

もんじゅ等エネルギー機器用構造材料の劣化損傷の マイクロキャラクタリゼーション

Microcharacterization of damage degradation for energy structural materials
of advanced fast breeder reactor

産総研	鈴木 隆之	Takayuki SUZUKI	Member
産総研・筑波大院	橋立 竜太	Ryuta HASHIDATE	
産総研・筑波大院	砥出 朋史	Tomofumi TOIDE	
産総研	原田 祥久	Yoshihisa HARADA	

Creep tests for energy structural materials of austenitic stainless steel SUS316FR were performed. And degradation mechanism of welded specimen was investigated by using microcharacterization technique of magnetic force microscopy. In as-received specimen, magnetic phases of δ -ferrite were interconnected at weld metal region. While in crept specimen, the magnetic phases at weld metal region were isolated, and the amount of magnetic phases decreased. It was found that creep damage of welded specimen could be evaluated by the changes of magnetic phase shape and amount using microcharacterization technique of magnetic force microscopy.

Keywords:

Advanced fast breeder reactor, Energy structural materials, SUS316FR, Welded specimen, Creep damage, δ -ferrite, Microcharacterization, Magnetic force microscope.

1. 緒言

「もんじゅ」や次世代高速炉をはじめとする様々なエネルギー機器の構造材料としての使用が検討されているオーステナイト系ステンレス鋼の長期間にわたる信頼性を確保するためには、クリープ試験等の耐久性試験を実施するとともに、劣化損傷のキャラクタリゼーションにより劣化損傷メカニズムを明らかにする必要がある。

磁気力顕微鏡は、磁気情報をサブミクロンのオーダーで評価することが可能なツールとして、主に磁気記録材料の評価に用いられていた。我々のグループ[1,2]はこれを、オーステナイト系ステンレス鋼の疲労損傷、形状記憶合金の変態等に適用し、様々な材料の機能発現や劣化特性の解明にも有用なツールであることを示してきた。

本研究では、オーステナイト系ステンレス鋼である SUS316FR 鋼を用いて、クリープ試験における劣化損傷メカニズムを解明するために、従来より実施されている硬さ測定や磁束密度測定等のマクロキャラクタリゼーションに加え、磁気力顕微鏡や原子間力顕微鏡を用いたマイクロキャラクタリゼーションを行った。

2. 試験片および実験方法

2.1 材料および試験片

材料にはオーステナイト系ステンレス鋼である SUS316FR 鋼を用いた。化学成分を Table 1 に、その溶接試験片形状例を Fig.1 に示す。溶接試験片の溶接金属には SUS316L1 を用いた。また、溶接後熱処理は実施していない。

2.2 試験装置

クリープ試験には電気油圧式疲労試験機と薄型高温炉からなる耐久性評価試験装置を用いた。薄型高温炉は 200 ~ 700°C にて使用可能である。試験中のひずみは、カプセル型の高温ひずみゲージ（ゲージ長 10mm）を試験片中央に取り付け測定した。

本装置を用いて 550°C 大気中、285MPa においてクリープ試験を実施し、190 時間保持しクリープ損傷が生じた後、試験を中断した。試験中断後、組織観察、硬さ測定を行うとともに、溶接金属部をネオジウム磁石にて着磁した後、ホール素子を用いて試料-センサ間距離 1mm にて残留磁束密度を測定した。また、磁気力顕微鏡、原子間力顕微鏡を用いたマイクロキャラクタリゼーションを行った。

連絡先：鈴木 隆之、〒305-8564 茨城県つくば市
並木 1-2-1、産業技術総合研究所
E-mail: suzuki-takayuki@aist.go.jp

Table 1 Chemical composition of SUS316FR

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	N	Al	O
0.0013	<0.05	<0.05	0.026	<0.0003	16.17	18.08	2.15	0.0009	<0.005	0.0216

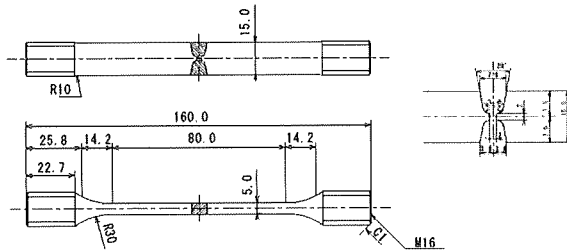


Fig. 1 Shape and dimensions of welded specimen for SUS316FR

3. 実験結果及び考察

3.1 マクロキャラクタリゼーション

(1) マイクロビッカース硬さ測定

Specimen 316-A (SUS316FR 鋼溶接材、受け入れ材) とクリープ試験により劣化損傷を生じさせた Specimen 316-B (SUS316FR 鋼溶接材、クリープ損傷材) の溶接金属部近傍のマイクロビッカース硬さ測定をした結果を Fig.2 に示す。Specimen 316-A において、母材と溶接金属部とを比較すると溶接金属部の方が大きく、またその間の HAZ との境界において最も大きな硬さを示す。Specimen 316-B の場合においてもほぼ同様な傾向であるが、母材と溶接金属部の差は減少している。

