OUKA
The University of Osaka
Institutional Knowledge Archive

Title	2相ステンレス鋼の組織と強度特性に関する研究
Author(s)	深浦, 健三
Citation	大阪大学, 1986, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://hdl.handle.net/11094/2322
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

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

The University of Osaka

2相ステンレス鋼の組織と強度特性に関する研究

深浦　健三

２相ステンレス鋼の組織と強度特性に関する研究

１９８５年

深浦　健三

目　　次

第１章　　序論　　1

第２章　　２相ステンレス鋼の引張および衝撃特性　　5

２－１　　緒言　　5

２－２　　溶体化処理材の強度特性　　6

２－２－１　供試材および実験方法　　6

２－２－２　実験結果　　7

２－２－３　強度と組織との関連　　１１

２－２－４　小括　　１８

２－３　　時効材の強度特性　　１９

２－３－１　実験方法　　１９

２－３－２　実験結果　　１９

２－３－３　時効による組織変化　　２２

２－３－４　強度と組織の関連　　２７

２－３－５　小括　　３０

２－４　　結論　　３１

第３章　　２相ステンレス鋼の低温および高温引張特性　　３４

３－１　　緒言　　３４

３－２　　低温引張強度特性　　３５

３－２－１　実験方法　　３５

３－２－２　強度、引張破断伸び、硬度測定結果　　３７

３－２－３　微視組織観察　　３９

３－２－４　擬降伏点現象について　　４２

３－２－５　破断伸びについて　　４５

３－２－６　フェライト相が変形挙動に及ぼす影響　４７
３－２－７　小括　５０
３－３　高温短時間引張強度特性　５１
３－３－１　実験方法　５１
３－３－２　実験結果　５２
３－３－３　動ひずみ時効について　５５
３－３－４　小括　５８
３－４　２相ステンレス鋼の超塑性現象について　５８
３－４－１　実験方法　５８
３－４－２　供試材　６０
３－４－３　荷重－伸び曲線　６２
３－４－４　m値と破断伸びの関係　６３
３－４－５　変形挙動に及ぼすオーステナイト相結晶粒径の影響　６４
３－４－６　小括　６８
３－５　結論　６８

第４章　２相ステンレス鋼の引張変形挙動の微視的機構　７３
４－１　緒言　７３
４－２　Ｘ線回折強度曲線のフーリエ解析法　７４
４－３　実験方法　８１
４－３－１　供試材　８１
４－３－２　Ｘ線測定法　８３
４－３－３　透過電子顕微鏡観察　８５
４－４　実験結果および考察　８６
４－４－１　硬度とＸ線半価幅の測定　８６

４－４－２　Ｘ線プロファイルのフーリエ解析　８８
４－４－３　透過電子顕微鏡組織による考察　９３
４－４－４　Ｘ線プロファイル解析の評価　９７
４－５　結論　９９

第５章　２相ステンレス鋼の疲労強度　１０２
５－１　緒言　１０２
５－２　疲労強度に及ぼす種々な要因　１０２
５－２－１　実験方法　１０３
５－２－１－１　供試材の化学組成と疲労試験方法　１０３
５－２－１－２　試験片の準備　１０３
５－２－２　溶体化処理温度および冷却速度の影響　１０５
５－２－３　時効の影響　１０７
５－２－４　試験片採取方向の影響　１１０
５－２－５　前加工の影響　１１２
５－２－６　フェライト、オーステナイト単相鋼との疲労強度の比較　１１６
５－２－７小括　１１７
５－３　相応力と疲労強度　１１８
５－３－１　実験方法　１１８
５－３－２　相応力測定結果　１２０
５－３－３　Ｓ－Ｎ曲線　１２２
５－３－４　疲労過程中の相応力の変化と表面観察　１２３
５－３－５　小括　１２６
５－４　結論　１２７

第６章　２相ステンレス鋼疲労挙動の微視的検討　１３０
６－１　緒言　１３０
６－２　実験方法　１３１
６－３　実験結果および考察　１３２
６－３－１　引張による表面組織の変化　１３２
６－３－２　Ｓ－Ｎ曲線　１３４
６－３－３　表面トポグラフィ　１３５
６－３－４　疲労内部組織の観察　１３９
６－３－５　初期疲労亀裂の発生挙動について　１３９
６－４　結論　１４５

第７章　２相ステンレス鋼の耐食性および腐食疲労挙動　１４８
７－１　緒言　１４８
７－２　実験方法　１４９
７－３　結果および考察　１５１
７－３－１　全面腐食試験　１５１
７－３－２　孔食試験　１５３
７－３－３　耐食性に及ぼす加工と時効の影響　１５５
７－３－４　２相ステンレス鋼の腐食疲労試験　１５８
７－３－５　２０％ＮａＣｌ溶液中での腐食疲労亀裂の伝播　１６３
７－３－６　亀裂伝播速度に及ぼす液温の影響　１６５
７－４　結論　１６７

第８章　総括　１７１
謝辞　１７８

第1章　序論

オーステナイト系ステンレス鋼は耐食材料としてだけでなく加工性、溶接性に優れ、また耐熱性も良好なため広範に使用されている。しかし降伏応力が低く、またCl^-イオンを含む水溶液中で応力腐食割れを起し易いという致命的な欠点を持っている。一方、最近の溶製技術の進歩とともにC，N等の不純物が0．01%以下の高Crフェライト系ステンレス鋼が開発されている。その加工性、溶接性はオーステナイト系ステンレス鋼に比べてやや劣ると言われているが[1],[2]降伏応力はオーステナイト系ステンレス鋼に比べて高く、Niを含まないものは応力腐食割れを起さず[3]、熱膨張係数が小さいなどの特性を示すため注目されている[4],[5]。

ところでオーステナイト相とフェライト相の2相を含むステンレス鋼は古くから応力腐食割れを起こしにくいことは知られていたが[6]、熱間加工性に問題があって実用化が遅れていた[7]。　しかしアルゴン酸素脱炭法（AOD）や真空酸素脱炭法（VOD）といった炉外精錬法の進歩によって低炭素化が可能となり加工性が改善されるにつれ，海水淡水化プラントや油井管材料として使用される実績が年々多くなってきている[8~12]。2相ステンレス鋼がJISに採用されたのは最近であるが、その基本的組成は22～28 Cr,2～9 Ni 0．5～3 Mo，0．005～0．10 C（wt%）となっている。このようにNi量が少ないため安価であるということも、2相ステンレス鋼が注目されている理由の1つである。しかし、現在でもなお溶接性の改善のため、例えばWのような添加元素の効果が検討されている[13]。

2相ステンレス鋼中のオーステナイト相，フェライト相は云うまでもなく組成、組織が異なりまた物理的性質が異なっているため、熱的あるいは機械的などの外的の仕事に対しての2相ステンレス鋼の挙動は興味深いものがある。

２相ステンレス鋼の機械的性質に関する一連の研究が Hayden ら[14~18]，あるいは Tamura ら[19],[20] によって行われているが，この鋼は熱間圧延温度域が状態図でいえば２相共存域にあり，結晶粒径が非常に微細となっているため、各相の個々の変形挙動についての詳しい検討は、Wakasaら[21]によるマルテンサイト変態に関する報告以外ほとんど見られない。また、ここ数年で時効による析出現象についての透過電子顕微鏡を用いた詳細な研究が見受けられるようになったが、微視的な研究は複合材料的見地からも重要であるにもかかわらず非常に少ないのが現状である[22],[23]。

そこで本論文は２相ステンレス鋼の引張、疲労などの機械的性質に及ぼす種々の熱処理や環境の影響について，オーステナイト相、フェライト相各相の個々の変形挙動や変態挙動，ならびに延性２相鋼の強度の特異性を透過電子顕微鏡あるいはＸ線を利用することによって微視的に検討することを主な目的としている。　なお本論文は次のような各章から構成されている。

第２章では引張、衝撃特性に及ぼす溶体化処理温度、冷却速度、時効の影響を組織変化と関連づけ検討した。

第３章では２相ステンレス鋼の引張強度や破断伸びに及ぼす試験温度、引張ひずみ速度や結晶粒径の影響を調べた。

第４章では室温で引張変形したときの各相の変形挙動をＸ線プロファイル解析と透過電子顕微鏡的観察を通して微視組織の立場から検討した。

第５章では２相ステンレス鋼の疲労強度に及ぼす熱処理温度、冷却速度や時効の影響、熱間圧延方向に対する試験片採取方向の影響を調べ、さらにオーステナイト鋼やフェライト標準鋼のそれらとも比較した。熱処理の影響のうち、相応力については詳しく検討した。

第６章では２相ステンレス鋼の疲労において疲労亀裂発生が重要な因子であることが前章で示唆されたので，透過電子顕微鏡による下部組織の観察とレプ

リカ法による表面変形組織の観察を通じて亀裂発生挙動について詳細に検討した。

第７章では実用的見地から２相ステンレス鋼の耐食性に及ぼす各種の熱処理や前加工の影響を調べるとともにＣｌ⁻イオンを含む水溶液中での疲労強度をオーステナイト単相鋼、フェライト単相鋼それぞれと比較検討した。

参考文献

（１）寺井精英；鉄鋼協会第４４，４５回西山記念，219 (1977).

（２）金井俊睦；同上，30 (1977).

（３）S.Shimodaira,M.Takano,Y.Takizawa,H.Kamide;Stress Corrosion Cracking and Hydrogen Embrittlement of Iron Base Alloys,p1003(1973), NACE Publication.

（４）安保秀雄，細井裕二；防食技術，28,584 (1979).

（５）A.P.Bond,H.J.Dundas; Corrosion , 24,344(1968).

（６）J.W.Flowers,F.H.Beck and M.G.Fontana; Corrosion,19,186(1963).

（７）H.F.Merrick,H.W.Hayden and R.C.Gibson; Met.Trans.,4A,827(1973).

（８）R.Kiessling; Scand.J.Met.,1,185(1972).

（９）鈴木隆志，長谷川博一，渡辺三雄；日本金属学会誌，32,1171(1968).

（１０）水野誠，鈴木隆志；日本金属学会報；８，716(1968).

（１１）原田憲二；防食技術，26,721(1977).

（１２）長野博夫，池田充彦，小池正夫，原田誠，中村達夫；日本金属学会報，19,460(1980).

（１３）長野博夫，小若正倫；鉄と鋼，60,1150(1980).

（１４）R.C.Bibson,H.W.Hayden and J.H.Brophy; Trans.ASM,61,85(1968).

（１５）H.W.Hayden and S.Floreen; ibid , 61,474(1968).

(１６)S.Floreen and H.W.Hayden; ibid, 61, 489(1968).

(１７)H.W.Hayden and S.Floreen;Met.Trans.,1A,1955(1970).

(１８)H.W.Hayden and S.Floreen; ibid .,4A,561(1973).

(１９)I.Tamura,Y.Tomota,A.Akao,Y.Yamaoka,M.Ozaki and S.Kanatani;Trans. ISIJ,13,283(1973).

(２０)Y.Tomota,N.Tachibana and K.Kuroki;ibid,18,251(1978).

(２１)K.Wakasa and T.Nakamura; J.of Met.science,12,1438(1977),ibid , 12,2109(1977), ibid,13,21(1978), ibid,13,807(1978).

(２２)T.M.Devine.Jr; Met.Trans.,11A,791(1980).

(２３)前原泰裕，藤野充克，邦武立郎；鉄と鋼，68,673(1982).

第２章　２相ステンレス鋼の引張および衝撃特性

２－１　緒　言

フェライト相とオーステナイト相を適度の割合で含有する２相ステンレス鋼は耐応力腐食割れ鋼として開発された[1~4]。その組成はＳＵＳ３０４型鋼（１８Ｃｒ８Ｎｉ）より高Ｃｒ，低Ｎｉであり、また耐食性を向上させる意味で炭素含有量を非常に低くし、逆に窒素を積極的に添加したものが基本的なものであるが、さらに溶接性や加工性を改良するため種々な組成が検討されている[5]。フェライト相とオーステナイト相との混合比が強度や耐食性に及ぼす影響についても研究されており、耐応力腐食割れ性に関してはほぼ５０％ずつ混合しているとき最も優れた特性を示すようである[1, 6, 7]。

ところで２相ステンレス鋼は、加熱の際に組織変化を起こし易いと云う欠点を持っている[8]。例えば、２相ステンレス鋼中のオーステナイト相では 900 Ｋ付近の加熱によって$Cr_{23}C_6$ などの炭化物の析出[9]，フェライト相内では、高Ｃｒのフェライト鋼を１１００Ｋ付近に加熱した際に見られるσ相の析出[10]，あるいは７５０Ｋ付近でのＣｒ－ｒｉｃｈ相（α′相）の析出などの組織変化であり[11]、それらは２相ステンレス鋼の強度や靱性に重大な影響を及ぼすことが考えられる。

２相ステンレス鋼の耐食性や応力腐食割れ性に関する研究は以前から行われているが、今後ますます材料への要求が苛酷になることもあり、本鋼が耐食材料としてだけでなく高強度、高靱性材料としての使用の拡大が望まれている。ところが２相ステンレス鋼の強度特性を微視組織的な見地から検討したものはほとんど見当たらないのが現状である[6, 12]。

そこで本章では、溶体化処理温度やその温度からの冷却速度、さらに種々な析出が予想される温度域で時効した２相ステンレス鋼の引張特性および衝撃特

性を調べたが、その際フェライト相とオーステナイト相の微視組織変化に注目し、本鋼の強度特性に各相がどのような役割を担っているのかを理解しようとするものである。

２－２　溶体化処理材の強度特性

２－２－１　供試材および実験方法

供試材はＳＵＳ３２９J1型２相ステンレス鋼でその化学組成を表２-１ に示す。熱間加工した直径２０ｍｍの棒材から図２－１に示すような引張試験片（ａ図）および衝撃試験片（ｂ図）を切削加工により作製した。溶体化処理温度の組織および強度に及ぼす影響を調べるために、溶体化処理温度を１１７３K

表２－１　供試材の化学組成　（ｗｔ％）

C	Si	Mn	P	S	Cu	N	Cr	Ni	Mo
0.005	0.38	0.58	0.002	0.018	0.92	0.135	24.84	5.05	1.34

から１６２３Kまでの範囲で変化させ、所定の温度で３０分保持した後水冷した。次に冷却速度の影響を調べるために溶体化処理温度を１３２３Ｋとし、水冷、空冷および炉冷処理を施した。なお、冷却速度は水冷で約５ｘ１０^{2} K／sec，空冷で約２．５K／sec ，炉冷では約７ｘ１０$^{-2}$K／ secであった。引張試験には島津製インストロン

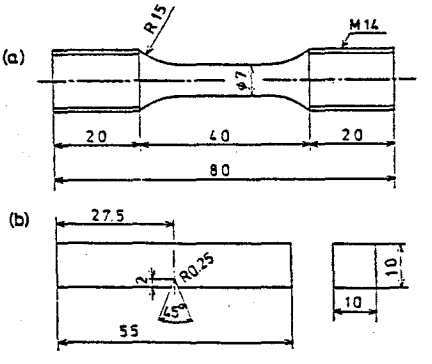


図２－１　試験片形状および寸法
（ａ）引張試験片　（ｂ）衝撃試験片

型引張試験機を用い、初期引張歪み速度はすべて５．５ｘ１０$^{-4}$／sec とし室温、大気中で行った。衝撃試験は同じく島津製シャルピー試験機を用いた。試験温度は７７～４７３Ｋの範囲とした。組織観察には光学顕微鏡及び加速電圧２００ｋＶの透過電子顕微鏡（ＪＥＯＬ２００Ｂ）を用いた。光学顕微鏡組織観察のための腐食液は改良型村上試薬で、その浴組成はフェリシアンカリ：水酸化カリ：水＝３０ｇ：３０ｇ：１００ｇである。薄膜作製は過塩素酸２０％：エチルアルコール８０％の電解研磨液を用いて窓枠法によった。フェライト相体積率測定のためには磁気天秤を利用し、またオーステナイト相とフェライト相中の固溶元素量は日本電子製Ｘ線マイクロアナライザー（ＪＸＡ５Ａ）を使用した。その際の電圧，電流はそれぞれ、１５ｋＶ，０．０１５μＡであった。分光結晶としてＬｉＦ（フッ化リチウム），ＰＥＴ（ペンタエリスリトール）およびＳＴＥ（ステアレート）を用い、線分析によって測定した。なお定量は第１次近似で行ったので、得られた数値は半定量的なものとなっている。析出物の同定には理学電気製Ｘ線回折装置を用いた。対陰極はＣｏで、管電圧，電流は３０ｋＶ，１０ｍＡとした。析出物は電解抽出して得たが、電解液組成は過塩素酸：酢酸＝９０cc：１０ccである。またＸ線半価幅の測定も行ったが管電圧，電流はそれぞれ、３５ｋＶ，１５ｍＡであり、回折面はフェライト相の｛２１１｝とした。さらに破面観察には加速電圧２５ｋＶの走査電子顕微鏡（ＪＥＯＬ１５）を用いた。

２－２－２　実験結果

図２－２は１１７３～１６２３Ｋの各温度で３０分保持後水冷した際の室温での硬度、引張性質および衝撃性質を調べた結果を示す。１１７３～１４００Ｋの温度範囲では諸強度はほとんど変化せず、１４００Ｋ以上の温度になるにつれ硬度、引張強度、降伏点は上昇するが逆に伸びや絞りは低下してくる。衝

撃吸収エネルギーも１４００Ｋまではほとんど変化していないが、それ以上の温度での衝撃吸収エネルギーの低下は著しく、１３２３Ｋで２６０Ｊあったものが１５７３Ｋでは５０Ｊと約８０％も低下している。これは伸び，絞りの低下率３０％に比べて非常に大きいと云える。そこで衝撃吸収エネルギーの温度依存性を調べたのが図２－３である。図中には比較のためオーステナイト系ステンレス鋼（18Ｃｒ９Ｎｉ）とフェライト系ステンレス鋼（３２Ｃｒ２Ｎｉ）の衝撃特性を点線で示した[13]。溶体化処理温度が１４００Ｋ以下の処理材では室温付近での上部棚エネルギーは大きく、オーステナイト系ステンレス鋼に匹敵する靱性を示している。しかし試験温度の低下につれ靱性も低下し、７７Ｋでは脆化しているのが分かる。上部棚エネルギーと下部棚エネルギーとの中間のエネルギーを持つ温度、すなわち延

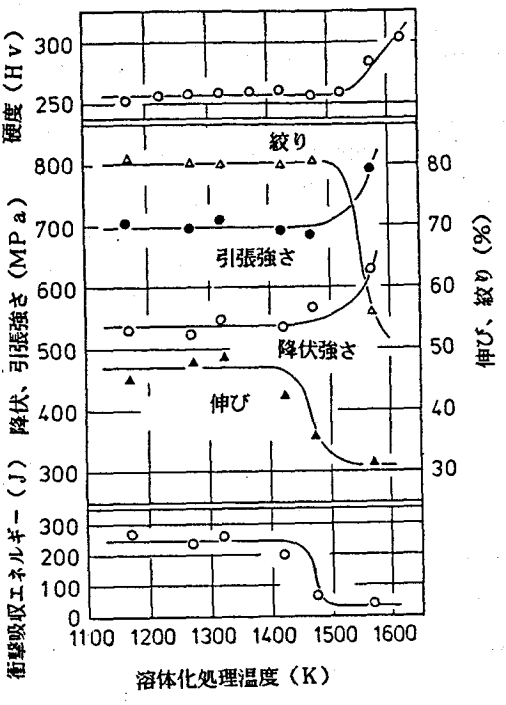


図２－２　２相ステンレス鋼の溶体化処理温度が機械的性質に及ぼす影響

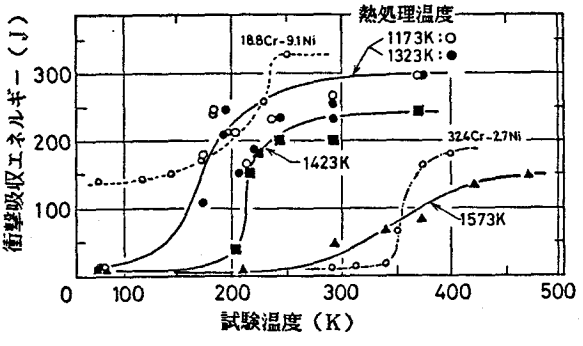


図２－３　２相ステンレス鋼溶体化処理材の衝撃吸収エネルギーの試験温度依存性

性－脆性遷移温度はこの場合１７０Ｋとなっている。溶体化処理温度が１４００Ｋ以上になってくると上部棚エネルギーは低下し、遷移温度も高温側へ移行していることが分かる。図２－４に衝撃破壊による破面の走査電子顕微鏡写真を示した。試験温度が室温の際の破面は（ａ）と（ｃ）であるが、溶体化処理温度が１３２３Ｋ（ａ）では全面にディンプルパターンが見られ延性破断しているのが分かる。ところが衝撃吸収エネルギー値の低い１５７３Ｋ処理材（ｃ）では平担な破面となっており，リバーパターン状の筋模様が見られる。また写真の中央上部の矢印で示す所に粒界破壊したと思われるロッキーパターンも見られている。一方、衝撃値は０に近く、靱性をほとんどなくしている１３２３Ｋ溶体化処理材の７７Ｋでの破面を（ｂ）に示すが、（ａ）で示したパターンと（ｃ）で示したパターンが混在した人手状破面が見られる。（ｂ）と（ｃ）とでファセットの大きさ（平担な破面部分）に違いはあるが、ファセット内に見られる直線的な筋の方向が隣のファセット内のものとは異なることから、ファセット径は結晶粒径に対応していると考えられる。なお、室温での引張破面はどの処理材でもほとんど変化はなく、ディンプルパターンのみ見られた。

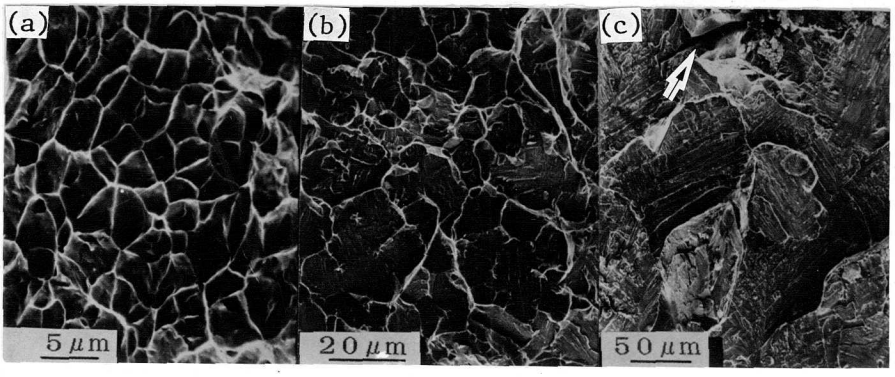


図２－４　１３２３Ｋと１５７３Ｋ溶体化処理材の衝撃破面
（ａ）１３２３Ｋ材，衝撃温度室温，（ｂ）１３２３Ｋ材，衝撃温度７７Ｋ
（ｃ）１５７３Ｋ材，衝撃温度室温

以上のように溶体化処理温度が１４００Ｋまでは機械的性質にはほとんど変化は見られないが、溶体化処理温度がそれ以上になるにつれ強度は上昇し延性は低下する。また、室温での靱性の低下も著しく、延性－脆性遷移温度は高温側へ移行することが分かった。これらの現象は次節で述べるように結晶粒の粗大化やフェライト相体積率の変化、あるいは粒界や相境界での析出物の生成などと密接に関係する。

次に冷却速度と強度の関係を調べた。溶体化処理温度と諸強度の関係より1323 Kを標準溶体化処理温度として、その温度から水冷、空冷および炉冷の各処理を施した。表２－２は冷却方法の差異による硬度、引張強度、衝撃エネルギー値（衝撃値）の変化を調べたものである。冷却速度が小さくなるにつれ硬度や引張強度は上昇している。一方、伸びや絞りは減少しているがその程度は強度の上昇に比べて非常に小さいと言える。しかしながら室温での衝撃値の低下は著しく、炉冷材は水冷材に比べて約１／３に低下していることが分かる。このように冷却方法の差による衝撃値の変化が大きかったので、その温度依存性を調べた結果が図２－５である。冷却速度の小さいもの程上部棚エネルギーは小さく、また延性－脆

表２－２　冷却方法の差異による機械的性質の変化

冷却方法	硬度	降伏強さ	引張強さ	伸び	絞り	衝撃吸収
	Hv	MPa	MPa	%	%	エネルギー J
水冷	251	474	720	42	81	258
空冷	246	515	731	42	79	212
炉冷	270	621	835	39	79	78

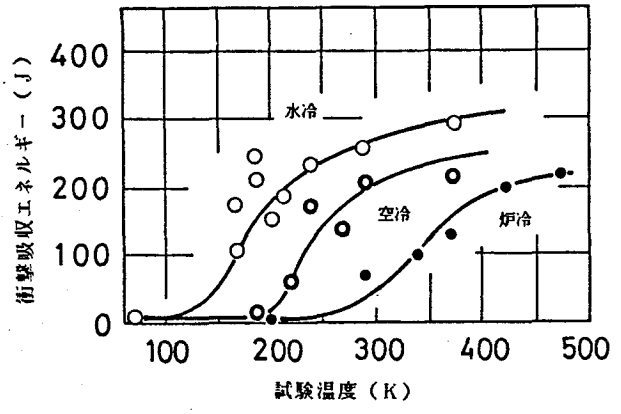


図２－５　衝撃吸収エネルギーの試験温度依存性

性遷移温度も室温あるいはそれ以上の高温側に大きく移行していることが分かる。これらの熱処理材の室温での衝撃破面を図２－６に示すが、水冷（ａ）および空冷材（ｂ）では全面デインプルパターンが見られ、炉冷材では同図（ｃ）に見られる如く破面は平担な部分と人手状部分（asteroid）とからなっていて，図２－４（ｂ）に示した破面とその特徴が似ていることが分かる。

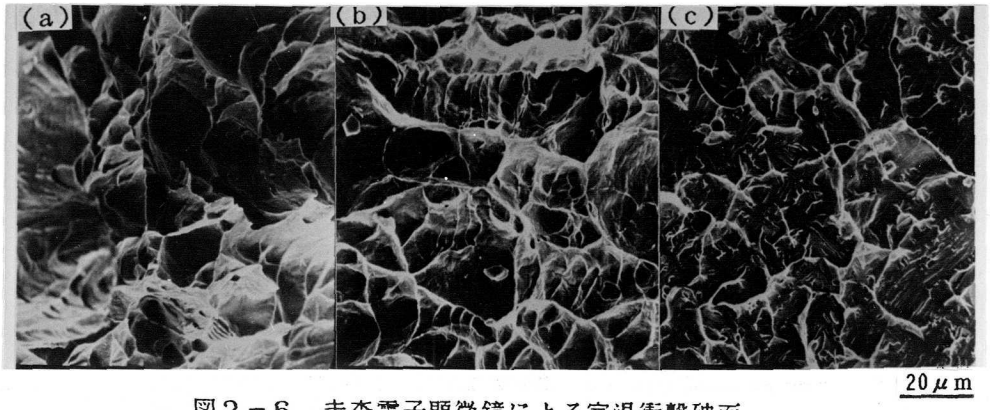


図２－６　走査電子顕微鏡による室温衝撃破面
（ａ）水冷材　（ｂ）空冷材　（ｃ）炉冷材

２－２－３　　強度と組織との関連

溶体化処理温度が高かったり、冷却速度が小さいと強度の増加や靱性の低下が見られたので、その原因を調べた。まず１１７３Ｋ～１６２３Ｋの各温度から水冷したときの光学顕微鏡組織を図２－７に示す。白色部はオーステナイト相で黒色部はマトリツクスのフェライト相である。オーステナイト相はフェライト相中に繊維状に分布していることが分かる。（ａ）～（ｅ）に示すように１１７３～１３２３Ｋの温度範囲内では組織的に大きな変化は見られないが、１３７３Ｋ以上になってくると（ｆ）～（ｈ）に示すようにオーステナイト相が徐々に消失していくと共にオーステナイト相の繊維の連続性も失われていき、ついにはフェライト単相（ｉ）になることが分かる。またそれに伴いフェライト相粒径も増大していることも分かる。溶体化処理温度とフェライト相体積

率との関係を図２－８に示したが、溶体化処理温度の上昇につれフェライト相体積率も大きくなるが、増加の度合が約 1400 Ｋまでは小さく、それ以上では大きいことが分かる。これは図２－７の結果と一致している。図２－９にFe７０％におけるFe－Ｃｒ－Ｎｉ切断状態図を示した。この図によればNi５％，Ｃｒ２５％ではフェライト相の増大は約１２００Ｋ以上で起きることになり、またフェライト単相になる温度は１４００Ｋ付近である。図２－９の状態図から求められるこれらの温度と、図２－７や図２－８から得た温度との差異

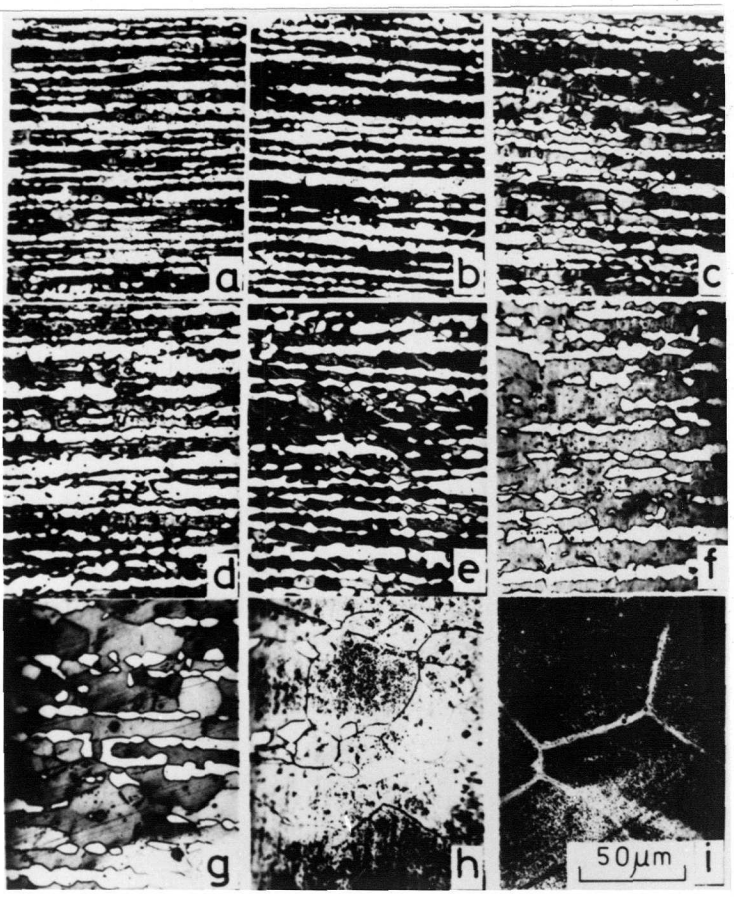


図２－７　溶体化処理材の光学顕微鏡組織
(a)１１７３Ｋ (b)１２２３Ｋ (c)１２７３Ｋ (d)１３２３Ｋ
(e)１３７３Ｋ (f)１４７３Ｋ (g)１５２３Ｋ (h)１５７３Ｋ
(i)１６２３Ｋ

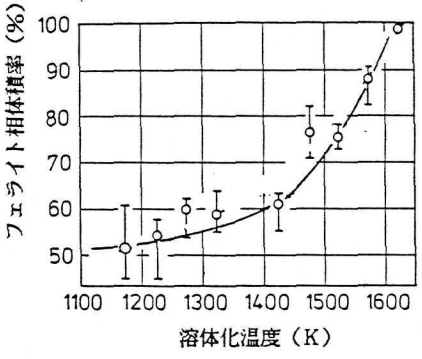


図２－８　溶体化温度とフェライト相体積率の関係

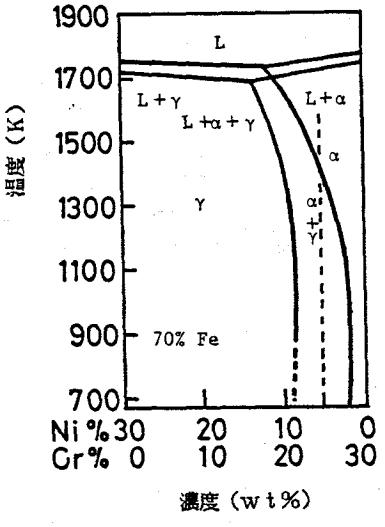


図２－９　Ｆｅ７０％でのＦｅ－Ｃｒ－Ｎｉ切断状態図

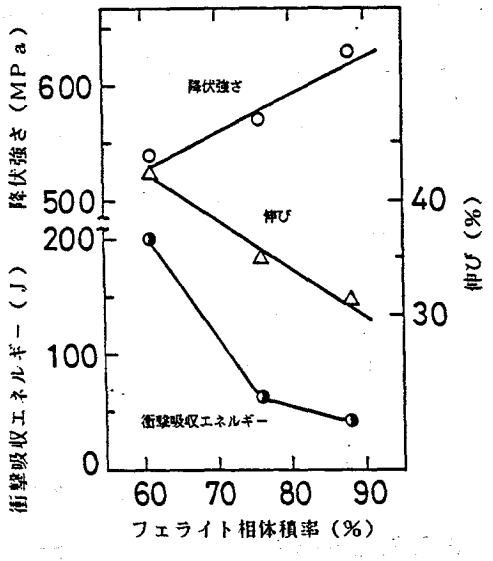


図２－１０　引張性質とフェライト相体積率の関係

は、本実験で用いた試料にはＭｏがかなり含まれているため、その影響と思われる。

図２－１０に降伏強さ，破断伸びあるいは衝撃値とフェライト相体積率との関係を調べたが、前２者はフェライト相体積率とほぼ比例関係にあることが分かる。溶体化処理温度が高くなるとフェライト相体積率の増大につれ、各相中の固溶元素濃度も変化し、強度に影響を及ぼすと思われるが、引張性質に関しては主にフェライト相体積率に依存していると推測できる。ところが衝撃値に関しては直線関係とは言い難く、フェライト相体積率以外の要因も影響していると思われる。例えば、固溶元素量のフェライト相とオーステナイト相への配分が溶体化処理温度によって変化すること、オーステナイト相の形状が変化すること、さらにフェライト相の結晶粒径が変化することなどであり、それらに付随する現象としてはフェライト粒界への炭窒化物の析出などがある[14]。図２－１１は１５２３Ｋ処理材のフェライト粒界の透過電子顕微鏡写真で，（ａ）は明視野像で、（ｂ）は（ａ）の暗視野像である。粒界に黒い斑点状の析出物が見られ、（ｂ）ではコントラストが反転しているのが分かる。フェライト

相へのC，Nの溶解度は非常に小さいこと、例えば、1323Kから急冷したときの（C＋N）の最大固溶量は０．０５ｗｔ％[15]であり、析出速度が大きいことから考えると、粒界の

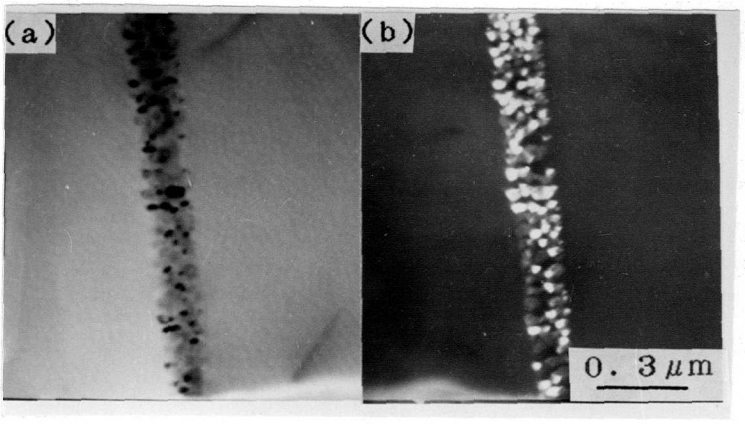


図２－１１　１５２３Ｋ溶体化処理材の透過電子顕微鏡組織
（ａ）明視野像　，（ｂ）暗視野像

析出物はクロム炭窒化物であることは容易に推察される。このように粒界に析出物が生成されると界面エネルギーは低下し粒界破壊傾向を示すが、そのことは図２－４（ｃ）からも明らかである。さらに脆性破壊応力は結晶粒度依存性が大きいので[16]脆化に対しては粒径の効果も見逃せない。一般にＢＣＣ構造を持つ金属は低温、あるいは高速の変形を受けると双晶によって降伏が起き、それが原因でへき開亀裂が発生するため材料が脆性破壊を起こすことはよく知られている[17]。この双晶発生応力は結晶粒径の大きさと密接に関係し、結晶粒径が大きい場合は双晶発生応力がすべりによる降伏応力よりも低くなり、双晶によって降伏が起き易くなることも知られている。そこで図２－４（ｃ）で見られるファセット径の大きさを測定したところフェライト相粒径に等しいことが分かった。つまりフェライト相で双晶が起きたため２相ステンレス鋼は脆性破壊したと考えられる。またフェライト相の増大につれこの相でＣ，Ｎ濃度が高くなるが、そのことは双晶の発生をさらに容易にすると考えられる。

以上、２相ステンレス鋼は溶体化処理温度が高くなるにつれフェライト相粒径の増大，フェライト相内のＣ，Ｎ濃度の富化，および粒界でのＣｒ炭窒化物の析出が起こるため脆性破壊傾向が増すと考えられる。

次に冷却速度の差異による強度特性の変化について考察する。図 2-12 は１３２３Ｋから水冷、空冷、炉冷したときの光学顕微鏡組織であるがいずれも顕著な差は認められない。

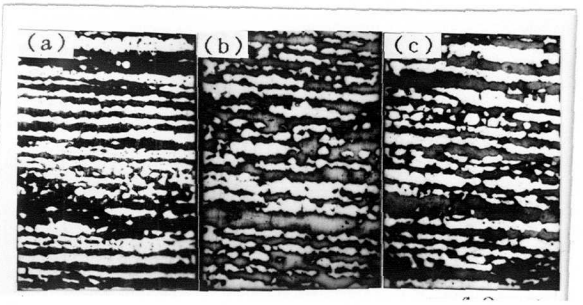


図２－１２　冷却方法を変えた試料の光学顕微鏡組織
（ａ）水冷材　（ｂ）空冷材　（ｃ）炉冷材

ステンレス鋼では一般に溶体化処理温度からの冷却速度が粒界へのクロム炭窒化物の析出傾向に大きく影響することはよく知られている。例えば、Ｃを０．０５％Ｃ以上含むＳＵＳ３０４型オーステナイト鋼では、約１０Ｋ／sec 以下の冷却速度で$Cr_{23}C_6$の析出が起こり[18][19]、またＳＵＳ４４６型フェライト鋼（２６Ｃｒ）では徐冷すると$Cr_{23}C_6$やCr_2Nの析出が粒界で優先的に起こり、急冷してもその析出を阻止することができないと報告されている[20][21]。また、これらの析出物は衝撃値に大きく影響することも知られている[20][22]。そこでオーステナイトーフェライト相境界とフェライト粒界に注目して透過電子顕微鏡観察を行なった。図２－１３はその結果で、(ａ)，(ｂ)，(ｃ)はそれぞれ水冷材，空冷材および炉冷材のオーステナイトーフェライト相境界の微視組織、また(ｄ)，(ｅ)，(ｆ)にはそれぞれのフェライト粒界付近の微視組織の一例を示した。しかし、図から分かるように冷却速度の最も小さい炉冷材でも予想したような析出物は粒界、相境界、粒内を問わず一切観察されなかった。組織的に特に変化があったのはオーステナイト相体積率で、空冷と炉冷材は水冷材に比べそれぞれ４，８％も増加していた。このことから、炭窒化物の析出が粒界や相境界で見られなかったのはフェライト相内のＣ，Ｎ濃度が低いこと、オーステナイト相生成元素であるＣ，Ｎが冷却時に析出してくるオーステナイト相に吸収されたことなどがその理由と考えられる。

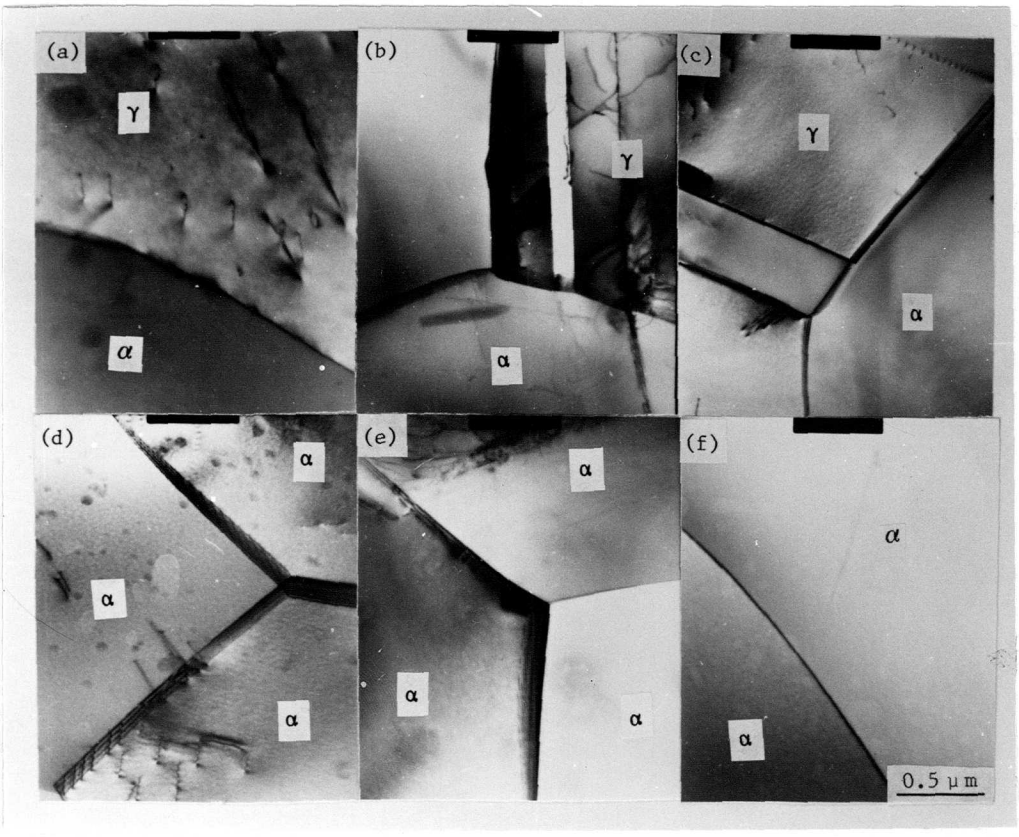


図２－１３　冷却方法を変えた試料の透過電子顕微鏡組織
(a)水冷材，オーステナイト相－フェライト相境界
(b)空冷材，オーステナイト相－フェライト相境界
(c)炉冷材，オーステナイト相－フェライト相境界
(d)水冷材，フェライト相内と粒界
(e)空冷材，フェライト相内と粒界
(f)炉冷材，フェライト相内と粒界

また炭窒化物が析出したとしても、冷却時に相境界がフェライト相側に移動するため[23]、析出物がオーステナイト相の粒内に取り残されているとも考えられるが、透過電子顕微鏡観察ではオーステナイト相に析出物は全く確認されずその可能性は低いと思われる。たとえ炉冷材で今述べたような現象が起きたとしても衝撃値の大きな低下の原因とは考えにくいので次に各相中の固溶元素濃度変化を調べた。図２－１４には水冷材についてＦｅ，Ｃｒ，Ｎｉ成分の線分析の一例を示し、表２－３は炉冷材の結果もまとめて示したものである。なお

C，Nなどの分析も行ったが定量することはできなかった。水冷材のフェライト相は Cr，Mo の濃度が高く、オーステナイト相はＮｉ濃度が高くなっているのが分かる。冷却速度が小さな炉冷材では、水冷材に比べそれらの元素のそれぞれの相への富化の状態が進んでいるが，その変化はわずかであり強度や靱性に影響を及ぼすとは考えにくい。次に表２－４は微小ビッカース硬度計により２相ステンレス鋼中のフェライト相とオーステナイト相の硬度を測定した結果である。これから冷却速度が小さくなるにつれフェライト相の硬度上昇が著しいことが分かる。つまり透過電子顕微鏡でも確認されないような微細な析出がフェライト相内で生じており、そのため炉冷材の強度が上昇したと考えられる。一方，オーステナイト相でも硬化している結果となっているが、これは恐らく結晶粒径が小さいためで、硬度測定の際フェライト相によってオーステナイト相の変形が拘束されたためであると思われる。また，図２－６（ｃ）の衝撃破面を縦割りして光学顕微鏡観察し、

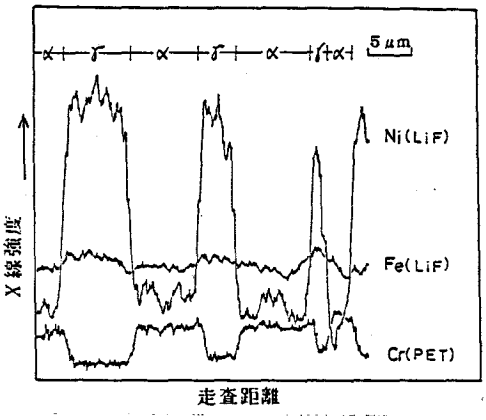


図２－１４　水冷した２相ステンレス鋼のＥＰＭＡ分析

表２－３　固溶元素濃度分布　（ｗｔ％）

冷却方法	相	Ｃｒ	Ｎｉ	Ｍｏ
水冷	フェライト相	26.7	3.74	1.48
	オーステナイト相	23.0	5.89	0.97
炉冷	フェライト相	27.1	3.72	1.64
	オーステナイト相	21.9	6.48	0.91

表２－４　フェライト・オーステナイト相の硬度

冷却方法	硬度 Ｈｖ		硬度差
	フェライト相	オーステナイト相	
水冷	234	236	2
空冷	236	238	2
炉冷	296	261	35

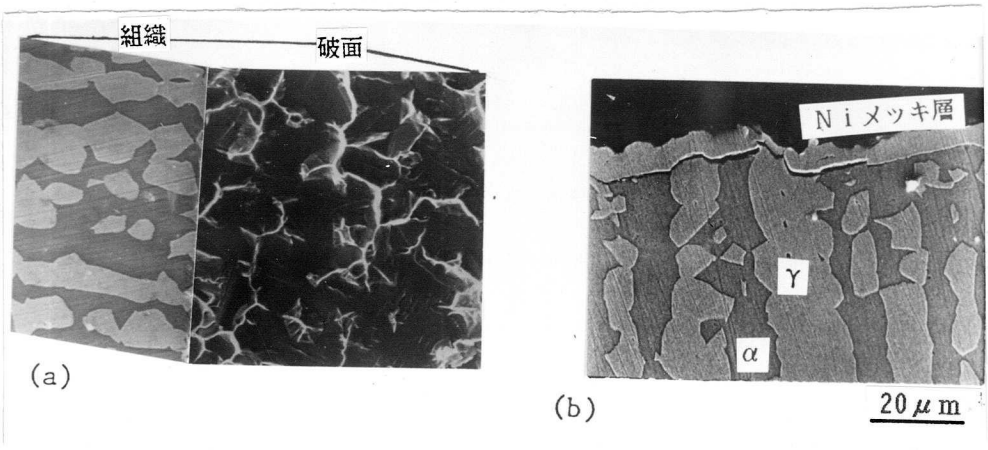


図２－１５　破面と組織の対応（炉冷材）
（ａ）破面と組織，（ｂ）破面の凹凸と組織の関係

破面での平坦部（リバー部）とアステロイド部（ティアー部）の組織との対応を調べたものが図２－１５である。図からリバーパターンを呈する部分はフェライト相，ティアー部はオーステナイト相であることが分かり，フェライト相が脆性破壊を起こしていることは明白である。また図２－１６は衝撃破面近傍で見られた亀裂を示しているがフェライト相内で発生した脆性亀裂がオーステナイト相によってその成長が阻止されていることが分かる。以上のように冷却速度が小さくなるにつれ降伏、引張強さは上昇し逆に衝撃値は低下するが、それらはフェライト相の微視的組織変化と関係していることが明白となった。その組織変化については次節で述べるが、徐冷した場合、フェライト相内でα′相の析出，即ちスピノーダル分解による高Ｃｒ相の析出を生じることが強化や靱性（衝撃吸収エネルギー値に対応）低下の原因となっていることは確実である。

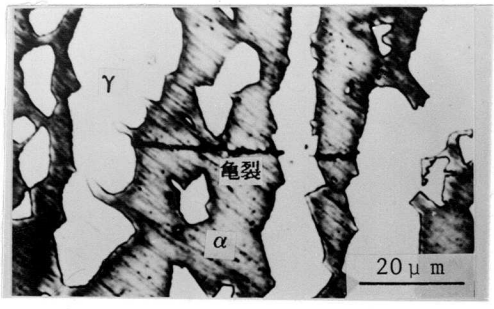


図２－１６　室温衝撃破面近傍の亀裂
（炉冷材）

２－２－４　　小　括

２相ステンレス鋼の溶体化処理温度や冷却速度を変化させたときの機械的性質と組織との関連を調べた。その結果、溶体化処理温度が１４００K以上になってくるとフェライト相体積率の増加、フェライト相結晶粒径の粗大化が著しく，またそれに伴い各相中の固溶元素濃度が変化した。降伏強さなどの引張性質は主にフェライト相体積率に支配されるが、衝撃吸収エネルギー値はフェライト相の体積率の増加、結晶粒の粗大化や炭窒化物の析出などの重畳作用により大きく低下した。１３２３Kから冷却速度を変化させた時、冷却速度が小さくなるほど強度は上昇し靱性は低下した。それはフェライト相内での微細α′相の析出のためであると考えられる。２相ステンレス鋼を１３２３Kから急冷すると高強度、高靱性が得られるが、これは結晶粒径が小さいこと、オーステナイト相が繊維相として存在していること、あるいは各相中への固溶元素配分が適切となっていて炭窒化物の析出を起こさないことなどの理由によると思われる。

２－３　　時効材の強度特性

２－３－１　　実験方法

供試材の化学組成と試験片形状は前節の表２－１、図２－１と同じである。溶体化処理温度は１３２３Kとし３０分保持後水冷した。時効はすべて大気中で５７３～１１２３Kの温度範囲で所定の時間加熱したのち水冷した。用いた試験機および実験方法等はすべて前節と同じである。

２－３－２　　実験結果

図２－１７は所定の温度で２５時間時効したときの硬度変化を示す。７４８K付近と１０２３K付近の２つの温度域において硬化のピークが認められる。

オーステナイト系ステンレス鋼のクロム炭窒化物析出温度である８７３Ｋ付近での温度での硬化は見られない。このように２相ステンレス鋼は高温に加熱されると２つの温度領域において著しい硬化を起すことが分かる。

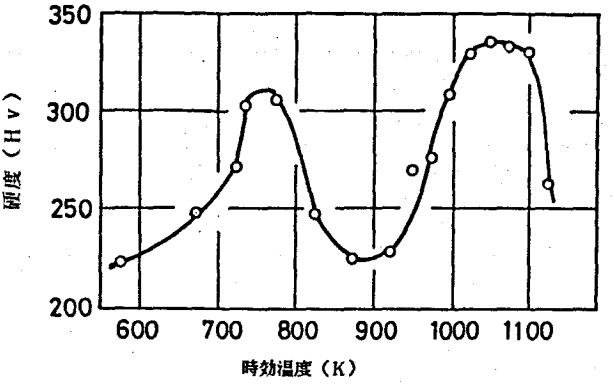


図２－１７　２５時間時効による硬度変化

次に硬化の著しい温度、すなわち748Kおよび 1023Kと、25時間時効では硬化しなかった８７３Ｋで最高１０００時間まで等温時効を施した時の硬度の変化を図２－１８に示す。８７３Ｋでは長時間時効でも硬化はほとんど生じない。748Ｋでは時効初期から硬度は上昇しはじめ、１０００時間においても硬度は極大を示していない。また１０２３Ｋでは潜伏期を経た後、５時間後付近から急な硬化を示す。その硬化の度合は７４８Ｋにくらべて大きいことが分かる。７４８Ｋ，１００時間時効材のオーステナイト相とフェライト相とを区別して硬度測定したところ時効前は両者ともＨｖ２２０であったが、時効後ではオーステナイト相はＨｖ２２５，フェライト相はＨｖ３６２となっていた。つまりフェライト相のみ時効により硬化していることが分かった。

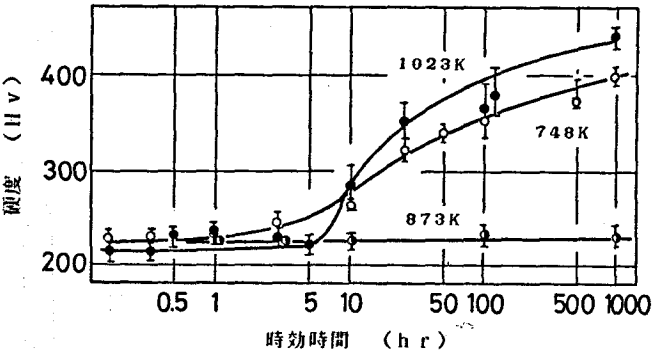


図２－１８　等温時効における硬度変化

次に時効による引張特性の変化を調べた結果を図２－１９に示す。時効温度として７４８Ｋと１０２３Ｋを選び、最高１０００時間まで時効し室温、大気中で引張試験を実施した。７４８Ｋでは引張強度が時効初期から増加し始め、５００時間後には約１２００ＭＰａとなるが、それより長時間では強度の増加率は非常に少ないのが分かる。一方、1023Kでは時効初期に潜伏期間が見られており、その後強度は上昇するが、強度の増加率は７４８Ｋに比較して小さいのが分かる。一方、伸びの変化は７４８Ｋの場合、時効時間と共にゆるやかに低下しており1000時間後でも２０％もの伸びを示している。１０２３Ｋでは５時間後から著しく低下し、１００時間後には５％の伸びしか示さないことが分かる。

