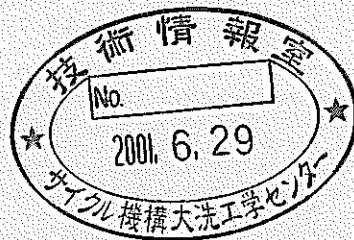


SUS304鋼のクリープ損傷に伴う磁気特性変化

(研究報告)



2001年3月

核燃料サイクル開発機構
大洗工学センター

本資料の全部または一部を複写・複製・転載する場合は、下記にお問い合わせください。

〒319-1184 茨城県那珂郡東海村大字村松4-49

核燃料サイクル開発機構

技術展開部 技術協力課

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to :

Technical Cooperation Section,

Technology Management Division,

Japan Nuclear Cycle Development Institute

4-49 Muramatsu, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki, 319-1184

Japan

© 核燃料サイクル開発機構 (Japan Nuclear Cycle Development Institute)

2001

SUS304 鋼のクリープ損傷に伴う磁気特性変化 (研究報告)

永江勇二, 青砥紀身, 鬼澤高志, 加藤章一

要旨

高速増殖炉の主要構造材料である SUS304 鋼の高精度な非破壊検出技術の研究開発を行っている。本研究では非破壊検出技術として磁気特性変化に着目した。この方法は、き裂発生前の金属組織変化からき裂までの損傷を検出できる可能性があるものである。ここでは、高速増殖炉構造材料への磁気特性変化に基づく非破壊検出の適用を検討するために、まず単純な時間依存損傷であるクリープ損傷に伴う磁気特性変化を調査した結果を報告する。本研究において以下の知見を得た。

- (1)クリープ損傷材と無負荷材の残留漏えい磁束密度分布の比較を行い、クリープ損傷を受けることにより残留漏えい磁束密度が変化することが分かった。具体的に言えば、クリープ損傷を受けることにより残留漏えい磁束密度が急激に変化する場所が見られるようになる。
- (2)残留漏えい磁束密度変化と破損位置との関係を調査した結果、残留漏えい磁束密度の変化が急激な場所において破損を生じることが分かった。このことは、漏えい磁束密度の変化から破損位置を推定できることを示している。

これらの結果は、磁気特性変化に基づいてクリープ損傷を非破壊的に検出することができることを示している。

Magnetic field change during creep in SUS304 stainless steel

Y.Nagae, K.Aoto, T.Onizawa and S.Kato

Abstract

A study about non-destructive technique in Type 304 stainless steel, which is a main structural material in Fast Breeder Reactor plant, is being performed. In this study, the magnetic field change is considered as the non-destructive technique. This technique has a possibility that the damage before crack initiation is detected. We report that the results about the magnetic field change during creep damage known as time-dependent damage, in order to examine the applicability of non-destructive technique based on magnetic field change. The results are as follows.

- (1) The magnetic field changes during creep compared the magnetic field of creep-damaged specimen with that of only aged specimen. We have observed the area, which the magnetic field changes steeply as creep.
- (2) The fracture occurred in the area, which the magnetic field changes steeply. This result indicates that the fracture position is estimated by the magnetic field change.

Based on these results, it is considered that creep damage is detected by magnetic field change.

目次

1. 緒言	1
2. 実験方法	2
2.1 クリープ試験	2
2.2 漏えい磁束密度分布測定	2
3. 実験結果	4
3.1 漏えい磁束密度測定結果	4
4. 考察	7
5. 結言	10
謝辞	11
参考文献	12

表リスト

表 2.1	SUS304 鋼の化学成分	13
表 3.1	クリープ試験データ	13

図リスト

図 2.1	クリープ試験片形状	14
図 2.2	漏えい磁束密度測定のためのクリープ中断点模式図	14
図 2.3	FG 磁気センサーの走査	15
図 3.1	クリープ曲線	17
図 3.3	受入材消磁後の漏えい磁束密度分布	19
図 3.4	負荷直後（消磁前）の漏えい磁束密度分布	20
図 3.5	負荷直後（消磁後）の漏えい磁束密度分布	20
図 3.6	二次クリープ開始時中断の漏えい磁束密度分布	21
図 3.7	三次クリープ開始時中断の漏えい磁束密度分布	21
図 3.8	700 時間熱時効材の漏えい磁束密度分布	22
図 3.9	負荷直後に消磁した試験片の漏えい磁束密度から受入後消磁した試験片の漏えい磁束密度を差し引いた磁束密度分布	23
図 3.10	負荷直後（消磁前）の漏えい磁束密度から受入後消磁した漏えい磁束密度を差し引いた漏えい磁束密度	24
図 3.11	二次クリープ開始時中断の残留漏えい磁束密度分布	25
図 3.12	三次クリープ開始時中断の残留漏えい磁束密度分布	25
図 3.13	700 時間熱時効材の残留漏えい磁束密度分布	26
図 4.1	クリープ試験から 1268 時間（三次クリープ開始時間+528 時間）経過した時の残留漏えい磁束密度分布	27
図 4.2	1591 時間熱時効材の残留漏えい磁束密度分布	28

写真リスト

写真 2.4	漏えい磁束密度測定システム	16
写真 3.2	三次クリープ開始時点から 528 時間クリープ試験をした試験片の外観	18
写真 4.3	クリープ破断位置特定のためのクリープ破断試験片外観写真	29

1. 緒言

プラントの信頼性・安全性を向上させるために、今まで以上に信頼性の高い非破壊検出技術の開発が望まれている。現在までに開発されている非破壊検出手法には、超音波、放射線、渦電流を用いたものがある[1]。しかし、これらはいずれもき裂発生後の損傷、つまりき裂を非破壊的に検出する方法である。プラントの信頼性・安全性を確保する上では、き裂発生以前から損傷を検出する必要があると考える。現在のところ、き裂発生以前の損傷を測定する技術はまだ確立されていない。従って、き裂発生以前からの損傷を検出できるような非破壊検出法の開発が必要となる。

高速増殖原型炉「もんじゅ」の主要構成材料は SUS304 鋼である。SUS304 鋼は常磁性であるが、室温で引張試験や疲労試験を行うと損傷の進行とともに磁性相であるマルテンサイト相が生成し、これにより漏えい磁束密度として測定されることが報告されている[2-5]。あるいは、負荷により磁気モーメントが負荷によって揃ったりすることにより、磁性を生じる可能性がある。このような磁性の発生は変形の初期から観察されており、磁性相や磁気モーメントなどによる漏えい磁束密度を非破壊的に検出することにより、き裂発生以前の損傷の進行状況を把握できる可能性があると考えられる。

しかし、前述したようにこれまでの研究は室温付近の損傷を捉えようとする研究であり、高速増殖炉プラントで重要とされるクリープ損傷を磁気特性変化に基づいて検出しようとする試みはない。そこで、常磁性材料である SUS304 においてクリープ損傷を与えた場合の磁気特性変化を測定することとした。

2. 実験方法

2.1 クリープ試験

本研究に用いた素材は、JIS SUS304 である。この材料は、高速増殖原型炉「もんじゅ」の主要な構成材料である。化学成分を表 2.1 に示す。

クリープ試験片の形状を図 2.1 に示す。クリープ試験片は、圧延方向が応力軸と同じになるように採取し、漏えい磁束密度測定が可能なように平板の形状とした。板厚は 3mm である。クリープ試験は、大気中、温度 923K、応力 118MPa で行った。

クリープ損傷にともなう漏えい磁束密度の変化を調査するために、以下に示す条件で(図 2.2 参照) クリープ試験を中断させ漏えい磁束密度分布を測定した。中断の際には、負荷を加えたまま室温まで冷却した。また、クリープ試験片の熱時効(無負荷材)を行い、漏えい磁束密度分布を測定し、クリープ損傷材との比較を行った。

1. 試験片消磁 → 磁場測定 → 負荷直後中断 → 消磁前磁場測定 →
消磁後磁場測定 → 二次クリープ開始時点中断 → 磁場測定(消磁せず) →
三次クリープ開始時点中断 → 磁場測定(消磁せず) →
破断まで中断しながら磁場測定(消磁せず)
2. 熱時効試験
試験片消磁 → 磁場測定 → 700 時間中断(三次クリープ開始時点付近) →
磁場測定(消磁せず) → 1591 時間中断(破断時間付近) →
磁場測定(消磁せず)

2.2 漏えい磁束密度分布測定

漏えい磁束を測定するセンサーには、FG 磁気センサーやホール磁気センサー、超伝導量子干渉磁気センサー(Superconducting Quantum Interference Device, SQUID) [6]がある。ホール磁気センサーは、0.5 ガウス前後の地磁気の測定までが限界であり、地磁気よりも小さ

い磁場を測定することは困難である。また、SQUID は冷媒を入れるデュワーが必要であるために試験片とセンサーの距離が離れてしまう問題がある。さらに、微弱の磁場に敏感でありすぎる。一方、FG 磁気センサーの場合、常温で利用でき、また小型であり、さらにホールセンサーと比べ高感度である。そこで、本研究では、漏えい磁束密度分布測定に対して FG 磁気センサーを用いることとした。本研究で用いた FG 磁気センサーは、(株)島津製作所製の薄膜 FG 磁気センサーである[7]。この FG 磁気センサーの分解能は 0.001 ガウスである。

図 2.3 に示すように FG 磁気センサーをクリーブ試験片上で走査させて、斜線部に示す 20mm×10mm 領域において応力軸方向の水平漏えい磁束密度分布を測定した。試験片と FG 磁気センサー間の距離（リフトオフ距離）は 0.5mm とした。X 軸を応力方向、Y 軸を試験片平行部板幅方向とした。原点は試験片平行部の中央部とした。FG 磁気センサーの走査は手動で行った。測定データはコンピュータに連続的に取り込まれ、デジタルデータとして保存した。漏えい磁束密度測定システムの外観写真を写真 2.4 に示す。

磁場を測定する前に消磁する場合があるが、その場合には市販の消磁器 (HOZAN, HC-21) を用いた。また、ソレノイドコイルや磁気ヨーク等の着磁装置による着磁は行わなかった。

3. 実験結果

3. 1 漏えい磁束密度測定結果

まず、図 3.1 に漏えい磁束密度分布測定のために行ったクリープ試験のクリープ曲線を示す。また、各中断点でのひずみと定常クリープ速度を表 3.1 に示す。三次クリープ開始時のクリープひずみは 16.89%であり、試験片平行部は均一に変形していた。一方、さらに変形し三次クリープ開始から 528 時間後に中断した試験片のクリープひずみは 40.45%であり、外観観察の結果、写真 3.2 中の矢印で示した部分にくびれが観察された。三次クリープ開始から 528 時間後に中断した試験片の外観写真を写真 3.2 に示す。

次に、消磁後の受入試験片、負荷直後に中断した試験片（消磁なし）、負荷直後に中断し消磁した試験片、二次クリープ開始時に中断した試験片、三次クリープ開始時に中断した試験片、700 時間熱時効材の漏えい磁束密度分布測定結果を図 3.3 から図 3.8 に示す。外部磁場の場所による変動などの影響により、消磁した試験片においても磁束密度が測定されていることが図 3.3 および図 3.4 からわかる。そこで、受入後に消磁した試験片の漏えい磁束密度と負荷直後に消磁した試験片の漏えい磁束密度の比較を行い、測定誤差の評価を行った。受入後消磁した試験片の漏えい磁束密度から負荷直後に消磁した時の漏えい磁束密度を差し引いた漏えい磁束密度を、図 3.9 に示す。漏えい磁束密度の変動は緩やかで漏えい磁束密度の正負が周期的に現れており、最大漏えい磁束密度は 0.005 ガウスである。

