205 格子定数の未知な材料に対する中性子応力測定法の開発

原研 ○鈴木裕士 皆川宣明 盛合 敦 森井幸生

1 緒 言

従来の中性子回折による残留応力測定では，無ひずみ状態の格子面間隔に対する相対的なひずみ変化から応力状態を決定してきた．したがって，無ひずみ状態における格子定数の信頼性が残留応力値に大きな影響を及ぼしていた．これまでは，その格子定数として，焼なまし試料や粉末試料を用いて実測した値を使用してきたが，それらが本当に無ひずみ状態であることを確認するのは困難であった．そのため，中性子回折による三軸応力解析では，常に無ひずみ状態における格子面間隔の信頼性が問題とされてきた．そこで本研究では，この問題を解決することを目的とし，格子定数が未知であっても内部残留応力状態を決定できる新しい中性子応力測定法を提案する．

2 新しい中性子応力測定法

2-1 方法① Fig. 1 に示すように，試験片座標系 P_i および実験室座標系 L_i を決定する．L_3 方向をある回折面の法線方向と定義すると，L_3 方向のひずみ ε^L_{33} は，試験片座標系における応力成分 σ^P_{ij} により以下のように表される．

$$\varepsilon^{L}_{\phi\psi} = \frac{S_2}{2}\left(\sigma^P_{11}\cos^2\phi + \sigma^P_{12}\sin 2\phi + \sigma^P_{22}\sin^2\phi - \sigma^P_{33}\right)\sin^2\psi + \frac{S_2}{2}\sigma^P_{33} + S_1\left(\sigma^P_{11}+\sigma^P_{22}+\sigma^P_{33}\right) + \frac{S_2}{2}\left(\sigma^P_{13}\cos\phi + \sigma^P_{23}\sin\phi\right)\sin 2\psi \qquad (1)$$

ここで，$S_1=-\nu_{hkl}/E_{hkl}$，$S_2/2=(1+\nu_{hkl})/E_{hkl}$ を示し，E_{hkl} は hkl 回折のヤング率，ν_{hkl} は hkl 回折のポアソン比を示す．試験片座標系の P_i 方向のひずみ ε^P_{ii} は，式（1）より応力成分 σ^P_{11}，σ^P_{22}，σ^P_{33} を用いて次式のように表される．

$$\varepsilon^P_{ii} = \frac{1}{E_{h_nk_nl_n}}\left\{\left(1+\nu_{h_nk_nl_n}\right)\sigma^P_{ii} - \nu_{h_nk_nl_n}\left(\sigma^P_{11}+\sigma^P_{22}+\sigma^P_{33}\right)\right\} \qquad (2)$$

ここで，i=1, 2, 3 とする．次に，ひずみ ε^P_{ii} と格子面間隔 d^P_{ii} の関係式 $\varepsilon^P_{ii}=(d^P_{ii}-d_0)/d_0$ を式（2）に代入すると次式が得られる．

$$d^P_{ii} = \frac{1}{E_{h_nk_nl_n}}\left\{\left(1+\nu_{h_nk_nl_n}\right)\sigma^P_{ii} - \nu_{h_nk_nl_n}\left(\sigma^P_{11}+\sigma^P_{22}+\sigma^P_{33}\right)\right\} + d_0 \qquad (3)$$

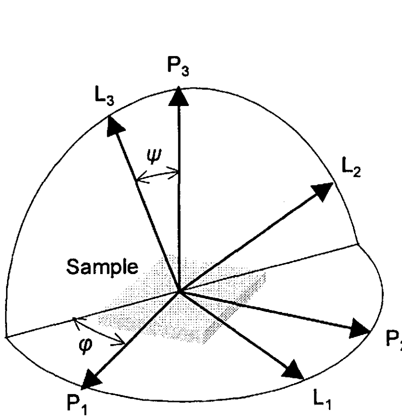

Fig. 1 Relationship between laboratory coordinate system and specimen coordinate system.

ここで，d^P_{ii} は回折面 $h_nk_nl_n$ における P_i 方向の格子面間隔を示し，d_0 は無ひずみ状態における格子面間隔を示す．次に，立方晶を仮定し，無ひずみ状態における格子定数を a とすると，無ひずみ状態における格子面間隔 d_0 は次式で表される．

$$d_0 = \frac{a}{\sqrt{h_n^2+k_n^2+l_n^2}} \qquad (4)$$

式（4）を式（3）に代入すると次式が得られる．

$$d^P_{ii}\sqrt{h_n^2+k_n^2+l_n^2} = \left(\frac{\nu_{h_nk_nl_n}}{E_{h_nk_nl_n}}+\frac{1}{E_{h_nk_nl_n}}\right)a\sigma^P_{ii} - \frac{\nu_{h_nk_nl_n}}{E_{h_nk_nl_n}}a\sigma^P_{11} - \frac{\nu_{h_nk_nl_n}}{E_{h_nk_nl_n}}a\sigma^P_{22} - \frac{\nu_{h_nk_nl_n}}{E_{h_nk_nl_n}}a\sigma^P_{33} + a \qquad (5)$$

