

伝熱管検査技術高度化のための磁性粉探傷用蛍光マイクロカプセルの作製

A fluorescent micro capsule manufacture of magnetic particle testing for advanced inspection technique of heat exchanger tube

日本原子力研究開発機構 伊東 富由美 Fuyumi ITO Member
西村 昭彦 Akihiko NISHIMURA Member

Fine magnetic particles having UV fluorescence are commonly used in magnetic crack detection technique. Stress corrosion cracking sometimes happens in nuclear power plants. To apply this technique to maintain the heat exchanger tubes, it is desired that these particles has performance to be collected with ease. To collect these fine magnetic particles from millimeter size crack depth, a chemosynthesis technique to produce the micro capsules successfully produced hundreds micron sized capsules containing the fine magnetic particles. The synthesized micro capsules indicated the collective sensitivity for lines of magnetic force.

Keywords: micro capsule, magnetic particle testing, magnetic crack detection

1. 緒言

近年、原子力発電プラントの高経年化が進んでおり、プラントの維持管理において非破壊的に伝熱管の欠陥を検出することが最重要課題となっている。伝熱管の非破壊検査として、超音波探傷・渦電流探傷・磁性粉探傷などの超音波や電磁場を用いる方法がある[1, 2]。

磁性粉探傷技術(magnetic particle testing, MT)は、磁気の性質を利用した非破壊検査の一つであり、伝熱管に磁場を加え伝熱管の欠陥部に生じた漏洩磁場により磁粉を磁化させ、欠陥部に生じた磁極に磁粉を吸着させる手法であり、磁粉の磁気模様の有無により欠陥の検出が行われる。これらの特徴から軽水炉においては、渦電流探傷検査(Eddy Current Testing, ECT)だけでなく、MT検査も行われている[3]。

ECT検査は電磁誘導を利用するため、伝熱管に接触することなく、また計測結果が電気信号として得られるため高速な検査が可能という長所はあるものの、材料の磁気特性や微小な形状の変化に影響を受けやすいという短所がある。一方、MT検査は複雑な形状および深さが数 μm 以上の欠陥でも検出可能という長所はあるものの、伝熱管内に磁性粉を散布する必要があるという短所がある。一般に使用されている磁性粉の粒径は数 μm から数十 μm と小さく、観察後の伝熱管欠陥内部に吸着した磁性粉を取り除くことは困難である。そのため補修作業を行う際に、残存した磁性粉は不純物となるおそれがある。

一方、カプセルは液体や固体物質を壁膜物質で被覆したものであるが、被覆しない場合と比べると、多種多様な性質を持たせることが可能である。またカプセルの形状と材質を調整し、内包する物質の組み合わせにより様々な応用が期待されている。現在マイクロカプセルは医薬品・芳香剤・洗剤・化粧品などの製品として利用されている。とりわけレーザー慣性核融合の燃料ターゲットにおいては、極めて高精度な形状をもつマイクロカプセル製造技術が要求されている[4, 5]。ここでは、この高精度な形状をもつマイクロカプセル製造技術を利用し、磁性粉を内包したマイクロカプセルの作製を試みた。この磁性粉を内包したマイクロカプセルとMT検査技術を組み合わせることで、極めて効果的にMT検査を行うことができる。

2. 磁性粉探傷用マイクロカプセル

2.1 作製方法

市販されている磁性粉を内包したマイクロカプセルの作製を行った。エマルジョンを安定化させるために、油相(O相)と水相(W1相)の密度を一致させ、重力の影響を緩和する方法で作製し(密度整合エマルジョン法)[4, 5]、溶媒散逸過程におけるO相の壁膜の厚みを一様にする攪拌工程[6]を経てマイクロカプセルを作製した。マイクロカプセルの作製手順をFig.1に示す。エマルジョンのO相は、重合性の単量体ではなく、高分子を溶解した有機溶媒が用いられた。これは、溶媒の散逸後に

残留した高分子がカプセル化する手法である[4, 5]。

W1相は磁性粉・界面活性剤・純水であり、W2相は5wt%ポリビニルアルコール水溶液である。O相はポリスチレンをベンゼンと1,2-ジクロロエタンの混合有機溶媒に溶解させた溶液である。マイクロカプセルの作製前に、これら3種類の溶液密度の調整を行う必要がある。W1相・W2相の密度は約1.05であるため、O相の密度も1.05に調整するためベンゼンと1,2-ジクロロエタンの比率を変化させた。

