

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

(動力炉・核燃料開発事業団委託研究成果報告)

1996年3月

東北大学工学部
附属破壊力学応用研究施設

複製又はこの資料の入手については、下記にお問い合わせ下さい。

〒311-13 茨城県東茨城郡大洗町成田町 4002

動力炉・核燃料開発事業団

大洗工学センター システム開発推進部・技術管理室

Inquiries about copyright and reproduction should be addressed to: Technology Management Section O-arai Engineering Center, Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corporation 4002 Narita-chō, O-arai-machi, Higashi-Ibaraki, Ibaraki-Ken, 311-13, Japan

動力炉・核燃料開発事業団 (Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corporation) 1996

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

庄子 哲雄* 渡辺 豊* 駒崎 慎一* 川原 鉄士*

要旨

本研究では、高速炉構造用 316 FR 鋼についてクリープ疲労損傷の非破壊検出法の開発を目的として、電気化学的手法、集中誘導型交流電位差法(ICFPD)による検討を行った。

キャビティの優先的形成箇所となる粒界析出物の定量的検出を目的とし、電気化学的手法の適用性を検討した。1N KOH および 1N H₂SO₄+KSCN 溶液の 2 種類の検出電解液を用いたアノード分極曲線の計測を行った。1N KOHにおいて、粒界析出物の選択的溶解に対応するピーク電流が観察され、粒界析出物の析出量という側面からクリープ疲労損傷を検出できる見通しが得られた。また、粒界析出に伴う Cr 欠乏層の形成に着目した 1N H₂SO₄+KSCN 溶液を用いたアノード分極の結果から、損傷度と再活性化率とを対応づけられることが示された。

集中誘導型交流電位差法(ICFPD)を用いたクリープ疲労損傷材の計測では、新材と損傷材の間に明確な差が認められた。詳細な検討は今後の課題であるが、電位差信号は、キャビティ、析出物、表面き裂等のクリープ疲労における微視的損傷因子を反映しているものと期待され、電位差の連続モニタリングによるクリープ疲労損傷検出の見通しが得られた。

本報告書は、東北大学工学部附属破壊力学応用研究施設が動力炉・核燃料開発事業団の委託により実施した研究の成果である。

契約番号 : 070D0338

事業団担当者 : 安全工学部 機器・構造安全工学室 楠原 安英

*) 東北大学工学部 附属破壊力学応用研究施設 破壊力学基礎部門

Evaluation of Creep-Fatigue Damage Accumulation by Means of
Electrochemical Nondestructive Detection Method

Tetsuo SHOUJI*, Yutaka WATANABE*,
Shinichi KOMAZAKI* and Tetsuji KAWAHARA*

Abstract

In this study, for the purpose of development of a nondestructive detection technique of creep-fatigue damage in Type 316FR stainless steel for fast reactors, application study of electrochemical methods and the Induced Current Potential Drop(ICFPD) was done.

Applicability of electrochemical methods to evaluation of grain boundary precipitates which, provide preferred site for cavities was investigated. Anodic polarization curves were measured both in 1N KOH solution and in 1N H₂SO₄+KSCN solution. An anodic current peak that, corresponds to preferential dissolution of the grain boundary precipitates was observed in the measurements using in the KOH solution. It was suggested that evolution of the grain boundary precipitates which should be associated with creep-fatigue damage can be evaluated by the electrochemical method using KOH solution. The results of reactivation ratio of the material in 1N H₂SO₄+KSCN solution, which is recognized as the sensitive indicator of Cr-depletion, suggested a correlation between the reactivation ratio and creep-fatigue damage.

Clear differences between the as-received material and the creep-fatigue damaged sample were found in ICFPD results. Although more detailed investigation is required to make a conclusion, it was expected that potential drop can reflect creep-fatigue damage in the microstructure, e.g. precipitates cavities, surface cracks. Based on the preliminary result, the ICFPD technique may be expected to provide a quantitative monitoring capability of creep-fatigue damage.

Work performed by Research Institute for Fracture Technology, Faculty of Engineering, Tohoku University under contract with Power Reactor and Nuclear Fuel Development Corporation.

Contact Number : 070D0338

PNC Liaison : Structure safety Engineering Section, safety Engineering Division.

Y.Sakakibara

*) Research Institute for Fracture Technology, Tohoku University

目 次

1. 緒 言 -----	1
2. 316FRのクリープ疲労試験-----	2
2.1 はじめに-----	2
2.2 供試材および実験方法-----	2
2.2.1 供試材およびクリープ疲労試験片形状-----	2
2.2.2 クリープ疲労試験方法-----	2
2.3 クリープ疲労試験結果-----	3
2.4 破面および組織観察-----	3
3. 電気化学的手法によるクリープ疲労損傷計測-----	14
3.1 はじめに-----	14
3.2 実験方法-----	14
3.3 結果および考察-----	15
3.3.1 1NKOH 水溶液中での分極挙動-----	15
3.3.2 EPR 溶液中での分極挙動-----	15
3.3.3 クリープ疲労損傷計測-----	16
4. 集中誘導型交流電位差法(ICFPD)によるクリープ疲労損傷計測-----	26
4.1 はじめに-----	26
4.2 集中誘導型交流電位差法-----	26
4.3 供試材および実験方法-----	26
4.4 結果および考察-----	27
5. 結 言 -----	36
6. 今後の研究課題・予定 -----	37
6.1 クリープ疲労試験 -----	37
6.2 電気化学的手法によるクリープ疲労損傷計測-----	37
6.3 集中誘導型交流電位差法によるクリープ疲労損傷計測-----	37
参考文献 -----	38

1. 緒 言

高速炉など高温用機器に使用される構造材料は、定常運転時のクリープおよび起動停止時の低サイクル疲労の重畠作用であるクリープ疲労損傷による経年劣化の可能性が懸念されており、その損傷の定量的評価が必要となつてきている。近年、高速炉用材料として開発されたオーステナイト系ステンレス 316FR は、従来の SUS316 に比べて炭素含有量を低くし、窒素含有量を高くすることにより炭化物の生成を抑えクリープ疲労寿命の向上が図られている。¹⁾しかしながら、クリープ疲労負荷を与えた材料はキャビティの発生・成長が起点となってき裂が発生し破断に至ることが観察されているため、²⁾構造物の健全性の確保およびより定量的な余寿命評価法の開発を行うためには、このような析出物、キャビティなどのミクロ損傷因子を定量的に把握することが重要である。

本研究では、高速炉構造材料 316FR についてクリープ疲労試験を実施し、導入された損傷の非破壊検出法の開発を目的とし電気化学的手法および電磁気的手法によるクリープ疲労損傷累積過程の検出について検討を行った成果をとりまとめたものである。

2. 316FRのクリープ疲労試験

2.1 はじめに

高速炉の主要材料である316FRは使用環境中において温度変動に伴う熱応力により定常運転時にクリープおよび起動停止時に低サイクル疲労となるクリープ疲労損傷を受ける可能性がある。そこで材料のクリープ疲労特性を把握することが構造物の余寿命評価法を開発する上で不可欠となる。

本節ではまず、クリープ疲労損傷材の作製を目的として316FR材のクリープ疲労試験を実施した。本研究の目的は、クリープ疲労のミクロ損傷因子を定量化する手法を開発するための基礎的検討であるから、比較的短時間で損傷を再現するために実機に比べて若干の温度加速条件である600℃で試験を行った。

さらに作製された損傷材について組織観察を実施し、クリープ疲労に伴う微視組織の変化を調査した。

2.2 供試材および実験方法

2.2.1 供試材およびクリープ疲労試験片形状

本研究に用いられた材料は高速炉用SUS316鋼(316FR)である。本供試材の化学組成を表2.2.1に機械的性質を表2.2.2にそれぞれ示す。本供試材を溶体化処理後、図2.2.1に示すようにゲージ部直径10mm、ゲージ部長さ12.5mmの丸棒試験片に加工し、試験片表面を1500番まで研磨した後クリープ疲労試験に供した。

2.2.2 クリープ疲労試験方法

クリープ疲労試験は、歪み制御による軸方向引張圧縮完全両振り、引張側ピーク保持で図2.2.2に示すゴールドイメージ炉を取り付けたインストロン製油圧サーボ式疲労試験機を用いて実施した。尚、歪み範囲1%、歪み速度は0.1%/secであり試験温度600℃、試験雰囲気は大気である。試験は、600℃に昇温中および昇温後12時間荷重制御により無負荷に維持することにより、材料中の温度変動および温度勾配による残留応力の影響を除いた後、歪み制御に切り換え行った。

2.3 クリープ疲労試験結果

本試験により作製した中断材は、破断寿命サイクル数 N_f に対するサイクル数の比(Usage factor N/N_f) をとると 0.2、0.4 の 2 本である。クリープ疲労試験結果および試験条件を動燃により提供された 2 種類の破断材と合わせて表 2.3.1 に示す。尚、ここでクリープ疲労寿命 N_f は引張側応力値が最大値より 25% 減少した時点での繰り返し数として定義した。

図 2.3.1 にクリープ疲労試験後の試料 #3 (Usage factor 0.4) の試験片ゲージ部の実体顕微鏡、光学顕微鏡による像を示す。試験片表面は、数 μm 程度の不均一な酸化膜で覆われていたが、その形成は表面状態および環境に依るものと考えられる。また、光学顕微鏡による観察により、ゲージ部全面に $10 \mu\text{m}$ 程度の微視き裂の形成が見られている。試料 #4 (Usage factor 0.2)においても同様の結果が得られている。

2.4 破面および組織観察

クリープ疲労における割れ機構の解明を目的として、動燃により提供された 2 種類の破断材の破面観察およびクリープ疲労損傷に伴う組織変化を調べるために、破断材のゲージ部を軸方向に 2 分割し、ビレラ溶液(ピクリン酸:1g、塩酸:5ml、エタノール:100ml) を用いてエッチングした後、光学顕微鏡および SEM により切断面の組織観察を行った。

破面の SEM 像を図 2.4.1 に示す。破面観察の結果、破壊様式は粒界および粒内破壊の混合型であり、550°C 破断材の方が 600°C 破断材に比べ粒界破面の占める割合が大きかった。また、550°C 破断材、600°C 破断材ともに粒界 3 重点を起点としたき裂の形成が観察された。

ゲージ部断面の SEM 観察を行った結果を図 2.4.2 に示す。550°C 破断材において、新材に比べ粒界の耐食性がかなり低下しており、試料内部で負荷応力軸に対して垂直な結晶粒界上に微視き裂およびそれらが連結して粒界に沿ったき裂を形成しているのが観察された。また、粒界上に 1mm 程度の析出物が多数観察され、その析出物近傍においてクリープキャビティと推察される微小空孔が確認された。その様子を図 2.4.3 に示す。その程度はかなり

