

非線形渦電流法を用いた材料劣化評価

Nondestructive Evaluation of Material Degradation by Non-linear Eddy Current Method

東北大学流体科学研究所 内一 哲哉 Tetsuya UCHIMOTO Member
東北大学流体科学研究所 高木 敏行 Toshiyuki TAKAGI Member

Authors have proposed non-linear eddy current method which is a novel material characterization method focusing on the non-linearity of magnetic properties. This method can be an effective tool to evaluate material degradations if the micro-structure changes due to degradations link with change of magnetic properties. In this paper, some examples of its applications are reviewed together with its principle of assessment.

Keywords: Nondestructive evaluation, Non-linear eddy current method, Sensitization, Alloy 600, Creep damage, Mod. 9Cr-1Mo steel

1. 緒言

応力腐食割れ (SCC) やクリープ損傷は、原子力及び火力発電設備における代表的な損傷であるが、その発生の完全な予測と制御は難しい。従って、割れの発生に至る前の材料劣化を検知し、損傷発生を未然に回避するための研究をあわせて行うことが重要である。

一方、磁気特性は材料の微視的組織に対して敏感であることは良く知られている。特に、材料劣化による組織変化により、磁性が発現する、あるいは磁気特性が変化する場合には、磁気的な手法により劣化診断が可能である。著者らは、これまでに磁気特性の非線形性に着目した電磁非破壊評価として、非線形渦電流法を提案し、様々な材料の材質評価や劣化診断に適用してきた。

本稿においては、非線形渦電流法を用いた材料劣化診断の例として、ニッケル基超合金の一種である 600 合金の鋭敏化評価[1]と改良 9Cr-1Mo 鋼のクリープ損傷評価[2]について、その評価原理とともに紹介する。

2. 非線形渦電流法の概要

非線形渦電流法は、電磁非破壊評価方法の一種であり、測定対象物の磁気特性を間接的に測定することが可能である。装置の概略を図 1 に示す。この手法では、試験体近傍に交流電流を流した励磁コイルを配置し、励磁コイルにより発生した磁場で試験体が磁化され、

その磁化過程が相互誘導作用により検出コイルの電圧として検出される。信号発生器で作った正弦波をバイポーラ電源により増幅し、励磁コイルに交流電流を流す。検出コイルの電圧は AD ボードを介して PC に取り込む。

非線形渦電流法では、入力電圧波形と出力電圧波形を互いに直交させ、合成することで得られるリサージュ波形を測定することで、様々な磁気パラメータが測定可能である。図 2(a) に示すリサージュ波形は B-H ループアナライザより得られる磁化曲線に対応し、磁化曲線の残留磁化、保磁力、ループ面積に対応して、リサージュ波形の残留磁化相当、保磁力相当、ループ面積等のパラメータが得られる。検出電圧のスペクトルより基本波と第三高調波の比である第三高調波比、基本波と第五高調波の比である第五高調波比などの高調波成分が測定パラメータとなる。

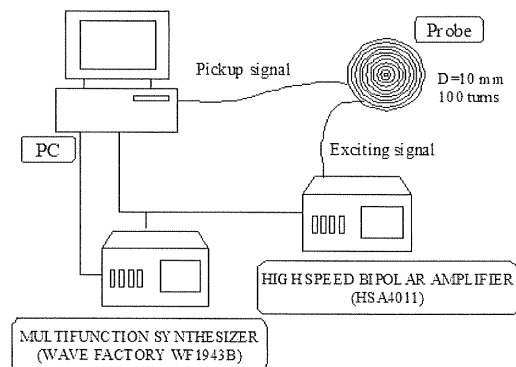
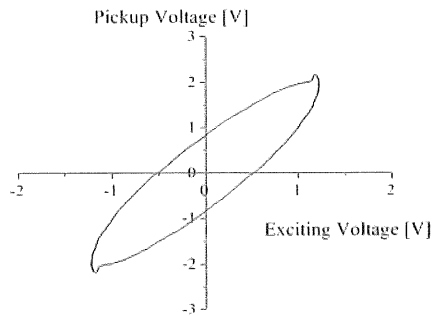
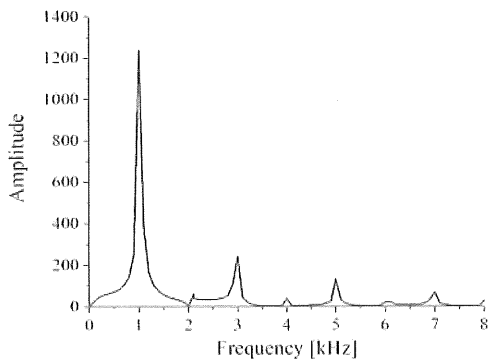


Fig. 1 Experimental setup for non-linear eddy current method.

