

# 定電位エッチングを用いたオーステナイト系ステンレス鋼の 塑性予ひずみ検出手法

## Potentiostatic Etching Method for Detection of Pre-existing Plastic Strain in Austenitic Stainless Steel

東北大学 大学院工学研究科 帆加利 翔太 Shota HOKARI Nonmember  
東北大学 大学院工学研究科 鈴木 明好 Akiyoshi SUZUKI Nonmember  
東北大学 大学院工学研究科 渡辺 豊 Yutaka WATANABE Member

To ensure integrity of the structure such as nuclear power plant, the demand has been increased for establishing nondestructive method for detection of pre-existing plastic strain. In this study, potentiostatic etching method is applied to detect and measure plastic strain imposed to austenitic stainless steel by tensile straining. After potentiostatic etching (1N HNO<sub>3</sub>, -600mV<sub>SCE</sub>, 20min), the twin band appears as etched line on the surface of specimens. The etched twin band is observed by optical microscope and quantified as the etched twin band density. There is one to one relation between the etched twin band density and the amount of pre existing plastic strain in the range from 1% to 30%.

**Keywords:** Plastic Strain, Stainless Steel, Potentiostatic Etching, Nondestructive Evaluation, Deformation Twin

## 1. 緒言

機械部品や構造物の健全性を保証するため、感度良く塑性予ひずみを検出・定量化する手法が求められている。中越沖地震後の原子力発電所機器の健全性確認において、塑性予ひずみ検出手法の候補として、音速比法、磁歪法、バルクハウゼンノイズ法、表面金相法、エッチング法、硬さ測定法、マルテンサイト検出法を検討し、硬さ測定法を採用している<sup>(1)</sup>、しかしながら、よりヒート依存性が小さく、より感度の高い方法の開発が望まれている。

初期損傷を含めた広い範囲で金属の材質劣化評価が出来る手法として、アノード分極あるいは電気化学エッチングを利用した電気化学的な手法が提案されている<sup>(2)-(6)</sup>。電気化学的手法は測定原理が明確で、材質劣化の直接的原因となる組織変化（粒界偏析、炭化物・金属間化合物の析出・粗大化、転位の増殖など）を選択的溶解性の変化として検出するものである。

連絡先：帆加利 翔太、〒980-8579 宮城県仙台市青葉区荒巻字青葉 6-6-01-2、東北大学 大学院工学研究科 量子エネルギー工学専攻、電話：022-795-7911、e-mail：shota.hokari@rbm.qse.tohoku.ac.jp

本研究では塑性予ひずみの検出手法として定電位エッチング法を適用し、その検出原理を解明した。

## 2. 研究内容

### 2.1 実験方法

供試材にはオーステナイト系低炭素ステンレス鋼 SUS316L および SUS316NG を用いた。化学組成を Table1 に示す。供試材は溶体化処理後、平板試験片に加工した。溶体化条件は、それぞれ 1150°C/30min (SUS316L)、1050°C/60min (SUS316NG)である。

Table 1 Chemical compositions of stainless steels (wt%)

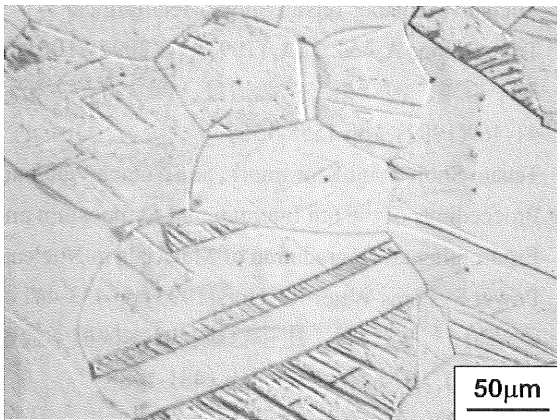
Alloy	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Fe
SUS316L	0.012	0.67	1.19	0.027	0.001	11.93	17.25	2.04	Bal.
SUS316NG	0.016	0.51	1.36	0.025	0.001	11.30	17.51	2.05	Bal.

