

# 低炭素鋼の塑性ひずみに誘起された非線形超音波特性と微細組織の変化

大谷 俊博\*

## Evolutions of Nonlinear Acoustics and Microstructure Induced by Plastic Strain in a Low Carbon Steel

Toshihiro OHTANI

### Abstract:

Electromagnetic acoustic resonance (EMAR) is a contactless resonant method with an electromagnetic acoustic transducer (EMAT). This method enables not only to measure exact ultrasonic attenuation of measured sample but also to eliminate nonlinear acoustic effect between the sample and transducer. In this study, the EMAR was applied to investigate the relationships between nonlinear acoustic characterizations: resonant frequency shift, three-wave mixing and birefringence acoustoelasticity and microstructural changes induced by tensile plastic strain in a low-carbon steel, JIS-S25C. Furthermore, we developed a single bulk-shear-wave EMAT which was composed of three-layer elongated coils and a pair of permanent magnets to measure in three-wave mixing. The EMAT transmits and receives shear wave propagating in thickness direction of a plate specimen. Three nonlinear acoustic parameters and ultrasonic attenuation increased with increase in tensile plastic strain. This phenomenon is interpreted as resulting from microstructure changes, especially, dislocation density and crystal misorientation. This is supported by X-ray observations for dislocation density and EBSD (electron backscattering diffraction) for the misorientation.

**Keywords:** Nonlinear acoustics, Plastic strain, EMAT, Acoustoelasticity, EBSD

### 要旨:

電磁超音波共鳴法 (EMAR) は、非接触で超音波を送受信できる電磁超音波探触子 (EMAT) を共鳴測定に適用した計測法である。この方法は、高精度な超音波減衰の計測ができるだけでなく、試料と探触子との間に接触に伴う非線形音響効果がない。本研究では、低炭素鋼 S25C の引張試験中のひずみに誘起された非線形超音波特性 (共鳴周波数の移動, 3波相互作用法, 音響複屈折) と微細組織の変化の関係を調べることを目的とした。さらに, 1つの EMAT で 3波相互作用法に非線形超音波量を計測するために, 3層の平面コイルと永久磁石から構成される EMAT を開発した。板厚方向に偏向しながら横波を送受信する体積波横波 EMAT を用いた。3つの非線形超音波パラメータと減衰係数は, 引張塑性ひずみの増加につれて増加していった。この現象は, 転位密度や結晶方位差による微細組織の変化に起因していた。それは X線による観察や EBSD (電子後方散乱回折) 法による方位差解析の結果から裏付けられた。

**キーワード:** 非線形超音波, 塑性ひずみ, 電磁超音波探触子, 音弾性, EBSD

## 1. 緒言

多くの機械構造物, 機器は稼働中に塑性ひずみを生じることがある。金属材料では, 引張強さや延性などの機械的性質に, 転位の運動・増殖が影響を及ぼしている<sup>(1)</sup>。過大な塑性変形 (またはひずみ) は, 延性を低下させたり, 機器や構造物の破壊を早めた

りするため, 化学装置, 運輸機械, 火力や原子力機器の安全基準に塑性変形も含まれている<sup>(2)</sup>。そこで塑性変形の程度を調べることは實際上重要である。

塑性変形の検出法としては, 腐食法, モアレ法<sup>(3)</sup>, 電子後方散乱 (electron backscattering diffraction; EBSD)<sup>(4)</sup>, X線<sup>(5)</sup>, バルクハウゼンノイズ法<sup>(6)</sup>, 超音波法<sup>(7)</sup>などがあるが, 特定の材料, 前処理の必要性,

\*湘南工科大学 工学部 機械工学科 教授

表面上の大変形の検出に限定されるなど制限があった。その中で超音波法は、材料の制限がなく、従来から多用されている。金属材料が塑性変形する場合、塑性変形は原子のすべりであるので巨視的弾性率は変化しないが、材料内部には転位などの欠陥が累積され、超音波速度の変化として検出できることがすでに報告されている<sup>(7)</sup>。その変化量は数%以下であり、検出感度の高い新検出法が望まれている<sup>(8)</sup>。

本研究では、転位など材料微細組織の変化に、従来の線形超音波特性より敏感である非線形超音波法を塑性変形の検出に適用しようとした<sup>(9),(10)</sup>。ここでは、非線形超音波法に電磁超音波共鳴法 (Electromagnetic Acoustic Resonance: EMAR 法)<sup>(11)</sup> を適用した評価方法で、引張試験中のひずみ量と非線形超音波量との関係を示すとともに、微細組織との関係を明らかにすることを目的とした。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)<sup>(11)</sup> を共鳴測定に適用した計測法である。非線形超音波法では、一般に次のような 5 つの非線形音響特性: ①高調波の発生, ②分調波の発生, ③共鳴周波数の移動, ④非線形 3 波相互作用, ⑤音弾性効果の観察から評価をしている<sup>(9),(12)</sup>。これまでの非線形超音波法を用いた損傷や変形の評価に関する研究においては、接触式の圧電超音波センサーを用いて、①高調波の成分 (主として 2 次高調波) の振幅の計測が多く行われていた<sup>(13)~(18)</sup>。この手法では、接触による非線形性と計測システムによる非線形性から損傷に伴う非線形性を抽出する難しさがある。

