

|              |   |
|--------------|---|
| 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          | <a href="https://hdl.handle.net/11094/2322">https://hdl.handle.net/11094/2322</a> |
| rights       |   |
| Note         |   |

*Osaka University Knowledge Archive : OUKA*

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

Osaka University

---

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<br>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   | 疲労過程中的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<sup>(1)</sup>、<sup>(2)</sup>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<sup>(3)</sup>、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<sup>(4)</sup>、<sup>(5)</sup>。

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しにくいことは知られていたが<sup>(6)</sup>、熱間加工性に問題があって実用化が遅れていた<sup>(7)</sup>。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<sup>(8~12)</sup>。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<sup>(13)</sup>。

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<sup>(14~18)</sup>,  
あるいは Tamura ら<sup>(19), (20)</sup> 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<sup>(21)</sup>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<sup>(22), (23)</sup>。

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ブ

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<sup>(1~4)</sup>。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<sup>(5)</sup>。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<sup>(1, 6, 7)</sup>。

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<sup>(8)</sup>。例えば、2相ステンレス鋼中のオーステナイト相では900K付近の加熱によって $Cr_{23}C_6$ などの炭化物の析出<sup>(9)</sup>、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 $\sigma$ 相の析出<sup>(10)</sup>、あるいは750K付近でのCr-rich相( $\alpha'$ 相)の析出などの組織変化であり<sup>(11)</sup>、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<sup>(6, 12)</sup>。

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 $5 \times 10^2$  K/sec、空冷で約2.5 K/sec、炉冷では約 $7 \times 10^{-2}$  K/secであった。引張試験には島津製インストロン

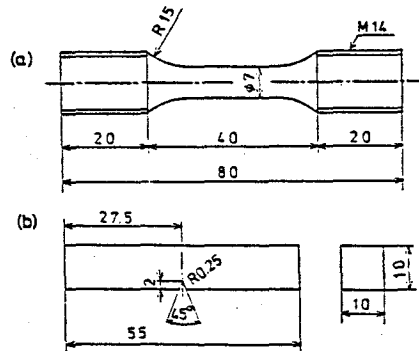


図2-1 試験片形状および寸法  
(a) 引張試験片 (b) 衝撃試験片

型引張試験機を用い、初期引張歪み速度はすべて $5.5 \times 10^{-4}/\text{sec}$ 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 $77 \sim 473 \text{ K}$ の範囲とした。組織観察には光学顕微鏡及び加速電圧 $200 \text{ kV}$ の透過電子顕微鏡 (JEOL 200B) 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 $= 30 \text{ g} : 30 \text{ g} : 100 \text{ g}$ 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、 $15 \text{ kV}$ 、 $0.015 \mu\text{A}$ 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 $30 \text{ kV}$ 、 $10 \text{ mA}$ 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 $= 90 \text{ cc} : 10 \text{ cc}$ 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、 $35 \text{ kV}$ 、 $15 \text{ mA}$ 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 $25 \text{ kV}$ の走査電子顕微鏡 (JEOL 15) を用いた。

### 2-2-2 実験結果

図2-2は $1173 \sim 1623 \text{ K}$ 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。 $1173 \sim 1400 \text{ K}$ の温度範囲では諸強度はほとんど変化せず、 $1400 \text{ K}$ 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  
 ステナイト系ステンレス鋼(18  
 Cr9Ni)とフェライト系ス  
 テンレス鋼(32Cr2Ni)

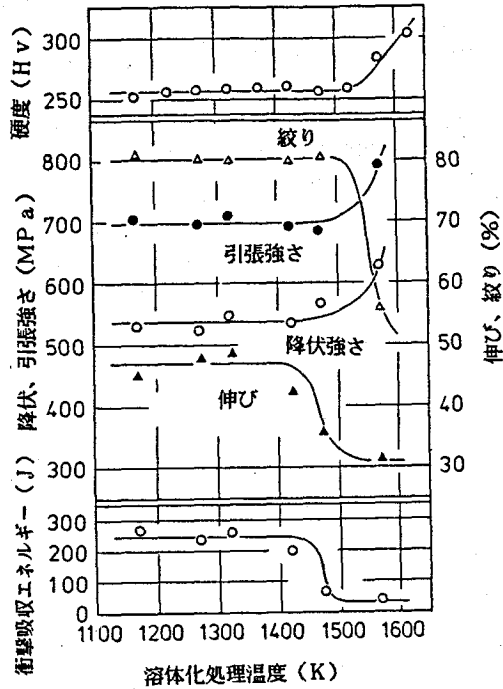


図2-2 2相ステンレス鋼の溶体化処理温度が  
 機械的性質に及ぼす影響

の衝撃特性を点線で示し  
 た<sup>(13)</sup>。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

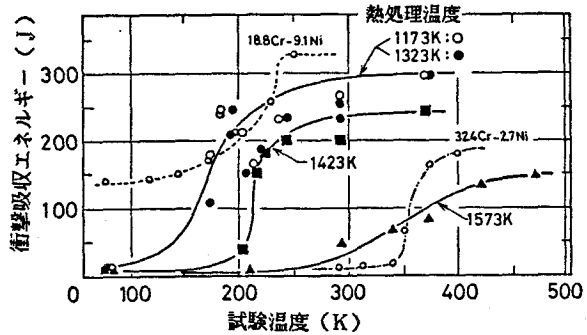


図2-3 2相ステンレス鋼溶体化処理材の衝撃吸収  
 エネルギーの試験温度依存性

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

性-脆性遷移温度はこの場合170 Kとなっている。溶体化処理温度が1400 K以上にな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1323 K (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1573 K処理材(c)では平坦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1323 K溶体化処理材の77 K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(平坦な破面部分)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。

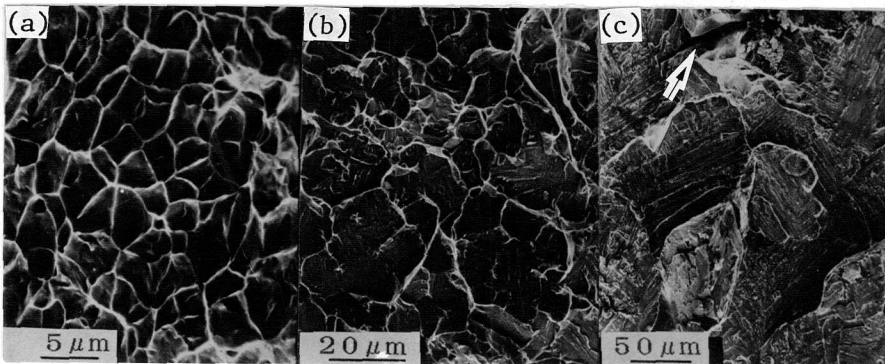


図2-4 1323 Kと1573 K溶体化処理材の衝撃破面

- (a) 1323 K材, 衝撃温度室温, (b) 1323 K材, 衝撃温度77 K  
(c) 1573 K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、伸びや絞りも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

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<br>Hv | 降伏強さ<br>MPa | 引張強さ<br>MPa | 伸び<br>% | 絞り<br>% | 衝撃吸収<br>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              |

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欄エネルギーは小さく、また延性-脆

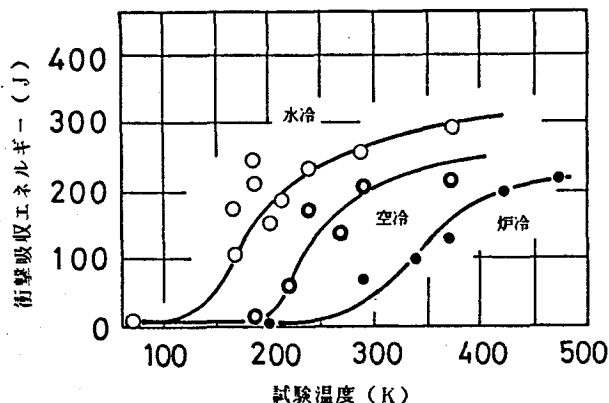


図2-5 衝撃吸収エネルギーの試験温度依存性

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坦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。

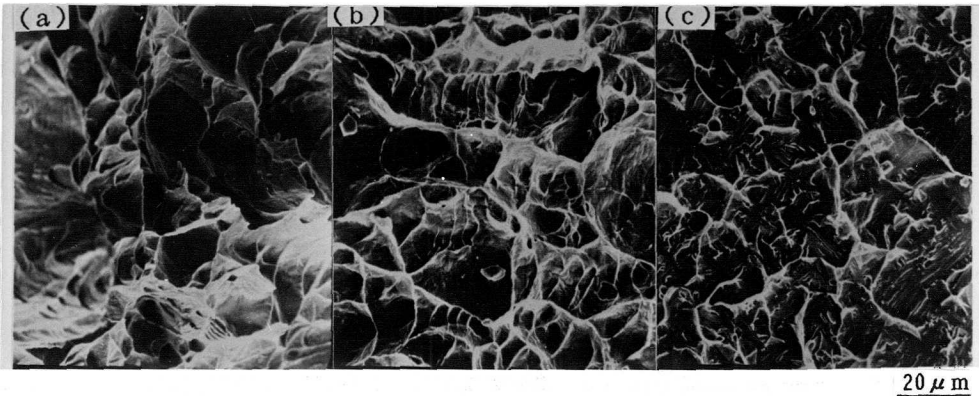


図2-6 走査電子顕微鏡による室温衝撃破面  
(a) 水冷材 (b) 空冷材 (c) 炉冷材

### 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1400K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。

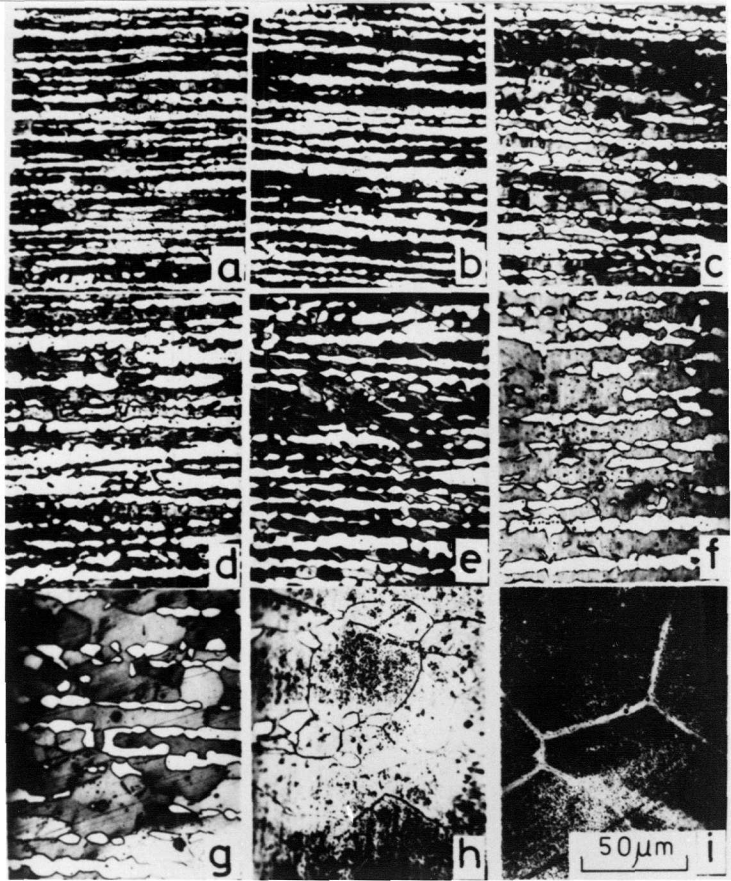


図2-7 溶体化処理材の光学顕微鏡組織  
 (a)1173K (b)1223K (c)1273K (d)1323K  
 (e)1373K (f)1473K (g)1523K (h)1573K  
 (i)1623K

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

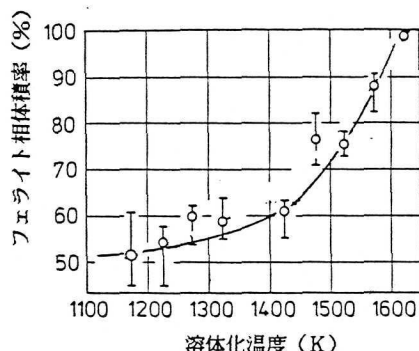


図2-8 溶体化温度とフェライト相体積率の関係

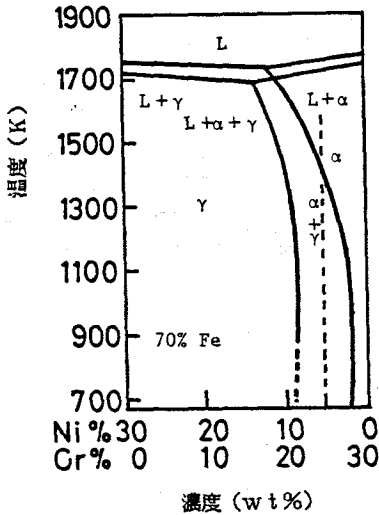


図2-9 Fe70%でのFe-Cr-Ni 切断状態図

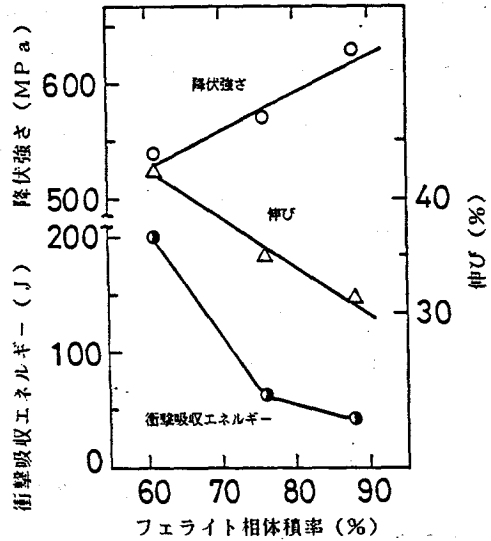


図2-10 引張性質とフェライト相体積率の関係

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<sup>(14)</sup>。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%<sup>(15)</sup>であり、析出速度が大きいことから考えると、粒界の

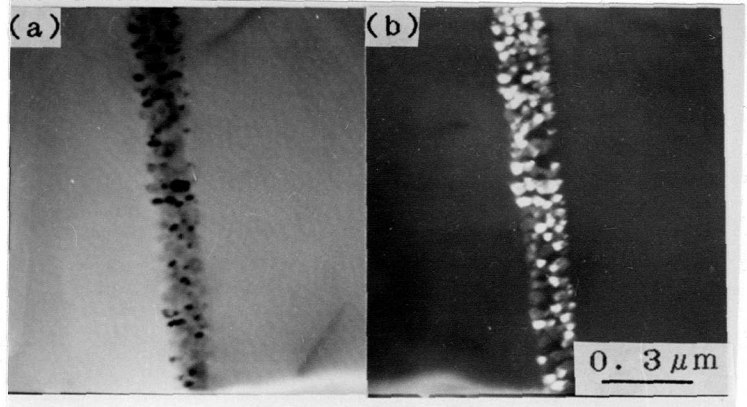


図2-11 1523K溶体化処理材の透過電子顕微鏡組織

(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<sup>(16)</sup>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<sup>(17)</sup>。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 1323 K 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

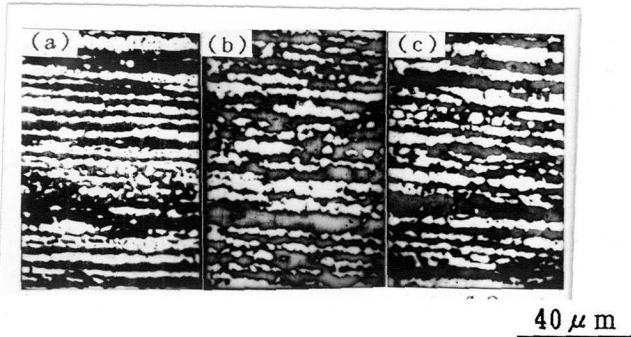


図 2-12 冷却方法を変えた試料の光学顕微鏡組織

(a) 水冷材 (b) 空冷材 (c) 炉冷材

れない。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 SUS 304 型オーステナイト鋼では、約 10 K/sec 以下の冷却速度で  $Cr_{23}C_6$  の析出が起こり<sup>(18)(19)</sup>、また SUS 446 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<sup>(20)(21)</sup>。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<sup>(20)(22)</sup>。そこでオーステナイト-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-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。

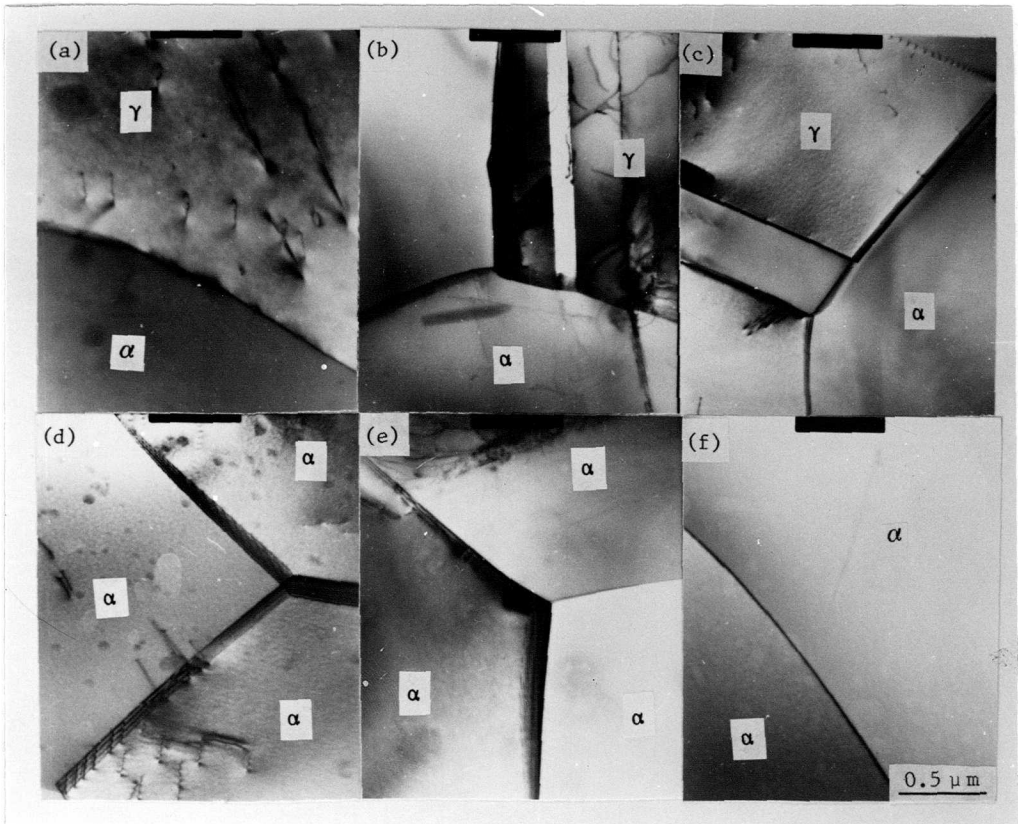


図 2 - 1 3 冷却方法を変えた試料の透過電子顕微鏡組織

- (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<sup>(23)</sup>、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 - 1 4 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

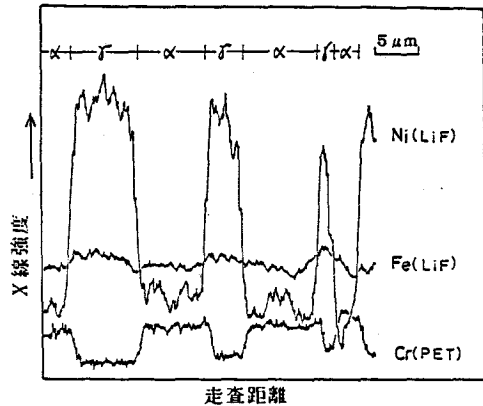


図2-14 水冷した2相ステンレス鋼のEPMA分析

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は微小ピ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

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 |

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

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  |

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、

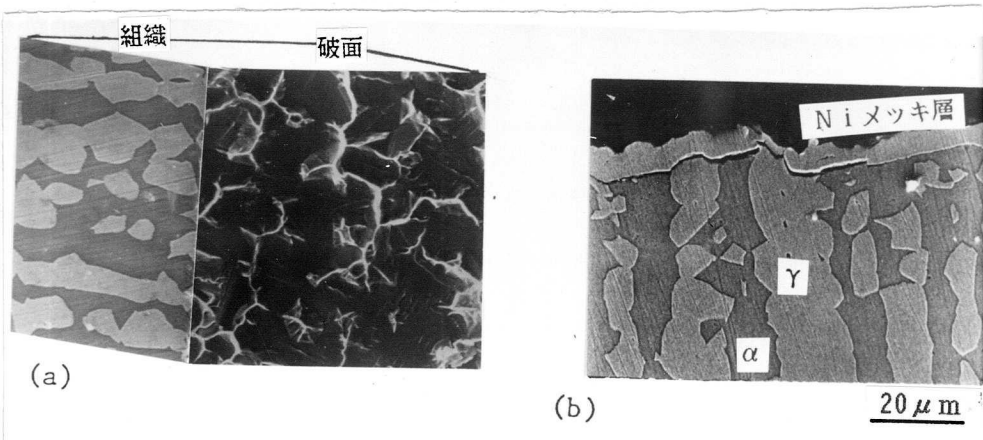


図2-15 破面と組織の対応 (炉冷材)

(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 $\alpha'$ 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。

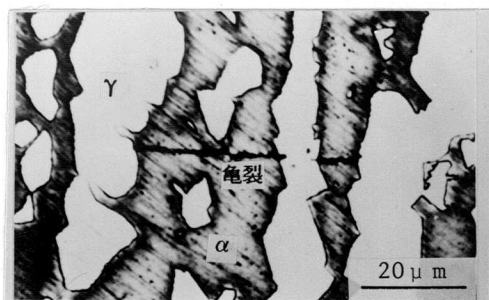


図2-16 室温衝撃破面近傍の亀裂 (炉冷材)

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 $\alpha'$ 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。

## 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 $\alpha'$ 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873 K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。

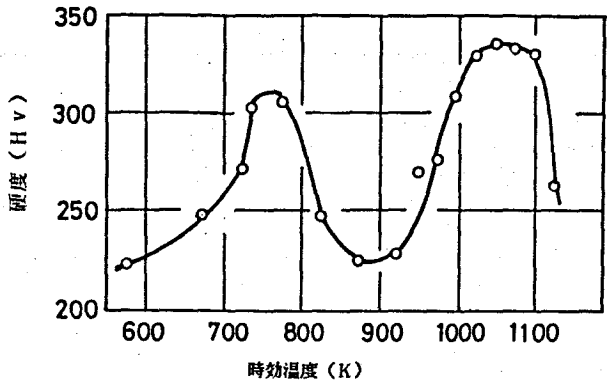


図2-17 25時間時効による硬度変化

次に硬化の著しい温度、すなわち748 Kおよび1023 Kと、25時間時効では硬化しなかった873 K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

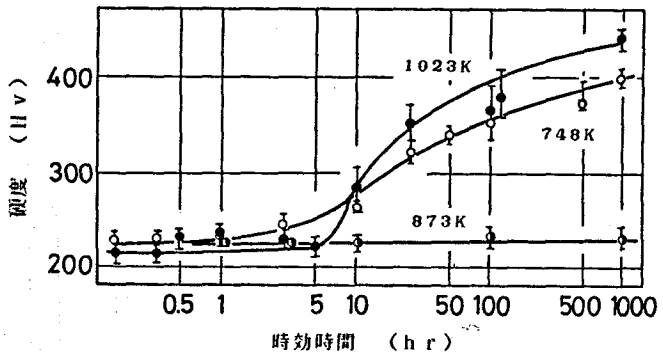


図2-18 等温時効における硬度変化

2-18に示す。873 Kでは長時間時効でも硬化はほとんど生じない。748 K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1023 K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748 Kにくらべて大きいことが分かる。748 K, 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。

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。

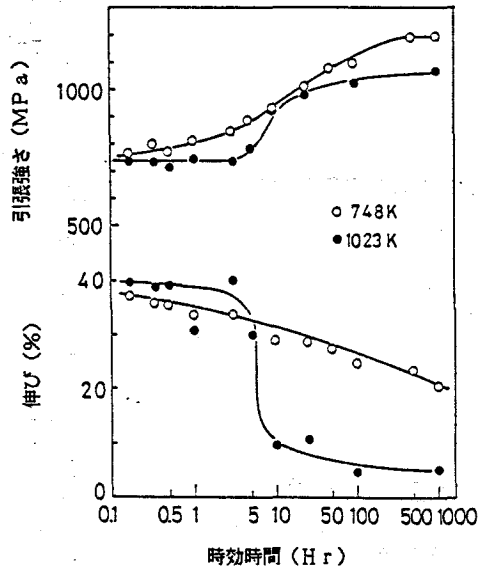


図2-19 時効による引張性質の変化

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。

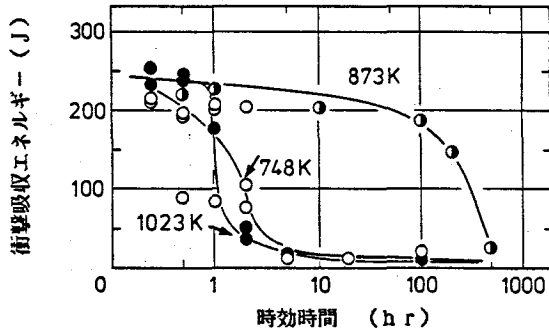


図2-20 時効時間と衝撃吸収エネルギーの関係 (試験温度: 室温)

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2-20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)は平坦

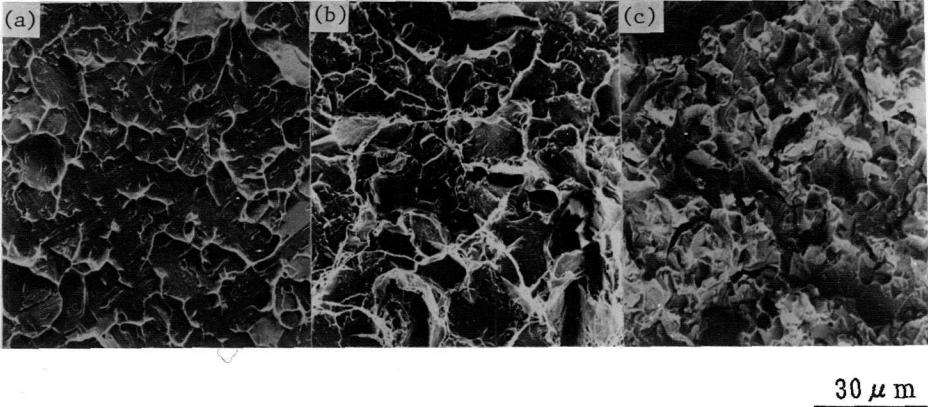


図2-21 各温度時効材の室温衝撃破面

- (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-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748K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( $\alpha'$ )の析出が生じることが分

