



Title	電磁超音波共鳴法による鉄鋼材料のクリープ損傷評価に関する研究
Author(s)	大谷, 俊博
Citation	大阪大学, 2001, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://doi.org/10.11501/3184162
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

電磁超音波共鳴法による鉄鋼材料の
クリープ損傷評価に関する研究

大 谷 俊 博

大阪大学大学院 基礎工学研究科

2001年1月 提出

①

電磁超音波共鳴法による鉄鋼材料の クリープ損傷評価に関する研究

大谷 俊博

大阪大学大学院 基礎工学研究科

2001 年 1 月提出

目 次

1 章 緒言	1
2 章 電磁超音波共鳴法	10
2.1 はじめに	10
2.2 EMAR 法	10
2.2.1 EMAT	10
2.2.1.1 横波用 EMAT の動作原理	10
2.2.1.2 磁わい型軸対称 SH 波 EMAT の動作原理	12
2.2.2 超音波共鳴	12
2.2.2.1 板厚共鳴	12
2.2.2.2 軸対称 SH 波の共鳴	14
2.2.3 共鳴周波数と減衰係数の測定	16
2.2.3.1 エネルギー損失	16
2.2.3.2 測定方法	17
2.3 まとめ	17
3 章 超音波減衰と金属組織	20
3.1 はじめに	20
3.2 結晶粒界での散乱	20
3.3 析出物やボイドによる散乱	20
3.3 転位による吸収	23
3.3.1 弦モデル	23
3.4 まとめ	25
4 章 2.25%Cr-1%Mo 鋼のクリープ損傷評価	26
4.1 はじめに	26
4.2 材料と試験法	26
4.3 減衰測定	26
4.4 組織観察	26

4.5 超音波特性の測定結果	29
4.5.1 中断試験法	29
4.5.2 連続試験法	40
4.5.3 推定寿命消費率と減衰係数	44
4.6 組織観察	49
4.7 組織変化と減衰係数	61
4.7.1 結晶粒界による散乱	61
4.7.2 析出物による散乱	61
4.7.3 転位による吸収	63
4.8 負荷応力と減数係数変化	68
4.9 まとめ	69
 5 章 SUS304 鋼のクリープ損傷評価	 71
5.1 はじめに	71
5.2 材料と試験方法	71
5.3 EMAR 法による減衰測定	71
5.4 組織観察	71
5.5 クリープ損傷にともなう減衰係数の変化	74
5.5.1 中断試験法	74
5.5.2 連続試験法	78
5.6 組織観察結果	88
5.7 組織変化による減衰係数への影響	101
5.7.1 結晶粒界による散乱	101
5.7.2 析出物とボイドによる散乱	101
5.7.3 転位による吸収	103
5.8 まとめ	106
 6 章 結論	 107
 参考文献	 110
 謝 辞	 113

1章 緒言

高温高圧下で使われる火力発電プラント機器の多くは、実働時間が10万時間を越えても運転されている。これらの機器は、20～30年前に建設されたものが多く、経年劣化が進んでいるにもかかわらず過酷な運転を強いられている。また近年の地球温暖化の原因となっている二酸化炭素の排出量を押さえる目的から、これらエネルギープラントにおいては、現状のエネルギー供給量を維持しつつ高効率化が図られ、さらに高温・高圧力の運転に移行する傾向がある。また、1980年代の電力需要形態の変化により、従来のベースロードの運転から中間負荷運転へ移行され、DSS(Daily Start and Stop)・WSS(Weekly Start and Stop)のような頻繁な起動停止や急速な負荷変動などの苛酷な運転が強いられるようになり、これらエネルギープラントの構成材料の損傷・劣化はますます加速する傾向にある。また、高度経済成長時代のように、経年劣化が生じる以前に新しい設備に取換え、更新することは経済的、社会的にも難しくなっている。このような状況下において、火力発電プラント設備の安全性と信頼性を保つためには非破壊的に構成材料の健全性・余寿命を評価する技術が必要不可欠である [1~4]。

火力発電プラント等の高温機器に使用される金属材料に発生する代表的な損傷は、クリープ損傷、疲労損傷、酸化、熱脆化、水素侵食そして脱炭などである [5]。Table1-1 に、その劣化損傷形態と現状の計測方法を示す。それら損傷劣化の中でクリープ損傷は重要な問題であり、従来から多くの研究が行われてきた。クリープとは、高温において材料が一定荷重または応力下で時間の経過とともに変形(クリープ変形)が進み、最終的には破壊(クリープ破壊)に至る現象である [6]。これらは材料、温度、荷重条件により異なった機構で発生する。クリープ変形の要因は、拡散クリープと転位クリープに大別される。拡散クリープは融点(T_M)近傍の低応力で生じるので、工学的にはあまり重要ではない。 $0.5T_M$ 以上の中・高応力下で起き、工業材料では重要な変形機構である転位クリープによる変形は、空孔拡散による転位の非保存運動(上昇運動)あるいは交差すべりによって律速される [6]。破断は、き裂が結晶粒内を横切る粒内破壊か結晶粒界を通る粒界破壊のいずれかである。

クリープによる損傷は、通常的手段で検出される欠陥よりかなり小さく、運転時間の経過とともに累積され、構成材料全体に広がる。主に表面から進行する疲労損傷とは異なり、必ずしも表面から損傷して行くとは限らないという特徴をもつ [7, 8]。さらに損傷形態が複雑であり、変形、ボイド・微視き裂の発生、炭化物や σ 相の析出などの組織変化が現れる。また、実機では、材質、温度、応力および時間に依存した内部組織の変化を含む複合的な損傷形態が現れる。本章では、Table1-1に示すクリープ損傷にともなう金属組織変化の現状の非破壊評価方法について、その特徴と問題点を述べる。代表的な評価手法として、放射線法、超音波法、電磁気法、電気化学法、レプリカ法、硬さ法が上げられる。

放射線法では、通常の探傷で使われる放射線の透過・吸収は適用されず [9]、X線回折強度曲線の広がりや転位密度と相関があるという現象を利用して [10]、半価幅の測定からクリープ損傷を評価する [3]。金属内の微視組織変化に直結した情報を非破壊かつ非接触で得られる数少ない評価法である。しかし、X線の侵入深さは、10~20 μm 程度であり、ごく表面近傍の情報しか得られないという欠点がある。また表面の前処理を行う煩雑さも実用的には問題となる。現状では実験室段階の使用にとどまっており、適用精度の見極めと精度向上が課題である [1]。

Tabel 1-1. 高温機器の劣化損傷形態と現状の計測方法.

現象	損傷形態	測定方法：内容
クリープ	キャビティ、ポイド	顕微鏡レプリカ：面積率、体積率, 数/面積
		超音波減衰
		密度測定
	組織析出物	顕微鏡：析出粒子、密度
疲労	軟化	電気抵抗、渦電流、X線回折、超音波音速、減衰
	クリープひずみ	硬さ計
	クリープ強度低下	伸び計：直径変化、長さ変化
		クリープ試験：使用材のクリープ強度
酸化	軟化硬化	硬さ計
		音速
	転位構造変化	X線回折：半価幅、サブグレインサイズ
加熱脆化	微小き裂	微小電圧計：交流、直流微小電圧変化
酸化	減肉	厚さ計
酸化	酸化(磁化)	透磁メータ：酸化量
加熱脆化	脆化 (Pの析出)	電気化学法：再不動態膜化電圧
水素脆化	微小割れ	超音波特性：音速 (縦波/横波の音速比)
		：減衰 (縦波/横波の減衰)
脱炭	脱炭	超音波減衰

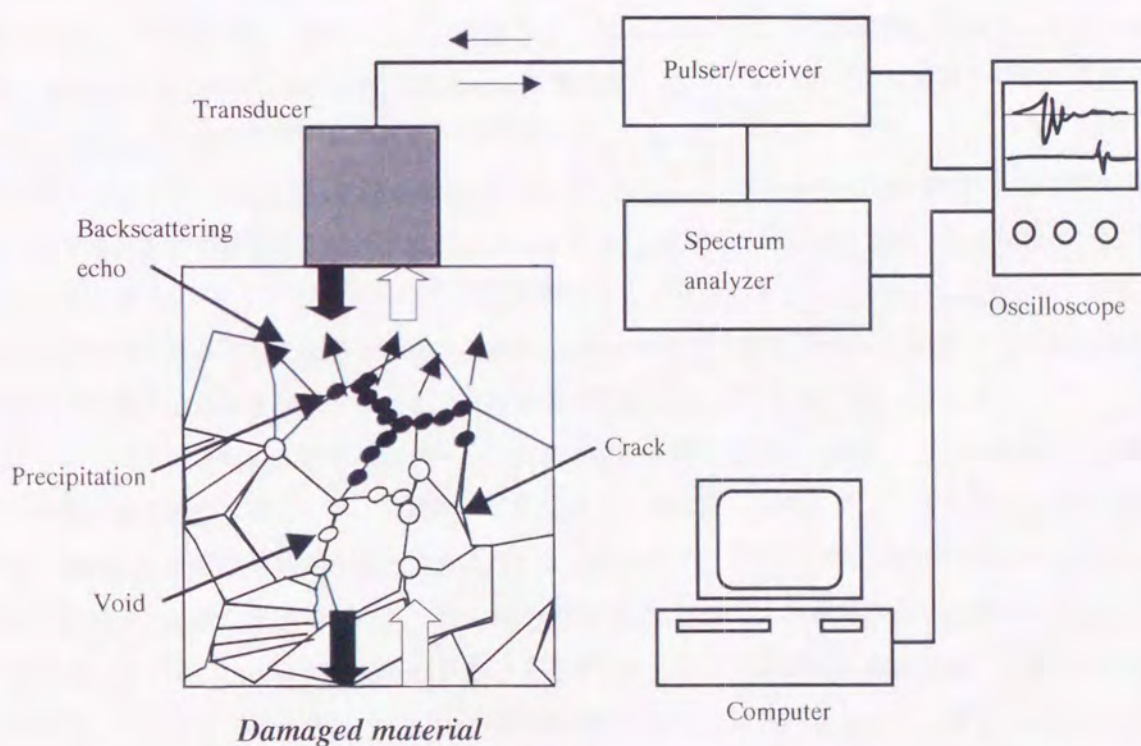


Fig.1-1. 超音波特性の計測方法.

超音波法は、音速、減衰および後方散乱ノイズ分析といった材料の超音波特性が、ボイドやマイクロクラックや組織変化の影響を受けることを利用している。損傷評価には、通常の探傷で使用される機器を用いているが、周波数解析を行う場合もあるので、解析装置も必要になることもある [3]。計測方法は Fig.1-1 に示す。クリープ損傷に対して、超音波を利用する利点は、材料内部の損傷計測が可能であり、計測方法が比較的簡単であること、また現地で広範囲な計測が可能である点が上げられる。しかし、接触式の探触子を使用しているため、測定値のばらつきが大きく、計測前の材料表面の処理など煩雑であり実機に適用されたものはない。

音速は、被測定物中の超音波の伝播時間と厚さから求まる (Fig.1-2 参照)。通常、音速は、クリープの進行に伴い変化していく [6]。しかしその変化量は非常に小さいので、シングア라운드法やパルスエコーオーバーラップ法を用いて伝播時間の精度を高める方法や縦波や横波の音速変化を単独で用いるのではなく、縦波と横波の音速比や横波の音速異方性を用いる方法が考えられている [11~13]。

減衰とは、被測定物中を伝ばする超音波が、伝ばにともなって様々な要因によりエネルギーが散逸あるいは吸収されて、やがて消滅していく現象である。減衰から劣化損傷度を測定しようというのが減衰測定法である。従来の圧電センサーを用いたパルス法では、板厚方向に超音波を入射させて、Fig.1-2 に示すように第1反射波と第2反射波の振幅比から減衰係数を決定する。通常の圧電センサーによる減衰測定で得られるのは相対値である。装置や被測定物の表面粗さ、探触子と被測定物との接触状態が測定値に大きな影響を与えるので精度も十分ではない。

周波数分析法は、底面反射波の振幅スペクトルを分析する方法である。これは、超音波散乱の原因となる微小欠陥の大きさにより、受信エコーの振幅スペクトルの形状やピーク周波数が異なることを利用している。一般に、欠陥寸法が小さい程高周波成分に影響が現れる。クリープ損傷の蓄積により微小亀裂やボイドが多くなると、振幅スペクトルの高周波側が減少してくる [11]。

ノイズ分析法は、第1底面反射波が到達する前の後方散乱ノイズの周波数分析を行い、ある周波数帯内のノイズ量を求めて損傷量を評価する方法である (Fig.1-2 参照)。周波数帯を限定する理由は、損傷により生じたボイドや微小欠陥のノイズが特定の周波数帯を有するからである。また、音速測定法、減衰測定法、周波数分析法が底面からの反射を利用するので、底面の形状の影響を受けやすいが、ノイズ分析法では試料内部からの散乱波のみを使用するため、試料表面の影響が少ない [3,11]。

以下にこれまでの超音波を用いたクリープ損傷の検出に関する研究成果をいくつかまとめる。米山ら [11] は、音速による評価は難しいが、減衰率、ノイズ分析、周波数分析等をクリープひずみと結びつけている (Fig.1-3 参照)。音速と減衰率のばらつきは大きく、クリープひずみが 20% 以上にならないと変化が見られない。岡崎ら [15] は、実機のボイラーでの 10 万時間使用した SUS316 鋼の減衰率を調べ、損傷の検出の可能性を示している。Ledbetter ら [16] はクリープボイド率と音速の関係を理論と実験から調べている。中代ら [17] は、周波数分析からクリープ損傷や組織変化を検出する可能性を示した。森下ら [13] は、純銅のクリープ損傷において音速とボイド率との関係を示した。三原ら [18] は、樹脂製のモデル材により、後方散乱ノイズの理論解析の有効性を示した。Ying ら [19] が示した超音波の材料中の散乱理論を用いて、Williams ら [20] は、クリープボイド体積率と音速の関係を理論と実験面から示した。岡村ら [21] は、クリープ損傷とノイズエネルギー法との関係を実験と理論面から検討した。

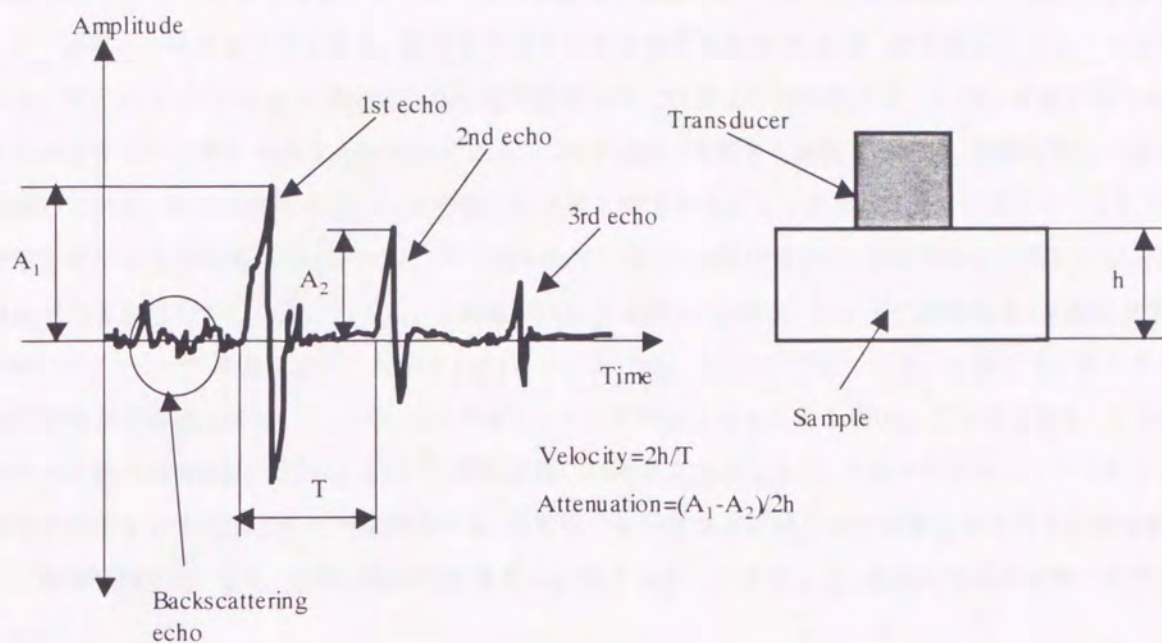


Fig.1-2. パルスエコー法による超音波特性の計測方法.

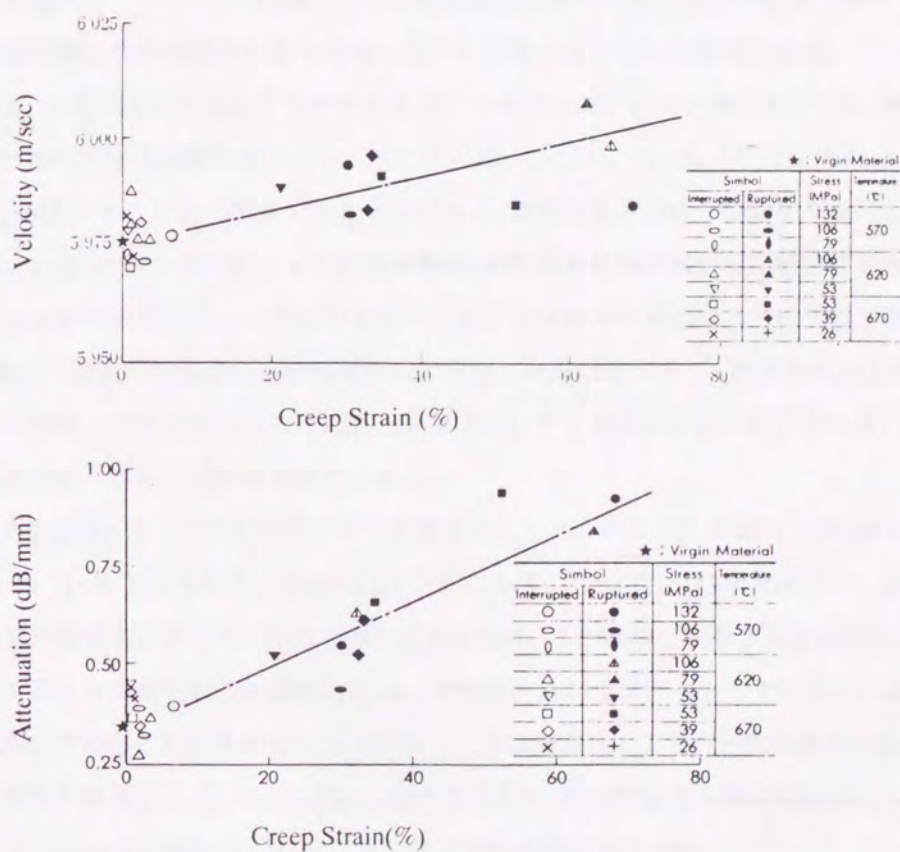


Fig.1-3. 2.25Cr-1Mo 鋼の音速、減衰とクリープひずみの変化例 [11].

電磁気法は、ボイドや微小き裂だけでなく材料の組成や組織により、材料の電磁気特性が変わることを利用して、損傷を評価する方法である。電気的手法としては電気抵抗法[3, 9]が、磁気的にはバルクハウゼン法がよく使われる。ほかには渦電流法や残留磁気密度法などがあるが信頼性が乏しい[9]。電気抵抗法は、電位差を測定するので電位差法とも呼ばれている。この方法は、損傷量を評価するのに、被測定物に一定の電流を流しておき、き裂の発生や進展に伴う電圧の上昇を検出する方法である。直流と交流に分けられるが、直流電位差法はき裂進展のモニターリングに使われている。交流電位差法は、表皮効果を利用して直流法より高感度のき裂検出ができるとともに、き裂進展以前の現象(転位密度、ボイドの体積密度)を診断できる。SUS304鋼のクリープ損傷へ適用した例をFig.1-4に示す[22]。バルクハウゼン法は、強磁性体が磁化されるときに磁壁が不連続に移動して、バルクハウゼン・ノイズが発生することを利用した方法である。この周波数特性が材料の微視組織に反応するので、損傷評価に利用される。Fig.1-5にバルクハウゼンノイズのクリープ損傷の結果を示す[23]。これら電磁気法では、影響因子の分離など試験方法の定量化をはかる必要がある。とくに鉄鋼材料では、劣化・損傷と磁気的性質変化に関するデータが乏しく、定量的把握を困難にしている[3]。

電気化学法は、腐食のモニターリングによく使われている方法である。オーステナイト系ステンレス鋼の応力腐食割れに対する鋭敏化度を検知するために、チオシアン酸カリウムを含む硫酸溶液中で活性化させ分極試験を行う電気化学活性化法(EPR法:Electrochemical Potentiokinetic Reactivation method)[5]がある。クリープ損傷中、オーステナイト系ステンレス鋼では粒界に析出物($M_{23}C_6$ 等)が析出していくことから、この手法を用いて損傷評価しようとしている[24]。この方法は表面近傍の材料変化しか観察できず、観察部分も局所的であり、計測に際して測定物の表面を洗浄しなければならないという問題がある。

レプリカ法は、材料表面の組織をアセチルセルロースのプラスチック膜に転写して、顕微鏡で組織変化やボイド、析出物の生成を観察するもので、現在広く用いられている。レプリカ法はFig.1-6に示す[5]ように、被試験体を破壊することなく観察できる利点がある。表面状態が全体の損傷状況を代表している場合には有利な方法であるが、オーステナイト系耐熱鋳鋼HK40製の水蒸気改質炉反応管では外表面にクリープボイドが出るのは寿命の末期だという例[25]もあり、レプリカ法では安全な余寿命予測が難しいことが指摘されている。また、現場の熟練者の経験的な判断で行なわれる場合が多く、膨大な時間と労力を要し、極く限られた範囲の検査しかできないという問題点がある。レプリカ法による評価手法には、Aパラメータ法、ボイド生成数密度法、ボイド面積率法などがある。

Aパラメータ法[3, 26]は、クリープボイドの定量化法として、イギリスのERA、CEGBおよびアメリカのEPRIで提案されている手法である。その手法を下記に示す。Fig.1-7[26]に示すように、試験片の光学顕微鏡または走査電子顕微鏡において、応力方向に直線を引き、この直線と粒界の交点数(Fig.1-7では $n_D + n_V$)に占めるクリープボイドの発生粒界と損傷粒界(n_D)の割合をAパラメータとしている。この手法は、Cr-Mo-V鋼やCr-Mo鋼の溶接部の熱影響部(HAZ)を対象にして提案されている。光学顕微鏡では400倍で、400以上の粒界数の計測が推奨されているが、結晶が粗大化したり、粒界の識別が困難な組織には注意が必要となる。Fig.1-8には、Cr-Mo-V鋼のAパラメータ法による評価例を示す[27]。

硬さは、実質的には非破壊的で、且つ制約はあるが局所的な測定が行なえとともに、鋼等では引張強さと良い対応を示すので代表的な機械的性質の一つとして品質管理面でよく使われる。高温でのクリープ損傷

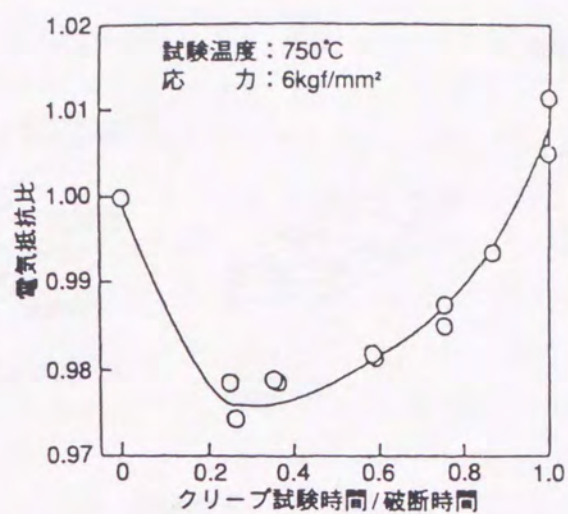


Fig.1-4. SUS304 鋼のクリープ損傷にともなう電気抵抗の変化例 [22].

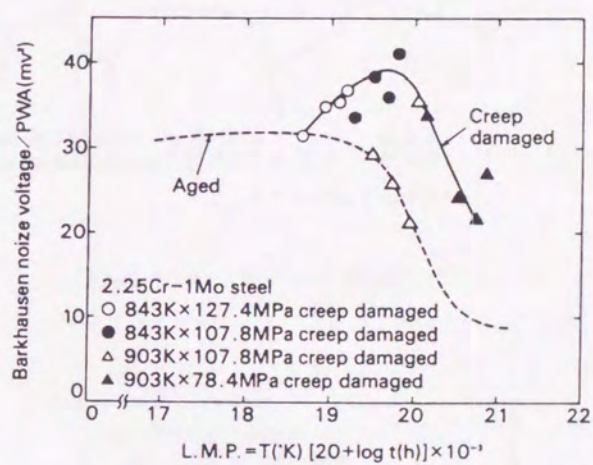


Fig.1-5. 2.25Cr-1Mo 鋼のクリープ損傷にともなうバークハウゼンノイズの変化例[24].

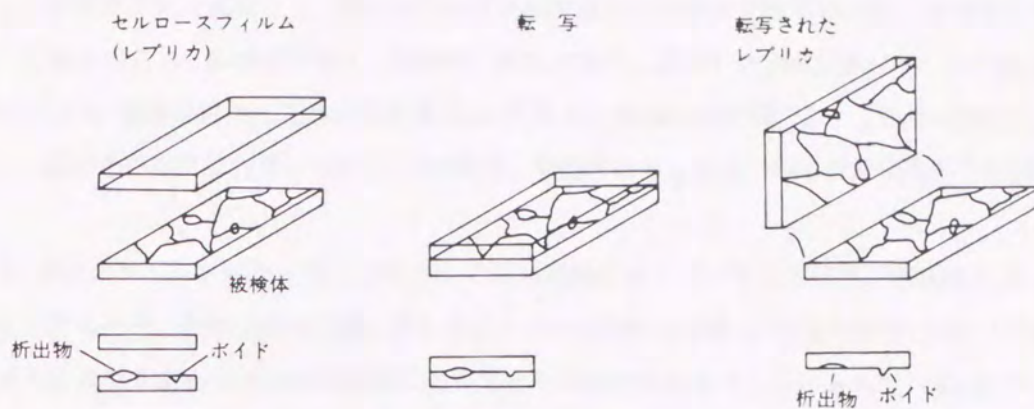


Fig.1-6. レプリカ作製法 [5].

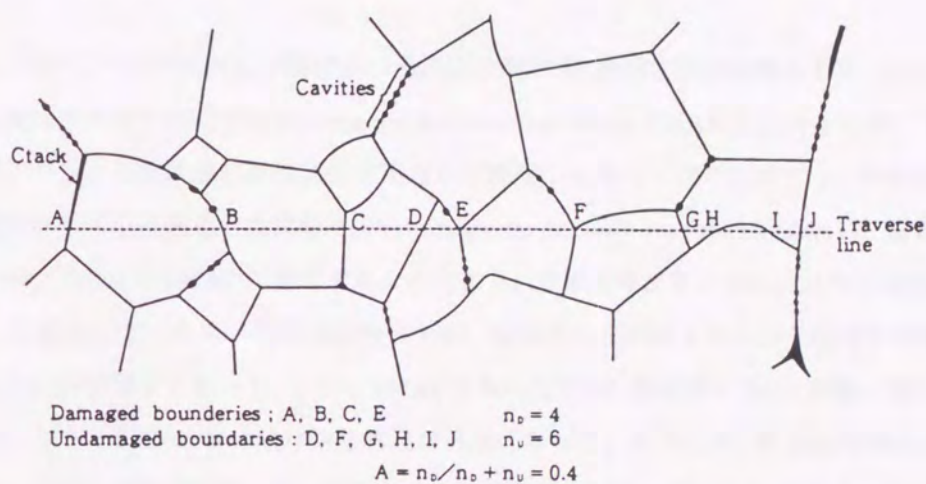


Fig.1-7. A パラメータ算出法 [26].

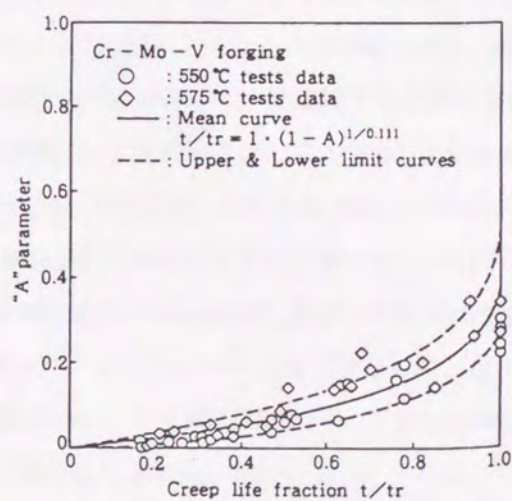


Fig.1-8. Cr-Mo-V 鋼 (鍛造材) のクリープ損傷にともなう A パラメータの変化例 [27].

劣化の進行にともなう耐熱鋼部材の硬さが変化することが多く認められており、それは応力が高い程著しい。この硬さ変化を利用して、その損傷度を評価するのが硬さ法である[3, 28]。試験片形状、試料質量、厚み、試験片の広さ、試験面の粗さ、試験機、実施方法等、留意すべき点が多いが、大半はJISによる規定がある。劣化・損傷過程中に生じる硬さ変化は、材質および損傷の種類によって差違が出てくると考えられるが、一般にその程度はわずかである。それゆえ、損傷評価としては一層の計測精度向上が要求されている[1]。

以上、現状のクリープ損傷や経年劣化による材料組織の変化に対する非破壊評価技術を述べた。いずれの技術も、ある材料、特定の損傷形態(例えばボイドが支配的な損傷)、特定の部位(例えば表面だけ)では、損傷度を評価でき劣化度や余寿命診断に適用できる可能性があることが示されている。しかし、損傷評価によく用いられる超音波法やレプリカ法が、多数存在する高温機器のクリープ等による劣化診断を、簡便かつ迅速に行える訳ではない。いずれの方法においても非測定物は高温で使用されているものであるから、表面が酸化膜で覆われている。以上のすべての方法では、その酸化膜を取り除いて研磨する前処理が要求される。

本研究では、多数の対象物に対して簡便かつ迅速に計測でき、被測定物の研磨が不要という条件を満足すると思われる電磁超音波共鳴法(Electromagnetic Acoustic Resonance: EMAR法)[29]を利用して、クリープ損傷による高温プラントの構成材料損傷評価を迅速かつ簡便に行なうことを提案する。EMAR法は、非接触で超音波を送受信できる電磁超音波探触子(Electromagnetic Acoustic Transducer: EMAT)と超音波共鳴法から構成されている。共鳴法をEMATに適用することにより、変換効率が低いEMATの欠点を飛躍的に改善できた[29, 30]。圧電センサーを用いた従来の方法では、接触媒体を使用するため、超音波特性、特に減衰の測定では不十分な測定精度であった。しかしEMATを用いた音速・減衰測定では、接触に関わるエネルギー損失が生じないため、音速・減衰の絶対的な測定が可能になった。その結果、結晶粒径測定[32]、音弾性応力測定[30, 31]、疲労損傷評価[33~35]、高温下での金属基複合材料の弾性定数測定[36]等に利用され、従来の接触式の超音波法では測定できなかった微小変化を捕らえることができた。また、非接触で超音波を金属材料中に送受信できるので、表面を研磨する必要がない。その結果、従来の圧電センサーによる超音波法やレプリカ法に比べ、簡便で迅速に測定を行えるという実用上の長所もある。本研究では、EMAR法を用いて高温用金属材料のクリープ損傷にともなう内部組織の変化と超音波特性の変化、特に減衰係数との関係を解明し、EMAR法の実機への適用性について議論することを目的とする。

試験片には、ボイラー機器に広く使用されている2.25%Cr-1%Mo鋼と耐熱材料としてよく使用されるステンレス鋼(SUS304)を用いた。大気中で、それぞれ923Kと973Kの温度下で数種類の単軸応力を負荷し、クリープ損傷の進行にともなう超音波特性の変化を調べた。EMATとしては、板材の厚さ方向に横波を伝ばする横波用EMATと、丸棒の長手方向に偏向しながら円周方向を伝ばする表面波横波を発生する軸対称SH波EMATの二種類を用いた。またクリープ試験方法として、以下に示す2種類の方法を用いた。

- 1) 中断試験法: 1本の試験片に対して、定期的にクリープ負荷を中断後、室温にて超音波特性を計測をした後、再びクリープ負荷を繰り返して最終的に破断に至る。
- 2) 連続試験法: 多数の試験片を用意し、それぞれを異なるひずみに至るまでクリープ負荷を行い、その後、室温にて超音波特性を計測する。

実際の破断寿命(時間)を決定できない連続試験法では、クリープ負荷中の伸びと時間の関係に基づき、修正 θ 法と破断パラメータ P_c [37, 38]から破断寿命を推定し、試験終了時の寿命消費率を求めた。その結果、寿命消費率と減衰係数の間には、よい相関関係があることが分かった。さらに、連続試験法の試験片を用いて、光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡(SEM)さらに透過型電子顕微鏡(TEM)により、内部組織の変化を観察した。その結果、減衰係数は、材料の微視組織、特に転位組織の変化に反応して変化することが明らかになった。また、弦モデル [39]により減衰係数と転位組織の関係が対応つけられることが分かった。

本論文は、6章から構成される。第2章では、横波用および軸対称SH波用のEMATの超音波送受信の原理について説明し、次に板および丸棒における超音波共鳴法を説明する。そして最後に、そのEMATと超音波共鳴法を組み合わせたEMARの特徴を説明する。3章では、金属組織と超音波特性の関係を説明する。特に減衰係数と結晶粒界散乱、ボイドや析出物による散乱、転位による減衰との関係を述べる。転位による減衰では、弦モデルについて説明する。第4、5章では、それぞれ2.25%Cr-1%Mo鋼およびSUS304鋼のクリープ損傷をEMAR法を用いて損傷評価をし、クリープ損傷による超音波特性の変化を示す。その超音波特性がクリープ損傷にともなう材料微視組織との変化との対応を行なった。その裏付けのために光学顕微鏡、SEM、TEMによる組織観察も行なった。第6章では、本研究の結論および今後の課題について述べる。

2 章 電磁超音波共鳴法

2.1 はじめに

金属中の弾性波は、伝ばにともなう様々な要因によりエネルギーが散逸あるいは吸収されて、やがて消滅してゆく。一般に、時刻 t_0 での弾性波の振幅 A_0 は、時刻 t においては、

$$A_t = A_0 \exp(-\alpha(t-t_0)) \quad (2-1)$$

に減じる。 α は弾性波がエネルギーを失う割合を表し、減衰係数と呼ばれている。減衰係数が、金属材料の結晶粒径、ポイド、転位組織等の組織変化の情報を与えることは古くから知られている [40,41]。従来の超音波計測では、主に圧電センサーが用いられている。このセンサーは、変換効率が高いという特徴を持つが、送・受信に音響結合材を必要とするため、その厚さやセンサーの押し付け力が減衰測定に多大な影響を及ぼし、減衰係数の再現性と精度が悪いという欠点がある。また、その減衰係数の測定値には、探触子、パッファーや音響結合剤内でのエネルギー損失や、音響結合剤-探触子間などの境界面での反射・透過によるエネルギー損失を含み、一般にこれらは金属内で消費されるエネルギーを上回る。したがって微視組織の変化(ポイドや微視き裂の生成、第2相粒子の析出、不純物元素の偏析、転位密度の増加など)に反応して起こる減衰係数の変化だけを、高精度で再現性良く測定することは難しかった。

本章では、電磁超音波共鳴法 (Electromagnetic Acoustic Resonance: EMAR 法) [29, 31, 42] の特徴、及びその手法を用いた減衰係数の測定方法を示す。非接触型の電磁超音波探触子 (EMAT) [43,44] を超音波共鳴法に用いることで、共鳴状態での同位相の多重エコーを受信し、EMAT の S/N 比を向上させ、その結果変換効率を大幅に改善させることができるとともに、非接触のため超音波減衰の絶対値を計測をすることができ

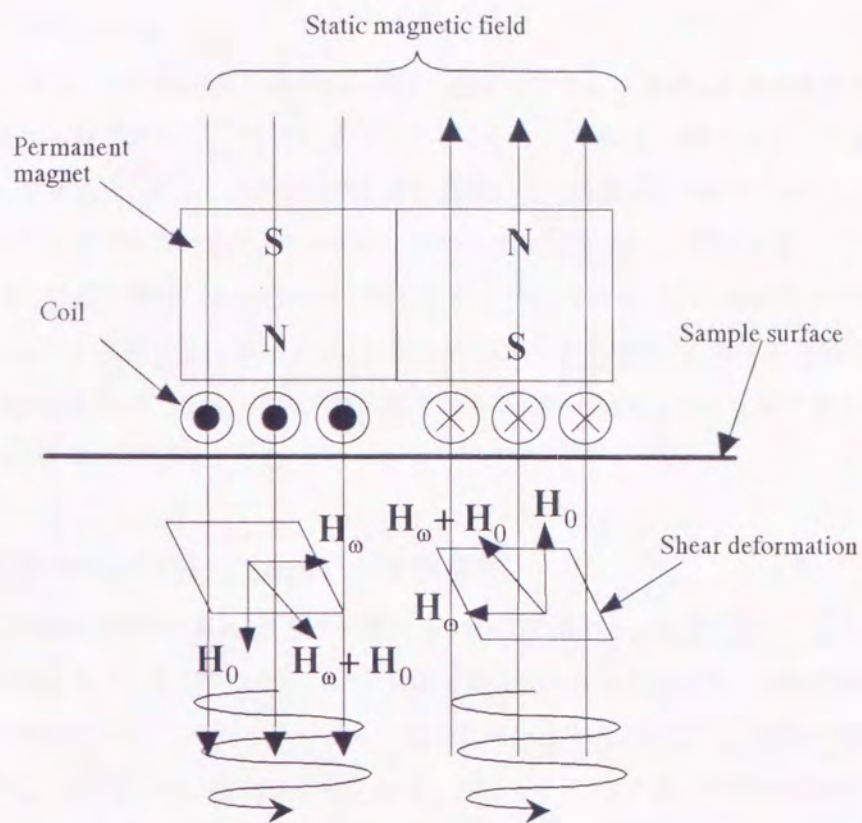
2.2 EMAR 法

2.2.1 EMAT

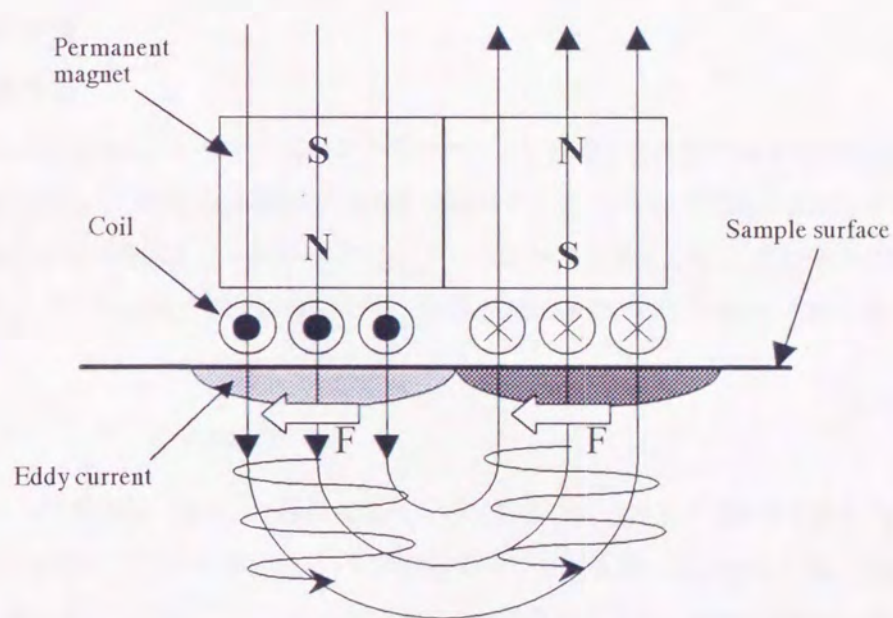
EMAT は、導電性あるいは磁わいを示す材料にのみ超音波を送受信できる超音波探触子である。その作動原理は、被測定物の電磁気的特性により大きく二つに分類することができる。ひとつは、非磁性材料に対してローレンツ力を駆動源とするローレンツ型であり、他方は強磁性材料における磁わいを駆動源とする磁わい型である。本研究で用いた EMAT は、板材に対しては、ローレンツ型と磁わい型の偏向横波用 EMAT を、丸棒材には、磁わい型の軸対称 SH 波 EMAT を用いた。それぞれの作動原理について述べる。

2.2.1.1 横波用 EMAT の作動原理

磁わい型とローレンツ型 EMAT の概略と作動原理を Fig.2-1(a), (b) に示す [29]。どちらの EMAT も一対の永久磁石と平面のトラック状コイルから構成されている。Fig.2-1(a)のように永久磁石によって試料表面に垂直な静磁場 H_0 が生じている状態で、コイルに高周波電流を流すと、表面と平行に動磁場 H_ω が誘起され、これら2つの合成磁場は、斜め方向に作用する。強磁性体では、合成磁場の方向に磁わいが生じ、こ



(a) 磁わい型横波用 EMAT.



(b) ローレンツ型横波用 EMAT.

Fig.2-1. 横波用 EMAT の構造と送受信原理.

の効果によってせん断変形が誘発される。動磁場が高周波で振動すると、このせん断変形も振動し、これが横波を引き起こす波源となる。

Fig.2-1(b)のローレンツ型の横波発生原理[45]は次の通りである。コイルに高周波電流を流すと、金属表面に時間的に変化する磁場が生じ、この変化を打ち消そうとする方向に、つまりコイルの電流とは逆方向に渦電流(eddy current)が励起される。この渦電流と永久磁石が作る静磁場とが作用しあい、金属材料内の自由電子に働くローレンツ力を産み出す(フレミングの左手の法則より)。この結果、ローレンツ力を受けた電子との衝突などの相互作用により超音波が発生する。ローレンツ力は、金属表面と平行であり、試料表面に垂直な方向に伝ばする横波を引き起こす。どちらのEMATも受信時は、励起時と逆の過程により超音波を受信する。強磁性体では、磁わい効果が支配的であるが、ローレンツ力も作用する。両者によって発生する横波はお互いに同位相である[43]。

2.2.1.2 磁わい型軸対称SH波EMATの作動原理

丸棒に使用した磁わい型軸対称SH波を受送信するEMATの概略を、Fig.2-2に示す[47]。このEMATは、軸方向の静磁場を与えるソレノイドコイルと円周方向に動磁場を与える蛇行コイルから構成されている。軸対称SH波の発生原理は、まずソレノイドコイルに直流電流を流すことにより、試験片軸方向に静磁場 H_0 を生じさせる。次に、蛇行コイルに高周波電流を流すことにより、コイル直下では静磁場に直交する方向に変動磁場 H_ω が励起する。試験片表面では、この2つの磁場の合成磁場 ($H_0 + H_\omega$) で磁化される。磁化を周期的に変動させると、磁わいのため周期的に試験片表面がせん断変形し、これが超音波源となる。この軸対称SH波は、円柱や円管の外表面を軸方向に偏向しながら、周方向に伝ばする表面SH波の1つである。

2.2.2 超音波共鳴

2.2.2.1 板厚共鳴

厚さ d の板材の板厚方向に伝ばする連続超音波を考える。超音波は板材の両端で反射を繰り返し、受信面において多重エコーを形成する。超音波の周波数を掃引すると、板厚と半波長の整数倍が等しくなったとき全ての反射波の位相が受信面で一致する。このとき多重エコーが共鳴を起し、受信信号の振幅スペクトルがピークを示す。この周波数を共鳴周波数という。板厚共鳴の場合、 n 次の共鳴周波数 f_n は次式で与えられる。

$$f_n = nc/2d \quad (2-2)$$

ここで、 c は横波の位相速度である。共鳴周波数から板厚あるいは音速を測定する方法を共鳴法と呼ぶ。共鳴法は特に薄板の音速測定には有効である。従来の圧電センサーを用いた共鳴法では、Fig.2-3(a)に示すような探触子-音響結合剤-試料からなる複合共鳴モードが発生するため、複雑な補正が必要である[48]。しかし、探触子に非接触で超音波の送受信ができるEMATを用いることで、試料内のみの共鳴スペクトルを得ることができる(Fig.2-3(b)参照)。また、EMAR法では共鳴周波数の測定精度が向上するだけでなく、計測も簡便化できる。一方、EMATには送受信の効率が低いという欠点があるが、共鳴状態の多重エコーを送受信することによってその効率が飛躍的に向上する。このEMAR法は、共鳴法とEMATが互いの欠点を

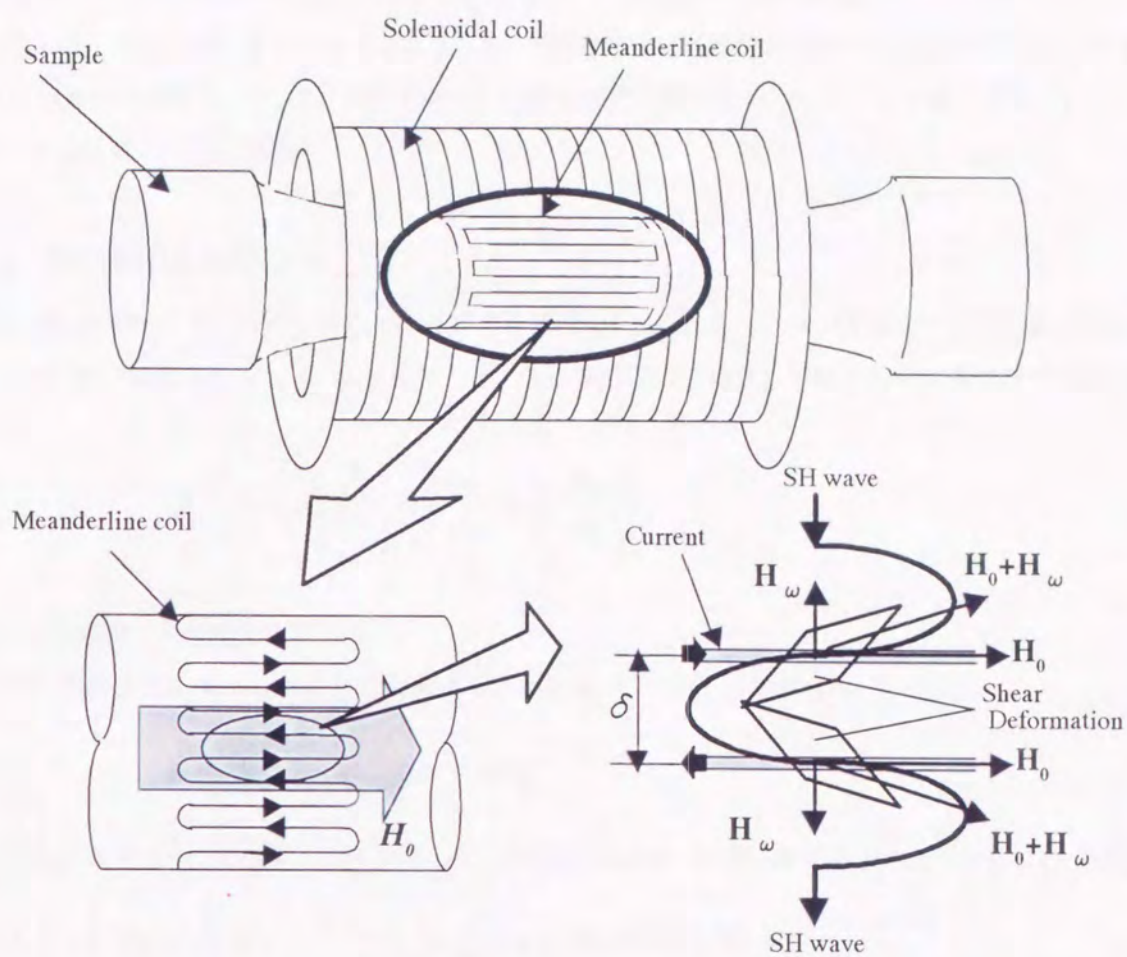


Fig.2-2. 軸対称 SH波 EMAT の送受信の原理.

