文 献

- (1) A. Lawley, W. Liebmman and R. Maddin: *Acta Met.*, **9**(1961), 841.
- (2) W. T. Chandler and R. J. Walter: *Refractory Metal Alloys*, Ed. by I. Machlin *et al.*, Plenum Press, New York, (1967), 197.
- (3) R. M. Latanision and H. Opperhauser: *Met. Trans.*, **6A**(1975), 233.
- (4) H. K. Birnbaum and K. Wadley: *Scr. Metall.*, **9**(1975), 1113.
- (5) M. Taheri: *Mater. Sci. Eng.*, **32**(1978), 221.
- (6) S. Morozumi and T. Odagi: *Proceedings JIMIS-2, Hydrogen in Metals*, 1979, Supplement to *Trans. JIM*, **21**(1980), 565.
- (7) A. Gilbert, W. R. Werke and B. A. Wilcox: *J. Less-Common Metals*, **7**(1964), 222.
- (8) P. M. S. Jones, R. Gibson and J. A. Evans: *A. W. R. E. Report No. 0-16/66*, Aldermaston, (1966).
- (9) A. H. Cottrell: *Dislocations and Plastic Flow in Crystals*, Clarendon Press, Oxford, (1954), 136.

日本金属学会誌 第 45 巻 第 10 号 (1981) 1077~1086

鋭敏化 304 ステンレス鋼の高温純水中における 粒界応力腐食割れに及ぼす表面加工の影響

高 久 啓*

J. Japan Inst. Metals, Vol. 45, No. 10 (1981), pp. 1077~1086

Mechanical Surface-treatment Effects on the Intergranular Stress Corrosion Cracking Susceptibility of Sensitized 304 Stainless Steel in High Temperature Water

Hiroshi Takaku*

Surface-treatment effects on IGSCC susceptibility of sensitized 304 stainless steel in 561 K pure water were investigated concerning machining, grinding and shot peening. Main results obtained are as follows:

(1) In a subsurface layer severely worked by machining or grinding, residual tensile stress of 300-400 MPa and strain-induced martensite of 4-6% in the volume fraction were observed. The work hardening zone produced by these treatments was about 50 μ m in thickness.

(2) Large compression of 500-750 MPa was retained after the shot peening in the subsurface. A large work-hardened zone 250~350 μ m thick and martensite of approximately 20% in the volume fraction were induced by this surface-treatment. In the case of high injection energy peened by 1.0 mm diameter shot, very large surface roughness of about 70 μ m and microcracks were observed on the as-worked surface.

(3) The susceptibility of IGSCC of sensitized 304 stainless steel in 561 K pure water was increased by machining and grinding when tension above 300 MPa was produced on the worked surface.

(4) When the surface roughness was below about 20 μ m and residual compression was above approximately 500 MPa, the shot peening treatment suppressed initiation of IGSCC in the SCC test up to the applied stress of 2.00 σ_y . However, even if residual compression was larger, occurrence of IGSCC was accelerated by the shot peening under the conditions of higher applied stress and more rough surface than the above values.

(Received May 15, 1981)

* 財団法人電力中央研究所材料研究室 (Material Engineering Section, Central Research Institute of Electric Power Industry, Komae)

I. 結 言

鋭敏化された Type 304 ステンレス鋼は高温純水中において粒界応力腐食割れ (IGSCC) 感受性を有することが報告されていた⁽¹⁾⁽²⁾。しかし、オーステナイト系ステンレス鋼の高温純水環境中における SCC の研究が著しく進展したのは沸騰水型原子炉 (BWR) 冷却系配管溶接熱影響部の IGSCC 発生⁽³⁾⁽⁴⁾が契機になっているようである。この SCC の発生要因は溶接熱による粒界鋭敏化、高い引張応力の存在および水中の溶存酸素などの諸因子の重畳作用に起因すると考えられている^{(1)~(6)}。配管内表面の溶接熱影響部は溶接およびグラインダー加工によって、引張の残留応力が形成される^{(3)~(6)}。このような引張残留応力は鋭敏化 304 ステンレス鋼の IGSCC 発生を促進する^{(3)~(7)}。さらに、304 などの準安定なオーステナイト系ステンレス鋼では冷間加工によって加工誘起マルテンサイトが生成され易く、上記のような加工に伴う引張応力の発生に加味して組織的变化も付随して生じる。そのために、SCC 現象の解明を困難にしている。最近、高温純水中 SCC 感受性におよぼす冷間加工で生じるマルテンサイトの影響に関して、金属組織および電気化学的の両面の効果からマルテンサイトは鋭敏化 304 ステンレス鋼の SCC 抵抗性を向上させるとの報告がある⁽⁸⁾。また、表面の機械的研磨⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾、および冷間加工⁽¹⁾⁽²⁾⁽¹¹⁾の IGSCC におよぼす影響も調べられ、加工と熱処理の組み合わせから Cr 炭化物の粒界析出状態と IGSCC 感受性との関連性が説明されている。一方、加工表面に大きな圧縮残留応力が形成されるショットピーニング処理の高温水中 SCC 感受性におよぼす効果に関する研究は少ない。ショットピーニングの効果に関して、定負荷 SCC 試験では SCC 抵抗性の向上がみられる⁽¹²⁾が、定速引張 SCC 試験 (CERT) では逆に SCC 感受性は増大する⁽¹³⁾との報告がある。しかし、ショットピーニングの適用方法とその限界については未だ十分には明らかになっていない。

