

鋭敏化度測定器「DOS テスター D-15M」用 計測アクセサリの開発

森安あかね^{*1} 小出 裕貴^{*2} 三谷 幸寛^{*3}
Moriyasu Akane Koide Yuki Mitani Yukinori

ステンレスの鋭敏化を現場で容易に測定できる機器として、当社では「DOS テスター D-15M」の開発および販売を行っている。ユーザおよび販売デモをしたお客様から測定の前処理時間の簡便化・時間短縮の要望が多数寄せられたことを受け、前処理の簡便化のためのアクセサリを開発した。開発したマスキングシートおよび電解セルの接着法の簡便化により、前処理時間を 1/10 以下に短縮することができた。

キーワード：鋭敏化度、現場測定、応力腐食割れ、クロム欠乏層

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、この中の材料因子の一つとして鋭敏化（sensitization）が挙げられる。プラント内の材料が鋭敏化する原因は二つに大別できる。一つは溶接施工時に発生する材料への入熱によるものであり、もう一つはプラント運用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。これが鋭敏化である。すなわち、鋭敏化は材料が熱を帯びることで生じる事象であり、一般的な作業工程

の中でも発生し得る現象である。したがって、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 D-15M」がある。図 1 に装置の概観を示す。DOS テスターは、鋭敏化度を定量化して評価できるため、鋭敏化度を数値として把握しやすい。また、持ち運びやすく、操作やデータ出力



図 1 DOS テスター D-15M

*1：計測事業部 化学・環境部 福浦グループ

*2：計測事業部 材料試験部

*3：計測事業部 材料試験部 課長

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。

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「DOS テスター A-94」を、そして 2015 年に現行器である D-15M⁽²⁾の販売を開始した。

DOS テスターは、現在に至るまで、100 台以上の販売実績がある。また、当社でも現場での測定および事業所内における測定を実施しており、各方面からの測定依頼が絶えない。

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。現場での測定は屋内や屋外、さまざまな環境で測定を実施することが多い。このため、現場での測定条件にも対応するように DOS テスターは、補正值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することができ、このときの計測姿勢の影響も補正することができる。

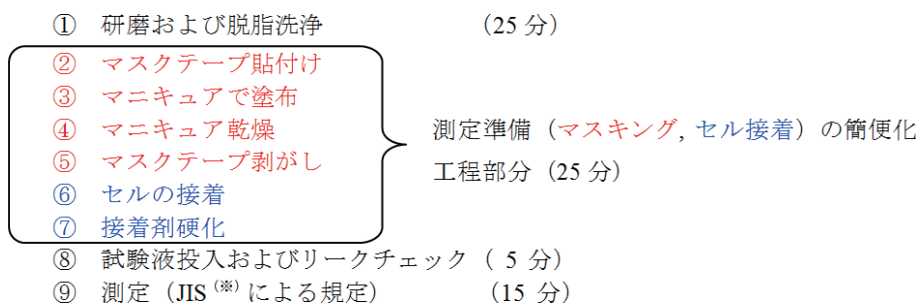
2.3 DOS テスターを用いた鋭敏化度測定手順と課題

鋭敏化度測定（以下、DOS 測定と称す）にあたっては、測定前に三つの前処理工程が必要である。一つ目は試験面の研磨作業、二つ目は試験面積を限定するためのマスキング作業、三つ目は試験溶液および電極を入れる電解セル（以下、セルと称す）を試験面に接着する作業である。一方、既存のユーザおよびデモを受けられたお客様からは、「もっと簡単に準備できないのか」、「作業効率が悪く、生産ラインの品質検査には向かない」などの意見が多数寄せられた。DOS テスターは現場での使用が多いため、前処理が複雑で作業に時間を要すれば検査費用の増大にもつながり、ユーザにとって大きな負担となっている。

これを改善するため、上述の工程約 50 分のうち約半分の時間（25 分）を占めている（図 2）二つ目と三つ目の作業（マスキング、セル接着）について時間短縮を実現する測定用アクセサリを開発することとした。

