

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 4 日現在

機関番号：11301

研究種目：基盤研究(B)

研究期間：2011～2013

課題番号：23360421

研究課題名(和文) 高速磁化過程に着目した非線形渦電流法による高クロム鋼のクリープ損傷に伴う組織評価

研究課題名(英文) Evaluation of creep damage of high Cr ferritic steel by non-linear eddy current testing focusing on dynamic magnetization process

研究代表者

内一 哲哉 (UCHIMOTO, Tetsuya)

東北大学・流体科学研究所・准教授

研究者番号：70313038

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 14,400,000円、(間接経費) 4,320,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、高速増殖炉の実証炉JSFRの構造材として用いられる改良9Cr-1Mo鋼のクリープ損傷に伴う金属組織の変化を非線形渦電流法に基づいて非破壊で評価する手法の有効性を検討した。このために、クリープ強度に密接に関連する転位構造と析出物を定量的に分析するとともに、動的磁化過程における周波数応答を、磁気光学効果測定と有限要素解析を用いて検討した。両者の関係から、析出物と転位構造と動的磁気応答との関係について原理を含めて明らかにした。また、得られた測定原理に基づいて非線形渦電流法を用いて改良9Cr-1Mo鋼のクリープ試験片を評価し、クリープ損傷に伴う組織変化の非破壊評価の可能性を示した。

研究成果の概要(英文)：This study investigates the possibility of nondestructive evaluation of structural changes by creep damage of Mod. 9Cr-1Mo steel which is used for structural material of the Japanese demonstration reactor of fast breeder, JSFR. For the purpose, dislocation density and precipitations of creep specimens were quantitatively analyzed, and frequency response of dynamic magnetization process were evaluated by the magneto-optical Kerr effect measurements and the FEM analysis of electromagnetic field. Through these investigations, the relation between structural change of creep specimens and dynamic response of magnetization were organized and the mechanism was discussed. Based on the measuring principle, the creep specimens of Mod. 9Cr-1Mo steel were evaluated by the non-linear eddy current method and the feasibility of evaluating structural change by creep damage was demonstrated.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：総合工学・原子力学

キーワード：非破壊評価 高クロム耐熱鋼 クリープ損傷 動的磁化過程

1. 研究開始当初の背景

高 Cr フェライト系耐熱鋼は、高いクリープ強度を有していることから、超々臨界圧火力発電プラントのボイラ用鋼として約 600℃で使用されている。熱膨張率が小さい利点もあり、次世代の高温原子力の構造材料として用いることが検討されている。高速増殖炉の実証炉として位置づけられる JSFR (Japan Sodium-cooled Fast Reactor) においても、主冷却配管等の候補材料として高 Cr フェライト系耐熱鋼の改良 9Cr-1Mo 鋼が挙げられている。

クリープ損傷の場合、キャビティの発生と連結によりき裂が伝播するために、き裂の発生時点での寿命消費が高い。従って、き裂の発生前に強度と密接に関連する転位構造や析出物等の金属組織を把握することが重要である。JSFR の設計寿命は 60 年であり、試験が困難な 60 年後までの実証炉の健全性確保には、温度加速試験に基づく材料強度評価の妥当性の検証の他に、運転開始後の実機材料の非破壊試験による健全性評価が望まれる。

2. 研究の目的

本研究では、代表的な高 Cr フェライト系耐熱鋼である改良 9Cr-1Mo 鋼のクリープ損傷に伴う金属組織の変化を非線形渦電流法に基づいて非破壊で評価する手法の有効性の検証をめざす。クリープ強度に密接に関連する転位構造と析出物を定量的に評価するために、動的磁化過程における周波数応答と組織の間関係について原理を含めて明らかにする。さらに明らかになった関係に基づいて、申請者が提案する非線形渦電流法を用いた金属組織の非破壊評価の可能性を示す。

