

PWR 1次系におけるオーステナイト系ステンレス鋼の SCC感受性に及ぼす加工の影響

Influence of Deformation on SCC Susceptibility of Austenitic Stainless Steel
in PWR Primary Water

金島 慶在 (Yoshiari Kaneshima)* 戸塚 信夫 (Nobuo Totsuka)* 中島 宣雄 (Nobuo Nakajima)*

要約 4種類のオーステナイト系ステンレス鋼(SUS304,SUS316,SUS304L,SUS316L)の1次冷却材応力腐食割れ感受性を低速度歪み試験により比較した。また、SUS316については加工度の影響を調べた。その結果、オーステナイト系ステンレス鋼はこの条件の下でSCC感受性を有することが明らかとなり、鋼種による差異も認められた。また、大気中引張試験とSSRT結果の絞りの比較により、加工度の増加によりSCC感受性が大きくなることが分かった。また、加工度の違いによるSCC感受性評価を行うには、従来の粒界破面の評価に加えて、粒内破面の評価も必要であることがわかった。

キーワード ステンレス鋼, PWSCC, 加工度, SSRT, PWR

Abstract Slow strain rate tests (SSRT) were carried out to evaluate the SCC susceptibility of four types of austenitic stainless steels (SUS304,SUS316,SUS304L and SUS316L) in PWR primary water. The influence of deformation on SCC susceptibility of SUS316 was studied. All types of stainless steel were susceptible to SCC, and the SCC susceptibility varied depending on the steel type. The comparison of the SSRT results and tensile test in air based on the reduction of area measurement showed that the SCC susceptibility increased with increasing the degree of deformation. For explaining the influence of deformation on SCC susceptibility, it is necessary to evaluate both intergranular and transgranular fractures.

Keywords stainless steel, PWSCC, Deformation, SSRT, PWR

1. はじめに

高温高圧水中でのオーステナイト系ステンレス鋼(以下、ステンレス鋼と略称)の応力腐食割れ(Stress Corrosion Cracking: SCC)については、塩化物イオンや溶存酸素を含む系での研究は多いが、加圧水型原子炉(Pressurized Water Reactor: PWR)1次系環境での研究はきわめて少なくSCCは起こらないという知見が一般的であった。例えば、Coriouら⁽¹⁾⁽²⁾は、脱気高温高圧水中ではステンレス鋼はSCCを起こさないと報告している。さらに、PWR実機プラントでの発生事例がなかったこともあり、研究例が非常に少なく、Totsukaら⁽³⁾や

Smialowskaら⁽⁴⁾⁽⁵⁾の研究により、1次冷却材応力腐食割れ(Primary Water Stress Corrosion Cracking: PWSCC)感受性を有する可能性が示されている例があるだけである。

しかしながら、加工度とSCC感受性の関連を検討した研究として、Tsubotaら⁽⁶⁾はBWR環境下では材料の硬度上昇によりSCC感受性が増大することを示しており、また、M.O.Speidel⁽⁷⁾は冷間加工による硬さの上昇によりき裂進展速度が速くなることを示している。さらに、最近の米国のGeneral Electric社の研究により、よりPWR1次系環境に近い条件(脱気水+水素添加条件)で、ステンレス鋼がSCC感受性を持つことが示され、その水素添

* (株)原子力安全システム研究所 技術システム研究所

加高温高压水中での SCC 感受性について十分注意を払う必要があることが指摘されている⁽⁸⁾⁽⁹⁾。

このように、ステンレス鋼の強加工材についての SCC 評価に見直しをかける動きはあるものの、PWR 1 次系環境中でのステンレス鋼の評価を体系的に行った研究はまだない。

本報告では、PWR 1 次系水中におけるステンレス鋼の SCC 感受性を評価することを目的とし、ステンレス鋼の加工材を用いて低歪速度引張試験 (Slow Strain Rate Test: SSRT) を実施し、従来の破面率による SCC 感受性評価を実施するとともに、SCC 感受性の指標として絞りをを用いて加工度の影響の定性評価を試みた。また、4 種類の異なったステンレス鋼を用いて SSRT 試験を実施し、PWSCC 感受性に及ぼす鋼種の影響の定性的評価も行った。