3. DOS テスター用アクセサリの開発

DOS 測定の前処理のうち、マスキング作業とセルの接着作業の簡便化に取り組んだ。マスキング作業の簡便化にあたっては、マスキングシールの開発、セルの接着作業の簡便化にあたっては、短時間でセルを接着できる手法の開発を行った。



※ JIS G 0580

図 2 鋭敏化度測定までの準備工程

3.1 マスキングシールの新規開発

現状では測定面のマスキングにマニキュアを用いているが、以下の問題点（ユーザからのコメント）がある。

(1) マニキュアの乾燥時間が3～5分程度掛かり、乾燥するまでセルを取り付けることができない。

(2) マニキュアは透明であるため、暗い現場では正確に塗布できたかを確認しにくい。

(3) マスクテープ（試験面を限定する際に用いるテープ）を剥がし、試験面（1cm²）を露出させる際にマニキュアが剥離してしまい測定面を広げてしまう。

以上の問題点を改善するため、マスキングシール（以下、MS と称す）を用いた手法を検証した。DOS 測定用の試験溶液は硫酸水溶液（高感度液は、硫酸 1M- チオシアン酸カリウム 0.1M）であるため、MS 素材とシールの接着（粘着）剤には耐硫酸性を持つ素材を選定した。なお、現場で MS と検体を区別しやすくするため、MS の色は白色とした。

試作した MS の適用性を確認するため、MS に 10×10 mm² の窓を設け、測定面に貼り付けることでマスキングし、DOS 測定を行った。図 3 に MS

の貼付状況、測定中の状況および計測後の試験面の状態を示す。MS の窓の縁での試験溶液の染み出しもなく、従来手法と同等の試験面状態とすることができた。従来手法では、マニキュアを用いたマスキングに 10 分程度を要していたが、本 MS を用いた場合は 1 分程度しか掛からず、大幅な時間短縮（1/10）を実現できた。また、MS を用いた場合は試験面の状態も安定させることができる。従来手法では、マニキュアを塗る投量により試験面積がばらつき、試験溶液の染み出しが生じていたが、MS を用いることで試験面積は常に一定となり、試験溶液の染み出しもない。図 4 に MS を用いた DOS 測定の前処理イメージを示す。