3. 研究の方法

(1) 改良 9Cr-1Mo 鋼試験片の作製と分析

本研究では改良 9Cr-1Mo 鋼の 2 種類の供試材 A、B より熱時効試験片(供試材 A)およびクリープ試験片(供試材 A、B)を作製した。熱時効試験片を 16 個、供試材 A のクリープ試験片を 6 個、供試材 B のクリープ試験片を 7 個用いている。熱時効試験片はそれぞれ 500、550、600、650、700、750、800、850、900、950、1000、1100、1200、1300、1400、1500、1600、1700、1800、1900、2000、2100、2200、2300、2400、2500、2600、2700、2800、2900、3000、3100、3200、3300、3400、3500、3600、3700、3800、3900、4000、4100、4200、4300、4400、4500、4600、4700、4800、4900、5000、5100、5200、5300、5400、5500、5600、5700、5800、5900、6000、6100、6200、6300、6400、6500、6600、6700、6800、6900、7000、7100、7200、7300、7400、7500、7600、7700、7800、7900、8000、8100、8200、8300、8400、8500、8600、8700、8800、8900、9000、9100、9200、9300、9400、9500、9600、9700、9800、9900、10000h 処理したものである。クリープ試験片はそれぞれ 550、600、650、700、750、800、850、900、950、1000、1100、1200、1300、1400、1500、1600、1700、1800、1900、2000、2100、2200、2300、2400、2500、2600、2700、2800、2900、3000、3100、3200、3300、3400、3500、3600、3700、3800、3900、4000、4100、4200、4300、4400、4500、4600、4700、4800、4900、5000h で個別に荷重を設定し、破断するまで処理したものである。

(2) 交流磁化特性の評価と有限要素電磁場解析

磁気特性の評価を行うために B-H ループアナライザを用いて磁化曲線の測定を行う。使用した B-H ループアナライザの構成を図 1 に示す。B-H ループアナライザは、円柱状試験片と同軸の励磁コイルと検出コイルから構成される。励磁コイルにより試験片の外部磁場を変化させ、このときの試験片の磁化変化を検出コイル信号から解析し、試験片の B-H カーブを評価する。試験片は直径 3 mm、長

さ 30 mm の円柱状のものを使用する。

B-H ループアナライザの実験体系に基づいて有限要素法による電磁場解析を行う。Maxwell 方程式に対して、準定常近似を仮定し、磁気ベクトルポテンシャルおよび電気スカラーポテンシャルを未知数として解析を行う。本研究では軸対象として解析を行うため、対称性から電気スカラーポテンシャルは零となる。

(3) 磁気光学効果の測定

図 2 に本研究で用いた MOKE 測定装置を示す。MOKE は、磁性体の表面で直線偏光が反射されるときにその偏光面が回転または楕円化する現象である。偏光面の回転角は偏光を反射する磁性体の磁化に比例するため、MOKE を利用して磁化曲線を測定することが可能である。レーザ発振器 (35mW 半導体レーザ) より照射されたレーザは、励磁コイル内の試験片表面で反射される。コイルにより磁化された試験片にて反射されたレーザ光は MOKE により偏光面が回転する。この反射光は偏光ビームスプリッタで分割され、それぞれにフォトディテクタ (Si PIN フォトダイオード) で受光、光量に応じた出力を差動出力としてロックインアンプを介して測定する。このとき、試験片の磁化が 0 の際に差動出力が 0 となるように試験片に入射するレーザの偏光面は垂直方向から 45°傾くよう半波長板で調整を行なっている。

本実験においては計測精度向上のため時間分解 MOKE 計測システムを採用している。試験片の励磁信号と同期したパルス方形波によってレーザの照射を制御し、ごく短い時間領域において MOKE 測定を行う。パルス方形波の遅れ時間を適切に制御することで磁化過程全体を任意点数に分割し、各点の測定を行う。本研究においては励磁波形を 36 点に分割し測定した。

(4) 非線形渦電流法によるクリープ試験片の測定

電磁非破壊手法のひとつである非線形渦電流法について、クリープ損傷による組織変化の評価可能性を検討した。図 3 に非線形渦電流法の測定装置を示す。測定には外径 2 mm、内径 1 mm、高さ 2 mm、巻数 200 ターンの励磁コイルと外径 2 mm、内径 1 mm、高さ 4 mm、巻数 400 ターンの検出コイルを同軸上に配置したフェライトコア付き上置プローブを使用し、試験周波数を 5 kHz、50 kHz とした。また、励磁信号、検出信号から得られるリサージュ波形において、磁気ヒステリシス曲線の残留磁化に相当する電圧値を残留磁化相当と定義する。

