熱過渡負荷を受けた構造物の微小硬さ計によるミクロき裂の検出*

川崎 弘嗣^{*1}, 奥 達雄^{*2}Detection of Micro Cracks in a Model Structure
under Thermal Transient Loading by Micro Indentation TestHirotsugu KAWASAKI^{*3} and Tatsuo OKU^{*3} O-arai Engineering Center, Japan Nuclear Cycle Development Institute,
4002, Narita, O-arai, Ibaraki, 311-1393 Japan

The micro hardness testing machine was applied to detect micro cracks on the model vessel under cyclic thermal transient with creep and fatigue. Micro hardness by the micro indentation test was measured along thickness of the model vessel. The micro hardness value decreased in the region of intergranular cracks from surface of the vessel and increased near the crack tip in comparison with no crack region. The decrease of micro hardness value in the crack region corresponded to creep-fatigue damage $D \geq 1$ under the cyclic thermal transient, where the creep-fatigue damage was calculated by the linear damage fraction rule. The micro indentation method was applicable to the detection of micro cracks.

Key Words: Hardness, Creep, Fatigue, Micro Crack, Micro Indentation Test, Thermal Transient, Creep-Fatigue Damage

1. 緒 論

原子炉構造物は、原子炉の起動・停止に伴って温度変動を生じ、その結果、熱応力の繰り返しを受けると考えられる。例えば、高速増殖炉(FBR)では、起動・停止に伴い、冷却材であるナトリウムの温度変動がもたらす熱過渡の繰り返し(熱疲労)、および定常運転中のクリープが重畳するクリープ疲労によって構造材料に損傷劣化が生じる。このようなプラントの余寿命を診断するため、寿命初期の段階から損傷劣化を検出する方法の開発を行っている。

これまで、ミクロレベルからの損傷を破壊・非破壊的に検出する方法として、高周波超音波を用いた非破壊検出方法を用いて、クリープ疲労損傷に対応する信号変化の検出を行ってきたが⁽¹⁾、材料の破損に至るき裂の検出に関しては、ミクロンオーダーの微小き裂の発生・進展のみを抽出して計測するには至っていない。そこで、ミクロき裂を検出するための非破壊的検出方法として、微小硬さ計による計測を試みた。

微小硬さ計を用いた検出法は、これまでに、強度評価^{(2)~(5)}や残留ひずみを計測する研究⁽⁶⁾等がなされている。このように、ミクロレベルの領域で結晶粒界の残留ひずみの状態等を検出できれば、き裂の発生・進展に伴うひずみ集中やひずみの解放現象の痕跡を、微小硬さの変化量として計測できる可能性がある。

そこで本研究では、ナトリウム中で熱過渡の繰り返しによるクリープ疲労負荷を受けた構造物について、ミクロき裂の発生・進展の検出を行うため、微小硬さ計の適用性を検討した。

2. 試験方法

2・1 供試材

本研究に用いた構造物の試験体は、図1に示すように、溶接継手を随所に盛り込んだ容器型のモデルであり、二重の容器構造になっている。この試験体は、構造物強度確性試験装置(TTS)と呼ばれる熱過渡を与える試験装置により、高温と低温の液体金属ナトリウムを繰り返し流動させて、クリープ疲労による損傷を与えたものである。よって、熱過渡は流動ナトリウムの接液面である外側容器の内面と内側容器の外表面から与

* 原稿受付 1999年4月19日。

^{*1} 正員, 核燃料サイクル開発機構大洗工学センター(〒311-1393 茨城県東茨城郡大洗町成田町4002), 茨城大学大学院。^{*2} 正員, 茨城大学工学部(〒316-8511 日立市中成沢町4-12-1)。

E-mail: kawasaki@oec.jnc.go.jp

Fig. 1 Welded vessel model for thermal transient strength test (TTS model).

