

# オーステナイト系ステンレスの弾性異方性と微視的残留応力

## Elastic Anisotropy and Residual Microstress of Austenitic Stainless Steel

新潟大学教育学部 鈴木 賢治 Kenji SUZUKI Member  
原子力研究開発機構 菖蒲 敬久 Takahisa SHOBU

Austenitic stainless steel (SUS316L) was used as material of the specimen. The specimens were given tensile plastic deformation, the range of plastic strains was from 0% to 55%. The Vickers hardness and FWHM of the specimens corresponded to the plastic strain. The residual macro-stress was measured by Mn-K $\alpha$  radiations. The residual macro-stress of the annealed specimen had a small compression and changed into a tension after tensile plastic deformation. The specimen with 1% plastic strain showed the maximum tensile residual stress. To investigate the dependency on the lattice plane of the residual stress, the residual micro-stress for each lattice plane was measured by hard synchrotron X-rays. The residual micro-stress arose from plastic deformation, because the austenitic stainless steel has large elastic anisotropy as compared with other metals. The residual micro-stress was related in the value of Young's modulus which was calculated by Kröner model.

**Keywords:** Microstress, Austenitic Stainless Steel, Plastic Deformation, X-Ray Stress Measurement

### 1. 緒 言

運転開始後40年を超える原子力発電設備が増加する時代を迎え、その高経年化対策が重要な課題となる。その中でSCCの研究においては、オーステナイト系ステンレスの塑性変形と残留応力についての科学的理解を築くことが不可欠である。オーステナイト系ステンレスは弾性異方性を特徴とするので、結晶方位により弾性定数も塑性変形も異なり、結晶粒ごとの微視的残留応力が生じる。塑性変形による微視的残留応力の挙動を知ることは、オーステナイト系ステンレス鋼の残留応力発生機構の解明として重要である。

これまでのオーステナイト系ステンレスの弾・塑性異方性の研究は、中性子回折を利用して行われてきた。Clausenらは、単軸引張下で中性子回折を利用して各格子面の間隔を測定し、弾性格子ひずみと負荷応力の関係を求め、それを多結晶体のセルフコンシステントモデルによる予測と比較している[1,2]。それらの実験結果では、負荷方向はよい対応を示したが、負荷方向垂直の応力・ひずみ関係では、よい一致がみられなかった。Lin Pengらは、各負荷における残留ひずみを200, 220, 311, 222回折から測定し、各塑性段階のTEM観察も行

っている[3]。これらの一連の研究は、弾性異方性による塑性域での負荷応力と弾性ひずみの関係に主眼が置かれている。

しかし、SCCにおける残留応力の役割を考えると、塑性域における弾性ひずみと負荷応力の関係よりも除荷後の残留応力そのものが重要な意味を持つ。そこで本研究では、回折面方位による残留応力の値に主眼を置き、種々の塑性変形を与えられオーステナイト系ステンレス鋼の除荷後の残留応力を多数の回折面から測定し、微視的残留応力の回折面依存性について検討する。

### 2. 実験方法

#### 2.1 試験片および塑性変形

本実験の試験片材料としてSUS316Lを用いた。本試験片の形状は、平行部長さ55mm、幅15mmおよび板厚3mmの平板試験片である。試験片は、鍛造された厚板から放電加工で平板を切り出して、前述の寸法に機械加工した後、表面をバフ研磨仕上げ、裏面を研削仕上げのままとした。さらに、機械加工のひずみを除去するために、913K、10分間の加熱後、炉冷した。引張試験の結果では、耐力 $\sigma_{0.2} = 202\text{MPa}$ 、引張強さ $\sigma_B = 523\text{MPa}$ 、伸び81%を得た。なお、実測した試験片の平均結晶粒径は55 $\mu\text{m}$ であった。

引張試験機により平板試験片に塑性変形を与えた。

<sup>1</sup>連絡先: 鈴木賢治 〒950-2181 新潟市西区五十嵐二の町8050番地, 新潟大学教育学部, 電話025-262-7087, E-mail: suzuki@ed.niigata-u.ac.jp

Table 1: Conditions for stress measurement with laboratory X-rays.

