

転がり接触における残留オーステナイトの加工誘起マルテンサイト変態挙動^{*1}

Deformation-Induced Martensitic Transformation Behavior of Retained Austenite during Rolling Contact

金谷康平 K. KANETANI 諸永 拓 T. MORONAGA 原 徹 T. HARA 潮田浩作 K. USHIODA

The deformation-induced martensitic transformation is a very effective phenomenon that improves mechanical properties of steels, and well known to be beneficial also in rolling contact fatigue (RCF) of bearings. In the present study, the characteristics of the deformation-induced martensitic transformation in the case of RCF of carburized, quenched and tempered SAE4320 steel were investigated in detail using a scanning electron microscopy - electron backscattering diffraction and an automated crystal orientation mapping - transmission electron microscopy. These analyses clarified that the extremely fine deformation-induced martensites as small as several tens of nm were formed with different variants within an austenite grain in the case of RCF, and the martensites were speculated to have the Kurdjumov-Sachs or the Nishiyama-Wasserman relationship with retained austenite. Furthermore, the deformation-induced martensites were formed preferentially within the retained austenite grains, not from the interface between tempered martensite and retained austenite. Therefore, it was suggested that the deformation-induced martensites in RCF were formed from some localized regions that were plastically introduced within the retained austenite grains.

Key Words: rolling bearing, rolling contact fatigue (RCF), retained austenite, deformation-induced martensitic transformation

1. はじめに

準安定オーステナイト (γ) を含む鋼を加工すると、オーステナイトがマルテンサイト (α') に加工誘起変態し、大きな塑性を示すことが知られている。加工誘起マルテンサイトは M_s 点以上の温度でオーステナイトを加工した場合に発生するが、その変態挙動はオーステナイトの固溶炭素量などの化学成分 (すなわち M_s 点や積層欠陥エネルギー)^{1) - 7)}、結晶粒径^{7) - 11)}、存在形態^{12) - 14)}、結晶方位^{15) 16)}などの組織因子以外に、応力状態¹⁷⁾や加工温度^{18) - 20)}にも大きく依存する。変態機構は主に加工温度によって変化し、 M_s 点の直上では、オーステナイトの弾性変形中に、通常の冷却マルテンサイトと同様の核生成サイト (例えば結晶粒界) から、応力に支援されてマルテンサイト変態が生じる。一方、マルテンサイト変態に必要な力学的駆動力は温度の上昇に伴い大きくなるため、 M_s^g (マルテンサイト変態開始応力とオーステナイトの降伏応力が等しくなる温度) より

高温では、まずオーステナイトが塑性変形し、これによって生じた局所的な不均一変形領域 (すべり帯、せん断帯、変形双晶など) やこれらの交差部が核生成サイトとなり、マルテンサイトへの変態が生じる。前者を応力誘起マルテンサイト変態、後者をひずみ誘起マルテンサイト変態と呼ぶ²¹⁾。なお、塑性変形域でのメカニズムについては議論が続いており²²⁾、塑性変形によって導入される変形双晶²³⁾ やすべり帯^{24) 25)} の交差部に応力が集中することによってマルテンサイト変態が生じる、応力誘起説も提唱されている。いずれにしても、加工誘起マルテンサイトは鋼の機械的特性の向上に大きく寄与する。これを活用し、強度-延性バランスを向上させた鋼が TRIP (transformation induced plasticity) 鋼であり、1960年代に Zackay ら²⁶⁾によって高合金の TRIP 鋼が考案されて以来、近年では実用性を考慮した低合金 TRIP 鋼まで盛んに開発が行われている。加工誘起マルテンサイトの組織的な特徴は、特にオーステナイト単相の高合金 TRIP 鋼を中心に研究が行われてきた。例えば Fe-Ni 系合金を用いて調査した結果^{19) 20)}によると、 M_s 点直上で引張変形させたときの加工誘起マルテンサ

*1 本報は、鉄と鋼 第106巻 第12号 (2020) 953-960を転載、一部改変した。

イトは mid-rib が存在する典型的なレンズ状マルテンサイトであるが、より高温で引張変形させたときの加工誘起マルテンサイトは、athermal なマルテンサイトとは変態機構が明確に異なり、mid-rib や変態双晶が存在せず、極めて微細な butterfly 状のマルテンサイトとなっている。一方、積層欠陥エネルギーが低い Fe-Cr-Ni 合金やオーステナイト系ステンレスを変形させると、まず先行して hcp の ϵ マルテンサイトが生成し、この ϵ 相を核として bcc の α' マルテンサイトが生成する場合^{19) 27) 28)} や、すべり帯を核として α' マルテンサイトが生成する場合^{24) 25)} がある。Fe-Ni-Co-Ti 合金を用いた研究²⁹⁾ では、予めサブゼロ処理によって薄板状マルテンサイトを生成させておくと、これを核にして加工誘起マルテンサイトが成長するが、 M_s 点直上では薄板状の形状を保ったまま成長する一方、加工温度が高温になるとレンズ状に成長し、形態を変えることが報告されている。さらに、一般的なマルテンサイト変態の特徴の一つに、オーステナイト母相と決まった結晶方位関係をもつことが知られており、鉄合金の場合のオーステナイト母相とマルテンサイトの結晶方位関係は K-S (Kurdjumov-Sachs) 関係 ($(111)_\gamma // (011)_\alpha$, $[\bar{1}01]_\gamma // [\bar{1}\bar{1}1]_\alpha$) や N-W (Nishiyama-Wasserman) 関係 ($(111)_\gamma // (011)_\alpha$, $[11\bar{2}]_\gamma // [01\bar{1}]_\alpha$) が報告されている³⁰⁾。加工誘起マルテンサイトにおいては、報告例は少ないものの、形成機構によらず K-S 関係に近い方位であることが確認されている^{15) 19)}。