2. 実験方法

2.1 供試材

試験に用いたステンレス鋼の化学組成および機械的特性を表 1 と表 2 に示す。PWR 1 次系での使用頻度の多い SUS316 について加工度の異なる供試材を製作した。

ステンレス鋼の供試材は真空溶解炉を用いて溶解して鋼塊にした後、熱間圧延により板厚 20 mm まで粗圧延し、板厚 5 mm まで熱間仕上げ圧延を行った。加工度は、温間圧延 (300 °C) により加工度 20 % (板厚 4 mm)、50 % (板厚 2.5 mm) と温間圧延の圧下率を変えることで変化させた。なお、加工度 0 % (板厚 5 mm) は、溶体化処理材のまま (溶体化処理温度 1150 °C × 10 分後、水冷) とした。

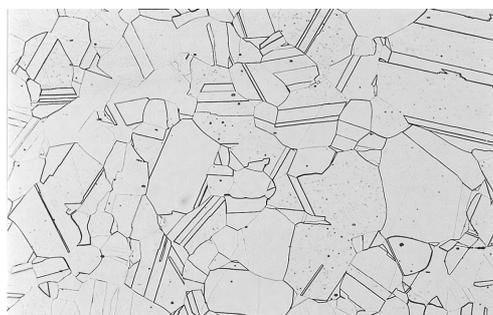
図 1 に SUS316 材の組織観察結果の例を示す。組織中に一部双晶が見られ、加工が加わるとすべり変

表 1 ステンレス鋼供試材の化学組成

鋼 種	化学成分 (重量%)							
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
SUS304	0.049	0.40	1.48	0.027	0.005	8.51	18.52	<0.005
SUS316	0.049	0.45	1.46	0.027	0.005	12.01	17.05	2.09
SUS304L	0.014	0.42	1.46	0.028	0.005	8.4	18.70	0.042
SUS316L	0.017	0.44	1.51	0.026	0.003	11.92	16.95	2.09

表 2 ステンレス鋼供試材の機械的特性 (室温)

鋼 種	加工度 (%)	0.2% 耐力 (N/mm ²)	引張強さ (N/mm ²)	伸び (%)
SUS304	0	212	639	65.9
SUS316	0	220	518	70.8
	20	574	653	39.5
	50	850	930	15.6
SUS304L	0	210	638	56.9
SUS316L	0	216	501	71.7



(a) 加工度 0 %



(b) 加工度 50 %

図 1 供試材 SUS316 の断面ミクロ組織観察結果

形組織が生成している．また，加工度が増加するとともに結晶粒が圧延方向に延ばされているが，加工度 50 % では顕著となり，すべり変形組織も多く観察された．

2.2 低歪速度引張応力腐食割れ試験 (SSRT 試験)

ステンレス鋼の SSRT 試験には，板材より圧延方向に切り出した平板試験片を用いた．供試材を図 2 の寸法の試験片に加工し，表面をエメリー研磨紙で 1200 まで研磨した後，試験片の中央に図 3 に示す金型を用いてプレス加工を加えた試験片を SSRT 試験に供した．試験装置は循環ループ付の 5 連式オートクレーブを用い，PWR の 1 次系模擬水質である 500ppmB + 2ppmLi 水溶液で，溶存水素は $2.75 \pm 0.3\text{ppm}$ ，溶存酸素は 1ppb 以下の条件で試験を行った．歪速度は $5 \times 10^{-7}\text{s}^{-1}$ とした．試験温度は 360 とし，繰り返し数は 3 とした．本研究の試験結果に使用した評価指標を表 3 にまとめた．

また，一部の供試材については大気中引張試験を実施した．試験には SSRT 試験に使用した試験片と同様のものを使用した．試験温度は 360 で，歪速度 $8.3 \times 10^{-4}\text{s}^{-1}$ とした．

