JAEA-Research 2008-064



SCC き裂先端における変形挙動の マルチスケール解析(III) (受託研究)

Multi-scale Analysis of Deformation Behavior at SCC Crack Tip (III) (Contract Research)

加治 芳行 三輪 幸夫 塚田 隆 早川 正夫* 長島 伸夫*

Yoshiyuki KAJI, Yukio MIWA, Takashi TSUKADA Masao HAYAKAWA* and Nobuo NAGASHIMA*

> 原子力基礎工学研究部門 原子力材料設計評価研究グループ

Research Group for Nuclear Materials Modeling Nuclear Science and Engineering Directorate

August 2008

Japan Atomic Energy Agency

日本原子力研究開発機構

本レポートは独立行政法人日本原子力研究開発機構が不定期に発行する成果報告書です。 本レポートの入手並びに著作権利用に関するお問い合わせは、下記あてにお問い合わせ下さい。 なお、本レポートの全文は日本原子力研究開発機構ホームページ(<u>http://www.jaea.go.jp</u>) より発信されています。

独立行政法人日本原子力研究開発機構 研究技術情報部 研究技術情報課
〒319-1195 茨城県那珂郡東海村白方白根2番地4
電話 029-282-6387, Fax 029-282-5920, E-mail:ird-support@jaea.go.jp

This report is issued irregularly by Japan Atomic Energy Agency Inquiries about availability and/or copyright of this report should be addressed to Intellectual Resources Section, Intellectual Resources Department, Japan Atomic Energy Agency 2-4 Shirakata Shirane, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-1195 Japan

Tel +81-29-282-6387, Fax +81-29-282-5920, E-mail:ird-support@jaea.go.jp

© Japan Atomic Energy Agency, 2008

JAEA-Research 2008-064

SCC き裂先端における変形挙動のマルチスケール解析(III) (受託研究)

日本原子力研究開発機構原子力基礎工学研究部門

燃料・材料工学ユニット

加治 芳行・三輪 幸夫・塚田 隆・早川 正夫*・長島 伸夫*

(2008年5月15日受理)

近年国内の沸騰水型発電炉(BWR)の各種機器に応力腐食割れ(SCC)が多発し、その原因 究明と対策が重要課題となっている。原子力安全基盤機構(JNES)では、BWRの安全性・信頼 性を確保する観点から、「原子力用ステンレス鋼の耐応力腐食割れ実証事業」(以下、IGSCC プ ロジェクト)を実施中であり、低炭素ステンレス鋼の SCC き裂進展特性が溶接部やその周辺の 加工硬化部について集積されつつあり、得られた特性の妥当性、特に保守性を保証することが重 要な課題となっている。き裂進展試験に用いる CT 試験片の SCC き裂先端にはマクロな塑性域が 形成されるが、そこではミクロ的にはすべりや転位組織発達の不均一が存在している。しかし、 この塑性域に関する定量的な知見は少なく、マクロなき裂進展データ及びその試験法の妥当性を 検討するためには、き裂先端塑性域の詳細な検討を行うことが急務となっている。

本報告書は、IGSCC プロジェクトにおいて得られる SCC き裂進展特性の妥当性を SCC メカ ニズムの観点から評価するために、CT 試験片き裂先端の変形解析や組織観察をナノレベルまで 踏み込んで詳細に調べ、ナノ、メゾ、マクロ領域での硬さを統一強度指標として採用し、必要な 基礎データ(主として、マクロな塑性域の大きさとその中での粒内・粒界における結晶方位、歪 み、転位等の組織データ)を取得することを目的として実施した SCC き裂先端における変形挙 動のマルチスケール解析に関する研究結果をまとめたものである。本年度は、IGSCC プロジェ クト試験片のき裂先端部の変形挙動をナノレベルの解析が可能な先端的測定装置を駆使して明ら かにした。

本報告書は、原子力安全基盤機構からの受託研究「平成 18 年度原子力用ステンレス鋼の耐応 力腐食割れ実証のうち SCC き裂先端における変形挙動のマルチスケール解析」の成果である。 原子力科学研究所(駐在):〒319-1195 茨城県那珂郡東海村白方白根 2-4 *物質・材料研究機構

i

JAEA-Research 2008-064

Multi-scale Analysis of Deformation Behavior at SCC Crack Tip (III) (Contract Research)

Yoshiyuki KAJI, Yukio MIWA, Takashi TSUKADA, Masao HAYAKAWA^{*} and Nobuo NAGASHIMA^{*}

Division of Fuels and Material Engineering Nuclear Science and Engineering Directorate Japan Atomic Energy Agency Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received May 15, 2008)

In recent years, incidents of the stress corrosion cracking (SCC) were frequently reported that occurred to the various components of domestic boiling water reactors (BWR), and the cause investigation and measure become the present important issue. By the Japan nuclear energy safety organization (JNES), a research project on the intergranular SCC (IGSCC) in nuclear grade stainless steels (henceforth, IGSCC project) is under enforcement from a point of view to secure safety and reliability of BWR, and SCC growth data of low carbon stainless steels are being accumulated for the weld part or the work-hardened region adjacent to the weld metal. In the project, it has been an important subject to guarantee the validity of accumulated SCC data. At a crack tip of SCC in compact tension (CT) type specimen used for the SCC propagation test, a macroscopic plastic region is formed where heterogeneity of microstructure developed by microscopic sliding and dislocations is observed. However, there is little quantitative information on the plastic region, and therefore, to assess the data of macroscopic SCC growth rate and the validity of propagation test method, it is essentially required to investigate the plastic region at the crack tip in detail from a microscopic viewpoint.

This report describes a result of the research conducted by the Japan Atomic Energy Agency and the National Institute for Materials Science under contract with JNES that was concerned with a multi-scale analysis of plastic deformation behavior at the crack tip of SCC. The research was carried out to evaluate the validity of the SCC growth data acquired in the IGSCC project based on a mechanistic understanding of SCC. For the purpose, in this research, analyses of the plastic deformation behavior and microstructure around the crack tip were performed in a nano-order scale. The hardness measured in nano, meso and macro scales was employed as a common index of the strength, and the essential data necessary

This report is result of contract research entrusted from the Japan Nuclear Energy Safety Organization (JNES).

^{*} National Institute for Materials Science

to understand the SCC propagation behavior were acquired and analyzed that are mainly a size of plastic deformation region and a microstructural information in the region, e.g. data of crystallografy, microscopic deformation and dislocations at the inside of grains and grain boundaries. In this year, we analyzed the plastic deformation behavior at the crack tip in detail about two different hardened specimens used in the SCC growth tests in the IGSCC project by the advanced measurement apparatus which was able to conduct the nano-scale analysis.

Keywords: Stress Corrosion Cracking, Nuclear Grade Stainless Steel, Boiling Water Reactor, Crack Tip, Plastic Deformation Region, Multi-scale Analysis, Hardness, IGSCC Project

This is a blank page.

目	次

1. はじめ)に	1
1.1 背	- 景及び目的	1
1.2 研	究計画	2
1.2.1	研究目的	2
1.2.2	研究内容	
1.2.3	研究期間	
1.2.4	研究体制	
1.2.5	研究工程	
2. 配管供	試体の圧延組織の観察と強度解析	
2.1 は	じめに	
2.2 実際	験方法	
2.2.1	TEM による組織観察	
2.2.2	微小・超微小硬さ試験機によるナノーメゾ強度解析	
2.3 実際	験結果および考察	7
2.3.1	TEM 組織	7
2.3.2	ナノーメゾーマクロ硬さプロファイル	7
2.4 小扌	括	
3. 配管供	試体の塑性変形組織の観察と強度解析	
3.1 は	じめに	
3.2 実際	験方法	
3.2.1	試験片作製	
3.2.2	観察面の処理方法	
3.2.3	引張試験	
3.2.4	TEM による組織観察	31
3.2.5	AFM 観察	31
3.2.6	微小硬さ試験機による粒界・粒内硬さの測定	
3.3 実際	験結果および考察	
3.3.1	塑性変形開始点における TEM 組織	
3.3.2	AFM によるすべり変形の観察	
3.3.3	粒内・粒界硬さ測定	
3.4 小	括	
4. IGSC	CC メカニズムの検討	
4.1 IG	SCC プロジェクト試験片	
4.2 ひ	ずみ及び粒界性格の測定方法	
4.2.1	ひずみ測定方法	
4.2.2	粒界性格の測定方法	

4.3 実験結果及び	び考察	61
4.3.1 ひずみ液	則定	61
4.3.2 粒界性棒	各の測定	63
4.3.3 き裂が近	進展した粒界の Taylor 因子及び Schmid 因子	64
4.3.4 IGSCC	プロジェクト試験片の平均的な HAZ 部の TEM 像	64
4.3.5 IGSCC	プロジェクト試験片のき裂直近部の微小硬さ分布	64
4.3.6 IGSCC	プロジェクト試験片の AFM 観察結果	64
4.3.7 IGSCC	プロジェクト試験片におけるすべり変形の定量的評価の試み	65
4.3.8 粒界硬さ	さと IGSCC き裂進展挙動	66
4.4 小括		67
5. まとめ		14
参考文献		17

Contents

1.	Intro	duction	1
1	.1 Ba	ckground and Objectives	1
1	.2 Re	search Program	2
	1.2.1	Research Objectives	2
	1.2.2	Research Contents	2
	1.2.3	Research Period	4
	1.2.4	Research Share	4
	1.2.5	Research Schedule	5
2.	Rollir	ng Microstructure Observation and Strength Analysis for Piping Specimen	6
2	.1 Int	troduction	6
2	.2 Ex	perimental Procedure	6
	2.2.1	Microstructure Observation by Transmission Electron Microscope (TEM)	6
	2.2.2	Nano-Meso Strength Analysis by Micro Hardness Apparatus	6
2	.3 Ex	perimental Results and Discussion	7
	2.3.1	TEM Microstructure	7
	2.3.2	Nano-Meso-Macro Hardness Profile	7
2	.4 Su	mmary	10
3.	Plasti	ic Deformation Microstructure and Strength Analysis for Piping Specimen	30
3	.1 Int	troduction	30
3	.2 Ex	perimental Procedure	30
	3.2.1	Preparation of Specimen	30
	3.2.2	Treatment method of Observed Surface	30
	3.2.3	Tensile Test	31
	3.2.4	Microstructure Observation by TEM	31
	3.2.5	Atomic Force Microscope (AFM) Observation	31
	3.2.6	Hardness Measurement of Grain Boundary and Grain	
		by Micro Hardness Apparatus	32
3	.3 Ex	perimental Results and Discussion	32
	3.3.1	TEM Observation at Start Point of Plastic Deformation	32
	3.3.2	Slip Deformation Observation by AFM	33
	3.3.3	Hardness Measurement of Grain and Grain Boundary	33
3	.4 Su	mmary	35
4.	Inves	tigation of IGSCC Mechanism	59
4	.1 Sp	ecimen for IGSCC Project	59
4	.2 Me	easurement Procedure of Strain and Grain Boundary Characteristics	59
	4.2.1	Measurement Procedure of Strain	59

4.2.2	Measurement procedure of Grain Boundary Characteristics	60
4.3 Exp	perimental Results and Discussion	61
4.3.1	Measurement of Strain	61
4.3.2	Measurement of Grain Boundary Characteristics	63
4.3.3	Taylor and Schmid Factors of Crack propagated Grain Boundary	64
4.3.4	TEM Image at Averaged Heat Affected Zone of IGSCC Project Specimen	64
4.3.5	Micro Hardness Distribution at Crack Tip of IGSCC Project Specimen	64
4.3.6	AFM Observation Results of IGSCC Project Specimen	64
4.3.7	Trial of Quantitative Evaluation of Slip Deformation of IGSCC	
	Project Specimen	65
4.3.8	Grain Boundary Hardness and IGSCC Growth Behavior	66
4.4 Su	mmary	67
5. Overa	ll Summary	114
References	3	117

図表一覧

- 表 1-1 研究工程
- 表 2-1 ビッカース硬度換算式 Hv*={F/[p(h+q)2]}nのパラメータp、q、n
- 表 3-1 微小硬さ試験機による冷間圧延材の変形前と塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)
- における粒内硬さと粒界硬さの統計値
- 表 4-1 PLR 配管溶接供試体 1B の化学組成(wt.%)
- 表 4-2 PLR 配管溶接供試体 1B の溶接条件
- 表 4-3 PLR 配管溶接供試体 1A の化学組成(wt.%)
- 表 4-4 PLR 配管溶接供試体 1A の溶接条件
- 図 1-1 硬さを統一指標とした SCC 進展評価法の概念図
- 図 1-2 SCC き裂先端変形挙動の概念図及び本研究における適用方法
- 図 2-1 ビッカース硬さ換算
- 図 2-2 配管供試体の減面率 10%加工材の TEM 像
- 図 2-3 配管供試体の減面率 20%加工材の TEM 像
- 図 2-4 配管供試体の減面率 30%加工材の TEM 像
- 図 2-5 配管供試体の減面率 40%加工材の TEM 像
- 図 2-6 配管供試体の減面率 50%加工材の TEM 像
- 図 2-7 超微小硬さ試験 60° 圧子による押込み力(F) 押込み深さ(h) 曲線とビッカース換算結果
- 図 2-8 超微小硬さ試験機による押込み力(F)-押込み深さ(h)曲線とビッカース換算結果
- 図 2-9 微小硬さ試験機による押込み力(F) 押込み深さ(h) 曲線とビッカース換算結果
- 図 2-10 配管供試体の冷間圧延材のナノーメゾーマクロ強度解析(硬さプロファイル)
- 図 2-11 1µm 超微細粒フェライト鋼と 30µm 粗粒フェライト鋼における硬さの圧痕サイズ依存性
- 図 2-12 SUS316(NG)鋼の無加工材と減面率 50%加工材における硬さプロファイルと強化因子
- 図 2-13 原子力用低炭素ステンレス鋼における転位強化硬さ Hv*dis と減面率の関係
- 図 2-14 原子力用低炭素ステンレス鋼における転位セルによる細粒強化硬さ Hv*cel と減面率との関係

図 2-15 原子力用低炭素ステンレス鋼における粗大すべり線間隔による細粒強化硬さ Hv*csl と 減面率の関係

- 図 3-1 圧延加工材から切出した引張試験片寸法
- 図 3-2 王水腐食面の微小硬さ試験機による押込み試験後の光学顕微鏡写真
- 図 3-3 無加工材の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)の TEM 像
- 図 3-4 減面率 20%加工材の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)の TEM 像
- 図 3-5 減面率 30%加工材の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)の TEM 像
- 図 3-6 減面率 50%加工材の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)の TEM 像
- 図 3-7 無加工材の CMP 面の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)における AFM 像

図 3-8 減面率 10%加工材の CMP 面の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)における AFM 像 図 3-9 減面率 20%加工材の CMP 面の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)における AFM 像 図 3-10 減面率 30%加工材の CMP 面の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)における AFM 像 図 3-11 減面率 40%加工材の CMP 面の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)における AFM 像 図 3-12 減面率 50%加工材の CMP 面の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)における AFM 像 図 3-13 無加工材の塑性変形開始点における粒内硬さと粒界硬さの分布 図 3-14 減面率 10%加工材の(a)変形前と(b)塑性変形開始点における粒内硬さと粒界硬さの分布 図 3-15 減面率 20%加工材の(a)変形前と(b)塑性変形開始点における粒内硬さと粒界硬さの分布 図 3-16 減面率 30%加工材の(a)変形前と(b) 塑性変形開始点における粒内硬さと粒界硬さの分布 図 3-17 減面率 40%加工材の(a)変形前と(b)塑性変形開始点における粒内硬さと粒界硬さの分布 図 3-18 減面率 50%加工材の(a)変形前と(b) 塑性変形開始点における粒内硬さと粒界硬さの分布 図 4-1 PLR 配管溶接供試体 1B の受入時の外観 図 4-2 PLR 配管溶接供試体 1A からの CT 試験片採取位置 図 4-3 0.5T-CT 試験片から試料切断方法 図 4-4 PF1MN101 試験片中央断面のき裂の様子 図 4-5 PF2MN101 試験片断面のき裂の様子 図 4-6 PLR 配管溶接供試体 1Bの HAZ 部のマクロ硬さ分布 図 4-7 PLR 配管溶接供試体 1B(SUS316TP 側)の HAZ 部マクロ硬さ分布のケガキ線の様子 図 4-8 PLR 配管溶接供試体 1B(SUS316TP 側)の HAZ 部のひずみ測定のための細切断後の 試験片 図 4-9 PLR 配管溶接供試体 1B(SUS316TP 側)の HAZ 部のひずみ測定位置 図 4-10 PLR 配管溶接供試体 1B(SUS316TP 側)の非溶接熱サイクル影響部の切断の様子 図 4-11 PLR 配管溶接供試体 1B (SUS316TP 側)の非溶接熱サイクル影響部のひずみ分布測定 位置 PLR 配管溶接供試体 1B (SUSF316 側) の非溶接熱サイクル影響部のひずみ分布測定 叉 4-12 用試験片採取の様子 図 4-13 結晶方位の観察座標方向の関係 図 4-14 PLR 配管溶接供試体 1B(SUS316TP 側)の直管厚さ方向の misuorientation マップ 図 4-15 PLR 配管溶接供試体 1B(SUS316TP 側)の直管厚さ方向の塑性ひずみ分布 図 4-16 PLR 配管溶接供試体 1B(SUS316TP 側)の直管厚さ方向の misorientation 分布 図 4-17 PLR 配管溶接供試体 1B(SUS316TP 側)の直管厚さ方向の塑性ひずみ分布 図 4-18 PLR 配管溶接供試体 1B(SUS316TP 側)の HAZ 部の misuorientation マップ 図 4-19 PLR 配管溶接供試体 1B (SUS316TP 側)の HAZ 部の塑性ひずみマップ

