

添付 5 スキューバ用アルミニウム合金製容器の  
破裂事故調査に関する  
SSRT応力腐食割れ試験

# スキューバ用アルミニウム合金製容器の破裂事故調査に関する報告

## SSRT による応力腐食割れ試験結果

山口大学工学部 大崎 修平

### 1. SSRT による応力腐食割れ特性の評価

SSRT(低ひずみ速度法: Slow Strain Rate Technique)による応力腐食割れ(SCC)試験は、腐食環境中にて引張試験片に低ひずみ速度の連続的な引張変形を与え、破断に至るまでの最高強度、伸びあるいは破断エネルギーなどの機械的特性を測定するものである。不活性環境(通常、SCCを起こさない実験室空气中、理想的には不活性ガス環境)中における試験片の特性に対して腐食環境中のそれを比較し、その低下率によりSCC感受性を判定する。

6000系合金は実験室空气中にてSCC感受性を示すことはないので、本試験では、通常の引張試験特性を不活性環境の基準値と見なし、次式の引張強さの低下率によってSCC感受性を判定する。

$$I_{SCC} = \frac{\sigma_B(air) - \sigma_B(sol)}{\sigma_B(air)} \times 100(\%) \quad (1)$$

ここで、 $\sigma_B(air)$ : 実験室空气中の引張強さ、 $\sigma_B(sol)$ : 腐食液中の引張強さである。

### 2. 試験方法

#### (1) 試験装置の概略

本試験に使用する試験機は低ひずみ速度引張試験機(SERT-MINI, 東伸工業(株)製)である。図1にその概観写真を示す。装置の概略を図2のポンチ絵に示す。試験片の腐食セルへの取付けと浸漬状況を図3に示す。

#### (2) 腐食環境

宇部市海岸より採取した海水(液温 $25 \pm 1$ ℃, pH=8.3)を使用した。高純度酸素ガスを吹き込み(流量5ml/min), 液を攪拌した。腐食セル内の液量は約250mlである。

#### (3) 試験手順

- ①試験片前処理: アセトン中で超音波洗浄後、水洗, エタノール洗浄, 乾燥
- ②引張治具に取付け, シリコン接着剤で試験片肩部を含めて絶縁塗装
- ③ガラス製腐食セルにシリコンゴム栓を介して取付け
- ④試験液の注入と同時に酸素ガス吹き込み開始
- ⑤引張強さ $30\text{kgf/mm}^2$ の5%に相当する初荷重(約10kgf)まで引張速度 $0.1\text{mm/min}$ , その後、低速の $0.001\text{mm/min}$ で破断まで引張。このときのひずみ速度は $8.33 \times 10^{-7}$  (1/s)である。
- ⑥破断試験片の表面および破面の走査型電子顕微鏡によるミクロ観察。

#### (4) 試験片

試験片の形状・寸法は前回送付図のとおり。下記の3条件の試験片各1本。

- ① Luxfer 製容器 CMA01511, 6351 肩部, No. DCS-2 (No. D と略記する)
- ② Luxfer 製容器 CMB03126, 6061 肩部, No. ECS-2 (No. E と略記する)
- ③ Catalina 製容器 DJ000352, 6061 肩部, No. FCS-2 (No. F と略記する)

### 3. 試験結果

#### (1) 引張特性

本試験片とそれぞれ同一の材質および採取場所(肩部)の試験片から得られた引張特性を表1(a)に掲げる。

引張試験の試験片番号 AC, BC および CC の容器材質は No. D, E および F とそれぞれ同一である。降伏応力および引張強さは,  $CC < AC < BC$ , (すなわち,  $F < D < E$ ) の順に大で, 伸びは  $AC < CC < BC$  (すなわち,  $D < F < E$ ) の順である。AC (すなわち, D) の伸びはかなり低い。

#### (2) SSRT 特性

①荷重-時間線図: SSRT 試験で得られた諸特性値を表1(b)に示す。SSRT 試験における3試験片の荷重-時間線図を図4に示す。試験片が破断するまでの時間は, No. D が最も短く23 h, No. E と No. F はほぼ同等の41-42 hであった。

②応力-ひずみ線図: 図4をもとに応力-ひずみ線図を求め, 図5に示す。強度(降伏応力および引張強さ)は  $No. F < D < E$  の順, 伸びは  $No. D < F < E$  の順に大で, 基準の引張特性と同一の傾向が見られた。しかし, 強度は空気中の値に比べていずれの試験片とも低下した。引張強さの低下量は No. D, E および F がそれぞれ 13, 2 および 17 MPa であった。よって, この低下率による式(1)に基づく SCC 感受性指数  $I_{SCC}$  は, No. D, E, F がそれぞれ 4.2, 0.6, 5.6 % となり, その順位は  $No. E < D \leq F$  となった。

伸びについては, いずれの試験片とも空気中よりむしろ増加し, 巨視的な脆化は見られなかった。伸びの増加率は No. D, E, F がそれぞれ 19, 16, 30% であった。この順位も  $No. E < D < F$  であった。