本報告では、SUS 304 ステンレス鋼の高温純水中 IGSCC 感受性におよぼす機械的切削、グラインダー加工およびショットピーニングの表面処理の影響を金相および

残留応力の点から検討し、さらにショットピーニングの適用限界についても若干の考察を試みた。

II. 実 験 方 法

1. 供試材と表面加工処理方法

供試材は板厚 6 mm の SUS 304 ステンレス鋼であり、溶体化処理は 1373 K-600 s の加熱後水冷する方法によった。Table 1 にその化学的組成、室温 (293 K) および 561 K の機械的性質、およびオーステナイト結晶粒度を示す。表面加工処理は次の方法によった。まず、機械切削加工はハイスバイトを使用して JIS B 0659 に準拠して加工し (切削油使用)、表面粗さを $11.5\text{ }\mu\text{m}$ (M1)、 $10.3\text{ }\mu\text{m}$ (M2) および $4.6\text{ }\mu\text{m}$ (M3) と変化させた。なお、表面粗さの測定は触針法によった。次に、グラインダー加工はオフセット法でランダム砥石を用いて水冷しながら、 75 s^{-1} の砥石回転速度で加工した。砥石の粒度をパラメータにした。砥石粒度、加工表面粗さおよび記号はそれぞれ WA 30 ($6.9\text{ }\mu\text{m}$, G1), WA60 ($5.7\text{ }\mu\text{m}$, G2), WA90 ($4.6\text{ }\mu\text{m}$, G3) である。また、ショットピーニング処理は SIS-055900 の SA-3 規格に準拠して、鋼粒の吹き出し圧力 (0.686 MPa) およびノズルと試験片の距離 (0.1 m) はいずれの場合も一定であり、鋼粒のサイズをパラメータにした。鋼粒サイズ (直径) が $0.6\times 10^{-3}\text{ m}$, $0.8\times 10^{-3}\text{ m}$ および $1.0\times 10^{-3}\text{ m}$ の場合加工表面粗さおよび記号はそれぞれ $19.2\text{ }\mu\text{m}$ (S1), $40.7\text{ }\mu\text{m}$ (S2) および $70.4\text{ }\mu\text{m}$ (S3) である。さらに、グラインダー加工 (G3) 後ショットピーニング処理 (S1) した試料 (表面粗さ $19.8\text{ }\mu\text{m}$, 記号 G3S1) も供試材とした。

2. 基礎的試験法

上記の各種表面処理材の加工層の基礎的性質を調べるために次の試験を実施した。加工表面から板厚内部への硬度変化をマイクロビッカース硬度計 (負荷: 0.1 kg) で測定した。加工表面状況を加速電圧 20 kV の条件で走査型電子顕微鏡で観察した。表面処理した試験片断面の中で加工層近傍部を光学顕微鏡で観察した。ショットピーニング加工層の組織を加速電圧 200 kV の条件で電子顕微鏡による観察をした。

Table 1 Chemical composition and mechanical properties of SUS 304 stainless steel used.

Chemical composition (wt%)				Mechanical properties			Grain size No. of austenite
					at 293 K	at 561 K	
C	Si	Mn	P	σ_y^* (MPa)	255	155	6
0.005	0.67	1.06	0.027	σ_{uts}^{**} (MPa)	598	429	
S	Ni	Cr		E_t^{***} (%)	63	52	
0.006	9.15	18.55		H_B^{****}	125	—	

*: 0.2% offset stress

**: Ultimate tensile strength

***: Total elongation

****: Brinell hardness number

3. 残留応力測定法

表面加工処理材の加工表面部から板厚内部への残留応力状態の変化に関する知見を得るために、電解研磨を繰り返しながら残留応力を X 線法で測定した。電解研磨はヤケット液 (HClO_4 185 $\text{cm}^3 + \text{CH}_3\text{COOH}$ 765 $\text{cm}^3 + \text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 1000 $\text{cm}^3 + \text{H}_2\text{O}$ 50 cm^3) を用い、電圧 30 V、電流密度 8×10^{-6} A/ m^2 の条件で行なった。X 線の発生は Cr ターゲットを用いて、電圧 30 kV および電流 10 mA の条件である。 γ 相は $\{311\}$ を CrK α 線で、またマルテンサイト相 (α') は $\{211\}$ を CrK β 線で測定した。マルテンサイトの定量は α' の $\{211\}$ と γ の $\{220\}$ の相対強度比により求めた。X 線の照射面積は $4 \times 10 \text{ mm}^2$ であり、また、X 線入射角度は 0, 15, 25, 30, 35, 40 ($\times \pi/180 \text{ rad}$) の 6 点である。回折面からのピーク位置は半価幅法で決定した。