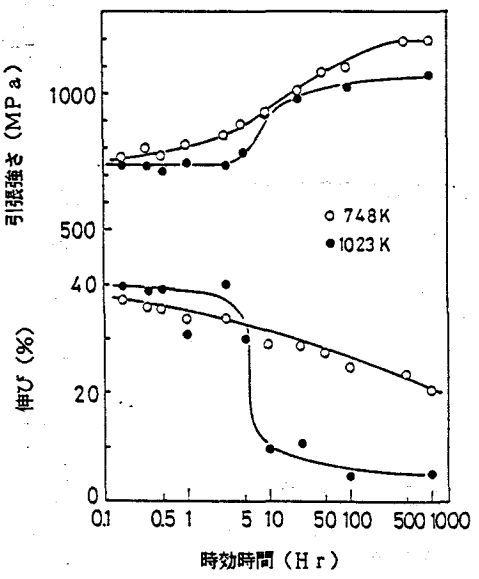


図２－１９　時効による引張性質の変化

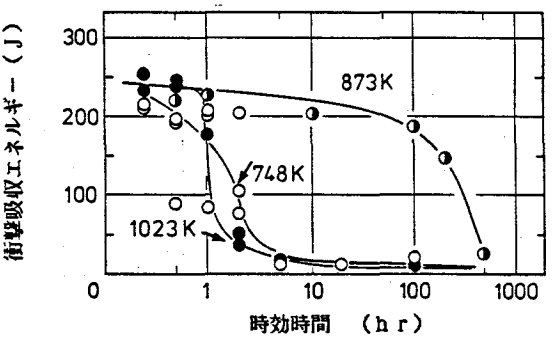


図２－２０　時効時間と衝撃吸収エネルギーの関係
（試験温度：室温）

図２－２０は７４８Ｋ、８７３Ｋおよび１０２３Ｋにおける時効時間と室温における衝撃吸収エネルギー値との関係を示したものである。延性の低下が少なかった７４８Ｋ時効材では５時間時効後には靱性をなくしている。また時効３０分から２時間の範囲内で衝撃値に大きなバラツキが見られるのが特徴であ

る。１０２３K時効材でも時効初期に脆化している。一方、８７３Kでも長時間時効後に脆化を起こしていることが分かる。脆化を起こしている７４８K，８７３K，および１０２３K各時効材の衝撃破面を走査電子顕微鏡で観察した結果を図２－２１に示す。７４８Kで２時間時効したものの破面（a）は平担

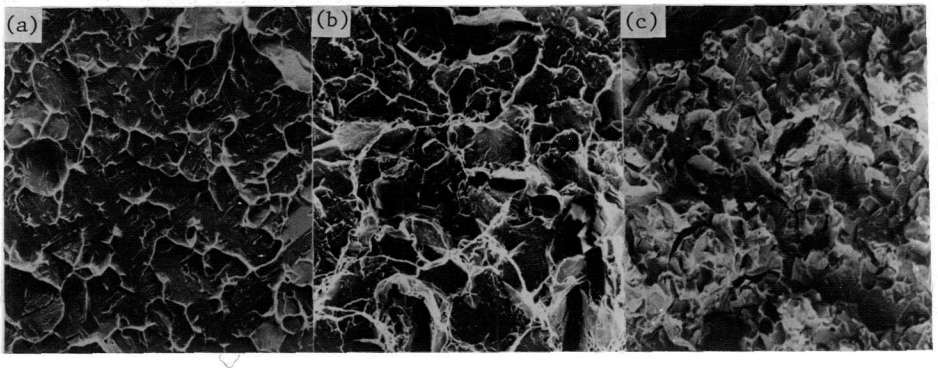


図２－２１　各温度時効材の室温衝撃破面
（a）７４８K・２時間，（b）８７３K・５００時間
（c）１０２３K・５時間

でリバーパターン（フェライト相）とティアーリッジ（オーステナイト相）からなっている。一方、１０２３K５時間時効材（c）ではロッキーライクパターンが見られ、さらに２次割れを含む非常に複雑な様相となっている。また８７３Kで５００時間時効材の破面（b）には多少の凹凸が見られるが、７４８K時効材の破面と１０２３K時効材の破面の両方の特徴が認められる。なお、７４８K時効材の破面は前節で示した炉冷材の破面（図２－６c）と全く同じ様相であることは注意に価することである。

２－３－３　　時効による組織変化

組織観察は主に７４８Kと１０２３K時効材で行った。まず７４８Kの場合について述べる。７４８Kでは長時間時効しても光学顕微鏡組織には全く変化は認められなかった。また衝撃吸収エネルギー値がほとんどゼロである１００

時間時効材の透過電子顕微鏡組織も溶体化処理材のものとほとんど変わりがなかった。ところで図２－２２にＦｅ－Ｃｒ状態図を示すが、この図でＦｅ－Ｃｒ系フェライトステンレス鋼では、約１８wt％以上Ｃｒが含有していると 748 Ｋ付近の加熱でスピノーダル分解によるＣｒ－ｒｉｃｈフェライト相(α′)の析出が生じることが分

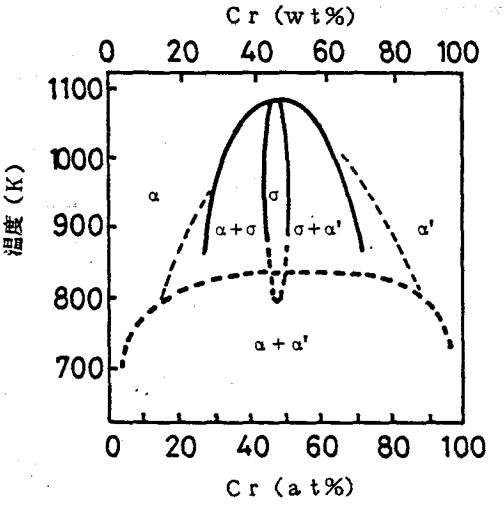


図２－２２　Ｆｅ－Ｃｒ２元状態図

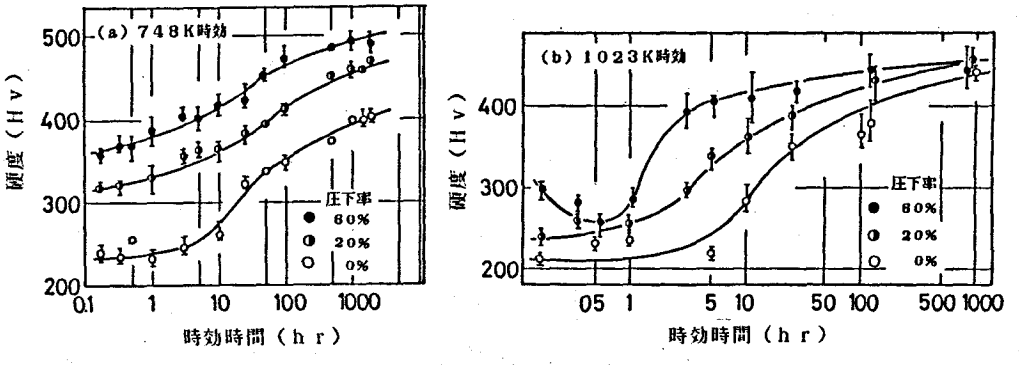


図２－２３　時効硬化に及ぼす前加工の影響

かる[24]。この析出は核生成を必要としない[25]ので不均一核生成を起こさせるような場所、すなわち空孔や転位などが存在しても析出速度には影響を及ぼさないはずである。そこで圧延前加工した後、時効した時の硬度変化を調べた結果を図２－２３に示す。（ａ）は７４８Ｋ時効の場合で、（ｂ）は１０２３Ｋの場合である。１０２３Ｋでは前加工度の増加により硬化が促進されており、不均一核生成による析出を起こしているものと考えられる。なお、１０２３Ｋの場合、６０％加工材は時効初期に軟化が見られるがこれは主にフェライト

相の回復のためと思われる。一方、７４８Ｋの場合、時効硬化曲線は上方に平行移動している。つまり前加工は時効による硬化の仕方にほとんど影響を及ぼしていないことから、フェライト相で時効によるスピノーダル分解が生じている可能性が高い。さらに図２－２４は７４８Ｋで５２０時間時効したときの透過電子顕微鏡組織の一例を示している。（ａ）は明視野像で、（ｂ）は（ａ）

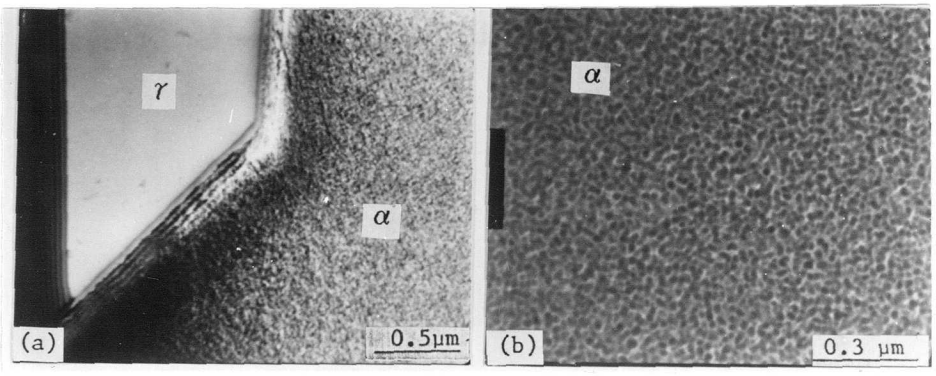


図２－２４　７４８Ｋ５２０時間時効材の透過電子顕微鏡組織
（ａ）オーステナイト相とフェライト相，（ｂ）フェライト相の拡大組織

で示したフェライト相の拡大組織である。オーステナイト相では析出物など全く認められないが、フェライト相ではＣｒ－ｒｉｃｈ，α′相と思われる約15ｎｍの径の析出物が見られる。この組織はＳｏｌｏｍｏｎら[26]が本鋼とほぼ同じ組成を持つステンレス鋼を同温度、同時間時効し、透過電子顕微鏡で観察した組織と酷似したものであり、さらに彼らはメスバウワー測定を併用しフェライト相でのスピノーダル分解による２相分離を確認している。　以上の結果から２相ステンレス鋼中のフェライト相は、Ｃｒ濃度が高いため７４８Ｋ時効によりスピノーダル分解し、Ｃｒ－ｒｉｃｈ，α′相の析出を起こしていると断言してもよさそうである。

一方、１０２３Ｋでは光学顕微鏡的に顕著な組織変化が見られる。図 2-25 は１０２３Ｋ時効材の光学顕微鏡組織を示したものである。フェライト相とオ

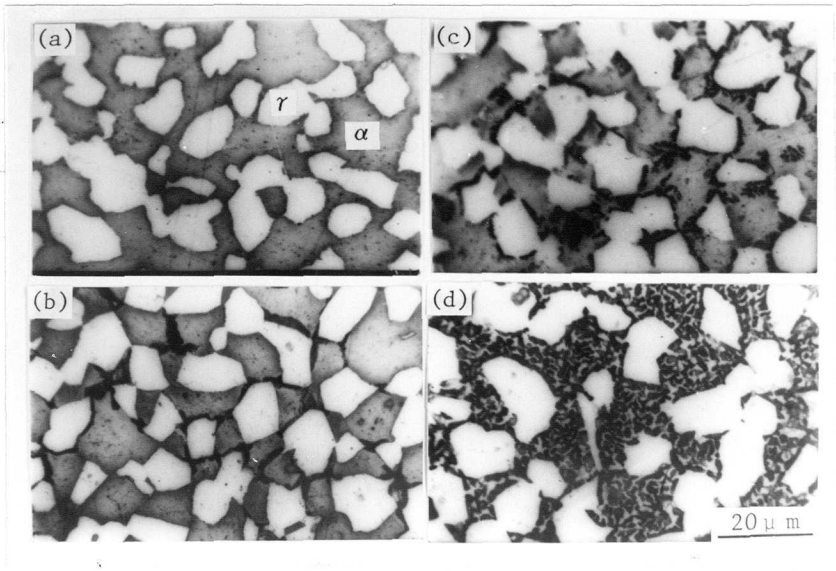


図２－２５　１０２３Ｋ時効材の光学顕微鏡組織
（ａ）０時間　（ｂ）４時間　（ｃ）１０時間　（ｄ）４７時間

ーステナイト相境界のフェライト相側に黒い析出物が見られ、それは時効時間が長くなるにつれ増加している。またそれと共にフェライト相（灰色）は消失してゆき、最終的に黒色部と白色部しか見られなくなることが分かる。次に析出物の同定や各相の固溶元素濃度をＥＰＭＡを用いて検討した。図２－２６は

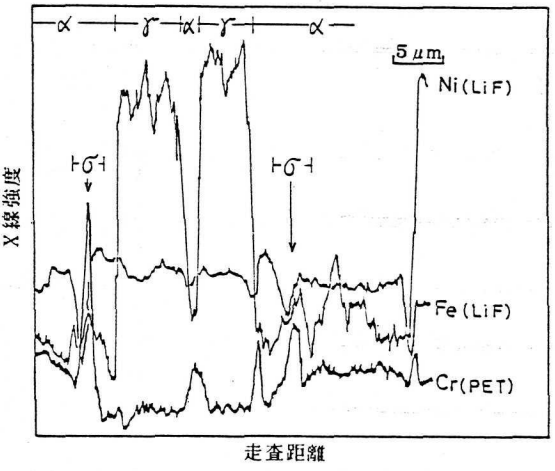


図２－２６　１０２３Ｋ２０時間時効材のＥＰＭＡ分析

１０２３Ｋ，２０時間時効材の固溶元素濃度分布を示す。濃度の分析にはＦｅにはＬｉＦを、ＣｒにはＰＥＴを用いた。Ｃｒ濃度の変動がフェライト相内で激しく、オーステナイト相－フェライト相境界付近でＣｒ濃度が異常に高いのが分かる。この部分は顕微鏡で見られた黒い析出物に対応している所である。

このオーステナイト相－フェライト相境界の濃度極大点領域での濃度を第一次近似で定量した結果、５７％Ｆｅ－３４％Ｃｒ－３．３％Ｍｏとなっていた。析出物を電解抽出した５００時間時効材からのＸ線回析結果を図２－２７に示す。これから、析出物はＦｅ－Ｃｒ－Ｍｏが主成分で格子定数 ａ＝０．８８１ｎｍ，ｃ＝０．４５６ｎｍの体心正方晶のσ相であることが分かった。このσ相の析出は（フェライト相）→（σ相＋オーステナイト相）の分離反応に基づいていると考えられる。図２－２８は１０２３Ｋ，５時間時効材の透過電子顕微鏡組織（ａ）およびＡ部の電子回折像（ｂ）であるが、析出物は相境界に存在し、転位などを含んでいない事が分かる。また電子線回折よりこれがσ相であると確認できた。一方、高Ｃｒで Mo, Niを含むフェライト系ステンレス鋼も１０２３Ｋ付近の温度では非常に早く脆化を起こすことが知られており、これはχ相の析出によるとされている。このχ相は体心立方晶であり格子定数ａ＝０．８９か

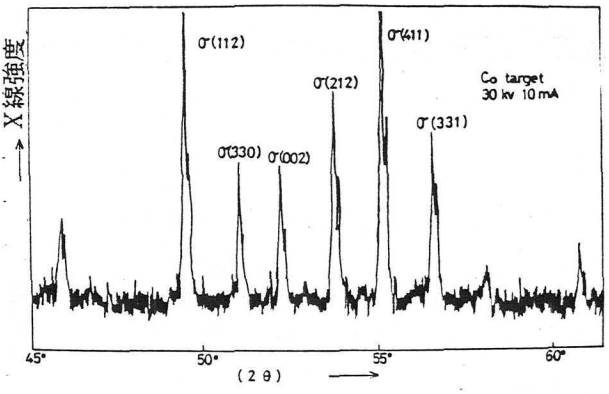


図２－２７　１０２３Ｋ５００時間時効材の抽出残さのＸ線回折パターン

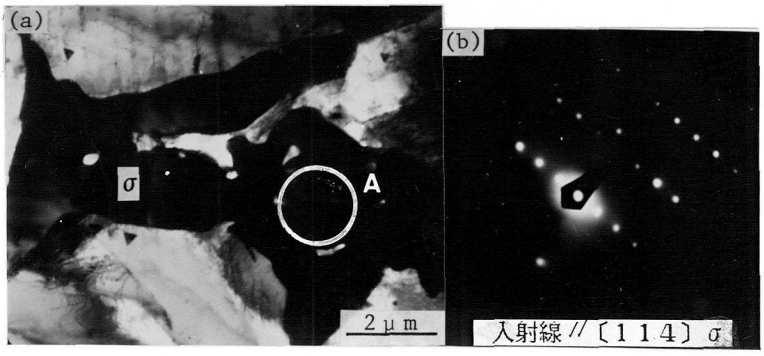


図２－２８　σ相の透過電子顕微鏡組織（ａ）と電子線回折像（ｂ）

ら０．９２ｎｍの金属間化合物で、σ相の中間相といわれているが、２相ステンレス鋼においてはその析出は認められなかった。またいずれの温度においてもＣｒ$_{23}$（Ｃ，Ｎ）$_{6}$や　Ｍｏ$_{2}$（Ｃ，Ｎ）などの炭窒化物の析出は認められなかった。

２相ステンレス鋼ではこのようにσ相の析出が早期に起こるが、それは結晶粒径が約５μｍと微小であるため核生成サイトであり転位を多く含む相境界が多数存在しているためであろう。このことは図２－２３で示したように前加工により１０２３Ｋ時効による硬化が早められることからも推察される。さらにフェライト相の分解の際に新しく析出するオーステナイト相の生成速度がこの過程を律速していることも考えられるので、オーステナイト相安定元素であり、本鋼に多く含まれているＮはσ相析出に少なからず影響を及ぼしていると思われる。

ところで８７３Ｋ，１００時間時効材の内部組織を示したものが図２－29で、相境界で析出物が見られ、またフェライト相内において黒い斑点状の析出物が見られる。この斑点状の析出物はＣｕを含有していない材料では同じ処理をしても全く認められなかったこと、あるいはＣｕはＦｅ中にほとんど固溶しないことなどから，Ｃｕ－rich なｆｃｃ格子のε相[9][27]と考えられる。

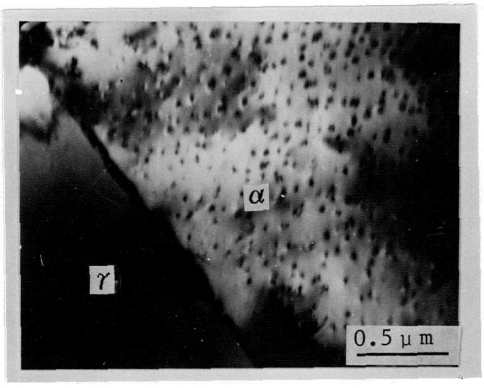


図２－２９　８７３Ｋ１００時間時効材の透過電子顕微鏡組織

２－３－４　　強度と組織の関連

７４８Ｋ時効ではフェライト相中でスピノーダル分解によって２相分離が起こり時効時間と共に強度は増加していくが、延性の低下は小さかった。また靱

性は著しく低下していた。以下これらの理由を考察した。

先ずフェライト相の変形抵抗増大の原因として、通常は上述したＣｒ- rich相析出による内部歪の増大が考えられている[25]。これを調べるため７４８Ｋ時効材と溶体化処理材のＸ線半価幅を実測したところ、100 時間時効材（748 Ｋ）と溶体化処理材とでそれぞれ$\triangle 2\theta = 0.47_5$，$0.45_6$ (deg.)であった。このことから時効によって半価幅は増加していると云えるが、この材料はオーステナイト相とフェライト相の２相からなるため熱処理等による熱応力の発生に伴う内部歪も存在し、得られた半価幅の増加は単純にフェライト相内でのＣｒ－rich 相析出による内部歪のみが原因とは考えにくい。一方、宮崎ら[28]によると、Ｆｅ－Ｃｒ合金の場合、スピノーダル分解しても内部歪はほとんど発生しないことが報告されている。この場合の強化機構は、Ｃｒ－rich相そのものによる高摩擦力であるとされている。すなわちＣｒ－rich相では、らせん転位のパイエルス応力が高くなっているため、変形がその移動速度に支配され、強度が高くなったと考えられる。第４章で詳しく述べるが，748Ｋで１００時間時効した試料を２．８％引張変形し、その組織を透過電子顕微鏡で観察したところ、多数のらせん転位が見られたが、これは宮崎らの考えを支持するものである。ところでＦｅ－Ｃｒ合金ではスピノーダル分解を起こすと、破断伸びは著しく低下すると報告されている[28]。それによるとＦｅ－30Ｃｒの場合では７７３Ｋの３時間時効で破断伸びは殆どなくなっている。これは移動速度の大きい刃状転位が粒界に堆積し、その応力集中によって双晶変形するからだと考えられている。一方、２相ステンレス鋼では図２－１９に示したように伸びはなだらかに低下している。７４８Ｋ，１００時間時効材の室温引張破面を観察したところ、全面にディンプルが見られ、双晶変形が破断の原因であるときに生じるタング（舌状）パターンやリバーパターンは認めることができなかった。つまり２相ステンレス鋼では７４８Ｋ時効でスピノーダル分解を

起こしても双晶変形を起こす確率は低くなっていると思われる。その理由は結晶が微細であることとフェライト相での転位の堆積が、隣接する柔らかいオーステナイト相によって抑制されたためと考えられる。またひずみ速度が大きな衝撃試験では、フェライト相で脆性亀裂が発生するが、亀裂の長さが短いときはオーステナイト相はその伝播を防止する働きのあることは図２－１６に示したとおりである。つまりオーステナイト相はフェライト相の双晶変形を抑制するだけでなく亀裂の伝播を阻止するなど、変形に対して重要な役割を担っていると云える。そのような考えから、図２－２０に示した衝撃吸収エネルギーのバラツキは、脆性亀裂の長さ、つまりフェライト相の粒径のバラツキが原因であると考えられる。

ところで、スピノーダル分解は非常に早く起こることが図２－２０から分かる。さらに７４８K時効の破面は炉冷材とその特徴が全く同じであったことを考え合わせると、炉冷材はスピノーダル分解によって脆化していることは確実である。

次に１０２３K時効材の機械的性質の特徴は強度の上昇と伸びや衝撃値の大きな低下である。これらの現象はすべてσ相の析出に関係している。σ相はオーステナイト相とフェライト相の境界に析出しているので転位は界面で止められ，内部応力が生ずるので強度は上昇する。また延性や靱性が低下した

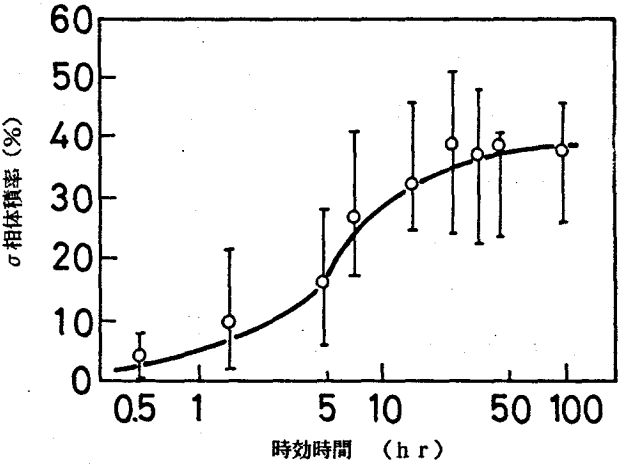


図２－３０　1023K時効時間とσ相析出量の関係

のは転位の堆積がクラックの発生を促し、変形につれそのような界面クラックが成長し連結して行くことによるのであろう。このことは衝撃破面がロッキー状であったことからも裏づけることができる。また靱性の低下はσ相の析出量と関係があり、５％程度の析出で脆化する。それを図２－３０に示したが、この結果はオーステナイト系ステンレス鋼の結果とよく一致する[29]。

７４８K時効の場合にはオーステナイト相がフェライト相内あるいはフェライト相境界に存在しているため、フェライト相で生ずる脆性亀裂の成長をオーステナイト相が阻止するが、１０２３Kの場合、相境界に連続したσ相の析出が起こるため脆性亀裂は界面に沿って成長できるようになりオーステナイト相は何の役目も果たさないことになる。このことが７４８Kと１０２３K時効材の脆化との大きな差異である。

一方、８７３K時効ではＣｕ－ｒｉｃｈのε相が析出するが[9]、これが強度に及ぼす影響は小さく、長時間時効後の脆化は破面観察と透過電子顕微鏡観察結果よりα′相とσ相析出の両方の影響を受けたためであると思われる。

２－３－５　　小　括

２相ステンレス鋼を５７３～１１２３Kの温度範囲で時効し、その機械的強度の変化を調べた。その結果、７４８K付近と１０２３K付近での加熱によって硬化、強化が起こる。前者はフェライト相でのスピノーダル分解が、また後者ではオーステナイト相－フェライト相境界でのσ相析出がその原因である。スピノーダル分解によってＣｒ－ｒｉｃｈ相が約１５ｎｍの間隔で析出し、らせん転位の運動が困難となるため強度は上昇する。刃状転位の堆積は双晶変形を誘起するが、２相ステンレス鋼では隣接するオーステナイト相の応力緩和作用や、結晶が微細であるため、双晶変形を起こす確率は低く、伸びの著しい低下は見られなかった。一方、σ相は非常に硬いので、そこで転位は堆積し内

部応力が高められ強度は上昇するが、相境界にσ相が連続析出し、界面剥離が生じやすくなり、早期破断を起こすので伸びは著しく低下する。衝撃値はいずれの場合も1時間加熱後には急激に低下する。それは７４８Ｋの場合はフェライト相での変形双晶による脆性亀裂の発生、また１０２３Ｋではσ相と母相との界面剥離がその原因である。

２－４　結　論

本章では２相ステンレス鋼に種々な熱処理を施すことによる機械的性質の変化を微視的組織と関連させ検討し、以下の結論を得た。

（１）溶体化処理温度が高くなるにつれフェライト相体積率は増加するとともにフェライト相粒径は粗大化し、１６２３Ｋではフェライト単相となる。硬度や引張強度はフェライト相体積率の増加につれ上昇するが延性、靱性の低下は著しい。それはオーステナイト相消失や、そのためのフェライト相内のＣ，Ｎ濃度が高くなることによる転位のピンニングあるいはフェライト粒界へのクロム炭窒化物析出などによる。また、これらは延性や靱性に悪影響を及ぼす。強度と延性あるいは靱性の組合せが適当な溶体化処理温度は１３００Ｋ付近である。

（２）１３２３Ｋからの冷却速度は強度特性に大きく影響する。水冷材では強度、靱性ともに良好であるが、冷却速度が小さくなるにつれ強度は上昇し靱性は低下する。これは７７３Ｋ付近を通過する速度に関係しており、フェライト相がいわゆる４７５°Ｃ脆性 の影響を受けるためである。一方、オーステナイト相自身は冷却速度の影響を全く受けず、このオーステナイト相はフェライト相中のＣ，Ｎ濃度を下げるためフェライト相を高靱性に保つ重要な働きをし、またフェライト相内に発生する脆性亀裂の成長を阻止する役割も果たしている。

（3）２相ステンレス鋼の機械的性質は時効に対して非常に敏感である。７４８K付近の時効でフェライト相はスピノーダル分解により強化、脆化する。１０２３Kではオーステナイト相－フェライト相境界でσ相を析出し、強化はするが延性、靱性ともに著しく低下する。７４８Kでの強化はフェライト相内での転位の高摩擦力によるものであり、引張速度が小さい時は延性の低下は少ない。１０２３Kではσ相の相境界への連続析出のためそこで剝離が生ずるので、この場合オーステナイト相は靱性確保の役割は全く果たさない。

参考文献

（1）鈴木隆志，長谷川博一，渡辺三雄；日本金属学会誌，32,1171(1968).

（2）水野誠，鈴木隆志；日本金属学会報，8,716(1969).

（3）R.Kiessling; Scand.J. of Metal, 1,185(1972).

（4）J.W.Flowers,F.H.Bech and M.G.Fantana ; Corrosion-National Asociation of Corrosion Engineers.19,186(1963).

（5）長野博夫，池田充彦，小池正夫，原田誠，中村達夫；日本金属学会報，19,460(1980).

（6）S.Shimodaira, M.Takano, Y.Takizawa and H.Kamide; Stress Corrosion Cracking and Hydrogen Embrittlement of Iron Base Aloys,1003 (1973),NACE Publication.

（7）工藤 赳 夫 ；日本材料学会腐食防食部門委員会資料 No.120,Vol.123, part3,35(1984).

（8）深浦健三，泉久司； 日本材料強度学会誌，14,39(1979).

（9）C.J.E.Smith, J.C.Ruckman and G.D.Lowrence; Metal and Material, 12,234(1973).

（10）R.G.Ellis and G.Pollard ; JISI.,783(1970).

(１１) H.W.Hayden and S.Floreen; Trans.ASM.,61,475(1968).

(１２) D.Bergner, P.Kliamanek and R.Scherke ; The 5th International Conf. on the Strength of Metals and Alloys , Aachen, W.Germany, August , 1979.

(１３) S.Floreen and H.W.Hayden ; Trans.ASM.,61,489(1968).

(１４) 市川二郎, 藤倉正国；鉄と鋼, 64,S-384(1978).

(１５) 今井勇ノ進, 増本　健　；日本金属学会誌, 29,866(1965).

(１６) D.Hull ; Acta Met.,9,191(1961).

(１７) A.S.テテルマン, 宮本博訳；構造材料の強度と破壊, 培風館, 237, (1970).

(１８) 耳野 亨, 大下和久, 篠田隆之, 峯岸功；鉄と鋼, 54,204(1968).

(１９) 北村大二郎, 安保秀雄, 角南達也；製鉄研究, 282,71(1974).

(２０) B.Pollard ; Met. Tech.,1,31 (1974).

(２１) A.Pluntree and R.Gullberg ; Met. Trans., 7A,1451(1976).

(２２) A.Plumtree and R.Gullberg; Met.Trans.,7A,1451(1976).

(２３) C.S.Tedmon.Jr. and D.A.Vermilye; Met.Trans.,1A,2043(1970).

(２４) R.M.Fisher,E.J.Dulis and K.J.Carroll;Trans.AIME,197,690(1953).

(２５) 平野賢一, 堂山昌男, 藤田英一, 木村宏, 村上陽太郎；合金の時効過程とその解釈, 日本金属学会セミナーテキスト,24(1968).

(２６) H.D.Solomon and L.M.Levinson; Acta Met.,26,429 (1978).

(２７) E.Hornborgen ; Acta Met.,10,525(1962).

(２８) 宮崎享, 中垣正敏, 矢島悦次郎；日本金属学会誌,38,70(1974).

(２９) F.B.Feley and V.N.Krirobok ; Met.Prog.,70,81(1957).

第３章　２相ステンレス鋼の低温および高温引張特性

３－１　緒　　言

２相ステンレス鋼は前章で述べたように適切な熱処理によって高強度、高靱性を付与し得ることが分かったが、これはオーステナイト相がフェライト相中に微細分散していると云う幾何学的要因と，固溶元素配分などの金相学的要因とがうまく組合わされているためであった。また時効による引張特性や衝撃特性の変化は２相鋼中のフェライト相内の変態と関係していた。

ところでＳＵＳ３０４やＳＵＳ３０１などのオーステナイト鋼は準安定組織を有するため、室温あるいは室温以下で加工を受けると容易にマルテンサイト変態を起こすことが知られている[1]-[6]。オーステナイト鋼の安定度は、鋼に含まれる化学組成によって決まるＮｉ当量[7]やＭｄ点[8][9]あるいは積層欠陥エネルギーの大きさ[10][11]で評価されている。Ｎｉ当量は熱力学的立場から導入した化学組成上のオーステナイト安定度を示す式の値で、基準の元素としてＮｉを用いており、Ｎｉ当量が２５．５～２６．０の範囲にあれば室温あるいは室温以上で加工を受けてもマルテンサイト変態を起こさず、Ｎｉ当量がそれ以下では室温加工でマルテンサイト変態を起こすと云うものである。またＭｄ点は変形によってマルテンサイト変態が起きる最高の温度のことで、組成と結晶粒径で決まる温度である。一方、積層欠陥エネルギーの大きさもマルテンサイト変態と関係し、それが小さい場合、加工を受けると容易にεマルテンサイト相が生じるが[12]、それ自身がα’マルテンサイト相の核となる[13]ためα’マルテンサイト変態が誘起されることになる。ＳＵＳ３０４やＳＵＳ３０１がα’マルテンサイト変態を起こしやすいのはＭｄ点が高く、Ｎｉ当量や積層欠陥エネルギーが小さいからである。また、変形中にマルテンサイト変態が起きるようなときには大きな伸びが現れることがあり、それは変態誘起塑

性と呼ばれている[13]。

さて２相ステンレス鋼中のオーステナイト相はＳＵＳ３０４にくらべＣｒ含有量は高く、逆にNi は少ないため，その積層欠陥エネルギーは相当低く[14][15]、またＮｉ当量も小さくなっている[9] 。そのため、上述したように本２相ステンレス鋼中のオーステナイト相でも変形中にマルテンサイト変態が生じる可能性があり変形挙動に大きく影響することが考えられる。

ところで、２相鋼の低温での引張破断伸び特性について最近、若狭ら[16]により再結晶集合組織とマルテンサイト変態との関連が論じられているが、母相であるフェライト相の変形にオーステナイト相中のマルテンサイト変態がどのように影響するのか、さらにフェライト相の強度が高い時にオーステナイト相中のマルテンサイト変態がどのように影響を受けるのかなどについては検討されておらず全く不明である。

一方、２相ステンレス鋼は高強度、高耐食性のため海水淡水化プラントや，油井管，ガス井管材料として使用される実績が年々多くなってきており[17]、幅広い温度における強度特性を知っておく必要があると思われるが、このことに関する報告はほとんど見当らない。また本鋼は微細混合組織であるため高温で超塑性現象が現れることも Hayden ら[18][19]あるいはHildebrandら[20]によって報告されている。さらに、それに関して最近では前原[21]らによる研究報告がみられる。

そこで本章では７７Ｋ～１２７３Ｋの温度範囲で引張試験を実施し２相ステンレス鋼の引張特性を調べるとともにオーステナイト相、フェライト相両相が変形挙動にどのように関与しているのかを検討することを目的としている。

３－２　低温引張強度特性

３－２－１　実験方法

供試材は前章とほとんど同じで、25Cr,5Ni,1.5Mo，0.015C，0.14N（wt%）を主成分とする2相ステンレス鋼である。平行部長さ12mm、幅6mm、板厚1．1mmの引張試験片に機械加工した後、1323Kで10分加熱後、フェライト相の硬度を変化させる目的で、(1)水冷（A材）、(2)炉冷（B材）および(3)水冷後773Kで100時間時効（C材）の3種の熱処理を施した。それらのビッカース硬度はそれぞれ230、260、310であった。いずれの試料も表面をエメリー紙で研磨後、クロム酸系溶液で電解研磨を施し、試料表面を鏡面とした。引張試験は77Kから373Kまでの温度域で行い、引張ひずみ速度は全て 2.7×10^{-3}/sec であった。低温を得るための寒剤として77Kから143Kの範囲は液体窒素、201Kから273Kはドライアイスとメチルアルコール、それ以上373Kまでは水を用いて所定の温度を得た。変形後、X線によるα'マルテンサイト量の測定、ノマルスキー型微分干渉顕微鏡による表面観察、透過電子顕微鏡による内部組織観察や走査電子顕微鏡による破面観察および硬度測定などを行った。なおα'マルテンサイト量はX線回折強度を測定することによって次式[22]から求めた。

$$V_{\alpha'} = V_{\gamma o} - 1.4 I_{\gamma} / (I_{\alpha} + 1.4 I_{\gamma}) \qquad (3-1)$$

ここで$V_{\alpha'}$はマルテンサイト量、I_{γ}は{220}と{311}との積分強度の平均値で、I_{α}は{211}の積分強度である。また、$V_{\gamma o}$は変形前のオーステナイト相の体積率で、A，B，C材のそれを表3－1に示す。なお用いた管球はMoで、管電圧，電流はそれぞれ40kV，15mAであり、Kβ除去にはZrフイルターを使用した。破断材のビッカース硬度測定は破面端より 1.5 mmの位置で 12点測定しその平均値で表わした。

表3－1　A，B，C材のオーステナイト相体積率（%）

材料	A	B	C
$V_{\gamma o}$	34.4	41.9	35.7

その際の測定荷重はすべて９．８Ｎであった。

３－２－２　　強度、引張破断伸び，及び硬度測定結果

図３－１はＡ材を７７Ｋから３７３Ｋの温度域で引張試験した時の公称応力－ひずみ曲線の一例である。なお、Ｂ材、Ｃ材についてはＡ材とほぼ同様の傾向を示したのでここでは特徴ある７７Ｋの曲線のみ示した。ここで曲線の形状が室温付近を境に変化していることが分かる。つまり、室温以上では通常の加工硬化を示した後最高荷重点以降、断面収縮を生じ破断にいたるが、２０１Ｋでは最高荷重点を過ぎてからの応力の降下は小さく破断に到るまでの伸びが大きい。さらに７７Ｋでは低ひずみ域で一旦応力の停滞が起こりその後再び加工硬化を示す。その傾向はＢ材ではさらに明瞭となっており、数％ひずみ後に応力の降下が見られる。これを擬降伏点現象と呼ぶことにする。フェライト相がさらに硬いＣ材ではこの現象は見られず早期に破断している。なお、Ｂ材、Ｃ材の場合、７７Ｋの破断部には断面収縮が見られなかった。図３－２は７７Ｋ

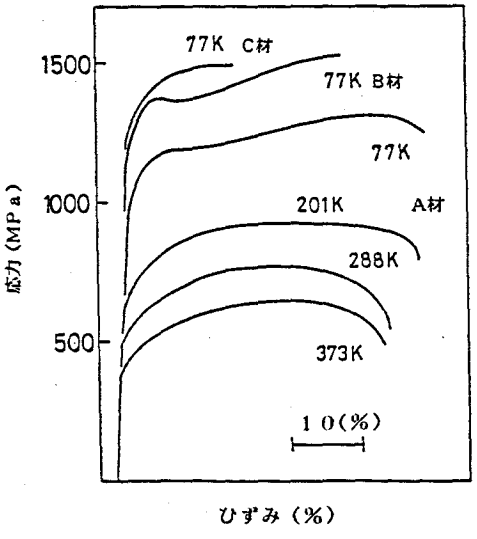


図３－１　２相ステンレス鋼の低温での応力－ひずみ曲線の一例

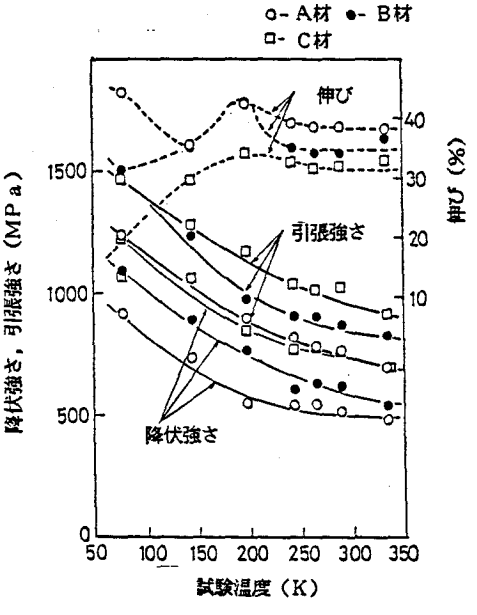


図３－２　各処理材の低温引張性質

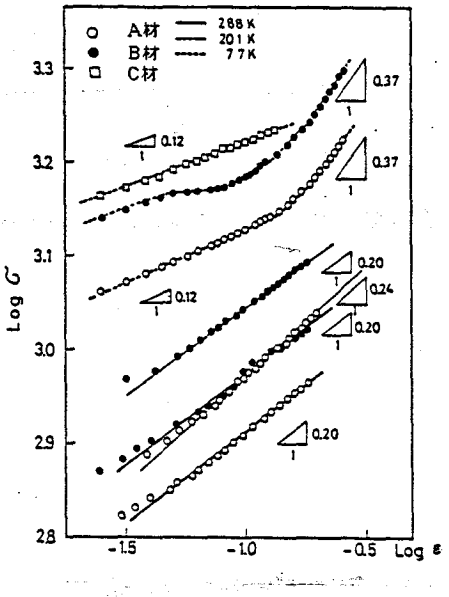


図３－３　Logσ とLogεの関係

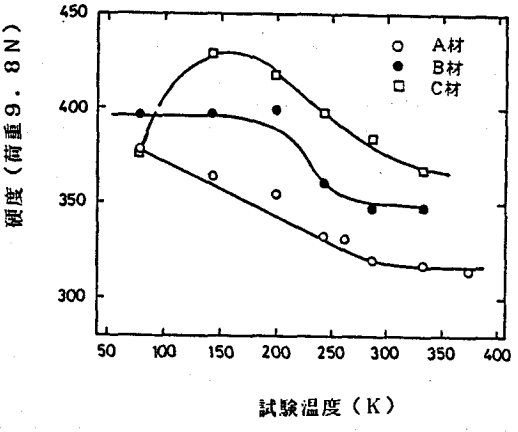


図３－４　破断部の硬度と試験温度の関係

から３７３Ｋの温度域における各材の引張特性を示したものである。降伏強さ、引張強さはどの温度でもＡ＜Ｂ＜Ｃの順に大きく、伸びは２０１Ｋにおいてどの材料も極大を示すが、一般の準安定オーステナイト鋼、例えばSUS304での約７０％に比べるとその程度は小さいと云える。なおＡ材の破断伸びが７７Ｋで最も大きくなっている事は興味ある現象である。図３－３は図３－１に示した応力－ひずみ曲線から真応力－真ひずみの関係を求め、それらを両対数グラフ上にプロットしたものである。この曲線の傾斜は加工硬化指数，ｎ値を与える。一般にｎ値は次の式で表わされる。

$$\sigma = K \varepsilon^{n} \qquad (3-2)$$

ここでσは真応力、Ｋは強度因子、εは真ひずみである。

ｎ値は断面収縮を発生するまでのひずみと等しく、ｎの大きなものは断面収縮を発生するまでのひずみが大きいことが分かっている[23]。図から、室温あるいは２０１Ｋの変形ではＡ材，Ｂ材ともにｎ＝０．２０と小さいが、７７Ｋで

は変形度が大きい場合，ｎ＝０．３７と大きくなっていることが分かる。なおＣ材では早期破断を起こしてｎ値が大きくなる現象は見られなかった。図３－４は各材料の破断近傍の硬度測定結果を示したものである。いずれの材料も室温以上では温度が高くなっても破断部の硬度の変化はほとんどなかった。室温以下では低温になるにつれ硬度は大きくなるが，Ｂ材では２００Ｋ以下になると硬度の上昇はなく、Ｃ材では１５０Ｋ以下で硬度の低下が見られる。

３－２－３　微視組織観察

これまで述べてきたように低温で破断伸びが増すこと、破断硬度が高くなること、加工硬化指数が大きくなること[24][25]や擬降伏点現象を示すことなどは２相ステンレス鋼中のオーステナイト相のマルテンサイト変態と関係していると考えられるので、変形組織を透過電子顕微鏡によって観察した。図３－５は７７Ｋで変形したＡ材オーステナイト相の組織を観察した一例である。変形が小さい時には（ａ）に示すように積層欠陥（ＳＦ）が主に存在していたが、変形量が増すと（ｂ）に示す縞状組織が見られ、さらに変形した（ｃ）では縞状組織以外に塊状組織（Ｍ）

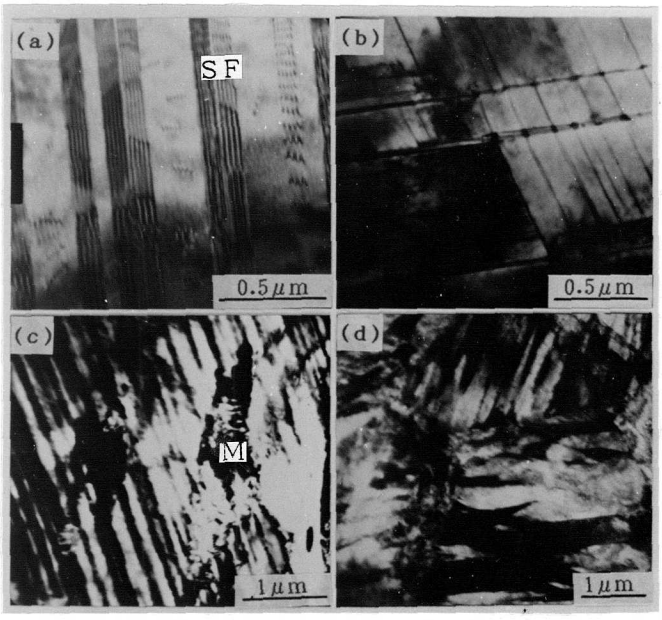


図３－５　オーステナイト相の７７Ｋ変形組織（Ａ材）
（ａ）引張ひずみε＝２．５%，（ｂ）ε＝５%，
（ｃ）ε＝１１%，（ｄ）ε＝２８%

が見られ、変形量が２８％の（ｄ）では塊状組織が主に見られた。図３－６はＢ材を７７Ｋで５％変形した時のオーステナイト相内の組織を示す。（ａ）は明視野像であり、Ａ部からの電子線回折像を（ｄ）に示し、そのキーダイヤグラムを（ｅ）に示した。これから電子線入射方向は〔１１０〕γ，〔１１１〕α’，〔１０$\bar{1}$０〕εと平行になっており、〔１０$\bar{1}$〕α’からの暗視野像を（ｂ）に、〔１０$\bar{1}$１〕εからの暗視野像を（ｃ）に示している。これから縞状組織はεマルテンサイト相であり、塊状組織はα′マルテンサイト相であることが分かった。またこの試料を適度に傾斜させた時の電子線回折像を示したのが図３－７である。図３－６では明瞭でなかった〔１０$\bar{1}$０〕εからの回折像が（ａ）で示すようにはっきりと見られた。（ｂ）はα′マルテンサイト相からのものであるが、オーステナイト相とはそれぞれ次のような結晶学的関係にあることが分かった。

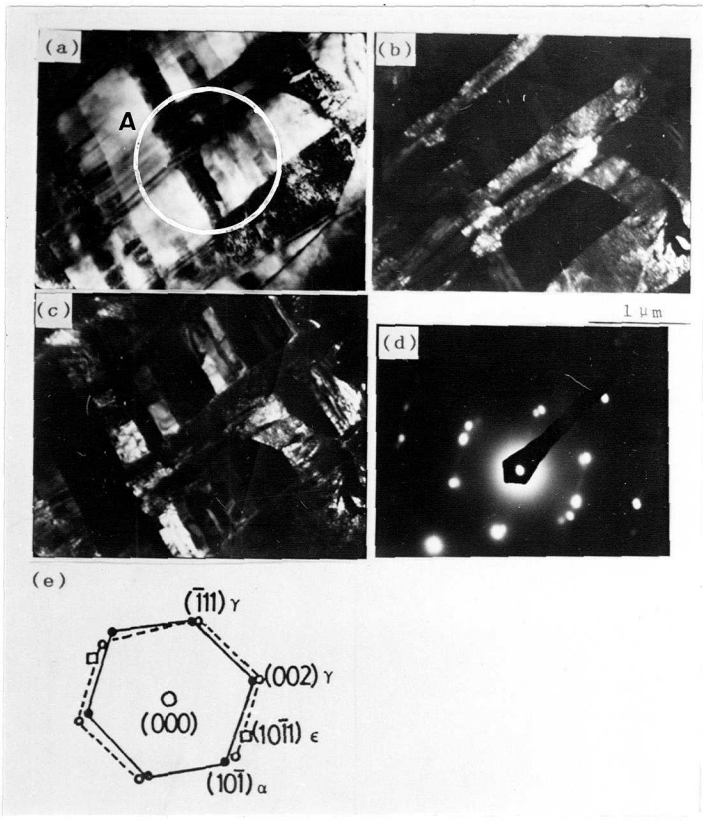


図３－６　オーステナイト相の 77K変形組織（B材、ε＝５％）
（ａ）明視野像　（ｂ）（１０１）α′からの暗視野像
（ｃ）（１０１１）ε からの暗視野像　（ｄ）電子線回折像
（ｅ）キーダイヤグラム

（１１１）γ ∥（０００１）ε 、〈１１０〉γ ∥〈１$\bar{2}$１０〉ε

$(\bar{1}11)\gamma \parallel (011)\alpha'$ 、$\langle 110\rangle\gamma \parallel \langle 100\rangle\alpha'$

ここで下段はいわゆるN関係（西山の関係）になっていることが分かる。

以上示したようにオーステナイト相は変形を受けることによって積層欠陥、εマルテンサイト相あるいはα′マルテンサイト相を生成することが分かり、またそれらの生成は上に書いたような順番で起きていると思われた。SUS304 でも同様の順番で相変化していることが一般的に知られている[26][27][28]。

次に２０１Ｋで変形した時のＢ材のオーステナイト相内の組織を図３－８に示す。７７Ｋの場合と同じく変形初期に積層欠陥（ａ）が見られ、その密度は変形につれ高くなり（ｂ）,10％にもなるとεマルテンサイト相（ｃ）、20％でα′

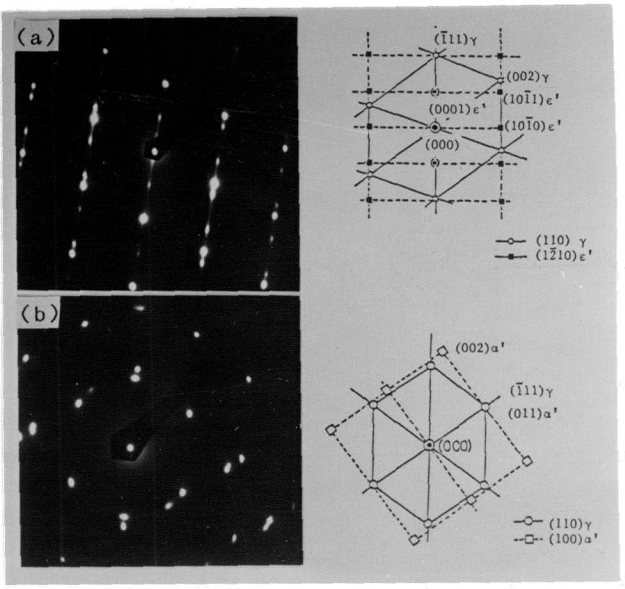


図３－７　結晶方位関係
（ａ）オーステナイト相とεマルテンサイト相
（ｂ）オーステナイト相とα′マルテンサイト相

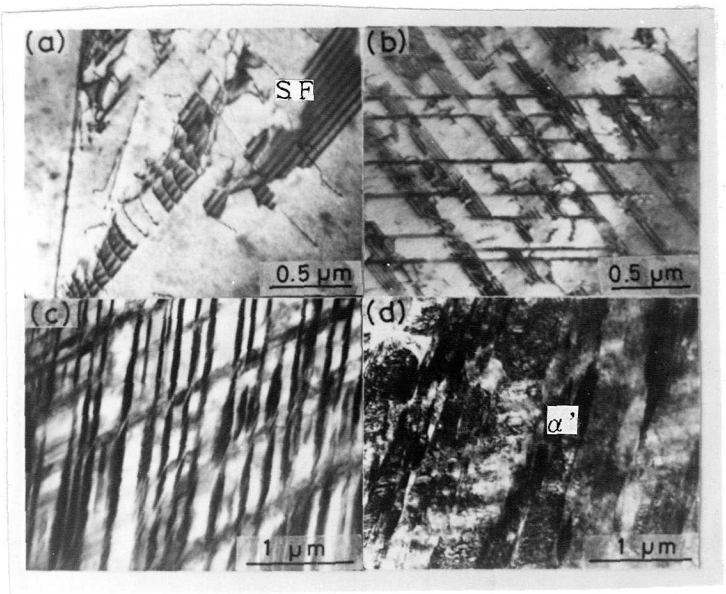


図３－８　オーステナイト相の２０１Ｋ変形組織　（Ｂ材）
（ａ）引張ひずみε＝１％，（ｂ）ε＝５％
（ｃ）ε＝１６％，（ｄ）ε＝２０％

マルテンサイト相（ｄ）が見られた。ただα′マルテンサイト相の生成は変形の後期（約２０％変形）であることが７７Ｋの場合とは異なる。一方、室温での変形ではいずれの材料もα′マルテンサイト相は一切観察されずプラナー配列した転位が見られ、破断部にわずかにεマルテンサイト相が見られた。このことから２相ステンレス鋼のＭｄ点（変形によってα′マルテンサイト相を生成する最高の温度）は、熱処理によらずすべて室温以下である事が分かる。

