

マイクロ組織検出のための非破壊 検査技術開発

東京大学 原子力国際専攻
沖田研究室 修士2年
佐野 貴士

背景

- 原子炉炉内構造物の健全性評価にはき裂発生に先行する材質変化の非破壊的検出は有効である
- ミクロ組織が超音波特性を変化させることを利用したシミュレータにより転位、ボイド・炭化物、結晶粒の定量化の可能性が示された
- 転位は機械的特性に影響を与えており高精度の検出が必要である

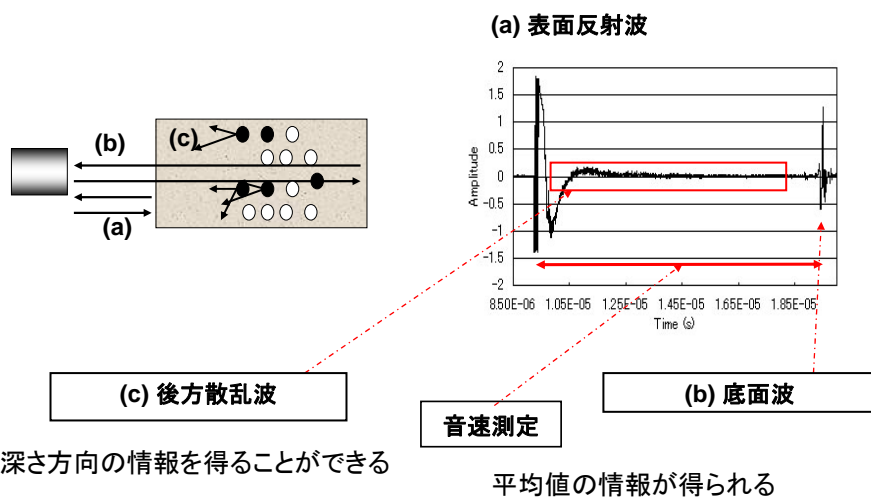
目的と手法

オーステナイト鋼を対象としたマイクロ組織の超音波試験での検出によるモデルの妥当性評価によって、中性子照射下での材質変化検出のシミュレータ構築に資する

- 単結晶オーステナイト鋼を用いて、引張試験により転位を導入し超音波特性変化と転位密度の対応を図る
- オーステナイト鋼の照射下マイクロ組織に関するデータベース構築によりシミュレータに必要な解の絞り込みを行う

3

超音波試験によるマイクロ組織検出



4

超音波の減衰理論

$$A_x = A_0 \exp(-\alpha x)$$

A_x : 伝播距離 x における超音波の音圧,
 A_0 : 初期音圧 α : 減衰係数

・結晶粒

$$\alpha_L = \frac{8\pi^3 V f^4 A^2}{375 \rho^2 v_L^8} \left[2 + 3 \left(\frac{v_L}{v_T} \right)^5 \right]$$

V : 結晶粒の体積 f : 超音波の周波数
 v_L : 縦波音速 v_T : 横波音速
 A : 平均音響異方性

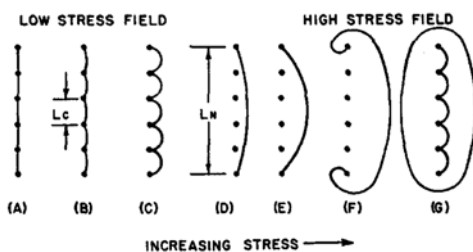
・ボイド,炭化物

$$\alpha_v = \frac{1}{2} n C \cdot (\pi a^2) \cdot g \cdot \left(\frac{2\pi f}{v_L} a \right)^4$$

a : 半径 n : 数密度
 v_L, v_T : 縦波、横波音速
 C, g, v_L, v_T , 散乱体により決まる定数

5

転位と超音波の相互作用



転位は超音波の減衰に影響を及ぼす
 本研究においては超音波波形と転位密度との定量的な対応を図る

・転位

$$\alpha(\omega) = 8.68 \times 10^{-6} \frac{4\mu b^2}{\pi^4 C} \Lambda L^2 \omega_0 \frac{(d/\omega_0) (\omega/\omega_0)^2}{[1 - (\omega/\omega_0)^2]^2 + (\omega/\omega_0)^2 (d/\omega_0)^2} \quad (\text{dB} / \mu \text{sec})$$

