

原子力規制委員会原子力規制庁  
長官官房参事官 御中

平成25年度独立行政法人原子力安全基盤機構委託研究

PWR 環境下における原子炉容器（低合金鋼）  
異材溶融境界部の応力腐食割れ(SCC)進展挙動  
に関する研究

成果報告書

平成26年3月

国立大学法人 東北大学

本報告書は独立行政法人原子力安全基盤機構の平成 25 年度  
委託研究として実施された研究の成果物である。

## 目次

1. 緒言 .....	3
2. 供試材及び実験方法.....	4
2.1 供試材および試験片の設計.....	4
2.2 SCC 進展試験.....	6
(1) CT(Compact Tension) 試験片の製作.....	6
(2) 進展試験 .....	11
2.3 微細構造の観察および微小硬さ試験.....	16
2.4 微小硬さ試験 .....	21
3. SCC 進展試験結果.....	22
3.1 オートクレーブ法定定期検査時に取り出した CT 試験片両側面のき裂長さ測定結果.....	22
3.2 SCC 試験結果.....	26
4. SCC 進展評価.....	48
4.1 異材溶融境界部における SCC の進展性・停留性に対する基本的考え.....	48
4.2 き裂先端ひずみ速度と時空間解析.....	52
4.3 本研究から得られた Alloy82 のき裂進展速度の時空間解析と SCC 進展評価.....	54
5. 結論 .....	61
6. 参考文献 .....	61

## 1. 緒言

軽水炉発電プラントに限らず、装置産業における設備の長期安定運用において高経年化対策は不可欠であり、軽水炉についてもこれまでに多くの調査研究が実施されて来ており現在も継続的に調査が行われてきている。軽水炉発電プラントにおける高経年化の重要な形態は応力腐食割れであり世界各国において現在も最重要課題の一つとして調査研究が行われている。その中でもニッケル基合金及び溶接金属が PWSCC 感受性を有する事が明らかになり、実プラントにおいても多くの事例が発生した。具体的には、炭素鋼や低合金鋼等のフェライト系鋼とオーステナイト系ステンレス鋼の異種金属溶接部のニッケル基合金溶接に発生・進展したき裂が低合金鋼やステンレス鋼に達し、その界面における PWSCC き裂の進展性に大きな関心が払われてきている。これまでの関連する事例、例えば海外の South Texas 1 (BMI ノズル部) や VC Summer (ノズルセーフエンド) 及び国内の敦賀 2 号機 (加圧器管台) [1]、大飯 3 号機 (圧力容器出口管台) [2] などの調査結果によれば、ニッケル基合金溶接金属からフェライト系鋼にき裂が進展した事例は報告されておらず、わずかにオーステナイト系ステンレス鋼にき裂が進展した事が報告されている。一方 BWR 環境下における同様な可能性については多くの調査研究が行われてきており、ニッケル基合金溶接部に発生・進展した SCC がある限定的な力学的、環境的要因のもとでは低合金鋼との融合境界面を貫通して低合金鋼に進展する可能性が明らかになって来ている [3]-[8]。BWR 環境が酸化性環境であることより環境要因としては塩素等のき裂内への濃縮やそれに伴う pH の低下、力学要因としては変動荷重がその進展性に影響を与える可能性が指摘されている。BWR 環境の場合には低合金鋼そのものがある条件下では SCC 感受性を有する事が明らかになってきている。これに対して、PWR 環境は水素添加により相対的に酸化性が低い環境である事よりその感受性は低いと考えられてきており、特に異種金属溶接部における PWSCC の低合金鋼への進展性については十分な調査研究が行われていないのが現状である。しかしながら、PWR 環境下における低合金鋼の SCC 感受性あるいは異種金属溶接部の PWSCC の低合金鋼への進展性については限定的な条件下での試験データはあるが、PWR 発電プラントにおいて長期運用期間中に想定される環境変動、負荷条件を想定した調査研究は行われていない。

本研究においては、PWR 環境下における異材継手部のニッケル基合金溶接部に発生・進展した PWSCC の低合金鋼への進展性を明らかにするため、環境条件並びに負荷条件をパラメータに進展条件を明らかにし、実プラントの環境条件並びに負荷条件との比較においてその安全裕度の評価に資するものである。

## 2. 供試材及び実験方法

### 2.1 供試材および試験片の設計

本研究では Alloy82/SQV2A 低合金鋼 (LAS) 異材溶接金属 (DWM) を使用する。供試材の化学組成はそれぞれ表 1、表 2 の通りである。Alloy82 を LAS 母材表面に溶接する際の溶接パラメータを表 3 に示す。Alloy82 の厚さは約 10mm である。図 1 に DWM ブロックの写真を示す。また、図 2 に試験体の切断状況を示す。

表 1 Alloy82 溶接金属の化学組成 (wt%)

表 Ni 基合金溶接材料 (銘柄 USB-70N) バンドの化学成分 (wt%)

化学成分	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cu	Cr	Fe	Nb+Ta	Ti
仕様値			2.5					18.0		2.0	
ASME SFA5.14	≦	≦	~	≦	≦	≧	≦	~	≦	~	≦
ERNiCr-3	0.10	0.50	3.5	0.03	0.015	67.0	0.50	22.0	3.0	3.0	0.75
相当											
実績値	0.006	0.06	3.3	< 0.01	0.001	72.1	< 0.01	20.3	1.0	2.5	0.53

表 2 SQV2A 低合金鋼 (LAS) の化学組成 (wt%)

(wt%)

材料	タグ	仕様	C	Si	Mn	P	S	Ni	Mo	Cu	Cr	Nb	V	Ti	
低合金鋼 (中 8 材)	A	JIS G 3120 (2005)	レド*値	0.25 以下	0.15~ 0.40	1.15~ 1.50	0.030 以下	0.030 以下	0.40~ 0.70	0.45~ 0.80	0.40 以下	0.30 以下	0.02 以下	0.03 以下	
		SQV2A	製品分析値	0.25 以下	0.13~ 0.42	1.10~ 1.55	0.030 以下	0.030 以下	0.37~ 0.73	0.41~ 0.64	-	-	-	-	
		調達 仕様値	レド*値	同上	同上	同上	同上	0.004~ 0.008	同上	同上	同上	同上	同上	同上	同上
			製品分析値	同上	同上	同上	同上	0.004~ 0.008	同上	同上	-	-	-	-	-
	調達 結果①	レド*値	0.20	0.24	1.42	0.010	0.006	0.64	0.54	0.11	0.12	0.002	0.008	0.001	
		製品分析値	0.20	0.24	1.41	0.008	0.004	0.65	0.54	0.12	0.13	0.001	0.001	0.001	

表 3 Alloy82 溶接金属の溶接パラメータ

溶接方法	サブマージアーク溶接
棒径 (mm)	0.4 t × 75 幅 (板状)
電圧 (V)	25~29
層間温度 (°C)	204 以下
溶接姿勢	下向
電流 (A)	1000~1200
溶接速度 (cm/min)	18~22



図1 異材溶接金属（DWM）ブロックの写真。上部は Alloy82、下部は LAS 母材

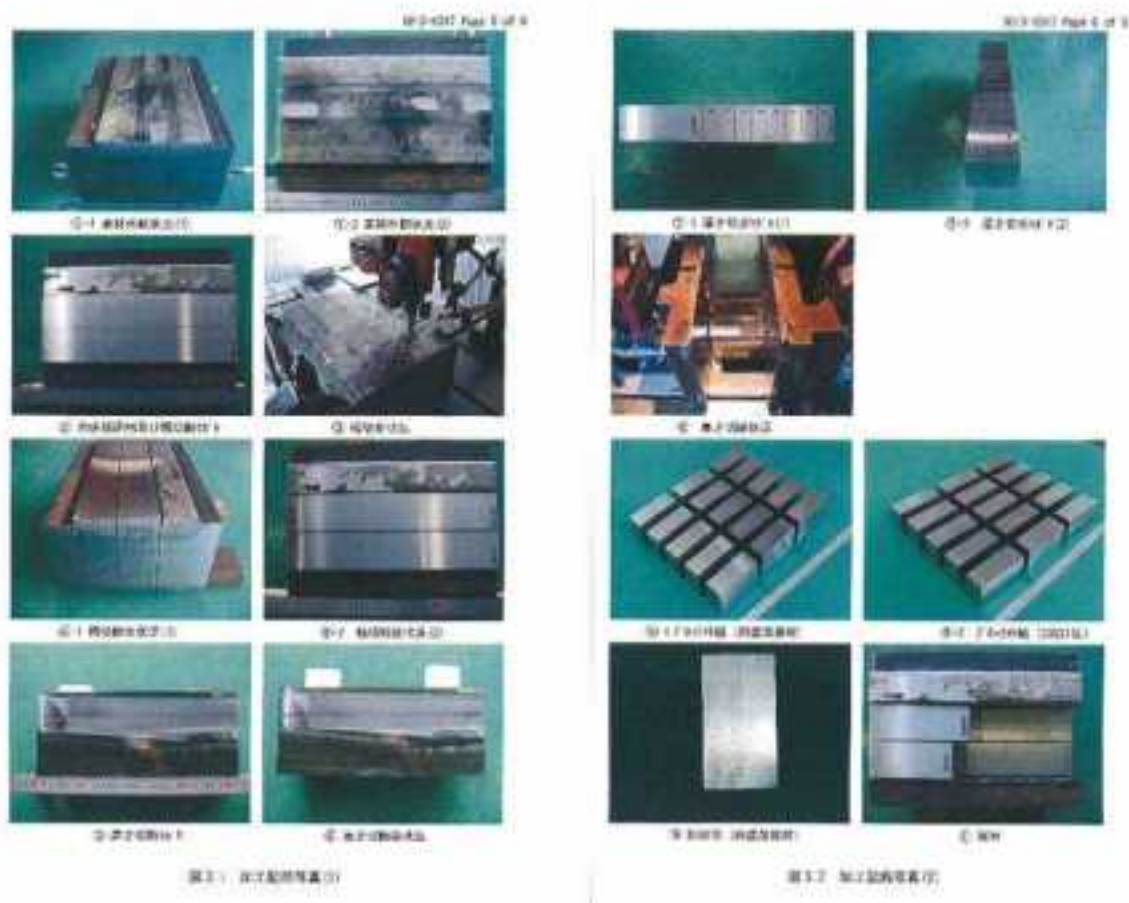


図2 試験体の切断状況

## 2.2 SCC 進展試験

### (1) CT(Compact Tension) 試験片の製作

本研究では SCC 進展試験片として 1T コンパクトテンション (CT) 試験片を使用した。CT 試験片はクラッド試験体 (低合金鋼表面にニッケル基合金を肉盛溶接した試験体) (原子力安全基盤機構保管) から製作した。図 3 にクラッド試験体の形状寸法と CT 試験片の採取位置の関係を示す。クラッド試験体寸法は、幅約 0.3m、長さ約 0.4m、厚さ約 0.2m、肉盛溶接厚さ約 10mm である。

1TCT 試験片は Alloy82 の厚さが限られていることから図 3 に示す元の DWM ブロックから直接製作することはできない。そこで、Alloy82 に 316L ステンレス鋼 (SS) ブロックを電子ビーム (EB) 溶接し付け加えた。図 4 に Alloy82 クラッド上への 316L 鋼板材の電子ビーム溶接と CT 試験片つかみ部の概念図を示す。

図 5 は CT 試験片形状を示す。本研究では 1 インチ型コンパクト (1 TCT) 試験片を使用するので試験片厚さ  $B=25.4\text{mm}$  である。図 6 は CT 試験片き裂先端部の詳細模式図を示す。CT 試験片のき裂先端が溶融境界からおおよそ 1mm に位置するように大気中疲労予き裂を導入した。予き裂の導入に続き、CT 試験片の各面に 5%の側溝を作成した。図 7 に製作された CT 試験片を示す。

このような電子ビーム溶接による肉盛溶接の熱影響が CT 試験片のき裂先端近傍に及んでいないことを金属組織的に確認するため、電子ビーム溶接を行った場合とそうでない場合のそれぞれについて Alloy82 と LAS の溶融境界付近の微細構造および微小硬さを調べた。図 8 に EB 溶接を行った場合とそうでない場合の合金 82/LAS 溶融境界付近の微細構造を示す。双方に典型的なデンドライト組織が同様の粒径で見られる。また、図 9 に示す微小硬さにおいても 2つの条件の間に大きな違いはなかった。このことから CT 試験片の異材溶融境界部に対する電子ビーム溶接の影響は無視できると考えられる。

電子ビーム溶接の後、溶接後熱処理 (PWHT) を  $625\text{ }^{\circ}\text{C}$  で 7 時間、24 時間それぞれ行った後 CT 試験片を加工した。

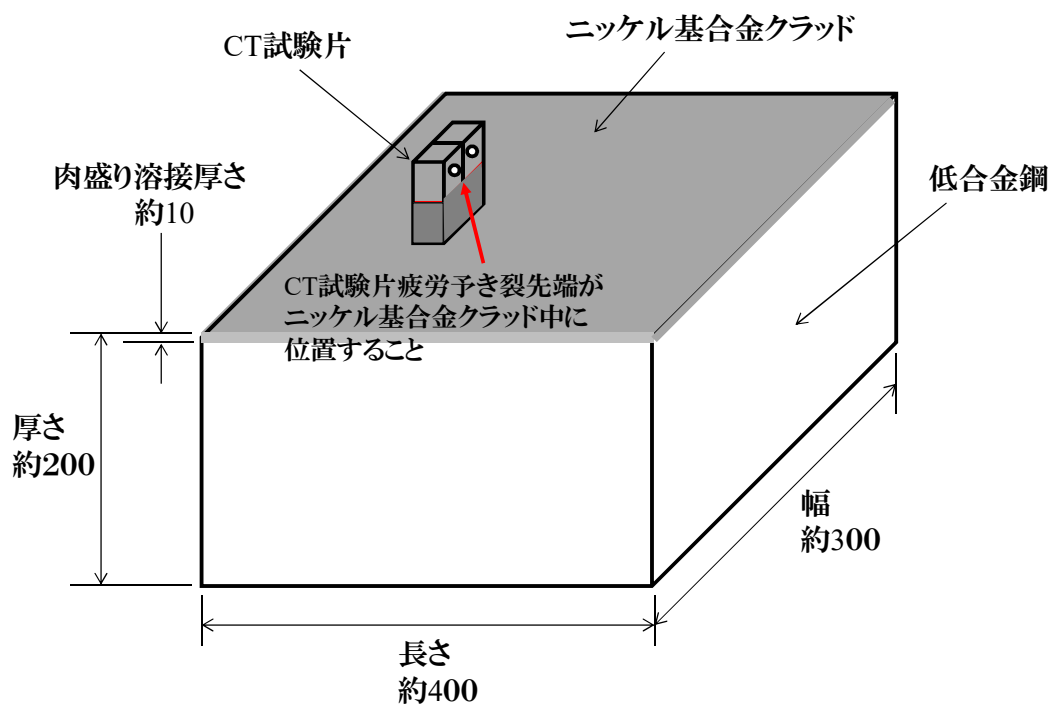


図3 クラッド試験体の形状寸法とCT試験片の採取位置模式図

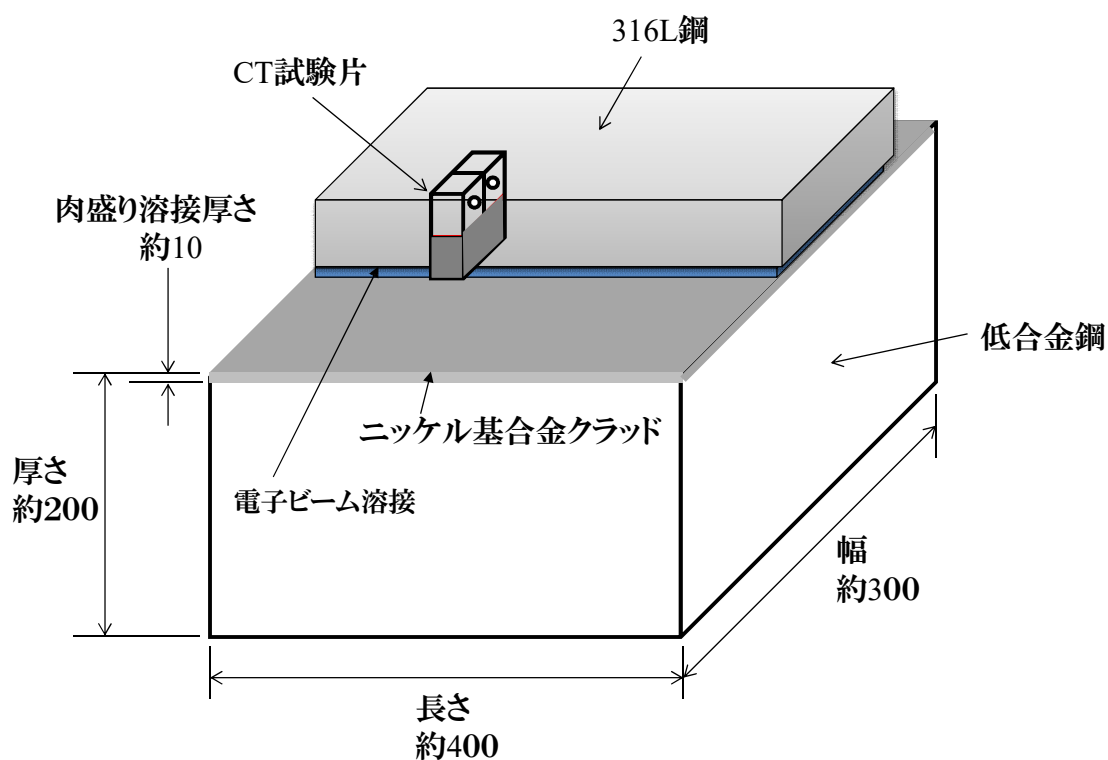


図4 ニッケル基合金クラッド上への316L鋼板材の電子ビーム溶接とCT試験片つかみ部概念図



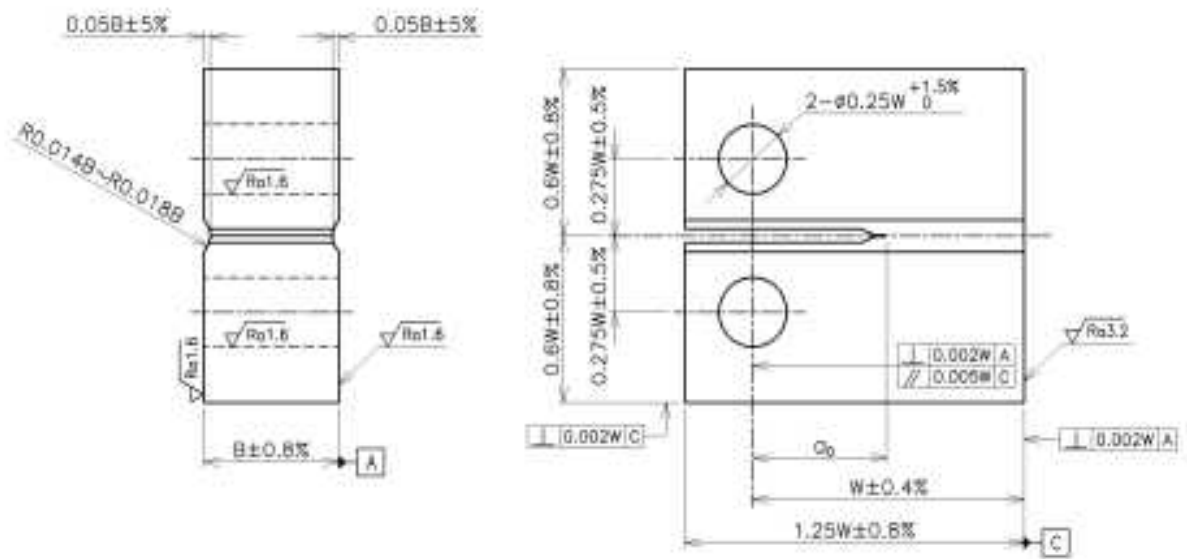


図5 CT試験片形状

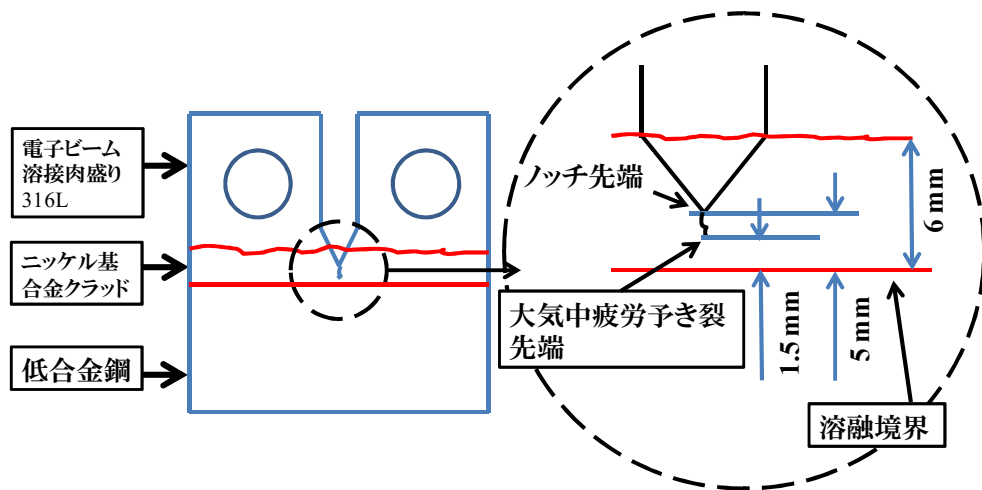


図6 316L/82/LAS複合CT試験片の概略図および大気中での予き裂導入後の切欠き先端とき裂先端の相対的な位置

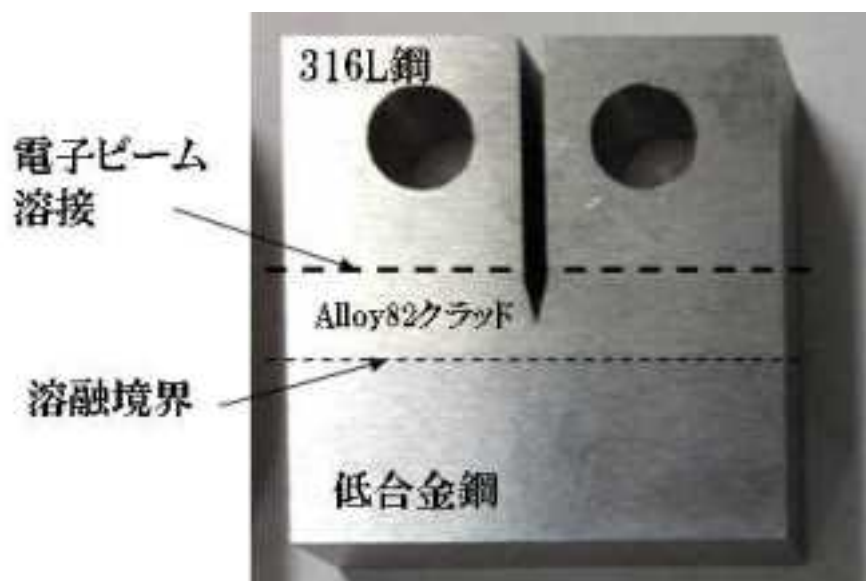


図 7 製作された CT 試験片

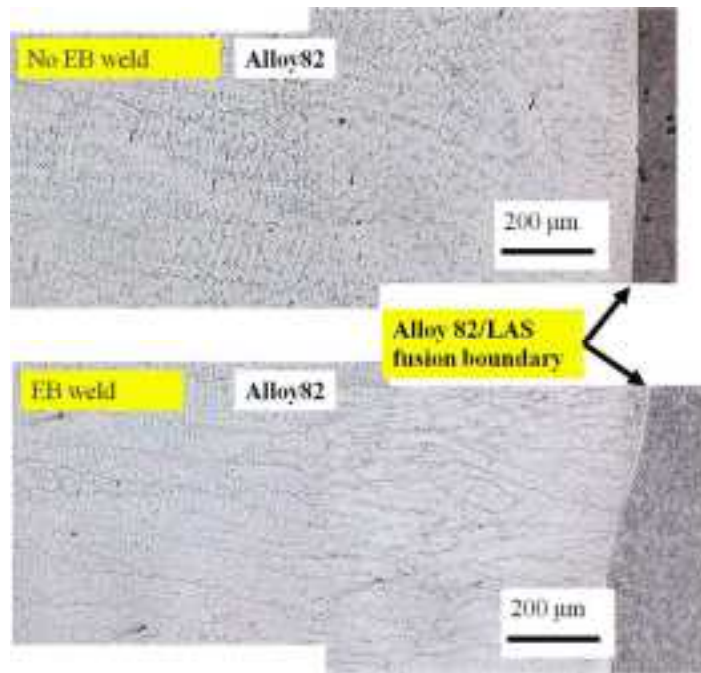


図8 電子ビーム溶接を行った場合と行わない場合のAlloy82/LAS溶融境界付近の微細構造

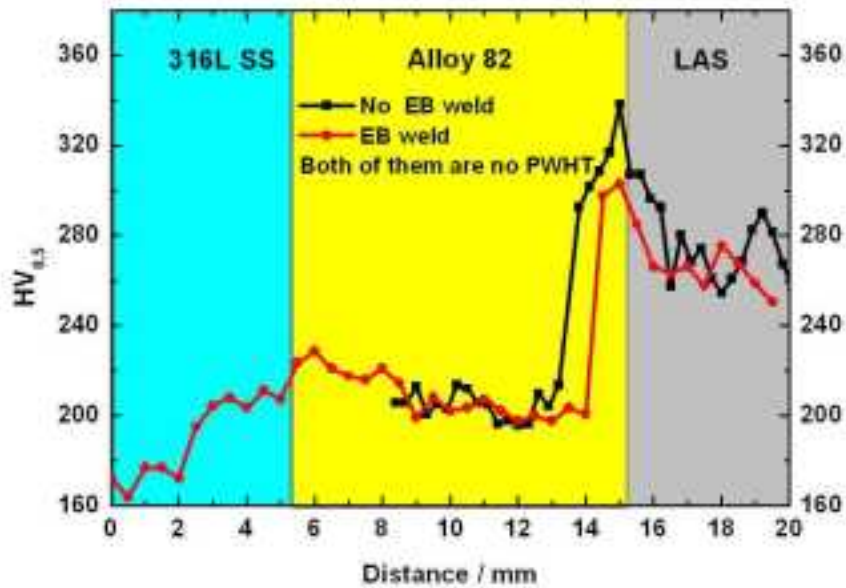


図9 電子ビーム溶接を行った場合と行わない場合のAlloy82/LAS溶融境界付近の微小硬さ

## (2) 進展試験

### (a) 試験設備および試験手順

本研究では3つの高温高圧設備を使用した。それらのうち2つは東北大学に、1つは神戸工業試験場所有設備である。それらの設備はいずれも溶存酸素(DO)および溶存水素(DH)など水の化学的特性をモニタリング・制御することができる水循環システムを備えている。東北大学所有のうち1つは同時に2つの試験片を直列に接続することができる1つのプルロッドを備えている(1軸2連、図10参照)。この他の設備は2つの分離したアクチュエータが制御する2つのプルロッドを備えている(2軸2連、図11参照)。これは各々のプルロッドにそれぞれ2つの試験片を直列に配置することができ、4つの試験片を2種類の異なる負荷により同時に試験することができる。神戸工業試験場の設備は1つのプルロッドを備え2つの試験片を同時に試験することが出来る(1軸2連、図12を参照)。