単軸引張りにより試験片に塑性予ひずみを付与した。付与した予ひずみはそれぞれ SUS316L:真ひずみで 1, 3, 11, 18.5, 26% (公称ひずみ：1, 3, 12, 21, 30%)、SUS316NG：真ひずみで 1, 3, 8.5, 15, 25.5% (公称ひずみ：1, 3, 9, 16, 29%)である。初期ひずみ速度は 0.1%/s である。その後、溶体化材と塑性予ひずみ付与材を定電位エッチング用の試験片に加工し、試験溶液:1N

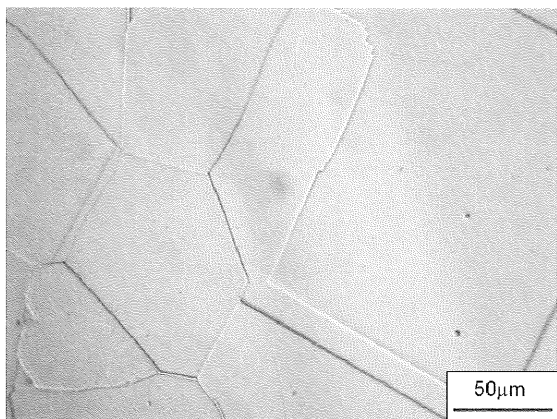
HNO<sub>3</sub>, 電位: -600mV<sub>SCE</sub>, エッチング時間: 20min, 温度: 35°C, の条件で定電位エッチングを施した。参照電極には飽和カロメル電極を用い、電位は SCE 基準で表す。エッチング後、金属顕微鏡を用いて表面の観察を行い、単位面積あたりに現出したエッチング痕の計測を行った。また、透過型電子顕微鏡(TEM)を用いてエッチング痕断面の組織観察と結晶方位解析を行った。

## 2.2 実験結果

定電位エッチングを施した材料の組織写真を Fig.1 に示す。塑性予ひずみを加えた試験片には、結晶粒内に無数の線状のエッチング痕が確認された。また、溶体化材にはこのようなエッチング痕はほとんど確認されなかった。



(a) 18.5% Plastic strain



(b) As solution treated (No plastic strain)

Fig.1 Optical micrographs after potentiostatic etching (SUS316L)

### 2.2.1 予ひずみとエッチング痕密度の関係

単位面積当たりのエッチング痕密度と塑性予ひずみの関係を Fig.2 に示す。ひずみとエッチング痕密度の間には明確な一対一の相関性が認められた。

予ひずみを与えていない溶体化材においてもわずかにエッチング痕が確認された。これは試料作成時の切断や表面研磨などの影響が現れている可能性が考えられる。しかしながら、予ひずみ 1%との間には明確な相違が確認されたため、少なくとも 1%の塑性予ひずみを明確に検出する感度を有していることが示された。

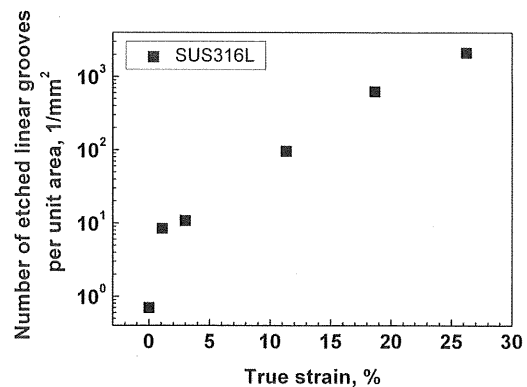


Fig.2 Number of etched linear grooves per unit area versus plastic strain of the specimens

