

# 二相ステンレス鋼の静的引張特性 と中性子線・放射光実験

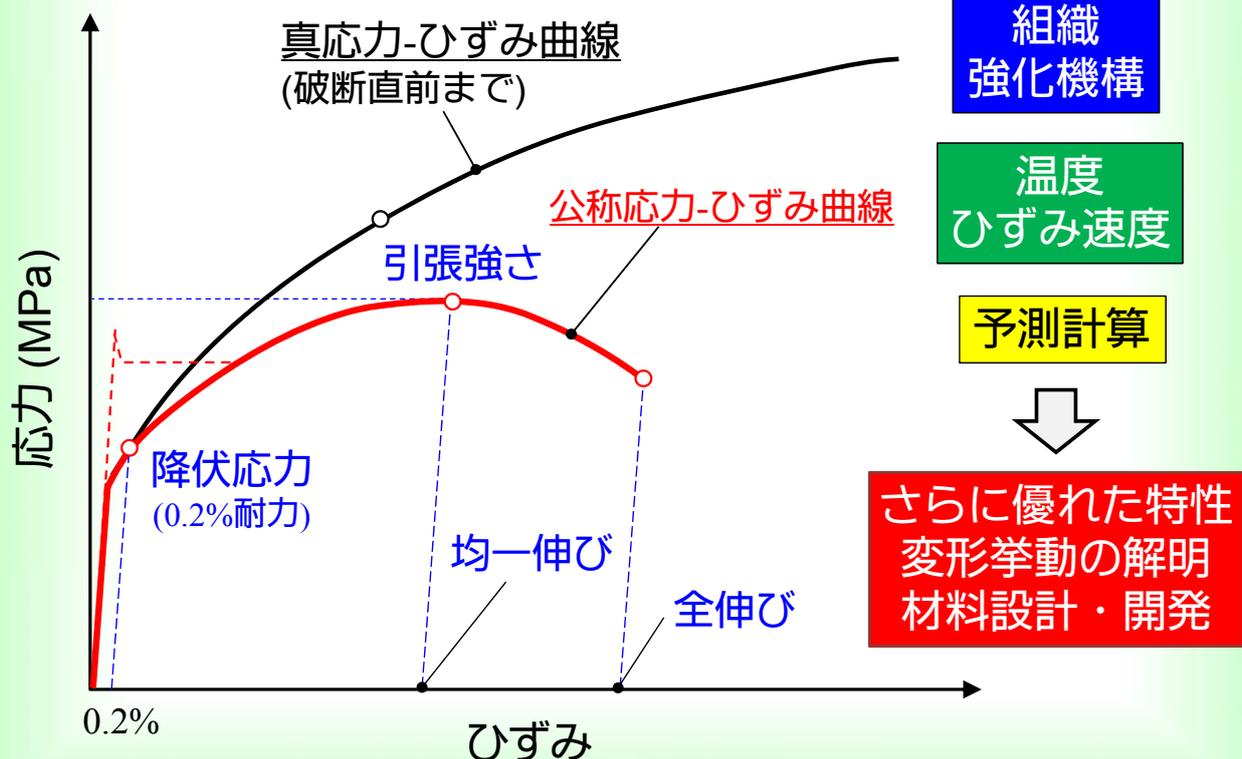
兵庫県立大学 大学院 土田紀之



姫路市「しろまるひめ」



## 応力-ひずみ曲線



# 二相ステンレス鋼

- オーステナイト( $\gamma$ )とフェライト( $\alpha$ )が約1:1の二相組織
- 優れた耐腐食性, 強度特性
- 化学プラント, ガス輸送ラインパイプ, 海上プラットフォーム

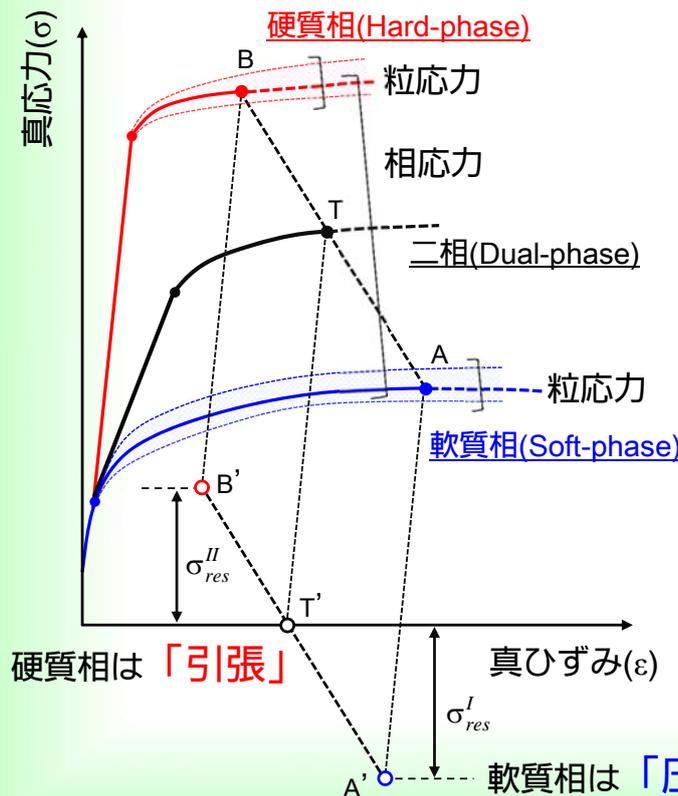
1. 汎用二相ステンレス鋼
2. スーパー二相ステンレス鋼
3. **省資源型二相ステンレス鋼**

## 高強度化

### 変形挙動の中身に関する検討

(優れた機械的特性, 強度-延性バランスの理由)

## 二相鋼の引張変形挙動



各相( $\gamma$ 相,  $\alpha$ 相)の変形挙動  
「不均一変形挙動」  
が重要な鍵



放射線  
(放射光・中性子線)



|     |                                  |
|-----|----------------------------------|
| 相応力 | 相間( $\gamma$ と $\alpha$ )の不均一変形差 |
| 粒応力 | 同じ相における結晶粒間の変形差                  |

硬質相は「引張」

真ひずみ( $\epsilon$ )

軟質相は「圧縮」

# 目的

1. 省資源型二相ステンレス鋼の静的引張特性を調査し、
2. 放射光実験とその場中性子回折実験により、二相ステンレス鋼の引張特性と加工硬化挙動を相間、結晶粒間の不均一変形の観点より考察する。

|               |   |
|---------------|---|
| 不均一変形<br>応力分配 | 1. オーステナイト相とフェライト相の変形挙動の違い(相応力)<br>2. 各相における結晶粒群の変形挙動の違い(粒応力) |
| 組織形態          | 各相の体積率，化学成分および結晶粒径  |

