高温水中における応力腐食割れ発生試験方法の規格化ならびに規格改正

石橋 良^{1)*}, 藤本浩二²⁾, 加藤千明³⁾, 宮原勇一⁴⁾,
加古謙司⁴⁾, 竹田貴代子⁵⁾, 榊原洋平⁶⁾, 渡邊 豊⁷⁾

- ¹⁾ 株式会社日立製作所
²⁾ 三菱重工業株式会社
³⁾ 国立研究開発法人日本原子力研究開発機構
⁴⁾ 一般財団法人電力中央研究所
⁵⁾ 新日鐵住金株式会社
⁶⁾ 株式会社 IHI
⁷⁾ 東北大学

Establishment and Amendment of Test Standards for Evaluating Stress Corrosion Cracking Initiation in High temperature Water

Ryo Ishibashi^{1)*}, Koji Fujimoto²⁾, Chiaki Kato³⁾, Yuichi Miyahara⁴⁾,
Kenji Kako⁴⁾, Kiyoko Takeda⁵⁾, Yohei Sakakibara⁶⁾ and Yutaka Watanabe⁷⁾

- ¹⁾ Hitachi, Ltd.
²⁾ Mitsubishi Heavy Industries, Ltd.
³⁾ Japan Atomic Energy Agency
⁴⁾ Central Research Institute of Electric Power Industry
⁵⁾ Nippon Steel and Sumitomo Metal Co.
⁶⁾ IHI Co.
⁷⁾ Tohoku university

*責任著者 (Corresponding Author) 〒319-1292 日立市大みか町 7-1-1 (7-1-1 Omika-cho, Hitachi-shi, 319-1292, Japan)
Email: ryo.ishibashi.wt@hitachi.com

Because of lack of test standards applicable in high-purity water at high temperatures, standardization of test methods for evaluating the stress corrosion cracking initiation of metals and alloys used for nuclear power plant has been carried out. The standard of uniaxial constant load test method has been established and stipulated in JSCE standard (JSCE S 1501). The Japan industry standard (JIS G 0511) has been reviewed and modified for the rationalization of reverse U-bend test method. Furthermore, the attempt to reflect these discussed technical resolutions in ISO standard is currently ongoing.

Key words : stress corrosion cracking initiation, high-temperature high-purity water, uniaxial constant load, reverse U-bending, test method, standard

1. は じ め に

原子力発電用軽水炉の一次系環境に代表される高温高純度水環境では、オーステナイト系ステンレス鋼および Ni 基合金が応力腐食割れ (SCC : Stress Corrosion Cracking) 感受性を示す場合がある。沸騰水型軽水炉 (BWR : Boiling Water Reactor) では、1970 年代半ばに確認された原子炉再循環系 (PLR : Primary Loop Recirculation system) 配管溶接熱影響部の鋭敏化ステンレス鋼の粒界型 (IG : Inter-Granular) SCC¹⁾⁻³⁾ をはじめとして、PLR 配管や炉心シュラウドの低炭素ステンレス鋼の IGSCC⁴⁾、シュラウドサポートや制御棒駆動機構 (CRD : Control Rod Drive) スタブチューブ取付部の Ni 基溶接金属のデンドライト境界 (ID : Inter-Dendritic) SCC^{5), 6)} などを経験している。加圧水型軽水炉 (PWR : Pressurized Water Reactor) では、上蓋制御棒駆動管台の Ni 基溶接金属の IDSCC、蒸気発生器入り口管台での Ni 基溶接金属の IDSCC やステンレス

鋼の IGSCC を経験している^{7), 8)}。

経済産業省原子力安全・保安院 (当時) による提言を受けて、「安全第一を旨として、プラントの供用期間に関係なく、一定の安全水準を確保するため、プラントの長期間の供用に伴う経年劣化の特徴を把握して、これに的確に対応した運転プラントの保守管理を達成および次世代の軽水炉の設計・建設に寄与すること」を目的に、(独)原子力安全基盤機構 (当時) によって高経年化対応技術戦略マップが策定されている⁹⁾。この中で、ステンレス鋼および Ni 基合金の SCC の健全性評価に関わる技術課題として、SCC 発生・き裂進展データ整備が、高精度化の項目では、発生データの拡張、高精度化とともに発生試験方法の妥当性検討が挙げられている。

SCC に対する機器の健全性や対策の有効性を評価することを目的として、材料の SCC 感受性、発生寿命、進展速度などを求めるため種々の SCC 試験が多く、試験・研究機関で実施されている。異なる試験・研究機関による試験結果を比較するには、試験結果に影響する条件が