そこで、本研究では、EMAR 法を用いて機械構造用炭素鋼 S25C の平板の引張試験中の 3 つの非線形超音波量: ③非線形超音波スペクトロスコピー (Nonlinear Resonant Ultrasound Spectroscopy: NRUS)<sup>(19)</sup> 法によって求めた振幅依存性による共鳴周波数の移動, ④非線形 3 波相互作用による振幅<sup>(20)</sup>, ⑤超音波の伝ば方向と応力値で音の伝ば速度が変化することを利用した音弾性効果から評価し、その 3 つの非線形音響特性の相関関係と引張試験中の微細組織の変化との関係を明らかにした。また、新たに開発した 1 つの EMAT で非線形 3 波相互作用による振幅計測の有効性を示した<sup>(21)(22)</sup>。

## 2. 供試材および実験方法

### 2.1 供試材

市販の S25C 圧延材を焼なまし (1,133 K×1,800 s 保持後、炉冷) したものを供試材として用い、平板の引張試験片を複数本作製した<sup>(21)</sup>。その形状を Fig.1

に示す。引張方向は圧延方向と平行である。室温下でまず 1 本の引張試験片を用いて破断まで引張試験を行い、その後、複数本の試験片に異なる引張ひずみまで荷重をかけ、除荷し途中止め引張試験片を複数本作成した。Fig.2 に途中止め引張試験の条件を示す。上降伏点手前、上降伏点、下降伏点、下降伏点と引張強さの間、引張強さで途中止めをしている。図中の●が途中止め点、▲が除荷時の点である。超音波計測は除荷後実施した。また除荷後室温にて、X 線回析法を用いて転位密度と EBSD 法により方位差解析を行った。

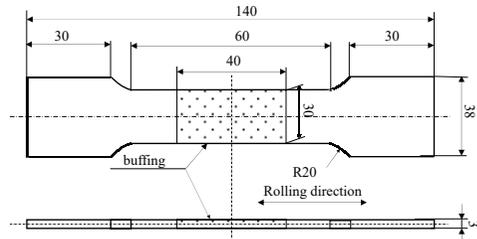


Fig. 1 Geometry of specimen

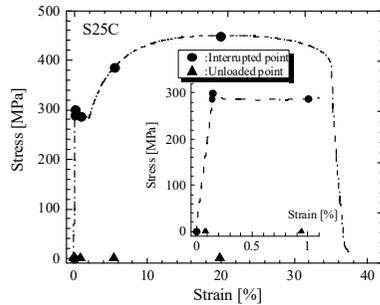


Fig. 2 Interrupted points on stress-strain curve for S25C carbon steel.

### 2.2 非線形超音波特性の計測方法

非線形超音波特性の計測には、横波垂直入射型 EMAT<sup>(11)</sup>を用いた (Fig.3参照)。この EMAT はトラック状に巻いた平面コイルと一対の永久磁石からなり、磁わい効果を利用して、試料表面に垂直に伝ばする横波を送受信する<sup>(11)</sup>。EMAT の送受信の有効面積は 10 x 10 mm<sup>2</sup> である。平面コイルは、垂直方向に 3 層の積層から構成され、試料に近い平面コイルが受信を、その上の 2 層が送信を行うようになっている。これにより 1 つの EMAT で非線形 3 波相互作用による

非線形超音波特性を計測できるように開発した。横波の偏向方向は、圧延方向と平行と直交の2方向を用いた。

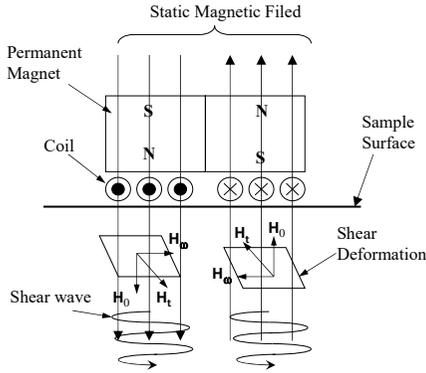


Fig. 3 Generation mechanism of the polarized shear wave by magnetostrictive effect.  $H_0$ ,  $H_d$  and  $H_t$  denote the bias field, the dynamic field and the total field being composed of the vector summation, respectively.

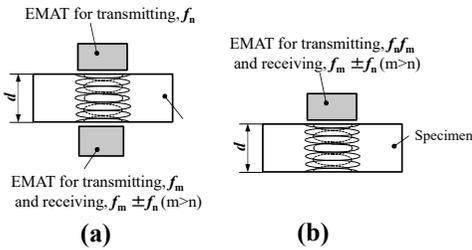


Fig.4 Experimental arrangements for three wave mixing techniques in (a) previous our study<sup>(20), (21)</sup> and (b) present study<sup>(22)</sup>.

3つの非線形音響特性：③共鳴周波数の振幅依存性の変化，④3波相互作用による振幅の計測方法，⑤超音波の音速が応力によって変化する音弾性の各々について以下に述べる．③共鳴周波数の振幅依存性の計測は，NRUS法により，比較的low振幅から高振幅まで試料を加振しながら，試料の相対的な共鳴周波数の移動(共鳴周波数のひずみ振幅の周波数依存性)を計測することで，材料内部の微細組織の変化を調べる．本研究では，EMATを駆動する電圧を10%から100% (156 V<sub>p-p</sub>~1560 V<sub>p-p</sub>)の間で測定し，共鳴周波数シフト $\Delta f$ を振幅に依存しない共鳴周波数 $f_0$  (電圧を10%での共鳴周波数)で除した $\Delta f/f_0$ をNRUS法にお

