

低炭素鋼の両振り疲労中の超音波減衰と微細組織の変化

大谷 俊博*

Ultrasonic Attenuation and Microstructural Evolution During Fatigue Life of a Low Carbon Steel.

Toshihiro OHTANI

Abstract:

We study the microstructure evolution in a wrought low-carbon steel, ASTM-A105, containing C: 0.35 mass%, subjected to tension-compression fatigue loading through in-situ monitoring of axial-shear-wave attenuation and velocity with electromagnetic acoustic resonance (EMAR). This is a combination of the resonant technique and a non-contacting electromagnetic acoustic transducer (EMAT). The EMAT operates with the magnetostrictive mechanism and is the key to establish a continuous monitoring for microstructural change in the material's surface region with high sensitivity. We find that the attenuation is highly sensitive to the accumulated fatigue damage, showing two peaks around 2 % and 90 % of the whole life. This novel phenomenon is interpreted in terms of drastic change in dislocation mobility and rearrangement, which is supported by TEM observations. This technique has a potential to assess the damage advance and to predict the fatigue life of steels.

Keywords : Electromagnetic acoustic resonance; Low-carbon steel; Fatigue damage; Dislocation damping

要旨:

電磁超音波共鳴法(EMAR法)を用いて低炭素鍛造鋼, 0.35 mass%のASTM-A105の完全両振り疲労損傷過程の軸対称SH波の減衰係数と音速の変化を連続的に非接触・非破壊で観察した。EMAR法は、共鳴法と非接触で超音波を送受信する電磁超音波探触子(EMAT)を組み合わせた方法である。EMATは磁歪効果により超音波を送受信し、材料の表面領域の微細構造変化を高感度で継続的に監視するための鍵となっている。減衰係数は累積疲労損傷に非常に敏感であり、疲労寿命の約2%と90%に2つのピークを示す。この現象は、転位の可動性と転位の急激な再配列によると考えられ、TEM観察によって裏付けられている。この手法は、損傷の進行を評価し、鋼の疲労寿命を予測する可能性がある。

キーワード : 電磁超音波共鳴法, 低炭素鋼, 疲労損傷, 転位による減衰

1. はじめに

疲労はしばしば材料中に累積損傷を引き起こしながら、突然に破壊にいたることは良く知られている⁽¹⁾⁽²⁾。しかしながら、多くの研究において、その損傷は、徐々に材料組織の微視的变化を導きながら、最終破断を迎えることが報告されている。この進行を検知する方法として、超音波が比較的簡単な装置で容易に測定できることから、40~50年前より広く用いられてきた⁽³⁾⁽⁶⁾。この測定では、接触型の圧電探触子を用

いて超音波減衰や音速の測定が行われてきた。そして、減衰は最初から疲労進行につれて直線的に増加し、疲労寿命の約70~80%で急速に上昇すること報告されている⁽⁴⁾⁽⁵⁾。従来の圧電探触子による超音波計測は、感度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、バッファや音響結合剤内でのエネルギー損失や、音響結合剤-探触

*湘南工科大学 工学部 機械工学科 教授

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に反応して起こる減衰の変化だけを、高精度で再現性良く測定することは難しかった。

近年、電磁超音波共鳴法(Electromagnetic Acoustic Resonance: EMAR)⁽⁷⁾⁻⁽¹⁰⁾が非破壊検査や材料特性評価に適用されている⁽¹¹⁾⁻⁽¹³⁾。EMAR法は、非接触型の電磁超音波探触子(Electromagnetic Acoustic Transducer: EMAT)⁽¹⁰⁾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、変換効率を大幅に改善させることができるとともに⁽¹⁰⁾、非接触のため超音波減衰の絶対値を計測することができる。

本研究では、EMAR法を用いて低炭素鍛造鋼、ASTM-A105(0.35 mass%の炭素含む)の完全両振り疲労進行に伴う超音波特性(減衰、音速)の変化をIn-situでモニタリングした⁽¹⁴⁾。そしてその変化と内部組織変化との対応を調べた。計測は、完全両振りの荷重と同期させて、試験片が疲労破壊するまで連続で行った。ここで用いたEMATは、丸棒の円周方向に横波を伝ばさせる磁わい型の軸対称SH波EMATを用いた⁽¹⁰⁾。

