耐熱材料の使用劣化の非破壊検出装置および技術の検討[†]

桐原 誠信* 志賀 正男* 祐川 正之*
吉岡 孝利** 浅野 長一**

Investigation of Non-Destructive Detection Equipment and Technique during Long Term Service for Heat Resisting Steel

by

Seishin KIRIHARA, Masao SHIGA, Masayuki SUKEKAWA,
Takatoshi YOSHIOKA and Choichi ASANO
(Hitachi Research Laboratory, Hitachi Ltd., Hitachi)

Material damage at high temperatures is being experienced in thermal power and chemical plants during long term service. This problem occurs in both low and high alloy steels of plants where the service temperature is from 450°C to 650°C, and it is suggested that this damage is caused by carbide precipitation in heat resistance steel.

The results of the present study are summarized as follows;

(1) Material damage (creep damage) during long term service in heat resisting steel is possible to be measured with the electric resistance method.

(2) Non-destructive diagnosis for damaged material can be made by determining the ratio of electric resistivity between the unused and used (damaged) materials.

(Received Aug. 26, 1983)

キー・ワード：材料診断，電気抵抗法，低合金鋼，クリープ損傷

1 緒 言

火力および化学プラントなど高温で運転される機器には耐熱鋼が使用されているが、この鋼は450～650℃付近の温度で長時間使用すると内部組織が変化し、強度低下をきたす。この強度低下はき裂発生や破壊などの原因となり、事故につながる恐れが多分にある。実際に火力蒸気タービンおよび化学プラント部品において、使用中の強度低下に起因すると考えられるき裂が定期検査時に発見されている。

したがって、き裂発生や破壊事故を未然に防止するためには、材料の使用中的内部組織の変化(損傷程度)を経時的に検出する必要がある。この検出手段としては、定期的に実体より試片を切り出し、破壊試験を行うのが最も確実な方法であるが、現実には不可能なものが多い。そこで、非破壊的に材料の損傷程度を検出できる技術の開発が、機器の予防保全の観点から最も

非必要である。

このような状況からまず手初めに計測方法として有効として考えられる磁気法¹⁾、超音波法²⁾、過電流法³⁾および電気抵抗法について予備的に検討した。その結果、磁気法、超音波法および過電流法は材料損傷に影響すると考えられる炭化物の析出などの内部組織の変化を計測するには精度の点で問題があることが判明した。その点、電気抵抗法は炭化物の凝集および粗大化など組織変化の検出を精度良く計測できる手法である見通しを得ることができた。

そこで、本研究は電気抵抗法の適性と検出技術の検討結果について述べる。

2 実験方法

2・1 供試材

Table I は実験に供した 2¼Cr-1Mo 鋼の化学組成を示す。

Table II は供試材の機械的性質を示す。受入れのままの引張強さは 63.6 kg/mm²、伸びは26%である。供試材の板厚は 100 mm である。

2・2 試験片

Fig.1 はクリープ試験片、無負荷試験片および電気

[†] 本報を「材料劣化非破壊診断技術の検討(第1報)」(Non-Destructive Diagnosis Technique for Material Damage during Long Term Service, I) とする。

原稿受理 昭和58年8月26日

* 正会員 (株)日立製作所日立研究所 日立市久慈町

** (株)日立製作所日立研究所 日立市久慈町

Table I. Chemical composition of tested material.

Material	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	Cu	V
2 $\frac{1}{4}$ Cr-1Mo	0.16	0.23	0.51	0.009	0.005	2.28	1.01	0.06	0.04	0.03

Table II. Mechanical properties of tested material.

Material	Tensile strength (kg/mm ²)	0.2% yield strength (kg/mm ²)	Elongation (%)	Reduction of area (%)
2 $\frac{1}{4}$ Cr-1Mo	63.6	46.2	26	69

Electric resistance test specimen

(a) Creep test specimen and non-load test specimen (heated test specimen).

(b) Electric resistance test specimen.

Fig. 1. Shape and size of test specimens.

抵抗試験片の形状および寸法を示す。内部組織の変化を計測するための電気抵抗試験片はクリープ試験片および無負荷試験片より採取した。

3 実験結果とその検討

3・1 電気抵抗測定装置および計測技術の検討

電気抵抗法にはホイートストン・ブリッジやケルビン・ダブルブリッジおよび電位差計による測定法などがあるが、本研究では大型部品の測定が必要であることから、4端子電位差法による電気抵抗測定法を採用した。

3・1・1 測定装置の構成 Fig. 2 は電気抵抗測定装置の外観写真を示す。Fig. 3 は電気抵抗測定装置の構成図を示す。給電装置は交流および直流の2給電方式をとっている。すなわち、試験材の板厚全体の変化を平均的に計測する場合には直流方式で行い、試験材の表面層の変化を計測するためには周波数を変えて交流方式を適用する。測定および記録はマイクロコンピュータ制御により電圧および温度の測定並びに結果の演算などを行いデジタルでプリントアウトされる。Fig. 4 は給電および測定の切換動作のタイミングチャ

Specifications

Power source: D.C., A.C: 5~100kHz 0.1~10A
Resolution : 0.1 μ V $\pm$ 10%.