全ての設備は主として直流電源、直流電位差測定ユニット、データ取得・記録システムで構成される直流電位差(DCPD)装置を備えている。東北大学が使用しているDCPD装置はGE Global ResearchのDr. Peter Andresenの手引きの下で自作されたものであり、神戸工業試験場が使用しているものは量産品である。東北大学では表面酸化ジルコニウムのスリーブを試験片に挿入し、試験片の側面とクレビスの間に表面酸化ジルコニウムのワッシャーを挿入することでCT試験片をピンとクレビスから電氣的に絶縁した。神戸工業試験場においてはジルコニアを被覆したピンを用いて絶縁し、スリーブやワッシャーは使用しなかった。DCPD測定における配線の構成は東北大学と神戸工業試験場の双方で同一とした。図13にDCPD測定のための配線構成を示す。



図10 1軸2連高温高圧腐食試験装置(東北大学)



図 11 2 軸 2 連高温高圧腐食試験装置 (東北大学)

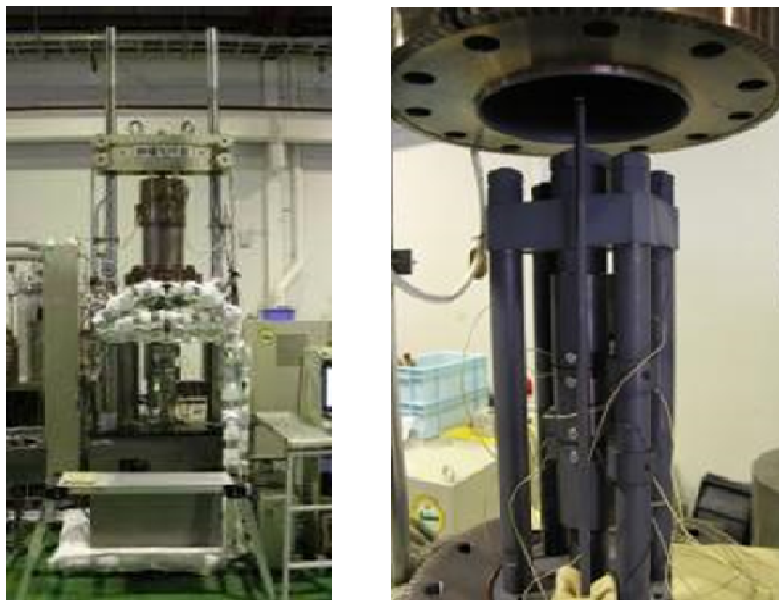


図 12 1 軸 2 連高温高圧腐食試験装置 (神戸工業試験場)

ニッケル基溶接金属内を進展する SCCC の溶接融合境界から低合金鋼への進展性を電位差法(PDM)で継続的にモニターしながらき裂の進展・停留特性を確認する。また、SCC 進展速度も併せて取得する。溶融境界近傍で DCPD によるき裂進展が以下に示す試験条件で確認されない場合は、環境条件(溶存酸素等)や荷重形態(定荷重または変動荷重)を変えた試験を追加し、停留から進展への遷移条件の代表的条件を把握し、安全裕度評価に資する。

試験終了後、CT 試験片のき裂長さの確定のために破面をポストクラックを導入したのち強制破断させる。一部の試験片はき裂経路並びに停留・進展の確認のために試験片を半割

にして一方を側面から観察する。観察には光学顕微鏡並びに走査型電子顕微鏡を用いる。また、硬度、金属組織観察等を実施するとともに必要に応じて表面分析装置による酸化膜の分析を実施する。

試験条件は以下とした。

- ・環境条件：PWR 一次冷却水環境を基本とした。具体的には、温度：325°C、圧力：15MPa、溶存酸素：5ppb 以下、溶存水素：30cc/kg at STP、Li:2ppm とする。ホウ酸濃度は実機における運転開始時と計画停止直前時のホウ酸濃度程度を想定して B の濃度で 1000ppm 及び 1500ppm の 2 条件とした。
- ・応力拡大係数 K 値：定荷重試験とし、K 値を 30~50 MPa・m<sup>1/2</sup> とした。試験結果によっては一部の試験をより高 K 値で実施する。
- ・負荷荷重：定荷重とするが、き裂が停留して低合金鋼内に進展しない場合には変動荷重も考慮する。一部高 K 値の試験が必要な場合はその予備試験として単調増加荷重も考慮する。

表 4 に以上示した試験条件に対応する試験マトリックスを示す。

試験数は同一条件で可能な限り N=2 とするが、全体の試験データのバラつきが少なく整合性のある結果が得られている場合には一部 2 本目の試験を省略する。試験時間は出来るだけ長くともものとし、2000 時間程度を目標とする。SCC が低合金鋼に達して停留した場合には、その条件で 500 時間継続し、進展の兆しが電位差法で認められない場合には、荷重条件（変動荷重等）又は環境条件（溶存酸素量あるいは塩素イオン濃度等を単独に或は組み合わせて）を変化させた試験に移行し低合金鋼の進展性への遷移裕度を調べる。

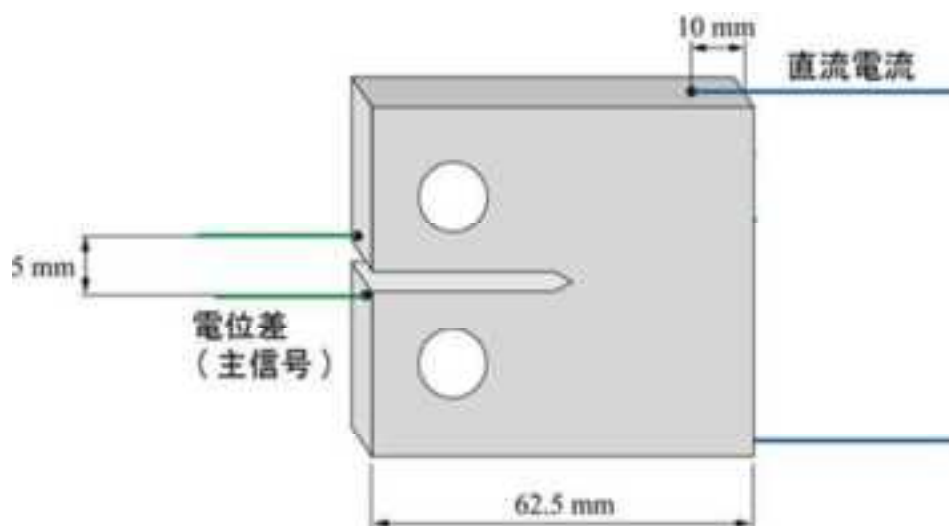


図 13 DCPD 測定のための配線構成

本研究では異なるホウ素濃度と2つの模擬的な一次冷却水環境（PWR）を使用した。応力拡大係数（ $K$ ）は次式（ASTM E399）に従って計算した。

$$K = \frac{P}{\sqrt{BB_N}\sqrt{W}} \cdot f\left(\frac{a}{W}\right) \quad (1 \text{ 式})$$

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = \frac{\left(2 + \frac{a}{W}\right) \left[0.866 + 4.46 \frac{a}{W} - 13.32 \left(\frac{a}{W}\right)^2 + 14.72 \left(\frac{a}{W}\right)^3 - 5.6 \left(\frac{a}{W}\right)^4\right]}{\left(1 - \frac{a}{W}\right)^{3/2}} \quad (2 \text{ 式})$$

ここで、

であり、

$P$  = 負荷荷重

$B$  = 試験片の厚さ

$B_N$  = 側溝の底の間を計測した試験片の厚さ

$W$  = 試験片の幅（depth）

$a$  = き裂長さ

である。

本研究では、 $B = 25.4 \text{ mm}$ 、 $B_N = 22.5 \text{ mm}$ 、 $W = 50 \text{ mm}$  とした。CT 試験片を製作した後、室温下で水質調整槽内の水中の DO および DH を設計値に調整し、その後圧力容器を  $325 \text{ }^\circ\text{C}$  まで加熱した。水の化学的特性および DCPD の信号を安定させるため、この  $325 \text{ }^\circ\text{C}$  の模擬的な PWR 環境に、 $1\sim 2 \text{ kN}$  の低負荷を加え CT 試験片を少なくとも 1 日間置いた。続いて、高温水中において三角波による繰返し荷重の下、CT 試験片に in-situ での予き裂導入を行った。東北大学では、繰返し荷重は  $R = 0.5$ 、 $f = 0.002 \text{ Hz}$  から  $R = 0.7$ 、 $f = 0.002 \text{ Hz}$  とし、異なるサイクルで試験を行った。神戸工業試験場においては、繰返し荷重の条件は  $R = 0.7$ 、 $f = 0.05 \text{ Hz}$  のみとした。繰返し荷重を加えた後、東北大学では定荷重、神戸工業試験場では周期的な部分的除荷（Periodical Partial Unloading、PPU）（ $R = 0.7$ 、立ち上がり時間 = 1000 秒、保持時間 = 3600 秒、停止時間 = 12 秒）をそれぞれ CT 試験片に加えた。神戸工業試験場での最後の荷重条件は繰返し荷重（ $f = 0.05 \text{ Hz}$ 、 $R = 0.8$ ）に戻した。

なお、東北大学での実験では設備の法定定期検査のため繰返し荷重を加える手順の後にすべての実験を停止し、その後にき裂の先端位置を光学顕微鏡により観察したことに留意すべきである。法定定期検査の後、CT 試験片を再度配置し、荷重条件を定荷重に切り換えた。神戸工業試験場における実験もまた、DCPD の結果が明確でなかったため複数回にわた

って実験を中断し、光学顕微鏡（OM）でき裂長を観測した。試験終了後、き裂側面を観察するためCT試験片の片側から5 mm厚さのブロックを切り出した。残りのブロックはき裂の破面形態を観察するため大気中で疲労き裂を進展させて破断し破面を出した。き裂長さは等分割法により10か所のき裂長さの平均値を求めた。DCPD値の較正はこのき裂長さとDCPDにおける電圧低下が直線関係にあるとして行った。

表4 試験片（TP）番号と試験条件

試験片 (TP) 番号	圧力容器	応力拡大係数最大 値 $K_{max}$ (MPa・m <sup>1/2</sup> )	水化学	溶接後熱処理 (PWHT)	試験実施 場所
1	2軸2連	30	N-PWR-3 *	625 x 24 h	東北大学
3	2軸2連	50	N-PWR-3	625 x 24 h	東北大学
5	1軸2連	47	N-PWR-2 **	625x 24 h	東北大学
6	1軸2連	47	N-PWR-2	625x 24 h	東北大学
8	2軸2連	30	N-PWR-3	625 x 7 h	東北大学
10	2軸2連	50	N-PWR-3	625x 7 h	東北大学
15	1軸2連	30	N-PWR-2	625x 7 h	神戸工業 試験場.
A	1軸2連	30	N-PWR-2	625x 24 h	神戸工業 試験場.

注 \* N-PWR-3: 325 °C、DH=30 cc/Kg、DO<5 ppb、B=1000 ppm (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> として)、Li=2 ppm (LiOH として)

\*\* N-PWR-2: 325 °C、DH=30 cc/Kg、DO<5 ppb、B=1500 ppm (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> として)、Li=2 ppm (LiOH として)



### 2.3 微細構造の観察および微小硬さ試験

DWM の溶融境界付近の微細構造は非常に複雑であり、かつ SCC の挙動に影響を及ぼさるものである[5][6][9]ことから、PWHT を施した場合とそうでない場合の溶融境界近傍の微細構造を光学顕微鏡、走査電子顕微鏡法 (SEM)、エネルギー分散型 X 線 (EDX) 分光法、後方散乱電子回折 (EBSD) 法により観察した。これらの分析には EDX および EBSD を備えた日立製 SU-70 SEM を使用した。光学顕微鏡、SEM、および EDX による観察のためには試験片を研磨液中のダイヤモンド粒子の平均粒径  $1 \mu\text{m}$  まで研磨した後、合金 82 側を 10%  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  水溶液で、LAS 側を 4% ナイタル溶液で、それぞれエッチングした。EBSD 分析には、表面の硬化層を最小限にするため、試験片を低速回転研磨機を用いてアルミナコロイド溶液中のアルミナ粒子の平均粒径  $0.05 \mu\text{m}$  まで研磨した。さらに、島津製作所 HMV 微小硬度計を使用して溶融界面全体の硬さ分布を測定した。測定の刻み幅により、2つの負荷 (500 g および 50 g) を使用し、そのいずれの場合も保持時間は 15 秒とした。

図 14 に光学顕微鏡により観測された異なる PWHT を施した試験片の微細構造を示す。溶接した合金の典型的特徴である結晶粒成長および樹枝状の組織が合金 82 側に見られることから、PWHT は合金 82 に影響を及ぼさないと考えられる。LAS 側では、その粒径は合金 82 に比してかなり小さく、また LAS の基礎部にベイナイト組織が観察される。PWHT を施さなかった試験片では、微細構造は LAS 側では均一であると確認できる (図 14(a)) が、PWHT を施した試験片では、その微細構造はより複雑となっている。図 14(b) および (c) に示すように、浅くエッチングされた領域と深くエッチングされた領域が溶融境界付近の領域に現れており、これは LAS の溶融境界付近の微細構造が、PWHT により変化するということを意味している。

図 15 は、SEM により観察した異なる PWHT を施した LAS の溶融境界領域と LAS 母材部の微細構造である。LAS 母材部においては 3 つの試験片の間に大きな相違は見られず、典型的なベイナイト組織が観察される (図 15 の右図)。一方で、PWHT を施さなかった試験片では溶融境界領域の微細構造は LAS 母材部に似ているが、PWHT を施した試験片では溶融境界領域に約  $10 \mu\text{m}$  の幅をもつ深くエッチングされた部分が現れ、浅くエッチングされたより幅の広い部分と隣接している。

このような微細構造は主として PWHT の間に起こる Cr および炭素の再分布によりもたらされる [10][11]。図 16 に溶融境界領域の組成プロファイルを示す。溶融境界付近の領域の Alloy82 側には、Alloy82 と LAS の間に元素の濃度勾配が現れた遷移領域が確認できる。この遷移領域は PWHT を施していない試験片上では非常に幅が狭いが、PWHT を施す間に元素が拡散し (Cr および Ni は LAS に向かって拡散し、Fe は Alloy82 に向かって拡散する) この幅が増加する。表 1 および表 2 に示す化学組成から炭素の Alloy82 側への拡散もまた PWHT 中に生じているはずであることに留意すべきである。

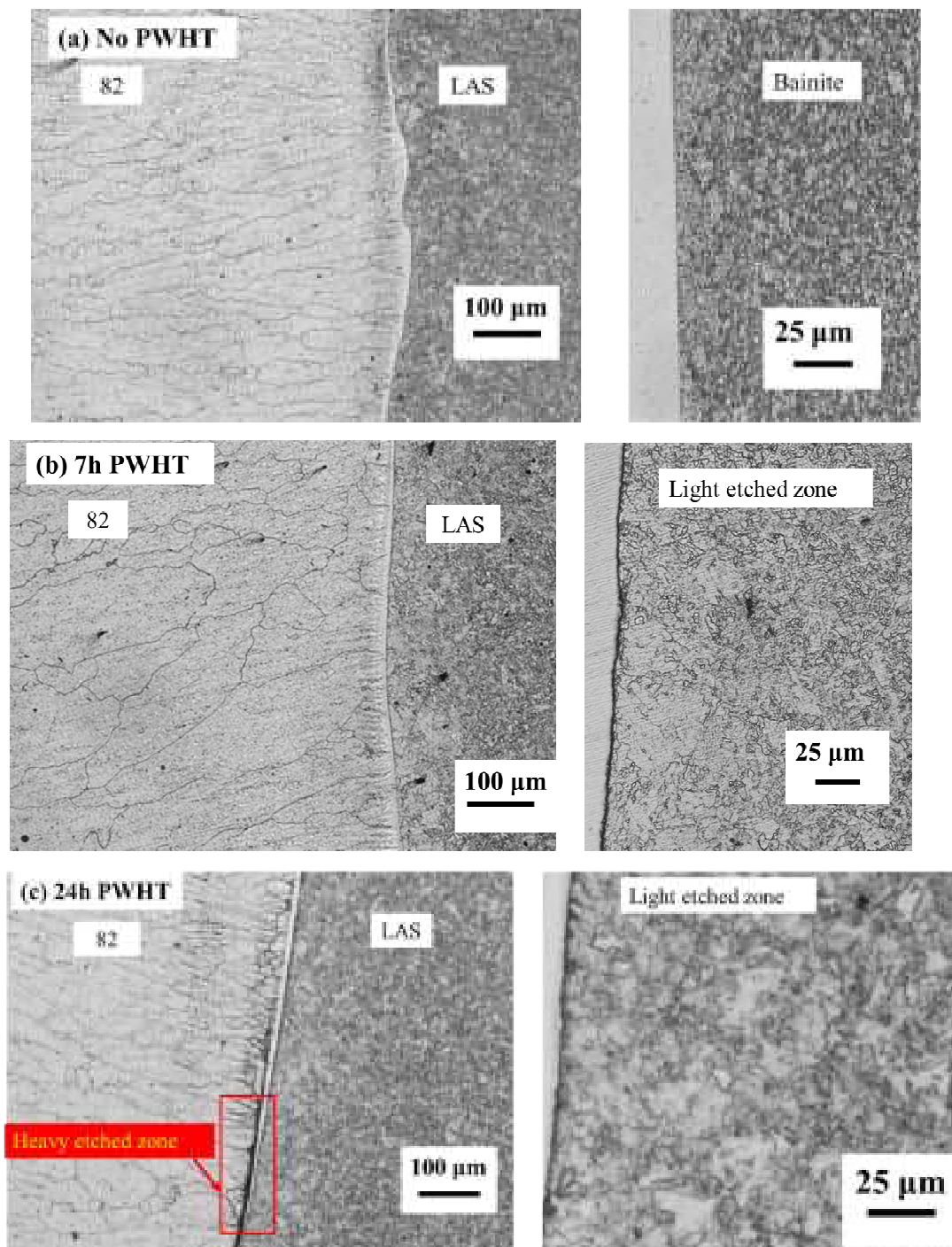
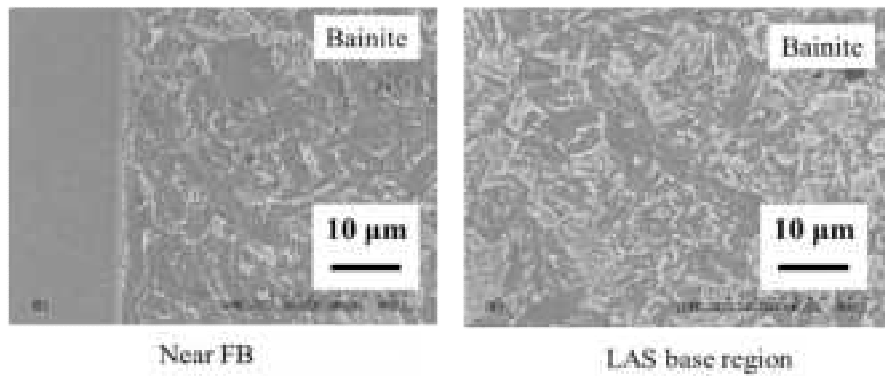
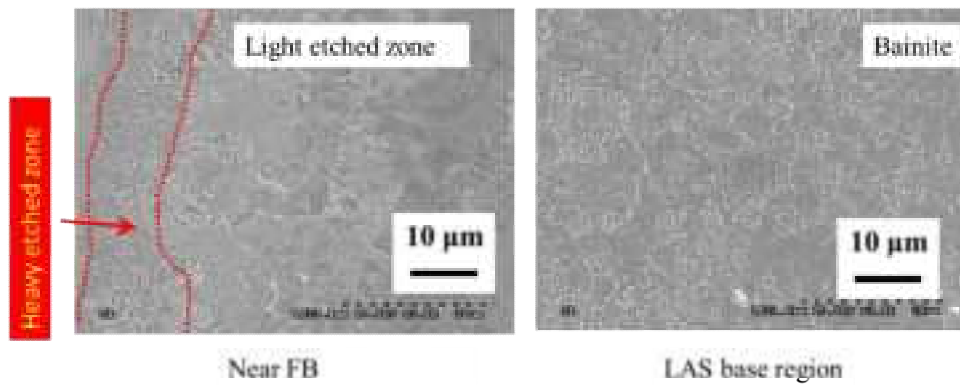


図 14 光学顕微鏡により観察した溶融境界付近の合金 82/LAS の微細構造  
 (右の拡大写真は溶融境界近傍の低合金鋼の組織を示す)  
 (a)PWHT なし、(b)7 時間 PWHT、(c)24 時間 PWHT

**(a)** LAS side (without PWHT)



**(b)** LAS side (7h PWHT)



**(c)** LAS side (24h PWHT)

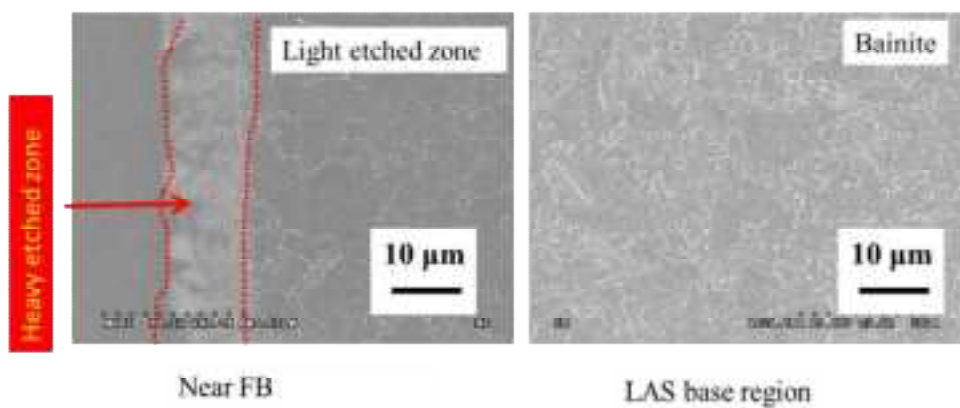


図 15 SEMにより観察した異なる PWHT を施した LAS の微細構造  
(a)PWHT なし、(b)7 時間 PWHT、(c)24 時間 PWHT

Cr と炭素の反対方向への拡散は、しばしば低 Cr 側における炭素欠乏領域の形成と高 Cr 側での炭化物の析出をもたらす[6]。炭素欠乏は通常、LAS 内の炭化物の析出を伴わない粗いフェライト粒子の層をもたらし、さらに図 14(b)、(c)および図 15(b)、(c)に見られる浅いエッチングの原因となる可能性がある。さらに、ニッケル合金中の炭素の拡散率の低さに起因して、移動した炭素原子が溶融境界で濃縮し[12]、炭化物の析出をもたらす。これは深くエッチングされた領域 (図 14(a), (c)および図 15(b), (c)) に起因して生じている。24 時間 PWHT を施した試験片の EBSD 結果 (図 17) から炭化物の形成が証明された。

DWM において通常発生するもう一つの特徴は、溶接金属内に、溶融境界と極めて短い距離を置いてそれと平行に入るタイプ II の境界である。こうした境界の成長は、材料間の結晶構造の違いによって引き起こされるものである[13]。比較として、タイプ I の境界はエピタキシャル成長の結果として、溶接界面に対しておよそ垂直な通常の境界である。図 18 は典型的なタイプ I およびタイプ II の境界を示す。この図から溶融境界付近の微細構造が極めて複雑なものであることは明らかである。それらは深くエッチングされた部分、浅くエッチングされた部分、およびタイプ I とタイプ II の境界で構成され、これらが材料特性に大きく影響することは確実だろう。

