

EXDM を用いた冷間加工ステンレス鋼の微小部応力測定 —結晶粒界応力分布—

Measurement of Micro Stress on Cold Worked Stainless Steel using Energy-dispersive X-ray Diffraction Microscopy -Stress Distribution of Grain Boundary-

山田 卓陽^a, 青木 政徳^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, Masanori Aoki^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、白色 X 線マイクロビームとエネルギー分散型 X 線回折による金属材料内部微小部応力測定 (Energy-dispersive X-ray Diffraction Microscopy) 技術を用いて測定した。本報告では、冷間加工を加えたステンレス鋼の粒界部の局所応力を網羅的に測定し、その粒界部の応力分布が応力負荷後に均一に増加するのではなく、部分的に高い値を示す傾向を確認した。

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 (Energy-dispersive X-ray
Diffraction Microscopy :EXDM)

背景と研究目的：

初期の沸騰水型軽水炉 (boiling water reactor, BWR) におけるステンレス鋼の粒界型応力腐食割れ (Intergranular stress corrosion cracking, IGSCC) メカニズムは、溶接時の熱影響等による熱鋭敏化 (材料中 Cr が、粒界に Cr 炭化物として析出し、その周りで Cr 濃度が低下し、粒界近傍の耐食性が低下する現象) が知られている。この熱鋭敏化を緩和するため、低炭素ステンレス鋼等の対策材が用いられてきたが、近年、一部の軽水炉において、この対策材においても IGSCC の事例が報告されている (BWR のシュラウドなど)。著者らの研究結果を含む近年の研究成果 [1-9] から、高温高圧水中における非鋭敏化ステンレス鋼の IGSCC 進展速度は、冷間加工 (cold work, CW) 度により増大し、従来のような熱鋭敏化が原因ではないものと推定されている。鋭敏化ステンレス鋼と非鋭敏化 CW ステンレス鋼の IGSCC は、どちらも粒界型の進展経路を示す。粒界弱化機構として、鋭敏化材では前述のとおり粒界の耐食性低下が考えられるが、非鋭敏化 CW 材ではその合理的説明がなされていない。このメカニズムのひとつとして、粒界近傍での局所応力集中が CW 度に伴い大きくなること、計算機等の手法で提案されている [9]。しかし、実際に粒界近傍の局所応力を実測した例は、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 CW ステンレス鋼の IGSCC メカニズムの解明は、軽水炉の安全研究における重要課題のひとつであり、このメカニズムの一端を、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。我々の研究グループでは、この課題解決のため測定技術の開発から取り組んできた。2010A 期には、微小領域の応力測定技術である energy dispersive x-ray diffraction microscopy, EXDM の基礎開発が完了 [11][12] し、既に SUS316 において変形中の結晶粒毎の応力分布傾向を確認している。また、2012A 期には結晶粒界近傍での応力集中傾向を捉えることに成功し、CW 度の違いによってその傾向が異なる可能性を確認している [13]。

本課題では、この EXDM を用い、CW SUS316 試料中の結晶粒界部の応力分布を網羅的に評価し、結晶粒界部での応力集中傾向について、応力集中する粒界の特徴を捉えることを第 1 目標として実施した。

実験：

供試材は市販の SUS316 に 1200°C105 分の溶体化熱処理を施し、平均結晶粒径を 0.35 mm としたものをを用いた。この板材に 20%冷間圧延を施し、TD-ND 面に平行に引張試験片(ゲージ部：長さ 3 mm, 幅 1 mm, 厚さ 0.26 mm)を切り出し、EXDM 測定に供した。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 10 $\mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$)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(および結晶粒界近傍微小部)の応力評価を実施した。

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

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

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

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。本報告では、主応力(σ_{p1}, σ_{p2})についてもその方向と大きさに応じて算出した。応力値として、どのような値を用いるべきか議論の分かれるところであるが、塑性変形のひとつの指標としてミーゼス相当応力(σ_m)についても次式より算出した。

$$\sigma_m = \sqrt{\frac{1}{2} \{ \sigma_{p1}^2 + \sigma_{p2}^2 + (\sigma_{p1} - \sigma_{p2})^2 \}}$$