Fig. 2. Electric resistance measurement equipment.

ートを示す。給電の ON, OFF, 電圧, 温度の測定およびデータの取り込みなどは水銀リレーの切換によって行っており、1回の測定に要する時間は50秒程度である。

本装置が従来の装置（電気抵抗測定装置）と大きく異なる時は精度（抵抗率比の分解能 10^{-4} ）良く計測するために基準材（試験前の試験片）と試験材（試験後の試験片）とを用いて、それらを交互に繰返し（1秒間に1~2回）測定し、電気抵抗率の変化を比で求めることにある。さらに、測定端子間に温度差がある場合に生ずる熱起電力の影響を補正することおよび電流を流すことにより生ずる温度変化による電気抵抗率比の変化の補正が容易にできる利点がある。

Fig. 3. System of electric resistance measurement equipment.

Fig. 4. Time chart of switching.

3・1・2 測定方法 測定しようとする抵抗率 ρ は次の一般式で表される.

$$\rho = \frac{\pi}{\ln 2} \cdot \frac{E}{I} \cdot C \cdot F \cdot t \quad (1)$$

ここで,

$$C : \text{寸法の補正係数} = \ln 2 \left[\frac{s\pi}{d} + \ln(1 - e^{-4\pi s/w}) - \ln(1 - e^{-2\pi s/w}) + \sum_{m=1}^{\infty} am \right] \quad (2)$$

$$am = \frac{e^{-2\pi(1-2s)m/w} (1 - e^{-6\pi ms/w}) (1 - e^{-2\pi ms/w})}{m(1 + e^{w-2\pi lm/w})}$$

$$F : \text{厚さの補正係数} = 2 \ln 2 \cdot s/t \left[1 + \frac{4s}{t} \sum_{n=1}^{\infty} bn \right] \quad (3)$$

$$bn = \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{s}{t}\right)^2 + (2n)^2}} - \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{2s}{t}\right)^2 + (2n)^2}}$$

E : 電位差, I : 電流, l = 被測定体の長さ,

W: 被測定体の板幅, t : 被測定体の板厚,

S: 端子間距離 $=s_1=s_2$

本実験のクリープ損傷検出の場合, 後述のように, ρ の絶対値を知る必要はなく, クリープ試験前の抵抗率 ρ_0 と試験後の抵抗率 ρ_x の比($=R_\rho$)が検出できれば良い. 同一部品の同一部分を, 同一温度, 同一端子間距離で測定した場合, 式(1)のC, FおよびIは一定であるので,

$$R_\rho = \frac{\rho_x}{\rho_0} = \frac{E_x}{E_0} = R_E \quad (4)$$

ただし, E_0 : クリープ試験前の電位差

E_x : クリープ試験後の電位差

R_E : 電位差の比

となり, 抵抗率の比 R_ρ は電位差の比 R_E によって得られる. Fig. 2の(a), (b)に示す棒状の試験片の場合, 抵抗率を求める式(1)は次の式のように簡略化できる.

すなわち,

$$\rho = \frac{E}{I} \cdot \frac{A}{S} \cdot F \quad (5)$$

ただし, A: 断面積, S: 測定端子間距離

F: 厚さの補正係数

ここで, I, FおよびSを一定として抵抗率の比をとると,

$$R_\rho = \rho_x / \rho_0 = \frac{E_x}{E_0} \cdot \frac{A_x}{A_0} \quad (6)$$

となり, R_ρ は電位差比と面積比との積で表すことができる. 本実験で用いた試験片の場合, 断面積が小さく, ρ に及ぼす断面積変化の影響が大きいこと, クリープ試験前の試験片とクリープ試験後の試験片とは別個の試験であり, 断面積にわずかな変化がありうることから, 式(6)を用いて, R_ρ を求めることにした.

3.2 クリープ損傷の計測結果

ここでは, 材料損傷に対する評価技術の基礎研究の一例としてクリープ損傷について検討した結果を述べる. Fig. 5は試験温度550℃におけるクリープ損傷と電気抵抗率比 R_ρ との関係を示す. この図によれば電気抵抗率比は加熱時間が長くなるにつれて低下する傾向にある. また, 応力負荷材の方が無負荷材より低下は大きく, その差は1.5%である. これが損傷によってもたらされた差であると考えられる.

すなわち, 無負荷の部分の試験材と応力が負荷されている部分の試験材との抵抗率比 R_ρ の差を求めることによってクリープ損傷が求められる. なお, このクリープ損傷の評価技術の開発研究については次報(第2報)で詳細に報告する.

Fig. 5. Relationship between creep damage ϕ_c and ratio of electric resistivity R_ρ .

4 実機測定方法の検討

実験室に行う場合, 試験片の寸法や測定温度など, ほぼ同一にできるため先に示した式(4)や(5)で抵抗率の比(R_ρ)が容易に求められるが, 実機など大型部品の測定の場合, 使用前および使用後の測定では時間的に差があるため, 測定温度や電流値などに相違が生じる恐れがあり, 単に同一部分の前後の測定値の比較では正確な値は求められない.

