

+- 同時計測陽電子寿命測定法による SUS316 鋼の非破壊的疲労評価

大阪大学・工・マテリアル科学専攻 白井泰治、Prasert Chalermkarnnon、荒木秀樹

1. 緒言

原子力発電所の一次系配管等に多く用いられるステンレス鋼 SUS316 について、蓄積される疲労による損傷度を非破壊的に評価するため、新しく開発した +- 陽電子寿命測定法<sup>(1)</sup>を適用した。疲労損傷については、初期亀裂が発生するまでの潜伏期間が長く、亀裂の進展は速い。そのため、潜伏期間における疲労の蓄積程度を把握することが重要となる。陽電子消滅法<sup>(2),(3)</sup>は、塑性変形による転位や空孔などのミクロ組織の変化に敏感であることから亀裂発生前の疲労蓄積程度を非破壊的に評価するための手法として有望と考えられる。

消滅線のドップラー幅広がり測定を用いた陽電子消滅法によって、ステンレス鋼 SUS316 の非破壊的疲労損傷度評価が可能であることは既に報告されている<sup>(4)</sup>。相対変化量で評価するドップラー幅広がり測定と違って、陽電子寿命測定法は陽電子寿命の絶対値そのものが物理量であり、そのため材料中の格子欠陥の種類とその量が独立に評価できる。そこで、ドップラー幅広がり測定より得られる情報量が多くかつ正確である陽電子寿命測定を用いれば、疲労損傷度を非破壊的に精度よくその場評価ができると考えられる。

従来の陽電子寿命測定 (- 同時計測法) においては、通常は2枚の試験片で陽電子線源をサンドイッチして密着させる必要がある。その上線検出器に2本の光電子増倍管が必要であることから、現場で非破壊測定に用いることは極めて困難である。しかし、我々が新しく開発した +- 陽電子寿命測定法<sup>(1)</sup>を用いれば、陽電子線源と試料を分離することが可能となり、非破壊・非接触測定を実現することができる。

本研究では、+- 陽電子寿命測定法によりステンレス鋼 SUS316 の疲労評価を行ない、さらにその測定装置を改良し、稼働中の機器の重要部材の損傷度評価を現場で正確に診断することが可能な可搬型の非破壊材料評価装置の開発を試みた。

2. 実験方法

本実験で用いたステンレス鋼 SUS316 疲労試験材料の化学成分、溶体化処理条件、母材形状と機械的性質をそれぞれ Table 1 と Table 2 に示す。この材料より Fig.1 に示す丸棒試験片を製作し、室温にて以下に示す疲労試験を行なった。試験片平行部は機械加工後、エメリ紙の 1000 番まで長手方向に研磨した。疲労試験前の未損傷の試験片を標準試料として陽電子寿命測定を行なった。

疲労試験は完全引張圧縮荷重制御またはひずみ制御で、室温大気中にて行なった。荷重制御試験では応力振幅 220 MPa、周波数 1.7 Hz の正弦波、ひずみ制御試験では全ひずみ振幅 0.31%、ひずみ速度 0.4%/s の三角波とした。荷重制御試験およびひずみ制御試験についてそれぞれ破断まで行ない、破断繰り返し数  $N_f$  を求めた。次いで、繰り返し数を  $N$ 、疲労寿命比を  $N/N_f$  とし、いくつかの  $N/N_f$  に相当する途中止め試験片を製作し、中央部を切断して陽電子寿命測定を行なった。

本研究では、透過型アバランシェ・フォトダイオードを用いて新しく開発された +- 同時計測陽電子寿命測定法<sup>(1)</sup>を適用した。Fig.2 にその装置のブロック図を示す。陽電子線源は 1.8 MBq の <sup>68</sup>Ge 密封線源を用いた。線源から放射された陽電子はアバランシェ・フォトダイオードを透過しスタート信号を与えた後、試料に入射し試料内で消滅して2本の消滅線を放出する。この消滅線をストップ信号とし、スタート信号との時間差測定により陽電子寿命スペクトルを得る。本装置の時間分解能 (Full Width at Half Maximum, FWHM) は約 220 ps という優れたものであった。

本実験で測定された陽電子寿命スペクトルについて RESOLUTION<sup>(5)</sup>あるいは POSITRONFIT<sup>(5)</sup>プログラムで解析を行ない、試験片における平均陽電子寿命値  $\tau_m$  および2成分解析による陽電子寿命値  $\tau_1$  と相対強度  $I$  を求めた。

Table 1  
Chemical composition of type 316 stainless steel test specimen (mass%).

