

# 圧力容器用低合金鋼SQV2Aの 高温高圧水中低サイクル疲労挙動に及ぼすすき間効果

佐藤 俊司\*・片田 康行\*・永田 徳雄\*<sup>2</sup>

Effect of Crevice on Low Cycle Fatigue Behavior of Pressure Vessel Steel  
in High Temperature Pressurized Water

Shunji SATO, Yasuyuki KATADA and Norio NAGATA

**Synopsis :** The effect of crevice on low cycle fatigue behavior of a low alloy steel JIS SQV2A (equivalent to ASTM A533B cl. 1) for reactor pressure vessel was investigated in high temperature pressurized water at 561K and 7.8MPa. Crevice were made on the specimen surface by attaching a pair of split collars of the same material. The dissolved oxygen (DO) concentration was varied from 10 ppb to 4000 ppb.

The fatigue life was found longer for creviced specimens than that for no creviced ones, especially for low strain range. The same trend was observed at low DO concentration levels. In case of no creviced specimen, fatigue life was notably reduced for DO concentrations higher than 1000ppb.

It can be concluded that the extension of fatigue life of the creviced specimens is due to the reduction of DO concentration in the crevice.

**Key words :** low alloy steel ; pressure vessel steel ; low cycle fatigue ; high temperature water ; S-N curve ; strain rate ; corrosion pit ; dissolved oxygen.

## 1. 緒言

前報<sup>1)</sup>において、561K、7.8MPaの高温高圧水中における低合金鋼の低サイクル疲労特性について検討し、鋼中のMnS介在物の溶解等により生じた腐食ピットがき裂の発生に関与していること、その腐食ピットの発生は環境中浸漬時間に比例すること、き裂の発生は伝ば過程と比べて鋼中のS含有量に敏感であること等を報告した。また松島<sup>2)</sup>らは、高温高圧水中においてすき間をつけない自由表面とすき間内のMnSの腐食挙動を比較検討した結果、Sの溶解挙動はすき間の影響を受けやすく、温度および溶存酸素濃度にも影響されること等を報告している。水中における構造物においても、溶接継手や腐食生成物の剥離などで起こるすき間は、すき間腐食の原因とされている。その酸化剤として溶存酸素(DO)がその働きをすることがもっとも多い。DOは、すき間内外において酸素濃淡電池を形成し、すき間腐食を生じ、さらにすき間のpHを低下させることによりすき間腐食を進行させるので、いろいろな防止対策がなされている<sup>3)4)</sup>。いままでにも松島<sup>2)</sup>らの高温高圧水中での低合金鋼のすき間腐食や低サイクル疲労特性についての報告<sup>1)5)~7)</sup>や、低合金鋼のS量と応力腐食割れの関係、き裂伝ばの報告<sup>8)~10)</sup>などがあるが、高温高圧水中での低サイクル疲労特性に及ぼすす

き間の影響についての報告はまだなされていない。

本研究では、圧力容器用低合金鋼圧延材について、高温高圧水中低サイクル疲労挙動に及ぼすすき間の影響を調べるとともに、すき間と溶存酸素濃度との関係についても検討した。

## 2. 実験方法

### 2.1 供試材

供試材は圧力容器用調質型マンガン・モリブデン・ニッケル低合金鋼圧延材JIS SQV2A (ASTM A533B cl.1相当)である。Table 1に供試材の化学組成、熱処理条件および室温における機械的性質を示す。

Table 1. Chemical composition, heat treatment and mechanical properties.

| Chemical composition (mass%) |      |      |       |       |                       |       |      |     |      |
|------------------------------|------|------|-------|-------|-----------------------|-------|------|-----|------|
| C                            | Si   | Mn   | P     | S     | Ni                    | Cr    | Mo   | V   | Cu   |
| 0.19                         | 0.24 | 1.28 | 0.008 | 0.007 | 0.64                  | 0.19  | 0.45 | tr  | 0.04 |
| Heat treatment               |      |      |       |       | Mechanical properties |       |      |     |      |
| 1273 K                       |      | WQ   |       |       | YS                    | UTS   | EI   | RA  |      |
| 955 K x 5h                   |      | F C  |       |       | (MPa)                 | (MPa) | (%)  | (%) |      |
| 897 K x 45h                  |      | F C  |       |       | 454                   | 601   | 29   | 68  |      |