る非線形超音波量として定義する<sup>(19)</sup>．④非線形3波相互作用の測定においては，過去の研究では試料内に二つの探触子から異なる周波数を発生させて，この時，2つの超音波の相互作用により第3の超音波が発生するのを計測し，その第3波の振幅を非線形超音波量としていた<sup>(20)</sup>．我々は3波相互作用法にEMAR法を適用させた計測方法を提案してきた[Fig.4(a)]<sup>(22)</sup>．<sup>(23)</sup>．その方法は，2つのEMATを厚さ方向に対向させ，双方から異なる $n, m$ 次 ( $m > n$ )の共鳴周波数 $f_n, f_m$  ( $n$ 次の共鳴周波数は次式で表される $f_n = nV/2d$ ,  $V$ :横波音速,  $d$ :板厚)を送信し，一方でその和また差の成分 $f_m \pm f_n$ の振幅を測定していた．本研究では，1つのEMATで3波相互作用法を可能にした新たな計測方法を提案する[Fig.4(b)]．3層積層の平面コイルからなる1つのEMATにおいて，永久磁石に近い2層のコイルから，それぞれ異なる共鳴周波数 $f_n, f_m$ の超音波を厚さ方向に送信し(それぞれの最大振幅 $A_1, A_2$ )，試料の近い1層目のコイルで，その和また差の成分 $f_m \pm f_n$ の振幅 $A_3$ を測定する[Fig.4(b)]．ここでは，2つの送信の共鳴周波数のモード次数 $n, m$ が素数か，または約数，倍数とならないモード次数 $n, m$ を選定し，各モードの倍数の成分(高調波成分)の影響を避けた<sup>(23)</sup>．ここでは非線形超音波量を $A_3/(A_1 A_2)$ と定義した．今回の方法では，1つのEMATで一方向から計測できるようになり，実用的になった．

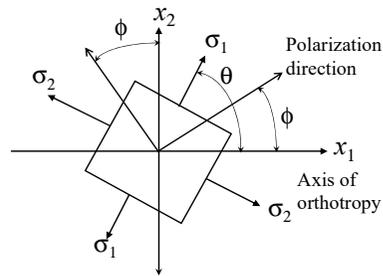


Fig.5 Two-dimensional coordinate system aligned the axes of orthotropic-texture anisotropy with the principal stress and the shear-wave polarization.<sup>(11)</sup>

⑤超音波の音速が応力に依存して変化する音弾性効果について説明する<sup>(11), (24)</sup>．音速は定在波の共鳴周波数 $f_n = nV/2d$ の関係から，直接，共鳴周波数から評価できる．今，1つの直交異方性の軸から角度 $\theta$ だけ傾いた方向に主応力が働く平面応力状態を考える(Fig.5)．この場合，横波の偏向方向は集合組織による異方性と応力による異方性とが合成された方向( $\phi$ )の

方向), およびそれに垂直な方向である. 2つの主方向に偏向した音速差をその平均音速で除した量を音響異方性  $B$  と呼んでいる. 音弾性法則によると音響異方性と主応力差には式(1)の関係がある.

$$B = \sqrt{B_0^2 + 2B_0C_A(\sigma_1 - \sigma_2)\cos 2\theta + C_A^2(\sigma_1 - \sigma_2)^2} \quad (1)$$

ここでは  $\sigma_1, \sigma_2$  は主応力,  $B_0$  は組織異方性,  $C_A$  は複屈折音弾性定数である. また偏向方向  $\phi$  は式(2)で示される.

$$\tan 2\phi = (C_A(\sigma_1 - \sigma_2)\sin 2\theta) / (B_0 + C_A(\sigma_1 - \sigma_2)\cos 2\theta) \quad (2)$$

特に, 主応力と直交異方性の軸が一致する場合 ( $\theta=0$ ), 式(1)は式(3)のようになり, 2方向に偏向した横波と主応力差は線形関係になる. 音響異方性  $B$  は, Fig.6より主応力  $\sigma_1, \sigma_2$  方向に, それぞれ平行な偏向方向をもつ共鳴周波数  $f_n^{(1)}, f_n^{(2)}$  を用いて表すと,  $B$  は式(3)で表される. この音響異方性  $B$  を非線形超音波量とした.

$$B = B_0 + C_A(\sigma_1 - \sigma_2) = \frac{f_n^{(1)} - f_n^{(2)}}{(f_n^{(1)} + f_n^{(2)})/2} \quad (3)$$

計測にはスーパーヘテロダイナ位相検出器を搭載したRITEC RAM5000-SNAPを使用した. 非線形超音波量の計測と併せて, 減衰係数 (単位時間当たりの減衰) も計測した. 計測方法は参考文献<sup>(1)</sup>参照.

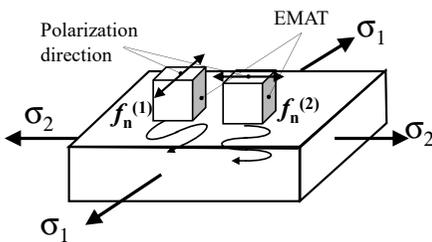


Fig.6 Polarized shear-waves to measure acoustic birefringence in the plane stress condition.

### 2.3 組織観察

組織観察では, X線による転位密度とEBSD法による方位差解析を行った. 転位密度の計測には, X線回折装置を用いた. 試験条件は, ターゲットはCr, 電圧40 kV, 電流 30 mA, 測定回折面, 回折

角は (211) で156.41°, コリメータ径 $\phi$ 1mm, 照射時間30sである. 転位密度の算出には, フォークト関数を用いて, 単一の回折プロファイルより粒径とひずみを分離する手法を用いた<sup>(21)</sup>.