３－２－４　擬降伏点現象について

Ａ，Ｂ材の７７Ｋでの応力－ひずみ曲線上に擬降伏点現象が見られたのでこれについて検討した。図３－９（ａ）は７７Ｋで３，６，８．６，２９％変形させた時のＢ鋼の試験片平行部の硬度分布を調べた一例である。３，６，８．６％の変形はそれぞれ擬降伏点の直前、擬降伏点、および直後のひずみに相当している。３％変形では平行部内の加工硬化はほぼ一様であるが、６％でそれが不均一になってきており、さらに変形が進むと局部的であった硬化が試験片平行部全体に拡がり、その後はまた一様に加工硬化していることが分かる。図３－９（ｂ）には２０１Ｋでの硬度変化を調べた一例を示しているが、低変形域では硬化は一様で局部的な硬化は認め難いが，

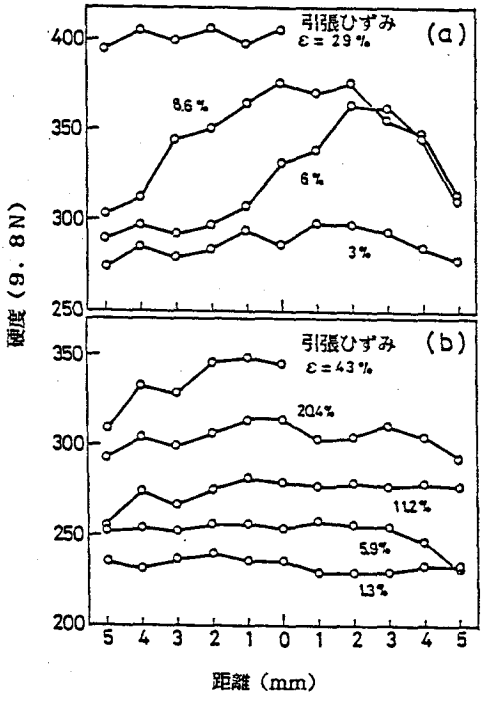


図３－９　試験片平行部内の硬度分布
（ａ）試験温度　77Ｋ，（ｂ）試験温度 201Ｋ

２０％以上の高変形域で硬化が平行部内で一様でなくなる傾向があることが分かる。このことより７７Ｋでの低変形域で見られる擬降伏点現象が２０１Ｋでは変形後期に出現していると考えても良さそうである。これらの現象は加工誘起マルテンサイト変態と関係していることは疑う余地もない。

そこで変形によって生成されるα'マルテンサイト量をＸ線によって測定した。準安定オーステナイト相から生成されるマルテンサイト相にはα'相とε相とがあったが、本実験においてはεマルテンサイト相からのピークは弱くバックグラウンドに隠れてしまい定量できなかったので，ここではα'マルテンサイト相のみを取り扱うことにした。図３－１０は７７Ｋの場合で、α'マルテンサイト相は変形開始直後から徐々に生成されていることが分かる。変形前にはα'マルテンサイト相は認められず、冷却することによってα'マルテンサイト変態を起こす最高の温度Ｍｓ点は７７Ｋ以下である。さて約１０％の変形度付近、すなわち擬降伏点付近でのα'マルテンサイト相生成量にバラツキが見られるが、これはＸ線による測定面積が３ｍｍｘ１０ｍｍと小さかった事に起因していると考えられる。つまり図３－９の(a)で示したように約１０％前後の変形域では平行部内の硬化が一様でないので、硬化の激しい部分とそうでない部分とでα'生成量が異なっていると考えられるからである。そこで平行部内の硬

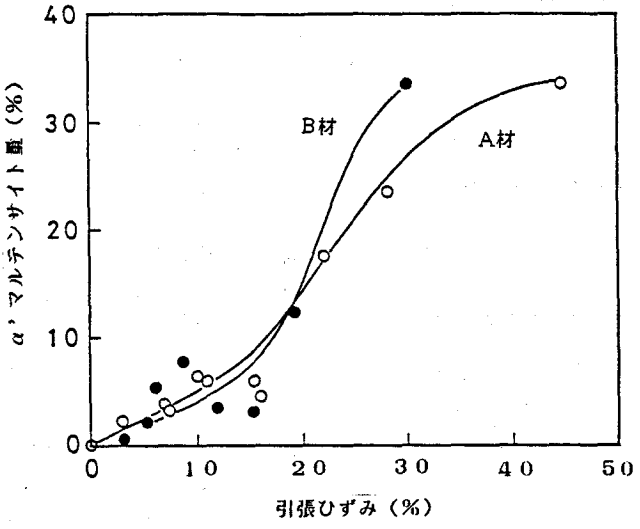


図３－１０　引張ひずみとα'マルテンサイト生成量との関係　（試験温度：７７Ｋ）

化の大きな部分とそれ以外の部分の透過電子顕微鏡組織を示したのが図 3-11 である。試料はＢ材で７７Ｋにおいて８．６％変形させたものである。（ａ），（ｂ）は試料平行部内の硬化の小さい部分のオーステナイト相の組織であるが、多くの積層欠陥と２方向に平行に並んだ多くのεマルテンサイト相が見られる。ところが硬化の大きな部分（ｃ）では多数のεマルテンサイト相以外に粒界付近で塊状組織のα′マルテンサイト相（写真で白く見える部分）が見られた。つまり擬降伏点は次のように解釈することができる。

変形が進むにつれオーステナイト相では積層欠陥形成の頻度が高くなり硬化し、やがてεマルテンサイト相に変態する。その時体積収縮を起こすので試料は断面収縮する[29]。もしその部分で強化が生じないと試験片は破断するが、断面収縮部のεマルテンサイト相がα’マルテンサイトに変態すると，その部

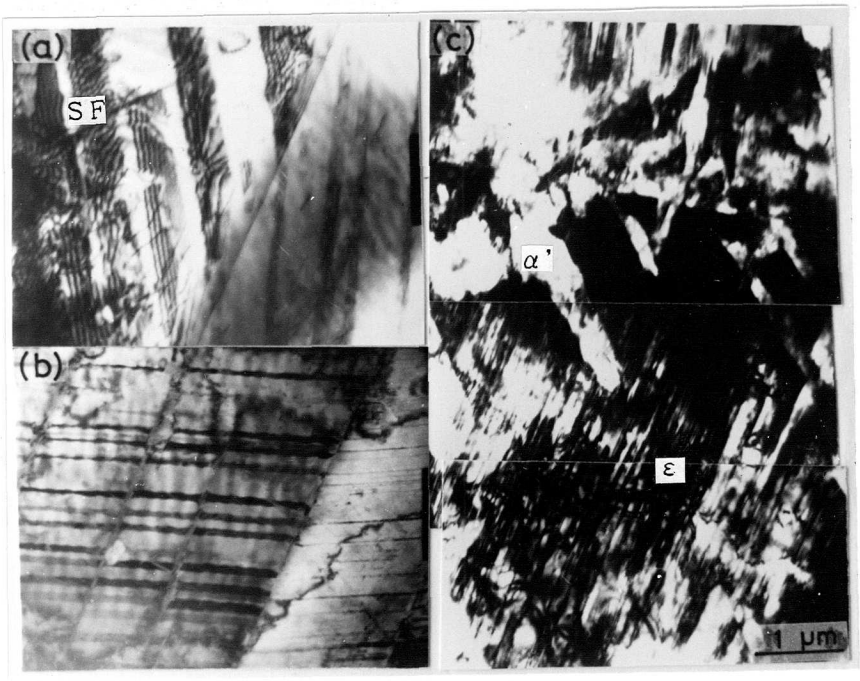


図３－１１　擬降伏点付近での透過電子顕微鏡組織
（Ｂ材，試験温度７７Ｋ，ε＝８．６％）
（ａ，ｂ）平行部内で硬化の小さい部分　（ｃ）硬化の大きな部分

分は強化されることになる。この過程が次々と隣のオーステナイト相で、あたかも軟鋼で見られるリュウダース帯の伝播のように起こると考えられる。これが平行部内の硬化部分の拡りに対応していると考えられる。硬化が完了した時点では変形応力に見合うだけのα'マルテンサイト相が生成されているが勿論未変態のオーステナイト相も相当量残在している。α'マルテンサイト変態時には約１％の膨張を伴うと云われている[29]ので、残留オーステナイト相はそれにより圧縮を受け、変態が生じにくくなっている状況にあると考えられる。この段階ではα'マルテンサイト相が平行部内に均一に、しかも微細に分布しているという状態なので、未変態オーステナイト相はどこからでも随時、変態を起こし得る[30]ようになり それ以降の変形ではもはや巨視的なリューダース帯伝播はみられず、平行部内で一様に硬化していくものと考えられる。これが擬降伏点がみられた理由であろう。Ｂ材でこの現象が最も顕著であったのはオーステナイト相の量がＡ材よりも約８％大きかったことによると思われる。２０１Ｋでの破断伸びがＢ材で大きいのもそのような理由であろう。

３－２－５　　破断伸びについて

２相ステンレス鋼でも準安定オーステナイト鋼と同様に低温域で破断伸びの増大する現象がみられた。これは前述したようにα'マルテンサイト変態の生成時期や生成速度、生成量に関係していると考えられる[31]。図３－１２はＡ，Ｂ，およびＣ材の破面端から５ｍｍ以内の範囲からのα'マルテンサイト量をＸ線によって測定した結果である。いずれの試料もＭｄ点は約２８０Ｋであり、熱処理による変化は見られない。Ａ，Ｂ材ではα'マルテンサイト生成量は低温になるほど増加するが、２８０Ｋから破断伸びのピークを示す２０１Ｋ付近までの温度域ではα'マルテンサイト生成量は温度の低下につれて急増しているが、それ以下の温度ではα'マルテンサイト生成量の増加率は少ないこ

とが分かる。C材では室温から１５０Ｋまでは温度の低下につれα’マルテンサイト生成量は増しているが、１５０Ｋ以下では逆に生成量が少なくなっている。これは後述するように、フェライト相中にへき開亀裂が発生し、変形の比較的早い時期に脆性破壊を起こしたためと思われる。次に破断伸びの大きい２０１Ｋでの変形度とマルテンサイト生成量との関係を示したのが図 3-13 である。７７Ｋの場合とは異なりいずれの試料も約２０％の変形以降にα’マルテンサイト相が生成されている。先に透過電子顕微鏡組織で示したように変形度が約１６％までα’マルテンサイト相がほとんど認められなかったことと、このＸ線測定結果は良く対応していることが分かる。２０１Ｋでは最大荷重点での変形度は約２０％であるので、試験片平行部に生じた断面収縮部にα’マルテンサイト相の生成が起きているものと考えられる。図３－１４は引張真ひずみと単位ひずみ当りのα’マルテンサ

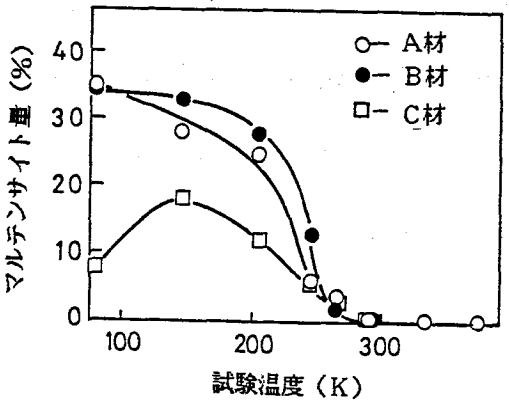


図３－１２　破断面近傍のα’マルテンサイト生成量と試験温度の関係

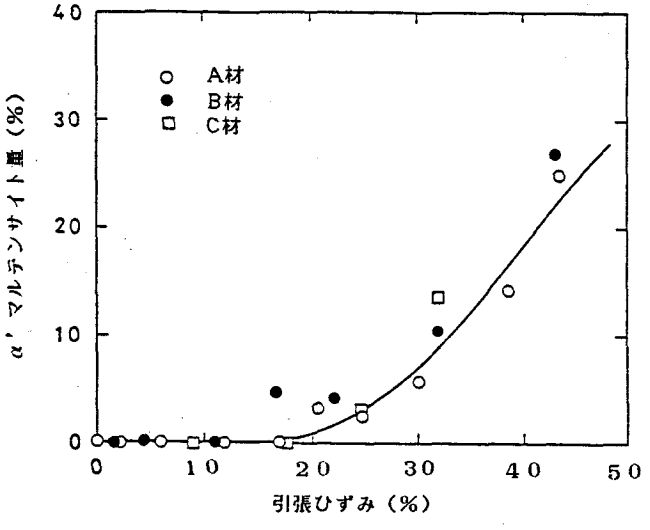


図３－１３　引張ひずみとα’マルテンサイト生成量の関係（試験温度：２０１Ｋ）

イト生成量との関係を示したものである。縦軸は図 3-10や図 3-13の曲線の傾斜に対応した大きさを示している。２０１Ｋの場合、断面収縮以降（約２０％以降）のα’マルテンサイト生成速度が大きいことが分かる。一方、７７Ｋでのその生成速度は２０１Ｋに比べれば変形度に拘わらずほぼ一定とみなせる。２０１K, ７７Ｋでは共に大きな破断伸びを示したが、２０１Ｋの場合には比較的大きな変形後にα’マルテンサイト相が誘起されること、発生後の生成速度が大きいことがその理由と考えられる。一方、７７Ｋでは生成速度が一定であることから、変形中に刻々とα’マルテンサイト相が誘起されていることを示している。変形中にα’マルテンサイト相が生成されるとｎ値が大きくなることはよく知られており[24][25]、断面収縮を起こしにくいことが７７Ｋで大きな伸びを示した理由と考えられる。しかしα’マルテンサイト生成速度と破断伸びの関係は今のところ明らかでなく、またフェライト相の挙動とも合わせて今後検討する必要があると思われる。

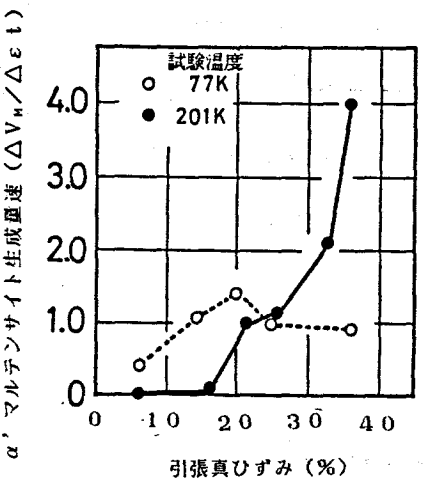


図３－１４　単位ひずみ当りのα’マルテンサイト生成量（Ａ材）

３－２－６　　フェライト相が変形挙動に及ぼす影響

いままでフェライト相の役割りについては特に述べてこなかったが、変形挙動に大きく影響していることは当然である。以下ではそれについて検討する。図３－１で示したように、母相であるフェライト相の硬度の高いものほど強度は高く伸びは低いが、その傾向は試験温度に影響されないこと、あるいは図３－１０や図３－１３から明らかなようにα’マルテンサイト相の生成の仕方に

もフェライト相の硬度が影響していないこと、さらに図３－１２の変形によってα′マルテンサイト相を生成する最高の温度，Ｍｄ点がどの試料でも同じであったことなどの実験結果から、フェライト相の硬度が異なる２相ステンレス鋼を同じ変形度まで引張変形した時、オーステナイト相自身の変形の程度は同じであるということが分かる。このことはフェライト相が母相であることから当然のことと思われるが、２相ステンレス鋼の変形挙動を知る上で重要な手掛りとなると云える。つまり２相ステンレス鋼が変形を受ける時，オーステナイト相とフェライト相とは一定ひずみモデルに近い変形をしている事を示唆しているように思える。このことはTamura ら[32] の結果と一致している。以上のようにフェライト相の硬度が高くてもオーステナイト相の変形には何等影響を及ぼさないことが分かった。ところで図３－１２に示したようにフェライト相の硬いＣ材ではオーステナイト相のα′マルテンサイト相への変態量が少なく、特に７７Ｋではそれ以上の試験温度の場合よりも変態量が少なくなっていることなどを考えると、破断伸びについてはフェライト相の延性が深く関係しているように思える。つまり、フェライト相が硬いと変形中にフェライト相内で脆性亀裂が生じ、破断伸びを減じるであろうし、そのときにはα’マルテンサイト変態量も少なくなると考えられる。そこで図３－１５は７７Ｋ引張破断材の試験片表面付近と変形が拘束される試験片中央部付近の破面を走査電子顕微鏡によって観察した一例を示す。（ａ）はＡ材の表面付近の破面でディンプルパターンが見られ、中央部（ｂ）でも彫りの深いディンプルパターンが見られた。（ｃ）はＢ材の中央部の破面でリバーとディンプルパターンが混在している。１０％クロム酸で電解腐食したのが（ｄ）で、ディンプル部はオーステナイト相でありリバー部はフェライト相であることが分かる。（ｅ）はＣ材の中央部破面で（ｃ）で示したのと特徴は同じであるが、図中のＡの部分にタングパターン（舌状模様）が明瞭に見られている。タングは変形双晶を起こした証

拠と考えられている[33]。なお、B，C材とも試験片表面付近ではディンプルパターンが認められたが、破面に占める脆性部の面積率はA，B，Cの順で大きくなっていた。破面観察からC材で双晶変形を起こしていると予想されたので透過電子顕微鏡により組織を調べ、また77Kでなお延性を示したA材についても転位組織の観察を行った。図3－16は77Kで引張変形したA，C材のフェライト相内の透過電子顕微鏡組織を示したものであるが、（a）はA材を11%変形したもので転位のタングルが見られる。28%変形した（b）ではのが分かる。タングルが著しくなっている。一方C材では（c）に示すように5%変形時にフェライト相内では転位のタングル以外にバンド状の組織が見られる。先の破面観察でタングパターンが見られたことを考え合わせると、バンド状の組織

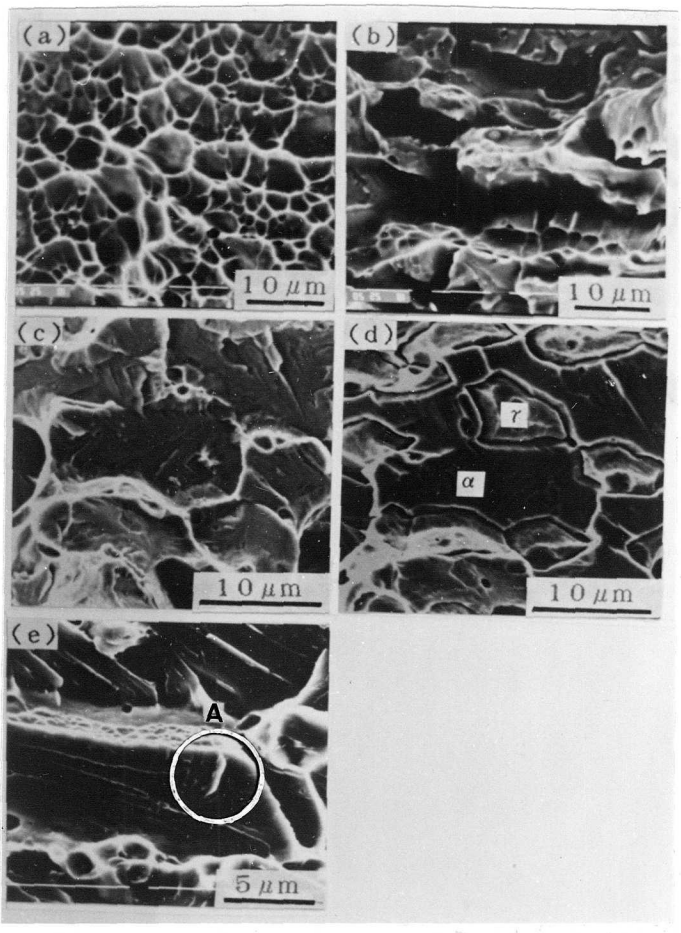


図3－15　各処理材77Kでの引張破面
（a）A材，試験片表面付近　，（b）A材，試験片中央付近
（c）B材，試験片中央付近
（d）B材，(c)の破面を腐食したもの
（e）C材，試験片中央付近

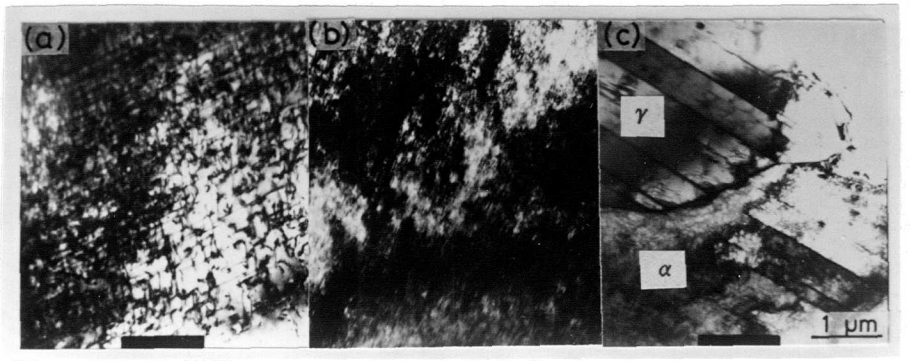


図３－１６　フェライト相の７７Ｋ変形組織
（ａ）Ａ材，引張ひずみε＝１１％　（ｂ）Ａ材，ε＝２８％
（ｃ）Ｃ材，ε＝５％

は微小な変形双晶であると結論できる。つまりフェライト相が硬いＢ，Ｃ材では変形中に双晶に関連した脆性亀裂を生じるため２００Ｋ以下で伸びが低下し、α′マルテンサイト相の生成量も少なくなったと考えられる。以上の結果からフェライト相は試験温度の低下につれ脆性破壊傾向を示し、またフェライト相が硬いとその傾向が著しくなることが分かり、破断伸びが２０１Ｋ以下の低温で減少したのはフェライト相の延性の低下の度合と密接に関係していることが分かった。ただしＡ材は７７Ｋで最も大きな伸びを示した理由は明らかになったとは云えず、この点については今後の研究の課題としたい。

３－２－７　　小　　括

フェライト相の硬度の異なる２相ステンレス鋼を用いて７７Ｋ～３７３Ｋの温度範囲で引張試験を行い、オーステナイト相、フェライト相各相が変形挙動にどのように関与しているのかを検討した結果を以下に示す。

（１）２相ステンレス鋼中のオーステナイト相は準安定相であるため低温での変形によってα’マルテンサイトおよびεマルテンサイト変態を起こし、それが変形挙動に大きく影響する。

（2）フェライト相が比較的軟らかい場合には２０１Ｋ付近で破断伸びのピークが現われた。その条件としてマルテンサイト変態が変形後期に開始すること、生成速度が大きいこと、フェライト相で変形双晶を起こさないことなどが考えられた。

（3）７７Ｋにおいては応力－ひずみ曲線上に擬降伏点が見られる。これは変形によってオーステナイト相が　εマルテンサイトに変態し収縮するので断面収縮が生じ応力降下を引き起こすが、収縮部でε→α'マルテンサイト変態を起こし強化するためリュウダース帯の伝播の場合と同じように隣接オーステナイト相の変態を順次誘起したためであると推察される。

（4）フェライト相の硬度が大きくてもＭｄ点、あるいはマルテンサイト生成の様子が変化しないことなどから、２相ステンレス鋼中のフェライト相とオーステナイト相との変形は一定ひずみモデルによって起こっていると推察される。

３－３　　高温短時間引張強度特性

３－３－１　実験方法

供試材は２相ステンレス鋼（Ａ鋼）、フェライトステンレス鋼（Ｂ鋼）でそれぞれの化学組成を表３－２に示す。Ａ鋼、Ｂ鋼はそれぞれ１３２３Ｋ、１０７３Ｋで１時間加熱後、水冷したものを図３－１７に示す形状、寸法に機械加工した。機械加工による加工層を除去するためＡ鋼、Ｂ鋼ともそれぞれの溶体化処理温度で３０分間再加熱を施した。その後、クロム酸系研磨液で電解研磨し表面を鏡面に仕上げた。図３－１８にＢ鋼の光学顕微鏡組織を示した。粒内、粒界に多くの析出物が見られる。高Ｃｒ鋼はＣ，Ｎ濃度が高いと脆化するので通常、固溶量を減らすため炭化物生成傾向の大きいＴｉやＮｂを添加する。Ｂ鋼の場合、Ｔｉが０．２７％も含まれていることから、図３－１８で見られ

表３－２　化学組成（ｗｔ％）

	C	Si	Mn	P	S	Al	Cr	Ni	Mo	N	Ti	Cu
A鋼	0.005	0.38	0.58	0.022	0.018	—	24.84	5.05	1.34	1348 ppm	—	0.92
B鋼	0.016	0.32	0.43	0.027	0.012	0.02	25.75	0.30	0.07	—	0.27	0.06

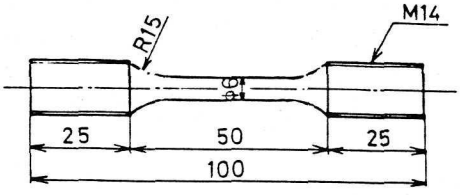


図３－１７　試験片形状と寸法

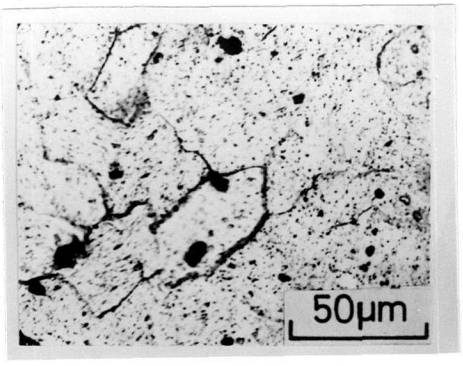


図３－１８　Ｂ鋼の光学顕微鏡組織

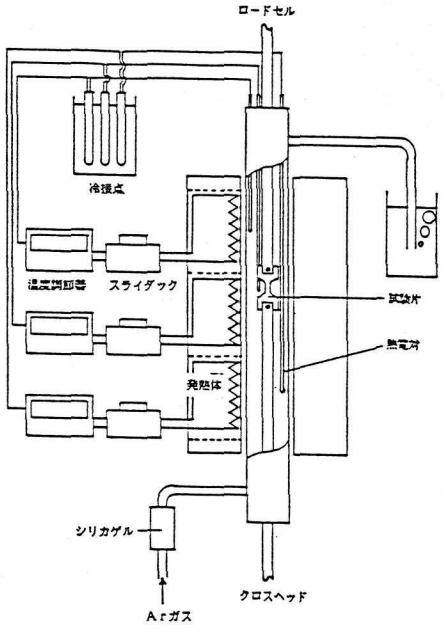


図３－１９　高温引張装置の概略図

る析出物はＴｉ（Ｃ，Ｎ）と考えられる。高温引張試験はインストロン型引張試験機を用いて電気抵抗線加熱方式により室温から１０７３Ｋの温度範囲でAr雰囲気中で行った。装置の概略を図３－１９に示す。初期ひずみ速度は 5.56 x10 $^{-4}$sec^{-1}と一定とした。試験は所定の温度で１５分間保持後開始した。光学顕微鏡組織観察のための腐食はフェリシアンカリと水酸化カリウムの新鮮な混合液の沸騰液中に浸漬させて行った。

３－３－２　　実験結果

図３－２０にＡ鋼の室温から１０７３Ｋの温度範囲における引張性質の変化を示す。降伏強度、引張強度ともに、室温から４５０Ｋ付近までは単調に低下するが、４５０Ｋ以上になると引張強度は上昇し550Ｋから７５０Ｋ付近まである一定値を保った後低下する。一方降伏強度は上昇せず，７５０Ｋまで一定値を示した後低下している。また伸びは４００Ｋまでは減少し、４００～８００Ｋでは一定となり、その後一旦増加した後再び減少している。絞りは７５０Ｋ付近まで短調に減少し一定値を示すがそれ以上で一旦増加した後、より高温で減少している。この伸びの減少はオーステナイト相とフェライト相との変形能に大きな差を生じたためと思われる。図３－２１は引張強度の温度依存性を２相ステンレス鋼（Ａ鋼）、26％Ｃｒフェ

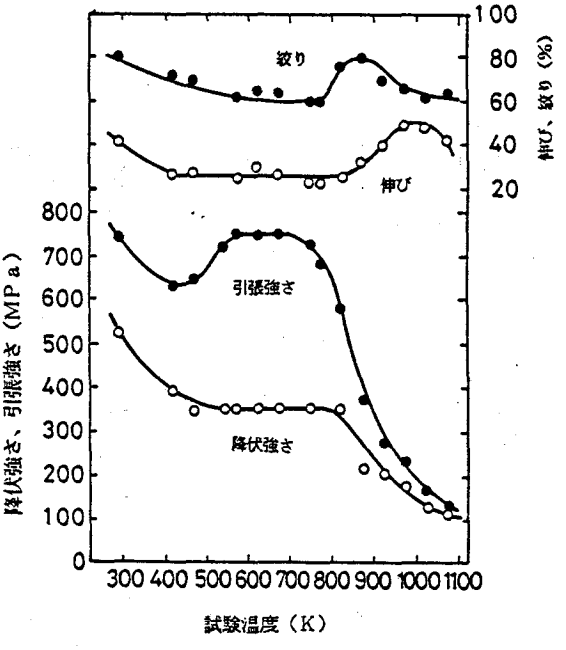


図３－２０　Ａ鋼の高温引張特性

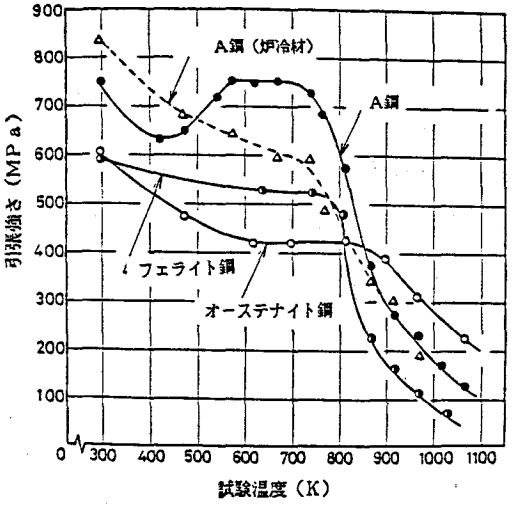


図３－２１　高温引張強さの他の鋼種との比較

ライト単相鋼[34]、１８Ｃｒ－１２Ｎｉオーステナイト単相鋼[35]について調べたものである。８５０Ｋまでのいずれの温度においても２相ステンレス鋼は他のステンレス鋼よりも強度は大きいがそれ以上ではオーステナイト鋼よりも強度は低くなっている。また２相ステンレス鋼で見られる中間温度域での強度の凸部は他のステンレス鋼では認められない。次に図３－２２は引張ひずみ速度を５．５６ｘ１０$^{-4}$ｓｅｃ$^{-1}$と一定とし試験温度を変えて引張試験したときの荷重－伸び曲線の変化を示したものである。４７３Ｋではセレーションが見られ、５７３Ｋではセレーションの応力増減幅が大きくなるとともにセレーションが出現するまでの塑性ひずみが大きくなっている。そして６７３Ｋではセレーションは見られなくなる。さらに高温の９７３Ｋでは降伏後になだらかな荷重降下が見られる。この試験温度は２相ステンレス鋼の溶融温度１８００Ｋの１／２以上であることからフェライト相で動的回復を起こしていると考えられる[36][37]。次に図３－２３は加工硬化指数ｎ値と試験温度の関係を示したものである。図に見られるように５５０Ｋまでｎ値は大きくなり７５０Ｋまで一定に保たれた後、それ以上でｎ値が低下している。

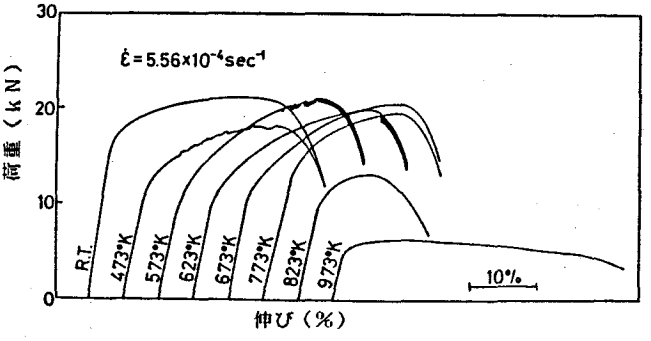


図３－２２　Ａ鋼の荷重－伸び曲線

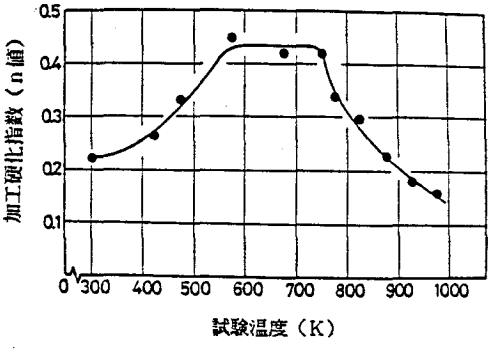


図３－２３　加工硬化指数（ｎ値）と試験温度の関係（Ａ鋼）

この値は局部収縮を生じるまでの塑性ひずみの大きさを表わしている。すなわちｎ値の大きいものは均一伸びの範囲が大きいということになる。このｎ値の変化は引張強度の変化とほとんど同じであるのが分かる。このように６００Ｋ付近でセレーションが見られることや、その時にはｎ値が大きいことなどは転位と固溶元素との相互作用に基ずく強化[38]が起きていることを示唆するものである。

３－３－３　動ひずみ時効について

図３－２２で見られたようにＡ鋼は、ある温度域、ひずみ速度で荷重－伸び曲線上にセレーションが出現する。そこでセレーションが出現する温度５７３Ｋで、ひずみ速度を種々変化させた時の荷重－伸び曲線の一例を図 3-24 に示す。ひずみ速度が小さくなるにつれて引張強度は大きくなり、セレーション発生までの塑性ひずみは大きくなっていることが分かる。図３－２４の降伏強さと引張強さのひずみ速度依存性を図 3-25 にまとめて示した。

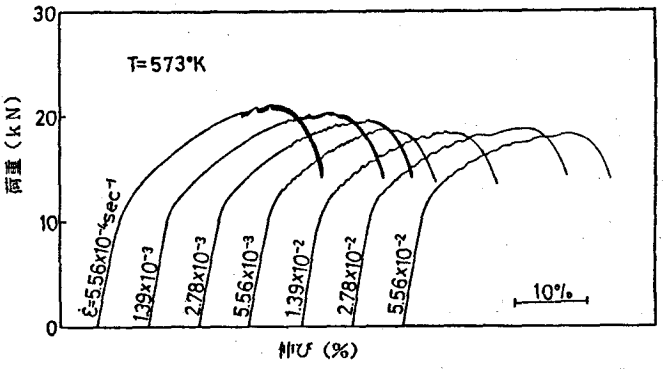


図３－２４　荷重－伸び曲線のひずみ速度依存性　（Ａ鋼）

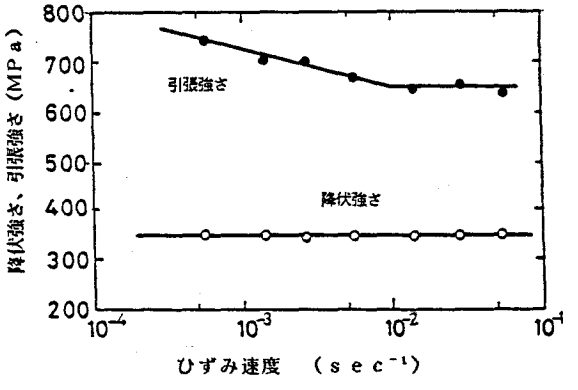


図３－２５　引張強さ、降伏強さのひずみ速度依存性

このように引張強さの負のひずみ速度依存性は炭素鋼を青熱脆性温度範囲で引張した時にも認められる現象である[39]ことから動ひずみ時効を生じている可能性は高い。この動ひずみ時効は活動転位が何等かの原因でその活動が止められたり、遅延されたりすると鋼中の格子間原子であるC，Nが転位を固着することによる[40]と説明されている。すなわちセレーションは転位の固着とそれからの開放により生じるとされている。動ひずみ時効は熱活性化過程であるので、ひずみ速度と温度との間には次式[41]で示す Arrheniusの関係があるはずである。すなわち

$$\dot{\varepsilon} = A \exp(-Q/RT). \qquad (3-3)$$

ここで$\dot{\varepsilon}$はセレーションが発生するひずみ速度、Qは活性化エネルギー、Tは試験温度、Aは材料常数、Rはガス常数である。各温度で種々のひずみ速度で引張試験し$\dot{\varepsilon}$と1／Tの関係を調べたのが図3－26である。図に見られるごとく、ひずみ速度と試験温度の逆数とは直線関係になっていることが分かる。つまりセレーションは熱活性化過程であることを意味している。この直線の傾斜からQは約84kJ／molとなるが、この値はフェライト鉄中におけるNの拡散に要する活性化エネルギー（79kJ／mol）[42]の値に近い。すなわち、窒素が可動転位を固着することによる動ひずみ時効がフェライト相内で起きていると考えられる。オーステナイト鋼では動ひずみ時効を起こす最低温度は 770 Kであることが知られているので、2相ステンレス鋼中のオーステナイ

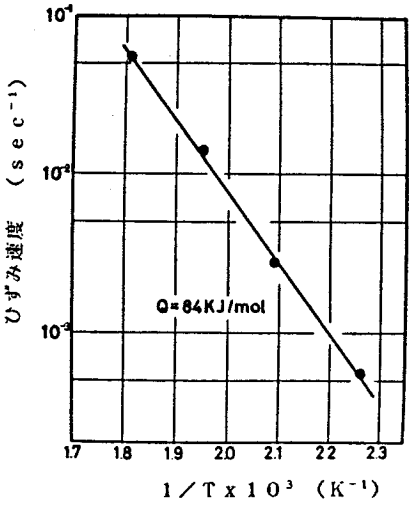


図3－26　ひずみ速度と試験温度のアレニウス表示

ト相でも５７３Ｋでそれを起こさないと思われる。フェライト相で動ひずみ時効が生じていることを確かめるためフェライト単相材（Ｂ鋼）を用いた荷重－伸び曲線の一例を図３－２７に示す。フェライト単相材の場合にも５７３Ｋ付近の温度でセレーションが見られる。またこの場合の加工硬化指数（ｎ）の温度依存性を調べたのが図３－２８である。セレーションの生じる温度域でｎ値が高く、図３－２２で示した２相ステンレス鋼の場合と同様な傾向が得られた。以上のことから２相ステンレス鋼でセレーションを発生する原因はフェライト相で動ひずみ時効を起こすからであると理解できたが、その時に図３－２１で示したように単相材とは異なり２相ステンレス鋼では引張強さの上昇が見られている。これはフェライト相に固溶しているＣ，Ｎ量の違いによるものと考えられ、さらに２相ステンレス鋼の１３２３Ｋ炉冷材で、強度の上昇が現れないのはフェライト相中のＣ，Ｎの固溶量が水冷材と比較して低いためだと考えられる。

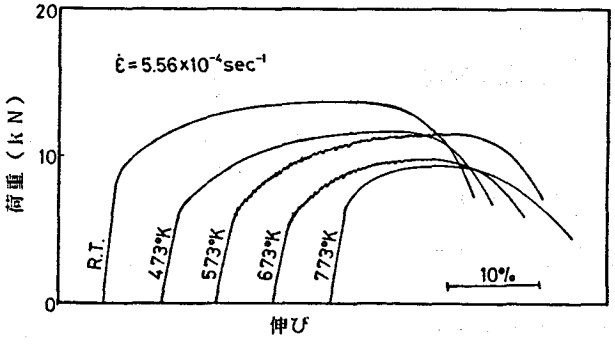


図３－２７　Ｂ鋼の荷重－伸び曲線

以上、２相ステンレス鋼の動ひずみ時効を起こす温度範囲での強度の上昇の原因について述べたが、それ以外の温度、つまり８５０Ｋ以下で単相ステンレス鋼よりも強度が高いのは２相ステンレス鋼の結晶粒径が微細であるためであろう。またそれ

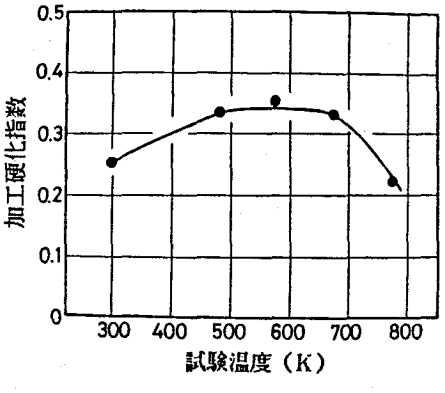


図３－２８　Ｂ鋼の加工硬化指数と試験温度の関係

以上の温度域で２相ステンレス鋼の引張強度は急激に低下しているが、これはフェライト相内での動的回復が起きていることによると考えられる。またその時、伸び，絞りも低下している。フェライト相は動的回復し軟化しているのに対して、積層欠陥エネルギーが低いオーステナイト相ではフェライト相に比べ回復は困難と考えられるので、相境界での２相間の塑性流動の差によるキャビティーの発生が予想され、延性が低下したと思われる。

３－３－４　小括

２相ステンレス鋼を室温から１０２３Ｋまでの種々な温度で短時間引張試験を行った。得られた結果を以下に述べる。

（１）２相ステンレス鋼は約８５０Ｋまではフェライトおよびオーステナイト単相ステンレス鋼よりも引張強度は大きい。これは結晶粒径と含有元素Ｃ，Ｎの固溶量の差異によるものであろう。

（２）２相ステンレス鋼、フェライト単相鋼では６００Ｋ前後で荷重－伸び曲線上にセレーションが見られた。これは鋼中のＮ原子による転位の固着作用による、いわゆる動ひずみ時効によるものである。

（３）２相ステンレス鋼の高温引張挙動はマトリックスであるフェライト相の挙動により主に支配されるが、動的回復を起こすような温度範囲では隣接するオーステナイト相が変形挙動に大きく影響すると考えられる。

３－４　２相ステンレス鋼の超塑性現象について

３－４－１　　実験方法

２相ステンレス鋼は微細混合組織を持っているため高温で超塑性を起こす可能性がある。超塑性とは材料がある温度域で、ある範囲のひずみ速度で変形を受けると、ネッキングを起こさず異常に大きな伸びを示す現象である。ここで

は２相ステンレス鋼に種々な加工熱処理を施すことにより、粒径の異なる試料を作製し、粒径が破断伸びに及ぼす影響について組織的に検討することを目的とした。供試材の化学組成は４Ｎｉ－２４Ｃｒ－０．１５Ｃ－０．１４Ｎ（wt％）の２相ステンレス鋼で、引張試験片形状および寸法は図３－２９に示した。フェライト相体積率の測定には島津製磁気天秤（ＭＢ２型）を用いて、磁化の強さから体積率を求めた。高温引張試験は割型加熱炉を取り付けたインストロン型引張試験機で行った。炉内はＡｒ雰囲気とし１０２３～１２７３Ｋの温度範囲で試験した。試験は所定の温度で３０分保持後開始した。初期ひずみ速度は$4.2\times10^{-2}sec^{-1}$，$4.2\times10^{-3}sec^{-1}$ および$4.2\times10^{-4}sec^{-1}$の３種類とした。ひずみ速度感受性指数ｍ値を求めるためには Backofen らが提案したひずみ速度急変試験[43] を実施したが、図３－３０にその方法を示す。すなわちｖなる速度で引張変形中の試料を時間ｔの所で急にｖ’の速度に加速する。するとｖ’に対応する荷重P_Aが求まる。はじめのｖの曲線の荷重をP_Bとすると

$$m=\log(P_A/P_B)/\log(v'/v) \qquad (3-4)$$

の式からｍ値が求められる。このｍ値は遅い方の速度ｖのひずみ速度に対応するものである。

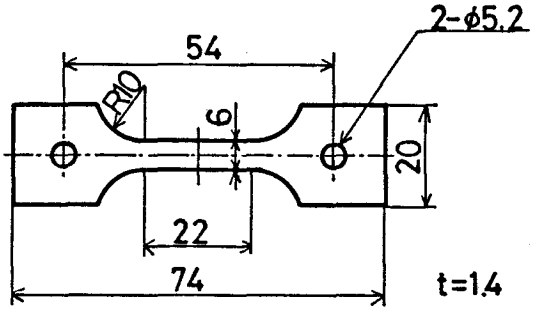


図３－２９　試験片形状と寸法

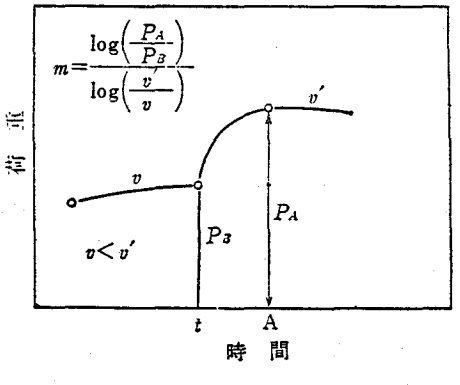


図３－３０　ｍ値の求め方

３－４－２　供試材

種々な結晶粒径を持つ２相ステンレス鋼を得るために以下の加熱処理を施した。まず試験片を１６２３Ｋで１時間加熱後急冷し、それを室温で５５％圧延した後、１１７３～１３７３Ｋの温度範囲で種々の時間加熱した。図３－３１は組織写真を点分析法[44]により測定した結果で、単位長さ中の相境界との交点数P_Lが加熱時間によってどのように変化するかを示している。１３７３ＫではP_Lは小さくなっており単時間でオーステナイト相が成長を起こしており、１１７３Ｋでは核の生成量が大きく粒の成長が妨げられているのが分かる。また図３－３２は加熱時間とフェライト相体積率の関係を示したものであり、いづれの温度においても加熱１時間後にはオーステナイト相の析出はほぼ完了しており、それ以後はオーステナイト相結晶粒の成長のみ生じていることが分かる。このことを考慮して、加熱温度を変化させ組織観察を行うことによって、オーステナイト相体積率を変えることなくオーステナイト相結晶粒径のみ異なる３種の２相ステンレス鋼を得ることが出来た。図３－３３（ａ）にその熱処理条件を示した。１６２３Ｋ溶体化処

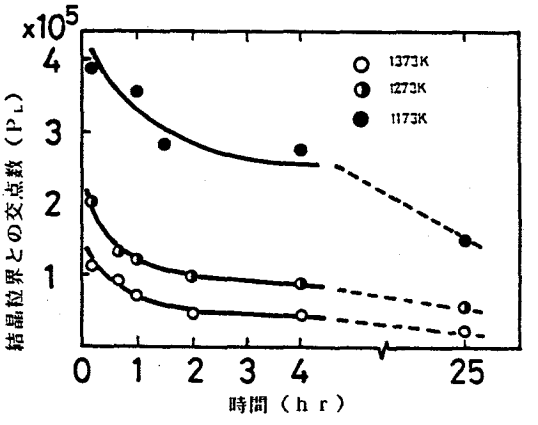


図３－３１　結晶粒界との交点数と加熱温度、時間との関係

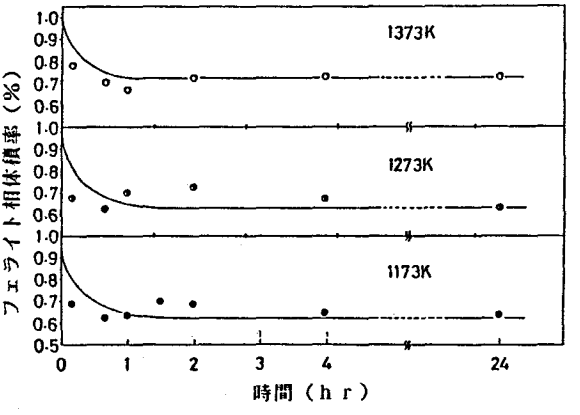


図３－３２　加熱温度、時間とフェライト相体積率の関係

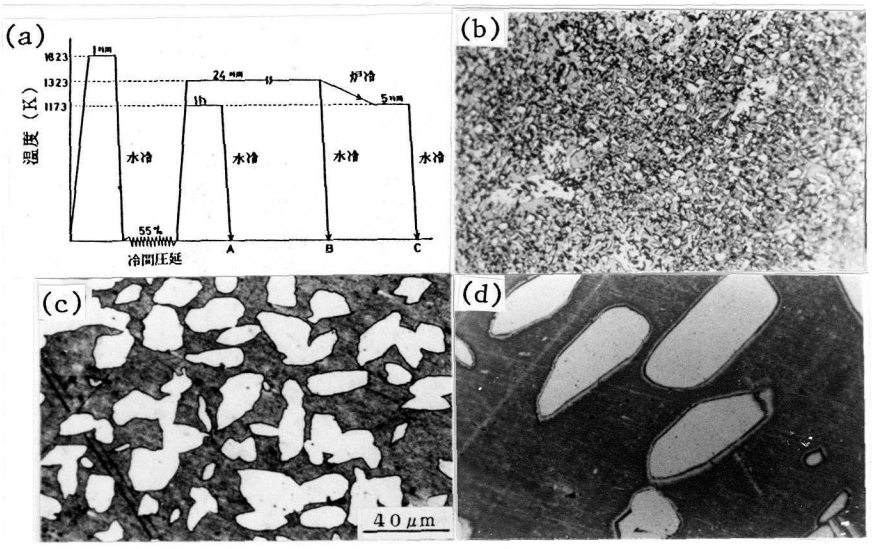


図３－３３　熱処理法と光学顕微鏡組織
(a)熱処理方法　(b)Ａ材(細粒材)　(c)Ｂ材(中粒材)　(d)Ｃ材(粗粒材)

理後室温で５５％冷間圧延した後、１１７３Ｋで１時間加熱し水冷したときの組織を（ｂ）に示す。これをＡ材と呼ぶ。オーステナイト相が微細化されているのが分かる。（ｃ）は同じく冷間圧延後１３２３Ｋで２４時間保持後水冷したものの組織である。これをＢ材と呼ぶ。（ｄ）は同じく１３２３Ｋで２４時間保持後１１７３Ｋまで炉冷し、その温度で５時間保持後水冷した時の組織を示している。オーステナイト相結晶粒径がかなり大きくなっているのが分かり、これをＣ材と呼ぶ。各相の平均結晶粒径を線分析法[45]によって求めた結果を表３－３に示す。フェライト相とオーステナイト相とはほぼ同じ大きさであり、Ｃ材はＡ材にくらべて結晶粒径は約１０倍となっていることが分かる。

表３－３　フェライト・オーステナイト相の平均粒径（μｍ）

記号	フェライト相	オーステナイト相
A材	5.8	3.0
B材	26.2	12.5
C材	41.6	41.8

３－４－３　荷重－伸び曲線

図３－３４にＡ材の荷重－伸び曲線の一例を示した。（ａ）は試験温度が１０７３Ｋでの荷重－伸び曲線がひずみ速度により変化する様子を示した。また(b)は同じく試験温度が 1273Ｋの場合を示した。これらから、試験温度が同一の時にはひずみ速度が小さくなるにつれ最大荷重も小さくなり、破断伸びが大きくなっているのが分かる。また試験温度が高くなると最大荷

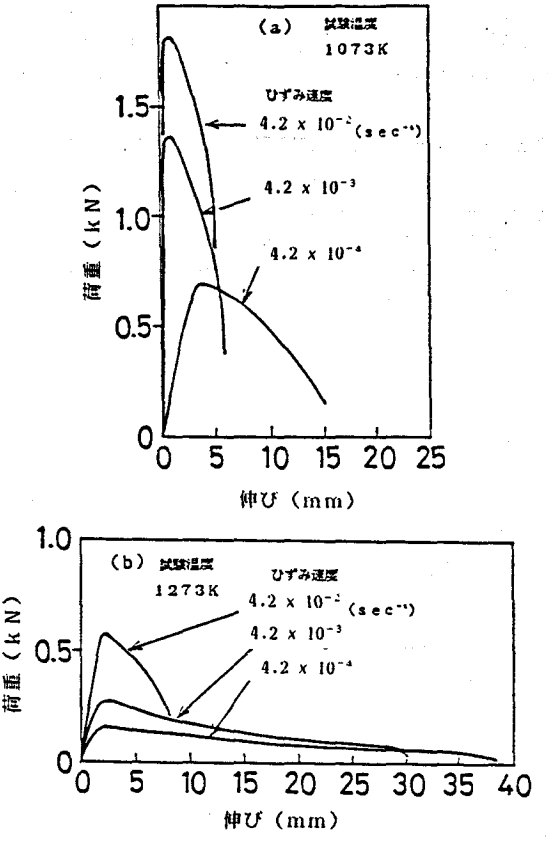


図３－３４　Ａ材の荷重－伸び曲線の一例

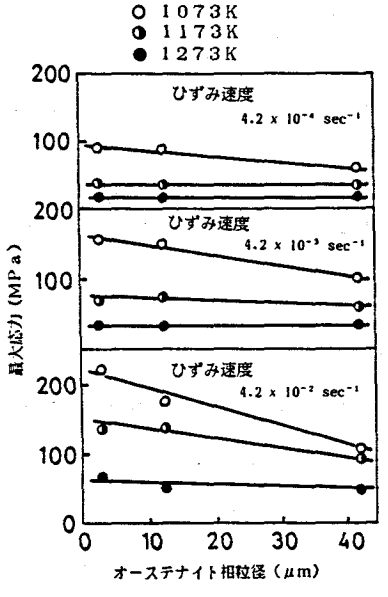


図３－３５　最大応力に及ぼすオーステナイト相粒径，ひずみ速度，試験温度の影響

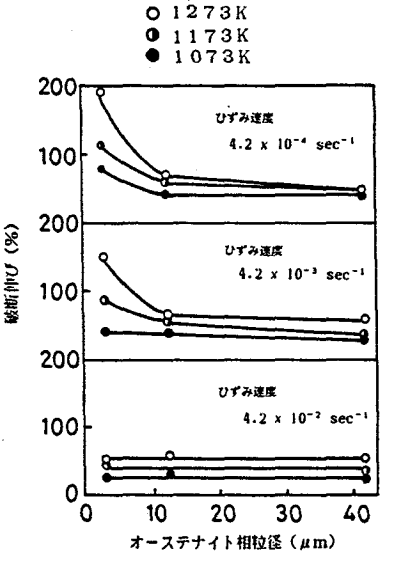


図３－３６　破断伸びとオーステナイト相粒径の関係

重は低下し、伸びが大きくなっている。結晶粒径もまた高温変形挙動に大きく影響すると考えられるので最大応力に及ぼす試験温度、ひずみ速度、オーステナイト相結晶粒径の影響を調べたものが図３－３５である。温度が低い時やひずみ速度が大きい時には最大応力はオーステナイト相結晶粒径に対して大きな負の依存性を示すが、高温あるいは低ひずみ速度になると依存性が小さくなっていることが分かる。次に破断伸びに及ぼすオーステナイト相結晶粒径、試験温度、ひずみ速度の影響を図３－３６に示す。図から明らかなように破断伸びはオーステナイト相粒径が大きいときには試験温度やひずみ速度の影響をあまり受けないが、粒径が小さくなればなるほど影響をうけ大きく変化していることが分かる。