揃えられていることが前提であり、試験方法の標準化・規格化が望まれる。SCC 試験方法については、汎用的な事項、もしくは、特定の材料および環境に対しては規格が既に発行されているものの、高温高純度水環境での SCC を取り扱う規格はほとんどない。そこで、腐食防食学会において、原子力関連の SCC 試験方法の規格化を進めてきた。

本稿では、技術委員会「原子力関連 SCC 試験法の規格化委員会」において発生分科会が進めてきた SCC 発生試験方法の規格化および規格改正の概要について述べる。まず活動実績を述べ、既存の SCC 試験規格の状況を説明した上で、規格化および規格改正の概要、さらにその後の展開について述べる。

2. 腐食防食学会における原子力用途の SCC 試験法規格化活動

(社)腐食防食協会(当時)では、原子力関連 SCC 試験法の標準化・規格化の推進を図るため、経済産業省の特別会計標準化調査研究事業(軽水炉プラント標準化調査)「原子力発電所配管の応力腐食割れ試験方法の標準化調査研究」(平成 15 年～平成 17 年)を受託して、「応力腐食割れ試験法調査研究委員会」(委員長：辻川茂男(東京大学名誉教授))を設置し、軽水炉環境中における SCC 試験方法に関する調査と規格案の作成を行った。この活動において作成した逆 U 曲げ試験方法の規格原案は **JIS 規格**制定に至り **JIS G 0511**：2006「金属及び合金の逆 U 曲げ試験片を用いた応力腐食割れ試験方法」が発行された。

この活動を引き継ぎ、技術委員会「原子力関連 SCC 試験法の規格化委員会」(委員長：庄子哲雄(東北大学教授))を平成 20 年度に設置した。さらに、本委員会に進

展分科会(主査：新井拓(電力中央研究所))と発生分科会(主査：渡邊豊(東北大学教授))を設置し、それぞれ進展試験方法と発生試験方法の標準化・規格化に向けて取り組んできた。その結果、腐食防食学会(JSCE：Japan Society of Corrosion Engineering)規格として、発生分科会では **JSCE S 1501**：2015「高温高純度水環境における単軸引張定荷重負荷(UCL：Uniaxial Constant Load)を用いた金属及び合金の応力腐食割れ試験方法」¹⁰⁾を、進展分科会では **JSCE S 1502**：2015「高温水中における応力腐食き裂進展試験方法」¹¹⁾を発行した。さらに、発生分科会が中心になって **JIS 原案作成委員会**を組織し、**JIS G 0511**：2006 を改正して **JIS G 0511**：2014¹²⁾を発行した。

3. 既存の SCC 試験方法規格

3.1 既存規格の構成

Table 1 に SCC 試験に関わる既存規格のまとめを示す。既存規格として、国際標準化機構(**ISO**：International Organization for Standardization)規格、米国材料試験協会(**ASTM**：American Society for Testing and Materials)規格、米国防食技術者協会(**NACE**：The National Association of Corrosion Engineers)規格および日本工業規格(**JIS**：Japan Industrial Standard)を調査した。既存規格は、1) 汎用的な腐食試験方法および関連技術を規定するもの、2) 汎用的な SCC 試験片または SCC 試験方法を規定するもの、3) 特定の試験材料および試験環境における SCC 試験方法を規定するものに大きく分けられる。**ISO** 規格および **ASTM** 規格では、上述の 3 つのカテゴリに属するものが存在し、系統化されているようにみられる。一方、**JIS** 規格および **NACE** 規格では、特定の試験材料および試験環境における試験方法を規定するものがほとんどである。

Table 1 Existing standard related to SCC test method

Standard	General-purpose corrosion test and related technology	General-purpose SCC test specimen or method	SCC test method for specific materials and environments
ISO	<ul style="list-style-type: none"> ➤ ISO8044 Terminology ➤ ISO11845 General principles ➤ ISO8407 Removal methods of corrosion products 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ ISO7539-1 General guidance ➤ ISO7539-2 Bent-beam specimens ➤ ISO7539-3 U-bend specimens ➤ ISO7539-4 UCL specimens ➤ ISO7539-5 C-ring specimens ➤ ISO7539-6 Pre-cracked specimens/constant load or displacement ➤ ISO7539-7 SSRT ➤ ISO7539-8 Weldments ➤ ISO7539-9 Pre-cracked specimens/rising load or displacement ➤ ISO7539-10 Reverse U-bend method ➤ ISO7539-11 Hydrogen embrittlement and hydrogen-assisted cracking 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ ISO9591 Al alloys/NaCl solution/UCL U-bend etc. ➤ ISO6957 Cu alloys/ammonia ➤ ISO15324 Stainless steels and Ni alloys/drop evaporation of NaCl solution/UCL