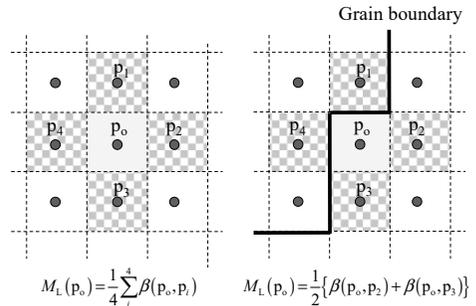


Fig. 7 Definition of local misorientation.

EBSD法による方位差解析では, Fig.1の引張試験片の中央部から長手方向に平行な断面を切り出し観察した. 観察断面は, 樹脂埋め後, 表面を最終1  $\mu$ mのダイヤモンドペーストで仕上げた後, コロイダルシリカ (OP-U) による仕上げ研磨を行った. 電界放射型走査型電子顕微鏡 (Carl Zeiss ULTRA55) に備え付けられたEBSD測定システム (OIM Data Collection ver. 5.2) を用いて, 試料表面の結晶方位分布を測定した. 回折パターンを取得するために CCDカメラの画素数は1392 $\times$ 1040ピクセルとし, ステップサイズは, 0.5  $\mu$ mで, 1回あたり150 $\times$ 150  $\mu$ m<sup>2</sup>の測定範囲 (301 $\times$ 301個の測定点) に対し方位測定を行った. 測定は1サンプルに2回ずつ実施した.

釜谷らの開発した結晶方位差解析用ソフトウェアMADAM (Misorientation Analyzer for DAmage Measurement) <sup>(25), (26)</sup>を用いて局所方位差,  $M_L$ を次式より求めた.

$$M_L(p_0) = (1/4) \sum_{i=1}^4 \beta(p_0, p_i) \quad (4)$$

ここで,  $\beta(i, k)$ は, 点*i*と*k*の方位差を表す. 点 $p_i$ はFig.7に示すように, 点 $p_0$ を中心に隣接する4つの測定点を示す. ただし, 点 $p_0$ と点 $p_i$ の間に結晶粒界が存在する場合は計算から除外した. 方位差がしきい値となる角度 (ここでは5°とした) 以上となる測定点の境界が, 閉じた領域を形成した場合に, その境界を結晶粒界と定義した. 1回の測定において得られる結晶方位は90,601点であるが, それぞれの点で算出される

局所方位差 $M_L$ の度数分布は対数正規分布で近似できる<sup>(27)</sup>. そこで, この分布の対数平均を局所方位差平均 $M_{ave}$ として次式により算出した<sup>(28)</sup>.

$$M_{ave} = \exp \left[ \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \ln \{ M_L(p_i) \} \right] \quad (5)$$

ここで,  $n$ はデータ数を示す. 方位測定的位置によっては, 転位や析出物などの影響で回折パターンが不鮮明になり結晶方位の同定が困難であったり, 結晶粒界近傍では, 2つ以上の結晶方位の回折パターンが重なり結晶方位が正しく同定されなかったりする場合もある. このような点では周囲の測定点の方位差が大きくなり, 独立した結晶粒として認識される. そこで, 9個以下の測定点で構成される結晶粒は, 正しく測定ができなかった測定点 (以後, ブランク点と呼ぶ) として,  $M_{ave}$ などの解析には用いなかった.  $n$ はブランク点を除いた測定点数となる. また, 結晶方位の変化を表す指標として, 次式で定義されるMCD (Modified Crystal Deformation) 値も用いた<sup>(26)</sup>.

$$MCD = \exp \left[ \frac{\sum_{k=1}^{n_g} \left\{ \sum_{i=1}^{n_k} \ln \{ \beta(m_k, p_i) \} \right\}}{\sum_{k=1}^{n_g} n_k} \right] \quad (6)$$

ここで,  $m_k$ は結晶粒 $k$ に含まれる測定点の平均方位を示し,  $n_k$ は結晶粒 $k$ に含まれる測定点の数,  $n_g$ は結晶粒数を示す.  $\beta(m_k, p_i)$ は結晶粒の平均方位と, その結晶粒内測定点との方位差を示すことから, MCDは個々の測定点ではなく, 結晶粒全体の変形量を反映したパラメータとなっている (市販のEBSD装置で算出される粒内方位差GROD: Grain Reference Orientation Deviationパラメータの対数平均に相当する). また, 方位差には0.1~1°程度の誤差が含まれることから, 詳細な方位差分布を得るには誤差の影響を低減させる必要がある, そこで平滑化フィルタ<sup>(29)</sup>を用いた.

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 非線形超音波特性

Fig. 8にS25C材の初期材の共鳴スペクトルを示す. 本研究では, 5次モード $f_5$  (2.7MHz近傍)と7次モード $f_7$  (3.8MHz近傍)を用いて, NRUSによる $\Delta f/f_0$  (③), 3波相互作用法による非線形超音波量④),

音響異方性 $B$ ⑤)並びに線形超音波特性; 減衰係数 $\alpha$ , 相対音速 $\Delta V/V_0$  ( $\Delta V=V-V_0$ ,  $V$ :音速,  $V_0$ :初期音速)の測定を行った. 3波相互作用法は,  $f_1$ と $f_5$ の共鳴周波数を用いて相互作用させ, 和と差のモード次数( $f_{12}=f_1+f_5$ ,  $f_2=f_1-f_5$ )を測定し, その時の振幅を用いて,  $A_3/(A_1A_2)$ の非線形超音波量を求めた ( $A_1$ :  $f_1$ の最大振幅,  $A_2$ :  $f_5$ の最大振幅,  $A_3$ : 相互作用で発生した波 $f_{12}$ または $f_2$ の最大振幅). 音響異方性 $B$ は, 7次モード $f_7$ における横波の偏向方向が引張方向に平行な $f_1^{(1)}$ , 直交する $f_7^{(2)}$ の共鳴周波数から求めた.

