

令和 6 年 6 月 26 日現在

機関番号：32678

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2020～2023

課題番号：20K04185

研究課題名（和文）中性子応力測定の精度向上のための基準格子定数決定法に関する研究

研究課題名（英文）Determination Method of Reference Lattice Constants to Improve Accuracy of Neutron Stress Measurement

研究代表者

秋田 貢一（Akita, Koichi）

東京都市大学・理工学部・教授

研究者番号：10231820

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,200,000円

研究成果の概要（和文）：結晶質構造材料の応力状態を中性子回折によって測定する場合、被測定試料の無応力状態における結晶格子ひずみの基準値となる基準格子面間隔（ d_0 ）が必要である。しかし、現状では d_0 決定法に標準化された方法はない。そこで、 d_0 の実験値に及ぼす種々の影響因子を検討した。その結果、 d_0 測定用試料として櫛状試験片を用いる場合、その切出し加工にはワイヤ放電加工が適切であること、また、応力解放させる方向の切り込み幅（櫛の歯幅）は3mm以下が適切であることなどを実験・解析をもとに明らかにし、 d_0 測定用試料の標準化に向けた重要な知見を得た。

研究成果の学術的意義や社会的意義

産業界において中性子による残留応力測定ニーズが特に高い溶接部では、溶接時の原子拡散のために基準格子定数が空間的に分布するため、応力除去焼きなましを施しても無応力状態が得られない。この対策として試料に細かい切り込みを導入することで応力を解放させたいわゆる櫛状試験片が用いられている。しかし、この試験片の適切な準備方法が確立されていないという問題があった。本研究では、 d_0 測定における種々の影響因子を実験及び数値解析的に明らかにし、応力解放させる方向の切り込み幅（櫛の歯幅）は3mm以下が適切であることなどを明らかにし、 d_0 測定用試料の標準化に向けた重要な知見を得た。

研究成果の概要（英文）：When measuring the stress state of crystalline structural materials using neutron diffraction, it is required to determine the reference lattice spacing (d_0) under stress-free conditions for the measured sample. However, there is currently no standardized method for determining d_0 . In this study, various factors influencing the experimental value of d_0 were investigated. As a result, it was clarified through experiments and analyses that wire electrical discharge machining is suitable for the fabrication of comb-shaped test specimens used for d_0 measurements. Additionally, it was determined that the appropriate width of the tooth width of the comb sample for stress relief direction should be 3 mm or less. These findings provide important insights towards standardizing the preparation of d_0 measurement specimens.

研究分野：材料強度

キーワード：中性子回折 残留応力測定 基準格子定数 応力解放

様式 C - 19、F - 19 - 1 (共通)

1. 研究開始当初の背景

中性子回折を用いた応力測定法(中性子応力測定法)を用いると、中性子の材料への透過能の高さから、例えば厚さ 50 mm の鉄鋼材料において数 mm 角の測定体積(空間分解能に相当)で内部の応力分布が測定可能である。そのため、中性子応力測定法は大型の機械部品や構造物の表面から内部にかけての残留応力分布測定などに広く利用されている。この中性子応力測定法では、被測定対象は結晶質材料であり、結晶格子面間隔 d を回折法によって測定し、その変化すなわちひずみに弾性係数を乗ずることで応力が求められる。このひずみ算出の基準となる格子面間隔(基準格子面間隔) d_0 は、一般に無ひずみ状態における値を用いる。ただし、 d_0 はミクロ組織や化学組成によって異なり、実用構造材料においてこれを理論的に決定するのは困難である。そこで、実測による d_0 の決定が行われている。すなわち、応力を測定する部位と同様の微視組織を有し、かつ無ひずみ状態の試料を作製して d を測定し、 d_0 とする[1]。