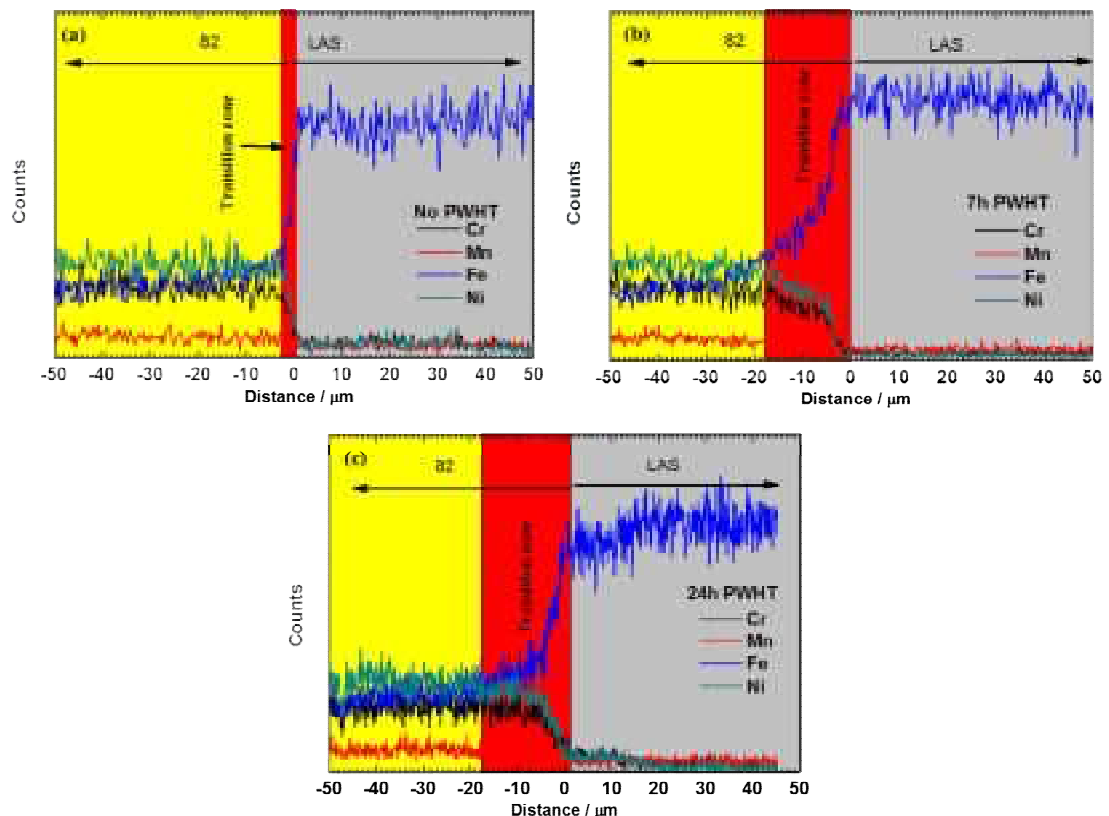


図 16 溶融境界領域の組成プロファイル

(a)PWHT なし、(b)PWHT7 時間、(c)PWHT24 時間

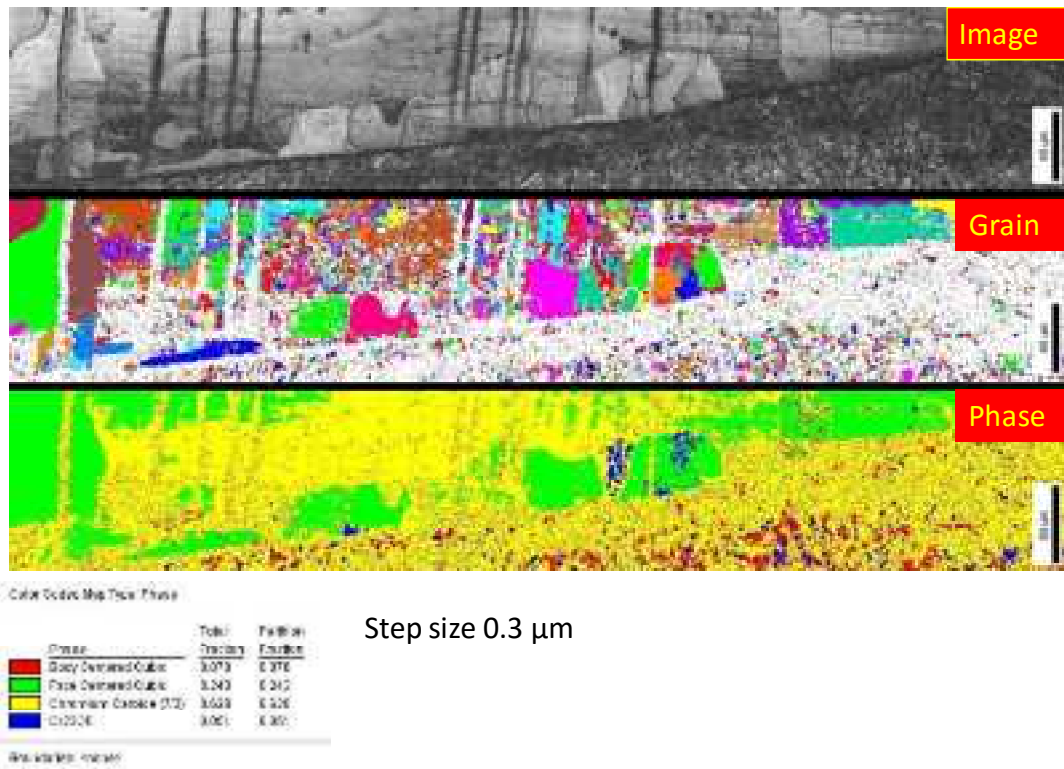


図 17 24 時間 PWHT で得られた EBSD 結果

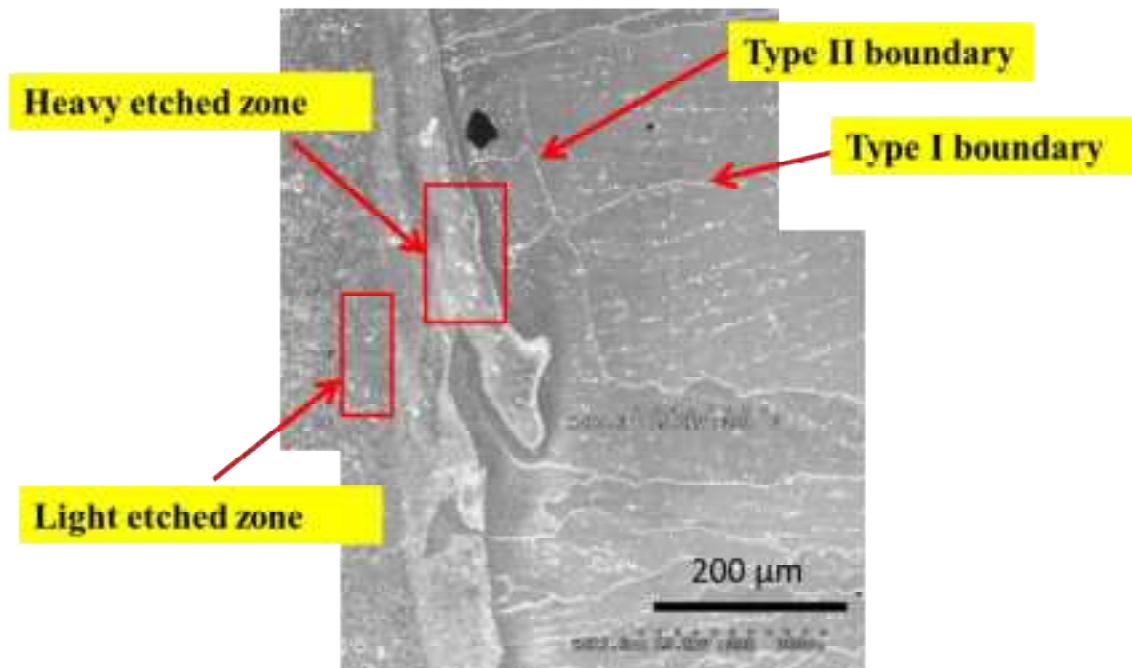


図 18 溶融境界付近における微細構造の複雑さ

## 2.4 微小硬さ試験

図 19 に 316L から LAS の微小硬さを示す。Alloy82/LAS においてはその硬度は溶融境界領域で最大値に到達し、PWHT が主に溶融境界領域と LAS 側に影響を及ぼしていることが見て取れる。図 20 は Alloy82/LAS 溶融境界付近のより詳細な硬さ分布を示す。PWHT の後に応力解放により硬度が低下することが示される。溶融境界における硬度のピークは、炭素析出物により構成される深くエッチングされた部分の形成によりもたらされている[10]。溶融界面に隣接した LAS 側で、硬度の低下および向上が見られることに注目すべきである。これは主にフェライトからなる浅くエッチングされた領域に起因するものである[10]。この硬度の低下は、24 時間 PWHT を施した試験片においてより明らかである。

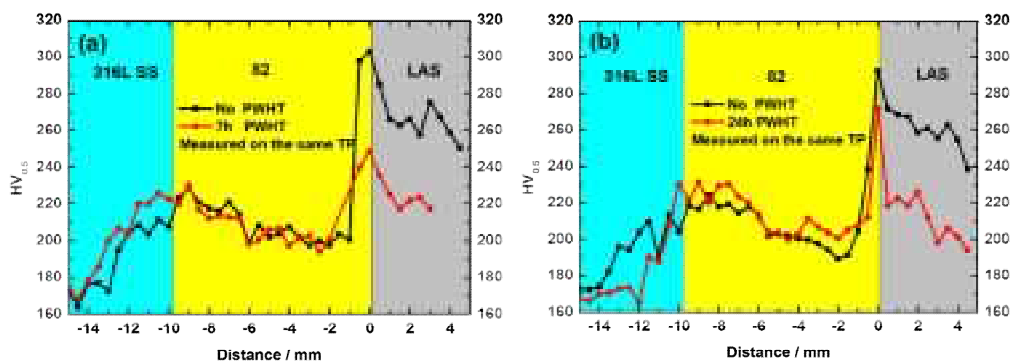


図 19 異なる PWHT を施した試験片の微小硬さ

(a)PWHT なし・7 時間 PWHT、(b)PWHT なし・24 時間 PWHT

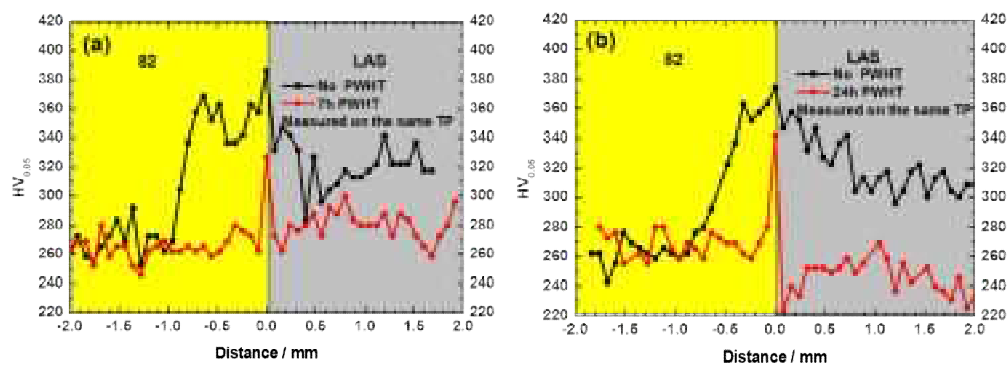


図 20 82/LAS 溶融境界付近の微小硬さ

(a)PWHT なし・7 時間 PWHT、(b)PWHT なし・24 時間 PWHT

### 3. SCC 進展試験結果

#### 3.1 オートクレーブ法定定期検査時に取り出した CT 試験片両側面のき裂長さ測定結果

SCC 進展試験開始からおよそ 300 時間経過した時点でオートクレーブの法定定期検査があったため、この時点で CT 試験片をオートクレーブから取り出して CT 試験片両側面のき裂長さを測定した。以下にその結果を示す。

##### (1) TP1 および TP8 の結果

表 5 に TP1 および TP8 の荷重履歴を示す。これらは同一のプルロッドに直列で配置され、試験環境は表 4 に示されている。また図 21 は繰返し荷重後の TP1 のき裂先端位置および大気中における予き裂導入後のき裂先端位置を示す。き裂は溶融界面に達していることが確認できる。三角波による繰返し荷重を加えた（応力比  $R=0.5\sim R=0.7$ 、同一の周波数 ( $f=0.002$  Hz))。

表 5 TP1 および TP8 の荷重履歴

負荷段	応力拡大係数最大値 $K_{max}$ (MPa $\cdot$ m <sup>0.5</sup> )	周波数 $f$ (Hz)	応力比 $R$	サイクル数
1 繰返し荷重	30	0.002	0.5	650
2 繰返し荷重	30	0.002	0.7	849

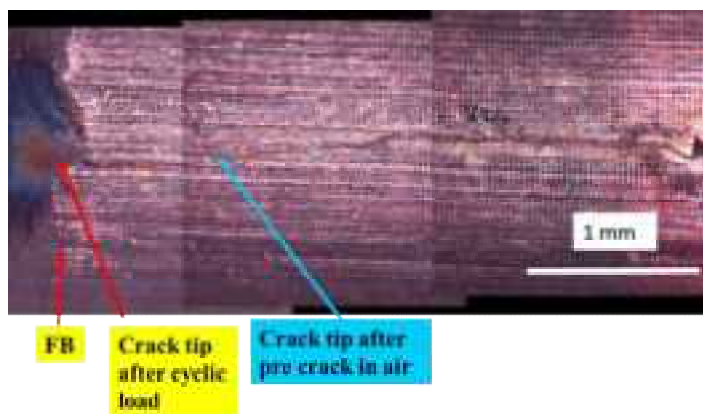


図 21 繰返し荷重後の TP 1 のき裂先端位置

図 22 は繰返し荷重後の TP8 のき裂先端の位置と大気中の予き裂導入後のき裂先端位置を併せて示す。TP1 と同様、き裂は溶融界面に達していた。

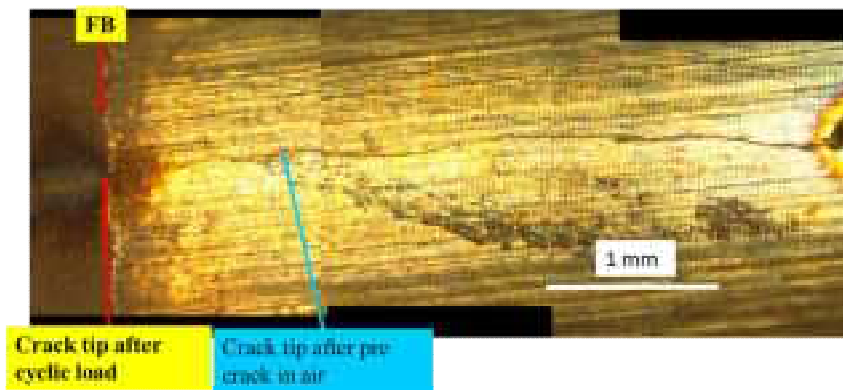


図 22 繰返し荷重後の TP 8 のき裂先端位置

(2) TP3 および TP10 の結果

表 6 に同一のプルロッドに配置された TP3 および TP10 の荷重履歴を示す。ここで、荷重条件が法定定期安全性検査の 45 時間前に定荷重に切り換えられているにも関わらず、呼称の統一のため、そのき裂先端は変わらず「繰返し荷重後のき裂先端」と呼称した。

図 23 は繰返し荷重後の TP 3 のき裂先端位置を示している。き裂は熔融界面からおよそ 3mm 離れていることが確認できる。

表 6 TP3 および TP10 の荷重履歴

負荷段	応力拡大係数最大値 $K_{max}$ ( $\text{MPa m}^{0.5}$ )	周波数 $f$ (Hz)	応力比 $R$	サイクル数 または時間
1 繰返し荷重	50	0.002	0.5	650 cycles
2 繰返し荷重	50	0.002	0.7	473 cycles
3 定荷重	50	-	-	45 hrs

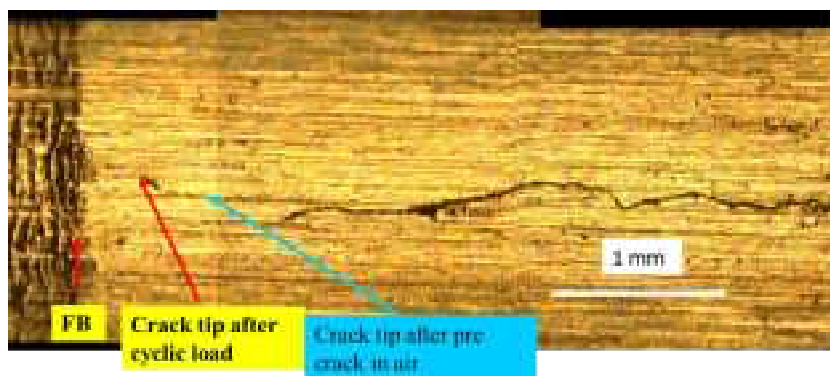


図 23 繰返し荷重後の TP 3 のき裂先端位置



図 24 に繰返し荷重後の TP 10 のき裂先端位置を示す。TP10 と同様、き裂は溶融界面から 0.3mm 離れている。

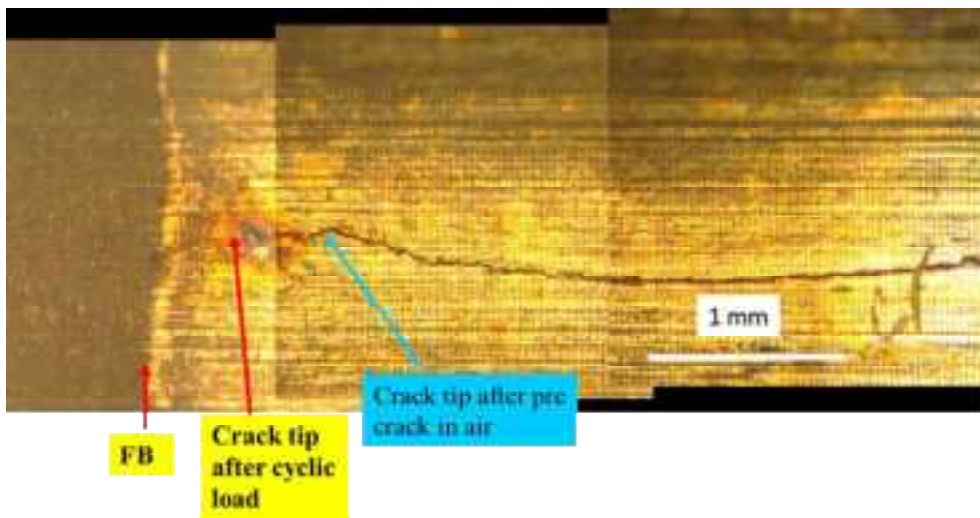


図 24 繰返し荷重後の TP 10 のき裂先端位置

### (3) TP5 および TP6 の結果

表 7 に同一のプルロッドに配置された TP5 および TP6 の荷重履歴を示す。また図 25 は繰返し荷重後の TP5 のき裂先端位置を示している。ここで、この試験片においてはき裂が部分的に LAS に進出している点に大いに注目する必要がある。1 側ではき裂が溶融境界に拘束されている一方で 2 側のき裂は LAS に進展していることは明白である。

図 26 に繰返し荷重後の TP6 のき裂先端位置を示す。これからき裂が溶融界面に達していることがわかる。

表 7 TP5 および TP6 の荷重履歴

負荷段	応力拡大係数最大値 K <sub>max</sub> (MPa m <sup>0.5</sup> )	周波数 f (Hz)	応力比 R	サイクル数
1 繰返し荷重	47	0.002	0.5	650
2 繰返し荷重	47	0.002	0.7	1474

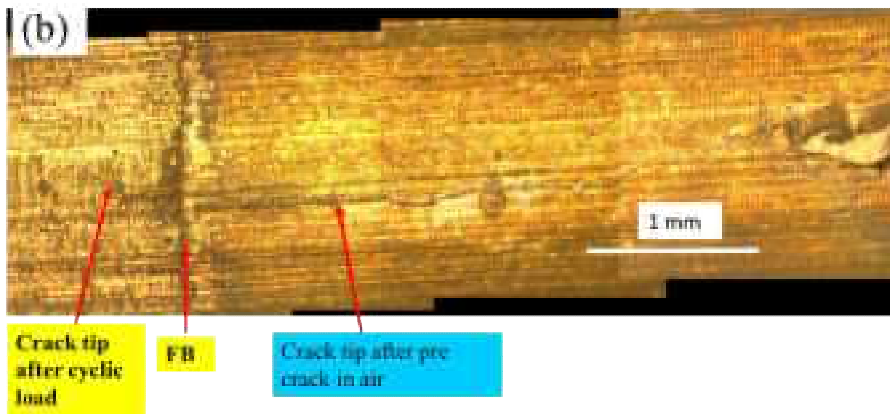
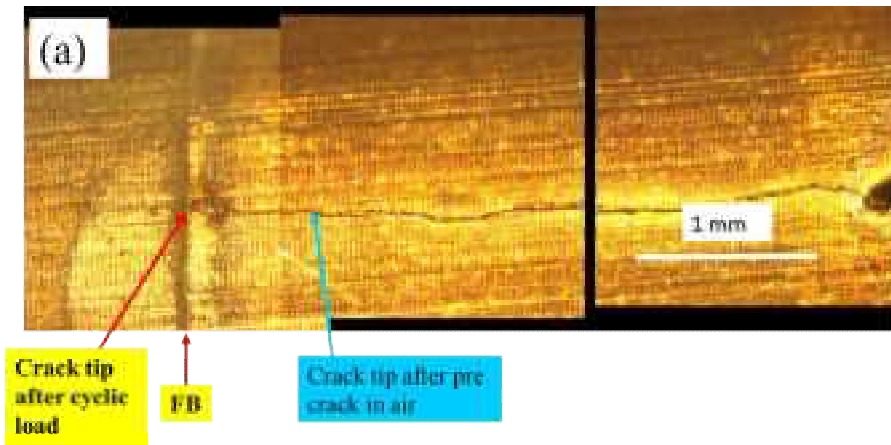


図 25 繰返し荷重後の TP 5 のき裂先端位置 (a)1 側(b)2 側

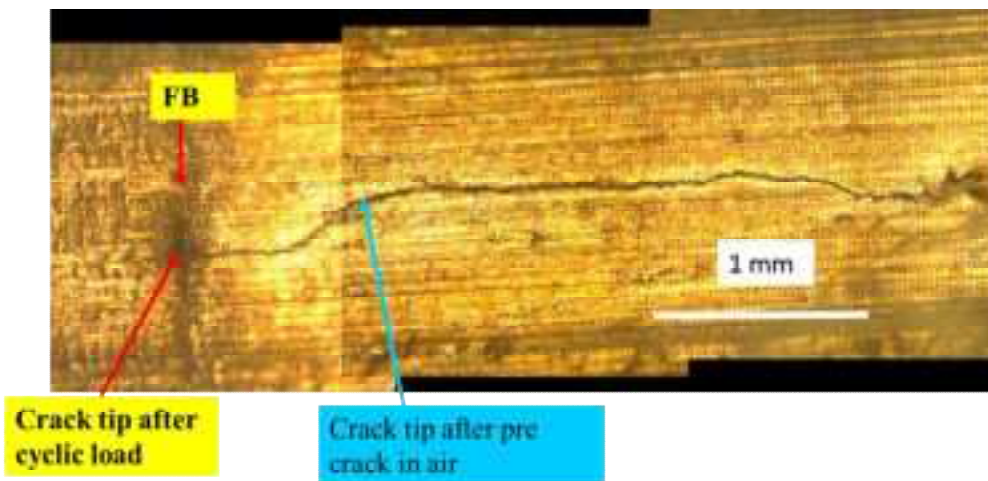


図 26 繰返し荷重後の TP 6 のき裂先端位置

### 3.2 SCC 試験結果

#### (1) 試験片 5

図 27 は光学顕微鏡により観察された試験片 5 の破壊形態の全容を示す。繰返し荷重条件下においてき裂がすでに LAS にまで進展していることは明らかである。き裂前縁が不均一であり、き裂は試験片の中心部で非常に大きく進展している一方で定荷重条件下にはき裂進展は非常に小さかった。これはき裂が繰返し荷重条件下で溶融境界面全域にわたって容易に進み、LAS に対しても進展が非常に大きいことを意味する。

$K_{max}$  を一定に保持し、 $R=0.5$  から  $R=0.7$  に増やすと CGR は大幅に低下した。定荷重条件下ではき裂は LAS 側で停留しているように見える。

