

本資料は 年 月 日付けで登録区分、  
2001. 6. 6  
変更する。

[技術情報室]

## 高速増殖炉用燃料被覆管の冷間加工度 測定法の開発（第2報）

Investigation for Nondestructive Testing of Cold Work Percentages  
in Type 316 Stainless Steel (II)

1978年2月

動力炉・核燃料開発事業団

東海事業所

本資料の全部または一部を複写・複製・転載する場合は、下記にお問い合わせください。

〒319-1184 茨城県那珂郡東海村大字村松4番地49  
核燃料サイクル開発機構  
技術展開部 技術協力課

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to:  
Technical Cooperation Section,  
Technology Management Division,  
Japan Nuclear Cycle Development Institute  
4-49 Muramatsu, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki, 319-1184  
Japan

© 核燃料サイクル開発機構 (Japan Nuclear Cycle Development Institute)  
2001

高速増殖炉用燃料被覆管の冷間加工度測定法の開発 (第2報)



Investigation for Nondestructive Testing of Cold Work

Percentages in Type 316 Stainless Steel. (II)

実施責任者 三 浦 信※  
報告者 佐 藤 政 一※  
五十嵐 幸※  
上 村 英 昭※

期 間 1977年6月1日～1977年12月27日

目 的 高速増殖炉用燃料被覆管の冷間加工度の非破壊測定技術開発を目的とする。

要 旨 第1報に引き続いて、SUS316 オーステナイト系ステンレス鋼の冷間加工度を磁気測定によって非破壊的に評価する方法の開発を行なった。前報では板状、管状試料とも10%以上の冷間加工度で、加工度と残留磁気量が片対数線上で直線関係を示すこと、0% (焼鈍材) の残留磁気量はこの直線の外挿よりも若干高いことを報告した。

今回は冷間加工度を正確にコントロールできる板状試料により、残留磁気量測定値に対する試料採取の方向性、着磁の方向性、残留磁気測定の方法の影響を調べた。冷間加工度は前回は10%間隔であったが、今回は、5%、15%を加えて0%～50%の8種類を用意した。

この試料について引張試験、硬さ測定、金相試験、X線回折、X線微小分析も行なった。試験の結果前回被覆管について得られた直線関係が冷間加工度を正確にコントロールできる板材についても得られた。ただし、冷間加工度10%及び15%の残留磁気は、いずれもこの直線より低い値を示した。着磁方向と残留磁気測定の方法は同じ方がデータのバラツキは少なかった。化学研磨により表面層の残留磁気に対する影響を調べたが、試料表面付近で特に大きな値にはなっていなかった。

# 目 次

1. はじめに .....	1
2. 試験方法 .....	2
2-1 試験片 .....	2
2-1-1 試験片採取位置 .....	2
2-1-2 残留磁気量試験片 .....	4
2-1-3 破壊試験片 .....	4
2-1-4 X線回折用試験片 .....	4
2-2 測定装置 .....	6
2-3 測定方法 .....	7
2-3-1 脱磁及び着磁操作 .....	7
2-3-2 測定方法 .....	7
2-3-3 動的測定試験 .....	7
2-3-4 測定ブロック図 .....	7
2-4 破壊試験 .....	7
2-4-1 引張試験 .....	7
2-4-2 切欠付試験 .....	10
2-4-3 金相試験 .....	10
2-4-4 結晶粒縦横比測定 .....	10
2-4-5 X線回折 .....	10
2-4-6 X線マイクロアナライザによる試料縦断面の定性分析 .....	11
3. 試験結果及び考察 .....	11
3-1 飽和磁気量測定結果 .....	11
3-2 残留磁気量測定結果 .....	14
3-3 表面層の残留磁気測定に対する影響 .....	20
3-4 破壊試験結果 .....	20
3-4-1 引張試験結果 .....	20
3-4-2 切欠付試験結果 .....	20
3-4-3 金相試験結果 .....	28
3-4-4 結晶粒縦横比測定結果 .....	28
3-4-5 X線回折結果 .....	28
3-4-6 X線マイクロアナライザによる試料縦断面の定性分析結果 .....	34
4. ま と め .....	42
5. 謝 辞 .....	43
6. 参 考 文 献 .....	43
7. Appendix .....	44

## 1. はじめに

現在、高速増殖炉「もんじゅ」用燃料被覆管には、20%冷間加工されたSUS316 オーステナイト系ステンレス鋼が用いられることになっている。このオーステナイト系ステンレス鋼は冷間加工されることによりオーステナイト組織内に加工マルテンサイトが生成される。第1報では一定条件で着磁した試料内の加工マルテンサイトによる残留磁気を測定して冷間加工度との関係を求めた。その結果被覆管・板材とも残留磁気量と冷間加工度との間に相関が認められた。今回は冷間加工度を正確にコントロールできる板状試料により前報の結果を詳細に確認・検討するために圧延板材を用い、圧下率0%〔焼鈍材〕から50%までの8種類(0, 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50%)試料を用意した。

なお、本報告では圧下率を冷間加工度と読みかえて記述を進めることにする。加工マルテンサイトが圧延に対して方向性を示すことを調べるため、試験片は圧延された原材料の圧延方向と圧延直角方向の2方向から採取した。実用化するときには残留磁気測定は着磁した面からだけ測定することになるので、着磁された面とこれと直交する面との測定値の比較を行なった。

また、前回板状試料は静止状態で測定したが、今回は一定速度で移動させながら測定した。試験片は、表面が圧延のため内部よりも強く加工をうけていることが考えられたので、圧延面を化学研摩しながら残留磁気を測定し変化した磁気量から加工度の分布を求めた。また冷間加工度の変化と機械的性質の変化の関係を調べるため破壊試験を行なった。

すなわち、引張試験、切欠付引張試験、金相試験である。

特に金相写真からの結晶粒縦横比測定は、第1報でも示したように冷間加工度と非常に良い相関を持っているので今回も測定を行なった。

## 2. 試験方法

### 2-1 試験片

#### 2-1-1 試験片採取位置

試験片は、通常のスチンレス鋼冷延薄板製造工程で製造した板状の試料から採取した。冷間加工度は焼鈍材，5，10，15，20，30，40，50% の8種類である。試料の化学成分を表1に示す。

Ni(12.05%)とCr(16.15%)量が前回の板状試験片での化学成分値Ni(12.56%)，Cr(16.90%)よりやや低くなっている。

表1 化学成分(%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
0.07	0.55	1.07	0.0107	0.004	12.05	16.15	2.23

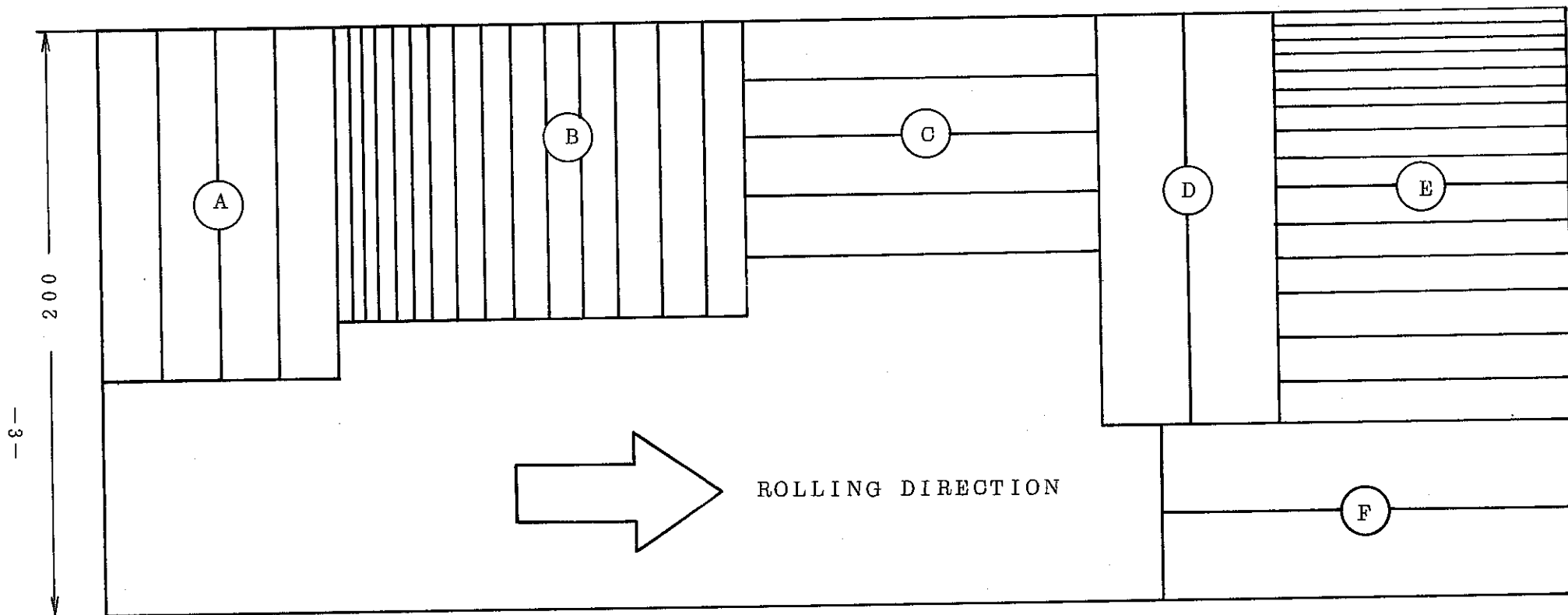
表2に試料の肉厚を示す。

表2 冷間加工試料の肉厚

冷間加工度(%)	0	5	10	15	20	30	40	50
肉厚(mm)	3.04	2.87	2.72	2.56	2.42	2.12	1.83	1.51

図1は原材料からの試験片採取位置を表しており，0%から30%まではフライス加工，40%と50%はシェアー加工により試験片を作成した。残留磁気測定試験片ならびに破壊試験片は方向性をみるために圧延方向と圧延直角方向の2方向から採取した。

前者は特に試料断面積の磁気測定値に及ぼす影響を調べるために幅を3，5，7，10，12mmの5種類とし再現性試験のため各種類3枚ずつとった。後者は引張強さ，0.2%耐力伸びの測定に平滑材試験片を，又脆性測定用に先端角60°の切欠付試験片の2種類とした。



— 8 —

- Ⓐ ㉑ : 平滑試験片  
20×120mm
- Ⓑ ㉒ : 残留磁気測定試験片  
 ① 3×100mm    ④ 10×100mm  
 ② 5×100mm    ⑤ 12×100mm  
 ③ 7×100mm
- Ⓓ ㉓ : 切欠付試験片  
30×120mm

図1 試験片採取位置

## 2-1-2 残留磁気測定試験片

図2(I)に残留磁気測定試験片寸法形状を示す。原材料からの試験片加工は矯正等による内部組織の変化を生じさせないように慎重に行ない、加工後は表面の油、ゴミ等の付着物をとるために、フッ酸-硝酸の混液で酸洗をした。

断面積と残留磁気の関係を求めるためには、5種類の幅の異なった試験片を製作加工した。しかし、使用した脱着磁コイルの鉄心の空心ギャップが高速炉被覆管の直径に合わし製作されているために幅10mm以上の試験片を測定することが不可能であった。

このため断面積と残留磁気の関係については、幅を3mm, 5mm, 7mmの3種類に限って測定せざるを得なかった。

## 2-1-3 破壊試験片

平滑材試験片は図2(II)に示されているように、長さ120mm, 幅20mmで、圧延・圧延直角方向の2方向からフライス加工で原材料から採取した。

試験片枚数は、夫々の方向に4枚ずつであり、寸法は、JIS 6号試片相当とした。

次に試験片主要寸法算出方法を示す。

$$\begin{aligned} L &= 8\sqrt{A} \\ P &= L + \text{約} 10 \text{ mm} \\ A &= W \cdot T \end{aligned} \quad \left\{ \begin{array}{l} L: \text{標点距離} \\ P: \text{平行部長さ} \\ A: \text{平行部断面積} \\ W: \text{平行部幅} \\ T: \text{肉厚} \end{array} \right.$$

切欠付試験片は図2(III)に示されるように長さ130mm, 幅25mmとした。

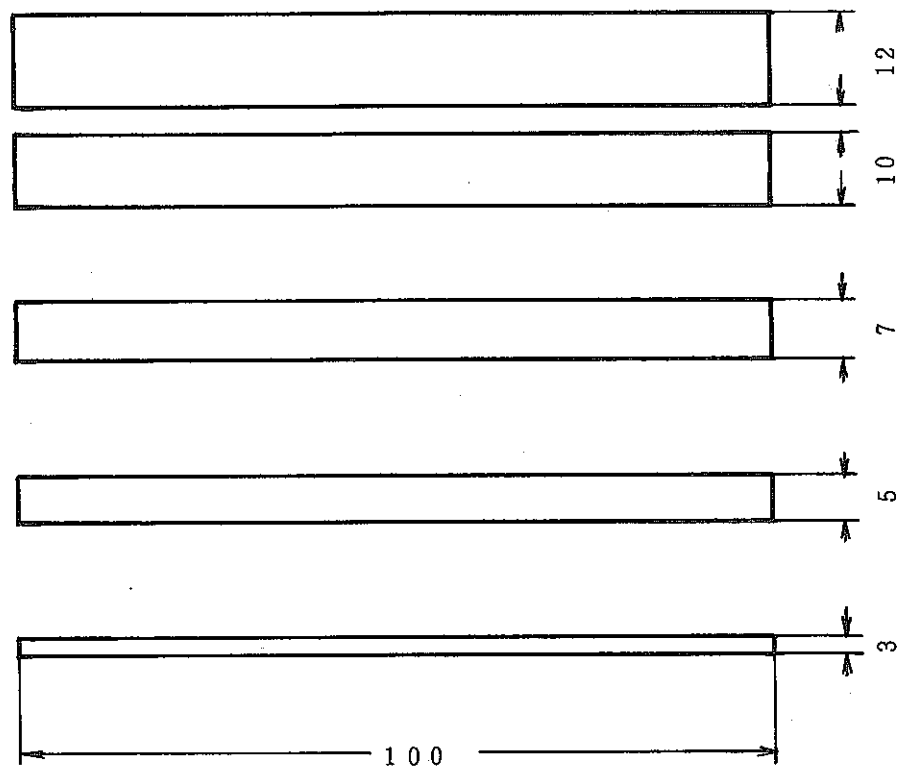
試験片の採取は平滑材と同様な方法で行ない、特にこの試験片では中央切欠部の60°先端角と切欠深さを正確に仕上げた。

## 2-1-4 X線回折用試験片

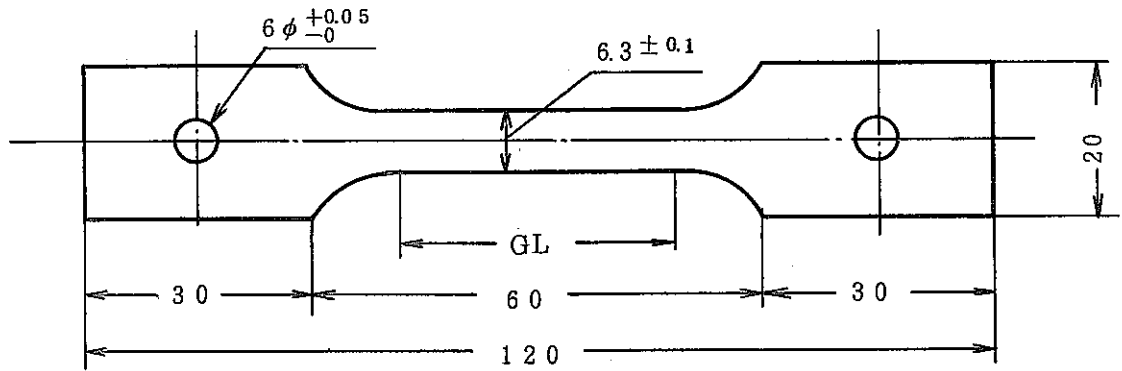
X線回折用試験片は、20%冷間加工を中心に0, 10, 20, 30, 50%の5種類を選択した。

ディフラクトメータ試料台に試料を正確に固定するために直径50mm, 内径25mmのアルミニウム製の試料板を用いることから、試験片は径25mmの円内に入るように正方形に高速度カッターで加工した。

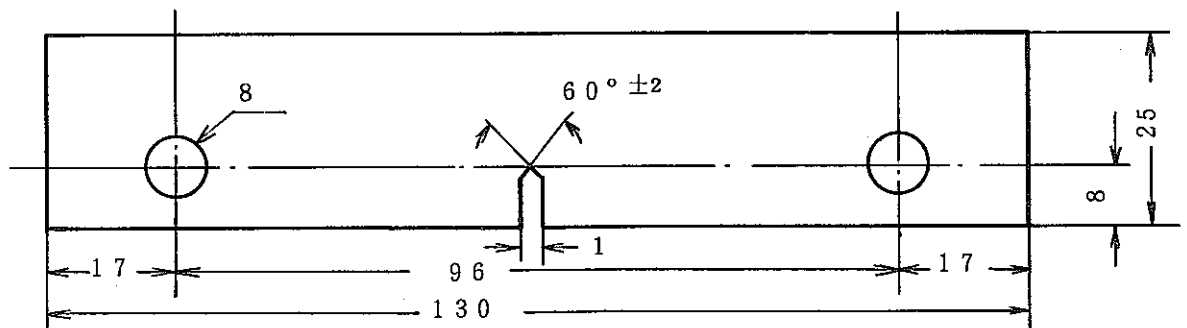




(I) 残留磁気測定試料



(II) 引張試験 平滑試験片



(III) 引張試験 切欠付試験片

図 2 試験片寸法，形状

## 2-2 測定装置

### a) 残留磁気測定装置等

高感度磁気検出器

三島光産社製

Model 123A DCレンジ使用, 出力端子: OUT PUT

積分器

理化電機社製

コンピューティングユニット

積分ユニット: XD-20

プリアンプユニット: XP-10

記録計

理化電機社製

XB-34型

チャート送り: 60 mm/min

設定レンジ 磁気測定: 1 V

演算結果: 500 mV

脱磁一着磁装置

特殊塗料社製

設定端子電圧 脱磁コイル: 130 V

着磁コイル: 2.4 V (1000 G)

4.75 V (2000 G)

7.15 V (3000 G)

記録計較正用定電圧発生装置

横河電機社製

Type 2852

### b) 電解研磨装置等

定電圧, 定電流直流電源

高砂精器社製

定格: 直流, 30 V, 10 A №588869

記録計

理研電機社製

Model D-73BP

### c) 材料試験装置等

引張試験機

島津製作所製

PH-10型, №36016

記録計

新興通信社製

9001型

### d) X線装置等

X線回折装置

理学電機社製

ガイガーフレックス 4053 A3型

X線マイクロアナライザ

日本電子社製

JSM-U3型 №151020-43

### e) 結晶粒縦横比測定装置

イメージアナライザ, Bausch & Lomb company 製  
レンズ 50 mm, №16009

## 2-3 測定方法

### 2-3-1 脱磁及び着磁操作

#### a. 脱磁操作

試験片内部に生成されている加工マルテンサイトを強力な交番磁界中に通すことにより磁区の方角をランダムにし見かけ上残留磁気がない状態にする。

#### b. 着磁操作

着磁装置を用いて任意の強度の直流磁界を空心ギャップ内に発生させ、そして試験片をその中を通過させることにより着磁した。

### 2-3-2 測定方法

図3は、0%試験片を例にして残留磁気測定用試験片採取方法と着磁面、そして測定面を示している。

左側は原材料で、矢印は圧延方向を表わし、圧延方向と圧延直角方向に幅の異なる3種類の試験片を夫々3枚ずつ採取したことを示している。

採取した試験片はまず、脱磁後の着磁操作を圧延面から行ない残留磁気測定を圧延面と切断面夫々について行なう。ついで着磁操作を切断面から行ない同様に2つの面について残留磁気測定を行なう。

圧延直角方向についてもこれと同様に行なう。

以上の測定によって着磁と残留磁気測定の最適条件を求めるとともに両方向における残留磁気の方角性も測定できることが期待された。

### 2-3-3 動的測定試験

残留磁気測定は試験片枚数が多いので特に駆動装置をつくり動的に測定をした。

この駆動方式は、モータによる直進送り機構で試験片スピードは60 mm/minである。又、地磁気ならびに各計測機器から発生する磁気ノイズを防ぐため試験片及びプローブをパーマロイ製のケースに収め測定を行なった。

### 2-3-4 測定ブロック図

図4に測定方法ブロック図を示す。

## 2-4 破壊試験

### 2-4-1 引張試験

引張試験機として万能試験機(RH-10型)を使用した、0.2%耐力を求めるために

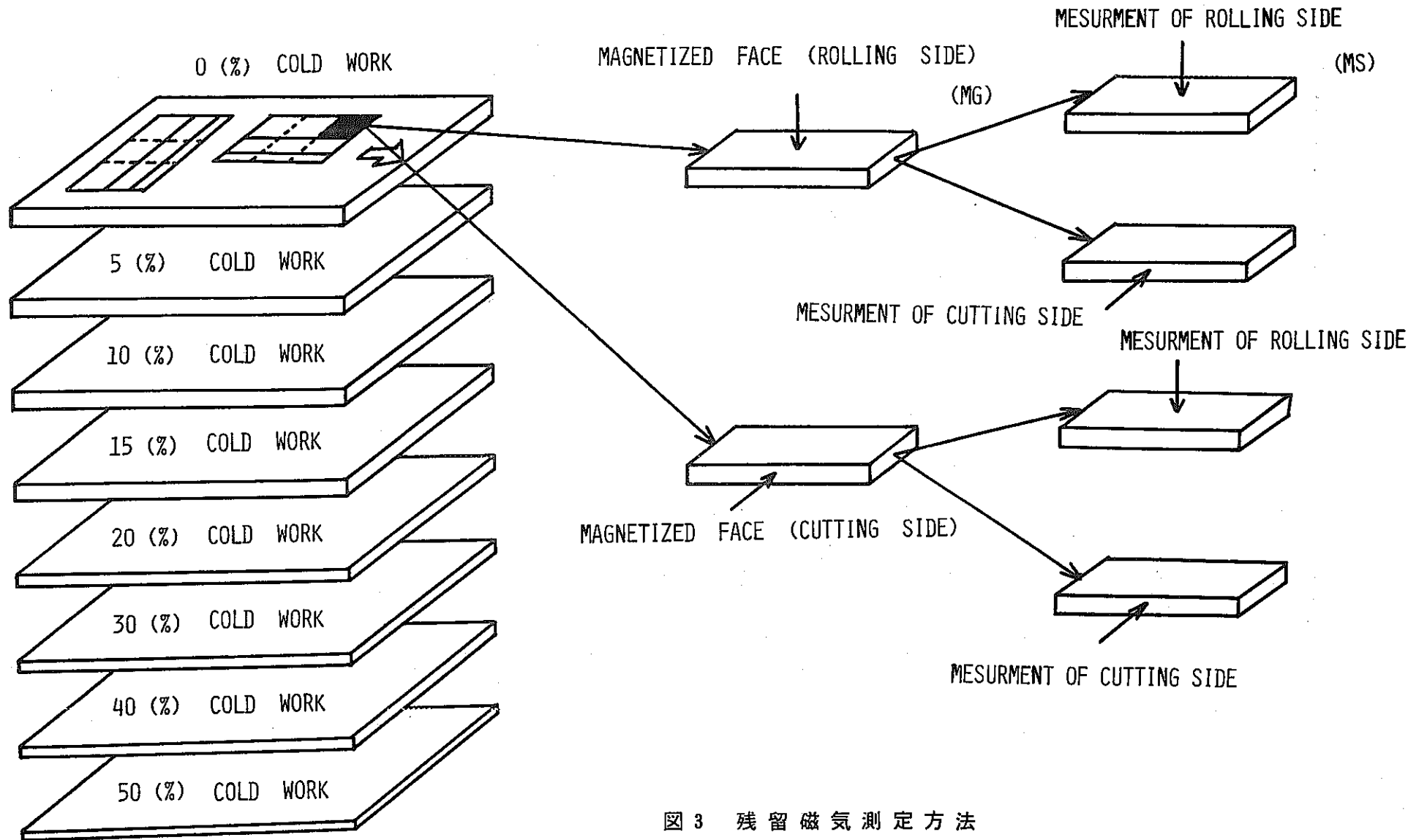


图3 残留磁气测定方法

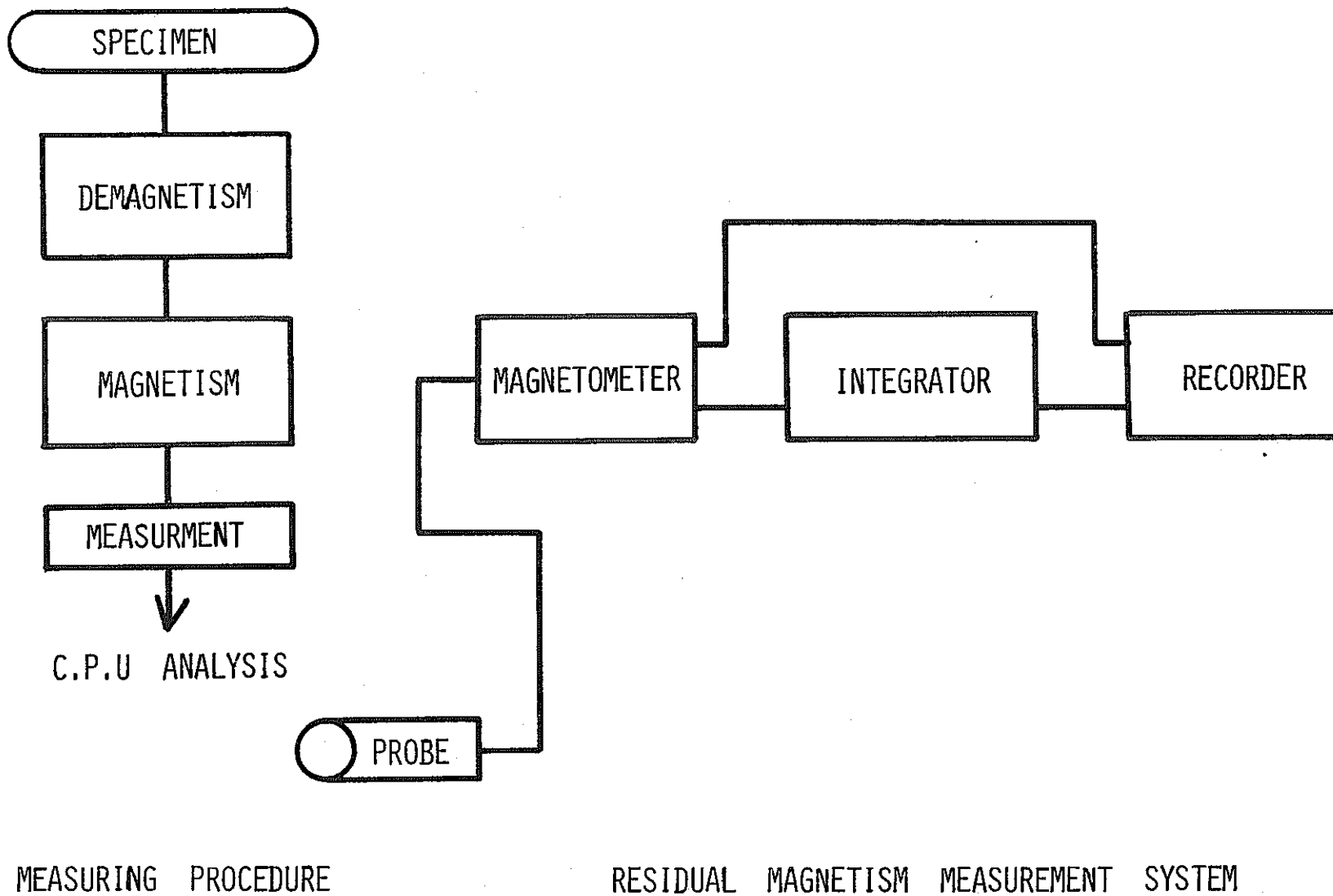


図4 測定方法ブロック図

試験中の試験片の伸びを測定することが必要である。このために試験片中央部軸方向に歪ゲージ（新興通信工業KK製）を貼付して試験中の伸びを測定した。又、最大荷重から引張強さ、応力-歪み曲線上の0.2%歪みに相当する応力から0.2%耐力を求めた。

#### 2-4-2 切欠付試験

この試験片は、Sullivan により提案されたもので、平面歪み応力拡大係数限界値  $K_{Ic}$  を求めるため割合小さな形状・寸法でも役に立つことを特徴としていることからステンレス鋼の脆性特性を測定し、データ処理方法については、ASTM STP 410<sup>1)</sup> の手法で求めた。

#### 2-4-3 金相試験

##### a) 金 相

50%硝酸溶液にて電解エッチングを行なった。

倍率は、100、400倍とした。

##### b) 硬 さ

測定は、アルミナ研摩後マイクロビッカース硬さ計により荷重500gで行なった。

測定は、縦・横断面ともに、7点ずつとし、その平均値をもって測定結果とした。

#### 2-4-4 結晶粒縦横比測定

冷間加工により試験片内部の結晶粒は、圧延方向に伸ばされる。

この伸ばされた結晶粒の縦横比を測定し冷間加工度との相関を求めた。

<sup>2)</sup>  
第1報では、X-Y座標読取装置を用いたが、測定精度を上げるため読み取り個数を50~100個しなければならず非常に時間を要す測定であった。

しかし、今回は画像解析装置であるイメージ・アナライザを用いて金相写真上で結晶粒の圧延と圧延直角方向の粒界の長さの比を測定した。

測定には、400倍の縦断面金相写真を使用した。

#### 2-4-5 X線回折

SUS316 オーステナイト系ステンレス鋼は、結晶構造が面心立方であるが、冷間加工すると結晶の1部が体心正方構造に変化する。この体心正方に変化した結晶が、加工マルテンサイトと呼ばれるもので冷間加工が大きくなると増加して行く。

