

白色X線マイクロビームによる ステンレス鋼SUS316の結晶粒界近傍 での局所応力測定

高輝度光科学研究センター
原子力安全システム研究所

○ 宮澤知孝, 梶原堅太郎, 佐藤真直, 橋本保
山田卓陽, 福村卓也, 寺地巧(現: 関西電力),
有岡孝司

目次

白色X線マイクロビームとエネルギー分散型X線回折測定による局所応力測定技術の紹介

1. 背景
2. 測定方法

実験実施例:SUS316における粒界近傍での応力分布測定

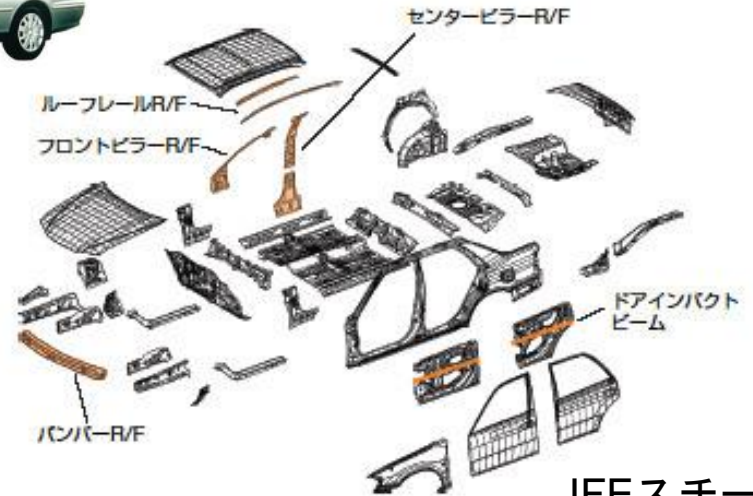
1. 背景
2. 実験方法
3. 実験結果
4. まとめ

背景

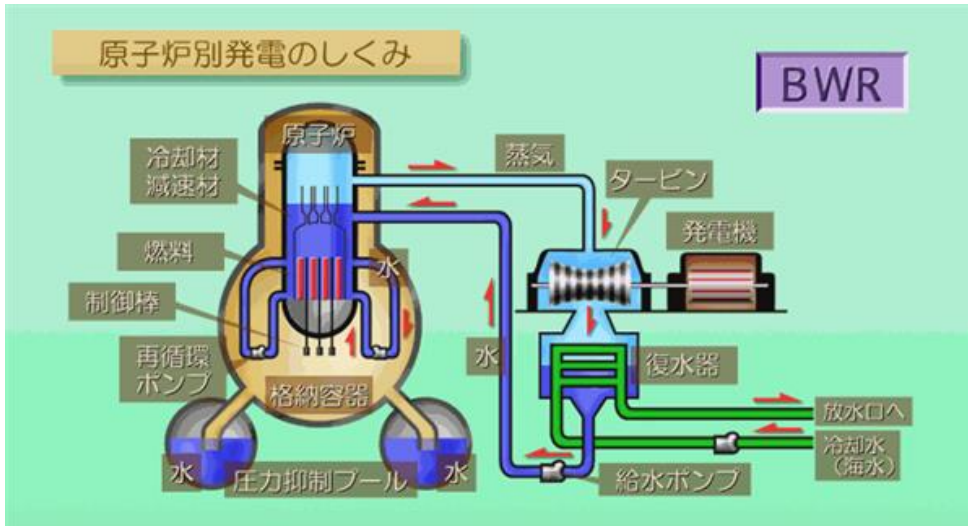
高強度ワイヤーケーブル



新日本製鉄



JFEスチール



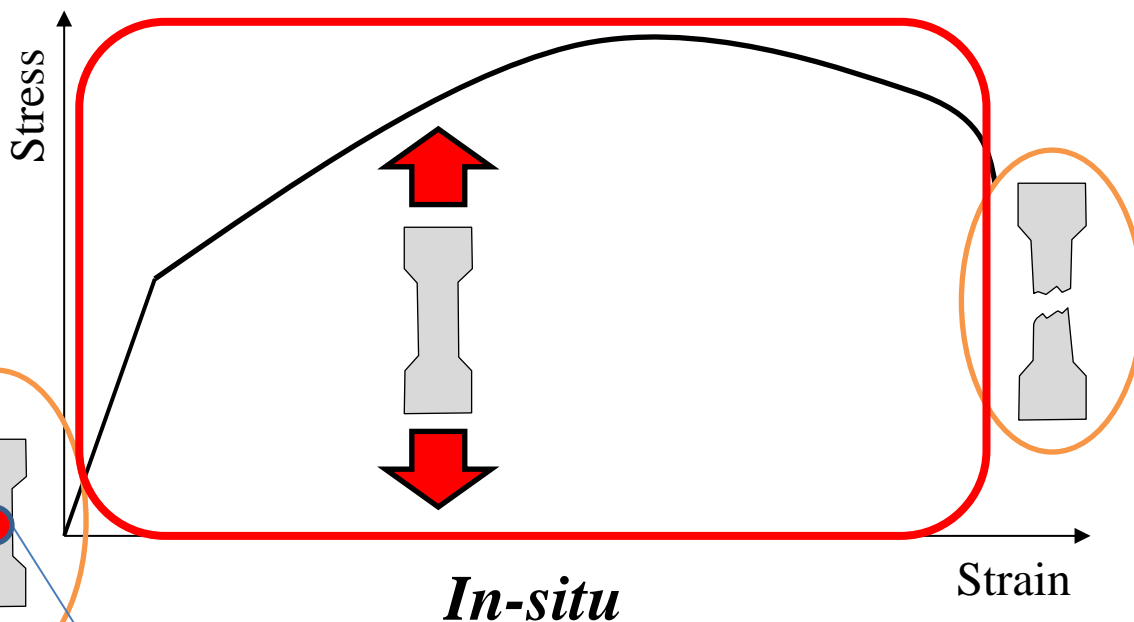
福井県原子力環境監視センター

構造用金属材料

高機能
+

信頼性・安全性

マクロ特性とミクロ特性

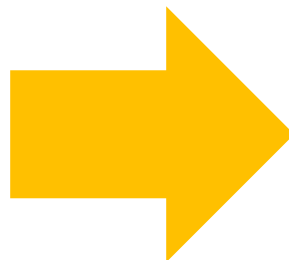
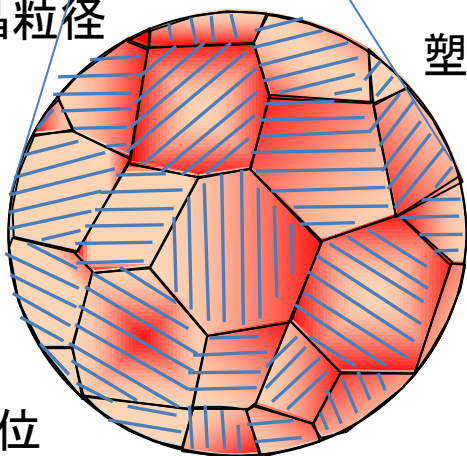


組織因子

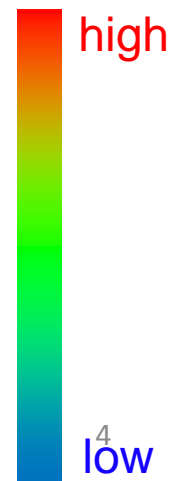
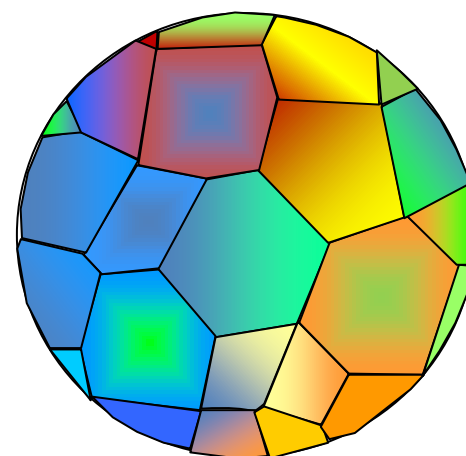
結晶粒径