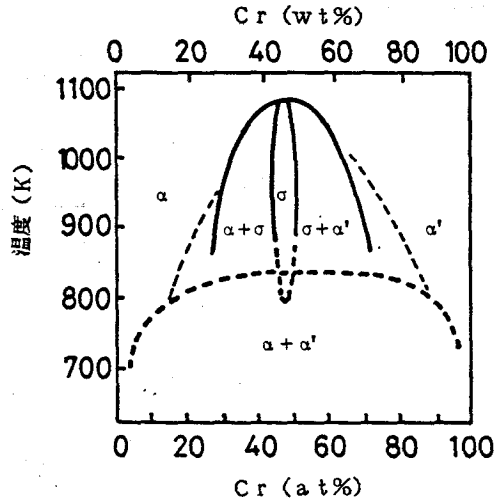


図2-22 Fe-Cr 2元状態図

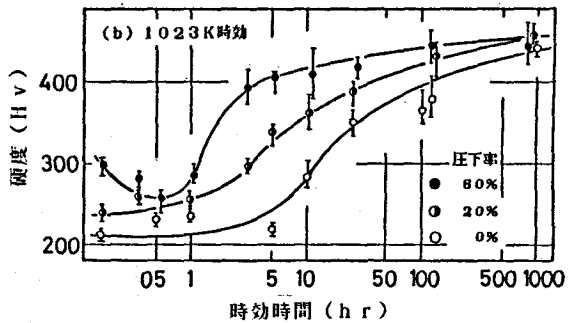
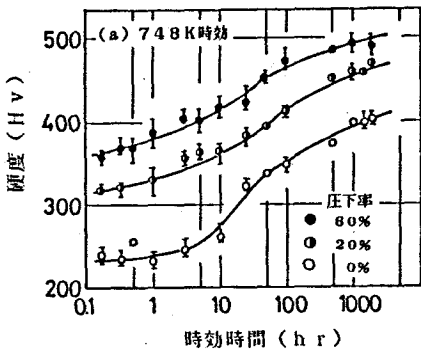


図2-23 時効硬化に及ぼす前加工の影響

かる<sup>(24)</sup>。この析出は核生成を必要としない<sup>(25)</sup>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、748 K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748 K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)

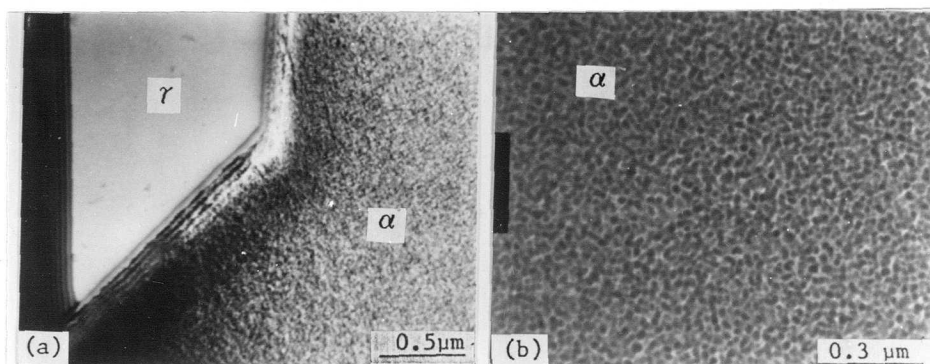


図2-24 748 K 520時間時効材の透過電子顕微鏡組織

(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,  $\alpha'$ 相と思われる約15 nmの径の析出物が見られる。この組織はSolomonら<sup>(26)</sup>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bauer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748 K時効によりスピノーダル分解し、Cr-rich,  $\alpha'$ 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、1023 K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1023 K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

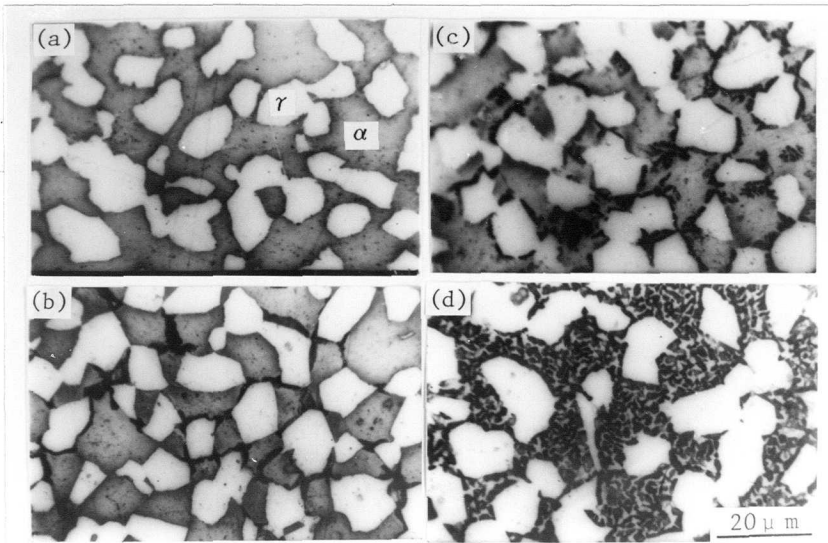


図2-25 1023 K時効材の光学顕微鏡組織

(a) 0時間 (b) 4時間 (c) 10時間 (d) 47時間

オ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

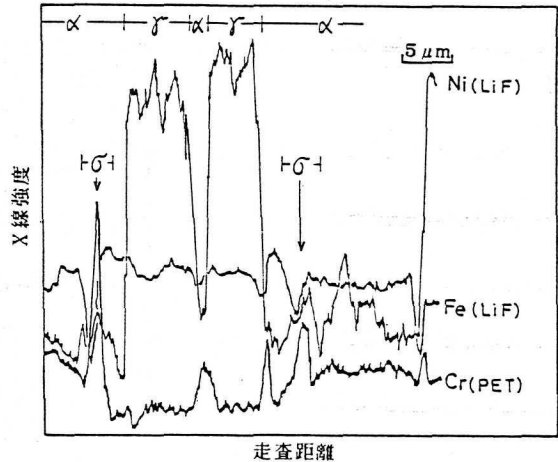


図2-26 1023 K 20時間時効材のEPMA分析

1023 K, 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線回折結果を図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  $a = 0.881 \text{ nm}$  ,  $c = 0.456 \text{ nm}$  の体心正方晶の $\sigma$ 相であることが分かった。この $\sigma$ 相の析出は(フェライト相)  $\rightarrow$  ( $\sigma$ 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、転位などを含まない事が分かる。

また電子線回折よりこれが $\sigma$ 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 $\chi$ 相の析出によるとされている。この $\chi$ 相は体心立方晶であり格子定数  $a = 0.89 \text{ nm}$

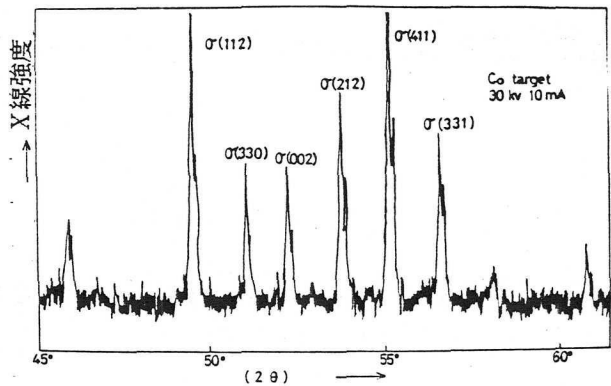


図2-27 1023K 500時間時効材の抽出残さのX線回折パターン

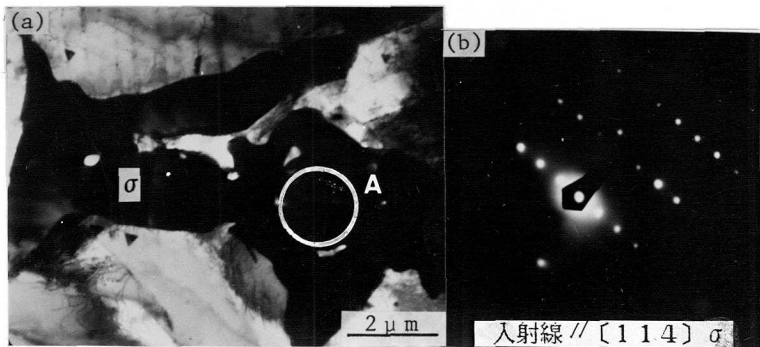


図2-28  $\sigma$ 相の透過電子顕微鏡組織(a)と電子線回折像(b)

ら  $0.92 \text{ nm}$  の金属間化合物で、 $\sigma$  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  $\text{Cr}_{23}(\text{C}, \text{N})_6$  や  $\text{Mo}_2(\text{C}, \text{N})$  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 $\sigma$ 相の析出が早期に起こるが、それは結晶粒径が約  $5 \mu\text{m}$  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  $1023 \text{ K}$  時効による硬化が早められることから推察される。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  $\text{N}$  は $\sigma$ 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  $873 \text{ K}$ 、 $100$  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  $\text{Cu}$  を含有していない材料では同じ処理をしても全く認め

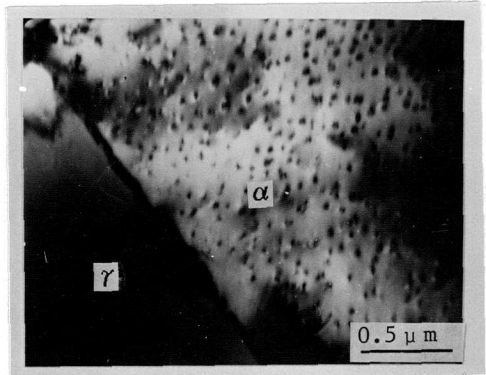


図2-29 873K100時間時効材の透過電子顕微鏡組織

られなかったこと、あるいは  $\text{Cu}$  は  $\text{Fe}$  中にほとんど固溶しないことなどから、 $\text{Cu}$ -rich な  $\text{fcc}$  格子の  $\epsilon$  相<sup>(9)</sup><sup>(27)</sup> と考えられる。

#### 2-3-4 強度と組織の関連

$748 \text{ K}$  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<sup>(25)</sup>。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(748K)と溶体化処理材とでそれぞれ $\Delta 2\theta = 0.47^\circ$ ,  $0.45^\circ$  (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<sup>(26)</sup>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<sup>(28)</sup>。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ゲ(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つた。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 $\sigma$ 相の析出に関係している。 $\sigma$ 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

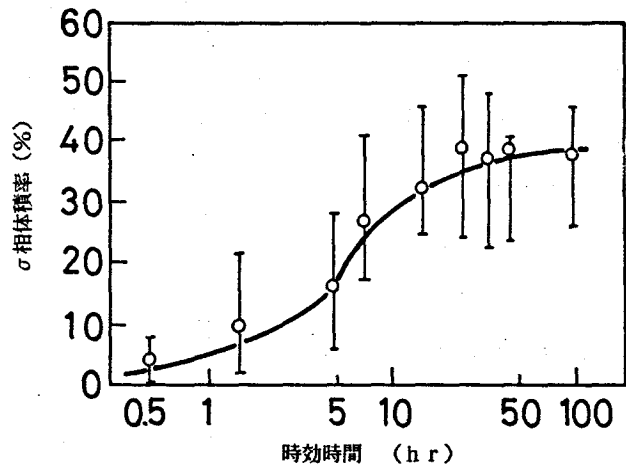


図2-30 1023K時効時間と $\sigma$ 相析出量の関係



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裏づけることができる。また靱性の低下は $\sigma$ 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<sup>(29)</sup>。

748 K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、1023 Kの場合、相境界に連続した $\sigma$ 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748 Kと1023 K時効材の脆化との大きな差異である。

一方、873 K時効ではC u - r i c hの $\epsilon$ 相が析出するが<sup>(9)</sup>、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 $\alpha'$ 相と $\sigma$ 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573~1123 K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、748 K付近と1023 K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 $\sigma$ 相析出がその原因である。スピノーダル分解によってC r - r i c h相が約15 nm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、 $\sigma$ 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 $\sigma$ 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748 K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1023 Kでは $\sigma$ 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、1623 K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1300 K付近である。

(2) 1323 K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773 K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。748 K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。1023 Kではオーステナイト相-フェライト相境界で $\sigma$ 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。748 K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。1023 Kでは $\sigma$ 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。

#### 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 Association 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 Alloys,1003 (1973),NACE Publication.
- (7) 工藤 赴夫 ; 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.Pluntree 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.Hornborgem ; 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<sup>(1)-(6)</sup>。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<sup>(7)</sup>やMd点<sup>(8)(9)</sup>あるいは積層欠陥エネルギーの大きさ<sup>(10)(11)</sup>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 $\epsilon$ マルテンサイト相が生じるが<sup>(12)</sup>、それ自身が $\alpha'$ マルテンサイト相の核となる<sup>(13)</sup>ため $\alpha'$ マルテンサイト変態が誘起されることになる。SUS304やSUS301が $\alpha'$ 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<sup>(13)</sup>。

さて2相ステンレス鋼中のオーステナイト相はSUS304に比べ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<sup>(14)</sup><sup>(15)</sup>、またNi当量も小さくなっている<sup>(9)</sup>。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<sup>(16)</sup>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<sup>(17)</sup>、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たらない。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<sup>(18)</sup><sup>(19)</sup>あるいはHildebrandら<sup>(20)</sup>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<sup>(21)</sup>らによる研究報告がみられる。

そこで本章では77 K～1273 K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。それらのピ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  $2.7 \times 10^{-3}/\text{sec}$  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 $\alpha'$ 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 $\alpha'$ 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<sup>(22)</sup>から求めた。

$$V_{\alpha'} = V_{r_0} - 1.4 I_r / (I_{\alpha} + 1.4 I_r) \quad (3-1)$$

ここで $V_{\alpha'}$ はマルテンサイト量、 $I_r$ は $\{220\}$ と $\{311\}$ との積分強度の平均値で、 $I_{\alpha}$ は $\{211\}$ の積分強度である。また、 $V_{r_0}$ 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、 $K\beta$ 除去には $Zr$ フィルターを使用した。破断材のピッカース硬度測定は破面端より1.5mm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    |
|-----------|------|------|------|
| $V_{r_0}$ | 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-ひずみ曲線の一部である。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至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

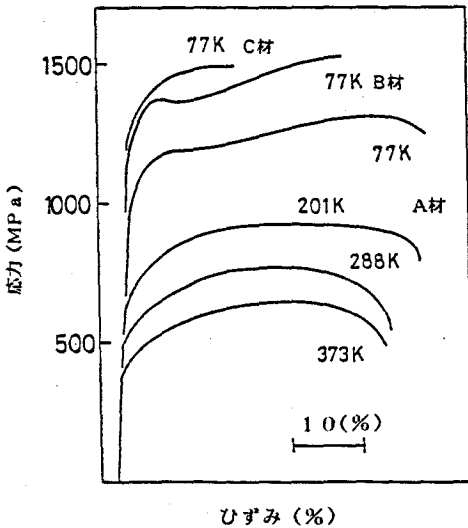


図3-1 2相ステンレス鋼の低温での応力-ひずみ曲線の一部

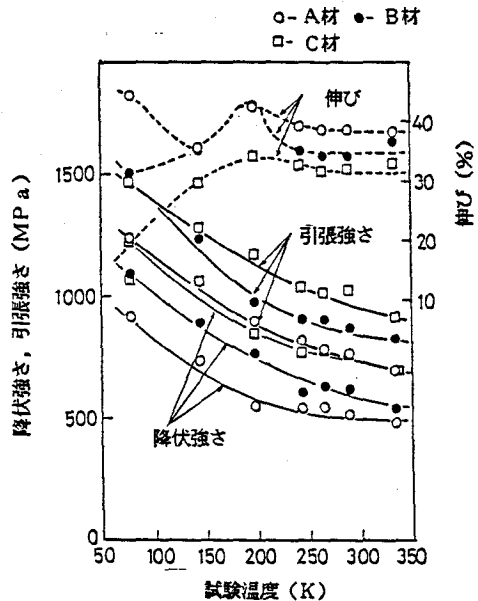


図3-2 各処理材の低温引張性質



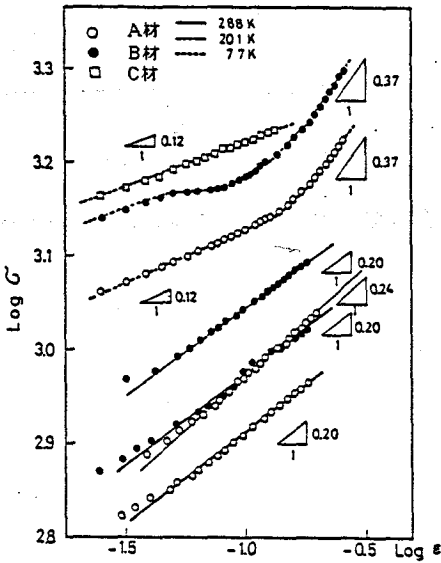


図3-3 Log σ と Log ε の関係

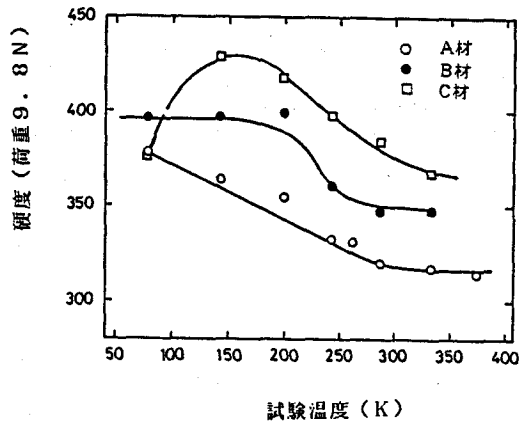


図3-4 破断部の硬度と試験温度の関係

から 373 K 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 201 K 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 77 K 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。

$$\sigma = K \varepsilon^n \quad (3-2)$$

ここで  $\sigma$  は真応力、 $K$  は強度因子、 $\varepsilon$  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<sup>(23)</sup>。図から、室温あるいは 201 K の変形では A 材、B 材ともに  $n = 0.20$  と小さいが、77 K 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<sup>(24)(25)</sup>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)

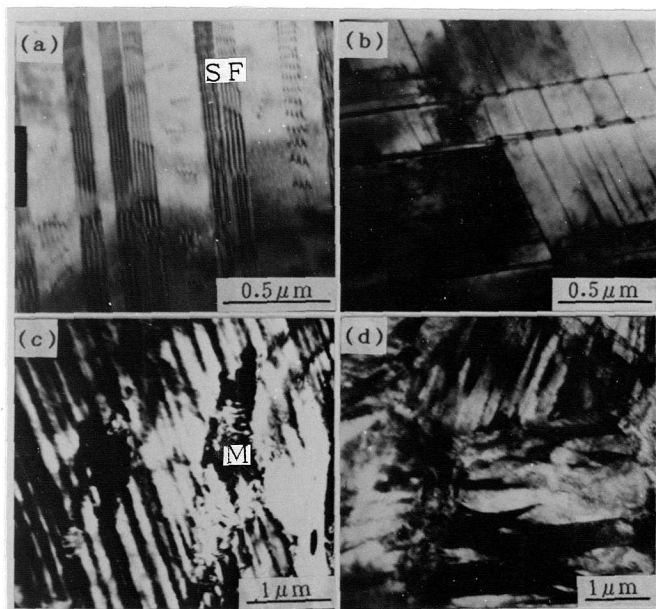


図3-5 オーステナイト相の77K変形組織(A材)  
(a) 引張ひずみ $\epsilon = 2.5\%$ , (b)  $\epsilon = 5\%$ ,  
(c)  $\epsilon = 11\%$ , (d)  $\epsilon = 28\%$

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-ダイアグラムを(e)に示した。これから電子線入射方向は

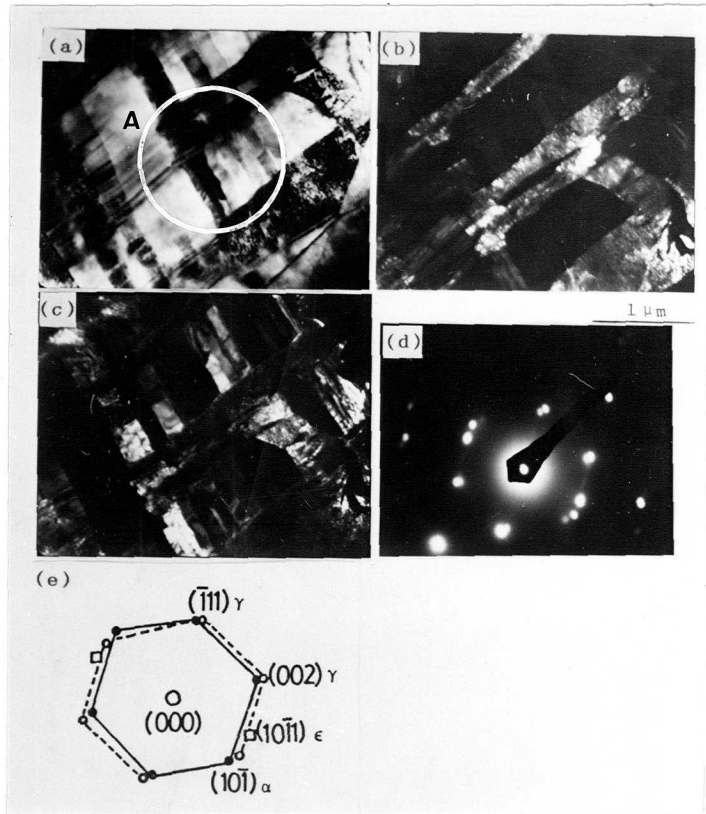


図3-6 オーステナイト相の77K変形組織(B材、 $\epsilon = 5\%$ )  
 (a) 明視野像 (b)  $(101)\alpha'$ からの暗視野像  
 (c)  $(1011)\epsilon$ からの暗視野像 (d) 電子線回折像  
 (e) キ-ダイアグラム

$[110]\gamma$ ,  
 $[111]\alpha'$ ,  $[10\bar{1}0]\epsilon$ と平行

になっており、 $[10\bar{1}]\alpha'$ からの暗視野像を(b)に、 $[10\bar{1}1]\epsilon$ からの暗視野像を(c)に示している。これから縞状組織は $\epsilon$ マルテンサイト相であり、塊状組織は $\alpha'$ 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 $[10\bar{1}0]\epsilon$ 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 $\alpha'$ 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。

$$(111)\gamma \parallel (0001)\epsilon, \langle 110 \rangle \gamma \parallel \langle 1\bar{2}10 \rangle \epsilon$$

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

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、 $\epsilon$ マルテンサイト相あるいは $\alpha'$ 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 $\epsilon$ マルテンサイト相(c)、20%で $\alpha'$

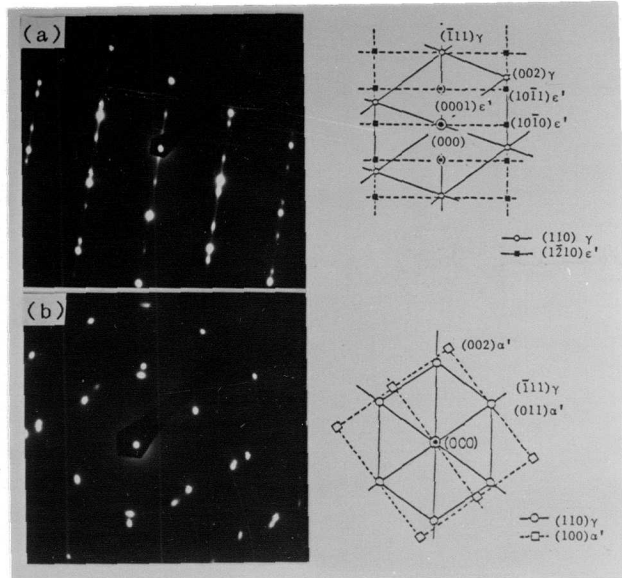


図3-7 結晶方位関係

- (a) オーステナイト相と $\epsilon$ マルテンサイト相
- (b) オーステナイト相と $\alpha'$ マルテンサイト相

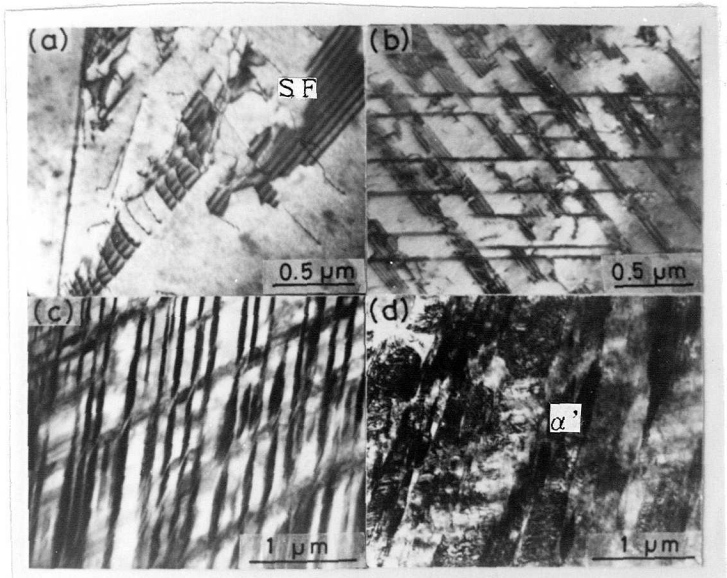


図3-8 オーステナイト相の201K変形組織 (B材)

- (a) 引張ひずみ $\epsilon = 1\%$ , (b)  $\epsilon = 5\%$
- (c)  $\epsilon = 16\%$ , (d)  $\epsilon = 20\%$

マルテンサイト相 (d) が見られた。ただ  $\alpha'$  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 77 K 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  $\alpha'$  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  $\varepsilon$  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  $\alpha'$  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 77 K 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 77 K 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 201 K 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、