х

図 4-20 PLR 配管溶接供試体 1B(SUS316TP 側)の直管内面側の misorientation と溶融線からの距離の関係

図 4-21 PLR 配管溶接供試体 1B (SUS316TP 側)の直管内面側の塑性ひずみと溶融線からの距離の関係

図 4-22 PLR 配管溶接供試体 1B(SUSF316 側)の直管端部(非溶接熱サイクル影響部)での misorientation マップ

図 4-23 PLR 配管溶接供試体 1B(SUSF316 側)の直管端部(非溶接熱サイクル影響部)での 塑性ひずみ分布

図 4-24 PLR 配管溶接供試体 1A (SUSF316)の HAZ 部の塑性ひずみ測定部と溶融線の関係 (PF1MN101 試験片)

図 4-25 PLR 配管溶接供試体 1A(SUSF316)の HAZ 部の塑性ひずみ(PF1MN101 試験片)

図 4-26 PLR 配管溶接供試体 1A (SUSF316)の HAZ 部の塑性ひずみ測定部と溶融線の関係 (PF2MN101 試験片)

図 4-27 PLR 配管溶接供試体 1A(SUSF316)の HAZ 部の塑性ひずみ(PF2MN101 試験片)

図 4-28 PF1MN101 試験片(SUSF316の HAZ 部、硬さの高い領域ねらい)の IGSCC き裂先端でのひずみ分布(非溶接熱サイクル影響部のひずみで計算した場合)

図 4-29 PF1MN101 試験片(SUSF316 の HAZ 部、硬さの高い領域ねらい)の IGSCC き裂先 端でのひずみ分布(下地のひずみ(図上部の平均値)を差し引いた場合)

図 4-30 PF1MN101 試験片(SUSF316 の HAZ 部、硬さの高い領域ねらい)の IGSCC き裂先 端からのひずみ分布

図 4-31 PF2MN101 試験片(SUSF316 の HAZ 部、硬さの低い領域ねらい)の IGSCC き裂先 端でのひずみ分布(非溶接熱サイクル影響部のひずみで計算した場合)

図 4-32 PF2MN101 試験片(SUSF316 の HAZ 部、硬さの低い領域ねらい)の IGSCC き裂先 端でのひずみ分布(下地のひずみ(図上部の平均値)を差し引いた場合)

図 4-33 PF2MN101 試験片(SUSF316 の HAZ 部、硬さの低い領域ねらい)の IGSCC き裂先 端からのひずみ分布

図 4-34 PLR 配管溶接供試体 1B(SUS316TP 側)の直管厚さ方向各部位の粒界性格マップ

図 4-35 PLR 配管溶接供試体 1B(SUS316TP 側)の HAZ 部の粒界性格マップ

図 4-36 PLR 配管溶接供試体 1B(SUS316TP)の粒界性格分布

図 4-37 PLR 配管溶接供試体 1B(SUS316TP)の SA 部と HAZ 部の各粒界性格の平均と分散 図 4-38 PLR 配管溶接供試体 1A(SUSF316 側)の HAZ 部(溶接線から約 9.1mm、PF2MN101 試験片)での粒界性格マップ

図 4-39 PLR 配管溶接供試体 1B(SUSF316 側)の SA 部での粒界性格マップ

図 4-40 PLR 配管溶接供試体 1A(SUSF316)の粒界性格分布

図 4-41 PF1MN101 及び PF2MN101 試験片での IGSCC き裂周辺の結晶粒の Taylor 因子

図 4-42 PF1MN101 及び PF2MN101 試験片での IGSCC き裂周辺の結晶粒の Schmid 因子

図 4-43 PF2MN101 の 20mm 角の外側 CT 試験片から切り出した HAZ 部の TEM 組織像

図 4-44 配管供試体の冷間圧延材の TEM 組織

図 4-45 PF1MN101 の SCC き裂先端近傍における微小硬さ試験による圧子押込み後の光学顕微 鏡像と換算ビッカース硬さ表示

図 4-46 AFM 付属 OM による(a)低倍率像と(b)AFM 観察視野(20μm 角)とカンチレバーを 示す高倍率像

図 4-47 PF1MN101の溶金部側に分岐したき裂先端直近部の AFM 像

図 4-48 線分切断法によるすべり線密度の定量評価の試み

図 4-49 IGSCC ノッチ先端直近部から隣接し合う 20µm 視野の AFM 像から計測された(a) 視野 全体と粒界上すべり線密度と(b) すべり線間隔

1. はじめに

1.1 背景及び目的

応力腐食割れ(SCC)は、軽水炉による発電が実用化した初期から今日まで多くの機器に発生 し、軽水炉の安定的な運転を妨げる要因となって来た。そして現在、沸騰水型軽水炉(BWR)の 炉心シュラウド及び原子炉再循環系(PLR)配管の低炭素ステンレス鋼溶接部近傍に多発してい るひび割れが SCC であることが明らかとなり、その原因究明が SCC 対策のためは勿論のこと、 原子力技術に対する社会的な信頼と安心を回復するためにも求められている。しかし、低炭素ス テンレス鋼(SUS316L,304L)製の機器に発生した SCC は、1970年代に BWR の SUS304 製 PLR 配管で大きな問題となった溶接熱影響による熱鋭敏化に起因する SCC とは、発生・進展機 構が異なると考えられている。

原子力安全基盤機構(JNES)では、BWRの安全性・信頼性を確保する観点から、「原子力用 ステンレス鋼の耐応力腐食割れ実証事業」(以下、IGSCC プロジェクト)を実施中であり、低炭 素ステンレス鋼の SCC き裂進展特性が溶接部やその周辺の加工硬化部について集積されつつあ り、得られた特性の妥当性、特に保守性を保証することが重要な課題となっている。

シュラウド等炉内構造物の SCC き裂進展速度評価式のうち、オーステナイト系ステンレス鋼 を対象としたものは、(社)火力原子力発電技術協会の炉内構造物点検評価ガイドライン検討会 において検討され⁽¹⁾、その後(社)日本機械学会発電用原子力設備規格 維持規格 (2004 年版)⁽²⁾ に採用されているが、これは限られた条件の数少ないデータを基にしている。これらの民間デー タ及び既存の SCC き裂進展速度線図の妥当性・信頼性を確認することが急務となっており、 IGSCC プロジェクトが推進されている。

実機炉心シュラウド及び再循環配管の構造材である低炭素ステンレス鋼の溶接部近傍のき裂 について、熱鋭敏化ステンレス鋼の SCC の材料劣化因子に関する知見を基に、き裂の金属組織 学的観察、硬さ試験及び粒界化学組成分析などが行われ、その結果以下のことが分かった⁽³⁾。表 面のき裂発生部ではき裂の形態は粒内型(TGSCC)であり、その部位には大きな塑性変形が生 じていた。また、き裂進展部でのき裂の形態は粒界型(IGSCC)であるが、透過型電子顕微鏡 (TEM)分析によればその粒界には熱鋭敏化材の場合のような炭化物の生成とそれに伴う Cr 濃 度の局所的低下などは生じていなかった。従って、従来の熱鋭敏化材での SCC 機構では、低炭 素ステンレス鋼の SCC 現象を説明できないことが明らかにされた。き裂の発生に関しては冷間 加工により TGSCC が発生しやすくなるというこれまでの報告⁽⁴⁾と一致するが、なぜき裂が発生 するかの機構については不明である。また、き裂の進展に関しては、粒界での Cr 欠乏が生じて いないにも関わらず、粒界を SCC が進展することに関してはその機構が不明である。

IGSCC では、き裂が結晶粒界という特定のパスを進展することと結晶粒界の両側に存在する 結晶粒は特定のすべり面での変形が主となるために変形挙動が場所毎に異なることを鑑みると、 IGSCC 進展に及ぼすミクロ組織単位は結晶粒径程度であることが推察される。したがって、き 裂先端の塑性変形領域の状態の影響を明らかにすることは、線形破壊力学を用いて取得した IGSCC 進展データの有効性を検討する上で有益であると考えられる。

塑性変形領域の状態を表すパラメータとしてひずみ量、転位網の発達状況、硬さの変化などが あげられる。本研究では、さまざまな応力条件及び材料条件で発生した IGSCC 先端で上記パラ メータを測定し、上記パラメータとき裂進展挙動との関係を明らかにすることを目的としている。 また硬さは最も簡便に得られるデータであることから、最終的には硬さを統一パラメータとして、 き裂進展挙動との相関を得ることを目的としている。

これらの目的を達成するために、EBSP (Electron Back-scattering diffraction Pattern)を用 いた塑性ひずみの測定、原子間力顕微鏡 (AFM)を用いたすべり線の状況観察、微小硬さ試験機 を用いたき裂先端の硬さ分布の測定等を実施し、さまざまな条件で発生させた IGSCC 先端の塑 性変形領域の状態を調べ、き裂進展挙動との関係を検討すると共に、IGSCC 進展メカニズムに 関して考察する。

1.2 研究計画

1.2.1 研究目的

本研究は、図 1-1 に示すように、CT 試験片き裂先端の変形解析や組織観察をナノレベルまで 踏み込んで詳細に調べ、ナノ、メゾ、マクロ領域での硬さを統一強度指標として採用し、塑性域 の大きさ、結晶粒内や粒界における変形・組織変化をもとに、応力拡大係数 K 値の有効性、SCC 進展評価法、SCC き裂進展特性の保守性等を検討する。

1.2.2 研究内容

SCC き裂進展特性はマクロ硬さに依存する。そこで、ナノ、メゾ、マクロ領域で測定される硬 さを統一強度指標として採用し、それぞれの領域の硬さをオーステナイト粒内・粒界のすべり線 間隔、転位密度、方位回転等の組織パラメータと関係づける。これにより、SCC き



図 1-1 硬さを統一指標とした SCC 進展評価法の概念図

裂進展特性をナノ、メゾ領域においても検討することが可能となる。本研究では、IGSCC プロ ジェクト試験片のき裂先端部の変形挙動をナノレベルの解析が可能な先端的測定装置を駆使して 明らかにする。その他に、モデル材を用いてき裂先端の塑性変形挙動に及ぼす腐食の程度と材料 の硬さの影響についても検討する。上記サンプルに対して、具体的には、以下に示す解析・評価 を実施する。

①EBSP 装置付 SEM によるき裂先端の結晶方位や歪分布状態の解析

②AFM と電気化学的処理によるすべり変形の直接観察の実施

③AFM によるき裂先端の組織観察

④超微小硬さ試験機を用いたき裂先端の強度解析

⑤総合評価

これらの詳細な検討により、き裂進展試験による材料変形挙動を評価するために必要な基礎デ ータ(主としてマクロな塑性域の大きさとその中での粒内・粒界における方位、歪み、転位等の 組織データ)を取得して、SCC き裂先端部の変形挙動に関する詳細な知見を得る(図 1-2)。こ れにより、き裂進展挙動を硬さを統一指標としてナノレベルからマクロレベルまでマルチスケー ルに評価できる手法について検討する。

以下においては、各試験の平成18年度に実施する計画の内容を述べる。

(1) 試験片準備



図 1-2 SCC き裂先端変形挙動の概念図及び本研究における適用方法

IGSCC プロジェクトにおいて製作した原子炉再循環系配管模擬供試体部材に対して、減面率 を変えた冷間圧延を施し、試験片を製作する。

(2) 高温水中 SCC 試験

BWR 環境を模擬した高腐食電位状態を模擬する高溶存酸素濃度条件での高温水中において、

き裂進展試験を実施する。試験片は、0.5TCT 試験片である。負荷条件を変えたき裂進展試験を 実施し、中断試験片のき裂先端の変形挙動を各手法によって詳細に調査する。

(3) き裂先端の歪み測定

EBSP 装置付 SEM を用いて、き裂先端の結晶方位や塑性変形量の定量的評価を実施し、SCC 進展特性との関係を検討する。

(4) き裂先端の組織観察

AFM や TEM を用いてき裂先端等の組織観察を行い、すべり、転位等の組織データを蓄積する。 粒内・粒界におけるすべり線間隔、転位密度等の組織パラメータと他の手法で求めた塑性変形量 や硬さデータと関係づけることにより、SCC 進展特性を評価する際の基礎情報を提供できる。

(5) き裂先端の強度解析

AFM 超微小硬さ試験機を用いて、超微小、微小及びビッカース硬さ試験を実施し、SEM 及び TEM 観察を組み合わせてナノーメゾーマクロ強度解析を実施する。この手法により、き裂先端 の塑性域を特定でき、またき裂先端の塑性歪み量を推定することができる。

(6) 総合評価

上記の各種試験の結果得られるき裂先端の局所的な変形特性、強度特性、組織などに関する情報を総合的に評価することにより、低炭素ステンレス鋼の SCC 機構に及ぼすき裂先端の塑性変 形挙動の影響についての検討を行う。

1.2.3 研究期間

平成 18 年 9 月 29 日 ~ 平成 19 年 2 月 16 日 (契約期間)

1.2.4 研究体制

日本原子力研究開発機構:

- 供試材準備
- ・高温水中 SCC 試験
- ・き裂先端の歪み測定及び評価
- ・総合評価
- 物質·材料研究機構:
- ・き裂先端の組織観察及び評価
- ・き裂先端の強度解析及び評価

1.2.5 研究工程

表 1-1 に研究工程を示す。

表 1-1 研究工程

項目	平成 18 年度
1. 試験片準備	
2. 高温水中 SCC 試験	
3. き裂先端の歪み測定	
4. き裂先端の組織観察	
5. き裂先端の強度解析	
6. 総合評価及び報告書提出	

2. 配管供試体の圧延組織の観察と強度解析

2.1 はじめに

IGSCC のき裂進展速度は硬さに依存することが知られている。そこで、実機を模擬して試作 された配管供試体に対して、所定の冷間圧延を種々実施することによって、硬さをパラメータと して、組織因子と強化機構の関係を調べた。そして、ナノーメゾーマクロ強度・組織解析によっ て、低炭素ステンレス鋼の強化機構における組織因子の役割が、それぞれの圧延率が異なる(硬 さが異なる)場合ごとに明らかにされた。

2.2 実験方法

2.2.1 TEM による組織観察

薄膜試料に供するため、引張試験片平行部 A 面に沿って 5×5mm 角板を切出した。エメリー 紙により厚さ 60μm まで研磨した後、3mmΦの試料を中心部から打ち抜き、テヌポールにより電 解研磨により薄膜にした。電解研磨液は 5vol.%過塩素酸-氷酢酸溶液の混合液を用いて、電圧 70V、電流 100mA の条件下で電解研磨を行った。日立製作所製 H-800 形 200kV 分析電子顕微鏡 を用いて、観察は加速電圧 200kV で行った。

2.2.2 微小・超微小硬さ試験機によるナノーメゾ強度解析

硬さ測定に際しては、ナノーメゾーマクロ領域に渡る硬さの圧痕サイズ依存性を調べるため、 超微小硬さ試験機(押し込み力:0.1~5mN)、微小硬さ試験機(1~2000mN)およびビッカー ス硬さ試験機(0.196~490N)を用いた。それぞれの試験機で得られた硬さをナノ硬さ、メゾ硬 さ、マクロ硬さと名付ける。

引張試験片平行部A面に沿って、厚さ2mmで切出した試料をバフ研磨した後に、8vol.%過塩 素酸、10vol.%ブトシキエタノール、70vol.%エタノール、12vol.%蒸留水からなる溶液中で、電 圧40Vの条件下で電解研磨した。電解研磨面の採用はバフ研磨までの過程で形成される加工層を 取除くためである。特に、nm オーダーの押し込み深さを対象とする超微小硬さ試験では、試料 表面の加工層の影響が大きいことから、電解研磨面の採用は不可欠である。

超微小硬さ試験は著者らが開発した AFM 超微小硬さ試験機と両持ちレバー⁽⁵⁾⁽⁶⁾を用いて行っ た。両持ちレバーはレバー中央にそれぞれ対稜角 60°と 115°の三角錐ダイヤモンド圧子がつい た二種類のレバーを使用した。60°の三角錐圧子の付いたレバーを No.1 レバー、115°の三角錐 圧子のレバーを No.2 レバーとする。微小硬さ試験は島津製 DUH201 と対稜角 115°の三角錐ダ イヤモンド圧子を用いて行った。ビッカース硬さ試験は島津製マイクロビッカース硬さ試験機を 用いて行った。ダイヤモンド圧子形状は対面角 136°の四角錐である。

超微小硬さ試験においては、ビッカース硬さの定義に従って、押し込み力を圧痕の表面積で割り、硬さを求めると、押し込み深さが浅くなるほど、硬さが大きくなるという寸法効果が生じる⁽³⁾。 この原因としては、押し込み深さが小さいため、圧子先端の丸まりの影響が顕在化することが上 げられている⁽⁷⁾。このような点を解決するため、著者らは複数の電解研磨した金属単結晶を標準 試料として用い、超微小硬さ試験で得られる押し込みカー深さ(F-h)曲線(図 2-1 参照)をビ ッカース硬さ Hv*に換算する次の実験式を提案した⁽⁶⁾⁽⁸⁾。

$$Hv^* = \left\{\frac{F}{p(h+q)^2}\right\}^n \tag{2-1}$$

ここで、p、q、nは定数で、それぞれの圧子毎に定める必要がある。同じ手法は微小硬さ試験で 求まる F・h 曲線にも適用できる⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾。表 2・1 には本実験の超微小硬さ試験で用いた対稜角 60°と 115°の三角錐圧子、微小硬さ試験機で用いた 115°の三角錐圧子について、それぞれ決定した定 数 p、q、n を示す。また、参考に図 2・1 にビッカース換算結果を示す。図中の赤丸がニッケル Ni、青丸がモリブデン Mo、黒丸がタングステン W 単結晶である。図の上側が測定された押込み 力(F) ー押込み深さ(h)曲線であり、この F・h 曲線から、ビッカース硬さに換算する(1)式を 求めて、換算した結果を図の下側に示す。Ni、Mo、W のそれぞれのビッカース硬さは 92、171、 351 であり、それぞれの F・h 曲線から換算した Hv*はこれらのビッカース硬さは 92、171、 351 であり、それぞれの F・h 曲線から換算した Hv*はこれらのビッカース硬さと一致し、この様 なナノ領域においても、硬さが一定である。ナノインデンテーションの分野では、Oliver らが提 案した圧子先端の面積関数を補正する手法⁽⁷⁾が主流であるが、Oliver らの手法でも、100nm スケ ールでの微小領域ではマクロ硬さと一致しない。以下では、NIMS が提案した硬さ換算法により 換算した硬さ Hv*で議論する。硬さ換算法の詳細については特許第 2879679、ならびに US Patent 6,457,349 B1 を参照されたい。