小さいものの 600°C 破断材においても同様な観察結果を得た。

以上より、316FR クリープ疲労の破壊形態として、粒界上の析出物近傍にキャビティが初生し、それらが成長・連結することにより粒界をき裂進展の優先的箇所とする粒界破壊支配型の破壊過程が確認された。

また、同様な組織観察を中断材（#3、#4）についても行った。図 2.4.4 に中断材のゲージ部断面の SEM 像を示す損傷度の高い試料 #3 の方が試料 #4 に比べ粒界の耐食性が低下しており、粒界上に 1mm 未満の微細な析出物が試料 #3 においては観察されたが、試料 #4 に関しては観察されなかつた。しかしながら、試料 #4 においても新材に比べると粒界の耐食性が低下していることが観察され、粒界の耐食性の低下は Cr 富化炭化物等の析出に起因する粒界近傍の Cr 欠乏層の形成によるため試料 #4 もより微細な析出をしているものと考えられる。316FR(MN)においては $M_{23}C_6$ 型炭化物、Laves 相、 σ 相、G 相、 Cr_2N 等の析出が観察されており³⁾、これらが Cr 欠乏層の形成に関与している可能性が高い。また、両中断材とともに微小欠陥(ボイド)が主に粒界上に確認された。

表2.2.1 316FR鋼の化学組成(wt%)

specimen	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	N
# 1、# 2	0.012	0.52	0.86	0.024	0.004	10.59	16.58	2.14	0.08
# 3、# 4	0.010	0.59	0.84	0.026	0.003	11.19	16.87	2.23	0.08

表2.2.2 機械的性質(R.T)

specimen	0.2%耐力 N/mm ²	引張強さ N/mm ²	伸び %
# 1、# 2	275	588	56.5
# 3、# 4	263	566	62.5

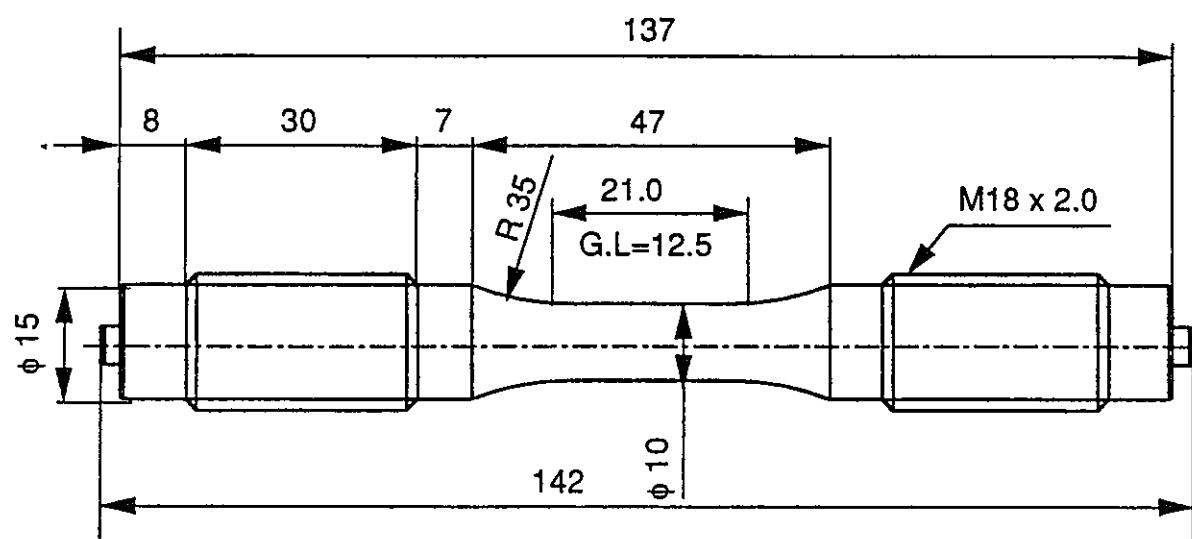


図2.2.1 クリープ疲労試験片形状

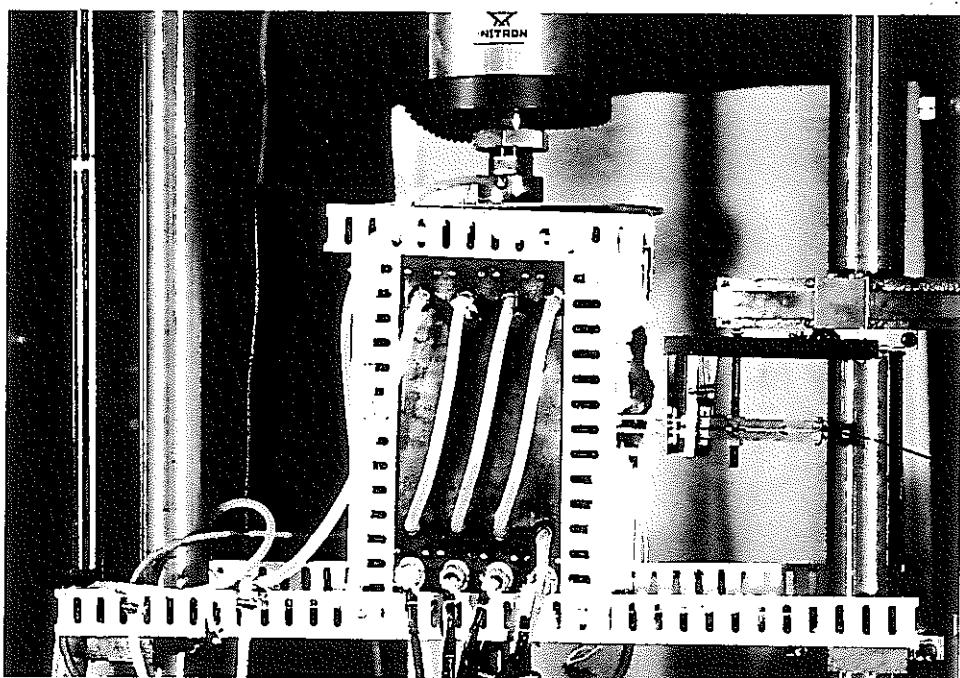
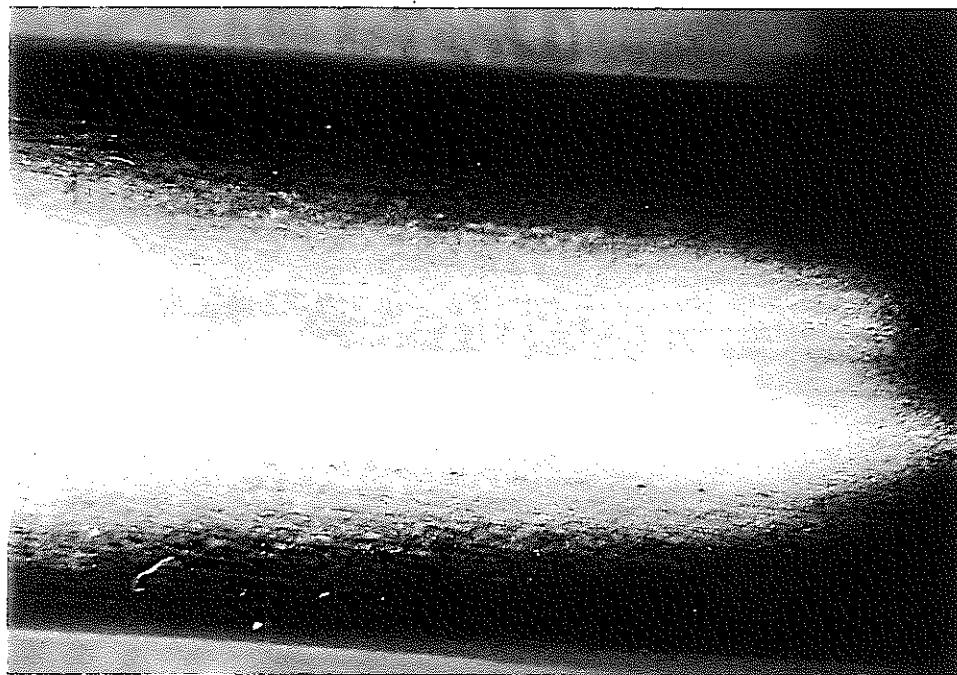
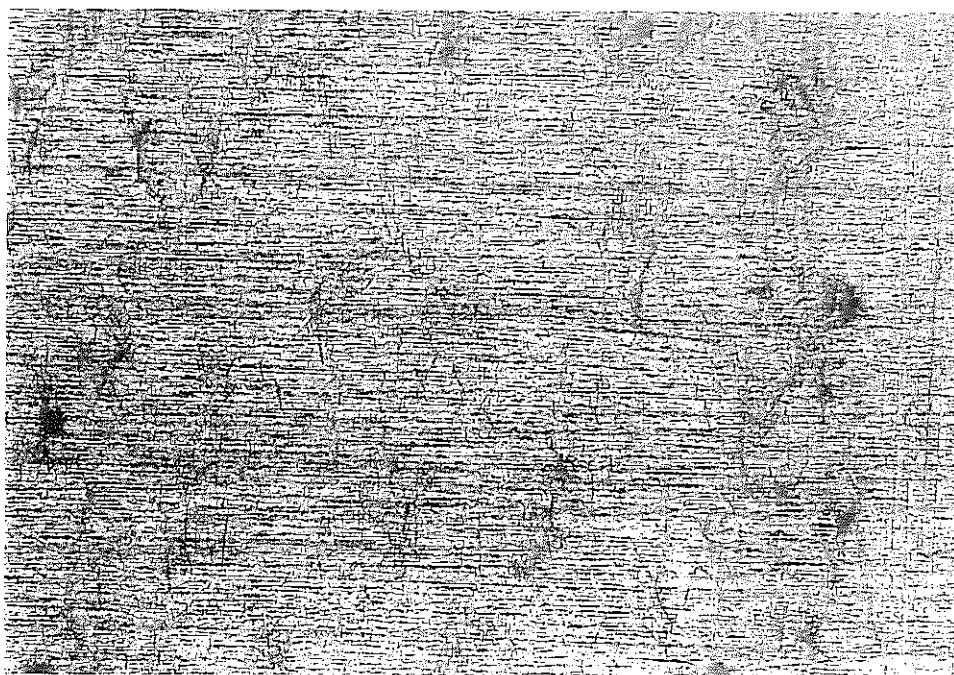