クリープ損傷の進行による漏えい磁束密度の変化を捉えるために、負荷直後に中断した試験片に対しては、その漏えい磁束密度（図 3.5）から受入後に消磁した試験片の漏えい磁束密度を差し引いて、負荷直後の残留漏えい磁束密度分布とした。その結果を図 3.10 に示す。また、二次クリープ開始時および三次クリープ開始時に中断した試験片に対しては、それぞれの漏えい磁束密度（それぞれ、図 3.6 および図 3.7）から負荷直後に消磁した試験片の漏えい磁束密度を差し引いて、それぞれの残留漏えい磁束密度分布とした。その結果をそれぞれ図 3.11、図 3.12 に示す。これらの残留漏えい磁束密度を、図 3.9 に示した外部磁

場などの影響によって測定される漏えい磁束密度と比較した。

負荷直後の残留漏えい磁束密度 (図 3.10) の変動は緩やかであり、残留漏えい磁束密度の正負が周期的に現れている。また、最大漏えい磁束密度は 0.007 ガウスであった。この結果は、外部磁場などの影響によって測定される漏えい磁束密度分布 (図 3.9) と同等である。つまり、負荷直後には残留漏えい磁束密度が発生しないことを示している。

二次クリープ開始時の残留漏えい磁束密度 (図 3.11) は、0.009 ガウスの漏えい磁束密度が試験片中央部に見られ、その部分での残留漏えい磁束密度の変動が急激になっている。これは、外部磁場などの影響によって測定される最大漏えい磁束密度の 0.006 ガウスと比較して、漏えい磁束密度がわずかではあるが増加していることを示している。それ以外の部分では、残留漏えい磁束密度の急激な変化は見られない。

三次クリープ開始時の残留漏えい磁束密度 (図 3.12) は、試験片中央部に 0.01 ガウス以上の残留漏えい磁束密度の増加があり、その部分での残留漏えい磁束密度に急激な変化がある。これは、二次クリープ開始時での残留漏えい磁束密度と比べて、残留漏えい磁束密度がさらに増加していることを示している。また、残留漏えい磁束密度の正負の周期性が乱れてきている。つまり、試験片中央部を境に右側の領域で全体的に残留漏えい磁束密度が正に、左側の領域では負に変化している。

このような三次クリープ開始時の残留漏えい磁束密度の変化が、クリープ変形を受けたことによる残留漏えい磁束密度かどうかを見るために、700 時間 (三次クリープ開始時間) 熱時効した試験片の漏えい磁束密度を測定し、三次クリープ開始時の残留漏えい磁束密度分布と比較した。700 時間熱時効した後の漏えい磁束密度から受入後消磁した試験片の漏えい磁束密度を差し引いた残留漏えい磁束密度を図 3.13 に示す。700 時間熱時効後の残留漏えい磁束密度の変動は緩やかである。この残留漏えい磁束密度分布は、負荷直後消磁した試験片の残留漏えい磁束密度と類似しており、熱時効による残留漏えい磁束密度の変化はないと考えられる。従って、三次クリープ開始時に測定された残留漏えい磁束密度の変化は、

クリープ変形を受けたことによるものであると考えられる。つまり、クリープ損傷を受けることにより、残留漏えい磁束密度が増加し、その変化が急激になってくる。

4. 考察

3.1 章に示したように漏えい磁束密度の測定結果から、三次クリープ中断材で残留漏えい磁束密度の変化が急激な場所があることが分かった。残留漏えい磁束密度を測定することによりクリープ損傷を検出できるかどうかを判断するためには、このような場所が破断位置となるかどうかを確認することが必要となる。そこで、三次クリープまでの中断試験片を用いて破断までクリープ試験の中断を行い、破断位置を調査することとした。

これまでは、負荷後に消磁をした時の漏えい磁束密度との比較によりクリープ損傷を受けた時の残留漏えい磁束密度を求めていた。しかし、三次クリープ域に入りかなりひずみを生じるようになった。そのため、初期の漏えい磁束密度測定領域に比べて平行部（以下に示すように三次クリープ域ではくびれを生じるため、厳密には平行ではないが、両ツバ間の意味でこれ以降この言葉を使用する）の長さが長くなってきている。従って、残留漏えい磁束密度を求める際に、負荷後に消磁をした時の同じ場所の漏えい磁束密度と単純に比較することができないと考えられる。そこで、三次クリープ開始時以降の残留漏えい磁束密度を評価するために、次のようにして残留漏えい磁束密度を求めた。まず、試験片がない状態で、試験片をセットする位置での磁束密度（バックグラウンド）を測定した。次に、試験片をセットして漏えい磁束密度を測定した。試験片をセットした状態の漏えい磁束密度からバックグラウンドを差し引いた値を残留漏えい磁束密度とした。

三次クリープ開始時から 528 時間経過した時点（通算 1269 時間）の残留漏えい磁束密度の分布を図 4.1 に示す。また、比較のために 1591 時間熱時効材の残留漏えい磁束密度分布を同様に試験片がない場合の漏えい磁束密度と比較することにより求めた。その結果を図 4.2 に示す。1591 時間熱時効材の残留漏えい磁束密度分布は、すべての領域において正の残留漏えい磁束密度（0.001 から 0.003 ガウス）を示しており、一様な分布となっている。一方、三次クリープ開始時から 528 時間経過した時点では、試験片中央部から -15mm の領域で 0.001 よりも小さい残留漏えい磁束密度が見られる。また、図 4.1 中に丸印で示した場所

では、残留漏えい磁束密度が急激に変化していることが分かる。これらの結果は、クリープ変形を受けることにより残留漏えい磁束密度が変化することを示している。

この結果より、試験片中央部から -15mm の領域の、特に残留漏えい磁束密度が急激に変化している場所で破断を生じる可能性があると考えられる。そこで、この試験片を破断までクリープ試験し、破断位置の確認を行った。破断後の試験片の外観を写真 4.3 に示す。破断位置は、ツバ部から 12mm の場所であることが分かる。

三次クリープ開始時から 528 時間経過した時点での試験片平行部の長さと比較して、破断試験片の平行部が長くなっているため、三次クリープ開始時から 528 時間経過した時点での残留漏えい磁束密度分布図上のどの位置で破断したかを推測する必要がある。そこで、以下のようにして推測した。破断した試験片の平行部の長さは 53mm であり、三次クリープ開始時から 528 時間経過した時点の試験片平行部の長さは 46mm であった。従って、 7mm 伸びていることになる。三次クリープ開始時から 528 時間経過した時点でツバ部から $9\sim 10\text{mm}$ の場所を中心にくびれを生じており（写真 3.2 参照）、この位置が破断位置となる可能性がある。この時点で均一変形となっておらず、くびれ位置を中心にして両側に変形を生じていくものと考えられる。従って、三次クリープ開始時から 528 時間経過した時点から、くびれ位置を境にして両側に 3.5mm （計 7mm ）伸びて破断したと考えられる。このように考えた場合、最終的な破断位置は、ツバ部からの距離で示すと、 $9\sim 10\text{mm}+3.5\text{mm}=12.5\sim 13.5\text{mm}$ となる。この値は、破断の外観写真から求められるツバ部からの破断位置 (12mm) とほぼ一致している。つまり、三次クリープ開始時から 528 時間経過した時点において、ツバ部から $9\sim 10\text{mm}$ （写真 3.2 に示すように試験片平行部中心を 0 とした場合、中心から軸方向に $-13\sim -14\text{mm}$ ）で破断したことになる。

破断位置と考えられる場所の漏えい磁束密度分布（図 4.1 参照）を見てみる。残留漏えい磁束密度が急激に変化している場所が三箇所（図中丸印部分）あるが、そのうち破断位置からすると $X=-14\text{mm}$ 付近で破断を生じたものと考えられる。つまり、残留漏えい磁束密

度が急激に変化している場所で破断を生じたと考えられる。

5. 結言

SUS304 鋼のクリープ損傷に伴う漏えい磁束密度変化を調査し、次の知見を得た。

- (1) クリープ損傷材と無負荷材の残留漏えい磁束密度分布の比較を行い、クリープ損傷を受けることにより残留漏えい磁束密度が変化することが分かった。具体的に言えば、クリープ損傷を受けることにより残留漏えい磁束密度が急激に変化する場所が見られるようになる。
- (2) 残留漏えい磁束密度変化と破断位置との関係を調査した結果、残留漏えい磁束密度の変化が急激な場所において破断を生じることが分かった。このことは、漏えい磁束密度の変化から破断位置を推定できることを示している。
- (3) これらの結果は、磁気特性変化に基づいてクリープ損傷を非破壊的に検出することができることを示している。

謝辞

本研究を行うにあたりクリーブ試験を行っていただいた常陽産業(株)・鈴木高一氏および黒子耕一氏に深く感謝いたします。また、漏えい磁束密度測定の補助をしていただいた常陽産業(株)・富田正人氏に深く感謝いたします。

最後に、日本 AEM 学会・陳振茂博士のご指導並びに有意義な議論をとおして、本研究を遂行することができました。ここに感謝の意を表します。

参考文献

- [1] 例えば, (社) 日本非破壊検査協会, 「非破壊検査技術の保守検査への適用例」, 非破壊検査 - 検査と材料評価 -, Vol.49, No.3, 2000.
- [2] M. Bayerlein, H.-J. Christ and H. Mughrabi : " Plasticity-induced martensitic transformation during cyclic deformation of AISI 304L stainless steel ", Materials Science and Engineering, A114, 1989, L11—L16.
- [3] 日本 AEM 学会, 「電磁破壊力学を応用した劣化・損傷の非破壊評価技術に関する調査研究分科会報告書」, JSAEM-R-9803, 1999.
- [4] K. Aoto, Z. Chen, Y. Nagae and S. Kato : " Detection of Damage in Type304 SS based on Natural Magnetization ", Proceedings of Relationship between Magnetic and Structural Properties – Basis and Application -, 2000, 125—128.
- [5] Z. Chen, K. Aoto, S. Kato and Y. Nagae : " Passive Electromagnetic NDE for Mechanical Damage Inspection by Detecting Leakage Magnetic Flux II. An Experimental Study on the Correlation of Natural Magnetization and Mechanical Damages in the SUS304 Stainless Steel", JNC TN9400 2000-022, 2000.
- [6] 茅根一夫, 中山哲, 小田原成計 : 「超伝導磁気センサ (SQUID) を用いた非破壊検査装置」, 検査技術, 第2巻, 第1号, 1997, 59—67.
- [7] 務中達也, 吉見健一, 中西博昭, 山田康晴, 飯島健二, 加納郁夫 : 「薄膜フラックスゲート磁気センサの試作」, 島津評論, Vol.53, 1996, 75—81.