2.3 実験結果および考察

2.3.1 TEM 組織

図 2-2~2-6 に、配管供試体の減面加工率 10、20、30、40、50%材の TEM 組織像をそれぞれ 示す。図 2-2 の 10%加工材では転位がタングルした直線組織が観察される。その中でも特にコン トラストが強い直線組織が 1-2µm の間隔で見られており、粗大すべり線に相当すると考えられる。 それらの間には 0.2µm 程度のセルの形成が認められる。図 2-3 の 20%加工材では、コントラスト の強い直線組織がバンド状になり粗大すべりが明瞭になっている。図 2-4 の 30%加工材では、粗 大すべりによるバンド組織と共に転位セルも明瞭になっている。図 2-5 の 40%加工材では、バン ド組織が一層広がり、セル内の転位密度も多くなっている。図 2-6 の 50%加工では、組織全体が コントラストの強烈なバンド組織と転位によるコントラストに覆われている。

上記の結果によると、冷間圧延材においては、1-2µmの粗大すべり線間隔、0.2µm程度の転位 セル寸法が重要な組織因子サイズとして考えられる。

2.3.2 ナノーメゾーマクロ硬さプロファイル

図 2-7 に超微小硬さ試験機の測定結果を示す。得られた結果を明確に示すため、図 2-7(a)、(b)、(c)、(d)、(e)には減面加工率 10、20、30、40、50%材の押込み力(F) - 押込み深さ(h) 曲線

をそれぞれ示す。F-h 曲線においては、押込み力が同じ時には、押込み深さが浅いほど、材料は 硬いことを意味する。したがって、図 2-7 のナノ領域の硬さ測定においては、減面率 10、20%材 は同じ硬さであり、減面率 30、40、50%材はより硬いことになる。図 2-8(a)-(e)には対稜角 115° の三角錐圧子を用いた AFM 超微小硬さ試験機による測定結果を示す。

図 2-9(a)-(e)に微小硬さ試験機による F-h 曲線を示す。図 2-7 と 2-9 を比べると、押込み力の 最大値は、微小硬さ試験の方が超微小硬さ試験より 500 倍大きい。微小硬さ試験すなわちメゾ硬 さ試験においては、減面率に比例して押し込み深さは小さくなり、硬さは大きくなっている。

図 2-10 にナノーメゾーマクロ領域に渡る硬さの圧痕サイズ依存性を(a)減面率 10,30、50% 材と(b)減面率 20、40%材の場合に分けて示す。横軸の圧痕サイズは、形状が異なる圧子による 試験結果を統一的に示すため、圧痕の投影面積の平方根√Aを採用した。圧痕サイズが 2µm 以下 には超微小硬さ試験によるナノ硬さ、2 から 20µm の間には微小硬さ試験によるメゾ硬さ、20µm 以上にはマイクロビッカース硬さ試験によるマクロ硬さが示されている。ナノ硬さとメゾ硬さは 図 2-7 と 2-9 に示すような F-h 曲線から式(2-1)を用いてビッカース硬さに換算した値である。無 加工材の硬さはナノからマクロ領域に渡ってほぼ一定の 150 である。一方、10-50%の圧延材の 硬さは圧痕サイズが大きくなるにしたがって上昇している。その様相は、3 段階の階層的変化を しているように見える。第1段のナノ硬さ領域では、10、20%加工材のナノ硬さは母材の硬さと ほぼ一致し、30、40、50%加工材のナノ硬さは大きくなっている。第2段のメゾ硬さと第3段の マクロ硬さは減面率が大きくなるしたがって単純に大きくなっている。

著者らのグループは最初にナノーメゾーマクロ強度解析を粒径 1µm 超微細粒フェライト鋼に 適用した⁽⁸⁾。参考として、図 2·11 に粒径 1µm 超微細粒フェライト鋼と粒径 30µm 粗粒フェライ ト鋼における硬さの圧痕サイズ依存性を示す。圧痕サイズとしては、超微小硬さ試験では三角形 圧痕の 1 辺長さ lh、ビッカース試験では四角形圧痕の対頂角長さに 1L の値を採用してある。粗 粒フェライト鋼の硬さは圧痕サイズに依存せず、ほぼ鉄の基本硬さ 100 と一致した。超微細粒フ ェライト鋼の硬さは粒径 d_a付近から上昇し、粒径の 10 倍 10d_aで飽和し、ビッカース硬さ試験 で得たマクロ硬さに到達した。Miyazaki らは Cu, Cu-13 at% Al, Fe の板状試験片を用い、引張 強度に与える結晶粒径 d と板厚 B の比の影響を調べ、板厚が粒径のほぼ 5 倍 B = 5d の時に引張 強度は飽和し、マクロ特性に一致することを明らかにした⁽¹¹⁾。彼らの結果に加え、圧痕周辺には 圧痕サイズの 2 倍の塑性域が形成される⁽¹²⁾ことを考慮に入れると、超微細粒フェライト鋼におい て硬さが 10d_aで飽和することが説明でき、d_aと 10d_aが重要な組織パラメータであることが明ら かとなった。この 2 つの組織パラメータを基にすると、超微細粒フェライト鋼のマクロ硬さすな わちビッカース硬さ Hv は鉄の基本硬さ Hv*bas、固溶と転位強化硬さ Hv*dis、細粒(粒界)強 化硬さ Hv*fer に分解できた。特に、細粒強化硬さ Hv*fer からはホール・ペッチ式

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{k}{d_{\alpha}^{1/2}} \tag{2-2}$$

の拘束係数kを求めることができ、それは引張試験から得られた値と一致した。このような解析 は強度の異なる複数の焼もどしマルテンサイト鋼にも適用できた⁽¹⁰⁾。

図 2-11 と同様な図を SUS316(NG)鋼の母材と減面率 50%材を用いて作成し、図 2-12 に示す。 この図には、0.2µm の転位セル寸法 dcel とその 10 倍 10 dcel 並びに 2µm の粗大すべり間隔 lcsl の 10 倍 10lcsl を組織パラメータとして示している。10dcel または 10lcsl は転位セルまたはすべ り間隔による粒界(細粒)強化が飽和し、それ以降では硬さが一定になる位置を示している。さ らに、図 2-12 中では、50%材のビッカース硬さ Hv は鉄の基本的硬さ Hv*bas、固溶強化硬さ Hv*sol、転位強化硬さ Hv*dis、転位セルによる細粒強化硬さ Hv*cel、粗大すべり線間隔による 細粒強化硬さ Hv*csl に分解してある。溶体化処理されたオーステナイト組織の母材では、転位 と析出物がほとんど無いので、転位強化と析出強化は無視できる。また、粒径も 50μm と大きい ので、細粒強化もほとんど働かない。そこで、母材の硬さと鉄の基本硬さ Hv*bas との差は固溶 強化硬さ Hv*sol と考えられる。当然、固溶強化硬さは 50%材でも存在する。冷間圧延を加える と、転位は増えるので、母材の硬さと 50%材の第1段水平部の硬さの差は転位強化硬さ Hv*dis と考えられる。 圧痕寸法が大きくなると、 50%材の硬さは dcel 付近で上昇を開始し、10dcel で飽 和している。この傾向は図 2-11 の超微細粒フェライト鋼の傾向と一致していることから、第 1 と2段水平部の硬さの差は転位セルによる細粒強化硬さHv*celと考えられる。最終的に、50% 材の硬さは 10lcsl の位置でマクロ硬さに達していることから、第2と3段水平部の硬さの差はす べりが関係した硬さと考えられる。第2と第3段水平部の硬さの差は粗大すべり線間隔による細 粒強化硬さ Hv*csl とした。

配管供試体の冷間加工材について図 2-12 を用い、転位強化硬さ Hv*dis、転位セルによる細粒 強化硬さ Hv*cel、粗大すべり線間隔による細粒強化硬さ Hv*csl と減面率の関係を求め、図 2-13 ~2-15 に示す。図中には SUS316(NG)の結果を比較のため示しているが、配管供試体とほぼ同 じ結果が得られている。なお、これらのプロットには平均値を用いている。これら3つの強化因 子の内、転位セルによる細粒強化が最も大きく、次に粗大すべり線間隔による細粒強化となり、 転位強化が一番小さくなっている。なお、3 つの強化因子はすべて転位と関係しているため、大 きな観点からは全て転位強化であるとも言える。しかし、下記で示すように、3 つの強化因子に 分けて考察するほうが、冷間圧延された SUS316 鋼の強度発現メカニズムが明確になる。

図 2-13 によると、転位強化硬さ Hv*dis は減面率 10、20、30%材ではゼロとなり、それ以上 では上昇している。Hv*dis は転位セル寸法より小さい圧痕サイズの下で求めているので、転位セ ル内の硬さと見なせる。この点を考慮すると、減面率 30%以下では冷間圧延により導入された転 位は転位セル内に存在せず、その全ては転位セル境界とすべり線の形成に使用されたことになる。 その後、減面率 30%以上になると、転位は転位セル内に存在し始め、その量は増えていく。

図 2-14 に示すように、転位セルによる細粒強化硬さ Hv*cel は減面率 20%以上ではほぼ 120 で飽和している。減面率 20%以上では転位セル境界上の転位密度も飽和し、ホール・ペッチ式の 拘束係数 k が一定になっていると考えると、減面率 20%以上で Hv*cel が一定になることが理解 できる。減面率 10%における Hv*cel の低下は、転位セル境界上の転位密度が低く、拘束係数 k が小さいことによると考えられる。

図 2-15 の粗大すべり線間隔による細粒強化硬さ Hv*csl は減面率が大きくなるにつれて大きく

なり、減面率 30%で飽和している。図 2・2~2・6 の TEM 像によると、粗大すべり線の間隔は減面 率 10%材において 2µm で飽和し、それ以上のひずみでは粗大すべり線の根元に極めて微細すべ り線が増えて粗大すべり線がバンド状になっていく。ホール・ペッチ式を念頭において、粗大す べり線が結晶粒界と同じような働きをし、さらに粗大すべり線の根元に微細なすべり線が増える ほど、拘束係数 k が大きくなると仮定すると、Hv*csl が減面率 10%以上でも大きくなることが 理解できる。TEM 観察によると、減面率 30%以上でも微細なすべり線は増えているので、Hv*csl は大きくなるはずであるが、実際は減面率 30%で飽和している。この点については、微細すべり 線が粗大すべり線から遠くに形成されると、拘束係数 k を大きくすることに寄与しないと仮定す ると、粗大すべり線による強化も飽和すると考えられる。

以上の要点をまとめると、①減面率 20%において、転位セルの形成は終了し、それによる細粒 強化は飽和する。②減面率 30%において、2µm 間隔のバンド状の粗大すべり線による細粒強化が 飽和する。すなわち、細粒強化に寄与する組織は減面率 30%で完成する。③減面率 30%以上では、 転位セル内に転位が存在し始め、それによる転位強化が発現する。これらの減面加工率と SCC 挙動の関係を 2004 年報告書において考察しており、冷間圧延材の SCC 感受性が減面率 30%以上 の圧延材で急に敏感になる⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾のは、減面率 30%で転位セルや粗大すべり線による細粒強化が 飽和し、高強度が発現する冷間圧延組織すなわち加工硬化組織が完成することに関係しているの ではないかと指摘した。

2.4 小括

冷間圧延を施すことにより種々の硬さを有する低炭素ステンレス鋼の強化機構を、ナノーメゾ ーマクロ強度解析によって、組織因子ごとに硬さの増大分を定量化して示した。配管供試体に関 しても、SUS316(NG)と同じ強化メカニズムで説明できた。組織因子と強化機構の関係にヒート の違いは現れず、通常の原子力用低炭素ステンレス鋼における普遍的な関係であることを示した。

試験機種類	圧子種類	р	q	n
初進小蓮を試験	60°先端圧子, No.1 lever	$4.32 imes 10^{-5}$	108.0	1.216
1210以小192011399	115°先端圧子, No.2 lever	$1.404 imes 10^{-3}$	46.78	1.330
微小硬さ試験	115°先端圧子	$0.8734 imes 10^{-6}$	180.23	1.130

$ X = 1 = 2 / (N \times K \times $
--



図 2-1 ビッカース硬さ換算



図 2-1 ビッカース硬さ換算(続き)







(a)低倍率











(a)低倍率

(b)高倍率





(a)低倍率

(b) 高倍率

図 2-6 配管供試体の減面率 50%加工材の TEM 像



(a) 減面率 10%加工材

(b) 減面率 20%加工材





(c) 減面率 30%加工材

(d) 減面率 40% 加工材

図 2-7 超微小硬さ試験 60° 圧子による押込み力(F) - 押込み深さ(h) 曲線とビッカース換算結果 (続き)



(e) 減面率 50%加工材

図 2-7 超微小硬さ試験 60° 圧子による押込み力(F) – 押込み深さ(h) 曲線とビッカース換算結果 (続き)



(a)減面率 10%加工材

(b) 減面率 20% 加工材













(e)減面率 50%加工材

図 2-8 超微小硬さ試験機による押込み力(F)-押込み深さ(h)曲線とビッカース換算結果(続き)


















(e)減面率 50%加工材

図 2-9 微小硬さ試験機による押込み力(F)-押込み深さ(h)曲線とビッカース換算結果(続き)









図 2-11 1µm 超微細粒フェライト鋼と 30µm 粗粒フェライト鋼における硬さの圧痕サイズ依存 性



図 2-12 SUS316(NG)鋼の無加工材と減面率 50%加工材における硬さプロファイルと強化因子



図 2-13 原子力用低炭素ステンレス鋼における転位強化硬さ Hv*dis と減面率の関係



図 2-14 原子力用低炭素ステンレス鋼における転位セルによる細粒強化硬さ Hv*cel と減面率との関係



図 2-15 原子力用低炭素ステンレス鋼における粗大すべり線間隔による細粒強化硬さ Hv*csl と 減面率の関係

3. 配管供試体の塑性変形組織の観察と強度解析

3.1 はじめに

溶接熱影響部の硬化領域で顕在化した原子力用低炭素ステンレス鋼の IGSCC のき裂進展速度 は硬さに依存して、硬さの高い方が速くなる傾向が明らかにされつつある。しかしながら、なぜ 硬さに依存して IGSCC の進展速度が大きくなるのか、ある硬さ以上では進展速度の増加が飽和 するのかということまでは、必ずしも十分に明らかにされている訳ではない。本研究では、硬さ をパラメータとした種々の冷間圧延材を溶接熱影響部に模擬し、さらに SCC 試験が平面ひずみ 状態(小規模降伏状態)を保持する条件で実施されるため、これを模擬するものとして、工学的 な降伏応力に相当する塑性ひずみ 0.2%を付与する塑性変形開始点の変形組織を仮定した。

本章では、SCC き裂が粒界を選択して進展すること、及び硬さが高い程、進展速度が大きくな ることに注目して、塑性変形開始点における粒界・粒内の変形組織を TEM や原子間力顕微鏡 (AFM)を用いて観察すると共にナノ・メゾスケールにおける粒界強度を、微小硬さ試験機を用 いて測定し、粒内強度と比較することで、粒界の強度・組織の特異性を抽出し、原子力用低炭素ス テンレス鋼の粒界・粒内の変形・強度特性が、減面加工率の違い(硬さの違い)によって、3 通 りに分類されることが明らかになった。

3.2 実験方法

3.2.1 試験片作製

塑性変形を付与させるための薄板引張試験片を厚み 15mm の無加工材、減面加工率 10、20、 30、40、50%材から図 3·1 の寸法に作製した。平行部寸法は幅 6.3mm、長さ 12mm、厚み 1mm である。引張試験片の切出しとして、(1)試験片表面に研削によりひずみが入らないように厚み 1.5mm まで放電加工により切断し、(2)熱影響部を完全に取除くため、厚み 1.0mm まで両面を 1000 番までのペーパー研磨後、(3)平行部表面(図 3·1 中 A 面)を 1µm ダイヤモンド粒子まで の鏡面仕上げとした。

3.2.2 観察面の処理方法

変形組織のAFM観察用の表面処理として、化学機械研磨(CMP: Chemical Mechanical Polishing)を行った。なお、AFM観察面は図3-1の薄板引張試験片平行部A面である。CMP処理は、通常シリコンウェハー等の半導体材料の表面平滑処理に用いられる。研磨によるひずみを表面に導入することなく、シリコン表面を原子レベルまで平滑化できる技術として広く知られている⁽¹⁵⁾。最近では、このCMP技術が表面を無ひずみで完全に平滑化できるために、背面電子散乱パターンの観察面の処理に用いられている⁽¹⁶⁾⁽¹⁷⁾。

粒子径1µmのダイヤモンド粒子で鏡面仕上げされた試験片を、研磨布が底に付いた容器中にシ リカの微粉末200gを添加した500cm³の水溶液を溜め、試験片を溶液中に浸漬した。試験片と研 磨盤との圧力を10kPa程度に設定し、研磨盤を1rpsの遅い速度で回転させ、1·3時間程度の十分な 研磨を施した。なお、CMP研磨が十分かどうかの目安のために、予め部分的に電解研磨を施して おき、電解研磨の痕跡が完全に無くなるまでCMP研磨を施すことにした。

上記の処理後に試験片に対して、最初に特級アセトン、次いで特級エタノールを2回取り替え て、それぞれの洗浄液中において5-10分程度、超音波洗浄を行った。さらに、CMP処理に用いた コロイダルシリカを除去するために、水溶性粉状洗浄剤を3%溶解した水溶液中にて10分間超音波 洗浄し、続いてイオン交換水で超音波洗浄した。その後、直ちに特級エタノール中で10分程度超 音波洗浄を行った。