# 実験方法

Table S32101とSUS329J4Lの化学成分 (mass%).

|                    | C     | Si   | Mn   | P     | S      | Ni   | Cr    | Mo   | Cu   | N     |
|--------------------|-------|------|------|-------|--------|------|-------|------|------|-------|
| S32101             | 0.022 | 0.57 | 4.96 | 0.022 | 0.0004 | 1.51 | 21.22 | 0.33 | 0.23 | 0.217 |
| 329J4L<br>(S31260) | 0.018 | 0.49 | 0.69 | 0.028 | 0.0005 | 6.95 | 24.88 | 3.04 | 0.17 | 0.133 |

熱延前加熱：1180°C, 3.6ks

熱延：168mm → 5mm, 550°C巻き取り

熱延板焼鈍：1050°C, 30s

冷間圧延, 冷延板焼鈍：1050°C, 30s

(S32101: 3mm, SUS329J4L: 2mm)

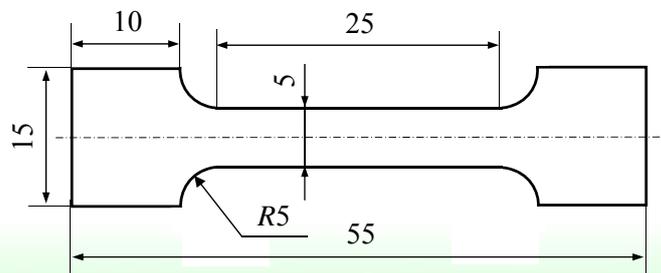
# 実験方法

## 1. 組織

- ・ 光学顕微鏡観察
- ・ X線回折実験 (変形前・後の体積率計算)

## 2. 静的引張試験

- ・ ギア駆動式引張試験機
- ・ 平行部幅5 mm, 平行部長さ25 mm
- ・ 296 K,  $3.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$
- ・ 破断まで, ひずみを加えた試験片(白色X線用)

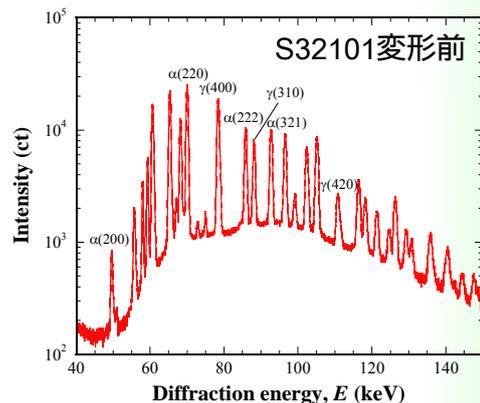


# 実験方法

## 3. 不均一変形挙動

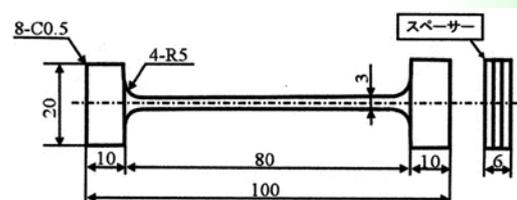
### 【白色X線回折実験】

- ・ SPring-8 BL14B1
- ・ エネルギー分散法 ( $2\theta=10^\circ$ )
- ・ 予めひずみを加えた試験片を数本ずつ準備し, 回折実験を行った。



### 【その場中性子回折実験】

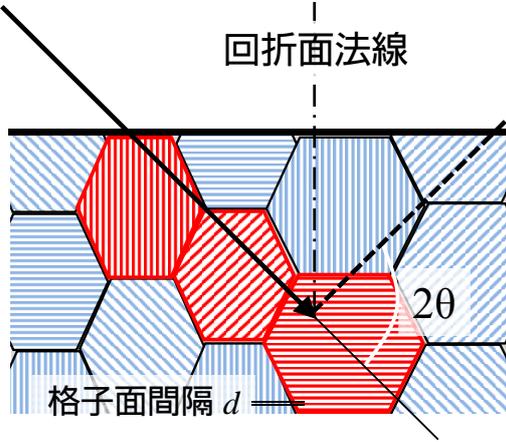
- ・ 日本原子力研究開発機構 RESA
- ・ 角度分散法 (波長:  $1.9 \text{ \AA}$ )
- ・ 引張変形 ( $\sim 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) を加え, 各[hkl]結晶粒群の回折プロファイルを測定した
- ・  $\gamma(111), \gamma(200), \gamma(311), \alpha(110), \alpha(200), \alpha(211)$



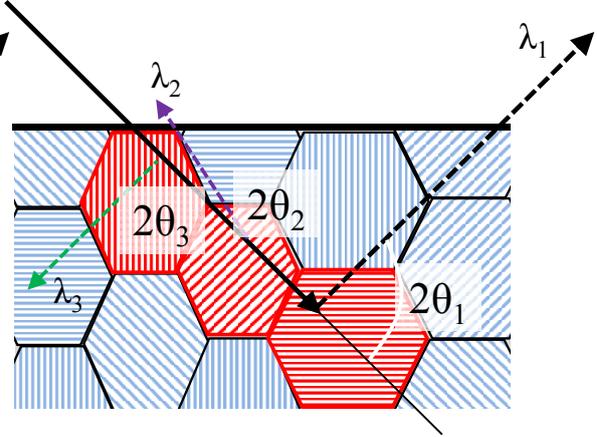
# 白色X線・中性子回折と「格子ひずみ」

格子ひずみ  $\varepsilon_{hkl}$ : 回折面の法線方向の垂直ひずみ

(a) 特性X線( $\lambda$ ), 中性子線



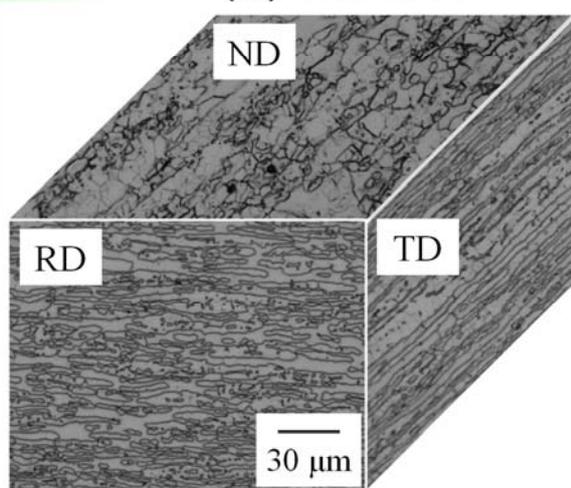
(b) 連続X線( $\lambda_1, \dots, \lambda_n$ ), 白色X線



