

原子燃料工業(株) 正 ○青木豊和 原子燃料工業(株) 磯部仁博

1. 緒言

原子カプラントの高経年化に伴い、材料劣化評価手法の開発は今後さらに重要になることが予想される。現在まで各種破壊・非破壊的手法により材料劣化評価が試みられており^{[1][2]}、磁気的手法も有望視されている。しかしながら各種磁気的手法を用いて測定された信号と材料劣化(金属組織変化)との対応は十分には議論されていないのが現状である。本研究では超高感度低温 SQUID(Superconducting Quantum Interference Device) 磁束計を用いて、原子力構造材のミクロな金属組織の変化に伴う磁気的物性の変化を評価した。

2. 実験

本研究で用いた SQUID 磁束計は、磁気シールドを使用せずに測定が可能な 1 次微分型グラディオメータであり、一般に測定時に磁気シールドが必要なマグネトメータではない。1 次微分型グラディオメータは 2 個の検出コイル間の磁束の勾配(差分)を測定するため、遠方で発生した磁場はキャンセルされ基本的には出力に影響しない。

SQUID 磁束計測定システムの概念図と仕様を図 1 及び表 1 に示す。

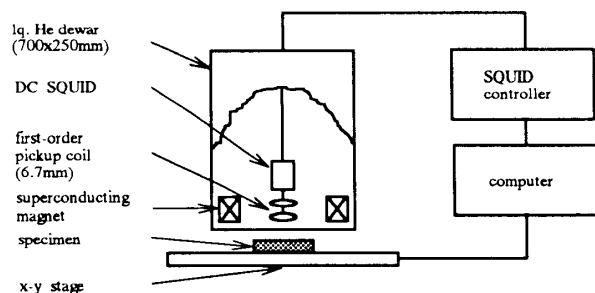


Fig. 1 Low Tc SQUID gradiometer system

Table 1 Specification of low Tc SQUID gradiometer system

pick-up coil	first-order gradiometer coil (6.7 ϕ coil +6 turn, -6 turn)
lift off	8 mm
SQUID sampling rate	100 Hz
current of AC superconducting magnet	1A ($\sim 1 \times 10^{-4}$ T at 8 mm below AC magnet)
frequency of AC superconducting magnet	1 Hz

SQUID 磁束計による磁束の測定は、図 1 の x-y ステージに置いた試験片に対して超伝導マグネットにより交流磁場を加えながら行った。測定時の出力

信号の例を図 2 に示す。図 2 の横軸は超伝導マグネットに流れる交流電流を、縦軸は SQUID 出力電圧を示すが、磁気的物性評価は図 2 中のスロープ値の材料劣化に伴う変化を検出することにより実施した。このスロープ値は測定中の試験片表面付近における交流磁場が $\sim 1 \times 10^{-4}$ T 程度であるため、初磁化率に対応するパラメータである。但し縦軸はあくまで 1 次微分型グラディオメータの出力であるため、初磁化率そのものではない。

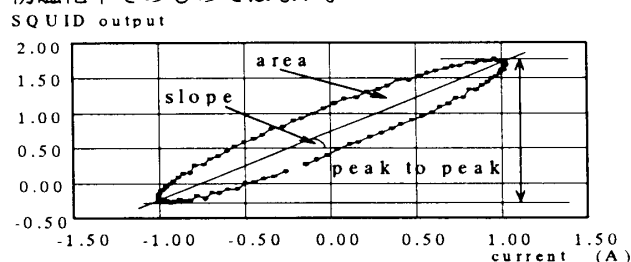


Fig. 2 Typical output signal of SQUID gradiometer

なお試験体の SQUID 磁束計のスロープ値の変化の意味については、図 3 に示す軸対称 3 次元モデルを用いて考察した。図中の記号の意味は次の通りである。 D_1 : 超伝導マグネット外径、 D_2 : 超伝導マグネット内径、 C_1 : 下部コイル中央の位置、 C_2 : 上部コイル中央の位置、 I : 超伝導マグネット電流、 H : 超伝導マグネットコイル高さ、 L : リフトオフ、 T : 試験片厚み、 μ : 透磁率、 ρ : 抵抗率。またこのモデルでは試験片は r 方向には無限である。図 3 のモデルを用いれば、スロープ値は近似的に

スロープ値 = $(B(C_1) - B(C_2)) / I \cdots (1)$
で表すことができる。但し $B(C_1)$ と $B(C_2)$ はそれぞれ C_1, C_2 における磁束密度である。

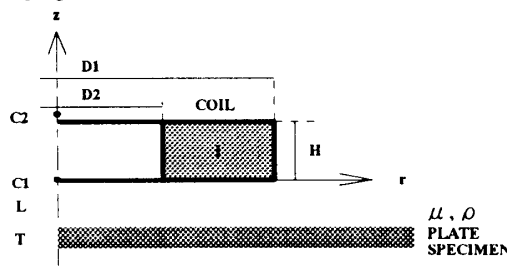


Fig. 3 Geometrical definition of SQUID gradiometer model

このモデルにより強磁性体でないインコネル 600 のような材料が塑性変形を受ける場合、塑性変形に伴う μ の変化は僅かであるため SQUID の出力はほぼニアに変化することが分かっている。