図2.2.2 クリープ疲労試験機



b) 実体顕微鏡による像



a) 光学顕微鏡による像

10 μ m

図2.3.1 クリープ疲労試験後のゲージ部表面
(#3 Usage factor 0.4)

表2.3.1 クリープ疲労実験結果および試験条件

Specimen	Temperature °C	Strain amplitude Det, %	Strain rate $\dot{\epsilon}$, %/sec	Hold time min	Cycles N	Usage factor N/Nf	L.M.P,C=20
#1	550	0.5	0.001	60	14346:failure	1.0	19.9
#2	600	0.5	0.1	60	4171:failure	1.0	20.6
#3	600	1.0	0.1	60	238	0.4 #)	19.6
#4	600	1.0	0.1	60	121	0.2 #)	19.4

#) 破断予想サイクル Nf=550cyc. とした。

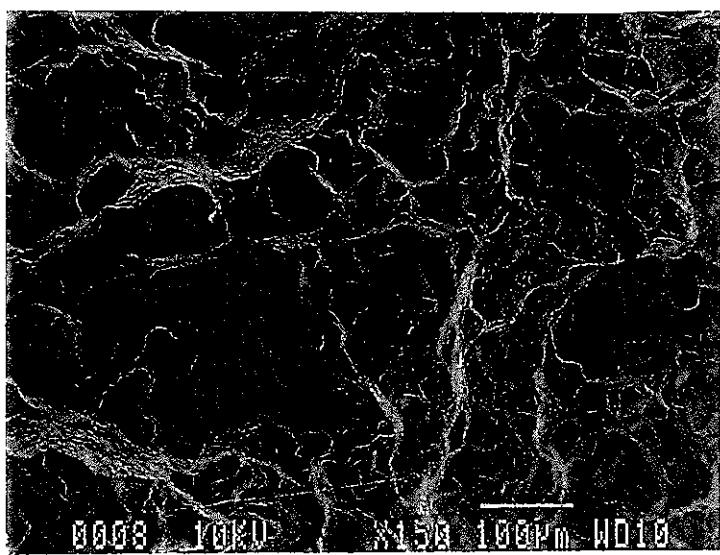
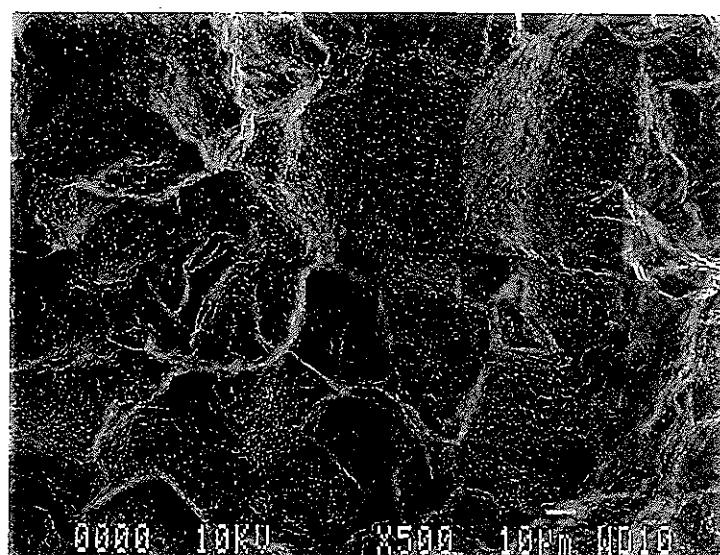


図2.4.1 クリープ疲労試験後の破断面
(#1 550°C破断材)