3.2 セルの接着方法の簡便化

3.2.1 粘着ゲルシートによるセルの接着

現状では図 5 に示すように、セルを試験面に固定するために二液性の接着剤を用いている。セルの接着における問題点（ユーザからのコメント）を以下に示す。

(1) 接着剤の乾燥に 5～10 分程度要するため、すぐに測定を開始することができない。

(2) 壁などの垂直な試験面にセルを接着する際

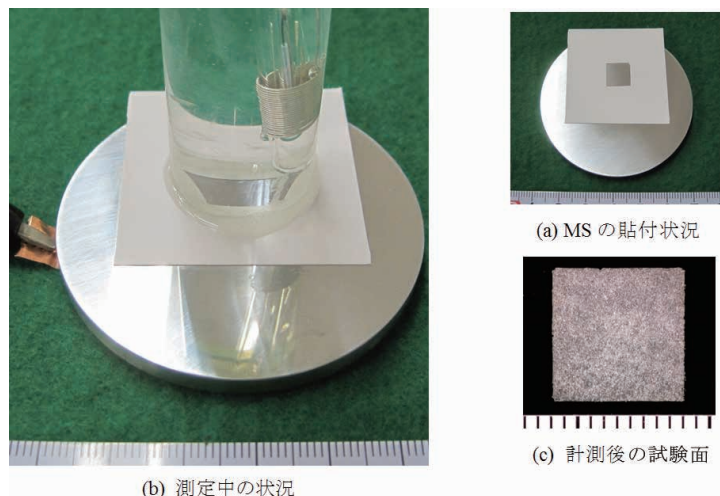


図 3 MS による DOS 測定の状態

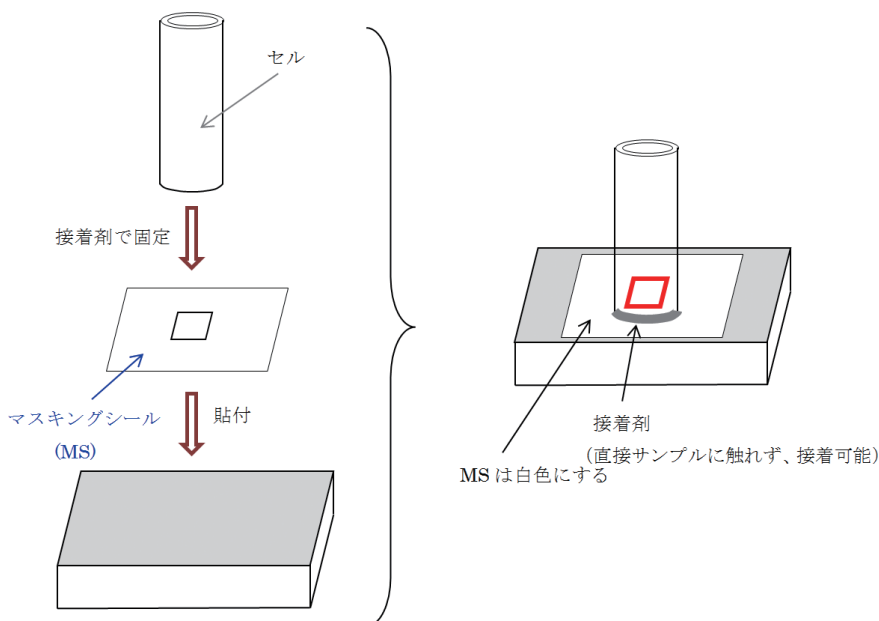


図4 マスキングシール (MS) を用いた DOS 測定の前処理イメージ

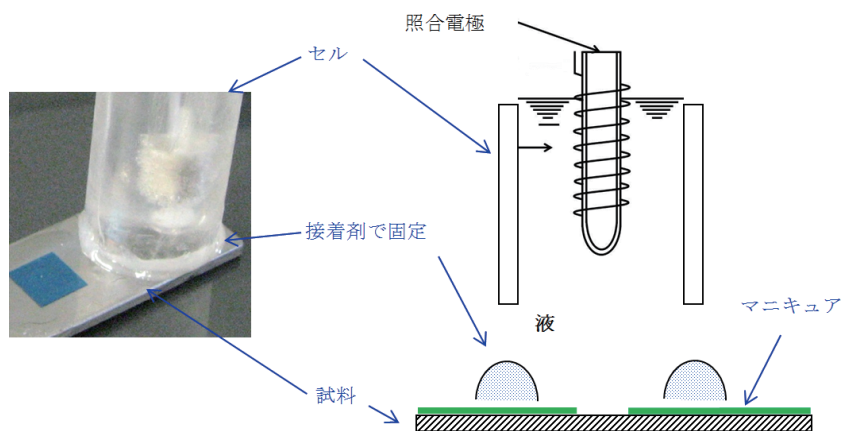


図5 接着剤によるセル接着 (従来型の概略図)

には、テープでセルを固定し接着していたが、重力により接着剤が垂れて試験面に付着することや、セルが剥離することがある。

(3) 接着が不十分で液漏れが生じた場合、接着表面が乾燥するまでリーク部を修繕できず、結果的にセルの接着作業を最初からやり直すことになる。

以上の問題点を改善するため、図6に示す高粘着ゲルシート (以下、ゲルシートと称す) によるセルの接着を試みた。なお、3.1節において

MSの性能が実証されたことから、セルの接着試験についてもMSを用いて試験を実施した。当初、ゲルシートに10×10 mm²の窓を作りマスクングの機能を付加させることも考えたが、ゲルシートは加工性が悪いことからこれを断念した。そこでゲルシートに大きな (不定形な) 穴を開け、その下段にMSシートを敷くことで対応した。試験の結果、ゲルシートによって接着した全てのセルで試験溶液の漏れを確認した。実験から、セルをゲ

