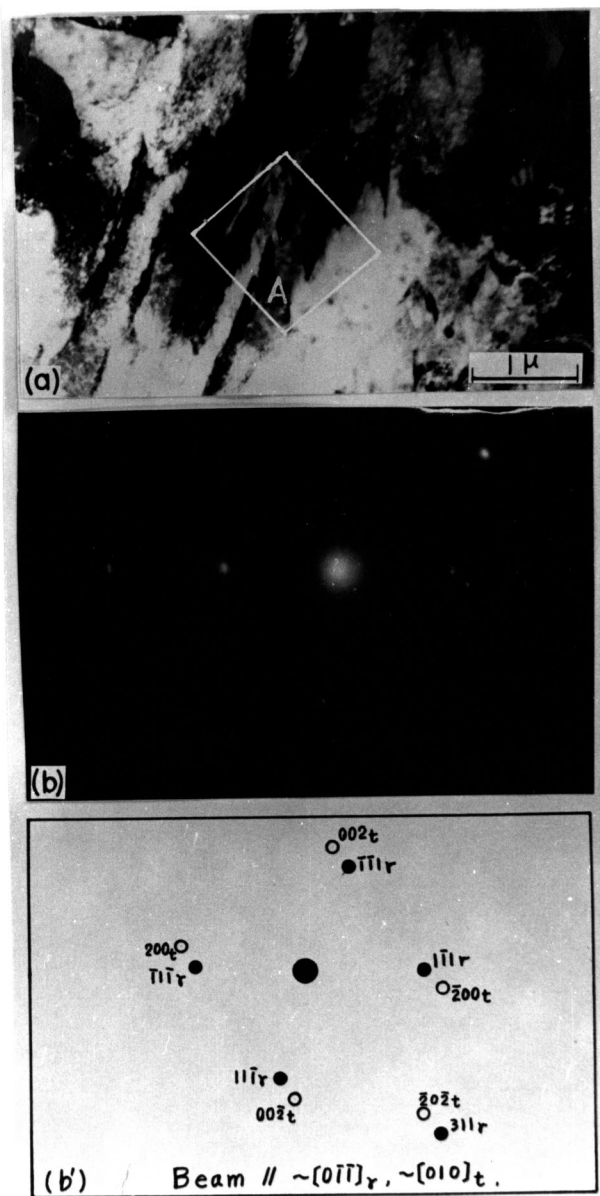


写真 36 5%加工されたクロム-ニッケル鋼のオーステナイトの透過電子顕微鏡組織 (a) と、組織 (a) の A 部の制限視野電子回折図形 (b) と、その解析結果 (b')

次に20%加工の試片について調べてみると、写真37に示すようにマルテンサイト内(M部)にはやはり転位が存在しており、オーステナイト内(A部)には変形双晶などによると思われる条が観察された。20%加工され

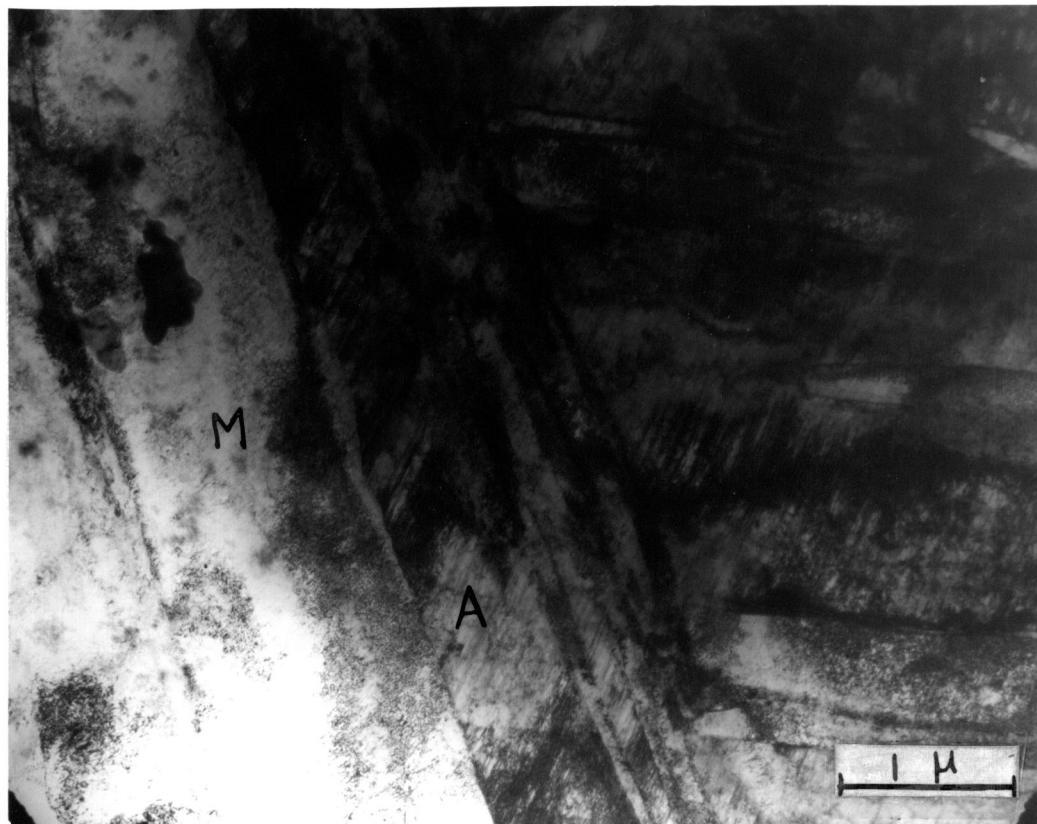


写真 37 20%加工されたクロム-ニッケル鋼の透過電子顕微鏡組織

M : マルテンサイト

A : オーステナイト

た試片のオーステナイトにみられるこの条についてさらに詳細に調べてみると次のような結果が得られた。すなわち写真38(a)に示すように、まずオーステナイト内には全体に約1000Å⁰の間隔で平行な条が観察され、その部分A部の回折図形(b)及びその解析結果(b)より、それらの条は変形双晶及びε相(hcp)であることがわかる。すなわち20%加工になると5%加工で観察された転位、変形双晶、積層欠陥の形成による変形以外にhcp構造のε相の形成による変形が加わっている。