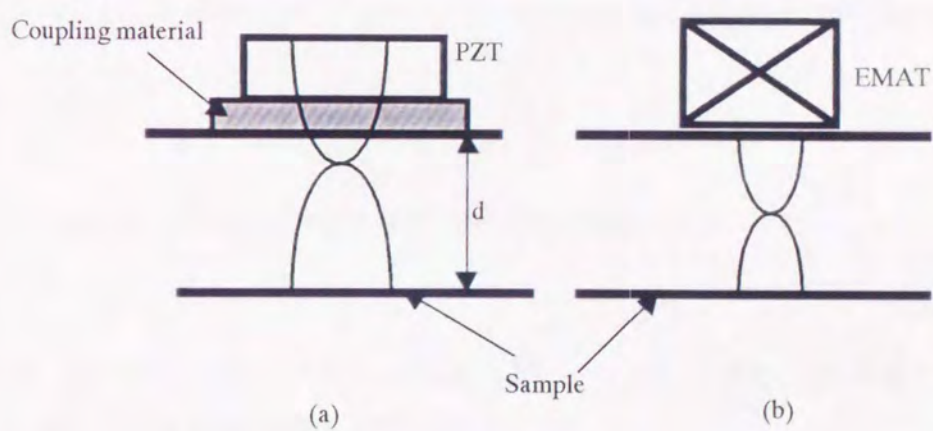


Fig.2-3. (a) 圧電センサーと (b) EMAT の板厚共鳴 (基本モード $n=1$).

長所で補って、その測定精度を高めたものである。また、共鳴状態の多重反射波にスーパーヘテロダイン処理[49]をして、振幅と位相を検出することで、 10^{-6} の相対精度の共鳴周波数測定を可能にしている[31]。さらにプリント基板技術により、コイル部を送信と受信を分けた層状のシートコイルで製作することにより、S/N比と測定精度の向上を図った。

2.2.2.2 軸対称 SH 波の共鳴

軸対称 SH 波は軸方向に偏向き周方向に伝ばする表面 SH 波である。 r 、 θ 、 z で表される円筒座標系で、軸対称 SH 波の軸方向の変位を $u_z(r, \theta, t)$ とおくと、均質等方媒体に対する運動方程式は式(2-3)で表される。

$$\rho \frac{\partial^2 u_z}{\partial t^2} = \mu \left[\frac{\partial^2 u_z}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial u_z}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2 u_z}{\partial \theta^2} \right] \quad (2-3)$$

ここで、 ρ は密度、 μ は剛性率である。

また周期境界条件 $u_z(\theta) = u_z(\theta + 2\pi)$ を適用すると変位 u_z は、式(2-4)で表せる。

$$u_z = R(r) \cdot \exp[j(\omega t - n\theta)] \quad (2-4)$$

ここでは $R(r)$ は半径 r に依存する変位振幅、 ω は SH 波の角速度、 n は整数である。これを式(2-3)に代入し

て整理すると、式(2-5)になる。ここで $V_s = \sqrt{\mu/\rho}$ は横波の音速である。

$$\frac{d^2 R(r)}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{dR(r)}{dr} + \left(\frac{\omega^2}{V_s^2} - \frac{n^2}{r^2} \right) R(r) = 0 \quad (2-5)$$

この微分方程式はベッセルの微分方程式であり、その一般解は定数 c_1 、 c_2 を用いて次式のように表すことができる。

$$R(r') = c_1 J_n(r') + c_2 Y_n(r') \quad (2-6)$$

ここでは J_n と Y_n それぞれ n 次の第一種および第二種ベッセル関数であり、

$$r' = r\omega/V_s \quad (2-7)$$

とした。中実棒において中心で $R(r')$ が有限値となるように $c_2 = 0$ とする。また、円柱表面で応力が 0 とする境界条件から、式(2-8)で表される振動数方程式を得る。

$$nJ_n(k_s R_a) - k_s R_a J_{n+1}(k_s R_a) = 0 \quad (2-8)$$

ここで、 $k_s = \omega/V_s$ は波数、 R_a は棒の半径である。 n は蛇行コイルの平行部間隔 δ と半径から

$$n \approx 2\pi R_a / 2\delta$$

(2-9)

によって決まる整数であり、蛇行コイルのターン数に相当する。本研究では $n=49$ のコイルを使用した。式(2-8)を解くことにより離散的な共鳴周波数 $f_m^{(n)}$ ($m=1, 2, 3, \dots$) が得られる。直径 14mm の鋼棒に $n=49$ ($\delta=0.45\text{mm}$) の条件で共鳴するときの各共鳴モード $f_m^{(n)}$ ($m=1, 2, 3, \dots$) における振幅の半径方向分布を Fig.2-4 に示す。基本モード ($m=1$) が最も外表面で振動し、高次モードになるにしたがって振幅の最大値が内部に移動することがわかる。よって様々なモードの軸対称SH波を使用することにより半径方向の組織変化を評価する可能性をもっている。

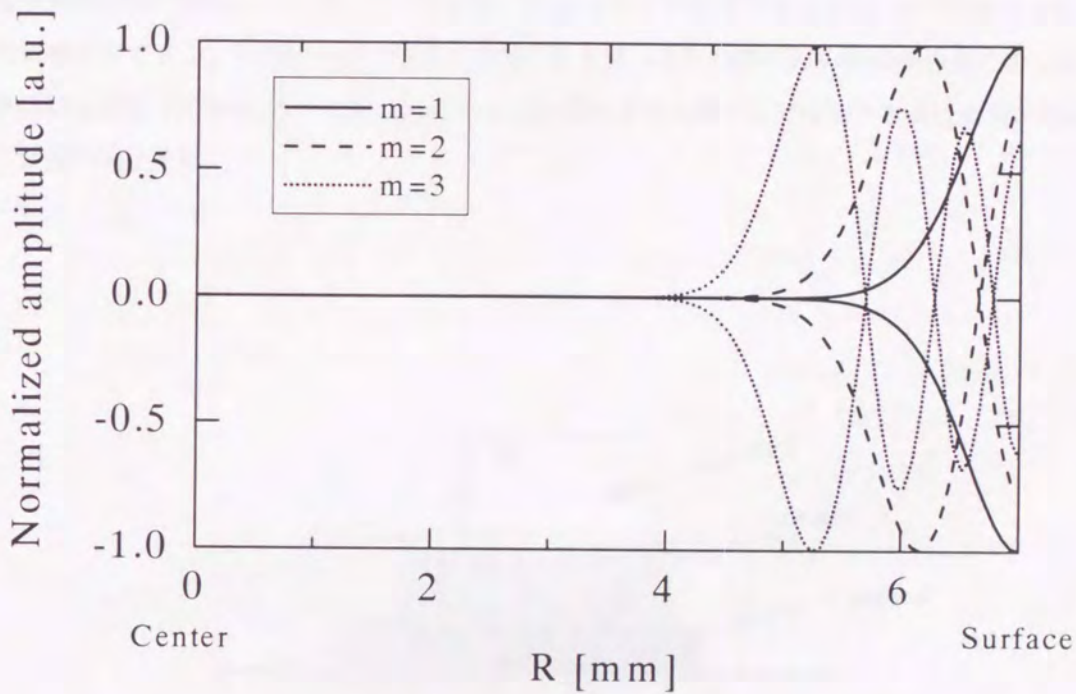


Fig.2-4. ϕ 14mm 鋼製丸棒の軸対称 SH 波 ($n=49$) の振幅分布 .

2.2.3 共鳴周波数と減衰係数の測定方法

2.2.3.1 エネルギー損失

接触式の圧電探触子を用いた減衰係数の場合、超音波によるエネルギーの損失は、以下の要因によって生じる (Fig.2-5 参照)。1) 試料内の減衰、2) 探触子、バッファ (遅延材) 及び音響結合剤内の減衰、3) 各境界面での反射や透過による損失、4) 超音波の回折による損失。試料内部の情報を与えるのは1)のみである。他の損失要因は、何らかの補正によって取り除かなければならない。4) に対しては、補正式が Seki ら [50] によって提案されている。しかし、2)、3) の要因を補正するには、境界面での透過率や反射率あるいは試料、バッファ、音響結合剤の音響インピーダンスが必要になるが、これらは、周波数、温度、探触子の密着状態に大きく依存し、適切な補正ができない場合がほとんどである。特に、実験中の音響結合剤のインピーダンスは大きく変化する。Papadakis [51] はバッファ内での反射波を利用して2)、3) の影響を除去する方法を提案しているが、測定可能な条件が限られており、減衰係数の測定法としては不十分である。

EMAT を探触子に用いる場合は、非接触測定が可能であるので、上述の2)、3) の損失はなく、超音波の損失は1) と4) である。そして新たに5) 機械—電気変換の際の損失が損失に加わる。鉄鋼材料の場合、機械—電気変換の際の損失は1) の2% 以下であり、5) は1) に比べ無視できる [52]。4) の回折損失には、数値解析的に補正ができる。したがって、探触子に EMAT を用いると試料のみの減衰が容易に得られ、絶対的な減衰係数の測定ができる。さらに共鳴法の多重反射信号を用いることで使用できる反射波の数も多く、再現性と精度が向上する。

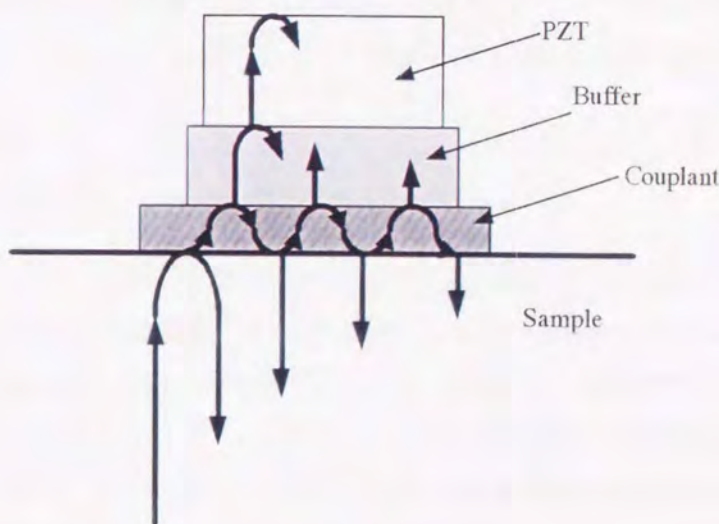


Fig.2-5. 圧電センサー接触面での反射.

2.2.3.2 測定方法

Fig.2-6にEMARにおける測定システムの概略と装置概観の写真を示す。測定システムはEMAT、スーパーヘテロダイン周波数分析器、パーソナルコンピュータにより構成されている。その周波数可変部は局所発信器(シンセサイザ)だけである。検出部は、IF発信器(25MHz)、局所発信器、及び混合器によって信号発生部に繋がっている。設定されたゲート内の受信信号のうち発信バースト波の周波数成分だけをアナログ信号処理を通じて検出し、そのスペクトルデータ(振幅と位相)をA/D変換後にコンピュータに送る。EMATは、測定物に多重反射波を励起し、それが終了後多重エコーからなる残響信号を受信する。バースト波周波数は、0.5~20MHzのうち任意の帯域を300~500Hzの刻みで掃引する。周波数は、0.1Hzの精度で設定する。すべての測定条件はコンピュータから入力し、必要な計算もここで行なわれる。作動原理は、他の資料[30]にゆずるが、高い精度と実用性をもつ。この計測装置は、汎用性が高く、センサー(EMATに限らず、さらには超音波に限定しない)とソフトウェアを適宜選択することにより、多様な計測ニーズに応える装置である。

EMAR法による共鳴周波数および減衰係数の測定方法を以下に述べる。EMATを高出力のバースト波($\sim 1000V_{p,p}$ 、幅 $\sim 200\mu\text{sec}$)で励起し、試料に超音波を駆動する。板材であれば超音波は試料表面で自由反射を繰り返し、同じEMATが多重反射エコーを受信する。丸棒材では長いバースト波を用いるため、多数の音源から放射された軸対称SH波は周方向に何周も伝ばし互いに重なり合う。EMATはその多重エコーを受信する。ゲートで選択した受信信号にスーパーヘテロダイン処理[49]を施し、振幅と位相を取りだす。これを時間軸上で積分することにより振幅スペクトルが得られる。振幅スペクトルを周波数の関数として表すことによりFig.2-7(a)に示すような共鳴スペクトルとなる。共鳴状態においては位相が一致しており極めて高いピークを示すが、共鳴周波数から少しずれたときは振幅スペクトルは小さくなる。ピーク近傍をLorentz関数で最小自乗近似し、その対称軸 f_c を求めることにより共鳴周波数を得る(Fig.2-7(b)参照)。

次にその決定した共鳴周波数でEMATを駆動し、試料内に定在波を発生させる。駆動を停止すると、振幅 A は時間とともに指数関数的に減衰していく。EMATの駆動を停止した直後から振幅の時間変化を測定すると、Fig.2-7(c)に示すような減衰曲線が得られる。減衰曲線を指数関数に近似することにより式(2-1)の減衰係数 α が得られる。

2.3 まとめ

本章では、電磁超音波共鳴法(EMAR法: Electromagnetic Acoustic Resonance)について説明した。EMAR法は、非接触で超音波を送受信する電磁超音波探触子(EMAT: Electromagnetic Acoustic Transducer)と超音波共鳴法からなる。この組み合わせは、共鳴状態での同位相の多重エコーを受信するので、EMATのS/N比を向上させ、変換効率を大幅に改善させることができるとともに、超音波減衰の絶対値を計測することができるものである。また、本研究に用いた横波用EMATと軸対称SH波EMATの超音波発生原理を説明した。そしてEMAR法による減衰の測定方法および計測システムの特徴を示した。

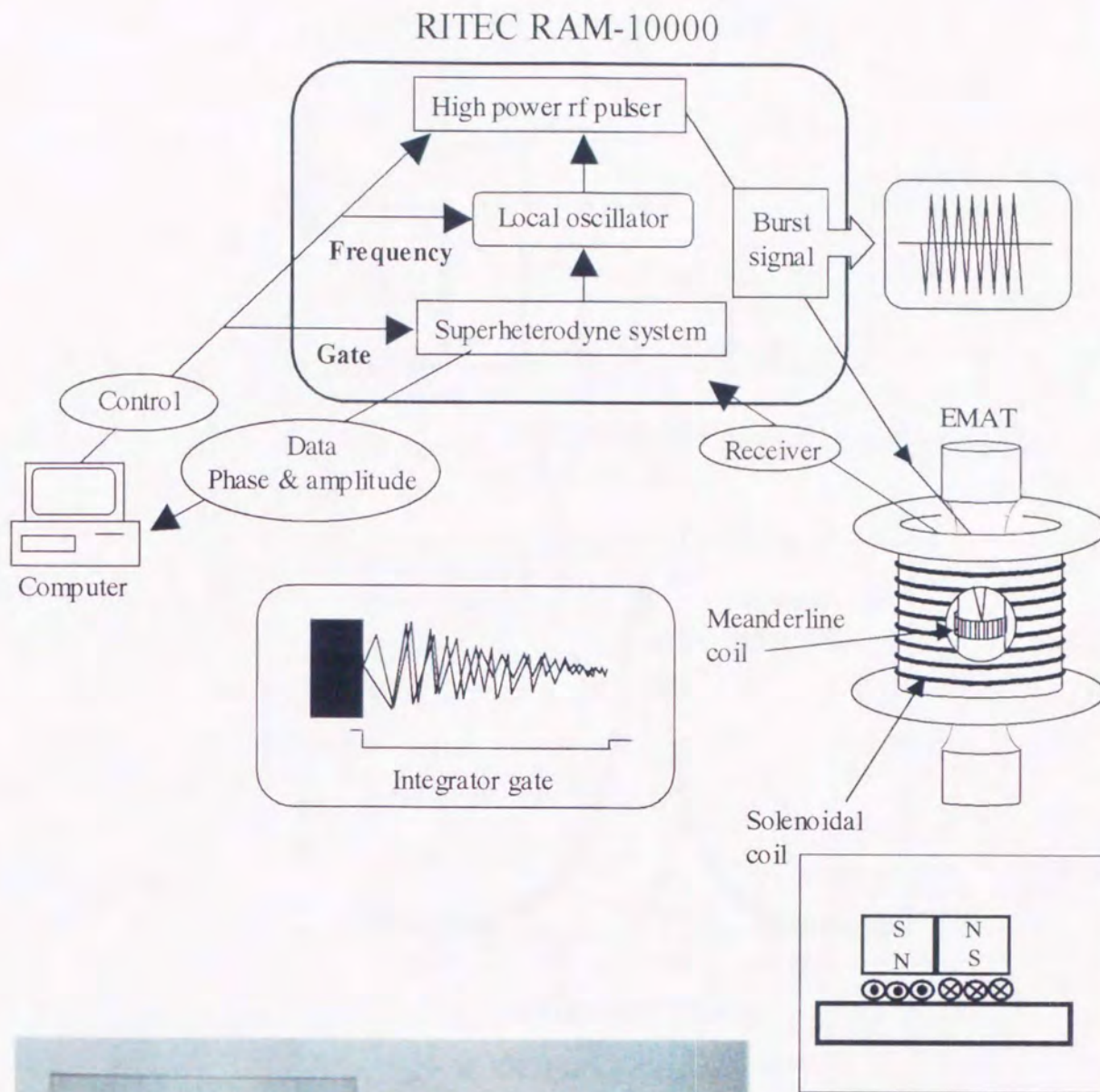
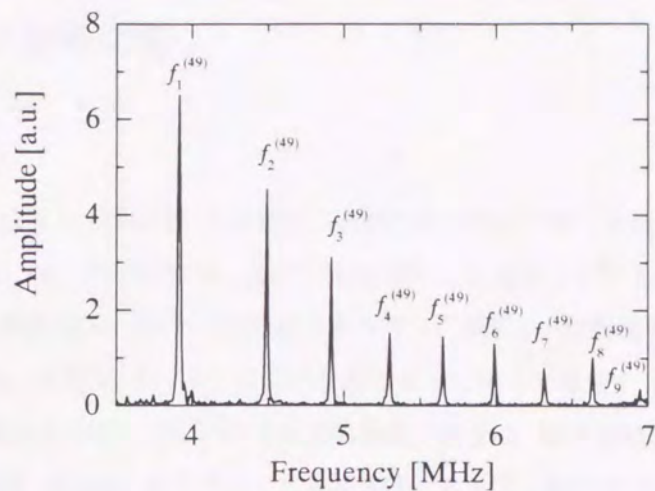
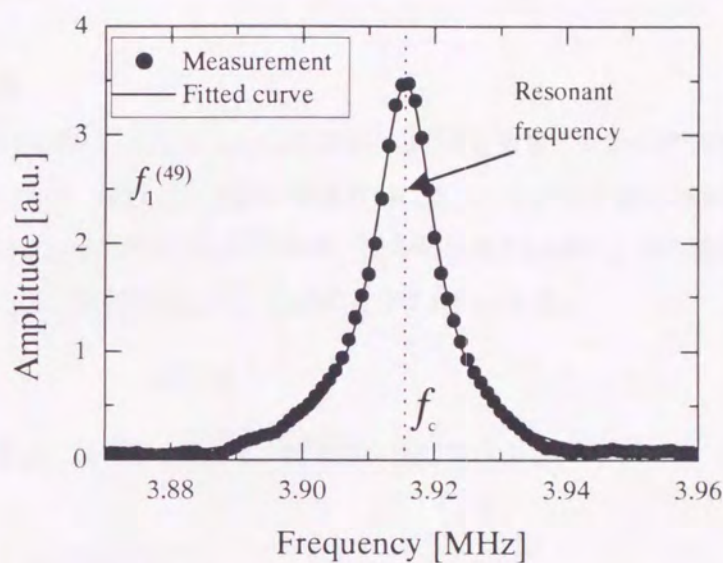


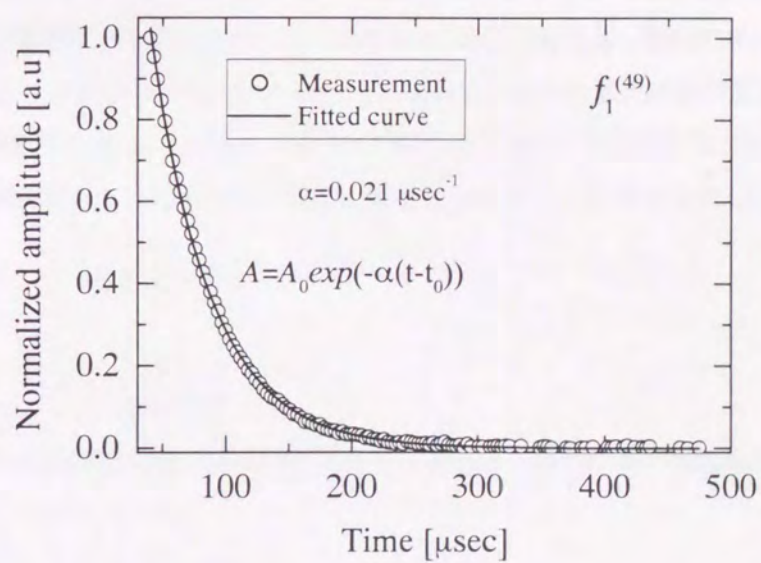
Fig.2-6. EMAR 計測システム.



(a) 共鳴スペクトル.



(b) 共鳴スペクトルと近似曲線 ($f_1^{(49)}$).



(c) 減衰曲線.

Fig.2-7. 共鳴周波数と減衰係数の計測方法.

3章 超音波減衰と金属組織

3.1 はじめに

超音波が金属材料中を伝搬する際には、超音波ビームが広がるために生じる回折損失 α_D 、結晶粒や組織境界での散乱による損失 α_s 、そして内部摩擦に基づく吸収損失 α_A に起因する超音波伝搬エネルギーの減衰が生じる。この中で金属材料の組織に基づく超音波エネルギーの減衰は、散乱減衰 α_s と吸収減衰 α_A の和で与えられる[53, 54]。前者は、小物体(クリープのような経年劣化に伴って発生する析出物やボイドなど)による散乱や結晶粒間の結晶方位の違いに起因する結晶粒散乱、後者は、転位との相互作用、磁気弾性効果、熱弾性効果を含む。本章では、結晶粒、経年劣化による析出物やボイドや転位などの金属材料の微視組織の変化が超音波減衰に及ぼす影響について述べる。

3.2 結晶粒界での散乱

多結晶金属内での超音波散乱は、各結晶粒の方位が異なるため、音響インピーダンスに不連続が生じることによる。Bhatiaら[40, 55]は、超音波の波長が結晶粒径に比べ十分に長く(Rayleigh散乱領域)、結晶方位が完全にランダムで平均値からのずれが小さい時は、 α_s が周波数 f の4乗に、平均結晶粒径 D の3乗に比例することを導いた。よって、減衰係数 α_s は、次式のように表わされる。

$$\alpha_s = SD^3 f^4 \quad (3-1)$$

ここで、 S は散乱因子と呼ばれる定数で、結晶の弾性異方性に依存する。

3.3 析出物やボイドによる散乱

固体中の超音波のような応力波の散乱は、弾性特性の不均質性から生じている。その散乱の強さは、密度や弾性定数、寸法、形状に依存する。析出物やボイドが材料中に分布している中を超音波が伝播するときの散乱では、析出物等を散乱体、母材をマトリックスとした2相系を考える。散乱体は半径 a の球体で等方等質体とし、均質なマトリックス中に均一に分布し、1つの散乱体からの散乱は他の散乱には影響しない(多重散乱はしない)と仮定する(Fig.3-1)。散乱による減衰係数は、超音波の伝播方向に垂直な方向への散乱体の投影断面積 γ と単位体積当たりの散乱体の個数 n から式(3-2)のように表せる[54,56,57]。

$$\alpha = \frac{1}{2} n \gamma V_{s1} \quad (3-2)$$

$$n = \frac{q}{4\pi a^3/3} \quad (3-3)$$

ここでは、本研究で用いたEMATは横波を発生するので、横波についてのみの散乱断面積 γ を示す[56]。

$$\gamma = 2\pi a^2 \sum_{j=1}^{\infty} (2j+1) \left[\frac{1}{(K_1 a)^2} |A_j|^2 + \frac{1}{(K_1 a)^2} |B_j|^2 + \frac{K_1 a}{j(j+1)(k_1 a)^3} |D_j|^2 \right] \quad (3-4)$$

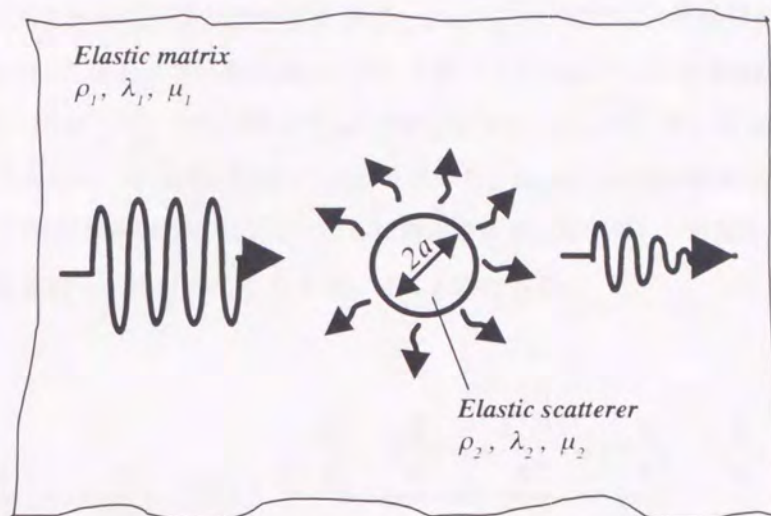


Fig.3-1. 散乱体と母材の材料特性.

k_j 、 K_j はそれぞれ母材の縦波、横波の波数を表す。 q は散乱体の体積分率、 V_{s1} は母材の横波の音速である。係数 A_j 、 B_j 、 D_j は文献(56, 57)に計算式が与えられている。散乱体の密度と弾性定数をゼロと置けば、ポイドとなる。ポイドの場合の A_j 、 B_j 、 D_j 及び減衰係数の計算結果の一例($K_1 a = 0.0382$, $j=1, 2, 3$)をTable 3-1に示す。断面積 γ は式(3-4)において、 $j=1$ から ∞ までの和で与えられるが、Table 3-1から $j=3$ は $j=1$ 、 $j=2$ のときと比較してその値は十分小さいことが分かる。つまり $K_1 a \ll 1$ ならば式(3-4)中の $j \leq 3$ で十分であることが分かる。

Table 3-1. 係数 A_j , B_j , D_j の計算例 ($k_1 a = 0.0204$, $K_1 a = 0.0382$).

$a=10[\mu\text{m}]$ $q=0.01$	A_j	B_j	D_j	γ_j	$\alpha [\mu\text{sec}^{-1}]$
j=1	5.811×10^{-8}	9.915×10^{-5}	1.515×10^{-5}	3.41×10^{-15}	
j=2	1.452×10^{-8}	1.139×10^{-4}	1.860×10^{-5}	7.17×10^{-15}	
j=3	3.887×10^{-12}	5.975×10^{-8}	7.824×10^{-9}	2.71×10^{-21}	
Sum				10.58×10^{-15}	4.04×10^{-5}

また、実際の測定状況では $K_1 a \ll 1$ であるので、Rayleigh 近似が成り立ち、析出物及びボイドの散乱断面積 γ は、横波に対して式 (3-5)、(3-6) で表わせる [56, 57]。式中の添え字 1 は母材を、添え字 2 は散乱体をあらわす。Table 3-2 に式 (3-6) の散乱断面積 γ を用いたボイドの散乱による減衰係数 α の計算結果を示す。ボイド半径 $a=1, 5, 10\mu\text{m}$ 、ボイドの体積分率 $q=0.0001, 0.001, 0.01, 0.1$ で、周波数は 2.25%Cr-1%Mo 鋼の丸棒 ($\phi 14\text{mm}$) の 1 次モードの共鳴周波数 3.9MHz を用いた。Table 3-1 の計算結果とほぼ同じ結果になっている。このように、ボイドや析出物の散乱による減衰係数を算出する際に、複雑な式 (3-4) を用いる必要はなく、Rayleigh 近似を用いた式 (3-5)、(3-6) を用いることができる。

$$\gamma = \frac{8\pi a^3}{3} \left(1 + \frac{k_1^3}{2K_1^3} \right) (K_1 a)^4 \frac{\left(3 \frac{K_1^2}{K_2^2} - 3 \frac{K_2^2}{K_1^2} - 4 \frac{k_2^2 K_1^2}{K_2^4} + 10 \frac{k_2^2}{K_2^2} - 6 \frac{k_2^2}{K_1^2} \right)}{\left(1 - 10 \frac{K_1}{k_1} + 6 \frac{k_2}{k_1} - 6 \frac{k_2 K_2^2}{k_1 K_1^2} + 9 \frac{K_2^2}{K_1^2} \right)^2} \quad (3-5)$$

$$\gamma = \pi a^2 (K_1 a)^4 \left[\frac{8}{27} \left(1 + \frac{k_1^3}{2K_1^3} \right) + 40 \frac{\left(1 + \frac{2k_1^5}{3K_1^5} \right)}{\left(4 \frac{k_1^2}{K_1^2} - 9 \right)^2} \right] \quad (3-6)$$

Table 3-2. 減衰係数 α の計算結果 (ボイド).

α [μsec^{-1}]	$a=1[\mu\text{m}]$	$a=5[\mu\text{m}]$	$a=10[\mu\text{m}]$
$q=0.0001$	4.05×10^{-10}	5.07×10^{-8}	4.05×10^{-7}
$q=0.001$	4.05×10^{-9}	5.07×10^{-7}	4.05×10^{-6}
$q=0.01$	4.05×10^{-8}	5.07×10^{-6}	4.05×10^{-5}
$q=0.1$	4.05×10^{-7}	5.07×10^{-5}	4.05×10^{-4}

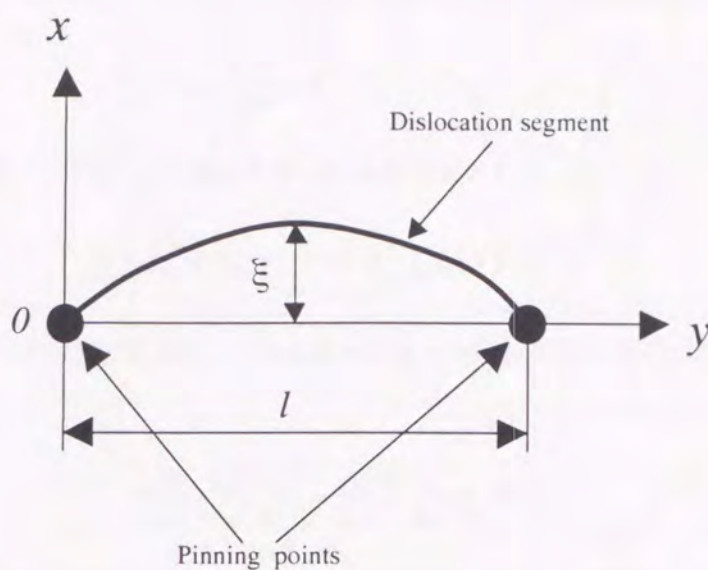


Fig.3-2. 転位の弦モデル.

3.3 転位による吸収

転位まわりには高い応力場が存在する。超音波に伴う応力によって、転位がすべり面上で移動すると、応力場に急激な移動が起こり、これを妨げようと熱弾性効果により発熱が生じる。これは不可逆過程であり、この過程においてエネルギーの一部が転位の移動に費やされる。このような転位の振動による超音波減衰については、Granato-Lückeによる弦モデル [39] がよく使われる。そのモデルについて簡単に述べる。

3.3.1 弦モデル [39]

転位周りのひずみエネルギーは転位線の長さに比例するために、転位はより安定な状態となるように長さを短くしようとする。弦モデルは、この性質を、張力を持つ弦と等価であるとしている。刃状転位の周辺には圧縮と引張りの応力場が存在し、点欠陥が応力場に入り込むことでよりエネルギー的に安定化する。これを転位の釘付けという。釘付けされた転位に応力が作用すると固着点間の転位は円弧を描くように張り出しを起こす (Fig.3-2)。超音波によって振動する応力が加わったとき、転位はこれとともに振動し、粘性により超音波のエネルギーを吸収する。

Fig.3-2 に示すように転位線の両端が強い釘付け点によって固着されている場合を考える。このような釘付けは、例えば、析出物や粒界などで起こる。せん断応力 τ によって転位が x 方向に ξ だけ動いた時の運動方程式は y 座標を転位弦に沿ってとると式 (3-7) のように表すことができる。

$$A \frac{\partial^2 \xi}{\partial t^2} + B \frac{\partial \xi}{\partial t} - C \frac{\partial^2 \xi}{\partial y^2} = b\tau \quad (3-7)$$

ここで A は転位の有効質量で $A = \pi \rho b^2$ 、 C は有効線張力で、 $C = 2\mu b^2 / \pi (1 - \nu)$ (ν はポアソン比)、 B は転位運動に対する比粘性係数、 b はバーガースベクトル、 ρ は密度、 μ は剛性率である。また x 方向に伝ばする

周期的応力 τ による、 x 方向のひずみを γ とすると、運動方程式は式 (3-8) で表される。

$$\frac{\partial^2 \tau}{\partial x^2} - \rho \frac{\partial^2 \gamma}{\partial t^2} = 0 \quad (3-8)$$

γ は弾性ひずみ γ_{el} と転位ひずみ γ_{dis} の和であり、式 (3-9) で表される

$$\gamma = \gamma_{el} + \gamma_{dis} = \frac{\tau}{\mu} + \Lambda b \frac{1}{\ell} \int_0^{\ell} \xi(y) dy \quad (3-9)$$

ここで Λ は転位密度、 ℓ は両端を釘付けされた転位セグメントの長さである。したがって式 (3-8) は式 (3-10) のように表される。

$$\frac{\partial^2 \tau}{\partial x^2} - \frac{\rho}{\mu} \frac{\partial^2 \tau}{\partial t^2} = \frac{\Lambda \rho b}{\ell} \frac{\partial^2}{\partial t^2} \int_0^{\ell} \xi(y) dy \quad (3-10)$$

$\tau = \tau_0 \exp[-\alpha x] \exp[i\omega(t - x/V)]$ とおき (α は減衰係数、 ω は角振動数、 V は音速)、境界条件として $\xi(x, 0, t) = \xi(x, \ell, t) = 0$ を与えると、式 (3-10) から、 α と V を、 Λ と L (平均転位線長さ) の関数として表すことができる。

$$\alpha(\omega) = \frac{1}{V_0} \left(\frac{4\mu b^2}{\pi^4 C} \right) \omega_0^2 \Lambda L^2 \frac{\omega^2 d}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + (\omega d)^2} \quad (3-11)$$

$$V(\omega) = V_0 \left[1 - \left(\frac{4\mu b^2}{\pi^4 C} \right) \omega_0^2 \Lambda L^2 \frac{\omega_0^2 - \omega^2}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + (\omega d)^2} \right] \quad (3-12)$$

ここで、 $\omega_0 = \frac{\pi}{L} \left(\frac{C}{A} \right)^{\frac{1}{2}}$ 、 $d = \frac{B}{A}$ 、 $V_0 = \left(\frac{\mu}{\rho} \right)^{\frac{1}{2}}$ である。 B が著しく小さいとき、 $\alpha(\omega)$ は、

$\omega = \omega_0 = \frac{\pi}{L} \left(\frac{C}{A} \right)^{\frac{1}{2}}$ で共振し $\alpha = \alpha_{\max}$ となるが、これまでの実験で得られた B の値は大きく [58]、このと

き $\omega = \omega_m = \omega_0^2 / d = \pi^2 C / L^2 B$ で α は最大となる。

$$\alpha = \left[\left(\frac{4\mu b^2}{\pi^4 C} \right) \Lambda L^2 \omega_m \right] \left[\frac{(\omega/\omega_m)^2}{1 + (\omega/\omega_m)^2} \right] \quad (3-13)$$

ここで、鉄の場合を考えて $\mu = 80 \text{ GPa}$ 、 $b = 2.48 \times 10^{-10} \text{ m}$ [59]、 $B = 1600 \text{ } \mu\text{Nsec/m}^2$ [60]、 $L = 0.1 \text{ } \mu\text{m}$ 、 $\nu = 0.3$ とすると、 $\omega_m = 2.79 \times 10^9 \text{ sec}^{-1}$ となる。本研究で使用する周波数範囲では ω は 10^7 sec^{-1} のオーダーである。よって、 $(\omega/\omega_m)^2 \ll 1$ となり、 α と V は以下のように近似できる。

$$\alpha = \left(\frac{4\mu B b^2 \omega^2}{\pi^6 C^2} \right) \Lambda L^4 \quad (3-14)$$

$$\frac{V - V_0}{V_0} = - \left(\frac{4\mu b^2}{\pi^4 C} \right) \Lambda L^2 \quad (3-15)$$

式(3-14)を見ると、減衰係数 α は転位密度 Λ に比例し、転位線長さ L の四乗に比例して増加することが分かる。式(3-15)を見ると、音速変化は転位密度 Λ に比例し、転位線長さ L の二乗に比例して減少することが分かる。また、転位線長さが変化したとき、より大きい変化を与えるのは減衰係数変化であるといえる。注意すべきことは、すべての転位が超音波に対して振動するわけではない。

3.4 まとめ

本章では、減衰係数とクリープ損傷に現れる材料微視構造の変化との関係を示した。減衰係数は散乱による減衰と吸収による減衰の和で表され、散乱は結晶粒界による散乱、析出物やボイドなどによる散乱があり、それぞれの減衰係数とそれらの関係を示した。また吸収による減衰では、転位によるものが支配的であり、それを説明する弦モデルを示した。

4章 2.25%Cr-1%Mo 鋼のクリープ損傷評価

4.1 はじめに

本章では、ボイラー熱交換器配管によく使われる 2.25%Cr-1%Mo 鋼のクリープ実験を大気中、923K で数種類の応力条件でおこない、電磁超音波共鳴法 (EMAR 法) によりクリープ進行にともなう音速と減衰係数の変化を測定した。これらの測定結果とクリープ損傷 (ここではクリープひずみ) との関連性を議論する [61,62]。試験片には、板材と丸棒を用いた。板材には板厚方向に横波を伝ばさせる体積波用 EMAT (Fig.2-1(a))、丸棒には円周方向に横波を伝ばさせる軸対称 SH 波用 EMAT (Fig.2-1(b)) を使用した。両方のクリープ試験において、減衰係数は損傷に対して音速より敏感な反応を示した。クリープの進行にともなう大きく増加し、破断直前では、減衰係数が試験前の 10 倍近い値となる結果を得た。さらに、光学顕微鏡、走査型及び透過型電子顕微鏡により、微視組織の変化を観察した。その結果、減衰係数の変化は、材料の微視組織の変化、特に転位組織の変化と対応していることが分かった。また、3.3.1 で示した弦モデル [39] により減衰係数と転位組織の関係が対応つけられることが分かった。

4.2 材料と試験方法

本研究に用いた板材と丸棒の2種類の試験片形状を Fig.4-1(a), (b) に示す。ゲージ部は、板材では幅 35mm、長さ 45mm、厚さ 3mm であり、丸棒材では直径 14mm、長さ 60mm である。いずれも圧延方向は、長手方向である。素材は市販の ASTM A182 F22 (JIS G3458 STP24 相当品) を用い、熱処理 1193K、1 時間保持後、40deg/hr で 923K まで冷却後、空冷を行った。化学的成分と室温での機械的性質を Table4-1 に示す。

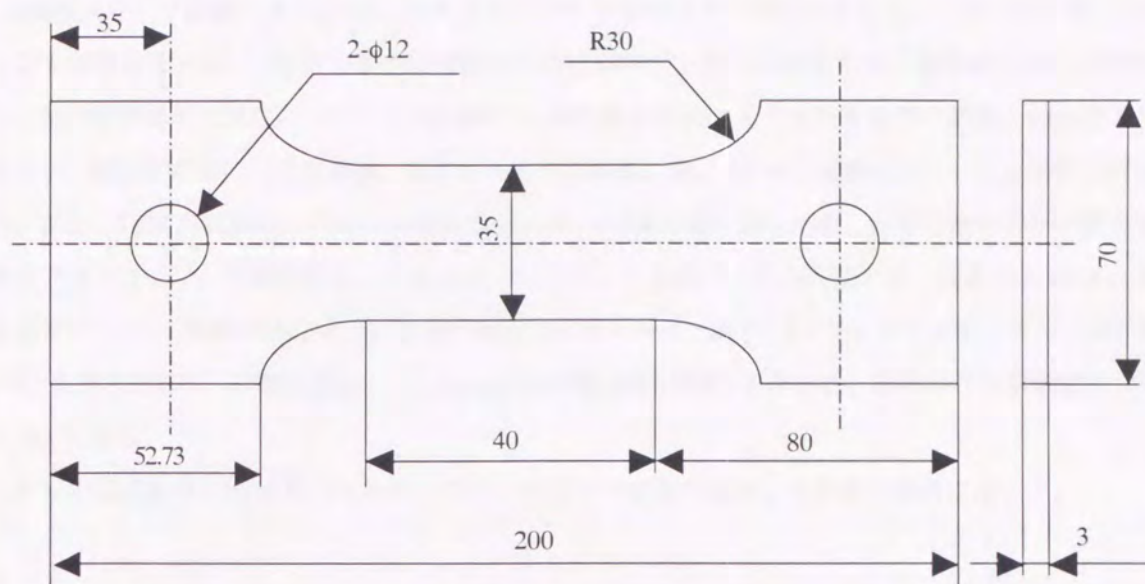
クリープ試験は、縦型単軸レバー式クリープ試験機と加熱電気炉を用い、大気中 923K で行なった。応力は、板材に対しては 50、60、70MPa を、丸棒材に対しては 45、65、85MPa を加えた。クリープ試験は上記の試験機を用いて中断試験法、連続試験法の2つの方法で行った。中断試験法では、1本の試験片を用いて、20、30 または 100 時間でクリープ負荷を中断し、炉冷、超音波特性を計測した後、試験を再開する。破断までこれを繰り返す。連続試験法では、多数の試験片を用意し、各試験片が所定のクリープひずみに達するまで、クリープ負荷を行い、その後室温にてそれぞれの超音波特性を測定する。また、クリープ試験片と隣接した箇所に参照試料を置き、熱だけの影響を調べた。

4.3 減衰測定

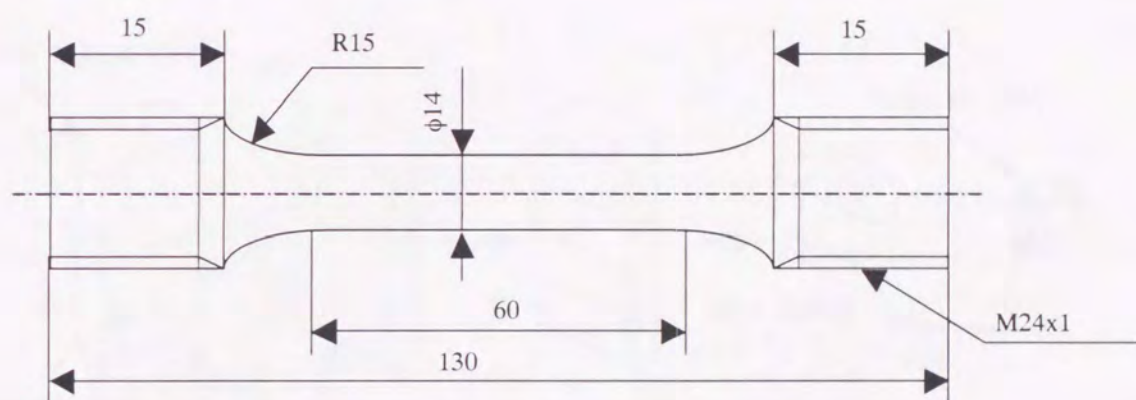
板材には、2章で述べた磁わい型横波用 EMAT を用いた (Fig.2-1(a) 参照)。有効面積は $7 \times 6 \text{ mm}^2$ である。丸棒には、磁わい型軸対称 SH 波 EMAT を用いた (Fig.2-1(b) 参照)。蛇行コイルピッチは 0.9 mm である ($\delta=0.45\text{mm}$)。クリープ進行にともなう音速と減衰係数の測定は、2章で述べた方法により行った。

4.4 組織観察

内部組織変化を考察するため連続試験法のクリープ試験片について組織観察を行った。観察手順と結果を以下に述べる。



(a) 板材試験片 .



(b) 丸棒試験片 .

Fig.4-1. 試験片形状 .

Table 4-1. 2.25%Cr-1%Mo steel の化学成分 (mass%) と機械的性質 .

