

平成 21 年 6 月 19 日現在

研究種目：若手研究 (B)
 研究期間：2007～2008
 課題番号：19760502
 研究課題名 (和文) ステンレス鋼溶接部の表面組織微細化による特性変化の解明と
 実用的測定技術の開発
 研究課題名 (英文) Property Variation and Practical Evaluation of grain refinement
 at the surface of stainless steel weldment
 研究代表者
 甲斐 彰 (熊本県産業技術センター (情報デザイン、生産技術、電子、微生物応用、
 材料開発))
 研究者番号：20422082

研究成果の概要：

鉄系構造部材の疲労強度向上などに利用されているピーニングをオーステナイト系ステンレス鋼の溶接部に適用した場合の性質の変化を調査した。ピーニングにより表面部に圧縮残留応力の導入および組織の微細化により機械的特性の向上があるものの、常温食塩水中や高温水中での耐食性は低下する傾向があることを見出した。また、この耐食性の変化を利用することにより表面組織の性状の評価が可能であることを示唆した。

交付額

(金額単位：円)

| | 直接経費 | 間接経費 | 合計 |
|---------|-----------|---------|-----------|
| 2007 年度 | 1,700,000 | 0 | 1,700,000 |
| 2008 年度 | 1,500,000 | 450,000 | 1,950,000 |
| 総計 | 3,200,000 | 450,000 | 3,650,000 |

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・材料加工・処理

キーワード：オーステナイト系ステンレス鋼,ピーニング,溶接熱影響,酸化被膜,応力腐食割れ

1. 研究開始当初の背景

(1) 背景

現在、オーステナイト系ステンレス鋼は原子力プラントから食品機械にいたるまでその利用は多岐にわたっており、これらの構造物の製作において材料厚さを問わず溶接が必要不可欠である。しかしながら、ステンレス鋼の溶接部は熱的影響による強度および耐食性の低下が避けられず、いまだ多くのトラブル事例が報告されている。

申請者はオーステナイト系ステンレス鋼溶接材の疲労強度に関する研究を行っており、薄肉の板であっても溶接によって疲労強度が著しく低下するものの、祖山によって開発されたキャビテーション・ショットレス・ピーニング (CSP) を施すことによって溶接部近傍に圧縮の残留応力を導入し疲労強度

が改善できることを確認している。このような効果はショットピーニング (SP)、レーザーピーニング (LP) といった他のピーニング手法でも確認されており、一部のプラントでは構造物の長寿命化、あるいは損傷の進行を抑制することを目的に試験的に導入されている例もある。

薄肉溶接材において狭い熱影響部 (HAZ) に生ずる残留応力を 2D-XRD 法によって測定した結果、ここに厚肉溶接の HAZ と同等の引張り残留応力が生じていることを確認している。また、照射する X 線のスポットサイズに対してオーステナイト系ステンレス鋼は結晶粒が大きいいためデバイリングは不連続となるが、CSP によってデバイリングが連続になることから表面組織が微細化することが読み取れる。このことからピーニング

が圧縮残留応力の導入以外にも組織の変化に寄与することが示唆されており、これが相乗的に働いた結果、機械的特性が向上すると推定される。

ピーニングされたステンレス鋼の腐食に関する研究は応力腐食割れ (SCC) を対象にしていることが多く、SCC 感受性が改善することはわかっているものの力学的要因 (引張残留応力の緩和) が主体であり、耐食性の変化については把握できていないのが現状である。

(2) 動機

ピーニングは残留応力、加工硬化による機械的性質の向上が注目されることが多く、腐食挙動については研究の事例が少ない。このため、安易に構造部材に適した場合における腐食による損傷は十分に考えられる。さらに、ピーニングの加工程度の評価はアルメストリップなどダミーピースによる評価が主体であり、加工物そのものの評価が困難である。残留応力や組織の変化は耐食性に影響を及ぼすため、これを利用すれば加工物の直接評価ができる可能性がある。

原子力プラントのような高温水での腐食挙動を直接評価することは容易ではないが、結果として生成する表面の酸化物から推定は可能である。高温水中での腐食挙動に関する知見、およびその材料評価技術はプラントの寿命に関する重要な情報を提供するものと考えられる。

2. 研究の目的

(1) ステンレス鋼溶接部の信頼性向上を図るべく、金属のピーニングなど強加工時に表面の組織に発現する結晶の微細化に着目し、これをステンレス鋼溶接部に導入した場合の材料の特性 (機械的特性および腐食特性) を明らかにすることを目的とする。

