

技術報告 高温高圧水中における圧力容器用鋼の疲労  
き裂伝ば挙動の直接観察

永田徳雄\*・片田康行\*

Visual Observations of Fatigue Crack Propagation of a Low Alloy Steel in High Temperature Pressurized Water

Norio NAGATA and Yasuyuki KATADA

**Synopsis:**

Visual observations of fatigue crack propagation of a low alloy steel in an autoclave filled with pressurized water at high temperatures simulating a boiling water reactor environment were conducted. The observation system consisted of a distant focusing relay lens, a camera and a picture control device. A sapphire single crystal rod was employed as solid light path in high temperature water in order to reduce the image distortion due to convection. Observations were carried out at temperatures ranging from room temperature to 288°C. The total resolution power of the observation system decreased with increasing temperature but satisfied a requirement of ASTM standard even at temperature of 288°C.

Crack growth curves were successfully obtained from the successive pictures and compared with those obtained by a compliance method using LVDT for the same specimen. A good coincidence was obtained between both measurements.

**Key words:** fatigue; corrosion fatigue; crack propagation; measurement; optical measurement; low alloy steel; pressure vessel steel; high temperature water; boiling water reactor.

1. 緒 言

コンパクトテンション(CT)型試験片や中央切欠き(CCT)型試験片を用いた疲労き裂伝ば試験では、き裂長さは遊動顕微鏡を用いた光学的方法やビーチマーク法のような直接測定法、および背面ひずみやき裂開口変位から求めるコンプライアンス法あるいは電気ポテンシャル法などの間接測定法が一般に用いられている。直接測定法は簡便で、とくに光学的方法は、測定が試験片表面に限定されるが較正の必要がなく、き裂の細かな挙動を直接追えることから広く採用されている。しかしこの方法は、試験片と光学装置の間に温度差、試験環境媒体、障壁などがある場合、精度の低下や、測定そのものが困難になることがある。

原子炉冷却材環境を模擬した高温高圧水中の腐食疲労試験では、試験片はオートクレーブと呼ばれる高圧容器の中にあるため、通常の手段では光学的測定法が適用できない。このため、き裂長さの測定法として、高温高圧水中でも使用できる差動トランスやクリップゲージまた

はひずみゲージを用いて、き裂開口変位や背面ひずみからコンプライアンス法により求める方法<sup>1,2)</sup>や、電気ポテンシャル法<sup>3)</sup>が開発されている。これらは方法は間接的な測定法であり、そのき裂長さはき裂前縁の平均値として与えられるが、直接測定法による試験片表面のき裂長さや伝ば挙動との比較、検証は高温高圧水中の直接観察の技術的困難さのためにまだ試みられていない。

高温高圧水中の試験片表面の直接観察では次のような問題がある。

(1) 軽水炉の冷却材は沸騰水型炉(BWR)で286°C, 6.9 MPa, 加圧水型炉(PWR)で325°C, 15.4 MPaの高温高圧の状態にあり、観察窓はその温度、圧力、高温水による腐食に耐えるものであること。

(2) 高温水の流動による熱のゆらぎのため、映像が甚だしく乱されるおそれがあること。

(3) オートクレーブや外部ヒーターのため試験片と観察装置の間の距離が長くなり、作動距離の長い光学系を必要とすること。

これらの問題点を克服して高温水中の直接観察を試み

昭和59年10月本会講演大会にて発表 昭和62年5月15日受付 (Received May. 15, 1987)

\* 金属材料技術研究所 工博 (National Research Institute for Metals, 2-3-12 Nakameguro Meguro-ku, Tokyo 153)

た例はきわめて少ない。わずかに川久保ら<sup>4)</sup>が 250°C の高温純水中におけるステンレス鋼の応力腐食割れ試験において、オートクレーブに設けた単結晶サファイア棒の観察窓を通してテレビカメラを用いて割れの連続観察を行つてゐるにすぎない。

本研究は、BWR の冷却材を模擬した高温高圧水中で軽水炉の圧力容器に用いられている低合金鋼の腐食疲労き裂伝ば挙動を調べるために、観察窓を有するオートクレーブを組み込んだ腐食疲労試験装置と試作した観察装置を用いてき裂成長の長時間連続観察を試みたものである。また同時にコンプライアンス法によるき裂長さモニタリングを実施し、両者の比較を行つた。