2. 実験方法

本研究に用いた試験片形状をFig. 1に示す。ゲージ部は、直径14mm、長さ22.5mmである。素材は、ボイラー給水ポンプの外側ケーシングに使われる低炭素鋼鍛造材ASTM-A105で、熱処理1173Kで1h保持後水冷、その後1143Kで1.5h保持後炉冷したものをを用いた。化学的成分をTable 1に示す。室温での機械的特性は、降伏応力が489MPa、引張強さが715MPa、伸びは29%であった。

使用した軸対称SH波を受送信するEMATと計測システムの概略を、Fig. 2に示す^{(11),(14)}。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変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、参考文献⁽¹⁰⁾に説明している。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、周方向に伝播する表面SH波である。複数のモードが存在し、各モードの伝播領域は半径方向の固有関数⁽¹⁰⁾で表される。半径方向の空間分解能は、コイルの蛇行ピッチの約3分の1と見積られる。本研究に用いた蛇行コイルのピッチは0.55mmであり、空間分解能は約0.18mmである。

EMATを高出力のバースト波信号(～1000V_{p-p}, ～50μs)で励起し、測定物に超音波を入射する。入射され

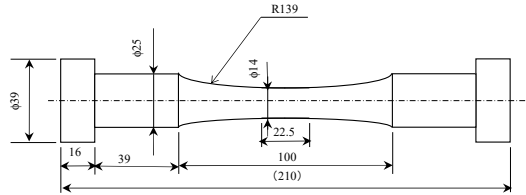


Fig.1 Geometry of specimen

Table 1 Chemical composition of ASTM-A105 (mass%)

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr
0.21	0.21	0.95	0.019	0.014	0.02	0.02	0.03

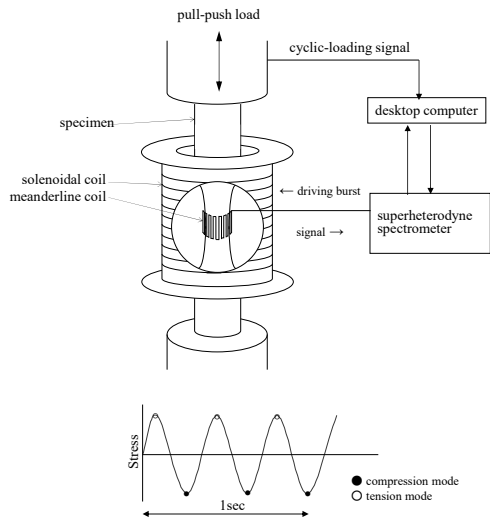


Fig.2 Electromagnetic acoustic resonance (EMAR) setup for monitoring the resonant frequency and attenuation coefficient of axial shear-wave synchronized with the loading sequence.

たSH波が伝播し、蛇行コイルの下を通る度に受信される。受信信号にはスーパーヘテロダイン処理を行ない、入射波と同一周波数成分の振幅を検出している⁽¹⁰⁾。共鳴スペクトルは、送信周波数を掃引しながら、個々の周波数の振幅を検出する事によって得られる。共鳴周波数は次式で決定される^{(8),(10)}。

$$nJ_n(kR) - kR J_{n+1}(kR) = 0 \quad (1)$$

ここで、 J_n はn次の第1種ベッセル関数、 R は丸棒の半径、 k は円周方向の波数で、 m 次の共鳴周波数 $f_m^{(n)}$ と音速 C の関係から $k=2\pi f_m^{(n)}/C$ で表される。 n は蛇行コイルのターン数であり、本研究で $n=80$ (コイルピ

ッチ $\delta=0.55\text{mm}$). Fig.3 に測定した共鳴スペクトルの例を示す.1 次のモード $f_1^{(80)}$ では,試料最表面を SH 波が伝播し,高次のモードになる程,伝播領域は,内部へ移る⁽¹⁰⁾.減衰係数を求めるには, Fig.3 の各ピーク近傍の周波数を掃引し,そのデータをローレンツ関数で近似しその中心軸から共鳴周波数を求め,その周波数で,共鳴状態をつくり, Fig.4 に示す減衰曲線を得る.この曲線を指数関数で近似する事により,減衰係数を決定する⁽¹⁰⁾. Fig.5 に1 次のモード $f_1^{(80)}$ の表面波の半径方向の音響エネルギー分布を示す.表面近傍に音響エネルギーが集中している.浸透深さは表面から約 0.37mm であった.

