

# リューダース型変形を生じる Fe-Ni-Al-C 系合金冷間圧延材の 機械的性質と変形挙動 -研究動向のまとめと最近の実験結果-\* 1

倉本 繁<sup>1,\*2</sup> 河野悠太<sup>1</sup> 森 柚和<sup>1</sup>  
小林純也<sup>1</sup> 江村 聡<sup>2</sup> 澤口孝宏<sup>2</sup>

<sup>1</sup> 茨城大学大学院理工学研究科

<sup>2</sup> 国立研究開発法人物質・材料研究機構

J. Japan Inst. Met. Mater. Vol. 89, No. 1 (2025), pp. 22-31  
Special Issue on Superfunctional Nanomaterials by Severe Plastic Deformation  
©2024 The Japan Institute of Metals and Materials  
Overview

## Mechanical Properties and Deformation Behavior in Severely Cold-Rolled Fe-Ni-Al-C Alloys with Lüders Deformation -Overview with Recent Experimental Results -

Shigeru Kuramoto<sup>1,\*2</sup>, Yuta Kawano<sup>1</sup>, Yuwa Mori<sup>1</sup>, Junya Kobayashi<sup>1</sup>, Satoshi Emura<sup>2</sup> and Takahiro Sawaguchi<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Graduate School of Science and Engineering, Ibaraki University, Hitachi 316-8511

<sup>2</sup> National Institute for Materials Science, Tsukuba 305-0047

It has been reported that severely cold worked Fe-24.6Ni-5.8Al-0.4C (mass%) had a yield strength of 2 GPa and a fracture elongation of 20 %, in which huge amount of Lüders-type deformation was observed. In the present article, we summarize the reports for high-strength Fe-Ni-Al-C, Fe-Mn, Fe-Cr-Ni and Fe-Ni-Mn base steels with the Lüders-type deformation so far, and provide our latest data on the effects of alloying elements and the cold-rolling reduction on the microstructure and mechanical properties of cold-rolled Fe-Ni-Al-C alloys. Previous reports imply that the phase stability of  $\gamma$  phase affects the size of Lüders elongation, while the strategies to control the microstructure to achieve high strength and high ductility are currently unknown. Our latest study also shows that the  $\gamma$ -phase stability affects the Lüders strain. In addition, it is confirmed that severe cold rolling by 80 % enables the prolonged Lüders strain as much as 25 % in nominal strain. This prolonged Lüders strain is achieved by multiple propagation of Lüders-type bands. [doi:10.2320/jinstmet.JD202410]

(Received July 3, 2024; Accepted July 24, 2024; Published December 25, 2024)

**Keywords:** ultrahigh strength, high ductility, severe cold rolling, phase stability, Lüders band

### 1. はじめに

近年、資源やエネルギーの有効利用の観点から、構造材料の軽量化が求められている。自動車用途では、軽量化により移動に必要なエネルギーが減少するため、超高強度鋼を自動車用構造材料として使用することが、走行性能や衝突安全性に必要な剛性や強度を維持しつつ軽量化を図るために有効である。しかし、一般に高強度金属材料は強度と延性がトレードオフの関係にあり、強度の高い鋼材ほど延性が低いと認識されている。そのような中、Furuta らは 2015 年に強冷間加工した Fe-24.6Ni-5.8Al-0.4C (mass%) 合金において降伏強度が 2GPa、破断伸びが 20% であることを報告し[1]、このような強度と延性の両立は従来のトレードオフ関係を超越するものと

して注目された。また、これらの機械的特性に関連して、引張試験中にリューダース型バンドが複数回伝播し、高い延性を示すことも報告された。

Furuta らによる最初の報告以降、冷間加工した Fe-Ni-Al-C 系、Fe-Mn 系、Fe-Cr-Ni 系、Fe-Ni-Mn 系の高強度鋼において、同様のリューダース型変形を示すことが報告されている[2-12]。これらの報告では、化学組成や加工条件がオーステナイト( $\gamma$ )の安定性、組織形成挙動、その他の金属組織学的要因に影響することが示されている。しかし、リューダース型変形と機械的特性との関係についてはよくわかっていない[13]。これらの鋼のリューダース型変形による高強度・高延性のメカニズムを明らかにすることは、高強度・高延性を有する新規実用鋼の開発に不可欠であると考えられる。

本稿では、これまでの高強度 Fe-Ni-Al-C 系合金、Fe-Mn 系合金、Fe-Cr-Ni 系合金、Fe-Ni-Mn 系合金[1-12]におけるリューダース型変形に関する報告をまとめる。しかし、リューダース型変形が塑性変形の後期まで継続する条件はまだ明らか

\*1 Mater. Trans. **64** (2023) 1410-1418 に掲載。Table 1, Fig.6 を修正。

\*2 Corresponding author, E-mail: shigeru.kuramoto.11@vc.ibaraki.ac.jp

かにされていない。これは、化学組成や加工条件を系統的に変化させた報告が限られているためである。そこで、新規高強度鋼開発の手がかりを得る目的で、Fe-Ni-Al-C 合金の組織や機械的性質に及ぼす合金元素や冷間圧延による圧下量の影響に関する著者らの最新のデータを提供するとともに、リューダース型変形を伴う変形挙動のメカニズムについて考察する。

## 2. 高強度鋼のリューダース型変形

Furuta らは相安定性を考慮して Fe-24.6Ni-5.8Al-0.4C[1]の合金組成を設計する際に、格子軟化(lattice softening)を発生させる目的で平均価電子数を制御した[13]。格子軟化合金である Ti-Nb-Ta-Zr-O [14-17] 系合金や Fe-Ni-Co-Ti [18,19] 系合金は、強塑性変形を加えることで高強度・高延性を示すことが報告されている。強冷間加工中に試料の一部が変態するが、これら2つの格子軟化合金の結晶構造は、bcc または fcc である。これらの合金の機械的性質は、弾性的性質を決定する平均価電子数と関連づけることができる[13]。一方、Fe-Ni-Al-C 合金は fcc( $\gamma$ )と bcc( $\alpha'$ )の2相を持つことが多く、平均価電子数だけでは機械的挙動が理解できない。したがって、 $\gamma$ 相の体積分率や $\gamma$ 相の安定性を評価し、それらの情報と力学挙動との関係を議論する必要がある。このような観点から、以下にこれまでの報告結果をまとめる。

### 2.1 Fe-Mn 系合金, Fe-Cr-Ni 系合金, Fe-Ni-Mn 系合金の最近の結果のまとめ

Table1 に、比較的高いリューダースひずみが確認されている高強度鋼のリューダース型変形に関する報告例[1-12]の一覧を示す。また、これらの報告における代表的な機械的性質とリューダース型変形挙動を Fig.1 にまとめた。Fig.1(a)は引張強さと全伸びの関係を示し、Fig.1(b)はリューダース型変形発生時の応力( $\sigma_L$ )とリューダースひずみとの関係を示す。 $\sigma_L$  とリューダースひずみには明確な相関関係は見られない。引張試験時の応力-ひずみ曲線の形状に注目すると、比較的大きなりューダースひずみを有する Fe-Ni-Al-C [1,2,4,7] 鋼、

Fe-Ni-Al-C [1,2,4,7] 鋼, Fe-Cr-Ni [8,9] 鋼および Fe-Ni-Mn [12] 鋼は、リューダース型変形後に大きなひずみ硬化を示さないが、それらよりリューダースひずみの小さい Fe-Mn 鋼 [3,6,10,11]は、リューダース型変形後に大きなひずみ硬化を示す。ここでは、Fe-Mn 系, Fe-Cr-Ni 系, Fe-Ni-Mn 系の各鋼について、リューダース型変形と機械的性質に焦点を当て、これまでの報告で得られた情報をまとめる。