## 2. 実験装置の概要および供試材

### 2.1 腐食疲労試験装置

本装置は動的荷重容量 ±98 kN の電気油圧サーボ型疲労試験機、オートクレーブおよび水循環装置からなる。そのブロック図を Fig. 1 に示す。高温水を保持するオートクレーブは 1 TCT 試験片 2 個または幅 120 mm の CT 試験片 1 個が試験できる内容積約 15 l の大きさのもので、SUS 316L 材からできている。直接観察を行うためにオートクレーブの胴部水平方向に約 45° の角度で観察用および照明用の円筒状の延長耐圧部を設け、外套ヒーターの外側で窓ガラスと O リングより圧力境界を形成するようになっている。観察範囲は耐圧窓のフランジ孔径で決まり、本装置では 16 mm とした。窓ガラスには高温水に対する耐食性に優れた単結晶サファイアを用いた。

オートクレーブおよび水循環装置は最高温度 350°C、最高圧力 19.6 MPa、可変流量 60~10 l/h の性能を有する。本実験では試験環境を BWR 模擬環境とし、溶存酸素濃度 (DO) を一定に制御した純水 60 l/h の流量で

循環した。試験中供給水およびオートクレーブからの戻り水の DO、pH、電導度を連続的に測定した。Table 1 に疲労試験条件および水質条件を示す。

### 2.2 観察装置

照明を含む光学系の概略図とオートクレーブに対する配置図を Fig. 2 に、また観察装置の概観を Photo. 1 に示す。腐食疲労試験装置の観察窓は床面高さ約 1700 mm の位置にあるので、振動防止の観点から光学系は疲

Table 1. Test conditions and water chemistry specifications.

Material	JIS SQV2A (ASTM A533B Cl. 1)
Specimen	Compact tension
Stress ratio	0.1
Frequency	0.0167 Hz
Wave form	Sinusoidal
Control mode	Load
Temperature	R. T., 100, 175, 200, 250, 288°C
Pressure	7.8 MPa
Water chemistry	
DO	0.1 ± 0.005 ppm
pH	6.4 ± 0.1
Cond.	< 0.2 μS/cm
Cl <sup>-</sup>	< 0.1 ppm

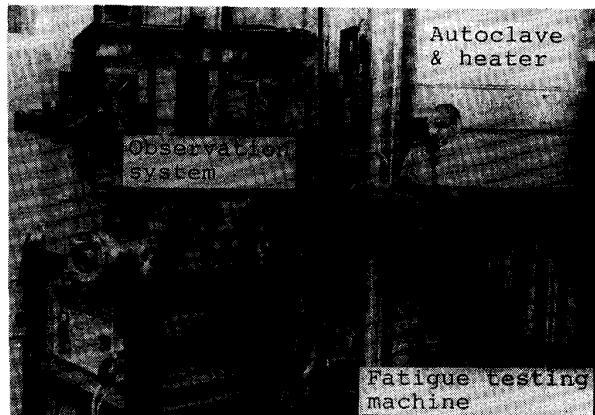


Photo. 1. A general view of the observation system and the corrosion fatigue testing apparatus.

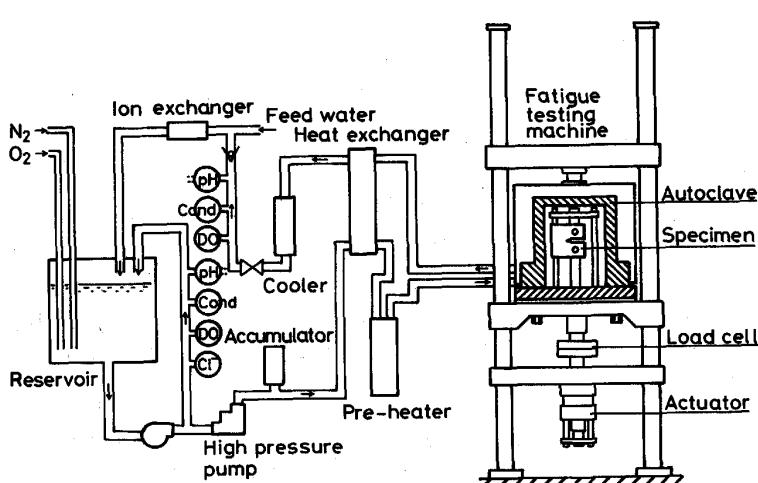


Fig. 1. Schematic diagram of the corrosion fatigue testing machine in high temperature pressurized water.

