

研 究 期 報

No. 114

令和 3 年 6 月

四 国 電 力 株 式 会 社
四 国 電 力 送 配 電 株 式 会 社
株 式 会 社 四 国 總 合 研 究 所

研究期報 1 1 4 号 目次

硬さを考慮した改良 9Cr-1Mo 鋼実機使用材のクリープ寿命評価手法の提案 1

Proposal of Creep Life Evaluation Method for Serviced Mod. 9Cr-1Mo Steel
Considering Hardness Values

実機使用後の改良 9Cr-1Mo 鋼溶接熱影響部細粒域の EBSD による

クリープ損傷過程の評価 10

EBSD Evaluation of Creep Damage Process for Fine Grained Heat Affected Zone
of Serviced Mod.9Cr-1Mo Steel

レーザーラマン分光法による局所ガス濃度非接触連続計測技術の開発..... 21

Development of non-contact and continuous measurement technology for
local gas concentration by laser Raman spectroscopy

6.6kV 系統における太陽光発電連系時の簡易電圧計算手法..... 28

Simple Voltage Calculation Method for Interconnection of PV on 6.6kV
Distribution System

硬さを考慮した改良 9Cr-1Mo 鋼実機使用材の クリープ寿命評価手法の提案

目 的

超々臨界圧火力発電プラントの蒸気配管等に使用されている改良 9Cr-1Mo 鋼配管は、溶接継手を起点としたクリープ損傷が報告されており、余寿命評価精度の向上が求められている。溶接継手と母材の破断時間は正の相関関係が成立する傾向が認められており、本研究では改良 9Cr-1Mo 鋼（母材）を対象に、硬さを考慮した実機使用材のクリープ寿命評価手法を提案した。

主な成果

1. 未使用材のクリープ寿命評価式の提案

National Institute for Materials Science (NIMS) クリープデータをもとに応力 σ を試験前硬さ HV_0 で規格化した σ / HV_0 を用いて構築した未使用材のクリープ寿命評価式は、未使用材の実測破断時間を精度良く推定できることが示された。(図 1)

2. 実機使用材のクリープ寿命評価式の提案

未使用材のクリープ寿命評価式をもとに、クリープに伴う硬さ変化推定手法に未使用材および実機使用材の硬さデータを適用することにより構築した実機使用材のクリープ寿命評価式は、実機使用材の実測破断時間を精度良く推定できることが示された。(図 2、3、4)

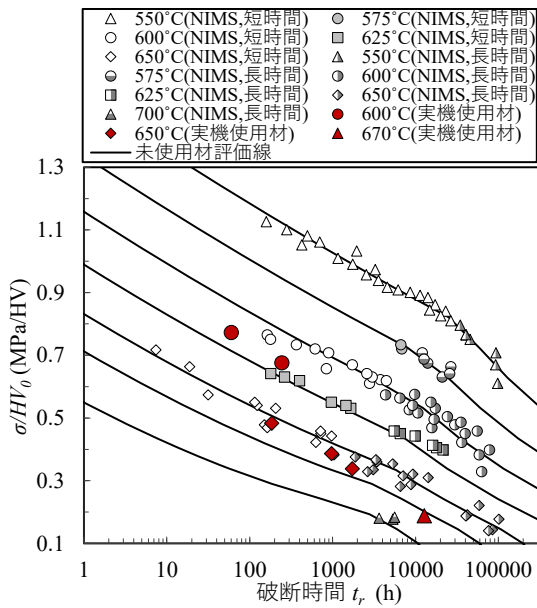


図1 未使用材のクリープ寿命評価式と実測破断時間の比較

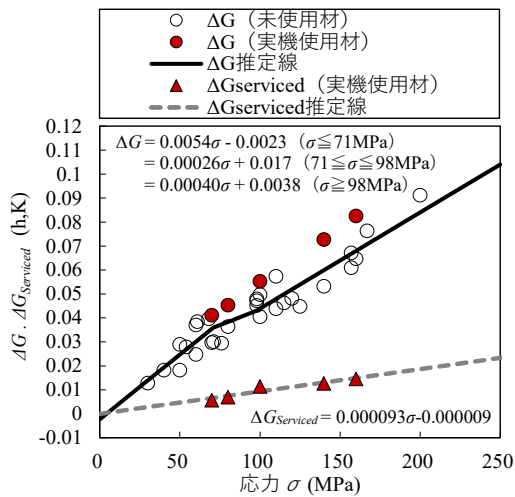


図3 ΔG , $\Delta G_{\text{serviced}}$ と応力の関係

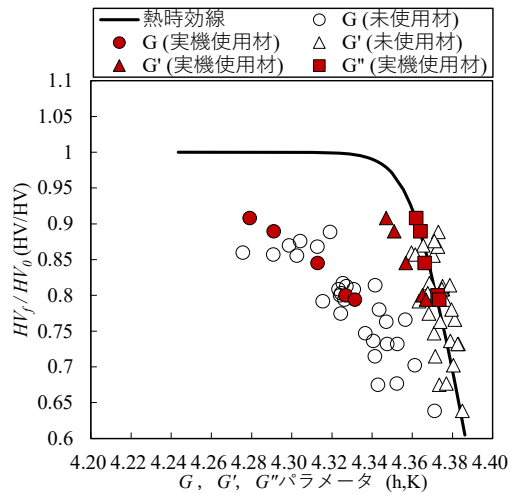


図2 HV_f/HV_0 と G, G', G'' パラメータの関係

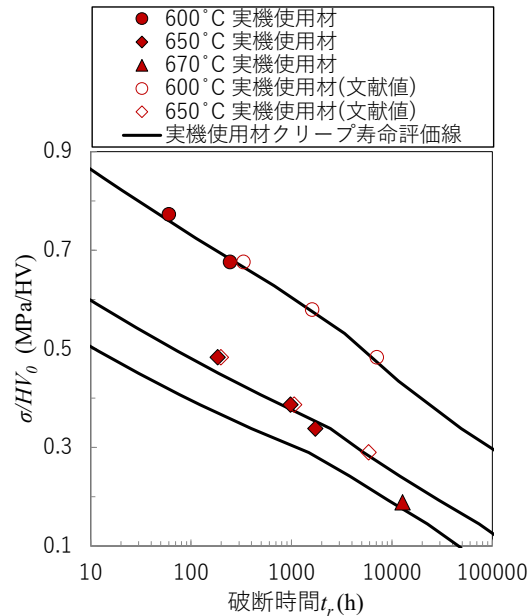


図4 実機使用材のクリープ寿命評価式と実測破断時間の比較

研究担当者	中村 拓弥 (株式会社四国総合研究所 エネルギー技術部) 平田 英之, 吉村 英徳 (香川大学創造工学部 機械システム工学領域) 藤山 一成 (名城大学理工学部 機械工学科)
キーワード	改良 9Cr-1Mo 鋼, 実機使用材, クリープ寿命評価式, 余寿命評価, 硬さ
問い合わせ先	株式会社四国総合研究所 経営企画部 TEL 087-843-8111 (代表) E-mail jigyo_kanri@ssken.co.jp http://www.ssken.co.jp/

[無断転載を禁ず]

実機使用後の改良 9Cr-1Mo 鋼溶接熱影響部細粒域の EBSD によるクリープ損傷過程の評価

目 的

超々臨界圧火力発電プラントの蒸気配管等に使用されている改良 9Cr-1Mo 鋼は、溶接熱影響部細粒域 (FGHAZ) を起点としたクリープ損傷が報告されており、余寿命評価精度の向上が求められている。そこで、改良 9Cr-1Mo 鋼の実機使用材等の FGHAZ を対象に電子後方散乱回折 (EBSD) 測定等を実施し、金属組織変化の調査、ならびに局所方位差 (KAM) に基づく余寿命評価法を提案する。

主な成果

1. クリープ損傷過程における金属組織変化の調査

改良 9Cr-1Mo 鋼の実機使用材およびクリープ中途止め試験片の FGHAZ を対象に SEM 観察および EBSD 測定を実施し、ボイド近傍領域では転位蓄積によるひずみ集中、非ボイド領域では転位減少による回復が生じていることが確認された。(表 1)

2. KAM に基づく余寿命評価法の提案

ボイド近傍領域の KAM (KAM_{local}) から非ボイド領域の KAM (KAM_0) を差し引いた ΔKAM はクリープ損傷率に対して単調増加傾向を示し、本指標によりクリープ損傷を評価できる可能性を示した。(図 1)

表 1 実機使用材および中途止め試験材の SEM 画像、KAM マップおよび Boundary マップの比較

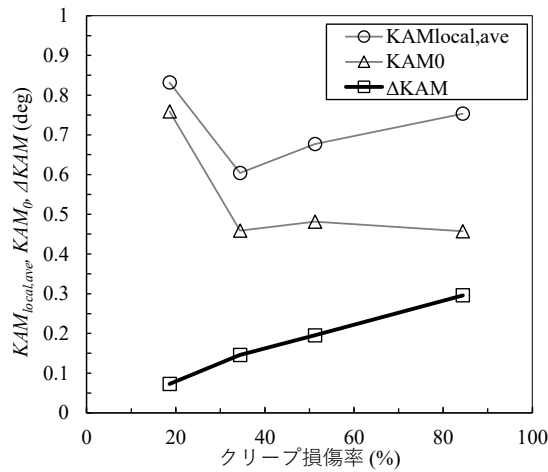
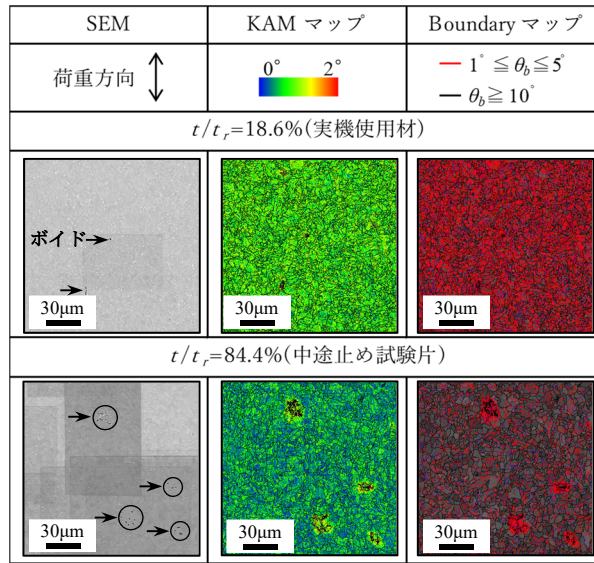


図 1 $KAM_{local,ave}$ 、 KAM_0 および ΔKAM とクリープ損傷率の関係

研究担当者	中村 拓弥 (株式会社四国総合研究所 エネルギー技術部) 片岡 桜雅 (香川大学大学院 工学研究科) 平田 英之, 吉村 英徳 (香川大学創造工学部 機械システム工学領域) 藤山 一成 (名城大学理工学部 機械工学科)
キーワード	改良 9Cr-1Mo 鋼, FGHAZ, 実機使用材, EBSD, 結晶方位差, クリープ損傷, ポイド, 転位
問い合わせ先	株式会社四国総合研究所 経営企画部 TEL 087-843-8111 (代表) E-mail jigyo_kanri@ssken.co.jp http://www.ssken.co.jp/

[無断転載を禁ず]

レーザーラマン分光法による局所ガス濃度非接触連続計測技術の開発

目 的

気体の挙動に関する研究において、本来の流れの状態に物理的に干渉しない計測手法は極めて重要である。また、高温・高圧炉、反応炉の内部など、過酷環境におけるガス計測では、系の外部からの非接触計測が有効である。

本テーマでは、ラマン散乱光を観測するバイスタティックライダシステムを構築し、様々なガス種に対し、局所ガス濃度の非接触連続計測を可能とする技術を開発する。

主な成果

1. バイスタティック型ラマンライダの開発

計測箇所と受光系間の計測距離を 750mm としたバイスタティック型ラマンライダを設計・製作した (図 1)。

計測原理としてレーザーラマン分光法を用いたことにより、様々なガス種を分離特定した計測が可能となった。送受信系の偏波面が直交する構成及び、対物レンズに焦点をもたせる光学系構成を考案し、微弱なラマン散乱光を効率的に捉えることができる高感度ガス計測装置の開発に成功した。

2. 水素を用いた高感度局所ガス非接触計測機能の検証

開発したバイスタティックライダを用いて、水素ガスを対象とした機能評価実験を行った。通常%オーダーの計測が中心であるラマン分光法による気体の計測に対し、本手法では水素ガスの検出限界 100ppm 以下を達成した (図 2)。観測領域は幅 7mm、高さ 1mm、奥行 1mm の空間であり、理論値 (図 3) と比較してやや広がってはいるものの、従来のライダシステムでは実現できなかった極めて高い空間分解能を実現した。

本技術を用いることで、流れの場に物理的に干渉することなく、局所ガス濃度の計測が可能である。また、高温高圧炉、反応炉などの過酷環境において、外部から非接触でガス濃度を計測することが可能である。

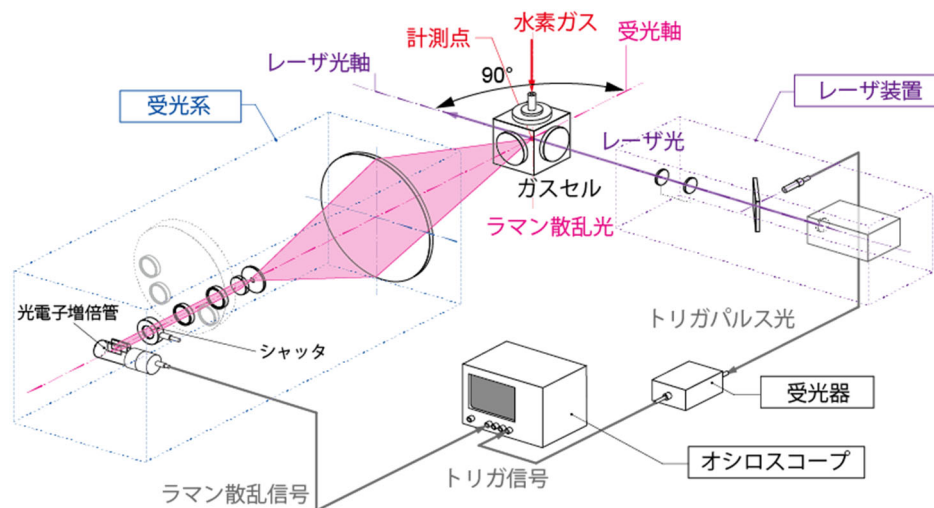


図1 バイスタティック型ラマンライダの装置構成

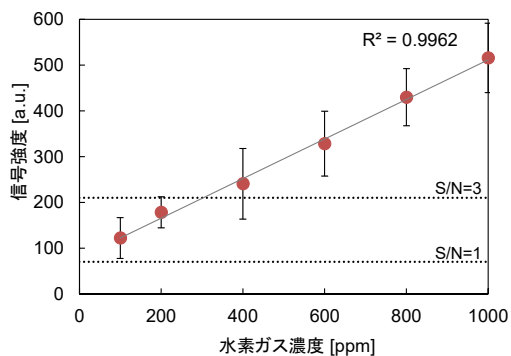


図2 水素ガスを用いた局所ガス計測実験結果事例

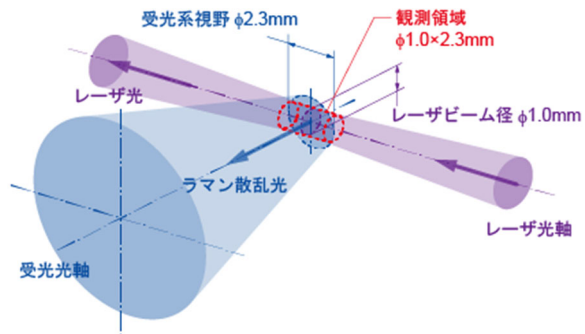


図3 バイスタティック型ラマンライダの観測領域の概念

研究担当者	朝日一平, 杉本幸代, 市川祐嗣, 荻田将一 (株式会社四国総合研究所 電子アグリ技術部)
キーワード	レーザラマン分光法, バイスタティックライダ, 局所ガス計測 非接触計測, マルチガス計測, 水素ガス計測
問い合わせ先	株式会社四国総合研究所 経営企画部 TEL 087-843-8111 (代表) E-mail jigyo_kanri@ssken.co.jp http://www.ssken.co.jp/

[無断転載を禁ず]

6.6kV 系統における太陽光発電連系時の簡易電圧計算手法

目 的

近年、配電系統への太陽光発電（PV）の導入が積極的に進み、配電系統に高圧 PV を新しく連系する場合には潮流計算を用いて詳細に系統電圧への影響を検討している。

一方、作業停電時や事故停電時には高圧 PV を常時とは異なる系統へ臨時的に接続することがあるが、従来の簡易計算を用いた手法では検討結果に誤差が懸念され、また、潮流計算を用いた手法では検討に時間を要する。

そこで本稿では、高圧 PV が常時系統と異なる系統に連系した場合に系統電圧をより精度良く簡易に把握する手法を提案する。

主な成果

1. 提案手法の概要と検証結果

事前にモデル系統（図 1）にて PV 連系時の電圧変動を潮流計算により系統条件毎に網羅的に入出力表（表 1）として求めておき、運用時には系統条件を指定することで所要の電圧変動を即座に得る手法を検討した（図 2）。

配電線に接続される負荷、既設 PV について、分布率 η を用いて平等分布と異なる接続状況を考慮することとし、また、誤差の低減のため、亘長および連系 PV の出力に比例する補正值（ $7V/(km \cdot MW)$ 、 $-19V/(km \cdot MW)$ ）をモデル系統より求めた電圧変動値に追加することとした。

モデルケースによる検証の結果、誤差 σ は 0.6% まで低減され、系統電圧の維持面で潮流計算と同程度の精度を確保できることを確認した。

2. 連系可能亘長の特性

提案手法の適用により PV が連系できる配電線の連系可能亘長について検討した。連系可能亘長は連系 PV の出力等のパラメータの影響を受けるが、連系 PV の出力や線路インピーダンスの R/X 比の影響が大きく、既設 PV の出力や負荷電流の影響は小さいことがわかった（図 3）。

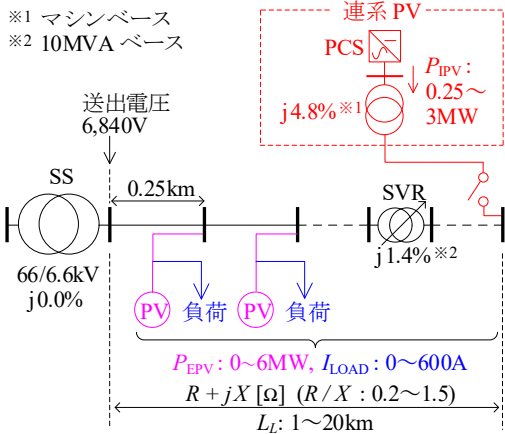


図1 配電システムモデル

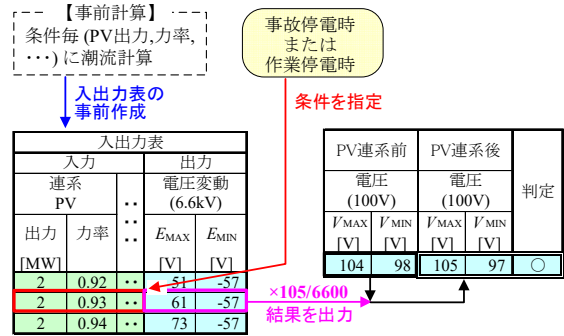


図2 提案手法の概要

表1 入出力表

入力		出力							
連系 PV	既設 PV	出力 [MW]	負荷電流 [A]	亘長 [km]	R/X 比	電圧変動 (6.6kV)			
						元		補正後	
						E_{MAX} [V]	E_{MIN} [V]	$E_{MAX}^{※1}$ [V]	$E_{MIN}^{※2}$ [V]
1	0.94	1	150	5	0.6	46	0	81	-95
1	0.94	1	150	10	0.6	85	-3	155	-193
1	0.94	1	300	5	0.6	55	0	90	-95
1	0.94	1	300	10	0.6	122	0	192	-190
1	0.94	2	150	5	0.6	37	0	72	-95
1	0.94	2	150	10	0.6	60	-7	130	-197
1	0.94	2	300	5	0.6	46	0	81	-95
1	0.94	2	300	10	0.6	86	0	156	-190
2	0.94	1	150	5	0.6	74	0	144	-190
2	0.94	1	150	10	0.6	117	-49	257	-429
2	0.94	1	300	5	0.6	90	0	160	-190
2	0.94	1	300	10	0.6	173	0	313	-380
2	0.94	2	150	5	0.6	61	-1	131	-191
2	0.94	2	150	10	0.6	92	-98	232	-478
2	0.94	2	300	5	0.6	74	0	144	-190
2	0.94	2	300	10	0.6	128	0	268	-380