えられるが、内側容器の内側も緩やかではあるが滞留ナトリウムの温度変化による熱過渡を受ける。熱過渡負荷の方法は、600℃のナトリウムを試験体の上部ノズルから与えた後、250℃のナトリウムを与え(コールドショック)、60分保持する。その後、再び600℃のナトリウムを与え(ホットショック)、120分保持することで1サイクルの熱過渡が終了する。試験体には、このような熱過渡負荷を1055サイクル与えてある(7)。

この試験体の材料は、外側容器はSUS304、内側容器は、胴部の縦半分がSUS304で残り縦半分が通常のSUS316に比べ低炭素で窒素を添加した高速炉構造用の316FRである。

測定に用いた試料は、TTS試験体の試験前(受入材)と試験後(損傷材)における内側容器のSUS304と316FRの母材部からそれぞれ採取した。なお、微小硬さ測定用の試料には、表面性状や表面加工層の影響を取り除く必要があることと、結晶粒界を現出させる必要があることから、通常結晶粒界の組織観察に用いているエッチングを施した。

2・2 微小硬さ測定方法

微小硬さ測定に用いた試験装置は、微小表面材料特性評価システムM Z T-4(株)アカシ製)で、試料表面にダイヤモンド圧子を押し込み、この時の押し込み荷重と押し込み深さを連続的に計測するものである。圧子は、ピッカース硬さとの対応関係が得られているものとして、軸心に対する面角が68度の三角錐圧子を用いた。

Fig. 2 Load-depth diagram in micro indentation test.

微小硬さ測定から得られる計測データは、圧子の負荷と除荷の過程における押し込み荷重 F と押し込み深さとの連続データである。本試験で用いた圧子押し込み試験の方法は、図2に示すように、圧子が試料に接触した後、初期(基準)荷重 F_0 を負荷し、そこを零点として負荷(設定)荷重 F_m まで負荷した後保持し、再び初期荷重まで除荷して、最大押し込み深さ h_m を求めるものであり、微小硬さ H は次式で求められる。

$$H = K \cdot (F_m^2 - F_0^2)^{1/2} / h_m^2$$

ここで、 K は圧子形状による定数で、本試験で使用した三角錐圧子の場合 $K=2.972$ である。

2・3 微小硬さ試験条件

微小硬さ試験を行うにあたり、圧子の負荷による押し込み深さが微小になるにつれ、表面粗さや表面加工層の影響がでて硬さ値に影響を与えるため(8)、安定した領域で測定を行うための試験条件を設定した。

初期荷重 F_0 は、負荷荷重 F_m に対する初期荷重の比(F_0/F_m)で10%以上に設定すれば安定した値が得られたため、初期荷重を負荷荷重の20%に設定した。

圧子押し込み速度は、遅くすると微小硬さ値はやや低下する傾向がみられるが、 $0.01 \sim 10 (\mu\text{m}/\text{sec})$ の範囲でその変化は極めて小さく、速度依存性はほとんどないといえることができたため、 $0.1 \mu\text{m}/\text{sec}$ に設定した。

圧子保持時間は、1sec、5sec、20secと変化させたときの微小硬さ値に影響は認められなかったため、試験時間の効率を考慮して、1secに設定した。

微小硬さ試験においては、負荷荷重が小さい程圧痕は小さく、微小領域の計測に有利である。しかし、低荷重になると、表面粗さや圧子先端の先鋭程度等に影響され、計測される微小硬さ値は急激に増加する傾向を示す(2)。そこで、負荷荷重を変化させて微小硬さ値を調べた結果、本試料の場合、49mN以上の荷重であれば安定した微小硬さ値が得られることがわかった。ま

た、その時の圧痕は、三角錐の一边が5ミクロン程度の大きさであり、結晶粒の大きさ数十ミクロン程度を考えれば、粒内の硬さ測定が十分可能である。よって、負荷荷重は49mNに設定した。

