18Cr-8Ni オーステナイト系ステンレス鋼のX線の弾性定数*

小 田 明** 宮 川 英 明**

X-Ray Elastic Constants of 18Cr-8Ni Austenitic Stainless Steel

by

Akira ODA and Hideaki MIYAGAWA

(Ariake Technical College, Omuta)

The X-ray elastic constants of 18Cr-8Ni austenitic stainless steel were determined accurately from $\gamma(311)$ diffraction of $\text{CrK}\beta$ radiation by the ψ_0 oscillation method using a X-ray diffraction stress analyzer, and the amount of scatter in the measured values was examined. The results obtained are summarized as follows:

(1) The value of constant K for 18-8 stainless steel is $-34.10 \text{ kg/mm}^2/\text{deg}$, and the error in stress measurement, the error of K -value and the range of scatter of K -value are $\pm 0.86 \text{ kg/mm}^2$, $\pm 1.7 \text{ kg/mm}^2/\text{deg}$ and $1.3 \text{ kg/mm}^2/\text{deg}$, respectively, if the limit of confidence is set at 95%. This K -value is considered appropriate in practical use for fine grain steels which have not been subjected to severe plastic deformation.

(2) Even if the error in stress measurement $\Delta\sigma$ is small, the amount of scatter in the measured values increases depending upon the conditions of diffraction peak intensity, grain size, texture, working history and the surface properties of test specimen. It is, therefore, necessary to evaluate the X-ray stress value by taking these conditions into consideration.

(Received Aug. 6, 1977)

キー・ワード: X線応力測定, 18-8 ステンレス鋼, ψ_0 揺動法, 測定精度, X線の弾性定数

1 緒 言

著者らはさきに、爆着オーステナイトステンレス・クラッド鋼や 18-8 ステンレス鋼研削加工層の残留応力測定に X 線法を適用して、この方法が諸現象の解明に極めて有効であることを報告した。しかし一方において、オーステナイト鋼では測定に適した回折面がフェライト鋼に比べて回折角が小さいこと、回折強度の低い $\text{CrK}\beta$ 線を用いることおよび材料特性などが原因して、測定精度を高める上で難しい問題がある。これに関し先般、本学会材料強度部門委員会応力測定分科会においてオーステナイト鋼に対する測定法標準化共同研究が行われたが、まだ集約されていない。著者らはその後も引き続き検討を重ねてきたが、X線照射面積を広げ、機械的負荷応力幅を $+12 \sim -12 \text{ kg/mm}^2$ 、6 段階にとり、20 点入射、 $\text{CrK}\beta \gamma(311)$ による ψ_0 揺動法を用いて X 線の弾性定数を測定し、非常に精度よくかつばらつきも少ない値を得たので、その結果を報告する。

2 実験方法

供試材料は標準化共同研究で提供された試料のうち、結晶粒度の細かい A 1 材 (18Cr-8Ni, 熱延, $1030^\circ\text{C} \times 30^\circ\text{W.Q.}$, JIS 結晶粒度番号 7.9) と、既報の研究結果と比較検討するための同一供試材 (18Cr-8Ni, 冷延, 市販材受け入れのまま, 粒度番号 7.2) を用いた。Fig. 1 に両者の背面反射回折像と顕微鏡組織を示

Grain size No. 7.9 Grain size No. 7.2
Photographing condition: $\text{CrK}\alpha \gamma(220)$, 35 kV-20 mA, 1ϕ
double pinhole slit, 1 hr, Fuji No. 150

Fig. 1. X-ray back-reflection photographs and micrographs of testing materials.

* 原稿受理 昭和52年8月6日

** 正 会 員 有明工業高等専門学校 大牟田市東萩尾町

Fig. 2. Relationship between direction of diffraction plane and peak intensity of diffraction X-ray for testing materials.

Table I. Conditions of X-ray elastic constant measurements.