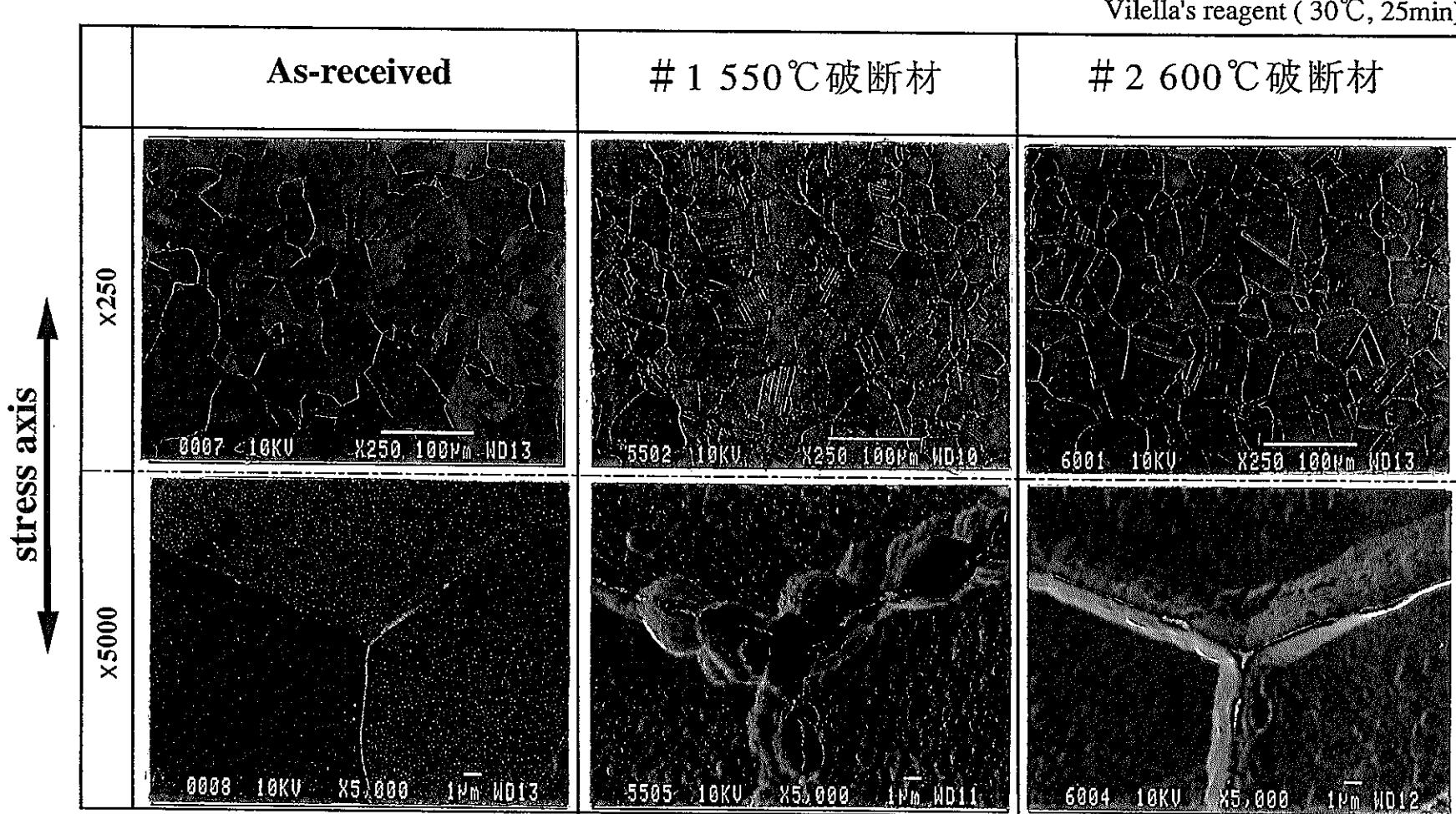


図2.4.2 ゲージ部断面のSEM像

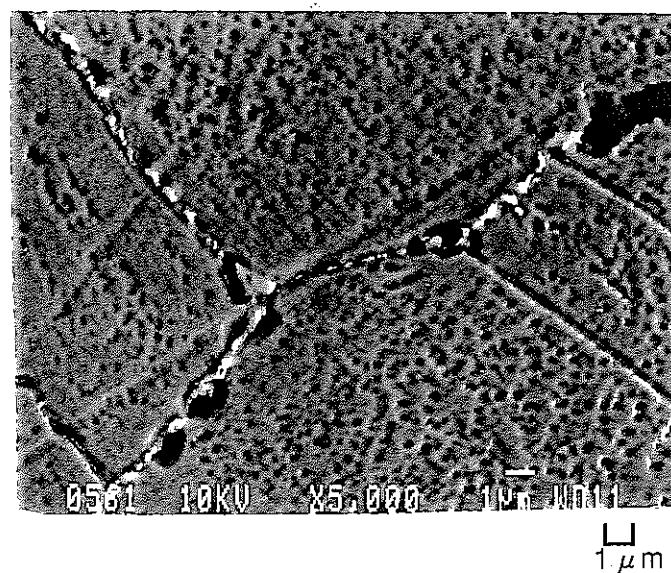


図2.4.3 析出物近傍のクリープキャビティ

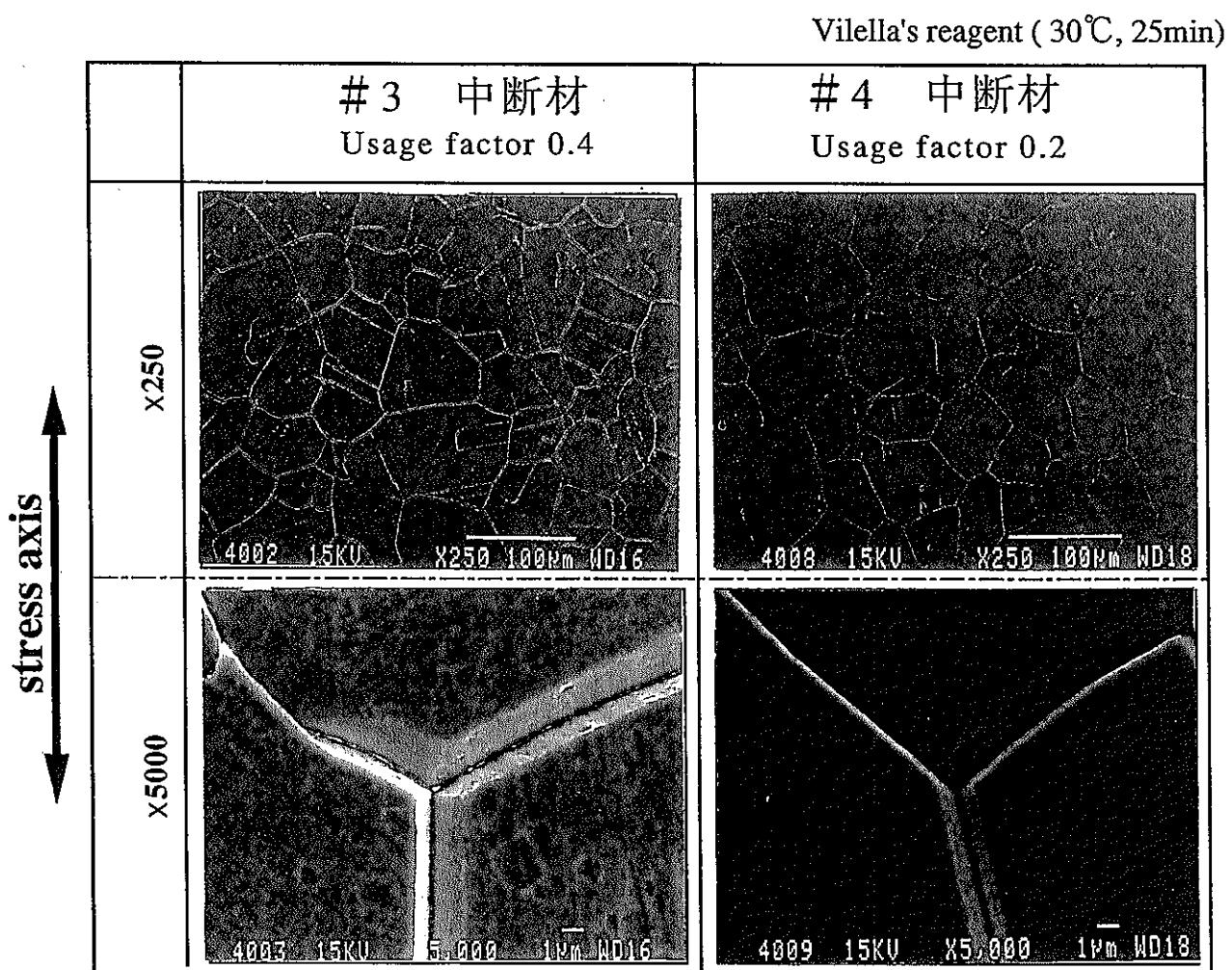


図2.4.4 ゲージ部断面のSEM像

3. 電気化学的手法によるクリープ疲労損傷計測

3.1 はじめに

電気化学的手法を用いた材料損傷の非破壊計測・評価は、損傷・劣化の原因である特定の析出物あるいは偏析等の選択的溶解現象を利用した手法であり、計測量の物理的内容が明確であるという特徴を有している。これまでにも組織変化支配型の高温損傷である炭化物誘起脆化⁴⁾、焼き戻し脆化⁴⁾⁵⁾、スピノーダル分解による熱時効脆化⁶⁾、 σ 脆化等⁷⁾の脆化損傷に対して高感度な計測・評価が行えることが示されている。さらに電気化学的手法は、非破壊的な現位置計測・評価法として適用可能であることが示されていることから、非破壊評価と言う観点からも極めて有効な評価法である。

前節により、クリープ疲労の形態として粒界上の析出物近傍に初生するキャビティを起点とした粒界支配型のシナリオが確認された。そこで本節では、キャビティの優先的形成箇所となる粒界上の析出物を定量的に検出することにより、電気化学的手法を用いた 316FR のクリープ疲労損傷の劣化計測法について検討を行った。

3.2 実験方法

電気化学的計測に用いた計測装置の外観を図 3.2.1 に、試料電極（分極計測用試験片）が装着された分極計測用電解セルを図 3.2.2 に示す。計測装置はポテンションスタッフ、ファンクション・ジェネレータおよび X-Y レコーダである。クリープ疲労試験に供した試験片のゲージ部を軸方向に二分割し、リード線を接続後、切断面のみが露出するようエポキシ樹脂により樹脂埋めし試料電極とした。計測面は 6mm ダイアモンドペーストまで湿式研磨した後電気化学的計測に供した。万能投影機により 10 倍に拡大投影し試料面積を計測し分極計測によって得られた電流値をこの値で除して電位-電流密度を得た。1NKOH および EPR 溶液の 2 種類の検出電解液を用いアノード分極曲線の計測を行い、電気化学的特性値としてピーク電流密度、再活性化率を測定しそれぞれ損傷度のパラメータとした。尚、液温は測定中 30±1°C に保たれた。これら電気化学的計測条件を詳細にまとめたものを表 3.2.1 に示す。

3.3 結果および考察

3.3.1 1NKOH水溶液中での分極挙動

これまで、KOH 溶液中で SUS316H あるいは SUS321H 中に析出した $M_{23}C_6$ 型炭化物 σ 相、Laves 相が各々特定の電位で溶解することが明らかにされてきており⁸⁾、このことを用いて本研究では 316FR 中の析出物の 1NKOH 溶液中での溶解挙動を調べ、損傷評価法としての可能性を検討した。

新材、中断材および破断材について 1NKOH を用いたアノード分極曲線の計測を行った。計測されたアノード分極曲線の例を図 3.3.1 に示す。2 種類の破断材において、新材および中断材に見られないピーク電流密度 I_{p2}, I_{p3} がそれぞれ +200mV 近傍および +340mV 近傍で観察された。また、分極計測後の SEM 像を図 3.3.2 に示す。同図により結晶粒界に沿った溶解痕が観察された。そこで各電位での溶解挙動を明確にするために、550°C 破断材を用いて、予め分極前にビレラ溶液によりエッチングした後 +200mV および +340mV で定電位電解を行った。定電位電解後の SEM 像を図 3.3.3 に示す。同図より各電位で特定の析出物のみが消失しているのがわかる。つまり各ピーク電位で観察される電流密度は特定の析出物の選択的溶解量を反映しており、これは I_{p2}, I_{p3} の計測により析出物の析出量つまりはクリープ疲労損傷の程度を定量的に計測することが可能であることを示唆している。EPMA を用いて各ピーク電流密度を反映している析出物の特定を試みたが、+200mV 近傍で Cr 富化炭化物が溶解していることが判明したが、よりその詳細な検討は今後の課題である。尚、中断材においてはピーク電流密度 I_{p2}, I_{p3} は観察されなかった。試料 #3 の中断材では、析出物が確認されていたが破断材に比べ微細で析出量も少なかったため計測されなかつたものと考えられる。

3.3.2 EPR 溶液中での分極挙動

前節により破断材および中断材において粒界の耐食性が低下しているのが観察された。これは Cr 富化炭化物等の析出・粗大化に伴う粒界近傍での Cr 欠乏相の形成(銳敏化)に起因しているものと考えられる。この銳敏化に着目し、EPR (Electrochemical Potentiokinetic Reactivation : 電気化学的再活性化) 試験法として知られている 0.5M H_2SO_4 + 0.01mol/l KSCN 溶液を用

いた電気化学的手法による検討を行った。

計測されたアノード分極曲線の例を図 3.3.4 に示す。新材においては卑方向掃引時の再活性化は確認されなかったが、550℃破断材をはじめすべての損傷材において再活性化が観察された。また、計測後の SEM 像を図 3.3.5 に示す。母地に比べ結晶粒界が優先的に腐食している様子が観察された。図 3.3.6 にクリープ疲労損傷 (Usage factor)に対する再活性化率のプロットを示す。このグラフにより損傷と再活性化率の対応の可能性が示された。これはクリープ疲労損傷を粒界耐食性との関連の観点から捉えることにより、EPR 試験法による損傷の非破壊検出が可能であることを示唆している。

3.3.3 クリープ疲労損傷計測

各試料の電気化学的特性値であるピーク電流密度: I_{p_2}, I_{p_3} および再活性化率: I_r/I_a をまとめたものを図 3.3.7 に示す。550℃破断材の方が 600℃破断材に比べ両特性値共に高い値を示している。両破断材の熱履歴を Larson-Miller パラメータで表記すると、600℃破断材の LMP 値の方が大きい。これはクリープ疲労損傷が単に時効履歴のみに左右されるのではなく繰り返し疲労負荷による影響を強く受けることを示している。

KOH で検出されなかった中断材の累積損傷が EPR 溶液中で検出されることから、損傷原因に直接立脚しているという点で KOH による計測法は極めて有望であるが初期損傷に対しては鈍感であると考えられる。また、損傷原因に対して間接的な計測法ではあるが、寿命範囲の極初期の損傷検出という点で EPR 試験法もまた有効であると考えられる。しかし、鋭敏化は最終的には回復へと向かうことから、実機で想定されるような長時間使用後の損傷検出に対しては疑問が残される。

以上より、上記 2 種類の溶液を用いることにより初期損傷を含めた広い寿命範囲での損傷検出の可能性が示された。しかし、今回の知見は限られた数少ない試料によるものであって、本手法を一般化するためには、系統的な種々の損傷度を有する試料を用いた計測が必要であると考える。

表3.2.1 電気化学的測定条件

検出液	掃引速度	範囲	特性値
1N KOH	0.2mv/sec	$E_{corr} \rightarrow +400\text{mv}$	ピーク電流密度
0.5M H_2SO_4 +0.01mol/lKSCN	100mv/min	$E_{corr} \rightarrow +300\text{mv}$	再活性化率