ASTM	<ul style="list-style-type: none"> ➤ NACE/ASTM G193 Terminology ➤ ASTM G01 Preparation and use of specimens ➤ ASTM G31 Laboratory immersion corrosion testing ➤ ASTM G111 Corrosion tests in high temperature and/or high pressure environment ➤ ASTM G16 Statistics to analysis of corrosion data ➤ ASTM G107 Corrosion data formats for computerized database input 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ ASTM G39 Bent-beam specimens ➤ ASTM G30 U-bend specimens ➤ ASTM G49 UCL specimens ➤ ASTM G38 C-ring specimens ➤ ASTM G129 SSRT ➤ ASTM G58 Weldments ➤ ASTM G168 Pre-cracked double beam specimens 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ ASTM G35 Stainless steels and Ni-Cr-Fe alloys/polythionic acids/U-bend ➤ ASTM G36 Stainless steels/MgCl₂ solution/U-bend ➤ ASTM G37 Cu-Zn alloys/Mattsson's solution/U-bend ➤ ASTM G41 Metal and alloys/hot salt environment/UCL, U-bend etc. ➤ ASTM G123 Stainless steels/NaCl solution/U-bend ➤ ASTM G44 Al alloys and Fe alloys/NaCl solution ➤ ASTM G47 2XXX and 7XXX Al alloys/NaCl solution/UCL etc. ➤ ASTM G64 Al alloys/NaCl solution/UCL etc. ➤ ASTM G103 Low Cu 7XXX Al alloys/NaCl solution/UCL, U-bend etc. ➤ ASTM G139 2XXX and 7XXX Al alloys/NaCl solution/UCL
NACE	<ul style="list-style-type: none"> ➤ NACE TM0169 Laboratory immersion corrosion testing 	-	<ul style="list-style-type: none"> ➤ NACE TM011 Carbon steels/Ethanol/SSRT ➤ NACE TM0117 Metals and alloys/H₂S environments/UCL ➤ NACE TM0198 Corrosion-resistant alloys/sour oilfield service/SSRT ➤ NACE TM0316 Metals and alloys/H₂S environments/bent-beam
JIS	<ul style="list-style-type: none"> ➤ JIS Z 0103 Terminology 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ JIS G 0511 Reverse U-bend method 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ JIS H 8711 Al alloys/NaCl solution/UCL U-bend etc. ➤ JIS G 0576 Stainless steels/MgCl₂ or KCl solution/UCL or U-bend

3.2 ISO 規格

汎用的な腐食試験方法および関連技術の規格として、**ISO 8044**(腐食用語と定義)、**ISO 11845**(腐食試験の一般指針)、**ISO 8407**(試験後の腐食生成物除去方法)が規定されている。

汎用的な SCC 試験片または SCC 試験方法の規格として、**ISO 7539**が現在 Part 11 まで発行されている。**ISO 7539-1**には SCC 試験手順の一般指針、**ISO 7539-4**は金属材料の SCC 感受性の調査・研究のための単軸荷重引張試験片の準備および取り扱い、**ISO 7539-6**には切欠き試験片の準備および取り扱い、**ISO 7539-8**には溶接継手から採取する試験片の準備および取り扱いが規定されている。なお、定ひずみ負荷試験の試験片として**ISO 7539-2**には曲げ試験片、**ISO 7539-3**には U 曲げ試験片、**ISO 7539-5**には C リング試験片の準備および取り扱いが規定されており、さらに**ISO 7539-7**には低ひずみ速度試験(SSRT)方法、**ISO 7539-9**には変動荷重もしくは変動変位試験(き裂進展試験)のための切欠き試験片の準備および取り扱いが規定されている。**ISO 7539-10**には逆 U 曲げ試験方法、**ISO 7539-11**には水素脆化および水素助長割れ試験方法指針が規定されている。

特定の試験材料および試験環境における SCC 試験方法の規格として、**ISO 6957**にはアンモニア環境におけ

る銅合金、**ISO 9591**には塩化ナトリウム等溶液環境における Al 合金、**ISO 15324**には塩化ナトリウム液滴蒸発試験を用いたステンレス鋼および Ni 基合金の SCC 試験方法が規定されている。

