

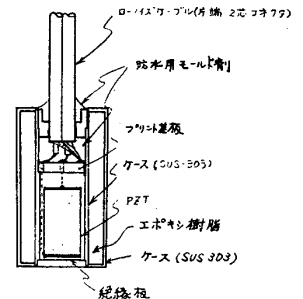
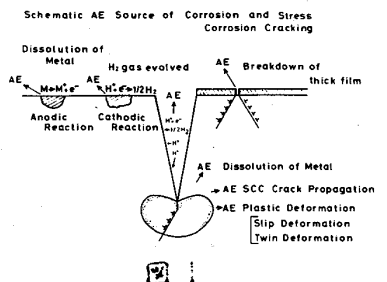
討31

AEによる応力腐食割れ感受性の評価

東大宇宙研 岸輝雄, 東大(院) 湯山茂徳, 東大工 久松敬弘

1. 緒言

固体内の割れ発生、変形等に伴って発生するAEは、測定技術の進歩と共に応用面で大きな発展を遂げつつある。これまでにSCCの研究にAEを用いた報告は、研究室段階およびオートフープを用いた実験環境でいくつかあるが、いずれもその発生源が不明確で、やや定量性に欠けるきらいがあった。ところでSCC過程でのAE発生源としては図1に示すようにカソード反応で生じた水素、酸化皮膜の破壊、SCCき裂の進展、塑性域内で生ずるマルチンサイト変態等が考えられる。本研究は、こうしたAE発生要因とそのエネルギーレベルにより区別し、ステンレス鋼の使用上最も重要な中性塩化物環境での局部腐食、すきま腐食-SCC発生過程および変動荷重の影響を考慮して、硫酸-NaCl中での腐食疲労き裂進展とAEで動的にとうえ、原子炉環境等の実験段階での応用と考えながら有効なAEパラメータについて検討した。さらにSCC、腐食疲労等の、AEによる感受性評価に重要な有効AEの発生要因とそのエネルギーレベルを明確にするため振幅分布マップ作成を行った。



2. 応力腐食割れ・腐食疲労過程におけるAE計測系の確立

腐食環境中では、大気中で使用されるAEセンサーでは耐久性に問題があるため、特に耐食用センサー(図2)を開発し、溶液中でのAE測定も可能となった。センサーの試片への接着は、熱可塑性樹脂、あるいはエポキシ系接着剤を用い、常に同一の条件でAE測定が行えるように配慮した。また変動荷重下では、AE発生が応力位相に強く影響されるためこれに対応したAEデータの処理機能が必要である。本研究で主として用いたAE解析装置は、絶対感度校正された高感度耐食用AEセンサーと、低雑音増幅器、高精度高値計測器や多数のマикроコンピュータを組み合せAE計測データ演算処理装置などから構成されている。特に応力位相は応力変化の最大値、最小値間を9レベルに分割設定し、増加方向、減少方向の区別を加えて18の位相分割情報が得られるように設計され、各位相区分に対応したAE信号の事象数、エネルギーなどの計測表示が可能である。またAE位置評定機能は0.2

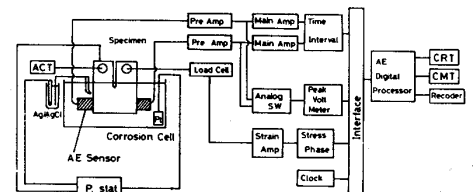


図 3

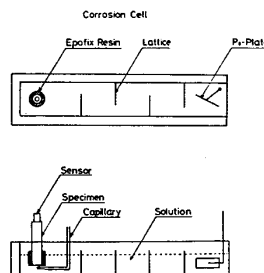


図 4

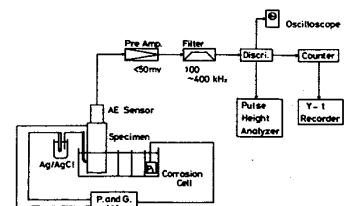


図 5

μsecのAE信号到着時間差計測分解能と、浮動小数点演算処理により、1~2mmの位置標定分解能を持っている。(図3)