３－４－４　　m値と破断伸びの関係

数μm程度の非常に微細な結晶粒からなる金属および合金、特に共晶または共析２相組織は、ある範囲のひずみ速度で変形を受けると、高温でネッキングを生じず、数１００％から１０００％にも及ぶ異常に大きな伸びが観察されることがあり、これが超塑性と呼ばれる現象であることは前述した。さて定常状態における変形応力とひずみ速度との間には$\sigma = K\dot{\varepsilon}^m$ の関係があることが知られている[43]。ここでKは定数、mはひずみ速度感受性を示すパラメーターである。このm値は温度や結晶粒径に依存する指数で超塑性現象と密接な関係を持ち、m＝１の時ニュートンの粘性流動となる。この式でm値の大きい時には、σは$\dot{\varepsilon}$の僅かな変化に対しても大きくも変化する事が分かる。つまり引張試験中に材料にネッキングが生じると，その部分では当然$\dot{\varepsilon}$が非常に大きくなるのでそこで大きな強化が起きなければそのまま破断に到ることになる。ところがm値が大きい場合にはσも大きくなるのでネッキングがその部分ではそれ以上進展しないことになる。そこで各温度でのm値を測定し、破断伸びやオー

ステナイト相粒径などとの関係を調べた。図 3－36からも分かるように高ひずみ速度では超塑性現象が全く見られなかったので，それが認められる最も低ひずみ速度の４．２ｘ１０$^{-4}$sec^{-1}におけるｍ値を測定した。図３－３７は変形速度急変試験によって得られたｍ値とオーステナイト相結晶粒径および試験温度との関係を示している。高温になるほど、また結晶粒径が微細になるほどｍ値が大きくなっていることが分かる。この傾向は破断伸びの変化の様子とほとんど同じであると思われるので図３－３８にｍ値と破断伸びの関係を示した。ｍ値の大きなものは破断伸びも大きくなっており、ｍが約０．３以上では大きな伸びを示しているのが分かる。しかしｍが0.3 以下では破断のびは小さく、通常の高温変形挙動、つまり転位が粘性運動をしていると考えられる[46]。ｍ＝０．３以上ではそれとは異なる機構によって変形していると考えられ、超塑性を起こしているものと考えられる。なおｍ値が０．３は超塑性を起こす下限界値と云われている[47]。

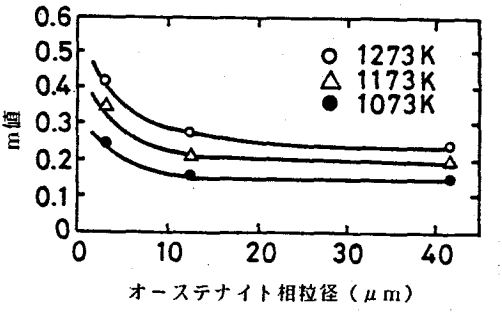


図３－３７　ｍ値とオーステナイト相粒径の関係

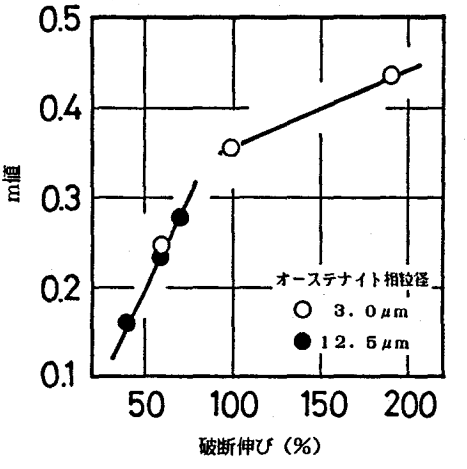


図３－３８　ｍ値と破断伸びの関係

３－４－５　変形挙動に及ぼすオーステナイト相結晶粒径の影響

本２相鋼ではｍ値が０．３以上で超塑性現象が見られることが分かったので

オーステナイト相結晶粒径の大小によって、m値に差の出る原因を調べるため変形組織の光学顕微鏡観察を行った。図３－３９はA材を１２７３Kで$\dot{\varepsilon}$＝４．２ｘ１０$^{-2}$sec^{-1}（ａ）および４．２ｘ１０$^{-4}$sec^{-1}（ｂ）のひずみ速度で変形させ破断した破面近傍の組織と、C材を１２７３Kで$\dot{\varepsilon}$＝ 4.2 x10^{-2}sec^{-1}（ｃ）と$\dot{\varepsilon}$＝４．２ｘ１０$^{-4}$sec^{-1}（ｄ）で破断させた時の組織を示す。

まずA材の(a) と(b) とで大きな相違がみられる。すなわち、ひずみ速度が大きい時にはオーステナイト相結晶粒は引張軸方向に伸長しているのに対して、ひずみ速度の小さい場合にはオーステナイト相の粒成長がわずかに見られるが、オーステナイト粒は変形によっても等軸性が保たれていることが特徴的に認められる。C材でもA材と同じようにひずみ速度が小さい時、等軸性が保たれているのが分かる。また両材とも破断部近傍には多くのキャビティーが見られることから、キャビティーはネッキングを起こすであろう部分に発生していることは明らかであり，その発生を抑える何等かの強化作用が生じたときにはさらに伸びが増加するものと考えら

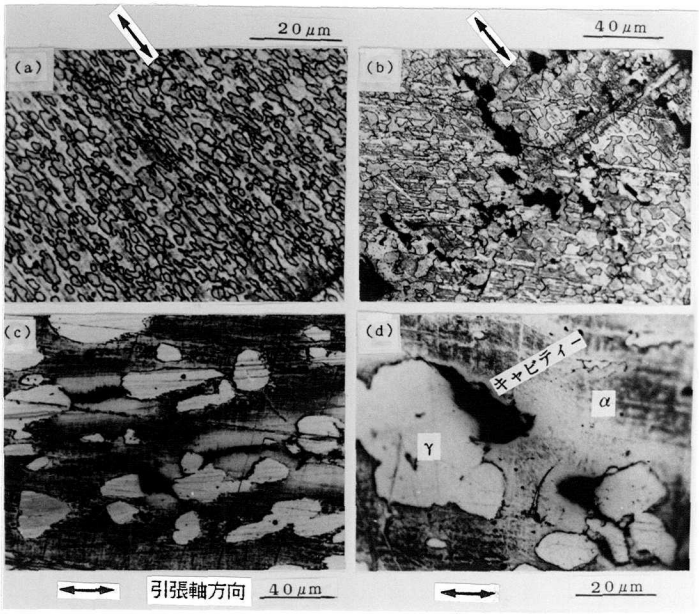


図３－３９　A，C破断材の変形組織　（試験温度 1273K）
（ａ）A材，$\dot{\varepsilon}$＝４．２ｘ１０$^{-2}$(sec^{-1})
（ｂ）A材，$\dot{\varepsilon}$＝４．２ｘ１０$^{-4}$(sec^{-1})
（ｃ）C材，$\dot{\varepsilon}$＝４．２ｘ１０$^{-2}$(sec^{-1})
（ｄ）C材，$\dot{\varepsilon}$＝４．２ｘ１０$^{-4}$(sec^{-1})

れる。オーステナイト相粒径の大小によって破断伸びが異なることから、キャビティーを伴うネッキングの発生時期がオーステナイト相粒径によって異なっていると考えられるが、それは破断伸びがひずみ速度の低下に伴い増加することと同じ機構に因っているものと考えられる。すなわち、m値は拡散速度により影響され[48]るので，ひずみ速度が小さい場合は相対的に拡散速度が大きくなり，キャビティーが生じないよう相境界で塑性流動が起こり得る。また、ひずみ速度が小さい時には（b），（d）で示したように結晶粒は等軸になっていることから、その流動は拡散を伴う粒界すべり機構が働いている[49]と推察され，結晶粒径の大きさはこの拡散速度に影響を及ぼしていると考えられる。いま、結晶粒径が異なる材料が同じだけ変形量を受けたと考える。そのとき1個の粒の受け持つすべりの量は結晶粒径が小さいときは少なくてすむ上に、α－γ相界面の面積も非常に大きいので相境界での拡散も活発に起こることが考えられる。つまり体拡散速度も粒界拡散速度も大きいことを意味している。その速度がひずみ速度より大きければ、界面での応力緩和が容易に起こりキャビティーは生じない。逆に大きな結晶粒では体拡散速度は相対的に小さくなるので界面での応力緩和が困難となりキャビティの発生の可能性は高いと推察される。実際に拡散を伴う粒界すべりを起こしているかどうかを調べるため５０ＭＰａがピーク応力となる時のひずみ速度と試験温度の関係を

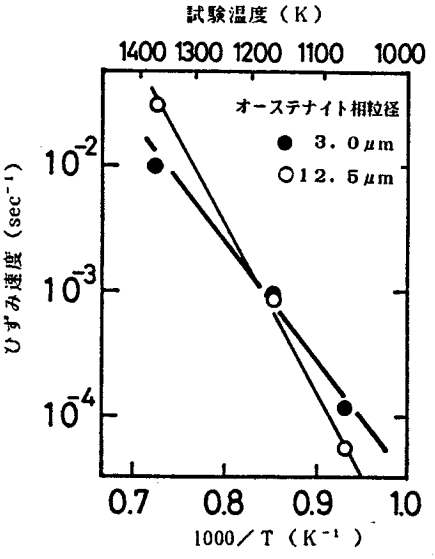


図３－４０　ひずみ速度と試験温度のアレニウス表示

示したのが図３－４０である。

$$\dot{\varepsilon} = A \exp\ (-Q/kT) \qquad (3-5)$$

この式から、Ａ材では　Ｑ＝１９１ｋＪ／ｍｏｌ，Ｃ材では　Ｑ＝２６０ｋＪ／ｍｏｌが求まる。α－Feにおける自己拡散のための活性化エネルギーは 210 から 280ｋＪ／molの範囲にあり、γ－Fe のそれは 295から 305ｋＪ／molの範囲であることが報告されているが[50]、Ｃ材の活性化エネルギーの値は前者の範囲に収まっていることが分かる。一方、Ａ材ではそれよりもかなり小さくなっている。結晶粒界すべりが起きているとその時の活性化エネルギーは小さくなることが報告されている[20]が，さらに破断伸びがひずみ速度依存性を示すこと[49]から，細粒材のＡ材では粒界すべりが活発に起きたことが推察される。一方，Ｃ材では破断伸びがひずみ速度依存性を示さないことや活性化エネルギーの大きいこと、あるいは図３－４１に見られるようにフェライト相内に

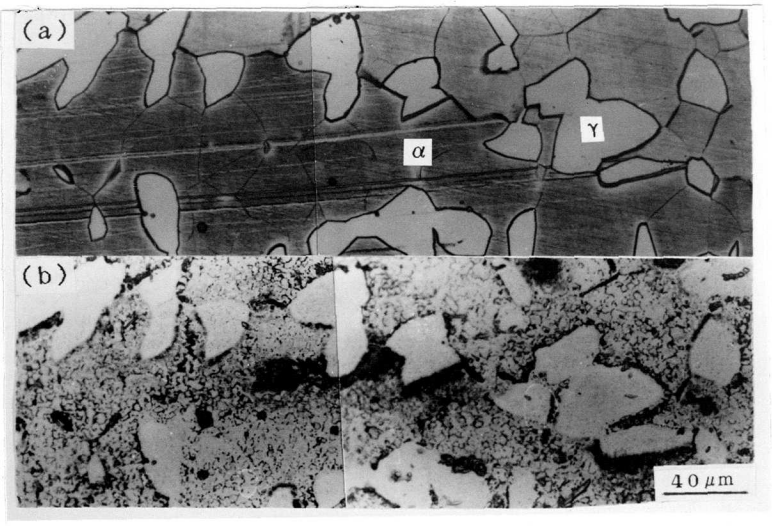


図３－４１　Ｃ材変形前後の光学顕微鏡組織　（$\dot{\varepsilon} = 4.2 \times 10^{-4} sec^{-1}$）
（ａ）変形前の組織　（ｂ）１２７３Ｋ，ε　＝５％

多くのサブグレインが見られることから主に転位クリープによって変形がまかなわれているものと考えられる。

3－4－6　　小　　括

２相ステンレス鋼を加工熱処理することによって結晶粒径を変化させたものを、１０２３～１２７３Ｋの温度範囲内で高温引張試験を実施した結果、

（１）荷重－伸び曲線は試験温度、ひずみ速度およびオーステナイト相結晶粒径によって変化した。特に高温、低ひずみ速度、微細粒の場合は変形初期に荷重のピークを示した後大きな塑性伸びを示した。

（２）ひずみ速度感受性指数ｍ値と破断伸びとは比例関係にあったが、ｍ値が０．３を境にして、その比例係数が異なる。これはｍが０．３以上では超塑性現象が起きていることと関係しているものと考えられる。

（３）微細粒材と粗粒材とで変形のための活性化エネルギーは異なり、前者では１９１ｋＪ／ｍｏｌ，後者では２６０ｋＪ／ｍｏｌであった。このことより微細粒材では拡散を伴う粒界すべりが、粗粒材では転位クリープが変形を律速していると推察された。

3－5　結　　論

２相ステンレス鋼を７７Ｋから１２７３Ｋの温度範囲内で引張試験を行った。その際、オーステナイト・フェライト各相の変形挙動、あるいは微細結晶粒組織のため相境界や粒界が多く存在するので，それらの挙動について注目し検討した。

（１）２相ステンレス鋼中のオーステナイト相は室温では準安定であり低温での変形によってεあるいはα’マルテンサイト変態を起こし、その事が引張変形挙動に大きく影響し，２０１Ｋ付近での変態塑性や７７Ｋでの擬降伏点現

象を引き起こす原因になっている。

（2）フェライト相の強度を時効によって変化させてもＭｄ点は変わらなかった。このことは前節でも述べたようにフェライト相が母相であるためフェライト相とオーステナイト相は定ひずみモデルに近い変形をしていることが予想される。

（3）フェライト相は低温で双晶を生じ易く、それはフェライト相の硬度が増すと助長される。変形双晶は特に破断伸びを減少させると思われるが、水冷材では７７Ｋで最も大きな伸びを示した点については明らかにすることはできず、今後の課題としたい。

（4）２相ステンレス鋼を６００Ｋ前後で引張試験すると荷重－伸び曲線上にセレーションが現れる。これはフェライト相中のＮ元素による転位の固着作用による、いわゆる動ひずみ時効によるものである。７５０Ｋ以上では引張強度の低下は著しく、伸び，絞りも低下した。それは、フェライト相が動的回復を起こすような温度範囲では、隣接するオーステナイト相との相互作用が大きくなった結果と思われた。

（5）２相ステンレス鋼は微細粒組織となっているため、高温において異常な伸び、すなわち超塑性現象を示す。それにはひずみ速度が小さいこと、及びある高温の温度領域であることが必要である。ひずみ速度感受性指数ｍ値は破断伸びとほぼ比例関係にあり本実験範囲ではｍ値が約０．３以上で超塑性を示した。また結晶粒径の大きさにより変形のための活性化エネルギー値が異なり，微細粒材では拡散を伴う粒界すべりが支配的であり、粗粒材では転位クリープが支配的であることが分かった。

参考文献

（1）C.J.Guntner and R.P.Reed; Trans.ASM ,55,399(1962).

(2) J.P.Breeannell and A.Moskowitz; Trans.ASM, 59,223(1966).

(3) D.Fahr ; Met.Trans., 2,1883(1971).

(4) G.P.Sanberson and D.T.Llewellyn ; JISI, 1,1129(1969).

(5) B.Cina; Acta Met.,6,750(1958).

(6) R.Lagneborg; Acta Met.,12 ,823(1964).

(7) 平山俊成，小切間正彦；日本金属学会誌，34,507(1970).

(8) T.Angel; JISI,177,165((1954).

(9) 野原清彦，小野寛，大橋延夫；鉄と鋼，63,772(1977).

(10) 田村今男；鉄と鋼，56,61(1970).

(11) 藤倉正国，加藤哲男；鉄と鋼 ,64,1179(1978).

(12) J.F.Breedis;Trans.AIME,230,1583(1964).

(13) 田村今男；鉄と鋼，56 ,429(1970).

(14) P.J.Brofman,G.S.Ansell; Met.Trans.,9A,879(1978).

(15) R.E.Schramm and R.P.Reed; Met.Trans.,6A,1345(1975).

(16) K.Wakasa and T.Nakamura; J.Materials Science; 13 ,803(1978), ibid 13,21(1978), ibid 12,2109(1977),ibid 12,1438(1977).

(17) 幸 英昭，工藤 赳 夫，諸石大司；腐食防蝕協会講演予稿集 93, (1982).

(18) H.W.Hayden,R.C.Gibson,H.F.Merrick and J.H.Brophy;Trans.ASM, 60,3(1967).

(19) H.W.Hayden, S.Floreen and P.D.Goodell; Met.Trans.,3,833(1972).

(20) H.Hildebrand,G.Michalzik and B.Simmen; Met.Tech.,Jan,32(1977).

(21) 前原泰裕；鉄と鋼，70,2167(1984).

(22) R.L.Millor; Trans.ASM, 57,892(1964).

(23) 堀茂徳，古城紀雄；日本金属学会報，9,675(1975).

（２４）田村今男，牧正志，波戸浩，油井考輔；日本金属学会誌,33,1383 (1969).
（２５）辻本得蔵；日本金属学会報，11,84(1971).
（２６）P.L.Mangonon and Jr.G.Thomas;Met.Trans.,1A,1577(1970).
（２７）J.F.Breedis and W.D.Robertson; Acta Met.,11,547(1963).
（２８）西山善次，清水謙一，盛川士郎；日本金属学会誌，27,497(1963).
（２９）西山善次；マルテンサイト変態（丸善）,40 (1971).
（３０）A.Rosen, R.Jago and T.Kjer; J.Materials Science,7,870(1972).
（３１）深瀬幸重，江戸波和男，大久保延宏，村尾誠一；日本金属学会誌，32,38(1968).
（３２）I.Tamura, Y.Tomota, A.Akao,Y.Yamaoka, M.Ozawa, and S.Kanatani ;Trans. ISIJ,13,283(1968).
（３３）S.コサンダ；金属疲労の解析と応用（現代工学社），277(1981).
（３４）長谷川正義；ステンレス鋼便覧（日刊工業新聞社），p171(1973).
（３５）篠田軍治，桜井忠一，川崎正，泉久司；材料試験 ，77,1131(1960).
（３６）酒井　拓　；鉄鋼の高温変形挙動シンポジュウムテキスト,19(1979).
（３７）酒井　拓，大橋正幸；鉄と鋼 ,64,A203(1978).
（３８）吉永日出男 ；日本金属学会報，10,519(1971).
（３９）平　修二　；鉄と鋼，55,932(1969).
（４０）角野　浩二　；結晶の塑性（丸善）,510(1977).
（４１）J.S.Blakemore and E.O.Hall; JISI, Aug.,81(1966).
（４２）長崎誠三；金属データーブック（丸善），25(1974).
（４３）W.A.Backofen,I.R.Turnur and D.H.Avery; Trans. ASM,57,980 (1964).
（４４）C.I.Smith, B.Norgate and N.Ridley; Metal Science, May,182

(1976).

（４５）佐久間健人，西沢泰二；日本金属学会報， 10,279(1971).

（４６）松木賢司，上埜安英，山田正夫；日本金属学会誌，38,219(1974).

（４７）D.H.Avery and W.A.Backofen; Trans. ASM, 58,551(1965).

（４８）竹岡健治，D.Oelschlägel，和泉修；日本金属学会誌 35,780(1971).

（４９）M.F.Ashby and R.A.Verrall ; Acta Met.,21,149(1973).

第４章　２相ステンレス鋼の引張変形挙動の微視的機構

４－１　緒　言

これまで引張強度に及ぼす組織や環境の影響について述べてきたが、２相ステンレス鋼の変形の際の様式やオーステナイト・フェライト各相内の転位挙動あるいは変形の不均一性などについての検討はまだ十分になされているとは言えない。２相ステンレス鋼の各相内の転位挙動を透過電子顕微鏡的、あるいはＸ線的に調べた例はあるが、その結果は定性的であり変形挙動が明瞭になったとは言い難い[1,2]。一方，変形様式については友田ら[3]によって巨視的変形の不均一性が種々検討されている。

さて従来から微細結晶粒組織の変形挙動を調べる手法としてＸ線プロファイル解析法があることは知られている[4]。これは結晶粒の微細化や不均一な格子ひずみあるいは積層欠陥などによって回折線が広がることを利用するものである。その内、最も簡単なものとして回折線の半価幅から材料の状態を評価する方法がある。例えばシェラーやホールの式[5,6]は過去多くの研究に応用され、また今後も利用されていくものと思われる[7]。しかしさらに細かく変形を検討しようとすればこの方法だけでは不十分でＸ線プロファイルの形状の変化をも考慮しなければいけない。Warren と Avenbach [8] はその方法としてＸ線プロファイルのフーリエ解析法を導いており微細組織に関して多くの有益な知見が見出されている[9]。また Garrod と Auld ら[10]によって単一反射面解析法が提案され、その妥当性も確かめられている[11,12,13]。２相ステンレス鋼のようにオーステナイト相とフェライト相の回折線が数箇所で重なりあい次数の異なる面からのＸ線プロファイルが得にくい場合にはこの方法は極めて有効なものと思われる。

以上のことから本章ではオーステナイト単相鋼とフェライト単相鋼を比較材

として用いることによりまずX線半価幅法と硬度測定などによって2相ステンレス鋼中のオーステナイト相とフェライト相の引張変形様式について調べ、さらに各相の変形挙動について透過電子顕微鏡とX線プロファイル解析を併用することによって詳細に検討したものである。

4－2　X線回折強度曲線のフーリエ解析法

ひずんだ小結晶の集合体からの単色X線の散乱を考える。まず回折条件を満たすひずんだ一個の小結晶からのX線の散乱強度の計算を行うが、これには図 4-1 で示したような a,b,c の3次元に広がった小結晶内のm番目の単位胞と、m'番目の単位胞からの散乱強度を合成する操作を全単位胞について行うと良い。m番目の単位胞の位置ベクトルをR_m 変位ベクトルをδ_m とすると$R_m = m_1 a + m_2 b + m_3 c + \delta_m$ であり、この小結晶からの散乱強度は

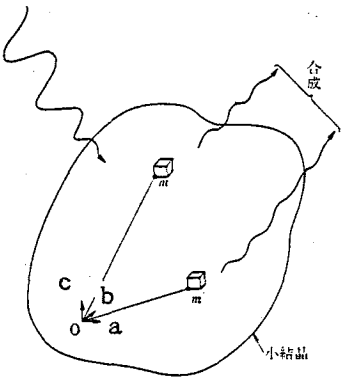


図4－1　散乱波の合成

$$I = I_e |F|^2 \sum_m \sum_{m'} \exp\{2\pi i s \cdot (R_m - R_{m'})\} \qquad (4-1)$$

となる。I_eは一個の電子による散乱強度であり、入射方向の単位ベクトルをS_0，反射方向の単位ベクトルをSとするとsは、$s=(S-S_0)/\lambda$ で表わせられる散乱ベクトルである。このsを逆格子空間の位置ベクトル$\xi a^* + \eta b^* + \zeta c^*$で表わすと、（4－1）式は

$$I(\xi\eta\zeta) = I_e |F|^2 \sum_m \sum_{m'} \exp[2\pi i\{\xi(m_1 - m_1') + \eta(m_2 - m_2') + \zeta(m_3 - m_3') + s \cdot (\delta_m - \delta_{m'})\}] \qquad (4-2)$$

となる。この式は1個の小結晶からの散乱強度 I（ξηζ）であるが、次にX線に対して全くでたらめの方位を持つM個の同様な小結晶からなる試料からの散乱強度を考える。いま、回折角をθとして，その散乱を起こす結晶面の法線が入射方向から 90° - θ と 90° - （θ + dα）の間にある結晶の存在確率 dM/M は、試料から半径rにある球面上で考えると

$$dM/M=2\pi r\sin(90°-\theta)rd\alpha/4\pi r^2 \qquad (4-3)$$

となる。この $2\pi r\sin(90°-\theta)\,r\,d\alpha$ は 球面上で反射を起こしている全面積であり、全表面積は $4\pi r^2$ である。（4－3）式から $dM=\frac{1}{2}M\cos\theta d\alpha$ である。また、図4－2に示すように、散乱を検出する場所が試料からRにあるとき、この方向に垂直な面素片 $dA=R^2d\beta d\gamma$ を考える。この試料から単位時間に全空間に散乱される回折線の全散乱強度J は1つの結晶からの強度に反射にあずかる結晶の数をかけ、これを全方向について積分すればよい。

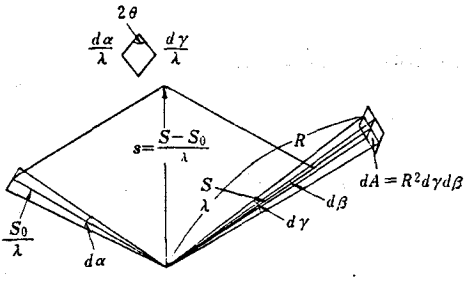


図4－2　$s=(S-S_0)/\lambda$ と入射線、反射線との関係

$$J=\iiint I(\xi\eta\zeta)(M/2)\cos\theta d\alpha R^2d\beta d\gamma \qquad (4-4)$$

dαの変化は S_0 に垂直で dα／λの大きさの、また dβ， dγは S に垂直でdβ／λ， dγ／λの大きさの逆格子空間での変化に対応し、 dαと dγとの間の角度は 2θであり、s ベクトルの先端の、逆格子空間内の微小体積が $dV^*=\sin 2\theta(d\alpha/\lambda)(d\gamma/\lambda)(d\beta/\lambda)$なので（4－4）式は

$$J=\frac{MR^2\lambda^3}{4}\iiint\frac{I(\xi\eta\zeta)}{\sin\theta}dV^* \qquad (4-5)$$

となる。　逆格子単位ベクトルを a^*, b^*, c^*とし、dV^* の位置を逆格子空間内の変数、ξ、η、ζで表わし、単位胞の体積を V_aとすれば，$V_a = d\xi\, d\eta\, d\zeta / dV^*$ となるので（４－５）式は

$$J=\frac{MR^2\lambda^3}{4V_a}\iiint\frac{I(\xi\eta\zeta)}{\sin\theta}d\xi d\eta d\zeta \qquad (4-6)$$

となる。この式はＩなる散乱強度を持つ同じ結晶がM個ある多結晶から、Rだけ離れた場所の積分強度を表わす式である。次にそれを2θに対する分布に変換する。その分布を $J_{2\theta}$ とすると、

$$J=\int J_{2\theta}d(2\theta) \qquad (4-7)$$

である。単位長さ当りの $J_{2\theta}$を $J_{2\theta}'$ とおくと、

$$J_{2\theta}'=\frac{J_{2\theta}}{2\pi R\sin 2\theta} \qquad (4-8)$$

の関係があることが分かる。

いま計算を簡単にするため斜方晶 $00l$ について考える。ここで逆格子点$00l$の近傍での強度分布の広がりが、原点からこの点への距離に比べて小さいとする。図４－３から

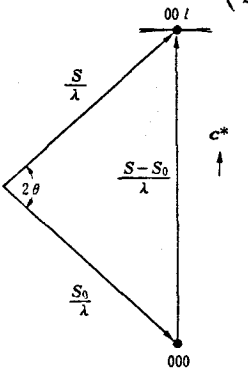


図４－３　$00l$ 面での s の大きさ

$$|s|=\left|\frac{S-S_0}{\lambda}\right|=\frac{2\sin\theta}{\lambda}=|\xi a^*+\eta b^*+\zeta c^*|\rightarrow\zeta|c^*| \qquad (4-9)$$

従って、$J_{2\theta}$ は

$$J_{2\theta}=\frac{MR^2\lambda^2}{4V_a|c^*|\tan\theta}\iint I(\xi\eta\zeta)d\xi d\eta \qquad (4-10)$$

となる。そこで（４－８）式の　$J_{2\theta}'$ を求めると、

$$J_{2\theta}'=K_1(\theta)\iint\sum_{m'}\sum_{m}\exp[2\pi i\{\xi(m_1-m_1')+ +\eta(m_2-m_2')+\zeta(m_3-m_3')+\boldsymbol{s}\cdot(\boldsymbol{\delta}_m-\boldsymbol{\delta}_{m'})\}]d\xi d\eta \qquad (4-11)$$

となる。ここで　$K_1(\theta)=$　$I_e\ MR^2\lambda^2|F^2|\ /16\ V_a\ |c^*|\sin^2\theta$　である。（４－１１）式中の　$\boldsymbol{s}\cdot(\boldsymbol{\delta}_m-\boldsymbol{\delta}_{m'})$ のスカラー積は、00l 反射での $\boldsymbol{s}$ ベクトルの位置が lc^* であり、$\boldsymbol{\delta}_m$ の c 成分を Z_m とすれば、　$\boldsymbol{s}\cdot(\boldsymbol{\delta}_m-\boldsymbol{\delta}_{m'})=l(Z_m-Z_{m'})$ となるので、

$$J_{2\theta}'=K_1(\theta)\sum_{m}\sum_{m'}\frac{\sin\pi(m_1-m_1')}{\pi(m_1-m_1')}\cdot\frac{\sin\pi(m_2-m_2')}{\pi(m_2-m_2')}\cdot \exp\{2\pi il\cdot(Z_m-Z_{m'})\}\cdot\exp\{2\pi i\zeta(m_3-m_3')\} \qquad (4-12)$$

となる。つぎに$\sum_{m}\sum_{m'}$を計算する。ここで（４－１２）式中の sinc 関数は、$m_1=m_1'$, $m_2=m_2'$ においてのみ値１をとるから、m, m' についての和は、単位胞の c方向に長いコラムを考えて（図 4-4）、このコラムの軸方向に n = m_3-m_3' の、n だけ離れた対について行えば良いので（４－１２）式は

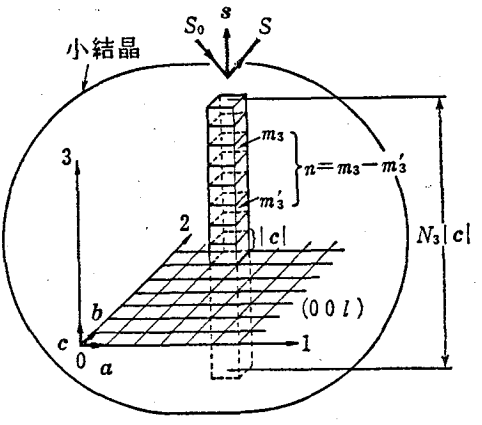


図４－４　微小結晶モデル

$$J_{2\theta}'=K_1(\theta)\sum_{m_1}\sum_{m_2}\sum_{n}N(n)\langle\exp[2\pi ilZ_n]\rangle\exp[2\pi in\zeta] \qquad (4-13)$$

なる。ここで〈　〉は平均を意味しており、N(n) は n だけ離れた単位胞の対の数である。さらに、$\sum_{m_1}\sum_{m_2}$は m_1 および　m_2方向のコラムの数であるので、そ

れらを N_1、N_2とすれば、小結晶の大きさは $N_0=N_1\ N_2\ N_3$ と表現できる。N_3 は柱の高さである。　従って、

$$J_{2\theta}'=K_1(\theta)\,N_0\sum_n(1/N_3)\cdot N(n)\langle\exp(2\pi i l\cdot Zn)\rangle\exp(2\pi i n\zeta) \qquad (4-14)$$

が最終的に得られる。この式を展開すれば、

$$J_{2\theta}'=K_1(\theta)N_0\sum_n\left\{\frac{N(n)}{N_3}\langle\cos 2\pi lZ_n\rangle\cos 2\pi n\zeta + \frac{N(n)}{N_3}\langle\sin 2\pi lZ_n\rangle\sin 2\pi n\zeta\right\} \qquad (4-15)$$

ここで

$$A_n\equiv\frac{N(n)}{N_3}\langle\cos 2\pi lZ_n\rangle$$

$$B_n\equiv\frac{N(n)}{N_3}\langle\sin 2\pi lZ_n\rangle \qquad (4-16)$$

とおけば、

$$J'_{2\theta}=K_1(\theta)N_0\sum_{n=-\infty}^{+\infty}\{A_n\cos 2\pi n\zeta+B_n\sin 2\pi n\zeta\} \qquad (4-17)$$

と書ける。この形はよく知られているフーリエ級数の形である。つまり回折強度曲線がフーリエ級数の形で表現されたわけである。　ここで cosine の係数 A_n は式　（４－１６）から分かるように、小結晶の大きさに関係した因子$A_n^D=(1/N_3)\cdot N(n)$ と、コラムの軸方向の Z_n に関してのひずみ因子 $A_n^S=\langle\cos 2\pi lZn\rangle$ の積の形で与えられている。B_nについては巨視的な応力あるいは積層不整があるような場合を除いては０になるので、ここでは cosine 係数のみを取り扱うことにする。さて、２つの因子を分離することを考える。まず小結晶の大きさであるが、N_3 はコラム中の単位胞の数で N(n)は n 離れた対の数であるので、 $N(n)/N_3$ は n が大きくなれば小さくなる数であり、その n についての変化の仕方はN_3に依存して異なる。すなわち、n に関する、A_n^D の変

化を知れば、N_3を知ることができる。ここで$N(n)=N_3-n$なので

$$N(n)/N_3=(N_3-n)/N_3=1-n/N_3 \qquad (4-18)$$

である。したがって、

$$(dA_n^D/n)=-1/N_3 \qquad (4-19)$$

が得られる。つまり、何らかの方法で A_n^D が求められた場合、A_n^D をn に対してプロットした時の初期勾配の逆数が N_3 を与えることになる。次にひずみ因子について考える。A_n^D が反射の次数 l に無関係であるのに対して、この因子には lが入った形で与えられている。この特性を利用すれば２つの因子の分離が可能である。すなわち、

$$\ln A_n(l)=\ln A_n^D+\ln A_n^S(l) \qquad (4-20)$$

と表わせる。

さて n,Z_n が小さい時には、$A_n^s=\langle\cos 2\pi lZn\rangle$ の右辺は展開することができ、次のように近似することができる。

$$\ln A_n^S=-2\pi^2 l^2\langle Zn^2\rangle \qquad (4-21)$$

これらの関係から、実験的に求めたフーリエ係数の対数 $\ln A(l)$を l^2 に対してプロットすれば、勾配からひずみが、$l=0$ での縦軸の交点からA_n^Dを求めることができる。

さて今までは斜方晶の００l反射について考えてきたが、立方晶 hkl を取り扱う場合にも座標を適当に取れば００l と見なせるので上で述べた計算はそのまま立方晶hklに適用できる。その前に n による表示を格子対の距離 L による表示に直しておく。格子対の間の距離 L や相互の変位△L は

$$L = n\,|c|,\quad \Delta L = Z_n\,|c| \qquad (4-22)$$

である。 $|c|$ は $(00l)$ 面に垂直方向の単位ベクトルの長さであるが、変換前は (hkl) 面であったことを考えると、立方晶の場合、

$$|c| / l = a / h_o = d \qquad (4-23)$$

が成立している。 a は立方晶の格子定数である。また, l^2 の変わりに $h_o^2 = h^2 + k^2 + l^2$ を用いると、（４－２０），（４－２１）式から

$$\ln A_L(h_o) = \ln A_L^D - 2\pi^2 h_o^2 \langle(\Delta L/L)^2\rangle L^2/a^2 \qquad (4-24)$$

となる。ここで $\Delta L / L = \varepsilon$ である。すなわち式（４－２４）は種々の L について $\ln A_L(h_o)$ を h_o^2 に対してプロットすれば直線関係が得られ、それらの傾斜から $\langle \varepsilon^2 \rangle$ が、縦軸との切片から A_L^D が算出できることを意味している。

さて、この方法を利用しようとすれば高次の回折線プロファイルを得る必要がある。しかし本研究で用いている２相ステンレス鋼では高次の回折線プロファイルを得ることは困難である。そこで次に単一反射面の回折線プロファイルからひずみと小結晶の大きさを得る方法[10]について述べる。式（４－２４）において両辺を Lで割ると、

$$-\ln A_L(h_o)/L = \ln A_L^D/L - 2\pi^2 h_o^2 \langle \varepsilon^2 \rangle L/a^2 \qquad (4-25)$$

となる。$\ln A_L^D/L$ 項を２次項まで近似すると、

$$\ln A_L^D/L = 1/|c|N_3 - 1/2N_3^2\,|c|^2 \qquad (4-26)$$

が得られる。$N_3|c|$ は小結晶の一辺の長さなので、それを D で表わすと（4

－２６）式は、

$$-\ln A_L(h_0)/L = 1/D + (-1/2D^2 + 2\pi^2 h_0^2 \langle \varepsilon^2 \rangle / a^2) L \qquad (4-27)$$

となる。つまり $-\ln A_L(h_0)/L$ を L に対してプロットし、その直線の L→0 における切片から D が求められ、ひずみは $L \ll D$ のもとに（４－２７）式を変形すると、

$$\langle \varepsilon^2 \rangle = (a^2/2\pi^2 h_0^2 L) \{-\ln A_L(h_0)\} \qquad (4-28)$$

から求められる。

このようにして求められる D，$\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ は それぞれドメイン径，微視的ひずみと呼ばれる。

４－３　実験方法

４－３－１　供試材

実験に用いた鋼種は２相ステンレス鋼，フェライトステンレス鋼，オーステナイトステンレス鋼で、それぞれ２相鋼，フェライト鋼，オーステナイト鋼と略称する。それらの化学組成を表４－１に示す。２相鋼は１３２３Ｋで１０分

表４－１　供試材の化学組成（ｗｔ％）

材料	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	N	Nb
２相鋼	0.014	0.46	0.36	0.030	0.007	4.14	24.87	1.71	0.14	--
フェライト鋼	0.011	0.37	0.15	0.021	0.002	0.22	18.71	2.26	0.015	0.28
オーステナイト鋼	0.06	0.52	1.07	0.030	0.009	8.75	18.33			

間加熱し水冷した。２相鋼中のフェライト相を硬化したものの変形挙動も調べたがフェライト相硬化のためには７４８Ｋで１００時間の時効処理を施した。また結晶粒径は引張変形挙動に影響を及ぼすことが予想されるので粗大な結晶

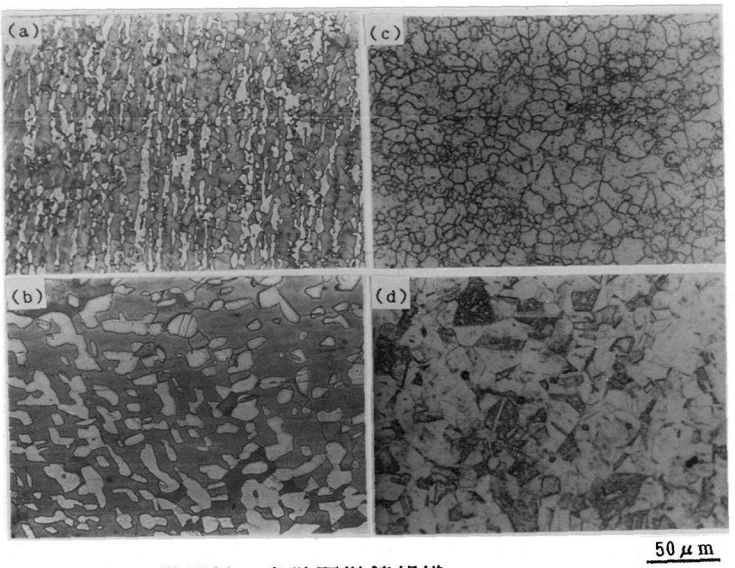


図４－５　供試材の光学顕微鏡組織
（ａ）２相鋼、（ｂ）粗大２相鋼、（ｃ）フェライト鋼、
（ｄ）オーステナイト鋼

表４－２　供試材の組織の特徴

材料	相	粒径 μm	格子定数 nm	フェライト相体積率 %	Md温度 K
２相鋼	フェライト	7．6	0．2876	62	
	オーステナイト	4．2	0．3603		278
粗大２相鋼	フェライト	23．4		62	
	オーステナイト	15．6			
時効２相鋼	フェライト	13．9	0．2877	63	278
	オーステナイト	8．6	0．3602		
オーステナイト鋼		17	0．3590	0	
フェライト鋼		12	0．2876	100	288

表４－３　供試材の強度特性

材料	（相）	硬度 Hv	降伏強さ MPa	引張強さ MPa	破断伸び %
２相鋼		230	513	760	39
粗大２相鋼	（オーステナイト）	222	236	651	18
	（フェライト）	216			
時効２相鋼		360	769	1019	32
粗大時効２相鋼	（オーステナイト）	225	454	980	12
	（フェライト）	362			
オーステナイト鋼		164	257	735	65
フェライト鋼		173	427	592	38

粒径を持つ２相鋼を加工熱処理して得た。それは１６２３Ｋで１時間加熱後水冷したものを室温で５５％圧延し、１３２３Ｋで２４時間再加熱後１１７３Ｋまで徐冷し、その温度で５時間保持することにより得た。以下、時効したものを時効２相鋼、結晶粒を粗大にしたものを粗大２相鋼、それを時効したものを粗大時効２相鋼と呼ぶ。フェライト鋼，オーステナイト鋼の結晶粒径を２相鋼のそれに近づけるため室温で６０％冷間圧延後、オーステナイト鋼は１１４８Ｋで３０分間、フェライト鋼で９７３Ｋで３０分間の再結晶処理を施している。この処理によって加工ひずみが除去されていることはＸ線半価幅と硬度測定から確認している。その光学顕微鏡組織を図４－５に示す。またそれぞれの鋼の組織の特徴を表４－２に示した。結晶粒径は線分析法で測定したが、２相鋼は時効によって約２倍程度大きくなっており、粗大化処理を施したものは約４倍程度大きくなっているのが分かる。フェライト相体積率は２相鋼，時効２相鋼，粗大２相鋼とでは共に６２％と変化していない。またＭｄ点、すなわち変形によってマルテンサイト変態が起きる最高の温度は、いづれも室温より低いのが分かる。また機械的性質を表４－３に示すが、時効によって２相鋼中のフェライト相のみ硬化していることが分かる。

４－３－２　Ｘ線測定法

各試料とも所定の引張変形を与え、試験片表面を電解研磨後、Ｘ線測定に供した。使用した対陰極はＣｏＫαで管電圧、管電流はそれぞれ３５ｋＶ，１５ｍＡであった。Ｘ線半価幅測定は回折線高さの１／３での幅をとった。Ｘ線プロファイル解析を行うに当っては所定の回折角で一定時間固定しＸ線強度をカウンターより読み取った。固定時間はいずれも４０秒としたが、その際の計数値の標準誤差はすべて１％以下であった。２θのステップ角度は 0.02 度である。回折面はオーステナイト相と、フェライト相からの回折線が重なり合わず，

しかも変形によってそれらの積分強度が変化しない面を選んだが、その面はオーステナイト相で｛２２０｝，フェライト相で｛２１１｝であった。

さて，測定されたＸ線散乱強度は材料内部の微視的構造による拡り以外にビームや回折スリットなどの実験装置による拡りを含んでいるので，以下に示すStokes の 方法[15]でそれを除去し、真のフーリエ余弦係数を得た。

$G_r(L)$，$H_r(L)$ はそれぞれ焼なまし材と変形材のフーリエ余弦係数で、$G_i(L)$，$H_i(L)$ は正弦係数とする 。それぞれのフーリエ余弦係数は次のようにして求めた。焼なまし材および変形材の（００ℓ）反射の回折線プロファイルから

$$G_r(n)=\sum_{j=-X/2}^{X/2} g(j)\cos 2\pi nj/X$$

$$H_r(n)=\sum_{j=-X/2}^{X/2} h(j)\cos 2\pi nj/X \qquad (4-29)$$

ここでＸ線プロファイルをＸ等分したとき，ｊ番目の波高値がｇ（ｊ），ｈ（ｊ）である。ｊ＝０をピークの位置にとりその角度をθ_0、ｊ＝Ｘ／２、ｊ＝－Ｘ／２の位置をそれぞれθ_1, θ_2とすれば θ_1, θ_2 は次式から求められる。

$$2|c|(\sin\theta_2-\sin\theta_0)/\lambda=2|c|(\sin\theta_0-\sin\theta_1)/\lambda=\tfrac{1}{2} \qquad (4-30)$$

ｎをＬの表示に変換し、次式によって真ののフーリエ余弦係数A_Lを得た。

$$A_L=G_r(L)\cdot H_r(L)+G_i(L)\cdot H_i(L)\ /\ [G_r(L)^2+G_i(L)^2] \qquad (4-31)$$

なお、溶体化処理した２相鋼とフェライト鋼の｛２１１｝面からの回折パターンを図４－６に示すが、フェライト鋼では$K\alpha_1$ 線と$K\alpha_2$ 線の分離が明瞭であるのに対して、２相鋼でのそれは明瞭でない。通常、変形材のフーリエ係数をStokesの方法によって求める時、その材料の焼なまし材を用いることで実

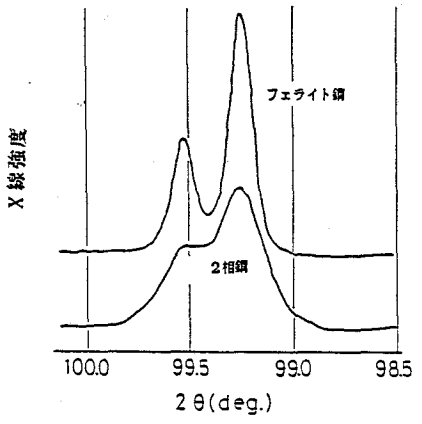


図４－６　溶体化処理した２相ステンレス鋼とフェライト鋼のＸ線プロファイル

験装置による拡りを除去するが、２相鋼では図からわかるように溶体化処理した段階でもひずみの高い状態になっていることが予想されるので、２相鋼のフェライト相，オーステナイト相のフーリエ余弦係数は、それぞれ溶体化処理したフェライト鋼、およびオーステナイト鋼の回折強度曲線を利用することによって求めた。なおこれらの計算は日本電気製ＮＥＣ－９８０１Ｆ型電子計算機を用いて行った。

Ｘ線的転位密度（ρ）は次式によって算出した[16]。

$$\rho = 2 \cdot 3^{0.5} \cdot \langle \varepsilon^2 \rangle^{0.5} / (D \cdot b) \qquad (4-32)$$

ここでｂはバーガースベクトルの大きさであり，$\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$，Ｄは式（４－２７），（４－２８）から得られる。

４－３－３　透過電子顕微鏡観察

所定の変形を与えた試料を塩酸１５％，りん酸５％，硝酸１０％を含む水溶液で化学研磨し、試料を約２０μｍまで薄くした後、過塩素酸２０％，エチルアルコール８０％の溶液を用い、ＰＴＦＥホルダー法[17]で電解研磨し薄膜を作製した。転位密度は次の式より算出した[18]。

$$\rho = (N_1/L_1 + N_2/L_2)/t \qquad (4-33)$$

L_1, L_2はそれぞれ写真上での縦、横の全長、Ｎはそれに交わる転位の数、ｔは試料膜厚である。使用した透過電子顕微鏡は日本電子製 JEOL 200Ｂで、観

察は加速電圧２００ｋＶで行った。

４－４　実験結果および考察

４－４－１　硬度とＸ線半価幅の測定

複合材料の変形には一般にその典型的な変形様式として　一定ひずみと一定応力モデルがあることはよく知られている[19]。ここでは２相鋼の変形様式を硬度とＸ線半価幅からいずれのモデルが妥当かを検討した。図４－７は硬度測定結果で２相鋼中のオーステナイト相とフェライト相とを別々に測定している。縦軸は変形前の硬度に対する変形後の硬度の比であり、それを変形度に対してプロットしたものである。比較材として用いたオーステナイト鋼はフェライト鋼よりも加工硬化が大きいことが分かる。一方、２相鋼中のオーステナイト相もフェライト相に比べて加工硬化度が大きいことも分かる。２相鋼中のオーステナイト相とオーステナイト鋼，あるいは２相鋼中のフェライト相とフェライト鋼を比べた場合、いずれも２相鋼の方が硬化度は低くなっている。また２相鋼はフェライト鋼の硬化に近いことも分かるが、いずれにしても硬度測定のみから２相鋼の変形様式を明確にすることはできない。

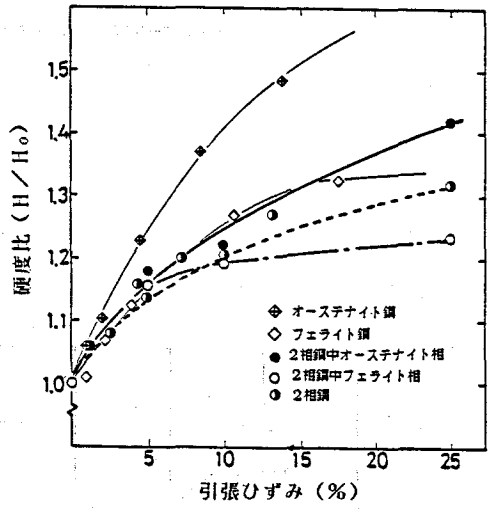


図４－７　引張ひずみと加工硬化の関係

そこで次にＸ線半価幅の変化を調べた。図４－８はそれぞれ２相鋼と単相鋼のオーステナイト相とフェライト相の変形に対するＸ線半価幅（２θ°）の変

化を調べた結果である。２相鋼中の各相の半価幅は単相鋼のそれよりも大きいが、これは２相鋼の結晶粒径が単相鋼のそれよりも小さいためである。図４－９はそれらの結果から変形前後の半価幅の比を変形度に対して整理しなおしたものである。半価幅は２相鋼中のオーステナイト相とフェライト相の方がいずれも単相鋼よりも大きいが、半価幅比でみた場合、２相鋼中のフェライト相の半価幅比の変化とフェライト鋼のそれとはほぼ一致しており、また２相鋼中のオーステナイト相とオーステナイト鋼のそれぞれの半価幅比の変化も一致しているのが分かる。２相鋼が変形を受ける時、オーステナイト相とフェライト相が同じように変形する場合と、どちらかの相が優先して変形する場合とが考えられる。前者の変形様式は一定ひずみモデル、後者は一定応力

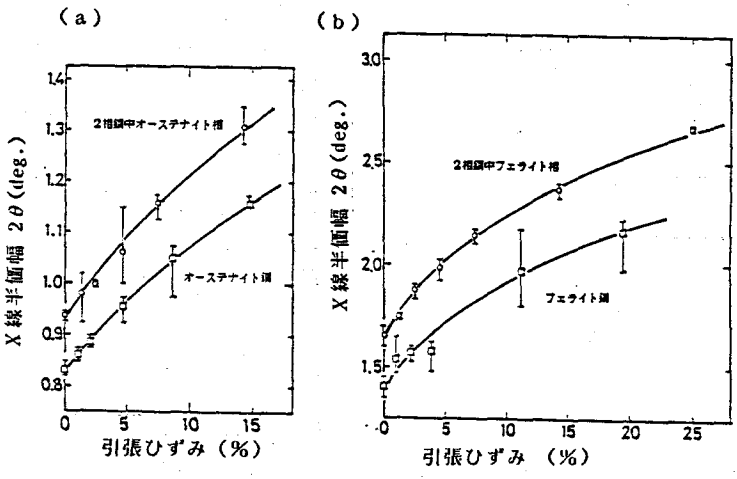


図４－８　引張ひずみとＸ線半価幅の関係
（ａ）オーステナイト相　、（ｂ）フェライト相

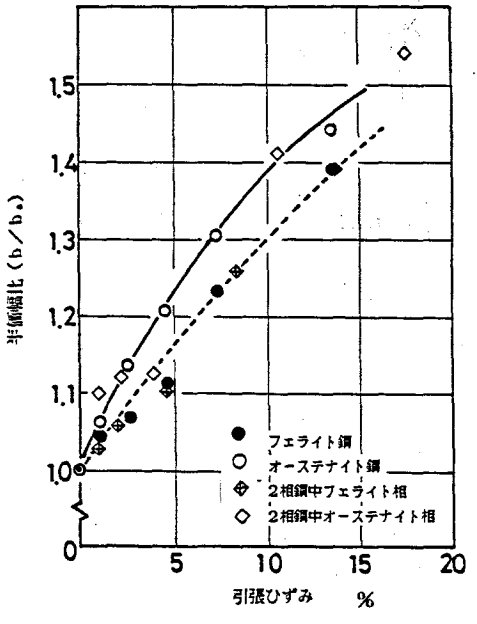


図４－９　引張ひずみとＸ線半価幅比
（ｂ／ｂ₀）の関係

モデルと呼ばれているが、もし２相鋼の変形様式が後者だとすると、２相鋼中のオーステナイト相とフェライト相の半価幅比変化はそれぞれ単相鋼のそれとは一致しないはずである。これから２相鋼中のオーステナイト相とフェライト相とは一定ひずみモデルによって変形しているという重要な結論を得ることができた。次に時効２相鋼と２相鋼の変形による半価幅比変化を調べた結果を図４－１０に示す。時効材のオーステナイト相とフェライト相の半価幅比変化は共に２相鋼のそれらの変化と一致しているのが分かる。なお半価幅比の変化が図４－９に比べて異なるのは装置による回折線の拡りを補正したからである。これから２相鋼中のフェライト相が硬い時にも一定ひずみ様式で変形していることが分かった。これらの結果は友田らの結果と一致するものである[3]。