Fe-Mn 系鋼では報告例がいくつかあるが、リューダースひずみは常に 10% 以下である。Wang ら[3]は、温度測定によって Fe-7Mn-0.14C-0.23Si のリューダース型バンドを可視化し、バンドの伝播によるひずみ誘起マルテンサイト変態を明らかにした。He ら[5]は、Fe-10Mn-0.4%C-2Al-0.7V の冷間圧延後の 400°C での熱処理時間を変化させ、熱処理時間が長いほど強度が低下し、リューダースひずみが増加することを報告した。Zhang ら[6]は、冷間圧延および焼鈍した Fe-7Mn-0.14C-0.2Si の機械的性質とリューダース型変形挙動を調査し、620°C で 3min 熱処理した試料では 0.93 $\mu$ m であったフェライト( $\alpha$ )粒径が、96h の熱処理後には 2.54 $\mu$ m と大きくなり、強度は 1046MPa から 630MPa に低下することを見出した。また、リューダースひずみは 620°C で 3min の熱処理で最大に達すると報告している。さらに、試験温度が機械的性質に及ぼす影響についても検討し、25-60°C の温度範囲で大きなリューダースひずみを認めた。Koyama ら[10]は、Fe-5Mn-0.1C のリューダース型変形中に多量の  $\gamma$  がマルテンサイト( $\alpha'$ )に変態し、 $\alpha$  相はリューダース型変形に寄与しないことを示した。彼らはまた、 $10^{-2}$  から  $10^{-5} s^{-1}$  の範囲でひずみ速度の影響を調べ、ひずみ速度はリューダースひずみに影響を与えないことを明らかにした。Koyama らはさらに別の報告[11]で Fe-5Mn-0.1C のリューダース型バンドを詳細に研究し、バンド伝播の前駆現象を明らかにし、不連続バンド伝播のモデルを提案している。上記以外にも、Fe-Mn 系鋼のリューダース型変形に関する報告がいくつかなされている[20-25]。

Fe-Cr-Ni 系鋼に関しては、Gao ら[8]が Fe-18.16Cr-8.06Ni-0.85Mn-0.41Si-0.06C のリューダース型変形開始時のバンドをデジタル画像相関法(DIC)によって可視化し、バンドの伝

Table 1 Compositions in mass% and process conditions in recent high-strength steels with Lüders deformation.

	compositions	cold working	annealing	authors
1	Fe-24.6Ni-5.8Al-0.44C	swaged by 87%	-	T. Furuta et al. 1)
2	Fe-24.6Ni-5.8Al-0.44C	HPTed by 10 turns	-	K. Edalati et al. 2)
3	Fe-7Mn-0.14C-0.23Si	rolled	annealed	X.G. Wang et al. 3)
4	Fe-24.8Ni-6.0Al-0.38C	rolled by 90%	-	Y. Ma et al. 4)
5	Fe-10Mn-0.4%C-2Al-0.7V	rolled by 25%	400 °C for 6 min	B. B. He et al. 5)
6	Fe-7Mn-0.14C-0.2Si	rolled by 50%	620 °C for 3 min	Y. Zhang et al. 6)
7	Fe-24Ni-4Al-0.4C	rolled by 76%	-	I. Miyazaki et al. 7)
8	Fe-18.16Cr-8.06Ni-0.85Mn-0.41Si-0.06C	rolled by 70%	750 °C for 10 min	S. Gao et al. 8)
9	Fe-16.8Cr-4.7Ni-0.67Mn-2.7Mo-0.38Si-0.08C-0.1N	rolled by 97%	400 °C for 6 h	Y. Hosoya et al. 9)
10	Fe-5Mn-0.1C	rolled by 75%	650 °C for 30 min	M. Koyama et al. 10)
11	Fe-5Mn-0.1C	rolled by 75%	650 °C for 30 min	M. Koyama et al. 11)
12	Fe-10Ni-2Mn-0.4C-1.6Si	rolled by 50%	300 °C for 2 h	H. Du et al. 12)

播によって $\gamma$ から $\alpha'$ への変態が起こることを明らかにした。なお、この試験片のリューダースひずみは30%にも達している。細谷ら[9]は、Fe-16.8Cr-4.7Ni-0.67Mn-2.7Mo-0.38Si-0.08C-0.1Nに97%の冷間圧延を施した後、300℃、400℃、500℃で熱処理を行い、400℃で熱処理した試験片で強度と伸びがともに最大値を示すことを報告している。他にも、Fe-Cr-Ni系鋼のリューダース型変形についての報告がある[26,27]。

最近、Fe-Ni-Mn系鋼[12]がFe-Ni-Al-Cと同様の機械的挙動を示すことが報告された。Duら[12]は、Fe-10Ni-2Mn-0.4C-1.6Siに50%の冷間圧延を施した後、300℃で熱処理を行い、試験片が高い強度と8%のリューダースひずみで良好な伸びを示すことを見出した。このFe-10Ni-2Mn-0.4C-1.6Si鋼の機械的挙動については、他にもいくつかの報告がある[28-31]。

Fe-Mn系鋼、Fe-Cr-Ni系鋼およびFe-Ni-Mn系鋼に関する上記の結果は、冷間加工後の熱処理条件が機械的性質やリューダース型バンドの挙動に及ぼす影響や、リューダース型変形挙動や機械的性質における $\gamma$ 相の安定性が重要である可能性を示している。しかし、リューダース伸びの大きさに及ぼす様々な要因の影響や、高強度・高延性を達成するための組織制御の方策については、まだ解明されていない。

2.2 Fe-Ni-Al-C系合金に関する報告

Fig.1に示すように、強冷間加工を施したFe-Ni-Al-C系鋼は、他の鋼に比べて高強度、高延性であり、全伸びに対するリューダースひずみの比が大きいという特徴がある。ここではFe-Ni-Al-C系鋼に関する過去の報告結果を要約する。Maら[4]は、冷間圧延の圧下率が50%、70%、90%と増加するにつれて強度は増加するが、伸びは減少しないことを報告しており、この結果はFurutaら[1]とほぼ同じである。Furutaら[1]とMaら[4]の試料にはFe-Ni-Al系の第2相(B2相)粒子が含まれており、機械的性質やリューダース型変形に何らかの影響を及ぼすと考えられる。Miyazakiら[7]は、アルミニウム量が少ないためB2相を持たないFe-24.1Ni-4.06Al-0.43Cの変形挙動に及ぼす冷間圧延の圧下量と試験温度の影響を調査した。彼らの引張試験により、冷間加工後の $\gamma$ 相は熱的に安定であるが塑性変形に対して不安定であること、変形双晶の発生によりマルテンサイト相への拘束緩和が生じることにより変形誘起マルテンサイト変態は助長されることが明らかになった。さらに、彼らはリューダースの変形挙動に試験温度が重大な影響を及ぼすことも示した。Furutaら[32]は、冷間圧延したFe-24.1Ni-4.06Al-0.43Cの変形組織を観察し、この合金の変形組織が4種類の形態が混在した不均一な組織であり、格子軟化に伴う特定の相安定性によって活性化される異なる変形プロセスを通じて形成されることを報告した。Kavehら[2]は、Furutaら[1]と同じ組成の試験片を高圧ねじり(HPT, high pressure-torsion)加工に供し、変形挙動に及ぼす試験温度の影響を調べ、1.9-2.2GPaの引張強さ、16-19%の伸びを報告した。

Fig.1は、強冷間加工のみを施したFe-Ni-Al-C系鋼が、冷間加工後に熱処理を施した他の鋼よりも高強度かつ高延性であることを示している。したがって、少なくともFe-Ni-Al-C鋼では、高強度・高延性のためには、強冷間加工後の熱処理は必要ない。しかし、Miyazakiら[7]の結果は、 $\gamma$ 安定性が変

形挙動に影響することを示しており、Fe-Ni-Al-C鋼においても、強冷間加工後の熱処理が変形挙動に影響することが予想される。現在のところ、このような検討を行った報告はなく、今後の検討が必要である。

3. Fe-Ni-Al-C合金の変形挙動と機械的性質

上記の高強度鋼に関する報告以外にも、粒径、転位密度、溶質原子などのリューダース型変形挙動に影響を与える因子が、これまでに様々な種類の鋼で報告されている[33-36]。しかし、Fe-Ni-Al-C鋼のリューダース型変形挙動に及ぼすこれらの因子の影響に関する報告はない。ここでは、Fe-Ni-Al-C系鋼の機械的性質とリューダース型変形挙動に及ぼすアルミニウム添加と冷間圧延の影響に関する最新の調査結果を紹介する。

