SUS304 鋭敏化材の粒界型応力腐食割れ下限界の実験的検討

大塚雄市^{*1}, 蛭田昌孝^{*2}, 末松久幸, 武藤睦治

Experiment on Threshold of Intergranular Stress Corrosion Cracking of Sensitized JIS SUS304 by Fretting Contact Specimens

Yuichi OTSUKA^{*1}, Masaataka HIRUTA^{*2}, Hisayuki SUEMATU and Yoshiharu MUTOH^{*2} Nagaoka Univ of technology. Dept. of system safety
Kamitomioka2-27-1, nagaoka-si, Niigata, 940-2188 Japan

Intergranular stress corrosion cracking tests by using fretting contacts with high stress ratio were conducted. All of the initiated cracks were intergranular manner due to crevice corrosion and removal of surface oxide layer by frictions. The crack growth rate revealed higher value than that of large cracks, which demonstrated small crack effect on intergranular cracking.

Key Words : 応力腐食割れ, 鋭敏化, オーステナイトステンレス鋼, 粒界割れ, フレッシング疲労

1. 結 言

軽水炉では, 原子炉炉内構造物の構成材であるオーステナイトステンレス鋼の応力腐食割れ (Stress Corrosion Cracking : SCC) の発生が高経年化の課題となっている⁽¹⁾. 高温高圧水環境下では, 溶接熱影響部 (Heat Affected Zoon : HAZ) で SCC が生じることが知られている. 高経年化した炉内構造物にはこの SCC が存在し, 将来, 巨視き裂に成長する可能性を含んでいる. このため SCC の発生・進展挙動を解明することは, SCC が発生し巨視き裂に成長するまでの発生寿命, 発生限界を明らかにすることにつながり, これは炉内構造物の健全性を評価するために重要なことである. 進展下限界には粒界型 SCC (Intergranular-SCC: IGSCC) が関連しており, 特に近年報告されている非鋭敏化型 SCC では加工層などから微小な IGSCC が発生し, 粒内型 (Transgralurar: TG) SCC に遷移し破壊に至る⁽²⁾. 応力腐食割れについても微小き裂の加速効果があることは知られており⁽³⁾, 微小な IGSCC の進展下限界近傍の特性を知ることが, 健全性評価の妥当性を検証する上で不可欠である. しかしながら, 破壊力学的な評価を可能にしつつ, 選択的に微小な IGSCC を作製する技術が未確立である.

本研究では, 著者等が取り組んでいるフレッシング腐食を用いた微小粒界型応力腐食割れ作成技術⁽⁴⁾を用いて, 粒界き裂の形成条件を明らかにすると共に, 同一応力条件での微小粒界き裂の表面状態を観察することで, 高温高圧水環境下での IGSCC が微小き裂効果を有していることの検証を目指す.

2. 実験

2・1 供試材および試験片製作

供試材には HAZ 部を模擬するため鋭敏化処理を施した SUS304 鋼を用いた. 試験片の形状およびフレッシング疲労試験に用いる接触片の形状を図 1 に示す. 機械的性質および微視組織構造は Seangsai 等と同様である⁽⁴⁾. 試験片は 3mm の板材から機械加工および外周部の放電加工により切り出した. その後, エメリー紙 #240-#1200 とダイヤモンドペーストによるバフ処理を実施した. 保持部からの割れを防止するため試験片の外周部とつかみ部の円周縁は面取りを行った. 処理の方法として, 真空高温炉で 650℃, 24 時間の熱処理を施した.

^{*1} 正員, 長岡技術科学大学大学院 システム安全系 (〒940-2188 新潟県長岡市上富岡町 1603-1)

^{*2} 学生員 長岡技術科学大学大学院 原子力システム安全工学専攻

^{*2} 長岡技術科学大学大学院 原子力安全系
E-mail: otsuka@vos.nagaokaut.ac.jp

Figure 1 Specimen and contact pad size

Table 1 Testing Conditions of Fretting Fatigue

	Sample A	Sample B	Sample C
Environment	288°C, 7.3MPa		
Maximum stress	355MPa		
Stress ratio	R=0.9		
Contact pressure	100MPa		
Loading cycles to be interrupted	5×10^4	5×10^5	6.5×10^6
Loading Frequency	20Hz		

2・2 フレッシング疲労試験方法

フレッシング疲労試験には油圧サーボ式疲労試験装置（50kN，島津製作所）および高温高压水循環装置（東伸工業）を組合せ，沸騰水型原子炉（BWR）の環境を模擬して実施した．はじめに面圧と固定用リングに取り付けたひずみゲージとの校正曲線を取得し，室温にて試験片を設置後接触片を固定し，面圧を付与した．その後ひずみゲージを取り外し，純水を循環させた後水圧・温度を目標値まで制御した．温度変化に伴い面圧・摩擦係数が変化するため厳密には応力状態は変化している．高温高压水中でのひずみ計測が困難であるため，本研究では試験前の公称値を以後用いる．高温高压水中での接触状態の精密測定は今後の課題である．

2・2 応力拡大係数の算出

応力拡大係数の測定はNewman and Raju⁽⁵⁾の3次元半楕円表面き裂の式を用いて計算する．ただしフレッシングにより発生したき裂は応力集中と局所腐食によって発生したものであるため，き裂の深さ方向はせいぜい結晶粒1個分と考え20μmと仮定した．そのため，半楕円き裂の最深部ではなく，表面部での計算を行った．Samples A~Cの試験を終了後，その表面をSEM（HITACHI Miniscope TM3000）にて観察し，き裂の長さや数を撮影した．

