

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 14 日現在

機関番号：82108

研究種目：基盤研究(B)

研究期間：2010～2013

課題番号：22360407

研究課題名(和文) マイクロセルを用いた腐食及び応力腐食割れの非破壊評価試験装置の開発

研究課題名(英文) Non-destructive Evaluation System for Corrosion and SCC by Using Micro-cell

研究代表者

志波 光晴 (SHIWA, MITSUHARU)

独立行政法人物質・材料研究機構・材料信頼性評価ユニット・グループリーダー

研究者番号：70242120

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 12,800,000円、(間接経費) 3,840,000円

研究成果の概要(和文)：従来の腐食・応力腐食割れ(SCC)試験法では困難であった、腐食及びき裂の発生・進展機構を定量的に評価する非破壊評価法の開発を行った。開発した手法は、曲げ負荷を与えた薄板試験片上の液滴に隙間を設けたカバーガラスを置くことで、ビデオマイクロスコープによる高倍率表面観察及び、高感度アコースティック・エミッションの同時計測により、SCCの発生・進展のその場観察を行ない、SUS304鋼を対象に加工硬化及び溶体化処理のき裂発生時間、き裂進展速度、き裂進展機構の解析を可能にした。

研究成果の概要(英文)：New corrosion and stress corrosion cracking (SCC) nondestructive evaluation technique was developed to be able to quantitative measurement for corrosion and SCC mechanisms. The method is based on the high-magnification video microscope (VMS) observation and high sensitivity acoustic emission measurement (AE) for SCC located in a droplet on bended thin plate specimen. The initiation and the propagation of SCC were observed by the VMS and AE simultaneously. The crack initiation time, the crack velocity and the crack propagation mechanism in Type 304 stainless steel of the work hardened and the solution treatment specimens were analyzed.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：総合工学・原子力学

キーワード：水溶液腐食 非破壊評価 応力腐食割れ アコースティック・エミッション ビデオマイクロスコープ
き裂進展速度 ピット マイクロセル

1. 研究開始当初の背景

(1) NIMS で開発された $MgCl_2$ 液滴と薄板を用いた腐食・応力腐食割れ(SCC)試験方法の、進展過程をその場観察する方法として、アコースティック・エミッション(AE)によるモニタリング方法を開発した。

(2) 液滴 SCC の AE 試験結果において、バルク溶液試験と同様の AE 活性期と不活性期が見られたことから、SCC の定量評価において液滴内の腐食の発生、き裂の発生、進展、停留のその場観察とメカニズムの解明が求められていた。

2. 研究の目的

(1) NIMS で開発された塩化マグネシウム液滴液滴と薄板を用いた腐食・SCC 試験方法を対象に、液滴内の腐食・SCC の進展過程を AE 及び光学顕微鏡等の連続的モニタリングにより、腐食ピットの発生・進展及び、SCC の発生から進展を検出可能な装置を試作する。

(2) 開発した装置を用いて、ステンレス鋼(SUS304、SUS316L)を対象に材料の組成、熱処理、加工履歴、残留応力等や、腐食電位による SCC 感受性、き裂進展速度を定量的に評価できる手法を開発する。

3. 研究の方法

(1) 研究実施内容は、まず NIMS で開発された塩化マグネシウム液滴と薄板を用いた腐食・SCC 試験方法を対象に、液滴内の腐食・SCC の進展過程の AE 及び光学顕微鏡により連続的にモニタリングを行う手法を開発する。

(2) 開発した装置を用いた SCC の特性評価法を確立するために、ステンレス鋼 (SUS304、SUS316L) の加工硬化(WH)材及び溶体化処理(ST)材を用いて、加工硬化・残留応力の影響や SCC 感受性、き裂進展速度等のき裂進展挙動等を短時間で再現性よく定量的に評価できる試験法を開発する。

4. 研究成果

(1) SCC のイニシエーションであるピットの発生と AE 挙動を評価するため、負荷を与えない液滴腐食試験法においてカバーガラスを用いて液滴内部をビデオマイクロスコープ(VMS)により 2000 倍の高倍率で観察する手法及び AE を近距離音場において高感度で測定する手法を開発した。SUS304 の WH 材及び ST 材の液滴腐食試験を行い、ピットの発生及び進展挙動を AE 特性の評価を行った。ST 材では AE が検出されなかったのに対し、WH 材では SCC 試験と同様な断続的な AE の発生が検出された。腐食形態は、ST 材では開口ピット、WH 材では皮付きピットであったことから、WH 材の主な AE 源は皮付きピット周りの腐食変質層の割れやピット