本研究ではインコネル 600 合金の残留歪み、及び

炭素鋼の疲労により発生したミクロな金属組織の変化に伴う磁気的物性値の変化を SQUID 磁束計で評価した。

3. 試験結果と考察

3.1 インコネル600材の残留歪みの評価

Ni 基合金であるインコネル 600 材の引張試験片 4 本を焼きなまして転位密度を $10^8 / \text{cm}^2$ のオーダとし、その後引張試験によりそれぞれ ~0.2、2、4、8 % の残留歪を加え、引張試験前後の SQUID 磁束計スロープ値の変化を評価した。その結果を図 4 に示す。

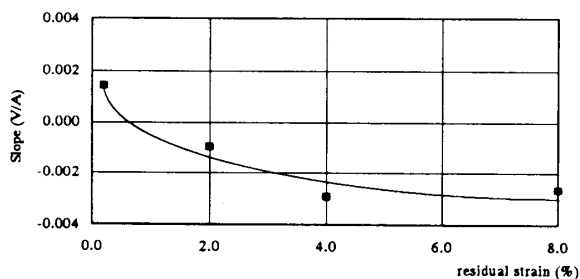


Fig.4 SQUID evaluation of residual strain of Inconel 600

これより残留歪みの増加に伴いスロープ値が減少する傾向にあることがわかる。また残留歪みを加えたインコネル合金に対して、破壊試験により転位密度を測定した結果を図 5 に示す。

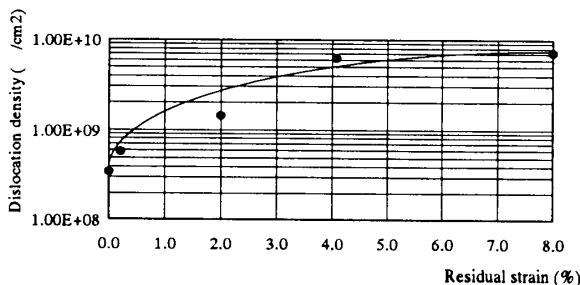


Fig.5 Dislocation density of strained Inconel 600

単結晶強磁性体については転位密度と初磁化率には以下の関係があることが知られている^[3]。即ち転位密度の増加により磁化率が減少することが知られている。

$$\chi_0 \propto 1/\sqrt{D} \dots \dots (2)$$

χ_0 : 初磁化率

D : 転位密度

(2)式の関係が強磁性体でない多結晶実用材料のインコネル合金に成立するかを評価するために、転位密度とスロープ値(初磁化率に対応)との関係をグラフに示したものが図 6 である。これよりスロープ値は(転位密度)^{-1/2}と直線関係があり、式(2)の関係が強磁性体でない多結晶材についても成立する可能性が示唆され、スロープ値の減少傾向には歪付与による転位密度の増加に伴う、初磁化率の減

少が影響していると考えられる。

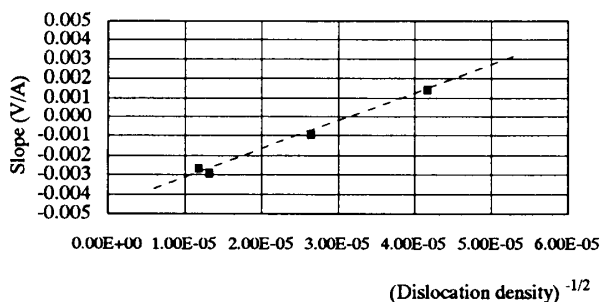


Fig.6 Relation between slope value and dislocation density of strained Inconel 600

3.2 炭素鋼の疲労の評価

炭素鋼 S45C 加工材に疲労(応力振幅: 17.5 kgf/mm²、平均応力: 17.5 kgf/mm²)を加え、破断に至るまでの間に適時 SQUID 磁束計により物性変化の評価を行った結果を図 7 に示す。スロープ値は初期に増加しその後減少傾向にある。本試験は加工材に対して実施したものであるため、初期の残留応力緩和、その後の歪の蓄積がスロープ値(初磁化率に対応)の変化の原因となったと考えられる。

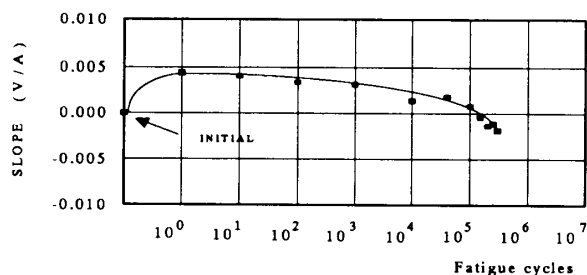


Fig. 7 Change in slope value of carbon steel during fatigue

4. まとめ

残留歪み及び疲労を加えた原子力構造材に対して、超高感度 SQUID 磁束計を用いて磁性と塑性の関係を評価した。試験結果よりこれまで磁性と塑性の関係が研究されていた単結晶強磁性体以外の実用材に対しても転位密度と初磁化率の相関が得られた。

参考文献

- [1] A.J. Allenn, D.J. Buttle, C.F. Coleman, F.A. Smith and R.L. Smith, EPRI NP-5590, Project 2614-9 (1988)
- [2] G. Dobmann, N. Meyendorf and E. Schneider, *Nondestructive characterization of materials - A growing demand for describing damage and service-life-relevant aging processes in plant components*, Nuclear Engineering and Design Vol.171(1997), pp.95-112.
- [3] H.Kronmuller, *Magnetic techniques for the study of dislocations in ferromagnetic materials*, International Journal of Nondestructive Testing, Vol.3, (1972), pp.315-350.