3. 実験方法および結果

1) すきま腐食-SCC発生時のAEによる検知

用いた試料は市販の304ステンレス鋼で、1050℃×1h W. Q.の後実験に供した。A E発生源を明確にするため格子付セル(図4)を作り、試料上で発生したA Eのみを捕える工夫をした。使用したA E測定装置は昭和電研製の1ch A E計測器とNF社製の12ch波高分析器である。図5に示すように 200 KHz共振型センサーによって検出されたA Eは100~400 KHzにフィルターをかけると共に、アンプ・メインアンプを通して80dBに増幅される。この信号を事象処理し、事象数、事象率を測定し、同時に12ch波高分析器でA E振幅分布を求めた。なおVthとしては電気ノイズを考慮し、15μVを選んだ。図6に放電加工で導入したすきま部を持つ試片を示す。これに35℃、3% NaCl溶液中で電位操作を行いすきま腐食を発生させるとの時刻

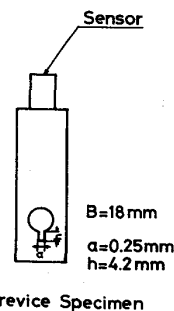


図 6

出されるA Eを解析した。図7はその結果で、自然電位より4mV/minの速さで貴方向に電位を掃引し、電流が200μAとなる電位に5分間保持し、さらに卑方向に同じ速さで-220mVまで掃引した時のA E事象数、電位、アノード電流と時間に対して示してある。この図から~180mVでA E発生曲線の傾きが急速に立ち上がってゐることがわかる。

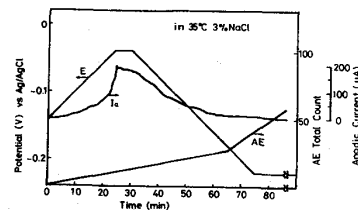


図 7

その理由は、この時刻近からすきま内のPHが十分低下し、水素発生型の腐食が起こり、その水素気泡によるA Eを観測し始めるためであると考えられる。次に同様のすきま部を持ったDCB試片(図8)を用い、ここへ試験を行った。DCB試片の応力拡大係数計算式は、長さaの他端が固定されている片持はりが二つあると考え、そのコンプライアンスを材料力学のばりの公式より求めて得たものである。本実験では $P/a \approx 0.002 \ll 1$ であるから図中の式で得られるKは、すきま先端部の応力分布を示すパラメータに十分成り得るものと考えられる。また塑性域補正を行って得られる塑性域法 $r_p \approx k_i^2 / 6\pi\sigma_y^2$ に初期K値 $K_i = 50 \text{ kg/mm}^{3/2}$ 、降伏応力 $\sigma_y = 22 \text{ kg/mm}^2$ を代入して得た $r_p \approx 0.27 < B/66$ より、平面ひずみ条件(小規模降伏条件)をも十分満足してゐる。使用したA E測定装置は前述のN.A.I.S.Mシリーズで写真1に示すように2個の耐食用センサーへのA E到着時間差を利用した計測ゾーン設定法を用いて位置標定を行い、所定の監視域(幅5cm)で発生した有効A E信号のみを計測した。図9は実験結果で、荷重付加後、前述の電位操作ですきま腐食を起し、その後は自然電位に保った時の試片の電位(E_{corr})、A E事象数、 V_p^2 (ピークボルトの2乗)で定義されるA Eエネルギーの経時変化を示す。 E_{corr} は実験開始後約3時間~-220mVを保つが、その後急激に~-100mV付近まで上昇し、以後、緩やかに下降する。A E事象数の傾きはこれに対応し、自然電位の急上昇と境に大きく変化する。一方A Eエネルギーは全く無関係に、実験開始後約9.5時間急激に増加する。 E_{corr} およびA E事象数の急激な変化は、この時点で水素イオンが還元反応によりほとんど消費され、水素発生型すきま腐食が一時停止したためである。しかしながら