4. 粒界腐食試験法

溶体化材、鋭敏化材、ショットピーニング材およびショットピーニング後鋭敏化処理材の粒界腐食減量を沸騰硫酸・硫酸銅水溶液中の腐食試験で調べた。

5. SCC 試験法

各種表面処理材の 561 K の高温純水中における SCC 感受性を循環水型 SCC 試験装置で調べた。水質は約 8 ppm の溶存酸素を含み、かつ、比抵抗 $50 \text{ k}\Omega\text{-m}$ 以上の純水である。また、水の流量は $8.3 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$ であった。平行部のサイズが $t3 \times w5 \times l20$ (10^{-9} m^3) の平板の単純引張試験片に一定荷重を付与する方法で SCC 試験を実施した。

III. 実験結果

1. 加工層の基礎的性質

973 K で 600 s 鋭敏化後各種の表面加工処理をし、加工表面から板厚内部への硬度変化を調べた結果を Fig.1 に示す。切削加工 (M1) では加工表面硬さは約 Hv=300 を示し、表面から板厚内部への硬度の低下がみられる。また、切削加工の影響は加工表面から約 70 μm 程度の深さにま

Fig.1 Change in hardness of surface-treated 304 stainless steel.

で達している。次に、グラインダー加工 (G1) では表面は切削加工とほぼ同じ硬度 (Hv=300) を示すが、加工表面から板厚内部方向への硬度低下の度合いは切削加工よりもやや緩慢である。また、このグラインダー加工の場合は板厚内部への加工の影響は切削加工よりも若干深い位置にまでおよんでいる。一方、ショットピーニング (S1) 加工は前の二者よりも著しく強い加工である。すなわち、加工表面部は約 Hv=400 と硬く、かつ、加工層は約 250 μm と大きくなっている。

加工表面状況を走査型電子顕微鏡で観察した結果を Photo.1 に示す。(a) は切削加工 (M1) の表面を示し、切削の条痕が加工と平行方向にみられ、また、表面粗さは約 11.5 μm であり、凹凸の比較的小さい平滑面である。(b)

Photo.1 Scanning electron micrographs of the worked surface.

(a) M1 machined (b) G1 ground
(c) S3 shot-peened

はグラインダー加工(G1)の表面状況を示し、研削痕が加工と平行方向にみられ、また、加工方向と直角方向に材料が塑性流動している。この場合の表面粗さは約 $6.9\mu\text{m}$ で、切削加工(M1)表面よりもさらに平滑な面になる。(c)はショットピーニング加工(S3)の表面状況の一例を示す。このS3加工はショットピーニングの中でも最も激しい加工であり、この場合は、前の二者と比較すれば明らかなように、表面の凹凸(表面粗さ約 $70.4\mu\text{m}$)が顕著にみられる。また、この写真から、ショットピーニング加工では加工表面の金属は十分に鍛錬されていることがわかる。

Photo.2 は加工層の断面金属組織を示す。(a)は溶体化材の切削加工(M1)組織を示し、加工表面層と内部との間に組織の変化は認められない。(b)～(d)はショットピーニング加工(S1)の組織を示す。(b)は溶体化処理後ショットピーニング処理した状態の、また、(c)および(d)は(b)を973 Kでそれぞれ180 sおよび600 s焼鈍した状態の金属組織を示す。これらの断面金相写真からも明らかなように、ショットピーニング加工表面には凹凸が顕著にみられる。(b)と(c)では加工表面近傍部の粒内を平行にはしる多数の条痕が存在する。また、(d)に示すように973 Kで600 s焼鈍すると、粒界に加えてこの条痕にも炭化物が析出する。

溶体化処理材および溶体化後ショットピーニング処理材(S1)加工層の内部組織をそれぞれ **Photo.3** の(a)および(b)に示す。(b)の針状組織はlath状のマルテンサイトであり、各lathの内部には多数の転位が存在する。

Photo.3 Transmission electron micrographs.
(a) solution heat treated (b) S1 shot-peened

Photo.2 Microstructures near the worked surface.

(a) as M1 machined, (b)～(d) are S1 shot-peened materials and (b) as peened,
(c) annealed at 973 K for 180 s, (d) annealed at 973 K for 600 s.

2. 残留応力の形成状態

973 K で 600 s の鋭敏化処理後各種の表面加工を施し、加工表面から板厚内部方向への残留応力変化を調べた結果を Fig.2~5 に示す。Fig.2 は切削加工材の残留応力状態を示す。加工表面層(約 20 μm)には比較的大きな引張応力が形成されるが、加工の影響は加工表面部に比較的集中しており、板厚内部への影響は少ない。また、表面粗さが大きい場合(M1), すなわち、1 回の切削量が多い場合の方が少ない場合よりも引張残留応力は大きくなる。また、加工表面のマルテンサイト生成量は M1, M2 および M3 に

Fig.2 Change in residual stress of machined specimens.