表2.1 SUS304鋼の化学成分

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
0.05	0.57	0.86	0.027	0.002	8.92	18.43

(wt.%)

表3.1 クリープ試験データ

瞬間ひずみ	0.45%
二次クリープ開始時点のクリープひずみ(16時間)	0.60%
三次クリープ開始時点のクリープひずみ(741時間)	16.89%
三次クリープ開始時点から528時間経過後のクリープひずみ	40.45%
定常クリープ速度	$2.3E-2$ %/hr

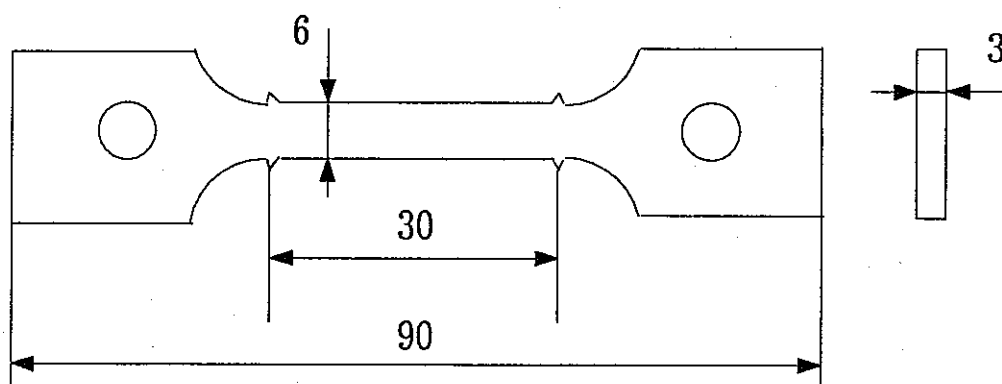


図2.1 クリープ試験片形状

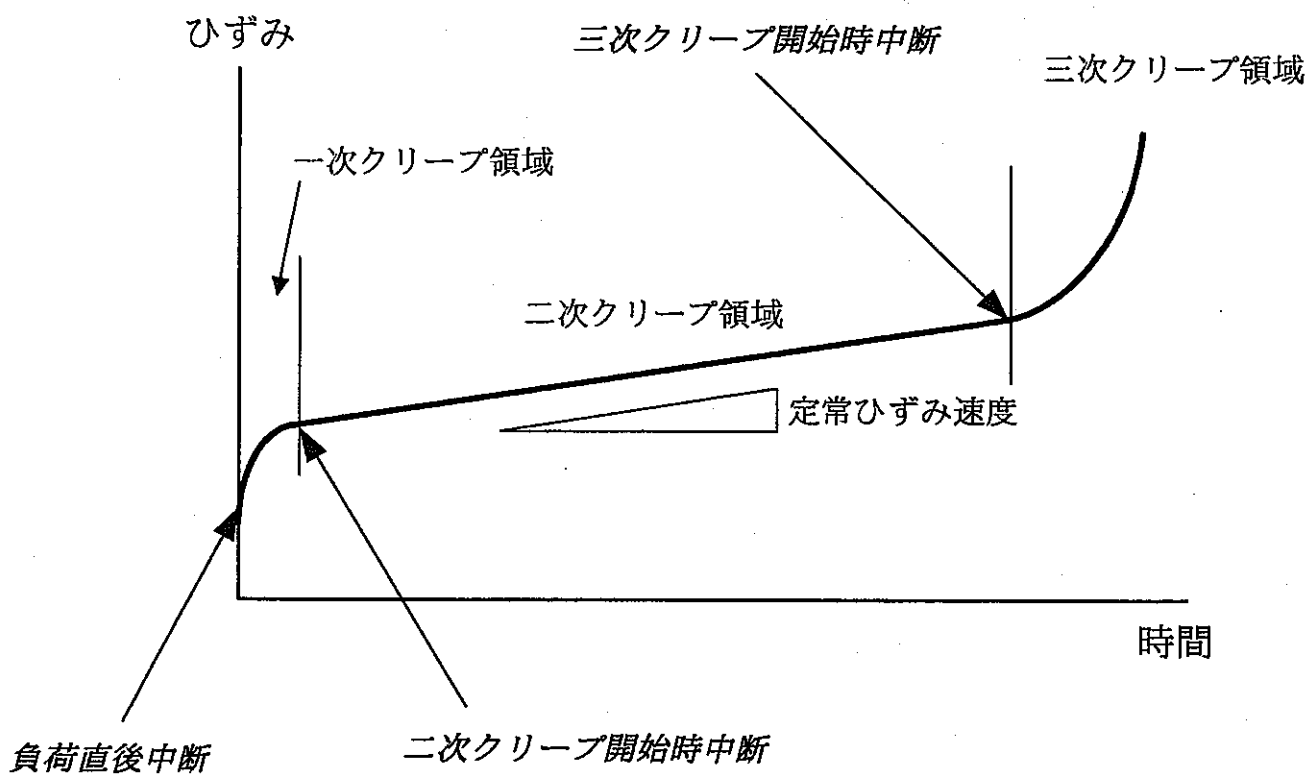


図2.2 漏えい磁束密度測定のためのクリープ中断点模式図

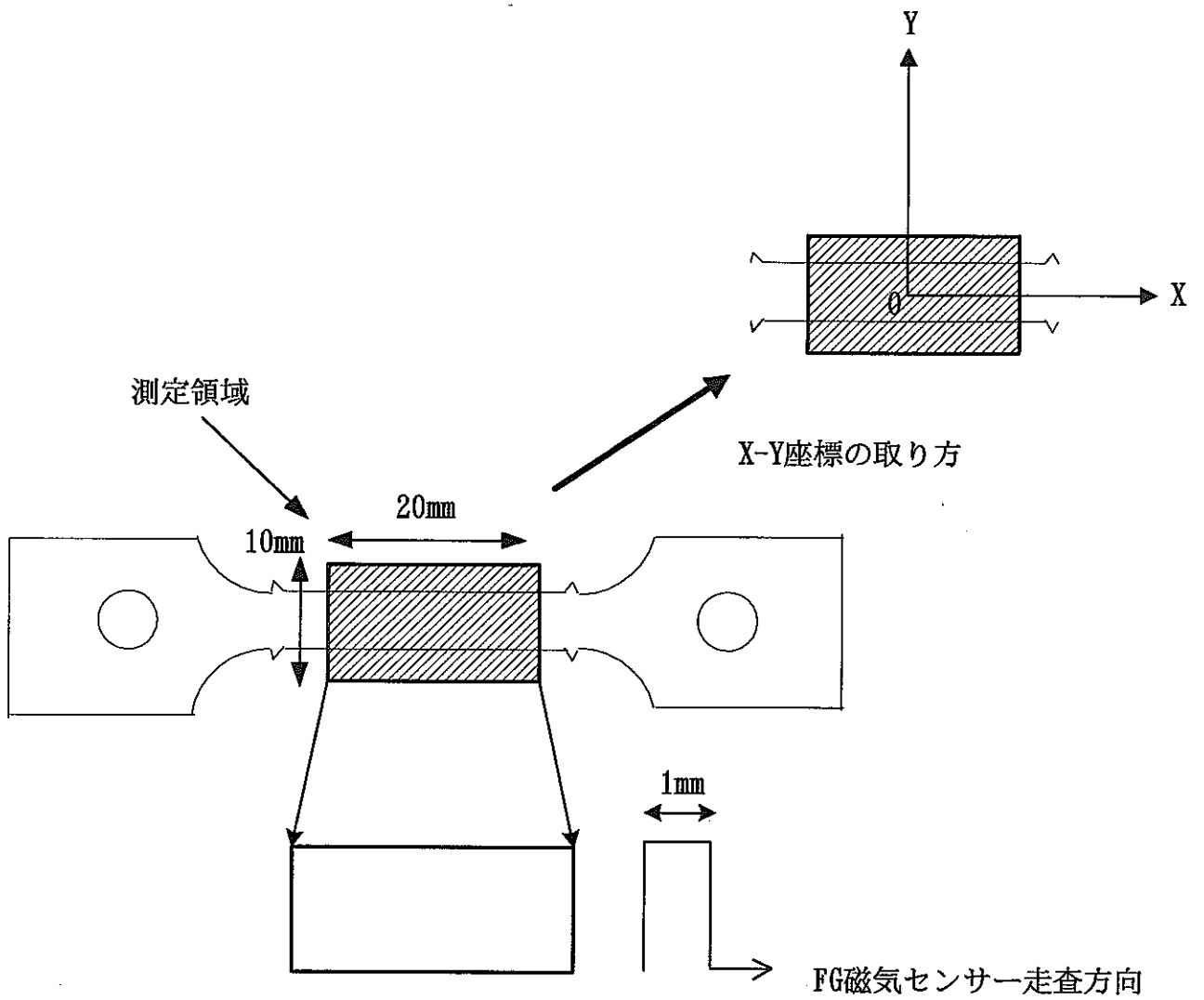
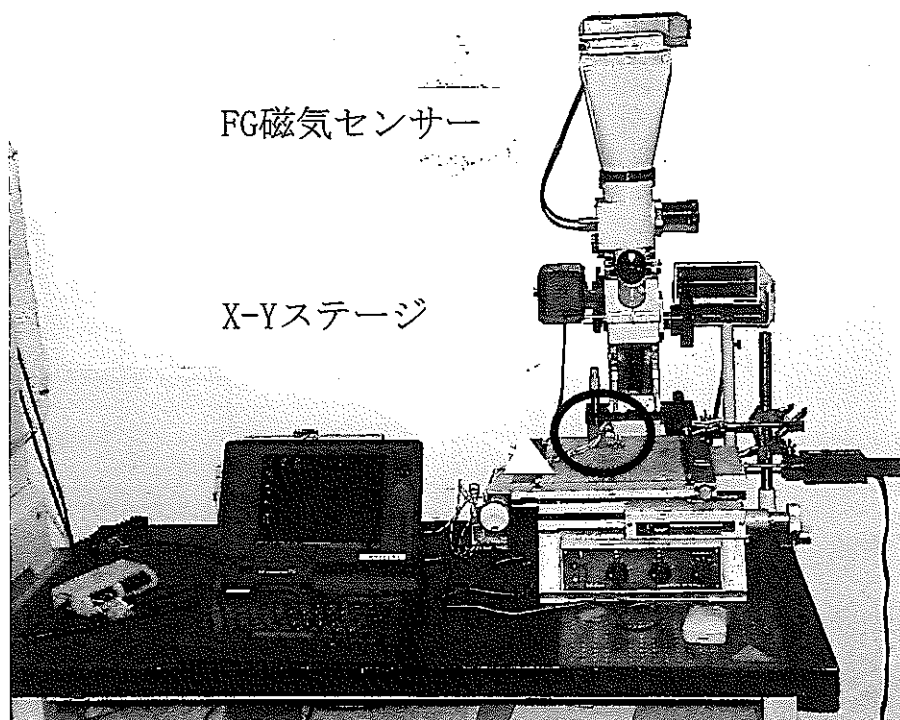
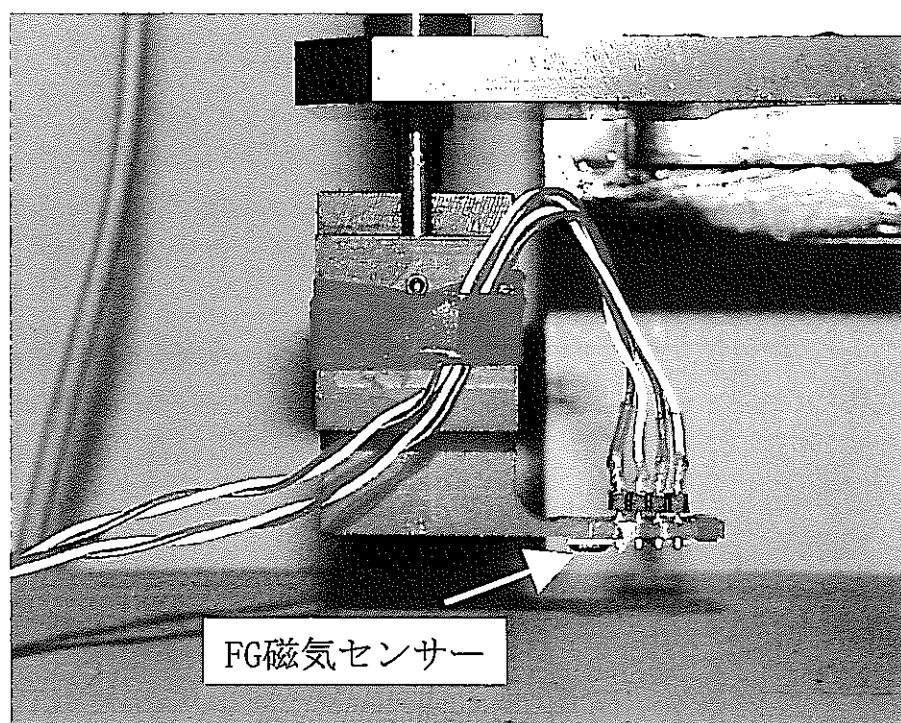


