

1. 課題番号：2006B0220 (※)
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2
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12月10日(日)～13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、高温高压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前回は予備実験 (2006B0161) において明らかになった技術課題を検証することが今回の主目的である。

前回の実験においては結晶粒内の歪に対する引張応力印加および冷間加工度の影響を評価できるところまでいたらなかったが、その結果から想定される技術的問題点を3点挙げる事ができた。今回はこの問題点について検証を行い、将来への技術開発目標を明確にすることができた。

「利用方法および利用の結果得られた主なデータ」

測定は白色X線回折ビームラインBL28B2で行った。測定方法としては基本的に前回の高輝度白色X線のマイクロビームを用いた測定技術を踏襲した(課題番号2006B0161の報告書を参照)。前回の実験においてまず判明した技術的問題点は、冷間加工によって乱れが生じた結晶粒中の結晶子の配向分布を反映して回折ピークの形状がブロードになる点である。この影響として検証すべき技術課題は以下の2点と考えられる。

- (1) フラットパネルセンサー (FPS) による回折パターンの観察により結晶粒の形状を判定する際、回折パターンがブロードであるため照射位置走査時のパターン変化の判別が難しいため、結晶粒界の位置の同定が困難。
- (2) 角度分解能を確保するためブロードに広がった回折ピークの一部をスリットで切り出して半導体検出器 (SSD) による回折光のエネルギー分析を行うため、配向分布の一部の結晶子の情報しか得られない。結晶子が受けている歪に配向依存性があった場合影響を受ける可能性がある。

(1)の問題点については、前回の実験では、照射位置走査時の回折パターンの変化を確認する際、単一のピークに注目しており、その任意のピークが消失する点を結晶粒界と判断していた。しかし、結晶粒中においてもその結晶子の配向分布の変化を反映して回折ピークの形状、

位置が変化し、消失点の判別が難しい。そこで今回は単一のピークだけではなく全体のパターンに注目しその変化の大きい位置を結晶粒界と判別するようにした。(2)の問題点については、照射位置走査時のステップごとに検出器の角度を固定するのではなく、図1のようにブロードな回折ピーク上の何点かについて検出角度をかえてそれぞれのエネルギースペクトルを測定し、歪みの結晶子配向依存性があるかどうか検証した。

測定試料としては前回の実験で使用した冷間加工度 20%のステンレス鋼(厚み 0.3mm)の試験片について、引張応力印加有無の影響を評価した。マイクロビームの形状は前回と同じ $7\mu\text{m}\phi$ 程度、SSD 前のスリットの開口幅は $0.2\text{mm}\times 3\text{mm}$ である。今回、回折角を変えながらの測定を行うことにより 1 結晶粒についての測定時間が長くなったため、それぞれの試料について測定できたのは 2 結晶粒ずつであった。図 2 にそれぞれの試料中の任意の一結晶粒についての歪み分布データ例を示す。前回問題になっていた回折計回転中心へ精度よく試料位置をセットすることができないため回折角の決定精度が確保できない問題は時間不足から装置的な問題を解決できなかったため、今回も格子面間隔の絶対値評価は断念し、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}) である。各回折角のデータは結晶子の配向の違いを比較している。上段はエネルギースペクトルの回折ピークの強度分布でほぼ結晶粒のサイズを反映していると思われるプロファイルが得られており、結晶粒の位置を捉えることができていると考えられる。格子面間隔の変化を見てみると応力印加無しの試料については結晶子の配向の違いによって系統的な傾向は見られずランダムな印象がある。一方応力印加有の試料については、ほぼどのデータについても結晶粒界近傍で格子面間隔が広がるという系統的な傾向を示している。他の結晶粒のデータについても同様の傾向が見られており、冷間加工度 20 %材について結晶粒中の歪み分布が応力印加の有無より違いがあることが示唆された。

また前回の実験結果で冷間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の冷間加工度 0%の試料の回折ピークの形状がブロードになっていることから、試験片作成時の変形等の影響が問題となる可能性が示唆された。今回、この点を検証するために機械研磨を使わず且つ試験片厚さを厚めに設定し、放電加工機と電解研磨で調整 (0.5mmt、1mmt) した試験片を冷間加工度 0%、20%について作成し、白色マイクロビームを照射したときの回折パターンをFPSで観察した。その結果冷間加工度 20%材については回折ピークの形状はブロードなままであったが、0%材については図3に示すようにスポット状の回折ピークが観察された。これにより試験片作成時の変形等が結晶粒内の結晶子配向に影響を与えることが確認された。

「結論、考察、引用(参照)文献等」

今回の成果としては以下の点が挙げられる。

- ① 照射位置走査時の回折パターンの見方を工夫することで結晶粒の形状、位置の把握の確度を上げることができた。

- ② 広がった回折ピーク形状を持つ試料でも検出器位置（回折角）の走査を併用することにより歪み分布の情報をより正確に捉えることができた。
- ③ 試験片作成時の変形等が結晶粒中の結晶子の配向分布に影響を与えることがわかった。これは今後の試験片作成方法の指針を与える情報である。

