

# 定電位エッチングによるオーステナイト系ステンレス鋼の塑性ひずみ検出手法における電位および時間の最適化

Optimizing electrochemical potential and exposure time for the detection method of plastic strain in austenitic stainless steels by potentiostatic etching

東北大学 大学院工学研究科 山本 康平 Kohei YAMAMOTO Member  
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 渡邊 豊 Yutala WATANABE Member

Potentiostatic etching method has been suggested as a technique for detection of pre-existing plastic strain of type 316 stainless steel which is strained at 250°C that is a temperature assumed nuclear reactor water. After potentiostatic etching (1N HNO<sub>3</sub>, -600mV<sub>SCE</sub>, 20min, 35°C), slip lines appear as etched lines on the surface of specimen, and their density has one-to-one correlation with pre-existing strain. This method has a high sensitivity and can detect at least 1% plastic strain. However, it is difficult to count the number of etched lines originated in slip lines because they are not clear. In this study, optimal electrochemical potential and exposure time which make counting easy have been investigated. As a result, electrochemical potential and exposure time are estimated -675mV<sub>SCE</sub> and 10 minutes, respectively.

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

## 1. 緒言

Manson の改良共通勾配法<sup>(1)</sup>により、塑性ひずみの付与で低サイクル疲労寿命が減少することが知られている。そこで機械部品や構造物の健全性を評価するため、与えられた塑性予ひずみを感度良く検出、定量化する手法の開発が求められている。

帆加利<sup>(2)</sup>は炉水温度域を想定した 250°C で 1%~22.5%の予ひずみを付与したオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316NG を対象に 1N HNO<sub>3</sub> 中での定電位エッチング (-600mV<sub>SCE</sub>, 20min, 35°C) を施すと、すべり線を起点にしたエッチング痕 (すべり線エッチング痕) が現出し、またその単位面積当たりの本数 (すべり線エッチング痕密度) が予ひずみ量と一対一の相関性を持つことを明らかにした。この手法は少なくとも 1%の予ひずみに対する検出感度を有する。

しかしながら、すべり線エッチング痕は微小かつ密度が高いため計数が容易ではない。そこで、本研究ではすべり線エッチング痕の計数に最適なエッチング条件の探索を試みた。エッチング組織に影響を与え得ると考えられる溶液、温度、保持電位、保持時間の四つ

のパラメータのうち、溶液と温度は先行研究<sup>(2)</sup>と同様とし、保持電位と保持時間についてすべり線エッチング痕の計数に最適な条件を探索した。

## 2. 試験方法

### 2.1 溶解速度の結晶方位依存性を最大とする保持電位の探索

供試材として、予ひずみ除去のため溶体化処理 (1050°C, 30 分間, 水冷) を施したオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316L を用いた。供試材の化学組成を Table1 に示す。

Table 1 Chemical compositions of SUS316L

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Fe
0.012	0.67	1.19	0.027	0.001	11.93	17.25	2.04	Bal.

供試材をエッチング用の試験片に加工し、電解研磨で表面の加工層を取り除いた後 SEM 観察を行い、EBSD を用いて試験片表面約 1.2mm 四方の結晶方位を測定した。次に後述の条件で定電位エッチング試験を行い、Fig.1 に示すような溶解速度の結晶方位依存性により発生する表面の凹凸の高度差をレーザー顕微鏡を用いて測定した。溶解速度の差が出やすい(111)面と(010)面間及び(111)面と(101)面間の凹凸の高度差を各々のエッチング条件毎に比較し、生じた高度差が大

連絡先: 山本 康平  
〒980-8579 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  
e-mail: kohei.yamamoto@rbm.qse.tohoku.ac.jp

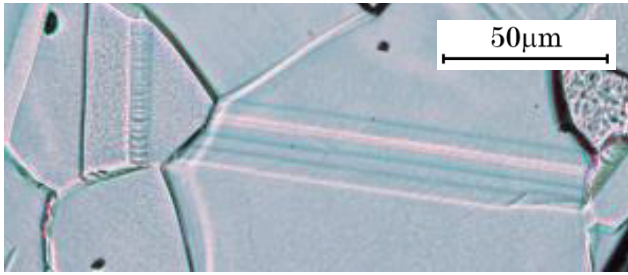


Fig.1 Surface of solution annealed SUS316L after electrochemical etching (-600mV<sub>SCE</sub>, 20min)

