

# 表面加工層を有する SCC 発生試験片の応力および 塑性ひずみ分布評価

Evaluation of stress and plastic strain distribution on SCC initiation test piece  
with surface work hardened layer

電力中央研究所	三浦 靖史	Yasufumi MIURA	Non-Member
電力中央研究所	宮原 勇一	Yuichi MIYAHARA	Non-Member
電力中央研究所	加古 謙司	Kenji KAKO	Non-Member
電力中央研究所	佐藤 勝	Masaru SATO	Non-Member
新潟大学	鈴木 賢治	Kenji SUZUKI	Member

In this study, creviced bent beam (CBB) test, x-ray stress measurement, and hardness testing on a specimen made of Type 316L stainless steel with controlled plastic strain distribution were carried out in order to clarify behavior of crack initiation and effects of plastic strain and stress distribution on SCC initiation. The following results were obtained. (1) In this SCC test, it was found that only micro cracks whose depths were smaller than 50 $\mu$ m were observed until 200 hours and cracks whose depths were larger than 50 $\mu$ m were observed after 500 hours. (2) SCC was initiated preferentially in a steep hardness gradient area. (3) Stress distribution on the specimen after bending was negatively correlated with hardness distribution on the specimen before bending. Stress in low hardness area was larger than the stress in high hardness area.

**Keywords:** Boiling water reactor, Type 316L stainless steel, Stress corrosion cracking, X-ray stress measurement, Strain distribution

## 1. はじめに

沸騰水型原子炉の配管や炉内構造物に使用されている 316 系低炭素ステンレス鋼の材料劣化事象の 1 つとして、応力腐食割れ (SCC) が知られている。低炭素ステンレス鋼の SCC 発生には、機械加工によって生じる材料表面の加工硬化層が影響を及ぼすことが明らかにされてきたが<sup>[1-2]</sup>、定量的な評価にまでは至っていない。加工硬化層の影響を定量的に評価するためには、試験面の応力、硬さ、塑性ひずみ分布とき裂発生位置、発生までの経過時間の関係を調べる必要がある。当所ではこれまでに塑性ひずみ分布制御性に優れたフライス加工による試験片作製法を考案して SCC の発生を確認してきた<sup>[3]</sup>。

本報では、考案した SCC 発生試験片 (ひずみ分布制御試験片) の特性と SCC 試験結果<sup>[4]</sup>ならびに SCC 発生領域の特徴と応力分布、塑性ひずみ分布の関係を報告する。

## 2. 実験方法

連絡先：三浦 靖史、〒240-0196 神奈川県横須賀市長坂  
2-6-1、電力中央研究所 材料科学研究所 原子力材料領域  
E-mail: ymiura@criepi.denken.or.jp

### 2.1 ひずみ分布制御試験片

供試材には、厚さ 50 mm の SUS316L 熱間圧延材 (JIS G4304) を用いた。表面に残留する可能性のある圧延の影響を除くため、試験片は厚さ方向の中央部分 30 mm の部分を用いて作製した。まず供試材をワイヤカット加工により幅 10 mm、長さ 50 mm、厚さ 3 mm の形に切り出し、その後フライス加工 (工具径 20 mm) により厚さ 2 mm まで減厚した。加工によって導入される塑性ひずみ分布はフライス加工条件 (テーブル送り速度、主軸回転速度) によって制御される。本研究ではテーブル送り速度 50 mm / min、主軸回転速度 75 rpm によって仕上げ加工を施した。フライス加工後、表面加工模様が消失するまで #1200 の耐水研磨紙で湿式研磨し、さらに 10% 過塩素酸-90% 酢酸溶液を用いて電解研磨することで試験面を鏡面仕上げとした。

### 2.2 SCC 発生試験

SCC 試験には、高温水循環型のオートクレーブによる CBB 試験<sup>[5]</sup>を採用した。試験片長手方向の表面両端にすきま保持材となるテフロンシートを置き、すきま形成材であるグラファイトファイバーウールを試験面に密着させ、曲率半径 100 mm の曲面を持