変形後の AFM 観察では CMP 面を用いた。一方、粒界・粒内硬さ測定においては、8%過塩素酸、10%ブトシキエタノール、70%エタノール、12%蒸留水からなる溶液中で電圧 40V の条件下で電解研磨を施した後、室温の王水系腐食液(水1:硝酸1:塩酸3)中で 30s 間腐食し、粒界を現出させた。

3.2.3 引張試験

配管供試体の母材(無加工材)、減面加工率10、20、30、40、50%材に対して、図 3-1の薄板 引張試験片の平行部(幅 6.3mm、長さ 12mm、厚さ 1mm)にゲージ長さ 10mm(フルスケール 10%)の伸び計を装着し、室温大気中でクロスヘッド上昇速度 0.1mm/min で引張試験を行った。 引張試験中、応力--ひずみ曲線を監視し(変形速度が十分に遅いために確認が容易である)なが ら、弾性点を越えて、塑性成分のひずみ量が 0.2%になった時点でクロスヘッドの上昇をストッ プさせた。その後、クロスヘッドを 0.05mm/min の速度で下降させ、引張荷重がゼロになる手前 でストップし、塑性ひずみ量が 0.2%であることを確認した。試験機から引張試験片を取り出し、 観察面を傷つけないように伸び計を取り外した。

3.2.4 TEMによる組織観察

薄膜試料に供するため、図 3-1 の引張試験片平行部 A 面に沿って 5×5mm 角板を切出した。 エメリー紙により厚さ 60µm まで研磨した後、3mm Φの試料を中心部から打ち抜き、テヌポール により電解研磨により薄膜にした。電解研磨液は 5vol.%過塩素酸-氷酢酸溶液の混合液を用いて、 電圧 70V、電流 100mA の条件下で電解研磨を行った。日立製作所製 H-800 形 200kV 分析電子 顕微鏡を用いて、観察は加速電圧 200kV で行った。

3.2.5 AFM 観察

AFM は原子レベルの垂直分解能を有すると共に、高さ情報を数値化して得ることができる ⁽¹⁸⁾⁻⁽²⁰⁾。本実験ではデジタルインスツルメント社製ディメンジョン 3000 形大型ステージ付走査プローブ顕微鏡を用いた。AFM 観察は、共振周波数 300kHz の振動モード (タッピングモード)、0.3Hz の走査速度の下で大気中において行った。用いたスキャナーの最大走査範囲は縦横方向で 120µm、高さ方向で 5µm であった。用いたカンチレバーはオリンパス社製シリコン材質で、ば ね定数は 20N/m、共振周波数は 300kHz、探針先端径は 5-10nm であることが保証されている。

鉄鋼微細複相組織に対する AFM 観察の著者らの経験上⁽²¹⁾⁻⁽²⁴⁾、カンチレバーの探針先端を傷めず に鮮明な AFM 像を得るために、スキャナーの走査速度を半導体等の単相組織観察よりかなり遅 めに設定した。90µm 四方視野を測定する場合には 0.1Hz(撮り終えるのに 90分)、60µm 四方 視野の場合には 0.15Hz(撮り終えに 60分)、20µm 四方視野の場合には 0.4Hz(撮り終えに 15 分)とした。

3.2.6 微小硬さ試験機による粒界・粒内硬さの測定

微小硬さ試験には島津製作所製 DUH201 形微小硬さ試験機を用いて行った。負荷できる荷重 範囲は 1-2000mN である。微小硬度計では、単結晶金属を標準試料とした既知の基準 F・h 曲線と の比較から、ビッカース硬度に換算している。AFM 組織観察と同様に、硬さ測定も A 面で行っ た。また、微小硬さ試験では対稜角 115°の三角錐ダイヤモンド圧子を用いて行った。なお、付 属の光学顕微鏡により、粒界・粒内における硬さ測定の位置決めを行った。サブグレインや粗大 すべり線による硬化が顕在化するメゾ (1µm) スケールの硬さ測定を目的としていることから、 荷重範囲は 1-500mN とした。すなわち、圧痕サイズが 10µm 程度になることを狙っている。粒 界直上部を狙って圧子を打ち込んで計測されたメゾ硬さを粒界硬さ、粒内中央部を狙って計測さ れたメゾ硬さを粒内硬さとした。図 3・2 に王水腐食面の微小硬さ試験機による押込み試験後の光 学顕微鏡写真を示す。

3.3 実験結果および考察

3.3.1 塑性変形開始点における TEM 組織

図 3-3~3-6 に、配管供試体の無加工材、減面率 20、30、50%加工材の TEM 組織像をそれぞ れ示す。図 3-3 の無加工材では、全体に転位密度が低いために、転位が粒界近傍において 1-2µm 間隔でタングルしている様子が明瞭に判別される。直線上にタングルしているが、転位密度は低 くバンド状には形成されていない。塑性変形開始点では粒内に比べて、粒界近傍の方が転位密度 の高いことが分かるが、粒界・粒内全体に転位密度は低く、転位タングルのコントラストも明瞭 ではない。

図 3-4 の 20%加工材では、無加工材に比べて転位密度が増加している。粒界近傍に 1-2µm 間 隔で直線上に転位のタングルのコントラストが強くなっており、ややバンド状を呈している。図 3-5 の 30%加工材では、元々の冷間圧延による転位組織に加え、変形で導入された転位により、 粒界近傍で 0.2-0.5µm の細かい間隔でコントラストの強いすべり線が見られる。

一方、図 3-6 の 50%加工材では、TEM 組織で粒界は直線状ではなく湾曲している。すべり線の コントラストは強くなると共に幅も広がり、若干湾曲が見られる。もともとが減面率 50%の強加工 材なので、図 2-5 の冷間圧延組織と塑性ひずみ量 0.2%を付与した組織の間で差が明瞭ではない。

したがって、**TEM** 組織だけでは、無加工材では塑性変形開始点に導入される粒界近傍の変形 の様子が判るが、冷間圧延材では変形前と塑性変形開始点ではその差が明瞭ではなく、降伏状態 で導入される変形の様子を明瞭にできないことが判った。

3.3.2 AFM によるすべり変形の観察

図 3-7~3-12 に塑性ひずみ量 0.2%を付与した無加工材、減面率 10、20、30、40、50%加工材 の AFM 像をそれぞれ示す。像のコントラストが表面高低差を現しており、同一倍率の AFM 像 における表面高低差のフルスケールは同一に揃えている。(a)の 90µm 視野の低倍率像での高さ のフルスケールは 100nm、(b)、(c)の高倍率像では 40nm である。なお、AFM 像の水平方向が 引張方向である。変形前では完全な平滑面であるが、変形によりすべり線が現出されると共に粒 界に変形が局在化することで粒界の場所を判別することができる。

図3-7の無加工材では、低倍率像を見ると5-10µm 程度の間隔で段差の大きいすべり線が現れ、 その間に段差の小さいすべり線が現れている様子が良く判る。また、粒界はコントラストの差(段 差)が大きいため判別し易い場合もあるが、高低差が現れず、すべり線が止まっているだけで判 別し難い場合もある。高倍率像を見るとnmレベルの段差を有しているすべり線が1-2µm 間隔で 見られる。粒界面に対して垂直なすべり線もあれば、粒界面に沿って平行に並んでいるすべり線 も存在している。段差の大きいすべり線は粒内全体を突き通っているが、粒界面に垂直な段差の 小さいすべり線は粒内方向に進むに従い不明瞭になり、粒界近傍に局在化している場合がある。 また、粒界面に平行なすべり線の間隔は、粒界近傍で狭くなっており、局在化している場合も見 られた。無加工材と同様な傾向は、図3-8の10%加工材でも見られている。高倍率像では粒界近 傍のすべり線が粒内に向かうに従い、見えなくなっている様子が良く判る。

一方、図 3-9 の 20%加工材では、5-10µm 間隔の段差はより大きくなる。高倍率像で詳細に見 ると、段差は一段ではなく極めて狭い範囲に数段の段差で構成されていることが判る。これらの 様相はすべり線がバンド状になっている TEM 組織像と良く一致している。無加工材や 10%加工 材とは異なり、段差の大きいすべり線が際立っており、それらのすべり線の一部が粒界近傍に局 在化している。図 3-10 の 30%加工材でも同様に、すべり線の段差が一層高くなると共に段差の 大きいすべり線間隔が狭くなり、全体的な様相として、段差の大きいすべり線に覆われている。 詳細に見ると、粒界近傍のすべり線密度の方が粒内より高いことが判る。また、図 3-11 の 40% 加工材では、段差は大きく、すべり線間隔はより一層狭くなり、密度は高くなっている。

しかし、図 3-12 の 50%加工材になると、粒界の湾曲が、これより小さい減面率加工材とは異なり、顕著になり、途中で粒界の場所が不明瞭となっている。すべり線も曲線的である。さらに 50%加工材で特徴的なのは、粒内で局所的にすべり線が集中する領域が存在し、局在化すること である。

3.3.3 粒内·粒界硬さ測定

図 3-13~3-18 は、それぞれ無加工材、減面率 10、20、30、40、50%加工材の(a)変形前と(b) 塑性ひずみ量 0.2%付与後の粒内および粒界硬さのヒストグラムである。粒内、粒界それぞれ 50 箇所程度を計測しており、粒界を測定した結晶粒では、その粒内を測定している。また、表 3-1 に粒内・粒界硬さの統計値のまとめを示す。

図 3-13 の無加工材の塑性変形開始点では、粒内硬さの範囲は 155-207HV で、平均硬さの値は

181HV である。一方、粒界硬さの範囲は 140-232HV で分布が広がっているが、平均値は 183HV で、粒内とほぼ同じである。図 3-14 の 10%加工材の(a)の変形前では、粒内硬さの範囲は 168-226HV で平均値は 192HV、粒界硬さの範囲は 174-228HV で平均値は 198HV である。(b) の変形後では、粒内硬さの範囲は 165-255HV で平均値は 196HV、粒界硬さの範囲は 170-230HV で平均値は 197HV となり、変形後でも粒内と粒界とで有意差が有るとは言えない。

図 3-15 の 20%加工材の(a)の変形前では、粒内硬さの範囲は 194-280HV で平均値は 230HV で、粒界硬さの範囲は 200-285HV で平均値は 229HV で、変形前には粒内と粒界とで有意差はない。(b)の変形後では、粒内硬さの範囲は 200-261HV で平均値は 228HV で、粒界硬さの範囲は 207-282HV で平均値は 241HV となり、粒内硬さとの差は+△13HV あり、ヒストグラムの広が りから見ても、有意差があると言える。

図 3-16 の 30%加工材の(a)の変形前では、粒内硬さの範囲は 212-290HV で平均値は 248HV で、粒界硬さの範囲は 220-285HV で平均値は 253HV で、変形前では僅かに粒界硬さの方が高い 程度である。(b)の変形後では、粒内硬さの範囲は 223-305HV で平均値は 261HV で、粒界硬さ の範囲は 231-314HV で平均値は 271HV となり、粒内硬さとの差は+△10HV となり、ヒストグ ラムの広がりから見ても、有意差があると言える。

図 3-17 の 40%加工材の(a)の変形前では、粒内硬さの範囲は 215-307HV で平均値は 257HV で、粒界硬さの範囲は 213-320HV で平均値は 258HV で、変形前には粒内と粒界とで有意差はない。(b)の変形後では、粒内硬さの範囲は 228-316HV で平均値は 258HV で、粒界硬さの範囲は 234-310HV で平均値は 269HV となり、粒内硬さとの差は+△11HV となり、ヒストグラムの広がりから見ても、有意差があると言える。

図 3-18 の 50%加工材の(a)の変形前では、粒内硬さの範囲は 230-312HV で平均値は 270HV で、粒界硬さの範囲は 225-304HV で平均値は 261HV で、変形前ではむしろ粒内硬さの方が高く なっている。(b)の変形後では、粒内硬さの範囲は 243-323HV で平均値は 274HV で、粒界硬さ の範囲は 220-317HV で平均値は 278HV となり、粒内硬さとの差は+△4HV となり、僅かに粒界 の方が高いに過ぎない。

以上の結果を TEM と AFM 組織像から考察する。無加工材と 10%加工材の TEM 像では、粒 界近傍に直線上に転位のタングルが見られ、粒界近傍に局在化している様子を観察できるが、転 位密度は低く、コントラストも小さい。また、AFM 像でも段差の小さいすべり線が粒界近傍に 局在化しているが、段差の大きいすべり線(高倍率像で確認するとすべり帯)は粒内を突き通っ ており、粒界近傍に局在化していない。転位密度が低いあるいは段差の小さいすべり線は、粒界 硬さの増加に寄与しないと考えられる。

一方、20、30、40%加工材では、TEM 像による粒界近傍に局在化しているすべり線は転位密 度が高く、バンド状を呈している。AFM 像では段差の大きいすべり線が粒内を突き通っている ものもあるが、粒界近傍に局在化しているものもあり、転位密度が高くバンド状で段差の大きい すべり線(帯)は、粒界硬さの増加に寄与していると考えられる。

一方また、50%加工材の TEM 像では粒界が湾曲している。すべり線はコントラストが強くバ

ンド状を呈しているが、これも湾曲している。AFM 像でも粒界は湾曲しており、一部粒界の場 所が不明瞭になっているが、粒内と思われる領域ですべり線が局在化している。強加工による粒 内のサブグレイン化が顕著であるために、冷間圧延組織では一種の細粒化が起きているのではな いかと推察される。このため、粒内と粒界とで硬さの差がほとんど無くなると考えられる。

3.4 小括

原子力用低炭素ステンレス鋼の塑性変形開始点の粒界・粒内変形と粒界・粒内硬さの関係は、減 面加工率の違いによって異なる。無加工材と減面率10%材では変形後の粒界と粒内の硬さに差は 無かった。粒界近傍にすべり線の局在化が見られるが、すべり線の段差は小さく転位密度も低い ために、粒界硬さの増加に寄与しないと考えられる。

一方、減面率 20、30、40%材では変形後の粒界硬さは粒内より高くなり、段差の大きいすべり 線が粒界近傍に局在化し、すべり線は転位密度が高くバンド状を呈しており、粒界硬さの増加に 寄与すると考えられる。

しかし、減面率 50%材では変形後の粒界と粒内の硬さの違いは小さくなった。強加工により粒 界は湾曲しており、一部の粒界では場所を特定できない場合もあった。粒内においてもすべり線 の局在化が見られ、粒内における転位組織の不均一性の増大あるいはサブグレイン化が顕著であ る所と顕著でない所の違いのために、粒内におけるすべりの局在化が促進されたと考えられる。

以上のような、硬さ(減面加工率)と粒界-粒内の変形・強度バランスの関係は、IGSCCの き裂進展特性と何らかの相関のあることが推察される。 表 3-1 微小硬さ試験機による冷間圧延材の変形前と塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後) における粒内硬さと粒界硬さの統計値

	粒内硬さ HV	粒界硬さ HV
	平均值 最小值 最大值 標準偏差	平均值 最小值 最大值 標準偏差
無加工材 変形前 変形後	181 155 207 15	183 140 232 22
減面率 変形前 10%加工材 変形後	191 168 226 13 196 165 255 16	198 174 228 14 197 170 230 15
減面率 変形前 20%加工材 変形後	230 194 280 20 228 200 261 13	229 200 285 20 241 207 282 19
減面率 変形前 30%加工材 変形後	248 212 290 19 261 223 305 21	253 220 285 17 271 231 314 22
減面率 変形前 40%加工材 変形後	257 215 307 24 258 228 316 21	258 213 320 20 269 234 310 22
減面率 変形前 50%加工材 変形後	270 230 312 25 274 243 323 18	261 225 304 16 277 220 317 24



図 3-1 圧延加工材から切出した引張試験片寸法



図 3-2 王水腐食面の微小硬さ試験機による押込み試験後の光学顕微鏡写真



(a)低倍率(b)高倍率図 3-3 無加工材の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)のTEM 像



(a)低倍率

(b)高倍率







(b)高倍率

図 3-5 減面率 30%加工材の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)の TEM 像



(a)低倍率

(b)高倍率





15 μ m (b) 60μm 四方視野の中倍率像 粒界

図 3-7 無加工材の CMP 面の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)における AFM 像 図の水平方向が引張方向である。



(a)90µm 四方視野の低倍率像

図 3-8 減面率 10%加工材の CMP 面の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)における AFM 像 図の水平方向が引張方向である。



(c) 20µm 四方視野の高倍率像

図 3-8 減面率 10%加工材の CMP 面の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)における AFM 像(続き) 図の水平方向が引張方向である。



(b) 60µm 四方視野の中倍率像

図 3-9 減面率 20%加工材の CMP 面の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)における AFM 像 図の水平方向が引張方向である。



粒界 ——

(d) 20µm 四方視野の高倍立像

 $4 \mu m$

図 3-9 減面率 20%加工材の CMP 面の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)における AFM 像(続き) 図の水平方向が引張方向である。



(a) 90µm 四方視野の低倍率像 粒界



(b) 60µm 四方視野の中倍率像

図 3-10 減面率 30%加工材の CMP 面の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)における AFM 像 図の水平方向が引張方向である。



(c) 20µm 四方視野の高倍率像

図 3-10 減面率 30%加工材の CMP 面の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)における AFM 像(続き) 図の水平方向が引張方向である。



(b) 60µm 四方視野の中倍率像

図 3-11 減面率 40%加工材の CMP 面の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)における AFM 像 図の水平方向が引張方向である。



(d) 20µm 四方視野の高倍率像

図 3-11 減面率 40%加工材の CMP 面の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)における AFM 像(続き) 図の水平方向が引張方向である。

JAEA-Research 2008-064



粒界 (a) 90µm 四方視野の低倍率像-視野1



粒界 (b) 60µm 四方視野の中倍率像ー視野 1

図 3-12 減面率 50%加工材の CMP 面の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)における AFM 像 図の水平方向が引張方向である。