※1 7V/(km・MW) ※2 -19V/(km・MW)

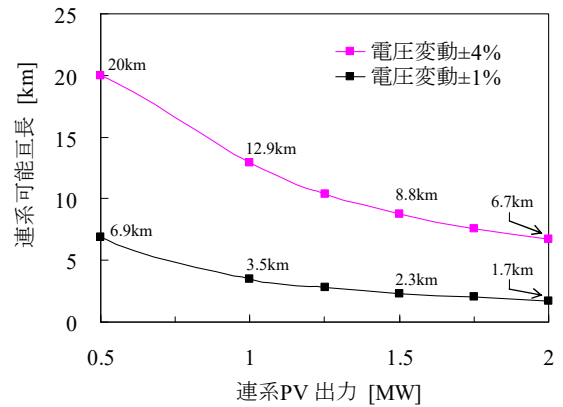


図3 連系 PV 出力と連系可能亘長の関係

研究担当者	河野高一郎, 山地英樹 (株式会社四国総合研究所 電力技術部)
キーワード	高圧配電システム, 潮流計算, 太陽光発電, 電圧変動, システム連系, 電圧計算
問い合わせ先	株式会社四国総合研究所 経営企画部 TEL 087-843-8111 (代表) E-mail jigyo_kanri@ssken.co.jp http://www.ssken.co.jp/

[無断転載を禁ず]

硬さを考慮した改良 9Cr-1Mo 鋼実機使用材のクリープ寿命評価手法の提案

(株)四国総合研究所	エネルギー技術部	中村 拓弥
香川大学創造工学部	機械システム工学領域	吉村 英徳
香川大学創造工学部	機械システム工学領域	平田 英之
名城大学理工学部	機械工学科	藤山 一成

キーワード： 改良 9Cr-1Mo 鋼
実機使用材
クリープ寿命評価式
余寿命評価
硬さ

Key Words : Mod.9Cr-1Mo steel
Serviced material
Creep life equation
Remaining life evaluation
Hardness

Proposal of Creep Life Evaluation Method for Serviced Mod. 9Cr-1Mo Steel Considering Hardness Values

Shikoku Research Institute, Inc., Energy Engineering Department

Takuya Nakamura

Kagawa University, Area of Mechanical Systems Engineering, Faculty of Engineering and Design

Hidenori Yoshimura and Hideyuki Hirata

Meijo University, Department of Mechanical Engineering, Faculty of Science and Technology

Kazunari Fujiyama

Abstract

In order to avoid troubles caused by damage of steam piping of thermal power plants, it is strongly required to improve accuracy to predict Type IV creep damage of Mod.9Cr-1Mo steel. Although Type IV creep damage occurs at the heat affected zone, it is recognized that the creep strengths between the welded joint and the base metal have correlation. So, remaining life evaluation of the base metal is very important. In this report, the method for estimating the change in hardness due to creep was applied to unused and serviced Mod.9Cr-1Mo steel, and from the results, a method for estimating the creep life equation for the serviced material was proposed. A thermal aging estimation equation that expresses the change in hardness due to thermal aging, and ΔG and $\Delta G_{\text{Serviced}}$ parameters to express the acceleration of softening of unused and serviced materials were formulated. Based on the $\Delta G_{\text{Serviced}}$ parameter and the creep life equation of unused materials, the creep life equation for the serviced materials was constructed, too. It was shown that this equation can accurately estimate the rupture time in short and long-term regions.

1. はじめに

超々臨界圧（蒸気圧力 24.1MPa 以上、蒸気温度 593°C 以上）火力発電プラントで使用されている改良 9Cr-1Mo 鋼においては、蒸気配管の溶接継手の溶接熱影響部（以下、HAZ：Heat Affected Zone）でのクリープ損傷事例が報告¹⁾されている。当該損傷による蒸気漏洩等の不具合を未然に防止し、電力を安定に供給するため、余寿命評価技術の高度化が求められている。溶接継手の破断時間は母材と正の相関関係が成立する傾向が認められ²⁾、母材が弱い材料ほど溶接継手も弱い傾向を有することが確認されており、母材においても余寿命を精度良く評価することが重要と考えられる。

余寿命評価法の一つである破壊評価法は、他の余寿命評価法（解析評価法、非破壊評価法）と比較して、最も精度が高い手法と考えられている。しかし、実機使用材に対して応力加速試験を行うと、試験応力が高いほど未使用材の破断時間に対する実機使用材の破断時間の低下割合が高まること多くの材料で認められている³⁾。そのため、実機使用材においては、応力加速条件の短時間クリープ試験データから定式化したクリープ寿命評価式に基づく長時間領域の推定破断時間の評価精度低下が懸念される。

一方、クリープ変形時の応力は未使用材と実機使用材の破断時間差だけでなく、硬さ変化にも影響することが報告されている。後藤⁴⁾は、未使用材の Cr-Mo-V 鋼を対象に熱時効およびクリープに伴う軟化挙動を調査して、クリープによる軟化は熱時効軟化に応力の影響が加わったものと考えて、硬さに基づく余寿命評価手法を提案している。また、角屋ら⁵⁾は、当該手法の 10Cr 鋼への適用に関して検討している。したがって、未使用材と実機使用材の破断時間差の応力依存性は硬さ変化を考慮することにより補正でき、未使用材および実機使用材の破断時間を統一的に表現できる可能性があると考えられる。

本研究では、広範囲の応力および温度条件の試験結果を有する National Institute for Materials Science（以下、NIMS）クリープデータに基づく未使用材のクリープ寿命評価式をもとに、後藤が提案したクリープに伴う硬さ変化の推定手法を改良 9Cr-1Mo 鋼の未使用材と実機使用材にも適用するとともに、硬さをパラメータと

した実機使用材へのクリープ寿命評価式の推定手法についても提案した。また、当該提案式の長時間領域の推定破断時間の評価精度について Factor of 2 を目標として検証した。

2. 未使用材および実機使用材のクリープデータ

本報では、後藤らが提案したクリープに伴う硬さ変化の推定手法を改良 9Cr-1Mo 鋼の未使用材および実機使用材へ適用することとし、試験応力、温度、試験時間および試験前後の硬さを参照する。

2.1 未使用材クリープデータ

各データの試験条件および試験数を Table 1 に示す。未使用材のクリープデータは、木村ら⁶⁾、伊藤ら⁷⁾、遠藤ら⁸⁾、九島ら⁹⁾、中橋ら¹⁰⁾にて取得された改良 9Cr-1Mo 鋼のクリープ破断データおよび熱時効データのうち、試験前後の硬さが示されていた 54 データ（破断材 29 データ、熱時効材 25 データ）を使用した。試験応力 30~200MPa、試験温度 600~740°C の試験条件における、試験前硬さ HV_0 、試験後硬さ HV_f 、および試験時間を取得した。また、未使用材のクリープ寿命評価式の構築には、NIMS にて収集されたクリープデータ¹¹⁾を参照し、改良 9Cr-1Mo 鋼の板材およびパイプ材の 5 ヒート（ヒート名：MgA、MgB、MgC、MgD、MGQ）の試験温度 550~700°C、試験応力 30~240MPa の 112 データを用いた。

2.2 実機使用材クリープデータ

供試材には、超々臨界圧火力発電プラントにて約 12 万時間使用した改良 9Cr-1Mo 鋼製蒸気配管から採取した Table 1 の実機使用材を用いた。蒸気配管の仕様および蒸気条件を Table 2 に、使用前の化学成分および熱処理条件を Table 3 に示す。化学成分および熱処理条件は規格¹²⁾を満足していた。配管長手方向の断面における試験片の採取位置および寸法を Fig. 1 に示す。試験片は、供試材の肉厚中央部から標点間直径 6mm、標点間長さ 30mm の JIS Z 2271-2010 に基づいた寸法で採取した。

クリープ試験条件および破断時間 t_r を Table 4 に示す。クリープ試験は、東伸工業製の RT-30 型（29.4kN 容量のシングル型）クリープ試験機を用いて、大気中で試験温度 600°C の試験応力 160、

140MPa、試験温度 650℃の試験応力 100、80、70MPa、試験温度 670℃の試験応力 39MPa の計 6 条件を JIS Z 2271-2010 に基づいて実施した。試験温度 670℃、試験応力 39MPa 条件のデータは試験時間 1 万時間を超える長時間試験のため、実機使用材

Table 1 Test conditions and number of data.

	Stress σ [MPa]	Temperature T [°C]	Number of data		Reference No.
			Ruptured	Aged	
Unused	76~157	600,650	4	14	6)
	54~68	680	3		7)
	71~167	600,625,650	6		8)
	30~200	600,650,700	16		9)
		700,720,740		11	10)
	30~240	550,575,600, 625,650,700	112		11):NIMS
Serviced	39~160	600,650,670	6 (5 ^{*1})		

*1) Hardness measurement data

Table 2 Piping specifications and steam conditions.

Piping Specification	Material	KA-SCMV28 NT SR (Mod.9Cr-1Mo steel)
	Outer diameter	711.2mm
	Thickness	39mm
Steam condition	Pressure	4.52MPa
	Temperature	596°C
Usage time		about 120000hours

Table 3 Chemical composition and heat treatment condition of base metal.

	Chemical composition (wt%)							
	C	Si	Mn	P	S	Ni	V	Nb
Test material	0.09	0.35	0.44	0.006	0.001	0.14	0.2	0.08
Specification	0.08~0.12	0.20~0.50	0.30~0.60	≦0.020	≦0.010	≦0.40	0.18~0.25	0.06~0.10
	Chemical composition (wt%)				Heat treatment condition			
	Cr	Mo	N	Al	Normalizing	Tempering		
Test material	8.44	0.98	0.047	0.01	1050 °C×30min	780 °C×30min		
Specification	8.00~9.50	0.85~1.05	0.030~0.070	≦0.04	1040 °C~1095 °C	≧ 730 °C		

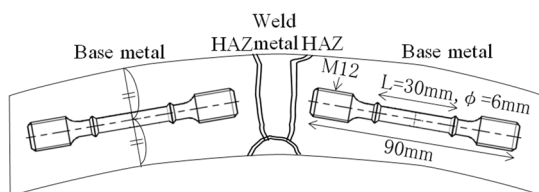


Fig.1 Position of specimen cut from piping and size of specimen.

Table 4 Creep test conditions and results of serviced material.

Temperature T(°C)	Stress σ (MPa)	Rupture time t_r (h)
600	160	60.0
	140	244.0
650	100	184.2
	80	975.1
	70	1725.1
670	39	12161.5 ^{*1})

*1) Estimated rupture time based on creep strain curve

のクリープ寿命評価式の推定精度の検証用データとした。なお、当該データについては、木村ら¹³⁾のクリープひずみカーブによる推定手法を用いて、式 (1) により得られる全ひずみ ϵ が 10% に到達する時間を推定破断時間とした。

$$\epsilon = \epsilon_0 + S1_a t^{S1_b} + S2_a t^{S2_b} + S3_a \exp(S3_b t) + S4_a \exp(S4_b t) \quad (1)$$

ここで、 t は時間 (h)、 ϵ_0 、 $S1_a$ 、 $S1_b$ 、 $S2_a$ 、 $S2_b$ 、 $S3_a$ 、 $S3_b$ 、 $S4_a$ 、 $S4_b$ は定数である。また、屋口ら¹⁴⁾による実機使用材のクリープ試験データ (6 データ) も検証用データとして用いた。

破断後の試験片 5 本を対象に硬さ計測を実施した。硬さ計測用の試料は、破断試験片の中心軸を含む面で半裁し、断面を耐水研磨紙、ダイヤモンド懸濁液、アルミナ懸濁液にて鏡面に仕上げて作製した。マイクロビッカース硬さ計 (ミットヨ製 HM-220 システム B) を用いて、試験力 HV0.3 (2.942N)、押込み保持時間 10 秒、計測間隔 0.25mm にて、一様に変形している領域を 20 点計測し、平均硬さを取得した。

3. NIMS クリープデータに基づくクリープ寿命評価式

Table 1 中の NIMS および実機使用材のクリープデータのプロットとともに、この NIMS データから作成した未使用材のクリープ寿命評価式による評価線を実線にて Fig.2 に示す。当該データにおいては破断時間 t_r と試験前硬さ HV_0 が相関を有する¹⁵⁾ ことからヒート毎の破断時間 t_r のばらつきを抑制するために、試験前硬さ HV_0 で応力 σ を規格化した σ/HV_0 を用いてデータを整理した。また、領域分割解析法¹⁶⁾ を適用して各ヒート材の 0.2% 耐力の半分の応力 σ を境界応力に設定して、短時間領域と長時間領域のクリープ寿命評価式を構築した。クリープ寿命評価式を式 (2)、(3)、(4) に示す。

$$t_{r1} = 10^{\left\{ 31940.0 - 12494.3 \log\left(\frac{\sigma}{HV_0}\right) - 9104.4 \left(\log\left(\frac{\sigma}{HV_0}\right)\right)^2 - 5440.9 \left(\log\left(\frac{\sigma}{HV_0}\right)\right)^3 \right\} / T - 35.6} \quad (2)$$

$$t_{r2} = 10^{\left\{ 19196.2 - 4491.2 \log\left(\frac{\sigma}{HV_0}\right) + 716.7 \left(\log\left(\frac{\sigma}{HV_0}\right)\right)^2 + 1669.1 \left(\log\left(\frac{\sigma}{HV_0}\right)\right)^3 \right\} / T - 19.3} \quad (3)$$

$$t_{r,Unused} = \min[t_{r1}, t_{r2}] \quad (4)$$

ここで、 T は絶対温度 (K) である。

σ/HV_0 と破断時間 t_r の関係における実測値と推定値の比較を Fig. 2 に示す。クリープ寿命評価式は未使用材に対してヒートに依存せず精度良く破断時間 t_r を推定できている。式 (4) の σ/HV_0 により構築したクリープ寿命評価式の精度を式 (5) に示す Standard Error of Estimate (以下、*SEE*) 値で評価するとともに、応力 σ の 3 次式によりクリープ寿命評価式を構築し、*SEE* 値を求めて、両式の *SEE* 値を比較した。

$$SEE = \sqrt{\frac{1}{n-k-N_p-1} \sum_{i=1}^n (\log t_{ri} - \log t_{ri}^*)^2} \quad (5)$$

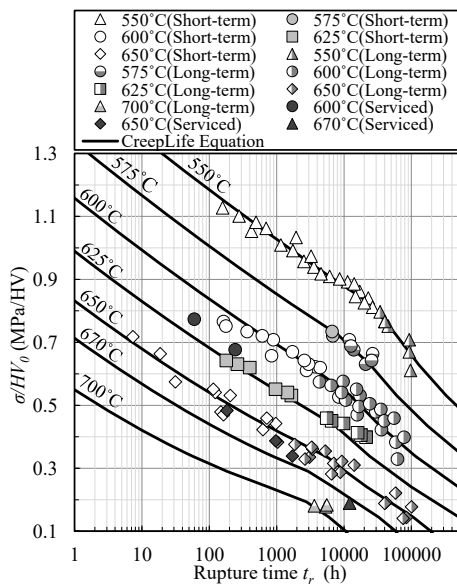


Fig.2 Estimated creep life equation curves obtained from NIMS creep data¹¹⁾ of unused materials and their comparison with serviced materials plots.

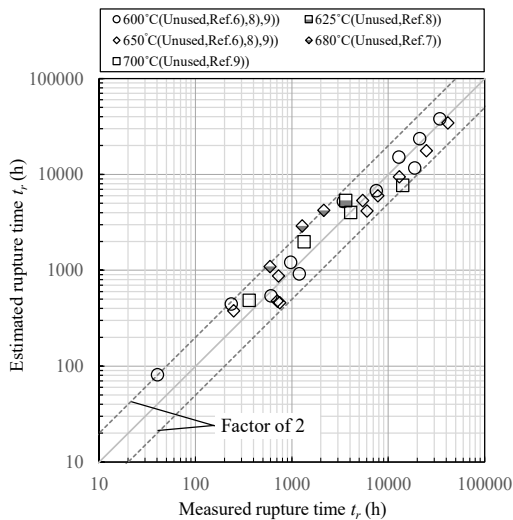


Fig.3 Comparison of measured and estimated rupture time t_r for unused materials.

ここで、 n はデータ数、 k は各クリープ寿命評価式の次数、 N_p は TTP 中に含まれる定数の数、 t_{ri} は i 番目の破断時間、 t_{ri}^* は各クリープ寿命評価式で推定した i 番目の破断時間である。NIMS クリープデータに対する σ/HV_0 により構築したクリープ寿命評価式の *SEE* は 0.17 であり、応力 σ の 3 次式により構築したクリープ寿命評価式の *SEE* は 0.25 であったことから、 σ/HV_0 を用いることで破断時間 t_r のばらつきを抑制できていた。NIMS クリープデータに基づき σ/HV_0 により構築したクリープ寿命評価式の精度を検証するために、Table 1 に示す NIMS クリープデータ以外の未使用材のデータと比較した。破断時間 t_r の実測値と推定値の比較を Fig. 3 に示す。概ね Factor of 2 の精度で破断時間 t_r を推定できることを確認した。

実機使用材については、未使用時の硬さではなく、実機使用後のクリープ試験前硬さにて整理しているが、未使用材に対して短寿命側に示されており、予測精度が低かった。特に、実機使用材の高応力条件においては、未使用材に対する寿命低下割合が大きいことも確認され、応力加速による影響と推測される。

4. 組織観察結果および考察

4.1 G パラメータに基づく硬さ変化の整理方法

後藤らは、温度 T と時間 t に依存する現象である硬さ比 HV_t/HV_0 を G パラメータで表現した。 $G = \log g$ と定義して、 g を Larson-Miller パラメータとした場合、 g は $(\log t + C)T$ であることから、 G は $\log T + \log(\log t + C)$ であり、温度項と時間項の和の形で表現できる。クリープに伴う軟化は、熱時効軟化と応力 σ に伴う軟化に分離できるとし、熱時効軟化を温度 T と時間 t の関数とし、応力 σ に伴う軟化を応力 σ の関数 ΔG として、

$$G' = G + \Delta G = \log T + \log(\log t + C) + f(\sigma)$$

として表現している。本報では、後藤らの報告と同様に、クリープに伴う軟化を $C = 20$ とし、

$$G' = G + \Delta G = \log T + \log(\log t + 20) + f(\sigma)$$

として整理した。

4.2 熱時効に伴う硬さ変化

上記の手法について、改良 9Cr-1Mo 鋼にも適用を試みた。まず、熱時効データに対して熱時効線

を推定した。熱時効線は木村ら⁶⁾によりクリープ軟化挙動は転位密度 ρ の変化により支配されるという仮定に基づいて提案した式をもとに検討した。

改良 9Cr-1Mo 鋼は初期が最も転位密度が高く、その後は回復により減少すると考えられるため、転位の増殖項は無視し、転位の減少項において定常クリープ速度の温度・応力依存性と等しい挙動になると仮定した転位密度 ρ の変化率の式 (6) を以下に示す。

$$\frac{d\rho}{dt} = -\beta \left(\frac{\sigma}{E}\right)^\gamma \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \rho^2 \quad (6)$$

ここで、 β 、 γ は材料定数、 E はヤング率 (MPa)、 R は気体定数、 T は絶対温度 (K)、 Q は活性化エネルギー (kJ/mol) である。しかし、式 (6) は熱時効時 ($\sigma=0$) の転位密度変化を表現できない。そこで、応力 σ による活性化エネルギー Q の減少を考慮¹⁷⁾した式 (7) を用いた。

$$\frac{d\rho}{dt} = \exp\left(-\frac{Q_0 - A\sigma}{RT}\right) \rho^2 \quad (7)$$

ここで、 Q_0 は $\sigma=0$ のときの活性化エネルギー (kJ/mol)、 A は定数である。一方、澤田ら¹⁸⁾は改良 9Cr-1Mo 鋼において、硬さ HV と転位密度 ρ の関係を実験的に次式 (8) で表している。

$$HV = R_0 + \alpha \cdot \ln \rho \quad (8)$$

ここで、 R_0 、 α は組織観察結果から求めた定数である。(7) 式を時間 t について積分し、(8) 式を代入して、 $\sigma=0$ とすることで、クリープ損傷過

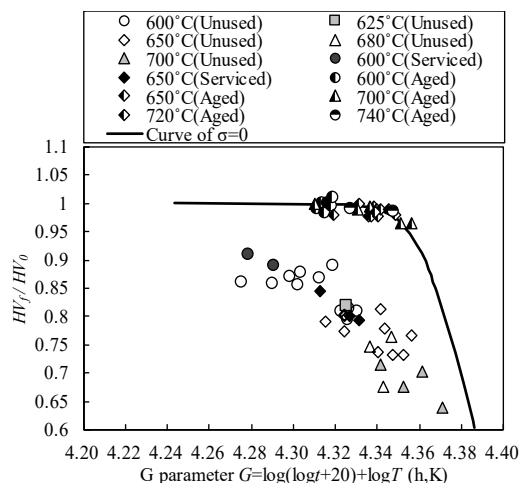


Fig.4 Plotting of hardness ratio HV_F/HV_0 versus G parameter.