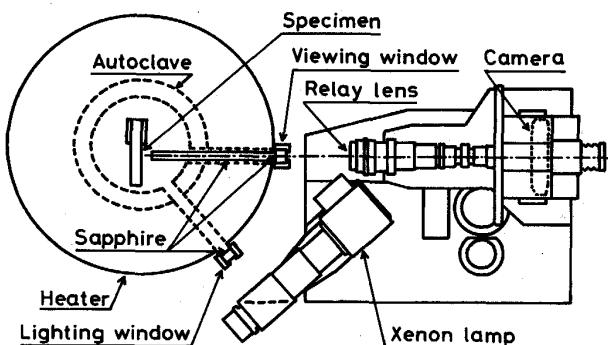


Fig. 2. Schematic top view of the visual observation system.

労試験機とは独立に重さ約 2.9 kN の鋼製架台の上に装備されている。本装置の場合、試験片表面から光学装置の対物レンズ先端までの距離はヒーターからのふく射熱の影響を含めて考慮すると約 400 mm 以上を必要とした。このような長焦点光学系では分解能の点から高倍率はむずかしく、ここでは観察倍率を 4, 10, 20 倍、35 mm カメラの撮影倍率を 2, 5, 10 倍の 3 段階とした。またリレーレンズの *F* 値が必然的に大きくなるのに加えて、高温水中では試験片の表面は酸化により黒色を呈し、き裂のコントラストの低下が予想された。このため、照明用の光源として 300 W の高輝度キセノンランプを採用した。照明は専用の照明窓を通した斜光照明およびハーフミラーを用いて観察窓から行う垂直落射照明のいずれの方法でもできる。撮影機構は疲労試験機のファンクションジェネレータのパルス出力をもとに作動し、光源の自動点滅、最大き裂開口点における撮影等を行う。この場合、撮影間隔、撮影時間の設定は 4 衝デジタルスイッチにより任意に設定できる。撮影用フィルムには ASA 400 または 1600 のカラーフィルムを用いた。

### 2・3 単結晶サファイア

高温高圧水中の光学的観察では熱のゆらぎによる像の乱れを極力小さくする必要がある。そこで観察窓から試験片までの間を固体の光路媒体とし、その材料として単結晶サファイアを用いた。サファイアは窓ガラス用として直径 30 mm、長さ 30 mm、光路媒体用として直径 20 mm、長さ 230~270 mm の大きさのもので、バグダサロフ法<sup>5)6)</sup>による巨大単結晶から切り出し、加工されたものを用いた (Photo. 2)。引上げ法で製造された単結晶も試みたが透明度が低く、使用に耐えなかつた。

### 2・4 供試材

供試材は軽水冷却型原子炉の圧力容器に使用されている圧力容器用調質型マンガン・モリブデン・ニッケル鋼板 JIS 3120 SQV2A (ASTM A 533B Cl. 1 相当) である。

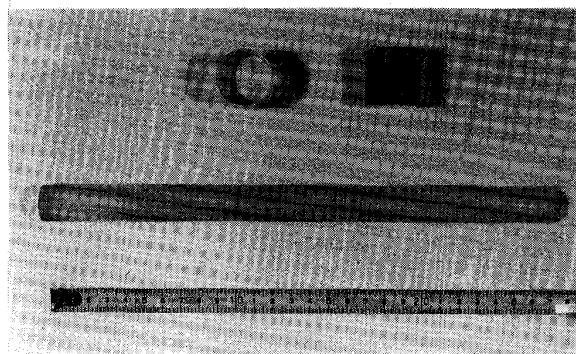


Photo. 2. Sapphire single crystal rod and window glass.