③破壊形態: 図6に破断後の試験片外観を示す。破断面において直交する2方向の直径を測定し, それぞれ絞りを  $\phi_1, \phi_2$  として求めた値を表1(c)に示す。表1(b)の絞り  $\phi$  は  $\phi_1$  と  $\phi_2$  の平均値である。 $|\phi_1 - \phi_2| / \phi$  を絞り偏差率[%]として示すと,  $No. E < D < F$  の順で, No. F が最も大きかった。この順序は,  $I_{SCC}$  および伸びの増加率とも一致していた。

各試験片について, 破断部近傍の試験片平行部表面の SEM 観察像を図7, 8 および 9 に示す。

No. D(図7): 破断部近傍に金属光沢を保つ斑点状の小領域(300 x 600  $\mu\text{m}$  程度)が認められ(上の写真で, 灰色の楕円状斑点島として見える), その領域内にマイクロクラックが発生していた。これらは試験片表面の微細な加工マークに添って発生した粒内性クラックで, その深さは数10  $\mu\text{m}$  程度と見なされる。この小領域は金属光沢を保っていることから腐食反応におけるカソードとして作用した部位と思われる。すなわち, マイクロクラックはカソード部に集中して発生したと考えられることから, これらのき裂は水素脆化に起因したものである。

No. E(図 8) : No. D と同様に破断部近傍に金属光沢を保つ小領域 (800 x 1500  $\mu\text{m}$  程度) が認められた (上の写真では黒色の楕円状斑点)。しかし、マイクロクラックはきわめて微細で、かつ全面に分布し、試験片表面のごく薄い表層に生じたシワのように見えるに過ぎない。試験片の SCC による損傷は軽微であった。

No. F(図 9) : 破断部に接する試験片表面に粒内性のマイクロクラックが発生していた (中の写真は上の写真の上部を拡大)。

結晶粒組織の観察によれば、結晶粒サイズはかなり粗大で、ことに No. D では粒サイズ 300 x 2000  $\mu\text{m}$  程度のものが認められ、かつ、長径方向が引張軸に直角に配向する傾向が認められた。しかし、粒界腐食や粒界割れが優先的に発生する傾向は認められなかった。

#### 4. まとめ

3 種類のスキューバ用容器から採取した引張試験片 (No. D, E および F) を用いて、海水中の SSRT による SCC 試験を行い、以下のような所見を得た。

(1) 引張強さの低下率から得られた SCC 感受性指数  $I_{\text{SCC}}$  はいずれも 6% 以下で、かならずしも高い感受性を有するものではない。

(2) 指数  $I_{\text{SCC}}$  は、No. D, E, F がそれぞれ 4.2, 0.6, 5.6% となり、その順位は No. E < D  $\leq$  F となった。絞り偏差率についてもこれと同一順位であった。すなわち、No. E が SCC 抵抗に最も優れ、No. D と No. F は同程度の SCC 感受性を示した。No. D は基本的に伸びが小さい点、SCC に対する配慮が最も必要である。

(3) 本 SSRT 試験で見られた試験片の損傷は、粒内性のマイクロクラックであり、粒界腐食や粒界割れの発生は認められなかった。

(4) 粒内性マイクロクラックの発生は、試験片表面のカソードと思われる局所的な個所に集中する傾向が見られ、水素脆化に起因すると判断される。

(5) 各試験片の指数  $I_{\text{SCC}}$  と伸びの増加率の順位も一致することから、水素による「容易すべり」機構の作動が示唆された。

以上

表1 引張性質およびSSRT試験特性

(a) 引張性質

容器	試験片	直径	降伏応力	引張強さ	伸び					
						採取部位	番号	[mm]	$\sigma_{ys}$ [MPa]	$\sigma_B$ [MPa]
Luxfer 6351	肩	5.04	280	308	4.3					
						AC-1	5.03	280	310	3.46
						AC-2	5.04	280	305	5.21
Luxfer 6061	肩	5.01	300	323	10.1					
						BC-1	5.01	300	323	10.1
						BC-2	5	294	318	8.08
Catalina 6061	肩	5.03	256	301	10.1					
						CC-1	5.02	256	301	10.1
						CC-2	5.03	280	301	4.17
		平均	268	301	7.1					

(b) SSRT試験特性(1)

容器	試験片	直径	降伏応力	引張強さ	伸び	絞り	感受性指数	試験時間
Luxfer 6351	肩	3.03	276	295	5.1	49	4.2	23
Luxfer 6061	肩	3.02	293	319	10.6	27	0.6	41.1
Catalina 6061	肩	2.99	252	284	9.2	23	5.6	41.7

(c) SSRT試験特性(2)

容器		試験片		直径 [mm]	絞り		絞り偏差率 [%]
材質	記号番号	採取部位	番号		$\psi_1$ [%]	$\psi_2$ [%]	
Luxfer 6351	CMA 01511	肩	DCS-2	3.03	37	59	45
Luxfer 6061	CMB03126	肩	ECS-2	3.02	26	29	11
Catalina 6061	DJ 000352	肩	FCS-2	2.99	13	32	82