程での温度 T 、および時間 t における硬さを示す次式が得られる。

$$HV_F = R_0 - \alpha \ln \left\{ \exp\left(\frac{R_0 - HV_0}{\alpha}\right) + \exp\left(-\frac{Q_0}{RT}\right) t \right\} \quad (9)$$

熱時効データを対象に、活性化エネルギー Q_0 を最小二乗法により 323.1 kJ/mol と同定した。式 (9) にて得られる HV_F/HV_0 の推定値は、 HV_0 および温度 T により変化する。そのため、熱時効試験において最も高い G 値を取得していた試験温度 700°C、 $HV_0=205$ HV 条件での推定線を熱時効線として設定した。熱時効データにおいて実測値と推定線の比較を Fig. 4 中に示す。熱時効線は実測値を精度良く表現できていると考えられた。

4.3 クリープに伴う硬さ変化

後藤らは、硬さに基づくクリープ損傷率の推定を目的としていたため、中断材を含めて評価していたが、本研究では、硬さに基づいて未使用材のクリープ寿命評価式を補正し、実機使用材のクリープ寿命評価式を導出することが目的であるため、破断材のみを対象として評価した。

Fig. 4 に示した破断材と熱時効材の HV_F/HV_0 と G の関係において、 HV_F/HV_0 の低下に伴い、破断材の G 値は熱時効線に近づく傾向を示した。また、実機使用材は概ね未使用材のプロット上に示された。硬さ比 HV_F/HV_0 と応力 σ の関係を Fig. 5 に示す。硬さ比 HV_F/HV_0 は低応力条件でより顕著に低下傾向を示すとともに、未使用材に比べて実機使用材の方が高い値を示す傾向が見られた。試験前後の硬さと応力 σ の関係を Fig. 6 に示す。試験前硬さ HV_0 は、未使用材に比べて実機使用材の方

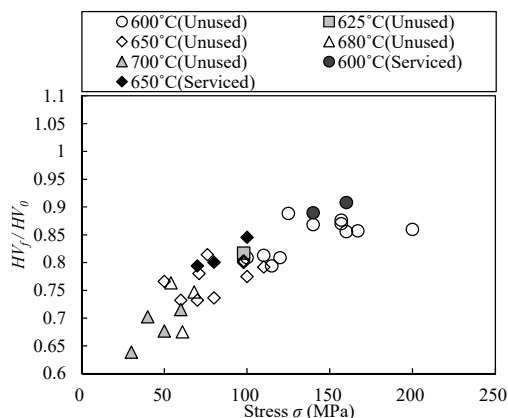


Fig.5 Plotting of hardness ratio HV_F/HV_0 versus stress σ for creep.

が低い値を示し、試験後硬さ HV_f は、未使用材の下限近傍に実機使用材がプロットされた。実機使用材の方が未使用材に比べて、軟化量が小さく、試験前硬さ HV_0 が低いことにより、Fig. 5 において実機使用材の硬さ比 HV_f/HV_0 が未使用材に比べて高まったと推測される。

Fig. 4 中の各破断材の G を、同一の HV_f/HV_0 における熱時効材の G から差し引いて ΔG を求めた。未使用材および実機使用材の応力 σ と ΔG の関係を Fig. 7 に示す。 ΔG は未使用材に比べて実機使用材の方が高い値を示し、低応力に比べて高応力で ΔG の差異が増加する傾向を有していた。増山ら¹⁹⁾は改良 9Cr-1Mo 鋼のクリープ中断材および破断材の試験後の硬さ HV_f と LMP との関係を調査した結果、硬さの変化は試験応力 71MPa 以下と試験応力 98MPa 以上では異なる傾向を示し、応力依存性を有していた。そこで、試験応力で区分した 3 領域 ($\sigma \leq 71\text{MPa}$, $71\text{MPa} < \sigma < 98\text{MPa}$, $\sigma \geq 98\text{MPa}$) 毎に、未使用材の実測値に対する ΔG 推定線を作成して、図中に示した。 ΔG の推定式を式 (10) ~ (12) に示す。式 (10)、(12) 中の定数は当該応力範囲の未使用材データを対象に最小二乗法で求め、式 (11) の定数は式 (10)、(12) により得られる応力境界の 2 点から求めた。

$$\Delta G_{\sigma \leq 71\text{MPa}} = 0.0054\sigma - 0.0023 \quad (10)$$

$$\Delta G_{71\text{MPa} \leq \sigma \leq 98\text{MPa}} = 0.00026\sigma + 0.017 \quad (11)$$

$$\Delta G_{\sigma \geq 98\text{MPa}} = 0.00040\sigma + 0.0038 \quad (12)$$

本推定線は未使用材については精度良く推定できていた。一方、実機使用材については、応力 σ の増加に伴い、本推定線との ΔG の差異が大きくなる傾向が認められた。

破断材の G に ΔG 推定値を加えた G' と硬さ比

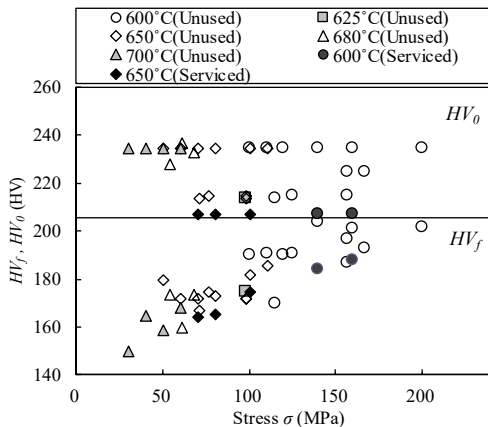


Fig. 6 Plotting of HV_f and HV_0 versus stress σ .

HV_f/HV_0 の関係を Fig. 8 に示す。図中には熱時効時間 t の Factor of 2 ($0.5t$, $2t$) の推定線を示す。未使用材のプロット点の多くは Factor of 2 の範囲内で推定された。しかし、実機使用材については、まだ上述の傾向を伴う差異が認められることから、実機使用材の G' を同一の HV_f/HV_0 における熱時効材の G から差し引いて $\Delta G_{\text{Serviced}}$ を求めた。実機使用材の応力 σ と $\Delta G_{\text{Serviced}}$ の関係を Fig. 9 に示す。両者の間には線形関係が認められ、 $\Delta G_{\text{Serviced}}$ 推定線を作成して、図中に示した。 $\Delta G_{\text{Serviced}}$ 推定式を式 (13) に示す。

$$\Delta G_{\text{Serviced}} = 0.000093\sigma - 0.000009 \quad (13)$$

$\Delta G_{\text{Serviced}}$ は、応力 σ で精度良く実測値を推定できることが示された。実機使用材の破断時間 t_r の減少は応力加速の影響と考えられることから、 $\Delta G_{\text{Serviced}}$ は応力 σ のみの関数として定義したが、 $\Delta G_{\text{Serviced}}$ の算出過程において試験前硬さ HV_0 が考慮されている。クリープ損傷の進行に伴い硬さは

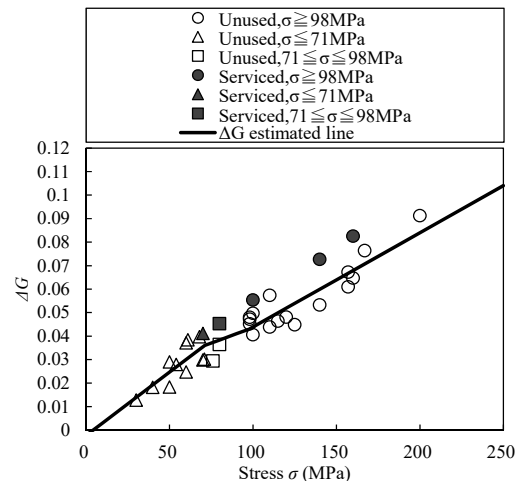


Fig. 7 Plotting of ΔG versus stress σ .

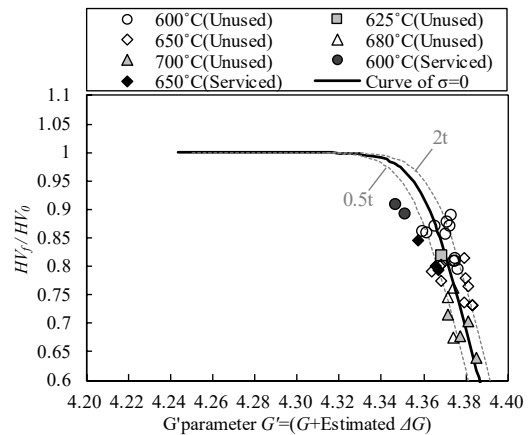


Fig. 8 Plotting of hardness ratio HV_f/HV_0 versus G' parameter for creep.

低下するため、実機使用温度、圧力、時間によるクリープ損傷の影響は、試験前硬さ HV_0 に含まれると推測される。

実機使用材の破断材の G に ΔG 推定値および $\Delta G_{Serviced}$ 推定値を加えた G'' と硬さ比 HV_f/HV_0 の関係を Fig. 10 に示す。実機使用材のプロット点は熱時効時間 t の Factor of 2 の範囲内で推定された。

4.4 実機使用材のクリープ寿命評価式推定法の検討

$\Delta G_{Serviced}$ 推定線、ならびに NIMS クリープデータから構築した未使用材の寿命評価式 (2) ~ (4) を用い、実機使用材のクリープ寿命評価式の推定法について検討した。 $\Delta G_{Serviced}$ は未使用材の G' から実機使用材の G' を差し引いた値であり、同一温度では式 (14) のように表すことができ、当該式から導出した実機使用材のクリープ寿命評価式を式 (15) に示す。

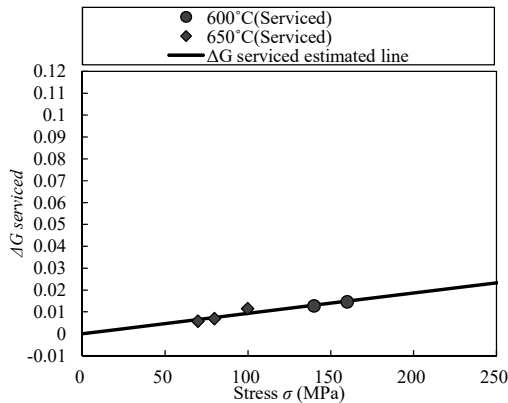


Fig.9 Plotting of $\Delta G_{Serviced}$ versus stress σ .

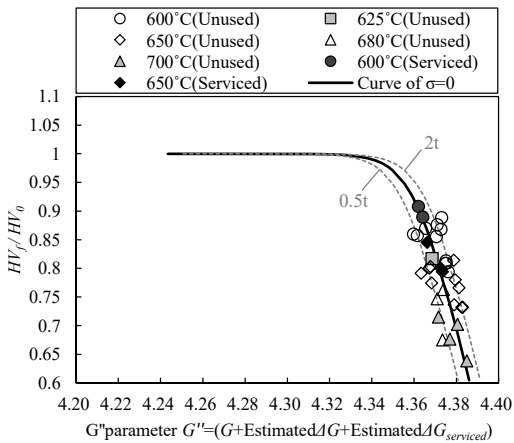


Fig.10 Plotting of hardness ratio HV_f/HV_0 versus G'' parameter for creep.

$$\Delta G_{Serviced} = \log(\log t_{r,Unused} + 20) - \log(\log t_{r,Serviced} + 20) \quad (14)$$

$$t_{r,Serviced} = 10^{(\log t_{r,Unused} + 20) \times 10^{-\Delta G_{Serviced}} - 20} \quad (15)$$

ここで、 $t_{r,Unused}$ は式 (2) ~ (4) で得られる未使用材の推定破断時間 (h)、 $t_{r,Serviced}$ は実機使用材の推定破断時間 (h) である。

σ/HV_0 と破断時間 t_r の関係における実機使用材の実測値と推定値の比較を Fig. 11 に示す。図中には、検証用データである試験温度 670°C、試験応力 39MPa 条件の推定破断時間、ならびに屋口ら¹⁴⁾による実機使用材の 6 データの破断時間 t_r を追記した。硬さを考慮したクリープ寿命評価式 (15)

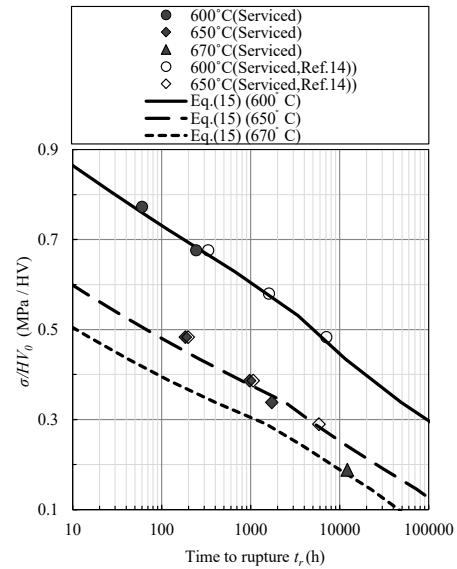


Fig.11 Estimated creep life equation for serviced materials compared with data.

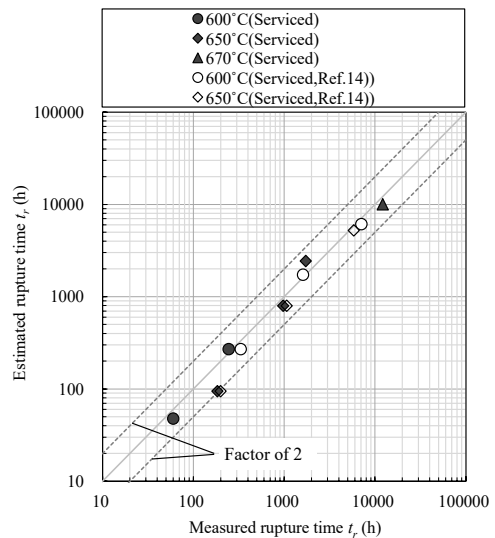


Fig.12 Comparison of measured and estimated rupture time t_r .

による推定破断時間は、短時間および長時間データを精度良く推定できており、推定精度は高いことが示された。

Fig. 12 に破断時間 t_r の実測値と推定値の比較を示す。クリープ寿命評価式 (15) は、いずれのデータにおいても概ね Factor of 2 の範囲内で推定できることが確認された。

以上より、NIMS クリープデータに基づくクリープ寿命評価式をベースにして長時間側も考慮し、かつ未使用材および実機使用材のクリープデータを G パラメータで整理して得られた $\Delta G_{\text{Serviced}}$ によって補正することで実機使用材の破断時間 t_r を評価でき、試験データの取得時間の大幅な短縮、ならびに長時間領域の推定精度の向上が可能になると考えられる。

本手法に基づく余寿命評価の手順としては、実機使用材のクリープ試験を実施して、破断時間 t_r および試験前後の硬さを取得後、以下のステップにより実機条件での余寿命を評価する。

- (1) 実機使用材のクリープ試験条件毎の G を試験温度 T および破断時間 t_r から求める。
- (2) ΔG を試験応力および ΔG 推定式 ((10) ~ (12)) から求める。
- (3) $G' = (G + \Delta G)$ とする。
- (4) 熱時効式 (9) から HV_f/HV_0 がクリープ試験と同じ値になるときの G を求め、 G' との差を $\Delta G_{\text{Serviced}}$ とする。
- (5) $\Delta G_{\text{Serviced}}$ と応力 σ の関係を近似式 (13) として求め、式 (15) に $\Delta G_{\text{Serviced}}$ を代入して実機使用材の余寿命を評価する。

応力加速試験の結果から余寿命を推定できることから、実機使用環境が異なる場合であっても短時間で評価できる可能性があると考えている。

本報では、 G パラメータ内の C を 20 として寿命予測精度が向上したが、改良 9Cr-1Mo 鋼に対して C を変更することにより、さらに統一的に表現できる可能性があると考えており、これについては今後の検討としたい。

5. まとめ

改良 9Cr-1Mo 鋼を対象に、NIMS クリープデータから構築した未使用材のクリープ寿命評価式をもとに、後藤が提案したクリープに伴う硬さ変化の推定手法に未使用材と実機使用材の硬さ

データを適用して、実機使用材のクリープ寿命評価式の推定法を提案した。得られた結果を以下に要約する。

- (1) 未使用材と実機使用材のクリープデータにおいて、硬さ比 HV_f/HV_0 は低応力条件でより顕著に低下傾向を示し、実機使用材に比べて未使用材の方が低い値を示した。
- (2) 熱時効データをもとに硬さ変化を表現した熱時効線を構築した。応力 σ は熱時効に伴う軟化を加速させるため、未使用材および実機使用材の軟化加速を表す ΔG 、 $\Delta G_{\text{Serviced}}$ の推定式を応力関数として提案して、破断データに軟化加速分を考慮することで、いずれのデータについても概ね熱時効時間 t の Factor of 2 の範囲内で推定された。
- (3) $\Delta G_{\text{Serviced}}$ の推定式、ならびに未使用材のクリープ寿命評価式から実機使用材のクリープ寿命評価式を構築した。本式は、短時間および長時間領域の実機使用材の実測破断時間 t_r に対して概ね Factor of 2 の範囲内で推定され、精度良く推定できることが示された。今後、 G パラメータ内の C の変更を検討するとともに、実機使用材の長時間領域の試験データを蓄積し、クリープ寿命評価式の推定精度を検証する。
(日本材料学会誌, Vol. 70, No. 2 (2021) (DOI: <https://doi.org/10.2472/jsms.70.147>) より転載)

[参考文献]