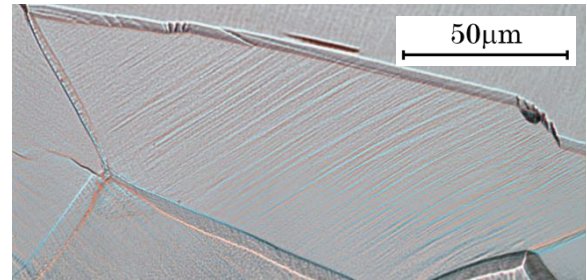


Fig.2 Surface of 13% pre-strained SUS316NG after electrochemical etching (-675mV<sub>SCE</sub>, 20min)

きければ結晶方位依存性も大きいと考えられる。

定電位エッチング試験は飽和カロメル電極 (Saturated Calomel Electrode; SCE) を参照極に用いて保持電位を -1000~-200mV<sub>SCE</sub>, 保持時間を 10 分間または 20 分間として行った。

## 2.2 すべり線エッチング痕密度の測定に最適な保持電位, 保持時間の検討

供試材としてオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316NG を用いた。化学組成を Table2 に示す。予びずみ除去のため溶体化処理(1050℃, 60 分間, 水冷)を行い, 250℃で真ひずみ 13%を付与した。

Table 2 Chemical compositions of SUS316NG

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	N	Fe
0.016	0.51	1.36	0.025	0.001	11.30	17.51	2.05	0.11	Bal.

保持電位毎のすべり線エッチング痕密度を比較するため, 2・1 節の試験で溶解速度の結晶方位依存性が最大であった保持電位-675mV<sub>SCE</sub>, 結晶方位依存性が比較的大きかった電位の内, 最も卑な-800mV<sub>SCE</sub>, 先行研究<sup>2)</sup>と同条件である-600mV<sub>SCE</sub>で 20 分間の定電位エッチング試験を行った。この際, 定電位エッチングと電解研磨によるエッチング痕の消去を交互に行い, 同一視野のエッチング痕密度を測定した。

次に経過時間毎のすべり線エッチング痕密度を比較するため, 保持電位-675mV<sub>SCE</sub>で試験の開始から 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 12, 15 分経過時に試験片を取り出し, エッチング痕密度を測定した。

## 3. 結果および考察

### 3.1 溶解速度の結晶方位依存性を最大とする保持電位の探索

Fig.3 に(111)面と(001)面の高度差の測定結果を示す。

-800mV<sub>SCE</sub>~-400mV<sub>SCE</sub>では全ての条件で(111)面が凸になっており, (111)面の溶解速度が小さいことが分かった。保持時間 20 分間の場合, (111)面と(001)面間の高度差は保持電位-675mV<sub>SCE</sub>で最大であった。よってこの電位で溶解速度の結晶方位依存性が最大になっていると考えられる。(111)面と(101)面の高度差についてもほぼ同様の結果が得られた。

保持電位-600, -650, -700mV<sub>SCE</sub>のみ保持時間 10 分間でも試験を行った。この場合の高度差は保持時間 20 分間の場合の 60%前後であり, 前半 10 分間の方が高度差のつき方が大きい。よって, 高度差の増加に伴って凸部分が優先的に溶解するようになる可能性が考えられ, 保持時間を延ばしていった場合に高度差が頭打ちになることが予測される。

-200mV<sub>SCE</sub>では結晶粒毎の高度差が生じなかったことから溶解速度の結晶方位依存性が失われており, -1000, -900mV<sub>SCE</sub>では試験片表面の一部のみに高度差が生じたため, これらの電位はすべり線エッチング痕密度を計測する保持電位として不適と考えられる。