ところで、オーステナイトは TRIP 効果による強度特性の向上のみならず、様々なモードの疲労特性を向上させる組織としても有効であることが報告されている^{31) - 36)}。特に転がり軸受は、その軌道輪や転動体に焼入れ焼戻しした鋼が用いられており、ミクロ組織には焼戻しマルテンサイトやセメントタイトとともに残留オーステナイトが含まれるため、この残留オーステナイトが転動疲労寿命に及ぼす影響について数々の研究が行われてきた^{37) - 50)}。これらによると、転動疲労 (RCF: rolling contact fatigue) に対して残留オーステナイトは有効な組織として作用し、その原理として残留オーステナイトの加工誘起マルテンサイト変態に言及している例が多い。TRIP 鋼と同じく、内部き裂先端の応力集中部に加工誘起マルテンサイト変態が生じることによるき裂の進展を抑制する効果³⁷⁾ 以外にも、新たなマルテンサイトの生成による焼戻しマルテンサイトの分解の遅延^{37) 38)} や、残留圧縮応力の付与^{39) 40)} などの可能性が報告され

ている。ところが、これらの先行研究では、転動疲労後の硬さや残留応力の変化から残留オーステナイトの加工誘起変態の発現を推測しており、直接的に加工誘起マルテンサイトの存在を観察した結果は限定される。これは、主に焼入れ焼戻しした高炭素クロム軸受鋼を用いた研究が行われてきたため、組織が非常に微細であり、なおかつ残留オーステナイト量が 10% 程度と少ないことや、転動中の応力状態が複雑であることが一因と思われる。また、比較的残留オーステナイトを多く含む、浸炭焼入れ焼戻しした低炭素鋼を用いて加工誘起マルテンサイトの観察が行われた例も存在するが^{39) 48)}、組織の形状やマルテンサイト変態の特徴であるオーステナイト母相との結晶方位関係は明らかにされていない。このように、残留オーステナイトが転動疲労寿命を向上させるという結果に対して、その根拠となる加工誘起マルテンサイト変態の現象を直接捉えることができておらず、高合金 TRIP 鋼の研究と比較して依然不明な点が多い。

本研究では、転がり接触において発生する加工誘起マルテンサイトの組織的特徴を明らかにし、発生メカニズムを考察することを目的とした。組織解析には、電界放出型走査電子顕微鏡 (FE-SEM: field emission - scanning electron microscopy) を用いた電子線後方散乱回折 (EBSD: electron backscattering diffraction) による結晶方位解析、および透過型電子顕微鏡 (TEM: transmission electron microscopy) を用いたナノビームプリセッション電子回折法による微細組織の結晶方位解析 (ACOM-TEM: automated crystal orientation mapping - TEM) を行い、加工誘起マルテンサイトの組織形態およびオーステナイト母相との結晶方位関係を明らかにした。

2. 実験方法

2.1 試料

試料には、転がり軸受に標準的に用いられる材料の中で、オーステナイト安定化元素である Ni の含有量が多く、浸炭焼入れによって残留オーステナイトが容易に得られる SAE4320 鋼を使用した。化学成分を表 1 に示す。実機製造された直径 26mm の熱間圧延棒鋼を切削加工し、熱処理を施した後、研削により直径 20mm、幅 36mm の円柱形状に仕上げた。熱処理は浸炭焼入れ焼戻しを施した。浸炭は、960℃ の浸炭雰囲気中で 26h 保持することで、表層の炭素濃度が約 1.1% になるように

調整した。続いて、820℃で70min均熱した後に80℃の油で焼入れし、180℃で2h保持することで焼戻しを行った。これによって得られる表層のマイクロ組織は、後述するSEM-EBSDの測定結果から α 相、 γ 相、セメントタイトであり、 α 相は焼戻しマルテンサイト、 γ 相は残留オーステナイトに対応する。

表1 供試材の化学成分 (mass%)
Chemical composition of steel used (mass%)

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	O
0.20	0.19	0.55	0.018	0.006	0.10	1.70	0.53	0.21	0.0009

2.2 転動疲労試験

転動疲労試験に用いた試験機の概略を図1に示す。三つの従動ロールに支持された二つの高炭素クロム軸受鋼製鋼球（直径31.75mm）と試料を表2に示す条件で転がり接触させた。転がり接触による直交せん断応力が最大になる深さ (z_0) は、転がり接触面から0.24mm深さの位置である。転動疲労による組織変化は、直交せん断応力の影響を受けるため、深さ z_0 で最も顕著に生じる⁴⁸⁾。この組織変化が生じる応力繰返し数 3.7×10^6 回で試験を停止し、試験機から試料を取り出して組織解析と結晶方位解析に供した。

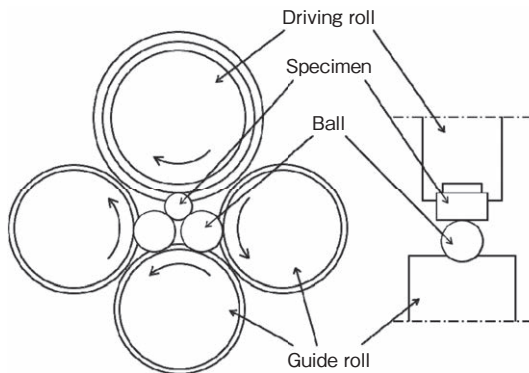


図1 ラジアル型転動疲労試験機

Schematic of the radial type rolling contact fatigue test machine

表2 転動疲労試験条件
Rolling contact fatigue test conditions

Contact condition	Herzian maximum pressure	5.8GPa
	Maximum orthogonal shear stress (depth z_0)	1.4GPa (0.24mm)
Loading speed		285Hz
Lubricant		Mineral oil (ISO-VG100)
Operating temperature		60 ± 5℃

2.3 組織解析と結晶方位解析

未試験試料（転動疲労前）と応力繰返し数 3.7×10^6 回の転動疲労試験を行った試料（転動疲労後）について、SEM-EBSD測定を行った。SEM-EBSDに用いた断面観察試料は、転がり接触面から深さ z_0 の位置で、転がり接触面と平行な断面（後述するNDに垂直な断面）を1 μ mのダイヤモンドでバフ研磨した後、コロイダルシリカを用いて鏡面研磨することで作製した。測定はFE-SEM（日本電子製JSM-7100F）に付設したEBSDデータ収集システム（TSL製OIM）により、加速電圧15kV、ワーキングディスタンス15mm、ステップサイズ40nmもしくは10nmの条件で行った。ステップサイズ以下の大きさの微細粒が存在する場合には菊池図形が不明瞭になり、測定精度が悪化するため、精度が低い測定点はデータ処理において解析対象から除外した。