以上の試片は空冷状態でマルテンサイト、オーステナイトが約半々であるから、加工した場合には主にオーステナイトが加工され、マルテンサイトがあまり加工されない可能性があるために、この試片を液体窒素に深冷することに

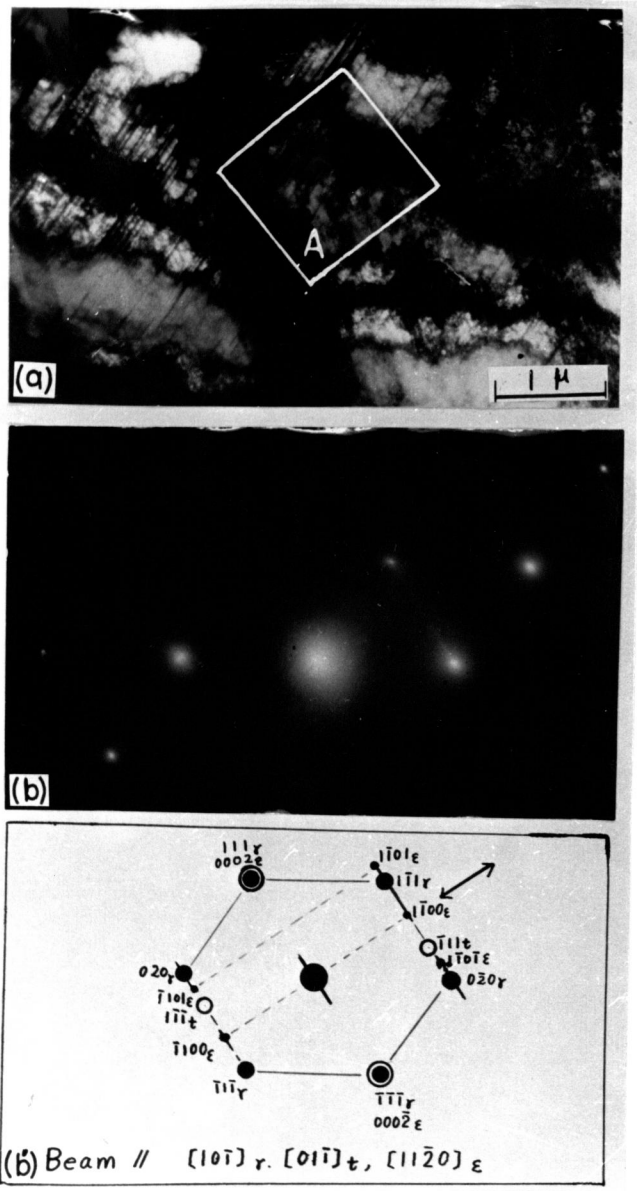


写真 38、20%加工されたクロム-ニッケル鋼の透過電子顕微鏡組織 (a) と組織 (a) の A 部の制限視野電子回折図形 (b) とその解析結果 (b')、

よつて、ほとんど100%マルテンサイトにして、しかるのち室温で20%加工した。その組織は写真39に示すようにやはり転位のみが観察され、明らかにマルテンサイトの変形は転位のみによるすべり変形であることが明らかとなった。

以上の結果から加工されたクロム-ニッケル鋼マルテンサイト及びオーステナイトの変形は、まずマルテンサイトは転位によるすべり変形であり、一方オーステナイトは転位以外に変形双晶、積層欠陥、 ϵ 相形成による変形である

ことがわかった

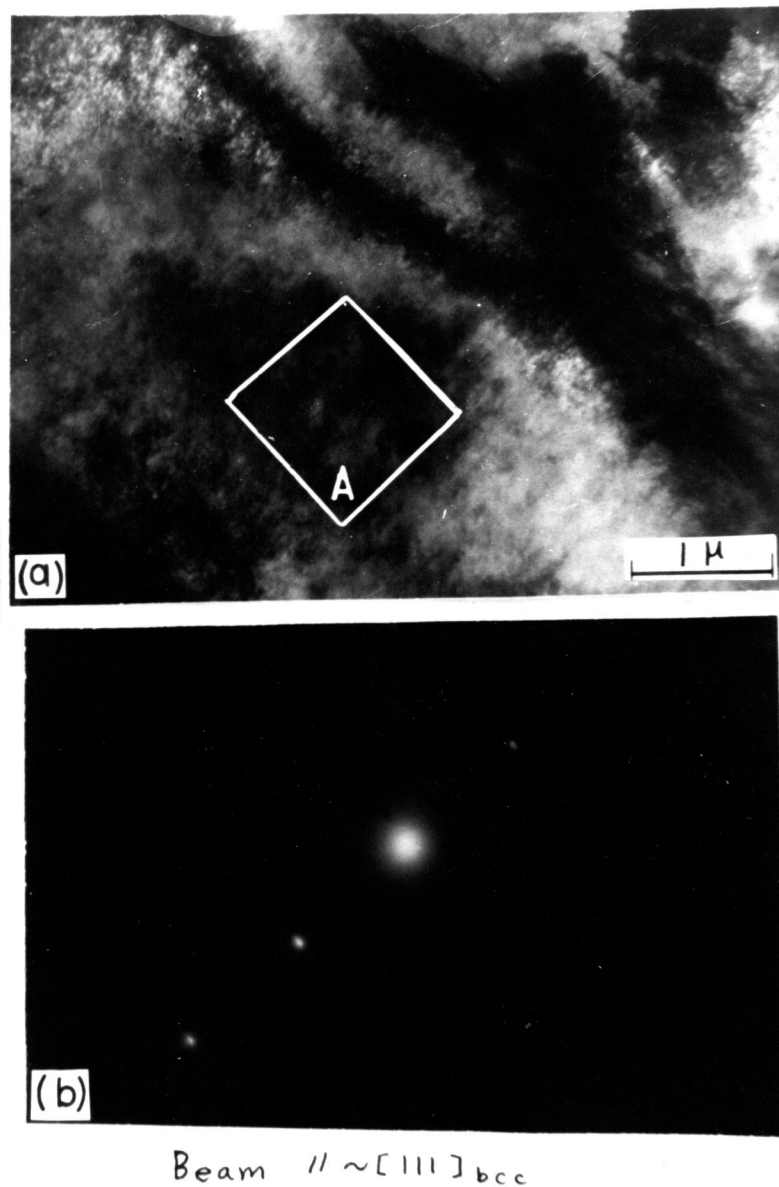


写真 39、液体窒素に深冷後 20%加工されたクロム-ニッケル鋼のマルテンサイトの透過電子顕微鏡組織 (a) と、組織 (a) の A 部の制限視野電子回折図形 (b)