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	0.2% proof stress	Tensile strength
Plate	0.12	0.21	0.52	0.01	0.01	0.10	2.13	0.88	0.04	237 MPa	512 MPa
Cylinder	0.13	0.25	0.56	0.02	0.02	0.08	2.20	0.90	0.13	266 MPa	490 MPa

丸棒材クリープ試験片をFig.4-2に示すようにマイクロカッターで切り出した。二つに切り取ったうち、一方は光学顕微鏡 (OM) と走査型電子顕微鏡 (SEM) 観察用で、他方は透過型電子顕微鏡 (TEM) 観察用に用いた。光学顕微鏡用試験片については400番から2000番まで紙ヤスリで研磨を行った後、4000番のパフ研磨を行い、表面を鏡面に仕上げた後、化学エッチングを施した。SEM用試験片についても同様の研磨を施した。また、TEM用試験片については放電加工によって薄く切り出した後、さらに紙ヤスリで厚さ100 μ m程度まで薄く仕上げ、電解研磨により試料中心に小さい穴をあけ、その周囲の薄い膜部分をTEMにより組織観察を行った。電解研磨に用いた溶液の組成はエタノール:純水:2-nブトキシエタノール:60%過塩素酸=70:12:10:8であり、研磨装置としてTenupol-3 (STRUERS社製)を用いた。研磨条件は溶液温度-7°C、電流0.15Aである。

これらの組織観察の写真をスキャナーでコンピュータに取り込み、その後の解析に用いた。

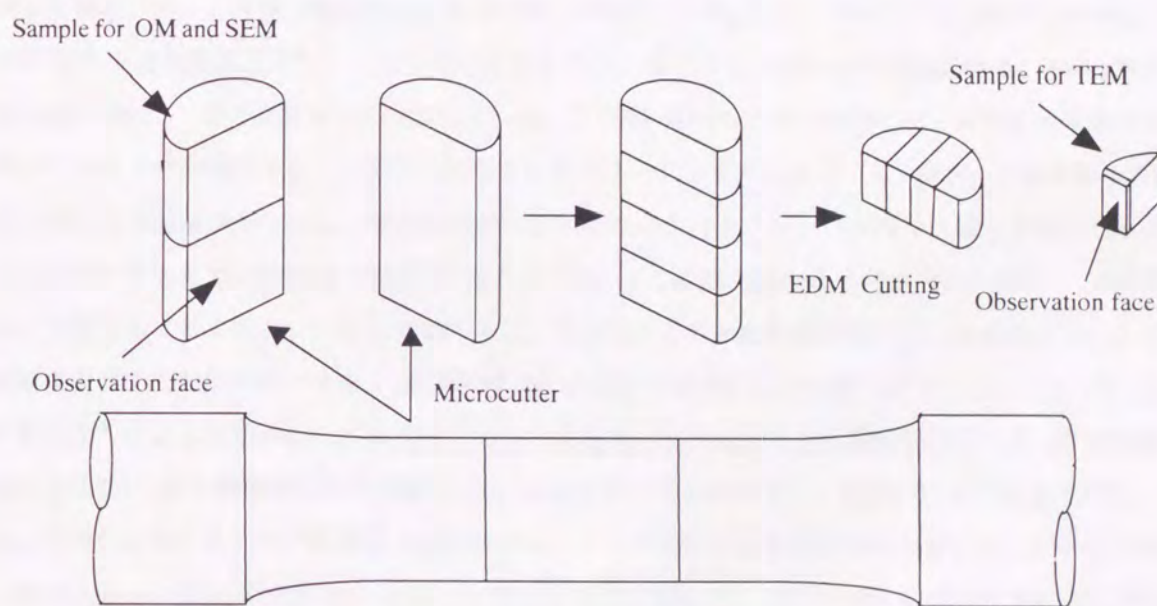


Fig.4-2. 光学顕微鏡、走査型および透過型電子顕微鏡観察用試料の作製方法。

4.5 超音波特性の測定結果

4.5.1 中断試験法

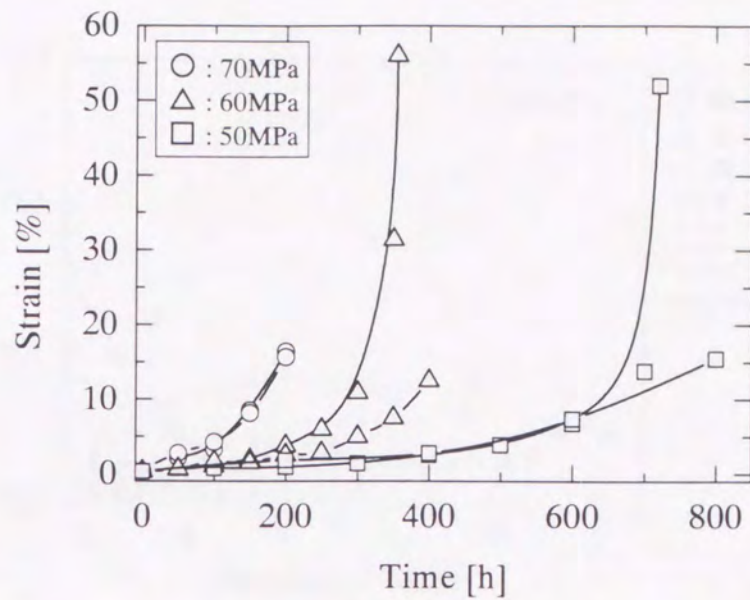
中断試験法で得られた板材、丸棒材に対するクリープ曲線をそれぞれFig.4-3(a)、(b)に示す。Fig.4-3(a)の板材のクリープ曲線を見ると同条件で行ったにもかかわらず試験片によって大きな違いが生じている。これは板材の厚さが3mmと薄く、初期の断面がクリープの進行とともに変形するためである。クリープ試験は荷重を一定にして行ったため、断面減少により実際の応力が増加する。さらに中断試験法の場合、超音波特性の測定を行うときに試験片表面に付着した酸化膜を取り除くが、その研磨により試験片断面積が減少する。また、試験片表面には巨視的な表面き裂が発生しており、応力集中が起こる。これらにより同条件においてもクリープ曲線は試験片によって異なった。

Fig.4-4に、板材のクリープ進行に伴う横波の減衰係数の周波数依存性の変化を示す。この結果は、923K、応力70MPa下でクリープ試験を行ったときのものである。破断時間は234hであった。横波の偏向方向は、荷重方向と平行である。また、同図には、●、▲等で熱履歴だけによる減衰係数の変化も示す。減衰係数は、周波数依存性を示すとともに、クリープ進行にともなって大きく増加している。破断直前では、初期値の10倍以上の値を示すモードもあった。それに比べ、加熱だけでは減衰係数の変化は小さい。この傾向は、横波の偏向方向が、荷重方向と垂直の場合も同じであった。Fig.4-5に、3つの異なる応力(50MPa、60MPa、70MPa)での減衰係数とクリープひずみの変化を示す。すべての負荷応力で減衰係数は、ひずみが10%までは急激に増加し、その後緩やかに増加している。この50~70MPaの応力範囲では、負荷応力の違いが減衰係数変化に与える影響は少なく、減衰係数の変化はクリープひずみに依存する。なお、中断試験法の場合は、酸化膜除去の影響が含まれる。例えば50MPaと70MPaにおけるクリープ試験を比較した場合、50MPaのときの破断に至るまでの時間は、70MPaの場合より長い。これは50MPaのときの方が、クリープ総試験時間、測定回数ともに多くなる。つまり50MPaでは、研磨量および研磨回数が多いことを意味する。よって断面積減少量は応力が低いほど大きく、断面積減少による応力増加のため末期に近づくにしたがって、減衰係数の負荷応力による差はなくなる。つまり板材では観察される減衰の変化は初期の設定応力を直接反映したものではない。また熱履歴だけの試験片では、減衰係数の変化はクリープ試験片における変化に比べて小さい。このことからクリープ試験片の減衰係数はクリープ損傷による微視組織の変化を示すものである。

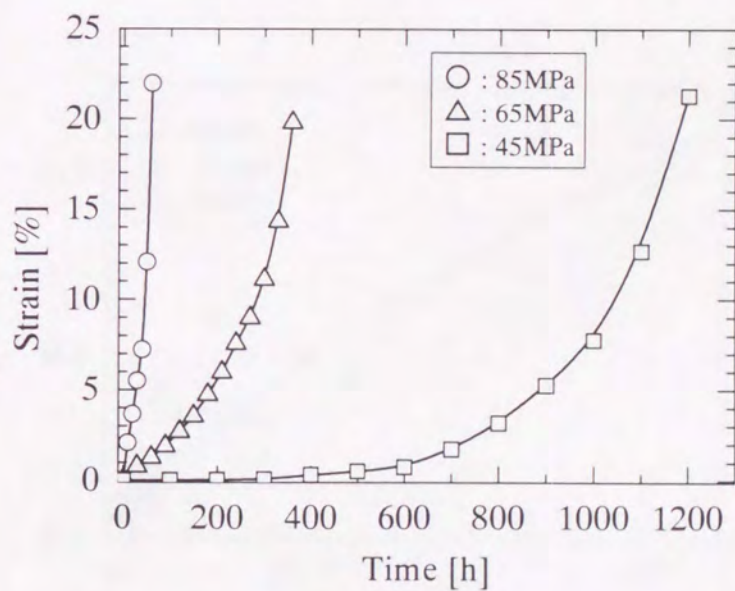
なお、Fig.4-5では周波数3MHz近傍での測定結果を整理した。この周波数を用いた理由は、EMATの変換効率が大きく(データの信頼性が高い)、回折損失の影響が少なく、粒界散乱の影響が比較的少ないためである。周波数が低いほど回折損失は大きくなり、金属の組織変化を反映した減衰の測定には適さない。また周波数を上げると回折損失は減少するが、同様に変換効率も低下し、さらに粒界散乱による損失が増加する。結晶粒径の変化もクリープに伴う減衰変化の重要な因子ではあるが、これが優先的に減衰に関与する測定では問題がある。つまり測定対象に応じて周波数を選定している。

板材の場合、試験片表面には巨視的な表面き裂が発生しており(Fig.4-6参照)、き裂部に応力集中が起こりクリープ進行が加速されられると考えられる。

Fig.4-7に、減衰係数と寿命消費率 t/t_f (クリープ時間 t と破断時間 t_f との比) の関係を示す。これを見ると破断まで減衰係数は単調に増加していることが分かる。



(a) 板材試験片.



(b) 丸棒試験片.

Fig.4-3. 板材および丸棒試験片のクリープ曲線 (中断試験法, 973K).

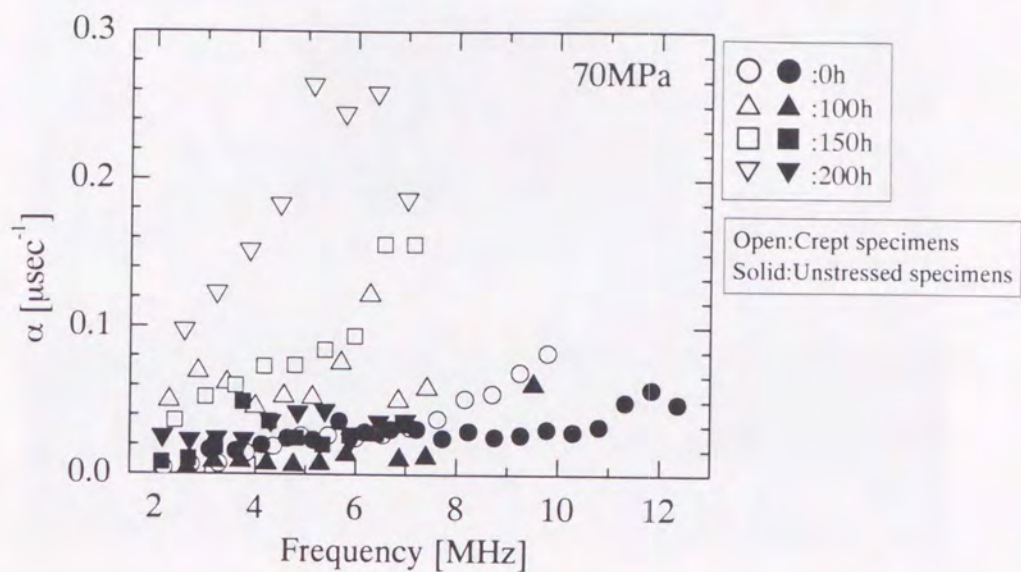


Fig.4-4. 横波の減衰係数の周波数依存性(偏向方向は応力方向に平行,中断試験法, 応力:70MPa,温度:923K).
○印はクリープ試験片, ●印は熱履歴だけの試験片の減衰係数.

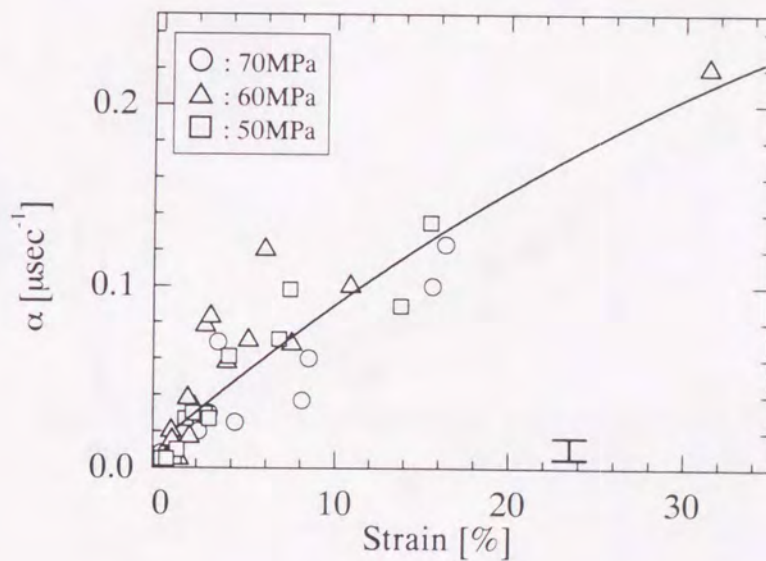


Fig.4-5. 異なる応力下での減衰係数とクリープひずみの関係(偏向方向は応力方向に平行,中断試験法, 応力:70,60,50 MPa, 温度:923K). エラーバーは熱履歴だけの試験片の減衰係数変化. 共鳴周波数は 3MHz 近傍.

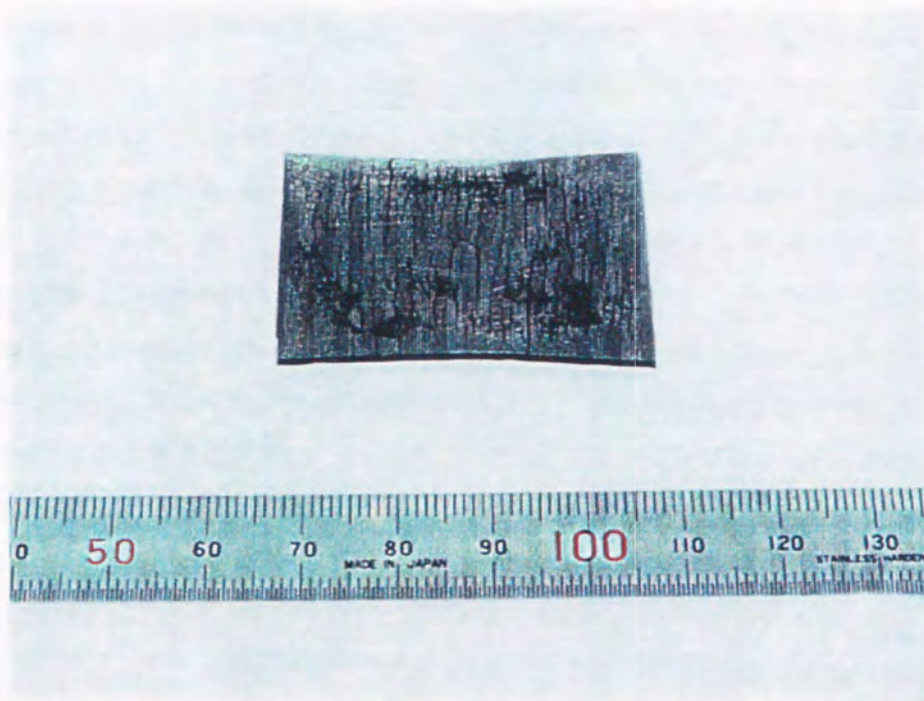


Fig.4-6. $t/t_r=0.87$ の板材クリープ試験片 (中断試験法, 応力: 70MPa, 温度: 923K).

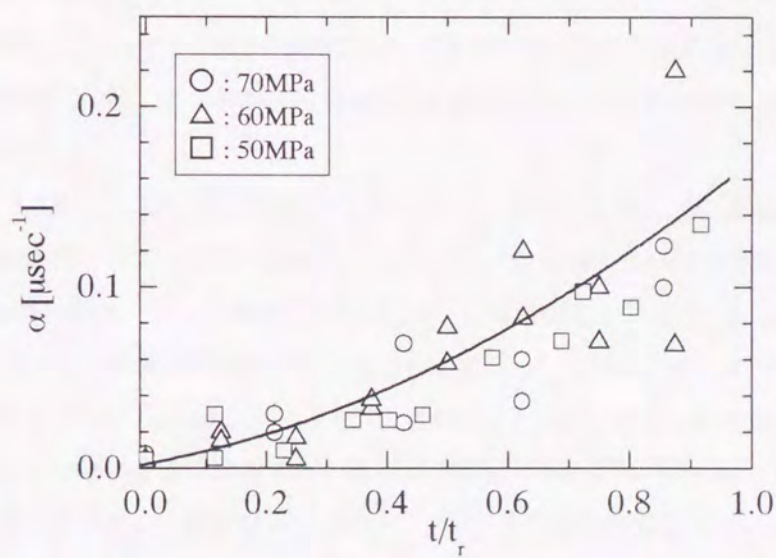


Fig.4-7. 異なる応力下における減衰係数と寿命消費率の関係 (中断試験法, 応力: 70, 60, 50 MPa, 温度: 923K). 共鳴周波数は 3MHz 近傍.

丸棒材では軸対称SH波の1～10次の共鳴モードを用いて測定を行った。Fig.4-8～Fig.4-10にそれぞれ85、65、45MPaの応力でのクリープ試験における減衰係数と共鳴周波数の関係を示す。それぞれの破断時間は、56h、377h、1240hであった。これらを見ると、全てのモードにおいて減衰係数は周波数とともにほぼ単調に増加していることがわかる。軸対称SH波の場合、2.2.2.2で示したように各モードが半径方向の異なる位置の組織変化の情報を表していることから、試験片の断面全域に損傷が進行していることが分かる。板材と同様に加熱だけでは、減衰係数の変化は小さい。

また、加熱だけによる第1次モード(共鳴周波数3.9MHz近傍)の相対音速変化 $\Delta V/V_0$ (V_0 :初期の音速)の様子をFig.4-11に示す。ここでは、2本の試験片を用いた。いずれの試験片においても、100時間までは、音速は3%弱減少し、その後はほとんど一定であった。熱的に組織が安定するに100時間程度必要なことを示す。この音速の減少は、加熱による剛性率の低下、つまり弾性的な軟化と対応しているが原因は明らかでない。

次にFig.4-12～Fig.4-14に85、65、45MPaにおける第4次モード(共鳴周波数5MHz近傍)の減衰係数とクリープひずみの関係を示す。85MPaでは、ひずみの増加にともなって減衰係数も単調に増加しているが、65、45MPaでは、減衰係数は、クリープひずみが2～3%までひずみとともに増えた後、わずかに減少または一定になり、その後再び増加していく。これは応力により微視組織の変化形態が異なるためだと考えられる。Fig.4-15に、45、65、85MPaにおけるクリープひずみと寿命消費率 t/t_f の関係を、Fig.4-16には第4次モードの減衰係数と t/t_f の関係を示す。Fig.4-15のように、寿命消費率 t/t_f とクリープひずみの関係を整理すると、Fig.4-3における時間とクリープひずみの関係より良い相関関係が得られる。45MPaと65MPaでは $t/t_f=0.3$ 付近から0.6にかけて減衰係数が一定またはやや減少するが、85MPaではほぼ単調に増加している。

他の共鳴モードを用いた場合でもこれらの減衰係数変化と同様の変化が得られた。今後は、減衰係数と寿命消費率の関係に注目する。また、板材において応力による減衰係数の違いはほとんど見られなかったが、丸棒材では板材と比較して局所的な断面減少の影響が小さく、応力の違いによって減衰係数への影響が異なることが現れている。

Fig.4-17、Fig.4-18に65MPa、45MPaの試験片について第4次モードの音速変化と寿命消費率の関係を示す。また減衰係数とクリープひずみもあわせて示す。Fig.4-18について音速は、 $t/t_f=0.6$ までほとんど変化がないが、 $t/t_f=0.6$ 以降のクリープ末期では増加する。最終破断近くでは3%近い上昇が見られた。これはFig.4-11における熱だけの影響の時と反対の挙動を示している。これは、熱だけの場合は、拡散による組織変化が支配的なのに対して、応力が加わると拡散に、変形による転位構造の変化が加わることにより異なる組織的变化が起きていることが原因と考えられる。クリープでは時間の経過につれて内部組織が刻々と変化しているが、音速は寿命の6割程度まで変化が小さい。また減衰係数とクリープひずみの変化はFigs.4-15と4-16に示した結果と同様である。クリープ損傷を評価する場合、減衰係数のようにクリープの進行による組織変化に伴い敏感に変化するものと、音速のように単調に増加するものを組み合わせることが損傷評価に有効と考えられる。ただし、ここでは材料組織の変化に敏感な減衰係数の変化について特に注目していく。

板材において、減衰係数はクリープ変形にともない単調に増加し、その増加の割合も丸棒の場合よりかなり大きかった。板材では、Fig.4-6に示すようにクリープ進行につれ、板厚方向および幅方向にも大きなくびれや表面き裂が荷重方向に垂直に数多く発生した。転位の増殖による減衰係数の変化は、市販の構造用鋼

の疲労[34, 63]や純銅や純アルミの塑性変形[64, 65]に対する測定結果から $0.05\mu\text{sec}^{-1}$ 程度であると見積もられているが、Fig.4-4~4-7の減衰係数の変化は、これらの値よりも大きい。そこで、表面にき裂の入った試料($\alpha=0.3\mu\text{sec}^{-1}$)の表面を研磨し、き裂を取り除いた後、再び減衰係数を測定した。その結果、 $\alpha=0.05\mu\text{sec}^{-1}$ 程度となった。このことから板材の減衰係数が大きいのは、表面き裂による散乱が原因と考えられる。よって表面き裂での散乱による減衰係数値は、クリープ進行に伴う他の因子の影響をかき消すほど大きく、板材における減衰係数が単調に増加する原因は表面き裂であると結論できる。

また、断面減少の影響が大きい板材よりも、より均一な応力状態となっている丸棒材の方が試験条件(応力や温度)を反映した結果が得られるといえる。このため組織観察を行う連続試験法では丸棒材を用いる。

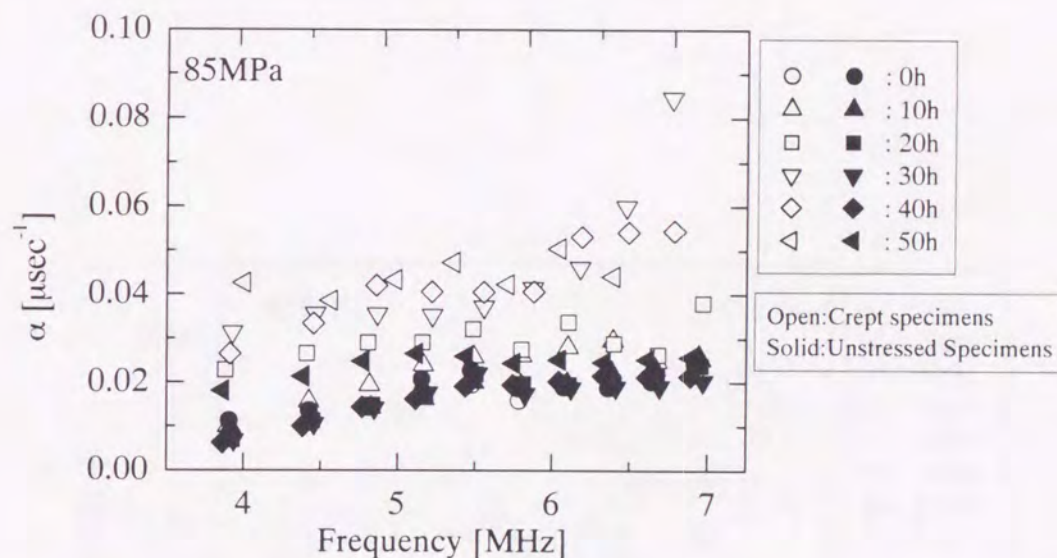


Fig.4-8. 軸対称SH波の減衰係数の周波数依存性(中断試験法, 応力: 85MPa, 温度: 923K). ○印はクリープさせた試験片, ●印は熱履歴のみの試験片の減衰係数.

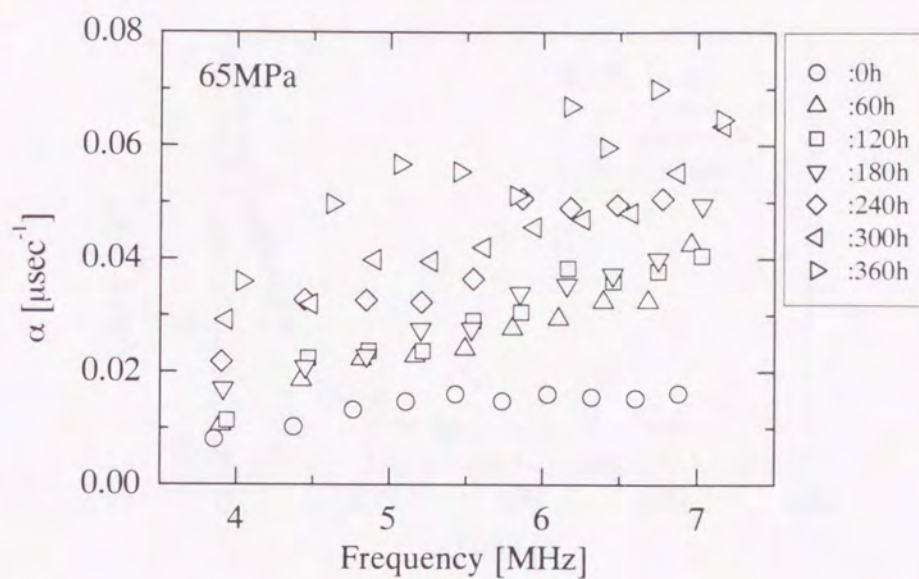


Fig.4-9. 軸対称 SH 波の減衰係数の周波数依存性 (中断試験法, 応力: 65MPa, 温度: 923K).

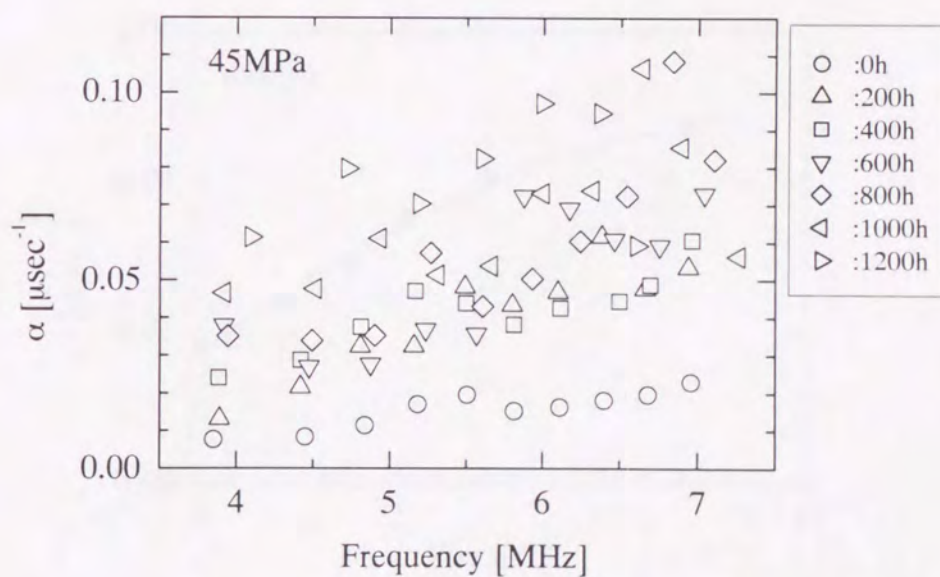


Fig.4-10. 軸対称 SH 波の減衰係数の周波数依存性 (中断試験法, 応力: 45MPa, 温度: 923K).

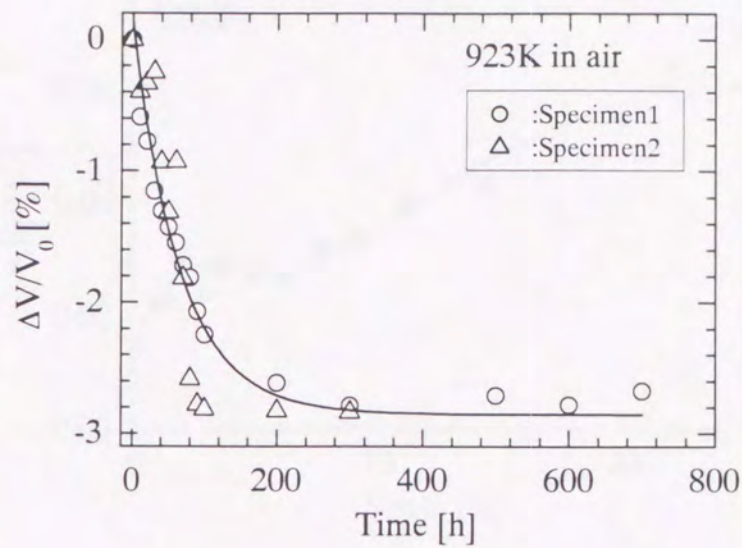


Fig.4-11. 加熱中の軸対称 SH 波 1 次モードの音速の変化 (中断試験法, 温度: 923K).

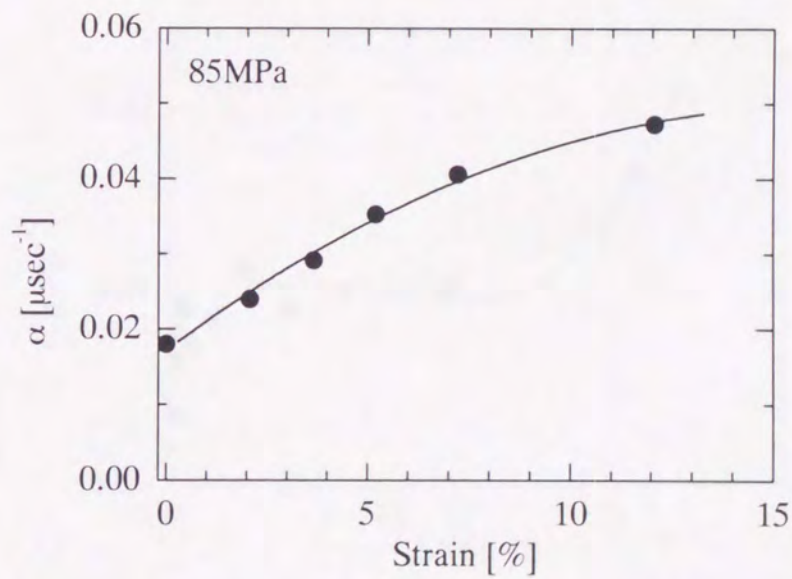


Fig.4-12. 軸対称 SH 波の減衰係数とクリープひずみの関係 (中断試験法, 応力: 85MPa, 温度: 923K).

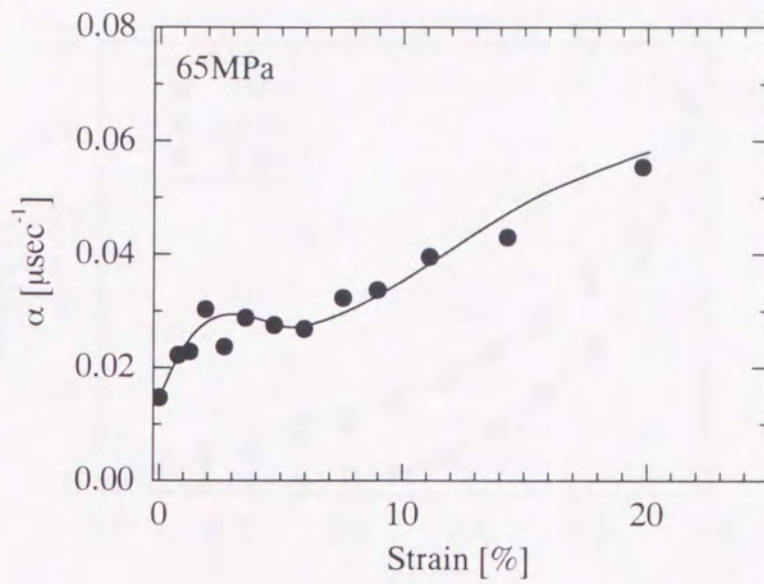


Fig.4-13. 軸対称 SH 波の減衰係数とクリープひずみの関係 (中断試験法, 応力: 65MPa, 温度: 923K).

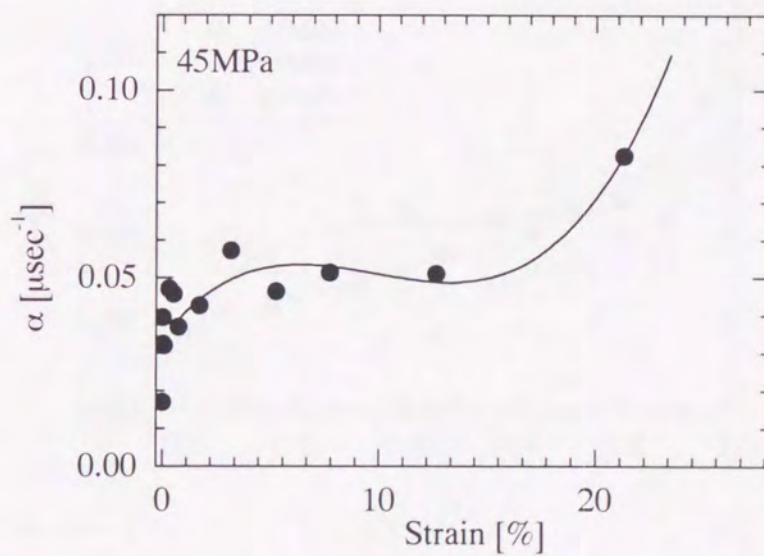


Fig.4-14. 軸対称 SH 波の減衰係数とクリープひずみの関係 (中断試験法, 応力: 45MPa, 温度: 923K).

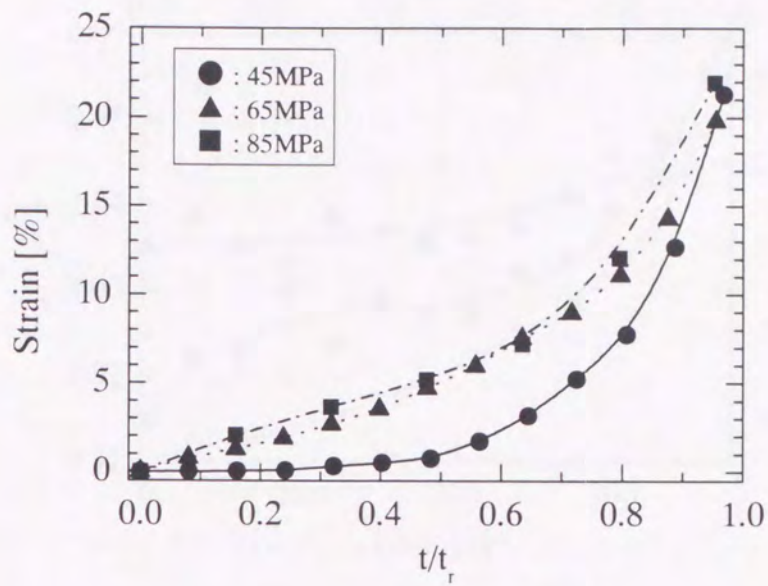


Fig.4-15. 異なる応力下での寿命消費率とクリープひずみの関係
(中断試験法, 応力: 45, 65, 85MPa, 温度: 923K).

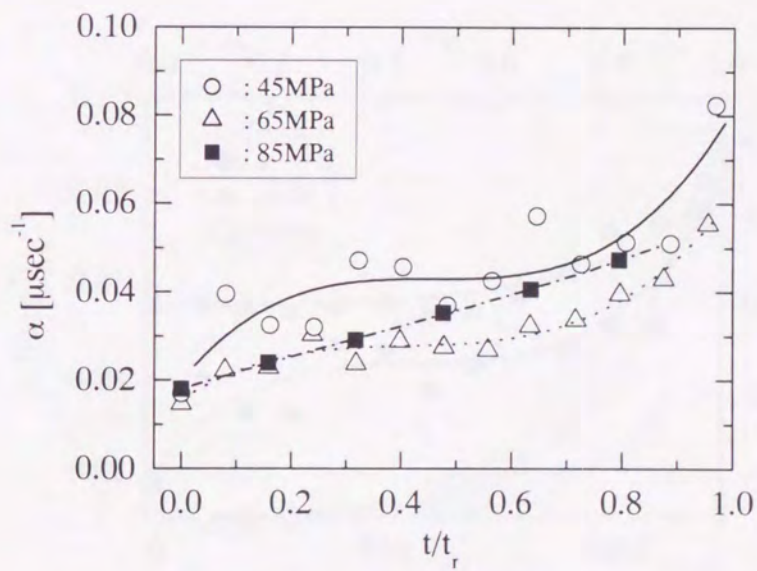


Fig.4-16. 異なる応力下での第4モードの寿命消費率と減衰係数の関係
(中断試験法, 応力: 45, 65, 85MPa, 温度: 923K).

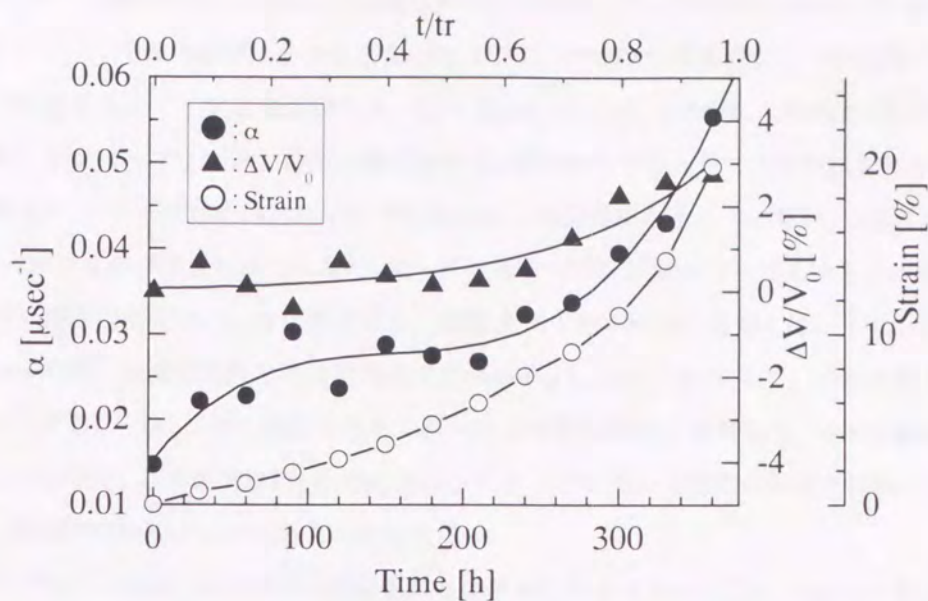


Fig.4-17. 軸対称SH波の第4次モードの減衰係数,音速,クリープひずみとクリープ時間および推定寿命消費率の関係 (中断試験法, 応力: 65MPa, 温度: 923K).

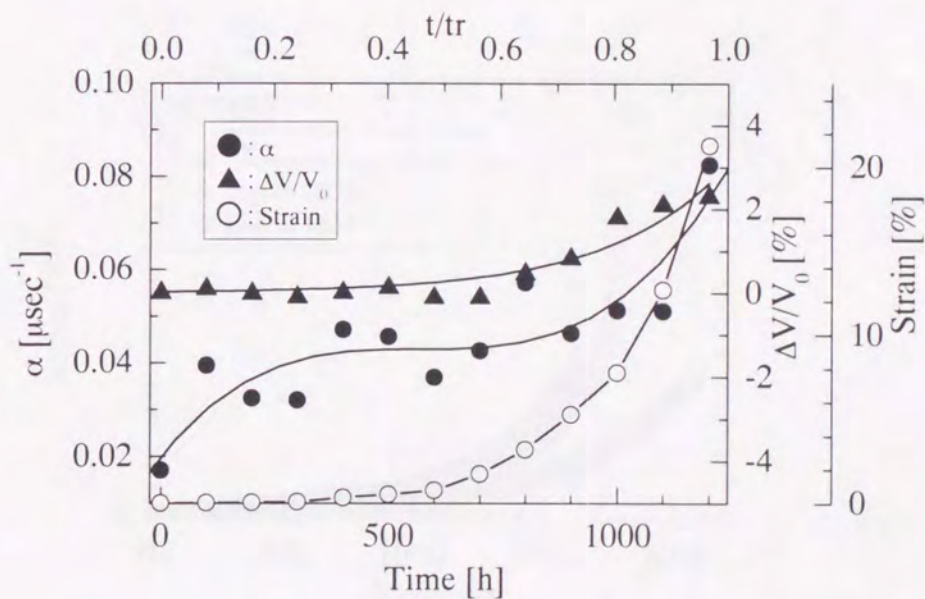


Fig.4-18. 軸対称SH波の第4次モードの減衰係数,音速,クリープひずみとクリープ時間および推定寿命消費率の関係 (中断試験法, 応力: 45MPa, 温度: 923K).

4.5.2 連続試験法

連続試験法では、丸棒試験片に65MPaと45MPaの応力を負荷した。それぞれ14本、13本の試験片を用いて、異なるクリープひずみの試験片を作成した。Fig.4-19に、45MPa負荷時のクリープ曲線の一部を示す。このように同一応力でもクリープ曲線は異なる。Fig.4-20(a)、(b)には、65MPa、45MPaの場合の連続試験法で得られた試験片のクリープひずみと時間の関係を示す。個々の点がそれぞれ一つの試験片を表す。中断試験法の場合と異なり、クリープひずみとクリープ時間は良い相関関係を示していない。つまりクリープ時間が長い程、クリープひずみが大きい訳ではなく、同一条件のクリープ試験を行ってもクリープ時間とクリープ損傷の間に強い相関関係はない。言い換えると、時間はクリープ損傷の目安とはいえない。

65MPa、45MPaの場合の減衰係数と共鳴周波数の関係を Fig.4-21(a)、(b)に示す。これを見ると中断試験法と同様な傾向である。しかし、同一試験片をモニターする中断試験法とは異なり、連続試験法ではばらつきが大きいことがわかる。この結果はFig.4-20におけるクリープひずみと時間の関係と同様であり、試験片毎の微視組織の相違を反映していると考えられる。

次に1、4、9次モードにおける丸棒材の減衰係数とひずみの関係を Fig.4-22(a)、(b)に示す。65MPaでは減衰係数はひずみが約2%から6%付近まで増加を示し、ピークに達した後13%まで減少し続け、最小値に達した後15%まで再び増加に転じている。また45MPaの場合も、同様なピーク現象は見られるが、ピークが現れるひずみは3%前後と65MPaの場合より早い。このピークは、板材の中断試験法がクリープ進行に伴い単調に増加する場合 (Fig.4-5)には見られない。また丸棒材の中断試験法 (Fig.4-13および Fig.4-14)と比較してもピーク後の減少量は大きい。

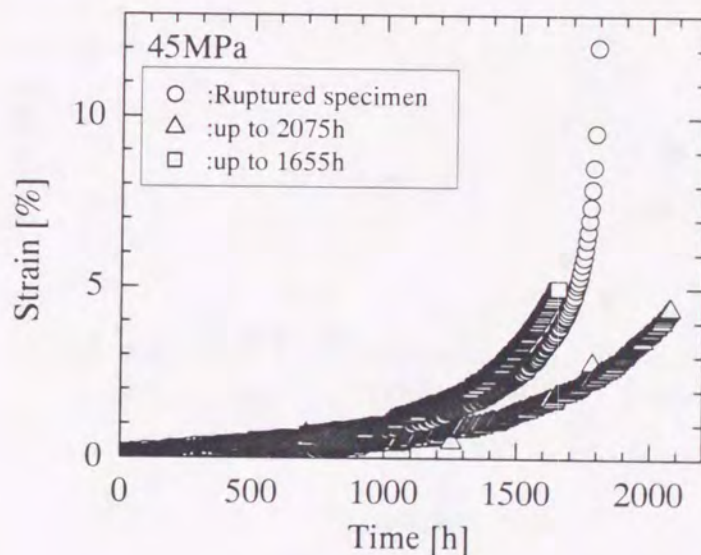
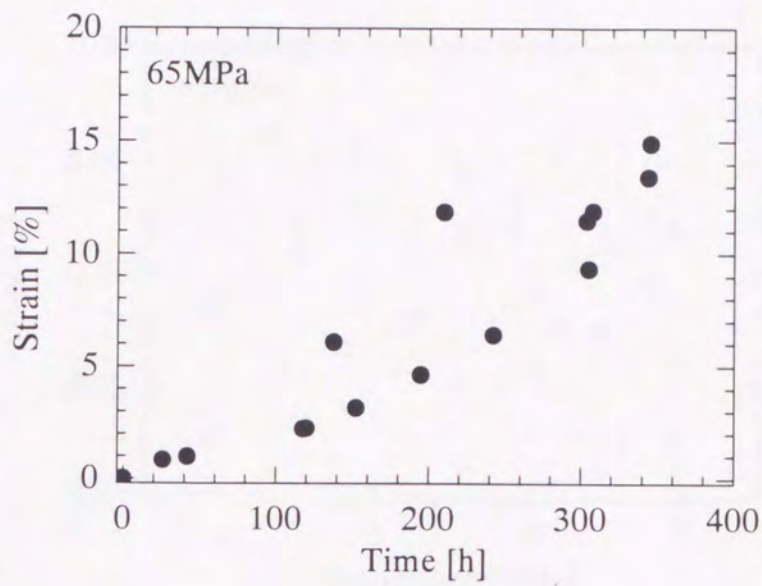
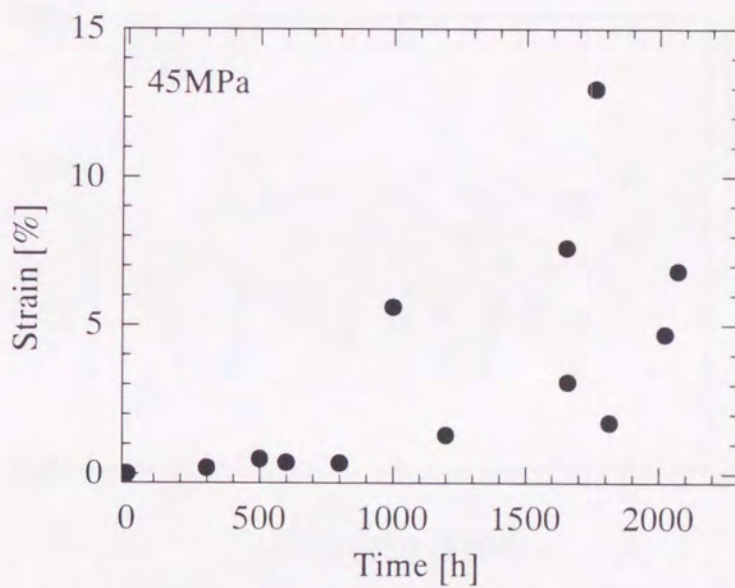


Fig.4-19. クリープ曲線（連続試験法，応力：45MPa，温度：923K）。

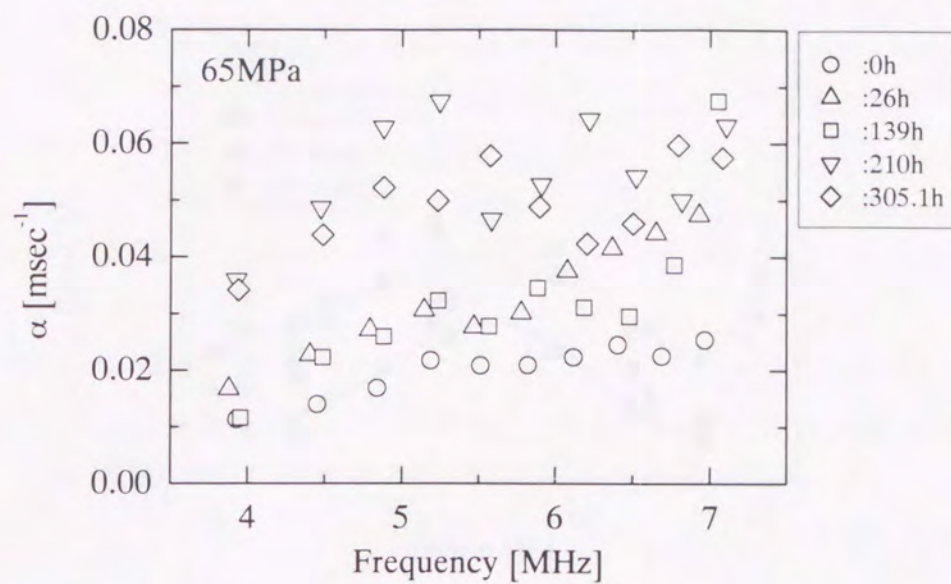


(a) 65MPa.

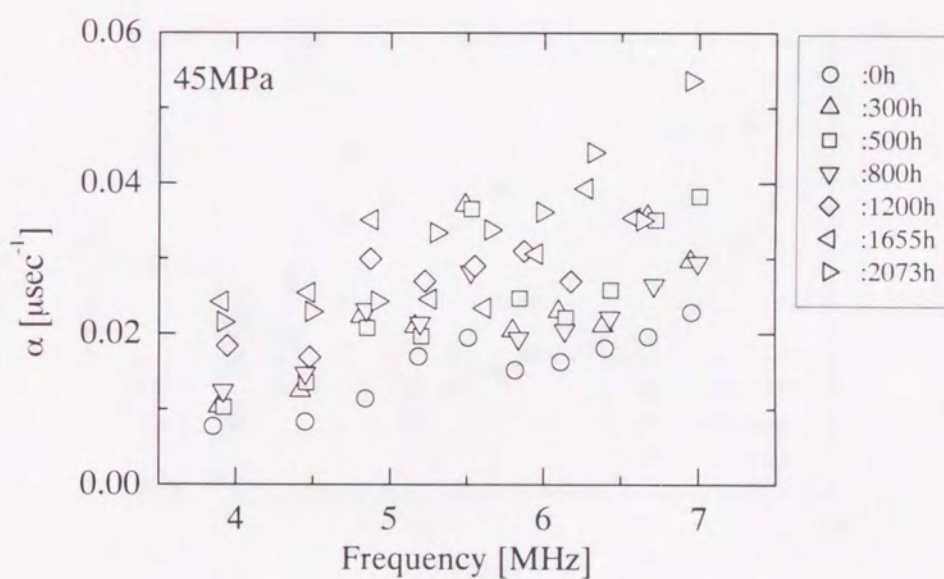


(b) 45MPa.