疲労試験を行いながら EMAT で連続的に1つの共鳴周波数についての減衰係数の変化を計測した

(Fig.2 参照). 疲労損傷は一般に表面から発生することから,試料最表面を超音波が伝ばする1次モードの共鳴周波数 ($f_1^{(80)}=6.28\text{MHz}$) に着目した.計測点は最小荷重点と最大荷重点で行なえるようにするため,超音波計測を繰返し荷重と同期させた.共鳴周波数と減衰係数それぞれを測定するには,各々100回と150回の荷重繰返し数が必要となる(Fig.2参照).また,1回当りの計測時間は $5\mu\text{s}$ である.その間に荷重変動は最大荷重に対して 0.75% である.この程度であれば,応力変動による音響特性の変化は小さい.また,共鳴周波数と減衰係数に合わせて250回の荷重繰返し数が必要であるが, 10^5 回以上の高サイクル疲労の破断回数と比べると,計測に必要な繰返し数はかなり小さく,その間の材料内の変化は無視できる.

疲労試験は,油圧式サーボ疲労試験機を用いた.試験片には,正弦波の繰返し荷重を圧延方向と平行に,完全両振りを与えた.その時の応力振幅 $\Delta\sigma=210$ と 215MPa の2種類で,繰返し周波数は 3Hz を用いた.

さらに,疲労進行中の微細組織の変化を調べるために,TEM (Transmission Electron Microscope:透過型電子顕微鏡) 観察を行った. TEM 用試験片は試験片表面近傍と中心部から厚さ 0.2mm の箔を放電加工により切り出した後,さらに紙ヤスリで厚さ $150\mu\text{m}$ 程度まで薄く仕上げ,薄膜法(ツイングレット法)で,試料の中央部に小さい穴をあけ,その周囲の薄い膜部分を TEM により組織観察をした. 電解液は 10% リン酸エタノール溶液である.観察には, 250KV の透過型電子顕微鏡を用いた. さらに,マイクロビッカース硬度計を用いて硬さ測定も実施した. 荷重 4.903N , 保持時間 15sec の条件でおこなった.

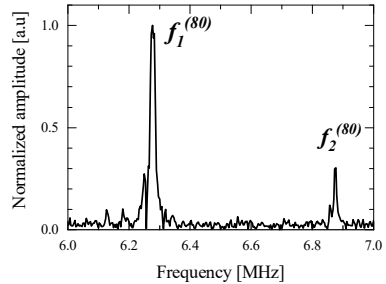


Fig.3 Measured Resonant Spectrum for a low carbon steel of $\phi 14\text{mm}$ with $n=80$. Static field is 0.16kOe

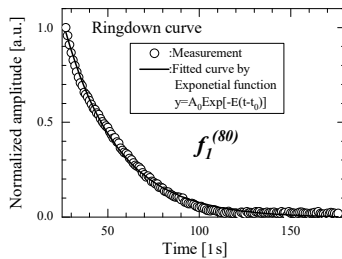


Fig.4 Measured Ring down curve of 1st mode

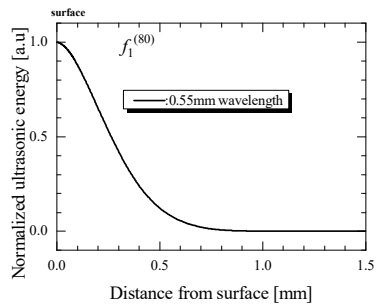


Fig.5 Distribution of the axial shear-wave energy along radial direction at fundamental resonance mode.

3. 実験結果

Fig.6 に疲労進行に伴う相対音速比 $\Delta V/V_0$ ($\Delta V=V-V_0$, V_0 : 初期の音速, V : 個々の音速)および

減衰係数 α 及びビッカース硬さ $HV_{0.5}$ の変化を示す。ここで、 N/N_f は疲労寿命比であり、疲労破断回数 N_f に対する個々の繰返し数 N の比を示す。ここでの応力振幅 $\Delta\sigma=215\text{MPa}$ であり、破断回数 N_f は 129,260 サイクルであった。引張 - 圧縮中に試験片の直径の変化はなかったので共鳴周波数の変化を音速の変化と等しいとみなした。

