

定電位エッチングによる塑性ひずみ検出手法を用いた オーステナイト系ステンレス鋼の塑性変形メカニズムの調査

Inspection 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 山本 康平 Kohei YAMAMOTO Member
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 HNO₃, -600mV_{SCE}, 20min), twin lines and slip lines appear as etched lines on the surface of specimen because of the preferential dissolution of the both bands. The etched slip line density bears a proportionate relationship to true strain and the straining temperature. On the relational equation between etched slip density and true strain, slope is a function of the straining temperature. Besides, the etched twin density bears an exponent relationship to true strain and the straining temperature.

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。前々報¹⁾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(変形双晶エッチング痕)として現出させ、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。また、前報²⁾では炉水温度域に近い 250°C で予ひずみを付与した場合、変形双晶エッチング痕の密度は著しく減少し、それとは様相の異なる浅いエッチング痕が現出すること、浅いエッチング痕はすべり線を起点とした優先溶解(すべり線エッチング痕)であり、250°C においては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。

本研究では、これらの結果を踏まえ、SUS316L に種々のひずみ条件で塑性予ひずみを付与し、山本ら³⁾により報告された最適化条件を用いた定電位エッチングを適用し、

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

現出した変形双晶エッチング痕およびすべり線エッチング痕を現出させ、エッチング痕密度による整理を行うことによりひずみと密度の関係式を算出し、考察を行った。

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 を用いた。化学組成を Table 1 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°C/60min である。

Table 1 Chemical compositions of SUS316L (wt%)

| C | Si | Mn | P | S | Ni | Cr | Mo | Fe |
|-------|------|------|-------|-------|-------|-------|-----|------|
| 0.009 | 0.60 | 0.89 | 0.018 | 0.005 | 12.26 | 16.31 | 2.1 | Bal. |

単軸引張により試験片に塑性予ひずみを付与した。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ている。予ひずみ付与条件は Table 2 に示す。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、山本ら³⁾が示した最適条件である試験溶液: 1N HNO₃, 電位: -675mV_{SCE}, エッチング時間: 10min, 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。

Table.2 Strain condition

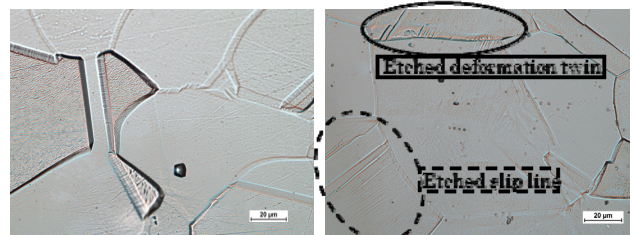
| 温度 (°C) | 真ひずみ(%) | | | | | | |
|------------|---------|---|---|---|------|----|----|
| | 1 | 3 | 6 | 8 | 12.5 | 16 | 23 |
| 30 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 50 | | | | ○ | | | |
| 75 | | | | ○ | | | |
| 100 | | | | ○ | | | |
| 150 | | | | ○ | | | |
| 200 | | | | ○ | | | |
| 250 | | | | ○ | | | |
| 300 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |

2.2 実験結果

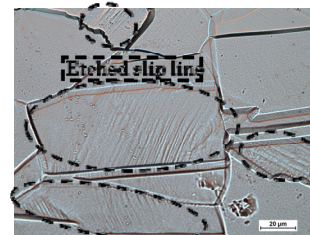
2.2.1 エッチング痕密度による整理

Fig.1 にエッチング後の溶体化材(a)、室温(30°C)17%ひずみ材(b)、300°C17%ひずみ材(c)の表面をそれぞれ示す。以前の結果^{[1][2]}と同様に、溶体化材ではほとんどエッチング痕が観察されず、室温ひずみ材では変形双晶エッチング痕が多数、300°Cひずみ材ではすべり線エッチング痕が多数観察され、変形双晶エッチング痕はほとんど観察されなかった。ただし、すべり線エッチング痕は室温ひずみ材でも同様に多数観察されていることがわかる。