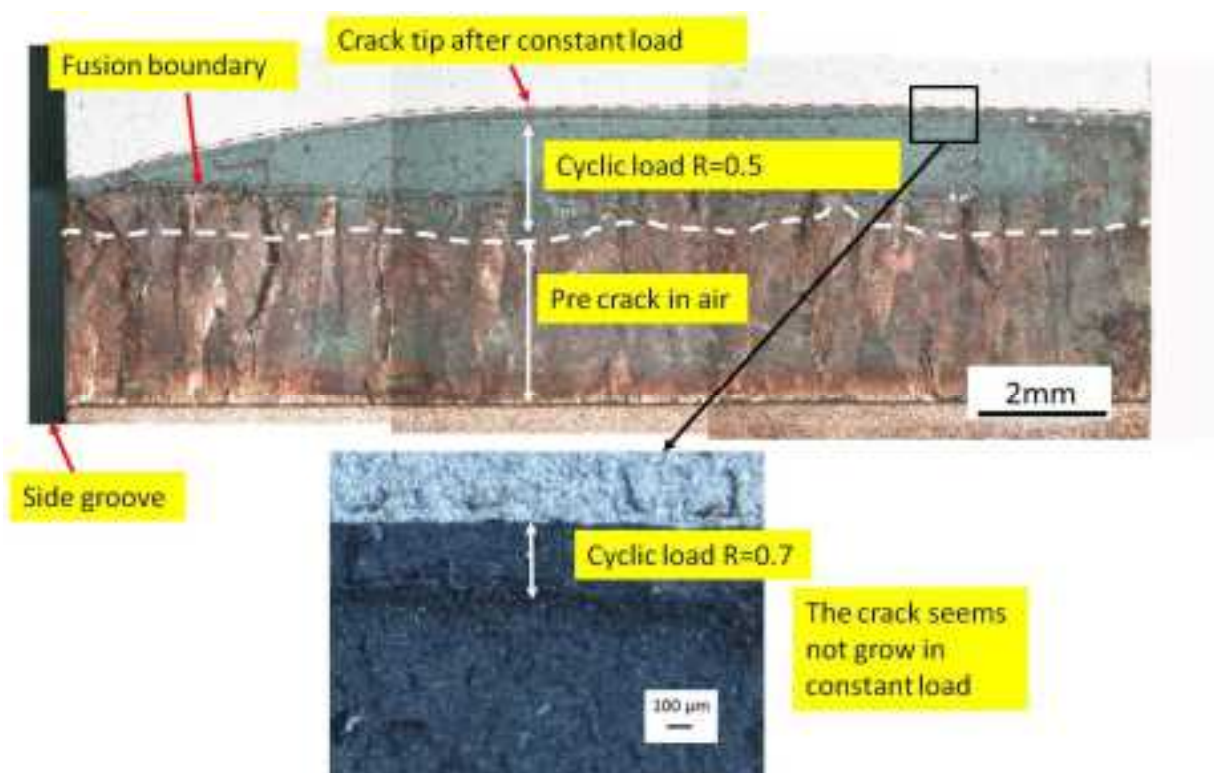


図 27 OM により観察された試験片 5 の破壊形態

図 28 は溶融境界面付近の破壊形態の詳細の一例である。Alloy82 側で樹枝状粒内き裂および粒界き裂の両方が認められる。LAS の表面に多くの酸化物が観察され、き裂の形状は粒内き裂である。Alloy82 と LAS との間に PWHT 中に元素が拡散して形成された遷移領域がある。図 29 にはき裂経路が示されており、82 側および LAS 側の両方において、溶融境界面付近のき裂の形状は主に粒界き裂であることがわかる。繰返し荷重  $R=0.7$  のときのき裂幅は、繰返し荷重が  $R=0.5$  のときよりも小さい。き裂の中に多くの酸化物が認められる。

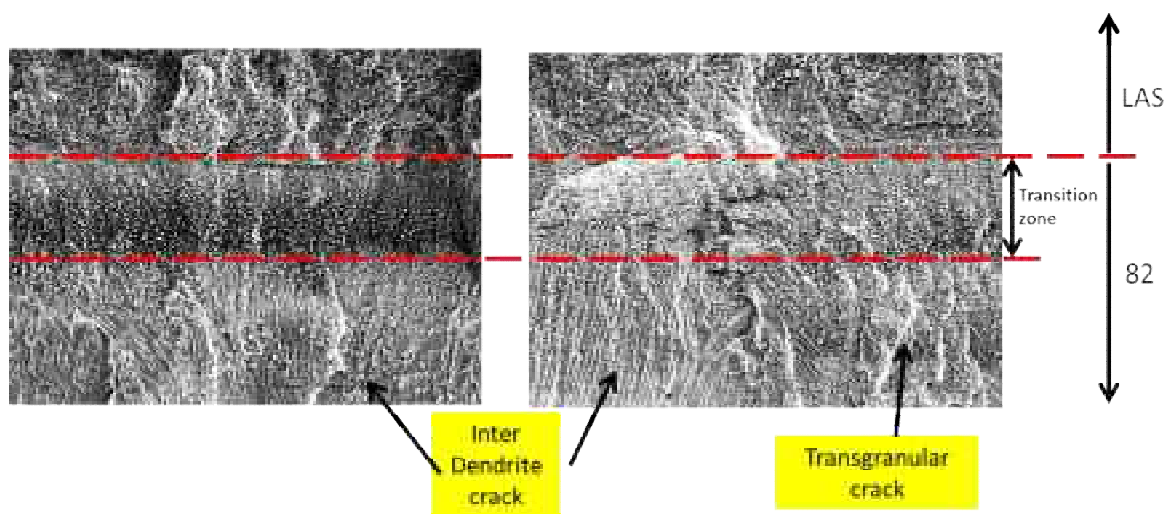


図 28 SEM により観察された試験片 5 の破壊形態

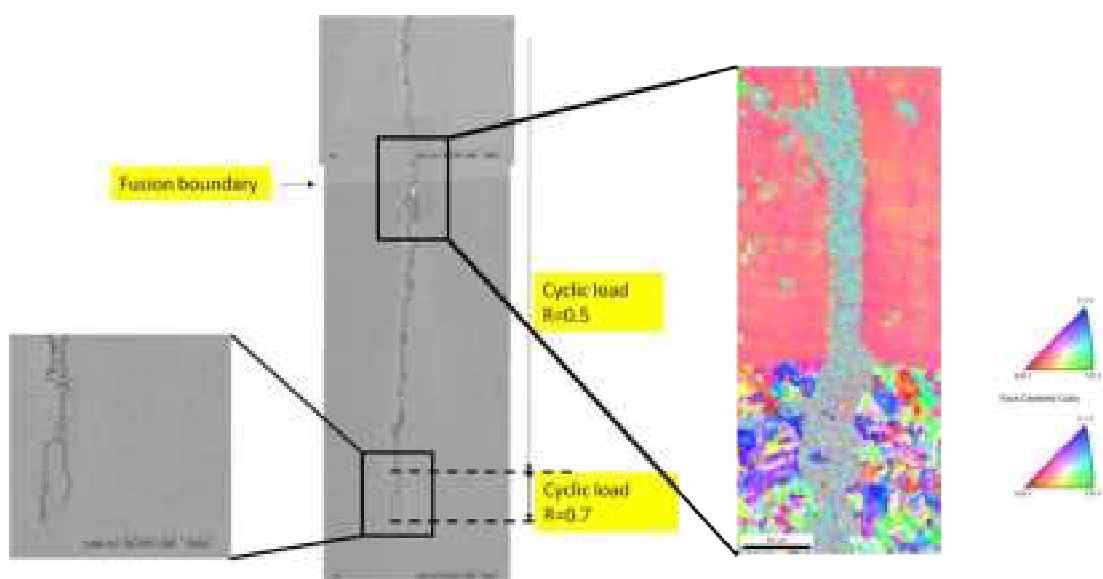


図 29 試験片 5 のき裂経路

図 30 は、DCPD 信号に基づく全体試験過程でのき裂進展である。試験片 5 の荷重履歴は以下であった。Step 1  $R=0.5$ ,  $f=0.002$  Hz, 650 cycles、Step 2  $R=0.7$ ,  $f=0.002$  Hz, 1474 cycles、Step 3, Constant load,  $\sim 1300$  hrs。き裂は繰返し荷重過程 ( $R=0.5$ ,  $f=0.002$ Hz) で LAS に進展しているように見える。これはき裂成長速度が周辺で非常に大きいことを意味する。き裂は進出後、繰返し荷重時にも LAS において成長する。定荷重時にはき裂は停止するよう見える。

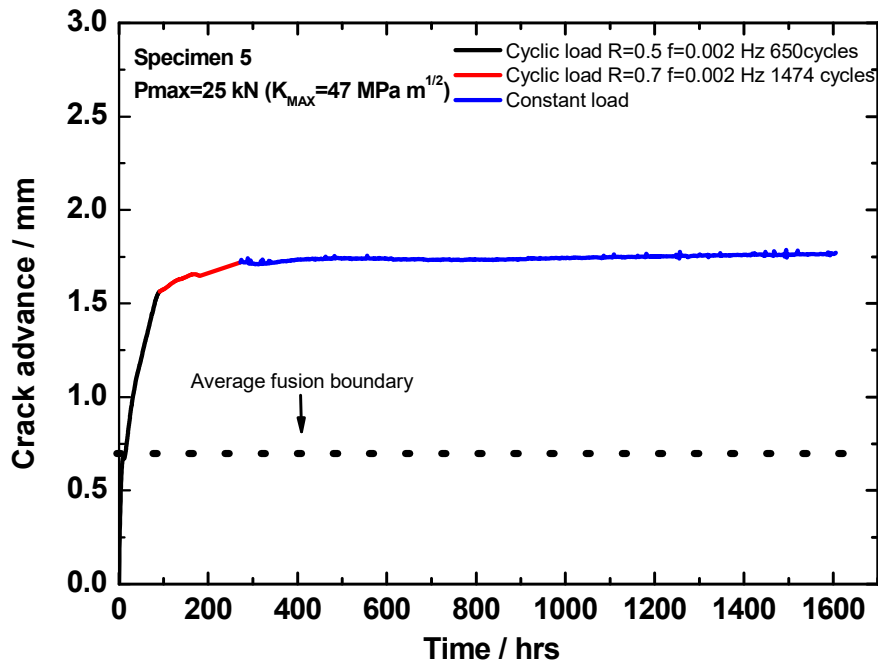


図 30 DCPD データに基づく試験片 5 のき裂進展

(2) 試験片 6

図 31 は試験片 6 の破壊面の全容を示す。試験片 5 と同様に繰返し荷重条件下でき裂はすでに LAS に進展している。き裂前縁が不均一であるため、き裂は試験片の中心部で非常に大きく進展している一方で定荷重過程ではき裂の進展は認められなかった。

図 32 は溶融境界面付近の破壊の詳細の一部である。試験片 5 と同様に、82 側で樹枝状粒界き裂および粒内き裂の両方が認められる。LAS の表面に多くの酸化物が形成され、き裂の形状は粒内き裂である。82 と LAS との間に、PWHT 中に各元素が拡散して形成された遷移領域がある。この領域のき裂の形状は、主に樹枝状粒界き裂であり、表面に多くの酸化物も形成されている。

図 33 は試験片 6 のき裂経路を示す。82 側および LAS 側の両方において、溶融境界面付近のき裂の形状は主に粒内き裂である。繰返し荷重  $R=0.7$  のときのき裂幅は、繰返し荷重が  $R=0.5$  のときよりも小さい。き裂の中に多くの酸化物が認められる。

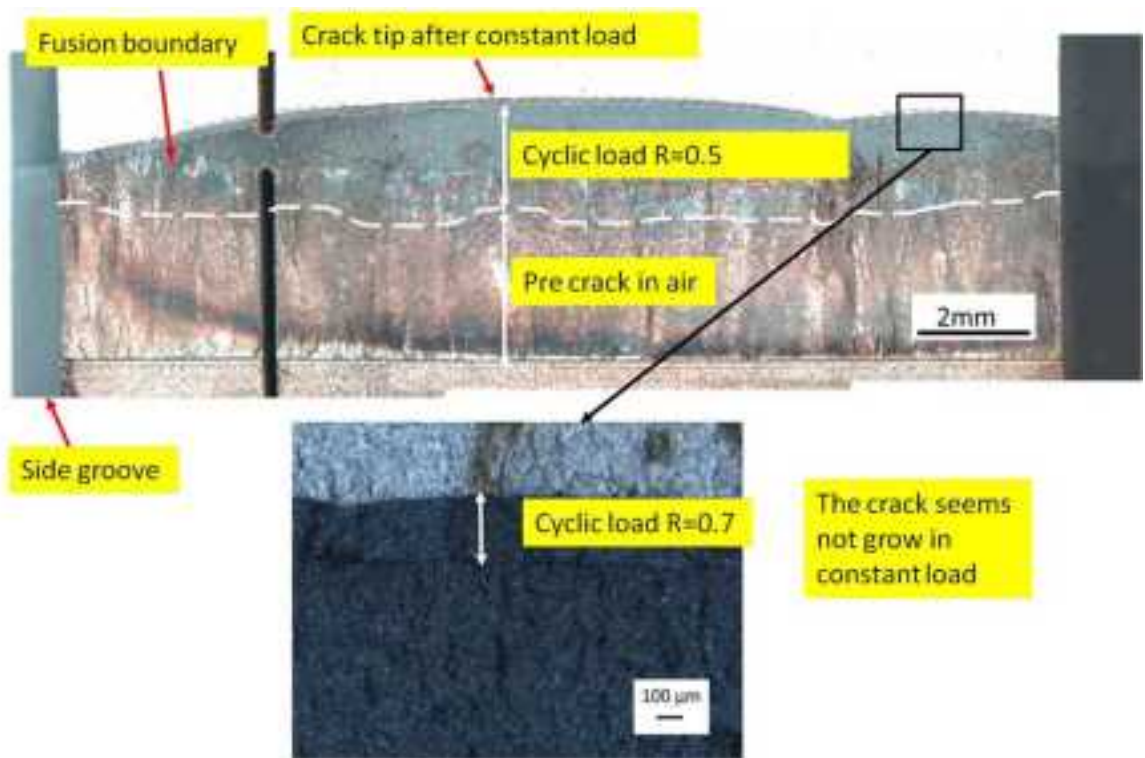


図 31 OM により観察された試験片 6 の破壊形態の全容

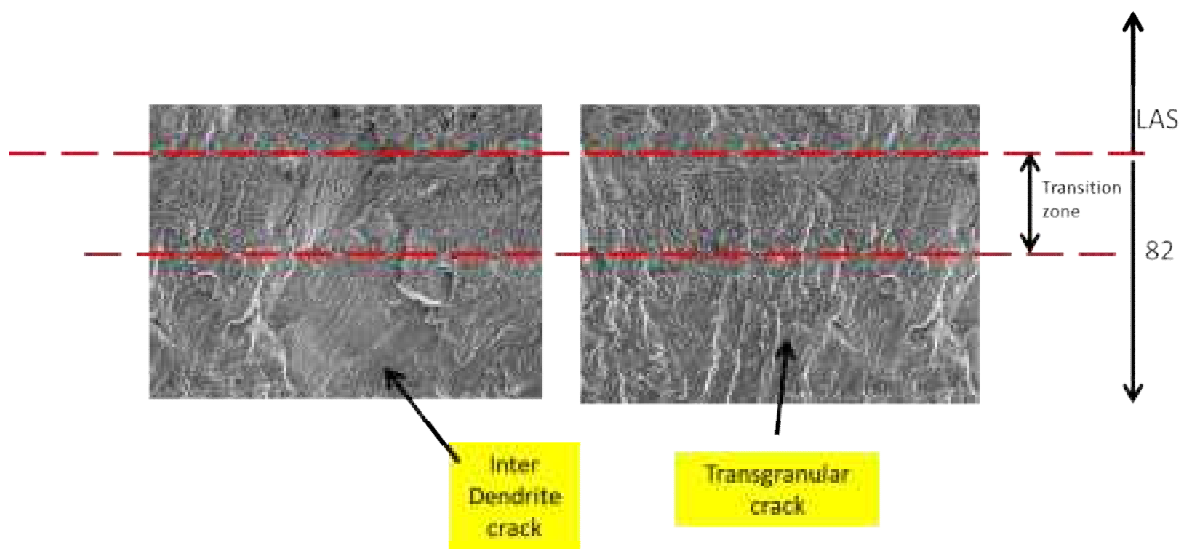


図 32 SEM により観察された試験片 6 の破壊形態

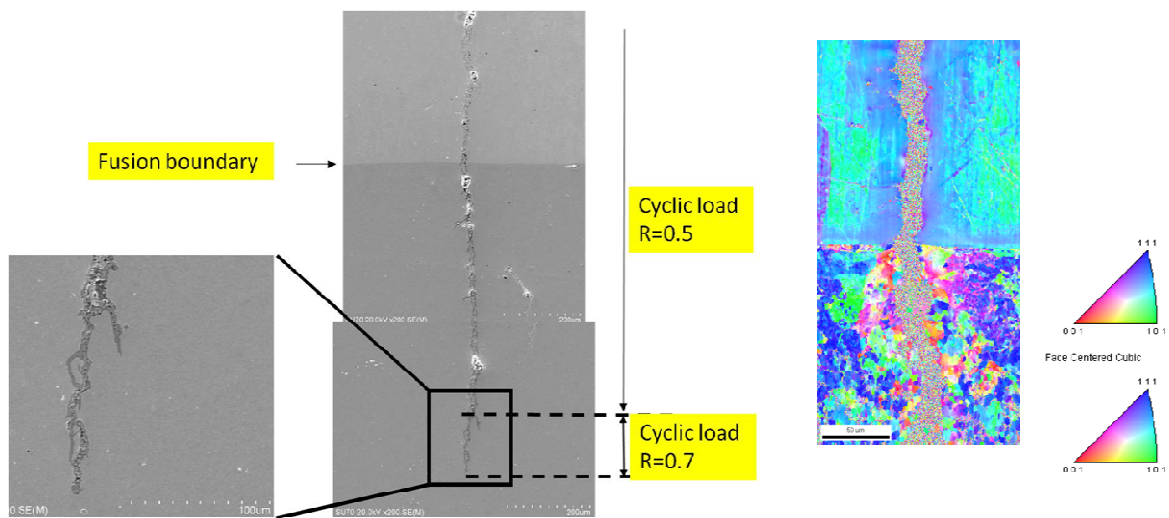


図 33 試験片 6 のき裂経路

図 34 は DCPD データに基づく全体試験におけるき裂進展を示す。試験片 6 の荷重履歴は以下であった。Step 1 :  $R=0.5$ ,  $f=0.002$  Hz, 650 cycles、Step : 2  $R=0.7$ ,  $f=0.002$  Hz, 1474 cycles、Step 3 : Constant load,  $\sim 1300$  hrs。試験片 5 と同様にき裂は繰返し荷重過程 ( $R=0.5$ ,  $f=0.002$ Hz) で LAS に進展しているように見える。これはき裂成長速度が非常に大きいことを意味する。き裂は LAS 側に進展後後、繰返し荷重条件において比較的高速で成長する。一方、定荷重条件下ではき裂は LAS において成長しない。

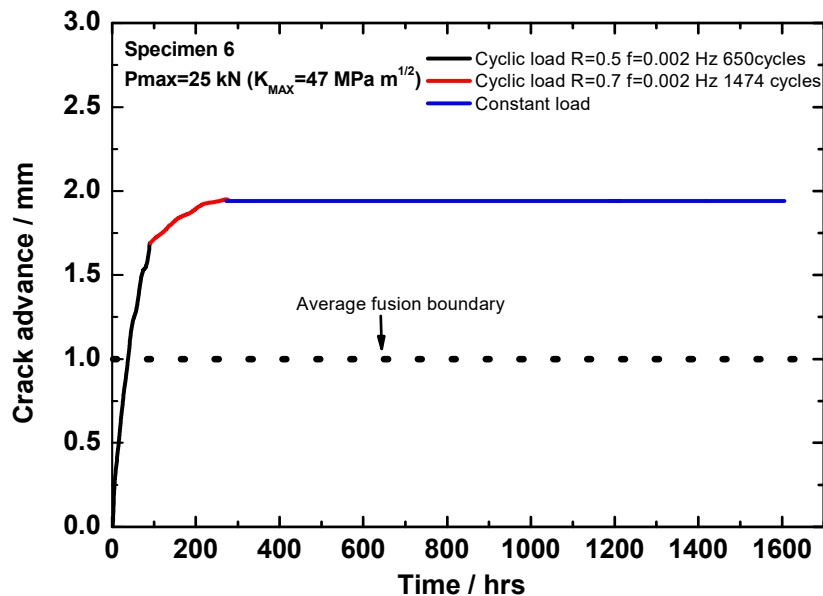


図 34 DCPD データに基づく試験片 6 のき裂進展

### (3) 試験片 3

図 35 は試験片 3 のき裂表面の全容を示す。繰返し荷重条件下でき裂がすでに LAS にまで進展しているのがわかる。き裂前縁が不均一であるため、き裂は試験片の中心部で非常に大きく進出している。R=0.5 から R=0.7 に増やすと、CGR を大幅に低下させることができる。定荷重条件下ではき裂は伝播しないように見える。

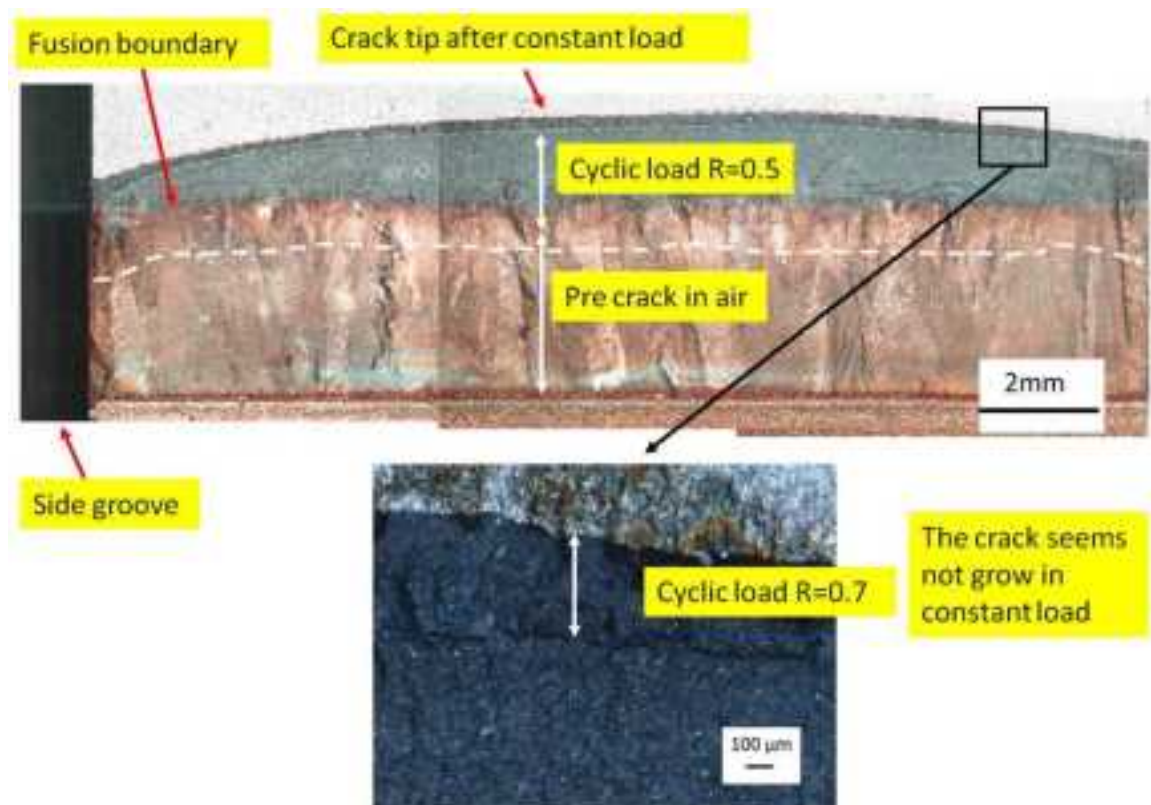


図 35 OM により観察された試験片 3 の破壊形態の全容

図 36 は SEM により観察された溶融境界面付近の破壊形態を示す。試験片 3 の破壊形態も、前述の試験片の場合と同様に見える。典型的な樹枝状粒内き裂と粒界き裂が認められ、また遷移領域も認められる。

図 37 は試験片 3 のき裂経路を示す。Alloy82 側および LAS 側の両方において溶融境界面付近のき裂の形状は主に粒界き裂である。繰返し荷重 R=0.5 のときのき裂幅は繰返し荷重が R=0.5 のときよりも大きい。き裂の中で多くの酸化物が形成されている。

図 38 は試験片 3 のき裂進展である。試験片 3 の荷重履歴は以下であった。Step 1 : R=0.5, f=0.002 Hz, 650 cycles、Step 2 : R=0.7, f=0.002 Hz, 473 cycles、Step 3 : Constant load, ~1250 hrs。き裂は、繰返し荷重 R=0.5 のときに LAS に進展している。これは、他の試験片の場合と同様にこの荷重条件での LAS に対するき裂成長速度が非常に大きいこと



を意味する。この荷重条件における LAS の CGR は依然として非常に大きい。R=0.7 に増やすと、LAS の CGR は急激に低下した。定荷重条件に切り替えた後はき裂は LAS で停止するように見える。