Λ : 転位密度 L : 平均転位長さ
 ω_0 : 転位の固有振動数 $\pi / L(C/A)^{1/2}$

6

超音波の後方散乱波理論

超音波入射点から距離 x の後方散乱波の ω 成分を $P(x, \omega)$ とする

$$P(x, \omega) = CP_0(\omega) \sqrt{\left(\frac{d\gamma}{d\Omega}\right)_{L,\pi}} \exp(-2\alpha x)$$

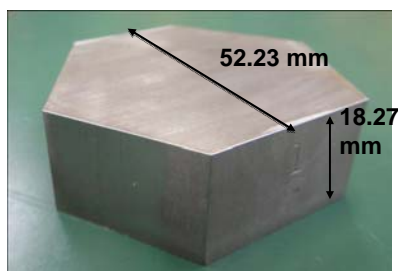
$P_0(\omega)$ は角周波数 ω 成分の強度で、 α は減衰係数を表す。また、 $d\gamma/d\Omega$ は注目している散乱体(結晶粒,ポイド,炭化物)の微分散乱断面積である。

7

モデル構築に必要なパラメータ決定

シミュレータ構築に必要な以下の値を未照射材アーカイブ材のマイクロ組織観察、超音波試験により決定

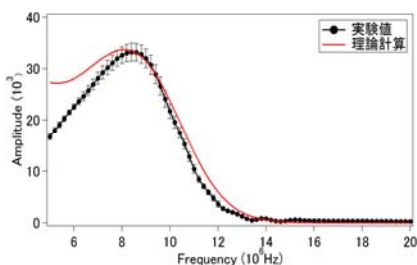
- ・ヤング率 E
- ・平均結晶体積 V
- ・Lame定数 λ, μ
- ・平均音響異方性 A
- ・横波音速 v_T



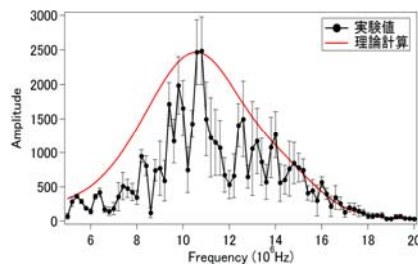
項目	値
寸法	幅:52.23 mm, 厚み:18.27 mm
密度	7930 kg/m ³
ポアソン比	0.285 (文献値)

8

未照射材の計算値と実験値の比較



底面波の周波数分布

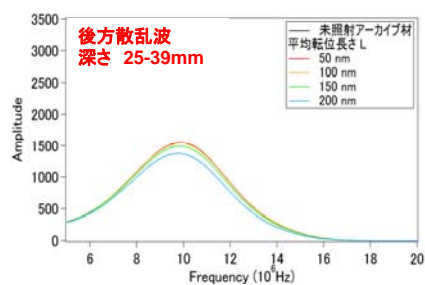
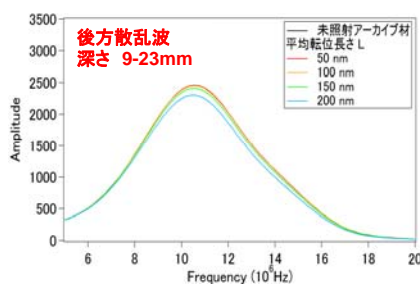


後方散乱波の周波数分布
(9 - 23 mm)

- モデルによる計算結果は実験と対応していることが分かる
- 超音波試験によるマイクロ組織変化検出の可能性が示された

9

一様な転位の分布を仮定した計算結果



転位密度($1.0 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$)

- 後方散乱波の分析により転位の深さ分布の情報が得られる
- 平均転位長さ200nmと仮定した場合、未照射材と比べピーク周波数における波高が10%程度低下
- 平均転位長さの評価による転位密度の定量化を課題として抽出した

10

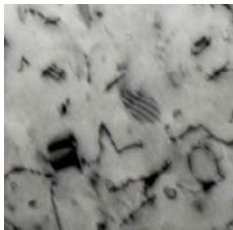
マイクロ組織複合変化における 材料劣化検出シミュレーション

マイクロ組織が複合的に存在する場合を検討するべく、
以下のマイクロ組織を仮定してシミュレーションを行った

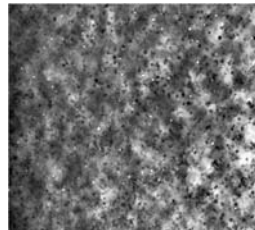
転位 ($1.0 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$)

炭化物 (0.6% 緻密化)

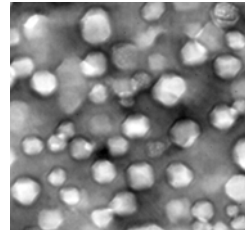
ポイド (1.3% スエリング)



