

余寿命評価のための材料損傷診断技術の開発

川崎 弘嗣

大洗工学センター 要素技術開発部

資料番号:8-4

Development of Material Damage Detection Methods for Residual Life Assessment

Hirotsugu KAWASAKI Advanced Technology Division, O-arai Engineering Center

FBRの余寿命評価法開発に際し、構造材料中に生じるクリープ疲労損傷機構を解明する一つの手段として、非破壊的にミクロ損傷を検出する2つの有望な基礎的方法を検討した。超音波検出法は、クリー プ疲労試験による材料損傷及び熱過渡の繰返し試験による構造物損傷に対して、損傷量に対応した信号 変化を示した。その信号変化からの損傷程度の評価は、特に寿命初期の損傷に対して、超音波エコー波 形のウェープレット解析方法により可能であった。また、ミクロな組織変化計測が可能な微小硬さ試験 法は、粒界損傷の程度を硬さ変化として計測するのに適用できた。本計測法は、実機適用化の検討が必 要とされるが、ミクロ損傷機構解明のための非破壊検出法として適用できる。

In order to develop a remaining life assessment for the FBR plant, the two basic examinations using a nondestructive measurement method of the micro damage were performed as one of the procedures to clarify the creep-fatigue damage mechanism in the structural material. An ultrasonic wave signal corresponding to the amount of damage was obtained using the ultrasonic detection method, for the damaged material on the creep-fatigue material test and on the damaged components which were subject to the cyclic thermal transient loading. It is possible to evaluate the amount of damage from an ultrasonic wave signal by use of the wavelet analysis of ultrasonic echo, especially for the damaged state detection before crack initiation. The micro indentation method, which is measured in the micro region, may be applied to detect the damage on the grain boundary from the change of the micro hardness value. These non-destructive detection methods are available to clarify the micro damage mechanism, although some subjects are required for the actual application.

キーワード

余寿命診断、クリープ疲労、熱過渡、ミクロ損傷、非破壊計測法、超音波検出法、微小硬さ試験法、 ウェープレット解析

Remaining Life Assessment, Creep-fatigue, Thermal Transient, Micro Damage, Non-destructive Measurement Method, Ultrasonic Detection Method, Micro Indentation Method, Wavelet Analysis

1.はじめに

高速増殖炉(FBR)プラントでは、一つの主要 な損傷形態として、クリープ疲労によって構造材 料にミクロな損傷劣化が生じることが考えられ、 これによりマクロ的な損傷に至らないように設計 上の対応がなされている。そこで、プラントの長 寿命化(寿命延伸)を図るためには、クリープ疲 労による損傷機構に基づいて余寿命を診断する必 要がある。すなわち、構造材料中の損傷状態を検 出できれば、損傷機構を踏まえた評価手法により 寿命予測精度を向上させ、長時間外挿における裕 度の改善を図ることができる。さらに、寿命初期 の段階から損傷状態の変化を検出できれば、寿命 予測の信頼性は向上する。そこで、クリープ疲労 の損傷機構を解明するため、金属組織学的な観点 からミクロ損傷を解明する研究を行う一方、非破 壊的な方法により損傷検出法を開発する2つのア プローチで実施している。

損傷検出法の開発は、近年、プラントの経年劣 化の観点から火力や軽水炉等の分野でなされてき ており、プラントの健全性検査のため、超音波法 をはじめ各種の非破壊的損傷診断法が適用されて いる¹⁾。従来の非破壊的損傷診断法は、比較的マ クロな欠陥を対象としており、特に超音波法の適 用例は多く、き裂等の欠陥検出が主である。しか し、近年、材質劣化を検出するため、特定の金属 組織変化量等に着目したミクロな検出法の開発が 行われるようになってきた²⁾。

寿命の初期の段階から損傷量を検出するために は、例えばミクロき裂が発生する以前の損傷状態 を検出する方法を開発することが必要である。し かし、現状ではクリープ疲労の寿命初期の損傷を 非破壊的に検出し、損傷機構を解明した例はない。 そこで本報では、構造材料中に生じる寿命初期の クリープ疲労損傷機構を解明する一つの手段とし て、超音波法により寿命初期のミクロ損傷を計測 し、波形解析により損傷程度を検出する試みに加 え、ミクロ組織変化を計測可能とする微小硬さ計 により、硬さと超音波検出信号とを対応づけ、非 破壊的なミクロ損傷検出法を検討した結果につい て報告する。

2.余寿命診断技術開発に関する背景と課題

近年、軽水炉や火力発電プラント等に見られる ように、長年の使用から経年劣化が懸念されるよ うになると、プラントの長寿命化のため、構造物 の健全性検査方法の検討が必要とされるようにな った。このような情勢を踏まえ、FBRにおいても やがて訪れる経年劣化に対し、余寿命診断を行う ための手法開発を実施してきた。