Fig.4-20. クリープ時間とひずみの関係（連続試験法，応力：65, 45MPa, 温度：923K）.

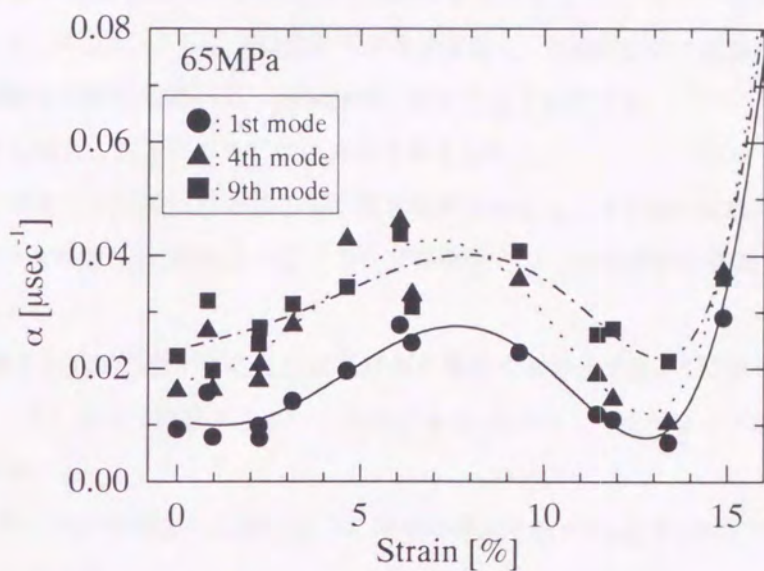


(a) 65MPa.

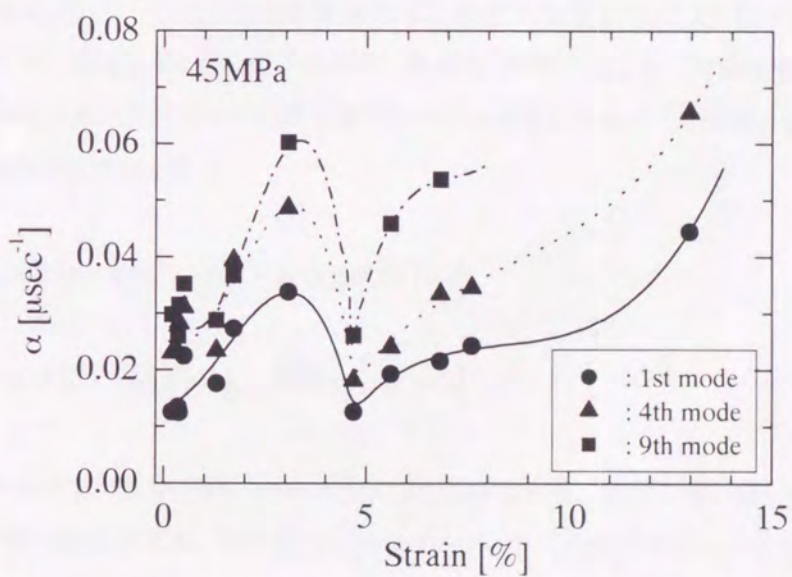


(b) 45MPa.

Fig.4-21. 軸対称 SH 波の減衰係数の周波数依存性 (連続試験法, 応力: 65, 45MPa, 温度: 923K).



(a) 65MPa.



(b) 45MPa.

Fig.4-22. 軸対称 SH 波の第 1, 4, 9 次モードの減衰係数とクリープひずみの関係
(連続試験法, 応力: 65, 45MPa, 温度: 923K).

4.5.3 推定寿命消費率と減衰係数

中断試験法において、減衰係数、クリープひずみと寿命消費率には強い相関関係があることが分かった。しかし応力や試験片形状、試験方法が異なると破断ひずみも異なり、クリープひずみから寿命を推定することは一般に難しい。そこで、クリープ曲線から寿命を推定し、連続試験法の試験終了時の推定寿命消費率をもとめ、減衰係数との関係を調べて、損傷評価に役立てることにする。

寿命を推定する場合、以下に示す二つの方法を考えられる。

(I) 多数の破断試験をした試験片の寿命の平均値を破断寿命とし、その他の試験片の寿命消費率を求める方法である。この手法ではFig.4-20のようにクリープ時間とクリープひずみに相関が見られないときには、大きな誤差を生じる。

(II) クリープ曲線を数式で近似することにより寿命を推定する方法である。利用する近似式に大きく影響を受け、末期のデータに大きく依存するという欠点がある。しかし、三次クリープ域の試験片の寿命評価には有効な方法である。

本研究ではこれらの欠点を互いに補うように寿命の推定を行った。まず(II)について具体的な方法を述べ、その後結果について示す。

一般的な通常型クリープ曲線は式(4-1)[66]で表すことができる。

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + A\{1 - \exp(-at)\} + Bt + C \exp\{c(t - t_0)\} \quad (4-1)$$

第一項が初期ひずみ、第二項が遷移クリープ、第三項が定常クリープ、第四項が加速クリープを表す。ただし第四項の t は $t > t_0$ (t_0 : 三次クリープ開始時間)の時にしか成り立たない。2.25%Cr-1%Mo鋼は析出物により強化されているため、組織変化(析出粒子の凝集・粗大化)が常に起こり、定常状態が存在しない。つまり第二期クリープ段階は第一期クリープと第三期クリープを合成したものとして現れる。この場合クリープ曲線は次の式[37,38,67,68]で表される。

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + A\{1 - \exp(-\alpha t)\} + B\{\exp(\beta t) - 1\} \quad (4-2)$$

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + A\{1 - \exp(-\alpha t)\} + B\{\exp(\alpha t) - 1\} \quad (4-3)$$

式(4-2)、(4-3)はそれぞれ θ 法[67,68]、改良 θ 法[37,38]と呼ばれる。両者の違いは三次クリープ項の指数部のみである。第一項は初期ひずみ、第二項は一次クリープ、第三項は三次クリープをそれぞれ表す。 θ 法では破断までのデータが必要であるのに対し、改良 θ 法では破断近傍(寿命の90%付近)のデータで十分である。また、改良 θ 法は曲線近似に用いるパラメータが少ない。よって本研究において、式(4-3)を近似曲線として用いることとする。改良 θ 法を用いるにあたって、初期ひずみの項を取り除くことで、三つのパラメータ(A 、 B 、 α)で表すことができる。 A は加工硬化のパラメータであり、加工硬化が激しいほど減少する。 B は弱化に関するパラメータであり、 B が低下すると三次クリープの出現が遅れ一次クリープ域でのひずみ速度低下が顕在化する。組織が安定であるほど B は低下し、見かけ上の定常状態が現れやすくなる。クリー

ブ曲線から複数試験片法の丸棒試験片の推定破断時間 t_r を求める手順を以下に示す。

- (1) 数本の試験片を用いて異なる応力下で破断するまでクリープ試験を行う。
- (2) (1) のデータを式 (4-3) で最小自乗近似することによりパラメータ A 、 B 、 α を決める。
- (3) 式 (4-4) で表される破断パラメータ P_a を求める [37,38]。

$$P_a = \frac{1}{\alpha} \ln \frac{\varepsilon_r - \varepsilon_0 - A}{B} \quad (4-4)$$

ここで ε_r は破断ひずみを表す。このパラメータを使うのは最小自乗曲線とデータとの破断前付近に生じているずれを補正するためである。

- (4) 破断パラメータ P_a と推定破断時間 t_r には式 (4-5) の関係があり [37,38]、(1) で得た破断時間を用いて C_a と q を決定する。

$$t_r = C_a P_a^q \quad (4-5)$$

- (5) 他の試験片に対しても同様に、式 (4-3) をクリープ曲線にフィティングし、パラメータ A 、 B 、 α および破断パラメータ P_a を求める。この破断パラメータを求めるには破断ひずみ ε_r を定めることが必要である。今回、破断試験片の破断ひずみが約 30% であり、破断近傍ではひずみ速度が急激に大きくなることを考慮し、すべての丸棒材試験片においてひずみが 25% で破断するものと仮定した。破断ひずみ ε_r が多少ずれても、これは式 (4-4) で対数項に含まれるため破断パラメータ、つまり推定破断時間に与える影響は小さい。
- (6) 求められた破断パラメータとすでに破断試験片について (4) で求めておいた C_a と q を用いて式 (4-5) から各試験片の推定破断時間 t_r を求める。各試験片のクリープ時間 t を推定破断時間 t_r で割った値が推定寿命消費率 t/t_r である。

Fig.4-23 に上述の方法により求めた丸棒材の近似曲線、クリープ曲線及び推定破断時間の例を示す。この結果は応力 45MPa で 1810h で破断した試験片の場合である。実験値と近似曲線を見るとクリープ末期においてずれが生じている。破断パラメータ P_a を用いずに破断ひずみが 25% で破断するとした場合、推定破断時間は 2360h となり、長寿命側に推移する。破断時間は破断パラメータを用いたことにより、 $t_r=1980h$ (◆印) となりクリープ末期のずれは補正される。また応力 65MPa で 330h で破断した試験片では、破断時間は 359h (P_a 用いず)、335h (P_a 用いる) と推定された。応力 45MPa と同様にクリープ末期のずれは補正された。

Fig.4-24 に、Fig.4-20 のクリープひずみと時間の関係を、本手法で算出した推定寿命消費率を用いて整理した。Fig.4-20 に比べてばらつきも少なく、クリープひずみと推定寿命消費率との間に良い相関関係があることがわかる。特に 45MPa のデータに対しては、本手法の有効性がうかがえる。ただし、応力による違いは見られた。

Fig.4-25 に丸棒材の 65MPa と 45MPa での第 1 次モードにおける減衰係数と推定寿命消費率の関係を示す。減衰係数は初期にはほとんど変化はないが、推定寿命消費率が 40% 付近から 60% 付近まで増加した後、80% 付近まで低下する。さらに 80% を越えると再び増加する。減衰係数とひずみの関係 (Fig.4-22) と比較するとほぼ同様の傾向を示していることが分かる。しかし減衰係数とひずみの関係では、応力によってピークが出るひずみに違いが見られたが、減衰係数と推定寿命消費率の関係では、応力の値に関係なく寿命の 60% 前

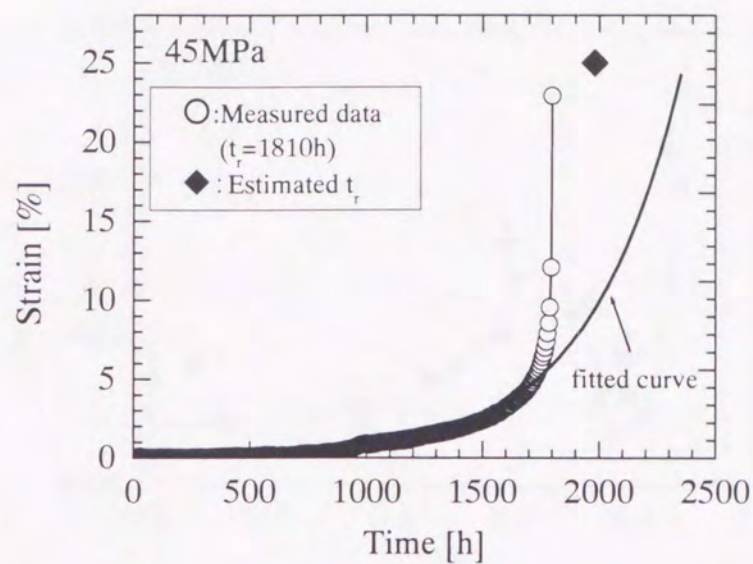


Fig.4-23. 実測値と推定値のクリープ曲線と推定寿命（連続試験法，応力：45MPa，温度：923K）.

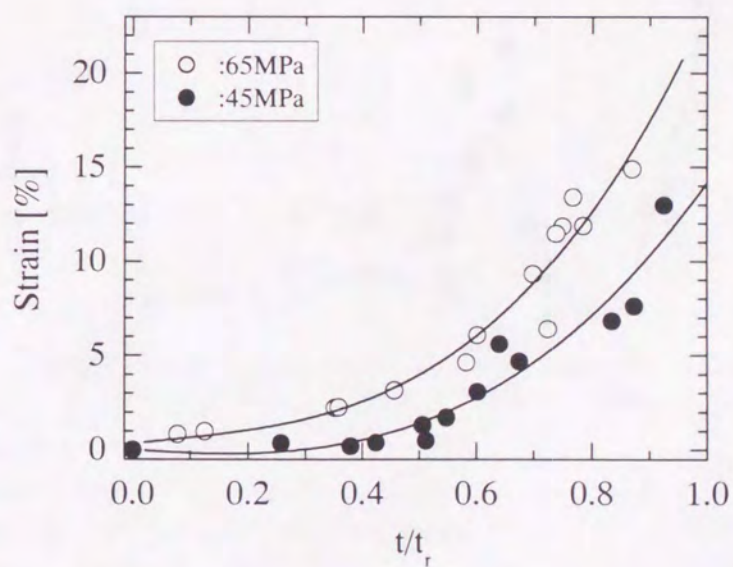
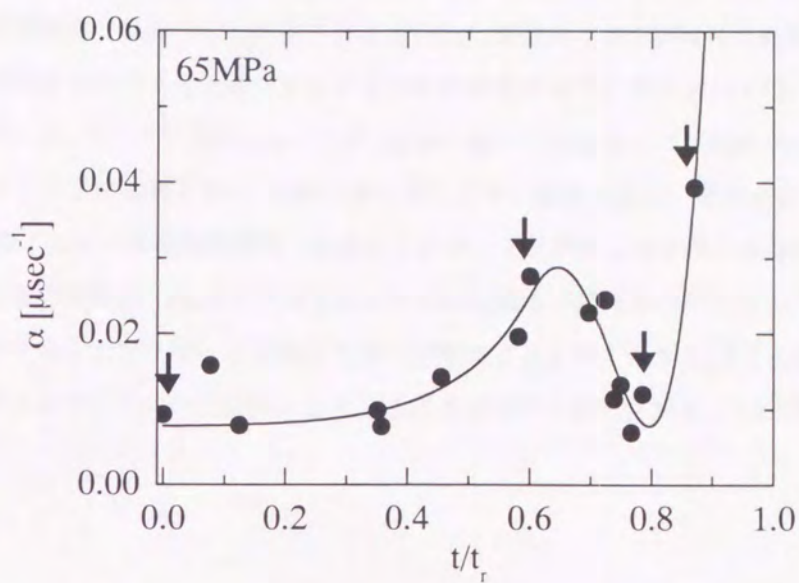
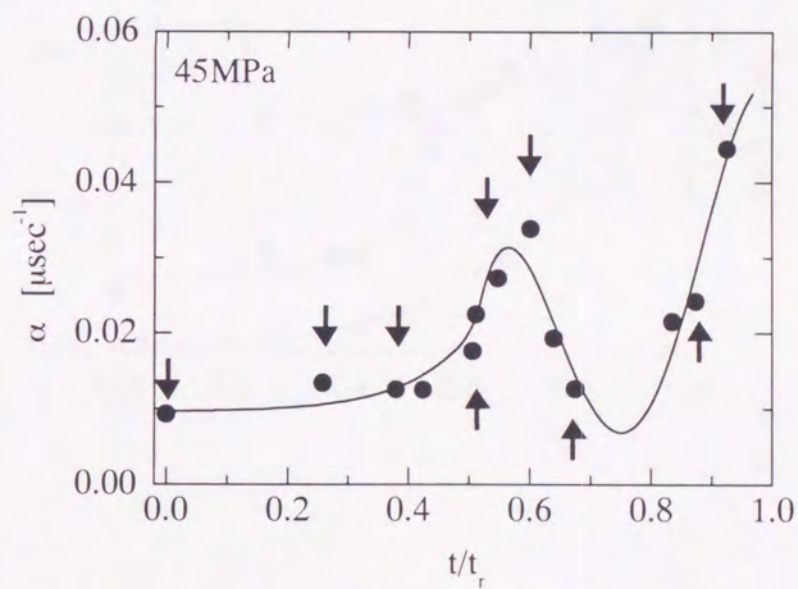


Fig.4-24. 推定寿命消費率とクリープひずみの関係（連続試験法，応力：65,45MPa，温度：923K）.



(a) 65MPa.



(b) 45MPa.

Fig.4-25. 推定寿命消費率と軸対称SH波の第1次モードの減衰係数の関係
(連続試験法, 応力: 65, 45MPa, 温度: 923K).

後でピークを示している。

中断試験法と連続試験法では、減衰係数が減少し始める時期および再び増加する時期に違いが生じている。中断試験法の変化 (Fig.4-17 および Fig.4-18) は連続試験法と比較すると変化の時期が多少早くなっている。これは、中断試験法では繰り返し荷重や計測毎の酸化膜除去により試験片の断面積が減少して真応力が高くなり損傷が加速されたと考える。また推定寿命消費率が80%付近においては、減衰係数がほぼ同等の最小値をとっている。クリープ末期においては、試験片間のくびれ等により試験片間の寿命のばらつきが特に大きく影響することから考えると、試験片間のばらつきに影響されない変化があると考えられる。Fig.4-26 に45MPaの第1次モードの減衰係数、音速比とクリープひずみと推定寿命消費率の関係を示す。この減衰係数および音速の変化は、Fig.4-17やFig.4-18の中断試験法の結果と同じである。減衰係数と音速変化を同時にモニターすることでクリープ損傷を的確に診断できると考えられる。また、連続試験法の試験片による内部組織観察により、クリープ進行にともなう超音波特性の要因を知ることができる。

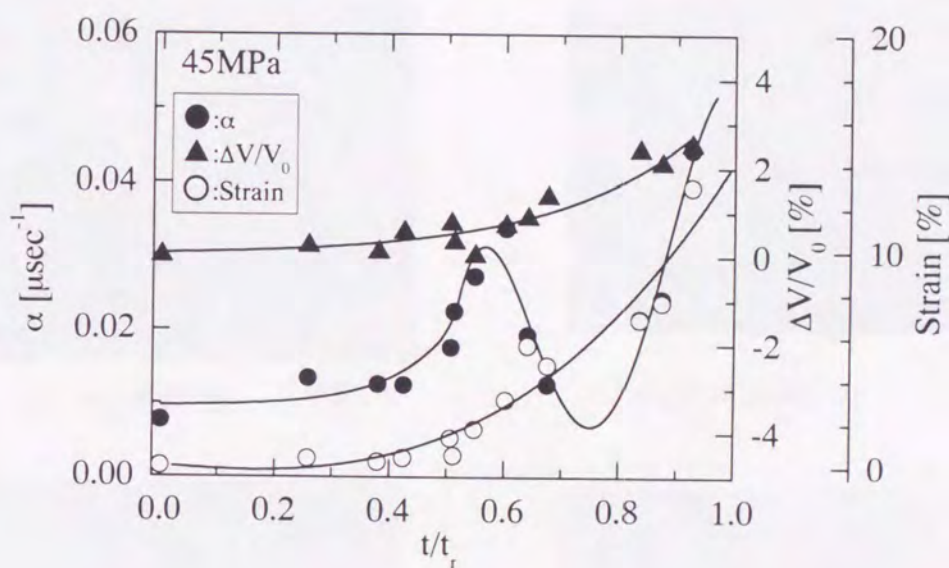


Fig.4-26. 軸対称SH波の第1次モードの減衰係数、音速、クリープひずみとクリープ時間および推定寿命消費率の関係 (連続試験法, 応力: 45MPa, 温度: 923K).

4.6 組織観察

内部組織の観察は、Fig.4-25において矢印で示した減衰係数の特徴的变化に対応する試験片を用いた。それぞれ未使用材、初期から中期にかけて減衰係数が極大値をとるピーク材($t/t_r=0.6$ 位)、中期から後期にかけての極小点を取る試料($t/t_r=0.7$ 前後)、破断に最も近い末期材($t/t_r=0.9$)である。TEMにより転位組織と炭化物を、SEMによりボイドと炭化物を、光学顕微鏡により結晶粒とき裂をそれぞれ観察した。

光学顕微鏡による観察結果の一例をFig.4-27に示す。初期と $t/t_r=0.6$ 付近のクリープ損傷材である。いずれもフェライト粒内に微細な析出物が分散した組織を示している。粒内の黒地は層状パーライトである。クリープ材(Fig.4-27(b)、(d))の方が、層状パーライトがやや少ないように見える。多数の顕微鏡写真をスキャナーでコンピュータに取り込み、各々の結晶粒の面積を測定し、結晶粒が球状であると仮定して平均直径を算出した。結晶粒径と推定寿命消費率の変化をFig.4-28に示す。いずれの応力においても結晶粒径は減少している。しかし、その減少量は $3\sim5\mu\text{m}$ 程度と小さい。 45MPa の $t/t_r=0.93$ において結晶粒が応力方向に伸びているのが観察されたが、それ以外の試料に、このような結晶粒の変形は見られなかった。

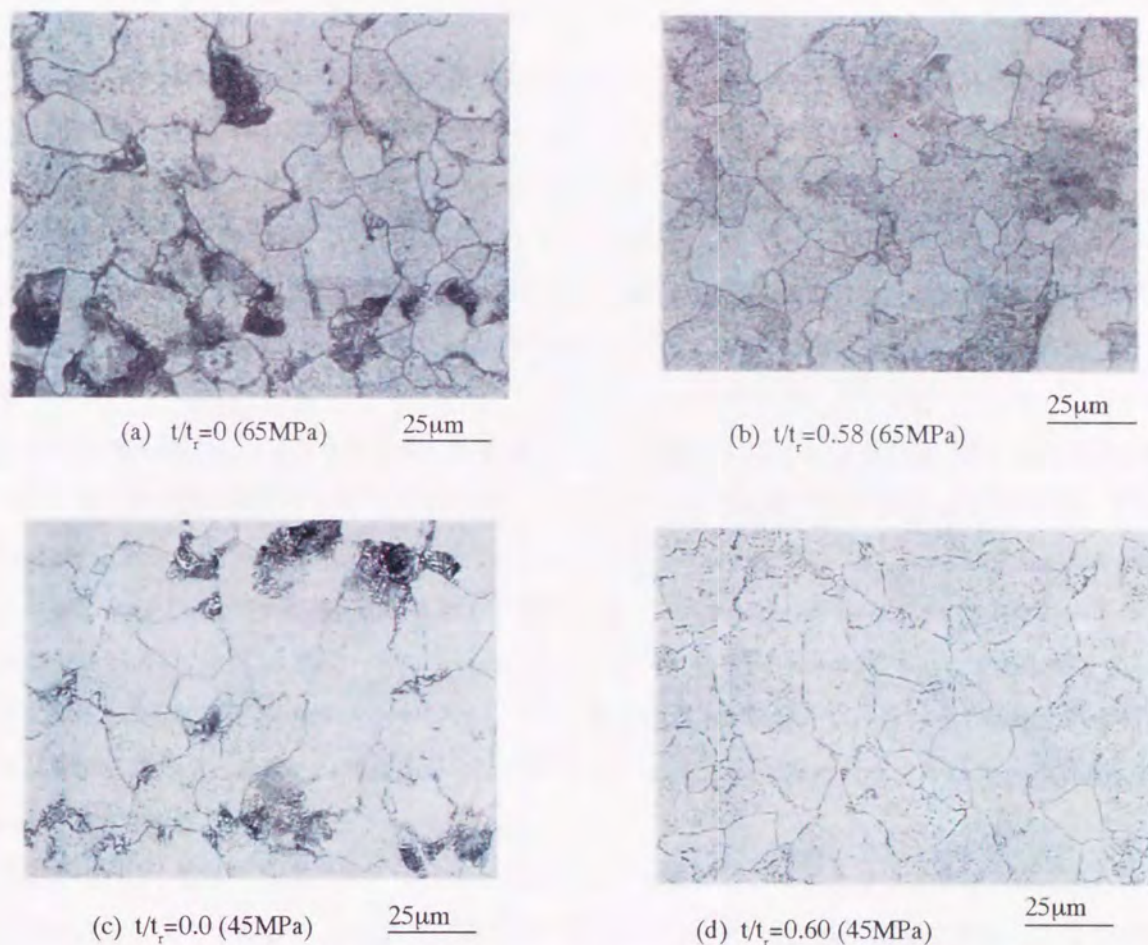


Fig.4-27. 光学顕微鏡による組織観察写真(クリープ試験前と推定寿命消費率0.6近傍, 連続試験法, 応力: 65, 45MPa, 温度: 923K).

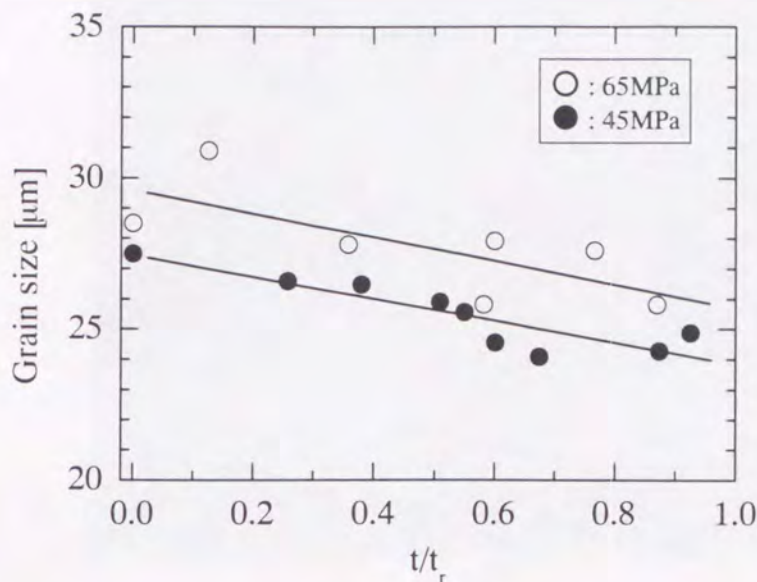


Fig.4-28. クリープによる結晶粒径の変化 (連続試験法, 応力: 65, 45MPa, 温度: 923K).

ポイドは、この一連の観察では見られなかった。Fig.4-29に65MPaにおいて破断した丸棒試験片を、Fig.4-30には、その破断面直下の光学顕微鏡観察結果を示す。くびれ部分では大量の粒界及び粒内にポイドが発生しており、それらが連結し、巨大なき裂を生じて破断に至ったことが分かる。また、結晶粒は引張り方向に細長く変形していることが分かる。しかし、推定寿命消費率 $t/t_r=0.87$ までは断面は減少しているものの、局部的なくびれが見られず。ポイドは観察されなかった。また、Fig.4-30で示したように結晶粒の変形はこれほど顕著ではなかった。これらの観察結果は破断直前で急にポイドが生成・連結し、結晶粒がのびたことを示唆する。

次に結晶粒内と結晶粒界に存在する炭化物およびポイドの観察を試みた。観察結果の一例をFig.4-31に示す。ここでも光学顕微鏡観察と同じ初期と $t/t_r=0.6$ 付近のクリープ損傷材(45MPaと65MPaにおいて)を示す。炭化物が初期から全域にわたって無数に分散していることが分かる。これはこの材料が析出炭化物の分散により強化されているためである。炭化物ではその大きさに大きな違いがある。粒界炭化物のエネルギー分散型X線分析装置(EDX)による成分分析を行った。EDXのビーム径は $1\mu\text{m}$ であった。その結果をFig.4-31に同時に示す。丸印内の炭化物の分析を行っている。炭化物は分析領域より小さいため母地の影響も含んでいる。分析結果では、粒界析出物は母地と比較してCr、Moを多く含んでいることが分かる。よってCr-Mo系の炭化物であると推定できる。

炭化物の大きさ、数密度を求めた。炭化物の大きさは、結晶粒径を求めたときと同様、顕微鏡写真をスキャナーでコンピュータに取り込み、各々の炭化物の面積を求め、それらを全て球形と仮定し半径を計算した。結果をそれぞれFig.4-32~Fig.4-33に示す。Fig.4-32(a)、(b)を見るとクリープ進行につれ、炭化物の大きさは単調に増加していることが分かる。これは、母相に固溶していた不純物が析出し、炭化物の凝集・粗大化が常に進行していることを示す。長時間クリープしている45MPaの方が65MPaの方にくらべ結晶粒界

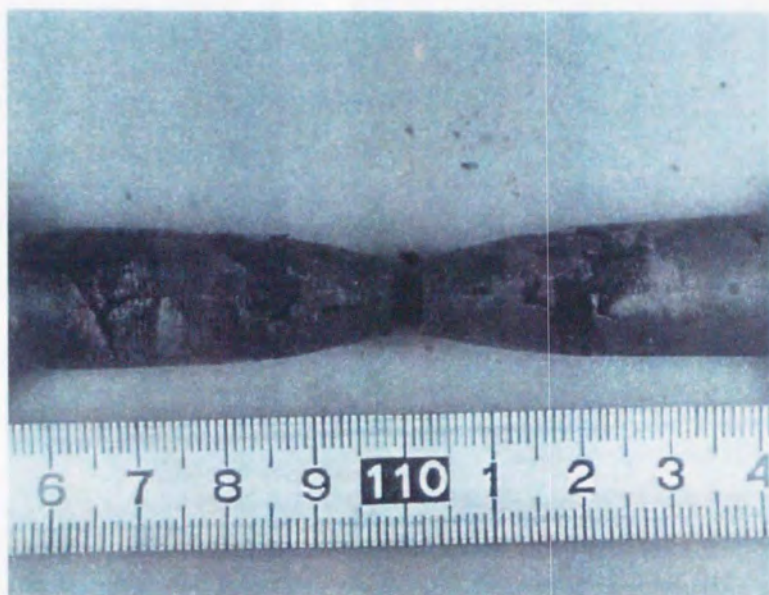


Fig.4-29. クリープ破断した試験片写真(応力:65MPa, 温度:923K).

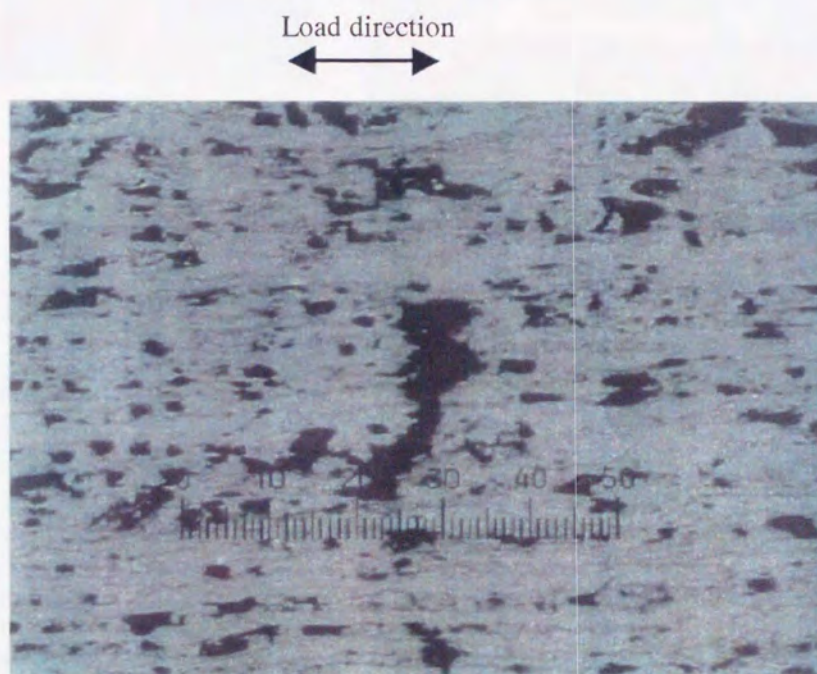
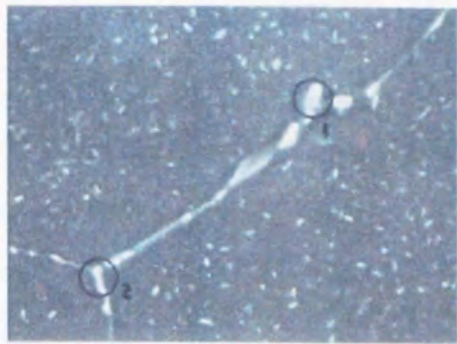
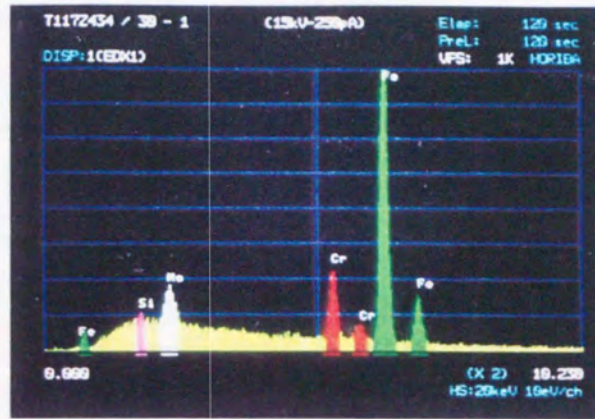


Fig.4-30. クリープ破断した試験片の光学顕微鏡写真(応力:65MPa, 温度:923K).

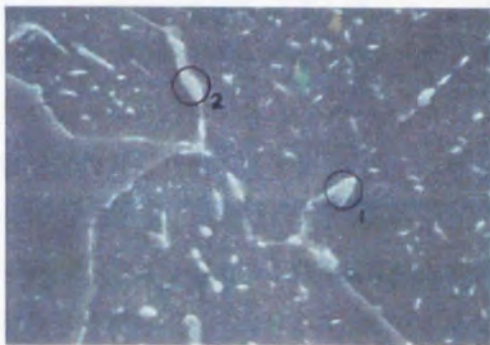


3μm

(a) $t/t_r=0$

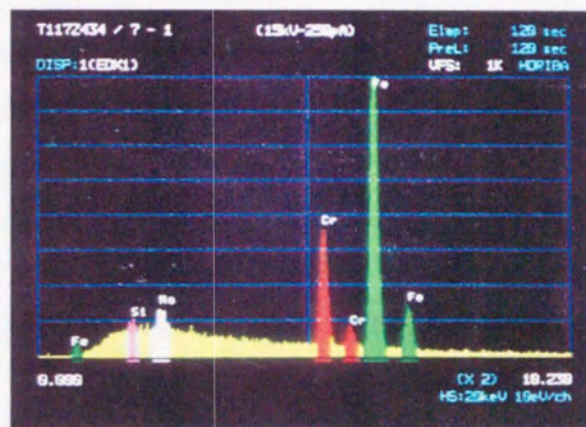


[1の部分の分析結果]

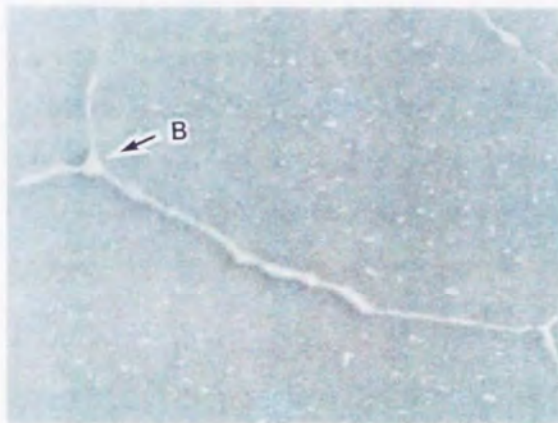


3μm

(b) $t/t_r=0.58\%$ (65MPa)

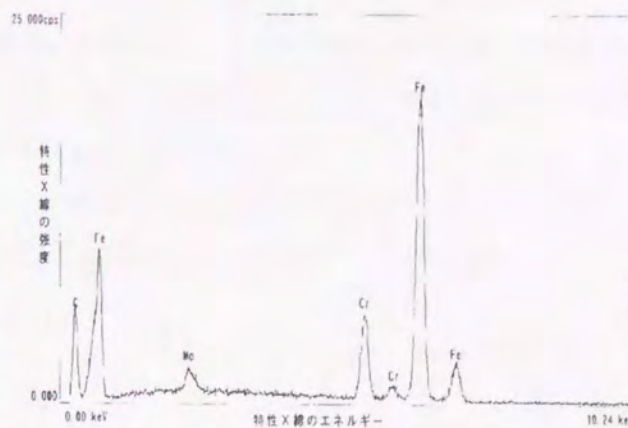


[1の部分の分析結果]



5μm

(c) $t/t_r=0.60$ (45MPa)



[Bの部分の分析結果]

Fig.4-31. SEMによる組織観察写真 (クリープ試験前と推定寿命消費率0.58,連続試験法,応力:65, 45MPa, 温度:923K).

での炭化物の粗大化は t/t_f に対してより早く進行する。Fig.4-33(a)、(b)において粒内の炭化物の数密度は寿命前半に増加した後、減少している。寿命前半では炭化物の凝集・粗大化が進行するものの、新たな炭化物の析出の影響が大きく、その結果数密度は増加する。しかし、ある程度析出が進行した後に、炭化物の凝集・粗大化が卓越し、炭化物の数密度は漸減すると考えられる。

最後に TEM 観察の代表的写真を Fig.4-34~Fig.4-43 に示す。Fig.4-34~Fig.4-37 が 65MPa、Fig.4-38~ Fig.4-43 が 45MPa でクリープ負荷を加えた試験片の TEM 写真である。これらの写真から、転位密度と転位線長さを求めた。転位線長さは、顕微鏡写真をスキャナーでコンピュータに取り込み、その画像上の長さを測定し、その平均値から求めた。転位密度の測定には Kch の方法 [59] を用いた。ただし、観察部の厚さを $0.2\mu\text{m}$ と仮定した [59]。TEM 観察を減衰係数 α の変化と対応つけた 5 つの段階に分け、その間の組織変化を述べる。

(1) 初期 (クリープ試験前 : Fig.4-34 及び Fig.4-38)

未使用材では転位密度は低く、粒内には $1\mu\text{m}$ 以下の棒状の炭化物にからんだ転位や自由な可動転位がわずかに見られた。粒界には最大で $2\mu\text{m}$ の炭化物が見られる。

(2) 前期 (α が増加し極大値を示す前まで : Fig.4-39)

クリープ変形が進むと、粒内の転位密度は増加し、粒内の炭化物に絡みついた転位が多く存在する。粒内の炭化物の数も寸法も増大する。

(3) α の極大値 (Fig.4-35 及び Fig.4-40)

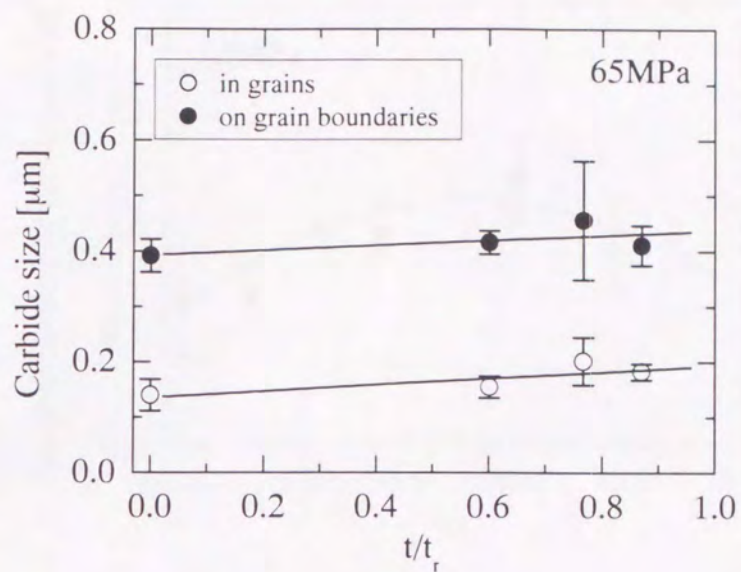
減衰係数が極大値を示す $t/t_f=0.6$ では、粒内の転位密度はさらに高くなり、粒内の炭化物に絡みついた転位線が多く見られる。粒内の炭化物の数も増え、寸法も大きくなり $1\mu\text{m}$ 以上のものも見られる。セル壁の形成が見られた (Fig.4-40(a) 中矢印)。また、炭化物の間隔が狭まっている。この狭まりはセル壁中の転位の平均間隔を狭めることになる。

(4) α の極小値 (Fig.4-36 及び Fig.4-41)

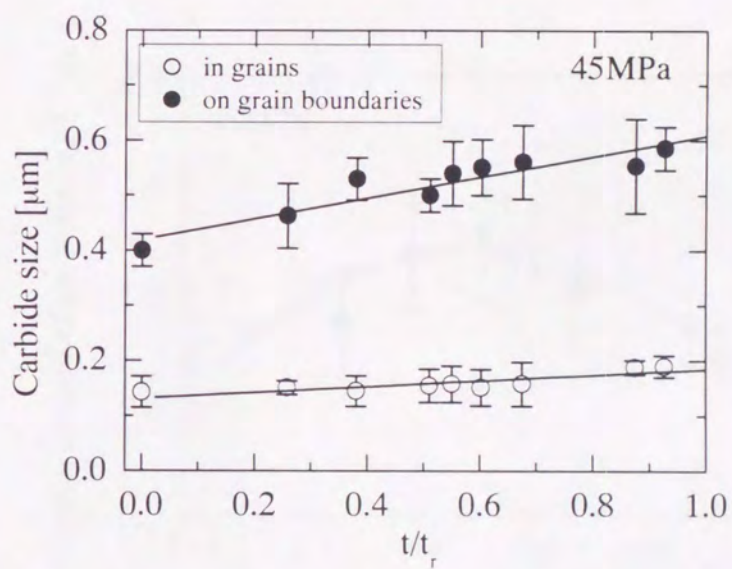
減衰係数が極小値を示す $t/t_f=0.67\sim 0.77$ 付近では、粒内の転位密度は低下し、炭化物に絡みついた転位線も少なかった、それに対してセル壁周辺の転位密度は高くなり、セル壁も明確になってきた。(Fig.4-41)。セル組織からサブグレイン組織へ移行していている。炭化物の間隔は、 $t/t_f=0.6$ 付近より広がっている。

(5) 末期 (α の極小値から破断近くまで : Fig.4-37 及び Fig.4-42~Fig.4-43)

クリープ末期 $t/t_f=0.87\sim 0.93$ では、サブグレイン内の転位密度は増大していく。転位線も長くなっている。また炭化物に絡みついた転位も増加している。サブグレインが細分化されている (Fig.4-43)。

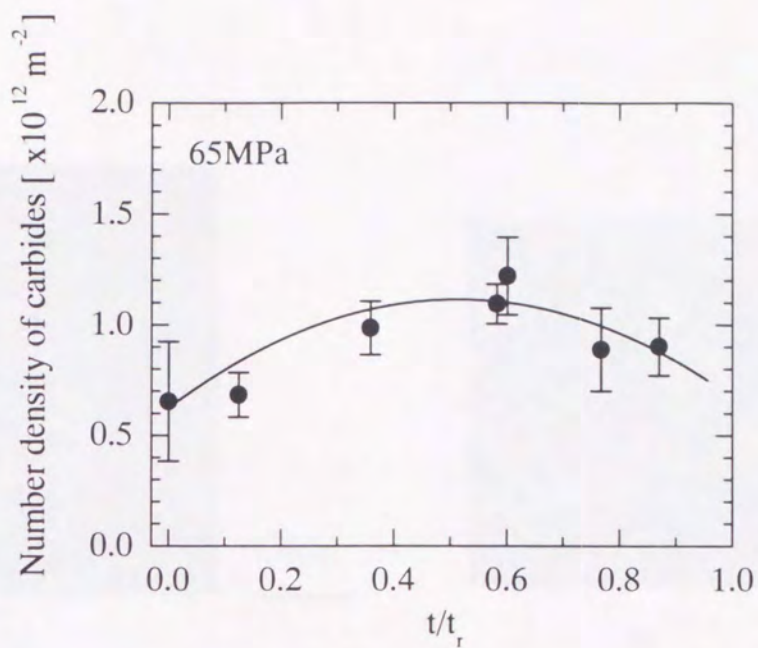


(a) 65MPa.

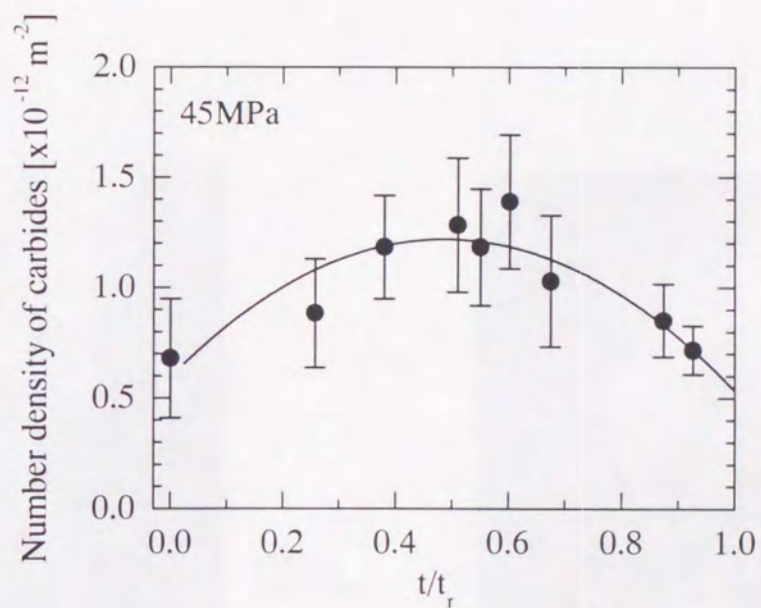


(b) 45MPa.

Fig.4-32. クリープ中の炭化物の大きさの変化 (連続試験法, 応力: 65, 45MPa, 温度: 923K)

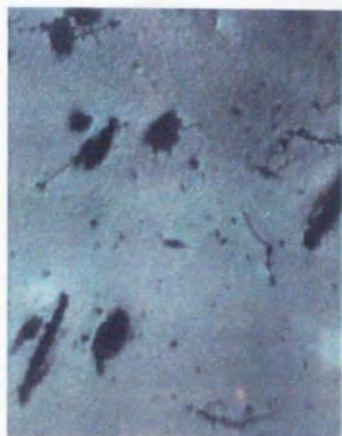


(a) 65MPa.

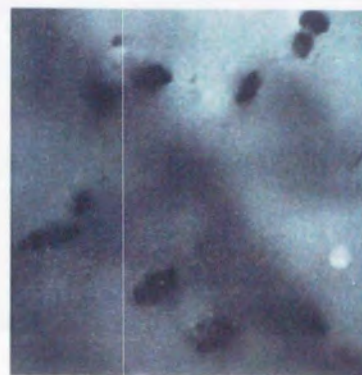


(b) 45MPa.

Fig.4-33. クリープ中の炭化物の数密度変化 (連続試験法, 応力: 65, 45MPa, 温度: 923K).



(a)



(b)

Fig.4- 34. TEMによる組織観察写真 (クリープ試験前).



(a)



(b)

Fig.4- 35. TEMによる組織観察写真 ($t/t_r=0.60$, 連続試験法, 応力: 65MPa, 温度: 923K).



(a)



(b)

Fig.4-36. TEMによる組織観察写真 ($t/t_r=0.77$, 連続試験法, 応力: 65MPa, 温度: 923K).



(a)



(b)

Fig.4-37. TEMによる組織観察写真 ($t/t_r=0.87$, 連続試験法, 応力: 65MPa, 温度: 923K).

