



放射光CTによる原子炉材料のSCCき裂観察

Detection of Cracks due to Stress Corrosion Cracking in Weld Metals of Nickel-base Alloys and Austenitic Stainless Steels by Synchrotron Radiation CT Imaging

(財) 発電技検	中東 重雄	Shigeo NAKAHIGASHI	
兵庫県立大学	山本 厚之	Atsushi YAMAMOTO	
兵庫県立大学	寺澤 倫孝	Mititaka TERASAWA	
SPring - 8/JASRI	梶原堅太郎	Kentaro KAJIWARA	
(財) 発電技検	古村 一朗	Ichiro KOMURA	Member
(財) 発電技検	山口 篤憲	Atsunori YAMAGUCHI	Member

We aimed to demonstrate the applicability of X-ray computer tomography (CT) with refractive contrast to the 3-dimensional (3D) imaging of minute cracks produced in weld metals of Ni-base alloy and austenitic stainless steel (SUS316L) caused by Stress Corrosion Cracking (SCC). The CT imaging experiments were performed at beam BL19B2 of SPring-8. The X-ray energy was adjusted to 37KeV using a Si double-crystal monochromator. In summary, clear images of fine cracks in austenitic stainless steel due to SCC were successfully obtained by synchrotron radiation CT imaging.

Keywords: Synchrotron Radiation, CT imaging, Ni-base Alloy, Austenitic Stainless Steel, SCC, SPring-8, Ultrasonic Testing

1. 緒言

溶接構造物の欠陥検査に多く用いられる超音波探傷試験(Ultrasonic Testing: UT)の測定精度は、欠陥当該部の切断試験等により評価しているが、応力腐食割れ(Stress Corrosion Cracking: SCC)のように欠陥(き裂)が3次元的に生じている場合、切断試験のような2次元面測定では大きな誤差が生じる懸念がある。一方、UTの適正探傷条件の検討やエコー信号の解析支援、UT測定法の教育、訓練のツールとして用いるためのUT計算機シミュレーション(UTシミュレーション)の開発が精力的に進められている^[1-4]。このUTシミュレーション開発では、超音波伝搬の可視化についても合わせて研究^[5-6]が進められているが、高速化、高精度化および高度化のためには、鋼中欠陥(き裂)の3次元形状とその分布に関する情報が重要かつ、不可欠である。

鋼中き裂の3次元形状や分布を調べる手法としてはX線やγ線による透過法が良く知られているが、産業用X線CT法や超音波イメージング法では、100μm以下のき裂を非破壊的に検出することはできない。そこでX線発生源として極めて優れた高輝度と指向性を有する放射光(Synchrotron Radiation: SR)を用

いたSCCき裂3次元観察法について検討した。

大型放射光施設によって得られる放射光は、実験室用X線発生装置のX線に比べ 10^8 倍以上の輝度が得られ、またビームを細く絞ることが可能で、高い空間分解能を得ることができる。さらに高い指向性を有することから、従来のX線撮影における吸収コントラストより屈折コントラストの利用が可能となり、より高分解能のイメージングが期待できる^[7-8]。佐野ら^[9]は、放射光を用いアルミニウム合金の疲労き裂の進展挙動を調べているが、き裂幅が細く、複雑に分岐、分布しているSCCき裂について調べた報告例はない。

そこで本研究では、実用鉄鋼材料として多く用いられているステンレス鋼およびNi基合金のSCCについて、SPring-8の放射光を用いてCTイメージング法による観察を試みた。

2. 実験方法

2.1 測定装置

測定は、兵庫県播磨科学学園都市にある大型放射光施設SPring-8の産業用ビームラインBL19B2の第1ハッチにて行った。測定条件は、疲労き裂のCT

連絡先: 中東重雄、〒230-0044 横浜市鶴見区弁天町14-1、(財)発電設備技術検査協会 溶接・非破壊検査技術センター E-mail: nakahigashi-shigeo@japeic.or.jp