FBR プラントでは、その運転が開始されると、 図1に示すように、定期的な保守が行われるが、 点検時に機器等に有害な欠陥が発見されると、補 修または交換する。ここで、原子炉構造材は運転 開始とともにミクロな損傷の進行が始まり、その 可能性は低いものの、場合によっては設計寿命以 前に、有害な欠陥になる場合もある。そこで、定 期的な損傷モニタリングを行い、任意の時点で損 傷程度を診断できれば、プラントの長寿命化や運 転管理の合理化につながる。このためには、材料 中で進行する損傷程度を的確に把握する必要があ る。FBR構造材料中に生じるクリープ疲労損傷は、 例えば、結晶粒界に生成されるキャビティや析出 物あるいはミクロき裂といった金属組織変化が生 じる過程が考えられ³⁾、その損傷機構の解明は、 特に初期の損傷過程を評価する上で重要である。 また、粒界上のミクロき裂がやがて成長しマクロ なき裂となって構造物を破損させると考えれば、 ミクロレベルからの損傷診断技術は、損傷機構解 明のためばかりでなく、健全性検査方法にも応用 できる。

これまで検討されてきたミクロ損傷の診断法と その特徴を以下に示す。

電気化学的手法:結晶粒界に発生した析出物 の同定や量を計測するのに適している⁴⁾が、ク リープ疲労損傷との対比や寿命極初期の検出性 能向上については更に検討する必要がある。

電位差法:表面き裂の検出に加え材質変化の



図1 余寿命診断のためのミクロ損傷検出法開発課題

検出可能性も示唆されている⁴⁾が、ミクロき裂の検出性向上が望まれる。

磁気的 (バルクハウゼンノイズ)検出法:ナ トリウムに接する構造物表面に生成される表面 変質層 (フェライト層)の欠陥検出が期待され るが、センサの性能向上が望まれる⁵⁾。

超音波検出法:広く工業界で用いられ、その 簡便性から有望な手法であり、これまで多数の 微小空孔(キャビティ)を人工的に模擬した試 料の測定から、空孔型の欠陥に対する検出可能 性が得られている⁶⁾。しかし、実損傷材に対す る検出、及び寿命初期のミクロ損傷検出の手法 開発が望まれる。

本研究では、上記方法のうち、超音波法による クリープ疲労損傷の検出技術開発について実施し たものであり、ミクロレベルの損傷進行を検出可 能とする基礎的手法を検討するため、以下の課題 を設定した。

超音波法によるクリープ疲労損傷検出の可能 性の検討:材料試験の損傷既知の試料を用い て、損傷程度と超音波エコーとの関係を調査す る。

ミクロ損傷部の最大損傷を同定するための検 出波形解析方法の検討:各種の板厚のプラント 構造物への本法の適応を可能とする。

微小硬さ計によりき裂発生を検出する方法の 検討:クリープ疲労破損の原因となるミクロき 裂発生の検出に新たな手法を適用し、き裂発生 機構を調べ、超音波検出信号との関係を調べる。

3. 超音波によるミクロ損傷検出の検討

超音波法により、クリープ疲労損傷の進行に対応した損傷検出性を調べるため、材料試験による クリープ疲労損傷材の損傷検出試験⁷⁾と、構造物 試験による損傷材の損傷検出試験⁸⁾を行った。以下にその概要を示す。

3.1 クリープ疲労試験材の損傷検出(1) 供試材

超音波測定は、クリープ疲労破損材とその破損 に至るまでのいくつかの寿命途中段階における損 傷経過に対して行った。このため、表1に示すよ うに、主要構造材料であるSUS304に対し、クリ ープ疲労の寿命途中における中断材(平行部直径 10mmの材料試験片)をいくつか作製したものを 用いた。引張・圧縮の繰返し中に保持を導入した クリープ疲労負荷による中断材作製の試験条件 は、キャビティ発生が比較的多く見られるものと して、温度550 、ひずみ範囲0.5%、保持時間10 時間であり、この条件の破損寿命は1万1,300時 間に達し、材料試験としてはクリープ効果が期待 できる長時間試験に値する。

(2) 超音波検出試験方法

超音波検出システムの構成図を図2に示す。本 システムは、正弦波の単一周波数特性を持った連 続波を発信するバースト波による計測と、パルス 波による計測が可能である。バースト波は測定周 波数が単一であることから、超音波エコーの周波 数解析において測定周波数からの周波数変化が検 出しやすく、パルス波は複数の超音波エコーを抽 出しやすい特徴を持っている。ここでは、周波数 パラメータを評価するため、バースト波を用いた。 信号の流れは、超音波発信器から超音波がセンサ を通して試料に打ち出され、その波は試料底面で 跳ね返り再びセンサに拾われ、レシーバを通して デジタルストレージスコープで記録・表示すると 同時にパソコンに取り込まれる。超音波センサに は水浸式を用い、水槽はX - Yステージ上に取り 付けられている。一般に、微小な欠陥ほど高周波 での測定が有利であるが、反面減衰が大きくなり S/N比が悪くなる。本クリープ疲労損傷材では、 50MHzの測定になるとバックグランドノイズに より超音波エコーがとらえにくかったため、比較 的ノイズの少ない15MHzの測定とした。

表1 クリープ疲労損傷材^{*}作製の条件

材料	温度	ひずみ範囲	保持時間
SUS304	550	0.5%	10hr
破損寿命Nfに対する中断時のサイクルNの比N/Nf			
N = 2 % , 5 % , 50% , 75% , 100% (Nf)			
*クリープ疲労の寿命途中における中断により作製された損傷材試験			