- 1) M. Yaguchi: “Remaining life assessment technologies for weldment of high chromium steel pipe”, Bulletin of the Iron and Steel Institute of Japan, Vol. 24, No. 2, pp. 73-79 (2019).
- 2) M. Yaguchi, T. Inukai and K. Nomura: “Effects of chemical compositions and heat treatments on creep properties of modified 9Cr steel welded joint”, In Proceedings of the 57th Symposium on Strength of Materials at High Temperature, pp. 167-171 (2019).
- 3) O. Kanemaru, M. Shimizu, T. Ohba, K. Yagi, Y. Kato and K. Hattori: “Creep rupture strength under internal pressure on boiler tube after

- prolonged service and life prediction by iso-stress method” , The Thermal and Nuclear Power, Vol.41, No.3 (1990).
- 4) T. Goto: “Non-destructive detection of creep damage for Cr-Mo-V steel formings” , Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.32, No.356, pp.563-569 (1983).
 - 5) Y. Kadoya, Y. Hirakawa, H. Yoshida and K. Miyajima: “Creep life evaluation based on hardness method of High-Cr Ferritic steels” , Tetsu-to-Hagane, Vol.92, No.2, pp.97-104 (2006).
 - 6) K. Kimura, K. Fujiyama, R. Ishii and K. Saito: “Estimation of creep damage for the components of Mod.9Cr-1Mo steel” , Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.66, No.647, pp.1404-1410 (2000).
 - 7) T. Ito, I. Nonaka, S. Kihara and H. Umaki: ” Creep damage property and life evaluation of Mod.9Cr-1Mo steel” , Proceedings of the 38th Symposium on Strength of Materials at High Temperature, pp.1-4 (1998).
 - 8) T. Endo, F. Masuyama and K. S. Park: “Change in hardness and substructure during creep of Mod.9Cr-1Mo steel” , Tetsu-to-Hagane, Vol.88, No.9, pp.526-533 (2002).
 - 9) H. Kushima, K. Kazuhiro and F. Abe: “Degradation of Mod.9Cr-1Mo steel during long-term creep deformation” , Tetsu-to-Hagane, Vol.85, No.11, pp.841-847 (1999).
 - 10) S. Nakahashi, M. Yaguchi, K. Tamura and Y. Minami: ” Impact evaluation of aging on creep property of KA-STPA28 steel weld metal” , In Proceedings of the 54th Symposium on Strength of Materials at High Temperature, pp.126-130 (2016).
 - 11) NIMS Creep Data Sheet, No.43A, National Institute for Materials Science (2014).
 - 12) Ministry of Economy, Trade and Industry: ” The interpretation for the technical standards of thermal power plants” , p129 (2013).
 - 13) K. Kimura, K. Sawada and H. Kushima: “Evaluation of creep deformation property of grade 91 steels” , Proceedings of ASME 2015 Pressure Vessels and Piping Conference, PVP2015-45405 (2015).
 - 14) M. Yaguchi and M. Kanai: “An estimation of creep remaining life of modified 9Cr steel on basis of short-term creep test data” , In Proceedings of the 57th Symposium on Strength of Materials at High Temperature, pp.51-55 (2019).
 - 15) T. Nakamura, H. Yoshimura, H. Hirata and K. Fujiyama: “Estimation of creep strain equation of Mod.9Cr-1Mo steel” , Proceedings of the 57th Symposium on Strength of Materials at High Temperature, pp.36-40 (2019).
 - 16) K. Kimura, H. Kushima and F. Abe: “Improvement of creep life prediction of high Cr ferritic creep resistant steels by region partitioning method of stress vs. time to rupture diagram” , Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.52, No.1, pp.57-62 (2003).
 - 17) A. Seeger: “Dislocation and mechanical properties of crystals” , pp.243-329 (1957) John Wiley & Sons.
 - 18) K. Sawada, K. Maruyama, R. Komine and Y. Nagae: “Microstructural changes during creep and life assessment of Mod.9Cr-1Mo steel” , Tetsu-to-Hagane, Vol.83, No.7, pp.466-471 (1997).
 - 19) F. Masuyama: “Creep degradation in welds of Mod.9Cr-1Mo steel” , International Journal of Pressure Vessels and Piping, Vol.83, pp.819-825 (2006).

実機使用後の改良 9Cr-1Mo 鋼溶接熱影響部細粒域の EBSD によるクリープ損傷過程の評価

(株)四国総合研究所	エネルギー技術部	中村 拓弥
香川大学大学院	工学研究科	片岡 桜雅
香川大学創造工学部	機械システム工学領域	吉村 英徳
香川大学創造工学部	機械システム工学領域	平田 英之
名城大学理工学部	機械工学科	藤山 一成

キーワード : 改良 9Cr-1Mo 鋼
FGHAZ
実機使用材
EBSD
結晶方位差
クリープ損傷
ボイド
転位

Key Words : Mod.9Cr-1Mo steel
FGHAZ
Serviced material
EBSD
Misorientation
Creep damage
Void
Dislocation

EBSD Evaluation of Creep Damage Process for Fine Grained Heat Affected Zone of Serviced Mod.9Cr-1Mo Steel

Shikoku Research Institute, Inc., Energy Engineering Department

Takuya Nakamura

Kagawa University, Graduate School of Engineering, Kagawa University

Oga Kataoka

Kagawa University, Area of Mechanical Systems Engineering, Faculty of Engineering and Design

Hidenori Yoshimura and Hideyuki Hirata

Meijo University, Department of Mechanical Engineering, Faculty of Science and Technology

Kazunari Fujiyama

Abstract

Type IV creep damage in fine grained heat affected zone of Mod.9Cr-1Mo steel has been concerned and extensively studied for steam piping of thermal power plants. However, the evaluation of Type IV damage by EBSD measurement is not enough. Serviced materials that have been used for a long time in an actual equipment are considered to effective materials for investigating microstructural changes in a long-term region. In this study, SEM observation and EBSD measurement were performed on the material of the Mod. 9Cr-1Mo steel FGHAZ used on the actual equipment and interrupted test specimen. As a result, as the creep progressed, strain concentration due to dislocation accumulation was observed in the portion near the voids, and recovery due to dislocation reduction was confirmed in the non-void portion, and the mechanism of Type IV damage caused by local strain concentration was confirmed. ΔKAM , which is obtained by subtracting KAM_{local} , which is the KAM value near the void portion, and KAM_0 , which is the KAM value of the nonvoid portion, showed a monotonic increase with respect to the creep damage rate t/t_r . The possibility that creep damage can be evaluated by this index was shown. In addition to examining the estimation formula expressing the change of the KAM value, it was found that the macroscopic and local void numbers could be evaluated from the KAM value.

1. はじめに

超々臨界圧（蒸気圧力 24.1MPa 以上、蒸気温度 593°C 以上）火力発電プラントの蒸気配管に使用されている高クロム鋼（改良 9Cr-1Mo 鋼）においては、溶接熱影響部細粒域（以下、FGHAZ：Fine Grained Heat Affected Zone）にボイドが発生・成長して破壊に至る Type IV 損傷の発生が確認されている¹⁾。Type IV 損傷による蒸気漏洩等の不具合を未然に防止し、電力を安定に供給するため、適切に余寿命を評価することが求められており、そのためには、FGHAZ でのクリープに伴う組織変化を把握することが重要である。これまで、走査電子顕微鏡（以下、SEM：Scanning Electron Microscope）および透過電子顕微鏡観察により FGHAZ ではクリープの進行によるボイドの発生および増大²⁾、転位密度の低下³⁾等が確認されたとの報告がなされている。

近年では、電子線後方散乱回折（以下、EBSD：Electron BackScatter Diffraction）に基づくクリープによる組織変化の詳細な調査が行われている^{4)~6)}。EBSD 測定は材料表面の結晶構造に関するデジタル情報をもとに材料の微細構造を明らかにすることができ、EBSD 測定で得られる方位差情報が損傷の指標になり得ると考えられる⁷⁾。高クロム鋼の FGHAZ においては転位密度と相関を有する局所方位差⁸⁾（以下、KAM: Kernel Average Misorientation）を用いた評価が行われている。藤山ら⁹⁾は 12Cr 鋼 FGHAZ の非ボイド領域の KAM はクリープ損傷率と線形関係を有すると報告している。本郷ら³⁾は改良 9Cr-1Mo 鋼と 12Cr 鋼 FGHAZ の測定領域全体の KAM の経時変化傾向は異なること、KAM は 12Cr 鋼 FGHAZ の余寿命評価に有効であること等を報告している。

これらは未使用材を対象とした研究事例であるが、実機プラントで長時間使用された実機使用材も、長時間領域での組織変化を調査するうえで有効な素材と考えられる。しかし、長期使用後の改良 9Cr-1Mo 鋼 FGHAZ を対象とした EBSD 測定による Type IV 損傷の調査は十分になされているとはいえない。

そこで、本研究では、実機使用後の改良 9Cr-1Mo 鋼のクリープ中途止め試験前後の FGHAZ を対象に、SEM 観察および EBSD 測定を実施して、得られた KAM マップ等からマイクロ組織変化を調査し

て、ボイド近傍領域と非ボイド領域の KAM 値に基づくクリープ損傷評価法について提案する。また、KAM 値の時間変化に対する推定式を検討するとともに、KAM 値と巨視的および局所的なボイド個数の関係について調査する。

2. 改良 9Cr-1Mo 鋼実機使用材の組織観察方法

実機使用材の改良 9Cr-1Mo 鋼の FGHAZ を対象に、クリープ損傷の進行に伴うマイクロ組織変化を調査するために、クリープ中途止め試験を実施して試験前後の SEM 観察および EBSD 測定を実施した。なお、未使用材の評価も必要ではあるが、本報では実機使用材および当該材の加速試験による中途止め試験片を対象に評価した。

2.1 供試材料

供試材は、超々臨界圧火力発電プラントにて約 12 万時間使用した改良 9Cr-1Mo 鋼製蒸気配管の直管長手溶接継手から採取した。蒸気配管の仕様および蒸気条件を Table 1 に、継手母材部の未使用時の化学成分および熱処理条件を Table 2 に示す。化学成分および熱処理条件は規格¹⁰⁾を満足していた。

2.2 クリープ試験および組織観察用試料作製

試験片の採取位置、寸法、ならびに SEM 観察、EBSD 測定用試料の採取位置を Fig. 1 に示す。試験片は、供試材の肉厚中央部から標点間直径 10mm、標点間長さ 50mm の JIS Z 2271-2010 に基づいた Table 1 Piping specifications and steam conditions.

Piping Specification	Material	KA-SCMV28 NT SR (Mod.9Cr-1Mo steel)
	Outer diameter	711.2mm
	Thickness	39mm
Steam condition	Pressure	4.52MPa
	Temperature	596°C
Usage time		about 120000hours

Table 2 Chemical composition and heat treatment condition of base metal.

	Chemical composition (wt%)							
	C	Si	Mn	P	S	Ni	V	Nb
Test material	0.09	0.35	0.44	0.006	0.001	0.14	0.2	0.08
Specification	0.08~ 0.12	0.20~ 0.50	0.30~ 0.60	≦0.020	≦0.010	≦0.40	0.18~ 0.25	0.06~ 0.10
	Chemical composition (wt%)				Heat treatment condition			
	Cr	Mo	N	Al	Normalizing	Tempering		
Test material	8.44	0.98	0.047	0.01	1050°C×30min			780°C×30min
Specification	8.00~ 9.50	0.85~ 1.05	0.030~ 0.070	≦0.04	1040°C~1095°C			≧730°C

寸法で採取した。クリープ試験は、東伸工業製の RT-30 型 (29.4kN 容量のシングル型) クリープ試験機を用いて、大気中で温度 670°C、応力 39MPa の条件で JIS Z 2271-2010 に基づいて行った。試験条件および破断時間 t_r とクリープ損傷率 t/t_r を Table 3 に示す。実機使用材のクリープ損傷率 t/t_r を実機使用時間とクリープ寿命評価式¹⁾の平均線の比から 18.6% と求めたうえで、各中途止め試験片のクリープ損傷率 t/t_r を設定した。クリープ寿命評価式の構築に用いたデータ、ならびに中途止め試験データは単軸クリープ試験により得たものであるが、溶接継手内の FGHAZ においては母材、溶接金属との材料特性の相違により単軸クリープ試験においても多軸応力状態と考えられている²⁾。そのため、実機配管の応力多軸性とは異なるが、多軸応力状態での損傷評価はできていると判断した。

SEM 観察、EBSD 測定用試料は、試験片の中心軸を含む面で半裁後、断面の HAZ から試料を採取し、耐水研磨紙で #2500 まで研磨した後、アルミナ懸濁液 (砥粒径 3 μm 、0.3 μm 、0.1 μm) によるバフ研磨にて鏡面に仕上げ、最後に琢磨として OP-S 懸濁液 (砥粒径 0.04 μm) を水で 4 倍に薄めた溶液によるコロイダルシリカ研磨を 1 分間行った。各クリープ損傷材の調査は、同一ポイドを含む領域ではなく、FGHAZ 内の複数の代表的な領域を対象に実施した。

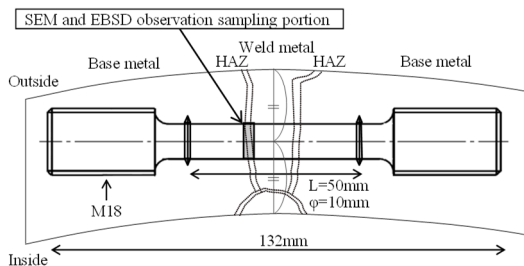


Fig.1 Creep specimen geometry and observation sampling.

Table 3 Creep test condition.

	Temperature (°C)	Stress (MPa)	Rupture time t_r (h)	Interrupted time t' (h)	Creep damage t/t_r (%)
Serviced material					18.6
Interrupted material	670	39	3703.9	719.0	34.4
				1482.0	51.2
				2994.0	84.4

2.3 SEM 観察および EBSD 測定方法

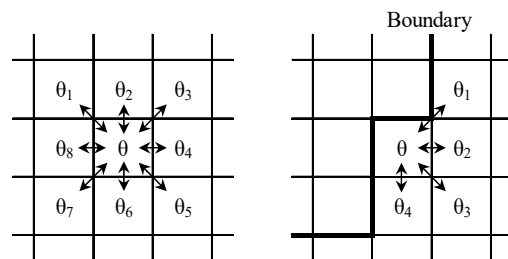
SEM 観察は、ショットキー電界放出形走査電子顕微鏡 (日本電子製 JSM-7001F) を用いて行い、ポイド発生位置を特定し、ポイド個数を計測した。EBSD 測定は、当該電子顕微鏡に取り付けられた EBSD 検出器 (Oxford Instruments 製 HKL Nordlys detector)、結晶方位解析装置 (Oxford Instruments 製 HKL Channel5) を用いて行った。

各クリープ損傷材の SEM 観察および EBSD 測定領域数を Table 4 に示す。配管肉厚中央から採取した試験片の断面の FGHAZ に対して、測定倍率 270 倍、測定間隔 0.25 μm 、測定範囲 300 \times 300 μm として、各試料 1 領域を測定後、ポイド近傍を対象に測定倍率 2000 倍、測定間隔 0.1 μm 、測定範囲 30 \times 30 μm として、各試料 3~6 領域を対象に SEM 観察および EBSD 測定を実施した。

EBSD 測定において、旧 γ 粒界は方位差 10° 以上として設定し、Boundary マップにおいて、副結晶粒界は方位差 1° ~ 5° として設定した。また、各試料の局所的な方位変化は、各測定点の隣接する測定点間の方位差の平均値である KAM を用いて評価した。Fig.2 に KAM の定義図を示す。四角形で表される格子が各測定点であり、境界近傍の測定点では、隣接点の中で方位差が境界方位差として定義した 2° 以上のものは別の領域に属するとして除外した。SEM 観察で計測したポイド個数と EBSD 測定による KAM 値との関係を調査した。

Table 4 Number of observation portions for each sample.

Observation magnification	Serviced material	Interrupted material		
		$t/t_r=34.4\%$	$t/t_r=51.2\%$	$t/t_r=84.4\%$
$\times 270$	1	1	1	1
$\times 2000$	3	6	5	5



$$\text{Kernel Average Misorientation } \theta = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \theta_i$$

Fig.2 Definition of KAM within a grain.

3. 組織観察結果および考察

3.1 SEM によるポイド観察結果

実機使用材および中途止め試験片の観察倍率 270 倍でのポイド個数密度とクリープ損傷率 t/t_r との関係を図 3 に示す。ポイド個数密度は、クリープ損傷の進行に伴い指数的に増加し、クリープ前半に比べて後半においてより顕著に増加した。観察倍率 270 倍での SEM 画像の一部を Table 5 に、ポイド近傍領域における観察倍率 2000 倍での代表的な SEM 画像を Table 6 に示す。Table 5 中のポイドおよび Table 6 中のマイクロポイドは矢印で示したものである。クリープ試験の単軸引張負荷方向は画像の上下方向である。ポイドは一樣に発生せず、一部の結晶粒群の周囲に複数発生・成長後、連結する様相が確認された。また、クリープ損傷率 $t/t_r=84.4\%$ の試料において、観察倍率 2000 倍で観察可能な粒径 $1\mu\text{m}$ 程度のマイクロポイドが 3 領域で計 5 個確認された。いずれも結晶粒界上に発生していた。なお、ポイドの分布や形状は単軸クリープ試験でも引張負荷方向に卓越して変化しているようには見えず、実機使用後と中途止め試験片のポイド分布は類似していることから、単軸クリープ試験により多軸応力状態を評価できると考えられる。

3.2 EBSD 測定による組織観察結果

Table 5 に示す観察倍率 270 倍での一部の KAM マップおよび Boundary マップより、実機使用材においては、当初方位差 $1^\circ \sim 5^\circ$ 境界（赤線）が測定領域のほとんどを占めており、比較的高い KAM 値が分布していた。クリープ損傷の進行に伴い、ポイド近傍領域では同様な傾向を示したが、

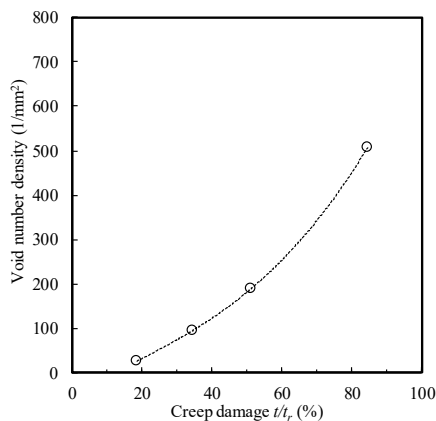


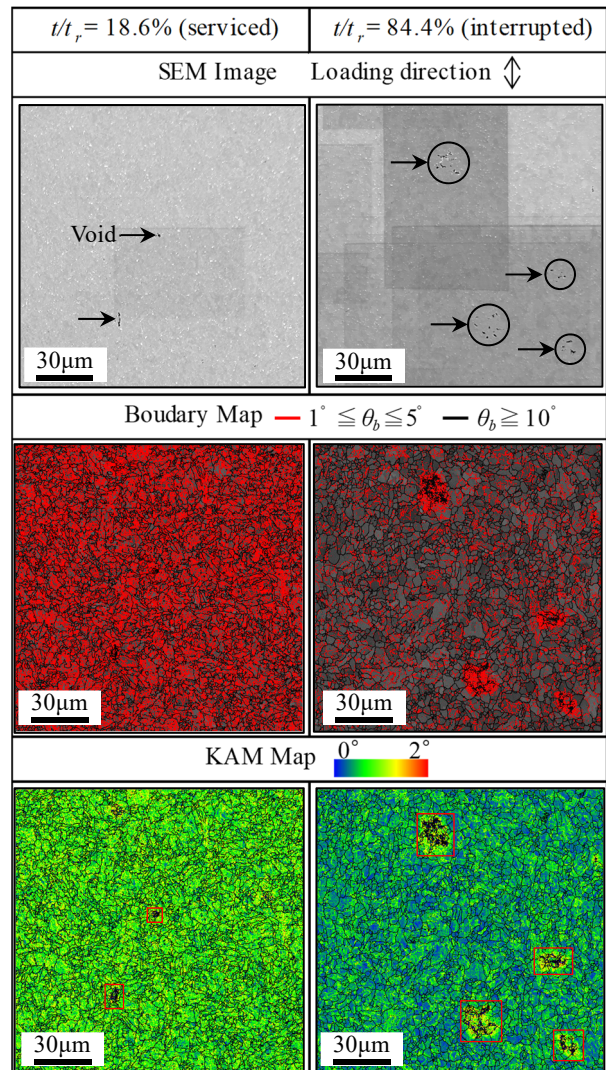
Fig.3 Relationship between void number density and creep damage t/t_r .

