304 ステンレス鋼の応力腐食割れ伝播自動測定

高 野 道 典*

* 東北大学金属材料研究所

Automatic Measurement of a Crack Propagation Rate in
Stress Corrosion Cracking of Type 304 Stainless Steel

Michinori Takano*

*Research Institute for Iron Steel and Other Metals, Tohoku University

An automatic measuring system of SCC crack propagation rate was developed. Crack length was obtained as a variation of an electric resistance of the specimen, in which the electric resistance was obtained from the voltage measurement under the constane current of 1 A. Whole system for the measurement is composed of a personal computer system (PC-8801, PC-8049 N, PC-80 S 31, PC-8023 C), interface system (8255, ADC) and test machines (4 slow strain rate machines). A variation of electric resistance of an 1 mm thick Type 304 stainless steel exposed in air at room temperature without stress was within 0.5 micro-ohm. This corresponds to 30-40 micro meter of crack length of the specimen. Stress corrosion test of Type 304 stainless steel was carried out in boilling 42% MgCl₂ solution by using a slow strain rate technique. The results showed a good agreement with those obtained in previous studies.

1. ま え が き

各種環境下における材料の応力腐食割れ (SCC) 伝播挙動を知することは、機構解明、割れ寿命の予測あるいは材料選定に対して重要である。

著者らはこれまで、SCC 伝播速度を知るために、電気抵抗法¹⁾あるいは腐食セル外より顕微鏡観察によって、割れ長さを測定する方法^{2)~4)}を用いてきた。しかし前者では精度の点で、また後者では測定者の労力の点で問題があった。

最近測定器機の進歩が著しく、精度のよい測定が可能になっており、更にマイコンの普及により測定の自動化が容易になっている。こうした背景を考慮して、本報告では、304 ステンレス鋼の SCC 伝播挙動を、電気抵抗変化としてとらえ、自動測定する方法を検討したので、その結果について述べる。

2. 割れによる抵抗変化

Fig. 1 に示すように、長さ l 、幅 W 、厚さ T の試験片に長さ X 、幅 l' の割れが生じた場合を考える。試験片及び環境の比抵抗値をそれぞれ ρ 及び ρ' とすれば、

抵抗値 ER は平列抵抗体として

$$ER = \frac{\rho l(\rho' l' + \rho l)}{\{(W-X)(\rho' l' + \rho l) + X \rho l\} T} \quad (1)$$

で与えられる。

割れ発生前の試験片抵抗値 SR は $X=0$ 、 $l=0$ として

$$SR = \rho l / (WT) \quad (2)$$

となる。従って割れによる抵抗変化 ΔXR は (1) 式と (2) 式の差で与えられる。

今、環境の比抵抗値が試験片のそれに比べて大きいとすれば ($\rho' \gg \rho$)、 ΔXR は

$$\Delta XR = \frac{\rho l}{T} \left\{ \frac{1}{W-X} - \frac{1}{W} \right\} \quad (3)$$

で与えられる。

温度 t における 304 ステンレス鋼の比抵抗値 ρ は、 $0.078 t + 69.4$ ($\mu\Omega$) で与えられる⁵⁾ から、 $W=1.3$ cm、 $T=0.1$ cm、 $l=0.5$ cm の試験片の 143°C (沸騰 42% MgCl₂ を想定) における割れ長さ X と抵抗値 (R_0) 及び抵抗増 ($R_0 - R$) の関係は (3) 式を用いて、Fig. 2 のように示される。割れが 5,000 μm 進行すると、抵抗値は 193.7 $\mu\Omega$ 増加することになる。抵抗増/割れ長さの比は、割れ長さによって異なるが、5,000 μm までの範囲では、30~40 $\mu\Omega$ の割れ進展に対して、ほぼ 1 $\mu\Omega$ の抵

* 〒980 仙台市片平 2-1-1 (2-1-1, Katahira, Sendai, 980 Japan)

Fig. 1 Schematic illustration of a cracked specimen. X ; crack length, W ; specimen width, l ; specimen length, l' ; crack width.

Fig. 2 Theoretical values of the electric resistance R_0 and the increment of the resistance ($R_0 - R$) of the specimen with crack length C (after eq. (3), $l=0.5$ cm).

抗増となる。

この結果を考慮して、1 A の定電流に対して $0.5 \mu V$ 以下の安定性をうるように装置を作製した。

3. 装置の構成

Fig. 3 に装置の構成図を示す。パーソナルコンピュータ (パソコン) は PC-8801 を用い、周辺器機はプリンタ (PC-8023C)、ミニフロッピーディスク (PC-80 S 31) 及びディスプレイ (PC-8049 N) である。

データを取り入れるための入出力装置 (I/O BOX) はメーカー (館城電子 K K) に依頼し作製した。この I/O

Fig. 3 Schematic diagram of the system used.