3.3 ASTM 規格

汎用的な腐食試験方法および関連技術の規格として、**NACE**と合同で**NACE/ASTM G193**には腐食用語、**ASTM G01**には腐食試験片の準備、洗浄および評価の標準的手法、**ASTM G31**には浸漬腐食試験の標準的手法、**ASTM G111**には高温高圧下の腐食試験方法、**ASTM G16**には腐食試験データの統計的解析方法、**ASTM G107**には腐食試験データベースの入力書式が規定されている。

さらに、汎用的な SCC 試験片または SCC 試験方法の規格が、**ISO**と同様に発行されている。**ASTM G49**には直接引張 SCC 試験片の準備および取り扱いが規定され、定荷重試験だけでなく、定ひずみ負荷試験および SSRT も対象に含まれている。**ASTM G129**には SSRT 方法が規定されている。さらに、定ひずみ負荷試験の試験片として、**ASTM G30**には U 曲げ試験片、**ASTM G38**には C リング試験片、**ASTM G39**には曲げ試験片、**ASTM G168**には予き裂ダブルビーム試験片の準備と取

り扱いが規定されている。ASTM G58には溶接継手から採取する試験片の準備方法が規定されている。

一方、特定の試験材料および試験環境におけるSCC試験方法についても多くの規格が発行されている。ASTM G35にはポリチオン酸溶液環境におけるステンレス鋼およびNi-Cr-Fe合金、ASTM G36には沸騰塩化マグネシウム溶液環境におけるステンレス鋼、ASTM G37にはpH7.2のMattsson溶液環境における黄銅、ASTM G41には高温塩環境における金属、ASTM G123には沸騰酸性塩化ナトリウム溶液環境におけるステンレス鋼のSCC感受性評価法が規定されている。ASTM G44, ASTM G47, ASTM G64, ASTM G103およびASTM G139には、様々な環境でのAl合金のSCC感受性評価のためのSCC試験片およびSCC試験方法が規定されている。なお、ASTM G35, ASTM G36およびASTM G37ではU曲げ試験を参照して説明されているものの、単軸定荷重試験を含む種々の応力負荷方法にも適用可能であることが記述されている。

3.4 NACE 規格

汎用的な腐食試験方法および関連技術の規格として、ASTMと合同でNACE/ASTM G193には腐食用語、NACE TM0169には金属の腐食試験方法が規定されている。

汎用的なSCC試験片またはSCC試験方法の規格はないが、特定の試験材料および試験環境におけるSCC試験方法の規格がいくつか発行されている。NACE TM0177は、硫化水素を含む低pH溶液環境における金属の硫化物応力割れおよびSCC試験方法に関する規格である。単軸定荷重試験を含む引張試験、定ひずみ曲げ試験、Cリング試験ならびにダブルカンチレバービーム試験の試験方法について、試験片、試験装置、試験手順、結果の記録および評価方法を詳細に規定している。NACE TM0316にはオイル&ガス産業環境でのSCC感受性評価に用いる4点曲げ試験法について規定している。NACE TM0111にはエタノール環境における炭素鋼について、NACE TM0198には酸性油田施設環境での耐食合金についてSSRTを用いたSCC感受性評価法が規定されている。

3.5 JIS 規格

汎用的な腐食試験方法および関連技術の規格としてJIS Z 0103(防せい防食用語)があるものの、特定の試験材料および試験環境における腐食試験方法の規格がほとんどであり、ISO規格およびASTM規格のように系統化されていない。汎用的なSCC試験片またはSCC試験方法の規格は、ISO対応規格に改正したJIG G 0511:2014(逆U曲げ試験方法)¹²⁾のみである。

一方、特定の試験材料および試験環境におけるSCC試験方法の規格がいくつか発行されている。JIS H 8711は、ISO 9591を基に作成された規格で、塩化ナトリウム等溶液環境でのAl合金のSCC試験片およびSCC試験方法を扱っている。その附属書(参考)1~7にISO 7539-1~7の翻訳を掲載している。JIS G 0576は、42%塩化マグネシウム溶液もしくは30%塩化カルシウム溶液環境におけるステンレス鋼のSCC試験方法に関する規格である。A法:42%塩化マグネシウム溶液環境においては単軸定荷

重試験とU字曲げ試験を、B法:30%塩化カルシウム溶液環境においてはU字曲げ試験を規定している。

4. SCC 発生試験方法の規格化ならびに規格改正

4.1 単軸引張定荷重負荷(UCL)試験

4.1.1 規格制定の考え方

高温高純度水環境における単軸定荷重試験は長い歴史をもっており^{13),14)}、SCC発生下限応力やSCC発生寿命を評価するために有効な方法であり、多くの試験・研究機関で用いられている。SCC発生過程が確率過程である^{15),16)}ために多くの繰り返し数で試験するとともに、耐食合金製の压力容器に荷重負荷機構を装備させる必要があることから、各試験・研究機関が様々な制約の中で工夫した試験装置・試験方法をもって試験が実施されている。そこでは、各々の技術的判断の下で、試験片形状、荷重負荷機構、試験環境、荷重負荷時期、試験時間などが決められている。近年、SCCが発生しにくい材料を対象に、実機条件に対して加速条件下で試験を実施し、現実的な試験時間をもって終了して評価をする場合が多くなっている。