破断した試験片は，走査電子顕微鏡(SEM)にて，試験片表面観察，破面観察，絞り評価を行った．

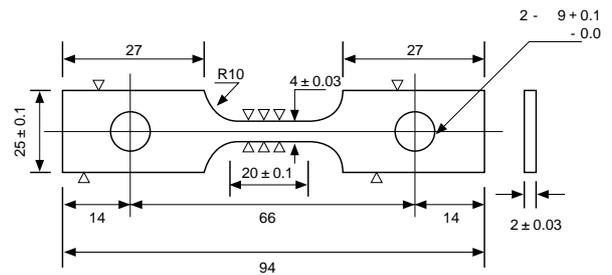


図 2 SSRT 試験用試験片の寸法(単位:)

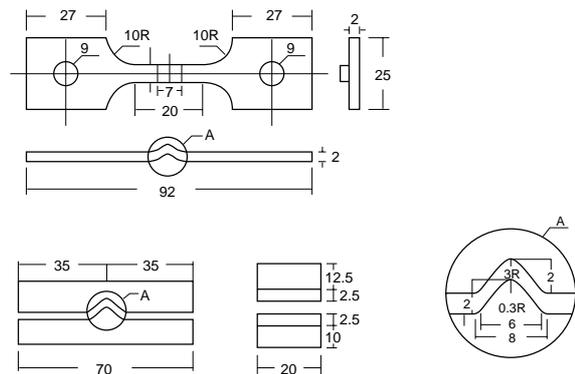


図 3 曲げ試験片寸法(単位:)

表 3 本研究の試験結果に使用した評価指標

評価指標	定義	本研究における指標の求め方
SCC 破面率	SCCの面積を比較することによりSCC感受性を評価する指標	SCC破面面積 / 全破面面積 (SCC破面 = 粒界型応力腐食割れ(IGSCC) + 粒内型応力腐食割れ(TGSCC))
破断時間	試験開始から破断までに要した時間により比較する指標	試験開始 ~ 破断の時間を測定
き裂進展速度	SCC破面率と破断時間からSCC破面のき裂進展率を算定し、その速度を比較することにより評価する指標	(図 3 の試験片の場合) SCC破面率 × 板厚 / 破断時間 (図 2 の試験片の場合) SCC破面率 × 板厚 / 破断時間 ÷ 2
絞り率	機械的特性の指標である「絞り」を利用し、環境中の絞りと空気中の絞りを比較することによりSCC感受性を評価する指標	絞り = (試験前の断面積 - 試験後の断面積) ÷ (試験前の断面積) 絞り率 = SSRT後の絞り / 大気中試験後の絞り

3. 試験結果

3.1 SSRT 試験結果

3.1.1 加工度とPWSCC 感受性の関係

加工度の異なる供試材 SUS316 を主体に試験を実施した。まず、加工度と SCC 破面率 (SCC 破面 (IGSCC + TGSCC) / 全破面) との関係を図 4 に示す。加工度が大きくなると破面率は直線的に小さくなる傾向が示された。

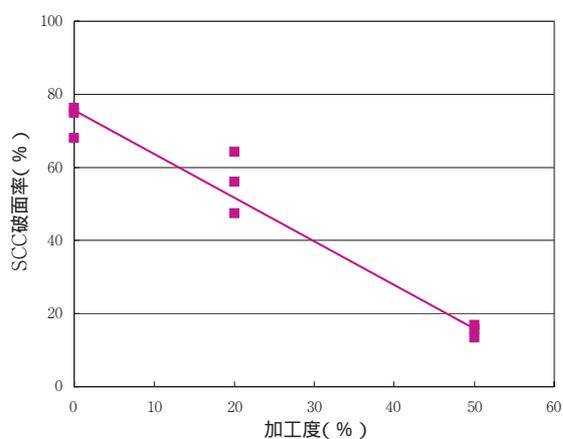


図 4 加工度と SCC 破面率との関係(SUS316)

