

オーステナイト系ステンレス鋼の塑性変形による 微視的残留応力

Residual Microstress of Austenitic Stainless Steel by Plastic Deformation

新潟大学教育学部	鈴木	賢治	Kenji SUZUKI	Member
日本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. Tensile deformation was applied to the plate specimen, the range of plastic strains was from 0% to 55%. The Vickers hardness of the specimens corresponded to the plastic strain. The residual macrostress was measured by $Mn-K\alpha$ radiations. The residual macrostress 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 of the residual stress on the diffraction plane, the residual microstress arose from tensile plastic deformation, because the austenitic stainless steel has large elastic anisotropy as compared with other metals. The residual microstress can be related with the value of Young's modulus which was calculated by Kröner model.

Keywords: Residual Stress, Austenitic Stainless Steel, Plastic Deformation, X-Ray Stress Measurement, Elastic Anisotropy, $\cos^2 \chi$ method

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 る時期を迎え、その経年化対策が大切である.特に、 応力腐食割れは重要課題であり、オーステナイト系ス テンレス鋼の塑性変形と残留応力についての科学的理 解を築くことは不可欠である.機械加工やピーニング 処理により残留応力が導入される際、オーステナイト 系ステンレス鋼は多結晶体としては等方弾性体として 振る舞う.しかし、単結晶の弾性異方性は結晶粒の変 形挙動差を生じ、結晶粒ごとの残留応力、いわゆる微 視的残留応力が発生する.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鋼の弾・塑性 異方性についての研究を見ると、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、 各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、負荷応力に垂直方向の応力・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

連絡先: 鈴木賢治、新潟大学教育学部技術科 〒950-2181 新潟市五十嵐2の町8050 番地 E-mail: suzuki@ed.niigata-u.ac.jp ける残留ひずみを200, 220, 311, 222 回折から測定し,各 塑性段階の透過電子顕微鏡による観察も行っている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おり,塑性変 形により導入される残留応力については言及していない.

一方, SCC における残留応力の役割を考えると,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.本研究では,回折面方位 による残留応力の差異に主眼を置き,オーステナイト 系ステンレス鋼に種々の塑性変形を与え除荷した後, それらの残留応力を多数の回折面から測定し,塑性変 形と微視的残留応力の回折面依存性について検討した.

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55 mm,幅15 mm および板厚3 mm 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、913 K, 10 分間の加熱後、炉冷した.引張試験の結果では、耐力 $\sigma_{02} = 202$ MPa, 引張強さ $\sigma_B = 523$ MPa, 伸び81%を得た. なお, 実測した試験片の平均結晶粒径は 55μ 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塑性 変形試験片を製作した.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 3.64×10³/min)とした.除荷後の永久変形の伸びから塑 性ひずみ ϵ_p を求めた.実測した塑性ひずみ ϵ_p は、そ れぞれ0%,0.2%、1%、2.%、5%、9%、19%および55%であ った.塑性ひずみ ϵ_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除荷後の標点 間変位を測定した.また、塑性ひずみ ϵ_p が5%、9%、19% および55%については、ひずみゲージ式変位計にて除 荷後の標点間変位を測定した.なお、 $\epsilon_p = 55$ %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-Ka 特性X線による2 θ -sin² φ 法を用いた⁴. Mn-Ka 特性X線と γ -Fe の311 回折の組合 せは、高い回折強度、高回折角の条件を満たし、精度お よび測定効率のよい条件である.管電圧30kV、管電流10 mA、照射領域は8×4mm²、応力定数Kは-300 MPa/degを 用いた. sin² φ の値は、0 ~ 0.6、間隔を0.1 とした.ピー クの決定は半価幅法を採用し、2 θ -sin² φ 線図を作成した.

本研究に用いるX線的弾性定数は、すべてKröner モデルから計算した⁵⁾. 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線的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 単結晶のスティフネスの値として $c_{11} = 206$ GPa, $c_{12} = 133$ GPa, $c_{44} = 119$ GPa を文献⁶⁰から引用した.その計算に先立ち、web から単結晶のスティフネス c_{ij} の値を入力するとKröner モデルから任意の回折面のX線的弾性定数を計算するシステムを構築した⁷⁰.