Apparatus...Shimadzu X-ray diffraction stress analyzer SMX-50	
Method ... ψ_0 oscillation method. Half-value breadth method. $\sin^2\psi$ method.	
X-ray, diffraction plane	CrK β , γ (311)
Oscillating angle	± 2.5 deg
Voltage, current	30 kV-10 mA
Time constant	8 sec
Scanning speed	2 deg/min
Recording chart speed	40 mm/min
Incident angle of X-ray	5, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 40 deg. 2 times
Slit, irradiation mask	0.46 deg, 4.5×16 mm 2
Method of mechanical loading	Bending by using loading apparatus.
Determination of mechanical stress	Strain at opposite surface of specimen.
Applied stress	0, 6, 12, -6, -12, 0 kg/mm 2

した。また Fig. 2 に集合組織の程度を知る目安として、 5° おき各入射角における回折 X 線 ピーク 強度の変化を示した。

実験条件を Table I に示す。前処理、応力負荷方法、X 線条件、データ処理法はいずれも共同研究の実施要領に従ったが、次の諸点を配慮した。

(1) 応力負荷を 0, 6, 12, -6, -12, 0 kg/mm 2 に拡大した。

(2) $\pm 2.5^\circ$, ψ_0 揺動法の 5° おき 10 点入射で 2 回繰返し測定し、これを 20 点入射として $\sin^2\psi$ 線図に整理した。

(3) 照射域をマスク 4.5×16 mm 2 、実照射面積 3×22 mm 2 にした。

(4) スリット発散角を 0.46, 0.80 $^\circ$ の二つについて検討し、高い測定精度が得られる 0.46 $^\circ$ スリットを用いた。

(5) ひずみゲージによる計測には校正用ゲージを設け、

ひずみ計の零点移動に対する補正を行って応力負荷誤差を除くようにした。

(6) 測定時の室温変化を 3° 以内に抑えて、膨脹変化から介入する誤差をできるだけ少くした。

(7) 照射域ずれを最小に止めるよう、試験片に付けた標線と蛍光板を用いてセッティングに細心の注意を払った。

以上を要点として X 線の弾性定数測定を同一試料について 10 回繰返した。なお、18-8 ステンレス鋼の弾性限は不明確でかなり低い値を示すので、ひずみゲージを用いた静荷重負荷法で応力-ひずみ線図を求め、10 回の繰返し測定を行っても、(1)の応力負荷範囲が弾性域でありバウンス効果も生じないことを確めた。

Fig. 3 は本実験における公称応力-X 線応力線図の一例である。なお、データは信頼限度 95% として整理した。

Fig. 3. Nominal stress-X-ray stress diagram of X-ray elastic constant measurement.

3 実験結果と考察

3.1 測定の精度とばらつきについて

Table II に本実験を含め、これまで行った 59 回の X 線の弾性定数測定の結果をまとめて示した。表を簡明にするため $(1+\nu)/E$, ν/E の値は省略した。同一回折面を用いて同種材料を測定した場合、その精度やばらつきに影響を与える因子としては、情報源としての(1)回折強度、測定障害を与える材料特性としての(2)粒度・集合組織や(3)加工履歴、加工により生ずる(4)応力こう配や(5)表面性状などが考えられる。なかでも回折角が小さいため測定感度が低く、加えて回折強度が弱い CrK β 線を用いるオーステナイト鋼では、とくに強い強度が得られるように測定条件を工夫して、より確かな情報を得ることが基本的に考慮されねばならない。この観点から Table II の実験 No. 1~10 の測定条件は、逐次改善されて本実験条件に達したものであ

*1 負荷応力 0 kg/mm 2 で求めた 5, 15, 30, 40 $^\circ$ 各入射角における回折ピーク強度の変化を $\sqrt{\sum(I_p - \bar{I}_p)^2 \cdot 1/(N-1)} \cdot 1/\bar{I}_p(I_p)$: ピーク強度, $\bar{I}_p$: その平均値, N : 入射角の数) で表した。この値は揺動効果の効き方や弱い回折強度に起因する X 線情報の不確かさなどを推測する目安になる。

Table II. Experimental results of X-ray elastic constant measurements.