塑性ひずみ

結晶方位



局所応力分布



白色X線マイクロビームとエネルギー分散型X線回折 による局所応力測定技術 Energy-dispersive X-ray Diffraction Microscopy (EXDM)

1. 局所組織情報測定

- 白色X線マイクロビーム
- 透過ラウエ法
- エネルギー分散型X線回折
- 粒界イメージング

2. *In-situ*測定

- 小型引張試験機

→ 外部応力印加下での内部応力ミクロ分布の測定

白色X線マイクロビーム

白色X線: $0.1 \text{ \AA} < \lambda < 2.5 \text{ \AA}$
($5 \text{ keV} < E < 120 \text{ keV}$)

ビームサイズ:
 $10 \times 10 - 50 \times 50 \text{ \mu m}^2$

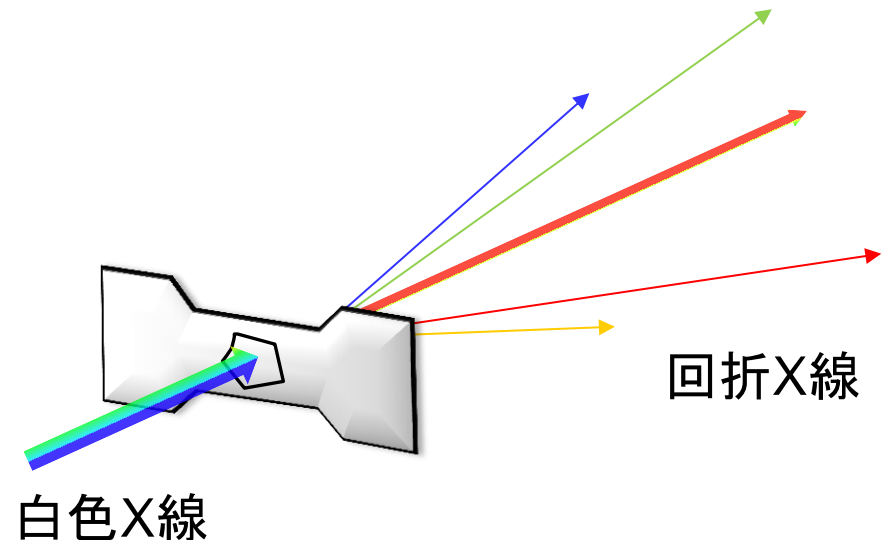
ブラッグの式

$$2d \sin \theta = \lambda$$

$$= \frac{hc}{E}$$

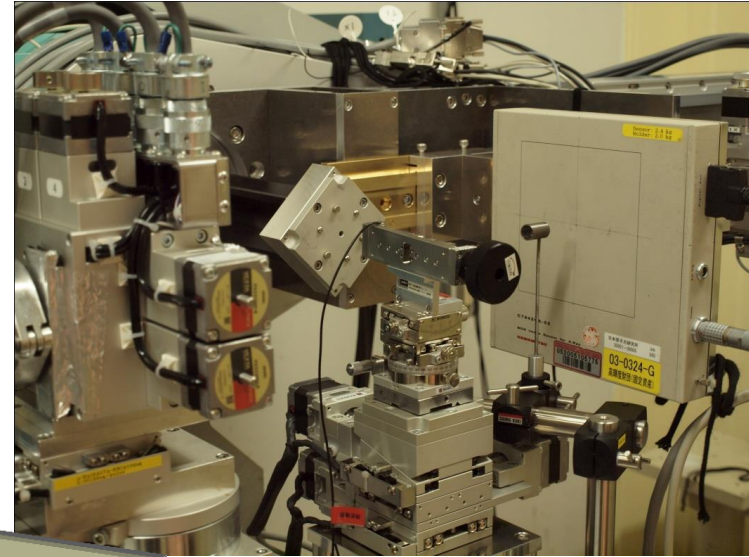
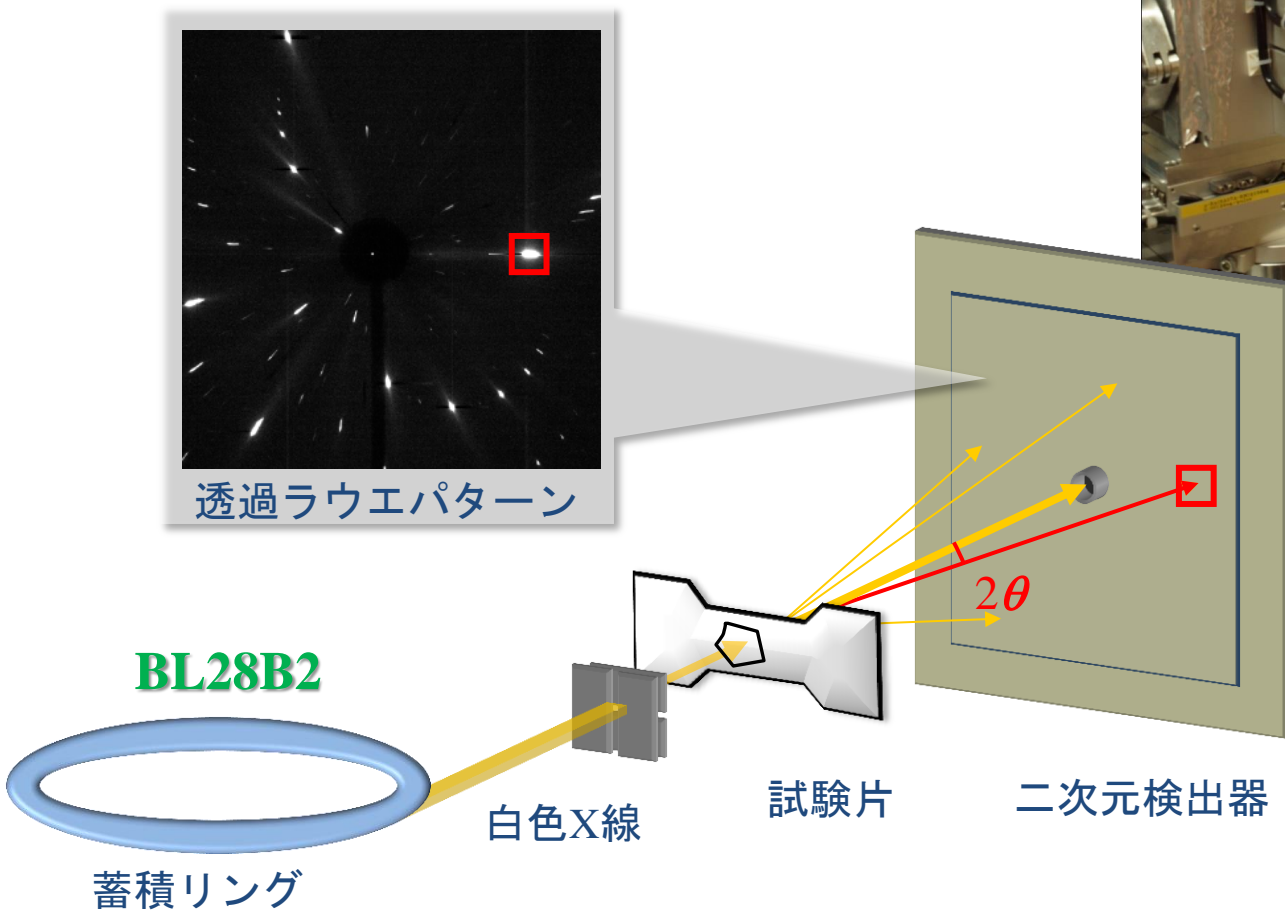
白色X線のメリット

- 照射領域が単結晶でも回折測定可.
- 試料の回転走査の必要無し.
- 複数格子面の回折波が得られる.