平成7年2月3日受付 平成7年5月26日受理 (Received on Feb. 3, 1995; Accepted on May 26, 1995)

\* 金属材料技術研究所 (National Research Institute for Metals, 1-2-1 Sengen Tsukuba 305)

\* 2 金属材料技術研究所 (現: 原子力安全技術センター) (National Research Institute for Metals, now, Nuclear Safety Technology Center)

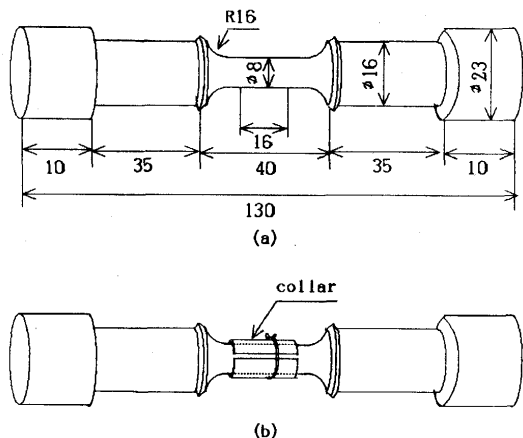


Fig. 1. (a) Specimen geometry(mm).  
(b) Specimen with collar.

本実験で用いた試験片は、Fig. 1 (a)に示す平行部直径8 mm、平行部長さ16mmのつば付中実丸棒試験片である。低サイクル疲労挙動に及ぼすすき間の影響を調べるため、Fig. 1 (b)に示すように、試験片平行部に試験片と同一材料でかつ同一曲率半径を有する二つ割りのカラーをステンレス鋼の針金を用いて取り付け試験に供した。以下、カラーをつけた場合をカラー付き、つけない場合をカラーなしと呼ぶこととする。

試験片の採取方向は、圧延方向に平行な場合と直角な場合の2種類とした。試験に先立ち、試験片平行部を最終的に1000番のエメリー紙で荷重軸に平行に研磨し、その後アセトン中で超音波洗浄した後、試験に供した。

2・2 実験装置

本研究で用いた高温高圧水中腐食疲労試験装置は容量6LのSUS316L製倒立型オートクレーブおよび循環流量30L/hの水循環装置からなる。Fig. 2に本装置の模式図を示す。循環水の水質監視のため給水側で溶存酸素(DO)濃度、pH、液電導度を連続的に測定し、戻り水側ではDO濃度を連続的に測定した。DO濃度については貯水槽内にN<sub>2</sub>およびAr/O<sub>2</sub>混合ガスを吹き込むことによって制御し、この制御値を試験時のDO濃度とした。試験片のひずみの測定は、試験片平行部

Table 2. Conditions of fatigue test.

|                 |                           |              |
|-----------------|---------------------------|--------------|
| Materil         | JIS SQV2A(ASTM A533Bcl.1) |              |
| Wave form       | Triangle                  |              |
| Stress ratio    | -1                        |              |
| Strain rate     | 0.1%/s, 0.01%/s           |              |
| Control mode    | Strain                    |              |
| Temperature     | 561K                      |              |
| Pressure        | 7.8MPa                    |              |
| Water chemistry | DO*                       | : 10~4000ppb |
|                 | pH                        | : 6.2~6.5    |
|                 | Conductivity              | : <0.1μs/cm  |

\*Dissolved Oxygen

上下のつばに連動するマグネットコアの動きを、ステンレスの細管を介して大気中におかれた2個の差動トランス(DTF)を介して電気的に検出する方法により行った。軸ひずみ制御に先立ち、あらかじめ室温大気中でクリップゲージを用いて平行部ひずみとつば間ひずみの関係を求め、これにより得られた較正曲線を用いてひずみの補正を行った。

2・3 実験条件

低サイクル疲労試験は、三角波を用いた軸ひずみ制御完全両振り試験とし、全ひずみ範囲(Δε<sub>t</sub>)が0.6%~1.5%、ひずみ速度(ε̇)は0.1%/sおよび一部0.01%/sの条件下で行った。

試験環境は、沸騰水型原子炉(BWR)の冷却材を模擬した561K、7.8MPa、DO濃度が200ppbの高温高圧水を基本環境とし、DO濃度の依存性をみるため、DO濃度を10~4000ppbまで変化させて実験を行った。実験条件をTable 2に示す。

