SUS316(LC)鋼の SCC 感受性に及ぼす 金属組織の影響*

鈴木 孝和 米山 夏樹 吉澤 廣喜 村上 晃一 中山 元

石川島播磨重工業株式会社技術開発本部基盤技術研究所

J. Japan Inst. Metals, Vol. 68, No. 2 (2004), pp. 50-53
© 2004 The Japan Institute of Metals

Microstructural Effect on the SCC Susceptibility of Type 316(LC) Stainless Steel

Takakazu Suzuki, Natsuki Yoneyama, Hiroki Yoshizawa, Kouichi Murakami and Guen Nakayama

Research Laboratory, Ishikawajima-Harima Heavy Industries Co., Ltd., Yokohama 235-8501

Susceptibility to stress-corrosion cracking (SCC) of type 316(LC) stainless steel was investigated and discussed in this study in terms of microstructure. Five kinds of material with different microstructure such as as-cold-rolled, recovered, with grain size differing from 15 to 150 μm , were prepared by the combination of cold rolling and heat treatment. Seven specimens were examined for each material. The specimen was a flat plate with dimensions of 50 mm long, 10 mm wide and 2 mm thick. The creviced bent beam (CBB) test was performed to evaluate the susceptibility to SCC. The CBB test is a bend test with an artificial crevice under steady strain of approximately 1%, and one of the accelerated tests to evaluate the SCC susceptibility of a material. The specimens were fixed on CBB fixtures and set in an autoclave. The test was then performed for 3.6 Ms at 561 K in high-purity water containing dissolved oxygen of approximately 8 ppm under 8 MPa pressure. The specimens after the test were sectioned on the centerline. They were mounted, grinded and then polished. The polished cross-section was examined by an optical microscope. Crack depth was measured and the data were classified into a frequency distribution histogram with 50 μm width. The recovered specimens that were cold rolled and then heat-treated at 673 K for 3.6 ks, showed apparently high susceptibility to SCC. On the other hand, though the macro structure of as-cold-rolled specimens and the recovered specimens were very similar, a significant difference was observed in the susceptibility to SCC. Observed cracks initiated from the specimen surfaces, transverse in grains, and then propagated along grain boundaries. No obvious relationship between the susceptibility and the grain sizes was observed.

(Received November 10, 2003; Accepted December 11, 2003)

Keywords: stress corrosion cracking, type 316(LC) stainless steel, heat treatment, microstructure, grain size, deformation

1. 緒 言

SUS304 や SUS316 鋼などのオーステナイト系ステンレス鋼は、高温高圧高純度水環境中で、応力腐食割れ(SCC)を起こすことが知られている¹⁾。これは、溶接などの入熱により M_{23}C_6 型炭化物が粒界析出する鋭敏化により、粒界近傍でクロムの欠乏域が発生することに起因する現象である。そのため、クロム炭化物の析出を抑制することを目的とした、SUS304(LC)鋼や SUS316(LC)鋼などの極低炭素化ステンレス鋼、ニオブ添加によりニオブ炭化物を形成させ炭素を安定化する SUS347 鋼などの安定化ステンレス鋼が開発され、実用化されてきた。

しかし近年、鋭敏化対策材である SUS316(LC)鋼であっても、高温高圧高純度水環境で SCC 感受性を有することが明らかになってきた。SCC が生じた 316(LC)鋼は非鋭敏化材であるため、従来提唱されてきた鋭敏化以外の SCC 発生機構が存在するものと推察される。

極低炭素化ステンレス鋼の高温高圧純水環境下での SCC 発生機構については、冷間加工の影響²⁾、水可溶性の CaS や Laves 相の粒界析出やオーステナイト安定性の影響³⁾、粒界エネルギーの影響⁴⁾などが提唱されてきているが、決定的な支配因子はいまだ明確ではない。

そこで、本研究では、SUS316(LC)鋼について、加工熱処理を組合せた種々の組織を有する試験片について SCC 感受性評価試験を実施し、組織の差異が SCC 発生に及ぼす影響を検討することにした。

2. 実 験 方 法

2.1 試験供試材の調製

Table 1 に示す化学組成の SUS316(LC)鋼に種々の加工熱

Table 1 Chemical composition of type 316(LC) stainless steel used in this study (mass%).