200 nm



100 nm



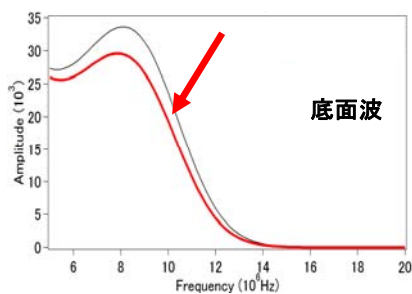
100 nm

11

マイクロ組織複合変化における 材料劣化検出シミュレーション

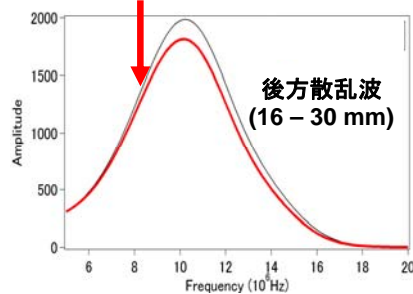
— 転位
— 未照射材

— 転位
— 未照射材



転位 ($1.0 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$)

炭化物 (0.6% 緻密化)

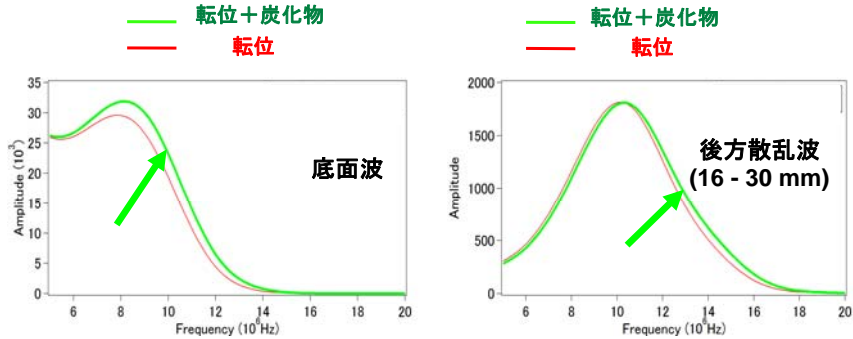


ポイド (1.3% スエリング)

底面波、後方散乱波ともに減衰がみられる

12

マイクロ組織複合変化における 材料劣化検出シミュレーション



転位 ($1.0 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$)

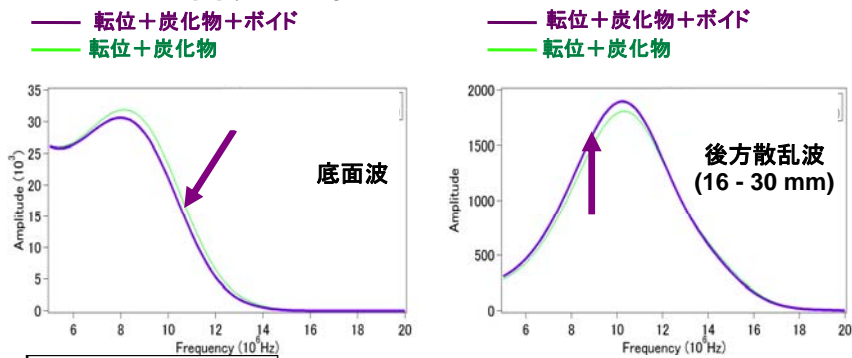
炭化物(0.6%緻密化)

ポイド(1.3%スエリング)

底面波の振幅が増幅し、後方散乱波の
ピーク周波数が高周波側にシフトしている

13

マイクロ組織複合変化における 材料劣化検出シミュレーション



転位 ($1.0 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$)

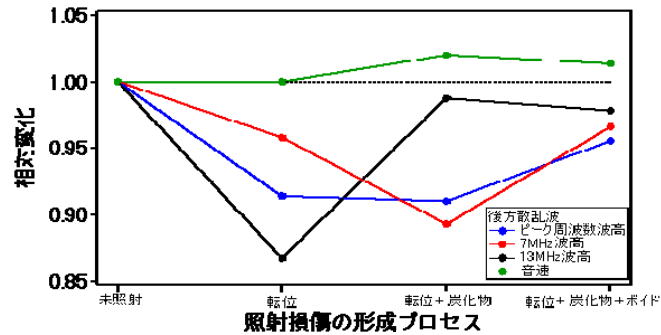
炭化物(0.6%緻密化)

ポイド(1.3%スエリング)