(2) 残留磁束密度測定

Specimen 316-A と Specimen 316-B より溶接金属部の長手方向の残留磁束密度 B_y を測定した結果を Fig.3 に示す。Specimen 316-A においては溶接金属部での残留磁束密度の最大値はおおよそ $0.6 \times 10^{-4} \text{T}$ と高い値を示した。また、母材では若干の磁束密度が測定されるものの、その値は溶接金属部と比較すると極めて小さい。Specimen 316-B においては溶接金属部の最大値はおおよそ $0.3 \times 10^{-4} \text{T}$ の残留磁束密度であり、Specimen 316-A と比較するとその値は減少している。

以上のように、ビッカース硬さや残留磁束密度等のマクロ特性は、受け入れ材、クリープ損傷材とも母相と溶接金属部において大きく異なること、またクリープ損傷を生じることによりその差が減少することがわかった。

3.2 マイクロキャラクタリゼーション

(1) 磁気力顕微鏡像

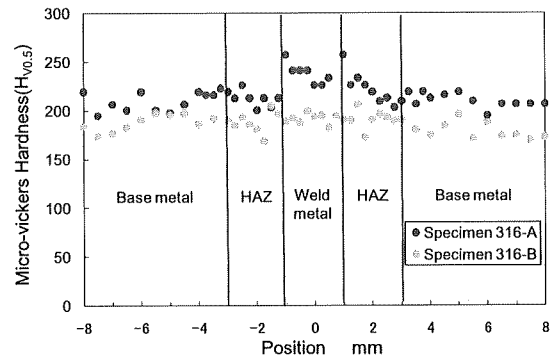


Fig. 2 Micro-vickers hardness around weld metal for SUS316FR

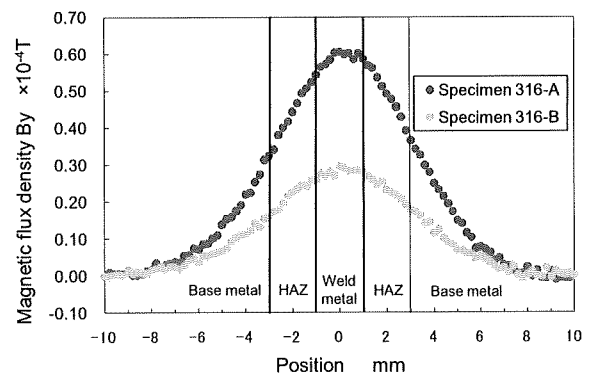


Fig. 3 Remanent magnetic flux densities around weld metal region for SUS316FR

Specimen 316-A (SUS316FR 鋼溶接材、受け入れ材) の磁気力顕微鏡像を Fig.4 に示す。表面にエッチングは施していないが、溶接金属部においては相境界まで磁性相であるネットワーク状および片状の δ -フェライトが観察される。また、溶接金属部と隣接する HAZ や母材においてはネットワーク状および片状の組織は観察されない。

Specimen 316-B (SUS316FR 鋼溶接材、クリープ損傷材) の磁気力顕微鏡像を Fig.5 に示す。溶接金属部においては、 δ -フェライトが観察されるものの、その様相は Specimen 316-A とは異なっている。ネットワーク状の形状の磁性相はほとんど観察されず、片状あるいは球状となっている。また、その含有量も減少している。さらに、Specimen 316-A と異なり、溶接金属部においても、 δ -フェライトと周辺の γ 相との磁気力顕微鏡データの差も少なくなっていることがわかる。

(2) 磁気力顕微鏡データ解析

磁気力顕微鏡像より得られた劣化損傷を定量化するために、各々の磁気力顕微鏡像から、 δ -フェライトの面積率を求めるとともに、磁気力顕微鏡データの標準偏差を

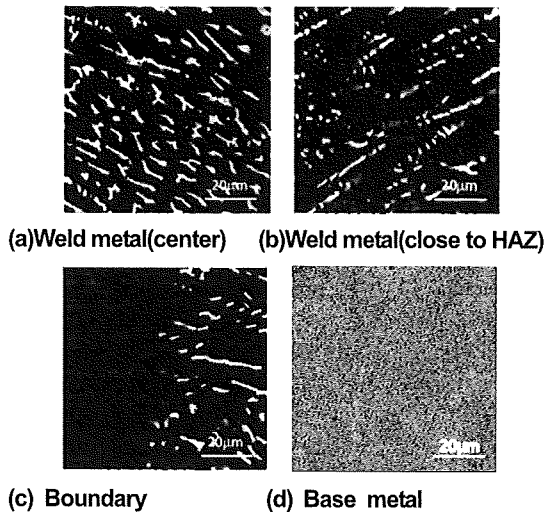


Fig. 4 Magnetic force microscope images around weld metal region for SUS316FR (Specimen 316-A)