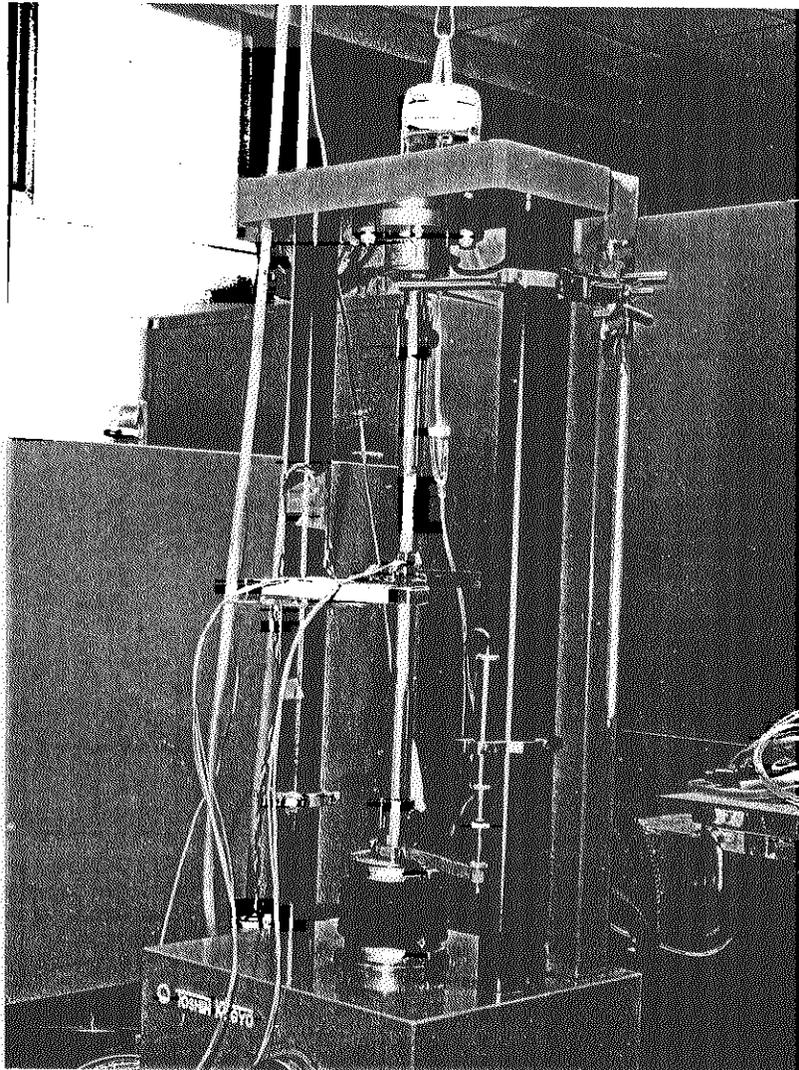


図1 低ひずみ速度引張試験機の外観