Fig. 6は上記の観点から, 測定温度や電流値に相違があっても材料の R_ρ の変化が求められる方法を示したものである. この方法は, 部品と同一材料で, 使用前の部品と同一の抵抗率 ρ_0 をもつ基準材を用いて, 使用後の抵抗率 R_ρ を求めるものである. その関係式を式(7)に示す.

$$\begin{aligned} \frac{\text{(使用後の部品と基準材の抵抗率比)}}{\text{(使用前の部品と基準材の抵抗率比)}} &= \frac{\left(\frac{\rho_x}{\rho_0} \right)}{\left(\frac{\rho_0}{\rho_0} \right)} = \frac{\left(\frac{\pi \cdot \frac{E_x}{I_x} \cdot ax}{\ln_2 \cdot \frac{e_x}{I_x} \cdot a_0} \right)}{\left(\frac{\pi \cdot \frac{E_0}{I_0} \cdot ax}{\ln_2 \cdot \frac{e_0}{I_0} \cdot a_0} \right)} \\ &= \frac{\left(\frac{E_x}{e_x} \right)}{\left(\frac{E_0}{e_0} \right)} = \frac{\rho_x}{\rho_0} = R_\rho \quad (7) \end{aligned}$$

Fig. 6. Measuring method of actual structure material.

ここで, ρ_0 : 使用前の部品および基準材の抵抗率
 ρ_x : 使用後の部品の抵抗率
 a_0 : 基準材の寸法および端子間隔に関する補正係数
 a_x : 部品の寸法および端子間隔に関する補正係数
 e_0 : 使用前測定時の基準材の電位差
 e_x : 使用后測定時の基準材の電位差
 E_0 : 使用前測定時の部品の電位差
 E_x : 使用后測定時の部品の電位差

すなわち, 使用前の状態では部品と基準材の電位差比 (E_0/e_0) を求めさらに, 使用後の部品と基準材との電位差比 (E_x/e_x) を求めて, それらの比をとることによって, 使用前後の部品の抵抗率の比 $\rho_x/\rho_0 = R_\theta$ が求められることを示している. この式の適用条件としては

- (1) 基準材は部品の使用前の値と同一の抵抗率および同一の温度係数をもつこと
- (2) 基準材と部品 (測定材) とを同一温度で測定すること
- (3) 電位差測定端子間隔は常に一定であること
- (4) 部品の測定位置は使用の前後で同一であることが必要である.

また, 式(1)ですでに示したように4端子電位差法では電位差 E に対して, 板厚 t の影響が含まれる. したがって, 使用中の酸化や点検時の研削等により板厚が減少し, 電位差測定値 E に影響を与える可能性があり, 多少の減少があっても E に変化を与えない端子間隔に設定しておく必要がある. Fig. 7 は試験材の長さ 400 mm, 板幅 300 mm で板厚 t を 10~100 mm に変え, 給電端子間 $s_0=18$ mm, 測定端子間 $s_2=8.5$ mm の検出端子を用いて (給電電流 10 A), 板厚 t の影響を検討した結果である. 板厚 t 100 mm の場合を基準にしてあるが, s_0/t が 0.5 以上で著しく E が増加することがわかる. この実験結果によれば板厚減少による電位差値の変化の少ない給電端子間隔は s_0 は $s_0 \leq 1/3 \cdot t$ とする必要がある.

5 結 言

高温で使用する場合に問題となる材料損傷 (クリープ損傷) の診断技術について検討した. その結果を要約すると次の通りである.

- (1) 高温における材料の経時変化 (クリープ損傷) は電気抵抗法によって計測できる見通しを得た.
- (2) 電気抵抗はマイクロコンピュータ制御により基準材と試験材とを交互に繰返し測定することによって熱起電力によるばらつきの低減化や電気抵抗率の平均

Fig. 7. Effect of thickness on output voltage.

化が容易にでき, 高精度 (抵抗率比の分解能 10^{-4}) で計測できることを明らかにした.

(3) 材料の組織変化を計測するには, 使用前の材料を基準材としてその抵抗率 ρ_0 と使用後の材料の試験材 ρ_x との比 ($R_\theta = \rho_x/\rho_0$) を求めることによって推定できることを明らかにした. また, 実機プラントを対象として, 大型試験材による検討を行い, 板厚 t と給電端子間隔 s_0 との関係を明らかにした. その関係式は $s_0 \leq 1/3 \cdot t$ である.

(昭和56年12月7日 第19回高温強度シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 牧野孝之, 非破壊検査, **14**, 429 (1965).
- 2) E. P. Papadakis, J. Appl. Phys., **34**, 265 (1963).
- 3) 磯野英二, 鉄と鋼, **55**, 916 (1969).
- 4) F. M. Smith, The Bell System Technical Journal, No. 3, p. 711 (1958).
- 5) L. B. Vales, Proceeding of the I. R. E., No. 2, p. 420 (1954).
- 6) ジョン・ウルフ, “材料科学入門Ⅳ” (19) 岩波書店.
- 7) 桐原誠信, 志賀正男, 吉岡孝利, 第19回高温強度シンポジウム前刷, p. 20 (1981).