3. 試験結果および考察

3・1 熱過渡によるき裂の発生形態

供試体である内側容器の板厚方向の縦断面に沿って、き裂の発生状況を光学顕微鏡により調べた結果を図3に示す。内側容器の外表面は、温度変動するナトリウムに直接接していることから熱過渡が厳しいと予想され、SUS304については深さ数百ミクロン程度の粒界き裂が、316FRについては数十ミクロン程度の微小な粒界き裂が複数見られた。なお、316FRの微小き裂は、表面からの液体浸透探傷検査(P T)では存在が見つからない大きさである。内表面は、滞留するナトリウムに接しているため外表面よりは熱過渡によるひずみの発生は小さいと予想され、両鋼種ともき裂発生には至っていない。また、板厚内部は、表面よりもさらに熱過渡によるひずみの発生は小さいと予想され、内部き裂は認められなかった。

図4は、両鋼種について上記き裂を定量的に比較するため、外表面近傍に観察されたき裂の深さを測定したものである。測定範囲は容器の各々の母材部において、軸方向に長さ約50mmの範囲であり、平均粒径は約 $50\mu\text{m}$ 、計測した粒界数はおおよそ1000個である。その結果、SUS304母材部のき裂深さは、平均0.059mm、最大0.56mm程度に対し、316FR母材部のき裂深さは、平均0.016mm、最大でも0.04mmであり、SUS304に比べて一桁小さくき裂は浅い。

Fig. 3 Observed micro cracks on cross section of vessel model.

Fig. 4 Observed number of micro cracks on cross section of vessel model.

以上のことから、同条件で受けた熱過渡負荷によるクリープ疲労損傷は、き裂深さの観点からみて316FRの方が小さく、また、き裂の発生は熱過渡が最も厳しいと考えられる外表面で一面に多数観察され、き裂は粒界に沿って発生した粒界き裂であることを確認した。

3・2 微小硬さによるマイクロき裂の検出

(1) 受入材の微小硬さ特性

熱過渡試験による損傷材の微小硬さを受入材と比較するため、受入材の微小硬さ H_{as} について、外表面からの深さに対する変化を調べた。その結果、図5に示すように、微小硬さは板厚内部ではほぼ一定の値であるが、表面近傍では大きくなった。これは製作時の加工硬化の影響が考えられるので、損傷材の微小硬さ特性は、受入材のこのような分布を考慮に入れる必要がある。

(2) 損傷材の微小硬さ特性

熱過渡試験による損傷材の微小硬さ H を外表面からの深さに対して調べた結果、受入れ材同様、表面近傍で大きな値となる様子を示した。よって、損傷材の硬さ値が表面で大きいのは有意であるかどうかを調べる

Fig. 5 Micro hardness of as-received material.

ため、受入材の微小硬さ値 H_s （ただし、受入材は粒界が明瞭にでないため、母相の測定値である）に対する損傷材の微小硬さ値 H との比（ H/H_s ）を、損傷材の粒界と母相とでそれぞれ求めた結果を図6に示す。微小硬さ値は、表面近傍で若干大きくなり、表面でやや低下する傾向がみられ、損傷材の表面近傍での硬さ値の変化は有意であったことを示している。

熱過渡による損傷により、SUS304は外表面（板厚0mmの測定位置、正確には表面から深さ数十ミクロンの位置）で微小硬さ値が大きく低下しているが、これは数百ミクロンの深さのき裂が存在している領域である。この表面近傍の急激な硬さ変化は、塑性ひずみの繰り返し硬化が主因と考えられる。一般にオーステナイト系ステンレス鋼では、疲労により繰り返し硬化現象が観察され、ナトリウム中疲労の材料試験でも繰り返し硬化は見られる⁽⁹⁾。このため、表面近傍では熱過渡の繰り返しによりひずみ振幅も大きいため、塑性ひずみの繰り返し硬化が生じ、き裂先端付近は硬さ値の上昇となって現れたと見られる。この硬化により、蓄積されたひずみの一部は残留ひずみとなって、これがき裂化により解放されたため、硬さ値は低下したと考えられる。一方、316FRは、外表面からの深さに対する微小硬さ値の変化はほとんど認められないが、SUS304同様表面付近でやや低下している。特に、外表面（板厚0mmの測定位置、正確には表面から深さ数十ミクロンの位置）での測定値の低下は、内表面（板厚20mmの測定位置）での低下よりやや大きく、き裂の存在する深さにはほぼ相当する位置であることから、ひずみの解放が硬さ値に現れたと考えられる。内表面は、両鋼種ともき裂には至っていないものの、微小硬さ値は表面近傍で若干増加し、表面でやや低下する。滞留ナトリウムとはいえ、その緩やかな温度変動による熱過渡の繰り返しの損傷を受けることによる材質劣化を反映してい

(a) SUS304

(b) 316FR

Fig. 6 Micro hardness of damaged material.