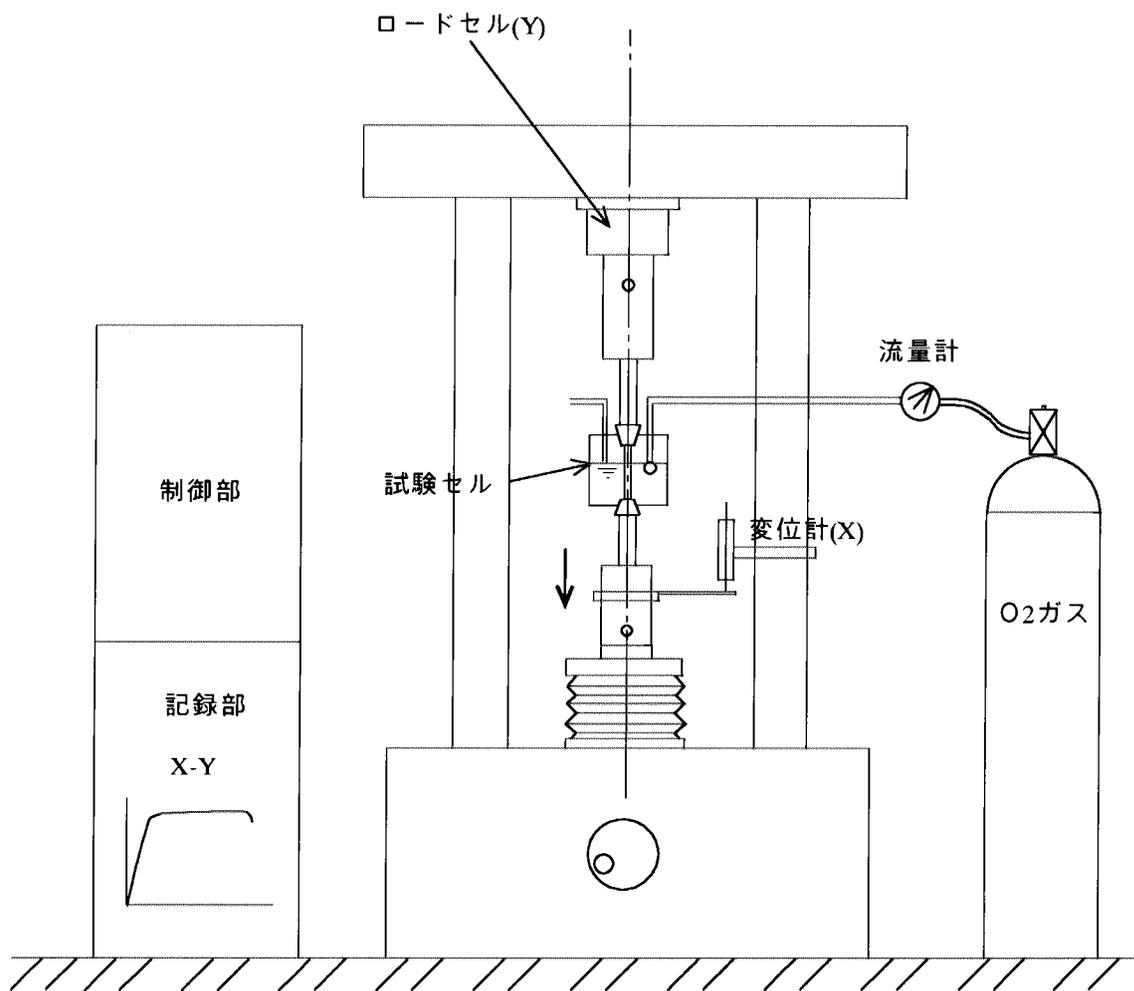
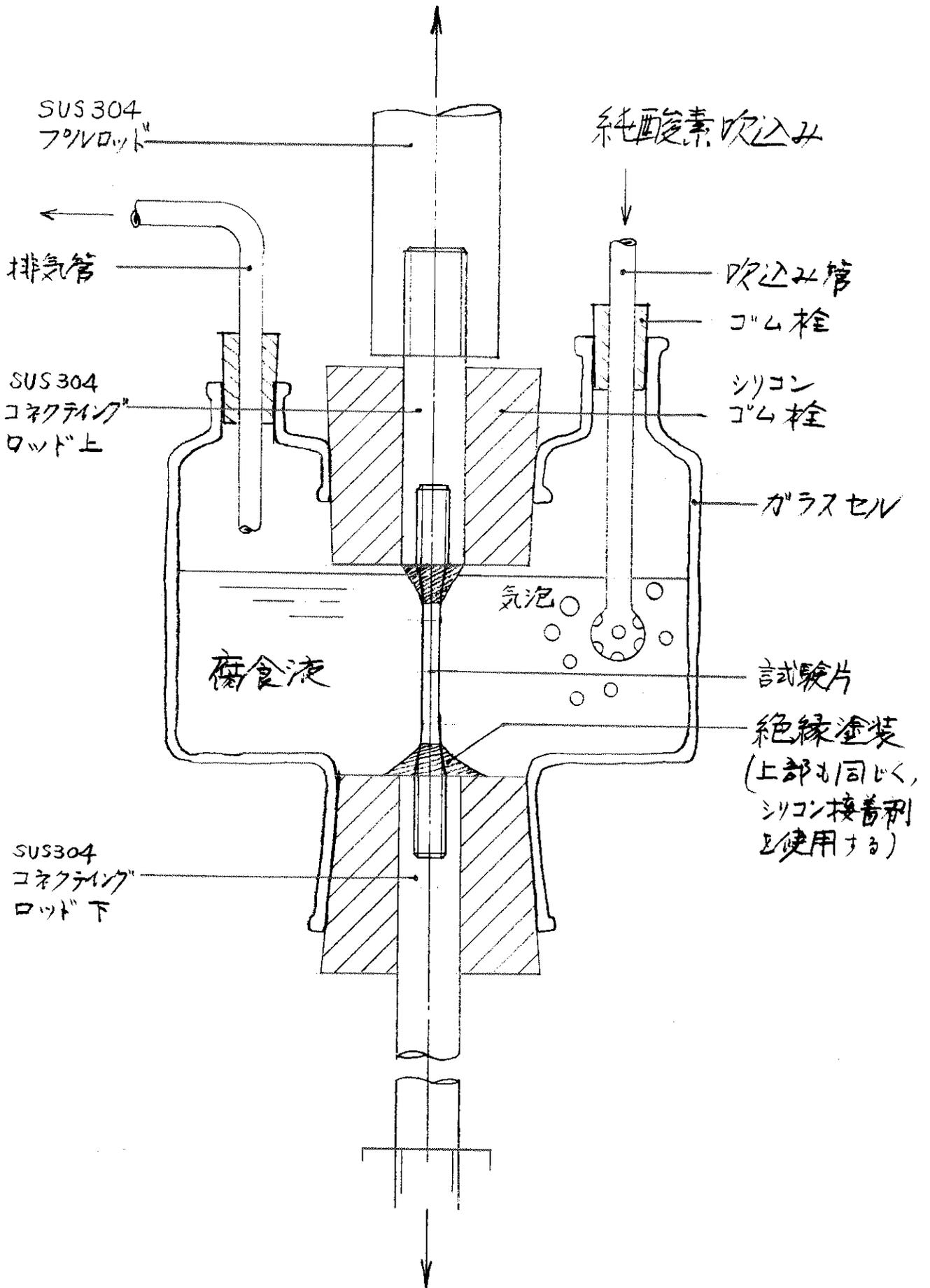