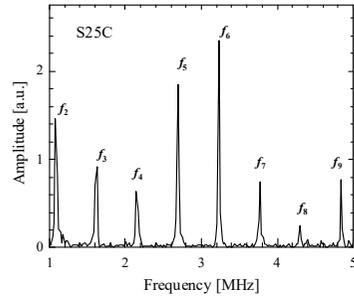


Fig.8 Measured resonant spectrum for S25C tensile specimen.

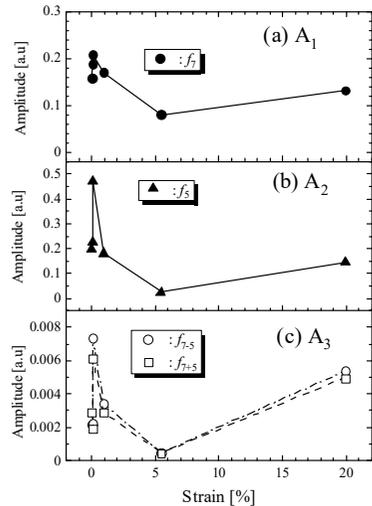


Fig.9 Evolutions of (a) (b) fundamental wave amplitudes,  $A_1$ ,  $A_2$  at  $f_1$  and  $f_5$  and (b) interaction wave amplitudes,  $A_3$  at  $f_{12}$  and  $f_2$  during tensile test in S25C.

Fig. 9 に引張試験中の  $f_1$  と  $f_2$  の基本波の振幅 ( $A_1, A_2$ ) 変化 (Figs.9(a), (b)) と 3 波相互作用法における和と差のモード次数 ( $f_{7+5}, f_{7-5}$ ) における 2 つの非線形超音波量  $A_3$  の変化を示す [Fig.9(c)]. 横軸は引張試験を除荷時のひずみ(塑性ひずみ)である. 横波の偏向方向は荷重方向と平行である.  $A_1, A_2$  と 2 つの  $A_3$  は, 初期から上降伏点まで増加し,その後減少し,引張強さ近傍で僅かに増加している.  $A_3$  は  $A_1, A_2$  の 100 分の 1 近い値であった.

Fig.10 に引張試験中の 3 波相互作用法による非線形超音波量  $A_3(A_1A_2)$ , NRUS による  $\Delta f/f_0$ , 音響異方性  $B$  と超音波減衰  $\alpha$  と相対音速比  $\Delta V/V_0$  の変化を示す.  $A_3(A_1A_2)$  は, ひずみの上昇につれて, 増加した.  $\Delta f/f_0$  および  $\alpha$  も同様な傾向を示した. その増加量は,  $A_3(A_1A_2)$  はより小さい. 音響異方性  $B$  は, 上降伏点まで微増し, その後ひずみに比例して増加した.  $\Delta V/V_0$  は, 下降伏点まで急激に減少後, その後緩やかに減少する傾向を示したが, 変化量は最大でも 0.5% 程度の小さなものであった.

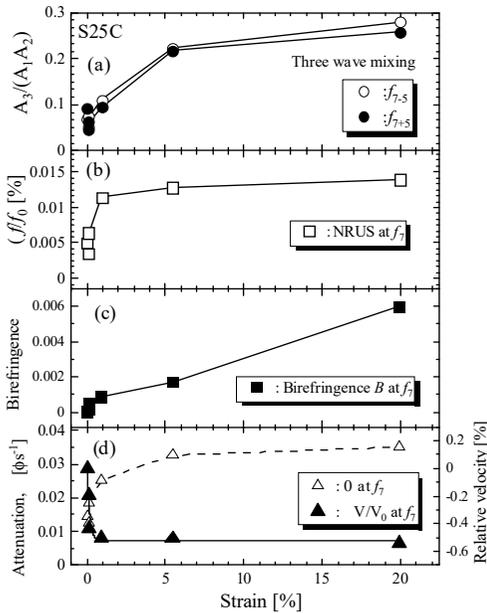


Fig. 10 Evolutions of (a) the nonlinearity with three-wave mixing, (b) the nonlinearity with NRUS, (c) birefringence and (d) attenuation coefficient and relative velocity for S25C carbon steel during tensile test.

### 3. 2 組織観察

引張試験中の X 線回折測定により得た転位密度の変化を Fig.11 に示す. 計測場所は試験片中央部である. 初期から上降伏点手前から急激に上昇し, 下降伏点から僅かに減少していった.

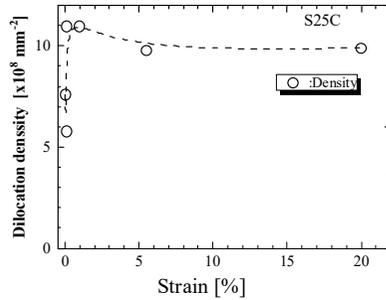


Fig.11 Change of dislocation density for S25C carbon steel during tensile test.