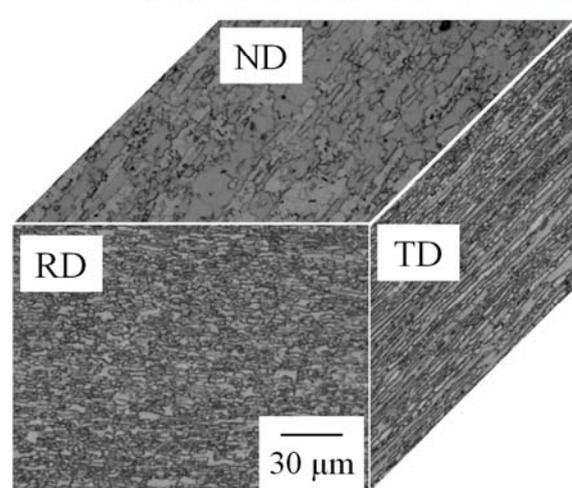
$$\varepsilon_{hkl} = \frac{\Delta d}{d_0} = \frac{d - d_0}{d_0} = \frac{E_{hkl}^0 - E_{hkl}}{E_{hkl}}$$

## 組織観察

(a) S32101



(b) SUS329J4L

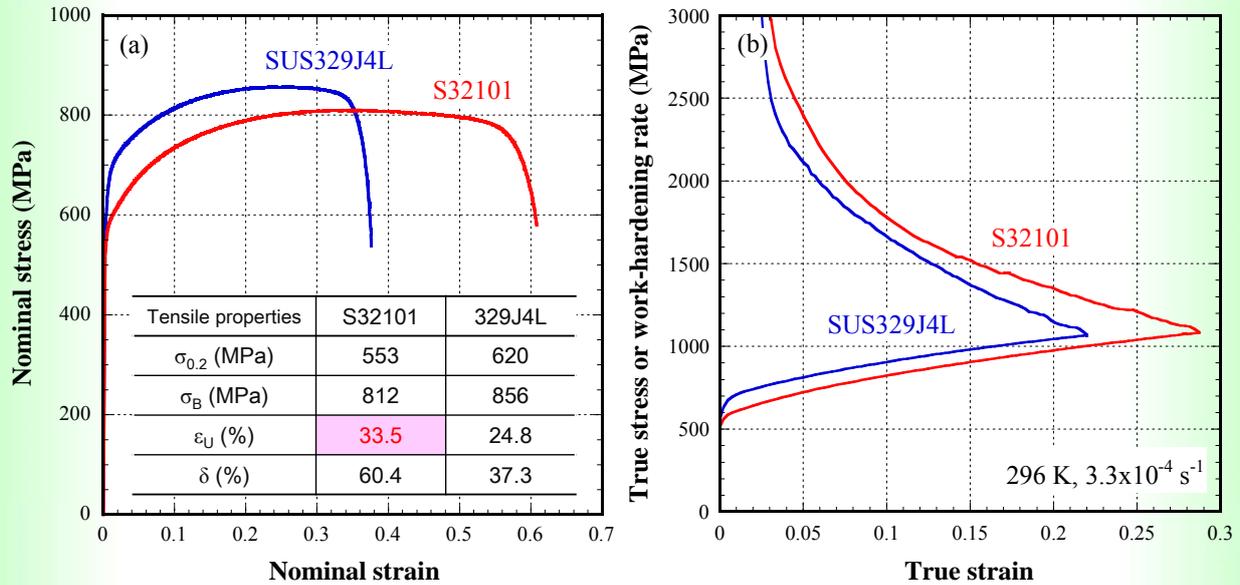


|                         | S32101            | SUS329J4L         |
|-------------------------|-------------------|-------------------|
| 平均結晶粒径                  | 6.4 $\mu\text{m}$ | 4.2 $\mu\text{m}$ |
| 体積率 ( $\gamma:\alpha$ ) | 51:49             | 39:61             |

# 応力-ひずみ曲線

(a) 公称応力-ひずみ曲線

(b) 真応力-ひずみ曲線, 加工硬化率



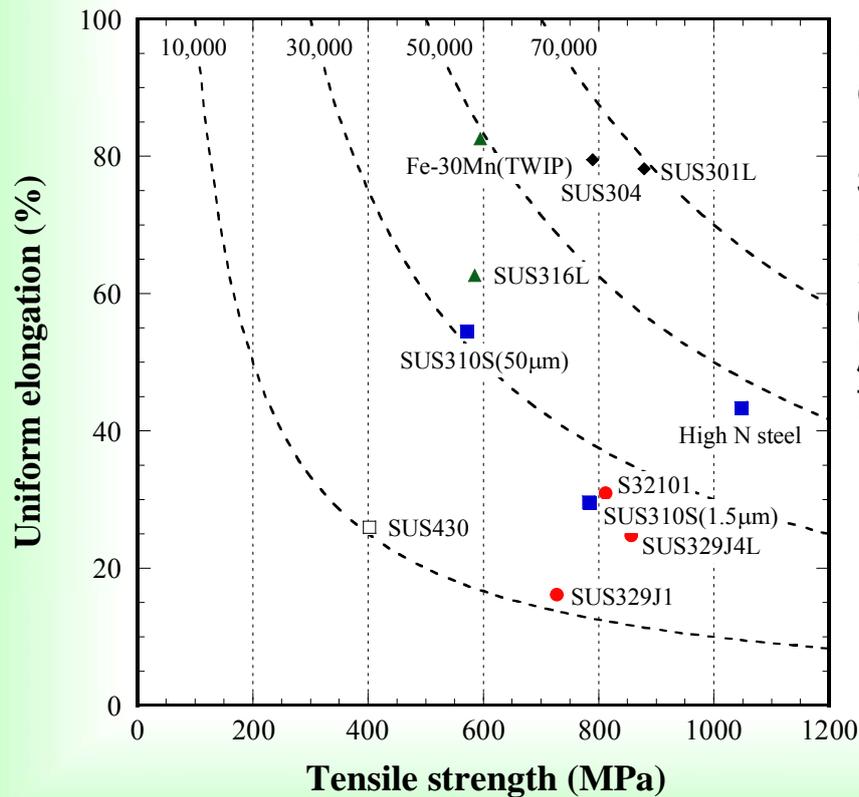
S32101鋼は均一伸びが優れており、それは高い加工硬化率と関係している

## S32101とSUS329J4Lの機械的特性

|                         | S32101 |   | SUS329J4L |
|-------------------------|--------|---|-----------|
| 0.2% proof stress (MPa) | 553    | < | 620       |
| Tensile strength (MPa)  | 812    | < | 856       |
| Uniform elongation (%)  | 33.5   | > | 24.8      |
| Elongation (%)          | 60.4   | > | 37.3      |