一方,残留応力の回折面依存性を調べるためには, 多数の回折面を用いて残留応力を測定する必要がある. 波長の短いX線を利用すると高い指数の回折が得られ るので,波長の短い(高エネルギー) X線を使えば,塑 性変形による残留応力の回折面依存性を調べることが 可能となる.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 Table 1. Conditions for stress measurements using hard synchrotron X-rays.



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

による残留応力測定を実施した.シンクロトロン放射 光X線の条件をTable 1 に示す.

放射光測定においては照射領域が0.2×2mm² と小さ いので、回折の測定に粗大粒の影響が現れやすい.つ まり、回折環がスポット状になり連続環が得られず、 ゴニオメータ用の0次元検出器では、回折を測定できな いことが懸念される.そのため本研究では、オーステ ナイト系ステンレス鋼の粗大粒の対策として、1)回折 格子面内の回転揺動法を用いること、2) 無ひずみの格 子面間隔d₆を必要としない方法について検討した.

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で、前述の条件を満たす方法がある. Fig. 1 に示すような透過型のX線光 学系に対して試験片軸(応力測定方向) \overline{OP} を散乱ベクトル \overline{OX} に対して角度 χ だけ傾ける. いま単軸応力状態を仮定すると、回折角2 θ と応力 σ_x の関係は次式となる.

$$2\theta - 2\theta_0 = -\frac{2(1+\nu)}{E} \tan \theta_0 \,\sigma_x \cos^2 \chi + \frac{2\nu}{E} \tan \theta_0 \,\sigma_x$$
(1)

ただし、 θ_0 は無ひずみの回折角である。角度 χ を傾けな がら回折角2 θ を測定して、 2θ -cos² χ 線図を作成する。こ の線図の回帰直線の傾きMは、

$$M = \frac{\partial 2\theta_{\chi}}{\partial \cos^2 \chi} = -\frac{2(1+\nu)}{E} \tan \theta_0 \sigma_1$$
(2)

(3)

となる. ゆえに, 測定される応力 σ_x は, 応力定数K と 2θ -cos² χ 線図の傾きM から得ることができる.

$$\sigma_x = KM, \quad K = -\frac{E}{2(1+\nu)}\cot\theta_0$$

この式からわかるように,無ひずみの格子面間隔 d_0 は応力 σ_x を得るのに不要である.従来の $\sin^2 \varphi$ 法は反射 型X線の光学系をとるが,この $\cos^2 \chi$ 法は透過型光学系 をとっている. $\cos^2 \chi$ 法には, 1) 透過法を用いるので $\cos^2 \chi = 0 \sim 1$ の広い範囲で測定可能, 2) 単軸応力では 回折面内の全周回転の揺動ができ粗大粒に対して有利, 3) 角度 χ の変化に対して照射面積が変化しない,など 優れた点がある.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.平面応力が仮定できない とき,板厚方向のひずみを測定する必要がある.

3. 実験結果および考察

3.1 塑性による巨視的残留応力と硬さの変化

X線応力測定法標準⁴⁾ではCr-*Kβ*線を用いた測定が規 定されているが、Cr-*Kβ*線の311回折は回折強度が弱く測 定には適していない、V, Mn, Crの特性X線による応力測 定についての比較研究⁸⁾でも、Mn-Kα線による311回折 が高精度であると報告している.本研究では、塑性変形 の前と後でMn-Kα 特性X線によるγ-Feの311回折を用 いて各試験片の残留応力を精度よく、かつ効率的に測定 できた、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、照射領域が大きく十分 な結晶粒数があるため粗大粒の影響はみられず、いずれ の測定においても2 θ -sin² φ </sup>線図の直線性はよかった.

Fig.2に示すように塑性変形前の残留応力は、やや小 さい圧縮となっているが、塑性変形後は、すべての塑 性ひずみの試験片で引張り側になった. γ -Feの311回折 の残留応力は、塑性ひずみ ϵ_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 ϵ_p = 1%付近で γ -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、塑性変形初期である ϵ_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、降伏



Fig. 2. Change in residual stress with increase



hardness.

