

鋭敏化度測定器「DOS テスター D-15M」

森安あかね^{*1} 三谷 幸寛^{*2}
Moriyasu Akane Mitani Yukinori

1. はじめに

高温・高圧状態で使用されているプラントでは、応力腐食割れ（Stress Corrosion Cracking：SCC）による損傷事例が数多く報告されている。中でもオーステナイト系ステンレス鋼における SCC の発生件数が多い。SCC は、材料、環境、応力の3因子が相乗することで発生し、この中のひとつの現象として鋭敏化（sensitization）が挙げられる。プラント内において、材料が鋭敏化する原因はふたつに大別できる。一方は施工時に溶接する際に発生する材料に対する入熱によるものであり、もう一方はプラント稼動時における加熱によるものである。材料が 500～850℃に加熱されると、金属の結晶粒界にクロム炭化物が析出することで、結晶粒界近傍に耐食性が劣化する領域（クロム欠乏層）が生成される。これが鋭敏化の原理である。すなわち、鋭敏化は材料が熱を帯びたことで生じる。このように、一般的な作業工程の中でも鋭敏化は発生し得る現象である。よって、オーステナイト系ステンレス鋼を用いる際には SCC などの損傷を防ぐために、鋭敏化の度合（鋭敏化度）を明らかにし材料の状態を把握する必要がある⁽¹⁾。

鋭敏化度測定を現場で容易に実施できる機器として、当社が開発および販売を手がけている「DOS テスター A-94」（以下、旧型とする）がある。

DOS テスターは、鋭敏化度を定量化して評価できるため、金属表面の状態を把握しやすい。また、持ち運びやすく、操作やデータ出力も容易であることから、事業所外における測定に適している。その場で JIS 規定温度への補正、試験片の姿勢補正ができることも DOS テスターの特徴である。

旧型 DOS テスターの販売開始から約 20 年が経過していること、デジタル化を望む声が多数あることから、当社では「新型 DOS テスター D-15M（以下、D-15M とする）」（図 1）を開発し、販売を開始した。



図 1 新型 DOS テスター D-15M

2. DOS テスターとは

2.1 DOS テスターの歴史

DOS テスターの初号器は 1981 年に販売を開始した「DOS テスター S-56」であり、その後、1986 年には「DOS テスター S-61」を、1994 年には現行器の販売をそれぞれ開始した。

*1：計測事業部 材料試験部 福浦グループ

*2：計測事業部 材料試験部 福浦グループ 課長

DOS テスターは、現在に至るまで、100 台以上が販売されている。また、当社でも現場測定および事業所内における測定依頼が後を絶たない。

2.2 DOS テスターの特徴

DOS テスターは持ち運びやすく、簡単に測定することができるため、現場測定に優れている。現場では屋内や屋外、さまざまな環境で測定を実施するため、DOS テスターは、補正値を用いて測定値を換算する仕組みになっている。また、試験面が地面と平行でも垂直でも測定ことができ、このときの参照電極の姿勢も補正することができる。

2.3 測定原理

試験片にアクリルパイプを接着し、パイプ内の7割程度を試験溶液で満たす。この中に付属の参照電極を設置することで測定できる状態になる。

はじめに、浸漬電位 (= 自然電位、腐食電位) を測定し、この電位から +0.3V まで分極して電流を測定する。浸漬電位とは、開回路状態における参照電極と試験片との電位差である。この電位に到達後、逆方向に電位を掃引し、電流を測定する。往路、復路で測定したそれぞれの最大電流値の比を再活性化率 (鋭敏化度を定量化した値) の測定値としており、この値は復路の最大電流値が大きいほど大きくなる。分極直後から、電流は電位の掃引にともない増加するが、 i_d を超えた直後から急激に減少する。これは、金属表面に緻密で強固な不働態皮膜が生成されるためである。復路での電流挙動は図 2 (a) または (b) のような挙動になる。