X線回折は、圧延面を試料面として、Cu管球を使用して、管電圧35KV、管電流15mAでディフラクトメータにより行なった。

オーステナイト相の全体的な回折図形を見るために、 $2\theta=40^\circ\sim 150^\circ$ の範囲を2°/1分で測定し、マルテンサイト相の(110)が現れる $2\theta=43^\circ\sim 45^\circ$ を1°/8分で精査した。

<sup>3)</sup>  
また、相対強度を計算して回折結果と比較した。

## 2-4-6 X線マイクロアナライザによる試料縦断面の定性分析

10%以上の縦・横断面金相結果から、加工じわが多く見られた。

この加工じわに、特定成分が偏析しているか、X線マイクロアナライザで定性分析を行なった。

試料は、30%冷間加工試験片を用い測定は縦断面の加工じわが多く見られた位置で行ない、検出元素をCr, Mo, Niの3種類とした。

## 3. 試験結果及び考察

### 3-1 飽和磁気量測定結果

#### (i) データ整理方法

図5は残留磁気量を、2-3-4において示した方法で得た記録チャートで、N極とS極に発生した残留磁気量の分布と、それを電氣的に積分した演算結果を示しており次の通りであった。測定にあたっての条件設定方法は、

- ① 着磁した試験片をプローブに極めて近づけ、手動で左右に送ってみて測定レンジを決定する。
- ② 設定後は、測定すべき夫々の面において駆動装置で、N側から試験片を移動させる。なお、積分器は移動と同時に演算を開始させ、試験片終端部にプローブがさしかかったところで停止させるよう注意した。

データのまとめ方としては、積分結果が発生した平均磁気量を現わしていることから、定電圧発生装置を用いて積分器を校正し、その校正曲線に基づいて磁気量を算出した。

#### (ii) 圧延方向試験片の飽和磁気量測定結果

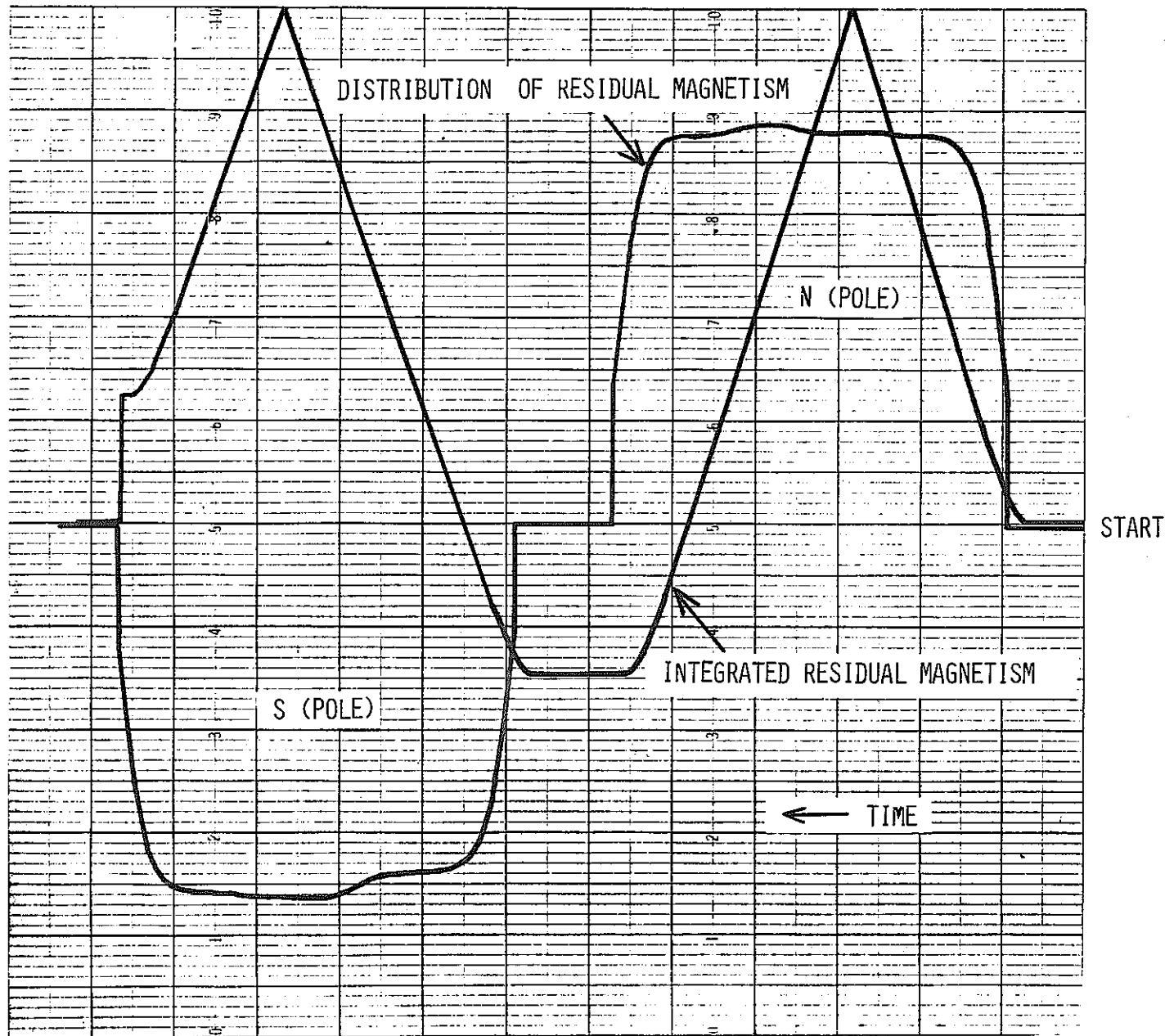
残留磁気法では、加工マルテンサイトが磁氣的に安定した状態で測定する必要がある。このためには、着磁量を変えてみて試験片の残留磁気量を飽和させたいので測定すればよい。

試験片は、飽和点を一定条件で測定するために断面積を一定となるようにした。

着磁量は、脱磁状態から3000Gまでを1000G間隔で変化させた。

着磁する面は、圧延面と切断面の2面別々とした。図6は、各加工度試験片の飽和点測定結果である。横軸には着磁量を縦軸には、残留磁気量をとってある。この図から明らかのように、着磁と残留磁気測定を同一面上で行なうと、圧延面、切断面夫々について残留磁気量は着磁量2000G以上で飽和状態に達した。

しかし、切断面で着磁と残留磁気測定を行なった結果、0, 5, 10, 15%加工度試験片の残留磁気量は着磁量3000Gの方が2000Gよりも低くなった。



5 AN EXAMPLE OF RESIDUAL MAGNETISM RECORDING



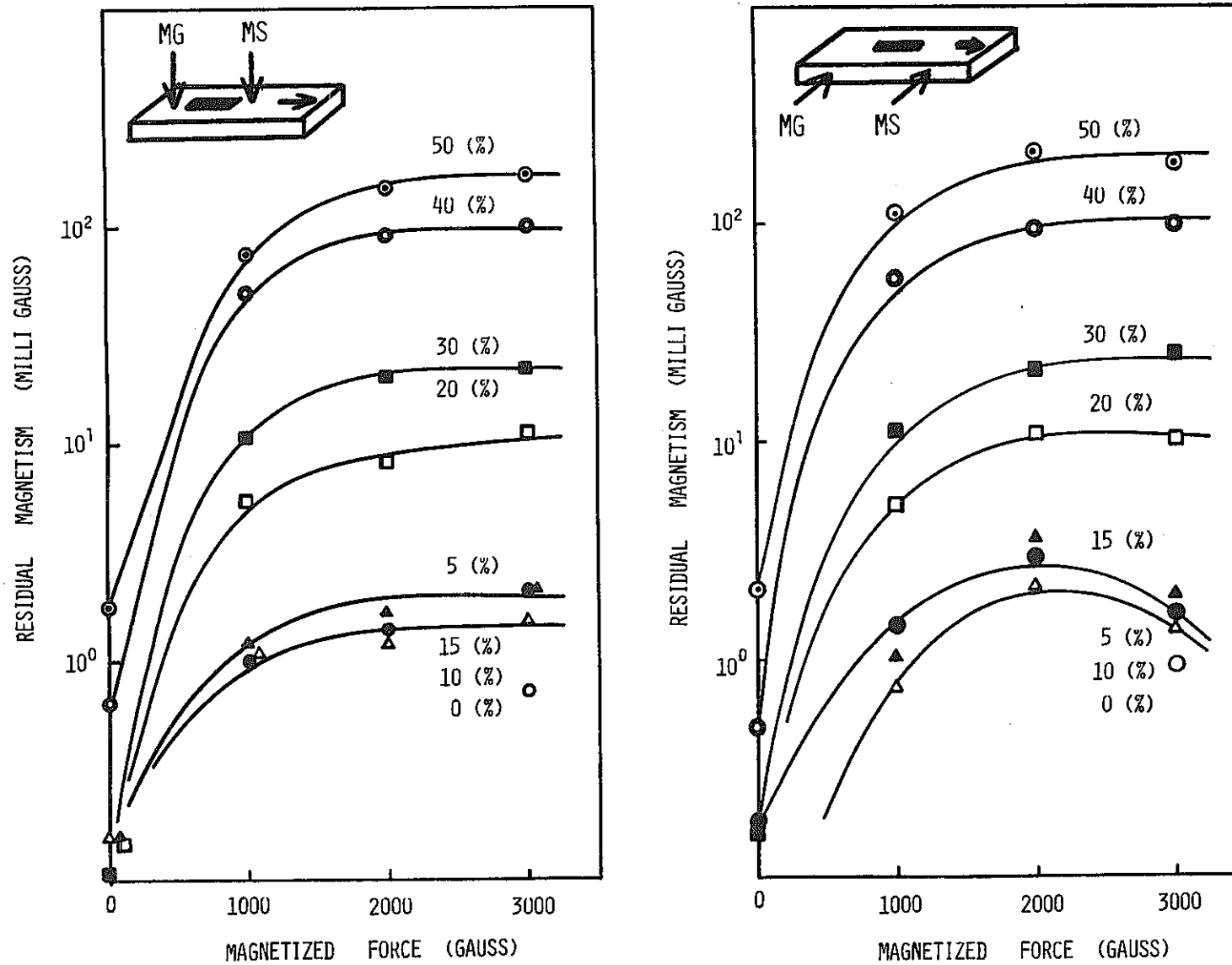


图 6 RELATION BETWEEN RESIDUAL MAGNETISM AND MAGNETIZING FORCE

しかし、同一試験片である圧延面の着磁・測定結果にそのような傾向はみられず、現在のところ原因は不明である。

### [(ii)] 圧延直角方向試験片の飽和磁気量測定結果

[(ii)] と同一条件で飽和点の測定を圧延直角方向から採取した試験片について行なった。この方向での測定は今までの試験片がすべて圧延方向であったために新しい試みでもあった。

図7は図6同様に着磁と測定を同一面としたもので、圧延方向測定と同様に2000Gを過ぎると飽和状態に達するという結果を示した。

## 3-2 残留磁気量測定結果

### [(i)] 圧延方向試験片の残留磁気量測定結果

(a) 図8, 9は、着磁と測定の組み合わせを圧延面-圧延面, 圧延面-切断面としたもので横軸には冷間加工度を縦軸には残留磁気量をとった。(以下図7-2までこの関係である。)図には各加工度における残留磁気量の最大, 最小値, 平均値をプロットした。残留磁気量測定値から着磁と測定の組み合わせを比較すると圧延面-圧延面ではバラツキも少なく, 圧延面-切断面の測定に比べ安定な測定の出来ることが分った。

① 冷間加工度と残留磁気量の関係は、非常に良い相関を示し、どの着磁-測定の組み合わせにおいても、その平均値はほとんど1本の直線で示すことができた。

② ただ加工マルテンサイト発生点(Md点)付近に相当すると考えられる10%, 15%冷間加工度試験片の残留磁気量は直線より低い方にはずれており、バラツキの大きい圧延面着磁-切断面測定では、0%試験片よりも低い残留磁気量を示した。

### [(ii)] 圧延直角方向試験片の残留磁気量測定結果

図10, 11は圧延直角方向から採取した試験片について[(i)]と同じ着磁・測定条件で行なった結果である。

図より明らかなようにこの試験片の残留磁気量は圧延方向の測定結果とほとんど同じであり、ここでも加工度とは良い相関関係を示している。

また、10%, 15%冷間加工度における残留磁気量が直線から低い方へはずれている。これら2種類の試験片における残留磁気量測定の結果から明らかなように、バラツキを小さくして精度の良い測定を行うためには着磁面と測定面を同一とする必要のあることがわかった。

この結果は、高速増殖炉用燃料被覆管に本技術を適用する際、非常に有利であると考えられる。

すなわち、被覆管の場合は必然的に着磁面と測定面を同一にせざるを得ないが、むしろ

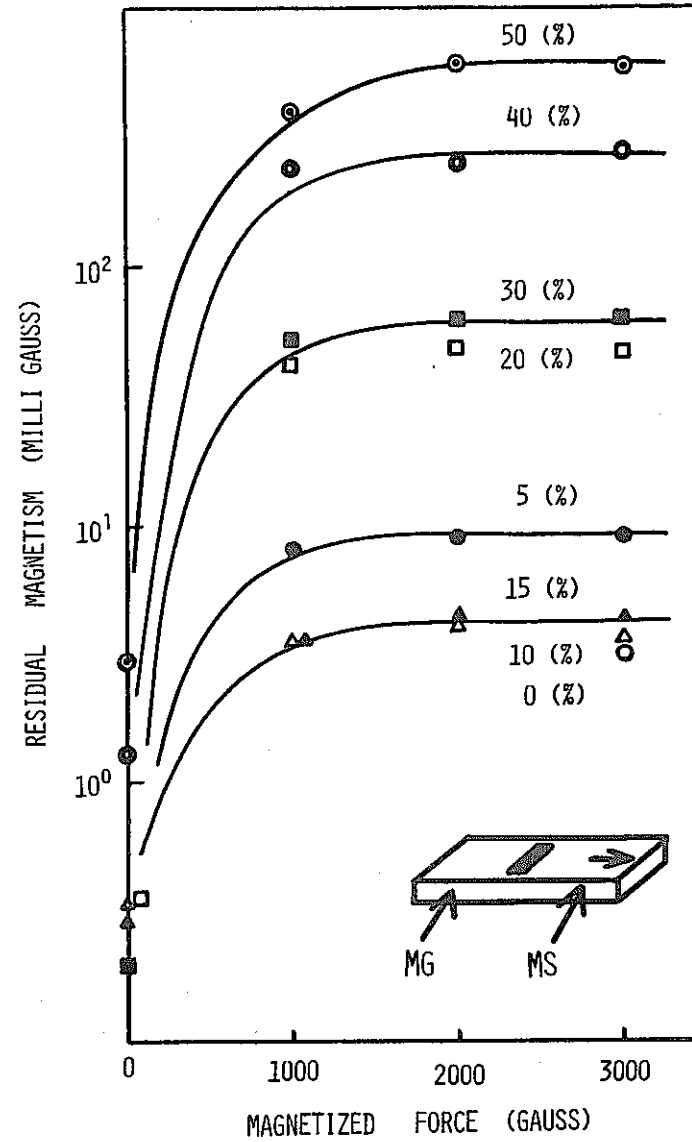
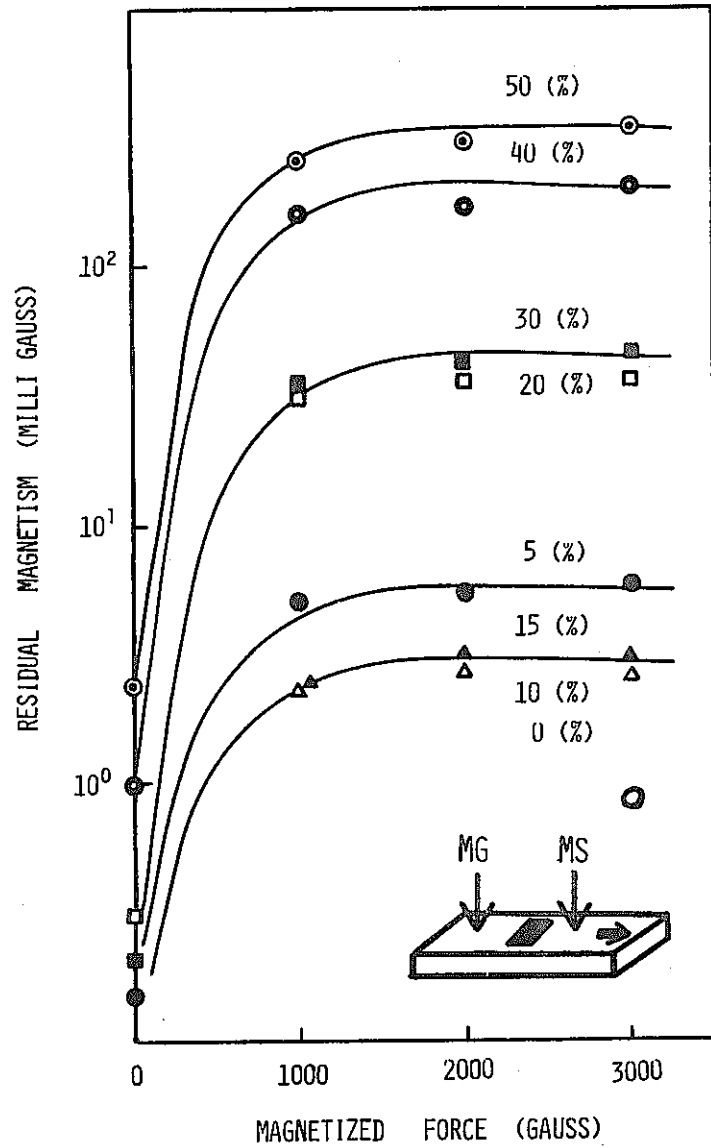
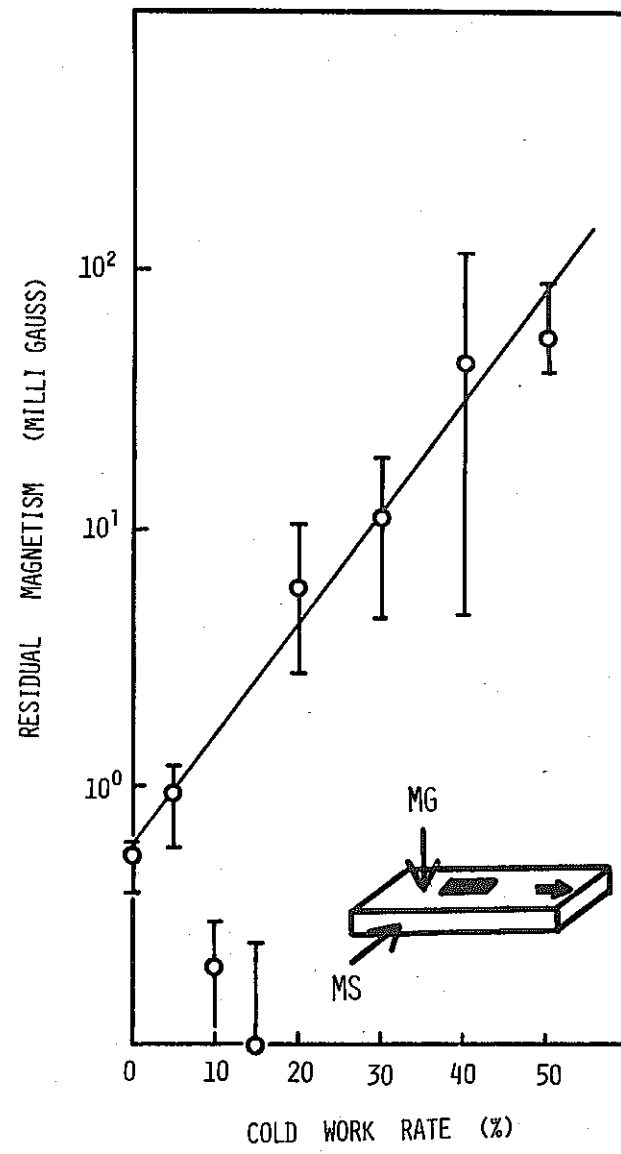
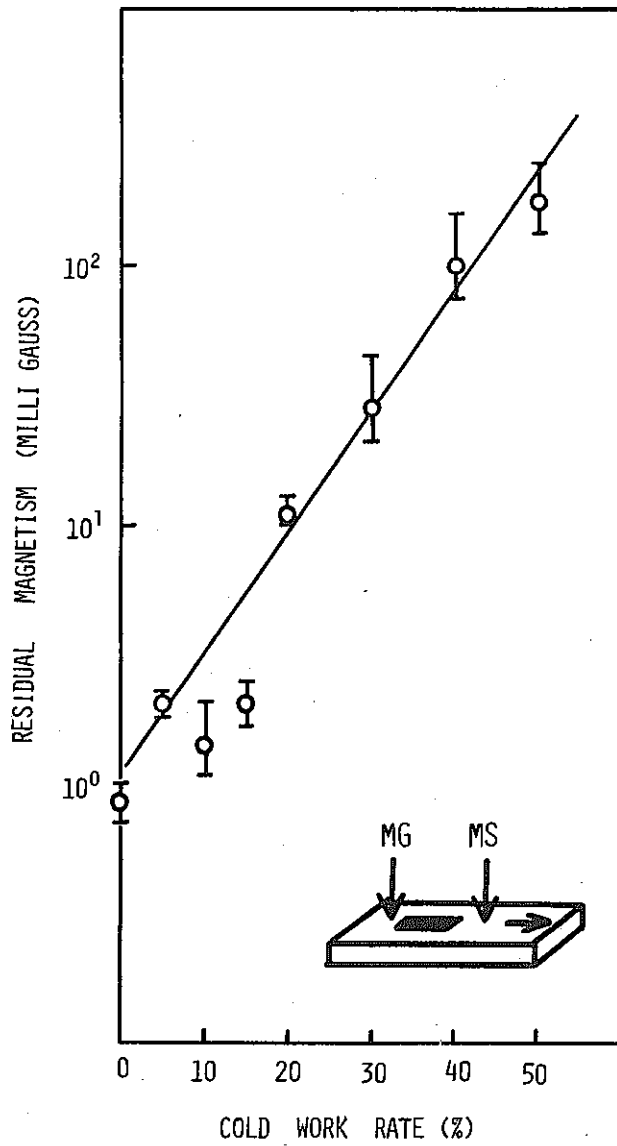
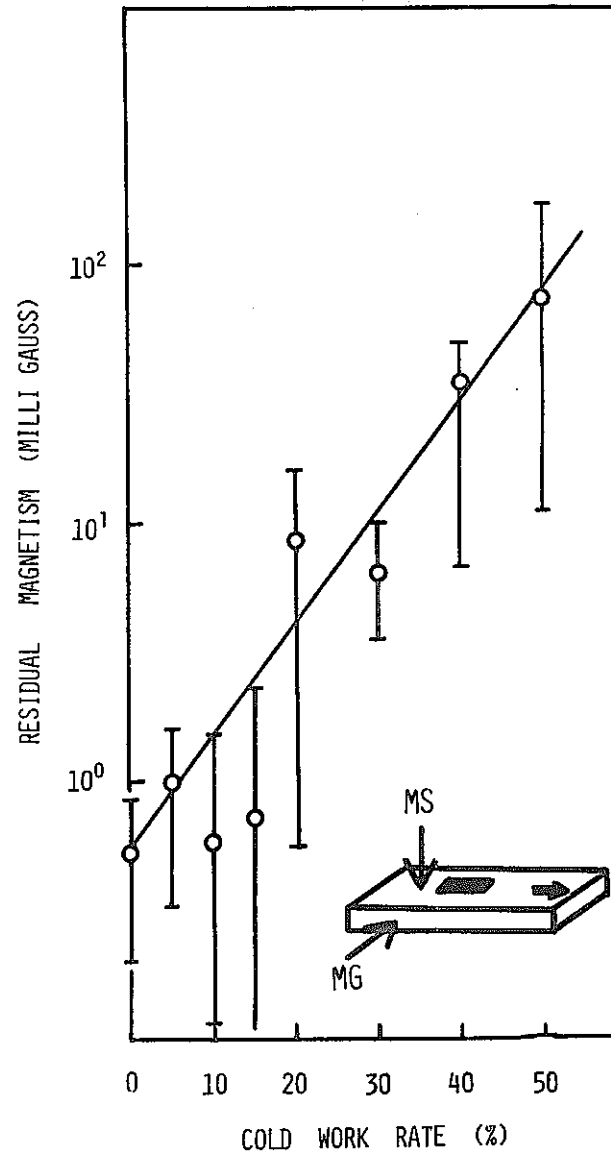
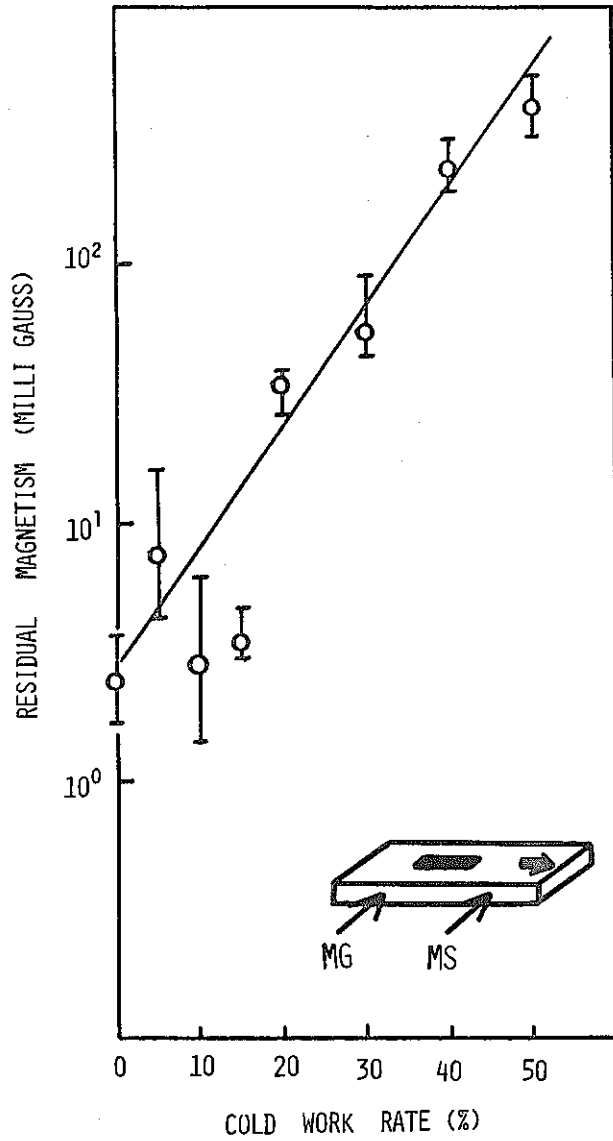