強度は329J4L, 伸びはS32101の方が優れていた

# 引張強さと均一伸びの関係



引張強さと均一伸びの関係(=強度-延性バランス)で見ると、S32101はSUS329J4Lよりも良く、安定オーステナイト鋼(SUS310S)並みの強度-延性バランスだと言える

## 静的引張特性まとめ

1. S32101とSUS329J4Lの静的引張特性を比較した結果、降伏応力や引張強さは329J4Lが大きく、均一伸びと全伸びはS32101の方が大きかった。
2. 均一伸びの違いについては、それぞれの加工硬化率の違いが大きく影響していることが、真応力-ひずみ曲線より明らかとなった。
3. それぞれの組織(の情報)より引張特性の違いを考察すると、329J4Lの強度が高いのはフェライト体積率と平均結晶粒径の違いが影響していると考えられる。一方で、S32101の優れた均一伸びの理由としては、高い加工硬化率が関係しているが、これはオーステナイト相のN量が大きく影響しているのではないかと推察される。

## 各試料, 各相の化学成分

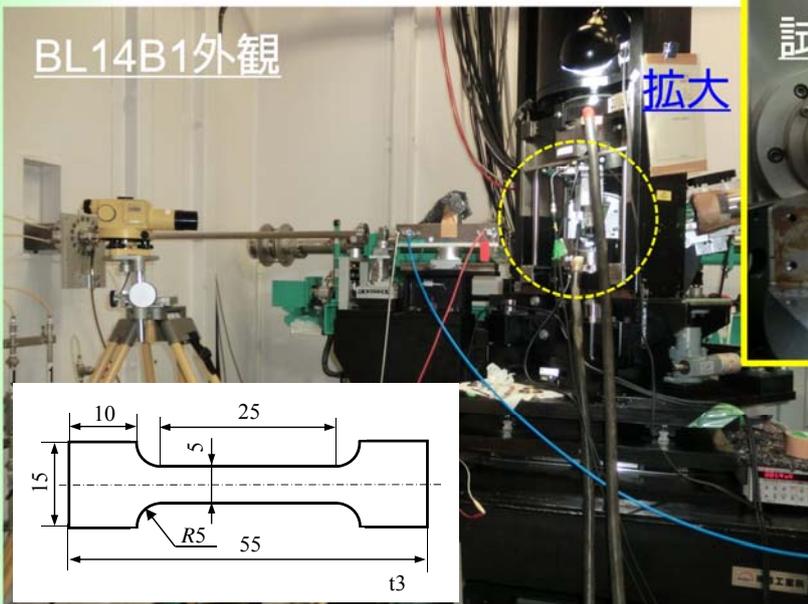
|         |          | C     | Si   | Mn   | Ni   | Cr    | Mo   | Cu   | N     | Ni <sub>eq.</sub><br>(%) | Md <sub>30</sub><br>(K) |
|---------|----------|-------|------|------|------|-------|------|------|-------|--------------------------|-------------------------|
| S32101  | specimen | 0.022 | 0.57 | 4.96 | 1.51 | 21.22 | 0.33 | 0.23 | 0.217 | 24.7                     | 282                     |
|         | γ        | —     | 0.53 | 5.28 | 1.86 | 19.9  | 0.33 | 0.21 | 0.336 |                          |                         |
|         | α        | —     | 0.6  | 4.85 | 1.34 | 21.9  | 0.45 | 0.17 | 0.056 |                          |                         |
| 329J4L  | specimen | 0.018 | 0.49 | 0.69 | 6.95 | 24.88 | 3.04 | 0.17 | 0.133 | 29.5                     | 117                     |
|         | γ        | —     | 0.53 | 0.74 | 8.2  | 23.1  | 2.68 | 0.18 | 0.19  |                          |                         |
|         | α        | —     | 0.58 | 0.69 | 5.69 | 25.6  | 3.67 | 0.14 | 0.01  |                          |                         |
| SUS304  |          | 0.05  | 0.4  | 0.98 | 8.2  | 18.2  | —    | —    | 0.023 | 23.1                     | 278                     |
| SUS301L |          | 0.028 | 0.47 | 1.04 | 7.1  | 17.3  | —    | —    | 0.127 | 21.9                     | 285                     |

(mass%)

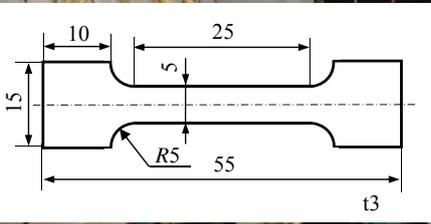
## 白色X線(放射光)実験

SPRing-8(BL14B1)を用いて予めひずみを加えたS32101鋼とSUS329J4L鋼の「残留格子ひずみ」を測定した。

BL14B1外観



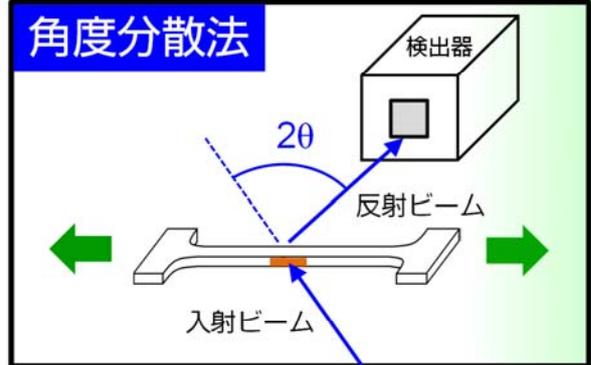
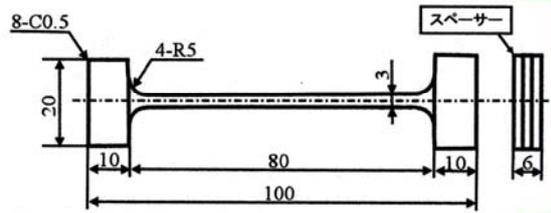
試験片



予めひずみを加えた試験片を数本ずつ準備し、それらを写真のように設置し、回折実験を行った。

# その場中性子回折実験

RESA (日本原子力開発機構)