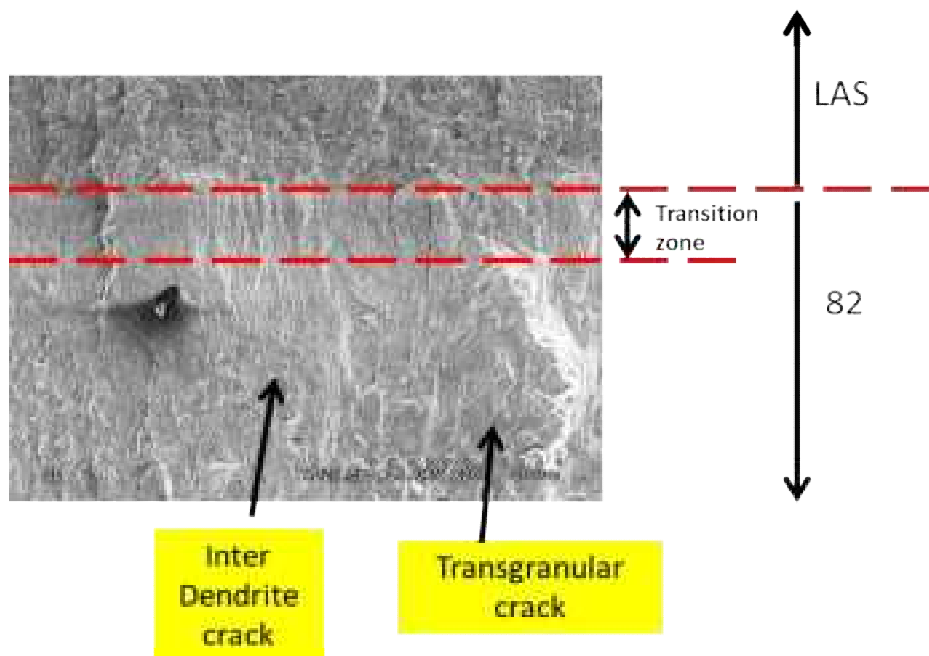


図 36 SEM により観察された試験片 3 の破壊形態

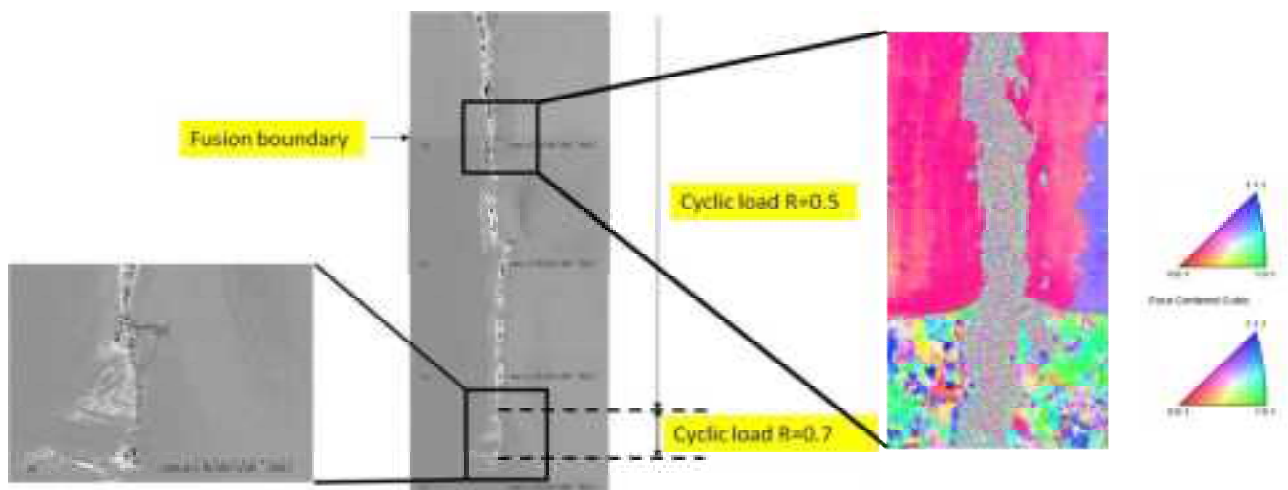


図 37 試験片 3 のき裂経路

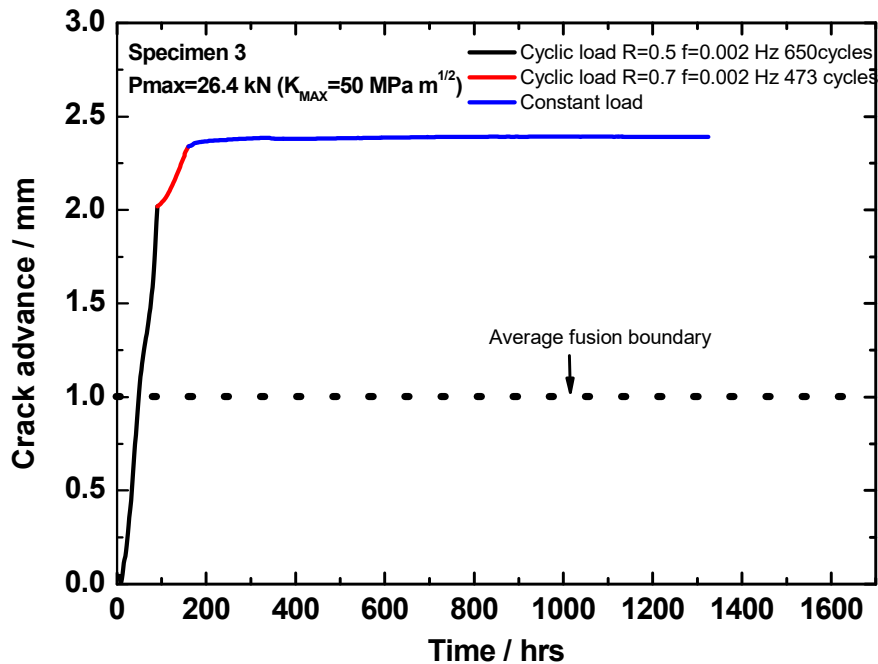


図 38 DCPD データに基づく試験片 3 のき裂進展

(4) 試験片 10

図 39 は試験片 10 のき裂破壊形態を示す。繰返し荷重  $R=0.5$  のときに試験片の中心部においてき裂が LAS に進展したことは明らかである。繰返し荷重条件下ではき裂は LAS 内で伝播し、 $K_{max}$  一定で  $R$  値を高めると CGR は低下する。定荷重条件下ではき裂は停止する。

別の興味深い現象が試験片の先端で認められた。図 39 の丸で囲った部分に示すとおり、繰返し荷重  $R=0.5$  の条件にした後、き裂は熔融境界面で停止するが、 $R=0.7$  に切り替えると伝播を続ける。拡大したものを図 40 に示す。図 40 の四角形で囲った部分に示すとおりこれは熔融境界面付近の特別な構造に起因する可能性がある。

図 41 は SEM により観察された熔融境界面付近の破壊形態を示す。典型的な樹枝状結晶内き裂および粒間き裂の形態に加えて、遷移領域と 82 との間にいくつかの「段差」が現れている。このような段差は、き裂面を変化させ、き裂が伝播するときに障壁の働きをする可能性があると思われる。

図 42 は試験片 10 のき裂経路を示す。同様の現象は他の試験片でも観察でき、Alloy82 側および LAS 側の両方において熔融境界面付近のき裂の形状は主に粒間き裂である。繰返し荷重が  $R=0.5$  のときのき裂幅は、繰返し荷重が  $R=0.5$  のときよりも大きい。

図 43 は、DCPD データに基づく試験片 10 のき裂進展を示したものである。試験片 10 の

荷重履歴は以下であった。Step 1 :  $R=0.5$ ,  $f=0.002$  Hz, 650 cycles、Step 2 :  $R=0.7$ ,  $f=0.002$  Hz, 473 cycles、Step 3 : Constant load,  $\sim 1250$  hrs。き裂は、繰返し荷重  $R=0.5$  のとき、LAS の中まで成長する。この荷重条件でも LAS の CGR は比較的大きい。 $R=0.7$  に増やすと、CGR の急激な低下が現れる。定荷重条件下ではき裂は伝播しない。

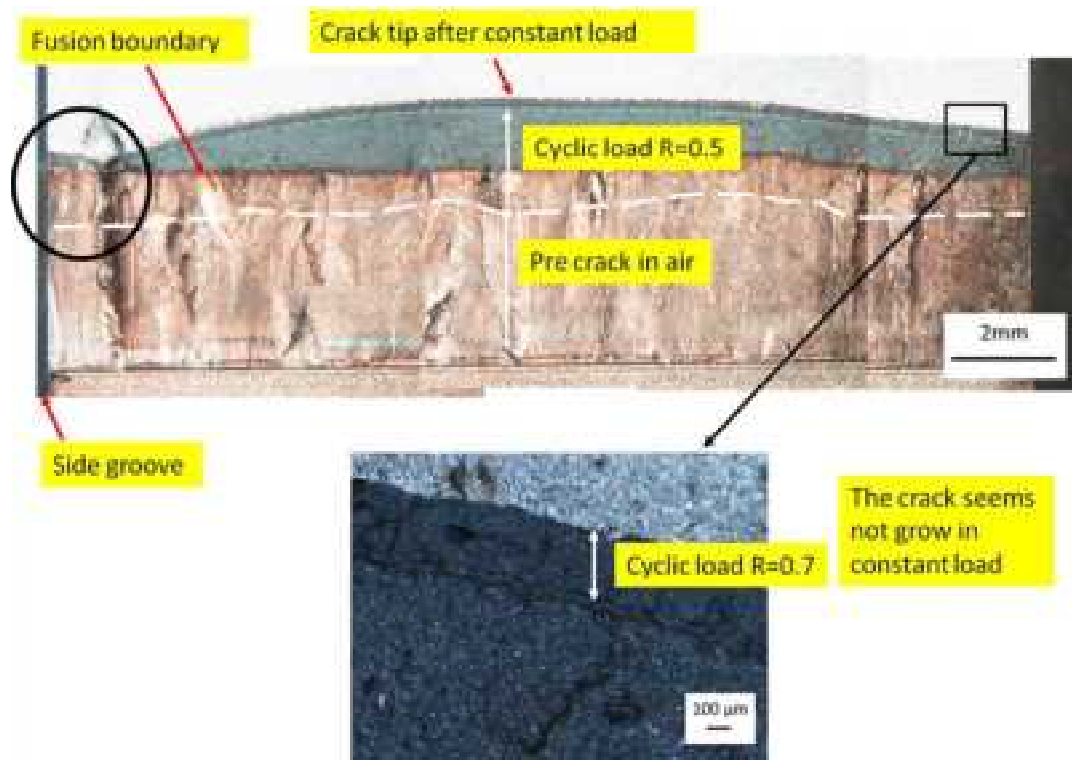


図 39 OM により観察された試験片 10 の破壊形態の全容

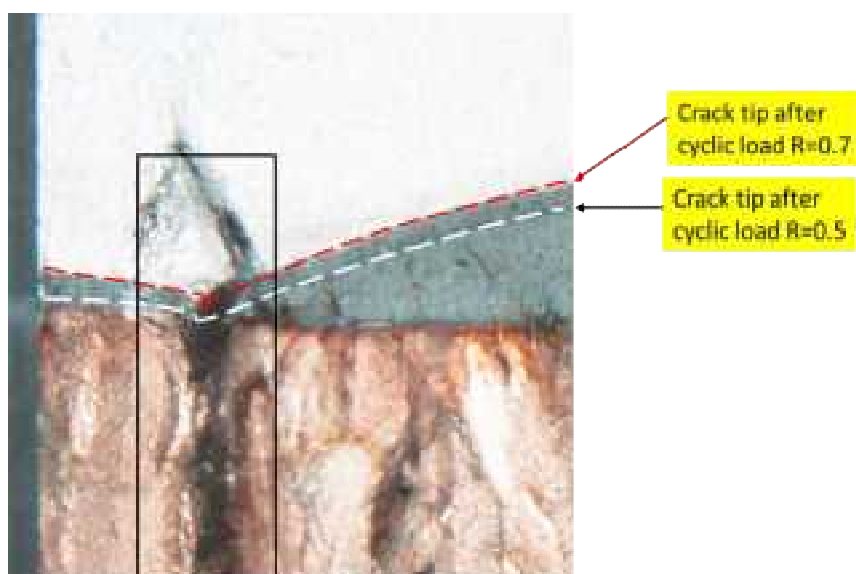


図 40 図 39 の丸で囲った試験片部分の詳細

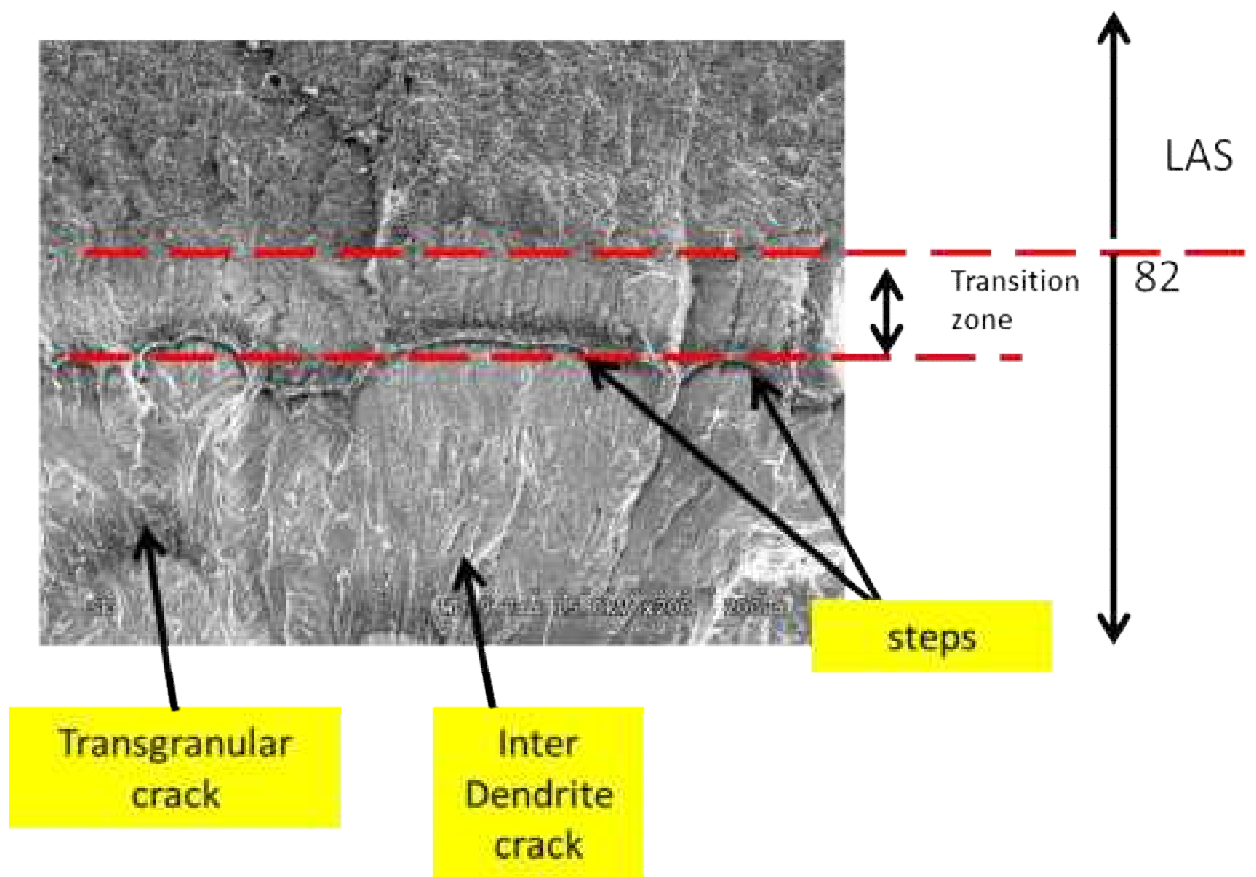


図 41 SEM により観察された試験片 10 の破壊形態

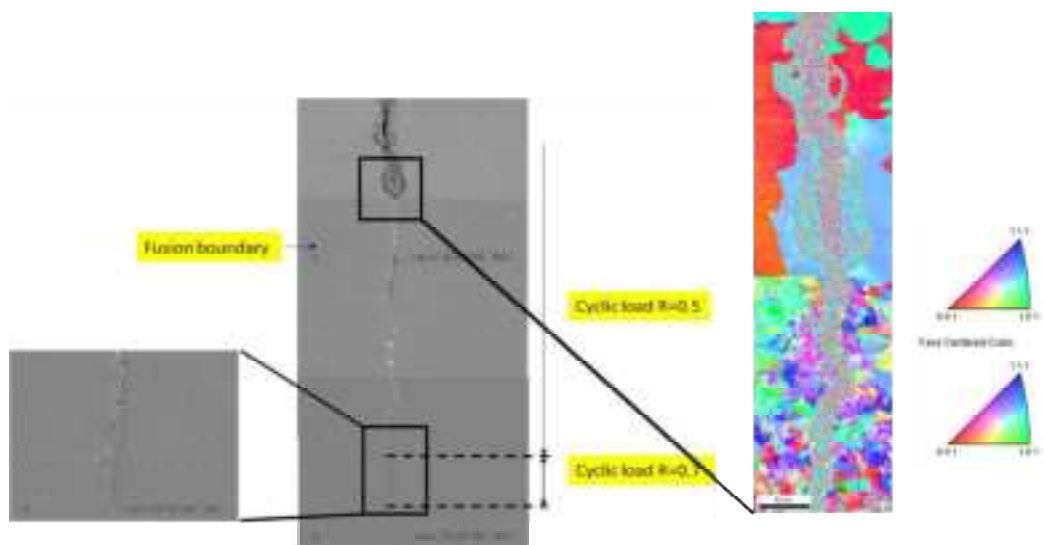


図 42 試験片 10 のき裂経路

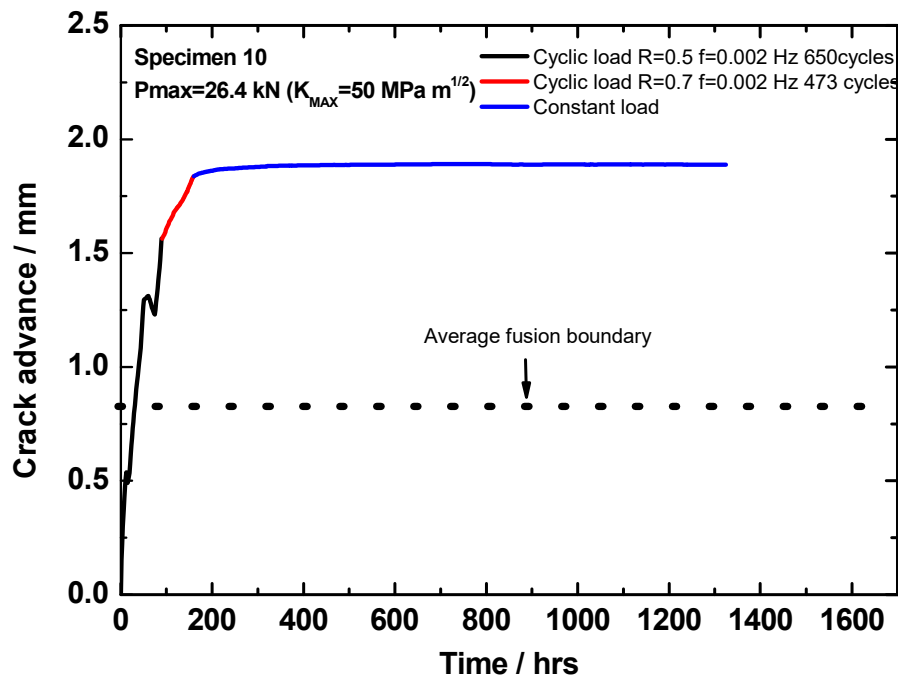


図 43 試験片 10 のき裂進展

(5) 試験片 1

図 44 は試験片 1 のき裂形態である。繰返し荷重  $R=0.5$  のときに試験片の中心部においてき裂が LAS に進出している。繰返し荷重の条件下ではき裂は LAS の中に伝播する。繰返し荷重  $R=0.7$  のときのき裂の進展は非常に小さく、定荷重ではき裂の成長が停止する。

別の興味深い現象が試験片の先端で認められた。図 44 の丸で囲った部分に示すとおり試験後にき裂は熔融境界面で停留されている。拡大したものを図 45 に示す。これは、図 45 の四角形で囲った部分の構造に起因する可能性がある。

図 46 は、き裂が LAS に進出した試験片の中心部のき裂形態である。試験片 1 の形態は他の試験片と同様であり、粒間き裂と樹枝状結晶内き裂の両方が認められる。

図 47 はき裂が熔融境界面で停留した試験片の先端のき裂形態を示す。熔融境界面付近では、樹枝状粒界き裂が認められ、タイプ II の境界面と一致しているように見える。タイプ II の境界面は熔融線から  $100 \mu\text{m}$  離れていて、図 18 に示される当方のマイクロ組織の観察結果と一致しているように見える。これは、タイプ II の境界面がき裂形状を変化させ、き裂成長に対する耐性が良好であることを示している可能性がある。

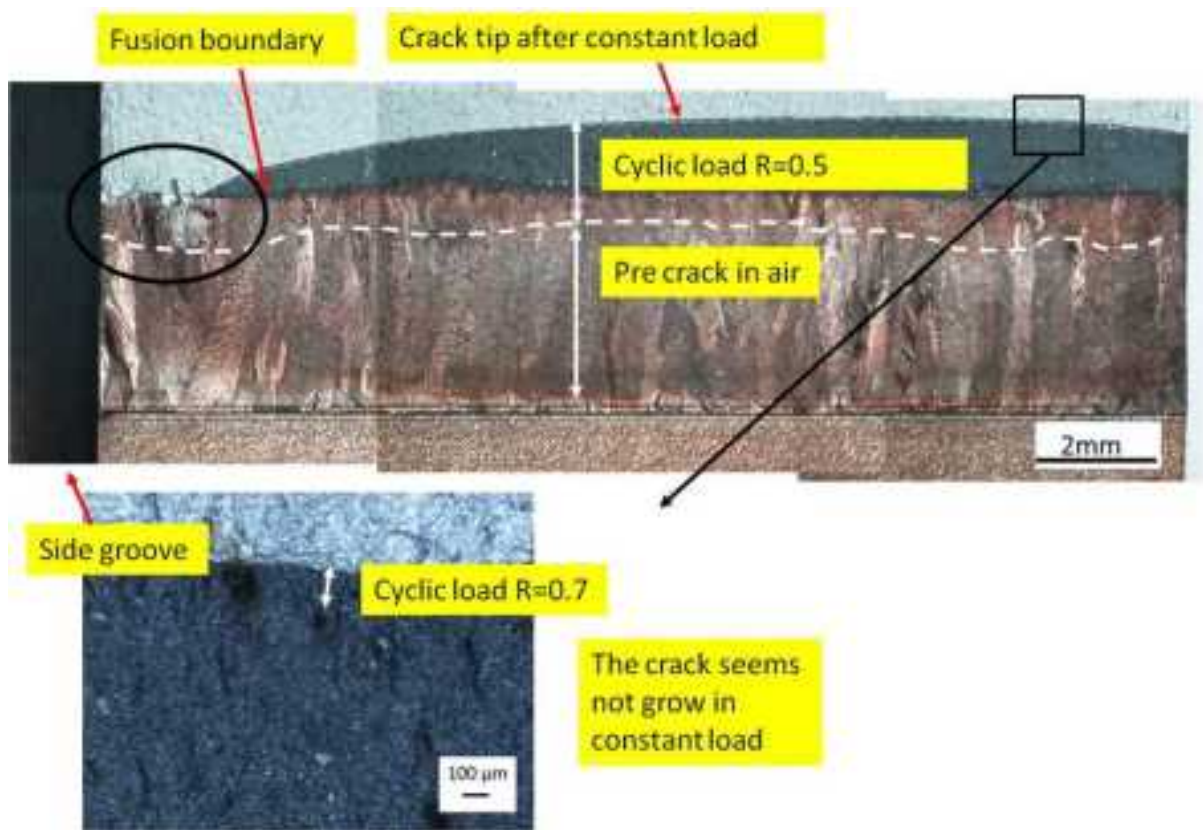


図 44 OM により観察された試験片 1 の破壊形態の全容



図 45 図 44 の丸で囲った試験片部分の詳細

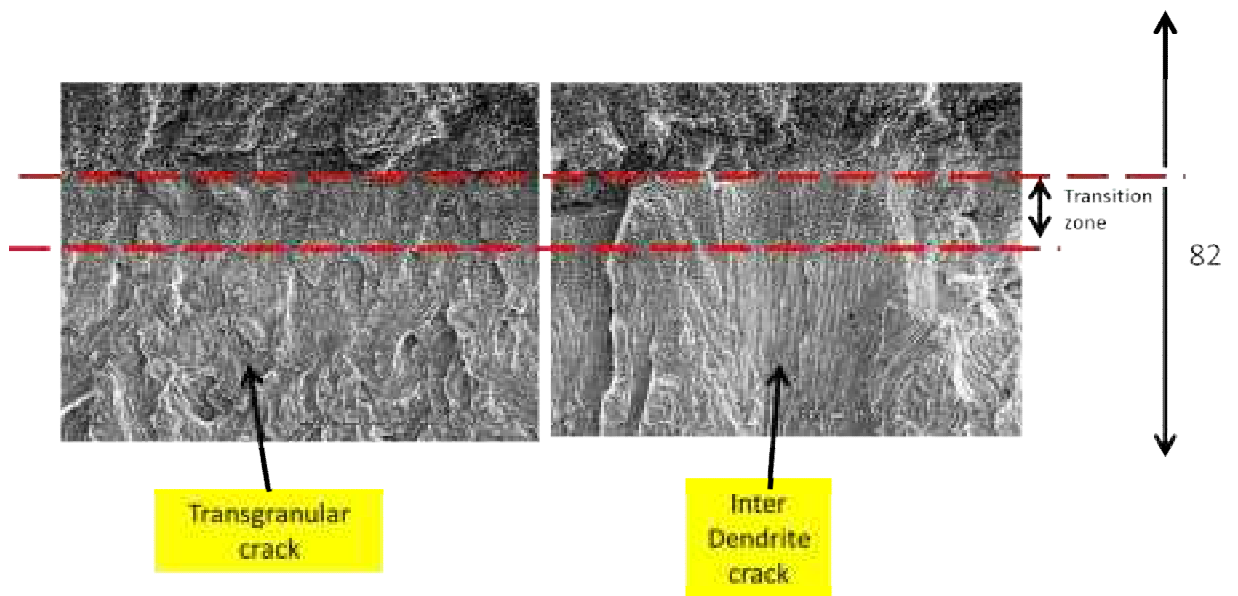


図 46 SEM により観察された試験片 1 の中心部の破壊形態

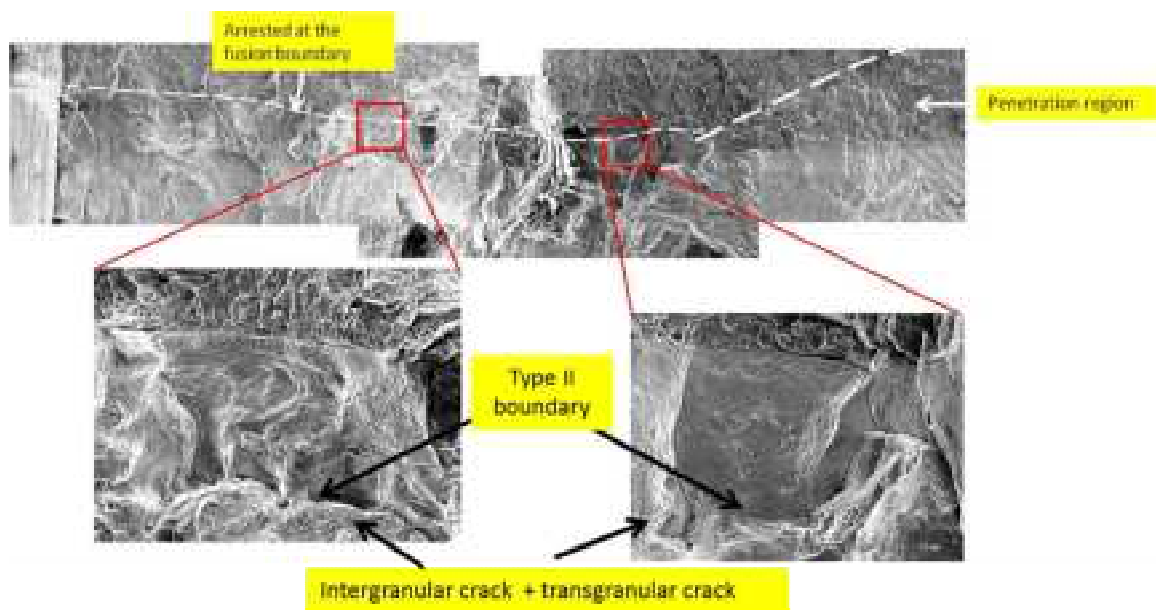


図 47 SEM により観察された試験片 1 の先端部の破壊形態

図 48 に、試験片 1 のき裂経路を表す。同様の現象は他の試験片でも観察でき、Alloy82 側および LAS 側の両方において熔融境界面付近のき裂の形状は主に粒界き裂である。