内の酸化物の割れではないかと考えられた。

(2) SCC の発生と進展を評価するため、板曲げによる負荷を与える液滴 SCC 試験法において応用して、カバーガラスを用いて液滴内部をビデオマイクロスコープ(VMS)による高倍率で観察する手法及び AE の同時計測する手法を開発し、SUS304 の WH 材及び ST 材の液滴 SCC のき裂発生と進展挙動及びき裂進展速度を明らかにした。き裂の発生時間では WH 材は ST 材に比べて 1 桁短く、き裂進展速度では WH 材が 1.5 ~ 2 倍程度速かったが、両者ともき裂は連続的に進展した。しかしながら AE は WH 材のみ不連続に検出された(図 1)、AE 検出時にき裂面を高倍率で観察したところ、き裂の特定部位から発生するバブルに同期して AE が検出されることが確認された(図 2)。

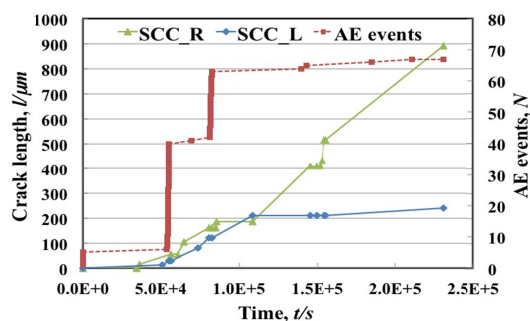


図 1. 加工硬化材の AE 数及びき裂進展速度

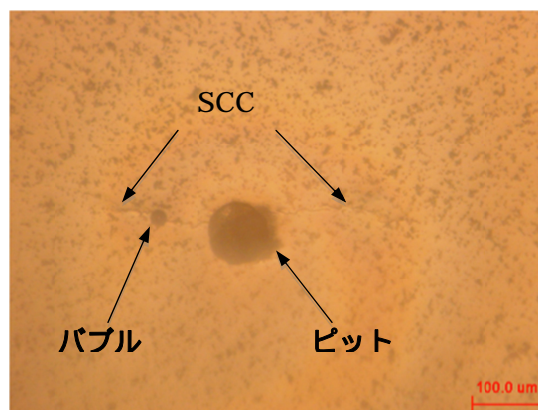


図 2. AE 源のき裂から発生水素バブル。

(3) AE 源となった WH 材のバブルの発生機構を解明するため、X 線 CT を用いた WH 材及び ST 材のき裂性状の断層観察及びクロスセクションポリッシャー (CP) を用いたき裂断面観察、並びにナノインデンテーションによる硬さ分布計測を行い、SCC き裂の 3 次元形状及び組織性状の評価を行った。WH 材ではき裂面内にピットの発生が見られたのに対し、ST 材ではき裂表面にピットの発生が見られた(図 2)。き裂先端は、WH 材及び ST 材とも表面ではなく内部であり、SCC き裂は内部から進んだことが明らかになった。表面におけるビッカース硬さでは、WH 材が ST 材の 2 倍であった。また、ナノインデューシ

ンによる板厚方向の硬さ分布では、WH 材及びST 材とも表面から 10 μm と板厚中央において大きな差は見られなかった。

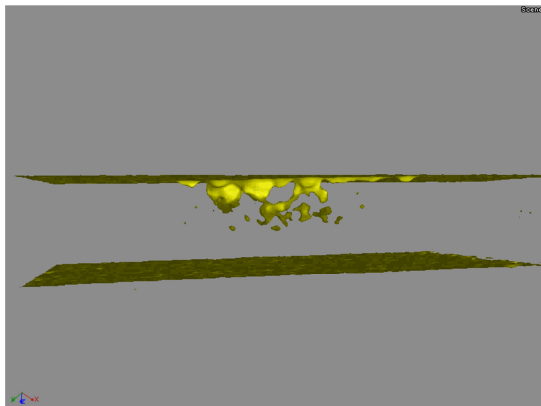


図3 . ST 材の SCC の CT 像。

(4) 本手法の開発により、SCC の進展機構のその場観察が可能になり、それを用いた SUS304 鋼の塩化物液滴 SCC の進展メカニズムが検討された。まず、AE はき裂発生後にき裂面の腐食進展により生成した水素がバブルとしてき裂表面から吹き出すことに対応して発生し、割れには直接対応しないことが示された。VMS 及び断面観察より、本き裂進展は加工硬化等の表面の影響によらずピットからほぼ連続進展し、そのき裂先端は接液している表面ではなく内部であった。これより、本液滴 SCC 進展機構は、従来の活性溶解(APC)や、水素脆化(HC)だけでなく水素誘起変態等も考慮する必要があることが示唆された。

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)

〔雑誌論文〕(計 5 件)

Mitsuharu Shiwa, Hiroyuki Masuda, Hisasi Yamawaki, Kaita Ito and Manabu Enoki, 査読有, Materials Transactions, 55 巻, 2014, 258-259

DOI: 10.2320/matetrans.M2013331

Mitsuharu Shiwa, Hiroyuki Masuda, Hisasi Yamawaki, Kaita Ito and Manabu Enoki, 査読有, Emerging Technologies in Non-Destructive Testing, 5 巻, 2012, 327-331