本課題では、20%CW 材の引張試験片について、応力水準 2 条件(無負荷、300 MPa(歪として約 0.3%))で測定を実施した。引張試験片の基本形状を図 2 に示す。試験片ゲージ部の 1 mm \times 3 mm の範囲を測定対象とした。材料の引張特性を図 3 に示す。300 MPa の負荷応力では約 0.3%歪に相当し、図からはほぼ弾性変形範囲内である。

結果および考察：

図 2 のように引張試験片の平行部(図中ピンクの範囲)を FPS でスキャンし、結晶粒界像を取得した。図 4(a)の代表例を示す。この粒界像で黒い部分で且つ回折パターンが 2 重パターンとなる位置を粒界として特定した。実際の測定位置の代表例を図 4(b)に示す。この位置での応力測定結果の代表例を図 4(c)に示す。図から粒界位置ごとの特徴を捕らえるのが困難なため、図 5 のように粒界上の測定点間距離ごとにミーゼスの相当応力を示す。図 5 左は、図 4(b)の粒界 1 に、図 5 右は図 4(b)の粒界 2 に、それぞれ相当する。また、図 5 中、青(中抜き青四角□)のマークで無負荷の応力を、赤(赤四角■)のマークで 300MPa 負荷後の測定結果を示す。図のように、両矢印で示した部位で、顕著に応力上昇する傾向が得られた。この図 5 の応力上昇位置と対応する粒界位置を図 4(b)に同じ両矢印(\leftrightarrow)で示す。これらの結果から、粒界上の応力は応力負荷によって全体的に均一上昇するのではなく、部分的に他の部位より高くなる傾向がある。

今後の課題：

応力負荷後に粒界応力が上昇する領域の特徴について、今後更なる検討が必要である。

参考文献：

- [1] Y.Kanazawa and M.Tsubota, Corrosion 94' Nace, Baltimore, Paper No.237(1994).
- [2] M.O.Spidel, Vortrag 5 VGB Konferenz: Korrosion und Korrosionsschutz in der Kraftwerkstechnik, Essen,(1995).
- [3] P.L.Andresen, et al., Corrosion/2000, Paper No.203 (2000).
- [4] P.L.Andresen, et al., Corrosion/2002, Paper No.2511 (2002).
- [5] T.Shoji, et al., Proceedings of the 11th Int. Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems,Stevenson,WA, pp.834-844 (2003).
- [6] M.L.Castano, et al., 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, 他, INSS JOURNAL, Vol.13,(2006), pp.179-193.
- [8] K.Arioka, et al., Corrosion 62, 7, 568-575 (2006).
- [9] 例えば、L.M. Yong, et al., Corrosion/2001, 01131 (2001).
- [10] T. Yonezawa and T. Iwamura, Fontevraud, 6, 3b-A137(2006).
- [11] K. Kajiwara, et al., Phis. Stat. Sol. a, 206 (2009), 1838-1841.
- [12] K. Kajiwara, et al. ISIJ International, vol.53, 1, 165-169 (2013).
- [13] T. Miyazawa, et al., Proc. of 8th Pacific Rim Int. Conf. on Advanced Materials and Processing (PRICM-8), TMS, pp.3467-3473 (2013).