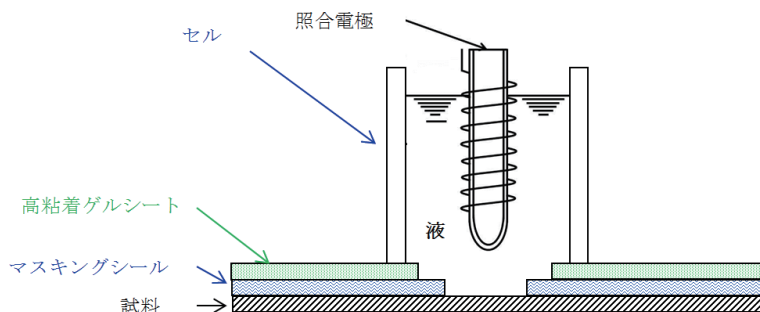


図6 ゲルシートによるセル接着 (新案1 概略図)

ルシートに押し付けて接着すると、接着した直後は密閉性があるものの、ゲルシートの復元性が高く10分程度で形状が戻ってしまい漏れに至ることがわかった。したがって、ゲルシートによるセルの接着を断念した。

3.2.2 液体プラスチックによるセルの接着

図7に示すように、液体プラスチックによるセルの接着方法を考案した。以下に液体プラスチックを使用した場合のメリットを述べる。

- ・液体プラスチックは固化時間が4秒で、本工程に掛かる時間は無視できる。
- ・手でセルを支えた状態で接着が可能であるため、セルが剥離するリスクを低減できる。
- ・セルの液漏れが起きた場合、溶液をセルに入れた状態でもリーク部の修繕（接着）が可能となった。

図7のようにセットしたセルにおいて試料を

換え、繰り返し試験を行った。

その結果、接着部からの液漏れはなく、全ての試験で通常通りの測定を実施することができた。なお、接着に用いる液体プラスチックの成分はメーカー非公開であるため、実際にDOS測定で使用する硫酸水溶液（高感度液は、硫酸1M-チオシアン酸カリウム0.1M）を用いて固化させた液体プラスチックの耐薬品性を確認した。図8に液体プラスチックの耐薬品試験の概略図を示す。この試験ではDOS測定用高感度液に、液体プラスチックを24Hr浸漬させ、試験前後の重量比を測定した。その結果、液体プラスチックの試験前後の重量比にはほとんど変化がなく（+0.0002g）、耐薬品性（DOS試験溶液限定）が確認された。

従来、一般の接着剤を用いたセルの接着には15分程度要していたが、液体プラスチックを使用した場合は1分程度に抑えられ、前処理に掛ける時間を大幅に短縮できた。

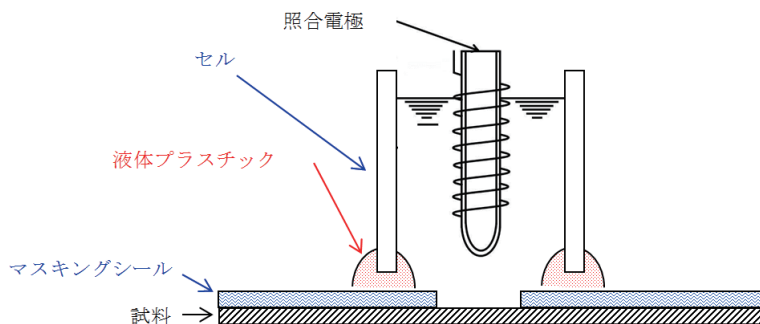


図7 接着剤によるセル接着 (新案2 概略図)



図 8 液体プラスチックの耐薬品試験

3.3 後処理 (MS 除去) について

通常、DOS 測定後には、試験面の金属組織を観察するためにレプリカを採取しており、この作業にはアセトンが用いられる。

従来、前処理として試験面にマスキングのためのマニキュアを塗り、さらにセル設置用の接着剤を塗っていた (図 9 (a) 参照) ため、測定後には試験面にマニキュアや接着剤が付着していた。マニキュアと接着剤が試験面に付着していると、これらがアセトンで溶解し試験面が汚れてしまうため、レプリカ採取前に除去する必要があった (所要時間 5 分)。

本 MS を使用して前処理を行った場合、測定後は図 9 (b) のようにシールごと接着剤を除去できるようになり、作業時間のさらなる短縮 (5 分 → 5 秒) を実現した。