Table2に示す化学組成の合金を溶解鋳造し、1100℃で熱間圧延した。1100℃で1hの溶体化処理、水冷の後、板材を60%

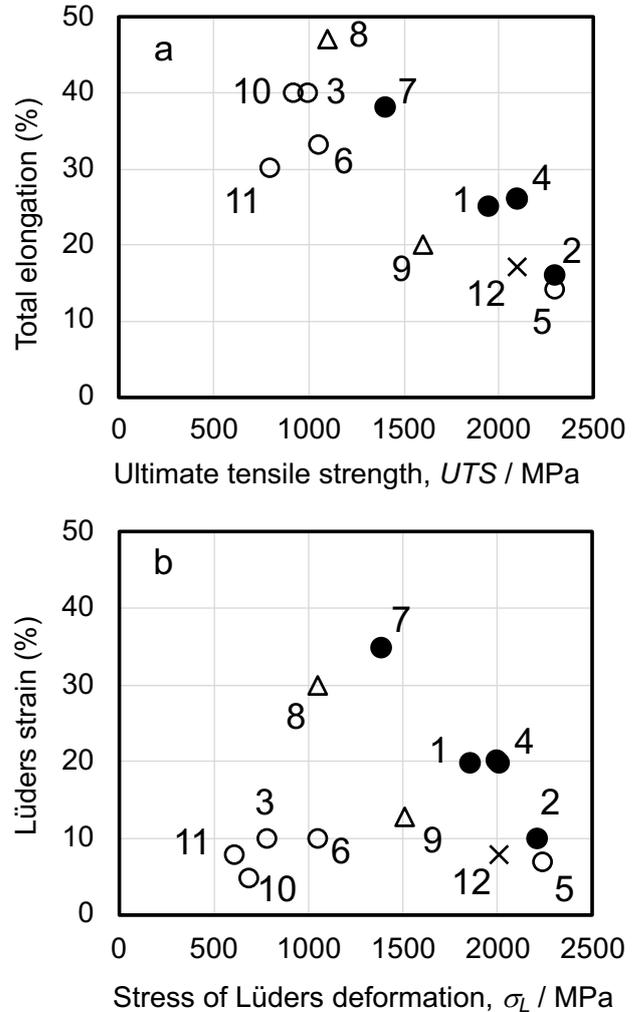


Fig. 1 Mechanical properties and Lüders deformation behavior in the literature, where the number indicated at each plot corresponds to the alloy number shown in Table 1. (a) Total elongation vs. UTS, (b) Lüders strain vs. stress of Lüders deformation,  $\sigma_L$ . ● : Fe-Ni-Al-C [1,2,4,7], ○ : Fe-Mn [3,5,6,10,11], △ : Fe-Cr-Ni [8,9], × : Fe-Ni-Mn [12].

冷間圧延した。これ以外に、5.0Al 合金については 20%, 40%, 80% 冷間圧延し、冷間圧延率が機械的挙動に及ぼす影響を調べた。平行部長 12mm、幅 5.0mm の引張試験片を、引張軸が圧延方向と平行になるように作製した。引張試験は大気中で、初期ひずみ速度  $1.38 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  で行った。DIC 分析では、試験片のゲージ部に白黒ランダムパターンを施し、引張試験中の静止画像を 1s ごとに記録した。微細組織は X 線回折で解析し、 $\alpha'$  相の体積分率は Fischer 社の FERITSCOPE FMP30 で測定した。冷間圧延によって形成された組織と、5.0Al 試料については、引張変形中の結晶粒方位の変化を電子後方散乱回折 (EBSD) で解析した。

3.1 合金組成の影響

Fig. 2 は冷間圧延前の B2 相の体積率を示し、アルミニウム含有量が高いほど B2 体積率が増加する。Fig.3 は冷間圧延による  $\alpha'$  の体積分率への影響を示しており、3 合金とも圧延により  $\alpha'$  の体積分率が増加していることがわかる。アルミニウム含有量が多いほど、冷間圧延による  $\alpha'$  相の体積分率の増加は大きい。これは、マトリックスよりも多量のニッケル原子を含む B2 相の体積分率が大きくなり、 $\gamma$  相の安定性が低下したためと考えられる。

Fig.4 は 60% 冷間圧延後の試験片の引張試験時の応力-ひずみ曲線を示し、a-n は DIC 解析によりリューダース型変形が確認された測定点を示す。5.0Al 試験片の降伏点は約 1000MPa、全伸びは約 39% であり、アルミニウム量が多い 5.5Al 試験片は強度が高く延性が低い。6.0Al では降伏点降下後の変形量は小さく、より低いひずみで破断している。

Fig.4 の a-n における DIC 解析による局所ひずみ分布マップを Fig.5 に、応力-ひずみ曲線の各点 a-n における平行部

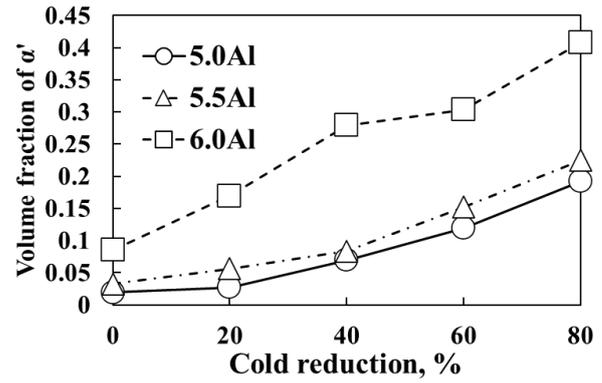


Fig. 3 Effect of cold rolling reduction on  $\alpha'$  volume fraction.

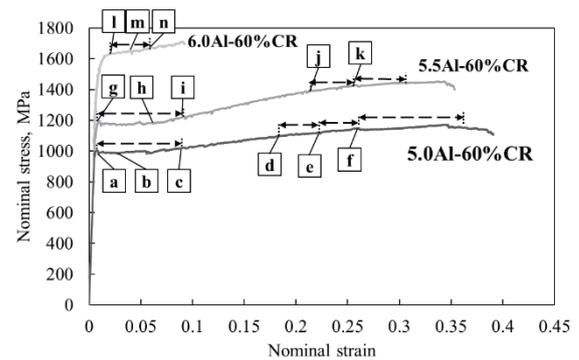


Fig. 4 Stress-strain curves obtained by tensile tests for specimens rolled by 60%.

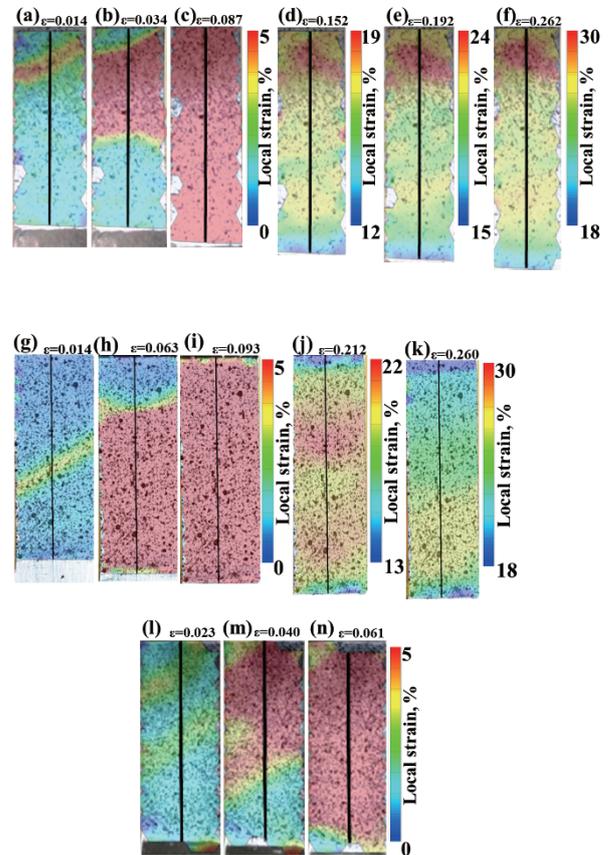


Fig. 5 DIC local strain maps captured at nominal strains shown in Fig. 4 in 5.0Al-60%CR (a)-(f), 5.5Al-60%CR (g)-(k), 6.0Al-60%CR (l)-(n). (online color)

Table 2 Compositions of the sample in mass%.

	Ni	Al	C	Fe
5.0Al alloy	25	5.0	0.3	Bal.
5.5Al alloy	25	5.5	0.3	Bal.
6.0Al alloy	25	6.0	0.3	Bal.

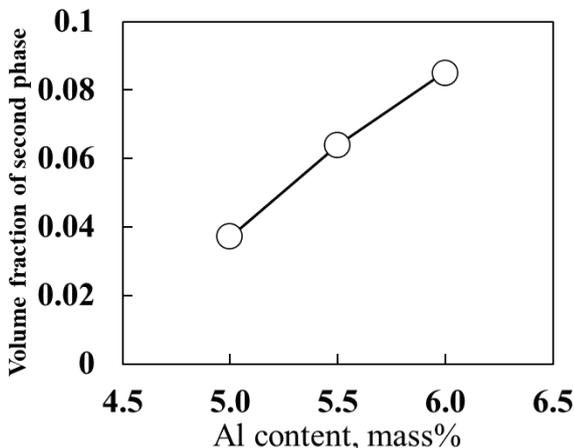


Fig. 2 Second phase volume fraction before cold rolling.