点を超えて塑性するときに結晶の弾性異方性により発 生する⁹.しかし、大塑性領域では、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.

原子力機器における塑性変形量を簡便に評価する方法 として硬さを利用するときも多い.各塑性変形させた試験 片の硬さの変化を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.ビッカース硬さは,塑性ひずみを与えた試験片に 荷重98Nの押し込み荷重で測定した.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 ϵ_p が2%未 満では硬さが明確に増加を示すことはない.ゆえに,硬 さおよび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%以上の領域からである.

3.2 粗大粒のX線応力測定とcos²χ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、本研究の 透過法による2 θ -cos² χ 法が可能となる.これまでに透過 法を利用したcos²χ 法による応力測定の例はなく,反射 法によるsin²φ 法と透過法によるcos²χ 法とを同じ放射 光X線を用いて比較・検討した本実験の結果は興味深い.

ー例として, γ -Fe の400 回折の結果をFig.4 に示す. Fig.4 (a) の2 θ -sin² φ 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sin² φ が0.5 以上のところで回折強度が得られないことにある.こ れに対して,Fig.4 (b) の2 θ -cos² χ 線図はよい直線性が 得られた.高エネルギー放射光による透過型のX線光学 系をとれるので,2 θ -cos² χ 法では測定方位の格子面内で 回転させることができる.その結果,揺動効果により回 折に寄与する結晶数を増やすことができ,図(b)のよう にcos² χ 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鋼な どの粗大粒を測定するにはcos² χ 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、cos² χ 法で 精度よく応力を測定できる.なお、放射光施設SPring-8 に応力評価の専用ビームラインが建設され、本方法の 有効性の理解と産業利用の発展を期待したい.



Fig. 4. Comparison between $sin^2 \varphi$ and $cos^2 \chi$ method.

3.3 SUS316の弾性異方性

多結晶体の平均的応力は、巨視的応力または第一種応 力といわれる¹⁰⁾.本研究のように一様に塑性変形させ除 荷した試験片には、応力が負荷されていないので第一種 残留応力は存在しない.しかし、結晶粒の塑性変形の異 方性により結晶方位ごとの残留応力は存在する.この結 晶相互間の応力は第二種応力といわれ、微視的応力に分 類される.X線で測定される応力**G**_{hkl}は、特定の結晶方 位[*h k]*の残留応力を測定しているので、結晶方位ごと の第二種残留応力に相当する.原子力発電設備おいて、 塑性変形を受けた部位からSCC が発生する事例があり、 SCC 発生初期の微小き裂においては、巨視的応力に加 え塑性変形を受けた部位の微視的残留応力の影響も無 視できない.ゆえに、塑性変形による微視的残留応力を 実測し、その結晶方位による大きさと分布を知ることは 原子力発電設備の保全において有用である.

単結晶の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半径とし, それを[hkl]の方位で表した弾性曲面をFig.5 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 く球形に近い形を持つ.他方,オーステナイト系ステ ンレス鋼(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.SUS316 の[111] に対する[100] のヤング率の 比は1.64 になる.Al とSUS316 は同じ面心立方格子の 結晶系を持つが,SUS316 は弾性異方性が大きい.結 晶の弾性異方性を表す物性値として弾性異方性パラメ ータがある.立方晶の弾性異方性パラメータA は,単 結晶のスティフネス c_i から

$$A = \frac{2c_{44}}{c_{11} - c_{12}} \tag{4}$$

で定義される¹¹⁾. Al のc_{ij} から計算された弾性異方性パ



Fig. 5. Elasitic anisotropy of f.c.c metals.

る. 弾性等方性材料では A=1となるので,オーステナ イト系ステンレス鋼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 い材料である.

3.4 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 ε_p のレベルは1~2%である. ε_p =1および2% の試験片に対して、各回折面($h \ k \ l$)を用いて前節の $\cos^2 \chi$ 法で測定した残留応力 σ_{hkl} を[$h \ k \ l$]方位のヤン グ率 E_{hkl} で整理した.その結果を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.