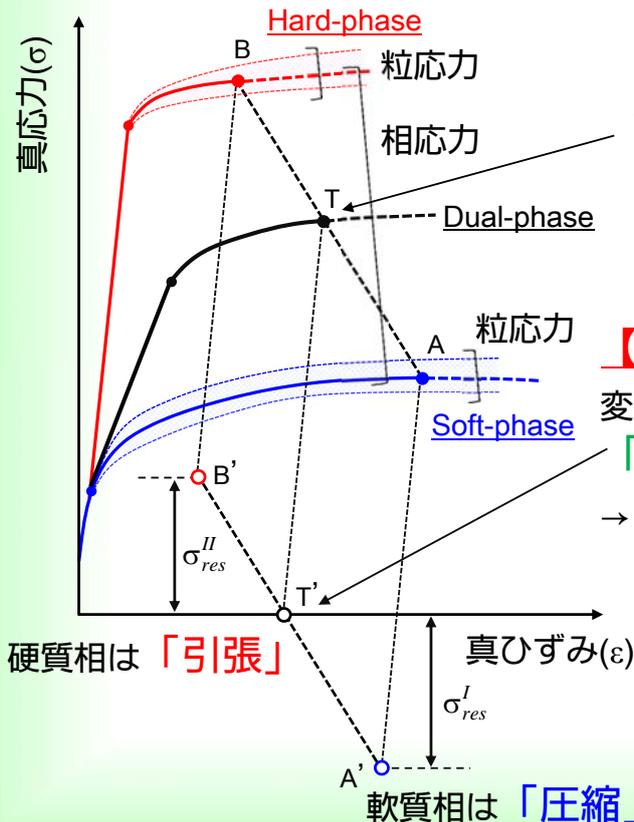


|     |  |
|-----|--|
| 波長  | 1.9 Å  |
| 測定面 | $\gamma(111), \gamma(200), \gamma(311)$<br>$\alpha(110), \alpha(200), \alpha(211)$ |

引張変形を加え、各[hkl]結晶粒群の回折プロファイルを得た

## 二相鋼の応力-ひずみ関係と「不均一変形」

(各相・各結晶粒の変形)



### 【その場中性子回折実験】

変形中の各結晶粒の強度が「格子ひずみ」として示される  
→ 粒応力

### 【白色X線回折実験】

変形途中で除荷した時の各相の残留応力は、「残留格子ひずみ」として示される  
→ 粒応力, 相応力

|     |                                  |
|-----|----------------------------------|
| 相応力 | 相間( $\gamma$ と $\alpha$ )の不均一変形差 |
| 粒応力 | 同じ相における結晶粒間の変形差                  |

# 中性子・白色X線から何を議論するか？

二相ステンレス鋼の

青：中性子回折実験  
赤：白色X線

|    |  |  |
|----|--|--|
| 1. | どちらが硬質相か？<br>( $\gamma$ or $\alpha$ ?) | 格子ひずみの直線からのズレ<br>格子ひずみの大きさ<br>平均の格子ひずみ<br><u>残留格子ひずみ(*)</u><br>相応力 |
| 2. | 相間の応力差<br>相応力                          | 平均の格子ひずみ<br><u>相応力の差(*)</u>  |
| 3. | 結晶粒間の応力差<br>粒応力<br>各相の加工硬化挙動           | <u>格子ひずみの差(*)</u><br>残留格子ひずみの差<br>相応力の変化                           |

**+ 体積率, 結晶粒径などの組織因子が重要**

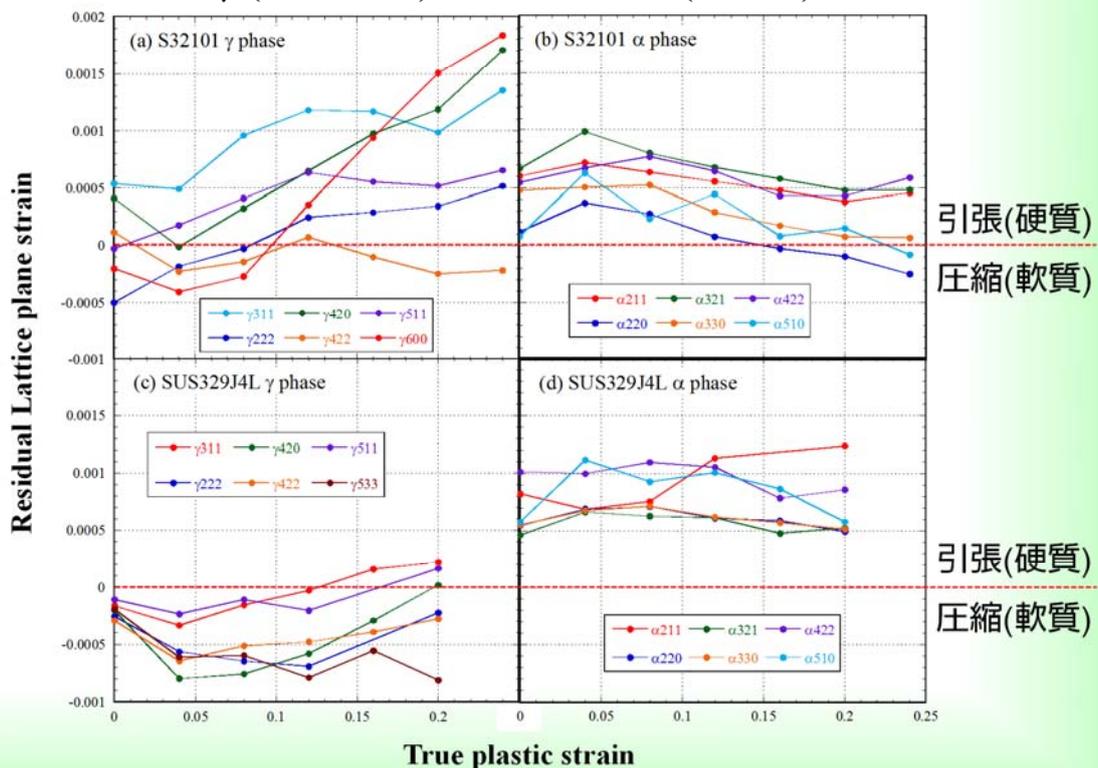
## 1. どちらが硬質相か? ~ 残留格子ひずみ

$\gamma$  (austenite)