非ポイド領域において KAM 値は低下し、方位差 $1^\circ \sim 5^\circ$ 境界も減少しており、両領域で傾向は異なっていた。

Table 6 に示す観察倍率 2000 倍での KAM マップおよび Boundary マップより、ポイド近傍領域の粒界、粒内において、KAM 値は高い値を示し、多くの方位差 $1^\circ \sim 5^\circ$ 境界を有していた。クリープ損傷の進行に伴うポイド増加により、KAM 値の高い領域、方位差 $1^\circ \sim 5^\circ$ 境界がさらに広範囲に分布していく様相が確認された。Table 6 に示すクリープ損傷率 $t/t_r=84.4\%$ において観察された $1\mu\text{m}$ 程度のマイクロポイド発生部でも、KAM 値の高い領域、方位差 $1^\circ \sim 5^\circ$ 境界が広範囲に分布していた。

KAM 値は転位密度 ρ およびひずみと相関を有する^{6),7)}ことから、ポイド近傍領域では転位蓄積に

Table 5 SEM image, KAM map and Boundary map for serviced and interrupted material.



よるひずみ集中、非ボイド領域では転位減少による回復が生じていると推測され、両領域で異なる損傷形態を示した。クリープ損傷の進行に伴い、一部の旧々結晶粒界においてひずみが集中することで転位が供給されてボイドが発生し、それに伴いひずみが集中することで転位が供給されてボイドがさらに成長すると推測される。また、マイクロボイドについても同様なメカニズムで発生したものと考えると、径が小さい理由は成長途上のためと推測され、時間経過に伴い、転位蓄積

領域において複数のボイドが発生、成長するものと推測される。以上より、EBSD 測定により局所的なひずみ集中に起因する Type IV 損傷のメカニズムが確認された。

3.3 KAM とクリープ損傷率 t/t_r との関係に関する検討

SEM 観察および EBSD 測定により、クリープ損傷の進行に伴い、ボイド近傍領域ではひずみ集中による KAM 値の増加、非ボイド領域では回復による KAM 値の低下が認められた。そこで、当該領域の KAM 値とクリープ損傷率 t/t_r との関係性について検討した。

まず、ボイド近傍領域の KAM 値として、観察倍率 270 倍の KAM マップからボイド近傍の高い KAM 値を示した 7~18 の矩形領域の KAM_{local} を取得した。Table 7 に各クリープ損傷率 t/t_r における観察倍率 270 倍での KAM マップの全測定領域 (300 × 300 μm) を示す。表中の赤枠にてすべての KAM_{local} 取得領域を示している。Table 5 に示す観察倍率 270 倍の KAM マップは、Table 7 内の一部の領域の拡大図であり、Table 5 内の赤枠は Table 7 内の赤枠と同じ領域を示している。各 KAM_{local} 測定領域の面積を Fig. 4 に示す。クリープ損傷の進行に伴い、ボイド近傍の KAM 値の高い領域の面積は増加傾向を示した。

KAM_{local} 測定領域の面積 $A_{local,i}$ を考慮した KAM_{local} の平均値を $KAM_{local,ave}$ と定義して式 (1) により求め、 KAM_{local} 測定面積 $A_{local,i}$ の総和である $A_{local,all}$ を式 (2) により求めた。

$$KAM_{local,ave} = \sum_{i=1}^n \left(\frac{KAM_{local,i} \times A_{local,i}}{A_{local,all}} \right) \quad (1)$$

$$A_{local,all} = \sum_{i=1}^n A_{local,i} \quad (2)$$

ここで、 $KAM_{local,i}$ は各測定領域の KAM_{local} 、 n は測定領域数を示す。 $KAM_{local,i}$ および $KAM_{local,ave}$ とクリープ損傷率 t/t_r の関係を Fig. 5 に示す。 $KAM_{local,ave}$ はクリープ初期の急速な転位回復の影響を受けて、ボイド近傍領域においても低下したものと推測されるクリープ損傷率 $t/t_r=18.6\sim 34.4\%$ に対して、クリープ損傷率 $t/t_r=34.4\%$ 以降では増加傾向を示した。クリープ中盤から後半にかけてボイド近傍領域へのひずみ集中の傾向

Table 6 SEM image, KAM map and Boundary map for voided portion at serviced and interrupted material.

SEM Image	KAM Map	Boundary Map
Loading direction ↑ ↓	0° 2° 	— $1^\circ \leq \theta_b \leq 5^\circ$ — $\theta_b \geq 10^\circ$
Void area of $t/t_r = 18.6\%$ (serviced)		
Void area of $t/t_r = 34.4\%$ (interrupted)		
Void area of $t/t_r = 51.2\%$ (interrupted)		
Void area of $t/t_r = 84.4\%$ (interrupted)		
Micro void area of $t/t_r = 84.4\%$ (interrupted)		

が高まると推測された。

次に、非ボイド領域の KAM 値である KAM_0 を求めた。 KAM_0 は Table 7 に示す全測定領域の KAM 値である KAM_{all} と KAM_{local} との差分と定義して、式(3)により求めた。

$$KAM_0 = KAM_{all} \times \frac{A_{all}}{A_0} - \sum_{i=1}^n \left(KAM_{local,i} \times \frac{A_{local,i}}{A_0} \right) \quad (3)$$

ここで、 A_{all} は観察領域の面積、 A_0 は A_{all} から A_{local} を差し引き求めた KAM_0 測定領域の面積である。

各クリープ損傷率 t/t_r において KAM_{all} および KAM_0 は 1 データのみの取得であるが、 $300 \times 300 \mu\text{m}$ の広範囲領域を測定することにより、平均的なデータを取得した。 KAM_{all} および KAM_0 とクリープ損傷率 t/t_r の関係を Fig. 6 に示す。 KAM_{all} 、 KAM_0 ともにクリープ損傷率 $t/t_r = 18.6 \sim 34.4\%$ にかけて急速に減少していたが、それ以降はほぼ一定の傾向を示しており、クリープ初期において非ボイド領域での回復傾向が高まると推測された。なお、 KAM_{all} はボイド近傍領域の高い KAM 値も含むため、

Table 7 KAM Map of all measured portions at 270x magnification.

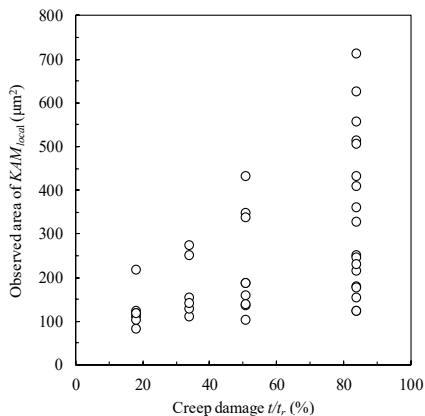
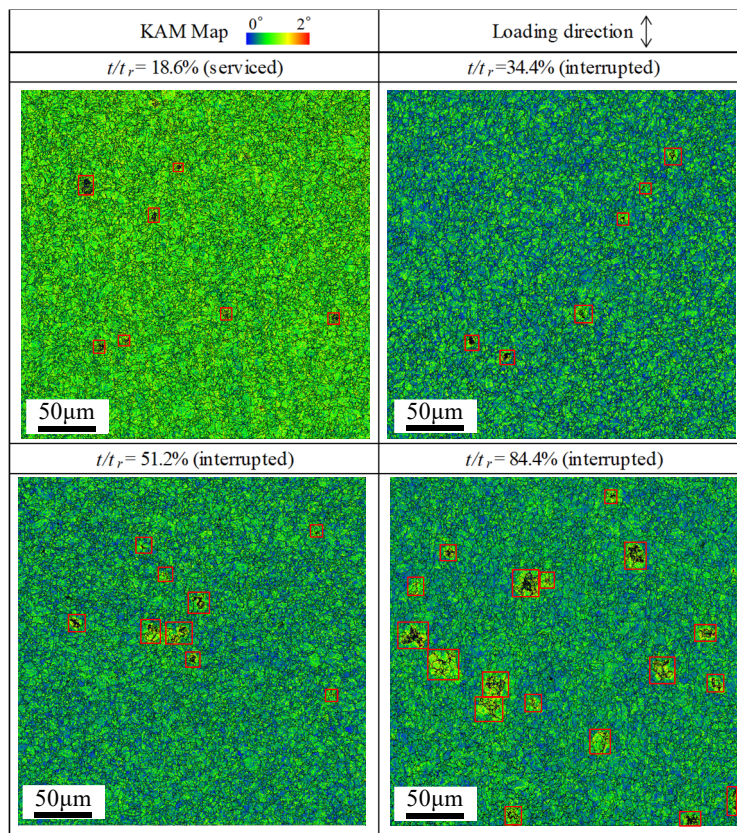


Fig. 4 Relationship between observed area of KAM_{local} and creep damage t/t_r .

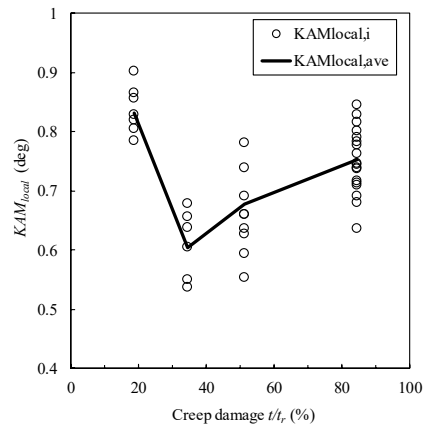


Fig. 5 Relationship between KAM_{local} and creep damage t/t_r .

KAM_0 に比べてやや高い値を示していた。

ひずみ集中を表す $KAM_{local,ave}$ および回復を表す KAM_0 を差し引いて得られた値とクリープ損傷率 t/t_r の関係について検討した。 $KAM_{local,ave}$ と KAM_0 の差分を ΔKAM と定義して、式 (4) により求め

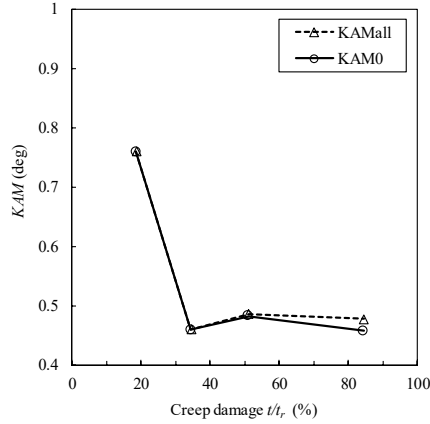


Fig. 6 Relationship between KAM_{all} , KAM_0 and creep damage t/t_r .

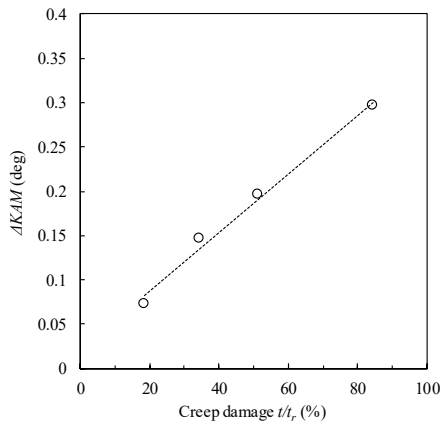


Fig. 7 Relationship between ΔKAM and creep damage t/t_r .

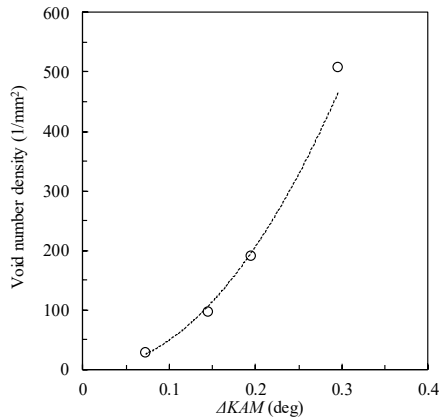


Fig. 8 Relationship between void number density and ΔKAM .

た。

$$\Delta KAM = KAM_{local,ave} - KAM_0 \quad (4)$$

Fig. 7 に ΔKAM とクリープ損傷率 t/t_r の関係を示す。 ΔKAM はクリープ損傷率 t/t_r に対して単調増加傾向を示していた。本指標によりクリープ損傷率 t/t_r を評価できる可能性が示された。

以上の結果からポイド近傍への局所的なひずみ集中による Type IV 損傷のメカニズムが定量的に評価された。本報では EBSD 測定に基づき、ポイド発生後の転位回復および転位蓄積に基づくクリープ損傷評価を行ったが、ポイド発生以前の転位回復のみの評価も可能と推測される。すなわち、EBSD 測定はクリープ全域においてクリープ損傷を評価できる可能性を有している。また、ポイド法では計測困難なマイクロポイド近傍の転位蓄積による損傷を含めた評価も可能と考えられ、本技術によりクリープ損傷の評価精度向上が期待される。ポイド個数密度と ΔKAM との関係を図 8 に示す。 ΔKAM の増加に伴い、ポイド個数密度は増加傾向を有しており、 ΔKAM からポイド個数密度についても推定できる可能性が示された。

3.4 $KAM_{local,ave}$ 、 KAM_0 、 ΔKAM への推定線の適用

クリープ中における転位の蓄積および回復を表した時間依存式に基づいて藤山ら¹²⁾により構築された KAM 値の時間 t に対する変化を表した式から $KAM_{local,ave}$ および KAM_0 の推定式を検討した。

クリープ中の転位密度 ρ の時間 t に対する変化式は Dyson らにより提案され¹³⁾、転位の増殖と回復の項の和として式 (5) で表される。

$$\frac{d\rho}{dt} = A_1\rho - A_2\rho^2 \quad (5)$$

ここで、 A_1 、 A_2 は近似定数である。式 (5) において右辺第一項は転位の増殖項、第二項は転位の回復項を示す。式 (5) より転位密度 ρ は式 (6) で表される。

$$\rho = \frac{A_1 \exp(A_1 t)}{A_2 \exp(A_1 t) + A_1 \exp(A_1 C_1)} \quad (6)$$

ここで、 C_1 は積分定数である。転位密度 ρ の $t=0$ における初期値を ρ_1 として、 ρ/ρ_1 を時間 t の関数として式 (6) を変形すると次式が得られる。

$$\frac{\rho_1}{\rho} = \frac{\rho_1 A_2}{A_1} + \frac{A_1 - A_2 \rho_1}{A_1} \exp(-A_1 t) \quad (7)$$

ここで、KAM と転位密度 ρ が比例するものとする、次式により $KAM_{local, ave}$ および KAM_0 の推定式が得られる。

$$\frac{KAM_1}{KAM} = \frac{KAM_1 A_2^*}{A_1^*} + \frac{A_1^* - A_2^* KAM_1}{A_1^*} \exp(-A_1^* t^*) \quad (8)$$

ここで、 KAM_1 は KAM 値 (KAM_0 , $KAM_{local, ave}$) の初期値、 A_1^* , A_2^* は近似定数、 t^* はクリープ試験時間である。本報では、 $KAM_{local, ave}$ においてはクリープ初期に低下後、増加に転じるため、推定線を回復推定線とひずみ集中推定線に分けた。クリープ損傷率 $t/t_r = 34.4\%$ 以降のひずみ集中を表す推定線は式 (8) に近似定数 A_3^* を追加した次式とした。

$$\frac{KAM_{local}}{KAM_{local,1}} = \frac{1}{\left\{ \frac{KAM_{local,1} A_2^*}{A_1^*} + \frac{A_1^* - A_2^* KAM_{local,1}}{A_1^*} \exp(-A_1^* t^*) \right\}} + A_3^* \quad (9)$$

ΔKAM の推定線は、 KAM_{local} の推定線から KAM_0 の推定線を差し引いて求めた。実測値から求めた式 (8)、(9) 中の各近似定数を Table 8 に、KAM 値の実測値と推定線の比較を Fig. 9 に示す。本推定線は KAM_0 および $KAM_{local, ave}$ のクリープ初期での

Table 8 Each approximation parameters.

	A_1^*	A_2^*	A_3^*
KAM_0	0.0085	0.0186	
KAM_{local}	$t/t_r: 18.6\sim 34.4$ [%]	0.0123	0.0204
	$t/t_r: 34.4\sim 84.4$ [%]	0.000010	-0.000063

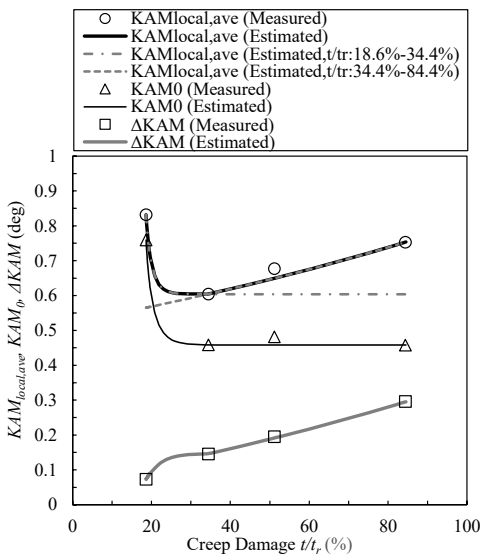


Fig.9 Comparison between measured value of $KAM_{local, ave}$, KAM_0 and ΔKAM and estimated line.

急速な回復、ならびにひずみ集中に伴う $KAM_{local, ave}$, ΔKAM の増加傾向を精度良く表現できていた。特に ΔKAM はクリープ損傷率 t/t_r に対して単調増加傾向を有する指標として有望であると考えられる。

3.5 KAM_{local} に基づく A_{local} 内のポイド個数推定

KAM_{local} および KAM 値の高い領域の面積を考慮した $KAM_{local} A_{local}$ と A_{local} 内のポイド個数の関連性について検討した。なお、 A_{local} 内のポイド個数は 1 μm 程度のマイクロポイドを含めて詳細に計測するため、観察倍率 2000 倍での SEM 観察により取得した。

A_{local} 内のポイド個数とクリープ損傷率 t/t_r の関係を Fig. 10 に示す。 A_{local} 内のポイド個数はクリープ前半では変化が小さいが、クリープ後半ではマイクロポイド領域のデータを除き、増加傾向を示した。マイクロポイド領域においては、ポイドが小さく、均一変形に近いとともに、個数が少ないため、すでにその過程を過ぎた他のポイド

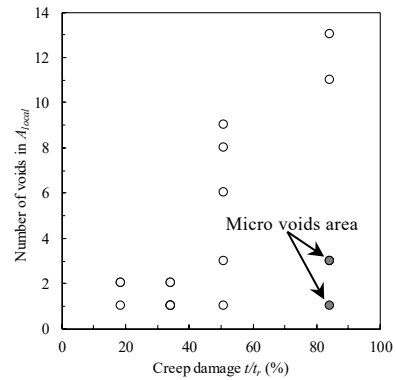


Fig.10 Relationship between number of voids in A_{local} and creep damage t/t_r .

