

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 6 月 6 日現在

機関番号：14301

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2011～2015

課題番号：23560503

研究課題名(和文) 表面改質層センサを利用したステンレス鋼の高精度劣化診断システムの開発

研究課題名(英文) Development of a deterioration evaluation system for stainless steel using a work-affected layer sensor

研究代表者

木下 勝之(Kinoshita, Katsuyuki)

京都大学・エネルギー科学研究科・准教授

研究者番号：80325240

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,500,000円

研究成果の概要(和文)：本課題では、生産過程において金属表面に発生する表面改質層を劣化センサとして利用したステンレス鋼の高精度疲労劣化診断システムの開発を行なった。システム開発のため、表面改質層の磁気特性に影響を与える因子の解明、応力依存性の評価、表面改質層の磁気特性と疲労劣化との関係を明らかにした。最終的に表面改質層の磁気特性の変化を測定することによって、繰返し数0回から繰返し数増加の影響をモニタリングできることがわかった。

研究成果の概要(英文)：In this study, an evaluation system using an inherent magnetic sensor based on a work-affected layer, generated on a metal surface during production process, for the evaluation of fatigue deterioration in stainless steel was developed. The factors determining the magnetic properties of the inherent magnetic sensor, the relationship between the magnetic properties and tensile stress, and the relationship between magnetic properties and tensile cyclic deformation were demonstrated by experiments and through analysis. Finally, the increase in the number of cycles from zero cycles was monitored by measuring the change of magnetic properties in the work-affected layer during the plane bending fatigue test.

研究分野：連続体力学

キーワード：非破壊評価 ステンレス鋼 表面改質層 マルテンサイト相

1. 研究開始当初の背景

(1) オーステナイト系ステンレス鋼 (以後、ステンレス鋼) は、耐食性に優れるため原子力機器などエネルギー機器において重要な構造材料である。近年、ステンレス鋼が塑性ひずみによって磁性を持つマルテンサイト相を生成するため、磁気的手法による疲労劣化診断が注目されている。しかし、その評価はマルテンサイト相が大きく発生するき裂発生以後の場合に限られている。

(2) 一方、金属材料表面には、表面改質層と呼ばれるフライス加工や研削などの機械加工によって材質的に変化した表面層を有している。表面層は塑性変形層を有しているため、マルテンサイト相が既に生じており、これをセンサ材料として利用できれば材料劣化をき裂発生以前の状態から評価できる可能性がある。ただし、表面改質層厚さは、数  $\mu\text{m}$  から  $100\mu\text{m}$  程度と非常に薄いため、層内では 20%程度マルテンサイト相が生じていても、材料全体としては 1%以下の体積分率しかないため、非常に高感度な磁気計測法が必要となる。

2. 研究の目的

本研究の目的は、薄膜の磁気特性を計測できる申請者が開発した電磁交流インピーダンス法と表面改質層センサを用いて、ステンレス鋼の高精度劣化診断システムを開発することである。具体的には、表面改質層の磁気特性を決定する要因の調査、磁気特性に対する応力および繰返し変形の影響評価を行うことである。

3. 研究の方法

(1) 電磁交流インピーダンス法

① 測定原理

電磁交流インピーダンス法 (以後 EMI 法) は、直流磁場下で試験片に設置したコイルのインピーダンスを計測することによって、試験片の磁場による透磁率変化を計測する手法である。コイルに流す交流電流の周波数を調節することで試験片表面部の透磁率特性を計測することが可能である。本研究ではさらに、コイルの交流共振を利用できるようにコイル形状および寸法を改良して、これまでより微弱な透磁率変化を計測可能にした。また、EMI 法ではコイルに矩形型コイルを用いているため、任意方向の透磁率特性を計測可能である。この特徴を利用して、本研究では試験片長軸方向と幅方向の 2 方向の透磁率特性を計測している。

② 評価方法

EMI 法によって計測される信号は、透磁率に相当するインピーダンス値のため、通常磁気特性の特徴量として用いられる飽和磁化などの指標は用いることができない。そこで、指数関数を用いて、図 1 に示すインピーダンス変化率と磁場の関係を近似し、近似関数の

係数 (例えば、評価パラメータ  $\alpha$ ) でステンレス鋼の透磁率の変化量などを評価した。さらに、Fig.1 のハッチ領域について近似曲線を積分することによって、面積を計算し、それを評価パラメータ  $\phi$  とした。

