

# エネルギー機器用構造材料のクリープ・疲労劣化損傷過程における電磁特性評価

## Magnetic Characterization of Creep-fatigue Damage for Energy Structural Materials

産業技術総合研究所 鈴木 隆之 Takayuki SUZUKI Member  
産業技術総合研究所 橋立 竜太 Ryuta HASHIDATE  
(筑波大学[院])  
産業技術総合研究所 原田 祥久 Yoshihisa HARADA

Magnetic characterization of creep-fatigue damage for welded specimens of austenitic stainless steel (SUS316FR) and high-chromium steel (Mod.9Cr-1Mo) steel was performed using magnetic force microscope and Hall sensor. In SUS316FR volume fraction of  $\delta$ -ferrite at weld metal region decreased by creep or creep-fatigue and the remanent magnetic flux density at weld metal region also decreased. In Mod.9Cr-1Mo steel magnetic characteristics at weld metal region were different from those at base metal initially, however, during creep or creep fatigue the difference of magnetic characteristics between welded metal and base metal became small. It was found that the degradation mechanism for these energy structural materials during creep or creep fatigue could be clarified by magnetic characterization techniques.

**Keywords:** Magnetic characterization, austenitic stainless steel, high-chromium steel, creep-fatigue damage, magnetic force microscope.

### 1. 緒言

「もんじゅ」やその後の次世代高速炉をはじめとするエネルギー機器では、その構造材料に高い信頼性が求められている。特に、次世代高速炉の構造材料は長期間にわたり 550°C の高温に保持されるため、クリープやクリープ疲労によって生じる劣化損傷機構の解明が重要となっている。

劣化損傷を生じた場合の材質の変化と電磁特性との関係は従来より報告[1]されており、電磁特性の評価により劣化損傷程度の推定が可能であることが明らかになってきている。また特に、我々のグループでは、磁気力顕微鏡や残留磁束密度測定を行い、これらの劣化損傷評価法がオーステナイト系ステンレス鋼の疲労、鋭敏化等 [2,3] に有効であることを示してきた。

本研究においては、エネルギー機器用構造材料のクリープ、クリープ疲労試験を行った。その各段階において、磁気力顕微鏡測定や残留磁束密度測定等の電磁特性を評価した。これらの測定を通して電磁特性とクリープ、クリープ疲労の劣化損傷機構との関係を明らかにした。

### 2. 試験片及び実験方法

#### 2.1 試験片

試験にはオーステナイト系ステンレス鋼 (SUS316FR) 及び高クロム鋼 (Mod.9Cr-1Mo 鋼) の溶接材を用いた。Fig.1 にその試験片形状例を示す。また、高クロム鋼においては 740°C、1h の溶接後熱処理を施した。

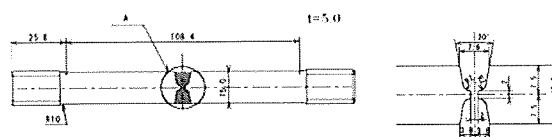


Fig. 1 Shape and dimensions of welded specimen.

#### 2.2 耐久性試験

Table 1, Table 2 に SUS316FR と Mod.9Cr-1Mo 鋼溶接材の試験条件をそれぞれ示す。クリープ疲労試験は荷重制御にて最大応力時の保持時間 10 分間、応力比  $R=0.05$  にて行った。とともに比較のため 550°C にて、熱時効試験を行った。

### 3. 実験結果及び考察

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先進製造プロセス研究部門  
E-mail: suzuki-takayuki@aist.go.jp

Table 1 Durability test conditions for SUS316FR welded specimen

Specimen No.	Temperature	Durability test	Duration time
Specimen 316-A	—	As-received	—
Specimen 316-B	550°C	Creep	285Mpa, 190h
Specimen 316-C	550°C	Creep-fatigue	315MPa, 44h 300MPa, 98h 285MPa, 582h
Specimen 316-D	550°C	Aging	190h

Table 2 Durability test conditions for Mod. 9Cr-1Mo steel welded specimen

Specimen No.	Temperature	Durability test	Duration time
Specimen 9Cr-A	—	As-received	—
Specimen 9Cr-B	550°C	Creep	530Mpa, 449h

