

白色 X 線マイクロビーム、二次元検出器と半導体検出器を用いたステンレス鋼の粒界近傍局所応力測定—冷間加工度の影響—

Measurement of Micro Stress Distribution near the Grain Boundary of Stainless Steel using White X-ray Micro Beam, Flat Panel Sensor and Solid State Detector –Effect of cold-work-

山田 卓陽^a, 福村 卓也^a, 有岡 孝司^a, 宮澤 知孝^b, 梶原 堅太郎^b, 佐藤 眞直^b, 橋本 保^b
 Takuyo Yamada^a, Takuya Fukumura^a, Koji Arioka^a, Tomotaka Miyazawa^b, Kentaro Kajiwara^b,
 Masugu Sato^b, Tamotsu Hashimoto^b

^a(株)原子力安全システム研究所, ^b(公財)高輝度光科学研究センター
^aINSS, ^bJASRI

ステンレス鋼の粒界型応力腐食割れにおいて重要な影響因子である粒界応力集中挙動を、SPring-8 の白色 X 線マイクロビーム、二次元検出器と半導体検出器を用い、直接測定することを試みた。その結果、粒界近傍の局所的な応力集中傾向を確認することができた。それらの結果から、その応力集中傾向が、冷間加工度により異なることが示唆された。

キーワード： ステンレス鋼、局所応力測定、結晶粒界、粒界応力集中、白色 X 線マイクロビーム、エネルギー分散型 X 線回折

背景と研究目的：

著者らの研究結果等[1-8]によれば、高温水中における非鋭敏化ステンレス鋼の粒界型応力腐食割れ (IGSCC) 進展速度は、冷間加工度により増大する。この影響因子のひとつとして、粒界近傍での歪あるいは応力集中が冷間加工度に伴い大きくなるのが、他の手法で指摘されている[9]。しかし、実際に粒界近傍の応力について実測した例は、著者らの知る限り表面での測定結果 1 例のみ[10]であり、十分な検討は行われていない。非鋭敏化冷間加工材の IGSCC メカニズムの解明は、高経年化を迎える軽水炉における重要課題のひとつであり、このメカニズムを応力あるいは歪の観点から検討することが全体計画の目的である。この課題解決のために、SPring-8 BL28B2 にて、白色 X 線マイクロビームと波長分散型 X 線回折による金属材料内局所応力測定 (Energy-dispersive X-ray Diffraction Microscopy :EXDM) 技術を開発した[11-12]。本課題では、この手法を適用し、冷間加工なし (0%CW) 材と 20%冷間圧延 (20%CW) 材について、粒界近傍の応力集中傾向、およびその冷間加工度依存性について検討した。

実験：

供試材は冷間加工度の影響評価のため、0%CW 材として SUS316 溶体化材を、20%CW 材として SUS316 の板材に 20%冷間圧延を施したものをを用いた。0%CW 材は任意位置から、20%CW 材は、TD-ND 面に平行に引張試験片 (ゲージ部:長さ 3mm, 幅 1mm, 厚さ 0.26mm) を切り出し、EXDM 測定に供した。使用した SUS316 は、1200°C 105 分の溶体化熱処理により、平均結晶粒径を約 0.35μm とした。

EXDM 測定は、SPring-8 の BL28B2 において実施した。図 1 に、実験の概念図を示す。試験片は小型の引張試験機に設置し、スリットを用いてマイクロビーム化した白色 X 線 (最小 10μm × 10μm) を透過配置で照射した。得られる回折パターンデータは 2 次元検出器 (flat panel sensor, FPS) で 2 次元画像として取得し、この画像データの回折ピークスポット位置に半導体検出器 (solid state detector, SSD) を設置して各回折ピークのエネルギーを分析した。これらのデータから得られる各回折ピークの回折角とエネルギーからそれぞれの回折面間隔 $d_{(hkl)_i}$ 値を求め、各回折面に生じている弾性歪 ($\epsilon_{(hkl)_i}$) を、次式から求めた。

