

การตรวจหาความไหวตัวของการกักต่อนระหว่างเกรนของเหล็กกล้าไร้สนิม 304 โดยการทดสอบ  
วัสดุด้วยอัตราความเครียดซ้ำ และ ดอปเปลอร์บรอดแบนด์โพซิตรอนแอนนิฮิเลชันสเปกโตรสโคปี



นาย กุลวัฒน์ เถลิงสุข

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมเทคโนโลยี ภาควิชาวิศวกรรมเทคโนโลยี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2541

ISBN 974-639-509-2

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

**DETERMINATION OF INTERGRANULAR STRESS CORROSION  
CRACKING SUSCEPTIBILITY OF 304 STAINLESS STEELS USING  
SLOW STRAIN RATE TENSILE TESTING AND DOPPLER  
BROADENED POSITRON ANNIHILATION SPECTROSCOPY**

**Mr. Kullawat Talerngsuk**

**A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements  
for the Degree of Master of Sciences in Nuclear Technology**

**Department of Nuclear Technology**

**Graduate School**

**Chulalongkorn University**

**Academic Year 1998**


Thesis Title           Determination of Intergranular Strss Corrosion Cracking  
Susceptibility of 304 Stainless Steels Using Slow Strain Rate  
Tensile Testing and Doppler Broadened Positron Annihilation  
Spectroscopy  
By                       Mr. Kullawat Talerngsuk  
Department           Department of Nuclear Technology  
Thesis Advisor       Dr. Visit Thaveeprungsriporn  
Thesis Co-advisor   Mr. Decho Thong-Aram

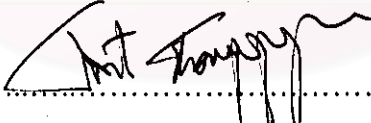
---


Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University in Partial  
Fulfillment of the Requirements for the Master's Degree


..... Dean of Graduate School  
(Professor Supawat Chutivongse, M.D.)

THESIS COMMITTEE

..... Chairman  
(Assistant Processor Nares Chankow)

..... Thesis Advisor  
(Dr. Visit Thaveeprungsriporn)

..... Thesis Co-advisor  
(Mr. Decho Thong-Aram)

..... Member  
(Associate Professor Somyot Srisatit)

..... Member  
(Mr. Attaporn Pattarasumunt)

ภูววัฒน์ เกลิงสุข : การตรวจหาความไหวตัวของการกัดกร่อนระหว่างเกรนในเหล็กกล้าไร้  
สนิม 304 โดยใช้การทดสอบวัสดุด้วยอัตราความเครียดช้า และดอปเปลอร์บรอดเดนด  
โพซิตรอนแอนนิลเลชัน สเปกโตรสโคปี (DETERMINATION OF  
INTERGRANULAR STRESS CORROSION CRACKING SUSCEPTIBILITY  
OF 304 STAINLESS STEELS USING SLOW STRAIN RATE TENSILE  
TESTING AND DOPPLER BROADENED POSITRON ANNIHILATION  
SPECTROSCOPY) อ.ที่ปรึกษา: อ.ดร. วิศิษฎ์ ทวีปรั้งนิพร, อ.ที่ปรึกษาร่วม: อ. เตโช  
ทองอร่าม, 106 หน้า. ISBN 974-639-509-2.

วัตถุประสงค์หลักของงานวิทยานิพนธ์นี้คือ การหาความสัมพันธ์ระหว่างความไหวตัวของการ  
กัดกร่อนระหว่างเกรนในเหล็กกล้าไร้สนิม 304 กับปริมาณการเซนซิไทเซชันโดยใช้ดอปเปลอร์บรอด  
เดนด โพซิตรอนแอนนิลเลชัน ตัวอย่างถูกเซนซิไทซ์ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ถึง 16  
ชั่วโมง จากนั้นนำไปทดสอบด้วยเครื่องทดสอบด้วยอัตราความเครียดช้า ( $1.73 \times 10^{-6}$  ต่อวินาที) ในสาร  
ละลายโซเดียมไฮโอซัลเฟตเพนตะไฮเดรตความเข้มข้น 0.5 โมล ต่อ ลิตร ที่อุณหภูมิห้อง โครงสร้าง  
จุลภาคและชนิดของการแตกของตัวอย่างถูกตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน เพื่อแสดงความ  
แตกต่างของการจับตัวเป็นคาร์ไบด์ที่ขอบเกรนในตัวอย่างที่ถูกเซนซิไทซ์ด้วยเวลาต่าง ๆ กัน ความเค้น  
สูงสุดของตัวอย่างถูกใช้ในการประมาณค่าความไหวตัวต่อการกัดกร่อน จากผลการทดลองพบว่าค่าความ  
เค้นสูงสุดของตัวอย่างลดลงเมื่อเพิ่มเวลาในการเซนซิไทซ์ตัวอย่าง