Fig. 4 Total flow chart of the system used.

BOX は、2 ケの並列インターフェイス (8255), AD コンバータ (MH 813, 12 ビット ADC) 及び定電流発生装置から成る。8255 によりリレーを作動させ、4 台の SSRT (低ひずみ速度 SCC 試験機) 装置の中の所定の 1 台を選択する。SSRT 機が選択された後、試験片の温度 (T)、応力 (S)、標準電圧 (SV)、割れによる電圧 (EV) を読みとる。この場合、定電流は SSRT 機が選択された期間のみ流れる。精度を高めるためには、高電流を付与する方法が考えられるが、腐食への影響を考え、本実験では、1 A を流した。

温度は、銅-コンスタンタン熱電対の起電力をそのまま ADC に入力させて読みとった。

応力値は、従来の記録入力側より、バッファアンプを通して ADC に入力させた。また電圧測定には、微小直流電圧計 (大倉電気 AM1001) を通して、ADC に入力させた。

4. 測定プログラム

Fig. 4 に測定用プログラムのフローチャートを示す。プログラムスタート後、実験条件を入力する。これは、テスト番号、日付け、材料、環境、クロスヘッド速度 (CS)、測定時間間隔、その時間内にいくらの抵抗増があればデータにするか、最終割れ長さ (あるいは応力) のび、時間) などである。

パソコンを初期化した後、タイマーが作動する。所定の時間になれば、SSRT 機を選択し、 T , S , SR 及び

ER をそれぞれ 5 回読み、最大値と最小値を除いた 3 ケの平均値をデータにする。抵抗増 (ER-SR) が所定の値に達していなければ、データは無視される。しかしこの場合でも応力値をプロットするため、0.01 mm/min < CS では 30 分ごとに、またそれ以下の CS では 1 時間ごとにデータを入力するようにした。1 回の測定にはほぼ 20 sec を要する。

PC-8801 では FUNCTION KEY あるいは HELP KEY を用いることによって、プログラム実行中でも、割り込みが可能である。これらの KEY を利用して試験中でも、実験条件を変更したり、試料のとり変えが可能である。

5. 測定結果

5.1 実験方法

試料として市販の 304 ステンレス鋼 (18.0% Cr, 8.40% Ni, 0.056% C, 0.64% Si, 0.96% Mn, Fe bal.) を用いた。

試験片の模式図を Fig. 5 に示す。

Fig. 5 Schematic illustration of the test specimen.

試験片には二つの丸底ノッチを付し、一方は試験片の塑性変形あるいは温度変化による抵抗変化分を補償するための標準抵抗部 (SR) である。この SR 部及び 3 本のリード線 (0.2 mm ϕ 銅線) はシリコン系塗料で被覆した。割れは ER 部のノッチ底から発生する。

溶液は 304 ステンレス鋼が SCC を起こしやすい 42% MgCl₂ (143°C) を選んだ。

5.2 測定精度

試験片を無負荷で、常温空气中に放置した場合の抵抗値 (SR, ER) を Table 1 に示す。ER-SR の値はほぼ $135 \pm 0.5 \mu\Omega$ の範囲にある。従って前述の割れ長さ-抵抗値の関係から、理論的には 30 μm 程度の誤差で測定が可能であることがわかる。(本試験片の場合、装置の特性から SR/8 または ER/8 が $1 \mu\Omega$ となっている)。

5.3 測定結果

Fig. 6 に 42% MgCl₂ (143°C) 中、0.0009 mm/min のクロスヘッド速度で試験を行った場合の応力及び抵抗値 (ER-SR) と時間 (あるいはのび) の関係を示す。抵抗値が急増し始めると応力値の勾配が減少し始め

Table 1 The results of stability test of the system for the electric resistance measurement.

SR	ER	ER-SR (micro V)	CLOCK	TIME
1426	2508	135.8	18:13:31	0 : 1
1419	2499	135.0	19:13:02	1 : 0
1421	2499	134.8	20:13:03	2 : 0
1422	2502	135.0	20:43:04	2 : 30
1421	2499	134.7	21:13:04	3 : 0
1422	2500	134.8	21:43:05	3 : 30
1420	2497	134.6	22:13:03	4 : 0
1422	2502	135.0	22:43:02	4 : 30
1421	2500	134.8	23:13:04	5 : 0
1423	2503	135.0	23:43:03	5 : 30
1424	2503	135.0	00:12:04	6 : 0
1423	2505	135.3	00:43:04	6 : 30
1422	2503	135.2	01:13:03	7 : 0
1423	2503	135.1	02:13:03	8 : 0
1424	2506	135.3	02:43:04	8 : 30
1423	2504	135.1	03:13:05	9 : 0
1424	2505	135.0	04:13:04	10 : 0
1423	2504	135.1	04:43:04	10 : 30
1424	2506	135.2	05:13:04	11 : 0
1424	2506	135.3	05:43:03	11 : 30
1426	2508	135.3	06:13:04	12 : 0
1425	2508	135.3	06:43:03	12 : 30
1426	2509	135.4	07:13:04	13 : 0
1425	2509	135.5	07:43:04	13 : 30
1426	2509	135.4	08:13:04	14 : 0
1425	2508	135.4	08:43:05	14 : 30