SCC発生試験は必然的に加速試験である必要があるが、一方で同時に、割れメカニズムや律速過程が評価対象である実機での現象と同一であることが求められる。加えて、SCC発生現象は確率論的な側面を持っている。これらのことから、試験条件の与え方や試験結果の評価において深いレベルで考察しておくべき項目は少なくない。標準化・規格化にあたっては、こういった考察を踏まえて、科学的意味を理解した上で、試験装置や試験方法を規定するのが望ましい。

JSCE S 1501:2015では、特定の試験材料および環境を対象としたSCC試験方法と、適用範囲を限定した。この規格では、適用範囲として、金属および合金(溶接金属及び熱影響部を含む)を対象とし、原子力発電プラントの軽水炉水環境(一次系)の模擬環境を代表とした常圧での水の沸点(100℃)を超える高純度水環境中におけるSCC感受性を評価するために、試験容器として压力容器を使用し、単軸引張定荷重負荷(UCL)を用いた試験方法と定めた。

JSCE S 1501の検討にあたって、既存規格に高温高純度水環境でのUCL試験方法が存在しないことから、汎用的なSCC試験のための単軸定荷重試験片の規格であるISO 7539-4:1989を参考にし、高温高純度水環境で試験を実施するのに必要な技術的内容をISO 7539-4:1989の内容に追加または変更している。例えば、高温高純度水環境の試験水質、試験環境を実現するための試験容器および試験溶液循環装置、压力容器内で試験片に単軸定荷重を負荷するための荷重負荷装置等の試験装置、水質調整、昇降温、昇降圧、荷重の負荷または除荷等の試験手順、これらに関連した報告事項を追加している。さらに、ISO 7539-4:1989に記載されている試験原理、試験片および結果の評価についても、考察の上で変更している。

4.1.2 試験原理

試験原理では、試験片に対して単軸の定荷重を負荷し、SCC感受性の指標の一つである破断時間を評価する

とともに、破断時間を現実的な試験時間で評価するため、温度、試験水質または応力を、実際の使用環境よりも過酷な条件に設定することにより、加速試験として実施すると定めた。試験の加速にあたって、対象とする機器、腐食環境および SCC 感受性評価の目的に応じて、対象とする SCC の発生機構を変えない範囲で、加速要因とその条件範囲を適切に選定する必要がある。例えば、BWR 模擬環境では、硫酸ナトリウム (Na_2SO_4) の添加またはすき間の付与により、PWR 一次系模擬環境では、温度により加速することができる。

SCC の最も一般的な形態はき裂の発生と成長を伴い、試験が十分な時間継続されるならば、最終的に試験片の破断に至る。JSCE S 1501 では、この破断時間を主たる SCC 感受性の指標として扱う。破断に至らなかった場合、SCC 感受性の評価指標として、試験片断面または表面に対する金属学的な検査によるき裂数または最大き裂深さを比較に用いることができる。

4.1.3 試験片

試験片については、ISO 7539-4 : 1989 の記載を基としているが、JIS Z 2241 : 2011 (金属材料引張試験方法) に規定される引張試験片形状を用い、必要に応じて、それ以外の形状と寸法の試験片を用いてもよいこととした。試験片の形状および寸法については、応力解析結果に基づいて応力集中を低減するための注意点を追加した。

試験目的や試験装置の制約により様々な試験片形状が用いられている現実を踏まえて、受渡当事者間の協定によりその他の試験片形状を使用することができることにした。JIS Z 2241 に該当しないその他の試験片として分類されるミニチュア試験片または切欠き試験片に関しては、試験片寸法によっては平行部または切欠き部において応力集中による不均一な応力分布が生じる可能性があり、その他の試験片を用いる際には、応力解析を行うことが望ましい。

試験片形状の都合により十分な肩部の寸法が確保できない場合を考慮し、有限要素法を用いて応力解析を実施して、JSCE S 1501 に反映させている。一例として Fig. 1 に棒状試験片における肩部表面の応力分布に及ぼす肩部の曲率半径 (r) および平行部直径 (d) の影響を示す。平行