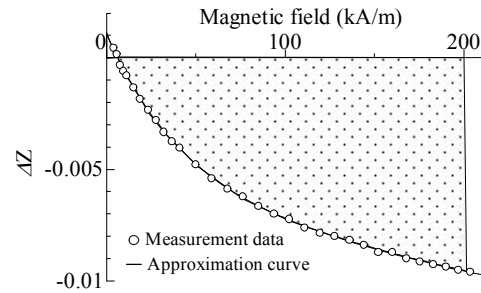


Fig.1 EMI 法の評価パラメータの定義

(2) 試料と組織観察

試験片は市販の冷間圧延 SUS304 ステンレス鋼板とし、製造段階で圧延およびバフ処理をされた 2B 材と #400 材を用いた。異なるマルテンサイト相を発生させるために、最大ひずみを 5% から 50% まで与えた。また、マルテンサイト相の構造を調べるために、試験片表面をバフ研磨後、Table 1 に示す組成の試薬の中に試験片を浸漬し、浸漬腐食を行った。

Table 1 化学エッチング溶液の組成

Etchant		Etching conditions
HNO <sub>3</sub>	50 ml	Sol. Temperature = 15°C and etching time = 30 s.
HCl	5 ml	
H <sub>2</sub> O	20 ml	
FeCl <sub>3</sub> ·6H <sub>2</sub> O	5 g	

(3) SUS304 鋼のマイクロメカニクスモデル

マルテンサイト相の磁気特性を支配する要因を調べるために、Fig.2 に示すように SUS304 鋼を強磁性マルテンサイト相粒子を持つ磁性複合材料としてモデル化し、マルテンサイト相の体積分率、アスペクト比、配向角が磁気特性に与える影響をシミュレーションした。強磁性体であるマルテンサイト相の磁気特性を Jiles-Atherton モデルによって記述し、非磁性体であるオーステナイト相を含めた SUS304 の磁気特性は等価介在物理論を用いて記述した。さらに、コイルのインピーダンスは矩形コイルの理論式を用いて求めた。

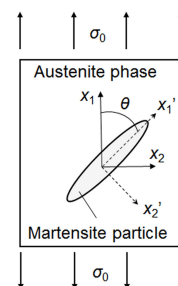


Fig.2 SUS304 マイクロメカニクスモデル

#### (4) 疲労試験

SUS304 鋼の高サイクル疲労試験を行なうため、Fig.3 に示す小型平面曲げ疲労試験機を製作した。クランクの回転運動をこの往復運動に変換する機構であり、モーター軸の偏心量を変えることで曲げモーメントを制御できるようにした。また、ねじり式ロードセルによって、繰返し数を測定し、任意の繰返し数で試験機を停止することが可能である。また、破断時には自動停止させることも可能である。

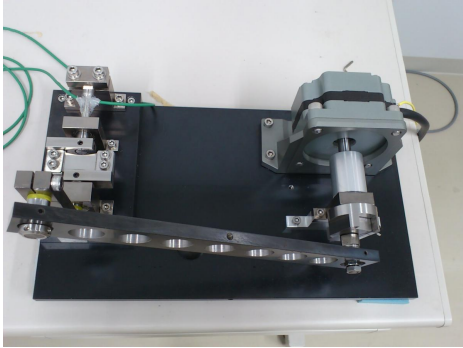


Fig.3 小型平面曲げ疲労試験装置

#### 4. 研究成果

(1) マルテンサイト相の磁気特性の支配要因調査

① 異なる最大ひずみを与えた SUS304 鋼試験片の磁気特性を EMI 法で測定し、化学エッチングによる組織観察とマイクロメカニクスモデルのシミュレーションを行い、マルテンサイト相の磁気特性を支配する要因を調査した。その結果を以下に示す。Fig.4 は EMI で計測したインピーダンス-外部磁場曲線から求めた評価パラメータ  $\alpha$  と最大引張ひずみの関係を示している。最大ひずみに対して、 $\alpha$  が 2 次曲線的に変化していることがわかる。

