実験室X線による高温その場測定[†]

橋 本 匡 史^{*}

In-situ Measurement Under High-Temperature By Lab X-ray

by

Tadafumi HASHIMOTO^{*}

1 はじめに

著者は、『高エネルギー放射光を用いた強加工層極表面近傍での残留応力測定と組織変化挙動の考察』¹⁾で、平成25年度論文奨励賞を受賞した。その研究動機は、機械構造物の製造が溶接、機械加工、表面処理および熱処理など多岐に渡る工程を組み合わせることで実施され、各工程で生じる変形・残留応力の発生が従来からの課題となっていることによる。製造のみならず供用中における残留応力の変化挙動を動的に捉え、応力生成や応力緩和を理解することにより、設計や保守への功罪を明らかにして適切に回帰させることができる。

ここで、残留応力については多くの研究がなされ、実現象として存在する残留応力の把握(静的評価)には様々な原理にもとづく測定手法が、残留応力の生成機構の考察(動的評価)には主に数値計算による解析的手法が各所で用いられてきた。しかしながら、製造や供用中における応力生成や応力緩和の過渡的な挙動を、実際にその場測定した例は非常に少ない。この様な応力履歴の動的評価には残留応力と材料組織の影響を同時に追跡できる回折法の利用が期待されている。

2 残留応力の評価手法

残留応力の測定手法は、破壊法と非破壊法に類別される。破壊法は応力弛緩法、穿孔法およびDHD法が知られている。破壊法は測定部の周囲を機械的に切断・除去することで生じる弾性ひずみの解放量から、破壊前の残留応力を推定する測定手法である。

非破壊法はラマン分光法、音弾性法、磁ひずみ法および回折法がよく用いられている。ラマン分光法は、測定部にレーザ光を照射した際に発生するラマン散乱光(結晶の固有振動エネルギーだけずれた散乱光)が、応力の影響を受けて波数シフトする特性を利用した測定手法である。音弾性法は、超音波の偏光波が応力の影響を受けて音響複屈折による伝播速度差が生じる特性を利用した測定手法である。磁ひずみ法は材料の透磁率が応力によって変化する特性を利用した測定方法である。ただし、ラマン分光法、音弾性法および磁ひずみ法は、多相材料や溶接部のように材料組織の分布を有する箇所への適用が得意ではない。

一方で、回折法は格子面間隔の伸縮に伴う回折角の変

化として、弾性ひずみを捉える測定手法である。回折法は数100個の結晶粒におよぶ長範囲のマクロ応力だけではなく、相ごとのマクロ応力(相応力)、結晶粒ごとの平均応力、結晶粒内の平均応力からのズレを包括的に評価できる。また、残留応力だけではなく材料組織の影響も同時に追跡できる。実験室X線では測定ができない極短時間、極微小領域、極深部の評価は、放射光や中性子を活用することで対応が為されている。

3 実験室X線の活用

放射光や中性子を用いた残留応力測定は、様々な事象に適用されてきたが、課題の申請作業が煩雑であり高度な専門知識も必要とされるなど、ユーザが簡単に利用できる測定技術とはなっていない。

一方で、実験室X線は従来から種々の産業分野で用いられ、研究開発、生産工程ならびに実際の現場において残留応力が盛んに測定されてきた。製造や供用中の残留応力変化は長時間に渡って続くことが多く、実験室X線を活用したその場測定でも十分な時間分解能を確保できる。それらを活用して、誰でも簡単に高温や低温の環境が再現できれば、その場測定技術が一般的な手法として定着すると考えた。

4 多機能チャンバの開発

実験室X線を活用したその場測定技術の確立に向けて、初めに高温用の多機能チャンバを構築した。その特徴をTable1に示す。材料評価のみならず応力評価にも適用するため、 $\phi 70 \times 10\text{mm}$ の試験体サイズに対応した。測定中の温度変化ならびに時間経過は測定誤差を生じるため、X線透過率と耐熱性が高い素材でX線窓を構築した。試験体からの熱輻射によるX線窓の劣化ならびに躯体の熱変位による回折中心のズレを考慮して、雰囲気ガスを活用したX線窓のガス冷機構とチャンバ躯体の水冷機構を備えている。残留応力の功罪は温度変化と腐食環境が重畳することで生じる事象もあるため、マイルドな腐食環境を加熱と同時に再現ができる素材で構成した。大気や不活性ガス雰囲気でも実験ができることは言うまでもない。また、その場測定技術が一般的な評価手法として定着するように、国内外のX線回折装置に載置できる空間・重量制限に対応した。