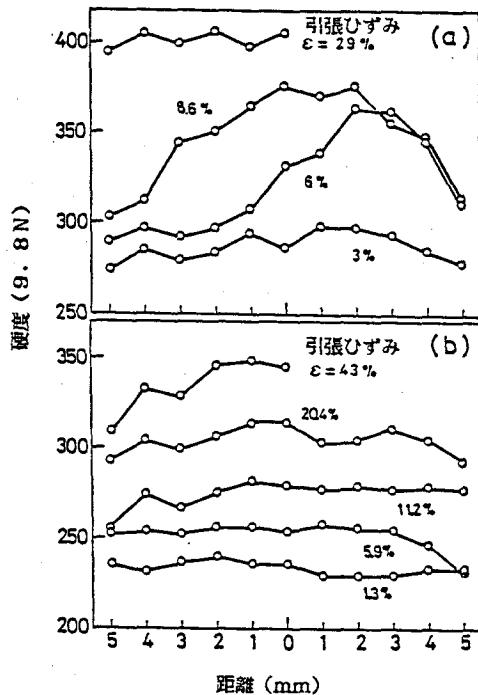


図 3-9 試験片平行部内の硬度分布 (a) 試験温度 77 K, (b) 試験温度 201 K

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 $\alpha'$ 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 $\alpha'$ 相と $\epsilon$ 相とがあったが、本実験においては $\epsilon$ 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ため、ここでは $\alpha'$ 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、 $\alpha'$ 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 $\alpha'$ マルテンサイト相は認められず、冷却することによって $\alpha'$ マルテンサイト変態を起こす最高の温度 $M_s$ 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 $\alpha'$ 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3mm x 10mm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ため、硬化の激しい部分とそうでない部分とで $\alpha'$ 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

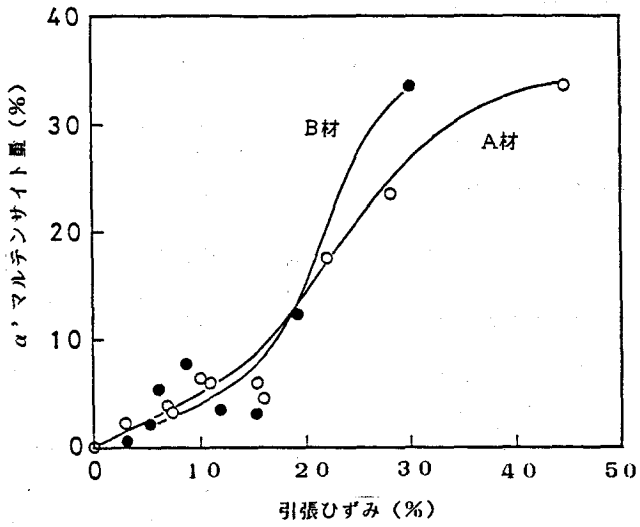


図3-10 引張ひずみと $\alpha'$ マルテンサイト生成量との関係 (試験温度: 77K)

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 77 K 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  $\epsilon$  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  $\epsilon$  マルテンサイト相以外に粒界付近で塊状組織の  $\alpha'$  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  $\epsilon$  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<sup>(29)</sup>。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  $\epsilon$  マルテンサイト相が  $\alpha'$  マルテンサイトに変態すると、その部

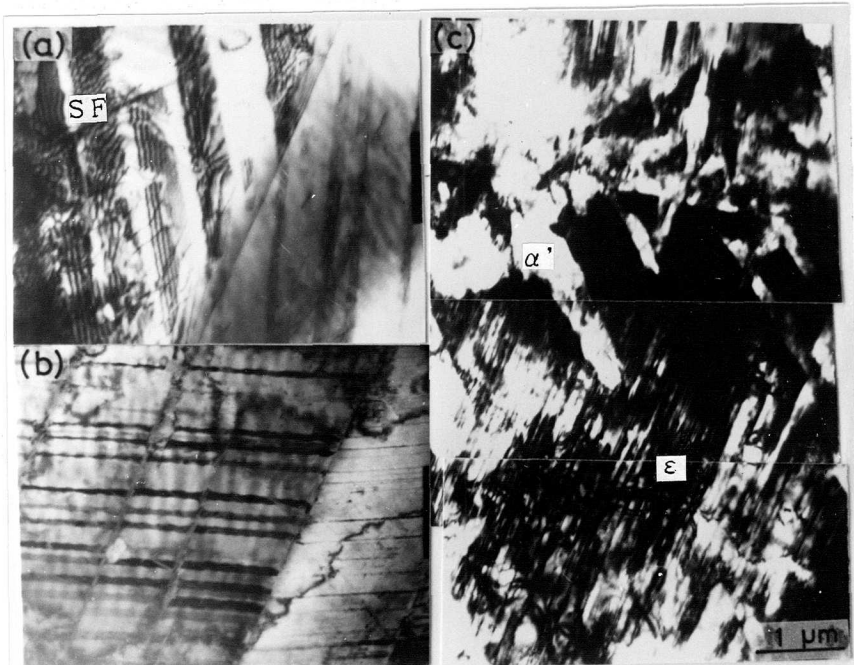


図 3-11 擬降伏点付近での透過電子顕微鏡組織

(B 材, 試験温度 77 K,  $\epsilon = 8.6\%$ )

(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 $\alpha'$ 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。 $\alpha'$ 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<sup>(29)</sup>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 $\alpha'$ 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<sup>(30)</sup>ようになり、それ以降の変形ではもはや巨視的なリュウ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 $\alpha'$ 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<sup>(31)</sup>。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 $\alpha'$ 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 $\alpha'$ 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 $\alpha'$ 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 $\alpha'$ 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150 Kまでは温度の低下につれ $\alpha'$ マルテンサイト生成量は増しているが、150 K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

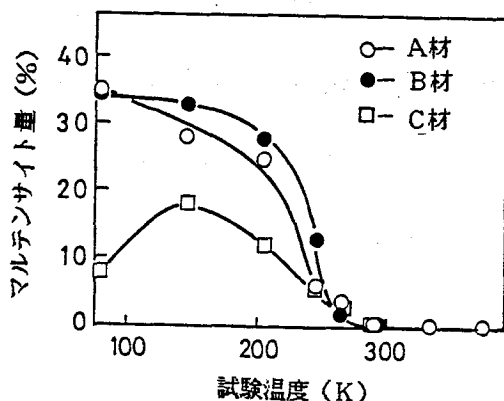


図3-12 破断面近傍の $\alpha'$ マルテンサイト生成量と試験温度の関係

起こしたためと思われる。次に破断伸びの大きい201 K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。77 Kの場合とは異なりいずれの試料も約20%の変形以降に $\alpha'$ マルテンサイト相が生成されている。先に透

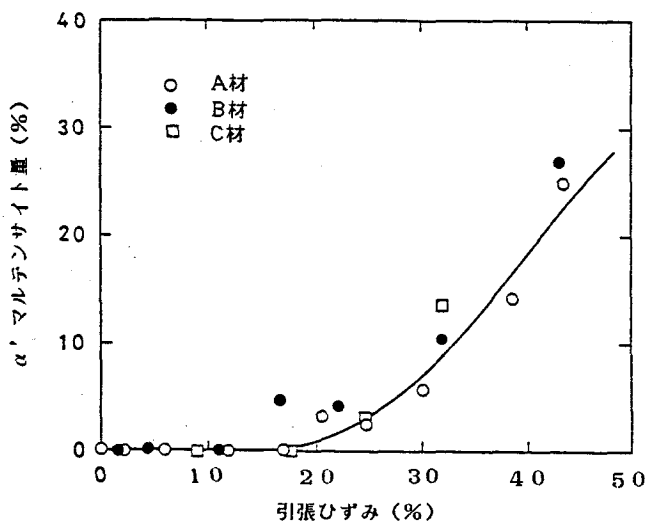


図3-13 引張ひずみと $\alpha'$ マルテンサイト生成量の関係 (試験温度: 201 K)

過電子顕微鏡組織で示したように変形度が約16%まで $\alpha'$ 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。201 K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 $\alpha'$ 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 $\alpha'$ マルテンサ

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 $\alpha'$ 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

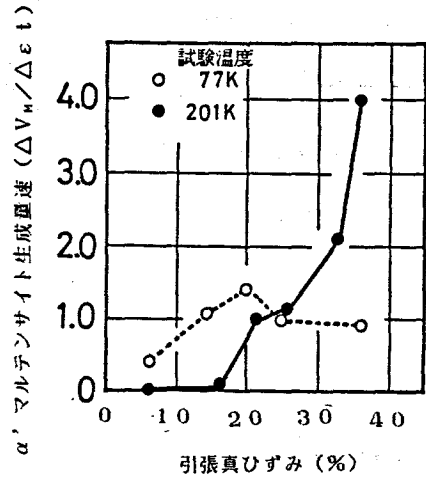


図3-14 単位ひずみ当りの $\alpha'$ マルテンサイト生成量 (A材)

したが、201Kの場合には比較的大きな変形後に $\alpha'$ 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 $\alpha'$ 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 $\alpha'$ 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<sup>(24)(25)</sup>、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 $\alpha'$ 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。

### 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 $\alpha'$ 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 $\alpha'$  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<sup>(32)</sup>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 $\alpha'$  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 $\alpha'$  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<sup>(33)</sup>。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った。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ゲルが見られる。28%変形した(b)ではのが分かる。タンゲ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ゲ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ゲル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

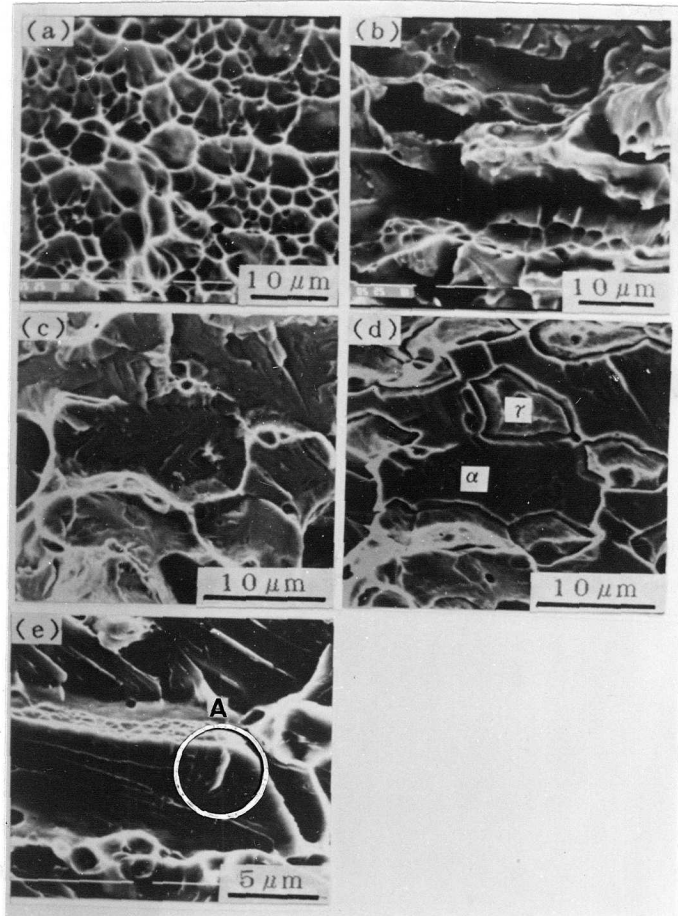


図3-15 各処理材77Kでの引張破面  
 (a) A材, 試験片表面付近, (b) A材, 試験片中央付近  
 (c) B材, 試験片中央付近  
 (d) B材, (c)の破面を腐食したもの  
 (e) C材, 試験片中央付近

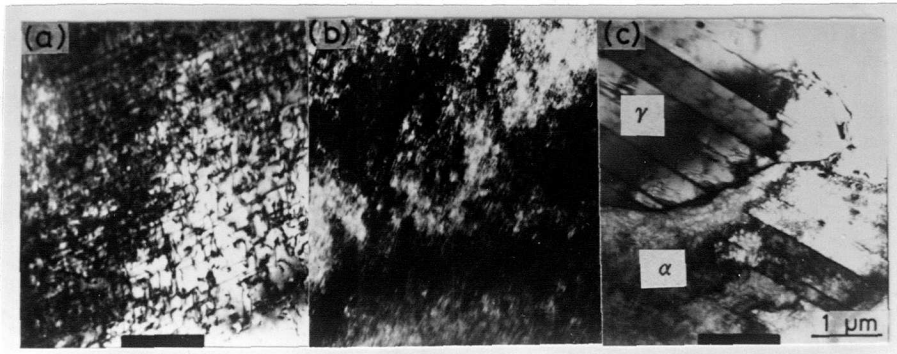


図3-16 フェライト相の77K変形組織

- (a) A材, 引張ひずみ  $\varepsilon = 11\%$  (b) A材,  $\varepsilon = 28\%$   
 (c) C材,  $\varepsilon = 5\%$

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、 $\alpha'$  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 $\alpha'$  マルテンサイトおよび $\varepsilon$ 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201 K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) 77 K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  $\epsilon$  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  $\epsilon \rightarrow \alpha'$  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1323 K、1073 K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 | 134.8 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 |

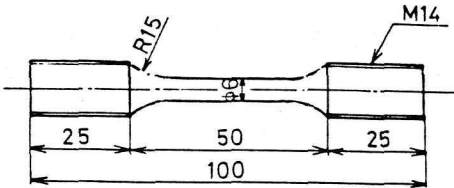


図 3-17 試験片形状と寸法

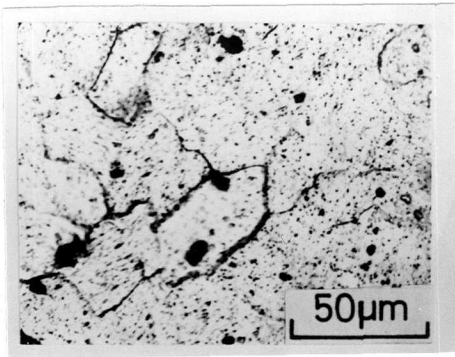


図 3-18 B鋼の光学顕微鏡組織

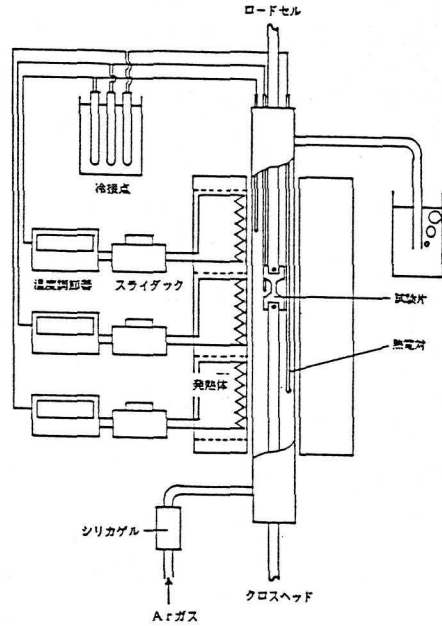


図 3-19 高温引張装置の概略図

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1073 K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 $5.56 \times 10^{-4} \text{sec}^{-1}$ 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。

絞り率は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

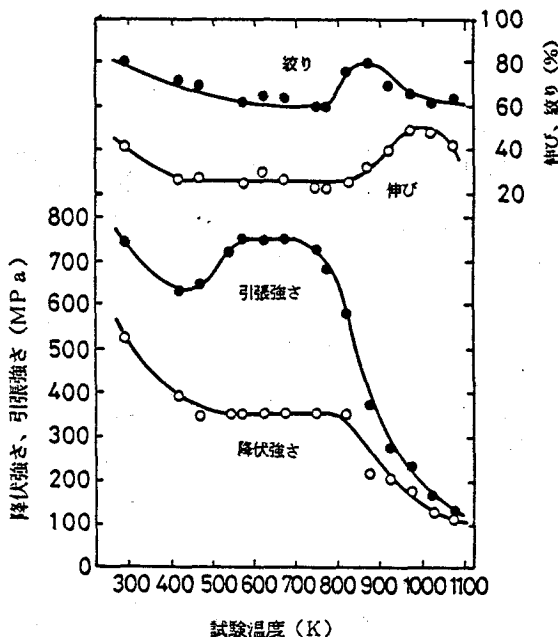


図3-20 A鋼の高温引張特性

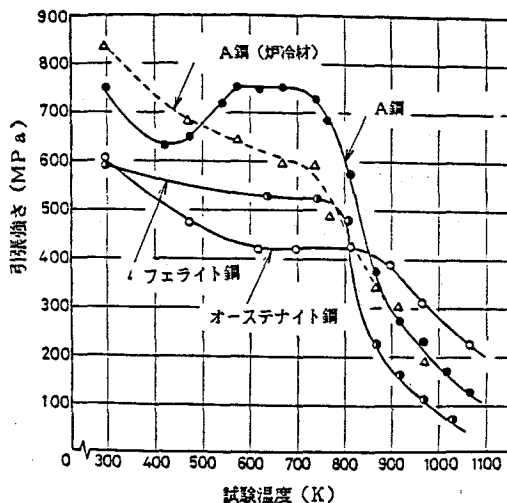


図3-21 高温引張強さの他の鋼種との比較



ライト単相鋼<sup>(34)</sup>、18Cr-12Niオーステナイト単相鋼<sup>(35)</sup>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です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 $5.56 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ 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

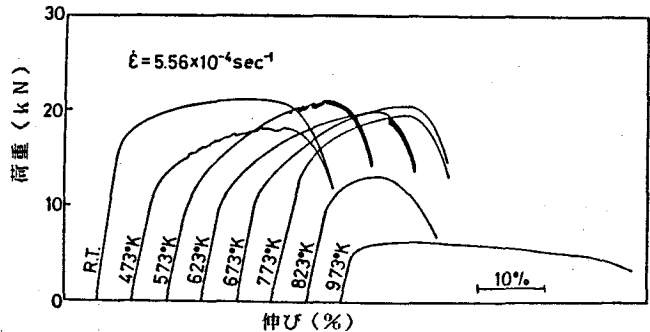


図3-22 A鋼の荷重-伸び曲線

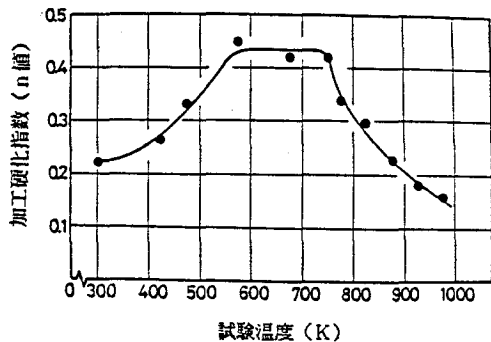


図3-23 加工硬化指数 (n 値) と試験温度の関係 (A鋼)

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<sup>(36)</sup><sup>(37)</sup>。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。

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 600 K 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づく強化<sup>(38)</sup>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 573 K で、ひずみ速度を種々変化させた時の荷重-伸び曲線の一つを図 3-24 に示す。

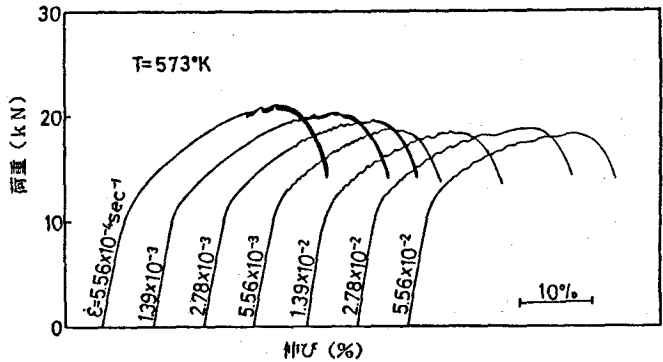


図 3-24 荷重-伸び曲線のひずみ速度依存性 (A 鋼)

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。

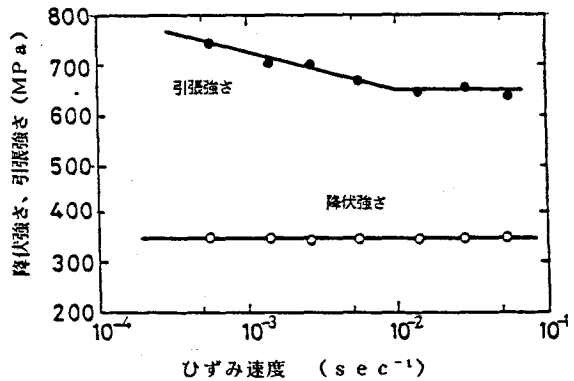


図 3-25 引張強さ、降伏強さのひずみ速度依存性

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<sup>(39)</sup>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<sup>(40)</sup>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<sup>(41)</sup>で示す Arrheniusの関係があるはずである。すなわち

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

ここで $\dot{\epsilon}$ 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 $\dot{\epsilon}$ 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84 kJ/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(79 kJ/mol)<sup>(42)</sup>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

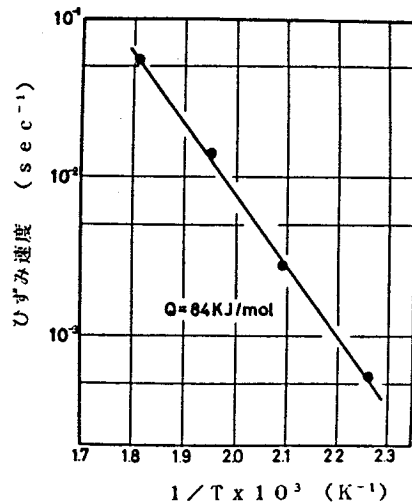


図3-26 ひずみ速度と試験温度のアレニウス表示

ト相でも573 Kでそれを起こさないとされる。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－伸び曲線の一列を図3－27に示す。フェライト単相材の場合にも573 K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1323 K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。

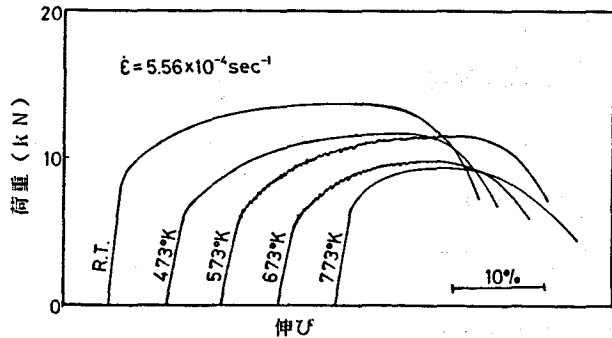


図3－27 B鋼の荷重－伸び曲線

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850 K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

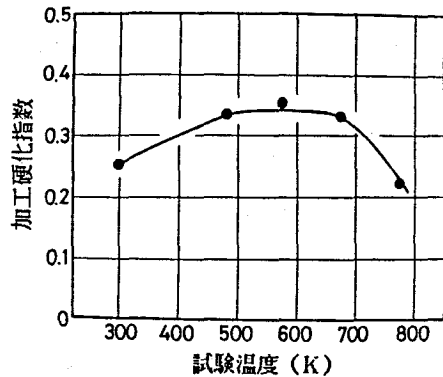


図3－28 B鋼の加工硬化指数と試験温度の関係

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ーションの発生が予想され、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1023 K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850 K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600 K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、ネック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 $4.2 \times 10^{-2} \text{sec}^{-1}$ 、 $4.2 \times 10^{-3} \text{sec}^{-1}$  および $4.2 \times 10^{-4} \text{sec}^{-1}$ 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<sup>(43)</sup>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

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

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。

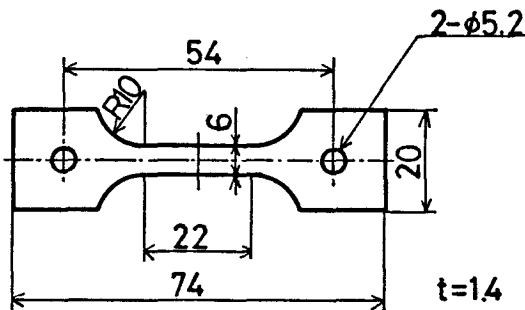


図3-29 試験片形状と寸法

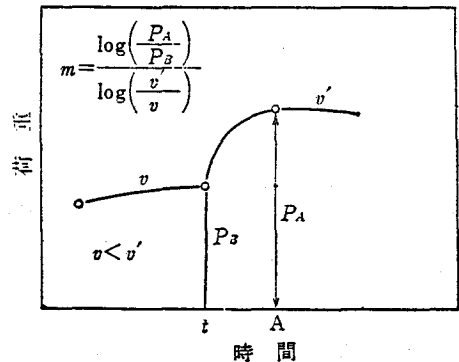


図3-30 m値の求め方

### 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<sup>(44)</sup>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、

いず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

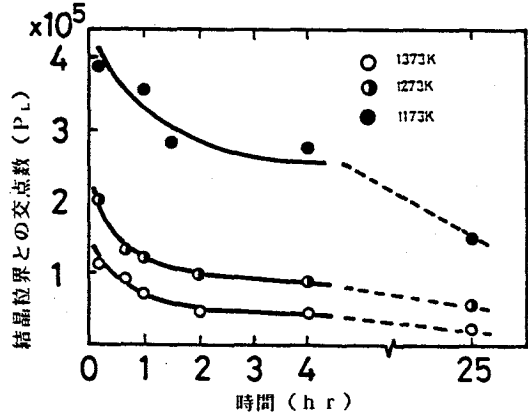


図3-31 結晶粒界との交点数と加熱温度、時間との関係

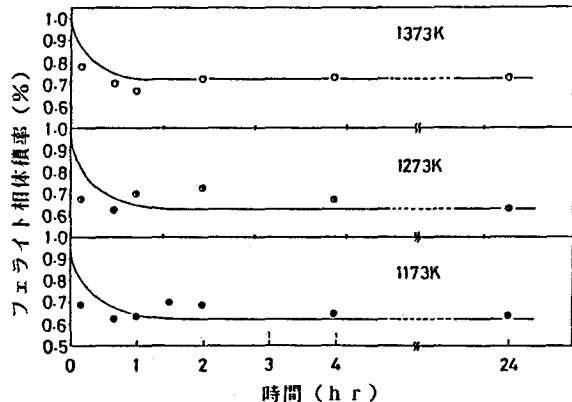


図3-32 加熱温度、時間とフェライト相体積率の関係

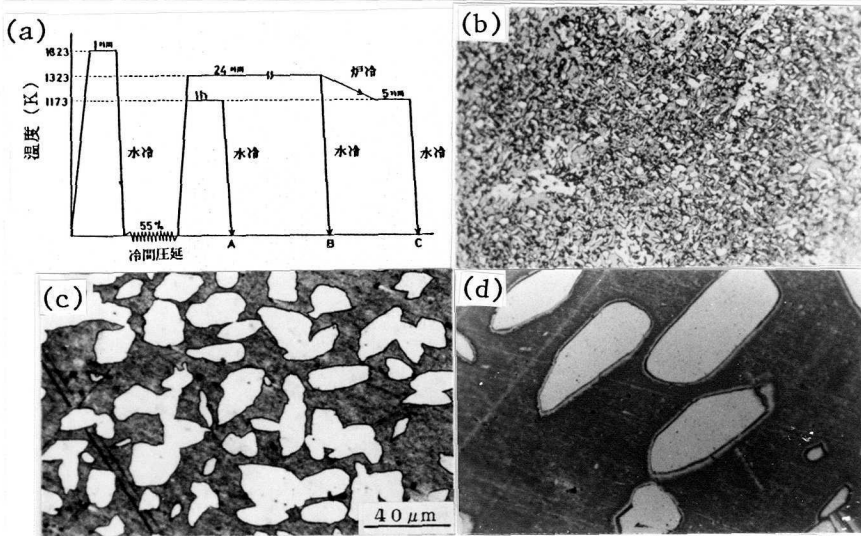


図3-33 熱処理法と光学顕微鏡組織

(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<sup>(45)</sup>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-伸び曲線の一部を示した。(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重