連絡先:内一哲哉, 〒980-8577 仙台市青葉区片平 2-1-1, 東北大学流体科学研究所, 電話: 022-217-5262, e-mail:uchimoto@ifs.tohoku.ac.jp



(1) Lissajou waveform



(2) Spectrum of pickup voltage for excitation at the frequency of 1 kHz

Fig. 2 Signals of non-linear eddy current method.

3. 600 合金試料の鋭敏化評価

Ni 基合金は、優れた機械的強度・耐熱性・耐食性を有していることから、原子力プラントなどの高温環境下で用いられる機器の重要な材料である。Ni 基合金に生じる鋭敏化は応力腐食割れの一因であるため[3]、鋭敏化を非破壊的に評価する手法を確立することが求められている。

Ni 基合金の一種である 600 合金は固溶化処理後には常磁性であるが、鋭敏化の進行に従いその磁性が変化することが知られている[4]。著者らは、非線形渦電流法を適用し、鋭敏化の非破壊評価を試みた。このために、鋭敏化処理を施した 600 合金の磁気特性と Cr 欠乏との関係を議論し、それに基づいて非線形渦電流法を適用することで鋭敏化非破壊評価の有効性を検討した。以下にその概要を記す。

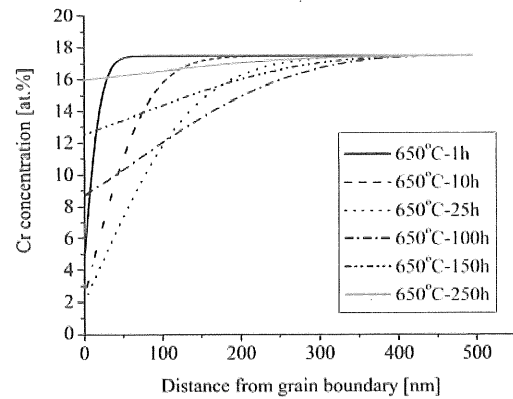


Fig.3 Results of Numerical analysis of distribution of Cr concentrations (650°C).

3.1 鋭敏化と磁気特性

600合金の供試材に1100°Cで1時間の溶体化処理を施した後、異なる条件の鋭敏化試料を作製するための熱時効処理を施した。試験温度は、650、700、750°Cの3条件とした。鋭敏化度を推定するために、熱力学モデルおよび拡散モデル[5]に基づき、粒界におけるCr濃度分布の数値計算を行った。図3は熱時効処理温度650°Cで作製した鋭敏化試料について、Cr濃度分布を数値計算した結果である。熱時効処理の初期にはCr欠乏層の幅が狭く、濃度勾配が急であるが、その後幅は増加する。さらに熱時効が進展すると、粒内からのCr再拡散によってCr欠乏が回復する。これらの数値解析の結果は、TEM観察結果と定量的に一致することを確認した。熱時効処理温度650°Cで作製した鋭敏化試料の磁化曲線を、図4に示す。測定は1kHzで行った。熱時効処理の進展に伴い、残留磁化が増加するとともに保磁力は減少し、試験時間が100時間を経過すると、残留磁化は次第に減少するという変化の過程が確認された。

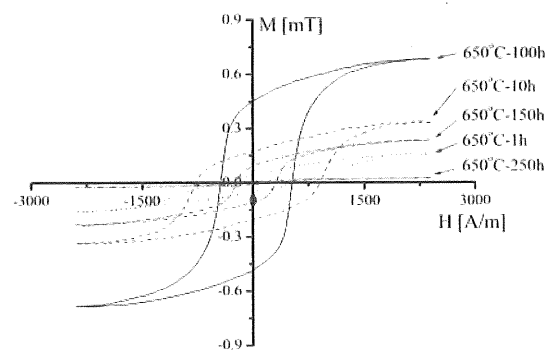


Fig.4 Change of magnetization curves (650°C).