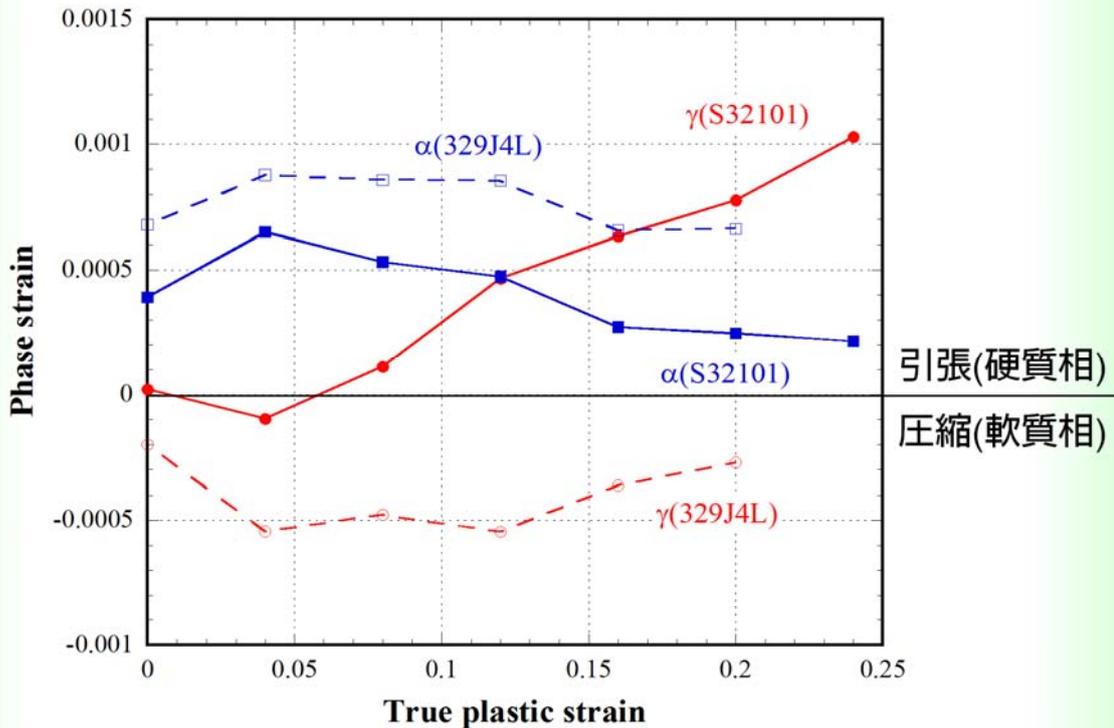
$\alpha$  (ferrite)

S32101

SUS329J4L  
(S31260)

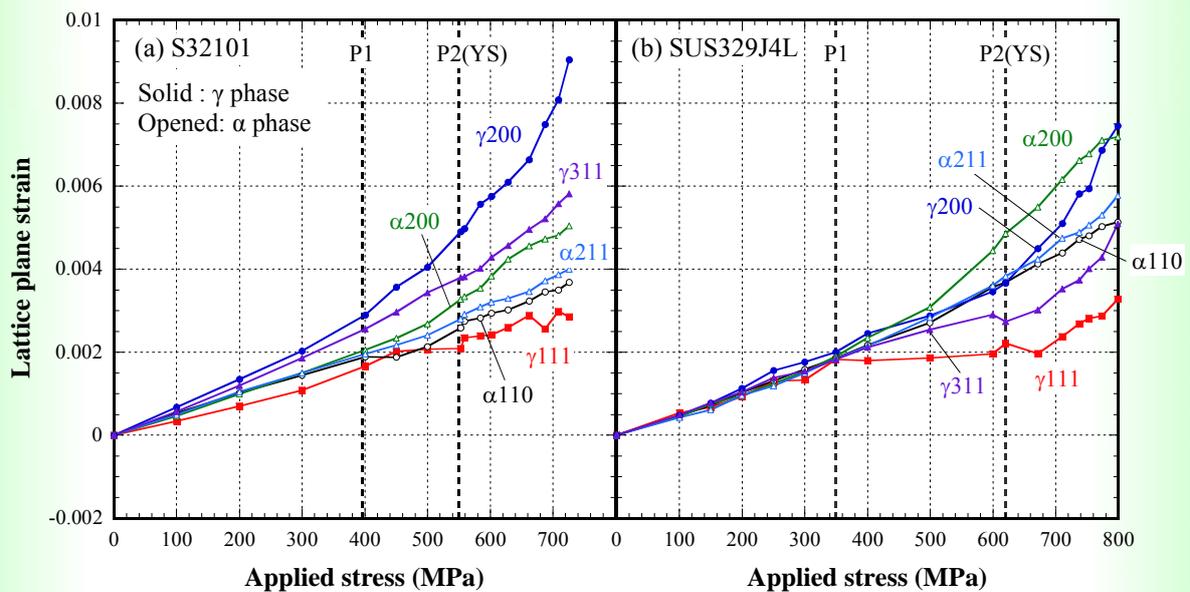


## 2. 相間の応力差 ~ 相ひずみ



S32101は変形途中で $\gamma$ と $\alpha$ の強度が逆転している

## 3. 各相での結晶粒間の応力差 ~ 粒応力

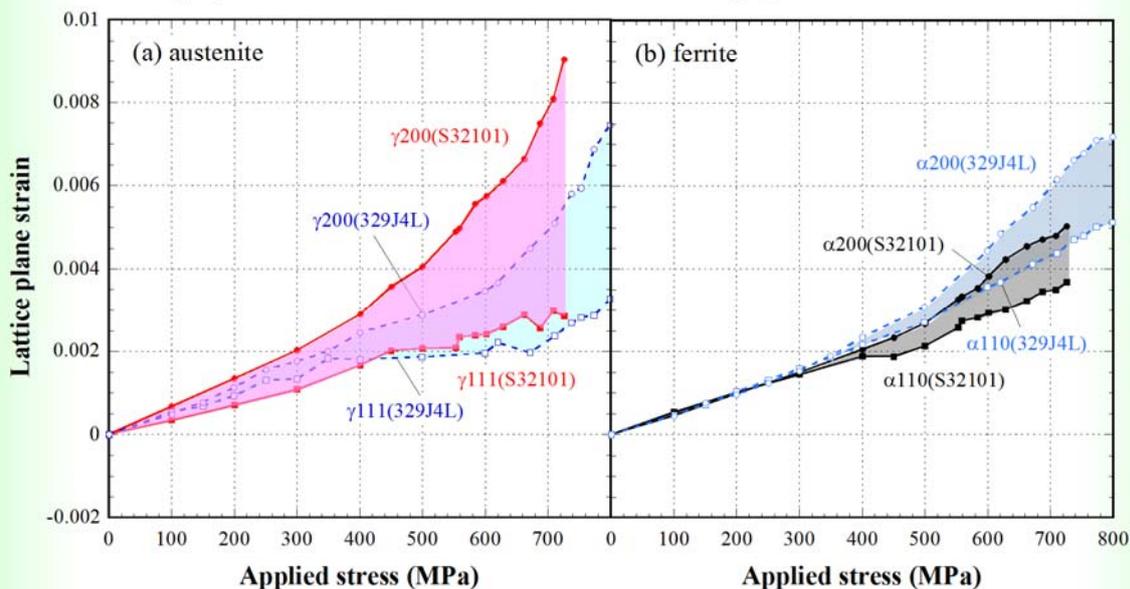


|       |   |
|-------|---|
| P1まで  | 弾性変形領域 ( $\gamma$ , $\alpha$ どちらも弾性変形)        |
| P1~P2 | 弾塑性変形領域 ( $\gamma$ , $\alpha$ 一方が弾性, 一方が塑性変形) |
| P2以降  | 塑性変形領域 ( $\gamma$ , $\alpha$ どちらも塑性変形)        |