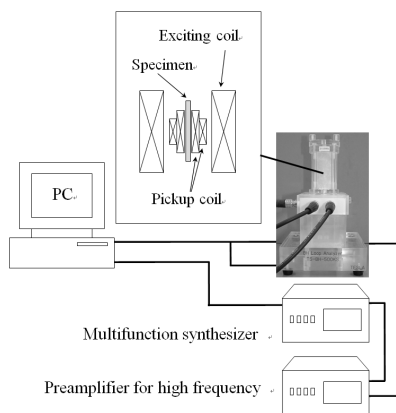


図 1 B-H ループアナライザの構成

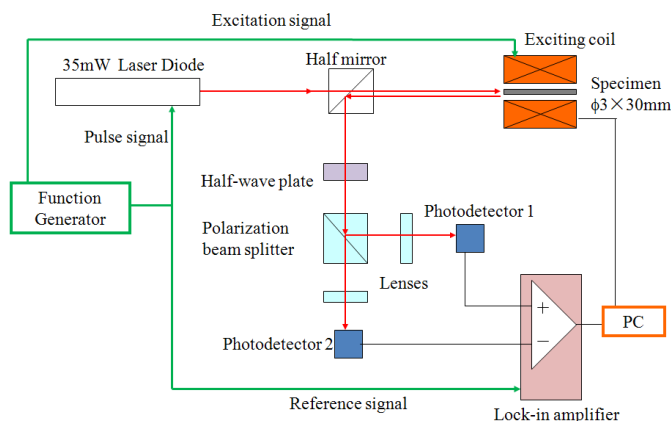


図 2 MOKE 測定システムの構成

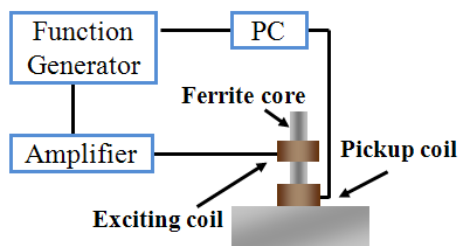


図 3 非線形渦電流法の測定システム

4. 研究成果

(1) クリープ試験片の交流磁化特性

B-H ループアナライザにより各試験体の交流磁化曲線を測定した。試験片の形状は、直径 3mm、長さ 30mm の円柱状である。測定は印加磁場 19 Oe で行った。測定周波数 50 kHz における交流磁化曲線の測定結果の例を図 4 に示す。ここでは、縦軸との交点を残留磁化と定義する。50 kHz における熱時効試験片の残留磁化と Larson-Miller Parameter(LMP)との関係を図 5 に示す。また同図にクリープ試験片に対する結果も合わせて示す。尚、LMP の定義は $LMP = T \cdot (20 + \log t)$ と定義する。ここで、 T は絶対温度、 t は試験時間である。

図 5 から熱時効の残留磁化は LMP とともに増加することがわかる。熱時効試験片の SEM 観察から LMP が大きくなるにつれ M23C6 炭化物が粗大化することが確認されており、残留磁化の増加の要因と考えられる。クリープ試験片の残留磁化は熱時効試験片とは異なり、大きく低下するものがみられた。熱時効と異なるクリープ損傷に伴う相変化として、MX 窒炭化物の減少、Z 相の析出が報告されている。また、Z 相の生成には MX 窒炭化物を必要とすることから、及びのいずれかまたは双方が残留磁化低下の要因である可能性がある。

5 kHz におけるクリープ試験片 A 試験片の残留磁化と X 線回折算出されるピークの積分幅 β との関係を図 6 に示す。積分幅 β を用いることで広義の転位密度の相対値を評価した。積分幅 β の減少すなわち転位構造の回復に対して残留磁化が低下していることがわかる。以上から、析出物の変化に対しては 50 kHz での残留磁化、転位構造の変化は 5 kHz での残留磁化を測定することで評価することが可能であると考えられる。

有限要素数値解析に基づいて交流磁気特性の評価を行った。ここでは、線形の磁気特性を仮定した。導電率および比透磁率についてパラメータサーベイを行った結果、導電率が増加すると図 4 に示される交流磁化曲線の楕円の傾きが小さくなる傾向が確認でき、比透磁率が増加すると楕円の短軸が長くなる傾向が確認できた。この傾向を基に B-H ループアナライザの実験結果と一致するような等価導電率および等価比透磁率を評価した。実験結果と解析結果の比較を LMP に対して整理した結果を図 7 に示す。図 7 から等価導電率は LMP に対して減少傾向がみられ、等価比透磁率は LMP に対して増加傾向がみられた。