Specimen	No. of experiment	Conditions of measurement	Number of times of measurement	$\Delta\sigma_X$ (kg/mm ²)	$K_X \pm \Delta K_X$ (kg/mm ² /deg)	Scatter range of K_X (kg/mm ² /deg)	I_p (c. p. s.) H_W (deg)	****Statistical fluctuation parameter, changes of peak intensities*1
Hot-rolled 18-8 stainless Al	1	*S, ϕ_0 osc., 30 kV-10 mA, mask 4.5×16 mm ² , 10 angle incidence 2 times, σ_M -12~12 kg/mm ²	10	0.91	-33.33 ± 1.87	1.10	4998 1.103	0.053 0.160
Cold-rolled 18-8 stainless R	2	S, ϕ_0 osc., 30 kV-10 mA, mask 4.5×16 mm ² , 10 a.i. ×2, -12~12 kg/mm ²	10	0.80	-34.87 ± 1.52	2.02	4483 1.143	0.056 0.148
	3	S, ϕ_0 osc., 30 kV-10 mA, mask 4×5 mm ² , 6 a.i. ×2, 0~12 kg/mm ²	4	1.24	-34.60 ± 4.14	2.05	2288 1.085	0.062 0.205
	4	*D, Fixed ϕ , 40 kV-30 mA, mask 4×10 mm ² , 6 a.i. ×2, 0~12 kg/mm ²	5	1.27	-33.34 ± 5.01	5.48	4275 1.148	0.053 0.356
	5	D, Fixed ϕ , 30 kV-10 mA, mask 4×10 mm ² , 6 a.i. ×2, 0~12 kg/mm ²	5	1.40	-34.71 ± 5.91	4.61	1423 1.130	0.078 0.402
	6	D, Fixed ϕ , 30 kV-10 mA, mask 4×5 mm ² , 6 a.i. ×2, 0~12 kg/mm ²	3	2.00	-30.60 ± 7.72	10.90	693 1.133	0.124 0.398
	7	*d, Fixed ϕ , 35 kV-20 mA, mask 4×5 mm ² , 10 a.i. -14~14 kg/mm ²	6	5.60	-34.26 ± 6.02	6.07	448 1.350	0.136 0.281
**Pre-strained R	8	d, Fixed ϕ , 35 kV-20 mA, mask 4×5 mm ² , 10 a.i. -14~14 kg/mm ²	4	6.48	-38.46 ± 8.20	2.75	195 2.590	0.678 0.529
***Ground R	9	S, ϕ_0 osc., 30 kV-10 mA, mask 4×5 mm ² , 6 a.i. ×2, 0~12 kg/mm ²	6	3.11	-33.90 ± 9.47	21.71	950 2.435	0.326 0.169
	10	S, ϕ_0 osc., 30 kV-10 mA, mask 4×5 mm ² , 6 a.i. ×2, 0~12 kg/mm ²	6	3.56	-34.34 ± 10.01	12.04	870 2.625	0.306 0.372

Notes : (1) *S...Shimadzu X-ray diffraction stress analyzer SMX-50

d...Shimadzu X-ray diffractometer VD-1A with stress measurement attachment

D...Diffractometer VD-1A shortened the length of X-ray path

(2) Characteristic X-ray and diffraction plane...CrK β γ (311), $d=1.083\text{\AA}$, $\theta_B=74.26^\circ$ (3) Mechanical elastic modulus used calculation... $E_m=19700\text{ kg/mm}^2$, $\nu_m=0.3$, $K_m=-39.77\text{ kg/mm}^2/\text{deg}$ (4) K -value used calculation of σ_X and $\Delta\sigma_X$... $K_X=-34.52\text{ kg/mm}^2/\text{deg}$, $(1+\nu)/E$ -value used calculation of ΔK_X ... $(1+\nu)/E=7.14\times 10^{-6}\text{ mm}^2/\text{kg}$ (Average value of four times measurements by ϕ_0 oscillation method for specimen R)

(5) **Pre-strain...43.74 and 58.95%, ***Wet grinding, downfeed 0.005 and 0.015 mm

(6) ****Statistical fluctuation parameter... $H_W/\sqrt{I_p} \cdot \sqrt{(1+2I_B/I_p)} \cdot V$,Changes of peak intensities... $\sqrt{\Sigma(I_p-I_B)^2/(N-1)} \cdot 1/I_p$

Table III. Experimental results of X-ray elastic constant measurements for specimen Al and R.

