# 化学装置材料の非破壊評価技術の開発と適用

# Development and Application of Non-Destructive Evaluation Technology for Chemical Equipment Materials

Sumitomo Chemical Co., Ltd. Production & Safety Fundamental Technology Center Hidehiko SUETSUGU Toyokazu TADA Tatsuya KUSUMOTO

In chemical plants an important objective is to ensure safety and stable operation of equipment such as widelylaid pipe lines, aged equipment (used for more than 40 years), and large-sized equipment for overseas expansion. In order to achieve this objective, it is important to understand the condition of exhaustive equipment in a plant, and to invest intensively in cost-effective maintenance based on diagnosis test results. A study on non-destructive evaluation techniques for chemical plant equipment, developed based on the keywords of low cost, high speed and high quality, is described here.

# はじめに

当社は1913年に亜硫酸ガスから肥料を製造すること を目的に設立され、時代の変遷にあわせて事業の変革 を遂げてきた。現在は基礎化学、石油化学、情報電子 化学、健康・農業関連事業、医薬の5事業分野にわ たって種々のプラントを保有・運転し、生産される製 品の形態も流体、粉体、成型品など多岐にわたってい る。こうした長い歴史の中で、基幹製品の製造プラン トやユーティリティ供給設備の高経年化が進み、建 設・運転開始後40年を超える設備も少なくない。また、 広大な敷地にコンビナートを組んで運転している関係 上、原料やユーティリティの輸送配管は人体の血管の ように広く、かつ複雑に工場内に張り巡らされている。 こうした高経年化設備や膨大な長さを持つ配管につい て、日頃から性能や品質を点検・監視し、劣化や劣化 の予兆をできるだけ早く発見し、異常が起こる前に補 修や設備更新を行うことが重要である。このために当 社では機器の重要度と劣化・損傷の発生頻度を指標に して機器のリスク順位を決定し、メンテナンスに関わ る時間とコストの有効活用を試みている。それでも尚、 検査・診断の対象箇所は膨大であり、リスク管理をし た上で、更に検査における足場設置や付帯工事のコス

ト削減、前処理を含めたトータルでの検査速度の向上、 そして設備の劣化・損傷の有無と程度の正確な把握が 可能な検査手法の開発と実機適用が求められている。

我々のグループではこうした背景のもと、低コスト、 高速度、高品質な検査・診断技術をキーワードに化学 装置材料の非破壊評価技術を開発してきた。本稿では 近年開発テーマとして取り組んできた磁化渦流探傷試 験技術を用いた強磁性管の検査方法、電磁超音波技術 を用いた材料劣化の検査方法および配管架台接触部の 腐食検査方法、渦流探傷試験技術を応用した浸炭測定 方法について紹介する。

# 磁化渦流探傷試験技術の開発

化学プラントでは熱媒として溶融塩(Heat Transfer Salt: HTS)を扱う炭素鋼製縦型多管式反応器が数多く 使用されており、かつ近年機器の大型化が進んでいる。 また、これらの炭素鋼製反応器の溶融塩に空気の巻き 込みが生じてバッフルプレート下等に空気層を形成し てしまうと、溶融塩への熱伝達が阻害されて局部的な 昇温が生じ、反応管の外表面に腐食減肉が発生するこ とが懸念される(Fig. 1)。従って炭素鋼管のバッフル プレート下の保守検査が必要となるが、この要求に 応えられる検査手法はIRIS(Internal Rotary Inspection System)等の水浸回転式超音波厚さ測定のみである。 水浸回転式超音波厚さ測定は肉厚評価精度が0.1mm単 位と高精度である反面、超音波の伝播媒質として水が 必須であり、化学プラントの禁水機器には適用できな いこと、管の肉厚方向に超音波を伝播させるために管 内表面の付着物を完全に除去する必要があること、一 日の検査可能数が50~100本程度と検査速度が遅いこ と等の弱点がある。従って、大型の反応器の保守検査 を効率的に実施するためにも、水を使用せず、簡易な 前処理で実施でき、かつ高速な検査技術を開発する必 要がある。