熱時効試験片の直流磁化曲線を測定した結果、磁化特性は時効条件によって変化を示さず、また導電率については 2.2×10^6 S/m でほぼ一定であった。そのため本研究における磁気特性変化は、高周波領域で顕著となる異常渦電流損失が原因であると考えられる。また、異常渦電流損失は単位面積当たりの磁壁数に依存することが報告されており、LMP の増大とともに析出物が粗大化することから、交流磁気特性変化は析出物挙動に伴う磁区サイズ変化を反映していると考えられる。

(2) MOKE による渦電流・磁化分離測定

MOKE の測定では検出信号と励磁信号とを併せて磁化相当曲線を描画し磁気特性の評価を行った。印加磁場を 19 Oe、励磁周波数を 50 kHz とした。ここで、磁化相当曲線と縦軸の交点間距離を残留磁化相当と定義し、本研究における評価パラメータとして導入する。また MOKE の測定結果について、試験片の表面状態による反射レーザー光強度の差異を無視するため、得られた最大磁化相当を 1

に規格化して検討する。図8にMOKEによるクリープ試験片の測定結果を示す。クリープ試験片の残留磁化相当はLMPの増加と共に減少の傾向を示しており、特に高LMP側において信号が大きく低下していることが確認できる。この高LMP側における信号の低下について、木村らによって提案されている領域分割法に基づき検討を行った。これは、クリープ試験における負荷応力に依存して生じる焼戻しマルテンサイト組織回復の差異を考慮して応力-破断時間曲線を2領域に分割する手法であるが、このうち低応力側に属する試験片についてMOKE信号が大きく低下していることが確認された。これよりMOKE信号の減少は、低応力域で生じるとされる旧オーステナイト粒界近傍を中心とした不均一な組織回復に起因するものと考えられる。また、非線形渦電流法による熱時効試験片の測定信号はM23C6炭化物に影響されるとされているが、これも旧オーステナイト粒界近傍にて粗大化が確認できる。そのため、50kHzにおける磁気特性評価は旧オーステナイト粒界近傍における組織変化に敏感であると推察されるが、その詳細については今後検討が必要である。

(3) 非線形渦電流法による測定

非線形渦電流法の測定結果を図9および図10に示す。B-Hループによる交流磁化特性評価と同様に、析出物の変化に対しては50kHzでの残留磁化、転位構造の変化は5kHzでの残留磁化を測定することで評価することが可能であることが示されている。

また、図10に着目すると、MOKEの場合と同様に低応力・長時間側に属する試験片の信号の低下が確認された。そこで、非線形渦電流法における熱時効試験片の信号からのクリープ試験片の信号の低下量 $d[V]$ を用いてクリープ推定寿命の評価を試みた。 d に対して実破断時間 $t_f[h]$ と推定寿命 $t_e[h]$ の比 t_f/t_e の関係を示したものを図11に示す。これより、クリープ試験片の破断部近傍と把持部の無荷重域の比較から d を検討することでクリープ破断の推定寿命の低下を評価することが可能であると考えられる。さらに、過去の熱時効試験における信号の近似直線との比較を行うことで実機において推定寿命が評価できる可能性がある。

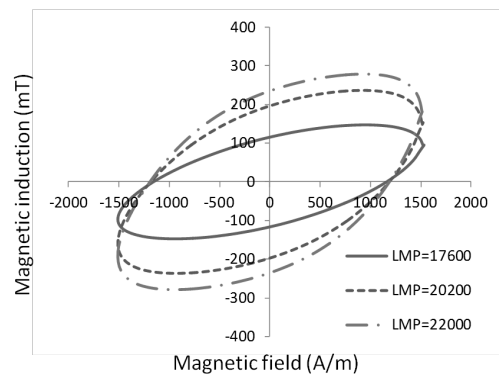


図4 熱時効試験片の交流磁化曲線 (50kHz)