(2) 微細化される領域は表面のごくわずかであるため、その評価は困難であることから、これを評価する実用的な手法の構築を行う。

(3) 微細化した表面に高温水中で形成する酸化物を調査し、高温水中での腐食挙動に関する知見を得るとともに、酸化物分析による材料評価を試みる。

3. 研究の方法

(1) 溶接試験片の検討

薄肉の溶接であっても試験片のHAZに十分な引張り残留応力がかかるよう、素材の200×100×t3の2B板にR1.5の半円断面の溝を設け、その近傍ボルトで定盤に固定しTIG溶接によって肉盛り溶接した。余盛りの高さは、事前に曲げ疲労試験により、溶接の影響を受

ける寸法でかつ実際の構造部材の溶接に準拠する条件を選定した。使用した溶接棒はSUS304にはSUS308、SUS304LにはSUS304L、SUS316LにはSUS316Lをそれぞれ使用した。溶接後、図1に示す小片(22×80×t3)を切り出し、溶接部近傍のみピーニングを行った。ピーニングは比較的平滑な表面が得られるCSPおよび微粒子ショットピーニング(FPP)を比較検討した。CSPは水中での処理のため表面に酸化物(腐食生成物)が処理直後から発生するため、表面の測定に不適と判断し、FPPによる加工材を研究に用いた。FPPの処理条件はφ5mmのノズルと0.055mm鋼球(硬度HV600程度)のショット材を使用し、投射空気圧力は0.50MPa、スタンドオフ100mmとした。ピーニングの加工の程度は加工の送り速度と加工パスによって計算され、単位当たりの投射時間で表現される。本研究に使用した試験片は0.01 s/mmと0.11 s/mmである。

左:0.11s/mm

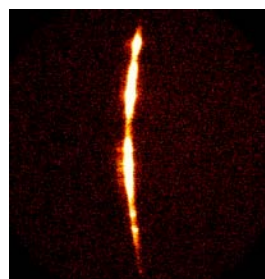
右:0.01s/mm

図1. ピーニング済溶接試験片

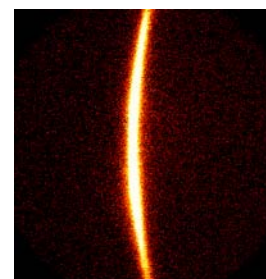


(2) X線回折による測定

残留応力を測定するとともに結晶粒の情報を得るためX線回折測定を行った。2D-XRD法は図2のようにデバイリングを2次元的に測定するため、同図(a)のような断続的なデバイリングができるオーステナイト系ステンレス鋼およびその溶接部の測定には適当であるものの、測定時間が長くかつ試験片寸法・重量に制約が多い。ピーニングを施すことにより図2(b)のようにデバイリングが連続的になり、従来の $\sin^2\phi$ 法による測定が可能となるため、実用性を重視しこれを採用した。



(a) 未処理



(b) ピーニング後

図2. デバイリングの連続性

(3) 電気化学測定

溶接部近傍の腐食挙動（耐食性）を評価するために、窒素で脱気した 3.5wt%NaCl 水溶液中でアノード分極測定を行った。試験片の局所的な残留応力が変化しないよう、試験片を切断することなく測定できるセルを設計・製作し（図 3）、試験に供した。内径 1cm の Oリングによって試験片はシールされており、溶接ビード（約 6mm）とその両端 2mm の試験が行うことができる。

-700mV で 10 分間陰極処理を行った後自然電極電位を測定し、その値から 100mV の卑の電位から 0.5 mV/sec でアノード方向へ掃引した。

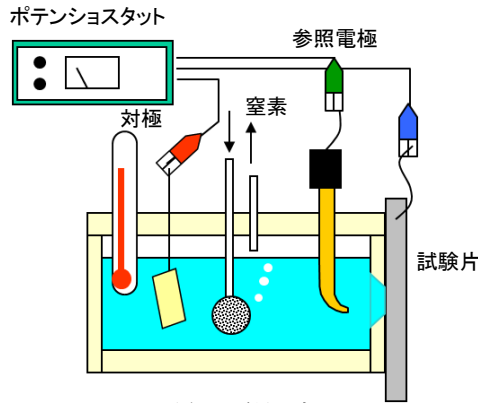


図 3. 電気化学測定セル

(4) 高温水環境における酸化挙動の調査

高温水中での酸化腐食挙動を調査するために図 4 に示す小型オートクレーブを用いた装置を製作し試験に供した。高温水の条件は沸騰水型原子炉 (BWR) に準拠し、288°C、9 MPa とした。循環水は電気伝導度が 0.1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 未満かつ溶存酸素が 200 ppb となるようイオン交換樹脂および窒素/酸素ガス (5000 ppm) を用いてタンク内で常時調質した。110h の酸化処理をした後、大気中に取り出して酸化被膜のラマン分光分析を行った。