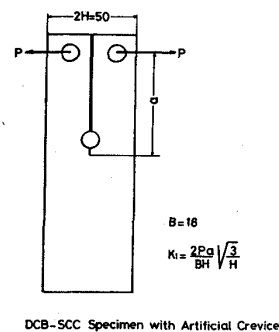


図 8

図9は実験結果で、荷重付加後、前述の電位操作ですきま腐食を起し、その後は自然電位に保った時の試片の電位(E_{corr})、A E事象数、 V_p^2 (ピークボルトの2乗)で定義されるA Eエネルギーの経時変化を示す。 E_{corr} は実験開始後約3時間~-220mVを保つが、その後急激に~-100mV付近まで上昇し、以後、緩やかに下降する。A E事象数の傾きはこれに対応し、自然電位の急上昇と境に大きく変化する。一方A Eエネルギーは全く無関係に、実験開始後約9.5時間急激に増加する。 E_{corr} およびA E事象数の急激な変化は、この時点で水素イオンが還元反応によりほとんど消費され、水素発生型すきま腐食が一時停止したためである。しかしながら

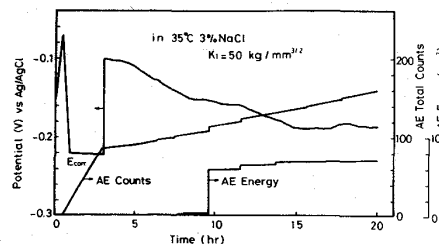


図 9

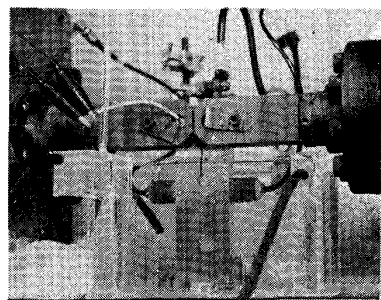


写真 1

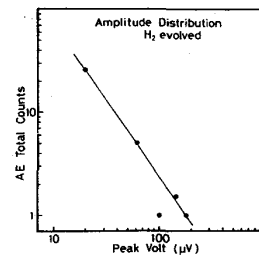


図 10

図10に示すように 無負荷状態ですきま腐食発生時に生じる水素による

Eの振幅は最大でせいぜい200 μV であるため、図11上では水素発生の有無によるAEエネルギーの変化は無視できる程小さい。図11は全実験期間を通して発生したAEの振幅分布を示す。図から明らかなように1000 μV を越える大振幅AEが数個検出されている。したがって実験開始後約9.5時間で生じたAEエネルギーの急増は、これらの大振幅AEが発生したためと考えられる。また、数100 μV 以下の比較的小さな振幅のAE発生源は、水素発生、塑性変形、マルテンサイト変態等によるものと考えられるが、このAEエネルギーは小さい。一方、すきま先端部に疲労予き裂($K_{\max} \approx 30 \text{ kg}/\text{mm}^{3/2}$)を $\sim 0.5 \text{ mm}$ 導入した試片において同様の試験を行った時、前述のAEエネルギーの急激な増加は実験開始後1~3時間で現われる。この場合が理想き裂のそれに近い値となるためより大きな応力集中が起こり、これが前述の結果との違いを生じさせたものであろう。AEエネルギーは、局所的に生じた変化の大きさを表す一つの尺度となるものであるが、AE事象数に比べてその変化の大きさをより顕著に表わすという特性がある。したがって、き裂先端部での微小変化を取り扱う時には、より重要なパラメータとなり得よう。次に大振幅AEの発生源についてだが、空気中での破壊靱性試験、疲労試験、腐食疲労試験の際に大きな応力集中を起す三軸応力場内でき裂が進展する時、数mVのAEが観測されることから、SCC試験の場合にも、SCCき裂の発生、進展に対応して $\sim \text{mV}$ の振幅を持つAEが発生したものと考えられる。

ii. 腐食疲労き裂進展のAEととの解析

供試材はi)と同じ熱処理を施した市販の304ステンレス鋼でCT試験片($W=50.8 \text{ mm}$, $B=25.4 \text{ mm}$)に加工し、試験に先立ち、ノッチ先端より約1mmの疲労予き裂を導入した。実験環境は、室温1N-H₂SO₄+0.5N NaCl溶液でカソード域、自然電位、活性域、不動電域に定電位で分極して、き裂進展挙動の違いを調べた。実験は、応力比 $R=0.1$ 、荷重振幅=1800kg、荷重サイクル1Hzの正弦波で行い、疲労き裂長さは試験片表面上で読み取り顕微鏡により直接測定した。AE測定装置はi)と同じもので、計測ゾーンを設定し、図12に示すように疲労き裂を中心に20mmの幅で行った。

