

熱過渡負荷を受ける構造物の損傷評価
—微小硬さによるミクロき裂の検出—
(研究報告書)

1999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。

〒319-1194 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 319-1194,
Japan

© 核燃料サイクル開発機構 (Japan Nuclear Cycle Development Institute)
1999

1999年3月

熱過渡負荷を受ける構造物の損傷評価
—微小硬さによるミクロき裂の検出—
(研究報告書)

川崎 弘嗣*

要　　旨

FBR プラントの運転に伴う損傷劣化を計測する手法の基礎的な検討を実施した。熱過渡の繰り返しを受けて構造物中に発生するミクロき裂を計測する方法として、ミクロな領域の計測が可能な微小硬さ計の適用性を検討した。結晶粒界に発生したミクロき裂付近の微小硬さ特性を調べた結果、

- (1) 微小硬さ特性値は、き裂の発生していない板厚中央部と比べて、構造物表面から発生しているき裂部分で急激に低下し、き裂先端近傍で大きな値となり、顕著な変化を示すこと、
- (2) 結晶粒内よりも粒界近傍の方が微小硬さ特性値は大きく、粒界き裂の発生する前兆を微小硬さの変化で計測可能であること、
- (3) 微小硬さ特性値の変化により、疲労損傷やクリープ損傷の支配的な損傷を知る手がかりが得られることがわかった。

したがって、微小硬さ計を用いたミクロき裂計測方法は、結晶粒界の微小硬さを計測することができれば、クリープ疲労損傷の計測やき裂発生の前兆からミクロき裂を計測する方法として有望である。

*) 核燃料サイクル開発機構 大洗工学センター ナトリウム・安全工学試験部 機器・構造安全工学 Gr

Damage evaluation of structure model under thermal transient loading
— Detection of micro crack by micro indentation test —

Hirotsugu Kawasaki *

ABSTRACT

In order to detect the micro damage of structural material on FBR plant, a basic study was performed. The micro hardness testing machine that was able to measure on a micro area was applied to detect of micro cracks on vessel model under the cyclic thermal transient with creep and fatigue. Micro hardness parameters by the micro indentation test were measured along depth of intergranular cracks from surface of the vessel. The results were as follows.

- (1) The micro hardness parameters decreased in the region of intergranular cracks from surface of the vessel and increased near the crack tip in comparison with no crack region.
- (2) The micro hardness parameters near the grain boundary were higher than that of the matrix on same grain. Then micro indenter testing method was applicable to detect a sign of micro crack generation.
- (3) The creep damage and/or fatigue damage will be able to find from the property of micro hardness parameters.

Therefore the micro indentation method would be applicable to the detection of micro cracks from a sign of the micro crack generation by measured the micro hardness of structural material.

*) Structure Safety Engineering Group, Oarai Engineering Center, Japan
Nuclear Cycle Development Institute

目 次

1. 緒論	1
2. 試験方法	2
2.1 供試材	2
2.2 微小硬さ測定方法	3
2.3 微小硬さ試験条件の検討	4
(1) 初期荷重	4
(2) 押し込み速度	4
(3) 保持時間	5
(4) 負荷荷重	5
3. 試験結果および考察	6
3.1 熱過渡によるき裂の発生形態	6
3.2 微小硬さ特性値による板厚方向の損傷評価	6
(1) 受入材の微小硬さ特性値	6
(2) 損傷材の微小硬さ特性値	7
(3) 損傷材のマイクロビックアース硬さ	8
3.3 微小硬さ特性値によるき裂近傍の評価	9
3.4 微小硬さ特性値による結晶粒内の評価	10
3.5 クリープ疲労損傷値と微小硬さの関係	11
4. 結 論	13
謝 辞	14
参考文献	15

表リスト

表 2.1 内側円筒容器素材の化学成分	17
---------------------------	----

図リスト

図 2.1 溶接容器型モデル熱過渡強度試験体(TTS 試験体)	19
図 2.2 热過渡試験条件	19
図 2.3 荷重-押込み深さ線図の模式図	20
図 2.4 パラメータ B と D の求め方	20
図 2.5 微小硬さに及ぼす初期荷重の影響	21
図 2.6 微小硬さに及ぼす押込み速度の影響	21
図 2.7 微小硬さに及ぼす保持時間の影響	22
図 2.8 微小硬さと押込み深さとの関係	22
図 3.1 板厚方向縦断面の光学顕微鏡写真(SUS304)	23
図 3.2 板厚方向縦断面の光学顕微鏡写真(316FR)	24
図 3.3 母材部の試料切断面におけるき裂深さ	25
図 3.4 受入材の板厚方向に対する微小硬さの特性値(SUS304)	26
図 3.5 受入材の板厚方向に対する微小硬さの特性値(316FR)	27
図 3.6 損傷材の板厚方向に対する微小硬さの変化	28
図 3.7 損傷材の板厚方向に対するパラメータ B の変化	29
図 3.8 損傷材の板厚方向に対するパラメータ D の変化	30
図 3.9 受入材に対する損傷材の微小硬さの変化	31
図 3.10 受入材に対する損傷材のパラメータ B の変化	32
図 3.11 受入材に対する損傷材のパラメータ D の変化	33
図 3.12 板厚方向のマイクロビックアース硬さの変化	34
図 3.13 き裂に沿った微小硬さの変化	35
図 3.14 き裂に沿ったパラメータ B の変化	36

図 3.15 き裂に沿ったパラメータ D の変化	37
図 3.16 結晶粒内の微小硬さの変化	38
図 3.17 結晶粒内のパラメータ B の変化	38
図 3.18 結晶粒内のパラメータ D の変化	39
図 3.19 板厚中央部の結晶粒内の微小硬さ	39
図 3.20 板厚方向のクリープ疲労損傷分布	40
図 3.21 クリープ疲労損傷値と微小硬さの関係	41
図 3.22 クリープ疲労損傷値とパラメータ B の関係	42
図 3.23 クリープ疲労損傷値とパラメータ D の関係	43

1. 緒論

FBR プラントでは、起動・停止に伴い冷却材であるナトリウムの温度変動がもたらす熱過渡の繰り返し（疲労）、および定常運転中のクリープとが重畠する、いわゆるクリープ疲労によって構造材料に損傷劣化が生じる。プラントの長寿命化（寿命延伸）を図るためにには、このような損傷に基づいた余寿命を診断する必要がある。このため、損傷状態を検出し、損傷機構を明らかにすることで、寿命予測精度を向上させ、長時間外挿における裕度改善が図れる。さらに、き裂発生初期の段階から損傷劣化を検出できれば信頼性は向上する。本研究では、損傷機構を解明する基礎的研究として、非破壊的な手法により損傷を調べている。

これまで、ミクロレベルからの損傷を非破壊的に検出する方法として、高周波超音波を用いてクリープ疲労損傷の寿命初期から損傷の進行に対応する信号変化を検出してきたが¹⁾、材料の破損に至るき裂の検出に関しては、ミクロンオーダーの微小き裂の発生・進展のみを抽出して計測するには至っていない。そこで、き裂が発生する前兆現象から検出するための非破壊的検出方法として、微小硬さ計による計測を試みた。

微小硬さ計を用いた検出法は、これまでに、材料の強度評価^{2)～5)}や残留ひずみを微小硬さ特性の変化量として計測する研究⁶⁾がなされている。このように、ミクロレベルの領域で結晶粒界の残留ひずみの状態等を検出できれば、例えば、き裂が発生する直前のひずみ集中やき裂発生によるひずみの解放現象の痕跡等を、微小硬さの変化量として計測できる可能性がある。

本研究では、ナトリウム中で熱過渡の繰り返しによるクリープ疲労負荷を受けた構造物の損傷を解明するため、構造物表面に発生したミクロき裂の検出方法の基礎的研究として、微小硬さ計の適用性を試み、損傷機構を検討した。

2. 試験方法

2.1 供試材

本研究に用いた構造物の試験体は、これまで構造物の熱過渡試験としてなされたきたものを用いており⁷⁾、図2.1に示すように、溶接継手を隨所に盛り込んだ容器型のモデルであり、外側容器の内部に中子(Inner Vessel)と呼ばれる内側容器を有しており、二重の容器構造になっている。この試験体は、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り返し流動させて、クリープ疲労による損傷を与えたものである。すなわち、ナトリウムは、外側容器と中子との間を上部から流入し、下部から流出し、常に流動しており、また、中子の内側も上部からわずかなナトリウムの流入によりナトリウムで満たされ、滞留ナトリウムの状態となっている。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と中子の外表面から与えられるが、中子の内側も緩やかではあるが滞留ナトリウムの温度変化による熱過渡が考えられる。

この溶接容器型モデル熱過渡強度試験体(TTS試験体)の材料は、外側容器はSUS304、中子の胴部縦半分がSUS304、残り縦半分が通常のSUS316に比べ低炭素(0.01wt%)で窒素を0.6~0.1wt%の範囲で成分制御した高速炉構造用SUS316(316FR)である。これらの化学成分を表2.1に示す。

熱過渡負荷の方法は、図2.2に示すように、600°Cのナトリウムを試験体の上部ノズルから与えた後、250°Cのナトリウムを与え(コールドショック)、250°Cで60分保持する。その後、再び600°C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1055サイクル繰り返し与えてある。

測定や観察に用いた試料は、TTS試験体の試験前(受入材)と試験後(損傷材)における中子のSUS304と316FRの母材部からそれぞれ採取し、微小硬さ測定と光学顕微鏡観察に用いた。測定面は中子の板厚方向の縦断面とし、板厚は20mmである。なお、微小硬さ測定用の試料は、表面性状や表面加工層の影響を取り除く必要があることと、結晶粒界を現出させる必要があることから、通常結晶粒界の組織観察に用いているエッティング方法を採用し、バフ研磨後、王水の希釀水でエッティングを施した。

2.2 微小硬さ測定方法

微小硬さ測定に用いた試験装置は、微小表面材料特性評価システム M Z T-4 ((株)アカシ製)である。試験は、試料表面にダイヤモンド圧子を押し込み、この押し込む過程の押し込み荷重と押し込み深さを計測するものである。圧子は、ビックース硬さとの対応関係が得られているものとして、三角錐圧子とし、軸心に対する面角が68度のものを用いた。

微小硬さ測定から得られる計測データは、図2.3に示すように、圧子の負荷と除荷の過程における押し込み荷重 F (mN) と押し込み深さ h (μm) の連続データである。この挙動データから、いくつかのパラメータを算出する。ここで、本試験で用いた圧子押し込み試験の方法としては、圧子が試料に接触した後、初期(基準)荷重 F_0 と呼ばれる荷重を負荷し、初期荷重により圧子が試料に押し込まれた点を零点とし、設定した負荷荷重 F_m まで負荷した後保持し、再び初期荷重まで除荷し、最大押し込み深さ h_m 等を求めるものである。すなわち、初期荷重を負荷する押し込み試験とすることにより、試料表面の微小な粗さ等による測定への影響を取り除く方法を採用した。

圧子押し込み試験から得られるパラメータは、通常、微小硬さ H を算出する。これは、初期荷重 F_0 、負荷荷重 F_m 、負荷荷重保持終了時の最大押し込み深さ h_m とした時、次式で求められる。

$$H = K \sqrt{(F_m^2 - F_0^2)} / h_m^2$$

ここで、Kは圧子形状による定数で、本試験で使用した三角錐圧子の場合 $K = 2.972$ である。

また、微小硬さ試験のパラメータには、弾性変形に着目したものとして、パラメータ B やパラメータ D と呼ばれるものがある。これは、図2.4に示したように、微小硬さ試験から得られる押し込み荷重と押し込み深さの関係において、その縦軸の荷重を深さで除した値に変換した時の(荷重/押し込み深さ) - (押し込み深さ) の関係図において、負荷過程の直線部分の勾配をパラメータ B 、除荷過程の初期における直線の勾配をパラメータ D として算出するものである。 B は強度と、 D はヤング率と相関性があるパラメータとされている^{2)~5)}。本研究では、これら微小硬さ H 、パラメータ B 、パラメータ D の微小硬さの特性値を算出した。

2.3 微小硬さ試験条件の検討

微小硬さ試験を行うにあたり、まだその試験方法は標準化されていないため、試験条件を設定するための検討が必要となる。その検討に際しては、圧子の負荷による押し込み深さが微小になるにつれ、表面粗さや表面加工層の影響がでて硬さ値に影響を与えるため⁸⁾、安定した領域で測定を行うための試験条件を検討した。微小硬さ測定用の試料は電解研磨を施す場合が多いが、本研究では結晶粒界の現出のため、エッティングを施した試料としたので、エッティング状態でも計測が安定して行える条件を設定した。なお、試験条件検討用の試料は、316FR受入材として、バフ研磨後、王水でエッティングを施したもの用いた。

(1) 初期荷重

初期荷重 F_0 を決定するため、負荷荷重98mN(10gf)の下で、初期荷重を変化させた圧子押し込み試験を行った。図2.5に示すように、初期荷重に対して微小硬さ値 H を調べた結果、約8mN以下の初期荷重で微小硬さ値は増加しており、試料表面粗さ等の影響を受けていると考えられるが、8mN以上の初期荷重では、ほぼ一定で安定している。よって、初期荷重を負荷することにより表面粗さの影響を除外するためには、負荷荷重 F_m に対する初期荷重の比(F_0/F_m)で10%以上の初期荷重に設定すればよいことがわかった。本試験では、初期荷重を負荷荷重の20%に設定した。

(2) 押し込み速度

圧子押し込み速度が微小硬さ値に及ぼす影響を調べるため、負荷荷重98mN(10gf)の下で押し込み速度を変化させた圧子押し込み試験を行った。図2.6に示すように、押し込み速度の低下とともに微小硬さ値はやや低下する傾向がみられるが、測定した0.01~10($\mu\text{m/sec}$)の範囲でその変化は極めて小さいので、押し込み速度の影響はほとんどないとみることができる。また、本試験装置の場合、押し込み速度は、データサンプリング点数にも関係し、比較的遅い速度の方がサンプリング点数は多いが、試験時間が長くなる。よって、本試験では、荷重-押し込み深さの十分な挙動データ点数が得られる押し込み速度と試験時間の両者をから、押し込み速度を0.1 $\mu\text{m/sec}$ に設定した。

(3) 保持時間

圧子押し込み試験では、負荷過程終了時に一度保持してから除荷するため、圧子保持時間の微小硬さに及ぼす影響を調べた。負荷荷重49mN (5gf)、98mN (10gf)、490mN (50gf)、980mN (100gf)に対して、保持時間を1sec、5sec、20secと変化させたときの微小硬さ値を測定した結果を図2.7に示す。各々の荷重に対して保持時間の影響は認められなかった。よって、試験時間の効率を考えて、圧子保持時間を1secに設定した。

(4) 負荷荷重

微小硬さ試験において、最も重要な試験条件は負荷荷重の設定である。負荷荷重の大小で圧痕の大きさが左右されるので、測定ポイントを小さく、つまり数ミクロン単位で測定する場合には、低荷重で試験することが必要となる。しかし、低荷重になると、試料表面の粗さや圧子先端の先鋒の程度等に影響され、微小硬さ値は急激に増加する傾向を示す²⁾。安定した測定値を得るためにには、圧痕の大きさと負荷荷重による測定値の安定性とを見ながら適切に設定する必要がある。そこで、負荷荷重を980mN(100gf)から9.8mN(1gf)まで変えたときの微小硬さ値を調べた。図2.8は、負荷を与えた時の最大押し込み深さに対して微小硬さ値を描いたもので、本試料の場合、49mN(5gf)以上の荷重であれば、安定した微小硬さ値が得られることがわかった。また、そのときの圧痕は、三角錐の一辺が5ミクロン程度の大きさであり、結晶粒の大きさ数十ミクロンを程度を考えれば、粒内の硬さ測定が十分可能である。よって、負荷荷重は49mN(5gf)に設定した。