部直径 (d) に対して肩部曲率半径 (r) が小さいと、肩部の応力が集中して表面に 200 MPa を超える領域が生じる。肩部曲率半径 (r) を平行部直径 (d) の 2 倍以上にすれば、肩部表面での応力集中がなくなり、平行部表面よりも肩部表面の応力が小さくなる。板状試験片においても同様に検討し、肩部曲率半径 (r) を平行部の幅 (w) 以上にすれば、肩部の応力集中がなくなることがわかった。

試験片の表面仕上げについて、ISO 7539-4 および ASTM G49 では表面粗さのみを規定しているが、JSCE S 1501 では仕上げ手順を規定した。高温高純度水環境におけるステンレス鋼の SCC 感受性は表面の加工硬化層の影響を受けることから、試験片作製時に導入された加工硬化層を除去することに主眼を置いた。

4.1.4 結果の評価

ISO 7539-4 と同様に SCC 感受性を破断時間で評価するが、試験片破断の判定方法については、SCC 装置の特徴を考慮して、試験片の破断に伴う荷重変動または変位変動を基にして判定することとした。さらに、試験片の破断位置に対しては、JIS Z 2241 に規定する試験片の平行部中央位置にある規定範囲での破断を有効として扱うこととした。

4.1.5 懸案事項

JSCE S 1501 の制定に当たって残された懸案事項は、試験結果に及ぼす荷重負荷時期、および、試験の中断の影響である。高温高純度水環境中の試験では、試験片が試験溶液に浸漬された状態で温度、水質および荷重条件を各々に調整し、これらが揃った時点で試験開始となる。荷重機構の異なる試験装置では荷重負荷の時期が異なることから、SCC 感受性に及ぼす荷重負荷時期の影響を協議したが、明確な見解は得られなかった。荷重機構の異なる試験装置による試験結果の比較には注意が必要であると考えられる。

長時間の試験では、種々の理由で試験が中断されることがある。試験結果に及ぼす試験の中断の影響として、温度、水質および荷重条件が所定条件から外れた場合に試験片に何らかの影響がある可能性が考えられるものの、その影響の程度について明確な見解が得られなかった。したがって、原則、試験の中断を認めないが、受渡

Fig. 1 Distribution of maximum principle stress with various ratios of the curvature radius, r , to diameter, d , of cylinder type specimens calculated by finite element method analysis. (a) Cross section (contour figure), (b) Surface of gauge and shoulder portions.

当事者間の協定で中断することができるとした。試験が中断された場合の取扱について、暫定的に策定した試験中断、再開時の手順を参考に受渡当事者間の協定で決定するとした。これらの懸念事項については、継続して検討することとした。

4.2 逆U曲げ試験方法

4.2.1 JIS 改正の経緯

ISO 7539-10 (Corrosion of metals and alloys—Stress corrosion testing—Part 10: Reverse U-bend method) が平成 25 年に制定されたことに応じて、ISO 規格に対応させるため JIS G 0511:2006 (以降、旧 JIS と呼ぶ) を改正して JIS G 0511:2014 を発行した。ISO 7539-10 は、旧 JIS を制定後、日本から ISO に提案したものであるが、ISO/TC156 (金属の腐食技術委員会) での議論を経て発行された。平成 24 年に原案作成委員会を腐食防食学会内に設置し、約 1 年間の改正作業にあたった。JIS 改正は、ISO 7539-10 に整合させることが主な目的であるが、試験の正確さを高めるために新規の規定を追加するとともに、旧 JIS に記載されていた試験片の種類などに関する記述は残した。

4.2.2 逆U曲げ試験片の作製工程

逆U曲げ試験方法では、素材から試験環境に曝すための逆U曲げ試験片を準備するまでに複数の工程を経る。Fig. 2 に平行部のある逆U曲げ試験片の作製方法を例と

して示す。伝熱管または平板を素材とし、まず半割れ管を作製する。次に、この半割れ管を機械加工により所定形状とし、必要に応じて引張により予ひずみを付与する。最後に、専用の治具を用いてこれに逆U曲げ加工を施した後、バイスを用いてボルト・ナット取り付け部を平行にした状態でボルトおよびナットで締め付けて固定し、逆U曲げ試験片とする。半割れ管に対して逆U曲げによりひずみを付与することにより、U曲げ試験片と比べて剛性が高く 2 軸の引張応力が働き、浸漬試験で高温に加熱された後でも引張応力状態を維持することができる。予ひずみを付与することにより大きな応力を負荷することができ、耐食性の高い Ni 基合金の SCC 感受性評価によく使用されている。