4. 考 察

ニッケル鋼と比較してクロム-ニッケル鋼のマルテンサイト及びオーステナイトの加工硬化及びその変形様相を調べたが、いずれの場合においても、ニッケル鋼とクロム-ニッケル鋼とは対称的な傾向を示すことがわかった。それはニッケル鋼はマルテンサイトは変形双晶による変形、オーステナイトは転位によるすべり変形であるのに対して、クロム-ニッケル鋼になるとマルテンサイトは転位によるすべり変形、オーステナイトは転位によるすべり変形以外

に変形双晶、 ϵ 相及び積層欠陥形成による変形がある。したがって加工硬化曲線でもオーステナイトの方がマルテンサイトよりも加工硬化の度合いが大きく、それはマルテンサイトの加工硬化は転位の相互作用のみによることに原因しているのに対して、オーステナイトは転位の相互作用による以外に変形双晶境界、 ϵ 相、積層欠陥による変形の障害が加算されるために、加工硬化の度合いは大きい。オーステナイト内に変形によって変形双晶、 ϵ 相、積層欠陥が形成されて著しく加工硬化する例は、高マンガン鋼^(65,66,67,68)においても認められた。

正方晶マルテンサイトが双晶変形する場合は、 $(112)_{\alpha}$ グループの面が優先するであろうということは、すでに第3章第3節において詳述したが、転位によるすべり変形においても、すべり面の優先するものが考えられる。すなわち転位によるすべり面は $\{110\}_{\alpha}$ 、 $\{112\}_{\alpha}$ 及び $\{123\}_{\alpha}$ 面が可能であるが、 $\{110\}_{\alpha}$ 面では、 $\{hkl\}_{\alpha}$ 面の l が1になるような $(011)_{\alpha}$ 、 $(101)_{\alpha}$ などのグループが優先するであろう。さらに $\{112\}_{\alpha}$ 面では $(112)_{\alpha}$ グループ、 $\{123\}_{\alpha}$ 面では $\{hkl\}_{\alpha}$ 面の l が3になるような面が優先するであろう。

このようにマルテンサイトは変形に際して変位する面が限定されるから、これもマルテンサイトが硬くて強い原因の一つに考えられる。

第4節 加工されたクロム-ニッケル鋼マルテンサイトの焼戻し挙動

1. 硬 度

20%加工されたクロム-ニッケル鋼マルテンサイト及びこれに付ずいてオーステナイトの焼戻しによる硬度変化を、第3章のニッケル鋼の場合と比較して第17図に示す。

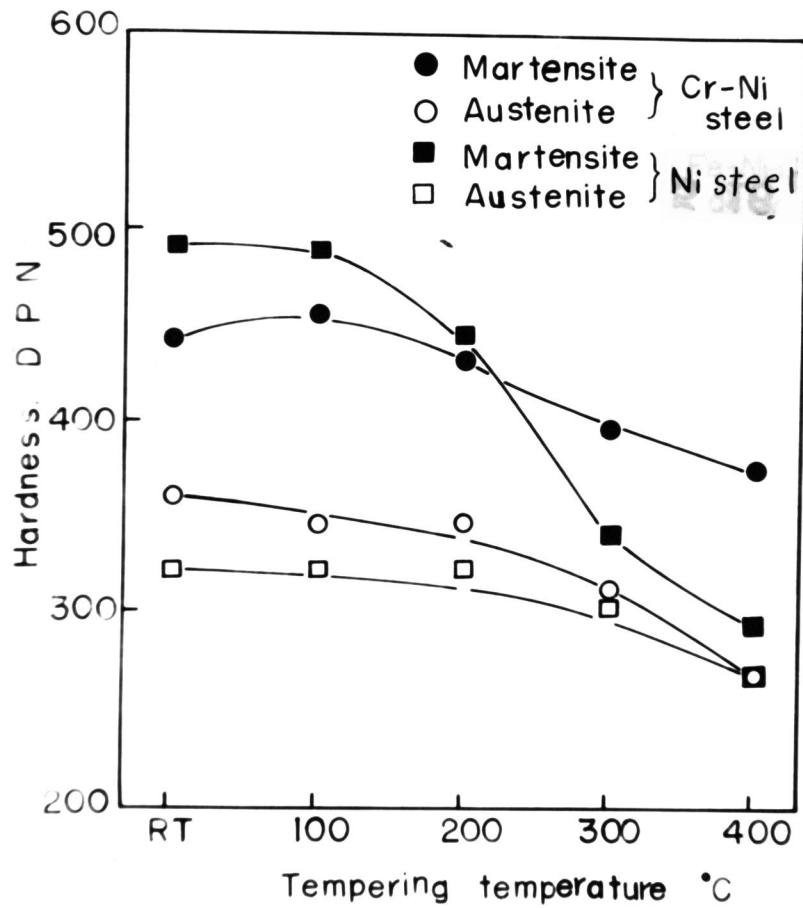
20%加工されたクロム-ニッケル鋼マルテンサイトを焼戻しすると、100°Cまでは硬度低下はみられず、200°C付近から次第に硬度低下がみられ、400°Cまでその低下の割合は変わらない。しかもそれはニッケル鋼マルテンサイトほど急激な低下はみられず、400°Cにおいてもより高い硬度を保持している。すなわち加工されたクロム-ニッケル鋼は、ニッケル鋼に較べて耐焼戻し性がはるかに大きい。また加工されないクロム-ニッケル鋼マルテンサイトに較べても(第9図参照)、それは大きい。