金属が鋭敏化していると、復路でも電流が増加し (a) のような挙動を示す。

これを再活性化という。前述の通り、粒界近傍のクロムが欠乏することを鋭敏化という。クロム

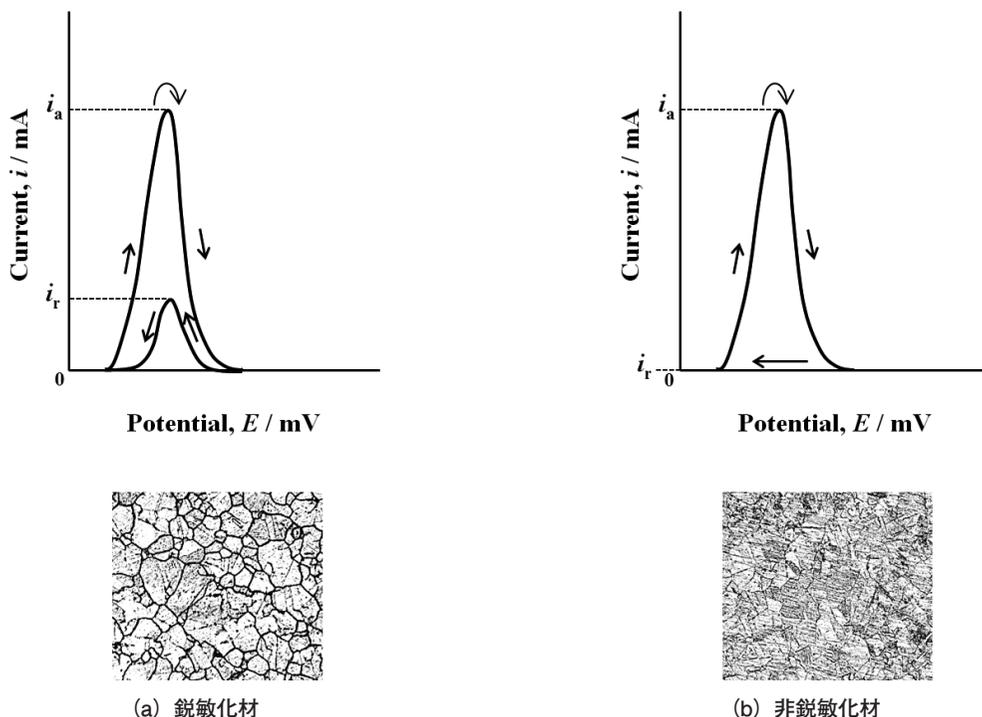


図 2 分極曲線模式図

は安定な不動態皮膜の生成に不可欠な元素であるため、クロムが欠乏していると皮膜は不均一に生成し、電流が流れやすくなる。また、鋭敏化していない金属を測定した場合は (b) のような挙動を示し、復路では電流が急激に増加しない。

再活性化率の測定値 R_m (%) および再活性化率 R (%) は式 (1)、(2) により求める。再活性化率の測定値 R_m (%) は、往路の活性態における最大アノード電流密度 i_a と復路の活性態における最大アノード電流密度 i_r を用いて算出する。さらに、再活性化率 R (%) は、再活性化率の測定値 R_m (%) を結晶粒の大きさ (結晶粒度番号) で補正することにより算出する⁽²⁾。

$$R_m = \frac{i_r}{i_a} \times 100 \quad (1)$$

R_m : 再活性化率の測定値

i_r : 復路の活性態における最大アノード電流密度

i_a : 往路の活性態における最大アノード電流密度

$$R = \frac{R_m}{10^{-3} \times (2^{N+5})^{1/2}} \quad (2)$$

R : 再活性化率 (%)