変形双晶エッチング痕密度と真ひずみの関係を Fig.2 に、すべり線エッチング痕密度と真ひずみの関係を Fig.3 に示す。双方ともこれまで報告した結果^{[1][2]}と同様に、300°Cにおける変形双晶エッチング痕密度を除き真ひずみとエッチング痕密度の間に一対一の相関性があることが示され、前報で規定した最適エッチング条件を用いた塑性ひずみの検出・定量化が可能であることを示している。また、室温(30°C)でひずみ付与を行った場合でもすべり線エッチング痕は観察され、ひずみと一対一の相関性を持っていることがわかる。さらに、温度とエッチング痕密度の関係は Fig.4 のようになり、すべり線エッチング痕密度に関しては大きく外れた点が2つあるものの概ね温度と一対一の相関性を持ち、変形双晶エッチング痕密度は室温(30°C)~100°Cで大きく減少し、その後は横ばいとなっている。大きく外れた2点は試験の都合上、目標ひずみである8%に対し実際付与されたひずみが1%程度大きな値であった事によるものである可能性が高い。



(a) Solution annealed (b) 17% strain, 30°C



(c) 17% strain, 300°C

Fig.1 Optical micrographs after potentiostatic etching (SUS316L)

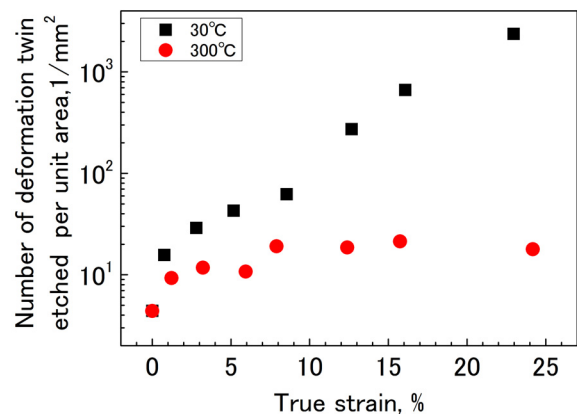


Fig.2 Number of etched twin line per unit area versus plastic strain of the specimens

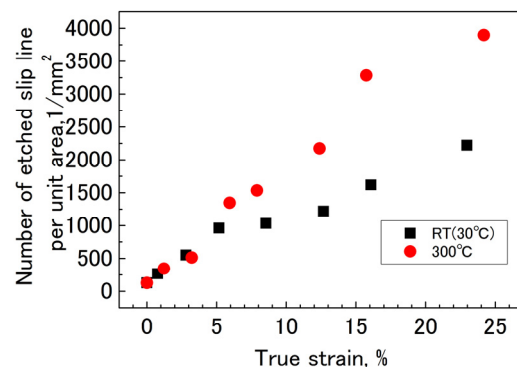


Fig.3 Number of etched slip line per unit area versus plastic strain of the specimens

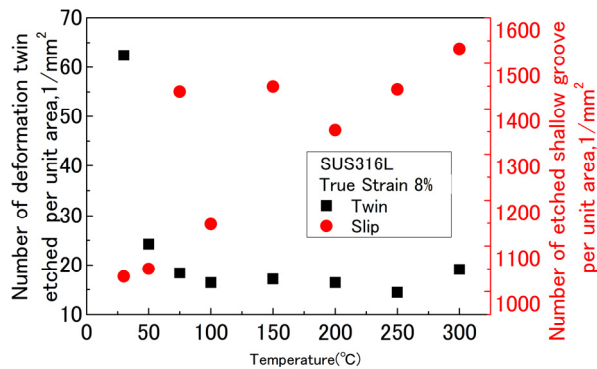


Fig.4 Number of etched lines per unit area versus straining temperature

2.2.2 エッチング痕密度の関係式の導出

2.2.1 で整理したひずみ、温度と変形双晶/すべり線エッチング痕密度の関係を計算式で近似する。まず、室温、300°C 双方において良い相関性が見られたすべり線エッチング痕密度とひずみの関係に関して、最小二乗法にて近似直線を取ると、エッチング痕密度を $D_s(1/mm^2)$ 、真ひずみを $\epsilon(\%)$ とすると、室温においては