Radiations	Mn-K $\alpha$
Diffraction	$\gamma$ -Fe, 311
Tube voltage	30 kV
Tube current	10 mA
Method	Iso-inclination
Irradiated area	4 × 8 mm <sup>2</sup>
Diffraction angle 2 $\theta_0$	152.313 deg
Scanning	149 ~ 156 deg
Scanning step	0.1 deg/step
Preset time	1 sec
$\sin^2 \psi$	0.0 ~ 0.6, 0.1 step
Stress constant K	-301 MPa/deg
Peak determination	Half value breadth

クロスヘッド速度は、準静的引張りとするために 0.2 mm/min (ひずみ速度  $3.64 \times 10^{-3}$ /min) とした。除荷後の永久変形の伸びから塑性ひずみ  $\epsilon_p$  を求めた。設定した  $\epsilon_p$  は、0.2%, 1%, 2%, 5%, 10%, 20% および 55% としたが、実測した塑性ひずみ  $\epsilon_p$  は、それぞれ 0%, 0.23%, 0.99%, 2.13%, 4.98%, 9.25%, 19.00% および 54.75% であった。塑性ひずみ  $\epsilon_p$  が 0.2%, 1%, 2% については、変位が小さいので差動トランス式変位計にて標点間変位を測定した。また、塑性ひずみ  $\epsilon_p$  が 5%, 10%, 20% および 55% については、ひずみゲージ式変位計にて標点間変位を測定した。なお、 $\epsilon_p = 54.75\%$  の試験片は破断試験したもので標点間にくびれた部分が含まれるので、くびれを外して一様に塑性変形した所の標点間を切り出し、塑性ひずみを求めた。

## 2.2 残留応力測定

引張試験前後の残留応力については、ラボX線により測定した。測定条件は、Mn-K $\alpha$  特性X線による  $2\theta$ - $\sin^2 \psi$  法を用いた。詳細な条件を Table 1 に示す。Mn-K $\alpha$  特性X線と  $\gamma$ -Fe の 311 回折の組合せが、大きい回折強度、高回折角の条件を満たすので、精度および測定効率のよい条件である。

一方、微視的残留応力の回折面依存性を調べるためには、多数の回折面から残留応力を測定しなければならない。そのために、波長の短い高エネルギーX線を必要とする。本研究では、大型放射光施設 SPring-8 のビームライン BL02B1 を利用して、高エネルギーX線による残留応力測定を行った。シンクロトン放射光X線の条件を Table 2 に示す。

放射光測定においては照射領域が小さいので、回折の測定に粗大粒の影響が現れやすい。本研究では、オー

Table 2: Conditions for stress measurements using hard synchrotron X-rays.

Beam line	BL02B1
Wavelength	71.793 keV (17.264 pm)
Divergent slit	0.2 × 2 mm, (height × width)
Receiving slit 1, 2	0.2 × 2 mm, (height × width)
Rotation speed	0.5 Hz

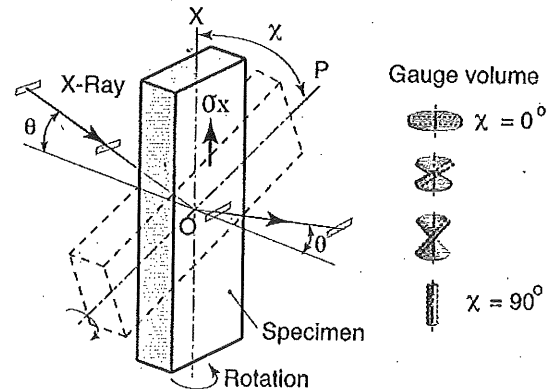


Fig. 1:  $\cos^2 \chi$  method with rotation.

ステナイト系ステンレスの粗大粒の対策として、以下について検討した。

1. 高エネルギー放射光X線による強い透過力を利用して透過法にて応力測定を行うこと
2. 回折格子面内の回転揺動法を用いること
3. 無ひずみの格子面間隔  $d_0$  を必要としない方法