3. 実験結果

3・1 低サイクル疲労特性

3・1・1 すき間効果

Fig. 3は、压力容器用低合金鋼SQV2Aの低サイクル疲労曲線に及ぼすすき間の影響を調べたもので、試験温度561K、全ひずみ範囲Δε<sub>t</sub>=0.6%~1.5%、ひずみ速度ε̇=0.1%/sの各条件下で得られたものである。ここで横軸の疲労寿命N<sub>25</sub>については、前報<sup>1)</sup>と同様に、応力一繰返し数曲線上での最

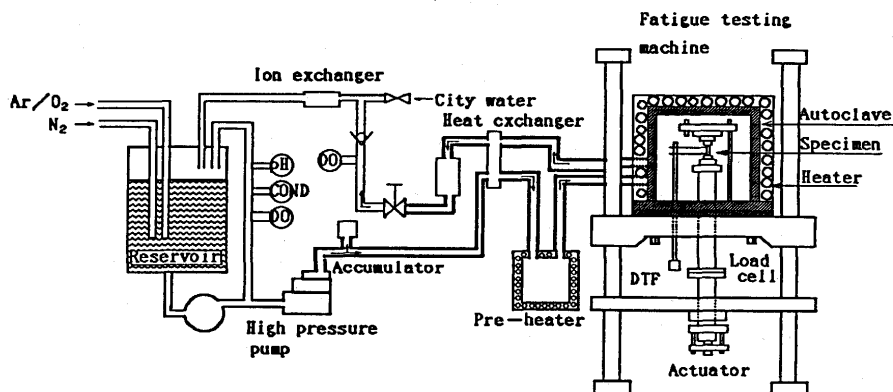


Fig. 2. Schematic diagram of experimental apparatus for low cycle fatigue tests in high temperature pressurized water.

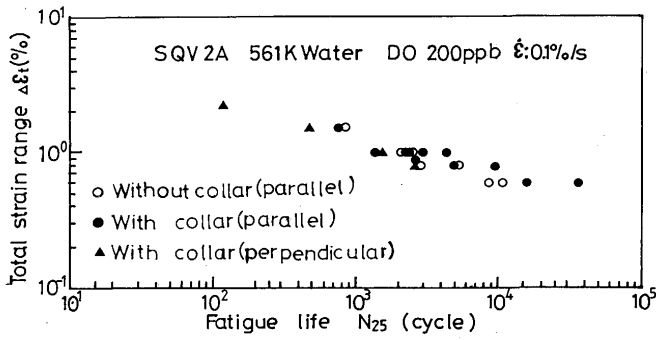


Fig. 3. Crevice effect on total strain vs. fatigue life of SQV2A steel at 561K in water.

大応力が疲労寿命の1/2の繰返し数における応力から25%低下したときの繰返し数 $N_{25}$ を疲労寿命と定義して以下の整理を行った。図より、まずすき間の影響についてみると、カラー付きの場合(●)とカラーなしの場合(○)とを比較すると、 $\Delta\epsilon_t$ が比較的大きい場合は、両者に明瞭な差は認められないが、 $\Delta\epsilon_t$ が小さくなるにつれてカラー付きの方が僅かではあるが長寿命側となっているのがわかる。次に、試験片の採取方向に注目してすき間効果をみると、圧延方向に平行な場合(●)と直角な場合(▲)を比較すると、いずれの $\Delta\epsilon_t$ レベルにおいても圧延方向に直角な場合の方が疲労寿命が低下することがわかった。

3.1.2 DO濃度とすき間効果

Fig. 3における低サイクル疲労挙動のすき間効果を実験環境のDO濃度と関連づけてさらに詳細に検討するため、 $\dot{\epsilon} = 0.1\%/s$ ,  $\Delta\epsilon_t = 1.0, 0.8$ および $0.6\%$ の各条件下で、DO濃度を10~4000ppbの範囲で変化させてカラー付き、カラーなしの場合の疲労寿命をそれぞれ比較した。その結果をFig. 4~6に示す。 $\Delta\epsilon_t = 0.6\%$ および $1.0\%$ ではどのDO濃度においてもカラー付きの方がカラーなしに比べて長寿命側になっているのに対して、 $\Delta\epsilon_t = 0.8\%$ の場合には、カラー付きの方が逆に短寿命側になっている。しかしながらいずれの $\Delta\epsilon_t$ においても、DO濃度=200ppbを境にしてDO濃度の増加が寿命の低下につながっており、本供試材の低サイクル疲労挙