### 2.2.2. 検出原理の解明

定電位エッチング後の試験片表面を Fig.3 に示す。結晶粒内に線状のエッチング痕が確認された。Fig.3 中に示す四角部分を深さ方向に切り出し TEM 観察を行った。Fig.4 にエッチング痕断面の TEM 写真と電子回折像を示す。TEM 像中央部のエッチング痕から右下方向に母材とは様相の異なる帯状の部位が確認された。Fig.4 の TEM 像中の○および□の位置で得られた電子線回折像を示す。母材部(○印)は[-110]晶帯軸を向いた FCC 構造の結晶であった。また、帯部(□印)では大きなスポットと小さなスポットの 2 種類が確認された。母材部の回折像と比較すると、大きなスポットが母材に対応し、小さなスポットが帯部に対応していると考えられる。帯部のスポットは母材部のスポットに対し、(111)面(点線)で鏡面対称となっている。これより、帯部が変形双晶であることが判明した。つまり、変形双晶を起点としてエッチング痕が形成されたことがわかった。結晶方位の異なる変形双晶が溶解速度の方位依存性により優先溶解することによりこの現象が起ると考えられる。

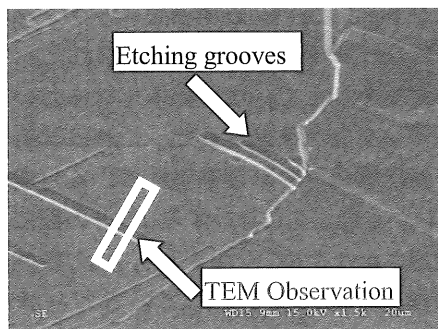


Fig.3 SEM micrograph after potentiostatic etching (16% uniaxial strain in SUS316NG)

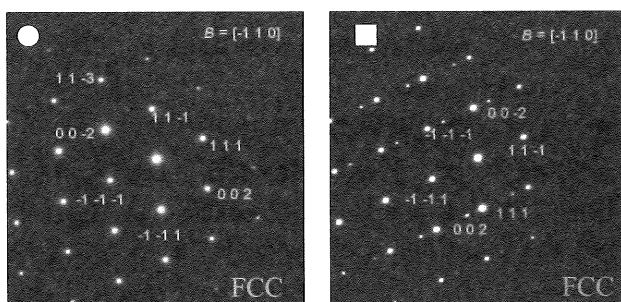
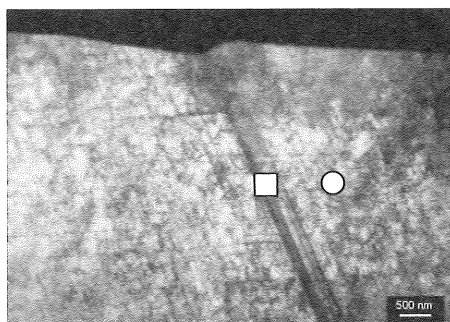


Fig.4 TEM micrograph of etched groove in cross section and electron diffraction images

### 3. 結言

硝酸を用いた定電位エッチングにより、オーステナイト系ステンレス鋼に導入された変形双晶が溝状のエッチング痕として現出することが明らかとなった。このことから定電位エッチングによる塑性予ひずみ検出手法の原理がより明確となった。塑性予ひずみと双晶エッチング痕密度の間には一対一の相関性が認められ、少なくとも 1%の塑性予ひずみに対し検出感度を有することを示し、定電位エッチング手法による塑性予ひずみ検出の基盤を確認した。

### 謝辞

本研究の一部は、東京電力㈱、北海道電力㈱、東北電力㈱、中部電力㈱、北陸電力㈱、関西電力㈱、中国電力㈱、四国電力㈱、九州電力㈱、日本原子力発電㈱、電源開発㈱からの受託研究として(社)日本溶接協会原子力研究委員会 LCF 小委員会で行われた成果である。ここに記して感謝の意を表します。

### 参考文献

- [1]. 日本原子力技術協会、平成 21 年 4 月、平成 20 年度中間報告
- [2]. Yutaka Watanabe, Tetsuo Shoji, Metallurgical Transactions A, Vol. 22A, (1991), pp.2097-2106
- [3]. 庄子哲雄、河守裕二、渡辺豊、深倉寿一、材料、41-469(1992)、pp.1558-1564
- [4]. Tetsuo Shoji, Yuji Kawamori, and Yutaka Watanabe, Proceedings of the 6th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems Water Reactors(1993) pp.433-441
- [5]. 駒崎慎一、渡辺豊、庄子哲雄、日本機械学会論文集(A 編)、63-611(1997)、pp.1481-1488