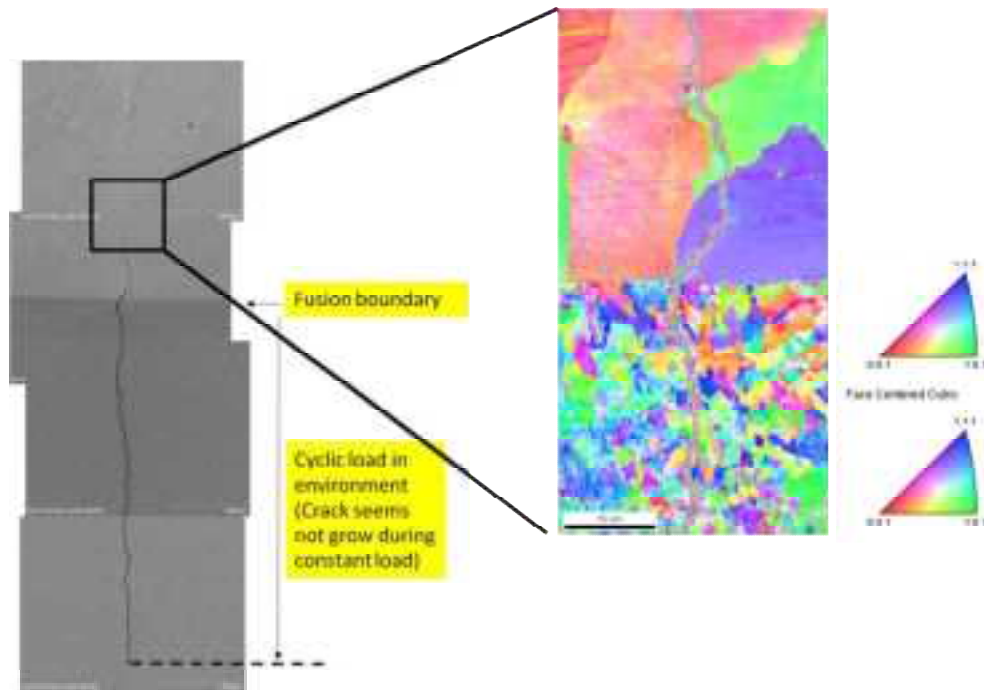


図 48 試験片 1 のき裂経路

図 49 は、試験片 1 の溶融境界面付近の元素分布である。溶融境界面に元素の遷移領域があることは明らかである。き裂内の酸素は豊富であり、き裂中に酸化物が形成されていることを示している。酸化物は主に Fe 酸化物であるが、若干量の Ni 酸化物も見られる。

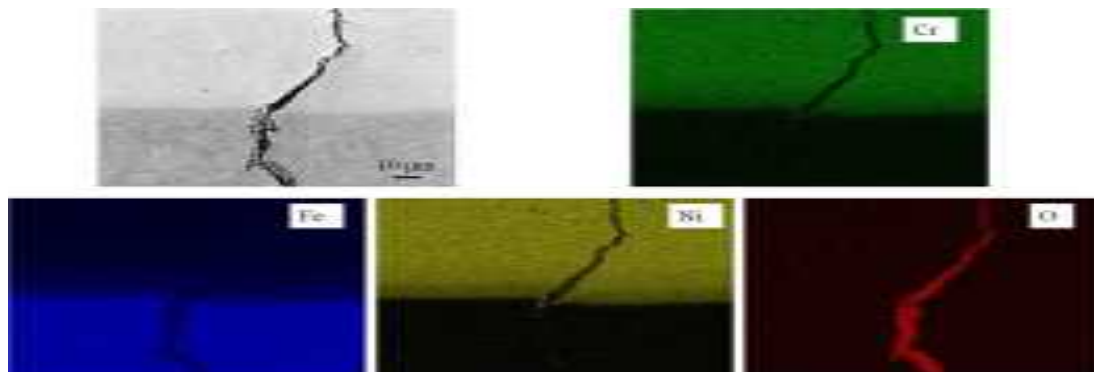


図 49 試験片 1 の溶融境界面付近の元素分布

図 50 は試験片 1 のき裂進展を示す。試験片 1 の荷重履歴は以下であった。Step 1 : R=0.5, f=0.002 Hz, 650 cycles、 Step 2 : R=0.7, f=0.002 Hz, 849 cycles、 Step 3 : Constant



load, ~1200 hrs. 他の試験片と同様に、繰返し荷重  $R=0.5$  のときに、き裂は LAS の中まで成長する。この荷重条件における LAS の CGR も比較的大きい。  $R=0.7$  に増やすと、CGR の急激な低下が現れる。定荷重条件下ではき裂は伝播しない。

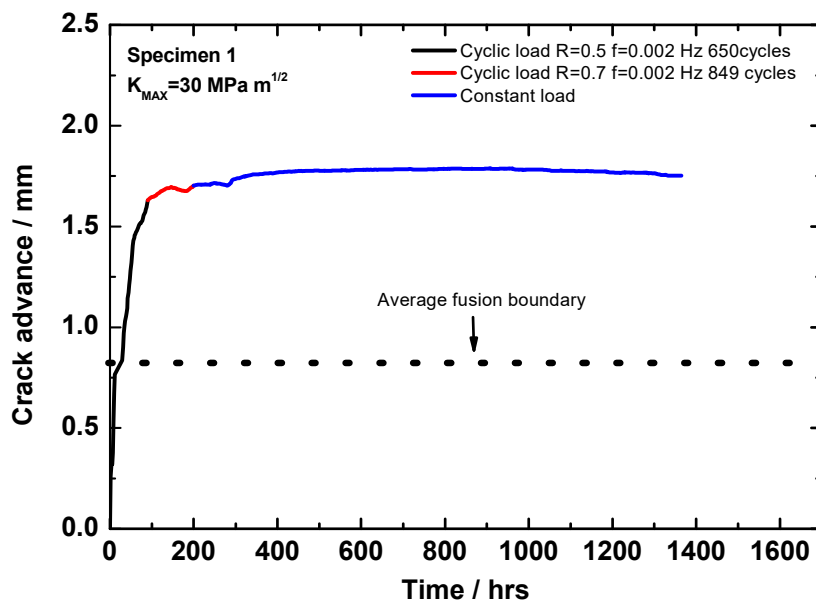


図 50 試験片 1 のき裂進展

#### (6) 試験片 8

図 51 は試験片 8 のき裂形態を示す。き裂は繰返し荷重  $R=0.5$  のときに LAS に進展している。繰返し荷重の条件下ではき裂は LAS 中を伝播する。試験片 1 と同様に繰返し荷重  $R=0.7$  のときのき裂の進展は非常に小さく、定荷重ではき裂の成長が停止する。

図 52 は SEM により観察された溶融境界面付近の破壊形態を示す。試験片 8 の破壊形態も、前述の試験片の場合と同様に見える。典型的な樹枝状粒内き裂と粒界き裂が認められる。また遷移領域も認められる。

図 53 は、試験片 8 のき裂経路である。観察結果は他の試験片とほぼ同様であったが、図 51 の左側に示すとおり、この試験片ではいくつかの二次き裂が観察された。二次き裂のうち 1 つは小穴形成時に溶融面で拘束されているが、他の二次き裂は LAS 側に進出している。

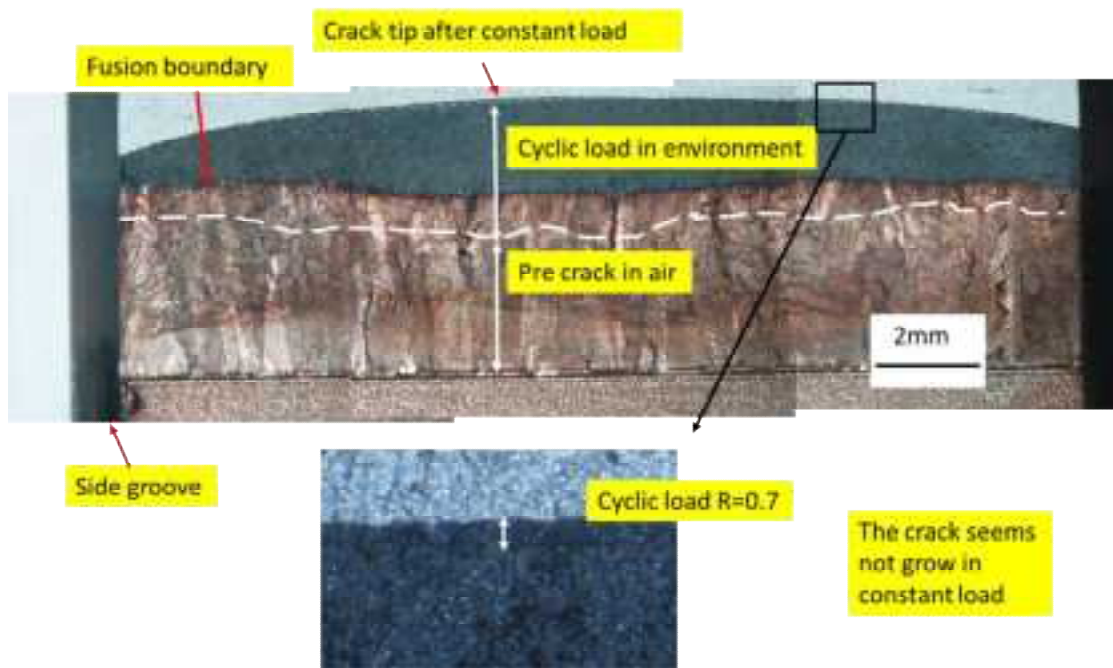


図 51 OM により観察された試験片 8 の破壊形態の全容

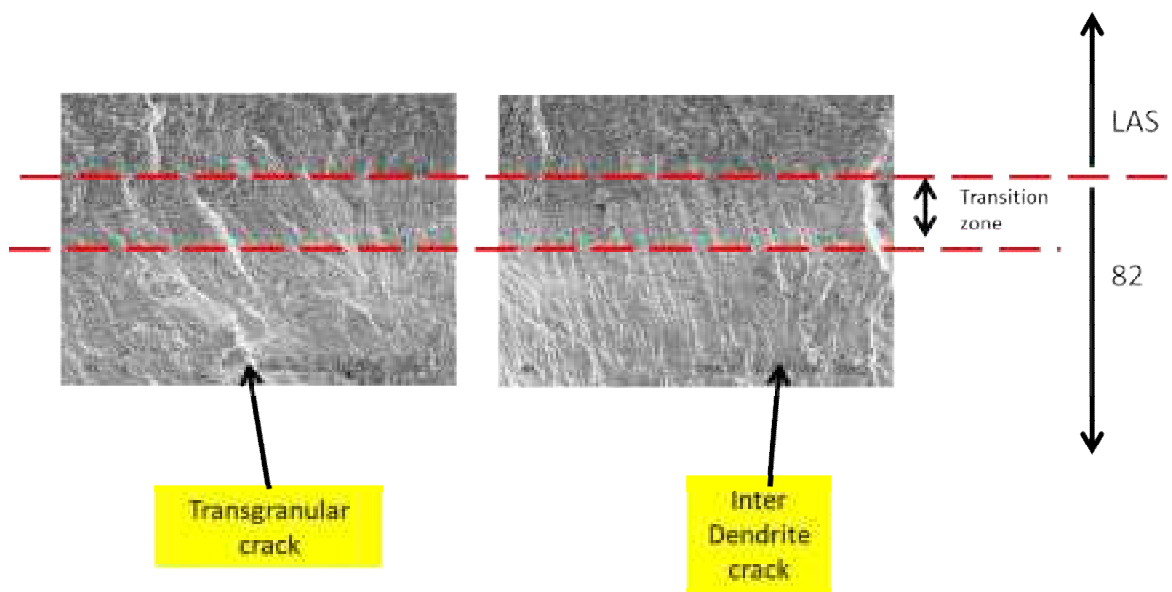


図 52 試験片 8 の破壊形態

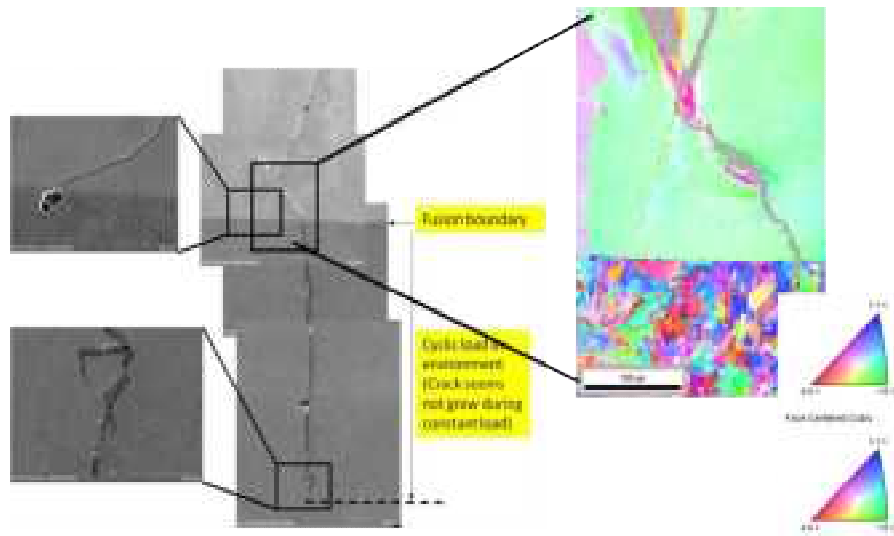


図 53 試験片 8 のき裂経路

図 54 は試験片 8 のき裂進展を示す。試験片 8 の荷重履歴は以下であった。Step 1 :  $R=0.5$ ,  $f=0.002$  Hz, 650 cycles、Step 2 :  $R=0.7$ ,  $f=0.002$  Hz, 849 cycles、Step 3 : Constant load,  $\sim 1200$  hrs。繰り返し荷重条件下での DCPD データが消失したので、定荷重条件のデータのみを示す。定荷重条件下では、き裂は成長しないことがわかる。

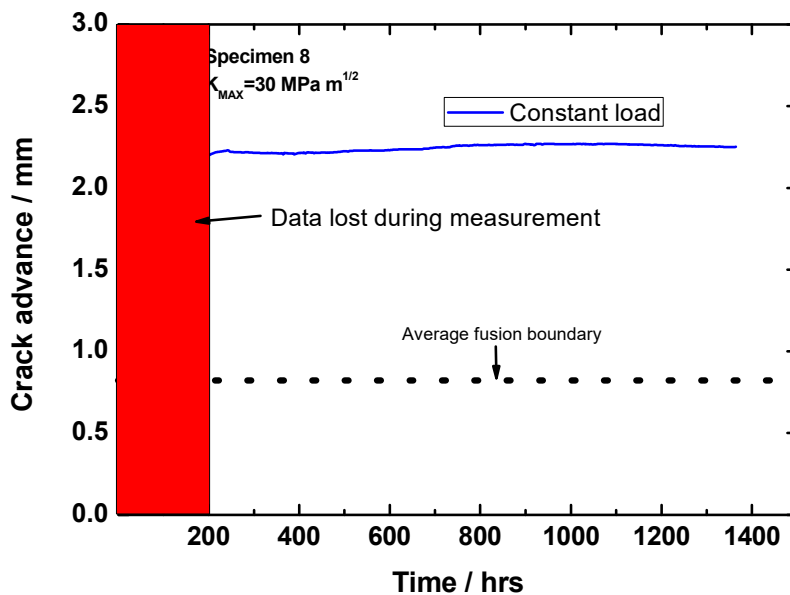


図 54 試験片 8 のき裂進展

(7) 試験片 A

図 55 は試験片 A の破面形態を示す。き裂は中央部を除いて溶融境界において停滞しているように見える。図 55 の下部に中央部のき裂進展部の詳細を示す。繰返し荷重  $R=0.7$  条件においてき裂は LAS 側に進展しているように見える。定期的除負荷及び繰返し荷重  $R=0.8$  においてき裂は同様に LAS 側に進展しているがその進展量は極めて小さい。き裂進展速度は次項で議論する。

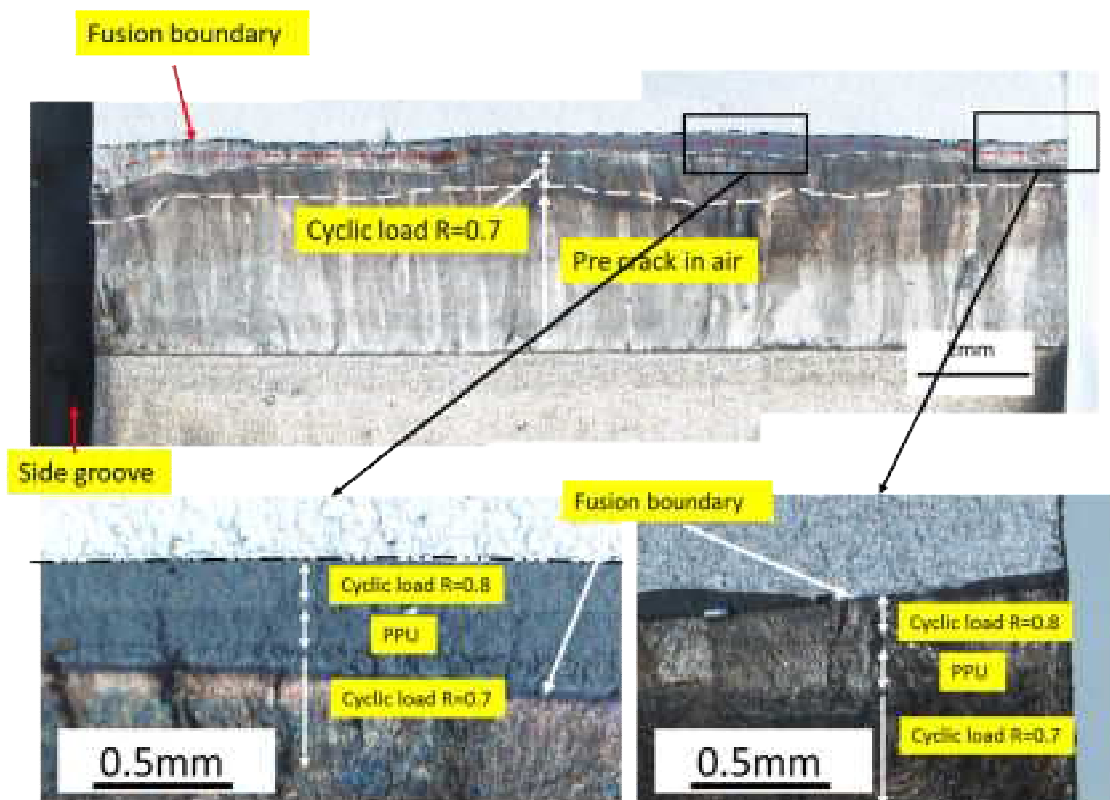


図 55 OM により観察された試験片 A の破面形態

図 56 は試験片 A のき裂進展部の破面形態を示す。典型的な樹枝状粒内き裂と粒界き裂が認められる。図 57 はき裂停滞領域の破面形態を示す。この領域の破面形態は混合モードであった。

図 58 は試験片 A のき裂進展を示す。試験片 A の荷重履歴は以下であった。Step 1 :  $R=0.7$ ,  $f=0.05$  Hz,  $\sim 30000$  cycles、Step 2 : PPU,  $R=0.7$ , 1000s/3600s/12s  $\sim 450$  hrs、 $\sim 350$  cycles、Step 3 :  $R=0.8$ ,  $f=0.05$  Hz,  $\sim 43200$  cycles。繰返し荷重条件から定期的除負荷条件に変更後およそ 200 時間からき裂は停滞している。LAS 中へ進展後、平均のき裂進展速度は低下しているように見える。

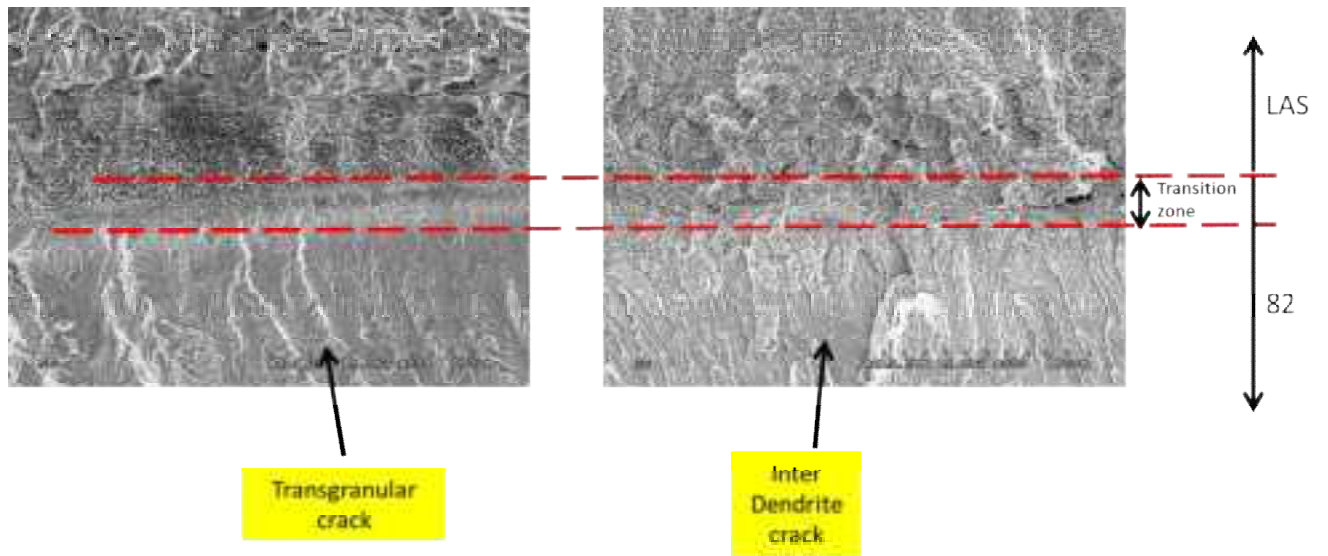


図 56 試験片 A のき裂進展領域における破面形態

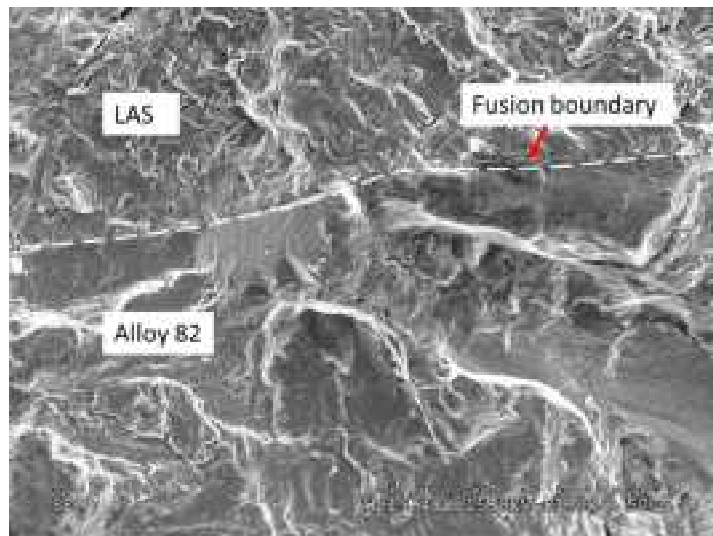


図 57 試験片 A のき裂停留部における破面形態

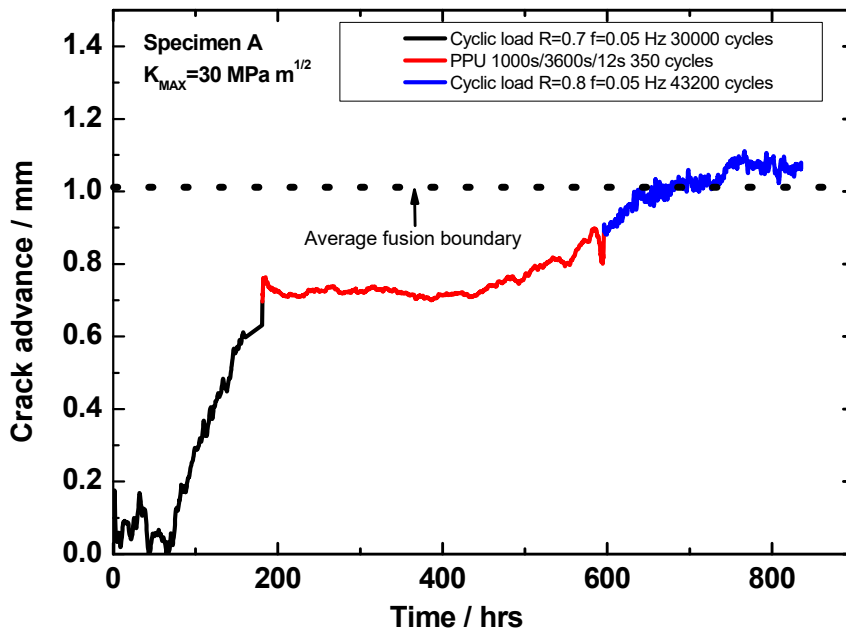


図 58 試験片 A のき裂進展

(8) 試験片 15

図 59 は試験片 15 のき裂形態を示す。き裂は溶融境界においてほぼ停留していた。詳細な SEM 観察により図 60 に示されるようにいくつかの小さな侵入領域が認められた。この侵入深さは通常  $20 \mu\text{m}$  以下であることは注目すべきことであり、これらがき裂の進入かあるいは酸化のいずれかを判断することは難しい。粒内割れ及び粒内+粒界の混合の両方が溶融境界の前縁に認められる。