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Solution heat treated	Base metal size (mm)
JIS	MAX 0.08	MAX 1.00	MAX 2.00	MAX 0.045	MAX 0.030	10.00 /14.00	16.00 /18.00	2.00 /3.00	1010 /1150	-
Present work	0.06	0.50	1.66	0.032	0.002	12.99	16.30	2.08	1050 ×2h WQ	Pipe: φ216.3×r18.2×l6000

Table 2  
Mechanical properties of type 316 stainless steel test specimen.

	Yield stress (MPa)	Tensile stress (MPa)	Elongation (%)
JIS	MIN 205	MIN 520	MIN 40
Present work	284	559	71.0

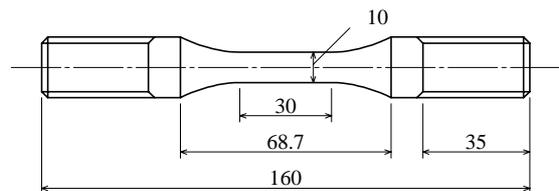


Fig.1  
Configuration of fatigue test specimen.

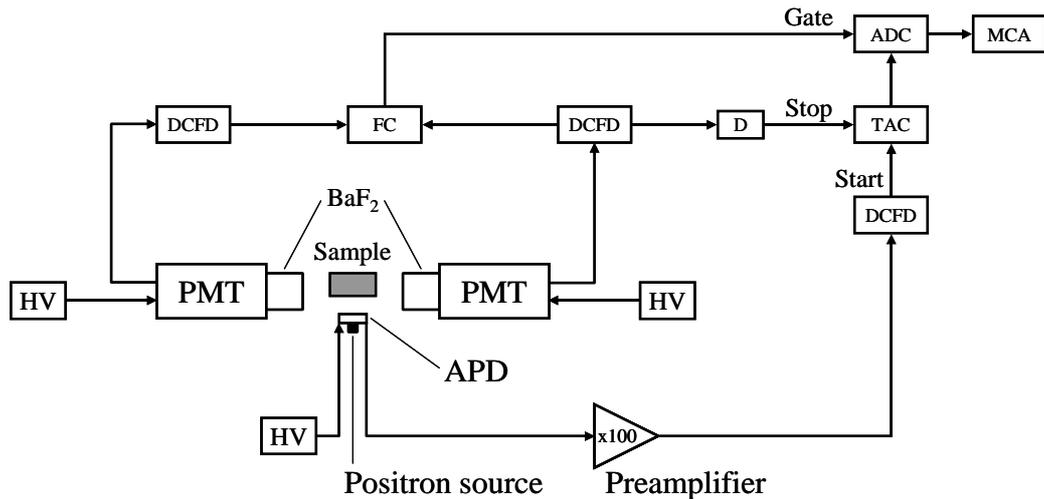


Fig. 2

Block diagram of the  $^+$ - coincidence positron lifetime spectrometer. Abbreviations: PMT, photomultiplier tube; HV, high voltage power supply; DCFD, differential constant fraction discriminator; FC, fast coincidence; TAC, time-to-amplitude converter; ADC, analog-to-digital converter; MCA, multichannel analyzer.

### 3. 実験結果および考察

本実験で用いられるステンレス鋼 SUS316 の未損傷試験片標準試料における陽電子寿命測定を行なった結果、103 ps の陽電子寿命値が得られた。これは鉄合金における完全結晶中の陽電子寿命値であり、溶体化処理された SUS316 試験片には転位や空孔などの格子欠陥がほとんどないこと（約 1 ppm 以下）を示している。透過型電子顕微鏡（TEM）によるマイクロ組織観察においても、転位などの欠陥が少なく、析出物も観察されなかった<sup>(4)</sup>。

応力振幅 220 MPa の荷重制御試験およびひずみ振幅 0.31% のひずみ制御試験における繰り返し数  $N$  と平均陽電子寿命値  $\tau_m$  の関係を Fig.3(a) に、疲労寿命比  $N/N_f$  と平均陽電子寿命値  $\tau_m$  の関係を Fig.3(b) に示す。未損傷試験片における陽電