図2 超音波検出システム

(3) 超音波エコーの周波数特性結果

クリープ疲労損傷材に対して、パースト超音波 による計測を行い、超音波エコーの周波数特性を 調べた。一般に超音波は、微小き裂のサイズによ り反応する周波数が異なり、き裂サイズが小さく なるほど高周波成分に影響を与えるため、超音波 エコーのパワースペクトルに変化をもたらす。こ のパワースペクトルの変化に伴い、スペクトルの ビークにおける周波数(ピーク周波数)にも変化 をもたらす。図3は、各中断材から得られた超音 波エコーのピーク周波数変化を示す。ここで、各 寿命比における複数のプロット点は、同一試験片 にて5箇所ずつ測定したものである。クリープ疲 労寿命比の増加(損傷の進行)に対してピーク周



図3 クリープ疲労中断材のピーク周波数の変化

波数は低下する傾向を示した。このような周波数 低下の要因は、寿命前期では繰返し硬化による塑 性変形を、寿命後期ではミクロき裂の成長を有意 に検出していると考えられる。特に寿命後期では、 粒界き裂が選択的に成長していることから、き裂 密度が測定個所により異なり、検出されたピーク 周波数に相違をもたらしたと考えられる。他の要 因としては、組織観察との対比により、キャビティ(空孔)や析出物等の組織変化も総合的に検出 されていると考えられるが、その寄与は小さいと 予想される。

以上のことから、クリープ疲労損傷の進行に伴ってピーク周波数は低下することが認められたこ とにより、超音波法はクリープ疲労損傷検出へ適 用できることを確認した。超音波法では有限の体 積中に含まれる損傷情報が得られるため、個々の 損傷因子ごとの識別は困難であるが、時系列の信 号比較により損傷進行に伴う変化量が抽出でき る。

3.2 熱過渡負荷を受けた構造物の損傷検出(1) 供試材

本研究に用いた構造物の試験体は、構造物強度 確性試験装置(TTS)と呼ばれる熱過渡を与える 試験装置により、高温と低温の液体金属ナトリウ ムを繰返し流動させて、熱疲労によるクリープ疲 労損傷を与えたものである⁹⁾。図4に示すように、 外側容器の内部に内側容器を有しており、ナトリ



図4 溶接容器型モデル熱過渡強度試験体

ウムは、外側容器と内側容器との間を上部から下 部へ流動し、また、内側容器の中も上部からわず かなナトリウムの流入により滞留ナトリウムの状 態となっている。熱過渡負荷の方法は、600 の ナトリウムを試験体の上部ノズルから与えた後、 250 のナトリウムを与え(コールドショック)、 250 で60分保持した後、再び600 のナトリウム を与え(ホットショック)、120分保持することで 1 サイクルの熱過渡が終了する。試験体には、こ のような熱過渡負荷を1,055サイクル繰返し与え てある。よって、熱過渡は流動ナトリウムの接液 面である外側容器の内面も緩やかではある が滞留ナトリウムの温度変化を伴う。

超音波計測に用いた試料は、熱過渡による損傷 を受けた内側容器胴のSUS304母材部から採取し、 測定面は容器の外表面から内表面にかけての板厚 方向20mmの縦断面とした。

(2) 超音波試験方法

超音波検出システムは、複数の超音波エコーを 得るため、図2に示したパルス波の測定方法で行った。測定周波数は、できるだけ高周波で複数の 超音波エコーが明瞭に得られたものとして、 15MHzの超音波センサを用いた。超音波センサ のビーム径は 3.2mmである。測定ピッチは、 2.5mmピッチで多少ビーム径をオーバーラップさ せるものとし、外表面側から内表面方向の板厚 20mmに沿って7点測定し、板厚方向の損傷相違 に対する検出性能を調べた。

(3) ウェーブレット解析

超音波検出信号の解析に関しては、これまでク リープ疲労損傷材に対して、その超音波検出信号 をウェーブレット解析した研究例があるが、これ は破損寿命付近で音速や減衰特性に変化が見られ るというものである¹⁰⁾。本研究では、寿命初期の 損傷検出に着目し、得られた超音波エコーに対し てウェーブレット解析を行い、音速と周波数特性 を評価した。ここで、ウェーブレット(wavelet) とは、小さい波、つまり局在する波を表す様々な 関数の総称である。ウェーブレット変換は、信号 f(×)の時間周波数解析を行う方法の一つである。 関数をf(×)とすると、ウェーブレット変換は次式 で定義される¹¹⁾。

$$(W_{\varphi} f)(b,a) = \int_{-\infty}^{\infty} \frac{1}{\sqrt{|a|}} \varphi\left(\frac{x-b}{a}\right) f(x) dx$$
 (1)

ここで、 (×)はマザーウェーブレットであり、 (×)は (×)の複素共役である。× が時間を表す 場合、パラメータ b は時間、スケールパラメー タ a は周波数の逆数に対応するため、b を横軸、 1/aを縦軸とした信号平面にプロットすることで、 時間 - 周波数平面での解析が可能である。

ウェーブレット変換は、連続ウェーブレット変換と離散ウェーブレット変換に大別され、連続ウ ェーブレットでは、アドミッシブル条件を満たす 関数であれば、どんな関数でも扱うことができる。 しかし、扱うデータにより時間周波数解析に適切 なマザーウェーブレット関数を選ぶことは重要で ある。例えば、AE信号の処理ではGaborウェーブ レットが適切であるという報告がある¹²⁾。これま でにいくつか提案されているマザーウェーブレッ トに関して調べた結果、超音波エコーに関しても Gaborウェーブレットが適切であった⁸⁾。