透過ラウエ法

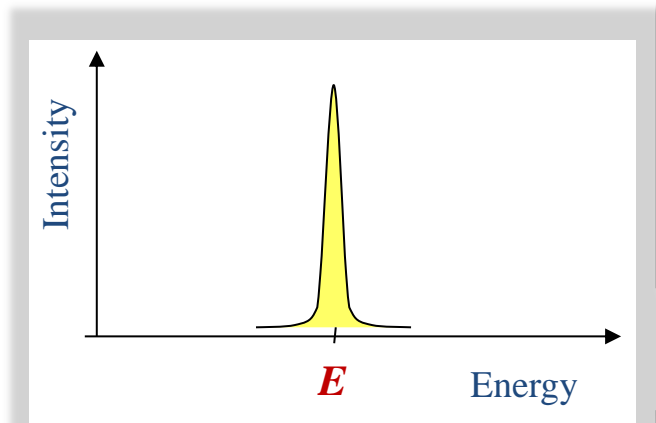
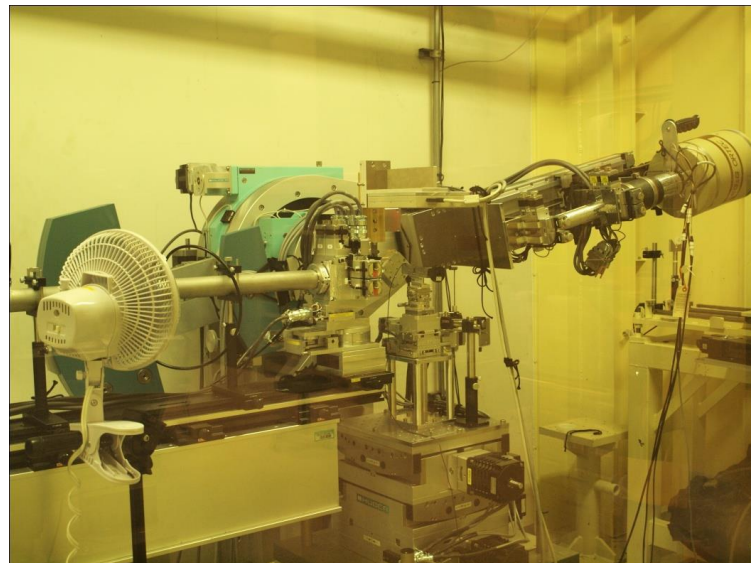
装置レイアウト