転動疲労後の微細組織についてさらに詳細な解析を行うため、ACOM-TEM測定を行った。測定に使用した薄膜試料は、集束イオンビーム（FIB: focused ion beam）法を用いて作製した場合、試料調製中に残留オーステナイトが変態することを事前に確認した。したがって、試料は、精密切断機を用いてSEM-EBSD用試料と同様の断面を含む薄板試料を切り出した後、試料調製中の残留オーステナイトの変態を抑制するため、液温10℃の10%過塩素酸-90%エタノール混合液を使用したツインジェット電解研磨によって作製した。その後、ACOM-TEMに適した平滑な表面を得るために低加速にてArイオンミリングを行った。測定はTEM（日本電子製JEM-2800）に付設したASTAR（NanoMEGAS製）を用い、加速電圧200kV、プリセッション角0.5°、ステップサイズ2nmの条件にて実施した。

3. 実験結果

3.1 SEM-EBSDによる組織解析および結晶方位解析

転動疲労前および転動疲労後のマイクロ組織の状態を確認するため、SEM-EBSDによる相分布の解析を行った。測定範囲は16 μ m × 32 μ m、ステップサイズは40nmとした。図2にIQ (image quality) マップとphaseマップを重ね合わせた結果を示す。試料の転がり方向をRD (rolling direction)、転がり面横断方向をTD (transverse direction)、転がり面法線方向をND

(normal direction) とし、**図2**中に明記している。転がり接触時の荷重（鋼球）の移動方向はRDと反対方向である。**図2(a)**より、転動疲労前は焼戻しマルテンサイトに対応する α 相と、残留オーステナイトに対応する γ 相、およびセメンタイトが確認できる。次に、**図2(b)**より、転動疲労後はセメンタイトの状態には変化がないものの、焼戻しマルテンサイトの微細化と残留オーステナイトの減少が認められる。これは既報⁴⁹⁾と同様の結果であるものの、観察断面の違いから、既報で確認されたWB (white band) に対応する微小な伸長組織は認められていない。また、転動疲労によって残留オーステナイト量が減少することは、従来の研究^{40) 48) 50) 51)}で行われたX線回折による定量測定の結果と同様である。これらのX線回折やSEM-EBSDの結果から、転がり接触によって残留オーステナイトがマルテンサイトに加工誘起変態している可能性が示唆される。しかしながら、これに対応する α 相の増加を確認することができず、残留オーステナイトの加工誘起変態によるマルテンサイトの生成を断定することはできなかった。

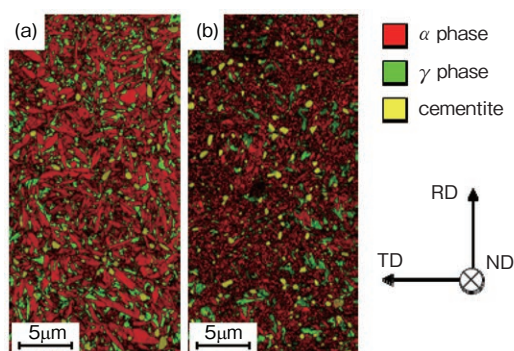


図2 SEM-EBSD測定で得られた深さ z_0 位置での結晶相マップ
Phase maps obtained using SEM-EBSD at z_0 depth
(a) Before RCF (b) 3.7×10^6 cycles

転がり接触中に加工誘起変態によって生成するマルテンサイトの形態はこれまで明らかにされていない。そのため極めて微細な形で存在しており、前述の測定ではEBSDパターンが得られなかった可能性が考えられる。そこで、微細な加工誘起マルテンサイトを観察する目的で、任意の残留オーステナイト粒を中心にしてステップサイズ10nmでEBSDの測定を行った。転動疲労前の組織のIQ + phaseマップとIPF (inverse pole figure) マップを**図3**に示す。**図3(a)**より、残留オーステナイトの周囲には焼戻しマルテンサイトが存在して

いる。また、**図3(b)**より、残留オーステナイトと焼戻しマルテンサイトは μm オーダの大きさの粒であることがわかる。高炭素マルテンサイトであるため、焼戻しマルテンサイトの内部には変態双晶などの微細構造をもつ可能性があるが、今回のEBSDによる測定では確認されなかった。次に、転動疲労後の組織について得られた結果を**図4**に示す。本結果を**図3**と比較することで転動疲労による組織変化の様子を確認することができる。残留オーステナイトの周囲に存在する焼戻しマルテンサイトに着目すると、転がり接触によって大きさはサブミクロン程度まで微細化されており、さらに個々が様々な結晶方位を有していることがわかる。同様の結果がTEMを用いた組織観察でも得られており、転がり接触に伴う塑性ひずみの導入によって、焼戻しマルテンサイトの内部に転位セルが形成され、ランダム方位をもつ微細粒が生成することが報告されている⁵²⁾。一方で、残留オーステナイトは μm オーダの大きさを維持しており、焼戻しマルテンサイトと比較して微細化されていないといえる。しかしながら、残留オーステナイト粒の内部には、転動疲労前には存在しなかった、周囲の焼戻しマルテンサイトよりもさらに微細な α 相が確認できる。このような微細 α 相は、転がり接触によって残留オーステナイトから生成した加工誘起マルテンサイトであると推測される。

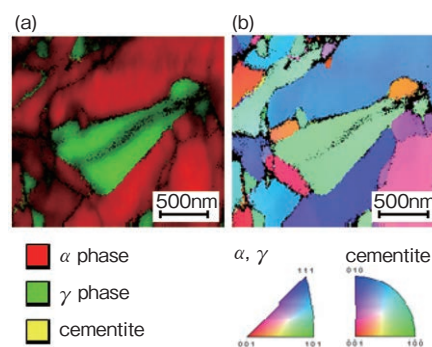


図3 深さ z_0 位置の残留オーステナイトを中心として得られたSEM-EBSD測定結果（転動疲労前）
SEM-EBSD results centered on retained austenite at z_0 depth before RCF
(a) Phase map overlaid on IQ map (b) IPF map