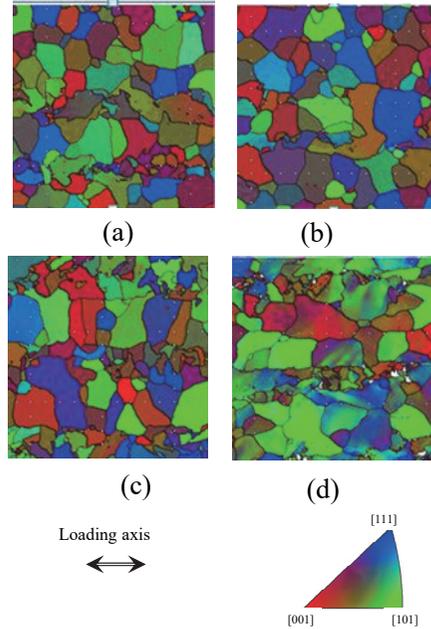


Fig.12 Inverse pole figure maps for S25C carbon steel during tensile tests [(a) before tensile test, (b) at upper yield stress, (c) at lower yield stress, and (d) at tensile strength]

Fig.12にEBSD法を用いた引張試験中の結晶方位マップ(IPF map: Inverse pole figure map)を示す。Fig.12(a)は、初期材(ひずみ  $\epsilon=0\%$ )、Fig.12(b)が上降伏点( $\epsilon=0.08\%$ )、Fig.12(c)が下降伏点( $\epsilon=0.9\%$ )、そしてFig.12(d)が引張強さ( $\epsilon=20\%$ )でのマップある。引張方向は図の左右方向である。塑性ひずみにより結晶内のカラーコントラストが変化しているのがわかる。

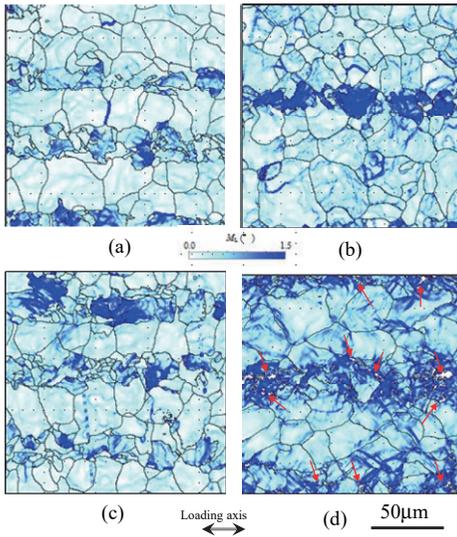


Fig.13 Mapping data of local misorientation ( $M_L$ ) during tensile test in S25C [(a) before tensile test, (b) at upper yield stress, (c) at lower yield stress, and (d) at tensile strength].

Fig.13に局所方位差( $M_L$ )の分布を示す。前述と同様に。Fig.13(a)は、初期材(ひずみ  $\epsilon=0\%$ )、Fig.13(b)が上降伏点( $\epsilon=0.08\%$ )、Fig.13(c)が下降伏点( $\epsilon=0.9\%$ )、そしてFig.13(d)が引張強さ( $\epsilon=20\%$ )でのマップある。図中には結晶粒界と判断された境界を実線で示した。 $M_L$ は、横しま上に比較的大きな帯状の分布が見られた。この横しまは圧延方向と一致していた。そのしまの $M_L$ が塑性ひずみの増加につれて濃くなっていった。引張強さに[Fig.13(d)]において、正しく測定ができなかったブランク点が、 $M_L$ が高い領域(しま状)近傍で多く見られる(図中の赤矢印近傍)。

Fig.14, 15にひずみ量と局所方位差平均  $M_{ave}$  の関係、ひずみ量と局所方位差平均  $MCD$  の関係を示す。 $M_{ave}$  はひずみ量とともに大きくなる傾向にあるが単調増加ではなかった。 $MCD$  も  $M_{ave}$  と同様にひずみ

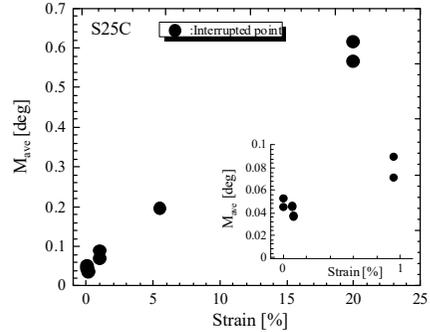


Fig.14 Change of local misorientation average ( $M_{ave}$ ) during tensile test in S25C.

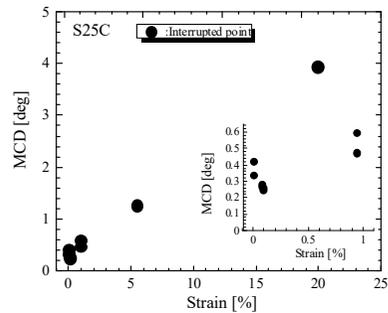


Fig.15 Change of Modified Crystal Deformation ( $MCD$ ) during tensile test in S25C.