図 61 は試験片 15 のき裂進展を示す。試験片 15 の荷重履歴は以下であった。Step 1 : R=0.7, f=0.05 Hz, ~30000 cycles、Step 2 : PPU, R=0.7, 1000s/3600s/12s ~450 hrs、~350 cycles、Step 3 : R=0.8, f=0.05 Hz, ~43200 cycles。同様な遅滞が繰返し荷重から定期的除負荷に変えた後に認められる。

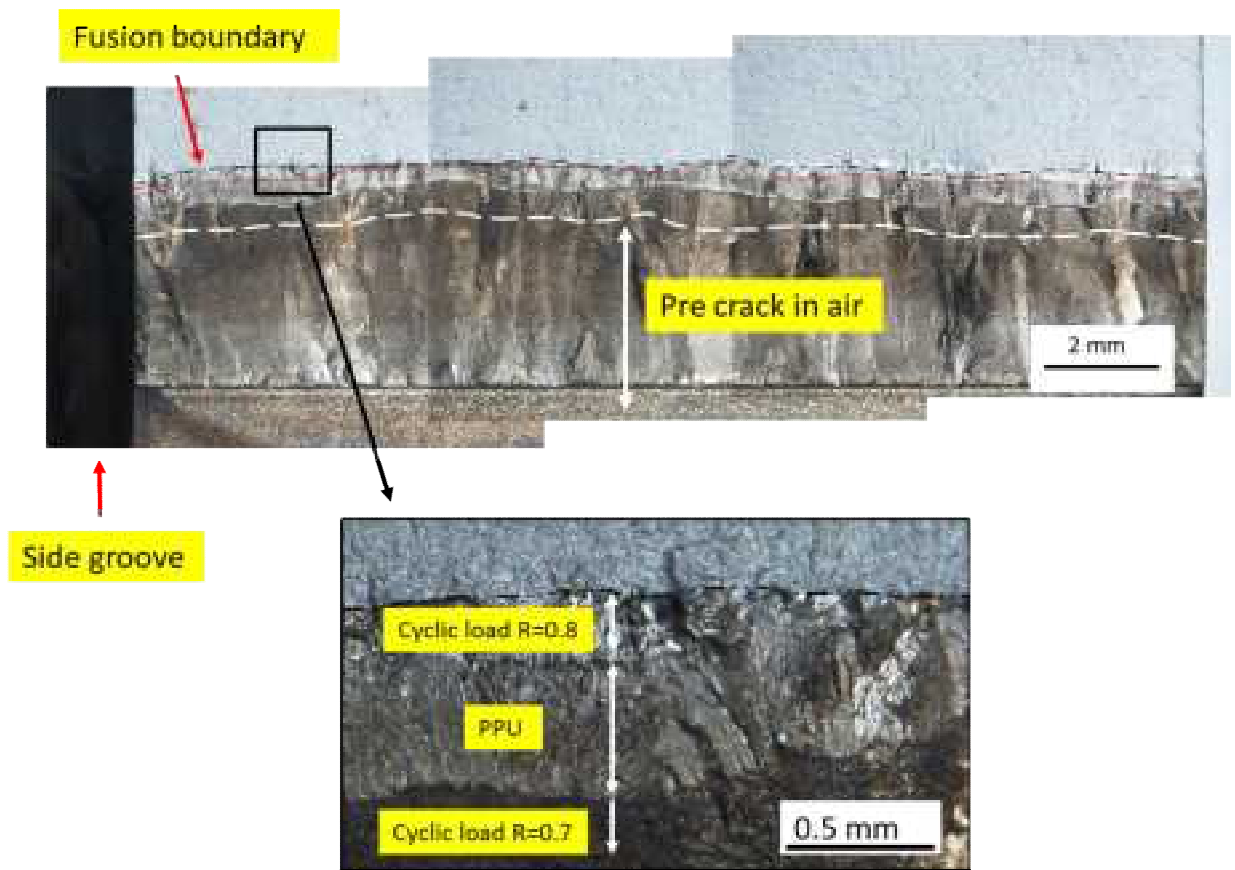


図 59 OMにより観察された試験片 15 の破面形態

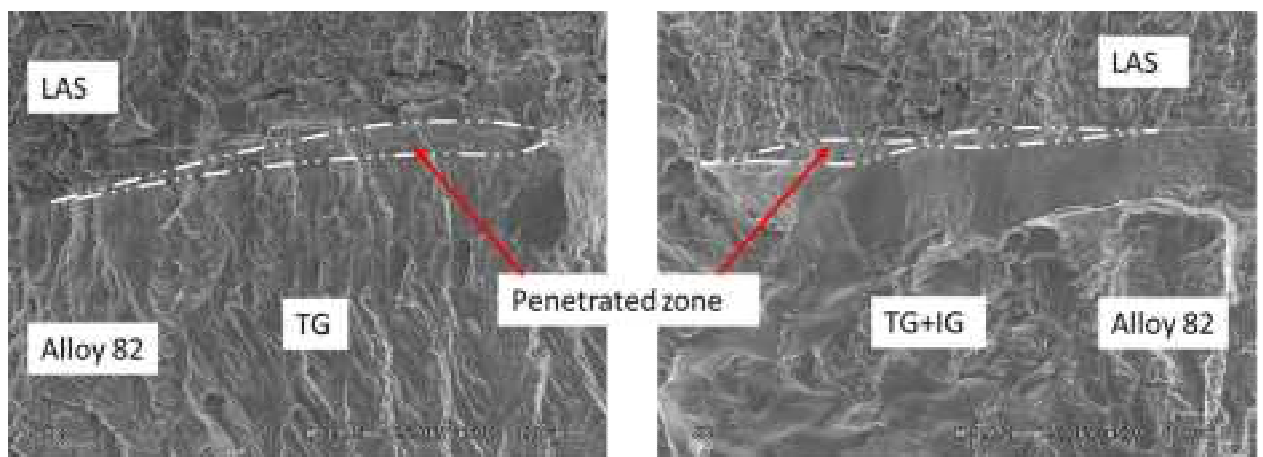


図 60 小さな侵入領域を伴う試験片 15 の破面形態

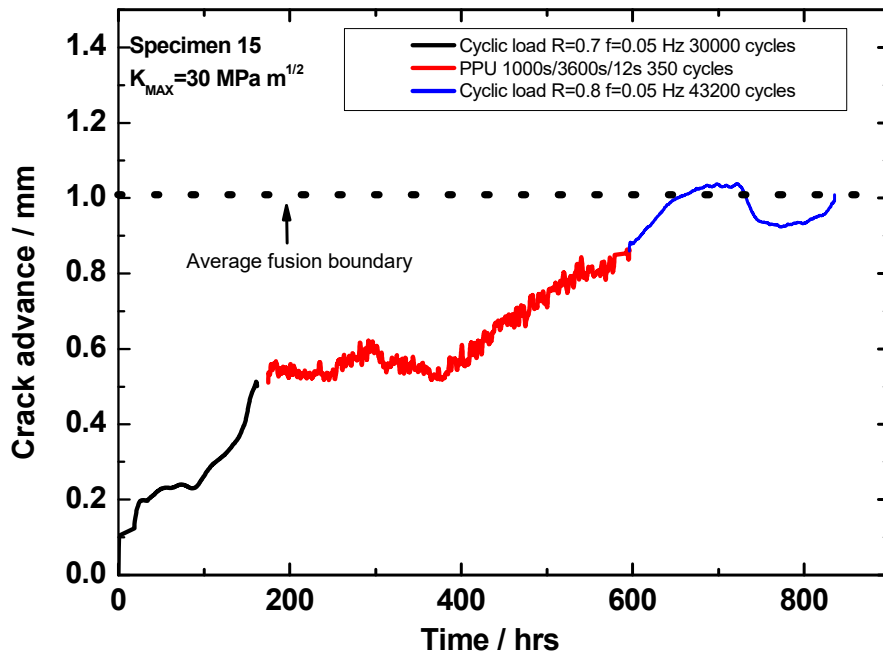


図 61 試験片 15 のき裂進展



#### 4. SCC 進展評価

##### 4.1 異材溶融境界部における SCC の進展性・停留性に対する基本的考え

ここではニッケル基溶接金属 Alloy82 と低合金鋼の異材溶接継手部において Alloy82 に発生かつ進展した SCC が異材溶融境界を越えて低合金鋼に進展する可能性（進展性・停留性）について庄子が提案している SCC 進展モデル式(FRI モデル式)に基づいて基本的な考えを述べる。

SCC 進展モデル式(FRI モデル式)において SCC 進展速度  $da/dt$  は環境・材料パラメータである局所酸化速度パラメータ  $k_{ox}$  とき裂先端ひずみ速度  $d\varepsilon_{ct}/dt$  の積で表わされる。

$$da/dt = \kappa_{ox} \cdot \left[ d\varepsilon_{ct}/dt \right]^m \dots\dots\dots (1 \text{ 式})$$

ここで  $\kappa_{ox}$  は、

$$\text{すべり溶解機構の場合} \quad k_{ox} = \left[ \frac{M \cdot i_0}{z \cdot \rho \cdot F \cdot (1-m)} \right] \left( \frac{t_0}{\varepsilon_f} \right)^m$$

$$\text{固相酸化機構の場合} \quad k_{ox} = [(k_1)^{(1-m)} \cdot (\varepsilon_d)^{(-m)}]$$

( $\varepsilon_d$ : film degradation strain,  $k_1$ :oxidation rate constant)

ここで、

- $M$  : 原子量
- $\rho$  : 材料密度
- $z$  : 酸化による原子価の変化
- $F$  : ファラデー定数
- $i_0$  : 活性表面酸化電流密度
- $t_0$  : 電流減衰開始時間
- $m$  : 電流減衰曲線の勾配
- $\varepsilon_f$  : 皮膜破壊ひずみ
- $k_1$  : 固相酸化速度定数
- $\varepsilon_d$  : 皮膜劣化ひずみ

き裂先端ひずみ速度は以下の式で表される。

$$\frac{d\varepsilon_{ct}}{dt} = \beta \frac{\sigma_y}{E} \cdot \frac{2n}{n-1} \cdot \left( \frac{2\dot{K}}{K} + \frac{\dot{a}}{r} \right) \cdot \left[ \ln \left\{ \frac{\lambda}{r} \left( \frac{K}{\sigma_y} \right)^2 \right\} \right]^{\frac{n+1}{n-1}} \dots\dots\dots (2 \text{ 式})$$

ここで、き裂先端ひずみ速度を表す (2 式) において右項にき裂進展速度  $da/dt$  が入っていることは特徴的である。すなわちき裂先端ひずみ速度はき裂進展速度が大きくなれば大きくなる。一方、(1 式) からき裂先端ひずみ速度が大きくなればき裂進展速度は大きくなる。このようにき裂進展速度とき裂先端ひずみ速度は相補的な関係にある。

図 62 は BWR 模擬環境下における Alloy182 ニッケル基溶接金属と低合金鋼の異材継手部に SCC 進展例を示す[8]。Alloy182 に生じた SCC が進展し溶融境界を越えて低合金鋼に侵入した例であるが、低合金鋼における局所酸化が特徴的である。

図 63 はニッケル基溶接金属中を進展して溶融境界に達した SCC の進展性・停滞性はき裂先端の局所的酸化速度及びき裂先端ひずみ速度に律速されているとする FRI モデル式の考え方を模式的に示したものである。

図 63(a)は、SCC が溶融境界で停滞する場合の模式図、図 63(b)は、SCC が溶融境界を超えて低合金鋼へ進展する場合の模式図、図 63(c)は、(a)及び(b)に対応する SCC 進展に伴うき裂先端ひずみ速度変化の予想を模式的に示したものである。

SCC が溶融境界に達しても低合金鋼側の局所酸化速度あるいはき裂先端ひずみ速度が十分でない場合、SCC は溶融境界で停留する。一方、低合金鋼側の局所酸化速度あるいはき裂先端ひずみ速度が十分である場合、SCC は溶融境界を越えて低合金鋼へ進展するものと考えられる。

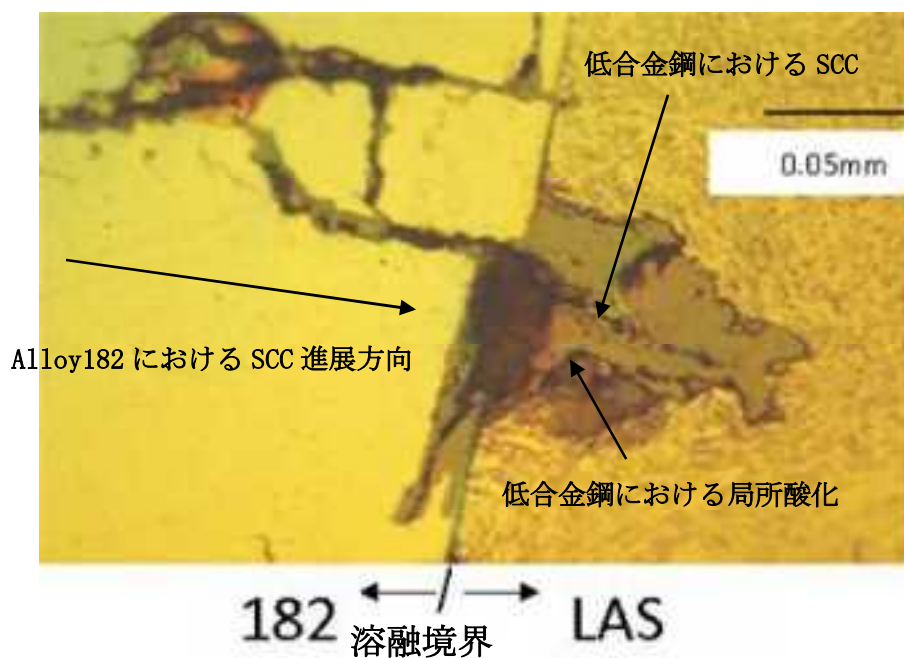
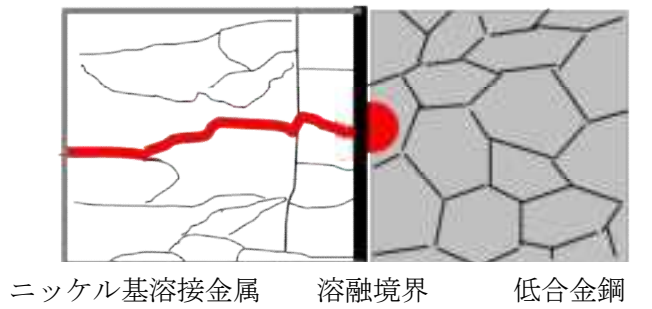
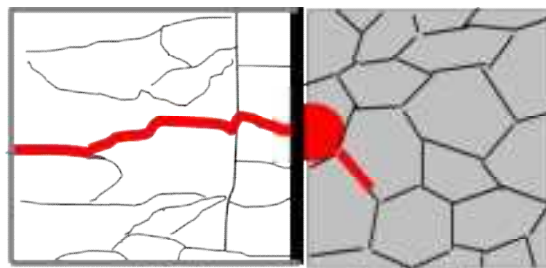


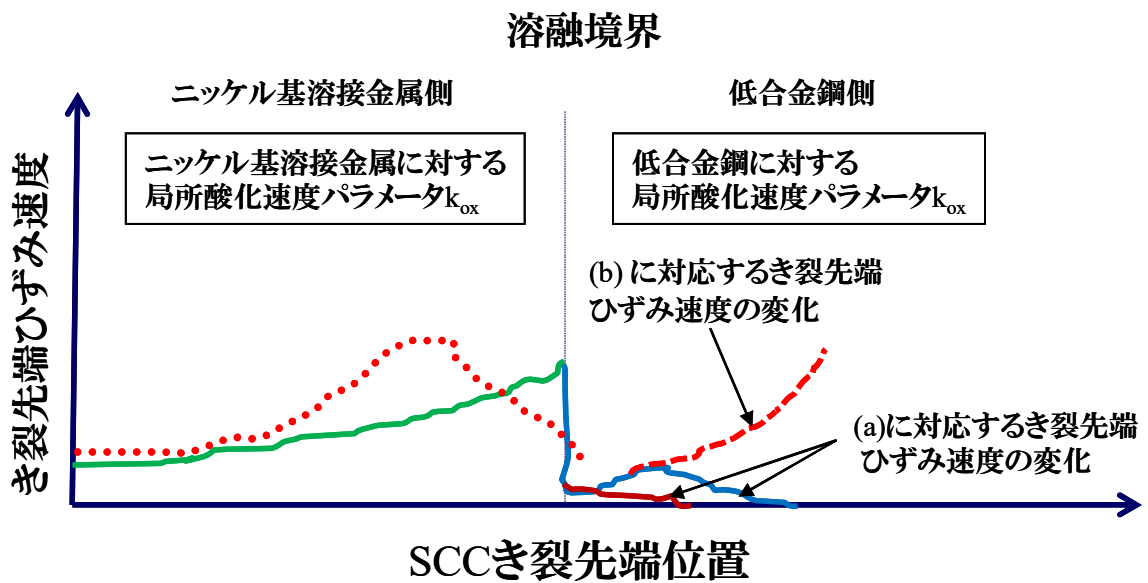
図 62 BWR 模擬環境下における Alloy182 ニッケル基溶接金属と低合金鋼の異材継手部に SCC 進展例



(a) SCC き裂が溶融境界で停滞する場合の模式図



(b) SCC き裂が溶融境界を超えて低合金鋼へ進展する場合の模式図



(c) (a)及び(b)に対応する SCC き裂進展に伴うき裂先端ひずみ速度変化の予想

図 63 ニッケル基合金と低合金鋼の溶融境界における SCC 進展挙動（進展性・停滞性）に対する機構模式図



#### 4.2 き裂先端ひずみ速度と時空間解析

前項では Alloy82 中を進展してきた SCC が溶融境界を越えて低合金鋼に進展する条件は低合金鋼の局所酸化速度あるいはき裂先端ひずみ速度に依存することを述べたが、ここでは力学因子のき裂先端ひずみ速度に対する時空間解析に基づく評価方法を述べる。

Alloy82 に発生・進展した PWSCC が圧力容器用低合金鋼に到達する過程において SCC の発生・進展を支配する動的ひずみ、すなわち、ひずみ速度には 4 つの原因が考えられる。すなわち進展している SCC のき裂先端のひずみ速度は、

$$\dot{\epsilon}_{ct} = \dot{\epsilon}_{app} + \dot{\epsilon}_{CGCL} + \dot{\epsilon}_{CGSCC} + \dot{\epsilon}_{creep} \quad (3式)$$

- ここで、
- $\dot{\epsilon}_{ct}$  : 進展している SCC き裂先端のひずみ速度
  - $\dot{\epsilon}_{app}$  : 外力により負荷されるひずみ速度で低変位速度 SCC 試験（あるいは低変位速度単調増加負荷下でのき裂先端のひずみ速度）
  - $\dot{\epsilon}_{CGCL}$  : き裂が進展する事により誘起されるき裂先端ひずみ速度で、特に疲労負荷により生ずるき裂進展起因分
  - $\dot{\epsilon}_{CGSCC}$  : き裂が進展する事により誘起されるき裂先端ひずみ速度で、特に SCC により生ずるき裂進展起因分
  - $\dot{\epsilon}_{creep}$  : クリープ変形によるき裂進展

ここでは SCC 進展の支配力学因子であるき裂先端ひずみ速度についてはその原因がどうであっても最終的にはその積算値であるき裂先端ひずみ速度  $\dot{\epsilon}_{ct}$  が重要である。図 64 に上記ひずみ速度の発生が推定される負荷モードを示す。

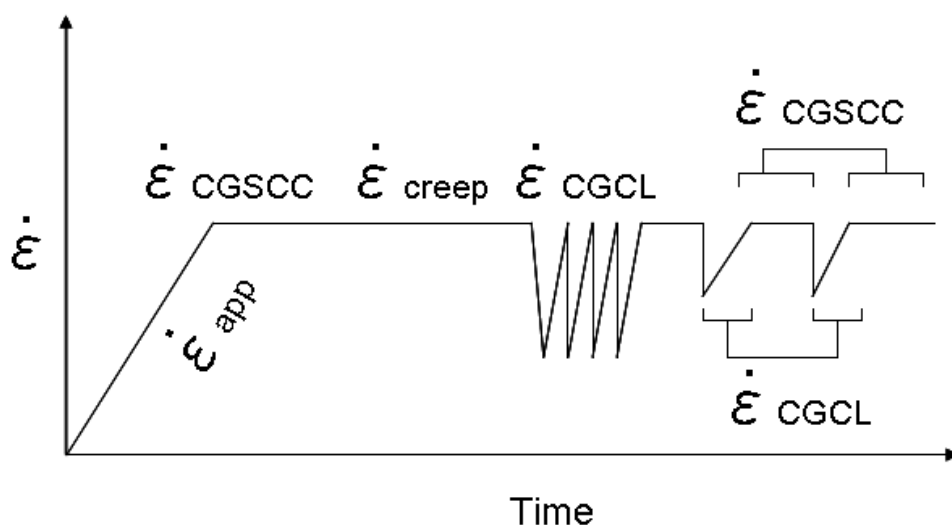


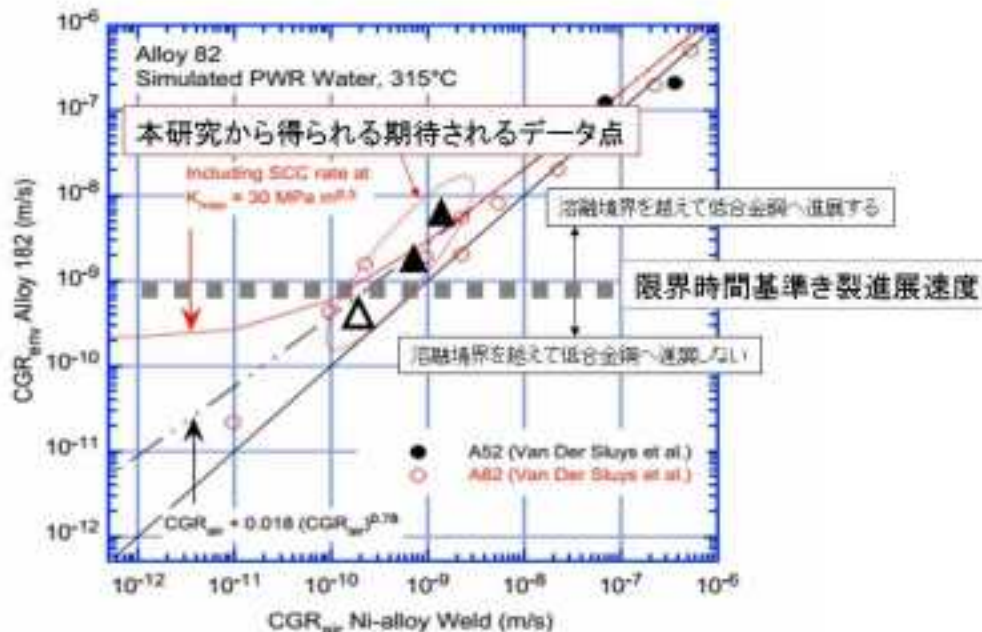
図 64 4 つのひずみ速度の発生が推定される負荷モード

このき裂先端のひずみ速度を用いた変形/酸化モデルに基づけば、き裂進展速度は

$$\dot{a} = a_0 \left( \dot{\epsilon}_{ct} \right)^n \quad (4 \text{ 式})$$

と表わされる。PWR 条件下で広く繰返し負荷に伴う  $\epsilon_{ct}$  としては、 $\epsilon_{CGCL}$  が主要となると考えられ、時空間解析においては  $\epsilon_{ct}$  は  $\epsilon_{CGCL}$  に代表され、工学的パラメータとして不活性環境下の繰返し負荷下での時間基準き裂進展速度を用いることの妥当性が時空間により示されている。一方定荷重あるいは保持時間におけるき裂進展を含めれば、 $\epsilon_{CT}$  による評価が妥当であるのは当然である。本調査研究においても PWSCC に伴う  $\epsilon_{ct}$  をき裂進展速度  $da/dt$  によって代用し、繰返し負荷条件下での進展を含めた網羅的な評価に基づいて進展性について検討する。