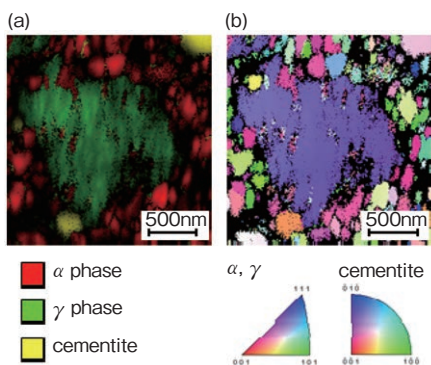


図4 深さ z_0 位置の残留オーステナイトを中心として得られた SEM-EBSD 測定結果 (転動疲労後)
SEM-EBSD results centered on retained austenite at z_0 depth after RCF
(a) Phase map overlaid on IQ map (b) IPF map

3.2 ACOM-TEM による組織解析および結晶方位解析

SEM-EBSD で得られた加工誘起マルテンサイトの形態をさらに詳細に明らかにするため、ACOM-TEM 解析を行った。ACOM-TEM は、数 nm に絞った電子プローブを試料に照射した際の電子回折図形から結晶情報を得るため、SEM-EBSD よりも空間分解能が 1 桁程度高い。結果を図 5 に示す。図 5(a) の明視野像において、残留オーステナイトと加工誘起マルテンサイトの混合組織と考えられる、周囲の組織と比較して平坦な組織⁴⁸⁾が確認された。実際に、図 5(b) に示す相分布解析の結果より、平坦組織は残留オーステナイトを母相として、その内部に微細な加工誘起マルテンサイトが存在する組織であることがわかる。さらに、図 5(c) の IPF マップより、残留オーステナイトはほとんど方位変化のない一定の結晶方位をもつ単一の粒であり、その内部に存在する加工誘起マルテンサイトは個々が異なる結晶方位をもつ粒であることがわかる。ACOM-TEM で測定された加工誘起マルテンサイトのサイズを定量的に評価することは困難であるものの、5 ピクセル以下のサイズのものも存在し、最も小さいものは数 nm 程度であると推測できる。以上の結果から、ACOM-TEM を用いることで微細な加工誘起マルテンサイトの存在が明らかになった。以上の SEM-EBSD と ACOM-TEM の解析結果から得られる残留オーステナイトと加工誘起マルテンサイトの結晶方位関係を、次章で明らかにする。

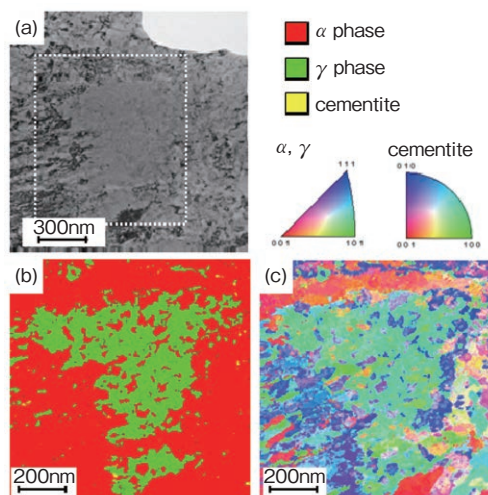


図5 深さ z_0 位置の残留オーステナイトを中心として得られた ACOM-TEM 測定結果 (転動疲労後)
ACOM-TEM results centered on retained austenite at z_0 depth after RCF.
(a) TEM bright field image (b) Phase map (c) IPF map
(b)(c) were measured in the white dotted line area of (a)

4. 考察

4.1 オーステナイト母相と加工誘起マルテンサイトの結晶方位関係

緒言で述べたように、マルテンサイトはオーステナイト母相と K-S 関係や N-W 関係の結晶方位関係をもって発生する³⁰⁾。加工誘起マルテンサイト変態では K-S 関係が確認されているが^{15), 19)}、転がり接触中の加工誘起マルテンサイト変態については報告例がなく、未だ明確ではないと思われる。いずれにしても、マルテンサイト変態であれば、実際には数度のずれは生じるものの、これらのいずれかの関係を満足すると考えられる。そこで、転がり接触によって生成した加工誘起マルテンサイトと母相の残留オーステナイトとの結晶方位関係を調査した。調査は、図 4 (SEM-EBSD) と図 5 (ACOM-TEM) の結果から単一の残留オーステナイトと考えられる範囲を抽出した後、 γ の $\langle 001 \rangle$ 方位がステレオ投影図上の基底軸となるように結晶回転の操作を行い、 $\{001\}_\alpha$ 正極点図を求めることを行った。その結果を図 6 に示す。図 6(a)-(c) は SEM-EBSD、図 6(d)-(f) は ACOM-TEM の結果であり、それぞれ図 6(a)(d) は IPF マップ、図 6(b)(e) は $\{001\}_\gamma$ 正極点図、図 6(c)(f) は $\{001\}_\alpha$ 正極点図である。図 6(c) より、SEM-EBSD の場合は測定点数が少ないものの、加工誘起マルテンサイトが複数のバリエーションから構成されていることがわかる。K-S 関係に