オーステナイトの硬度は、その焼鈍効果によって徐々に低下している。

2. 透過電子顕微鏡組織

20%加工されたクロム-ニッケル鋼のマルテンサイトを400°Cで焼戻して透過電子顕微鏡観察を行った。その結果を写真40■に示す。

クロム-ニッケル鋼マルテンサイトには、もともと双晶は存在せず転位のみ存在しているが、さらに加工すると転位密度は増加している。そしてこれを焼戻した場合、写真40に示すようにセメンタイトはワイドマンシユテツテン状に析出し、それらの炭化物の各辺は $\{110\}_{\alpha}$ 面に平行である。セメンタイトの析出様相の加工による変化は、加工されない普通処理されたもの(写真23)に比して $\{110\}_{\alpha}$ 面のセメンタイトの量が少なく、転位に分散して析出していることである。これは硬度が高いために、各転位に炭素が保持されるために、かなりの大きさにまで成長するものが少なくなるためと考えられる。これらについては、Wilson⁴⁹⁾によっても確認されており、またオースフォームされた場合においても同様のことが確認されている。



第 17 図 20%加工されたクロム-ニッケル鋼のマルテンサイト及びオーステナイトの焼戻しによる硬度変化、

3. 考 察

クロム-ニッケル鋼マルテンサイトのよう内部に転位のみ存在しているものは、加工によつても転位密度が増加するだけで、これを焼戻した場合は、まず転位に炭素が凝集し転位の交叉などによるジヨグなどに炭化物の析出がはじまる。この場合には双晶のごとき面欠陥が存在しないために、すべり面となり得る $\{110\}_\alpha$ 面に沿つて成長がはじまる。しかしクロム-ニッケル鋼マルテンサイト内には $\{110\}_\alpha$ 面に別に面欠陥が存在していないから、ニッケル鋼マルテンサイトのよう双晶などが存在する場合よりも成長はしにくい。しかも加工によつ

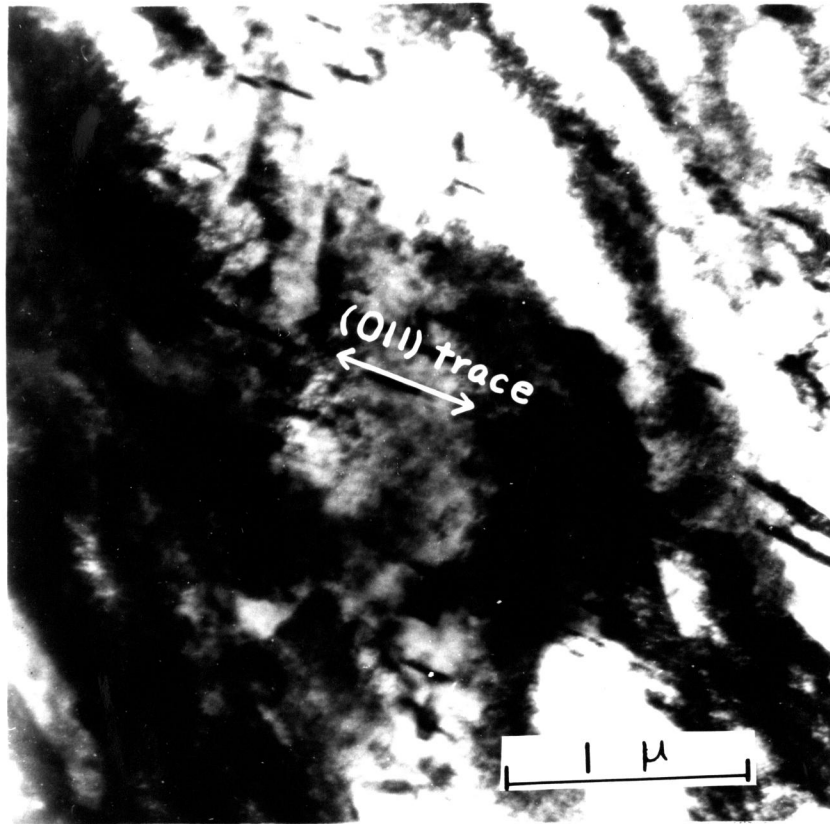


写真 40. 20%加工され400℃焼戻しされたクロム-ニッケル鋼の焼戻しマルテンサイトの透過電子顕微鏡組織

て転位密度が高くなればなるほど、それだけ転位が保持する炭素の量も多いので、観察できる大きさになる量が少なくなる。すなわち炭素の固溶硬化及び転位の固着による硬化がより高温まで保持され得る。したがってクロム-ニッケル鋼のようにマルテンサイト内に転位のみ存在している場合は、ニッケル鋼マルテンサイトのように内部に双晶が存在する場合よりも耐焼戻し性は大きく、しかもさらに加工によつて転位密度が高い場合にはより一層著しい。

マルテンサイトは加工によつて炭化物の析出が抑制され、耐焼戻し性が大きくなることはWilson⁽⁴⁹⁾によつても認められており、このことからしても転位が炭素を保持し、炭化物の析出が抑制され、しかも転位では容易に成長し得ないことが、耐焼戻し性を大ならしめる原因であるのは事実である。さらにオースフォームされた場合も同じ結

果が認められ、同様の解釈がなされている。

第 5 節 結 論

クロム-ニッケル鋼マルテンサイト及びこれに付ずいてオーステナイトの加工について研究した結果を総括し結論すると次のようになる。

I) 硬度測定結果では、マルテンサイトはオーステナイトほど加工硬化が著しくない。しかし加工軟化はあられわれず、加工硬化している。

II) 光学顕微鏡観察では、加工によりマルテンサイトは不規則に屈曲し、オーステナイトには細かい条が観察された。電子顕微鏡観察では、いずれの加工度においても転位が観察され、またオーステナイトは5%の加工で変形双晶、積層欠陥が観察され、20%の加工ではさらに ϵ 相が観察された。この場合は勿論転位も観察された。