Fig.3 Change in residual stress of ground specimens. G3S1: S1 peening after G3 grinding.

対してそれぞれ約 6%, 5% および 3% である。

グラインダー加工材の残留応力測定結果を Fig.3 に示す。加工表面には 200~300 MPa の引張残留応力が形成され、板厚内部に進むにつれて残留引張応力の値は次第に低下する。また、粗粒の砥石による研削(G1)の方が細粒の砥石による研削の場合よりも大きい引張残留応力が形成される。さらに、G3 の研削後ショットピーニング加工すると、加工表面の残留応力は G3 研削の引張応力から約 500

Fig.4 Change in residual stress of shot-peened specimens.

Fig.5 Residual stress relief of S2 specimen with annealing at 973 K.

MPa の大きな圧縮応力に変化する。G1, G2 および G3 加工表面にはそれぞれ 6%, 4% および 4% のマルテンサイトが生成される。

Fig. 4, 5 はショットピーニング処理材の残留応力測定結果を示す。Fig. 4 はショットのサイズをパラメータにした場合、すなわち、加工後の表面粗さで表示した場合の残留応力の変化を示す。ショットサイズの大きい場合 ($S3 > S2 > S1$) の方が加工表面に大きな圧縮応力が残留し、かつ板厚内部への加工の影響も大きい。また、素材板の圧延方向の違いによる残留応力値の差異はみられない。S1, S2 および S3 の加工によって表面に生成される加工誘起マルテンサイトの量はそれぞれ約 18%, 24% および 26% である。Fig. 5 はショットピーニング (S2) 後 973 K で焼鈍した場合の残留応力の変化を示す。非焼鈍材と比べて 180 s の焼鈍では圧縮応力値の変化は少ないのに対して、600 s の焼鈍では圧縮応力は著しく解放される。

3. 粒界腐食性

沸騰硫酸・硫酸銅水溶液中の腐食による腐食減量の測定結果を **Fig. 6** に示す。溶体化処理材は 20×3.6 ks の長時間腐食後も腐食減量はほとんど認められない。しかし、973 K で 600 s の鋭敏化処理材およびこの鋭敏化処理後ショットピーニング処理すると、腐食液浸漬時間の増大とともに腐食減量はほぼ直線的に増加するが、この両者間には腐食減量の差異は全くみられない。一方、ショットピーニング (S1) 後 973 K で 600 s 焼鈍すると、前の二者よりも腐食減量は緩和される。

Fig. 6 Weight loss due to corrosion in Strauss solution.

4. SCC 感受性

973 K-600 s の鋭敏化処理後各種の表面加工を施した試験片の 561 K の高温純水中 SCC 試験結果を **Table 2** に示す。

Table 2 Surface treatment effect of sensitized (973 K-600 s) 304 stainless steel on IGSCC susceptibility in pure water (561 K, 8 ppm O_2).

Treatment of specimen	Symbol	Applied stress, $\times \sigma_y^*$	Time to failure, $\times 3.6$ ks
Unworked	O	1.75	318.1
		2.00	187.4
		2.25	103.9
Machined	M 1	1.75 2.00	151.3 87.1
	M 2	1.75 2.00	187.6 101.8
	M 3	1.75 2.00	296.4 213.8
Ground	G 1	1.75 2.00	197.5 96.7
	G 2	1.75 2.00	331.6 201.7
	G 3	1.75 2.00	309.5 196.0
Shot peened	S 1	1.75 2.00 2.25	No failure to 1500 No failure to 1500 56.2
	S 2	1.75 2.00 2.25	No failure to 1500 44.8 28.6
	S 3	1.75 2.00 2.25	24.9 18.4 15.3
Shot peened after grinding	G 3 S 1	1.75 2.00 2.25	No failure to 1500 No failure to 1500 49.2

*: 0.2% offset stress in 561 K water

非加工材は付加応力が σ_y の 1.75, 2.00 および 2.25 倍の場合は、いずれも IGSCC 感受性を示し、付加応力が大きいほど短時間で破断する。切削加工材では、加工表面が粗い場合の方が表面粗さの細かいものよりも同一の付加応力で比較すると短時間で IGSCC によって破断が生じる。また、M1 および M2 加工材は同一負荷の非加工材よりも短時間で IGSCC 破断がみられる。しかし、M3 加工材は非加工材とはほぼ同じ程度の IGSCC 感受性を示す。

グラインダー加工材の SCC 試験結果は次のようになる。すなわち、加工条件の厳しい (表面粗さも比較的大きい) G1 加工は M1 および M2 加工の場合と同様に非加工材に比べて短時間で IGSCC 破断するが、しかし、G3 加工材の IGSCC 感受性は非加工材とはほぼ同じ程度である。

ショットピーニング材の中で表面粗さが小さい S1 加工材は、付加応力が $1.75 \sigma_y$ および $2.00 \sigma_y$ の場合は 1500×3.6 ks の長時間試験でも SCC の発生はみられないが、 $2.25 \sigma_y$ の負荷では比較的短時間で IGSCC によって破断する。S2 加工材は $1.75 \sigma_y$ の低負荷の場合は SCC は生じない。

Photo.4 Scanning electron micrographs of G1 ground specimen fractured by IGSCC under the applied stress of $2.00 \sigma_y$.