### 3.1 SUS316FR 溶接材

#### (1) 残留磁束密度測定

Fig.2 にホールセンサにより測定した、溶接金属部近傍の残留磁束密度の結果を示す。Specimen 316-A(受け入れ材)と Specimen 316-B(クリープ損傷材)、Specimen 316-C(クリープ疲労損傷材)とを比較すると、残留磁束密度は Specimen 316-B、Specimen 316-Cの方が小さい。一方、Specimen 316-D(熱時効試験片)においては、Specimen 316-A(受け入れ材)とほぼ同程度の残留磁束密度が測定されている。

#### (2) 磁気力顕微鏡像測定

Fig.3 に各試験片の溶接金属部における磁気力顕微鏡像を示す。Specimen 316-A(受け入れ材)は磁性相である $\delta$ -フェライトが明瞭に観察されるが、Specimen 316-B、Specimen 316-Cではその量が顕著に減少していることがわかる。また、Specimen 316-Dの場合には Specimen 316-Aと比較し、ほとんど変化が見られない。

Fig. 4には溶接金属部の $\delta$ -フェライトの含有率、残留磁束密度と溶接金属部のひずみとの関係を示す。クリープ、クリープ疲労損傷の場合には $\delta$ -フェライトの減少とともに、残留磁束密度が低下し、ひずみも増大していくことがわかる。

### 3.2 Mod.9Cr-1Mo 鋼溶接材

#### (1) 磁気力顕微鏡像測定

Fig.5 に Specimen 9Cr-A(受け入れ材)と Specimen 9Cr-B(クリープ損傷材)の溶接金属部の磁気力顕微鏡像を示す。Mod. 9Cr-1Mo 鋼は母材、溶接材とも強磁性体である。Specimen 9Cr-A においては強磁性体において

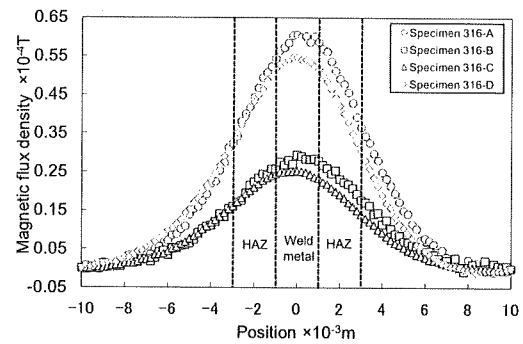
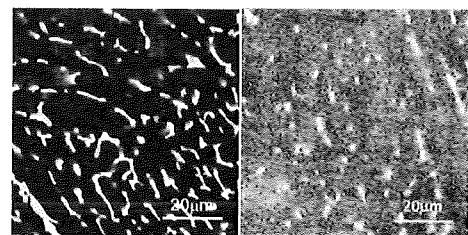
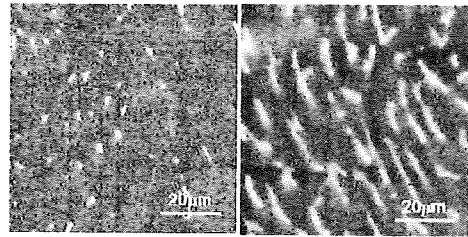


Fig. 2 Remanent magnetic flux densities around weld metal for SUS316FR welded specimens



(a) Specimen 316-A (b) Specimen 316-B



(c) Specimen 316-C (d) Specimen 316-D

Fig. 3 Magnetic force microscope images at weld metal of SUS316FR weld specimens

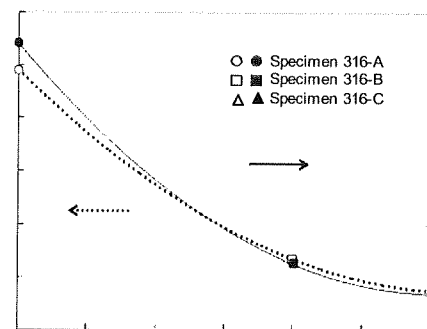
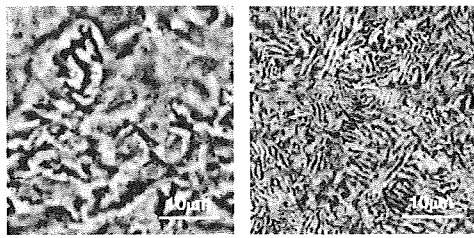
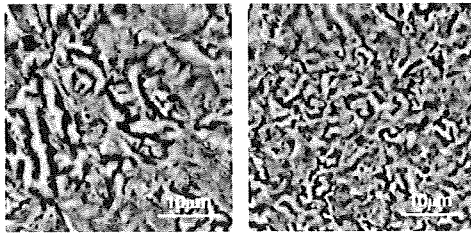