JAEA-Research 2008-064



(c) 20µm 四方視野の低倍率像-視野1

粒界



(d) 20µm 四方視野の低倍率像-視野1

図 3-12 減面率 50%加工材の CMP 面の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)における AFM 像(続き) 図の水平方向が引張方向である。

JAEA-Research 2008-064



(f)60µm 四方視野の低倍率像-視野2

図 3-12 減面率 50%加工材の CMP 面の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)における AFM 像(続き) 図の水平方向が引張方向である。



(g)20µm 四方視野の低倍率像-視野2

図 3-12 減面率 50%加工材の CMP 面の塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)における AFM 像(続き) 図の水平方向が引張方向である。







(a)変形前



⁽b) 塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後) 図 3-14 減面率 10%加工材の(a) 変形前と(b) 塑性変形開始点における粒内硬さと粒界硬さの分布





⁽b) 塑性変形開始点(塑性ひずみ量0.2%付与後)

図 3-15 減面率 20%加工材の(a)変形前と(b) 塑性変形開始点における粒内硬さと粒界硬さの分布



⁽b) 塑性変形開始点(塑性ひずみ量0.2%付与後)

図 3-16 減面率 30%加工材の(a)変形前と(b) 塑性変形開始点における粒内硬さと粒界硬さの分布



(a)変形前



⁽b) 塑性変形開始点(塑性ひずみ量0.2%付与後)

図 3-17 減面率 40%加工材の(a)変形前と(b) 塑性変形開始点における粒内硬さと粒界硬さの分布



⁽b)塑性変形開始点(塑性ひずみ量 0.2%付与後)

図 3-18 減面率 50%加工材の(a)変形前と(b)塑性変形開始点における粒内硬さと粒界硬さの分布
4. IGSCC メカニズムの検討

本研究では、IGSCC プロジェクトにおいて得られる SCC 進展特性の妥当性を SCC メカニズ ムの観点から評価するために、き裂先端の変形解析や組織観察をナノレベルまで踏み込んで詳細 に調べ、ナノ、メゾ、マクロ領域での硬さを統一強度指標として採用し、必要な基礎データ(主 として、き裂先端部での粒内・粒界における結晶方位、ひずみ、硬さ、すべり線、転位等の組織 データ)を取得することを目的として研究を実施してきた。ここでは、IGSCC プロジェクトに おいて SCC 進展試験を実施した試験片に対して、2005 年度に実施したデータと今年度追加実施 したデータ及び成果を基に定量的な評価を実施し、IGSCC メカニズムの検討を試みる。

4.1 IGSCC プロジェクト試験片

実機配管模擬材溶接部における SUS316TP 配管側でのひずみ分布、特に結晶粒界近傍のひず み分布を EBSP 法で測定するため、JNES より供試体を貸与して頂いた。供試体は PLR 配管溶 接供試体 1B(1B-S01 溶接部)であり、その化学組成を表 4-1 に示す。供試体の受入時外観を図 4-1 に示す。溶接部より左側が SUS316TP であり右側が SUSF316 である。溶接は、通常開先形 状に加工した 600A 直管を TIG 溶接法で接合した。溶接条件を表 4-2 に示す。

実機配管模擬材溶接部におけるき裂進展速度を調べた試験片のき裂線先端近傍の変形挙動を調 べるために、JNES よりき裂進展試験片(PF1MN101 及び PF2MN101)を貸与して頂いた。 SUSF316と SUS316TP の 600A 直管を通常開先形状に加工し、TIG+SMAW 溶接法で溶接した PLR 配管溶接供試体 1A(1A-S01 溶接部)の SUSF316 鋼 HAZ 部から、き裂進展試験片は採取 された。直管とその HAZ 部の化学組成及び溶接条件を表 4-3 及び 4-4 にそれぞれ示す。き裂進 展試験片は 0.5T-CT 試験片であり、き裂先端の硬さが異なるように、図 4-2 に示す 2 箇所から採 取された。環境中 SCC き裂進展試験(高温水温度:288℃、腐食電位:150mVSHE 以上、導電 率:0.1µS/cm 以下(入口)及び 0.2µS/cm 以下(出口))により IGSCC を進展させた後、図 4-3 に示すように試験片を肉厚中央部から試料を放電加工により切りだした。き裂の進展の様子を、 図 4-4 及び 4-5 に示す。これらの写真より、き裂先端が PF1MN101 試験片では溶融線から約 1.4mm の位置に、PF2MN11 試験片では溶融線より約 9.1mm の位置にあることが分かる。詳細 は、参考文献⁽²⁵⁾に示した。

4.2 ひずみ及び粒界性格の測定方法

4.2.1 ひずみ測定方法

図 4-1 の供試体の SUS316TP の HAZ 部におけるビッカース硬さ (Hvi) 測定試験結果を図 4-6 に示す。これらの分布から、図 4-7 に示すような HAZ 部での硬さ分布の領域をケガキ、溶接ルート部付近を細切断し (図 4-8)、各硬さ分布領域内の中心部付近を EBSP により測定した。詳細 な測定位置を図 4-9 に示す。一方、溶接熱影響を受けていない配管部位でのひずみ分布を調べるため、SUS316TP 配管の左端部を図 4-10 の様に切断した。配管厚さ方向でのひずみ分布の依存

性を調べるため、図 4-11 に示す内表面近傍、1/4 厚さ位置、1/2 厚さ位置、3/4 厚さ位置及び外表 面近傍の5箇所を測定した。

き裂進展試験片は SUSF316 の HAZ 部より採取されたものであり、き裂先端でのひずみ分布 を測定するため同一材料である図 4-1 の供試体の SUSF316 側の端より試料を切り出し、配管肉 厚中央部付近での EBSP 観察を行った。図 4-12(a)及び(b)には供試材からの試料作製部位と供 試材を示す。

ひずみ分布を推測するため、塑性変形により生じる転位網の発達により結晶内の局所的な misorientation が変化する特性を利用した。局所的な misorientaion は方位像顕微鏡により測定 した。島津製作所製高輝度電子銃付き走査型電子顕微鏡 (SuperScan) に設置した TSL 社製方位 像顕微鏡 OIMTMにより、2µm ステップで電子後方散乱回折像を取得し結晶方位を求め、これら の結晶方位の第3次カーネル間の misorientaion を 50µm 平方の領域毎に平均し、その値から塑 性歪み量に換算した。この換算のため、H16 年度に 288℃にて低ひずみ速度で塑性変形を生じさ せた標準試験片を作製し、塑性変形量と misorientaion 量の関係式を得た⁽²⁶⁾。本研究では以下の 式で、misorientation 量と塑性変形量の変換を行った。

$$\varepsilon_p = \frac{M - M_0}{7.5275} \tag{4-1}$$

ここで、 ε_p :塑性歪み量(%)、M:微小領域内の平均 misorientaion 量、 M_0 :母材の平均 misorientaion 量である。母材の平均値は、本試験研究により溶接熱影響部から離れた位置で得られた値を使用した。

4.2.2 粒界性格の測定方法

IGSCC は粒界を進展するが、粒界のエネルギーは粒界性格に依存して変化することが知られ ている。粒界エネルギーは粒界転位のエネルギーに影響することから、粒界性格は粒界すべりに 影響することが考えられる。粒界すべりは IGSCC 進展挙動に影響すると考えられていることか ら、粒界性格は IGSCC 進展挙動に影響することが考えられる。また、溶接熱サイクルの影響に より粒界性格などが変化する可能性も考えられる。これらのことから、PLR 配管溶接供試体 1B の SUS316TP 側と PLR 配管溶接供試体 1A の SUSF316 側の HAZ 部の粒界性格を調べた。

結晶粒界性格の解析においては、結晶方位マップと粒界性格毎の長さの割合の数値データを得た。結晶方位マップとしては、通常は1方向からの観察しか行われないが、本研究においては図4-13に示す座標関係において複数の方位から解析を行った。一方、粒界性格毎の長さの割合の測定においては、粒界性格として小角粒界(Σ1)、双晶境界(Σ3)、対応粒界(Σ5-27)及びこれら以外のランダム粒界で区分した。これらの区分に当たり、試料表面の傷や汚れなどにより、OIMTMの既存のソフトでは粒界の有無やその性格などについて判断を誤るため、イメージクオリティ像及び複数の方向から得た結晶方位マップを元に、JAEAが開発したソフトを用いて解析を行った。

具体的には、傷や汚れなどで粒界性格が不明の場合には、手書きによるデータ追加・削除などで 解析を行い、OIM™既存のソフトによる結晶粒の判断を参考に亜粒界などの同定をし、粒界性格 毎の長さをソフトで計算した。

4.3 実験結果及び考察

4.3.1 ひずみ測定

4.3.1.1 PLR 配管溶接供試体 1B の非溶接熱サイクル影響部 (SUS316TP) でのひずみ測定

図 4-14 及び図 4-15 に、図 4-11 に示した PLR 配管溶接供試体 1B の直管厚さ方向 5 箇所の misuorientation マップ及びひずみ分布のコンター図を示す。なお、図中には、粒界性格区分(Σ 1:緑、 Σ 3:黄、 Σ 5-27:青、ランダム粒界:黒)に従い、結晶粒界も示した。Misorientation マップは、OIMTMの標準ソフトで計算し、第 3 次カーネル間の misorientation が 5°以上ずれ ている場合には、計算から除外する条件で測定した。Misorientation マップでは研磨傷が生じて いる部位で、高い misorientation が観察されているだけであり、粒界近傍の局所的なひずみ蓄積 は観察されなかった。一方、ひずみ分布の計算では、式(4-1)を用いたが母材の平均 misorientaion 量 Moには5箇所の平均値を用いた。ひずみ計算を行うプログラムはJAEAが開発した物であり、 パラメータとして第 3 次カーネル間の misorientation を 15°まで認める条件で、式(4-1)に示し た構成方程式を得た。そのため、ほとんどひずみがない条件では、 Σ 1粒界を第 3 次カーネルの 測定点間に含む場合には、粒界と判断せず、多量の転位の滞積によるひずみの存在と同じ物とし て計算してしまうため、大きなひずみ値を表示してしまう。従って、図 4-15 では Σ 1粒界の近傍 に大きなひずみが存在するような結果が得られたが、これはプログラムのパラメータ選択の問題 から生じたものであり、これを考慮すると、ほとんどひずみは存在しないことが分かる。

図 4-16 には、直管厚さ方向の misorientation の分布を示す。半導体用シリコン単結晶を用い て測定した装置固有の測定誤差 (misorientation の誤差) が 0.5°程度であることを考慮すると、 直管厚さ方向ではほとんど misorientation に違いがないことが考えられる。図 4-17 には直管厚 さ方向のひずみ分布を示す。ひずみは 0.8mm×2.0mm の領域の平均値であり、測定誤差を考慮 するとひずみ分布はほぼ均一であると考えられる。

4.3.1.2 PLR 配管溶接供試体 1B の溶接熱サイクル影響部 (SUS316TP) でのひずみ測定

図 4-18 及び 4-19 に、図 4-9 に示した PLR 配管溶接供試体 1B の直管内面側 HAZ 部の misuorientation マップ及びひずみ分布のコンター図を示す。なお、図中には、粒界性格区分 (Σ 1:緑、 Σ 3:黄、 Σ 5-27:青、ランダム粒界:黒) に従い、結晶粒界も示した。Misorientation マップ及びひずみ分布のコンター図は、上述した方法と同じ方法で得た。これらの図から明らか なように、硬さの硬い領域ほど粒界近傍、特に粒界 3 重点近傍で misorientation 及びひずみが大 きい傾向が見られた。また、比較的大きな結晶粒と比較的小さな結晶粒(亜粒界も同様)が接す る粒界 (粒界 3 重点) で、大きなひずみの蓄積が見られた。一方、粒内のひずみは粒界近傍に比 べて小さかった。このことから、溶接熱サイクルにより、転位が粒界近傍に滞積していることが 考えられる。

図 4-20 には PLR 配管溶接供試体 1B の直管内面側 HAZ 部での misorientation と溶融線から の距離の関係を示す。図には、非溶接熱サイクル部で得られたデータも含めた。溶融線から 20mm 程度の距離まで、溶接熱サイクルにより misorientation が大きくなっていることが分かる。また、 図 4-21 に見られるように、塑性ひずみもまた溶融線から 20mm 程度の所までで大きくなってお り、溶融線近傍では観察領域の平均値として 10%程度のひずみが生じていると考えられる。従っ て、図 4-19 に見られたように粒界近傍でひずみが大きく、粒内ではひずみが小さいことを考え ると、粒界近傍での局所的なひずみは 10%以上の値であると考えられる。

4.3.1.3 PLR 配管溶接供試体 1A の溶接熱サイクル影響部(SUSF316) でのひずみ測定

PF1MN101 及び PF2MN101 試験片のき裂先端部を用いて、PLR 配管溶接供試体 1A の溶接熱 サイクル影響部 SUSF316 側のひずみを測定するため、図 4-12 に示した SUSF316 直管の非溶接 熱サイクル影響部の EBSP 観察を行った。図 4-22 及び 4-23 には、それぞれ、misorientation マ ップとひずみ分布を示す。なお、図中には、粒界性格区分(Σ 1:緑、 Σ 3:黄、 Σ 5-27:青、ラ ンダム粒界:黒) に従い、結晶粒界も示した。図 4-22 に見られるように、misorientation 角度 は小さく局所的に高い部位も見られなかった。ひずみに関しても、先に述べたようにプログラム のパラメータの設定の関係から Σ 1 粒界近傍で高いひずみが存在する様に表示されてしまうが、 実際には Σ 1 粒界近傍にひずみはなく、SUSF316 直管の肉厚中心部当たりではほとんど局所的な ひずみが存在しないことが分かる。これらの結果を基に、き裂進展試験片を用いて溶接部近傍の ひずみを以下で計算する。

図 4-24 に溶融線近傍のひずみ測定位置を示す。このひずみ測定部位は、PF1MN101 試験片の き裂先端部に位置する。図 4-25 には溶融線から約 1.4mm 離れた位置のひずみ分布を示す。 SUS316TP の HAZ 部で観察された結果同様、粒界近傍でひずみが高く(20%程度)なっており、 特に粒界 3 重点でのひずみの蓄積が大きい傾向が見られた。また、比較的大きな結晶粒と比較的 小さな結晶粒(亜粒界も同様)が接する粒界(粒界 3 重点)で、大きなひずみの蓄積が見られた。

図 4-26 に溶融線とひずみ測定位置の関係を示す。このひずみ測定部位は、PF2MN101 試験片 のき裂先端部に位置する。図 4-27 には溶融線から約 9.1mm 離れた位置のひずみ分布を示す。溶 融線から 1.4mm 離れた部位での結果と比べるとひずみは低くなったが、粒界近傍では 10%程度 の局所ひずみが観察された。ひずみが高い部位は、Σ1 粒界の所でひずみ計算プログラムのパラ メータの設定値の関係で高くなったためであり、実際にはひずみの蓄積はないと考えられる。

溶接溶融線から約 1.4 及び約 9.1mm 離れた領域での平均塑性ひずみはそれぞれ、10.3±4.0% 及び 4.7±2.4%であった。

4.3.1.4 IGSCC 先端部でのひずみ測定

図 4-28 には、SUSF316 鋼 HAZ 部の硬さの高い領域から採取した、PF1MN101 試験片の IGSCC き裂先端近傍での塑性ひずみ分布を示す。HAZ 部の硬さの高い領域は図 4-25 に示したよ うに元から粒界近傍でのひずみが高く、IGSCC が進展した粒界固有の特徴を区分しにくい。そのため、図 4-28 の下部のひずみ値を式(4-1)の基準値 M_0 として、き裂近傍のひずみ分布を計算したものを、図 4-29 に示す。き裂が進展した粒界では、その片側の結晶粒に大きなひずみが生じている場合が多かった。図 4-30 には溶接金属側でのき裂先端から直管内面側へのひずみ分布の様子を示す。き裂先端の極近傍 (50µm 程度、結晶粒 1 個程度) で、下地のひずみ (平均で 10% 程度) に加えて 10~20%程度の塑性ひずみが生じている。この局所的な塑性ひずみ挙動は、従来の HRR 理論で生じ得る値ではなく、近年提唱された Taylor-based nonlocal theory of plasticity 又は mechanism-based strain gradient plasticity⁽²⁷⁾⁻⁽³¹⁾と呼ばれる転位の局所的な蓄積が起因して生じた可能性が考えられる。

図 4-31 には、PF2MN101 試験片の IGSCC き裂先端近傍での塑性ひずみ分布を示す。 PF1MN101 試験片の場合と同様に下地のひずみの影響を取り除くため、図 4-31 の下部のひずみ 値を式(4-1)の基準値 Moとして、き裂近傍のひずみ分布を計算したものを、図 4-32 に示す。き 裂が進展した粒界では、その片側の結晶粒に大きなひずみが生じている場合が多かった。図 4-33 には溶接金属側でのき裂先端から直管内面側へのひずみ分布の様子を示す。き裂先端の極近傍 (50µm 程度、結晶粒 1 個程度)で、下地のひずみ(平均で 5%程度)に加えて 10~20%程度の 塑性ひずみが生じていた。

これらの結果より、き裂の周囲では下地のひずみに加えて、10~20のひずみが一方の結晶粒に 生じていることが分かった。

4.3.2 粒界性格の測定

4.3.2.1 PLR 配管溶接供試体 1B の溶接熱サイクル影響部 (SUS316TP) での粒界性格分布

溶接熱サイクルにより結晶粒界の性格が変化するか否かを検討するため、非溶接熱サイクル影響部(SA部、図 4-14 及び 4-15 の位置)と溶接熱サイクル影響部(HAZ部、図 4-18 及び 4-19 の位置)のひずみ測定部位の粒径性格分布を比較した。図 4-34 及び 4-35 には、SA部と HAZ部の粒界性格マップを示す。これら各部位の粒界性格割合を、図 4-36 に示す。HAZ部ではランダム粒界の割合が多いように見える。そこで、図 4-37 に、SA部と HAZ部の各粒界性格の平均と分散を示した。亜粒界の大部分を占める 23 粒界のばらつきを考慮すると、HAZ部で明らかに粒界性格が変化しているとは考え難い。従って、溶接熱サイクルは粒界性格の割合に影響を与えなかったと考えられる。