その結果、新しい応力測定法として  $\cos^2 \chi$  法を提案する。 $\cos^2 \chi$  法の概略を Fig. 1 に示す。この応力測定方法は、ひずみ測定の原理としては  $\sin^2 \psi$  法の一種であり、透過型の  $\sin^2 \psi$  法といえる。ここでは、反射型の  $\sin^2 \psi$  法と区別するために、以下に説明する方法を  $\cos^2 \chi$  法と呼ぶ。 $\sin^2 \psi$  法は反射法であり、応力評価方向に  $\psi$  角を変化させる。一般に、反射型に試料を設置したとき、試料面法線と回折格子面法線とのなす角を  $\psi$  角と定義する。図中の  $\chi$  は  $\psi$  角の補角であり、 $\chi = \pi/2 - \psi$  の関係にある。これに対して  $\cos^2 \chi$  法は、Fig. 1 に示すように透過法により低い回折角で測定する。応力を測定する方向  $\overline{OX}$  に対して  $\chi$  角を変化させる。

$\sin^2 \psi$  法と比較して  $\cos^2 \chi$  法には、次に示す優れた点がある。

1. 透過法を用いることで、原理的に  $\cos^2 \chi = 0 \sim 1$  の広い範囲を設定できる。

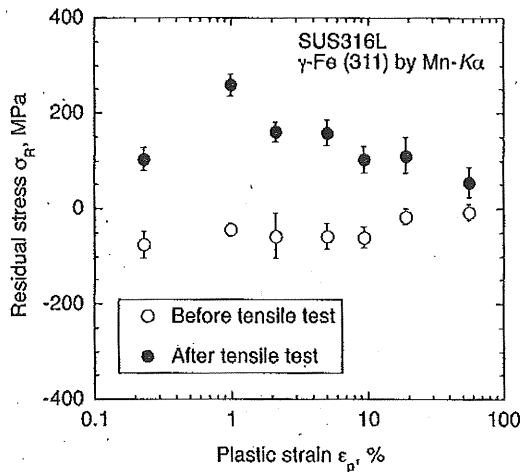


Fig. 2: Change in residual stress with increase in plastic strain.

2. 単軸応力の場合、回折面内の全周回転の揺動をかけられるので、粗大粒に対して有利である。
3. 透過法は、 $\chi$  角の変化に対して照射面積が変化しない。

ただし、 $\cos^2\chi$  法は内部の回折格子面を測定しているので、試験片の応力状態が平面応力を仮定できる場合に限られる。もし、平面応力が仮定できない場合は、板厚さ方向のひずみを測定する必要がある。

なお、本研究に用いる X 線の弾性定数は、すべて Kröner モデルから計算した [4]。Kröner モデルは、多結晶体の母相に球形の単結晶を仮定したモデルであり、実在の多結晶体の X 線の弾性定数に対してよい近似を与える。SUS316 の Kröner モデルを計算するために、SUS316 の単結晶のステイフネスの値として  $c_{11} = 206$  GPa,  $c_{12} = 133$  GPa,  $c_{44} = 119$  GPa を他の文献から引用した [5]。計算に先立ち、web から単結晶のステイフネス  $c_{ij}$  の値を入力すると Kröner モデルから目的の回折面の X 線の弾性定数と機械的弾性定数を計算するシステムを構築した [6]。

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 残留応力、半価幅および硬さの変化

放射光による残留応力測定に先立ち、塑性変形前と後で Mn-K $\alpha$  特性 X 線による  $\gamma$ -Fe の 311 回折を用いて各試験片の残留応力を測定した。塑性ひずみの増加による残留応力の変化挙動を Fig. 2 に示す。図中のエラーバーは 68.3% 信頼限界を示す。ラボ X 線による残留応力測定は、Table 1 に示すように照射領域が大きく、十分な結晶粒数があるため残留応力の測定精度もよく、

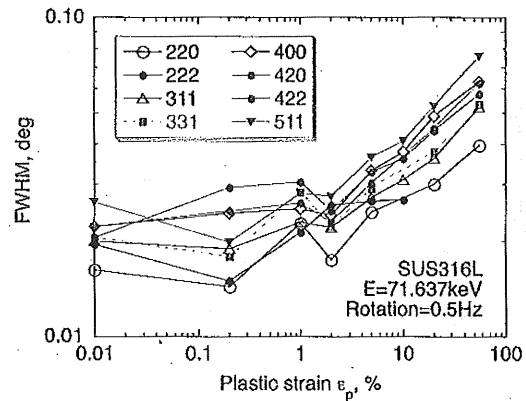


Fig. 3: Change in FWHM with increase in plastic strain.