เมื่อเปรียบเทียบความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเค้นสูงสุดที่ได้จากการเครื่องทดสอบวัสดุด้วย  
อัตราความเครียดช้า กับค่าเอสพารามีเตอร์ที่ได้จากดอปเปลอร์บรอดเดนด โพซิตรอนแอนนิลเลชัน  
สเปกโตรสโคปี พบว่ามีความสัมพันธ์กันในแบบตรงกันข้าม ดังนั้นจึงมีความเป็นไปได้ที่ ดอปเปลอร์  
บรอดเดนด โพซิตรอนแอนนิลเลชัน สเปกโตรสโคปี สามารถพัฒนาใช้เป็นเทคนิคการตรวจสอบโดยไม่  
ทำลายในการตรวจหาความไหวตัวของการกัดกร่อนในเหล็กกล้าไร้สนิม 304 ได้

ภาควิชา..... วิศวกรรมโลหการ  
สาขาวิชา..... วิศวกรรมโลหการ  
ปีการศึกษา..... 2541

ลายมือชื่อนิสิต.....  
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....  
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....

## C819010 : MAJOR NUCLEAR TECHNOLOGY  
KEY WORD: SLOW STRAIN RATE TENSILE TEST,

INTERGRANULAR STRESS CORROSION CRACKING,  
DOPPLER BROADENED POSITRON ANNIHILATION  
SPECTROSCOPY, DEGREE OF SENSITIZATION

KULLAWAT TALERNGSUK: DETERMINATION OF INTERGRANULAR STRESS  
CORROSION CRACKING SUSCEPTIBILITY OF 304 STAINLESS STEELS USING SLOW  
STRAIN RATE TENSILE TESTING AND DOPPLER BROADENED POSITRON  
ANNIHILATION SPECTROSCOPY. THESIS ADVISOR: Dr. VISIT  
THAVEEPRUNGSRIPOORN, Ph.D. Eng. THESIS CO-ADVISOR: DECHO THONG-ARAM,  
M. Eng. 106 pp. ISBN 974-639-509-2.

An attempt was made to correlate the susceptibility to intergranular stress corrosion cracking (IGSCC) of type AISI 304 austenitic stainless steel to the degree of sensitization determined using the doppler broadened positron annihilation (DBPA) spectroscopy. The specimens were sensitized by isothermal exposure from 2 to 16 hours at 650° C and strained in 0.5 mole per liter sodium thiosulfate pentahydrate ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) solution at an initial strain rate of  $1.73 \times 10^{-6}$  per second and at ambient temperature. The microstructure of the specimens was examined in scanning electron microscope (SEM) revealing different density of carbides precipitate along grain boundaries of the various sensitized specimens. The ultimate tensile strength (UTS) of the sensitized specimens was used to evaluate the susceptibility to stress corrosion cracking (SCC) in the specimens and it was found that, the UTS of the specimens decrease while increasing the sensitization time. The UTS values obtained from SSRT test were found to have an inverse correlation with the S parameters obtained from DBPA spectroscopy. Thus the DBPA spectroscopy may be nondestructively used to evaluate the susceptibility to SCC in type AISI 304 austenitic stainless steel.

ภาควิชา..... วิศวกรรมโลหการ

สาขาวิชา..... วิศวกรรมโลหการ

ปีการศึกษา..... 2541

ลายมือชื่อนิสิต.....

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....