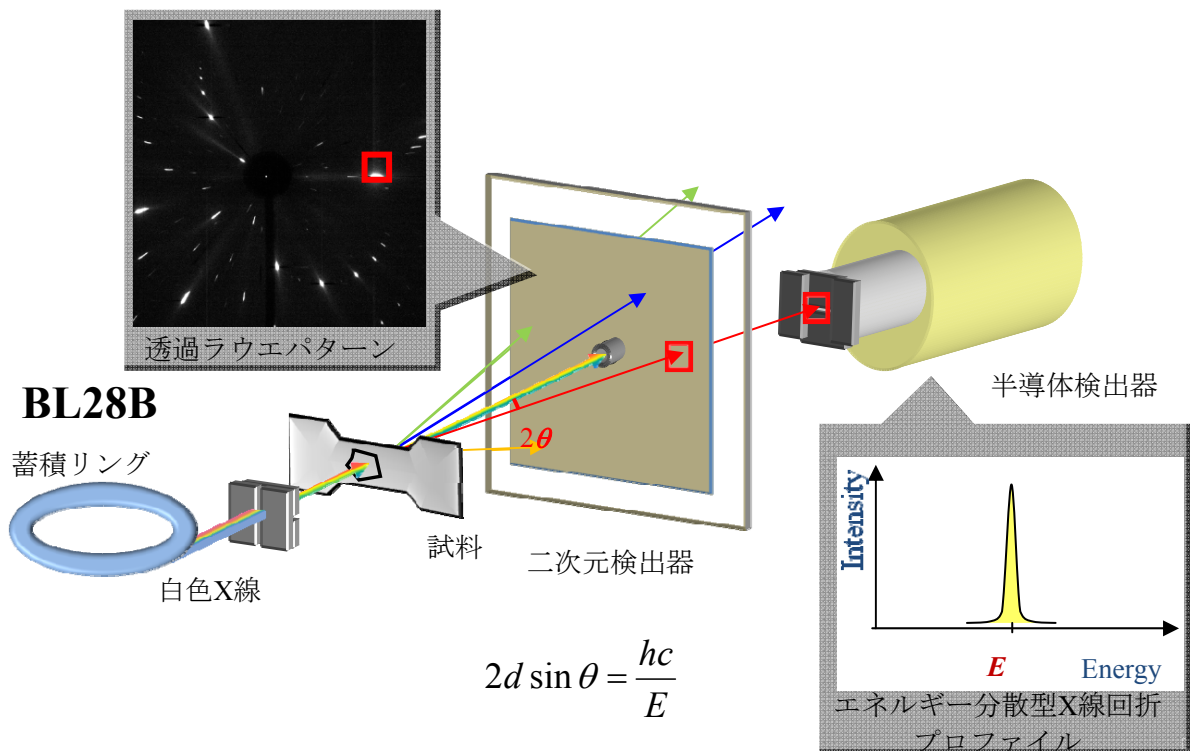


図1. 白色 X 線マイクロビームによる微小部応力測定技術の概念図

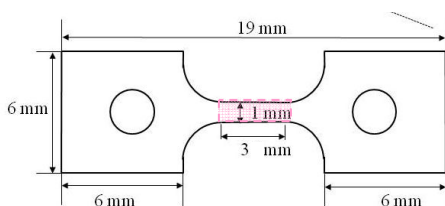


図2. 微小引張試験片形状