粗大粒の影響はなかった。

塑性変形を与える前の残留応力は、やや小さい圧縮となっているが、塑性変形後は、すべて引張り側になった。 $\gamma$ -Fe の 311 回折の残留応力は、塑性ひずみ  $\epsilon_p$  が大きくなるに従い増大するが、1% 付近を超えると減少し、破断ひずみに向かい残留応力は小さくなる。この結果から、塑性ひずみ  $\epsilon_p = 1\%$  付近で  $\gamma$ -Fe の 311 回折面に最も大きな残留応力が生じたことになる。また、塑性ひずみが大きくなるに従い、塑性変形前後の残留応力の差異が小さくなる。このことは、塑性変形初期  $\epsilon_p = 1\%$  の付近が、最も塑性による粒間ひずみの影響が顕著に現れることを示唆している。単相材における粒間ひずみは、結降伏点を超えて塑性するとき晶の弾性異方性により発生する [7]。大塑性領域では、すべり帯、双晶変形、結晶の回転、集合組織の形成などにより、粒間ひずみが顕著に現れない可能性がある。

一方、塑性変形に伴う半価幅の変化を Fig. 3 に示す。図は両対数のグラフなので、便宜的に、塑性ひずみ  $\epsilon_p = 0$  を 0.01 の位置にプロットした。半価幅は、塑性変形に従い大きくなり、回折線幅が広がる傾向を示す。塑性に伴い転位やすべり変形により結晶性が悪くなるので回折線幅が広がる。図をみる限りでは、半価幅の変化に明確な回折面依存性は認められない。塑性変形の指標として回折線幅を利用することは可能であるが、初期の塑性変形のを回折線幅の変化から評価することは困難である。

同様に各塑性変形させた試験片の硬さの変化を Fig. 4 に示す。塑性ひずみの増加とともに硬さも増加する。ただし、塑性ひずみ  $\epsilon_p$  が 2% 未満では半価幅と同様に顕著な硬さの明確な増加を示すことは期待できない。硬

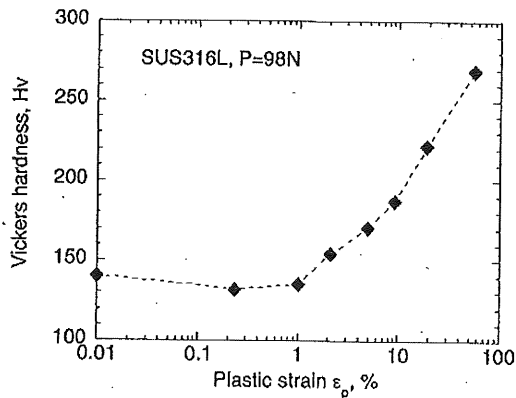


Fig. 4: Relation between plastic strain and Vicker hardness.

さおよび前述の半価幅の変化から塑性ひずみを予測することができるのは、塑性ひずみが数%以上の領域である。

### 3.2 $\cos^2\chi$ 法

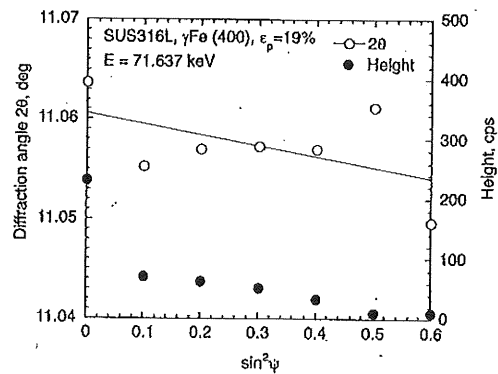
高エネルギー放射光 X 線を用いることで、多数の回折を利用して残留応力を測定できるほかに、本研究で発案した透過法による  $2\theta$ - $\cos^2\chi$  法が可能となる。従来の反射法による  $\sin^2\psi$  法と  $\cos^2\chi$  法とを比較・検討する。一例として、 $\gamma$ -Fe の 400 回折の結果を Fig. 5 に示す。Fig. 5 (a) に示す  $2\theta$ - $\sin^2\psi$  線図では、ばらつきが多く直線性はよくない。この一因は、図 (a) に示すように  $\sin^2\psi$  が 0.5 以上で回折強度が得られないことにある。これに対して、Fig. 5 (b) の  $2\theta$ - $\cos^2\chi$  線図はよい直線性が得られた。 $2\theta$ - $\cos^2\chi$  法は測定方位の格子面内で回転させることができるので、揺動効果により  $\cos^2\chi$  法の方が十分なピーク強度を得ることができる。