$$\epsilon_{(hkl)_i} = (d_{(hkl)_i} - d_{(hkl)_0}) / d_{(hkl)_0}$$

ここで、 $d_{(hkl)_i}$ は任意の結晶粒の任意の面間隔、 $d_{(hkl)_0}$ は、基準値 d_0 として、今回測定した 0%CW

材の全ての d 値の平均値とした。さらに各結晶粒(測定点)につき、複数の回折面の弾性歪の情報から、その結晶粒(測定点)に発生している応力状態について次のような手順で応力テンソル解析[12]を行った。まず Z 方向(試料面法線方向)には応力が開放していると仮定し、次式から結晶粒毎(および結晶粒内微小部)の応力評価を実施した。

$$\varepsilon_{(hkl)_1} = A_{(hkl)_1}\sigma_x + B_{(hkl)_1}\tau_{xy} + C_{(hkl)_1}\sigma_y$$

$$\varepsilon_{(hkl)_2} = A_{(hkl)_2}\sigma_x + B_{(hkl)_2}\tau_{xy} + C_{(hkl)_2}\sigma_y$$

$$\varepsilon_{(hkl)_3} = A_{(hkl)_3}\sigma_x + B_{(hkl)_3}\tau_{xy} + C_{(hkl)_3}\sigma_y$$

ここで、A,B,C は、SUS316 の結晶構造に対する弾性異方性と、回折面座標、結晶座標、試料座標間の座標変換行列から計算される定数であり、 σ_x 、 σ_y はそれぞれ荷重負荷方向およびその垂直成分の応力、 τ_{xy} は、せん断応力である。

本課題では、以下の条件で測定を実施した。

1. 20%CW 材の引張試験片について、応力水準 2 条件(無負荷、300MPa(歪として約 0.3%))
2. 0%CW 材の引張試験片について、応力水準 2 条件(無負荷、180MPa(歪として約 3%))

引張試験片の基本形状を図 2 に示す。試験片ゲージ部の 1mm×3mm の範囲を測定対象とした。材料の引張特性(丸棒試験片、クリップゲージ測定範囲)を図 3 に示す。事前に測定したこの引張特性をもとに、設定する負荷応力を決定した。20%CW 材の場合に設定した負荷応力 300MPa は約 0.3%歪に相当し、図 3 からほぼ弾性変形範囲内である。0%CW 材の場合に設定した負荷応力は、0.1%耐力程度の応力(220MPa)を予定したが、結果として 180MPa で約 3%歪まで塑性変形し、塑性変形条件での計測とした。応力測定は、結晶粒毎の測定後、結晶粒界の測定を実施し、これらのデータの解析結果から、詳細な測定をすべき粒界を選定した。結晶粒毎の応力測定では、スリットで 50 μ m×50 μ m に成型したビームを使用した。粒界近傍の測定ではスリットで 10 μ m×10 μ m に成型したビームを使用し、5 あるいは 10 μ m ステップで測定を実施した。

結果および考察：

0%CW 材の測定結果の代表例を図 4 に示す。試料上で X 線照射位置を走査し、FPS で得られた回折パターンの変化から同定した粒界像を図 4(a)と(b)に示す。図には測定位置における主応力(σ_1, σ_2)をその方向と大きさに応じて示した。なお、赤は引張、青は圧縮の応力を示す。粒界像は黒く見える部分が結晶粒界に相当[11]する。図 4(c)は、粒界部の応力として最大値を示した粒界を含む粒界近傍の応力分布である。図中左側の結晶粒では、粒界に向かって応力集中する傾向が観察された。応力の最大値は、負荷応力の約 4 倍であった。図 5(a)に 20%CW 材の FPS 粒界像と結晶粒界応力測定位置(1~4)を示す。図 5(b)には、主応力 σ_1 を外部負荷応力 0, 300MPa ごとに示した。20%CW 材の粒界部でも応力集中傾向が確認された。その応力集中傾向は、測定粒界ごとに異なり、全測定データの最大値は負荷応力の約 5 倍の値を示した。

