

## EXDM を用いたステンレス鋳鋼の微小部応力測定 Measurement of Micro Stress on Cast Austenitic Stainless Steel using Energy-dispersive X-ray Diffraction Microscopy

山田 卓陽<sup>a</sup>, 青木 政徳<sup>a</sup>, 福村 卓也<sup>a</sup>, 有岡 孝司<sup>a</sup>,  
宮澤 知孝<sup>b,c</sup>, 梶原 聖太郎<sup>b</sup>, 佐藤 眞直<sup>b</sup>, 橋本 保<sup>b</sup>  
Takuyo Yamada<sup>a</sup>, Masanori Aoki<sup>a</sup>, Takuya Fukumura<sup>a</sup>, Koji Arioka<sup>a</sup>,  
Tomotaka Miyazawa<sup>b,c</sup>, Kentaro Kajiwara<sup>b</sup>, Masugu Sato<sup>b</sup>, Tamotsu Hashimoto<sup>b</sup>

<sup>a</sup>(株)原子力安全システム研究所, <sup>b</sup>(公財)高輝度光科学研究センター, <sup>c</sup>東京工業大学  
<sup>a</sup>INSS, <sup>b</sup>JASRI, <sup>c</sup>TUT

オーステナイトステンレス鋼(SUS316)の微小部応力測定で適用済みの、エネルギー分散型 X 線回折(Energy-dispersive X-ray Diffraction Microscopy)技術を、ステンレス鋳鋼(SCS14A)へ適用し、課題を検討した。SCS14A は、材料組成は SUS316 と同等であるが、鋳造組織でオーステナイト相としての粒径は mm サイズと粗大であること、且つフェライト相を一定量含有することが SUS316 と大きく異なる。本測定では、スポットサイズが十分に小さければ、SCS14A に 15%含まれるフェライト相からの信号は無視できるものと仮定し、素地部分であるオーステナイト相のみの評価を実施した。測定の結果、応力負荷なしの測定で、見かけ上圧縮傾向の測定値が多数得られた。この原因は、2 次元検出器中のラウエパターンにフェライト相のパターンが重畳し、この識別が不十分であること、半導体検出器で得られたエネルギースペクトルにフェライト相のエネルギーが重畳するケースも散見されることが原因と推定された。以上の結果から今後同材料の評価には、フェライト相を分離評価する手法開発が必要であることがわかった。

**キーワード：** ステンレス鋼、ステンレス鋳鋼、オーステナイト相、フェライト相、  
局所応力測定、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：

高温高圧水中における非鋭敏化ステンレス鋼(SUS316)の IGSCC 進展速度は、冷間加工度により増大する[例えば 1-6]。この特性把握のためには、粒界近傍のような微小部位の応力評価が必要と考え、白色 X 線(BL28B2)マイクロビームとエネルギー分散型 X 線回折(EXDM, Energy-dispersive X-ray Diffraction Microscopy)による金属材料内部微小部応力測定技術[7][8][9]を開発し評価を進めてきた。冷間加工を加えた SUS316 の粒界近傍の局所応力が網羅的に測定可能となり、その粒界近傍で応力集中傾向を確認している。また、応力集中傾向は粒界全周にわたって均一ではなく、部分的に高い値を示す傾向も明らかとなった。本課題では、PWR 環境下のステンレス鋳鋼(SCS14A)の SCC 進展挙動が、前述の冷間加工 SUS316 の SCC 進展に比べて著しく抑制することに着目した。SCS14A と SUS316 の結晶粒径および粒界形状が著しく異なるため、この両材料の SCC 特性には粒界応力状態が影響しているものと推察される[10][11]が、そのような評価を行った例はない。そこで、両材料の粒界近傍の応力集中傾向を明確にし、SCC 特性に与える影響を評価することが最終目標としている。

対象材料は、前述の SCS14A と比較材の SUS316 とし、測定手法は BL28B2 の白色 X 線を用いた EXDM である。SCS14A は、8~23%程度 bcc 構造のフェライト相を含み、それ以外の部分は fcc 構造のオーステナイト相である。SCS14A のオーステナイト相は、SUS316 と同等の化学組成であり、結晶構造も fcc なので、フェライト相からの信号が無視、あるいは分離できれば、そのまま EXDM 技術が適用可能であるが、フェライト相がどの程度影響するか不明である。そこで本課題では、フェライト相を含む影響を調べ、課題を整理した。

## 実験：

供試材は市販のSCS14A(フェライト相含有量 15%)を使用し、微小引張試験片(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(25  $\mu\text{m}$ ×25  $\mu\text{m}$ 、および最小 10  $\mu\text{m}$ ×10  $\mu\text{m}$ )を照射した。回折パターンは 2 次元検出器(flat panel sensor, FPS)で 2 次元画像として取得し、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。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、(1)式から求めた。

$$\epsilon_{(hkl)_i} = (d_{(hkl)_i} - d_{(hkl)_0}) / d_{(hkl)_0} \quad (1)$$

ここで、 $d_{(hkl)_i}$  は任意の結晶粒の任意の面間隔、 $d_{(hkl)_0}$  は無歪の面間隔として、今回測定した 0%CW 材の応力負荷前の全ての  $d$  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[9]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、(2)、(3)式から結晶粒および面間隔ごとの応力評価を実施した。

$$\epsilon_{(hkl)} = A_{(hkl)}\sigma_x + B_{(hkl)}\tau_{xy} + C_{(hkl)}\sigma_y \quad (2)$$

$$\sigma = \begin{bmatrix} \sigma_x & \tau_{xy} & 0 \\ \tau_{xy} & \sigma_y & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \sigma_{p1} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{p2} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (3)$$