次に、SUS316 における加工度と破断時間の関係を図 5 に示す。加工度が大きいほど破断時間が短くなる傾向が示された。

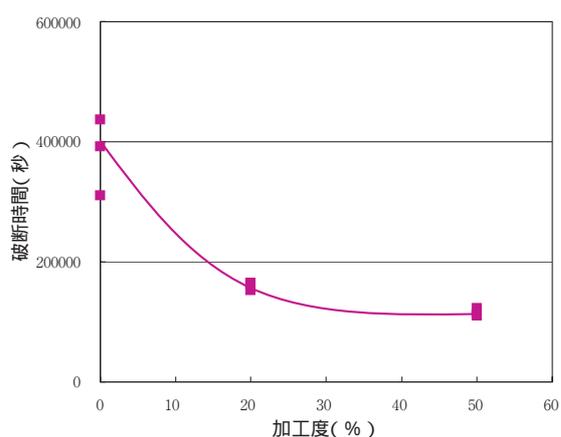


図 5 加工度と破断時間との関係(SUS316)

加工度とき裂進展速度 (SCC 破面率 × 板厚 / 破断

時間) の関係を図 6 に示す。加工度が 0 % より 50 % の方がき裂進展速度は小さくなっているが、加工度 20 % で進展速度はピークを示した。

さらに、加工度と絞りの関係を図 7 に示す。加工度が大きいほど絞りは直線的に小さくなる傾向が示され、加工が加わることにより靱性が低下し、加工度 50 % で絞りがほぼ 0 になることが示された。

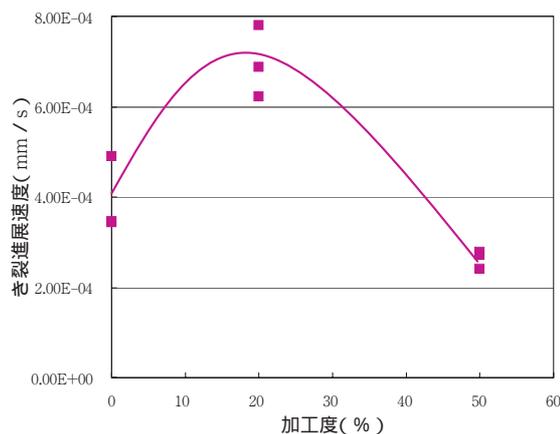


図 6 加工度とき裂進展速度の関係(SUS316)

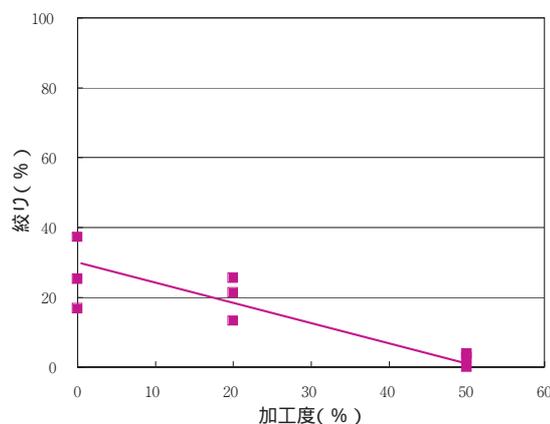


図 7 加工度と絞りの関係(SUS316)

以上により、加工度の違いによる SCC 感受性を評価した場合、従来は破面率が大きくなると SCC 感受性は大きくなると評価するのが一般的であり、それを踏まえると、今回の結果では加工を加えると SCC 感受性は小さくなる結果となるはずである。ところが本研究の結果では、加工度の増大により破断時間が短くなること、き裂進展速度にピークが見られること、この傾向が絞りの傾向と合致しないことが確認された。

3.1.2 鋼種とPWSCC 感受性の関係

次に、PWSCC 感受性に及ぼす鋼種の影響について、き裂進展速度を評価指標に用いて定性評価を実施した。

加工度 0 % において各鋼種のき裂進展速度を比較した結果を図 8 に示す。SUS304 ではばつきが大きく、通常材より L グレード材の方がやや小さくなった。この結果より、鋼種による SCC 感受性については、次の事が考えられる。

