

# 定電位エッチングによる検出手法を用いたオーステナイト系ステンレス鋼の塑性変形機構の温度・鋼種依存性の調査

Inspection of Temperature / Steel Composition Dependency of Plastic Deformation Mechanism in Austenitic Stainless Steel by potentiostatic etching Detection Method.

東北大学 大学院工学研究科	帆加利 翔太	Shota HOKARI	Member
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 structures and components in nuclear power plants, 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 quantitatively measure plastic strain imposed to austenitic stainless steels by tensile straining. After potentiostatic etching (1N HNO<sub>3</sub>, -600mV<sub>SCE</sub>, 20min), twin lines and slip lines appear as etched lines on the surface of specimen because of the preferential dissolution of the both bands. Steel compositions affected deformation twin density. This can be explained by difference in stacking-fault energy. Temperature at which straining was applied, also has affected deformation twin density, but there is one-to-one correlation between etched slip line density on the specimens strained at 250°C and pre-existing strain (1-22.5%).

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

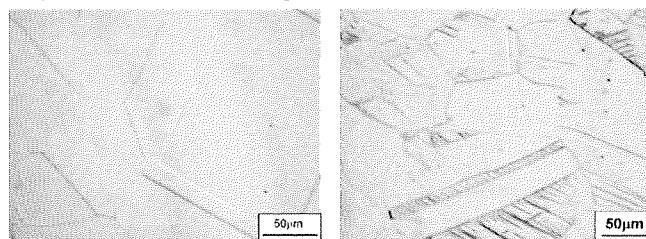
## 1. 緒言

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。前報<sup>[1]</sup>では室温で塑性変形を経験した 316 系ステンレス鋼に定電位エッチングを施し、材料中の塑性変形における変形双晶を母材との溶解速度の相違に従い優先溶解させエッチング痕として現出させ(Fig.1)、その数密度に基づき塑性予ひずみを検出、定量化できることを示した。しかしながら、原子炉構造材には 316 系のみならず 304 系のステンレス鋼も使用されている。また、プラント稼働中に何らかの理由で大きな外力が加わった場合には炉水温度域で塑性変形を経験することになる。組成や変形温度域の違いは材料の塑性変形の様式の変化に影響することが知られている<sup>[2]</sup>。

本研究では、オーステナイト系ステンレス鋼の塑性

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

予ひずみを定電位エッチングにより変形双晶エッチング痕密度として検出する手法の温度・鋼種依存性を調査し、積層欠陥エネルギーによる整理により他の鋼種へ適用できる可能性があること、炉水温度域で付与された予ひずみはすべり線のエッチング痕密度として検出できることを示した。



(a) As solution treated (b) 18.5% Plastic strain

Fig.1 Optical micrographs after potentiostatic etching (SUS316L)<sup>[1]</sup>

## 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 SUS316NG および SUS304L を用いた。化学組成を

Table1 に示す。供試材は溶体化処理後、平板試験片および丸棒試験片に加工した。溶体化条件は 1050℃/60min である。

Table 1 Chemical compositions of stainless steels (wt%)

Alloy	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Fe
SUS316NG	0.016	0.51	1.36	0.025	0.001	11.30	17.51	2.05	Bal.
SUS304L	0.013	0.73	1.50	0.030	0.005	10.08	18.17	-	Bal.

単軸引張により試験片に塑性予ひずみを付与した。

SUS304L は室温で単軸引張により塑性予ひずみを付与した。付与した予ひずみは真ひずみで 1, 3, 8.5, 14, 23% (公称ひずみ:1, 3, 9, 15, 25.5%) である。公称ひずみ速度は 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℃, 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た。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。

SUS316NG は引張試験機付設の電気炉により所定の試験温度で 1 時間以上保持してから一定の変位速度でひずみを付与した。公称ひずみ速度は 0.1%/s である。予ひずみ付与条件を Table 2 に示す。予ひずみ付与後、SUS304L に対してと同様に定電位エッチングを施した。また、平板試験片はすべり線の直接観察のために用いた。すなわち、予ひずみ付与前の試験片のゲージ部を鏡面に仕上げしてから予ひずみを付与し、表面に現れたすべり線とエッチング痕の関係を調査した。

Table.2 Strain condition

		True strain (%)						
		1	2.5	6	8	13	16.5	22.5
Temp. (°C)	30					○		
	50					○		
	75					○		
	100					○		
	200					○		
	250	○	○	○	○	○	○	○
	300					○		