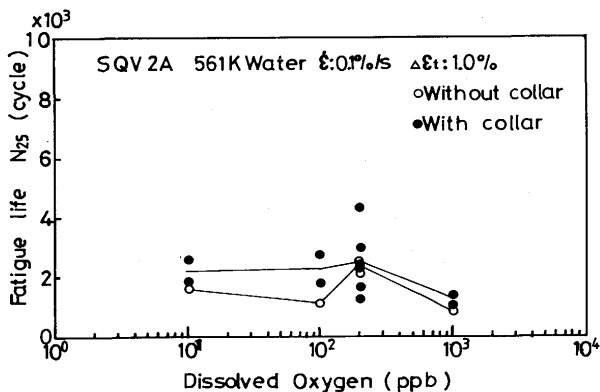


Fig. 4. DO dependence on fatigue life of SQV2A steel at 561K in water ( $\Delta\epsilon_t = 1.0\%$ ).

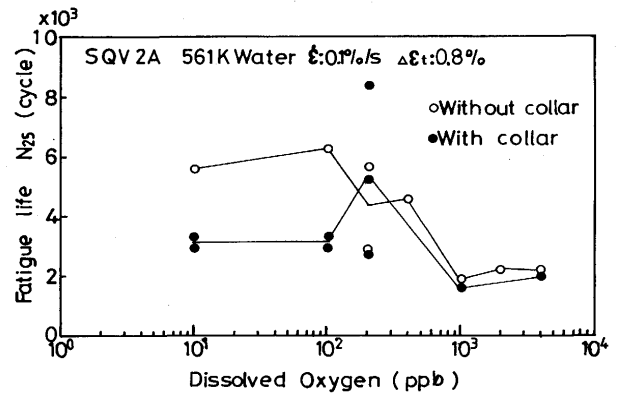


Fig. 5. DO dependence on fatigue life of SQV2A steel at 561K in water ( $\Delta\epsilon_t = 0.8\%$ ).

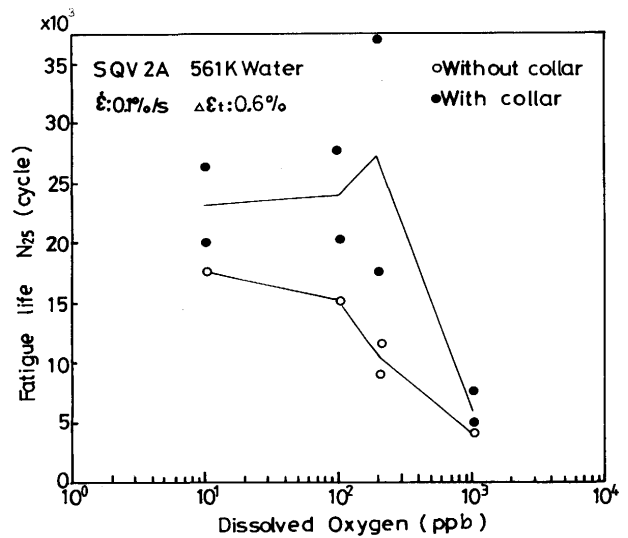


Fig. 6. DO dependence on fatigue life of SQV2A steel at 561K in water ( $\Delta\epsilon_t = 0.6\%$ ).

動には、前報<sup>1)</sup>と同様にカラー付きの場合でもDO濃度=100~1000ppbの範囲に遷移領域を有するDO濃度依存性が存在することがわかった。

