

## Neutron Stress Measurement of Coarse Crystal Grain Materials

## 1 緒 言

近年, 中性子による内部応力測定法が確立され, 様々な産業分野で残留応力の測定が行われている. 筆者らはかねてよりチタン鑄造材料の内部残留応力測定を進めているが, 真空鑄造で製造したチタン合金 (Ti-6Al-4V) の残留応力評価においてはきわめて粗大な結晶粒が存在しその測定を困難なものにしている. 従来は中性子応力測定において1点の測定に対して十分な測定時間をとることで精度の向上を試みていた<sup>(1)</sup>が, ビームタイムの問題が生じると同時に, 求める方位に全く回折線ピークの出現しないケースもあるなど多くの問題が残されている.

本研究では, 従来の直交する3軸方向のひずみを測定し Hooke の法則を用いて応力を算出する際に, 粗大結晶粒を有する試料に対して測定が困難となる場合を想定し, 粗大結晶粒を含む材料の中性子応力測定法のひとつとして, ロッキングカーブを利用した測定方法を提案するものである.

今回の報告では熱処理によって結晶粒の大きさを調整したアルミニウム鑄造材料を試料として, 試料に既知の引張負荷を与え, それらを測定・評価することで粗大結晶粒における中性子応力測定の可能性を調査した.

## 2 測定理論

試料内部の主軸直交座標系を  $x_1, x_2, x_3$  を定義し,  $x_1-x_2$  平面内で  $x_1$  からの角度を  $\chi$ ,  $x_2-x_3$  平面内で  $x_2$  軸からの角度を  $\phi$ , 同様に  $x_1-x_3$  平面内で  $x_3$  軸からの角度を  $\psi$  とする. Fig.1 に座標系と各軸からの角度記号を示す.

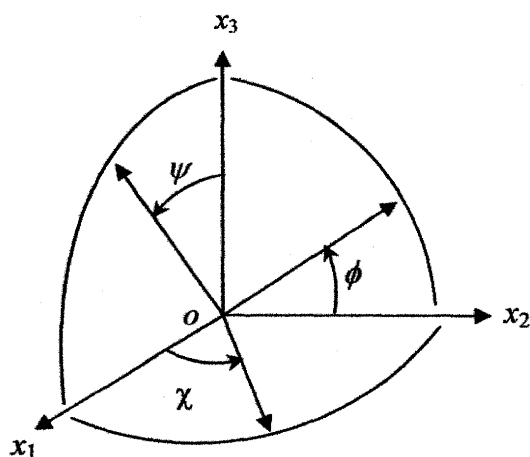


Fig.1 Cartesian coordinate system and angle definitions.

ここで,  $x_1, x_2, x_3$  軸方向の主ひずみを  $\varepsilon_1, \varepsilon_2, \varepsilon_3$ , 主応力を  $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$  とすると Hooke の法則より応力とひずみの関係は次式となる.

$$\begin{cases} \varepsilon_1 = \frac{1}{E} \{ \sigma_1 - \nu(\sigma_2 + \sigma_3) \} \\ \varepsilon_2 = \frac{1}{E} \{ \sigma_2 - \nu(\sigma_1 + \sigma_3) \} \\ \varepsilon_3 = \frac{1}{E} \{ \sigma_3 - \nu(\sigma_1 + \sigma_2) \} \end{cases} \quad (1)$$

ランダムな微細結晶粒からなる試料では中性子の照射体積内に回折に寄与する結晶粒が必ず存在し  $x_1, x_2, x_3$  軸方向のひずみ測定が可能である. しかしながら, 結晶粒が粗大になると照射領域中に回折に寄与する結晶粒は必ずしも存在しない. この場合  $x_1, x_2, x_3$  軸方向のいずれか, あるいはすべての方位において回折線ピークが出現しない場合があり, 式(1)の Hooke の法則を使用できないことになる.