图 7 RELATION BETWEEN RESIDUAL MAGNETISM AND MAGNETIZING FORCE



8 RELATION BETWEEN RESIDUAL MAGNETISM AND COLD WORK RATE  
MAGNETIZED AT 3000 (GAUSS)



9 RELATION BETWEEN RESIDUAL MAGNETISM AND COLD WORK RATE  
MAGNETIZED AT 3000 (GAUSS)

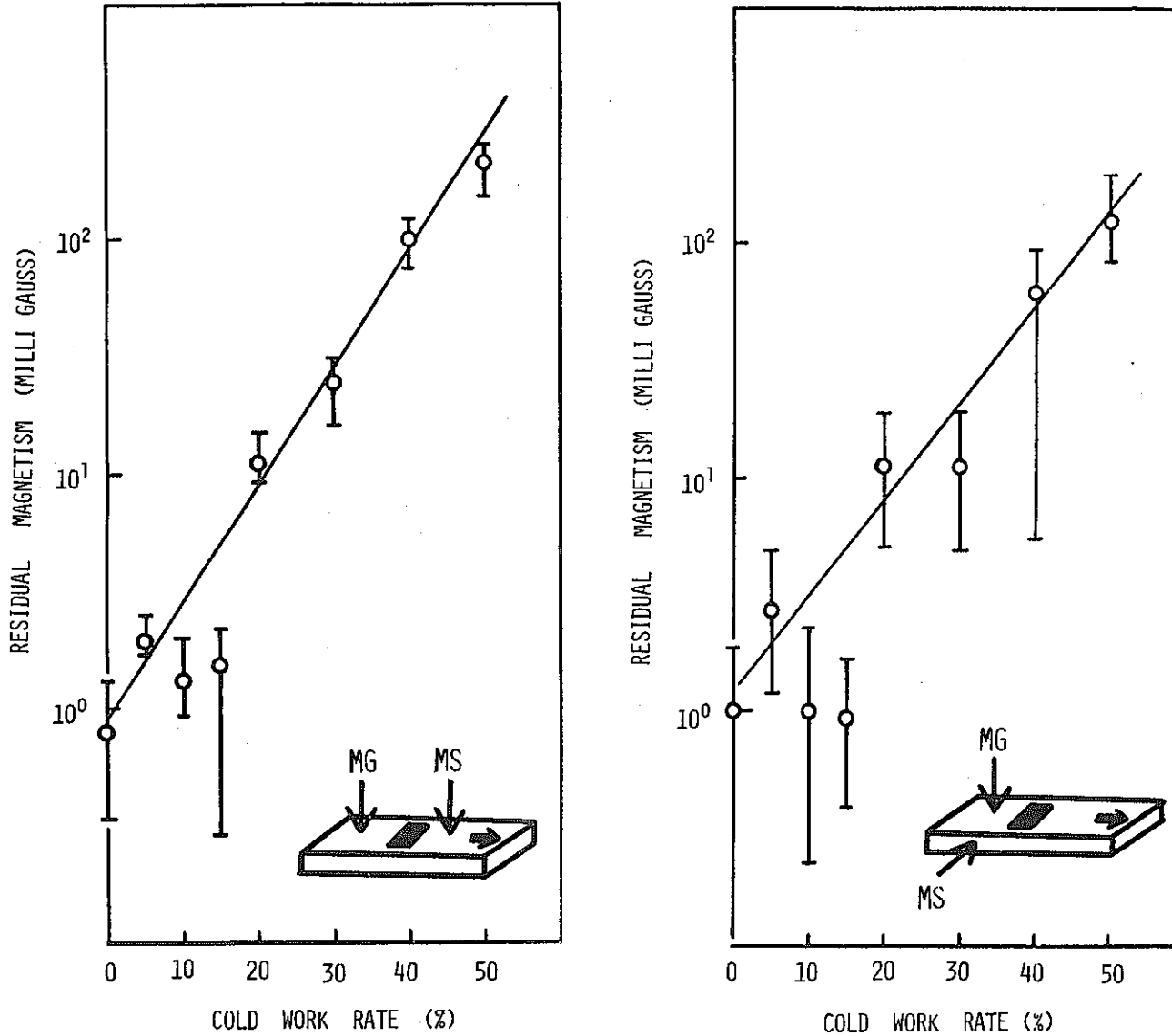
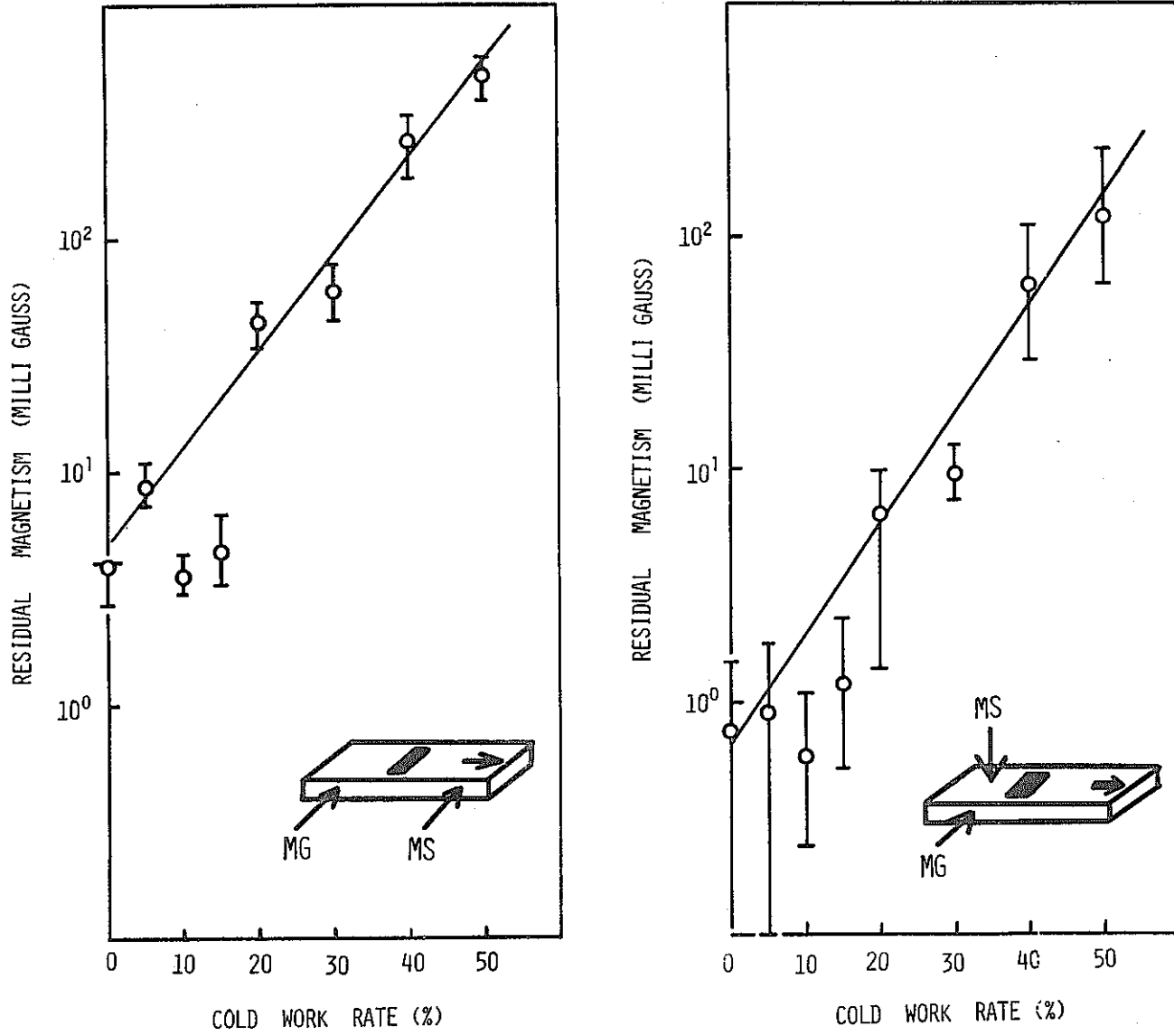


图 10 RELATION BETWEEN RESIDUAL MAGNETISM AND COLD WORK RATE  
MAGNETIZED AT 3000 (GAUSS)



11 RELATION BETWEEN RESIDUAL MAGNETISM AND COLD WORK RATE  
MAGNETIZED AT 3000 (GAUSS)

その方がバラッキを小さくでき、精度の良い測定が可能となるからである。

### 3-3 表面層の残留磁気量測定に対する影響

圧延により作製された試験片の場合ローラと接した試験片表面は内部と比べると、より強く加工されているのではないかと考えられた。

このことから表面と内部とでは、結晶粒の伸び具合、硬さなどが変化していると考えられた。

そして、もっと注目すべきことは、このような試験片における加工マルテンサイト量の不均一分布であった。

ここでは、表面層の影響を調べるため余計な歪みを加えないことを考慮して電解研磨で表面層の除去を行ないつつ、逐次、残留磁気量を測定しその厚み方向での分布を測定した。

研磨液は、りん酸+硫酸+クロム酸+水とし陰極には銅を使用した。図12に、電解研磨条件を示す。

試験片は、各加工度から採取した幅5mmの圧延方向材とし、残留磁気量測定は着磁量3000Gで、圧延面の着磁、測定とした。図13に、その結果を示す。

横軸には表面研磨量を、縦軸には残留磁気量を示す。

図より明らかなように、電解研磨中の残留磁気量は、15%冷間加工度以下の試験片において、研磨の進行とともに変化して、5~10 $\mu$ で一定値を示したが、冷間加工度20%以上の試験片ではほとんど変化していなかった。

図14に、表面から10 $\mu$ 研磨後の測定結果を示す。

0%試験片の残留磁気量は、10<sup>-1</sup>mG以下であった。

これは測定装置の分解能と同程度であり、ここでは検出不能として扱った。

この結果、0%試験片は表面の影響が大きかったことを示しており、今まで述べて来たところの0%材が、10%や15%材に比べ大きな残留磁気量を示した結果が、試験片の表面状態に影響されたものであることがわかった。

### 3-4 破壊試験結果

#### 3-4-1 引張試験結果

図15は、平滑試験片の引張試験結果である。

冷間加工度が増すことにより引張強さ、0.2%耐力は増加し、伸びは減少する傾向を示した。しかし、試験片採取方向の相違は試験結果に影響を与えなかった。

#### 3-4-2 切欠付試験結果

図16に、圧延方向から採取した試験片の切欠付引張試験結果を示す。



[ 条 件 ]

電流密度：0.30 A/cm<sup>2</sup>

電 压：4 V

液 温：67~74℃

陰 極：銅

電解液

4H<sub>2</sub>PO<sub>3</sub> + 3.7H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>  
+ 0.3CrO<sub>3</sub> + 2H<sub>2</sub>O

試驗片

: 49mmL × 10mmW × 2.9mm t

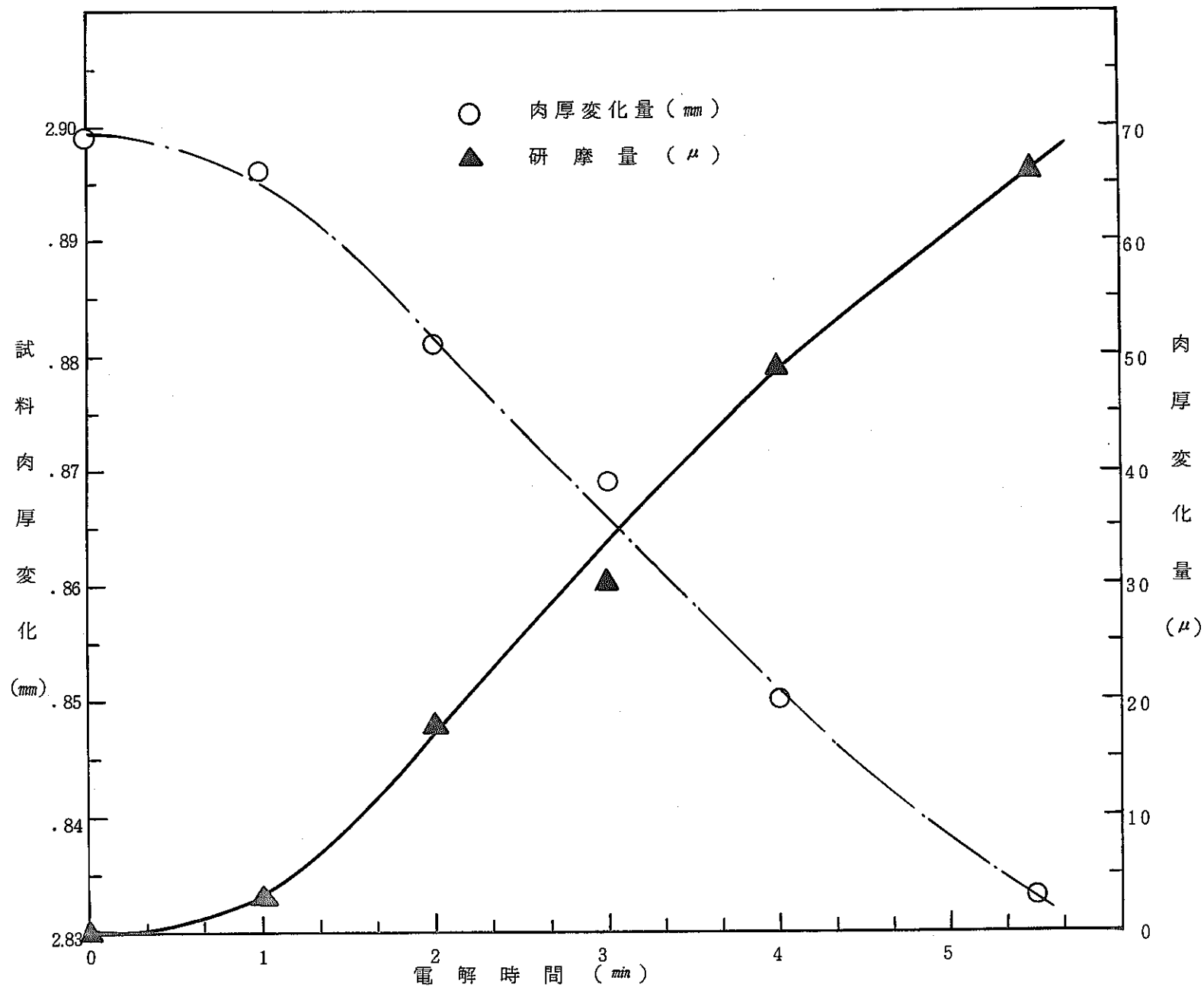


圖 12 電 解 研 摩 条 件

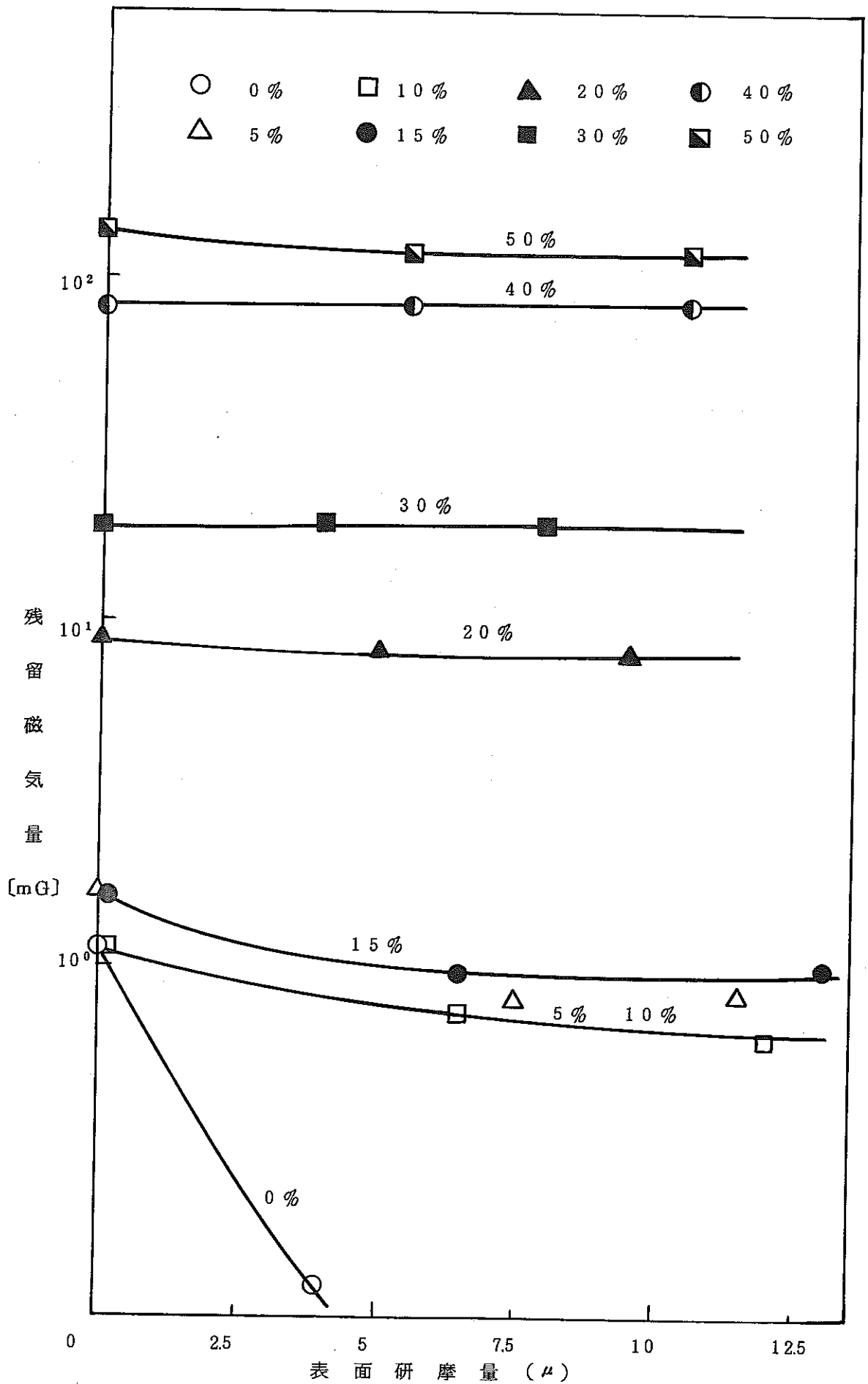


图 13 電解研摩による表面研摩除去による残留磁気量変化

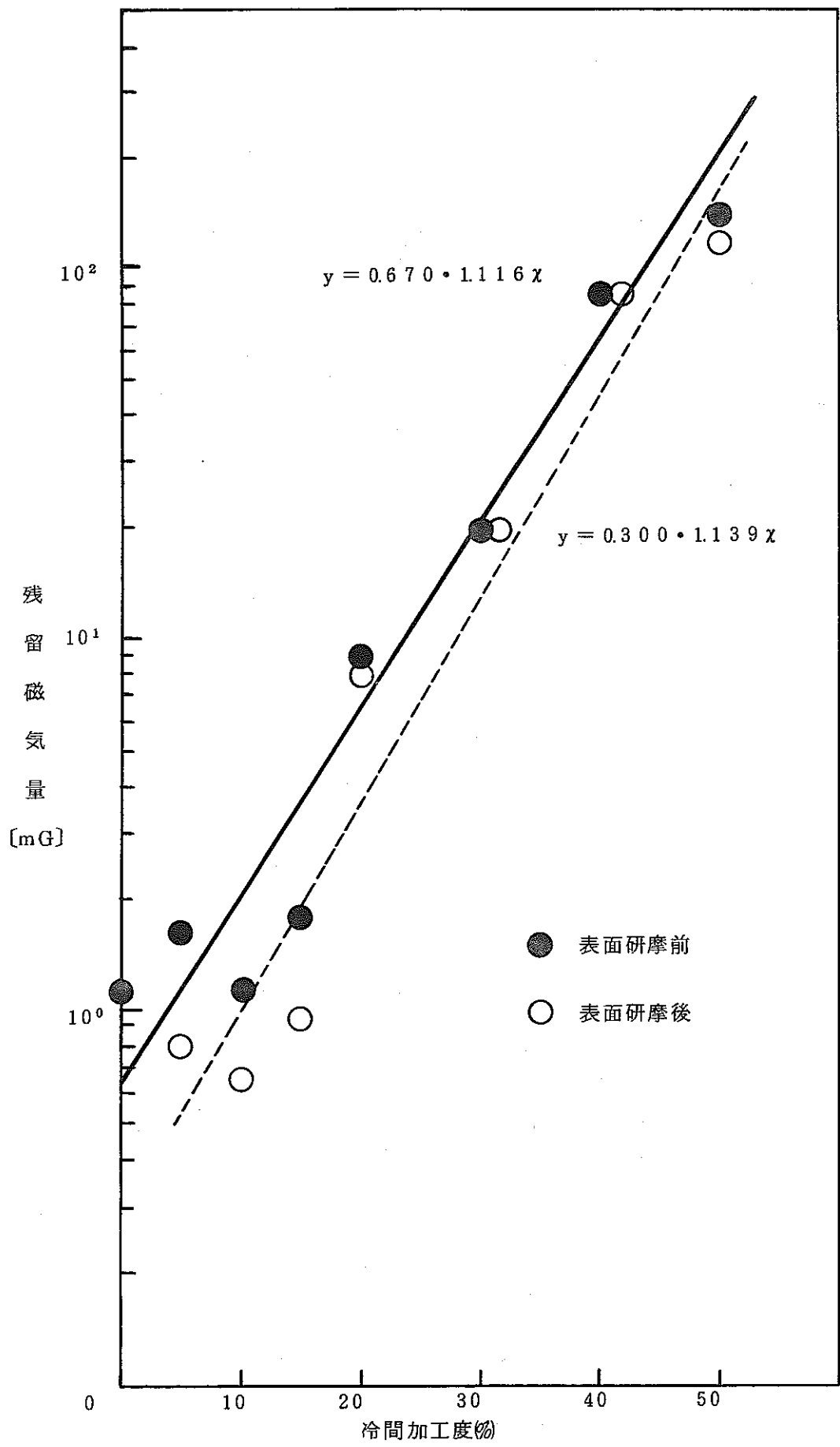


図14 10 μ 表面研磨後の残留磁気量値

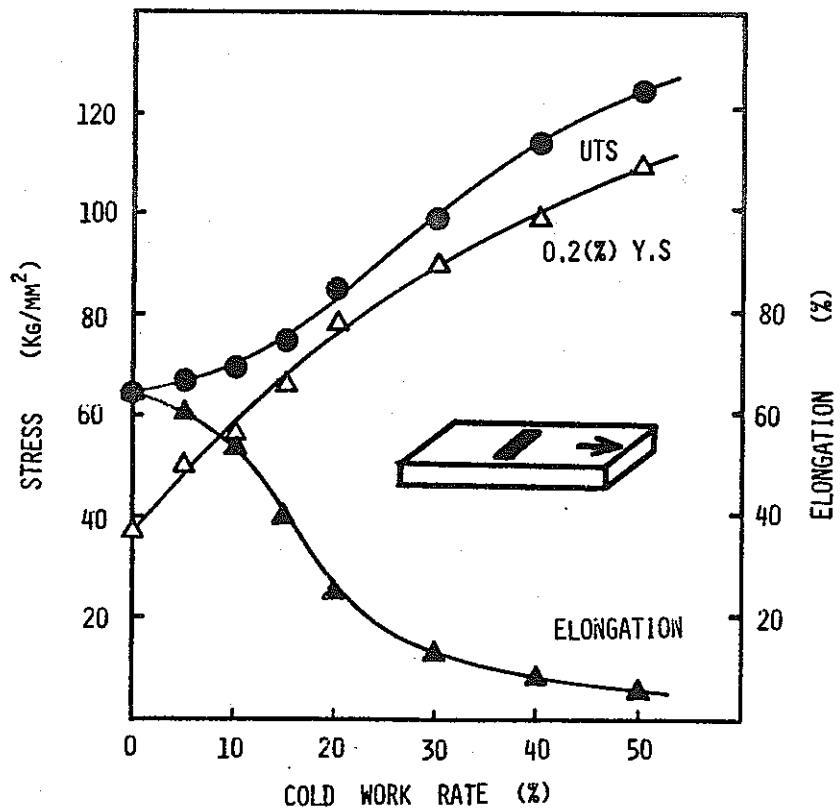
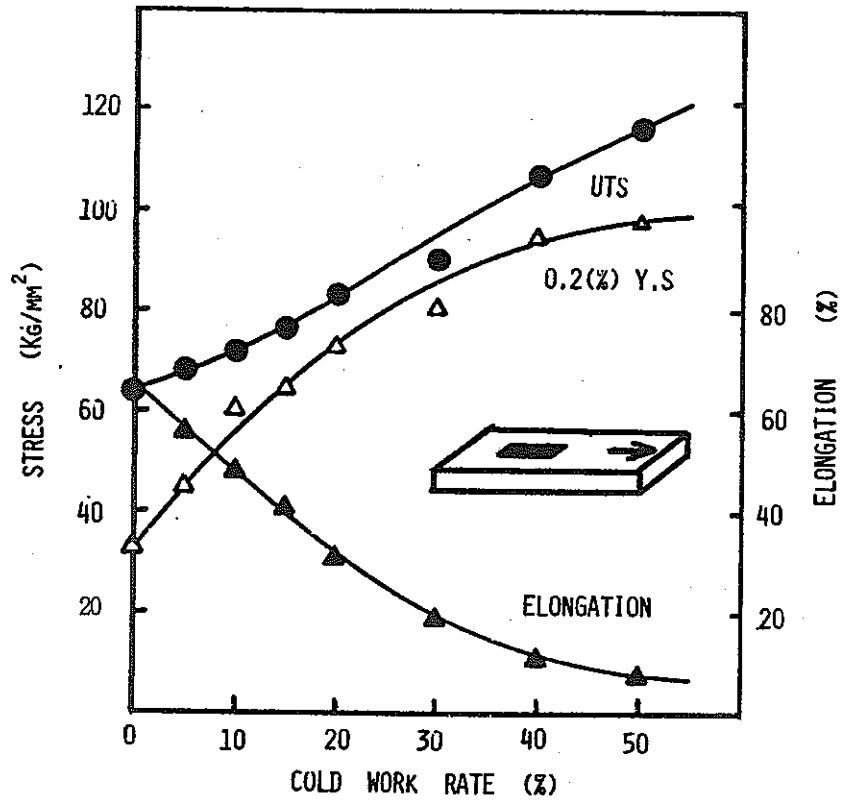


圖 1 5 引張試驗結果

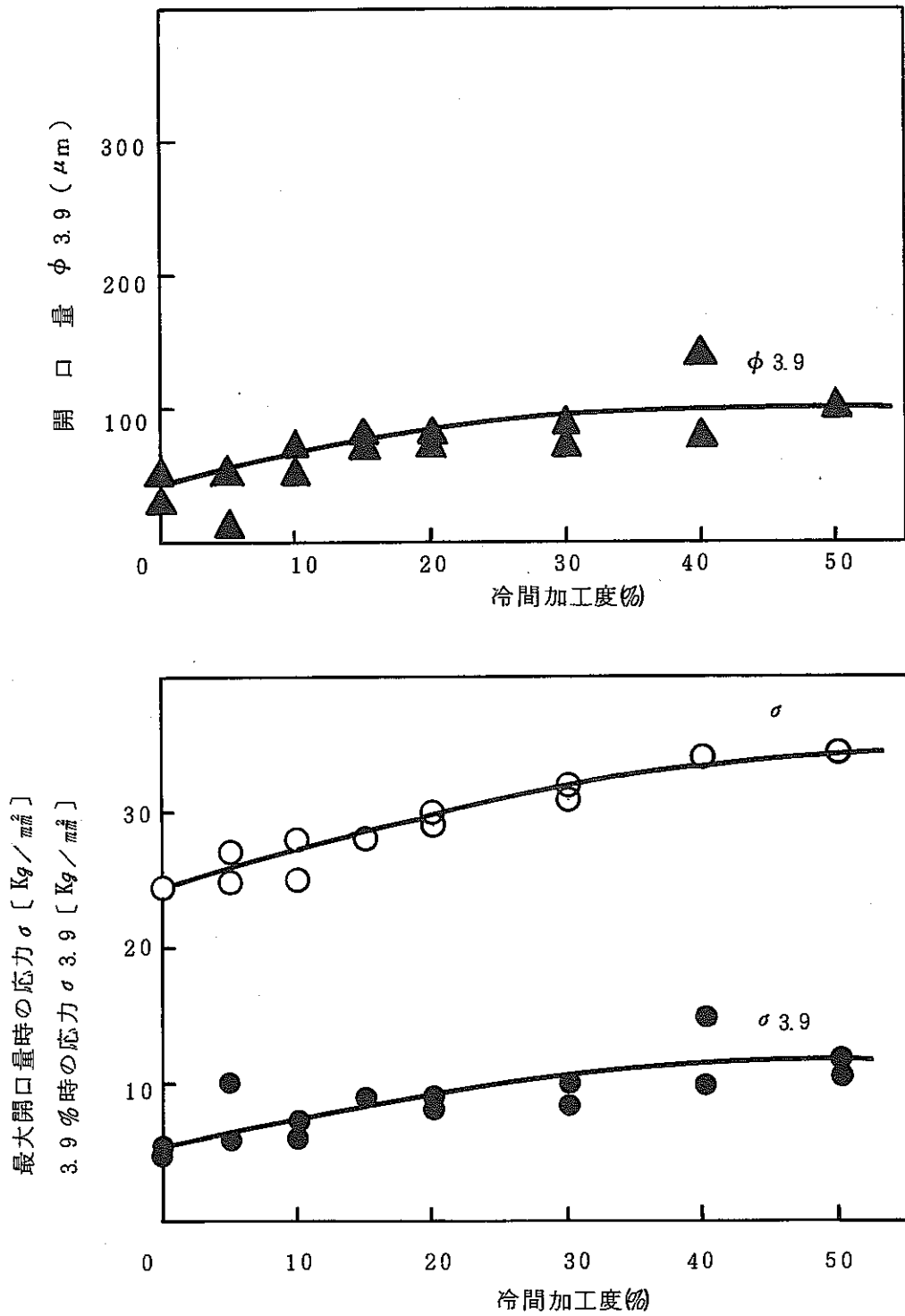


図 16 切欠付引張試験結果 (圧延方向試験片)

横軸には冷間加工度を、縦軸には補正切欠開口量と、その時の荷重、そして最大荷重を示す。

ここで使用した破壊パラメータは、ASTM STP 410 に示された手法により得た補正切欠開口量及び、その時の荷重、そして最大荷重の3つである。

切欠開口量に、補正值を使用したのは、試験片材質の靱性が大きく、また試験片の厚みも小さいため、POP-inを起すことがなかったからである。

図より明らかなように、冷間加工度の増加に伴って、これら3つのパラメータは単調増加の傾向を示していた。

しかし、表2で示したように今回使用した試験片の板厚は、冷間加工度の増加とともに減少しており、本来は同一寸法・形状でしかも十分な厚みをもたせて行う脆性試験の要件を満たしておらず、この結果が必ずしも冷間加工度と脆性の関係を示すものではない。

図17に、圧延直角方向から採取した試験片の切欠付引張試験結果を示す。

図より明らかなように、図12とはかなり異った結果が得られた。

特に、 $\phi 3.9$ の冷間加工度30%を越えてからの落ち込みが大きく、またその絶対値も図12の結果に比べ2倍以上を示していた。しかし、最大荷重そのものは試験片採取方向の影響をうけていなかった。

これは、次のように考えることができた。

今回使用した試験片は、圧延方向と平行に集合組織があると考えられた。

事実、金相写真においても圧延方向に多数の筋が見られた。

この筋が直接集合組織に対応するものではないが、少なくとも組織的に強い方向性を持つであろうことは予想された。

引張試験における試験片採取方向の影響は、この方向性に依るものであることは明らかである。

すなわち、圧延直角方向から採取した試験片の場合、組織の方向性は切欠と平行となり、破壊に寄与することとなるのである。

しかし、全般に靱性の高いこの材料の最終的な破壊は延性的な引き裂きにより進行する。

そのような場合、最大荷重は相当広い範囲を含む塑性変形領域の形成により達成されることができると考えることができる。

いかえるなら組織的な方向性の影響をあまり受けなくなるようなパラメータと考えられるのである。

一方、 $\phi 3.9$ 等の場合、そのパラメータは応力-開口量線図上の直線弾性領域終了直後に位置しており、切欠先端のごく微小な範囲の破壊にしか依存しないので、組織的な方向性の影響を強くうけるものと考えられるのである。