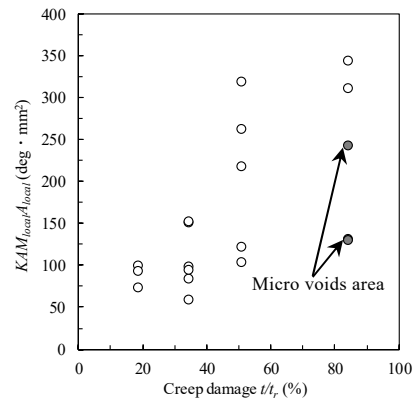


Fig.11 Relationship between $KAM_{local} A_{local}$ and creep damage t/t_r .

データとは異なる傾向を示したと推測される。時間経過に伴い、ボイドが成長、増加することにより、他のボイドデータと同様な傾向を示すものと考えられる。 $KAM_{local}A_{local}$ とクリープ損傷率 t/t_r の関係を Fig. 11 に示す。 $KAM_{local}A_{local}$ は、クリープ前半では変化が小さいが、クリープ後半ではマイクロボイド領域のデータを除くと、増加傾向を示しており、クリープ損傷率 t/t_r に対する A_{local} 内のボイド個数と同様な傾向を示した。

A_{local} 内のボイド個数と KAM_{local} の関係を Fig. 12 に、 $KAM_{local}A_{local}$ との関係性を Fig. 13 に示す。 KAM_{local} と A_{local} 内のボイド個数の関係については、ばらつきが大きく、相関性を有するとは考えられなかった。一方、 $KAM_{local}A_{local}$ と A_{local} 内のボイド個数の関係については、一部のマイクロボイド領域のデータを除いて、単調増加の相関性を有していた。図中にマイクロボイド領域のデータを除いた場合の線形近似線を示す。本近似線により、 $KAM_{local}A_{local}$ から A_{local} 内のボイド個数を推定でき

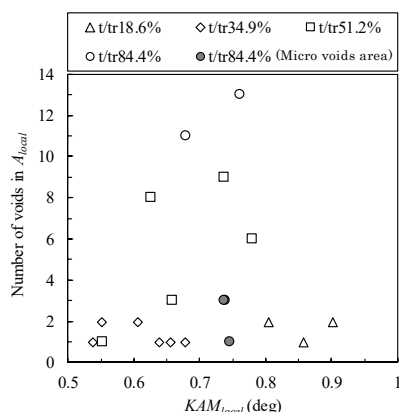


Fig.12 Relationship between number of voids in A_{local} and KAM_{local} .

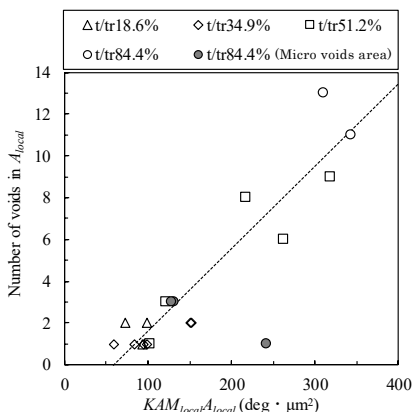


Fig.13 Relationship between number of voids in A_{local} and $KAM_{local}A_{local}$.

る可能性が示された。

なお、ボイドの評価指標としては、本報で用いたボイド個数の他に、ボイド面積率等が用いられるが、ボイド面積率においては、画像処理を利用して計測されることが多く、析出物等の脱落痕とマイクロボイドとの区別が付きにくいと考えられる。また、ボイドに関する各図 (Fig. 3、8、10、12、13) において、統一した指標 (ボイド個数) で評価したことから、本報ではボイド個数にて評価を行った。

4. まとめ

改良 9Cr-1Mo 鋼の実機使用材および中途止め試験片の FGHAZ を対象に SEM 観察および EBSD 測定を実施して、クリープ損傷の進行に伴う KAM 値の変化を明らかにし、KAM 値に基づくクリープ損傷評価法を提案した。また KAM 値の推定式を合わせて提案した。さらに、KAM 値に基づいた巨視的および局所的なボイド個数の評価について検討した。得られた結果を以下に要約する。

- (1) ボイド近傍領域では副結晶境界 (方位差 $1^\circ \sim 5^\circ$ 境界) が多く、KAM 値は高い値を示したが、非ボイド領域では副結晶境界が少なく、KAM 値は低い値を示しており、両領域で異なる傾向を示した。ボイド近傍領域では転位蓄積によるひずみ集中、非ボイド領域では転位減少による回復が生じていると推測された。Type IV 損傷は局所的なひずみ集中に起因することが確認された。
- (2) クリープ損傷の進行に伴う、ボイド近傍領域の KAM 値 (KAM_{local}) および非ボイド領域の KAM 値 (KAM_0) の変化から、ボイド近傍領域ではクリープ中盤以降にひずみ集中傾向が高まるとともに、非ボイド領域ではクリープ初期に回復傾向が高まると推測された。 KAM_{local} から KAM_0 を差し引いた ΔKAM はクリープ損傷率 t/t_r に対して単調増加傾向を示し、本指標によりクリープ損傷を評価できる可能性を示すとともに、巨視的なボイド個数密度も評価可能と考えられた。
- (3) クリープ中の転位の蓄積および回復を表した式から KAM 値の時間 t の変化を表現した式を提案した。本式により、 KAM_0 および $KAM_{local, ave}$ のクリープ初期での急速な回復、

ならびにひずみ集中に伴う $KAM_{local, ave}$ 、 ΔKAM の増加傾向を精度良く表現できた。

- (4) クリープ損傷の進行に伴い、KAM 値の高い領域である A_{local} 内のボイド個数は、マイクロボイド領域を除いて増加傾向であり、 $KAM_{local}A_{local}$ と相関性を有していた。両者の関係においてマイクロボイド領域を除いた線形近似線により $KAM_{local}A_{local}$ から A_{local} 内のボイド個数を精度良く推定できた。

今後、さらに温度、応力の異なるクリープ損傷材のデータを拡充して各推定線の精度について検討する。

(日本材料学会誌, Vol. 70, No. 2 (2021) (DOI: <https://doi.org/10.2472/jsms.70.169>) より転載)

[参考文献]

- 1) M. Yaguchi, “Remaining life assessment technologies for weldment of high chromium steel pipe”, Bulletin of the Iron and Steel Institute of Japan, Vol. 24, No. 2, pp. 73-79 (2019).
- 2) T. Ogata, T. Sakai and M. Yaguchi, “Uniaxial creep rupture property of Mod. 9Cr-1Mo steel welded joint and proposal of creep damage evaluation method”, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol. 58, No. 2, pp. 94-100 (2009).
- 3) H. Hongo, M. Tabuchi, Y. Liu and S. Tsukamoto, “Microstructural changes and Type-IV damage evolutions during creep in high Cr steel welds”, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol. 62, No. 2, pp. 75-81 (2013).
- 4) K. Fujiyama, K. Harada, A. Ogawa and H. Kimachi, “EBSD analysis of grain strain distribution for creep damaged SUS304HTB”, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol. 64, No. 2, pp. 88-93 (2015).
- 5) K. Fujiyama, A. Ogawa, K. Harada and H. Kimachi, “EBSD Analysis of grain strain distribution for creep damaged modified 9Cr steel”, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol. 64, No. 2, pp. 94-99 (2015).
- 6) R. Yoda, M. Kamaya, H. Kimura, T. Ohtani and K. Fujiyama, “Round robin test using EBSD for creep damage evaluation”, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol. 66, No. 2, pp. 130-137 (2017).
- 7) K. Fujiyama, “The frontier of technology development in remaining life assessment for high temperature components I: Technology development in remaining life assessment based on EBSD observation”, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol. 61, No. 11, pp. 919-924 (2012).
- 8) M. Kamaya, “Measurement of crystal misorientation distribution by electron backscatter diffraction”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol. 74, No. 739, pp. 315-322 (2008).
- 9) K. Fujiyama, K. Mori, Y. Matsubara, H. Kimachi, T. Saito, T. Hino and R. Ishii, “Crystallographic assessment of creep damage in high chromium steel weld joints using EBSD observation”, Energy Materials 2009, Vol. 4, No. 2, pp. 61-69 (2009).
- 10) Ministry of Economy, Trade and Industry, “The interpretation for the technical standards of thermal power plants”, p129 (2013).
- 11) M. Yaguchi, K. Nakamura and S. Nakahashi, “Re-evaluation of long-term creep strength of welded joint of ASME grade 91 type steel”, Proceedings of ASME 2016 Pressure Vessels and Piping Conference, PVP2016-63316 (2016).
- 12) K. Fujiyama, K. Mori, D. Kaneko, T. Matsunaga and H. Kimachi, “Creep damage assessment of high chromium steel forging through EBSD method and hardness measurement”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol. 74, No. 739, pp. 323-328 (2008).
- 13) B. F. Dyson and M. Mclean, “Creep

deformation of engineering alloys:
developments from physical modelling” ,
ISIJ International, Vol.30, No.10,
pp.802-811 (1990).

レーザーラマン分光法による局所ガス濃度非接触連続計測技術の開発

(株)四国総合研究所 電子アグリ技術部 朝日 一平
(株)四国総合研究所 電子アグリ技術部 杉本 幸代
(株)四国総合研究所 電子アグリ技術部 市川 祐嗣
(株)四国総合研究所 電子アグリ技術部 荻田 将一

キーワード : レーザラマン分光法
バイスタティックライダ
局所ガス計測
非接触計測
マルチガス計測

Key Words : Laser Raman Spectroscopy
Bistatic LIDAR
Local gas measurement
Non-contact measurement
Multi-gas measurement

Development of non-contact and continuous measurement technology for local gas concentration by laser Raman spectroscopy

Shikoku Research Institute, Inc., Electronics and Agricultural Technology Department
Ippei Asahi, Sachiyo Sugimoto, Yuji Ichikawa, Masakazu Ogita

Abstract

In this research, we have developed a technology for non-contact and continuous measurement of the change in gas concentration at a certain point. Laser Raman spectroscopy, which can be applied to various gas types, was used as the measurement principle. The measuring device has a bistatic LIDAR configuration with separate transmitter and receiver optics. Normally, Raman scattered light is very weak, and the detection limit is often in the order of %. In this research, by adopting an optical system configuration that focuses on the field of view of the light receiving system, highly sensitive and non-contact measurement for local gas concentration is feasible with a bistatic Raman LIDAR.

The performance evaluation was performed using hydrogen as the sample gas. As a result of measurement of low concentration hydrogen gas discharging by the nozzle, the hydrogen detection limit was 100 ppm, the spatial resolution was 7 mm in width, 1 mm in height, and 1 mm in depth, and the time resolution was 1 second.

By using this technology, it is possible to measure the local gas concentration without physically interfering with the flow field. In addition, it is capable of measuring the gas concentration from the outside in a severe environment such as a high-temperature and high-pressure reactor.

1. 序論

現在、ガス計測は対象分子とセンサ材料の接触に伴う反応を利用した接触式ガスセンサを用いる手法が主流である。この方式では、観測空間のガスにセンシング部を曝すか、ガスを吸引しセンサ材料となる物質に直接対象分子を接触させる必要がある。したがって、計測の際はガスの吸引と化学反応にかかる遅延時間が生じ、応答速度は一般的に数十秒以上となっている。また、ガスを吸引すること、或いは吸気口やセンサを配置することが、本来の気流の場に物理的な影響を及ぼし、計測そのものが結果に大きな変化を与える場合がある。また、接触を要する以上、何らかの形でセンサ部を雰囲気中に曝露する必要があり、低温・高温、低圧・高圧環境や、反応性の高い雰囲気中など、過酷環境における計測への適用は困難である。

一方で、各種研究開発において、気流の挙動を計測するニーズは多岐に亘り、各種原動機の開発や流体挙動の実験的検証などにおいてその必要性は極めて高い。更に、内燃機関の内部状態のモニタリングや、各種生産ラインにおける反応炉内監視、真空空間内におけるガス計測など、センサの曝露が困難な条件におけるガス計測のニーズも高い。

これらの状況を踏まえ、著者らは、様々なガス種に適用可能であり、局所ガス濃度を非接触、リアルタイムに連続して計測できる計測技術を開発した。本技術は著者らのコア技術であるレーザーラマン分光法によるガス計測技術と送受信光学系が分離されたバイスタティックライダ技術を融合させたものである。

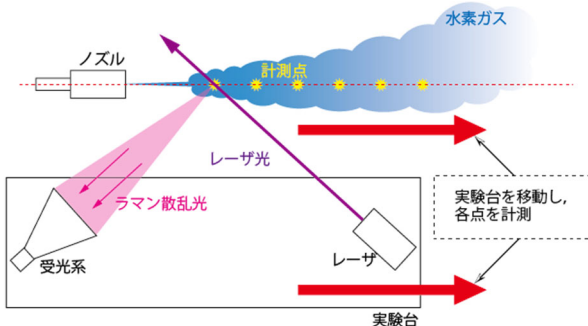


図1 本計測技術の適用事例

試作したバイスタティック型ラマンライダを用いてガス計測機能を実験的に検証した。ここでは、

サンプルガスとして水素を用いて、図1に示すような、流れを伴う環境下におけるガス濃度の非接触計測を想定し評価実験を行った。計測結果に基づき、検出限界や空間分解能を評価したので報告する。

2. 計測手法

2.1 原理:レーザーラマン分光法

水素ガスは、紫外から赤外の波長域において顕著な吸収帯をもたない¹⁾ため、吸収分光法の水素ガス計測への適用は一般に困難である。その一方で、水素分子は強いラマン効果を示す²⁾ため、ラマン分光法³⁾による水素ガスの濃度分布非接触計測が可能である。ラマン分光法の原理であるラマン散乱は、照射光と分子との相互作用により、照射光波長と異なる波長の光が散乱光として発生する現象である。照射光の波長よりも長波長側に発生する成分をストークス光、短波長側に発生する成分をアンチストークス光と呼ぶ。 ω_p 、 ω_s をそれぞれ照射光、ストークス光の角周波数、 $\Delta\omega$ を計測対象分子のエネルギー変化量(ラマンシフト)として、エネルギー保存則より、

$$\omega_s = \omega_p - \Delta\omega \dots\dots\dots (1)$$

が成り立つ。ラマンシフトは分子の内部エネルギー準位差、具体的には振動もしくは回転エネルギー準位の差と等しく、分子種に応じた固有値となる⁴⁾。ラマン散乱は微弱な現象であることから、十分な散乱光強度を得るために、励起光源としてレーザーが用いられる。また、ラマン散乱の強度は分子密度、即ちガスの場合には空間中の濃度に比例する。よって、ラマン分光法では、散乱波長により分子種を特定することが可能であるとともに、散乱光強度によりガス濃度を計測することができる。

表1に水素、窒素、酸素の3種のガスのラマンシフトと、波長349nmのレーザー光をガスに照射した際に発生するラマン散乱の波長を示す。

表1 気体分子のラマンシフトと散乱波長(励起波長349nm)

分子種	水素	窒素	酸素
ラマンシフト [cm ⁻¹]	4160	2331	1556
ラマン散乱波長 [nm]	408.3	379.9	369.0

このように、ラマン散乱は単原子分子を除く多くの物質に生じるため、レーザラマン分光法を用いることにより、様々な気体分子の分離識別が可能である。

また、図2に示すとおり、ラマン散乱光には指向性があり、レーザ光の偏波面に対し垂直方向に強く散乱される⁵⁾。レーザ光軸と直交する平面上でラマン散乱光を観測する場合、偏波面に直交する方向から観測することにより、効率よくラマン散乱光を受光することができる。

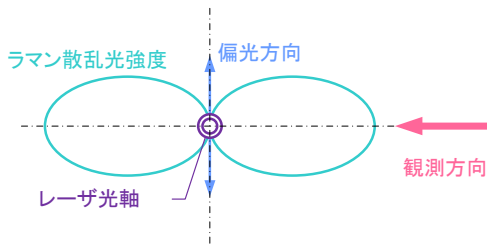


図2 偏光に対するラマン散乱強度の分布

レーザ光の偏波面に対し垂直方向からラマン散乱光を観測する場合の散乱光強度は(2)式により表される⁶⁾。

$$P_R = \frac{\lambda}{\lambda_R} P_L \chi \rho \sigma_R L N \eta_D \dots\dots\dots (2)$$

- P_R : ラマン散乱光強度
- λ : レーザ入射波長
- λ_R : ラマン散乱波長
- P_L : レーザ出力
- χ : 対象ガスのモル分率
- ρ : 分子数密度
- σ_R : ラマン散乱断面積
- L : パス長
- N : 受光系視野内におけるレーザのパス数
- η_D : 送受信光学系の効率

(2)式より、ラマン散乱光強度は、ガス濃度、ラマン散乱断面積及びレーザ出力に比例することが分かる。

水素ガスの濃度を計測する方法としては、濃度既知の水素ガスから得た検量線を用いてガスの濃度を算出する手法や、対象ガスと混在する他の濃度既知のガスとのラマン散乱断面積の比からガス濃度を算出する手法などが考えられる。

2.2 ライダ技術

ライダ (LIDAR) とは、Light Detection and Ranging (光による検知と測距) の略語で、レーザ光をパルス照射し、計測対象物質によるレイリー散乱、ミー散乱、蛍光やラマン散乱などをリターンシグナル (ライダエコー) として捉える手法である。高速光検出器による高時間分解計測によって光の伝搬時間を計測することで、計測対象物質までの距離情報が得られるとともに、エコー信号強度からレーザ光軸上に存在する計測対象物質の空間的な分布を得ることができる。

前述のとおり、水素ガスの計測にはラマン分光法の適用が有効であり、ライダエコーとしてラマン散乱光を受信するラマンライダにより、観測空間内における水素ガス濃度分布の遠隔計測が可能である。

図3に示すように、同一の方向から光を送受信するモノスタティックライダの場合、空間分解能はレーザのパルス幅 (1パルスあたりの照射時間) に依存し、得られる水素ガス濃度はパルス幅の範囲内に分布する水素ガスの平均値となる。パルス幅 τ のレーザを光源とした場合、空間分解能は光速を c として $\tau c/2$ となるため、高い空間分解能でライダ計測を行うには、パルス幅の短いレーザを光源として使用する必要がある。これに対し、送信光学系と受信光学系を分離して設置するバイスタティックライダ方式では、受光系の視野に焦点を持たせ、レーザ光軸上の一点のみを観測することにより、レーザのパルス幅によらず空間内の特定の一点におけるガス濃度を高い空間分解能で計測可能である。

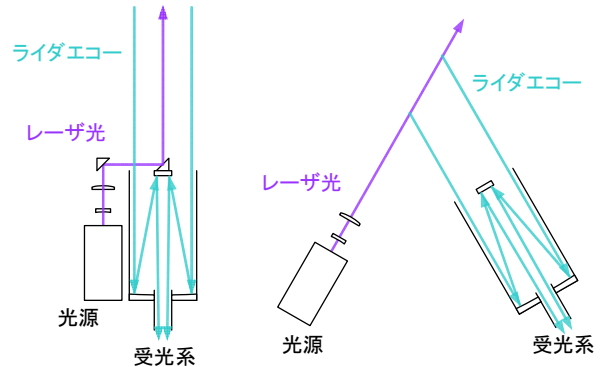


図3 ライダの形式:モノスタティックライダ (左) とバイスタティックライダ (右)