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、 $\sigma_x$ 、 $\sigma_y$  はそれぞれ荷重負荷方向およびその垂直成分の応力、 $\tau_{xy}$  は、せん断応力である。各結晶粒につき 3 個以上の回折面の弾性ひずみのデータがあれば、この関係式の連立方程式を解くことで  $\sigma_x$ 、 $\sigma_y$ 、 $\tau_{xy}$  を求めることができ、併せて主応力成分である  $\sigma_{p1}$ 、 $\sigma_{p2}$  も求めることができる。

## 結果および考察：

図 2 に応力負荷前のステンレス鋼の結晶方位と応力測定結果例を示す。図 2(a)にオーステナイト相とフェライト相を含めた EBSD による結晶方位図、図 2(b)にはフェライト相のみの結晶方位図を示す。フェライト相は幅数  $\mu\text{m}$  長さ数 10~100  $\mu\text{m}$  の島状の形態でオーステナイト相中に均一に分布している。オーステナイト相の結晶粒径は mm サイズであり、ゲージ部(3 mm×1 mm)に収まっていない。図 2(c)は、FPS で得られた回折パターンの変化率を画像化したものである。黒い部分が変化率の大きい部位で、回折パターンの変化が大きい部位、即ち粒界に相当する[7]。図 2(c)の黒色部と図 2(a)の結晶粒界は概ね対応することがわかる。粒内の各点における応力測定結果を図 2(c)上に線で示した。線の色は基準値  $d_{(hkl)_0}$  に対して赤が引張、青が圧縮の応力を示し、線の方向が応力の方向を示す。また中抜きの赤丸は解析不能点である。解析結果の多くは圧縮傾向の解析結果となるとともに、500 MPa を超える応力値も算出された。本測定条件は、冷間加工なしで応力も負荷しておらず、応力は 0 近傍になるはずであるので、測定誤差を含んでいると考えられる。この誤差は、ラウエパターンにオーステナイト相だけでなくフェライト相のスポットも混ざっており、エネルギースペクトルも分離されず測定されていることが、解析不能点の発生や応力値に影響を与えていると推定された。そこで、代表的な個別エネルギースペクトルを図 3 に示す。図の横軸のチャンネル数はエネルギー値に対応する。比較のため、SUS316(スポットサイズ 25×25  $\mu\text{m}$ )のピークの代表例を黒線で示す。SCS14A の測定はスポットサイズ 10×10  $\mu\text{m}$  の代表例である。図から、SCS14A では、赤点線のように SUS316 のピークと形状が変わらないものと、ピークの重畳があるもの(緑点線)が確認された。前者は、SUS316 のピーク形状と類似しており、オーステナイト相のみのピークと考えられる。後者でみられるピークの重畳は、フェライト相を含まない SUS316 では確認されないもので、フェライト相によるものと考えられる。

今回用いた供試材のフェライト相率は 15%であることからスポットサイズが十分に小さければ、

フェライト相からの信号は無視できるものと想定していたが、一定の割合で影響することが分かった。今後このような重畳ピークを効率的に判別し、ピーク分離あるいは解析除外点として取り扱うことができれば、オーステナイト相における応力評価は可能となる。

**今後の課題：**

フェライト相を考慮した解析手法を開発するとともに、データ精度の検証などの基礎的検討が必要である。

**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 et al., Corrosion/2000, paper No.203 (2000).
- [4] 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).
- [5] M.L.Castano Marin et al., Proceedings of the 11th Int. Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems, Stevenson, WA, pp.845-854 (2003).
- [6] K.Arioka et al., Corrosion 62, 7, pp.568-575 (2006).
- [7] K. Kajiwara et al., *Phys. Stat. Sol. a*, **206**, 1838-1841 (2009).
- [8] K. Kajiwara et al., *ISIJ International*, vol.53, No.1, pp.165-169 (2013).
- [9] T. Miyazawa et al., Proc. of 8th Pacific Rim Int. Conf. on Advanced Materials and Processing (PRICM-8), TMS, pp. 3467-3473 (2013).
- [10] 山田卓陽 他、INSS JOURNAL, Vol.18, pp.158-169 (2011).
- [11] Takuyo Yamada et al., Nuclear Plant Chemistry Conference 2010.