3. 試験結果および考察

3.1 熱過渡によるき裂の発生形態

供試体である内側容器（中子）の板厚方向の縦断面に沿って、き裂の発生状況を光学顕微鏡により調べた結果を図3.1、図3.2に示す。中子の外表面は、温度変動するナトリウムに直接接していることから熱過渡が厳しいと予想され、SUS304については深さ数百ミクロン程度の粒界き裂が、316FRについては数十ミクロン程度の微小な粒界き裂が複数見られた。なお、316FRの微小き裂は、表面からの液体浸透探傷検査（P.T.）では存在が見つからない大きさである。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温度変動が厳しくないと予想され、両鋼種ともき裂発生には至っていない。また、板厚内部は、表面よりもさらに熱過渡による温度変動は緩やかであると予想されるため、内部き裂は認められないが、結晶粒界に析出物の発生は認められた。

図3.3は、両鋼種について上記き裂を定量的に比較するため、外表面に観察されたき裂の深さを測定したものである。測定範囲は容器の母材部において、軸方向に長さ約50mmの範囲である。その結果、SUS304は数十ミクロン以上のき裂を、316FRは数ミクロン以上のき裂を計測した。SUS304母材部のき裂深さは、平均0.059mm、最大0.56mm程度に対し、316FR母材部のき裂深さは、平均0.016mm、最大でも0.04mmであり、SUS304に比べて一桁小さくき裂は浅い。

以上のことから、同条件で受けた熱過渡負荷によるクリープ疲労損傷は、き裂深さの観点からみて316FRの方が小さく、また、き裂の発生は熱過渡が最も厳しいと考えられる外表面で一面に多数観察され、き裂は粒界に沿って発生した粒界き裂であることを確認した。

3.2 微小硬さ特性値による板厚方向の損傷評価

（1）受入材の微小硬さ特性値

熱過渡試験による損傷材の微小硬さを受入材と比較するため、受入材の微小硬さH、パラメータBおよびパラメータDについて、板厚方向に対する変化を調べた結果を、図3.4、図3.5に示す。いずれのパラメータも、板厚内部ではほぼ一定の値であるが、表面近傍ではHとBは大きくなり、Dは小さくなっている。これ

は製作時の加工硬化の影響が考えられるので、損傷材の微小硬さ特性は、受入材のこのような分布を考慮に入れる必要がある。

(2) 損傷材の微小硬さ特性値

熱過渡試験による損傷材の微小硬さを板厚方向に対して調べた結果を図3.6～図3.8に示す。板厚方向に対するH、B、Dの各パラメータは、板厚内部ではほぼ一定の値で、表面近傍で大きな値となる様子を示しており、前記(1)で調べたように受入材と同様な分布を示しているが、特に、SUS304のき裂の存在する外表面（板厚0mmの位置）では大きく低下している。

そこで、き裂発生に伴う微小硬さの変化を、受入材の硬さ分布と比較して有意な変化量であるかどうかを調べるため、受入材の微小硬さ特性値Has、Bas、Das（ただし、受入材は粒界が明瞭にでないため、母相の測定値のみである）に対する損傷材の粒界と母相のそれぞれの比（H/Has、B/Bas、D/Das）を、各測定位置ごとに求めた結果を図3.9～図3.11に示す。微小硬さ特性値は、ばらつきは大きいものの板厚内ではほぼ変化はないと考えられるが、表面近傍で硬さ比は1を超えるものが多く、さらに、き裂の存在する表面では1以下に低下している。表面近傍では、特にSUS304の微小硬さ値Hは、き裂深さに相当する0.5mm付近の値が板厚内部に比べてやや高く、受入材の1.2倍ほど高い。316FRの場合は、板厚内ではほぼ受入材と同様な硬さであるが、やはり表面で1以下に低下している。316FRの場合、き裂深さが0.04mm程度であるため、0.5mmの測定位置はき裂先端から少し離れているためか、SUS304に見られるような0.5mmの測定位置での硬さの増加はみられない。

これら表面での硬さの急激な変化はき裂化に対応したものと見られる。すなわち、オーステナイト系ステンレス鋼の場合、クリープ疲労により繰り返し硬化が生じるため、本損傷材も表面近傍で微小硬さ値の比が1を超えるものが多いことから、繰り返し硬化が硬さに反映されていると考えられる。また、クリープ疲労の場合、保持することによる軟化が生じるため、繰り返し硬化と同時に保持軟化による硬さ値の減少も現れると考えられる。損傷材の外表面と内表面の微小硬さ特性を比較してみると、き裂発生が見られない内表面でも微小硬さ特性値は1以下となるものがあり、板厚内部より表面でクリープ疲労損傷は大きいことが予想されることを考えれば、内表面は軟化現象が硬さ値に反映されていると考えられ

る。ここで注目したいのは、外表面と内表面とで、保持軟化したとすれば、両者はほぼ同程度の低下と考えられるが、き裂の存在する外表面の微小硬さ特性値の低下の方がずっと大きいということである。SUS304は外表面（0 mmの測定位置、正確には外表面から深さ数十ミクロンの位置）で微小硬さ特性値は大きく低下しているが、これは数百ミクロンの深さのき裂が存在している領域の測定値であることから、き裂先端近傍でひずみが蓄積されたものも硬さに反映されていると考えれば、それがき裂化によりひずみが解放されることにより、その分大きく微小硬さ特性値は低下したと考えられる。一方、316FRも、外表面（0 mmの測定位置、正確には外表面から深さ数十ミクロンの位置）での微小硬さ特性値が内表面よりも大きく低下しているのは、外表面から入ったき裂の存在する領域であるため、き裂化によるひずみの解放が同様に考えられる。

前述したように、内表面（板厚20 mmの測定位置）は、両鋼種ともき裂には至っていないものの、微小硬さ特性値はやや低下し、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の繰り返しの損傷を受けることによる材質劣化を反映しているものと考えられる。この材質劣化は、クリープ疲労による繰り返し硬化と保持による軟化が生じ、内表面は外表面より熱過渡の穏やかさから低ひずみ条件であると考えられ、き裂を生じさせるような硬化には至らず、保持軟化分が硬さに反映されていると考えられる。このため、微小硬さ特性値は、外表面のような1以下に大きく低下はせず、若干の低下が見られる程度となっている。

結晶粒界の近傍と結晶粒内（母相）の微小硬さ特性値の比較においては、測定値のばらつきもあり、図からは明確な相違がみられないが、SUS304の外表面におけるき裂部分で、粒界近傍の値の方が比較的大きな変化量を示している。

以上の結果から、熱過渡負荷を受ける構造物の損傷は、微小硬さ特性値の変化から、構造物表面で大きいと考えられ、特に表面からのミクロき裂発生は、微小硬さ特性値の急激な変化により推定できる可能性がある。また、き裂の先端から板厚内部にかけての領域に見られるような金属組織変化が起こっていると考えられる損傷に関しては、微小硬さの特性値からその変化量を計測するにはばらつきが大き過ぎ、困難であると考えられる。

（3）損傷材のマイクロビックカース硬さ

微小硬さ測定に用いた三角錐圧子は、マイクロビックカース硬さとの対応が得ら

れるものを用いたため、前項のようなき裂化した領域でマイクロビックース硬さに有意な差がみられるかどうか検討した。図3.12は、損傷材のマイクロビックース硬さ Hv の結果である。図は、受入材の測定結果も合わせて示してあるが、損傷材と受入材の硬さ分布は有意な差を示さない。マイクロビックースの方がいくつかの結晶粒界と粒内を含むマクロな面積での測定であるため、表面粗さや結晶粒内の硬さ変化等の影響を受けにくい分、測定値のばらつきは小さい。測定した負荷荷重 98mN (1 kgf)においてその圧痕の大きさは、三角錐の一辺が 100 ミクロン程度であり、本試験における微小硬さ試験の圧痕の約 20 倍はあるものの、板厚中央付近の硬さ値は、両者の比較において整合性はよい。しかし、き裂の発生している外表面において、マイクロビックース硬さに低下は見られず、平均のき裂長さが圧痕の大きさ以下であるようなき裂発生を計測するのは困難であることがわかる。また、損傷を受けていない、あるいは受けてもそれが小さい、き裂発生に至らないような領域で、損傷材のマイクロビックース硬さは受入材に比べて相違はないため、組織変化が主体の領域では変化量を見いだせない。このことは、前述したように微小硬さ特性値でも検出は困難であるが、ミクロき裂や粒界の損傷の検出に関して、微小硬さ計はメリットがあるといえる。また、微小硬さとマイクロビックース硬さとの整合性がよいことから、通常のビックース硬さから推定が可能である引張強度等との関係を用いれば、微小硬さ値で変化量が計測される領域の強度を推定することが可能であると考えられる。

3.3 微小硬さ特性値によるき裂近傍の評価

3.2 (2) で、微小硬さ特性値はき裂の発生領域と対応関係があることが示唆されたため、粒界き裂の発生と微小硬さとの対応関係をさらに詳細に調べた結果を図3.13～図3.15に示す。ここで、き裂先端とした位置は、計測した試料の平面上で観察されるき裂閉口付近であり、厳密なき裂先端の位置ではないが、光学顕微鏡で観察されるき裂先端近傍の位置に相当するところである。両鋼種とも、外表面からき裂近傍に沿って計測した微小硬さの特性値 H、B、D は、き裂先端部に近づくに従っていずれも増加し、やがて計測した結晶粒の母相の値に近づいてくる。測定点は、同一の結晶粒における粒界近傍と母相（粒内中央部）とのペアの測定値であることから、母相における測定値のばらつきを考慮しても、き裂化領域の微小硬さの

特性値は低下し、有意な差を示している。3.2(2)では粒界と母相との測定は別個の結晶粒であったが、ここでは同一結晶粒での測定値の比較により明確な相違が認められたといえる。き裂化した領域の母相の微小硬さ特性値はほぼ一定であることから、き裂化した領域ではクリープ疲労による繰り返し硬化はそれ以上認められないことが推測される。

以上の結果から、表面からき裂が発生している領域では、粒界き裂面の微小硬さの特性値は大きく低下し、それは保持軟化とひずみの解放が微小硬さ特性値に反映されていると考えられること、き裂先端近傍においては微小硬さの特性値は大きな値を示し、それは繰り返し硬化とき裂発生直前のひずみが解放されずに蓄積されているものが微小硬さ特性値に反映されていると考えられる。このことは、き裂の発生・成長が生じるような損傷状態を推定する際に、損傷部と健全部との結晶粒の微小硬さ特性値の比較から、き裂発生の前兆が推定できることを示唆している。

3.4 微小硬さ特性値による結晶粒内の評価

3.2で示されたように、一つの結晶粒内でも微小硬さ値は異なっていたことを詳細に調べるために、結晶粒内の微小硬さ特性値の分布を調べた。その結果を図3.16～図3.18に示す。ここで、微小硬さの特性値は、き裂が観察されたSUS304の外表面から1mm付近（き裂先端付近）において10個の結晶粒を調べ、結晶粒の中央付近から粒界に向かって数カ所測定した。各々の結晶粒間のばらつきを排除するため、測定値は結晶粒の中央付近の値をH₀、B₀、D₀とした比、H/H₀、B/B₀、D/D₀で示してある。微小硬さ値H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大きいもので1.2倍程度硬いことがわかる。この粒界の硬化は、元々硬いのか、損傷によるものかどうかを明らかにするため、SUS304の板厚中央部(10mmの位置)における粒界と粒内の微小硬さを測定した結果を図3.19に示す。6つの結晶粒を測定し、図3.16と同様H/H₀で示した。熱過渡の繰り返しによる損傷はほとんど受けないと考えられる板厚中央部は、粒界から5μm以内の硬さ値は、粒内に比べて0.89～1.04倍となっているが、図3.16のき裂先端近傍の粒界では1.2倍程度あることから、粒界き裂先端近傍では粒内より粒界の硬化が大きいことがわかる。このき裂先端近傍の粒界の硬化は、繰り返し硬化とひずみの蓄積分が反映されていると考えられる。

パラメータBおよびDは、ばらつきは大きいものの、粒界面に近づくと粒内の値に比べて0.8倍程度の低下がある。これより、微小硬さの特性値は、いずれも粒界近傍では粒内に比べて2割程度の増加もしくは低下を示した。微小硬さHが大きく、強度や弾性変形に関するパラメータBやDが小さくなるということは、粒内より粒界の方が軟化していると考えられる。

以上の結果から、粒界き裂の先端付近では、粒内より粒界の方が損傷が大きいと現象として、粒界の軟化と繰り返し硬化やひずみの集中による硬化が見られ、いつたんき裂が発生すると前項で示したように粒界近傍のひずみはいっきに解放され、き裂部の繰り返し硬化も進行しなくなることが推測される。よって、粒界き裂が発生するような領域は、結晶粒内の微小硬さの特性値を調べ、その特性値の変化量からき裂発生の推定が可能であることがわかった。

3.5 クリープ疲労損傷値と微小硬さの関係

本研究で用いた試料は、熱過渡の繰り返し負荷による損傷、つまりクリープ疲労損傷を受けたものであるため、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、微小硬さの特性値との対応を調べた。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F INASを用いたFEM解析により、板厚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-ひずみ関係を求め、その応力-ひずみを用いて、線形損傷則に基づくクリープ疲労評価法により損傷値を算出した。その結果を図3.20示す。SUS304は、疲労損傷D_fとクリープ損傷D_cの和であるクリープ疲労損傷値Dは、熱過渡の最も厳しいと考えられる外側表面で1を超える、板厚中央付近ではほぼゼロとなる分布を示す。316FRの場合も、同様な分布を示しているが、クリープ疲労損傷値は外側表面で1程度であり、同じ負荷を受けているもののSUS304よりはクリープ疲労損傷は小さく、材料としては強度的に有利であることが推測される。

また、3.1で述べたように、SUS304は外側表面で数百ミクロンのき裂が発生しているが、内側表面ではき裂の発生は認められておらず、316FRは外側表面で数十ミクロンのき裂が発生しているが、内側表面ではき裂の発生は認められていないことから考えれば、定性的にはクリープ疲労損傷値Dが1を超えると破損したとする

線形損傷則によく一致しており、Dが1程度を超えるとミリオーダーのき裂が確認されるという報告^{7)、9)}ともよい対応が得られている。

図3.21～図3.23に示すように、微小硬さ特性値とクリープ疲労損傷の計算値との比較においては、微小硬さの特性値は全体的にばらつきがあり、き裂が発生していない板厚内部では計算される損傷分布に対応した明瞭な変化は認められないが、き裂が発生している表面近傍では、ほぼ損傷値Dが1を超える領域で微小硬さ値は低下している。

以上のことから、微小硬さの特性値は、粒界に析出物が発生する等のき裂発生にはまだ至らない金属組織変化のみが生じているような領域では、そのばらつきの大きさから変化量を見いだすのは困難であるため、クリープ疲労損傷の計算値との対応関係は得られなかったが、定性的にはクリープ疲労損傷値が大きくなる(本評価の場合1程度になる)とミクロき裂の存在による微小硬さ値の低下がみられた。また、クリープ疲労の計算値によれば、疲労損傷の方が大きいこと、また、試験時間が3000時間程度であることからも、本試料は疲労損傷主体の損傷を受けたと推測される。しかし、比較的中・短時間の材料試験で観察されるような粒界・粒内混合き裂ではなく、構造物表面は粒界き裂のみで粒内き裂が認められることから、熱過渡によるき裂発生形態は、疲労損傷主体でも粒界き裂が観察されるのかどうかは解明する必要があるにせよ、結晶粒の微小硬さを健全部との相対比較で見る限り、き裂発生前後の変化は十分観察されることが考えられる。微小硬さ特性から疲労損傷とクリープ損傷どちらの損傷が支配的であったかの識別は、微小硬さ値Hの増加や、パラメータBやDの低下から、繰り返し硬化(疲労損傷主体)や保持軟化(クリープ損傷主体)の減少分として反映され、ある程度の支配的な損傷を知る手がかりになると考えられる。