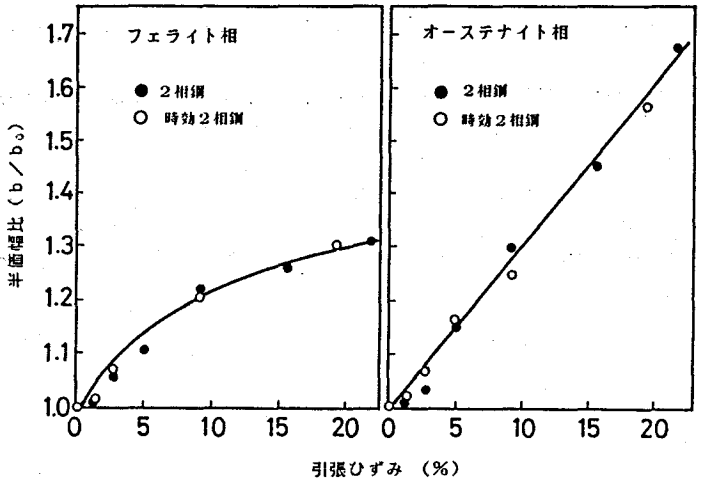


図４－１０　時効２相鋼の引張ひずみとＸ線半価幅比の関係

このように２相鋼が一定ひずみ様式で変形していることは、第３章での低温引張試験でオーステナイト相のＭｄ点が時効に影響されなかったことの理由となるであろう。

４－４－２　Ｘ線プロファイルのフーリエ解析

変形様式についてはＸ線半価幅法を応用することで一定ひずみ変形すること

が分かったが、さらにそのようになる理由あるいは各相内の変形挙動について詳しく検討するためX線プロファイル解析と透過電子顕微鏡観察を実施した。

まず図４－１１は２相鋼中のフェライト相のフーリエ余弦係数AL とコラム長さL の関係を示したものである。L、あるいは変形度が増すにつれA_Lは減少している。（４－２７）式を利用して微視ひずみとドメイン径を求めるため$-\ln A_L/L$ を L に対してプロットしたのが図４－１２である。変形度の 増加につれ直線部の傾斜が大きくなっていることが分かる。図で見られるように L が大きくなると直線関係からずれてくるので以下の結果はすべて Lが１５ｎｍまでを直線近似して、縦軸との切片からドメイン径を、直線の傾斜から微視的ひずみを算出している。図４－１３は２相鋼中のフェライト相（a）とオーステナイト相（b）の引張変形度に対するそれぞれの微視的ひずみとドメイン径の変化を示した。また図４－１４には時効２相鋼のそれぞれの変化を示したものである。図中の細線は２相鋼のデーターである。これらの図から一般的に言えることはド

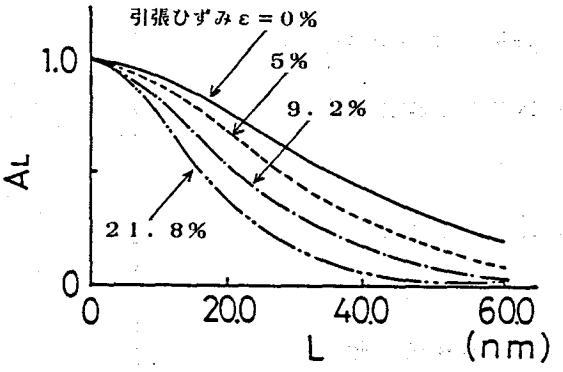


図４－１１　フーリエ余弦係数（A_L）とコラム長さ（L）の関係

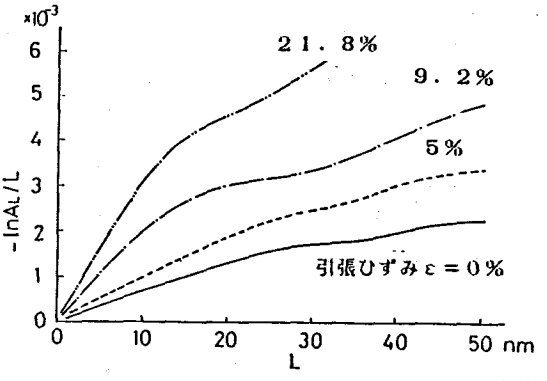


図４－１２　$-\ln A_L/L$　と　Lの関係

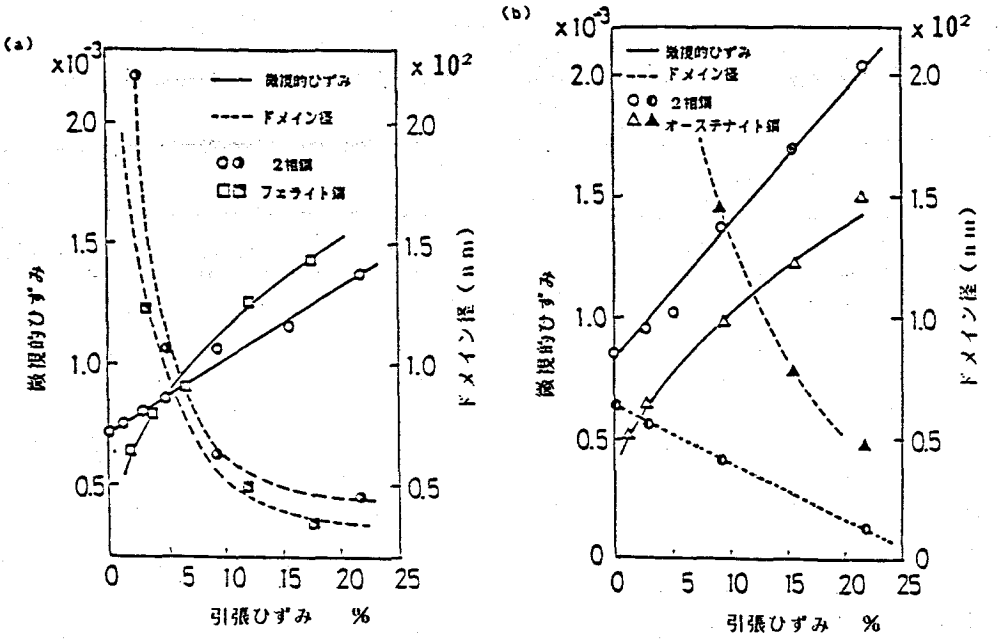


図４－１３　２相鋼引張変形材の微視的ひずみとドメイン径
（ａ）フェライト相　、（ｂ）オーステナイト相

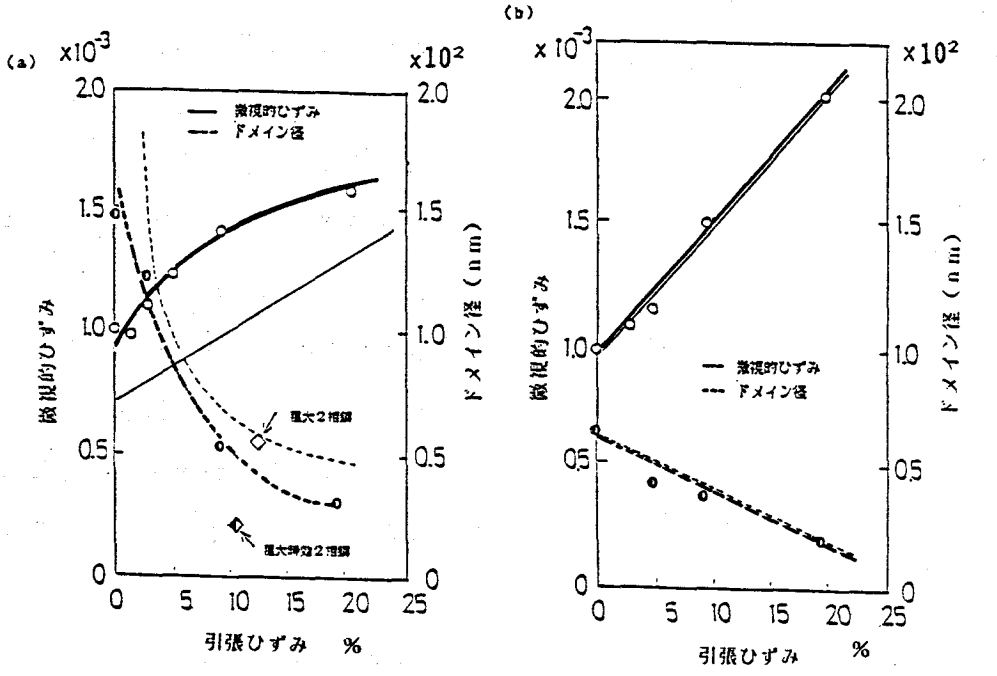


図４－１４　時効２相鋼引張変形材の微視的ひずみとドメイン径
（図中の細線は２相鋼）
（ａ）フェライト相　、（ｂ）オーステナイト相

メイン径は変形度が大きくなるにつれ小さくなることと微視的ひずみは変形度つれ大きくなることである。さらに細かく見ていくと２相鋼と時効２相鋼，２相鋼と単相鋼とで微視的ひずみ、あるいはドメイン径の引張ひずみに対する変化にいくつかの相違点があることが分かる。それらを次に列記すると、

（１）フェライト相については２相鋼と単相鋼でドメイン径あるいは微視的ひずみの変化の様子がかなり似ていること，（２）２相鋼と時効２相鋼とでは微視的ひずみの大きさは異なるがドメイン径は大差のないこと、一方、オーステナイト相については，（３）２相鋼と単相鋼とでドメイン径、微視的ひずみのいずれも大きな差異があること，（４）２相鋼と時効２相鋼とではそれらの差異がほとんどないこと、などである。

（１）と（４）の事実は半価幅測定結果と同じ結果を与えており時効によっても変形様式が変わらないことが再確認された。（２）と（３）については材料の流動応力の差が影響したものと考えられる。つまり微視的ひずみは弾性ひずみエネルギーに相当していると考えられている[20]からであって、強度の高いもの，つまり流動応力の大きいものは微視的ひずみも大きくなるからである。さらに（３）については２相鋼が混相鋼であることも影響していると思われるので以下で検討した。図４－１５は微視的ひずみのＬに対する変化を２相鋼と単相鋼とで比較したものである。フェライト相では２相鋼と時効２相鋼とさらに単相鋼とでＬに対する微視的ひずみの変化の仕方に差異は認められない。ところがオーステナイト相の場合には２相鋼と時効２相鋼とでは差はないが、単相鋼と比べると微視的ひずみの変化がかなり大きいことが分かる。この微視的ひずみのＬに対する変化は相内の不均一ひずみの度合を示すものである[21]。つまりオーステナイト単相鋼では粒内のひずみは比較的均一に分布しているが、２相鋼中のオーステナイト相はかなりひずみが不均一に分布していると考えられる。オーステナイト相の中心でこのような不均一ひずみがあるとは考えら

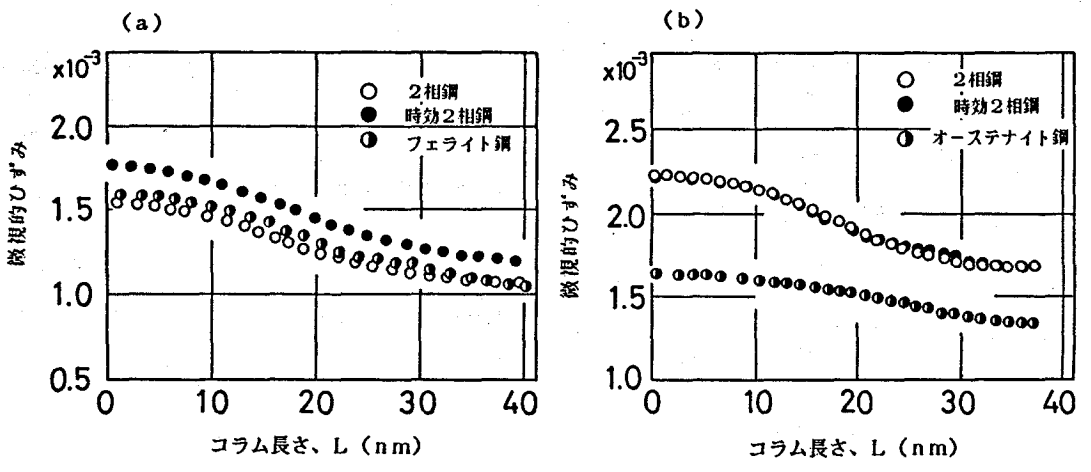


図４－１５　微視的ひずみとコラム長さの関係　（ε＝２０％）
（ａ）フェライト相　　、（ｂ）オーステナイト相

れないので結局、相境界付近で激しい変形をしていると考えるのが妥当であろう。このことから次の結論が得られる。２相鋼の変形に際しては軟らかいと思われているオーステナイト相は決して優先的に変形することはなく、フェライト相がまず変形するが、それと同時にその変形を補足するようにオーステナイト相も変形する。その補足はオーステナイト相全体ではなく相境界付近で特に強く起きていることが考えられる。

ところで図４－１４（ａ）には粗大２相鋼のデーターも挿入している。これから分かるように粗大２相鋼のドメイン径は２相鋼のものと変わりがないが、一方粗大時効２相鋼ではドメイン径がかなり小さくなっていることが分かる。ドメイン径は前述したように積層欠陥が大きく影響して，ドメイン径をかなり低下させることが分かっている[22]。このことと応力－ひずみ線でセレーションがあったことを考え合わせると粗大時効２相鋼中のフェライト相では双晶変形を起していると思われる。

４－４－３　透過電子顕微鏡組織による考察

２相鋼の変形挙動が大略解明できたので実際の変形内部組織を透過電子顕微鏡で観察した。図４－１６は２相鋼と時効２相鋼のフェライト相内での変形組織を示したものである。（ａ）は時効前の組織で転位は少ない。変形するにつれ(ｂ),(ｃ),(ｄ)示すようにフェライト相では転位のダイポールやループが増え、２０％ともなると転位デブリスが多い組織（ｅ）となっていることが分かる。通常の軟鋼と違っているのはセル組織が明瞭でないことである。時効２相

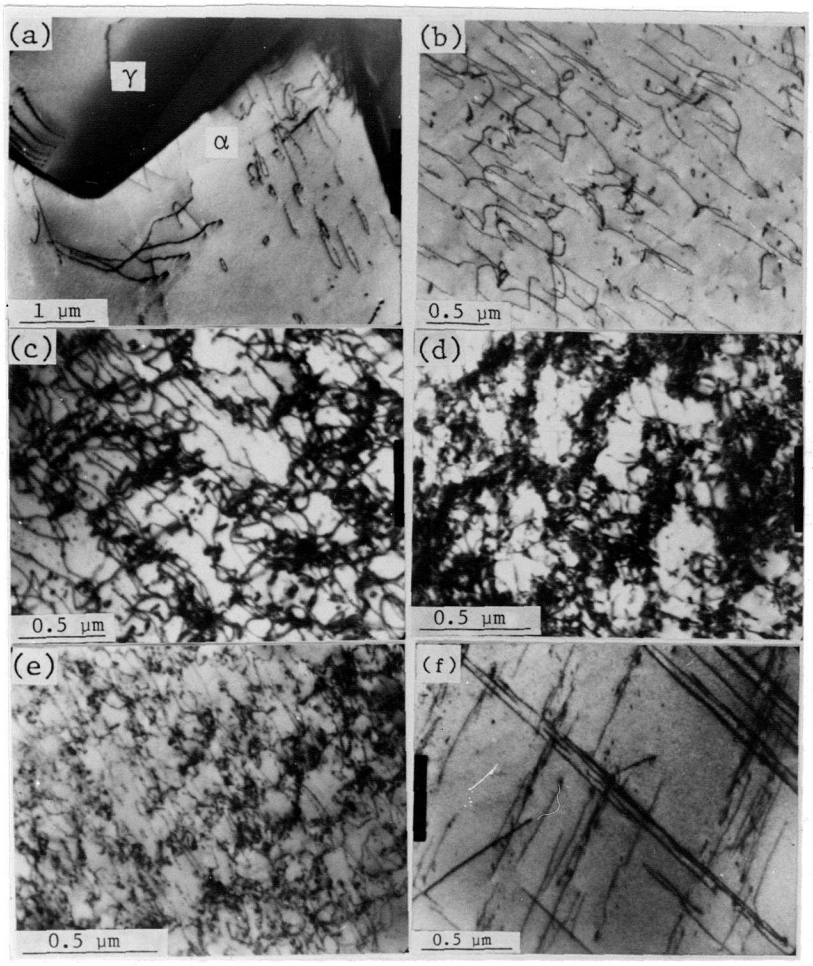


図４－１６　フェライト相内の変形組織

（ａ）引張ひずみε＝０％　（ｂ）ε＝１．２％　（ｃ）ε＝２．８％

（ｄ）ε＝９．２％　（ｅ）ε＝２１．３％　……２相鋼

（ｆ）ε＝１．４％　……時効２相鋼

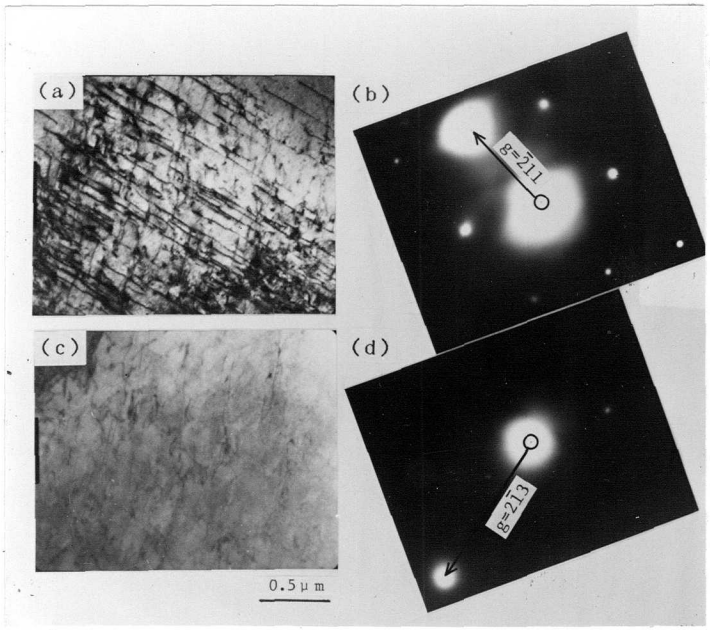


図４－１７　時効２相鋼フェライト相内の転位のバーガースベクトルの決定
（引張ひずみε＝２．８％）
（ａ）$\vec{g}=\bar{2}11$の転位像，（ｂ）電子線回折像
（ｃ）$\vec{g}=2\bar{1}3$の転位像，（ｄ）電子線回折像

表４－４　体心立方晶における$\vec{g}\cdot\vec{b}$の値

	1/2[111]	1/2[1$\bar{1}$1]	1/2[$\bar{1}$11]	1/2[11$\bar{1}$]
2$\bar{1}$1	1	2	-1	0
$\bar{2}$11	0	-1	2	-1
2$\bar{1}$3	2	3	0	-1
$\bar{2}$13	1	0	3	-2

鋼の変形組織はほとんどこれらと変わりないが、ただ変形度が小さいときにはかなり直線的な転位（ｆ）が見られている点が異なる。これは第２章でも述べたようにらせん転位がその高摩擦力のため動けずに残っているためであろう。そのことを確認するため図４－１７に時効２相鋼中フェライト相内の転位線の

コントラストがgベクトルによって変化する様子を示した。$\vec{g}=\bar{2}11$では左上方から右下方に走る転位線が$\vec{g}=2\bar{1}3$では完全に消滅していることが分かる。それ以外の$\vec{g}=\bar{2}11$，$\bar{2}13$でも転位線が消えない。表４－４に体心立方晶における完全転位の$\vec{g}\cdot\vec{b}$の値を示す。$\vec{g}\cdot\vec{b}=0$の時、らせん転位のコントラストは消えるのでこの場合、$\vec{g}=2\bar{1}3$に垂直方向が転位のバーガースベクトル１／２〔$\bar{1}11$〕の方向である。この向きは転位線に平行であるのでらせん転位であることが分かった。

ところで図４－１８は時効２相鋼のフェライト相内で観察された組織である。絡み合った転位以外に平行な線が見られる。残念ながらこれからの回折斑点は得られず同定までには到っていないが、恐らくこれは微小双晶だと思われる。また双晶が存在するとX線的ドメイン径が小さくなることは分かっているので[4]，時効２相鋼のフェライト相のドメイン径が２相鋼のフェライト相に比べてわずかに小さかったことはその裏付けになると考えられる。

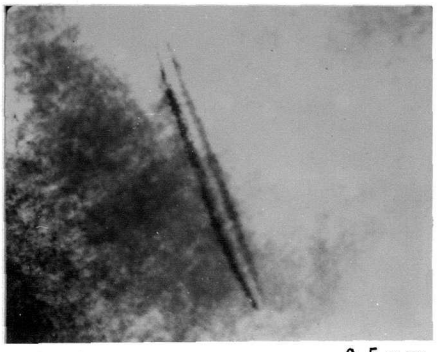


図４－１８　時効２相鋼の１９．４％変形組織

一方オーステナイト相内の変形組織を図４－１９に示す。変形初期の（ａ）では相境界への転位の堆積が見られ、変形が増しても（ｂ），（ｃ）のように転位はプラナーな配列をしていることが分かる。これは相内からの転位の pile up、あるいは相境界からの転位の punch out のいずれかの組織であるが、X線プロファイル解析結果を考えると、後者の可能性が高いと思われる。

次に粗大時効２相鋼を室温で９．６％変形した時の組織を図 4-20 に示す。

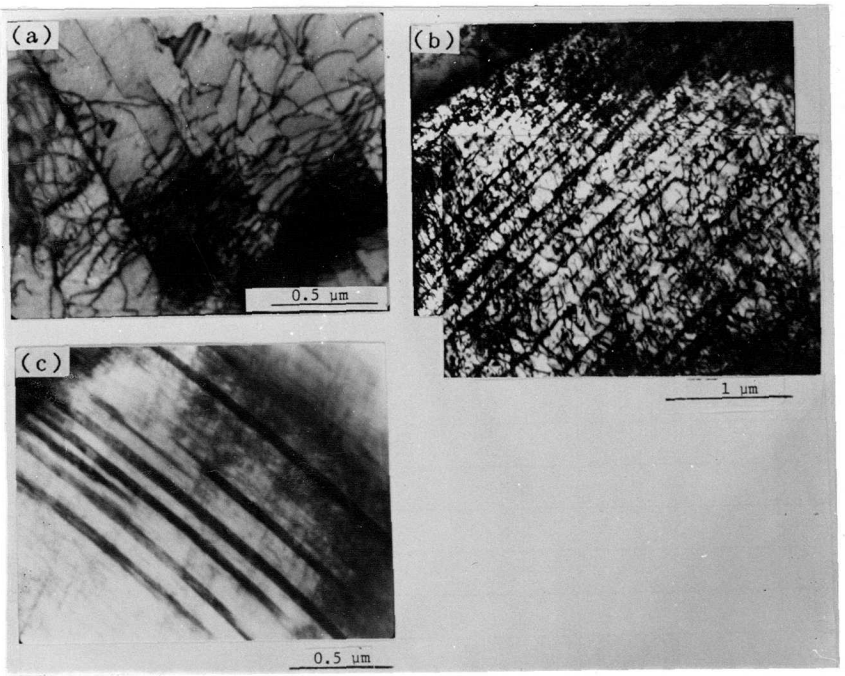


図４－１９　オーステナイト相内の変形組織
（ａ）引張ひずみε＝１．２％　（ｂ）ε＝５％　（ｃ）ε＝１５％

（ａ）はフェライト相の明視野像で黒い板状の組織が見られる。（ｂ）はそれからの電子回折像である。異なる結晶粒からも同じようにして回折像を得てトレース解析した結果、図中の板状組織とマトリックス界面は（１１２）面であることが分かり、また同図（ｃ）には（１１２）面が双晶面であるとした場合のキーダイヤグラムを示しているが、得られた回折パターン（ｂ）と完全に一致することが分かる。つまり粗大時効２相鋼では引張変形中に双晶変形をおこしていることが立証された。時効２相鋼では第２章で述べたようにそれを起す確率は非常に低いと考えられるが、これは脆性破壊応力の結晶粒度依存性が極めて大きいこと[23, 24]に関連しているのであろう。

ところで粗大時効２相鋼のフェライト相で双晶を起こした時のオーステナイト相の変形組織を調べたのが同図（ｄ）である。双晶先端の黒く見える部分で

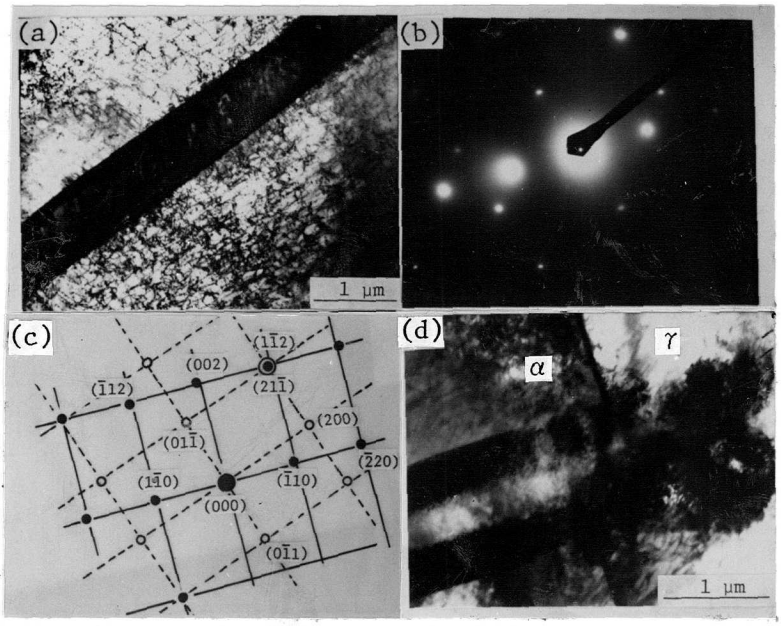


図４－２０　粗大時効２相鋼の９．６％変形組織
（ａ）フェライト相の組織，（ｂ）電子線回折像
（ｃ）(b)のキーダイヤグラム，（ｄ）オーステナイトーフェライト相境界

非常に大きくひずんでいるのが分かる。このようにオーステナイト相は変形によるフェライト相のひずみを緩和する役割のあることが分かる。そのことが２相鋼の高靱性を導いていることは云うまでもない。また、フェライト相の粒径が小さいときに双晶を起こしにくいことの一因にもなっていると思われる。逆に高温においてはオーステナイト相の変形によるひずみをフェライト相が緩和する現象が生じると考えられ、これが原因となって超塑性現象が見られるものと思われた。

４－４－４　Ｘ線プロファイル解析の評価

さてＸ線的に求められるドメイン径は通常、サブグレインの大きさを示すものであるとされている[13, 22]のでそのことについて検討した。図４－２１は

２相鋼と時効２相鋼フェライト相のすべり帯間隔とドメイン径を比較したものである。前述したように２相鋼では明瞭なセル組織を作らないのでそれに対応するものとしてすべり帯間隔で整理した。図から分かるようにドメイン径はすべり帯間隔に比べて約２倍程度大きい。この程度の大きさの違いは、サブグレインやセル組織が転位の上昇運動によりかなり安定した組織で，すべり帯間隔よりは大きくなっていることを考えると許容できる範囲である。また図 4-22 はＸ線的に求められる微視的ひずみとドメイン径から式（４－３２）を使って計算される転位密度と、透過電子顕微鏡から求めた転位密度を比較したものである。両者の間には約１桁の差が有ることが分かる。つまりＸ線プロファイル解析から求められる転位密度はすべり帯内の転位密度を含んでいないからである。すべり帯ではないが、セル壁の転位密度はセル内の約１０倍[25]であることが報告されており、このことから両者はほぼ一致すると考えても何等差し支えないと思われる。またＸ線的な転位密度が時効２相鋼では大きいのは微小双

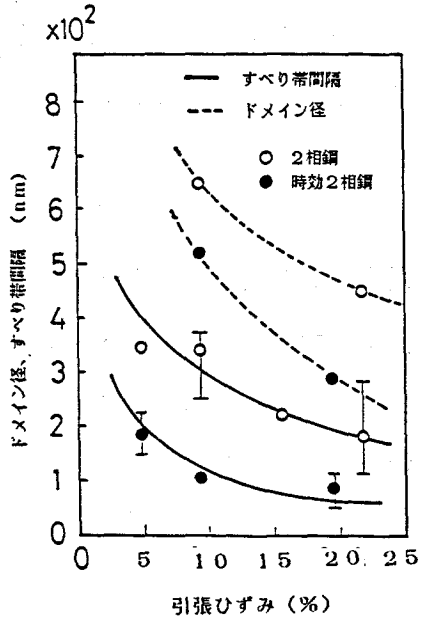


図４－２１　ドメイン径，すべり帯間隔と引張ひずみの関係

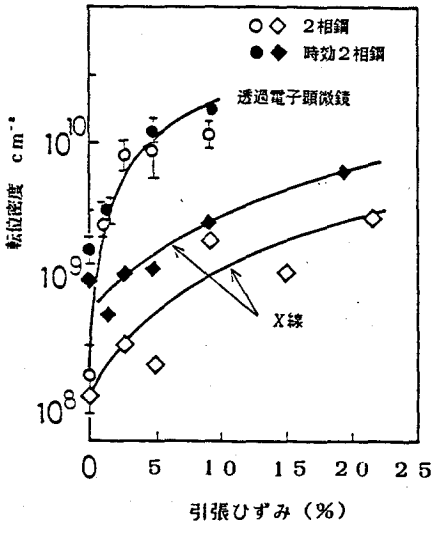


図４－２２　Ｘ線法と透過電子顕微鏡法による２相鋼の転位密度比較

晶の存在によりドメイン径が小さく求められたことと微視的ひずみが大きかったことによるのであると考えられる。

以上のようにX線プロファイル解析は変形挙動を調べる有力な手段であることが確認され、また2相ステンレス鋼のような微細結晶粒をもつ材料の変形挙動を検討するに当っては、かなり詳細かつ有益な情報が得られることが分かった。

いままでの結果はフェライト相がマトリックスである2相ステンレス鋼の場合であって、逆にオーステナイト相が粗地である場合にはオーステナイト相の加工硬化が大きいこともあってこの結果の丁度逆になるとは限らず、より複雑となってくることが予想されるが、これについては今後さらに検討を進めたいと考えている。

4－5　結　論

2相ステンレス鋼の変形様式あるいは変形挙動についてX線プロファイルと透過電子顕微鏡を併用し、またオーステナイト、フェライト単相鋼を比較材として用いることによって検討した。

得られた結果をまとめると次のようになる。

（1）2相ステンレス鋼中の各相の加工硬化挙動を硬度とX線半価幅測定法によって調査した結果、2相ステンレス鋼中のフェライト相とオーステナイト相は一定ひずみ様式に従って変形することが明らかとなった。

（2）X線プロファイル解析より2相ステンレス鋼中のオーステナイト相の変形はフェライト相の変形によって生じる格子ひずみを緩和するように変形することが明らかとなった。

（3）2相ステンレス鋼中のオーステナイト相は、大きな強度と靱性を合わせ持っていることが分かった。

（4）２相ステンレス鋼は室温では脆性破壊を誘起するような双晶変形はほとんど起さない。それはフェライト相粒径が小さいことと、相境界での応力集中がオーステナイト相によって緩和されることの２つの理由による。

（5）X線プロファイル解析から求められるドメイン径や転位密度の変化は透過電子顕微鏡の直接観察結果とよく対応しており、またひずみの分布状態が分かるなど多くの情報が得られる利点があり，X線プロファイル解析の有効性をも確かめることができた。

参考文献

（1）R.Scherke, P.Klimanek und D.Bergner; Neue Hütte., 23,47(1978).

（2）D.Bergner, P.Klimanek and R.Scherke; The 5th Internat.Conf. on the Strength of Metalsand Alloys, Aachen, W.Germany, Aug.(1979).

（3）友田陽，黒木剛司郎，田村今男；鉄と鋼，61,107(1975).

（4）日本材料学会編；X線材料強度学，養賢堂(1973).

（5）カリテイ；X線回折要論，アグネ(1961).

（6）H.Hall ; J. Inst.Met , 75, 1127(1975).

（7）X線材料強度部門委員会資料；材料，18,679(1968).

（8）B.E.Warren and B.L.Avenbach ; J. Appl. Phys.,21,595(1950).

（9）S.Sato ; J.Appl.Phys.,11,210(1962).

（10）R.I.Garrod and A.H.Auld ; Acta Met., 3,190(1955).

（11）坂本芳一；材料，18,796(1969).

（12）桑野三郎；材料，26,735(1977).

（13）田中照夫，井川孝，星野和夫；鉄と鋼，68,101(1982).

（14）深浦健三，泉久司，川辺秀昭；第 21 回X線材料強度シンポジウム講演論文集，128(1984).

（１５）A.S.Stokes ; Proc.Phys.Soc.,61,382(1948).

（１６）G.K.Williamson and R.E.Smallman; Phil.Mag.,1,34(1948).

（１７）日本電子顕微鏡学会関東支部編；電子顕微鏡試料技術集、誠文堂新光社，19(1970).

（１８）幸田成康；透過電子顕微鏡法，コロナ(1974).

（１９）井形直弘；材料強度学，培風館，1983.

（２０）M.McKeehan and B.E.Warren ; J. Appl. Phys.,24,52(1953).

（２１）坂本芳一；材料，18,802(1969).

（２２）佐藤進一；金属物理，11,3(1965).

（２３）D.Hull ; Acta Met.,9 ,191(1961).

（２４）A.S.Tetelman and A.J.McEvily.Jr.; Fracture of Structural Materials ,John Wily and Sons,Inc.(1977).

（２５）辛島誠一；鉄と鋼，65,820(1979).

第５章　２相ステンレス鋼の疲労強度

５－１　緒言

変動する応力あるいは塑性ひずみによって起る破壊は疲労破壊と呼ばれ、加えられる応力が材料の引張強さよりもはるかに小さい（約１／５）場合にでも巨視的変形がなくぜい性的に破壊するのが特徴である。現在、構造用材料の破壊の約８割が疲労によると云われており、それに関する研究は多く，その成果は安全設計に役立っていることは云うまでもない[1]。

ところで、比較的新しくＪＩＳ化されたステンレス鋼であるＳＵＳ３２９は，耐孔食鋼としてだけでなく耐応力腐食割れ用鋼としても注目されている。応力腐食割れに関する研究は比較的多くみられるが、変動応力を受ける場合が多いと思われるにも拘わらず２相ステンレス鋼の疲労に関する研究は多いとは言い難いのが現状である[2~4]。

ところで疲労の問題に対するアプローチの方法は（１）物性論的手法,（２）材料工学的手法、（３）破壊力学的手法と、大きく分けて３つの方法があるが[5] この章で取り扱うのは主に（２）の手法である。すなわち２相ステンレス鋼の疲労強度に溶体化処理、時効処理や試験片採取方向あるいは前加工処理がどのような影響を及ぼすのかを金属組織学的に、あるいはＸ線を用いて検討しようとするのがこの章の目的である。また２相ステンレス鋼は高温域からの急冷による溶体化処理をしているが、物理的性質の異なる２相を含む材料にこのような処理を加えると相応力[6] が発生することは充分考えられる。相応力は疲労強度特性に少なからず影響すると思われるのでそれについては第３節で詳しく検討した。

５－２　疲労強度に及ぼす各種の要因

５－２－１　実験方法

５－２－１－１　供試材の化学組成と疲労試験方法

用いた材料は２相ステンレス鋼（SUS 329)、オーステナイト鋼(SUS 316),とフェライト鋼(SUS 444)である。２相ステンレス鋼については実験の都合で棒材と板材の２種類を用いた。表５－１にそれらの化学組成を示す。また図 5-1

表５－１　供試材の化学組成　（ｗｔ％）

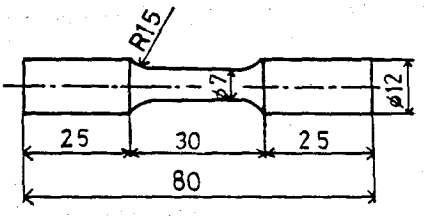
材料	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	N	Cu
SUS 329(板)	0.015	0.53	0.38	0.024	0.012	4.26	24.70	1.78	0.14	
SUS 329(棒)	0.005	0.38	0.58	0.002	0.018	5.05	24.84	1.38	0.135	0.92
SUS 316	0.054	0.67	1.38	0.030	0.005	11.16	17.31	2.214	0.33	
SUS 444	0.017	0.51	0.27	0.028	0.005	0.22	18.33	2.03		

には各種疲労試験片形状と寸法を示した。疲労試験は小野式回転曲げ疲労試験機、平面曲げ疲労試験機、引張圧縮疲労試験機を用いて行った。試験片に生じる応力波形は前２者では平均応力が０の両振りであり、最小応力と最大応力の比Ｒ＝－１であるのに対して、引張圧縮疲労試験機の場合、板材を使った関係上Ｒ＝０あるいはＲ＝０．１としている。疲労亀裂伝播速度を求めるためには切欠き試験片を用い、亀裂長さを読み取り顕微鏡で測定した。また光学顕微鏡、走査電子顕微鏡を用いて疲労亀裂伝播経路や破面観察を行った。

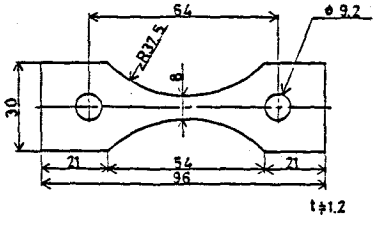
５－２－１－２　試験片の準備

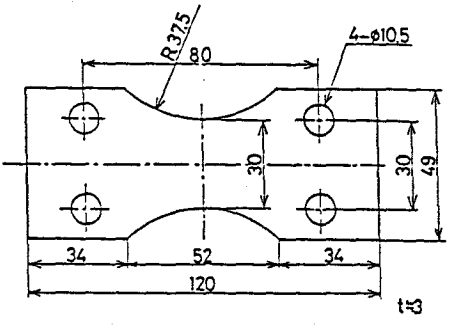
この章では主に疲労強度に及ぼす熱処理や加工の影響を調べたが、熱処理や加工等の処理方法を、以下実験の順序に従って述べる。

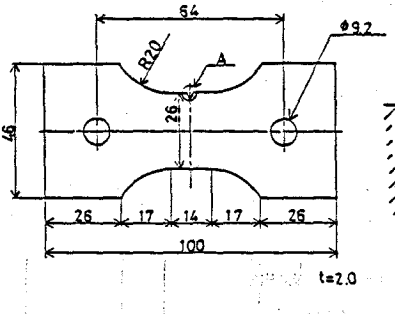
(i) 溶体化処理温度を１１７３Ｋから１５７３Ｋの温度範囲で変化させ水冷した試料について疲労強度を調べた。また溶体化処理温度は１３２３Ｋと一定とし水冷、空冷および炉冷することによって冷却速度を変え、その疲労強度に及ぼす影響を調べた。なお考察のためフェライト相粒径の大きさを変えた実験も

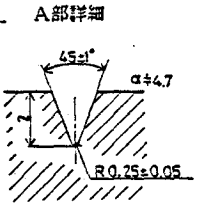


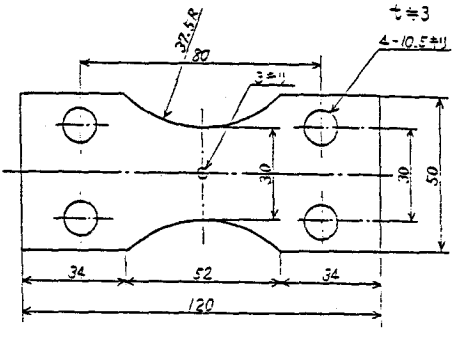
（a）小野式回転曲げ疲労試験片











（b）片振り引張疲労試験片

（c）平面曲げ疲労試験片

図５－１　試験片形状と寸法

行ったが、フェライト相粒径は第３章の４節に示した加工熱処理を施すことにより変化させた。

(ii)２相ステンレス鋼の組織は１３２３Ｋで溶体化処理しているにもかかわらずオーステナイト相が一方向に伸びた繊維組織の形態を持っているので、それ

に平行な方向(L)と垂直な方向(T)の試片を採取して、それらの疲労強度を調べた。

(iii) 前加工は疲労強度に影響を及ぼすので、ここでは引張と圧延の２種類の前加工を施すことによって前加工方法の違いによる影響を調べた。また加工後の７４８K時効の疲労強度に及ぼす効果も調べた。

(iv)２相ステンレス鋼の疲労強度をオーステナイトステンレス鋼、フェライトステンス鋼と比較した。前２者は溶体化処理温度を１３２３Kとし、３０分保持後水冷したが、フェライトステンレス鋼は１０７３Kで３０分保持後炉冷した。

５－２－２　溶体化処理温度および冷却速度の影響

図５－２は２相ステンレス鋼の小野式回転曲げ疲労強度に及ぼす溶体化処理温度の影響を示したものである。溶体化処理温度が 1173 Kの場合、疲労限度は 410MPaと最も高く、処理温度の上昇につれて疲労限度が低下していることが分かる。処理温度が上昇するとフェライト相体積率が増して降伏強さ等は上昇するが（第２章参照）、それとは逆に疲労限度は低下していることが分かった。本実験結果とは異なり Y.Tomotaら[7]は、２相ステンレス鋼のフェライト相とオーステナイト相のそれぞれの組成を変えずフェライト相体積率のみ変化させ、しかも粒径を同一にした試料では、

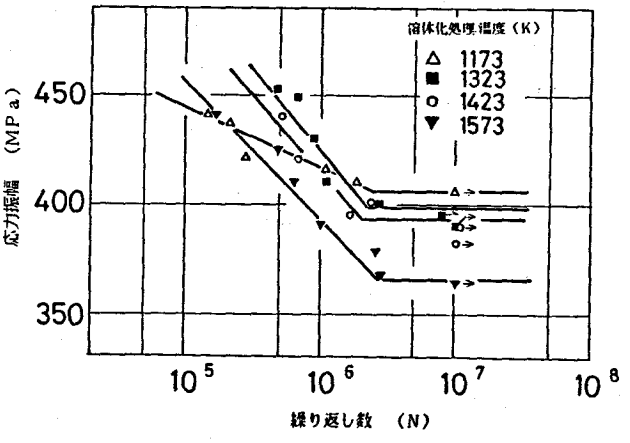


図５－２　疲労強度に及ぼす溶体化処理温度の影響
（小野式回転曲げ疲労試験）

フェライト相体積率の増加につれて疲労限度が上昇すると報告している。本実験の試料は加熱温度を変えることによって相体積率を変化させているので、上記の試料とは次のような相違点が存在している。すなわち、フェライト相粒径の粗大化、オーステナイト・フェライト各相内の組成の変動、高温からの急冷によるフェライト粒界への炭窒素化物の析出があることなどである。そこでフェライト相体積率を６０％と一定にして，フェライト相粒径と疲労強度の関係を調べたのが図５－３である。疲労試験は片振引張様式で、フェライト相の粒径は加工熱処理によって変化させている。疲労限度はフェライト相粒径の大きさにかなり影響されておりフェライト相粒径が小さいほど疲労限度は高くなっている。一般に疲労限度についてもホール・ペッチの関係があると云われている[8]ので、疲労限度をフェライト相粒径の平方根の逆数で整理したのが図５－４である。このように２相ステンレス鋼の場合も両者の間に直線関係が認められる。つまり粒径の増大につれて疲労限度が大きく低下するのは明白である。他の要因については検討していないが、フェ

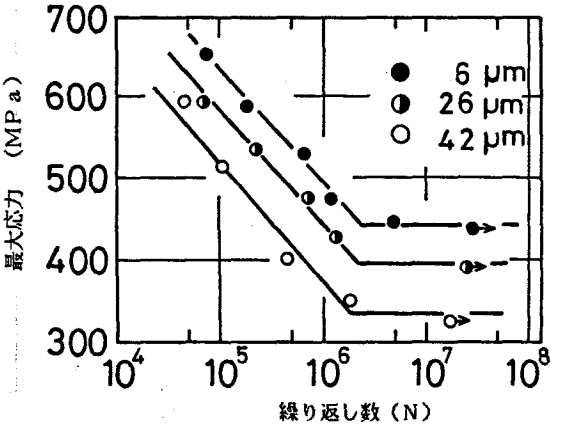


図５－３　フェライト相粒径とＳ－Ｎ曲線
（片振り引張疲労試験）

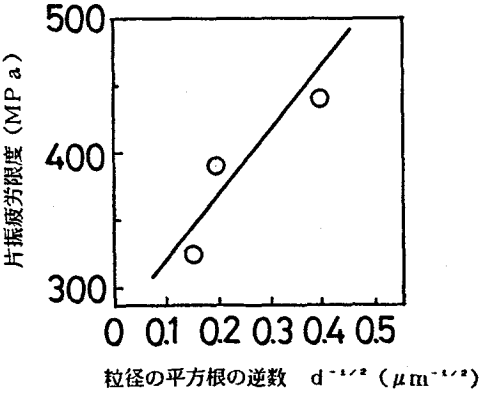


図５－４　疲労限度のフェライト相粒径
依存性

ライト相粒径ほどには疲労限度に影響しないと思われる。

次に、溶体化処理温度からの冷却速度を変化させ、それが疲労限度に及ぼす影響を調べた。溶体化処理温度を１３２３Ｋとし，水冷，空冷および炉冷処理を施した。図５－５はそれらのＳ－Ｎ曲線を示すが、疲労限度は水冷，炉冷，空冷材の順に低下している。また水冷，空冷，炉冷材の引張強さはそれぞれ、７２０，７３１，８３５ＭＰａであったので、引張強さに対する疲労限度の比（疲労限度比）は水冷，空冷，炉冷でそれぞれ 0.51，0.46，0.41 となる。この疲労限度比の物理的意味は明確ではないが、一般にフェライト鋼では 0.57 ～ 0.63，オーステナイト鋼では 0.35 ～ 0.45になるとが知られている。第２章で述べたように冷却速度の低下につれオーステナイト相体積率の増加が起きる。従って疲労限度比が冷却速度の低下につれ小さくなるのは、オーステナイト相体積率の増大と関係していると考えられる。なお炉冷材は空冷材よりも疲労限度が高くなっているのは、フェライト相の冷却途中での析出強化によって疲労亀裂の発生が抑制されたためと思われる。

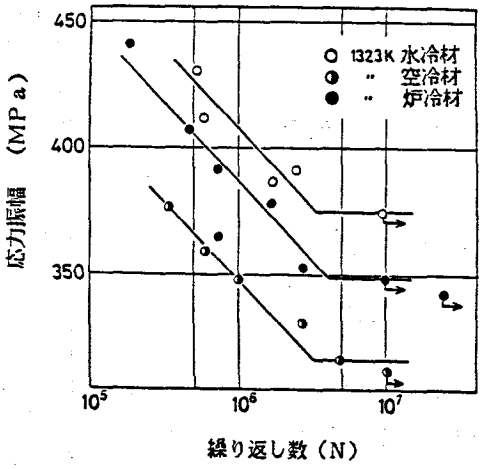


図５－５　疲労強度に及ぼす冷却速度の影響
（小野式回転曲げ疲労試験）

５－２－３　時効の影響

図５－６は小野式回転曲げ疲労強度に及ぼす７４８Ｋ，８７３Ｋ，１０２３Ｋ各１００時間時効の影響を示す。疲労限度は１０２３Ｋ時効材が４３０ＭＰａと最も高く、次いで７４８Ｋ時効材（３８２ＭＰａ），８７３Ｋ時効材（336

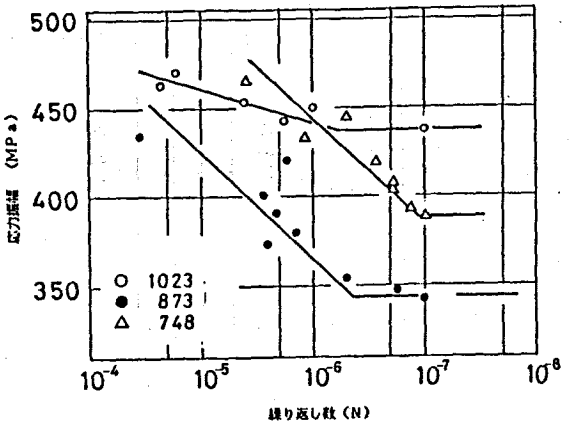


図５－６　時効材の疲労強度
（小野式回転曲げ疲労試験）

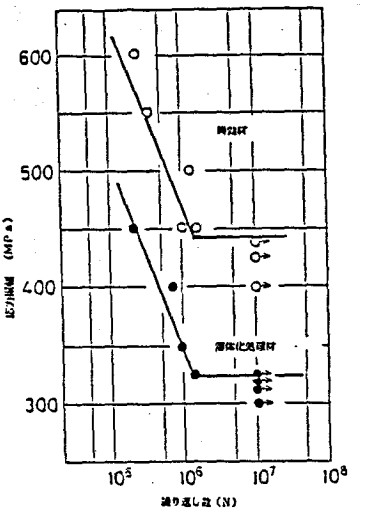


図５－７　７４８Ｋ時効材のＳ－Ｎ曲線
（平面曲げ疲労試験）

ＭＰａ）となっている。ここで７４８Ｋ時効材は１３２３Ｋ溶体化処理材（図５－５）とほぼ同じ疲労強度を持つという結果を得たが、試験の様式が平面曲げあるいは片振り引張疲労になるといずれの場合も７４８Ｋ時効材は溶体化処理材よりも、かなりの疲労限度の上昇が見られた。例えば図５－７は平面曲げ疲労試験結果を示しているが、７４８Ｋ時効材は約４０％近くも上昇している事が分かる。回転曲げ試験で疲労限度の上昇がみられなかった理由は明らかではないが、一般的には７４８Ｋで時効することによって、疲労強度はかなり改善されると考えられる。

次に時効材の疲労亀裂伝播特性を調べるために切欠き材の平面曲げ疲労試験を実施し、得られた結果を図５－８に示す。１０２３Ｋ時効材の疲労限度が最も高く７４８Ｋ時効材は溶体化処理材とほぼ同じ疲労限度を示している。そこで、疲労亀裂長さと繰り返し数の関係を調べたのが図５－９である。ここでも７４８Ｋ時効材と溶体化処理材とは同じ伝播特性を示していることが分かり、一方１０２３Ｋ時効材では亀裂成長までに潜伏期間があるが、一旦亀裂が成長

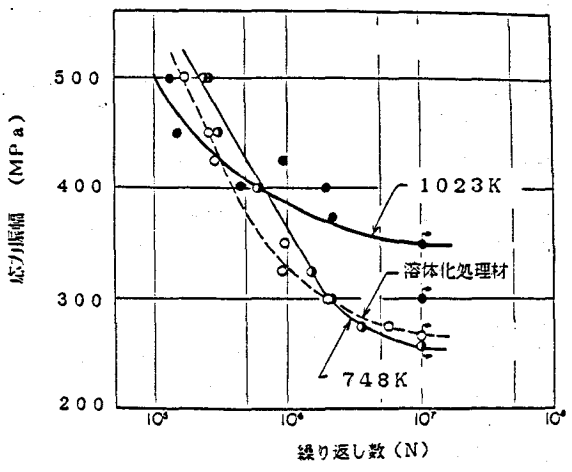


図５－８　時効材の切欠疲労強度

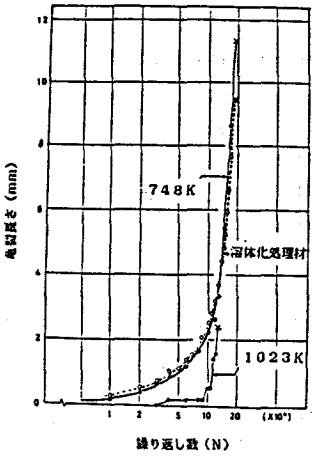


図５－９　疲労亀裂伝播特性

し始めると急速に伝播する特徴のある事が分かる。

次に，以上の結果を組織の立場から検討した。第２章第３節で述べたように１０２３K時効ではフェライト相で$\alpha \rightarrow \gamma + \sigma$の変態を起こすが、時効時間が１００時間となると２相ステンレス鋼中のフェライト相のほとんど全部が変態し，組織はσとγ相との混在した微細構造となっている。σ相自身は硬くて脆いため２相ステンレス鋼の靱性を劣化させる。つまり亀裂の伝播は容易であるので、一旦亀裂が発生するとその亀裂伝播速度は大きいと考えられる。しかし組織は微細化しているため疲労亀裂発生は抑制され、平滑材の疲労限度は大きく上昇したものと考えられる。７４８Kではフェライト相が強化されているためオーステナイト相内での亀裂の成長をフェライト相が阻止するのか、あるいはフェライト相の亀裂発生臨界応力が上昇したのかのいずれか、あるいは両方の効果で疲労限度が上昇したと考えられる。８７３Kでは静的な強度は溶体化処理材とほぼ同じであるにもかかわらず疲労限度の低下はかなり大きい。光学顕微鏡組織的には１００時間時効程度ではほとんど変化はみられないが、透過電子顕微鏡観察によれば、わずかに相境界に析出物（第２章図２－２９）が見