図2.3 FG磁気センサーの走査



磁化測定装置全体写真



FG磁気センサー部拡大写真

写真2.4 漏えい磁束密度測定システム

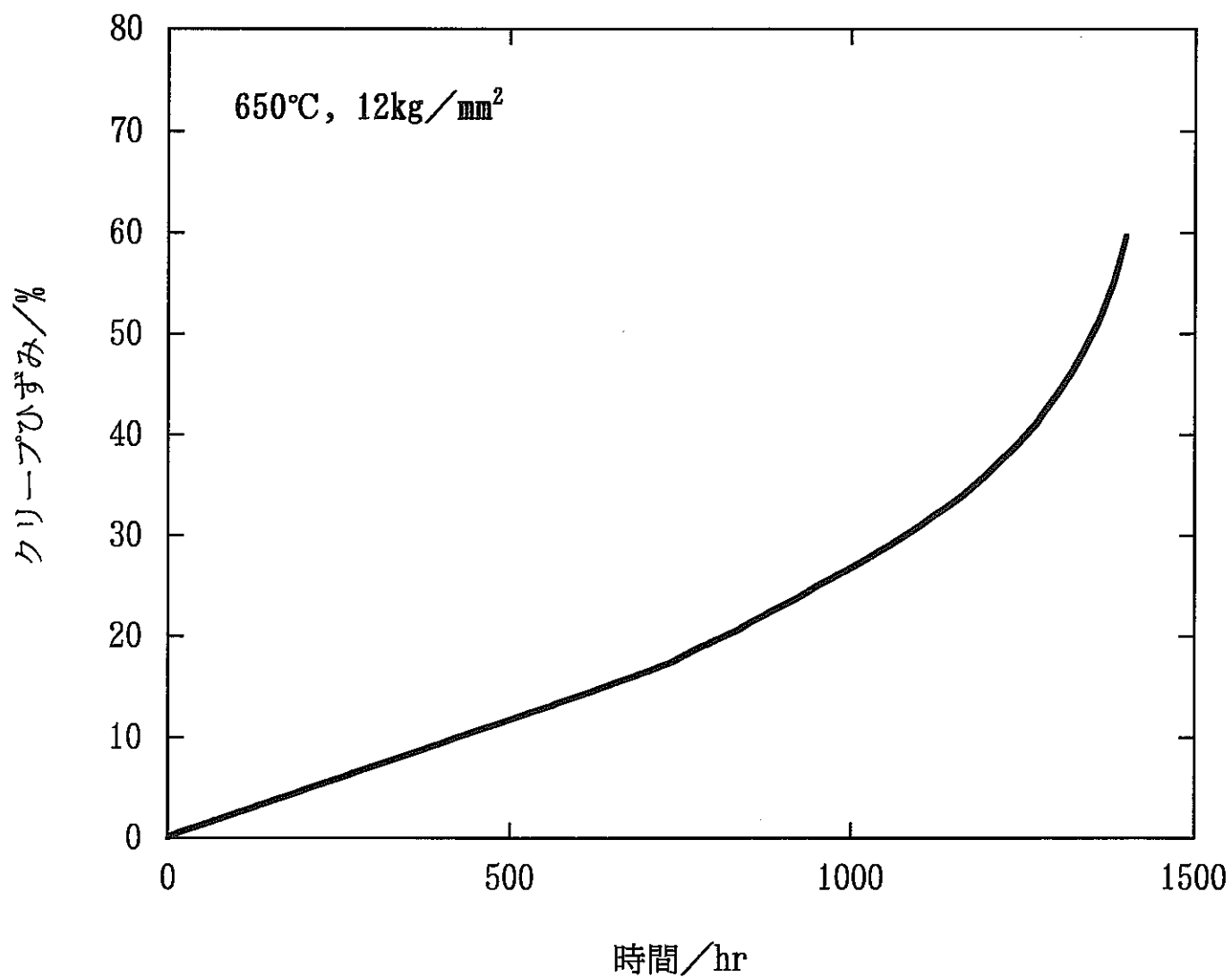


図3.1 クリープ曲線 (650°C, 12kg/mm²)