III) 加工されたマルテンサイトは、耐焼戻し性が大きく、それはニッケル鋼の場合及びオースフォームされたものより大きい。これは透過電子顕微鏡観察により、転位密度が高く、各転位に炭素が保持されているために、析出量が少なくなり、かつ分散しているためと考えられる。

以上の結果より結論すると、マルテンサイトは加工によつて転位の相互作用のみによつて硬化し、オーステナイトは転位の相互作用による硬化以外に ϵ 相、変形双晶、積層欠陥の存在による硬化が加算されて硬化する。そして加工されたマルテンサイトは耐焼戻し性が著しく大きい。

第 5 章 マルテンサイトの加工による強化 について

ニッケル鋼マルテンサイトすなわち変態双晶の存在しているマルテンサイトを加工した場合の硬度変化の特徴は、わずかの加工で加工軟化し、ある程度以上の加工で著しく加工硬化し、しかるのち一定値に飽和することである。この加工軟化及び加工硬化現象については、すでに第4章で記述したが、まず加工軟化は変態双晶が加工によつて双晶変形する際に消滅したり、成長したりして、一つのマルテンサイト内の双晶境界が減少することに原因し、また加工硬化は、変形双晶と変態双晶及び変形双晶同志の交叉によつて硬化するのである。したがつてニッケル鋼マルテンサイトを加工によつて著しく硬化させるには、強加工が必要である。このように強加工すれば、加工硬化は著しいが、これを焼戻しすると、100°C以上において硬度は著しく低下する。すなわち耐焼戻し性はあまり良好でない。これは、加工された場合には、変態双晶の他に加工によつてできた変形双晶が存在し、炭化物はこの多くの双晶の各々の双晶境界に析出し、各々の双晶剪断方向に優先的に成長することに原因する。したがつて加工によつてより多くの双晶が形成されれば、その双晶の量だけ炭化物の析出成長を促進し、オースフォームされた場合のように転位密度を増加する場合と根本的に異なる。したがつて硬度の低下状態もオースフォームしたものより著しい。これが耐焼戻し性があまり良好でない原因である。しかるにニッケル鋼マルテンサイトの加工においては、強加工によつて著しく強度は増加するが、耐焼戻し性は大きくない。

これに対してクロム-ニッケル鋼マルテンサイトの加工では、マルテンサイトは転位のみ相互作用によつて硬化するために、加工軟化現象もあられわれず、ほぼ一定の割合で硬化している。転位のみ加工硬化は、転位同志の

相互作用、さらに転位源が使いつくされることなどに原因すると考えられる。

転位の相互作用による硬化は、双晶などの面欠陥が存在する場合よりも硬化があまり大きくないことは、クロム-ニッケル鋼のオーステナイトは変形双晶、 ϵ 相などの面欠陥が存在し、加工硬化が著しいのに対して、転位のみ存在しているマルテンサイトはそれほど硬化しないことから納得できる。このようにクロム-ニッケル鋼マルテンサイトは加工によつて転位のみ相互作用による硬化であるので、その硬度はあまり大きくないが、しかしこれを焼戻した場合は、耐焼戻し性が非常に大きい。これは双晶境界のような炭化物の析出成長に都合のよい面欠陥が存在せず、さらに加工によつて転位密度が増加して、転位の炭素の保持による炭化物析出の抑制、すなわち炭素による転位の固着及び炭化物の分散硬化によつて、より高温度までより高い硬度が保持されることに原因する。したがつて、ニッケル鋼の場合よりも耐焼戻し性ははるかに大きいのである。そしてさらに加工度が増すと、転位密度はさらに増加し、耐焼戻し性はますます大きくなるものと考えられる。このようにクロム-ニッケル鋼マルテンサイトは、加工によつてニッケル鋼マルテンサイトほど硬化しないが、しかし耐焼戻し性においては、はるかにすぐれている。

クロム-ニッケル鋼マルテンサイトの耐焼戻し性は、ニッケル鋼のそれよりも大なることは、以上のように格子欠陥に原因する以外に、クロムの拡散速度が小さいこと⁽¹¹⁾にも原因している。しかし本研究は、主に電子顕微鏡的に研究したのであるから、格子欠陥に注目して考察した。

第 6 章 マルテンサイトの加工に関する総括

ニッケル鋼及びクロム-ニッケル鋼のマルテンサイト及びこれに付ずいてオーステナイトを加工し、またこれらを焼戻して、その硬度変化を、またその変形様相及び焼戻しの際の炭化物の析出挙動をそれぞれ、硬度測定、光学及び透過電子顕微鏡観察により調べた。その結果を総括すると次のようになる。

○ ニッケル鋼の場合

1) 硬度測定では、マルテンサイトは5%加工まで加工軟化し、これ以上の加工で加工硬化し、ある一定の硬度に飽和する。これを焼戻しすると、100°Cまで硬度は変化せず、それ以上で急激に低下する。そして低下の割合も大きく、しかも低下開始の温度も普通処理されたもの及びオースフォームされたものとは同じである。

2) 光学顕微鏡観察では、加工されないマルテンサイト内には変態双晶によると思われる多くの平行な条がかすかに観察され、5%加工ではその巾が広くなり、より明瞭に観察され、さらに5%以上の加工では変形双晶と思われる比較的巾広い平行あるいは交叉した条が観察された。

3) 加工されたマルテンサイト内の透過電子顕微鏡組織とその制限視野電子回折図形の解析により次のことが示された。I) 光学顕微鏡で観察された巾広い平行あるいは交叉した条は加工の際に $\{112\}_\alpha$ 面に生じた変形双晶であった。II) 変形双晶と、もともと存在していた変態双晶との間の関係としては、(a) 双晶面及び双晶剪断方向のいずれもが一致する場合(—この種の変形双晶はマルテンサイトの加工初期において容易に形成され、変態双晶の成長及び消滅がおこり、変態双晶の双晶境界が減少する) (b) 双晶面が異なり、双晶剪断方向ともに異なる場合、がそれぞれ確認された。III) 加工された一つのマルテンサイト内で変態双晶及び変形双晶のいずれとも交叉している変

