

機関番号：82108

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2008～2010

課題番号：20560621

研究課題名(和文) SCCき裂先端における変形挙動の解析

研究課題名(英文) Analysis of deformation behavior in SCC crack tip

研究代表者

長島 伸夫 (NAGASHIMA NOBUO)

独立行政法人物質・材料研究機構・材料信頼性センター・主任研究員

研究者番号：30354252

研究成果の概要(和文)：き裂先端のひずみ分布を測定することを目的として、硬さとひずみの関係を求めた。硬さ測定は、マイクロビッカース硬さ試験(マクロ硬さ)、微小硬さ試験(meso硬さ)、ナノインデンテーション試験(ナノ硬さ)を行った。その結果、き裂先端の塑性ひずみ分布の計測には微小硬さ試験が適していることが明らかとなった。SCCき裂進展試験を模擬した大気中き裂進展試験は実施された。得られた試験片のき裂先端は平面ひずみ状態である。き裂先端のひずみ分布は微小硬さ試験の硬さ分布測定により計測できた。また、同試験片のき裂先端についてEBSD解析を行った結果、塑性変形領域内のランダム粒界はき裂先端にのみ局所方位差が生じ、 3Σ 対応粒界には局所方位差が生じなかった。

研究成果の概要(英文)：For the purpose of measuring strain distribution of the crack tip, the relations of the hardness and the strain were demanded. The hardness measurement performed Micro Vickers test (macrohardness), a microhardness test (meso hardness), nanoindentation test (nanohardness). As a result, it was evident that a microhardness examination was suitable for a measurement of the plasticity strain distribution of the crack tip. The crack propagation test out in air which simulated SCC crack propagation test was carried out. Crack tip of a provided specimen is plane strain condition. The strain distribution of the crack tip was able to be measured by the hardness distribution measurement of the microhardness test. In addition, as a result of having performed EBSD analysis about the crack tip of the specimen, a local direction difference produced the random grain boundary in the plastic deformation domain only in crack tip, and a local site direction difference didn't produce it in 3Σ correspondence grain boundaries.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	1,500,000	450,000	1,950,000
2009年度	1,400,000	420,000	1,820,000
2010年度	700,000	210,000	910,000
年度			
年度			
総計	3,600,000	1,080,000	4,680,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学、金属物性、力学物性

キーワード：応力腐食割れ(SCC)、微小硬さ、原子間力顕微鏡、SEM、EBSD

1. 研究開始当初の背景

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、沸騰水型原子力発電 (BWR) の炉心シュラウド及び再循環系 (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。このような背景から、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力力腐食割れ実証事業」(以下、IGSCC プロジェクト) が実施され SCC き裂進展特性が取得されている。SCC き裂進展試験は CT 試験片を用いて行われているが、CT 試験片のき裂先端部には塑性変形領域が存在するため、き裂先端の塑性変形量を正確に把握することは、SCC き裂進展特性を評価する上で重要である。

2. 研究の目的

実機ならびに SCC き裂進展試験のき裂先端の応力状態は 3 軸応力下の平面ひずみ状態である。平面ひずみ状態のき裂先端のひずみ分布について計算科学の分野では、有限要素法 (Finite Element Method; FEM) によるき裂先端に生ずる結晶すべりモデルを用い、中央き裂を有する平面ひずみブロックのモード I 型のき裂開口の解析が試みられている (北川、小西、中谷、日本機械学会論文集 A57(1991), p.1986-1991)。さらに分子動力学法 (Molecular Dynamics; MD) と FEM の中間であるメゾメカニクス的アプローチの一つである離散転位動力学法 (Discrete Dislocation Dynamics; DDM) によるき裂先端の解析が試みられている (中谷、北川、杉崎、日本機械学会論文集 A65(1999), p.575-581)。FEM 解析の結果ではき裂先端のひずみ分布が求められ、DDM では MD による原子構造変化、DDM による転位のすべり運動の奇跡と相当塑性ひずみ分布、結晶性塑性 FEM による非弾性ひずみ分布が示されている。一方、実験的手法としては、平面応力状態であれば、表面と内部のひずみ分布はほぼ同じであることから、表面ひずみを計測する光弾性法やモアレ法、X 線回折法などによる計測が報告されているが、内部ひずみを非破壊で直接計測する