量が大きくなるにつれて増加した。Fig.13よりEBSD解析領域に含まれるしま状部分の本数により  $M_{ave}$  や  $MCD$  の値は影響を受けるように思われる。今回の計測では帯状の本数の異なる2点で計測を実施した結果をFig.14, 15に示している。2点の差異は小さく、特に  $MCD$  の方がより小さい。この結果よりこの解析手法は妥当だと考える。

このしま状の領域は(Fig.13)、圧延時不純物の偏析帯が伸ばされ、オーステナイト( $\gamma\text{Fe}$ )領域からの冷却過程で、まず偏析帯にフェライト( $\alpha\text{Fe}$ )が形成され、炭素はこの偏析帯から排除され、そして、その偏析帯にフェライトが帯状になったフェライト帯が形成され、それが本供試材のしま状の部分で、その他の部分がパーライト帯と考えられる<sup>(30)</sup>。引張応力により柔らかいフェライト帯が優先的に変形し、GN転位<sup>(31)</sup>(各結晶内部の変形に対応した幾何学的に必要な

転位 *geometrically necessary dislocations: GN* 転位)が増加し、その部分の結晶粒の局所的な方位差  $M_L$  が増加し  $MCD$  が増加したと考えられる。それゆえ、 $MCD$  は塑性ひずみ量とよい相関を示している。さらに、測定間隔や測定条件の影響も受けにくいという特徴を有しているので、塑性ひずみ量を測定する尺度となり得ると考えられる。

固体が示す非線形音響現象の原因はさまざまであるが、下記のような 3 つの要因が知られている<sup>(32)-(36)</sup>。  
 (a) 固体を構成する結晶格子が有する非対称性<sup>(32)</sup>、  
 (b) 転位の運動の非線形性<sup>(35)</sup>  
 (c) 固体に内在する欠陥やき裂により生じる非線形性<sup>(36)</sup>

今回は、き裂が観察されていないことから、組織変化にともなう要因の(a), b)が要因になる。

2 つの非線形超音波量 [Fig.10(a), (b)]は、減衰係数の変化と同じ傾向を示している。これまでの我々の研究では、疲労やクリープ損傷中の減衰係数の変化は、転位組織の変化に関係することを示した<sup>(37), (38)</sup>。その関係は、Granato と Lücke の弦モデル<sup>(39)</sup>を用いて説明ができた。弦モデルでは、転位の振動を、粘弾性体中の弦の振動としてモデル化し、減衰係数 $\alpha$ 、相対音速 $\Delta V/V_0$ と転位密度 $\Lambda$ 、平均転位長さ  $L$  との関係を下のように導いた。

$$\alpha = C_1 \Lambda^4 f^2 \quad (7)$$

$$\Delta V/V_0 = -C_2 \Lambda L^2 \quad (8)$$

ここで、 $C_1, C_2$  は正の定数であり、剛性率、転位運動の比粘性係数、転位の有効線張力、バーガースベクトルに依存する。このモデルによると、減衰係数は転位密度 $\Lambda$ 、転位の平均長さ  $L$  の 4 乗と振動数  $f$  の 2 乗に比例する。音速は  $\Lambda$  と  $L$  の 2 乗に比例して減少する。また超音波減衰は超音波により生じる応力とひずみのヒステリシスに起因し、その不可逆的な動的過程は、転位運動により引き起こされる。そしてヒステリシスループの面積が超音波 1 サイクル中に吸収されるエネルギーである。これが超音波減衰として観察される。この非線形なヒステリシスは、超音波により引き起こされるひずみ振幅 $\Delta \epsilon$ に比例する(ただし、大きなひずみ振幅において)。そして共鳴周波数の移動量 $\Delta f$  は、 $\Delta \epsilon$ に比例する<sup>(19)</sup>。

$$\Delta f / f_0 \propto C_3 \Delta \epsilon \quad (9)$$

ここで  $C_3$  は、非線形ヒステリシスパラメータである<sup>(19)</sup>。これらの関係は、すべての転位を対象としている

わけではなく、超音波のような低応力波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、結晶粒界やサブグレインに拘束されている転位は、超音波特性に貢献できない。Fig.10 の X 線回折により得られる転位密度は、前述の可動転位と拘束された転位を合わせた値であり、 $\Lambda$ とは一致はしない。

引張試験中の組織と超音波量の関係を考えて、Fig.11 の X 線による転位密度では、初期から下降伏点手前から急激に上昇している。その間、非線形超音波量、減衰係数も急増していることから、この領域までは転位の増殖が超音波量を支配していると考えられる。それ以降の領域では、転位組織だけでなく、Fig.13 における帯状組織 (集合組織)でのひずみ(引張方向)が増加し [Fig.15:  $MCD$  の増加から推定]、材料の異方性が増加 [Fig.10(c): B の急増]<sup>(40)</sup>、幾何学的や材料非線形性<sup>(41)</sup>が増加したと考えられる。また、今回の計測法では、1 個の EMAT で 3 波相互作用法が用いられる計測方法を開発し有用な結果を得ることができた。EMAR 法を用いた非線形超音波法は、広範囲で塑性ひずみ量と良い相関関係があることから [Fig.10]、塑性ひずみ測定する尺度となり得る可能性を示している。

## 4. 結言

非接触・超音波電磁探触子 EMAT を用いて、低炭素鋼 S25C の引張試験中の塑性ひずみに誘起された非線形超音波量と微細組織の変化との関係を調べた。

1) 共鳴周波数の移動、3 波相互作用法と音弾性効果による音響異方性による 3 つの非線形超音波量と減衰係数は、塑性ひずみと良い相関関係があった。それらは、転位密度や結晶方位差に起因し、X 線による転位密度計測や EBSD 法による観察の結果から裏付けられる。