#### 1. 強磁性材料の渦流探傷試験の問題点

SUS304鋼やSUS316L鋼などに代表されるオーステナ イト系ステンレス鋼のような非磁性管では1日あたりの 検査本数が1000~1500本と、検査速度に優れた渦流探 傷試験が適用されている。渦流探傷試験は水浸回転式 超音波厚さ測定ほどの高い検査精度は見込めないが、 水のような接触媒質が不要で、かつ非接触で高速の探傷 が可能であることが利点である。これまで強磁性管であ る炭素鋼管にも渦流探傷試験を適用したいという現場 からの強いニーズがあり、1970年代から磁気飽和渦流探 傷試験やリモートフィールド渦流探傷試験などの特殊な 渦流探傷試験技術が開発されてきたが、バッフルプレー ト下の減肉の検査に適用できるまでには至っていない。

# 2. プローブの開発

強磁性管に渦流探傷試験を用いると透磁率のバラツ キに伴う強い磁気ノイズが障害となるが、この磁気ノ イズは強い磁場を与えることで低減されることが知ら れている。ただし、保守検査においては管内に挿入す るプローブに永久磁石を組み込む必要があり、そのス

ペースは非常に限定的で与えられる磁場の強さも相応 に小さくなる。そこで、保磁力の高い希土類磁石を採 用するとともに、磁石配列にはリニアモーターカーや 医療用MRI (Magnetic Resonance Imaging system) などで使用される最も強力な磁界を発生するハルバッ ハ配列を採用した(Fig. 2 (a))。ただし、プローブに 組み込んだ永久磁石で強力な磁場を与えられる領域は Fig.2 (b)に示したような管軸方向の一部分のみに限ら れる。一般的な2コイル型のプローブではFig.3 (a)に示 したように管軸方向に広く渦電流が流れるため、渦電 流を強力な磁場を形成した領域のみに誘導する工夫が 必要であった。そこで、Fig. 3 (b)に示したように検出 コイルの両側に渦電流制御用のコイルを設置した4コ イル型のプローブとし、検出コイルによって生じる渦 電流と反対方向の渦電流を制御コイルで発生させて、 過剰な渦電流を打ち消す手法を採用した<sup>1),2)</sup>。Fig. 4に 磁化渦流探傷試験に用いるプローブ(以下、磁化渦流 プローブと表記)の外観を示した。強力な磁化力を有 するとともに、検出コイルと渦電流制御コイルに流す





Fig. 4External appearance of Magnetic EddyCurrent Probe

電流の比率を調整することで、検出コイルの渦電流の 発生領域を制御可能である。

磁化渦流プローブの特徴は内面欠陥については欠陥 そのものによる渦電流の乱れを検出し、外面欠陥につ いては磁石による磁場の付加によって欠陥周りで生じ る透磁率の斑を渦電流の変化として検出する点にある。 従って、炭素鋼管中の磁気ノイズは十分に抑制しつつ、 外面欠陥周りの透磁率のムラを弱めすぎない程度の磁 化を管に与えることが重要である。このようなことか ら、管の外径と肉厚によって最適な磁化力が管に与え られるように磁化渦流プローブの構造を工夫している。 具体的にはFig. 5に示したように、磁石を取り付けて いるヨークを中空構造として、そのスペースに円柱状 の調整用ヨークを挿入することで、磁束が流れる経路 のヨーク断面積を変化(磁気抵抗をコントロール)さ せている<sup>3)</sup>。



Fig. 5 Magnetizing force adjustment mechanism in a Magnetic Eddy Current Probe

## 3. 磁化渦流プローブの性能

磁化渦流プローブの欠陥検出性能の評価結果をFig. 6に示した。微小欠陥としてはφ0.5mm貫通穴を高い S/Nで検出可能であった。通常の渦流探傷試験による 保守検査で基準欠陥として採用されるのはφ2mm程度 の貫通穴であることが多く、欠陥検出性能としては十 分である。また、管の内外面に深さを変えて加工した 溝状欠陥についても良好なS/Nで検出されている。Fig. 7には試験片に加工した人工欠陥の種別と磁化渦流探傷 試験によって得られた信号の位相角との関係を示した。 欠陥の発生面(貫通、内面、外面)の違いや欠陥深さ の違いによって信号の位相角が変化していることが確 認できる。非磁性管の渦流探傷試験の欠陥深さの評価 レベルには達していないが、欠陥の有無、欠陥発生面



(a) Angular groove 5L × 50%t
(b) Drilled hole φ1.0mm
(c) Angular groove 5L × 25%t