Materials	Hot-rolled 18-8 stainless steel Al				Cold-rolled 18-8 stainless steel R			
Constants	$(1+\nu)/E$ ($10^{-6}\text{mm}^2/\text{kg}$)	ν/E ($10^{-6}\text{mm}^2/\text{kg}$)	K_X (kg/mm ² /deg)	$\Delta\sigma$ (kg/mm ²)	$(1+\nu)/E$ ($10^{-6}\text{mm}^2/\text{kg}$)	ν/E ($10^{-6}\text{mm}^2/\text{kg}$)	K_X (kg/mm ² /deg)	$\Delta\sigma$ (kg/mm ²)
1st time	7.44±0.38	1.54±0.17	-33.07±1.82	0.96	7.20±0.43	1.49±0.19	-34.18±2.08	0.93
2nd	7.48±0.40	1.44±0.18	-32.87±1.94	0.92	7.00±0.32	1.24±0.14	-36.18±1.53	0.83
3rd	7.40±0.43	1.59±0.19	-33.26±2.05	0.81	7.02±0.31	1.38±0.14	-35.05±1.48	0.81
4th	7.31±0.32	1.42±0.14	-33.67±1.55	0.82	6.99±0.31	1.31±0.14	-35.18±1.47	0.76
5th	7.24±0.39	1.54±0.17	-33.97±1.87	0.91	6.99±0.24	1.42±0.11	-35.20±1.18	0.68
6th	7.37±0.35	1.46±0.16	-33.37±1.68	0.89	7.12±0.31	1.45±0.14	-34.55±1.50	0.82
7th	7.37±0.42	1.34±0.19	-33.37±2.04	0.97	6.97±0.28	1.31±0.13	-35.27±1.36	0.77
8th	7.44±0.49	1.39±0.22	-33.08±2.36	0.98	7.10±0.33	1.41±0.15	-34.65±1.59	0.88
9th	7.48±0.38	1.57±0.17	-32.89±1.83	0.99	7.18±0.32	1.53±0.14	-34.25±1.52	0.74
10th	7.29±0.33	1.34±0.15	-33.71±1.57	0.83	7.20±0.32	1.45±0.14	-34.16±1.50	0.80
Average	7.38±0.39	1.46±0.17	-33.33±1.87	0.91	7.06±0.32	1.40±0.14	-34.87±1.52	0.80
Confidence range of average	0.06	0.07	0.26	—	0.09	0.06	0.45	—
*Measurement by 6a.i. ×2	7.29±0.43	1.44±0.20	-33.74±2.10	1.02	7.07±0.36	1.47±0.17	-34.71±1.72	0.94
6a.i. ×1	7.29±0.62	1.43±0.29	-33.78±2.99	1.70	7.08±0.52	1.46±0.24	-34.75±2.50	1.68

Notes : (1) * 6a.i. ×2, 6a.i. ...Incidence angle of X-ray of 5, 5, 15, 30, 40 and 40 deg. 2 or 1 times measurement.

(2) Conditions of measurement...X-ray diffraction stress analyzer SMX-50, ϕ_0 oscillation method, 30 kV-10 mA, mask 4.5×16 mm², 5, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40, 40 deg angle incidence.

(3) Limit of confidence...95%

る。表中の測定値はそれぞれ各繰返し測定の平均値を示し、定数 K_X のばらつき範囲は各繰返し測定における最大値と最小値の差で示した。概して回折強度 I_p の高い測定では応力測定誤差 $\Delta\sigma$ も K_X 値のばらつきも小さいが（実験 No. 1~5）、上記の影響因子のいずれかが大きな測定障害を与えている場合には、 $\Delta\sigma$ が比較的小さくてもばらつきが大きく、またはばらつきは比較的小さくても $\Delta\sigma$ が大きくなるという傾向が認められる（実験 No. 6~10）。前者では統計変動パラメータが小さいものほど精度よくばらつきも小さいといえるが、後者では必ずしも同様に律しられない。それは影響因子(2)~(5)のためと思われる。

