

表面硬化層を有するオーステナイト系ステンレス鋼の高温水中 SCC 感受性評価

Evaluation of SCC susceptibility of austenitic stainless steel with surface hardening layer in high-temperature water

東北大学 大学院工学研究科	阿部 博志	Hiroshi ABE	Member
東北大学 大学院工学研究科	渡邊 豊	Yutaka WATANABE	Member
東北電力株式会社	小山 健	Ken OYAMA	Non-Member
東北電力株式会社	田附 匡	Tadashi TATSUKI	Non-Member

The core shroud specimens (316L stainless steel) were used to characterize the surface hardening layer introduced by machining and to evaluate the SCC susceptibility in the simulated BWR coolant environment. Based on the results obtained, the effect of the surface hardening layer on the SCC susceptibility and its mechanism are discussed. It is suggested that the wall part has clearly higher SCC susceptibility than the support ring part when compared between the as-received materials (with surface hardening layer). The reason for this is that in the specimens used in this study, the effect of machining was considered to be more significant in the wall from the observation of the microstructure after etching and the measurement of the hardness distribution in the surface layer. On the other hand, when the specimens without hardened layer and with colloidal silica finish were compared with each other, a few micrometers deep cracks were observed in both specimens, and the difference in SCC susceptibility was not clear.

Keywords: Boiling water reactor, Stress corrosion cracking, Stainless steel, Mechanical processing

1. 緒言

2001年以降、国内沸騰水型軽水炉（BWR）プラントにおいて、鋭敏化を主要因とする応力腐食割れ（SCC）対策材として開発・実機適用された低炭素ステンレス鋼製シュラウド、再循環系配管などにおいて SCC が顕在化している。特に、グラインダ加工等により導入された表面硬化層を有する場合は、比較的短時間で SCC 発生に至ることが広く経験されている[1]。「表面のビッカース硬さが 300HV を超えると SCC 感受性が大きく増大する」との実機事例あるいは実験結果[2]を一つの判断基準として、よりマイルドな機械研磨により加工硬化層を除去することで、表面硬さを 300HV 未満に低減することが予防保全対策として提案・実施されている。さらに、表面に圧縮残留応力を付与するピーニング処理も用いられているが、一部ピーニング処理が実施されていないプラントも存在している。したがって、これらの予防保全対策が施されていない部位における SCC 発生に関する知見の拡充が求められている。

連絡先: 阿部 博志、〒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、電話：022-795-7911、e-mail：hiroshi.abe.c3@tohoku.ac.jp

本研究では、コアシュラウド模擬試験体（H7 溶接部模擬）の胴部とサポートリング部の SCC 感受性の有無を検討するとともに、作製時の機械加工により導入された表面硬化層が SCC 感受性に及ぼす影響を評価した。具体的には、表面近傍組織の各種キャラクタリゼーションと、高温水中における SCC 試験を実施した。

2. 試験方法

2.1 供試材

供試材として用いたコアシュラウド模擬試験体の概略図を図 1 に示す。SUS316L 製の胴部とリング部を本研究の対象とした。

2.2 金属組織観察

金属顕微鏡ならびに走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて、胴部およびサポートリング部の組織観察を断面方向から行った。それぞれ外周および内周の表面近傍から試験片を採取した。試験片は鏡面まで研磨した後、10% しょう酸エッチング（1A/cm²、約 10 秒）を行った。

2.3 表面近傍の硬さ分布測定

胴部およびサポートリング部の外周側表面近傍から採取した試験片について、超微小硬度計（DUH-211、島津製作所製）を用いて深さ方向の硬さ分布を測定した。硬さ試験は組織観察用試験片を再度湿式エメリー紙の #80 から研磨し、コロイダルシリカ研磨により最

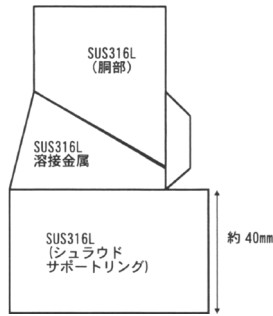


図1 溶接試験体の概略図

終仕上げを施すことで、機械研磨により導入された硬化層を除去した後に行った。押し込み荷重は 10mN で測定し、荷重 200mN の換算ビッカース硬さ (Hv*) に換算した。