イメージング測定^[9]や高強度鋼中の介在物測定^[10]事例を参考にした。放射光エネルギーは 37KeV とした。Fig. 1 に、測定装置の構成概要および装置の外観を示す。導入された放射光 (X 線) は、Si (111) の 2 結晶分光器を通り、測定試料を透過した後、ズームリング管内の光電面上で結像され、光電子に変換される。光電子は蛍光面で可視光に変換され、CCD カメラで受光され、画像として制御用コンピュータに記録される。測定では、再構成像に影響を及ぼす距離の効果、すなわち、カメラ長の効果を確認するため、100mm、200mm および 300mm でそれぞれ撮影を行い、もっとも鮮明なき裂コントラスト構成像が得られるカメラ長を選定した。ビーム照射範囲は、2.7mm×12mm および 2.7mm×2.7mm である。投影撮影は、実験ハッチが放射光線源 (偏向磁石) から約 80m と近いことからビーム強度が強く、0.2 度ピッチで 1.2 秒/frame の条件で撮影した。使用した CCD カメラの画素数は、4000×2600、実効ピクセルサイズは約 2.7μm である。撮影後の画像際構成アルゴリズムは、Filtered Back Projection 法を用いた。その他の測定条件を Table 1 に示す。

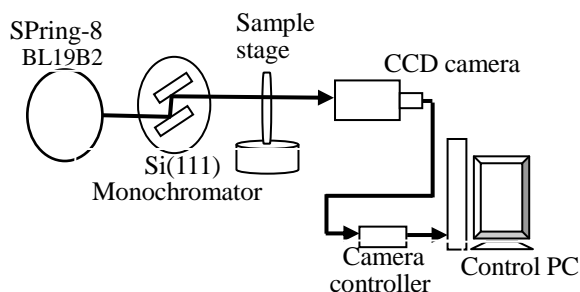
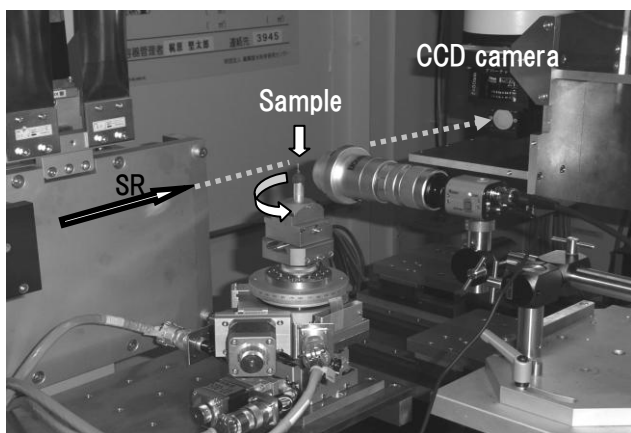


Fig.1 Schematic illustration of measurement system

Table 1 A list of the measurement conditions

S R Energy	37 keV
Slit size	12×10 mm
Camera length (mm)	100, 200, 300
CCD pixel number Pixel size	4000×2600 ~2.7 μm
Photographing pitch angle	0.2° pitch 0°~ 180°
Exposure time	1.2sec/Flame
3 Dimension Projection	Filtered back Projection method

2.2 観察試料

供試材は、Ni 基合金 (15Cr-7Fe-0.15C - Ni : NCF 600) に NIC70AH 溶接棒を用いて被覆アーク溶接 SMAW を行い、溶接金属 (NCF600 weld metal) を作製した。溶接条件は、140A/26V、溶接速度 13-24cm/min.、層間温度 28~150°C である。SCC は、675°C×2Hrs.の鋭敏化処理を行った後、テトラチオン酸カリウム溶液中にて付与した。オーステナイト系ステンレス鋼試料は、SUS316L 鋼 (0.011C-0.89Si-1.05 Mn--12.09Ni-17.60Cr-2.03Mo-0.026N-Fe) を用い、粒内型応力腐食割れ (TGSCC) および粒界型応力腐食割れ (IGSCC) をそれぞれ付与した。TGSCC は、沸騰 MgCl₂ 溶液にて、IGSCC は高温 NaOH 溶液にて付与した。

