

**X線イメージングによるニッケル基合金、ステンレス鋼中の  
SCC き裂進展挙動の透過観察**  
**Visualization of SCC propagation behavior in Ni-base alloy and  
Stainless steel with X-ray imaging**

久保 達也<sup>a</sup>, 田澤 俊之<sup>a</sup>, 佐野 雄二<sup>a</sup>  
Tatsuya Kubo<sup>b</sup>, Toshiyuki Tazawa<sup>b</sup>, Yuji Sano<sup>b</sup>

<sup>a</sup>株東芝  
<sup>b</sup>TOSHIBA Corporation

応力腐食割れ（SCC）によるき裂が材料内部を伝播していく形態を時系列的かつ非破壊的に観察するため、放射光による透過観察を試みた。観察試料に引張応力を負荷したままテトラチオン酸水溶液に浸漬し SCC き裂を得た。また観察結果を用いて、入射エネルギー、カメラ長、ピクセル数等の影響を評価した。

キーワード：

応力腐食割れ、テトラチオン酸、ニッケル基 182 合金、ステンレス鋼、X 線イメージング

背景と研究目的：

ステンレス鋼やニッケル基合金などの合金は、優れた耐食性を有する一方で特定の環境と引張応力との組み合わせにおいて、応力腐食割れ（SCC）を生じることが知られている。SCC き裂は、進展経路の合金組織や応力分布に影響を受けることが知られており、き裂を進展させにくい合金組織[1]の検討も行われている。その一方で、材料内部のき裂経路は SCC を発生・進展させた後の試験片断面や、強制破断によって得た破面の観察結果から推定しており、材料内部のき裂経路を非破壊的かつ時系列的に把握することは困難であった。

そこで本研究では、SCC き裂の発生・進展過程におけるき裂形状変化を時系列的に把握することを目的として、き裂を進展させながら時系列的に放射光を用いた透過観察を行い、き裂寸法と経路変化の観察に対する X 線イメージング法の適用性を検討した。

実験：

本透過観察実験の供試材には、ニッケル基の溶接金属である 182 合金および 304 ステンレス鋼を用いた。試験に先立ち、182 合金は 615°C×10h、304 ステンレス鋼は 620°C×24h の熱処理を施し、試験に供した。SCC き裂は、前述の耐食合金においても、室温で SCC き裂が発生しうることが知られている 1wt%テトラチオン酸カリウム（K<sub>2</sub>S<sub>4</sub>O<sub>6</sub>）水溶液を用いた[2]。

供試材より、図 1 に示す最小断面部直径が Φ2mm の砂時計型丸棒試験片を製作、試験に供した。本試験片に約 200MPa の引張応力を負荷し、1wt%K<sub>2</sub>S<sub>4</sub>O<sub>6</sub> 水溶液に浸漬して SCC を発生・進展させ X 線透過観察に供した。透過観察は、SPring-8 産業用ビームライン BL19B2 にて行い、37KeV、50KeV の放射光（SR 光）を用いて測定した。検出器としてビームモニタ（BM3）および CCD カメラ（C4880-41S）を用いた。試料と検出器との距離（カメラ長）は 225mm および 400mm とし、試料を 0.5° ピッチで 0° ~180° まで回転させて撮影した。各視野での露出時間は 10 秒である。

### 結果および考察：

182 合金試験片を、テトラチオン酸カリウム水溶液に 2 時間浸漬して付与した SCC き裂の CT 観察後の再構成像を図 2 に示す。以降の再構成画像は、試験片の最小断面部近傍における試験片長手方向直交面（図 1 中の X-X' 面）の画像であり、特に記載しない限り、X 線エネルギー 37keV、観察距離 225mm にて観察した結果である。図中の白い円状の部分は X 線が多く吸収された金属試験片部分を示し、円内部の黒い部分は X 線が透過したき裂の部分を示している。なお、試験片中心部に対し同心円状に観察される縞模様はすべての試験片において観察されておりき裂ではないとみなした。図 3 は図 2 と同一の試験片に対し、X 線エネルギー 50keV として観察した結果である。照射 X 線エネルギーが高い図 3 の方がき裂がより明瞭に観察され、断面の上頂点を 0° とすると、約 90°、160 の 2 箇所から材料内部にき裂が通じていること、材料内でのき裂の交差、分岐も観察されることが分かった。図 4 は図 2 の試験片をさらに 2 時間浸漬した後の観察結果であり、図 5 はこの試験片を観察距離 400mm として観察した結果である。両画像においては、図 3 のき裂寸法からの顕著なき裂増分は確認されず、追加の 2 時間浸漬分でのこの断面におけるき裂成長は小さいものと考えられた。また、観察距離による画像の顕著な差異は確認されなかった。

304 ステンレス鋼試験片を、テトラチオン酸カリウム水溶液に 8 時間浸漬して観察した SCC き裂の CT 観察後の再構成像を図 6 に示す。図 7 は図 6 の試験片をさらに 4 時間浸漬して観察した結果である。図 6 と図 7 では顕著なき裂増分は確認されず、追加浸漬分でのこの断面におけるき裂成長は小さいものと考えられた。

今回の実験により、高エネルギー X 線の利用によりステンレス鋼および Ni 基合金の溶接金属中に付与された SCC き裂を可視化できる見通しを得た。その一方で、今回の試験では、SCC き裂の発生を目視で確認してから透過観察を行ったため、1 回目の透過観察時点で既にき裂成長しており、追加浸漬に対する顕著なき裂増分は確認できなかった。よって今後は、より短時間の試験によって、SCC き裂の起点とその成長形態を把握し、これと粒界構造や結晶方位等との対応を調べることにより SCC 進展挙動の解明に大きく寄与できると考えられた。