Gaborウェーブレットは、窓関数としてガウス 関数を使って短時間フーリエ変換を行うことに基 づいて考えられたもので、次式で定義される。

$$\varphi(x) = \frac{1}{\sqrt[4]{\pi}} \sqrt{\frac{\omega_0}{\gamma}} \exp\left[-\frac{1}{2} \left(\frac{\omega_0 x}{\gamma}\right)^2\right] \exp\left(i\omega_0 x\right)$$
.....(2)

ここで、。/a の値が角周波数と一致するよう に。=2 とする。しかしこれはアドミッシブル 条件を満足しないため、 = (2/ln 2)^{1/2} と置く ことで、近似的にアドミッシブル条件を満足する。 本研究では、(2)式を用いて得られた超音波エコ ーを評価した。

(4) クリープ疲労損傷分布の予測

本研究で用いた試料は、熱過渡の繰返し負荷に よるクリープ疲労損傷を受けたものであるため、 あらかじめその負荷条件から解析的なクリープ疲 労損傷評価を行い、容器板厚内の損傷分布を予測 した。ここでクリープ疲労損傷の計算は、まず、 汎用非線形構造解析システムコードFINASを用い たFEM解析により、外表面からの深さ方向の応 力ひずみ解析を行い、熱過渡により表面で温度が 最大(ホットショック)もしくは最小(コールド ショック)となる時点の応力 - ひずみ関係から板 厚内のひずみ分布を求めた。ここで、応力 - ひず みは表面での温度勾配が最大となる時の計算であ るため、表面に近いほど精度は高いが、板厚内部 では定性的な傾向として把握できる。次に、得ら れた応力 - ひずみから、線形損傷則に基づくクリ ープ疲労評価法により損傷程度を試算した結果に



よれば、図5に示すような分布となる。計算され たひずみ分布は、構造物表面に近づくほど大きく なり、クリープ疲労損傷値もそれに伴って表面ほ ど大きくなる。

本研究で用いた熱過渡負荷を受ける容器型構造 物は、SUS304内側容器母材部の外表面で深さ 1 mm以下のき裂が多数存在することが確認され ている。内表面は、滞留するナトリウムに接して いるため外表面よりは熱過渡によるひずみの発生 は小さいと予想され、き裂発生には至っていない。 外表面近傍に観察されたき裂の深さを測定した結 果、SUS304母材部のき裂深さは、平均0.059mm、 最大0.56mmである¹³⁾。また、き裂は表面から粒 界に沿って発生した粒界き裂である。このような き裂発生形態から見ても、定性的に予想される損 傷分布は、構造物表面で大きいことが伺える。 (5) ウェーブレット解析による損傷分布

ウェーブレット解析により得られる 3次元デー タは、時間と周波数とウェーブレット振幅である。 図6は、得られた超音波エコーと、そのウェーブ レット変換による時間 - 周波数解析結果の1例を 示している。このように、板厚方向に計測して得 られたいくつかの超音波エコーをウェーブレット 変換し、時間 - 計測位置関係の平面上に変換すれ ば、ウェーブレット振幅の等高線分布が得られる。 第1底面エコー(B1エコー)に対して得られた 等高線分布を図7に示す。等高線の高さ(ウェー ブレット振幅)は、赤 青 緑 黄の順で低くな ることを意味しており、板厚中央付近でやや低く、 表面に近い所で高い。外表面からの深さで 4 mm と15mm付近に 2 つのピークの中心がある。表面 に近いほど損傷が大きいことを反映しているとす れば、この2つのピークが発生している位置はや や内側にある。第2底面エコー(B2エコー)に



図6 超音波エコーとそのウェーブレット解析例



図7 B1エコーのウェーブレット解析による等高線図

対しても同様な分布が得られている。

ピークの位置ズレの要因としては、スポット径 が大きいこと、測定間隔が2.5mmピッチでは粗か ったこと、試料端部に近い所では超音波が散乱し 精度が落ちることが考えられる。材質変化の観点 からすれば、定性的には、ピークの現れた付近は ひずみ範囲が大きくなってくる領域で、クリープ による熱的組織変化に加えて弾塑性変形に伴う塑 性ひずみの繰返し硬化も大きくなってくるため、 このような材質変化が顕著に反映されてくる領域 と考えられる。これが等高線の上昇となって現れ てくることの因果関係は今後検討の余地がある が、ウェーブレット解析による損傷分布は、定性 的に予測される分布と対応しているといえる。

(6) ウェーブレット解析による超音波特性

1) 音速特性

超音波特性を示す一般的なパラメータの一つに 音速特性がある。これは、複数得られた超音波エ コー間の時間間隔と測定部位の厚みとから音波の 伝播速度として算出される。この従来法による音 速算出結果を、板厚方向に対して調べた結果を図 8 の破線で示した。損傷量に対応した超音波特性 の変化としては、表面近傍に近づくほど信号変化 が予測される。しかしながら、従来の一般的な算 出法である底面エコー間隔から計算される音速結 果は、有意な変化が認めらない。