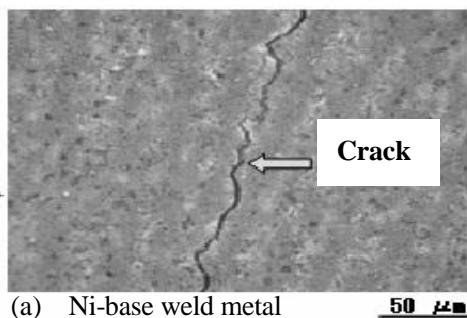
Fig.2(a), (b), (c)に、Ni 基合金溶接金属および SUS316L 鋼に付与したそれぞれの SCC についての光学顕微鏡によるマイクロ組織観察結果を示す。測定用試料は、これら SCC を付与したブロック状試片よりき裂を含む小試片を切り出し、エメリー紙にて丸棒状に研磨、仕上げた。Fig.3 に製作した測定用丸棒試験片の外観を示す。試験片サイズは、37KeV の X 線エネルギーに対する 25%透過厚さ^[11]を参考に決定した。作製した試料は、直径約 0.6mm~1.5mm、長さ約 10mm で、各試料ともにそれぞれ 5 試料準備した。なおき裂長さは、切断試験結果ではいずれも平均約 3~5mm であった。

3. 結果と検討

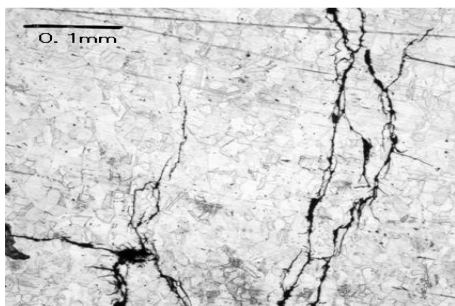
3.1 Ni 基合金溶接金属の SCC き裂

本測定条件ではカメラ長は、300mm の場合がもっとも鮮明な構成像が得られた。そこで以下に示す結

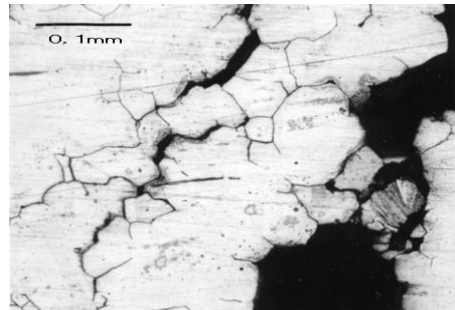
果はいずれもカメラ長 300mmにて測定した結果である。Fig.4には、平均直径約 0.71mmのNi 基合金溶接金属内のSCCき裂をFiltered Back Projection法により横断面および縦断面像に構成した結果を示す。黒い線状のコントラストがき裂である。各構成像に



(a) Ni-base weld metal



(b) SUS316L(TGSCC)



(c) SUS316L(IGSCC)

Fig.2 Optical micrographs of SCC cracks in INCF600 weld metal (a) and SUS316L steel (b),(c)

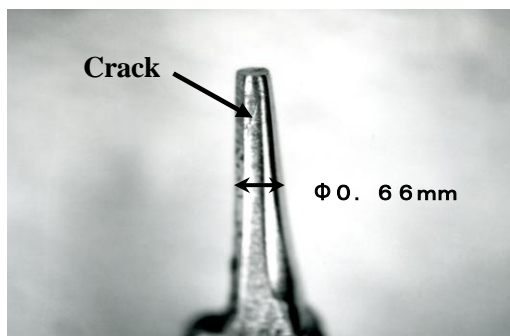
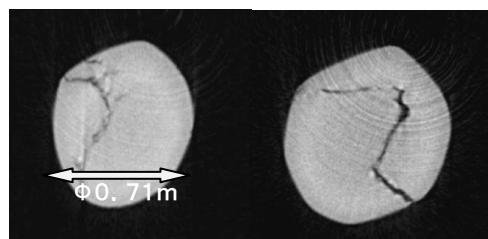
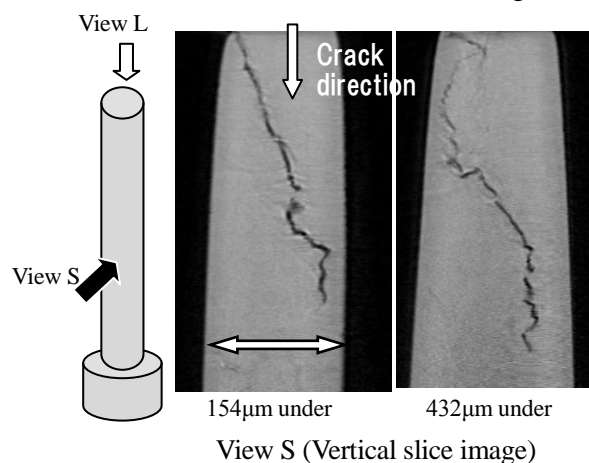