つ治具に固定した。厚さ 2 mm の試験片表面における引張ひずみ量はおよそ 1% となる。CBB 試験治具に固定した試験片は、溶存酸素濃度 8 ppm、入口導電率 0.1  $\mu\text{S}/\text{cm}$  以下、温度 288°C、圧力 10 MPa の高温水中に浸漬し、試験時間は 100 h~3000 h、サンプル数は各 5 枚とした。各試験時間につき 4 枚については、試験後試験片を固定治具から取り外し、さらに曲げひずみを付与してき裂を開口させ、試験片を幅方向の中央で切断し、中央部分 10 mm の範囲を倍率 50 倍で光学顕微鏡観察を行い、SCC き裂の数と見かけの深さを計測した。残りの 1 枚については、後述する硬さ試験と EBSP 測定を行った後試験に供し、試験後開口処理して EBSP 測定範囲の観察を行い、き裂発生位置を確認した。

### 2.3 硬さ試験

硬さ試験には、ビッカース圧子を装着した Mitutoyo 製 MZT500 を用いた。表面観察用の試験片については荷重 0.98 N、後述する応力測定用試験片については荷重 0.098 N と 0.49 N で実施し、保持時間 10 秒で、試験片長手方向約 1.0 mm に渡って硬さ試験を実施した。Fig.1 に示すように試験片には長手方向中央、幅方向中心を基準として 0.98 N の押し込み荷重で L 字型に 0.5 mm 間隔の目印をつけ、L 字の折れ曲がり部の圧痕を長手方向距離の基準とし、L 字の上側の領域において試験を行った。0.98 N、0.49 N での試験は、圧痕サイズの関係で直線状に小さなピッチで測定するのに適さないため、Fig.2 に示すように位置をずらしながら 5 列の試験を行い、基準からの長手方向距離で整理した。0.098 N での試験は、0.49 N での圧痕のさらに外側で、0.04mm ピッチで 2 列の硬さを取得した。

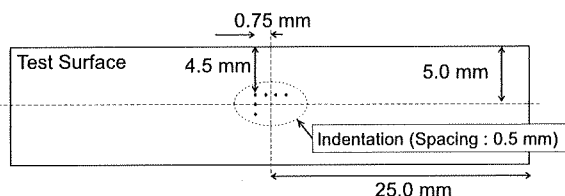


Fig.1 Schematic illustration of test surface

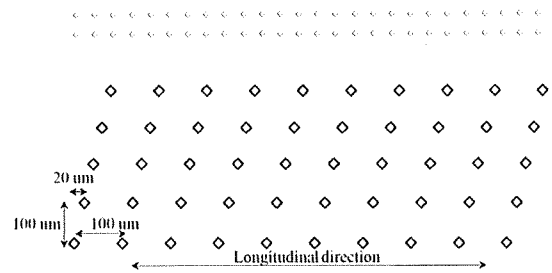


Fig.2 Schematic illustration of hardness testing

### 2.4 塑性ひずみ分布評価と応力測定

作製した試験片の 1 枚で応力測定を実施した。曲率半径 100 mm の応力測定用治具に固定して曲げひずみを付与後、塑性ひずみに対応するデータを得るため、電子線後方散乱回折 (EBSP: electron backscatter diffraction pattern) 装置によって、Fig.1 に示す L 字の目印に囲まれた領域を測定した。測定には、TSL 社製 EBSP 装置を搭載した走査型電子顕微鏡 (SEM: scanning electron microscope) (HITACHI S3500H) を使用した。SEM の加速電圧は 25 kV とし、測定点の間隔は 1.0  $\mu\text{m}$  とした。本研究で用いた応力測定用治具は、後述する応力測定について、透過法を適用するために、上部開放型 CBB 試験治具の中央部分に長さ 25 mm、幅 6 mm の穴を開けたものであり、高温水中 CBB 試験治具と同様の応力を負荷することが可能である。試験治具の写真を Fig.3 に、試験片固定後の写真を Fig.4 に示す。