4. まとめ

DOS 測定の前処理に新技術と新手法を取り入れることで作業を簡便化させ、マスキングと接着作業に掛かる時間を大幅に短縮できた。従来は熟練者でもマスキングに 10 分、接着に 15 分 (合計 25 分) 程度掛けていたが、現在は未経験者でもマスキングに 1 分、接着に 1 分 (合計 2 分) 程度で前処理が可能となった。

また、前処理の手法を変更したことで、DOS 測定後のマスキングと接着剤の除去処理に掛かる時間を 5 分から 5 秒程度へと大幅に短縮することができた。DOS 測定に掛かる総合時間については、従来は 1 箇所あたり 1.5 時間程度であったが、新手法では 1 時間以下 (従来比 2/3) まで短縮化できる見通しである。表 1 に DOS 測定の前処理

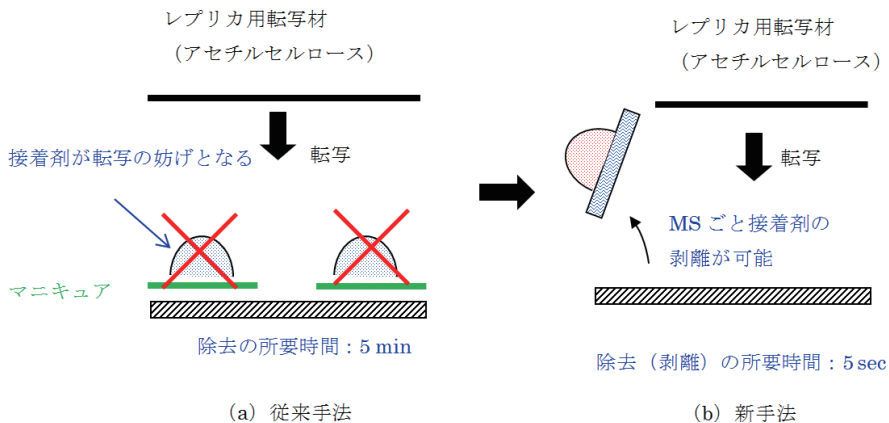


図 9 DOS 測定後の後処理

表 1 DOS 測定の前処理・後処理における従来の手法と新手法の違い

	従来手法		新手法		改善点
	処理方法	所要時間	処理方法	所要時間	
前処理	マニキュアでマスキング	10分	専用シール (MS) でマスキング	1分	<ul style="list-style-type: none"> 作業員の技量によって品質が変わらない。 作業時間が短縮される。 MS を貼るだけの作業であるため、難易度が低い。
	二液性接着剤でセルを接着	15分	液体プラスチックでセルを接着	1分	<ul style="list-style-type: none"> 固化時間が4秒で工程に掛かる時間を無視できる。 セルが剥離するリスクを低減できる。 液漏れ時に溶液をセルに入れたまま再接着が可能。
後処理	マニキュア・接着剤を溶剤で除去	5分	マニキュア・接着剤をシールごと剥離	5秒	<ul style="list-style-type: none"> 試験後、直ちにレプリカ採取の工程に移ることができる。

と後処理における従来の手法と新手法の違いを示す。

注記：本レビュー中に記載された作業時間は社内技術者が実施した結果であり、作業時間短縮の一例です。

参考文献

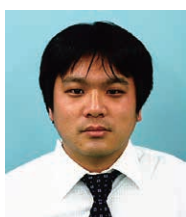
- (1) 陳家福、相馬才晃、松田史朗、杉本克久：高温水溶液中における鋭敏化 SUS304 鋼の表面被膜の性状と応力腐食割れ感受性の関係、防食技術、Vol.38、No.4、1989、pp.203-204
- (2) 森安あかね、三谷幸寛：鋭敏化度測定器「DOS テスター D-15M」、IIC REVIEW、No.54、2015/10、pp.78-81



計測事業部
化学・環境部
福浦グループ
森安あかね
TEL. 045-791-3516
FAX. 045-791-3541



計測事業部
材料試験部
小出 裕貴
TEL. 045-791-3519
FAX. 045-791-3542



計測事業部
材料試験部
課長
三谷 幸寛
TEL. 045-791-3519
FAX. 045-791-3542