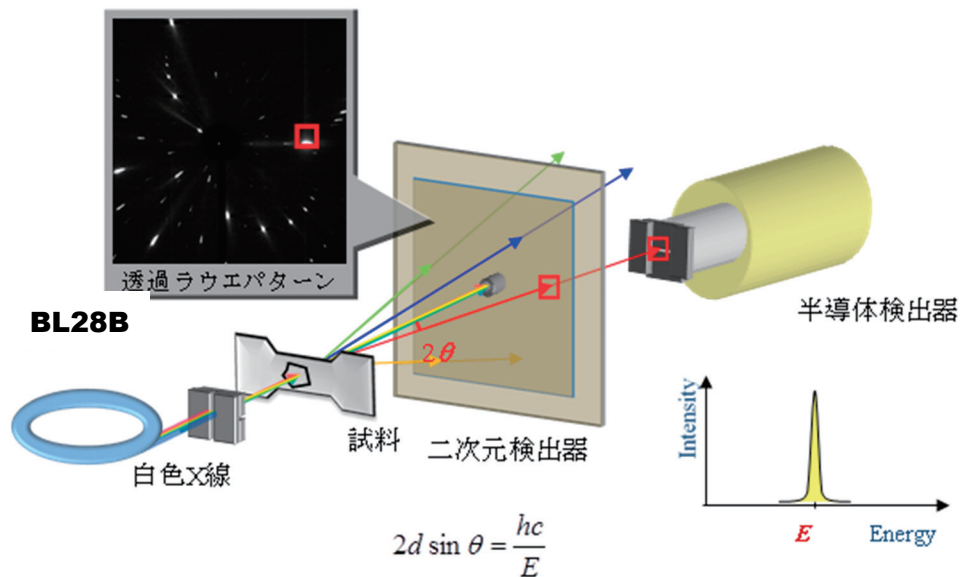
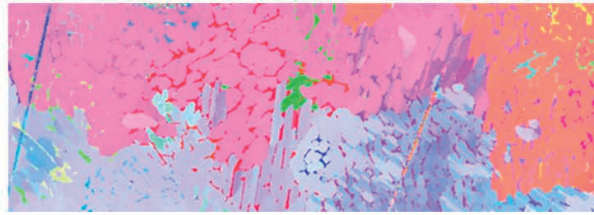
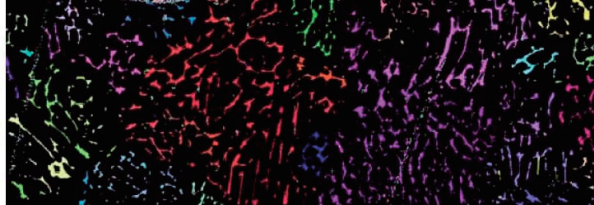


図1. 白色 X 線マイクロビームによる微小部応力測定概念図

(a)結晶方位図(オーステナイト相+フェライト相)

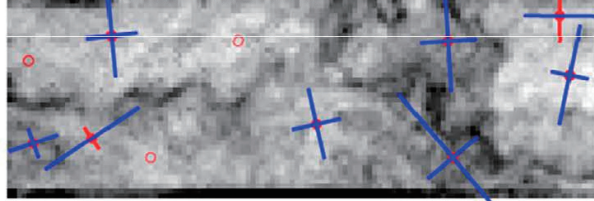


(b)結晶方位図(フェライト相抽出)



結晶方位  
カラーコード

(c)FPS粒界像と測定結果



主応力  
赤：引張  
青：圧縮

500 MPa

1 mm

図 2. ステンレス鋳鋼の粒毎の応力測定結果例(外力負荷前)

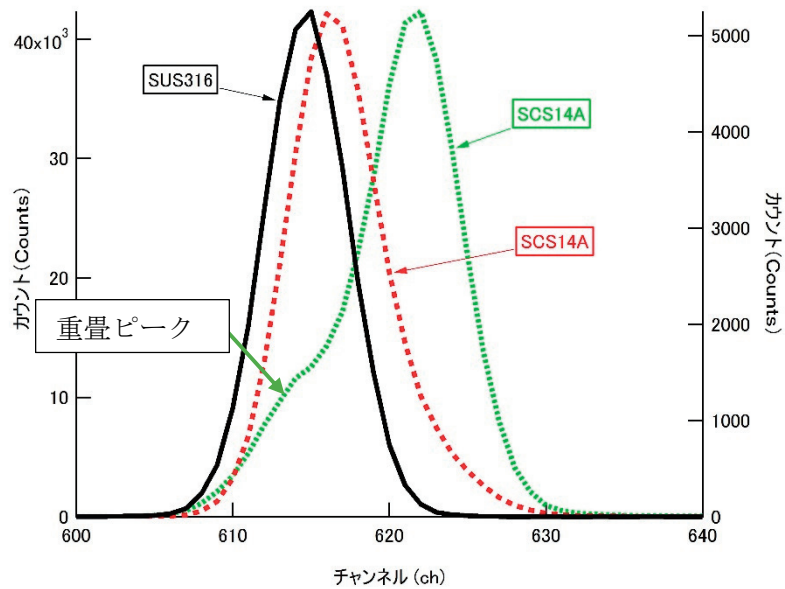


図 3. SSD で得られたピークの例