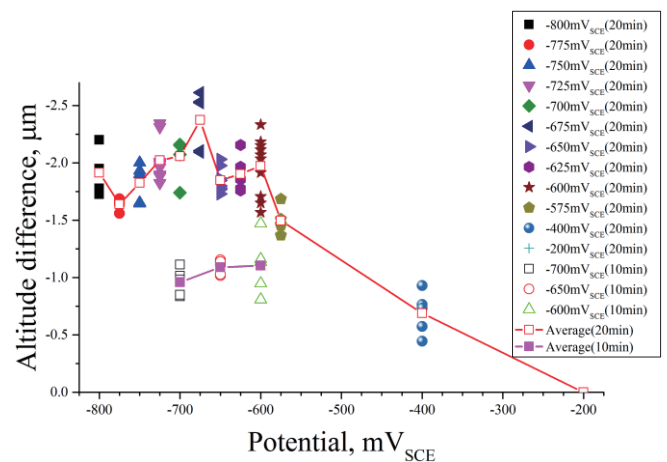


Fig.3 Altitude difference between faces (111) and (001) vs. Potential

### 3.2 最適な保持電位の検討

Fig.4 に 13%予ひずみ材, -600, -675, -800mV<sub>SCE</sub> での保持電位毎のエッチング痕密度, および帆加利<sup>(2)</sup>による 1~22.5%予ひずみ材, -600mV<sub>SCE</sub> でのエッチング後のすべり線エッチング痕密度測定結果を示す. -675mV<sub>SCE</sub> では, -600mV<sub>SCE</sub> と比較してすべり線エッチング痕密度が約 10%増大した. -600mV<sub>SCE</sub> ではすべり線エッチング痕の計数が不可能だったものの, -675mV<sub>SCE</sub> では計数が可能になった結晶粒が存在したためである. -800mV<sub>SCE</sub> では, すべり線エッチング痕密度が-675mV<sub>SCE</sub> の約 1/7 に減少しており, 1%予ひずみ材, -600mV<sub>SCE</sub> の密度以下であった. よって, -800mV<sub>SCE</sub> は塑性ひずみ検出の感度が低く, すべり線エッチング痕の観察には不適である. これらの結果から, すべり線エッチング痕密度は保持電位毎に異なり, -675mV<sub>SCE</sub> で先行研究の条件よりも多くのすべり線エッチング痕が観察できることが示された.

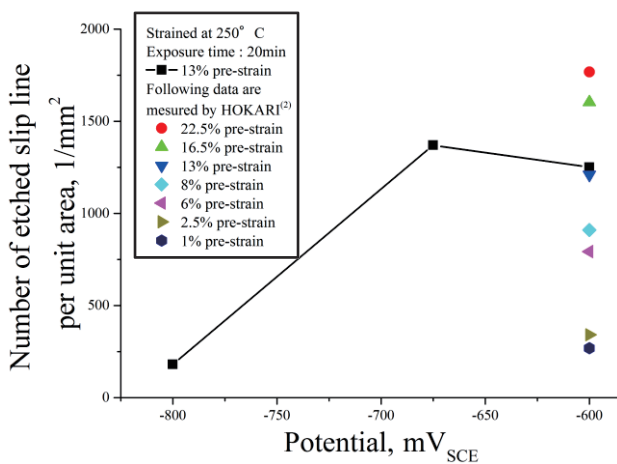


Fig.5 Number of etched slip line per unit area vs. Potential

### 3.2 最適な保持時間の検討

Fig.5 に 13%予ひずみ, -675mV<sub>SCE</sub> のエッチングにおける経過時間毎のすべり線エッチング痕密度と, 帆加利<sup>(2)</sup>による 1%~22.5%予ひずみ材, -600mV<sub>SCE</sub>, 20 分間エッチング後のすべり線エッチング痕密度測定結果を示す. Fig.7 に試験開始から 1, 5, 10, 15 分後の試験片表面の一部を示す. すべり線エッチング痕密度はエッチング開始から 3 分経過まで増加し, 3 分経過以降は減少していた. 途中で増加から減少に転じた理由としては, Fig.6 の右上に位置する結晶粒のように時間経過と共にすべり線エッチング痕が明確になっていく結晶粒が存在する一方で, Fig.6 の左下に位置する結晶粒のように, ある時間以降はすべり線エッチング痕の幅が広く曖昧になり, すべり線

エッチング痕が計数できなくなる結晶粒が存在したことが挙げられる. Fig.7 にこの 2 つの結晶粒表面に現出したすべり線エッチング痕の本数を示す. Fig.6 右上の結晶粒は時間と共にすべり線エッチング痕の本数が増加し, 左下の結晶粒は 3 分経過時をピークに減少していることが分かる.