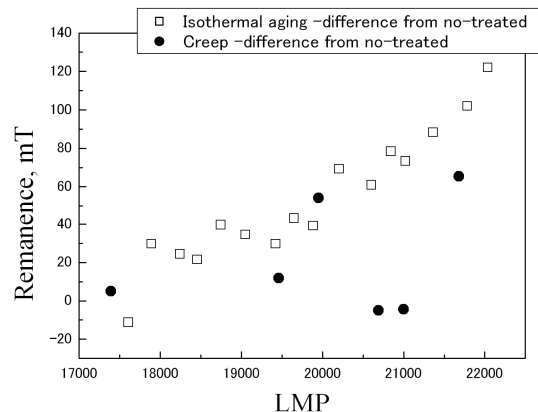


図5 50 kHzにおける残留磁化とLMP

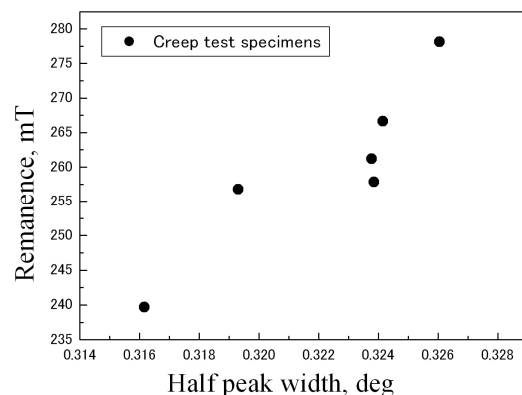


図6 5 kHzにおける残留磁化とXRD積分幅

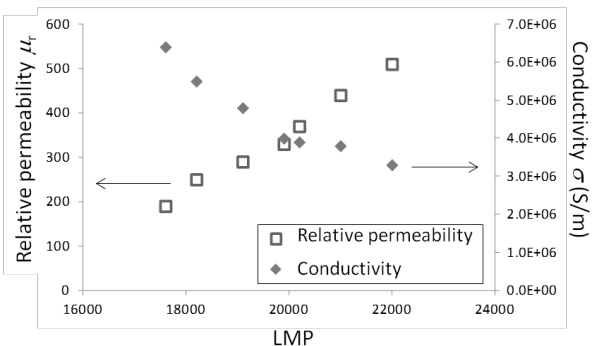


図7 LMPと等価透磁率, 等価導電率との関係

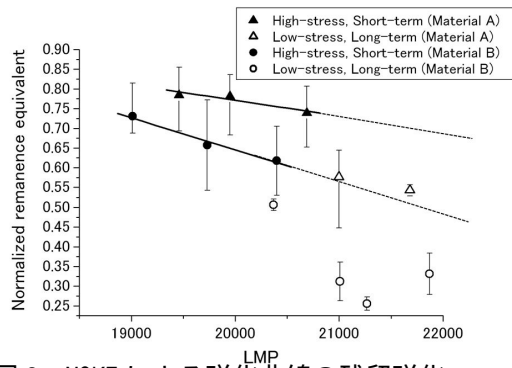


図 8 MOKE による磁化曲線の残留磁化

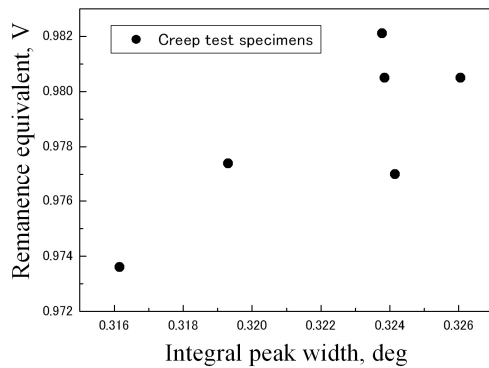


図 9 非線形渦電流法による残留磁化相当 (試験周波数 5 kHz)

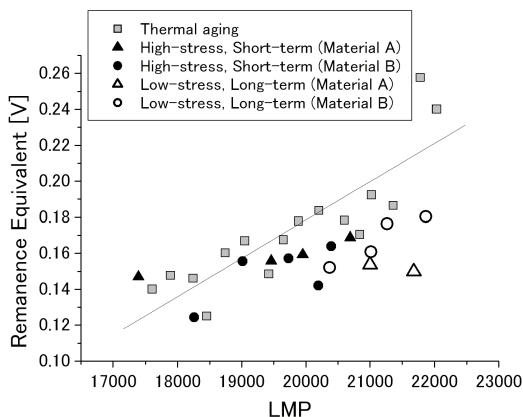


図 10 非線形渦電流法による残留磁化相当 (試験周波数 50 kHz)