接触部の応力分布は汎用有限要素解析ソフト Marc 2013.0.0 を用いて解析した．接触片の1/2 Z軸対称モデルと試験片の1/8 XYZ軸対称モデルを接触させ，はじめに面圧を付与し，その後試験荷重を付与して解析を実施した．要素は6面体20節点2次要素であり，要素数3810，節点数19436，最小要素寸法は0.1mmである．材料は弾塑性モデルでありヤング率 2.0×10^5 (MPa)，ポアソン比0.3を仮定した．塑性変形挙動はべき乗側で表現し，その係数はSeangsai等⁽⁴⁾の鋭敏化SUS304の高温高压水中での引張試験結果を指数近似することで求めた．接触解析にはラグランジュ乗数法を用い，面の摩擦はCoulombモデルを用いた．摩擦係数 μ は0.7を仮定した．解析においては固定後の状態のみを考慮し，温度変化は導入していない．解析結果から接触部最近接要素の積分点における主応力の値を取得し，その値を用いて応力拡大係数を算出した．最小要

素寸法は後述する粒界き裂の深さ寸法よりも大きいいため、要素の主応力値がき裂に対し均一に作用していると仮定して算出している。

3. 実験結果および考察

3・1 高温高圧水中フレット疲労試験後の表面き裂の形状と進展挙動

試験後、試験片の表面を SEM によって観察したものを図 2 に示す。き裂は、フレットングによる応力集中が最も高くなっている位置で発生している。またき裂の形状を観察すると、どれも折線状に進展していった

Figure 2 Panoramic SEM images of cracking

Figure 3 Magnified SEM images of intergranular cracking at the center part of contacting area

いることから、IGSCC であることが分かる。王らの切欠きつき試験片の曲げ試験でも同様の折線のき裂が観察されているので⁽⁶⁾、折線型のき裂を粒界型と判断することは妥当である。通常の SSRT 試験などの SCC 試

験法では、粒界破面率を用いて評価するように IG/TGSCC が混在することが殆どである。SEM 画像からも TGSCC は観察されなかった。従って、本試験法で IGSCC を簡便に作製できることを示した。

3・2 応力拡大係数とき裂進展速度の関係

き裂進展速度の整理結果を表 2 に示す。き裂進展速度は図 4 に示す鋭敏化 SUS304 の応力腐食割れ進展曲線より高く、微小き裂効果によるき裂の加速傾向を確認できた。微小き裂効果とは、発生したき裂が隙間腐食により粒界溶解を促進させ、より低い応力拡大係数でき裂進展を加速させる現象である。また本実験では、接触片によるすき間腐食や表面摩耗による酸化物の除去、負荷変動に伴う表面酸化被膜の破壊といった効果により、実際よりも高い進展速度になっていると想定される。従って実際の環境よりも過酷な環境での試験結果であるため、今回の結果は保守的なものであると言える。今後は、隙間による溶解速度の変化を考慮することで、実環境への適用性を検討する。

Table 2 Observed IG crack length distributions and crack growth rate

	Sample A ($N=5 \times 10^4$)	Sample B ($N=5 \times 10^5$)	Sample C ($N=6.5 \times 10^6$)
Number of IG SCC	40	45	72
Mean of crack length(μm)	78.9	139.0	171.0
Standard deviation (μm)	81.5	95.2	145.2
Maximum crack length(μm)	316	358	470
Mean of stress intensity factor $K(\text{MPa m}^{0.5})$	2.8	3.4	3.5
Standard deviations of K	0.6	0.5	0.6
Crack Growth Rate(m/s)	2.7×10^{-9}	1.1×10^{-10}

Figure 4 Existing SCC crack growth rate reference curves for sensitized SUS304 steel

4. 結 言

本実験は、IGSCC の形成条件を明らかにするとともに、高温高圧水環境下で IGSCC が微小亀裂効果を有していることを検証することを目的として実験を実施した。接触片を用いた高応力比の試験によって、IGSCC を選択的に作製することが可能であることを示した。さらに、複数試験片を用いた破壊力学的評価を実施し、従来の SCC 進展速度線よりも大幅に加速される、微小き裂効果を有することを実験的に示した。今後は応力レベルを下げて試験を追加し、停留き裂の長さを同定する。そして、長時間引張試験の結果と比較により予測結果の妥当性を検証する。

文 献

- (1) MacDonald, D. D. and Urquidí-Mac Donald, M., *Corrosion Science*, 32(1), 51-81, (1991).
- (2) 米澤利夫, 山口洋一郎, 飯島嘉明, *材料と環境*, 49, 215-221 (2000)
- (3) 箕島 弘二, 杉山 忠, 駒井 謙治郎, *機械学会論文集 A*, 55(512), 689-696, (1989)
- (4) Saengsai, A. Otsuka, Y. and Mutoh, Y. *Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering*, 5(12):898-907, (2011).
- (5) Murakami, Y. (editor-in-chief), *Stress Intensity Factor Handbook Vol 1.*, Pergamon, press. (1987)
- (6) 王= (日偏に均の作り), 金田潤也, 茂中尚登, *材料と環境*, 60(3), 141-146, (2012)
- (7) Itoh, M., *Proceeding of the 12th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System – Water Reactors – TMS (The Minerals, Metals & Materials Society)*, 65-71. (2005).