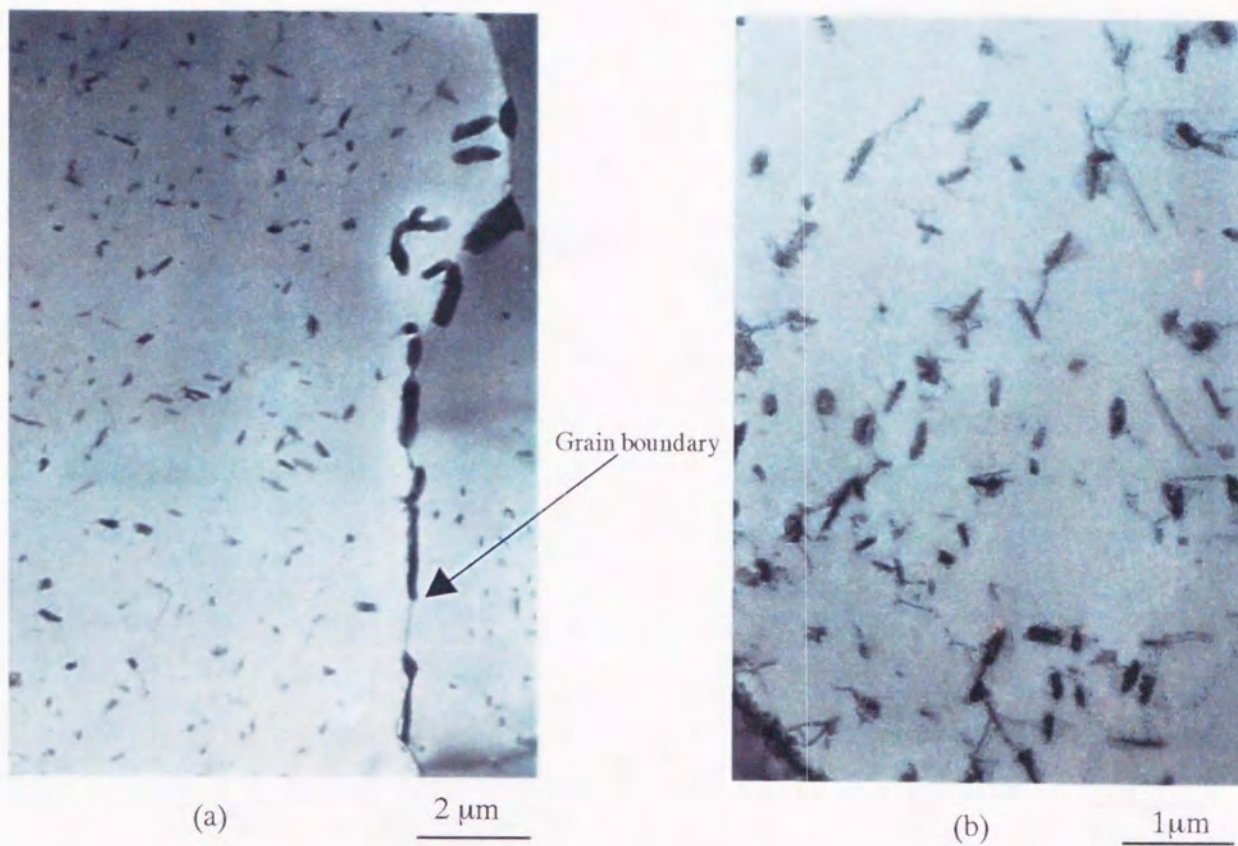


Fig.4-38.TEMによる組織観察写真（クリープ試験前）.

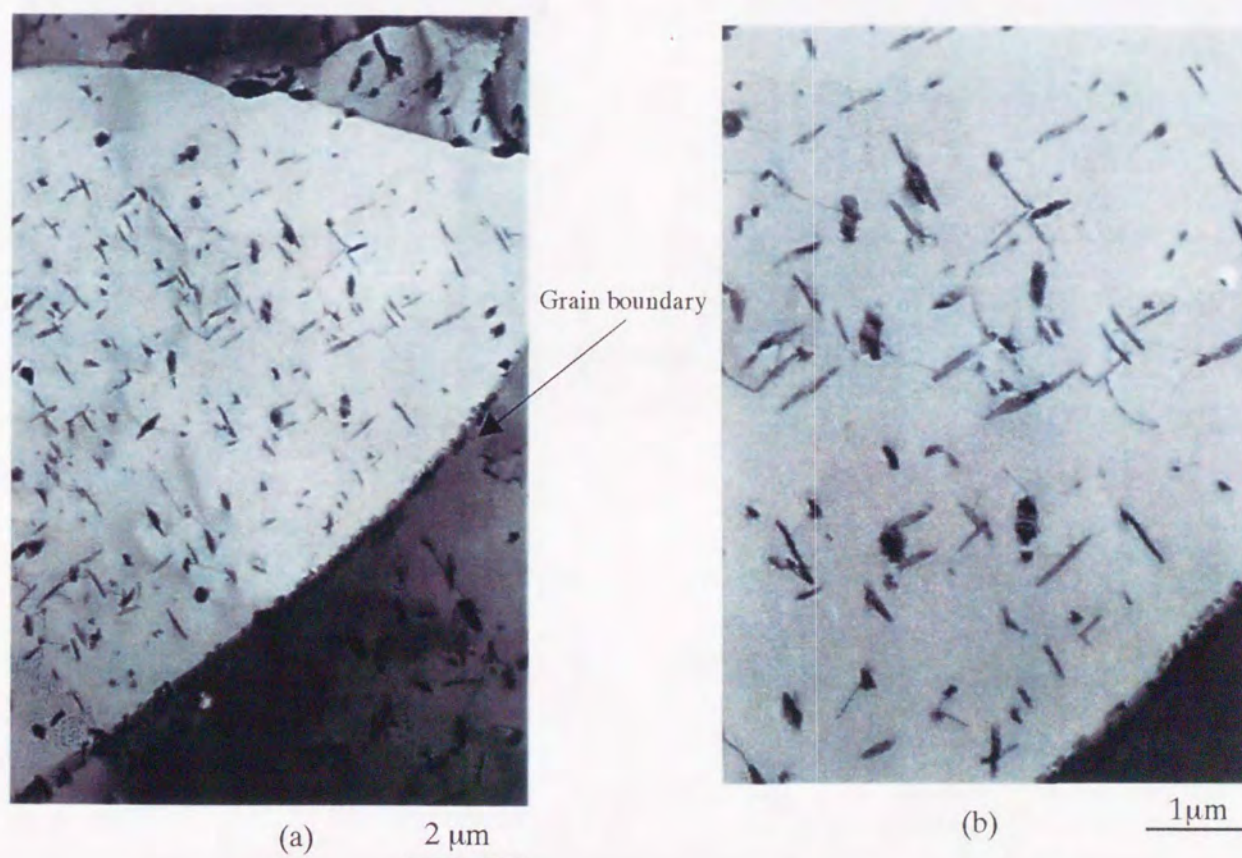


Fig.4-39. TEMによる組織観察写真 ($t/t_r=0.38$, 連続試験法, 応力: 45MPa, 温度: 923K).

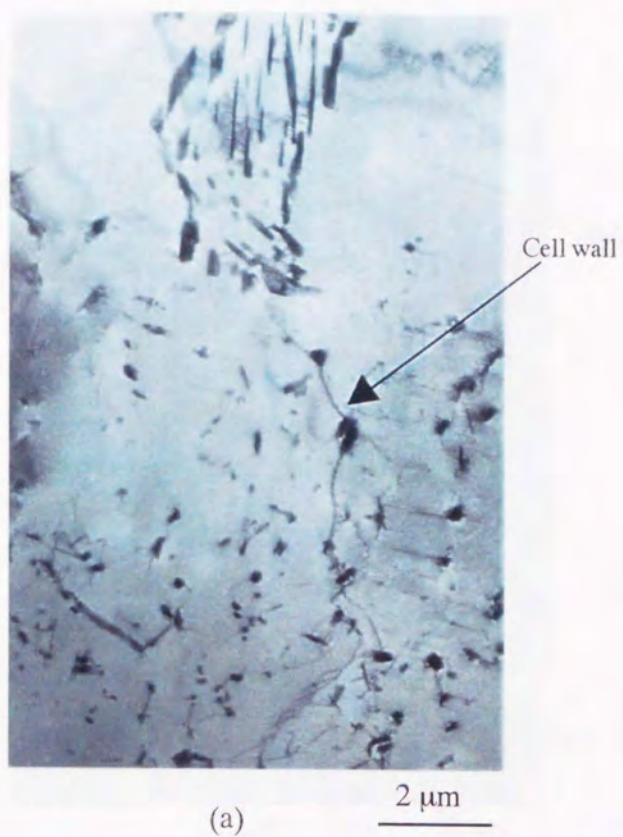


Fig.4- 40. TEMによる組織観察写真 ($t/t_r=0.60$, 連続試験法, 応力: 45MPa, 温度: 923K).

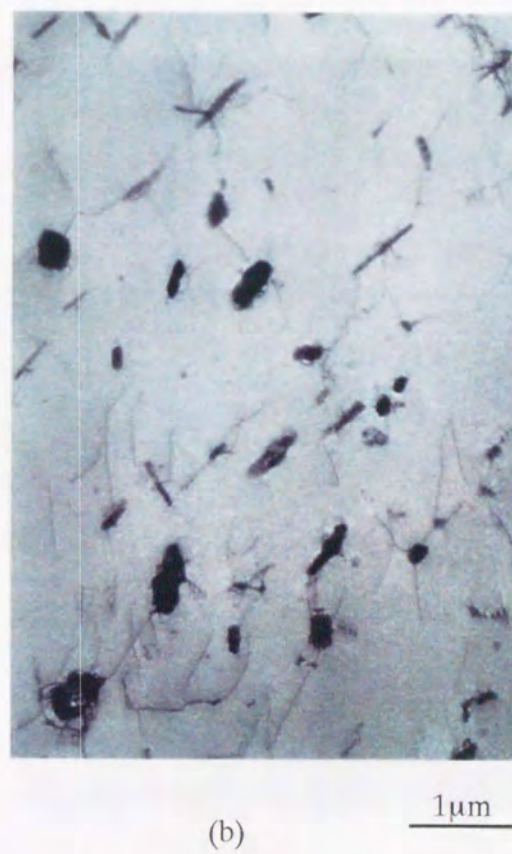
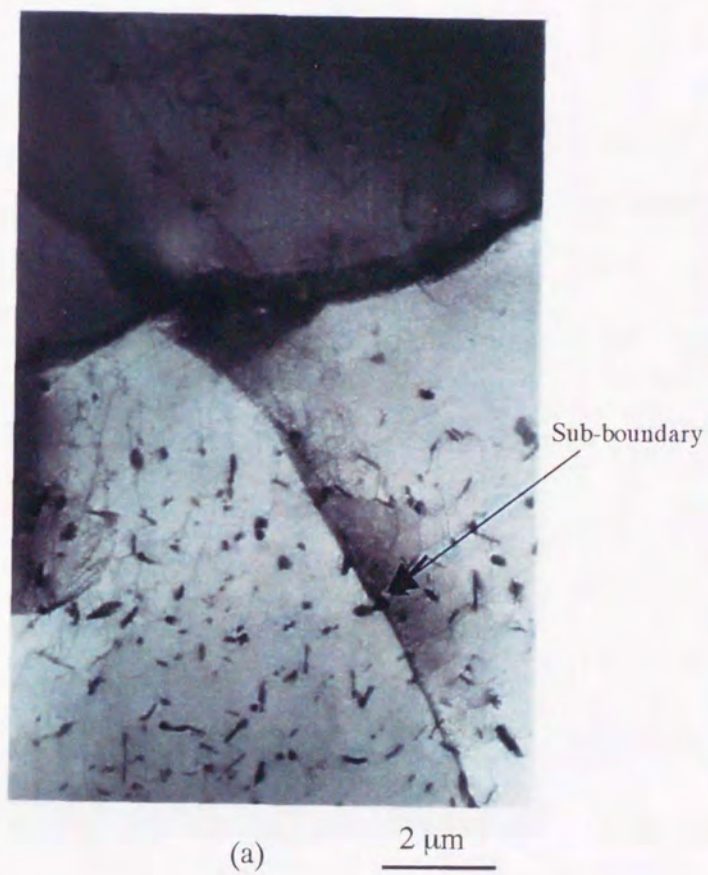


Fig.4- 41. TEMによる組織観察写真 ($t/t_r=0.67$, 連続試験法, 応力: 45MPa, 温度: 923K).

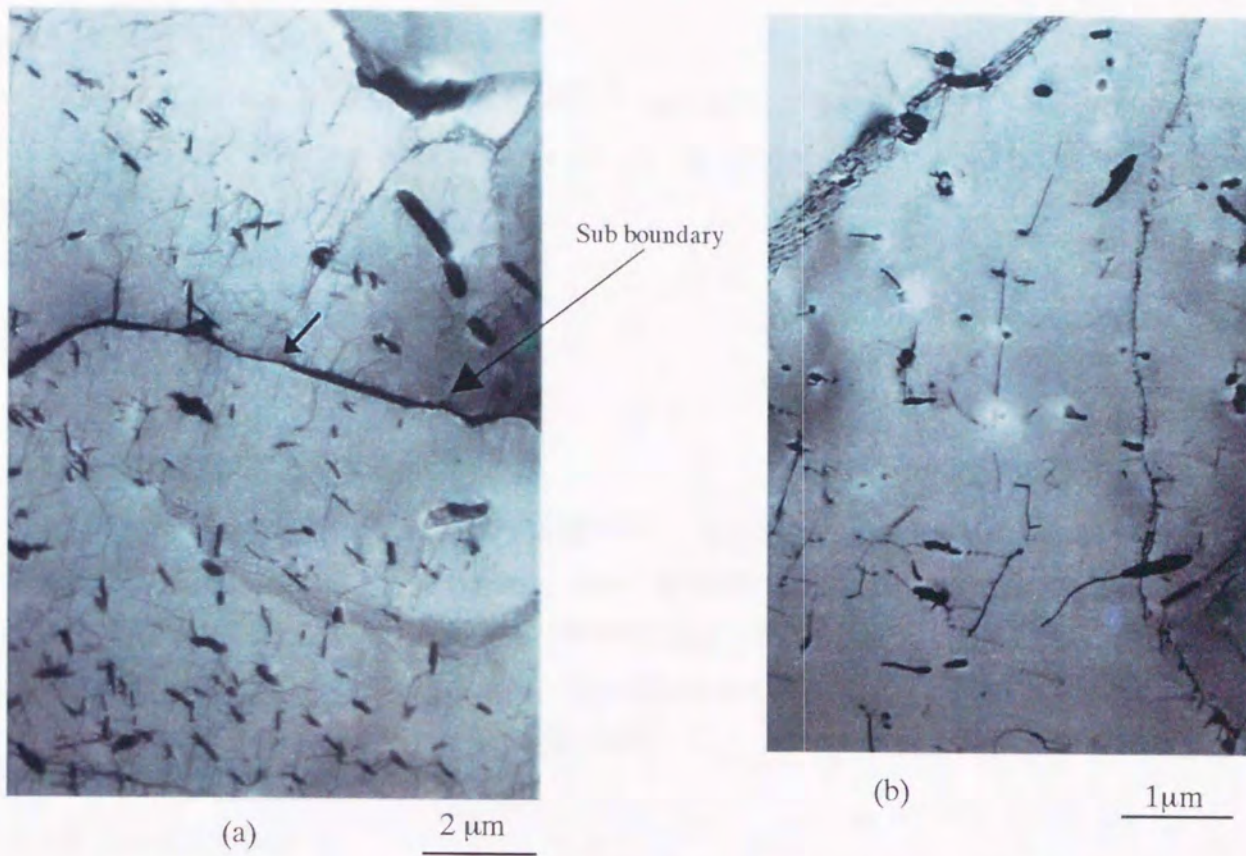


Fig.4-42. TEMによる組織観察写真 ($t/t_f=0.87$, 連続試験法, 応力: 45MPa, 温度: 923K).

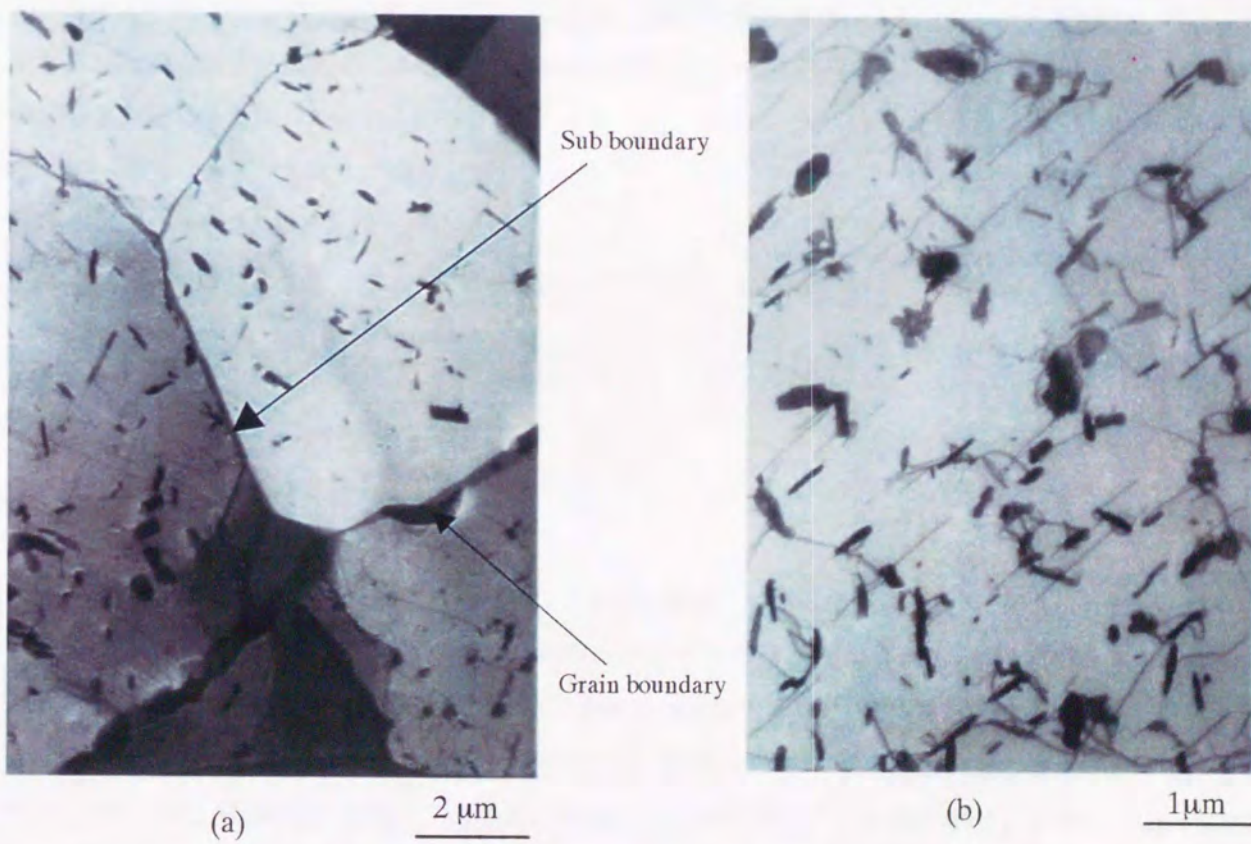


Fig.4-43. TEMによる組織観察写真 ($t/t_f=0.93$, 連続試験法, 応力: 45MPa, 温度: 923K).

4.7 組織変化と減衰係数

クリープ損傷にともなう多様な組織変化の中から、減衰係数に影響を及ぼす因子を取り上げ、下記の影響する組織因子それぞれについて定量的検討をした。ボイドや微小き裂はごく末期以外で発生していなかったのを除く。

- 1) 結晶粒界による散乱
- 2) 析出物による散乱
- 3) 転位による吸収

4.7.1 結晶粒界による散乱

Fig.4-28からクリープの進行とともに結晶粒径は小さくなっていた。その減少量は3~5 μm ほどであった。結晶粒径が、超音波の波長に比べて十分小さい時は、結晶粒界での散乱は式(3-1)で表される[53]。この式に $S=2.25 \times 10^{-10} \mu\text{sec}^3/\mu\text{m}^3$ [32]とクリープ前の状態の平均結晶粒径 $D=30\mu\text{m}$ 、周波数 $f=4.0\text{MHz}$ を代入して減衰係数を計算すると $\alpha=1.56 \times 10^{-3} \mu\text{sec}^{-1}$ となり、これは実測値より一桁以上小さい。よって結晶粒による散乱の減衰係数への寄与は小さく、粒径変化の効果も無視してよい。

4.7.2 析出物による散乱

EDXによる母材および析出物の炭素を除く元素分析結果をTable4-2に示す。EDXのビーム径が1 μm のため、析出物の分析結果には母材中のFeの影響が含まれている。炭化物を2.25Cr-1Mo鋼で発生するCr系の炭化物の一種である M_{23}C_6 と仮定し[70]、Table4-2の成分比から密度 $\rho=6.2 \times 10^3 \text{kg/m}^3$ を求めた。炭化物からの散乱による減衰係数を求める場合に、炭化物の弾性定数が必要であるが、確定できないのでつぎの4つの場合を仮定して計算した。

(a)弾性定数E、ポアソン比 ν が母相と同じ。

$$E=213\text{GPa}, \nu=0.3, \rho=6.2 \times 10^3 \text{kg/m}^3;$$

(b)E、 ν がCrと同じ。

$$E=235\text{GPa}, \nu=0.3, \rho=6.2 \times 10^3 \text{kg/m}^3;$$

(c)E、 ν 、 ρ がCrと同じ。

$$E=235\text{GPa}, \nu=0.3, \rho=7.19 \times 10^3 \text{kg/m}^3;$$

(d)E、 ν 、 ρ がMoと同じ。

$$E=340\text{GPa}, \nu=0.3, \rho=1.02 \times 10^4 \text{kg/m}^3;$$

散乱体の大きさは $a=10, 5, 1\mu\text{m}$ とした。その大きさは観察している超音波の波長(>0.3mm)より十分小さいので、Rayleigh散乱が生じると考えられ、減衰は式(3-2)~式(3-5)で表される[53]。計算結果をTable4-3に示す。炭化物による散乱では散乱体の大きさ、体積分率は当然として、弾性定数と密度も大きな影響をおよぼす。散乱体がCrの弾性定数を持つと仮定した炭化物(b)のとき、最も大きい α の値が得られた。ここでは、散乱における減衰係数の影響をみるため、炭化物(b)を散乱体とし、体積分率が $q=0.00001 \sim 0.01$ 間の減衰係数を計算した。計算の上限は従来までの定量的検討結果[71-75]から推定した。その結果をFig.4-44に示す。SEM観察から析出物の大きさは2 μm 程度であったが、Fig.4-44の結果で析出物径 $a=2\mu\text{m}$ に対して

Table 4-2. 母材と析出物の化学組成 (炭素を除く) (質量 %).

	Si	Cr	Mn	Fe	Mo
Matrix	0.5	2.3	0.1	95.8	1.3
Precipitation	0.375	10.5	0.8	84.0	4.41

Table 4-3. 異なる散乱源から散乱による減衰係数の計算.

α [μsec^{-1}]	(a) Carbide A		(b) Carbide B		(c) Cr		(d) Mo	
	$q=0.1$	$q=0.01$	$q=0.1$	$q=0.01$	$q=0.1$	$q=0.01$	$q=0.1$	$q=0.01$
$a=10\mu\text{m}$	2.161×10^{-5}	2.161×10^{-6}	3.010×10^{-5}	3.010×10^{-6}	2.208×10^{-5}	2.208×10^{-6}	1.590×10^{-5}	1.590×10^{-6}
$5\mu\text{m}$	2.701×10^{-6}	2.701×10^{-7}	3.762×10^{-6}	3.762×10^{-7}	2.760×10^{-6}	2.760×10^{-7}	1.987×10^{-6}	1.987×10^{-7}
$1\mu\text{m}$	2.161×10^{-8}	2.161×10^{-9}	3.010×10^{-8}	3.010×10^{-9}	2.208×10^{-8}	2.208×10^{-9}	1.590×10^{-8}	1.590×10^{-9}

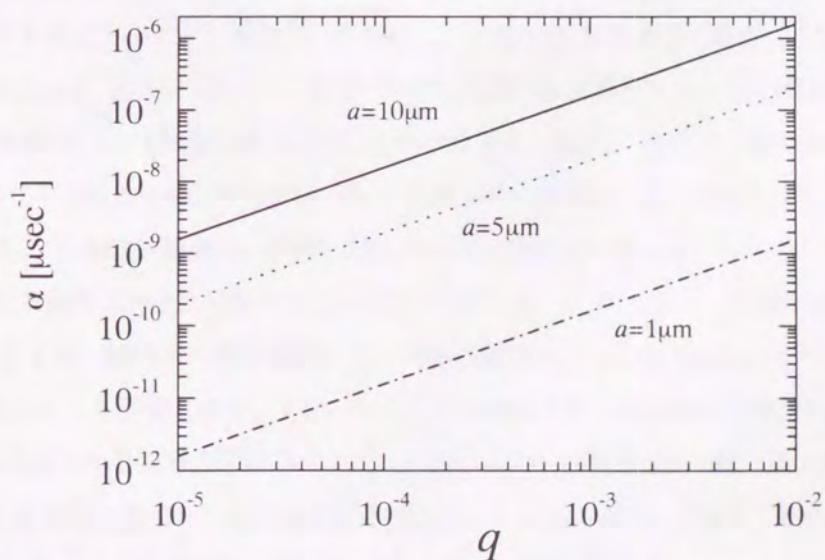


Fig.4-44. 炭化物からの散乱のシュミレーション (炭化物 (b)).

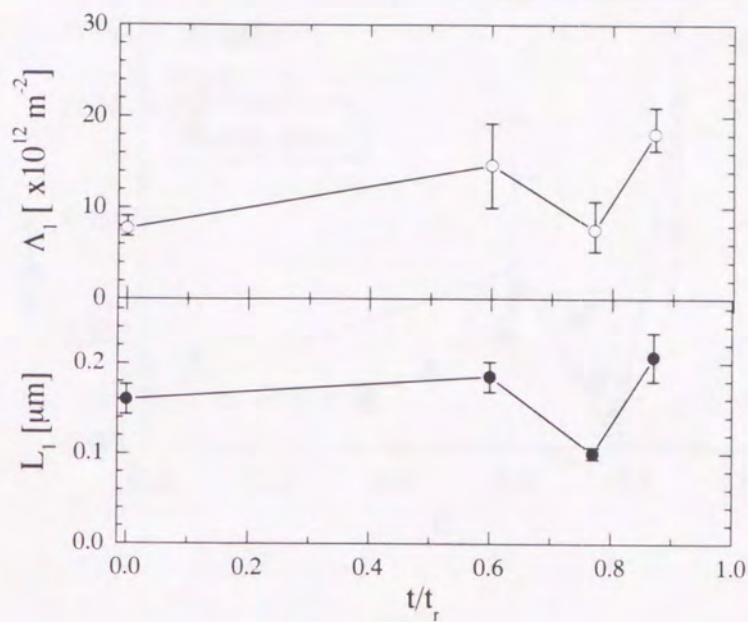
$\alpha=0.01\mu\text{sec}^{-1}$ になるには、炭化物の体積分率が100%を超え現実的でない。それゆえ、炭化物のクリープ損傷に伴う減衰係数変化への寄与は小さい結論できる。

4.7.3 転位による吸収

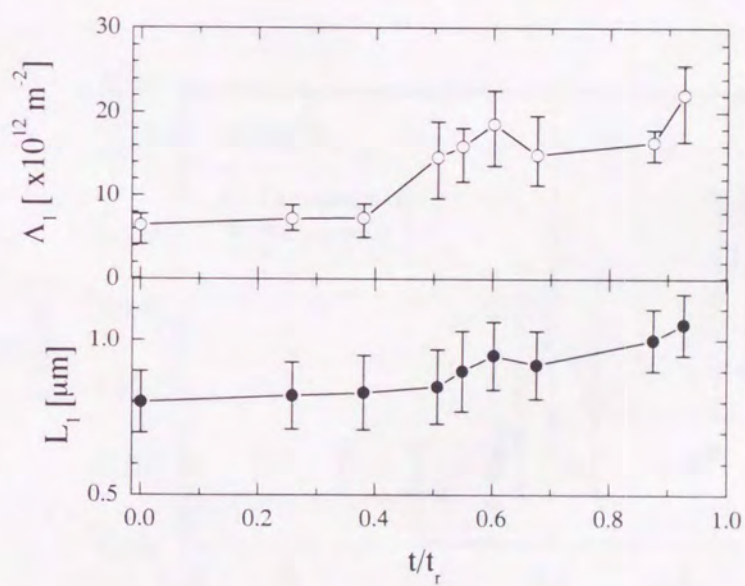
第3章で示したように転位による吸収はGranatoとLückeの弦モデルを用いると、減衰係数は式(3-14)で表される。注意すべきことは、式(3-14)がすべての転位を対象としているわけではなく、超音波のようなごく低い応力に対しても振動できる可動転位だけを対象にしていることである。したがって、結晶粒界に拘束されている転位などは、 α に貢献できない。転位長さと超音波の波長との間には 10^4 程度の相違があり、直接一本の転位を超音波によって検出することはできない。しかし、転位は金属内に大量に存在するため、それらの構造変化が超音波の伝ば領域全体にわたって起こった場合式(3-14)により可動転位の平均の密度と長さを評価することが可能である。実際、電磁超音波共鳴で測定した減衰係数は、多結晶の純銅や純アルミニウムの弾性変形[64,65]や疲労過程[34]にともなう敏感に変化し、それにより金属内で起こる転位構造の変化を説明できることが明らかとなっている。金属のクリープ変形においても、転位組織に大きな変化が生じることから本研究の減衰係数の変化がこれを反映していることは十分に考えられる。

Fig.4-45(a), (b)に、TEM観察から求めたクリープ進行にともなう結晶粒内の転位の平均密度 Λ_l と平均転位線長さ L_l の変化を示す。ここで対象とした転位は、粒界やサブバウンダリーに堆積した転位ではなく、結晶粒内の炭化物や他の転位に釘付けされた転位および可動転位だけである。なぜならば、これらの転位こそが減衰変化の主要因となり得るからである。クリープ開始前の転位密度は 10^{12}m^{-2} オーダーである、これは良く焼鈍した低炭素鋼一般に見られる転位密度である[69]。 Λ_l と L_l はTEM写真から求めた結晶粒内の炭化物や他の転位に釘付けされた転位および可動転位の密度と平均長さであり、 Λ と L は式(3-14)の点欠陥に釘付けされた転位の密度 Λ と平均長さ L である。 Λ_l は $t/t_f=0.6$ まで増加し、その後 $t/t_f=0.8$ まで減少している、そしてその後破断まで増えている。また L_l も $t/t_f=0.6$ まで一定またはわずかに増加し、 $t/t_f=0.8$ 位まで減少、その後破断まで増加する。また $t/t_f=0.6$ での Λ_l は $t/t_f=0$ での Λ_l での4倍近くに増大しているが、 L_l では1.5倍程度しか増えておらず、測定データのばらつきを考えるとほぼ一定と見てもよいと考えられる。このTEM観察による L_l と Λ_l を用いて、式(3-14)から減衰係数を算出した。その結果をFig.4-46(a), (b)に示す(○印)。また図中には実測値の減衰係数 α も併せて示す(●印)。ここで、剛性率 $G=80.8\text{GPa}$ 、 α 鉄(b.c.c.)のバーガースベクトル $b=2.48\times 10^{-10}\text{m}$ [59]、角周波数 $\omega=24.50\times 10^6\text{sec}^{-1}$ ($f=3.9\text{MHz}$ 、第1次モード)、ポアソン比0.3を用いた。比粘性係数 B は、未使用材において減衰係数が測定値と等しいと仮定し推定した。

Fig.4-46の計算値を実測値と比較するためには、 $\Lambda_l \propto \Lambda$ 、 $L_l \propto L$ という関係が必要である。つまり、式(3-14)中の Λ と L は、超音波の微小振幅においても可動な転位に対するものであり、TEM観察によって得た Λ_l と L_l には必ずしも一致しない。すなわち、TEMで観察された孤立転位が実際に超音波により振動できる転位であるかどうかを知る方法はなく、また孤立転位の転位線上には一般に点欠陥が吸着・釘付けしている。超音波によって振動できる転位長さ L は隣り合う点欠陥の距離に相当し、転位の全体の長さ L_l よりも小さいからである。しかし、堆積していない転位であれば超音波によって振動しない理由はなく、また、転位を釘付けする点欠陥同士の相互作用を考えると、長い転位線ほど隣り合う点欠陥の距離が広がると考えられる。Fig.4-46を見ると計算値 α の変化は実測値 α の変化とよく対応している。上の仮定の妥当性を示すと

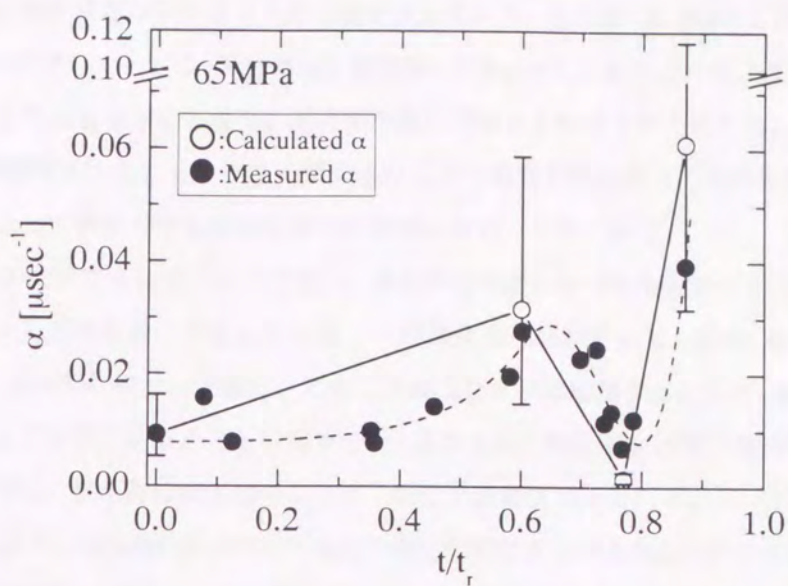


(a) 65MPa.

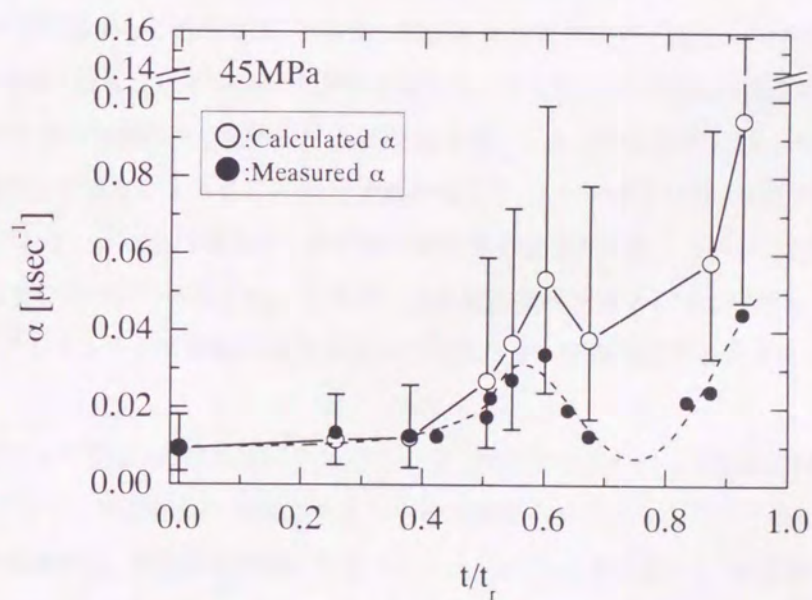


(b) 45MPa.

Fig.4-45. クリープ進行による可動転位の平均密度 Λ_1 と平均転位線長さ L_1 の変化 (連続試験法, 応力: 65, 45MPa, 温度: 923K).



(a) 65MPa.



(b) 45MPa.

Fig.4-46. クリープ進行による減衰係数の変化の計算値 α と実測値 α の比較
(連続試験法, 応力: 65, 45MPa, 温度: 923K, 第1次モード).

ともに、減衰係数変化の主要因が転位の振動によるエネルギー吸収であることを強く裏付ける結果である。しかし、絶対値は計算値の方がかなり大きな値を示している。これは、式(3-14)において減衰係数の変化には L の方が影響が大きいことから、計算値 α と実測値 α の違いは L_j の値の違いによると思われる。またTEM写真から転位長さや密度を求める場合、試料製作時に消滅する転位も考えられる。

今までの組織観察をもとにしたクリープの進行に伴う減衰と組織変化の関係をFig.4-47にまとめる。減衰係数の変化によって特徴づけられるの四つの段階に区切ってまとめる。

(I) 初期には粒内の転位密度は高いものでない。炭化物は小さいものの初期からかなりの量が存在する。存在する転位はほとんどが乱雑に分布している。一部炭化物に絡んでいるものの、転位どうしの交差は少ない(Fig.4-47(a))。基本的にクリープ進行とともに単調にひずみは増加することは、転位の増殖・運動が破断に至るまで連続して起きていることを意味する。つまり全体の転位密度は常に増加する。しかし、クリープ変形の初期段階では、炭化物の析出効果により、転位の運動は抑えられる。このことはTEM観察(Fig.4-39(b))に見られるように炭化物に絡みつたり転位や炭化物間にまたがる転位が多く存在することから分かる。Fig.4-34より炭化物間の距離は、この段階で減少し、これが転位の釘づけに寄与する。つまり、転位の増殖と炭化物による転位運動の抑制が釣り合った状態が寿命の40%付近まで続く。その結果、減衰係数に大きな変化は見られない。

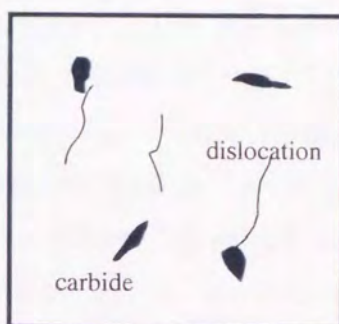
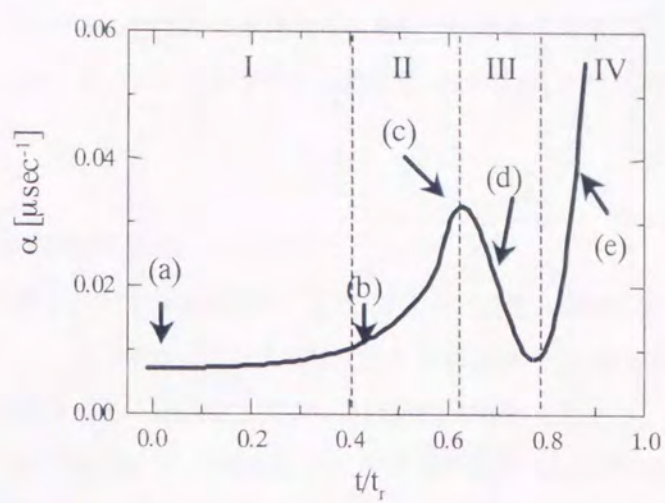
(II) 寿命の40%を超えると、Fig.4-33にも示すように炭化物の析出効果が飽和するようになり、転位の増殖と運動の方が顕著になるため、転位密度と転位線長さは急増する。その結果、減衰係数は増加する(Fig.4-47(b))。この段階では、セル壁の形成の前段階と思われる転位の絡み合いが見られる(Fig.4-47(c))。減衰係数が極大値に達するまでのクリープひずみは3%程度であり、寿命は50%になる。

(III) 定常クリープに達するこの段階は、セル壁が形成されサブグレイン組織への移行段階にあたる(Fig.4-47(d))。転位がセル壁に吸収されて可動転位密度が減少し、セル壁内の平均転位間隔 l_d も狭くなっていく。これが他の転位から受ける抵抗力(内部応力) τ を増加させ、これが加工硬化と対応する。一方、サブグレイン内では、転位の上昇運動により転位の相互消滅が起こり、 l_d が大きくなり τ は低下する。これが回復と対応する。サブグレイン内の l_d の増加は、炭化物の数密度の低下と一致する。この加工硬化と回復のバランスした状態が定常クリープである[76]。この間、全転位密度やサブグレイン壁の転位密度は飽和して一定に保たれ、サブグレイン内の可動転位密度の減少は定常クリープ段階に至るまで続く。その結果、減衰係数は低下する。

(IV) この段階では炭化物は、合体して粗大化していき、炭化物密度の低下や炭化物間間隔の増加が起こる。この結果、サブグレイン内の転位の増殖が始まり全転位密度やサブバウンダリーの転位密度、サブグレイン内の転位密度は増加する。また炭化物間にわたっている転位の合体が進行し、転位線長さが増加する(Fig.4-47(e))。そして減衰係数は急増する。粗大化した炭化物はもはや転位の釘づけ因子として働かず、むしろフラクリード源のように、転位の増殖源になり、破断に至るまで転位を増殖し続ける。

丸棒材の連続試験法では以上の組織変化が起こり、減衰係数変化と対応していることが明らかになった。

その後の変形が進行して最終的には破壊に至るが、破断部近傍ではくびれが発生するため(Fig.4-29参照)、減衰係数の計測はできない。くびれ部にはFig.4-30に示したように多くのポイドが粒界や粒内に発生している。これらが連結して巨視き裂を生じさせて破断に至ったと考えられる。多くの結晶粒が荷重方向に



(a)



(b)



(c)



(d)



(e)

Fig.4-47. クリープ進行による炭化物および転位組織の変化の模式図.

伸びている。このようなくびれやボイドの発生は寿命の90%位までは組織観察では見られなかった。このことからこれらの発生は寿命の90%以上の段階で急激に生じたと考えられる。過度に転位が堆積した粒界や析出物の高応力部分から微小なボイドやき裂が発生し、この結果、くびれ部から破断に至ったと考えられる。

4.8 負荷応力と減衰係数変化

連続試験法の丸棒試験片に対する組織観察により、クリープ損傷の進行にともなう減衰係数の変化は転位組織の変化に支配されていることが分かった。ここでは、中断試験法と連続試験法における相違や応力による違いを考察し、減衰係数変化の違いからクリープ試験の分類を試みた。

板材の中断試験法では、Fig.4-5、7に示したようにクリープ変形にしたがって減衰係数 α は単調に増加し、クリープ末期では $\alpha=0.2\mu\text{sec}^{-1}$ にもなり、前述したように表面き裂の散乱が支配していたことが分かった。

丸棒材の中断試験法と連続試験法において、負荷応力が65、45MPaの結果を比較すると (Fig.4-13、Fig.4-14とFig.4-22参照)、 α の変化の傾向は同じであるが、減少量は中断試験法の方が小さく減少時期も中断試験法の方が早い。それらの違いについて考察する。両試験法におけるクリープ初期の α の増加は転位の増殖による転位密度の増加によると考えられる。その後の α の減少は、セル壁生成による可動転位密度の減少量と多数析出してきた炭化物に転位が絡み合ったことで長さが減少したためである。中断試験法ではクリープ試験前後の荷重無負荷時に加熱・冷却が繰り返されるので回復の影響は大きくなる。通常回復すると α は小さくなると考えられるが、この回復によりセル壁に集まりかけた転位の平均転位間隔が広がり、可動転位数が増えたためと、断続的に荷重が負荷される中断試験法の方が長時間荷重がかかる連続試験法よりセル壁の発達が少ないためセル壁周辺の転位密度が中断試験法の方が低くなりこの違いが生じたと考えられる。もう1つの原因としては、中断試験法は超音波の測定毎に表面の酸化膜を除去するので、試験片径が細くなり、荷重一定試験のため応力が高くなりクリープ損傷が加速され、セル壁の転位密度に違いが生じたとも考えられる。

次に応力の違いによる α の変化の違いであるが、中断試験法の65、45MPaの場合、クリープの進行にともない α に極大値が表れるが、85MPaの場合、板材の結果と同様、 α はクリープの進行と共に単調に増加する。しかし、板材と違って α の値は最大で $0.05\mu\text{sec}^{-1}$ 程度である。よって表面き裂による散乱ではないといえる。そこで破断時間に注目すると85MPaの破断時間 t_f は約60hで65MPaの丸棒材($t_f=360\text{h}$)の1/6にすぎない。これは熱の作用する時間にも影響する。熱が加わる時間が短くなり転位の上昇運動による消滅や再配列といった回復の影響が小さくなる。また、炭化物間隔の変化が小さいため、釘付けされた転位線長さに影響は現れにくい。つまり、65MPaで存在した α の増加、減少、再び増加といった三つの段階がなく、初期の段階しか現れずに転位の増殖の影響が大きいまま破断に至るものと考えられる。

クリープ変形にともなう α の変化をまとめるとFig.4-48のように3つに分類できる。曲線(A)はボイド、き裂による散乱が支配的な場合で、そのときの α の変化量は大きい。板材のように比較的初期から表面き裂が入る場合がこれに相当する。クリープ寿命が短い高応力の場合もこのようなカーブになる。曲線(B)、(C)はともに結晶粒界やボイド、き裂による散乱の影響が小さく、転位による吸収が支配的である場合に現れる。初期に転位密度が増加することで α は増加する。中期の α の変化はサブグレイン組織生成による可

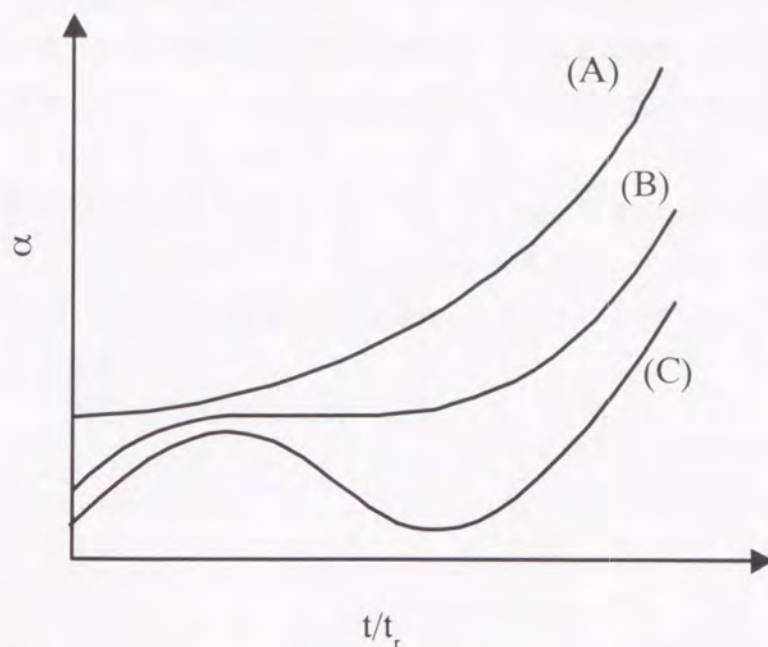


Fig.4-48. クリープ進行にともなう減衰係数の変化の負荷応力依存性の模式図.