Fig.3 Test jig for stress measurement

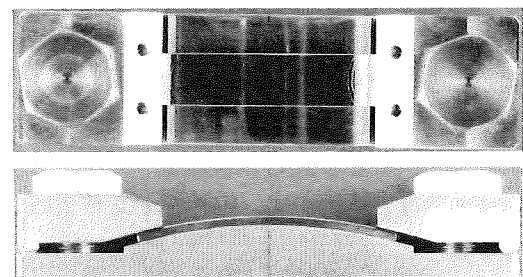


Fig.4 Test jig with specimen

治具固定後の試験面に生じている応力を評価するために、高エネルギー放射光による測定と実験室 X 線回折装置による測定を行った。

### 2.4.1 放射光 X 線による測定

試験面長手方向に周期的に分布する表面の塑性ひずみと曲げひずみ方向の応力状態の変化の関係を調べるために、高エネルギー放射光を用いた測定を行った。測定は大型放射光施設 SPring-8 のサンビーム共同体専用ビームライン BL16XU で実施し、測定法には透過ひずみスキャン法<sup>[6]</sup>を用いた。ビームのエネルギーは 69.973 keV (3 倍波 波長 0.17718 Å)、入射ビームサイズは 4 象限スリットにより 0.2 mm×1.0 mm の矩形に成形し、受光側にはダブルスリット光学系と NaI シンチレーションカウンタを用いた。回折面は 331 面および 420 面を選択した。測定した回折角は、長手方向距離 0.2 mm ピッチ、5 点の測定について、試験片幅方向に 1.0 mm シフトさせた 2 測定分の、計 0.2 mm×2.0 mm の測定結果を長手方向 1 点の値とした。また、比較材として、治具による曲げひずみを付与していない状態の試験片についても同様の測定を行った。

### 2.4.2 ラボ X 線による応力測定

ラボ X 線を用いた応力測定は 2 次元検出器を搭載した Bruker AXS 社製 D8 Discover を用い、Cr-K $\alpha$ 線源による 220 面回折の測定を行った。入射 X 線径は 0.30 mm とし、0.05 mm ピッチで試験片幅方向の中央線 (EBSP 測定範囲の幅方向中心) で、試験片長手方向応力を測定した。応力測定および解析方法には 2D 法<sup>[7]</sup>を用いた。解析に用いる X 線の弾性定数とポアソン比は、220 面に対応する値として SUS316 の単結晶の弾性定数の文献値  $c_{ij}$  ( $c_{11}=206$  GPa、 $c_{12}=133$  GPa、 $c_{44}=119$  GPa)<sup>[8]</sup>を用いて Kröner モデルにより求めた値である 209.76 GPa、0.278 を採用した。測定はビッカース圧痕を目印とし、試験片長手方向に高低の周期的案塑性ひずみの分布を 2 周期以上含むように実施した。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 SCC 発生挙動

本試験ではすべての試験片に粒界型 SCC が発生した。Fig.5 に試験時間と最大き裂深さ、き裂数の関係を示す。図中の最大き裂深さとは、各条件の試験片 4 枚それぞれで観察された最大き裂の深さの平均値であり、エラーバーは標準偏差を示す。き裂数、最大き裂深さともに試験時間とともに増加傾向にあるが、き裂数は 500 時間以降では時間に対する増加量が減少している。鋭敏化ステンレス鋼の SCC は、初期段階で深さ 50  $\mu\text{m}$  以下の微小き裂が生じるが、それ自体は非進展性であり、近接するき裂と合体することで初めて進展性を持つ深さ 50  $\mu\text{m}$  以上のき裂となることが知られている<sup>[9]</sup>。表面観察では試験時間 100 h、200 h では長さ 10~30  $\mu\text{m}$  程度の微小き裂が多数確認された。一方、試験時間 500 h~3000 h の試験片では長さ 100  $\mu\text{m}$  以上のき裂が多数観察され、長さ 1 mm 以上のき裂も観察された。試験時間 200 h~500 h の試験片において観察されたき裂の中には、複数の微小き裂が合体し、大きなき裂に成長する過程と思われるものが存在した。以上の結果から、低炭素ステンレス鋼の粒界型 SCC も、鋭敏化ステンレス鋼の SCC 発生挙動と同様の傾向を示すことが示唆された。

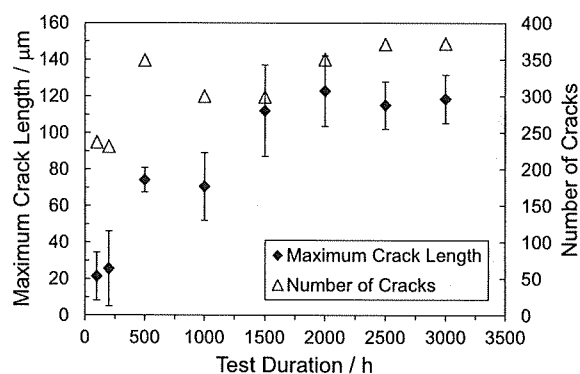


Fig.5 Maximum crack length and number of cracks

### 3.2 SCC 発生領域

Fig.6 に試験後の試験面観察写真、EBSP によって試験前に測定したイメージオリティマップ、観察範囲の上部で取得した曲げひずみ付与前の硬さ分布を重ね合わせた図の一例を示す。