式（5）における $a\sigma^P_{ii}$ に係る変数を A_m，B_m，C_m とする．例えば，直交する 2 方向において，2 種類以上の回折面の格子面間隔を測定すると，式（5）で表される複数の関係式が得られる．

$$d^P_{11}\sqrt{h_1^2+k_1^2+l_1^2} = A_1a\sigma^P_{11} + B_1a\sigma^P_{22} + C_1a\sigma^P_{33} + a$$

$$d^P_{22}\sqrt{h_1^2+k_1^2+l_1^2} = A_2a\sigma^P_{11} + B_2a\sigma^P_{22} + C_2a\sigma^P_{33} + a$$

.....

$$d^P_{11}\sqrt{h_n^2+k_n^2+l_n^2} = A_{m-1}a\sigma^P_{11} + B_{m-1}a\sigma^P_{22} + C_{m-1}a\sigma^P_{33} + a$$

$$d^P_{22}\sqrt{h_n^2+k_n^2+l_n^2} = A_ma\sigma^P_{11} + B_ma\sigma^P_{22} + C_ma\sigma^P_{33} + a \qquad (6)$$

上記関係式において，右辺の変数 A_m，B_m，C_m が独立と見なされれば，回帰分析により無ひずみ状態における格子定数 a および各応力成分 σ^P_{ii} を求めることができる．

2-2 方法② 式（6）について，2 組の差を求めると，式（6）の右辺に示される定数項 a を消去することができることから，以下に示す複数の関係式が得られる．

$$\frac{d^P_{22}\sqrt{h_1^2+k_1^2+l_1^2} - d^P_{11}\sqrt{h_1^2+k_1^2+l_1^2}}{a} = \left(A_2-A_1\right)\sigma^P_{11} + \left(B_2-B_1\right)\sigma^P_{22} + \left(C_2-C_1\right)\sigma^P_{33}$$

.....

$$\frac{d^P_{22}\sqrt{h_n^2+k_n^2+l_n^2} - d^P_{11}\sqrt{h_n^2+k_n^2+l_n^2}}{a} = \left(A_m-A_{m-1}\right)\sigma^P_{11} + \left(B_m-B_{m-1}\right)\sigma^P_{22} + \left(C_m-C_{m-1}\right)\sigma^P_{33} \qquad (7)$$

式（7）の右辺の変数 (A_m-A_{m-1})，(B_m-B_{m-1})，(C_m-C_{m-1}) が独立と見なされれば，回帰分析により各応力成分 σ^P_{ii} を求めることができる．ここで，左辺の分母に格子定数 a が存在しているが，求めた応力状態は，この格子定数の正確さにはほとんど影響を受けない．さらに，格子定数 a が差の項に含ま

れていないことから，残留応力の正負に格子定数の正確さは影響しない．したがって，正確な格子定数を把握していなくとも，10^{-1}Åのオーダーで格子定数が明確であれば，数 MPa の誤差で残留応力成分を求めることができる．

3 実験的検討

3-1 実験方法　提案した方法の妥当性を評価するために，Ni 基合金 NCF600 を用いた単軸引張負荷試験を行い，負荷応力に対する各応力成分および格子定数の変化の変化を求めた．実験には，日本原子力研究所の JRR-3M 中性子導管室 T2-1 ポートに設置されている残留応力解析用中性子回折装置 RESA を利用した．試験片加工中に発生した反りやねじれを除去することを目的とし，初期応力として 50MPa を負荷した．その初期状態に対し，相対的に 30，60，90，120，150MPa の五段階の応力を負荷した．測定した回折面は Ni111，Ni200，Ni220 の 3 種類とし，引張軸方向，および，それに直交する半径方向のひずみを測定することで三軸応力状態を求めた．

一方，無ひずみ状態の格子定数を実験的に確認するために，引張試験片と同ロッドから5mm×5mm×5mmの立方体試験片を切り出し，大気中，1050℃，5時間の条件で焼なました試料を作成した．本焼なまし材をランダムに回転させながら，Ni111，Ni200，Ni220の3種類のピークを測定し，それらの回折角から求めた格子定数の平均値を無ひずみ状態の格子定数とした．

