

鉄鋼材料におけるき裂発生以前の 疲労損傷検出技術の研究

(研究報告)



2002年4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村松4番地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)

2002

磁性材料の磁気特性と破壊挙動に関する研究
(研究報告)

宮 健三¹, 出町 和之², 青砥 紀身³, 永江 勇二³

要旨

機器の安全性をより一層高めるためには、き裂発生以前における劣化診断手法の確立が重要である。我々は磁気的手法に注目し、塑性変形と応力腐食割れ(以下 SCC)について、劣化と磁気特性の関係を明らかにし、劣化診断手法を開発することを試みた。まず塑性変形について、SUS304 に関して塑性変形と漏洩磁束密度の相関があることが報告されている。我々は劣化領域を特定するため磁化分布逆解析手法の開発を行った。さらに劣化程度の定量評価を可能にするため磁化率分布の逆解析を提案し、シミュレーションによりその可能性を示した。次に SCC に関して、模擬 SCC き裂を導入したインコネル 600 の漏洩磁束密度測定を行い、通常、常磁性体であるインコネル 600 が強磁性を示していること、またき裂部分で磁束密度が大きく変化していることを明らかにした。さらに磁化分布逆解析により、き裂の位置を検出可能であることを示した。最後に、磁気力顕微鏡観察により、磁化の原因が結晶粒界近傍におけるクロム欠乏と関係していること、またき裂近傍で磁化が弱くなっていることがわかった。これらの結果から磁気的手法による劣化診断が有効であることが明らかになった。

¹ 慶應義塾大学（客員研究員）

² 東京大学（客員研究員）

³ 核燃料サイクル開発機構

Study on magnetic property and fracture behavior of magnetic materials

Kenzo MIYA¹, Kazuyuki DEMACHI²
Kazumi AOTO³, Yuji NAGAE³

Abstract

Establishment of evaluation methods of material degradation before crack initiation is needed very much to enhance the reliability of structural components. We remark magnetic methods in this report. Our objectives are to reveal the relation between degradation and magnetic property and to develop evaluation methods of material degradation, especially plastic deformation and stress corrosion cracking (SCC). In the former part of this report, evaluation methods for plastic deformation are discussed. At first, the study that shows the relation between the magnetic flux leakage and plastic deformation is reviewed. We developed the inverse analysis method of magnetization to specify the degradation distribution. Moreover, we propose inverse analysis of magnetic susceptibility for quantitative evaluation. In the latter part, the topic is SCC. We measured the magnetic flux leakage from the sample induced a SCC crack (Inconel600). Inconel600 is a paramagnetic material at room temperature but the sample shows ferromagnetic and the magnetic flux leakage was changed near the SCC crack. The possibility of detection of a SCC crack is shown by the inverse analysis result from the magnetic flux leakage. Finally, it is recognized by observation of the micro magnetic distributions by using a magnetic force microscope that the magnetization has relation with chromium depletion near grain boundaries and it is weak near the SCC crack. From these results, the magnetic method is very effective for evaluation of degradation.

¹ Keio University ² The University of Tokyo

³ Japan Nuclear Cycle Development Institute

目次

1. はじめに	1
2. 応力負荷による漏洩磁束密度変化	2
3. 磁化分布逆解析	5
3. 1 磁化の作る磁場	5
3. 2 ニューラルネットワーク	5
3. 3 ニューラルネットワークの学習	6
3. 4 磁化分布逆解析結果	6
4. 磁化率分布再構成	9
5. SCC割れの磁気的解析手法の開発	11
5. 1 試験片	11
5. 2 漏洩磁束密度測定	11
5. 3 磁化分布逆解析	12
5. 4 磁気力顕微鏡観察	12
6. おわりに	17
参考文献	18

表リスト

表1 化学組成	11
---------	----

図リスト

図1 試験片形状	3
図2 単純引張試験における漏洩磁束密度変化その場測定結果	3
図3 疲労試験後における漏洩磁束密度分布	4
図4 ニューラルネットワーク	7
図5 誤差分布	7
図6 磁化分布逆解析結果	8
図7 誤差分布	9
図8 磁化率分布逆解析結果例	10
図9 漏洩磁束密度測定時の試験片形状	13
図10 漏洩磁束密度測定結果	14
図11 磁化分布逆解析結果	15
図12 錐敏化試験片 MFM 観察結果	15
図13 MFM 観察箇所	16
図14 SCC 近傍における MFM 観察結果	16

1 はじめに

機器の安全性を維持しその寿命をき裂発生に絡めて正しく推定するためには、構造物中に存在する欠陥を定量的に評価する必要がある。そのため現在、き裂を対象として渦電流、超音波、X線などによる非破壊検査が行われている。しかし機器の安全性をより一層高めるためには、き裂発生以前における劣化程度の評価技術および発生後における進展挙動の予測技術を確立することが極めて重要である。我々は、このような構造材料の劣化、損傷の特性を磁気的手法により解明することを試みた。磁気的手法を用いる理由としては、次のような点が挙げられる。

- (1) ほとんどの構造物は鋼構造物からできており、そのほとんどが強磁性体である。またオーステナイト系ステンレス鋼のように通常、常磁性体を示すものでも、塑性変形によって自然磁化が生じる場合もある。さらに母材としては常磁性材料であっても溶接されると溶接金属もしくは熱影響部が強磁性を示すようになることもある。
- (2) 構造材料の破壊は材料内部の変化を伴う。変形の場合も同様である。このとき磁性の変化が見られたり新たに磁性が発生したりすれば、当然磁性の変化が破壊もしくは破損の良いパラメータになるはずである。
- (3) 材料内部に発生した磁化は着磁などによって励磁できるので材料外に磁場を漏洩させることができる。この磁場は内部の情報を含んでおりしかも簡便な手段で計測することができる。材料内の情報を含んだ漏洩磁場の検出は逆解析などの数学的な手段を用いて内部状況を推定することを可能とする。

本報告書ではまず、陳らによって実施された応力による漏洩磁束密度の変化に関する研究について述べる[1]。対象はオーステナイト系ステンレス鋼SUS304である。応力集中部において常磁性体であるオーステナイト相の一部が強磁性であるマルテンサイト相に相変態するため漏洩磁束密度の変化が起こることが予想される。この研究により塑性変形と漏洩磁場変化の関係が示される。

次に、我々が新しく開発した漏洩磁束密度測定結果から試験片内部磁化分布を逆解析する手法を紹介し、その逆解析結果を示す[2]。この問題はいわゆる逆問題であり、従来の計算手法では取り扱いが難しい。ここでは、ニューラルネットワークを用いた研究を紹介する。さらに、漏洩磁束密度から試験片内部の磁化率分布を逆解析する手法を紹介する。先に述べた磁化分布逆解析手法により劣化部分の相対的評価は可能であるが、磁化は外部磁場の影響を受けるため、劣化量の絶対的評価は難しい。そこで、磁化率の逆解析を試みた。シミュレーションデータについて行われた逆解析結果を示す。

最後に、代表的な高経年劣化事象である応力腐食割れに関して行われた研究結果を報告する[3,4]。対象はインコネル600合金である。我々は結晶粒界における磁気特性に着目した。応力腐食割れの主な原因のひとつとして、結晶粒界近傍におけるクロム欠乏が挙げられるが、磁気力顕微鏡を用いた観察結果から、クロム欠乏した領域で磁気特性が変化し、通常、常磁性体であるインコネル600合金が、強磁性を示すようになることが明らかになった。また、加速試験により模擬応力腐食割れを導入した試験片の磁気特性を薄膜フラックスゲートセンサ、および磁気力顕微鏡を用いて測定することにより、漏洩磁束密度が割れ近傍で大きく変化していること、それに対応して結晶粒界における磁化が弱くなっていることがわかった。さらに遺伝的ア