底面波の振幅が減衰し、後方散乱波は増幅している

14

マイクロ組織複合変化における 材料劣化検出シミュレーション

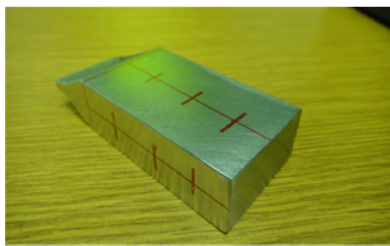


マイクロ組織の複合変化による各超音波特性の推移

0.2MHz毎にデータを取得することができ、逆問題として解析する上でマイクロ組織を定量化できる可能性が高い

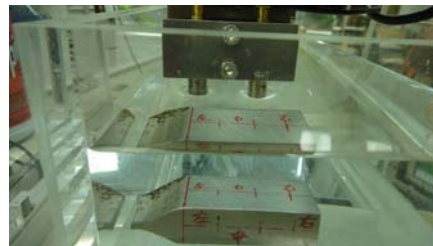
15

実験的アプローチによるモデルの検証



10mm

単結晶オーステナイト鋼



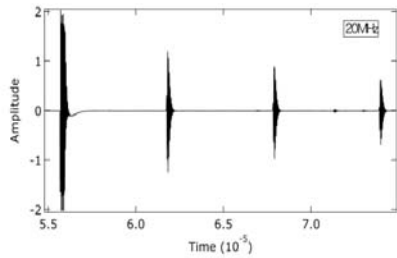
超音波試験の様子

単結晶材を用いることで結晶粒の変化による波形の変化を無視できる

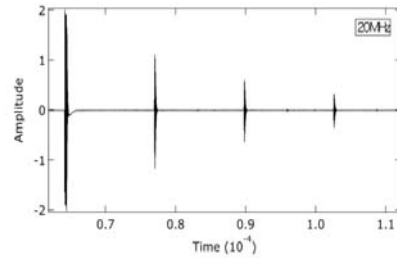
条件	値
超音波探傷装置	日本クラウトクレマ社製 高周波探傷装置HIS-2
探触子型	水浸型
探触子径	6 mm
ピーク周波数	20 MHz
温度	20°C

16

超音波試験により得られた波形

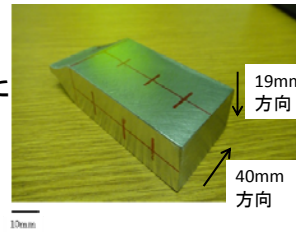


超音波波形19mm方向



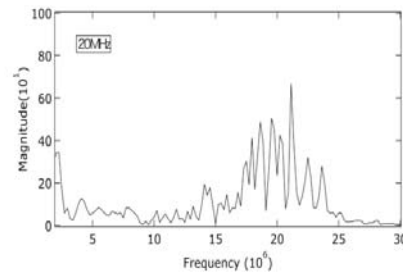
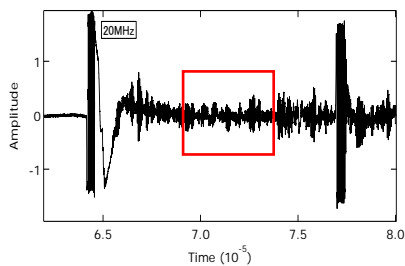
超音波波形40mm方向