図4に示した磁化曲線と、図3 に示した数値計算によって得られた粒界近傍のCr濃度分布を対応させることにより、鋭敏化と磁気特性との関係を調べる。ここで600合金が強磁性を示すCr濃度14wt.% 以下の領域をCr欠乏領域と定義し、Cr欠乏幅をCr欠乏領域の粒界からの距離と定義する。図5はCr欠乏量と残留磁化 M_r の関係を示しており、図6はCr欠乏幅と保磁力 H_c との関係を示す。ここでCr欠乏量とは、Cr濃度が母材濃度以下の領域を、Cr欠乏幅について積分したものである。図5より、Cr欠乏量が増加するに従い残留磁化が増加するという相関関係が得られ、また図6より、Cr欠乏幅が増加するに従い保磁力が減少するという相関関係が得られた。Cr欠乏幅が狭いほど外部磁場を加えた際の磁気モーメントの回転が妨げられるため保磁力は大きくなり、Cr欠乏量の増加に伴い残留磁化が増加する。また試験時間が100時間を経過すると、粒内からのCr再拡散によってCr欠乏が回復するため、残留磁化は減少すると考えられる。以上の結果より、Cr欠乏量が残留磁化に対応し、Cr欠乏幅が保磁力に対応することが確認された。

3.2 非線形渦電流法による鋭敏化非破壊評価の検討

前節で示された600合金の鋭敏化試験片のCr欠乏層の特徴量と磁気特性との間に確認された相関関係を評価原理として、非線形渦電流法による鋭敏化非破壊評価の可能性を検討した。用いたプローブは、直径0.1mmの銅線を平面に100回巻いた直径30mmのコイルを、下側を励磁コイル、上側を検出コイルとして上下に重ねて作製した。周波数を1kHz、印加電圧を4Vとして測定を行った。図5より残留磁化とCr欠乏量には相関性があることが確認された。一般に高調波成分は磁化曲線の

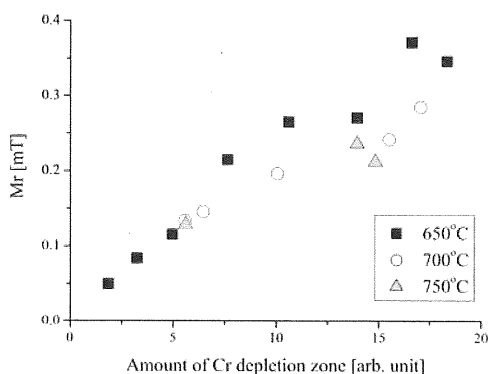


Fig.5 Correlation between the amount of Cr depletion and remanence M_r .

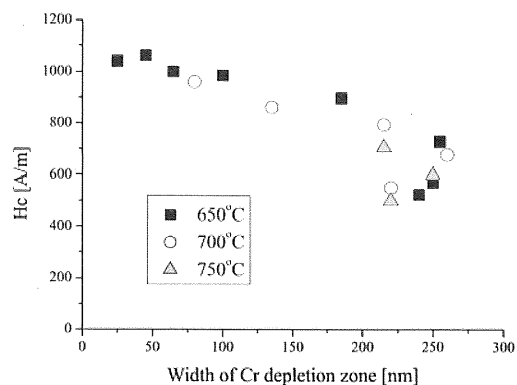


Fig.6 Correlation between the width of Cr depletion and coercivity H_c .

残留磁化に対応することから、高調波成分によってCr欠乏量を推定することを検討する。図7は、数値計算により求めたCr欠乏量と測定された第三高調波比との関係を表すものであるが、Cr欠乏量の増加に伴い第三高調波比も増加することから、よい相関性を示していることがわかる。今回行った測定においては、第五高調波比以上の高位の高調波成分よりも、第三高調波比が良い相関性を示した。

同様に、図6より保磁力とCr欠乏幅には相関性が確認された。ループ面積に対し残留磁化と保磁力の積 $M_r \times H_c$ が比例関係を持つことから、ループ面積を残留磁化に対応する第三高調波比で除したループ面積/第三高調波比というパラメータによってCr欠乏幅を推定することを検討する。図8は、Cr欠乏幅とループ面積/第三高調波比との関係を表すものであるが、Cr欠乏幅の増加に伴いループ面積/第三高調波比が減少するという相関関係が示された。

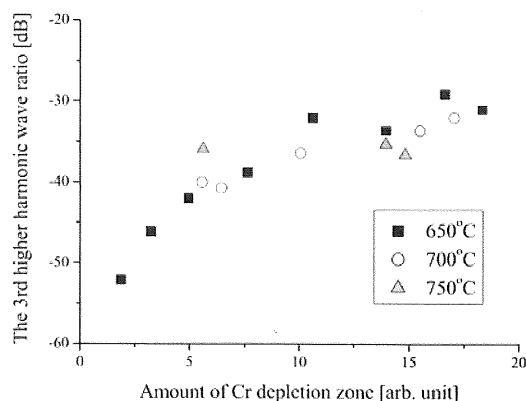


Fig.7 Correlation between amount of Cr depletion zone and the 3rd higher harmonic ratio.