ヤング率の小さい回折面では引張り残留応力が生じ、 大きい回折面では圧縮残留応力が生じる結果が得られた.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、ほぼバランスして零となっている.ヤング 率の大きい回折面は結晶格子面の原子密度が高く、す べりが生じやすい.一方、ヤング率の小さい回折面は 格子面の原子密度が小さく、すべりは生じにくい.た とえば、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.本実験の結果では、結晶方位により±100 MPa 程 度の残留応力差があることがわかった.311 回折は、 図からわかるように機械的なヤング率に近く微視的残 留応力が生じにくい回折である.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



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

発生しやすい回折面といえる.

Fig. 2 のラボX線による311 回折では,250 MPa の 応力が測定され,放射光による同一回折の結果と差が ある.反射法によるラボX線の侵入深さは約3µm であ り,表面のひずみを測定している.一方,放射光では 透過法のため,内部のひずみを測定している.表面は 内部より拘束が少なく変形しやすく,ラボX線の方が 大きな応力を示したものと考えられる.

残留応力の回折面依存性が塑性変形により発生する 簡単なメカニズムについて検討する.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.7 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.7(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 荷後も各格子ひずみは生じない.

Fig. 7 (b) では,ハードな結晶方位を持つ粒ではヤン グ率は大きいが滑りを生じやすいので,先に降伏が始 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.7(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.7(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 $\varepsilon_p = 1 - 2\%$ 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鋼において 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.



Fig. 7. Mechanism of inducing residual micro-stress with plastic deformation.

4. 結言

SUS316L に引張塑性変形を与え除荷した後に,各回 折面を用いて微視的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.

- 本研究で提案したcos²χ 法は、粗大粒をもつオース テナイト系ステンレス鋼の残留応力測定に有効で あった。
- 2) 塑性ひずみ数%以上については、ビッカース硬さと よい対応を示した.
- 3) 引張り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。
- 4) 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 回折面依存性を整理でき、軟らかい回折方位では引 張り残留応力、硬い回折方位には圧縮の残留応力が 生じた。
- 5) 弾性異方性を持つ材料において、回折面依存性による残留応力は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様子を簡単な弾塑性異方性モデルで説明した.

謝辞

本研究の一部は文部科学省研究費補助金基盤研究 (C) No. 21560081 および高輝度光科学研究センター(課 題番号2007A1108, 2007B1646)の援助を受けた.

参考文献

 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 Metalludica, Vol. 46, 1998, pp. 3087-3098.

- [2] B. Clausen, T. Lorentzen, M.A.M. Brourke and M.R. Daymond, "Lattice strain evolution during uniaxial tensile loading of strainless steel", Meterial Science & Engineering, Vol. A259, 1999, pp. 17-24.
- [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, 2002, pp. 215-222.
- [4] JSMS-SD-5-02, "X線応力測定法標準— 鉄鋼編", 日本材料学会, 2002.
- [5] E. Kröner, "Berechnung der elastischen Konstanten des Vierkristalls aus den Konstanten des Einkristalls", Zeiteschrift Physik, Vol. 151, 1958, pp. 504-518.
- [6] H.M. Ledbetter, "Predicted single-crystal elastic constants of stainless-steel 316", British Journal of NDT, Vol. 23, 1981, pp. 286-287.
- [7] http://x-ray.ed.niigata-u.ac.jp/xdatabase/Kroner_model /kroner_c.html
- [8] 小木曽克彦, "V, Mn, Cr 各特性X線によるSUS304 の応力測定比較", 第37 回X線材料強度に関する シンポジウム後援論文集, 2001, pp. 117-122, 日本 材料学会.
- [9] T.M. Holden,"Intergranular stress", J. Neutron Research, Vol. 7, 1999, pp. 291-317.
- [10] 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", 養賢堂, 2006, p. 187.
- [11] 文献10, p. 257.
- [12] G.N. Kamm and G.A. Alers, "Low-temperature elastic moduli of aluminum", Journal of Physics and Chemistry of Solids, Vol. 35, 1964, pp. 327-330.

(平成 21 年 11 月 29 日)