$$D_s = 85\epsilon + 268 \quad \dots (1)$$

300°C においては、

$$D_s = 166\epsilon + 141 \quad \dots (2)$$

という比例関係を持った近似式で示すことが出来る。式(2)は式(1)に比べ傾きが約 2 倍になっていることから、30°C に対し 300°C では塑性変形におけるすべりの占める割合が約 2 倍になったことが示唆される。

8%ひずみ材における温度とすべり線エッチング痕密度の関係は摂氏温度を $T(^{\circ}C)$ として

$$D_s = 1.9T + 964 \quad \dots (3)$$

で示される。すべり線エッチング痕密度はひずみ付与温度が高くなる事に従って減少する事がわかる。

ひずみ付与温度の高低にかかわらず、ひずみ 0% の状態でのエッチング痕密度は同一であることから、それぞれの温度域でのひずみ 8% でのエッチング痕密度とひずみ 0% での値を用いてそれぞれの温度域でのひずみとエッチング痕密度の関係式を算出し、その傾き k とひずみ付与温度 $T(^{\circ}C)$ の関係を取ると

$$k = 0.25T + 16.14 \quad \dots (4)$$

となる。これらの結果より、すべり線エッチング痕密度

と温度、ひずみの関係は

$$D_s = (0.25T + 16.14)\epsilon + 127.75 \quad \dots (5)$$

の式で近似できる。

この式を用いて Fig.3 に近似直線を追記したものを Fig.5 に示す。概ね実験結果と良い近似が得られる。

また、室温における変形双晶エッチング痕密度 $D_T(1/mm^2)$ とひずみ ϵ の関係は以下の近似式で与えられる

$$D_T = 13.1e^{0.2305\epsilon} \quad \dots (6)$$

300°C においては 8% 以降はほぼ横ばいなので

$$D_T = 8.2e^{0.09\epsilon} \quad (\epsilon \leq 8\%) \quad \dots (7)$$

$$D_T \approx 19 \quad (8\% < \epsilon) \quad \dots (8)$$

となる。これらの近似直線を Fig.2 に追記したものを Fig.6 に示す。

変形双晶の体積率 F は

$$F = F_0 \left(1 - e^{-\beta(\epsilon - \epsilon_{int})}\right)^m \quad (\epsilon > \epsilon_{int}) \quad \dots (9)$$

(F_0 は最大体積率、 ϵ_{int} は双晶開始ひずみ、 β, m は実験定数)で表されることが知られており^[4]、線密度を計測している本手法の結果とは式の形が異なるのであるが、本手法で得られた近似式と同様の傾向を示す式であることがわかる。316 系ステンレス鋼においては双晶開始ひずみが式(6)(7)では双晶開始ひずみを考慮していないが、以前^[4]示したように、本手法は最低でも 1% ひずみに対する感度を持っているため、最小でも 1% 以下となることがわかる。これは 316L における双晶の開始が 5% 程度とする他の知見^[5]と相反するものであるが、本手法では多数の結晶粒を観察していることから、巨視的には小さいひずみにおいてもわずかな結晶粒において双晶臨界応力に達するものが存在したことを反映している可能性がある。

また、8%ひずみにおける変形双晶エッチング痕密度 D_T と摂氏温度 T の関係は

$$D_T = 80.64e^{-0.018T} \quad (T \leq 100^{\circ}C) \quad \dots (10)$$

$$D_T \approx 17 \quad (100^{\circ}C < T) \quad \dots (11)$$

となる。(8)と(11)はほぼ同値になっていることから、100°C 以降では少なくとも 8% 以上のひずみを定量化することは難しいことが示唆される。これらの結果より、