### 今後の課題：

高エネルギー X 線の利用により  $\Phi 2\text{mm}$  の合金組織中の SCC き裂を可視化できる見通しを得たが、今後、照射エネルギー、観察ピクセル数について最適化を図ることでより詳細なき裂挙動の把握が可能となると考えられた。

### 参考文献：

- [1] 道内他：溶接学会全国大会講演概要 Vol.75(2004),pp.130-131
- [2] 小若正倫（著）：金属の腐食損傷と防食技術（アグネ社）

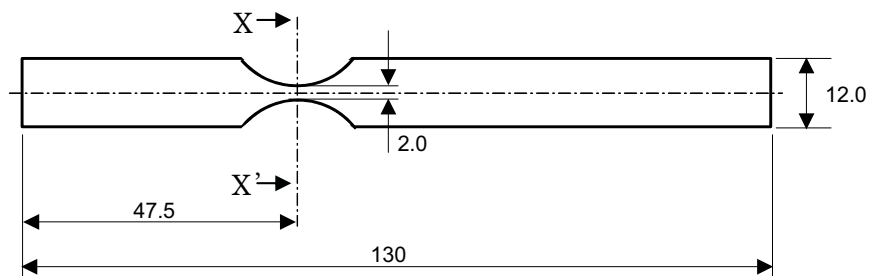


図1 透過観察用試験片形状

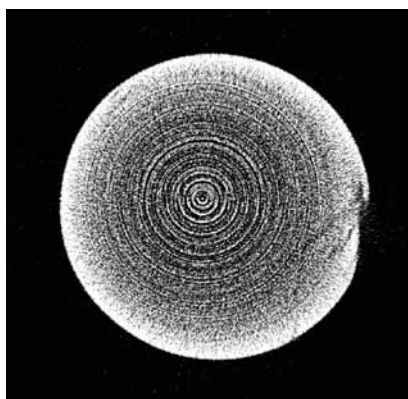


図2 182合金透過観察像  
(2h浸漬、37KeV)

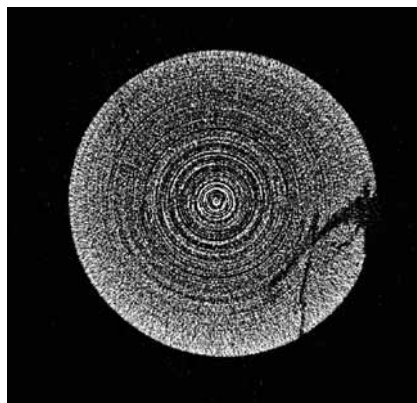


図3 182合金透過観察像  
(2h浸漬、50KeV)

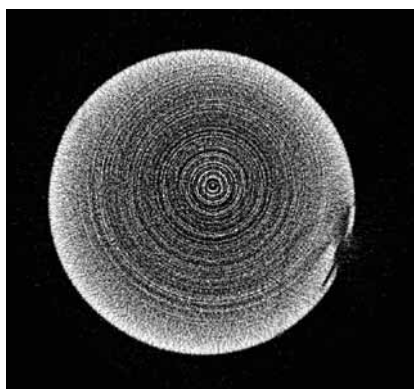


図4 182合金透過観察像  
(4h浸漬、37KeV)

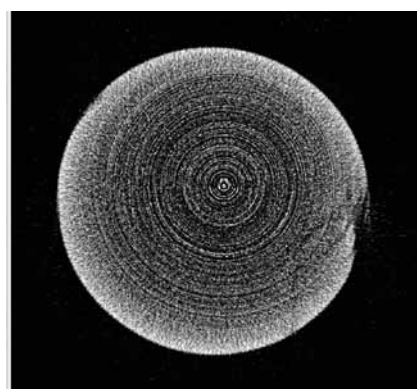


図5 182合金透過観察像  
(4h浸漬、37KeV、観察距離400mm)

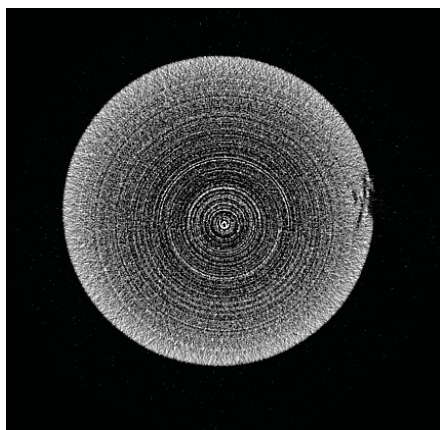


図6 304ステンレス鋼透過観察像  
(8h浸漬、37KeV)

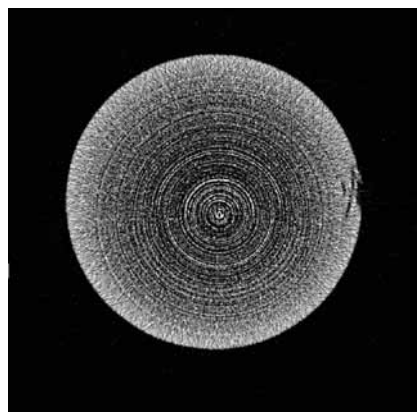


図7 304ステンレス鋼透過観察像  
(12h浸漬、37KeV)