図2 SSRT試験装置概略図

図3 SSRT試験試験片浸漬状況



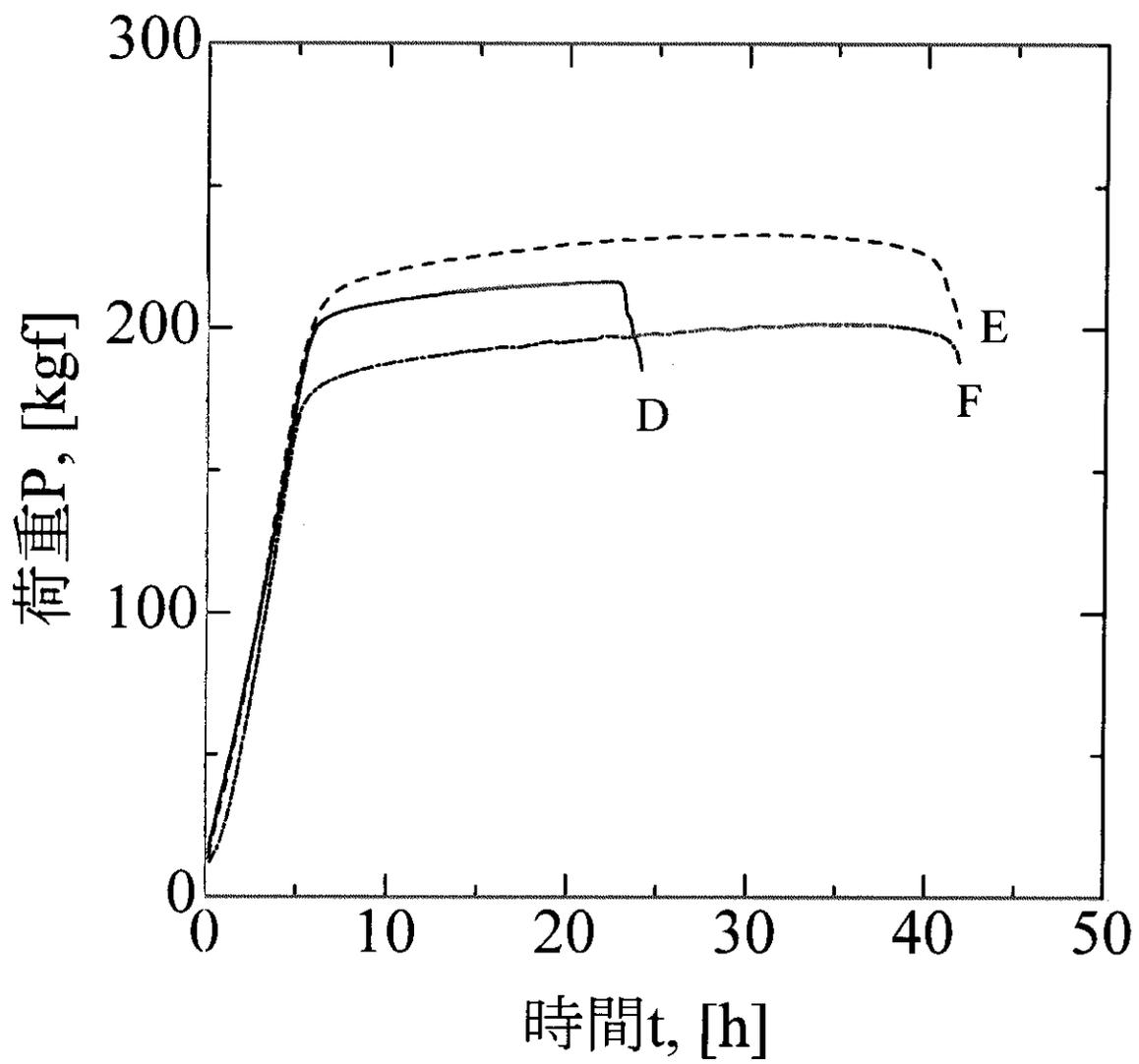


図4. SSRT試験におけるP-t線図