ただ一つの方法である中性子回折法による報告は無い。したがって、平面ひずみ状態のき裂先端の塑性ひずみ評価は、実験より計算科学の解析が進んでいる。

そこで、本研究では実験的に平面ひずみ状態のき裂先端塑性ひずみ分布測定を試みる。また、平面ひずみ状態のき裂先端について EBSD 解析を行い塑性変形領域内のランダム粒界ならびに $\Sigma 3$ 対応粒界の局所方位差を解析し、これらの変形能の違いについて検討する。

3. 研究の方法

供試材は低炭素ステンレス鋼 SUS316L であり、溶体化処理として加熱温度 1050°C で 30 分間保持した後水冷した。対象材料の機械研磨や HAZ による加工硬化領域を模擬するため冷間圧延 (10%, 20%, 30%, 40%, 50%) を実施した。

これらの冷間圧延材から、硬さ測定用の試験片を加工し、ナノ、メゾ、マクロの硬さを測定し、冷間圧延比から求めた真ひずみと硬さの関係を得た。

また、1 インチ CT 試験片を作成し、SCC き裂進展試験が行われている応力拡大係数と同じ条件で大気中き裂進展試験を実施する。き裂進展試験片は、試験片厚さ方向の中央で切断し、片側を硬さ試験用試験片、もう片側を EBSD 観察用の試験片とした。

4. 研究成果

(1) ナノ-メゾ-マクロ強度解析

図 1 にナノ-メゾ-マクロ領域にわたる硬さの圧痕サイズ依存性を減面率 10%、30%、50%材と減面率 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を採用した。圧痕サイズが $2 \mu\text{m}$ 以下にはナノインデンテーション試験によるナノ硬さ、2 から $20 \mu\text{m}$ の間には微小硬さ試験によるメゾ硬さ、 $20 \mu\text{m}$ 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。圧延材の組織観察の結果、加工による変形組織は $0.15 \sim 0.25 \mu\text{m}$ の転位セルと $2 \mu\text{m}$ 間隔のすべり帯が形成されていた。前報 (長島、松岡、日本金属学会誌 69(2005), p. 472-480) で明らかにした通り、低炭素オーステナイトステンレス鋼 SUS316 は、これらの変形組織による加工硬化により降伏強度や引張強度が上昇する。また、これらの組織パラメータと図 1 の硬さプロファイルから、本供試材は、鉄本来の硬さ、固溶強化による硬さ、転位セルの細粒強化による硬さ、すべりの細粒強化による硬さの強化因子に分解できる。

図2に真ひずみと硬さの関係を示す。□がマイクロビッカース試験によるマクロ硬さ、●が微小硬さ試験によるメゾ硬さ、△がナノインデンテーション試験によるナノ硬さである。図中の曲線は3次式で最小自乗法で近似した曲線である。ナノ硬さは真ひずみが増えても硬さの増加が少ない。ナノ硬さでは硬さ（強度）に寄与するすべり間隔、転位セルより、圧痕が小さいことによる。このため、ナノ硬さはひずみ分布を測定するには適さない。一方、マクロ硬さとメゾ硬さはほぼ同じような曲線である。硬さからき裂先端のひずみ分布を計測するためには、測定間隔が狭い（圧痕が小さい）ほうが有利である。マイクロビッカース測定では、例えば微小荷重で測定しても、圧痕