Table 2. Chemical compositions (wt%) and mechanical properties of the testing material JIS G3120 SQV2A (A533B Cl. 1).

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Cu	Mo	V
0.19	0.24	1.28	0.008	0.007	0.64	0.19	0.04	0.45	tr.
<hr/>									
Mechanical properties									
YS (MPa)			UTS (MPa)		El. (%)		R. A. (%)		
454			601		29		69		

Heat treatments : 880°C×5 hFC, 620°C×45 hSR

化学組成および室温における機械的性質を Table 2 に示す。試験片は ASTM E647<sup>7)</sup> に準拠した板厚 *B*=25 mm、幅 *W*=120 mm の CT 型試験片で、試験片の採取方向は S-L 方向である。試験片の予き裂は大気中で導入し、初期き裂長さは観察位置の関係から *a/W* (*a*: き裂長さ) ≈ 0.36 とした。高温水中での試験片の電気的絶縁は行つていない。

き裂伝ばのモニタリングは、直接観察と同時に、試験片の切欠側前面に取り付けた LVDT (Linear Variable Differential Transformer) を用いたコンプライアンス法でも実施し、両者の比較を行つた。き裂伝ば速度はき裂進展曲線から ASTM E 647 に基づく多項式近似法により求めた。

## 3. 実験結果及び考察

### 3・1 光学系の分解能

試作した観察装置と棒状の単結晶サファイアを組み合せて室温大気中でマイクロスケールを撮影し、光学系の分解能を調べた。Photo. 3 にみると、分解能は目標とした 0.01 mm を達成しており、また、本実験に使用したサファイアはひずみがなく、分解能を損わない、光学的に十分良質なものであることがわかる。ASTM E 647 によれば、き裂長さの測定に用いる光学装置の分解

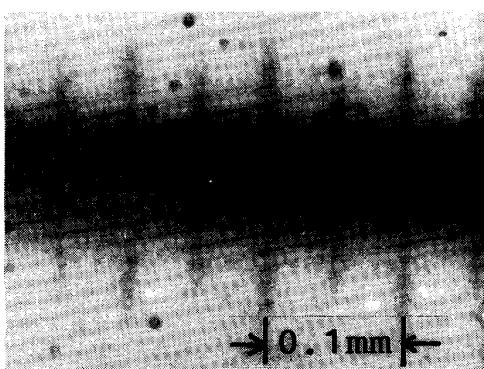
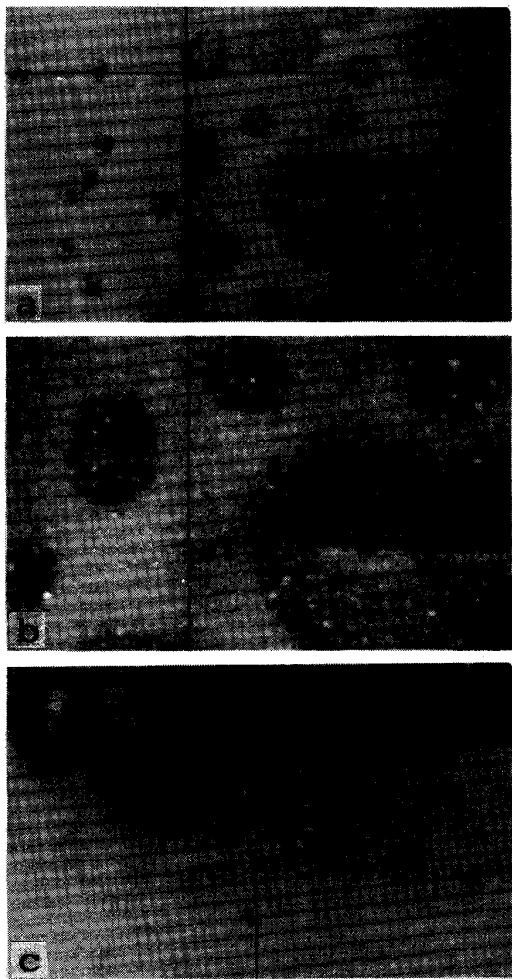


Photo. 3. A photograph of microscale taken through a sapphire single crystal rod in air.



a:  $\times 2$ , b:  $\times 5$ , c:  $\times 10$  Vertical and horizontal black lines show the cross marker in photographing

Photo. 4. Comparison of photographs taken at various film magnifications.