は 24 種類のバリエントが、N-W 関係には 12 種類のバリエントが存在するため、これらのバリエントの一部が発生していると考えられる。測定点数が多い ACOM-TEM の結果 (図 6 (f)) においても、結晶方位のばらつきが大きいものの、同様に K-S 関係もしくは N-W 関係に近いバリエントが発生していると推測される。ACOM-TEM では電子回折図形を用いて方位解析を行うため、菊池図形を用いる SEM-EBSD より方位解析精度が悪いことや、マルテンサイトが微細なため、残留オーステナイトの回折図形が重畳して解析精度が低下していることが、上記のような結晶方位精度の低下につながる可能性があることを考慮する必要がある。以上のように、SEM-EBSD では微細な加工誘起マルテンサイトが検出されないため測定点数は少ないものの、残留オーステナイト母相に対して K-S 関係もしくは N-W 関係をもつマルテンサイトが確認され、転がり接触中に新たに生成した加工誘起マルテンサイトであることが示された。さらに、ACOM-TEM の結果から、結晶方位精度は高くないものの同様の結晶方位関係が確認され、nm オーダの微細 α 粒が加工誘起マルテンサイトであることが裏付けられた。なお、K-S 関係と N-W 関係はバリエント面の方位差が 5.3° しかなく、実験的にこれらの違いを区別するのは困難であるといわれており、本研究でも明確にすることはできなかつたため、理論的な根拠とあわせてさらに議論を重ねる必要がある。

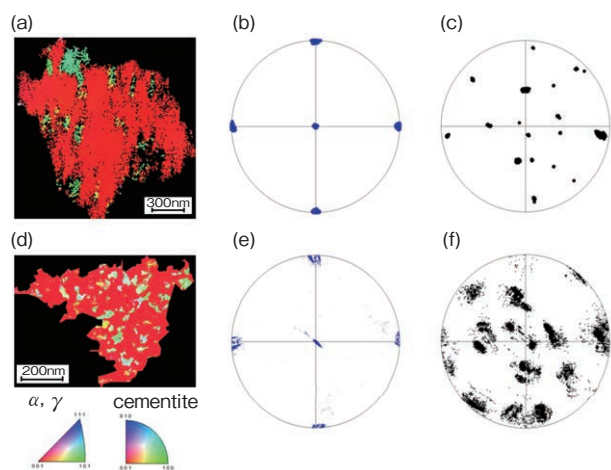


図 6 転動疲労後の残留オーステナイトと加工誘起マルテンサイトの結晶方位関係

Crystal orientation relationships between retained austenite and deformation-induced martensites after RCF

(a)-(c) SEM-EBSD analyses (d)-(f) ACOM-TEM analyses
 (a)(d) IPF maps (b)(e) $\{001\}_\gamma$ pole figures
 (c)(f) $\{001\}_\alpha$ pole figures

4.2 加工誘起マルテンサイトの発生メカニズム

Olson and Cohen²¹⁾によると、残留オーステナイトが弾性変形した状態で加工誘起マルテンサイトが生成する場合は、すでに存在する焼戻しマルテンサイト / 残留オーステナイト界面 (以降、焼戻し α' / 残留 γ 界面) などの結晶粒界が核となり応力誘起マルテンサイト変態が生じるものの、残留オーステナイトが塑性変形を受けた場合には、残留オーステナイト内部に形成される不均一な変形領域からマルテンサイト変態が生じると考えられている。後者の加工誘起マルテンサイトの新生核は、せん断帯の交差部から生じたと推察されており、ひずみ誘起マルテンサイト変態であることが示唆される。一方、Onodera ら²³⁾、Suzuki ら²⁴⁾、Ueda and Fujita²⁵⁾によると、このような領域は変形双晶やすべり帯が交差する局所的な応力集中部であり、この場合は応力誘起マルテンサイト変態の一種であることが予想される。

以上の先行研究で提案されたメカニズムより、加工誘起マルテンサイト変態には、残留オーステナイトの弾塑性変形挙動が大きく影響すると考えられる。そこで、転がり接触における加工誘起マルテンサイトの発生メカニズムを考察するため、応力状態の観点から検討を行った。転がり接触においては、転がり接触面から一定の深さ位置で主せん断応力が最大になる⁴⁹⁾。本研究で組織調査を行った深さ z_0 での主せん断応力の大きさは、ヘルツの接触理論を用いて計算すると約 1 807MPa となる。一方、本研究で使用した SAE4320 鋼もしくはその相当鋼のオーステナイトの平均的な臨界分解せん断応力 τ_{CRSS} については既知の値がないため、Jacques ら⁵³⁾によって報告された Fe-Si-Mn-C 合金のオーステナイトの降伏応力 σ_Y を使用する。彼らによると、オーステナイトの σ_Y は炭素固溶量の増加に伴って上昇し、本研究で用いた残留オーステナイトに相当する約 1.1% の炭素を固溶したオーステナイトの σ_Y は約 650MPa と推測される。これより、多結晶 fcc 金属の Taylor 因子 $M = 3.07$ を用いて式(1)より算出した τ_{CRSS} (212MPa) を参考にすると、残留オーステナイトの周囲に存在する焼戻しマルテンサイトやセメントタイト、およびこれらとの界面や軟質相 / 硬質相間の応力分配の影響を考慮しても、十分にオーステナイトの降伏条件を満たすと考えられる。

$$\tau_{CRSS} = \sigma_Y / M \tag{1}$$

本研究では、転がり接触中の組織変化の観察を容易にするため、通常の転がり軸受で想定される使用条件よりも高い接触応力で転動疲労試験を実施している。そこで、標準的な接触条件で使用される転がり軸受の場合についても検討を行った。検討には代表的な転がり軸受の形式である深溝玉軸受の6206（内径30mm、外径62mm、幅16mm）を用い、基本動ラジアル定格荷重（19.5kN⁵⁴⁾の1/2のラジアル荷重（9.75kN）を負荷した場合について計算を行った。その結果、深さ z_0 での主せん断応力の大きさは、内輪で840MPa（ $z_0 = 0.10\text{mm}$ ）、外輪で1041MPa（ $z_0 = 0.17\text{mm}$ ）となり、いずれもオーステナイトの τ_{CRSS} よりもはるかに大きい。すなわち、標準的な条件で使用される転がり軸受においても、残留オーステナイトが塑性変形する可能性は高いと考えられる。