の引張軸に平行な中心線に沿った局所ひずみプロファイルを Fig.6 に示す。5.0Al-60%CR (Fig.6 (I)) では、降伏点降下後、測定点 a において平行部端部から 10mm 付近で局所ひずみが増加し、測定点 c まで公称ひずみが増加するにつれて局所ひずみプロファイルが変化しており、試験片全体にわたって局所ひずみが増加し、変形領域が拡大していることから、典型的なリュース型変形が進行していることがわかる。5.5Al-60%CR (Fig.6 (II)) では、降伏点降下後の測定点 g においてリュース型バンドが形成され、測定点 j, k へのプロファイル変化は 5.0Al-60%CR 試験片で観察されたリュース

型バンドの進展と類似している。6.0Al-60%CR (Fig.6 (III)) では、降伏点降下後の測定点 l でリュース型バンドが形成されたが、n まで拡大した後、一様に変形し始め、低ひずみで破断した。Fig.7 に 5.0Al と 6.0Al の引張試験前後の  $\alpha'$  相の体積率を示すが、6.0Al の方が引張試験中の  $\alpha'$  体積増加率が大きいことがわかる。

3.2 冷間圧延率の影響(5.0Al 合金)

Fig.8 は、5.0Al 材を 20, 40, 60, 80% 冷間圧延した試験片の引張試験時の応力-ひずみ曲線である。冷間圧延前の試験片の結果も図に示す。20% 圧延材の降伏点は約 800MPa、全伸びは約 34% である。圧延材の強度は圧延率の上昇に伴い増加したが、大きな延性低下は見られなかった。圧延前の試験片は一様に変形して破壊に至ったが、圧延した試験片では降伏点以降にリュース型バンドが発生し、それが試験片全体に広がった。

Fig.5 と Fig.6 に示したものと同様の DIC 解析から、Fig.8 におけるリュース型バンド伝播のひずみ範囲を破線の矢印で示した。20% および 40% 冷間圧延した試験片はリュース型バンド伝播を示し、バンドがゲージ断面全体に広がった後、加工硬化を伴って均一に変形し、破断している。一方、60% 冷間圧延材は均一変形後に複数回のバンドが繰り返し発生し、80% 冷間圧延材は均一変形を示さず、リュース型バンド伝播が破断まで連続して観察される。

5.0Al 冷間圧延材の  $\alpha'$  体積率と局部ひずみの関係を Fig.9

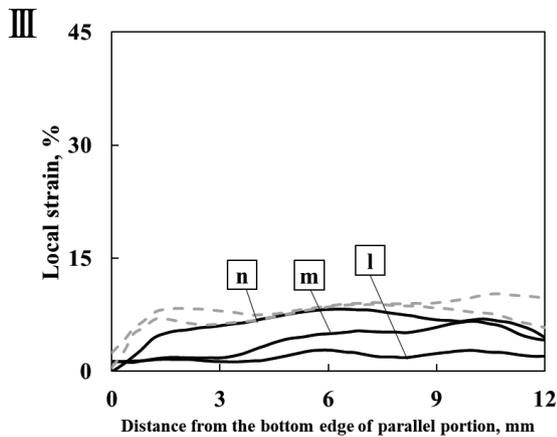
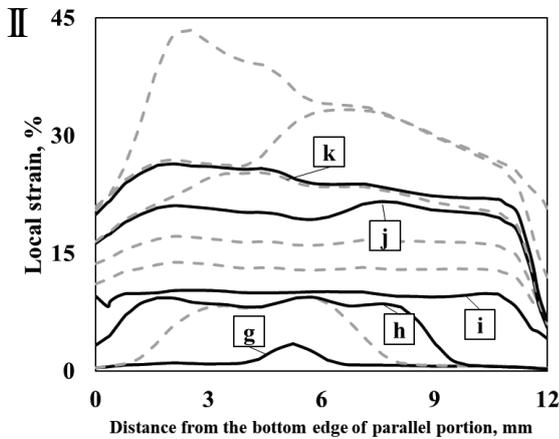
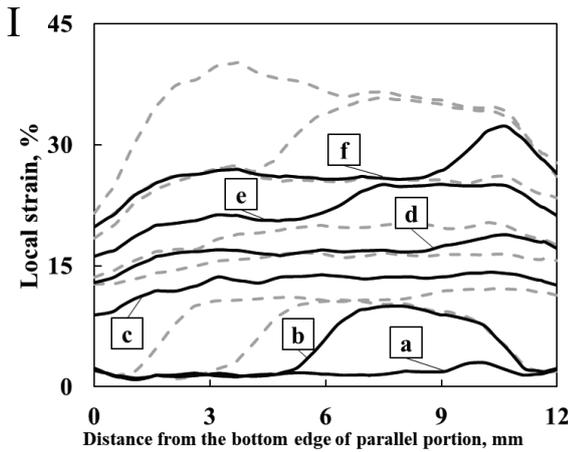


Fig. 6 Local strain profiles along tensile axial in the gage section of the specimens in 5.0Al-60%CR (i), 5.5Al-60%CR (ii), 6.0Al-60%CR (iii).

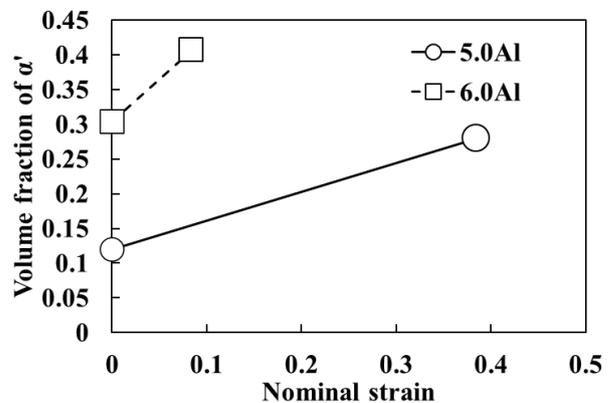


Fig. 7 Effect of 60 % cold rolling on  $\alpha'$  volume fraction.

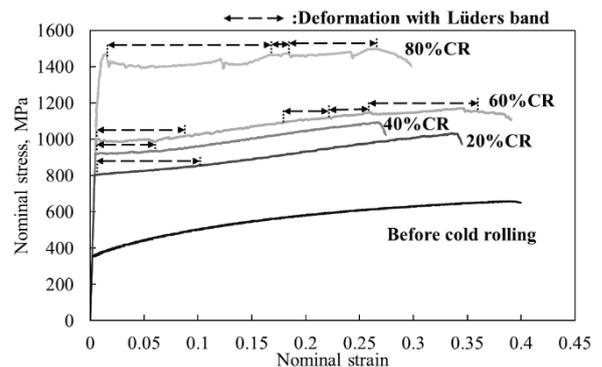


Fig. 8 Stress-strain curves obtained by tensile tests for 5.0Al specimens.

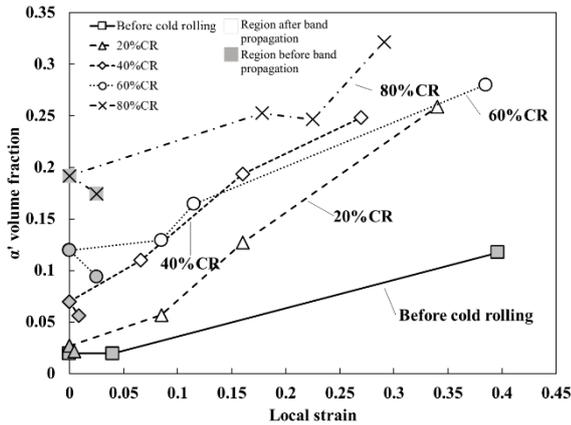


Fig. 9 Effect of local strain on  $\alpha'$  volume fraction for 5.0Al specimens.