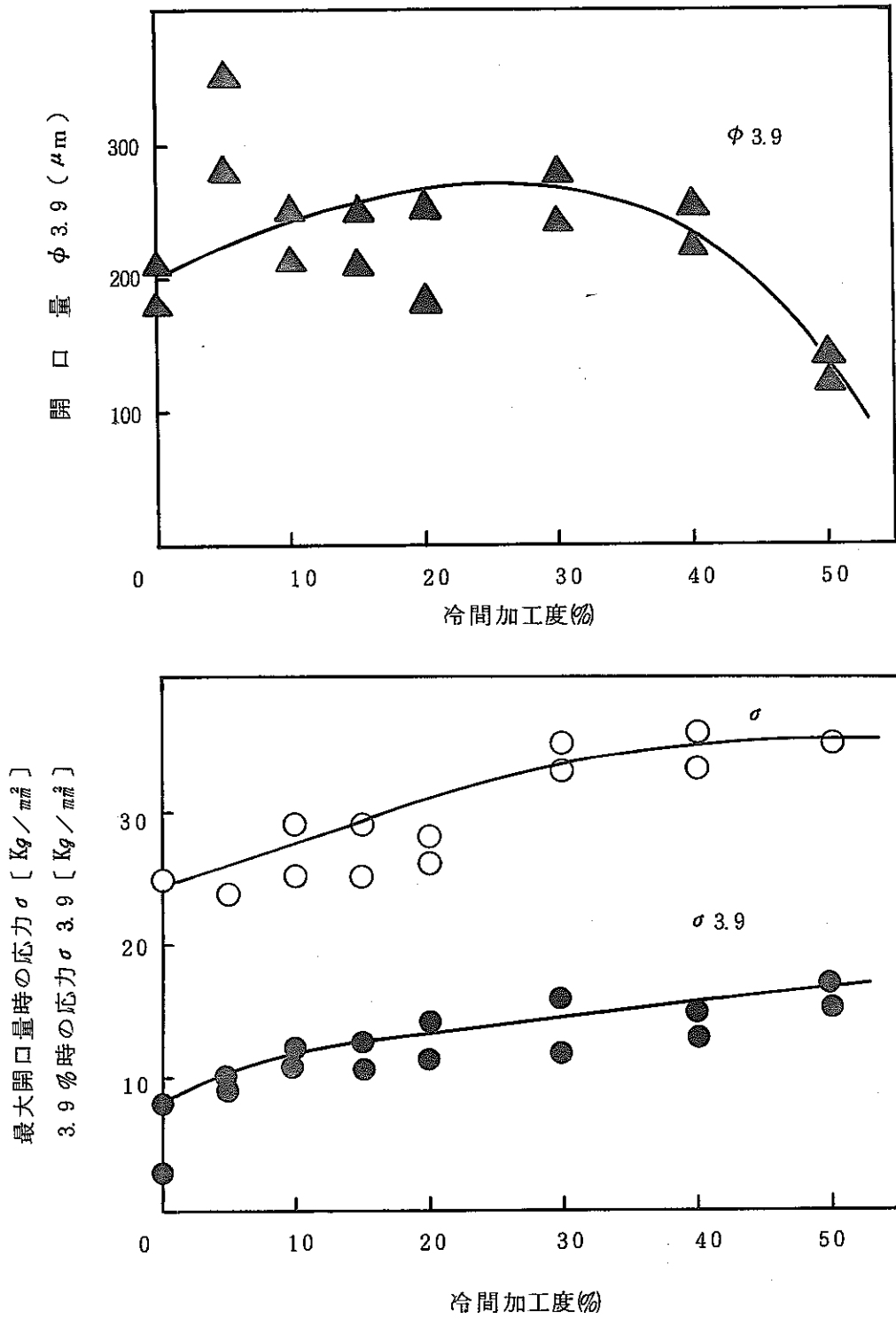


図 17 切欠付引張試験結果 (圧延直角方向試験片)

### 3-4-3 金相試験結果

#### (i) 金相試験

写真1に50%硝酸溶液で、電解エッチングした後の、400倍縦・横断面金相写真を示す。

縦断面は、冷間加工度が增大することにより、結晶粒は圧延方向にのばされていた。また、増大することにより圧延方向にそって帯状のしわが増えていく傾向をも示していた。

横断面は、圧延方向に直角に観察する試料の断面である縦断面の圧延方向に引きのばされた結晶粒と異り、冷間加工度が増加しても、結晶粒の粒径は大きな変形を示していない。

又、加工じわについては、第1報で報告した材料試験片と異なり特異点的なものとして走査型X線マイクロアナライザで定性分析で元素分析を行なった。

#### (ii) 硬 さ

試料縦断面をマイクロビッカース(荷重:500g)にて、7点測定し平均値を求めた結果を図18に示す。

硬さは、圧延・圧延直角両方向とも加工度の増加とともに飽和する傾向を示していた。しかし、圧延方向材の5%、10%、15%冷間加工試験片の硬さは、ほとんど冷間加工度に依存せず一定であった。

### 3-4-4 結晶粒縦横比測定結果

測定は、400倍の金相縦断面結果をいくつかの視野に分けて、イメージアナライザで粒界の長さの比を求めることで行なった。

冷間加工度と結晶粒縦横比の関係を図19に示す。

20%以上の冷間加工度材の場合、写真1からも明らかなように圧延方向と平行に流れる筋(ここでは、加工じわと呼んでいる)が増加してくるため、イメージアナライザ上で結晶粒界と加工じわの区別がつけにくくなり結晶粒縦横比測定精度が低下していた。

しかし、全体的に観察すると各加工度と縦横比はよい対応を示しており、結晶粒縦横比を測定することによって、冷間加工度の推定が可能であることが、第1報に引き続き確認された。これは、第1報でも述べたように結晶粒縦横比を用いて磁気法による冷間加工度測定結果の較正に使用可能であることを示している。

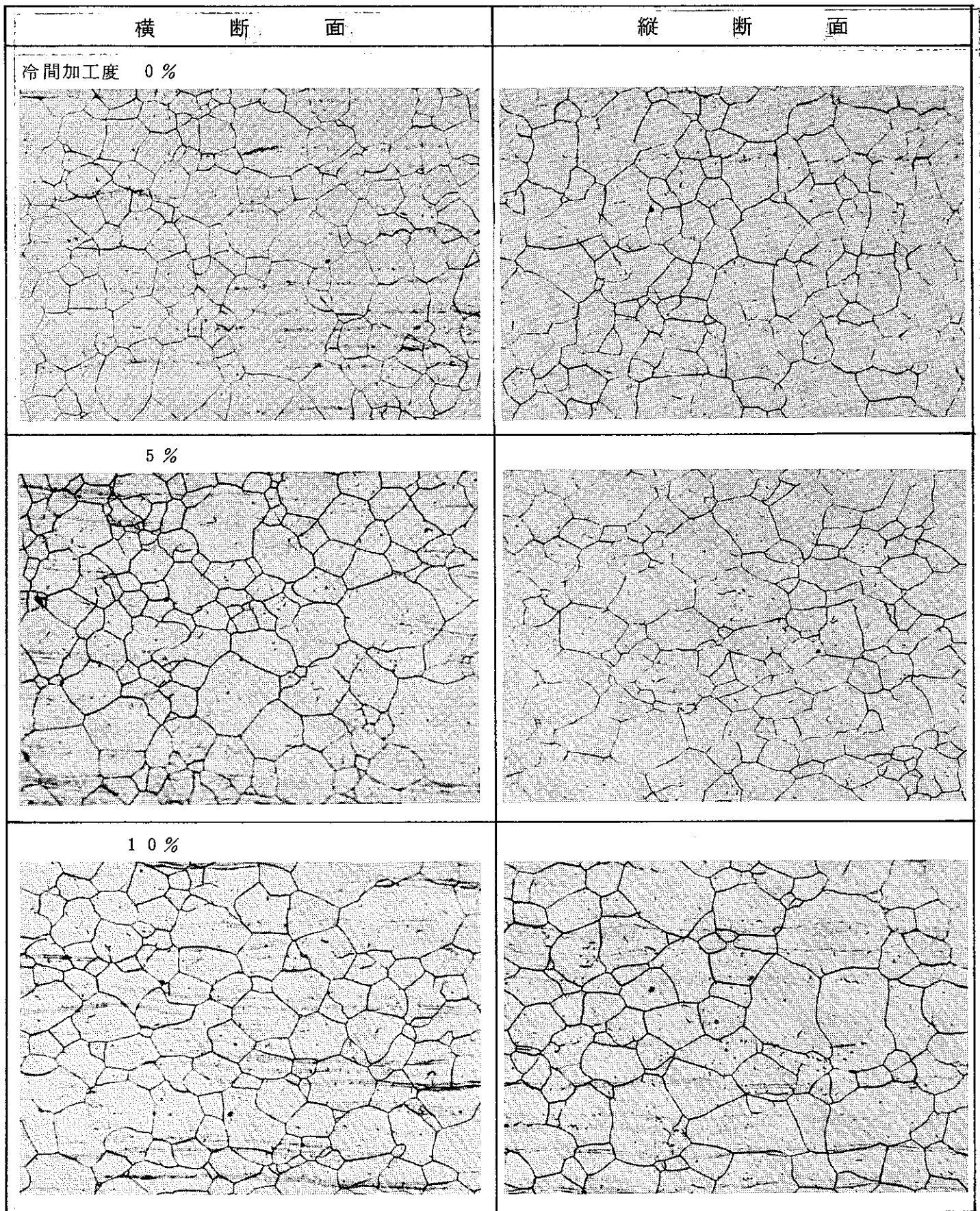
### 3-4-5 X線回折結果

図20から図22に、冷間加工度0%から50%までの試料のX線回折図形を示す。

X線はCuのK $\alpha$ 線を用いている。

オーステナイト相の回折図形では、冷間加工度の増加とともに(220)の回折強度が

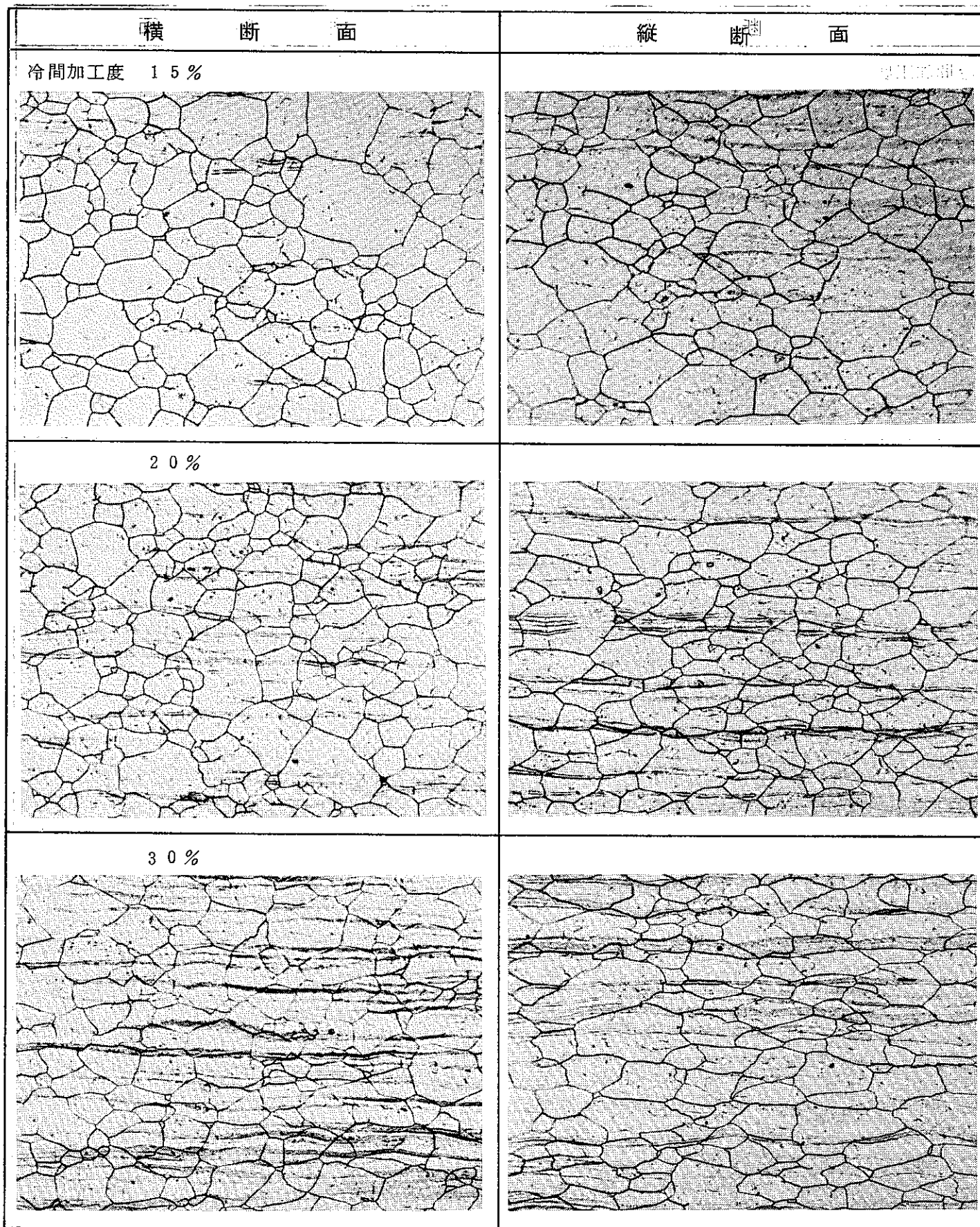




結晶粒度 ( × 4 0 0 )

25 μ

写真 1 - 1 金相結果



結晶粒度 (×400)

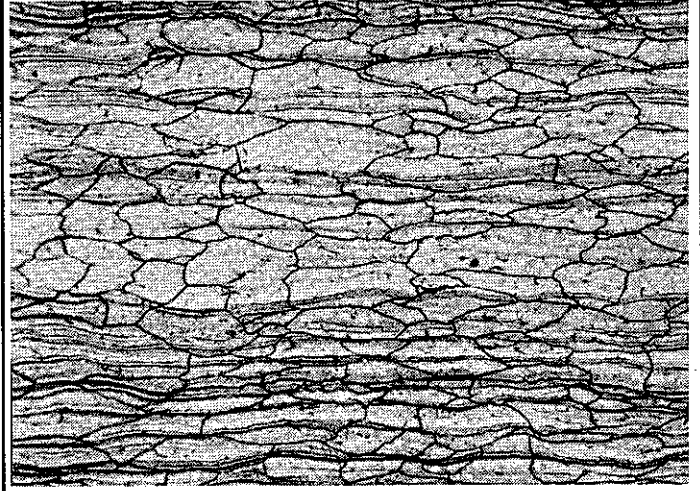
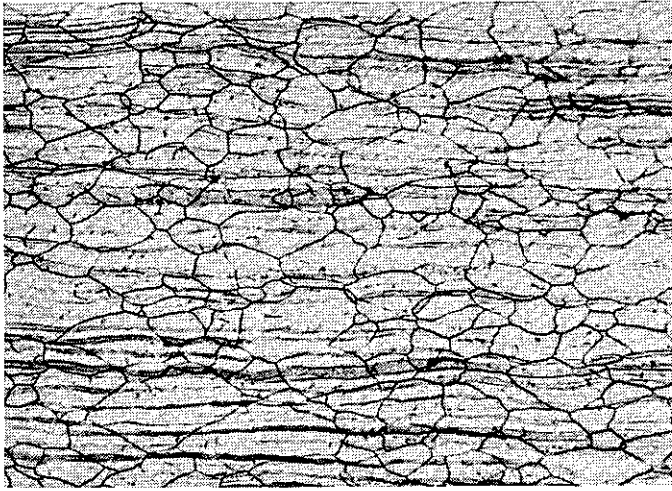
25μ

写真1-2 金相結果

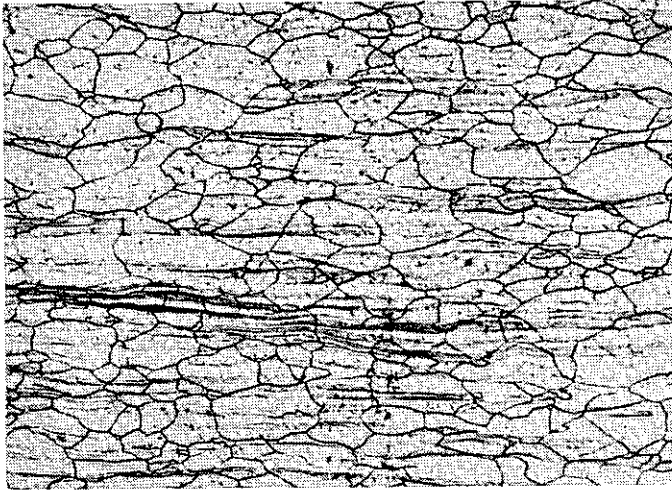
横 断 面

縦 断 面

冷間加工度 40%



50%



結晶粒度 (×400)  
写真1-3 金相結果

— 25 μ —

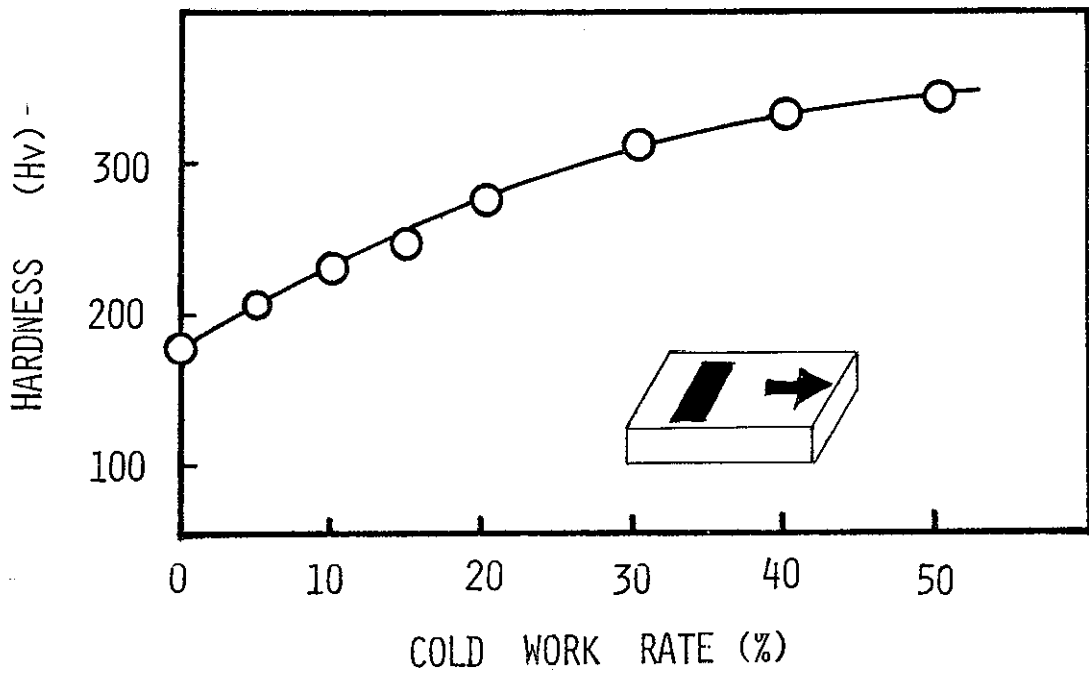
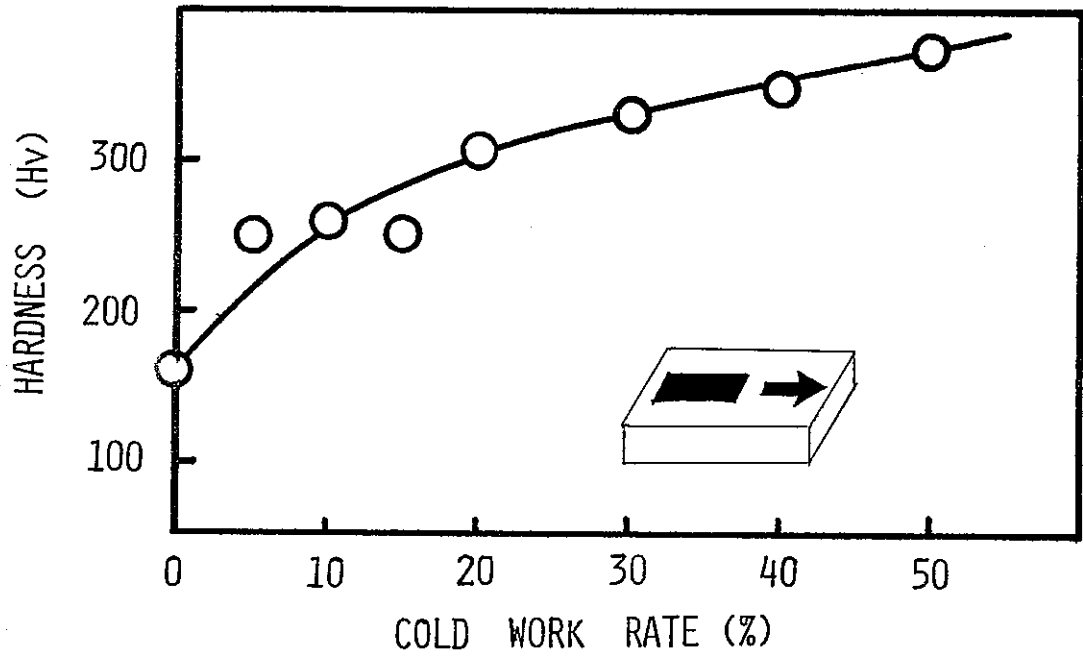


図18 硬さ試験結果

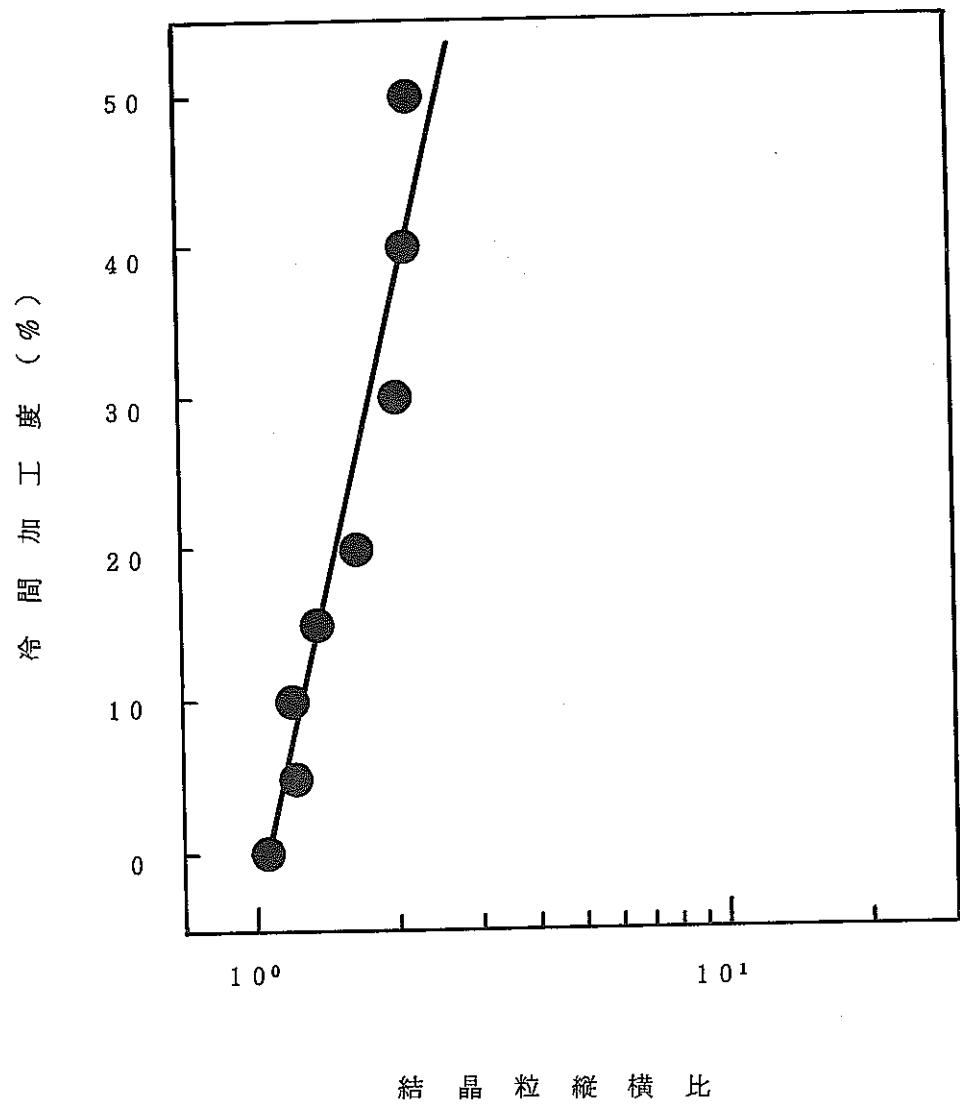


圖 19 結晶粒縱橫比測定結果

増し、他の回折線は一様に減少している。

図 2 3 は、格子定数  $a = 3.558$  で計算した面心立方オーステナイトの相対強度の計算結果を図示したものであるが、これと比べると冷間加工度 0 % でも ( 2 2 0 ) の強度が大きいことがわかる。

これは、面心立方格子金属の冷間圧延集合組織で ( 1 1 0 ) が、圧延面に平行に並ぶことに対応しており、熱処理した冷間加工度 0 % の試料でもこの集合組織が残っていることを示している。そして、冷間加工度の増加とともにこの集合組織が発達している。

図 2 4, 2 5 は、 $2\theta = 43^\circ \sim 45^\circ$  の範囲の回折図形で大きなピークは面心立方晶オーステナイトの ( 1 1 1 ) である。

加工マルテンサイトの格子定数を  $a = 2.8661$ ,  $c = 2.8699$  とすると ( 1 1 0 ) が、 $2\theta = 44.68^\circ$  に現われるはずであるので、この範囲を精査した。

冷間加工度 2 0 % 以上で、それらしいふくらみが見られ、5 0 % では、明らかにピークとなった。

しかし、マルテンサイト量が少ないため、加工歪みによる回折の拡がりや集合組織の影響のため冷間加工度との間に定量的な対応を得るには至らなかった。

#### 3-4-6 X線マイクロアナライザによる試料縦断面の定性分析結果

走査型 X 線マイクロアナライザによる帯状の加工じわの定性分析結果を写真 2 に示す。この写真には試料 ( 3 0 % 冷間加工度試験片 ) からの、2 次電子像と検出元素 Mo, Cr, Ni の特性 X 線像である。

条件は、加速電圧 2 5 K V, 分光結晶に Li F, P E T を用いた。写真より、明らかなようにこれら 3 つの元素に対応する輝点に特別な分布は見られず、Mo, Cr, Ni 等が加工じわや結晶粒界等に偏析しているものではないことがわかった。

(111) (200) (220) (311) (222) (400) (331) (420)

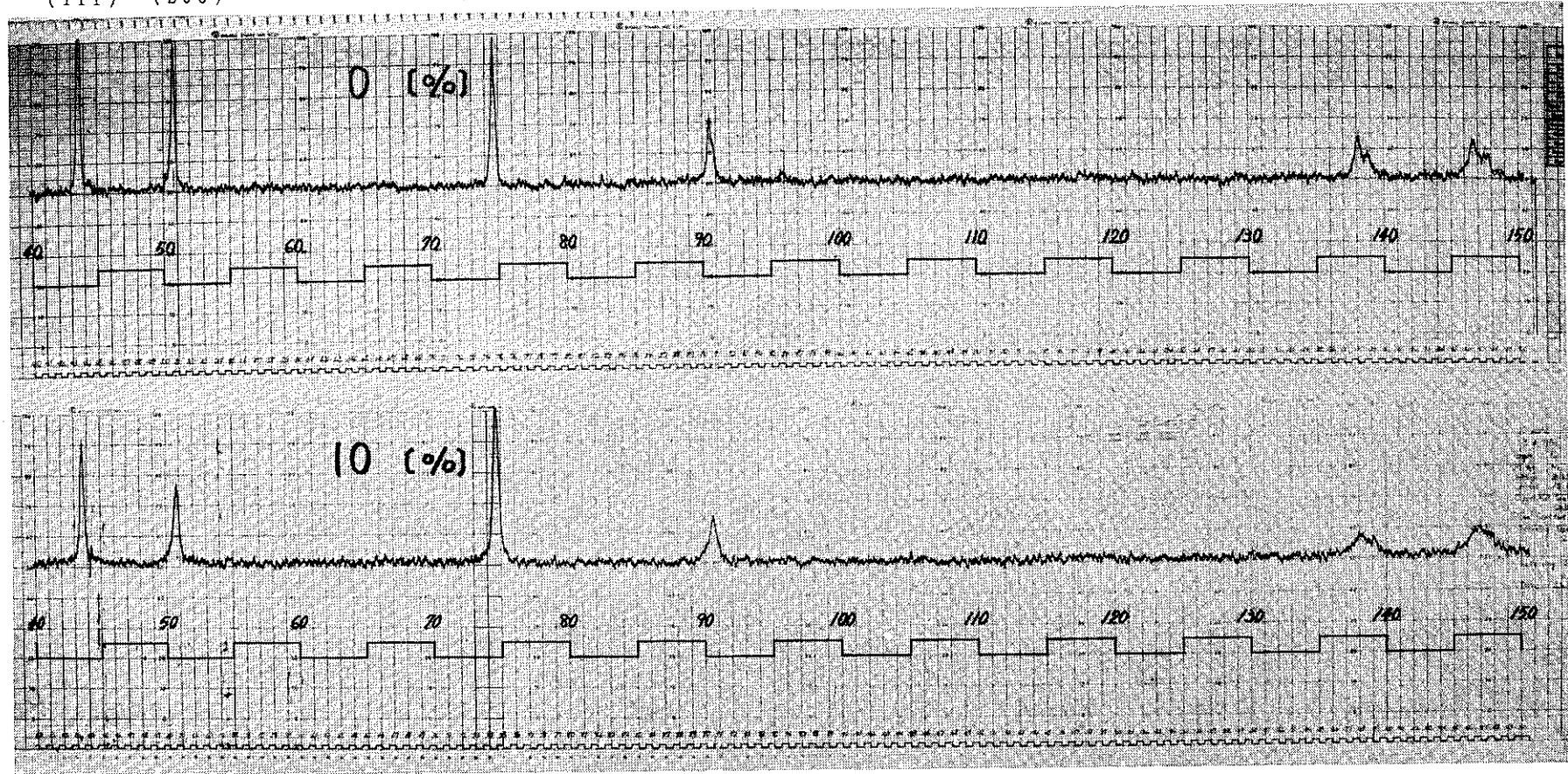


圖 20 X 線 回 折 結 果 (I)