Fig.3 Appearance of measurement sample (NCF600 weld metal)

は、SCC 表面起点および側面からの深さ位置を示す。Fig. 4には、平均直径約 0.71mmのNi 基合金溶接金属内のSCCき裂をFiltered Back Projection法により横断面および縦断面像に構成した結果を示す。黒い線状のコントラストがき裂である。各構成像には、SCC 表面起点および側面からの深さ位置を示す。NCF600 weld metals sample1 では、表面から生じたき裂は屈折、分岐を繰り返しながら複雑に進展している様子が鮮明に捉えられている。このき裂は、光学顕微鏡によるマイクロ組織観察結果 (Fig.2(a)) よりデンドライト境界に沿って進展していることが確認されていることから、これら複雑なき裂の進展は、凝固組織の影響を強く受けていると考えられる。Fig.5には、横断面および縦断面構成像より3次元像に再構成した結果を示す。なお各再構成像は、解析目的に合わせてコントラストレベルを変えて表示している。き裂は、横断面および縦断面構成像より予測されたとおり、複雑に分岐、屈曲を繰り返し、さらに大きく振れながら進展していることが明確にわかる。



View L (Cross sectional image)

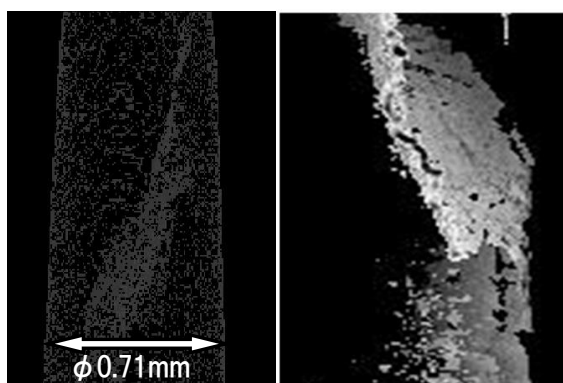


View S (Vertical slice image)

Fig.4 Reconstructed slice images (NCF600 weld metals sample1)

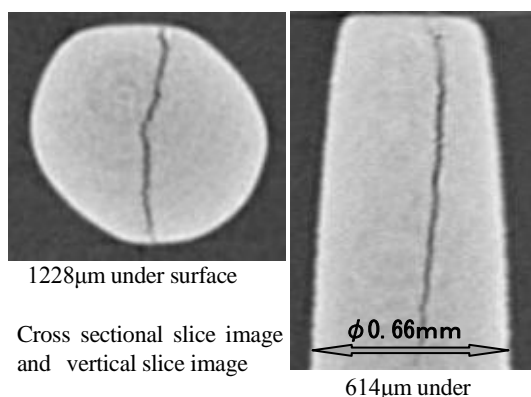
また Fig.6には同じNi 基合金溶接金属内のSCCであるが、異なる試料のき裂例 (sample2)を示す。

破線で囲った部位がき裂であるが、この SCC き裂は、表面発生起点からほとんど屈曲や分岐せず、直線、かつ平坦に進展していることがわかる。このように同じロットであり、同じ腐食環境条件であるにもかかわらず、き裂の形状や進展挙動が顕著に異なっている。このことは、き裂の形状や進展挙動は、凝固組織の影響を強く受けることを示唆している。

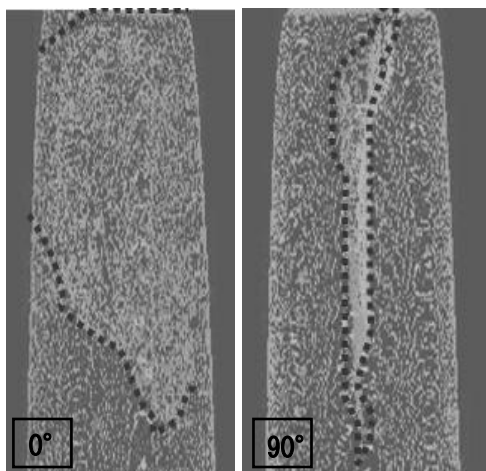


Three-dimensional images

Fig.5 Reconstructed slice images



Cross sectional slice image and vertical slice image



Three-dimensional images

Fig.6 Reconstructed slice images (NCF600 weld metals sample2)