図 65 は、米国の ANL において実施された Alloy82 についての多様な力学条件下でのき裂進展速度を時空間解析した結果に本研究から得られた試験結果（より過酷な繰返し負荷条件）を溶融境界でのき裂の停留状況についても合わせてプロットした場合の模式図を示す。本時空間解析によれば、時間基準き裂進展速度がある値以下（限界時間基準き裂進展速度）では、PWSCC の低合金鋼への進展は認められないことになる。すなわち、定荷重あるいは繰返し荷重下で Alloy82 中を進展中のき裂が溶融境界を貫通する条件は、その時点での圧力容器鋼における十分なひずみ速度が必要であり、その支配因子は Alloy82 におけるき裂



進展速度であることが示唆される。

図 65 PWR 模擬環境下における Alloy82 のき裂進展速度に対する時空間解析と本研究から期待されるデータ

#### 4.3 本研究から得られた Alloy82 のき裂進展速度の時空間解析と SCC 進展評価

表 8(1) 及び(2)に本研究で実施した CT 試験片のそれぞれの荷重条件下におけるき裂進展速度をまとめた。また、表中には大気中のき裂進展速度 (CGR in air) は、式 5 に示すアルゴン国立研究所が提供する方程式[14]によって計算した。

$$da/dt|_{air} = da/dN|_{air}/t_r = [C \times (1-0.82 \times R)^{-2.2} \times (\Delta K) 4.1] / t_r \quad (5)$$

式)

ここで、 $da/dN$  は 1 サイクル当たりのき裂進展速度、 $t_r$  は負荷時の立ち上がり時間、 $R$  は応力比 (例えば  $K_{min}/K_{max}$ )、 $\Delta K$  は  $K_{max} - K_{min}$ 、定数  $C$  は材料と温度  $T$  ( $^{\circ}C$ ) に依存し、ニッケル基溶接金属に対しては次式で与えられる。

$$C_{Ni-weld} = 8.659 \times 10^{-14} - (5.272 \times 10^{-17})T + (2.129 \times 10^{-18})T^2 - (1.965 \times 10^{-20})T^3 + (6.038 \times 10^{-23})T^4 \quad (6 \text{ 式})$$

しかし、PPU 条件における  $da/dt|_{air}$  の計算には次式を用いた。

$$da/dt|_{air} = da/dN|_{air} / (t_{rise} + t_{hold} + t_{down}) = [C \times (1-0.82 \times R)^{-2.2} \times (\Delta K) 4.1] / (t_{rise} + t_{hold} + t_{down}) \quad (7)$$

式)

ここで、 $t_{rise}$ 、 $t_{hold}$ 、 $t_{down}$  は荷重サイクルにおける荷重上昇時間、荷重保持時間、荷重下降時間である。その他のパラメータは式 5 に同じである。計算結果を表 8 に示した。

図 66 は本研究から得られた Alloy82 の各荷重条件下における環境中き裂進展速度と式 5 から計算された大気中のき裂進展速度をプロットしたものである。ここで、TP15 の  $da/da|_{air}$  は TP A のそれと区別できるように少しずらしてプロットしている。同図中には PWR 模擬環境中 ( $320^{\circ}C$ ) における Alloy182 と低合金鋼の異材継手部の CT 試験から得られたデータを併せて示す。[15] また、き裂が溶融境界を越えて低合金鋼に進展した試験片のデータは色塗りの記号、溶融境界で停留した試験片のデータは白抜きの記号にして両者を区別して示した。

図 66 から以下のことが見てとれる。すなわち、 $\Delta K$  が高かつ繰返し頻度  $f$  が低い ( $f=0.002$  Hz) 条件における  $da/dt|_{env}$  は、図中の上部に水平線で示すように高い進展速度でほとんど一定となる。このことはこれらの荷重条件下において静的(static)SCC に比べて進展速度が非常に速い動的(dynamic)SCC が生じていることを意味する。この場合においてき裂は極めて容易に LAS へ貫通することができる。そしてき裂はさらに LAS 中を表 8 に示されるように非常に速い速度で進展する。

しかしながら、荷重条件がより緩やかになるとき裂進展速度はいちじるしく低下する。一つの興味ある現象は TP15 及び TP A において同じ試験条件下においてき裂が溶融境界に近づくとき裂進展速度は低下することである。この現象はまた文献[15]においても観察されている。この理由は明らかでないが溶融境界近傍における 182 合金の融合境界近傍の希釈域や炭素の侵入の影響を受けた金属組織学的な理由に加えて低合金鋼による 182 合金の

変形拘束も大きな役割を果たしていると考えられる「5」。応力腐食割れ現象は自己触媒的であり、定荷重のような状況ではき裂進展の駆動力のき裂先端ひずみ速度が、き裂進展速度に強く依存している。本調査の対象である異材継ぎ手部におけるき裂の進展性は、このき裂先端ひずみ速度が融合境界からの距離に依存して、希釈域やタイプ II 境界、ボンドマルテンサイト生成が見られ、極めて複雑であると共に、強度の高い低合金鋼による変形拘束等により、多様な変化が考えられる。すなわちき裂進展に伴い、その速度とひずみ速度の対応の微妙な相違が正帰還あるいは負帰還の作用により多様な挙動が想像される。すなわち、組織並びに変形拘束が負帰還の作用をした場合にはき裂は融合境界近傍で停留する。一方、相互の作用が正帰還の場合には、き裂進展速度もひずみ速度も相乗的に大きくなる。今回の繰返し負荷の場合には、時間基準き裂進展速度がこの正帰還により大きな値を示し、動的応力腐食割れの可能性を述べた。このようなき裂進展においても、組織に依存した融合境界での負帰還が存在するが、初期き裂進展速度が速い場合には、負帰還による停留までの減速がに至らずに進展し続け融合境界を低合金鋼側に進展したものと考えられる。

本実験結果と文献[15]の結果から静的(static)SCCが生じていることを示す  $da/dt|_{env}$  はおよそ  $10^{-10}$  m/s 付近に飽和することが分かる（下部の平行線）上述したように熔融境界近傍におけるき裂によって生じる進展速度は PWR 環境中における Alloy82 の代表的な進展速度よりも低い。このき裂進展速度域においてほとんどの場合下向きの矢印で示されるようにき裂は熔融境界において停止する。たとえ貫通してもき裂進展速度は TP15 に示されるように LAS 中において  $10^{-10}$  m/s よりも低くなる。

圧力容器用低合金鋼中に進展したき裂は定荷重条件下においては本実験時間の範囲において進展は認められず、PWR 模擬環境下において低合金鋼は SCC 発生及び進展に対する耐性を有することが示唆された。Seifert ら[3]は、BWR の NWC 条件下でも低合金鋼への SCC 進展速度は高 K 値 ( $\sim 60\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ ) でも極めて小さく ( $< 0.6\text{mm/year}$ )、HWC 条件ではさらに SCC 進展速度は 1 桁下がるレベルとなることを示した (図 67)。この結果から PWR 環境では BWR の HWC 条件より DH 濃度は上がるので低合金鋼への SCC 進展の感受性はさらに低下することが示唆される。本研究においても繰返し荷重条件下ではき裂は異材継ぎ手部熔融境界を貫通後、低合金鋼側で進展する可能性が示された一方、定荷重条件下においてき裂は低合金鋼内で停留した。このように PWR 環境下において低合金鋼は耐 SCC 進展性を有するものと考えられる。

なお、本委託研究において 3 回の海外出張を実施した。その結果、本項で述べた異材継ぎ手部の SCC 進展性の考察に総合的に役立てることが出来た。以下に出張概要を示す。

(1)平成 26 年 3 月 16 日-23 日、出張者 庄子哲雄、東北大学

フランス EDF を訪れ、テリー・クーボン氏と異材継ぎ手部のニッケル基溶接金属に発生した応力腐食割れについての情報交換をした。また、EDF 主催の加圧水型原子炉における溶存水素の最適化に関する国際シンポジウムに参加し本研究に有益となる情報を得た。



異材継ぎ手部のニッケル基溶接金属に発生した応力腐食割れが低合金鋼に進展するか否かは安全に直結する重要な課題であり、この分野の専門家であるテリー・クーボン博士（EDF）と情報交換をした。その後の国際シンポジウムでは、現状の溶存水素 30 cc/Kg H<sub>2</sub>O から、増加させる提案と低下させる提案が報告され議論が行われた。応力腐食割れ感受性が高い 600 合金を使用しているプラントでは増加が不可避であるとの見解が示されたと共に、すべて 690 合金に取り換えが進んだプラントでは、燃料等の他への影響を踏まえて低下させる提案がなされた。低合金鋼におけるき裂進展性に及ぼす溶存水素の効果についてさらに意見を交換した。この内容は、異材継ぎ手部の SCC 進展性を検討する上で重要な知見であり本プロジェクトのデータ解析に活用する。

(2)平成 26 年 2 月 17 日-23 日、出張者 庄子哲雄、東北大学

インドボンベイで開催された CORSYM2014 シンポジウム並びにワークショップに参加し異材継ぎ手部の SCC き裂についての情報収集を行った。特に水素の侵入により割れが発生している炭素鋼について資料を収集し、低合金鋼のき裂進展に及ぼす水素の影響について情報交換を行った。また、高温高圧水環境下における応力腐食割れに関わるニッケル基合金の SCC 試験データ並びに応力腐食割れ感受性に及ぼす各種パラメータの影響程度の評価に必要なデータの収集を行い、異材継ぎ手部の SCC き裂貫通性評価において必要となるデータの充実を図った。

(3)平成 25 年 12 月 10 日-13 日、出張者 庄子哲雄、東北大学

フランス・フォンテーヌブローで開催された国際会議 PERFORM60 に出席し、異材継ぎ手部の SCC 進展挙動に関するマルチスケール研究の情報収集を行った。また、出張者は上記国際会議において、“Proactive degradation Management and LTO” の題目で基調講演を行った。その中で各種環境誘起経年劣化における水素の影響について量子計算化学並びに試験結果に基づく提案を行い、酸化の加速要因となる事を示した。また、会議では圧力容器鋼の脆化及び内部オーステナイト鋼の応力腐食割れ発症の予測や圧力容器鋼及び内部オーステナイト鋼の重要な構成要素の完全性を維持する可能性についての研究発表が行われ、本研究を進めていく上で有益となる多くの情報を収集することができた。

表 8(1) CT 試験結果のまとめ(1)

TP No.	PWHT time at 625 °C (hrs)	Material	Boron (ppm)+ Lithium (ppm)	Kmax MPa · m <sup>1/2</sup>	CGR m/s R=0.5, f=0.002Hz	CGR m/s R=0.7, f=0.002Hz	CGR m/s Constant load	CGR in air m/s calculated
5	24	82	1000 +2	47	9.72×10 <sup>-9</sup>	Null	Null	7.82×10 <sup>-10</sup>
		LAS	1000 +2	47	3.43×10 <sup>-9</sup>	3.87×10 <sup>-10</sup>	Not detected	-
6	24	82	1000 +2	47	5.14×10 <sup>-9</sup>	Null	Null	7.82×10 <sup>-10</sup>
		LAS	1000 +2	47	5.27×10 <sup>-9</sup>	3.67×10 <sup>-10</sup>	Not detected	-
3	24	82	1500 +2	50	5.78×10 <sup>-9</sup>	Null	Null	1.01×10 <sup>-9</sup>
		LAS	1500 +2	50	6.75×10 <sup>-9</sup>	1.27×10 <sup>-9</sup>	Not detected	-
10	7	82	1500 +2	50	7.41×10 <sup>-9</sup>	Null	Null	1.01×10 <sup>-9</sup>
		LAS	1500 +2	50	3.53×10 <sup>-9</sup>	1.09×10 <sup>-9</sup>	Not detected	-
1	24	82	1500 +2	30	7.39×10 <sup>-9</sup>	Null	Null	1.24×10 <sup>-10</sup>
		LAS	1500 +2	30	3.84×10 <sup>-9</sup>	1.84×10 <sup>-10</sup>	Not detected	-
8	7	82	1500 +2	30	Data lost	Null	Null	-
		LAS	1500 +2	30	Data lost	1.80×10 <sup>-10</sup>	Not detected	-

表 8(2) CT 試験結果のまとめ(2)

TP No.	PWHT time at 625 °C (hrs)	Material	Boron (ppm)+ Lithium (ppm)	Kmax MPa · m <sup>1/2</sup>	CGR m/s R=0.7, f=0.05Hz	CGR m/s PPU, R=0.7	CGR m/s R=0.8, f=0.05 Hz	CGR in air m/s calculated
A	24	82	1000 + 2	30	1.02×10 <sup>-9</sup>	-	-	7.83×10 <sup>-10</sup>
		82	1000 + 2	30	-	3.82×10 <sup>-10</sup>	-	3.40×10 <sup>-12</sup>
		82	1000 + 2	30	-	-	5.5×10 <sup>-10</sup> → 1.8×10 <sup>-10</sup> (a)	2.37×10 <sup>-10</sup>
		LAS	1000 + 2	30	Null	9.25×10 <sup>-11</sup> (b)	8.59×10 <sup>-11</sup> (b)	-
15	7	82	1000 + 2	30	8.4×10 <sup>-10</sup>	-	-	7.83×10 <sup>-10</sup>
		82	1000 + 2	30	-	4.95×10 <sup>-10</sup>	-	3.40×10 <sup>-12</sup>
		82	1000 + 2	30	-	-	6.68×10 <sup>-10</sup> → 1.38×10 <sup>-10</sup> (a)	2.37×10 <sup>-10</sup>
		LAS	1000 + 2	30	Null	Null	Null	-

(a) き裂が溶融境界に近づいた時の進展速度

(b) き裂進展速度は図 55 に示されるように試験片中央部において低合金鋼に進展したき裂長さから求めた。

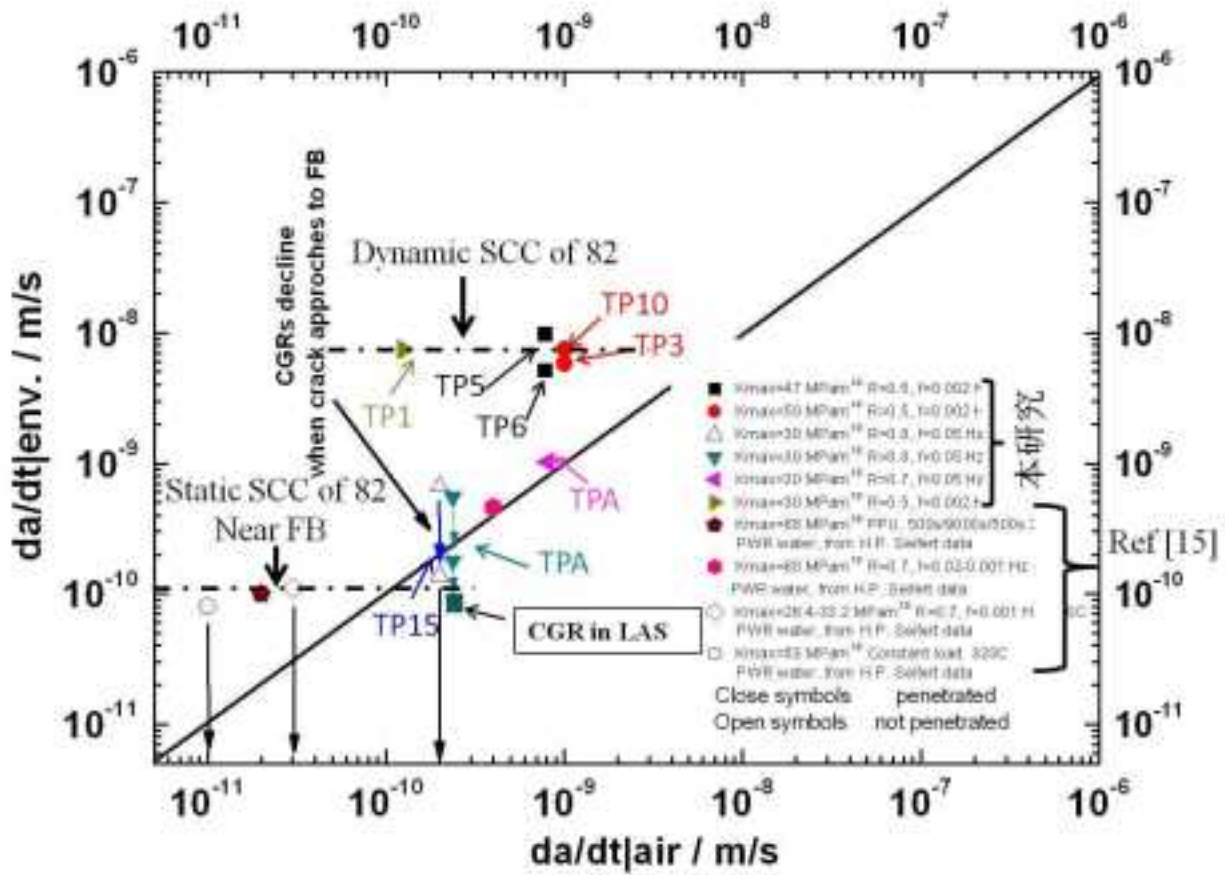


図 66 本研究から得られた各荷重条件下におけるき裂進展速度の時空間解析

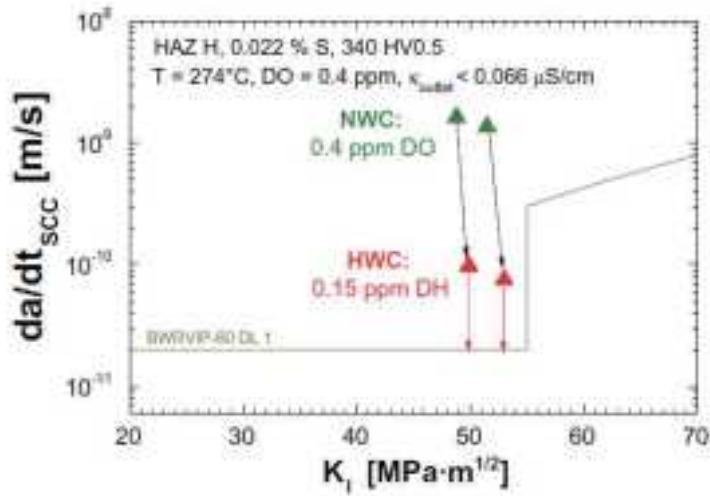


Fig. 24. Significant reduction of constant load SCC CGRs in the susceptible weld HAZ H by changing from oxidizing NWC (+60 mV<sub>SHE</sub>) to reducing HWC (-580 mV<sub>SHE</sub>) as indicated by the black arrows [26]. A few days after the transition to HWC conditions, the SCC CGRs of the initially stationary growing cracks started to continuously decrease as indicated by the red arrows.

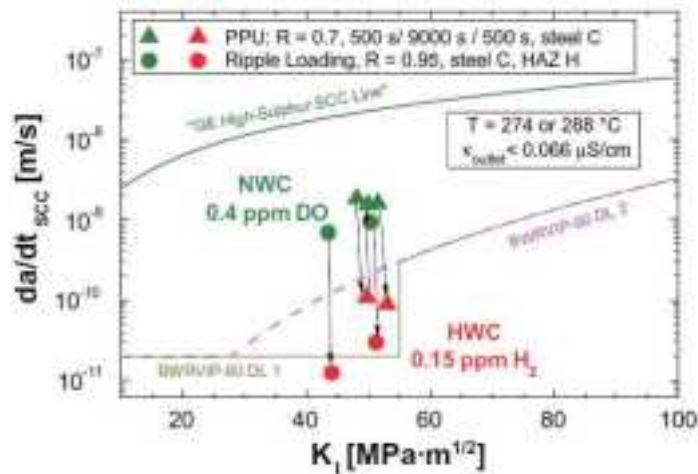


Fig. 26. Significant reduction of SCC CGRs under ripple and periodical partial unloading (PPU) conditions by changing from oxidizing NWC (ECP = +50-60 mV<sub>SHE</sub>) to reducing HWC (ECP = -580 to -620 mV<sub>SHE</sub>) as indicated by the arrows [26].

図 67 BWR 通常運転模擬環境(NWC)及び水素注入模擬環境(HWC)における Alloy182/LAS 異材継手部における SCC 進展速度

## 5. 結論

(1)  $\Delta K$  が高かつ繰返し頻度  $f$  が低い( $f=0.002$  Hz)条件下においては静的(static)SCC に比べて進展速度が非常に速い動的(dynamic)SCC が生じている。この場合においてき裂は極めて容易に LAS へ貫通することができる。き裂はさらに LAS 中を非常に速い速度で進展する。

(2) 静的(static)SCC の進展速度はおよそ  $10^{-10}$  m/s 付近に飽和する。このき裂進展速度域においてほとんどの場合き裂は溶融境界において停止する。またたとえ貫通してもき裂進展速度は LAS 中において  $10^{-10}$  m/s よりも低くなる。

## 6. 参考文献

- [1] Kobayashi, H., et al., "PWSCC Experience of Pressurizer Dissimilar Metal Welds at Tsuruga Unit-2," 12th International Conference on Nuclear Engineering, ICONE12-49474, 2004.
- [2] 福村他, "原子炉容器上蓋管台部の 1 次冷却材漏洩経路等調査", INSS Journal, Vol.15, 2008
- [3] H.P. Seifert, S. Ritter, T. Shoji, Q.J. Peng, Y. Takeda, Z.P. Lu, "Environmentally-assisted cracking behaviour in the transition region of an Alloy182/SA 508 Cl.2 dissimilar metal weld joint in simulated boiling water reactor normal water chemistry environment", Journal of Nuclear Materials, 378, 2 (2008), 197-210.
- [4] J. Hou, T. Shoji, Z.P. Lu, Q.J. Peng, J.Q. Wang, E.-H. Han, W. Ke, "Residual strain measurement and grain boundary characterization in the heat-affected zone of a weld joint between Alloy 690TT and Alloy 52", Journal of Nuclear Materials, 397, 1-3 (2010), 109-115.
- [5] J. Hou, Q. J. Peng, Y. Takeda, J. Kuniya, T. Shoji, J. Q. Wang, E.-H. Han, W. Ke, "Microstructure and mechanical property of the fusion boundary region in an Alloy 182-low alloy steel dissimilar weld joint", Journal of Materials Science, 45, 19 (2010), 5332-5338.
- [6] Juan Hou, Qunjia Peng, Yoichi Takeda, Jiro Kuniya, Tetsuo Shoji, "Microstructure and stress corrosion cracking of the fusion boundary region in an alloy 182-A533B low alloy steel dissimilar weld joint", Corrosion Science, 52, 12 (2010), 3949-3954.
- [7] J. Hou, Q.J. Peng, Z.P. Lu, T. Shoji, J.Q. Wang, E.-H. Han, W. Ke, "Effects of cold working degrees on grain boundary characters and strain concentration at grain boundaries in Alloy 600", Corrosion Science, 53, 3 (2011), 1137-1142.
- [8] Qunjia Peng, He Xue, Juan Hou, Kazahiko Sakaguchi, Yoichi Takeda, Jiro Kuniya,

Tetsuo Shoji, "Role of water chemistry and microstructure in stress corrosion cracking in the fusion boundary region of an Alloy 182-A533B low alloy steel dissimilar weld joint in high temperature water" , Corrosion Science, 53, 12 (2011), 4309-4317.

[9] W.C. Chung, J.Y. Huang, L.W. Tsay, C. Chen, Microstructure and Stress Corrosion Cracking Behavior of the Weld Metal in Alloy 52-A508 Dissimilar Welds, Materials Transactions, 52 (2011) 12-19.

[10] C. Sudha, A.L.E. Terrance, S.K. Albert, M. Vijayalakshmi, Systematic study of formation of soft and hard zones in the dissimilar weldments of Cr-Mo steels, J. Nucl. Mater., 302 (2002).

[11] R. Mougnot, H. Hänninen, Microstructures of nickel-base alloy dissimilar metal welds Aalto University publication series SCIENCE + TECHNOLOGY, Unigrafia Oy Helsinki 2013, 2013.

[12] C.D. Lundin, K.K. Khan, D. Yang, Reports on heat treatment of steels used in boiler and pressure vessel applications, report No. 1: effect on metallurgical structure and mechanical properties, in: WRC Bulletin, 1995, pp. 1-49.

[13] P.B. Srinivasan, V. Sivan, V. Muthupandi, W. Dietzel, An assessment of impact strength and corrosion behaviour of shielded metal arc welded dissimilar weldments between UNS31803 and IS2026 steels, Materials and Design, 27 (2006) 182-191.

[14] B. Alexandreanu, O.K. Chopra, W. J. Shack, Crack Growth Rates and Metallographic Examinations of Alloy 600 and Alloy 82/182 from Field Components and Laboratory Materials Tested in PWR Environments, NUREG/CR-6964(2008)

[15] Hans-Peter Seifert, Stefan Ritter, Hans J. Leber, Supratik Roychowdhury, In proceedings of 16<sup>th</sup> International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems, August 2013, Asheville in the USA, in press.