られる。これは恐らくσ相かあるいはそれに到るまでの中間組織であろうと思われるが、相境界に沿って析出物が存在すると粒界割れを起こしやすく、そのことが疲労強度に多大な影響を及ぼしていると思われる。

５－２－４　試験片採取方向の影響

図５－１０は試験片採取方向がオーステナイト繊維方向と平行（Ｌ）及び垂直（Ｔ）の場合の片振り引張および平面両振り曲げ疲労試験結果を示しているが、いずれもＬ方向試片の方がＴ方向試片に比べて大きな疲労限度を示している。片振り引張疲労と平面曲げ疲労とで疲労限度の大きさが異なっているが、これは勿論、平均応力が効いているからで、それを修正グッドマンダイヤグラム[9]で補正すれば両者の間に差がないことが分かる。ところで疲労には亀裂の発生と伝播の２つの過程があることはよく知られているので、亀裂の伝播過程を調べた。さて、疲労亀裂の伝播の過程は亀裂先端の微少領域での応力やひずみの分布と密接な関係があるとされている。つまり亀裂の伝播速度はｄａ／ｄＮ＝ｆ（σ，ａ，Ｃ）で表わされる。ａは亀裂長さ、Ｎは繰り返し数、σは繰り返し応力で、Ｃは材料定数である。右辺については多くの研究者によって様々な式が与えられているが、最も広い範囲に応用されているのは P.Parisらの提案した次式である[10]。

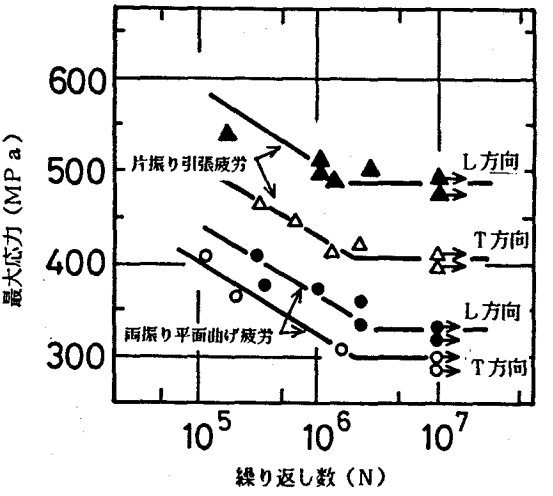


図５－１０　Ｔ方向とＬ方向試料の疲労強度

$$da/dN = C(\Delta K)^m \qquad (5-1)$$

ここでΔKは応力拡大係数範囲と呼ばれ、応力拡大係数の最大値をK_{MAX}、最小値をK_{MIN}の差$\Delta K = K_{MAX} - K_{MIN}$であり、C，mは材料定数である。図５－１１は片振り引張疲労した時のT，L材の亀裂伝播速度と応力拡大係数範囲との関係を示したものである。図から分かるように同じΔKに対してT材の伝播速度はL材に比べてかなり大きいことから、T材では一旦亀裂が発生すると容易に伝播することが分かる。なおT，L材のm値はそれぞれ 1.7 , 2.2 でC値はそれぞれ 4.3×10^{-10} 2.3×10^{-11} となっている。mの値としていずれも約２が得られたが、da/dN が亀裂先端で繰り返される塑性域の大きさに比例すること、塑性域の大きさは（ΔK）^{2} に比例すること[11]から考えると納得できる大きさである。すなわち、いずれの材料も疲労亀裂は延性的に伝播していると云える。

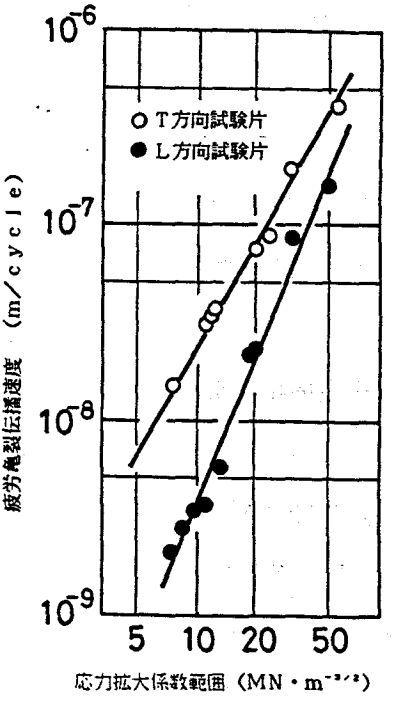


図５－１１　疲労亀裂伝播速度

ところで　T材の方がL材に比べ大きな亀裂伝播速度を示したが、それは組織と密接に関係していると考えられたので、次に亀裂進展経路を調べたものが図５－１２である。T方向試験片（a）では亀裂はオーステナイト相を迂回してオーステナイト相－フェライト相境界に沿って伝播する、いわゆる keying action[12]が見られる。第６章で述べるがオーステナイト相は強度も高く、靱性にも富んでいることから亀裂の成長を阻止する役割を持っている。それゆえL方向試験片（b）では亀裂がそのオーステナイト相を切断しながら進むこと

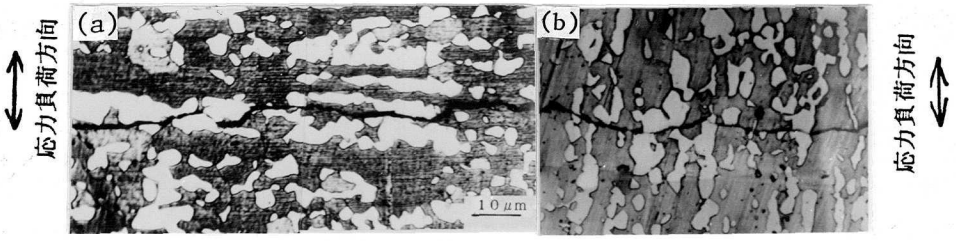


図５－１２　疲労亀裂伝播経路
（ａ）Ｌ方向試験片，（ｂ）Ｔ方向試験片

になるので伝播速度が遅くなったのであろう。一般的には亀裂伝播速度は組織には余り影響されないとされているが、混相で機械的繊維組織（ mechanical fiber structure）を持つ２相ステンレス鋼の疲労亀裂伝播速度は組織の影響を大きく受けることが分かる。また亀裂の発生についての詳細な検討はしていないが、亀裂伝播の様子からＴ方向試験片ではオーステナイト相－フェライト相界面が負荷応力に対して垂直となっており、その場所での亀裂発生が容易に起きると考えられ、また亀裂の成長も容易であるので疲労限度が低下したと考えられる。

５－２－５　前加工の影響

板状試料を冷間圧延あるいは引張加工しその平面曲げ疲労強度を調べた。得られたＳ－Ｎ曲線を図５－１３に示す。ここで冷間圧延度は　$\varepsilon_t = -\ln(1-\varepsilon_r)$，引張加工度は$\varepsilon_t = \ln(1+\varepsilon_n)$で表わしている。$\varepsilon_r$は断面減少率で$\varepsilon_n$は公称ひずみである。引張、圧延いずれの前加工によってもＳ－Ｎ曲線は右上方に平行移動していることが分かる。疲労限度と前加工度の関係を調べたのが図５－１４であり前加工は疲労限度を上昇させるのは明らかである。また前加工方法が圧延と引張とでは疲労強度に及ぼす影響が異なっていることも分かる。その原因を調べる前に加工度の尺度について少し検討しておく必

要がある。圧延の場合には単純な圧縮変形と仮定してその真ひずみで表わしているが、圧延では試験片の幅方向の長さ変化はほとんどないので、ε_rを 相当ひずみに修正する必要がある。今、体積変化がなく圧延の際、肉厚方向のひずみをε_t、圧延方向のひずみε_l、幅方向のひずみをε_bとすると相当ひずみε_{eq}は

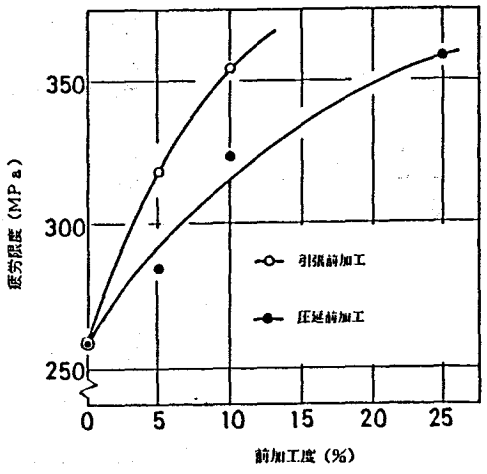


図５－１３　疲労強度に及ぼす前加工の影響
（平面曲げ疲労）

$$\varepsilon_{eq} = 0.47 \left[(\varepsilon_t - \varepsilon_l)^2 + (\varepsilon_l - \varepsilon_b)^2 + (\varepsilon_b - \varepsilon_t^2) \right]^{1/2} \quad (5-2)$$

で表わされる[13]。ただし、$\varepsilon_t = -\varepsilon_l$[14]，$\varepsilon_b = 0$ である。 つまり圧延度を１．１５倍すればよいことが分かる。しかし、そうすることによって圧延と引張加工による疲労限度の差は縮まるどころかより拡ることになったので、先ず、疲労亀裂伝播特性を調べた。図 5- 15 はｄａ／ｄＮと△Ｋと

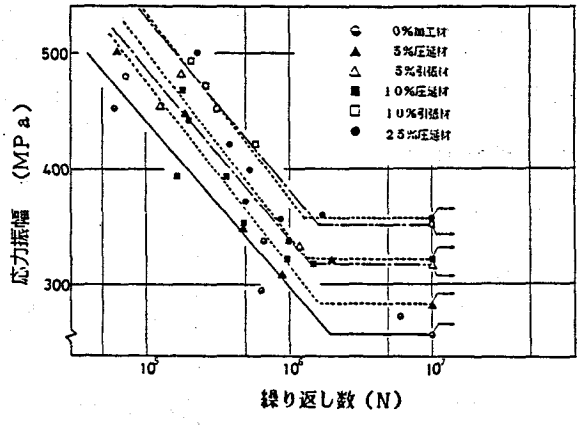


図５－１４　疲労限度と前加工度の関係

の関係を示したが、いずれの加工材も

$$da/dN = C(\Delta K)^{2.3}$$

で表示することができた。つまり前加工度や前加工方法が変わっても、亀裂伝播にはほとんど影響を及ぼさない事が分かる。このことは２相ステンレス鋼に特有ではなく炭素鋼に引張予加工を与えた場合[15]にも認められていることである。

次に疲労亀裂発生に影響を及ぼすであろう加工材の表面の残留応力をＸ線で調べた結果，引張加工１０％材ではフェライト相に９０ＭＰａの圧縮応力が生じているのに対して、圧延１０％材では加工による残留応力の発生はほとんど見られなかった。このことは、引張加工材の疲労限度を高くする一因とも考えられる。しかし、このような残留応力は疲労にはほとんど影響しない（次節参照）の

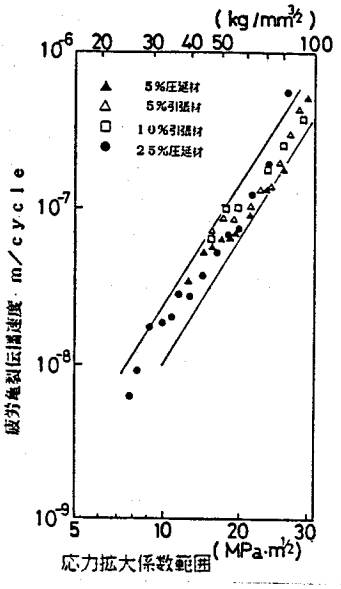


図５－１５　前加工材の亀裂伝播速度

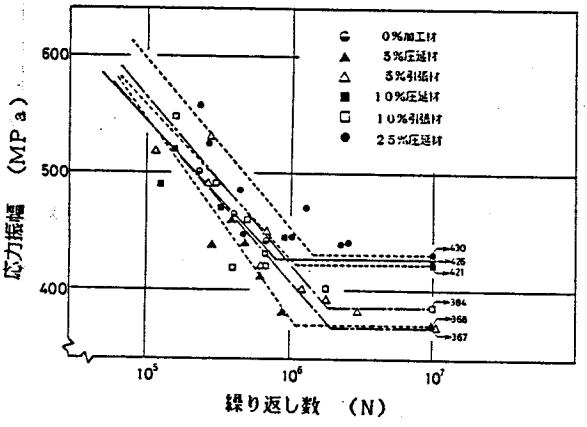


図５－１６　疲労強度に及ぼす前加工後の７４８Ｋ時効の影響

表５－２　７４８Ｋ時効前後の疲労限度の変化

引張前加工度 %	時効前の疲労限度 σ_w MPa	時効後の疲労限度 σ_w^* MPa	$\frac{\sigma_w^* - \sigma_w}{\sigma_w} \times 100$ %
0	258	426	65.1
5	318	367	15.4
10	354	384	8.5

で、その他の要因、つまり巨視的な残留応力とか変形集合組織、あるいは前加工によって導入された転位は活動転位として働かないといった微視的組織要因[16,17]などが前加工方法で異なっており、結果として引張前加工材は疲労亀裂の発生が抑制されているものと考えられる。

次に種々な前加工後、７４８Ｋで１００時間時効したときのＳ－Ｎ曲線を図 5-16 に示す。いずれも時効することによって疲労限度は大きく上昇しているのが分かる。時効前後での疲労限度の変化を調べた一例を表５－２に示したが、前加工度が大きくなるほど時効による疲労限度上昇率が小さくなることが分かる。それらの疲労亀裂伝播特性を調べたのが図５－１７である。図５－１５と比較すると、加工後に時効すれば同じ△Ｋ値に対して da/dN は大きな値を持っている事が分かる。また加工材と加工時効材との疲労破面を観

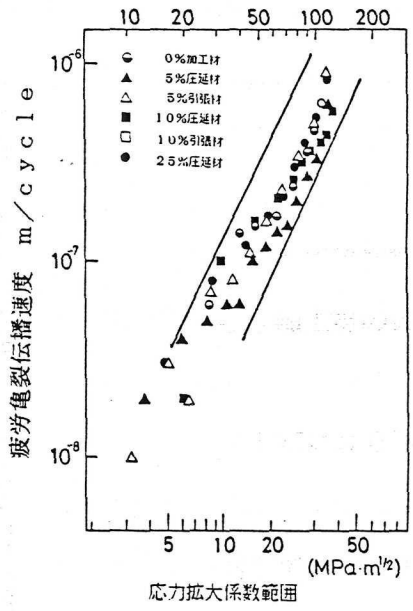


図５－１７　加工後時効した２相ステンレス鋼の亀裂伝播速度

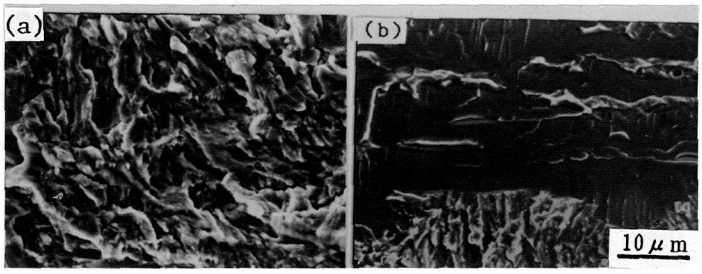


図５－１８　加工材と加工時効材の疲労破面
（ａ）２５％圧延加工、σ_a＝３６０ＭＰａ
（ｂ）　５％圧延加工後７４８Ｋ１００ｈｒ時効材、
σ_a＝３８０ＭＰａ

察したのが図５－１８で、加工材（ａ）には疲労破面の特徴であるストライエーションが見られるが、加工時効材（ｂ）ではそれ以外に脆性破面が見られる。脆性部では亀裂が高速に伝播したと考えられ，そのことが加工時効材の亀裂伝播速度を大きくしている原因であることは明らかである。またda/dN＝10^{-8}m/cycleにおける△Ｋの値を△Ｋthとすれば、その値は加工時効材では加工材に比較して小さくなっている。また前加工が大きい程、その後の時効で硬度はより大きくなるので（第２章参照）、時効材の△Ｋth値は、それとは逆に、前加工の増加につれ小さくなることが推察される。つまり小さな亀裂、例えば双晶変形によって発生する微小亀裂、あるいは圧延の際の小さな傷などに対して材料がより敏感になることが考えられ、これが前加工を大きくしても疲労強度が向上しなかった理由と思われる。

５－２－６　フェライト、オーステナイト単相鋼との疲労強度の比較

２相ステンレス鋼（SUS329），オーステナイト単相ステンレス鋼（SUS316），およびフェライト単相ステンレス鋼（SUS444）の疲労強度を比較した。それぞれの平均結晶粒径は７μｍ、３０μｍ、３５μｍである。疲労試験様式は片振り引張疲労とし応力比Ｒ＝０．１とした。図５－１９に３種のステンレス鋼のＳ－Ｎ曲線を示す。２相ステンレス鋼の疲労限度は５００ＭＰａと最も高く、フェライト鋼、オーステナイト鋼の順に疲労限度は低下している。これらの引張強さはそれぞれ７２０，５７９，５９９ＭＰａであり，これより疲労限度比を求めると２相、フェライト、オーステナイトステンレス鋼ではそれぞれ０．６９，０．７４，０．６３となっている。つまり２相ステンレス鋼はオーステナイト鋼とフェライト鋼の中間の疲労特性を持っていることが分かる。またそれぞれの疲労亀裂伝播特性を調べた結果を図５－２０に示したが，２相ステンレス鋼の亀裂伝播速度が最も小さくなっていることが分かる。これは前述した

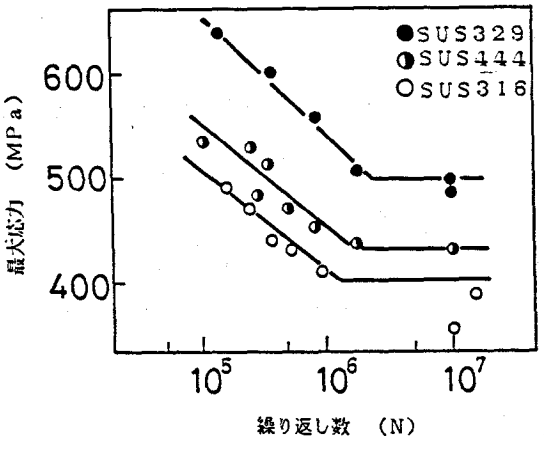


図５－１９　各種ステンレス鋼の疲労強度

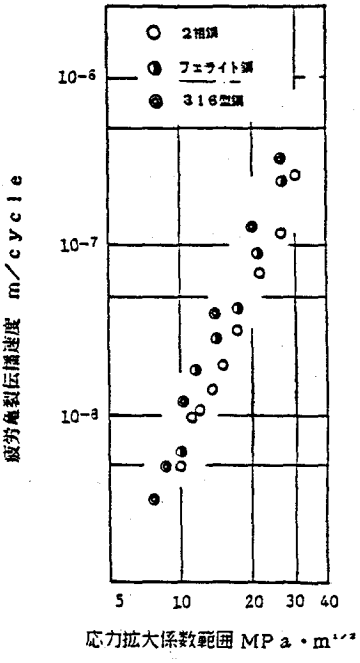


図５－２０　各種ステンレス鋼の疲労亀裂伝播速度

ような keying action によるものと考えられる。以上のように２相ステンレス鋼は良好な疲労強度特性を示すが、その原因として最も重要と思われるのは結晶粒径が小さいこと、オーステナイトーフェライト相境界に析出物が見られないことや、組織が強靱性を保つように元素がうまく添加されていることなどが挙げられる。それについては次章でさらに検討する。

５－２－７　小括

この章では２相ステンレス鋼の疲労強度に影響を及ぼす各種の組織的要因について調べるとともに若干の検討を行った。得られた結果を列記すると以下のようになる。

（１）溶体化処理温度の上昇につれ疲労限度は低下した。温度の上昇は組織的にフェライト相体積率の増大、フェライト相粒径の増大、オーステナイト・フェライト相内の成分元素の変動、フェライト粒界への炭窒化物の析出，などが起こり疲労強度に複雑に影響するが，中でも上に挙げたフェライト相粒径の

増大が疲労限度の低下に大きく影響していると思われる。また溶体化処理温度からの冷却速度も疲労強度には影響するが水冷材で最も疲労限度が高かった。

（2）２相ステンレス鋼中のフェライト相は時効されることによって変態を起こし易く、それが２相ステンレス鋼の疲労強度に複雑に影響を及ぼす。１０２３Ｋでは疲労限度が上昇するがこれはσ相析出による結晶粒微細化効果のためであろう。７４８Ｋでもフェライト相の強化のため疲労限度は上昇する。しかし８７３Ｋでは粒界あるいは相境界でσ相と思われるフィルム状析出物がわずかに見られ，疲労限度の大幅な低下が見られた。

（3）試験片の長手方向がオーステナイト繊維方向に垂直な場合、それに平行なものに比べて疲労限度は約３０％も低下した。それはオーステナイト，フェライト相界面が負荷方向に垂直となっているため亀裂の発生が容易であることとオーステナイト相の亀裂伝播阻止効果が小さいためと考えられる。

（4）前加工することによって疲労限度は上昇した。前加工方法が引張の場合と圧延の場合では疲労強度が異なり、前者での方が疲労限度を大きく上昇させた。またその後の７４８Ｋ時効は疲労限度をさらに向上させるが、前加工度が大きい程疲労限度の上昇率は小さくなった。前加工の大きいものは、フェライト相内の双晶変形によって発生する亀裂、あるいは圧延による表面傷に対してより敏感になるためと考えられる。

（5）２相ステンレス鋼の疲労限度をフェライトおよびオーステナイト単相鋼と比較した。疲労限度は２相ステンレス鋼が最も高く、フェライト、オーステナイト単相鋼の順に低下していた。しかし疲労限度比はフェライト、２相、オーステナイト鋼の順に小さくなっていた。また疲労亀裂伝播速度は２相ステンレス鋼が他の鋼より優れていた。このように２相ステンレス鋼の疲労強度は優れているが、その主因は結晶粒が小さいことによる疲労亀裂発生応力の上昇と混相になっているためのオーステナイト相での keying actionによる亀裂伝

播阻止にあると思われる。

５－３　相応力と疲労強度

５－３－１　実験方法

供試材は０．０１２Ｃ－２６Ｃｒ－５Ｎｉ－１．５Ｍｏ－０．２Ｎの２相ステンレス鋼で図５－２１に示す形状に機械加工後，種々な相応力を付与する目的で図５－２２に示す熱処理を施した。また，すべり帯亀裂の観察を容易にするため、結晶粒粗大化処理（１５７３Ｋ２０時間保持→１２７３Ｋ２４時間保持→水冷）を施した試料も使用した。熱処理後、エメリー研磨しクロム酸－リン酸溶液で電解研磨を行った。用いた試験機は小野式回転曲げ疲労試験機、およびシェンク式両振り曲げ疲労試験機であり、1×10^7 回の繰り返しで破断しない最高応力を疲労限度とした。疲労過程中の表面組織の観察手順は次のようである。高応力振幅では$N = 1 \times 10^4$ 回、低応力振幅では$N = 3 \times 10^4$ 回ごとに試験を中断しレプリカを採取し、真空蒸着後ノマルスキー型微分干渉顕微鏡によりすべり帯等を観察した。相応力はＸ線を用いて測定した。使用したＸ線ターゲットはＣｏで管電圧，電流はそれぞれ、３０ｋＶ，２０ｍＡとし

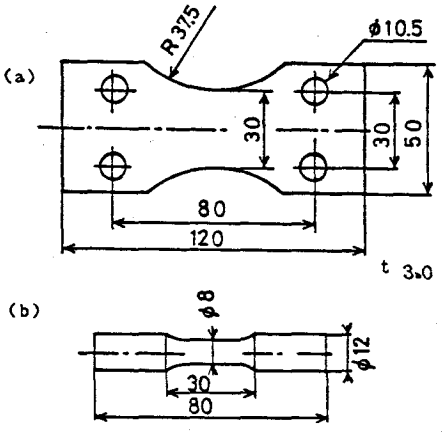


図５－２１　試験片形状と寸法
（ａ）平面曲げ疲労試験片
（ｂ）回転曲げ疲労試験片

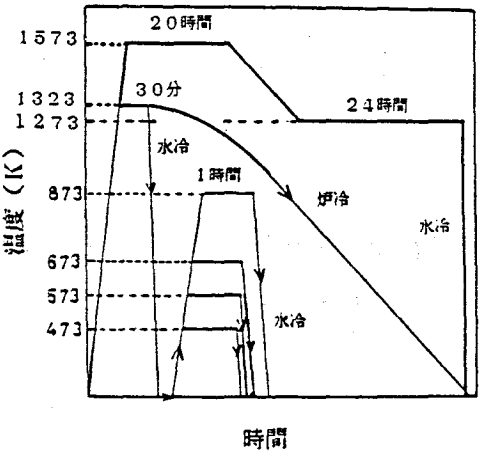


図５－２２　熱処理条件

た。回折面はフェライト相では｛211｝、オーステナイト相では｛311｝とし、測定は平行ビーム法、ψ_0一定法で行い2θのピーク位置は半値幅中点法によって決定した。なお、フェライト相については 0°, 15°, 30° および45°の４点入射、オーステナイト相では 0°～45°の間の１０点入射を行った。

５－３－２　　相応力測定結果

図５－２３に実際の回折プロファイルより得られた2θと$\sin^2\psi$の関係の一例を示している。処理温度が高くなるにつれ傾斜（$d2\theta/d\sin^2\psi$）が大きくなっていることが分かる。この傾きを

$$\sigma = -E/2(1+\nu)\cdot\cot\theta_0\cdot d2\theta/d\sin^2\psi \qquad (5-3)$$

に代入することにより相応力を求めた。このようにして得られたオーステナイト相，フェライト相各相の相応力と熱処理温度の関係を図５－２４に示した。なお炉冷材も参考までに示した。オーステナイト相には引張応力、フェライト相には圧縮応力が発生しているのが分かる。熱処理温度が約９００Ｋ以上ではそれらの相応力の変化は少ないが、温度の低下につれフェライト相，オーステナイト相の相応力は共に０に近づいてくることが分かる。炉冷材では相応力がかなり小さくなっている。なお、８７３Ｋ材の表面と中心部における相応力を測定したところほとんど変化なく、これから冷却による巨視的な熱応力の発生はほとんどないものと判断できる。つまり測定されるのは相応力だけであると考えられるので以下にそれについて検討する。

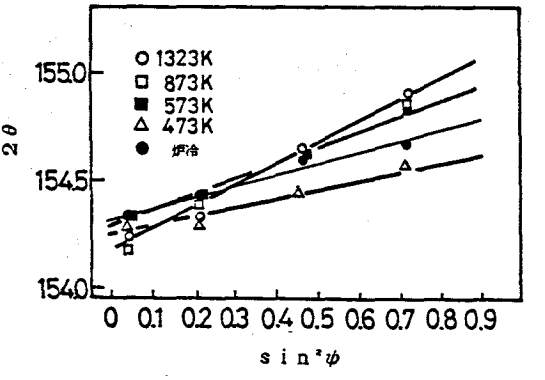


図５－２３　フェライト相での2θ－$\sin^2\psi$の関係

複合材料の熱膨張係数の差によって発生する相応力の大きさがLaszlo[18]により検討されている。その結果を示すと、第１相（母相）と第２相（繊維相）とに発生する相応力σ_1^R，σ_2^Rは以下のようになる。

$$\sigma_1^R = \Delta\alpha\,\Delta T \cdot V_2 E_1 E_2 \;/\; V_1 E_1 + V_2 E_2$$
$$\sigma_2^R = \Delta\alpha\,\Delta T \cdot V_1 E_1 E_2 \;/\; V_1 E_1 + V_2 E_2 \qquad (5-4)$$

ここで　Ｅｉはｉ相の弾性定数，$\Delta\alpha$は第１相と第２相の熱膨張係数の差、ΔTは温度差であり$\Delta T = T_0 - T$（T_0は冷却前の温度、Ｔは冷却後の温度）で、Ｖｉはｉ相の体積率である。

この式を用いてフェライト相（第１相）とオーステナイト相（第２相）に発生する相応力を計算することができる。まずT_0は８７３Ｋ以上では相応力値が飽和していることよりT_0＝８７３Ｋとし、Ｔ＝３００Ｋの場合の相応力を計算する。α_1,α_2,E_1，E_2は文献１９より、$E_1 = 10.0 \times 10^{-6}\,(K)^{-1}$，$\alpha_2 = 17.5 \times 10^{-6}\,(K)^{-1}$，$E_1 = 2.1 \times 10^5$ MPa，$E_2 = 1.9 \times 10^5$ MPaとした。フェライト体積率V_1は$V_1 = 0.6$である。（５－４）式を用いて計算すると、フェライト相には 333 ＭＰａの圧縮、オーステナイト相には４９０ＭＰａの引張の相応力が発生していることになる。この結果をＸ線

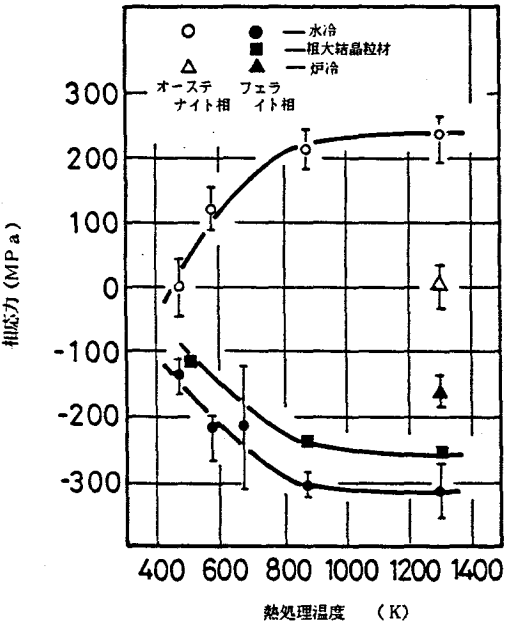


図５－２４　熱処理温度と相応力

測定結果と照らし合わせると、フェライト相については両者は非常に近く（実測値は３１５ＭＰａ）、オーステナイト相については２倍程度の開きがある。オーステナイト相での実測値と計算値の差については、上式の精度やオーステナイト相のＸ線測定がかなり困難であったことに原因があるように思える。いずれにしてもこれらの値はすべて降伏点以下であり、相応力が発生していることは確かである。粗粒材ではフェライト相体積率Ｖｉ＝０．７であるので同じように相応力を計算するとσ_1＝２５０ＭＰａとなり、この場合も実測値（240ＭＰａ）に近いことも分かる。

５－３－３　Ｓ－Ｎ曲線

図５－２５に各熱処理材の回転曲げ疲労強度を調べた結果を示す。相応力の大きい１３２３Ｋ材、８７３Ｋ材は疲労限度が低く、両者とも約４１０ＭＰａであるのに対して、相応力の小さかった５７３Ｋ材、４７３Ｋ材ではそれらより約２５ＭＰａ疲労限度が上昇していることが分かる。また図 5-26 は平面曲げ疲労試験結果を示しているが、これでも４７３Ｋ材は８７３Ｋ材に比べて疲労限度が高くなっている。しかし相応力の差異に比べると疲労限度の差は予想したよりもはるかに小さいものであったので、それについて以下検討する。

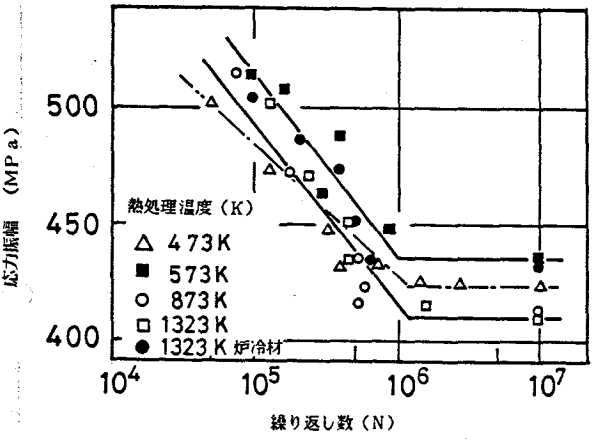


図５－２５　回転曲げ疲労強度

５－３－４　疲労過程中の相応力の変化と表面観察

図５－２７は平面曲げ疲労過程中の相応力の変化を調べたもので、相応力の大きかった８７３Ｋ材を用いてσ_a/σ_w＝１．１０の過大応力振幅で疲労させたときのものである。σ_aは繰り返し応力，σ_wは疲労限度である。疲労の初期にオーステナイト相では相応力の著しい低下が起きており、同じようにフェライト相でも相応力の緩和が見られ、それ以降では相応力の変化はほとんどないことが分かる。またその飽和の応力は両相とも同じで約１５０ＭＰａの圧縮となっている。これは疲労過程中のわず

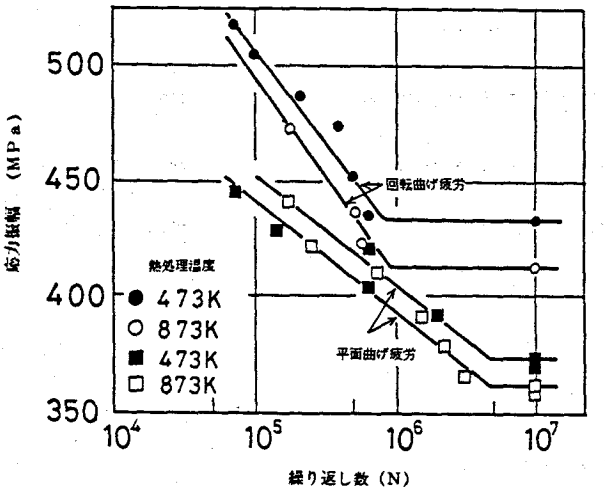


図５－２６　回転曲げと平面曲げ疲労強度の比較

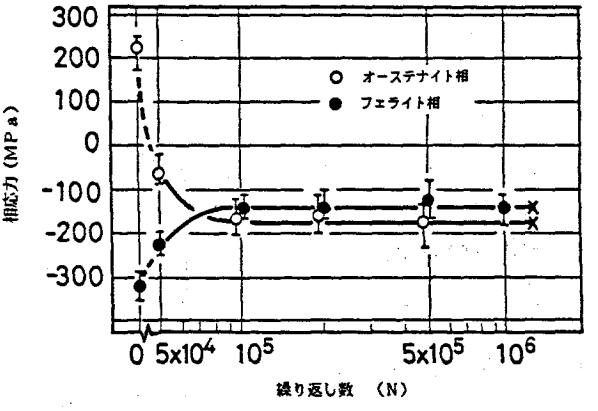


図５－２７　疲労過程中の相応力の変化(873Ｋ材)

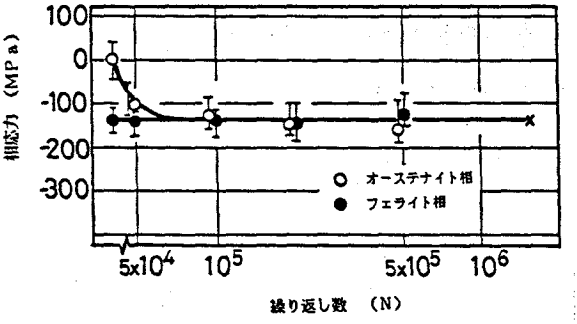


図５－２８　疲労過程中の相応力の変化(473Ｋ材)

かな塑性変形によって巨視的な残留応力が発生したことを意味していると考えられる。図５－２８は同じく 473 Kの場合であるが、疲労初期にオーステナイト相では相応力が低下

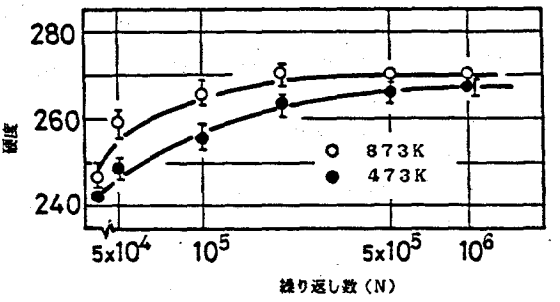


図５－２９　疲労過程中の硬度変化

している。フェライト相では相応力の大きさが疲労による飽和応力とほぼ等しいので相応力の緩和現象が見られなかったものと考えられる。８７３K材と４７３K材の最表面層での硬度変化を調べたのが図５－２９である。疲労するにつれ硬度は上昇しているが、ある程度になると硬度は飽和してくることが分かる。その飽和の時期は８７３K材と４７３K材とであまり違わないが、これらの硬化、飽和現象は最表面での相応力の緩和，すなわち塑性変形と密接な関係があると思われる。

そこで表面の変形組織を調べた。結晶粒径が小さいためすべり線の観察が難しかったので観察は結晶粒を粗大化したものについて調べた。図５－３０は８７３K粗粒材の$\sigma_a/\sigma_w=1.10$の過大応力振幅を負荷した時の試験片表面のすべり線の変化を、ノマルスキー顕微鏡で観察した結果である。（a）は寿命の４％のもので、オーステナイト相にすべり帯が見られ、疲労の進行につれすべり帯も発達するが（b）、寿命の３３％（c）にもなると図中の矢印で示すように隣接するフェライト相に影響を及ぼし、すべり帯を発生させていることが分かる。一方、４７３Kの結果を図５－３１に示す。寿命の１５％（a）のオーステナイト相ではすべり帯の発達が見られ、３１％（b）では隣接するフェライト相にもすべりが発生しており、これがすべり帯亀裂へと発達してい

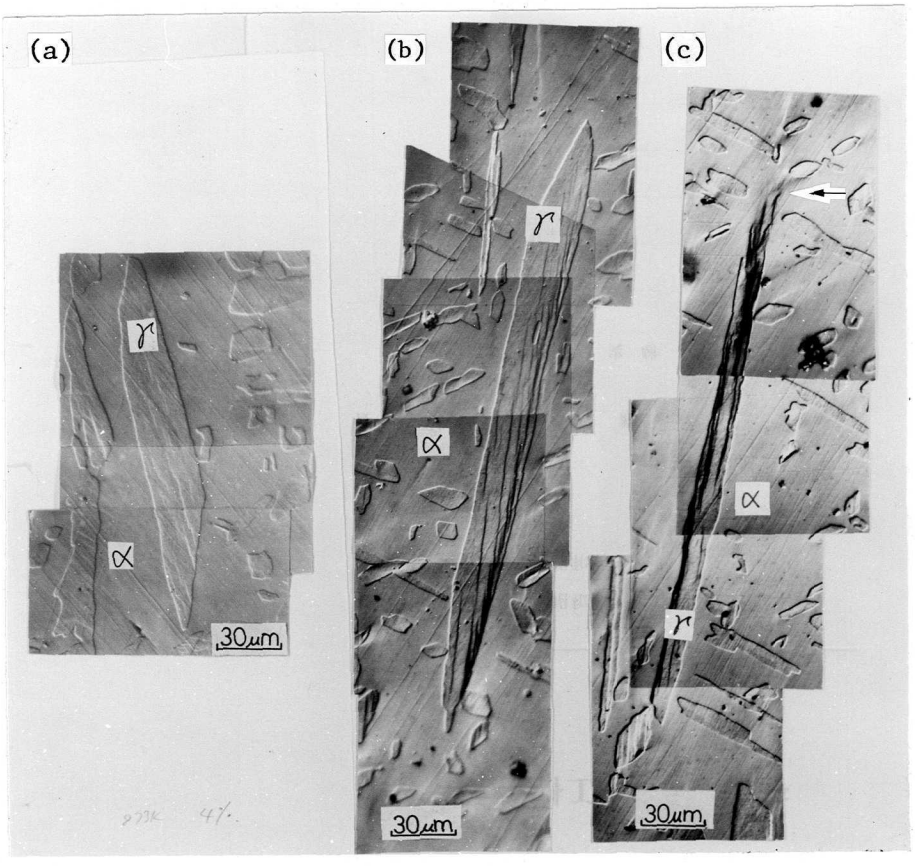


図５－３０　粗大結晶粒材の疲労過程中の表面組織（８７３K）
（a）σ_a/σ_w ＝１．１０，　N／N_f＝０．０４
（b）σ_a/σ_w ＝１．１０，　N／N_f＝０．１５
（c）σ_a/σ_w ＝１．１０，　N／N_f＝０．３３

くものと考えられるが、その時期は８７３K材とほとんど同じであった。また硬度の飽和時期とも符合していることも分かる。

以上の結果から、相応力は疲労の初期に緩和されるので、疲労強度に大きな影響を及ぼさないと結論することができる。しかし表面のすべり様式が微細粒材でも同じかどうかは疑問であり、実際の微細粒材を用いて調べることが必要であると思われる。

５－３－５　小括

２相ステンレス鋼は物理的性質の異なる相が混在しているため溶体化処理の際に相応力が発生することが予想され、それが疲労強度にも影響を及ぼすことが考えられた。そこで先ず相応力をＸ線測定によって確かめ、相応力の大きさの異なる材料で疲労試験を実施し疲労過程中の組織の変化を硬度、光学顕微鏡を用いて検討した。得られた結果は次のとおりである。

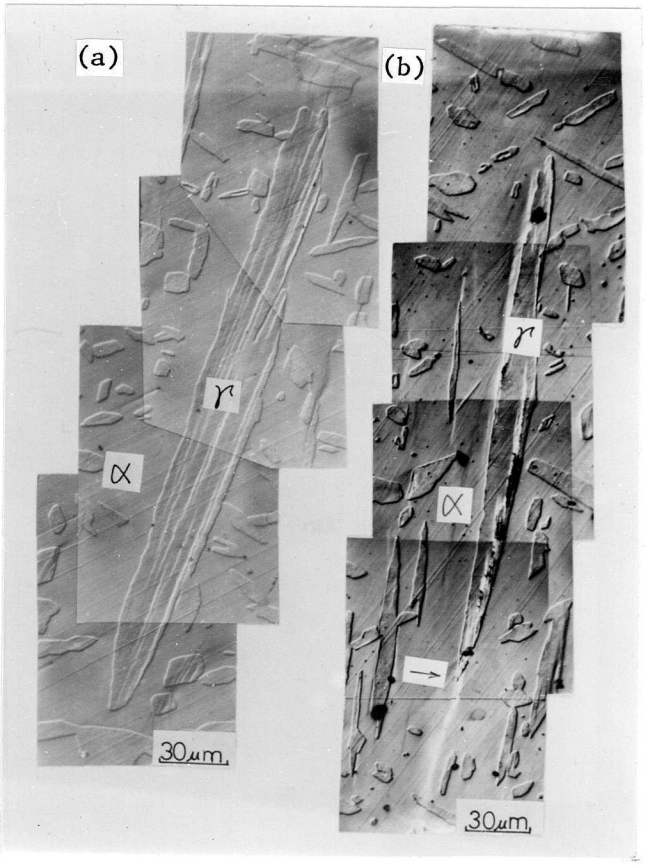


図５－３１　粗大結晶粒材の疲労過程中の表面組織（473K）
（ａ）σ_a/σ_w ＝１．１０，　Ｎ／N_f＝０．１５
（ｂ）σ_a/σ_w ＝１．１０，　Ｎ／N_f＝０．３１

（１）熱処理時にオーステナイト相には引張、フェライト相には圧縮の相応力が発生し、熱処理温度の上昇と共に相応力は大きくなった。その大きさは繊維相を第２相として含む場合の簡単な熱応力計算から求めたものにかなり近い値であった。

（２）相応力の疲労強度に及ぼす影響はかなり小さい。これは疲労過程の初期に相応力が緩和されるからである。相応力の大きさによってこの緩和時期は

多少異なるが、すべりがフェライト相に伝播する時期はほとんど同じであり，これが疲労強度にあまり影響を及ぼさないことの理由であろうと考えられる。

5－4　結　論

2相ステンレス鋼中の2相は互いに組織、組成が異なっており、さらに微細結晶粒径となっていることから，加熱などによって組織変化が早く起こることを第2章で述べた。この章では構造敏感な性質である疲労を取り上げ、2相ステンレス鋼の疲労強度に及ぼす熱処理、試験片採取方向や前加工の影響について調べた。その上で2相ステンレス鋼の疲労強度をフェライト単相鋼とオーステナイト単相鋼について比較し検討した。またオーステナイト，フェライト各相では当然物理的性質も異なるので、熱膨張係数の差によって発生するであろう相応力が疲労強度に及ぼす効果についても調べた。得られた結果をまとめると以下のようである。

（1）疲労限度は溶体化処理温度の上昇につれ低下した。溶体化処理温度が高くなるにつれフェライト相体積率の増大、フェライト相粒径の増大、オーステナイト，フェライト相内の成分元素の変動，フェライト粒界への炭窒化物の析出などが起こり疲労強度に影響するが、なかでもフェライト相粒径の増大が疲労限度の低下に大きく影響していると思われる。

（2）溶体化処理温度からの冷却速度も疲労強度に影響し水冷材で最も疲労限度が大きかった。また時効によって体積率の変化や結晶粒径あるいは組織変化を起こし、疲労強度に複雑な変化をもたらした。

（3）試験片の長手方向がオーステナイト相繊維に平行なときの疲労強度は垂直のものに比べて大きかった。それはオーステナイト，フェライト相の界面が負荷方向に対し垂直となっているため亀裂発生が比較的容易であること、オーステナイト相による亀裂伝播阻止効果が小さいことによると考えられた。

（4）前加工することによって疲労強度は向上した。亀裂伝播速度には前加工によっても変わらなかったことから疲労亀裂発生応力が高くなっていると考えられる。前加工法としての圧延は引張に比べて疲労強度を上昇させる効果は小さかった。

（5）２相ステンレス鋼の疲労限度はオーステナイト鋼やフェライト鋼よりも高かった。しかし疲労限度比はそれらの鋼の中間であることから，２相ステンレス鋼は微細結晶粒を有することが良好な疲労強度を持つことの主な理由であると考えられる。

（6）２相ステンレス鋼では溶体化処理時に相応力を発生するが、その疲労強度に及ぼす影響はわずかであった。これは相応力が疲労の初期に緩和されるためである。

（7）以上のように種々な熱処理や前加工を施すことによって疲労強度も変化するが、そのいずれも疲労亀裂伝播過程には大きな影響を及ぼしていないようであり，亀裂の発生と下部組織の発達過程を知ることが２相ステンレス鋼などの混相鋼の疲労挙動を理解する上で重要であろう。

参考文献

（1）宮本博；破壊力学と材料強度学講座(培風館)(1978).

（2）泉久司，砂田久吉，篠田軍治；日本金属学会誌，35,324(1971).

（3）Y.Tomota,N.Tachibana,K.Kuroki;Trans.ISIJ,18,251(1978).

（4）H.W.Hayden and S.Floreen;Met.Trans.,4A,561(1973).

（5）中沢一，本間寛臣；金属の疲労強度(養賢堂)(1982).

（6）日本材料学会編；X線材料強度学(養賢堂)(1973).

（7）Y.Tomota,N.Tachibana and K.Kuroki;Trans.ISIJ,18,251(1978).

（8）T.Yokobori,I.Maekawa and S.Korekawa;Tech.Rep.Tohoku Univ.,28,65

(1963).

(９) G.E.Dieter;Mechanical Metallurgy,1976,McGraw-Hill.Kogakusha Ltd.

(１０) P.C.Paris and F.Erdogan; Trans.ASME,D,85,529(1963).

(１１) 大内田久，西岡章夫，宇佐美三郎；日本機械学会論文集，39,1403(1973).

(１２) J.W.Flower,F.H.Back and M.G.Fontana;Corrosion,19,186(1963).

(１３) 益田森治，室田力雄；工業塑性力学(養賢堂)(1974).

(１４) I.L.Dillamore and W.T.Roberts;Acta Met., 12,281(1964).

(１５) 小林英男，杉浦正規，村上理一，中沢一，岩佐良；日本機械学会論文集，43,416(1977).

(１６) 吉田彰，上村正雄，川辺秀昭，山田朝治；材料，18,1106(1969).

(１７) 上村正雄，川辺秀昭，山田朝治；材料，19,839(1970).

(１８) F.Laszlo; JISI, 148,173(1943).

(１９) 長谷川正義；ステンレス鋼便覧(日刊工業新聞社)(1975).