- 20MHzという高周波数でも多結晶と比較して極めて後方散乱の少ない波形が得られた
- 音速に関しては異方性がみられる



17

超音波波形と後方散乱波の周波数分布

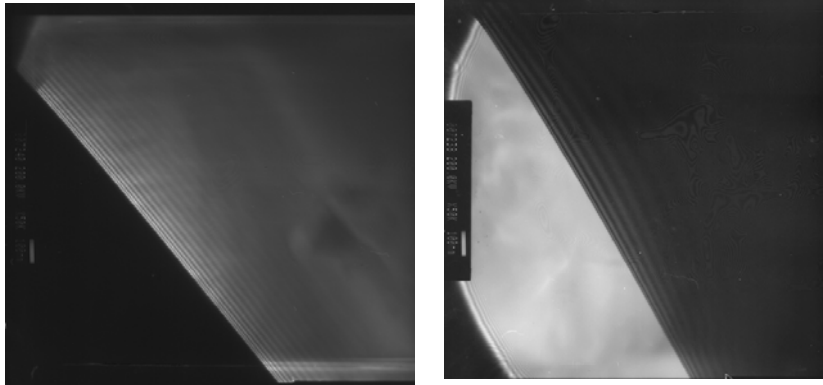


単結晶材は硬度・強度が低いため、後方散乱波は析出強化のため導入された炭化物と考えられる

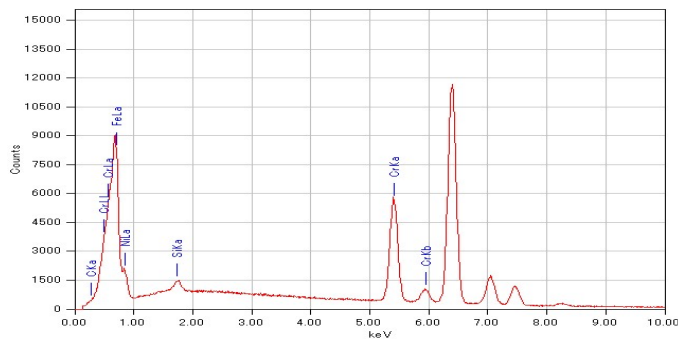
引張試験により転位を導入し超音波波形の変化から転位密度との対応を検討する

18

TEM観察像



エネルギー分散型X線分光法 EDS : Energy Dispersive x-ray Spectrometry

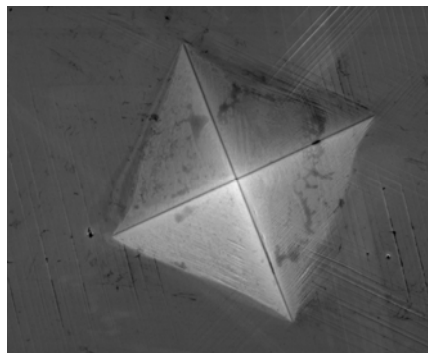
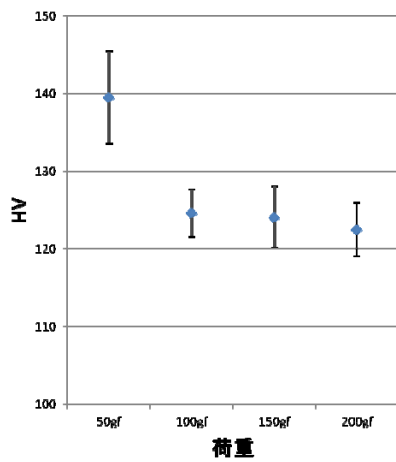


元素	(keV)	質量%	誤差%	原子数%
C K	* 0.277	0.2	0.04	0.9
Si K	* 1.739	0.35	0.08	0.69
Cr K	5.411	18.64	0.24	19.64
Fe K	6.398	70.61	0.37	69.26
Ni K	7.471	10.2	0.67	9.51
合計		100		100

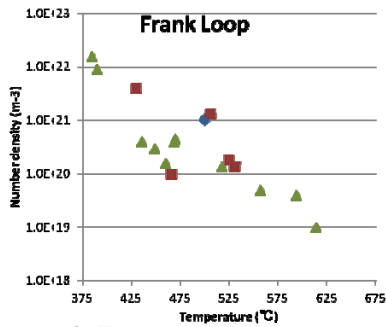
電子線後方散乱回折法 EBSD : Electron Backscatter Diffraction

Now Analysing

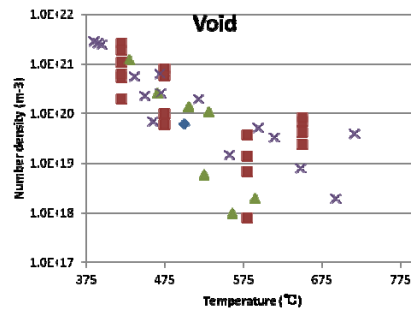
マイクロビッカース試験



ミクロ組織に関するデータベースの一例 Frank Loop, Void数密度の温度依存性



照射量 $7.5 \times 10^{25} \sim 5.14 \times 10^{26} \text{ n/m}^2$



照射量 $7.5 \times 10^{25} \sim 4.47 \times 10^{26} \text{ n/m}^2$

同一温度領域において照射条件や材料条件を無視した場合、Frank Loopは1桁、Voidは2桁程度の範囲内に含まれる

23

まとめ

- TEM観察・EDS・EBSD・マイクロビッカース試験により単結晶材の特性を明らかにした
- 音速の異方性について結晶方位との対応を検討する必要がある
- Semi in-situでの超音波試験から転位密度と超音波波形との対応を図る
- データベースの条件を適切に選択することにより逆問題の解をさらに絞り込む