R_m : 再活性化率の測定値

N : 試験面の結晶粒度番号

3. DOS テスターの改善点

3.1 小型化・軽量化

D-15M は、小型化・軽量化を実現し、サイズは旧型の約 1/3、重量は約 1/2 になっている。これらにより、持ち運びが容易になり、狭小な作業場所においても測定できるようになったため、特に現場測定においてこれまで以上に簡便に扱うことのできる装置になっている (表 1 参照)。

3.2 測定データ用紙の出力

旧型では、測定データを感熱紙で出力していた。しかし、感熱紙は熱や水に弱いため、特に現場測定では用紙の取り扱いに注意を払う必要があった。D-15M ではプリンタを廃止し、測定結果を USB に出力できるようにし、CSV ファイルに記録したデータをグラフ化して、管理することができる。また、グラフ化ソフトも標準付属品として提供している。測定データの出力方法を変更したことにより、感熱紙の管理の煩わしさがなくなったほか、過去に取得したデータを再出力できるようになった (表 1 参照)。

3.3 本体メモリの測定データ保存数

旧型では本体メモリ内に保存できる測定データ数は、1 測定分である。2 測定目を終了した時点で、1 測定目に保存したデータは消去されるため、過去に取得したデータを確認できなかった。D-15M では、メモリ内の測定データ保存数を 50 測定分に増やし、過去に取得したデータを確認できるようになった (表 1 参照)。

3.4 ディスプレイの拡大

ディスプレイには VFD (Vacuum Fluorescent Display) を採用したことで、屋外でも見やすくなり、サイズも従来の約 4 倍になっていることから、測定中の電流挙動を容易に確認できる (表 1 参照)。

3.5 参照電極

参照電極は、これまで飽和カロメル電極 (SCE) しか使用できなかったが、D-15M は現在広く利用されている銀塩化銀電極 (SSCE) にも対応させた。2 種の電極は容易に着脱、変更でき、ユーザが測定直前に電極を選択することもできる (表 1 参照)。

表 1 A-94 および D-15M の基本仕様の比較

項目	A-94	D-15M
分極出力電圧範囲	-1~0.7V	同左
電位測定範囲	-1~+1V	#
電位分解能	1mV	#
電流計測範囲 (電流測定分解能)	オートレンジ 1) 10mA レンジ -10mA~+10mA (0.01mA) 2) 50mA レンジ -50mA~+50mA (0.03mA) 3) 100mA レンジ -100mA~+100mA (0.05mA)	#
温度計範囲	6~36 ℃	#
温度分解能	1 ℃	#
電位掃引速度	0.1±0.05 V/min	#
測定開始電位	-0.45 V	#
参照電極	飽和カロメル電極 (SCE)	飽和カロメル電極 (SCE) 銀塩化銀電極 (SSCE)
測定データ保存数	1 測定分	50 測定分
出力形式	内蔵プリンターによる 出力	USB 経由でデータを出力
電源仕様	AC100~240 V	同左
防水対策	未対応	対応 (雨天を想定)
寸法 (重量)	260mm×140mm×260mm (5kg)	305mm×164 mm×90 mm (2.5kg)
ディスプレイの寸法	90 mm×32 mm	115 mm×58 mm

4. 今後の展開

今年 10 月の製品販売に向け、社外に積極的に PR 活動をおこない、DOS テスターの認知度を高めていく。展示会に出展し、来場者に DOS テスターの特徴を直接説明することで販売につなげる。

参考文献

- (1) JIS G 0580：ステンレス鋼の電気化学的再活性化率の測定方法、2003
- (2) 陳家福、相馬才晃、松田史朗、杉本克久：高温水溶液中における鋭敏化 SUS304 鋼の表面被膜の性状と応力腐食割れ感受性の関係、防食技術、Vol.38、No.4、1989、pp.203-204



計測事業部
材料試験部
福浦グループ
森安あかね
TEL. 045-791-3519
FAX. 045-791-3542



計測事業部
材料試験部
福浦グループ 課長
三谷 幸寛
TEL. 045-791-3519
FAX. 045-791-3542