3.2 腐食ピットとDO濃度の関係

すき間条件下での腐食ピットの発生状況とDO濃度の関係を調べるため、光学顕微鏡を用いて試験片表面を観察し比較検討した。Fig. 7, 8は、高温高圧水中で腐食疲労試験をした後の試験片平行部表面に観察された腐食ピットの光学顕微鏡写真である。Fig. 7の $\Delta\epsilon_t = 1.0\%$ のDO濃度が10ppb ( $N_{25} = 1641, 2499$ )および100ppb ( $N_{25} = 1175, 1752$ )まではカラー付き、カラーなしにかかわらず腐食ピットの発生はあるものの成長はあまり認められなかった。しかし、1000ppbになるとカラーなし ( $N_{25} = 861$ )では腐食ピットが一つ二つと連なり、一つの大きな腐食ピットに成長しているが、カラー付きでは腐食ピットの成長は認められなかった。一方、Fig. 8の $\Delta\epsilon_t = 0.6\%$ では、DO濃度が1000ppbになってもカラー付き ( $N_{25} = 4866$ ) カラーなし ( $N_{25} = 3971$ )にかかわらず腐食ピットの成長は認められなかった。

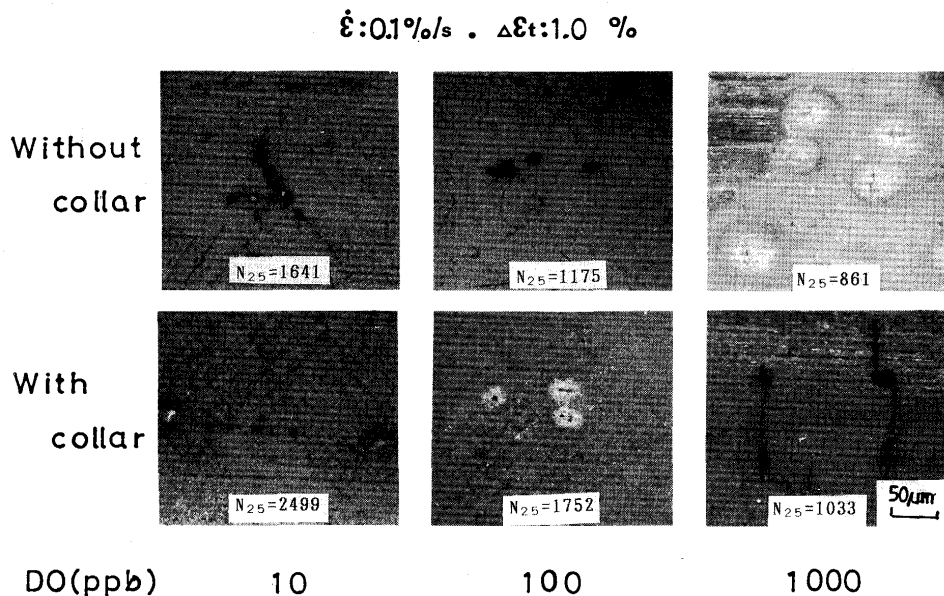


Fig. 7. Corrosion pits observed on the specimen surfaces of SQV2A ( $\Delta\epsilon_t=1.0\%$ ).

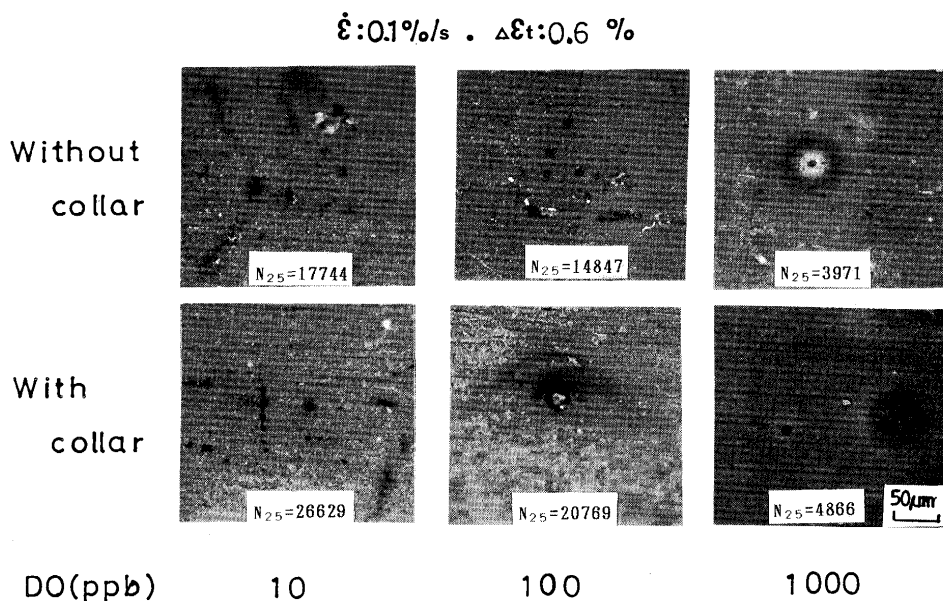


Fig. 8. Corrosion pits observed on the specimen surfaces of SQV2A ( $\Delta\epsilon_t=0.6\%$ ).