無ひずみ状態の試料を得る手段として応力除去焼きなましがある。しかし、残留応力測定ニーズが特に高い溶接部では、溶接時の原子拡散のために基準格子定数が空間的に分布するため、それがみかけのひずみとして作用し、応力除去焼きなましを施しても無応力状態が得られない。そのため d_0 値が不正確となり、結果としてそれを用いた残留応力が非現実的な値を示す、あるいは残留応力が物体内で明らかにバランスしていない結果となることがある[2]。この問題を回避するために、溶接部から切り出した試料にさらに細かい切り込みを導入することで応力を解放させた、いわゆる櫛状試験片が用いられることが多い。しかし、この櫛状試験片においても、切込み加工によるひずみ導入の問題や、切込み幅(櫛の歯幅)について適切な標準がない状況にある。

2. 研究の目的

本研究では、歯幅の異なる櫛状試験片の d_0 測定を行い、櫛状試験片における歯幅の最適値を明らかにし、基準格子面間隔 d_0 の決定用試験片の標準化に向けた基礎的情報を得ることを目的とする。なお、櫛状試験片の形状だけではなく、櫛状に加工する段階の加工法の妥当性についても検証することとする。

3. 研究の方法

本研究で使用する櫛状試験片は、異材溶接部と同材溶接部から切り出した。異材溶接試験片は高温配管用炭素鋼管 STPT370 とオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316L の鋼管を溶接金属に SUS316L を使用して溶接した鋼管を、ワイヤ放電加工(Wire electrical discharge machining: WEDM)によって板状に切り出し、櫛状に加工したものである(Fig. 1)。同材溶接試験片は SUS316L 同士の鋼管を SUS316L で溶接したものである。歯幅と板厚は同一とし 1, 2, 3, 5, 10 mm の 5 種類の試験片を準備した。試験片形状を Fig. 2 に示す(幅 1mm の場合)。また、表面加工層除去に電解研磨を行った。本研究では櫛加工の有無による d_0 分布の比較のため、櫛加工前の試験片(以下 Base sample)も使用した。

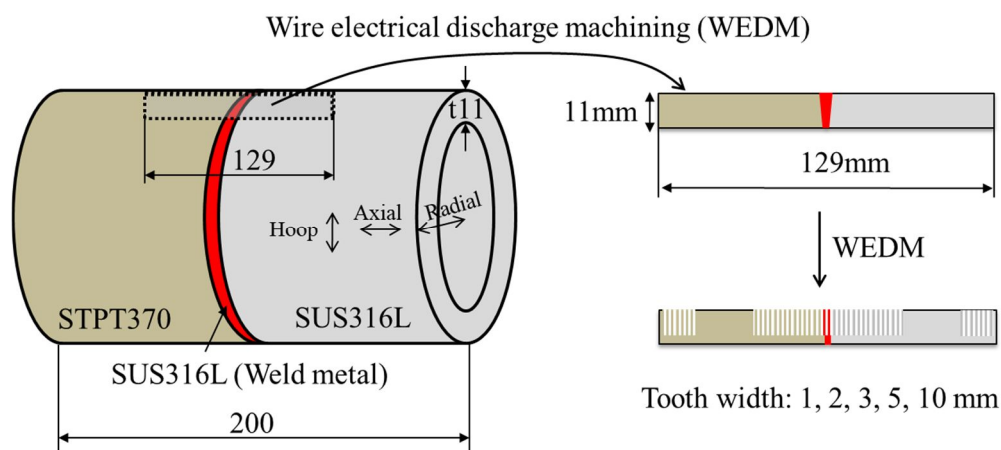


Fig. 1 Comb specimen preparation process.

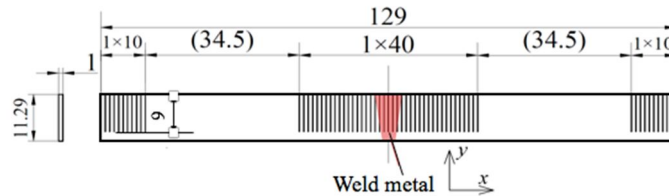


Fig. 2 Comb specimen (Tooth width: 1 mm).