4. 結 論

熱過渡の繰り返しを受けた構造物表面に発生した損傷を調べるため、それを検出する基礎的な検討として、微小硬さ計の適用を試みた。押し込み荷重49mN(5gf)として結晶粒界に発生したミクロき裂付近の微小硬さ特性を調べた結果、

- (1) 微小硬さ特性値は、き裂の発生している所とき裂先端近傍において、顕著な差を示すこと、
- (2) この微小硬さ特性値の変化は、繰り返し硬化やき裂先端近傍でのひずみの蓄積で増加し、保持軟化やき裂発生部でのひずみの解放で減少すると推測されること、
- (3) 結晶粒内に比べ粒界近傍で微小硬さ特性値は変化し、粒界き裂の発生する前兆を微小硬さ特性値の変化で計測可能のこと、
- (4) 微小硬さ特性値の変化により、疲労損傷やクリープ損傷の支配的な損傷を知る手がかりが得られることがわかった。

したがって、微小硬さ計を用いた損傷検出法は、結晶粒内の損傷変化を捉えることができ、また、結晶粒界の微小硬さを計測することができれば、クリープ疲労損傷の計測やき裂発生の前兆からミクロき裂を計測する方法として有望である。

謝　　辞

本研究の遂行にあたり、FEMによる損傷解析をサポートしていただいた核燃料サイクル開発機構大洗工学センター機器・構造安全工学グループの梅津陽一郎氏、金属組織観察、硬さ測定をサポートしていただいた常陽産業（株）鴨川浩一氏、および微小硬さのデータ処理をサポートしていただいた常陽産業（株）菅谷全氏に深く感謝いたします。

また、本研究をまとめにあたり、多大なるご指導をいただいた茨城大学工学部機械工学科の奥達雄教授に深く感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 川崎 : ミクロ損傷の非破壊検出法の開発－超音波検出システムによるクリープ疲労損傷検出試験－、PNC TN9410 96-288、(1996)
- 2) 稲村、鈴木 : 超微小押込み試験による材料強度評価法、生産研究、42巻、4号、pp257-260(1990)
- 3) 鈴木、稻村、太田、香山 : 超微小押込みによる重イオン照射材の強度測定、生産研究、42巻、5号、pp287-289(1990)
- 4) 奥、太田、衛藤、黒田、田那村 : 炭素材料の機械的性質のかたさ試験による評価、炭素、No.156、pp15-21(1993)
- 5) W.C. Oliver, G.M. Pharr : An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *J. Mater. Res.*, Vol. 7, No. 6, pp1564-1580(1992)
- 6) 石原、奥 : 微小変形特性を利用した炭素材料の残留ひずみ計測法の開発、日本機械学会論文集A編、62巻、602号、pp119-123(1996)
- 7) M. Kikuchi, H. Umeda : Creep-Fatigue Test on LMFBR Structure with Weldment in Flowing Sodium at Thermal Transient Test Facility, *Abstract Proceedings of the VIII International Congress on Experimental Mechanics*, pp114-115(1996)
- 8) 渋谷、谷山、富田、安達 : 微小硬度を用いた局所的ひずみ誘起マルテンサイト変態特性の測定、材料、46巻、8号、pp839-899(1997)
- 9) 笠原、菊池 : 溶接継手のひずみ集中モデルと溶接構造物クリープ疲労評価への適用、日本機械学会論文集A編、63巻、607号、pp58-59(1997)

表2.1 内側円筒容器素材の化学成分

(1) SUS304板材 (wt%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
0.05	0.55	0.82	0.021	0.003	8.78	18.38

(2) 316FR板材 (wt%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	N
0.01	0.56	0.85	0.025	0.001	10.76	16.73	2.17	0.06~0.1

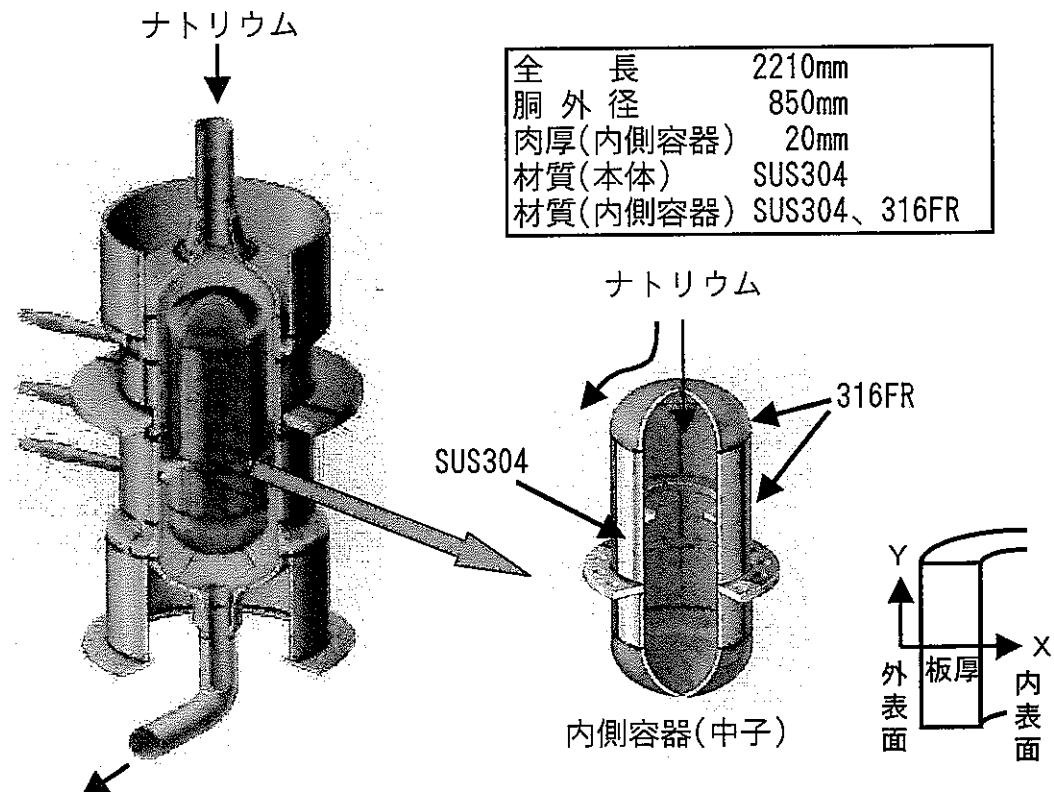


図 2.1 溶接容器型モデル熱過渡強度試験体(TTS試験体)