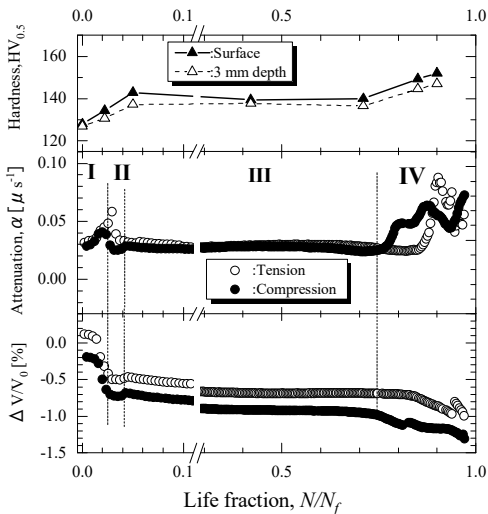


Fig.6 Evolution of the attenuation coefficient, relative-velocity and hardness during pull-push fatigue for ASTM-A105 steel ($\Delta\sigma = 215 \text{ MPa}$). The number of the cycle N is normalized by the failure cycle number N_f .

疲労開始時より α は急激に増加し、 $N/N_f=2\%$ 付近で最初のピークを示した。その後、約 $N/N_f=70\%$ までほとんど変化はなかった。そして、 $N/N_f=90\%$ 付近で、2度目のピークを示した。一方 $\Delta V/V_0$ は疲労開始から $N/N_f=2\%$ まで急激に減少している。その程度は大きくはないが。その後、 $N/N_f=70\%$ まで一定または、僅かに減少していく。そして破断に向けて徐々に低下していく。 $\Delta V/V_0$ の最大減少率は、引張で1%、圧縮で1.5%であった。このときの音速の減少率は最大となる。 $\Delta\sigma=210\text{MPa}$ でも同様な挙動が観察された。減衰係数および音速の変化は応力振幅に依存しないことが分かる。

$HV_{0.5}$ は、 $N/N_f=3\%$ まで、急激に増加後、 $N/N_f=70\%$ まで一定になり、再び破断に向けて増加した。表面近傍の $HV_{0.5}$ は、表面下3mmの $HV_{0.5}$ より高かった。

さらに、微細組織の変化を調べるために、減衰係数の変化から以下の4つの代表的な段階 (Fig.6 参照)

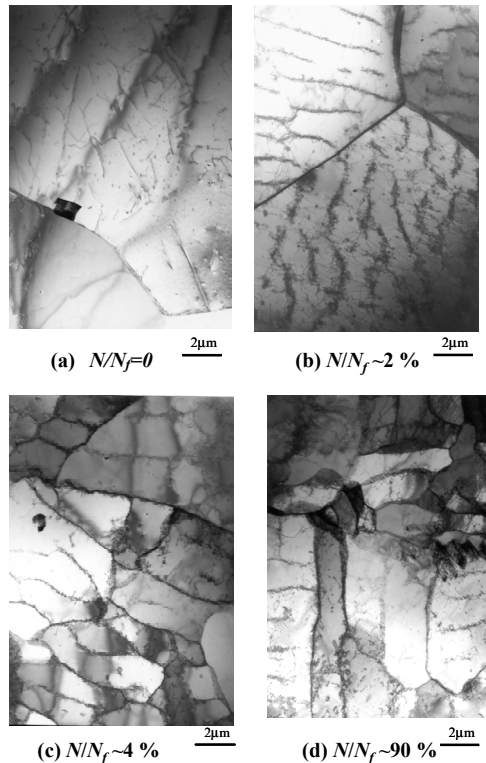


Fig.7 TEM micrographs showing the dislocation structure in fatigue life ($\Delta\sigma = 215 \text{ MPa}$).

において TEM 観察を行った；(1)疲労試験以前の状態、(2)最初のピーク近傍 ($N/N_f=2\%$)、(3)ピーク後 ($N/N_f=4\%$)、(4)破断前の第2のピーク時 ($N/N_f=90\%$)。その結果を Fig. 7(a)-(d)に示す。これらの写真は表面から $200\mu\text{m}$ の深さで半径方向に垂直な面での TEM 写真である。Fig. 7(a)の試験前の状態では、転位密度は低くセル構造は観察されなかった。減衰係数が最初のピークを示すあたりでは、転位密度は増加し、約 $0.2\mu\text{m}$ 厚さのセル壁を形成していた (Fig. 7 (b))。それらの壁は、約 $1.5\mu\text{m}$ 間隔に平行になっていた。多くの長い単一の転位が、セル壁間を橋渡ししていた。これらの転位の様子は、回転曲げ疲労で減衰係数がピークを示した荻らの結果⁽¹³⁾と似ていた。さらに試験片中心部の TEM 観察では、論文中には示していないが、転位密度は高くなっていて、セル壁は見られなかった。減衰係数のピーク後 ($N/N_f=4\%$) では、セル壁は鮮明になり、セルの数は増加し、セル内の転位密度は低下していた (Fig. 7 (c))。しかしながら、試験片中央部での TEM 写真では、 Fig. 7 (b) とほとんど