4.3.2.2 PLR 配管溶接供試体 1A の溶接熱サイクル影響部(SUSF316)での粒界性格分布

図 4-38 には、溶接熱サイクル影響部(HAZ 部、PF2MN101)の粒界性格マップを示す。図 4-39 には、別の供試体であるが SUSF316 の非溶接熱サイクル影響部(図 4-22 および 4-23 のひ ずみ測定部位)の粒界性格マップを示す。これら各部位の粒界性格割合を、図 4-40 に示す。ば らつきを考慮すると、溶接熱サイクルにより、粒界性格が変化したとは考えにくい。

4.3.3 き裂が進展した粒界の Taylor 因子及び Schmid 因子

図 4-41 には、PF1MN101 及び PF2MN101 試験片での IGSCC き裂が進展した部位の結晶の Taylor 因子を示す。き裂は、Taylor 因子差が大きい粒界を優先的に進展しているようなことは見 られなかった。図 4-42 には同じ領域の schmid 因子を示す。Taylor 因子の場合同様、特に schmid 因子差が大きい粒界を IGSCC が進展している傾向は着られなかった。

4.3.4 IGSCC プロジェクト試験片の平均的な HAZ 部の TEM 像

2005 年度報告書に記載した HAZ 部の TEM 像に、異なる視野を追加して図 4-43 に示す。 PF2MN101 の 20mm 角の外側 CT 試験片から切り出した HAZ 部のため、IGSCC のき裂先端直 近部ではないことに注意を要する。すべり面上の転位が観察されている。主すべりの他に、二次 すべりも見られる。これらの様相は平均的な HAZ 部と考えられる。3 章で述べている冷間圧延材 の減面率 10%と 20%加工材の中間の様相に近似している。参考に減面率 10%と 20%加工材の TEM 像を図 4-44 に再褐して示しているが、平均的な HAZ 部と 10、20%加工材では組織全体の 転位のコントラストが同程度で、同程度のコントラストの強さのすべり線が見られ、似通った様 相を呈していることが判る。

4.3.5 IGSCC プロジェクト試験片のき裂直近部の微小硬さ分布

2005 年度報告書に記載した PF1MN101 の微小硬さ試験後の光学顕微鏡像をそれぞれ図 4-45 に示す。図中には、き裂と三角形の圧痕が認められるが、F-h 曲線により求められた換算ビッカース値も示している。硬さ測定の結果は、分岐している SCC き裂先端ごとにばらついている。 PF1MN101 では HV は 173-228 の範囲にある。微小硬さは、±45°方向に分岐した主き裂先端で高い傾向を示した。一部には、途中で分岐したき裂の中にも硬さの高い領域があった。

4.3.6 IGSCC プロジェクト試験片の AFM 観察結果

2005年度報告書に記載した PF1MN101の SCC き裂先端近傍における AFM 観察結果につい て述べる。AFM 観察の位置決めは、AFM に付属している最大倍率千倍の光学顕微鏡を用いて行 った。光学顕微鏡像の一例を図 4-46 に示す。(a)の低倍率像の視野は約 0.8×0.6mm、(b)の高倍 率像の視野が 120×100µm である。本実験で用いたオリンパス製カンチレバーは、その幅が 30µm で探針先端は三角形に突き出ているために、探針先端の観察場所を特定することができる。光学 顕微鏡像では、き裂の他に非金属介在物と思われる黒い斑点状のものが見受けられるが、CMP と電解研磨処理により表面が平滑なために、組織を判別することはできない。なお、高倍率像上 の縞模様はブラウン管の干渉縞であり、試験片実体とは全く関係ない。

図 4-46 は PF1MN101 の溶金部側の SCC 分岐き裂先端を示しており、図 4-44 中の(1a) HV228 に相当する比較的硬さの高い領域である。対応する AFM 像を図 4-47(a)に示す。黒白のコント ラストは電解研磨速度の違いによる表面高低差を反映している。AFM 像の右肩に表面高低差の スケールバーを表示している。また、AFM 像中には水平方向のスケールマーカーを表示してい る。電解研磨速度は結晶方位や結晶相に依存する。そのため、電解研磨面では結晶粒界や双晶境 界に段差が形成される。AFM 像中に微小な白点が所々見られるが、それらは研磨残滓であるた めそれらを除くと、粒内の高低差は最大でも僅か 5nm 以下である。そのため AFM の高い垂直分 解能によって、数原子レベルの段差を有するすべり線を可視化することがはじめて可能になった。 実際、図中の AFM 像では水平方向 1µm 間隔で段差 1nm 以下のすべり線を可視化している。主 すべりと二次すべりによると推定される 2 方向のすべり線が交差している様子が認められる。

次に、図 4·47(a)に隣接して、き裂先端部より 25µm 離れる場所での AFM 像を(b)に、さらに (b)に隣接して 25µm 離れる場所での AFM 像を(c)にそれぞれ示す。視野内のすべり線密度は、 き裂先端部から離れるにしたがい、小さくなっていることが判る。特に、図 4·47(a)の直近部 20µm 四方領域から隣の(b)の視野に移った場合のすべり線密度の減少は顕著である。さらに(c)の方が すべり線の頻度は小さくなっているようである。なお、これ以上遠くに離れると、すべり線は見 られなくなった。AFM 像で見られた間隔 1µm、段差数 nm のすべり線は、SCC き裂先端近傍で はせいぜい 50·60µm であり、結晶粒 1 個か 2 個(跨いでいる場合もある)程度の範囲である。 すなわち、K 値で規定されるマクロスコピックなき裂先端の塑性域には不均一性が存在しており、 同じ条件で現出させた間隔 0.5·1µm 程度のすべり線が明瞭に見える領域が結晶粒 1 個か粒界を跨 いで 2 個程度の領域で存在すると言える。

4.3.7 IGSCC プロジェクト試験片におけるすべり変形の定量的評価の試み

IGSCC メカニズム解釈への寄与として、き裂先端領域におけるすべり線の定量的評価を試みた。20µm 視野(20µm×20µm)の AFM 像の水平・垂直方向を 8 等分する切断線分上に交差するすべり線の数を計測し、切断線分長さの総和で除することによって、視野全体の数密度を算出した(線分切断法)。粒界の両側から粒界に交差する数を計測し、粒界長さで除することによって 粒界上の数密度を算出した。明瞭なすべり線の間隔を測定した。

図 4-48(a)、(b)、(c)は、図 4-47(a)、(b)、(c)の AFM 像上ですべり線密度の定量化のため画 像解析したものである。(a)はき裂先端直近部の AFM 像、(b)はき裂先端(a)より 25µm 離れる 場所、(c)はさらに(b)より 25µm 離れる場所である。図 4-49 は、隣接し合う 20µm 視野の AFM 像から計測された(a)視野全体と粒界上すべり線密度と(b)明瞭なすべり線に限って計測したす べり線の間隔である。(a)に示す通り、き裂先端直近部では粒界上のすべり線密度が局所的に高 いのに対して、き裂から離れるにしたがい、粒界上の局所的なすべりの集中が減少している。し たがって、IGSCC き裂先端直近部の領域における AFM 像では、SCC き裂先端直近部より 20µm 視野の(公称の)すべり線密度は、30-70µm 離れた領域より相対的に高く、視野全体及び粒界共 に2倍程度ある。ただし、すべり線の間隔を比較すると、直近部が高いものの、30-70µm 離れた 領域ではすべり線が明瞭でない領域が多く、明瞭なすべり線の間隔だけで比較すると、あまり大 きな差はなかった。最も単純な比較ではあるが、き裂先端の結晶粒1個か2個程度の変形が比較 的大きい領域の中においても、さらに直近部では2倍程度の変形が局在化しているのではないか と想像される。

4.3.8 粒界硬さと IGSCC き裂進展挙動

IGSCC メカニズム解釈への寄与として、き裂の伝播が加速される粒界硬さのしきい値を検討 した。溶接熱影響部(HAZ)を模擬するため減面率10から50%の冷間圧延材を用い結晶粒中央 および結晶粒界上で微小硬さ測定を行った。結晶粒中央で測定した硬さを粒内硬さ、結晶粒界上 で測定した硬さを粒界硬さと定義した。それぞれの圧延材において、粒内硬さ及び粒界硬さは図 3-13~3-18のような分布を示した。

以下に硬さ分布の意味を考察する。SCC き裂進展試験は CT 試験片を用いて行うが、CT 試験 片のき裂先端領域には平面ひずみ相当の塑性変形領域が存在する。そこで HAZ を模擬した冷間 圧延材に対して、塑性変形開始点まで変形させる(工学的 0.2%降伏点まで)引張試験を実施し た。HAZ で SCC き裂が伝播する時、き裂先端の塑性変形領域にある粒界にも、図 3-13~3-18 のような硬さ分布があると想定した。

そこで、粒界硬さには分布があるため、平均値を比較してき裂進展の条件を検討するよりも、 ある粒界の硬さがしきい値を越える場合にはき裂が進展し易く、しきい値を越えない場合にはき 裂が進展し難いと仮定した。すなわち、き裂先端では、硬さのしきい値を越えた粒界から優先的 にき裂が伝播する。さらに、伝播したき裂先端では局所的な塑性変形が加算されるために、粒界 硬さが高くなり元々しきい値を越えていなかったとしても、き裂が伝播し易くなることが想定さ れる。

また、SCC き裂進展の加速条件として、硬さのしきい値が粒内硬さにも適用できると仮定する と、例えば 50%加工材のような強加工材や表面加工層では粒内、粒界に関わらず SCC き裂進展 が生じることが想像される。

2章のナノーメゾーマクロ強度解析より、粗大すべり線による強化因子は減面率 10%、20%加 工材では完成されず、30%以上の加工材で強化が完成することを示している。また、無加工材や 10%加工材の塑性変形開始点においては、TEM や AFM 像でコントラストの弱いすべり線や段差 の小さいすべり線が粒界近傍に局在化している様子が見られるが、粒界硬さは粒内とほとんど差 が無い。一方、20%以上の加工材の塑性変形開始点では、粒界硬さが粒内より高くなっている。 しかし、50%加工材では粒界と粒内とで差が小さくなる。変形により粒界に局在化するすべり線 は冷間圧延で導入されるすべり線と相乗し、粒界近傍の硬度増加に寄与していると考えられる。 しかし、50%加工材では粒界と粒内とで差が小さくなる。

減面率 10、20%加工材の中間に相当する平均的な HAZ 部を進展する IGSCC き裂先端直近部 の 30µm 程度の領域に、塑性変形開始点程度の変形の相乗により粒界近傍に変形が局在化してい る。その指標として粒界硬さを用いるのであれば、SCC が粒界型で粒界を選んでき裂が進展する 場合の、しきい値的な硬さとしては、粒内-粒界硬さの差の有無を示す境界である減面率 10%(粒 内と粒界における最大硬さ 255HV) と 20%加工材(最大硬さ 282HV)の間(260-280HV)と考 えられる。したがって、HAZ 部の IGSCC き裂先端部直近部に、平面ひずみ状態で粒界硬さ 260-280HV の粒界が実現すれば、IGSCC のき裂進展が容易になると推測される。

図 4-48 と 4-49 の AFM 観察の通り、き裂先端直近部 30µm の領域には、その周辺の 2 倍程度

の変形が局在化しているとすれば、HAZ部の平均が減面率10-20%材に相当するので、ちょうど 減面率30-40%材の状態に近くなっているのではないかと想像される。この仮定の下、硬さ分布 とSCC進展挙動との関係を考察する。IGSCCのき裂進展が容易になる粒界硬さのしきい値を 280HVとすると、塑性変形開始点で減面率30%材では図3-16(b)から280HVを超える粒界の頻 度は17となり、減面率20%(図3-15(b))の1より劇的に増大している。40%材になると、280HV を超える粒界の頻度は16となり、さらに高くなる。硬さのしきい値の考え方は、硬さが大きく なると、IGSCCのき裂進展速度が大きくなる現象と矛盾しないと考えられる。

また、硬さが 280-300HV 以上になると、SCC のタイプが IG(粒界)型から TG(粒内)型に 移行することが知られている。塑性変形開始点で粒内と粒界硬さが 280HV を超える頻度は、減 面率 40%材で図 3-17(b)から粒内で 6、粒界で 16 であるのに対して、減面率 50%材では図 3-18(b) から粒内で 17、粒界で 20 となり、粒界と粒内で 280HV を超える頻度がほとんど変わらないこ とが判る。硬さのしきい値の考え方は、SCC の IG-TG 型に移行する現象と矛盾していないと考 えられる。

4.4 小括

JNESより提供された PLR 配管溶接供試体及び高温水中 SCC 進展試験を実施した硬さの異なる2タイプ(PF1MN101と PF2MN101)の CT 試験片に対して、SEM 観察、EBSP 法による 溶接部近傍とき裂先端のひずみ測定、微小硬さ測定及び AFM 観察を行った結果、以下のことが 分かった。

溶接部近傍のひずみ測定:

SUS316TP (TIG 溶接材) 及び SUSF316 (TIG+SMAW 溶接材) とも溶接部近傍 (~2mm)
では、平均値として約 10%の塑性ひずみが生じていた。

(2) 溶接部近傍では、粒界や粒界3重点で20%程度の高い塑性ひずみ値が観察された。一方、粒内のひずみは粒界近傍よりも小さかった。このことから、溶接熱サイクルにより、転位が粒界近傍に滞積していることが考えられる。

(3) 比較的大きな結晶粒と比較的小さな結晶粒(亜粒界も同様)が接する粒界(粒界3重点)で、 大きなひずみの蓄積が見られた。

き裂近傍のひずみ測定:

(1) 母材の硬さの異なる PF1MN101 試験片と PF2MN101 試験片で、き裂近傍には同様な塑性 変形場が観察された。

(2) き裂近傍の塑性変形場は、数%程度よりも小さく、連続体力学の線形破壊力学から推定できる程度の塑性歪み量であると考えられた。しかし、き裂の極近傍(き裂から1結晶粒以内)では、 溶接熱サイクルによるひずみに加えて10~20%高い塑性ひずみ値が観察された。

(3) き裂の両側の塑性変形領域は不均等であり、一方の結晶粒で大きな塑性変形が観察される傾

向が見られた。

溶接熱影響による粒界性格への影響:

(1) 溶接熱サイクルが粒界性格に影響を与えないことが分かった。

き裂が進展した粒界の Taylor 因子及び Schmid 因子:

(1) PF1MN101 及び PF2MN101 試験片でき裂が進展した周囲の Taylor 因子及び Schmid 因子 を調べたが、IGSCC き裂はこれらの差が大きな粒界を優先的に進展しているような様子は観察 されなかった。

微小硬さ測定及び AFM 観察

(1) TEM 組織における転位やすべり線のコントラストの比較により、平均的なHAZ部の組織は、 減面率 10、20%加工材の中間的な冷間圧延組織に相当すると考えられる。

(2) IGSCC き裂先端直近部より 20µm 視野のすべり線密度は、30-70µm 離れた領域より相対的 に高く、視野全体及び粒界共に2倍程度あった。単純な比較ではあるが、き裂先端の結晶粒1個 か2個程度の変形が比較的大きい領域の中においても、さらに直近部の 30µm 程度領域では2倍 程度の変形が局在化しているのではないかと推測された。

(3) AFM 観察より、き裂先端直近部 30µm の領域には、その周辺の2倍程度の変形が局在化しているとすれば、HAZ 部の平均が減面率 10-20%材に相当するので、ちょうど減面率 30-40%材の状態に近くなっていると推測した。

(4) SCC が粒界型で粒界を選んでき裂が進展する場合の、しきい値的な硬さとしては、粒内-粒 界硬さの差の有無を示す境界である減面率 10%(最大硬さ 255HV)と 20%加工材(最大硬さ 282HV)の間(260-280HV)と仮定した。HAZ 部の IGSCC き裂先端部直近部に、平面ひずみ 状態で粒界硬さ 260-280HV の粒界が実現すれば、IGSCC のき裂進展が容易になると推測した。 (5) SCC き裂進展の加速条件として硬さのしきい値(280HV)の考え方を、粒界硬さと粒内硬 さに適用すると、①硬さが大きくなると IGSCC のき裂進展速度が大きくなる現象と②300HV 程 度の強加工材では SCC が IG(粒界)型から TG(粒内)型に移行する現象を、粒界と粒内の硬 さ分布から説明できた。

表 4-1 PLR 配管溶接供試体 1B の化学組成(wt.%)

	С	Si	Mn	Р	\mathbf{S}	Ni	Cr	Mo	Cu	Ν
溶接金属	0.008	0.57	1.72	0.016	0.004	11.58	19.05	2.15	0.24	0.064
HAZ TP 側	0.013	0.54	1.60	0.022	0.001	12.66	17.47	2.59	0.24	0.10
316TP	0.015	0.47	1.60	0.025	0.001	12.72	17.37	2.56		0.098
HAZ F316	0.019	0.48	1.40	0.023	0.005	12.37	16.77	2.55	0.10	0.10
側										
F316	0.019	0.42	1.40	0.024	0.005	12.61	16.96	2.58		0.103

(独)原子力安全基盤機構、「平成15年度原子力用ステンレス鋼の耐応力腐食割れ実証に関する報告書」、平成16年6月より。

溶接方法		TIG					
開先形状		通常開先					
インサートリング		WEL-IR-316L					
溶材銘柄		WEL-TIG-316LC+WEL-MIG-316LC					
溶接姿勢		全姿勢					
供試体姿勢		水平					
入熱条件	0~8mm	20以下					
(kJ/cm)	8~19mm	25 以下					
肉厚区分	19 mm \sim	35 以下					
層間温度		150℃以下					
ま 一日 しげ	外面	グラインダー					
	内面	無し					