能は 0.10 mm(0.004 inch) または 0.002 W 以下の能力をもつことが要求されている。これに照らせば本実験の光学系は十分な分解能を備えている。

次に、試験片と棒状単結晶サファイアをオートクレープに装着し、高温高圧水中のき裂を観察した。室温常圧でオートクレープに水を満たすと試験片表面に気泡が付着し、そのままの状態では往々にして観察の妨げとなつた。しかしこれは、次の操作として高圧ポンプで加圧することにより 0.98~1.96 MPa の圧力で消滅し、試験条件である 5.9 MPa 以上では水中の気泡は全く認められなくなつた。Photo. 4 は室温水中で観察装置の倍率と画質の関係を調べたものである。ここで写真中の黒線は撮影装置の十字マーカーの一部である。撮影倍率が高くなるとともに解像度、コントラストが低下し、とくに 10 倍では光量の不足も加わって画質の低下が著しい。2 倍と 5 倍では画質に大きな差は認められないが、明るさ、コントラスト、焦点深度、観察時の視野の広さを考慮して、以下の観察では撮影倍率をすべて 2 倍に設定した。

### 3・2 高温高圧水中の疲労き裂の観察

室温, 100°C, 175°C, 200°C, 250°C 及び BWR を模擬した 288°C の各試験温度において、試験片表面の疲労き裂伝ば挙動を連続的に観察した。この場合、条件をそろえるために水圧を 7.8 MPa 一定としたが、室温のみ漏洩のおそれを少なくするために 5.9 MPa とやや低めに設定した。各試験温度における疲労き裂の観察例を Photo. 5 にまとめて示す。室温の疲労き裂は Photo. 5a のように先端まで明確に観察され、光学系の解像度は水中においても十分維持されている。しかし、試験温度が高くなるとともに、b~f のように解像度、コントラストとも低下する傾向が認められた。その理由としてはサファイアの劣化、高温水のゆらぎ、試験片表面の酸化などが考えられる。まずサファイアの劣化については、288°C の高温に 200 h 保持した後のサファイアには外見上損傷は認められなかつたが、その光学面は未使用状態に比べると光学面の反射率が多少低下しており、高温水により侵食が皆無ではないことを示唆した。しかし、水中では大気中に比べてサファイアに対する密度差が小さくなるため、表面劣化の影響は比較的小さく、再度の使用に十分耐えられるものであつた。

本実験の場合、Fig. 2 にみるように、斜光照明のため試験片表面とサファイア棒の間には約 30 mm の間隔があり、その間に高温水が存在する。高温水は循環により流動しており、さらに局部的な温度差が加わって激しい熱のゆらぎを生じる。このため視野内の水に微小な密度変化を生じ、解像度の低下を引き起こすことが考えられる。また、試験片の表面は室温や 100°C の純水中では Photo. 5a, b にみるように、孔食を生じる程度で全