## Acknowledgements

The author cannot adequately express gratitude to my thesis advisor, Dr. Visit Thaveeprungsriporn and my thesis co-advisor, Mr. Decho Thong-Aram. I am indebted to Assistance Professor Suvit Punnachaiya for his advice. I gratefully acknowledge Mr. Rattapoom Koghsiri of the Science and Technological Research Equipment Center (STREC), Chulalongkorn University, for his assistance in designing and construction of the slow strain rate tensile unit. I need to thank Mr. Chatchai Asadathorn, Ms. Porrawan Swatewechakul, and Ms. Piyaporn Sinsrok for their assistance. Many lecturers, co-workers, and friends have taught me, labored with me, advised me, and supported me through my career as a student. Thanks and apologizes to others whose contributions I have overlooked.

Finally, but certainly not least and most importantly, the continual support and encouragement of my family and special one is deeply and sincerely appreciated.

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## Contents

	Page
Abstract (Thai) .....	iv
Abstract (English) .....	v
Acknowledgement .....	vi
Contents .....	vii
List of Tables .....	ix
List of Figures .....	x
 <b>Chapter</b>	
1 Introduction .....	1
1.1 Background .....	1
1.2 Objective .....	8
1.3 Scope of Thesis .....	8
1.4 Methodology .....	8
1.5 Potential Application of the Thesis .....	9
2. Intergranular Stress Corrosion Cracking in austenitic stainless steels .....	10
2.1 Introduction .....	10
2.2 Intergranular Stress Corrosion Cracking of AISI 304 austenitic stainless steels .....	11
2.3 Environmentally induced IGSCC .....	16
2.4 Effect of Stress and Strain Rate .....	24
2.5 A new Technique for Determining the IGSCC Susceptibility of 304 Stainless Steel .....	27

***Contents (continued)***

<b>Chapter</b>	<b>Page</b>
3. Slow Strain Rate Tensile Machine .....	30
3.1 Introduction .....	30
3.2 Slow Strain Rate Tensile Testing Machine .....	30
3.3 The Extension Rate .....	32
3.4 The stiffness of the SSRT unit .....	35
3.5 Chemical cell .....	39
4. Experimental Procedure and Apparatus .....	42
4.1 Introduction .....	42
4.2 Experimental Program .....	43
4.3 Material Preparation .....	43
4.4 Slow Strain Rate Tensile Testing .....	46
4.5 Doppler Broadened Positron Annihilation Spectroscopy .....	47
5. Experimental Result and Discussion .....	50
5.1 Introduction .....	50
5.2 Experimental Results and Discussion .....	50
5.2.1 Determination of the Microstructure of the Specimens .....	50
5.2.2 Determination of the IGSCC Susceptibility .....	59
5.3 Correlation of the S parameter, Degree of Sensitization with SCC Susceptibility .....	68
5.4 Conclusion .....	68
References .....	70
Appendix I .....	76
Appendix II .....	85
Biography .....	106



## *List of Tables*

<b>Table</b>	<b>Page</b>
1.1 Shown the standard procedures used in chemical testing for evaluates IGSCC susceptibility in stainless steels .....	4
3.1 The relationship between the position of speed controller knob and speed of powered motor. ....	35
3.2 Comparison of the physical characteristics of type 304 stainless steel obtained from the measurement and factory's report .....	39
4.1 Chemical composition of type 304 stainless steel used in this thesis (weight percent) .....	44
5.1 The summary of results obtained from the SSRT test .....	60

## *List of Figures*

<b>Figure</b>	<b>Page</b>
1.1 Illustration of IGSCC in 304 stainless steel pipe resulting from welding .....	2
1.2 Schematic diagram showing the 3 main conditions need to be presented simultaneously to produce IGSCC .....	3
1.3 Illustration of a typical SSRT machine .....	6
1.4 Illustration of the steel-vs-strain curve of carbon manganese steel conduct in sodium nitrate and in oil .....	7
2.1 Illustration of an example of IGSCC in sensitized, austenitic stainless steel .....	11
2.2 An example of the chromium concentration profile across a chromium depleted grain boundary in type 304 stainless steel heat treated for 10 hours at 700° C .....	13
2.3 Schematic illustrates chromium carbide particles that have precipitated along grain boundaries in stainless steel, and the attendant zone of chromium depletion .....	13
2.4 Illustrations of the sensitization diagram of type AISI 304 stainless steel for various carbon concentrations .....	14
2.5 Thermal transient producing weld decay during welding of austenitic stainless steels. (a) Temperature-time relationship (b) location of thermocouples .....	15
2.6 Time to failure of type 304 stainless steels in various magnesium chloride concentrations .....	17