表 4-2 PLR 配管溶接供試体 1B の溶接条件

(独)原子力安全基盤機構、「平成15年度原子力用ステンレス鋼の耐応力腐食割れ実証に関する報告書」、平成16年6月より。

表 4-3 PLR 配管溶接供試体 1A の化学組成(wt.%)

		С	Si	Mn	Р	\mathbf{S}	Ni	Cr	Mo	Cu	Ν
溶接金	≳属	0.016	0.48	1.65	0.022	0.005	11.48	18.93	2.32	0.20	0.068
HAZ	F316	0.019	0.47	1.38	0.024	0.005	12.64	17.14	2.59	0.10	0.097
側											
F316		0.019	0.42	1.40	0.024	0.005	12.61	16.96	2.58		0.103

(独)原子力安全基盤機構、「平成15年度原子力用ステンレス鋼の耐応力腐食割れ実証に関する報告書」、平成16年6月より。

溶接方法		初層(1~3層)TIG+(4~最終層)SMAW						
開先形状		通常開先						
インサートリング		WEL-IR-316L						
溶材銘柄		WEL-TIG-316LC+WEL-316LC						
溶接姿勢		全姿勢						
供試体姿勢		水平						
入熱条件	$0 \sim 8 \text{mm}$	20以下						
(kJ/cm)	8~19mm	25 以下						
肉厚区分	19 mm \sim	35 以下						
層間温度		150℃以下						
「主面仕上げ	外面	グラインダー						
公田江上()	内面	無し						

表 4-4 PLR 配管溶接供試体 1A の溶接条件

(独)原子力安全基盤機構、「平成15年度原子力用ステンレス鋼の耐応力腐食割れ実証に関する報告書」、平成16年6月より。



SUS316TP

溶接ルート部 SUSF316図 4-1 PLR 配管溶接供試体 1B の受入時の外観



(a) HAZ 部の硬さの高い領域狙い(試験片番号: PF1MN101)



(b) HAZ 部の硬さの低い領域狙い(試験片番号: PF2MN101)
図 4-2 PLR 配管溶接供試体 1A からの CT 試験片採取位置



図 4-3 0.5T-CT 試験片から試料切断方法



図 4-4 PF1MN101 試験片中央断面のき裂の様子 写真左上には、溶接金属の柱状晶が見られる。



図 4-5 PF2MN101 試験片断面のき裂の様子



図 4-6 PLR 配管溶接供試体 1Bの HAZ 部のマクロ硬さ分布



10mm

図 4-7 PLR 配管溶接供試体 1B(SUS316TP 側)の HAZ 部マクロ硬さ分布のケガキ線の様子



図 4-8 PLR 配管溶接供試体 1B(SUS316TP 側)の HAZ 部のひずみ測定のための細切断後の 試験片



(a) 細切断部での位置関係



(b) HAZ 部マクロでの位置関係

図 4-9 PLR 配管溶接供試体 1B (SUS316TP 側)の HAZ 部のひずみ測定位置



図 4-10 PLR 配管溶接供試体 1B(SUS316TP 側)の非溶接熱サイクル影響部の切断の様子



図 4-11 PLR 配管溶接供試体 1B (SUS316TP 側)の非溶接熱サイクル影響部のひずみ分布測定 位置 赤い領域が測定領域



(a) SUSF316 からの EBSP 切断後の様子



(b) SUSF316の EBSP 観察用試験片((a)の黒丸の部位)

図 4-12 PLR 配管溶接供試体 1B(SUSF316 側)の非溶接熱サイクル影響部のひずみ分布測定 用試験片採取の様子



図 4-13 結晶方位の観察座標方向の関係 [XYZ]=[001]方向から見た場合の例



図 4-14 PLR 配管溶接供試体 1B(SUS316TP 側)の直管厚さ方向の misuorientation マップ



図 4-15 PLR 配管溶接供試体 1B(SUS316TP 側)の直管厚さ方向の塑性ひずみ分布 1マスは 200μm 四方を表す。



図 4-16 PLR 配管溶接供試体 1B(SUS316TP 側)の直管厚さ方向の misorientation 分布



図 4-17 PLR 配管溶接供試体 1B(SUS316TP 側)の直管厚さ方向の塑性ひずみ分布



図 4-18 PLR 配管溶接供試体 1B(SUS316TP 側)の HAZ 部の misuorientation マップ

JAEA-Research 2008-064







図 4-20 PLR 配管溶接供試体 1B (SUS316TP 側)の直管内面側の misorientation と溶融線からの距離の関係



図 4-21 PLR 配管溶接供試体 1B (SUS316TP 側)の直管内面側の塑性ひずみと溶融線からの距離の関係



図 4-22 PLR 配管溶接供試体 1B(SUSF316 側)の直管端部(非溶接熱サイクル影響部)での misorientation マップ



図 4-23 PLR 配管溶接供試体 1B(SUSF316 側)の直管端部(非溶接熱サイクル影響部)での 塑性ひずみ分布 1マスは 200µm 四方を表す。



図 4·24 PLR 配管溶接供試体 1A (SUSF316)の HAZ 部の塑性ひずみ測定部と溶融線の関係 (PF1MN101 試験片)



図 4-25 PLR 配管溶接供試体 1A(SUSF316)の HAZ 部の塑性ひずみ(PF1MN101 試験片) 黒線はランダム粒界を、黄色線はΣ3 粒界を表す。1 マスは 500μm 四方を表す。



(a) き裂進展部先端での塑性ひずみ分布を測定した領域

図 4-26 PLR 配管溶接供試体 1A(SUSF316)の HAZ 部の塑性ひずみ測定部と溶融線の関係 (PF2MN101 試験片)



図 4-27 PLR 配管溶接供試体 1A(SUSF316)の HAZ 部の塑性ひずみ(PF2MN101 試験片) 黒線はランダム粒界を、黄色線はΣ3 粒界を、緑線はΣ1 粒界を表す。1 マスは 500µm 四方を表 す。



図 4-28 PF1MN101 試験片(SUSF316 の HAZ 部、硬さの高い領域ねらい)の IGSCC き裂先 端でのひずみ分布(非溶接熱サイクル影響部のひずみで計算した場合) 黒線はランダム粒界を、黄色線はΣ3境界を表す。青線は IGSCC を表す。1マスは 500μm 四方 を表す。



図 4-29 PF1MN101 試験片(SUSF316の HAZ 部、硬さの高い領域ねらい)の IGSCC き裂先端でのひずみ分布(下地のひずみ(図上部の平均値)を差し引いた場合)
黒線はランダム粒界を、黄色線はΣ3境界を表す。青線は IGSCC を表す。1マスは 500μm 四方を表す。



(b) き裂先端からの距離に対する塑性ひずみ分布の様子

図 4-30 PF1MN101 試験片(SUSF316の HAZ 部、硬さの高い領域ねらい)の IGSCC き裂先 端からのひずみ分布


図 4-31 PF2MN101 試験片(SUSF316 の HAZ 部、硬さの低い領域ねらい)の IGSCC き裂先 端でのひずみ分布(非溶接熱サイクル影響部のひずみで計算した場合) 黒線はランダム粒界を、黄色線はΣ3境界を表す。青線は IGSCC を表す。1マスは 500μm 四方 を表す。



図 4-32 PF2MN101 試験片(SUSF316 の HAZ 部、硬さの低い領域ねらい)の IGSCC き裂先 端でのひずみ分布(下地のひずみ(図上部の平均値)を差し引いた場合) 黒線はランダム粒界を、黄色線はΣ3境界を表す。青線は IGSCC を表す。1 マスは 500μm 四方 を表す。



(b) き裂先端からの距離に対する塑性ひずみ分布の様子

図 4-33 PF2MN101 試験片(SUSF316の HAZ 部、硬さの低い領域ねらい)の IGSCC き裂先 端からのひずみ分布



図 4-34 PLR 配管溶接供試体 1B(SUS316TP 側)の直管厚さ方向各部位の粒界性格マップ (Σ1:緑、Σ3:赤、Σ5-27:青、ランダム粒界:黒)

JAEA-Research 2008-064



⁽Σ1:緑、Σ3:赤、Σ5-27:青、ランダム粒界:黒)



図 4-36 PLR 配管溶接供試体 1B (SUS316TP)の粒界性格分布 位置情報として、HAZ では溶接線からの距離と測定部の硬さ Hv1を示した。また SA 部では直管 内表面からの距離を示した。



図 4-37 PLR 配管溶接供試体 1B(SUS316TP)の SA 部と HAZ 部の各粒界性格の平均と分散



図 4-38 PLR 配管溶接供試体 1A (SUSF316 側)の HAZ 部 (溶接線から約 9.1mm、PF2MN101 試験片) での粒界性格マップ





(a) 亜粒界を含む場合



(b) 亜粒界を含まない場合

図 4-40 PLR 配管溶接供試体 1A(SUSF316)の粒界性格分布



図 4-41 PF1MN101 及び PF2MN101 試験片での IGSCC き裂周辺の結晶粒の Taylor 因子



図 4-42 PF1MN101 及び PF2MN101 試験片での IGSCC き裂周辺の結晶粒の Schmid 因子



(a)低倍率像一視野1

(b)高倍率像一視野1



(c)低倍率像-視野 2

(d)高倍率像一視野2

図 4-43 PF2MN101 の 20mm 角の外側 CT 試験片から切り出した HAZ 部の TEM 組織像



像 (b)減面率 20%加工材の低倍率像

(a)減面率 10%加工材の低倍率像

図 4-44 配管供試体の冷間圧延材の TEM 組織



図 4-45 PF1MN101の SCC き裂先端近傍における微小硬さ試験による圧子押込み後の光学顕微 鏡像と換算ビッカース硬さ表示



図 4-46 AFM 付属 OM による (a) 低倍率像と (b) AFM 観察視野 (20µm 角) とカンチレバーを 示す高倍率像 図 4-45 中の (1a) HV228 に相当。

JAEA-Research 2008-064



粒界 (a) PF1MN101 の溶金部側に分岐したき裂先端直近部の AFM 像



(b) き裂先端部の(a) より 25μm 離れる場所での AFM 像
 図 4-47 PF1MN101 の溶金部側に分岐したき裂先端直近部の AFM 像
 図 4-45 中の(1a) HV228 に相当。







- (a)き裂先端直近部(図 4-47(a))
- (b) (a)より 25µm 離れる場所(図 4-47(b))



(c) (b)より 25μm 離れる場所(図 4-47(c))図 4-48 線分切断法によるすべり線密度の定量評価の試み

AFM 像の視野(20µm×20µm)を水平・垂直方向に8分割する線分上に交差するすべり線の数 を計測した。



(a)視野全体(△)と粒界上(◇)のすべり線密度



⁽b) 明瞭なすべり線に限って計測したすべり線の間隔

図 4-49 IGSCC ノッチ先端直近部から隣接し合う 20µm 視野の AFM 像から計測された(a) 視野 全体と粒界上すべり線密度と(b) すべり線間隔 20µm の視野幅をデータ添横棒で示す。

5. まとめ

本研究では、「原子力用ステンレス鋼の耐応力腐食割れ実証」で JNES が製作した原子炉再循 環系配管模擬供試体部材に対して、溶接熱影響部の硬化層を模擬した冷間圧延(減面率 10、20、 30、40、50%)を実施した。これらの冷間加工材に対して、ナノーメゾーマクロ強度・組織解析 を行い、低炭素ステンレス鋼の強化機構における組織因子の役割が、それぞれの圧延率が異なる (硬さが異なる)場合ごとに明らかにされた。

さらに、平面ひずみ状態下の SCC 試験を模擬するため、塑性変形開始点の塑性ひずみ量 0.2% を付与した。そして、SCC き裂が粒界を選択して進展すること、及び硬さが高い程、進展速度が 大きくなることに注目して、塑性変形開始点における粒界・粒内の変形組織を透過型電子顕微鏡 (TEM) や原子間力顕微鏡 (AFM)を用いて観察すると共にナノ・メゾスケールにおける粒界強

度を、微小硬さ試験機を用いて測定し、粒内強度と比較することで、粒界の強度・組織の特異性を 抽出した。以下に要約する。

- (1) 原子力用低炭素ステンレス鋼の冷間圧延材の強化機構は、①転位セル、②粗大すべり線、
 ③セル内の転位密度に分類され、減面率 30%未満では転位セルや粗大すべり線による細粒
 強化は完成されないことが判った。低炭素ステンレス鋼に関しては、ヒート間の影響はほとんど無いことが確認された。
- (2) 無加工材と減面率 10%材では変形後の粒界と粒内の硬さに差は無かった。粒界近傍にすべり線の局在化が見られるが、すべり線の段差は小さく転位密度も低いために、粒界硬さの増加に寄与しないと考えられた。
- (3) 減面率 20、30、40%材では変形後の粒界硬さは粒内より高くなり、段差の大きいすべり線 が粒界近傍に局在化し、すべり線は転位密度が高くバンド状を呈しており、粒界硬さの増加 に寄与すると考えられた。
- (4) 減面率 50%材では変形後の粒界と粒内の硬さの違いは小さくなった。強加工により粒界は 湾曲しており、一部の粒界では場所を特定できない場合もあった。粒内においてもすべり線 の局在化が見られ、粒内のサブグレイン化が顕著であるために、それらの境界にすべりの局 在化が形成されたと考えられる。
- (5) TEM 組織における転位やすべり線のコントラストの比較により、平均的な HAZ 部の組織 は、減面率 10、20%加工材の中間的な冷間圧延組織に相当すると考えられる。
- (6) IGSCC き裂先端直近部より 20µm 視野のすべり線密度は、30-70µm 離れた領域より相対的 に高く、視野全体及び粒界共に 2 倍程度あった。単純な比較ではあるが、き裂先端の結晶 粒 1 個か 2 個程度の変形が比較的大きい領域の中においても、さらに直近部の 30µm 程度 領域では 2 倍程度の変形が局在化しているのではないかと推測された。
- (7) SCC が粒界型で粒界を選んでき裂が進展する場合の、しきい値的な硬さとしては、粒内-粒界硬さの差の有無を示す境界である減面率 10%(最大硬さ 255HV)と 20%加工材(最大 硬さ 282HV)の間(260-280HV)と仮定した。

(8) HAZ 部の IGSCC き裂先端部直近部に、平面ひずみ状態で粒界硬さ 260-280HV の粒界が実現すれば、IGSCC のき裂進展が容易になると推測した。

JNESより提供された PLR 配管溶接供試体及び高温水中 SCC 進展試験を実施した硬さの異なる2タイプ(PF1MN101と PF2MN101)の CT 試験片に対して、SEM 観察、EBSP 法による 溶接部近傍とき裂先端のひずみ測定、微小硬さ測定及び AFM 観察を行った結果、以下のことが 分かった。

- (9) SUS316TP (TIG 溶接材) 及び SUSF316 (TIG+SMAW 溶接材) とも溶接部近傍 (~2mm)
 では、平均値として約 10%の塑性ひずみが生じていた。
- (10) 溶接部近傍では、粒界や粒界3重点で20%程度の高い塑性ひずみ値が観察された。一方、 粒内のひずみは粒界近傍よりも小さかった。このことから、溶接熱サイクルにより、転位 が粒界近傍に滞積していることが考えられる。
- (11) 比較的大きな結晶粒と比較的小さな結晶粒(亜粒界も同様)が接する粒界(粒界3重点) で、大きなひずみの蓄積が見られた。
- (12) 母材の硬さの異なる PF1MN101 試験片と PF2MN101 試験片で、き裂近傍には同様な塑 性変形場が観察された。
- (13) き裂近傍の塑性変形場は、数%程度よりも小さく、連続体力学の線形破壊力学から推定で
 きる程度の塑性歪み量であると考えられた。しかし、き裂の極近傍(き裂から1結晶粒以内)では、溶接熱サイクルによるひずみに加えて10~20%高い塑性ひずみ値が観察された。
- (14) き裂の両側の塑性変形領域は不均等であり、一方の結晶粒で大きな塑性変形が観察される 傾向が見られた。
- (15) TEM 組織における転位やすべり線のコントラストの比較により、平均的な HAZ 部の組織 は、減面率 10、20%加工材の中間的な冷間圧延組織に相当すると考えられる。
- (16) IGSCC き裂先端直近部より 20µm 視野のすべり線密度は、30-70µm 離れた領域より相対的に高く、視野全体及び粒界共に2倍程度あった。単純な比較ではあるが、き裂先端の結晶粒1個か2個程度の変形が比較的大きい領域の中においても、さらに直近部の30µm 程度領域では2倍程度の変形が局在化しているのではないかと推測された。
- (17) AFM 観察より、き裂先端直近部 30µm の領域には、その周辺の2倍程度の変形が局在化 しているとすれば、HAZ 部の平均が減面率 10-20%材に相当するので、ちょうど減面率 30-40%材の状態に近くなっていると推測した。
- (18) SCC が粒界型で粒界を選んでき裂が進展する場合の、しきい値的な硬さとしては、粒内-粒界硬さの差の有無を示す境界である減面率 10%(最大硬さ 255HV)と 20%加工材(最 大硬さ 282HV)の間(260-280HV)と仮定した。HAZ 部の IGSCC き裂先端部直近部に、 平面ひずみ状態で粒界硬さ 260-280HV の粒界が実現すれば、IGSCC のき裂進展が容易に なると推測した。
- (19) SCC き裂進展の加速条件として硬さのしきい値(280HV)の考え方を、粒界硬さと粒内

硬さに適用すると、①硬さが大きくなると IGSCC のき裂進展速度が大きくなる現象と② 300HV 程度の強加工材では SCC が IG(粒界)型から TG(粒内)型に移行する現象を、 粒界と粒内の硬さ分布から説明できた。

参考文献

(1) (社)火力原子力発電技術協会、「BWR 炉内構造物点検評価ガイドライン [炉心シュラウド]」、JBWR-VIP-04、平成 13 年 11 月.

(2) (社)日本機械学会 発電用原子力設備規格 維持規格 (2004 年版)、JSME S NA1-2004、 2004 年 12 月.