2.4 表面近傍の EBSD 解析

シュラウド胴部およびサポートリングの表層近傍における局所的な変形および塑性ひずみの蓄積を評価することで、粒界腐食の原因を検討することを目的として電子線後方散乱回折 (EBSD) を用いた結晶方位解析を実施した。シュウ酸エッチング試験と同様に、胴部・リング部の外周側ならびに内周側から試験片を採取した。測定面はエメリー紙#2400、アルミナ懸濁液 (粒径 0.3 μm)、コロイダルシリカ (粒径 0.04 μm) の順で研磨して鏡面に仕上げた。測定面は電子線照射方向に対して 70°C 傾斜させ、シュラウド胴部については測定範囲を 75×25 μm 、ステップ数を 0.1 μm とし、シュラウドサポートリング部については胴部と比較して表層の解析不良エリアが大きかったことから、測定範囲を 250×75 μm 、ステップ数を 0.2 μm とした。

2.5 高温水中 SCC 試験

高温水中 CBB 試験[3]により供試材の SCC 感受性を評価した。CBB 試験とは、板状に切り出した試験片を専用の治具を用いて曲げることにより約 1%の定ひずみを与え、人工隙間形成材としてグラファイトワールと隙間維持のためのスペーサーを試験片と治具の間に挟み込み、高温水中に保持するものである。試験片は、供試材の受け入れまま表面を維持したまま胴部/リング部表層 (外周) から採取した試験片と、表層を避けて試験片を採取した上でコロイダルシリカ研磨により加工硬化層を完全に除去した試験片 (試験片寸法: L30.0 mm*W10.0 mm*t2.0 mm、いずれも 1%曲げひずみ) である。試験環境は BWR 冷却水模擬環境 (温度: 288°C、圧力: 10MPa、溶存酸素濃度: 大気飽和相当、水質: 10ppb SO_4^{2-} 添加水 (出口側電気伝導度: 0.4~0.6

$\mu\text{S/cm}$) である。試験溶液の流量は 10 ml/min、試験時間は 500 時間であった。

試験後の CBB 試験片は、まず表面を光学顕微鏡で確認した後に、長手方向に 3 等分になるよう切断し、それらを樹脂埋めして断面観察用試料を作製し、断面を光学顕微鏡で観察することでき裂の有無の評価ならびにき裂数・深さの評価を実施した。

3. 試験結果ならびに考察

3.1 金属組織観察結果

エッチング後の胴部 (外周) とサポートリング (外周) の組織観察結果を図 2, 3 に示す。胴部では、外周、内周ともに表層近傍でき裂が認められた。一方でサポートリングではき裂は一切認められなかった。図 4 から、き裂は粒界に沿って発生・進展していることが分かる。また、胴部の表層近傍はサポートリングと比較して結晶粒の細粒化ならびにすべり線の導入が顕著であった。以上から、胴部ではサポートリングよりも機械加工による影響が大きかったと考えられた。

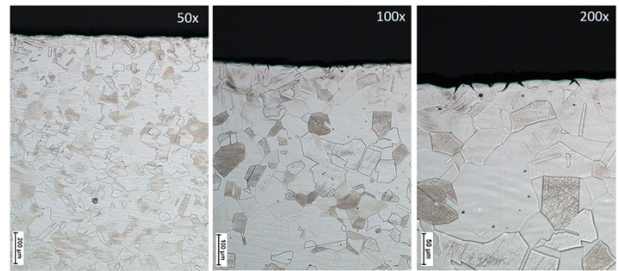


図2 シュラウド胴部 (外周側) の表層近傍観察写真

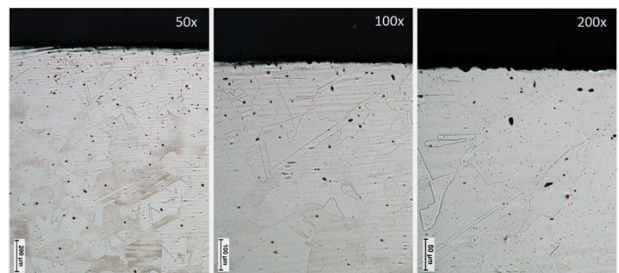


図3 サポートリング部 (外周側) の表層近傍観察写真

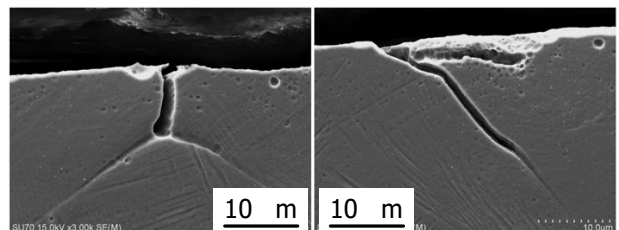


図4 胴部 (外周側) の表層近傍観察写真 (SEM)