第６章　２相ステンレス鋼の疲労挙動の微視的検討

６－１　緒　　言

２相ステンレス鋼はいままで述べてきたように熱間加工時にオーステナイト相を析出するため、フェライト相の結晶粒の成長が抑制され微細粒混相組織となっている。そのため降伏応力，引張強度等は高く、さらに耐応力腐食割れ性も良好である。実用的には熱交換器用管や油井管、パルプ工業のローター材、石油，ガス工業用の海水注水ポンプの材料として広く使用されつつある[1~3]。これらの部品は腐食環境中で使用されているが繰り返し荷重も同時に受けている場合も少なくないと思われる。２相が混在するステンレス鋼の疲労挙動に関する報告は多くはないが、例えば H.F.Hayden ら[4]、あるいは友田ら[5]が本鋼に類似の組成を持つ鋼で疲労の研究を行っている。それらの結果によると２相ステンレス鋼中のオーステナイト相とフェライト相が５０％づつ存在する時に疲労限度は最も大きいが、これは結晶粒径とも関係し、もし粒径が同じである場合２相鋼の疲労限度はフェライト単相鋼の疲労限度より小さく、オーステナイト単相鋼の疲労限度より大きくなること、また第２相体積率に対して疲労限度は直線的に変化するのではなく、第１相と第２相との強度比などがその変化の仕方に影響することなどが報告されている。さらに疲労亀裂の伝播挙動例えば亀裂伝播速度もそれぞれの単相鋼の中間であることも示されている[6]。

ところで疲労には大別して亀裂の発生と伝播という２つの過程があることはよく知られている。最近、安全設計という観点から破壊力学を導入し疲労亀裂伝播挙動の解明に多くの労力が費やされているのは周知の事である。一方、疲労亀裂の発生過程についても各種材料について以前から光学顕微鏡的観察を通じて、また最近では透過電子顕微鏡による亀裂発生までの下部組織の変化から

疲労亀裂発生のメカニズムを探る研究が行われてきており、それに関する解説も見られる[7]。しかしこれらの研究のために使用される材料はそのほとんどが単相の材料であったり、あるいは単結晶である。ところが実際に用いられる材料は多かれ少なかれ異質の相を含んでいるし、また多結晶体である。最近の急速な材料学の発展に伴い複合材料なるものも出現しているが，このような材料の疲労挙動は単相材料のそれとは異なっていることが予想される。そのような観点から軟質２相を含む材料の亀裂発生挙動に関する研究も２、３見られる。例えば前出の Hayden ら[4]や萩山ら[8] さらに Moskovits ら[9]によって延性２相ステンレス鋼の、また本田ら[10] によってα－β黄銅の疲労亀裂発生までの表面組織の変化あるいは亀裂発生箇所が調べられている。しかしながら２相材料は通常結晶粒径が小さいため（２相ステンレス鋼では約５μｍ）疲労初期亀裂発生を調べることは困難であり明瞭な結果が得られているとは言い難い。

そこで本研究の目的は、物理的性質が異なり格子型も異なる相が微細に混合した場合の疲労挙動の内、主に微視亀裂発生場所や亀裂発生までの組織変化についてレプリカ法あるいは直接透過電子顕微鏡法を用いて検討しようとするものである。

６－２　実験方法

供試材の化学組成は２５Ｃｒ，５Ｎｉ，１．５Ｍｏ，０．２Ｎ，０．０１５Ｃ（ｗｔ％）を主成分とする２相ステンレス鋼である。それを図６－１に示す引張試験片および平面曲げ疲労試験片に切削加工した。溶体化処理温度は１３２３Ｋとし水冷した。２相ステンレス鋼中のフェライト相のみを硬化する目的で７４８Ｋで１００時間時効した。その結果、溶体化処理の状態ではフェライト相とオーステナイト相のビッカース硬度はそれぞれ２１６，２２２であるが時

効後はそれぞれ３１６，２２５となっている。試験片は過塩素酸 20%，エチルアルコール80%の混合液で電解研磨を行い鏡面に仕上げた後、１０％硫酸で電解腐食を行った。疲労過程中のレプリカ採取場所は図６－１でハッチをつけている試験片中央部２ｍｍの範囲であり、酢酸セルロースレプリカ採取後Ｃｒ－Ｃの２段蒸着を施し、それを溶剤に浸して酢酸セルロースを取り除いたＣｒ－Ｃレプリカを透過電子顕微鏡によって観察し、表面での組織変化および微視亀裂を調べた。

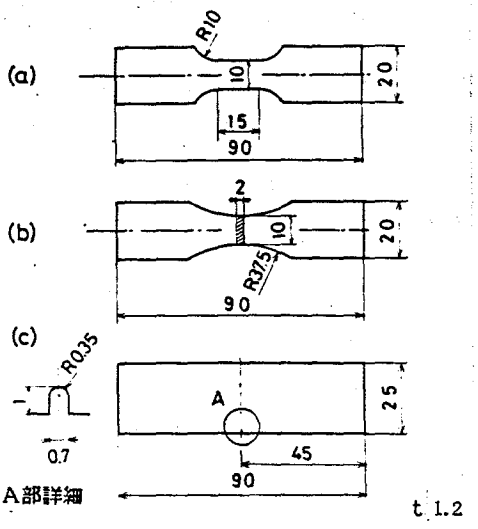


図６－１　引張および平面曲げ疲労試験片の形状
（ａ）引張試験片　（ｂ）平滑疲労試験片
（ｃ）切欠疲労試験片

一方、試験片の片面をフロンマスクにより保護した後、もう一方の面から電解研磨することにより試験片最表面層の薄膜を作成し、組織を透過電子顕微鏡で観察した。使用した透過電子顕微鏡はＪＥＯＬ２００Ｂで、加速電圧２００ｋＶで行った。なお、２相ステンレス鋼中のオーステナイト相，フェライト相それぞれの平均結晶粒径は４．２μｍ，７．６μｍで時効材のそれらは８．６μｍ，１３．９μｍとなっている。用いた疲労試験機は島津製万能疲労試験機ＵＦ－１５型である。

６－３　実験結果および考察

６－３－１　引張による表面組織の変化

疲労挙動解明を容易にするため表面観察の結果を含めながら、もう一度、引

張による組織変化をまとめておく。図６－２に溶体化処理材と時効材の応力－ひずみ曲線の一例を示すが、時効することによって降伏，引張強度ともに大きくなり、伸びは多少減少する。これは母相であるフェライト相で高Ｃｒ相の析出が生じ[11]、らせん転位のパイエルス応力が上昇したためであると考えられた[12]。そのためフェライト相の変形はすべり様式から双晶へと変化する傾向を持つと予想されるが、破面観察から室温の変形では双晶変形が生じないことが分かった。図５－３は溶体化処理材を変形したときの表面すべり線の様子を調べたもので、(a)は変形前，(b)は７％、(c),(d)は１５％での表面レプリカ観察結果の一例を示している。変形度の小さい時にはオーステナイト相、フェライト相共にすべり帯は観察されないが７％程度になるとオーステナイト相で一方向の直線的すべり帯が見られ、さらに変形度が増すと二重すべりが起きる。一方、フェライト

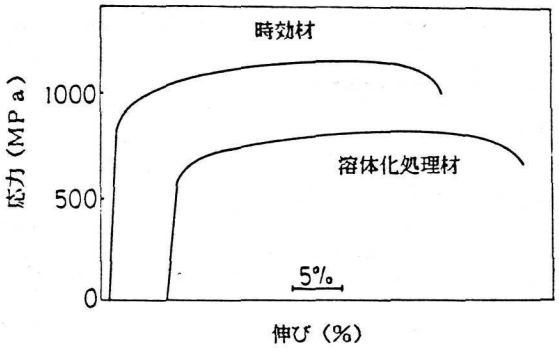


図６－２　応力、ひずみ曲線

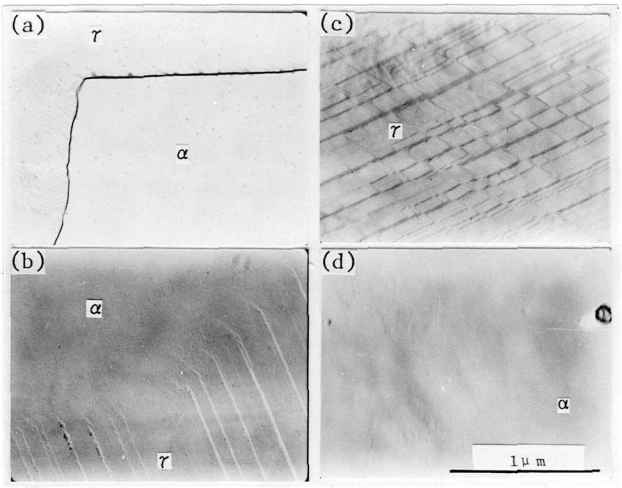


図６－３　引張変形材の表面トポグラフ
（ａ）ε＝０％　，（ｂ）ε＝７％
（ｃ）ε＝１５％，（ｄ）ε＝１５％

相では１５％に達しても変形している様子は伺えない。時効材についてもほとんど同様の傾向であった。しかし内部組織観察した結果（第４章図４－１６参照）では、フェライト相でもオーステナイト相と同程度の変形をしていることが分かった。また組織の特徴としてオーステナイト相には転位が平面的な配列をしているのが見られるのに対して，フェライト相では転位が比較的均一に分布していた。オーステナイト相とフェライト相の表面すべり線の様子の相違はこのような内部組織に起因しており、フェライト相ですべり帯が見られなかったのは転位の交差すべりが活発で平面的配列を起さないからであった。このオーステナイト相における二重の平面すべりによる表面での大きなすべり段差が疲労に大きく影響することが考えられる。

６－３－２　Ｓ－Ｎ　曲線

溶体化処理材と時効材のＳ－Ｎ曲線を図６－４に示す。溶体化処理材の平面曲げ疲労強度は約３２０ＭＰａであり、時効材では約４５０ＭＰａと40％近く溶体化処理材より高くなっている。また疲労寿命も時効材の方が約１桁延びている。疲労は前述したように疲労亀裂の発生とその伝播の２つの過程を含むので、時効材の疲労限度の上昇や寿命の延伸はそのどちらかの過程が遅延するためと考えられる。そこで切欠き材の疲労試験を実施した。図６－５はその結果で溶体化処理材，時効材の疲労限はと

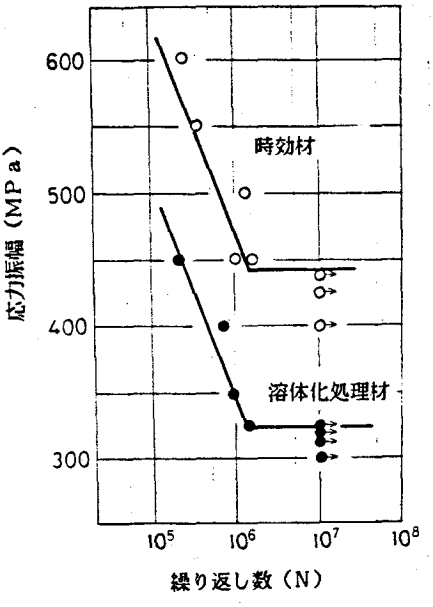


図６－４　Ｓ－Ｎ曲線

もに約２６０ＭＰａであり、寿命についてもほとんど同じである。また、図６－６は亀裂長さと繰り返し数との関係を示したもので、これから亀裂の伝播挙動には両者の差はないことが分かる。

以上のことから溶体化処理材と時効材とで疲労挙動は異なるが、その原因は疲労亀裂の伝播過程ではなく亀裂発生過程にあると思われる。

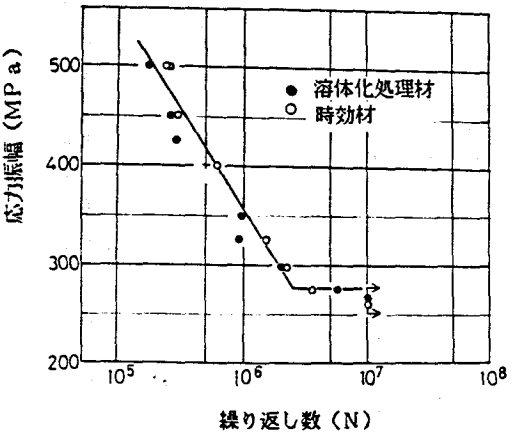


図６－５　切欠材のＳ－Ｎ曲線

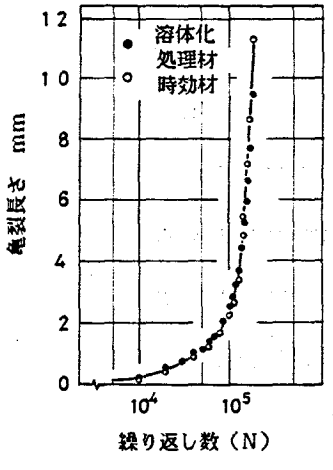


図６－６　亀裂伝播速度（σ_a=490MPa）

６－３－３　表面トポグラフィ

疲労亀裂の発生挙動を調べるため溶体化処理材，時効材をそれぞれ高繰り返し応力（Ｎｆ　＝２ｘ１０^5）と低繰り返し応力（Ｎｆ　＞1x10^7）を負荷し所定の繰り返し数後試験を中断しレプリカを採取し、透過電子顕微鏡によって観察した。まず高応力レベルでの結果を示す。図６－７は溶体化処理材の表面組織変化を示している。疲労初期の例はここには示していないがオーステナイト相では引張表面でも見られたような直線的すべり帯が見られた。一方、フェライト相では観察範囲内ではすべり帯は全く見られず、またオーステナイト相－フェライト相境界も注意して観察したが亀裂は全く見られなかった。Ｎ／Ｎｆ　＝０．７５（ａ）にもな

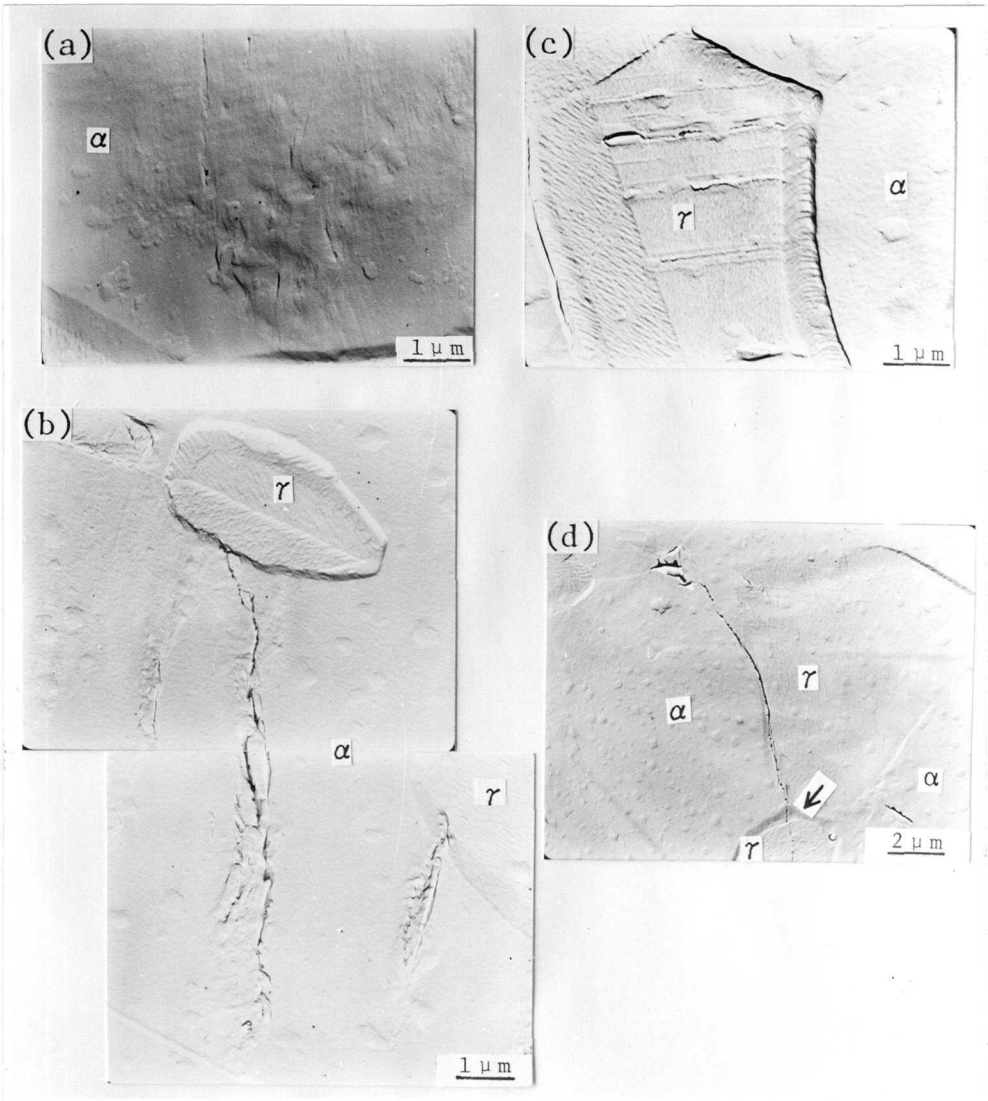


図６－７　疲労過程中の表面形態の変化（溶体化処理材，σ_a ＝４４０ＭＰａ）
（ａ），（ｂ）　Ｎ／N_f ＝０．７５
（ｃ）　Ｎ／N_f ＝０．８８，（ｄ）Ｎ／N_f ＝０．９９

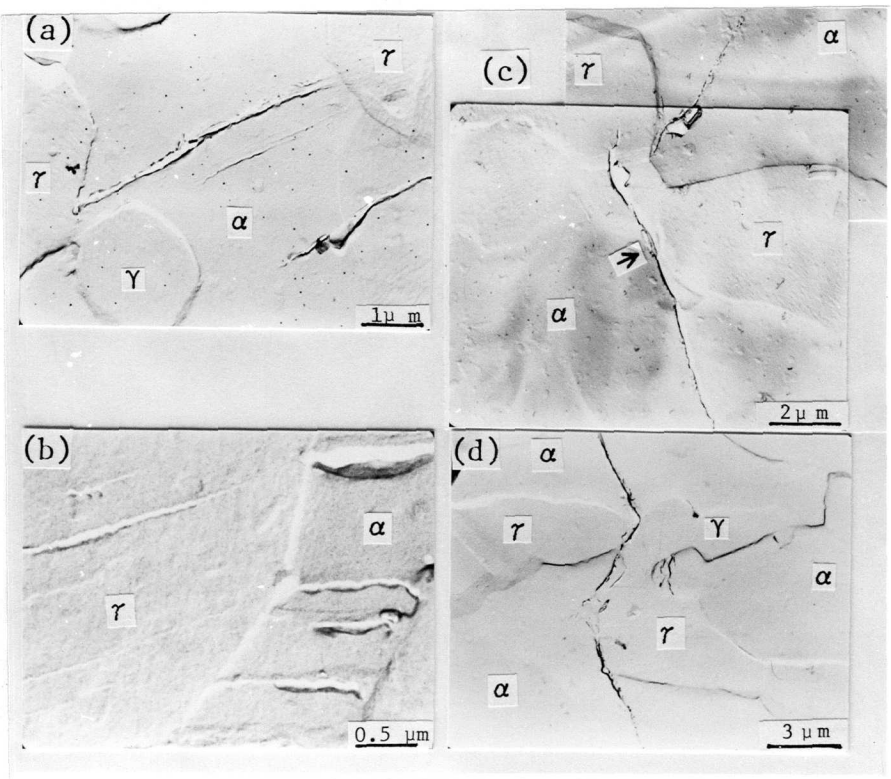


図６－８　疲労過程中の表面形態の変化（時効材，σ_a＝５８８ＭＰａ）
（ａ）　Ｎ／N_f＝０．４０　（ｂ）Ｎ／N_f＝０．４５
（ｃ）　Ｎ／N_f＝０．８５　（ｃ）Ｎ／N_f＝０．９０

ると，フェライト相内で明瞭なすべり帯亀裂が見られるようになるが、この段階での亀裂はフェライト相内を貫通しているが隣接するオーステナイト相でその成長が阻止されていることが分かる。それを図（ｂ）に示した。一方、オーステナイト相内でもすべり帯が亀裂に転化した様子が見られるが（ｃ）、この場合は逆にフェライト相でその成長が阻止されているようである。さらに繰り返し数が増すと（ｄ）フェライト相内の亀裂はオーステナイト相－フェライト

相境界に沿うか、あるいはオーステナイト相を突き破って成長していく様子（図中の矢印）が伺える。次に時効材の結果を図６－８に示す。（ａ），（ｂ）（ｃ），（ｄ）はそれぞれN／Nf＝０．４，０．４５，０．８５，０．９０の場合の表面の変化を示している。これらの結果は溶体化処理材の結果とほとんど同じで、寿命の８５％では（ｃ）中の矢印で示す所でフェライト相内の亀裂がオーステナイト相を突き破って伝播しているのが分かる。時効材では繰り返し応力が高くなっているので疲労の中期でオーステナイト相中にすべり帯亀裂が見られているが、この場合も隣接するフェライト相によって亀裂の成長が阻止されているのが分かる。

次に低繰り返し応力レベルでの結果を示すが、溶体化処理材では亀裂は勿論のことすべり帯も一切見当たらなかった。時効材では図６－９に示すようにオーステナイト相内においてすべり帯亀裂が観察されたが、その成長はフェライト相で阻止されている。

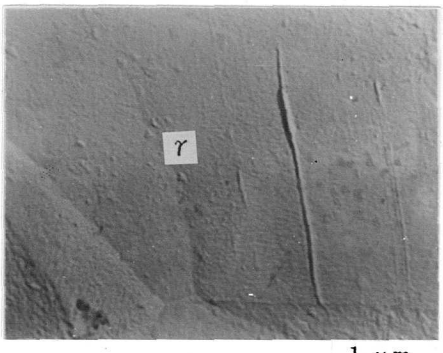


図６－９　オーステナイト相内のすべり帯亀裂
（時効材，σ_a＝４４０ＭＰａ）

以上のような観察結果から、フェライト相が母相となっている２相ステンレス鋼を平面曲げ疲労させた場合の亀裂の発生箇所は主にフェライト相内であり、一方向負荷の場合に段差の高いすべり帯を示したオーステナイト相にも亀裂が発生しないことはないが、その亀裂の成長は隣接するフェライト相によって完全に阻止される。これに対しフェライト相内の亀裂は疲労限度以上の応力レベルで初めて見られる。このフェライト相内亀裂も一旦は隣接するオーステナイト相により止められるが、繰り返し数の増加につれオーステナイト相を貫通して疲労破壊を導く亀裂として

成長していくものと思われる。このことより２相ステンレス鋼の疲労限度は母相であるフェライト相の強度にかなり強く依存していることが分かり、時効材の疲労限度が上昇したのもそのような理由によるものと考えられる。

６－３－４　疲労内部組織の観察

図６－１０に溶体化処理材最表面層の疲労組織変化を示す。繰り返し応力は４００ＭＰａである。（ａ），（ｄ）は破断までの繰り返し数（疲労寿命）に対して２％、（ｂ），（ｅ），（ｆ）は２０％，（ｃ），（ｇ）は４０％の時の組織であり，左列はフェライト相の、右列はオーステナイト相の組織変化の一例を示している。これらの疲労組織と引張変形組織（第４章参照）との相違を列挙すると次にようになる。

（１）疲労初期の転位組織はオーステナイト(d)、フェライト相(a)ともに変形度の小さい引張変形組織と同じである。（２）疲労の中期あるいは後期でもフェライト相では転位のタングルの度合は小さくセル化傾向は全く示さない。一方、オーステナイト相では引張変形の際と同様，平面的な転位配列が見られ、一部で積層欠陥も認められる(e)。（３）疲労中期でフェライト相では転位ループクラスターが見られ(b),(c)、オーステナイト相ではバンド組織に似た転位配列が見られる(f)ことなどであり，これらの転位組織は引張変形では見られないもので疲労特有の組織であると考えられる。(2),(3)で述べた各相における疲労組織は、それぞれ単相鋼の低繰り返し応力レベルでの疲労組織に類似したものである[13]。以上の観察結果から，本２相ステンレス鋼では疲労被害がフェライト、オーステナイト相のいずれかの相に集中することはないと云える。

６－３－５　初期疲労亀裂の発生挙動について

フェライト相　　オーステナイト相

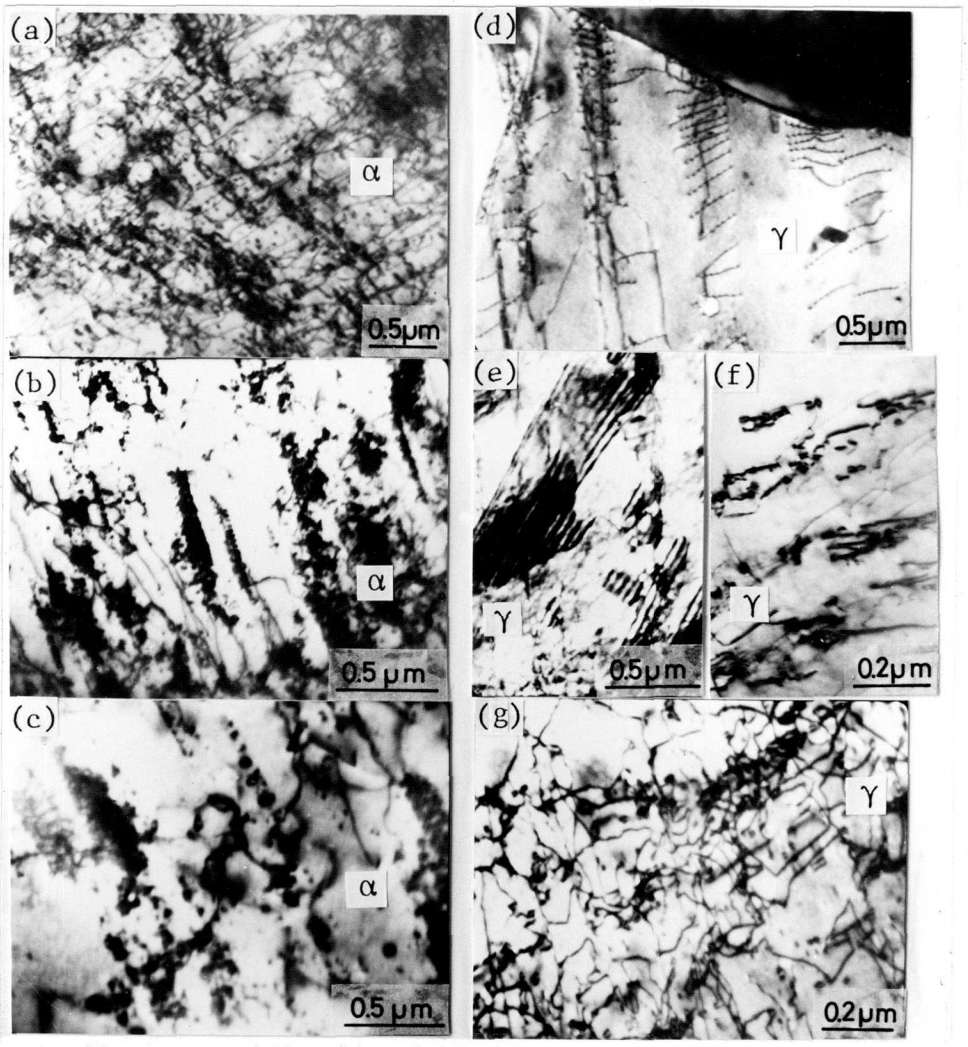


図６－１０　疲労過程中の試験片最表面の透過電子顕微鏡組織変化
（溶体化処理材，σ_a ＝ ４００MPａ）
(a),(d)　N／N_f ＝０．０２，(b),(e),(f)　N／N_f ＝０．２０
(c),(g)　N／N_f ＝０．４０
(a),(b),(c)　…フェライト相
(d),(e),(f),(g)…オーステナイト相

混相鋼の疲労の研究で前出の Haydenら[4]はＩＮ７４４合金（26Ｃｒ,6Ｎｉ 0.5Ｔｉ)を用いた実験で疲労亀裂発生の箇所はＴｉ（Ｃ，Ｎ）であると述べている。また友田ら[5]は本実験に用いたものと組成がほぼ同じであるがＮが含まれていないステンレス鋼で実験し、軟質相であるオーステナイト相中での亀裂の発生が疲労挙動に大きく影響することを示唆している。さらに荻山ら[8]はオーステナイト相－フェライト相界面、あるいは介在物近傍で微細なすべり帯亀裂が発生すると報告している。一方、山田ら[14]のマルテンサイト・フェライト２相鋼の疲労に関する研究のなかで軟質相であるフェライト相に疲労損傷が集中する結果、この相内に優先的に亀裂が発生する事が述べられている。以上の混相鋼はいずれも微細粒組織で硬質相中に軟質相が分散しているものである。ただ友田らが使用している２相ステンレス鋼の成分が本研究で用いたものとは窒素含有量が多少異なっていることには注意すべきである。これについては後で述べる。

ところで疲労亀裂発生に関する比較的新しいモデルが Neumann ら[15]によって提案された。これは疲労亀裂はまず粗大すべりを起こすと同時に２重すべりも起こすことが必要であるというものであり，引張変形でそれらを起こすかどうかを調べることで，亀裂発生の容易さが推測できることも述べられている。この説に従えば本研究の引張試験において、オーステナイト相ではフェライト相にくらべ高いすべり段を生じたことや２重すべりが明瞭に見られたことから，疲労亀裂の発生は当然オーステナイト相で優先的に起きることが予想される。ところが疲労試験結果では図６－７や図６－８で見られたように、オーステナイト相にも確かに亀裂は発生するがその頻度はフェライト相にくらべて高いとは言い難く、またそれが疲労挙動を決定することはないということである。この結果は友田らの研究結果と異なる点である。

この原因については各相中に含まれるＣｒ，Ｎｉなどの組成の相違が考えら

れるが、その中でも特に窒素量が本研究で用いたものと大きく異なるので主にそれについて検討した。（友田らは窒素の分析は行っていないが彼等の硬度測定結果からそれは極微量と推察される。）各相中へのN元素の配分はα－γ平衡理論[16,17,18]から算出できる。その溶質元素のオーステナイト相、フェライト相への配分に関する基礎方程式は次のようである。

$$X\alpha F\alpha + X\gamma F\gamma = A$$

$$RT\ln(X\alpha / X\gamma) = \Delta G \qquad (6-1)$$

ただし　Xα：α相中の溶質元素濃度（ａｔ％）

Xγ：γ相中の溶質元素濃度（ａｔ％）

Fα：α相の体積率

Fγ：γ相の体積率

Ａ　：２相鋼の溶質元素濃度（ａｔ％）

△Ｇ：自由エネルギーの差

Ｒ　：気体定数

Ｔ　：絶対温度（Ｋ）

△ＧはＮでは－４０００ｃａｌ／ｍｏｌである[17]。

これらの式を用いて、２相ステンレス鋼中のオーステナイト，フェライト各相の窒素量を求めたところ、それぞれ０．２２、０．０４ｗｔ％であった。つまり窒素はオーステナイト相にかなり多く含まれていると推算することができる。なお、炭素含有量は窒素に比べて小さいのでその効果は無視する。

ところで降伏強さと結晶粒径とは、次で示す Petch の関係があることは良く知られている。

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y / d^{1/2} \qquad (6-2)$$

ここで　σ_y　は降伏応力、　σ_0は摩擦力、ｄは結晶粒径であり、k_yは材料定

数である。普通オーステナイト系ステンレス鋼，例えばＳＵＳ３１６ではk_y値は約０．２１ＭＰａ・$m^{1/2}$程度 である[19]。ところが鋼中の窒素量が増すにつれてk_y値も大きくなり、０．２wt%にもなるとk_y値は０．６３ＭＰａ・$m^{1/2}$なることが報告されており[20]、窒素はオーステナイト相中の転位を強く固着する働きがあることが分かる。２相ステンレス鋼中のオーステナイト相には窒素が０．２２ wt%含まれていると計算できるので、k_y値も大きくなると予想される。そこで２相ステンレス鋼中のオーステナイト相の降伏応力を、$d=5\mu m$，$\sigma_0=245MPa$[20]，$k_y=0.63MPa\cdot m^{1/2}$として（６－３）式を用いて計算すると$\sigma_y=520MPa$となる。この大きさは図６－２で示したように２相ステンレス鋼の降伏応力にほぼ等しいことが分かる。また引張強さについては積層欠陥エネルギーの小さなオーステナイト相の方がフェライト相に比べて大きいと考えられる。このことは前述した硬度測定結果でオーステナイト相の方がフェライト相に比らべて多少硬いこと、つまり変形抵抗が大きいことからも云えることである。結局、オーステナイト相は窒素によって強化されているので、疲労においてオーステナイト相で亀裂が優先的に発生する理由はなく、また図６－１０より分かるようにフェライト相もすべり変形しているので負荷応力に対して都合のよい方位を持ったフェライト相結晶粒で粗大すべりを起し、亀裂が発生、成長することは充分考えられる。実際、疲労破断直前の亀裂近傍を走査電子顕微鏡によって観察した結果を図６－１１に示すが、フェライト相で粗大すべりが見られている。

一方、時効材ではオーステナイト相の方がかなり軟らかいので、すべり帯亀裂がオーステナイト相内に多く観察されている。しかしこの場合もフェライト相内亀裂は数多く見られているが、同時にフェライト相内にも亀裂が見られている。つまり溶体化処理材で述べたような強度差だけでは時効材での疲労亀裂発生挙動の説明はできないことになる。

時効材ではフェライト相がオーステナイト相の球状化に伴って平均フェライト自由距離の増大が起きており（第４章，表４－３）、その結果、溶体化処理材の場合と同じようにフェライト相内で亀裂が発生したと考えることもできる。さらに粗大化した２相ステンレス鋼溶体化処理材を塑性疲労させた後の疲労破断部近傍の硬度を測定したところ、オーステナイト相ではＨｖ３４６　，フェライト相ではＨｖ２６５となっていた。このことからオーステナイト相は降伏強度も高く、加工硬化性も非常に大きくしかも靱性にも富んでいるということが分かり、時効材でもオーステナイト相内からは亀裂が発生しにくい状況にあることも考えられる。

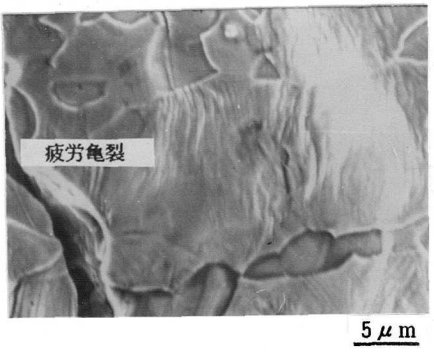


図６－１１　疲労亀裂近傍のすべり帯
（σ_a＝４４０ＭＰａ）

いずれにしても、すべり帯亀裂は上で述べたようにオーステナイト相、フェライト相いずれの相内でも発生するが、オーステナイト相内の亀裂は疲労の初期亀裂にはならないということが分かった。

ところで切欠き材の疲労限度に関して次の関係があることがよく知られている[21,22]。

$$\sigma^m \cdot l = C \qquad (6-3)$$

ここで　σは疲労限度、lは切欠き長さ、Ｃは定数である。オーステナイト系ステンレス鋼ではＣは５５０ＭＰａ^3 ｍ　，ｍ＝３[21]であることが知られているので、時効材の疲労限度を４４０ＭＰａとして（６－４）式に代入すると，l＝約７μｍとなる。溶体化処理材についても同様に計算すると、l＝約１５μｍが得られる。この大きさの意味であるが、これ以下の長さの亀裂は成長

することができないということである。これらの大きさを本２相ステンレス鋼の結晶粒径と比較すると次のことが分かる。溶体化処理材の $\ell = 15\ \mu m$ はオーステナイト，フェライト相いずれの結晶粒径よりも大きい値であること、時効材での $\ell = 7\ \mu m$ はオーステナイト相の粒径（８．６μm）に極めて近くフェライト相のそれは（１３．９μm）かなり大きいことである。このことはオーステナイト相内に発生した亀裂の成長が困難となっている理由の１つとして考えることが出来る。

６－４　結　論

フェライト相体積率約６０％の２相ステンレス鋼の平面曲げ疲労試験を実施し、主に疲労亀裂発生挙動について透過電子顕微鏡レプリカ法、および直接観察法により検討した。その結果、

（１）引張変形した場合、オーステナイト相では直線的な高い段のすべり帯が明瞭に存在し、また変形とともに２重すべりを起す。一方、フェライト相では最大荷重点を越えるまでにすべりの痕跡は見られなかった。しかし内部組織を観察したところ変形初期においてフェライト相内の転位密度は急増していることから微細な波状すべりを起していることが分かった。

（２）上の結果より、疲労ではオーステナイト相において亀裂の発生が優先的に起きることが予想できたが、疲労破壊を導くすべり帯亀裂発生箇所は母相のフェライト相内であった。オーステナイト相が相対的に軟らかい時効材においても同じ結果であった。

（３）オーステナイト相内のすべり帯亀裂は成長しないので破断を生ぜしめる疲労の初期亀裂とはならないが、これはオーステナイト相の結晶粒径がフェライト相のそれに比べてかなり小さいことに関係しているためだと考えられる。またオーステナイト相はフェライト相内に発生した亀裂の成長を阻止する役

割があるが、亀裂長さが充分長いときはその役目を果たさないようである。

（4）時効材の疲労限度は溶体化処理材よりも高くなるが、以上のことより母相フェライト相の強度そのものが上昇しているためであると考えられる。

参考文献

（1）水野誠；防食技術，27,291(1978).

（2）杉本克久；日本金属学会報， 24,156(1985).

（3）幸英昭，工藤 赴 夫，諸石大司；腐食防食協会講演予稿集，93,(1984).

（4）H.W.Hayden and S.Floreen ; Met.Trans., 4,561(1973).

（5）友田陽，立花信好，田名部菊次郎，黒木剛司郎；鉄と鋼，63,962(1977)

（6）C.Amzallag, P.Rabbe and A.Desestret; ASTM.STP 642,117(1978).

（7）例えば 幡中憲治，山田敏郎；材料，25,1134(1976),同25,1180(1976).

（8）萩山博之，佃等，曽山義郎，田村今男；材料，28,312(1978).

（9）J.A.Moskovitz and R.M.Pelloux; ASTM.STP, 133(1978).

（10）小長哲郎，本田和男；材料，16,978(1967).

（11）H.D.Solomon and L.M.Leminson; Acta Met., 26,429(1978).

（12）宮崎亨，中垣正敏，矢島悦次郎；日本金属学会誌，38,70(1974).

（13）S．コサンダ；金属疲労の解析と応用（現代工学社 ,180(1981).

（14）山田邦博，清水真佐男，国尾武，中村宏，高橋秀雄；機械学会論文集 34,31(1968).

（15）P.Neumann ; Acta Met., 17,1219(1969).

（16）W. Hume-Rothery ; 平野賢一訳，鉄鋼物性工学入門（共立出版），81 (1968) .

（17）T.Wada ; Trans.ISIJ , 8,1(1968).

（18）斉藤誠、今村元昭、伊藤幸生；鉄鋼基礎研究会第３回シンポジウム，

181(1981).

（１９）K.J.Irwine, T.GLandman and F.B.Pickering; J I S I , 207, 1017 (1969).

（２０）深瀬幸重，江波戸和男，津田正臣；鉄と鋼，57,S161(1971).

（２１）N.E.Frost; J.Mech.Eng.Sci.,5,15(1963) and ibid ,6,203(1964).

（２２）小林英男，中沢一；機械学会論文集，33,254(1967).

第７章　２相ステンレス鋼の耐食性および腐食疲労挙動

７－１　緒言

オーステナイト系ステンレス鋼は諸性質が優れているため広く装置材料として使用されていることは周知の事である。しかしながらＣｌ⁻ イオンを含む環境中で局部腐食や応力腐食割れを起すという致命的な欠点がある。一方、近年になって AOD 法(Argon Oxygen Decarburization process)や VOD 法(vacuum Oxygen Decarburization Process)といった精練法の発展によって低Ｃ，Ｎ 高Ｃｒのフェライト系ステンレス鋼が開発され、靱性も高く、応力腐食割れに対して強いという利点を持つため装置材料として使用され始めている[1]。しかし加工性や耐食性にまだ問題が残っていると云われている[2]。

２相ステンレス鋼はオーステナイト相とフェライト相とが微細に混合しているものであり、上述した精練法の進歩とあいまって低Ｃ化したものは耐孔食性に富んでおり、さらに高Ｎ化したものでは強度も高いためＣｌ⁻ イオンを含む環境中での耐応力腐食割れ用材料として実用化されている。また耐酸性についてもＳＵＳ３１６鋼に匹敵する[3] など耐食性全般についても良好な鋼種である。さらに低Ｎｉで安価であるなど数多くの利点を持っているが、第２章でも述べたように加熱されると組織変化を起し易いという最大の欠点がある。これが機械的性質のみならず耐食性にも大きな影響を及ぼすことは必至である。

ところで２相ステンレス鋼の耐食性についての報告は数多く見られるがそのほとんどは組成や第２相の体積率の影響について調べたものである[4,5]。実際の使用にあたっては高強度を得るための加工処理[6]や溶接といったプロセスが入ってくるのは避けられない。しかし組織変化の観点からの研究は多くはない[7][8]。応力腐食割れ（ＳＣＣ）は環境と材料とが特定の組合せのときに生じる現象であるのに対して，腐食と繰り返し荷重を同時に受ける腐食疲労は

ＳＣＣとは異なりそのような限定がなく常に起りうるものである[9]だけに重要である。２相ステンレス鋼の大気中での疲労ではフェライト相の亀裂発生が重要であることを前章で述べたが、Cl^- イオンを含む腐食環境では孔食等のピットからの亀裂の発生も予想される。

この章では２相ステンレス鋼の耐食性に及ぼす加工や加熱処理の影響を調べるとともにCl^- イオンを含む環境中での腐食疲労を実施し、その挙動についてオーステナイト系ステンレスおよびフェライト系ステンレス鋼と比較することによって検討した。

７－２実験方法

供試材は２相ステンレス鋼（ＳＵＳ３２９Ｊ$_1$），フェライト系ステンレス鋼（ＳＵＳ４４４），およびオーステナイト系ステンレス鋼（ＳＵＳ３１６，ＳＵＳ３０４）である。以下省略してそれぞれを２相鋼、フェライト鋼、316型鋼、３０４型鋼と称する。それらの化学組成を表７－１に示した。フェライト鋼は１０２３Ｋで３０分間加熱後炉冷し、その他は１３２３Ｋで３０分間加熱後、水冷した。耐食性に及ぼす加工の影響を調べるためには、圧延加工を施し、また時効の影響を調べるためには時効温度を１０２３Ｋと７４８Ｋとして最高１０００時間時効した。腐食疲労試験に用いた供試材の光学顕微鏡組織を図７－１に示す。耐食性試験として孔食および全面腐食試験を行った。全面腐食試験のための腐食液にはＪＩＳ－Ｇ０５９１に定められている５％硫酸沸騰

表７－１　供試材の化学組成（ｗｔ％）

材料	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	N
２相鋼	0.015	0.53	0.38	0.024	0.012	4.26	24.70	1.78	0.14
３１６型鋼	0.054	0.67	1.38	0.030	0.005	11.16	17.31	2.214	0.33
３０４型鋼	0.06	0.65	0.95	0.023	0.011	8.70	18.32		
フェライト鋼	0.017	0.51	0.27	0.028	0.005	0.22	18.33	2.03	

液を使用し、６時間浸漬した後の腐食減量で評価した。孔食試験は１０％$FeCl_3 \cdot 6H_2O$＋０・５Ｎ・ＨＣｌの３３３Ｋ溶液を用い、同じく腐食減量を測定した。さらに３％ＮａＣｌや２０％ＮａＣｌといった実環境に近い溶液での各材料の耐孔食性は、ポテンショスタットを用いてアノード分極曲線を求めて、その孔食電位で比較した。使用したポテンショスタットは島津製ＰＳ２型であり、電解槽は図７－２に示すように試料極，白金対極，および塩橋を備えている。参照電極として飽和カロメル電極を使用した。試料はエメリー紙で研磨後、フロンマスクにより１０ｘ１０ｍｍの窓枠を設けた。アセトンで脱脂後、槽中に固定し、－２．０ｍＶから貴な電位方向に自動的に変化させてアノード分極を行った。電位の掃引速度は50ｍＶ／ｍｉｎであった。疲労過程中の孔食電位は、ある繰り返し後、試料を試験装置からはずして電解槽内で測定した。腐食疲労試験は孔食を促進させる意味で空気飽和[10]させた３％ＮａＣｌや２０

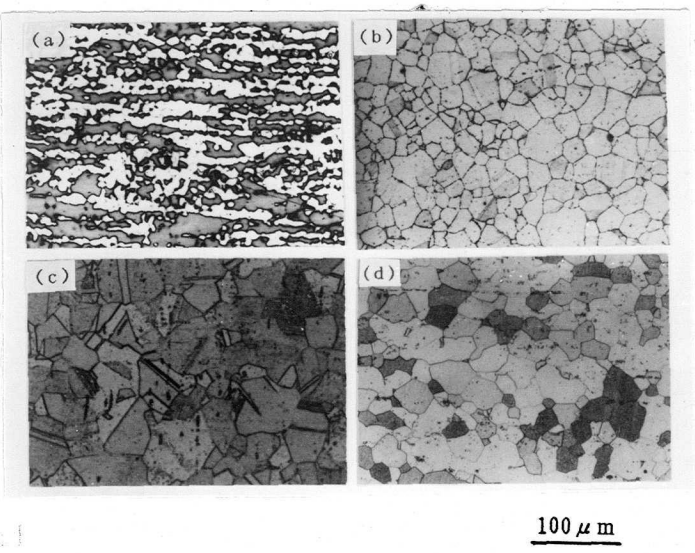


図７－１　供試材の光学顕微鏡組織
（ａ）２相鋼　（ｂ）３１６型鋼
（ｃ）３０４型鋼　（ｄ）フェライト鋼

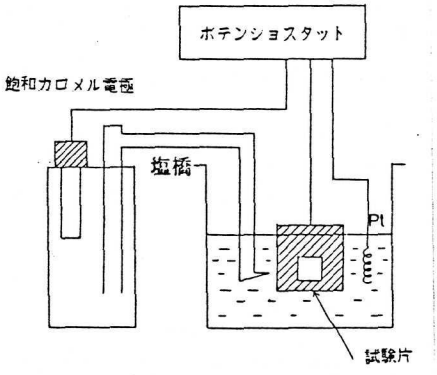


図７－２　孔食電位測定装置

%ＮａＣｌ溶液、あるいは０．１ＮのＨＣｌ溶液中で行った。疲労試験装置の概略を図７－３に示す。試験片と治具との間に電気化学的作用が生じるのを避けるためエポキシ樹脂により絶縁している。液温は 300,325,325 Ｋと変化させたが，温度は循環式サーキュレーターを用いて制御した。疲労試験片形状は図７－４に示すような平滑および切欠き試験片である。疲労試験は片振り引張様式で応力比はすべて０．１であり、繰り返し速度は３０Ｈｚであった。

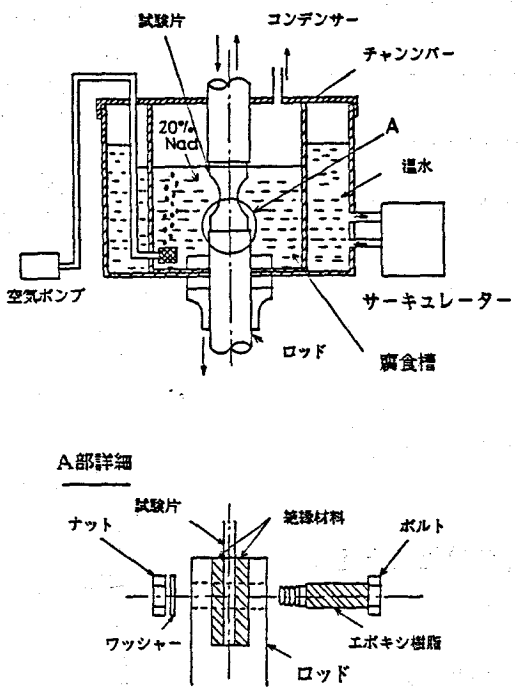


図７－３　腐食疲労試験装置概略図

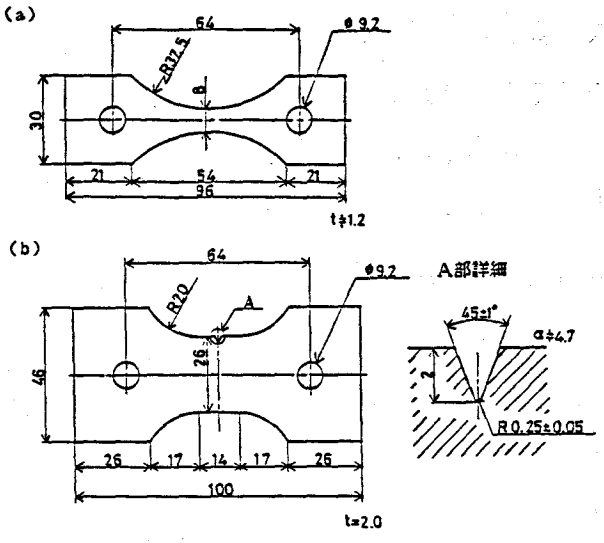


図７－４　疲労試験片形状と寸法
（ａ）平滑試験片（ｂ）切欠試験片

７－３　結果および考察

７－３－１全面腐食試験

図７－５は各種ステンレス鋼の全面腐食試験結果を示している。また図

７－６には試験後の表面の光学顕微鏡組織を示した。硫酸などの非酸化性酸に対して顕著な効果のあるＮｉを含んでいないフェライト鋼では耐食性が悪く,次いで 304型鋼，316型鋼、２相鋼の順に耐食性が良くなっている。３１６型鋼にはＭｏが添加されている上にＮｉ含有量も高いため３０４型鋼に比べて耐食性が良い[9]。２相鋼は最も耐食性に富んでいるが、一般に組成に勾配がある場合に、その部分で局部電池が形成されるため耐食性は良くないとされている。しかも２相鋼にはフェライト相が約６０％近く含まれているにもかかわらず最も耐食性が優れていたことは予想外であった。しかし２相鋼中のフェライト相中のＣ％は約０．００３wt％程度であると推算でき、フェライト鋼の０．０１７ｗｔ％に比べてかなり低く、逆にＣｒ量が２７％と高いのでフェライト鋼とは同等には扱えないと思われる。全面腐食の耐食性はＮｉ，Ｃｒの絶対量で評価できるとの報告があり[11]、またＮの添加が効果的であるとも云われている[12, 11, 7]ので２相鋼の耐食性が良かったものと思われる。

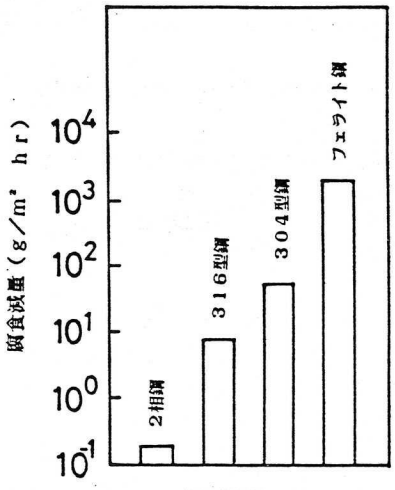


図７－５　各種ステンレス鋼の全面腐食試験結果

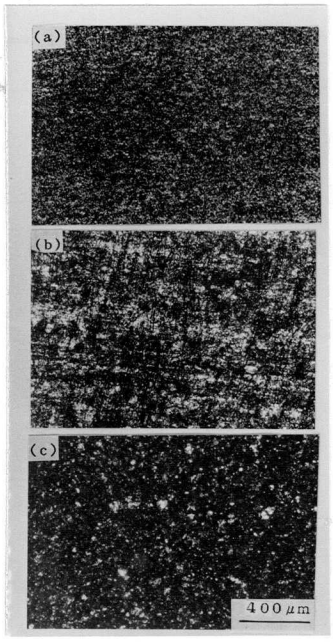


図７－６　腐食後の光学顕微鏡組織
（ａ）２相鋼　（ｂ）３１６型鋼
（ｃ）フェライト鋼

７－３－２　孔食試験

各種ステンレス鋼の孔食試験結果を図７－７に示し、試験後の組織を図７－８に示した。普通、高Ｃｒステンレス鋼はオキシ水酸化クロム（ＣｒＯＯＨ）に近い組成を持つ酸化物である不動態膜により表面が保護されている。何等かの原因によって不動態皮膜の一部が破壊され新生面が露出しその部分が溶解して局部的に腐食が進行することを孔食と呼ぶ。孔食にはＣｌ⁻イオン[13]や温度[14]といった環境的因子と、成分元素、組織などの材質的因子[15]が影響する。環境因子はさておき材質的因子についてこれまでに分かっていることは、（１）Ｃｒ量の増加と共に耐孔食性は増し、特に３０％Ｃｒ以上では耐孔食は著しく改善されること、（２）Ｎｉも効果があるがＭｏの添加はかなり有効であり、Ｃｒとの複合添加はさらに有効であること、（３）Ｎも耐孔食性を改善すること、（４）Ｃは固溶状態では問題はないが炭化物として析出すると有害となること、あるいは（５）オーステナイト相中のフェライト相の存在は耐孔食性を下げることなどである[16,17]。これらの事実を考慮して試験結果を検討した。

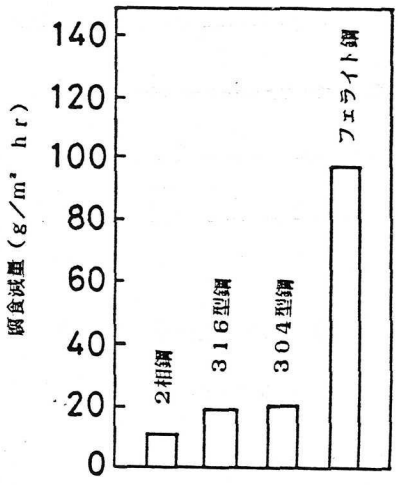


図７－７　各種ステンレス鋼の孔食試験結果

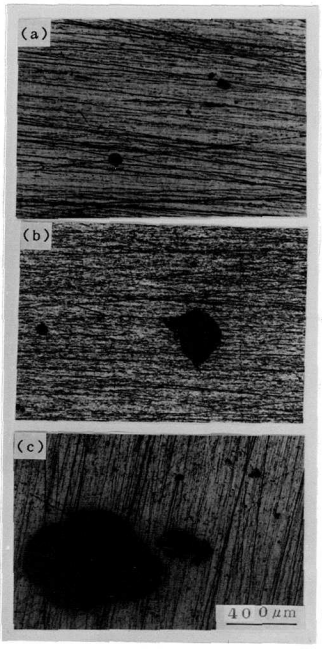


図７－８　孔食試験後の光学顕微鏡組織
（ａ）２相鋼　（ｂ）３１６型鋼
（ｃ）フェライト鋼

フェライト鋼はＣｒ量が低いため耐孔食性は低く、次いでＮｉの添加されている３０４型鋼、ＮｉとＭｏが添加されている３１６型鋼、２相鋼の順に耐孔食性が良くなっている。２相鋼中のフェライト相には第２章で述べたようにCrやＭｏが富化されており、逆にＣが低くなっているので耐孔食性は非常に良いことが考えられる。また２相鋼中のオーステナイト相については３１６型鋼よりＭｏ，Ｎｉ量は低く、Ｃｒ量が高くなっているので２相鋼，３１６型鋼のどちらの鋼が耐孔食性に富んでいるのかは成分からははっきりと云えない。しかし、３１６型鋼や３０４型鋼では図７－１で分かるように急冷にもかかわらず粒界にクロム炭化物と思われる析出物が見られている（$Cr_{23}C_6$の溶融温度は１８５３Ｋである[18]）のに対して、２相鋼では透過電子顕微鏡で見ても析出物は観察されず（第２章図２－１３参照）、また、たとえ析出物があったとしても、粒径が細かく相境界や粒界の占める面積が大きくなっているので析出物は非常に微細で、しかも不連続な形態を持っていると考えられる。このことが２相鋼の耐孔食性の優れている理由と考えられる。

次にアノード分極曲線におよぼすＣｌ⁻イオン濃度、および液温の影響を調べた一例を図７－９に示す。普通、鋼では図７－１０に示すように電位が貴になるにつれ活性，不動態，孔食の過程を示すが、２相鋼では明らかな活性域は見られず

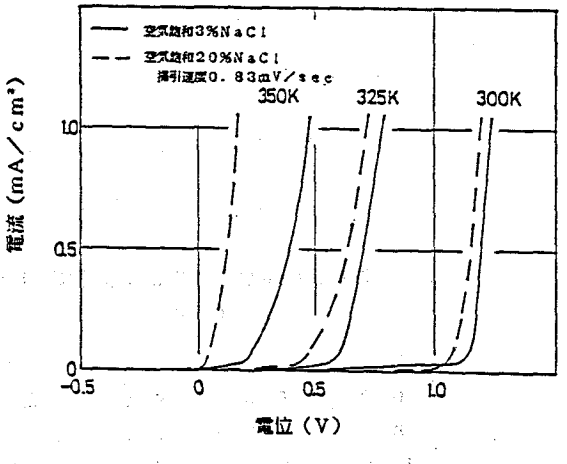


図７－９　２相鋼のアノード分極曲線

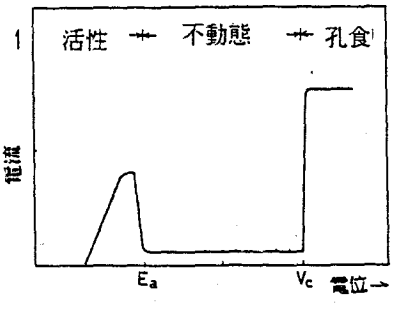


図７－１０　ステンレス鋼のアノード分極曲線

ある電位に達すると、急に大きな電流値を持つようになることが分かる。このように電流が立ち上がる電位は孔食電位、あるいは貫通電位と呼ばれるが、それはCl^-イオン濃度や液温が高くなるにつれ卑な電位方向に移行していることが分かる。つまり耐孔食性が低下していることを示している。ここで電流密度が0．1mA／cm^2となる電位を孔食電位とし、各種材料の孔食電位に及ぼす液温，NaCl濃度の影響を調べたのが図7－11である。どの材料も2相鋼の場合と同じ傾向があることが分かり、また孔食電位は2相鋼＞316型鋼＞フェライト鋼＞ 304型鋼となっている。これと先ほどの浸漬試験結果との違いは後の2つのステンレス鋼の順番が変わっているだけであり2相鋼の耐孔食性が優れていることに違いはなかった。