② Fig.5 に最大ひずみ 5%、20%、50% のときのマルテンサイト相の可視化画像を、Fig.6 に SUS304 マイクロメカニクスモデルで解析したインピーダンス-外部磁場曲線から求めた  $\alpha$  と最大ひずみの関係を示す。なお、最大ひずみは、マルテンサイト相分率に対応した 2B 材のひずみ値である。マルテンサイトは、最大ひずみ 5% のとき、結晶粒内に針状組織として生成し、負荷方向に対してほぼ 45° 方向に配向している。最大ひずみが増加するに従い配向角が減少するとともに、針状組織から塊状組織に変化し、負荷方向に伸張している様子が観察できる。シミュレーション結果では、マルテンサイト粒子のアスペクト比（長軸長さ/短軸長さ）と体積分率がマルテンサイト相の磁気特性に与える影響についてみる事ができる。アスペクト比が 50 のとき、最大ひずみ、つまり体積分率が大きくなるに従い  $\alpha$  は線形に増加している、一方、アスペクト比が 150 になると、体積分率が増加するにしたがい 2 次曲線的に  $\alpha$  は増加して

いる。つまり、最大ひずみが大きくなるとマルテンサイト相が伸張するため、アスペクト比が増加し Fig.4 で示された実験結果となったと説明できる。以前の研究<sup>(1)</sup>より内部応力がマルテンサイト相の磁気特性に影響を与えることがわかっている。また、図に示した結果とは別の研究<sup>(2)</sup>において、配向角の影響も考慮できるマイクロメカニクスモデルを用いて、同様の解析をした結果、配向角も体積分率、アスペクト比と同等に重要な支配パラメータであることがわかった。

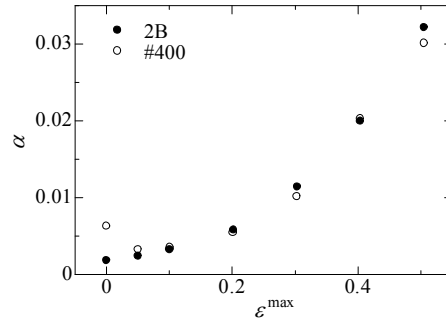


Fig.4 SUS304 鋼の透磁率特性と最大ひずみの関係 (実験結果)

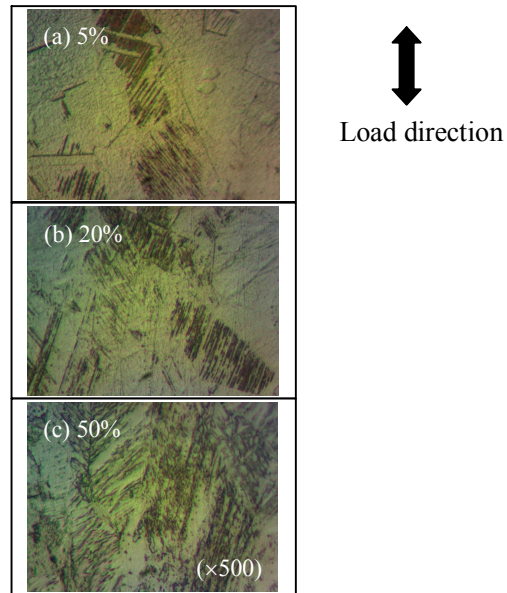


Fig.5 SUS304 鋼の表面処理画像 (黒色がマルテンサイト相)

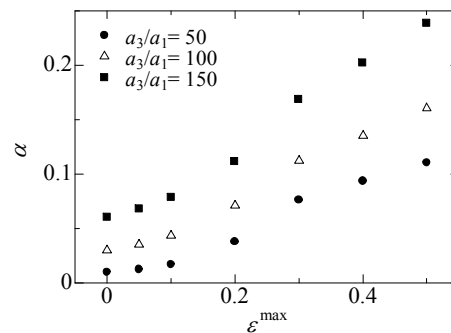


Fig.6 SUS304 鋼の透磁率特性と最大ひずみの関係 (解析結果)

(2) マルテンサイト相の応力磁気特性

異なる最大ひずみを与えた SUS304 鋼試験片 (2B 材) に対して引張応力を負荷させた状態で磁気特性を EMI 法で測定し、マルテンサイト相の磁気特性に対する引張応力の影響を調査した。Fig.7 に試験片長軸方向の透磁率特性と引張応力の関係、Fig.8 に幅方向の透磁率特性と引張応力の関係を最大ひずみごとに示す。なお、L と T はそれぞれ、長軸方向と幅方向を表す。最大ひずみ(c)20%と(d)10%を除き、負荷応力が増加するにつれて、 $\phi^L$  と  $\phi^T$  とともに減少傾向を示している。これは、引張応力が増加するにつれて透磁率の変化量が減少していることを示し、引張応力方向がマルテンサイト相の磁化困難軸であることを意味している。また、長軸方向と幅方向で同じ傾向を示すのは、マルテンサイト相の配向角が 45°付近の場合、理論的に説明できることがわかった。最大ひずみ 10%と 20%で応力依存性がみられない原因としては、先行研究において最大ひずみ 25%で内部引張応力が最大となり、その後緩和する結果がでている。よって、内部応力の影響が考えられるが、今後さらに調査が必要である。