ルゴリズムを用いた磁化分布逆解析手法を紹介し、漏洩磁束密度測定結果から割れの位置の特定が可能であることを示す。

2 応力負荷による漏洩磁束密度変化

陳らによって行われた塑性変形と漏洩磁束密度分布変化の関係を示す研究を紹介する[1]。オーステナイト系ステンレス鋼SUS304試験片について引張試験および疲労試験を行い、漏洩磁束密度の測定が行われた。試験片形状を図1に示す。ノッチ入り試験片に関しては、試験片平行部に $0.3 \times 3\text{mm}$ のEDMノッチが入れられている。漏洩磁束密度の計測には薄膜フラックスゲート磁気センサが用いられた。超高感度磁気センサとしてはSQUIDがよく知られているが、SQUIDを利用する場合、冷媒を入れるデュワーが必要するために試験片とセンサの距離が離れてしまうという問題がある。薄膜フラックスゲート磁気センサの場合、常温で利用でき、また小型かつホールセンサと比べ高感度（最小磁場分解能： 50nT ）であるという長所を持つ。取りつけ器具はセンサを3次元的に精度良く調整することができ、磁束密度 x, y, z 成分の測定が可能である。

図2に、単純引張試験（ひずみ速度 $0.01\%/\text{sec}$ 、最大ひずみ 3% ）の磁束密度その場計測結果を示す。この試験片にはノッチは導入されておらず、測定は試験片平行部中心の6ヶ所で行われた。測定結果から明らかのように負荷応力が増大すると共に磁束密度が上昇していることがわかる。試験片は引っ張り試験を行う前に消磁されており、試験中に何ら外部磁場は加えられていないので、この測定された磁場は、変形および応力によって生じたものである。またここで、弾性変形領域においてもわずかに磁束密度の上昇は見られるものの、塑性変形領域においてその増加率が弾性変形領域に比べてはるかに大きいこと、塑性変形が大きくなり過ぎると磁束密度が飽和していることがわかる。それに加え、除荷後も磁束密度が保存されていたことから、この磁束密度変化は塑性変形に関係するものであると考えられる。

次に、疲労試験に関する漏洩磁束密度測定結果を示す。試験片はノッチ付のもので、 2.8% の残留ひずみがある。試験条件は、ひずみ範囲： $\pm 0.25\%$ 、ひずみ速度： $0.1\%/\text{sec}$ 、繰回国数：940回で、室温にて行われた。疲労試験およそ900サイクル後にノッチの両端に長さ 3mm 程度のき裂が発生した。除荷後の磁束密度分布（ y, z 成分）の測定結果を図3に示す。図から明らかのように、き裂周辺で磁束密度が大きく変化している。

以上のような結果から、SUS304について漏洩磁束密度の計測により非破壊的にき裂の有無およびその位置を特定することの可能性が示された。

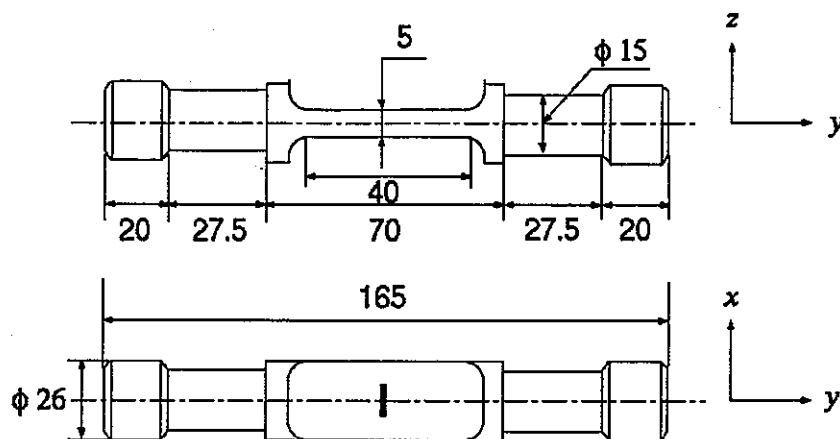


図1 試験片形状

材質:オーステナイト系ステンレス鋼SUS304。ノッチ入り試験片に関しては、試験片平行部に $0.3 \times 3\text{mm}$ のEDMノッチが入れられている。

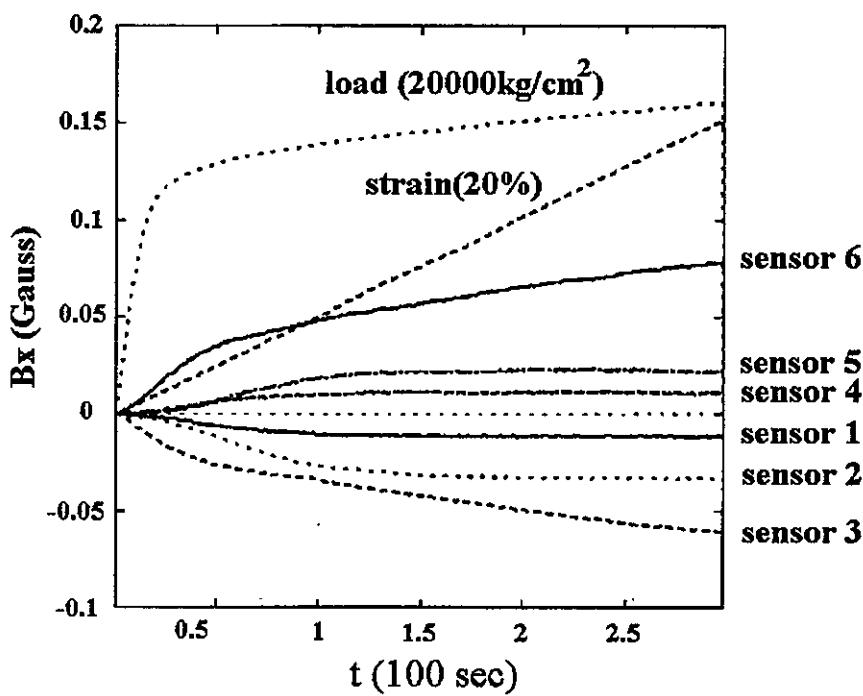
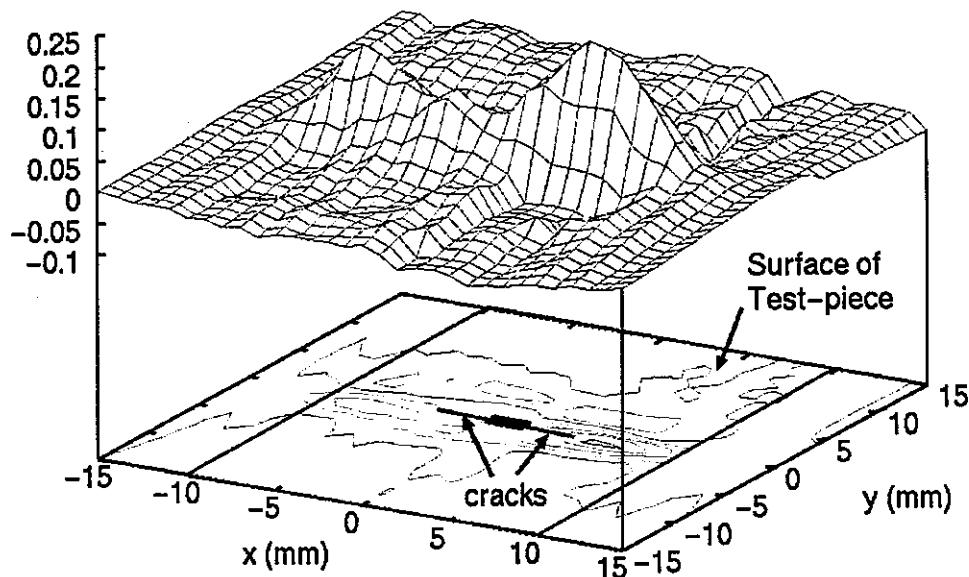