- ・ 通常材に比べて L グレード材の方が SCC 感受性は小さい。
- ・ SUS304L 材が最も SCC 感受性が小さい。

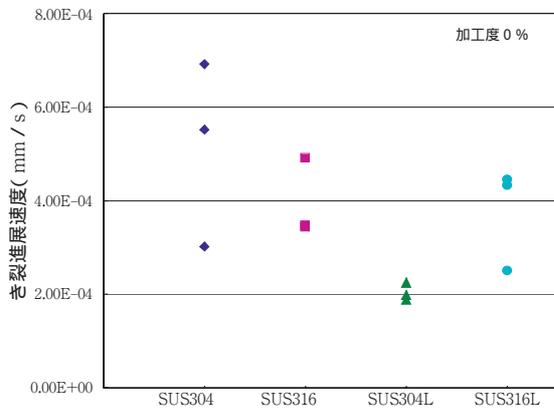
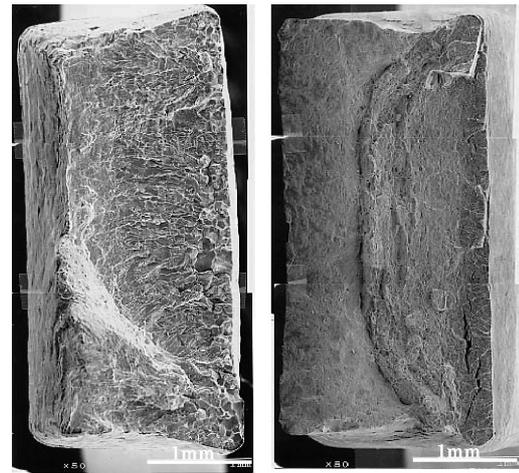


図 8 各鋼種のき裂進展速度の比較 (加工度 0 %)

3.2 SSRT 試験後の破面観察結果

SSRT 試験後の破面を SEM により観察した。図 9 に SUS316 の破面写真を示す。加工度 0 % では、ほぼ全面に擬へき開型の脆性破面が見られ、破面形態としては粒内割れ(TG)破面が見られるが、局部的に粒界割れ(IG)破面も見られた。加工度 20 % では、SCC 破面は減少した。加工度 50 % になると、SCC 破面はさらに減少し、IG 破面は見られなくなった。また、SCC 破面ではないと判断したディンプル破面の中にも局部的に TG 破面が見受けられる部分も存在した。



(a)加工度 0 % (b)加工度 50 %

図 9 SSRT 試験後の破面 (SUS316)

4. 考 察

4.1 試験片形状の影響評価

これまで、曲げ試験片を用いた試験結果について述べてきたが、一般に SSRT 試験で用いる曲げなし試験片との相関について検討を行った。

SUS316 材の通常試験片について、曲げ試験片と同じ条件で SSRT 試験を実施した。試験結果を図 10 に示す。いずれの試験片も SCC 破面率は直線的な減少傾向を示しており、破面形態も同様に推移していた。さらに、グラフより曲げ試験の結果は通常試験片の結果を加速させていると見なせることから、SCC 感受性評価を行う上では、曲げ試験片による SSRT 試験は適切であると考えられる。

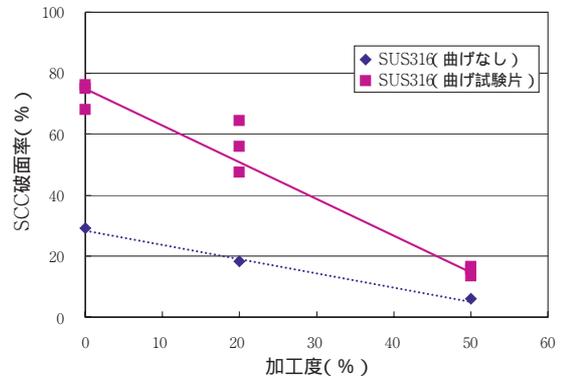


図 10 通常試験片と曲げ試験片による加工度と SCC 破面率との関係(SUS316)