超音波の計測位置は、表面に一番近い所で 2.5mmの位置である。超音波ビームのスポット径 3.2mmを考慮しても、き裂深さは最大0.56mm であったことから、表面から2.5mmの位置におい てき裂は計測領域に入っていない。したがって、 今回の計測範囲では、粒界析出物の発生や弾塑性 ひずみ変化等の材質変化が損傷量として反映され ると考えられる。従来の超音波音速の算出法では、 そのような変化に対しての検出性能は低く、相違 が認めにくいことが分かる。

超音波エコーのウェーブレット解析により、時間・周波数平面上で、ウェーブレット値が最大と なる所の任意の周波数軸におけるエコー間の時間 間隔から音速を算出した結果を図 8 の実線で示



図 8 ウェーブレット解析による容器板厚内の音速 変化

す。B1エコーのピーク周波数付近に相当する 17MHzでの音速は、有意な変化が認められない。 しかし、ピーク周波数より高周波側の周波数成分 で低下し、例えば30MHzの周波数成分で算出さ れた音速は、明瞭な低下が認められ、構造物表面 に近づくほど損傷が大きいことに対応して音速の 低下が認められた。

超音波エコーの周波数特性において、損傷によ りその波の高周波成分の低下が大きいことは、ク リープ損傷に関する研究でも報告されている¹⁴⁾。 また、超音波の伝播特性に及ぼす金属組織因子と しては、析出物、転位密度、結晶粒径、塑性変形等 が音速や減衰に影響を及ぼすといわれている¹⁵⁾。 空孔も音速や減衰に影響を及ぼすが、本構造物の 組織観察からキャビティのような空孔は認められ ていない。本構造物は、熱過渡を受けたことによ るひずみの繰返しが生じ、クリープによる熱的組 織変化に加えて弾塑性変形に伴う塑性ひずみの硬 化が起こっている。得られた値がき裂の発生した 領域の測定値でないことから、密度変化は無視で きるものとすれば、塑性変形によるヤング率の低 下が音速低下の一因と考えられる。また、前項の クリープ疲労損傷材の組織観察や超音波計測結果 から、き裂発生以前では析出物等による音波の散 乱も考えられる。本結果から音波の散乱に影響を 与えた因子を明確に特定することはできないが、 超音波はある有限の領域における総合的な損傷を とらえているため、複数因子の総合的な影響が反 映されていると考えられる。

高周波は障害物等で散乱し減衰しやすいため、 超音波エコーの高周波成分のパワーが低下してし まい、それに伴って音波の遅れも生じると考えら れる。超音波エコーはいろいろな周波数成分を含 んでいて、高周波成分の低下だけをとらえ難いた め、一般的な波形間から算出される音速ではこの 影響が見えにくくなっている。このため、ウェー ブレット解析による時間 - 周波数面での詳細な解 析は、減衰の大きい周波数成分での音速変化から 損傷程度を比較でき、有効である。

2) **周波数特性**

ビーク周波数は、超音波エコーをフーリエ変換 してその周波数特性からピーク位置の周波数とし て算出される。図9は、B1エコーとB2エコーの ピーク周波数をそれぞれ求め、板厚方向に対する 変化を調べたものである。一般に、超音波エコー は、第1番目、第2番目と進むにつれて小さくな り、それに伴って高周波成分の減衰が著しいため、 損傷情報を反映した周波数特性の変化は認めにく



図 9 B1及びB2エコーのピーク周波数変化

くなると考えられる。図からも分かるように、板 厚方向に対するB1エコーのピーク周波数変化に 比べ、B2エコーのピーク周波数変化の方がフラ ットで変化が小さい。B1エコーのピーク周波数 変化は、板厚中央付近は若干小さく、損傷量に対 応した変化量がわずかではあるが認められる。

ここで、ピーク周波数の変化量を明らかにする ため、B1エコーとB2エコーのピーク周波数の相 違に着目して、両者の差分 fp(=B1 エコーのピ ーク周波数 - B2エコーのピーク周波数)を調べ た。その結果、多少ばらつきはあるものの、内外 表面に近づくと中央部に比べて fpは大きくなる 傾向を示す。最小2 乗法による2次式の近似曲線 を引けば、その傾向は明らかである。これは、損 傷の大きい方が、高周波成分の減衰が大きいこと を反映しており、ピーク周波数の差分 fpにより その相違が明確に現れたといえる。

本構造物は、前述したようにクリープによる熱 的組織変化に加えて弾塑性変形に伴う塑性ひずみ の硬化が起こり、その結果ヤング率の低下が生じ たことによって、高周波成分の低下と音波の遅れ を生じさせるが、ピーク周波数の変化ももたらし ている。しかし、ピーク周波数の音波の到達時間 遅れには影響を及ぼしていない。本試験では、 15MHzの超音波センサを用いたが、30MHzで音 速低下が顕著なことから、更に高周波のセンサで 計測できれば、より明確なピーク周波数変化が期 待できると思われる。