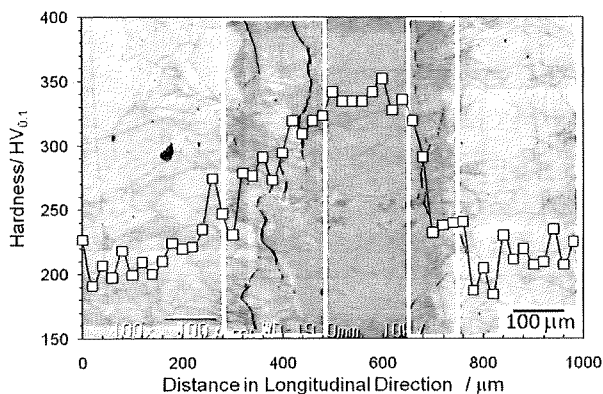


Fig.6 Relationship between regions where SCC was observed and hardness distribution (3000 h)

き裂は図中で四角く囲んだ、大きな硬さ勾配を有する領域において優先的に観察され、硬さの値が一様な領域では高硬度領域も低硬度領域でも観察されない。本試験片における硬さの増大は、ほぼフライス加工によって導入された塑性ひずみに起因するものであるため、硬さの勾配は塑性ひずみの勾配に依存する。したがって本試験結果より、塑性ひずみ勾配を持つ領域において SCC 発生感受性が高まることが示唆される。また、硬さ勾配があっても、治具固定時にマクロな塑性変形が生じない領域では SCC が観察されないため、塑性ひずみ勾配を持ち、かつ治具固定時に塑性変形が生じる領域が、相対的に高い SCC 感受性をもつ可能性が示唆される。

### 3.3 試験面の硬さ分布と応力分布

#### 3.3.1 硬さ分布

応力測定用試験片の硬さ試験実施後の試験面を Fig.7 に、試験片長さ方向分布を Fig.8 に示す。両図における横方向の距離は同一である。

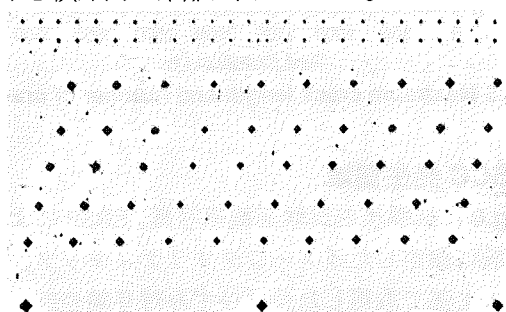


Fig.7 Specimen surface after Vickers hardness test

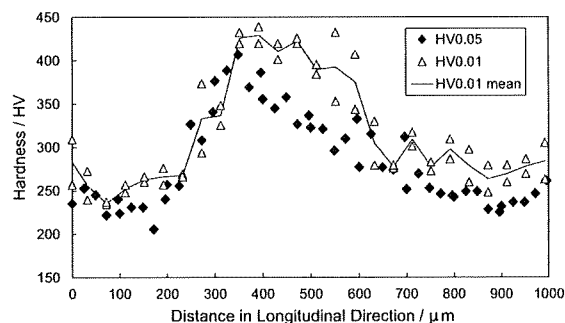


Fig.8 Vickers hardness profile for samples in longitudinal direction

Fig.7 中の下部に見える比較的大きな圧痕は前述した目印であり、中央に分布している圧痕が荷重 0.49 N によるもの、上部の 2 列の直線に並ぶ圧痕が荷重 0.098 N による試験の圧痕である。0.49 N による圧痕のサイズを見ると、図中の中央付近で小さくなっているのが確認できる。圧痕の大きさは硬さの値に対応するため、Fig.8 に示すように、基準から 200~350 μm 位置で急激に硬さの値が増加し、400~800 μm で減少している。このプロファイルは試験片作製時のフライス加工において導入された塑性ひずみが残留している領域と、その後のエメリー研磨と電解研間によってほぼ塑性ひずみが除去された領域が交互に存在していることに起因する。本フライス加工条件では、およそ 800 μm ごとにこのような硬さ分布が周期的に存在していることが明らかとなった。