4. 研究成果

一般的に、櫛状試験片の切り出し手段としては、本研究と同様に WEDM が用いられている。これは WEDM による加工層が機械加工によるそれよりは浅く、加工ひずみの導入も少ないと考えられているためである。しかし、その WEDM の影響を実際に確認した例は見られない。そこで、まず、WEDM において広角 X 線回折パターンを測定し、加工面の状態を確認した。Fig. 3(a) および(b)にそれぞれ放電加工前および後の X 線回折パターンを示す。

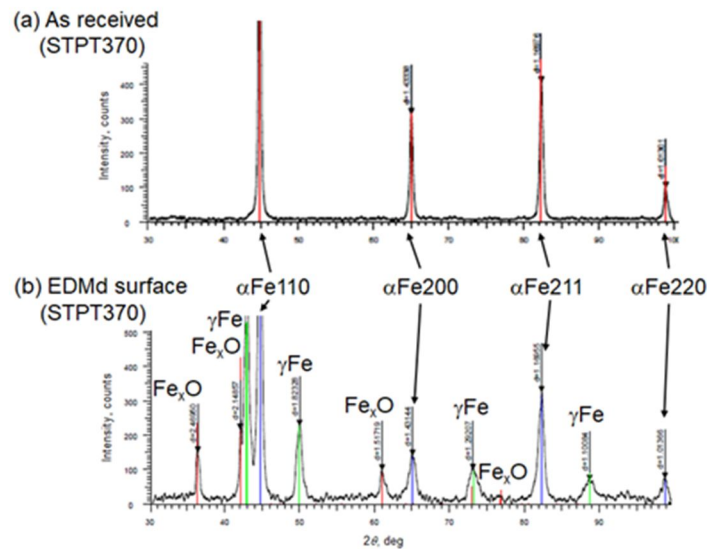


Fig. 3 Diffraction patterns as received (a) and wire electric discharge machined surface (b) of STPT370.

加工前は α -Fe のピークのみであるのに対し、加工後は酸化鉄 Fe_xO が観察され、WEDM による溶融凝固の過程で酸化が生じたことがわかる。複相組織を呈していることから相間ひずみの発生が考えられ、また、それ以前の問題として局所的な(極表面層の)溶融凝固による熱ひずみの発生が考えられる。そこで、櫛状試験片表面の残留応力を X 線回折によって測定した。その際、櫛状試験片表面の WEDM による加工層を電解研磨によって除去した試験片も準備して比較した。結果を Fig. 4 に示す。放電加工面の表面残留応力は櫛状部分で 300 ~ 400MPa とかなり高いが、表面から約 50 ミクロンメートル深さまで電解研磨することでほぼゼロまで低下した。このことから WEDM によって約 50 ミクロンメートル深さまで残留応力が導入されていること、また、それよりも深い位置で残留応力がゼロになっていることから、櫛状切込みにより残留応力が解放されていることがわかる。

ところで櫛状試験片は WEDM で切り出した状態で用いるのが一般的であり、WEDM による表面加工層の影響は考慮せずに中性子による d_0 測定が行われている。これは、櫛状試験片の中性子回折測定では、歯 1 本が測定体積に完浴状態となり (Fig. 5) 測定体積に占める表面層 (50 ミクロンメートル深さ) の体積が小さく、表面層内のひずみが回折角に及ぼす影響が無視できると考えられているためである。これを確認するために以前の研究において数値シミュレーションで検討した[3]。詳細は省略するが、本研究における最小の歯幅が 1mm すなわち表面層の体積割合が最も大きい場合でも、表面残留応力が発生していることによるひずみの変化はおよそ 8×10^{-7} であり、応力換算で 0.2MPa 程度であることが分かった。したがって、中性子回折により数 mm 角の測定体積で d_0 測定をする場合、WEDM 状態すなわち電解研磨せずに測定しても加工層の影響は無視できる程度であることが確認できた。