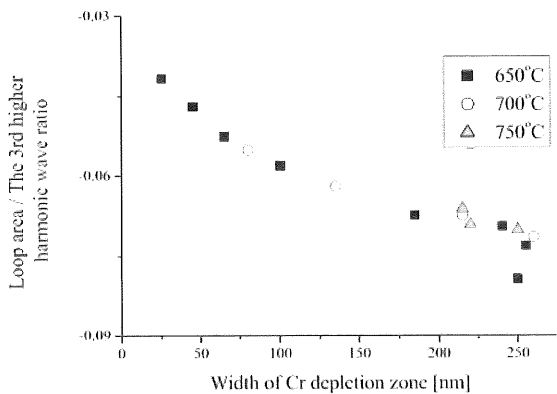


Fig.8 Correlation between the width of Cr depletion zone and loop area / the 3rd higher harmonic ratio.

以上のことから、非線形渦電流法を適用することにより、第三高調波比およびループ面積等のパラメータによって、鋭敏化による粒界のCr欠乏量およびCr欠乏幅を推定することが可能であると考えられる。

4. 改良9Cr-1Mo鋼のクリープ損傷評価

改良9Cr-1Mo鋼は高温強度や耐酸化性に優れており、さらに熱膨張係数が小さいことから、火力発電プラントのボイラチューブや高温配管等に利用されている。しかし、同鋼を高温で長時間使用すると溶接部の熱影響部細粒域からき裂が発生する、いわゆるType-IV損傷が発生する事例が火力発電プラントで報告されており[6]、この抑止技術と検査手法の確立が重要課題となっている。その第一段階として著者らは、改良9Cr-1Mo鋼母材のクリープ損傷に伴う組織変化を電磁非破壊評価法である非線形渦電流法を用いて評価することを試みた。このために、交流磁気特性と析出物変化及び転位構造変化との関係について議論した。以下にその概要を示す。

4.1 クリープ損傷に伴う組織変化と磁気特性

供試材は改良9Cr-1Mo鋼であり、同鋼に対してクリープ試験を行った。さらに、500、550、600、650°Cの各試験温度に対して試験時間をそれぞれ600、1400、4000、7520時間とした熱時効試験片、試験温度500、550、600、650°Cでの引張試験片を作製した。熱時効試験片を用いて析出物変化の交流磁気特性に対する影響、引張試験片を用いることで転位密度が交流磁気特性に

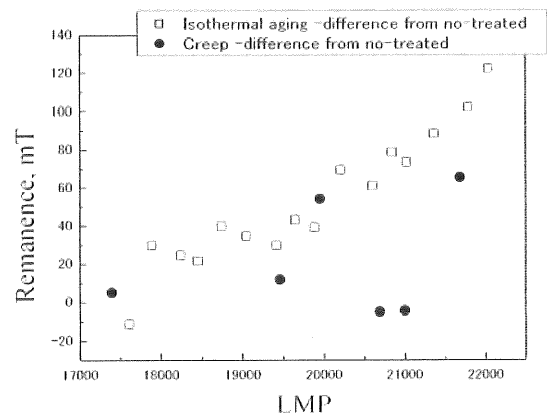


Fig.9 Relationship between remanence and LMP at the frequency of 50 kHz

及ぼす影響を評価することができると考えられる。B-Hループアナライザにより各試験体の交流磁化曲線を測定した。試験片の形状は、直径3mm、長さ30mmの円柱状である。測定は印加磁場19 Oeで行った。50 kHzにおける熱時効試験片の残留磁化とLarson-Miller Parameter(LMP)との関係を図9に示す。図9にクリープ試験片に対する結果も合わせて示す。尚、LMPの定義は $LMP = T \cdot (20 + \log t)$ と定義する。ここで、 T は絶対温度、 t は試験時間である。図9から熱時効の残留磁化はLMPとともに増加することがわかる。熱時効試験片のSEM観察からLMPが大きくなるにつれM₂₃C₆炭化物が粗大化することが確認されており、残留磁化の増加の要因と考えられる。クリープ試験片の残留磁化は熱時効試験片とは異なり、大きく低下するものがみられた。熱時効と異なるクリープ損傷に伴う相変化として、(1)MX窒炭化物の減少、(2)Z相の析出が報告