## 2.2 実験結果

### 2.2.1 鋼種依存性

定電位エッチングを施した SUS304L において計測された変形双晶エッチング痕密度を SUS316L、SUS316NG<sup>[1]</sup>の変形双晶エッチング痕密度計測結果に重ねたものを Fig.2 に示す。SUS304L では溶け残り面やエッチピットが試料表面に多く、変形双晶エッチ

ング痕が明瞭でない部分も見受けられた。変形双晶が優先溶解する条件が 316 系ステンレス鋼とは異なるためであると思われる。そのため、溶体化材と 1.3%予ひずみ材では変形双晶エッチング痕密度の測定が困難であった。316 系ステンレス鋼は予ひずみと変形双晶エッチング痕密度の間に一体一の相関性が示されているのに対し、SUS304L では予ひずみ 8.5,14%では SUS316L に比べ密度が高かったが、予ひずみ 23%では SUS316L と同程度であった。さて、単位面積あたりの積層欠陥が持つエネルギー、積層欠陥エネルギー( $\gamma_{SF}$ )の小さい材料は双晶変形が起きやすい<sup>[3]</sup>。SUS316L と比べ SUS304L の変形双晶エッチング痕密度が大きくなるのは  $\gamma_{SF}$  の違い (SUS316:55.8mJ/m<sup>2</sup>, SUS304L:27.0mJ/m<sup>2</sup>) により塑性変形に占める双晶変形の寄与割合が増えるためであると思われる。積層欠陥エネルギーに基づいた補正を行うことによりオーステナイト系ステンレス鋼に対して本手法を広く適用できる可能性が示唆される。

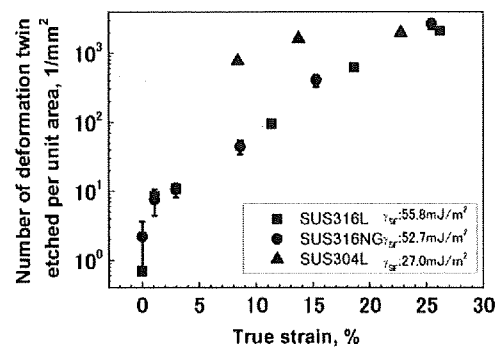


Fig.2 Comparison of the etched deformation twin density between SUS316 and SUS304L

### 2.2.2 温度依存性

Fig.3 に(a)室温(30℃)予ひずみ付与材(13%)と(b)250℃予ひずみ付与材(13%)のエッチング後表面を示す。室温予ひずみ付与材に対し、250℃予ひずみ付与材においては変形双晶エッチング痕とは様相の異なるエッチング痕(以降:浅いエッチング痕)が多数現出している。

Fig.4 に予ひずみ付与温度 250℃の SUS316NG における塑性予ひずみと変形双晶エッチング痕密度の関係に、30℃における SUS316NG と SUS316L の結果<sup>[1]</sup>を追記したものを示す。250℃予ひずみ付与の SUS316NG の結果は 2.5%までは 30℃の結果とほぼ同等であるが、6%以降の予ひずみでは 30℃の結果とは異なりほぼ横ばいとなった。このことから、炉水温度域で付与された塑性ひずみについては、変形双晶エッチング痕密度を用

いての 5%程度を超えるひずみの定量化は難しいことが示された。

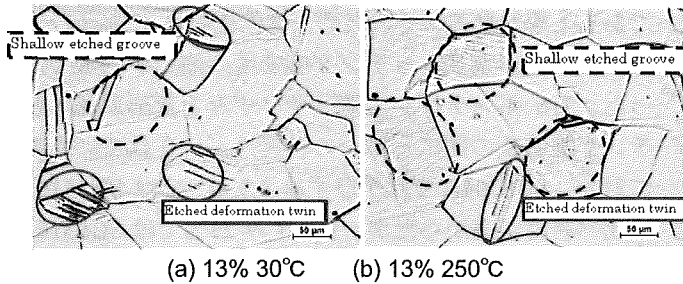


Fig.3 Optical micrographs after potentiostatic etching

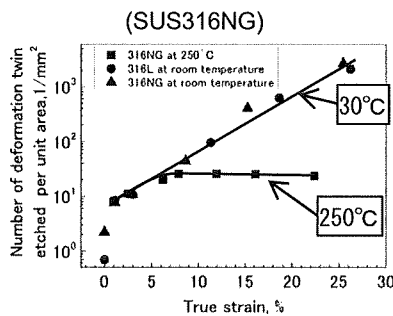


Fig.4 Number of etched twin line per unit area versus plastic strain of the specimens