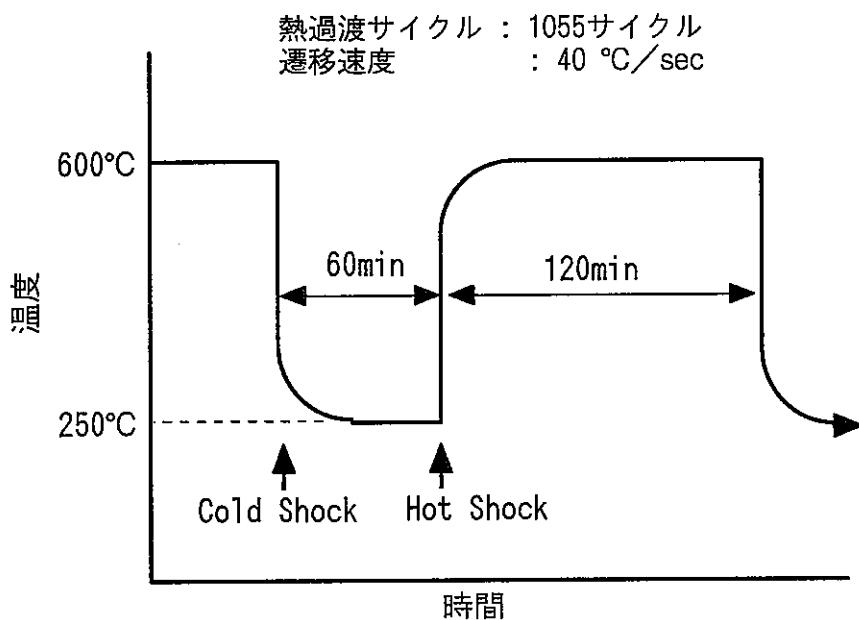


図 2.2 热過渡試験条件

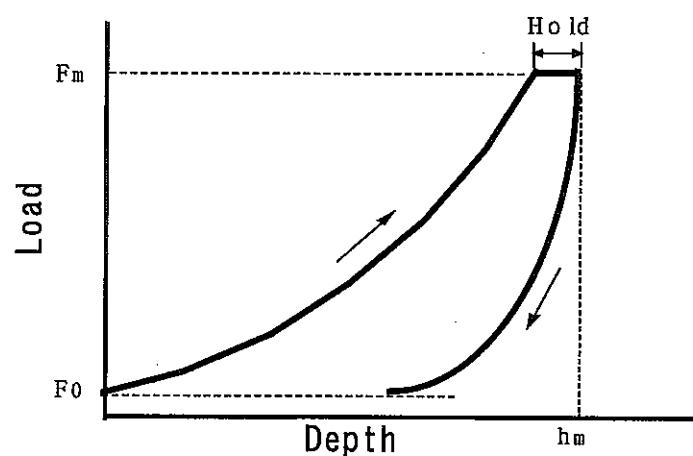


図2.3 荷重-押込み深さ線図の模式図

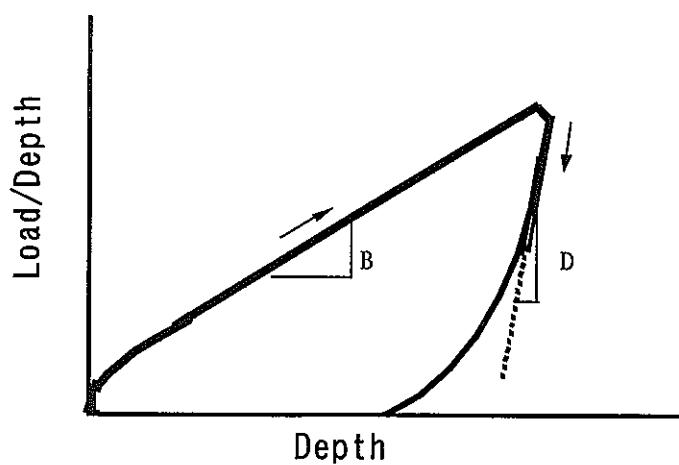


図2.4 パラメータBとDの求め方

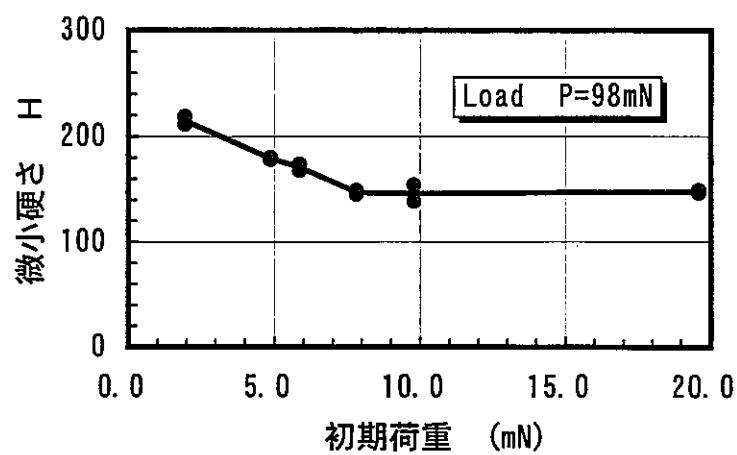


図2.5 微小硬さに及ぼす初期荷重の影響

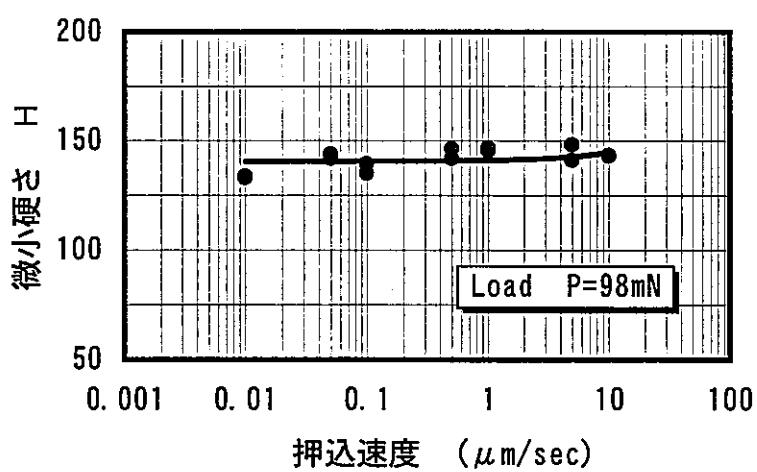


図2.6 微小硬さに及ぼす押込み速度の影響

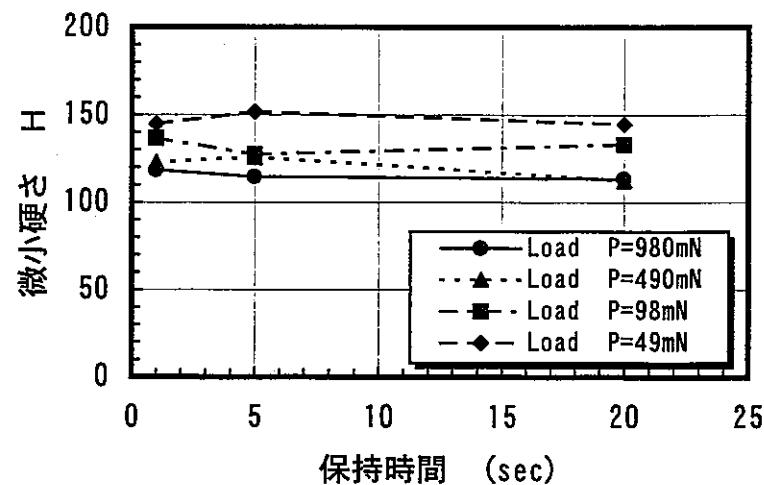


図2.7 微小硬さに及ぼす保持時間の影響

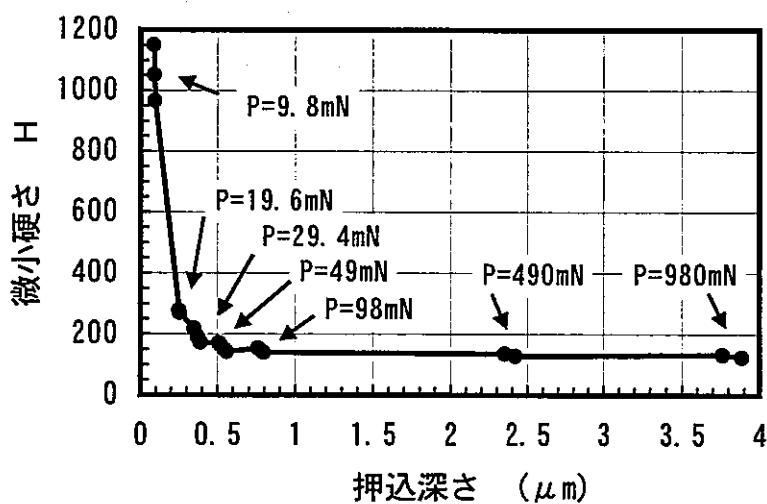


図2.8 微小硬さと押込深さとの関係

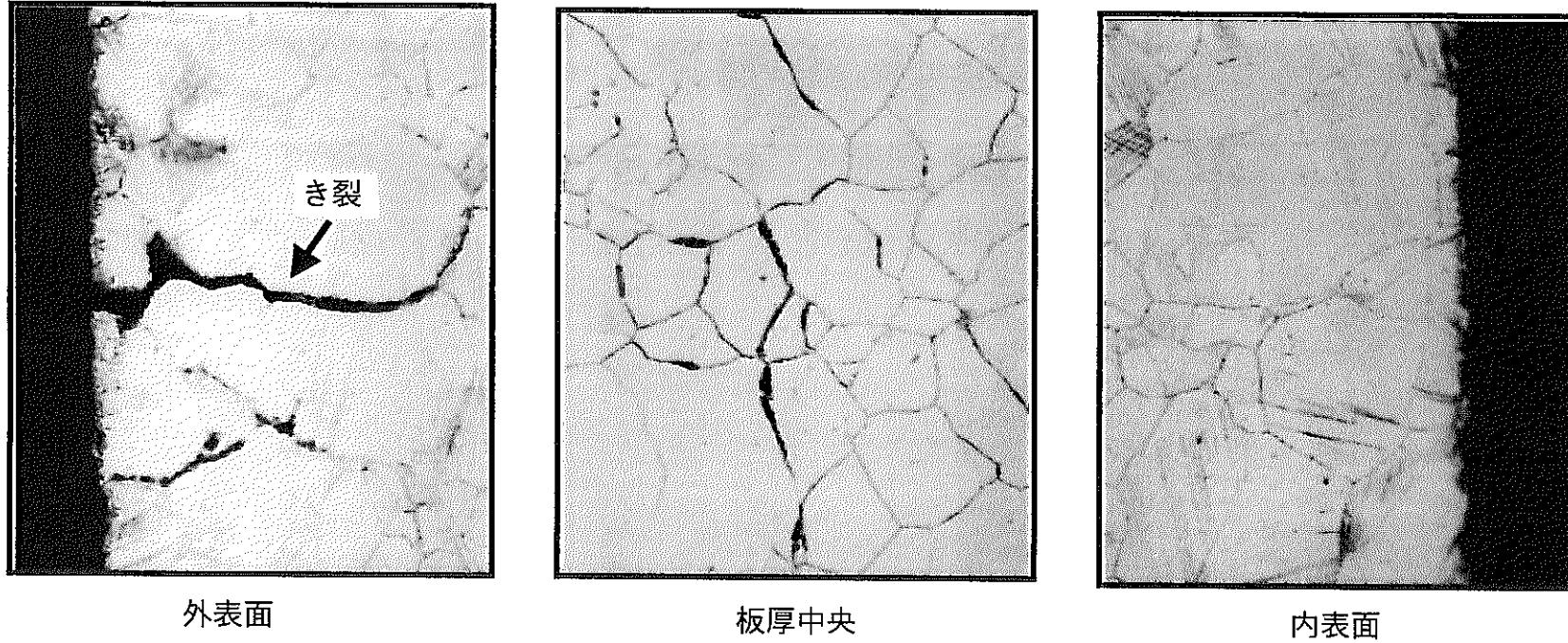
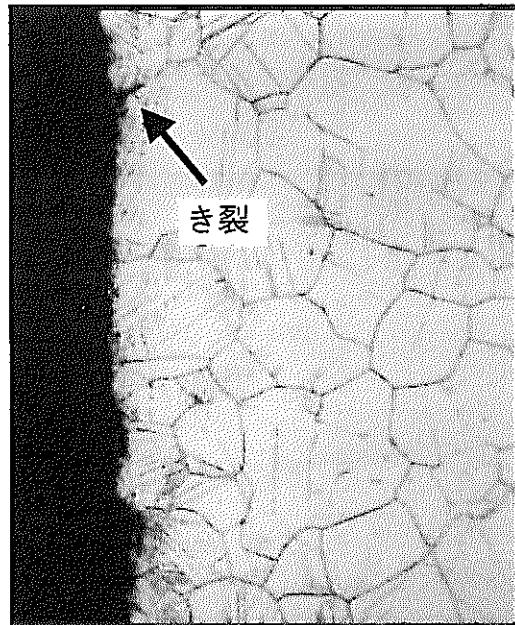
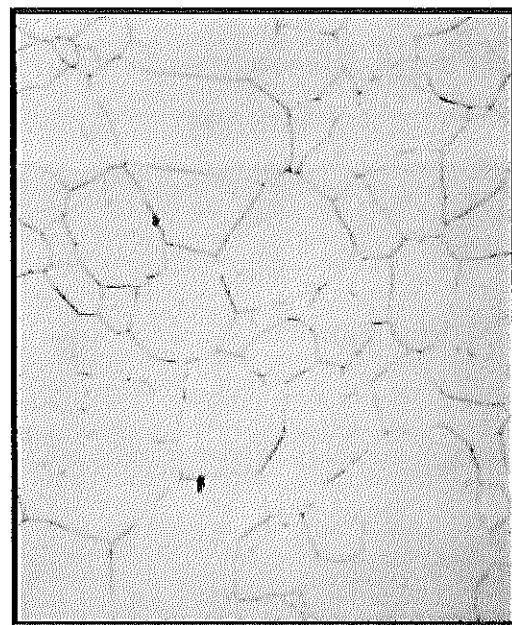


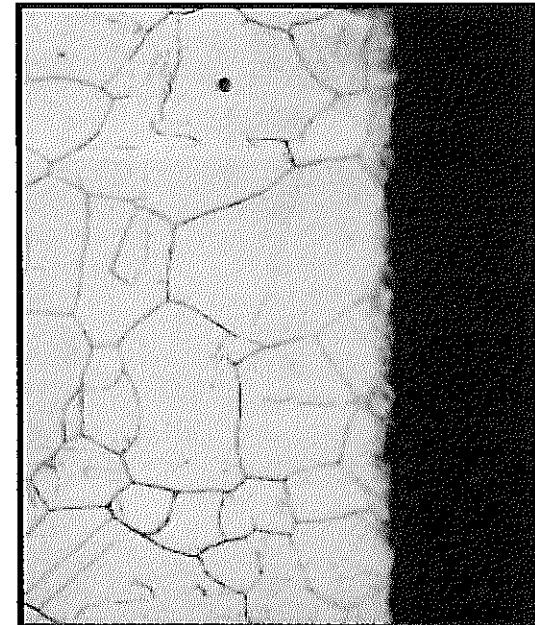
図3.1 板厚方向縦断面の光学顕微鏡写真(SUS304)



外表面



板厚中央



内表面

×500 20 μm

図3.2 板厚方向縦断面の光学顕微鏡写真(316FR)

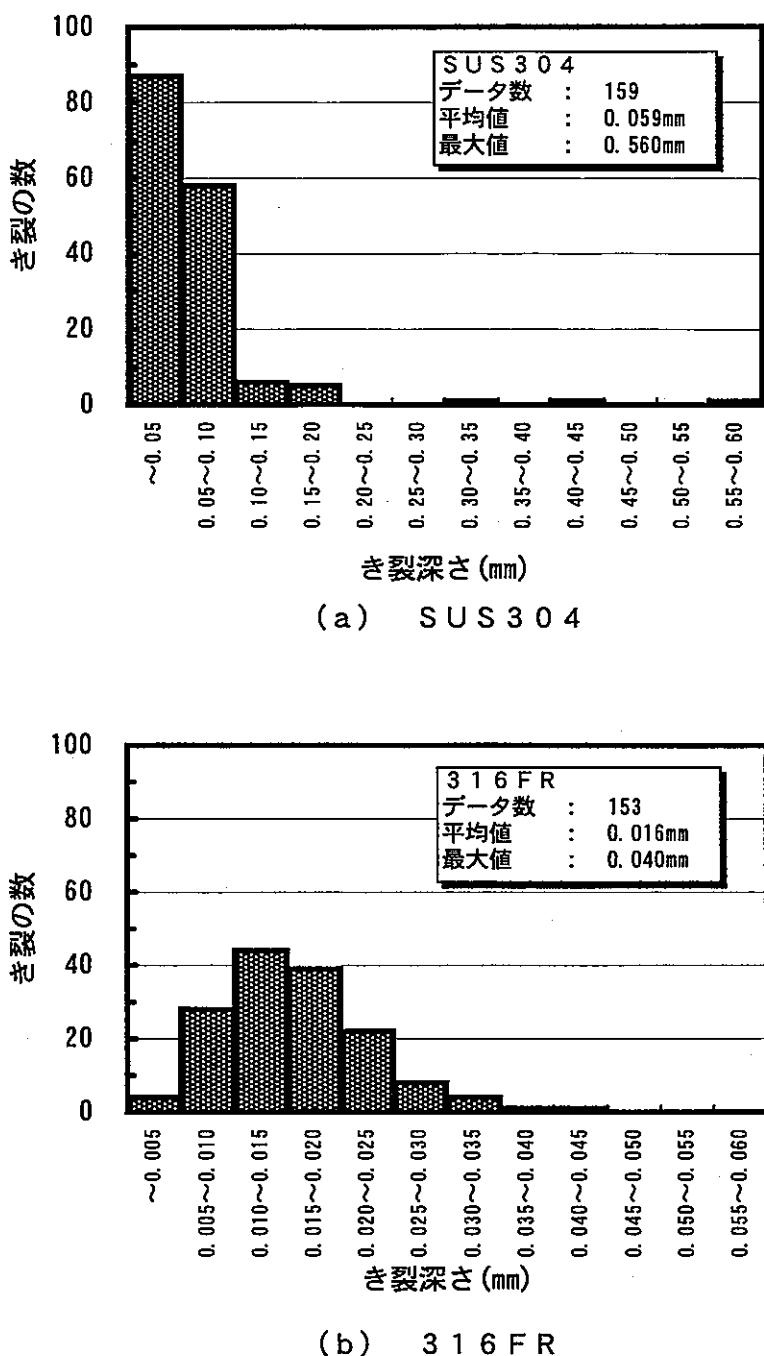
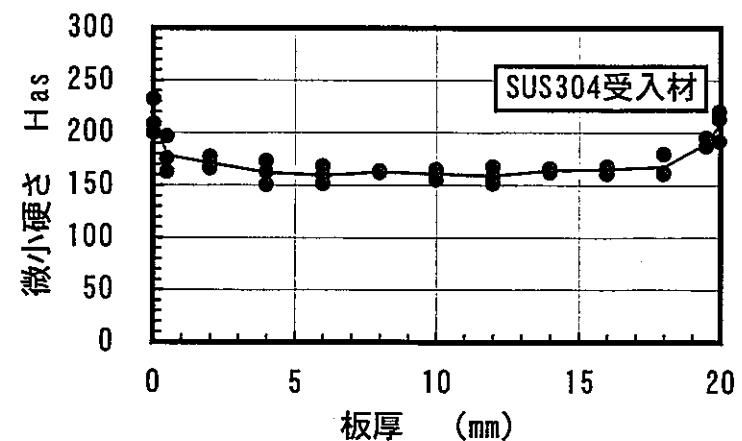
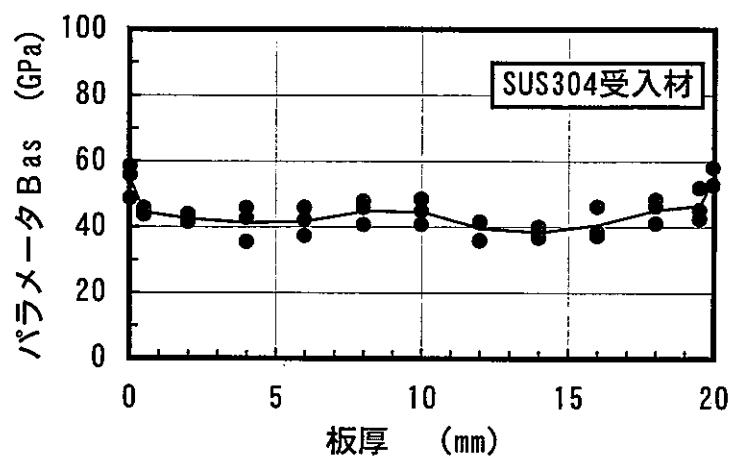


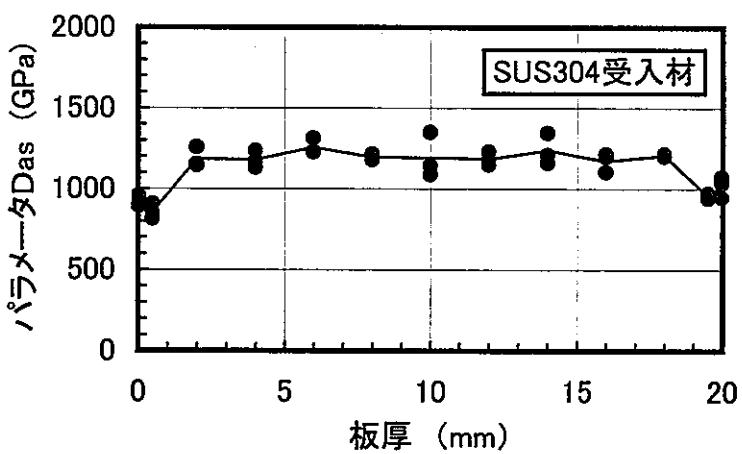
図3.3 母材部の試料切断面におけるき裂深さ



(a) 微小硬さ H の変化

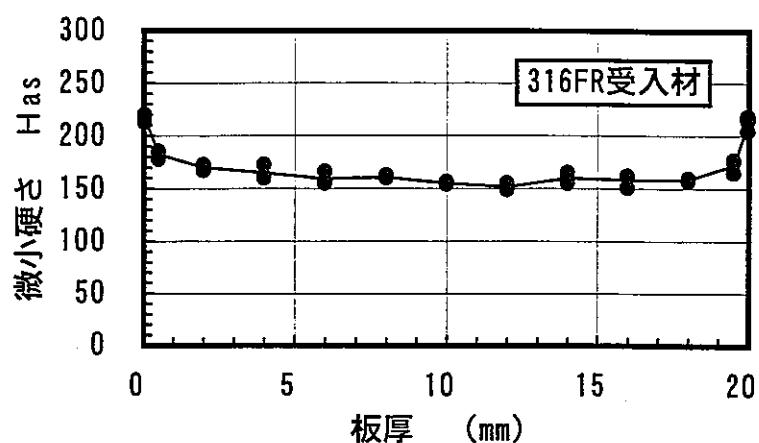


(b) パラメータ B の変化

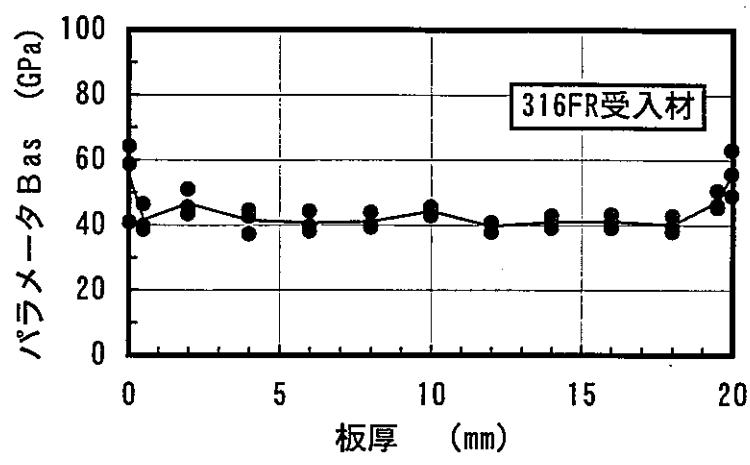


(c) パラメータ D の変化

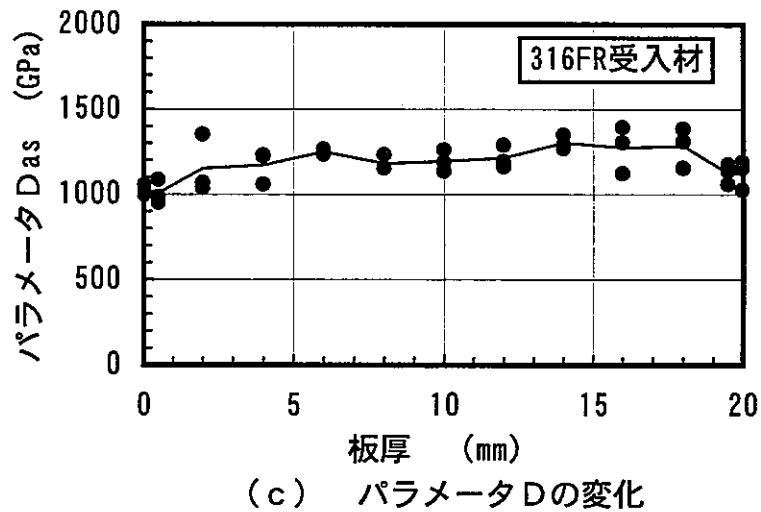
図3.4 受入材の板厚方向に対する微小硬さの特性値(SUS304)