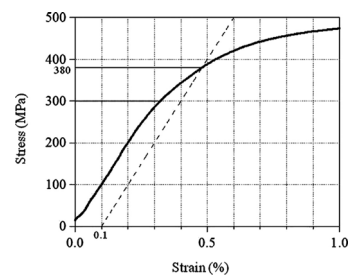


図3. 引張試験結果

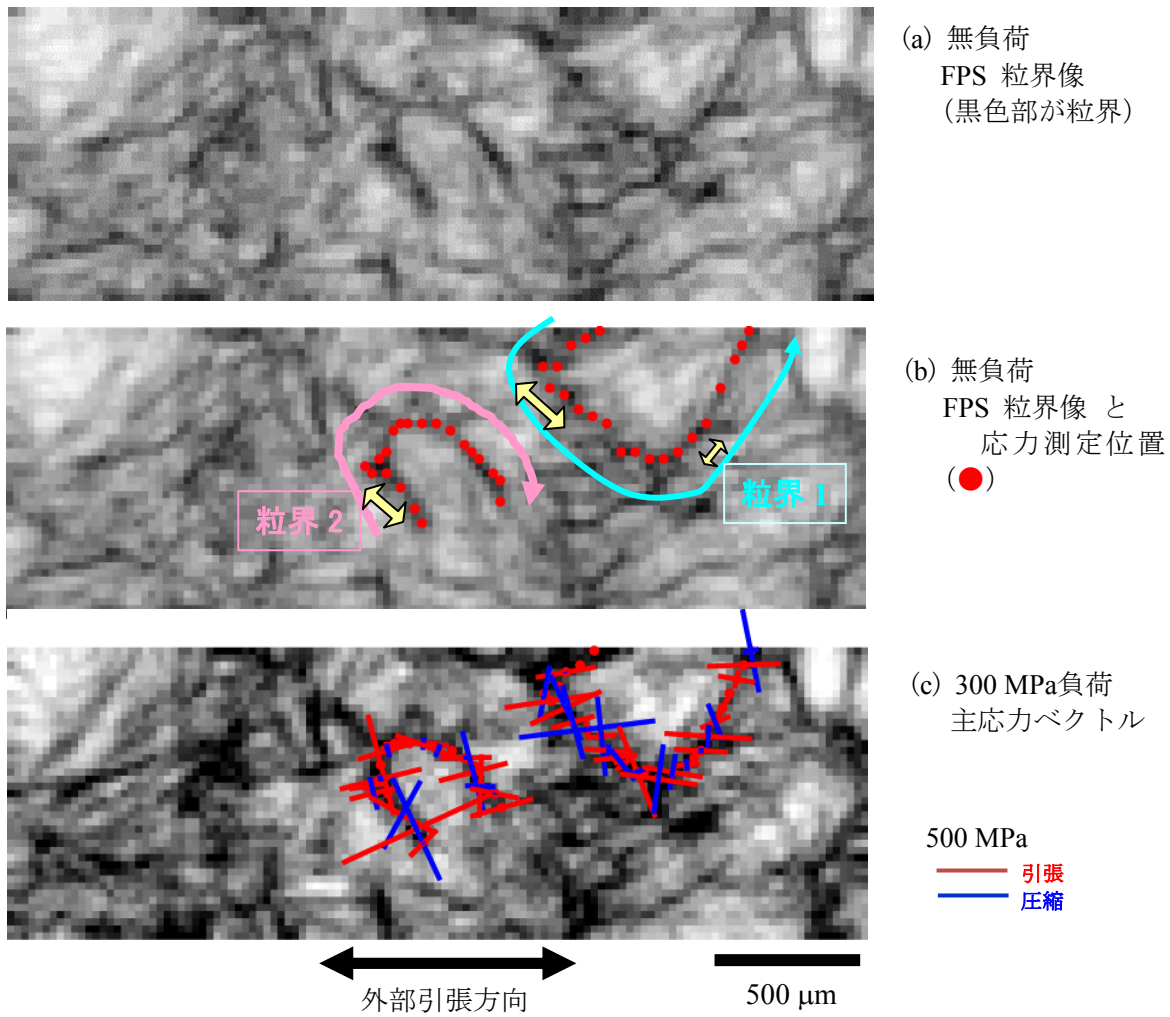


図 4. 粒界局所応力の応力分布測定例

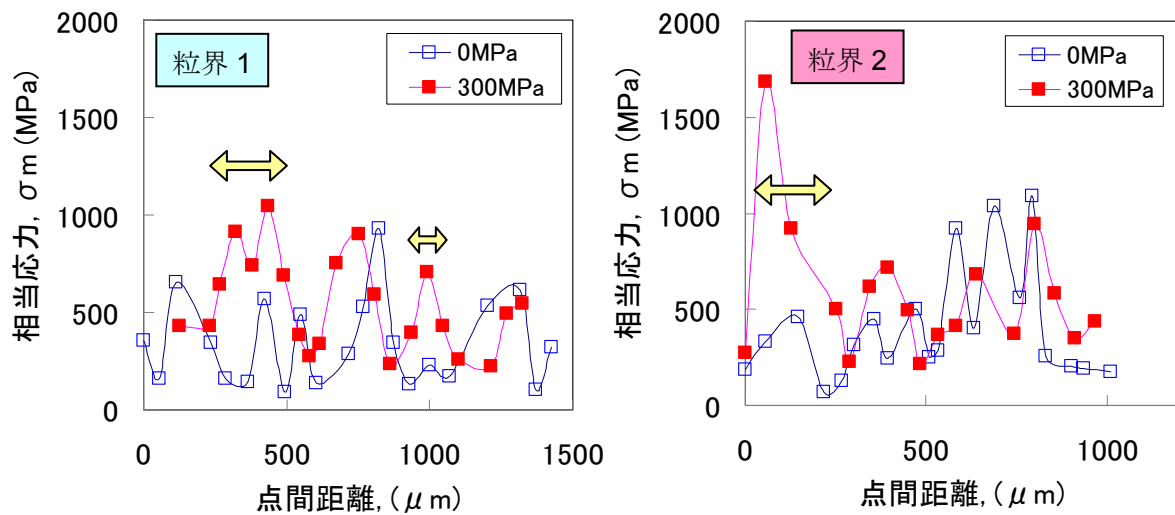


図 5. 粒界の応力分布測定例