### 2.2.2.1 浅いエッチング痕の特徴

室温より高い温度域で変形双晶エッチング痕密度を用いた予ひずみ定量化は困難であった。しかしながら、前述のように 250°C予ひずみ材では室温予ひずみ付与材に比べ浅いエッチング痕が多数観察されたため、浅いエッチング痕に着目しその特徴を調査した。Fig.5に13%予ひずみ材における予ひずみ付与温度と変形双晶エッチング痕密度、単位面積当たりの浅いエッチング痕密度の関係を示す。変形双晶エッチング痕密度は30°Cから100°Cまではひずみ付与温度の上昇に伴って急激に低下し、100°C以上でも温度上昇に伴いゆるやかに減少している。このことから、SUS316NGの塑性変形におけるすべり変形/双晶変形の遷移は30°C~100°C付近で顕著に起こることが示された。それに対し浅いエッチング痕密度は30°C~100°C付近で、予ひずみ付与温度の上昇に伴い増加し、その後、100°C以上の温度域でも予ひずみ付与温度上昇に伴い増加し続けるが、温度上昇に対する増加の勾配は小さくなっている。

### 2.2.2.2 エッチング痕とすべり線の関連調査

すべり線と浅いエッチング痕の関係を詳細に調査した。同一箇所における引張り後の表面及び研磨後の表面、エッチング後の表面を Fig.6(a)-(c)に示す。すべり線と同一方向にエッチング痕が現出しており、すべり

線間隔とエッチング痕間隔は概ね一致していた(Fig.7)。また、Fig.8に予ひずみ材(250°C 13%)における試料表面のEBSDによる結晶方位の測定結果を示す。(a)がEBSD分析範囲の光学顕微鏡画像、(b)がEBSDによる結晶方位マッピング図である。エッチング痕が現出している面の結晶方位とそれに対応するすべり面:{111}面の交線はエッチング痕と同一方向となっている。このことから、エッチング痕はすべり線に対応した優先溶解である可能性が高いことが分かった。

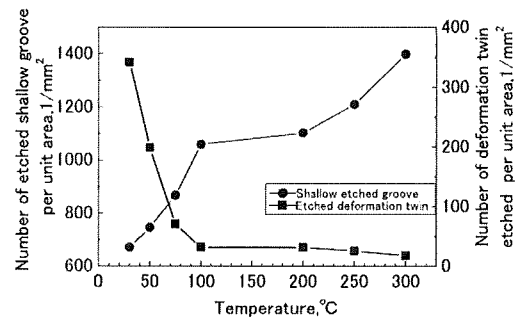


Fig.5 Number of etched lines per unit area versus strained temperature

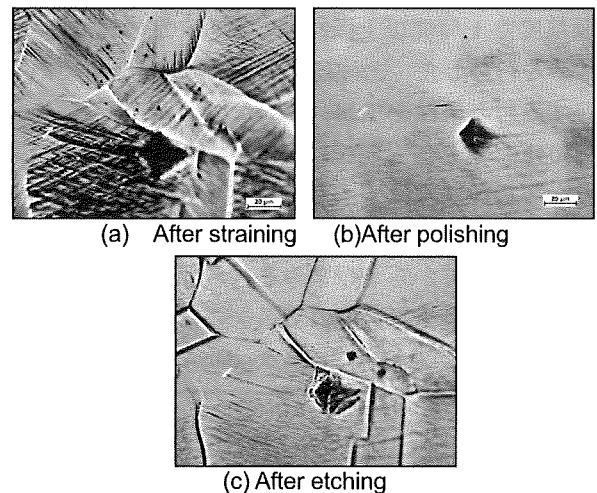


Fig.6 Optical micrographs (SUS316NG, 13% 250°C)

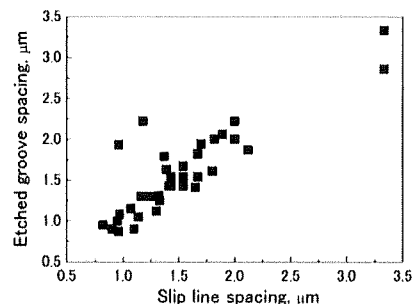
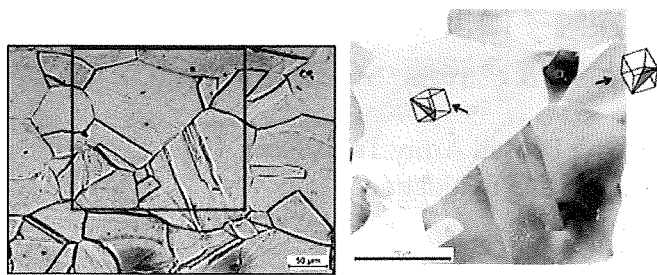