3.2 ステンレス鋼 TGSCC き裂

Fig.7には、SUS316L 鋼 TGSCC き裂の結果を示す。き裂は、表面起点よりほぼ直線的に進展しており、分岐や屈曲はほとんど見られない。この SCC では、途中よりほぼ直角に別のき裂が進展してきており、中央で合体し、さらに進展している。Fig.8 には Volume Viewer 像表示した結果を示す。き裂進展挙動がより明確に分かる。また光学顕微鏡観察では、TGSCC き裂 (Fig.2(2)) には主き裂から数 μm 程度のヒゲ状のき裂が分岐して観察されるが、本 CT イメージング構成像ではこれら微小なヒゲ状き裂は判別できない。本測定条件における CT イメージングでのき裂判別の限界サイズと思われる。本実験では計 5 個の TGSCC 試料について測定を行ったが、いずれのき裂も酷似の形状や進展挙動を示していることが明らかになった。これは、TGSCC は高温純水環境中では塩素イオンが存在する場合のみ生じることが知られており^[12]、その発生起点は、すべり線等の組織の構造欠陥部位が深く関与していると考えられることから、き裂の形状や分布に顕著な差異が生じなかったと考えられる。

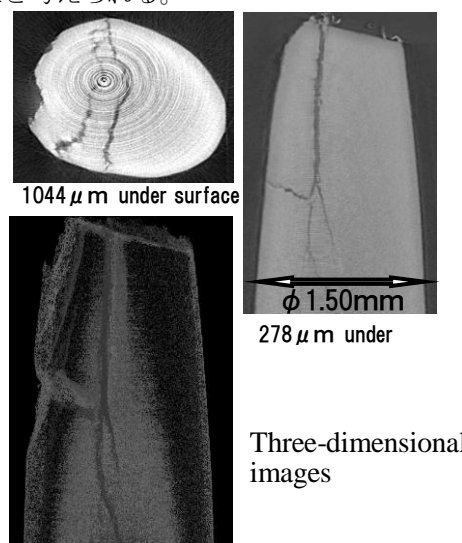


Fig.7 Reconstructed slice images (TGSCC sample No.1)

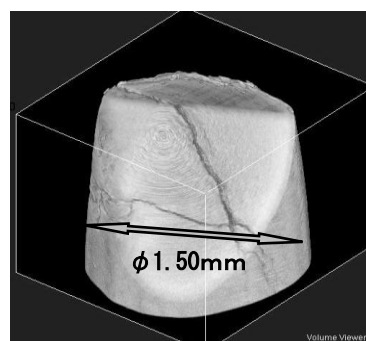


Fig.8 Volume viewer images (TGSCC sample No.1)

3.3 ステンレス鋼 IGSCC き裂

Fig.9 には、IGSCC き裂の結果を示す。このき裂 (IGSCC sample No.1) は、逆 Y 字状に広がっており、途中振れながら複雑に屈曲、進展している。き裂は、光学顕微鏡観察 (Fig.2(3)) により粒界に沿って進展していることを確認している。また Fig.10 に示す 3 次元再構成像ではき裂幅は不均一で、場所により顕著に異なっていることが明らかになった。また Fig.11 には他の SCC き裂の結果 (IGSCC sample No.2) を示す。このき裂は複雑に屈曲しているが、き裂の進展はほぼ直線的に見える。3 次元再構成像では大きく振れながら進展していることがわかる。IGSCC き裂の場合も Ni 基合金溶接金属内き裂同様、発生場所によりき裂の形状や分布が顕著に異なることが明らかになった。