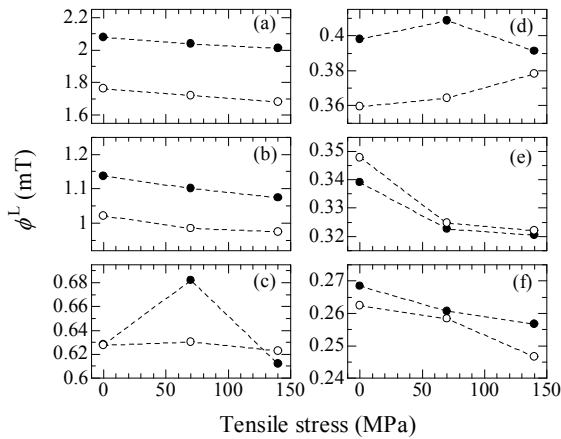


Fig. 7 最大ひずみ(a)40%, (b)30%, (c)20%, (d)10%, (e)5%, (f)0%における試験片長軸方向の透磁率特性と引張応力の関係

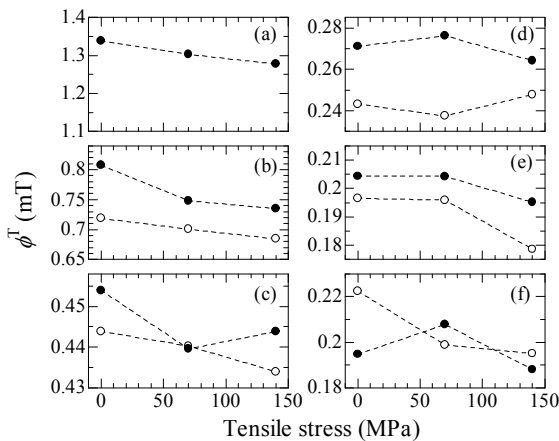


Fig. 8 最大ひずみ(a)40%, (b)30%, (c)20%, (d)10%, (e)5%, (f)0%における試験片幅方向の透磁率特性と引張応力の関係

(3) マルテンサイト相の磁気特性に対する引張繰返し変形の影響

① SUS304 鋼の磁気特性に対する繰返し引張変形の影響とその変動要因について調査した。最大ひずみ 0%と 30%を与えた試験片に繰返し引張変形を与え、任意繰返し数ごとに EMI 法を用いて、それらの透磁率特性を試験片長軸方向と幅方向について計測した。なお、以後最大ひずみ 0%の試験片を S0 試験片、最大ひずみ 30%の試験片を S30 試験片と呼ぶ。Fig.9(a)と(b)に繰返し数 0 (S30 試験片) および 1 (S0 試験片) を基準とした長軸方向の  $\phi$  の変化率  $\Delta\phi_L$  と繰返し数の関係を示す。全ての試験片において、繰返し数の増加とともに  $\Delta\phi$  は増減を繰返しなが、全体としては増加や減少傾向を示さずに推移していく様子がみられる。次に Fig.10(a)と(b)に長軸方向と同じ基準繰返し数に対する幅方向の  $\phi$  の変化率  $\Delta\phi_T$  と繰返し数の関係を示す。長軸方向とほぼ同じく  $\Delta\phi_T$  は増減を繰返しなが、推移しているが、一部全体的にも減少傾向にある試験片が見られる。