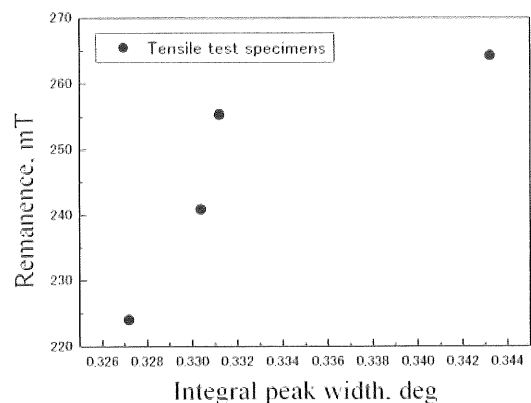


Fig.10 Relationship between remanence and integral peak width for tensile test specimens at the frequency of 5 kHz.

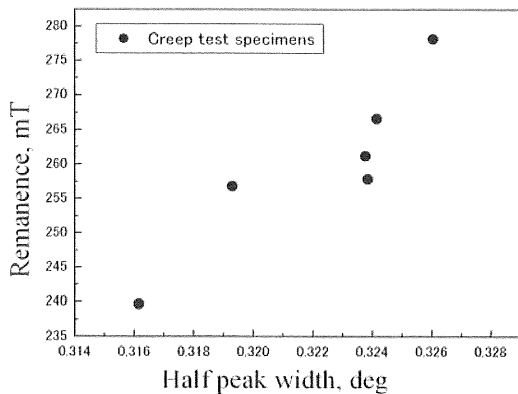


Fig.11 Relationship between remanence and integral peak width for creep test specimens at the frequency of 5 kHz.

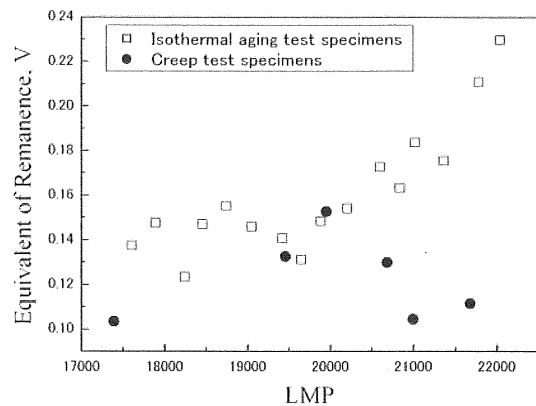


Fig.12 Relationship between remanence equivalent and LMP at the frequency of 50 kHz.

されている[7]. また、Z相の生成にはMX窒炭化物を必要とすることから、(1)及び(2)のいずれかまたは双方が残留磁化低下の要因である可能性がある。また、5 kHzにおける引張試験片の残留磁化とX線回折プロファイルから算出されるピークの積分幅 β との関係を図10に示す。積分幅 β はWilliamson-Hall plotにより、転位密度の平方及び粒径の逆数の一次和で表されており、これを用いて定量的に転位密度を評価できる[8]。本研究においては、この積分幅 β を用いることで転位密度の相対値を評価した。図10から、引張試験片の残留磁化は積分幅 β の減少すなわち、転位構造の回復に対して引張試験片の残留磁化が低下していることがわかる。図11にクリープ試験片の残留磁化と積分幅 β の関係を示す。図11から図10の場合と同様に、積分幅 β の減少すなわち転位構造の回復に対して残留磁化が低下していることがわかる。以上から、析出物の変化に対しては50 kHzでの残留磁化、転位構造の変化は5 kHzでの残留磁化を測定することで評価することが可能であると考えられる。

4.2 非線形渦電流法によるクリープ損傷の評価

B-Hループアナライザを用いたクリープ試験片・熱時効試験片・引張試験片の磁気特性評価により得られた知見を基に、電磁非破壊手法のひとつである非線形渦電流法について、クリープ損傷による組織変化の評価可能性を検討した。測定には外径2 mm、内径1 mm、高さ2 mm、巻数200ターンの励磁コイルと外径2 mm、内径1 mm、高さ4 mm、巻数400ターンの検出コイルを同軸上に配置したフェライトコア付き上置プローブ