DOI: 10.3233/978-1-60750-968-211

志波光晴、山脇 寿、升田博之、伊藤海太、榎 学、日本金属学会誌、査読有、76 巻、2011、535-540

DOI:

Mitsuharu Shiwa, Hiroyuki Masuda, Hisasi Yamawaki, Kaita Ito and Manabu Enoki, 査読有, Strength, Fracture and Complexity, 7 巻, 2011, 71-78

DOI:

志波光晴、山脇 寿、升田博之、伊藤海太、榎 学、日本金属学会誌、査読有、76 巻、2011、112-128

DOI:

〔学会発表〕(計 15 件)

志波光晴、山脇 寿、他、SUS304 の塩化マグネシウム液滴 SCC 試験におけるき裂進展と AE の関係、日本金属学会 2014 年春季大会、2014 年 3 月 21 日、東京工業大学大岡山キャンパス

Mitsuharu SHIWA, AE and VMS Monitoring in Type SUS304 Stainless Steel, 2014/2/2-5, Gulf International Convention Center, Kingdom of Bahrain
志波光晴、山脇 寿、他、SUS304 鋼の液滴応力腐食割れ試験における AE の加工硬化の影響、第 20 回超音波シンポジウム、2014 年 1 月 20 日、東京都立産業技術センター

志波光晴、山脇 寿、他、応力腐食割れ時に検出されたパルプの AE 特性、第 18 回アコースティック・エミッション総合コンファレンス、2013 年 12 月 5 日、関西大学千里山キャンパス

Mitsuharu SHIWA, Hisasi Yamawaki, etc., Acoustic Emission of MgCl₂ Droplet SCC Testing in SUS304 Stainless Steel, 2013/11/18-22, Renaissance Center Hotel Mumbai, India
志波光晴、山脇 寿、他、SUS304 の塩化マグネシウム液滴 SCC 試験におけるき裂進展と AE の関係、日本金属学会 2013 年秋季大会、2013 年 9 月 19 日、金沢大学

Mitsuharu SHIWA, Hisasi Yamawaki, etc., AE Source of a Droplet Stress Corrosion Cracking Testing in Type 304 Stainless Steel, QNDE2013, 2013/7/21-26, Hilton Baltimore, USA

志波光晴、山脇 寿、他、SUS304 薄平板の塩化マグネシウム液滴による SCC 試験における AE 源、平成 25 年度春季講演大会、2013 年 6 月 3 日、アルカディア市ヶ谷
志波光晴、山脇 寿、他、SUS304 薄平板の塩化マグネシウム液滴による SCC 試験における AE 源、日本金属学会 2012 年春季大会、2013 年 3 月 28 日、東京理科大学

Mitsuharu SHIWA, Hisasi Yamawaki, etc., In-situ Observation in SUS304 Stainless Steel by AE and VMS, 21th International Acoustic Emission Symposium, 2012/11/29, Okinawa Pref. Municipal Center

志波光晴、山脇 寿、他、MgCl₂ 液滴による SUS304 薄板の SCC 試験における加工硬化の影響、日本金属学会 2012 年秋季大会、2012 年 9 月 19 日、愛媛大学

Mitsuharu SHIWA, Hisasi Yamawaki,

etc., In-situ Observation and Acoustic Emission Analysis for Corrosion Pitting and SCC of MgCl₂ Droplet in SUS304 Stainless Steel, 2012 Far-East Forum Nondestructive Evaluation Testing, 2012/5/24, Hefei Hotel
Mitsuharu SHIWA, Hisasi Yamawaki, etc., In-situ Optical and Acoustic Emission Analysis for SCC of Stainless Steel under MgCl₂ Droplet, 12th International Conference on Computation & Experimental Engineering and Science, 2012/5/2, Minoa Palace Resort & Spa 5, Greece
志波光晴、山脇 寿、他、MgCl₂ 液滴による SUS304 腐食試験時に発生した SCC の VMS によるその場観察と AE 特性、日本金属学会 2012 年春季大会、2012 年 3 月 29 日、横浜国立大学
志波光晴、山脇 寿、他、AE による SUS304 薄平板の塩化マグネシウム液滴腐食進展における加工硬化の影響評価、第 18 回 アコースティック・エミッション総合コンファレンス、2011 年 9 月 27 日、埼玉大学東京ステーションカレッジ

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕

出願状況(計 0 件)

取得状況(計 0 件)

〔その他〕

ホームページ等

非破壊評価グループ

http://www.nims.go.jp/group/g_non-destructive-evaluation/index.html

物質・材料研究機構 非破壊評価グループホームページ

<http://www.nims.go.jp/NDE/>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

志波 光晴 (Mitsuharu, SHIWA)

独立行政法人物質・材料研究機構・材料信頼性評価ユニット・グループリーダー

研究者番号：70242120

(2) 研究分担者

山脇 寿 (Hisashi, YAMAWAKI)

独立行政法人物質・材料研究機構・材料信頼性評価ユニット・主幹研究員

研究者番号：20354194