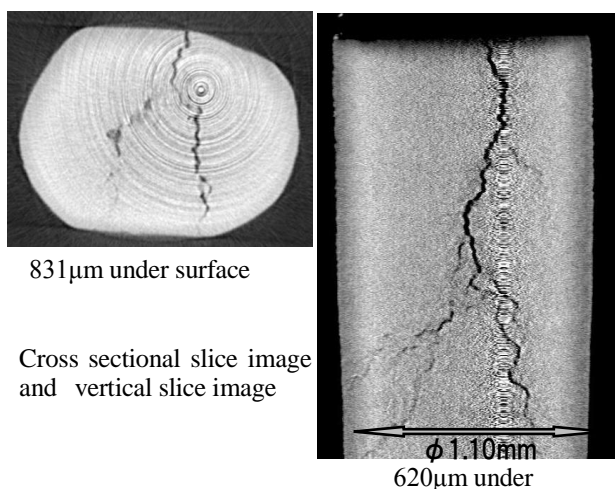
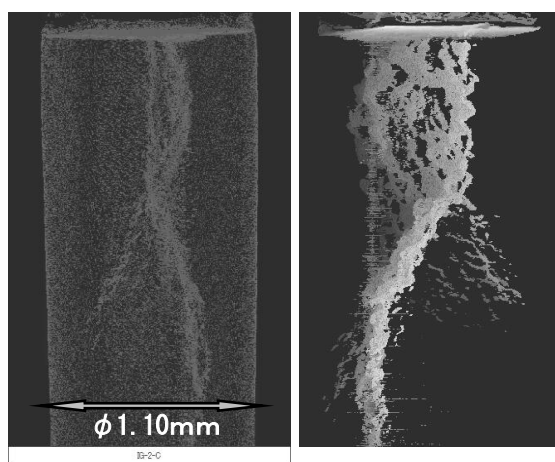


Fig.9 Reconstructed slice images (IGSCC sample No.1)



Three-dimensional images
Fig.10 Reconstructed slice images (IGSCC sample No.1)

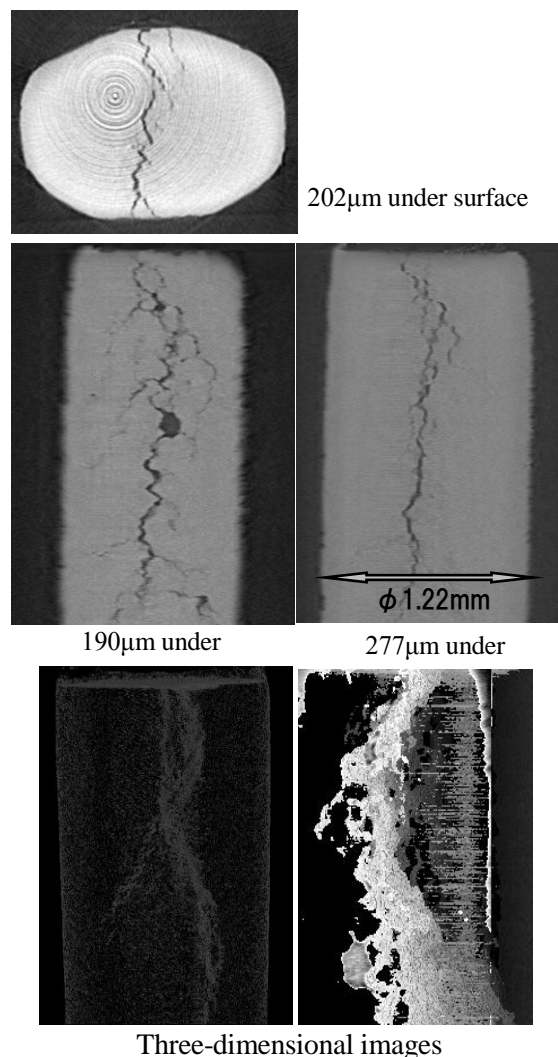


Fig.11 Reconstructed slice images (IGSCC sample No.2)

また Fig.11 には他の SCC き裂の結果 (IGSCC sample No.2) を示す。このき裂は複雑に屈曲しているが、き裂の進展はほぼ直線的に見える。3 次元再構成像では大きく振れながら進展していることがわかる。IGSCC き裂の場合も Ni 基合金溶接金属内き裂同様、発生場所によりき裂の形状や分布が顕著に異なることが明らかになった。また IGSCC sample No.2 の縦断面構成像 (190 μm) の中央部には、約 30 μm 程度の粒状のコントラストが観察されるが、227 μm 位置の構成像では観察されないことからこのコントラストは内部欠陥ではないことが予測される。そこで Fig.12 に示す Volume Viewer 像に再構成すると、縦断面構成像と同じ位置の表面に粒状の欠陥痕が認められ、さらに詳細に観察すると結晶粒が欠落した