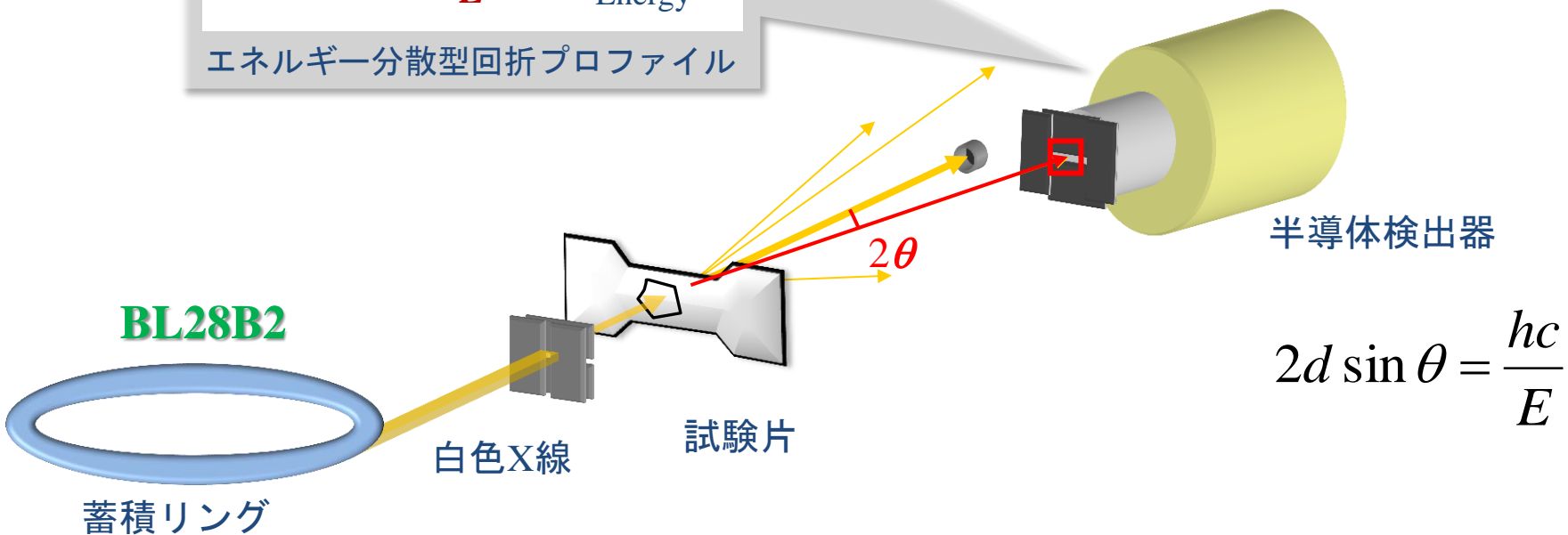
$$2d \sin \theta = \frac{hc}{E}$$

エネルギー分散型X線回折

装置レイアウト



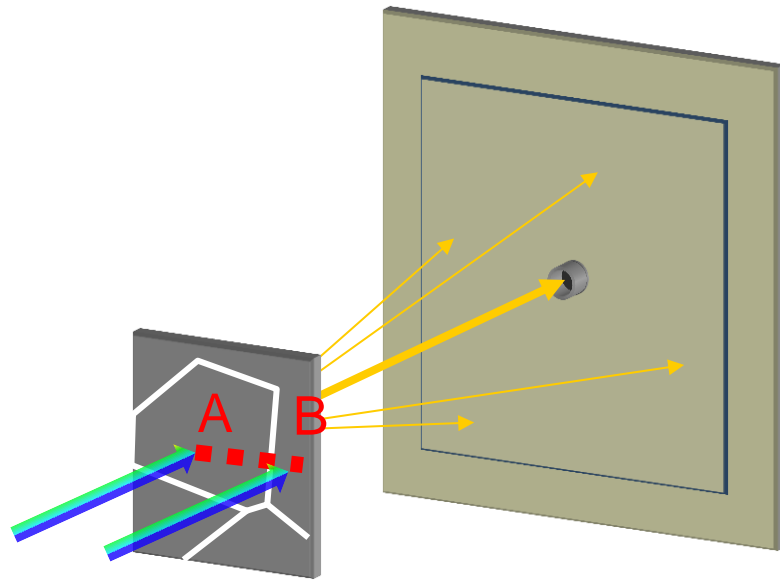
エネルギー分散型回折プロファイル



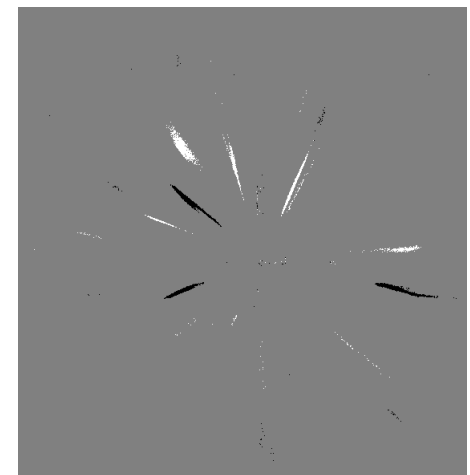
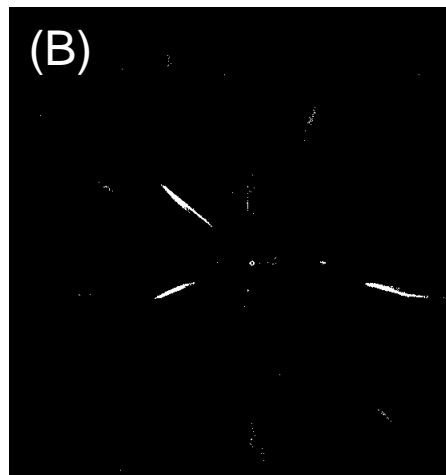
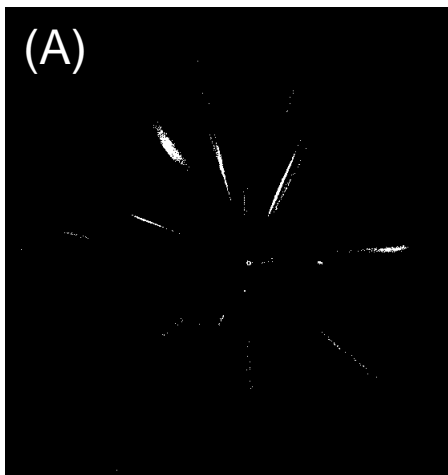
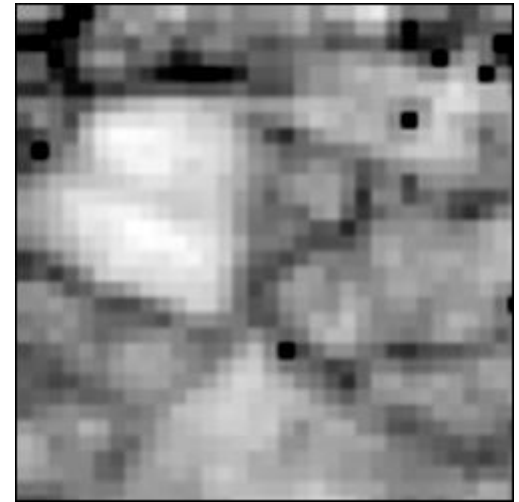
半導体検出器

$$2d \sin \theta = \frac{hc}{E}$$

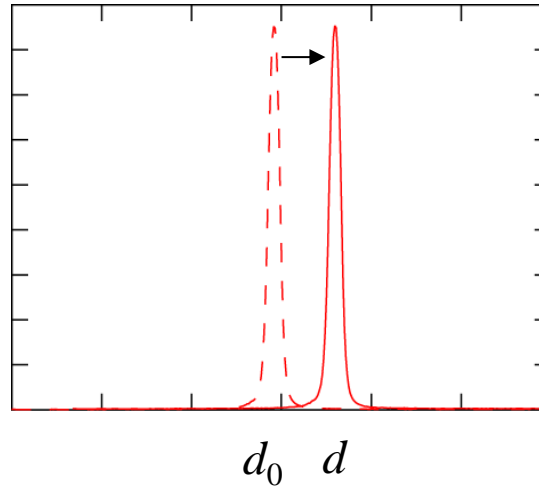
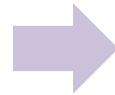
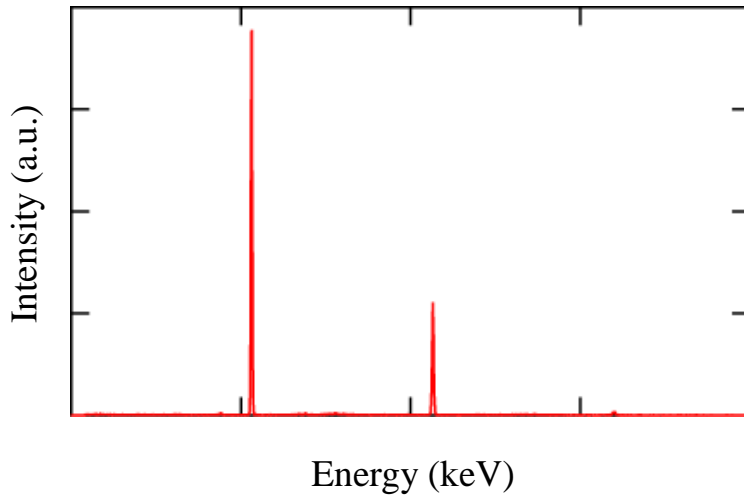
粒界イメージング



粒界イメージ



格子ひずみ



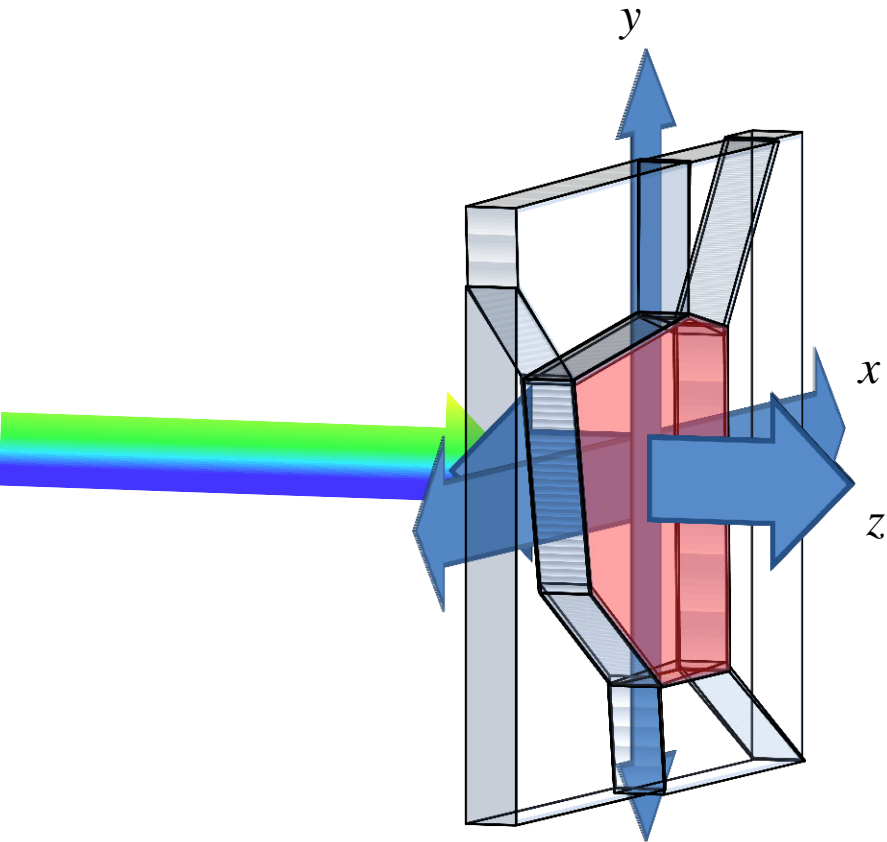
$$2d \sin \theta = \frac{hc}{E}$$

弾性ひずみ ε ← d : 結晶格子面間隔

$$\varepsilon(h, k, l) = \frac{d(h, k, l) - d(h, k, l)_0}{d(h, k, l)_0}$$

$d(h, k, l)_0$: 無負荷での平均格子面間隔

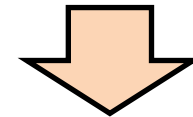
応力解析



応力テンソル

$$\begin{pmatrix} \sigma_x & \tau_{xy} & 0 \\ \tau_{xy} & \sigma_y & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

仮定
z 軸方向（試料表面法線方向）：無応力

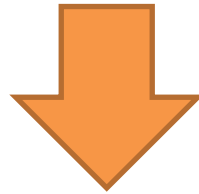


平面応力状態

主応力と相当応力

主応力(テンソル)

$$\boldsymbol{\sigma} = \begin{pmatrix} \sigma_x & \tau_{xy} & 0 \\ \tau_{xy} & \sigma_y & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sigma_{p1} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{p2} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$



相当応力 (スカラー量)