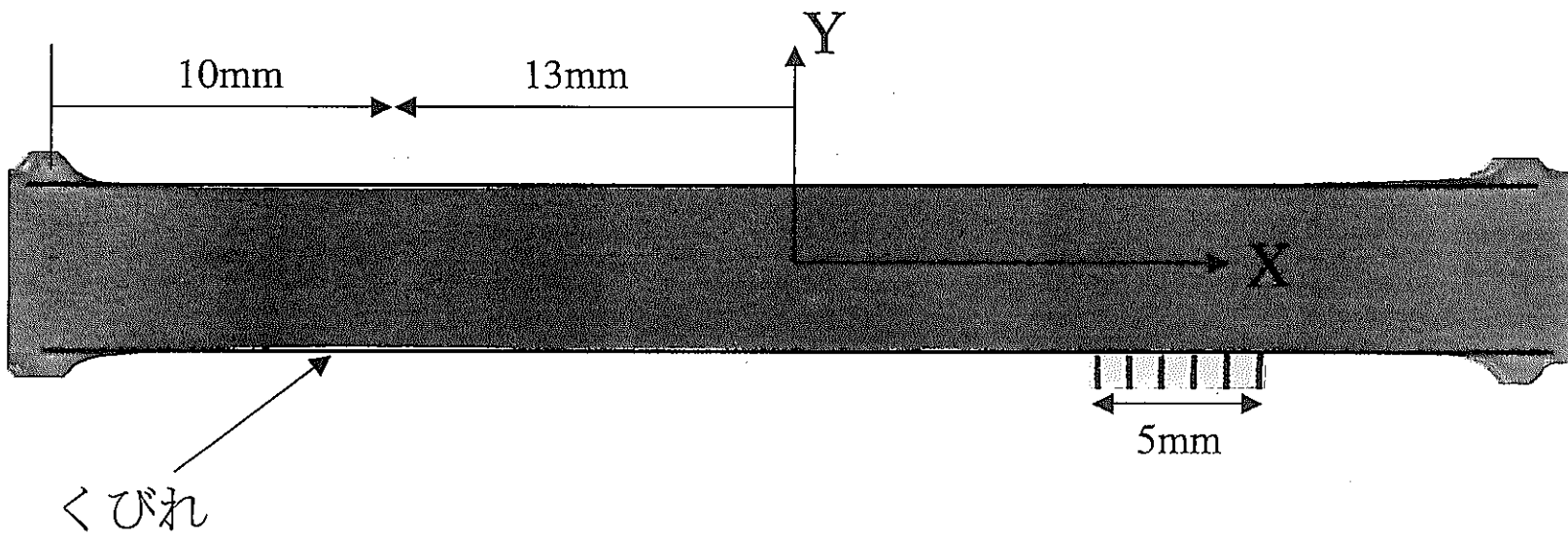


写真3.2 三次クリープ開始時点からさらに528時間クリープ試験した試験片の外観

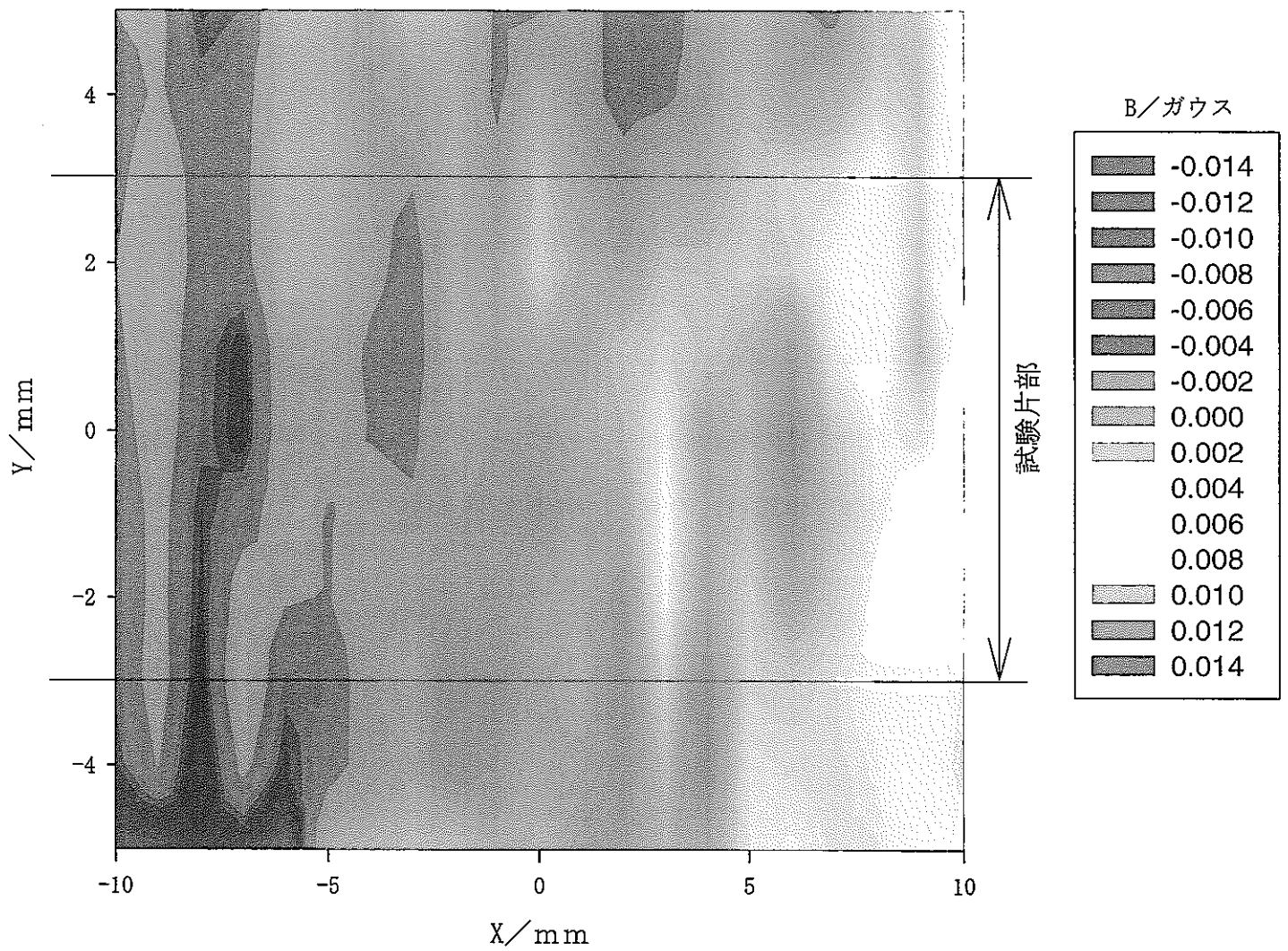


図3.3 受入材消磁後の漏えい磁束密度分布

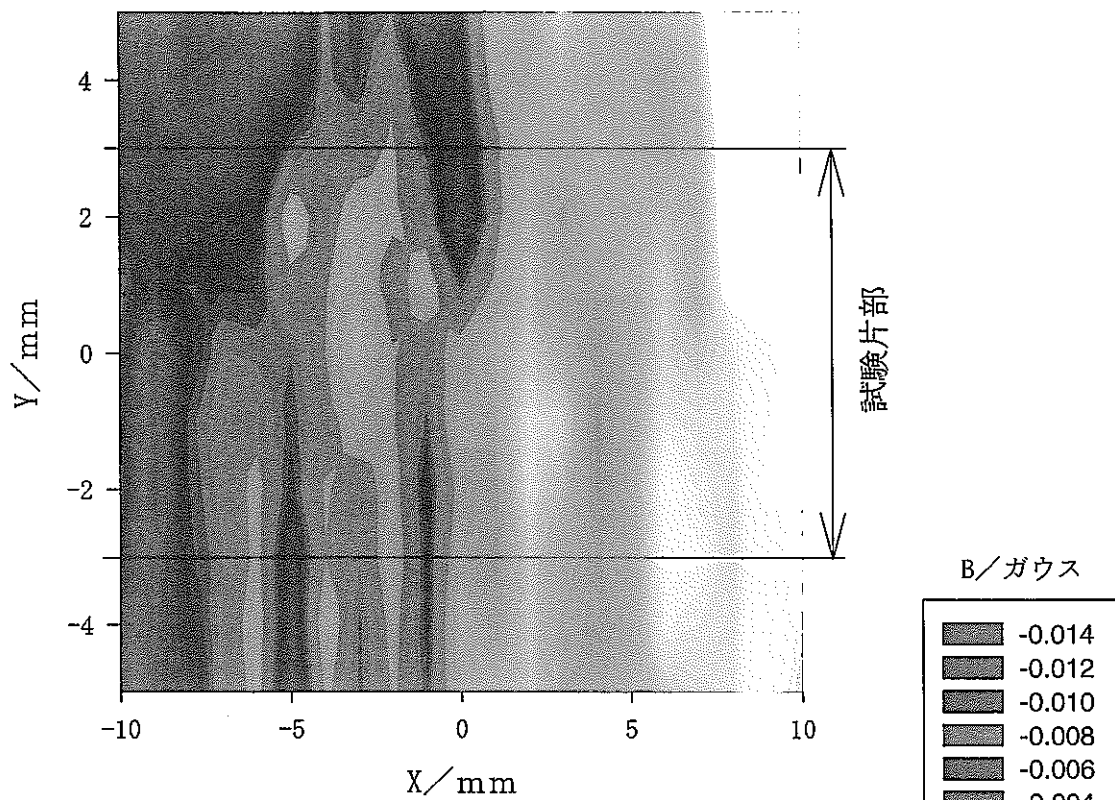


図3.4 負荷直後（消磁前）の漏えい磁束密度分布

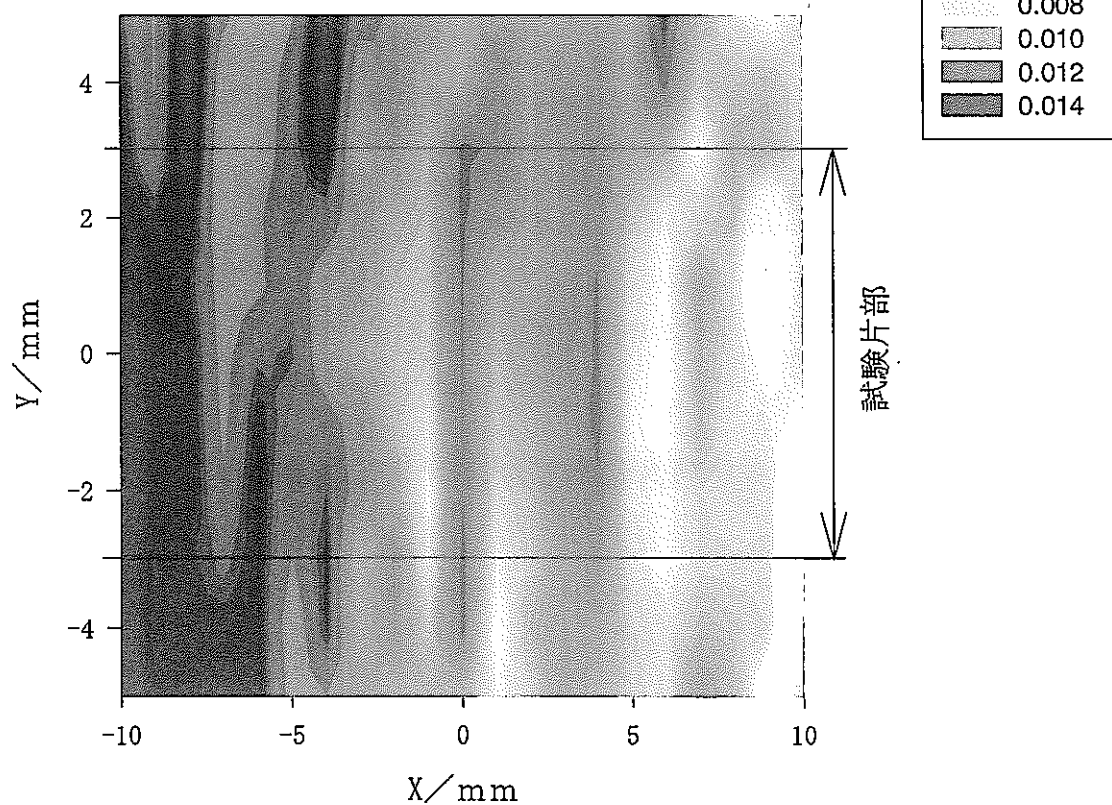


図3.5 負荷直後（消磁後）の漏えい磁束密度分布