同じような組織であった。第2のピーク近傍($N/N_f = 90\%$)では、良く発達したセルや亜結晶が観察された (Fig.7 (d))。セルやサブグレイン内の転位密度は増加していた。多くの転位がセル壁や亜結晶粒界を橋渡ししていた。

4. 考察

室温下での MHz 帯域の超音波特性 (共鳴周波数, 減衰係数等) に影響を及ぼす因子としては, 転位, 結晶粒界, 回折損失, き裂, 試料のネッキングが考えられる⁽¹⁵⁾。そのうち, き裂やネッキングは, 疲労進行に伴い単調に増加することから, 減衰係数の変化を説明することができない。さらに, レプリカ法による表面組織観察において, 疲労初期段階ではき裂の存在は確認できなかった。次に回折損失の影響について考える。回折損失は, 試料直径, 蛇行コイル長さ, 周波数依存する。これらの中で周波数だけが変化している。この条件で回折損失は計算できないが, 計測されたような 10^{-3} オーダーの減衰係数の変化を引き起こすことはできない。次に, 結晶粒界による散乱を考える。結晶粒界が波長に比べて十分に小さい時は (Rayleigh 領域), 結晶粒界による散乱 α_s は, その結晶粒界の平均粒径の3乗に, 周波数の4乗に比例する⁽¹⁶⁾。

$$\alpha_s = SD^3 f^4 \quad (2)$$

ここで S は散乱係数, D は平均結晶粒径, f は周波数である。低炭素鋼の横波の散乱係数 $S = 2.25 \times 10^{-10} \mu\text{s}^3/\mu\text{m}^3$ ⁽¹⁷⁾, 試料の平均結晶粒 $D = 20 \mu\text{m}$, $f = 6.28 \text{ MHz}$ を式(2)に代入すると, $\alpha_s = 4.14 \times 10^{-4} \mu\text{s}^{-1}$ となり, 測定値よりかなり小さい値となる。また, 疲労進行に伴い結晶粒が微細化していくとすると, 結晶粒界での散乱による影響はさらに小さくなる。以上から, ネッキング, き裂, 回折や粒界の散乱の影響は, 減衰係数の変化に無視できるほど小さく, 転位に起因する減衰係数の変化だけが, 本研究で観測された実験結果を説明できる。

転位によるエネルギー吸収を考える。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⁽¹⁸⁾がよく使われる。そのモデルは, 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という性質を, 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。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。弦モデルを用いると, 低い周波数域では減衰係数および音速は, 式(3), (4)のように表される⁽¹⁸⁾。

$$\alpha = C_1 \Lambda L^4 f^2 \quad (3)$$

$$(V - V_0) / V_0 = -C_2 \Lambda L^2 \quad (4)$$

ここで, Λ は転位密度, L は有効転位長さ, f は周波数, V_0 は転位のない理想状態での音速である。また, C_1, C_2 は正の定数である。

このモデルによると, 減衰係数は, 転位密度 Λ に比例し, 転位が超音波に振動し可動できる有効転位長さ L の4乗に比例する。ただし, 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訳ではない。

Fig.5 に示すように TEM 観察を基に疲労進行に超音波特性の変化を4つの段階に分けて, それぞれについて考察する。

第1段階 ($0 < N/N_f < 0.02$):

数回の繰返し荷重負荷後, 減衰係数 α は急激に増加し, 同時に音速は, 急速に減少する。それは短時間(寿命の0.5%)の間に多くの転位の移動が生じていることを示している。転位組織は大きく変化する。縫れ合った転位が開放され, セル壁を形成するために移動していく。それは固執すべり帯に似ている。表面近傍の塑性変形は, 転位壁間を橋渡しする単一の転位の形成を導く。多くの長い稼働可能な転位の形成は, L の増加をもたらす。したがって, α が増加し, そして最初のピークに達する。

第2段階 ($0.02 < N/N_f < 0.04$):

繰返し変形が, 転位壁の発達を鮮明にさせる。セル壁への転位の堆積は, 転位の可動性を低下させ, α の減少と音速の増加をもたらす。この段階の後半では, セル構造が発達する。このように, 減衰係数のピークは, 転位壁からセル壁へ転位構造の変化を示唆している。硬さの増加は, 全体の転位密度の増加を示している。