跡（脱粒痕）である事が判明した。このことは、本測定条件による CT イメージングでは、結晶粒径（ $\sim 30\mu\text{m}$ ）程度の欠陥は、容易に判別できることが明らかになった。

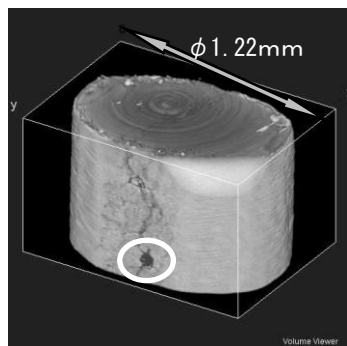


Fig.12 Volume viewer images (IGSCC sample No.2)

4. 結果のまとめ

平均直径約 1.5mm の Ni 基合金溶接金属およびオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316L の SCC について、SPring-8 の 37KeV の放射光を用い CT イメージングによるき裂形状の 3 次元観察を行った。その結果、以下のことが明らかになった。

- (1) Ni 基合金溶接金属内 SCC および SUS316L 鋼母材の TGSCC および IGSCC き裂について、いずれも鮮明なき裂の 3 次元形状と分布状態を観察することができた
- (2) Ni 基合金溶接金属の SCC き裂は、複雑に分岐、屈曲し、振れながら進展する場合と、単調に進展している場合とが見られた
- (3) SUS316L 鋼の TGSCC き裂は、ほとんど分岐せず、直進的に進展しているのに対し、IGSCC き裂は、複雑に分岐、屈曲し、振れながら進展している。き裂の形状や分布は、Ni 基合金同様、観察場所により顕著に異なっている
- (4) SUS316L 鋼の SCC き裂幅は、TGSCC にくらべ IGSCC の方が一般的に広い
- (5) SCC き裂の幅は、いずれの SCC も不均一で、かつ、場所により顕著に異なっている

5 検討

5.1 き裂長さの精度

Ni 基合金溶接金属内（NCF600weld metal）に生じ

た SCC について、得られた 3 次元再構成像を 3 倍に拡大し、き裂のコントラスト長さを 1/10 精度のマイクロメータにて測定した。その結果を Table 2 に示す。ここで CT イメージングによるき裂長さは、切断試験で得られた同じ位置でのき裂長さではなく、CT イメージングによって得られた縦断面構成像すべての中で最も長いき裂値である。従って切断試験結果と直接比較することは多少乱暴ではあるが、切断試験結果の精度を検討するため敢えて比較した。両試料ともに切断試験によって得られた測定結果より CT イメージング像によるき裂長さの方が長い。これは切断試験の観察ピッチをより細かくすることによりその差を最小にすることは可能であるが、き裂が内面へ回り込んでいることを示し、切断試験によるき裂長さ測定の本質的な欠点である。今回は 2 例のみの比較であるが、切断試験では 20% 程度の誤差が潜在していることを示唆しているといえる。今後、ステンレス鋼中 SCC について比較するとともに、さらに多くの測定データを集積し、切断試験によるき裂長さ測定の統計的な誤差評価を行う予定である。

Table 2 Comparison of the crack depth obtained by crosses sectioning examination and CT imaging

NCF 600 weld metal	Cross sectioning	CT Imaging
Sample 1	1.2 mm	1.6 mm
Sample 2	0.7 mm	0.9 mm

5.2 SCC き裂幅の解像度

得られた SCC き裂の横断面および縦断面構成像より判別可能なき裂幅の検討を行った。SUS316L 鋼 SCC き裂の横断面および縦断面構成像をそれぞれ 200% に拡大し、1/10mm 精度のスケールにて測定した。その結果、カメラ長 300mm、CDD カメラのピクセル数 2600×4000、実効ピクセルサイズ約 2.7 μm の測定条件では、IGSCC き裂では約 3.2 μm ～4.0 μm 、TGSCC では 4.0 μm ～6.8 μm のき裂コントラストの判別が可能であった。放射光 CT イメージングでは、X 線吸収率の大きい場合には吸収法、逆に小さい生体試料のような場合には位相法、半導体のような完全性の高い単結晶中のひずみ観察等には回折法などが用いられることが知られており、放射光のように平行性に優れている場合はその特徴を活かし、屈曲コントラスト法と併用される場合がある。これ