に示す。すべての試料において、 $\alpha'$  体積率は局部ひずみの増加に伴って増加している。また、リューダース型バンド伝播前の領域では、局所ひずみが増加しても  $\alpha'$  体積率は増加しないことが確認できる。

Fig.10 は、5.0Al 試験片の圧延前、20% 冷間圧延後、60% 冷間圧延後の  $\gamma$  相と  $\alpha'$  相の IPF マップと逆極点図である。20% 圧延後の  $\gamma$  相では、圧延前には見られなかった  $\{101\}\langle 001 \rangle \gamma$  (Goss 方位) と  $\{101\}\langle 111 \rangle \gamma$  の集合組織形成が観察された。さらに、60% 圧延後の  $\gamma$  相では、 $\{101\}\langle 112 \rangle \gamma$  (Brass 方位) の発達が観察された。このような組織変化の傾向は、SUS304 鋼の冷間圧延における既報と同様である [37]。  $\alpha'$  相については、20% 圧延後に ND に沿った優先配向  $\langle 111 \rangle$  が観察されたが、60% 圧延後には  $\alpha'$  相は観察されなかった。これは、さらなる冷間圧延により生成した  $\alpha'$  相が激しい変形により細分化され、これを検出するには今回の測定では分解能が不十分であったためと考えられる。

Fig.11 に 5.0Al 合金を 20% および 60% 冷間圧延した引張試験片のバンド発生時と破断後の  $\gamma$  相および  $\alpha'$  相の IPF マップと標準ステレオ三角形を示す。両試験片とも引張変形に伴う変形集合組織  $\langle 111 \rangle \gamma // RD (= 引張軸)$  が観察された。  $\gamma$  から  $\alpha'$  への変態については、両試料ともリューダース型変形開始時のバンド領域では  $\langle 001 \rangle \gamma // \langle 101 \rangle \alpha' // RD (= 引張軸)$ 、破断後では  $\langle 112 \rangle \gamma // \langle 112 \rangle \alpha' // RD (= 引張軸)$  の方位関係が観察された。

#### 4. 考 察

ここでは、文献調査と前節の結果に基づき、冷間圧延材のマイクロ組織と機械的特性、およびリューダース型変形挙動に影響を及ぼす要因について考察する。

第 2 相の体積分率は、アルミニウム含有量の増加とともに増加し (Fig.2)、第 2 相の体積分率が高くなるとマトリックス中のニッケル含有量が減少するため、 $\gamma$  の安定性が低下し、冷間圧延中に  $\gamma$  から  $\alpha'$  への変態が起こりやすくなる (Fig.3)。引張変形時の  $\gamma$  から  $\alpha'$  への変態量も、アルミニウム含有量の増加に伴って増加する (Fig.7)。その結果、アルミニウム含有量の増加は  $\alpha'$  の体積分率を上昇させることで降伏強さを増加させ、伸びを減少させるが、第 2 相の存在も強さを増加させ、

延性を減少させると考えられる。変形応力は、引張変形中の  $\gamma$  から  $\alpha'$  への変態に影響を与えることも考えられるため、以下では  $\gamma$  の安定性と負荷応力レベルに注目して考察を進める。

Fig.4-Fig.6 から、60% 圧延した試験片はすべて降伏点後にリューダース型のバンド変形を示すことがわかる。全伸びが 35% 以上と大きい 5.0Al と 5.5Al の降伏点後の引張挙動を比較すると、アルミニウム含有量の多い 5.5Al の方がリューダース型のバンドを伴う変形量が小さい。これは、この試験片では  $\gamma$  相の安定性が低いため、リューダースひずみが小さくなっていることを示唆している。この傾向は、Zhang らの既報の結果と一致する [6]。今回の試験片の中で最も安定性の低い 6.0Al 試験片の  $\gamma$  相については、引張変形中に  $\alpha'$  マルテンサイトに変態しやすく、少量の均一変形を示した後に早期破断に至るため、2 回目のリューダース型変形は開始しない。

Fig.4 の結果は高強度材ほどリューダースひずみが小さくなることを示唆するが、Fig.8 の応力-ひずみ線図には高強度となるほどリューダースひずみが増加する例も認められる。Fig.8 から、80% 圧延材では公称ひずみ 25% までリューダース型変形が続いていることがわかる。この大きなリューダースひずみは、強冷間圧延を施した Fe-Ni-Al-C 鋼の高強度と高延性の優れたバランスと何らかの関係があると考えられる。これに関連して圧延率の異なる 5.0Al 鋼の DIC によるひずみ分布解析と EBSD による組織評価から、冷間圧延が  $\alpha'$  相の体積分率や分布、集合組織形成に影響を与え、それが引張変形挙動や機械的特性に影響を与えることが示唆される。

著者らは、リューダース型変形を安定かつ広いひずみ範囲にわたって発生させるためには、特定の  $\gamma$  相の安定性と変形集合組織が必要であると考えている。安定なリューダース型変形は、大きな加工硬化を伴う均一変形を生じさせないため、結果として変形応力の上昇を抑制し、早期破壊を生じにくくさせる。60% 圧延材では  $\{101\}\langle 001 \rangle \gamma$  (Goss 方位) に加えて  $\{101\}\langle 112 \rangle \gamma$  (Brass 方位) が観察されたが、20% 圧延材では  $\{101\}\langle 112 \rangle \gamma$  (Brass 方位) は観察されなかった。この組織は、Brass 方位の発達がリューダース型変形挙動を促進することを示唆している。しかし、ここに示した結果のみから、集合組織の影響を結論付けることはできない。強冷間加工中に発達する変形集合組織を理解するためには、さらなる研究が必要である。

リューダース型変形挙動と機械的特性のメカニズムを解明するためには、他の要因、結晶粒径、ひずみ速度、温度などについてもさらに研究する必要がある。Gao ら [8] は、超微細粒 Fe-18.16Cr-8.06Ni-0.85Mn-0.41Si-0.06C 鋼に大きなリューダースひずみを見出し、Furuta ら [1,32] も、強冷間加工で試験片の組織が微細化し、変形組織が非常に複雑であることを報告している。ひずみ速度の影響については、Koyama ら [10] は、Fe-5Mn-0.1C において、 $10^{-2}$  から  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  の範囲では、引張試験のひずみ速度はリューダース型変形を含む引張変形挙動に影響しないと報告している。しかし、 $\gamma$  安定性の異なる他の鋼や、ひずみ速度の異なる範囲では、結果は異なるであろう。また、Koyama ら [11] はリューダース型バンドの伝播について詳細な研究を行い、リューダース型変形中のひずみとひずみ速度の分布の解析に基づいて、不連続なバンド伝播のモ