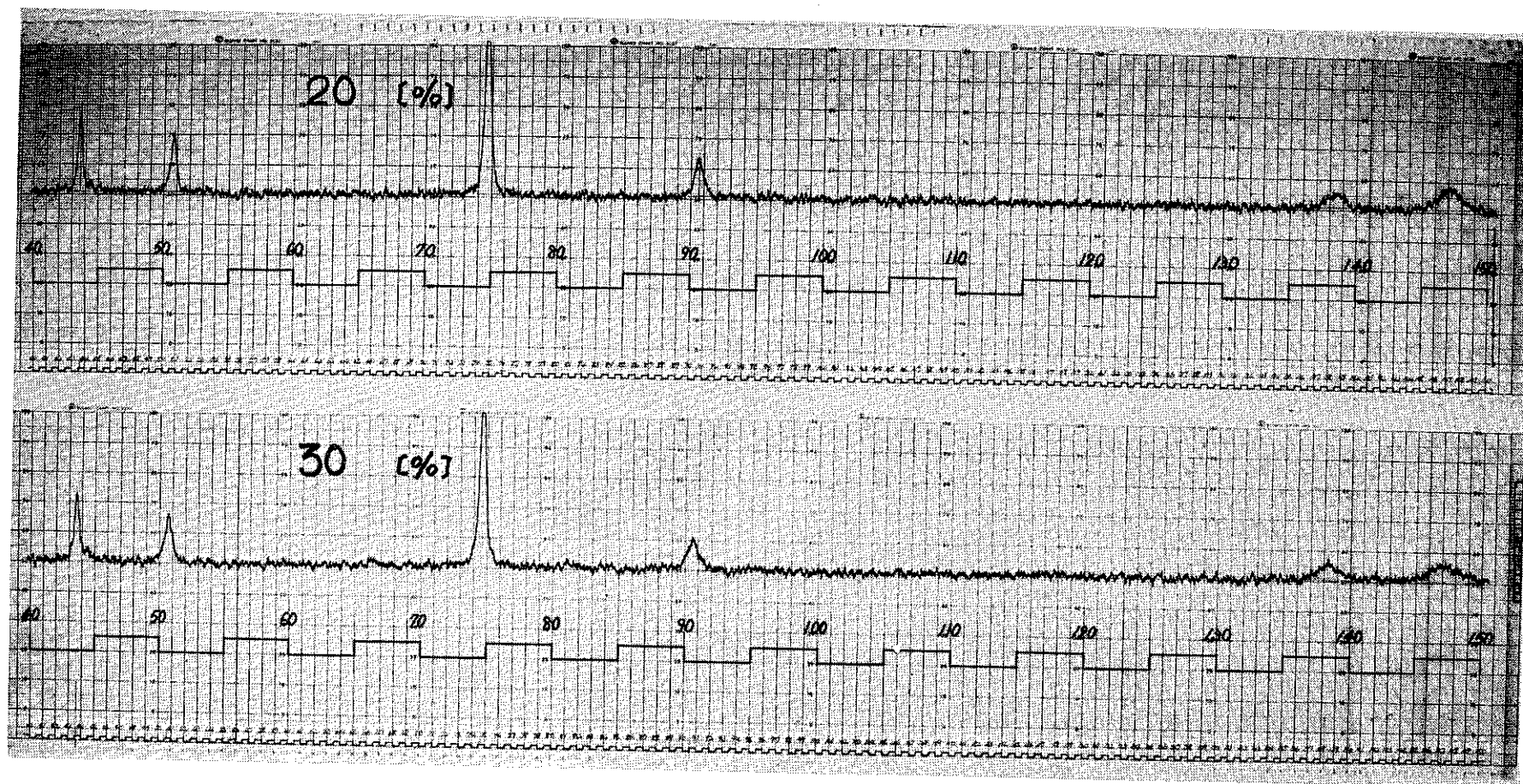
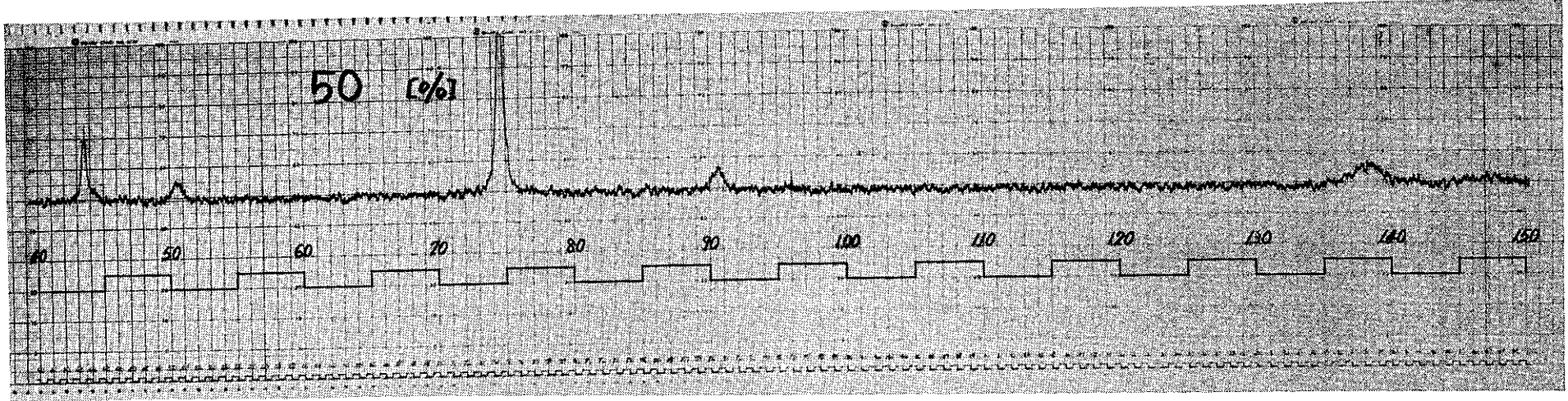


圖 21 X 線 回 折 結 果 (I)





条件

Target : Cu

Filter : Ni

Voltage : 35 Kvp

Current : 15 mA

Count Full Scale :  $10^3 \times 2\%$

Scanning Speed : 2  $\mu$  min

Time Constant : 2 sec

Slit : R.S 0.3

Chart Speed : 20 mm/min

图 22 X 线 回 析 结 果 (I)

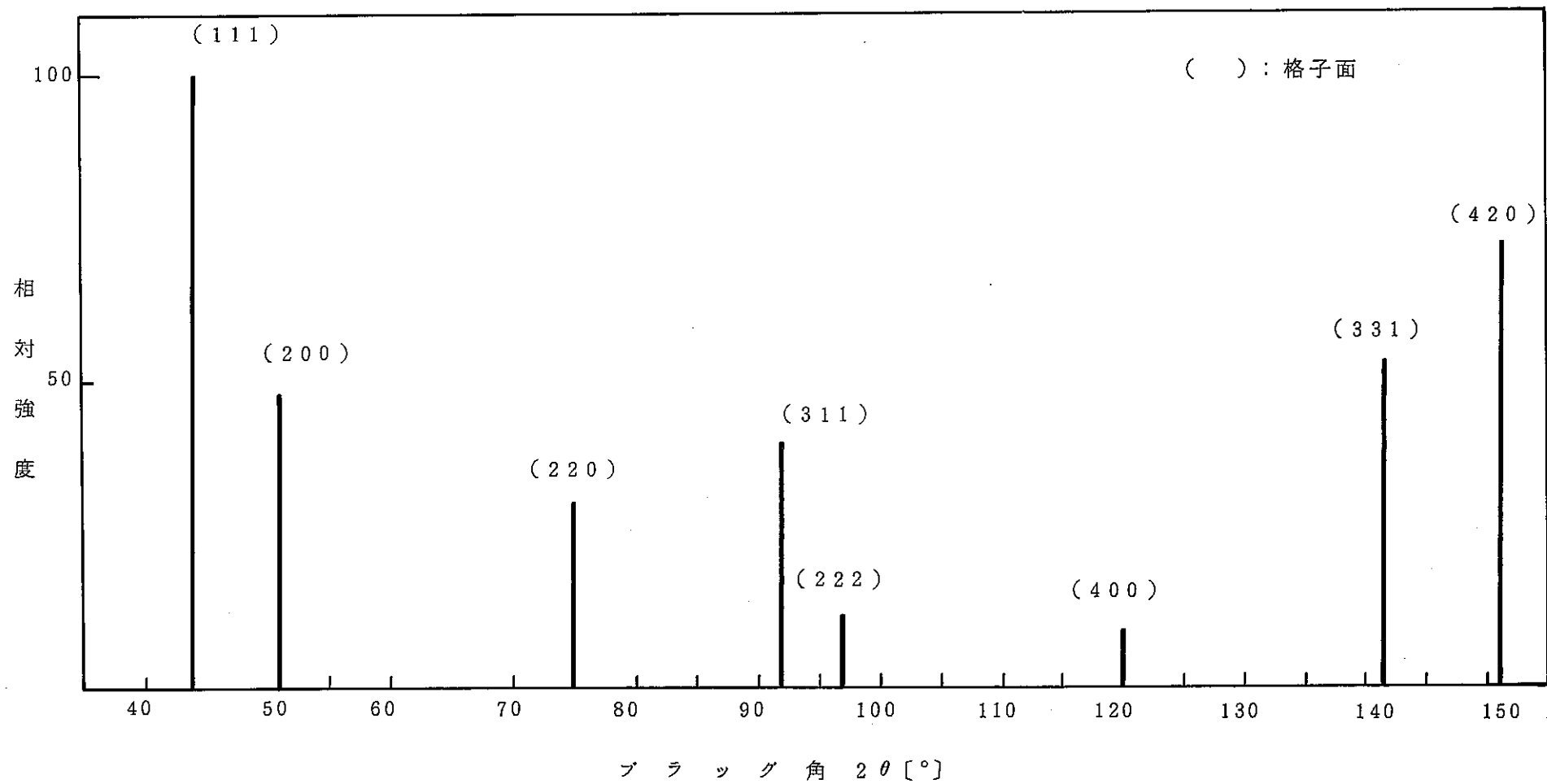
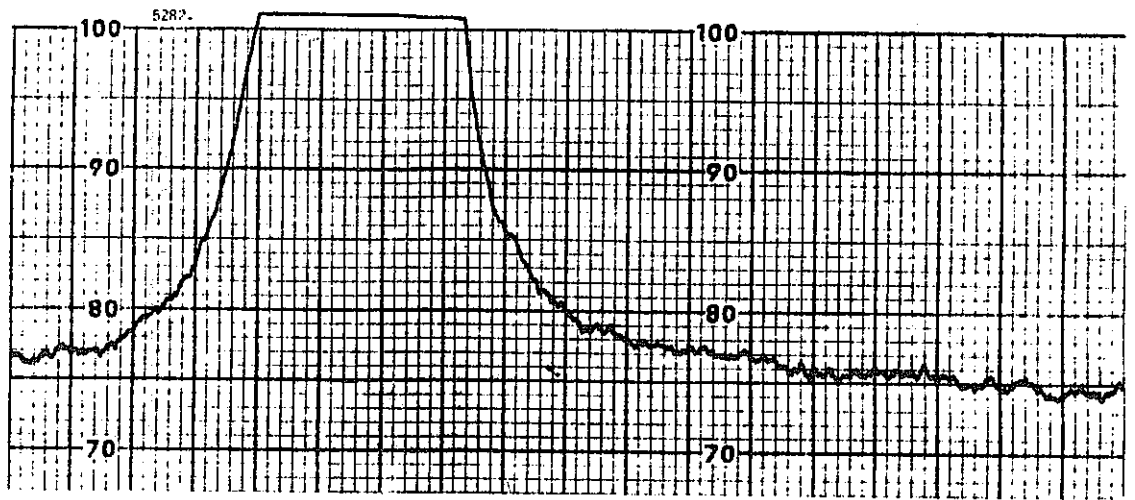
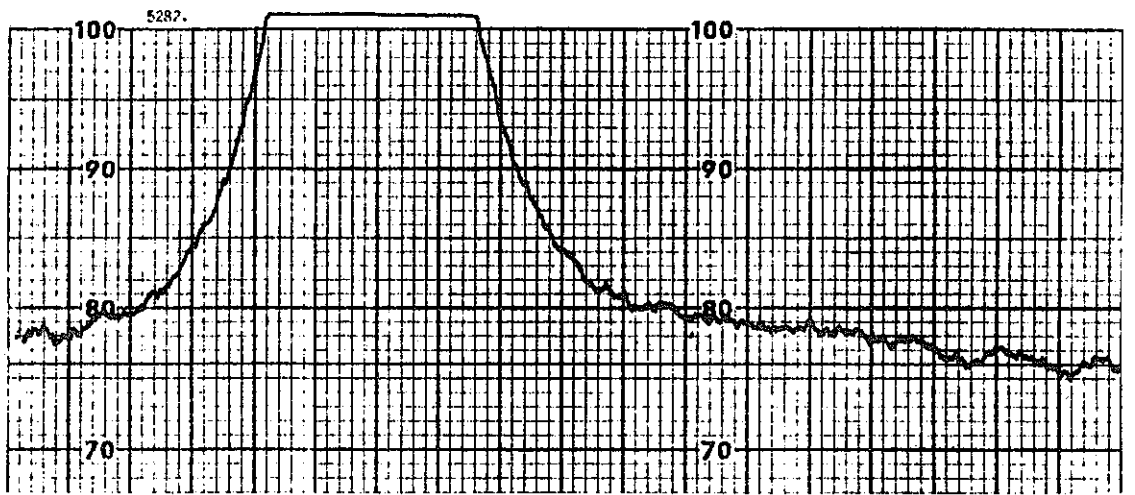


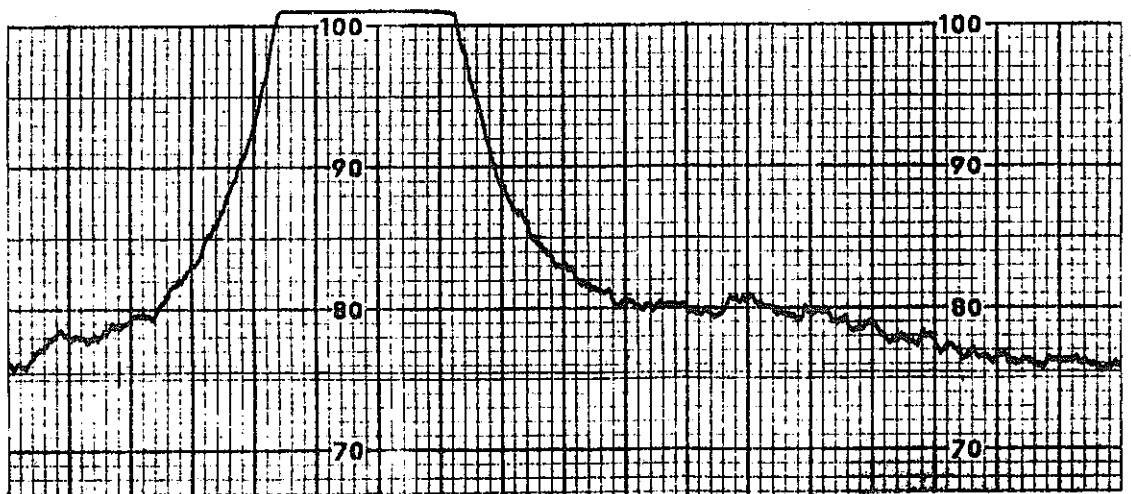
図 23 X線回折相対強度計算結果(オーステナイト)



0 [%]



10 [%]



20 [%]

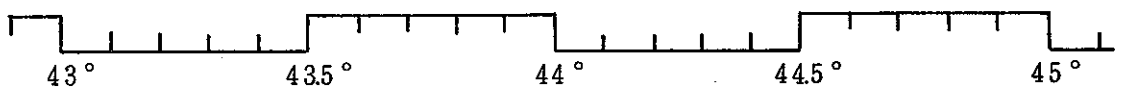
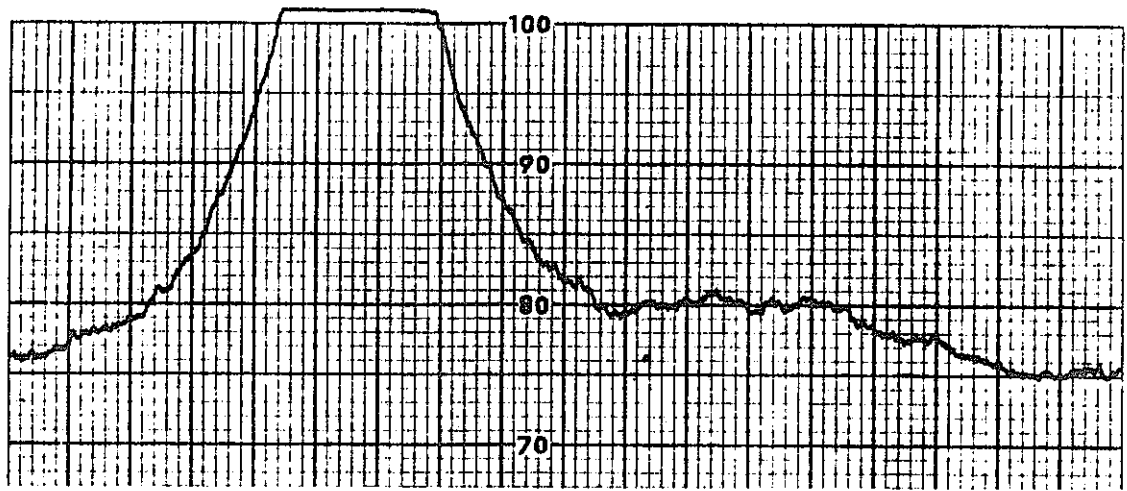
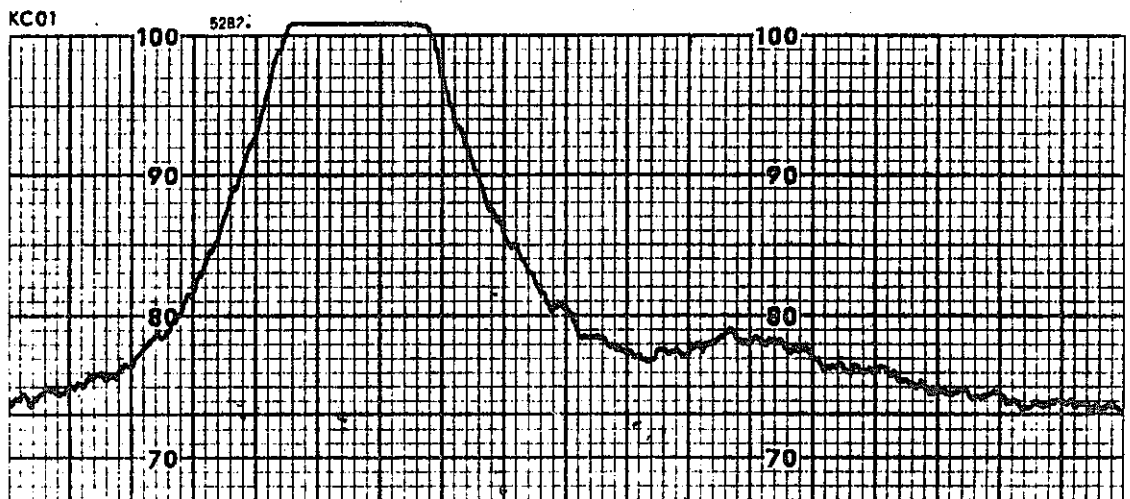


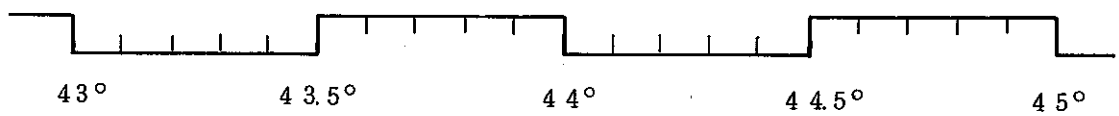
圖 24 X 線 回 折 結 果 (II)



30 [%]



50 [%]



条件

Target : Cu

Slit : DS 2°

Filter : Ni

SS 2°

Voltage : 35 Kvp

RS 0.3

Current : 15 mA

Chart Speed : 10 mm/min

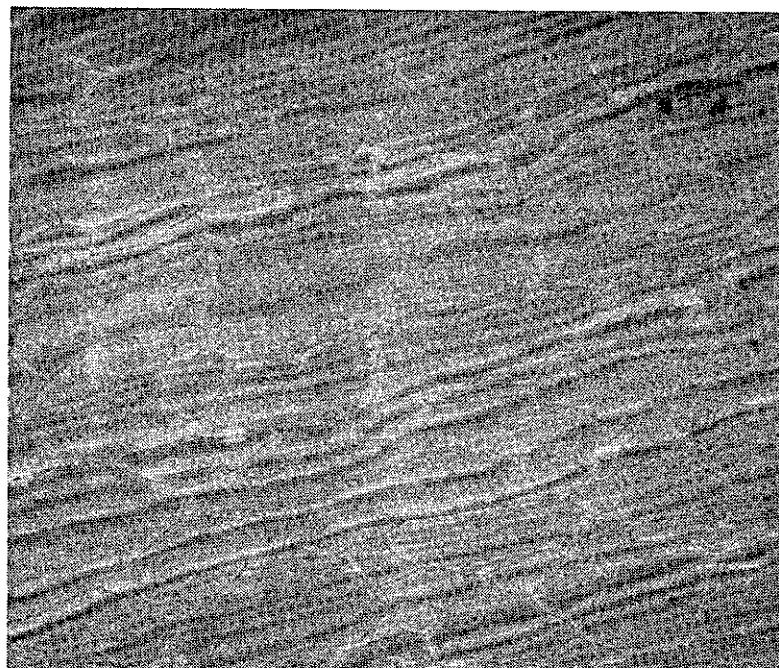
Count Full Scale :  $10^3 \times 2\%$

Scanning Speed : 1 %/min

Time Constant : 16 sec

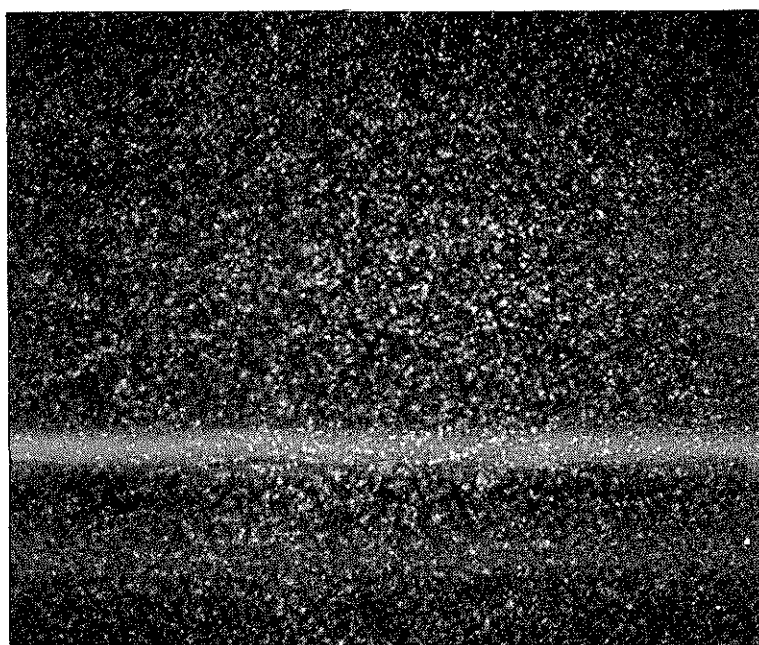
図25 X線回折結果 (II)

加  
工  
じ  
わ



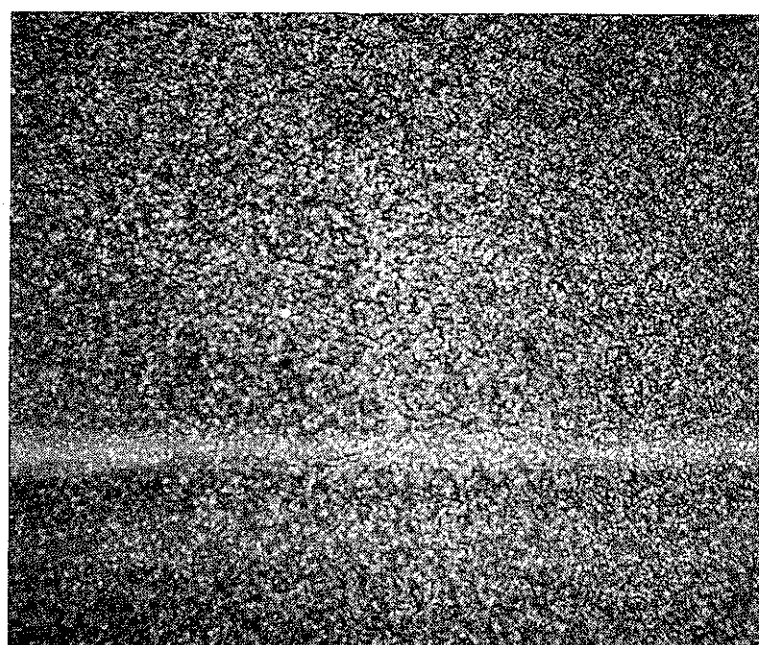
二次電子像  
(25Kv)

×600



Mo (PET Lα)

×600



Cr (LiF Kα)



×600

Ni (LiF Kα)

写真2 X線マイクロアナライザ定性分析結果

## 4. ま と め

(1) 第1報に引き続き SUS316, オーステナイト系ステンレス鋼の冷間加工度を残留磁気法で測定した。

試験片は圧下率が正確にコントロールできる板状試験片で, 圧下率の種類を0〔焼鈍材〕5, 10, 15, 20, 30, 40, 50%の冷間加工度とした。

(2) 板状試験片は, 原材料から圧延方向, 圧延直角方向の2方向から採取した。又, 断面積による残留磁気量値の変化を知るために試験片幅を3, 5, 7mmの3種類とした。

(3) 残留磁気法による測定は, 圧延された面と原材料から加工採取した面の切断面とした。

(4) 飽和磁気量測定は, 着磁量を0~3000Gまでの1000G間隔で変化させて行なった。その結果, 残留磁気量が飽和に達するのは2000G以上であった。

(5) 残留磁気量と冷間加工度の関係については, 着磁と測定方法を次の条件で行なった。

I. 着磁量: 3000G 一定

II. 測定方向

(1) 着磁面: 圧延面, 磁気測定面: 圧延面

(2) 着磁面: 圧延面, 磁気測定面: 切断面

(3) 着磁面: 切断面, 磁気測定面: 切断面

(4) 着磁面: 切断面, 磁気測定面: 圧延面

a) 冷間加工度が大きくなると残留磁気量も高くなり, よい相関を示し片対数グラフ上で直線になった。

b) 夫々の試験片において, 同一面の着磁, 測定では測定値にバラツキが少なく異なると多くなっていた。

c) 同一加工度において試験片の断面積を変化させても, 残留磁気量に著しい変化は起らなかった。

(6) 低加工領域に加工マルテンサイトの発生点(Md点, 15%付近)が存在するため, 10%, 15%冷間加工度試験片の残留磁気量が0%, 5%試験片よりも低く検出された。

(7) 表面加工層の影響を調べるため, 表面層を除々に電解研磨で取り除き, 逐次残留磁気量を測定した。

その結果, 15%以下の低加工領域の試験片では, 表面から8~10 $\mu$ の研磨で残留磁気量が一定になり, 20%冷間加工度以上の試験片では, 5 $\mu$ 程度で一定となった。

(8) 各加工度での引張強さ, 0.2%耐力・硬さは冷間加工度が増加することにより大きくなっており, 伸びは逆に減少する傾向を示していた。

(9) 結晶粒縦横比は, イメージアナライザを用いて測定した。その結果, 冷間加工度と縦横比

の間には、よい相関が見られた。

(10) X線マイクロアナライザにより、加工じわの定性分析を行なった。

検出元素は、Mo, Cr, Ni の3元素としたが、加工じわに、これら元素が偏析しているという結果は得られなかった。

(11) X線回折の結果、冷間加工度が大きくなることにより、オーステナイト（面心立方晶）の（220）面の相対強度が強くなることがわかった。

加工マルテンサイト（体心正方晶）の（110）面については、50%冷間加工試験片にやや明確に表われただけで、低加工領域の試験片では判別がつきにくかった。

## 5. 謝 辞

本試験を実施するにあたり、試験片を製造していただいた新日鉄（株）と、X線回折でお世話いただいた、現在、人形峠鋳業所鋳石試験室、和田洋明副主任研究員に、又、金相試験で協力いただいた検査開発課試験係の小幡真一氏に感謝の意を表します。

## 6. 参 考 文 献

1) Plane Strain Crack Toughness Testing of High Strength Metallic Materials.