3.2 表面近傍の硬さ分布測定結果

図 5 に胴部とサポートリングの外周における表層の硬さ分布を示す。母材と比較して明確に硬化している領域はそれぞれ胴部で約 100 μm 、サポートリングで約 50 μm であることが分かる。最大硬さに着目すると明確な差は認められなかったものの、最表層の 300HV を超える領域はシュラウド胴部の方が明らかに厚く形成されていることが分かる。以上から、胴部の方が機械加工による影響が大きかったと考えられるが、このことは上述した組織観察結果とも整合する。

次に、粒界腐食長さ（外周）の比較を行った。図 6 にエッチングによる粒界腐食のヒストグラムを示す。粒界腐食は胴部硬化層の 300HV を超える領域内に収まっていたことから、胴部の表層において、冷間加工が粒界腐食感受性に寄与している可能性が考えられた。

3.3 表面近傍の EBSD 解析結果

EBSD による解析結果を胴部（外周）について図 7 に、サポートリング部（外周）について図 8 に示す。いずれの試料においても、最表層にはナノ結晶層が、その直下には多数のすべり線を伴った塑性変形層が形成されていることが分かる。胴部については、内周側における細粒層+塑性変形層の厚さが外周側と比較して 2 倍程度であった。リング部においても、機械加工による表層組織への影響が内周側でより顕著であった。次に、GROD（Grain Reference Orientation Deviation）マップについて述べる。GROD マップは、測定点と結晶粒の平均方位との方位差を示しており、粒内のひずみ分布を評価する際に用いられる[4,5]。これから、一部のナノ結晶層直下において比較的大きなひずみが集中していることが示された。また、これらの高ひずみ集中領域は、特に粒界近傍に形成されているなどの特徴は認められず、むしろ粒内において顕著であると判断された。本解析からは、上述したようにエッチングにより胴部サンプルの表面硬化層範囲内のみにおいて粒界腐食が発生することの原因を特定することは困難であった。

3.4 高温水中 SCC 試験結果

試験片の断面観察から求めたき裂発生位置と深さについて、結果の一例（胴部・受け入れまま材）を図 9 に示す。試験片中央部付近に多くのき裂が発生しており、最大で深さ 200 μm 程度であることがわかる。これらの結果をまとめて表 1 に示す。この結果から、胴部