(3) 日本原子力研究所:「福島第二原子力発電所 3 号機シュラウドサンプル(2F3-H6a) に関する調査報告書(受託調査)」, JAERI-Tech 2004-044 (2004).

(4) 加治、三輪、塚田、早川、長島、松岡:「SCC き裂先端における変形挙動のマルチスケール 解析(受託研究)」、JAERI-Tech 2005-029 (2005).

(5) K. Miyahara, S. Matsuoka, N.Nagashima and S. Mishima: Trans. Jpn. Soc. Mech. Engrs. A61 (1995) pp.2321-2328.

(6) K. Miyahara, N.Nagashima, S. Matsuoka and T. Ohmura: Trans. Jpn. Soc. Mech. Engrs. A64 (1998) pp.2567-2573.

(7) W. C. Oliver and G. M. Pharr: J.Matter.Res. 7 (1992) pp.1564-1583.

(8) K. Miyahara, S. Matsuoka, and T. Hayashi[:] Metallurgical and Mater. Trans. A 32 (2001) pp.761-768.

(9) H. Hirukawa and S. Matsuoka: Trans. Jpn. Soc. Mech. Engrs. A68 (2002) pp.1038-1045.

(10) H. Hirukawa, S. Matsuoka, Y. Furuya and K. Miyahara: Trans. Jpn. Soc. Mech. Engrs. A68 (2002) pp.1473-1480.

(11) K.Miyazaki, K.Shibata and H.Fujita, Acta Met. 27 (1978) pp.855-862.

(12) D. Tabor: The Hardness of Merals (Clarendon Press, Oxford, 1951) pp.34-37.

(13) J. Kuniya, I. Masaoka and R. Sasaki: Corrosion 44 (1988) pp.21-28.

(14) M. Tsubota, Y. Kanazawa and H. Inoue: 7th International Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System, 1(1995) pp.519-527

(15) R. Schmolke, R. Deters, P. Thieme, R. Pech, H. Schwenk and G. Diakourakis: J. Electrochem. Soc. 149 (2002) pp.G257-G265.

(16) M. Hayakawa, S. Matsuoka, Y. Furuya, and Y. Ono, Mater. Trans. 46 (2005) pp.2443-2448.

(17) M. Hayakawa, K. Yamaguchi, M. Kimura, K. Kobayash, Mater. Let. 58 (2004) pp.2565-2568.

(18) G. Binnig, C. F. Quate and Ch. Gerber, Phy. Rev. Let. 56 (1986) pp.930-933.

(19) T. R. Albrecht and C. F. Quate, J. Appl. Phys. 62 (1987) pp.2599-2602.

(20) S. Alexander, L. Hellemans, O. Marti, J. Schneir, V. Elings and P. K. Hansma, J. Appl. Phys. 65 (1989) pp.164-167.

(21) M. Hayakawa, T. Hara, S. Matsuoka and K. Tsuzaki, J. Japan Inst. Metals 64 (2000)

pp.460-466.

(22) M. Hayakawa, S. Matsuoka and K. Tsuzaki, Mater. Trans. 43 (2002) pp.1758-1766.

(23) M. Hayakawa, S. Terasaki, T. Hara, K. Tsuzaki and S. Matsuoka, J. Japan Inst. Metals 66 (2002) pp.745-753.

(24) M. Hayakawa, S. Matsuoka and Y. Furuya, J. Japan Inst. Metals 67 (2003) pp.354-361.
(25) 平成 17 年度原子力用ステンレス鋼の耐応力腐食割れ実証のうちの「SCC き裂先端における変形挙動のマルチスケール解析」報告書、平成 18 年 3 月 日本原子力研究開発機構、pp.7-12
(26) 加治、三輪、塚田、早川、長島、松岡:「SCC き裂先端における変形挙動のマルチスケール解析 (受託研究)」、JAERI-Tech 2005-029 (2005).

(27) H. Gao, Y. Huang, W. D. Nix, J. W. Hutchinson, "Mechanism-based strain gradient plasticity-I. Theory", Journal of the Mechanics and Physics of Solid, 47 (1999) pp.1239-1263.
(28) Y. Huang, H. Gao, W. D. Nix, J. W. Hutchinson, "Mechanism-based strain gradient plasticity-II. Analysis", Journal of the Mechanics and Physics of Solid, 48 (2000) pp.99-128.

(29) H. Gao, Y. Huang, "Taylor-based nonlocal theory of plasticity", International Journal of Solids and Structures, 38 (2001) pp.2615-2637.

(30) Y. Gao, Y. Huang, H. Gao, Z. Zhuang, K. C. Hwang, "Taylor-based nonlocal theory of plasticity: numerical studies of the micro-indentation experiments and crack tip fields", International Journal of Solids and Structures, 38 (2001) pp.7447-7460.

(31) S. H. Chen, T. C. Wang, "Finite element solutions for plane strain mode I crack with strain gradient effects", International Journal of Solids and Structures, 39 (2002) pp.1241-1257.

表1.	SI 基本单位	<u>」</u>
甘木昌	SI 基本]	単位
本平里	名称	記号
長さ	メートル	m
質 量	キログラム	kg
時 間	秒	S
電 流	アンペア	А
熱力学温度	ケルビン	Κ
物質量	モル	mol
光 度	カンデラ	cd

如去早	SI 基本単位			
和1.12.里	名称	記号		
面積	平方メートル	m ²		
体積	立法メートル	m ³		
速 さ , 速 度	メートル毎秒	m/s		
加 速 度	メートル毎秒毎秒	m/s^2		
波 数	毎 メ ー ト ル	m-1		
密度(質量密度)	キログラム毎立法メートル	kg/m^3		
質量体積(比体積)	立法メートル毎キログラム	m ³ /kg		
電流密度	アンペア毎平方メートル	A/m^2		
磁界の強さ	アンペア毎メートル	A/m		
(物質量の) 濃度	モル毎立方メートル	$mo1/m^3$		
輝 度	カンデラ毎平方メートル	cd/m^2		
屈 折 率	(数の) 1	1		

表5. SI 接頭語

A. 0. 01 夜頭阳									
乗数	接頭語 記号		乗数	接頭語	記号				
10^{24}	Э 9	Y	10^{-1}	デシ	d				
10^{21}	ゼタ	Z	10^{-2}	センチ	с				
10^{18}	エクサ	Е	10^{-3}	ミリ	m				
10^{15}	ペタ	Р	10^{-6}	マイクロ	μ				
10^{12}	テラ	Т	10^{-9}	ナノ	n				
10^{9}	ギガ	G	10^{-12}	ピコ	р				
10^{6}	メガ	М	10^{-15}	フェムト	f				
10^{3}	+ 1	k	10^{-18}	アト	а				
10^{2}	ヘクト	h	10^{-21}	ゼプト	z				
10 ¹	デ カ	da	10^{-24}	ヨクト	у				

表3. 固有の名称とその独自の記号で表されるSI組立単位 SI 組立畄位

			31 제고 푸끄	
組立量	夕敌	記早	他のSI単位による	SI基本単位による
	2日 1小	記与	表し方	表し方
平 面 角	ラジアン ^(a)	rad		$\mathbf{m} \cdot \mathbf{m}^{-1} = 1^{(b)}$
立 体 角	ステラジアン ^(a)	$\mathrm{sr}^{(\mathrm{c})}$		$m^2 \cdot m^{-2} = 1^{(b)}$
周 波 数	、ヘルツ	Hz		s ⁻¹
力	ニュートン	Ν		$m \cdot kg \cdot s^{-2}$
压力, 応力	パスカル	Pa	N/m^2	$m^{-1} \cdot kg \cdot s^{-2}$
エネルギー,仕事,熱量	ジュール	J	N•m	$m^2 \cdot kg \cdot s^{-2}$
工率,放射束	ワット	W	J/s	$m^2 \cdot kg \cdot s^{-3}$
電荷,電気量	フーロン	С		s•A
電位差(電圧),起電力	ボルト	V	W/A	$m^2 \cdot kg \cdot s^{-3} \cdot A^{-1}$
静電容量	ファラド	F	C/V	$m^{-2} \cdot kg^{-1} \cdot s^4 \cdot A^2$
電気抵抗	オーム	Ω	V/A	$m^2 \cdot kg \cdot s^{-3} \cdot A^{-2}$
コンダクタンス	ジーメンス	S	A/V	$m^{-2} \cdot kg^{-1} \cdot s^3 \cdot A^2$
磁東	ウェーバ	Wb	V•s	$m^2 \cdot kg \cdot s^{-2} \cdot A^{-1}$
磁束密度	テスラ	Т	Wb/m^2	$kg \cdot s^{-2} \cdot A^{-1}$
インダクタンス	ヘンリー	Н	Wb/A	$m^2 \cdot kg \cdot s^{-2} \cdot A^{-2}$
セルシウス温度	セルシウス度 ^(d)	°C		K
光東	ルーメン	1m	$cd \cdot sr^{(c)}$	$m^2 \cdot m^{-2} \cdot cd = cd$
照度	ルクス	1x	1m/m^2	$m^2 \cdot m^{-4} \cdot cd = m^{-2} \cdot cd$
(放射性核種の)放射能	ベクレル	Bq		s ⁻¹
吸収線量, 質量エネル	HIZ	Cu	T/lza	22
ギー分与, カーマ		Gy	J/ Kg	m•s
線量当量,周辺線量当			4	
量,方向性線量当量,個	シーベルト	Sv	J/kg	m ² • s ⁻²
人禄量当量, 組織線量当				

(a) ラジアン及びステラジアンの使用は、同じ次元であっても異なった性質をもった量を区別するときの組立単位の表し方として利点がある。組立単位を形作るときのいくつかの用例は表4に示されている。
 (b) 実際には、使用する時には記号rad及びsrが用いられるが、習慣として組立単位としての記号"1"は明示されない。
 (c) 測光学では、ステラジアンの名称と記号srを単位の表し方の中にそのまま維持している。
 (d) この単位は、例としてミリセルシウス度m℃のようにSI接頭語を伴って用いても良い。

表4. 単位の中に固有の名称とその独自の記号を含むSI組立単位の例

	SI 組立単位			
組工重	名称	記号	SI 基本単位による表し方	
粘度	モパスカル 秒	Pa•s	$m^{-1} \cdot kg \cdot s^{-1}$	
力のモーメント	ニュートンメートル	N•m	$m^2 \cdot kg \cdot s^{-2}$	
表 面 張 ナ	リニュートン毎メートル	N/m	kg • s ⁻²	
角 速 厚	ミラジアン毎秒	rad/s	$m \cdot m^{-1} \cdot s^{-1} = s^{-1}$	
角 加 速 厚	E ラジアン毎平方秒	rad/s^2	$m \cdot m^{-1} \cdot s^{-2} = s^{-2}$	
熱流密度,放射照度	E ワット毎平方メートル	W/m^2	kg • s ⁻³	
熱容量,エントロピー	- ジュール毎ケルビン	J/K	$m^2 \cdot kg \cdot s^{-2} \cdot K^{-1}$	
質量熱容量(比熱容量)	ジュール毎キログラム 毎ケルビン	$J/(kg \cdot K)$	$m^2 \cdot s^{-2} \cdot K^{-1}$	
質量エネルギー		x (1	2 _2 _1	
(比エネルギー)	シュール毎キロクフム	J/kg	m ² • s ² • K ¹	
熱伝導率	³ ワット毎メートル毎ケ ルビン	₩/(m•K)	$\mathbf{m} \cdot \mathbf{kg} \cdot \mathbf{s}^{-3} \cdot \mathbf{K}^{-1}$	
体積エネルギー	ジュール毎立方メート ル	J/m^3	$m^{-1} \cdot kg \cdot s^{-2}$	
電界の強さ	ボルト毎メートル	V/m	$\mathbf{m} \cdot \mathbf{kg} \cdot \mathbf{s}^{-3} \cdot \mathbf{A}^{-1}$	
体 積 電 荷	クーロン毎立方メート ル	C/m^3	$m^{-3} \cdot s \cdot A$	
電気変位	クーロン毎平方メート ル	C/m^2	$m^{-2} \cdot s \cdot A$	
誘 電 🖣	「ファラド毎メートル	F/m	$m^{-3} \cdot kg^{-1} \cdot s^4 \cdot A^2$	
透磁率	国ヘンリー毎メートル	H/m	$\mathbf{m} \cdot \mathbf{kg} \cdot \mathbf{s}^{-2} \cdot \mathbf{A}^{-2}$	
モルエネルギー	ジュール毎モル	J/mol	$m^2 \cdot kg \cdot s^{-2} \cdot mol^{-1}$	
モルエントロピー	ジュール毎モル毎ケル	T (1 12)	2211	
モル熱容量	L ビン	J/(mol·K)	m [*] •kg•s [*] •K [*] •mol [*]	
照射線量 (X線及びγ線)	クーロン毎キログラム	C/kg	$kg^{-1} \cdot s \cdot A$	
吸収線量率	ミグレイ 毎秒	Gy/s	$m^{2} \cdot s^{-3}$	
放 射 強 厚	E ワット毎ステラジアン	W/sr	$\mathbf{m}^4 \cdot \mathbf{m}^{-2} \cdot \mathbf{kg} \cdot \mathbf{s}^{-3} = \mathbf{m}^2 \cdot \mathbf{kg} \cdot \mathbf{s}^{-3}$	
放射輝 厚	リット毎平方メートル	$W/(m^2 \cdot sr)$	$\mathbf{m}^2 \cdot \mathbf{m}^{-2} \cdot \mathbf{kg} \cdot \mathbf{s}^{-3} = \mathbf{kg} \cdot \mathbf{s}^{-3}$	

表6. 国際単位系と併用されるが国際単位系に属さない単位

名称	記号	SI 単位による値
分	min	1 min=60s
時	h	1h =60 min=3600 s
日	d	1 d=24 h=86400 s
度	0	$1^{\circ} = (\pi / 180)$ rad
分	,	$1' = (1/60)^{\circ} = (\pi/10800)$ rad
秒	"	1" = $(1/60)$ ' = $(\pi/648000)$ rad
リットル	1, L	$11=1 \text{ dm}^3=10^{-3}\text{m}^3$
トン	t	1t=10 ³ kg
ネーパ	Np	1Np=1
ベル	В	1B=(1/2)1n10(Np)

表7.国際単位系と併用されこれに属さない単位で SI単位で表される数値が実験的に得られるもの						
名称	記号	SI 単位であらわされる数値				
電子ボルト	eV	$1 \text{eV}=1.60217733(49) \times 10^{-19} \text{J}$				
統一原子質量単位	u	1u=1.6605402(10)×10 ⁻²⁷ kg				
天 文 単 位	ua	1ua=1.49597870691(30)×10 ¹¹ m				

表8. 国際単位系に属さないが国際単位系と 併用されるその他の単位

	併用されるその他の単位							
	名称		記号	SI 単位であらわされる数値				
海		里		1 海里=1852m				
1	ツ	F		1 ノット=1 海里毎時=(1852/3600)m/s				
P		ル	а	$1 \text{ a=} 1 \text{ dam}^2 = 10^2 \text{m}^2$				
ヘク	ター	ル	ha	1 ha=1 hm ² =10 ⁴ m ²				
バ	-	ル	bar	1 bar=0.1MPa=100kPa=1000hPa=10 ⁵ Pa				
オンク	「ストロ・	- 4	Å	1 Å=0. 1nm=10 ⁻¹⁰ m				
バ	-	\sim	b	$1 \text{ b}=100 \text{ fm}^2=10^{-28} \text{m}^2$				

表9 固有の名称を含むCGS組立単位

	A.J. 固有974标准占包605福立半位							
	名称		記号	SI 単位であらわされる数値				
工	N	グ	erg	1 erg=10 ⁻⁷ J				
ダ	イ	\sim	dyn	1 dyn=10 ⁻⁵ N				
ポ	ア	ズ	Р	1 P=1 dyn⋅s/cm²=0.1Pa・s				
ス	トーク	ス	St	1 St =1cm ² /s=10 ⁻⁴ m ² /s				
ガ	ウ	ス	G	1 G 110 ⁻⁴ T				
T.	ルステッ	F	0e	1 Oe 🛔 (1000/4π) A/m				
7	クスウェ	ル	Mx	1 Mx #10 ⁻⁸ Wb				
ス	チル	ブ	sb	$1 \text{ sb} = 1 \text{ cd/cm}^2 = 10^4 \text{ cd/m}^2$				
朩		ŀ	ph	$1 \text{ ph}=10^4 1 \text{ x}$				
ガ		ル	Gal	$1 \text{ Gal} = 1 \text{ cm/s}^2 = 10^{-2} \text{m/s}^2$				

	表10. 国際単位に属さないその他の単位の例							
	4	3称		記号	SI 単位であらわされる数値			
キ	ユ	IJ	ĺ	Ci	1 Ci=3.7×10 ¹⁰ Bq			
\mathcal{V}	\sim	トク	゛ン	R	$1 \text{ R} = 2.58 \times 10^{-4} \text{C/kg}$			
ラ			F	rad	1 rad=1cGy=10 ⁻² Gy			
\mathcal{V}			L	rem	1 rem=1 cSv=10 ⁻² Sv			
Х	線	単	位		1X unit=1.002×10 ⁻⁴ nm			
ガ		ン	7	γ	$1 \gamma = 1 nT = 10^{-9}T$			
ジ	ャン	(ス:	キー	Jy	$1 \text{ Jy}=10^{-26} \text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{Hz}^{-1}$			
フ	л.	ル	5		1 fermi=1 fm=10 ⁻¹⁵ m			
メー	ートル	系カラ	シット		1 metric carat = 200 mg = 2×10^{-4} kg			
ŀ			ル	Torr	1 Torr = (101 325/760) Pa			
標	準	大 気	〔 圧	atm	1 atm = 101 325 Pa			
力	口	リ	~	cal				
Ξ	ク		ン	u	$1 \text{ u} = 1 \text{ um} = 10^{-6} \text{m}$			

この印刷物は再生紙を使用しています