以上を踏まえ、転がり接触においては、まず残留オーステナイトが塑性変形し、局所的に形成された不均一変形領域（すべり帯、せん断帯、変形双晶など）やこれらの交差点が核となることで、主として残留オーステナイトの粒内で加工誘起マルテンサイトが生成すると推測した。実際に、図6(a)(d)において加工誘起マルテンサイトの発生位置に着目すると、多くの加工誘起マルテンサイトは残留オーステナイトの粒内で発生しているように見える。ここで、加工誘起マルテンサイトの発生状況を3次元的に推定することを目的に、図4と異なる残留オーステナイト粒ではあるが、TDに垂直な断面でEBSD測定を行い、図6と同様の解析を行った。その結果を図7に示す。図6(a)および図7(b)より、測定断面によらず、残留オーステナイト粒内で加工誘起マルテンサイトが発生していることが確認された。以上の観察結果から、塑性変形によって残留オーステナイト粒内に生成するnmオーダーの微細な加工誘起マルテンサイトが、転動疲労寿命の向上に寄与すると推測した。

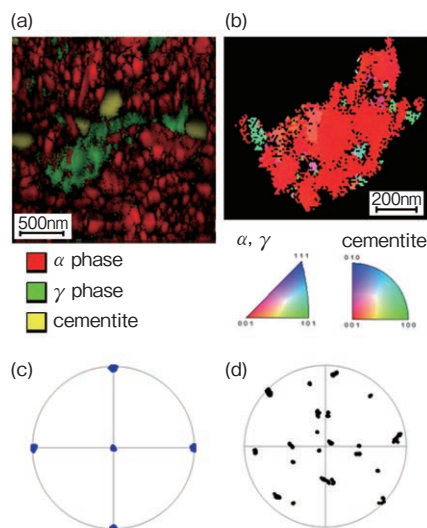


図7 TDに垂直な断面における深さ z_0 位置の残留オーステナイトを中心として得られたSEM-EBSD測定結果（転動疲労後）

SEM-EBSD results centered on retained austenite on a section perpendicular to TD at z_0 depth before RCF
 (a) Phase map overlaid on IQ map
 (b) IPF map of selected single retained austenite grain
 (c) $\{001\}_\gamma$ pole figure (d) $\{001\}_\alpha$ pole figure

なお、転動疲労後の焼戻し α' /残留 γ 界面の形状に着目すると、転動疲労前（図3）と比較して凹凸が大きくなっていることが、空間分解能が高いACOM-TEMの結果（図5(b))から詳細に確認できる。この結果は、焼戻し α' /残留 γ 界面を核として加工誘起マルテンサイトが生成している可能性を示唆する。Olson and Cohen²¹⁾は、オーステナイトが弾性変形した場合に、このような結晶粒界が変態の核になる可能性があることを報告しているものの、本研究で示唆された焼戻し α' /残留 γ 界面近傍に存在する加工誘起マルテンサイトの発生メカニズムについては未解明であり、今後の課題としたい。

以上のように考察したものの、本研究では加工誘起マルテンサイトの組織形態を把握することに主眼を置いたため、加工誘起マルテンサイトの形成とオーステナイトの弾塑性変形挙動、およびその変形組織との関係について系統的な調査は行っていない。したがって、そのメカニズムの本質を理解するには継続して議論を行う必要があると考える。また、本研究では同一の残留オーステナイト粒内の加工誘起マルテンサイトの形状を3次元的に調査することができておらず、加工誘起マルテンサイトの発生状態や形態の把握も十分とはいえない。加工誘起マルテンサイトの発生メカニズムを明らかにするため

には、FIB-SEMでのシリアルセクションングを用いた3次元EBSD測定などによる加工誘起マルテンサイトの形態把握が有効である。ただし、前述したように、FIBによる熱的・機械的に不安定な残留オーステナイトを含む組織の表面研削は、組織観察を目的とした場合に難点が多く、今後の課題といえる。

5. おわりに

転がり接触によって生成する加工誘起マルテンサイトの形態をSEM-EBSDとACOM-TEMを用いて測定した結果、以下の結論が得られた。

- (1) SEM-EBSDおよびACOM-TEMによる詳細な測定の結果、加工誘起マルテンサイトは最小で数nmオーダーの微細粒であり、残留オーステナイト粒内を主とした様々な位置で、異なる結晶方位を持って生成することが明らかになった。この残留オーステナイトと加工誘起マルテンサイトの結晶方位関係は、典型的なマルテンサイト変態の特徴であるK-S関係もしくはN-W関係に近い。
- (2) 本研究で実施した転動疲労試験の条件、および転がり軸受が使用される標準的な条件から見積もった主せん断応力は、いずれも残留オーステナイトの臨界分解せん断応力よりも十分大きいため、残留オーステナイトは転がり接触中に塑性変形する可能性が高い。したがって、加工誘起マルテンサイトは、残留オーステナイトの塑性変形によって粒内に導入される局所的な不均一変形領域（すべり帯、せん断帯、変形双晶など）やこれらの交差部を核として形成すると推測した。
- (3) 本研究では、塑性変形に伴うマルテンサイト変態の機構に関しては結論を得ていない。変態機構を明らかにするには、変態の核となる残留オーステナイト内部の変形組織や、加工誘起マルテンサイトの3次元構造の詳細な把握が必要であり、今後の課題とする。

参考文献

- 1) T. Angel : Formation of Martensite in Austenitic Stainless Steels, *J. Iron Steel Inst.*, 177(1954), 165.
- 2) O. Matsumura, Y. Sakuma and H. Takechi : TRIP and its Kinetic Aspects in Austempered 0.4C-1.5Si-0.8Mn Steel, *Scr. Metall.*, Vol. 21, No. 10(1987)1301.
- 3) K. Sugimoto, N. Usui, M. Kobayashi and S. Hashimoto: Effects of Volume Fraction and Stability

of Retained Austenite on Ductility of TRIP-aided Dual-phase Steels, *ISIJ Int.*, Vol. 32, No. 12(1992) 1311.