4.2 破面形態

破面観察の結果より、IG 破面は少なくインコネル等に比べて IGSCC 感受性は低いものの、TG 破面を含めると SCC 破面は多く見られる。従って、SUS316 には IGSCC と TGSCC の双方の感受性があることが分かる。また、加工が加わることにより破面形態が部分的に IG を含む破面から全面 TG 破面へと変移しており、SCC 破面率は小さくなっているものの、破断時間及び絞り小さくなっていることを勘案すると SCC の感受性が加工度 0% の場合より小さいとは言えないと思われる。つまり、これまで高温高圧水中での SCC 感受性評価は IGSCC が中心であったが、SUS316 については、TGSCC の感受性評価および寿命評価も行う必要があり、さらには加工による SCC 感受性の変化の評価方法を検討する必要があると考えられる。

そこで、加工を加えた材料の感受性評価手法等について考察することとした。

4.3 大気中引張試験との比較検討

SCC 感受性評価として SSRT 試験を行った結果、鋼種による SCC 感受性の差異は明らかになったものの、加工度による SCC 感受性変化については明確ではない。そこで、加工材の SCC 感受性を定性評価する指標として、SSRT の評価指標の 1 つとして用いられている絞り(10)に着目し、大気中試験との比較検討を試みた。

まず、SUS316 材の曲げ試験片を用いて、大気中引張試験を実施した。なお、試験装置の制約上、大気中引張試験は SSRT よりも速い引張速度で実施した。試験結果を図 11 に示す。大気中引張および SSRT いずれの試験においても加工度が大きくなると絞りが直線的に小さくなった。これは、大気中においても、水中においても、加工が加わることにより靱性が直線的に低下することを示している。さらに、大気中引張試験後の破面は全て延性破面であり、同じ加工度の場合、大気中引張に比べて SSRT 試験の方が絞りが小さいことから、環境により靱性の低下が影響を受けること、つまり、SCC の感受性が変わることが示されている。

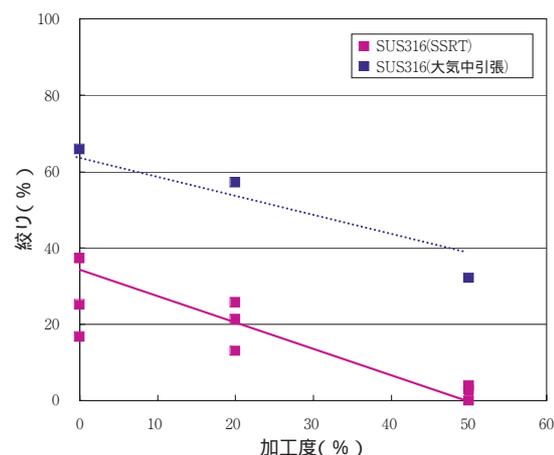


図 11 大気中引張試験と SSRT による加工度と絞りとの関係

さらに、環境の影響による絞りの低下度をより明確にするため、SSRT 試験での絞りりと大気中絞りの比を絞り率として、絞り率での評価を行った。評価結果を図 12 に示す。その結果、加工度が大きいほど絞り率が小さくなる結果となった。これは、加工度が大きいほど、環境の影響が大きく影響している可能性があることを示すものと考えられる。つまり、絞り率の低下が SCC 感受性の増大の指標であると考えた場合、加工度が大きいほど SCC の感受性が大きくなることを示すものであると言える。

これらの結果は、前述の破面率、破断時間、および、き裂進展速度による評価とは異なる結果となっているがその理由として以下のことが推測される。すなわち、各加工度において破面形態の違いがあり、特にディンプル破面については、加工度 0% では延性型の破面であり SCC 破面との区別が明確であるが、加工度 50% では、脆化型のディンプル(ディンプルの中に TG 破面が存在する)を呈しているものと考えられ、そのため SCC 破面との区別が非常に困難になっている。本評価では、SCC 破面をマクロ的に判断しており、ディンプル破面中の SCC 破面は評価されておらず、加工度 50% でき裂進展速度が過小評価になっている可能性も考えられる。このため、材料特性のマクロ的な評価指標である絞り(絞り率)による評価は、本破面のように明瞭に SCC 破面を分離することが困難な加工が加わった材料の SCC 感受性を評価する上で有効な手法の一つであると判断した。