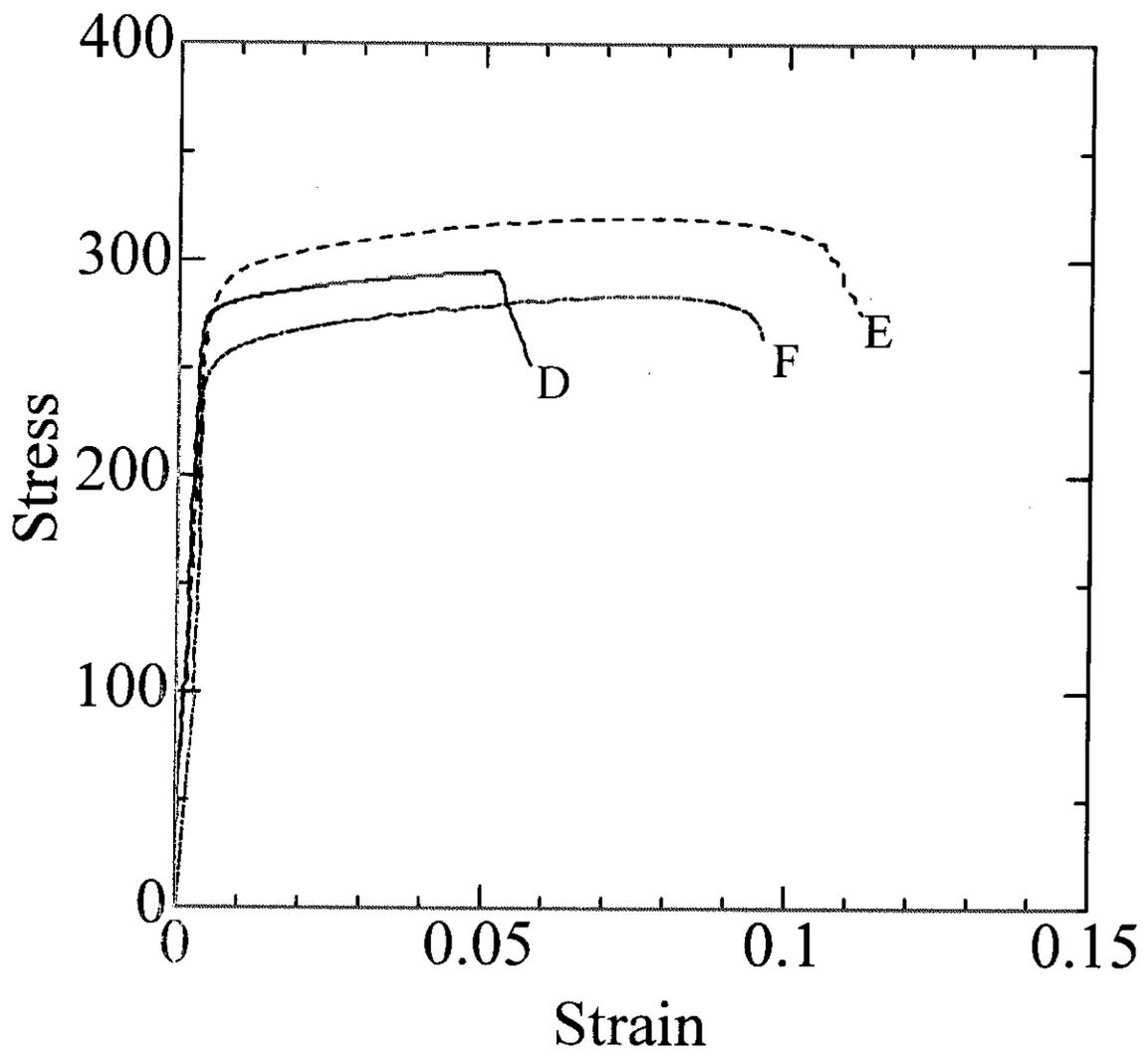
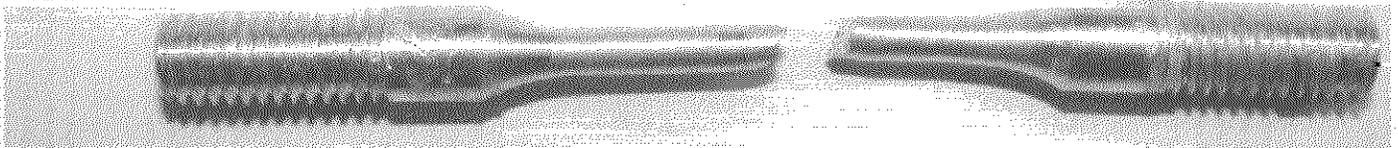
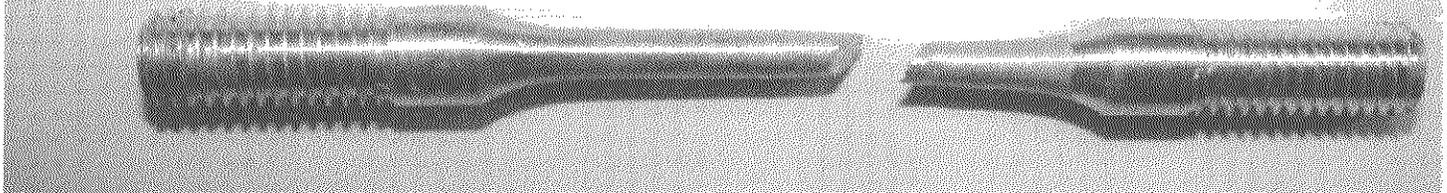