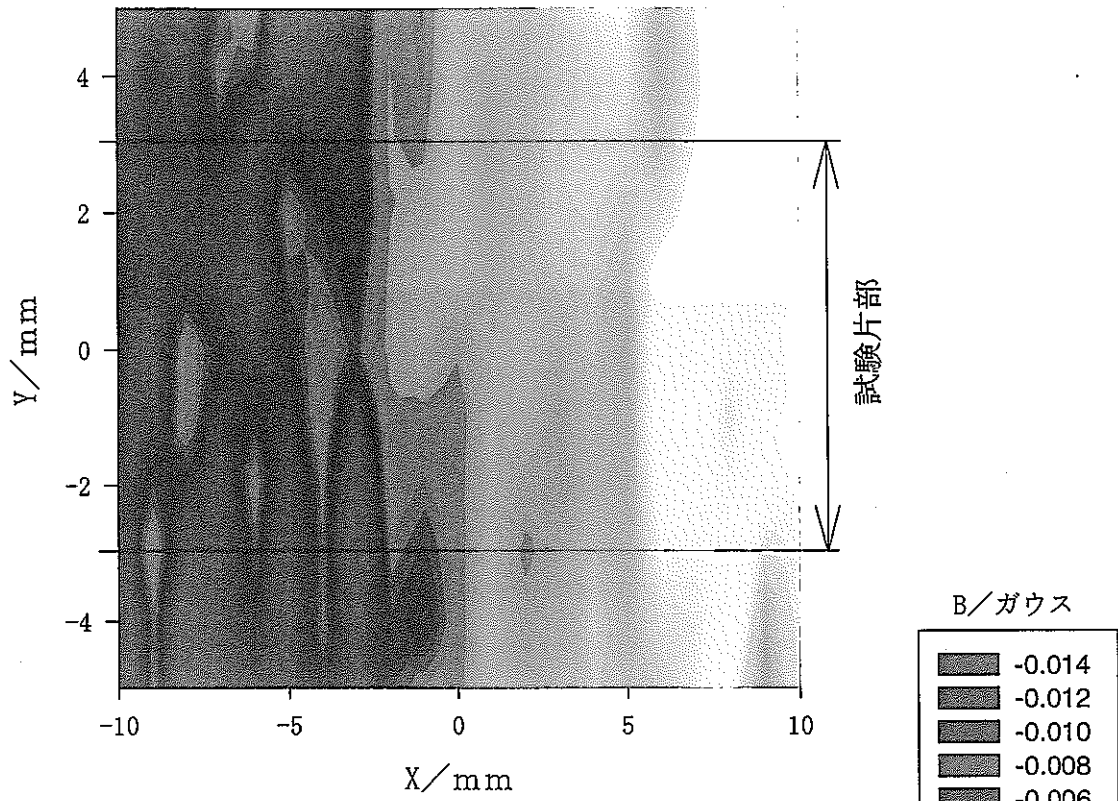


図3.6 二次クリープ開始時中断の漏えい磁束密度分布

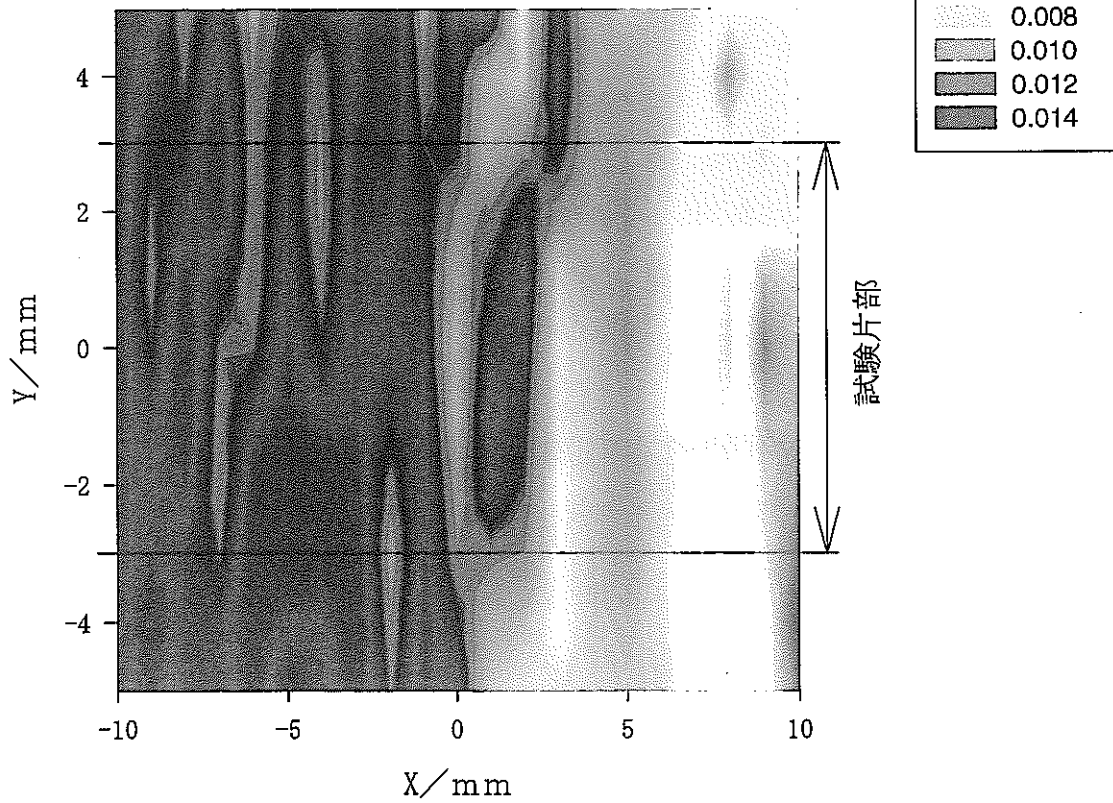


図3.7 三次クリープ開始時中断の漏えい磁束密度分布

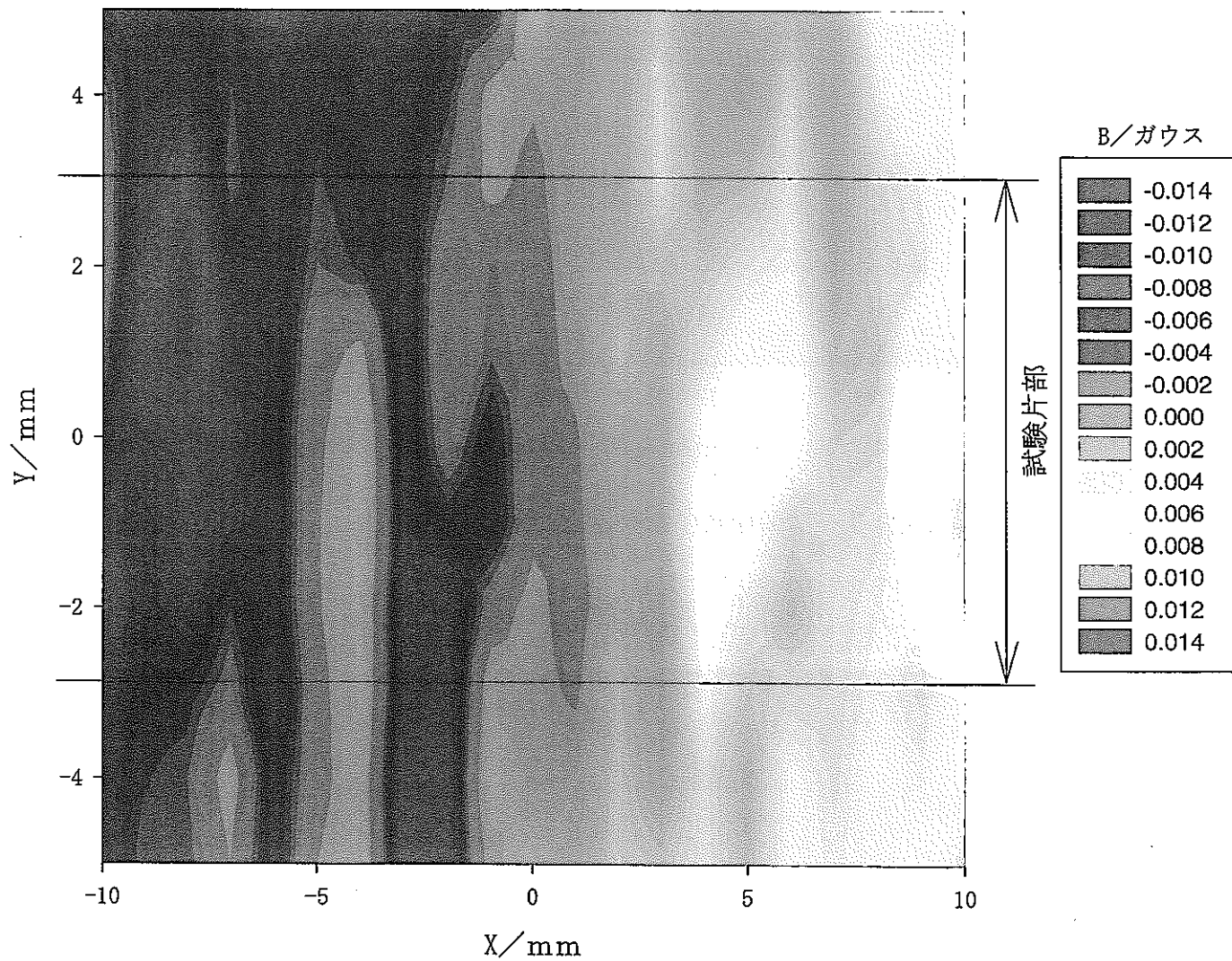


図3.8 700時間熱時効材の漏えい磁束密度分布

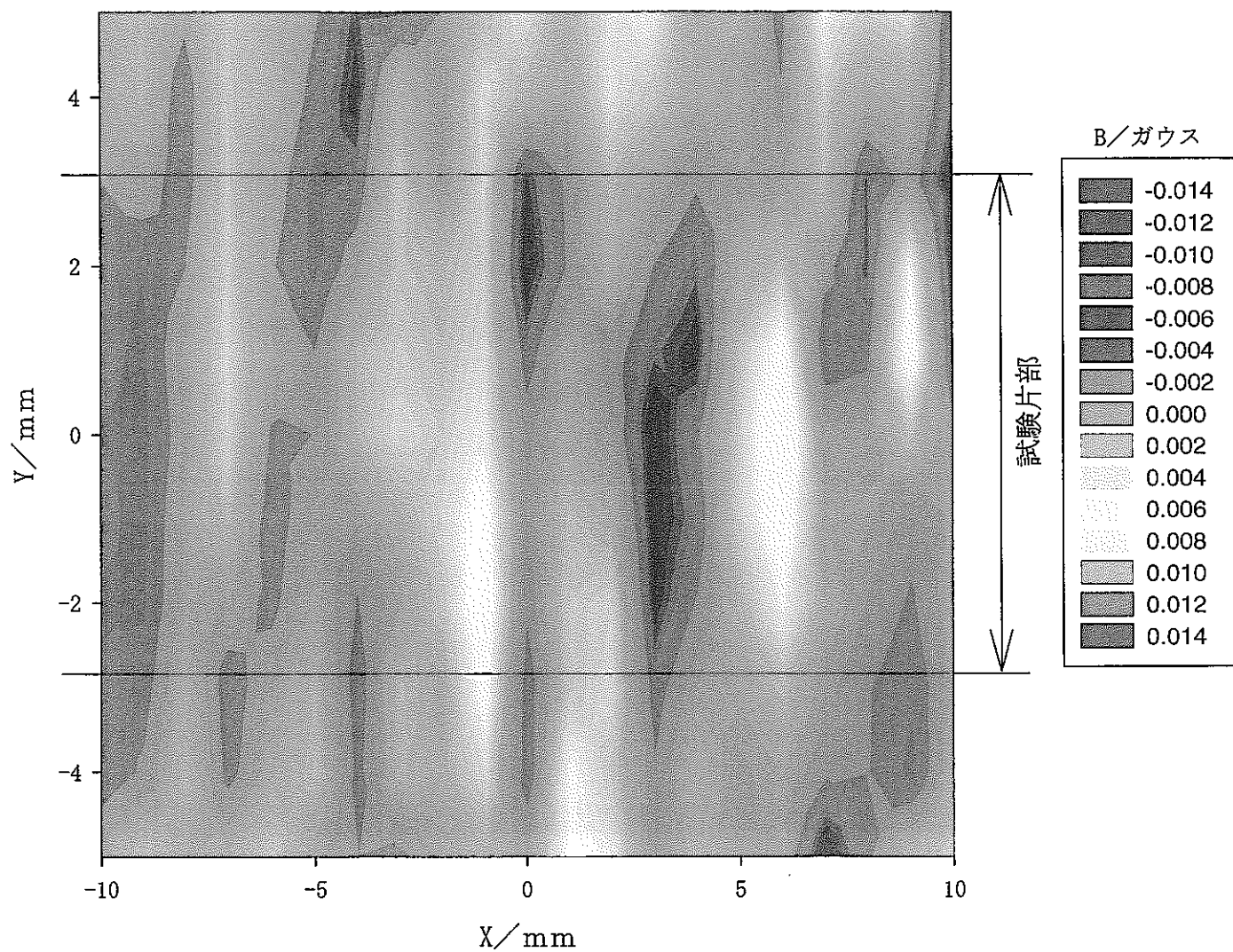


図3.9 負荷直後に消磁試験片の漏えい磁束密度から