形双晶も観察された。IV) 変態双晶と双晶面及び双晶剪断方向のいずれもが異なつた $\{112\}_\alpha$ 面で形成された変形双晶は、しばしば $\{112\}_\alpha$ 面からかなりずれた晶癖面を有していた。

4) 加工されたマルテンサイトを焼戻した場合の透過電子顕微鏡組織では、焼戻しマルテンサイト内の地とセメンタイトとの方位関係は、 $(112)_\alpha // (001)_\theta$ 、 $(1\bar{1}0)_\alpha // (100)_\theta$ 、 $(11\bar{1})_\alpha // (010)_\theta$ で、セメンタイトの析出は変態双晶及び変形双晶の両者の双晶境界に析出し、各々の双晶剪断方向に優先的に成長する。

○クロム-ニッケル鋼の場合

1) 硬度測定の結果、マルテンサイトは加工軟化はあられず、ほとんど一定に硬化している。オーステナイトは著しく加工硬化する。

加工されたマルテンサイトを焼戻した場合は、硬度低下はゆるやかで、耐焼戻し性は非常に大きい。

2) 光学顕微鏡観察では、加工によりマルテンサイトは不規則に屈曲しており、オーステナイトには細かい条が観察された。

3) 透過電子顕微鏡観察によると、マルテンサイトの変形様相は、いずれの加工度においても転位によるすべり変形であつた。またオーステナイトの変形様相は変形双晶、 ϵ 相及び積層欠陥形成による変形であつた。勿論いずれの加工度でも転位によるすべり変形をともなつている。

加工されたマルテンサイトを焼戻した場合、セメンタイトはウイドマンシュテツテン状に析出し、それらの炭化物の各辺は $\{110\}_\alpha$ 面に平行である。しかも加工されないものに比して炭化物は分散し、 $\{110\}_\alpha$ 面での析出量は少ない。

第 3 編 本研究の結論と加工熱処理 による鋼の強化法の将来性

本研究は、加工熱処理としてのオースフォーミング並びにマルテンサイトの加工による鋼の強化原因を主に透過電子顕微鏡的に研究したものである。本編ではその研究結果を総括して得られた結論を記述し、さらにこの処理による鋼の強化法の将来性について記述する。

オースフォーミングによる鋼の強化は、まず鋼にある程度の炭素を含有している、しかもマルテンサイトの微細化のみならず、マルテンサイト自身の強化がおこっていることに原因する。そしてマルテンサイト自身の強化は、加工されたオーステナイトよりマルテンサイト変態する際に、マルテンサイト内により以上の変態歪緩和のための変形による転位密度の増加と、加工されたオーステナイト内の転位が炭素によつて固着され、マルテンサイト内に継承されることによつて転位密度を増し、マルテンサイト内においてさらにそれらの転位への炭素の凝集による転位の固着及び極微細な炭化物による分散硬化による。オーステナイトよりマルテンサイトに転位が継承される量は、クロム-ニッケル鋼のようにオーステナイトに ϵ 相が存在している場合は、ニッケル鋼のように転位のみ存在している場合に比べて少なく、したがつてマルテンサイトの強化度は減少する。これがクロム-ニッケル鋼がニッケル鋼ほどマルテンサイトが強化しない原因である。

焼戻しに際しては、オースフォームされたマルテンサイトは転位密度が高いために炭化物が分散して析出し、しかもこの分散硬化がより高い焼戻し温度まで保持され、耐焼戻し性は大きい。これはニッケル鋼及びクロム-ニッケル鋼の双方においてみられるが、しかしニッケル鋼マルテンサイトにはもとより双晶が存在しており、双晶境界は炭化物の析出成長に都合がよいが、クロム-ニッケル鋼マルテンサイトのように転位のみの場合は、炭化物の核生成は容易であつても成長は面欠陥のない $\{110\}_\alpha$ 面に沿つてウイドマンシュテツテン状に析出するため、それだけ成長が抑制される。このためにニッケル鋼よりクロム-ニッケル鋼の方が耐焼戻し性が大きく、かつオースフォームされたクロム-ニッケル鋼においてはそれ以上に大きい。したがつてニッケル鋼はオースフォーミングによる強化は大きい、耐焼戻し性がそれほど大きくなく、一方クロム-ニッケル鋼はオースフォーミングによる強化はあまり大きくないが耐焼戻し性が非常に大きい。

加工されたマルテンサイトについて結論すると、ニッケル鋼マルテンサイトのように、もともと変態双晶が存在しているものを加工すると、加工初期において加工軟化し、それ以上の加工で急激に加工硬化する。加工軟化は、変態双晶境界の減少に原因し、加工硬化は双晶同志の交叉に原因する。そして強加工したマルテンサイトを焼戻しすると低温焼戻しではあまり硬度は低下しないが、高温焼戻しで急激に低下し、耐焼戻し性はあまりよくない。これは加工による双晶の増加によつて炭化物の析出成長が促進されるためである。これに対してクロムニッケル鋼マルテンサイトの加工による強化は、転位のみによる硬化であるためにあまり顕著には硬化しないが、しかしこれを焼戻した場合は双晶境界のように炭化物の析出成長に好都合な面欠陥が存在していないために耐焼戻し性が非常に大きい。すなわち強加工においてはニッケル鋼マルテンサイトは加工硬化は大きい、しかし耐焼戻し性はあまり大きくなく、一方クロム-ニッケル鋼マルテンサイトは加工硬化はあまり大きくないが、耐焼戻し性が非常に大きい。

オースフォーミングとマルテンサイトの加工による鋼の強化性の関連については、本研究の場合加工温度などが異なるために、明らかでないが、すくなくとも強度変化及び焼戻しの挙動に関してはかなり類似している。すなわち強度増加には、とくに加工度が大きい場合にはマルテンサイトの加工の方が、オースフォーミングより有利であり、耐焼戻し性に対しては、ニッケル鋼では、オースフォーミングの方がマルテンサイトの加工より有利であり、またクロム-ニッケル鋼では、マルテンサイトの加工の方がオースフォーミングより有利である。