液温 30°C

表面仕上げ 6 μm ダイアモンド・ペースト研磨

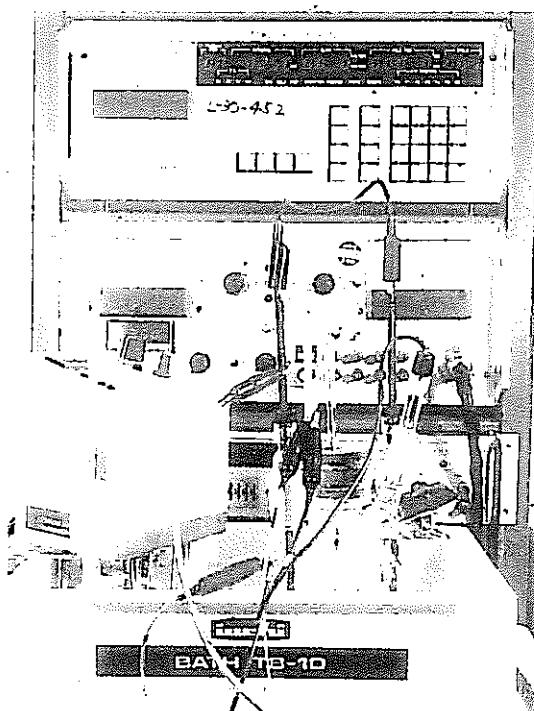


図3.2.1 電気化学的分極計測装置

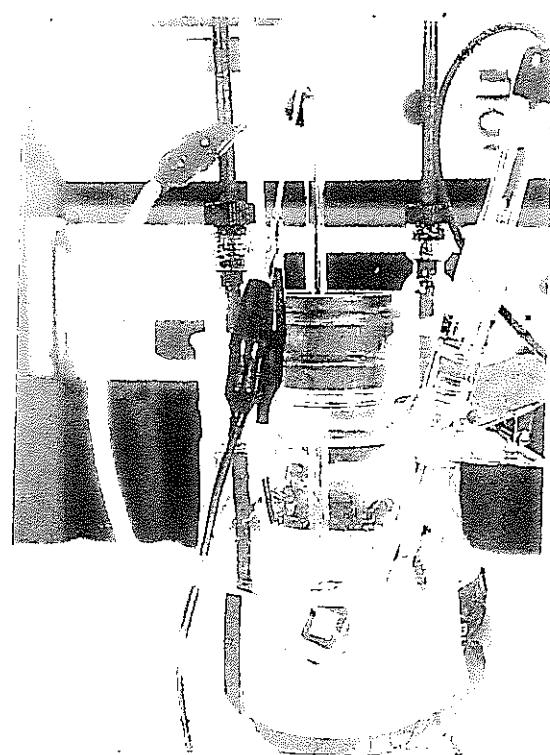


図3.2.2 試料電極および分極計測用セル

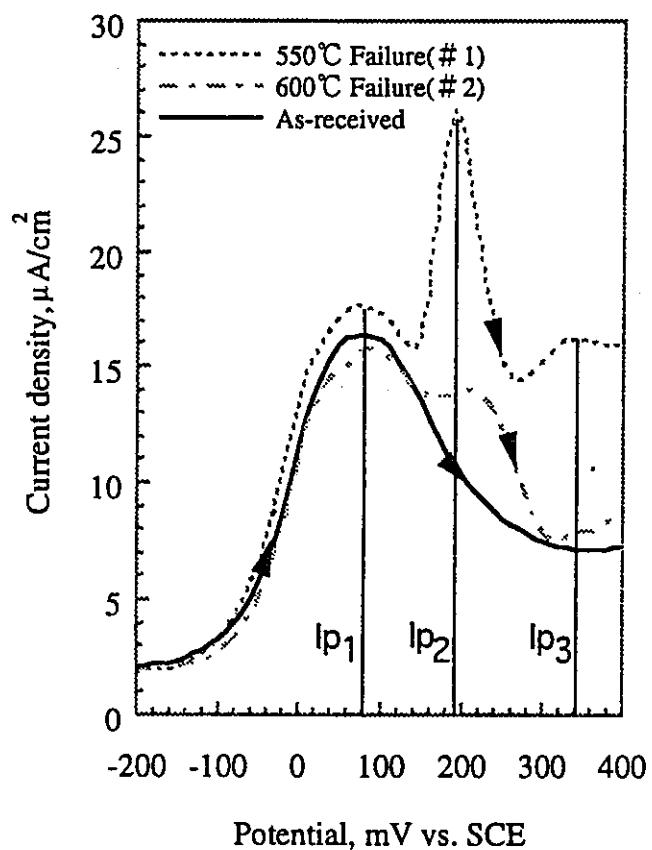


図3.3.1 1N KOH水溶液中でのアノード分極曲線の例

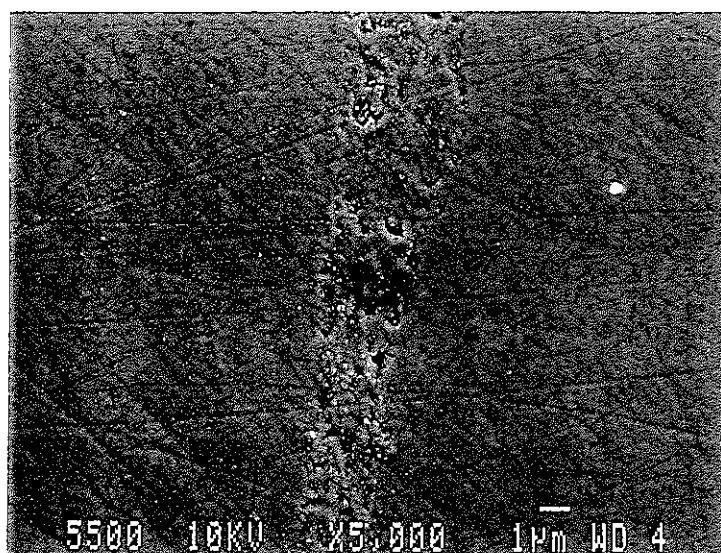


図3.3.2 KOH分極計測後のSEM像(#1 550°C破断材) $1\mu\text{m}$

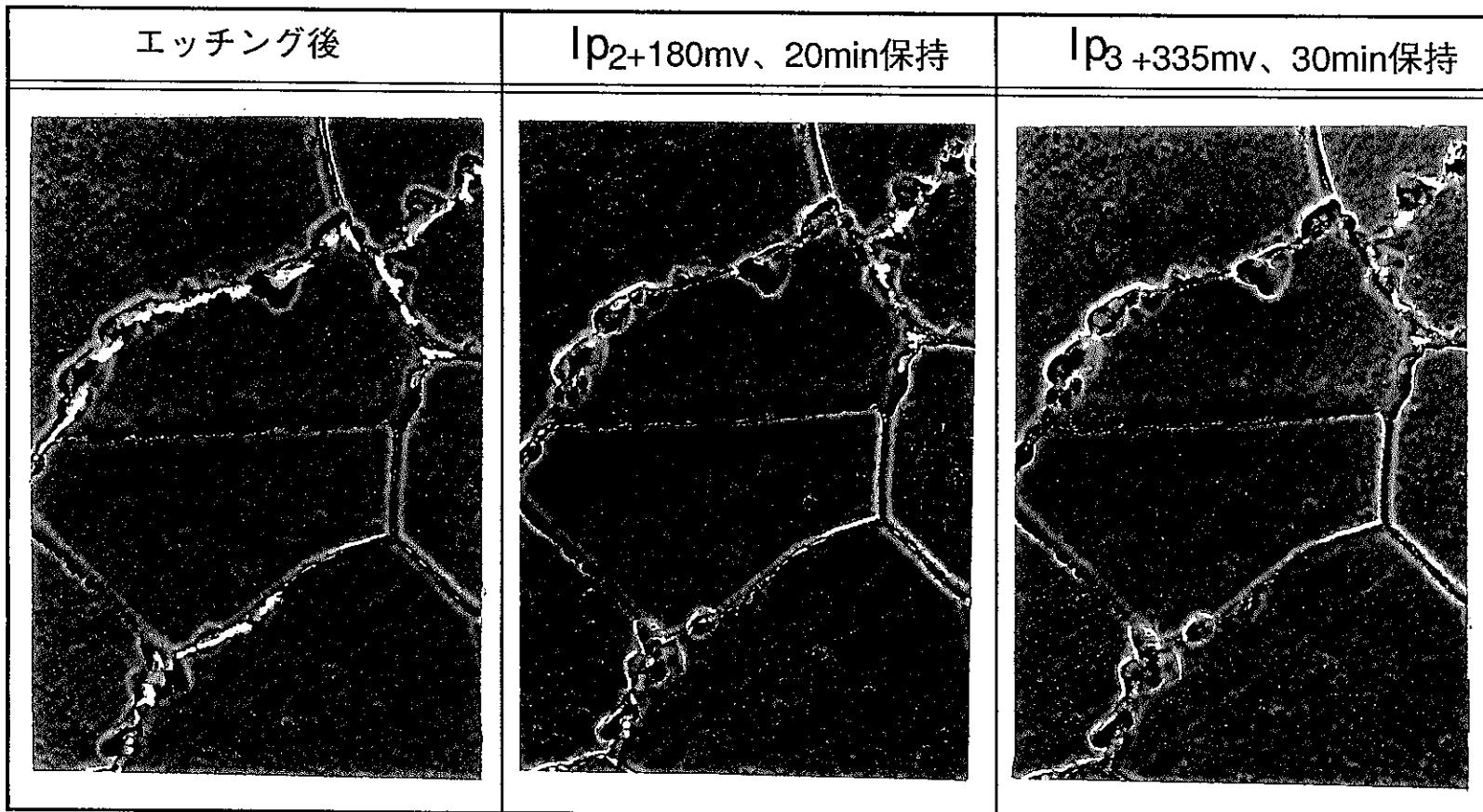


図3.3.3 定電位電解後のSEM像 (#1 550°C破断材)