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Fe	N
0.008	0.43	1.37	0.022	0.007	12.63	16.49	2.57	Bal.	0.093

* 2003 年 10 月 13 日日本金属学会秋期大会において発表

Fig. 1 Typical optical micrograph of rolled surface of specimens. (a) As-Roll, (b) 673 K HT, (c) 1073 K HT, (d) 1273 K HT, (e) 1473 K HT.

処理を施し試験材を調整した。供試材の偏析等の影響を排除するために、1273 K にて圧下率 40% で熱間圧延、真空雰囲気下 1473 K にて 360 ks 均質化熱処理を行った。続いて室温にて圧下率 50% で冷間圧延し、大気雰囲気下 1273 K にて 10.8 ks 溶体化熱処理を行った。再度室温にて圧下率 70% で冷間圧延した素材を出発材とした。試験片は、出発材 (As-Roll 材) および As-Roll 材に大気雰囲気下で 673 K, 1073 K, 1273 K, 1473 K の各温度で 3.6 ks 熱処理した素材の計 5 種を調整した。Fig. 1 に各素材の光学顕微鏡組織を示す。As-Roll 材および 673 K 熱処理材では圧延組織であり、1073 K, 1273 K, 1473 K 熱処理材ではそれぞれ再結晶組織であった。再結晶組織の平均結晶粒径は、それぞれ 1073 K 熱処理材: 15 μm , 1273 K 熱処理材: 60 μm , 1473 K 熱処理材: 150 μm であった。従って本研究供試材を用いることで、圧延、圧延+低温時効、および結晶粒径の SCC 感受性に及ぼす影響を検討することができる。

2.2 CBB 試験

SCC 感受性評価の加速試験として、すきま付定ひずみ曲げ試験 (CBB 試験: Creviced Bent Beam Test)^{5,6)} を実施した。Fig. 2 に CBB 試験治具と試験片形状をそれぞれ示す。試験片を治具に固定し、約 1% の定ひずみを負荷した。また治具と試験片の間にグラファイトファイバーウールを挿入し、人工すきまを付与した。試験片は、長手方向が圧延方向と一致するように採取し、圧延面にすきまを付与した。

試験片は治具に固定後、治具ごとオートクレーブ中に挿入し、溶存酸素約 8 ppm, 圧力約 8 MPa, 温度 561 K の高温高圧高純度水環境にて、3.6 Ms の CBB 試験に供試した。溶存酸素は酸素と窒素の混合ガスを純水中に導入することで制御した。

試験片は各加工熱処理条件毎に 7 枚ずつを供試した。なお試験に先立ち、試験片は表面を SiC 耐水研磨紙で研磨

Fig. 2 Schematic view of CBB fixture and test specimen (a) Fixture, (b) Test specimen; hatched cross-section was examined after the test.

し、製作時に生じた機械加工影響層を除去した。

2.3 評価方法

CBB 試験後の試験片は、試験片幅方向中央部を長さ方向に高速精密切断砥石にて 1 試験片あたり 1 断面切断し、切断面が研磨面となるように、研磨樹脂に埋め込み研磨した。Fig. 2(b) に試験片切断位置を示す。研磨面を光学顕微鏡で観察し、SCC き裂深さおよびき裂の個数を測定・記録した。同一試験材から製作された 7 枚の試験片について測定値を合計し、50 μm 幅の度数分布にて整理した。限界深さ約 50 μm を超えた SCC き裂は定常速度で成長することが知られており⁷⁾、本研究でも 50 μm を超える深さの SCC き裂を進展性のき裂とみなし、SCC 感受性を有するものと判断した。

3. 実験結果

SCC き裂深さとき裂個数の度数分布を Fig. 3 に示す。深

さ 50 μm 以下のき裂はどの加工熱処理条件の試験片にも認められたが, 50 μm 以上の進展性き裂は冷間圧延後に 673 K で 3.6 ks 熱処理した試験片のみに認められた. Fig. 4 に 673 K 熱処理材の光学顕微鏡観察で認められた進展性 SCC き裂を示す. き裂は試験片表面近傍では結晶粒内を横切って発生し, その後結晶粒界に沿って分岐しながら伝播していた.

試験後試験片断面にて測定したマイクロヴィッカース硬さの平均値を Table 2 に示す. As-Roll 材と 673 K 熱処理材の硬さ値は同等であり, 熱処理温度が 1073 K, 1273 K, 1473 K と高温になるに従い, 硬さ値は減少した.