Photo.5 Microcracks induced by S3 shot-peening treatment.

(a) optical micrograph
(b) scanning electron micrograph

が、 $2.00 \sigma_y$ 以上の負荷では IGSCC によって破断する。一方、表面粗さの大きい S3 加工材では $1.75 \sigma_y$ の付加応

力でも IGSCC がみられ、かつ、非加工材よりも著しく短時間で IGSCC によって破断が生じる。この傾向は表面粗さが大きいほど、かつ、負荷が大きいほど顕著になる。次に、グラインダー加工 (G3) 後ショットピーニング (S1) 処理を施した場合 (G3S1) の SCC 感受性は S1 の場合とほぼ同じ程度である。

上記の SCC 試験では、各種の表面処理を施す前に 973 K で 600 s の鋭敏化処理をしているため、破断面にはいずれも IGSCC がみられた。破断面の一例を **Photo.4** に示す。この写真は G1 加工材を $2.00 \sigma_y$ の負荷で SCC 試験した破面で、IGSCC き裂は試験片の端部または側面から発生し板厚内部に進展していることがわかる。

IV. 考 察

1. 加工表面層の特性

加工表面から板厚深さ方向への加工硬化に関しては各種の加工に対して、硬度変化と残留応力状態との間に良い対応関係が得られている。切削加工の場合は加工条件の差異によらず加工の影響は加工表面から $50 \mu\text{m}$ 程度である。また、グラインダーの加工効果は切削加工よりも幾分深い位置にまで達している。この原因は切削加工ではせん断力は大きいが圧縮力は小さく、これに対して、グラインダー加工ではせん断力と同時に砥石の試験片表面への押し付け力も比較的大きいためと考えられる⁽⁹⁾。また、グラインダー加工の圧縮力が大きいことは、SEM による表面状況観察結果 (Photo.1 (b)) にも示すように、加工表面の金属が加工と直角方向に塑性流動していることから明らかである。一方、ショットピーニング (以下、SP と略称) 処理の加工層の厚さはショットの投射エネルギーによって変化し、また、投射エネルギーはショットの直径と材質およびショットの投射速度 (吹き出し圧力およびノズルと被加工材間の距離の関数) で決定される⁽¹⁴⁾。しかし、本研究では、ショットの直径のみをパラメータにしている。Fig.1, 4 および Photo.2 から、ショット直径の小さい S1 の加工層の深さは約 $250 \mu\text{m}$ 、また、S1 よりも大きいショットを投射した S2 および S3 加工層の厚さは Fig.4 のデータ点の外挿から約 $400 \mu\text{m}$ 前後と推定される。このように、SP 加工の効果は切削および研削加工よりも板厚の内部にまで作用する。

次に加工によって形成される残留応力状態に関しては次のようになる。切削および研削加工の場合は加工表面に、 $200 \sim 400 \text{ MPa}$ の引張残留応力が形成されるが、これらの引張応力は加工方向へのせん断力の効果によって生じたものと考えられる。また、SP 処理の場合は $500 \sim 750 \text{ MPa}$ の大きな圧縮残留応力が表面に形成されるが、これは SP 処理では加工の方向が表面に垂直なためである⁽¹⁴⁾。一方、グラインダー加工後さらに SP 加工した G3S1 材の表面応力値は S1 のみの場合とほぼ同じ値を示す。これは G3 グラインダー加工のような弱い前加工の影響はその後の著しい

強加工の SP 処理によって消失することを示唆する。

金属組織および粒界腐食性におよぼす表面処理の効果は次のようになる。本供試材のような準安定オーステナイトステンレス鋼は室温以下の低温で強加工すると容易に加工誘起マルテンサイトが生成し、このマルテンサイト相がすべり線と同様に加工後の焼鈍で炭化物の析出サイトになるため、マルテンサイトと粒界腐食性および SCC 感受性との関連性については良く調べられている^{(1)(8)(11)(15)~(18)}。本供試材の切削および研削加工では数%の、また、SP 処理では 20% 前後のマルテンサイトが表面部に形成される。したがって、Photo.2 の SP 加工で生じる粒内の平行な多数の条痕はすべり線というよりもマルテンサイトと考える方が妥当である (Photo.3(b) 参照)。また、10% 酢酸水中の電解エッチングによって優先的に腐食されるのは、炭化物の析出した粒界近傍のクロム欠乏層と同時に、粒内のマルテンサイト相およびすべり線に析出した炭化物近傍のクロム欠乏層でもある。また、SP 加工後鋭敏化処理すると炭化物の粒内析出が生じ、極表面部の粒界炭化物の析出は著しく抑制される。その結果、結晶粒界はもはや連続的な優先腐食経路にならない (Photo.2(d) 参照)。したがって、Fig.6 に示すように、鋭敏化材および鋭敏化後の SP 処理材よりも SP 後の鋭敏化材の方が腐食減量が小さくなるのは上記のような粒界状態の変化に起因するためと考えられる。