## 4. 考察

### 4・1 低サイクル疲労挙動におけるすき間効果

Fig. 3の結果より、供試材の压力容器用鋼SQV2A材の高温高圧水中低サイクル疲労寿命は、 $\Delta\epsilon_t$ が小さくなると僅かではあるがカラー付きの方が長寿命側になる傾向を示すことがわかった。このようなすき間効果を試験片の採取方向に注目して以下に考察する。

Fig. 9は、低サイクル疲労寿命に及ぼす試験片採取方向とすき間の影響を調べたものである。本素材は、異方性を押さえるためクロス圧延が施されているので基本的には試験片の採取方向の差はないと考えられます。Fig. 9 (a)はカラ

ーなし、(b)はカラー付きの場合で、それぞれ荷重軸方向が圧延方向に平行な場合(●, ○)と直角な場合(▲, △)を比較した結果である。ここで(a)は $\dot{\epsilon} = 0.01\%/s$ で、(b)は $\dot{\epsilon} = 0.1\%/s$ の結果である。ひずみ速度の異なるこれらの結果を比較するため以下のようなひずみ速度補正を行った。すなわち、前報<sup>1)</sup>において、本供試材と同一材料を用いて得られた低サイクル疲労寿命のひずみ速度依存性の結果より(文献<sup>1)</sup>のFig. 5参照)、 $\dot{\epsilon} = 0.01\%/s$ の疲労寿命は、 $\dot{\epsilon} = 0.1\%/s$ のその約60%に低下することから、この係数を用いて(b)のそれぞれのデータを補正したのが点線(▲)および鎖線(●)である。これらの補正結果と(a)の結果とを比較すると、まず試験片採取方向の影響については、同方向同士の採取で

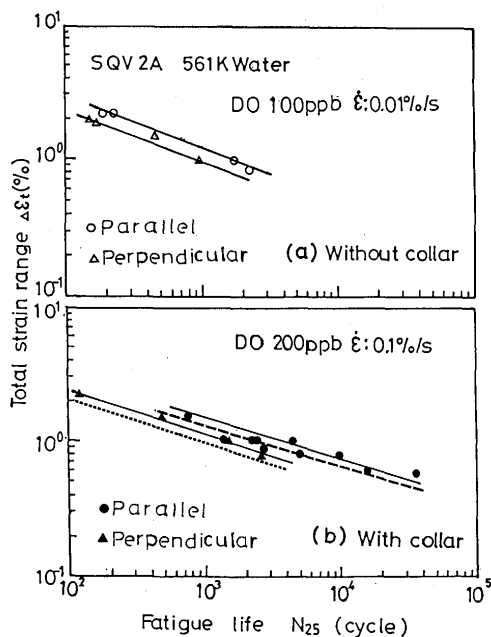


Fig. 9. Effects of crevice and specimen orientation on low cycle fatigue behavior of SQV2A in high temperature water (Dashed line and dotted line were compensated due to the strain rate effect from 0.1%/s to 0.01%/s).

の比較では、カラー付きの方が約1.5倍カラーなしより寿命が長く、圧延方向に平行と直角のカラー付きでは平行な方が約3倍疲労寿命が長いことがわかった。

#### 4・2 腐食ピットの発生とDO濃度

圧力容器用低合金鋼の高温高圧水中疲労挙動における影響因子のうち特に環境因子として重要なものとしては、材料中の硫黄(S)含有量、水中のpHおよびDO濃度等がある。特にS含有量が高い場合には、すき間内部やき裂内部におい