As-Roll 材と 673 K 熱処理材の透過型電子顕微鏡(TEM)

Fig. 3 Frequency distribution histogram of crack number and depth.

Fig. 4 Observed SCC crack on 673 K HT specimen.

Fig. 5 Dislocation structure of specimens (a) As-Roll, (b) 673 K HT.

Table 2 Average vickers hardness of specimens.

Specimen	Ave. hardness $H/HV_{9.8}$
As Roll	388
673 K HT	388
1073 K HT	193
1273 K HT	154
1473 K HT	139

組織を Fig. 5 に示す. 両材の転位組織はほぼ同等であった. また粒界析出物は認められなかった.

4. 考 察

単位面積当たりのき裂発生数は, 溶体化相当材の 1273 K 熱処理材で最も多く, 1073 K, 1473 K 熱処理材, および As-Roll 材においても, 発生き裂数は抑制されていた. 1073 K 熱処理材は, 単位面積当たりの粒界個数が非常に多いことを考慮すると, 同熱処理材のき裂発生頻度は非常に少ないと考えられる. また As-Roll 材でも 1273 K 熱処理材よりもき裂発生頻度が低下する傾向は, 従来の知見とは全く異なるものである.

673 K 熱処理材では顕著な SCC 感受性が認められた. As-Roll 材と 673 K 熱処理材では, 組織, 硬さ, 転位組織について, ほぼ同等の材料であった. しかしその両材に顕著な SCC 感受性の差異が生じたことは, 加工に加えて特定の温度域での熱処理が加わった場合に SCC 感受性が大幅に高まることを示唆している. これは入熱と残留応力の影響が共存する溶接熱影響域(HAZ)での IGSCC き裂発生事例⁸⁾と定性的に一致する.

5. 結 言

冷間圧延と熱処理を組合せることで, 種々のミクロ組織を有する SUS316(LC)鋼素材を調製し, 高温高圧高純度水環境での CBB 試験に供試した.

冷間圧延後に溶体化相当の大気中 1273 K で 3.6 ks 熱処理

した試験材での SCC き裂発生頻度が最も高かった。

また、冷間圧延後に大気中 673 K で 3.6 ks 熱処理した試験材は顕著な SCC 感受性を示した。一方、同材と同等なミクロ組織、硬さ、転位組織を有する冷間圧延ままの試験材では、SCC 感受性は低かった。よって、強加工材に特定の熱処理を付加すると、SCC 感受性が高まるものと考えられる。

文 献

- 1) 例えば C. L. Briant and E. L. Hall: *Corrosion* **42**-9(1986) 697.
- 2) T. M. Angelu: *Microstructural Characterization of L-Grade Stainless Steels Relative to the IGSCC Behavior in BWR Environments*, 10th Int. Conf. on Environmental Degradation of Maters. in Nucl. Power System-Water Reactors, NACE International (2002).
- 3) M. Akashi, G. Nakayama, H. Komatsu and S. Abe: *CORROSION/99*, NACE International, Paper No. 451 (1999).
- 4) V. Y. Gertsman and S. M. Bruemmer: *Grain Boundary Character along Intergranular Stress Corrosion Crack Paths in Austenitic Stainless Alloys Removed from High-Temperature Water Service*, 10th Int. Conf. on Environmental Degradation of Maters. in Nucl. Power System-Water Reactors, NACE International (2002).
- 5) M. Akashi and T. Kawamoto: *Ishikawajima-Harima Engineering Review* **17**(1977) 472-478.
- 6) M. Akashi: *CBB Test Method for Assessing the Stress Corrosion Cracking Susceptibility of Stainless Steels in High-Temperature, High-Purity Water Environments, in Localized Corrosion*, Current Japanese Materials Research, Vol. 4, F. Hine, K. Komai, K. Yamakawa, Eds., (Elsevier Applied Science, 1988) pp. 175-196.
- 7) M. Akashi and T. Kawamoto: *Corros. Eng.* **32**(1983) 9-15.
- 8) U. Ehrnsten, P. Aaltonen, P. Nenonen, H. Hanninen, C. Jansson and T. Angelu: *Intergranular Cracking of AISI 316NG Stainless Steel in BWR Environment*, 10th Int. Conf. on Environmental Degradation of Maters. in Nucl. Power System-Water Reactors, NACE International (2002).