(d) Drilled hole  $\phi$ 0.5mm (e) Inner groove 1.5W × 20%t

#### Fig. 6

Evaluation of defect detection limit



の判断および欠陥深さの定性評価が可能である。また、 バッフルプレート信号と欠陥信号とを信号の位相角で 分離できるので、多重周波数法を用いてバッフルプレー ト信号の影響を軽減し、バッフルプレート下の欠陥の 評価が可能となった。

## 4. 実機への磁化渦流探傷試験の適用

#### (1) 炭素鋼製多管式反応器への適用

当社のHTSを熱媒として使用した多管式反応器の定 期検査に磁化渦流探傷試験を導入した。その結果、検 査品質の面では、多重周波数法を用いてバッフルプ レート信号の影響を軽減することで、バッフルプレー ト下の反応管の欠陥有無検査が実施できた。また、水 浸回転式超音波厚さ測定で検出していた管肉厚の10% 程度(約0.2mm)の凹凸についても磁化渦流探傷試験 で検出できていることを確認した。このように、磁化 渦流探傷試験は水浸回転式超音波厚さ測定の代替検査 として実用可能な検査品質であることが確認できた。

検査速度の面では、反応管1本あたりの検査速度は約 5倍を達成した。また、水浸回転式超音波厚さ測定のた めの入念な前処理に要する時間の削減を含めると、更 に短時間で効率的な検査実施が可能となった。原理上、 プローブは磁石で反応管の内表面に強く吸着するが、滑 りを良くするスリーブの効果もあってプローブの操作性 は良好であり、摩耗などプローブの耐久性の面でも問 題はなかった。また、反応管の内面の凹凸が比較的少 ない状態であれば、圧縮空気をプローブの周囲から少 量噴出することで、更に軽くプローブを操作すること が可能となる4)。

(2) 二相ステンレス鋼・ニッケル製機器への適用

化学プラントで使用される強磁性管として、炭素鋼 以外にも耐食性が要求される場面において二相ステン レス鋼やニッケルといった材料が採用されている。こ れらの材料は炭素鋼の比透磁率(µr=数百~数千)よ りも十分に小さいため、開発した磁化渦流プローブの 強力な磁場によって磁気飽和させることが可能である。 Fig. 8には二相ステンレス鋼の代表的な鋼種である SUS329J4L製の伝熱管(外径 φ19.0×1.6t)に貫通穴、 内外面の模擬減肉欠陥を付与した対比試験片の測定 チャートならびに、それを基に作成した位相角---減肉 率校正曲線を示した。各模擬欠陥をS/N良く検出でき ており、かつ、減肉深さによって十分に位相角の変化 が得られていることがわかる。このように磁化渦流探 傷試験を用いることで二相ステンレス鋼やニッケルに ついて、一般的な非磁性材料の渦流探傷試験と同等の 検査品質が得られることが確認された。よって、定期 開放検査時の水浸回転式超音波厚さ測定の代替え検査 手法として切り替えを進めているところである。

#### 電磁超音波法の適用

電磁超音波法は永久磁石とコイルで構成された探触 子 (Electro-Magnetic Acoustic Transducer: EMAT) を用いて検査対象物に超音波を送受信できる手法であ る。この手法の利点は非接触で材料内部に超音波を励 起できることである。この利点を活かして、高精度に 材料の音速を測定し材料の弾性率の変化から材質劣化 を評価したり、従来の超音波探傷試験で超音波の入射 の妨げとなっていた塗装や錆を除去する前処理の簡略 化によって検査効率を向上させた検査・診断技術を検 討し、実機適用を進めている。

## 1. 電磁超音波の発生原理

超音波の励起方法としては圧電素子製の振動子に高 周波電圧を加えて振動を発生させ、超音波に変換させ る場合が最も一般的である。電磁超音波の場合は、こ の駆動力として電磁気力を用いており、電磁気的エネ ルギーを機械的振動に変換することで超音波を発生す る。逆に機械的エネルギーを電気信号に変換することに よって超音波を受信している。その駆動力となる電磁気 力としてローレンツ力を利用する場合と磁歪効果を利用 する場合とがあるが、Fig.9には駆動力としてローレン ツ力を用いる場合の作動原理について横波用EMATを例 にして示した。EMATを金属製試料の近くに置き、コイ ルに高周波電流を流すと、電磁誘導作用によって試料 に渦電流(J)が発生する。これに永久磁石からの磁界 (B) が作用して、フレミングの左手の法則に従って試 料表面に平行な方向にローレンツ力(F)が発生する。 この力が試料を振動させて超音波を発生させる。また、 発生時と逆の現象によって超音波を受信することがで きる。このように渦電流と磁界の方向を組み合わせる ことによって縦波や横波の受発信が可能となる。