表面加工処理による表面状態変化の一つとして、凹凸状況 (表面粗度) の問題があるが、これは SCC 試験の負荷時の応力集中と関連するため次節で記述する。

2. SCC 感受性におよぼす表面加工処理の影響

表面粗度、残留応力状態、および金属組織などの加工表面状態を考慮して、IGSCC 感受性を検討する。加工表面粗さが比較的大きい切削および研削加工の M1, M2 および G1 加工材は表面粗さの細かい加工材よりも短時間で IGSCC 破断する結果が得られている。しかし、表面粗度に加えて、引張残留応力値も IGSCC 感受性に影響をおよぼすと考えられる^{(3)~(5)(9)}。すなわち、M1, M2 および G1 加工では表面に形成される引張残留応力値は 300~400 MPa と比較的大きい値になる。しかし、これらの応力値はあくまでも測定面積が $4 \times 10 \text{ mm}^2$ の平均応力値である。したがって、加工条件が厳しく、かつ表面状態変化の激しい切削および研削加工の M1, M2, G1 の場合には、局部的には測定された平均応力値よりもさらに大きな引張残留応力が形成されていることも十分に考えられる。また、試験片の極表面部に形成される 300~400 MPa の応力値は本供試材の 561 K の耐力 (155 MPa) の約 1.9~2.6 倍と大きいため、SCC 試験時に試験片全断面に $1.75 \sigma_y$ の平均応力が付与されても加工によって形成された表面引張残留応力のすべてが解消されるとは考えられない。一方、これらの値よりも小さい残留引張応力のみの負荷でも、鋭敏化 304 鋼

は高温純水中で IGSCC が発生している^{(4)~(7)}。また、加工誘起マルテンサイトは鋭敏化 304 鋼の高温純水中 IGSCC の発生を促進しないとの報告もある⁽⁸⁾。したがって、以上の諸点を考え併せると、加工条件の厳しい M1, M2, G1 加工材の IGSCC 感受性が非加工の鋭敏化材よりも増大するのは加工によって形成される大きな引張残留応力の効果に起因すると考えられる。

SP 加工の中で比較的長時間 ($5.4 \times 10^3 \text{ ks}$) の試験でも IGSCC の発生が認められなかったのは、S1 加工の $1.75 \sigma_y$ および $2.00 \sigma_y$ 、ならびに、S2 加工の $1.75 \sigma_y$ の場合である。これらはいずれも非加工の鋭敏化材よりも SP 加工によって耐 SCC 性の顕著な向上がみられる。しかし、これら以外の場合は逆に IGSCC 感受性は極めて増大している。この原因は次のように考えられる。まず、SP 加工による表面残留応力は 500~750 MPa の圧縮値を示し、561 K の SCC 負荷応力 (271, 310 および 349 MPa) に比べても十分に大きい圧縮応力である。また、表面に形成される 20% 前後の加工誘起マルテンサイトは IGSCC 発生を促進しないものと考えられる⁽⁸⁾。次に、SCC 試験時の負荷の大きさと SCC 試験温度 (561 K) におけるそれぞれの SP 加工材の引張強度との関係を検討する。Table 3 に引張性質を示し、SP 加工による耐力の著しい上昇と延性低下が認められる。ここで注意すべきことは、SP 加工は SCC 試験片平行部 ($t \times w \times l = 3 \times 5 \times 120 \times 10^{-9} \text{ m}^3$) の表面にのみ施されている点である。したがって、SP 処理による加工硬化、殊に見かけ上の耐力の上昇効果は板厚が薄ければ大きくなる。また、投射エネルギーの大きい S3 加工の表面部には、Photo.5 に示すように、加工によって微小き裂の発生さえ認められている。さらに、S3 および S2 加工のように表面凹凸が激しいと、曲率半径の小さい凹部は SCC 試験の負荷時に応力集中効果が生じ易く⁽¹⁹⁾、SCC き裂発生の核になることも十分に考えられる。

Table 3 Residual stress of shot-peened surface and tensile properties tested at strain rate of $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ in 561 K water.