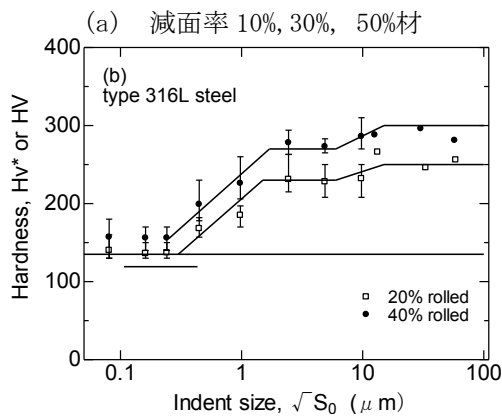
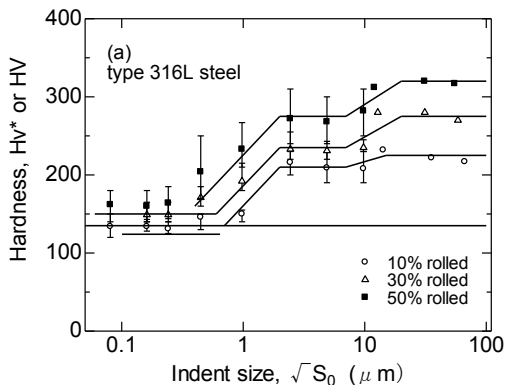


図1 硬さプロファイル

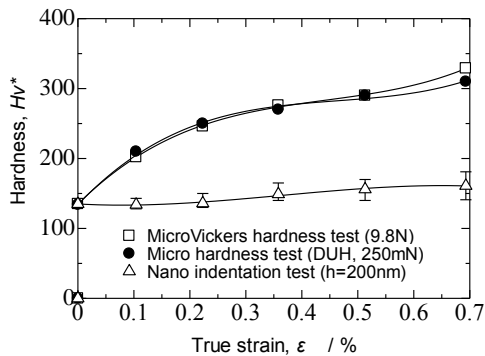


図2 真ひずみと硬さの関係

サイズは $50 \mu\text{m}$ 程度である。これに対して、微小硬さで測定した圧痕サイズは数 μm である。したがって、ひずみ分布を計測するには微小硬さ試験が最も適している。図中の微小硬さと真ひずみの関係は以下の式で最も良く近似できた。

$$Hv^* = 134.0 + 843. \epsilon - 1692.5 \epsilon^2 + 1218.7 \epsilon^3 \quad (1)$$

(2) き裂進展試験

図3にき裂進展試験の応力拡大係数範囲とき裂長さの関係を示す。疲労予き裂の下限界応力拡大係数範囲 ΔK_{th} の値は $6.3 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ であった。その後、 $30 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ の応力拡大係数を目標に荷重を与えた。試験後に計測したき裂長さとき裂長さから算出された応力拡大係数は $27 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ であり、ほぼ目標値に近い値となった。図4に疲労予き裂部分の応力拡大係数範囲 ΔK とき裂伝ば速度 da/dN の関係を示す。 $\Delta K - da/dN$ 曲線のデータは連続的であり、試験後のき裂長さとも良い相関があった。したがって、き裂進展試験後、き裂長さとき裂長さから算出した応力拡大係数 $27 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ は有効な実験値である。