□
1 μm

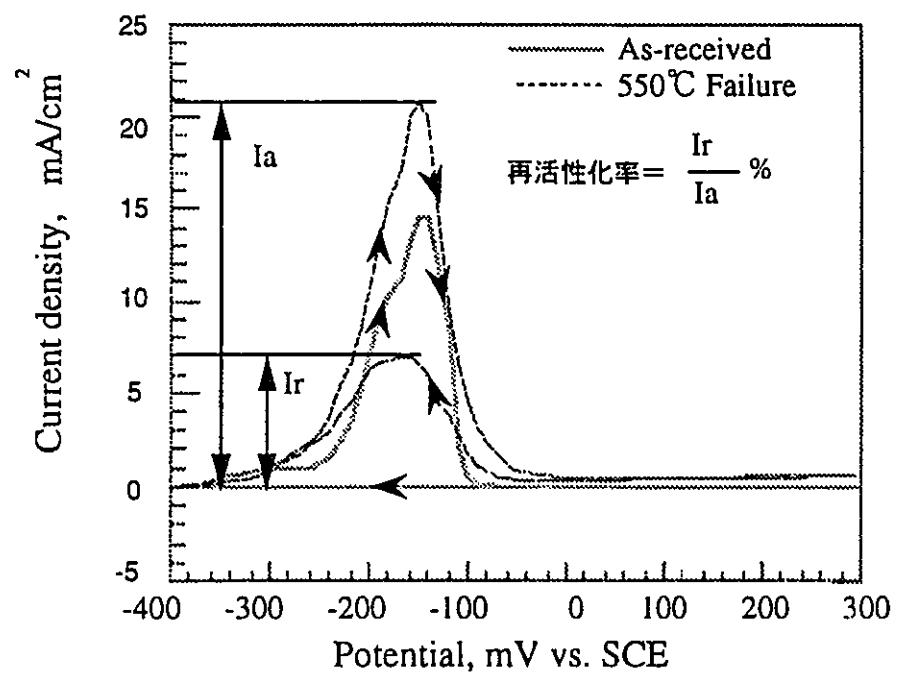


図3.3.4 EPR 溶液によるアノード分極曲線

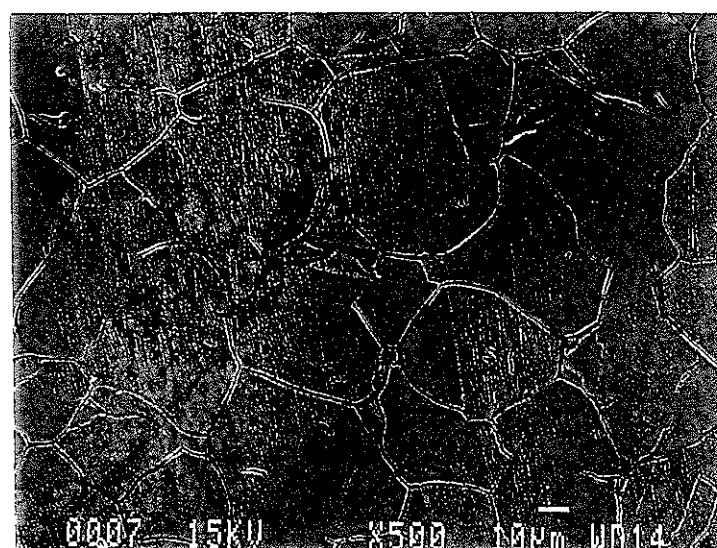


図3.3.5 計測後のSEM像 (#2 600°C破断材) □
10 μm

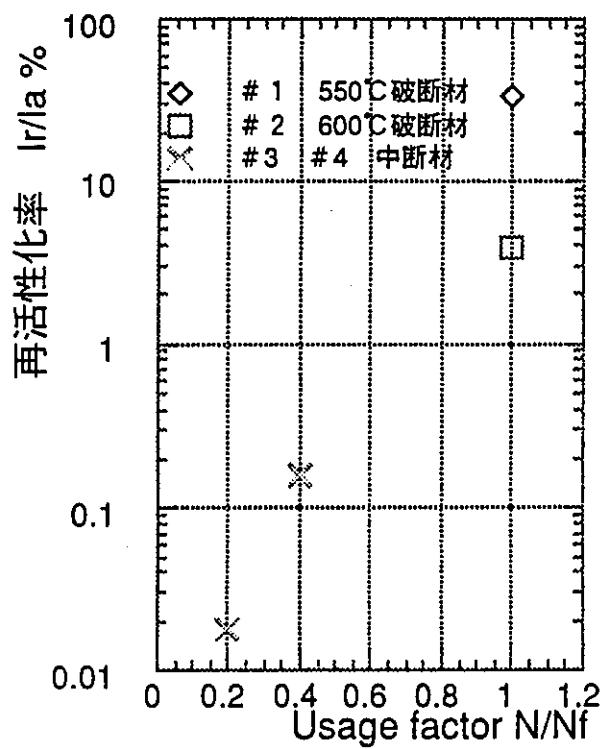


図3.3.6 損傷に対する再活性化率

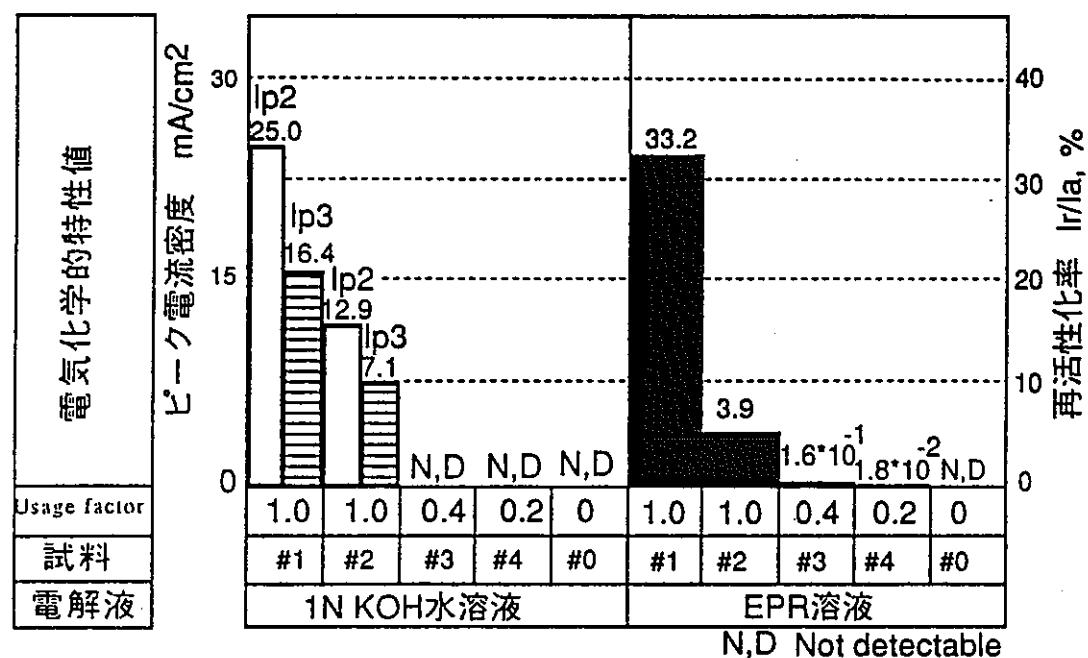


図3.3.7 電気化学的特性値

4. 集中誘導型交流電位差法(ICFPD)によるクリープ疲労損傷計測

4.1 はじめに

前節において電気化学的手法を用いた非破壊評価法について検討し、同手法によるクリープ疲労損傷計測・評価の可能性が示された。現位置計測において同手法を用いて計測・評価を行う場合、構造物の運転を一時停止する必要がある。そこで稼働中の高温機器を停止させることなく On-service で 316FR のクリープ疲労損傷を定量的に非破壊計測・評価する検出法の開発が望まれる。

これまで、電位差法を用いた炭化物の凝集および粗大化等の組織変化、疲労損傷、欠陥の評価に対して高感度な計測・評価が行えることが示されており、さらに同手法を発展させた集中誘導型交流電位差法を用いた損傷評価は稼働中の継続的なオンラインモニタリングという観点からも極めて有効な手法と考えられる。そこで本研究では、オンラインモニタリングの前段階として新材とクリープ疲労損傷材の集中誘導型交流電位差法による比較を行った。

4.2 集中誘導型交流電位差法

図 4.2.1 に本方法の原理を示す。集中誘導型交流電位差法 (ICFPD) は被測物である金属の表面に電気的絶縁を施した誘導線を置き、これに交流電流を流すことによって誘導線の周りに磁場を発生させ、金属内に発生する誘導電流によって生ずる電位差を計測するものであり、電位差の値が欠陥の存在によって上昇することを利用して探傷を行う方法として開発された。⁹⁾ ICFPD は探傷領域に局所的に集中する電流を誘導するため、従来の交流電位差法に比べてより高感度に探傷ができる。この ICFPD の利点を生かして、疲労過程で生じる微少な表面き裂を感度良く計測できると期待される。

4.3 供試材および実験方法

供試材としてクリープ疲労試験により作製した 2 種類の中断材を用いた。尚、ICFPD 計測は予め試験片のゲージ部を 1500 番まで研磨後、新材時の計

測を行い、クリープ疲労試験に供した後に再び計測した。

計測装置の外観図を図 4.3.1 に、今回使用したプローブを図 4.3.2 に示す。計測は試験片を x-y テーブル上の θ ユニットに固定し、マテレクト社の CRACK GROWTH MONITOR CGM5 と 2 端子のプローブを用い、コンピュータにより自動測定した。また、電位差の計測は試験片ゲージ部の軸方向に測定ラインを設定し、そのラインに沿って行った。測定ラインはゲージ部中央 10mm を 18° 毎に計 20 ライン、これらの測定ライン上を端子間隔 2mm、誘導線の長さ 10mm のプローブを用いて、1mm 間隔で電位差を測定した。すなわち、ゲージ部全表面に対して 220 地点の電位差を計測した。計測は測定点とプローブ端子間の中心とが一致するようにして行った。尚、測定に用いた交流電流は、1.5A、10kHz である。詳細な実験条件を図 4.3.2 に示す。計測後、新材の電位差の平均値により規格化を行い検討した。

4.4 結果および考察

新材の電位差の平均値により規格化した中断材（#3、#4）の電位差のヒストグラムをそれぞれ図 4.4.1、図 4.4.2 に示す。新材のヒストグラムに比べて、中断材のヒストグラムはともにばらつきが大きくなっている。また、酸化スケールを除去した中断材のヒストグラムは研磨により除去された表面微視き裂の影響が小さくなるためクリープ疲労損傷に伴う材質変化を反映しているものと考えられるが詳細な検討は今後の課題である。クリープ損傷を加えたオーステナイト系ステンレス SUS321 において電気抵抗値が初期損傷中は低下し第 3 期クリープに入ると高くなることが報告されており¹⁰⁾、316FR においても材質変化を電磁気学的特性値によりとらえることが期待される。加えて図 4.4.3、図 4.4.4 に新材の電位差の平均値により規格化した中断材（試料 #3）および酸化スケールを除去した中断材（試料 #3）の電位差のマッピングをそれぞれ示す。図 4.4.3 において中断材の電位差は全体的に新材の平均よりも低い傾向が見られるがこれは酸化膜の影響と考えられる。また、一部に高い電位差を示している箇所が見られるが表面微視き裂による電流経路変化および材質変化等によるものと思われるが詳細は不明であり今後の検討が必要とされる。

いずれにせよ、新材および中断材の間には電位差の明確な差が観察された。これにより ICFPD によるクリープ疲労損傷累積過程の組織変化、き裂等の表面情報の連続モニタリングの可能性が期待できる。