受入後消磁した試験片の漏えい磁束密度を差し引いた磁束密度分布

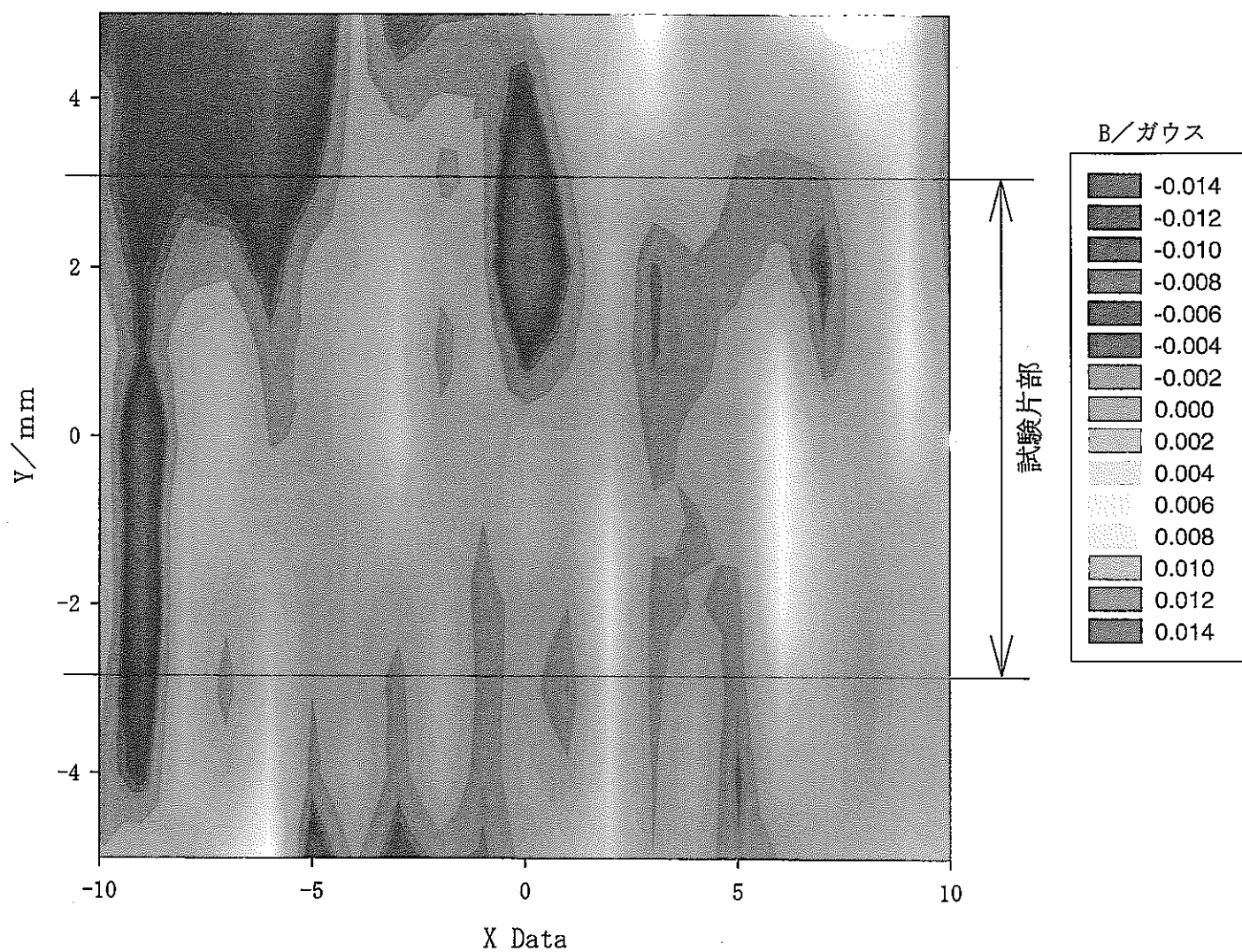


図3.10 負荷直後（消磁前）の漏えい磁束密度から
受入後消磁した漏えい磁束密度を差し引いた漏えい磁束密度

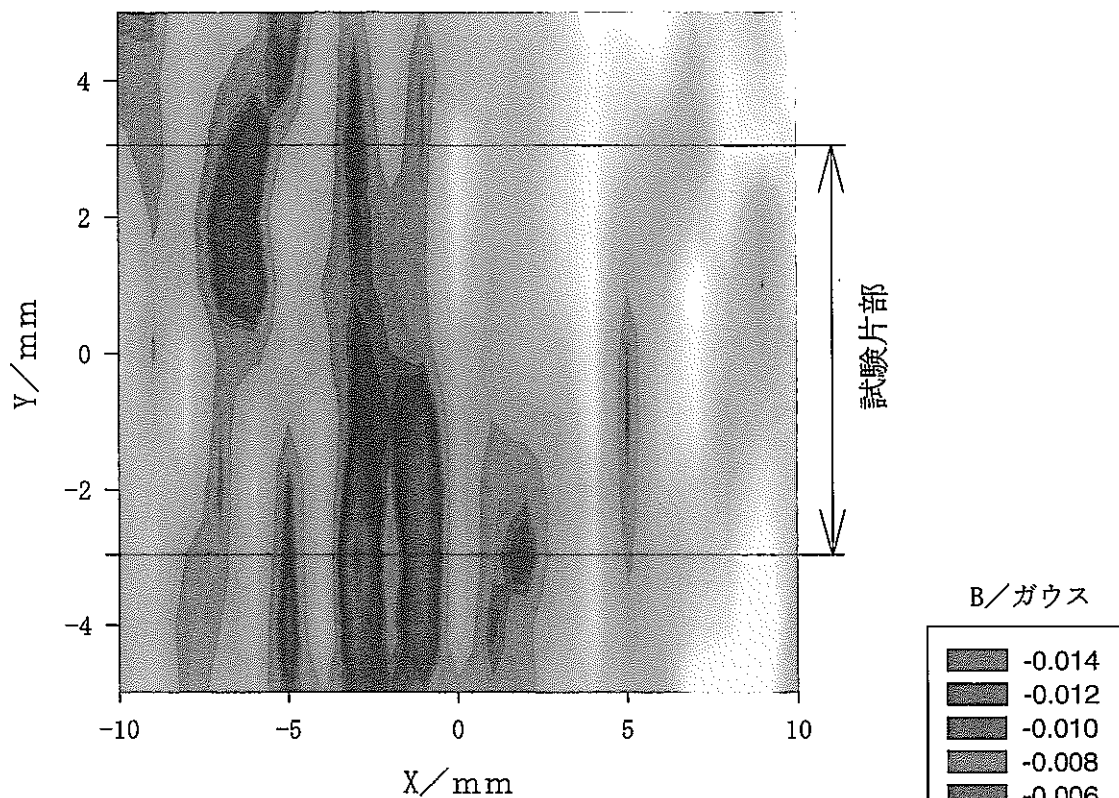


図3.11 二次クリープ開始時中断の残留漏えい磁束密度分布

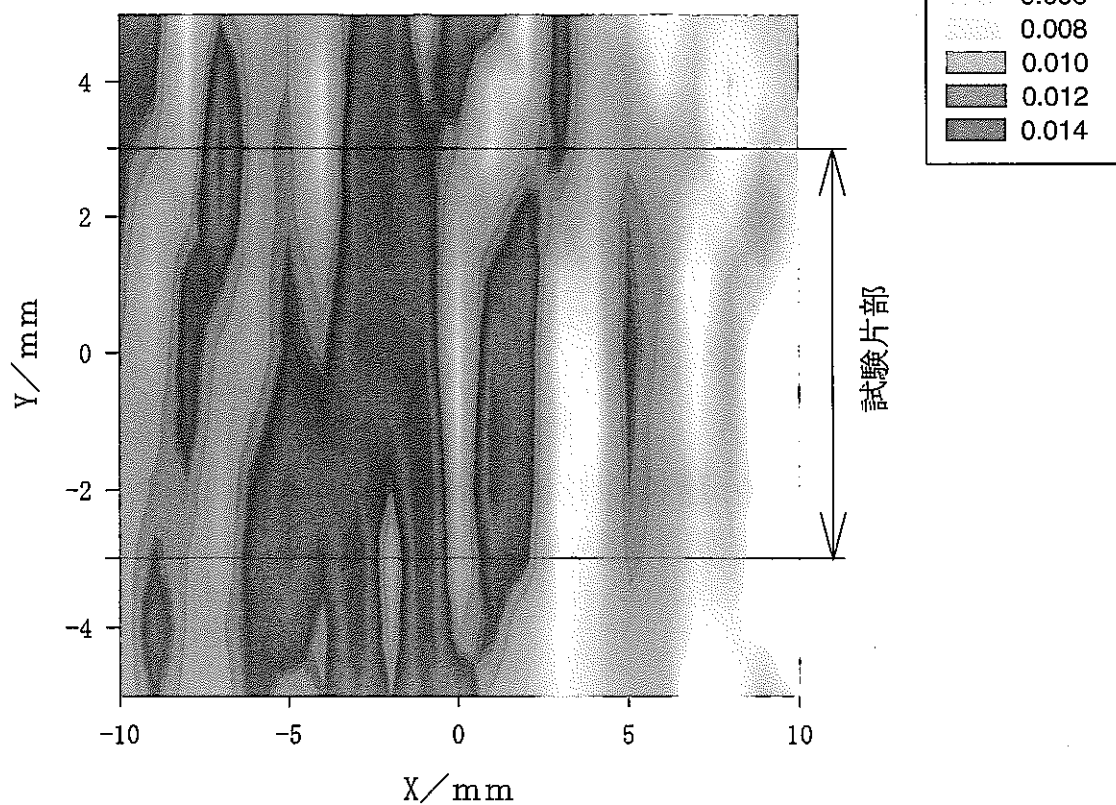


図3.12 三次クリープ開始時中断の残留漏えい磁束密度分布