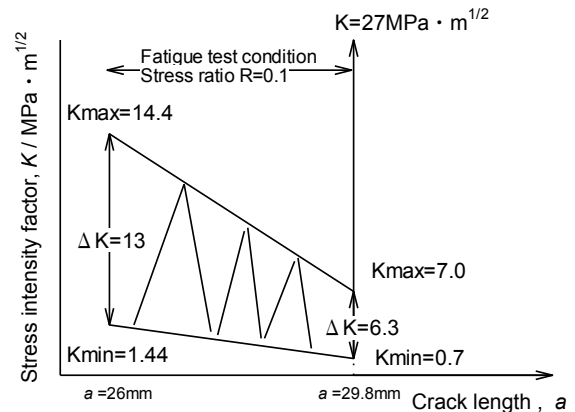


図3 き裂長さとき裂長さの関係

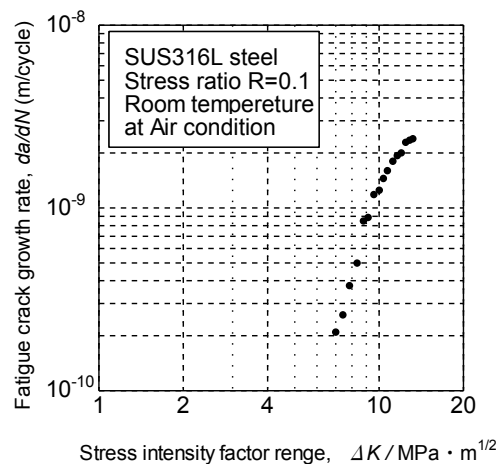


図4 $daa/dN - \Delta K$ 図

破壊力学によると、材料は等方・均質の弾塑性体であるという仮定の下でき裂先端の塑性域 ω は次式で与えられる。

$$\text{平面応力の場合 } \omega_1 = \frac{1}{\pi} \left(\frac{K}{\sigma_y} \right)^2 \quad (2)$$

$$\text{平面ひずみの場 } \omega_2 = \frac{1}{3\pi} \left(\frac{K}{\sigma_y} \right)^2 \quad (3)$$

ここで、 K は応力拡大係数、 σ_y は降伏応力である。き裂先端で平面ひずみを満たす条件は次式で与えられる。

$$2.5(K/\sigma_y)^2/B \leq 1 \quad (4)$$

ここで、 B は試験片板厚である。SUS316Lの降伏応力 σ_y (276MPa)とCT試験片の板厚(25mm)を(4)式に代入すると0.95であり、本試験は平面ひずみ条件を満たしている。平面ひずみ条件の塑性域寸法は(3)式より $\omega_2=1.02\text{mm}$ であり、主にこの領域がEBSP解析と硬さ分布測定の対象となる。

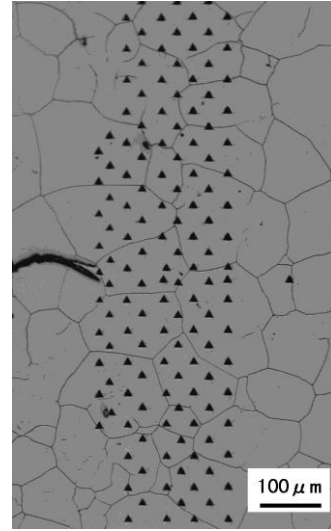
(3) 微小硬さ試験によるき裂先端ひずみ分布測定

図5に、き裂進展試験片のき裂先端の硬さ分布の測定結果を示す。図(a)の光学顕微鏡像では粒界が見えるが、硬さ分布から、粒界はほとんど影響していない。図(b)では硬さが高くなった青色($HV^*=150\sim 165$)の領域はき裂先端から $200\mu\text{m} \times 500\mu\text{m}$ 程度である。この硬さ分布は、モードIにおけるき裂先端での降伏条件を満たしている範囲(Mises条件)の応力分布によく似た形状である。(1)式から推測されるひずみ分布の平均ひずみは、青い領域が3%、橙色が5.1%であった。ただし、微小硬さ試験では測定間隔、測定精度により、これより小さな塑性ひずみ分布を表すことができなかった。破壊力学から計算される塑性域寸法は 1.02mm であることから、硬さ分布で測定された青色領域の外側にも塑性ひずみ3%より僅かに小さいひずみが存在している可能性がある。

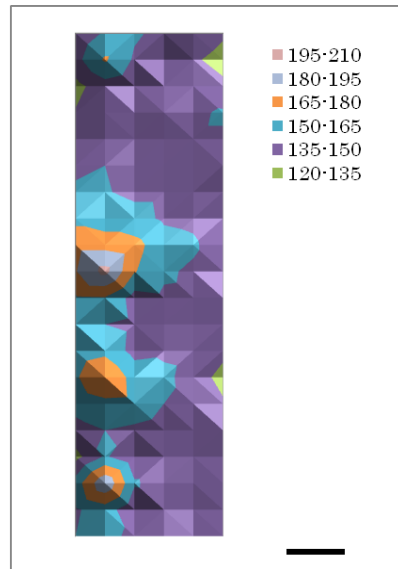
(4) き裂先端の方位解析

き裂先端近傍の $100\mu\text{m} \times 200\mu\text{m}$ の範囲に限定して解析した。図6に結晶粒界像、図7にKAMマップを示す。図6の結晶粒界像では、赤線が 1° から 5° 以下、青線が $5^\circ \sim 15^\circ$ 以下、黒線が 15° 以上の粒界を示す。黄色は $\Sigma 3\text{CSL}$ 粒界である。き裂先端の進展方向と一致する粒界は $\Sigma 3\text{CSL}$