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

目次

白色X線マイクロビームとエネルギー分散型X線回折測定による局所応力測定技術の紹介

1. 背景
2. 測定方法

実験実施例:SUS316における粒界近傍での応力分布測定

1. 背景
2. 実験方法
3. 実験結果
4. まとめ

背景

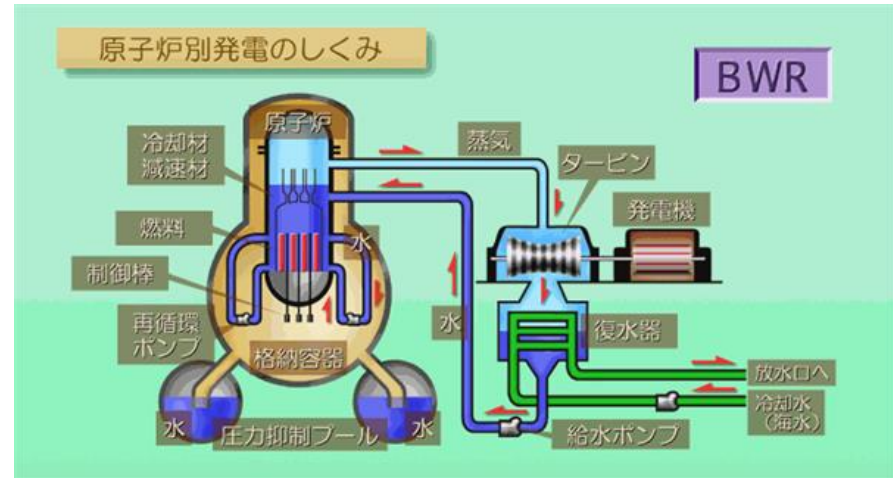
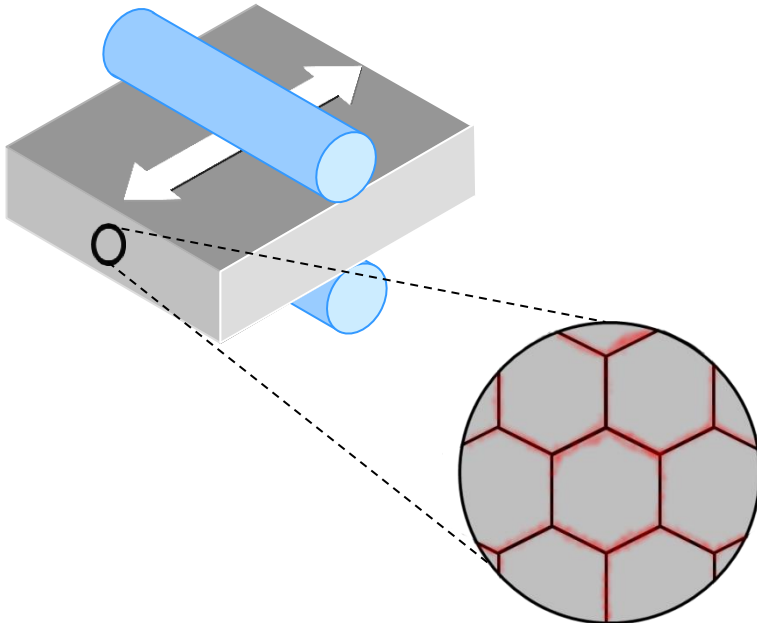
軽水炉プラント（沸騰水型原子炉）

非鋭敏化ステンレス鋼：SUS316



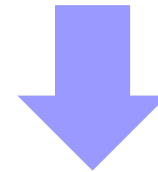
冷間加工＋高温水環境下

応力腐食割れ(SCC)の発生



福井県原子力環境監視センター

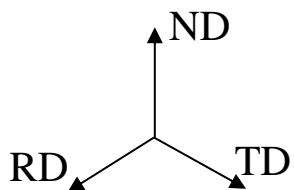
- 亀裂進展パス：粒界(IGSCC)
- 粒界近傍での応力集中？



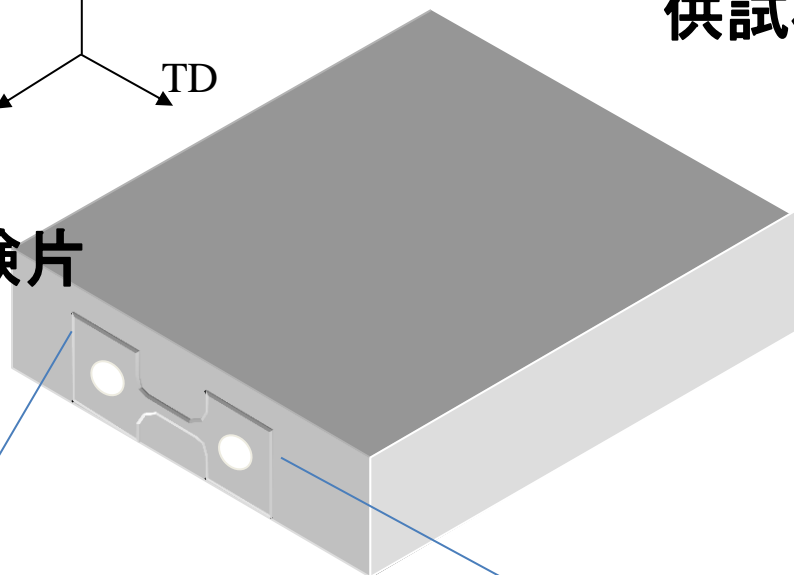
粒界近傍の局所応力分布の測定

実験方法

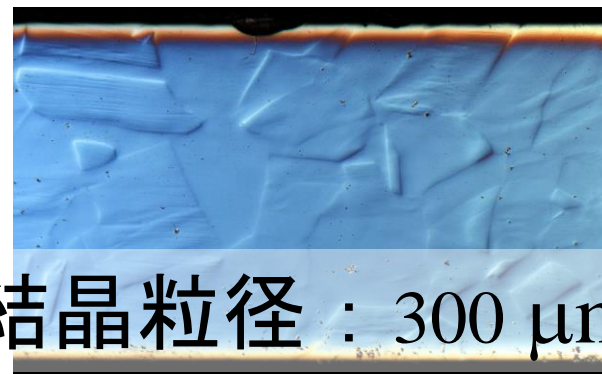
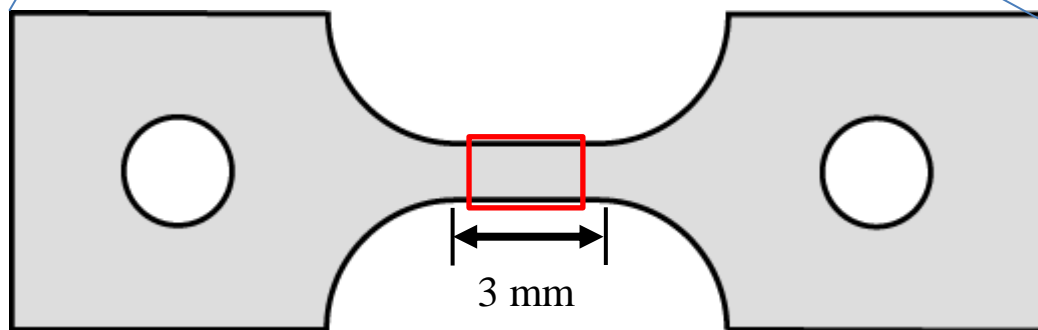
供試材: SUS316
20%冷間圧延