図2 単純引張試験における漏洩磁束密度変化その場測定結果

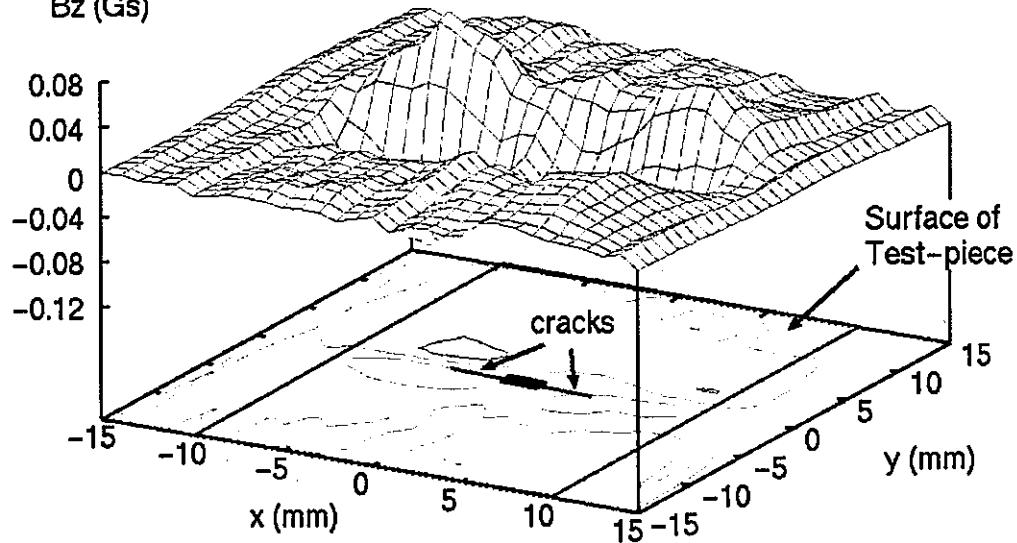
ノッチ無し試験片、ひずみ速度 $0.01\%/\text{sec}$ 、最大ひずみ 3% 。測定は試験片平行部中心の6ヶ所で行われた。負荷応力が増大すると共に磁束密度が上昇していることがわかる。

By (Gs)



(a) y 成分

Bz (Gs)



(b) z 成分

図3 疲労試験後における漏洩磁束密度分布
ノッチ入り試験片、ひずみ範囲： $\pm 0.25\%$ 、ひずみ速度： $0.1\%/\text{sec}$ 、繰回事数：940回。き裂周辺で磁束密度が大きく変化していることがわかる。

3 磁化分布逆解析

次に、ニューラルネットワークに基づいた漏洩磁束密度から内部磁化分布の逆解析を行う手法の開発と、その手法を用いた疲労試験片の内部磁化分布再構成結果について説明する[2]。ニューラルネットワークとは、脳における神経細胞の信号伝達系をモデルとした情報処理法である。一般的な特徴として、曖昧さを含むデータや、原因と結果の因果関係が明確な形で定義できない場合に有効であることが知られている。このことからニューラルネットワークは、測定誤差を含む磁束密度測定結果から材料内部の磁化分布を再構成する本問題を取り扱うのに適していると考えられる。

上で紹介してきたように、常磁性体であるSUS304に塑性変形を与えると、応力集中部に強磁性体であるマルテンサイト相が発生し、漏洩磁束密度が観察される。き裂の発生以前にマルテンサイト変態は起こるため、漏洩磁束密度より磁化分布が逆解析できれば、き裂発生前における非破壊劣化診断が可能になる。

3. 1 磁化の作る磁場

磁化 M の分布から各測定点における漏洩磁束密度 B はBiot-Savartの法則より、次式を用いて求められる。

$$B_i = \frac{\mu_0}{4\pi} \sum_{j=1}^{n_s} \int_{\Omega_j} \frac{(\nabla \times M_j) \times R}{R^3} dv_j, \quad (1)$$

ここで、 B_i は測定点 i における磁束密度、 M_j 、 dv_j は n_s 個に分割した試験片の j 番目要素における磁化と要素体積、 R は各磁化と測定点間の位置ベクトルである。

3. 2 ニューラルネットワーク

漏洩磁束密度から磁化分布を逆解析するために、入力層、中間層、出力層からなる階層構造ニューラルネットワークを用いた(図4)。このニューラルネットワークの大きな特徴は次の二点である。

一点目は、入力層が中間層だけではなく、出力層にも直接つながっていること。これにより入力と出力の関係を線形的な関係で扱う。二点目は、中間層内のノード数が学習開始時には一つだけで、一セットの学習が終わる度に一つずつ増えていくことである。新しく作られたノードと入力層間の結合強度 W_{ih} はランダムに与えられる。中間層の増加により、測定誤差や考察領域外の磁化の影響を受けにくいニューラルネットワークとなる。入力層-出力層間、中間層-出力層間の結合強度 W_{io} 、 W_{ho} は、入力データ： X' 、出力データ： Y' の間に成立つ次式において両辺の自乗誤差がもっとも小さくなるように決定される。

$$[X', f_1(X' \cdot W_{ih})] \cdot \begin{bmatrix} W_{io} \\ W_{ho} \end{bmatrix} = f_2^{-1}(Y'), \quad (2)$$

ここで、 f_1 、 f_2 は中間層、出力層においてデータ変換のために用いる非線形関数である。最終的に結合強度は、直接学習には用いられていない確認用データについて (2) 式両辺の自乗誤差がもっとも小さくなるものを採用する。これはネットワークが過学習により一般性を失うのを防ぐためである。

またニューラルネットワークは、入力層および出力層のノード数があまりに多いとその構造が複雑になるために、局所解にとどまるなどして学習が進まず、学習にも多くの時間を要する。そこで、本研究ではShifting Aperture法および主成分分析を用い、ニューラルネットワークの構造の簡素化を行った。Shifting Aperture法とは、小さな領域についてその場所を移動させながら磁化分布逆解析を行い、得られた結果に重みをかけ、重ね合わせることにより、全領域の逆解析結果を求ることで、単純に考察領域を小さくしただけでは考慮できない考察領域外の磁化的影響も取り入れることができる[5]。また主成分分析とは、情報量をなるべく失うことなく多次元データの次元縮小を行う手法であり、これにより効率の良い入力が可能になり、入力データを減少させることが可能になる[5]。

3. 3 ニューラルネットワークの学習

ニューラルネットワークの学習に用いるトレーニングデータセットは、学習用に200組、確認用に50組作成した。ここで磁化分布は、半径 $R (=2.3 \text{ or } 4\text{mm})$ の円柱状に分布しているとした。円柱の中心で最大値をとり、同心円状に値を変化させる。また、厚さ方向には変化しないと仮定した。