これらの結果から, すべり線エッチング痕を最大数観察するためには 3 分間のエッチングを行えばよい. ただし, エッチング開始から 3 分経過前後は急峻な勾配により最大値を取ることから, エッチング時の諸条件 (現場適用時には特に試験温度の調節が容易ではないと推測される) の僅かな変化に対して敏感である可能性がある. よって, 試験結果に安定性を持たせるために比較的勾配が緩やかになる 10 分間が適していると考えられる.

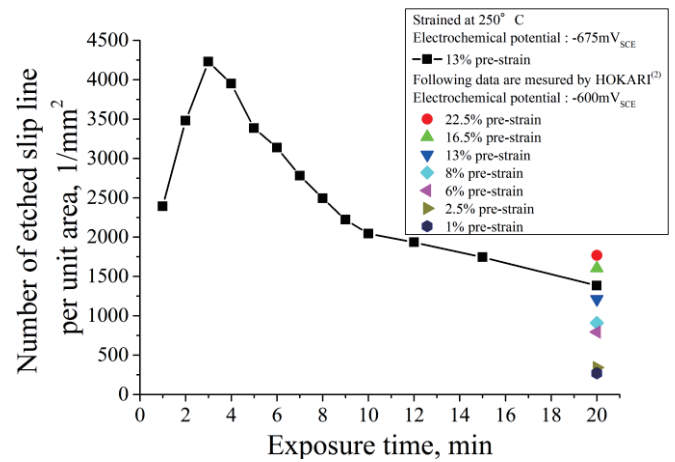


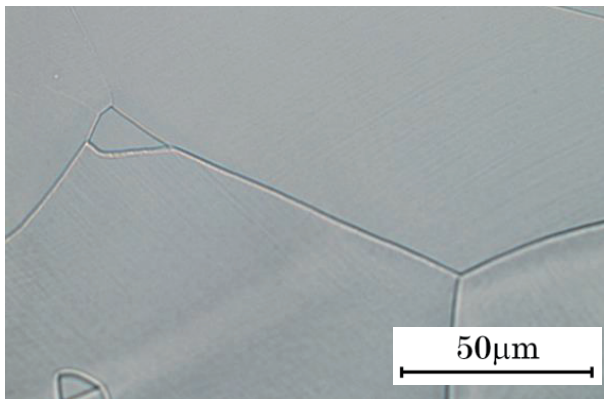
Fig.5 Number of etched slip line per unit area vs. Exposure time

## 4. 結論

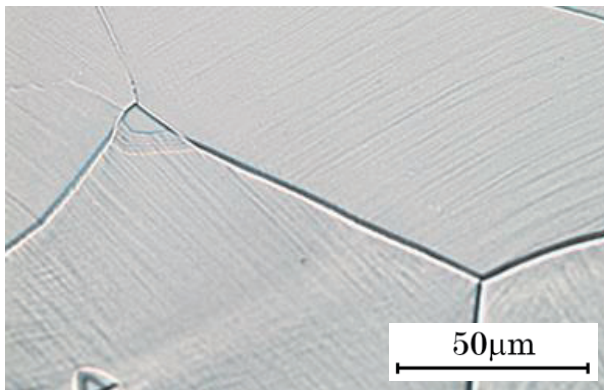
本研究ではオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316L および SUS316NG を用いて, 1N HNO<sub>3</sub>, 35°C 中での定電位エッチングにおいて, 現出するすべり線エッチング痕の計数に最適な保持電位および保持時間の探索を行った. その結果, 以下の結論を得ることができた.