3. バイスタティック型ラマンライダの構成

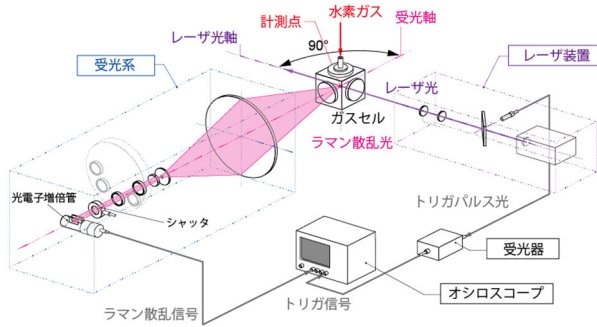


図 4 システム構成

構成したバイスタティックライダを図 4 に示す。送信光学系の光源には Nd:YLF の第 3 高調波レーザ (Spectra-physics 社製 Explorer349, 波長 349nm, パルスエネルギー 120 μ J, パルス幅 5ns, PRF1kHz) を使用した。レーザビームはビームエキスパンダにより計測箇所において 1mm ϕ となるように整形し照射した。ビームエキスパンダはガリレオ式とし、球面平凹レンズ (開口径 20mm ϕ , 焦点距離 $f=-30$ mm), 球面平凸レンズ (開口径 20mm ϕ , 焦点距離 $f=70$ mm) の 2 枚のレンズを用いる構成とした。通常、ライダによる計測において、受光光学系は天体望遠鏡が用いられるのが一般的であるが、装置の小型化のため受光光学系の集光レンズには大口径、短焦点のフレネルレンズを適用した。フレネルレンズは一般的なレンズと比較して、口径に対し短焦点のレンズの実現が容易であり、加えて軽量である。本研究はごく近距離での計測であり、ラマン散乱光の観測波長域が UVA 域 (近紫外域) であるため、集光レンズとしてアクリル製 (三菱レイヨン社製アクリライト#000) を適用した。アクリライト#000 は紫外線透過板であり、他のアクリル材と比較して UVA 域の透過特性が良好であり、水素のラマン散乱波長 408.3nm 及び窒素のラマン散乱波長 379.9nm における透過率は約 90% である。UVA 域の光の観測に一般的用いられる合成石英製または BK7 製のガラスの近紫外域における透過率は約 90% であり、アクリライト#000 はこれらのガラスに対し同等の透過性能を有する。フレネルレンズは開口径 170mm ϕ , 焦点距離 $f=230$ mm であり、計測箇所とフレネルレンズ間の計測距離を 750mm とした。レーザ光とガスの相互作用により生じた

ラマン散乱光はレーザ光軸に対し 90° の方向より集光し、光電子増倍管 (浜松ホトニクス社製 R12829, サイドオン型, peak 感度波長 450nm) に導入し、強度を計測した。

内部トリガによりレーザ照射と同期したラマン散乱光の信号は、平均化処理回数 1000 回、計測更新周期を 1 秒としオシロスコープ (Tektronix 社製 DP07104, アナログ周波数帯域 1GHz, サンプルレート 5GS/s) により取得した。

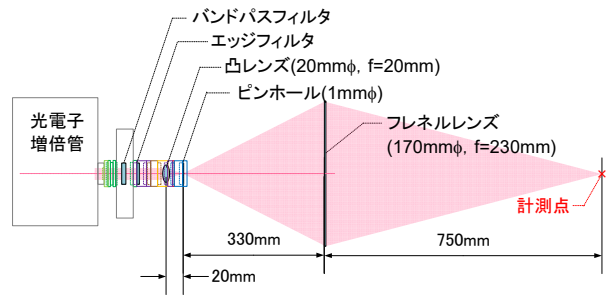


図 5 受光系の光学系構成

図 5 に本研究に用いた受光光学系配置図を示す。受光系は 2 枚の凸レンズを用いたケプラー式とした。計測箇所からの離隔距離 ($L1=750$ mm), 対物レンズとして用いたフレネルレンズの焦点距離 ($f1=230$ mm) より、ラマン散乱光の集光距離を算出し、330mm の位置に開口径 1mm ϕ のピンホールを配置し、外乱となる光を遮断した。

ピンホールを通過したラマン散乱光は後段に配した凸レンズにてコリメートされ、励起光を遮断するエッジフィルタ (349nm における透過率 $<10^{-6}$, 360nm 以上における透過率約 95%), 及び水素ガスのラマン散乱光を選択的に受光するためのバンドパスフィルタ (中心波長 410nm, 半値全幅 10nm) による水素のラマン散乱光の抽出を経て光電子増倍管に導入した。水素ガス濃度の算出において、大気窒素ガス濃度 (約 78.1%) との比により求める場合、窒素ガスのラマン散乱光強度が必要となる。本装置のバンドパスフィルタは複数枚のフィルタが装着可能なフィルタホイールに実装しており、表 1 に示す窒素ガスのラマン散乱波長である 379.9nm を選択的に透過するバンドパスフィルタをフィルタホイールで切り替えて計測することにより、大気中の窒素ガスのラマン散乱光強度を取

得できる。また、他のガス種のラマン散乱波長に対応する透過波長帯域のバンドパスフィルタを別のポジションに実装することにより、フィルタの切り替えで、簡易に他のガス種の計測も可能となる。

4. 局所ガス非接触計測機能の実験的評価

4.1 ラマン散乱光強度のガス濃度依存性評価

図4に示した装置構成において、ガスセルに既知濃度の低濃度水素混合ガス(窒素ガスバランス)を満たし、水素ガスのラマン散乱信号を計測した。計測には水素ガス濃度 1000ppm の標準ガスを用い、ガスセルへの充填圧力を順次変化させ、セル内のガス濃度を調整した。計測結果を図6及び図7に示す。

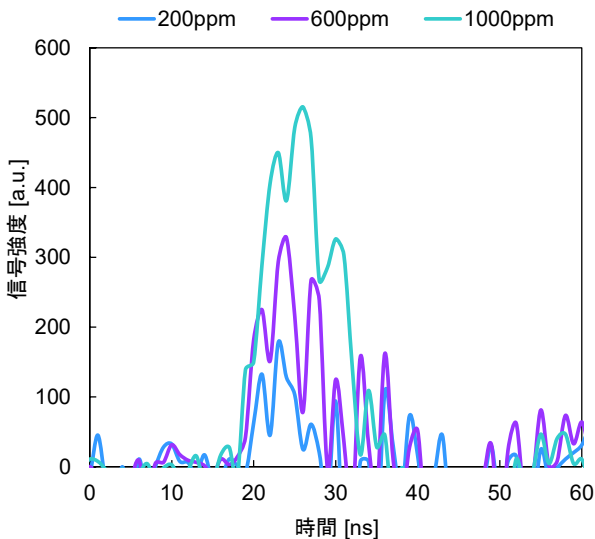


図6 ラマン信号強度の時間波形

図6は光電子増倍管により受光した水素ガスラマン散乱信号の時間波形である。積算回数は1000回(積算時間1秒)とした。本研究において使用したレーザ光源はパルス幅が5nsであるため、ラマン散乱光も原理的に同じ時間幅となるが、図6に示したとおり、計測されたラマン散乱光の時間波形の半値幅はおよそ10nsとなっている。これは、レーザパルスが計測点を通過する間のラマン散乱光が計測された結果であり、パルス幅5nsのレーザ光が計測点に入射し、通過し終わるまでに要する時間と同程度の時間である。また、図中の時間波形には複数のピークが存在するが、これらのピークは平均化処理によって除去されていないこ

とから、トリガ信号と同期しているノイズ成分である。例えば、光源のパルス発振に起因する電気的なノイズの影響であるものと考えられる。

図7はガスセル内の水素ガス濃度を変化させて取得したラマン散乱信号をピーク値で評価した結果である。エラーバーは各条件において実施した25回の計測結果の標準偏差を示す。黒鎖線はS/N比=1およびS/N比=3の値を示し、S/N比=3以上の信号をラマン散乱信号として評価した。

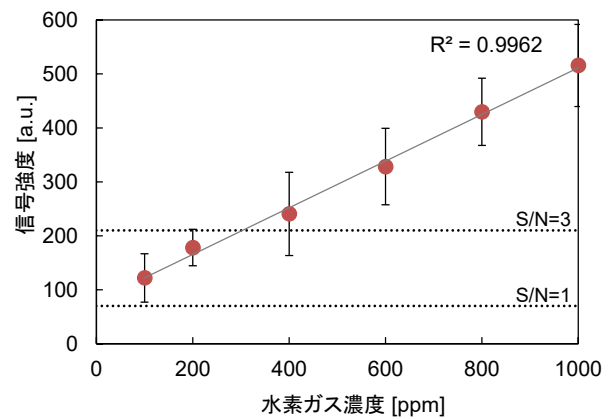


図7 水素ガスのラマン信号強度の濃度依存性

図7に示したとおり、S/N比=3以上の信号は水素ガス濃度400ppm以上において観測され、500ppm(水素検知警報器に一般的に利用されている接触式水素ガスセンサの検知限界)以下の水素ガスが計測可能であることを示すと同時に、特定箇所における水素ガス計測が可能であることを検証した。図7中において水素ガス濃度が0ppmの場合においてもラマン散乱信号が値を持つのは、前述した電気的なノイズの影響である。

本計測では水素ガス濃度100ppm以上においてガス濃度に線形の相関を示すラマン散乱信号が確認された。一方、水素ガス濃度100ppm未満においてラマン散乱信号はノイズと同レベルであった。本研究における、信号の積算回数は1000回であり、S/N比は積算回数の平方根に比例する⁷⁾ことから、例えば積算回数を4倍(4000回:積算時間4秒)とすればS/N比が2倍向上する。S/N比が2倍向上した場合、近似直線より求めた50ppmの場合のラマン散乱信号強度がノイズを上回るため、水素ガス50ppm検知の実現が期待できる。このように、時間分解能との兼ね合いにより更なる高感度化も達成できる可能性がある。

4.2 空間分解能の評価

次に、本研究において構築した装置の1回の計測における観測領域の確認を行うため、図4におけるガスセルの位置に内径1mmφのガス放出ノズルを配置し、レーザ光軸と受光視野の交点の直下を起点として、レーザ光軸直下を光軸方向に0.5mm刻みで移動させ、水素混合ガスのラマン散乱信号を計測した。実験方法を図8に示す。計測には水素ガス濃度5000ppm(窒素ガスバランス)の標準ガスを使用し、放出量を100ml/minとして大気空間へ自由放出した。計測結果を図9に示す。ラマン散乱信号は図7の結果と同様にピーク値で評価し、誤差バーは各条件において実施した25回の計測結果の標準偏差を示す。

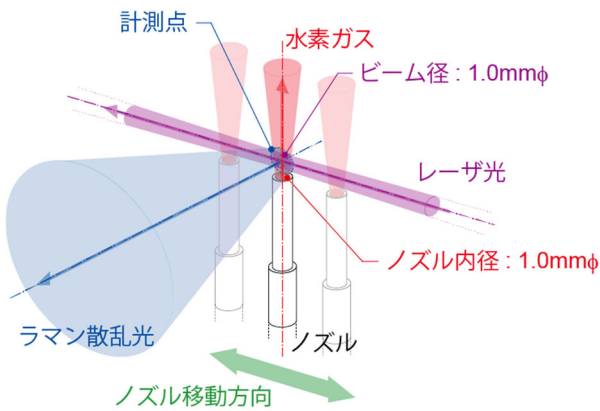


図8 空間分解能評価実験配置

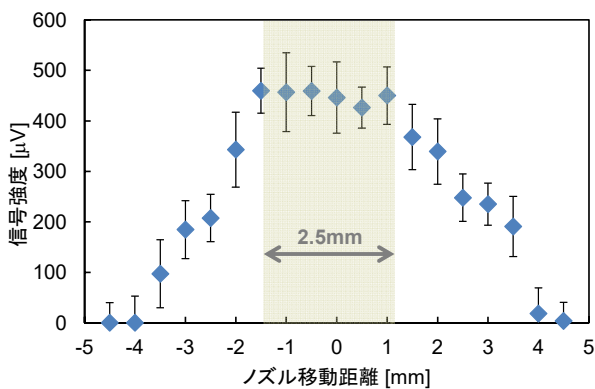


図9 空間分解能評価実験結果

本研究における計測箇所での視野径AMは、ピンホール開口径AP=1mmφ、計測箇所までの距離L1=750mm、集光距離L2=330mmと(3)式に示す結像倍率の式から、AM=2.3mmφとなる。

$$\frac{A_P}{A_M} = \frac{L_2}{L_1} \dots\dots\dots (3)$$

レーザ光は計測視野内においてビーム径1mmφを維持し、受光視野径がAM=2.3mmφであることから、本装置構成では、受光側受光視野から観察して、図10に示す約幅2.3mm、高さ1mm、奥行1mmの微小領域内に存在するガスの濃度計測が可能である。

理論値である計測視野幅2.3mmは、ピンホール設置位置(集光距離330mm)に焦点を持つ散乱光のみを考慮し、算出した視野の幅であるが、実際にはピンホール前後に焦点を持つ散乱光もピンホールを通過することとなる。ピンホールの前(フレネルレンズ側)に焦点を持つ場合、計測点における幅4.29mmの散乱光がピンホールを通過し、ピンホール後(光電子増倍管側)に焦点を持つ場合、計測点における幅0.25mmの散乱光がピンホールを通過することとなる。これらに加え、ピンホールの加工精度や設置位置精度も計測視野幅へ影響を与える要因であり、これらの要因に起因し図9に示す結果が得られたものと考えられる。

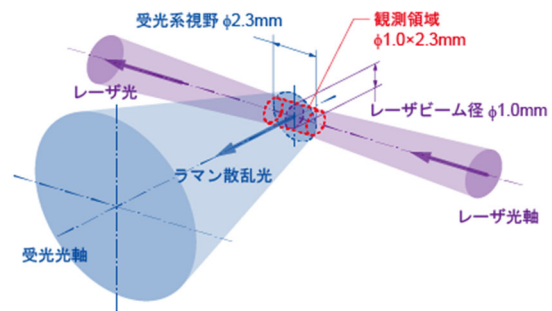


図10 局所ガス計測における観測領域の概念

5. まとめ

様々なガス種に適用可能であり、局所ガス濃度を非接触、リアルタイムに連続して計測できる計測技術の実現に向け、計測箇所と受光系間の計測距離を750mmとしたバイスタティック形式のラマンライダを設計・製作した。

構築した装置により、流れを伴う環境下における局所ガス濃度の非接触計測を想定し、低濃度水素ガスを用いたガス濃度計測機能検証を行うとともに、ノズルから大気放出した低濃度水素ガスを計測することにより空間分解能を評価した。主な

結果を以下に示す。

(1) レーザラマン分光法を計測原理とするバイスタティック形式のライダを構築し、レーザ光を1mmφとして計測箇所照射し、レーザ光軸に対し90°の方向から、開口径170mmφ、焦点距離230mmのフレネルレンズを用いて気体のラマン散乱光を計測する手法を考案した。計測箇所と対物レンズの離隔距離を750mmとして計測装置を製作し、低濃度水素ガスを用いて水素ガス検出性能及び空間分解能を評価した。

(2) 水素ガスを対象とした場合、対象濃度100ppm以上においてラマン信号強度が水素濃度に対し良好な線形の相関を示し、%オーダが中心であったラマン分光法によるガス計測において、大幅な高感度計測を実現した。

(3) 空間分解能について評価した結果、ラマン散乱光の受光視野範囲は幅7mm、高さ1mm、奥行1mmであり、従来のモノスタティックライダでは実現困難なcmオーダ以下の高空間分解能を実現した。

以上の結果から、本技術を用いることにより、流れ場に干渉することなく、遠隔から非接触で空間中における特定箇所のガス濃度計測が可能となった。今後は、対物レンズへ入射する平行光以外の成分を考慮した受光光学系の設計を検討し、より局所的なガス濃度計測の実現を目指すとともに、光源のパルス発振に起因する電気ノイズを低減するための対策を検討し、計測精度の向上を目指す。また、計測箇所において他のガス成分の同時計測を行い、水素ガス濃度の定量評価を実施し、気流中の局所ガス濃度高速計測や過酷環境におけるガス濃度非接触計測への適用を進める予定である。

【参考文献】

- 1) G. Herzberg : “Molecular Spectra and Molecular Structure Vol. I : Spectra of Diatomic Molecules” , 2nd Ed., Krieger, Malabar, Florida (1989)
- 2) J. C. White : “Stimulated Raman Scattering” , in Tunable Lasers, L. F. Mollenauer and J. C. White, eds., Springer-Verlag, Berlin, pp.115-120 (1987)
- 3) Derek A. Long : “The Raman Effect” ,

- John Wiley and Sons, pp.3-152 (2002)
- 4) R. M. Measures : “Laser Remote Sensing” , John Wiley and Sons, New York, p.108 (1984)
- 5) J. J. Laserna : “Modern Techniques in Raman Spectroscopy” , John Wiley and Sons, pp.3-7 (1996)
- 6) S. M. Adler-Golden, N. Goldstein, F. Bien, M. W. Matthew, M. E. Gresh, W. K. Gersh, W. K. Cheng and F. W. Adams : “Laser Raman sensor for measurement of trace-hydrogen gas” , Appl. Opt., 31, pp.831-835 (1992)
- 7) J.C. Miller 著, 村上正康訳:「統計学の基礎」, 培風館, pp.153(1995)

6.6kV 系統における太陽光発電連系時の簡易電圧計算手法

(株)四国総合研究所 電力技術部 河野高一郎
(株)四国総合研究所 電力技術部 山地 英樹

キーワード： 高圧配電系統
潮流計算
太陽光発電
電圧変動
系統連系

Key Words : High-voltage distribution system
Power flow calculation
Photovoltaic generation system
Voltage fluctuation
Interconnection

Simple Voltage Calculation Method for Interconnection of PV on 6.6kV Distribution System

Shikoku Research Institute, Inc., Electric Power Technology Dept.
Kouichiro Kouno, Hideki Yamaji

Abstract

In recent years, renewable energy has been positively installed. When a large-scale photovoltaic generation system (PV system), such as a mega-solar system, is newly interconnected to a high-voltage distribution system, voltage profile of the distribution system after the interconnection of the PV system is investigated in detail by the power flow calculation. On the other hands, sometimes the PV system is extraordinary interconnected to another distribution system in the case of power failure caused by an accident or by the work. It will have much error in the result of the examination by the conventional simplified calculation or it will be taken much time to examine in the case of using the power flow calculation.

Therefore, we proposed the method that the voltage fluctuation in all cases are calculated by the power flow calculation in advance and, in the case of operation, the proper voltage fluctuation can be selected immediately by choosing a suitable case and the voltage profile of the system is obtained.

The validity of the proposed method is verified by the numerical simulation. As a result, it is confirmed that the proposed method can get the voltage profile with accuracy almost similar to the power flow calculation in terms of view not to deviate from the appropriate voltage range.