Fig. 4 Relationship between volume fraction of  $\delta$ -ferrite, magnetic flux density and strain at weld meta for SUS316FR weld specimens

迷路状の磁区が観察された。同様に溶接部においても迷路状の磁区が観察されたが、母材よりも微細な構造を呈していた。一方、Specimen 9Cr-B(クリープ損傷材)の場合は、母材、溶接材とも受け入れ材と同様の明瞭な迷路



(a) Specimen 9Cr-A (Base metal) (b) Specimen 9Cr-A (Weld metal)



(a) Specimen 9Cr-B (Base metal) (b) Specimen 9Cr-B (Weld metal)

Fig. 5 Magnetic force microscope images of Mod. 9Cr-1Mo steel welded specimens

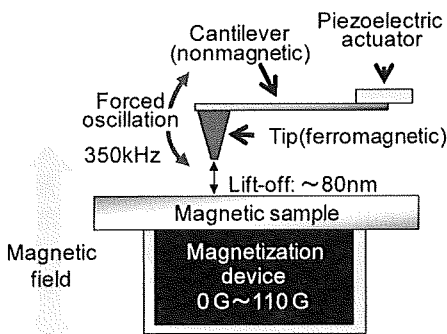


Fig. 6 Magnetic force microscope measurement under magnetic field.

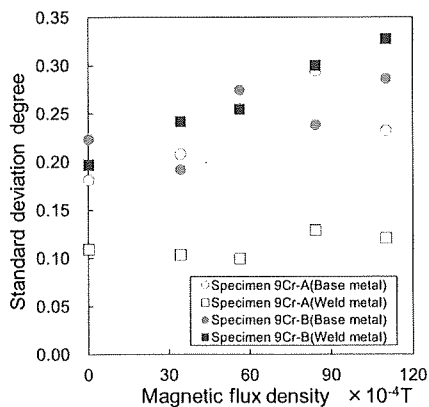


Fig. 7 Changes in micro magnetic characteristics during creep for Mod.9Cr-1Mo steel welded specimens.

状の磁区が観察された。

(2) 磁気力顕微鏡データ解析

Fig.6 のように磁気力顕微鏡に磁場印加機構を付加し、0 ~110x10<sup>-4</sup>T までの5段階の磁場印加下における磁気力顕微鏡像を測定し、それぞれの磁気力顕微鏡像の標準偏差を求めた。試料の磁化とともに磁気力顕微鏡像の標準偏差は大きくなる。したがって、磁場印加下の磁気力顕微鏡像を測定することにより、マイクロオーダーの微小領域の磁気特性を得ることが可能である。

Fig.7 において、Specimen 9Cr-A の母材では、磁場印加とともに、磁気力顕微鏡像の標準偏差が増大しているが、溶接金属部では磁場印加した場合にもほとんど増大していない。一方、Specimen 9Cr-B においては、母材、溶接材ともに、磁場印加とともに溶接金属部においても増大していることがわかる。すなわち、磁場印加下における磁気力顕微鏡測定より、クリープ疲労損傷による溶接金属部の磁気特性の変化を明らかにすることができた。

## 謝辞

本研究は、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事業として、福井大学が実施した平成 23 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において、独立行政法人産業技術総合研究所が再委託を受けて実施した成果を含みます。

## 参考文献

- [1] 植田雄二他, “磁気センサによるオーステナイト系ステンレス鋼の引張ひずみ評価および面外曲げ疲労評価”, 日本 AEM 学会誌, Vol.13, No.2, 2005, pp.99-106.
- [2] T. Suzuki et al., “Materials characterization using magnetic force microscopy”, International Journal of Applied Electromagnetics and Mechanics, Vol. 28, No.1,2, 2008, pp.163-169.
- [3] A. Terasaki, T. Suzuki et al, “Nondestructive evaluation of ferromagnetic structural materials using FG sensor”, Studies in Applied Electromagnetics and Mechanics, Vol. 32, 2009, pp.271-278.

(平成 23 年 6 月 21 日)