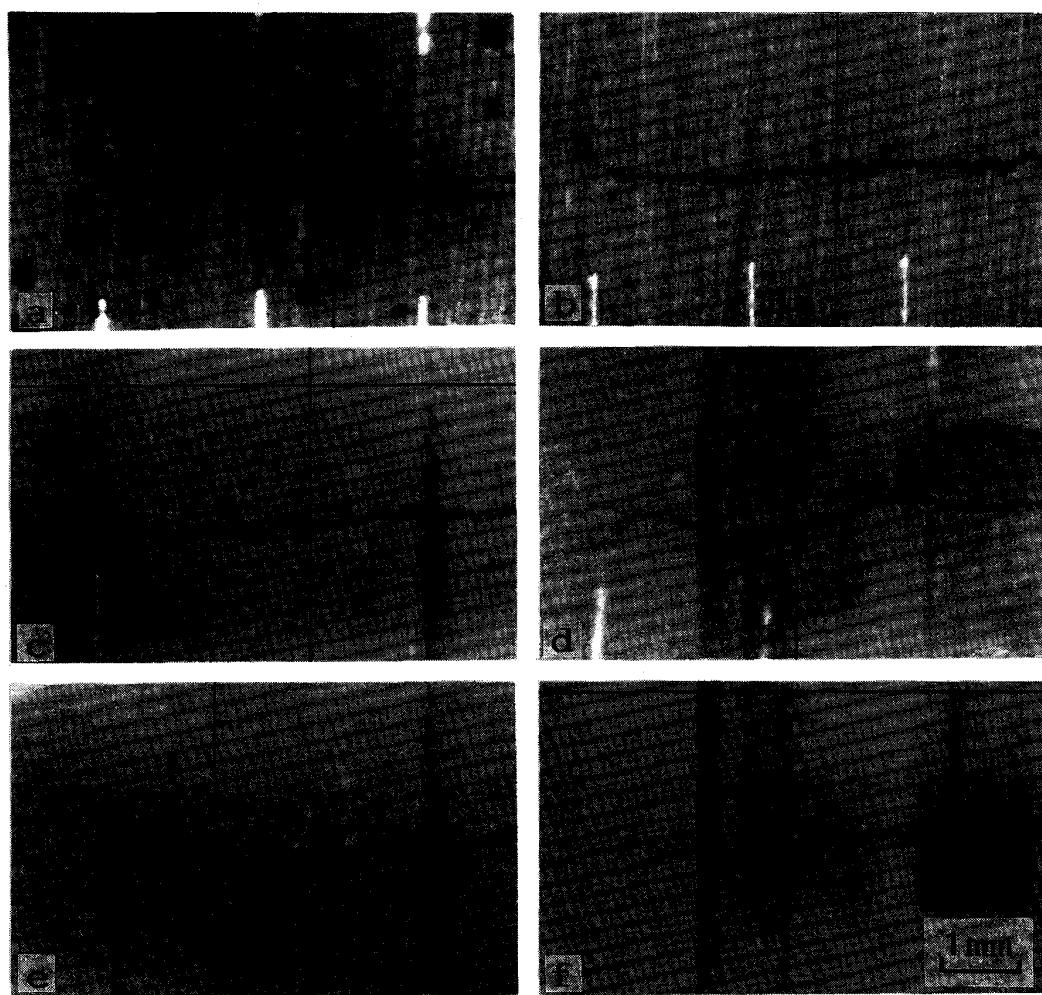


Photo. 5. Typical features of fatigue cracks in water at temperatures of a: room temperature, b: 100°C, c: 175°C, d: 200°C, e: 250°C and f: 288°C.

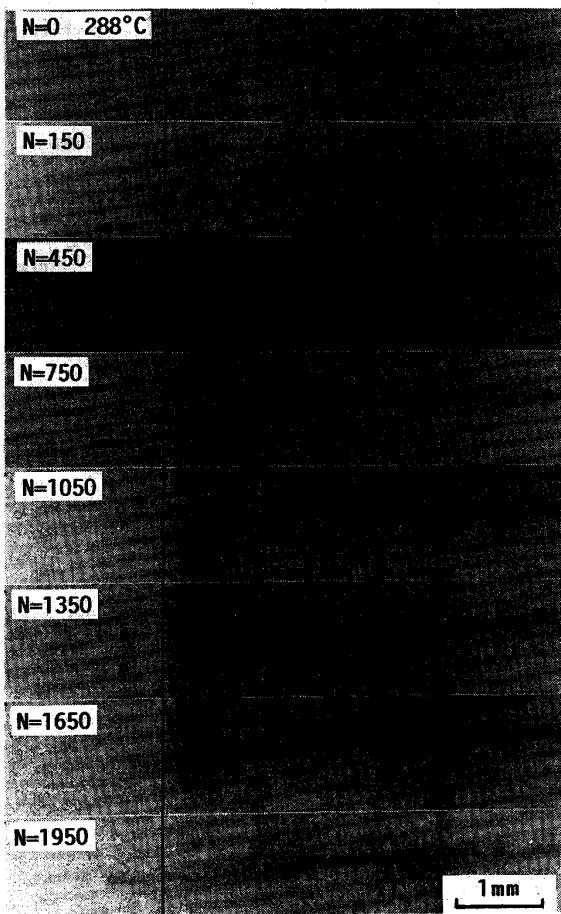
面腐食は顕著ではないが、175°C以上の高温では試験中に酸化が進行し、高温ほど細密な酸化膜に覆われた黒色を呈するようになる。このため試験片の表面に対するき裂のコントラストが相対的に低下するものと考えられる。これらが解像度やコントラストの低下に寄与していることは低温でみられる研磨による条痕が175°C以上の高温で消滅してしまうことからもうかがえる。試験片表面に2mmおきにけ書いて入れたマーカーは200°C以下では白く、それ以上の高温では逆に黒く見えているが、その線の太さに注目すると高温で著しく幅広がりを起こしているように見えないことから、高温水中の光学系の総合的な分解能はなおE647の基準を満たしているものと推定される。