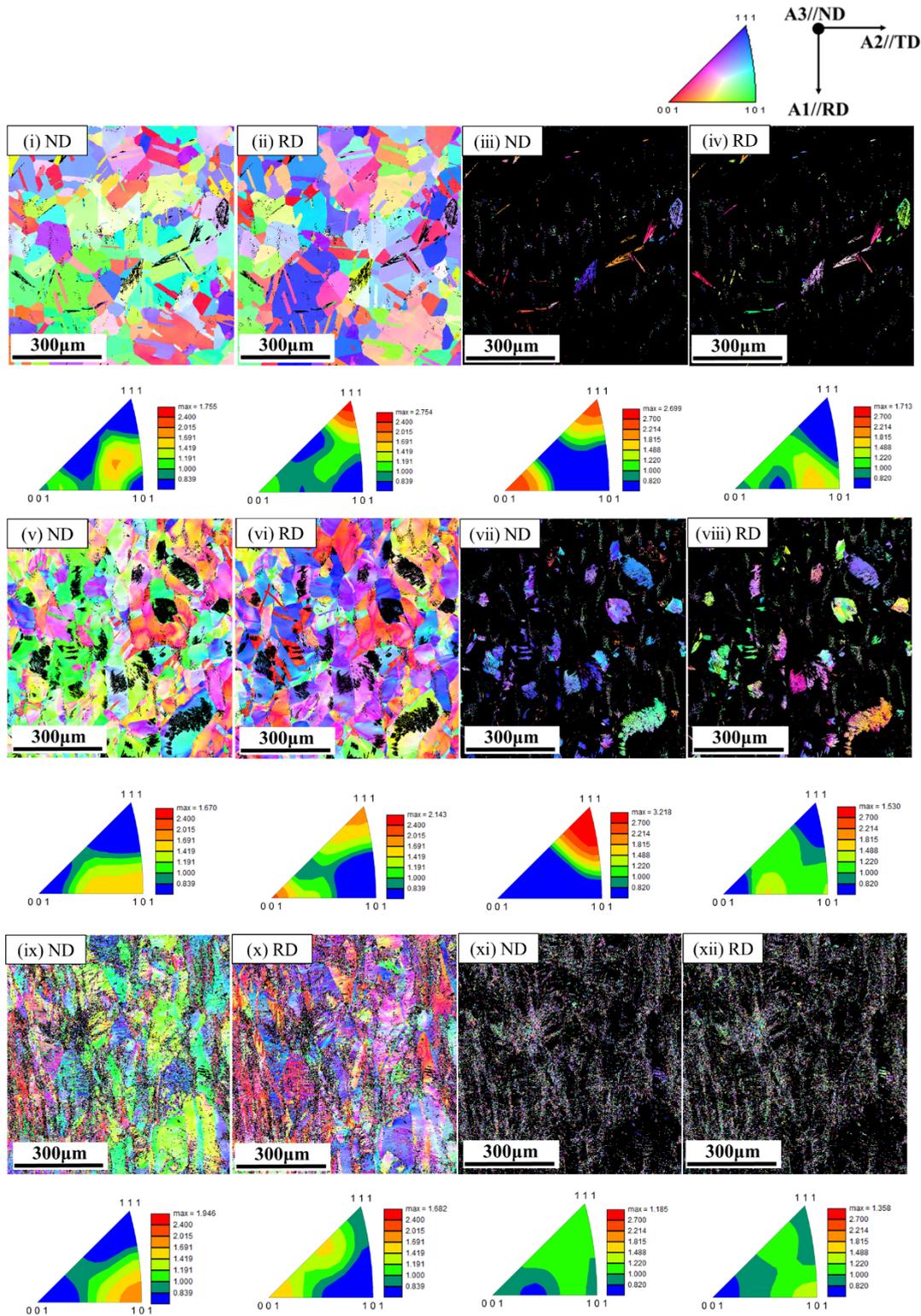


Fig. 10 Inverse poles figures maps obtained by EBSD analysis before cold rolling for 5.0Al specimens: ( i )  $\gamma$ -ND, ( ii )  $\gamma$ -RD, ( iii )  $\alpha'$ -ND, ( iv )  $\alpha'$ -RD, 20%CR: ( v )  $\gamma$ -ND, ( vi )  $\gamma$ -RD, ( vii )  $\alpha'$ -ND, ( viii )  $\alpha'$ -RD, 60%CR : ( ix )  $\gamma$ -ND, ( x )  $\gamma$ -RD, ( xi )  $\alpha'$ -ND, ( xii )  $\alpha'$ -RD. (online color)

デルを提案している。このような詳細な研究を行うことにより、Fe-Ni-Al-C 鋼においてもリューダース型変形と機械的性質のメカニズムを明らかにすることが可能であろう。低炭素鋼のリューダース型変形は、通常、侵入型固溶原子によって形成されるコッレル雰囲気転位の転位ロック機構を伴う不連続降伏として説明される。現在の Fe-Ni-Al-C 鋼は侵入型固溶炭素を有するが、この単純なメカニズムでは Fe-Ni-Al-C 鋼に

おけるリューダース型バンドの複数回の繰り返し伝播を説明できない。上記のような侵入型原子による転位ロックのメカニズム以外にも、リューダース型変形は純金属[38-43]や合金[44, 45]などの超微細結晶粒材料でも見つかっており、通常、これらの材料は粗大な結晶粒組織の場合には降伏点現象を示さない。焼鈍された超微細結晶粒材料に初期可動転位がないことが、これらの超微細結晶粒材料における不連続降伏の原

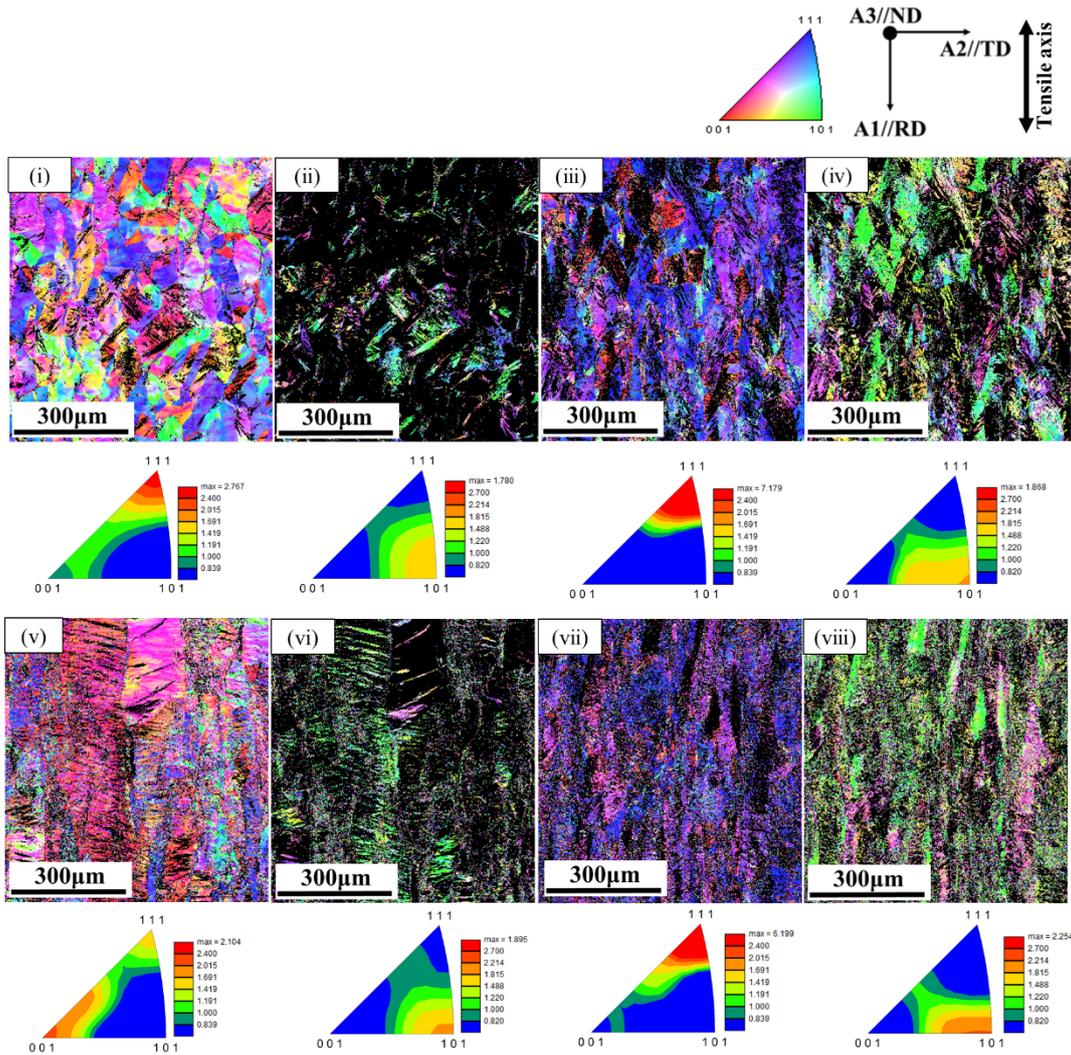


Fig. 11 Inverse poles figures maps obtained from RD by EBSD analysis for 5.0Al specimens after tensile deformation of 20%CR after Lüders-like deformation (i)  $\gamma$ -RD, (ii)  $\alpha'$ -RD, after fracture, (iii)  $\gamma$ -RD, (iv)  $\alpha'$ -RD, and 60%CR after Lüders-like deformation (v)  $\gamma$ -RD, (vi)  $\alpha'$ -RD, after fracture (vii)  $\gamma$ -RD, (viii)  $\alpha'$ -RD. (online color)

因と考えられている[46]. 一方、冷間圧延された Fe-Ni-Al-C の転位密度は、焼鈍された超微細結晶粒材料よりも著しく高いであろう。さらに強塑性変形は、特有の格子欠陥[47,48], 偏析[49], 相変態[50,51], 溶質原子の再配列[52]を生じさせ、機械的・機能的特性に影響を及ぼすことが報告されている。Fe-Ni-Al-C 冷間圧延材の組織は非常に微細かつ複雑であるため、このような組織が不連続降伏に及ぼす影響について、今後さらなる検討が必要である。