ASTM SPECIAL TECHNICAL PUBLICATION No. 410

2) 三浦，角田，佐藤，安藤，五十嵐，稲田，田中，上村：

高速増殖炉燃料被覆管の冷間加工度測定法の開発

PNC技術レポート ZN841-77-34

3) X線回折要論

B. D. CULLITY 著

幸田 成康 校閲

松村 源太郎 訳            アグネ社

## 7. APPENDIX

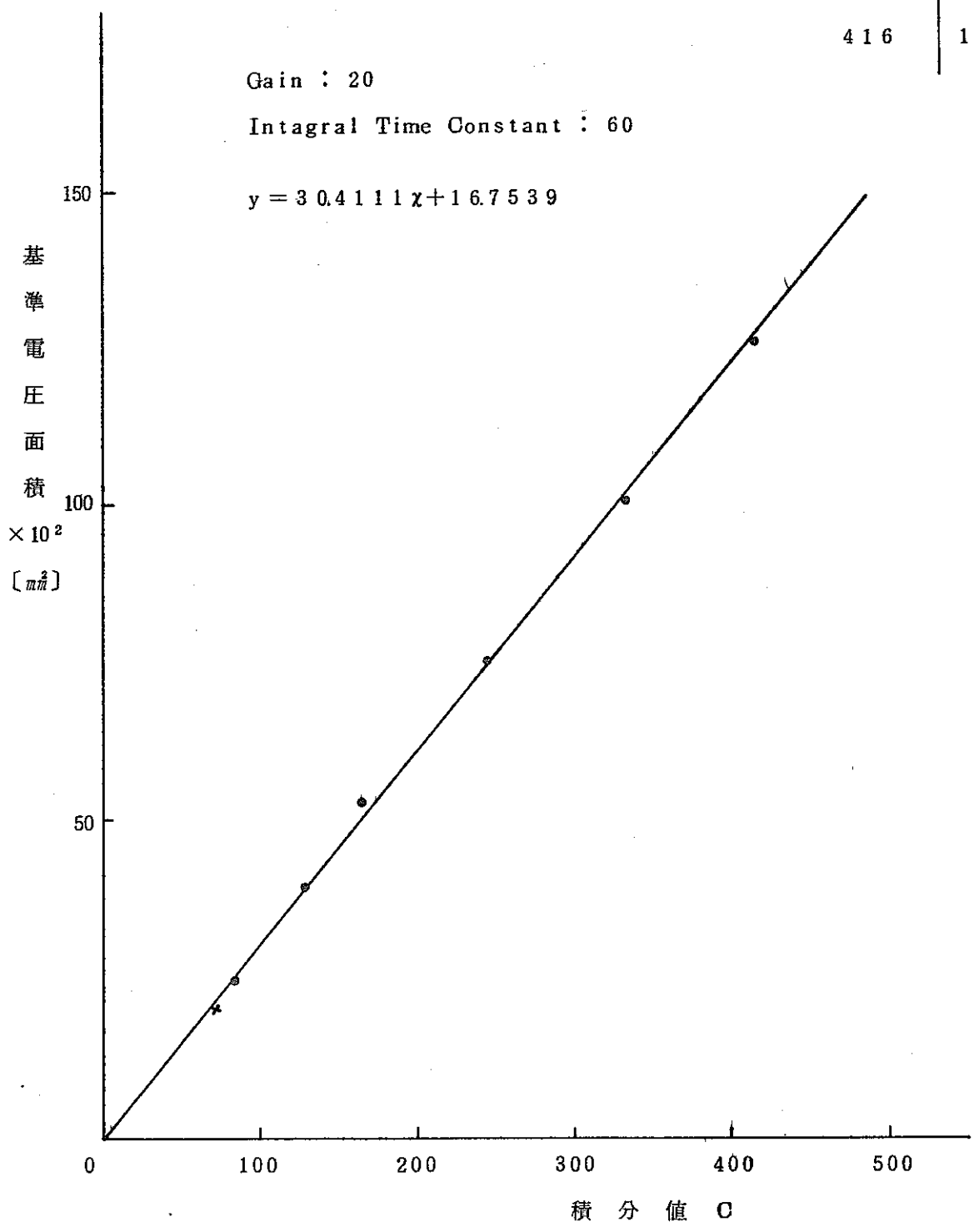
APPENDIX I	磁気量測定較正データ
APPENDIX II	硬さ試験結果
APPENDIX III	引張試験結果
APPENDIX IV	結晶粒縦横比
APPENDIX V	X線回折結果
APPENDIX VI	データ解析プログラム



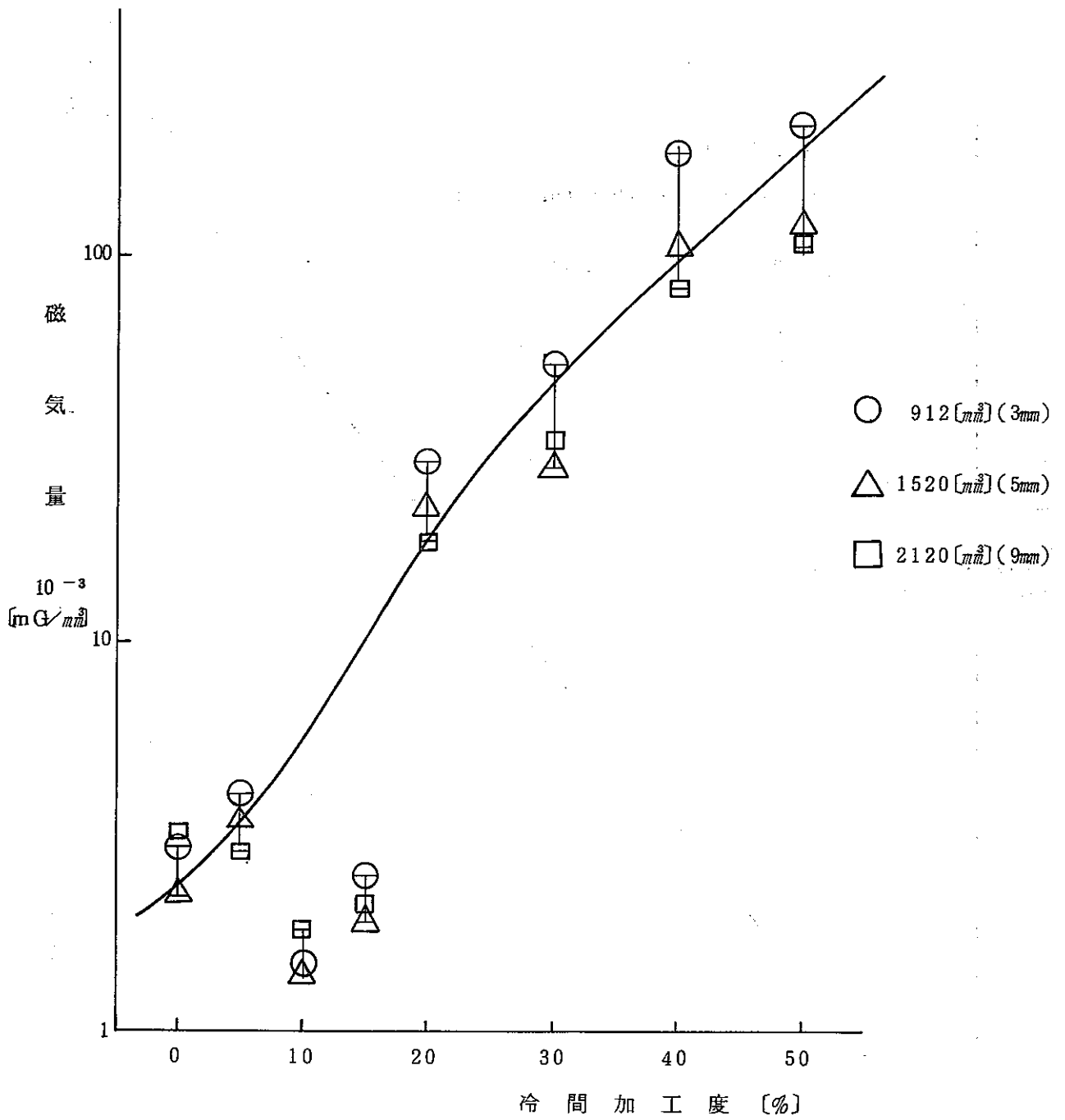
## APPENDIX I

### 磁気量測定校正データー

x	
0	$\times 10^2$
83	25
165	50.5
247	76
332.5	101
416	126.50



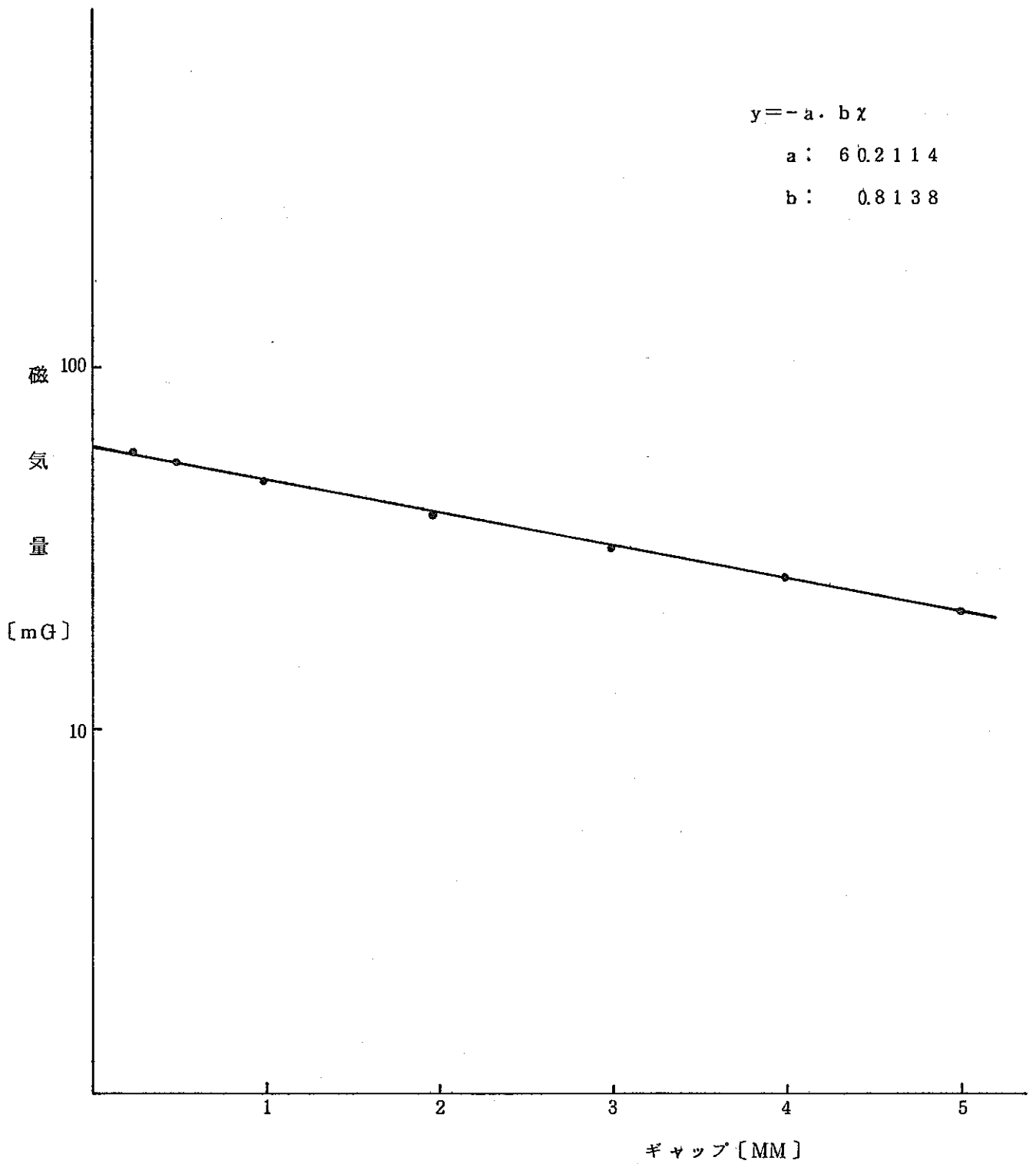
冷間加工度板材測定用較正曲線



着磁 2000 [G]

切断面測定

冷間加工度と単位磁気量の関係



試料： 40E 7

着磁： 500 [G]

測定方向： C (切断面)

試料・プローブ間のギャップと残留磁気量値の関係

Gauss Metter よる着磁コイルの温度係数測定

外部温度	相関係数	傾き	切片
22 ℃	0.999951	422.506	-2.42604
24 ℃	0.999913	411.33	-0.300521
25 ℃	0.99991	410.385	-2.69703
26.5℃	0.999932	410.279	-6.73307
32 ℃	0.999462	394.741	+1.47555
37 ℃	0.999905	383.098	+1.09812
42 ℃	0.999779	350.369	+3.06852
Fluxe Metter 20 ℃	0.95335	778.384	-100.439
	0.999699	780.692	+21.0825

Gauss Metter における外部温度と傾きから相関係数ならびに傾き・切片

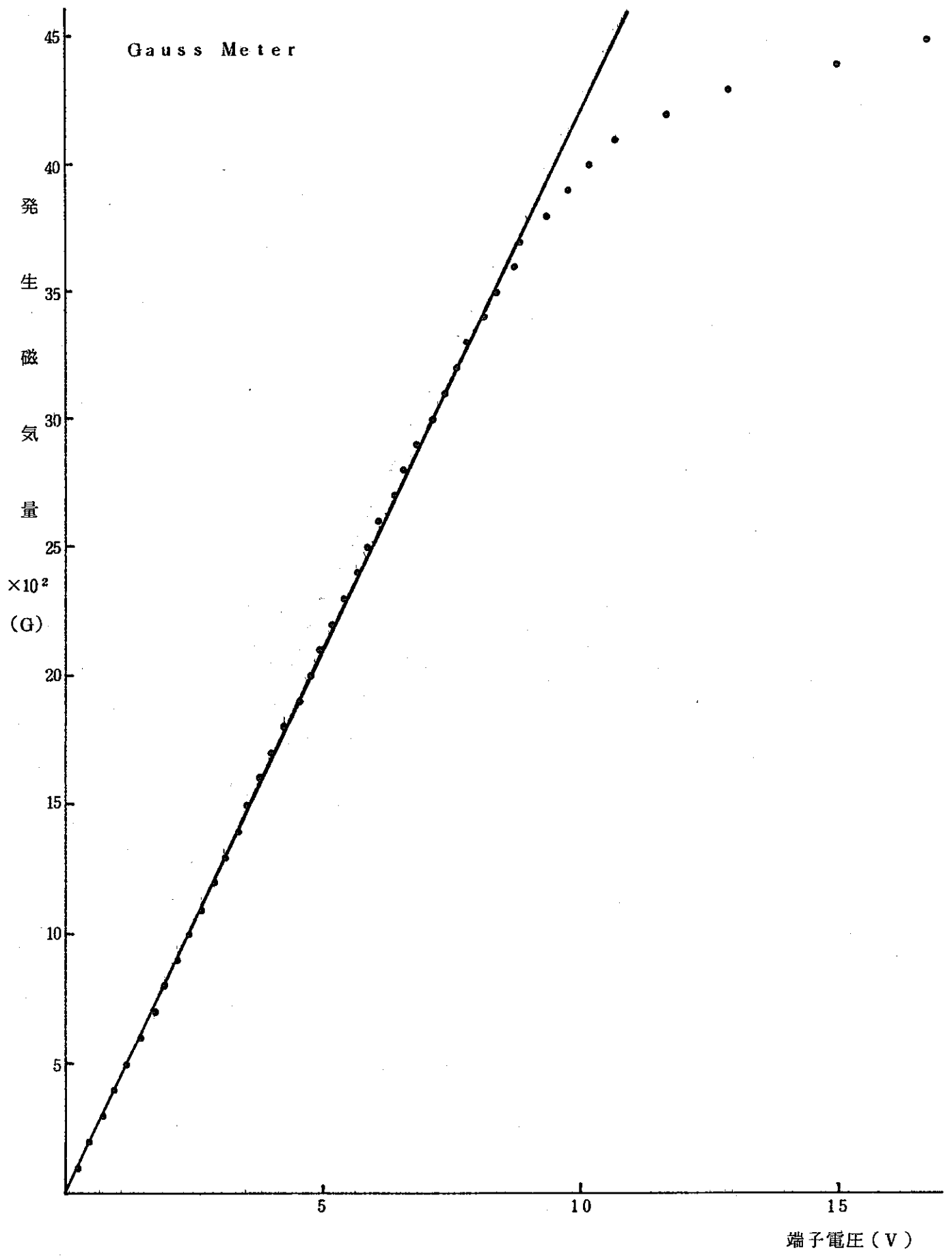
相関係数： -0.972756

傾き： -3.1864

切片： +49.2439

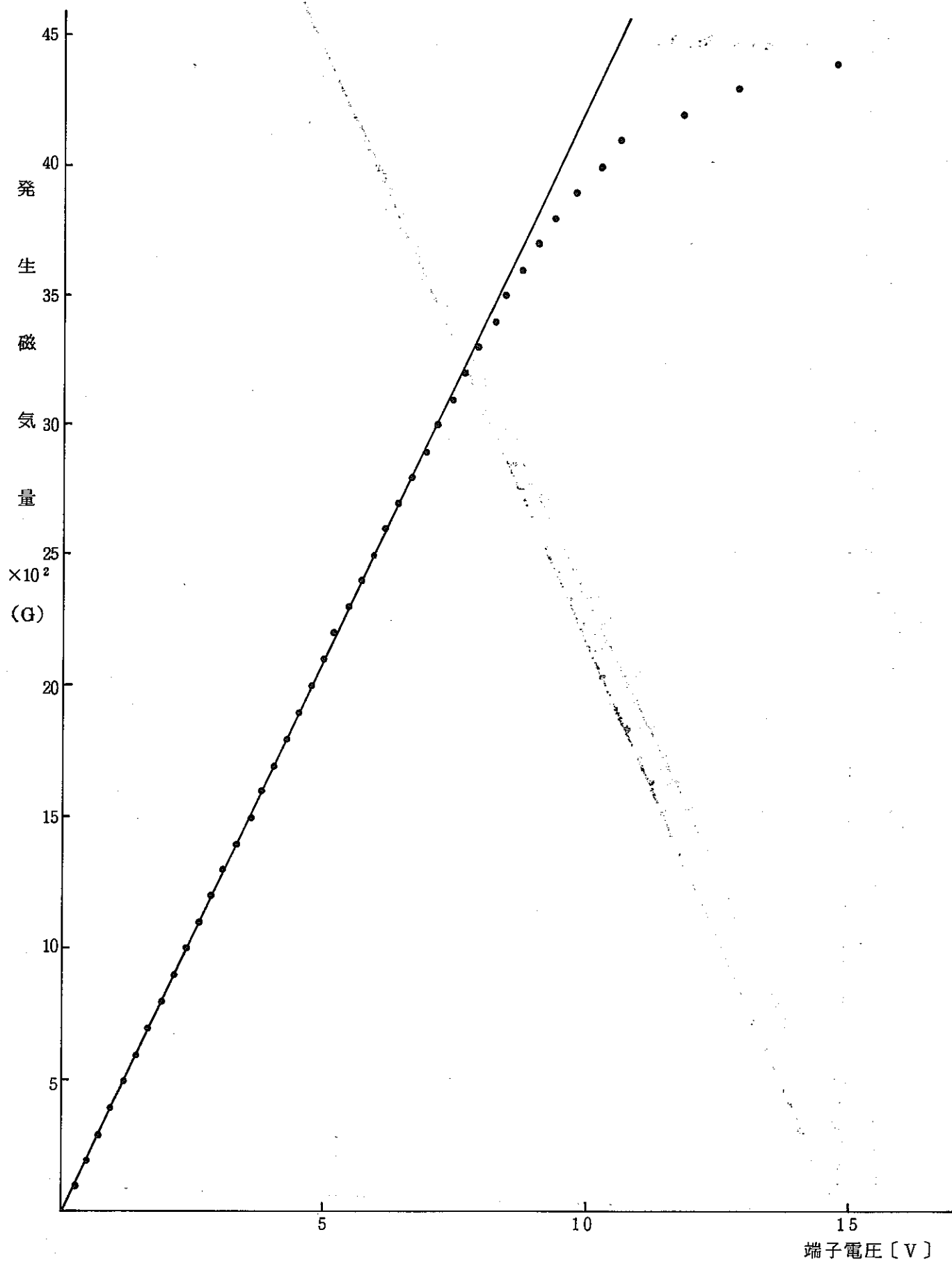
故に

温度係数： -3.1864



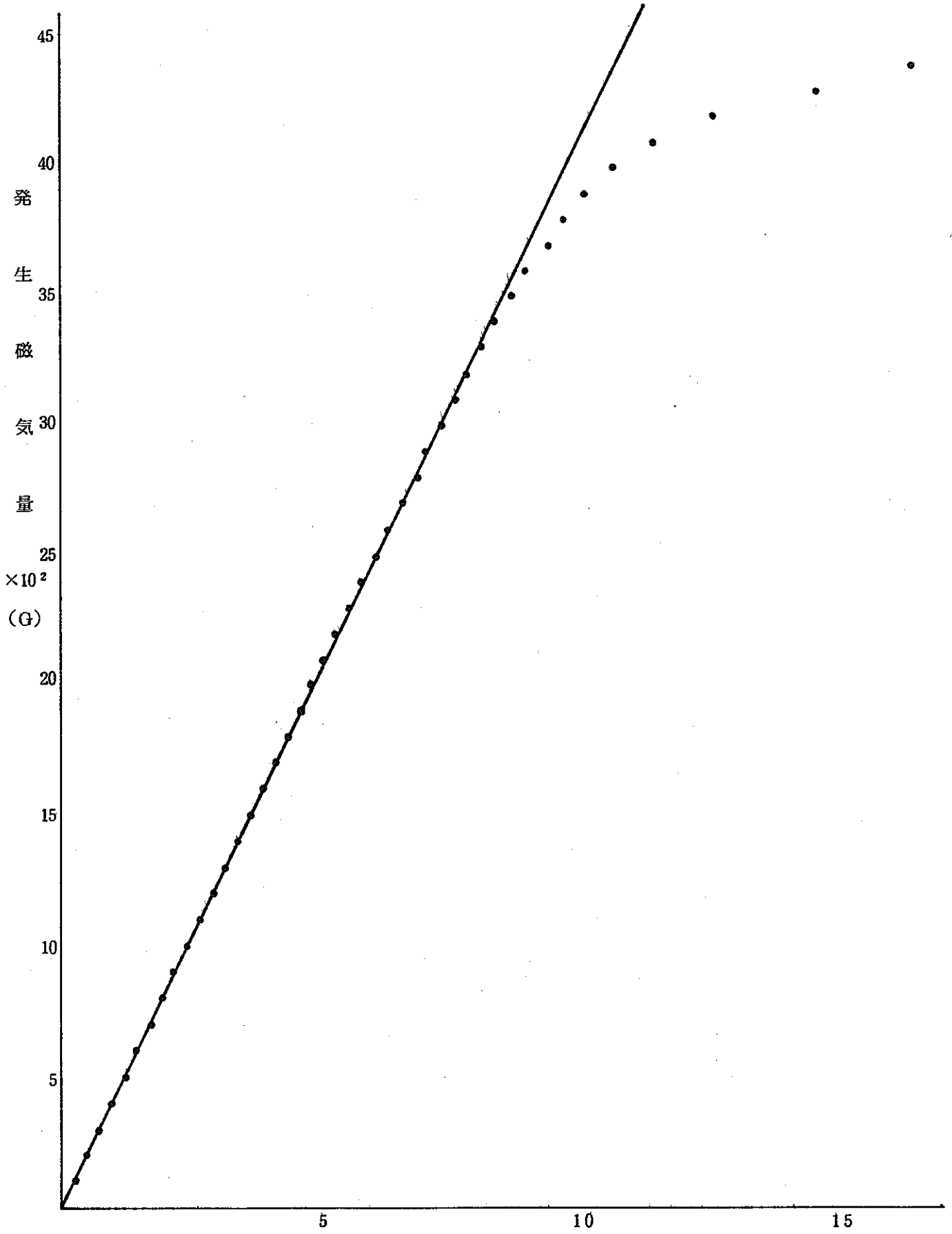
端子電圧と発生磁気量の関係 ( I )

設定温度 21℃



端子電圧と発生磁気量の関係 ( II )

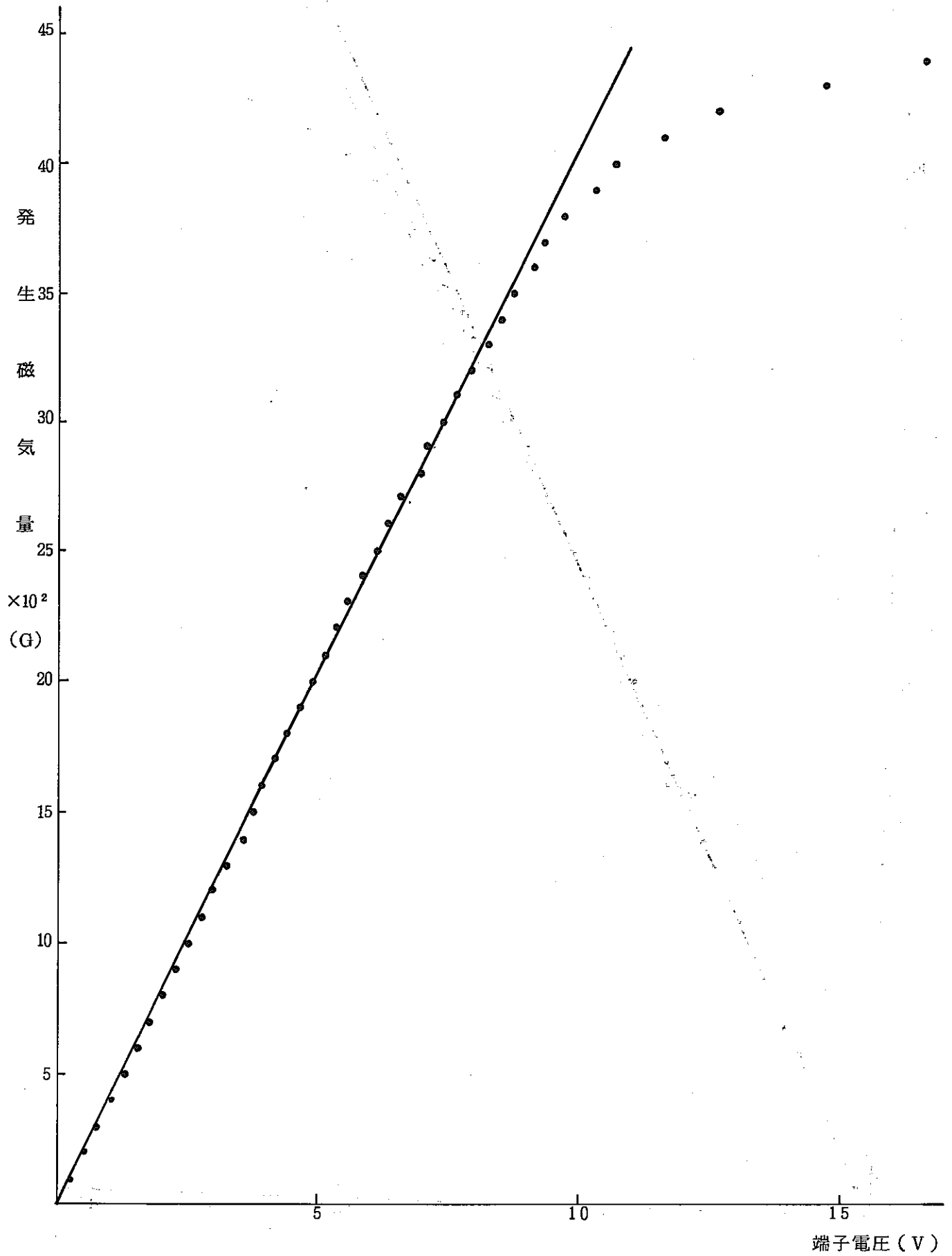
設定温度 22 °C



端子電圧と発生磁気量の関係 (Ⅲ)