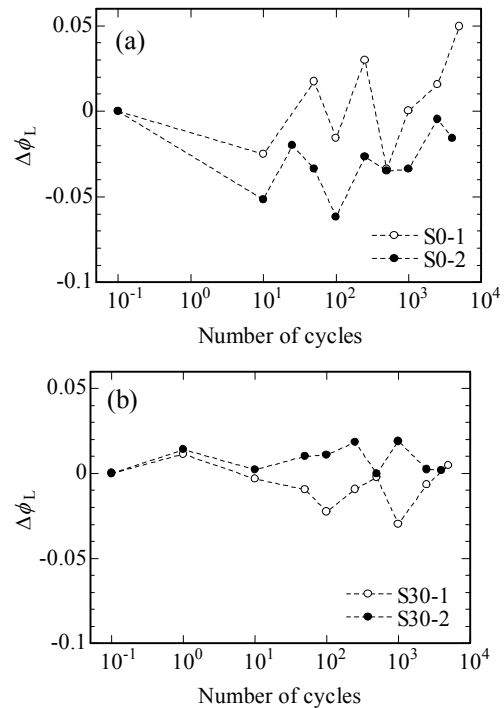
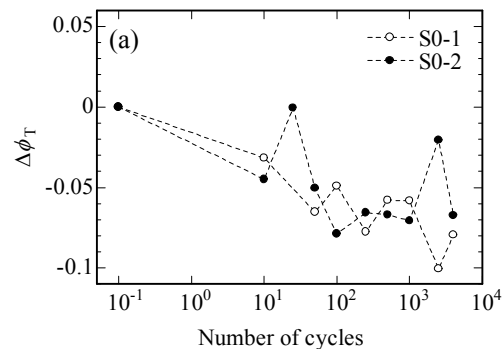


Fig.9 異なる最大ひずみ(a) 0%, (b)30%の SUS304 鋼における繰返し数と  $\Delta\phi_L$  の関係



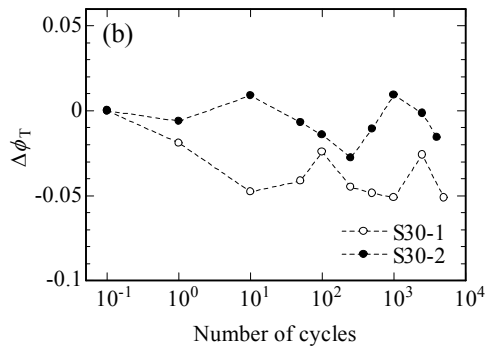


Fig.10 異なる最大ひずみ(a) 0%, (b)30%の SUS304 鋼における繰返し数と  $\Delta\phi_T$  の関係

② 透磁率特性の増減要因を調べるために、焼鈍し試験前後で透磁率特性を計測した。Table 2 に繰返し試験を行った試験片の初期状態、繰返し試験後と焼鈍し後に計測した  $\phi_L$  とさらに初期状態の  $\phi_L$  に対する焼鈍し後の  $\phi_L$  の比  $D\phi_L$  を示す。なお、CS0 と CS30 は比較材であり、最大ひずみのみ与えて、繰返し変形を与えていない試験片である。S0, S30 試験片ともに焼鈍しをすることによって大きく  $\phi_L$  が増加している。引張応力方向がマルテンサイト相の磁化困難軸方向であることから、焼鈍し処理による  $\phi_L$  の回復は繰返し試験によって生じた内部引張応力が消失したためである。一方、比較材の  $D\phi_L$  は、繰返し試験片以下の値になっていることから、繰返し試験によってマルテンサイト相が増加したと考えられる。よって、繰返し試験における透磁率特性の増減は、マルテンサイト相分率の増加による  $\phi_L$  の増加と内部引張応力による  $\phi_L$  の減少の割合が確率的に変化するため起こる現象と考えられる。

Table 2 応力焼きなまし試験前後の  $\phi_L$  の比較

Specimen	Initial state	After cyclic test	After annealing	$D\phi_L$
S0-1	0.33	0.33	0.46	0.37
CS0	0.39		0.45	0.13
S30-2	2.54	2.56	3.00	0.18
CS30	2.57		2.94	0.14

#### (4) 表面改質層センサの機能評価

SUS304 鋼試験片 (2B 材) について高サイクル平面曲げ疲労試験を行い、任意繰返し数ごとに EMI 法で磁気特性を計測し、表面改質層がセンサ材料として機能するか調査した。Fig.11 に試験片長軸方向と幅方向の EMI パラメータ  $\phi$  と繰返し数の関係を示す。なお、x 軸を対数表示しているため、繰返し数 0 回を  $10^{-1}$  回として表示している。 $\phi$  は長軸方向、幅方向ともに繰返し数  $10^2$  まで減少し、その後微増減を示した後、繰返し数  $10^4$  から明確に増加を始めている。繰返し数  $1.2 \times 10^5$  で幅方向の  $\phi^T$  が急激に増加するのは、この繰返し数から目視できるマイクロクラックが試験