引張試験片

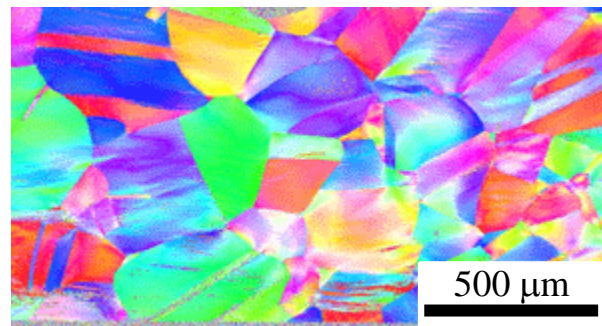


厚さ = 300 μm



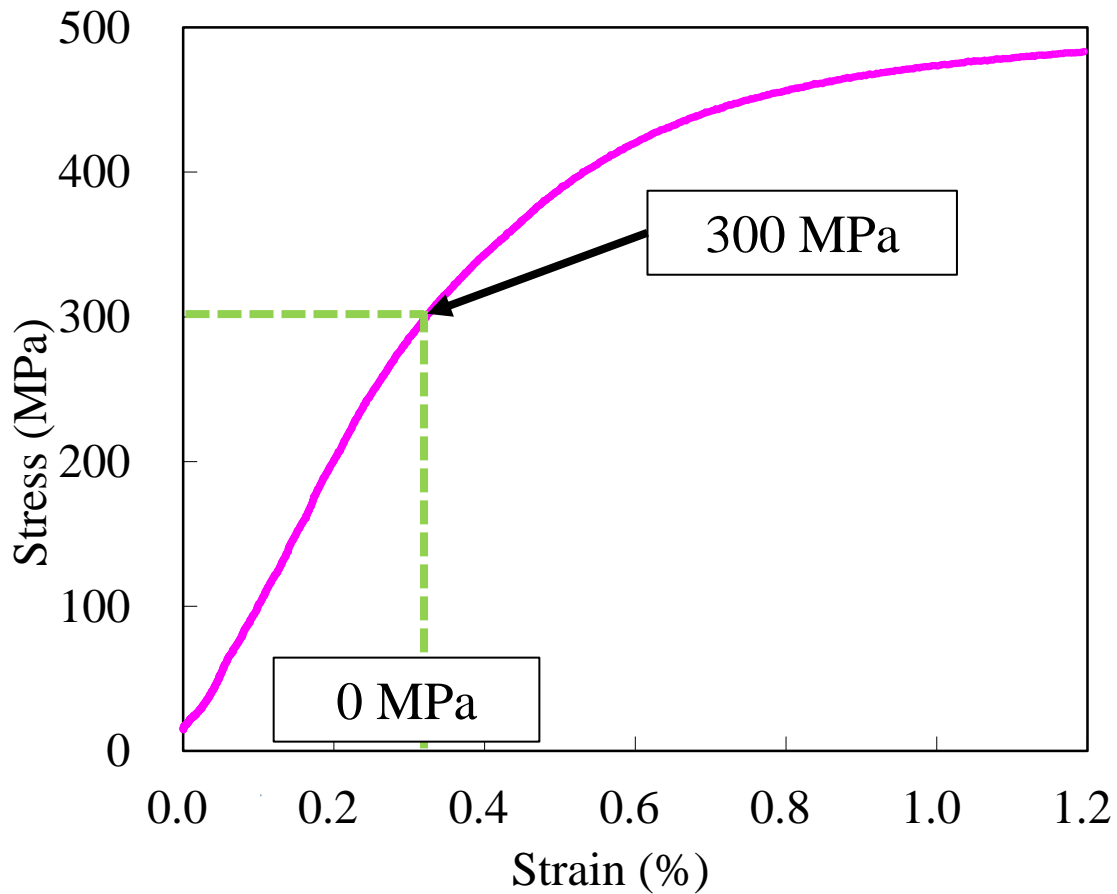
結晶粒径 : 300 μm

SEM/EBSP



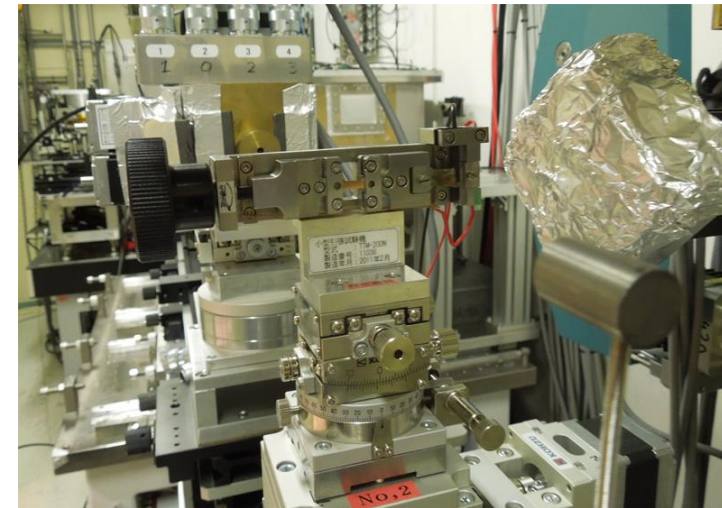
外部応力印加

応力-ひずみ曲線図: SUS316(20%cold-rolled)

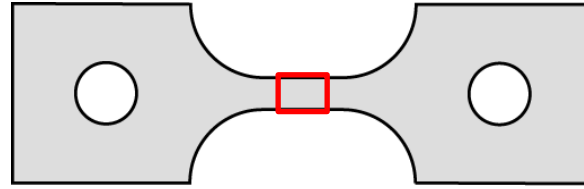


応力水準 (MPa)

