

1. 課題番号：2006B0161
2. 課題名：ステンレス鋼の粒界での局所歪みの測定手法の検討—その1
3. 実験責任者所属機関および氏名：(株) 原子力安全システム研究所、有岡孝司
4. 使用ビームライン：BL28B2
5. 測定時期：平成18年11月26日（日）～28日（水）
6. 実験結果：

「利用目的および利用成果の概要」

我々の研究結果等⁽¹⁻⁸⁾によれば、高温高圧水中におけるステンレス鋼の粒界型応力腐食割れ (IGSCC) き裂進展速度は、冷間加工度により増大する。そのメカニズムの一端を解明すべく、IGSCCにおいて亀裂の発生箇所となる結晶粒界部に注目し、その局所的な歪みが、冷間加工度や応力負荷状態によりどのように変化するかを、SPring-8の白色X線のビームラインを用いて測定する試みを実施した。本研究目標である多結晶材料中の結晶粒界近傍の歪み分布測定の測定技術についてはこれまで経験がなく初めてのトライであるため、今回の主目的は必要なデータおよび精度を得るための実験条件の探索である。

今回の実験では、粒界部の局所的な歪み分布に、明確な冷間加工度・応力依存性は確認できなかったが、現状の測定方法・試験片作成方法などのいくつかの課題が明らかになった。そこで、別途申請した緊急課題枠においてそれらの検討項目について検討し、適切な測定方法の確立を目指す必要があることが分かった。

「利用方法および利用の結果得られた主なデータ」

本研究の目的は応力印加時にステンレス鋼に加わる平均的な歪みではなく、結晶粒界近傍に生じる局所的な歪み分布が冷間加工度によってどのように変化するかを検討することが目的である。そこで高輝度白色X線のマイクロビームを用いた波長分散型X線回折測定により個々の結晶粒中の結晶格子面間隔の分布を計測し、粒界近傍の歪み分布のデータを取得することとした。

測定試料として厚さ0.3mmの板状に加工したステンレス鋼(SUS316)の試験片を用意した。試料としては、応力印可時の影響と冷間加工度の影響を検討するため、加工度0、10および20%の3種類のもので、応力無負荷のもの、およびそれぞれの試料に対して引張機構のついた試料ホルダーを用い、耐力程度の引張応力を印加したものを用意した。実際の測定では、時間の関係で、応力を印加したもの3種類、応力無負荷のもの2種類の計5試料について測定を行った。

測定は白色X線回折ビームラインBL28B2で行った。入射光としてピンホールによりビームサイズを7 $\mu\text{m}\phi$ 程度に整形した高輝度白色X線のマイクロビームを用いた。測定には同ビームラインに設置された回折計を用い、試料ステージ上に設置された測定試料に白色マイクロビ

ームを透過配置で照射した。試料上のビームの照射位置の走査には試料ステージに組み込まれた自動ステージを用いた。回折 X 線の検出は 2 次元検出器のフラットパネルセンサー (FPS) と 0 次元検出器の半導体検出器 (SSD) を用いた。測定手順は以下のとおりである。

- ① まず試料下流に設置した FPS により回折パターンを確認し、照射位置を走査したときの回折パターンの変化から結晶粒の形状、位置の同定を行う。その後、格子面間隔分布測定を行う対象とする粒の選定を行う。
- ② 選択した結晶粒からの回折パターンから格子面間隔を同定する回折ピークを選択し、パターンからその回折角を導出する。
- ③ 選択した回折光のエネルギーを同定するために、FPS を撤去した後、導出した回折角の位置に回折計の検出器アームを用いて SSD を移動し、回折光のエネルギースペクトルを測定する。そのピークから回折光のエネルギーを同定する。
- ④ 得られた回折角、エネルギーのデータから回折ピークの格子面間隔を求める。

上記の手順を選択した結晶粒中の照射位置を走査しながら繰り返し、結晶粒中の格子面間隔の変化を測定した。

当初②の段階で FPS の画像データから回折角を同定する予定であったが、回折パターンは当初想定していたスポット状のものではなく、ブロードな形状を持ったパターン (図 1 参照) であったため、同定は困難であった。この原因としては結晶粒中の結晶子の配向分布が広がっていることを反映していることが考えられる。これについては事前の EBSP による組織観察でも冷間加工材について結晶粒内の結晶子の配向が冷間加工なしの材料と比較して乱れている様子が観察されている⁽⁹⁾。そこで③の手順において SSD の前にスリット (開口幅 0.5×2mm) を設置して広がった回折光の一部を切り出すことにより角度分解能を確保し、回折角の決定は回折計の検出器アームの回転角により制御した。

図 2 に冷間加工度 20 %の試料について引張応力印加の有無の違いを比較した結果を示す。今回、上記想定外の問題があったため、回折計の回転中心に試料位置を精度よくセッティングするための準備ができておらず、回折角を精度よく決定することができなかった。そのため、格子定数の絶対値の精度を確保することができなかったので、格子面間隔の相対的な変化から結晶粒中の歪み分布を推定することにした。図の下段に示した格子面間隔 (d) の分布のデータは、各結晶粒の格子面間隔データの平均値 (d_{avg}) で規格化した相対値 (d/d_{avg}) で示している。見てのとおり、データのばらつきが大きく、引張応力印加の有無による有意な差を確認することができなかった。冷間加工度 0 %の試料についても同様の結果となった。

「結論、考察、引用 (参照) 文献等」

引張応力印加および冷間加工度の影響を評価できなかった理由として、データのばらつきが大きく、各結晶粒に共通する傾向を確認できなかったことがある。この原因として想定されるものは以下の点である。