- 4) A. Itami, M. Takahashi and K. Ushioda: Plastic Stability of Retained Austenite in the Cold-rolled 0.14%C-1.9%Si-1.7%Mn Sheet Steel, *ISIJ Int.*, Vol. 35, No. 9(1995)1121.
- 5) 中垣内達也, 松田広志, 長滝康伸, 瀬戸一洋: 低合金TRIP鋼板の変態挙動と機械的特性に及ぼす二相域焼鈍時のMnおよびSiの分配の影響, *鉄と鋼*, Vol. 101, No. 8(2015)426.
- 6) 棗田浩和, 北原 周, 橋本俊一: 5%Mn鋼における残留オーステナイトの機械的特性に及ぼす影響, *鉄と鋼*, Vol. 102, No. 9(2016), 525.
- 7) 野原清彦, 小野 寛, 大橋延夫: 準安定オーステナイトステンレス鋼における加工誘起マルテンサイト変態の組成および結晶粒度依存性, *鉄と鋼*, Vol. 63, No. 5(1977) 772.
- 8) S. Turteltaub and A. S. J. Suiker: Grain Size Effects in Multiphase Steels Assisted by Transformation-induced Plasticity, *Int. J. Solids. Struct.*, Vol. 43, No. 24(2006)7322.
- 9) A. Kisko, R. D. K. Misra, J. Talonen and L. P. Karjalainen: The Influence of Grain Size on the Strain-induced Martensite Formation in Tensile Straining of an Austenitic 15Cr-9Mn-Ni-Cu Stainless Steel, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 573, (2013)408.
- 10) N. S. Lim, H. S. Park, J. B. Seol and C. G. Park: Study of Thermal and Mechanical Stability of Retained Austenite (RA) in TRIP Steels, *CAMP-ISIJ*, Vol. 29(2016)782.
- 11) 古金 駿, 鳥塚史郎: オーステナイト系ステンレス鋼における加工誘起変態挙動に及ぼす結晶粒径および転位密度の影響, *鉄と鋼*, Vol. 105, No. 8(2019)827.
- 12) K. Sugimoto, M. Misu, M. Kobayashi and H. Shirasawa: Effects of Second Phase Morphology on Retained Austenite Morphology and Tensile Properties in a TRIP-aided Dual-phase Steel Sheet, *ISIJ Int.*, Vol. 33, No. 7(1993)775.
- 13) H. Matsuda, H. Noro, Y. Nagataki and Y. Hosoya: Effect of Retained Austenite Stability on Mechanical Properties of 590MPa Grade TRIP Sheet Steels, *Mater. Sci. Forum*, Vol. 638-642(2010)3374.
- 14) W. S. Li, H. Y. Gao, H. Nakashima, S. Hata and W. H. Tian: In-situ Study of the Deformation-induced Rotation and Transformation of Retained Austenite in a Low-carbon Steel Treated by Quenching and Partitioning Process, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 649(2016)417.

- 15) P. Yang, T. Y. Liu, F. Y. Lu and L. Meng: Orientation Dependence of Martensitic Transformation in High Mn TRIP/TWIP Steels, *Steel Res. Int.*, Vol. 83, No. 4(2012)368.
- 16) D. De Knijf, T. Nguyen-Minh, R. H. Petrov, L. A. Kestens and John J. Jonas: Orientation Dependence of the Martensite Transformation in a Quenched and Partitioned Steel Subjected to Uniaxial Tension, *J. Appl. Crystallogr.*, Vol. 47, No. 4(2014)1261.
- 17) J. R. Patel and M. Cohen: Criterion for the Action of Applied Stress in the Martensitic Transformation, *Acta Metall.*, Vol. 1, No. 5(1953)531.
- 18) H. C. Fiedler, B. L. Averbach and M. Cohen: The Effect of Deformation on the Martensitic Transformation in Austenitic Stainless Steels, *Trans. Am. Soc. Met.*, Vol. 47(1955)267.
- 19) I. Tamura, T. Maki and H. Hato: On the Morphology of Strain-induced Martensite and the Transformation-induced Plasticity in Fe-Ni and Fe-Cr-Ni Alloys, *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, Vol. 10, No. 3(1970)163.
- 20) T. Maki, S. Shimooka, M. Umemoto and I. Tamura: The Morphology of Strain-induced Martensite and Thermally Transformed Martensite in Fe-Ni-C Alloys, *Trans. Jpn. Inst. Met.*, Vol. 13, No. 6(1972) 400.
- 21) G. B. Olson and M. Cohen: A Mechanism for the Strain-induced nucleation of Martensitic Transformations, *J. Less-Common Met.*, Vol. 28, No. 1(1972)107.
- 22) 佐藤彰一, 加藤雅治: 相変態・析出におよぼす応力の影響, *鉄と鋼*, Vol. 69, No. 14(1983)1531.
- 23) 小野寺秀博, 岡 弘, 田村今男: Fe-Ni-C 合金の加工誘起マルテンサイト変態におけるひずみの寄与, *日本金属学会誌*, Vol. 42, No. 9(1978)898.
- 24) T. Suzuki, H. Kojima, K. Suzuki, T. Hashimoto and M. Ichihara: An Experimental Study of the Martensite Nucleation and Growth in 18/8 Stainless Steel, *Acta Metall.*, Vol. 25, No. 10(1977)1151.
- 25) 上田修三, 藤田広志: Fe-Cr-Ni 合金の歪誘起 FCC(γ) \rightarrow BCC(α')変態と活動すべり系, *日本金属学会誌*, Vol. 41, No. 10(1977)1007.
- 26) V. F. Zackay, E. R. Parker, D. Fahr and R. Busch: The Enhancement of Ductility in High-strength Steels, *Trans. Am. Soc. Met.*, Vol. 60(1967)252.
- 27) G. B. Olson and M. Cohen: Kinetics of Strain-induced Martensitic nucleation, *Metall. Trans. A*, Vol. 6 (1975)791.
- 28) 片山哲也, 藤田広志: ϵ 相を介した歪誘起 $\gamma \rightarrow \alpha'$ マルテンサイト変態の形成過程, *日本金属学会誌*, Vol. 52, No. 10(1988)935.
- 29) A. Shibata, T. Murakami, S. Morito, T. Furuwara and T. Maki: The Origin of Midrib in Lenticular Martensite, *Mater. Trans.*, Vol. 49, No. 6(2008)1242.
- 30) G. Miyamoto, N. Takayama and T. Furuwara: Accurate Measurement of the Orientation Relationship of Lath Martensite and Bainite by Electron Backscatter Diffraction Analysis, *Scr. Mater.*, Vol. 60, No. 12(2009)1113.
- 31) 古川 徹, 小沼静代, 西脇 寛: 浸炭表面硬化鋼の疲労特性に及ぼす硬化層の組織と炭素量の影響, *鉄と鋼*, Vol. 67, No. 3(1981)596.
- 32) R. H. Richman and R. W. Landgraf: Some Effects of Retained Austenite on the Fatigue Resistance of Carburized Steel, *Metall. Trans. A*, Vol. 6(1975)955.
- 33) R. J. Johnson: *Metals Eng. Q.*, Vol. 15(1975)1.
- 34) B. A. Shaw, F. B. Abudaia and J. T. Evans: Characterization of Retained Austenite in Case Carburized Gears and its Influence on Fatigue Performance, *Proc. 20th Conf. of Heat Treating*, ASM International, Cleveland, OH, (2001)8.
- 35) D. Jeddi and H.-P. Lieurade: Effect of Retained Austenite on High Cycle Fatigue Behavior of Carburized 14NiCr11 Steel, *Procedia Eng.*, Vol. 2, No. 1(2010)1927.
- 36) T. Ogawa, M. Koyama, Y. Nishikura, K. Tsuzaki and H. Noguchi: Fatigue Behavior of Fe-Cr-Ni-based Metastable Austenitic Steels with an Identical Tensile Strength and Different Solute Carbon Contents, *ISIJ Int.*, Vol. 58, No. 10(2018)1910.
- 37) E. Yajima, T. Miyazaki, T. Sugiyama and H. Terajima: Effect of Retained Austenite on the Rolling Fatigue Life of Ball Bearing Steels, *Trans. Jpn. Inst. Met.*, Vol. 15, No. 3(1974)173.
- 38) 仕幸三郎, 岡本一生, 渡辺章三: 軸受鋼の寿命におよぼす熱処理組織の影響, *鉄と鋼*, Vol. 54, No. 13(1968) 1353.
- 39) D. Zhu, F. X. Wang, Q. G. Cai, M. X. Zheng and Y. Q. Cheng: Effect of Retained Austenite on Rolling Element Fatigue and its Mechanism, *Wear*, Vol. 105, No. 3(1985)223.
- 40) R. C. Dommarco, K. J. Kozaczek, P. C. Bastias, G. T. Hahn and C. A. Rubin: Residual Stresses and Retained Austenite Evolution in SAE52100 Steel under Non-ideal Rolling Contact Loading, *Wear*, Vol. 257, No. 11(2004)1081.
- 41) 福井 昂, 松田公扶, 徳永忠儀: オーステナイト系ステンレス鋼(SUS304)のころがり疲労強度に及ぼす加工硬