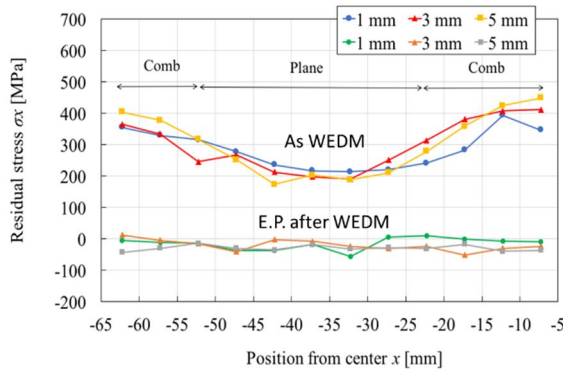


Fig. 4 Residual stress distributions of comb specimens measured using X-ray.

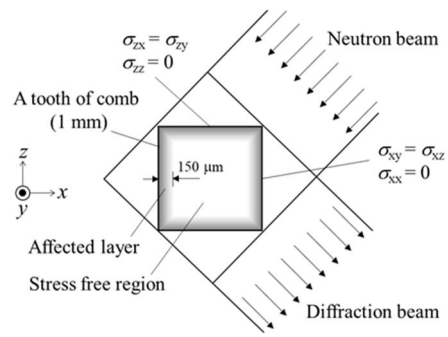


Fig. 5 Layout for d_0 measurement using neutrons.

次に、 d_0 測定における歯幅の影響を検討した。Fig. 6 は中性子回折で測定した d 値から算出した格子定数 A を示す。また、この A を用いて溶接部の残留応力を求めた結果を Fig. 7, 8 および 9 に示す。Fig. 7, 8, 9 は試験片切り出し前の配管におけるそれぞれ半径方向、軸方向、周方向の残留応力測定結果である。残留応力は、特に歯幅 10 mm のものは他のものと異なる結果となっており、切込みによる残留応力解放が十分ではないものと考えられる。また、5 mm についても半径方向残留応力分布が 1 ~ 3 mm の場合とは異なっている。したがって、櫛状試験片における歯幅を 3 mm 以下とすることで、残留応力が十分解放するものと考えられる。

以上から、中性子回折による d_0 測定のための櫛状試験片の加工方法として WEDM は適切であり、WEDM 加工後の表面加工層の影響は無視できる程度であり、また、櫛の歯幅は 3 mm 以下とすることで残留応力が十分解放できるとの指針を得た。

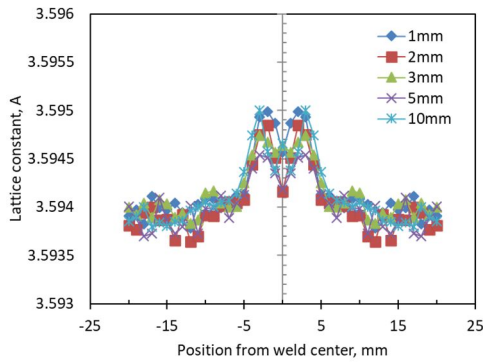


Fig. 6 Measured lattice constant A .

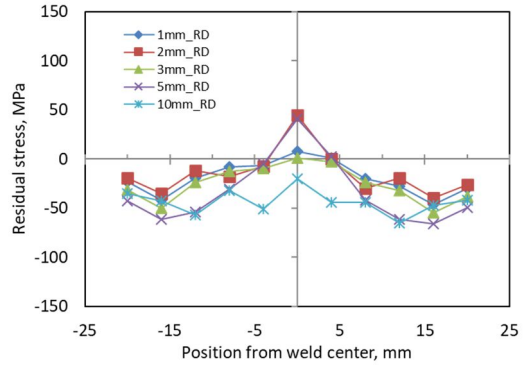


Fig. 7 Residual stress distributions (Radial dir.).