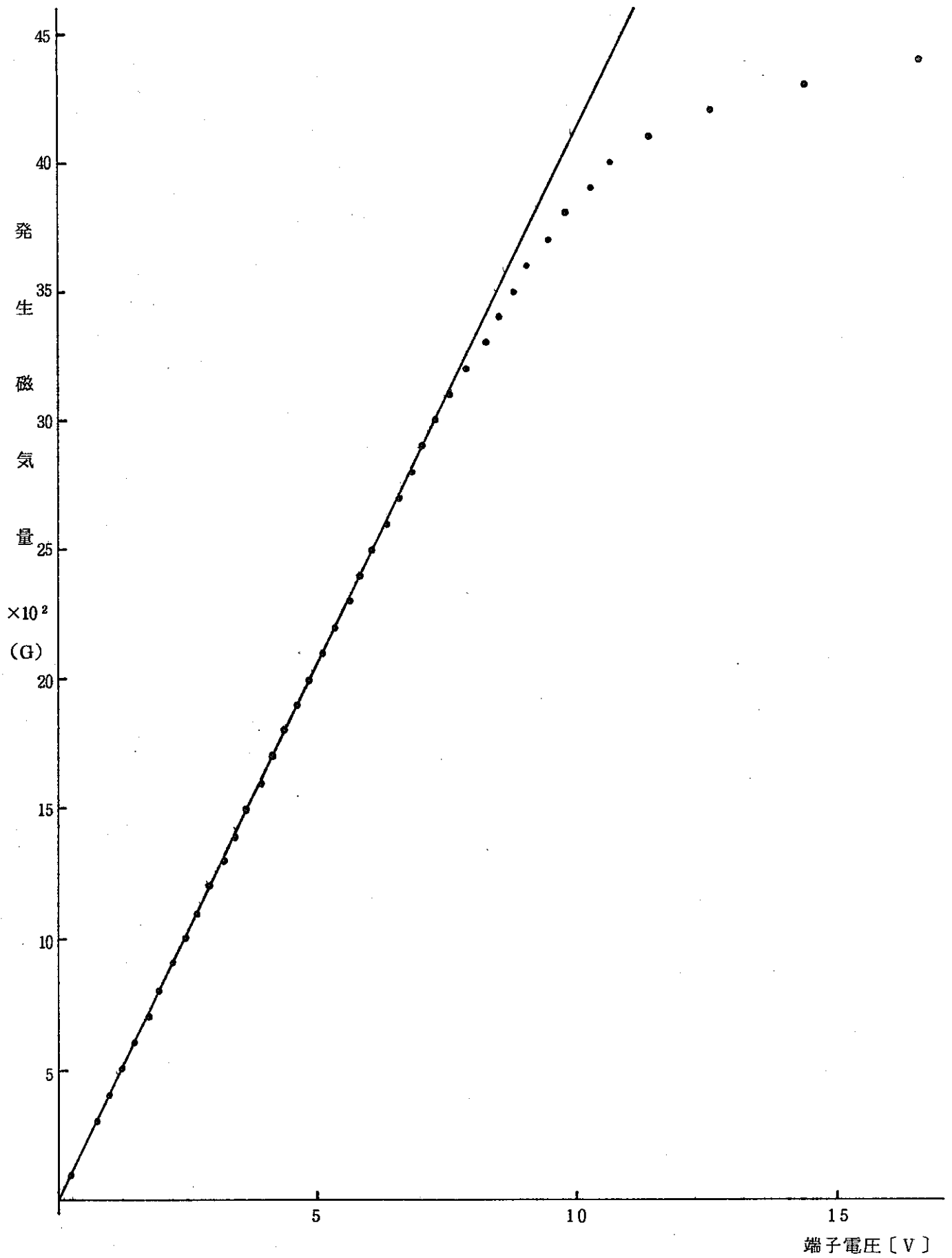
設定温度 24℃





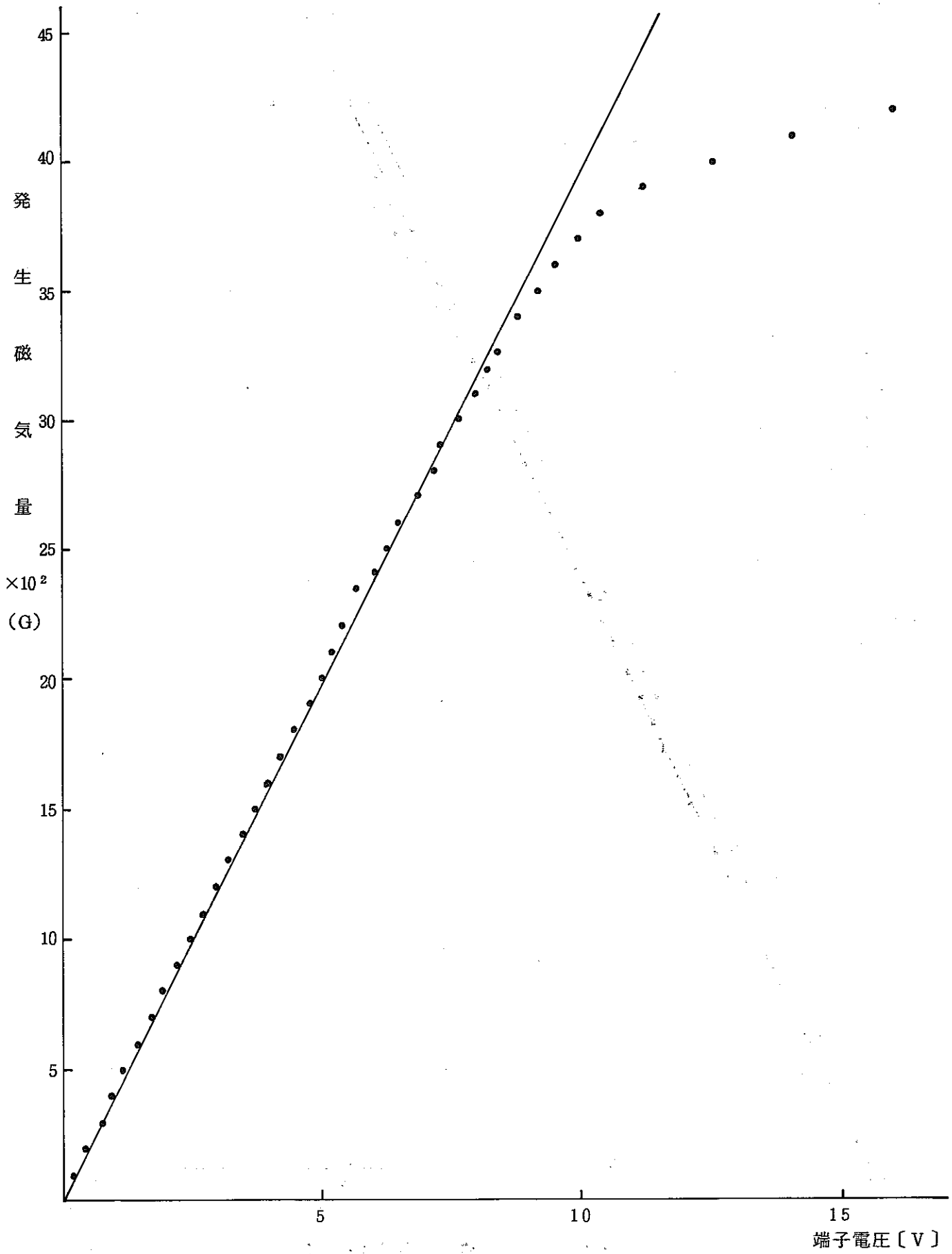
端子電圧と発生磁気量の関係 (V)

設定温度 25.5 °C



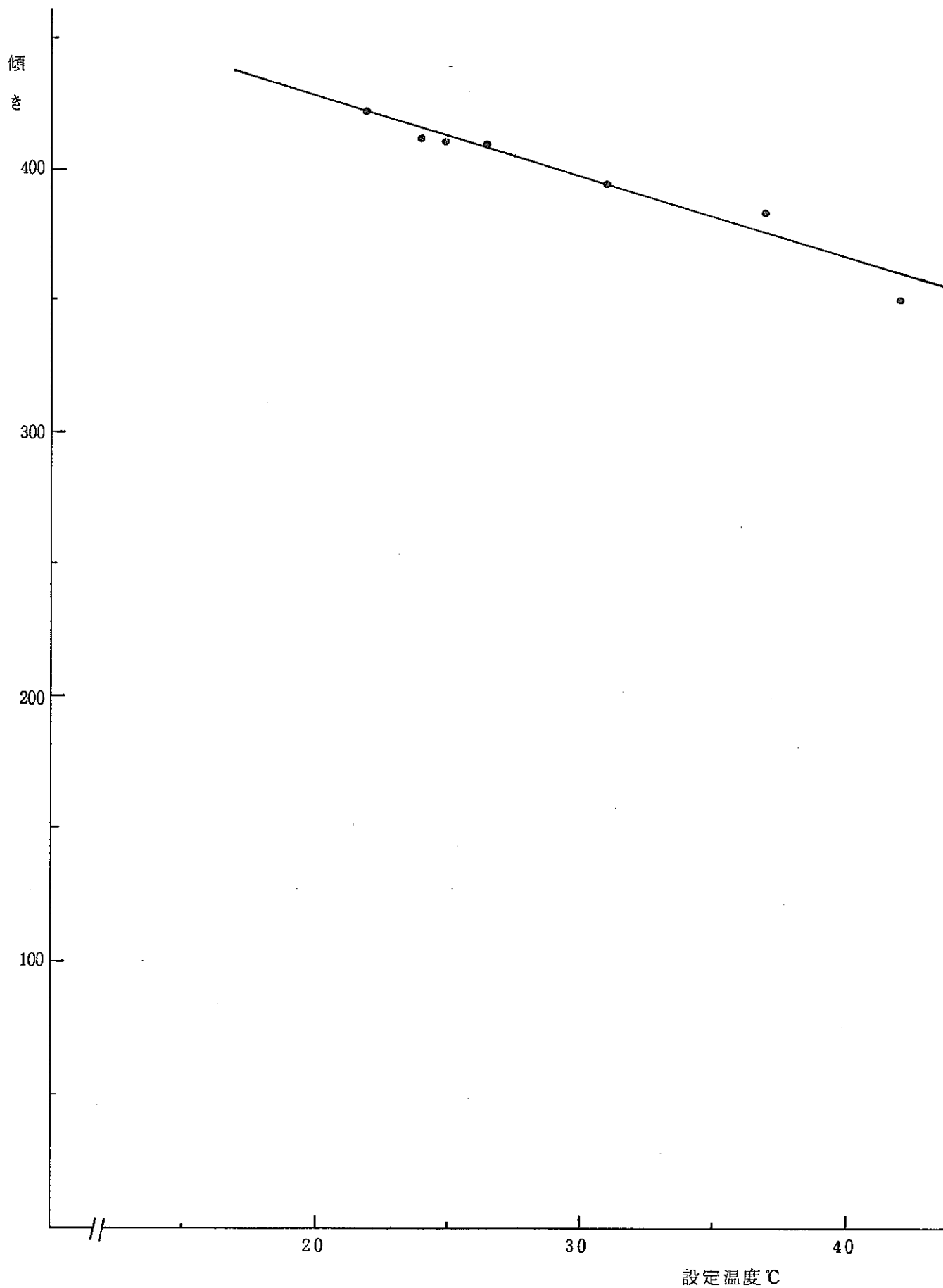
端子電圧と発生磁気量の関係 ( V )

設定温度 26.5 °C



端子電圧と発生磁気量の関係 (Ⅵ)

設定温度 32℃

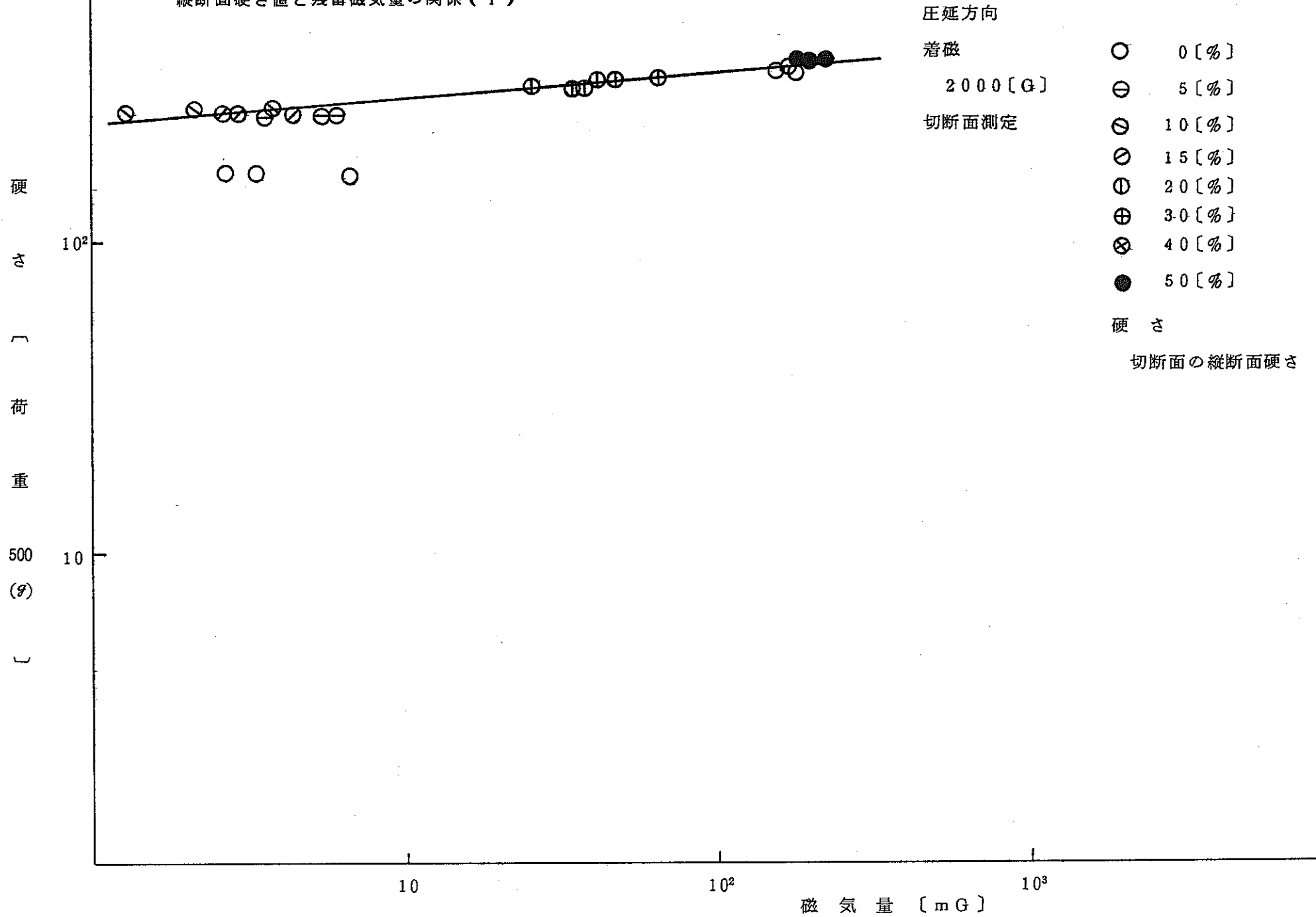


設定温度因子による端子電圧と発生磁気量の傾きとの関係

## APPENDIX II

### 硬 さ 試 験 結 果

縦断面硬さ値と残留磁気量の関係 ( I )



縦断面硬さ値と残留磁気量の関係(Ⅱ)

圧延方向

着磁

1000[G]

圧延面測定

硬さ:

切断面の縦断面硬さ

硬  
さ  
[  
荷  
重  
500  
(g)  
]

100

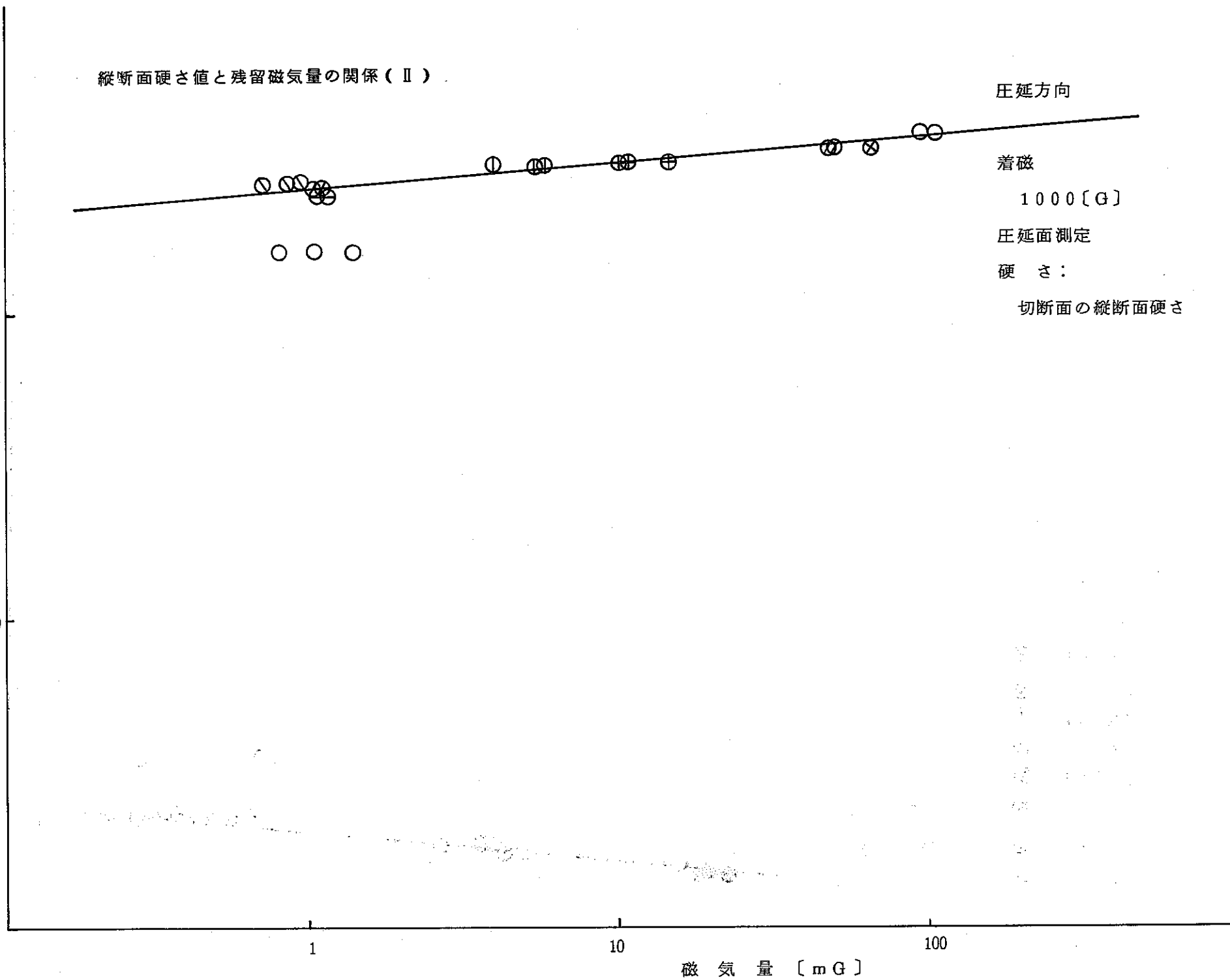
10

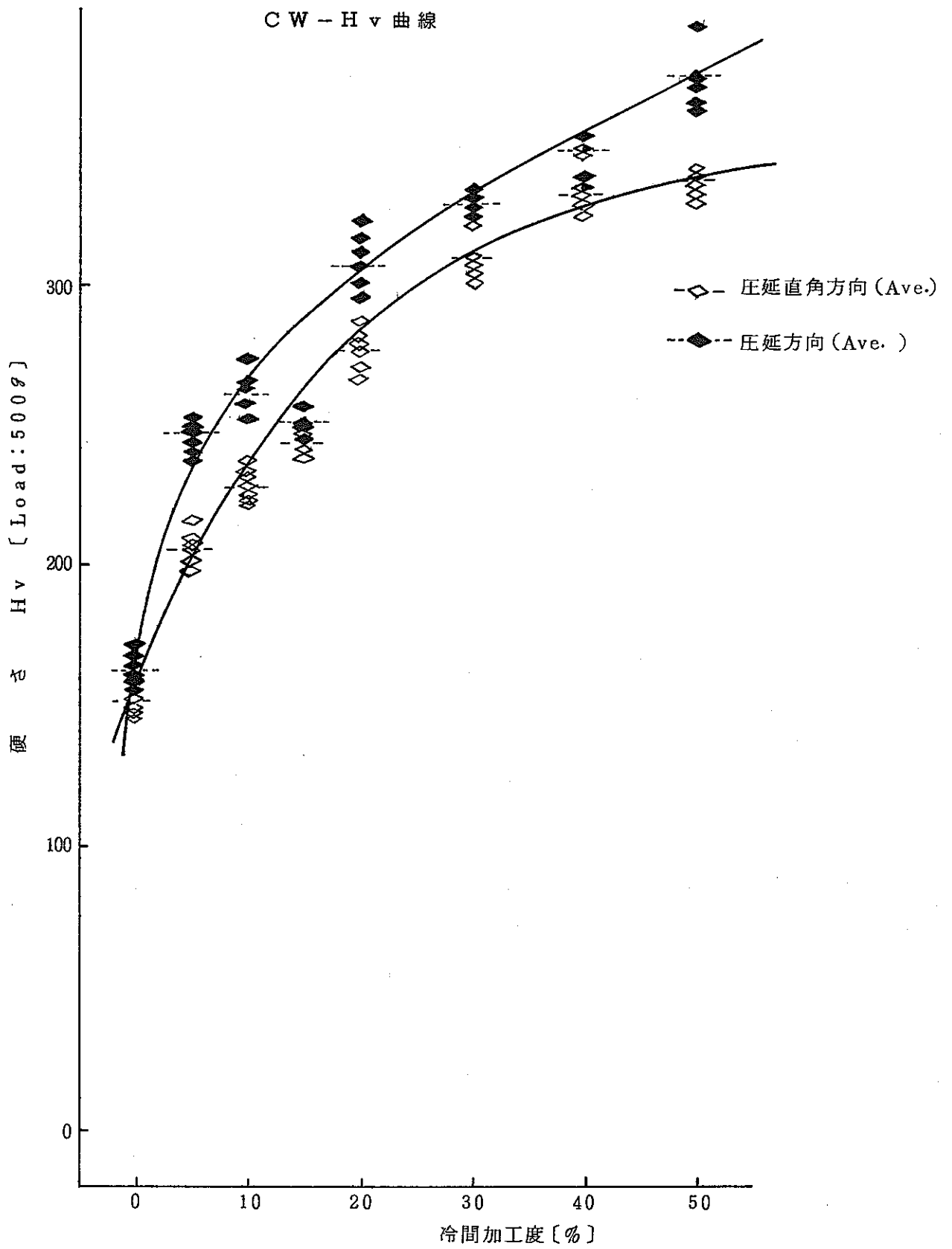
1

10

100

磁気量 [mG]

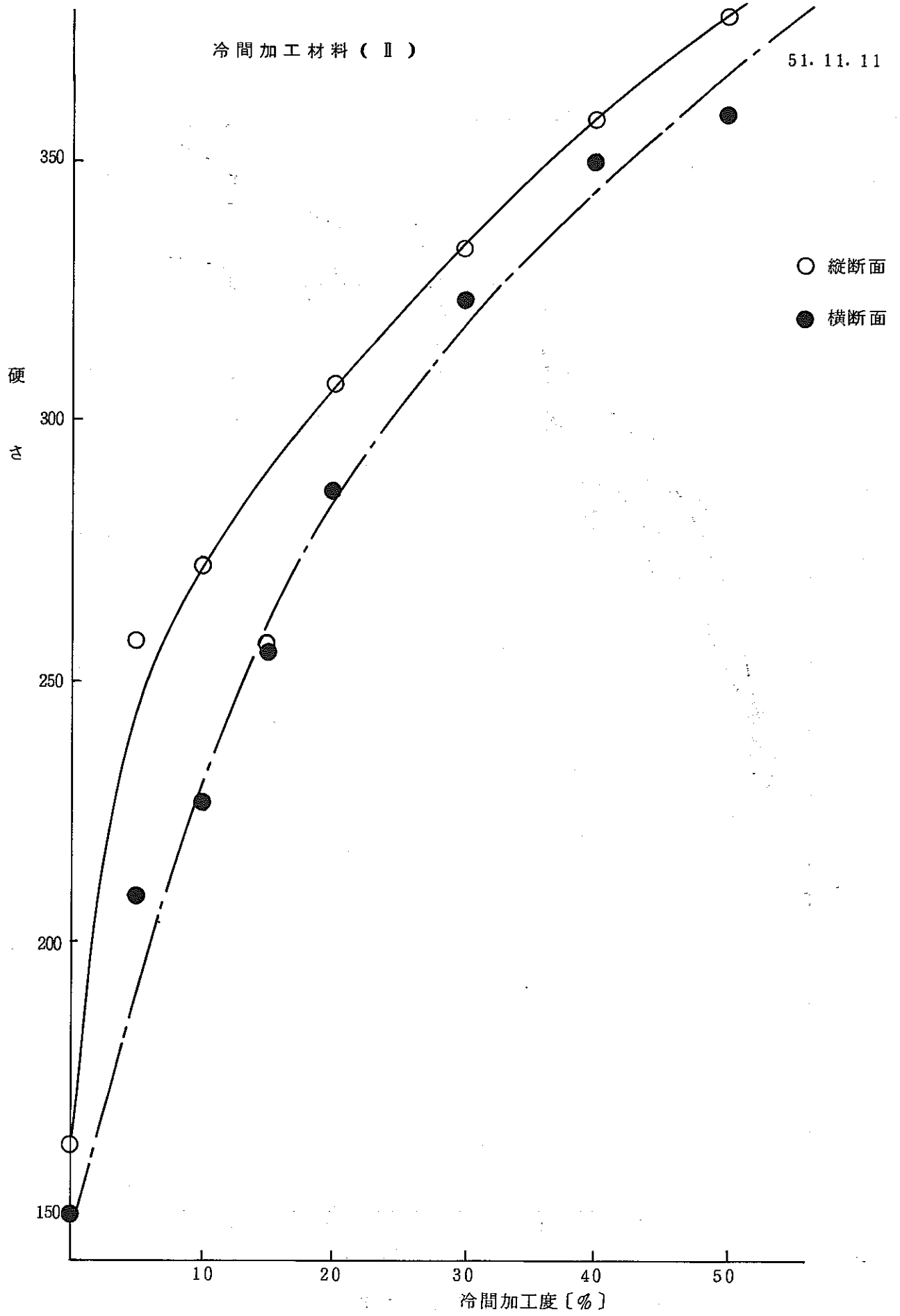






冷間加工材料 ( II )

51. 11. 11

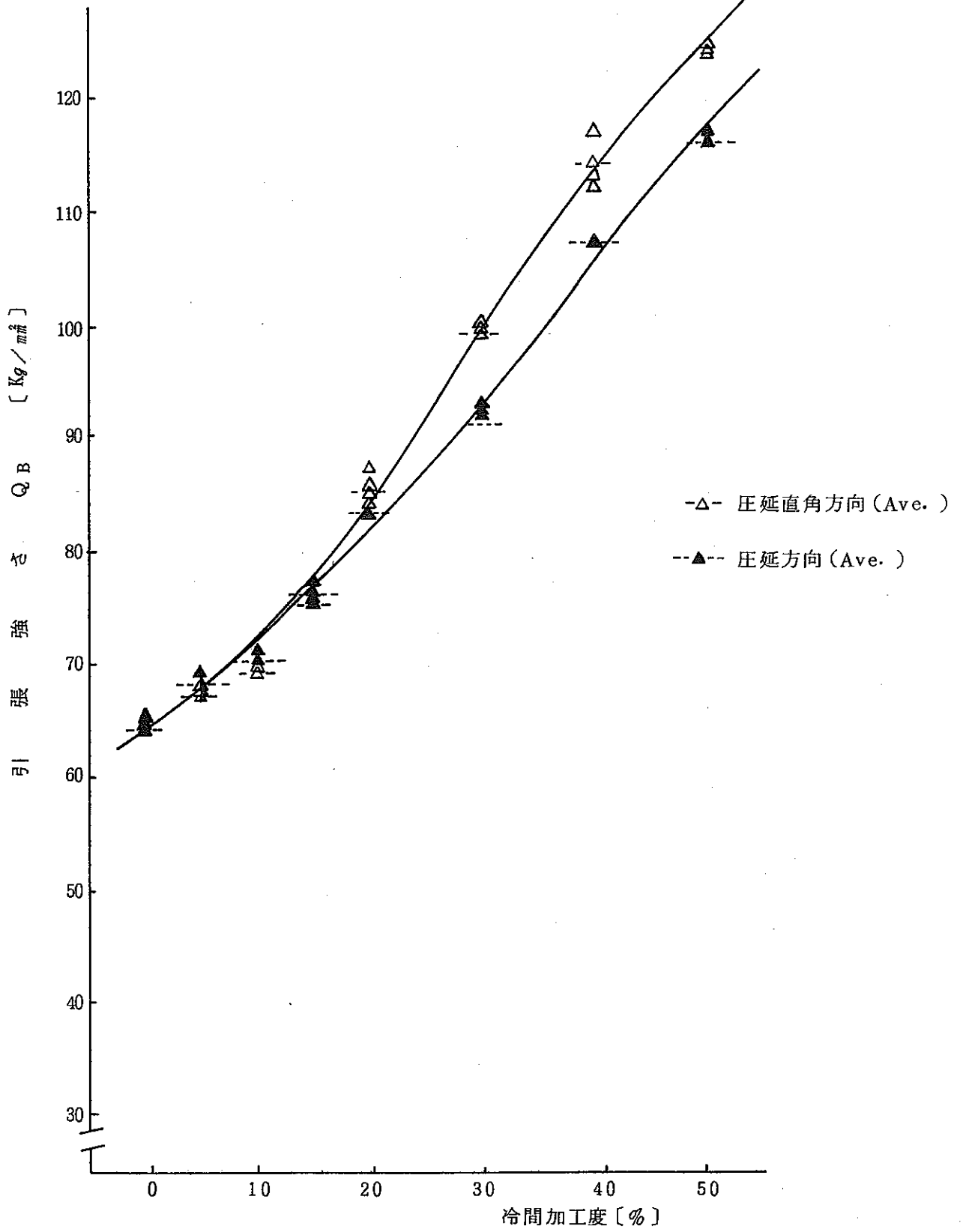


冷間加工度と硬さ値 ( II )