化の影響について, 材料, Vol. 33, No. 371(1984)1033.

42) 庄司貞雄, 江口豊明: 肌焼鋼の転動疲労寿命に及ぼす残留オーステナイトの影響, 鉄と鋼, Vol. 73, No. 5(1987) S464.

43) 対馬全之: 軸受用鋼の転動疲労寿命の向上, 日本金属学会会報, Vol. 23, No. 1(1984)50.

44) H. Muro, Y. Sadaoka, S. Ito and N. Tsushima: The Effect of Retained Austenite on the Rolling Contact Fatigue of Carburized Steels, Proc. 12th Japan Congr. on Materials Research-Metallic Materials, The Society of Materials Science, Japan, Kyoto, (1969)74.

45) 山本俊郎: 軸受鋼の進歩と現状, 日本金属学会会報, Vol. 11, No. 6(1972)419.

46) 対馬全之, 前田喜久男: 残留オーステナイトの転動疲労強度および耐摩耗性に及ぼす影響, 熱処理, Vol. 32, No. 1(1992)43.

47) D. Scott and J. Blackwell: The Effect of some Manufacturing Variables on the Performance of High-speed Tool-steel Ball Bearings, Wear, Vol. 18, No. 1(1971)19.

48) K. Kanetani, T. Mikami and K. Ushioda: Effect of Retained Austenite on Sub-surface Initiated Spalling during Rolling Contact Fatigue in Carburized SAE4320 Steel, ISIJ Int., Vol. 60, No. 8(2020)1774.

49) K. Kanetani and K. Ushioda: Mechanism of White Band (WB) Formation due to Rolling Contact Fatigue in Carburized SAE4320 Steel, Mater. Trans., Vol. 61, No. 9(2020)1750.

50) 日紫喜基久, 堀 捷樹, 高野博史, 川辺秀昭, 上村正雄: 鋼球の疲労に及ぼす残留オーステナイトの影響, 精密機械, Vol. 44, No. 527(1978)1321.

51) 藤田武男, 大城桂作, 福井 昂, 末永 允: オーステンバ球状黒鉛鋳鉄のころがり疲労強度に及ぼす残留オーステナイトの影響, 鋳物, Vol. 63, No. 9(1991)775.

52) N. Mitamura, H. Hidaka and S. Takaki: Microstructural Development in Bearing Steel during Rolling Contact Fatigue, Mater. Sci. Forum, Vol. 539-543(2007)4255.

53) P. J. Jacques, Q. Furnemont, S. Godet, T. Pardoën, K. T. Conlon and F. Delannay: Micromechanical Characterisation of TRIP-assisted Multiphase Steels by in situ Neutron Diffraction, Philos. Mag., Vol. 86, No. 16(2006)2371.

54) ISO 281: 2007, Rolling bearings - Dynamic load ratings and ratings life.

筆 者



金谷康平*
K. KANETANI



諸永 拓**
T. MORONAGA



原 徹***
T. HARA



潮田浩作****
K. USHIODA

* 研究開発本部 材料研究部 博士 (工学)
 ** 国立研究開発法人物質・材料研究機構 電子顕微鏡解析ステーション
 *** 国立研究開発法人物質・材料研究機構 電子顕微鏡解析ステーション 博士 (工学)
 **** 金沢大学大学院 自然科学研究科 機械科学専攻 工学博士