SUS316L における変形双晶エッチング痕密度をひずみと温度を変数とした近似式を示すことが難しいと考えられる。

変形双晶エッチング痕密度とひずみの関係式(7)、および変形双晶エッチング痕密度とひずみ付与温度の関係式(10)はどちらも指数関係の近似式となる。このことから、塑性変形における変形双晶の割合はすべりと温度の関係式(3)と対称的にひずみ付与温度の増加に比例して小さくなる関係にあると考えられる。

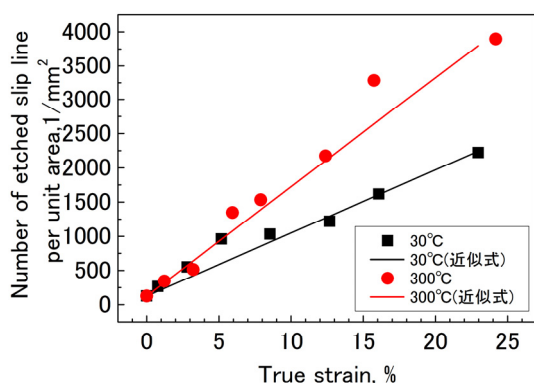


Fig.5 Number of etched slip line per unit area versus plastic strain of the specimens (approximate expression line added)

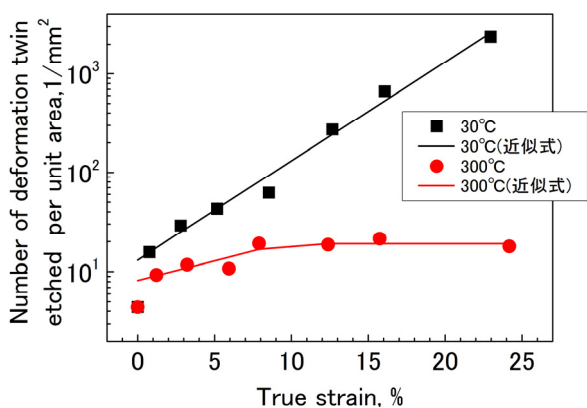


Fig.6 Number of etched twin line per unit area versus plastic strain of the specimens (approximate expression line added)

3. 結言

オーステナイト系ステンレス鋼の塑性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を種々の条件で塑性ひずみを付与したSUS316Lに適用し、変形双晶エッチング痕およびすべり線エッチング痕による整理を行った。塑性ひずみとひずみ付与温度を関数としたエッチング痕密度の計算式を導出する等から塑性変形メカニズムについて考察した。

- ・室温ひずみ材における変形双晶エッチング痕密度とひずみの間、および300°Cひずみ材におけるすべり線エッチング痕とひずみの間には一体一の相関性があることが認められ、最適エッチング条件を用いたSUS316Lの塑性ひずみの検出・定量化が可能であることが示された。
- ・室温(30°C)、300°Cにおいてすべり線エッチング痕密度とひずみの関係を近似式で示すと比例関係となり、近似式の傾きはひずみ付与温度と比例関係を示していた。
- ・室温における変形双晶エッチング痕密度とひずみの関係は指数関数の近似式で示される。

4. 謝辞

本報告の一部は、中部電力㈱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]. 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]. 帆加利翔太、鈴木明好、渡辺豊、日本保全学会 第9回学術講演会 要旨集, (2012), pp. 594-596
- [3]. 山本康平、帆加利翔太、渡辺豊、日本保全学会 第11回学術講演会 要旨集, (2014)
- [4]. O. Bouaziz, S. Allain, C. Scott, Scripta Materialia, Vol.58(2008), pp.484-487
- [5]. P. Behjati, A. Najafizadeh, H. Vahid Dastjerdi, R. Mahdavi, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 42(2011), pp.1543-547