技術レター

X線回折によるオーステナイト系ステンレス鋼の表面加工層の評価方法に関する研究

中川　昌幸*

Study on the evaluation technique for a processed surface of austenitic stainless steel by XRD profile analysis.

NAKAGAWA Masayuki*

1.　緒言

ブラストをはじめとするピーニングプロセスは，材料表面への冷間加工プロセスであり，疲労強度，耐摩耗性向上に有効な硬度上昇，圧縮残留応力付与の効果をもたらす。一方，焼き鈍しなどの加熱により，材料内部に存在する残留応力やひずみは，回復により低減あるいは除去される。冷間加工後に接合などの熱プロセスが存在する場合，加熱温度や時間により，冷間加工で付与された圧縮残留応力や加工硬化が回復により消失していく挙動を把握することが重要になる。本研究では，代表的なオーステナイト系ステンレス鋼におけるこの回復挙動をX線回折装置により評価する方法を検討した。

2.　実験方法

2.1　供試材

供試材には，オーステナイト系ステンレス鋼であるSUS304を用い，形状はφ12mm×h5mmの円柱形状とした。φ12の表面に対し，異なる表面加工層を得るため，以下の4パターンの処理を施し，供試材とした。

・(Lathe)旋盤加工のみ
・(Anneal)旋盤加工，焼き鈍し(1000℃1Hr)
・(B.P.)旋盤加工，焼き鈍し(1000℃1Hr)，ブラストピーニング
・(W.J.P.)旋盤加工，焼き鈍し(1000℃1Hr)，ウォータジェットピーニング

以降，各供試材の区別には，上記行頭の（）内の記号を用いる。

2.2　各供試材表面の初期状態について

図1に各供試材表面の圧縮残留応力（初期応力），X線回折ピークの半価幅値を示す。Annealは旋盤加工後に残留応力を除去するために加熱を行ったもので，Latheにおける圧縮残留応力，半価幅値が低下しており，無ひずみに近い状態であると考えられる。Annealにさらにブラスト，ウォータジェット処理を施したB.P.，W.J.P.では，圧縮残留応力が付与されている。特に固体ショットの衝突プロセスであるブラストにより，B.P.には大きな圧縮残留応力が付与され，半価幅値は増大したことから，より激しい塑性変形が導入されたことが分かる。

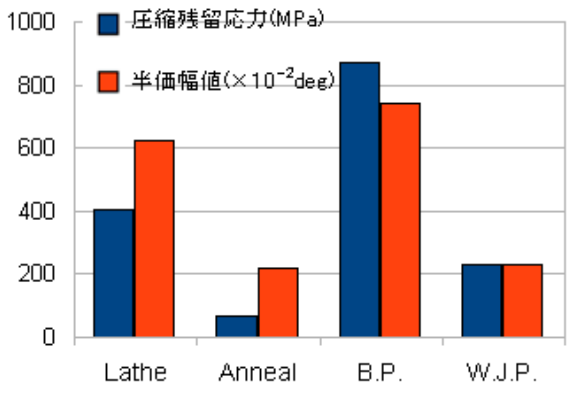

図1　X線残留応力と回折ピークの半価幅値
（各供試材の初期状態）

* 下越技術支援センター

一方，W.J.P.は圧縮残留応力が増大しているが，その値はB.P.よりも小さく，半価幅値はAnnealからわずかに増加しただけであった。これは，ウォータジェットによる加工がブラストに比べ，表面に与えるダメージを抑えて圧縮残留応力を付与できる特徴を持っていることを示している。

2.3　回復挙動評価のための焼き鈍し条件

各供試材に対し，加熱処理による回復挙動の評価を行うため，加熱温度を300℃～600℃まで50℃毎の水準で，保持時間を30，120，480，1920，7680，30720minという4倍毎として焼き鈍しを行った。

2.4　X線回折測定条件

残留応力測定は，X線応力測定法標準[1)]に準拠し，γFe(220)のV-Kαによる回折ピークを測定した。残留応力の算出には，$\sin^2\phi$法(ϕ_0一定法)を用い，半価幅の中点を回折ピーク位置とした。半価幅値は各ϕ_0角における回折プロファイルより求めた平均値とした。