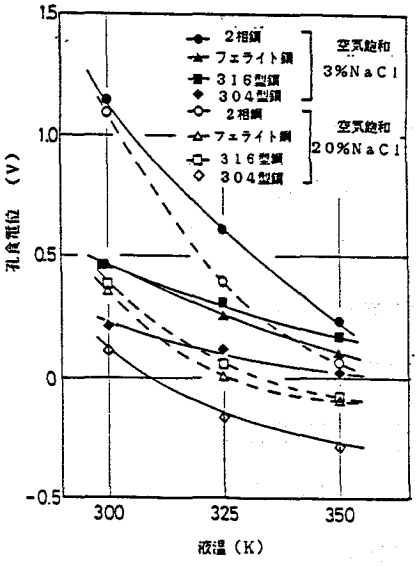


図7－11　孔食電位と液温，Cl^-イオン濃度の関係

7－3－3　耐食性に及ぼす加工と時効の影響

先ず全面腐食試験結果について述べる。一般的に炭素鋼を加工した場合には溶液のpH値が低いときに限って（pH〈4）耐食性が劣化すると云われているが[9]、ステンレス鋼ではほとんど加工の影響を受けないと云われている[9]。表7－2は2相鋼と304型鋼を室温で0，20，60％圧延加工したときの耐食性を調べた結果を示したが，2相鋼では耐食性の劣化はほと

表7－2　2相鋼と304型鋼の腐食減量
（g／m^2 hr）

加工度（%）		0	20	60
全面腐食	2相鋼	0.2	0.3	0.0
	304型鋼	59.8	398.6	552.8
孔食	2相鋼	3.7	5.5	5.5
	304型鋼	19.8	35.3	42.3

んど見られず、３０４型鋼の場合はかなりの耐食性の低下を示していることが分かる。３０４型鋼の７０％断面減少圧延材のα'マルテンサイト生成量を調べたところ、２７％ものα'マルテンサイト相が加工によって誘起されていた。一方、２相ステンレス鋼では第３章で述べたように、室温の変形では変態が起きていない。オーステナイト鋼では同じ組成の変態相（マルテンサイト相）が混在しても耐食性は劣化しないという報告もある[19]が、実験結果をみる限り、α'マルテンサイト相の生成が304型鋼の耐食性の低下に関係していると考えられた。

次に２相鋼を７４８Ｋで時効したものの耐食性を調べた結果を図７－１２に示した。時効時間が２５時間までは耐食性の劣化はないが、それ以上の長時間になると耐食性がかなり急激に低下することが分かる。さて耐食性は組織変化と関係していることは云うまでもない。そこで図７－１３は１００時間時効材の試験前と試験後でのＸ線プロファイルの変化を調べた結果である。オーステナイト相{111}面からの反射強度が腐食後には相対的に強くなっているが、それはＸ線の相対強度比は体積率と密接に関係していること[20]から、２相鋼中のフェライト相

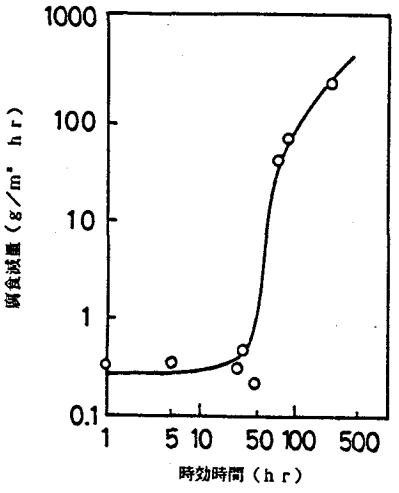


図７－１２　２相鋼の全面腐食に及ぼす７４８Ｋ時効の影響

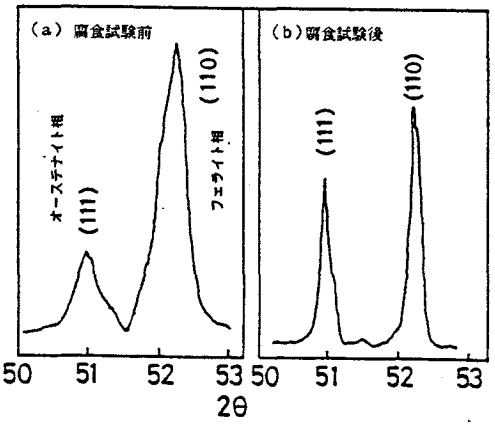


図７－１３　７４８Ｋ１００時間時効材の腐食試験前後のＸ線回折パターン

が優先的に溶解したためと思われる。また図７－１４にその試験片表面の走査電子顕微鏡組織を示したが、繊維状組織であるオーステナイト相が溶解せずに残っていることが確認される。つまり時効することによって２相鋼の耐食性が

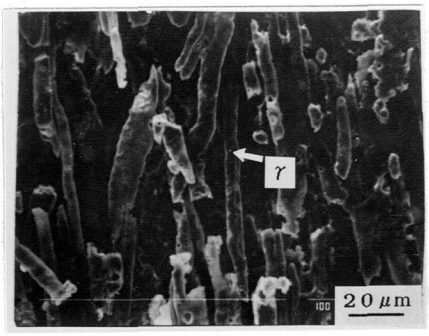


図７－１４　７４８Ｋ１００時間時効材の腐食後の表面観察

低下するのは２相鋼中のフェライト相の耐食性が低下しているためである。フェライト相はすでに述べたように７４８Ｋ時効でＣｒ－poor相とＣｒ－rich相が隣接して析出しているため非常に大きな濃度の勾配ができていることが腐食速度が大きくなる原因と思われる。

図７－１５は孔食試験結果を示した。この場合も時効時間が長くなるにつれ耐孔食性も低下している。孔食ピットの発生場所は非金属介在物（例えばＭｎＳ）に関係すると云われている[21]。また粒界付近にクロム炭化物の析出にともなうクロム固渇域も例外ではないと云われている。つまりＣｒ－ｐｏｏｒ相では不動態皮膜が弱いためＣｌ⁻イオンの侵入が容易となり耐孔食性が低下したものと考えられる。

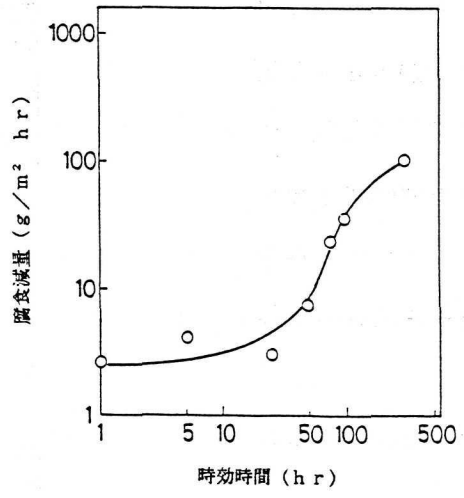


図７－１５　２相鋼の孔食に及ぼす７４８Ｋ時効の影響

次に１０２３Ｋ時効材の耐食性について調べたのが図 7-16で、1023Kで最高１０００時間まで時効したときの全面腐食試験結果を、また図７－１７には孔食試験結果を示す。１０２３Ｋで時効すると、フェライトーオーステナイト相界面のフェラ

イト側に高Ｃｒの金属間化合物であるσ相が析出するが、その周りではＣｒ濃度が低下するのでそこに局部電池が出来、さらに不動態膜も弱いため耐食性が低下したものと思われる。

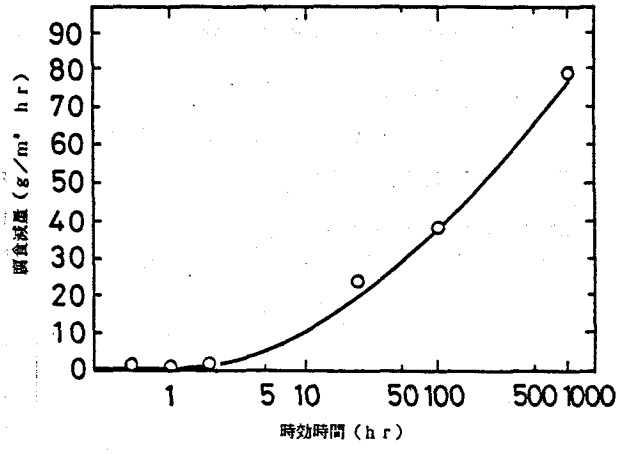


図７－１６　２相鋼の全面腐食に及ぼす 1023K 時効の影響

７－３－４　２相ステンレス鋼の腐食疲労試験

すでに得られている各ステンレス鋼の大気中の疲労限度、引張強さ、疲労限度比を表７－３に示す。２相鋼は疲労限度が高いが疲労限度比はフェライト鋼より小さい。また耐食性試験結果でも２相鋼は他のステンレス鋼に比べて最も優れていた。これらは２相鋼が微細結晶粒組織となっていることや固溶元素がオーステナイト相，フェライト相にうまく配分していることに深く関係していると考えられた。従って２相鋼は腐食環境での疲労に対してもその特徴を発揮するものと期待できる。そこでＣｌ⁻イオンを含む環境での２相鋼の腐食疲労挙動を３１６型鋼，３０４型鋼およびフェライト鋼を比較材として用いることにより検討した。図７－１８は２相鋼および３０４型鋼を空気中，水道水中，３％ＮａＣｌ溶液中および０．１Ｎ塩酸溶液中の各

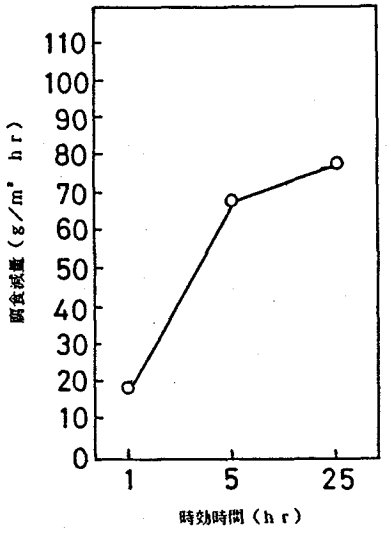


図７－１７　２相鋼の孔食に及ぼす1023K 時効の影響

雰囲気で疲労した結果を示す。なお記号p，vはそれぞれ平滑および切欠試験片である。２相鋼の平滑材は３０４型鋼に比べ高い疲労限度を有しており、３％ＮａＣｌ溶液中でも空気中と変わらない。一方、３０４型鋼の疲労限度は空気中と水中とでは変わらないが３％ＮａＣｌ溶液中では疲労限度の大きな低下が見られる。また切欠を付けた２相鋼の疲労強度は不動態膜が破れ易い状態であるにもかかわらず、空気中のものとほとんど変わらないことが分かる。しかし塩酸中ではノッチ底の溶解のため疲労限度は大きく低下しているのが分かる。これらの結果はまさに耐食性試験結果と対応しているように思われる。腐食環境の苛酷なＨＣｌ溶液中では２相鋼の疲労限度もかなり低下していることが分かる。

表７－３　各種ステンレス鋼の大気中の機械的性質

	硬度 Hv	降伏強さ MPa	引張強さ MPa	疲労限度 MPa	疲労限度比
2相鋼	230	463	720	490	0.68
フェライト鋼	191	424	579	430	0.74
316型鋼	145	269	599	390	0.65

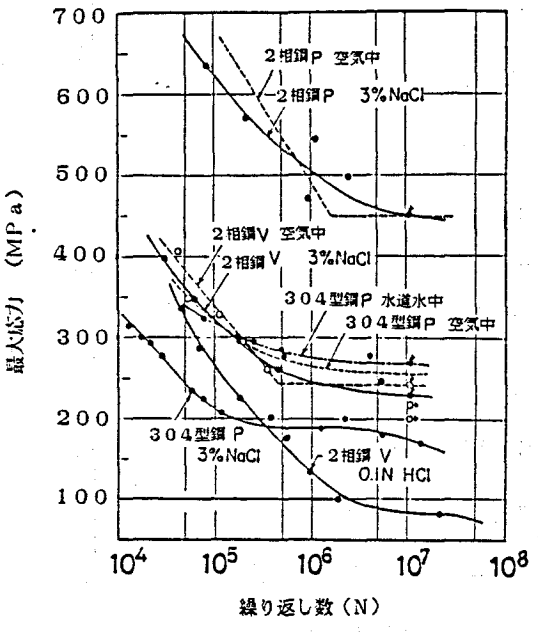


図７－１８　２相鋼と３０４型鋼の腐食疲労強度
（ｐ＝平滑材，ｖ＝切欠材）

空気飽和の２０％ＮａＣｌ溶液中、３００Ｋでの疲労試験結果を図７－１９に示す。どのステンレス鋼も疲労限度が明瞭でなくなるとともにＮ＝１x10^7回における疲労強度は大気中のものに比べて明らかに低下している。Ｎ＝１x10^7回における疲労強度の大気中の疲労限度に対する低下率を示したのが表７

－４である。２相鋼は４％の低下に止まっているのに対してフェライト鋼では９％、316 型鋼では実に１５％も低下している。前述したように２相鋼はその孔食電位が最も高く、３１６型鋼、フェライト鋼の順に低下していた。しかしながら疲労限度の低下は３１６型鋼が最も大きかった。ところで腐食環境での疲労限度の変化は不動態膜の安定性と大いに関係すると云われている[22]。すなわち疲労中での不動態膜の破壊を起こし易さが、疲労限度の低下と密接に関係すると推察される。そこで各ステンレス鋼の腐食疲労中の孔食電位の変化を調べたのが図７－２０である。同時にビッカース硬度測定も行っている。どの材料にも

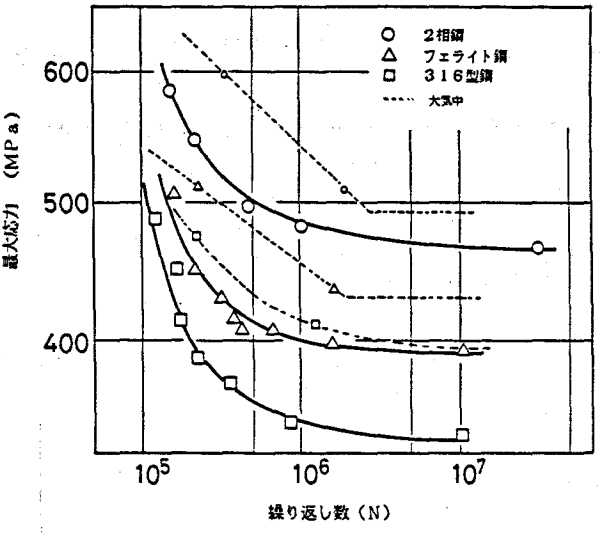


図７－１９　２０％ＮａＣｌ溶液中のＳ－Ｎ曲線

表７－４　各ステンレス鋼の腐食環境による疲労限度の低下

材料	大気中疲労限度	２０％ＮａＣｌ中疲労限度	低下率
2相鋼	490 MPa	470 MPa	4%
フェライト鋼	430	390	9
316型鋼	330	330	15

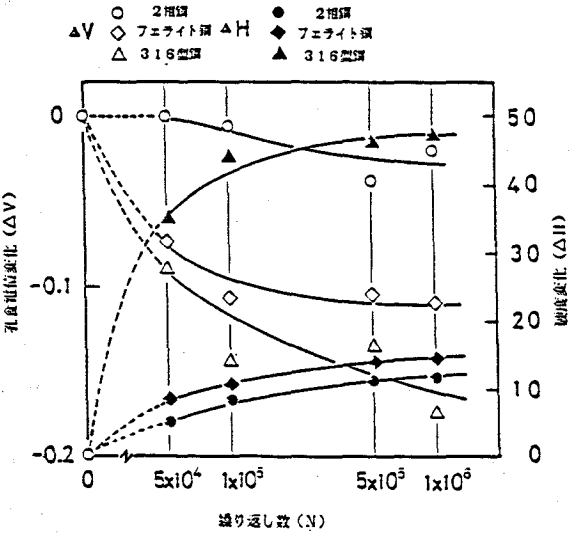


図７－２０　腐食疲労過程中の孔食電位と硬度の変化

破断寿命がN＝１ｘ１０^{6} 回であるような応力を負荷している。図から分かるようにどのステンレス鋼も繰り返し数の増加につれ孔食電位は卑な方向に移行しており、硬度は上昇している。３１６型鋼は孔食電位，硬度ともにかなり大きな変化を示している。つまり疲労限度の大きな低下は、孔食電位が疲労中に大きく卑な方向に移動したのが原因であると云える。ところで図７－２１は大気中での疲労損傷曲線を示したものである。この曲線は次のようにして求めている。すなわち疲労限度以上のある初期応力で、ある繰り返し数疲労させ、次に疲労限度まで応力を下げて１０^{7} 回疲労させる。それで破断しなかった場合には同じ初期応力でさらにある期間疲労させ再び疲労限度の応力で疲労させる。そして疲労限度の応力で１０^{7} 回までに破断を起すようになる初期応力での最大繰り返し数をプロットする。初期応力を変えた場合も同じ方法でプロットすることにより損傷曲線を求めている。つまり損傷曲線は材料の致命的な破損、つまり破断を導くような亀裂の発生を意味している。同様にして20％ＮａＣｌ溶液中での疲労損傷曲線を調べた。その結果をまとめたのが表７－５で、全寿命に対する損傷を受ける繰り返し数の比を大気中と20％ＮａＣｌ溶液中とで比較したものである。いずれの場合も大気中に比べて20％ＮａＣｌ溶液中では亀裂発生までの繰り返し数は小さくなっていることが分かる。この比は３１６型鋼では小さくフェライト鋼で大きくなっている。腐食疲労強度の低下はこのように疲労亀裂発生の容易さに関

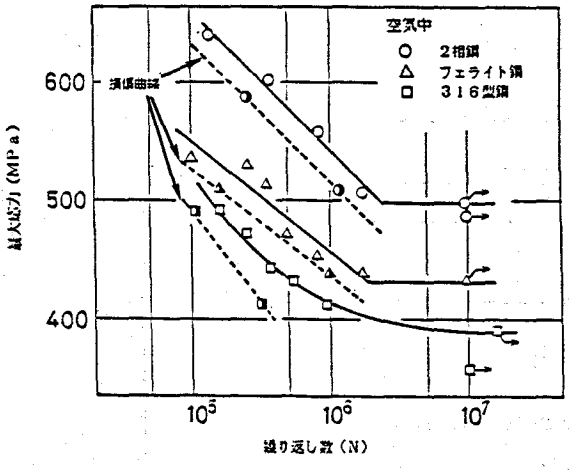


図７－２１　各種ステンレス鋼の疲労損傷曲線

係していることが分かった。そこで疲労過程中の表面のすべり線を観察した。

表７－５　全寿命に対する亀裂発生までの繰り返し数比

応力レベル	高		低	
材料	N_d/N_f	N_{cd}/N_{cf}	N_d/N_f	N_{cd}/N_{cf}
2相鋼	0.66	0.43	0.65	0.41
フェライト鋼	0.72	0.66	0.73	0.59
316型鋼	0.68	0.60	0.66	0.38

N_d,N_{cd} はそれぞれ大気中、20%NaCl水中で疲労損傷を受けた時の繰り返し数

N_f,N_{cf}　はそれぞれ大気中、20%NaCl水中での疲労寿命

図７－２２は腐食疲労限度直上の応力を負荷した３１６型鋼、フェライト鋼、２相鋼を、$N=1\times10^6$ 回疲労させ、それらの表面を走査電子顕微鏡によって観察したものである。316型鋼はすべり線は直線的でありすべりのステップが大きく、フェライト鋼は比較的曲線的ですべりステップも小さい。一方、２相鋼ではすべりが非常に微細であるためか、すべり線は見られない。このように３１６型鋼では疲労によって大きなすべり段差が形成され、すべり段差の部分で孔食を生じることが疲労

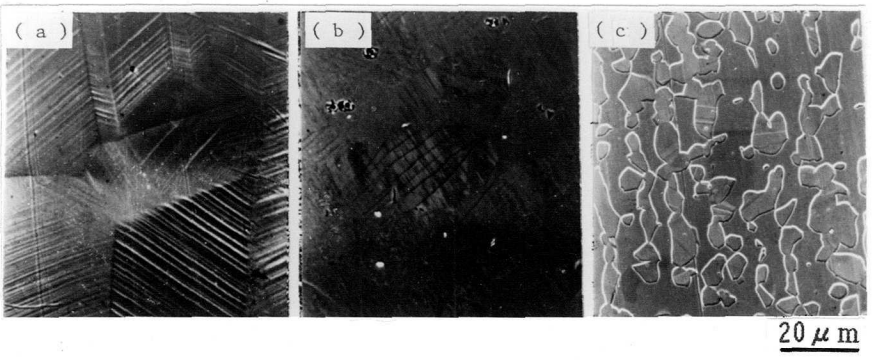


図７－２２　表面すべり帯観察
（a）３１６型鋼　（b）フェライト鋼　（c）２相鋼

強度の低下の理由であろうと考えられる。図７－２３に３１６型鋼のノッチ底で見られた孔食ピットを示した。他の鋼でもそれは見られたが，その径は316型鋼よりも小さかった。つまりその部分で不動態膜が破壊され孔食ピットとな

りそれが疲労亀裂として成長していくものと考えられ、その段差の小さい２相鋼では孔食ピットが生じにくい上に、腐食疲労亀裂発生箇所と思われるオーステナイト相がマトリックスであるフェライト相によってカソード防食[23]されているためさらに孔食を生じにくくしていると考えられる。これが２相鋼の腐食疲労強度の低下の小さかった理由と考えられる。

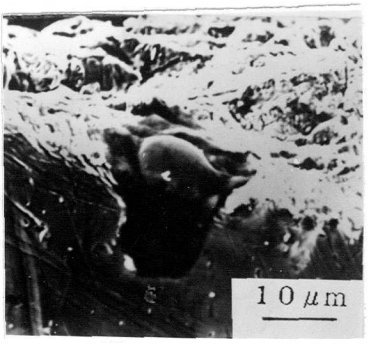


図７－２３　切欠底の走査電子顕微鏡観察
（３１６型鋼，最大応力σ＝４１３MPａ）

７－３－５　２０％ＮａＣｌ溶液中での腐食疲労亀裂の伝播

腐食疲労強度の低下は、腐食疲労亀裂の発生が孔食によって促進されたために起こることが分かったが、一方、疲労亀裂の伝播も腐食の影響を受けると思われる。そこで図７－２４は各ステンレス鋼の亀裂伝播の様子を調べたもので大気中および２０％ＮａＣｌ溶液中での亀裂伝播速度を応力拡大係数範囲との関係で表わしたものである。大気中に比べて腐食環境では、どのステンレス鋼でも疲労亀裂の速度は早くなっていることが分かる。ところで腐食疲労での亀裂伝播速度を表わす式として次の式[24, 25]が提案されている。

$$(da/dN)_{Cf} = (da/dN)_{Mech} + 1/nf \cdot (da/dt)_{Env.} \qquad (7-1)$$

ここで $(da/dN)_{Cf}$ は腐食環境中での疲労亀裂伝播速度、$(da/dN)_{Mech}$ は機械的なもので大気中での亀裂伝播速度、$(da/dt)_{Env}$ は単に腐食による亀裂成長速度である。ｆは繰り返し速度、ｎは定数でｎ＝２である。

この式が成り立つとして、３００Ｋでの各ステンレス鋼の $(da/dt)_{Env}$

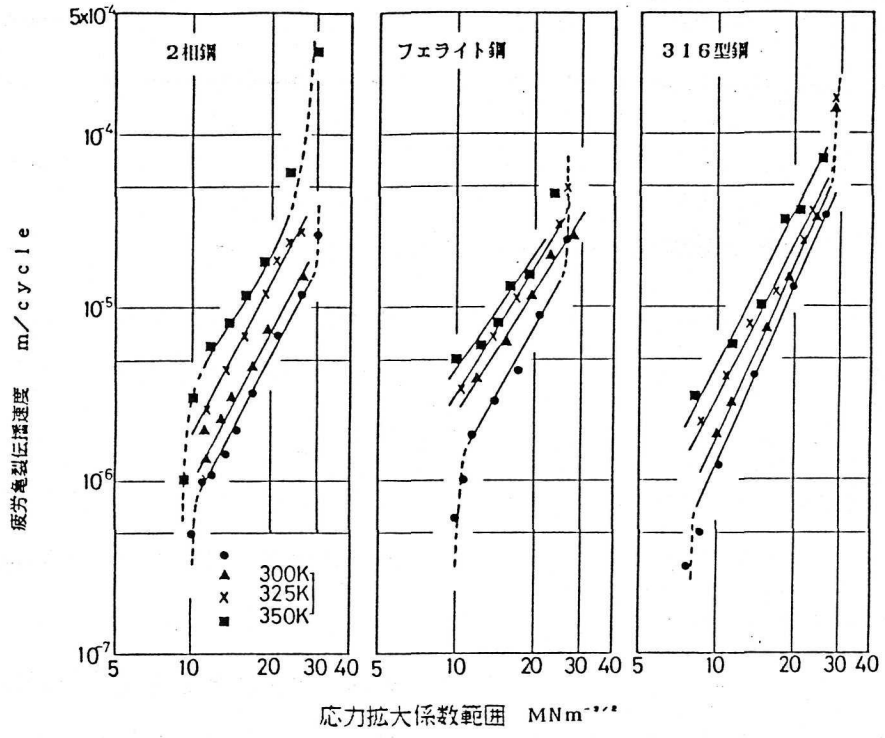


図７－２４　各鋼の腐食疲労亀裂伝播速度

の値を計算するとフェライト鋼、316型鋼および２相鋼でそれぞれ 14.2 x10 $^{-5}$m/sec, 12.0 x10^{-5}m/secおよび4.8x 10^{-5} m/secであった。フェライト鋼の亀裂伝播には腐食の影響が最も強く、疲労強度の低下が大きかった３１６型鋼では伝播に対する腐食の影響は小さく、２相鋼ではさらに小さいことが分かった。図７－２５は２相鋼のσ＝４９０ＭＰａ、Ｎ＝８ｘ１０^{5} での亀裂伝播の

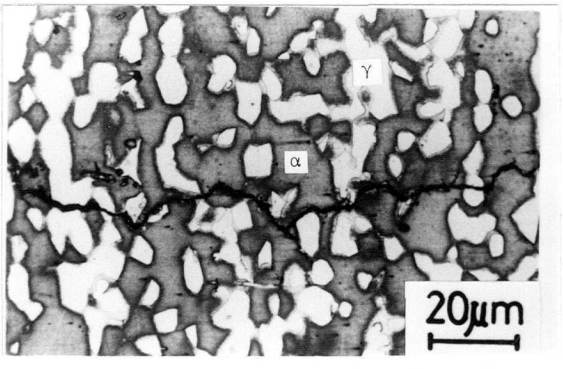


図７－２５　２相鋼の腐食疲労亀裂伝播経路

様子を観察した一例であるが，オーステナイト相は亀裂伝播に対して抵抗している様子が伺える。この”keying action”が２相鋼の亀裂伝播速度を小さくしていると思われる。

７－３－６　亀裂伝播速度に及ぼす液温の影響

図７－９に示したように液温が上昇すれば孔食電位がかなり低下するので疲労強度にも大きく影響すると考えられる。図７－２６は２相鋼の３２５あるいは３５０Ｋにおける２０％ＮａＣｌ溶液中でのＳ－Ｎ曲線を示す。予想通り疲労限度は温度の上昇につれ低下している。その低下の仕方は孔食電位の変化に良く対応していることも分かり、亀裂の発生が温度の上昇につれて早められていることが推察される。次に腐食疲労亀裂伝播の速度に及ぼす液温の影響についても調べた。すでに図７－２４で示したように伝播速度は液温に大きく影響され、その上昇につれ伝播速度も早くなっていることが示されている。亀裂伝播速度の温度依存は次の式[24]によって表わされる。

$$(da/dt)_{env} = A \cdot \exp(-Q/RT) \qquad (7-2)$$

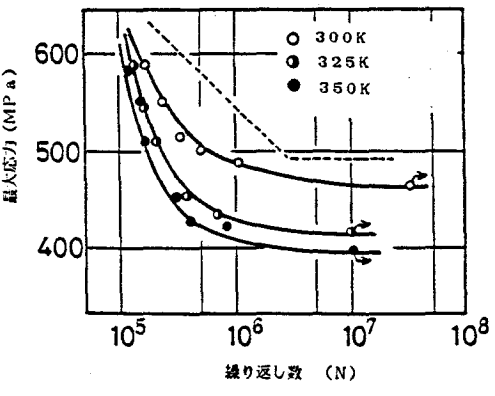


図７－２６　２相鋼の疲労強度に及ぼす液温の影響（20%NaCl溶液中，応力比R=0.1）

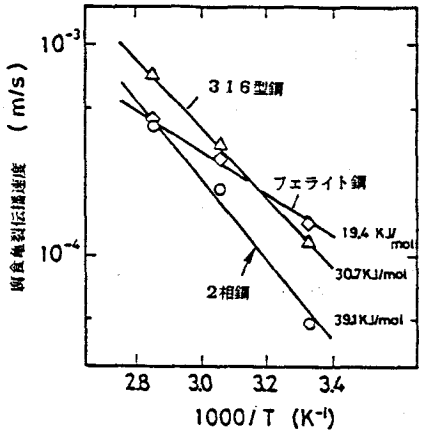


図７－２７　腐食亀裂伝播速度と１／Ｔの関係

ここでAは定数、Qは活性化エネルギー、Rは気体定数でTは温度である。各ステンレス鋼の$\Delta K = 15\ MNm^{-3/2}$ における$(da/dt)_{env}$の温度依存性を示したのが図７－２７である。この直線の傾きから見掛けの活性化エネルギーQを求めるとフェライト鋼、３１６型鋼、２相鋼でそれぞれ１９．４、３０．７および３９．１ｋＪ／ｍｏｌであった。２相鋼に比べてフェライト鋼や３１６型鋼の値は低いことが分かる。図７－２８は腐食疲労破壊した各ステンレス鋼の走査電子顕微鏡破面観察結果を示す。いずれの材料も高応力の場合、大気中で破断したものと２０％ＮａＣｌ溶液中で破断したものの破面は大差なく延性ストライエーションが見られたので各材料の低応力レベルでの破面を示している。（ａ），（ｂ）はフェライト鋼の中，低応力レベルでの破面であるが粒界破壊が見られ、さ

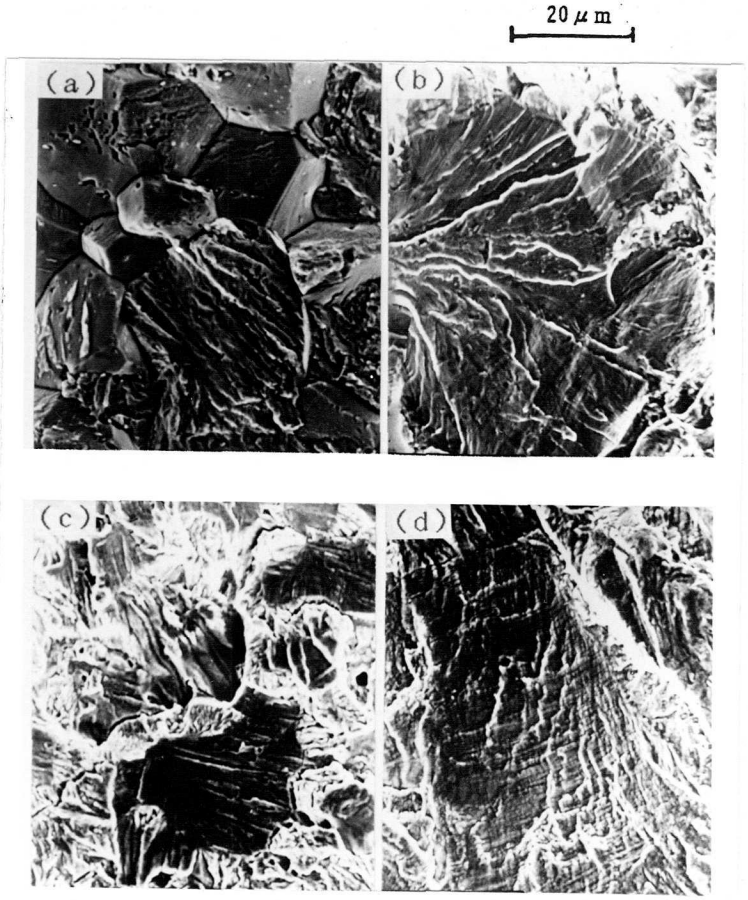


図７－２８　腐食疲労破面
（ａ），（ｂ）フェライト鋼、σ＝３９７ＭＰａ
（ｃ）２相鋼　　、σ＝４８３ＭＰａ
（ｄ）３１６型鋼　　、σ＝３３０ＭＰａ

らに擬癖開状模様も観察される。この破面は下平[23]ら による水素チャージしたフェライト系ステンレス鋼の応力腐食割れ破面と酷似している。３１６型鋼ではあまり明瞭でない２種類のストライエーション（ｄ）が見られた。一方、２相鋼では（ｃ）に示すようにフェライト相において擬癖開状模様が見られたが、オーステナイト相では延性的な破壊を示すティアーが見られる。現在、腐食疲労亀裂伝播に関しては主に次の２つの機構が考えられている[26]。１つは亀裂の先端がアノードとなって溶解することが亀裂の伝播速度を律速していると云う活性経路溶解であり、１つは亀裂の先端への水素の拡散が伝播速度を律速していると云う水素脆化機構である。亀裂先端では２つの現象が同時に起きていると考えられるので、両者の区別は出来ないとも云われている[27]。しかし、鋼中の水素の活性化エネルギーは２０～４０ｋＪ／ｍｏｌ程度[25][27]であることや、擬癖開破面がみられたことから、フェライト鋼では水素脆化機構によって亀裂伝播が支配されていると考えられる。また６０％ものフェライト相を含む２相鋼でも同じ機構に支配されている可能性は高いと思われる。しかしP.Smith[27]らは、水素中で亀裂を伝播させて求められる活性化エネルギーは繰り返し速度や応力波形などの試験条件に大きく依存して変化すると述べており、それについて今後、より詳細な検討が必要であると思われる。さらに２相鋼に時効を施した場合の腐食疲労挙動を検討することは、実用面においても重要であり興味あることなので今後さらに実験を進めたいと思っている。

７－４　結論

２相ステンレス鋼は耐食性が良好であると一般に云われているが、加工や加熱処理を受けるとその特性が大きく変化することが、機械的性質を調べた結果から予想される。本章では２相ステンレス鋼の耐食性をオーステナイト鋼である３１６型鋼、フェライト鋼であるＳＵＳ４４４型鋼と比較しつつ検討し、さ

らに耐食性に及ぼす加工と時効処理の影響についても調べた。次に孔食を起すようなＣｌ⁻イオンを含む環境中で疲労試験を実施して、腐食疲労強度に及ぼす環境や液温あるいは材質の影響を調べた。得られた結果をまとめると次のようになる。

（１）溶体化処理した材料の全面腐食、孔食に対する抵抗は２相ステンレス鋼が最も強かった。これはＮｉ，Ｃｒの絶対量が他のステンレス鋼に比べて大きいこと、さらにＭｏ，Ｎが多く添加されているという組成的効果が不均一組織のため局部電池を作り易いというマイナスの効果に比べて勝っているためと考えられる。

（２）２相ステンレス鋼を７４８Ｋあるいは１０２３Ｋで時効すると耐食性は低下する。前者の場合２５時間、後者では５時間以上の時効では耐食性の低下は著しい。これは組織の変化と密接に関係しており７４８Ｋでは Cr－poor 相，１０２３Ｋではσ相の析出がその原因である。

（３）２相ステンレス鋼は３％ＮａＣｌ溶液中では疲労強度の低下はなかった。しかし空気飽和した２０％ＮａＣｌ溶液中では低下したが、他のステンレス鋼に比べてその低下率は最も小さかった。これは耐孔食試験からもある程度は予想されたことであるが、繰り返し荷重が負荷された場合には孔食電位の変化を起す。例えば粗大なすべりが起きた時の不動態膜の破壊などが原因となることもある。２相ステンレス鋼では疲労過程中のすべり変形ステップは低く、そのため孔食電位の卑な方向への移動もわずかであることが疲労強度の低下を小さくしている理由と考えられる。

（４）腐食疲労亀裂の伝播過程を調べた結果、３００～３５０Ｋの間の温度範囲では２相ステンレス鋼の伝播速度は他のステンレス鋼に比べて最も小さかった。また亀裂伝播のための活性化エネルギー測定を測定した結果、２相ステンレス鋼、３１６型鋼、フェライト鋼でそれぞれ、39.1, 30.7 , 19.4 ｋＪ／

ｍｏｌであった。２相ステンレス鋼での値は水素の活性化エネルギーに近く、また破面観察で擬劈開破面が見られたことから、２相ステンレス鋼では疲労亀裂の伝播に水素が関与していることが考えられる。

参考文献

（１）安保秀雄，細井裕三；防食技術，28,584(1979).

（２）水野誠，鈴木隆志；日本金属学会報，8,716(1968).

（３）原田憲二；防食技術，26,721(1977).

（４）原田憲二，金子智，井上裕夫，渡辺三雄，栗本昭仁；日本金属学会，”組織と腐食シンポジウム”，21(1968).

（５）鈴木隆志，長谷川博一，渡辺三雄；日本金属学会誌，32,1171(1968).

（６）酒井潤一，本田正春，松島巌，石沢喜一；腐食防食協会講演予稿集，A-303(1983).

（７）長野博夫，小若正倫；鉄と鋼，60,1150(1980).

（８）原田憲二；防食技術，26,721(1977).

（９）H．H．ユーリック；腐食反応とその制御，産業図書(1974).

（１０）江原隆一郎，紀博徳，高野勇作，中島憲一，畑野和雄；三菱重工技報16,112(1979).

（１１）小林未小夫，吉田毅，松田隆明；鉄と鋼，66,S-1312(1980).

（１２）星野和夫；鉄と鋼，65,959(1979).

（１３）M.J.Johnson ; ASTM , STP 516 ,262(1972).

（１４）R.F.Steigelwald; Corrosion , 33, 179(1977).

（１５）R.J.Brigham and E.D.Tozer; Corrosion,30,161(1974).

（１６）H.J.Dundas and A.P.Bond; Corrosion,31,159 (1975).

（１７）田辺潤平，板垣純司；鉄と鋼，55,S-493(1970).

(１８) P. Hassen and R.W.Cahn ; Physical Metallurgy, Elesevier Science Pub.(1983).

(１９) J.Truman and R.Perry and G.Chapman ; JISI, 202,745(1964).

(２０) 川崎正，篠田軍治；日本金属学会誌，22,489(1958).

(２１) 久松敬弘；鉄と鋼，63,574(1977).

(２２) 遠藤吉郎，駒井謙治郎；日本機械学会誌，77,966(1974).

(２３) S.Shimodaira, M.Takano, T.Takizawa and H.Kamide;The Internl. Conf. of SCC and HE of Iron Base Alloys,Firminy,G-8,1003(1973).

(２４) R.P.Wei and J.D.Randes; Met.Rer.Stands,9,25(1979).

(２５) J.D.Atkinson and T.C.Lindy; Mat.Science,July,444(1979).

(２６) 遠藤吉郎，駒井謙治郎；金属の疲労と強度設計，養賢堂(1982).

(２７) P.Smith and A.T.Stemart; Metal Science, July,429(1979).

第8章　総　括

2相ステンレス鋼はお互いに物理的性質の異なる2相が共存しているため引張、あるいは疲労などの変形を受ける際、各相の変形挙動は単相鋼の場合とはかなり異なっていると考えられる。また加熱された場合、結晶粒径が小さいことや相間に固溶元素の濃度差があることなどのため相境界で活発な析出現象が期待され、それは強度に重大な影響を及ぼすことが考えられる。腐食に関する研究は比較的多く見られるが強度特性を微視的観点から検討した研究は非常に少ないのが現状である。

そこで本研究では2相ステンレス鋼の引張、疲労などの機械的性質、あるいは耐食性に及ぼす熱処理や環境の影響について、オーステナイト、フェライト各相の微視的変形挙動に着目して調査、検討することを目的としている。

本研究の結果、明らかとなった事項を通観し、その概略を述べると次のようになる。

（1）第1章では2相ステンレス鋼の開発経過を紹介し、これまでの研究成果を略述するとともに本研究の目的や意義について述べた。

（2）第2章では2相ステンレス鋼に種々な熱処理を施すことによる機械的性質の変化を微視的組織と関連させ検討し、以下の結論を得た。

1．溶体化処理温度が高くなるにつれフェライト相体積率は増加するとともにフェライト相粒径は粗大化し、１６２３Ｋではフェライト単相となる。硬度や引張強度はフェライト相体積率の増加につれ上昇するが延性、靱性の低下は著しい。それはオーステナイト相消失や、そのためのフェライト相内のＣ，Ｎ濃度が高くなることによる転位のピンニング、あるいはフェライト粒界へのクロム炭窒化物析出などによる。また、これらは延性や靱性に悪影響を及ぼす。強度と延性あるいは靱性の組合せが適当な溶体化処理温度は１３００Ｋ付近で

ある。

2．1323Kからの冷却速度は強度特性に大きく影響する。水冷材では強度、靱性ともに良好であるが、冷却速度が小さくなるにつれ強度は上昇し靱性は低下する。これは773K付近を通過する速度に関係しており、フェライト相がいわゆる475°C脆性 の影響を受けるためである。一方、オーステナイト相自身は冷却速度の影響を全く受けず、このオーステナイト相はフェライト相中のC，N濃度を下げるためフェライト相を高靱性に保つ重要な働きをし、またフェライト相内に発生する脆性亀裂の成長を阻止する役割も果たしている。

3．2相ステンレス鋼の機械的性質は時効に対して非常に敏感である。748K付近の時効でフェライト相はスピノーダル分解により強化、脆化する。1023Kではオーステナイト相－フェライト相境界でσ相を析出し、強化はするが延性、靱性ともに著しく低下する。748Kでの強化はフェライト相内での転位の高摩擦力によるものであり、引張速度が小さい時は延性の低下は少ない 。1023Kではσ相の相境界への連続析出のためそこで剥離が生ずるので、この場合オーステナイト相は靱性確保の役割は全く果たさない。

（3）第3章では2相ステンレス鋼を77Kから1273Kの温度範囲内で引張試験を行った。その際、オーステナイト・フェライト各相の変形挙動、あるいは微細結晶粒組織のため相境界や粒界が多く存在するので，それらの挙動について注目し検討した。

1．2相ステンレス鋼中のオーステナイト相は室温では準安定であり低温での変形によってεあるいはα’マルテンサイト変態を起こし、その事が引張変形挙動に大きく影響し，201K付近での変態塑性や77Kでの擬降伏点現象を引き起こす原因になっている。

2．フェライト相の強度を時効によって変化させてもMd点は変わらなかった。このことは前節でも述べたようにフェライト相が母相であるためフェライ

ト相とオーステナイト相は定ひずみモデルに近い変形をしていることが予想される。

3．フェライト相は低温で双晶を生じ易く、それはフェライト相の硬度が増すと助長される。変形双晶は特に破断伸びを減少させると思われるが、水冷材では77Kで最も大きな伸びを示した点については明らかにすることはできず、今後の課題としたい。

4．2相ステンレス鋼を600K前後で引張試験すると荷重－伸び曲線上にセレーションが現れる。これはフェライト相中のN元素による転位の固着作用による、いわゆる動ひずみ時効によるものである。750K以上では引張強度の低下は著しく、伸び，絞りも低下した。それは、フェライト相が動的回復を起こすような温度範囲では、隣接するオーステナイト相との相互作用が大きくなった結果と思われた。

5．2相ステンレス鋼は微細粒組織となっているため、高温において異常な伸び、すなわち超塑性現象を示す。それにはひずみ速度が小さいこと、及びある高温の温度領域であることが必要である。ひずみ速度感受性指数m値は破断伸びとほぼ比例関係にあり本実験範囲ではm値が約0．3以上で超塑性を示した。また結晶粒径の大きさにより変形のための活性化エネルギー値が異なり，微細粒材では拡散を伴う粒界すべりが支配的であり、粗粒材では転位クリープが支配的であることが分かった。

（4）第4章では2相ステンレス鋼の変形様式あるいは変形挙動についてX線プロファイルと透過電子顕微鏡を併用し、またオーステナイト、フェライト単相鋼を比較材として用いることによって検討した。

得られた結果をまとめると次のようになる。

1．2相ステンレス鋼中の各相の加工硬化挙動を硬度とX線半価幅測定法によって調査した結果、2相ステンレス鋼中のフェライト相とオーステナイト相

は一定ひずみ様式に従って変形することが明らかとなった。

2．X線プロファイル解析より2相ステンレス鋼中のオーステナイト相の変形はフェライト相の変形によって生じる格子ひずみを緩和するように変形することが明らかとなった。

3．2相ステンレス鋼中のオーステナイト相は、大きな強度と靱性を合わせ持っていることが分かった。

4．2相ステンレス鋼は室温では脆性破壊を誘起するような双晶変形はほとんど起さない。それはフェライト相粒径が小さいことと、相境界での応力集中がオーステナイト相によって緩和されることの2つの理由による。

5．X線プロファイル解析から求められるドメイン径や転位密度の変化は透過電子顕微鏡の直接観察結果とよく対応しており、またひずみの分布状態が分かるなど多くの情報が得られる利点があり，X線プロファイル解析の有効性をも確かめることができた。

（5）2相ステンレス鋼中の2相は互いに組織、組成が異なっており、さらに微細結晶粒径となっていることから，加熱などによって組織変化が早く起こることを第2章で述べた。そこで第5章では構造敏感な性質である疲労を取り上げ、2相ステンレス鋼の疲労強度に及ぼす熱処理、試験片採取方向や前加工の影響について調べた。その上で2相ステンレス鋼の疲労強度をフェライト単相鋼とオーステナイト単相鋼について比較し検討した。またオーステナイト，フェライト各相では当然物理的性質も異なるので、熱膨張係数の差によって発生するであろう相応力が疲労強度に及ぼす効果についても調べた。得られた結果をまとめると以下のようである。

1．疲労限度は溶体化処理温度の上昇につれ低下した。溶体化処理温度が高くなるにつれフェライト相体積率の増大、フェライト相粒径の増大、オーステナイト，フェライト相内の成分元素の変動，フェライト粒界への炭窒化物の析

出などが起こり疲労強度に影響するが、なかでもフェライト相粒径の増大が疲労限度の低下に大きく影響していると思われる。

2．溶体化処理温度からの冷却速度も疲労強度に影響し水冷材で最も疲労限度が大きかった。また時効によって体積率の変化や結晶粒径あるいは組織変化を起こし、疲労強度に複雑な変化をもたらした。

3．試験片の長手方向がオーステナイト相繊維に平行なときの疲労強度は垂直のものに比べて大きかった。それはオーステナイト，フェライト相の界面が負荷方向に対し垂直となっているため亀裂発生が比較的容易であること、オーステナイト相による亀裂伝播阻止効果が小さいことによると考えられた。

4．前加工することによって疲労強度は向上した。亀裂伝播速度には前加工によっても変わらなかったことから疲労亀裂発生応力が高くなっていると考えられる。前加工法としての圧延は引張に比べて疲労強度を上昇させる効果は小さかった。

5．２相ステンレス鋼の疲労限度はオーステナイト鋼やフェライト鋼よりも高かった。しかし疲労限度比はそれらの鋼の中間であることから，２相ステンレス鋼は微細結晶粒を有することが良好な疲労強度を持つことの主な理由であると考えられる。

6．２相ステンレス鋼では溶体化処理時に相応力を発生するが、その疲労強度に及ぼす影響はわずかであった。これは相応力が疲労の初期に緩和されるためである。

7．以上のように種々な熱処理や前加工を施すことによって疲労強度も変化するが、そのいずれも疲労亀裂伝播過程には大きな影響を及ぼしていないようであり，亀裂の発生と下部組織の発達過程を知ることが２相ステンレス鋼などの混相鋼の疲労挙動を理解する上で重要であろう。

（6）第６章では、フェライト相体積率約６０％の２相ステンレス鋼の平面曲

げ疲労試験を実施し、主に疲労亀裂発生挙動について透過電子顕微鏡レプリカ法、および直接観察法により検討した。その結果、

1．引張変形した場合、オーステナイト相では直線的な高い段のすべり帯が明瞭に存在し、また変形とともに2重すべりを起す。一方、フェライト相では最大荷重点を越えるまでにすべりの痕跡は見られなかった。しかし内部組織を観察したところ変形初期においてフェライト相内の転位密度は急増していることから微細な波状すべりを起していることが分かった。

2．上の結果より、疲労ではオーステナイト相において亀裂の発生が優先的に起きることが予想できたが、疲労破壊を導くすべり帯亀裂発生箇所は母相のフェライト相内であった。オーステナイト相が相対的に軟らかい時効材においても同じ結果であった。

3．オーステナイト相内のすべり帯亀裂は成長しないので破断を生ぜしめる疲労の初期亀裂とはならないが、これはオーステナイト相の結晶粒径がフェライト相のそれに比べてかなり小さいことに関係しているためだと考えられる。またオーステナイト相はフェライト相内に発生した亀裂の成長を阻止する役割があるが、亀裂長さが充分長いときはその役目を果たさないようである。

4．時効材の疲労限度は溶体化処理材よりも高くなるが、以上のことより母相フェライト相の強度そのものが上昇しているためであると考えられる。

（7）第7章では、2相ステンレス鋼の耐食性をオーステナイト鋼であるSUS 316 型鋼、フェライト鋼である SUS 444 型鋼と比較しつつ検討し、さらに耐食性に及ぼす加工と時効処理の影響についても調べた。次に孔食を起すような Cl^- イオンを含む環境中で疲労試験を実施して、腐食疲労強度に及ぼす環境や液温あるいは材質の影響を調べた。得られた結果をまとめると次のようになる。

1．溶体化処理した材料の全面腐食、孔食に対する抵抗は2相ステンレス鋼

が最も強かった。これはＮｉ，Ｃｒの絶対量が他のステンレス鋼に比べて大きいこと、さらにＭｏ，Ｎが多く添加されているという組成的効果が不均一組織のため局部電池を作り易いというマイナスの効果に比べて勝っているためと考えられる。

２．２相ステンレス鋼を７４８Ｋあるいは１０２３Ｋで時効すると耐食性は低下する。前者の場合２５時間、後者では５時間以上の時効では耐食性の低下は著しい。これは組織の変化と密接に関係しており７４８Ｋでは Cr－poor相，１０２３Ｋではσ相の析出がその原因である。

３．２相ステンレス鋼は３％ＮａＣｌ溶液中では疲労強度の低下はなかった。しかし空気飽和した２０％ＮａＣｌ溶液中では低下したが、他のステンレス鋼に比べてその低下率は最も小さかった。これは耐孔食試験からもある程度は予想されたことであるが、繰り返し荷重が負荷された場合には孔食電位の変化を起す。例えば粗大なすべりが起きた時の不動態膜の破壊などが原因となることもある。２相ステンレス鋼では疲労過程中のすべり変形ステップは低く、そのため孔食電位の卑な方向への移動もわずかであることが疲労強度の低下を小さくしている理由と考えられる。

４．腐食疲労亀裂の伝播過程を調べた結果、３００～３５０Ｋの間の温度範囲では２相ステンレス鋼の伝播速度は他のステンレス鋼に比べて最も小さかった。また亀裂伝播のための活性化エネルギー測定を測定した結果、２相ステンレス鋼、316型鋼、フェライト鋼でそれぞれ、39.1，30.7 ，19.4 ｋＪ／ mol であった。２相ステンレス鋼での値は水素の活性化エネルギーに近く、また破面観察で擬へき開破面が見られたことから、２相ステンレス鋼では疲労亀裂の伝播に水素が関与していることが考えられる。

謝　　辞

本論文を草するにあたり、終始懇切な御指導をいただくとともに、周密な御校閲を賜わった大阪大学川辺秀昭教授に謹んで心より深謝の意を表わすとともに、種々の有益な御教示を賜わった大阪大学山田朝治教授ならびに梅野正隆教授に厚く感謝の意を表わします。また、適切な御助言と御討論を頂いた大阪大学井川直哉教授，森勇蔵教授、牧之内三郎教授，岸田敬三教授，芳井熊安講師、安武　潔先生ならびに竹内昭博技官に深く感謝の意を表します。

また本研究の遂行にあたり、この研究の端緒を御示唆頂き、その後の終始変わらぬ御指導と御鞭達を賜わった姫路工業大学泉 久司教授に厚く感謝の意を表わすとともに，懇情あふれる御助力と御高配を頂いた姫路工業大学砂田久吉助教授ならびに金属材料工学教室の諸先生方に厚くお礼申し上げます。

さらに実験に用いた２相ステンレス鋼を提供して頂いた日本金属工業（株）相模原工場 義村 博氏ならびに山陽特殊製鋼（株）好田敏明氏には深く感謝致します。また本実験遂行に協力して頂いた卒業生諸君，ならびに討論に多くの時間を割いて頂いた大阪大学川辺研究室の井上尚三氏をはじめ大阪大学川辺研究室学生諸氏に厚く感謝致します。