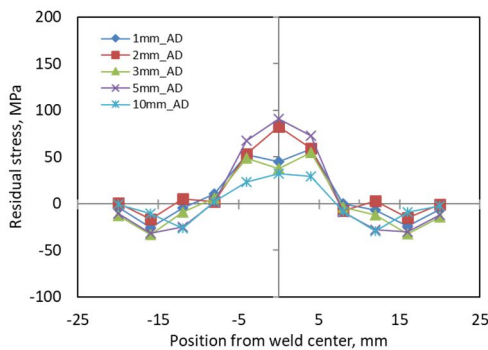


Fig. 8 Residual stress distributions (Axial dir.).

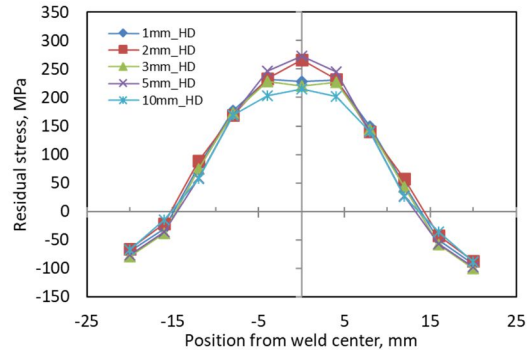


Fig. 9 Residual stress distributions (Hoop dir.).

参考文献

- [1] P. J. Withers, M. Preuss, A. Steuwer and J. W. L. Pang, Methods for the obtaining the strain-free lattice parameter when using diffraction to determine residual stress, *J. Appl. Crystallogr.* 40 (2007) 891–904.
- [2] 鈴木裕士, 秋田貢一, 中性子回折法による溶接残留応力測定精度に関する考察 - 無ひずみ状態の格子定数の影響 -, *材料*, 61, 7 (2012) 604-611.
- [3] 斎藤成海, 吉野智貴, 秋田貢一, 諸岡 聡, 鈴木裕士, 中性子応力測定における d_0 試験片の妥当性検討, 第 53 回 線材料強度に関するシンポジウム講演論文集, 2019.

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計4件（うち査読付論文 2件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 2件）

1. 著者名 Y. Sano, K. Akita	4. 巻 26
2. 論文標題 Diffraction Study Reveals Mechanism of Laser Peening without Ablative Layer	5. 発行年 2024年
3. 雑誌名 Metal Finishing News	6. 最初と最後の頁 -
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

1. 著者名 飯野 雄基, 秋田 貢一, 佐野 雄二, 水田 好雄, 玉置 悟司	4. 巻 35
2. 論文標題 低エネルギーレーザーピーニングによるTi-6Al-4V ELIの表面改質	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 ショットピーニング技術	6. 最初と最後の頁 129-130
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 千代 隼久, 秋田 貢一, 佐野 雄二, 水田 好雄, 玉置 悟司	4. 巻 35
2. 論文標題 低エネルギーレーザーピーニングによる電磁鋼板の疲労強度向上	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 ショットピーニング技術	6. 最初と最後の頁 127-128
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Masayoshi Kumagai, Masatoshi Kuroda, Takashi Matsuno, Stefanus Harjo, Koichi Akita	4. 巻 221
2. 論文標題 In situ neutron diffraction analysis of microstructural evolution-dependent stress response in austenitic stainless steel under cyclic plastic deformation	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Materials & Design	6. 最初と最後の頁 110965
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.matdes.2022.110965	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

〔学会発表〕 計1件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 秋田 貢一, 諸岡 聡, Stefanus HARJO, 菖蒲 敬久
2. 発表標題 中性子回折による荷重下および熱サイクル下の残留応力緩和過程のその場測定
3. 学会等名 日本材料学会第72期学術講演会
4. 発表年 2023年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
---------	---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------