以上のことから、オーステナイト系ステンレスなどの粗大粒を測定するには  $\cos^2\chi$  法による回折面内回転法が有利であることが実証できた。厚さ方向に応力変化のない材料で、平面応力状態であれば、 $\cos^2\chi$  法で精度よく応力を測定できる。

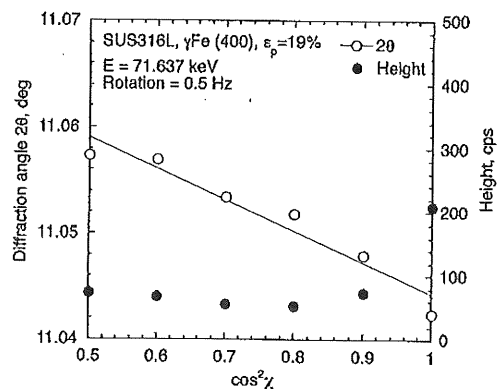
### 3.3 塑性変形による微視的残留応力

ラボ X 線で測定した残留応力の変化を求めた Fig. 2 を参考にすると、残留応力の変化が最も明瞭に現れる塑性ひずみ  $\epsilon_p$  のレベルが 1~2% である。 $\epsilon_p = 1$  および 2% の試験片に対して、各回折面 ( $hkl$ ) により測定した残留応力  $\sigma/hkl$  を  $[hkl]$  方位のヤング率  $E_{hkl}$  で整理した結果を Fig. 6 に示す。図中のデータを直線回帰した結果と Kröner モデルによる機械的ヤング率  $E_m$  の値をそれぞれ線で示してある。

一様に塑性変形させ除荷した後は、巨視的残留応力



(a)  $\sin^2\psi$  method



(b)  $\cos^2\chi$  method

Fig. 5: Comparison between  $\sin^2\psi$  and  $\cos^2\chi$  method.

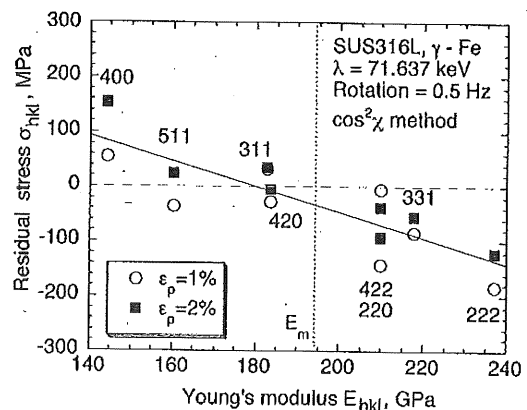


Fig. 6: Relation between residual microstress of SUS316L and Young's modulus by Kröner model.

は 0 であるが、測定された残留応力  $\sigma/hkl$  は、ヤング率の小さい回折面では引張りが生じ、大きい回折面では圧縮が生じる関係が得られた。各方位の残留応力を概

観すると、巨視的残留応力としては、ほぼバランスしている。ヤング率の大きい面は回折格子面内の原子密度が高く、すべりの生じやすい面になる。一方、ヤング率の小さい面は面内の原子密度が小さく、すべりが生じにくい面である。具体的には、Fig. 6の400回折はもっとも軟らかく、かつすべりにくい(100)面であり、222回折はもっとも硬くすべりやすい(111)面に相当し、それぞれ両極に位置する。

結晶ごとの残留応力は、微視的残留応力(第2種応力)といわれる [8]。機械的なヤング率に近い311回折は、図からわかるように微視的残留応力が生じにくい回折面であり、硬いまたは軟らかな回折面は、粒間ひずみの影響を受け微視的残留応力が発生しやすい回折面といえる。弾性係数の小さいソフトな結晶方位はすべりにくいので、弾性で引張変形を吸収する。他方、弾性定数の大きいハードな結晶方位はすべりやすいので、塑性で引張変形を吸収する。