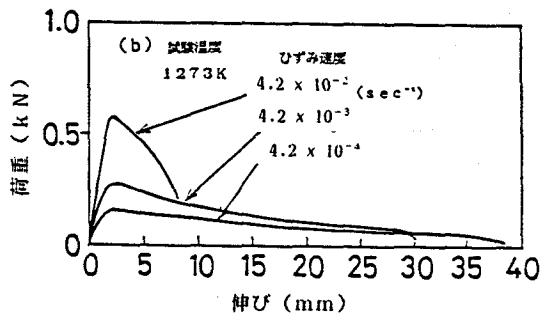
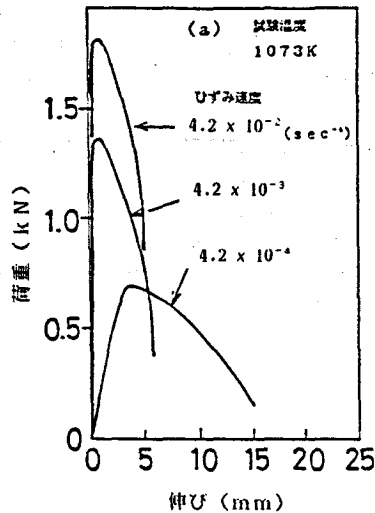


図3-34 A材の荷重-伸び曲線の一部

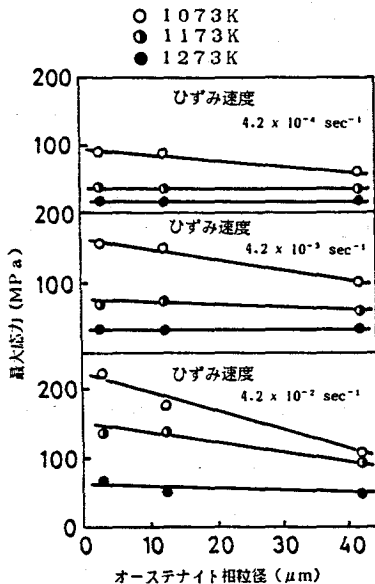


図3-35 最大応力に及ぼすオーステナイト相粒径、ひずみ速度、試験温度の影響

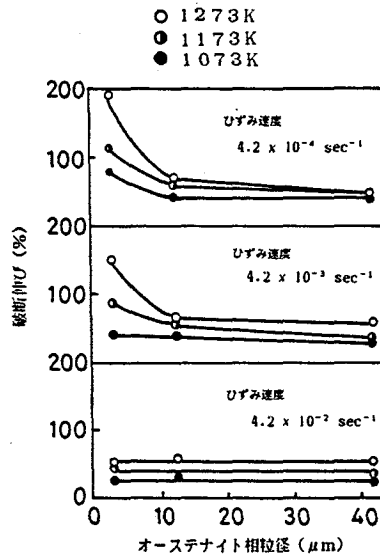


図3-36 破断伸びとオーステナイト相粒径の関係

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思わ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 $\mu\text{m}$ 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 $\sigma = K \dot{\epsilon}^m$ の関係があることが知られている<sup>(43)</sup>。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、 $\sigma$ は $\dot{\epsilon}$ 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 $\dot{\epsilon}$ 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 $\sigma$ 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もので、それが認められる最も低ひずみ速度の  $4.2 \times 10^{-4} \text{sec}^{-1}$  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、通常的高温変形挙動、つまり転位が粘性運動をしていると考えられ

る<sup>(46)</sup>。 $m = 0.3$  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<sup>(47)</sup>。

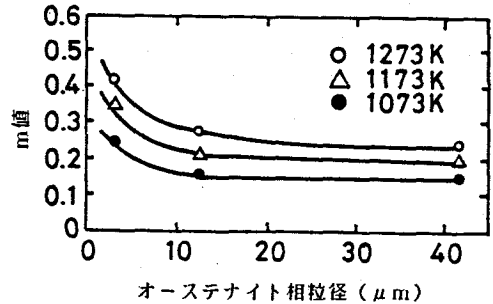


図 3-37  $m$  値とオーステナイト相粒径の関係

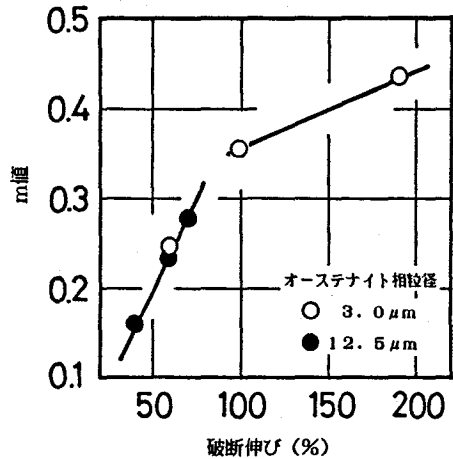


図 3-38  $m$  値と破断伸びの関係

### 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 $\dot{\epsilon} = 4.2 \times 10^{-2} \text{sec}^{-1}$  (a) および $4.2 \times 10^{-4} \text{sec}^{-1}$  (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 $\dot{\epsilon} = 4.2 \times 10^{-2} \text{sec}^{-1}$  (c) と $\dot{\epsilon} = 4.2 \times 10^{-4} \text{sec}^{-1}$  (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

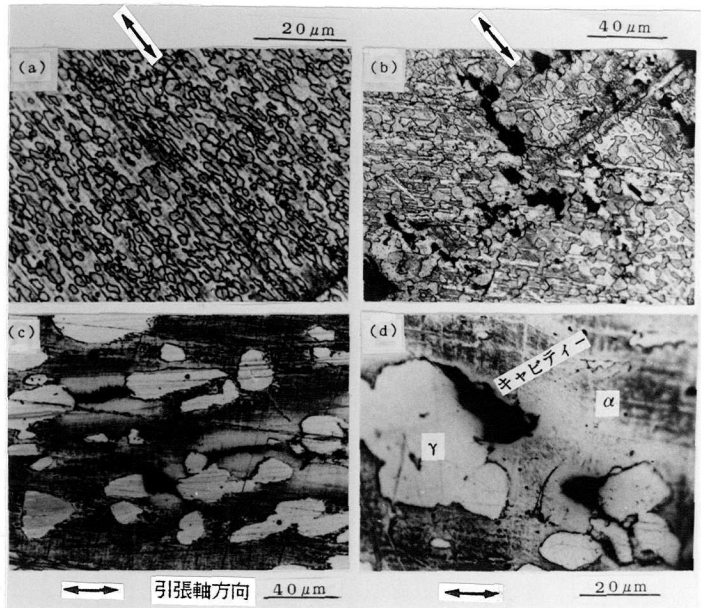


図3-39 A, C破断材の変形組織 (試験温度 1273K)

(a) A材,  $\dot{\epsilon} = 4.2 \times 10^{-2} (\text{sec}^{-1})$

(b) A材,  $\dot{\epsilon} = 4.2 \times 10^{-4} (\text{sec}^{-1})$

(c) C材,  $\dot{\epsilon} = 4.2 \times 10^{-2} (\text{sec}^{-1})$

(d) C材,  $\dot{\epsilon} = 4.2 \times 10^{-4} (\text{sec}^{-1})$

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<sup>(48)</sup>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<sup>(49)</sup>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すむ上に、 $\alpha$ - $\gamma$ 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ー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50 MPa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

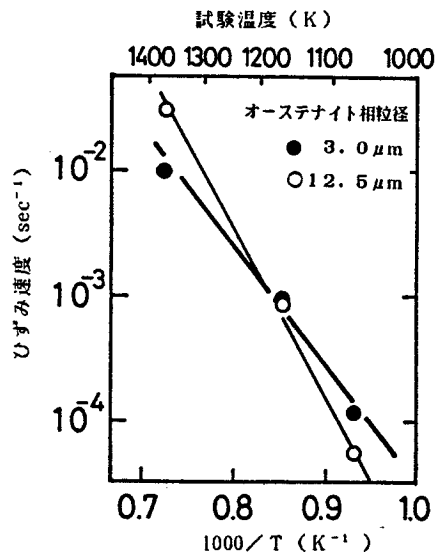


図3-40 ひずみ速度と試験温度のアレニウス表示

示したのが図3-40である。

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

この式から、A材では  $Q = 191 \text{ kJ/mol}$ 、C材では  $Q = 260 \text{ kJ/mol}$  が求まる。 $\alpha\text{-Fe}$ における自己拡散のための活性化エネルギーは 210 から  $280 \text{ kJ/mol}$  の範囲にあり、 $\gamma\text{-Fe}$  のそれは 295 から  $305 \text{ kJ/mol}$  の範囲であることが報告されているが<sup>(50)</sup>、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<sup>(20)</sup>が、さらに破断伸びがひずみ速度依存性を示すこと<sup>(49)</sup>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

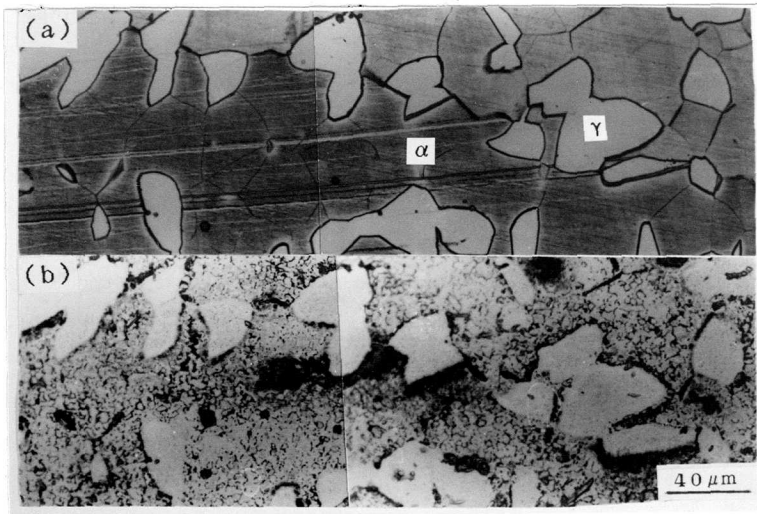


図3-41 C材変形前後の光学顕微鏡組織 ( $\dot{\epsilon} = 4.2 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ )  
 (a) 変形前の組織 (b)  $1273 \text{ K}$  ,  $\epsilon = 5\%$

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、1023~1273 K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191 kJ/mol、後者では260 kJ/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77 Kから1273 K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 $\epsilon$ あるいは $\alpha'$ 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、201 K付近での変態塑性や77 K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M<sub>d</sub>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 赴夫 , 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<sup>(1, 2)</sup>。一方、変形様式については友田ら<sup>(3)</sup>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線プロフィール解析法があることは知られている<sup>(4)</sup>。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ルの式<sup>(5, 6)</sup>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<sup>(7)</sup>。しかしさらに細かく変形を検討しようとするればこの方法だけでは不十分でX線プロフィールの形状の変化をも考慮しなければいけない。WarrenとAvenbach<sup>(8)</sup>はその方法としてX線プロフィー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<sup>(9)</sup>。またGarrodとAuldら<sup>(10)</sup>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<sup>(11, 12, 13)</sup>。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重なりあい次数の異なる面からのX線プロフィー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

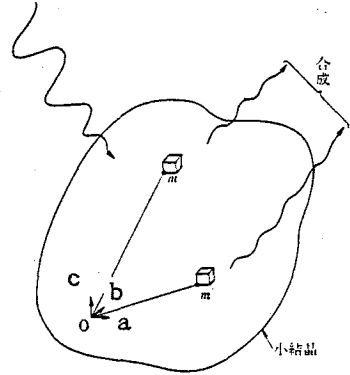


図4-1 散乱波の合成

目の単位胞の位置ベクトルを $R_m$  変位ベクトルを $\delta_m$  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

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

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、 $s = (S - S_0)/\lambda$  で表わさ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

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

となる。この式は1個の小結晶からの散乱強度  $I(\xi\eta\zeta)$  であるが、次にX線に対して全くでたらめの方角を持つ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  $\theta$  として、その散乱を起こす結晶面の法線が入射方向から  $90^\circ - \theta$  と  $90^\circ - (\theta + d\alpha)$  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

$$dM/M = 2\pi r \sin(90^\circ - \theta) r d\alpha / 4\pi r^2 \quad (4-3)$$

となる。この  $2\pi r \sin(90^\circ - \theta) r d\alpha$  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  $dA = R^2 d\beta d\gamma$  を考える。この試料から単位時間

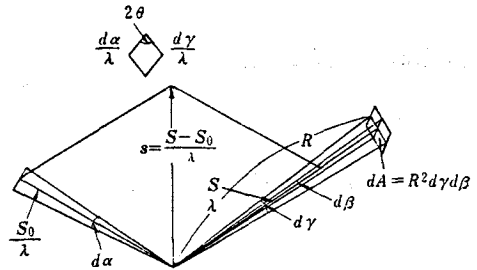


図4-2  $s = (S - S_0)/\lambda$  と入射線、反射線との関係

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。

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

$d\alpha$  の変化は  $S_0$  に垂直で  $d\alpha/\lambda$  の大きさの、また  $d\beta$ ,  $d\gamma$  は  $S$  に垂直で  $d\beta/\lambda$ ,  $d\gamma/\lambda$  の大きさの逆格子空間での変化に対応し、 $d\alpha$  と  $d\gamma$  との間の角度は  $2\theta$  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

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

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、 $\xi$ 、 $\eta$ 、 $\zeta$  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

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

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  $2\theta$  に対する分布に変換する。その分布を  $J_{2\theta}$  とすると、

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

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

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

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か、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

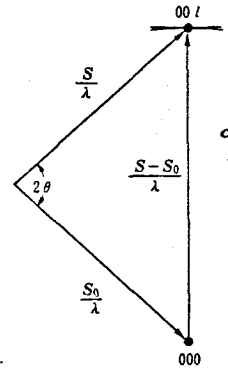


図 4-3  $00l$  面での  $s$  の大きさ

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

従って、 $J_{2\theta}$  は

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

となる。そこで (4-8) 式の  $J_{2\theta}'$  を求めると、

$$J_{2\theta}' = K_1(\theta) \iint \sum_{m'} \sum_m \exp[2\pi i \{ \xi(m_1 - m_1') + \eta(m_2 - m_2') + \zeta(m_3 - m_3') + s \cdot (\delta_m - \delta_{m'}) \}] d\xi d\eta \quad (4-11)$$

となる。ここで  $K_1(\theta) = I_0 MR^2 \lambda^2 |F^2| / 16 V_a |c^*| \sin^2 \theta$  である。

(4-11) 式中の  $s \cdot (\delta_m - \delta_{m'})$  のスカラー積は、00*l* 反射での  $s$  ベクトルの位置が  $lc^*$  であり、 $\delta_m$  の  $c$  成分を  $Z_m$  とすれば、 $s \cdot (\delta_m - \delta_{m'}) = l(Z_m - Z_{m'})$  となるので、

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

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慮して (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

$$J_{2\theta}' = K_1(\theta) \sum_{m_1} \sum_{m_2} \sum_n N(n) \langle \exp[2\pi i l Z_n] \rangle \exp[2\pi i n \zeta] \quad (4-13)$$

なる。ここで  $\langle \rangle$  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

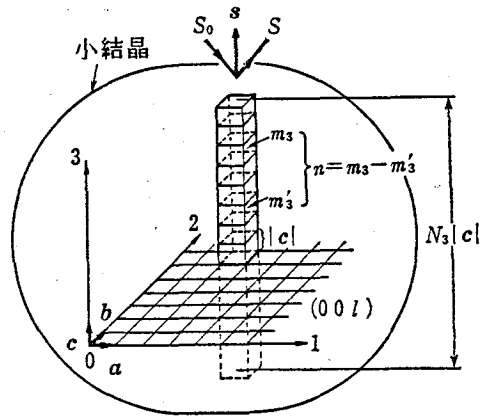


図 4-4 微小結晶モデル



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、

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

が最終的に得られる。この式を展開すれば、

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

ここで

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

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

とおけば、

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

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  $A_n^S = \langle \cos 2\pi l Z_n \rangle$  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

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

である。したがって、

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

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、

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

と表わせる。

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

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

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  $\Delta L$  は

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

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、

$$|c|/L = a/h_0 = d \quad (4-23)$$

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 $h_0^2 = h^2 + k^2 + l^2$ を用いると、(4-20)、(4-21)式から

$$I_n A_L(h_0) = I_n A_L^D - 2 \pi^2 h_0^2 \langle (\Delta L/L)^2 \rangle L^2/a^2 \quad (4-24)$$

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 $I_n A_L(h_0)$ を $h_0^2$ 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る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<sup>(10)</sup>について述べる。式(4-24)において両辺をLで割ると、

$$-I_n A_L(h_0)/L = I_n A_L^D/L - 2 \pi^2 h_0^2 \langle \varepsilon^2 \rangle L/a^2 \quad (4-25)$$

となる。 $I_n A_L^D/L$ 項を2次項まで近似すると、

$$I_n A_L^D/L = 1/|c| N_3 - 1/2 N_3^2 |c|^2 \quad (4-26)$$

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、

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

となる。つまり  $-l_n A_L(h_0)/L$  を  $L$  に対してプロットし、その直線の  $L \rightarrow 0$  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、

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

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 1323 K 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变形挙動も調べたがフェライト相硬化のためには 748 K 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

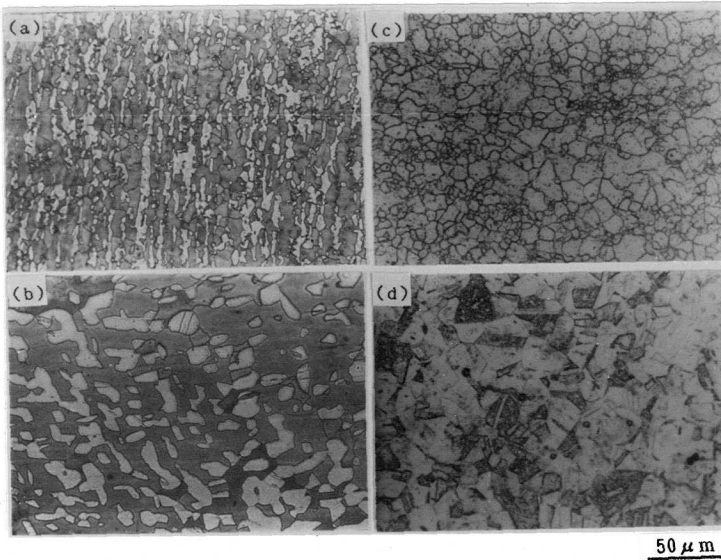


図4-5 供試材の光学顕微鏡組織

(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            | 格子定数   | フェライト相<br>体積率<br>% | Md温度<br>K |
|----------|---------|---------------|--------|--------------------|-----------|
|          |         | $\mu\text{m}$ | nm     |                    |           |
| 2相鋼      | フェライト   | 7.6           | 0.2876 | 62                 | 278       |
|          | オーステナイト | 4.2           | 0.3603 |                    |           |
| 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  | 降伏強さ | 引張強さ | 破断伸び |
|----------|-----------|-----|------|------|------|
|          |           | Hv  | MPa  | MPa  | %    |
| 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、いず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CoK $\alpha$ 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。2 $\theta$ 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<sup>(15)</sup>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

$$\begin{aligned} G_r(n) &= \sum_{j=-X/2}^{X/2} g(j) \cos 2\pi nj/X \\ H_r(n) &= \sum_{j=-X/2}^{X/2} h(j) \cos 2\pi nj/X \end{aligned} \quad (4-29)$$

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  $\theta_0$ 、j=X/2、j=-X/2の位置をそれぞれ  $\theta_1$ 、 $\theta_2$  とすれば  $\theta_1$ 、 $\theta_2$  は次式から求められる。

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

nをLの表示に変換し、次式によって真のフーリエ余弦係数  $A_L$  を得た。

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

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

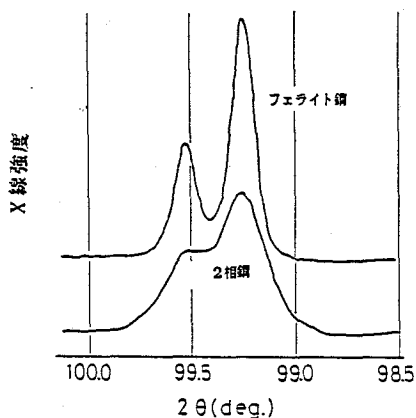


図4-6 溶体化処理した2相ステンレス鋼とフェライト鋼のX線プロファイル

C-9801F型電子計算機を用いて行った。

X線的転位密度( $\rho$ )は次式によって算出した<sup>(16)</sup>。

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

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20 $\mu$ m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<sup>(17)</sup>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<sup>(18)</sup>。

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

$L_1$ 、 $L_2$ 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<sup>(19)</sup>。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

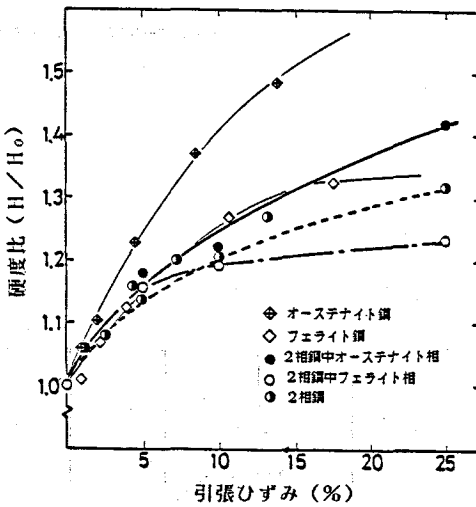


図4-7 引張ひずみと加工硬化の関係

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

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。

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相鋼と单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。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-

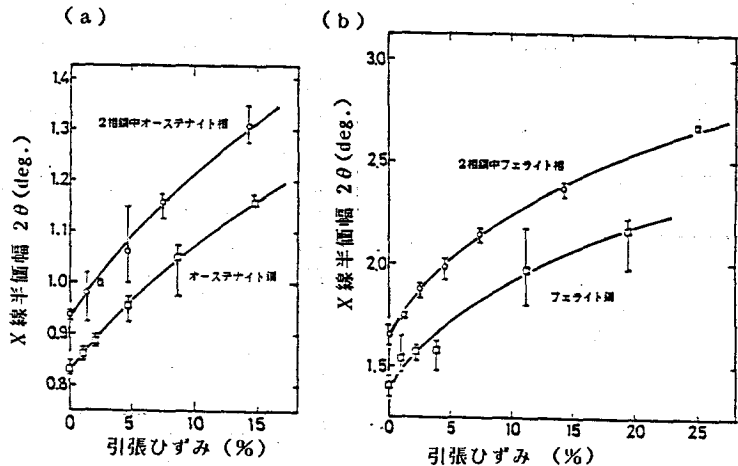


図4-8 引張ひずみとX線半価幅の関係  
(a) オーステナイト相、(b) フェライト相

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。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

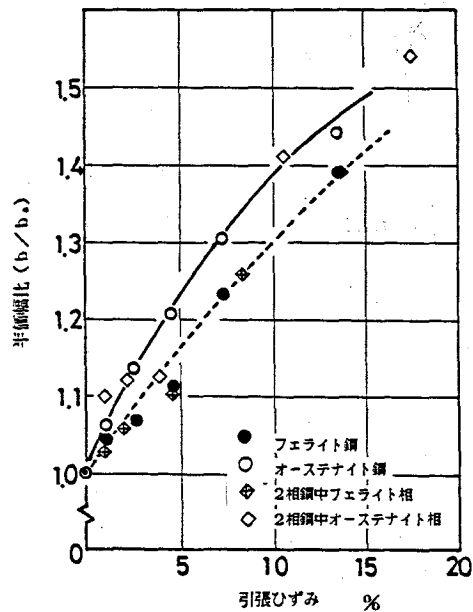


図4-9 引張ひずみとX線半価幅比 ( $b/b_0$ ) の関係

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

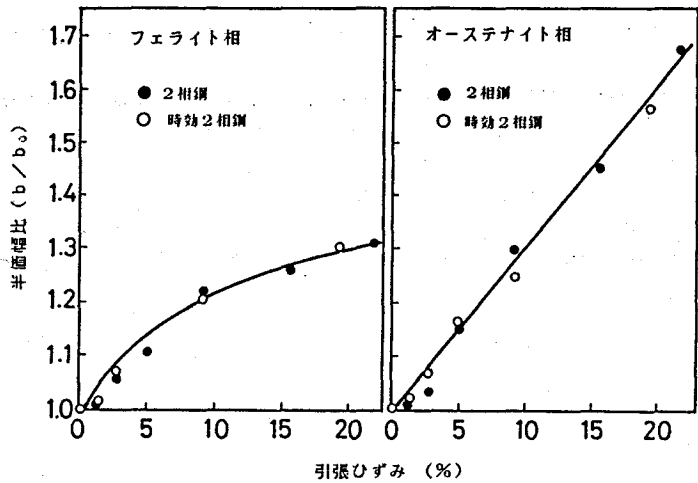


図4-10 時効2相鋼の引張ひずみとX線半価幅比の関係

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<sup>(3)</sup>。

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原因となるであろう。

#### 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 $A_L$ 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15 nm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-

