

小角中性子散乱による Cr-Mo 鋼中の微小なクリープボイドのサイズ評価

JFE テクノリサーチ株式会社 小川祐季

1. Introduction

物質に外力を加えた際、内部でクリープボイドと呼ばれる微小な孔が発生・成長することで、最終的には破断が生じる。この現象はクリープ損傷と呼ばれ、金属材料においては一般に、高温下で発生すると知られている。高 Cr 鋼等の高温下で用いられる金属材料では、クリープ損傷が劣化、破損の主要因の一つとして考えられており、クリープボイドのサイズ評価や発生機構解明のための分析手法開発は、材料開発・設計において極めて重要であると考ええる。

クリープボイドのサイズ評価の方法として走査型電子顕微鏡(SEM)に代表される、顕微鏡法による実空間観察がある。顕微鏡法は個々のボイドサイズを直接評価できるという利点を持つ反面、得られる情報は局所的である。一方、小角散乱法は微小な散乱体の形状、サイズについて、マクロな領域での平均情報を得ることができ、マクロ現象の評価、解明のためにより有効な手法であると期待している。

本課題では、火力発電等の高温・高圧下で用いられている CrMo 鋼を 5 種類用意し、クリープ試験時間とクリープボイドのサイズ・分布の相関を確認することを目的とした。

2. Experiment

試料：CrMo 鋼のクリープ試験片 5 種類

- ・クリープ試験時間 0h
- ・クリープ試験時間 410h
- ・クリープ試験時間 538h
- ・クリープ試験時間 650h
- ・クリープ試験時間 649h

うちクリープ試験時間 649h は破断材、他は全て未破断材である。

試料サイズ：6mm φ の円柱形状

今回、入射光の照射面積が 10mm□にて測定できるよう、試料を半割にし、横に 3 枚並べて測定を行った。

測定条件：装置名 BL20(iMATERIA)

測定手法 小角中性子散乱測定

陽子ビーム出力 600 kW

露光時間 1 時間/1 試料

検出器 小角バンク及び低角バンク

また、今回の試料は磁性をもつため、磁気散乱と核散乱を切り分けなければならない。そのため、試料に磁場を印加し、磁化を飽和させることで核散乱のみを反映した小角散乱プロファイルを求めた。このとき試料ホルダーに磁場ホルダー(磁場：0.5 T、磁場方向：横)を用いて測定を行った。

解析方法：得られたデータを一次元化する際、核散乱のみを取り出すために、円環平均をとる領域を磁場方向から±15° の領域のみに限定し、小角散乱プロファイルを算出した。

同様に、円環平均をとる領域を磁場に直行する方向から $\pm 15^\circ$ の領域のみに限定することにより、核散乱と磁気散乱が足しあわされた小角散乱プロファイルを算出した。
 また、入射中性子線が低波長の場合は多重回折現象がみられるため、波長領域を $4.5\sim 10$ Åに限定している。

3. Results

図1に試験時間の異なる試験片(CrMo 鋼)測定して得られた核散乱の小角散乱プロファイルを示す。今回の結果からは試料間の差異は見られなかった。このことから今回測定している q 範囲にて観察できるポイド、析出物は存在していない、もしくはサイズ変化していないと考えられる。

また、図2に核散乱と磁気散乱が足しあわされた小角散乱プロファイルを示す。こちらのプロファイルは低角バンクが縦方向にないため、小角バンク検出器から得られたプロファイルのみとなっている。しかし、この結果も試料間の差異は見られなかった。

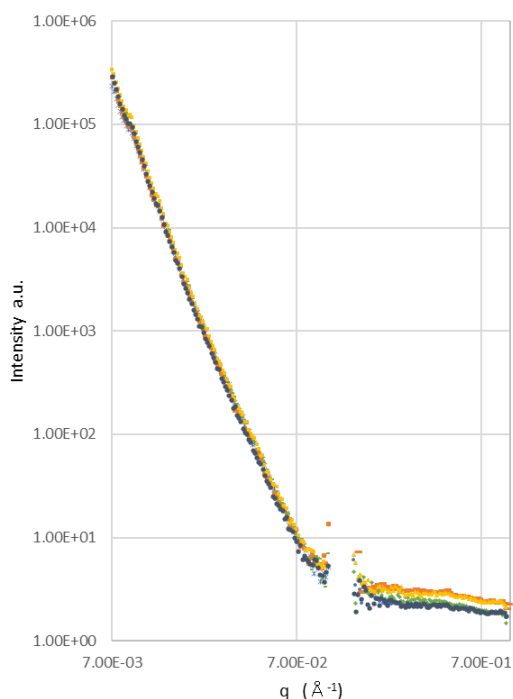


図1 核散乱の SANS プロファイル

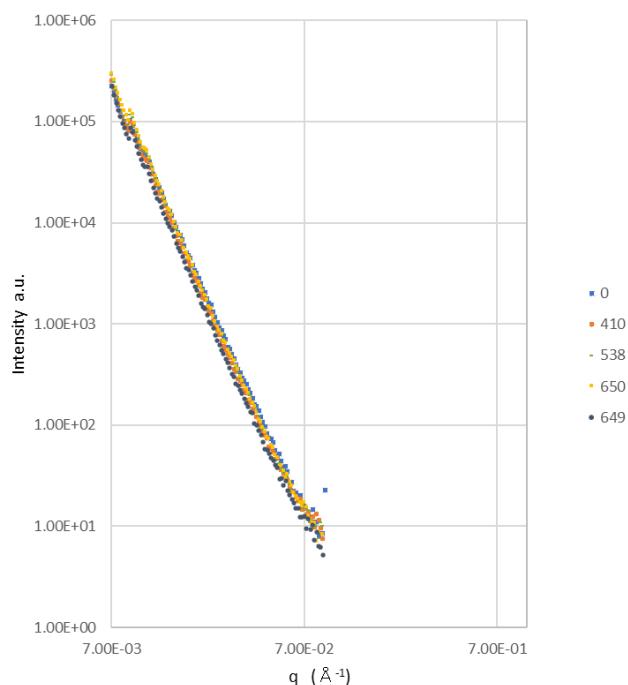


図2 核散乱+磁気散乱の SANS プロファイル

4. Conclusion

本結果から、本条件にて試験した CrMo 鋼は iMATERIA の q 範囲中のポイドは存在しないもしくはサイズ変化していないと考えられる。

本試料に関しては今後、ポイドのサイズ評価が出来る他手法を併用し、本測定手法によるサイズ評価を模索していく。同様にサイズが $50\sim 60$ nm以下の析出物を持つ試料を選定し、同様な実験を行ってきたい。