次にW1相(3ml)とO相(4.5ml)をサンプル瓶の中に入れ、攪拌することによりW1/Oエマルジョンを作製した。溶媒の散逸によりW1/Oエマルジョンをカプセル化するため、このエマルジョンをW2相(500ml)の入った500mlビーカー中に滴下し、70°Cで2時間加熱攪拌を行った。その後、高分子のカプセル化の確認を行い、W2相を取り除くための洗浄を行い、一部のマイクロカプセルを乾燥させた。

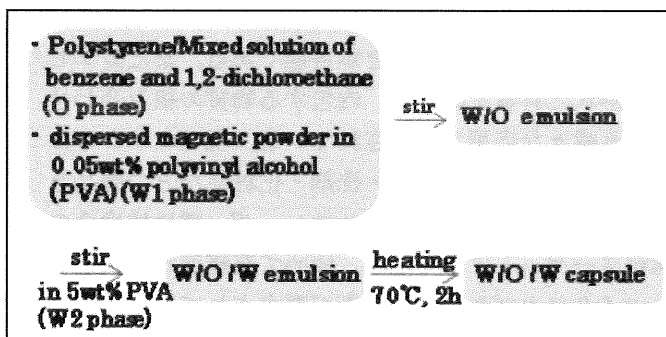


Fig.1 Procedure of the capsule containing the fine magnetic particles.

2.2 作製結果および考察

マイクロカプセルに内包する磁性粉(0.095wt%、10wt%、20wt%および50wt%)の割合を変化させてカプセルの作製を試みた。その結果、50wt%の磁性粉をマイクロカプセルに内包させた場合、球形ではなく砂状に変形したマイクロカプセルが得られた。O相に含まれるポリスチレンは、重合によるマイクロカプセル法に比べて、重合反応中の密度増加および単量体の影響が少ないため、歪みや気泡の欠陥が生じにくいという長所があるにもかかわらず、砂状に変形した形状が得られた。この原因として、O相・W1相・W2相の密度不整合が考えられる。マイクロカプセルの作製過程において、重力を緩和した状態で作製する必要があり、O相・W1相・W2相の密度整合は不可欠である[7]。しかし磁性粉を内包したカプセルの場合、W1相は、沈殿する

磁性粉を含有させているため、O相・W1相・W2相の密度整合は容易でない。50wt%の磁性粉を含有させた場合、加熱攪拌中にエマルジョン内に磁性粉が沈殿したため、形状が変形したと推察される。

0.095wt%、10wt%および20wt%の磁性粉をマイクロカプセルに内包させた時、10wt%および20wt%の磁性粉マイクロカプセルでは、マイクロカプセル同士の集合する傾向が認められた。これはマイクロカプセル自体が磁化体となり集合したと推察した。しかし、0.095wt%の磁性粉マイクロカプセルの場合、マイクロカプセルの集合は認められなかった。

乾燥後に撮影した直径100 μ m~1mmの0.095wt%の磁性粉マイクロカプセルをFig.2に示す。Fig.2のマイクロカプセル内部にある矢印部分が磁性粉であり、一カ所に集合していることが確認できる。これは密度の高い磁性粉が乾燥段階で下部に溜まったためであると考えられる。

また、W1相とO相の攪拌によりO相にW1相の微粒子が分散し、この微粒子の大きさはマイクロカプセルの内径となることが確認された[5]。そこで、微粒子の大きさを制御するため、W1相とO相の攪拌速度を変化させた結果、マイクロカプセルの直径もこれに応じて変化することを確認した。従って、攪拌速度をパラメータとすることで、検出対象の欠陥部の大きさに適したマイクロカプセルを製作することが可能である。

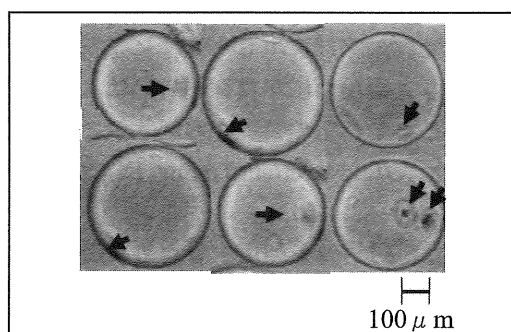


Fig.2 Micrograph of the micro capsule containing the fine magnetic particles.