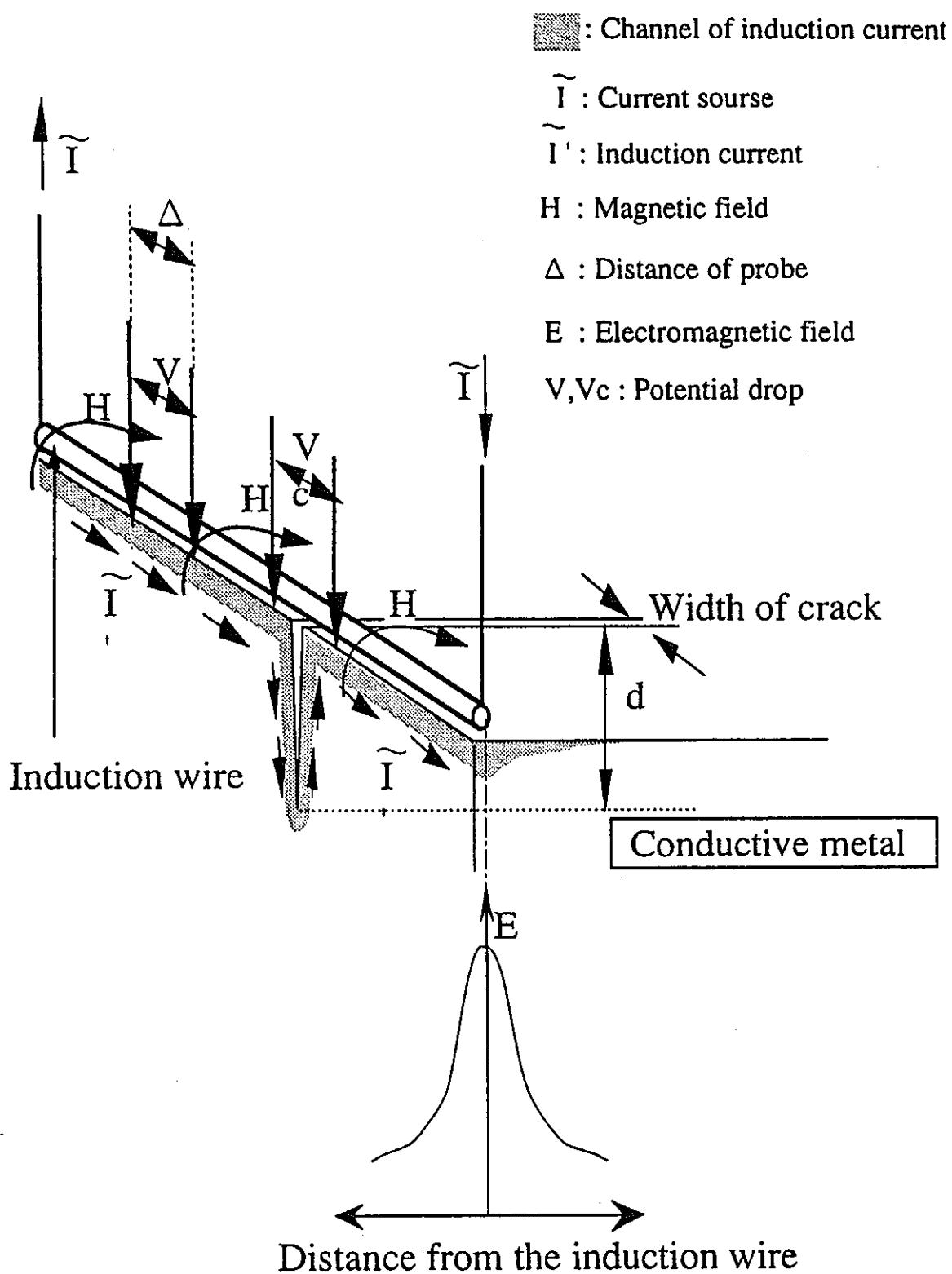


図4.2.1 集中誘導型交流電位差法の原理



図4.3.1 ICFPDの計測系

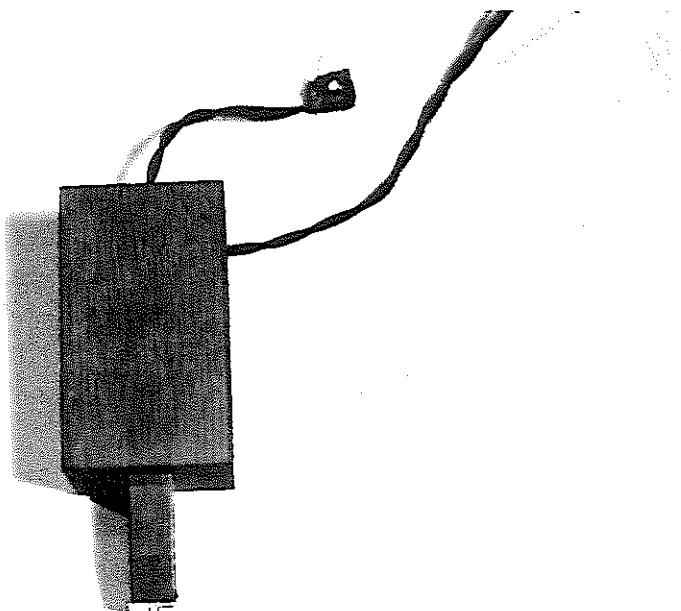


図4.3.2 ICFPDのプローブ

表4.3.1 集中誘導型交流電位差法の実験条件

交流電流	電流	1.5A
	周波数	10kHz
プローブ	誘導線長さ	10mm
	端子間隔	2mm
測定点	・ゲージ中央 10mm、 ・20ライン (18° 毎) 計 $11 \times 20 = 220$ 点	

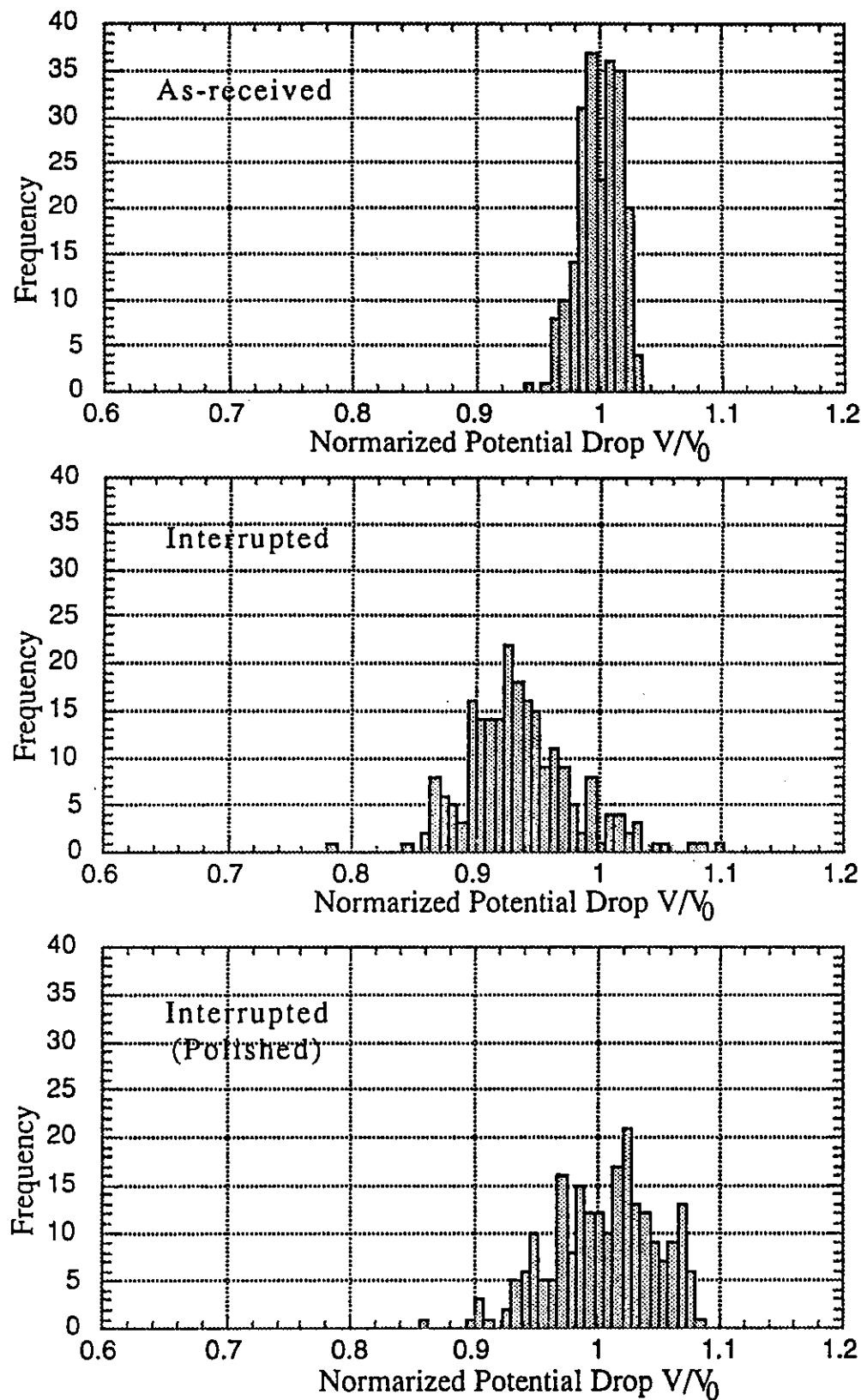


図4.4.1 新材の平均により規格化した電位差のヒストグラム
(#3 Usage factor 0.4)