#### 3.3.2 放射光 X 線による格子定数測定

Fig.9 に EBSD により測定したイメージオリエンテーションマップと放射光 X 線による測定範囲を示す。色の濃い部分は加工による塑性ひずみが導入され、硬くなっている部分である。図中の白線で仕切られた領域 (①~⑤) が 1 点の測定範囲を示している。

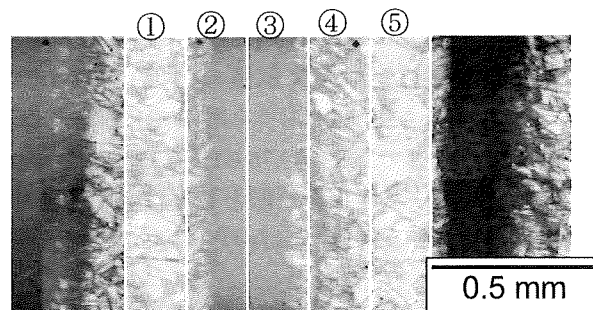


Fig.9 Measurement area for synchrotron

上記 5 領域から 331 面およびお 420 面についての回折角 2θ を測定した。本測定では測定した回折角から格子定数を算出し、測定領域ごとの値を比較した。

結晶格子には応力によってひずみが生じるため、測定位置ごとに格子定数の変化が確認できれば、その領域には一様でない応力が生じていると考えられる。

測定に用いた波長と回折面 331、420 から求めた格子定数の値を Fig.10 に示す。グラフ横軸は、Fig.9 における一番左の測定位置の中心を基準とした試験片長手方向の距離である。また、データは X 線照射体積中の平均値であり、本条件での試験片への有効侵入深さは約 1.37 mm であるため、データには表面近傍の情報为主であるものの、内部の情報も含まれている。治具に固定した状態の試験片の測定結果と、固定していない状態での測定結果を比較すると、331 面、420 面ともに、曲げ負荷による格子定数の増加が確認できる。また、負荷状態では、測定位置間での差も大きくなっており、治具固定によってひずみ分布制御試験片表面に生じている引張応力に差があることを示唆している。

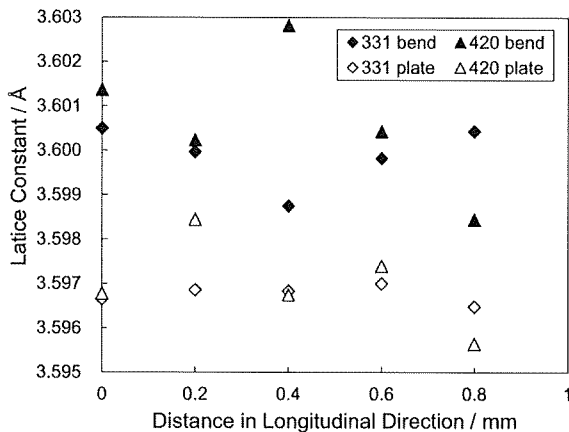


Fig.10 Relationship between measurement area and lattice constant

ただし、331 面と 420 面での変化量は異なっており、特に中央の測定位置（横軸の値 0.4 mm 位置）では大きな差が生じている。これは、測定位置 0.4 mm、0.8 mm における 420 面の測定の際、粗大粒による影響で非常に強いピークが出てしまい、回折角のガウスフィットが適切に行えなかったことに起因する。このため、本測定では 331 面における測定結果の方が信頼度の高い値であると考えられる。

### 3.3.3 ラボ X 線による応力測定結果

Fig.11 にひずみ分布制御試験片の測定位置および測定結果を示す。図より、高塑性ひずみ領域の縞模様に対応する形で試験片長手方向応力の値が変化しているのがわかる。測定された応力は低塑性ひずみ