最後に、変形に対する  $\gamma$  安定性は温度によって変化するため、温度の影響は非常に重要である。Zang ら[6] は Fe-7Mn-0.14C-0.2Si の変形挙動に及ぼす試験温度の影響を  $-80 \sim 120^\circ\text{C}$  の範囲で報告しており、Miyazaki ら[7] も試験温度の影響を  $-30 \sim 90^\circ\text{C}$  の範囲で報告している。実用的な意味では、機械的・機能的特性は室温での使用に最適化されるべきであり、 $\gamma$  安定性は変形温度に影響されないように調整されるべきである。最近、92% 冷間圧延した Fe-17.8Cr-11.1Ni-2.52Mo-0.86Mn-0.18N は、 $-196^\circ\text{C}$  で降伏強度 2.2GPa、破断伸び 50% を示し、大きなリューダースひずみを伴うことが報告されている[53]。この試料は室温で高い強度と大きなリューダースひ

ずみを示さないが[54]、合金組成とプロセス条件を最適に制御することで、Fe-Cr-Ni 系鋼の室温での機械的・機能的特性を改善できる可能性がある。

## 5. 結 論

本論文では、大きなリューダースひずみを伴う変形挙動を示す、強冷間加工を施した Fe-Ni-Al-C 系高強度鋼、Fe-Mn 系高強度鋼、Fe-Cr-Ni 系高強度鋼に関する報告例をまとめるとともに、3 鋼種の中で最も強度-延性バランスが優れている Fe-Ni-Al-C 系合金のリューダース型変形挙動と機械的・機能的特性に及ぼす合金組成と冷間圧延率の影響について、著者らによる最新の実験結果を示した。変形挙動に及ぼす様々な要因の影響について考察した結果を以下にまとめる。

(1) 高強度鋼の機械的・機能的性質やリューダース型バンドの伝播挙動に及ぼす合金組成や冷間加工条件の影響に関する報告は限られている。しかし、 $\gamma$  相の相安定性がリューダースひずみの大きさに影響することは報告されているが、高強度・高延性を達成するための組織制御の指針は現在の

ところ不明である。

- (2) Fe-Ni-Al-C 鋼では、アルミニウム量が多いほど強度が増加し、延性が低下する。アルミニウムの添加は、ニッケルを多く含む第2相である B2 相の体積分率を増加させ、母相の  $\gamma$  相安定性を低下させ、冷間圧延および引張変形中に  $\gamma$  から  $\alpha'$  への変態を加速する。 $\gamma$  相の安定性がリユードースひずみに影響することが確認された。
- (3) 圧下率が高いほどリユードースひずみが増加する。80% の強冷間圧延では、公称ひずみの 25% までリユードースひずみが継続的に生じる。この大きなリユードースひずみは、リユードース型バンドが複数回繰り返し伝播することによって達成される。

本研究成果は、池谷科学技術振興財団の助成を受けたものである。

## 文 献

- [1] T. Furuta, S. Kuramoto, T. Ohsuna, K. Oh-ishi and K. Horibuchi: Die-hard plastic deformation behavior in an ultrahigh-strength Fe-Ni-Al-C alloy, *Scr. Mater.* **101** (2015) 87-90.
- [2] K. Edalati, T. Furuta, T. Daio, S. Kuramoto and Z. Horita: High Strength and High Uniform Ductility in a Severely Deformed Iron Alloy by Lattice Softening and Multimodal-structure Formation, *Mater. Res. Lett.* **3** (2015) 197-202.
- [3] X.G. Wang, L. Wang and M.X. Huang: In-situ evaluation of Lüders band associated with martensitic transformation in a medium Mn transformation-induced plasticity steel, *Mater. Sci. Eng. A* **674** (2016) 59-63.
- [4] Y. Ma, M. Yang, P. Jiang, F. Yuan and X. Wu: Plastic deformation mechanisms in a severely deformed Fe-Ni-Al-C alloy with superior tensile properties, *Sci. Rep.* **7** (2017) 15619.
- [5] B.B. He, B. Hu, H.W. Yen, G.J. Cheng, Z.K. Wang, H.W. Luo and M.X. Huang: High dislocation density-induced large ductility in deformed and partitioned steels, *Science* **357** (2017) 1029-1032.
- [6] Y. Zhang, L. Wang, K.O. Findley and J.G. Speer: Influence of Temperature and Grain Size on Austenite Stability in Medium Manganese Steels, *Metall. Mater. Trans. A* **48** (2017) 2140-2149.
- [7] I. Miyazaki, T. Furuta, K. Oh-ishi, T. Nakagaki, S. Kuramoto, A. Shibata and N. Tsuji: Overcoming the strength-ductility trade-off via the formation of a thermally stable and plastically unstable austenitic phase in cold-worked steel, *Mater. Sci. Eng. A* **721** (2018) 74-80.
- [8] S. Gao, Y. Bai, R. Zheng, Y. Tian, W. Mao, A. Shibata and N. Tsuji: Mechanism of huge Lüders-type deformation in ultrafine grained austenitic stainless steel, *Scr. Mater.* **159** (2019) 28-32.
- [9] Y. Hosoya, Y. Matsumura, Y. Tomota, Y. Onuki and S. Harjo: Mechanism of Improved Ductility of 1500 MPa-class Ultra-high Strength Cold-rolled Steel Sheet Produced by Rolling and Partitioning Method, *ISIJ Int.* **60** (2020) 2097-2106.
- [10] M. Koyama, T. Yamashita, S. Morooka, T. Sawaguchi, Z. Yang, T. Hojo, T. Kawasaki and S. Harjo: Microstructure and Plasticity Evolution During Lüders Deformation in an Fe-5Mn-0.1C Medium-Mn Steel, *ISIJ Int.* **62** (2022) 2036-2042.
- [11] M. Koyama, T. Yamashita, S. Morooka, Z. Yang, R.S. Varanasi, T. Hojo, T. Kawasaki and S. Harjo: Hierarchical Deformation Heterogeneity during Lüders Band Propagation in an Fe-5Mn-0.1C Medium Mn Steel Clarified through *in situ* Scanning Electron Microscopy, *ISIJ Int.* **62** (2022) 2043-2053.
- [12] H. Du, Y. Gong, Y. Xu, Q. Zeng, L. Xiong, Y. Li, Y. Nie, J. Wang and X. Jin: Obtaining Ultrastrong and Ductile Steel with Hierarchical Lamellar Duplex Phase Microstructure by Two-Stage Martensitic Transformation Mechanism, *Metall. Mater. Trans. A* **53** (2022) 1613-1629.
- [13] S. Kuramoto and T. Furuta: Severe Plastic Deformation to Achieve High Strength and High Ductility in Fe-Ni Based Alloys with Lattice Softening, *Mater. Trans.* **60** (2019) 1116-1122.
- [14] T. Saito *et al.*: Multifunctional Alloys Obtained via a Dislocation-Free Plastic Deformation Mechanism, *Science* **300** (2003) 464-467.
- [15] S. Kuramoto, T. Furuta, J.H. Hwang, K. Nishino and T. Saito: Plastic deformation in a multifunctional Ti-Nb-Ta-Zr-O alloy, *Metall. Mater. Trans. A* **37** (2006) 657-662.
- [16] T. Furuta, S. Kuramoto, J.W. Morris, Jr., N. Nagasako, E. Withey and D.C. Chrzan: The mechanism of strength and deformation in Gum Metal, *Scr. Mater.* **68** (2013) 767-772.
- [17] M. Hara, Y. Shimizu, T. Yano, N. Takesue, T. Furuta and S. Kuramoto: Mechanical anisotropy and ideal strength in a multifunctional Ti-Nb-Ta-Zr-O alloy (Gum Metal), *Int. J. Mater. Res.* **100** (2009) 345-348.
- [18] S. Kuramoto, T. Furuta, N. Nagasako and Z. Horita: Lattice softening for producing ultrahigh strength of iron base nanocrystalline alloy, *Appl. Phys. Lett.* **95** (2009) 211901.
- [19] K. Edalati, S. Toh, T. Furuta, S. Kuramoto, M. Watanabe and Z. Horita: Development of ultrahigh strength and high ductility in nanostructured iron alloys with lattice softening and nanotwins, *Scr. Mater.* **67** (2012) 511-514.
- [20] Y. Zhang and H. Ding: Ultrafine also can be ductile: On the essence of Lüders band elongation in ultrafine-grained medium manganese steel, *Mater. Sci. Eng. A* **733** (2018) 220-223.
- [21] X.G. Wang, C.H. Liu, B.B. He, C. Jiang and M.X. Huang: Microscopic strain partitioning in Lüders band of an ultrafine-grained medium Mn steel, *Mater. Sci. Eng. A* **761** (2019) 138050.
- [22] B. Sun, Y. Ma, N. Vanderesse, R.S. Varanasi, W. Song, P. Bocher, D. Ponge and D. Raabe: Macroscopic to nanoscopic *in situ* investigation on yielding mechanisms in ultrafine grained medium Mn steels: Role of the austenite-ferrite interface, *Acta Mater.* **178** (2019) 10-25.
- [23] Y. Ma, B. Sun, A. Schökel, W. Song, D. Pong, D. Raabe and W. Bleck: Phase boundary segregation-induced strengthening and discontinuous yielding in ultrafine-grained duplex medium-Mn steels, *Acta Mater.* **200** (2020) 389-403.
- [24] C.Y. Hung, Y. Bai, N. Tsuji and M. Murayama: Grain size altering yielding mechanisms in ultrafine grained high-Mn austenitic steel: Advanced TEM investigations, *J. Mater. Sci. Technol.* **86** (2021) 192-203.
- [25] R.S. Varanasi, S. Zaefferer, B. Sun and D. Ponge: Localized deformation inside the Lüders front of a medium manganese steel, *Mater. Sci. Eng. A* **824** (2021) 141816.
- [26] C. Lei, X. Li, X. Deng, Z. Wang and G. Wang: Deformation mechanism and ductile fracture behavior in high strength high ductility nano/ultrafine grained Fe-17Cr-6Ni austenitic steel, *Mater. Sci. Eng. A* **709** (2018) 72-81.
- [27] G. Sun, J. Liu and Y. Zhu: Heterostructure alleviates Lüders deformation of ultrafine-grained stainless steels, *Mater. Sci. Eng. A* **848** (2022) 143393.
- [28] H. Du, Y. Gong, T. Liang, Y. Li, Y. Xu, X. Lu, Q. Zeng and X. Jin: Enhancement of Impact Toughness *Via* Tailoring Deformation Compatibility of Constituent Phases in Duplex Q&P Steel with Excellent Strength and Ductility, *Metall. Mater. Trans. A* **51** (2020) 2097-2117.
- [29] H. Du, Y. Gong, Z. Li, X. Lu and X. Jin: Investigation into Competitive Mechanism of Carbon Partitioning and Pseudospinodal Decomposition of Supersaturated Martensite in Q&P Steel Containing High Silicon, *Metall. Mater. Trans. A* **52** (2021) 2123-2130.
- [30] H. Du, Y. Gong, Q. Zeng, Y. Li, N. Min and X. Jin: Interpretation of Dynamic Strain Aging in an Inter-critical Annealed Steel by Dislocation Multiplication Induced by Martensitic Transformation, *Metall. Mater. Trans. A* **52** (2021) 5258-5273.
- [31] H. Du, Y. Gong, B. Liu, Y. Xu, Y. Li and X. Jin: Discontinuous Yielding Mechanisms in Tempered Hierarchical Duplex Phase Steel with High-Density Dislocations, *Metall. Mater. Trans. A* **53** (2022) 2331-2337.
- [32] T. Furuta, I. Miyazaki, K. Oh-ishi, S. Kuramoto, A. Shibata and N. Tsuji: Characterization of cold-rolled heterogeneous microstructure formed by multimodal deformation in an Fe-Ni-Al-C alloy with lattice softening, *Mater. Des.* **153** (2018) 166-176.
- [33] V.S. Ananthan and E.O. Hall: Macroscopic aspects of Lüders band deformation in mild steel, *Acta Metall. Mater.* **39** (1991) 3153-3160.
- [34] J. Han, S.H. Kang, S.J. Lee and Y.K. Lee: Fabrication of bimodal-grained Al-free medium Mn steel by double intercritical annealing and its tensile properties, *J. Alloy. Compd.* **681** (2016) 580-588.
- [35] H.X. Li, S. Gao, Y. Tomota, S. Li, N. Tsuji and T. Ohmura: Mechanical response of dislocation interaction with grain boundary in ultrafine-grained interstitial-free steel, *Acta Mater.* **206** (2021) 116621.
- [36] D.H. Johnson, M.R. Edwards and P. Chard-Tuckey: Microstructural effects on the magnitude of Lüders strains in a low alloy steel, *Mater. Sci. Eng. A* **625** (2015) 36-45.
- [37] H. Sumitomo: Investigation of the Development of Cold-rolling and Annealing Textures in SUS304 Austenitic Stainless Steel, *Tetsu-to-Hagané* **77** (1991) 558-565 (in Japanese).