ここで, Fig.1 に示すような  $\chi, \phi, \psi$  の角度を定義し,  $x_1-x_2$  平面内のひずみを  $\varepsilon_\chi$ ,  $x_2-x_3$  平面内のひずみを  $\varepsilon_\phi$ ,  $x_1-x_3$  平面内のひずみを  $\varepsilon_\psi$  とすると, それぞれの応力とひずみの関係は次式となる.

$$\begin{cases} \varepsilon_\phi = \frac{1+\nu}{E} (\sigma_3 - \sigma_2) \sin^2 \phi - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_3) + \frac{1}{E} \sigma_2 \\ \varepsilon_\psi = \frac{1+\nu}{E} (\sigma_1 - \sigma_3) \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2) + \frac{1}{E} \sigma_3 \\ \varepsilon_\chi = \frac{1+\nu}{E} (\sigma_2 - \sigma_1) \sin^2 \chi - \frac{\nu}{E} (\sigma_2 + \sigma_3) + \frac{1}{E} \sigma_1 \end{cases} \quad (2)$$

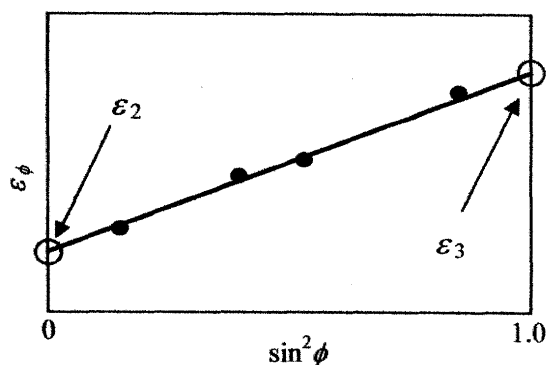
この式より,  $\varepsilon_\chi, \varepsilon_\phi, \varepsilon_\psi$  はそれぞれ  $\sin^2 \phi, \sin^2 \psi, \sin^2 \chi$  に対して線形関係で表現されることがわかる.

また, この式から明かなように,  $\phi = 0^\circ$  方向のひずみは  $\varepsilon_2$ ,  $\phi = 90^\circ$  方向のひずみは  $\varepsilon_3$  であり, 同様に  $\psi = 0^\circ$  方向ひずみは  $\varepsilon_3$ ,  $\psi = 90^\circ$  方向ひずみは  $\varepsilon_1$ , さらに,  $\chi = 0^\circ$  方向のひずみは  $\varepsilon_1$ ,  $\chi = 90^\circ$  方向のひずみは  $\varepsilon_2$  である. これは Fig.1 から明かであり, また, 式(2)からも確認できる.

$\varepsilon_\chi, \varepsilon_\phi, \varepsilon_\psi$  がそれぞれ  $\sin^2 \phi, \sin^2 \psi, \sin^2 \chi$  に対して線形であることから  $\phi, \psi, \chi$  を変化させる過程で, それぞれについて2ヶ所以上のひずみの値が存在すれば  $\varepsilon_1, \varepsilon_2, \varepsilon_3$  をそれぞれ推定することができる.

さらに, この  $\varepsilon_1, \varepsilon_2, \varepsilon_3$  を用いて式(1)に代入することで主応力  $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$  を計算することが可能となる.

例えば,  $x_2-x_3$  平面内で  $\phi$  回転に伴うロッキングカーブを測定し, 回折ピークの存在位置を確認する.

Fig.2  $\varepsilon_{\phi}-\sin^2\phi$  diagram.

次に、回折線の存在する $\phi$ の角度で格子ひずみ $\varepsilon_{\phi i}$ を測定する。測定結果はFig.2に示す $\varepsilon_{\phi i}-\sin^2\phi$ 線図を描き、直線近時をして $\phi=0^\circ$ および $\phi=90^\circ$ 方向のひずみ、すなわち $\varepsilon_2$ と $\varepsilon_3$ を求めることができる。同様にして $\varepsilon_{\psi i}-\sin^2\psi$ 線図より $\varepsilon_3$ と $\varepsilon_1$ 、 $\varepsilon_{\chi i}-\sin^2\chi$ 線図より $\varepsilon_1$ と $\varepsilon_3$ を求めることができる。

### 3 試料の準備

測定試料には、熔融したアルミニウム (JIS A1050) を異なる冷却速度で冷却し、結晶粒径を調整した試料を用いた。

アルミニウムはステンレス製の密閉鋳型に入れ真空炉中で $700^\circ\text{C}$ に加熱して熔融させた。その後、鋳型を水中で急冷した材料を微細結晶粒試料として使用した。また、同様に熔融後、空气中に放置し自然空冷状態で冷却した試料を粗大結晶粒試料として使用した。結晶粒径は粗大結晶粒試料の場合はややばらつきがあり $50\sim 100\mu\text{m}$ 、微細結晶材料で約 $20\mu\text{m}$ である。