1. はじめに

近年、配電系統への太陽光発電 (PV) の導入が積極的に進み、配電系統に高圧 PV を新しく連系する場合には潮流計算を用いて詳細に系統電圧への影響を検討している。一方、作業停電時や事故停電時に高圧 PV を常時とは異なる系統へ臨時的に接続することがあるが、従来の簡易計算を用いた手法では検討結果に誤差が懸念され、また、潮流計算を用いた手法では検討に時間を要する。このため、高圧 PV が常時系統と異なる系統に連系した場合に系統電圧をより精度良く簡易に把握する手法が必要となってくる。

本稿では事前にモデル系統にて PV 連系時の電圧変動を潮流計算により系統条件毎に網羅的に求めておき、運用時には系統条件を指定することで所要の電圧変動を即座に得る手法を検討した。提案手法について電圧変動の精度面から詳細検討と比較を行い、評価した結果を報告する¹⁾。

2. 系統電圧の算定

2.1 簡易計算

配電系統の運用にあたっては樹枝状に広がった配電線の電圧を把握しておく必要がある。

高圧配電系統 (6.6kV 系統) における各地点の電圧は、変電所やセンサー開閉器の測定箇所など既知の電圧把握地点を起点に、(1)式に示す簡易計算によりノード間の電圧降下 ΔV を求めて、電源側から負荷側に向けて各地点の電圧を計算する。

$$\Delta V = V_S - V_R$$

$$\approx \sqrt{3} (R \cos \theta - X \sin \theta) I \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$= \sqrt{3} (R I_P - X I_Q) \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$I_P = I \cos \theta, \quad I_Q = I \sin \theta \quad \dots\dots\dots (3)$$

ただし、 V_S, V_R : 電源側、負荷側の電圧 (6.6kV 系統) [V], $R+jX$: 線路インピーダンス [Ω], θ : 力率角 (逆潮流: $-\pi \leq \theta < -\pi/2$, $\pi/2 < \theta \leq \pi$, 進み: $0 < \theta < \pi$) [rad], I, I_P, I_Q : 線路電流, 線路電流 (有効分), 線路電流 (無効分) [A]

簡易計算では、線路電流 I_P, I_Q は区間負荷側に存在する負荷電流の算術和から算出できることから、系統電圧の算出にあたり繰り返し計算が不要で、速やかな計算が可能となる。

2.2 潮流計算

簡易計算では速やかな計算が可能である一方、各ノードの電圧位相の変化や配電線ロスが考慮されていないことから、互長が長い配電系統に大規模な PV を連系するケースなどでは計算値と真値との乖離が懸念される²⁾。

このため、配電系統に高圧 PV を新しく連系する場合などでは潮流計算を用いて詳細に系統電圧を検討する必要がある。以下に潮流計算の概要を示す^{2)~5)}。

送電端相電圧 \dot{E}_S [V] と受電端相電圧 \dot{E}_R [V] の関係を (4) 式で、送電端相電圧 \dot{E}_S の位相を基準とした線路電流 \dot{I} を (5) 式で表す。

$$\dot{E}_R = \dot{E}_S - (R + jX)\dot{I} \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$\dot{I} = I e^{j\theta} \quad \dots\dots\dots (5)$$

送電端、受電端線間電圧 V_S [V], V_R [V] は、

$$V_S = \sqrt{3} E_S, \quad V_R = \sqrt{3} E_R \quad \dots\dots\dots (6)$$

(4)~(6)式から、(7), (8)式が得られる。

$$V_R = [\{V_S - \sqrt{3} (R \cos \theta - X \sin \theta) I\}^2 + \{\sqrt{3} (R \sin \theta + X \cos \theta) I\}^2]^{1/2} \quad \dots\dots (7)$$

$$\angle \dot{V}_R - \angle \dot{V}_S = \tan^{-1} \left[\frac{-\sqrt{3} (R \sin \theta + X \cos \theta) I}{V_S - \sqrt{3} (R \cos \theta - X \sin \theta) I} \right] \quad \dots\dots (8)$$

系統電圧の計算にあたり、以下に示した (i)~(iv) の処理を行う。

- (i) 負荷を有する各ノードに電圧初期値を与えて、各区間の線路電流 \dot{I} を算出する。
- (ii) (7), (8)式を用いて、変電所から系統の末端に向かって各区間毎に電圧 \dot{V}_S, \dot{V}_R を計算する。
- (iii) (ii) で得られた各ノードの電圧値および電圧位相角を基に、再度各区間の線路電流 \dot{I} を算出する。
- (iv) 以降、(ii), (iii) の処理を各ノードの電圧値、電圧位相角が収束するまで続ける。

以上のように、潮流計算では詳細な検討が可能であるものの、繰り返し計算が必要であり検討に時間を要するという短所がある。

3. 提案手法

3.1 提案手法の概要

作業停電時や事故停電時に高圧 PV を常時とは異なる系統へ臨時的に接続することを想定した

場合、従来の簡易計算を用いた手法では検討結果に誤差が懸念される一方、潮流計算を用いた手法では検討に時間を要する。

このため、高圧 PV が常時系統と異なる系統に連系した場合に系統電圧を簡易に把握する手法について検討した。

図 1 に提案手法の概要を示す。互長など系統条件を変化させた複数のモデル系統において、PV が連系したとき（以下、連系 PV）に生じる電圧変動を、事前に潮流計算を実施して網羅的に入出力表として求めておく。これにより作業停電や事故停電のとき系統に PV を連系する場合、系統条件の指定により所要の電圧変動を即座に得る。現状の系統電圧に電圧変動を追加し、得られた系統電圧が適正範囲を維持しているかどうかで、PV の連系可否の判断を行う。

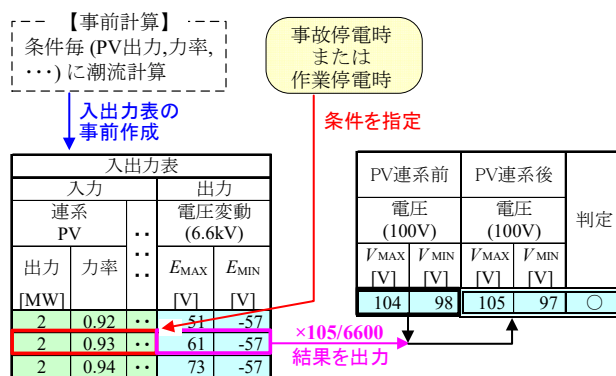


図 1 提案手法の概要

3.2 モデル系統

図 2 に潮流計算を適用する配電系統モデルを示す。系統末端に連系 PV を、0.25km 毎に設定したノードに同容量の負荷と既設 PV を接続した。連系 PV の連系箇所の線路インピーダンスが $R + jX$ であるとき、線路インピーダンスの R/X 比は位置に関わらず一定とした。

実系統では負荷、既設 PV が平等分布ではないことから分布率 η を用いて負荷電流 I_{LOAD} 、既設 PV 出力 P_{EPV} を修正した ((9), (10)式, 図 3)。 η は平等分布で 0.5, 末端集中で 1 になる。

$$\eta = \sum_{k=1}^N R_k I_k' / R_{SYS} I_1' \dots\dots\dots (9)$$

$$I_{REV} = 2\eta I \dots\dots\dots (10)$$

ただし、 R_k, R_{SYS} : ノード k ($=1 \sim N$), 系統の線路抵抗, I_k', I, I_{REV} : 区間 k ($=1 \sim N$), 修正前, 修正後の負荷電流 I_{LOAD} (または既設 PV 出力 P_{EPV}), N : ノード数

表 1 に計算条件, 表 2 に入出力表の一部を示す。表 1 の項目数は 6, 組み合わせは全体で 1,470 万通りとした。

3.3 提案手法の検証

提案手法では条件に従って(11)式に示す PV 連系時の電圧変動 (最高値) E_{MAX} , 電圧変動 (最低値) E_{MIN} を出力する。この 2 項目に関し潮流計算の計算値を真値とし, 提案手法と簡易計算の推定値を誤差 σ ((11)~(17)式) により比較した。

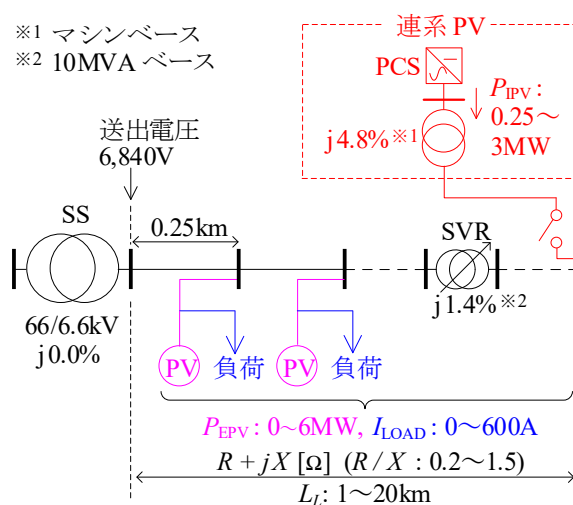


図 2 配電系統モデル

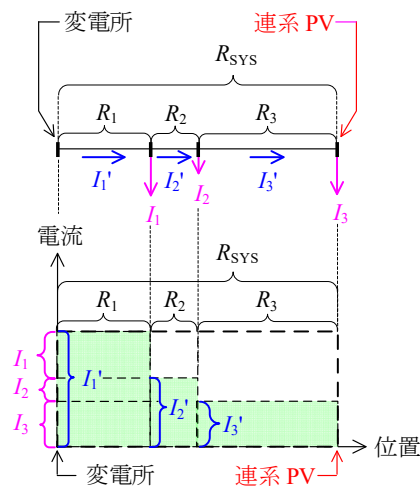


図 3 分布率 η

誤差 σ は推定値 E_{MAX}, E_{MIN} の絶対値が真値より小さいとき誤りとみなす。

表 1 計算条件

項目		範囲 ():刻み幅	組合せ [組]
連系PV	出力 : P_{IPV}	0.25~3 (0.25) [MW]	12
	力率	0.85~1 (0.01)	16
既設PV	出力 : P_{EPV}	0~6 (0.5) [MW]	13
負荷電流	: I_{LOAD}	0~600 (30) [A]	21
亘長 ($X: 0.4085\Omega/\text{km}$)	: L_L	1~20 (1) [km]	20
R/X 比	(インピーダンス : $R+jX$)	0.2~1.5 (0.1)	14
計			[$\times 1,000,000$] 14.7

$$E_{MAX,si} = \max_{P,k} (e_{is,P,k}), \quad E_{MIN,si} = \min_{P,k} (e_{is,P,k}) \quad \dots (11)$$

$$e_{is,P,k} = V_{E,si,P,k} - V_{E,si,0,k} \quad \dots (12)$$

$$C_{MAX,si} = \max_{P,k} (c_{is,P,k}), \quad C_{MIN,si} = \min_{P,k} (c_{is,P,k}) \quad \dots (13)$$

$$c_{is,P,k} = V_{C,si,P,k} - V_{C,si,0,k} \quad \dots (14)$$

$$\Delta V_{1,i} = \begin{cases} C_{MAX,si} - E_{MAX,si}, & C_{MAX,si} > E_{MAX,si} \\ 0, & \text{otherwise} \end{cases} \quad \dots (15)$$

$$\Delta V_{2,i} = \begin{cases} C_{MIN,si} - E_{MIN,si}, & C_{MIN,si} < E_{MIN,si} \\ 0, & \text{otherwise} \end{cases} \quad \dots (16)$$

$$\sigma = \sum_{i=1}^{N_C} \sqrt{(\Delta V_{1,i} - \Delta V_{2,i})^2 / N_C} \quad \dots (17)$$

ただし, $V_{E,si,P,k}$, $V_{C,si,P,k}$: ケース i ($=1 \sim N_C$), 連系 PV の出力 P (定格出力の 0, 10, ..., 100%), ノード k ($=1 \sim 4L_L$) の電圧の推定値, 真値 [V], N_C : ケース数 ($=1, 716$), L_L : 亘長 [km]

実系統 100 フィーダ (連系箇所 143 地点) において, 連系 PV の定格出力 P_{IPV} , 力率, 負荷パターン (重負荷, 軽負荷) を変化させ, 計 1, 716 ケースで比較した。簡易計算, 提案手法の誤差 σ はそれぞれ 314V (4.8%), 191V (2.9%) となった。

誤差 σ の低減を目指し, 電圧変動の推定値に補正値を追加することとした。出力別に ΔV_1 , ΔV_2 に対する亘長の傾きの 2σ 値を求めて, 亘長と連系 PV の出力に比例する補正値 $7V/(km \cdot MW)$, $-19V/(km \cdot MW)$ を設定した。その結果, 補正後の誤差 σ は 43V (0.6%) まで低減し, 提案手法に基づいた電圧変動の推定値が潮流計算に基づく計算値より小さく評価されるケースは少ないと考えられる。

3.4 提案手法の適用

図 4 に補正後の電圧変動 E_{MAX} , E_{MIN} と亘長の関係を示す。連系 PV の力率は 0.94, 既設 PV の出力は 1MW, 負荷電流は 150A, 線路の R/X 比は 0.6 とした。許容される電圧変動が $\pm 4\%$ のとき, 連系 PV の出力が 2MW では亘長 7km, 0.5MW のケースでは 20km まで連系が可能となった。

表 2 入出力表の一部

入力						出力 電圧変動 (6.6kV)			
出力 [MW]	力率	出力 [MW]	負荷 電流 [A]	亘長 [km]	R/X 比	元		補正後	
						E_{MAX} [V]	E_{MIN} [V]	E_{MAX}^{*1} [V]	E_{MIN}^{*2} [V]
1	0.94	1	150	5	0.6	46	0	81	-95
1	0.94	1	150	10	0.6	85	-3	155	-193
1	0.94	1	300	5	0.6	55	0	90	-95
1	0.94	1	300	10	0.6	122	0	192	-190
1	0.94	2	150	5	0.6	37	0	72	-95
1	0.94	2	150	10	0.6	60	-7	130	-197
1	0.94	2	300	5	0.6	46	0	81	-95
1	0.94	2	300	10	0.6	86	0	156	-190
2	0.94	1	150	5	0.6	74	0	144	-190
2	0.94	1	150	10	0.6	117	-49	257	-429
2	0.94	1	300	5	0.6	90	0	160	-190
2	0.94	1	300	10	0.6	173	0	313	-380
2	0.94	2	150	5	0.6	61	-1	131	-191
2	0.94	2	150	10	0.6	92	-98	232	-478
2	0.94	2	300	5	0.6	74	0	144	-190
2	0.94	2	300	10	0.6	128	0	268	-380

*1 7V/(km·MW) *2 -19V/(km·MW)

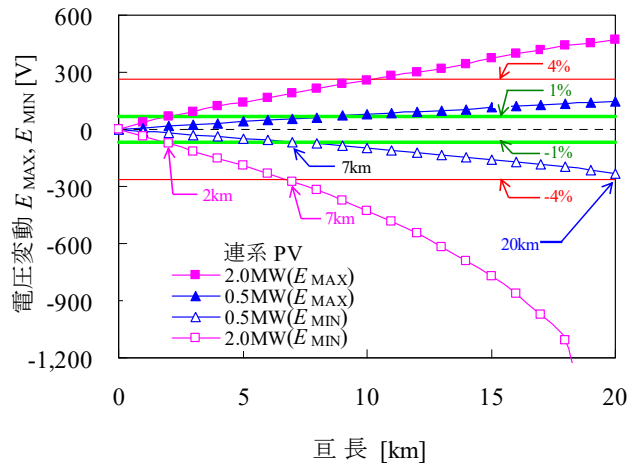


図 4 補正後の電圧変動 E_{MAX} , E_{MIN} と亘長の関係

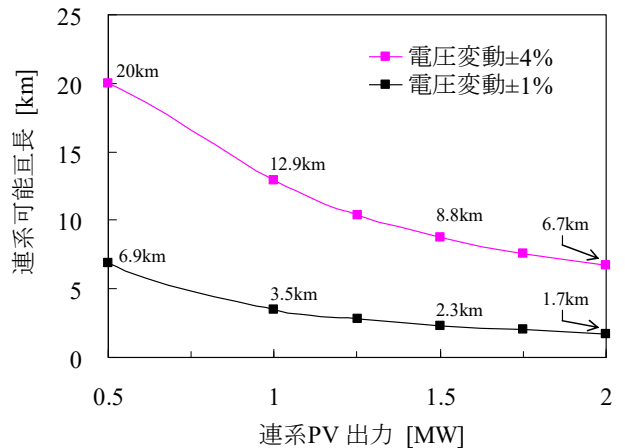


図 5 補正後の連系 PV 出力と連系可能亘長の関係

図 5 に補正後の連系 PV の出力と PV が連系できる配電線の連系可能互長の関係を示す。系統条件は図 4 の条件と同一とした。連系 PV の出力の増加とともに連系可能互長が低減している。

図 6 に補正後の既設 PV の出力と連系可能互長の関係を示す。図 7 に補正後の負荷電流と連系可能互長の関係を示す。系統条件は図 4 の条件と同一とした。既設 PV の出力や負荷電流の大小が連系可能互長に及ぼす影響は小さく、許容される電圧変動が $\pm 4\%$ のとき既設 PV 出力の変化(0~2MW)や負荷電流の変化(0~300A)に伴う連系可能互長の変化はそれぞれ 12%, 14%に留まった。

図 8 に補正後の線路インピーダンスの R/X 比と連系可能互長の関係を示す。系統条件は図 4 の条件と同一とした。R/X 比について 0.6~0.7 付近を頂点として、これから離れるほど連系可能互長は低減した。

図 5~図 8 から連系可能互長は連系 PV の出力や線路インピーダンスの R/X 比の影響が大きく、既設 PV の出力や負荷電流の影響は小さいことがわかった。

4. まとめ

作業停電時や事故停電時に常時とは異なる系統に PV を連系するケースを想定し、系統電圧を簡易に把握する手法を提案した。モデルケースによる検証の結果、系統電圧の維持面で潮流計算と同程度の精度を確保できることを確認した。

【謝辞】

本研究は、四国電力送配電(株)配電部殿より委託を受け実施したもので、ご協力いただいた関係各位に深く感謝いたします。

【参考文献】

- 1) 河野高太郎・山地英樹・三宅靖彦：「配電系統における太陽光発電連系時の簡易電圧計算手法の検討」, 令和 2 年電気学会電力・エネルギー部門大会, No. 115 (2020-9)
- 2) 河野高太郎・中西英治・永野賢朗・北條昌秀：「長距離配電線に対応したメガソーラー発電システムの無効電力制御による電圧変動抑制」, 電気学会論文誌 B, Vol. 135, No. 5, pp. 276-289 (2015-5)

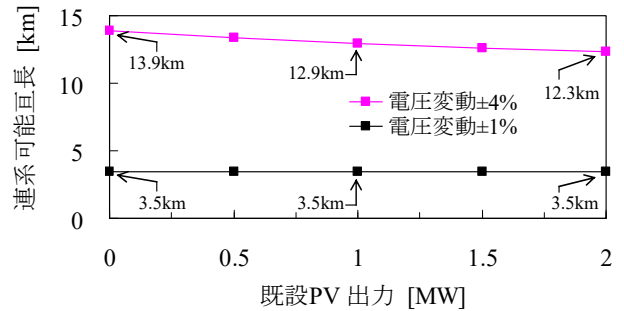


図 6 補正後の既設 PV 出力と連系可能互長の関係

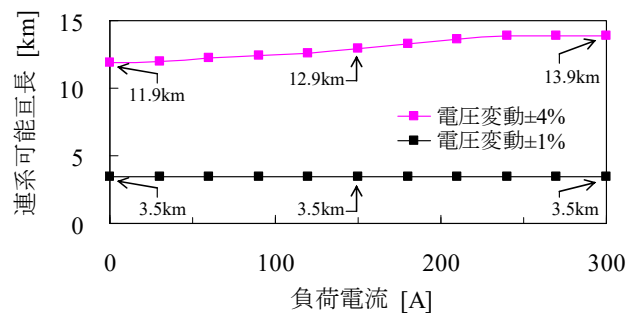


図 7 補正後の負荷電流と連系可能互長の関係

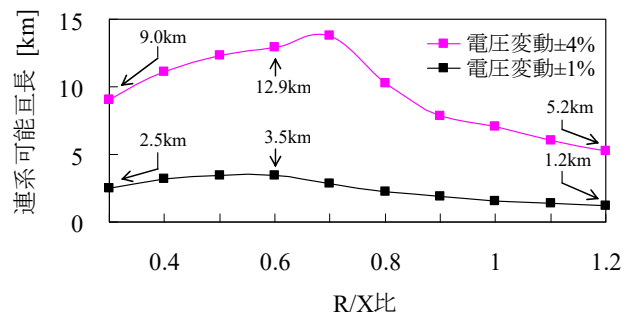


図 8 補正後の R/X 比と連系可能互長の関係

- 3) 興梠英二・石川忠夫：「分散型電源を含む配電線潮流計算プログラムの開発—低圧配電線潮流計算プログラムの開発—」, 電中研報告, T97001 (1997-8)
- 4) 広瀬正嗣・河野高太郎：「分散型電源連系の系統電圧シミュレーション手法の開発」, 電気現場技術, Vol. 39, No. 457, pp. 63-66 (2000-6)
- 5) 林泰弘・松木純也・大橋正芳・多田泰之：「単相負荷の接続替えによる三相電圧不平衡の改善支援手法」, 電気学会論文誌 B, Vol. 125, No. 4, pp. 365-372 (2005-4)