(a) 微小硬さ H の変化

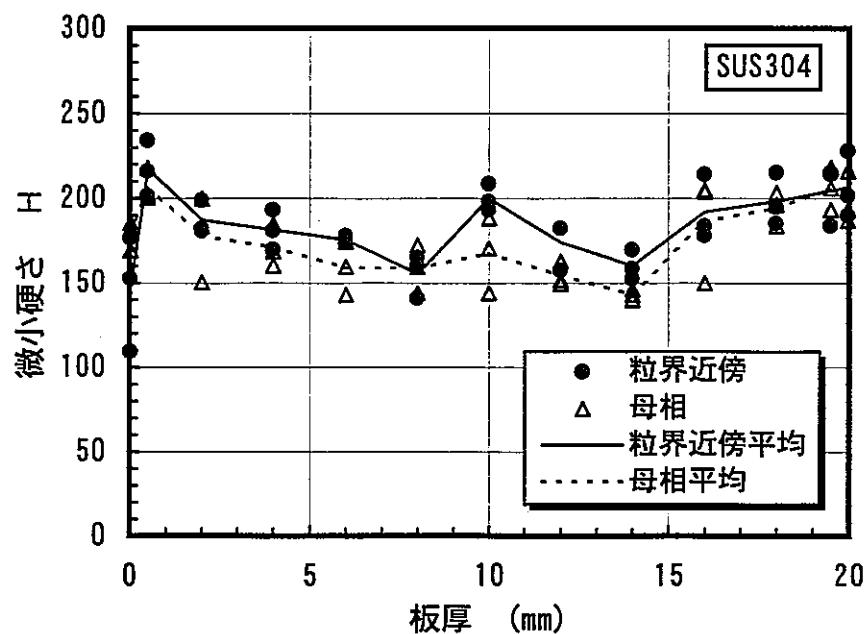


(b) パラメータ B の変化

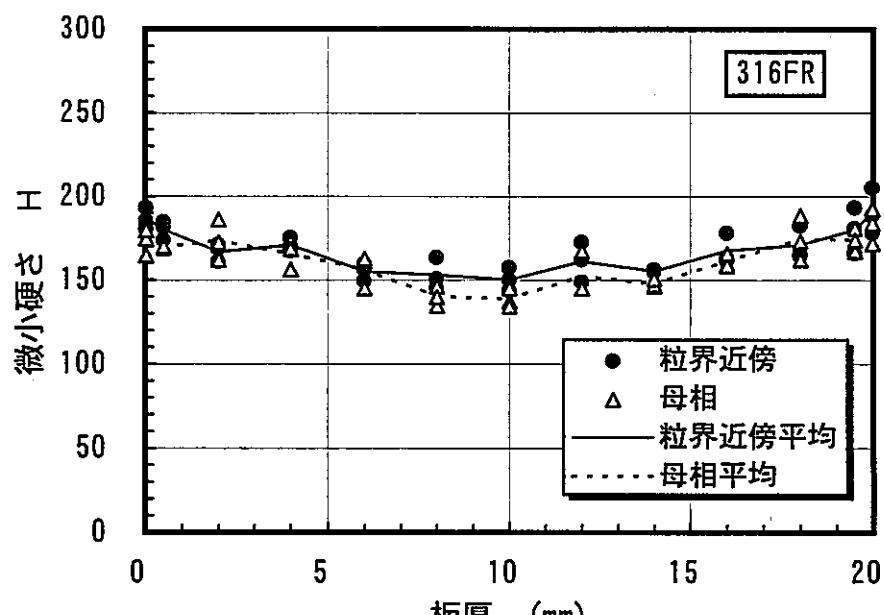


(c) パラメータ D の変化

図3.5 受入材の板厚方向に対する微小硬さの特性値 (316FR)