Fig. 8 Flow detection result (Left) and Evaluation curve (Right) of the reference piece





#### 2. 材料劣化診断への適用

化学プラントで使用されている設備材料の中には、 ある種の環境で使用されると材質が劣化する場合があ る。設備材料の選定時には劣化が生じないように配慮 されているが、長期間の使用、使用条件の変更、局所 的な特異環境の形成などによって劣化が生じる場合が ある。こうした材質劣化は耐食性の低下、機械的性質 の低下、硬化といった現象を引き起こす。これらの劣 化を検査する方法としては、破壊検査による方法が最 も信頼性が高く、明確にその状態を把握することがで きるが、機器の保守検査という意味合いでは適用でき ない。ここでは、非破壊的に材質劣化を評価する手法 として、電磁超音波共鳴法を用いた475℃脆化および水 素脆化の検査方法について述べる。

#### (1) 475℃ 脆化の検出

SUS329J4L材に代表される二相ステンレス鋼は約 50%ずつのオーステナイト相とフェライト相から成り、 優れた耐食性と高い強度をあわせ持った材料である。 化学プラントでは、特に塩化物環境下での耐応力腐食 割れ性に優れることから、各種設備の材料として適用 されている。ただし、二相ステンレス鋼は高温環境で 長時間使用されると脆化することが知られている。こ の脆化の機構は、フェライト相がスピノーダル分解に よってCr濃度の低いa固溶体とCr濃度の高いa'固溶体 の二相に分解し、析出したα'固溶体によって材料が硬 化すると同時に衝撃値が著しく低下するものである。特 に衝撃値の低下は硬化よりも敏感であり、硬度増加の 極初期から衝撃値が大幅に低下する。α'固溶体の析出 に起因する脆化は、その発生が最も顕著である温度が 475℃付近であることから、475℃脆化と呼ばれている5)。 475℃脆化は材料中のCr含有濃度の増加に伴い、脆化 開始までの時間が短縮すると同時に脆化度合も顕著に なる。また、温度が475℃以下であっても保持時間が長 時間になれば熱時効により脆化が進行する。

475℃ 脆化に伴って材料のフェライト相の弾性率が増加することにより、試料中を伝播する超音波の音速も

変化するが、健全材に対する音速の変化は数%程度の 増加であり、この差を評価するためには精度の高い音 速測定技術が必要である。そこで検討したのが電磁超 音波共鳴法<sup>6)</sup>の適用である。電磁超音波共鳴法は EMATの変換効率が低いという欠点を補うため、試料 を共鳴状態にして超音波振幅を増大させる方法である。 Fig. 10に示したように励起する高出力のバースト波の 周波数を掃引しながら測定することで試料の共鳴周波 数を計測し、共鳴周波数と試料の厚さから試料を伝播 する超音波の音速を高精度に求めることができる。

電気炉で加熱温度と加熱時間を調整して人工的に 475℃脆化を生じさせたSUS329J4L材を対象として、電 磁超音波共鳴法による試料を伝播する超音波の音速測 定とシャルピー衝撃試験を実施した。Fig. 11は横軸に



試料を伝播する超音波の縦波と横波の音速の平均値を とり、縦軸に室温(25℃)でのシャルピー衝撃値を とって、その関連性を示した結果である。475℃脆化に よって材料が脆化してシャルピー衝撃値が低下するの に従って、試料を伝播する超音波の縦波と横波の平均 音速が速くなっている。健全部の衝撃値が脆化によっ て1/8程度まで大幅に低下するのに対して試料を伝播す る超音波の音速変化は1%程度と小さいが、電磁超音 波共鳴法は微小な音速変化を高精度に評価できるため、 この評価曲線を用いて二相ステンレス鋼の475℃脆化の 有無と脆化程度の評価に活用している。

#### (2) 水素脆化の検出

チタンは海水環境で優れた耐食性を示すため、当社 でも海水熱交換器用の伝熱管材料として多く利用され ている。ただし、チタンは水素との親和性が高いため 水素を吸蔵するとFig. 12に示したように金属内に針状 の水素化物を形成して脆化する。この結果、腐食の兆 候や減肉を伴わずに延性の低下を引き起こす。一般的 にチタン中の水素濃度が500ppm以下程度であれば、通 常の変形速度での機械的特性の低下は小さいが、シャ ルピー衝撃試験のように急速な変形に対しては、水素 濃度が100ppm以下でも脆化が顕在化することがある。