### 3. 各相での結晶粒間の応力差～粒応力

(a) オーステナイト

(b) フェライト



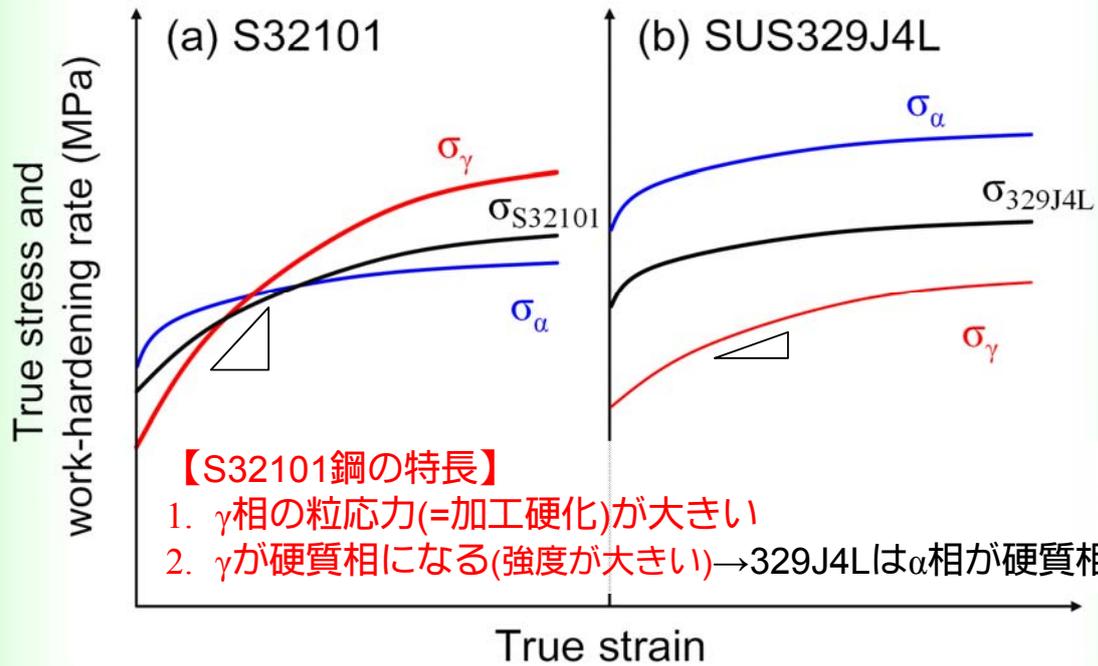
1. どちらも $\gamma$ 相の粒応力が大きい
2. さらに $\gamma$ 相の粒応力を比較すると, S32101の方が大きい
3. 格子ひずみ差 = 応力分配 = 加工硬化挙動と関係

### 中性子・白色X線から何を議論するか?

二相ステンレス鋼の

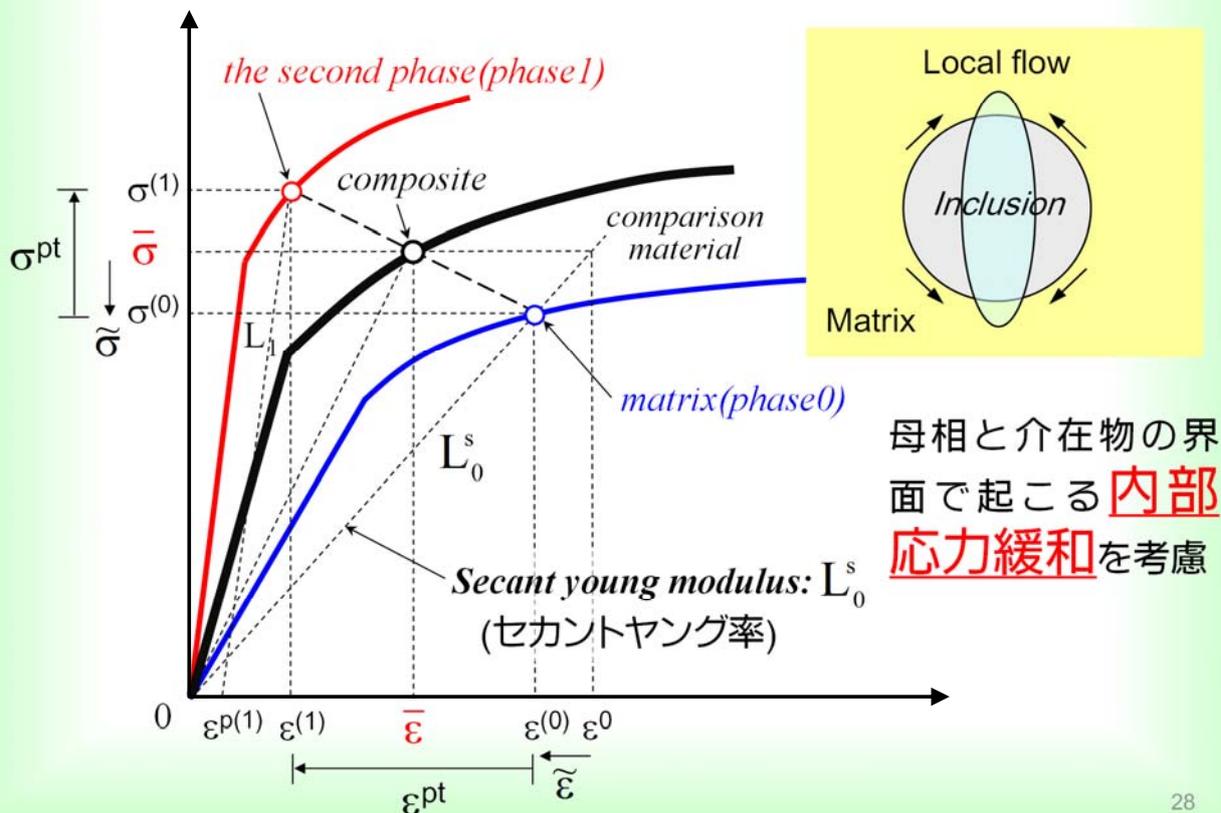
|    |                           |  |   |
|----|---------------------------|--|---|
| 1. | <b>S32101鋼の高い加工硬化率の理由</b> |  | 転 |
|    | 1                         | 変形途中で $\gamma$ 相が硬質相になり, $\alpha$ 相との応力差も大きくなる         |   |
| 2. | 2                         | $\gamma$ 相の大きな加工硬化                                     |   |
|    | 3                         | $\gamma$ 相の体積率<br>(S32101: 51%, 329J4L: 39%)           | 小 |
| 3. | 結晶粒間の応力差<br>各相の加工硬化挙動     | ・S32101の $\gamma$ 相の粒応力が一番大きい<br>・ $\alpha$ 相の粒応力はほぼ同じ |   |