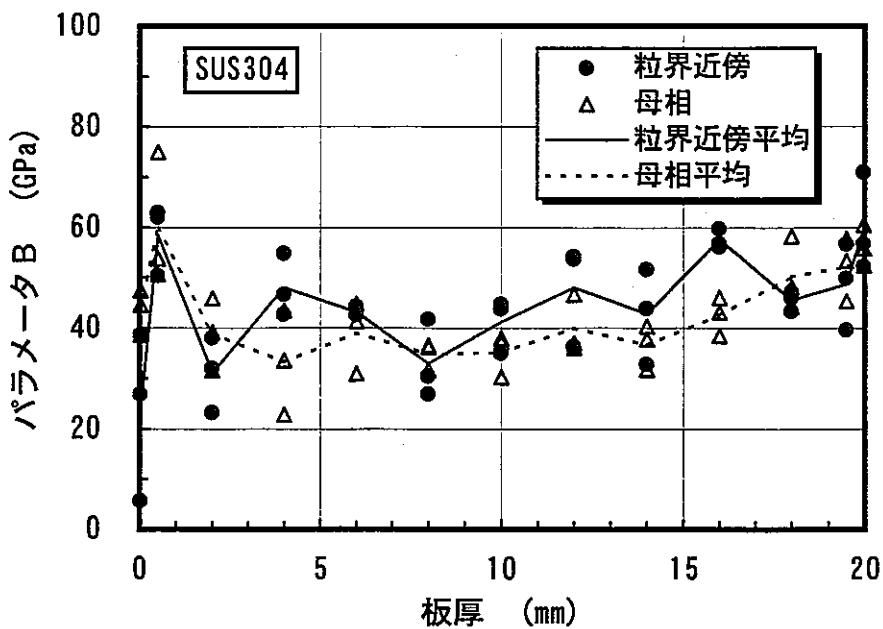


(a) S U S 3 0 4

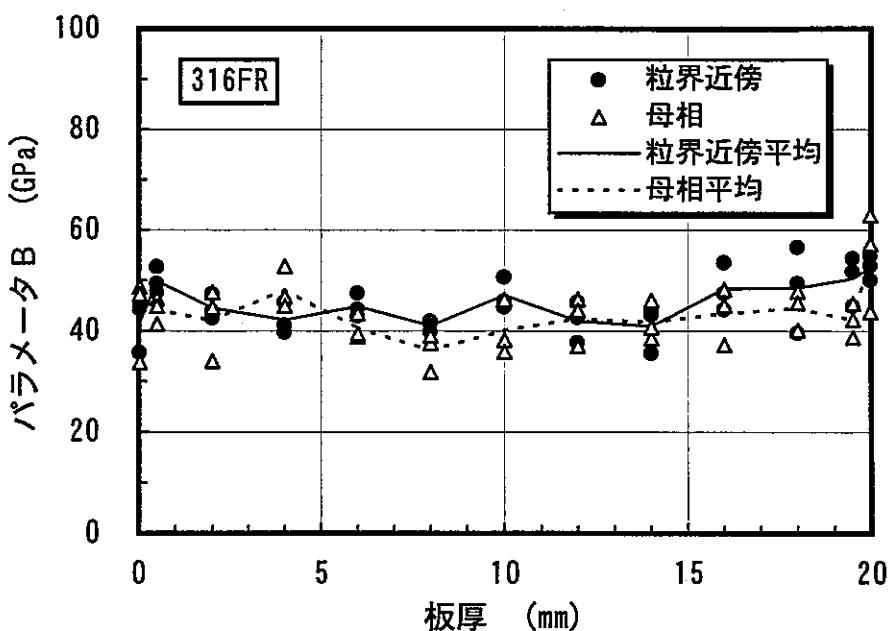


(b) 3 1 6 F R

図3.6 損傷材の板厚方向に対する微小硬さの変化

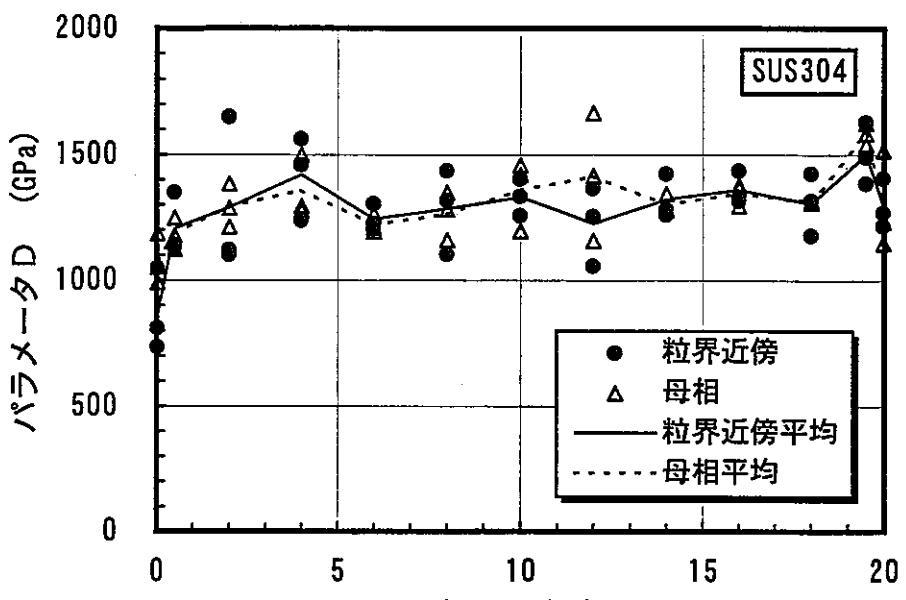


(a) S U S 3 0 4

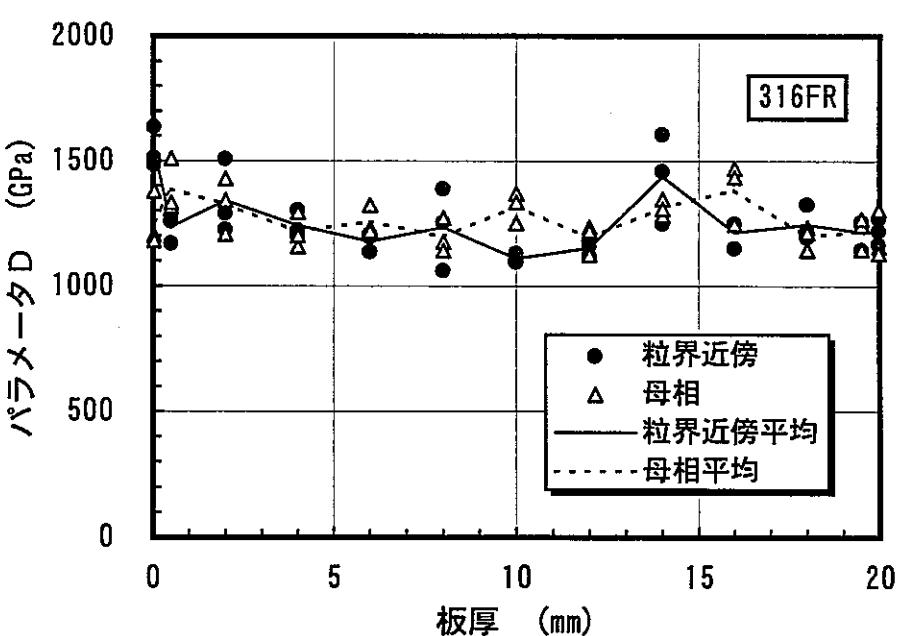


(b) 3 1 6 F R

図3.7 損傷材の板厚方向に対するパラメータBの変化

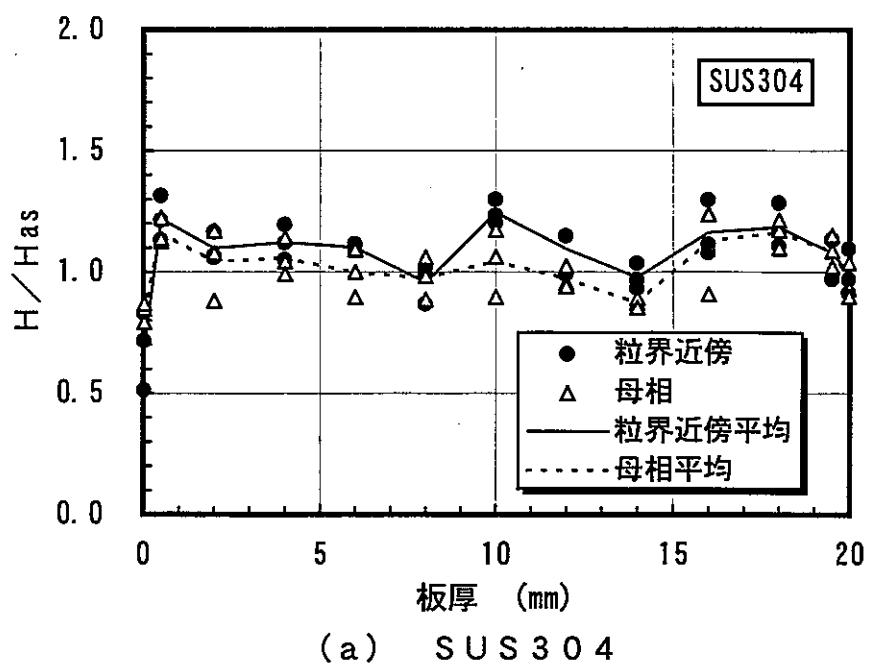


(a) S U S 3 0 4

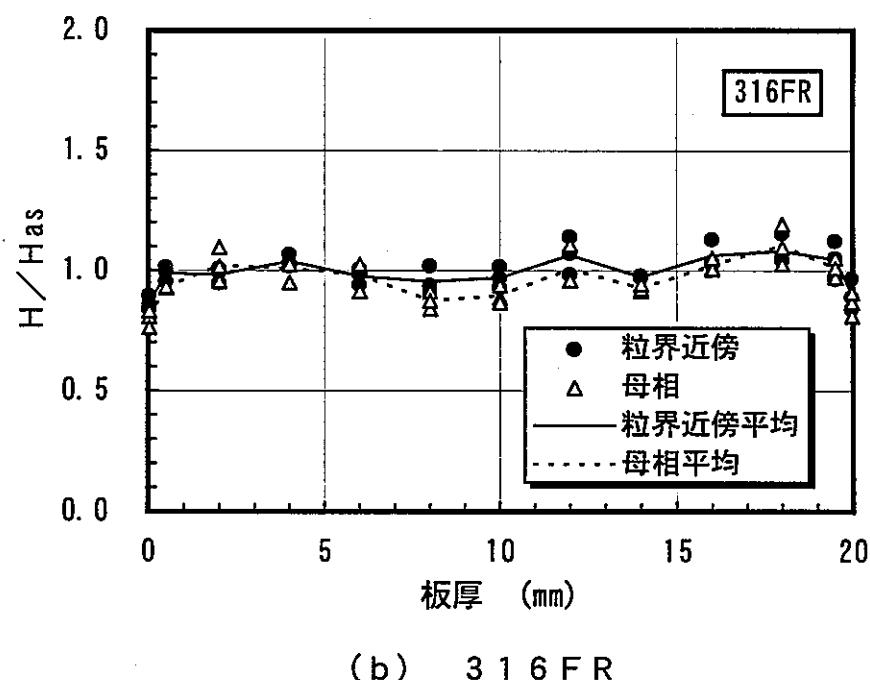


(b) 3 1 6 F R

図3.8 損傷材の板厚方向に対するパラメータDの変化



(a) S U S 3 0 4



(b) 3 1 6 F R

図3.9 受入材に対する損傷材の微小硬さの変化

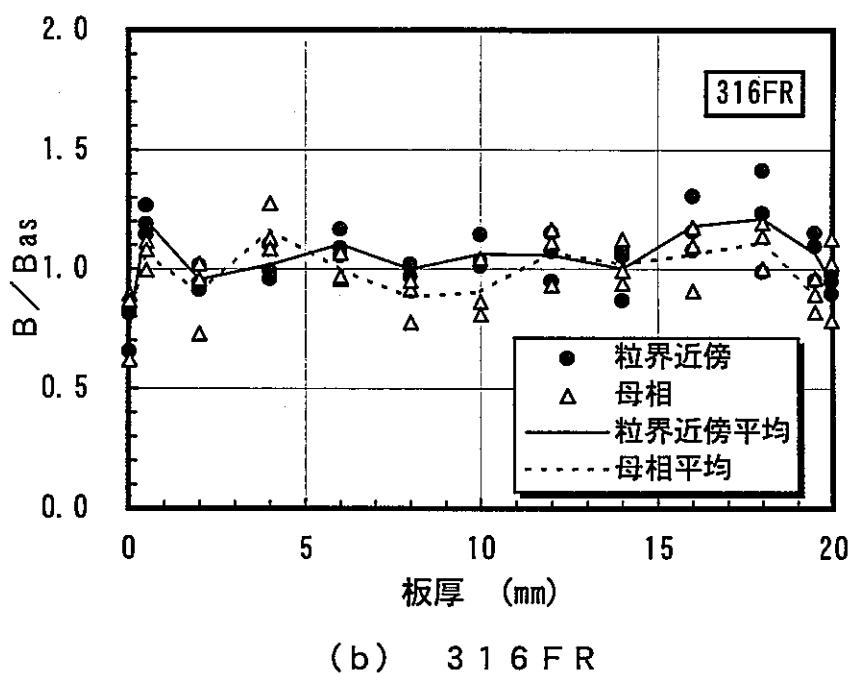
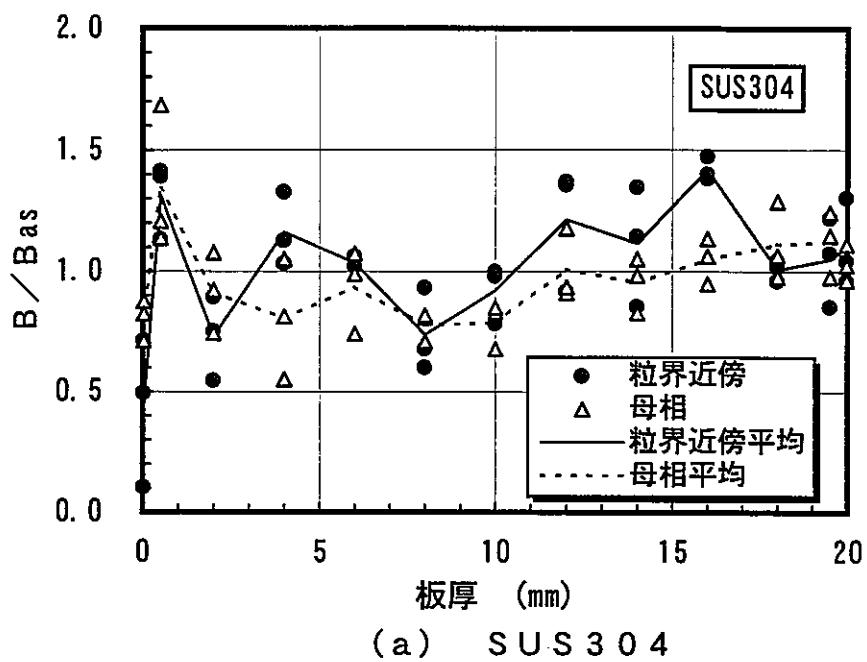
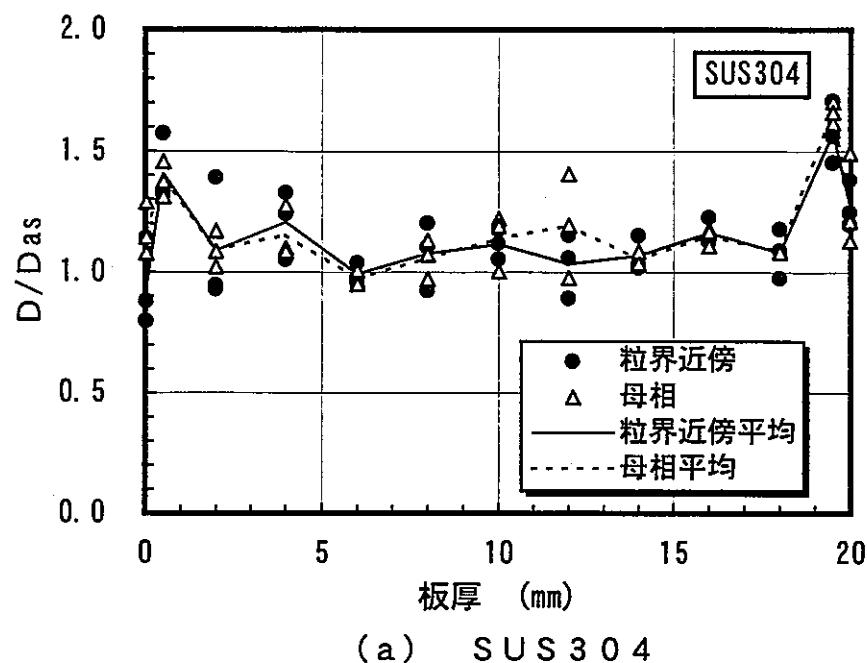
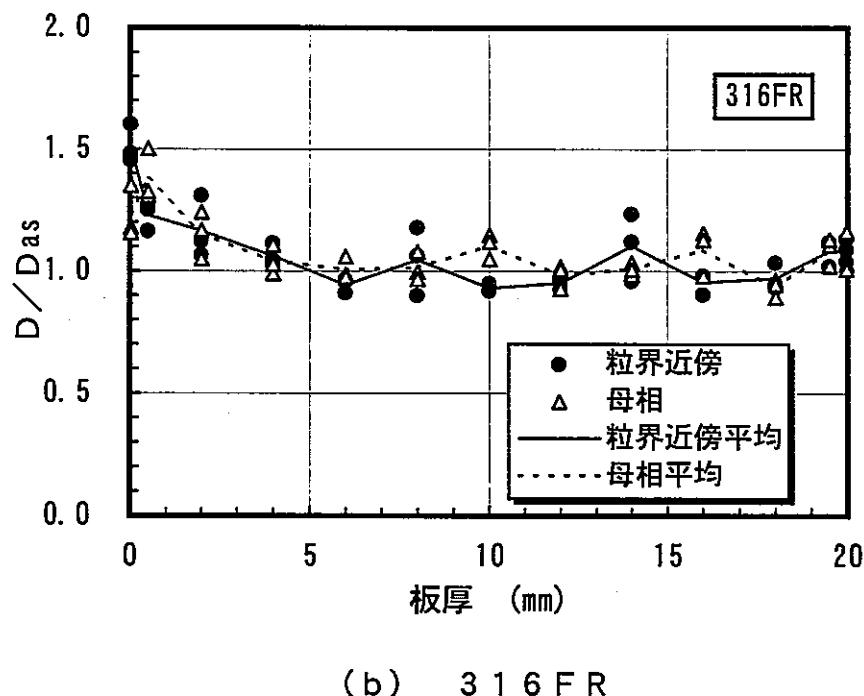