Fig. 12 Microstructure of titanium affected by hydrogen embrittlement





水素吸蔵に対しては、プロセス流体に水素が含まれる 場合には当然注意が必要であるが、シェル側でチタン の耐食性が要求されていない場合においては、伝熱管 を支えるバッフルプレートや管板はチタン材を採用し ない場合がほとんどであり、これら部材の微量な腐食 によって発生した水素が伝熱管に吸蔵された事例もあ るので注意が必要である。

チタンの水素脆化は脆い針状の水素化物を形成して 脆化することから、電気伝導度の変化、弾性率の変化、 硬さの変化として現れる。この諸特性の変化はFig. 13 に示したように試料を伝播する超音波の縦波、横波の 音速の変化や導電率の変化として検出できる。試料を伝 播する超音波の音速の測定には先述した電磁超音波共 鳴法が有効である。ただし、1000ppm以下の微小な水素 吸蔵量の場合には、これらのパラメータの変化量は非常 に微小となり、測定データのバラツキとの明確な判断が 難しくなる。そこで、水素化物が超音波伝播の阻害要因 となることに注目し、EMATで励起した超音波の特定の 共鳴周波数のエネルギーの減衰速度を測定して水素脆 化を検出する方法を開発した7)。Fig. 14にはチタンの健 全材と約300ppmの水素を吸蔵したチタンの水素脆化材 について、5次の共鳴周波数である5.2MHzの超音波エネ ルギーの減衰速度を比較した結果を示した。健全部では





Attenuation of ultrasonic energy in Titanium

#### 化学装置材料の非破壊評価技術の開発と適用

エネルギーが20%まで減衰するのに1400µsecを要して いるが、水素脆化部では220µsecで減衰している。この ように共鳴状態の持続時間を計測することで水素吸蔵 量が微小な水素脆化に対しても検出が可能である。た だし、この手法は検査部位を特定して実施する部分検 査手法であるため、伝熱管などにおいて水素脆化の発 生位置が管軸方向で特定できない場合には、軸方向の ピッチを決めて多点検査を実施する必要がある。本検 査の適用対象としては伝熱管が圧倒的に多いため、伝 熱管の全長に渡る検査を連続的に実施できるような手 法に仕上げることが今後の課題である。

## 3. 配管架台接触部の腐食検査への適用

配管架台接触部はFig. 15に示したように雨水等の水 分が滞留しやすい、配管の熱伸縮によって架台との接 触部の塗装が剥がれやすい、再塗装などのメンテナン スが困難であるなどの理由から外面腐食が発生・進展 しやすい部位である。一方で架台の数は配管敷設距離 に比例するため膨大であり、腐食減肉の重点点検ポイ ントでありながら、目視検査を中心とした一次検査だ けでも多大な時間を要する。また、一次検査で問題と なった部位では、超音波等の非破壊検査手法を用いた 二次検査が実施されるが、配管表面の塗装の除去、錆 のケレン、表面の磨きなど非破壊検査実施のための付 帯工事が必要であり、腐食減肉が進行して危険な状態 にありながら検査の実施が間に合わないといった事態 も懸念される。そこで、超音波を非接触で励起できる という電磁超音波法の特性を活かした配管架台接触部 の腐食検査技術の開発を行い、検査部位の前処理簡略 化による二次検査の所要時間の削減のみならず、目視 検査結果を補完する技術と位置付けることで、更に配 管架台接触部の信頼性をあげたいと考えている。ここ では、本技術の検討状況について述べる。

ベースとする検査技術はFig. 16に示した超音波表面 波法<sup>8)</sup>である。超音波表面波法は架台部を挟み込むよ うに送受信探触子を設置して表面波の送受信を行う。 配管に減肉が発生している場合には、配管減肉部で表 面波が迂回することによって表面波の到達時間が遅れ るため、この遅れ時間から減肉量を推定する。超音波 減衰法と異なり、内部流体の影響を受けにくいため液 抜きの必要がない、減衰のような相対値ではなく腐食 に伴う表面波の伝播距離の伸長から減肉量を計測する 方法であることが利点としてあげられる。しかし、欠 点として探触子設置部の表面処理が必須であり、かつ 探触子を強く配管表面に押し付ける必要があり、大掛 かりな検査用の治具が必要であることがあげられる。