4.2.3 半割れ管の寸法

逆U曲げ試験方法は、PWR の蒸気発生器に用いられる伝熱管の SCC 感受性評価のために開発されてきたため、伝熱管の径および厚さにおいて実績があり、目的の評価結果を得るためには素材の寸法にも注意を払う必要がある。Fig. 2 の半割れ管から機械加工により作製した引張試験片の幅が、逆U曲げ半径 R_{RUB} に対して小さ過ぎたり、厚さが薄過ぎたりすると、十分な剛性が得られず 2 軸の応力を十分に付与できない。逆に、引張試験片の幅が大き過ぎたり、厚さが厚過ぎたりすると、加工時に屈曲または割れを生じやすくなり、滑らかに加工し難くなる。そこで、試験片形状は、従来の実績から問題が

Fig. 2 Preparation of RUB specimen with a gauge section from tubular and plate specimen. (JIS G 0511:2014, Figure B-1)

生じない範囲として規定し、寸法例を示した。

4.2.4 応力負荷

逆U曲げ試験方法では、逆U曲げ試験片に負荷した応力が試験片作製工程またはSCC試験を中断して検査する際に機械的に緩和させないことが肝要である。そこで、試験片作製工程では、ボルトおよびナットで締め付ける際は逆U曲げ試験片の脚間寸法を逆U曲げ半径 R_{RUB} の2倍よりも1mm程度小さくして逆U曲げ加工時の変形到達点を少し上回る状態で固定すること、締め付け時に逆U曲げ試験片に負荷される応力の変動を低減するためボルト・ナット取り付け部の孔に接触するワッシャを曲面形状にすること、さらに一旦締め付けたボルトおよびナットを緩めないことを規定した。SCC試験を中断して検査する際も、ボルトおよびナットによる締め付けを緩めないことを規定した。

4.2.5 試験方法

SCC試験では、逆U曲げ試験片を所定の環境に所定時間浸漬した後、試験を中断してU曲げ部の外側表面を観察することを、割れが確認されるまで繰り返す。割れが確認される直前から割れが観察されるまでの浸漬の累積時間の間にSCCが発生したことになる。そのため、割れの確認には非破壊な方法を用いて観察する必要がある。そこで、逆U曲げ試験片を洗浄・乾燥後、目視または10倍～40倍の拡大鏡で観察することを規定した。

5. 国際規格に向けた活動

国際学会を通じてSCC試験方法の規格化活動の成果を発信し¹⁷⁾、海外の研究者と意見を交換するとともに、ISO規格へ反映する活動を進めている。ISO規格への反映は、ISO/TC156国内委員会(ステンレス協会に設置)が主体になって進めており、今回の規格化および規格改正に携わった多くの委員が関わっている。

逆U曲げ試験方法については、平成29年6月に開催されたISO/TC156総会(韓国西帰浦市)において、JIS G 0511改正時にまとめた現行のISO7539-10との技術的な差異に基づき、規格改正の必要性を報告した。その後、改正案をまとめて、ISO7539-10の定期見直しの機会(平成29年3月)に改正を提案した。

上述のISO/TC156総会では、腐食防食学会規格を基に、高温高純度水環境でのUCL試験方法およびき裂進展試験方法についても、規格化の必要性を説明した。その後、き裂進展試験方法は新規の規格として正式提案し、新規の議案として承認された。UCL試験方法では、ISO 7539-4:1989(Corrosion of metals and alloys—Stress corrosion testing—Part 4: Preparation and use of uniaxially loaded tension specimens)の定期見直しの機会に改正提案を予定している。一方、高温高純度水環境での試験方法には、SCC試験方法規格全体の中で試験環境を系統化する動きがあることから、ISO/TC156での議論に参加して、規格に反映を図るつもりである。

6. お わ り に

原子力用途のSCC試験方法の多くが、原子力発電プラントでSCCが顕在化した1970年代から積み上げられ

てきた技術である。創成期からSCC試験方法の開発に携われた先輩方の多くが引退されている中、現役で活躍されている先輩方に、規格化の議論を通じて多くのことをご指導頂く機会に恵まれた。試験方法の原理に立ち返って、ご指導を頂きながら規格を議論することができ、技術継承の場であった。原子力発電に関わる材料技術は、長期間にわたる継続的な検討と評価が必要である。一方で、原子力産業自体は、経済的または政治的な要因に左右されやすく、安定した研究者や技能者の確保が課題である。そのような観点で、技術伝承の場が必要であり、試験方法の規格制定および改正がその一つの役割を担うと考えられる。先輩方が我々に議論を通じてご指導頂いたことを、我々が次の世代に伝えられるよう、日々研鑽に務める所存である。