はX線の屈曲率が1よりわずかに小さいため試料表面や内部空孔の縁のように曲率が小さい部分では透過X線はわずかに屈曲し、X線の直進部分と干渉するため他の部位とのコントラストが強調される現象を利用する方法で、カメラ長を長くし、適正条件を見出すことにより境界部がより強調された画像を得ることができる^[11]。今回の測定では吸収法と屈曲コントラスト法を併用していると考えているが、解析や測定条件についても十分検討できておらず、今後の課題である。しかし、3 μm ~7 μm のき裂幅のSCCき裂が確認できたことは、UTシミュレーションに要求されるき裂形状や分布状態に関する基礎情報としては問題ないとする。

5.3 UTシミュレーションへの反映

放射光CTイメージングにより鋼中SCCき裂の3次元形状およびその分布状態を得ることができたことにより、これまで2次元形状や乱数を発生させて模擬していたき裂形状が、実形状から直接入力データとして取入れることが可能となり、UTシミュレーションのより高精度化と高速化が期待される。しかし、どのようにしてこれらデータをUTシミュレーションに直接取り込むか今後の課題である。

6. 今後の課題

直径約1.5mm程度の小さい試料内のSCCき裂に関する情報について得ることはできたが、このような小さい試料の場合、試料作製中に2次的な因子によりき裂の形状やき裂幅等に変化を与える可能性については否定できない。また試料が小さいためUT測定ができず、それら結果とCTイメージングによる結果との直接比較ができず、シミュレーションの検証ができない。したがってUT測定が可能なcmオーダーの試験片によるCTイメージング測定技術の開発が望まれる。さらに得られた構成像についても超音波の反射特性に大きく影響を与えられらるき裂面の性状や、き裂先端部に関するより詳細な情報を得る必要があるが、現状ではその構成像の解像度は十分とはいえない。これらの問題を解決するためより高品質、高解像度の画像解析ソフトの開発が望まれる。

本研究は、SPring-8 BL19B2 ビームラインを利

用して得られた成果である（課題番号 2006B0215、課題番号 2007B1941、課題番号 2008A1901）。

参考文献

- [1] 古村、池上、三原田、上杉：超音波探傷シミュレーション大規模コードの開発、超音波TECHNO Vol.13, No.2(2001), p.10
- [2] 古川、古村、他：原子炉差異循環系配管のSCC深さサイジング技術、保全学、Vol.3, No.3(2004), p.51
- [3] 特集 超音波NDTのための最近のシミュレーション I、II、非破壊検査 Vol.48, No.4 および No.5 (1998) , p.234
- [4] 特集 超音波NDTのための最近のシミュレーション技術、超音波 TECHNO Vol.13 No.2 (2001), p.1
- [5] 関野、古川、古村、清水：光干渉法と超音波可視化法を併用した手法によるき裂の評価、日本非破壊検査協会平成18年度秋季大会、p.35、平成18年10月、名古屋国際会議場
- [6] 関野、古川、古村、清水：ガラス板に付与したき裂近傍における超音波の可視化、日本非破壊検査協会第14回超音波による非破壊評価シンポジウム講演論文集4-2、p.71、きゅりあん、平成19年1月
- [7] SPing-8 ワークショップ「放射光による金属組織観察技術の現状」、2007, 7, 20、財団法人 高輝度光科学研究センター (JASRI)
- [8] 橋本保：「金属材料への放射光技術の応用」配管技術、第50巻、第11号、p.33、2008
- [9] 佐野雄二、政木清孝、越智保雄、秋田貢一、梶原堅太郎：放射光を使用したマイクロCTによるアルミニウム合金疲労き裂の可視化、材料、Vol.57、No.4, pp.395-400, Apr.2008
- [10] 塩澤大輝、中井善一、森影康、田中拓、尾角英毅、宮下卓也：高輝度放射光のX線CTイメージングを用いた高強度鋼中の介在物の定量的評価、日本機会学会論文集 (A編) 72巻 724号 (2006-12)
- [11] 橋本保：金属材料への放射光技術の応用、配管技術、第50巻第11号, p.33, 2008
- [12] 小若正倫：金属の腐食損傷と防食技術、p. 327、1995、アグネ承風社

(平成21年1月9日)