領域において高い値、高塑性ひずみ領域で低い値を示しており、範囲は 360 MPa~640 MPa である。ひずみ分布制御試験片は、作製時のフライス加工によって、試験片幅方向に引張残留応力が生じており<sup>[2]</sup>、特に高塑性ひずみ領域で大きな値を示す傾向がある。曲げ負荷は基本的に試験面長手方向に引張応力を生じさせるが、高塑性ひずみ領域では幅方向の引張残留応力が長手方向の変形を阻害した結果、このような分布が生じたものと考えられる。上述の SCC 発生試験において SCC 発生が集中した領域は、高低塑性ひずみ部の境界部であり、応力測定結果と照らし合わせると、長手方向応力に勾配が生じている領域に一致する。

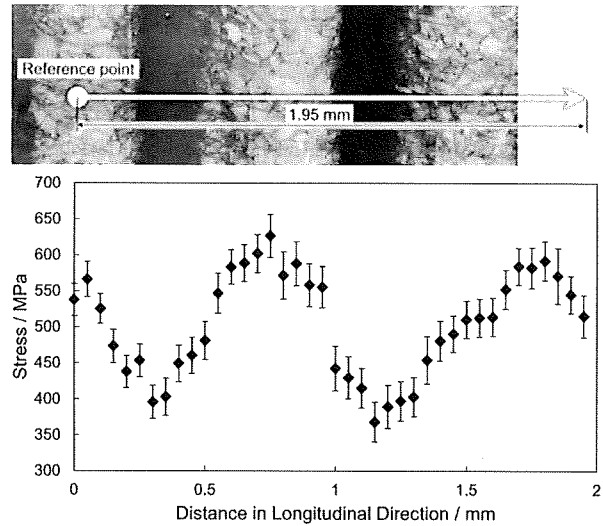


Fig.11 Longitudinal stress distribution on specimens

## 4. まとめ

フライス加工と鏡面仕上げによって試験面に塑性ひずみ分布を導入した SUS316L 製試験片（ひずみ分布制御試験片）を用いて SCC 発生試験、試験面の硬さ試験、応力測定を実施し、以下の知見を得た。

- (1) 本試験片での SCC 挙動として、試験時間 200 h までは深さ 50 μm 以下の微小き裂の発生が主であり、500 h 以降では進展による 50 μm 以上のき裂が観察される。
- (2) 明確な高塑性ひずみ領域と低塑性ひずみ領域を交互に導入すると、大きな硬さ（塑性ひずみ）勾配を有する領域で優先的に SCC が発生し、ほぼ一様な硬さの領域では SCC が発生しにくい。
- (3) 曲げひずみ付与後の試験面の応力分布は、曲げ

ひずみ付与前の硬さ分布と逆の相関関係を示し、硬さの値の小さな領域でピークを持つ。

#### 参考文献

- [1] 鈴木俊一, 高守謙朗, 熊谷克彦, 大木俊, 福田俊, 山下裕宣, 二見常夫, 圧力技術, Vol.42, No.4, (2004), 12-22
- [2] 石山宜寿, 黛正己, 水谷義弘, 谷純一, 日本金属学会誌, vol.69, No12, pp.1049-1052 (2005)
- [3] 宮原勇一, 加古謙司, 電力中央研究所報告, 研究報告:Q09017 (2010).
- [4] Y. Miura, Y. Miyahara, M. Sato, K. Kako, and J. Tani. "Behavior of Stress Corrosion Cracking for Type 316L Stainless Steel with Controlled Distribution of Surface Work Hardened Layer in Simulated Boiling Water Reactors Environment", proceedings of 15<sup>th</sup> International Conference on Environmental Degradation of materials in Nuclear Power System, pp.439-450, (2011).
- [5] M.Akashi, "Localized Corrosion" Current Japanese Materials Research, Vol.4, F.Hine, K.Komai, K.Yamakawa, Eds., Soc. Mat. Sci. Jap., Elsevier Applied Science, 175-196 (1988).
- [6] Kenji Suzuki, Takahisa Shobu and Keisuke Tanaka "Measurement of Residual Stress Distribution in Laser-Shock Peened Ti-Alloy Using Hard Synchrotron X-Rays" Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol. 56, No. 3, pp.217-222 (2007).
- [7] B.B. He and K.L. Smith, Proceedings of ICRS-5, Linkoping, Sweden, 634-639 (1997).
- [8] 山岸葵, 鈴木賢治, 西川聡, 日本保全学会第 8 回学術講演会要旨集 pp.97-101, (2011).
- [9] 明石正恒, 川本輝明, 防食技術, 32, 9-15 (1983).

(平成 24 年 6 月 21 日)