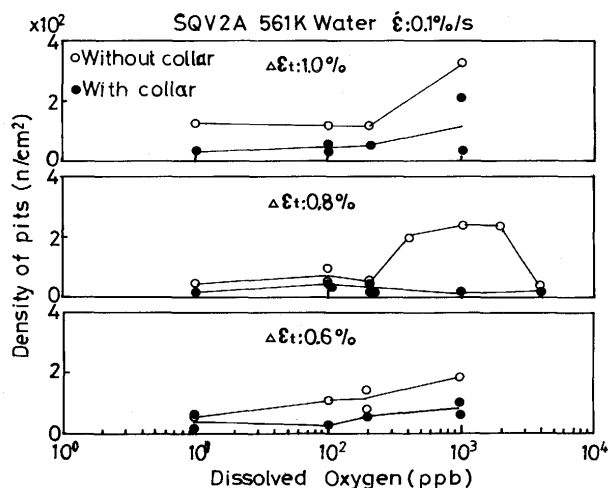


Fig. 10. Relation between density of pits and DO concentration.

て、不純物としてのMnSの溶解によるpHの低下のため溶液中への金属の溶解が促進され、腐食を加速する原因となる<sup>8)-10)</sup>。本供試材のように低S材の場合には、むしろすき間内のDO濃度が重要となる。前報<sup>1)</sup>において、腐食疲労寿命は腐食ピット密度と密接な関係があること、腐食ピットはMnSの非金属介在物が高温水中において溶解、脱落等により生成すること、また腐食ピットの発生頻度は、 $\dot{\epsilon}$ の低下とともに増大し、環境中の浸漬時間に比例していることなどを報告した。

Fig.10は、実験後の試験片表面平行部を観測倍率15倍の実体顕微鏡を用いて測定した腐食ピット密度をDO濃度に対して整理したものである。図にみるように、いずれの $\Delta\epsilon_t$ においてもDO濃度200ppb以下ではカラー付き、カラーなしにかかわらず腐食ピット密度は一定であるが、それ以上のDO濃

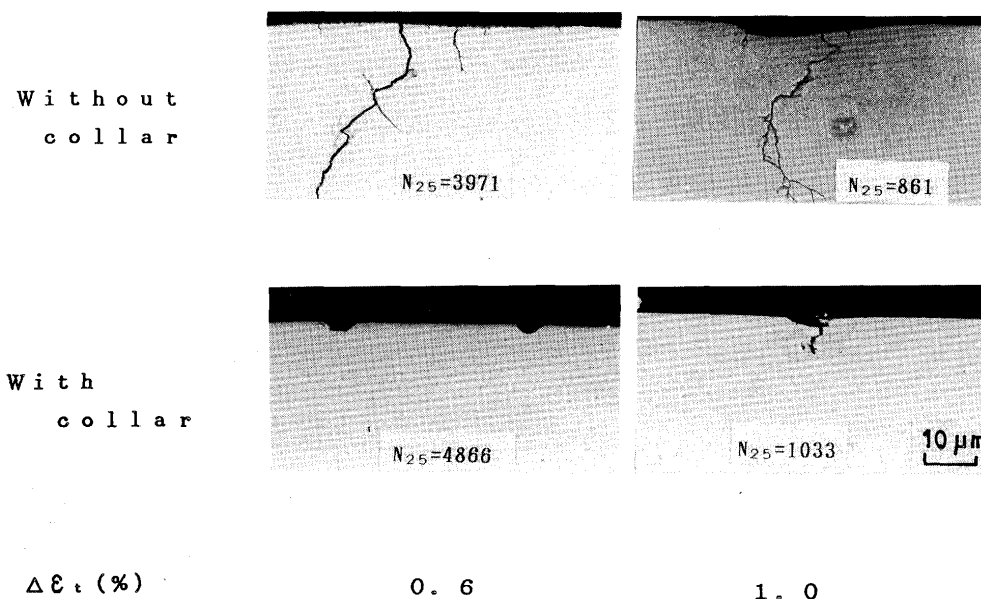


Fig. 11. Sectional views of corrosion pits with small cracks of the specimen of SQV2A ( $\dot{\epsilon} = 0.1\%/s$ , DO:1000ppb).