- (1) 結晶粒界の判別は照射位置走査時に FPS で検出した回折パターンが変化する位置が結

晶粒界であるとして同定を行ったが、回折ピークが結晶子の配向分布の広がりの影響でブロードな形状を示していること、さらにこの形状がこの配向分布を反映して結晶粒内で変化することから上記同定が非常に困難であった。そのため結晶粒界の判別が間違っている可能性がある。

- (2) 今回の実験ではブロードに広がった回折光の一部をスリットで切り出し、その SSD のエネルギースペクトルから格子面間隔の同定を行っている。すなわち照射域中にある配向分布を持つ複数の結晶子が存在し、その一部について歪みの評価を行っていることになる。各々の結晶子が受けるひずみに配向依存性がある場合、その影響を受けている可能性がある。

図 2 の上段に SSD のエネルギースペクトルのピーク強度分布を示す。これは各々の結晶子のサイズを反映していると考えられるが、プロファイルのがたつきが大きく、どこが結晶粒界か判別が難しい。この点も (1) 結晶粒界の同定の失敗、(2) 結晶子配向分布の影響を示唆している。

さらに試験片作成方法についても、問題点が示唆された。図 3 に冷間加工度 0%試験片の FPS の画像データを示す。この回折パターンが示すように加工による結晶子の配向分布の乱れが生じていないはずであるにもかかわらず回折ピークの形状がブロードになっている。この原因として試験片作成時の変形等の影響が考えられる。

以上の現状の測定方法・試験片作成方法などいくつか明らかになった課題については、別途申請した緊急課題枠においてそれらの検討項目について検討し、適切な測定方法の確立を目指す必要があることが分かった。

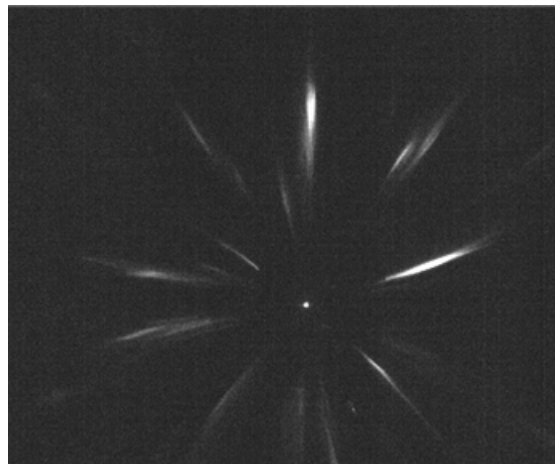


図 1. 冷間加工度 20%材の回折パターン

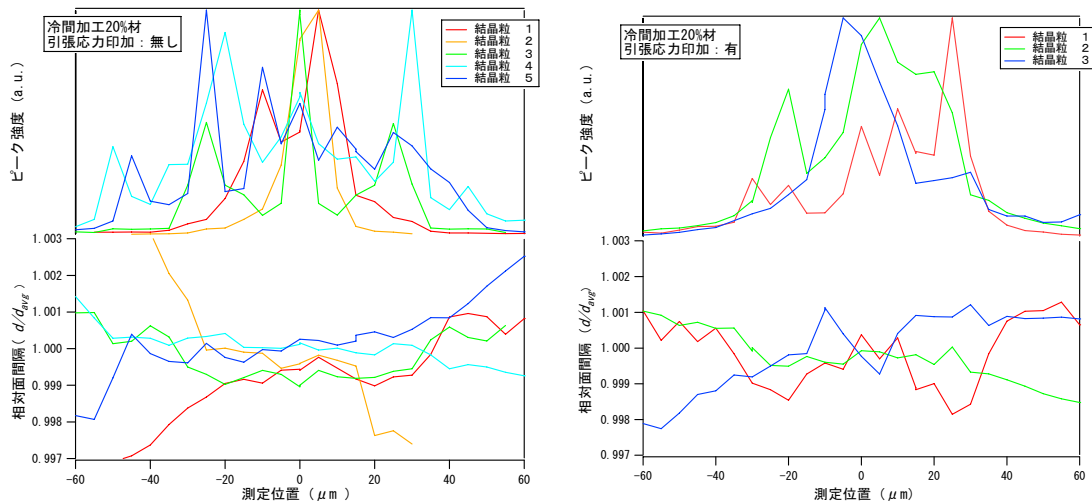


図 2. 冷間加工度 20%材 (引張応力印加無し (左) と有り (右)) の結晶格子面間隔の相対変化 (下段) および回折ピークの強度分布 (上段)

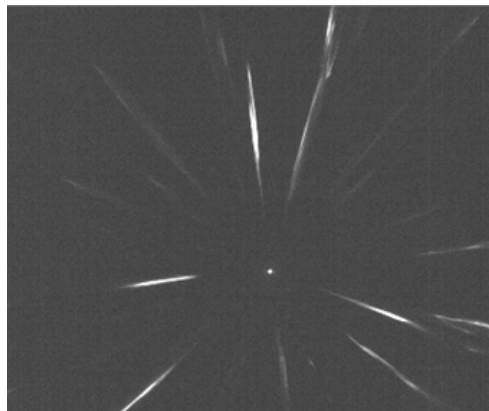


図 3. 冷間加工度 0%材の回折パターン

- (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 Eleventh International 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 Eleventh International 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) 山田卓陽, 有岡孝司, INSS JOURNAL, Vol. 12, (2005), pp.200-206.