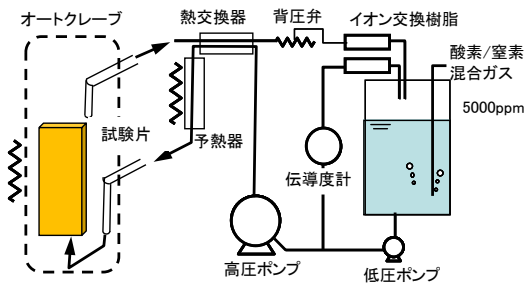


図 4. 高温水酸化装置

4. 研究成果

(1) 溶接部近傍のピーニングによる性質の変化

① 残留応力 (X線回折)

試験片の溶接止端から 2 mm までをマスクを利用して測定した、HAZ の残留応力を図 5 に示す。測定は Cr 管球を用いて並傾法・ ϕ 一定法により行い、応力定数は -366MPa/deg とした。2B 仕上げの受入材表面には 100 MPa 程度の圧縮残留応力が検出されているが、溶接を施すことにより 50 MPa の引張残留応力が生じる。ピーニングを施すことにより、大きな圧縮応力が検出された。0.01 s/mm の条件で飽和していることがわかる。すべて試験片でピーニングの投射時間の増加に伴い、 α -Fe のピーク強度の低下および半値幅の増加が見られた。SUS304 および SUS304L では、これと同時に加工誘起マルテンサイトに由来するピークの増加が検出された。

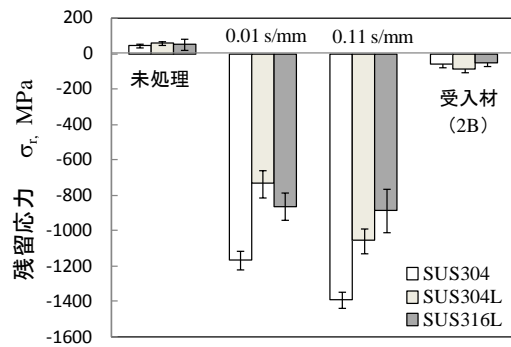


図 5. 試験片および受入材の残留応力

② 電気化学的特性および常温 3.5wt% 塩水中における腐食挙動

溶接部近傍のアノード分極曲線を図 6 に示す。すべての合金において未処理材では分極開始から孔食が発生するまでほぼ電流は一定値を保っていることから、不動態の維持があると判定できる。一方、ピーニングにより溶接部の自然電極電位が卑になっており、かつ分極の掃引開始直後から大きな電流が流れていることがわかる。すなわち、ピーニングを施すことによって、不動態が維持できなくなっていることがわかる。試験終了後、ピーニングを施した試験片は接液部が全面腐食により減肉していた。また、電位が 0 mV 付近でピーニング 0.11 s/mm の試験片の電流密度が 0.01 s/mm のものより約 5~10 倍程度大きくなっていた。この電流密度の違いは、ピーニングによる変質層の厚みの差異を反映しているものと考えられる。すなわち、通常のスチンレス鋼の自然電極電位よりも低い電位において、ピーニングにより変化した組織は全面腐食で除去されていく。素地のスチンレス鋼の組織に近い表面が現れたところで耐食性が回復するため、全面腐食の速度が低下したものと推定される。