謝辞

腐食防食学会での規格化活動全般において、激励およびご指導賜った原子力用途応力腐食割れ試験方法規格化委員会(委員長:東北大学 庄子哲雄教授、副委員長:電力中央研究所 新井拓博士)委員の皆様に感謝致します。JIS G 0511改正において、規格改正の手続きおよび調整を支援頂いた日本規格協会の皆様、規格内容をご議論頂いた原案作成委員会委員の皆様に謝意を示します。最後に、一連の規格化活動において核となった原子力用途応力腐食割れ試験方法規格化委員会発生分科会にて、至らぬ我々を時には叱咤、時には暖かく激励頂いた、元(株)IHI 故明石正恒博士、元三菱重工業(株)米澤利夫博士(現東北大学教授)、元(株)東芝 故坪田基司氏、元(株)日立製作所 国谷治郎博士ほかの先輩方に、感謝致します。

参 考 文 献

- 1) Corrosion Handbook (Jpn.), ed. JSCE, 2nd edition, Maruzen, (2000).
- 2) Y. Ando, Nuclear engineering, 24[9] pp.9-16(1978).
- 3) M. Akashi, Boshoku-Gijutsu (presently Zairyo-to-Kankyo), 29, p.142-151(1980).
- 4) S. Suzuki, K. Takamori, K. Kumagai, S. Ooki, T. Fukuda, H. Yamashita and T. Futami, Journal of High Pressure Institute, 42, pp.188-198(2004).
- 5) T. Aoki, S. Shimizu, K. Miyazaki, M. Hayashi and H. Kobayashi, Maintenance, 5[3] 46(2006).
- 6) T. Matsunaga and K. Matsunaga, Proc. 11th International Conference on Nuclear Engineering, Tokyo, Paper ICONE11-36056(2003).
- 7) S. Asada, A. Konishi, K. Fujimoto, H. Ito and S. Hirano, PWSCC Life Time Evaluation on Alloy 690, 52 and 152 for PWR Material, PWSCC of Alloy 600 2007 International Conference & Exhibition. Renaissance Waverly Hotel Atlanta, GA(2007).
- 8) N. Matsubara, T. Kobayashi, K. Fujimoto, Y. Nomura, N. Chigusa and S. Hirano, Research Program on SCC of Cold-worked Stainless Steel in Japanese PWR N.P.P. Fantevraud 7, (2010).
- 9) Strategic Load-Map 2009 of Technology Development for Ageing Management, JNES, (2009).
- 10) JSCE S 1501:2015, Method of Uniaxial Constant Load Test for Evaluating Time to Failure of Metals and Alloys due to Stress Corrosion Cracking in High-Purity Water at High Temperatures, JSCE, (2015).
- 11) JSCE S 1502:2015, Test Method for Determining the Stress Corrosion Crack Growth Rate of Stainless Alloys in High Temperature Water Environment, JSCE, (2015).
- 12) JIS G 0511:2014, Stress corrosion cracking testing of metals and alloys using reverse U-bend test method,

- (2014).
- 13) B. E. Wilde and J. E. Weber, *British Corrosion Journal*, **4**, pp.42-46 (1969).
 - 14) W. L. Clarke and G. M. Gordon, *Corrosion*, **29**, pp.1-12 (1973).
 - 15) M. Akashi, T. Kenjyo, S. Matsukura and T. Kawamoto, *Boshoku-Gijutsu* (presently *Zairyo-to-Kankyo*), **33**, pp.628-634 (1984).
 - 16) M. Akashi and G. Nakayama, Proc. 9th Inter. Symp. On Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems — Water Reactors, S. Bruemmer, P. Ford, G. Was, Eds., TMS, pp.389-397 (1999).
 - 17) R. Ishibashi and Y. Watanabe, Proc. 19th International Corrosion Congress, Jeju, Korea, ICC, THB1-4 (2014).

(2018 年 5 月 9 日受理)

要 旨

高温高純度水環境での応力腐食割れ発生試験方法に対する既存の規格はほとんどないことから、原子力発電プラントに用いられる金属材料を対象とした応力腐食割れ発生試験方法の規格化を進めている。単軸引張定荷重試験方法の腐食防食学会規格 **JSCE S 1501** を制定するとともに、逆 U 曲げ試験方法の日本工業規格 **JIS G 0511** を改正した。さらに、この活動で検討した技術的内容を **ISO** 規格に反映することを試みている。

キーワード 応力腐食割れ発生, 高温高純度水, 単軸引張定荷重, 逆 U 曲げ, 試験方法, 規格