3. 結果と考察

3.1　X線残留応力と半価幅値評価

図2に焼き鈍し時間による残留応力の変化の一例としてW.J.P.の結果を示す。500℃以上の条件では，焼き鈍し時間の増大に伴い，付与された圧縮残留応力が開放されていく様子が見て取れるが，例えば400℃，450℃の条件では，焼き鈍し時間が数百℃から1000℃程度において，圧縮残留応力が増大するなど，回復の進行との相関を評価できないデータとなった。この傾向は，その他の供試材においても同様に見られた。また，Annealにおいては，加工を受けていないにもかかわらず，測定された残留応力値は0～－100MPa程度のばらつきを示したため，無ひずみ状態の残留応力値＝0MPaとして評価することができなかった。通常の$\sin^2\phi$法では，一様な平面応力状態を仮定していることや統計的なばらつきを含んだ回折ピーク位置から応力値を算出するため，特に回復挙動により残留応力が低下した状態では応力分布の影響を受けやすく，個々の回折ピーク位置の精度が低下するため，測定時間を長くするなどの対策が要求される。そこで，本研究ではより短時間で簡便に回復挙動を評価するため，X線回折ピークの半価幅値に着目した。

半価幅値は，結晶粒の大きさと微視的ひずみの均一性と相関があるパラメータである[2)]。回折ピークの広がりは格子面間隔の統計的な分布により生ずるため，正規分布となる。一般に，焼き鈍し材が冷間加工を受けることにより，半価幅が広がることが知られている。これは，結晶粒の破壊による結晶子サイズの微細化と，微視的な不均一ひずみ分布が生じたためである。この状態から再結晶温度以上に加熱した場合，結晶粒成長による回折に預かる結晶数の減少，回復による微視的な不均一ひずみ分布の減少により，半価幅が小さくなる。本研究において初期状態からの焼き鈍しは600℃以下であり，半価幅値の減少は即ち微視ひずみの回復によるひずみ開放の挙動と見なすことができると考えた。図3～6に各供試材の焼き鈍し時間による回折ピークの半価幅値の変化を示す。Lathe，B.P.，W.J.P.各供試材で，導入された半価幅の広がりが，熱処理により減少していく挙動を見て取る

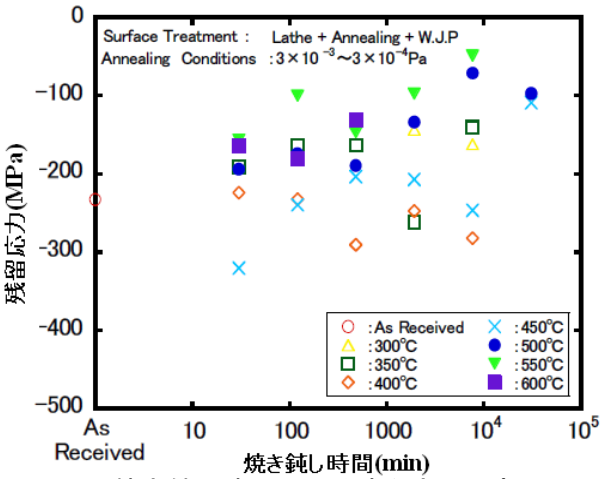

図2　焼き鈍し時間による残留応力の変化の一例　(W. J. P.)