学習終了後、学習に用いられていない検証データについてニューラルネットワークの誤差分布を求め、その一般性を検証する。100組の検証データセットに関する誤差分布を図5に示す。横軸は格子点あたりの平均絶対誤差(MAE)、縦軸はその割合である。ここで、MAEは次式で求められる。

$$MAE = \sum_{i=1}^N \frac{|M_{t,i} - M_{r,i}|}{N}, \quad (3)$$

ただし、 $M_{t,i}$ 、 $M_{r,i}$ はそれぞれ格子点における期待される磁化および再構成により得られた磁化、また N は総格子点数である。誤差分布より、得られたニューラルネットワークが十分な学習が行われ、かつ一般性を有することが確認できた。

3. 4 磁化分布逆解析結果

学習を終えたニューラルネットワークを用いて、疲労試験によりき裂が生じたSUS304試験片の磁化分布の逆解析を行った。図3が入力として用いた漏洩磁束密度測定結果である。図6に逆解析結果を示す。(a)は磁化の絶対値の分布である。き裂周辺およびその先端で高い値を示していることがわかる。(b)は磁化のx、y成分のベクトル表示である。ここでも、き裂およびき裂先端部において高い値を示しており、また $x = 0\text{ mm}$ および $y = 0\text{ mm}$ に対する対称性が見られる。

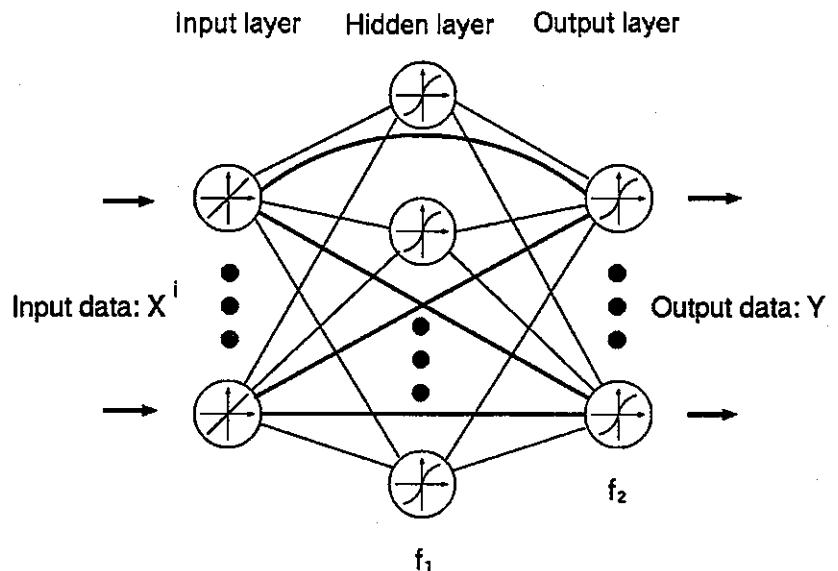


図4 ニューラルネットワーク

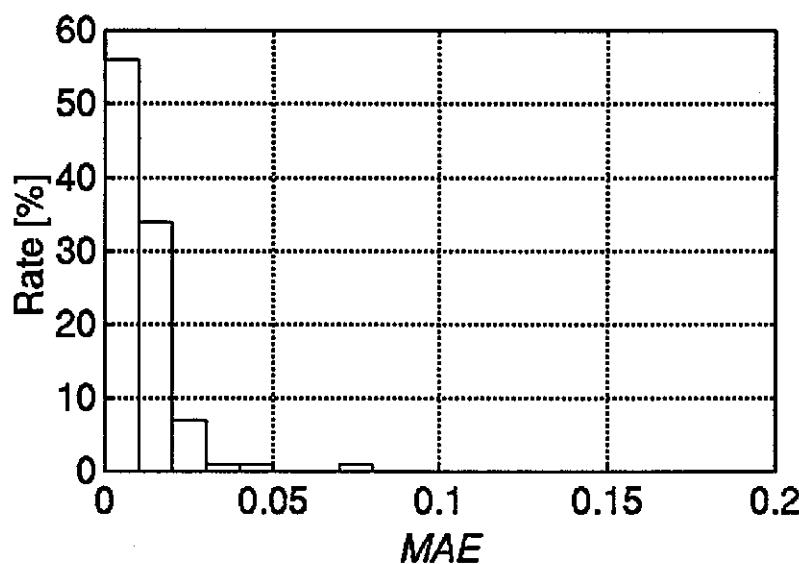
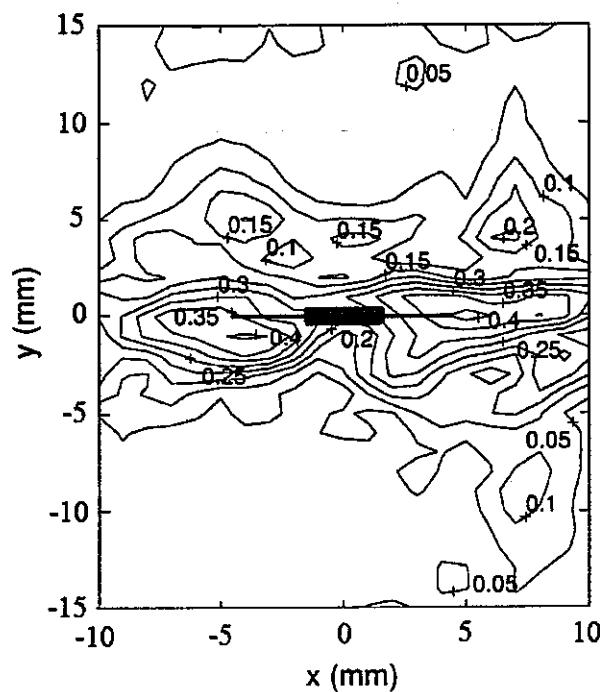
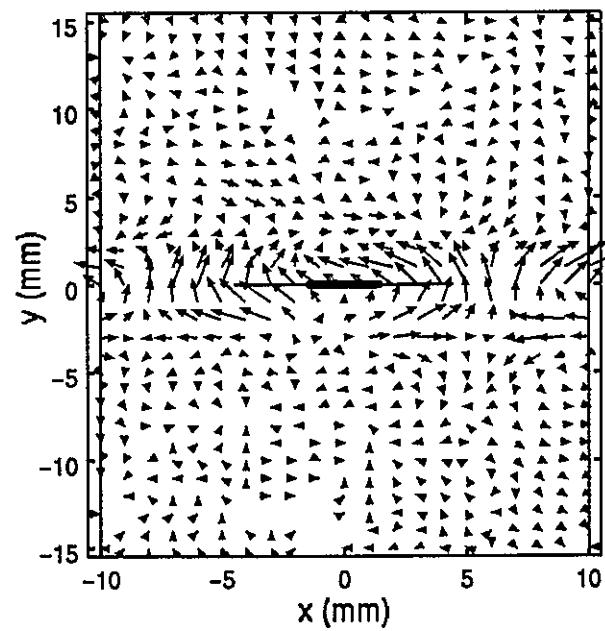