片幅方向に向かって生じたためである。試験片は、このあと  $1.3 \times 10^5$  回で破断した。同様の試験を表面改質層が除去された溶体化 2B 材について行なったところ、マイクロクラックが生じる  $6 \times 10^4$  回まで明確な信号変化を観察できなかった。よって、表面改質層を劣化センサとして用いることによって、繰返し数 0 回から SUS304 鋼の劣化状況を把握でき、非常に有効であることが確認できた。今後はさらに試験を続け、表面改質層センサの性能について評価していく予定である。

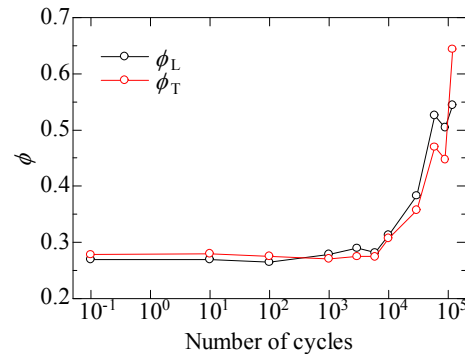


Fig.11 SUS304 鋼の平面曲げ疲労試験における繰返し数と  $\phi_L$  の関係

#### <引用文献>

- ① Katsuyuki KINOSHITA, Yu HASEGAWA, Eiji MATSUMOTO, Nondestructive Method for Evaluation of Deterioration of Austenitic Stainless Steel using Initial Magnetic Phase, International Journal of Applied Electromagnetics and Mechanics, 39, 2012, 375-380.
- ② 富本 雄介, SUS304 鋼の磁気特性に対するマルテンサイト相のアスペクト比と配向角の影響, 京都大学 工学部 卒業論文, 2014.

#### 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 3 件)

- ① Katsuyuki Kinoshita, Koki Uchida, Shoji Imatani, Behavior of inherent magnetic sensor in SUS304 stainless steel, International Journal of Applied Electromagnetics and Mechanics, 査読有, in press.
- ② K. Kinoshita, Influence of tensile stress on permeability properties of type 304 stainless steel, Journal of applied physics, 査読有, 117, 2015, 17B713, 2015. DOI: 10.1063/1.4913819
- ③ Katsuyuki Kinoshita, Ryo Nakazaki and Eiji Matsumoto, Variation of the magnetic properties of the martensite phase of SUS304 steel due to tensile deformation, International Journal of Applied Electromagnetics and Mechanics, 査読有, 45, 2014, 45-52. DOI: 10.3233/JAE-141811.

〔学会発表〕（計 6 件）

- ① 平尾 健太郎, 木下 勝之, 安部 正高, 今谷 勝次, SUS304 鋼の圧縮変形誘起マルテンサイト相の構造と磁気特性の関係, 日本機械学会関西支部第 91 期定時総会講演会, 2016.3.12, 大阪.
- ② Katsuyuki Kinoshita, Koki Uchida, Shoji Imatani, Behavior of inherent magnetic sensor in SUS304 stainless steel, The 17<sup>th</sup> International symposium on applied electromagnetic and mechanics, 2015.9.17, 兵庫.
- ③ K. Kinoshita, Influence of tensile stress on permeability properties of type 304 stainless steel, 59<sup>th</sup> Annual conference on magnetism and magnetic materials, 2014.11.6, Hawaii.
- ④ 内田晃輝, 木下勝之, 今谷勝次, SUS304 ステンレス鋼の磁気特性に対する繰返し引張変形の影響, 第 23 回 MAGDA コンファレンス in 高松, 2014.12.5, 高松.
- ⑤ Katsuyuki Kinoshita, Ryo Nakazaki and Eiji Matsumoto, Variation of the magnetic properties of the martensite phase of SUS304 steel due to tensile deformation, The 16<sup>th</sup> International symposium on applied electromagnetic and mechanics, 2013.9.7, Quebec.
- ⑥ 中崎 亮, 木下勝之, 安部正高, 松本英治, SUS304 鋼の表面改質層の磁気特性評価における計測周波数の影響, 第 21 回 MAGDA コンファレンス in 仙台, 2012.11.22, 仙台.

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

木下 勝之 (Kinoshita, Katsuyuki)  
京都大学・大学院エネルギー科学研究科・  
准教授  
研究者番号：8 0 3 2 5 2 4 0