動転位密度の減少により α の変化機構が決定される。末期にはサブグレイン内の転位増殖による転位密度の上昇と転位線長さの増加の影響が大きく、 α は増加する。曲線(B)、(C)の違いはサブグレイン組織の生成割合に違いによると考えられる。つまり高応力ではセル構造を、低応力ではサブグレイン組織を生成し[77,78]、セル内の転位密度はサブグレイン内のそれよりも高い[79]ことや、サブグレインはひずみ速度が高いほど大きい[80,81]ということから、曲線(B)、(C)の違いは応力に依存するものと推定する。

4.9 まとめ

2.25%Cr-1%Mo鋼のクリープの進行にともなう微視組織の変化を減衰係数を通じて評価した。減衰係数は寿命消費率と良い相関関係を示した。また、減衰係数と様々な微視組織との関係が明らかになった。

(1) 板材ではクリープの進行と共に減衰係数は単調に増加する。その変化量は大きく、表面き裂による散乱が主原因であることが分かった。

(2) 丸棒材では、減衰係数は初期に増加後、減少あるいは停滞しその後急増する。この変化は負荷荷重に依存しない現象であった。組織観察により、末期に至るまでポイドは発生せず、炭化物は初期から多数存在すること、転位は炭化物に釘付けされていることが分かった。また、炭化物や結晶粒からの散乱による減衰係数変化に及ぼす影響は小さかった。TEM観察で得られた転位密度と転位線長さから減衰係数変化を求め、弦モデルにより減衰係数を算出した。その結果は測定値とよく対応していた。よってこの減衰係数変化は転位挙動により支配されていると結論した。初期の減衰係数の増加は転位密度の増加、中期の減衰係数はサブグレイン組織生成にともなう可動転位密度の減少と炭化物に釘付けされた転位が合体することによる長さの増加、釘付けされていない転位の回復による長さの減少、これらが互いに影響し合った結果生じたものであった。末期の減衰係数の上昇はサブグレイン内の転位の増殖と炭化物間に張り出した転位が合体することにより、転位線長さが増加することが原因である。

(3) 負荷応力が大きく、短時間で破断が起きるとき炭化物の転位組織への影響は小さくなる。丸棒材(85MPa)では、クリープの進行と共に減衰係数は単調に増加する。これは 65MPa、45MPa での初期の変化である転位密度の増加が影響している。このことは、破断が短時間になるほど室温での破壊と近くなることを示唆する。

(4) 減衰は転位組織に敏感に反応するが、クリープ進行とともに単調には変化しないため、減衰係数だけから寿命を評価できないことがある。一方、音速は寿命の 60% あたりから単調に増加し、末期には初期値の 3% 増となる。従って、減衰係数と音速の両者を連続してモニタリングすることで、より信頼性の高い寿命評価を行うことができる。

5章 SUS304 鋼のクリープ損傷評価

5.1 はじめに

本章では、耐熱用材料として広く使われているオーステナイト系ステンレス鋼SUS304のクリープ損傷評価に EMAR 法を適用した。前章と同様に、クリープ進行にともなう音速と減衰係数の変化を測定し、これらとクリープ損傷との関連性を議論する。板材に板厚方向に横波を伝ばさせる横波用EMATを用いた(Fig.2-1(b))。クリープ試験において、減衰係数は、損傷に対して音速より敏感であり、クリープの進行にともない大きく増加し、破断直前では、減衰係数が試験前の10倍近い値となる結果を得た[82,83]。また、光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡さらに透過型電子顕微鏡により、微視組織の変化を観察した。その結果、前章と同じく減衰係数の変化は、材料の微視組織、特に転位組織の変化と対応していることが分かった。

5.2 材料と試験方法

本研究に用いた板材試験片の形状とその写真を Fig.5-1(a)、(b) に示す。ゲージ部は、板材では幅 18mm、長さ 35mm、厚さ 5mm であり、いずれも圧延方向は長手方向である。素材は市販のオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 鋼を用いた。室温での機械的性質は、0.2% 耐力が 249MPa、引張強さが 637MPa、破断伸びが 72.8% であった。化学成分を Table5-1 に示す。横波の偏向方向は、荷重方向と平行である。

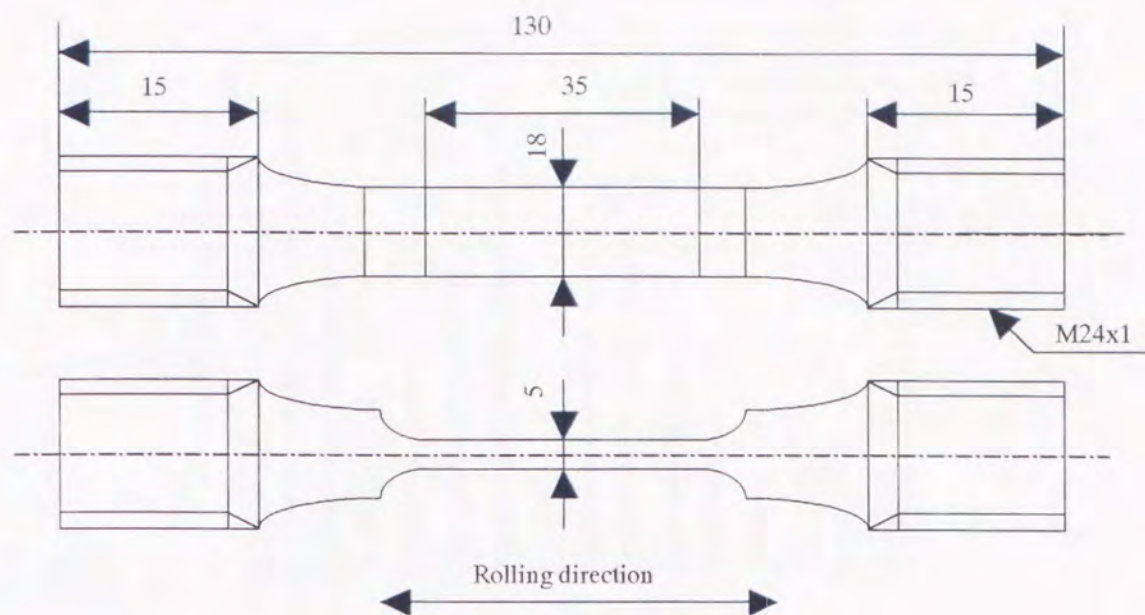
クリープ試験は、縦型単レバー式クリープ試験機と加熱電気炉を用い、大気中で 973K で行なった。応力は、130、120、100MPa を加えた。クリープ試験は前章と同様に中断試験法と連続試験法によって行った。中断試験法では、20、30 または 100 時間おきにクリープ負荷を中断し、炉冷、超音波特性を計測した後、試験を再開する。破断まで、これを繰り返す。連続試験法では、多数の試験片を用意し、各試験片が所定のクリープひずみに達するまで、クリープ試験を行い、その後室温にて、それぞれの超音波特性を測定する。用いた応力は 120、100MPa であった。また本章においてもクリープ試験材と隣接した箇所に参照試料を置き、熱だけの影響を調べた。Fig.5-1(b) には破断した試験片の写真も示す。破断部がくびれて破壊に至ったことが分かる。

5.3 EMAR 法による減衰測定

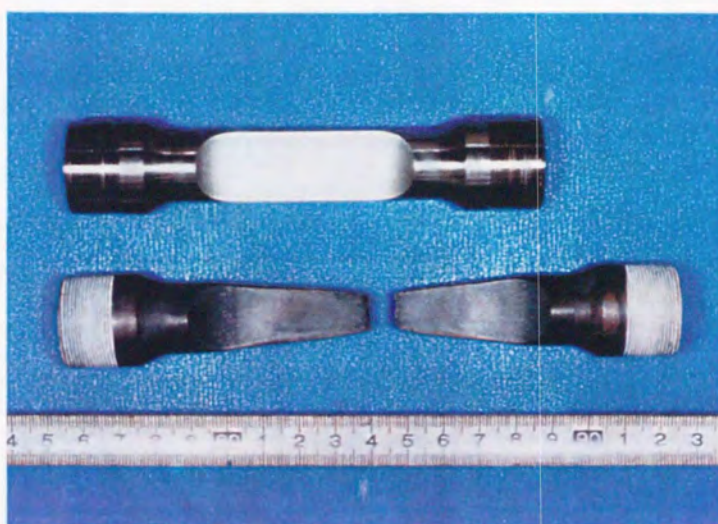
ここで用いた横波用 EMAT の受送信の有効面積は $10 \times 10 \text{ mm}^2$ である。減衰係数の計測は 2 章で説明した通りである。Fig.5-2 に測定した SUS304 鋼試験片の共鳴スペクトルの例を、Fig.5-3 に減衰曲線(第 4 次のモードにおける)を示す。

5.4 組織観察

連続試験法の試験片について組織観察を行った。第 4 章で示したように観察試料を製作し、光学顕微鏡(OM)、走査型電子顕微鏡(SEM)および透過型電子顕微鏡(TEM)を用いた。光学顕微鏡用試料の化学エッチング液は、ピクリン酸 :5g-塩酸 :50ml-アルコール :50ml の溶液を用いた。また、TEM 用試験片については第 4 章で述べたように、紙ヤスリで厚さ 100 μm 程度まで薄く仕上げ、電解研磨により試料中心に小さい穴



(a) 試験片形状.



(b) クリープ試験前と破断した試験片.

Fig.5-1. SUS304 鋼クリープ試験片.

Table 5-1. SUS304 鋼の化学成分 (mass%).

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
SUS304	0.04	0.45	0.93	0.025	0.001	8.20	18.45

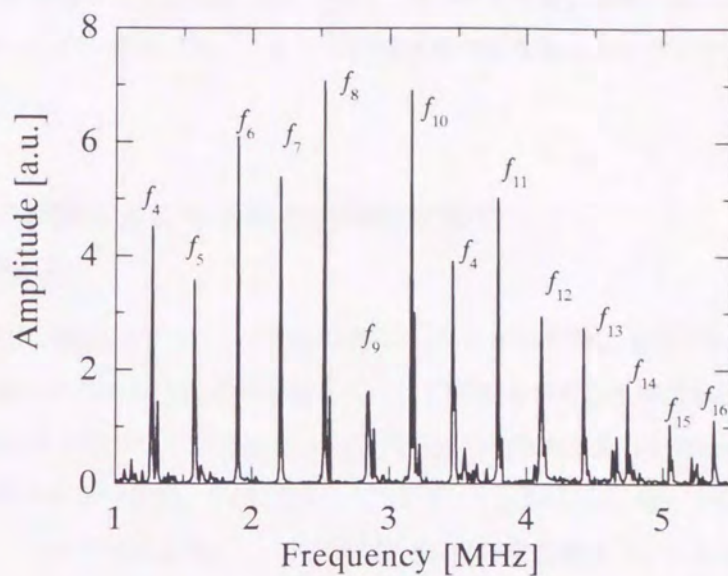


Fig.5-2. 試験片で計測した共鳴振幅スペクトル.

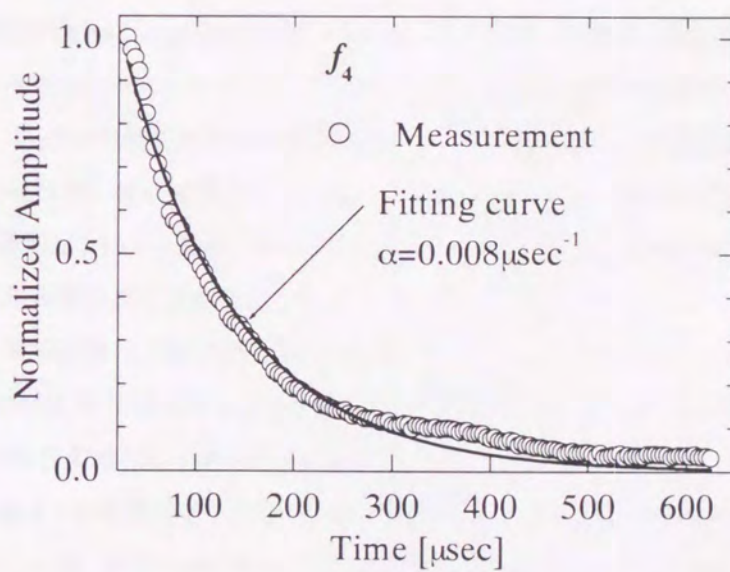


Fig.5-3. 試験片で計測したリングダウン曲線.

をあけ、その周囲の薄い膜部分をTEMにより組織観察を行った。電解研磨には10%過塩素酸-エタノール溶液を用いた。研磨条件は溶液温度-20°C、50V、200mAである。観察には日立製作所製H-800透過型電子顕微鏡(加速電圧200kV)を用いた。これらの組織観察の写真をスキャナーでコンピュータに取り込み、その後の解析に用いた。

5.5 クリープ損傷にともなう超音波特性の変化

5.5.1 中断試験法

Fig.5-4に、中断試験法にてクリープ試験を行なったときの973K、応力130、120、100MPa下でのクリープ曲線を示す。同じ応力下においても異なるクリープ曲線を示すことが分かる。Fig.5-5、5-6には、Fig.5-4中の120、100MPa下でのクリープ進展にともなう横波の共鳴周波数(1~6MHz)に対する減衰係数の変化を示す。破断時間はそれぞれ283h、826hであった。また、Fig.5-5には、熱だけによる減衰係数の変化も示している。Fig.5-5、5-6それぞれにおいて、減衰係数は周波数依存性を示すとともに、いずれの応力下においてもクリープ進行にともない、大きく増加している。破断直前では、初期値の10倍以上の値を示すモードもあった。それに比べ、Fig.5-5中の熱処理だけでは、変化は小さい。

Fig.5-7に、Fig.5-5、5-6における2つの応力(120、100MPa)下での減衰係数とクリープひずみの関係を示す。共鳴周波数が1.5、2.5、3.5MHz近傍(第5、8、11次のモード)での減衰係数 α である。すべての負荷応力で減衰係数は、ひずみが3%までは急激に増加し、その後5%位まで一定または減少し、最後に破断まで増加していく。この傾向は2.25%Cr-1%Mo鋼の板材の中断試験法の結果とは異なる。むしろ丸棒材(低応力例えば45MPa)中断試験法の挙動に類似している。2.25%Cr-1%Mo鋼に比べ酸化による表面き裂が少なかったことや酸化膜除去による断面積減少が少ないためと考えられる。減衰係数の変化は2.25%Cr-1%Mo鋼ほど、クリープひずみに依存していない。他のモードの共鳴周波数でも同様な変化を示していた。

Fig.5-8には、Fig.5-7の結果を寿命消費率 t/t_f (クリープ時間/クリープ破断時間)で整理したものを示す。応力が120、100MPaのいずれの場合も、 α は $t/t_f=0.5$ まで増加し、その後 $t/t_f=0.7$ まで減少する。そしてその後は、破断まで増加していく。減衰係数と寿命消費率の関係は応力に関係しない。寿命消費率の方がクリープひずみより減衰係数と良い対応がある。

Fig.5-9には、減衰係数 α 、相対音速変化 $\Delta V/V_0$ 、クリープひずみとクリープ時間(および寿命消費率)の関係を示す。3.5MHz(第11次のモード)近傍の共鳴を用いた測定値である。応力は100MPaである。音速は $t/t_f=0.2$ までは0.5%程度増加し、その後 α が極大を示す $t/t_f=0.5$ まで減少する。その後は、破断まで増加していく。最大変化量は2%程度である。一方、減衰係数は $t/t_f=0.4$ あたりから増加して $t/t_f=0.5$ でピークを示し、いったんは減少した後、再び $t/t_f=0.7$ あたりから破断まで急増する。音速の変化とほぼ反対の挙動を示し、減衰係数の極大値と音速の最小値が同時期($t/t_f=0.5$)で起きている。

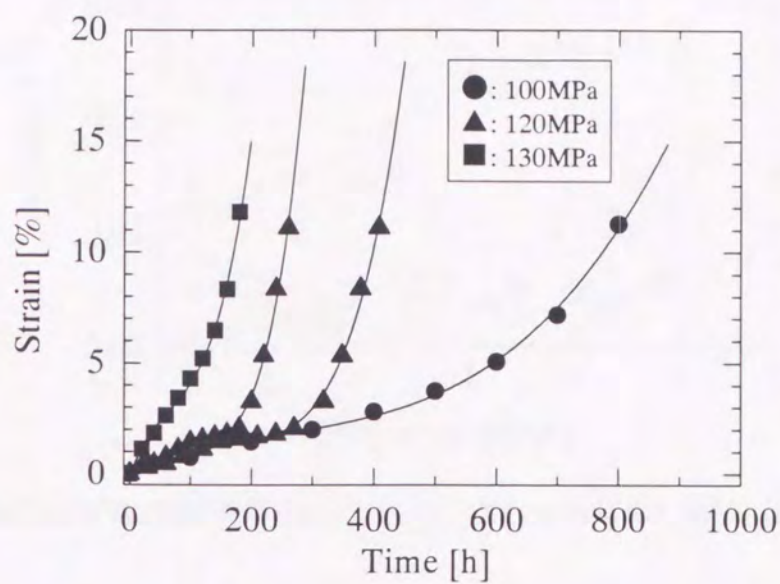


Fig.5-4. 異なる応力下でのクリープ曲線 (中断試験法, 応力:100,120,130MPa, 温度:973K).

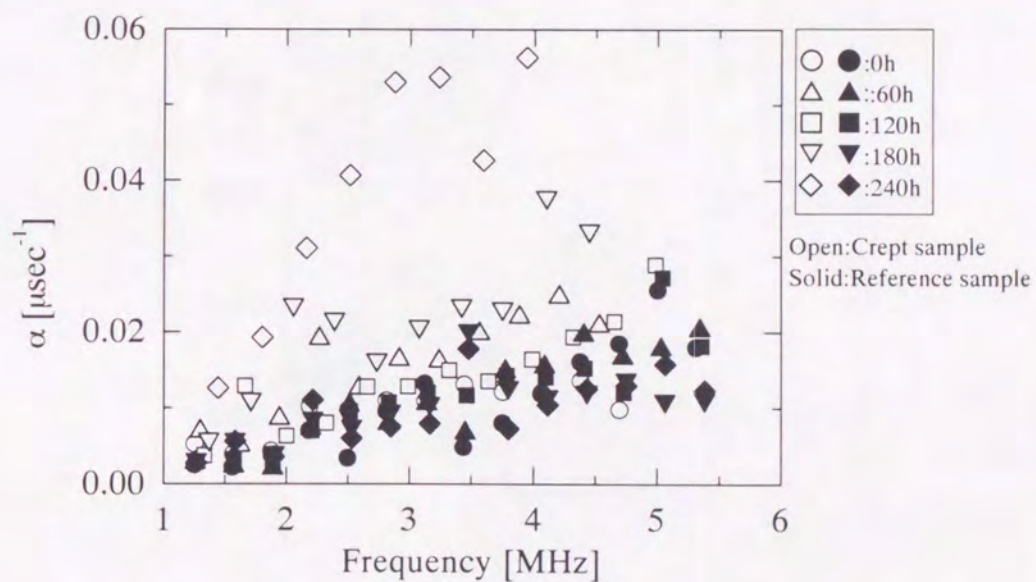


Fig.5-5. 横波減衰係数の周波数依存性 (偏向方向は応力方向に平行, 中断試験法, 応力:120MPa, 温度:923K).
○印はクリープ試験片, ●印は参照試験片の減衰係数.

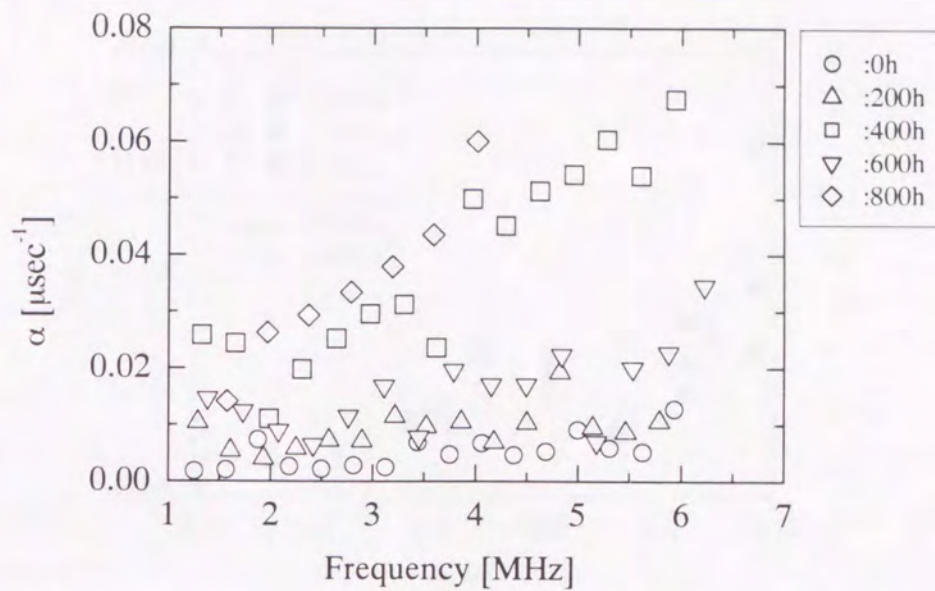


Fig.5-6. 横波減衰係数の周波数依存性 (偏向方向は応力方向に平行, 中断試験法, 応力:120MPa, 温度:973K).

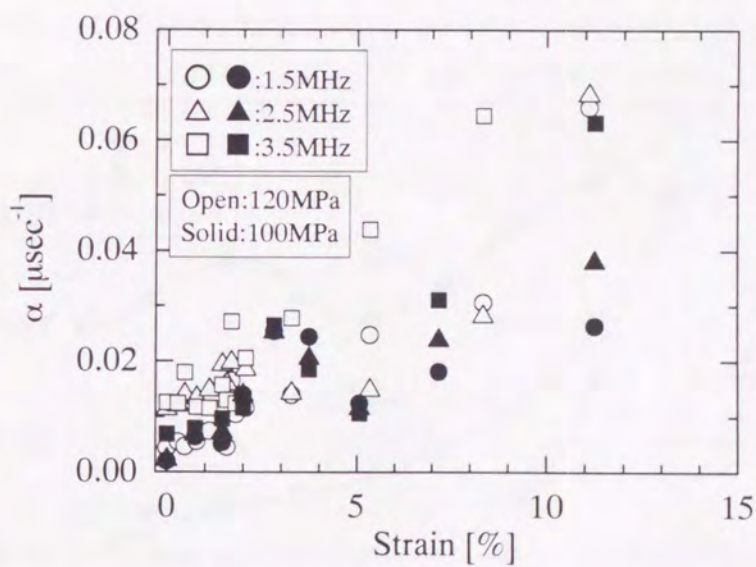


Fig.5-7. 異なる応力下における減衰係数とクリープひずみの関係 (偏向方向は応力方向に平行, 中断試験法, 応力:120, 100 MPa, 温度:973K). 共鳴周波数は 1.5, 2.5, 3.5MHz 近傍.

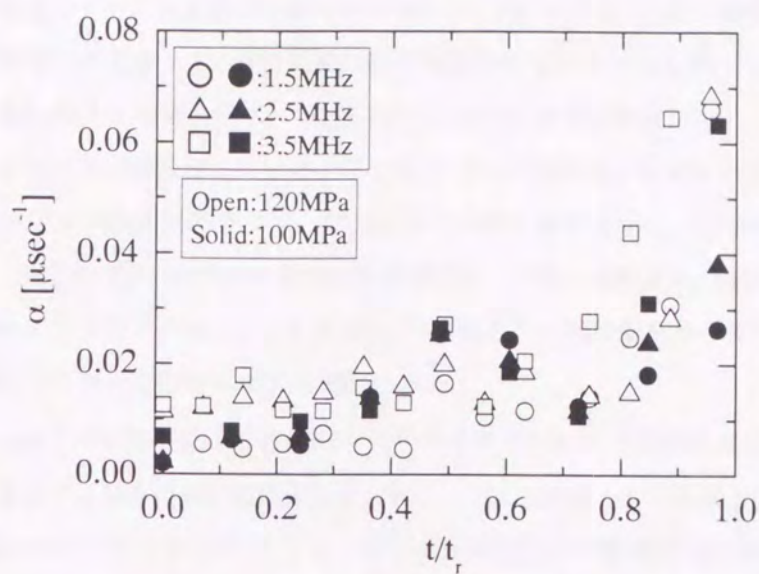


Fig.5-8. 異なる応力下における減衰係数と寿命消費率の関係 (偏向方向は応力方向に平行, 中断試験法, 応力: 120, 100 MPa, 温度: 973K).

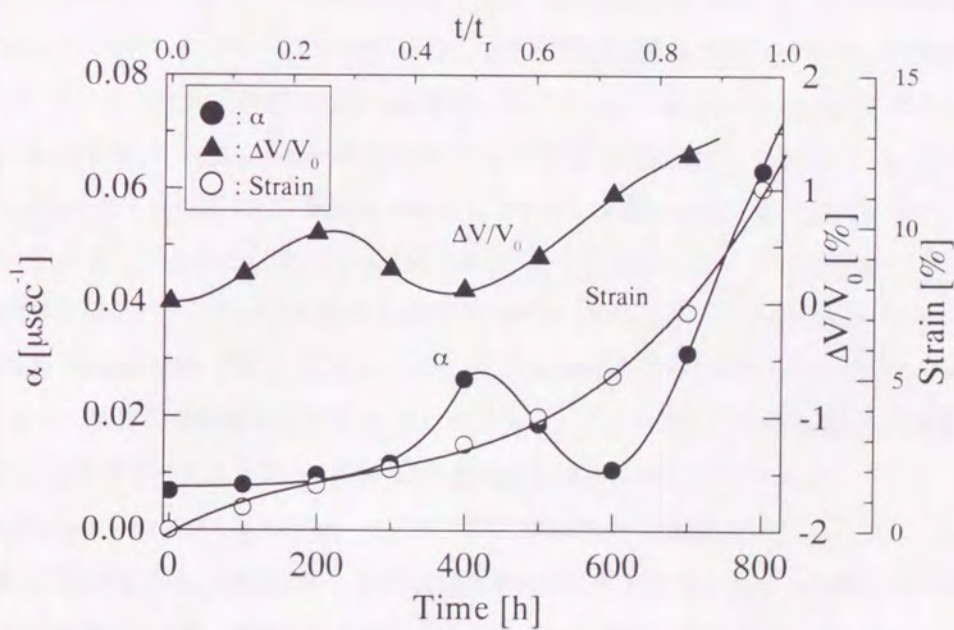


Fig.5-9. 第11次モード (共鳴周波数 3.5MHz 近傍) の減衰係数, 音速, クリープひずみとクリープ時間および寿命消費率とクリープひずみの関係 (偏向方向は応力方向に平行, 中断試験法, 応力: 100 MPa, 温度: 973K).

5.5.2 連続試験法

連続試験法において、120、100MPaの応力を負荷した。それぞれ4本(120MPa)、11本(100MPa)の試験片を用いて、異なるクリープひずみの試験片を作製した。Fig.5-10(a)、(b)に、連続試験法におけるクリープ進展に伴う減衰係数の変化を示す。減衰係数は周波数依存性を示すとともに、いずれの応力下においてもクリープ時間が長い程大きな値を示す。Fig.5-10(b)において減衰係数は、クリープ時間が626h(▽)と746h(◇)では、746hの方が低い値を示している。これはクリープ損傷度が異なるためと思われる。

Fig.5-11に、120、100MPa負荷時のクリープひずみと時間の変化を示す。図中の個々の点がそれぞれ一つの試験片を表す。高応力では、ひずみの累積速度が増加し、早期に破断する。同図の100MPaの結果で、626hのひずみは、746hのひずみより高い。これは626hの方がクリープ損傷を多く受けていることを示し、時間が損傷の基準になりえないことを示唆する事例である。

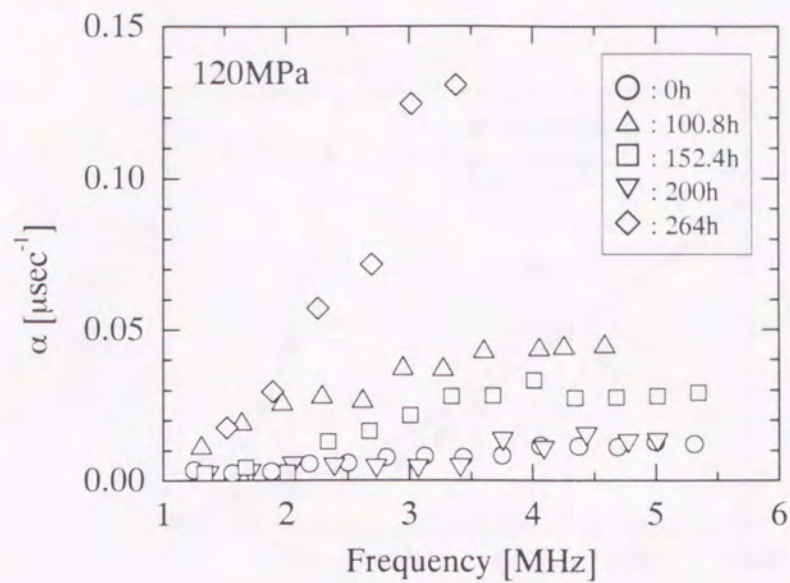
Fig.5-12には4.5.3で示した修正 θ 法と破断パラメータ P_u [37,38]から求めた推定寿命消費率(t/t_f)とクリープひずみの関係を示す。応力の違いに関係なく、クリープひずみは1本の曲線上に集まり、推定寿命消費率とは良い相関関係を示している。 t/t_f とクリープひずみの曲線は中断試験法におけるクリープ時間の曲線(Fig.5-4)に類似しており、応力に依存しない。ここでの P_u と推定破断時間 t_f の関係式(式(4-5))に含まれる定数の C_σ, q は、973Kで数種類の応力下で破断試験を行ない求めた。結果を式(5-1)に示す。

$$t_f = 0.716 \cdot P_u^{1.044} \quad (5-1)$$

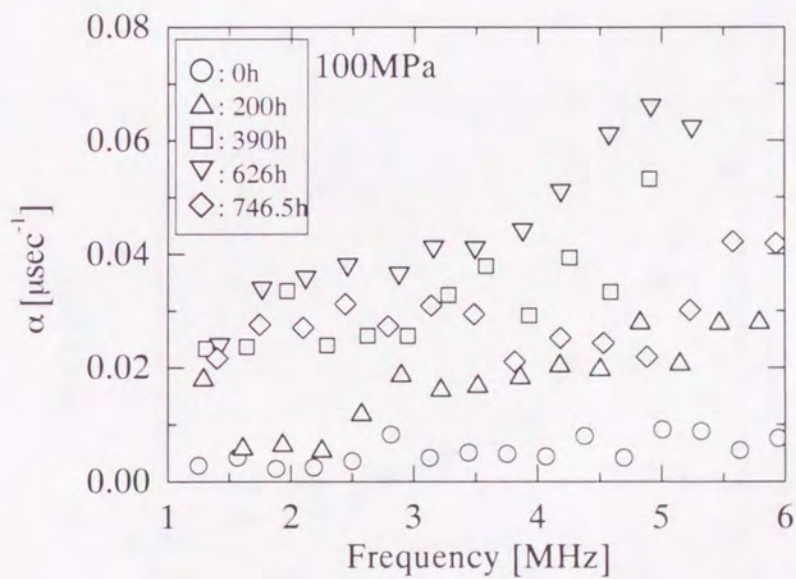
式(5-1)を使い推定破断寿命 t_f を求めて推定寿命消費率 t/t_f を算出した。

連続試験法の相対音速変化 $\Delta V/V_0$ 、減衰係数 α とクリープひずみの関係及びこれらと推定寿命消費率 t/t_f の関係をFig.5-13~5-16に示す。共鳴周波数は1.5、2.5、3.5MHz近傍(第5、8、11次のモード)である。低ひずみ域(2%以下)では、クリープひずみは $\Delta V/V_0$ 、 α とも相関関係を示さないが(Fig.5-13(b)、Fig.5-14(b))、それ以上では、クリープひずみの増加とともに増加していく。この傾向は米山ら[11]も報告している。Fig.5-15(a)、(b)には、 $\Delta V/V_0$ と t/t_f を、Fig.5-16(a)、(b)に α と t/t_f の変化を示す。 $\Delta V/V_0$ は、 $t/t_f=0.2$ までわずかに増加し、その後 $t/t_f=0.4$ まで減少し、破断まで増加していく。 α は、 $t/t_f=0.2$ までほぼ一定か、わずかな増加が見られる。その後 $t/t_f=0.4$ まで急増、 $t/t_f=0.6$ まで減少、そして増加に転じて破断に至る。Fig.5-17には、減衰係数、相対音速変化、クリープひずみと推定寿命消費率の関係を示す。中断試験法に対するFig.5-9と同様に共鳴周波数が約3.5MHz(第11次のモード)、応力が100MPaの結果である。 $\Delta V/V_0$ の変化は、 α の変化に対応するが、反対の挙動を示していることが分かる。この挙動は、中断試験法の場合と同じであり(Fig.5-8参照)、4章で述べた2.25%Cr-1%Mo鋼の連続試験法の挙動に似ている。

また、Fig.5-18(a)、(b)及びFig.5-19(a)、(b)に、120、100MPaでの連続試験法(○、△、□)、中断試験法(●、▲、■)における音速、減衰係数と推定寿命消費率の比較を示す。連続、中断いずれも同じ傾向である。このことは試験法(中断、連続)による組織変化の違いが少ないことを示している。したがって、連続試験法で得た試験片の内部組織を観察することで、クリープ進行にともなう超音波特性の変化の要因を知ることができる。



(a) 120MPa.



(b) 100MPa.

Fig.5-10. 横波の減衰係数の周波数依存性 (偏向方向は応力方向に平行, 連続試験法, 応力: 120, 100MPa, 温度: 973K).

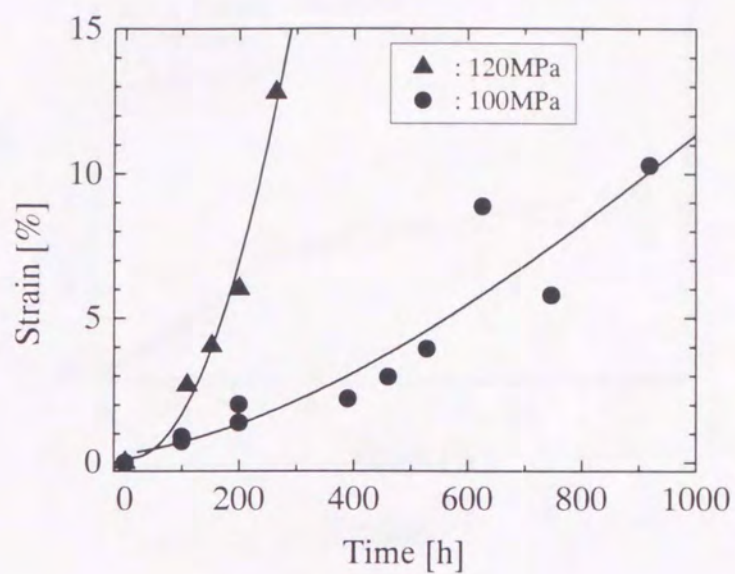


Fig.5-11.クリープひずみと時間の関係 (連続試験法, 応力: 120, 100MPa, 温度: 973K).

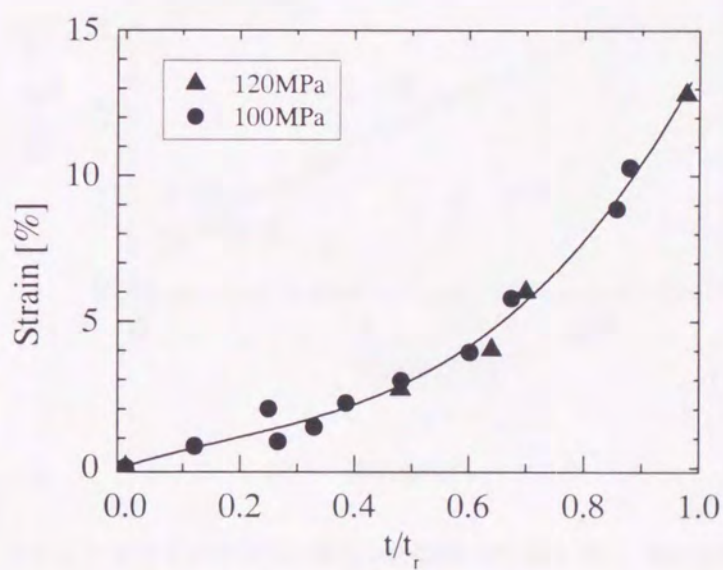
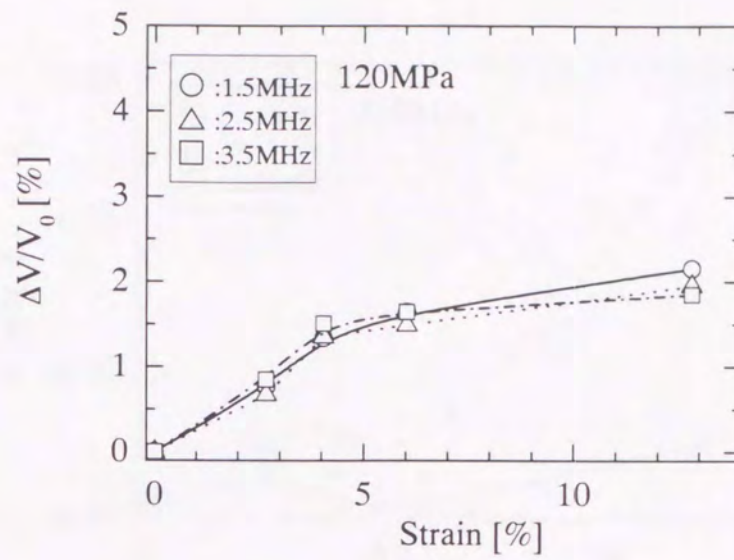
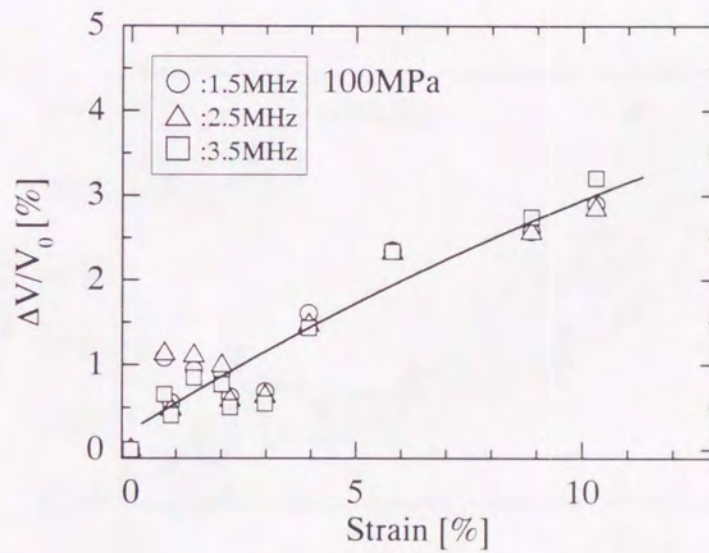


Fig.5-12.クリープひずみと推定寿命消費率の関係 (連続試験法, 応力: 120, 100MPa, 温度: 973K).

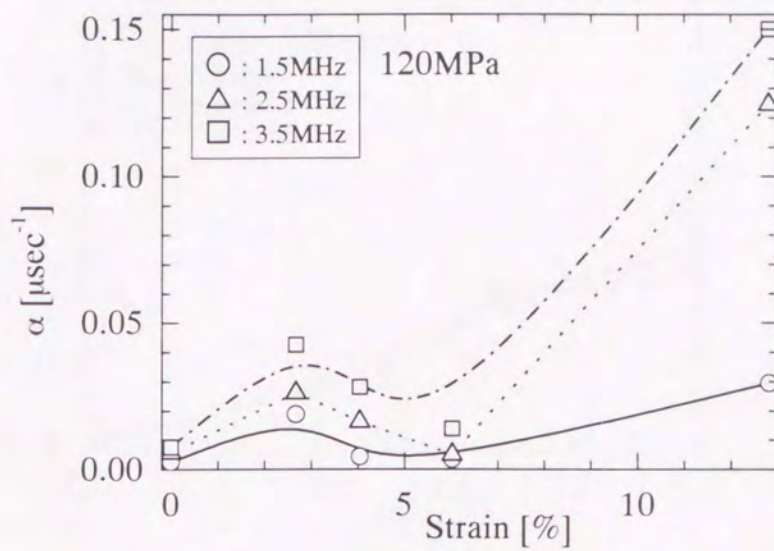


(a) 120MPa.

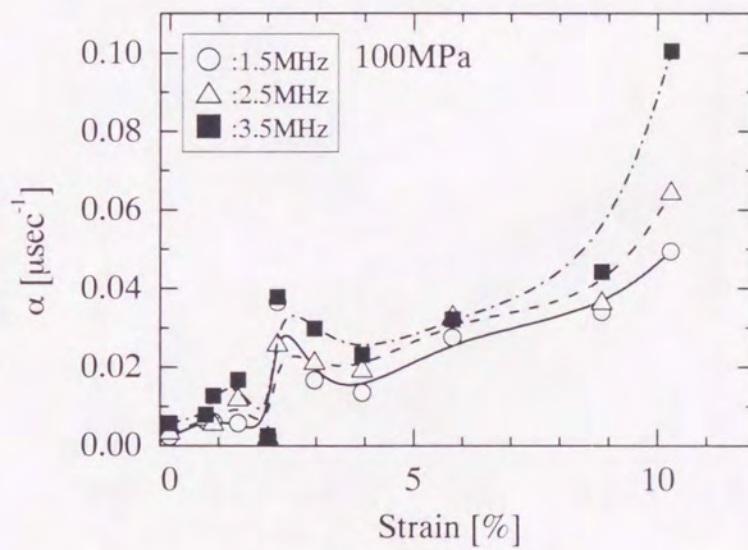


(b) 100MPa.

Fig.5-13. 相対音速比とクリープひずみの関係 (偏向方向は応力方向に平行, 連続試験法, 応力: 120, 100 MPa, 温度: 973K). 共鳴周波数は 1.5, 2.5, 3.5MHz 近傍.

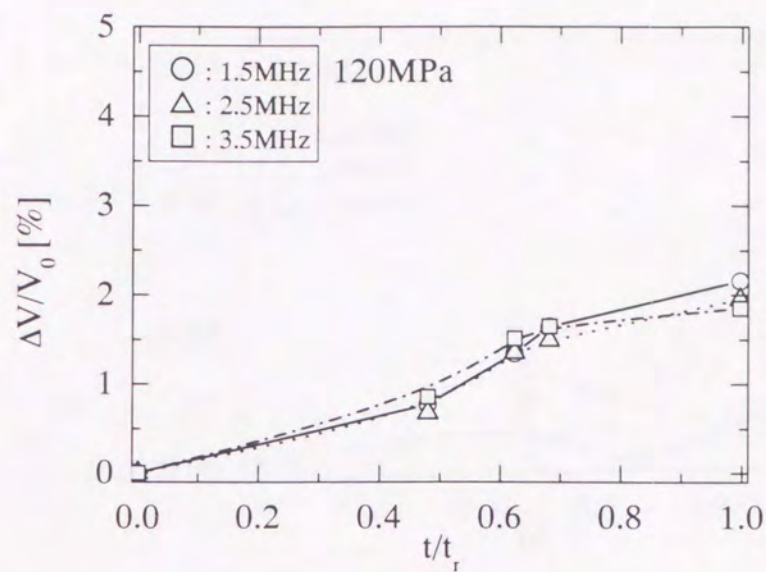


(a) 120MPa.

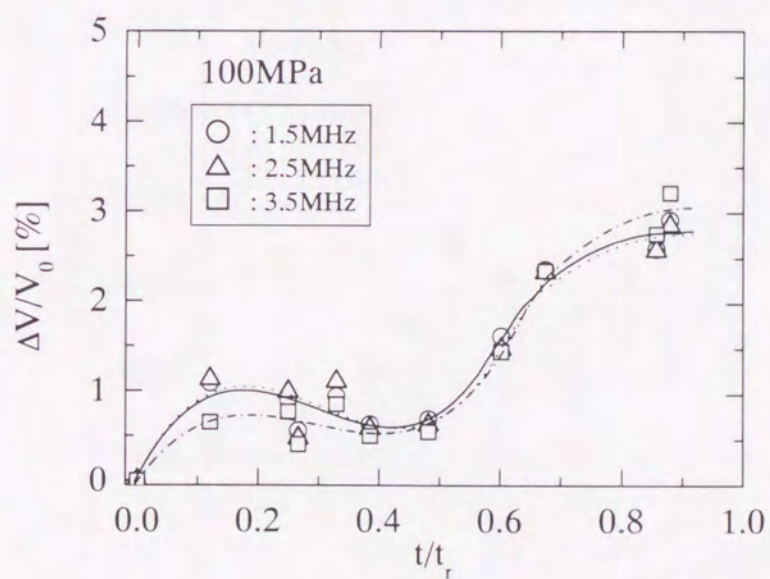


(b) 100MPa.

Fig.5-14. 減衰係数とクリープひずみの関係(偏向方向は応力方向に平行, 連続試験法, 応力: 120, 100 MPa, 温度: 973K). 共鳴周波数は 1.5, 2.5, 3.5MHz 近傍.

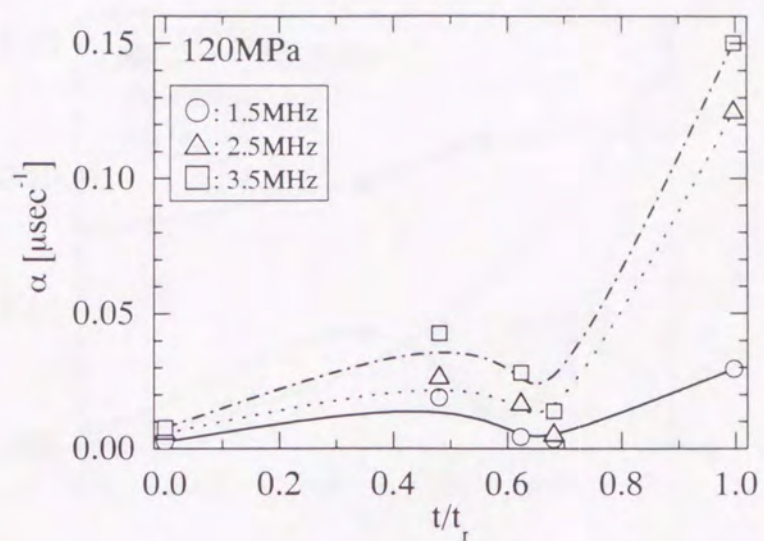


(a) 120MPa.

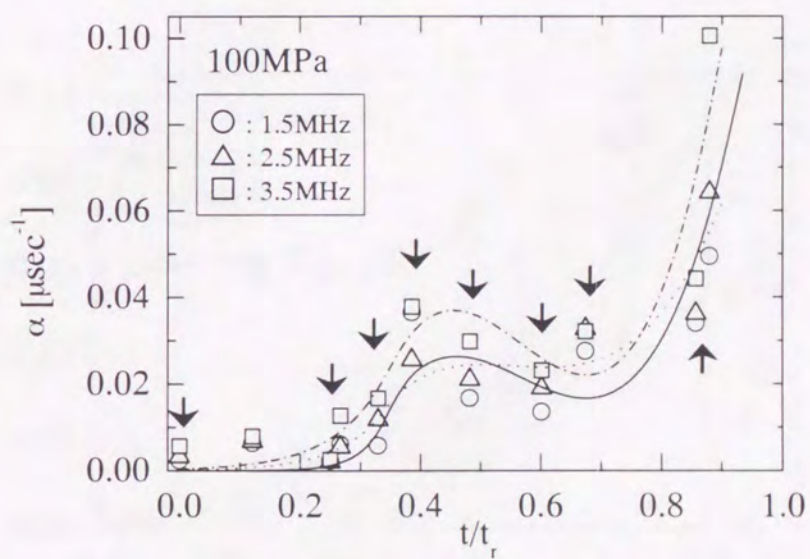


(b) 100MPa.

Fig.5-15. 相对音速比と推定寿命消費率の関係(偏向方向は応力方向に平行, 連続試験法, 応力:120, 100 MPa, 温度:973K). 共鳴周波数は 1.5, 2.5, 3.5MHz 近傍.