図5 誤差分布

検証データに関する格子点あたりの平均絶対誤差(MAE)分布。十分、学習が行われており、また汎用性があることが示された。



(a) 磁化の絶対値分布



(b) 磁化(x, y 成分)のベクトル表示

図6 磁化分布逆解析結果
き裂先端において磁化が大きくなっていることがわかる。

4 磁化率分布再構成

前章では、漏洩磁束密度分布から磁化分布の逆解析を行った。磁化分布の逆解析結果は劣化領域の特定、および劣化量の定性的評価のために非常に重要である。しかし、磁化の大きさが履歴により変化するために劣化量の定量的評価に用いることができない。そこで、いったん消磁した後、励磁した試験片の漏洩磁束密度から初透磁率分布の逆解析を行うことを考える。初透磁率と劣化量の間に相関関係があることは中曾根らの研究などにより明らかにされている[6]。

ここでは、シミュレーションデータについて行われた初透磁率の逆解析について述べる。まず初透磁率の分布を仮定し、A法に基づいた有限要素法-境界要素法により、その場合の漏洩磁束密度を求めた。ここで、A法とは磁気ベクトルポテンシャル(A)を利用して電磁界解析手法のことである[7]。

試験片の大きさは $10\text{mm} \times 10\text{mm} \times 3\text{mm}$ で、 $10 \times 10 \times 3$ の要素に分割された。各層で試験片中心から同心円状に等しい磁化率を持つと仮定している。リフトオフは 0.5mm である。その後、この漏洩磁束密度を用いて初透磁率の逆解析を行った。逆解析には先と同様、ニューラルネットワークを用い、主成分分析、Shifting Aperture 法によりニューラルネットワークの構造の簡素化を行っている。ニューラルネットワークの学習には、学習用に300組、確認用に100組のデータセットが用意された。学習終了後に行われた検証用データセット100組に関する誤差分布を図7に示す。この図から十分に学習が行われていることがわかる。逆解析結果の一例を図8に示す。図は、試験片の中心を通る断面における正解値と逆解析結果との比較である。

以上のように簡単化された問題に関してではあるが、ニューラルネットワークを用いて漏洩磁束密度から初透磁率分布の逆解析が可能であることが示された。劣化量と初透磁率の定量的関係が明らかになれば、この初透磁率逆解析結果から劣化領域の特定だけでなく劣化量の定量的評価を行うことが可能になるであろう。

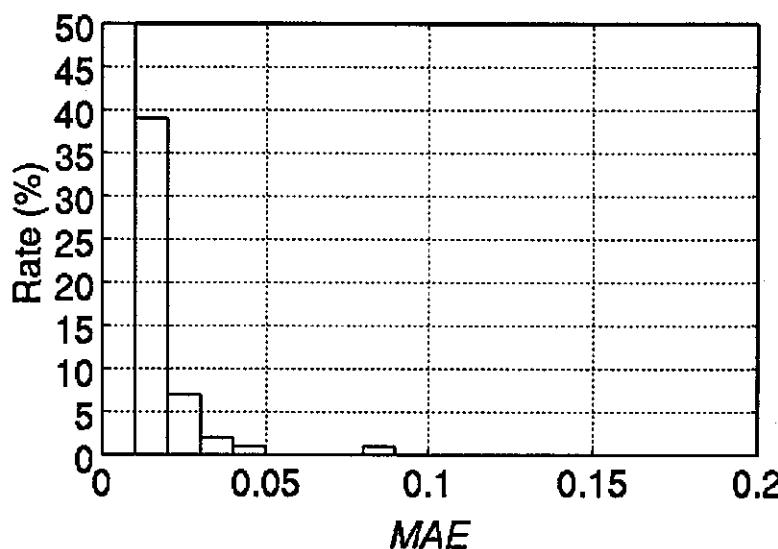


図7 誤差分布

検証データに関する格子点あたりの平均絶対誤差(MAE)分布。十分、学習が行われており、また汎用性があることが示された。

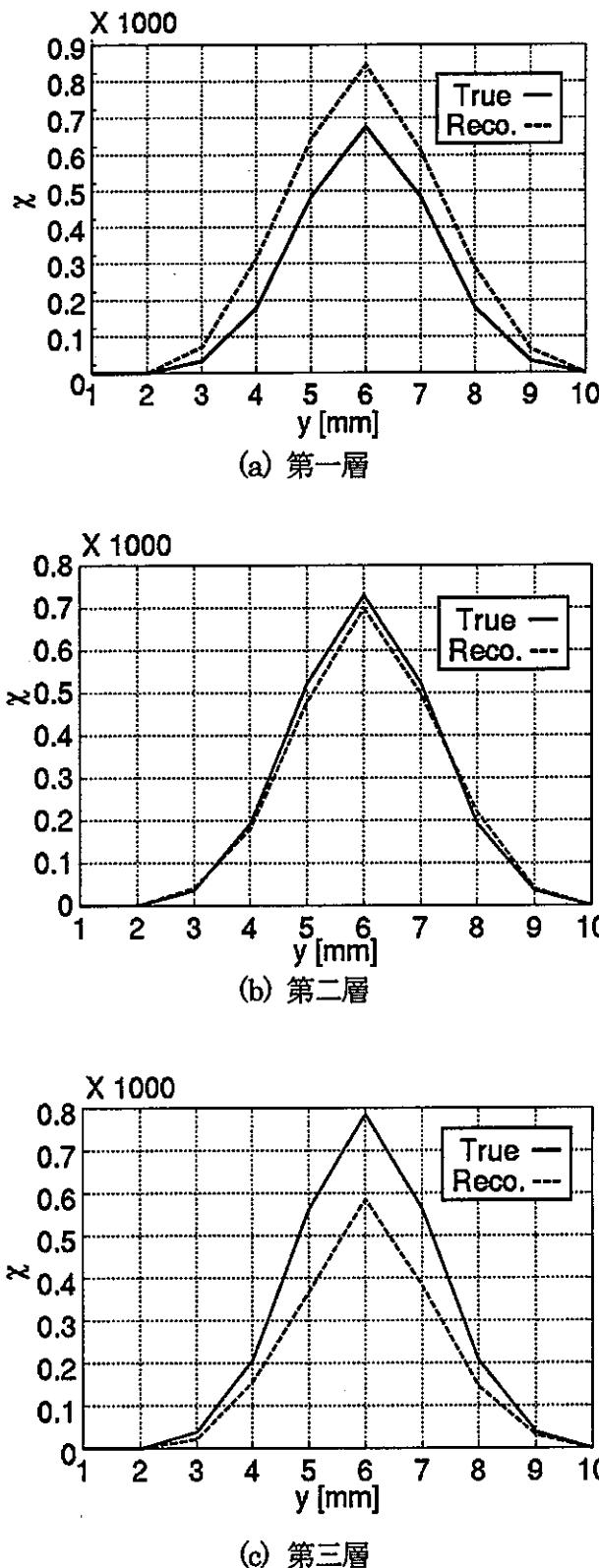


図 8 磁化率分布逆解析結果例
True:期待される磁化分布、Reco.:逆解析された磁化分布

5 SCC割れの磁気的解析手法の開発

応力腐食割れ(Stress Corrosion Cracking: SCC)は、疲労と同様、代表的な経年劣化事象であり、SCCの発生および進展挙動を予測する手法の開発が望まれている。

我々は、インコネル 600 に関して磁気的手法の適用可能性を検討するために、漏洩磁束密度の観測、観測結果から磁化分布を逆解析する手法の開発、および磁気力顕微鏡によるミクロ観察を行った。