- (1) 保持電位 -800~-400mV<sub>SCE</sub> で試験片の全面に一樣な溶解速度の結晶方位依存性が観察され, これが最大となる保持電位は -675mV<sub>SCE</sub> であった.
- (2) 保持電位 -675mV<sub>SCE</sub> では, 先行研究<sup>(2)</sup> で用いた -600mV<sub>SCE</sub> と比較して約 10% 多くのすべり線エッチング痕を計数することが可能となった.
- (3) すべり線エッチング痕密度は時間経過で変化し, 3 分経過時に最大となりその後は減少した. 3 分経過前後は

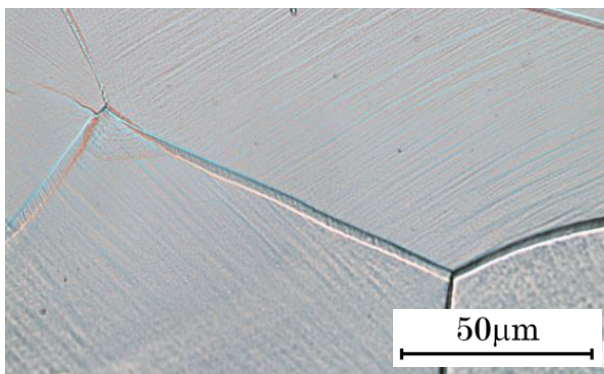




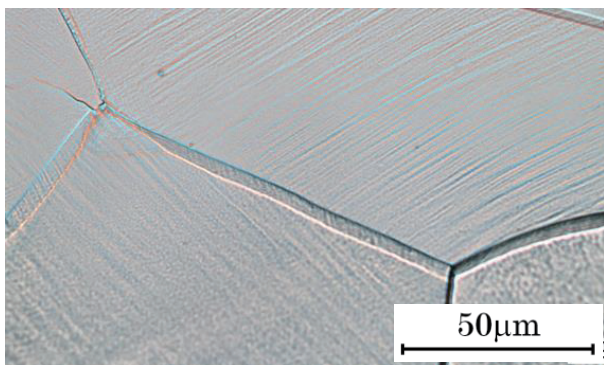
(a) 1min



(b) 5min



(c) 10min



(d) 15min

Fig.6 Change of etched slip lines with exposure time

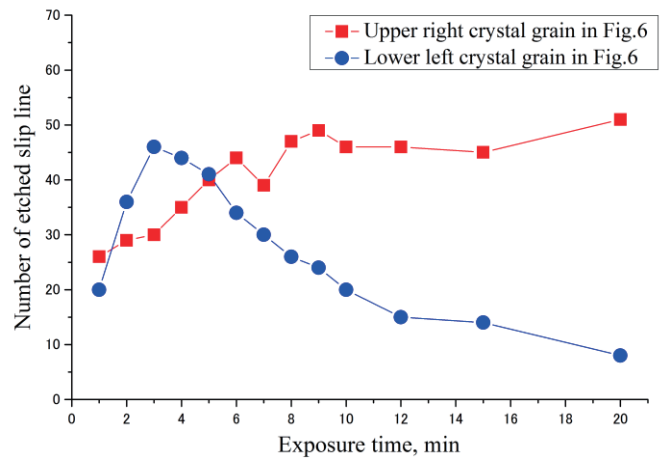


Fig.7 Number of etched slip line on the crystal grains of Fig.6 vs. exposure time

時間経過に対するすべり線エッチング痕密度の変化が大きく、3分経過以降の減少は漸近的であった。よって、先行研究で用いた保持時間 20 分間より時間を短縮でき、かつ勾配が比較的小さくなる保持時間 10 分間が望ましいと考えられる。

## 5. 謝辞

本報告の一部は中部電力(株)との共同研究として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] Manson, S.S., ASTM STP, Vol. 942, (1988), pp. 15-39.
- [2] 帆加利翔太, 鈴木明好, 渡邊豊, 日本保全学会 第 9 回学術講演会講演論文集(2012), pp.194-197
- [3] 釜谷昌幸, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.77(2011), pp.154-169