***List of Figures (continue)***

<b>Figure</b>	<b>Page</b>
2.7 Stress-vs-strain curve for sensitized type 304 stainless steel with different dissolved oxygen concentrations .....	18
2.8 IGSCC characteristics of failure in impure water environments .....	19
2.9 Illustration of IGSCC due to polythionic acids in type 304 stainless steel furnace tube near a weld to carbon-steel tube .....	20
2.10 A micrograph showing a fracture surfaces in 0.9% sodium thiosulfate test .....	21
2.11 Illustration of the influence of thiosulfate concentration on time to failure .....	23
2.12 The time temperature sensitization curves for type 304 stainless steel at various applied stress .....	25
2.13 The relationship between applied stress and time required for SCC to occur .....	26
2.14 Illustration of the influence of the strain rate on the value of UTS of a 316 alloy in 153° C magnesium-chloride solution .....	26
2.15 Change in S parameter in type 316 stainless steel as a function of the fatigue life .....	28
2.16 Schematic illustrates the typical DBPA spectroscopy system .....	29
3.1 Illustration of the slow strain rate tensile machine used in this thesis .....	31
3.2 Illustration of the load train of the slow strain rate tensile machine with failure specimens .....	33
3.3 Shows the calibration curve of the extension rate .....	34

***List of Figures (continue)***

<b>Figure</b>	<b>Page</b>
3.4 Illustration of the characteristic stress-vs-strain curve of type 304 stainless steel .....	36
3.5 Illustration of the low deformation region of type 304 stainless steel .....	37
3.6 Illustration of the low deformation region of type 304 stainless steel obtained from the report and SSRT machine .....	38
4.1 Illustration of the mini-computerized milling machine- Mimaki 300 used for preparing tensile specimens .....	44
4.2 Illustration of the high temperature vertical furnace for heat treatment all specimens .....	45
4.3 Illustration of the tensile specimens during SSRT test .....	47
5.1 Micrograph shows the carbides precipitate along grain boundary in various sensitized specimens	
5.1 a at 0-hour sensitization .....	51
5.1 b at 8-hour sensitization .....	52
5.1 c at 16-hour sensitization .....	53
5.2 Shows the relationship between attacked grain boundary carbides areas and sensitization time .....	54
5.3 Illustration of the typical ductile over load failure (a) and stress corrosion cracking failure (b) .....	56
5.4 The relationship between percentage of linked grain boundaries-vs-heat treatment time (at 650° C) .....	57

*List of Figures (continue)*

<b>Figure</b>	<b>Page</b>
5.5 Illustration of the relationship between percentage of grain boundary carbide areas and percentage of linked grain boundaries for various sensitization time .....	58
5.6 Illustration of the relationship between percentage of carbide areas and percentage of linked grain boundaries .....	58
5.7 The engineering stress-vs-percentage of engineering strain for various sensitized specimens test in 0.5-M sodium thiosulfate at ambient temperature .....	59
5.8 Illustration of the relationship between the ultimate tensile strength (UTS) of the specimens and sensitization time .....	61
5.9 Schematic of chromium-depletion profiles at two times .....	62
5.10 Micrograph shows the microstructures of the fracture surface for various sensitized specimens	
5.10a at 0-hour sensitization .....	63
5.10b at 8-hour sensitization .....	64
5.10c at 16-hour sensitization .....	65
5.11 Illustration of the schematic summary of anodic dissolution mechanism .....	66
5.12 Illustration of the schematic diagram of anodic dissolution SCC (a) and ductile overload failure (b) .....	67
5.13 Illustration of the relationship between UTS, change in the S parameter for various sensitization times .....	69