4.微小硬さによるミクロ損傷検出の検討

ミクロき裂の発生やその前兆現象を検出するた め、微小領域の組織変化が直接計測可能な微小硬 さ計の適用性を検討した¹³⁾。以下に試験の概要を 示す。

4.1 微小硬さ試験方法

供試材は、前節の超音波測定と比較をするため、 3.2項の構造物に対する損傷検出で用いた試料と 同一部分から採取したものを用いた。

微小硬さ計は、試料表面に三角錐のダイヤモン ド圧子を押し込み、この時の押込み荷重と押込み 深さを連続的に計測するものである。硬さ測定面 は、超音波測定と同様に内側容器縦断面の外側表 面から内側表面へ向かって、板厚内を測定した。 圧子押込み荷重は本試料の場合、49mN以上の荷 重であれば安定した微小硬さ値が得られた。また、 そのときの圧痕の大きさは、三角錐の一辺が 5µ m程度であり、結晶粒の大きさ数十µm程度を考 えれば、粒内の硬さ測定が十分可能である。よっ て、圧子押込み荷重を49mNとした。

4.2 微小硬さ計の適用結果

(1) 構造物損傷材の微小硬さ特性

熱過渡試験による構造物損傷材の微小硬さを外 表面からの深さに対して調べた。損傷材の微小硬 さ値Hを、受入材の微小硬さ値Hasに対する比 (H/Has)として求めた結果を図10に示す。微小 硬さ値は、表面近傍で若干大きくなり、表面で低 下する傾向が見られた。結晶粒界の近傍における 測定値と結晶粒内(母相)の測定値との比較にお いては、大きな相違は認められないが、深さ数百 ミクロンのき裂が存在する外表面で、粒界近傍の 方が比較的大きな低下を示している。最大き裂深 さにほぼ相当する外表面から0.5mmの位置におけ る微小硬さ値は、この点よりさらに深い板厚内部 の微小硬さ値と比べてやや大きい。また、き裂の ある外表面(板厚 0 mmの測定位置、正確には外 表面から深さ30ミクロンの位置)での測定値低下 は、き裂のない内表面(板厚20mmの測定位置、



正確には内表面から深さ30ミクロンの位置)での 低下より大きい。

このような微小硬さ変化への影響因子は、以下 のように考えられる。

1)繰返し硬化

き裂先端近傍の微小硬さ値の上昇は、塑性ひず みの繰返し硬化が主因と考えられる。一般にオー ステナイト系ステンレス鋼では、疲労により繰返 し硬化現象が観察され、ナトリウム中疲労の材料 試験でも繰返し硬化は見られる¹⁶⁾。本試験体は 1,055サイクルの繰返しを与えているため、繰返 し硬化は起こっている状態である。このため、表 面近傍では熱過渡の繰返しにより発生するひずみ 振幅も大きいため、塑性ひずみの繰返し硬化が生 じ、き裂先端付近は硬さ値の上昇となって現れた と考えられる。

2) 熱軟化

外表面での微小硬さ値の低下の主因は、材質変 化の進行によるものと考えられる。特に粒界での 低下が大きいのは、粒界き裂進展に伴う粒界近傍 の塑性ひずみが熱軟化したため、き裂先端近傍で の残留ひずみの緩和現象による影響と考えられ る。連続繰返し疲労中にひずみゼロで保持を加え たSUS304のクリープ疲労において、繰返しに伴 う応力の増加は、疲労における応力と比べて低下 する¹⁷⁾。すなわち、保持時間を挿入することで繰 返し硬化の程度は低下する、いわゆる保持による 熱軟化が生じる。したがって、き裂の発生した粒 界では、粒界の引張応力の程度が低下し、繰返し 硬化の飽和と相まって熱軟化が進行しやすく、硬 さ値の低下となって現れたと考えられる。

内表面は、き裂発生には至っていないものの、 微小硬さ値は表面近傍で若干増加し、表面でやや 低下する。滞留ナトリウムとはいえ、その緩やか な温度変動による熱過渡を受けるためと考えられ る。すなわち、表面では、容器製作時の表面近傍 の加工硬化により残留ひずみが生じていたもの が、高温試験により焼きなまし効果を得たために、 残留ひずみが解放され、硬さ値の低下(軟化)を 示したと考えられる。外表面における微小硬さ値 の低下の要因にも、この軟化の効果は含まれてい るが、前述した熱軟化による効果が大きい。

3) その他の因子

脱炭・浸炭

脱・浸炭に関しては、SUS304の場合、その 境界温度はナトリウム中炭素濃度が約0.2ppm の場合で650 前後となっている¹⁸⁾。本試験体 が供されたナトリウム試験装置は、モノメタリ ック系であり、炭素の供給源はなく初期量であること、試験温度は600 以下であることから、脱・浸炭の影響はほとんどないといえる。

表面変質層

表面変質層については、ナトリウムと接する 構造材料表面で、材料の構成元素であるニッケ ル、クロム、マンガン等がナトリウム中へ選択 的に溶出することによりフェライト化が生じる ものであるが、表面変質層の厚みは材質、時間、 温度、純度の影響を主として受ける。SUS304 の表面変質層と浸漬時間の関係¹⁹⁾から、本試験 体の供された600 で、試験時間約3,000時間に おける表面変質層厚さは約0.5µmと推定され る。表面近傍での微小硬さの測定位置は、表面 から約30µmであり、表面変質層による影響は 受けていない。本研究においては、計測ポイン トを容器縦断面としたが、実機での計測におい ては表面からの計測となるため、脱・浸炭や表 面変質層の影響についての考慮が必要となる。