図3.10 受入材に対する損傷材のパラメータBの変化

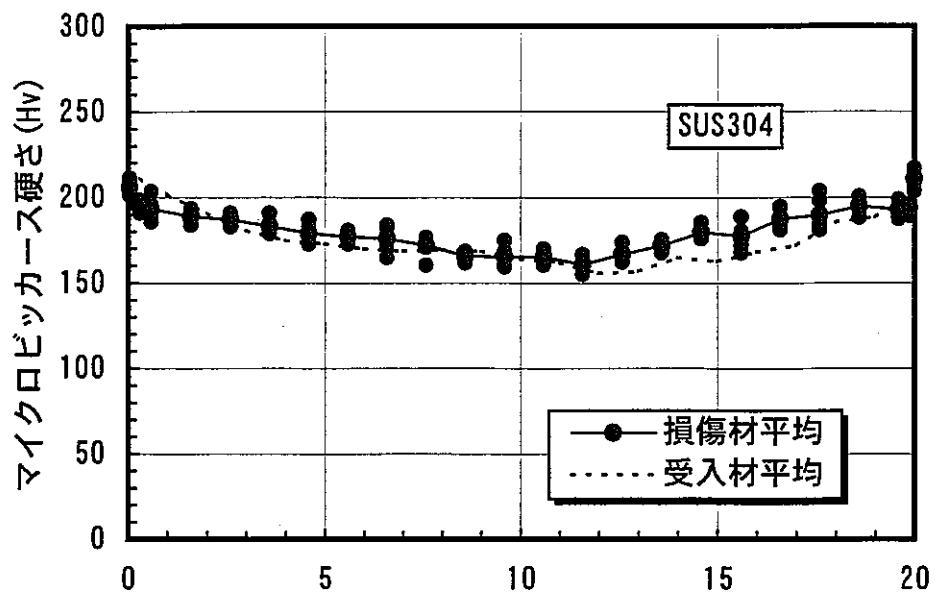


(a) S U S 3 0 4

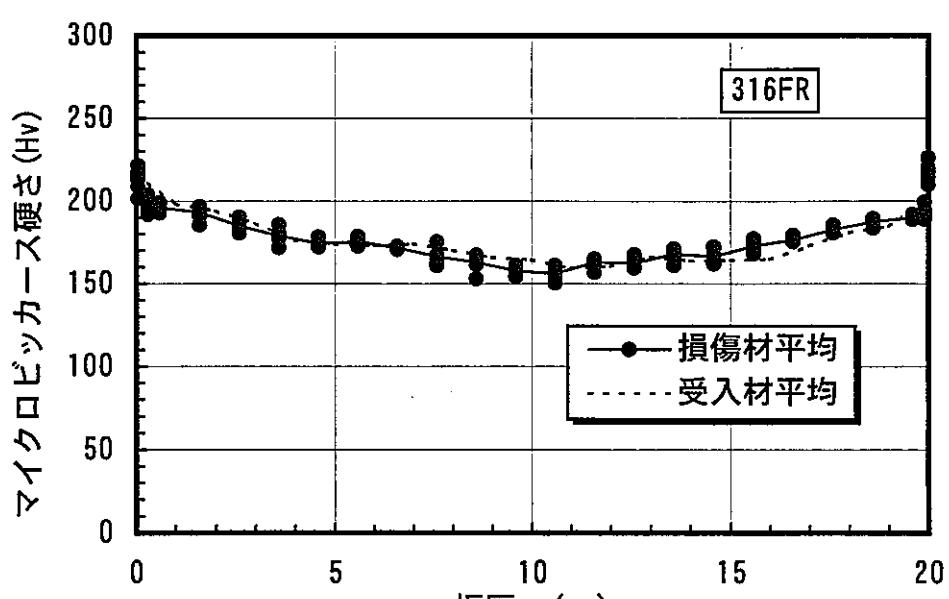


(b) 3 1 6 F R

図3.11 受入材に対する損傷材のパラメータDの変化

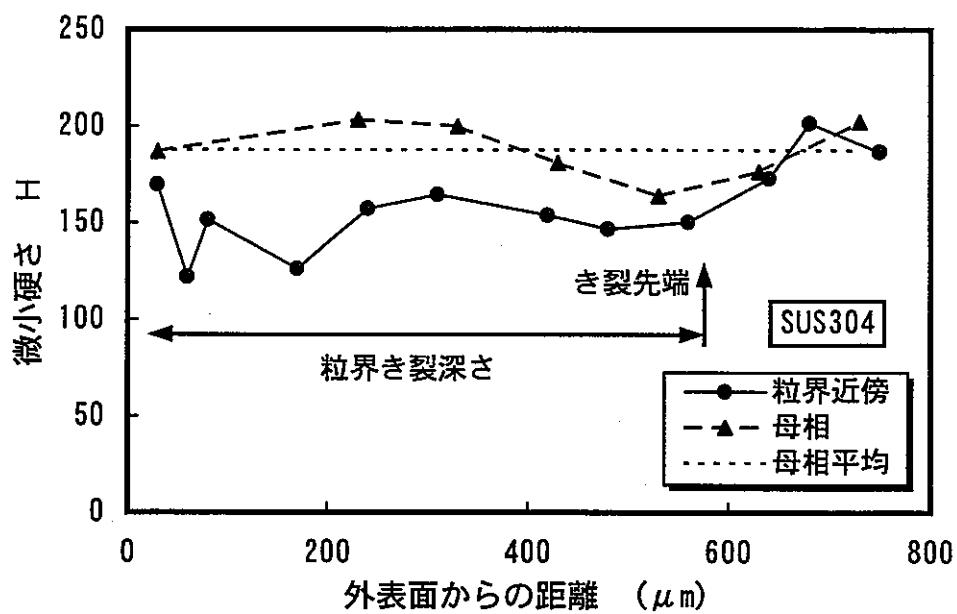


(a) S U S 3 0 4

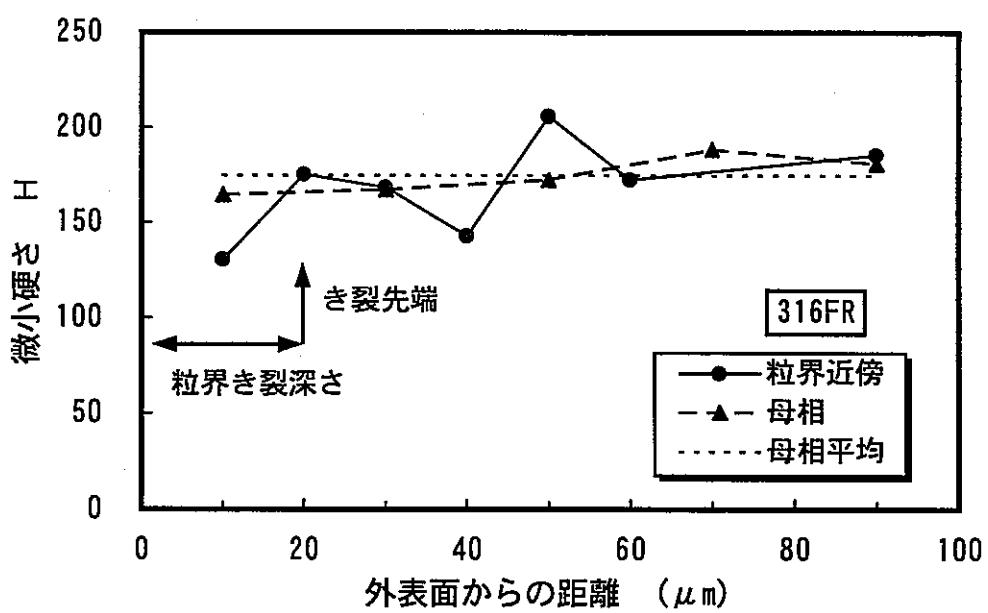


(b) 3 1 6 F R

図3.12 板厚方向のマイクロビッカース硬さの変化

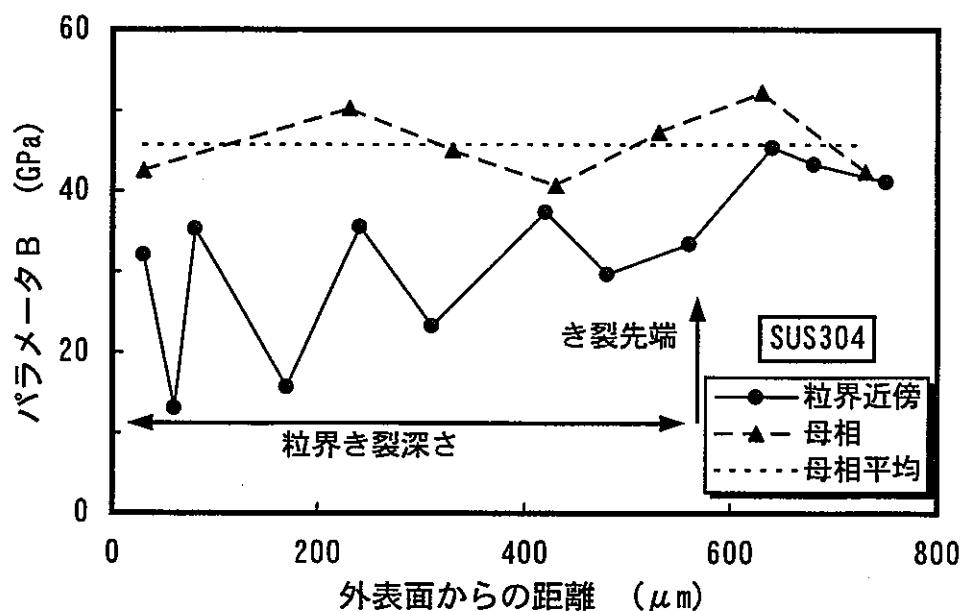


(a) S U S 3 0 4

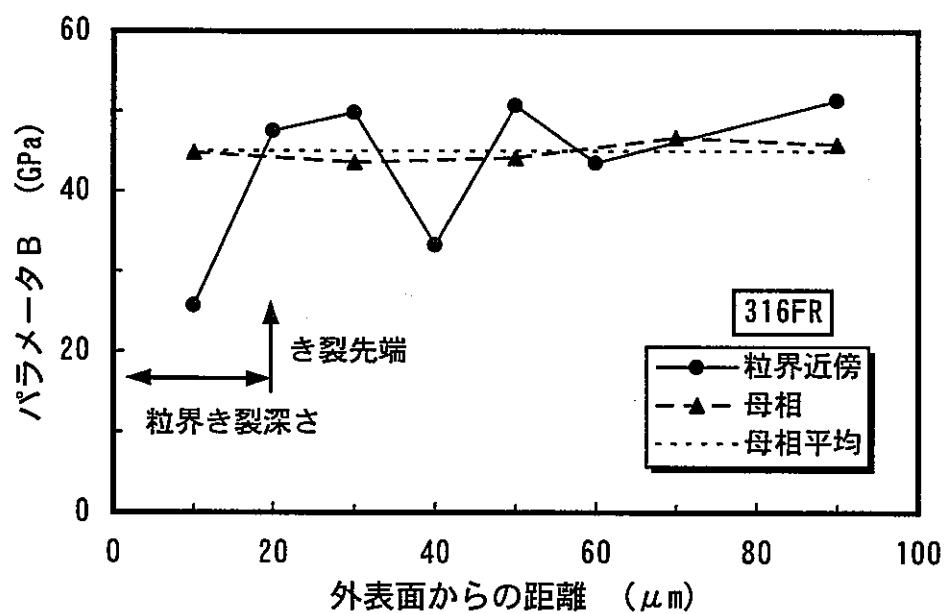


(b) 3 1 6 F R

図3.13 き裂に沿った微小硬さの変化

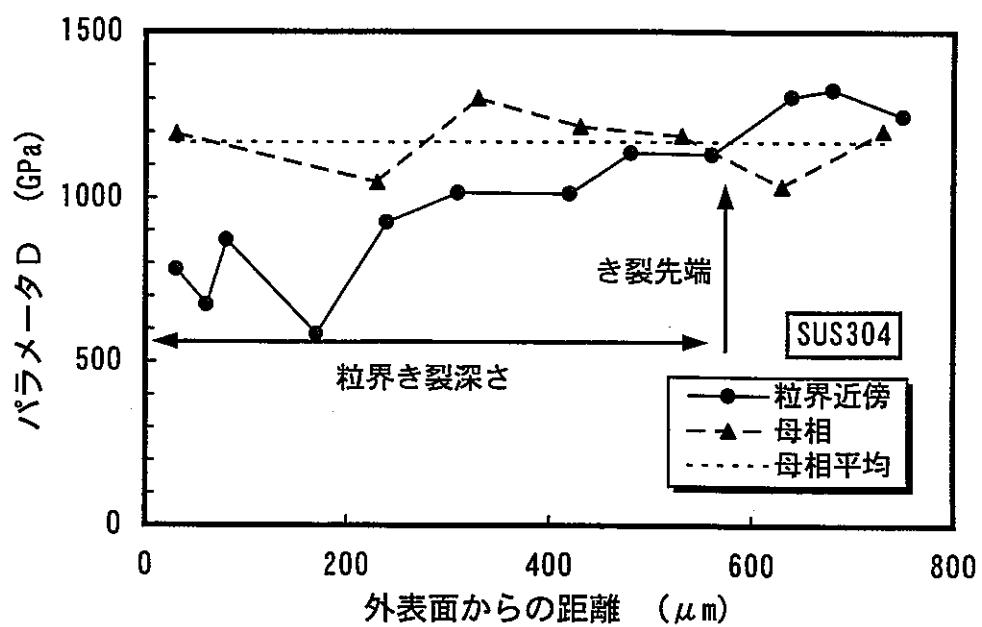


(a) S U S 3 0 4

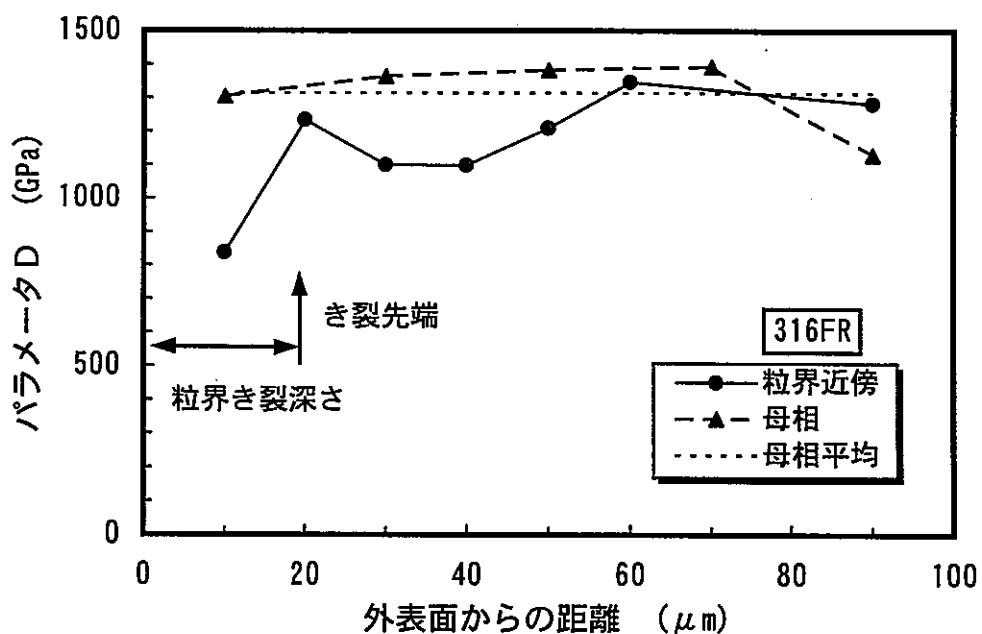


(b) 3 1 6 F R

図3.14 き裂に沿ったパラメータ B の変化



(a) SUS304



(b) 316FR

図3.15 き裂に沿ったパラメータ D の変化

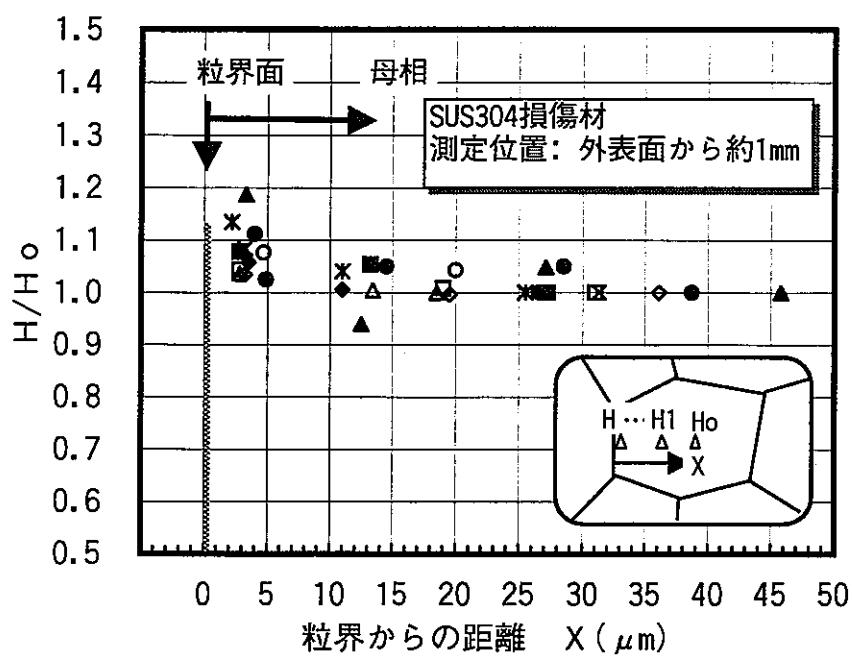


図3.16 結晶粒内の微小硬さの変化