APPENDIX III

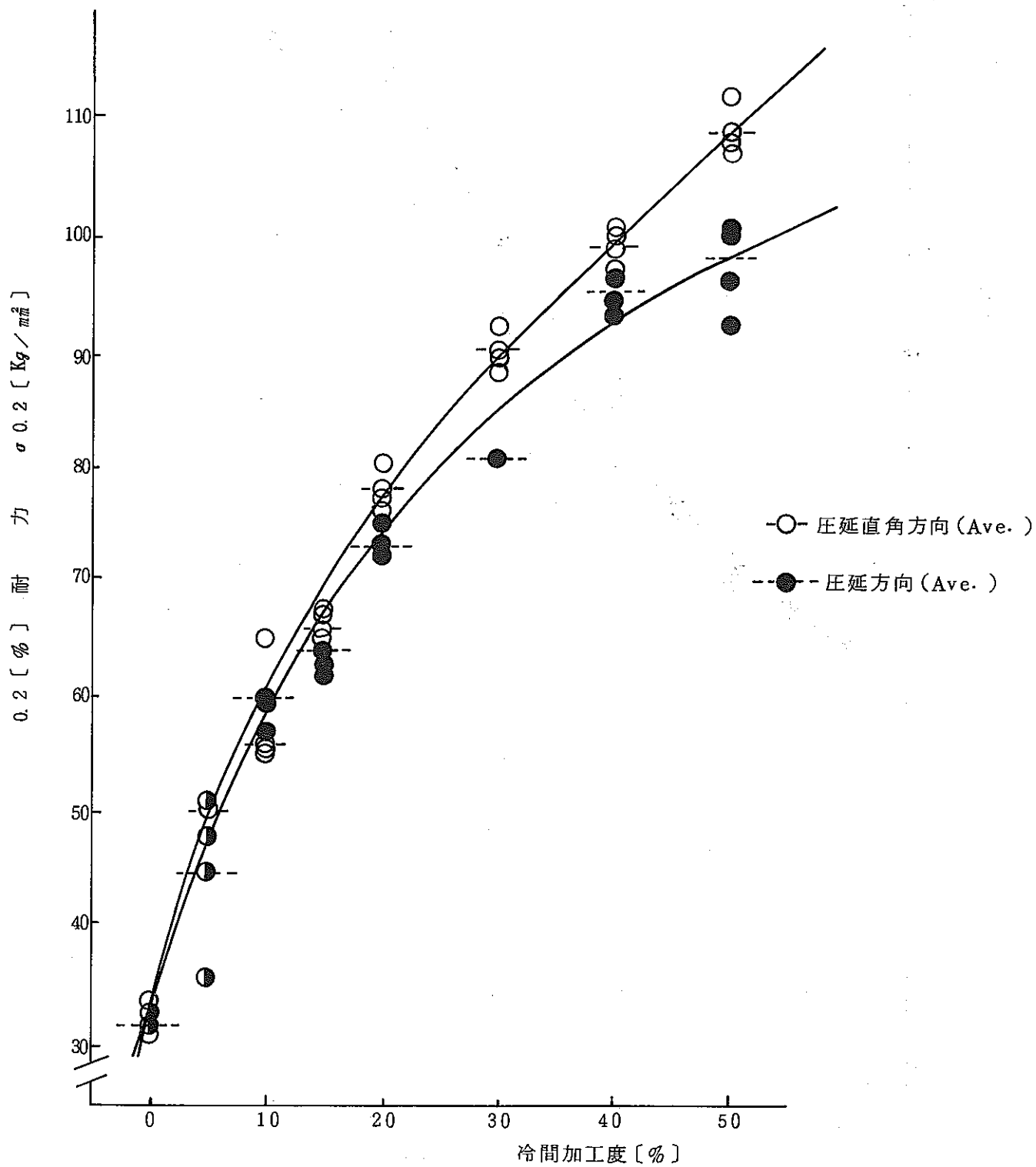
引 張 試 驗 結 果

CW- $\sigma$ B 曲線

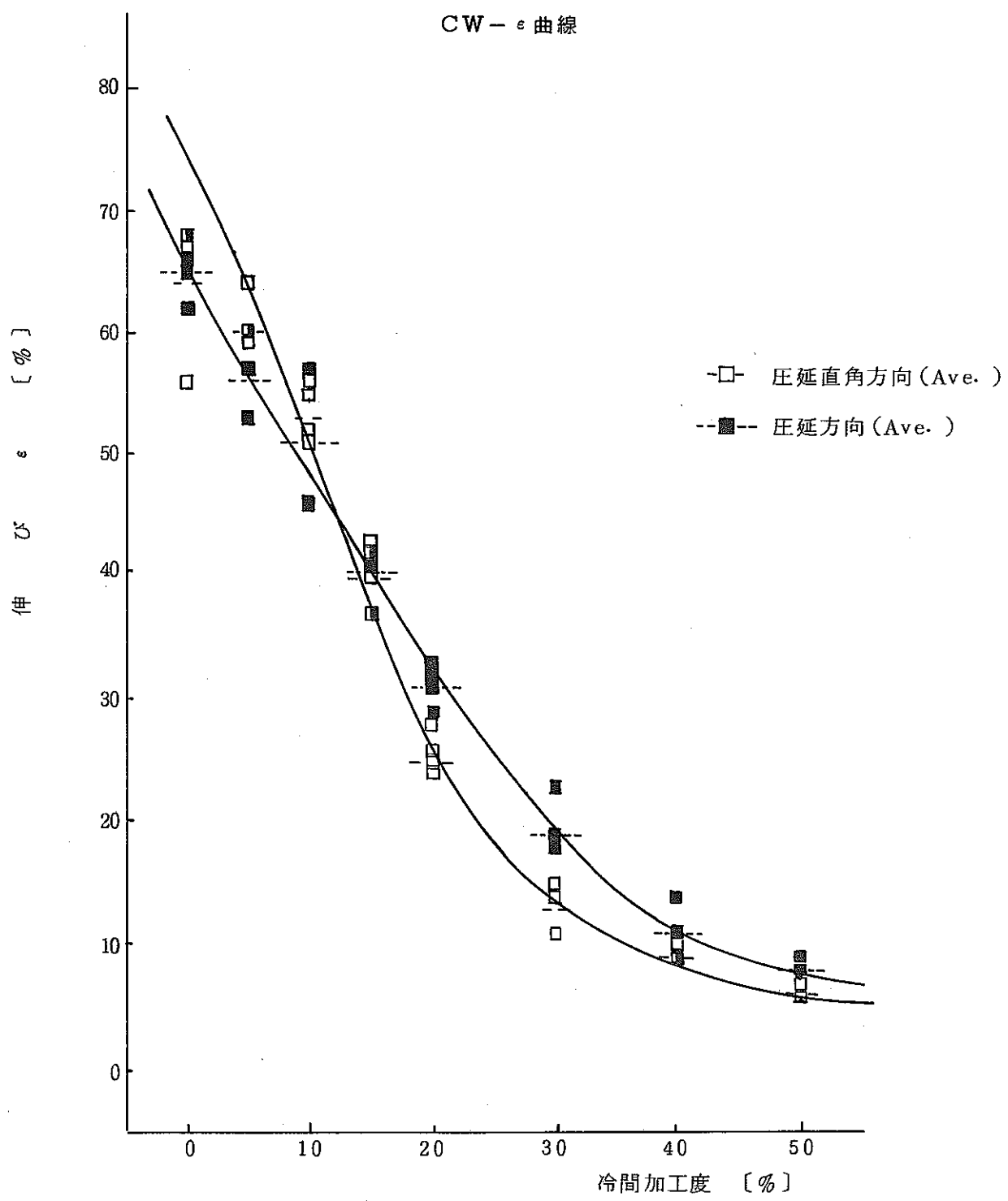


引張試験結果 ( I )

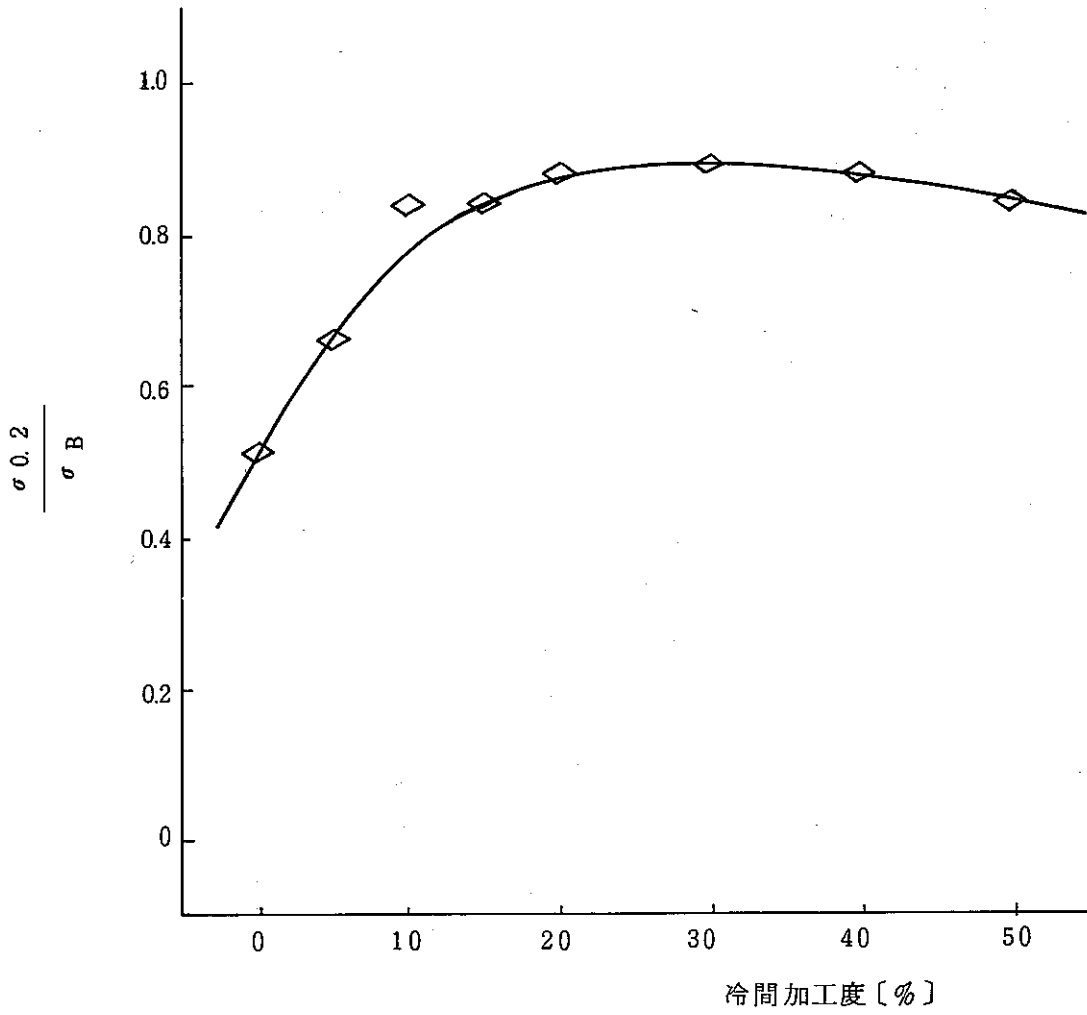
CW- $\sigma$  0.2 曲線



引張試験結果 ( II )

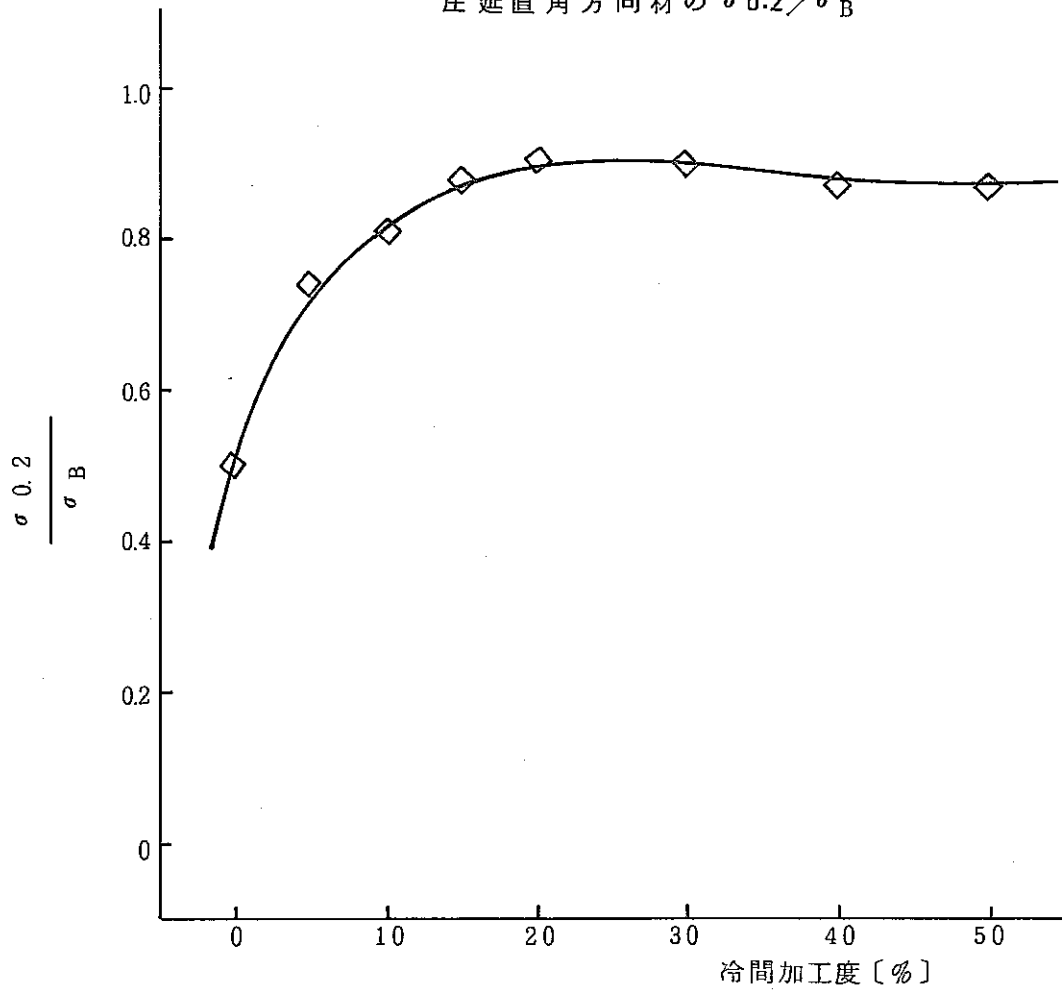


圧延材の  $\sigma_{0.2}/\sigma_B$



引張試験結果 (Ⅳ)

圧延直角方向材の  $\sigma_{0.2}/\sigma_B$

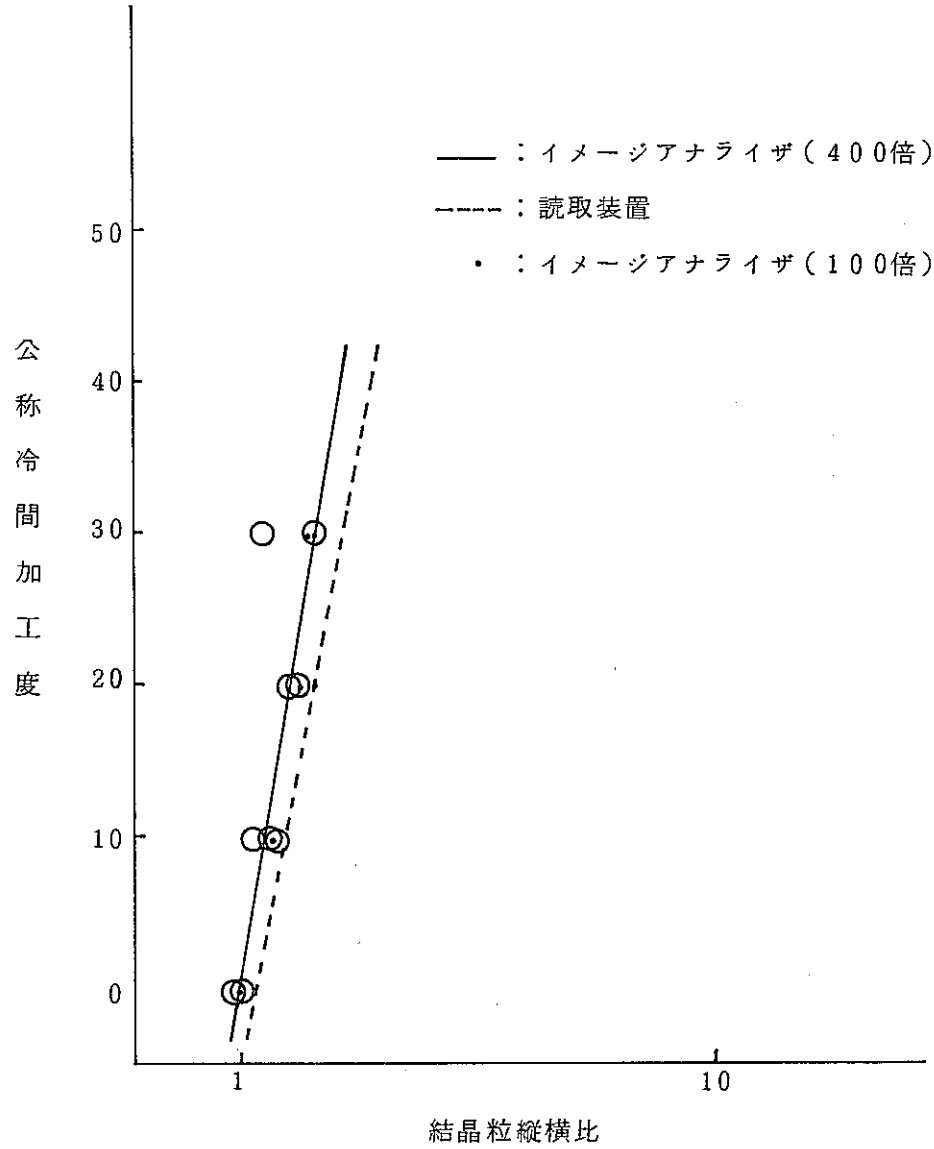


引張試験結果 ( V )

## APPENDIX IV

### 結 晶 粒 縱 橫 比





イメージアナライザ測定値

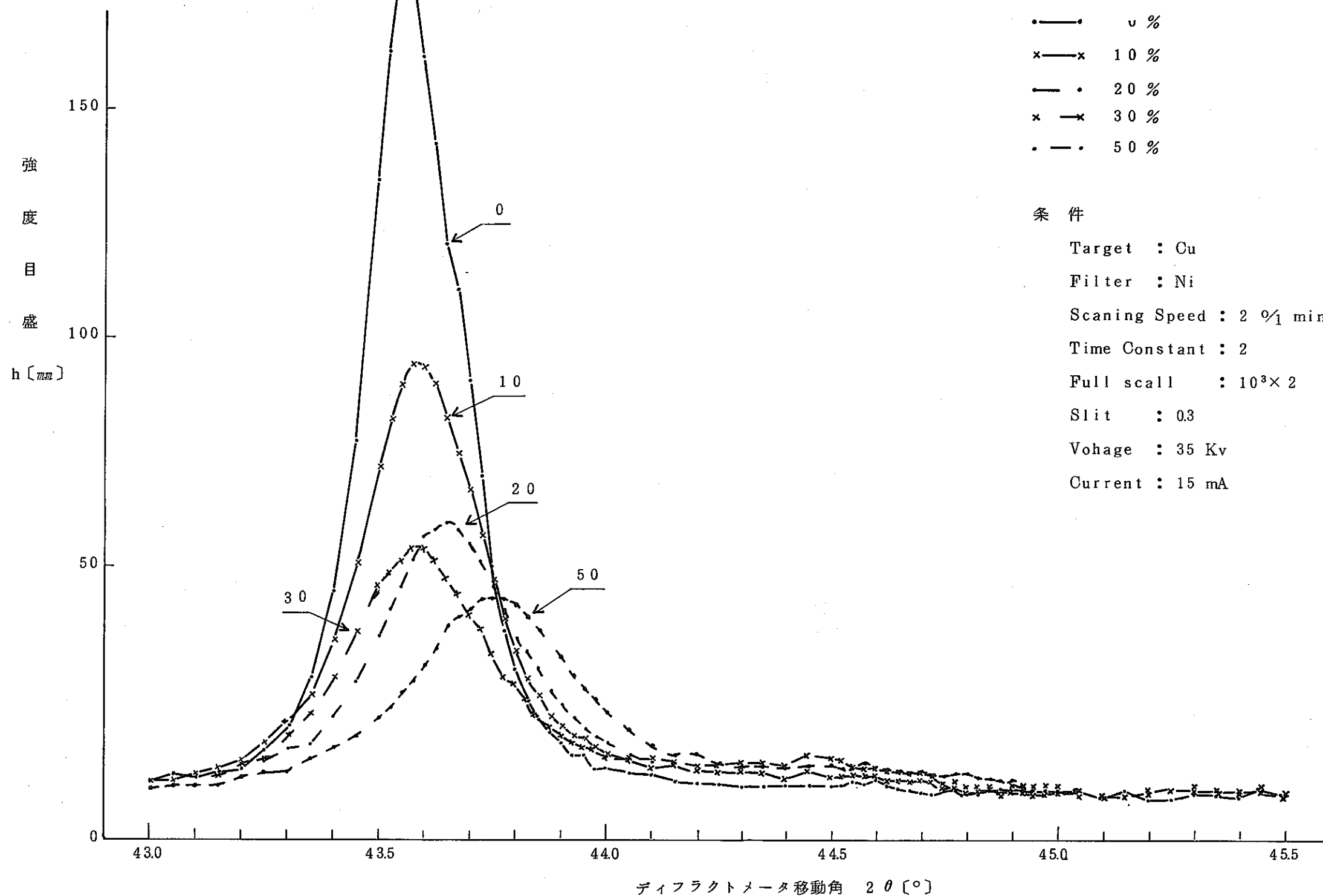
被覆管 №	100倍	400倍
S 0-1	0.99	1.01
	1.00	0.98
	0.99	1.02
S 10-1	1.17	1.07
	1.18	1.22
	1.17	1.17
S 20-1	1.33	1.35
	1.35	1.28
	1.47	1.36
S 30-1	1.48	1.45
	1.40	1.11
	1.42	1.46

イメージアナライザとX-Y読取装置の精度比較 (加工度の異なる被覆管)

## APPENDIX V

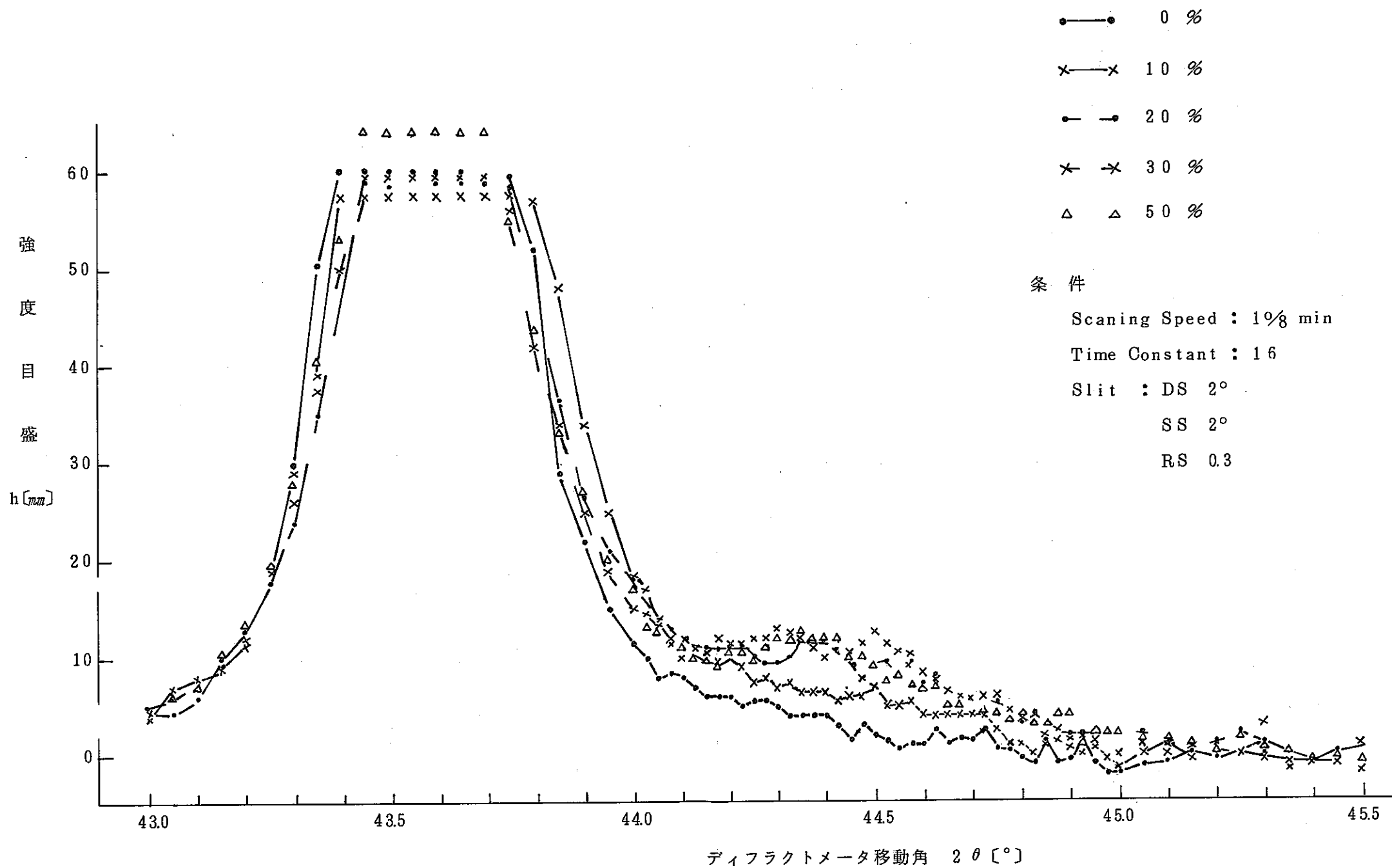
### X 線 回 析 結 果

冷間加工度の異なる板材 (SUS 316) の X 線回折 [I]



冷間加工度の異なる板材のX線回折 [II]

加工マルテンサイト発生格子面 (1.1.0)



## データ解析プログラム

\* RDADY

LIST

```
10 REM      SUS 316 CLOD WORK MAGNETIC MEASURMENT DATA
15 LWRITE "  SUS 316 COLD WORK MAGNETIC MEASURMENT DATA"
17 LINE 2
20 LWRITE "MAG[G]"
25 LWRITE TAB 2, "OR      NO. ";
30 LWRITE TAB 20, "DATA[N]  DATA[S]  TIME[N]";
35 LWRITE TAB 50, "TIME[S]  PANGE";
40 LWRITE TAB 70, "GAP      GAUSS[N]";
45 LWRITE TAB 90, "GAUSS[S]";
50 LWRITE TAB 100 "TOTAL GAUSS"
55 LWRITE TAB 3, "DEMAG"
60 LWRITE TAB 23, "C      C";
62 LWRITE TAB 43, "LC     LC";
64 LWRITE TAB 82, "[MG]   [MG]";
66 LWRITE TAB 103 "N+S [MG]"
75 LWRITE
77 WRITE
80 READ A0
90 READ A1
100 READ A2
110 READ A3
120 READ A4
130 READ A5
140 READ B1
150 READ B2
160 READ B3
170 READ B4
180 READ B5
190 READ B6
195 IF B6=100 GOTO 77
200 LET C1=(257*B1/B2)*4
210 LET C2=(257*S3/B4)*4
220 IF B5=.5 GOTO 260
230 IF B5=1 GOTO 290
240 IF B5=5 GOTO 320
250 IF B5=10 GOTO 350
260 LET C3=C1/100
270 LET C4=C2/100
280 GOTO 370
290 LET C3=C1/50
300 LET C4=C2/50
310 GOTO 370
320 LET C3=C1/10
330 LET C4=C2/10
340 GOTO 370
350 LET C3=(C1/5)/(.806+B6)
360 LET C4=(C2/5)/(.806+B6)
370 LET C5= ABS (C3+C4)
375 LWRITE
380 IF A0=0 420
390 IF A0=1 440
400 IF A0=2 460
410 IF A0=3 480
420 LWRITE
430 GOTO 500
440 LWRITE "1000"
450 GOTO 500
460 LWRITE "2000"
470 GOTO 500
480 LWRITE "3000";
500 LWRITE TAB 7;A1;
510 IF A2=2 GOTO 540
520 LWRITE "B";
530 GOTO 550
540 LWRITE "E";
550 LWRITE A3;
560 IF A4=2 GOTO 590
570 LWRITE "C";
580 GOTO 592
590 LWRITE "R";
592 IF A5=2 GOTO 598
594 LWRITE "C";
596 GOTO 600
598 LWRITE "R";
600 LWRITE TAB 21;B1; TAB 31;B3; TAB 41;B2; TAB 51;B4; TAB 61;B5 TAB 70;B6;
610 LWRITE TAB 80;C3; TAB 90;C4; TAB 100;C5
620 GOTO 77
630 END
```

A0 : 着磁量 or 脱磁

A1 : 加工度

A2 : 試料採取方向 [ E or B ]

A3 : 試料 №

A4 : 着磁面 [ C or R ]

A5 : 測定面 [ C or R ]

B1 : 積分値

B2 : 時間 B5 : 感度

B3 : 積分値 B6 : ギャップ

B4 : 時間

積分器

Time Constant : 20 257

" : 60 30529 (テープに入力してある)