エッジ効果

一般に試料端部付近で硬さ値低下が見られる エッジ効果に関しては、本試験の場合、圧痕の 大きさ約5µmに対し端部から計測点までの距 離は最小で約30µmであるため、約6倍である。 端部の影響がどの程度あるか定量的には今後検 討が必要であるが、深さ数百ミクロンの位置で もき裂先端近傍と比較して硬さ値の低下が見ら れており、エッジ効果の影響は小さいと推測さ れる。

以上のことから、ミクロき裂の発生は、微小硬 さ値の急激な変化により推定できるという見通し が得られた。この急激な変化の原因は、き裂発生 以前の繰返し硬化と、き裂発生後の熱軟化による ものと推測された。

(2) 微小硬さによる結晶粒内の評価

き裂発生の前兆をよりミクロ的な硬さ変化でと らえられるかどうか調べるため、結晶粒内の微小 硬さ分布を測定した。その結果を図11に示す。こ こで、微小硬さ値はき裂が観察された外表面から 1 mm付近(き裂先端付近)において10個の結晶 粒界を調べた。各々の結晶粒間のばらつきを排除 するため、微小硬さの測定値は結晶粒の中央付近 の値Hoと各測定値Hiとの比Hi/Hoで示した。 微小硬さ値は、粒界面に近づくと大きくなり、粒 界面から数ミクロンの位置では、結晶粒内の値に 比べて大きいもので1.2程度硬い。この硬化は、 熱過渡の繰返しによる損傷がずっと小さいと考え られる板厚中央部(10mmの位置)における微小



図11 結晶粒内の微小硬さの変化

硬さ値比と比較して、明らかに大きかった。よっ て粒界き裂先端近傍では、塑性ひずみの繰返し硬 化に伴う硬さの増加が見られるが、粒内より粒界 近傍でより硬化が大きいことが分かる。

ここで、粒界の硬化の原因を考察してみれば、 塑性ひずみの繰返し硬化に加えて、粒界析出物の 影響も考えられる。粒界にはクロム炭化物等の析 出物が観察されている。粒界近傍では、この炭化 物の存在により圧子圧入変形の拘束作用により硬 さ値を増加させることが考えられる。一般には、 負荷を受けることにより炭化物の発生・成長が加 速される。炭化物の生成は、その生成過程でクロ ムが奪われるため、粒界にクロム欠乏層が生じる、 いわゆる鋭敏化の程度で推測でき、本試験は鋭敏 化する温度範囲にある。鋭敏化により粒界耐食性 は低下し、強度を低下させる要因になると考えら れるが、クロム欠乏層幅は粒界の極小領域にあり、 硬さ値へ及ぼす影響は繰返し硬化や炭化物による 変形拘束作用から見れば小さい。よって、粒界近 傍の硬化は、ひずみの大きい部位における繰返し 硬化の程度や粒界炭化物発生・成長による変形拘 束作用に大きく起因すると考えられる。

以上のことから、結晶粒内の微小硬さ特性を調 べ、その変化量からき裂発生の前兆現象を推定可 能であることが分かる。

(3) 微小硬さと超音波音速との相互関係

本構造物の板厚方向の損傷程度に対して、超音 波法による音速変化が得られ、微小硬さ測定によ る硬さ変化も得られたため、相互の関係を調べた。 得られた超音波音速と微小硬さの比較を行った結 果を図12に示す。微小硬さは、音速測定の範囲と 合わせるため、き裂発生部分を除く2mm~18mm の測定範囲で結晶粒内の測定データとした。また 図には、それぞれのデータに対して最小2乗法に



図12 微小硬さと超音波音速との相互関係

よる2次式の近似曲線を示してある。図から、ウ ェーブレット解析によるB1エコーの周波数特性 30MHzでの音速と微小硬さとを比較すれば、逆 の相関ではあるが、よい相関関係が得られている。 微小硬さは局部的な平面での計測に対し、超音波 は任意の体積での計測であり、また、微小硬さは 塑性的な変化を計測し、超音波は弾性的な変化を 計測するため両者の測定する物理量には相違があ る。しかし、このような関係が得られるというこ とは、例えば超音波法が適用できない部位におけ る損傷計測を、硬さ測定で行うことができること を意味する。この逆の場合も同様であり、損傷計 測方法の選定の拡張性、互換性がある。さらに、 硬さと音速の関係があることから、硬さと引張強 度特性との関係²⁰⁾を用いれば、超音波計測から損 傷による強度低下の推測も可能であると考えられ る。

5.実機適用への課題

本研究では、構造材料中に発生したミクロ損傷 に対し、平滑研磨された状態の試料を作製し、超 音波法と微小硬さ試験法で検出することを試み た。その結果、損傷解明としての一つの非破壊的 計測法としては十分適用できるものであると考え る。しかし、これらの手法を実機の損傷診断のた め、現地計測に適用する場合には課題がある。例 えば、計測器が可搬型でセンサがフレキシプルで あるようなシステムであること、高温下、狭隘部 での計測が可能であることが要求され、ハード的 な制約を克服する必要がある。また、現地計測が 可能である場合でも、測定面の清浄度、粗さ、粒 界の現出、測定面厚さに対する影響効果を明らか にする必要がある。しかしながら、同型機器の交 換時や微小なサンプリング技術により試料を採取 できる場合、放射線レベルの低い環境で計測する 場合、対象部位を特定した場合等、試料として採 取可能である場合や限定された状態での適用は可 能と考える。