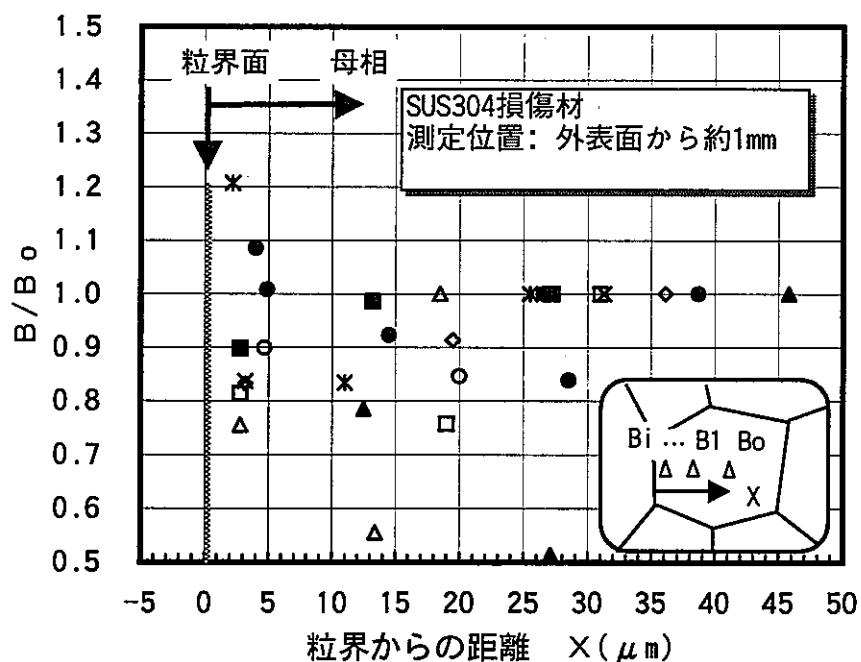


図3.17 結晶粒内のパラメータBの変化

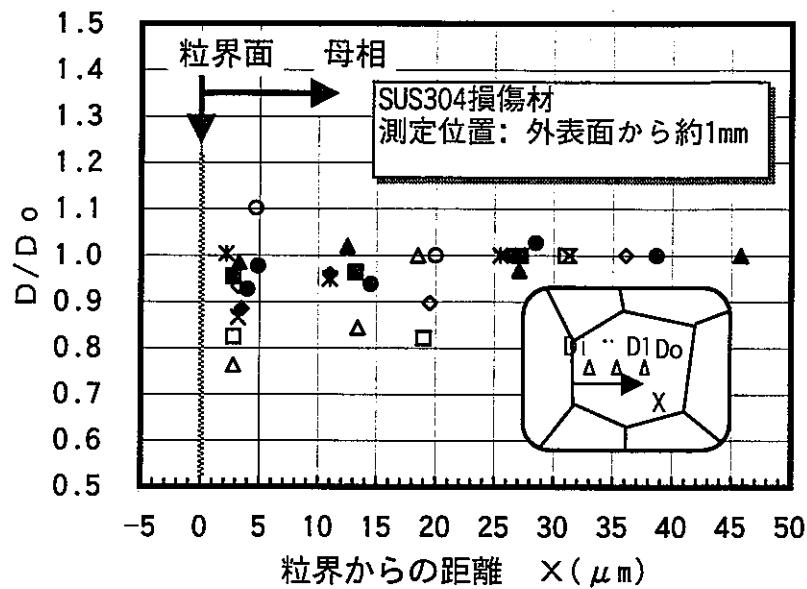


図3.18 結晶粒内のパラメータDの変化

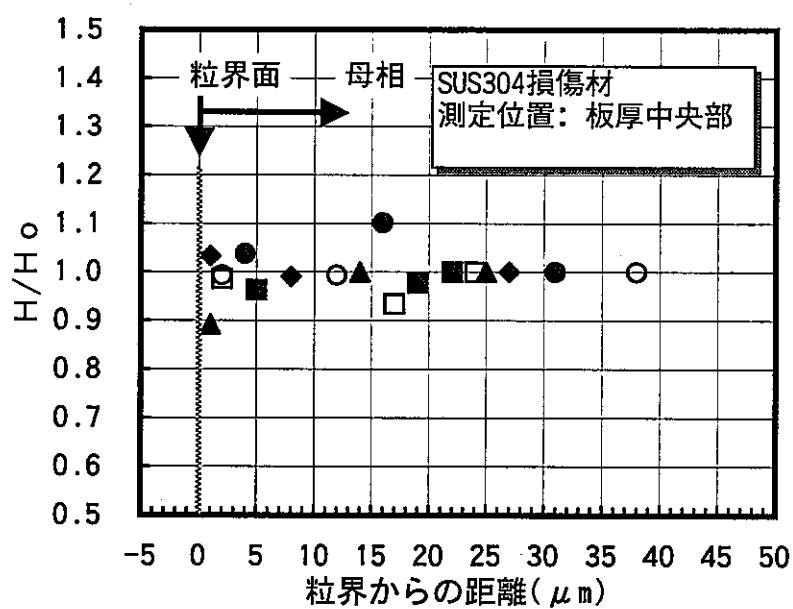
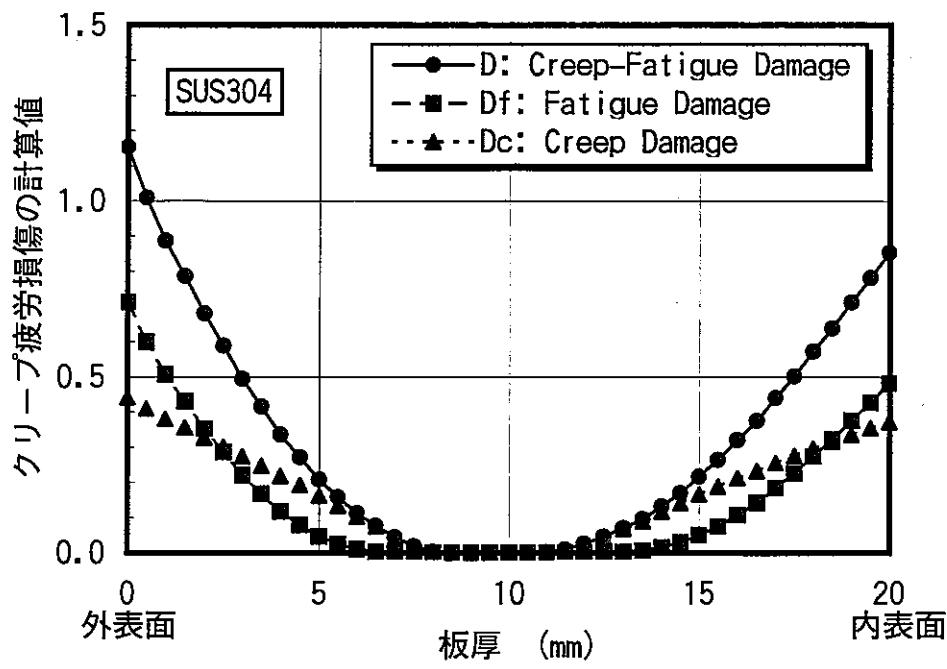
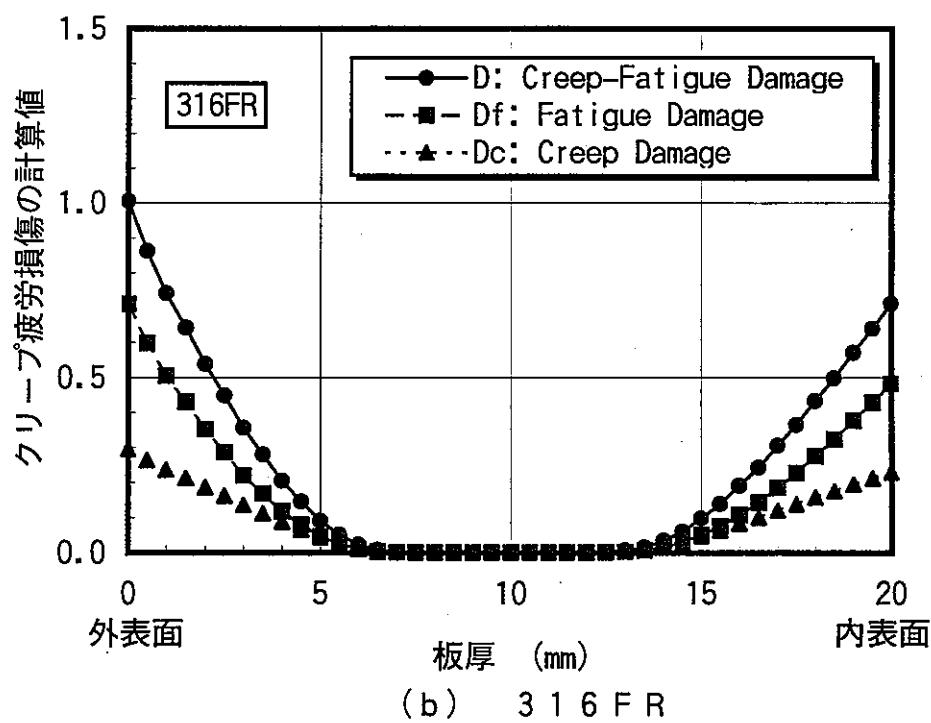


図3.19 板厚中央部の結晶粒内の微小硬さ

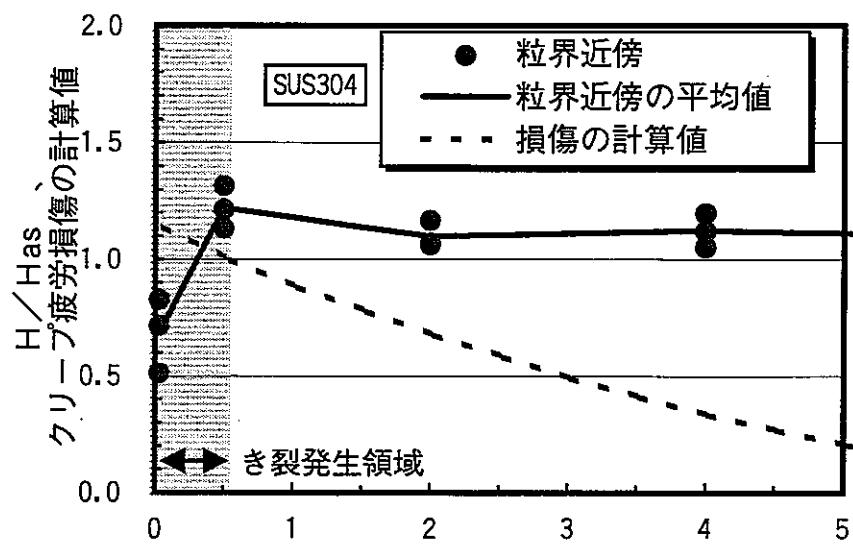


(a) S U S 3 0 4

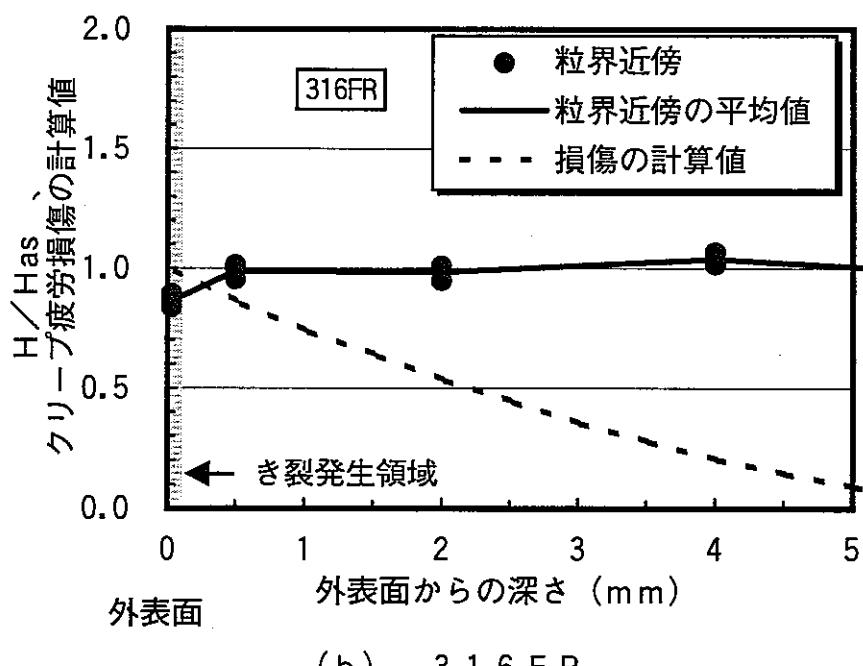


(b) 3 1 6 F R

図3.20 板厚方向のクリープ疲労損傷分布

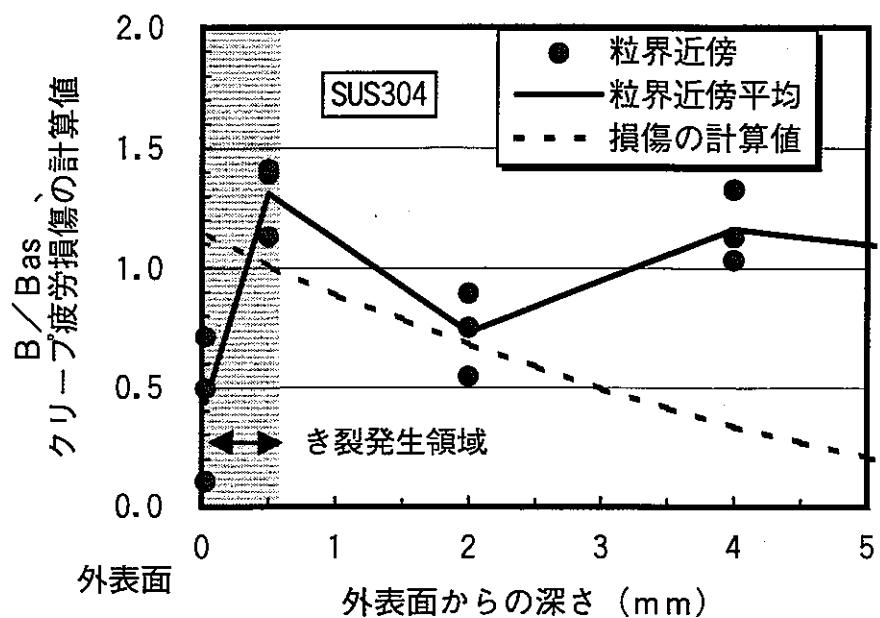


(a) S U S 3 0 4



(b) 3 1 6 F R

図3.21 クリープ疲労損傷値と微小硬さの関係



(a) S U S 3 0 4

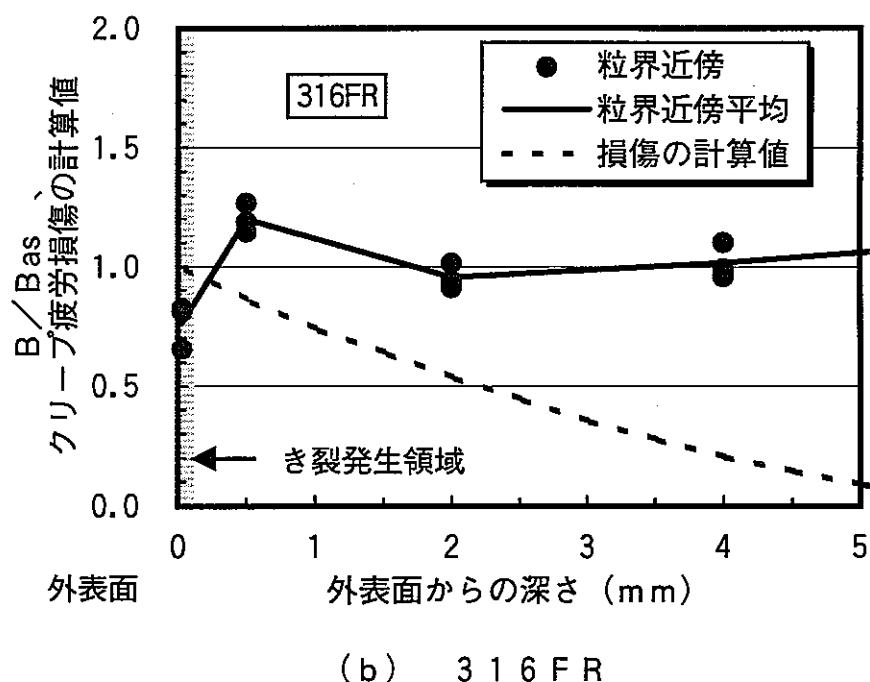
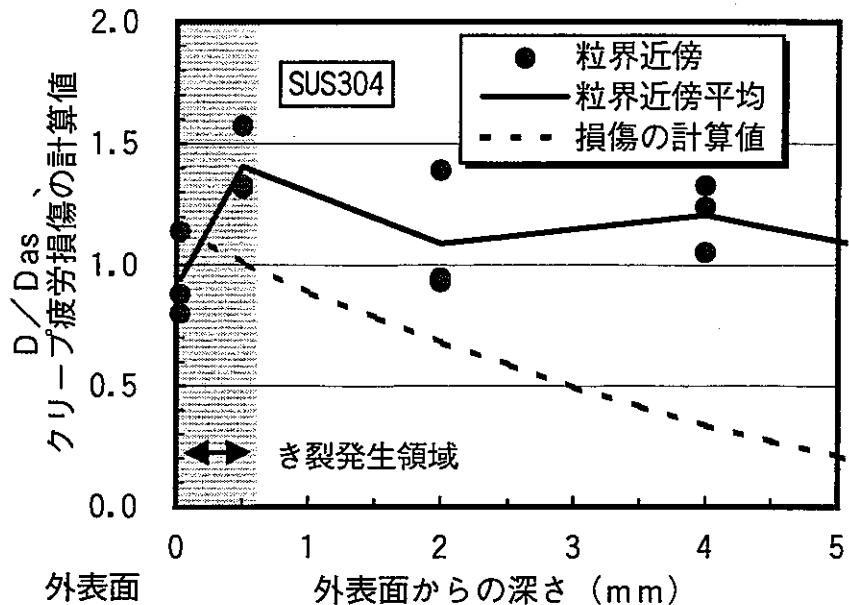
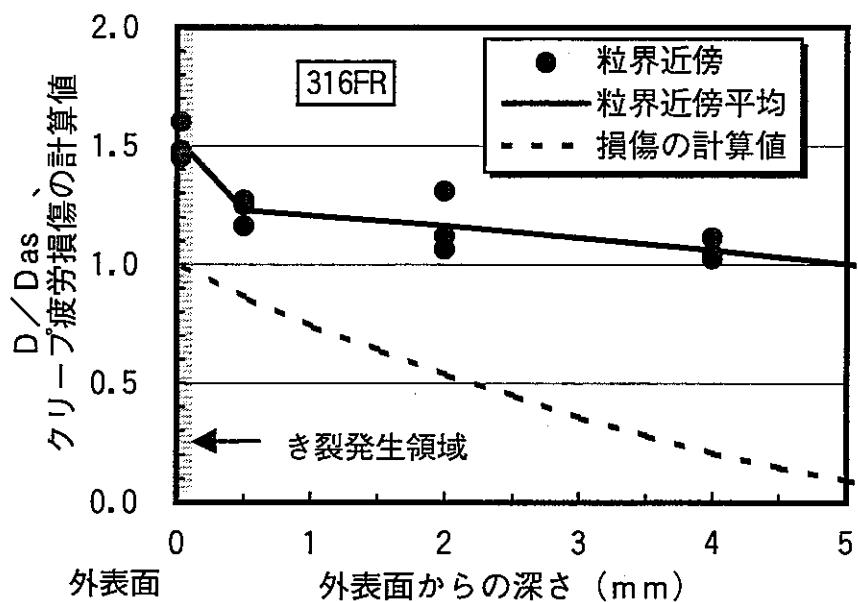


図3.22 クリープ疲労損傷値とパラメータBの関係



(a) S U S 3 0 4



(b) 3 1 6 F R

図3.23 クリープ疲労損傷値とパラメータDの関係