[†] 原稿受理 平成28年4月11日 Received Apr. 11, 2016 ©2016 The Society of Materials Science, Japan

^{*} 賛助会員 橋本鉄工(株) 〒592-8352 堺市築港浜寺西町, Hashimoto Iron Works CO., LTD. Chikkou-hamadera-nishi, Sakai, 592-8352

5 測定事例

実験室X線を活用したその場測定は、Fig.1に示すようにリガク製のMSF-3M/PSPCに多機能チャンバを載置して実施した。測定対象が多軸応力状態の場合は、相当応力に換算をして残留応力の変化挙動を評価する必要がある。ただし、面内等二軸状態においては、せん断成分が生じず単一の応力テンソルが相当応力と等しくなることから、本報では精密ショットピーニング(WPC)にて残留応力を発生させた。精密ショットピーニングの効果のみを正確に評価するため、温度変化に伴う異相の析出が無いNi基600合金を選定し、施工前に初期残留応力を熱処理にて除去した。温度変化に伴うX線の弾性定数の挙動は、単結晶弾性コンプライアンスの温度依存性²⁾からKrönerモデル³⁾により見積もった。

熱時効によるピーニング部の相当応力緩和をFig.2に、同時に得られた半価幅（硬度と相関性が高い）変化をFig.3に示す。加工変質層の応力緩和は熱時効が高温化するに伴い、加速する傾向にある。その挙動は、降伏ひずみが著しく減少する温度領域よりも低温側にて生じている。硬度の低下もまた、応力緩和と同様に温度と時間に依存して進行する。すなわち、加工変質層の応力緩和は、冶金学的な組織変化による硬度の低下に起因すると推察できる。加工変質層の応力緩和挙動は速度論により記述⁴⁾できると報告されており、その活性化エネルギーから応力緩和機構を推定できる可能性が見出されている。このように、実験室X線を活用したその場測定では、長時間におよぶ残留応力と材料組織の変化を誰でも簡便に評価できる。

Fig.1 多機能チャンバの活用例

6 おわりに

回折法は材料分野の分析技術として発展した経緯から、応力に限らず材料分析を同時に行えるため、冶金現象に起因した応力問題に絶大な効果を発揮する。多機能チャンバを用いることで、長時間におよぶ残留応力と材料組織変化を誰でも簡単に評価できる。このように、論文奨励賞を受賞した経験を活かしながら、今後も新たな研究・技術開発に挑戦をし続けていきたい。

Table1 多機能チャンバの特徴

試料寸法	50x50x10mmt, $\phi 70 \times 10 \text{mmt}$
温度範囲	RT~700℃
雰囲気	真空, 大気, 不活性ガス, 窒素, 腐食性ガス
角度範囲	$2\theta: 0 \sim 180 \text{deg}$, $\psi: 0 \sim 90 \text{deg}$, $\phi: 0 \sim 360 \text{deg}$
分析用途	応力測定, 構造解析, 方位解析, 相分率
温度測定	試料, 加熱部
本体	6kg / 140[W] × 140[L] × 50[H]mm

Fig.2 ピーニング材の応力緩和挙動

Fig.3 ピーニング材の硬度 (FWHM) 変化挙動

【参考文献】

- 1) T.Hashimoto, T.Shobu and M.Mochizuki, Journal of the Society of materials Science, Japan, 61, 612, (2012)
- 2) G.A. Alers, J.R. Neighbours, and H. Sato, Journal of Physics and Chemistry of Solids, 30, 510 (1997)
- 3) E. Kröner, Zeitschrift Physik, 151, 504 (1958)
- 4) T.Hashimoto and E.Tamoto, The 48th Symposium on X-ray Studies on Mechanical Behavior of Materials, 65, (2015)