以上の測定結果から、SUS316(0%CW 材、20%CW 材)の粒界近傍の応力集中傾向として、以下の傾向が観察された。

1. 粒界での応力集中傾向を確認した。この応力集中傾向は全ての粒界で等価に発生するものではなく、不均一であった。
2. 0%CW 材の最大の応力集中部では、負荷応力(180MPa、歪として約 3%)に対して、約 4 倍であった。
3. 20%CW 材で確認された粒界応力集中傾向は、負荷応力(300MPa、歪として約 0.3%)に対して 0%CW 材より高い値を示し、最大値で負荷応力の約 5 倍であった。
4. 以上の結果から、応力集中傾向は、冷間加工度により異なることが示唆された。

今後これらの材料挙動と IGSCC 挙動の関係を検討していく予定である。

参考文献：

- [1]Y.Kanazawa, M.Tsubota, Corrosion 94' Nace, Baltimore, (1994), Paper No.237.
- [2]M.O.Spidel, Vortrag 5 VGB Konferenz: Korrosion und Korrosionsschutz in der Kraftwerkstechnik, Essen, (1995)
- [3]P.L.Andresen, T.M.Angeliu, W.R.Catlin, L.M.Young and R.M.Hprn, Corrosion/2000, paper No.203(2000)
- [4] P.L.Andresen, L.M.Young, W.R.Catlin and R.M.Horn, Corrosion/2002, Paper No.2511(2002)

- [5] T. Shoji, G. Li, J. Kwon, S. Matsushima and Z. Lu, Proceedings of the 11th Int. Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems, Stevenson, WA, (2003), pp.834-844.
- [6] M.L. Castano Marin, M.S. Garcia Redondo, G. de Diego Velasco, D. Gomez Biceno, Proceedings of the 11th Int. Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems, Stevenson, WA, (2003), pp.845-854.
- [7] 寺地巧, 山田卓陽, 千葉吾郎, 有岡孝司, INSS JOURNAL, Vol.13, (2006), pp.179-193.
- [8] K. Arioka, T. Yamada, T. Terachi and G. Chiba, Corrosion 62, 7(2006), pp.568-575.
- [9] 例えば, L.M. Yong, P.L. Andresen, T.M. Angeliu, Corrosion/2001, paper No.01131(2001).
- [10] T. Yonezawa, T. Iwamura, Fontevraud 6, 3b-A137(2006).
- [11] K. Kajiwara, M. Sato, T. Hashimoto, I. Hirose, T. Yamada, T. Terachi, T. Fukumura, K. Arioka: *Phys. Stat. Sol. a*, **206** (2009), 1838-1841.
- [12] K. Kajiwara, M. Sato, T. Hashimoto, T. Yamada, T. Terachi, T. Fukumura, K. Arioka: *ISIJ International*, (accepted).