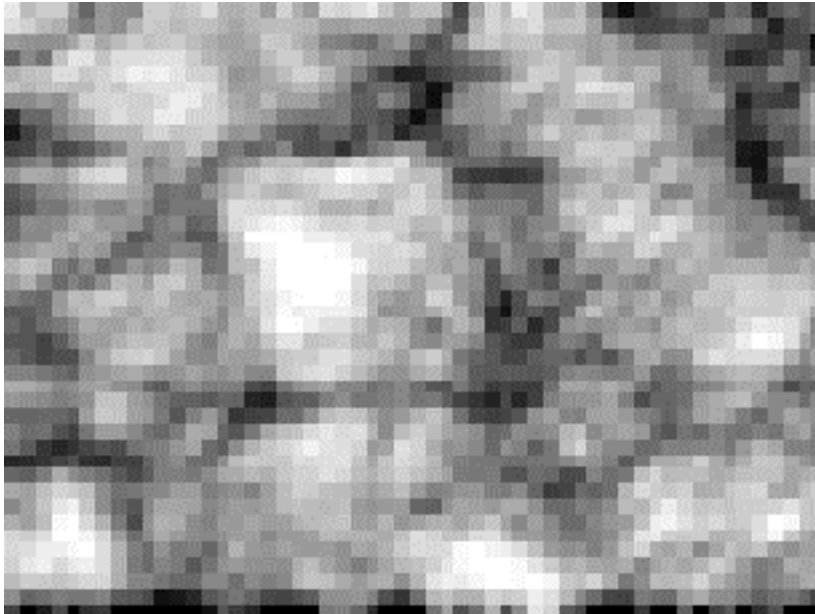
	20% cold-rolled	
1	0	無負荷
2	300	弾性域



粒界イメージ

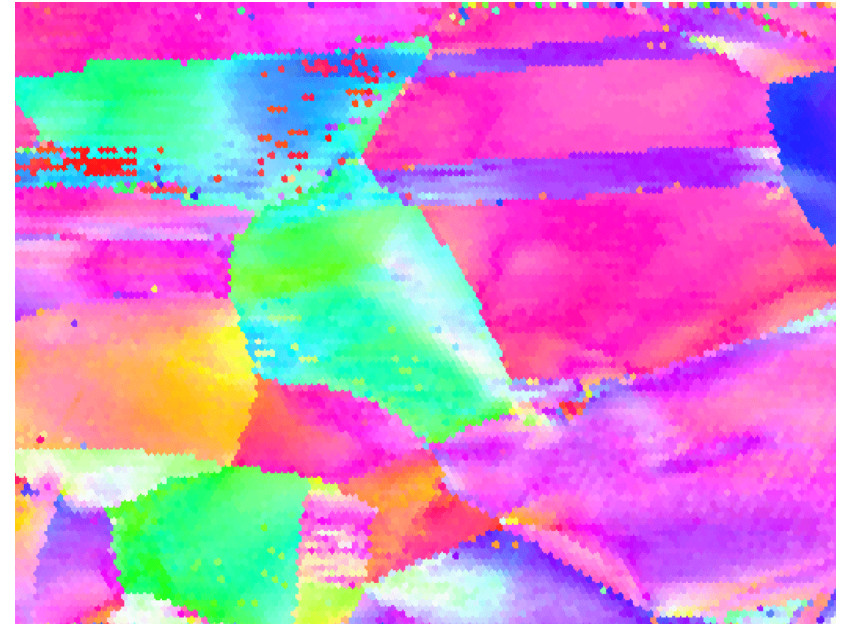


粒界イメージ



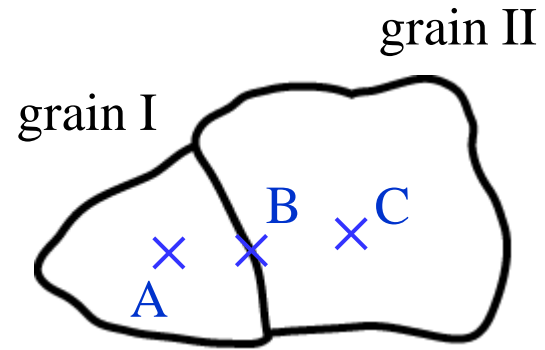
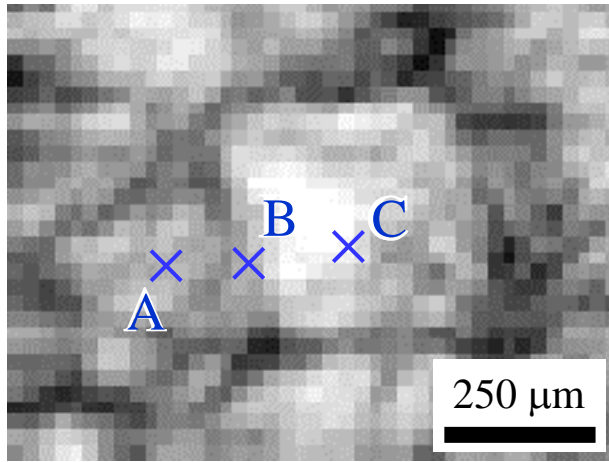
500 μm

方位カラーマップ(EBSD)