Photo. 6は288°C、7.8MPaの高温高圧水中で圧力容器用低合金鋼の疲労き裂の成長を直接観察したときの試験開始後の連続写真である。写真中央の黒線は撮影装置の十字マーカーでそれを基準に並べられている。このよ

うな高温になると解像度はかなり低下してくるが、き裂やその先端はなお明瞭に判別され、き裂成長の様子が捕えられていて、これらの写真からき裂伝ば挙動を調べることは十分に可能である。Photo. 7は175°Cで観察された連続写真の例である。疲労き裂はこのようにき裂先端の分岐やう回を繰り返しながら進展する場合があり、本実験では、とくに175°C~250°Cで顕著であった。

### 3・3 直接観察法とコンプライアンス法の比較

前節で例示した一定の間隔で撮影した画像を用いて初期き裂長さまたは試験片表面のマーカーを基準にき裂長さを測定した。例として288°Cおよび200°Cにおける繰返し数Nとき裂長さaとの関係をFig. 3に示す。図には同時に実験を行ったLVDTを用いたコンプライアンス法による結果を実線で示した。288°Cの例にみると、直接観察法とコンプライアンス法のき裂進展曲線にはよい一致がみられる。本実験における直接観察は試験片の片側のみの観察であり、目視観察によるき裂伝ば挙動の



*N* indicates numbers of cycles

Photo. 6. Successive fatigue crack growth observed in water at 288°C.

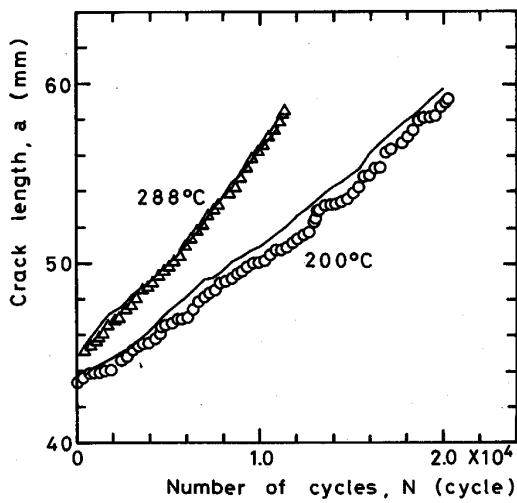


Fig. 3. Comparison of crack lengths determined by the visual observation method ( $\triangle$ ,  $\circ$ ) and the compliance method (solid lines).