粒界であり、き裂先端の約 60° 方向に上下に 15° 以上のランダム粒界になっている。図7のKAMマップではランダム粒界近傍の領域a、b、dは粒界近傍に局所方位差が生じているが、 $\Sigma 3$ 対応粒界の領域cでは局所方位差は生じていない。このようなKAMの局所方位差の不均一性はき裂先端の塑性ひずみ分布に起因していると考えられる。実際、原子力機器の実機材料で生じているSCCは、き裂が粒界を伝ぱし、分岐するなど複雑なき裂進展挙動を



(a) 光学顕微鏡像



(b) 硬さ分布

図5 微小硬さ試験(DUH-201)によるき裂先端の硬さ分布測定結果

示す (Shoji T. Proseedigs of 11th Int.Symposium on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System- Water Reactors, (2003), pp. 588-597.)。本実験の CT 試験の試験環境は室温大気中であるが、試験片形状などは SCC のき裂進展試験で用いられている形状と同一であり、 $K=27 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ は SCC き裂進展試験でき裂が進展する試験条件である。したがって、SCC 試験環境中で、き裂先端に存在するランダム粒界の局所方位差が加速すると仮定すると、き裂が粒界を伝播することが理解できる。

また、図7の KAM マップではき裂先端から $20 \mu\text{m}$ しか離れていない領域 c の粒界で局所方位差は生じていない。この粒界

は $\Sigma 3$ 対応粒界であった。対応粒界は、両側の周期性を反映した周期構造を有する粒界で、粒界エネルギーが低く粒界強度が高い。低炭素オーステナイトステンレス鋼の SCC においてはこの対応粒界で SCC が生じ難いことが知られており、粒界性質を制御した鋼の創製が行われ、実験的に対応粒界が SCC に対して有効であることが報告されている (Horiuchi T., Ishibasi R., Kuniya J., Tsurekawa S., Konakawa H., Watanabe T. and Syoji T., Proceedings of the 52nd Japan Conference on Materials and Environments(2005), B-305)。本実験結果は、平面ひずみ状態の塑性ひずみ領域においても対応粒界で変形が生じにくいことが証明された。

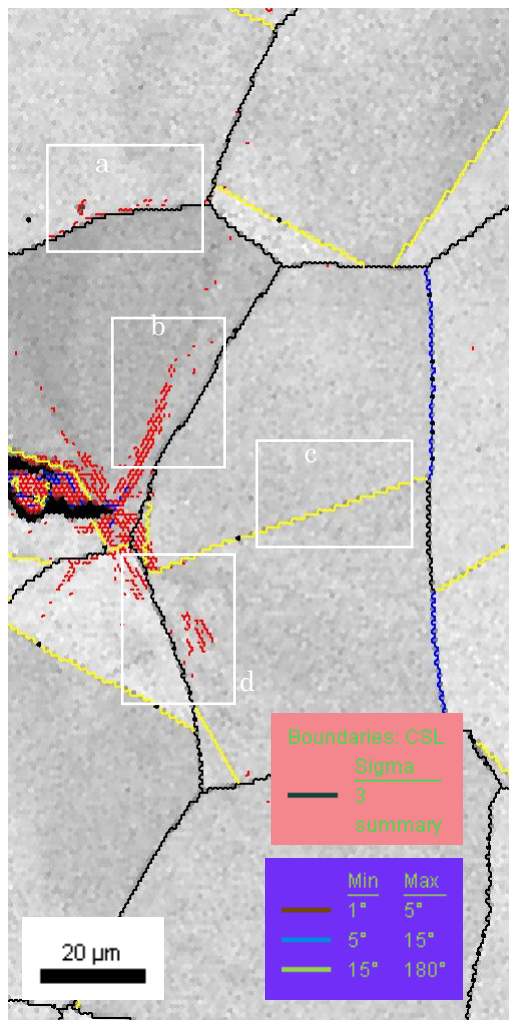


図6 結晶粒界図 (100 μm ×200 μm)