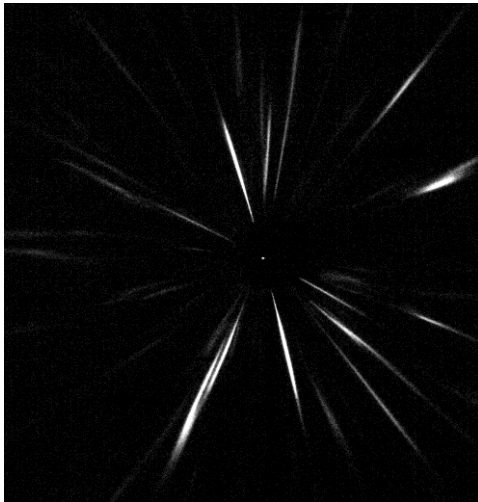


500 μm

粒界とラウエパターン

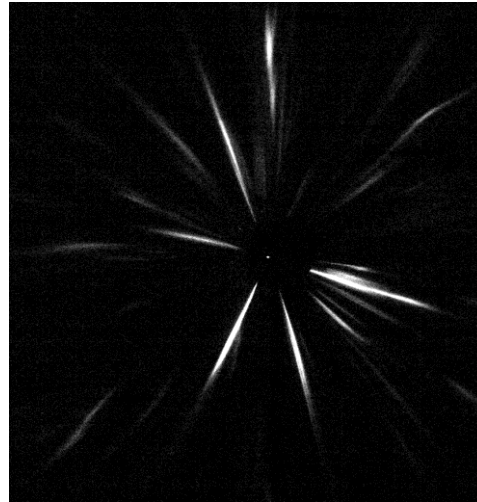


A



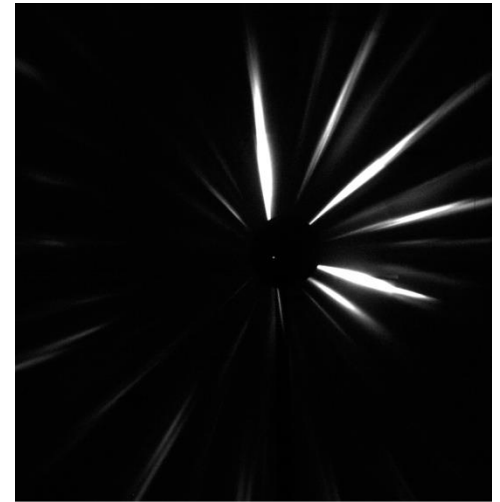
grain I

B



結晶粒界

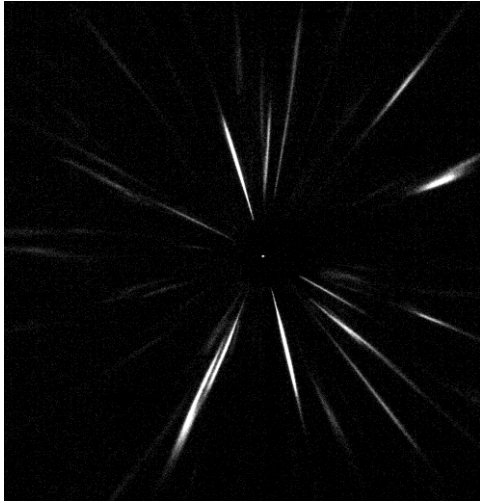
C



grain II

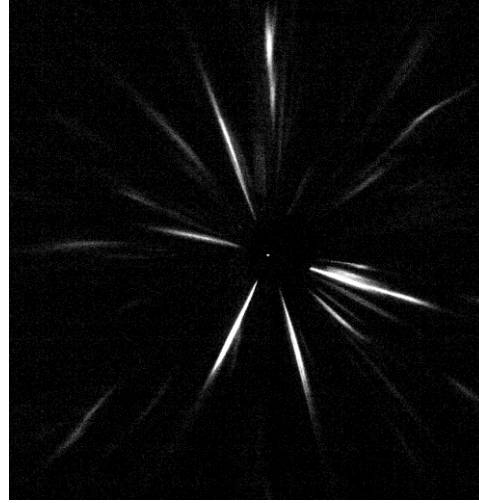
粒界とラウエパターン

A



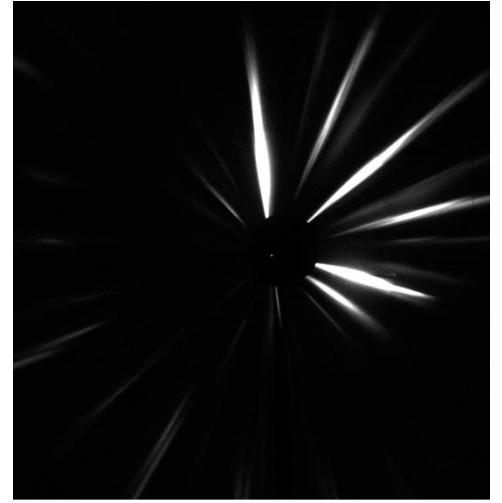
grain I

B

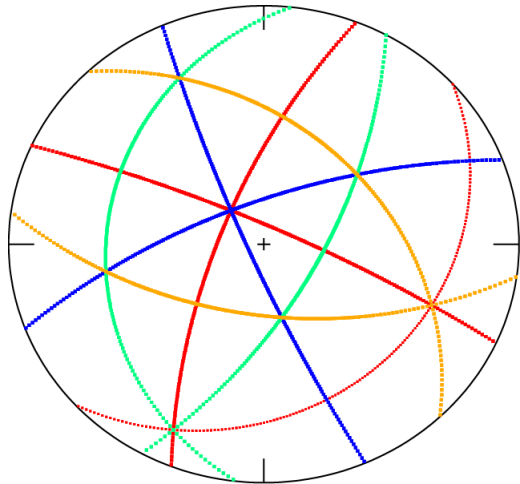


結晶粒界

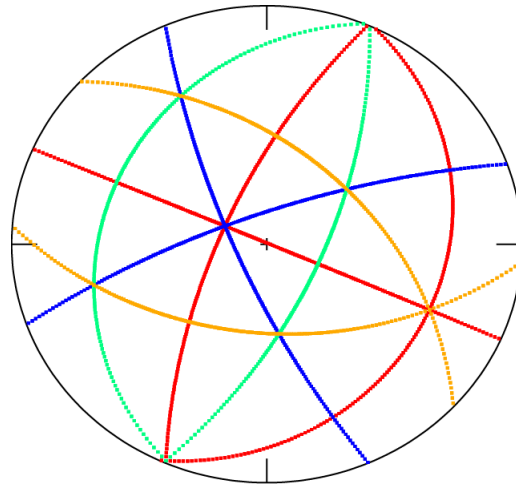
C



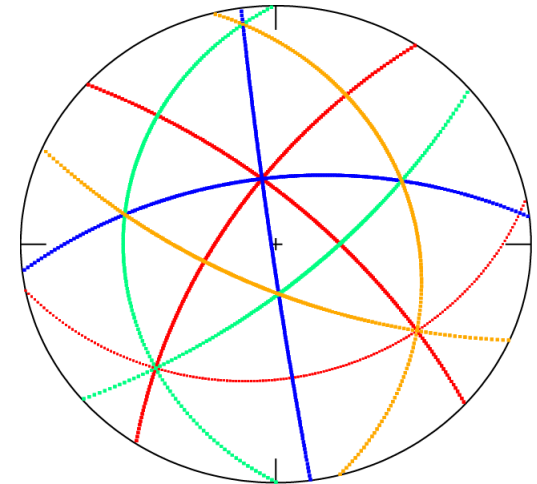
grain II



$(6, -3, 1)$



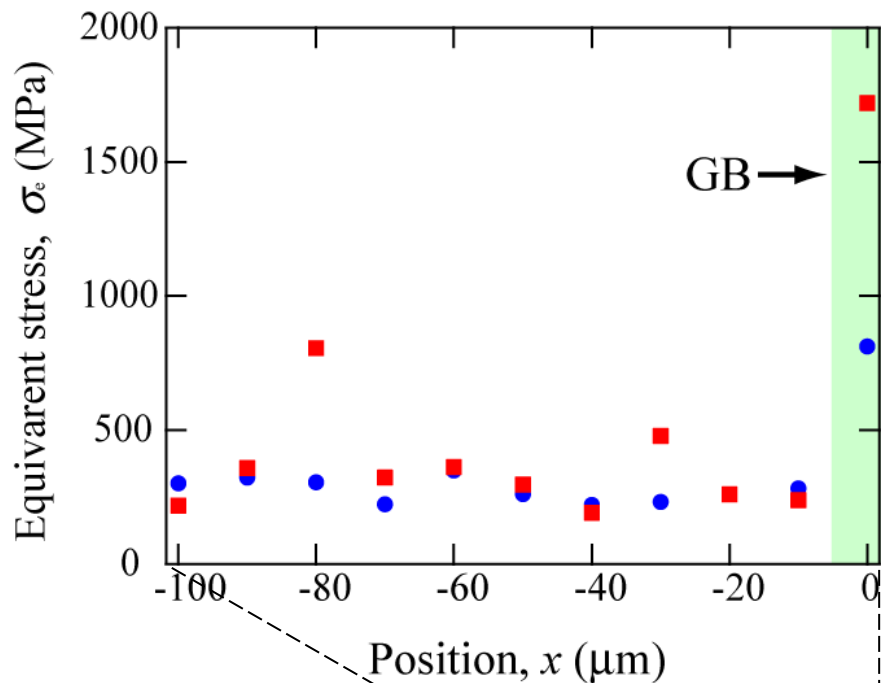
$(2, -1, 0)$



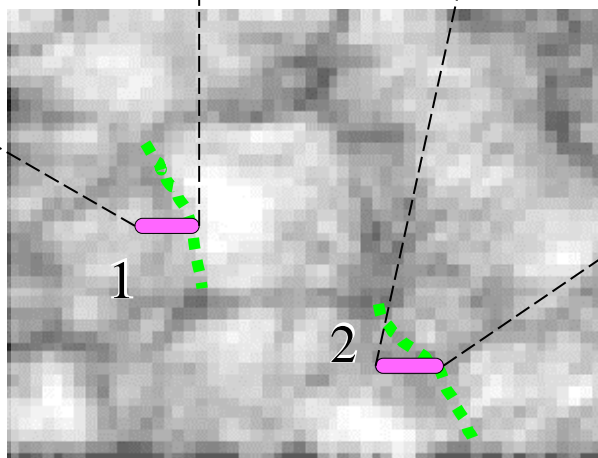
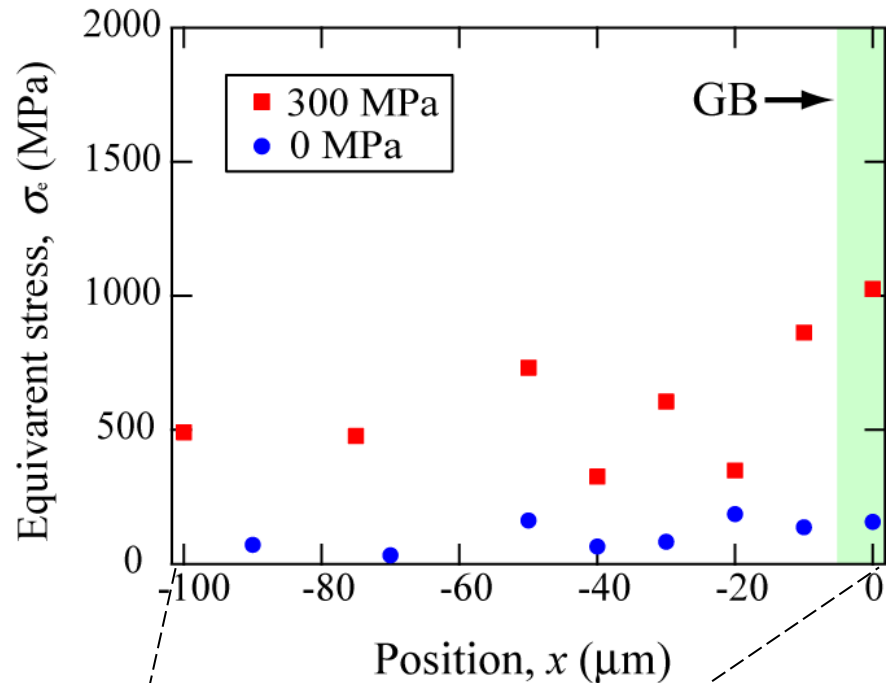
$(-1, 1, -3)$

応力分布

1



2



— grain boundary
— measurement line
500 μm

まとめ

◆ SPring-8 BL28B2にて白色X線マイクロビームX線回折測定技術 (EXDM)によってSUS316の結晶粒界近傍での局所応力分布測定を行った。

- 結晶粒界近傍での応力分布の測定に成功した。
- 粒界近傍での応力集中現象を捉えた。
 - 冷間圧延によって粒界に集中した残留応力の検出
 - 外部応力負荷による粒界での応力集中の検出

本発表内の実験結果はSPring-8 BL28B2重点産業利用課題2010B1839, 2011A1753, 2012A1397にて実施された実験成果の一部である。