そこで、従来の超音波表面波法の欠点を克服するため、非接触で材料中に超音波を励起できるEMATの適用を検討することとした。ただし、EMATは圧電素子



Fig. 16 Surface wave technique of ultrasonic testing

型の探触子と比較してエネルギー変換効率が低いこと から、検査対象物に対して計測に必要な強度を有し、 かつS/Nの優れた超音波を励起することが最大の課題 である。先ず装置関連の改善として、材料の劣化診断 に用いている電磁超音波共鳴法では周波数を広帯域で 掃引するため広帯域プリアンプを使用してきたが、探 傷では超音波を共鳴させず、励起する超音波の周波数 帯域を絞って利用するため、その帯域の信号だけを増 幅する狭帯域プリアンプを導入した。また、信号中の 高周波ノイズを除去するためのバイパスコンデンサの 設置を行った。EMAT関連ではコイルの太線化を実施 して入力できる電圧値を増加させるとともに、磁石配 列の見直し・最適化など様々な検討を行った。Fig. 17







は外径60.5mm、肉厚3.9mmの管を対象にして超音波の 送受信をした時の超音波波形を示した。架台幅を想定 して探触子間距離を50cm以上に設定しても、計測に必 要な信号が送受信可能となった。次のステップとして、 現在は模擬減肉配管や実機腐食配管に対して計測を重 ね、減肉深さの測定精度向上を目指している。その一 例としてFig. 18に外径60.5mm、肉厚3.9mmの実機腐 食配管の計測例を示した。減肉部では健全部と比べて 超音波の到達時間が遅く、かつ振幅が減衰しているこ とがわかる。到達時間の遅れから推定した減肉深さは 1.6mmであり、超音波厚さ測定で実測した減肉深さ 2.0mmに対して良好な結果が得られた。

今後はEMATの更なる性能向上、現場検査用治具の 開発を行うとともに、模擬減肉配管や実機腐食配管の 計測データを拡充する。更に実機の腐食減肉形態を調 査した上で、減肉評価手法の精度向上を目指す。これ と並行して現場でのデータ採取を進め、得られた知見 をEMATの設計や検査用治具の改良に活かし、更なる 現場での測定効率と測定精度の向上を目指す。

# 浸炭測定技術とポータブル浸炭測定器の開発

エチレンプラントの分解炉では、輻射管内に原料と なるナフサやエタンを流し、高温環境下で熱分解させ る。輻射管の内面にはコーキングと呼ばれる炭素の析 出が起こり、このコーキングにより管壁温度も上昇す る。管の内表面ではCr,Si酸化膜が形成され、炭素の侵 入を抑制する。しかし、被膜の性能が劣化・破壊され ると、炭素の拡散速度に従って浸炭が発生・進展する。 浸炭はCrrC3を代表形態とするクロム炭化物が管内表面 側に形成される現象である。浸炭が発生した輻射管の 断面マクロ組織をFig. 19に示した。なお、浸炭箇所を 茶色く染色する特殊なエッチング液(村上液)に浸し た。このサンプルには局所的な浸炭が発生しているこ とがわかる。浸炭すると延性がほとんどなくなり、衝



Fig. 19 Carburization of radiant tube

撃値も低下して非常に脆い状態となる。また、浸炭に 伴う体積膨張により、高温使用下では管外表面の健全 層に引張応力を生じさせ、管の変形やクリープ損傷を 発生させることがある。このように浸炭の程度が輻射 管の寿命を決定する最大の要因となっている。

#### 1. 浸炭測定の原理

浸炭測定には渦流探傷試験技術を用いている。輻射 管は浸炭していない時は非磁性体だが、浸炭すると CrrC3を代表形態とするクロム炭化物が形成されるこ とにより、材料の基地組成のCr量が低下して成分バラ ンスに変化をきたすため、その部分が強磁性体に変化 する。

Fig. 20に示したように、交流電流を流したコイルを 輻射管の外表面に近づけると、電磁誘導現象により輻 射管の肉厚方向に渦電流が発生する。そして、強磁性 体となった浸炭層とコイルとの間隔(非浸炭層の厚さ) を測定する。具体的には、浸炭が肉厚方向に進展する と非浸炭層の厚さが薄くなる。この変化は渦流探傷試 験技術の評価パラメータの一つである位相角の変化と して検出することができるため、Fig. 21に示したよう な位相角と非浸炭層厚さとの関係を整理した浸炭評価 曲線を用いて非浸炭層の厚さが評価できる。ただし、