Treatment of specimen	Residual stress of specimen surface (MPa)	Tensile properties (561 K)		
		σ_y^{**} (MPa)	ρ_{uts} (MPa)	E_{total} (%)
As sens.*	-80	155	429	52
Sens. → S 1	-490	326	402	39
Sens. → S 2	-690	368	385	28
Sens. → S 3	-750	374	389	24

*: Sensitized at 973 K for 600 s

** : 0.2% offset stress

上述した諸点を考慮すると、SP 表面処理 (主に、S1) によって $1500 \times 3.6 \text{ ks}$ の長時間試験でも IGSCC が発生しない場合の原因は表面に形成された凹部は応力集中源として作用せず、かつ圧縮残留応力が効果的に作用しているためと考えられる。一方、SP 処理 (主に、S3) が IGSCC 感受性

を増大させるのは、加工層自体の脆化 (Table 3), ならびに、加工によって形成される表面の微小き裂などの応力集中および外部負荷による圧縮残留応力の解放などの諸効果の複合作用かあるいは支配的な単一因子の作用に起因すると考えられる。

3. ショットピーニング処理の適用限界

SP 処理の利点は、応力の観点からはき裂の発生・進展にとって不都合な圧縮残留応力が形成されること、およびメッキや塗装などの表面処理よりも脱落しにくい厚い加工層が得られることなどであると考えられる。しかし、本実験結果からも明かなように、表面粗さが大きいこと、加工層の延性低下が大きいこと、および圧縮残留応力が一度解放されるとき裂進展速度は著しく大きいことなどは SP 加工の欠点と考えられる。

これらの SP 加工の得失の中で、耐 SCC 性との関連においては圧縮残留応力の解放 (加工硬化の解消) が重要である。SP 加工硬化の消失原因は熱的作用および外部負荷作用によると考えられる⁽¹²⁾⁽²⁰⁾。まず、熱的效果に関しては Fig.5 でも一部説明したように、973 K の比較的高温焼鈍の場合は、600 s の短時間で圧縮残留応力は著しく解放される。ここでは加工硬化の熱的解放挙動に関して高温・短時間のデータを低温・長時間へ外挿する方法としてしばしば用いられる Larson-Miller のパラメータ (P)⁽²¹⁾ で便宜的に検討してみる。 P は次式で与えられる。

$P = T(c + \log t)$, ここで、 T は熱処理温度 (K), t は加熱時間 ($\times 3.6$ ks), c は材料に無関係な定数

この式で同一の熱処理効果に対しては P は一定であると仮定し、また、硬度の長時間焼もどし効果で使用されている⁽²²⁾定数 (c) を 10 とする。本実験の SP 加工の中で SI 処理が原子炉冷却系配管に適用され、561 K の定常運転温度に 20 年間 (6.30×10^8 s) 暴露されると仮定し、これと同一熱的效果によって硬度および残留応力が変化するかどうかを調べたのが Table 4 である。この結果から、873 K および 973 K の比較的高温では加工硬化の熱的解放が若干認められるが、773 K 以下の低温側では加工硬化は保持される。厳密には、多数の熱処理条件下でのデータ集積によって評価されるべきものと考えられる。次に、外部負荷による SP 加工硬化の解放については、板厚の全断面積に

Table 4 Change in hardness and residual stress of shot-peened (SI) specimen annealed with Larson-Miller method.

Annealing condition	Micro-Vickers hardness number, Hv	Residual stress (MPa)
Unannealed	410	-490
673 K-1.81 Ms	410	-490
773 K-41.3 ks	410	-490
873 K-2.23 ks	380	-450
973 K-0.22 ks	370	-430

対する加工層の厚さの割合によって外部負荷の効果が異なるため、定量的に評価することは困難である。しかし、Table 3 に示したように、SP 加工によって著しい耐力の上昇が得られるが、この耐力以上の負荷では、もはや SP 加工効果は完全に消滅すると考えられる。また、耐 SCC 性の観点からは、SP 加工によって増大した耐力および圧縮残留応力のみならず、加工によって形成された凹部の応力集中効果や微小クラックの存在をも十分に考慮しなければならない。

V. 結 言

8 ppm の溶存酸素を含む 561 K の高温純水中において、鋭敏化 304 ステンレス鋼の IGSCC 感受性におよぼす機械的切削、グラインダーおよびショットピーニングの表面処理効果を調べ、併せて、表面加工層の基礎的性質も調べた結果は次のようにまとめられる。

(1) 厳しい条件で加工した切削およびグラインダー加工の表面には、300~400 MPa の引張残留応力の形成および 4~6% の加工誘起マルテンサイトの生成が認められた。また、加工層の深さは表面から 50 μm 程度であった。

(2) ショットピーニング加工によって、500~750 MPa の大きな圧縮残留応力と約 20% のマルテンサイトが表面に形成された。また、加工層は 250~350 μm と厚くなる。直径が 1.0×10^{-3} m の大きいショットによる加工では、投射エネルギーが大きいため、表面粗さは約 70 μm と大きくなり、また、加工による微小き裂の発生が認められた。

(3) 300 MPa 以上の引張残留応力が切削およびグラインダー加工によって表面に形成されると、高温純水中の IGSCC 感受性は増大する。この値以下の引張残留応力は SCC 感受性に影響をおよぼさなかった。