加工材の評価については、破面評価手法、評価パラメータ、試験手法を含めて、今後さらに検討を進めることとする。

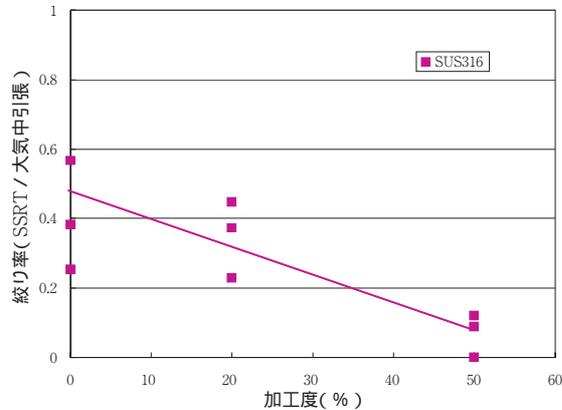


図 12 加工度と絞り率との関係

5. まとめ

4種類のステンレス鋼を用いて SSRT 試験を実施し、PWR 一次系水中における SCC 感受性の評価を行い、以下のような新しい結果を得た。

- (1) これらのステンレス鋼については、PWR 一次系水中における SCC 感受性が認められ、鋼種による差異も認められた。
- (2) 大気中引張試験と SSRT 試験の絞りの比較により、ステンレス鋼においては、加工度の増大により SCC 感受性が大きくなる結果が示された。
- (3) これまで用いられてきた破面率、破断時間及びき裂進展速度の評価だけでは、必ずしも加工による SCC 感受性の変化を評価できないこと、および、ステンレス鋼については TGSCC 破面の評価も必要であることがわかった。

6. 今後の課題

PWR 一次系水中におけるステンレス鋼の SCC 感受性評価およびき裂発生～き裂進展までの総合的寿命評価を行うために、定量的評価の手法として定荷重試験、CT 試験片によるき裂進展試験を実施していく。

文献

- (1) H.Coriou, L.Grall, Y.LeGall and S.Vettier :High temperature stress corrosion cracking of Inconel in water, Third Metallurgical Symposium on Corrosion, Saclay, North Holland Publishing Co.,Amsterdam, (1959) 161.
- (2) H.Coriou, L.Grall, C.Mahieu and M.Pelras : Sensitivity to stress corrosion and intergranular attack of high-nickel austenitic alloys, Corrosion, 22 (1966) 280.
- (3) N.Totsuka and Z.Szklarska-Smialowska: Hydrogen induced IGSCC of two unsensitized austenitic stainless steels in high-temperature water, Corrosion, 44 (1988) 124.
- (4) Z.Szklarska-Smialowska, Z.Xia and S.W.Sharkawy : Comparative studies of SCC in two austenitic stainless steels and alloy 600 on exposure to lithiated water at 350 , Corrosion,48(1992)455.
- (5) S.W.Sharkawy, Z.Xia and Z.Szklarska-Smialowska: Stress corrosion cracking of AISI 304 and 316 stainless steels in lithiated water at 350 , Journal of Nuclear Materials, 195 (1992) 184.
- (6) Y.Kanazawa, M.Tubota: Stress Corrosion Cracking of Cold Worked Stainless Steel in High Temperatur Water, Corrosion ' 94, Nace, Baltimore, 1994, Paper No.237.
- (7) M.O.Speidel, Vortrag 5 VGB Konferenz: Korrosion und Korrosionsschutz in der Kraftwerkstechnik, Essen, 1995.
- (8) P.L.Andresen, T.M.Angeliu, W.R.Catlin, L.M.Young and R.M.Horn: Effect of deformation on SCC of unsensitized stainless steel, Corrosion/2000, Paper No.203.
- (9) P.L.Andresen, T.M.Angeliu and L.M.Young: Effect of martensite and hydrogen on SCC of stainless steel and alloy 600, Corrosion/2001, Paper No.1228.
- (10) 高野道典:SSRT 法による応力腐食割れ,日本金属学会会報,第 18 巻,(1979)566.