近年使用されているHP系合金(25%Cr-35%Ni)製や 45%Ni系合金製の輻射管においては、高温での使用に 伴って管外表面に発生する酸化によって生じるクロム 欠乏層が浸炭層と同様に強磁性体となるため、渦電流 は表皮効果によって肉厚中に浸透せず、渦流探傷試験 技術では浸炭測定ができなかった。

この問題に対して、当社ではプローブ内に永久磁石 を組み込んで、表層部を磁化することによって表層部





の磁性層の影響を軽減した上で、得られた信号の位相 角と非浸炭部の厚さとの関係を整理した浸炭評価曲線 を用いて非浸炭層の厚さを測定している。本手法の測 定精度については、横軸に非浸炭層厚さの評価値、縦 軸に非浸炭層厚さの実測値をとって整理した結果を Fig. 22に示した。評価値に対して実測値は、ほ ぽ±1mmの範囲内に入っており、高精度の浸炭測定が 実施できている。

#### 2. 窒化層への対応

輻射管材料が45%Ni系合金になると浸炭への耐性が 増すため長期間使用可能になるが、高温での長時間使 用により管外表面の酸化層の内側にFig.23に示したよ うな大気中の窒素とクロムとの化合物(Cr2N)の層 (以下窒化層)が形成される。窒化が進むと浸炭と同様 に磁性を持った約1~2mmの層が形成される。この厚い 窒化層の形成に伴う電磁気特性の変化は大きく、浸炭 測定精度を低下させる。具体的には非浸炭部も浸炭が 発生していると誤った診断を行い、浸炭厚さを過大評 価する。



Fig. 23 Nitridation of radiant tube (outer surface)

管外表面の酸化による磁性層と同様に外部から強力 な磁場を付与して磁気飽和させる方法も考えられたが、 厚い窒化層の影響を軽減する程度まで磁化を行うと、 輻射管内面から進展する浸炭層の評価にも影響を与え てしまうため、窒化層による渦電流信号の特性の変化 から窒化層の有無を評価する方法を検討した。サンプ ルとしては実機からサンプリングした輻射管を用い、サ ンプルの浸炭測定を実施するとともに、断面組織観察 を実施して窒化と浸炭の有無を評価した。

Fig. 24はサンプルの渦流探傷試験データの位相角を 横軸に振幅を縦軸にとって示した結果に断面組織観察 の結果を加えたものである。健全部に対して浸炭部で







lg. 25 Determination procedure of nitridation layer

は位相角と振幅の双方が増加しているが、窒化部では 位相角のみが増加して振幅の変化は認められない。ま た、窒化と浸炭が複合した場合には、その中間的な特 性を示している。この結果をもとにして、Fig. 25に示 したように浸炭、窒化、窒化と浸炭の複合の領域を実 線A-B、破線C-Dによって区分けして、判定する方法<sup>9)</sup> を開発した。

また、窒化と浸炭の複合によって浸炭厚さを過大評 価する問題については、サンプルの浸炭測定と断面組 織観察の結果をもとにして検討した結果、窒化と浸炭 が複合すると、実際の浸炭厚さに対して約2mm過大評 価することがわかった。したがって、浸炭測定によっ て窒化と浸炭が複合していると判定された場合には、 浸炭厚さの測定値から2mmを減算した値を浸炭厚さと することにした。なお、今後もサンプルの計測・破壊 調査を実施してデータの信頼性向上を図る。

# 3. ポータブル浸炭測定器の開発と適用

当社の浸炭測定技術は窒化層の影響を考慮しながら

浸炭厚さを高精度に評価することが可能である。ただし、浸炭測定に使用する渦流探傷器、データレコーダーなどは、時代の流れに従って小型・軽量化されたが、分解炉内部で手軽に持ち運んで検査できるとは言えない。また、機器の校正や得られたデータの解析には相応の知識を要する特殊技術であり、渦流探傷試験の有資格者による測定が必要であった。

国内の自社プラントではこうした有資格者による検 査実施が可能であったが、中東を始めとする海外の関 連会社においては、同一レベルでの検査実施は困難で あった。そこで、軽量・コンパクトかつ堅牢な測定器 本体とデータ解析ノウハウをソフト化してインストー ルしたタブレット型PCを組み合わせたポータブル浸炭 測定器を開発した。これにより測定精度を確保した上 で、現場での作業性の向上と専門知識を必要としない 測定技術を提供できる。