るものと考えられる。結晶粒界の近傍と結晶粒内（母相）の微小硬さ値の比較においては、大きな相違はないが、き裂の存在する外表面で、粒界近傍の方が比較的大きな低下を示している。

以上の結果から、マイクロき裂の発生は、微小硬さ値の急激な変化により推定できるという見通しが得られ、き裂の存在する領域の結晶粒でも母相と粒界付近とでは硬さ値が異なることが示唆された。また、き裂の先端から板厚内部にかけての領域に見られるような金属組織変化が起こっていると考えられる損傷に関しては、微小硬さ値から損傷変化量を計測するにはばらつきが大き過ぎ、困難であると考えられる。

3・3 微小硬さによるき裂近傍の評価

前項で、微小硬さ値はき裂の発生領域と対応関係があることが示唆されたため、さらに詳細に調べた結果を図7に示す。両鋼種とも、外表面からき裂近傍に沿って計測した微小硬さ値は、き裂閉口部に近づくに従っていずれも増加し、やがて母相の値に近づいてくる。測定点は、一つの結晶粒における粒界近傍と母相（粒内中央部）とのペアの測定値であることから、母相における測定値のばらつきを考慮しても、き裂化領

(a) SUS 304

(b) 316FR

Fig. 7 Micro hardness along on the crack depth.

域の微小硬さ値は有意な差を示している。このように、表面からき裂が発生してき裂化した領域では、ひずみの解放を反映して微小硬さ値は大きく低下すると考えられる。

3・4 微小硬さによる結晶粒内の評価

3・2項で示されたように、一つの結晶粒内でも硬さ値は異なっていたことを詳細に調べるため、結晶粒内の微小硬さの分布を調べた。その結果を図8に示す。ここで、微小硬さの特性値は、き裂が観察された

Fig. 8 Micro hardness on grain.

SUS304の外表面から1mm付近（き裂先端付近）において10個の結晶粒界を調べ、各々の結晶粒間のばらつきを排除するため、測定値は結晶粒の中央付近の値を H_0 とした比 H/H_0 で示した。微小硬さ値は、粒界面に近づくとき大きくなり、粒界面から数ミクロンの位置では、結晶粒内の値に比べて大きいもので1.2倍程度硬い。この硬化は、熱過渡の繰り返しによる損傷はあまり受けていないと考えられる板厚中央付近における粒界近傍の硬さ値のデータバンドと比べると、明らかに大きい。よって外表面に近い粒界き裂先端近傍ではひずみ振幅が大きいため塑性ひずみの繰り返し硬化も大きく、受け入れ材の母相の硬さ値と比べれば、図6(a)からも粒内の硬化は見られるが、粒界近傍でより硬化が大きい。

以上の結果から、粒界き裂の先端付近では、粒内より粒界の方が硬化は大きく、いったんき裂が発生すると前項で示したように繰り返し硬化による粒界近傍の残留ひずみは解放されることが推測される。よって、粒界き裂が発生するような領域は、結晶粒内の微小硬さ特性を調べ、その変化量からき裂発生 の推定が可能であることがわかった。このことは、き裂の発生・成長が生じるような損傷状態を推定する際に、結晶粒の微小硬さを調べることで、き裂発生の前兆が推定できることを示している。本方法は、損傷変化が連続的に見られる切断面を測定したが、構造物表面から測定する方が現実的であり、その場合も時系列的な計測により、粒界き裂発生は同様な推定が可能である。

3・5 クリープ疲労損傷値と微小硬さの関係

本研究で用いた試料は、熱過渡の繰り返し負荷による損傷はクリープ疲労損傷を受けたものであるため、その負荷条件から解析的なクリープ疲労損傷評価を行い、微小硬さ値との対応を調べた。ここでクリープ疲労損傷の計算は、まず、汎用非線形構造解析システム

Fig. 9 Evaluated creep-fatigue damage under thermal transient loading.