さらに今回の結果で新たに以下の技術的問題点が提示された。

- ① 照射位置走査時の回折パターンの変化の判断は、現状では人間の主観によっている。そのため結晶粒界の同定に成功する確率がまだまだ低い。今回の実験においても各試料について4回のトライをした中で、回折ピーク強度のプロファイルから結晶粒内の分布を捉えることに成功したと判断できたものは2つである。評価の信頼性を向上するためにはデータ点数を増やす必要があり、そのため測定能率の向上が必須である。今後、この回折パターンの変化から結晶粒界を判断する方法について、より確実かつ定量的な技術を開発する必要がある。
- ② 試料セッティングの精度が悪いため、格子面間隔の定量的な評価ができていない。今後この問題解決のための装置開発が必要である。

以上の点についての改善を図った上で、測定点数を増加させることにより、得られたデータの信頼性を向上させ、また冷間加工度ごとのデータを蓄積すれば、当初の目的である高温高圧水中におけるステンレス鋼のIGSCC感受性が、なぜ冷間加工度により増大するのかについて、有効な知見が得られるものと期待される。

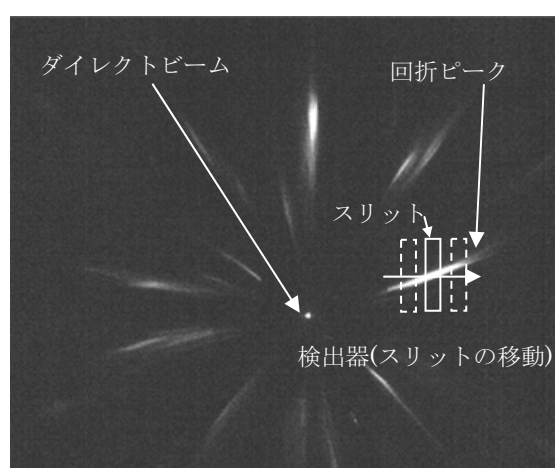


図1. フラットパネルセンサーの画像データと測定の概念図

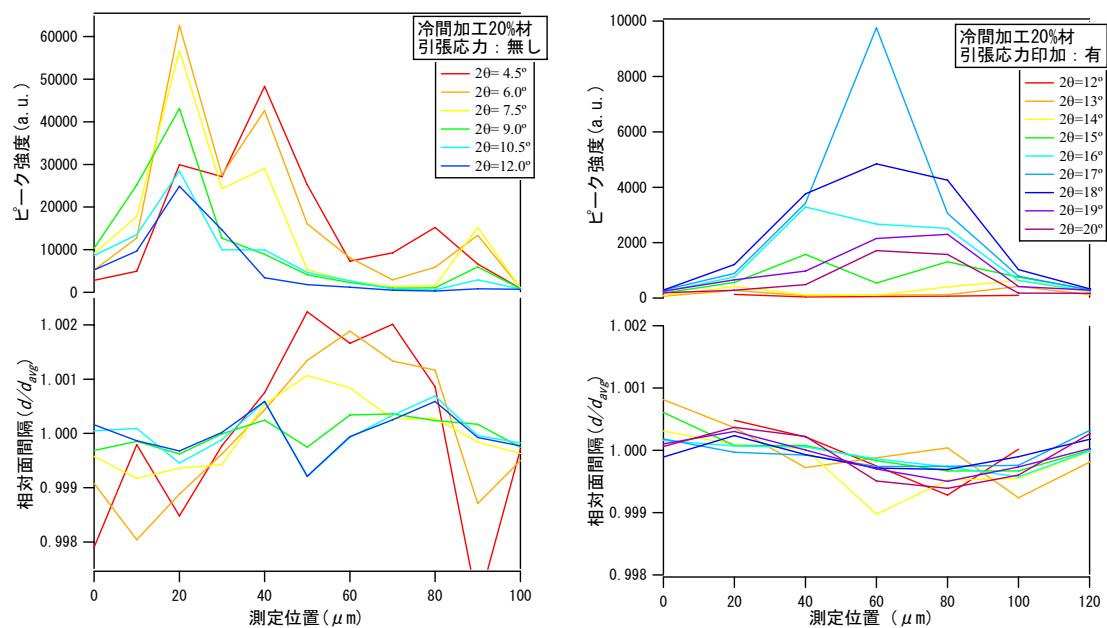


図2. 冷間加工度 20%材 (引張応力印加無し(左)と有り(右)) の結晶格子面間隔の相対変化(下段)および回折ピークの強度分布(上段)。2θは回折角



図3. 冷間加工度 0% (応力無負荷) 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.