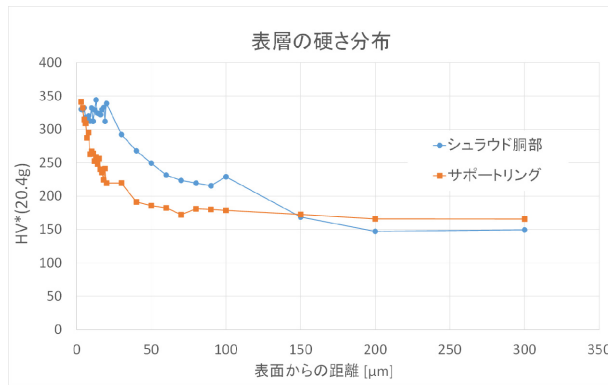


図 5 表面近傍の硬さ分布測定結果

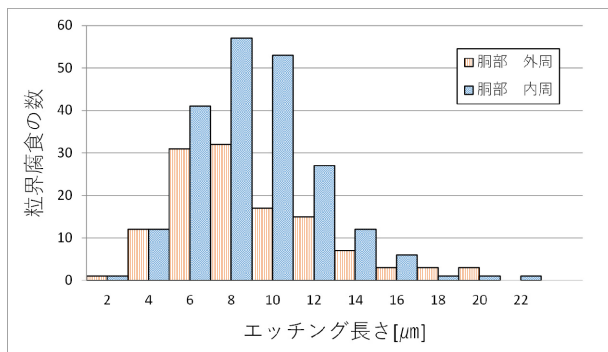


図 6 胴部表面近傍の粒界腐食長さのヒストグラム

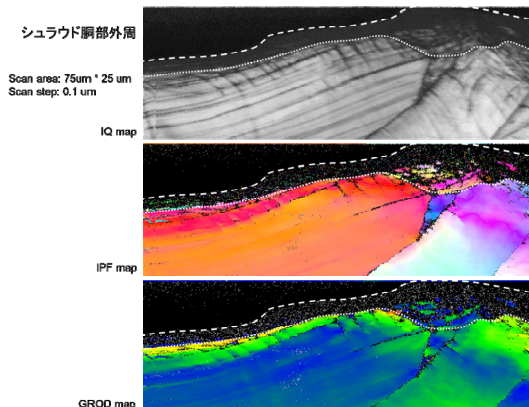


図 7 胴部表面近傍（外周）の EBSD 解析

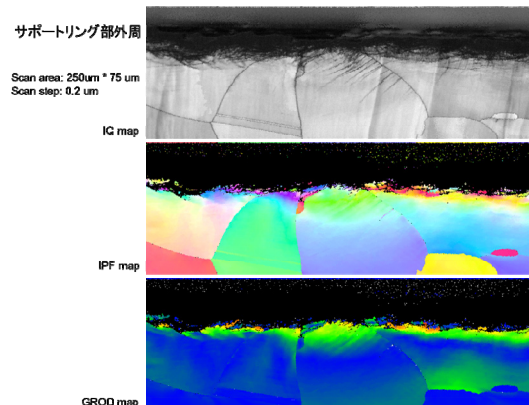


図 8 リング部表面近傍（外周）の EBSD 解析

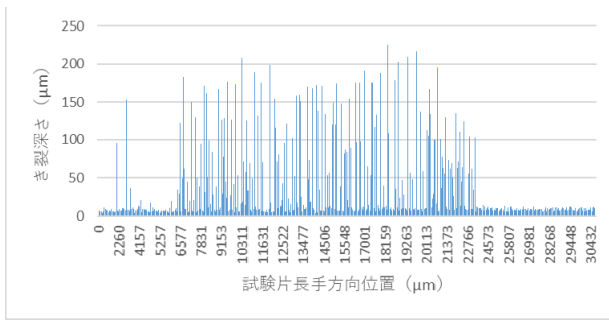


図9 き裂深さと発生位置 (胴部・受け入れまま材)

表1 CBB 試験結果まとめ

試験片	金相断面	計測き裂数	最大き裂深さ (μm)	平均き裂深さ (μm)
胴部 硬化層あり	上側	13	106.35	48.59
	下側	5	48.26	29.86
リング部 硬化層あり	上側	484	225.38	34.87
	下側	456	206.89	40.97
胴部 硬化層なし	上側	17	6.72	5.21
	下側	4	6.14	5.03
リング部 硬化層なし	上側	2	7.68	6.3
	下側	1	7.7	7.5

の受け入れまま材において、認められたき裂数が他と比べて顕著に多く、またき裂も深い傾向があることがわかる。したがって、受け入れまま材同士で比較すると、リング部と比べて胴部は明確に高い SCC 感受性を有することが示唆された。これは、胴部の方が機械加工による影響を大きく受けているとした、上述の結果と矛盾しないと考えられた。一方で、硬化層なし・コロイダルシリカ仕上げの試験片同士で比較すると、両者とも深さ数μm 程度のき裂がわずかに認められ、SCC 感受性の違いは明確では無かった。リング部においては、硬化層有り／無しでき裂の数においては有意な差がなかったものの、硬化層有りの試験片においては比較的深いき裂が形成されていた。

4. 結言

受け入れまま材（表面硬化層有り）同士で比較すると、胴部はリング部と比べて明確に高い SCC 感受性を有することが示唆された。この理由として、本研究で用いた供試材においては、エッチング後の組織観察ならびに表層の硬さ分布測定結果から、胴部の方が機械加工による影響がより顕著であったと考えられたことが考えられた。一方で、硬化層なし・コロイダルシリカ仕上げの試験片同士で比較すると、両者とも深さ数 μm 程度のき裂がわずかに認められ、SCC 感受性の違

いは明確では無かった。

参考文献

- [1] 岡村祐一ら, 圧力技術, 43(1), 4-14, (2005).
- [2] M. Tsubota, Proc. of 7th Int. Symp. of Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems, (1995).
- [3] 明石正垣, 川本輝明: 石川島播磨技報, 17, (1977), pp.472-478.
- [4] 榊原洋平ら, 日本金属学会誌, 第 74 巻 第 4 号, 258-263, (2010).
- [5] H. Abe, Y. Watanabe, T. Miyazaki, "Characteristics of Work Hardened Surface Layer on Austenitic Stainless Steels and Its Relation to SCC Susceptibility in High Temperature Water.", Proceedings of 19th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors, (2019).