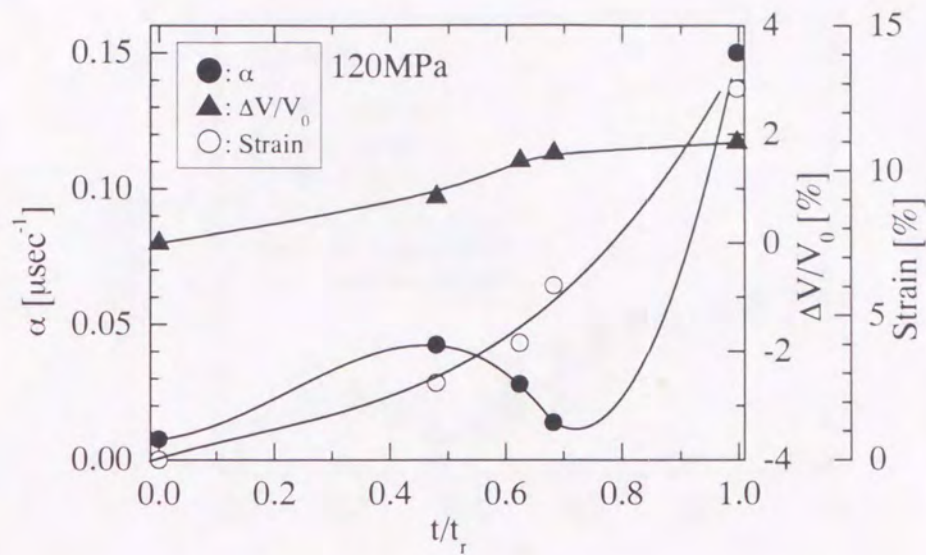


(a) 120MPa.

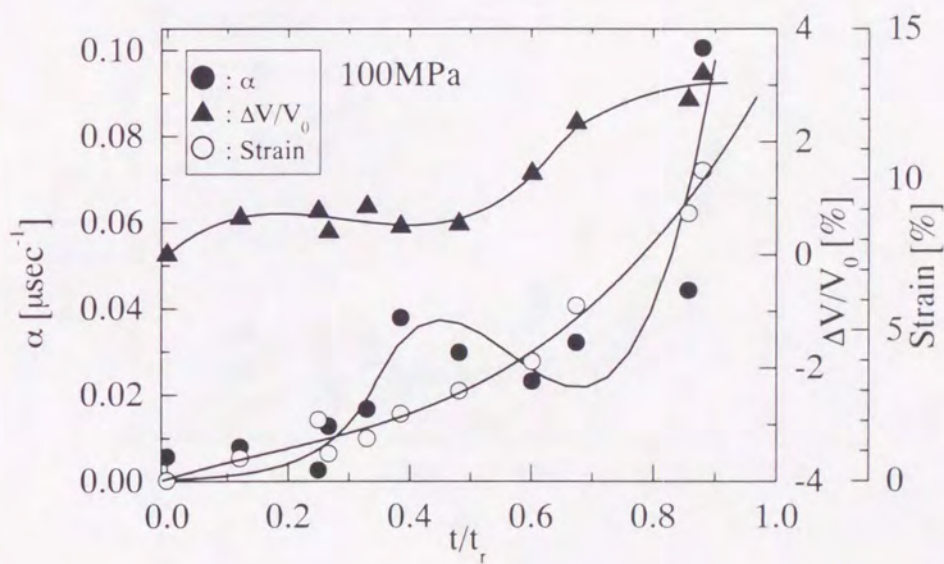


(b) 100MPa.

Fig.5-16. 減衰係数と推定寿命消費率の関係(偏向方向は応力方向に平行, 連続試験法, 応力:120, 100 MPa, 温度:973K). 共鳴周波数は 1.5, 2.5, 3.5MHz 近傍.

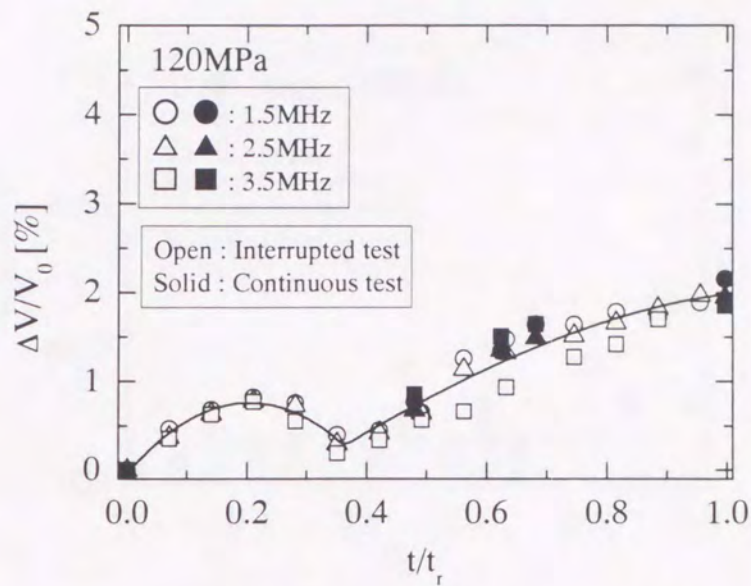


(a) 120MPa.

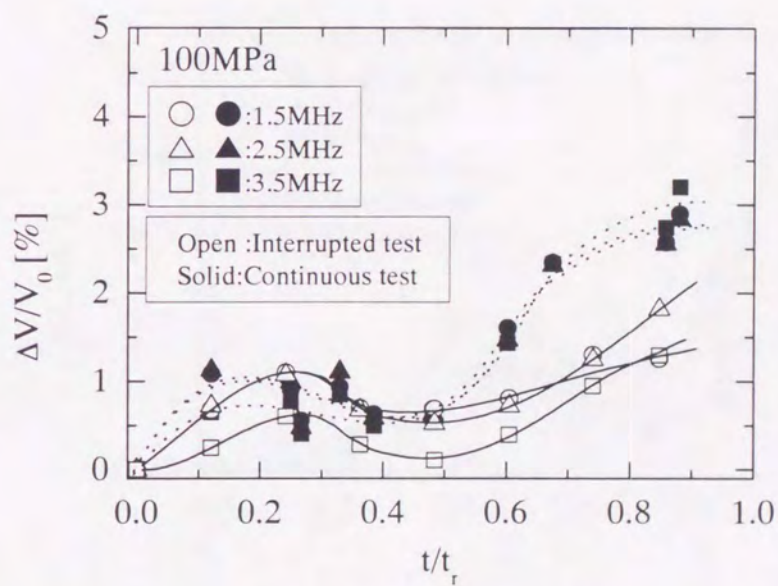


(b) 100MPa.

Fig.5-17. 第11次モード (共鳴周波数3.5MHz近傍) の減衰係数, 音速, クリープひずみとクリープ時間および推定寿命消費率とクリープひずみの関係 (偏向方向は応力方向に平行, 連続試験法, 応力:100, 120 MPa, 温度:973K).

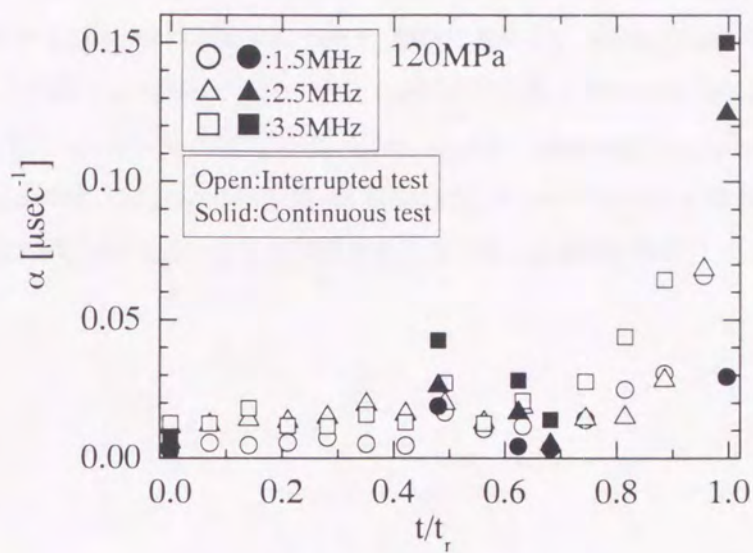


(a) 120MPa.

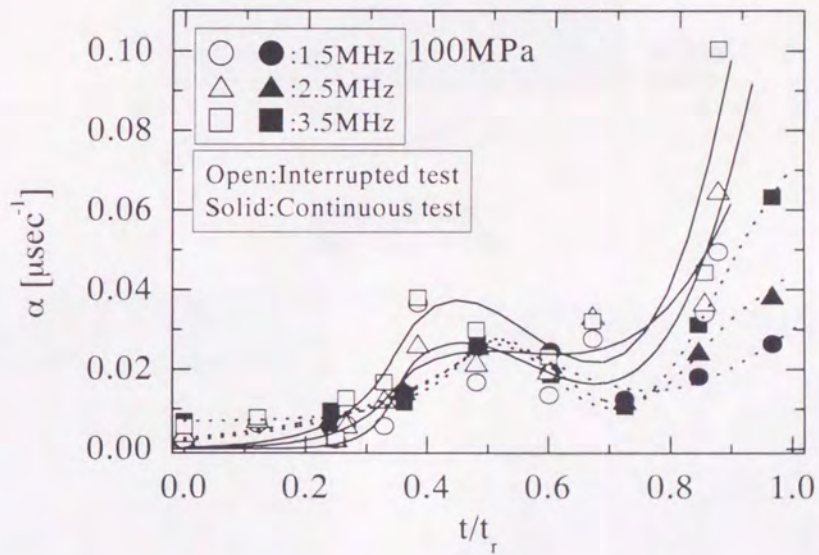


(b) 100MPa.

Fig.5-18. 中断および連続試験法における第11次モード (共鳴周波数 3.5MHz 近傍) の音速と推定寿命消費率の関係 (偏向方向は応力方向に平行, 応力: 100, 120 MPa, 温度: 973K).



(a) 120MPa.



(b) 100MPa.

Fig.5-19. 中断および連続試験法における第5, 8, 11次モード (共鳴周波数 1.5, 2.5, 3.5MHz 近傍) の減衰係数と推定寿命消費率の関係 (偏向方向は応力方向に平行, 応力: 100, 120 MPa, 温度: 973K).

5.6 組織観察結果

Fig.5-16(b)に示す減衰係数変化を特徴づける10点の試験片(矢印)の微視組織を観察した。それぞれ未使用材、初期から中期にかけて($t/tr=0.27, 0.33$)、減衰が極大点をとるピーク材($t/tr=0.38$)、中期から後期にかけての極小点を取る試料($t/tr=0.48, 0.6, 0.67$)、破断に最も近い末期材($t/tr=0.86, 0.89, 0.98$)である。

光学顕微鏡による結晶粒の観察結果の一例をFig.5-20に示す。初期と $t/tr=0.38, 0.89$ のクリープ損傷材である。この写真の長手方向が応力方向である。初期には粒界に析出物は見られないが(Fig.5-20(a))、クリープ材はいずれも粒界に析出物が見られた(Fig.5-20(b), (c))。クリープ末期では結晶粒が粗大化し、応力方向に伸びている(Fig.5-20(c))。Fig.5-21に結晶粒径の変化を示す。結晶粒は粗大化し、クリープ末期では2倍近く達している。

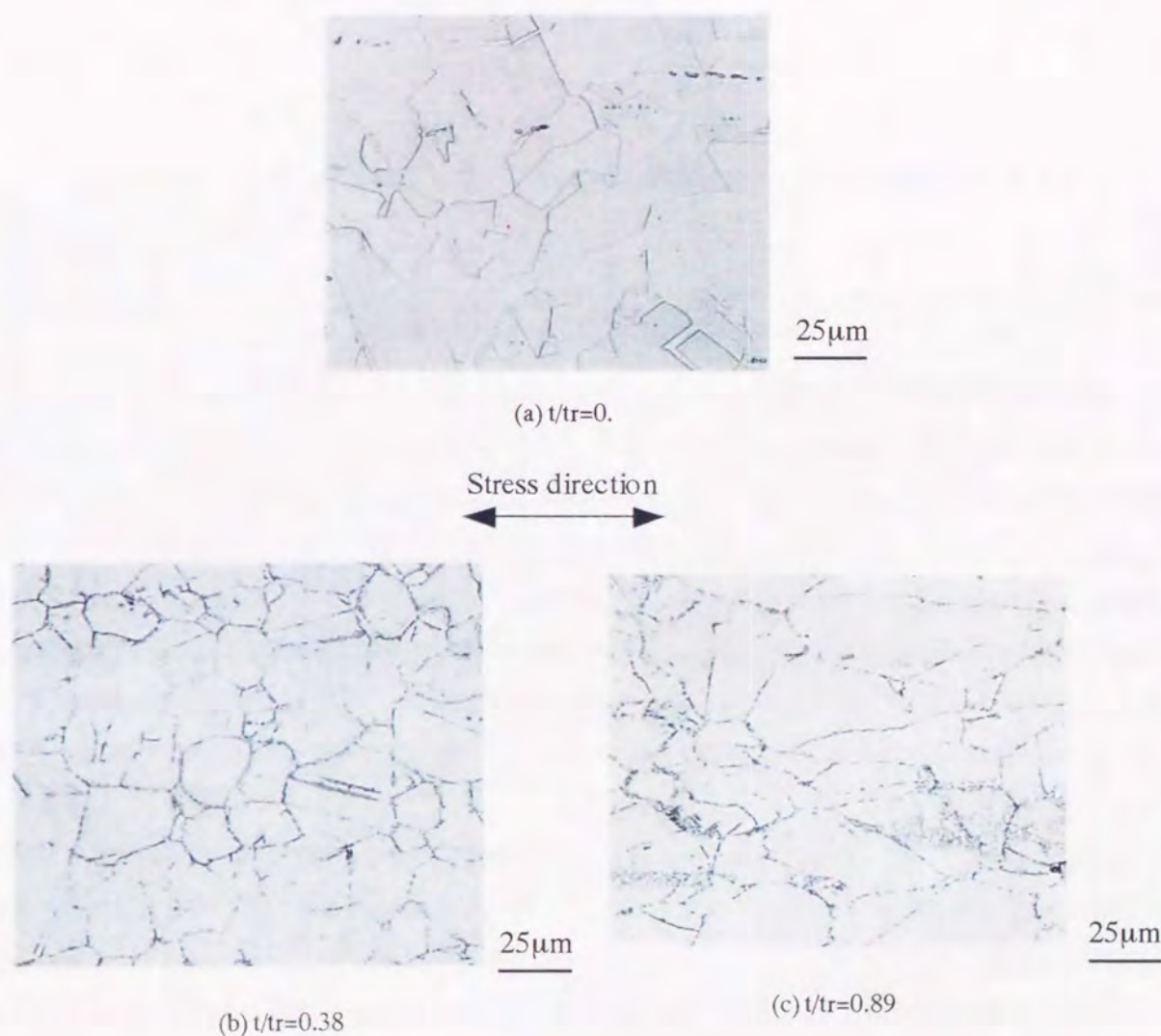


Fig.5-20. $t/tr=0, 0.38, 0.89$ における光学顕微鏡による組織観察 (連続試験法, 応力:100 MPa, 温度:973K).

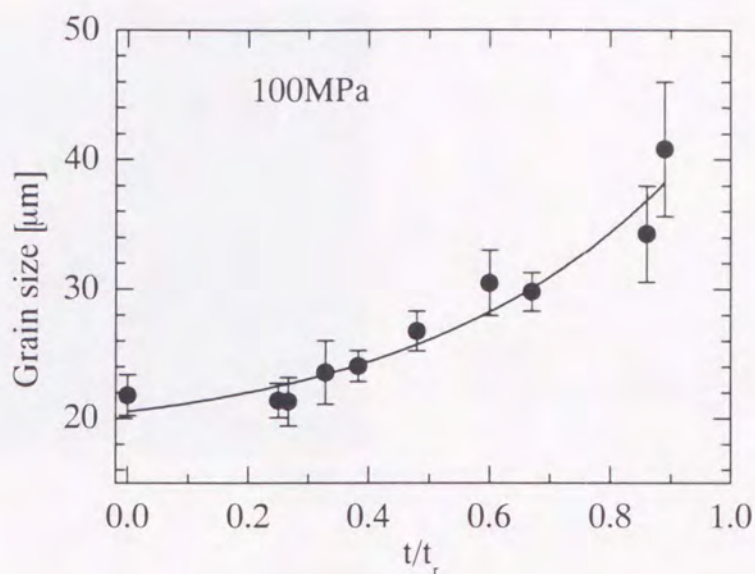


Fig.5-21. クリープ進行にともなう結晶粒径の変化 (連続試験法, 応力:100 MPa, 温度:973K).

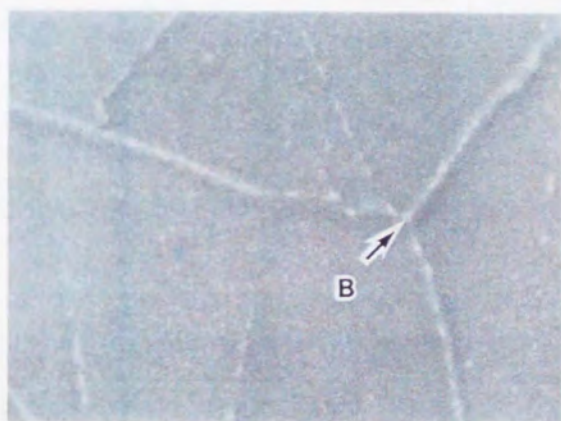
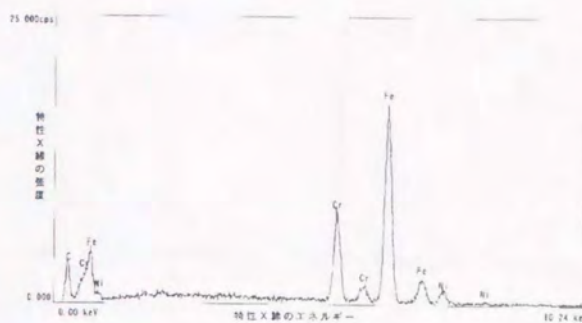
次に SEM、TEM により結晶粒界に存在するボイドおよび炭化物の観察を行なった。観察結果の一例を Fig.5-22 に示す。初期 ($t/t_r=0$) と $t/t_r=0.27$ 、 0.38 、 0.89 のクリープ損傷材 (100MPa) である。析出物はクリープ前には存在しなかったが (Fig.5-22(a))、 $t/t_r=0.27$ では粒界に析出物が見られた。これは粒内の炭化物が結晶粒界に析出してきたものである。 $t/t_r=0.27$ では微細な析出物 ($<1\mu\text{m}$) であったが、クリープ変形が進むにしたがって凝集・粗大化していった。 $t/t_r=0.38$ 、 0.89 では大きさは $2\sim3\mu\text{m}$ 程度になった。エネルギー分散型 X 線分析装置 (EDX) によってこの粒界炭化物の成分分析を行った。その結果を Fig.5-22 の各写真の右に同時に示す。矢印の炭化物の分析を行っている。炭化物は分析領域より小さいため母地の影響も含んでいる。分析結果では、粒界析出物は母地と比較して Cr を多く含んでいることが分かる。よって Cr 系の炭化物であると推定できる。

ボイドは、 $t/t_r=0.38$ 以降で観察された。SEM によるボイドの写真を図 5-23 に示す。 $t/t_r=0.38$ 、 0.89 の写真である。大きさは最大でも $5\mu\text{m}$ 程度で、平均 $1\mu\text{m}$ であった。Fig.5-24 に粒界に析出した Cr 系炭化物の数密度を、また Fig.5-25 にはボイドの数密度を示す。析出物は、クリープ開始とともに急増しその後はほぼ一定になる。またボイドは、 $t/t_r=0.38$ 以降破断までは増え続け、最終的にはボイドが合体してき裂になり破断に至ると考えられる。



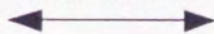
5μm

(a) $t/t_r=0$



5μm

Stress direction



(b) $t/t_r=0.27$

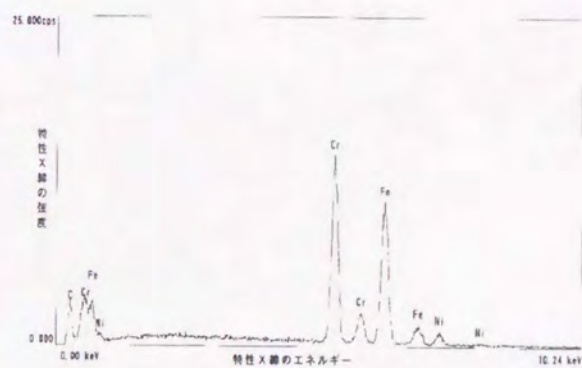
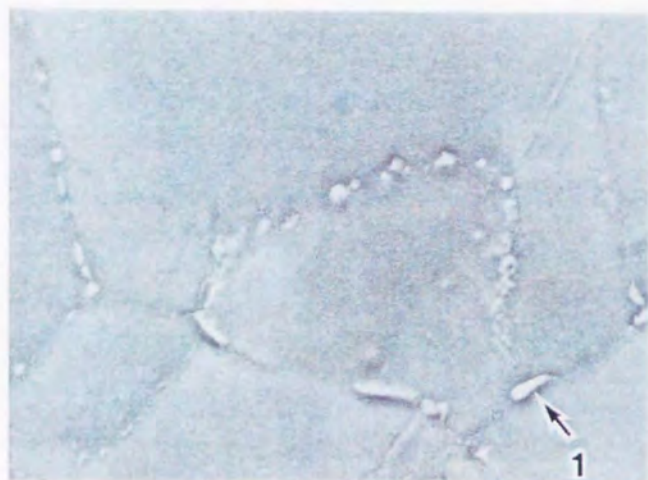


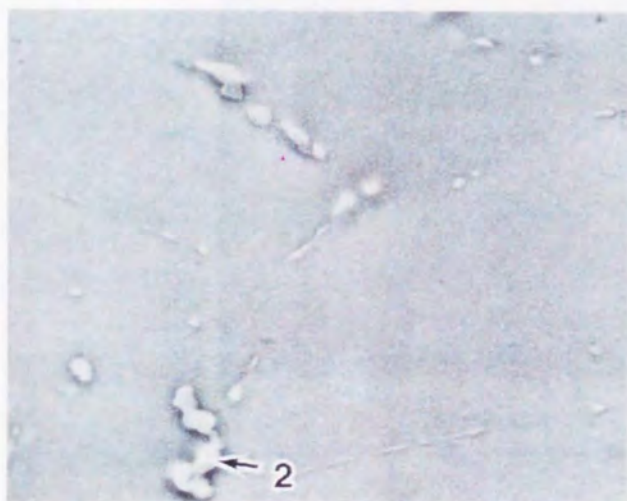
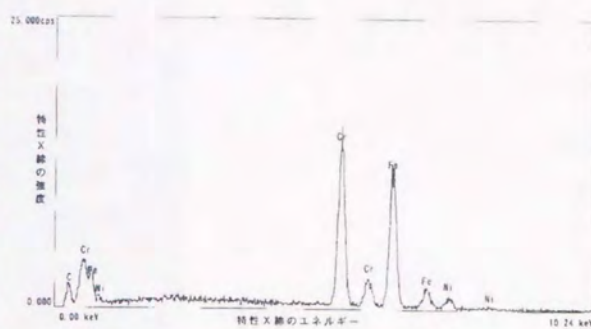
Fig.5-22. $t/t_r=0, 0.27, 0.38, 0.89$ におけるSEMによる組織観察(連続試験法, 応力:100 MPa, 温度:973K).



Stress direction

5μm

(c) $t/t_r=0.38$



Stress direction

5μm

(d) $t/t_r=0.89$

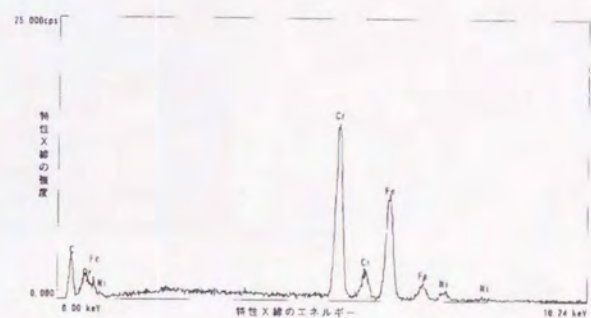


Fig.5-22. $t/t_r=0, 0.27, 0.38, 0.89$ におけるSEMによる組織観察(連続試験法, 応力:100 MPa, 温度:973K).



Stress direction


(a) $t/tr=0.38$



Stress direction


(b) $t/tr=0.89$

Fig.5-23. $t/tr=0.38, 0.89$ におけるSEMによるボイド観察(連続試験法, 応力:100 MPa, 温度:973K).

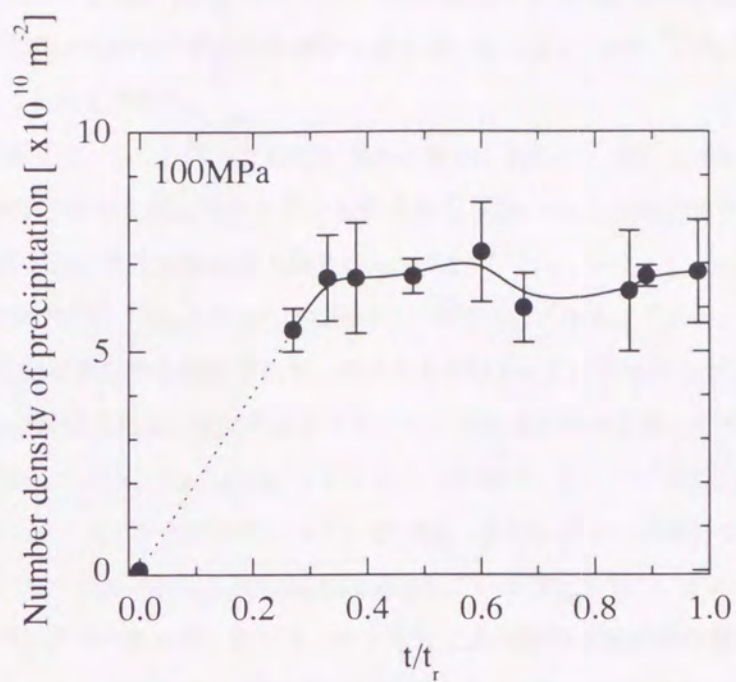


Fig.5-24. クリープ進行にともなう結晶粒界上の析出物の数密度変化 (連続試験法, 応力:100 MPa, 温度: 973K).

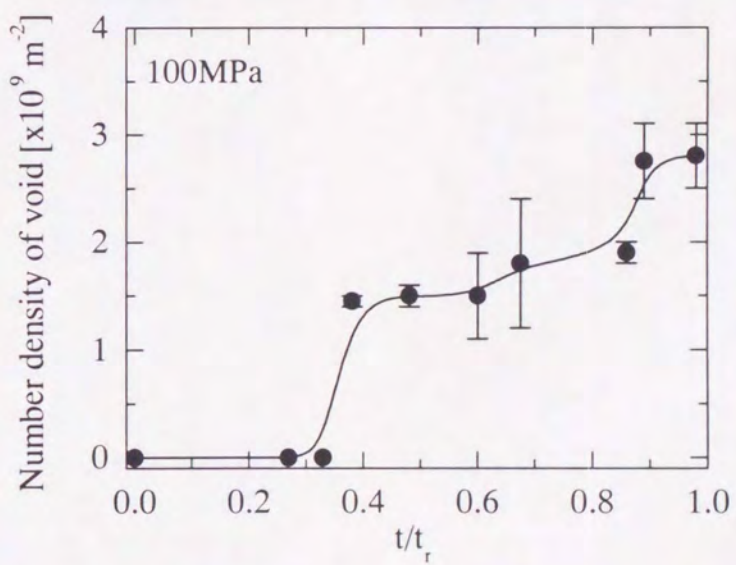


Fig.5-25. クリープ進行にともなうボイドの数密度変化 (連続試験法, 応力:100 MPa, 温度:973K).

最後に TEM 観察結果を Fig.5-26~5-36 に示す。100MPa でクリープ変形させた連続試験法の試料の TEM 写真である。この写真は試験片の厚さ中央部から取り出している。また、これらの写真から 4 章と同様にして転位密度と転位長さを求めた。

クリープ前の組織では、もつれ合った転位が見られるが、比較的一様に分布した多数の転位が観察される。これはこの材料が引きぬきにより作られたものであり、試験片加工前の溶体化処理でもその加工ひずみが残っていたと思われる。また双晶も見られる (Fig.5-26)。クリープの進行にともない転位は増殖し、絡み合った転位網が多く観察され、Fig.5-27(a)、5-28(a) 中の矢印 (A) で示すようにセル壁の形成が見られる。また 5-28(b) 中の矢印 (B) は析出物と推定される、その大きさは 100 Å 以下であった。Fig.5-29 は α が極大値を示した点 ($t/t_f=0.38$) の組織である。規則的なサブグレインの形成が認められ、それにともないサブグレイン内の転位密度は減少している。Fig.5-27, 28 で見られたセル壁が、クリープ進行につれて転位の規則的配列から次第にサブバウンダリーへ変化していつている [76]。さらにクリープ進行するとサブグレインの形状や大きさは変化し、サブグレイン内の転位密度は減少している (Fig.5-30,31, $t/t_f=0.48, 0.60$)。Fig.5-30(a) 中の矢印 (A) はサブバウンダリーを示す。まだクリープ変形による転位密度の減少過程 (回復) が起きていない部分がわずかに見られた。その部分の TEM 観察の結果を Fig.5-36(a),(b) に示す。Fig.5-36(c) の分析結果からラス組織の α -Fe であることが分かった。さらにクリープの末期段階 (Fig.5-32~35, $t/t_f=0.67\sim0.98$) においては、サブグレインは微細化しながら、さらにサブグレイン内に新たな転位の増殖が見られ、転位密度の上昇が見られる。破断直前ではサブグレインは、一方向に伸びたような形になり、サブグレイン間の方位差が大きくなり、1 次、2 次すべり面に平行になっている [84] と考えられる。サブグレインはクリープ進行につれて微細化され、破断近く (Fig.5-35, $t/t_f=0.98$) では大きさは 2~3 μm であった。本実験の条件では、転位クリープが支配しサブグレイン及びセル構造が観察されることは報告されている [77]。

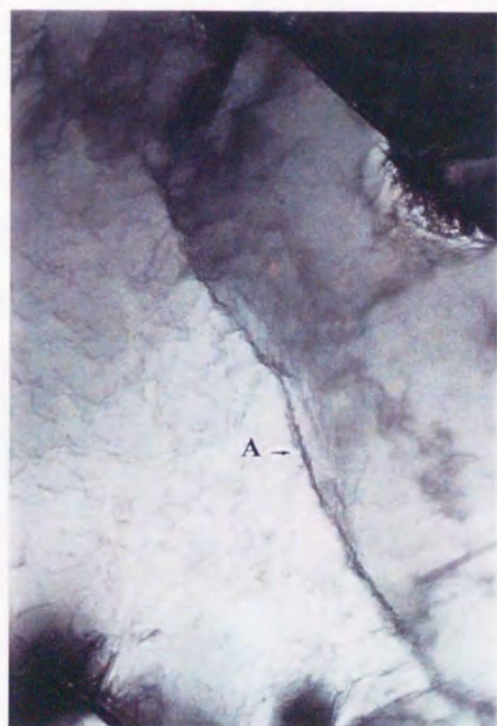


(a)



(b)

Fig.5-26. TEMによる組織観察写真(クリープ試験前).



(a)



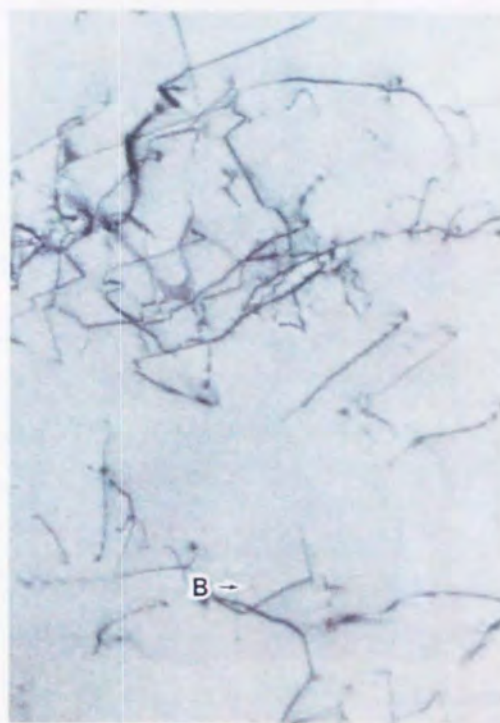
(b)

Fig.5-27. TEMによる組織観察写真 ($t/t_r=0.27$, 連続試験法, 応力: 100MPa, 温度: 973K).



(a)

2μm



(b)

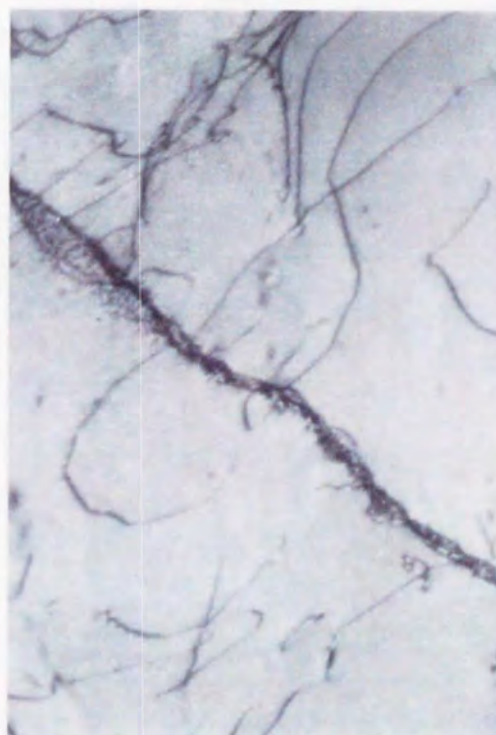
0.2μm

Fig.5-28. TEMによる組織観察写真 ($t/t_f=0.33$, 連続試験法, 応力: 100MPa, 温度: 973K).



(a)

2μm



(b)

0.2μm

Fig.5-29. TEMによる組織観察写真 ($t/t_f=0.38$, 連続試験法, 応力: 100MPa, 温度: 973K).

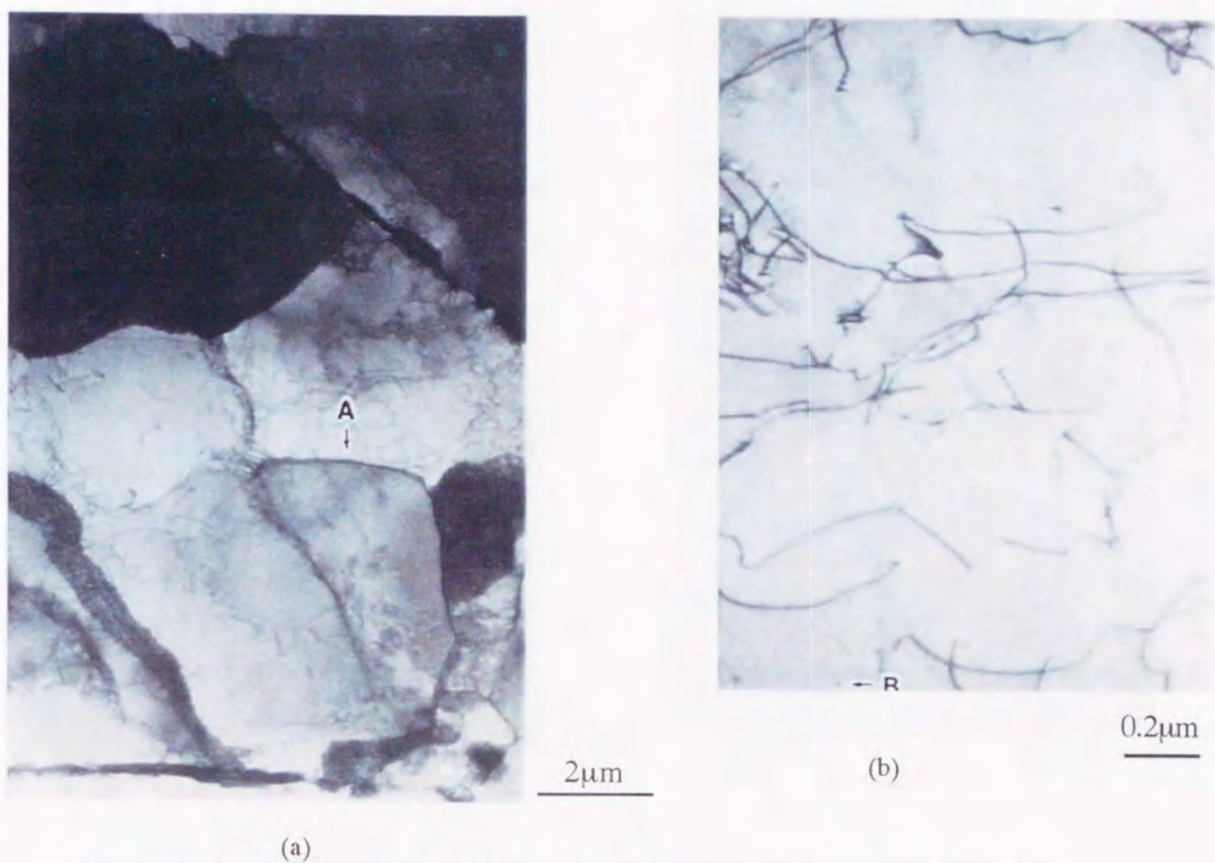


Fig.5-30. TEMによる組織観察写真 ($t/t_f=0.48$, 連続試験法, 応力: 100MPa, 温度: 973K).

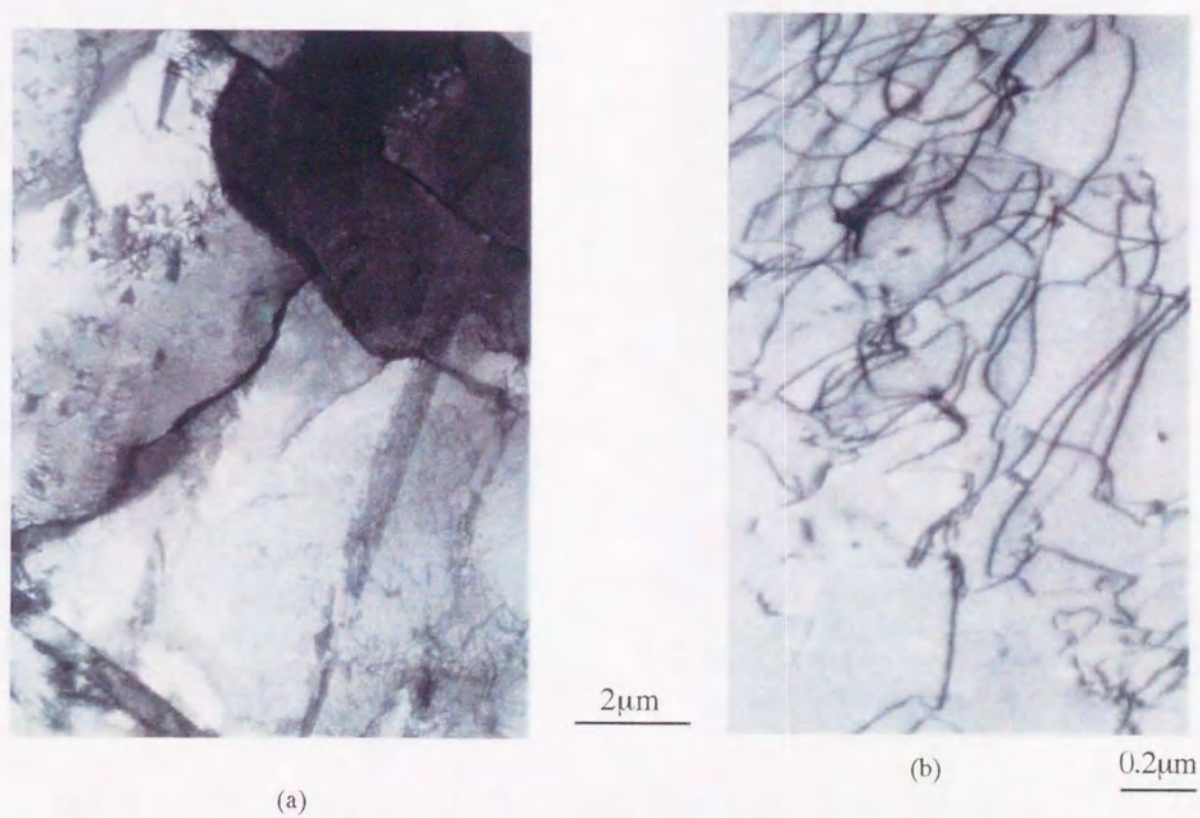
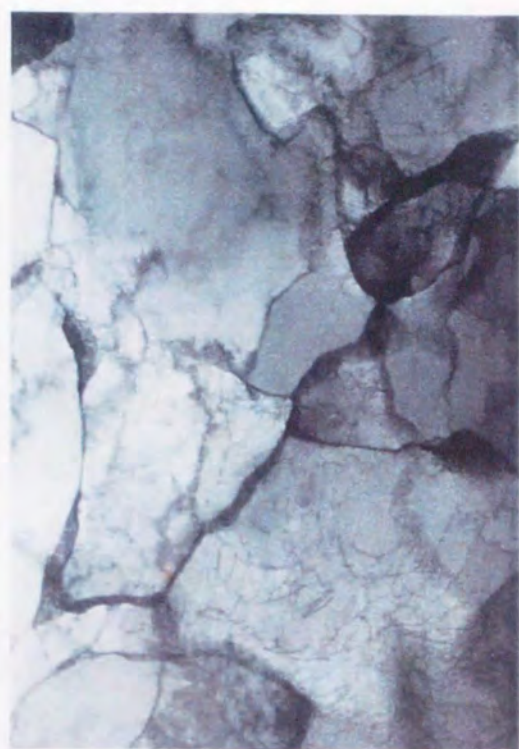
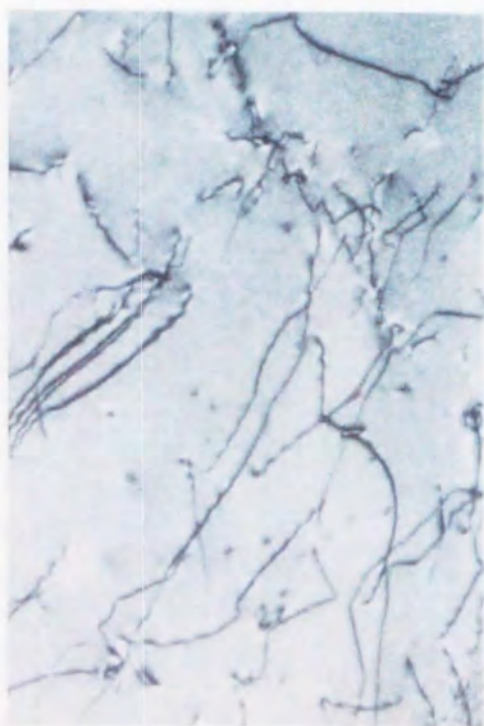


Fig.5-31. TEMによる組織観察写真 ($t/t_f=0.60$, 連続試験法, 応力: 100MPa, 温度: 973K)



(a)



(b)

Fig.5-32. TEMによる組織観察写真 ($t/t_r=0.67$, 連続試験法, 応力 : 100MPa, 温度 : 973K).



(a)



(b)

Fig.5-33. TEMによる組織観察写真 ($t/t_r=0.86$, 連続試験法, 応力 : 100MPa, 温度 : 973K).

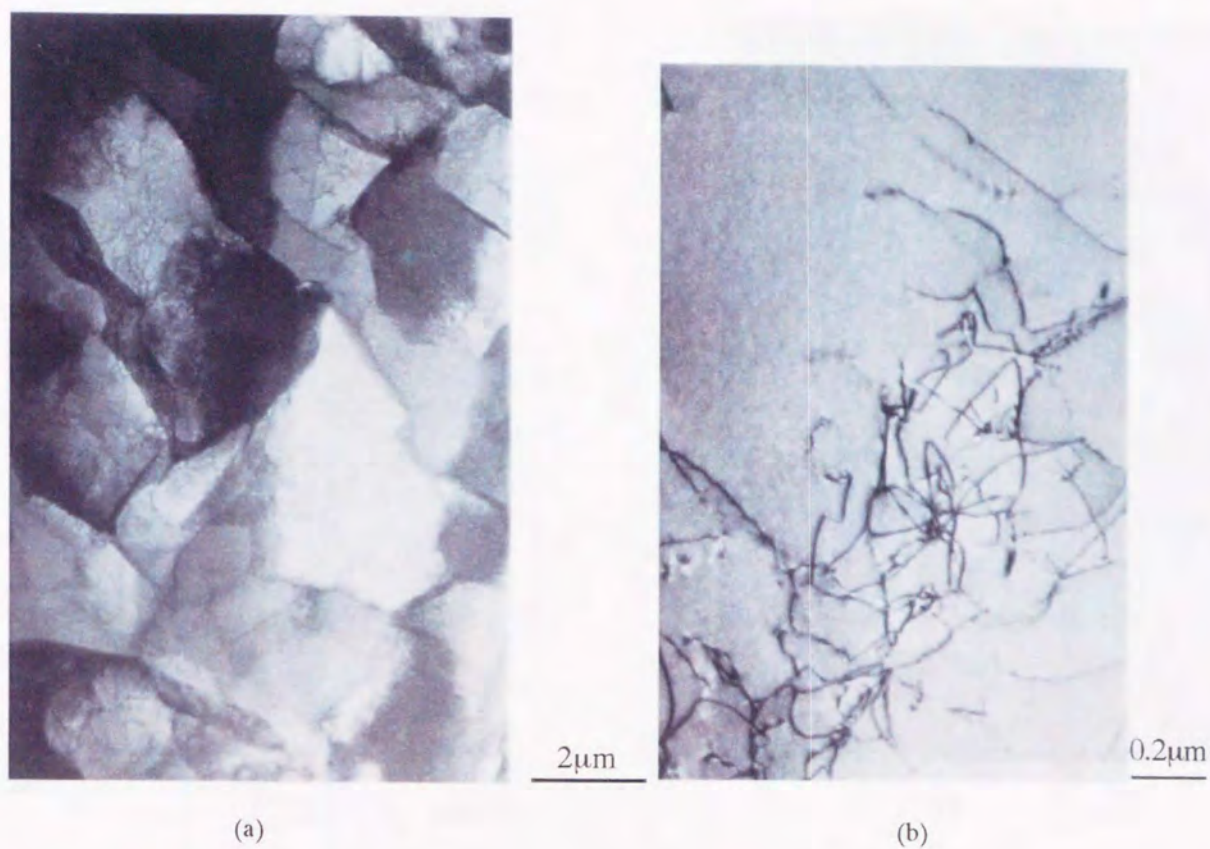


Fig.5-34. TEMによる組織観察写真 ($t/t_f=0.89$, 連続試験法, 応力: 100MPa, 温度: 973K).