子寿命値もあわせて示した。

荷重制御試験およびひずみ制御試験いずれの場合も繰り返し数あるいは疲労寿命比の増加に伴い平均陽電子寿命値  $\tau_m$  は単調に増加し、ひずみ制御では荷重制御に比べ、疲労初期において  $\tau_m$  は早くから上昇することがわかる。また  $\tau_m$  は、疲労末期において荷重制御とひずみ制御でほぼ同じ値（約 136 ps）となる。

以前に報告されたドップラー幅広がり測定を用いた陽電子消滅法によるステンレス鋼 SUS316 の疲労損傷過程における  $S$  パラメーターの解析結果<sup>(4)</sup> と本研究の平均陽電子寿命  $\tau_m$  の解析結果は、極めてよく似た変化を示し、疲労寿命比の増加に伴って単調に増加する。ここで注意すべきことは、ドップラー幅広がり測定法の  $S$  パラメーターは相対変化量で評価す

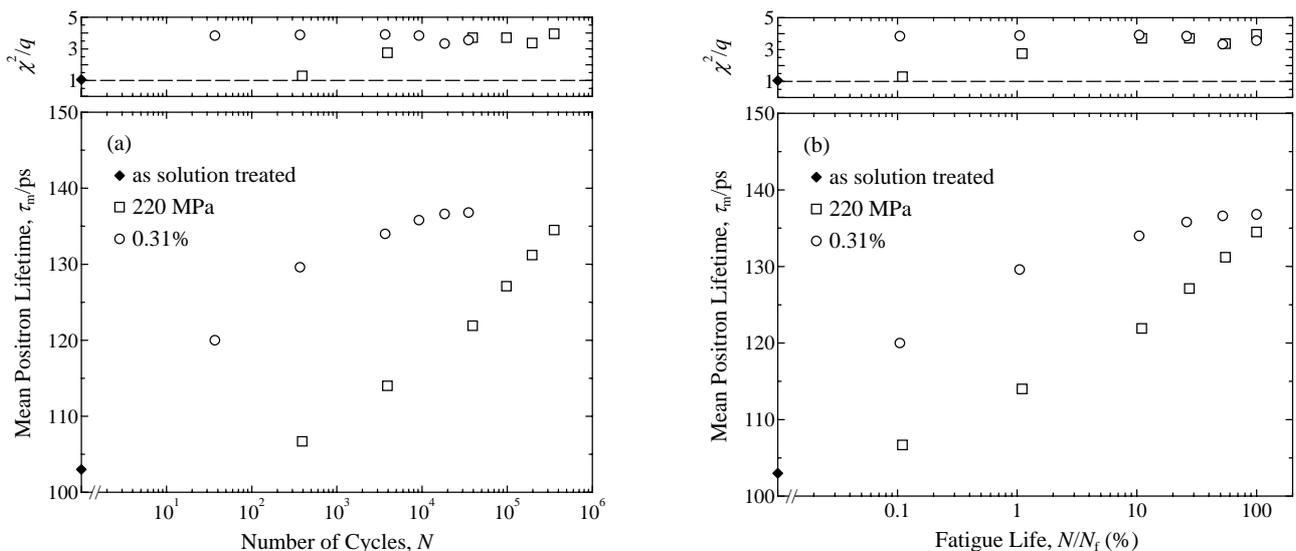


Fig. 3

Results of positron lifetime measurement in stress-controlled fatigue (stress amplitude: 220 MPa) and strain-controlled fatigue (strain amplitude: 0.31%). (a) Relationship between number of cycles and mean positron lifetime, (b) Relationship between fatigue life and mean positron lifetime.