さらに、MT検査技術に適応するため、電磁石の上に20wt%の磁性粉マイクロカプセルを浮遊させた純水が入ったシャーレを置き、磁石の強さによるマイクロカプセルの移動変化についての試験を行った。Fig.3に試験の様子を示す。

その結果、20wt%の磁性粉マイクロカプセルの場合電磁石の起磁力が50~100ATでは僅かに引き寄せられ、

起磁力が 100AT 以上では素早く引き寄せられた。10wt%の磁性粉カプセルの場合、起磁力が 100AT で僅かに引き寄せられたものの、起磁力が 50~100AT では引き寄せられなかった。

一方、0.095wt%の磁性粉マイクロカプセルの場合、起磁力が 100AT においてもカプセルは引き寄せられなかった。この磁性粉マイクロカプセルが引き寄せられなかった理由として 0.095wt%の磁性粉カプセルの場合、磁性粉の内包量が僅かであったためと考えられる。

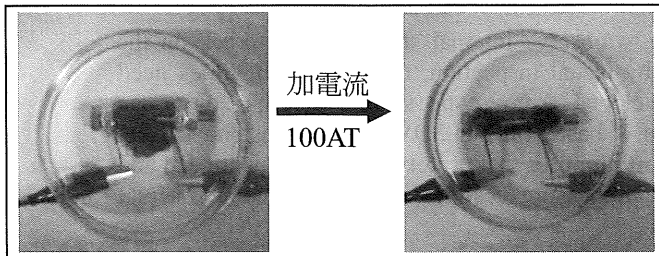


Fig.3 Photo of the micro capsule containing the fine magnetic particles. (when an electric current flows through an electromagnet)

試作した磁性粉のマイクロカプセルは、市販の磁性粉と同等の性能を示した。市販の蛍光磁性粉は粒径分布に広がりがあるため、微粒子が伝熱管欠陥内部に吸着した場合、これを完全に除去することは困難となる。また、蛍光剤と磁性粉の剥離も生じる。しかし、この磁性粉マイクロカプセルは大きさの制御が可能であるため、この磁性粉マイクロカプセルを利用することで、欠陥部の漏洩磁場に集まった磁性粉が伝熱管の欠陥内部に入り込むことを防ぐことが出来る。また、漏洩磁場より大きな磁場をかけることで、磁性粉をマイクロカプセルごとに取り除くことが容易となる。加えて、マイクロカプセルが、磁性粉と蛍光剤を内包することで両者の剥離を防止する効果をもつ。

3. 結言

目視観察が容易となる磁性粉マイクロカプセルの作製を行った。50wt%の磁性粉カプセルの場合、形状は砂状に変形したが、0.095wt%、10wt%および 20wt%磁性粉のカプセル場合、直径が 100 μ m~1mm の球形の磁性粉マイクロカプセルが得られた。10wt%および 20wt%の磁性粉マイクロカプセルは、マイクロカプセル同士が集合し、起磁力が 100AT の電磁石に引き寄せ

られた。一方、0.095wt%の磁性粉マイクロカプセルの場合、マイクロカプセルの集合はなく、また起磁力が 100AT の電磁石に引き寄せられなかった。

今後、伝熱管溶接部に生じる応力腐食割れの検出に本技術を適用するにあたり、ここで示したマイクロカプセルの粒径に関する特性に加えて、感度の高いマイクロカプセルを作製するため、磁性粉の包含量の最適化を行う。さらに目視観察を容易にするため、紫外線に対する高効率の蛍光特性の付与を行う必要があり、カプセルの壁膜部分に蛍光色素を含有させる。

謝辞

日本原子力研究開発機構 FBR プラント工学研究センター保全技術グループ・山口智彦氏に磁性粉探傷技術方法および伝熱管内壁の検査方法などの有益な討議を頂きました。

参考文献

- [1] 永井辰之, "超音波法による欠陥定量化技術", 非破壊検査, Vol.57, No.3, pp115, (2008).
- [2] 佐伯郎, "我が国における渦電流探傷の歴史(3)", 非破壊検査, Vol.57, No.3, pp133, (2008).
- [3] press release in Ministry of Economy, Trade and Industry homepage, <http://www.meti.go.jp/kohosys/press/0005042/0/040318genshi.pdf>.
- [4] 長井圭治ら, "レーザー核融合, レーザープラズマ実験用ターゲットの製作技術と新材料の利用", J. Plasma Fusion Res., Vol.80, No.7, pp 626, (2004).
- [5] F. Ito *et al.*, "Low-Density-Plastic-Foam Capsul of Resorcinol/Formalin and (Phloroglucinol carboxylic Acid)/Formalin Resins for Fast-Ignition Realization Experiment (FIREX) in Laser Fusion Research", Japanese Journal of Applied Physics, 45, pp L335, (2006).
- [6] F. Ito *et al.*, "Optimization of Gelation to Prepare Hollow Foam Shell of Resorcinol-Formalin Using a Phase-Transfer Catalyst", Fusion Science and Technology, 49, pp 663, (2006).
- [7] F. Ito *et al.*, "Resorcinol-Formalin Foam Balls Via Gelation of Emulsion Using Phase-Transfer Catalysts", Macromolecular Chemistry and Physics, 206, pp 2171, (2005).