3.2 K_X 値について

Table III に満足すべき精度が得られた本実験結果を示した。実験条件は Table I に示したとおりであるが、10点入射2回測定は測定に時間を要しデータ処理も煩瑣となる。そこで参考のため同じ測定データを6点（5, 5, 15, 30, 40, 40°）入射2回、6点入射1回として整理した場合の結果も併記した。供試材 A1, R 両者とも非常に精度よく測定されているが、R 材の方が、 K_X 値が 1.54 kg/mm²/deg だけ大きい点は注目すべきことである。この K_X 値の大小については、フェライト鋼では予ひずみを増すに従って弾性定数は小さくなり（ K_X 値の絶対値は大きくなる）、約10%ひずみから次第に飽和値に達する^(5,6)という報告がある。オーステナイト鋼ではまだ検討されていないが、おそらく A1, R 両供試材の K_X 値の差はその加工履歴の相違によるものと推測される。X線応力値は $\sigma_X = M \cdot K_X$ ($M: \sin^2\phi$ 線図のこう配) で求められる。いま 60 kg/mm² の応力をX線測定するとした場合、A1 で得た K_X 値を用いた応力値と R で得た K_X 値を用いた応力値の差はおよそ 3 kg/mm² である。それゆえ、両者の平均値 $K_X = -34.10$ kg/mm²/deg は大きな予ひずみを受けた材料を除いて、実用上充分信頼できる定数と考えてよい。また実際の応力測定において測定の煩瑣を避けるため、入射点数を減じて測定する場合には、表に併記したように、入射点数の減小に伴って次第に精度は低下しばらつきも増す。表の数値は A1, R 材の入射角 5, 5, 15, 30, 40, 40° の測定値を用

いて計算した定数の各10回測定平均値で示しており、20点入射同等に信頼度の高い値である。したがって実験条件に応じてこれらの精度・ばらつきを考慮してX線応力値を評価すれば、実用上充分であろう。

4 結 言

CrK β γ (311) による ϕ_0 揺動法、照射マスク 4.5×16 mm²、機械的負荷応力幅 +12~-12 kg/mm²、20点入射の方法で 18-8 ステンレス鋼熱延および冷延板のX線の弾性定数を測定して、次の結論を得た。

(1) 繰返し10回測定の平均応力測定誤差 $\Delta\sigma$ は熱延板 0.91, 冷延板 0.80 kg/mm² で、 K_X 値の平均測定誤差 ΔK_X はそれぞれ 1.87, 1.52 kg/mm²/deg, K_X 値の10回測定のばらつきは 1.10 および 2.02 kg/mm²/deg という精度の高い結果を得た。 K_X 値は熱延板 -33.33, 冷延板 -34.87 kg/mm²/deg で、両者の平均値 -34.10 kg/mm²/deg は、大きな塑性予ひずみを受けた材料を除いて、実用上適正な値と考えられる。

(2) 応力測定誤差 $\Delta\sigma$ が小さくても、回折強度、粒度、集合組織、加工履歴、表面性状などの如何では、ばらつきを増す場合がある。また測定の煩瑣を避けるため入射点数を減じて測定する場合には、入射点数の減小に伴って精度は低下し、ばらつきは増す。したがってこれらを考慮した測定条件の設定とX線応力値の評価が望ましい。

なお、塑性予ひずみ材や粗粒材については今後の研究を待ちたい。

（昭和52年7月21日 日本材料学会第14回材料強度に関するシンポジウムにて講演）

参 考 文 献

- 1) 小田 明, 宮川英明, 材料, **25**, 13 (1976).
- 2) 小田 明, 田口紘一, 宮川英明, 材料, **26**, 11 (1977).
- 3) 小田 明, 宮川英明, 材料, **24**, 22 (1975).
- 4) 日本材料学会材料強度部門委員会, “X線応力測定法標準” (1973); (1977).
- 5) 平 修二, 林紘三郎, 渡瀬善次郎, 材料, **17**, 1151 (1968).
- 6) 平 修二, 林紘三郎, 花山好和, 渡瀬善次郎, 材料, **19**, 49 (1970).