るものであり、従って疲労の進行度を評価するためには、あらかじめマスターカーブの作成を必要とする。一方、陽電子寿命測定法の  $\chi^2/q$  は物理量であり、絶対値そのもので評価が可能である。さらに、次に示すように陽電子寿命スペクトルの 2 成分解析を行なうことによって、格子欠陥の種類やその濃度を評価することが可能であり、ドップラー幅広がり測定法では知り得ない情報も得ることができる。

陽電子寿命スペクトルの 2 成分解析を行なった結果を Fig.4 に示す。欠陥成分の陽電子寿命  $\tau_0$  は疲労寿命比による変化はほとんどなく、その値は約 150 ps である。欠陥成分の相対強度  $I_0$  は疲労寿命比に伴い増加し、疲労初期ではひずみ制御のほうが荷重制御より高い値を示し、疲労末期ではいずれもほぼ同じ値 (約 85%) を示す。

欠陥成分の陽電子寿命 150 ps は、鉄の冷間圧延においても同じ寿命値が観測され<sup>(6)</sup>、鉄中の単空孔における寿命 (175 ps<sup>(7)</sup>) より短いことから、転位での寿命であると考えられる。その相対強度  $I_0$  は転位密度に対応する。Fig.4 の結果は、荷重制御試験およびひずみ制御試験いずれの場合においても、疲労の蓄積に伴い転位密度が増加していき、疲労限に達するときにはほぼ同じ転位密度になっていることを示している。荷重制御に比べひずみ制御のほうは疲労の初期から転位密度が高く、疲労初期における損傷が大きいことがわかる。TEM

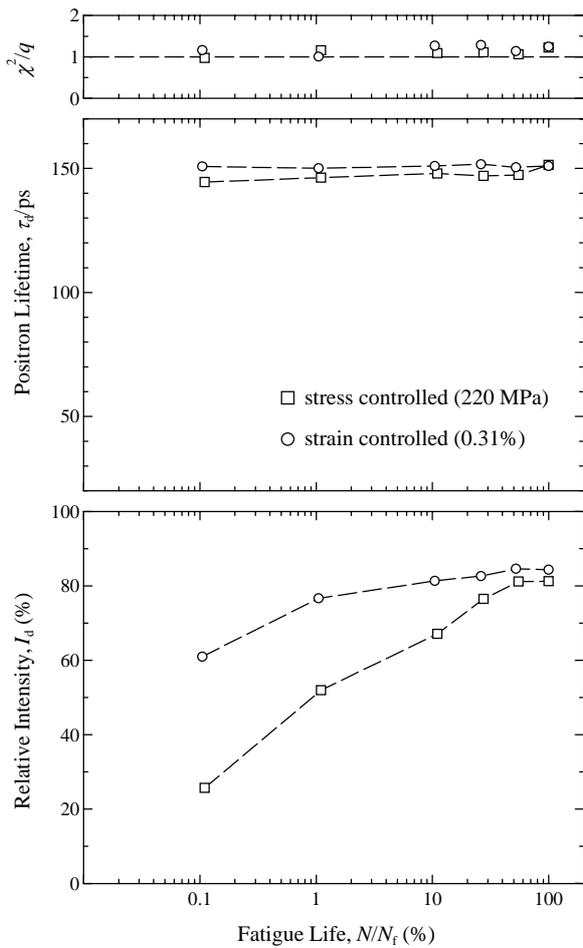


Fig. 4 Results of two-component positron-lifetime analysis in stress-controlled fatigue (stress amplitude: 220 MPa) and strain-controlled fatigue (strain amplitude: 0.31 %).

による観察においても同様の観察結果が得られた<sup>(4)</sup> (Fig.5 参照)。このことから明らかなように、疲労損傷度の非破壊的評価方法として陽電子寿命測定法は極めて有効と考えられる。

本研究で初めて新しい  $\pm$  同時計測陽電子寿命測定装置を適用し、ステンレス鋼 SUS316 の疲労損傷度を精度よく評価できることが明らかとなった。銅単結晶の疲労試験に  $\pm$  同時計測陽電子寿命測定法を適用した例は過去にも報告されている<sup>(8)</sup>が、陽電子の検出にプラスチック・シンチレーターを用いているため、その検出効率が非常に悪く、装置分解能 (FWHM) が約 280 ps で、本装置の性能と比べてかなり劣っている。

本実験で用いた陽電子寿命測定装置は、従来の  $\pm$  装置と同様に試料位置に消滅線の検出器 2 本を対向させて設置しなければならないため、実際に原子力発電所内の配管等の疲労損傷を現場測定することは困難である。また、装置の計測器システムもいくつもの精密電子計測機器を組み合わせたものから成っているため、様々な現場までの運搬には不向きである。非破壊検査器として実用化するためにはこれらの問題点を解決する必要がある、その方法として陽電子検出および 2 本の消滅線検出を含めた検出部の改良、計測器システムの簡略化・小型化などが挙げられる。現在、これらの改良を加えたコンパクトな可搬型  $\pm$  同時計測陽電子寿命測定非破壊検査器の開発に着手している。