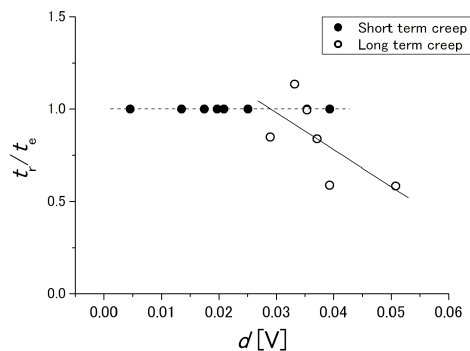


図 11 非線形渦電流法によるクリープ寿命の寿命の評価

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文](計2件)

Tetsuya Uchimoto, Toshiyuki Takagi, Keitaro Ohtaki, Yoichi Takeda and Akira Kawasaki, Electromagnetic modeling of fatigue cracks in plant environment for eddy current testing, International Journal of Applied Electromagnetics and Mechanics, 査読有、39巻、2012年、261-268、DOI:10.3233/JAE-2012-1469

Katsuhiko Yamaguchi, Kenji Suzuki, Tsugiko Takase, Osamu Nittono, Tetsuya Uchimoto and Toshiyuki Takagi, Hysteresis properties for local magnetic sites distribution on grain boundary, Physica B, 査読有、407巻、2012年、1420-1423、DOI:10.1016/j.physb.2011.10.007

[学会発表](計6件)

松本 貴則, 内一 哲哉, 高木 敏行, 高屋 茂, 改良 9Cr-1Mo 鋼のクリープ損傷の電磁非破壊評価の数値電磁解析による検討、安全・安心な社会を築く先進材料・非破壊計測技術 次世代高温環境センサ研究会 合同シンポジウム、2014年3月10日、東京

Tetsuya Uchimoto, Toshiyuki Takagi, Evaluation of Creep Damage of High Cr Ferritic Steels by Magnetic Nondestructive Testing Methods, International Workshop on Flow Dynamics related to Energy, Aerospace and Material Processing、2013年9月10日、スウェーデン・KTH

高橋洋平, 内一 哲哉, 高木敏行、非線形渦電流法による 12CrMoWV 鋼のクリープ損傷評価、日本機械学会東北支部第 48 期総会・講演会、2013年03月15日、宮城 Tetsuya Uchimoto, Nondestructive

Evaluation of Material Degradation and Damage in Power Plants, The Twelfth International Symposium on Advanced Fluid Information and

Transdisciplinary Fluid Integration、2012年9月20日、宮城

澁谷健太郎, 内一 哲哉, 高木敏行, 高屋 茂、動的磁化過程に着目した改良 9Cr-1Mo 鋼のクリープ損傷に伴う組織評価、日本機械学会東北支部 第 47 期総会・講演会、2012年03月13日、宮城

澁谷健太郎, 内一 哲哉, 高木敏行, 高谷 茂、高速磁化過程に着目した電磁非破壊評価法に基づく改良 9Cr-1Mo 鋼のクリープ損傷評価、平成 23 年度日本設備管理学会秋季研究発表大会 第 3 回検査・評価・保全に関する連携講演会、2011年12月16日、大阪

〔図書〕(計 0件)
特になし

〔産業財産権〕
特になし

〔その他〕
特になし

6. 研究組織

(1) 研究代表者

内一 哲哉 (UCHIMOTO, Tetsuya)
東北大学・流体科学研究所・准教授
研究者番号：70313038

(2) 研究分担者

高木 敏行 (TAKAGI, Toshiyuki)
東北大学・流体科学研究所・教授
研究者番号：20197065

三木 寛之 (MIKI, Hiroyuki)
東北大学・学際科学フロンティア研究所・
准教授
研究者番号：80325943

高屋 茂 (TAKAYA, Shigeru)
独立行政法人日本原子力研究開発機構・次
世代原子力システム研究開発部門・研究副
主幹
研究者番号：80421585