また疲労試験においては、応力位相に注目したAE計測を行う必要があるため、荷重の1サイクルを3位相に分割する応力位相分割法を採用した。図13は応力位相に対するAEの計測例で、縦軸は1サイクル当りのAE事象率である。応力サイクル中、最大応力点付近、除荷時および再負荷時の3ヶ所に集中してAEが発生しているのがわかる。今回の実験では、この応力サイクル中き裂進展に直接対応すると思われる最大応力点付近でのAE(Peak Load AE)のみに着目して、AE事象数、AEエネルギーおよび振幅分布を測定した。AE計測のしきい値は100 μV とし、カソード域および自然電位において無負荷状態で水素発生に伴うAEの振幅分布を測

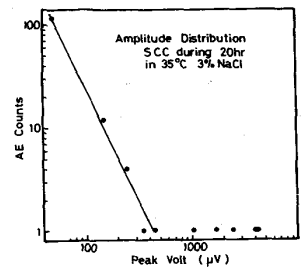


図 11

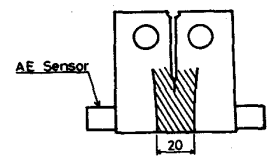
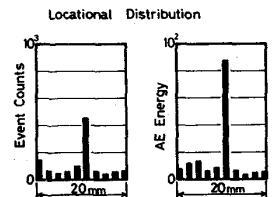


図 12

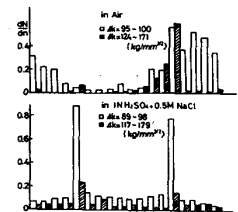
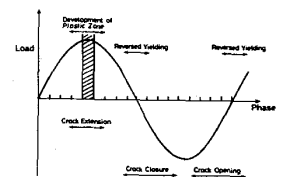


図 13

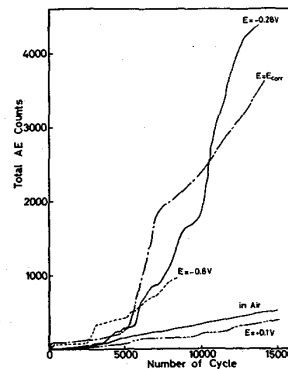


図 14

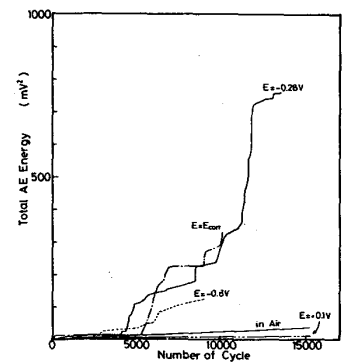


図 15

いた。このとき、カソード域および自然電位において無負荷状態で水素発生に伴うAEの振幅分布を測

定した結果、最大振幅が100 μ V以上のAEはほとんど発生しないことがわかった。このため、これらの領域でのAE計測の際は、Vthを100 μ V以上に設定し、腐食疲労き裂進展に伴うAEと水素発生によるAEを分離して計測した。各環境下でのくり返し数に対するAE事象数、AEエネルギーの関係を図14、15に示す。AE事象数およびAEエネルギーいずれも、大気中、不動態域に比べて活性域、自然電位カソード域では大きく増加しており、環境の違いによる疲労き裂進展速度の変化をよく反映している。またAE発生状況は、これらの裂進展速度に加速の見える電位域では連続的にではなく、ある繰り返し数ごと、不連続に変化している。次にき裂進展速度と応力拡大係数範囲の関係を図16に示す。不動態域では大気中とほぼ同じ傾向を示すが、自然電位、活性域、カソード域では、繰り返し速度1Hzの試験条件で、 $\Delta K < 120 \text{ kg/mm}^{3/2}$ で顕著な加速が認められる。しかし $\Delta K > 120 \text{ kg/mm}^{3/2}$ では環境の影響はほぼ消失し、機械的なき裂進展が支配的となる。一方、Peak Load AEの発生は力学的条件に強く依存しており、試験片の板厚によって決まるある ΔK の値を境にして ΔK の増加と共にAEの発生が減少することがわかってきた。本実験で用いた試験片の板厚では、この ΔK は $\sim 120 \text{ kg/mm}^{3/2}$ であり、環境の影響が著しい領域では、板厚による効果は無視できる。