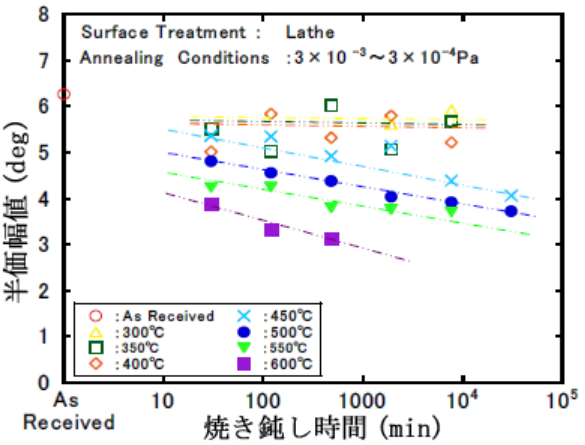

図 3　焼き鈍し時間による半価幅値の変化 (Lathe)

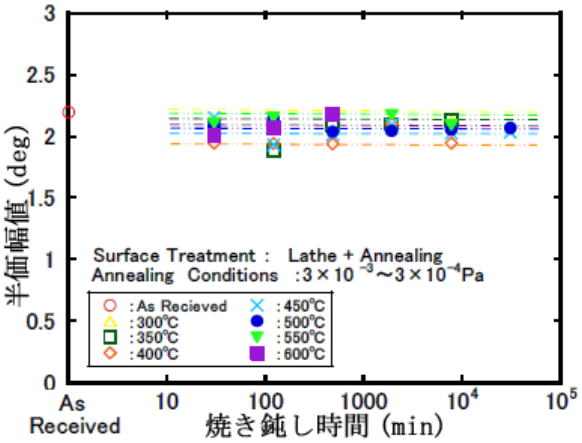

図 4　焼き鈍し時間による半価幅値の変化 (Anneal)

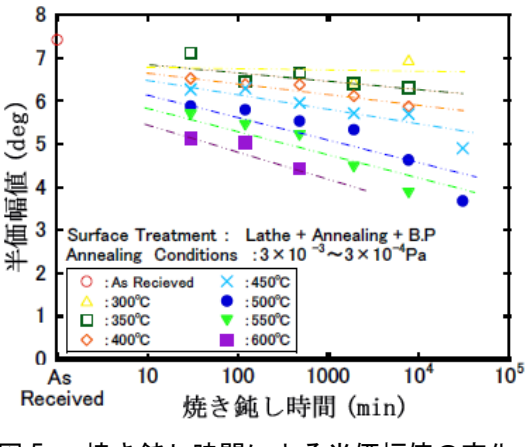

図 5　焼き鈍し時間による半価幅値の変化 (B. P.)

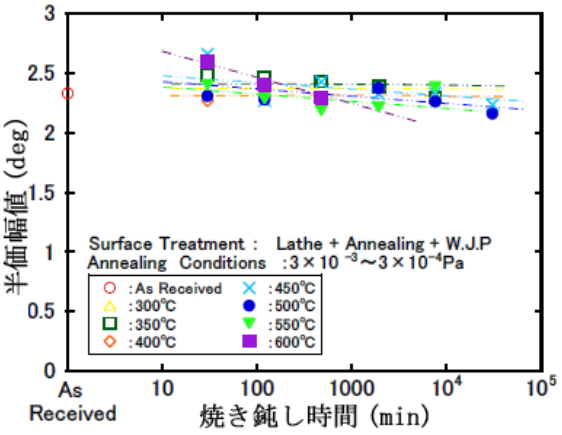

図 6　焼き鈍し時間による半価幅値の変化 (W. J. P.)

ことができる。Lathe，W.J.P.では，450℃以上、B.P.では 350℃以上の条件で半価幅が減少している。各処理により導入された微視ひずみが回復により開放されたためであると考えられる。また，応力測定値と比べて，測定値のばらつきが小さく，同じ測定時間で結果が得られることから，非常に有効な評価方法である。

4. 結　　言

X 線回折による表面加工層の回復挙動の評価を残留応力測定と半価幅評価で行った。得られた結果は以下のようにまとめられる。

(1)残留応力値による評価では，回復によって応力値が低下すると相対的に測定値のばらつきが大きくなり，回復挙動の評価が難しかった。

(2)半価幅値による評価では，測定値のばらつきは小さく，回復により半価幅値が減少していく挙動を評価できた。測定時間も短く，簡便で有効な方法であると考える。

参考文献

1) 日本材料学会編，“X 線残留応力測定法標準”，1997，p.1-13, p46-48.

2) カリティ，“X 線回折要論”，アグネ，1691，p265-271.