結晶弾性異方性を表現するために、Krönerモデルを用いて結晶方位のヤング率 $E_{hkl}$ を計算し、それを機械的ヤング率 $E_m$ で除して無次元化した値を原点からの距離で表し、それを $[hkl]$ の方位で表した弾性曲面をFig. 7に示す。図中の軸a, b, cは結晶の単位格子の軸を表している。図(a)に示すように、アルミニウム(Al)は等方性が高く球形に近い形をしている。同様に、オーステナイト系ステンレス(SUS316)の計算結果をFig. 7(b)に示す。[111]方位がヤング率が最も大きく、[100]方位が最も小さい。その比は1.64にもなり、図(a)のAlと比較するとSUS316は弾性異方性が大きい。AlとSUS316は同

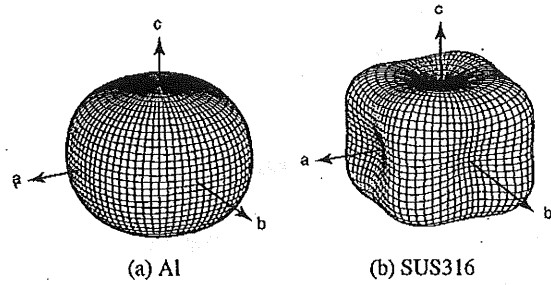


Fig. 7: Elastic anisotropy.

じfccの結晶系を持つが、弾性異方性は大きく異なる。

結晶の弾性異方性を表すものとして弾性異方性パラメータAがある。立方晶の弾性異方性パラメータAは、単結晶のステイフネス $c_{ij}$ から

$$A = \frac{2c_{44}}{c_{11} - c_{12}} \quad (1)$$

で定義される [9]。Alの $c_{ij}$ から計算された弾性異方性パラメータAの値は1.23であるが [10]、SUS316は3.26となる [5]。弾性異方性がない材料では $A=1$ となる。オーステナイト系ステンレスは弾性異方性が大きく、他の材料と比較して塑性変形による微視的残留応力が生じやすい特徴がある。

残留応力の回折面依存性が塑性変形により発生するメカニズムについて説明する。弾性域および塑性域における格子ひずみと機械的ひずみの関係をFig. 8に示す。X線で測定されるひずみは格子ひずみ、すなわち弾性ひずみである。Fig. 8(a)のように、ハードおよびソフトな結晶粒がともに弾性変形内であれば、除荷後も

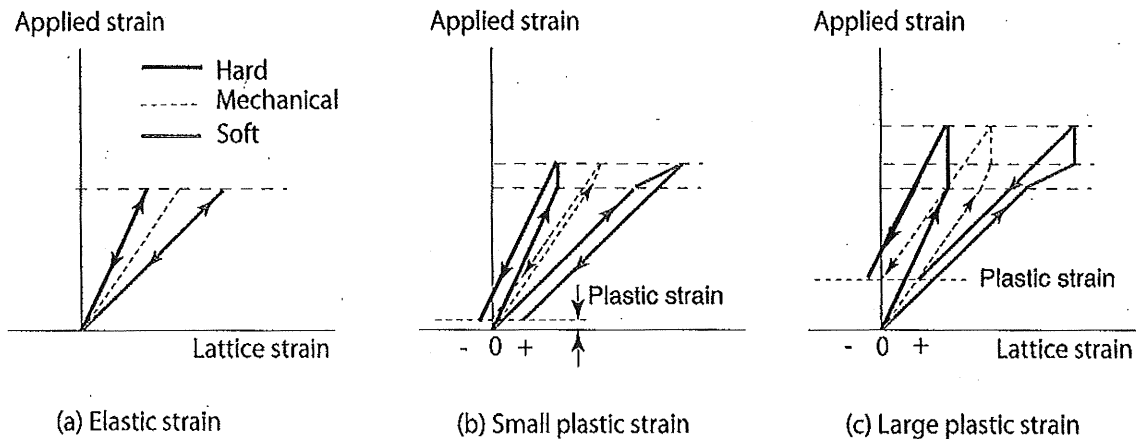


Fig. 8: Inducing mechanism of residual microstress with plastic deformation.