Fig. 6 Dependence of the stress (solid) and the electric resistance (broken) upon the test time (or elongation).

Fig. 7 Dependence of the stress (solid) and the crack length (broken) upon the test time (or elongation).

最大値に達することがわかる。

(3) 式を用いて割れ長さを求めた結果を Fig. 7 に示す。また割れ伝播速度を Fig. 8 に示す。これらの図で

Fig. 8 Dependence of the stress (solid) and the crack velocity (broken) upon the test time (or elongation).

Fig. 9 Dependence of the stress (solid) and the crack velocity (broken) upon the crack length.

はいずれも応力値との関係を見るため、その値も図示した。

Fig. 8 にみられるように、割れ伝播速度 V_c は時間と共に増加しており、従来の結果²⁾と同じ傾向を示している。なお本実験の場合 $V_c < 0.0001$ mm/min の値は無視してデータ整理を行った。

Fig. 9 に応力及び割れ伝播速度と割れ長さとの関係を示す。図では明確でないが、割れ長さが 17~83 μ m の範囲で応力は最大値 (13.1 kg $\cdot$ mm⁻²) を示し、その後割れの進行と共に応力は減少している。また割れの成長と共に割れ伝播速度が一定値に近づくことも従来の結果³⁾と一致している。

クロスヘッド速度が 0.002 mm/min で試験を行った結果を Fig. 10 及び Fig. 11 に示す。この場合は応力が最大値を過ぎた点 (Fig. 10 の矢印) で CS=0 にしている。外部からの変形速度を 0 にすると割れ長さの勾配は小さくなり (Fig. 10), また割れ伝播速度も Fig. 9 の場合と違って、減少することがわかる。(Fig. 11)。

以上 TEST No. 30 及び 10 のいずれの場合も割れ長さが 2,000 μ m に達したら試験を停止するように入力

Fig. 10 Dependence of the stress (solid) and the crack length (broken) upon the test time (or elongation).

Fig. 11 Dependence of the stress (solid) and the crack velocity (broken) upon the crack length.

Fig. 12 Photograph of the specimen (test No. 10) after SCC test.

したものである。しかしいずれの場合も割れ長さがこの値を少し過ぎていて (No. 30, 10 でそれぞれ 2,280 μ m, 2,247 μ m), これは測定間隔 5 min の実験で、最後の 5 min で 2,000 μ m を過ぎたためである。

Fig. 12 は No. 10 の試験後の試験片表面写真である。

写真から明らかなように、割れはほぼ $2,000\text{ }\mu\text{m}$ で停止している。(本方法では、貫通割れが検出され、浅い表面割れは測定できない)。

なお、測定時に試験片に 1 A の定電流を流すことによって、SCC 過程に何らかの影響があることが懸念された。従って本実験と同一条件(電流のみ流さない)で試験を行った結果、最大応力値はほぼ同じ値がえられた。

6. ま と め

(1) パーソナルコンピュータを用いて、応力腐食割れ伝播自動測定装置を開発した。

(2) 割れ長さは、定電流 (1 A) 下で標準抵抗との差を求めることにより測定した。

(3) 測定の精度は $30\text{ }\mu\text{m}$ 程度である。

(4) 304 ステンレス鋼の $42\%\text{ MgCl}_2$ (143°C) 中の割れ伝播挙動は、従来の報告と同じ傾向を示した。

(5) 定電流を流すことによる腐食への影響は、大きくないことが明らかにされた。

(Received May 18, 1984)

文 献

- 1) 川嶋朝日, 高野道典, 下平 三郎: 日本金属学会誌, **31**, 1089 (1967).
- 2) 寺本和啓, 高野道典: 日本金属学会誌, **43**, 744 (1979).
- 3) 中山武典: 学位論文(東北大学), 1982.
- 4) 高野道典, 永田達也: 防食技術, **32**, 456 (1983).
- 5) 金属データブック, 日本金属学会編, 丸善, p. 105 (1974).