2) 開発した 3 層構造の平面コイルをもつ EMAT は、1 つの EMAT で 3 波相互作用法による非線形超音波量を高精度に計測できることを可能にした。

3) EMAR 法を用いた非線形超音波法は、塑性ひずみ測定する尺度となり得る可能性を示している。

## 参考文献

- (1) E. C. Aifantis, Inter. J. Plasticity, 3, (1987) 211.
- (2) Y.F. Shen, X.X. Li, X. Sun, Y.D. Wang and L. Zuo, Mater. Sci. & Eng. A, 552, (2012) 514.
- (3) 森本吉春, 藤垣元治, 梶谷明大, 真空, 54, 1,

- (2014) 32.
- (4) M. Kamaya, A. J. Wilkinson and J. M. Titchmarsh, *Acta Materialia*, 54, (2006) 539.
- (5) T. Shintani and Y. Murata, *Acta Materialia*, 59, (2011) 4314.
- (6) A. Vincent, L. Pasco, M. Morin, X. Kleber and M. Delnondedieu, *Acta Materialia*, 53, (2005) 4579.
- (7) 田中義久, 増田千利, 宮坂千晶, 内野文雄, 材料 41, 466, (1992) 1061.
- (8) 轟章, 小林英男, 荒居善雄, 小林卓, 日本機械学会論文集 A 編, 60, 570, (1994) 494.
- (9) K. Y. Jhang, *Inter. J. Precision Eng. & Manufacturing*, 11, 1, (2009) 123.
- (10) K. Y. Jhang, *IEEE Trans. on Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control*, 47, 3, (2000) 540.
- (11) M. Hirao and H. Ogi, *EMATs for science and industry: nondestructive ultrasonic measurements*, (2003), 1, Kluwer Academic Publishers, Boston.
- (12) R.W. Benson and V.J. Raelson, 30, *Product Engin.*, (1959) 56.
- (13) A. Hikata, B. B. Chick and C. Elbaum, , *J. Appl. Phys.*, 36, (1965) 229.
- (14) J.H. Cantrell and W. T. Yost, *Philo. Mag. A*, 69, (1994) 315.
- (15) M. Kobayashi, *Inter. J. Plasticity*, 14, (1998) 523.
- (16) M. Kobayashi, S. Tang, S. Miura, K. Iwabuchi, S. Oomori and H. Fujiki, *Inter. J. Plasticity*, 19, (2003) 771.
- (17) S. Baby, B. Nagaraja Kowmudi, C. M. Omprakash, D. V. V. Satyanarayana, *K. Scripta Materialia*, 59, (2008) 818.
- (18) J. Zhang, S. Li, Fu-Zhen Xuan and F. Yang, *Mater. Sci. & Eng. A*, 622, (2015) 146.
- (19) K. E-A. Van Den Abeele and J. Carmeliet, *Research Nondestructive Evaluation*, 12, 1 (2000) 31.
- (20) G. L. Jones and D. R. Kobett, *JASA*, 35, 1, (1963) 5.
- (21) 大谷俊博, 石川皓崇, 石井優, 榊原隆之, ばね論文集, 27, (2007) 15.
- (22) 大谷俊博, 石井優, 釜谷昌幸, 榊原隆之, 材料, 68, 2, (2019) 121.
- (23) 大谷俊博, 本間 匠, 石井優, 田淵正明, 本郷宏通, 平尾雅彦, 材料, 64, 2, (2015) 80.
- (24) 荻博次, 平尾雅彦, 福岡秀和, 日本機械学会論文集 A 編, 60, 569, (1994) 250.
- (25) M. Kamaya, A. J. Wilkinson and J. M. Titchmarsh, *Nuclear Engin. & Design*, 235, (2005) 713.
- (26) M. Kamaya, A. J. Wilkinson and J. M. Titchmarsh, *Acta Materialia*, 54, (2006) 539.
- (27) M. Kamaya, *Mater. Characterization*, 60, (2009) 125.
- (28) L. N. Brewer, D. P. Field and C. C. Merriman, *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science Second Edition*, edited by A. J. Schwartz, M. Kumar, B. L. Adams, B. L. and D. P. Field, (2009), 251, Springer.
- (29) M. Kamaya, *Mater. Transactions*, 51, (2010) 1516.
- (30) 須藤一, 田村今男, 西澤泰二, 金属組織学, (2004), 217 丸善.
- (31) F. Delaire, J.L. Raphanel and C. Rey, *Acta Materialia*, 48, (2000) 1075.
- (32) D. C. Wallace, *Thermodynamics of crystals*, (1972), 14, Dover Publisher.
- (33) 平尾雅彦, 非破壊検査, 56, 6, (2007) 292.
- (34) K. Y. Kim, , *Phys. Rev. B*, 54, (1996) 6245.
- (35) R. A. Guyer, K. R. McCall and G. N. Boitnott, *Phys. Rev. Letter*, 74, (1995) 3491.
- (36) O. Buck, W. L. Morris and J. M. Richardson, *Appl. Phys. Letter*, 33, 5, (1978) 371.
- (37) T. Ohtani, N. Nishiyama, S. Yoshikawa, H. Ogi and M. Hirao, *Mater. Sci. & Eng. A*, 442, (2006) 466.
- (38) 大谷俊博, 荻博次, 平尾雅彦, 材料, 51, (2002) 195.
- (39) A. Granato and K. Lücker, *J. Appl. Phys.*, 27, (1956), 583.
- (40) Y. H. Pao, W. Sachse and H. Fukuoka, *Physical Acoustics*, Vol. XVII, eds., W. P. Manson and R. N. Thurston, (1984) 61, Academic Press.