代表値として問題は残るが、Fig. 3 で両者を比較する限り大差はない。むしろ Photo. 7 に示したようにき裂

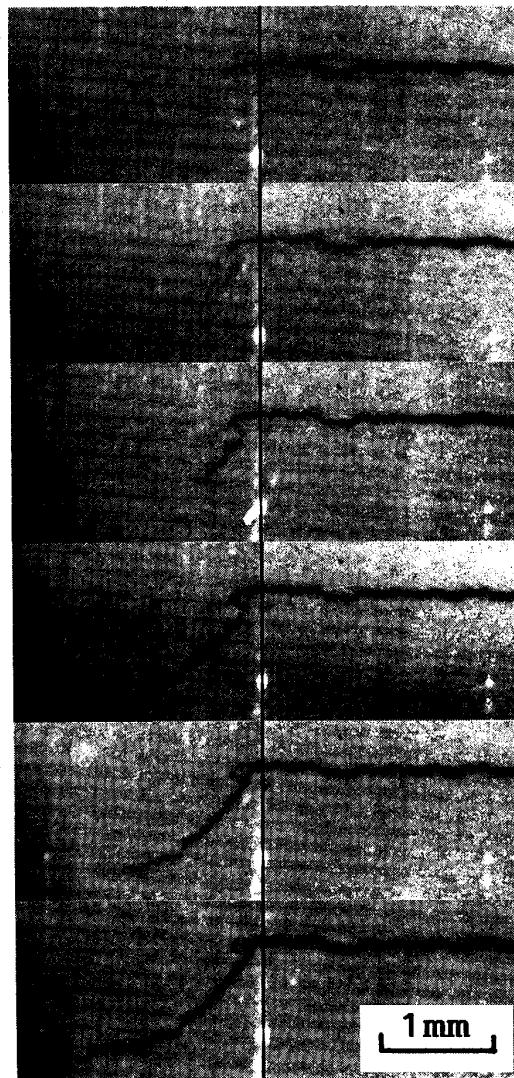


Photo. 7. Successive observation of fatigue crack growth in water at 175°C showing branching. Each interval is 300 cycles.

が非定常な挙動をたどる場合、コンプライアンス法では局部的な細かな動きは捕え難いのに対して、直接観察法ではき裂伝ば挙動の上にもそれが認められることがある。本実験では 200°C のときにそれが最も顕著に認められ、図にみるように、直接観察法では非定常的なき裂伝ば挙動が明瞭に現れている。また 200°C の場合コンプライアンス法は直接観察法と比べて明らかに大きなき裂長さを与える。この傾向はいずれの試験温度においても程度の差はあれ認められた。これはき裂の先端が一般に試験片の中心部でき裂進展方向にふくらんだ形状をしており、平均のき裂長さは常に表面のき裂長さよりも長く、従つて平均のき裂長さを与えるコンプライアンス法は直接観察法よりも常に大きなき裂長さを与えるからであると考えられる。

#### 4. 結 言

高温高圧水中の疲労試験片のき裂をオートクレーブの外から直接観察できる観察装置を試作し、沸騰水型軽水炉の冷却材環境を模擬した純水中で室温から288°Cまでの温度範囲で圧力容器用低合金鋼のき裂伝ば挙動の直接観察を試みた。観察結果の概要は次のとおりである。

1) 単結晶サファイアを固体光路媒体として用いることにより、288°Cの高温純水中でも安定した連続観察が可能になった。

2) 試作した観察装置の総合的な分解能は試験温度が高いほど低下したが、288°CにおいてもASTM基準を満足する性能が認められた。

3) 直接観察法によるき裂進展曲線は同時に測定したコンプライアンス法によるき裂進展曲線とほぼ一致することが確かめられた。

4) 175°C~250°Cの温度範囲でき裂の分岐やう回が観察されたが、それに起因する非定常的なき裂進展は直接観察法においてより明瞭に認められた。

終わりに臨み、貴重な試験材料をご提供いただいた石川島播磨重工業株式会社に謝意を表する。

#### 文 献

- 1) P. M. SCOTT and A. E. TRUSWELL: *The Measurement of Crack length and Shape During Fracture and Fatigue*, ed. by J. BEEVERS (1980), p. 69 [Engineering Materials Advisory Services]
- 2) 服部孝博, 山内崇賢, 金崎 宏, 近藤良之, 遠藤忠良: 三菱重工業技報, 23 (1986), p. 460
- 3) 中島伸也, 菊池正明, 鳴 誠之: 日本原子力研究所 JEARI-M 82-149 (1982)
- 4) 川久保隆, 菅田 譲: 防食技術, 31 (1982), p. 19
- 5) 特許公告 第1043581 (1980)
- 6) 高橋捷一, 清野敏広, 増川健一: 東芝レビュー, 35 (1979) 5, p. 1
- 7) ASTM Standards, Part 10, E 647-78T (1978), p. 703