図5. SSRT試験における  $\sigma - \varepsilon$  線図

Lu-6351-DCS-2



Lu-6061-ECS-2



Ca-6061-FCS-2

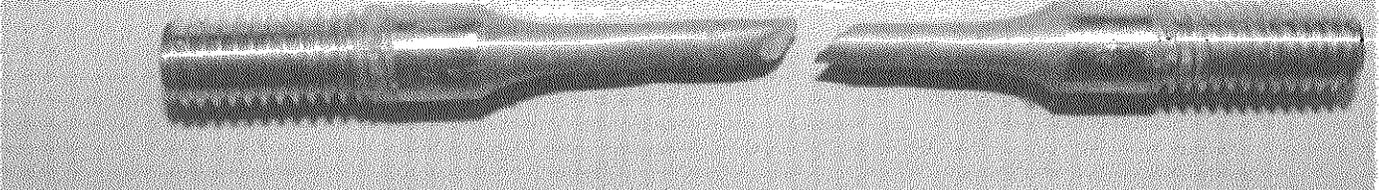
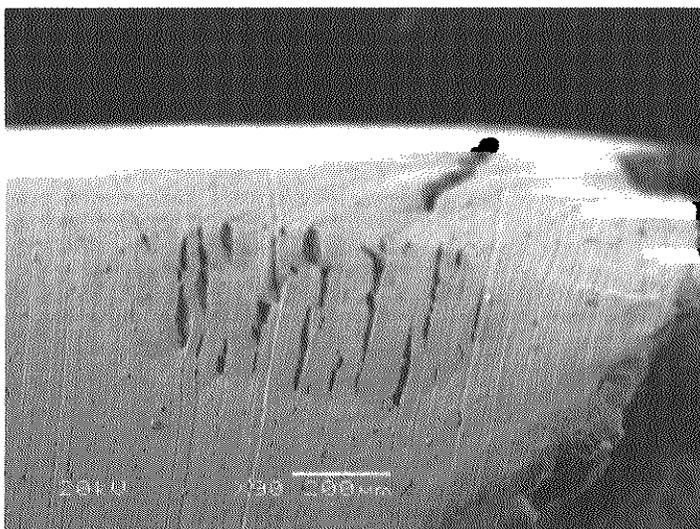