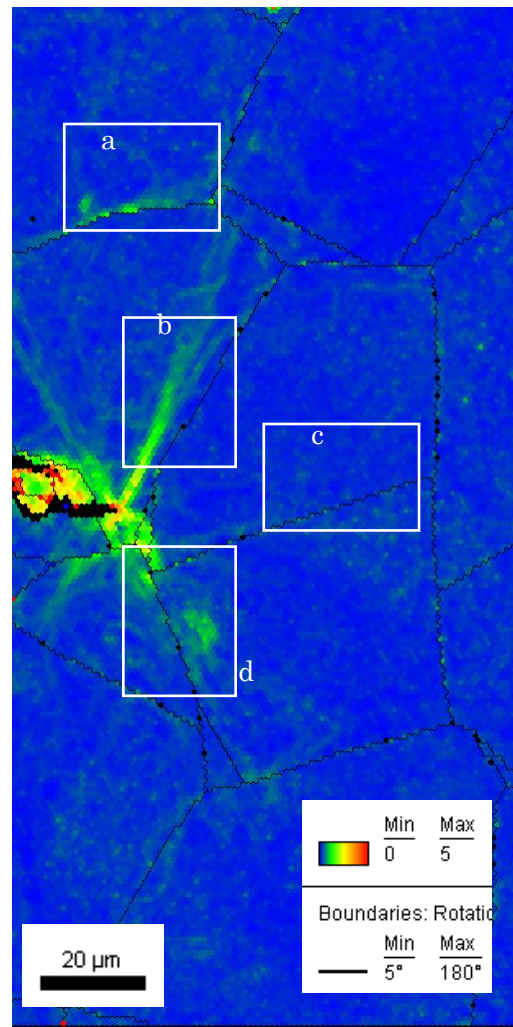


図7 KAM map (100 μm ×200 μm)

まとめ

本研究で得られた結果は以下の通りである。

(1) き裂先端の硬さ分布測定にはナノインデンテーションとマイクロビッカースの中間サイズである微小硬さ試験が適している。

(2) 微小硬さ試験による硬さ分布ではき裂先端には $500\ \mu\text{m}$ 程度の塑性ひずみ領域が存在し、その領域の平均ひずみは 3% と推測された。したがって、平面ひずみ状態のき裂先端の塑性ひずみ分布は、微小硬さによりき裂先端の硬さ分布を測定することにより可視化が可能である。

(3) EBSD の結晶粒界像と KAM マップにより、平面ひずみ状態ではき裂先端のランダム粒界で局所的な不均一変形が生じ、き裂先端の対応粒界ではほとんど変形が生じないことが明らかとなった。

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)

[学会発表] (計 1 件)

NAGASHIMA NOBUO and
HAYAKAWA MASAO, “Nano-meso-
macro strength analysis of work-
hardened low-carbon austenitic stainless
steel SUS316” Asian Pacific Conference
for Materials and Mechanics 2009
(APCMM2009) ,2009.11.1, Yokohama

[その他]

http://samurai.nims.go.jp/NAGASHIMA_Nobuo-j.html

6. 研究組織

(1) 研究代表者

長島 伸夫 (NAGASHIMA NOBUO)
独立行政法人物質・材料研究機構・材料信
頼性センター・主任研究員
研究者番号 : 30354252

(2) 研究分担者

早川 正夫 (HAYAKAWA MASAO)
独立行政法人物質・材料研究機構・材料信
頼性センター・主任研究員
研究者番号 : 50354254

足立 吉隆 (ADACHI YOSHITAKA)
独立行政法人物質・材料研究機構・材料信
頼性萌芽ラボ・主幹研究員
研究者番号 : 90370311

(3) 連携研究者

なし