各格子ひずみは生じない。まず、Fig. 8 (b) ではハードな結晶方位を持つ粒で降伏が始まる。その結果、ソフトな結晶方位の粒は、ハードな結晶粒が受け持っていた負荷応力を負担するので、よりソフトな応力-ひずみ関係になる。塑性が開始すると機械的ひずみは増加するが、格子ひずみは弾性ひずみを表すので増加しない。それが除荷されると、各結晶粒は弾性除荷直線に沿って直線的に戻るが、力学的バランスを維持しながら戻るので、機械的格子ひずみが零になるところで除荷が完了する。その結果、ハードな結晶粒には圧縮、ソフトな結晶粒には引張りの格子ひずみが残留する。

さらに、引張塑性変形が大きくなりソフトな格子面も塑性変形すると Fig. 8 (c) のようになる。ソフトな結晶粒も塑性すべりを起こし、格子ひずみ一定のまま塑性加工が進行する。除荷については Fig. 8 (b) と同じメカニズムとなる。図 (c) をみてもわかるように、塑性変形が大きくなっても、回折面依存性による微視的残留応力は、むやみに大きくならず上限があることも予想できる。本実験においても、塑性ひずみ  $\epsilon_p = 1 \sim 2\%$  において塑性変形による残留応力の回折面依存性が明瞭に現れたのは、この理由による。

以上のことから、結晶粒間の回折面依存性による残留応力は、弾性異方性を持つ材料において塑性初期の弾塑性混在域で発生し、除荷後に微視的残留応力として分布する。オーステナイト系ステンレスにおいては、巨視的残留応力に加えて、微視的残留応力を考慮することも大切である。

#### 4. 結 言

SUS316L に引張塑性変形を与え除荷した後、各結晶方位ごとの残留応力を評価した。本研究をまとめると、以下のごとくである。

1. 本研究で提案した  $\cos^2\chi$  法は、粗大粒をもつオーステナイト系ステンレスの残留応力測定に有効であった。
2. 塑性変形を与えた試料の残留応力を多数の回折面を用いて評価すると、回折面に依存した微視的残留応力が生じた。
3. 塑性による残留応力を Kröner モデルに基づき計算したヤング率で整理すると、結晶粒間の残留応力の回折面依存性が整理できた。
4. 回折面依存性による残留応力は、弾性異方性を持つ材料において塑性初期の弾塑性混在域で発生し、除荷後に微視的残留応力として分布する。

5. 塑性ひずみ数%以上については、回折線幅およびピッカース硬さとよい対応を示した。

#### 謝 辞

本研究の一部は、平成 20 年度高経年化対策強化基盤整備事業の支援を受けた。ここに記して謝意を表する。

#### 参考文献

- [1] B. Clausen, T. Lorentzen and T. Leffers, "Self-consistent model of the plastic deformation of f.c.c. polycrystals and its implications for diffraction measurements of internal stresses", *Acta Metallurgica*, Vol. 46, pp. 3087-3098 (1998).
- [2] B. Clausen, T. Lorentzen, M.A.M. Brouke and M.R. Daymond, "Lattice strain evolution during uniaxial tensile loading of strainless steel", *Material Science & Engineering*, A259, pp. 17-24 (1999).
- [3] R. Lin Peng, M.Ddén, Y.D. Wang and S. Johansson, "Intergranular strains and plastic deformation of an austenitic stainless steel", *Material Science & Engineering*, A334, pp. 215-222 (2002).
- [4] E. Kröner, Berechnung der elastischen Konstanten des Vierkristalls aus den Konstanten des Einkristalls, *Zeitschrift Physik*, Vol. 151, pp. 504-518 (1958).
- [5] H.M. Ledbetter, "Predicted single-crystal elastic constants of stainless-steel 316", *British Journal of NDT*, Vol. 23, pp. 286-287 (1981).
- [6] [http://x-ray.ed.niigata-u.ac.jp/xdatabase/Kroner\\_model/kroner\\_c.html](http://x-ray.ed.niigata-u.ac.jp/xdatabase/Kroner_model/kroner_c.html)
- [7] T.M. Holden, "Intergranular stress", *J. Neutron Research*, Vol. 7, pp. 291-317 (1999).
- [8] 田中啓介, 鈴木賢治, 秋庭義明, 残留応力の X 線評価—基礎と応用, p. 187 (2006), 養賢堂.
- [9] 田中啓介, 鈴木賢治, 秋庭義明, 残留応力の X 線評価—基礎と応用, p. 257 (2006), 養賢堂.
- [10] G.N. Kamm and G.A. Alers, "Low-temperature elastic moduli of aluminum", *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, Vol. 35, pp. 327-330 (1964).