5.1 試験片

インコネル 600 管($\phi 22.23\text{mm} \times t 1.27\text{mm}$)を用いた。化学組成を表 1 に示す。粒界腐食の感受性を高めるために鋭敏化処理を施した材料に対し、応力負荷状態で腐食液に浸漬することにより、人工的に SCC 試験片を作成した。きず形状は管の外表面、円周方向で、長さが 10mm、深さが管の厚さの 50% である。ただし、製作が自然条件を利用したものであることから、きず形状に関する値は目標値である。また位置は、その他の部分をマスキングすることによって定めた。

表 1 化学組成

Element	C	Mn	Fe	Si	Cu	Ni	Cr
wt%	0.03	0.30	9.50	0.32	0.16	73.28	16.41

5.2 漏洩磁束密度測定

磁気的手法による SCC き裂の検出可能性を確かめるため、薄膜フラックスゲートセンサにより漏洩磁束密度の測定を行った。磁束密度測定時の試験片形状を図 9 に示す。測定領域は試験片の中心を原点として、 $-14\text{mm} < x < 14\text{mm}$, $-7\text{mm} < y < 7\text{mm}$ と試験片の大きさより広い。試験片表面とセンサとの相対距離は 0.5mm である。なお測定前に永久磁石(約 0.4T)で z 軸負の向きに着磁した。

磁束密度測定結果を図 10 に示す。(a)が x 成分、(b)が y 成分、(c)が z 成分についての測定結果である。図中に試験片および SCC の位置も示す。インコネル 600 は通常、常磁性体であるが、0.5Gauss 程度の残留磁束密度が観測された。さらにいずれの成分に関しても、試験片端部において形状に依存して磁束密度分布が大きく変化しているが、これとは別に SCC 付近($x \approx 0\text{mm}$)で磁束密度が変化していることが確認できた。

このように、鋭敏化による磁化、および SCC 近傍における磁化変化を薄膜フラックスゲートセンサを用いて、簡易に測定可能であることが明らかになった。

5.3 磁化分布逆解析

ここでは、遺伝的アルゴリズムを用いた磁化分布逆解析手法を提案し、磁束密度分布から試験片の磁化分布を推定する。今回、磁化分布に関して以下の仮定を行った。

- (1) 磁束密度分布測定前に z 方向に着磁を行ったことから、磁化は z 成分のみを持つとする。
- (2) SCC から両側 6 mm 以上離れたところでは SCC 導入時に塑性変形、腐食液等の影響が及ばなかったものとし磁化が一様($= M_0$)であるとする。 M_0 は、SCC の影響のない試験片端部における磁束密度から $M_0 = -3.12 \times 10^4$ [A/m] と求めた。
- (4) 磁束密度測定結果から SCC 近傍では他の領域に比べ磁化が減少していることが予想される。 x 軸方向に関する磁化分布は、SCC に関する対称性が期待されること、SCC 部分で発散せず遠方で M_0 と一致することを考慮して次のように分布しているとする。

$$M = M_0 - \alpha \exp(-(x-\beta)^2/\gamma), \quad (4)$$

ここで α , β , γ はそれぞれ磁化の減少した程度、SCC の位置、および磁化が減少している領域の広がりに対応している。

遺伝子として各 y 座標における α , β , γ を実数でコーディングした。また、適応度(Fit.)は次式によって求めた。

$$Fit. = 1 / \left[\sum (B_{true} - B_{reco.})^2 + \alpha \sum (\beta_j - \beta_{j+1})^2 \right] \quad (5)$$

ここで、 B_{true} は磁束密度測定結果、 $B_{reco.}$ は仮定した磁化分布が作る磁束密度である。

また、 β_j は $y = y(j)$ における β であり、第 2 項は SCC が連続に分布することを要請している。適応度を求める際には、 $-4\text{mm} < x < 4\text{mm}$ における磁束密度 x 成分の測定結果を用いた。遺伝的アルゴリズムの各パラメータは、1 世代の個体数 200, 交叉確率 0.7, 突然変異確立 0.3(ただし、15 世代ごとに 1 回突然変異確率を 0.6 とする)である。

300 世代後に得られた磁化分布結果を図 11 に示す。SCC 近傍において磁化が他の領域に比べ小さくなっている様子が示された。強磁性体に関して塑性変形により初透磁率、残留磁化が小さくなることが報告されており、ここで磁化が減少している領域も同様に塑性変形の影響を受けた部分であると予想される[8]。

5.4 磁気力顕微鏡観察

漏洩磁束密度測定により明らかになった SCC 試験片の残留磁束密度と SCC き裂近傍での磁束密度変化の原因を探るために、磁気力顕微鏡(Magnetic Force Microscope: MFM)による観察を行った。用いた磁気力顕微鏡のカンチレバーのばね定数は 20N/m、試験片表面と探針間の相対距離は 100nm であり、磁気力の検出には位相変調法を用いている。測定は全て室温、大気中において行った。

まず、鋭敏化が磁化に与える影響を考察するため、SCC 部分から 1cm ほど離れた領域での観察を行った。この部分は SCC 導入時、腐食液に触れていない。図 12 に原子間力顕微鏡(Atomic

Force Microscope: AFM)および磁気力顕微鏡観察結果を示す。AFM 観察結果は試験片の表面形状に対応しているが、特に凹凸は見受けられず、試料が平坦であることがわかる。一方、MFM 観察結果では、結晶粒界近傍において磁化している様子が示されている。このように銳敏化されたインコネル 600 が磁化していた原因は、結晶粒界における磁化であることがわかつた。これは、銳敏化による Cr の欠乏が原因であると考えられる。通常、インコネル 600 のキュリー温度は室温以下であるため、室温では常磁性を示すが、Cr 量が減るにしたがって、キュリー温度が上昇し、約 10%未満になると室温でも強磁性を示すことが報告されている[9,10]。MFM は現在結晶粒界近傍における Cr 量を測定するために用いられている透過型電子顕微鏡に比べ、1)試料準備が簡単、2)広範囲にわたる測定が可能、3)操作が簡単などの利点を有している。今後、さらに研究を進めることによって、MFM を用いた簡便で精度の良い銳敏化度評価手法を開発できる可能性がある。

次に、SCC 近傍における MFM 観察を行った。観察点は図 13 中に示す A, B, C の 3箇所である。観察結果を図 14 に示す。SCC に近づくにしたがって、銳敏化による結晶粒界近傍での磁化が弱くなっている。この結果は、漏洩磁束密度を用いた磁化分布の逆解析結果と対応している。今後、磁化の応力あるいは塑性変形に対する依存性を明らかにすることにより、磁気特性を用いて SCC 発生をモニタリングできる可能性がある。