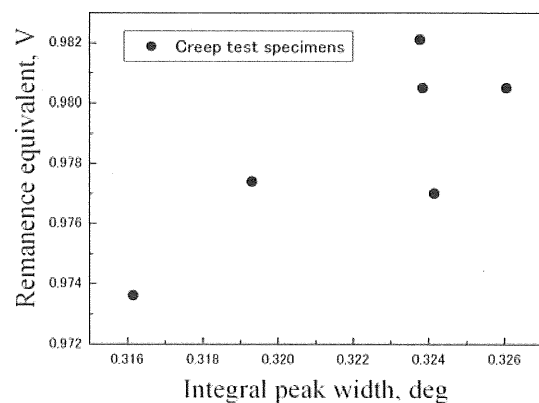


Fig.13 Relationship between remanence equivalent and integral peak width at the frequency of 5 kHz.

を使用し、試験周波数を5 kHz、50 kHzとした。また、励磁信号、検出信号から得られるリサージュ波形において、磁気ヒステリシス曲線の残留磁化に相当する電圧値を残留磁化相当と定義する。図12に50 kHzにおける熱時効試験片及びクリープ試験片の残留磁化相当とLMPの関係、図13に5 kHzにおける残留磁化相当と転位密度の関係をそれぞれ示す。図12から50 kHzにおける測定で、熱時効試験片の残留磁化相当は交流磁気特性評価による残留磁化の場合と同様の相関を示した。また、図13から5 kHzにおける測定においても、クリープ試験片の残留磁化相当は図11の場合と同様の相関を示した。以上から、非線形渦電流法においても50 kHz程度の高周波域において析出物の変化、5 kHz程度の低周波域においては転位密度の変化の評価可能性を示した。

5. 結言

本稿においては、非線形渦電流法を用いた材料劣化診断の例として、ニッケル基超合金の一種である 600 合金の鋭敏化評価と改良 9Cr-1Mo 鋼のクリープ損傷評価について紹介した。これらの応用例においては、材料劣化に伴う組織変化により、磁気特性が変化することが確認された。この磁気特性の変化に着目し、600 合金の鋭敏化に伴う Cr 欠乏層の特徴量や、改良 9Cr-1Mo 鋼のクリープ損傷に伴う転位構造と析出物の評価の可能性が示された。

参考文献

- [1] 及川諒太, 内一哲哉, 高木敏行, 電磁非破壊評価法を用いた Ni 基合金の鋭敏化評価, 日本機械学会論文集(A 編), 第 75 巻 (2009), pp.1777-1783.
- [2] 上野聡一, 内一哲哉, 高木敏行, 高橋由紀夫, 電磁非破壊評価を用いた高クロム鋼のクリープ損傷に伴う組織変化の評価, 日本非破壊検査協会 平成 20 年度秋季大会予稿集, pp.251-252.
- [3] J.J.Kai, C.H.Tsai, T.A.Huang, and M.N.Liu, The Effects of Heat Treatment on the Sensitization and SCC Behavior of Inconel 600 Alloy, *Metallurgical Transactions A*, Vol.20A, June, (1989), pp.1077-1088
- [4] R.G.Aspden, G.Economy, F.W.Pement, and I.L.Wilson, Relationship Between Magnetic Properties, Sensitization, and Corrosion of Incoloy Alloy 800 and Inconel Alloy 600, *Metallurgical Transactions*, Vol.3, Oct., (1972), pp.2691-2697
- [5] G.S.Was, and R.M.Kruger, A Thermodynamic and Kinetic Basis for Understanding Chromium Depletion in Ni-Cr-Fe Alloys, *Acta metal.*, Vol.33, No.5, (1985), pp.841-854
- [6] J. A. Francis et al., Type IV cracking in ferritic power plant steels, *Materials Science and Technology*, Vol. 22, pp.1387-1395 (2006).
- [7] 鈴木健太 他, 改良 9Cr-1Mo 鋼のクリープ変形に伴う Z 相の析出と析出物変化, 鉄と鋼, Vol 89, pp.691-698 (2003)
- [8] J.Pesicka et al, The evolution of dislocation density during heat treatment and creep of tempered martensite ferritic steel, *Acta Materialia* 51 (2003) 4847-4862