度になるとカラーなしの場合には急激な密度の増加が認められた。一方カラー付きはカラーなしに比べて密度の増加はそれほど顕著ではなく、常にカラーなしより低い値を示した。

試験片平行部に生成した腐食ピットをFig. 7, 8に示したが、それらの腐食ピット径は約10 $\mu$ m程度の大きさであった。その腐食ピットの断面を走査型電子顕微鏡 (SEM) で観察した結果の一例をFig. 11に示す。写真上方部の窪んだ部分が腐食ピットの断面である。カラー付きとカラーなしでき裂成長および疲労寿命 ( $N_{25}$ ) について比較した場合、 $\Delta\epsilon_t = 0.6\%$  ( $N_{25} = 4866$ ) および $\Delta\epsilon_t = 1.0\%$  ( $N_{25} = 1033$ ) ともに疲労寿命が同等かあるいは長いにもかかわらずき裂長さも短く、カラー付きの方が腐食疲労寿命が長いことがわかった。またカラーなしの場合は腐食ピットの先端からき裂がより深く入っている様子も認められた。カラーなしのDO濃度1000 ppb、 $\Delta\epsilon_t = 1.0\%$ について詳細に観察した結果、小さな腐食ピットが一つ二つと連なって一つの大きな腐食ピットになっていた。また、その一つ一つの腐食ピットの先端から試験片の中心部に向かってき裂が入っていた。

以上のことから疲労寿命に及ぼすDO濃度の影響並びに腐食ピットの発生状況を考察すると、カラー付きの場合に疲労寿命が長寿命側に移行した一つの理由として、すき間内部のDO濃度が減少し、腐食ピットの生成が抑制されるためであることが推察される。

## 5. 結言

圧力容器用低合金鋼JIS SQV2Aの低サイクル疲労挙動に及ぼすすき間の影響、試験片採取方向の影響並びに溶存酸素 (DO) 濃度の影響を、561K、7.8MPaの高温高压水環境下で調べた。得られた結果は以下の通りである。

(1) カラー付きの場合は、疲労寿命は、カラーなしの場合に比べて長寿命側になる傾向が見られ、その傾向は全ひずみ範囲が低下するほど顕著になることがわかった。

(2) 試験片採取方向が圧延方向に平行な場合と同じく直角な場合とを比較すると、カラーの有無によらず、後の方が疲労寿命が短くなることがわかった。

(3) 低サイクル疲労挙動に及ぼすすき間の影響をDO濃度の観点から調べた結果、カラーなしの場合には、DO濃度が1000ppb以上の高濃度では疲労寿命の低下が顕著となり、また100ppb以下では疲労寿命の顕著な低下は認められなかったのに対し、カラー付きの場合にも、高DO濃度域においても疲労寿命の低下が認められた。

(4) 光学顕微鏡による試験後の試験片の表面観察結果より、カラー付きの場合には、いずれのDO濃度域においても腐食ピットの発生はわずかであるのに対し、カラーなしの場合、高DO濃度域では50 $\mu$ m程度の腐食ピットが多く認められ、それらのピット底から微小な割れが発生しているのが観察された。

(5) (3)および(4)の結果より、カラー付きの場合に疲労寿命が長寿命側に移行する理由として、すき間内部のDO濃度が減少し、腐食ピットの生成が抑制されるためであることがわかった。

## 文 献

- 1) 佐藤俊司, 永田徳雄, 片田康行: 鉄と鋼, 75 (1989), p.1928
- 2) 松島志延, 片田康行, 佐藤俊司, 永田徳雄: 材料と環境, 42 (1993), p.636
- 3) 伊藤伍郎: 腐食科学と防食技術(改訂版), (1983), p.180 [コロナ社]
- 4) 材料の腐食と防食の工学 (日本材料学会編), (1975), p.336, p.394
- 5) W.A. Van Der Sluys and R.H. Emanue Lson: Proc. 2nd IAEA Specialists' Meeting on Subcritical Crack Growth, NUREG/CP-0067, 1 (1986), p.199
- 6) J.D. Atkinson and J.E. Forrest: Proc 2nd IAEA Specialists' Meeting on Sub-critical Crack Growth, NUREG/CP-0067, 2 (1986), p.153
- 7) 樋口 洵, 坂本 博: 鉄と鋼, 71 (1985), p.1025
- 8) 国谷次郎, 菅野正義, 正岡 功, 佐々木良一: 防食技術, 32 (1983), p.649
- 9) 片田康行, 永田徳雄, 佐藤俊司: 材料, 41 (1992), p.1648
- 10) 石原只雄, 大橋重雄: 防食技術, 37 (1988), p.479