Fig.7 Slip line spacing vs. etched groove spacing at the same sights (SUS316NG, 13% 250°C)



(a) Optical micrograph (b) EBSD mapping

Fig.8 Crystal orientation mapping of SUS316(13% 250°C) by EBSD

### 2.2.2.3 エッチング痕の形成メカニズム

材料中に生じたすべり線がエッチング痕として現出するメカニズムを考察した。1N 硝酸水溶液、 $-600\text{mV}$  という定電位エッチング条件は溶解速度の結晶方位依存性が大きくなるように最適化されたものであるため<sup>[1]</sup>、エッチング痕は結晶方位の変化を反映していると考えられる。すべり変形の前後では結晶方位が変わらないことから、すべり近傍の転位の集積に伴う局所的な結晶方位の変化<sup>[4]</sup>によるものであると考えられる。すべり変形が起こり、すべりが粒界に到達する。その結果、発生した転位がすべり面に沿って集積する。転位の集積の結果、すべり線近傍に結晶方位差が発生する。次に、定電位エッチングを施すと、母材面に対し、結晶方位の乱れた結晶面の溶解速度が高い場合、優先的に溶解が進み、エッチング痕が形成されると考えられる。このことから、浅いエッチング痕を「すべり線エッチング痕」と定義する。

250°C 予ひずみ付与材における単位面積当たりの浅いエッチング痕密度と塑性予ひずみの関係を Fig.9 に示す。250°C 予ひずみ付与材においてひずみとすべり線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。

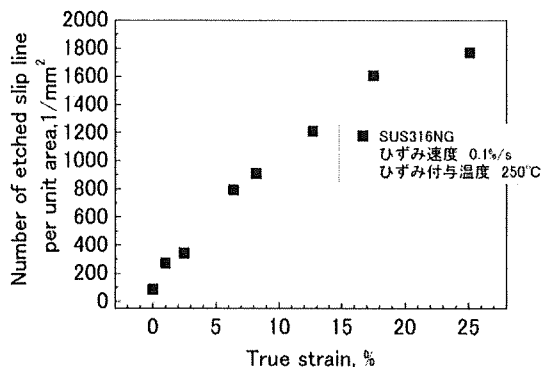


Fig.9 True strain vs. etched slip line density (SUS316NG, 250°C)

### 3. 結言

オーステナイト系ステンレス鋼の塑性予ひずみを定電位エッチングによりエッチング痕密度として検出する手法の温度・鋼種依存性を調査した。

- ・ 積層欠陥エネルギーの小さい材料では双晶変形が起きやすく、変形双晶エッチング痕密度が大きくなるため、本手法適用には鋼種の違いを考慮する必要がある。
- ・ SUS316NG の塑性変形におけるすべり変形/双晶変形の遷移は 30°C~100°C 付近で顕著に起こることが示された。また、炉水温度域で付与された塑性予ひずみについては、変形双晶エッチング痕密度を用いての 5% 程度を超えるひずみの定量化は難しいことが示された。
- ・ エッチング後の表面には変形双晶エッチング痕とは様相の異なるエッチング痕が現出しており、これはすべり線を起点としていることを明らかにした。
- ・ 予ひずみ付与温度 250°C において、すべり線エッチング痕の数密度と塑性予ひずみは 1 対 1 の相関性を持つことを示し、すべり線エッチング痕密度を計測することで予ひずみ検出・定量化が可能であることを示した。

### 参考文献

- [1]. 帆加利翔太、鈴木明好、渡辺豊、日本保全学会 第 7 回学術講演会 要旨集, (2010), pp. 594-596
- [2]. J.W. Christian, S. Mahajan, Progress in Materials Science, Vol. 39, (1995), pp.1-157.
- [3]. L. V. Kireeva and Yu. I. Chumlyakov, The Physics of Metals and Metallography, Vol. 108, (2009), pp. 298-309.
- [4]. 釜谷昌幸, 日本機械学会論文集 A 編, Vol. 77, (2011), pp. 154-169