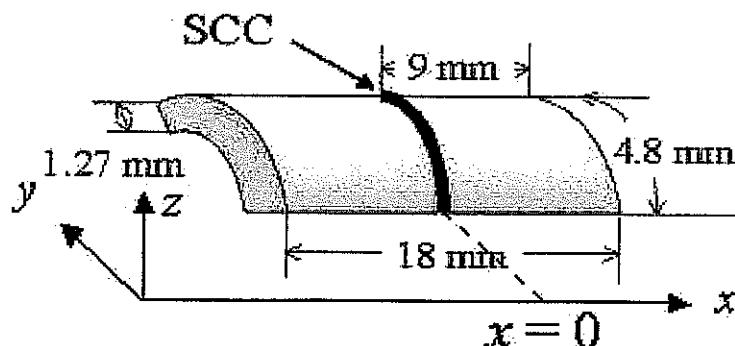


図 9 漏洩磁束密度測定時の試験片形状

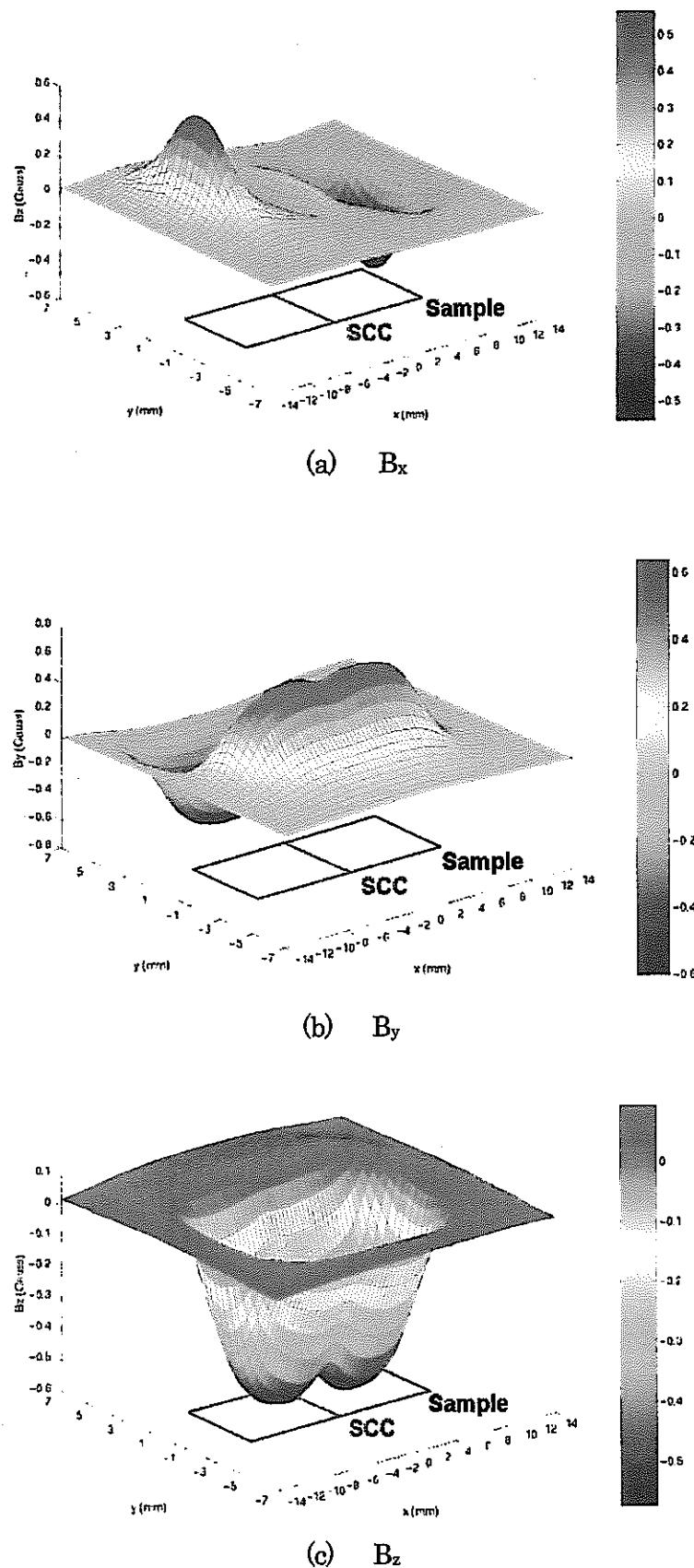


図 10 漏洩磁束密度測定結果

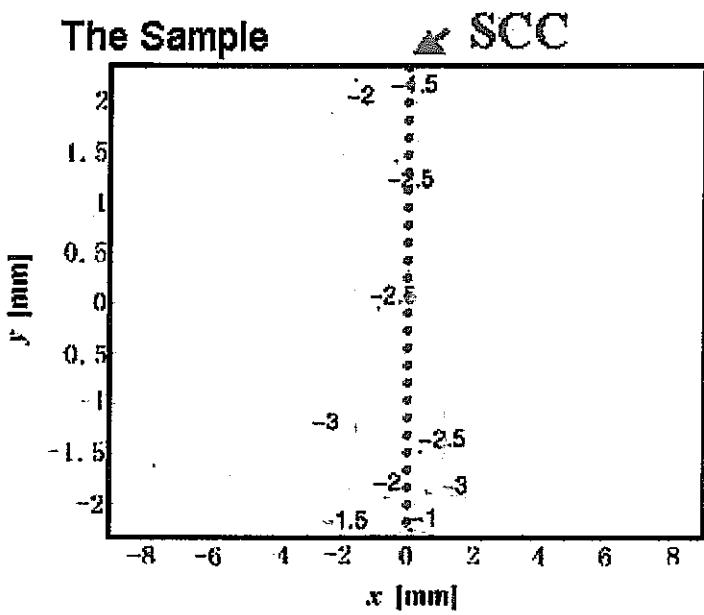


図 11 磁化分布逆解析結果

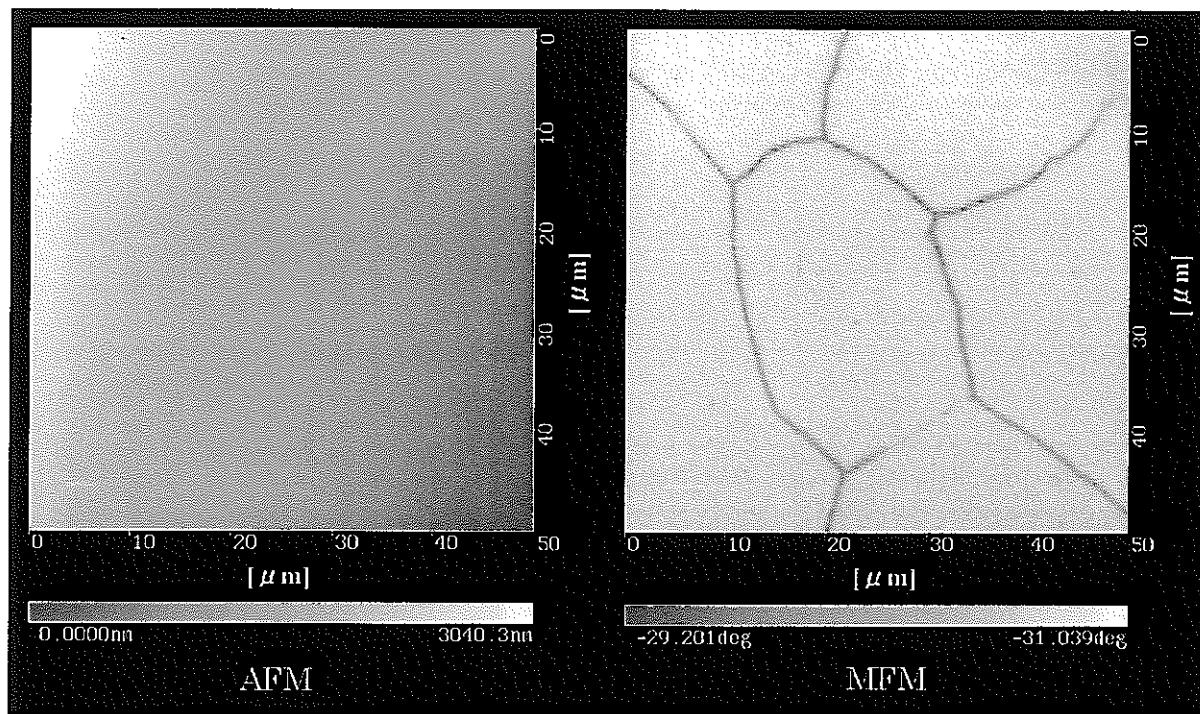


図 12 鋭敏化試験片 MFM 観察結果

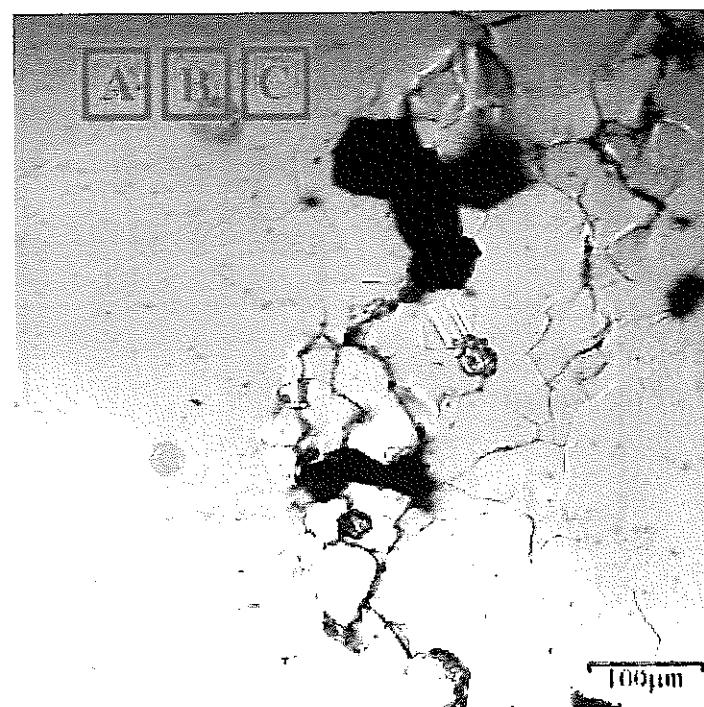


図 13 MFM 観察箇所

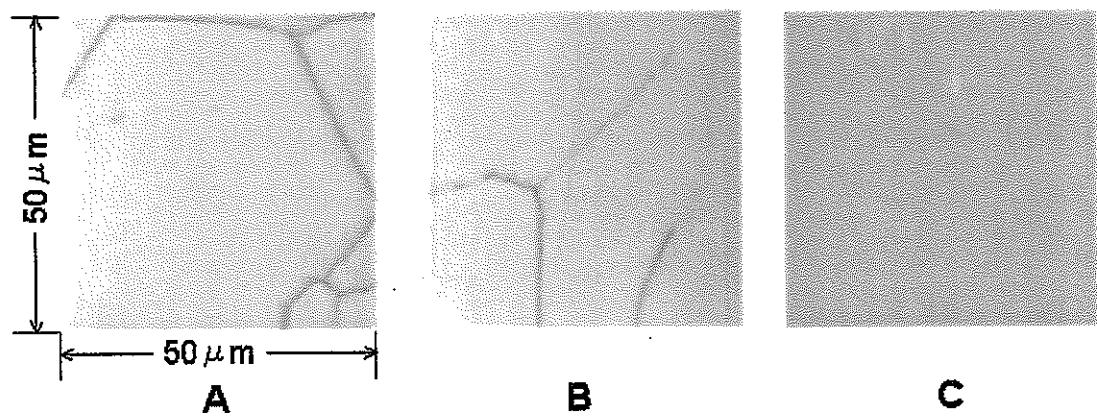


図 14 SCC 近傍における MFM 観察結果

6 おわりに

常磁性体であるオーステナイト系ステンレス鋼SUS304鋼について、磁気的手法による劣化診断の可能性について述べた。まず、応力を負荷することにより塑性変形領域においてマルテンサイト変態を起こし、その部分が強磁性を示すようになる様子が示された。我々が開発した漏洩磁束密度分布から磁化分布を逆解析する手法を用いれば、応力集中箇所を特定することが可能である。さらに、磁化率と塑性変形量の定量的な関係がより明らかにされれば、今回提案した磁化率分布の逆解析手法を用いて、劣化程度の定量的評価を行うことが可能になる。ここで重要なことは、いずれの場合にしても、現在行われている渦電流や超音波を使った検査手法と異なり、き裂発生以前においても同手法を適用出来る点である。

また代表的な高経年劣化事象である応力腐食割れに関して行われた研究についても報告した。熱処理によって、常磁性体であるインコネル600合金が強磁性を示すようになること、その原因が結晶粒界近傍における磁化であることがわかった。さらにまた、模擬応力腐食割れを導入した試験片の漏洩磁束密度分布をブラックスゲートセンサを用いて測定することにより、割れ近傍で磁束密度が大きく変化していることがわかった。新たに開発した遺伝的アルゴリズムに基づく磁化分布逆解析手法を用いて、磁化分布を逆解析したところ、割れ位置を特定することが可能であることがわかった。割れ近傍での漏洩磁束密度の変化は、熱処理により生じた結晶粒界近傍での磁化の減少によることがわかった。

以上のように、通常、常磁性体と見なされているオーステナイト系ステンレス鋼やインコネル600合金が劣化箇所において磁性を帯びるようになり、またその磁性を磁気力顕微鏡や薄膜ブラックスゲートセンサを用いて測定可能であることがわかった。さらに開発した逆解析手法を用いて劣化箇所を特定可能であることも明らかになった。このように磁気的手法は劣化評価手法として大変有力であることが示された。

参考文献

- [1] Z. Chen, et al., "Reconstruction of Magnetic Charges using a Gradient method and Wavelet", Proc. of 11th SEAD, p. 590 (1999).