製作した試料より引張試験片を削り出した。測定部分は幅および厚さとも $10\text{mm}$ とし、平行部分は $30\text{mm}$ の試料寸法とした。この試験片を引張治具に取り付けて引張負荷状態で中性子測定を行った。

### 4 中性子による測定方法および結果

中性子測定には日本原子力研究開発機構のRESAを用いた。今回の測定からRESAはゴニオメータ (試料台)

Table 1. Conditions of neutron measurement.

|                                  |                                                                                         |
|----------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------|
| Wave length & measurement sample | Ni powder, 111, 200, 220, 311<br>$\lambda = 1.592930 \text{ \AA}$                       |
| Reactor power                    | 20MW                                                                                    |
| Measurement material             | Aluminum casting alloy                                                                  |
| Crystal system                   | FCC                                                                                     |
| $hkl$ plane, diffraction angle   | 311, $2\theta = 81.34^\circ$                                                            |
| Slit system                      | Incident slit : $5 \times 5 \text{ mm}$<br>Receiving radial collimator : $3 \text{ mm}$ |
| Measurement time                 | 60 ~ 180 sec./point                                                                     |

が大きくなるとともに、ラジアルコリメータと1次元カウンタを併用することで測定感度が大幅に向上し、従来の $1/5$ 程度の測定時間で測定が可能となっている。Table1に今回の中性子測定条件を示す。

$2\theta$ 角 $81.4^\circ$ のロックングカーブをFig.3に示す。微細結晶粒を有する試料と粗大結晶を有する試料を比較し、粗大結晶の存在を確認した。

粗大結晶粒での測定においては $\pm 5^\circ$ 揺動をかけた。Fig.4に揺動の効果を示す。

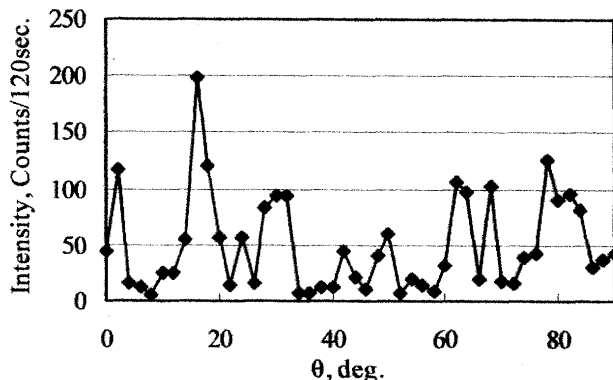


Fig.3 Rocking curve of fine crystal grain sample.

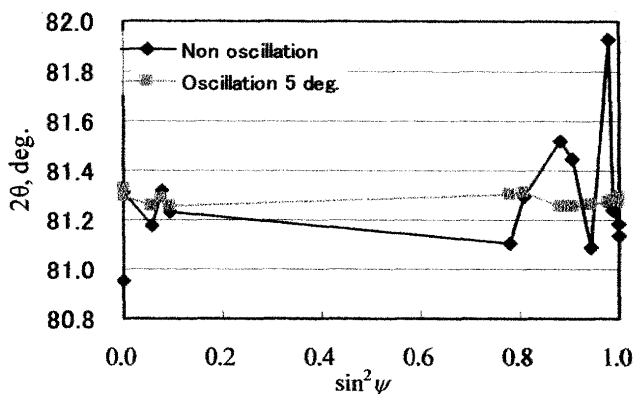


Fig.4 Oscillation effect of coarse crystal grain sample.

この結果より中性子を用いて粗大結晶のひずみを測定する際には揺動が必要であることが確認された。これは、試料に照射される中性子の波長にある程度の幅が存在するためであり、適切な揺動法の確立が今後必要である。また、微細結晶を有する試料は引張負荷に対して良好な応答を示し、式(2)の関係が $\varepsilon_{\phi i}-\sin^2\phi$ 線図等で確認された。一方、粗大結晶を有する試料の場合はばらつきが大きく $\varepsilon_{\phi i}-\sin^2\phi$ において線形性を確認することができない。しかしながら、個々の結晶については外力による負荷と中性子によって測定されたひずみは定性的には一致しており、今後、測定精度を向上させることで有用なデータを得ることができると考えられる。

### 参考文献

- 1) Masayuki Nishida, Tian Jing, M. Refai MUSLIH, Takao Hanabusa, The 11th World Conference on Titanium (Ti2007) Kyoto, Japan, 793(2007)