図6. 破断試験片の概観

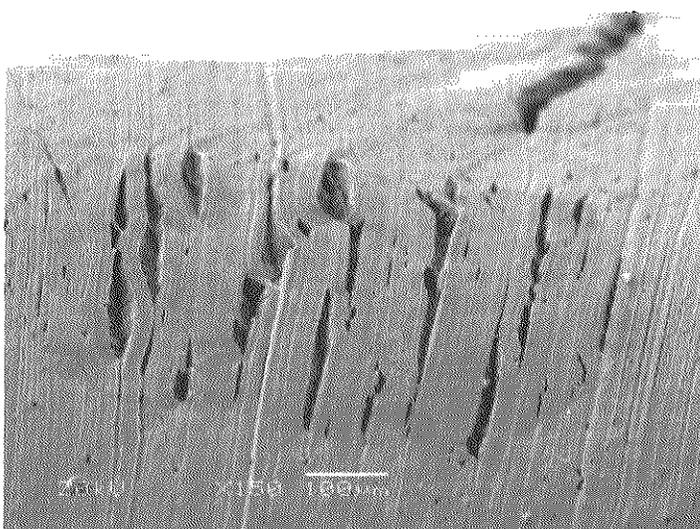


1

装置 : JSM-5600

加速電圧 (kV) : 20  
倍率 x90  
画像 : SEI  
<二次電子像>

測定日 : 2001-08-24

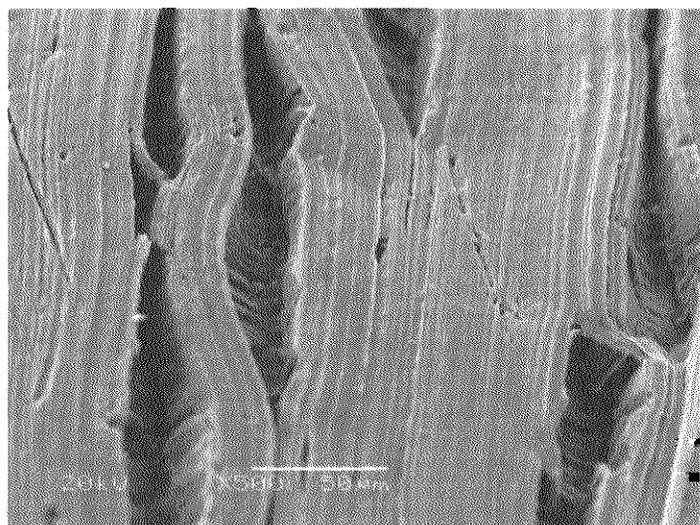


D2

装置 : JSM-5600

加速電圧 (kV) : 20  
倍率 x150  
画像 : SEI  
<二次電子像>

測定日 : 2001-08-24



D3

装置 : JSM-5600

加速電圧 (kV) : 20  
倍率 x500  
画像 : SEI  
<二次電子像>

測定日 : 2001-08-24

図7 No. DのSEM像



E8

装置 : JSM-5600

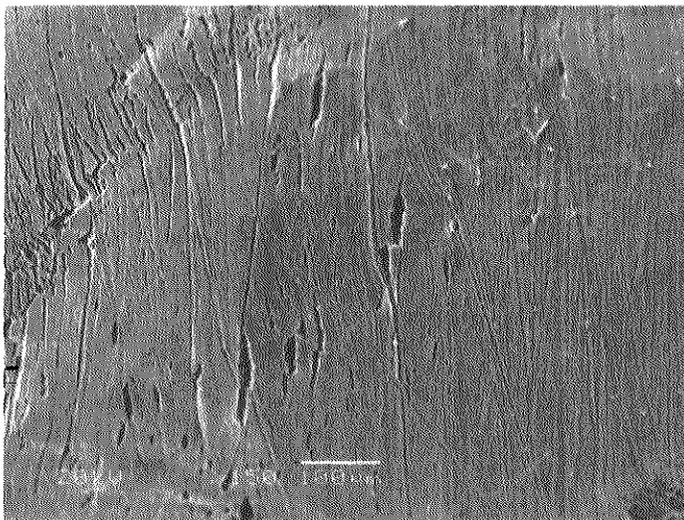
加速電圧 (kV) : 20

倍率 x50

画像 : SEI

<二次電子像>

測定日 : 2001-08-24



E10

装置 : JSM-5600

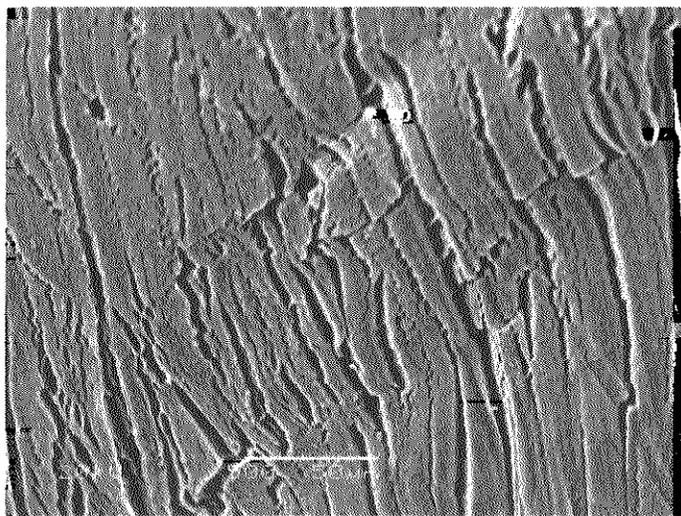
加速電圧 (kV) : 20

倍率 x150

画像 : SEI

<二次電子像>

測定日 : 2001-08-24



E11

装置 : JSM-5600

加速電圧 (kV) : 20

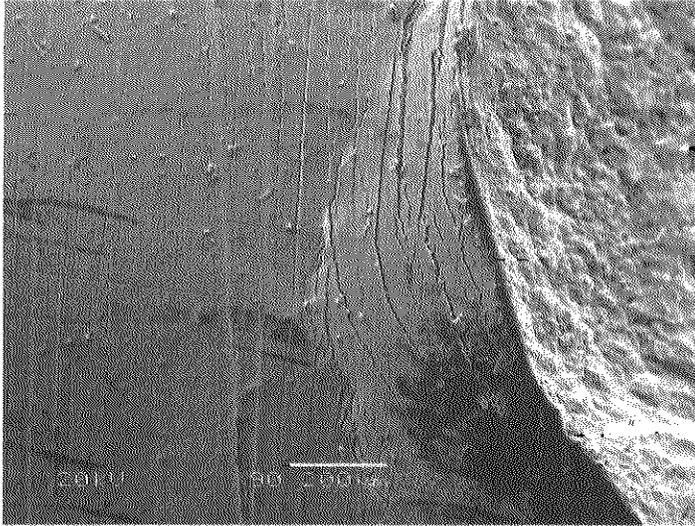
倍率 x500

画像 : SEI

<二次電子像>

測定日 : 2001-08-24

図8 No.EのSEM像

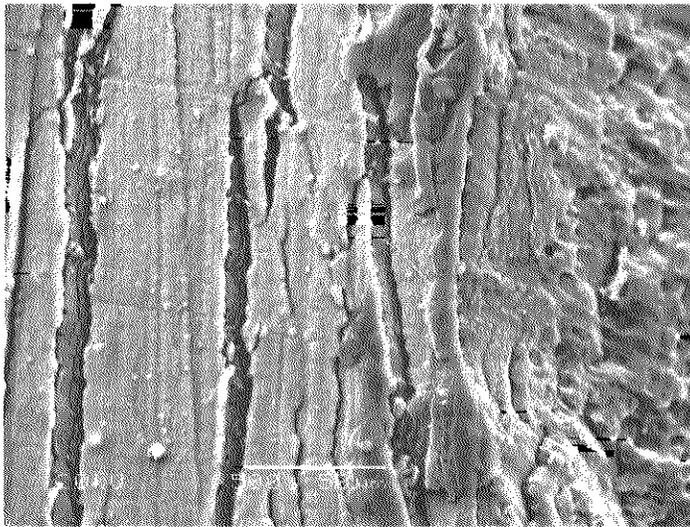


F1

装置 : JSM-5600

加速電圧 (kV) : 20  
倍率 x90  
画像 : SEI  
<二次電子像>

測定日 : 2001-08-24



F6

装置 : JSM-5600

加速電圧 (kV) : 20  
倍率 x500  
画像 : SEI  
<二次電子像>

測定日 : 2001-08-24



F8

装置 : JSM-5600

加速電圧 (kV) : 20  
倍率 x1500  
画像 : SEI  
<二次電子像>

測定日 : 2001-08-24

図9 No.FのSEM像