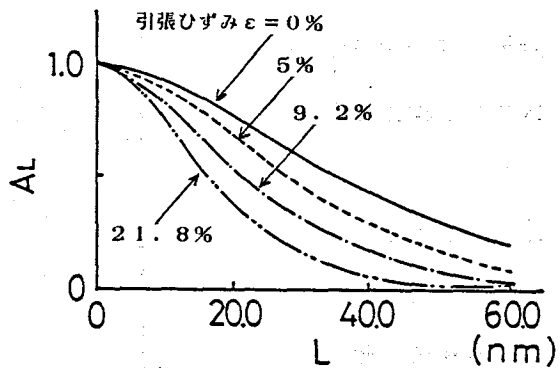


図4-11 フーリエ余弦係数 ( $A_L$ ) とコラム長さ ( $L$ ) の関係

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相鋼のデータである。これらの図から一般的に言えることはド

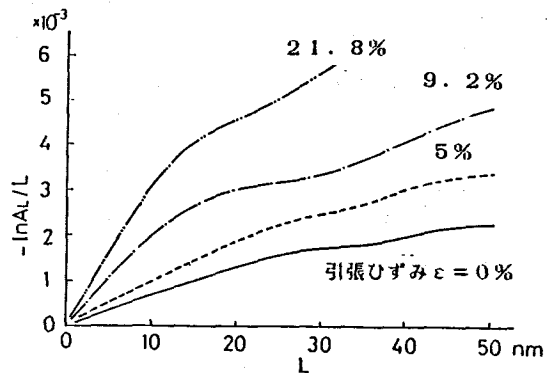


図4-12  $-\ln A_L/L$  と  $L$  の関係

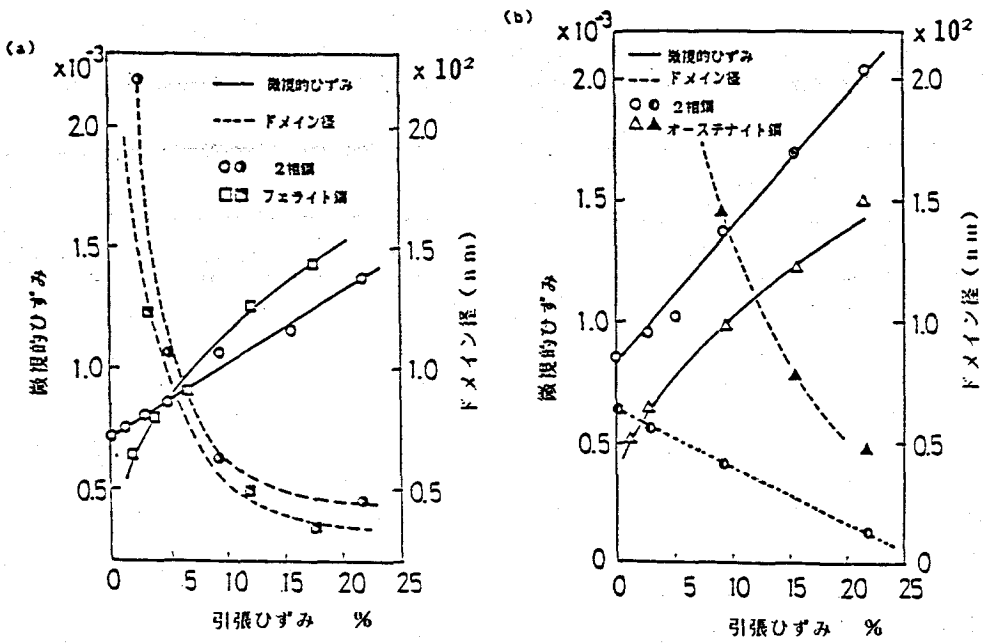


図4-13 2相鋼引張変形材の微視的ひずみとドメイン径  
(a) フェライト相、(b) オーステナイト相

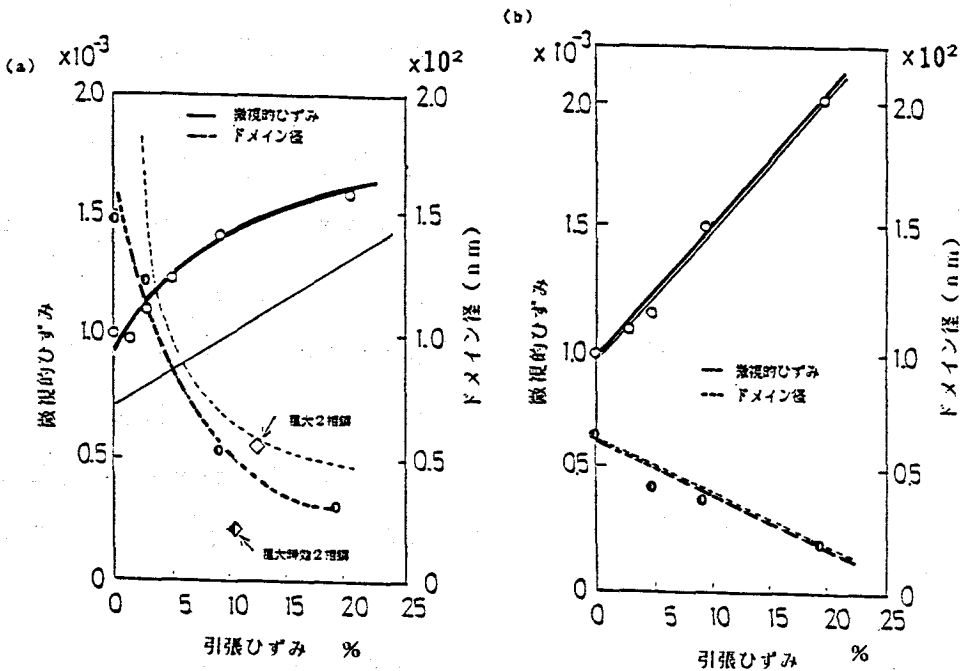


図4-14 時効2相鋼引張変形材の微視的ひずみとドメイン径  
(図中の細線は2相鋼)  
(a) フェライト相、(b) オーステナイト相

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<sup>(20)</sup> 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<sup>(21)</sup>。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

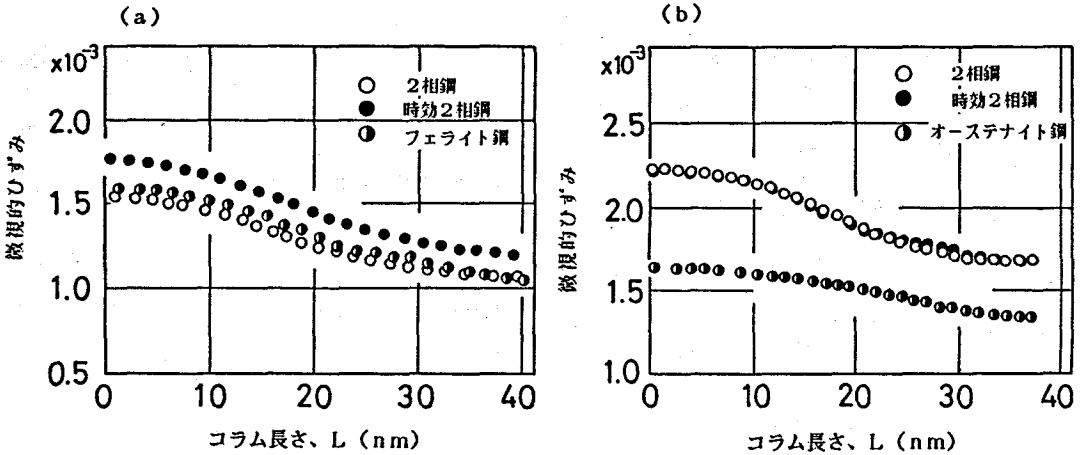


図4-15 微視的ひずみとコラム長さの関係 ( $\epsilon = 2.0\%$ )

(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るオーステナイト相は決して優先的に変形することではなく、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相鋼のものと変わらないが、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<sup>(22)</sup>。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

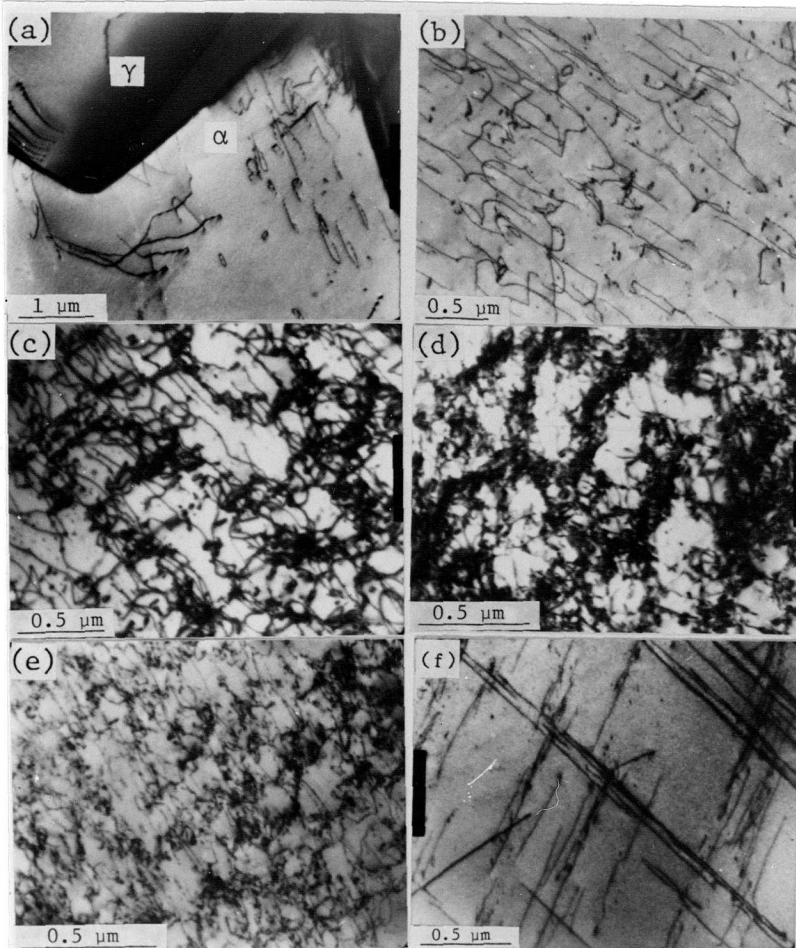


図4-16 フェライト相内の変形組織

- (a) 引張ひずみ  $\epsilon = 0\%$     (b)  $\epsilon = 1.2\%$     (c)  $\epsilon = 2.8\%$   
 (d)  $\epsilon = 9.2\%$     (e)  $\epsilon = 21.3\%$     ..... 2相鋼  
 (f)  $\epsilon = 1.4\%$     ..... 時効2相鋼



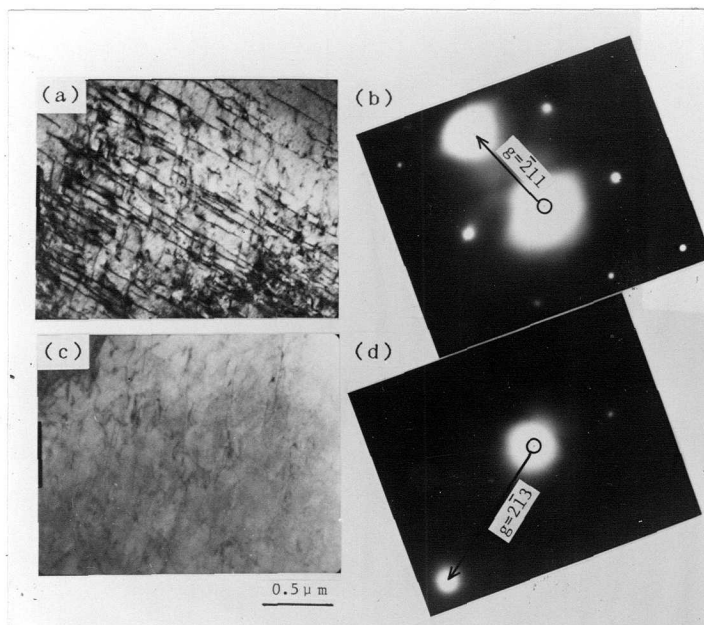


図4-17 時効2相鋼フェライト相内の転位のバーガースベクトルの決定  
(引張ひずみ  $\epsilon = 2.8\%$ )

- (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らないが、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。 $\bar{g} = \bar{2} 1 1$  では左上方から右下方に走る転位線が  $\bar{g} = 2 \bar{1} 3$  では完全に消滅していることが分かる。それ以外の  $\bar{g} = \bar{2} 1 1$ ,  $\bar{2} 1 3$  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  $\bar{g} \cdot \bar{b}$  の値を示す。 $\bar{g} \cdot \bar{b} = 0$  の時、らせん転位のコントラストは消えるのでこの場合、 $\bar{g} = 2 \bar{1} 3$  に垂直方向が転位のバーガースベクトル  $1/2 [\bar{1} 1 1]$  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<sup>(4)</sup>、時効 2 相鋼のフェ

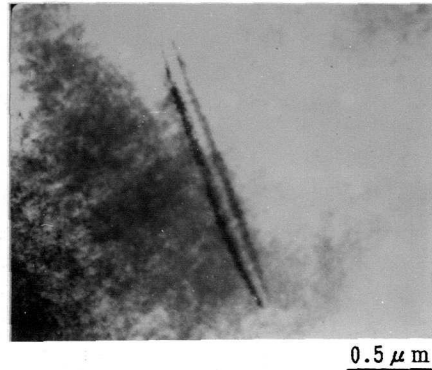


図 4-18 時効 2 相鋼の 19.4% 変形組織

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。

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。

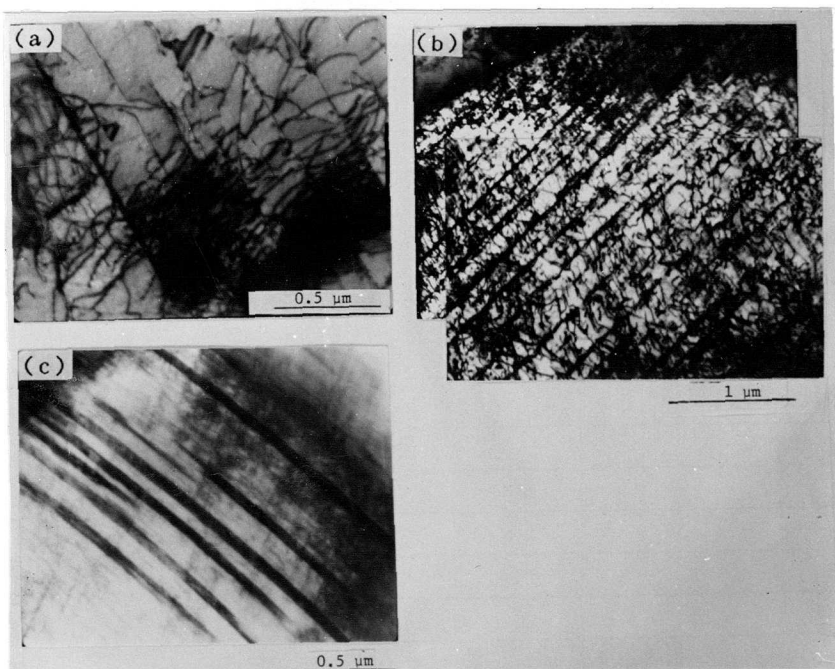


図4-19 オーステナイト相内の変形組織

(a) 引張ひずみ  $\varepsilon = 1.2\%$  (b)  $\varepsilon = 5\%$  (c)  $\varepsilon = 15\%$

(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なっ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<sup>(23, 24)</sup>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

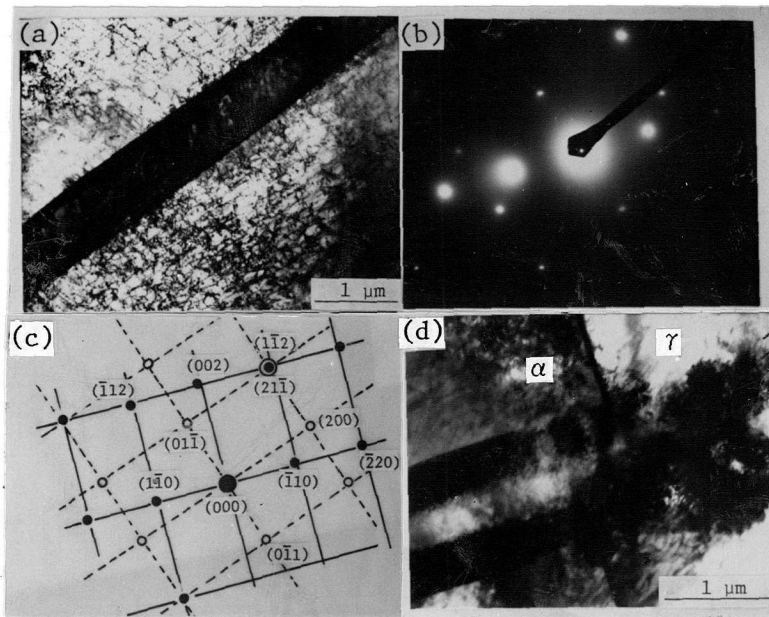


図4-20 粗大時効2相鋼の9.6%変形組織

(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-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言うまでもない。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<sup>(13, 22)</sup>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<sup>(25)</sup>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

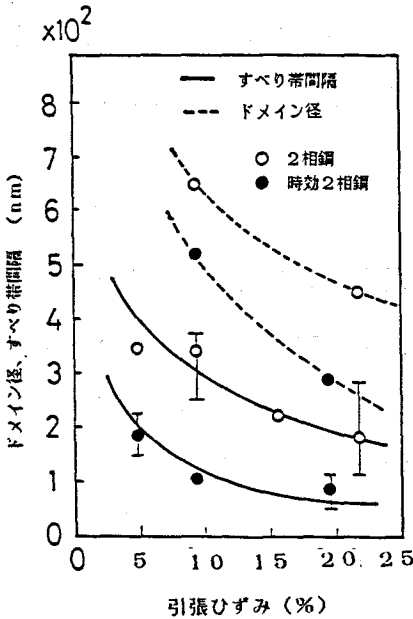


図4-21 ドメイン径, すべり帯間隔と引張ひずみの関係

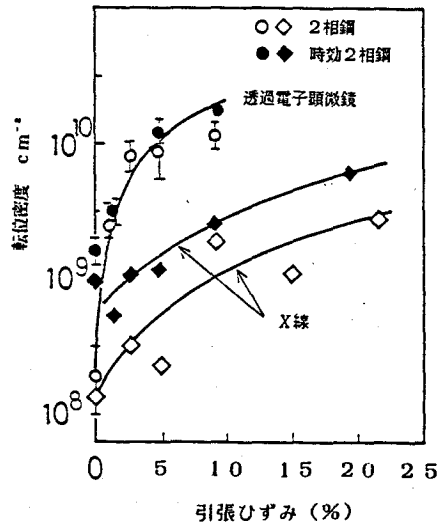


図4-22 X線法と透過電子顕微鏡法による2相鋼の転位密度比較

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、大きな強度と韌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 Metals and 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.Garrood 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) 日本電子顯微鏡学会関東支部編；電子顯微鏡試料技術集、誠文堂新光社, 19(1970).
- (18) 幸田成康；透過電子顯微鏡法, 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言うまでもない<sup>(1)</sup>。

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がたいのが現状である<sup>(2~4)</sup>。

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)材料工学的的手法、(3)破壊力学的的手法と、大きく分けて3つの方法があるが<sup>(5)</sup>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<sup>(6)</sup>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%)

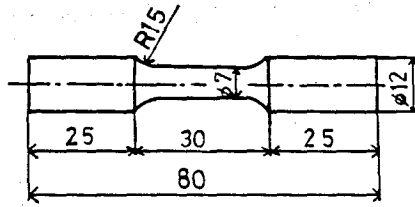
| 材料         | C     | Si   | Mn   | P     | S     | Ni    | Cr    | Mo    | N     | Cu   |
|------------|-------|------|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|------|
| SUS 329(板) | 0.015 | 0.53 | 0.38 | 0.024 | 0.012 | 4.26  | 24.70 | 1.78  | 0.14  |      |
| SUS 329(棒) | 0.005 | 0.38 | 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二者では平均応力が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。

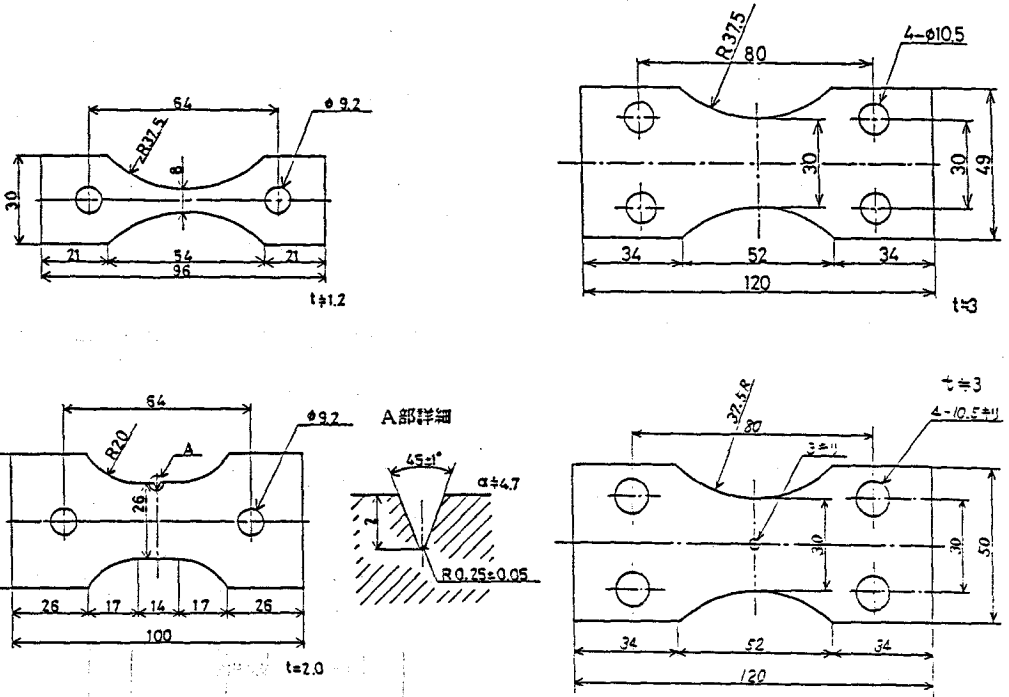
### 5-2-1-2 試験片の準備

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1173 Kから1573 K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1323 K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748 K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、フェライトステンレス鋼と比較した。前2者は溶体化処理温度を1323 Kとし、30分保持後水冷したが、フェライトステンレス鋼は1073 K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410 MPa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<sup>(7)</sup>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、

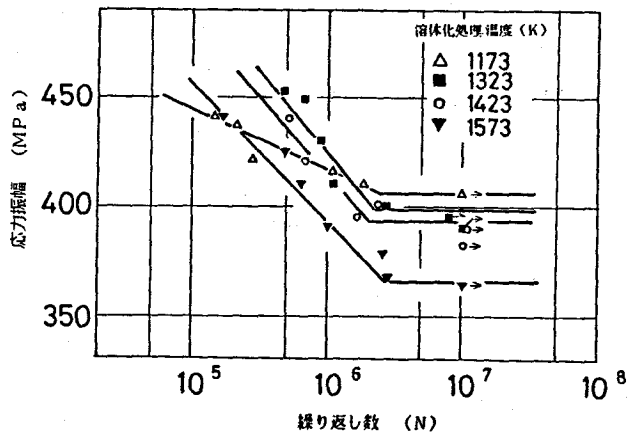


図5-2 疲労強度に及ぼす溶体化処理温度の影響  
(小野式回転曲げ疲労試験)

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合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。疲労試験は片振り引張様式で、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<sup>(8)</sup>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

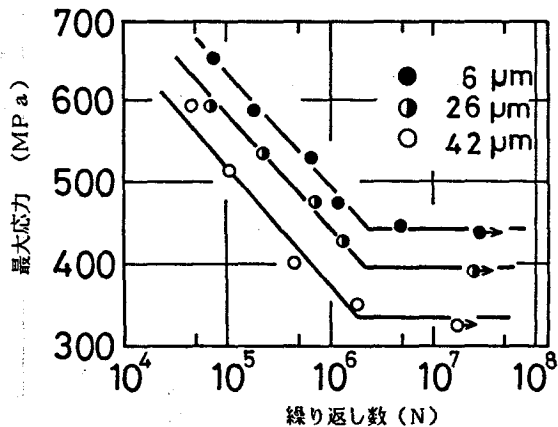


図5-3 フェライト相粒径とS-N曲線 (片振り引張疲労試験)

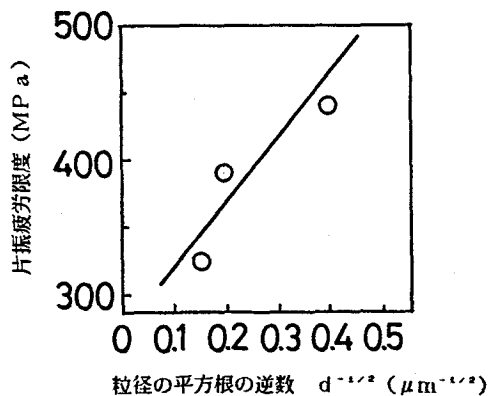


図5-4 疲労限度のフェライト相粒径依存性

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。

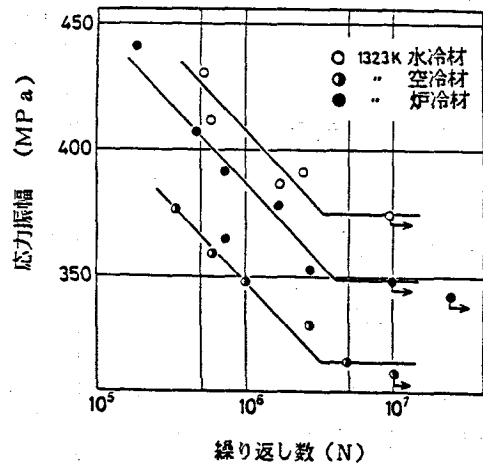


図5-5 疲労強度に及ぼす冷却速度の影響  
(小野式回転曲げ疲労試験)