- [2] S. Takaya, et al., "Reconstructing magnetization from magnetic flux leakage for evaluation of fatigue degradation", Electromagnetic nondestructive evaluation, Vol.5, IOS press, p.291 (2001).
- [3] 高屋茂, 他, “材料劣化における結晶粒界の磁気特性”, 第 10 回 MAGDA カンファレンス講演論文集, p.249 (2001).
- [4] 高屋茂, 他, “磁気力顕微鏡による熱鋭敏化度の推定”, 第 11 回 MAGDA カンファレンス講演論文集, p.52 (2002).
- [5] R.C. Popa and K. Miya, "Approximate inverse mapping in ECT, based on aperture shifting and neural network regression", J. Nondestr. Eval., Vol.17, No.4, p.293 (1998).
- [6] 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 JSAME-R-9903, p.48 (2000).
- [7] O.Mihalache, "Direct and Inverse Analyses in Nondestructive Testing of Ferromagnetic Materials", ph.D .Thesis, the University of Tokyo, Faculty of Engineering (2000).
- [8] M.Uesaka, et al., "Round-robin Test for Nondestructive Evaluation of Steel Components in Nuclear Power Plants", Electromagnetic Nondestructive Evaluation, Vol. 2, IOS Press, p.39 (1998).
- [9] R.G.Aspden, et al., "Relationship Between Magnetic Properties, Sensitization, and Corrosion of Incoloy Alloy 800 and Inconel Alloy 600", Metall. Trans., Vol.3, p.2691 (1972).
- [10] M.Kowaka, et al., "Effect of Heat Treatment on the Susceptibility to Stress Corrosion Cracking of Alloy 600", Nucl. Technol., Vol. 55, p.394 (1981).