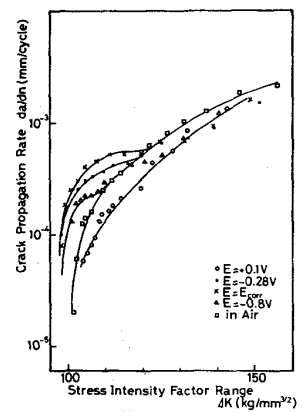


図 14

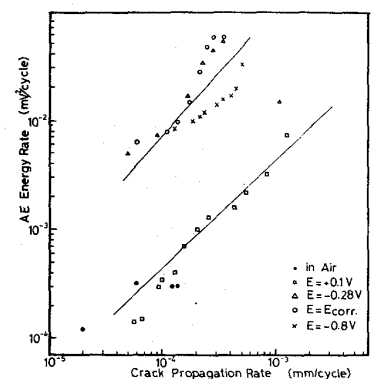


図 15

図17は、き裂進展速度と1サイクル当り解放されるAEエネルギーの関係を示したもので、き裂進展速度が同じでも自然電位、活性域、カソード域では、大気中および不動態域に比べて解放されるエネルギーが約1桁多いという興味ある結果が得られた。この大きな差の原因を調べるために、得られた破面を走査電顕で観察した。自然電位、およびカソード域では大気中での結果と比べ、破面上に多数のクラックが見られた。これらの破面に対して垂直方向のクラック発生によるAEが、測定されるAEエネルギーの差として検出されたものと考えられる。このように、試験表面でのマクロなき裂進展速度の測定では検出できない局所的な変化(ミクロな割れ発生等)をAE計測により、動的にかつ敏感に検出できる可能性のあることが示された。

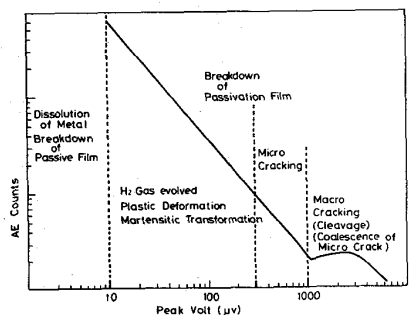


図 17

4. まとめ

以上の実験結果およびこれまでの研究成果をもとに応力腐食割れ、腐食疲労過程における、AEの発生要因とそのエネルギーレベルを整理したのが図18である。このように基礎的研究により発生要因別にみたエネルギーレベルをかなり詳細に区別することが可能である。一方原子力プラント等の実機段階でSCC発生、進展等をモニターする際、環境ノイズ、音源からセンサーまでの減衰を考慮しても数mV程度のAEが発生するなるといえることが出来る。したがって今回の実験で、SCC腐食疲労き裂の発生、進展に際して数mV以上のAEが発生することが確かめられたことにより、実機段階においてもこれらの過程で同レベルのAEが発生するならば、十分とれを捕えられ、モニターすることが可能であろう。またき裂発生、進展等の微小変化をモニターするには、AEエネルギー(ピークボルト12果)と信号処理パラメータにすることが最も有効と思われる。

参考文献 リ、湯山、久松、岸；昭和55年度日本金属学会講演概要 P155, P158

2) 湯山、久松、岸；'80腐食防食討論会講演予稿集 3) 岸他；金属学会誌, 51, 897(1977)