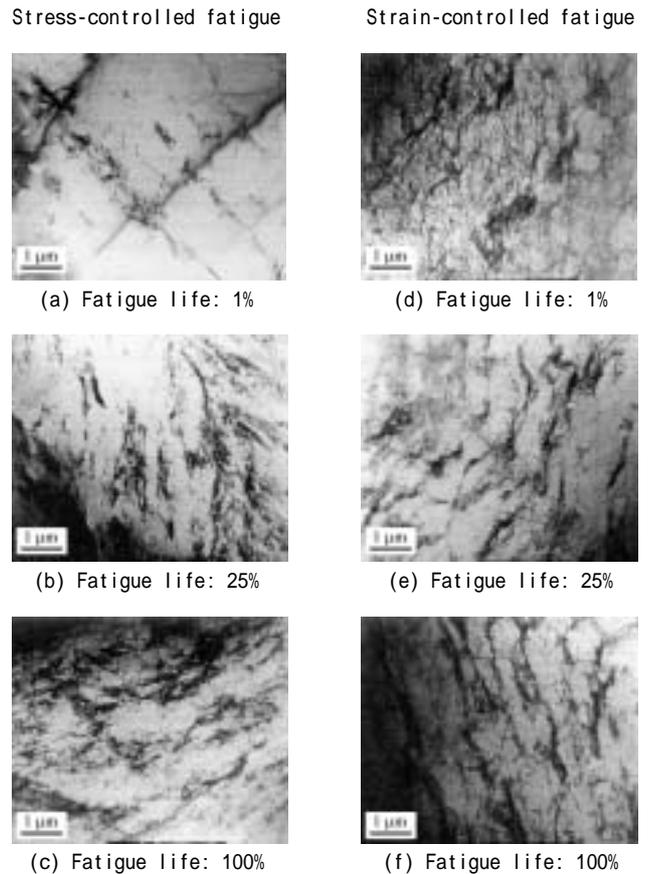


Fig. 5 TEM micrographs of stress-controlled fatigue specimens (stress amplitude: 220 MPa) and strain-controlled fatigue specimens (strain amplitude: 0.31 %)<sup>(4)</sup>.

#### 4. 結言

新しい<sup>+-</sup>同時計測陽電子寿命法を用いて、ステンレス鋼 SUS316 の疲労損傷度を非破壊的に精度よく評価できることが明らかとなった。陽電子寿命測定により材料の余寿命が予測でき、さらにその成分解析により欠陥種と量の情報も得られ、疲労による蓄積損傷をより詳細に評価することができることが示された。現在、この測定法を利用した可搬型<sup>+-</sup>

同時計測陽電子寿命測定非破壊検査器を開発中で、近い将来現場で実際に利用できるものと期待される。

#### 5. 文献

- (1) Prasert Chalermkarnnon, 柚賀正雄, 中田智, 岸本俊二, 荒木秀樹, 白井泰治: *Radioisotopes* **50**(2001) 576-580.
- (2) P. J. Hautajarvi ed.: *Positrons in Solids*, (Springer-Verlag, Berlin, 1979).
- (3) 白井泰治: *陽電子計測の科学*, (日本アイソトープ協会, 東京, 1993) pp. 75-82.
- (4) 河口恭寛, 中村規子: *日本金属学会誌* **65**(2001) 835-842.
- (5) P. Kirkegaard, N. J. Pedersen and M. Eldrup: *PATFIT-88: A Data-Processing System for Positron Annihilation Spectra on Mainframe and Personal Computers*. RISO-M-2740, (Riso National Laboratory, Denmark, 1989).
- (6) C. Hidalgo, G. Gonzalez-Doncel, S. Linderoth and J. San Juan: *Phys. Rev. B* **45**(1992) 7017-7021.
- (7) A. Vehanen, P. Hautajarvi, J. Johansson, J. Yli-Kauppila and P. Moser: *Phys. Rev. B* **25**(1982) 762-780.
- (8) S. Hansen, U. Holzwarth, M. Tongbhoyai, T. Wider and K. Maier: *Appl. Phys. A* **65**(1997) 47-52.