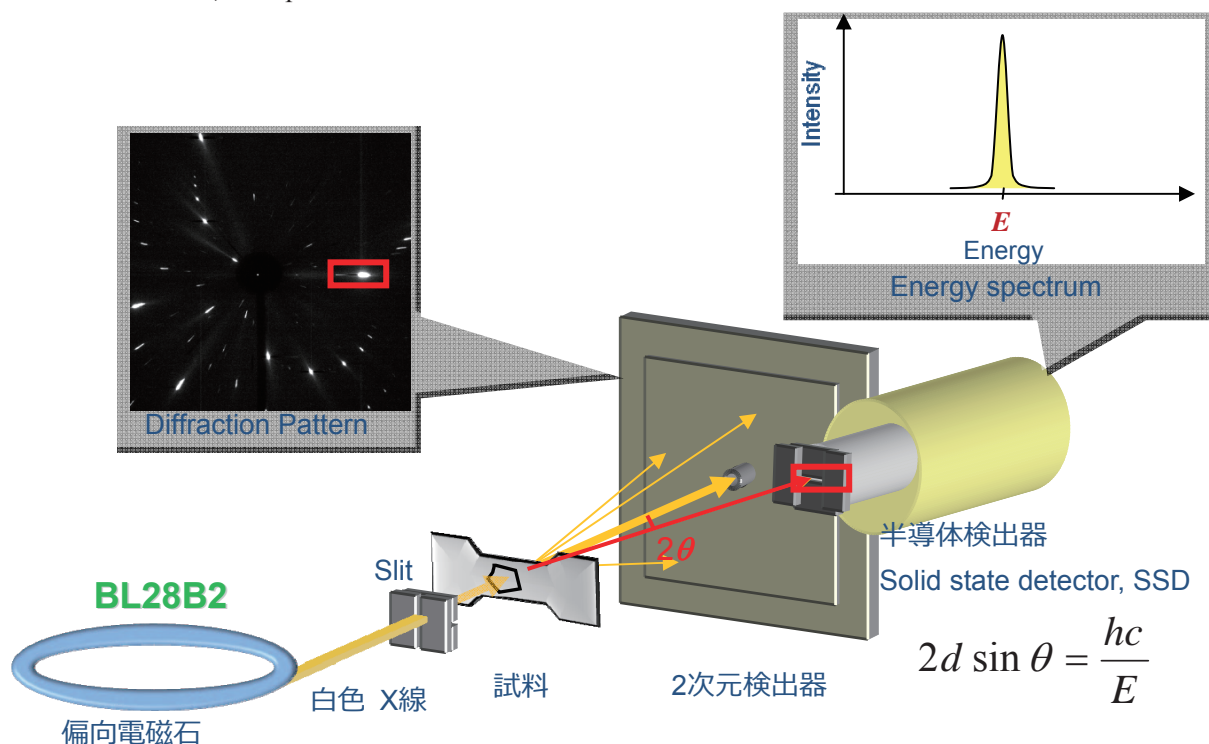


図1. 白色 X 線マイクロビームによる微小部応力測定技術の概念図

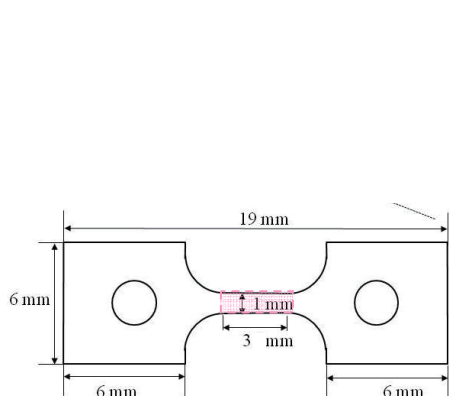


図2. 微小引張試験片形状

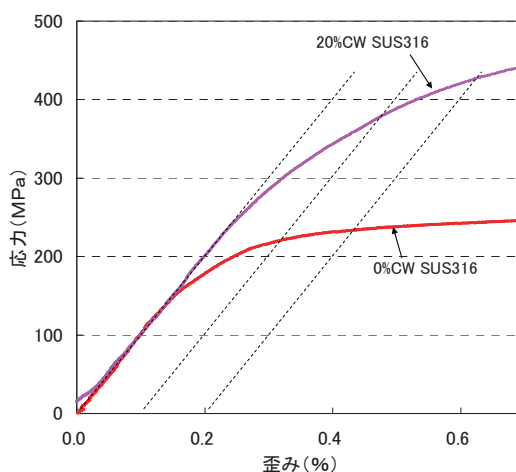
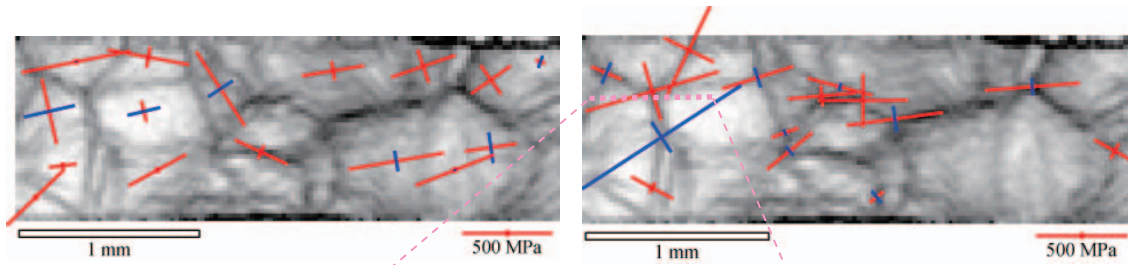
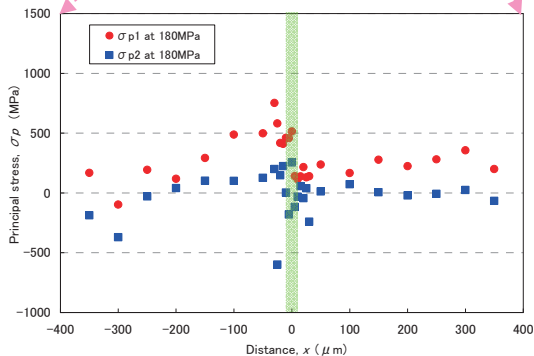