# 中性子・白色X線実験より考えられる 二相ステンレス鋼の応力-ひずみ関係



この模式図の妥当性は? → マイクロメカニクスによる計算

## マイクロメカニクスSecant法



# Secant法による計算

S32101鋼と329J4L鋼の応力-ひずみ曲線，機械的特性の違いを，Secant法により各相の応力-ひずみ関係の観点より検討

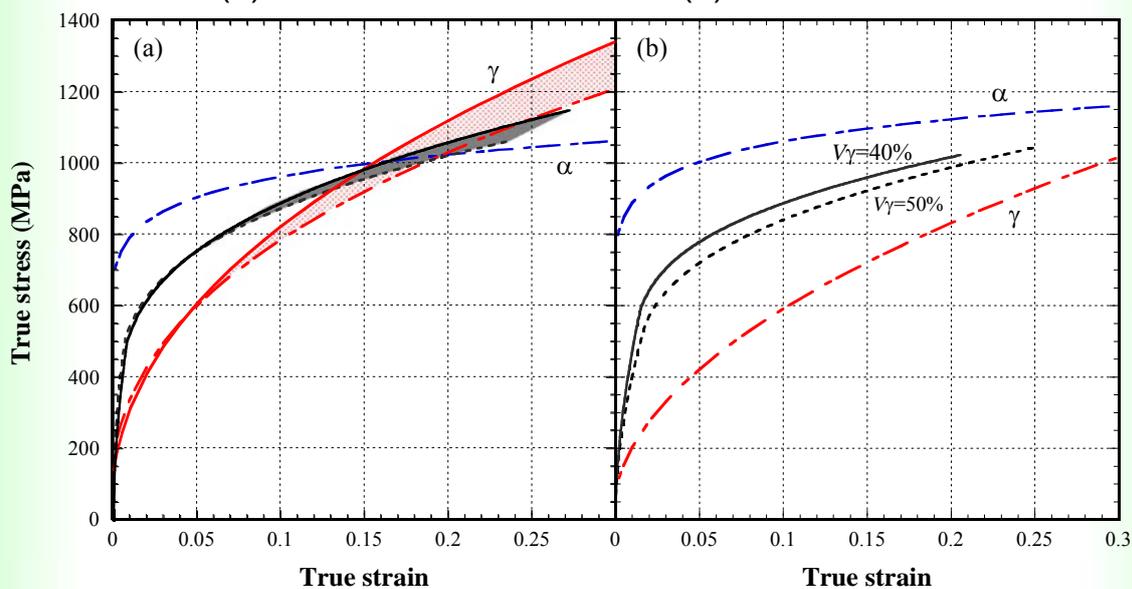
|    |   |                          |
|----|---|--------------------------|
| 1. | <ul style="list-style-type: none"> <li>・ <math>\gamma</math>体積率は，50%</li> <li>・ <math>\gamma</math>相と<math>\alpha</math>相の加工硬化率は，材料によらず同じ</li> <li>・ 各材料，各相の変形応力は，模式図に従い変化</li> </ul> | 相応力の影響                   |
| 2. | オーステナイト体積率を329J4L 40%，S32101 50%に変化   | 体積率の影響                   |
| 3. | S32101鋼 $\gamma$ 相の加工硬化率を大きくする  | $\gamma$ 相の加工硬化率(粒応力)の影響 |

3

## Secant法による計算結果

(a) S32101を想定

(b) SUS329J4Lを想定



|   |                            |                                  |
|---|----------------------------|----------------------------------|
| 1 | 相間の応力差(相応力)                | $\gamma$ 体積率50%. 影響は小さい          |
| 2 | $\gamma$ 相と $\alpha$ 相の体積率 | 329J4L $\gamma$ 体積率40%. 実験結果に近づく |
| 3 | S32101の $\gamma$ 相の加工硬化    | TS, U.EIともに大きくなる                 |

# S32101鋼の優れた均一伸びの理由

|   |                  |                        |  |
|---|------------------|------------------------|--|
| 1 | マクロな<br>応力-ひずみ関係 |                        | 高い加工硬化率  |
| 2 | 不均一<br>変形挙動      | 相応力<br>(相間の変形差)        | 変形中に $\gamma$ 相が硬質相になり,<br>$\alpha$ 相との応力差(=相応力)も大<br>きくなる |
|   |                  | 粒応力<br>(各相の加工硬<br>化挙動) | $\alpha$ 相よりも大きく, 329J4L鋼<br>の $\gamma$ 相よりも大きい            |
| 3 | 組織               |                        | $\gamma$ 相の体積率<br>(S32101: 51%, 329J4L: 39%)<br>平均結晶粒径     |

## まとめ

1. S32101とSUS329J4Lの静的引張特性を比較した結果、強度は329J4Lが、延性はS32101の方が大きかった。均一伸びの違いは、加工硬化率が大きく影響していることが明らかとなった。
2. 白色X線・中性子回折実験結果より、S32101の場合はオーステナイト相がフェライト相よりも硬質相であることがわかった。さらに、オーステナイト相の応力分配(=加工硬化挙動)は、329J4Lよりも大きかった。
3. 以上の考察は、マイクロメカニクスによる計算結果からも説明することができた。
4. 省資源型二相ステンレス鋼のS32101は、オーステナイト相がより硬く、優れた加工硬化挙動を示したために優れた均一伸びが得られたと結論づけられる。