### 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

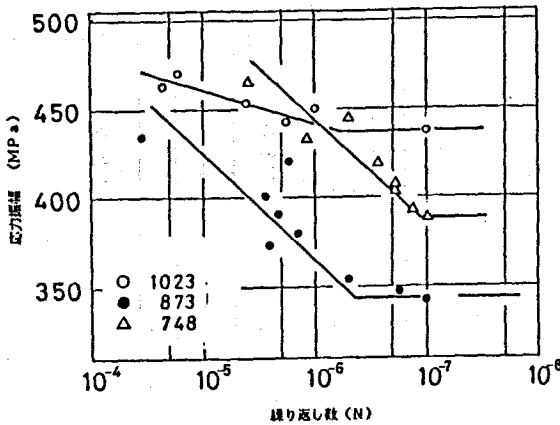


図5-6 時効材の疲労強度  
(小野式回転曲げ疲労試験)

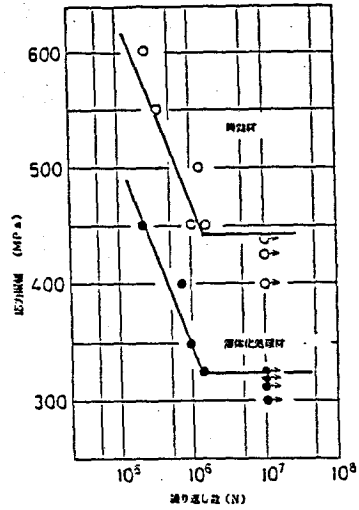


図5-7 748 K時効材のS-N曲線  
(平面曲げ疲労試験)

MPa) となっている。ここで748 K時効材は1323 K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748 K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、748 K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748 K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。1023 K時効材の疲労限度が最も高く748 K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、疲労亀裂長さとの関係性を調べたのが図5-9である。ここでも748 K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1023 K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

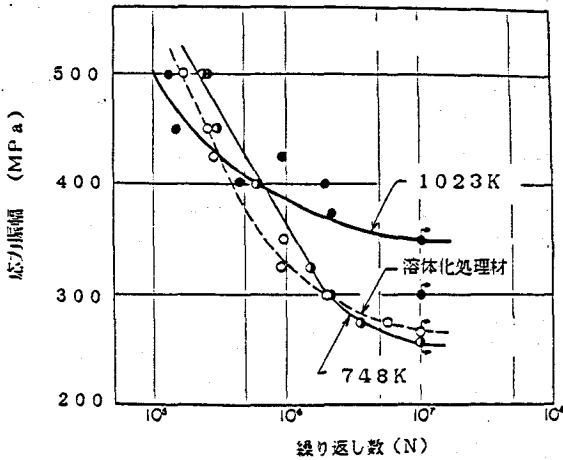


図5-8 時効材の切欠疲労強度

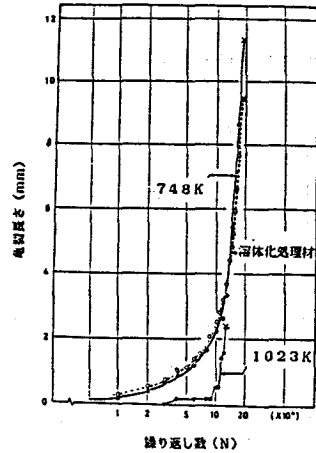


図5-9 疲労亀裂伝播特性

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 $\sigma$ と $\gamma$ 相との混在した微細構造となっている。 $\sigma$ 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は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 $\sigma$ 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<sup>(9)</sup>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

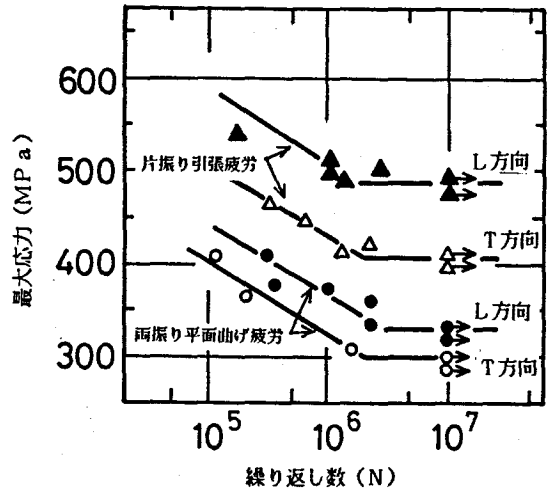


図5-10 T方向とL方向試料の疲労強度

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小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  $da/dN = f(\sigma, a, C)$  で表わされる。aは亀裂長さ、Nは繰返し数、 $\sigma$ は繰返し応力で、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、最も広い範囲に應用されているのは P.Parisらの提案した次式である<sup>(10)</sup>。

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

ここで $\Delta K$ 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 $\Delta K$ 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 $4.3 \times 10^{-10}$ 、 $2.3 \times 10^{-11}$ 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 $(\Delta K)^2$ に比例すること<sup>(11)</sup>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。

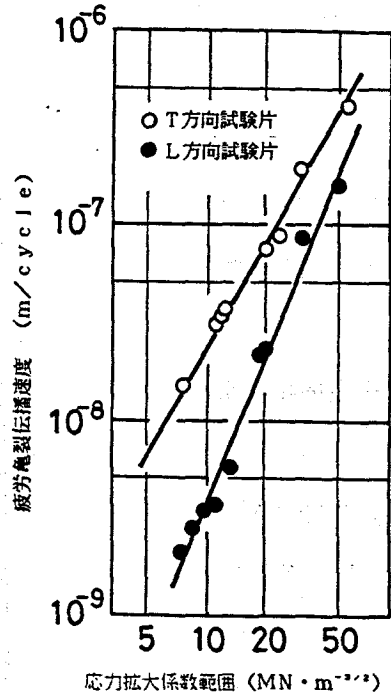


図5-11 疲労亀裂伝播速度

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<sup>(12)</sup>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

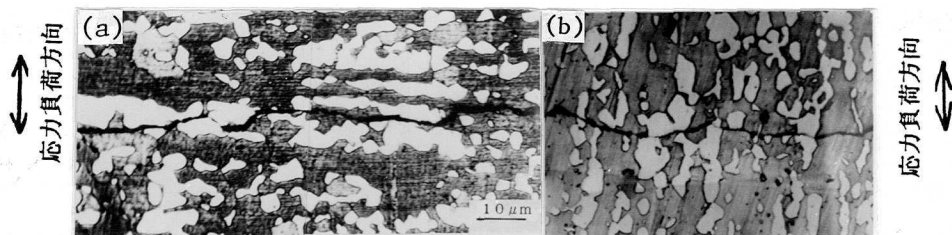


図5-12 疲労亀裂伝播経路

(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  $\epsilon_t = -\ln(1 - \epsilon_r)$  , 引張加工度は  $\epsilon_t = \ln(1 + \epsilon_n)$  で表わしている。 $\epsilon_r$ は断面減少率で $\epsilon_n$ 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、 $\epsilon_r$ 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

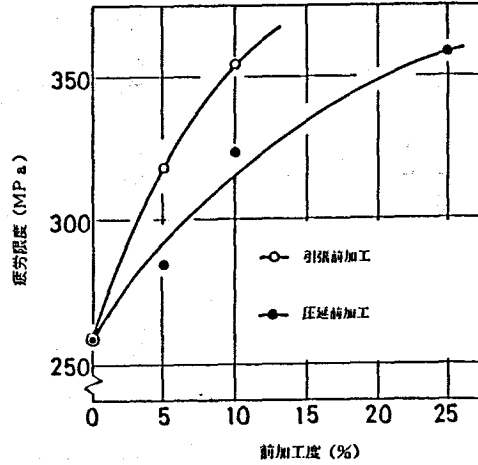


図5-13 疲労強度に及ぼす前加工の影響  
(平面曲げ疲労)

方向のひずみを  $\epsilon_t$ 、圧延方向のひずみ  $\epsilon_l$ 、幅方向のひずみを  $\epsilon_b$  とすると相当ひずみ  $\epsilon_{eq}$  は

$$\epsilon_{eq} = 0.47 [ (\epsilon_t - \epsilon_l)^2 + (\epsilon_l - \epsilon_b)^2 + (\epsilon_b - \epsilon_t)^2 ]^{1/2} \quad (5-2)$$

で表わされる<sup>(13)</sup>。ただし、 $\epsilon_t = -\epsilon_l$ <sup>(14)</sup>、 $\epsilon_b = 0$  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  $\Delta K$  と

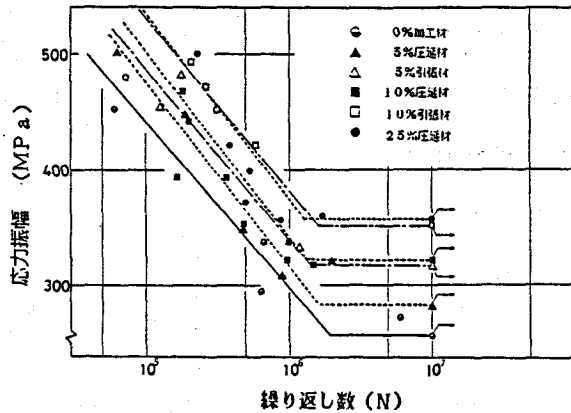


図5-14 疲労限度と前加工度の関係

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<sup>(15)</sup>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

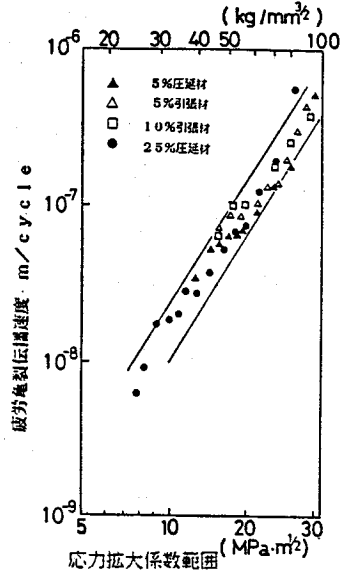


図5-15 前加工材の亀裂伝播速度

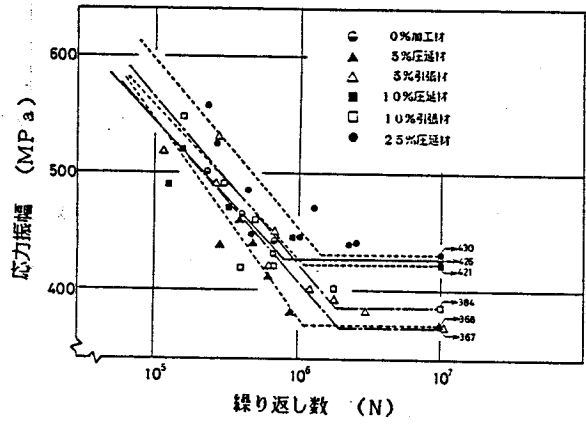


図5-16 疲労強度に及ぼす前加工後の748K時効の影響

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 $\sigma_w$ MPa | 時効後の疲労限度 $\sigma_w^*$ 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、748 K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のが分かる。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 $\Delta K$ 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

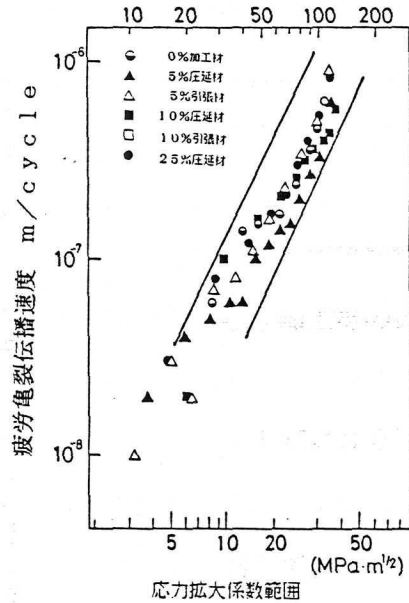


図5-17 加工後時効した2相ステンレス鋼の亀裂伝播速度

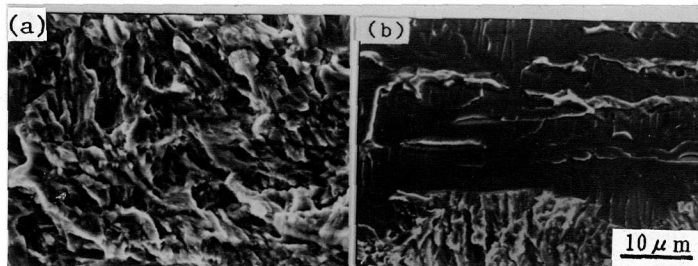


図5-18 加工材と加工時効材の疲労破面  
(a) 25%圧延加工、 $\sigma_a = 360 \text{ MPa}$   
(b) 5%圧延加工後748 K 100 h 時効材、 $\sigma_a = 380 \text{ MPa}$

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 $\Delta K$ の値を $\Delta K_{th}$ 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 $\Delta K_{th}$ 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 $7\mu m$ 、 $30\mu m$ 、 $35\mu m$ 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

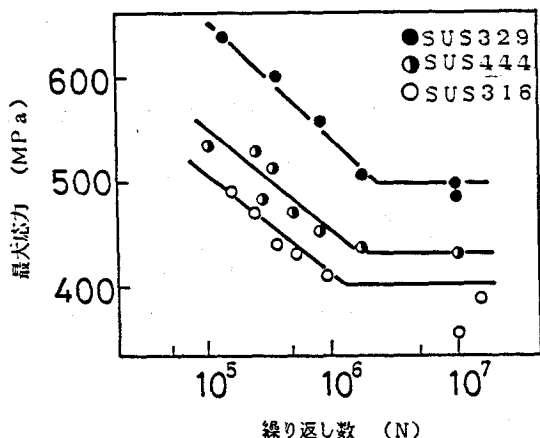


図5-19 各種ステンレス鋼の疲労強度

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-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

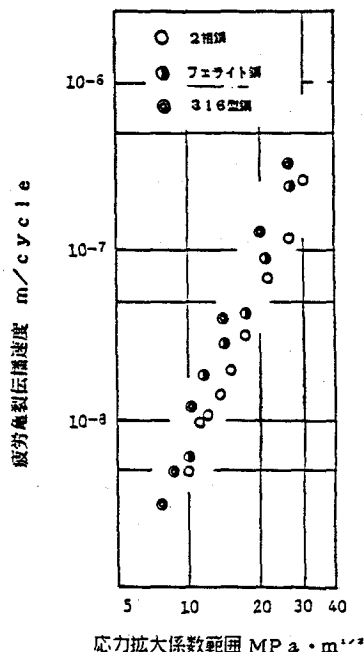


図5-20 各種ステンレス鋼の疲労亀裂伝播速度



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。1023 Kでは疲労限度が上昇するがこれは $\sigma$ 相析出による結晶粒微細化効果のためであろう。748 K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873 Kでは粒界あるいは相境界で $\sigma$ 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、前者の方が疲労限度を大きく上昇させた。またその後の748 K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った。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(1573K 20時間保持→1273K 24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、 $1 \times 10^7$ 回の繰返しで破断しない最高応力を疲労限度とした。疲労過程で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

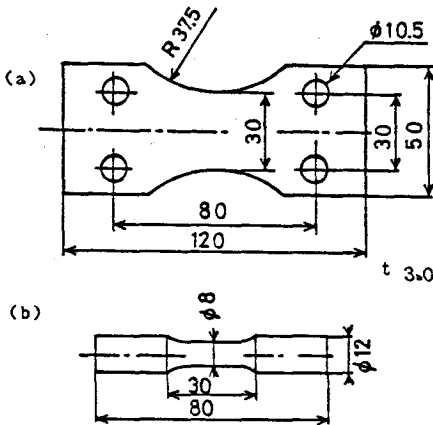


図5-21 試験片形状と寸法  
(a) 平面曲げ疲労試験片  
(b) 回転曲げ疲労試験片

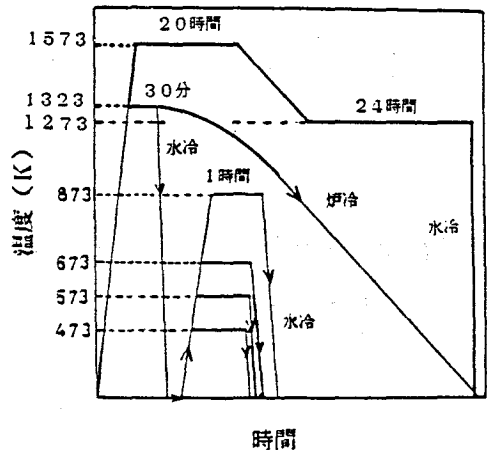


図5-22 熱処理条件

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、 $\psi$ 。一定法で行い  $2\theta$  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  $0^\circ$ 、 $15^\circ$ 、 $30^\circ$  および  $45^\circ$  の4点入射、オーステナイト相では  $0^\circ \sim 45^\circ$  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  $2\theta$  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

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

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900 K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

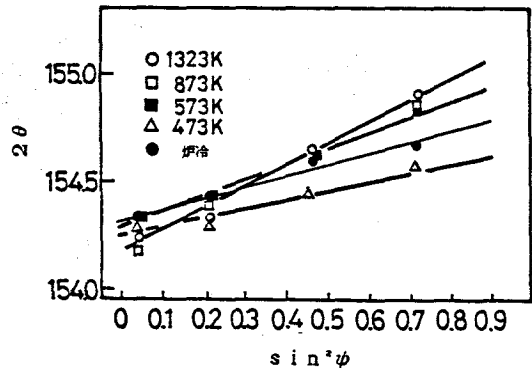


図5-23 フェライト相での  $2\theta - \sin^2\psi$  の関係

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、873 K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。

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<sup>(18)</sup>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 $\sigma_1^R$ ,  $\sigma_2^R$ は以下ようになる。

$$\begin{aligned}\sigma_1^R &= \Delta\alpha \Delta T \cdot V_2 E_1 E_2 / (V_1 E_1 + V_2 E_2) \\ \sigma_2^R &= \Delta\alpha \Delta T \cdot V_1 E_1 E_2 / (V_1 E_1 + V_2 E_2)\end{aligned}\quad (5-4)$$

ここで  $E_i$  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、 $\Delta T$  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、 $V_i$  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 873 K 以上では相応力値が飽和していることより  $T_0 = 873$  K とし、 $T = 300$  K の場合の相応力を計算する。 $\alpha_1, \alpha_2, E_1, E_2$  は文献19より、 $E_1 = 10.0 \times 10^{-6} \text{ (K)}^{-1}$ ,  $\alpha_2 = 17.5 \times 10^{-6} \text{ (K)}^{-1}$ ,  $E_1 = 2.1 \times 10^5 \text{ MPa}$ ,  $E_2 = 1.9 \times 10^5 \text{ MPa}$

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 490 MPa 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

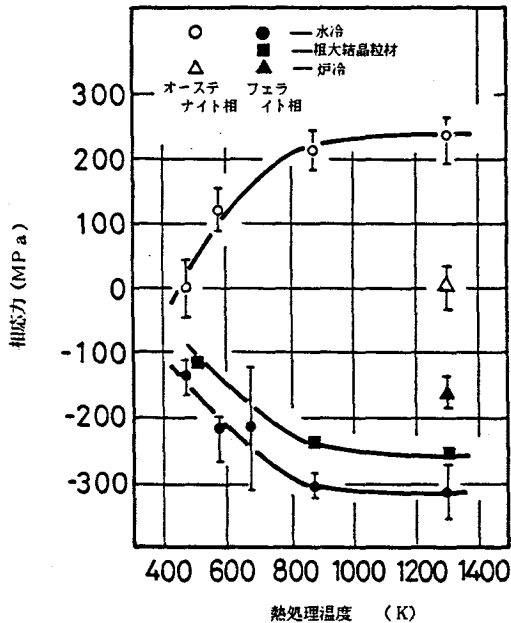


図5-24 熱処理温度と相応力

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 $V_i = 0.7$ であるので同じように相応力を計算すると $\sigma_i = 250\text{MPa}$ 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。

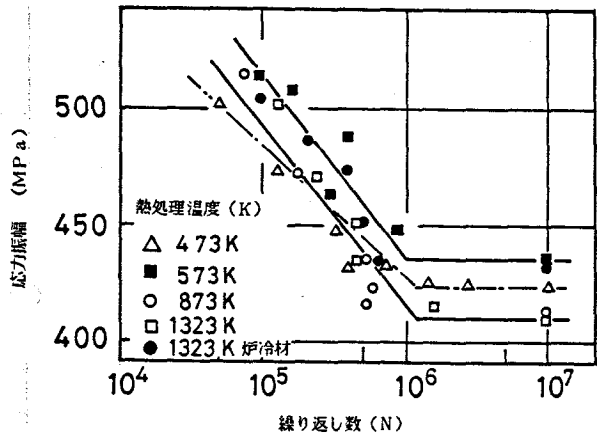


図5-25 回転曲げ疲労強度

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  
疲労過程中的の相応力の  
変化を調べたもので、相  
応力の大きかった873 K  
材を用いて  $\sigma_a/\sigma_w =$

1.10の過大応力振幅  
で疲労させたときのもの  
である。 $\sigma_a$ は繰り返し  
応力、 $\sigma_w$ 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150 MPaの  
圧縮となっている。こ  
れは疲労過程中的のわ  
ず

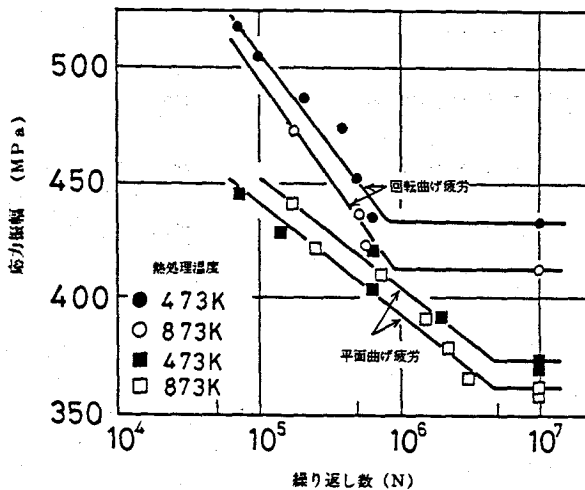


図5-26 回転曲げと平面曲げ疲労強度の比較

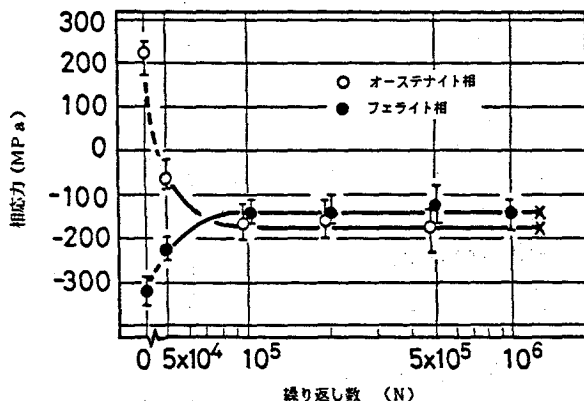


図5-27 疲労過程中的の相応力の変化(873 K材)

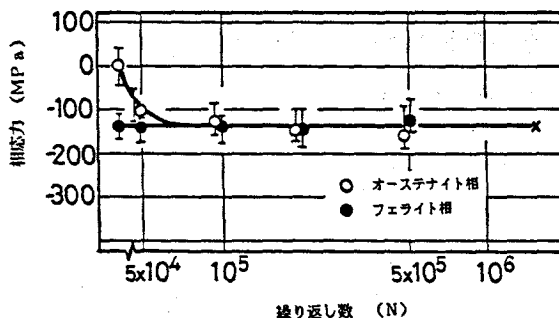


図5-28 疲労過程中的の相応力の変化(473 K材)

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473K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

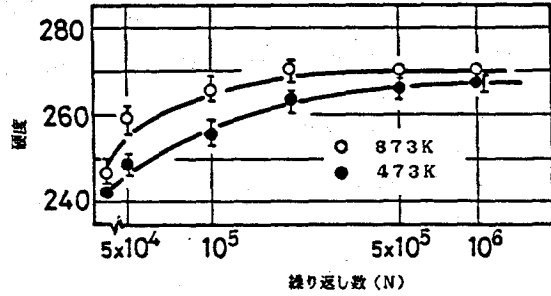


図5-29 疲労過程中的硬度変化

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

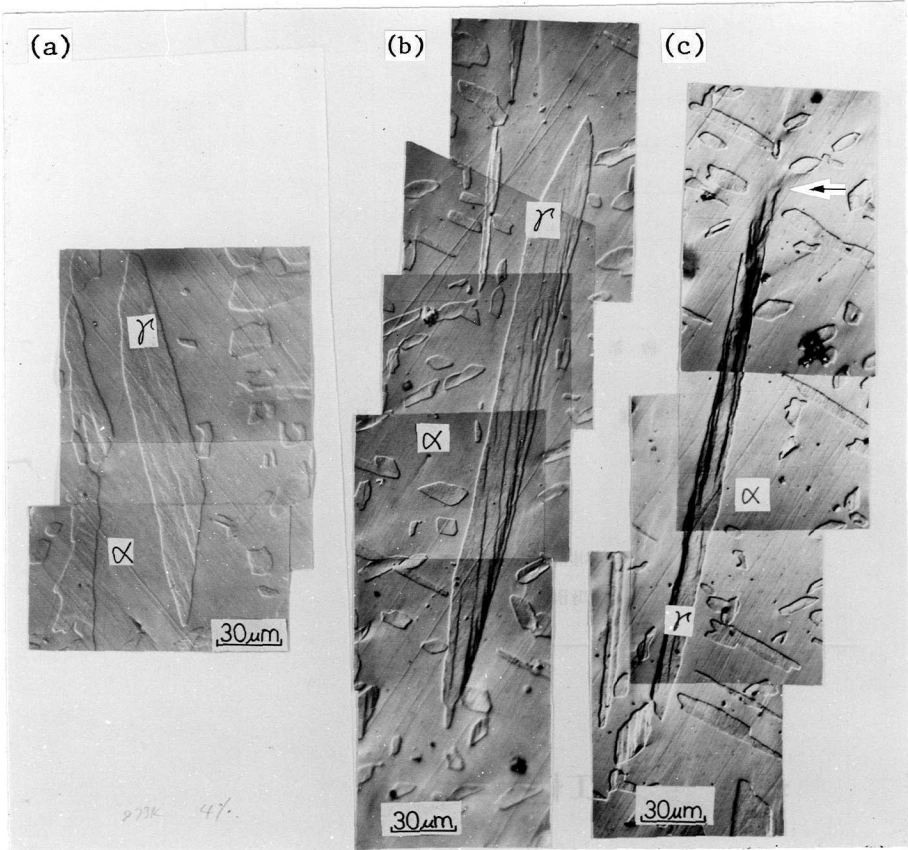


図5-30 粗大結晶粒材の疲労過程中的の表面組織 (873 K)