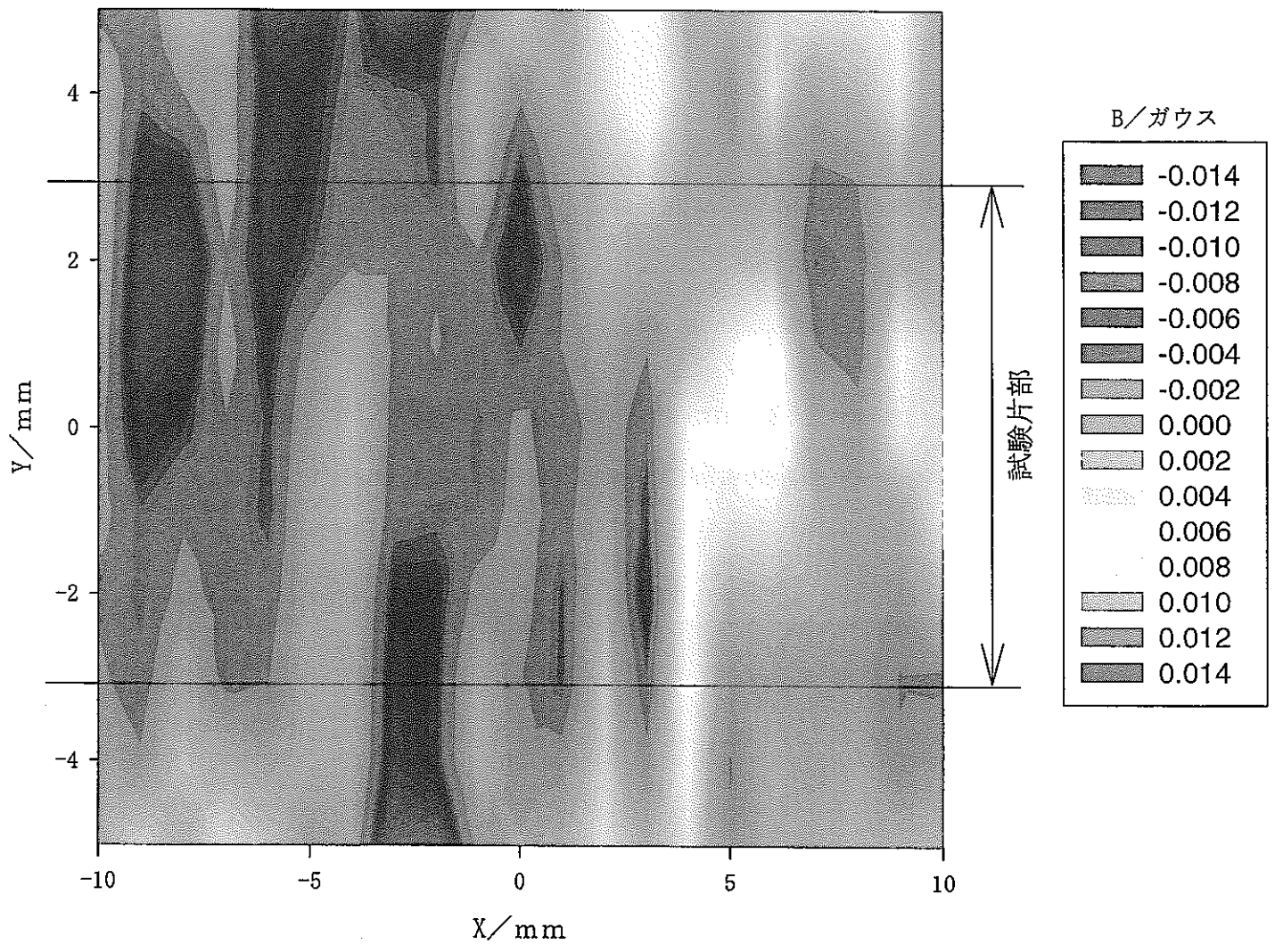


図3.13 700時間熱時効材の残留漏えい磁束密度分布

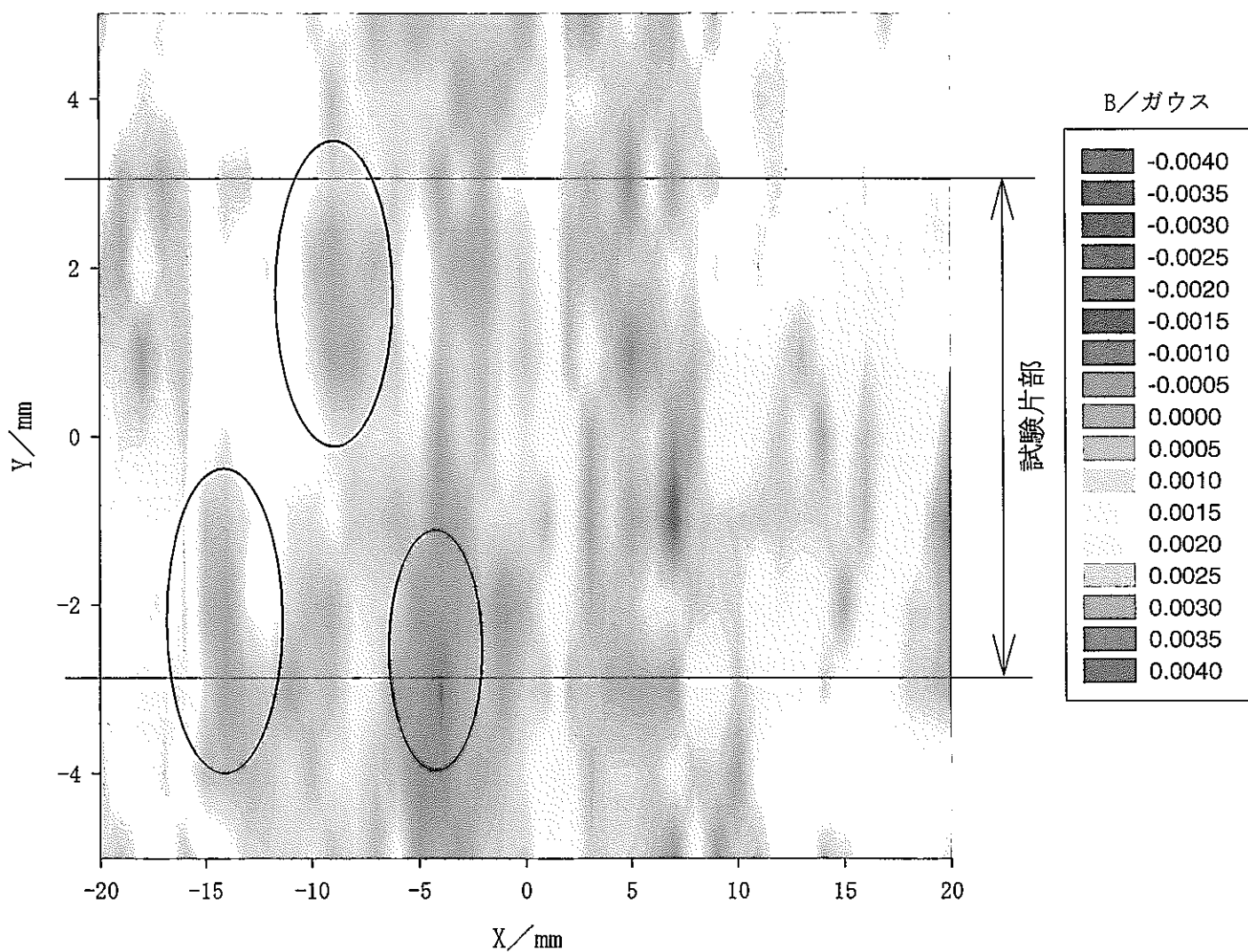


図4.1 クリープ試験開始から1268時間（三次クリープ開始時間+528時間）経過した時の残留漏えい磁束密度分布

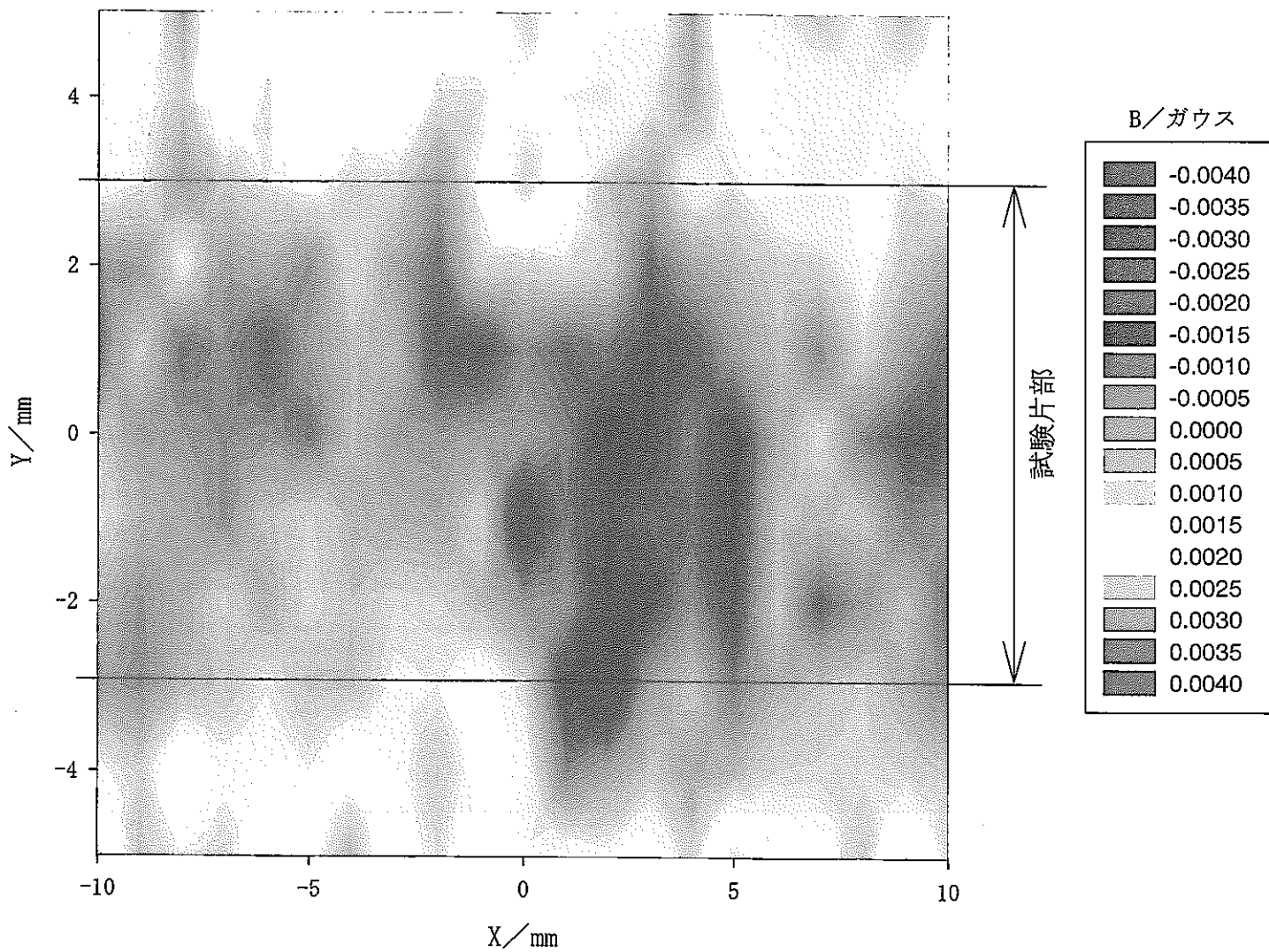


図4.2 1591時間熱時効材の残留漏えい磁束密度分布

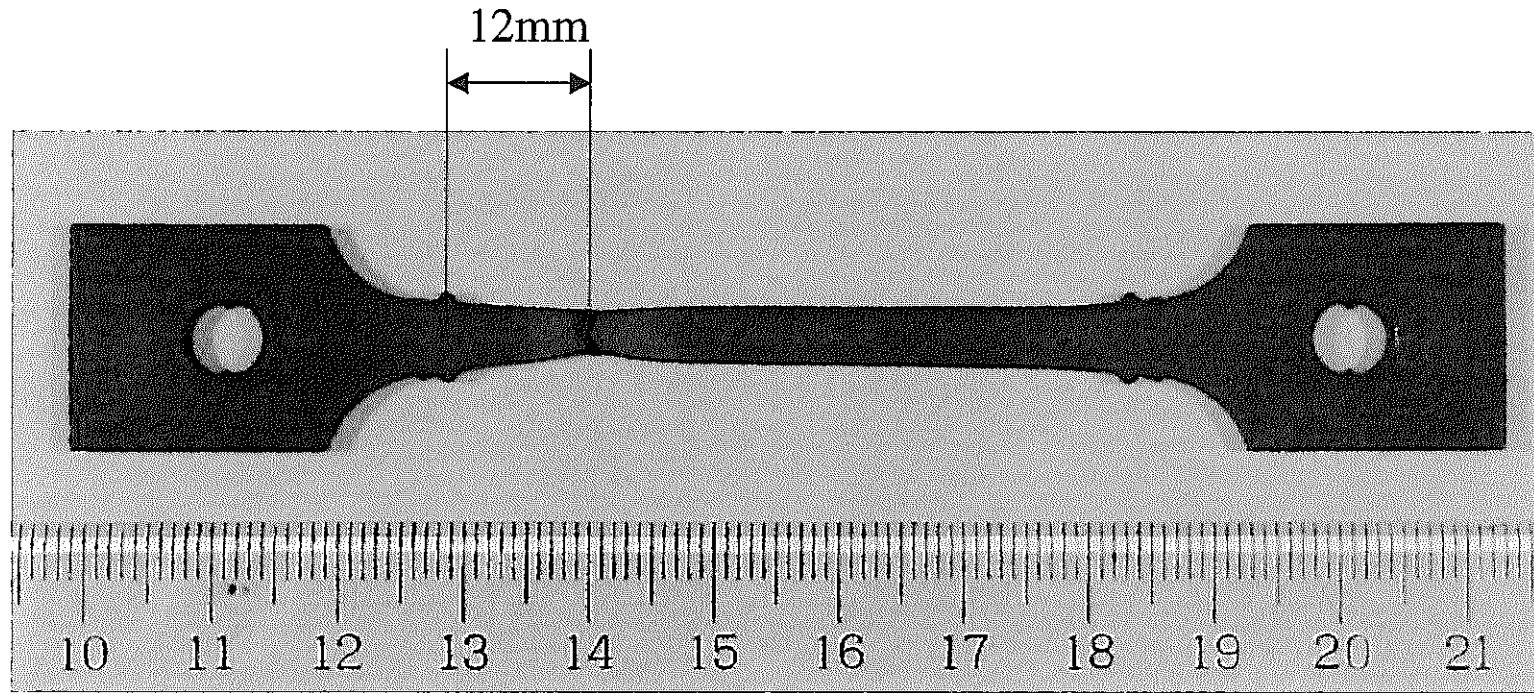


写真4.3 破断後の外観写真