- [38] S. Gao, M. Chen, S. Chen, N. Kamikawa, A. Shibata and N. Tsuji: Yielding Behavior and Its Effect on Uniform Elongation of Fine Grained IF Steel, *Mater. Trans.* **55**(2014)73-77.
- [39] F. Pöhl: Pop-in behavior and elastic-to-plastic transition of polycrystalline pure iron during sharp nanoindentation, *Sci. Rep.* **9** (2019)15350.
- [40] X.H. An, S.D. Wu, Z.F. Zhang, R.B. Figueiredo, N. Gao and T.G. Langdon: Enhanced strength–ductility synergy in nanostructured Cu and Cu–Al alloys processed by high-pressure torsion and subsequent annealing, *Scr. Mater.* **66** (2012)227-230.
- [41] Y.Z. Tian, S. Gao, L.J. Zhao, S. Lu, R. Pippan, Z.F. Zhang and N. Tsuji: Remarkable transitions of yield behavior and Lüders deformation in pure Cu by changing grain sizes, *Scr. Mater.* **142** (2018)88-91.
- [42] N. Kamikawa, X. Huang, N. Tsuji and N. Hansen: Strengthening mechanisms in nanostructured high-purity aluminium deformed to high strain and annealed, *Acta Mater.* **57**(2009)4198-4208.
- [43] Z. Li, L. Fu, B. Fu and A. Shan: Yield point elongation in fine-grained titanium, *Mater. Lett.* **96** (2013)1-4.
- [44] D. Drozdenko, K. Fekete, P. Dobron, M. Knapek, K. Máthis, P. Minárik, M. Yamasaki and Y. Kawamura: The yield point phenomenon in ultrafine-grained dilute Mg-Zn-Y alloys, *Mater. Lett.* **330** (2023)133315.
- [45] C.X. Huang, G. Yang, C. Wang, Z.F. Zhang and S.D. Wu: Mechanical Behaviors of Ultrafine-Grained 301 Austenitic Stainless Steel Produced by Equal-Channel Angular Pressing, *Metall. Mater. Trans. A* **42** (2011)2061-2071.
- [46] X. Huang, N. Hansen and N. Tsuji: Hardening by Annealing and Softening by Deformation in Nanostructured Metals, *Science* **312** (2006)249-251.
- [47] H. Miura, Y. Iwama and M. Kobayashi: Comparisons of Microstructures and Mechanical Properties of Heterogeneous Nano-Structure Induced by Heavy Cold Rolling and Ultrafine-Grained Structure by Multi-Directional Forging of Cu–Al Alloy, *Mater. Trans.* **60**(2019)1111-1115.
- [48] J. Gubicza: Lattice Defects and Their Influence on the Mechanical Properties of Bulk Materials Processed by Severe Plastic Deformation, *Mater. Trans.* **60**(2019)1230-1242.
- [49] X. Sauvage, A. Duchaussoy and G. Zaher: Strain Induced Segregations in Severely Deformed Materials, *Mater. Trans.* **60** (2019)1151-1158.
- [50] K. Edalati: Metallurgical Alchemy by Ultra-Severe Plastic Deformation via High-Pressure Torsion Process, *Mater. Trans.* **60** (2019)1221-1229.
- [51] A. Bachmaier and R. Pippan: High-Pressure Torsion Deformation Induced Phase Transformations and Formations: New Material Combinations and Advanced Properties, *Mater. Trans.* **60**(2019)1256-1269.
- [52] V.I. Levitas: High-Pressure Phase Transformations under Severe Plastic Deformation by Torsion in Rotational Anvils, *Mater. Trans.* **60** (2019)1294-1301.
- [53] C. Watanabe, H. Jiang, Y. Aoyagi, Y. Todaka, M. Kobayashi and H. Miura: Collected Abstracts of the 2019 Autumn Meeting of the Japan Inst. Metals, (2019)pp.121 (in Japanese).
- [54] C. Watanabe, S. Kobayashi, Y. Aoyagi, Y. Todaka, M. Kobayashi, N. Sugiura, N. Yoshinaga and H. Miura: Heterogeneous Nano-structure and Its Evolution in Heavily Cold-rolled SUS316LN Stainless Steels, *Tetsu-to-Hagané* **105**(2019)254 -261 (in Japanese).