(a)  $\sigma_a / \sigma_w = 1.10$ ,  $N / N_f = 0.04$

(b)  $\sigma_a / \sigma_w = 1.10$ ,  $N / N_f = 0.15$

(c)  $\sigma_a / \sigma_w = 1.10$ ,  $N / N_f = 0.33$

くものと考えられるが、その時期は873 K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必要があると思われる。



### 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。

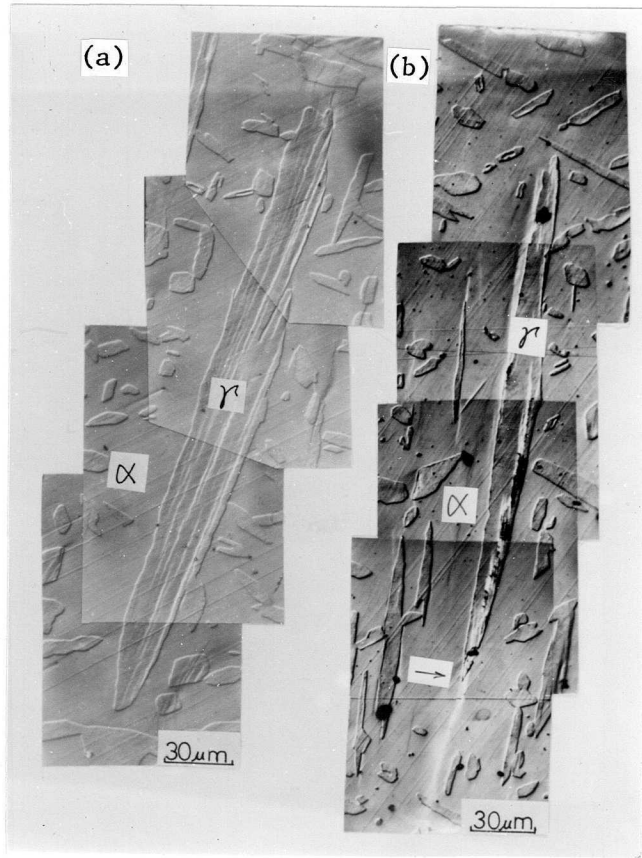


図5-31 粗大結晶粒材の疲労過程中的の表面組織 (473K)

(a)  $\sigma_a / \sigma_w = 1.10$ ,  $N / N_f = 0.15$

(b)  $\sigma_a / \sigma_w = 1.10$ ,  $N / N_f = 0.31$

(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原因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ものである。

(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<sup>(1~3)</sup>。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<sup>(4)</sup>、あるいは友田ら<sup>(5)</sup>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%ずつ存在する時に疲労限度は最も大きい、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間であることも示されている<sup>(6)</sup>。

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<sup>(7)</sup>。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<sup>(4)</sup>や萩山ら<sup>(8)</sup> さらに Moskovits ら<sup>(9)</sup>によって延性2相ステンレス鋼の、また本田ら<sup>(10)</sup>によって $\alpha$ - $\beta$ 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5 $\mu$ m)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ピ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% 硝酸で電  
 解腐食を行った。疲労過程中的  
 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

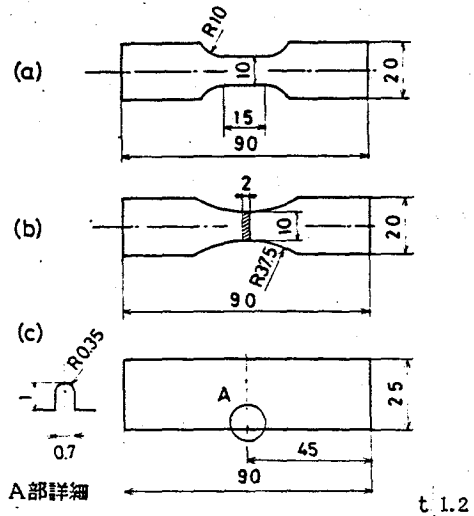


図6-1 引張および平面曲げ疲労試験片の形状  
 (a) 引張試験片 (b) 平滑疲労試験片  
 (c) 切欠疲労試験片

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。

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200 kV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4.2  $\mu\text{m}$ , 7.6  $\mu\text{m}$ で時効材のそれらは8.6  $\mu\text{m}$ , 13.9  $\mu\text{m}$ 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<sup>(11)</sup>、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<sup>(12)</sup>。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%

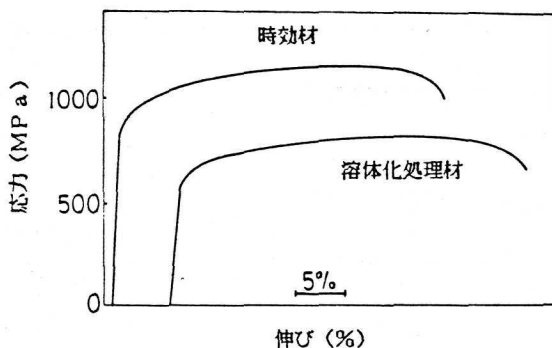


図6-2 応力、ひずみ曲線

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

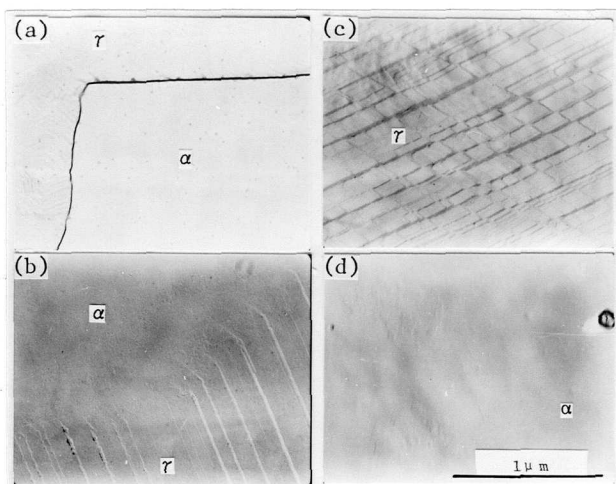


図6-3 引張変形材の表面トポグラフ  
(a)  $\epsilon = 0\%$  , (b)  $\epsilon = 7\%$   
(c)  $\epsilon = 15\%$  , (d)  $\epsilon = 15\%$

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



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320 MPaであり、時効材では約450 MPa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

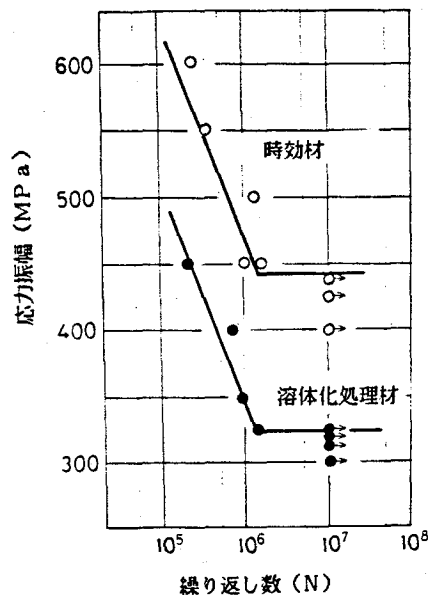


図6-4 S-N曲線

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。

### 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 ( $N_f = 2 \times 10^5$ ) と低繰り返し応力 ( $N_f > 1 \times 10^7$ ) 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。 $N/N_f = 0.75$  (a) にもな

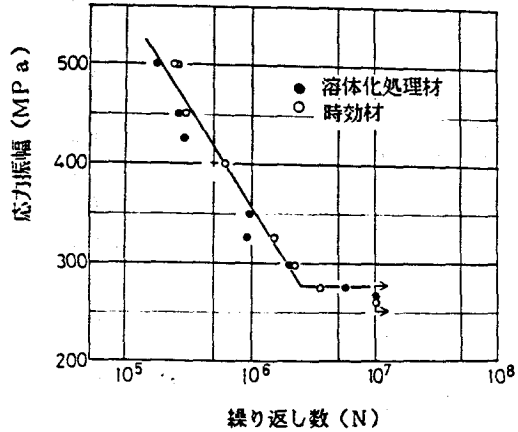


図6-5 切欠材のS-N曲線

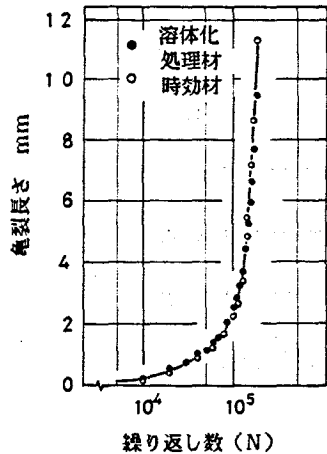


図6-6 亀裂伝播速度 ( $\sigma_a=490\text{MPa}$ )

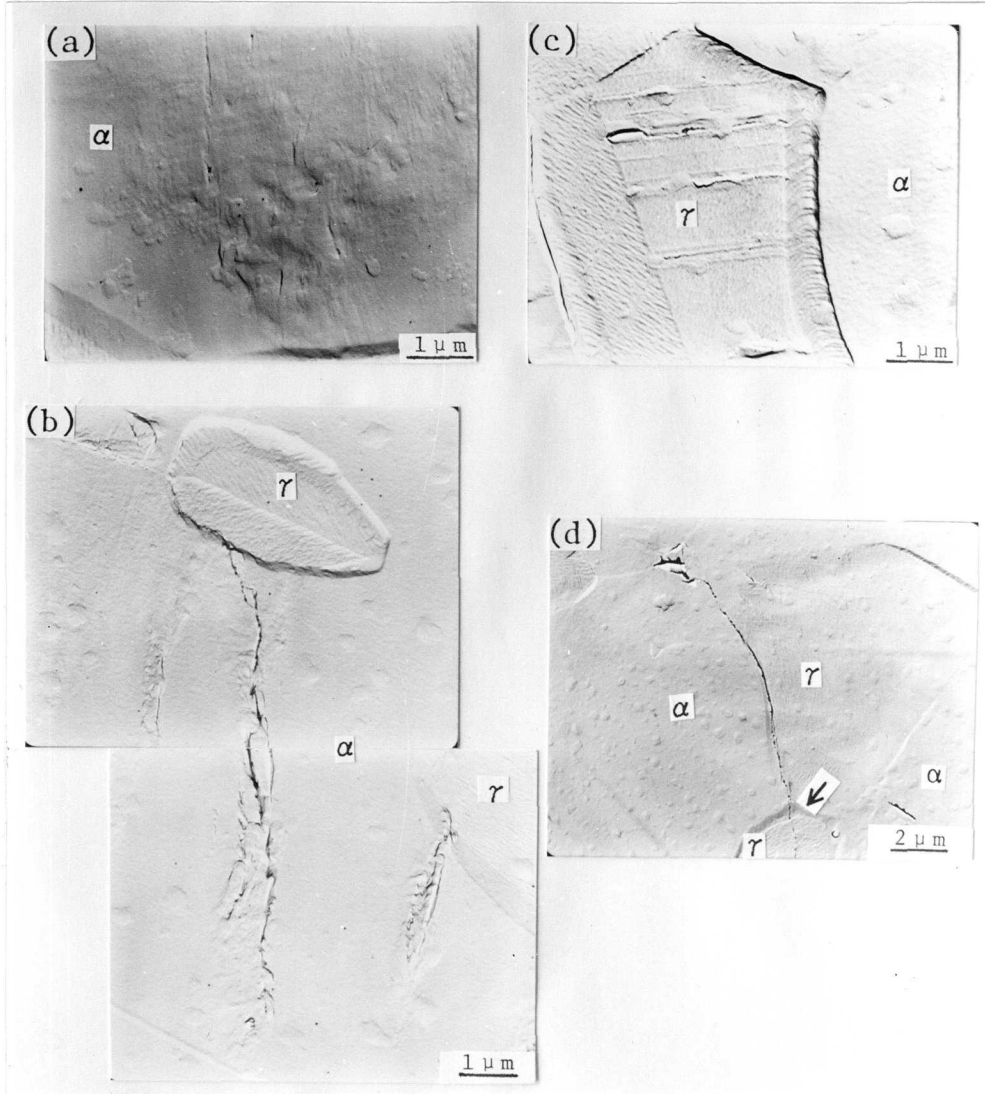


図6-7 疲労過程中的表面形態の変化（溶体化処理材， $\sigma_a = 440 \text{ MPa}$ ）  
 (a), (b)  $N/N_f = 0.75$   
 (c)  $N/N_f = 0.88$ , (d)  $N/N_f = 0.99$

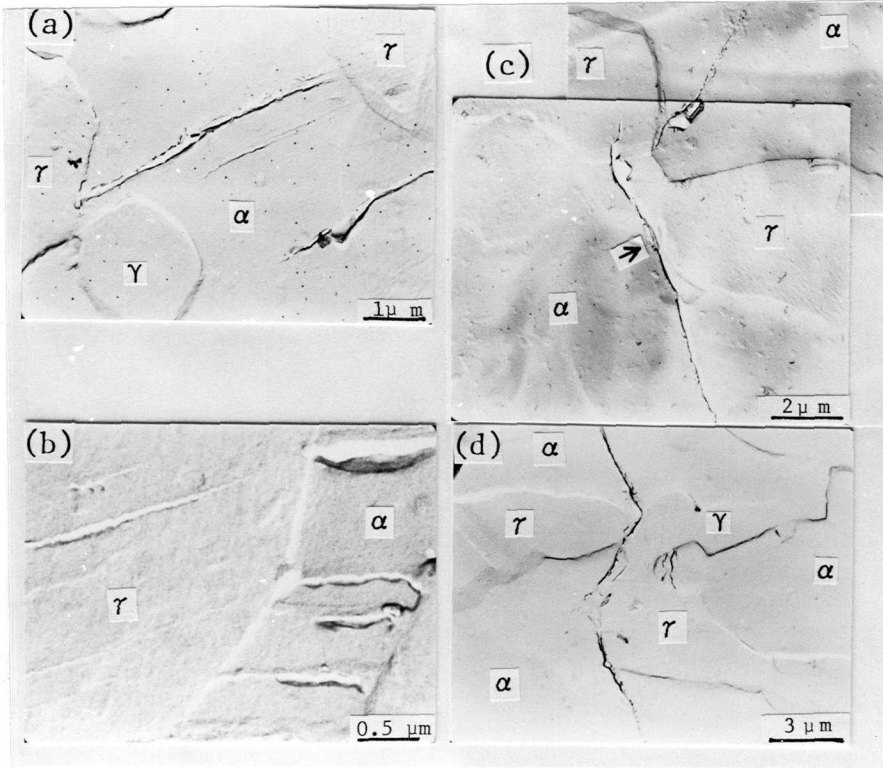


図6-8 疲労過程中的の表面形態の変化(時効材,  $\sigma_a = 588 \text{ MPa}$ )  
 (a)  $N/N_f = 0.40$  (b)  $N/N_f = 0.45$   
 (c)  $N/N_f = 0.85$  (d)  $N/N_f = 0.90$

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 $N/N_f=0.4, 0.45, 0.85, 0.90$ 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。

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

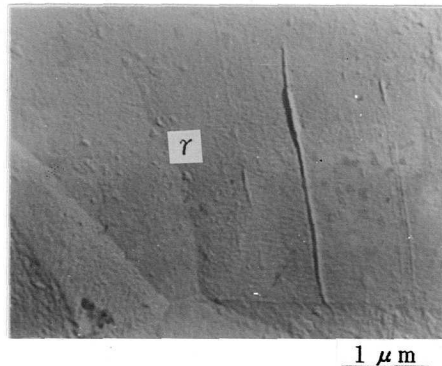


図6-9 オーステナイト相内の  
すべり帯亀裂  
(時効材,  $\sigma_a=440\text{MPa}$ )

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<sup>(13)</sup>。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

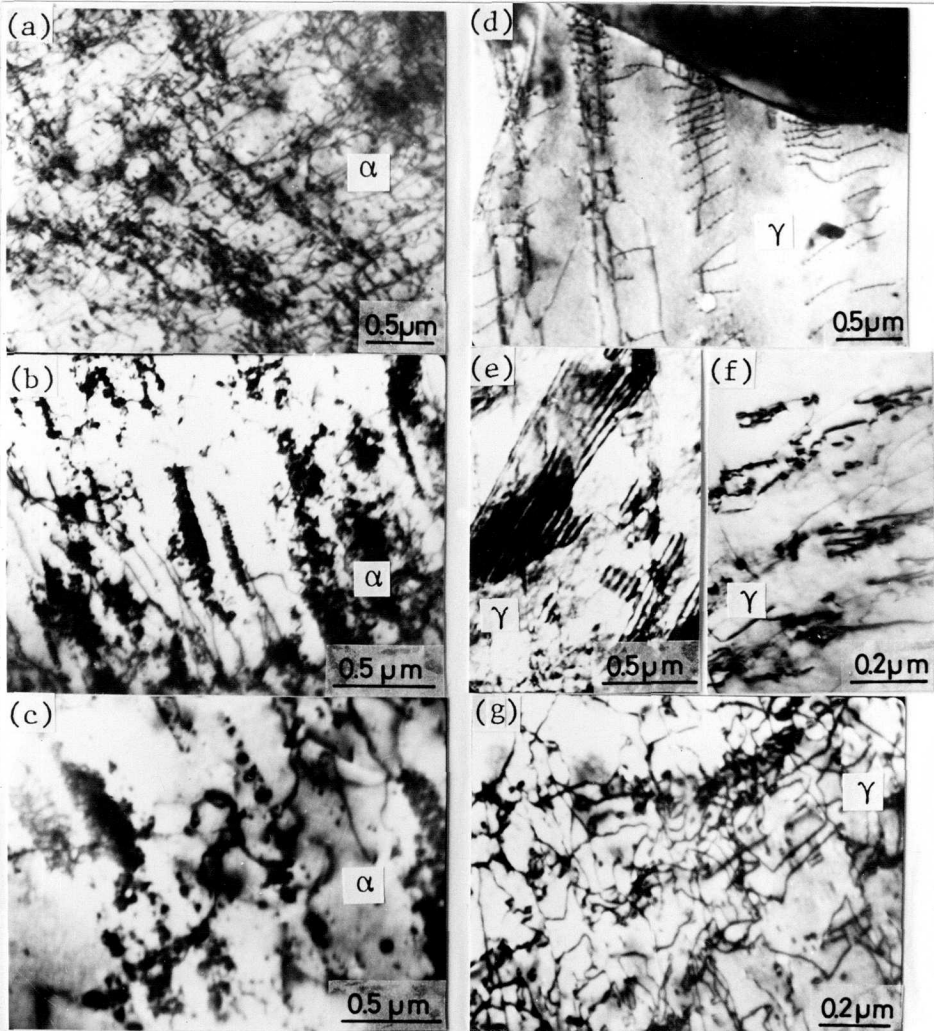


図6-10 疲労過程中的試験片最表面の透過電子顕微鏡組織変化  
(溶体化処理材,  $\sigma_a = 400\text{MPa}$ )

(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<sup>(4)</sup>は IN744 合金 (26Cr, 6Ni, 0.5Ti) を用いた実験で疲労亀裂発生箇所は Ti (C, N) であると述べている。また友田ら<sup>(5)</sup> 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<sup>(8)</sup> 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<sup>(14)</sup> 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<sup>(15)</sup> 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比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比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 $\alpha-\gamma$ 平衡理論<sup>(16, 17, 18)</sup>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。

$$X_{\alpha} F_{\alpha} + X_{\gamma} F_{\gamma} = A$$

$$RT \ln (X_{\alpha} / X_{\gamma}) = \Delta G \quad (6-1)$$

ただし  $X_{\alpha}$  :  $\alpha$ 相中の溶質元素濃度 (at%)

$X_{\gamma}$  :  $\gamma$ 相中の溶質元素濃度 (at%)

$F_{\alpha}$  :  $\alpha$ 相の体積率

$F_{\gamma}$  :  $\gamma$ 相の体積率

A : 2相鋼の溶質元素濃度 (at%)

$\Delta G$  : 自由エネルギーの差

R : 気体定数

T : 絶対温度 (K)

$\Delta G$ はNでは $-4000 \text{ cal/mol}$ である<sup>(17)</sup>。

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。

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

ここで  $\sigma_y$  は降伏応力、 $\sigma_0$ 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 $0.21 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 程度である<sup>(19)</sup>。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、 $0.2 \text{ wt\%}$ にもなると $k_y$ 値は $0.63 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ なることが報告されており<sup>(20)</sup>、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 $0.22 \text{ wt\%}$ 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、 $d = 5 \mu\text{m}$ ,  $\sigma_0 = 245 \text{ MPa}$ <sup>(20)</sup>,  $k_y = 0.63 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ として(6-3)式を用いて計算すると $\sigma_y = 520 \text{ MPa}$ 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は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べて多少硬いこと、つまり変形抵抗が大きいことから云えることである。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。

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<sup>(21, 22)</sup>。

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

ここで  $\sigma$  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  $550 \text{ MPa}^3 \text{ m}$ ， $m=3$ <sup>(21)</sup> であることが知られているので、時効材の疲労限度を  $440 \text{ MPa}$  として (6-4) 式に代入すると、 $l = \text{約} 7 \mu\text{m}$  となる。溶体化処理材についても同様に計算すると、 $l = \text{約} 15 \mu\text{m}$  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

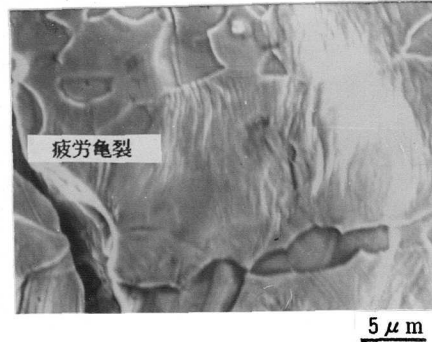


図6-11 疲労亀裂近傍のすべり帯  
( $\sigma_a = 440 \text{ MPa}$ )

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 $l = 15 \mu\text{m}$ 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 $l = 7 \mu\text{m}$ はオーステナイト相の粒径( $8.6 \mu\text{m}$ )に極めて近くフェライト相のそれは( $13.9 \mu\text{m}$ )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，曾山義郎，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.Irwin, 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<sup>(1)</sup>。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<sup>(2)</sup>。

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 SUS 316 鋼に匹敵する<sup>(3)</sup> 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<sup>(4,5)</sup>。実際の使用にあたっては高強度を得るための加工処理<sup>(6)</sup>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<sup>(7)(8)</sup>。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<sup>(9)</sup>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<sup>-</sup>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<sup>-</sup>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(SUS329J1)、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<sub>3</sub> · 6H<sub>2</sub>O + 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、ポテンシオスタットを用いてアノード分極曲線を求め、その孔食電位で比較した。使用したポテンシオスタットは島津製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10x

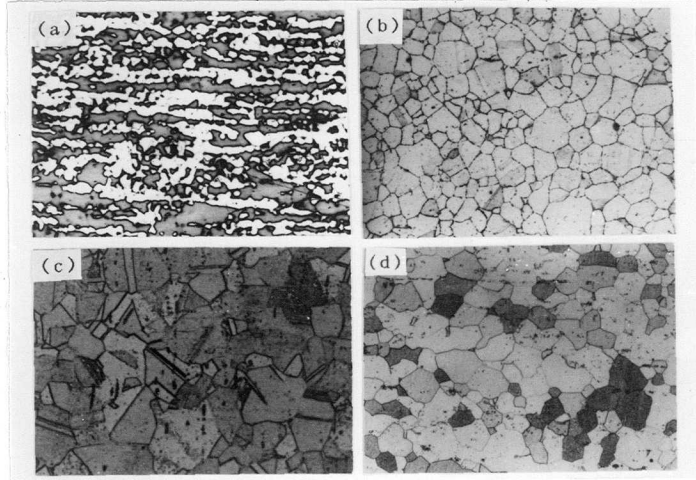


図7-1 供試材の光学顕微鏡組織  
 (a) 2相鋼 (b) 316型鋼  
 (c) 304型鋼 (d) フェライト鋼

10mm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。疲労過程中的孔食電位は、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<sup>(10)</sup>させた3% NaClや20

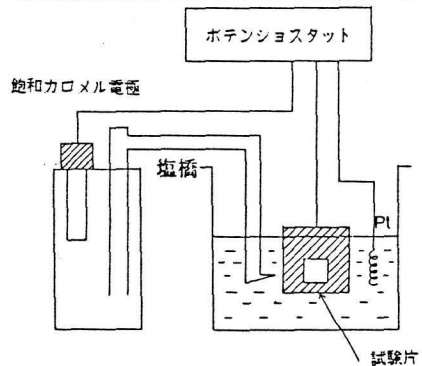
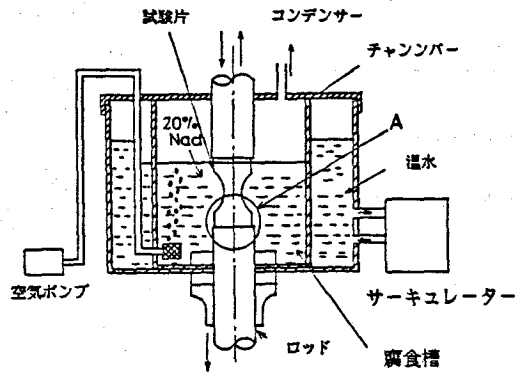


図7-2 孔食電位測定装置

%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30 Hzであった。



A部詳細

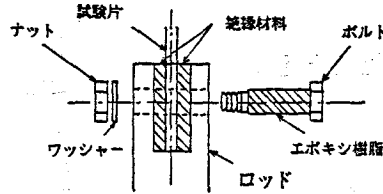


図7-3 腐食疲労試験装置概略図

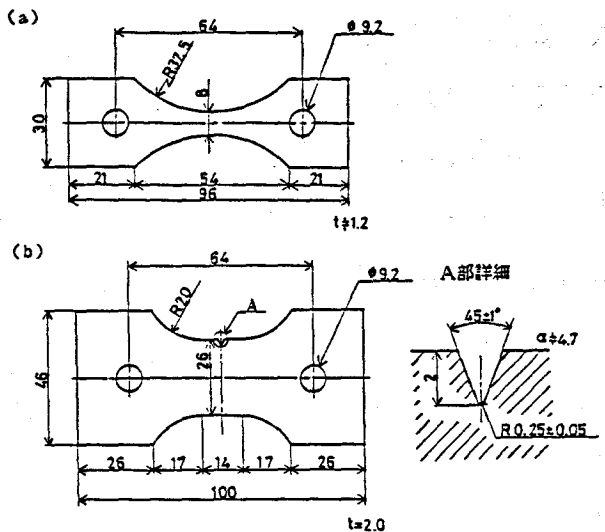


図7-4 疲労試験片形状と寸法

(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<sup>(9)</sup>。2相鋼は最も耐食性に富んで