6.おわりに

FBRプラントの構造材料中に生じるクリープ疲労損傷機構を解明する一つの手段として、非破壊的な計測法によりミクロ損傷を検出する基礎的方法を検討した結果、以下の結論が得られた。

クリープ疲労により破損に至るまでの損傷進 行を検出するため、非破壊的な損傷検出法とし て超音波法を検討した結果、構造材料中に生じ たクリープ疲労損傷量に対して超音波エコーの 周波数変化が得られ、超音波法のクリープ疲労 損傷検出への原理的可能性が確認された。

熱過渡の繰返しを受けた構造物内の損傷分布 を超音波法により計測した。超音波エコーの波 形解析方法としてウェーブレット解析を用いる ことにより、き裂発生以前のミクロな損傷程度 を検出できる見通しが得られた。

クリープ疲労損傷をミクロレベルで検出する ため、き裂もしくはき裂発生以前の前兆から損 傷を検出する微小領域の計測法として、微小硬 さ計の適用性を検討し、その有効性を示した。

本研究で用いた超音波検出法や微小硬さ試験法 は、現状では実機への適用性は限定されることが 考えられるものの、損傷機構解明のためのミクロ 損傷検出の基礎的手法として提案できる。

- 参考文献
- 日本原子力情報センター:"原子力発電所の高経年化対策",講 演会資料, No.9608701 (1996).
- 2)日本鉄鋼協会:"耐熱鋼の高温クリープおよびクリープ疲労損傷 材のレプリカ法による非破壊的損傷量/寿命評価",構造材料の 信頼性評価技術部会 高温強度WG 研究成果報告書,(1991).

- 3) F.Ueno, K.Aoto et al. : "Study on metallographic damage parameter in creep-damage-dominant condition under creepfatigue loading ", Nuclear Engineering & Design, Vol.162, p.85-95 (1996).
- 生子哲雄,渡辺 豊 他:"電気化学的非破壊検出法を用いたク リープ疲労累積損傷の評価法に関する研究", PNC TJ9601 96-003 (1996).
- 5) 阪本善彦,川崎弘嗣:"バルクハウゼンノイズ法を用いた SUS304のNa接液面フェライト層の検出",日本材料学会第34回 高温強度シンポジウム前刷集, p.46-50 (1996).
- 6)上野文義: "非破壊材料劣化評価法開発用の模擬損傷試料の作成 法の検討",日本材料学会第32回高温強度シンポジウム前刷集, p.144-148 (1994).
- 7)川崎弘嗣:"高周波超音波による粒界キャビティの検出",日本 材料学会第34回高温強度シンポジウム前刷集,p.36-40 (1996).
- 8) 川崎弘嗣, 菅谷 全:"熱過渡負荷を受ける構造物の損傷評価 -超音波信号のウェーブレット解析による損傷検出 - ", JNC TN9400 2000-018 (2000).
- 9) M.Kikuchi, H.Umeda : "Creep-Fatigue Test on LMFBR Structure with Weldment in Flowing Sodium at Thermal Transient Test Facility", VIII International Congress on Experimental Mechanics, p.114-115 (1996).
- 10)井上裕嗣,岸本喜久雄他: "エコー波形のウェーブレット解析 による超音波の速度と減衰の算定",非破壊検査, Vol.46, No.3, p.206-213 (1997).
- 11) 榊原 進: "ウェーブレットビギナーズガイド",東京電機大学 出版局, p.6-7 (1995).
- 12) 倪 慶清,美佐田泰治: "ウェーブレット変換を用いたAE信号波 形の解析",材料, Vol.47, No.3, p.305-311 (1998).
- 13)川崎弘嗣,奥 達雄:"熱過渡負荷を受けた構造物の微小硬さ計 によるミクロき裂の検出",日本機械学会論文集A編, Vol.66, No.642号, p.49-154 (2000).
- 14) 中代雅士,米山弘志 他:日本材料学会第37期学術講演会前刷 集,p.277 (1988).
- 15)今中拓一:"音波の伝播特性と材料評価",材料試験技術, Vol.34, No.3, p.157-164 (1989).
- 16)加藤信一郎,小峰龍司 他: "SUS304鋼の高温流動ナトリウム 中における低サイクル疲労特性",材料, Vol.37, No.414, p.330 (1988).
- 17) H.Kawasaki, K.Aoto et al.: "A study on Strain History Effects to the Creep-Fatigue Strength of 304 Stainless Steel", Proc. SMiRT-11, L12/2, p.271-276 (1991).
- 18) R.B.Snyder et al.: "An analysis of carbon transport in the EBR-II and FFTF primary sodium systems", Proc. Int. Liquid Metal Technology in Energy Production, Champion (1976).
- 19)野村茂雄,丸山 昭 他: "SUS304母材及び溶接継手のナトリウム中腐食速度と表面変質層厚さ",原子力学会「1982秋の分料会」予稿集,H23,(1982).
- 20) 稲村元則,鈴木敬愛:"超微小押込み試験による材料強度評価法",生産研究, Vol.42, No.4, p.257-260 (1990).