以上のようにオースフォーミングとマルテンサイトの加工に関する電子顕微鏡的研究によつて、これらの加工熱処理による鋼の強化現象を的確に確認し、その原因を解明した。本研究で得られた結果は、普通鋼材によるこれらに関する従来の研究に適用してみても、その傾向が認められ、今後本研究により明らかにされた基礎的資料をもとにして、ますますその実用化が行なわれんことを願つてやまない。

オースフォーミングにおいては、機械的性質のすぐれた点は、本研究によつても明らかごとく、鋼種によつてその差はあるが、総合的にみてその諸性質は改善される。そのすぐれた点でいろいろの分野での利用が考えられている。現在すでに適用が可能である例としては、トーションバー、つる巻ばね、異形板ばねなどの高級懸架装置、ポンチ、ダイス型、切削工具、パンチ、ドライバーなどの工具関係、強力鍛造品などの航空機用部品、その他車輛及び工作機械用部品、さらにアメリカなどでは主に軍用としてミサイルケース、防弾用装甲板などが考えられており(79)、今後のより以上の開発、使用が期待される。

現在オースフォーミングにより引張り強さは最大 $20 \frac{\text{Kg}}{\text{mm}^2}$ のものが得られており、更にオースフォーミングに適した化学組成(本研究ではオースフォームのまゝではニッケル系鋼、焼戻しを行なうような場合には、その時の状況に応じてクロム-ニッケル鋼が適当)や加工条件を考慮し、また析出硬化などの他の強化との複合強化を行なうことによつて、抗張力 $400 \frac{\text{Kg}}{\text{mm}^2}$ 程度の材料が実用化されるのもあまり遠くないと考えている。

製造上の制約については新しい加工機械の採用が必要であるが、現在でもすでにシングルプラネタリーミルやダイナパックのような衝撃押出法が考えられており、一部試験的に行なわれており、今後はこのような制約も次第に解決され、多量生産の軌道に乗るのも真近いものと信じている。

マルテンサイトの加工に関する応用は、現在のところまだほとんど行なわれていない。その理由はやはりマルテンサイトのような硬いものは加工出来ないと考えられているからであろう。しかしこの処理法は、加工機械に従来行なわれているものがそのまま適用できるし、その操作も非常に簡単であり、しかも著しい強化状態が得られることから、前者のオースフォーミングと並んで将来が期待される。とくにクロム-ニッケル系の鋼にあつては、かなりの強化状態が得られると同時に耐焼戻し性が大なることが魅力的である。

本研究は、以上のようにオースフォーミングとマルテンサイトの加工による鋼の強化に関する基礎的な資料を与えただけで実用化の域にまで達していないが、今後各方面における実用化において、この基礎的資料が少しでも役立つことを念願してやまない。

謝

辞

本研究遂行にあたり終始御親切な御指導を賜りかつ本論文のとりまとめにあたり終始御指示いただきました大阪大学教授茨木正雄先生に厚く感謝の意を表します。

また本研究全体に関して終始有益な御指導並びに御助言をいただきました京都大学教授田村今男先生並びに大阪大学名誉教授西山善次先生に厚く御礼申し上げます。

さらに論文全体に関して有益な御助言を賜りました同学美馬源次郎教授、足立影教授、三谷裕康教授、稔野宗次教授に厚く御礼申し上げます。

実験に対する御指示さらに実験結果に対する考察には、大阪大学産業科学研究所清水謙一博士、佐藤進一博士、杉本孝一博士、岡本平博士の有益な御助言を賜わり、また電子顕微鏡観察には同所是枝淳夫氏、さらに実験の一部に日本鋼管株式会社技術研究所の岩崎宣博氏の御協力をいただきました。以上の方々に厚く御礼申し上げます。

終りに本研究遂行並びに本論文のとりまとめに種々御世話いただいた大阪大学産業科学研究所茨木研究室並びに旧西山研究室の方々に御礼申し上げます。

参 考 文 献

- (1) J. Frenkel; Z. Phys, 37 (1926), 572
- (2) 田村; 日本金属学会報 2 (1963), 428.
- (3) 浅村, 中村, 前田; 日本金属学会講演概要 (1962年4月), 46.
- (4) J. C. Shyne, V. F. Zackay, D. J. Schmatz; Trans. ASM, 52 (1960), 46.
- (5) P. R. V. Evans, H. O' Neill; J. Iron Steel Inst., 191 (1959), 34.
- (6) 岡本, 小高; 日本金属学会誌 18 (1954), 392, 396, 455.
- (7) S. V. Radcliffe, E. B. Kula; 私信(Deformation, Transformation and Strength)
- (8) 西岡; 鉄と鋼 44 (1958), 151.
- (9) 西岡; 日本金属学会誌 29 (1965), 605.
- (10) R. F. Harvey; Iron Age 168 (1951), 70.
- (11) 岡本正三; 鉄鋼材料を参照.
- (12) E. B. Kula, J. M. Dhosi; Trans. ASM, 52 (1960), 321.
- (13) D. J. Schmatz, V. F. Zackay; Trans. ASM, 51 (1959), 476.
- (14) V. F. Zackay, W. M. Justusson, D. J. Schmatz; Metal Progress 80 (1961), 68.
- (15) V. F. Zackay, W. M. Justusson, D. J. Schmatz; 私信(Strengthening by Martensite Transformation), Jan. 1, 1961.
- (16) W. M. Justusson, D. J. Schmatz; 私信(Some Observations on the Strength of Martensite formed from Cold Worked Austenite), April. 25, 1962 ASM, Trans. Quart., 55 (1962), 640.
- (17) E. M. H. Lips, H. Vanzuilen; Metal progress 66 (1954) Aug, 103.
- (18) G. R. Bish, H. O' Neill; J. Iron Steel Inst., 173 (1953), 398.
- (19) 田村, 茨木, 野崎; 日本金属学会誌 29 (1965), 605
- (20) A. J. McEvily Jr, R. H. Bush; 私信(An Investigation of the Notch-Impact Strength of an Ausformed Steel) May. 24, 1962, ASM, Trans. Quart., 55 (1962), 654.
- (21) Y. Hosoi, K. E. Pinnow; Trans. ASM, (1960), Reprint. NO218.
- (22) 細井; 鉄と鋼, 48 (1962), NO. 8, 940.
- (23) 細井; 鉄と鋼, 48 (1962), NO. 9, 1052.
- (24) 細井; 鉄と鋼, 48 (1962), NO. 11, 1487. (講演概要)
- (25) 細井; 鉄と鋼, 48 (1962), NO. 4, 616 (講演概要)