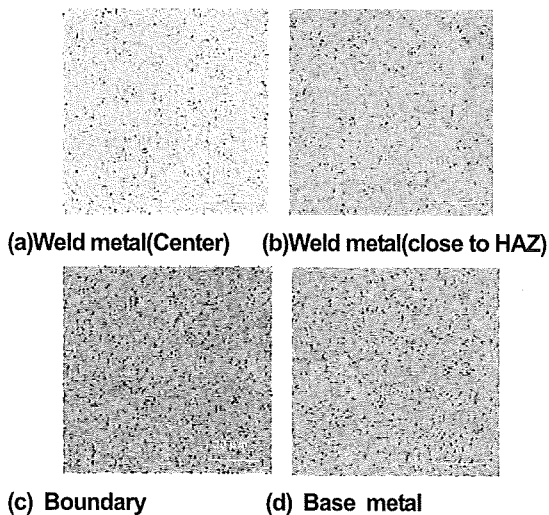


Fig. 5 Magnetic force microscope images around weld metal region for SUS316FR (Specimen 316-B)

計算した結果を Fig.6 に示す。

(a)の δ -フェライトの面積率からは、Specimen 316-A の溶接金属部の中央ではほぼ 14%であることがわかる。一方、Specimen 316-B においては、 δ -フェライトの含有率は中央でもほぼ 4%であり、顕著に減少していることが確認できる。(b)の磁気力顕微鏡データの標準偏差からは Specimen 316-A においては、 γ 相と δ -フェライトが明瞭なコントラストを示していることと対応して溶接金属部の標準偏差の値も大きい。一方、Specimen 316-B においては、Specimen 316-A と比較すると溶接金属部中央で標準偏差が減少している。磁性相である δ -フェライトがクリープ損傷により減少する過程については、今後ともさらにキャラクタリゼーションを行う必要があるが、溶接金属部の磁性相の含有率や形態を測定することにより、ク

リープ損傷の程度がマイクロレベルにおいて評価することができる可能性があることがわかる。

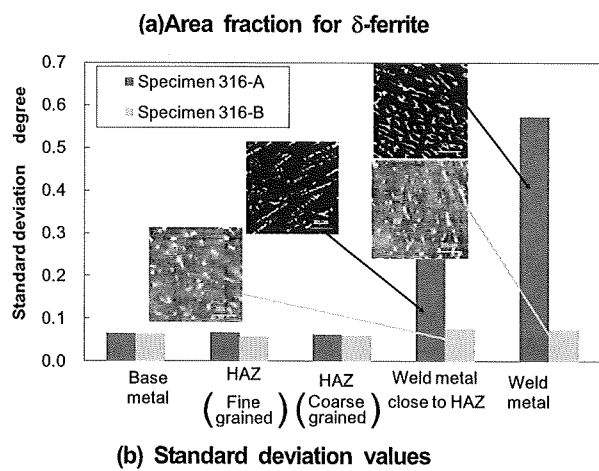
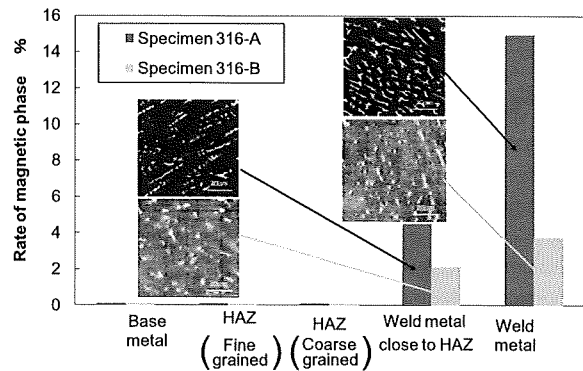


Fig.6 Magnetic force microscope image analyses for SUS316FR

謝辞

本研究の内容は、特別会計に関する法律(エネルギー対策特別会計)に基づく文部科学省からの受託研究として、独立行政法人産業技術総合研究所が国立大学法人福井大学から再委託を受けて実施した平成 21 年度及び平成 22 年度「もんじゅ」における高速増殖炉の実用化のための中核的研究開発」の成果を含む。

参考文献

- [1] 鈴木隆之 他、“エネルギー機器用構造材料の劣化損傷の電磁気的手法によるマイクロキャラクタリゼーション”、第19回MAGDAコンフェレンス in 札幌講演論文集、2010、pp.563-566.
- [2] 鈴木隆之、“磁気力顕微鏡を用いた材料の機能発現・劣化特性の評価方法”、非破壊検査、57、9、2008、pp.429-432.