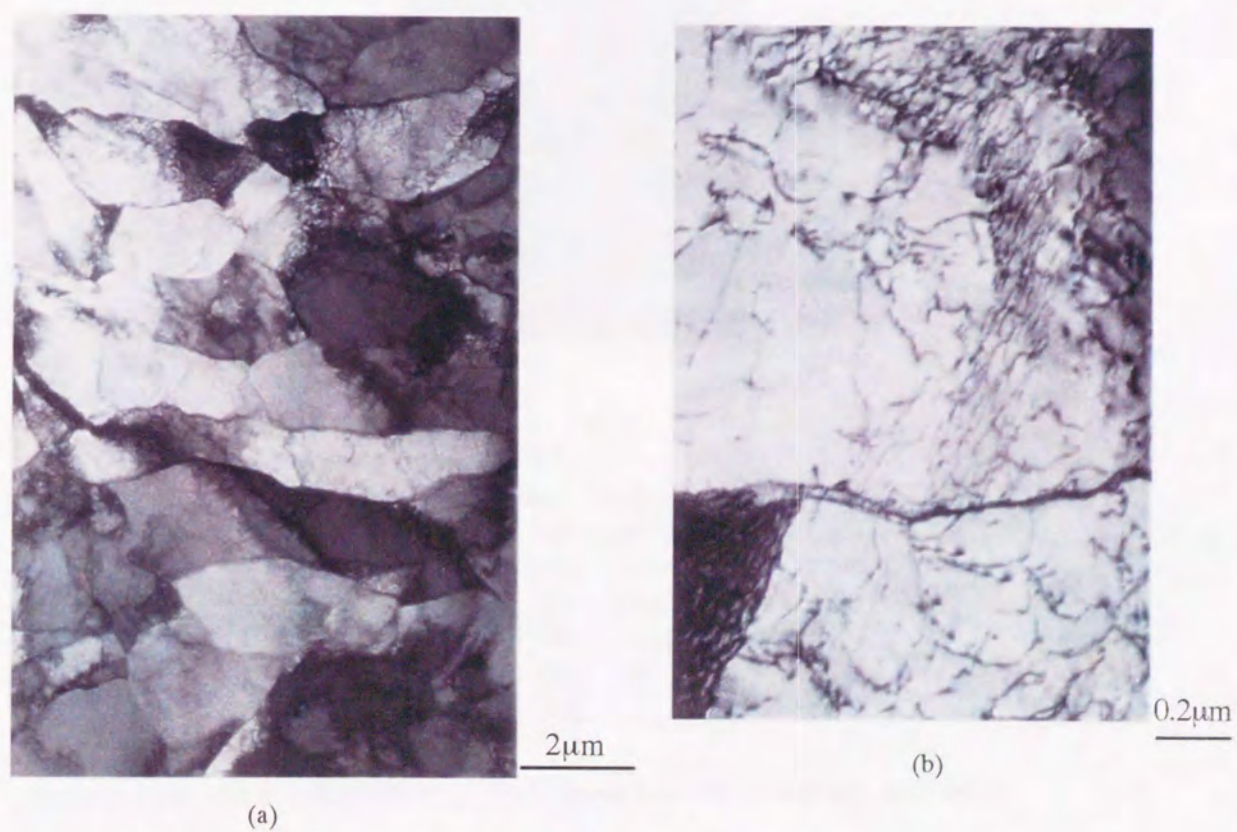
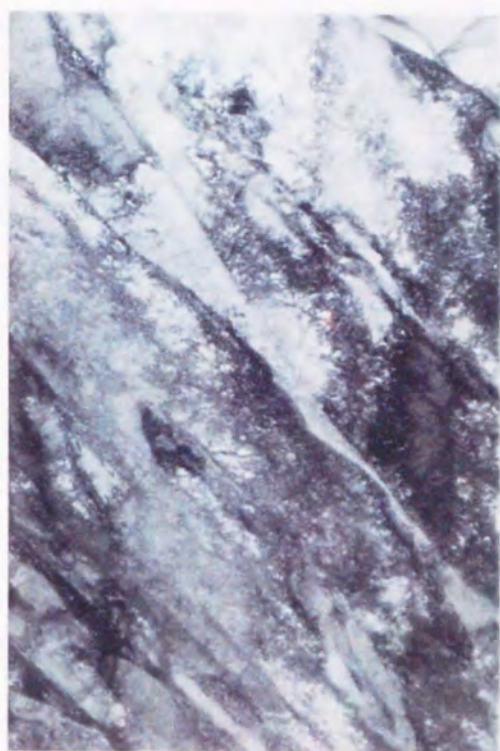


Fig.5-35. TEMによる組織観察写真 ($t/t_f=0.98$, 連続試験法, 応力: 100MPa, 温度: 973K).



(a) 1 μm



(b) 0.2 μm



(c)

** 解析対象材料, Film No. = 1610

* phase name = Fe (α -Fe)

JCPDS 6-696

Cubic (Body Centered)

Measured D	Calculated D	(h k l)
D1 = 1.172	D1 = 1.170	* (2 -1 1)
D2 = 1.172	D2 = 1.170	* (1 2 -1)
D3 = 0.904	D3 = 0.906	* (3 1 0)
Ang[1-2] = 99.2	Ang[1-2] = 99.6	< u v w >
Ang[1-3] = 49.6	Ang[1-3] = 49.8	< 1 3 5 >

(d)

Fig.5-36. TEMによる組織観察写真 ($t/t_r=0.48$, 連続試験法, 応力: 100MPa, 温度: 973K).

5.7 組織変化による減衰係数への影響

クリープ損傷にともなう様々な金属微視組織変化の中から、減衰係数に影響を及ぼす因子として、3章で述べた3因子のほかにポイドによる散乱について検討を行った。

5.7.1 結晶粒界による散乱

Fig.5-21からクリープの進行につれて結晶粒が粗大化していったことが分かる。その変化量は初期値の2倍近くになった。4.7.1で示したように結晶粒径が、超音波の波長に比べて十分小さい時は、結晶粒界での散乱は式(3-1)で表される[53]。この式にほぼ弾性定数のほぼ等しい炭素鋼に対する $S=2.25 \times 10^{-10} \mu\text{sec}^3/\mu\text{m}^3$ [32]を用いると、上記粒径増大による減衰係数の増加は $\alpha_s=2.72 \times 10^{-3} \mu\text{sec}^{-1}$ ($f=3.5\text{MHz}$)にとどまる。また、Fig.5-21から結晶粒径は単調に増加していることから、Fig.5-16中の $t/t_f=0.6$ 付近での減衰係数の減少は粒界散乱では説明できない。

5.7.2 析出物とポイドによる散乱

光学顕微鏡やSEM観察範囲内において、マイクロクラックは観察されなかった。それゆえ、ここでは析出物およびポイドによる散乱を考える。ここでの析出物は4章で計算したものとほぼ等しいと考えられる。また、Cr系炭化物を散乱体とすると、その大きさは $2\mu\text{m}$ 以下であり、それは観察している超音波の波長($>0.5\text{mm}$)より十分小さく、Rayleigh領域での散乱を考えればよい。この散乱による減衰は、式(3-2~3-6)で表される[53,57]。計算結果をFig.5-37に示す。炭化物を前章と同じCr系の炭化物の一種である M_{23}C_6 と仮定し[74,77]、4章で述べたように密度を求めた。炭化物の E 、 ν はCrと同じ仮定した炭化物($E=195\text{GPa}$ 、 $\nu=0.3$ 、 $\rho=6.2 \times 10^3 \text{kg/m}^3$)を用いた。ただし、母材($\gamma\text{-Fe}$)のヤング率やポアソン比には $E=195\text{GPa}$ 、 $\nu=0.3$ を用いた。析出物径 $a=2\mu\text{m}$ で $\alpha=0.01\mu\text{sec}^{-1}$ になるには、炭化物の体積分率が100%を超え現実的でない。それゆえ、炭化物がこのクリープ損傷に伴う減衰係数に及ぼす影響は小さい。

つぎにポイドによる散乱を考える。ポイドの大きさは最大でも $5\mu\text{m}$ であり、観察している超音波の波長よりも十分小さいので、この場合もやはりRayleigh領域で散乱が生じると考えられる。散乱による減衰は式(3-2)から式(3-6)で表わせる[53,57]。これらの式を用いて減衰係数 α をポイド半径 $a=1$ 、 5 、 $10\mu\text{m}$ 、ポイドの体積分率 $q=0.0001\sim 0.01$ 間で求めた。計算の上限は4章と同様に決定した。計算結果をFig.5-38に示す。ポイド径 $a=5\mu\text{m}$ で $\alpha=0.01\mu\text{sec}^{-1}$ になるには、やはりポイドの体積分率が100%を超えかなり現実的でない。それゆえ、ポイドがこのクリープ損傷にともなう減衰係数に与える影響は無視できる。

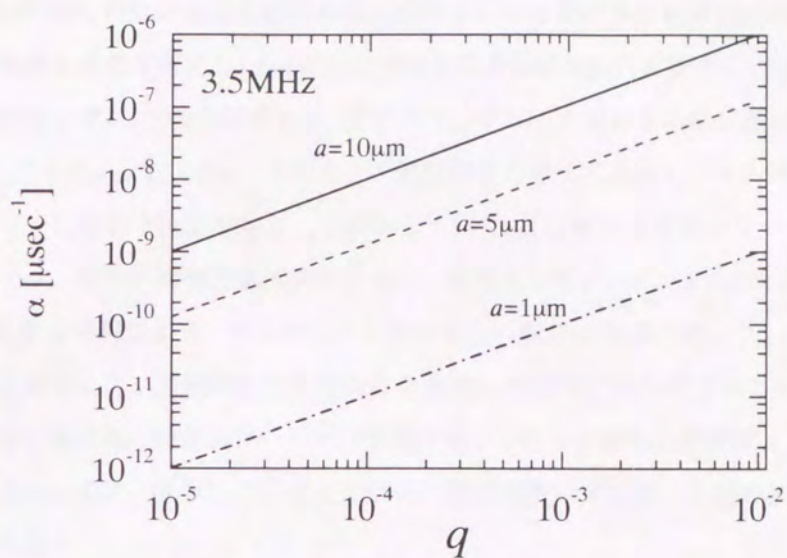


Fig.5-37. 炭化物からの散乱によるシュミレーション.

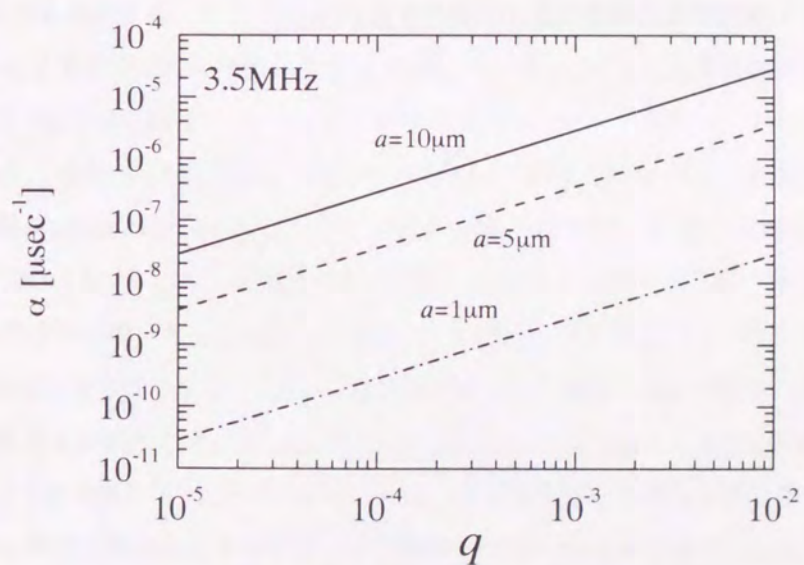


Fig.5-38. ボイドからの散乱によるシュミレーション.

5.7.3 転位による吸収

結晶粒界・ボイド・析出物による散乱では、クリープによる減衰係数の変化は説明できない。それゆえ、4章と同様に減衰係数は転位による吸収を反映していると考えられる。

Fig.5-26~5-35の転位構造の変化の観察結果と従来までの定量的検討結果[76,85-90]から、クリープ進行にともなう転位組織の変化を考える。Fig.5-39に岡崎らの実験結果[87]を参考にしたクリープ寿命比と転位密度変化の模式図を示す。全転位密度を ρ_t 、サブバウンダリーを構成する転位密度を ρ_{sb} 、サブグレイン内の転位密度を ρ_{sg} とする。 ρ_t および ρ_{sb} はクリープ進行にともなって増加し、その後飽和する。 ρ_{sg} は、転位がサブバウンダリーに吸収される結果として減少していく。この減少は定常クリープが始まるまで続く。定常クリープ状態では、転位の増殖と消滅が釣り合い、結果として ρ_t 、 ρ_{sb} 、 ρ_{sg} はほぼ一定に保たれる。クリープ末期では、急激な変形により、サブグレイン内で激しい転位の増殖が起こり、 ρ_t 、 ρ_{sb} 、 ρ_{sg} は増加する。このような変化に対応して、運動可能な自由転位の密度 ρ_f は初期に極大値を示したのち、減少し定常クリープ中はほぼ一定に保たれ、加速クリープでは増加する。これら可動転位の密度 ρ_f と減衰係数 α の変化(例えばFig.5-16(a), (b))は非常に類似していることから、減衰係数の変化は、可動転位の密度 ρ_f と密接に関係があると推定される。

以上の変化に対応する定量的測定結果を示す。Fig.5-40に、Fig.5-26~5-35のTEM観察から求めた平均転位密度 Λ_t と平均転位長さ L_t の変化を示す。ここで対象とした転位は、粒界やサブバウンダリーに堆積した転位ではなく、結晶粒内やサブグレイン内に存在した両端が拘束されていない孤立した転位だけである。なぜならば、上述したように孤立した転位こそが減衰変化の主要因となり得るからである。ここでのクリープ開始前の転位密度は 10^{13} m^{-2} オーダーであり、純金属中の単結晶の転位密度が普通 10^{12} m^{-2} 程度であることから[59]、転位密度は高い。 Λ_t は $t/t_f=0.35$ までわずかに増加し、 $t/t_f=0.40$ で極大値を示した後、 $t/t_f=0.50$ まで減少し、そして破断まで増加していく。また L_t も転位密度の同様に $t/t_f=0.35$ までは、一定またはわずかに増加し、 $t/t_f=0.40$ で極大値を示した後、 $t/t_f=0.50$ 位まで減少しその後破断まで増加する。

これらTEMによる直接観察から得た Λ_t と L_t を用いて、式(3-14)から減衰係数を算出した。結果を測定値(●印)とともにFig.5-41に示す。ここで用いた定数は、バーガースベクトル $b=2.482 \times 10^{-10} \text{ m}$ 、 $G=80.8 \text{ GPa}$ 、 $f=3.5 \text{ MHz}$ である。またFig.5-40の転位密度、長さを用いて初期の減衰係数($\alpha=0.0053 \mu\text{sec}^{-1}$)から求めた転位による粘性係数 $B(=2.44 \mu\text{Nsec/m}^2)$ を用いた。この B の値は純鉄中の刃状転位の値 $B=340 \mu\text{Nsec/m}^2$ [60]より小さい値となっている。Fig.5-41の計算値を実測値と比較するためには、第4章で述べたように $\Lambda_t \propto \Lambda$ 、 $L_t \propto L$ という仮定が必要である。実際、Fig.5-41の測定値と計算値は良い一致を示しており、本章においてもこれらの仮定の妥当性を示すとともに、減衰係数変化の主要因が転位の振動によるエネルギー吸収であることを強く裏付ける結果となった。式(3-14)の周波数依存性に関してもFig.5-16で認められ、転位振動が主因であることを支持している。GranatoとLückeは減衰係数と同様に音速に対しても検討し、式(3-15)を導出した[39]。同式は転位密度と転位線長さの増加は音速の減少をまねくことを示している。超音波による転位の運動は、弾性率の低下をもたらす、音速の減少につながる。Fig.5-41において、減衰係数が極大値を示す t/t_f で音速が極小値を示している(Fig.5-18(b))ことは、このモデルから理解できる。ただし、クリープ進行($t/t_f > 0.4$)にともなう、母材から不純物が析出物してゆき、母材内での原子間結合力が強まる。この効果は弾性率を単調に増加させ、音速の単調増加をもたらす。したがって、Fig.5-9と5-17の音速の変化に

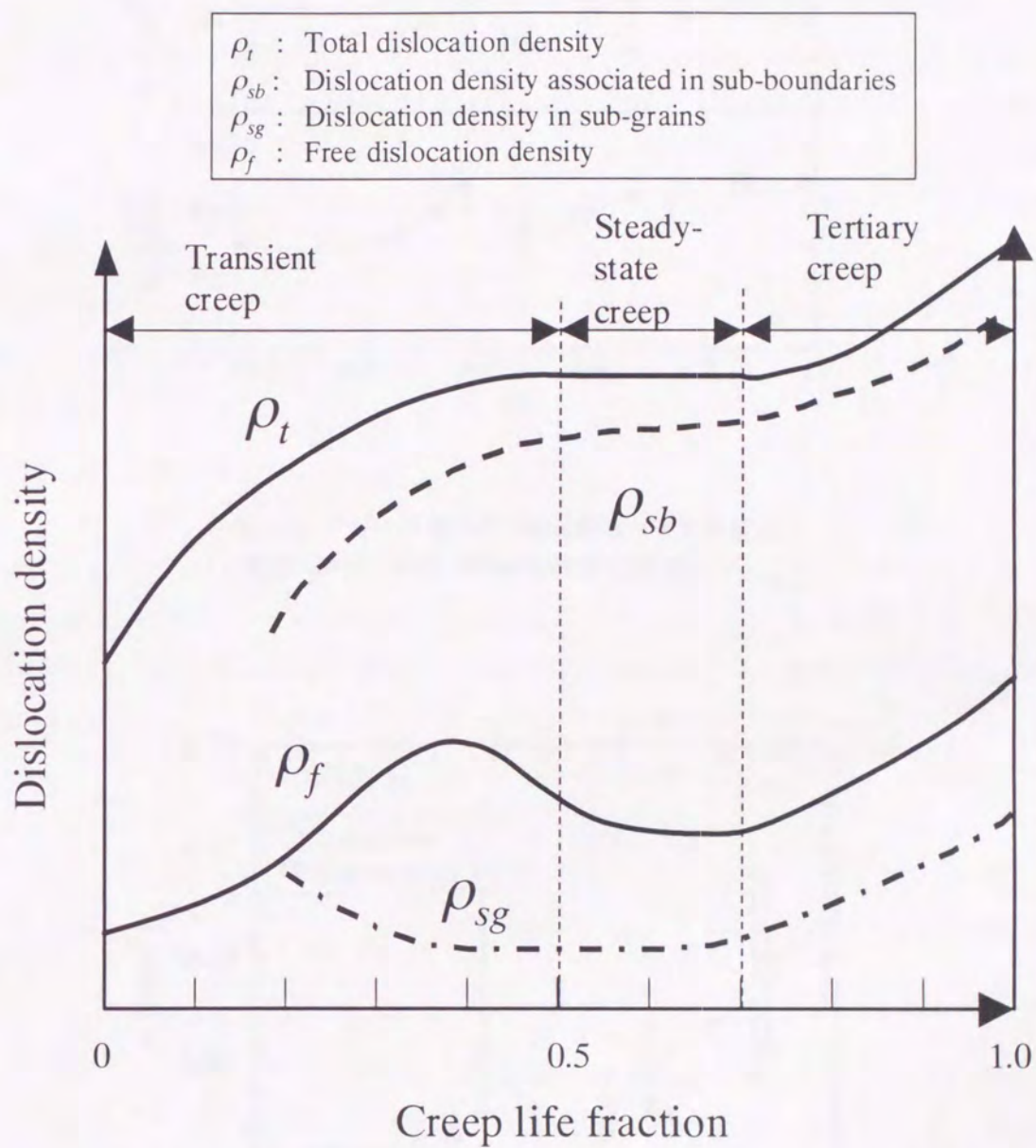


Fig.5-39. SUS304 ステンレス鋼のクリープ進行にともなう転位密度変化の模式図[87].

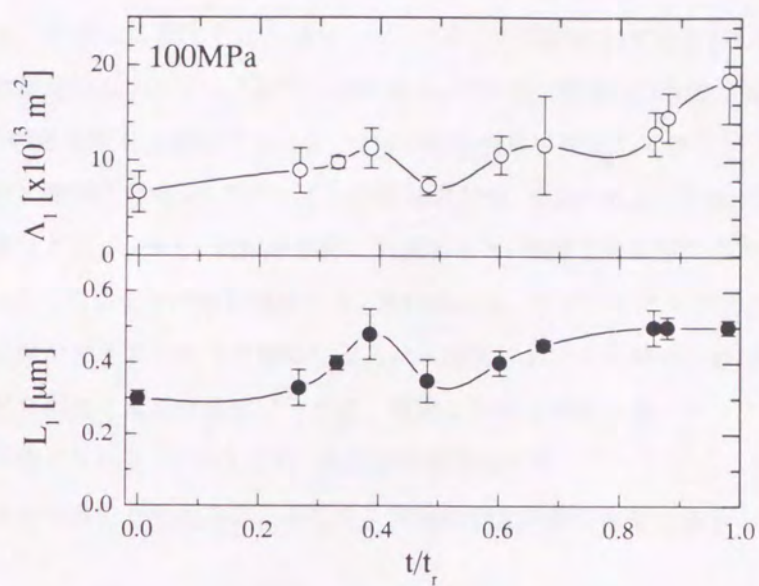


Fig.5-40. クリープ進行中の転位密度と長さの変化
(連続試験法, 応力:100MPa, 温度:973K).

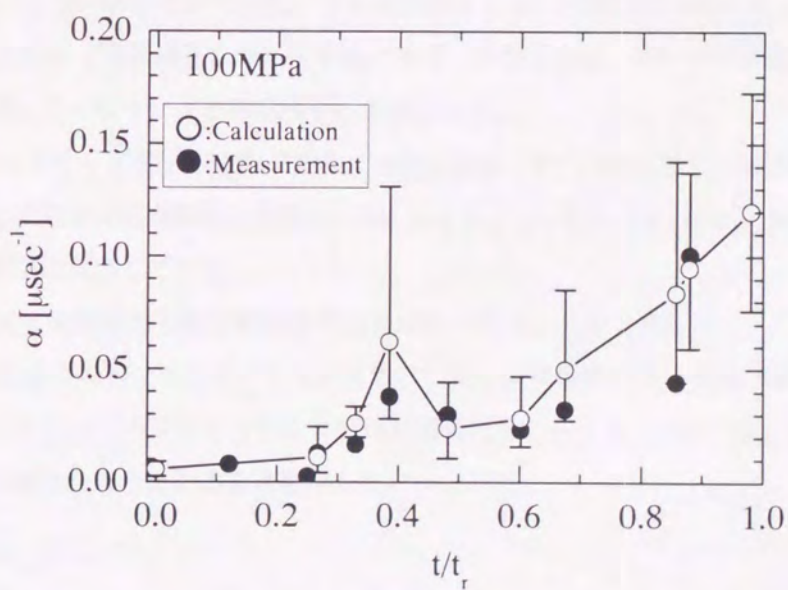


Fig.5-41. クリープ進行による減衰係数の変化の計算値と実測値の比較
(連続試験法, 応力:100MPa, 温度:973K, 共鳴周波数は3.5MHz近傍).

は、転位組織変化の影響と母材の弾性率変化の影響が含まれている。

以上の考察から、本研究で観測された減衰係数の変化が転位構造の変化に起因することが明らかとなった。Fig.5-26~5-36で示した転位構造の変化やFig.5-40の孤立転位の密度変化は、Fe-3%Si合金[88,89]やCu-Al合金[90]において同様に報告されており、以下のように理解されている[76,86,87]。クリープ試験開始とともに転位密度は増加し、クリープ変形が進行する。その後、増殖した転位が絡み合い、サブグレインの形成が始まる。その後も変形は継続するため、全体の転位密度は増加してゆくが、生成された転位は主にサブグレインの形成に費やされる。サブグレインの数は増すが、内部の孤立した転位の密度はサブグレイン境界に吸収されて低下する。しかし、変形が次第に加速すると、増殖した転位の量がサブグレインの形成に費やされる量を上回り、孤立転位の数が増加する。最終的には、サブグレインや結晶粒界、析出物に過度に堆積した転位からき裂やボイドが生じて破断に至る。本研究においても同様の組織変化が生じたことが考えられ、 $t/t_f=0.4$ 付近で現れた減衰係数のピークは、増殖した転位が絡み合いサブグレインの形成が始まった段階に対応すると考えられる。このように、電磁超音波共鳴法はクリープ進行にともなう内部組織変化、特に粒内の転位組織を的確にとらえることができ、非接触損傷評価に有効であると考えられる。

5.8 まとめ

オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 のクリープの進行にともなう微視的組織の変化を EMAR 法を用いて音速および減衰係数で評価した。また、減衰係数と様々な微視組織との関係が明らかになった。

- (1) 減衰係数は初期にわずかに増加後、寿命の 40~50% 間でピークを示した後、減少し寿命の 70% 位から急増する。この変化は負荷荷重や試験方法（中断試験、連続試験報）に依存しない現象であった。
- (2) 減衰係数は、クリープひずみや時間より寿命消費率とよい相関関係があった。
- (3) 減衰係数はクリープ損傷過程に対して敏感であり、その変化は、クリープ初期から見られたボイドや析出物の散乱効果よりも転位による吸収効果に支配される。
- (4) TEM 観察からクリープ変形中の転位密度（全転位密度、サブバウンダリーでの転位密度、サブグレイン中の転位や自由に運動可能な転位の密度）の模式図を示した。そのうち、自由に運動可能な転位密度の変化は減衰係数の変化に対応していた。
- (4) 弦モデルにより減衰係数と転位組織の変化を対応つけることができた。
- (5) 減衰係数と音速の両方をモニタリングすることで、より精度の高い寿命評価が可能になる。
- (6) EMAR 法は、クリープの進行にともなう転位組織変化をとらえることができ、クリープ損傷評価と寿命予測を行える可能性を持っていることを示した。

6章 結論

本研究では、EMAR法を用いて高温用金属材料のクリープ損傷にともなう微視組織の変化と超音波特性的変化、特に減衰係数との関係を解明し、EMAR法の実機への適用性について議論した。ボイラー機器に広く使用される2.25%Cr-1%Mo鋼と耐熱材料としてよく使用されるステンレス鋼(SUS304)を、大気中で923Kと973Kの温度下で、それぞれ数種類の単軸応力を負荷し、クリープ損傷の進行にともなう超音波特性的変化を調べた。さらに、それらの試験片から組織観察を行ない、クリープ損傷中の材料の変化を観察した。非破壊と破壊の両面からクリープ損傷を評価した。各章で得られた要点を下記に示す。

1章では、現状のクリープ損傷や経年劣化による材料組織変化に対する非破壊評価技術をまとめた。どの技術も、ある材料、特定の損傷形態(例えばボイドが支配的な損傷)、特定の部位(例えば表面だけ)では、実験室段階では損傷度を評価でき、劣化度や余寿命診断ができることが示されているが実用化されるに至ってはいない。また、よく損傷評価に用いられる超音波法やレプリカ法が、多数存在する高温機器のクリープ等による劣化診断を、簡便かつ迅速に行える訳ではない。というのもいずれの方法でも、非測定物は高温で使用されているものであるから、表面が酸化膜で覆われている。これからの方法では、その酸化膜を取り除いて研磨しないと計測できない。これらの検討結果から、非接触で、迅速かつ簡便に測れ、その変化が材料内部までの情報を含んだ計測方法の確立が望まれていた。そして、その変化が材料の微視組織の何をとらえているのかが明確な評価方法が必要であった。本研究で提案した電磁超音波共鳴法は、以上の要求を満たすことが分かった。検出感度の点でも接触式センサーに依存する従来法を大きくしのぐものである。

2章では、本研究に用いた横波用EMATと軸対称SH波EMATの超音波発生原理を説明した。そしてEMAR法による減衰の測定方法および計測システムの特徴を示した。この方法により材料の絶対的な減衰係数が測定できることを示した。

3章では、減衰係数とクリープ損傷で発生する材料微視構造の変化との関係を示した。減衰係数は散乱による減衰と吸収による減衰の和で表され、散乱は結晶粒界による散乱、析出物やボイドなどによる散乱があり、それぞれの減衰係数と因子との関係を示した。また吸収による減衰では転位による寄与が支配的であり、これによる減衰・音速変化を表現する弦モデルを説明した。ここで示した関係は、クリープ損傷にともなう減衰係数の変化と材料微視組織との対応を明らかにし、主たる原因を特定するのに用いた。

4章では、2.25%Cr-1%Mo鋼の板材および丸棒材の試験片のクリープの進行にともなう微視組織の変化を減衰係数で評価した。減衰係数は寿命消費率と良い相関関係を示した。また、減衰係数と様々な微視組織との関係が明らかになった。板材ではクリープの進行と共に減衰係数は単調に増加する。その減衰係数は大きく、表面き裂による散乱が主原因であることが分かった。丸棒材では、減衰係数は初期に増加後、減少あるいは停滞しその後急増する。この変化は負荷荷重に依存しない減少であった。組織観察により、末期に至るまでボイドは発生せず、炭化物は初期から多数存在すること、転位は炭化物に釘付けされていることが分かった。また、炭化物や結晶粒の散乱による減衰係数変化に及ぼす影響は小さかった。TEM観察で得られた転位密度と転位線長さから弦モデルにより減衰係数を算出した。その結果は測定値とよく対応していた。よってこの減衰係数変化は転位挙動により支配されていると結論した。初期の減衰係数の増加は転位密度の増加を反映する。中期の減衰係数のピークは、サブグレイン組織生成にともなう可動転位密度の減少と炭化

物に釘付けされた転位が合体することによる長さの増加、釘付けされていない転位の回復による長さの減少が互いに影響し合った結果生じたものであった。末期の減衰係数の上昇はサブグレイン内の転位の増殖と炭化物間に張り出した転位が合体することにより、転位線長さが増加することが原因である。

負荷応力が大きく、短時間で破断が起きるとき炭化物の転位組織への影響は小さくなる。丸棒材(85MPa)では、クリープの進行と共に減衰係数は単調に増加する。これは65MPa、45MPaでの初期の変化である転位密度の増加が影響している。このことは、破断が短時間になるほど低温での破壊と近くなることを示唆する。

減衰は内部組織に敏感に反応するが、クリープ進行とともに単調には変化しないため、減衰係数だけから寿命を評価できないことがある。一方、音速は寿命の60%あたりから単調に増加し、末期には初期値の3%増となる。従って、減衰係数と音速の両者をモニターリングすることで、より信頼性の高い寿命評価を行えることが示唆された。

5章では、オーステナイト系ステンレス鋼SUS304のクリープの進行にともなう微視組織の変化をEMAR法を用いて音速および減衰係数で評価した。また、減衰係数と様々な微視組織との関係を明らかにした。

減衰係数は初期にわずかに増加後、寿命の40～50%間でピークを示した後、減少し70%位から急増する。この変化は負荷荷重や試験方法(中断試験、連続試験報)に依存しない現象であった。減衰係数は、クリープひずみや時間より寿命消費率とよい相関関係があった。減衰係数は、クリープ損傷過程に対して敏感であり、その変化は、クリープ初期から見られたボイドや析出物の散乱効果ではなく転位による吸収効果に支配される。TEM観察からクリープ変形中の転位密度(全転位密度、サブバウンダリーでの転位密度、サブグレイン中の転位の密度や自由に運動可能な転位の密度)の模式図を示した。そのうち、自由に運動可能な転位密度の変化は減衰係数の変化に対応していた。弦モデルにより減衰係数と転位組織の変化を対応つけることができた。減衰係数と音速の両方をモニターリングすることで、より精度の高い寿命評価が可能になる。EMAR法は、クリープの進行に伴う転位組織変化をとらえることができ、クリープ損傷評価と寿命予測を行える可能性を持っていることを示した。

今後は、種々の材料において損傷と減衰係数の関係を導いてデータベース化して、高温機器の損傷劣化評価および余寿命評価に適用していきたい。寿命・余寿命評価システムをFig.6-1示す。このシステムには、本論文で述べた非破壊的な損傷評価とそのデータベースの他に、正確な材料強度データ、実機で損傷したものの非破壊および破壊データや構造解析技術も必要となる。この研究を基に実機での損傷評価技術の向上を図りたい。

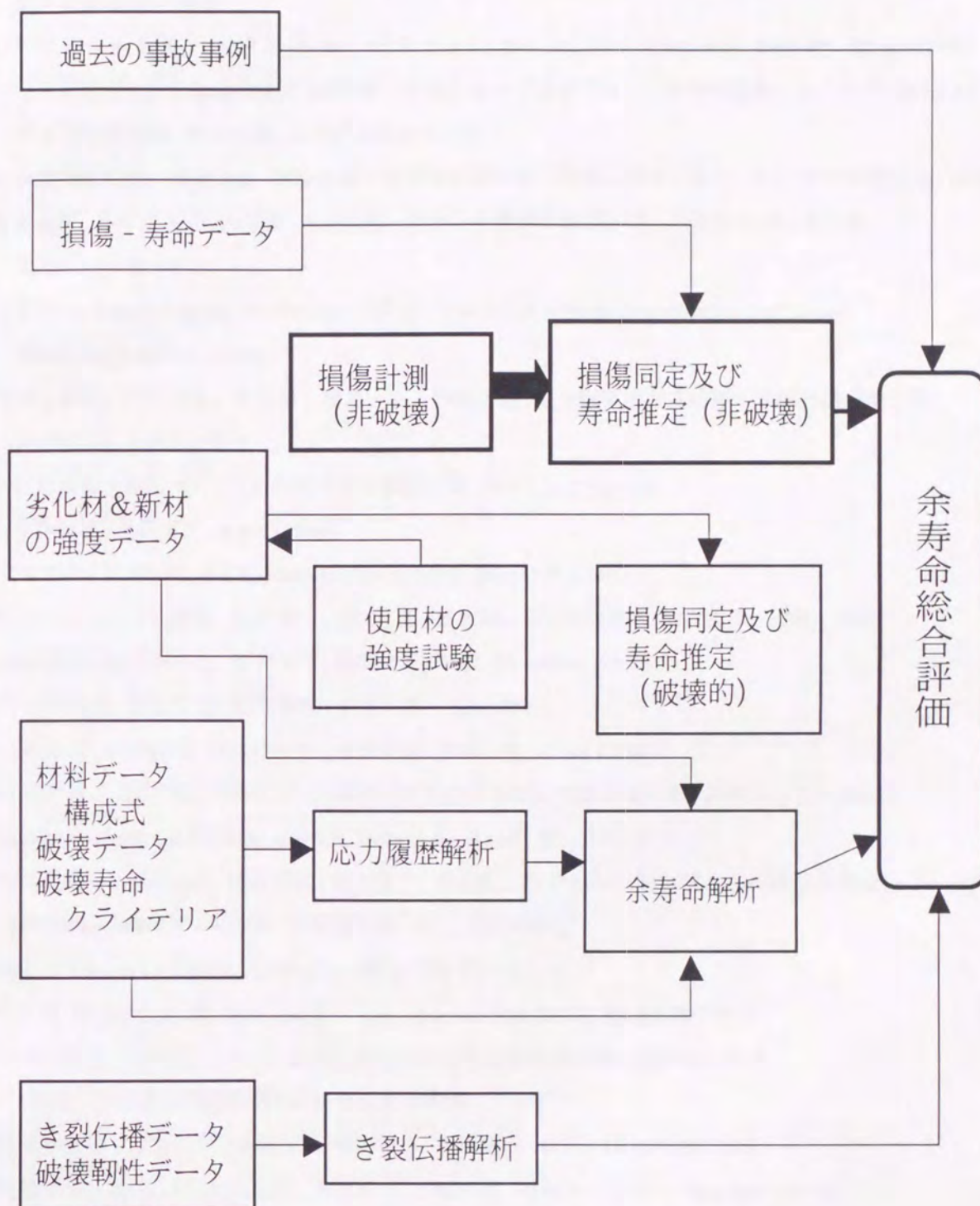


Fig.6-1. 損傷評価および余寿命予測システム。

参考文献

- [1] 構造材料の信頼性評価技術委員会：構造材料の寿命・余寿命評価のための計測技術に関する調査，日本鉄鋼協会（1983）.
- [2] D. S. Drinon, P. K. Liaw, R. D. Rishel, M. K. Devine, and D.C. Jiles: *ASME PVP*, **239/MPC-33**, p.5 (1992).
- [3] 日本鉄鋼協会特定基礎研究会：耐熱鋼の高温クリープ及びクリープ疲労損傷材のレプリカ法による非破壊的損傷量/寿命評価，日本鉄鋼協会（1991）.
- [4] 科学技術庁研究開発局編：構造材料の信頼性評価技術の開発に関する研究，第II期成果報告書，（1988）.
- [5] 大友暁，木原重光，北川正樹，明石正恒：プラント機器の損傷評価と余寿命予測技術・例，応用技術出版（1992）.
- [6] R. Viswanathan: *Damage Mechanisms and Life Assessment of High-Temperature Components*, ASME International, (1989).
- [7] 川上敏幸，押川辰也，渡邊肇，福島一夫，仲庭正義：日本機械学会度材料力学部門講演論文集，No.930-71, p.508 (1993).
- [8] 吉川州彦，福島一夫：日本機械学会講演論文集，964-1, p.225 (1996).
- [9] 小林英男：高圧ガス，**8**, p.4 (1996).
- [10] S. Taira, K. Honda, and K. Matsuki: *Trans. JSME*, **28**, p1325 (1962).
- [11] 米山弘志，中代雅士，村上晃一，芝田三郎，大友暁：石川島播磨重工技報，**28**, p.306 (1988).
- [12] 松原雅昭，新田明人，酒井信介，藤縄展宏：材料，**39**, p.1049 (1990).
- [13] 森下智博，平尾雅彦，福岡秀和：材料，**39**, p.208 (1990).
- [14] 岸本哲，新谷紀雄，松本庄次郎，福原熙明：材料，**39**, p.1043 (1990).
- [15] 橋本昌光，佐田隆，岡崎正和：日本機械学会材料力学部門講演論文集，**1991-B**, p.389 (1991).
- [16] H.M. Ledbetter, R.J. Fields, and S.K. Datta: *Acta Metall.*, **35**, p.2393 (1987).
- [17] 中代雅士，米山弘志，芝田三郎，村上晃一，大友暁：第37期日本材料学会学術講演会前刷，p.280 (1985).
- [18] 三原毅，小幡充男，古川敬：非破壊検査，**38**, p.583 (1989).
- [19] C. F. Ying and R. Truell: *J. App. Phys.*, **27**, p.1086 (1956).
- [20] J. H. Williams, Jr., H. Yuce, and S. S. Lee: *Materials Evaluation*, **42**, p.219 (1984).
- [21] 岡村弘之：逆問題手法による経年劣化材の超音波非破壊損傷評価手法の開発，平成3，4年度科学研究補助金研究成果報告書．
- [22] 祐川正孝，志賀正男，浅野長一，飛田芳行，桐原誠信：材料，**34**, p.1478 (1985).
- [23] 野中勇，北川正樹，加藤久詞，古屋泰文，小幡充男：材料とプロセス，**4**, p.843 (1991).
- [24] 庄子哲雄，河守裕二，渡辺豊，深倉寿一：材料，**41**, p.1558 (1992).
- [25] C. E. Jaske, F. A. Simonen, and D. B. Roach: *Hydrogen Processing*, **62**, p.63 (1983).
- [26] B. J. Cane and R. D. Townsend: *Proc. ASME Materials Seminar, Flaw and Fracture at Elevated Temperature*, p.279 (1983).
- [27] 角屋好邦，後藤徹：材料，**36**, p.999 (1987).
- [28] 藤山一成，木村和成，村松正光，角田英治，青木英夫：材料，**37**, p.315 (1988).

- [29] M. Hirao and H. Ogi: *Ultrasonics*, **35**, p.413 (1997).
- [30] M. Hirao, H. Ogi, and H. Fukuoka: *Rev.Sci.Instrum.*, **64**, p.3198 (1993).
- [31] 荻博次, 平尾雅彦, 福岡秀和: 日本機械学会論文集, **A60**, p.258 (1994).
- [32] H. Ogi, M. Hirao, and T. Honda: *J.Acoust.Soc.Am.*, **98**, p.458 (1995).
- [33] 箕浦潔, 荻博次, 平尾雅彦: 日本機械学会論文集, **A62**, p.2520 (1996).
- [34] T. Ohtani, H. Ogi, Y. Minami, and M. Hirao: *J. Alloys and Compounds*, **310**, p.440 (2000).
- [35] M. Hirao, H. Ogi, N.Suzuki, and T. Ohtani: *Acta Materialia*, **48**, p.517 (2000).
- [36] H.Ogi, G. Shimoike, M. Hirao, K. Takashima, T. Ohtani, and H. Ledbetter: *Review of Progress in QNDE*, **18B**, p.1337 (1999).
- [37] 丸山公一, 原田千里, 及川 洪: 材料, **34**, p.1289 (1985).
- [38] K. Maruyama and H.Oikawa: *Trans.ASME Pressure Vessel Tech.*, **109**, p.142 (1987).
- [39] A.Granato and K. Lücke: *J.Appl.Phys.*, **27**, p.789 (1956).
- [40] A. B. Bhatia: *J.Acoust.Soc.Am.*, **31**, p.16 (1958).
- [41] W. P. Manson: *Physical Acoustics*, **8**, Academic Press, New York p.347 (1971).
- [42] H. Fukuoka, M. Hirao, T. Yamazaki, H. Ogi, G. L. Petersen, and C. M. Furtunko: *Review of Progres. in QNDE*, **12**, p.2129 (1993).
- [43] H. Ogi: *J.Appl.Phys.*, **82**, p.3940 (1997).
- [44] R. B. Thompson: *Physical Acoustics*, **19**, Academic Press, New York, p.157(1990).
- [45] 荻博次, 平尾雅彦, 福岡秀和: 日本機械学会論文集, **A60**, p.881 (1994).
- [46] W. L. Johnson, B. A. Auld, and G. A. Alers: *Review of Progres. in QNDE*, **13**, p.1603 (1994).
- [47] H. Ogi, M. Hirao, and K. Minoura: *J. Appl. Phys.*, **81**, p.3677 (1997).
- [48] 村上芳則, 平尾雅彦, 福岡秀和, 三戸良亮: 日本機械学会論文集, **A58**, p.319 (1992).
- [49] G. L. Petersen, B. B. Chick, C. M. Furtunko, and M. Hirao: *Rev.Sci.Instrum.*, **65**, p.192 (1994).
- [50] H. Seki, C. A. Granato, and R. Truell: *J.Acoust.Soc.Am.*, **28**, p.230 (1955).
- [51] E. P. Papadakis: *J. Test. and Eval.*, **12**, p.273 (1984).
- [52] 日本鉄鋼協会基礎研究会ミクロ組織センサー研究部会: ミクロ組織の非破壊計測技術に関する最近の研究, p117 (1994).
- [53] K. Goebbels: *Res.Tech.in NDT*, **4**, p.87 (1980).
- [54] J. Krautkramer and H. Krautkramer: *Werkstoffprüfung mit Ultraschall*, Springer, Berlin (1975).
- [55] A. B. Bhatia and R. A. Moore: *J.Acoust.Soc.Am.*, **31**, p.1140 (1958).
- [56] N. G. Einspruch, E. J. Witterholt, and R. Truell: *J.Appl.Phys.*, **31**, p.806 (1960).
- [57] R. Truell, C. Elbaum, and B. B.Chick: *Ultrasonic Methods in Solid State Physics*, Academic Press, New York and London, (1969).
- [58] 鈴木秀次: 金属の強さ, アグネ, p.232 (1972).
- [59] 幸田成康: 改訂金属物理学序論, コロナ社 (1998).
- [60] N. Urabe and J. Weertman: *Mater. Sci. Eng.*, **18**, p.41 (1975).

- [61] M.Hirao, H.Ogi, T. Ohtani, and T. Morishita: *in Nondestructive Characterization of Materials in Aging Systems* (MRS Vol.503), p.31 (1998).
- [62] 大谷俊博, 荻博次, 森下智博, 平尾雅彦: 日本機械学会論文集, **A65**, p.1082 (1999).
- [63] H. Ogi, M. Hirao, and K. Minoura: *J. Appl. Phys.*, **81**, p.3677 (1997).
- [64] H. Ogi, N. Suzuki, and M. Hirao: *Metal. and Mater. Trans.*, **29A**, p.2987 (1998).
- [65] H. Ogi, A. Tujimoto, M.Hirao, and H. Ledbetter: *Acta Materialia*, **47**, p.3745 (1999).
- [66] L. D. Blackburn: *The Generation of Isocronous Stress-Strain Curve*, ASME, New York, p.15 (1985).
- [67] R. W. Evans, J. D. Parker, and B. B. Wilshire: *Recent Advances in Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures*, Ed. B. Wilshire and D. R. J. Owen, Pineridge Press, UK., p.135 (1982).
- [68] R. W. Evans and B. Wilshire: *Creep of Metal Alloys*, Inst. Met., London, Chap.6 (1985).
- [69] M. Klesnil and P. Kúkas: *Fatigue of Metallic Materials*, Elsevier, New York (1980).
- [70] 佐田哲郎, 南条房考, 増山不二光, 西村宣彦: 三菱重工技報, **27**, p.255 (1987).
- [71] 新谷紀雄, 京野純郎, 横井信: 鉄と鋼, **70**, p.573 (1984).
- [72] R. C. Boettner and W. D. Robertson: *Trans. Metall. Soc. AIME*, **221**, p.613 (1961).
- [73] J. Wadsworth, S. R. Keown, and J. H. Woodhead: *Metal Sci.*, **10**, p.105 (1976).
- [74] 田中秀雄, 村田正治, 貝瀬正次, 新谷紀雄: 鉄と鋼, **74**, p.2009 (1988).
- [75] T. Morishita and M. Hirao: *Int. J. Solids and Structures*, **34**, p.1169 (1997).
- [76] 辛島誠一: 鉄と鋼, **65**, p.820 (1979).
- [77] K. R. Bhargava, J. Moteff and R.W. Swindeman: *Met. Trans. A*, **7A**, p.879 (1976).
- [78] 澤田浩太, 竹田正明, 丸山公一, 小峰龍司, 永江勇二: 鉄と鋼, **84**, p.580 (1998).
- [79] 加藤雅治: 入門転位論, 裳華房 (1999).
- [80] 大原秀晴: 日本金属学会誌, **21**, p.161 (1957).
- [81] O. D. Sherby, R. H. Klundt, and A. K. Miller: *Met. Trans.*, **8A**, p.843 (1977).
- [82] T. Ohtani, H.Ogi, and M.Hirao: *Review of Prog. in QNDE.*, **18**, p.1847(1999).
- [83] 大谷俊博, 荻博次, 平尾雅彦: 日本機械学会論文集, 2001年3月号掲載予定.
- [84] 木村宏: 材料強度の考え方, アグネ技術センター (1999).
- [85] 大田定雄: 学振 123 委員会報告, **7-1**, p.32 (1966).
- [86] J.Cadek: *Creep in Metallic Materials*, Elsevier, Amsterdam (1988).
- [87] 岡崎正和, 橋本昌光, 佐田隆: 材料, **41**, p1729 (1992)
- [88] C. R. Barrett, W. D. Nix, and O. D. Sherby: *Trans. ASM.*, **59**, p.3 (1966).
- [89] A. Orlova and J. Cadek: *Phil. Mag.*, **28**, p.891 (1973).
- [90] T. Hasegawa, Y. Ikeuchi, and S. Karashima: *Metal Sci. J.*, **6**, p.78 (1972).

謝 辞

本研究を遂行する上で公私にわたり多くの価値ある助言、適切な指導を頂きました大阪大学大学院基礎工学研究科の平尾雅彦教授には心より感謝致します。また本論文に対して多くの価値ある助言およびご指摘を頂きました大阪大学大学院基礎工学研究科の小倉敬二教授並びに小坂田宏造教授に心より感謝申し上げます。本研究当初からご助力を頂きました大阪大学大学院基礎工学研究科の荻博次助教授、明石工業高等専門学校の下智博助教授には、大変感謝しております。

また、本研究の遂行および論文作成の機会を与えて下さいました(株)荏原総合研究所の森田豊治社長、橋本弘之副社長、有満秀信常務、山本和義常務、石黒寿一取締役、宮坂松甫センター長、五十嵐千秋センター長そして横田洋副室長に感謝いたします。また本研究の実験計測全般においてご助力を頂いた(株)メイテックの井戸秀人様に大変感謝致します。

また大阪大学大学院の平尾研究室との共同研究において、TEM観察やEMATによる超音波特性の計測にご助力を頂きました坂元仁君(当時大阪大学大学院大学院生、現シャープ(株)勤務)、鈴木永芳君(当時大阪大学大学院大学院生、現NKK(株)勤務)、南善清君(現大阪大学大学院大学院生)下池剛君(現大阪大学大学院大学院生)に感謝致します。

また論文作成時に有益なるデータをお教え頂いた東京工業大学精密工学研究所の高島和希助教授ならびに大阪市立大学工学部の山崎友裕助教授に感謝致します。

最後に本論は最愛なる妻、大谷真澄に捧げるものであります。

2001年1月