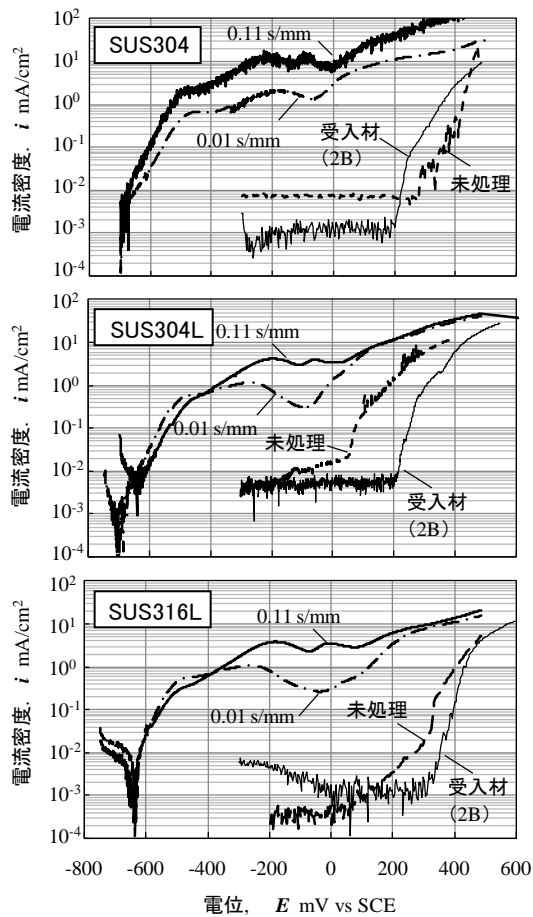


図 6. 塩水中におけるアノード分極曲線

また、SUS316L でもこの現象が確認されたことから、加工誘起マルテンサイトへの組織変化だけではないことがわかった。以上の結果から、ピーニングによってオーステナイト系ステンレス鋼溶接部近傍の耐食性が低下していることが示唆された。

③高温水中で形成した酸化被膜

高温水中で酸化させた試験片は、母材やピーニングを施していない溶接部の酸化被膜が褐色であるが、ピーニングを施した部分は黒い酸化被膜に覆われている。図 7 に HAZ における酸化被膜のラマン分光測定結果を示す。褐色に見える部分はラマンスペクトルに NiFe_2O_4 と同定される 700cm^{-1} のピークを含んでいるが、ピーニングを施したものはピークが低波数側にシフトしている。これは 680cm^{-1} にピークを持つ Fe_3O_4 が、または Fe が多い非化学量論組成の NiFe_2O_4 が主たる成分と推定できる。また、ピーニングされた部分の被膜は光沢がないことから厚い被膜が形成したと考えられ、この部分での酸化が周囲より進んでいたことが示唆された。

(2) 実用的評価手法

食塩水などの適当な電解質を用いてピーニングした材料を素地の自然電極電位で分

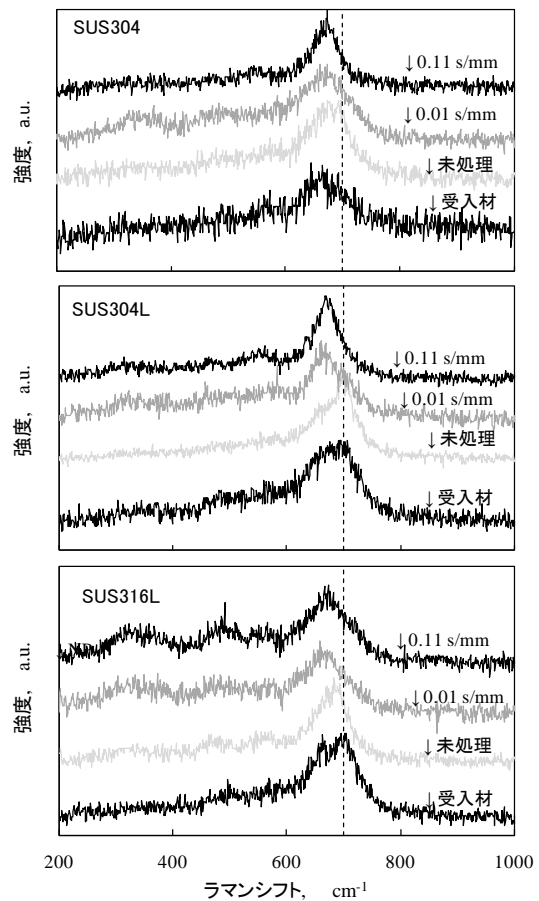


図 7. 高温水中で形成した HAZ 上酸化被膜

極し電流をモニタリングすれば、電流が減少した時間あるいはその時点までの電気量で変質層の厚みを評価できる可能性が見出された。

(3) 高温水中で形成する酸化被膜

ピーニングした溶接部近傍の高温水中での酸化は常温塩水中と同様に酸化腐食反応が進みやすい状況になっていることがわかった。また、これを利用すれば酸化被膜からその表面の損傷度を判定できる可能性が見出された。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

甲斐 彰 (熊本県産業技術センター (情報デザイン、生産技術、電子、微生物応用、材料開発))

研究者番号 : 20422082