第3段階 ($0.04 < N/N_f < 0.7$):

この間では、転位の増殖の進行(Λ の増加)とセル壁の堆積(L の減少)が釣り合っている状態であり、この長い間では、超音波特性は、ほとんど変化がないか、あるいは僅かに増加している。この段階では転位組織は大きな変化は見られない。多くの転位は増殖するが、それはセル壁の形成に費やされる。

第 4 段階($N/N_f > 0.7$):

寿命の 70%程度で、き裂の発生が見られる。き裂先端での高い応力集中により、大きな応力場が生じ、かなり高い速度で転位の発達が生じる。セル内に転位が生成し、その結果、可動転位が増加する。減衰係数が増加する一方、速度は破断にむけて低下する。硬さも転位の増加により再び増加する。

5. 結論

電磁超音波共鳴法を用いて、低炭素鋼の完全両振り疲労損傷過程中の共鳴周波数及び減衰係数の変化を連続的に非接触、非破壊で計測した。減衰係数は、疲労損傷過程に、非常に敏感であり疲労寿命の 2%、と 90%でピークを示した。この現象は、TEM 観察から、転位の可動性と再配列によると考えられる。減衰係数の 2 つピークは、転位が釘つけ点や他の転位から一時的に開放され、セル構造を形成するために移動することを特徴づけるものである。また、そのピークの鋭さは、その移行の変化が僅かの期間(疲労寿命の数%間)で完成することを示唆している。EMAR を用いた高精度な減衰係数の測定により、疲労進行中の減衰係数のピーク現象は、初めて観察されるものである。本方法は、金属材料の微細組織やプロセス中の動的な変化の測定にも有用である。また、この本手法は減衰係数や音速の変化から、疲労進行中の金属材料の微細組織を捕えることが可能になり、疲労損傷の評価や余寿命予測の可能性を持つことを示した。

参考文献

- (1) T. Yokobori, Strength, Fracture and Fatigue of Materials, (1964) 194, P. Noordhoff, Groningen, Netherland
- (2) S. Suresh, Fatigue of Materials 2nd Edition, (1998), 86, Cambridge University press, Cambridge, UK.
- (3) R. Truell, A. Hikata, ASTM STP No.213, (1957), 63, Pennsylvania, USA.
- (4) Z. Pawlowski, Proc. Vibration Problem, 4 (1963) 43.
- (5) N. R. Joshi, R. E. Green Jr, J. Eng. Frac. Mech., 4 (1972) 577.

- (6) Y. Tsuchida, K. Okada, Bulletin Faculty of Eng., Tokushima Univ., 12 (1975) 31.
- (7) M. Hirao, H. Ogi, H. Fukuoka, Rev. Sci. Instrum., 64 (1993) 3198.
- (8) W. Johnson, B. A. Auld and G. A. Alers, in Review of Progress in QNDE, 13 (1994) 1603.
- (9) W. Johnson, S. Norton, F. Bendec and R. Pless, J. Acoust. Soc. Am., 91 (1994) 2637.
- (10) M. Hirao and H. Ogi, EMATs for science and industry: nondestructive ultrasonic measurements, (2003), 1, Kluwar Academic Publishers, Boston.
- (11) T. Ohtani, H. Ogi and M. Hirao, J. Alloys & Compounds, 310 (2000) 440.
- (12) H. Ogi, Y., M. Hirao, T. Honda, H. Fukuoka, in Review of Progress in QNDE, 14 (1995) 1601.
- (13) H. Ogi, Y. Minami and M. Hirao, J. Appl. Phys., 91 (2002) 1849.
- (14) T. Ohtani, N. Nishiyama, S. Yoshikawa, H. Ogi and M. Hirao, Mater. Sci. & Eng., A, 442, (2006) 466.
- (15) R. Truell, C. Elburn and B. Chick, Ultrasonic Methods in Solid State Physics, (1969), 1 Academic Press, New York.
- (16) K. Goebbels, Res. Tech. in NDT, Vol. 4, (1980), 87. Academic Press, London, UK.
- (17) H. Ogi, M. Hirao and T. Honda, J. Acoust. Soc. Am., 98 (1995) 458.
- (18) A. Granato A, K. Lücke, J. Appl. Phys., 27 (1956) 583.