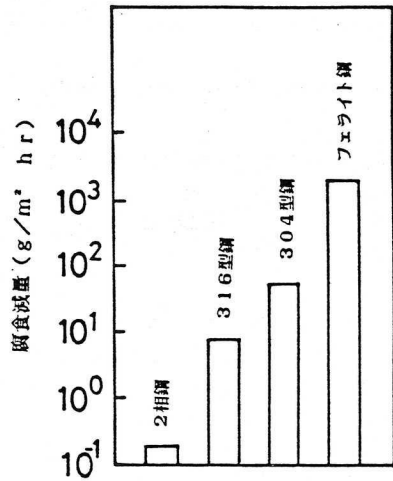


図7-5 各種ステンレス鋼の全面腐食試験結果

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<sup>(11)</sup>、またNの添加が効果的であるとも云われている<sup>(12, 11, 7)</sup>ので2相鋼の耐食性が良かったものと思われる。

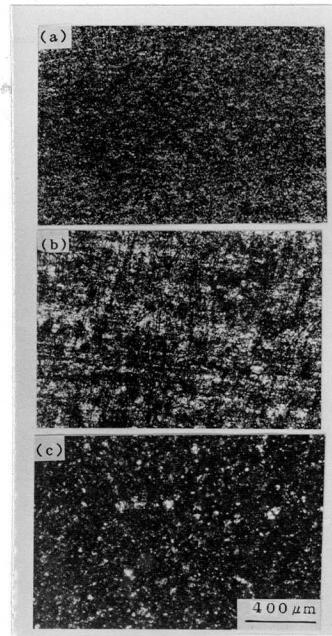


図7-6 腐食後の光学顕微鏡組織  
(a) 2相鋼 (b) 316型鋼  
(c) フェライト鋼

### 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( $\text{CrOOH}$ )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 $\text{Cl}^-$ イオン<sup>(13)</sup>や温度<sup>(14)</sup>といった環境的因子と、成分元素、組織などの材質的因子<sup>(15)</sup>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などである<sup>(16, 17)</sup>。これらの事実を考慮して試験結果を検討した。

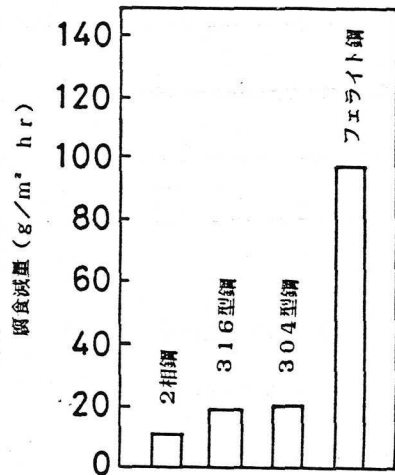


図7-7 各種ステンレス鋼の孔食試験結果

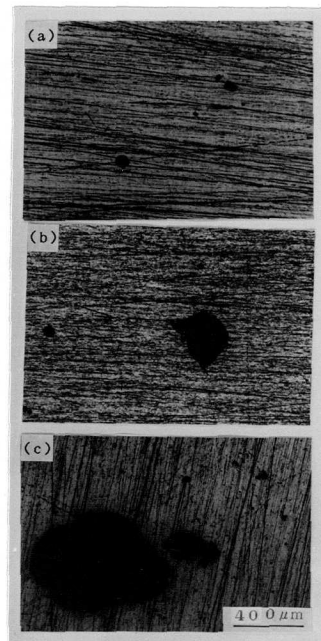


図7-8 孔食試験後の光学顕微鏡組織  
(a) 2相鋼 (b) 316型鋼  
(c) フェライト鋼

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が低くなっているため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ため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<sup>(18)</sup>)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ため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

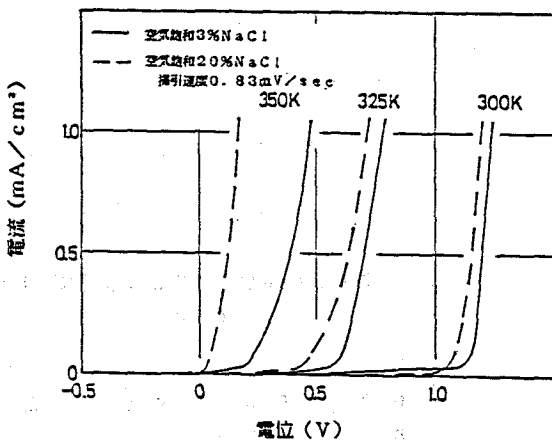


図7-9 2相鋼のアノード分極曲線

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

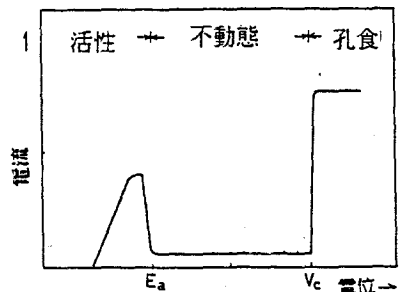


図7-10 ステンレス鋼のアノード分極曲線

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単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  $0.1 \text{ mA/cm}^2$  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。

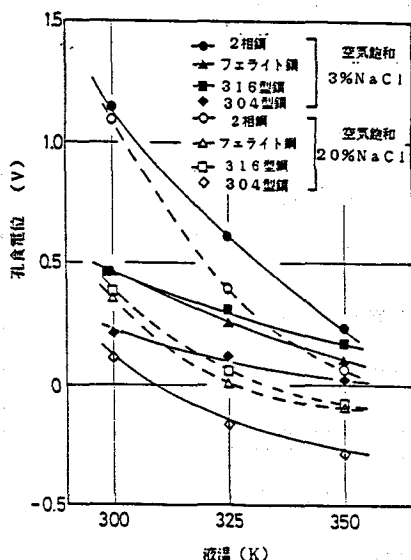


図7-11 孔食電位と液温、 $Cl^-$  イオン濃度の関係

### 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<sup>(9)</sup>、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<sup>(9)</sup>。

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 ( $g/m^2 \text{ hr}$ )

| 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型鋼の場合に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 $\alpha'$ マルテンサイト生成量を調べたところ、27%もの $\alpha'$ 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<sup>(19)</sup>が、実験結果をみる限り、 $\alpha'$ 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言うまでもない。そこで

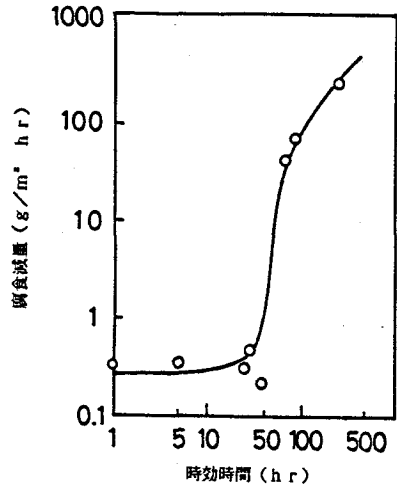


図7-12 2相鋼の全面腐食に及ぼす748K時効の影響

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<sup>(20)</sup>から、2相鋼中のフェライト相

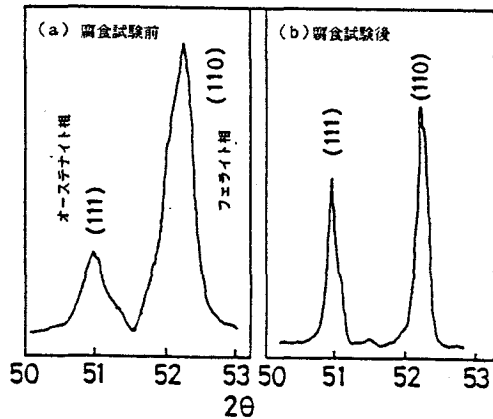


図7-13 748K100時間時効材の腐食試験前後のX線回折パターン

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

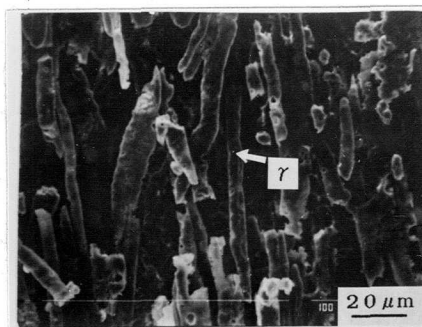


図7-14 748K100時間時効材の腐食後の表面観察

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<sup>(21)</sup>。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溶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<sup>-</sup>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。

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-オーステナイト相界面のフェラ

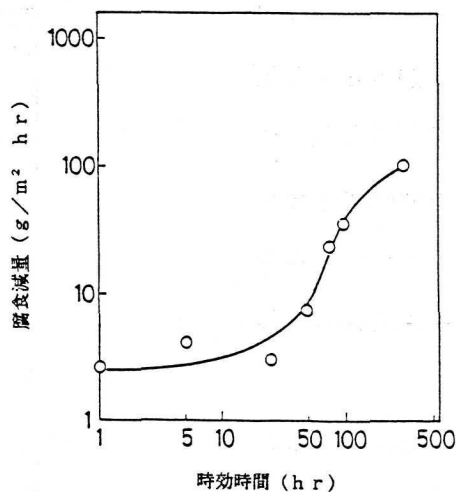


図7-15 2相鋼の孔食に及ぼす748K時効の影響



イト側に高Crの金属間化合物である $\sigma$ 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。

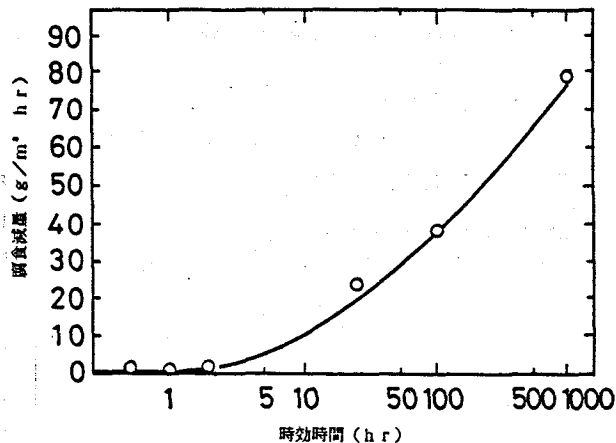


図7-16 2相鋼の全面腐食に及ぼす1023K時効の影響

### 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

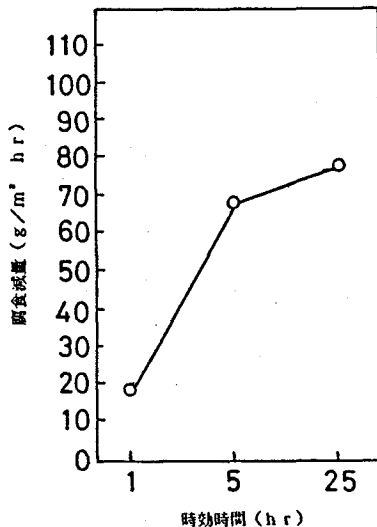


図7-17 2相鋼の孔食に及ぼす1023K時効の影響

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<sup>-</sup>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型鋼を空气中、水道水中、3%NaCl溶液中および0.1N塩酸溶液中の各

雰囲気中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。

空気飽和の 20% NaCl 溶液中、300 K 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  $N = 1 \times 10^7$  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。  $N = 1 \times 10^7$  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

表 7-3 各種ステンレス鋼の大気中の機械的性質

|        | 硬度<br>Hv | 降伏強さ<br>MPa | 引張強さ<br>MPa | 疲労限度<br>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  |

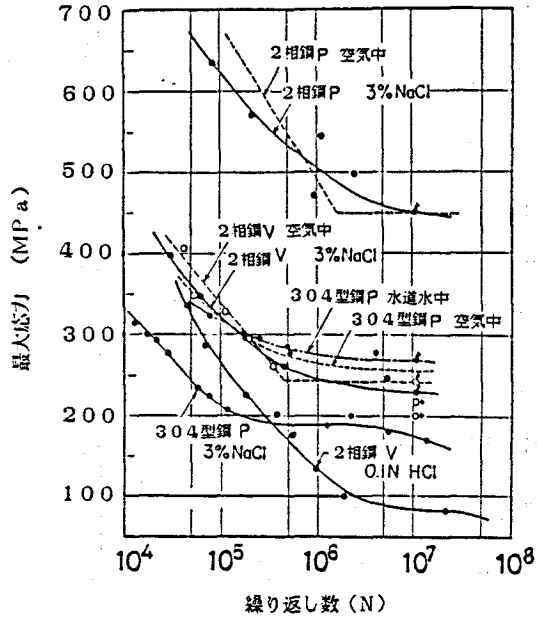


図 7-18 2相鋼と 304 型鋼の腐食疲労強度 (p = 平滑材, v = 切欠材)

-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<sup>(22)</sup>。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

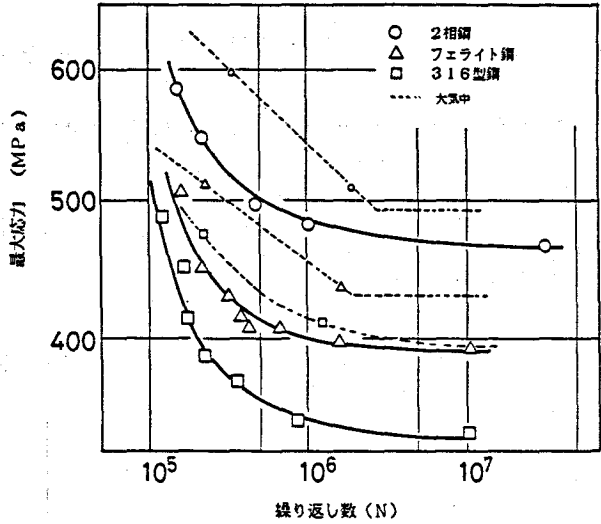


図7-19 20%NaCl溶液中のS-N曲線

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  |

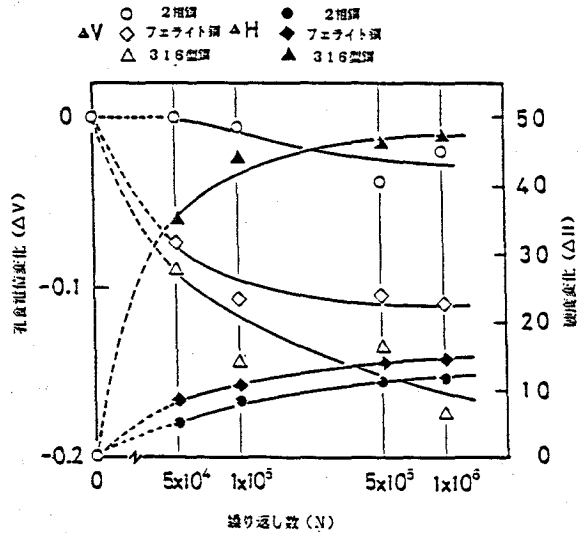


図7-20 腐食疲労過程中的孔食電位と硬度の変化

破断寿命が  $N = 1 \times 10^6$  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  $10^7$

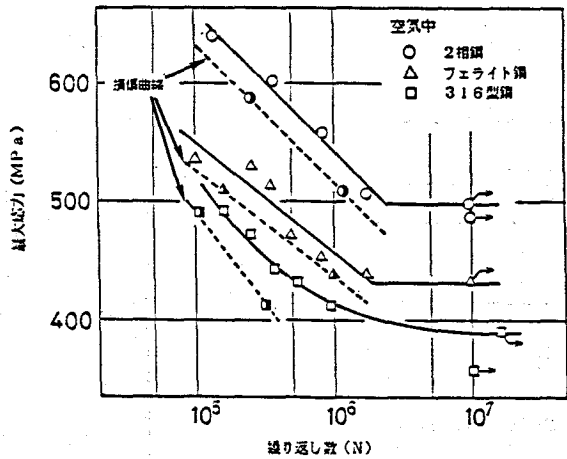


図7-21 各種ステンレス鋼の疲労損傷曲線

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

係していることが分かった。そこで疲労過程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、 $N = 1 \times 10^6$  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

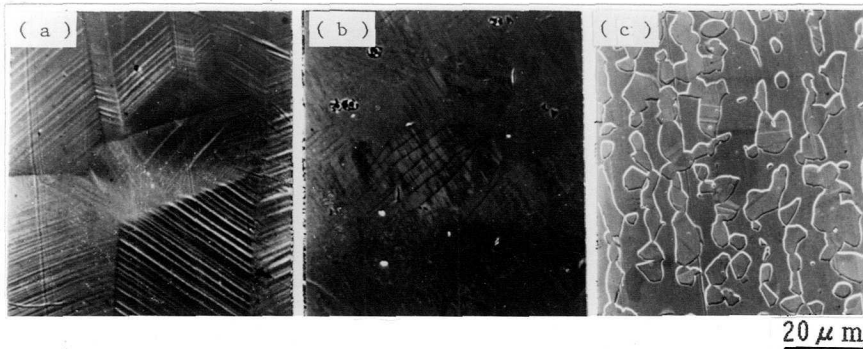


図7-22 表面すべり帯観察  
(a) 316型鋼 (b) フェライト鋼 (c) 2相鋼

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<sup>(23)</sup>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

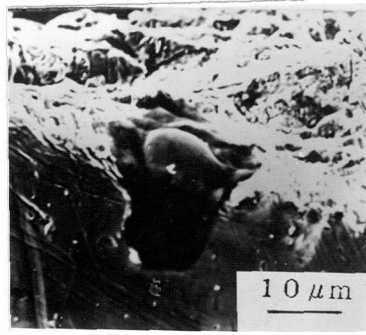


図7-23 切欠底の走査電子顕微鏡観察  
(316型鋼, 最大応力 $\sigma = 413\text{MPa}$ )

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。

### 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られる。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<sup>(24, 25)</sup>が提案されている。

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

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  $(da/dt)_{Env.}$

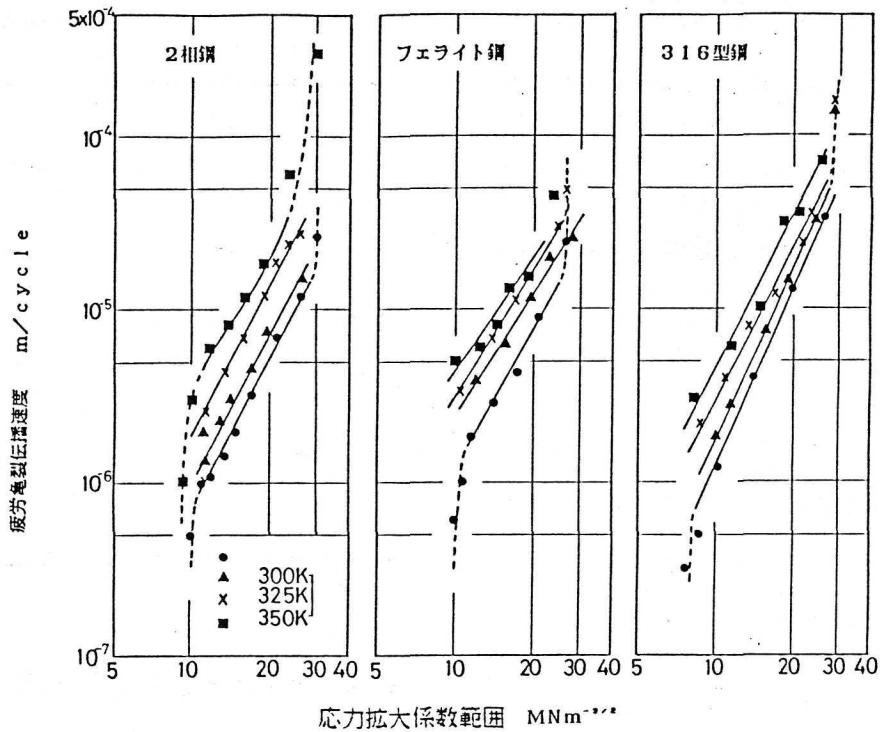


図7-24 各鋼の腐食疲労亀裂伝播速度

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  $14.2 \times 10^{-5} \text{ m/sec}$ ,  $12.0 \times 10^{-5} \text{ m/sec}$  および  $4.8 \times 10^{-5} \text{ m/sec}$  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

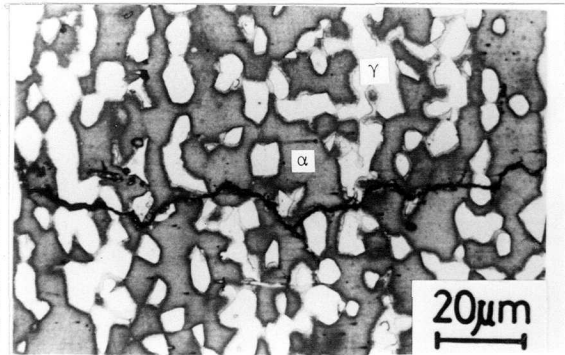


図7-25 2相鋼の腐食疲労亀裂伝播経路

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  $\sigma = 490 \text{ MPa}$ 、 $N = 8 \times 10^5$  での亀裂伝播の

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<sup>(24)</sup>によって表わされる。

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

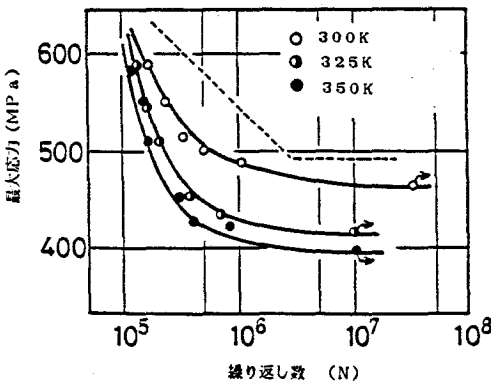


図7-26 2相鋼の疲労強度に及ぼす液温の影響 (20%NaCl溶液中, 応力比R=0.1)

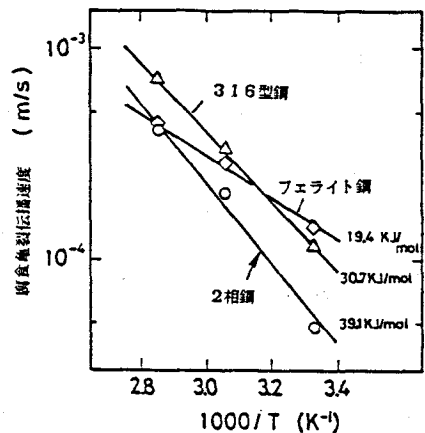


図7-27 腐食亀裂伝播速度と1/Tの関係



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 $\Delta K = 15 \text{ MNm}^{-3/2}$  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39.1 kJ/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

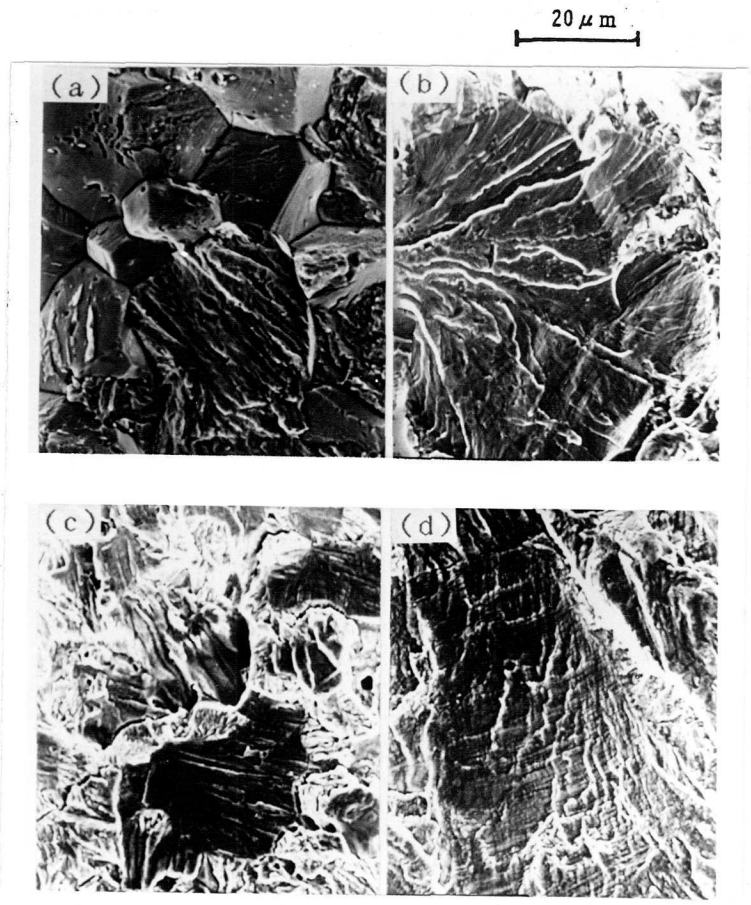


図7-28 腐食疲労破面  
 (a), (b) フェライト鋼、 $\sigma = 397 \text{ MPa}$   
 (c) 2相鋼、 $\sigma = 483 \text{ MPa}$   
 (d) 316型鋼、 $\sigma = 330 \text{ MPa}$

らに擬癬開状模様も観察される。この破面は下平<sup>(23)</sup>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癬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-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<sup>(26)</sup>。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<sup>(27)</sup>。しかし、鋼中の水素の活性化エネルギーは20~40kJ/mol程度<sup>(25)(27)</sup>であることや、擬癬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<sup>(27)</sup>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 $\text{Cl}^-$ 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748 Kあるいは1023 K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748 KではCr-poor相, 1023 Kでは $\sigma$ 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的すべり変形ステップは低く、そのため孔食電位の単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、300~350 K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/

m o l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, 松島巖, 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, Elsevier 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. 1323 K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773 K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濃度を下げた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。748 K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。1023 Kではオーステナイト相-フェライト相境界で $\sigma$ 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。748 K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。

1023 Kでは $\sigma$ 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77 Kから1273 K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 $\epsilon$ あるいは $\alpha'$ 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、201 K付近での変態塑性や77 K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なものである。

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 $\text{Cl}^-$ 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 $\sigma$ 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的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、また破面観察で擬癖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。