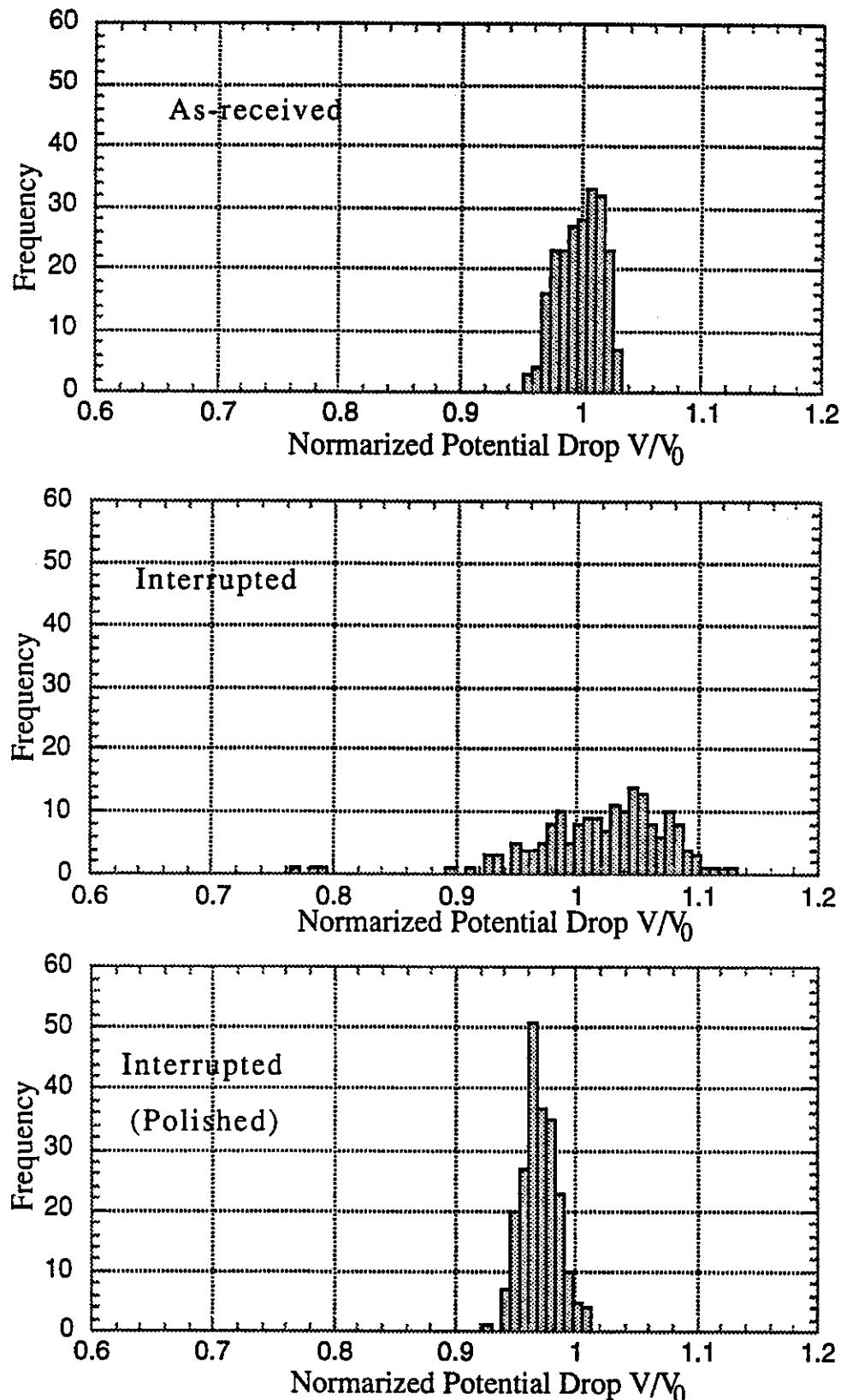


図4.4.2 新材の平均により規格化した電位差のヒストグラム
(#4 Usage factor 0.2)

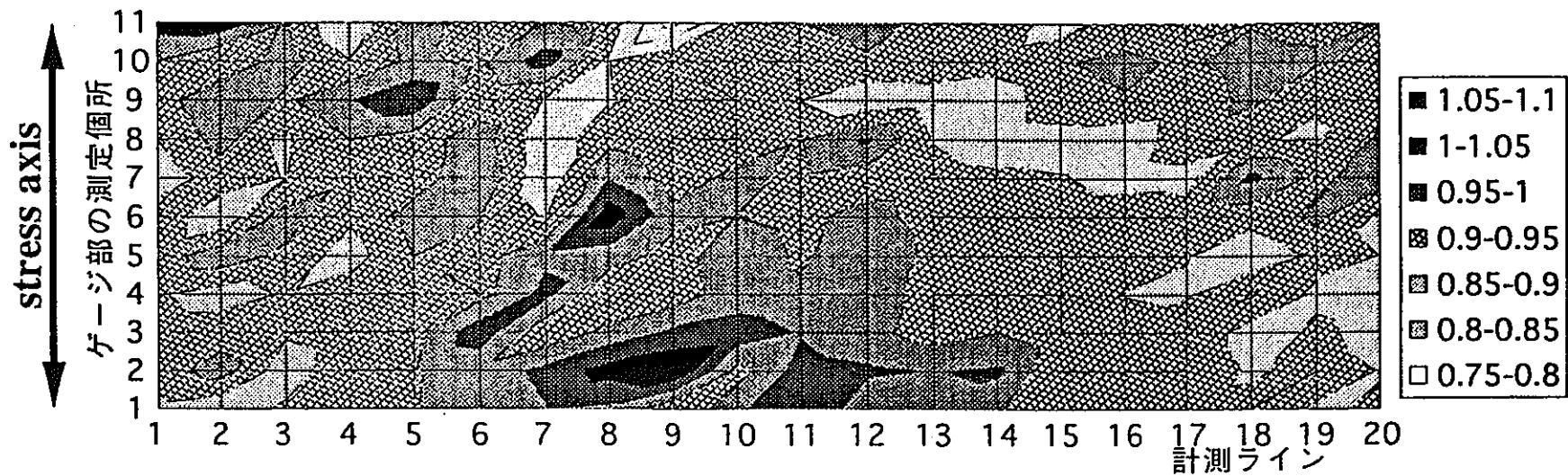


図4.4.3 規格化した電位差のマッピング(#3 Usage factor 0.4 ,interrupted)

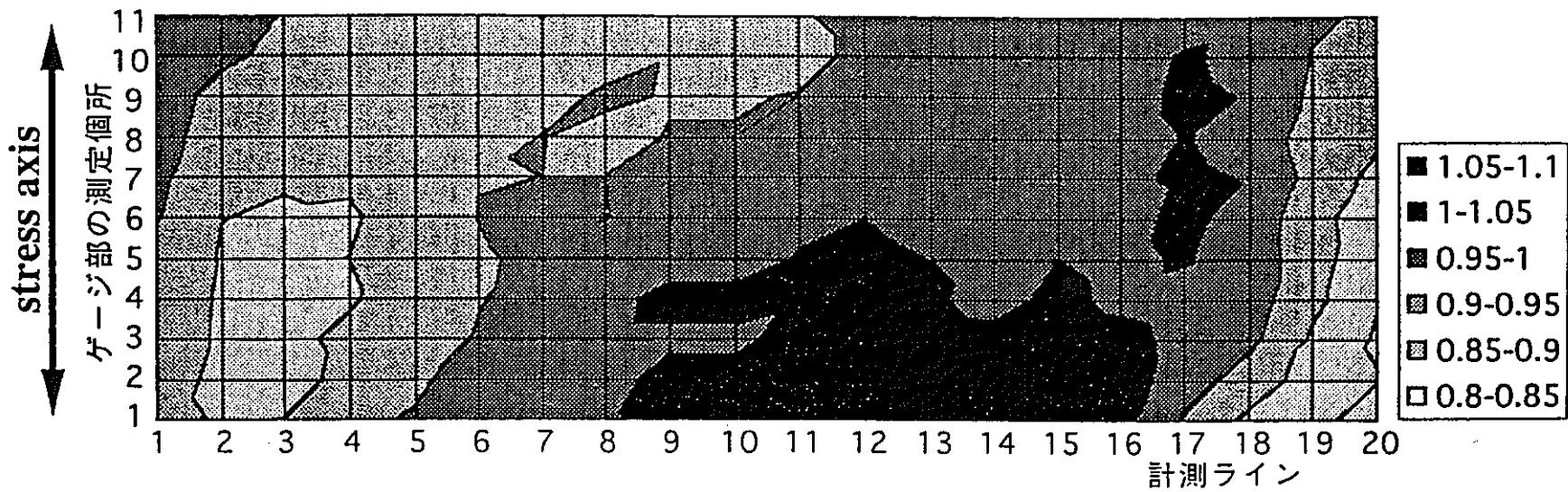


図4.4.4 規格化した電位差のマッピング(#3 Usage factor 0.4 ,interrupted Polished)

5. 結 言

高速炉の主要構造材料である316FRを用いてクリープ疲労試験を実施し、クリープ疲労損傷の非破壊検出法の開発を目的とし電気化学的手法および電磁気的手法による検討を行い、以下の知見を得た。

(1) 破壊形態として、粒界上の析出物近傍にキャビティが初生し、それらが成長・連結することによる粒界破壊支配型の破壊過程が示された。

(2) 1NKOH および EPR 溶液を組み合わせて用いることにより初期損傷を含めた広い寿命範囲での損傷検出の見通しが得られた。

(3) 新材および中断材の間には電位差の明確な差が観察され、ICFPDによるクリープ疲労損傷累積過程の連続モニタリングによる検出の見通しが得られた。

6. 今後の研究課題・予定

6.1 クリープ疲労試験

クリープ疲労試験に関しては引き続き実施し破断材および寿命後期の中断材を作製し、クリープ疲労損傷における材料特性変化、破面および組織観察等により損傷機構の解明を進める。本試験終了後、保持時間、歪み速度等の試験条件を変えたクリープ疲労試験を実施し同様な検討を加える。

6.2 電気化学的手法によるクリープ疲労損傷計測

まず、1NKOHを用いたアノード分極法においては各ピーク電流密度を反映している析出物の同定をEDXあるいは電解抽出残差法およびX線回折法を用いて行う。また、クリープ疲労試験で作製する破断材および中断材を用いてアノード分極測定を行い、析出物の溶解挙動を考慮した上でクリープ疲労損傷とピーク電流密度の対応を明確にすることにより非破壊検出法としての有意性を検討する。EPR溶液を用いたアノード分極法においても再活性化率を電気化学的特性値として同様の検討を進める。

6.3 集中誘導型交流電位差法によるクリープ疲労損傷計測

同一試験片を用い、中断を挟んだクリープ疲労試験を実施し、中断ごとにICFPD計測を行い損傷に伴う電位差の挙動を調べる。また、計測に際してレプリカを採取し表面き裂と電位差の対応を明確にする。酸化膜の影響に関しては人工時効材を作製し、膜厚および表面粗さ等を考慮した上で計測を行い検討する。また、クリープ疲労損傷による材質変化に起因する電磁気的特性値の変化が予想されるが、ICFPDに加えて、ホイーストンブリッジなどの他の測定法を用いて測定データの裏付けを行う予定である。

参考文献

- 1) 中澤崇徳、日本機械学会材料力学部門講演会講演論文集（Vol.B）
(1995), 1155.
- 2) Y.Takahashi, PVP-Vol.315, Fitness-for-Service and Decisions for Petroleum and
Chemical Equipment, ASME (1995), 421.
- 3) 中澤崇徳、安保秀雄、小松肇、谷野満、鉄と鋼、75. (1989) .2234.
- 4) Y.Watanabe and T.shoji, Metall.Trans.A, (1991) ,2097.
- 5) T.shoji and H.Takahasi, Life Extension and Assessment of Fossil Power Plants, R.
B. Dooly and R. Viswanathan, Ed, EPRI CS5208, Electric Power Research
Institute, Palo Alto, 745 (1987) .
- 6) Yi, Y. S. 東北大学博士学位論文 (1994) .
- 7) 松下敬, 庄子哲雄, 斎藤善久, 材料, 39, 446, (1990), 1596.
- 8) 斎藤善久, 庄子哲雄, 渡邊豊, 日本機械学会論文集, 57, 538, A, 1442, (1991).
- 9) 金, 庄子哲雄, 材料, 43 (1994), 1482.
- 10) 桐原誠信、祐川正之、志賀正男、吉岡孝利、浅野長一、材料、33、371、
(1984) 、1103.