図3. 引張試験結果(クリップゲージ使用範囲)



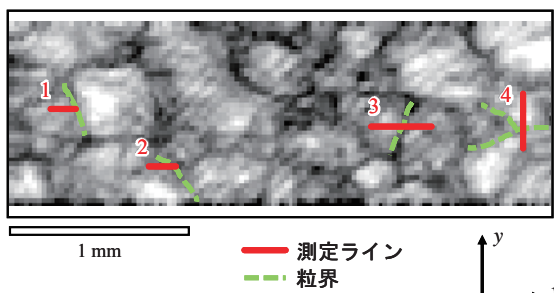
(a) 粒界像と結晶粒毎の応力分布

(b) 粒界像と結晶粒界部の応力分布

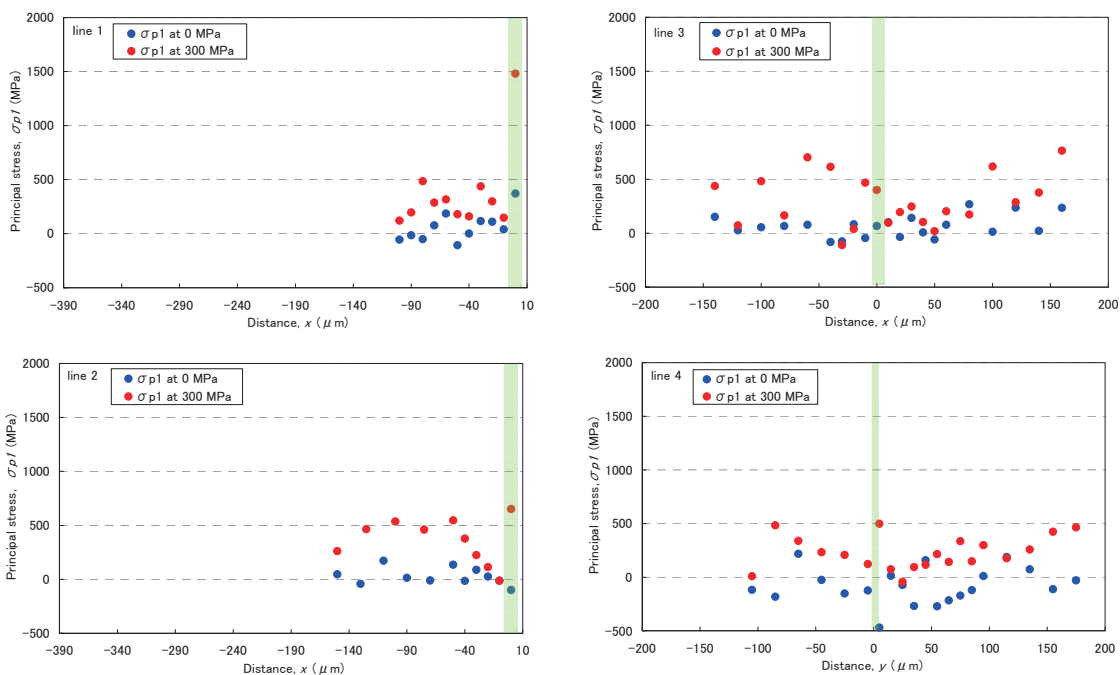


(c) 粒界近傍の応力測定結果

図 4. 0%CW 材の応力測定結果の代表例 (外部負荷応力 180MPa(約 3%ひずみ))



(a)粒界像と応力分布測定位置



(b) 粒界近傍の応力分布測定結果

図 5. 20%CW 材の応力測定結果の代表例 (外部負荷応力 300MPa(約 0.3%ひずみ))