Fig. 10 Relationship between micro hardness and creep-fatigue damage.

コードFINASを用いたFEM解析により、外表面からの深さ方向の応力ひずみ解析を行い、熱過渡により表面で温度が最大（ホットショック）もしくは最小（コールドショック）となる時点の応力ひずみ関係から板厚内のひずみ分布を求めて、線形損傷則に基づくクリープ疲労評価法により損傷値を算出した結果を図9示す。SUS304のクリープ疲労損傷値Dは、熱過渡の最も厳しいと考えられる外側表面で1.15程度を示し、内側表面では0.9程度、板厚中央付近ではほぼゼロとなる分布を示す。316FRの場合も、同様な分布を示しているが、外側表面で1程度、内側表面で0.7程度であり、同じ負荷を受けているもののSUS304よりクリープ疲労損傷は小さく、材料としては強度的に有利である。

図10に示すように、微小硬さ値とクリープ疲労損傷値との比較においては、微小硬さ値は全体的にばらつきがあり、き裂が発生していない板厚内部では計算される損傷分布に対応した明瞭な変化は認められなかったが、き裂が発生している表面近傍では、き裂先端付近で大きな値を示したものが、き裂部分で急激に低下しており、この領域で損傷値Dは1以上である。

以上のことから、微小硬さ値は、粒界に析出物が発生する等のき裂発生にはまだ至らない金属組織変化の

みが生じているような領域では、そのばらつきの大きさから変化量を見いだすのは困難であるため、クリープ疲労損傷値との対応関係は得られなかったが、クリープ疲労損傷値が1程度になるとマイクロき裂の発生による微小硬さ値の低下との対応が得られた。

4. 結 論

熱過渡の繰り返しを受けた構造物のマイクロき裂発生を計測する方法として、微小硬さ計を用いる方法を検討した。押し込み荷重49mNとして結晶粒界に発生したマイクロき裂付近の微小硬さ特性を調べた結果、次の結論が得られた。

- (1) 微小硬さ値は、き裂の発生している所とき裂先端近傍において、顕著な差を示した。
- (2) この微小硬さ値の変化は、塑性ひずみの繰り返し硬化により、き裂先端近傍でのひずみの蓄積で増加し、き裂発生部で残留ひずみが解放され減少すると推測された。
- (3) 結晶粒内よりも粒界近傍の方が微小硬さ値は大きく、粒界き裂の発生する前兆を微小硬さの変化で計測可能である。
- (4) き裂の発生していた領域は、クリープ疲労損傷の計算値Dがほぼ1以上であり、き裂による微小硬さ値の低下と対応が得られた。

したがって、微小硬さ計を用いて結晶粒界の微小硬さを計測することにより、き裂発生の前兆からマイクロき裂を計測することが可能である。

文 献

- (1) 川崎, PNC TN9410 96-288 (1996)
- (2) 稲村・鈴木, 生産研究, 42-4 (1990), 257-260
- (3) 鈴木・稲村・太田・香山, 生産研究, 42-5 (1990), 287-289
- (4) 奥・太田・衛藤・黒田・田那村, 炭素, No.156 (1993), 15-21
- (5) W.C. Oliver, G.M. Pharr, *J. Mater. Res.*, 7-6 (1992), 1564-1580
- (6) 石原・奥, 日本機械学会論文集A編, 62-602 (1996), 119-123
- (7) M. Kikuchi, H. Umeda, *Abstract Proceedings of the VIII International Congress on Experimental Mechanics* (1996), 114-115
- (8) 渋谷・谷山・富田・安達, 材料, 46-8 (1997), 839-899
- (9) 加藤・小峰・平野・和田, 材料, 37-414 (1988), 330