- (26) D.J.Schmatz, F.W.Schaller, V.F.Zackay; 私信 (Structural Aspects and Properties of Martensite of High Strength) Sept. 28, 1962.
- (27) F.M.Kelly, J.Nutting; J.Iron Steel Inst., 197 (1961), 199.
- (28) 田村, 吉村, 茂木; 日本金属学会誌 28 (1964), 794.
- (29) W.C.Leslie, D.W.Stevens, M.Cohen; 私信 (Deformation and Transformation Structures in Shock-Loaded Iron Base Alloys) June 15-18, 1964, High-Strength Materials, P382.
- (30) A.J.McEvily, R.H.Bush, F.W.Schaller, D.J.Schmatz; Trans.ASM. 56 (1966) 753.
- (31) G.Thomas, D.Schmatz, W.Gerberich; High-Strength Materials, P251.
- (32) G.S.Ansell, A.Arott; Trans.AIME, 227 (1963), 1080.
- (33) 文部省科学研究費「電鍍薄膜試料作成」総合研究班編; 金属実物薄膜試料の作成とその応用(中間報告) (1960).
- (34) W.Bollmann; Phys.Rev., 103 (1956), 1588.
- (35) V.Ya.Zubov, S.V.Grachev, Yu.P.Surkov; Metal Science and Heat Treatment of Metals, Nos.1-2 (1962), 11.
- (36) L.Kaufman, M.Cohen; Progress in Metal Physics NO.7, P165.
- (37) 本多, 西山; 金属の研究 10 (1933), 1.
- (38) C.S.Roberts; J.Metals 5 (1953), 203.
- (39) K.Shimizu; J.Phys.Soc.Japan 17 (1962), 508.
- (40) Z.Nishiyama, K.Shimizu; Acta Met., 7 (1959), 432.
- (41) P.M.Kelly, J.Nutting; Proc.Royal Soc., 259 (1960)
- (42) M.Cohen; J.Iron Steel Inst., 201 (1963), 833.
- (43) Z.Nishiyama; Sci.Rep.TohoKu Univ., 23 (1934), 637.
- (44) G.Kurdjumov, G.Sacks; Z.Phys., 64 (1930), 325.
- (45) A.B.Greninger, A.R.Troiano; Trans.AIME 185 (1949), 590.
- (46) E.B.Kula, S.L.Lapota; Trans.AIME. 980 (1959), 215.
- (47) P.G.Winchell, M.Cohen; ASM.Trans.Quart., 55 (1962), 437.
- (48) H.K.Gorlich, H.Gossens; Arch.Eisenh., 27 (1956), 119.
- (49) D.V.Wilson; Acta.Met., 5 (1957), 293.
- (50) N.N.Breyer, N.H.Polakowski; ASM.Trans.Quart., 55 (1962), 667.
- (51) W.Pitsch, A.Schrader; Archiv.Eisenh., 8 (1958), 1.
- (52) H.Lipson, N.J.Petch; J.Iron, Steel, Inst., 2 (1940), 95.

- (53) Z. Nishiyama, K. Shimizu, *Memoirs Inst. Sci. Ind. Research, Osaka Univ.* 20 (1962), 43.
- (54) I. Eguchi, K. Kato, S. Tokunaga, K. Suzuki; *Trans. JIM* 2 (1961), 218.
- (55) A. M. Turkalo; *Trans. ASM* 54 (1961), 344.
- (56) M. G. H. Wells; *Acta Met.*, 12 (1964), 389.
- (57) J. F. Breedis; *Trans. AIME*, 230 (1964), 1583.
- (58) J. A. Venables; *Phil. Mag.*, 7 (1962), 35.
- (59) 西山, 清水, 盛川; *日本金属学会誌* 27 (1963), 497.
- (60) J. Dash, H. M. Otte; *Acta Met.*, 11 (1963), 1169.
- (61) A. B. Greninger, A. R. Troiano; *Trans. ASM*, 28 (1940), 537.
- (62) P. B. Hirsch, A. Hovie, M. J. Whelan; *Phil. Trans. Roy. Soc.*, 252 (1960), 499.
- (63) A. R. Troiano, F. T. McGuire; *Trans. ASM* 31 (1943), 340.
- (64) J. Gordon, Parr; *J. Iron, Steel. Inst.*, 171 (1952), 137.
- (65) 西山, 清水, 岡; *日本金属学会誌*, 22 (1958), 532.
- (66) 西山, 清水; *J. Phys. Soc. Japan*, 15 (1960), 1953.
- (67) 西山, 清水, 中川; *日本金属学会誌* 28 (1964), 403.
- (68) W. N. Roberts; *Trans. AIME*, 230 (1964), 372.
- (69) G. P. Sanderson, R. W. Honeycombe; *J. Iron Steel Inst.*, 200 (1962), 934.
- (70) たとえば鈴木秀次; 格子欠陥と金属の機械的性質, (日本金属学会) (1963), 23.
- (71) 田村, 堀内, 茨木, 多賀谷; 未発表.
- (72) R. H. Richman; *Trans. AIME*, 227 (1963), 159.
- (73) R. H. Richman; 私信 (The Diversity of Twinning in Body-Centered Cubic Structures)
- (74) 田村; 西山善次教授退官記念シンポジウム (June 5, 1965) 概要, 43.
- (75) G. Krauss, W. Pitsch; *Acta Met.*, 12 (1964), 278.
- (76) R. Honda; *Trans. Nation. Res. Meta.*, 4 (1962), 4.
- (77) A. W. Sleeswyk, C. A. Verbraak; *Acta Met.*, 9 (1961), 917.
- (78) S. Nenno, M. Tagaya, K. Hosomi, Z. Nishiyama; *Trans. JIM*, 4 (1963), 222.
- (79) D. J. Schmatz; *Metals Review*, (May, 1963), 15.