(4) 表面粗さが約 20 μm 以下で、かつ、圧縮残留応力が約 500 MPa のショットピーニング加工は、2.00 σ_y の負荷までは IGSCC の発生を抑制した。しかし、表面粗さが約 40 μm 以上のショットピーニング加工で、かつ、2.00 σ_y より高い負荷の SCC 試験では、表面圧縮残留応力が大きくても、IGSCC 感受性は増大することが認められた。

文 献

- (1) W.L. Clarke and G.M. Gordon : Corrosion, **29** (1973), 1.
- (2) W.E. Berry, E.L. White and W.K. Boyd : Corrosion, **29** (1973), 451.
- (3) J.R. Weeks : Third Water Reactor Safety Research Information Meeting, USNRC, Geithersburg Maryland, Oct. 1, (1975).
- (4) IAEA : IAEA Technical Committee Meeting on Stress Corrosion Cracking Problems in the Primary Pressure Systems, Palo Alto Calif., March 29-31, (1976).
- (5) USNRC : Investigation and Evaluation of Cracking in Austenitic Stainless Steel Piping of Boiling Water Reactor Plants, NURGE-75/067, Oct., (1975).

- (6) 明石正恒：防食技術，**29**(1980)，142.
- (7) M. Takano and H. Takaku：Corrosion，**37**(1981)，142.
- (8) 小若正倫，長野博夫，工藤越夫：防食技術，**28**(1979)，631.
- (9) 国谷次郎，正岡 功，佐々木良一，中川雄策，成瀬明輔：防食技術，**27**(1978)，393.
- (10) 松島志延，石原只夫，伊藤伍郎：防食技術，**26**(1977)，367.
- (11) D.A. Vermilyea：Corrosion，**29**(1973)，442.
- (12) H. Suss：Corrosion，**18**(1962)，17t.
- (13) M.J. Povich：Corrosion，**34**(1978)，162.
- (14) 飯田喜介，当舎勝次：精密機械，**41**(1975)，796.
- (15) 近崎充夫，添野 浩：鉄と鋼，**64**(1978)，1363.
- (16) 上出英彦，菅原英夫：日本金属学会誌，**40**(1976)，1243.
- (17) C.S. Tedmon, D.A. Vermilyea and D.E. Brocker：Corrosion，**27**(1971)，104.
- (18) 大山純一，丸山孝道，木村士郎，竹村 等，宮崎宏：日本金属学会講演概要，(1975・4月)，p.145.
- (19) 西田正孝：応力集中，森北出版，(1969)，p.46，p.76.
- (20) 河合末男，鯉淵興一：溶接学会誌，**44**(1975)，588.
- (21) F.R. Larson and J. Miller：Trans. ASME，**74**(1952)，765.
- (22) 村上善一：溶接協会化学機械溶接研究委員会，爆接小委資料，No.B-16-70(1970).

日本金属学会誌 第45巻 第10号(1981)1086~1093

分散強化合金の降伏に伴うアコースティック・エミッション 挙動のシミュレーション評価

増 田 順 一*

J. Japan Inst. Metals, Vol. 45, No. 10(1981), pp. 1086~1093

Computer Simulation of Acoustic Emission during the Yield Process of a Dispersion Hardened Alloy

Jun-ichi Masuda*

Acoustic emission during the yield process of a dispersion hardened alloy was estimated on the basis of dislocation movement through a random array of obstacles, using a computer.

The estimated acoustic emission event counts took a maximum at the yield point during the yield process. This result coincided with experimental results reported before. The yield stress was roughly a half of the stress which was calculated by Foreman and Makin, over the full range of the obstacle strength. With increasing obstacle strength, the estimated acoustic event count during the yield process increased, and then decreased.

The yield stress was proportional to the reciprocal of an average distance between the obstacles. The acoustic peak event count near the yield was proportional to the yield stress. This estimated result coincided with experimental results for dispersion hardened alloys reported before. When the obstacles with two differing strengths coexisted, the acoustic event count during the yield process took a maximum at a stress lower than the yield stress.

The acoustic event count, estimated in this study, was compared with the event count obtained by the experiment.

(Received May 21, 1981)

I. 緒 言

従来から金属等の塑性変形に伴うアコースティック・エミッション(以下 AE と略す)に関する研究が行なわれてきた^{(1)~(10)}。最近，岸らは AE の発生要因解明の研究手法を整理・分類した⁽¹¹⁾。その中で，AE の理解には原波形の

検討および AE と他の実験方法を対応させた多くのデータの蓄積が必要であると述べている。

金属の塑性変形に伴う AE をマクロにとらえたものとして，Eisenblätter らは従来から蓄積されたデータをもとに分類し大半の場合は AE は降伏点で最大になることを報告した⁽¹²⁾。Fisher らは材料内部の局所的不均一性に着目

* 日本電信電話公社武蔵野電気通信研究所，現在：同公社研究開発本部(Musashino Electrical Communication Laboratory(now, Research and Development Bureau), Nippon Telegraph and Telephone Public Corporation, Musashino)