Fig. 26にはポータブル浸炭測定器の構成を示した。 浸炭測定器本体、タブレット型PC、浸炭測定プロー ブ、プローブ接続コネクター、USBケーブル、標準試 験片からなる。浸炭測定器本体のサイズは110mm(W)× 210mm(L)×24mm(H)、重量は480g(単三型ニッケル



Fig. 26 Portable carburization measurement instrument



Fig. 27 Screens

Screenshot of portable carburization measurement instrument

水素バッテリーを含む)であり、連続5時間の測定が可 能である。

Fig. 27は浸炭測定時の画面を示した。標準試験片を 用いた簡単なキャリブレーションを実施することで、浸 炭測定用のソフトの起動から約1分後には輻射管の浸炭 測定が実施可能な状態になる。プローブを輻射管表面 に接触させるだけで、画面上に窒化層の有無、浸炭深 さが表示される。測定データの保存も簡単で、連続測 定モードでは連続の浸炭測定データをPC内に保存する と同時に、最大の浸炭測定値が画面上に表示される。 軽量コンパクトでバッテリー駆動であるため、炉内で の電源の確保が不要で、機器の持ち運びも容易なため、 現場作業の効率を大幅に向上させた。また、多大な時 間を要していたデータ解析時間をゼロにできた。なお、 画面表記が全て英語となった英語バージョンのソフト も準備し、海外プラントでの使用にも対応している。

# まとめ

本稿では低コスト、高速度、高品質な検査・診断技 術をキーワードに開発した検査・診断技術を紹介した。 磁化渦流探傷試験はニッケルや二相ステンレス鋼など の磁性材料製の伝熱管に対して非磁性管の渦流探傷試 験と同等の検査品質を達成した。また、炭素鋼のよう な強磁性材料製の反応管であってもバッフルプレート 下の局部的な減肉の検出と評価を可能とし、水浸回転 式超音波厚さ測定に代わる高速検査技術として適用さ れつつある。電磁超音波法は電磁超音波共鳴法による 二相ステンレス鋼の熱時効脆化やチタンの水素脆化の評 価を可能とし、実機検査に適用している。また、超音波 を非接触で励起できる特性を活かして配管架台接触部 の腐食検査手法として開発を進めている。渦流探傷試 験技術を応用した浸炭測定方法については、長期使用 に伴う窒化層の評価を含めた浸炭深さの高精度評価を 可能にするとともに、現場での作業性向上と計測に専 門家を必要としないポータブル型の浸炭測定器も開発 し、国内外のプラントでの検査に活用している。

プラントの安全・安定操業の継続は、当社の利益を 安定して継続的に確保するだけでなく、無事故、無災 害のプラント運転は共存する地域・社会への企業とし て果たすべき最低限の責任でもある。今後更に高経年 化が進む設備に対して、適切なタイミングで適切なメ ンテナンスを行うことが、我々設備管理部門に対して、 以前にも増して強く求められている。本稿で紹介した 技術をはじめ、今後も真に求められるメンテナンス技 術の開発・検討を行って、プラントの安全・安定操業 の継続に寄与していきたい。

# 引用文献

- 1) 住友化学(株), 日本特許5169983 (2013).
- 2) 住友化学(株), 日本特許5233835 (2013).
- 3) 住友化学(株), 特開2014-52265 (2014).
- 4) 住友化学(株), 日本特許5417979 (2013).
- 5) D. Chandra and L. H. Schwartz, *Metall. Trans.*, 2, 511 (1971).
- H. Ogi, H. Ledbetter, S. Kim and M. Hirao, J. Acoust. Soc. Am., 106, 660 (1999).
- 7) 住友化学(株), 特願2013-171335 (2013).
- (5) 広田 信明,岸 栄一,横野 泰和,今中 拓一,四辻 美年,非破壊検査,50,368 (2001).
- 9) 住友化学(株), 日本特許3765188 (2006).

#### PROFILE



**末次 秀彦** *Hidehiko SUETSUGU* 住友化学株式会社 生産安全基盤センター 主席研究員



**多田 豊和** *Toyokazu TADA* 住友化学株式会社 生産安全基盤センター 主任研究員



**楠本 達也** Tatsuya KUSUMOTO 住友化学株式会社 生産安全基盤センター 研究員