3-2 実験結果　Fig. 2 に方法①を用いて応力評価を行った結果を示す．応力 σ_A は負荷方向の応力成分を示し，応力 σ_R および応力 σ_H は負荷方向と垂直方向の応力成分を示す．理論的には，σ_A の変化は負荷応力変化に等しく，σ_R および σ_H は負荷応力に関係なく一定値を示す．Fig. 2 に示すように，σ_A の変化量は理論的な応力変化にほぼ等しく，さらに，σ_R および σ_H は，負荷応力に関係なくほぼ一定値を示した．Fig. 2 に示したエラーバーは求めた応力の標準偏差を示すが，その大きさは数 MPa から 80MPa 程度であり，回帰分析による予測精度が比較的良いことが分かる．一方，格子定数の変化は，負荷応力に関係なく，約 3.5639Åで一定値を示し，焼きなまし試料の格子定数 3.5625±0.0005Åと比較し 0.0014Åの誤差で一致した．したがって，本結果は，材料中の残留応力状態によらず格子定数を決定できることを示している．ただし，本実験では，二方向のひずみ状態から格子定数や応力成分を評価していることから，三方向のひずみ状態からこれらを評価する場合と比較して測定精度が低いと推測される．したがって，三方向のひずみ状態から格子定数を評価することで，より実測値に近い値を得られる可能性がある．

次に，Fig. 3 に方法②を用いて応力評価を行った結果を示す．式（7）における格子定数 a を 3.4Åとして各応力成分を求めた．Fig. 3 に示すように，各応力変化は，Fig. 2 に示した応力変化とほぼ等しい結果が得られた．格子定数 a を 3.5Åとして計算した場合でも，3.4Åの場合と比較して数 MPa 程度の誤差で一致した結果が得られた．したがって，格子定数が 10^{-1} Åのオーダーで明確であれば，数 MPa 程度の誤差内で応力状態を決定することが可能である．

4 結　言

三軸応力測定を行う上で常に問題とされてきた，無ひずみ状態における格子面間隔 d_0 の問題を解決することを目的とし，格子定数が未知であっても内部残留応力状態を測定できる新しい中性子応力測定法を提案した．本方法の有効性を実験的に確認するために，Ni 基合金である NCF600 について，単軸負荷下における応力測定を行った結果，提案した方法により推定した格子定数は，焼きなまし材について測定した格子定数とほぼ同値であり，また測定した応力変化は理論的変化にほぼ一致した．したがって，格子定数が未知な材料に対しても，本方法を用いることで，残留応力状態を決定できると考えられる．

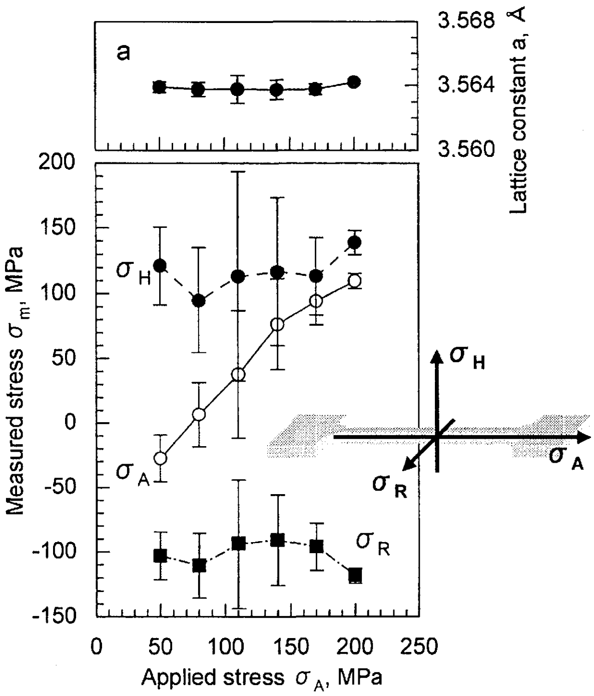

Fig. 2 Changes in stress states and lattice constant which were evaluated using method-1.

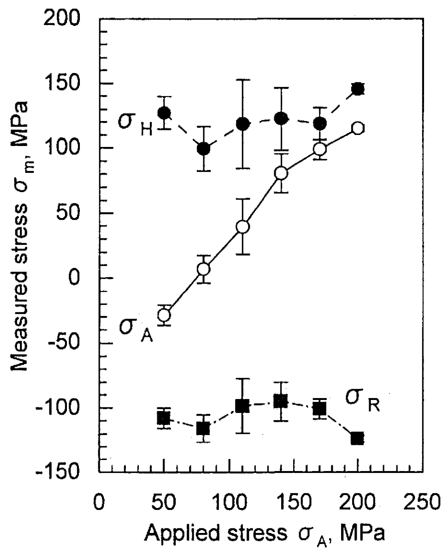

Fig. 3 Changes in stress states evaluated using method-2.