

高 Cr フェライト系耐熱鋼 ASME Gr.91 鋼溶接継手の クリープ損傷中の非線形超音波特性の変化

大谷 俊博*

Evolutions of Nonlinear Acoustics in a High Cr Ferritic Heat Resisting steel,
ASME Grade 91, Welded Joint during Creep

Toshihiro OHTANI

Abstract:

We investigated the evolutions of two nonlinear acoustic characterizations: resonant frequency shift and three-wave mixing, with electromagnetic acoustic resonance (EMAR) throughout the creep life in the welded joints of ASME Grade 91, one of high Cr ferritic heat resisting steels. EMAR is a combination of the resonant acoustic technique with a non-contact electromagnetic acoustic transducer (EMAT). We used bulk-shear-wave EMAT, which transmits and receives shear wave propagating in thickness direction of a plate specimen. Creep tests of thick welded joints specimens were carried out at 873 K, and 90 MPa and interrupted at several time steps. The two nonlinear acoustic parameters and ultrasonic attenuation decreased from the start to 30% of creep life. After that they rapidly increased from 40% of creep life to rupture. We interpreted these phenomena in terms of dislocation recovery, recrystallization, and restructuring and the initiation and growth of creep void, with support from the SEM and TEM observation.

KEY WORDS : ASME Gr. 91 steel, Welded joint, Type IV damage, Nonlinear ultrasonics, Electromagnetic acoustic resonance, Non-destructive evaluation

要旨:

ASME Grade 91鋼は、蒸気温度が600℃の超々臨界圧火力発電用ボイラの主要構造材として使われている。この材料の溶接継手のクリープ寿命の低下は、高温長時間使用中に溶接熱影響部に生じるType-IV損傷に起因する。本研究では、電磁超音波共鳴法(EMAR)を用いてASME Gr. 91鋼の溶接継手部のクリープ損傷中の2つの非線形音響特性: 非線形超音波スペクトロスコーピー(NRUS)法による共鳴周波数の移動から評価と非線形3波相互作用法により発生した第3の波の振幅から評価し、その2つの非線形音響特性の相関関係とクリープ損傷中の微細組織の変化との関係を明らかにした。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(EMAT)を共鳴測定に適用した計測法である。使用したEMATは、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。大型平板溶接継手試験片を製作し、600℃、90MPaの条件で、所定の時間までクリープ試験を行い、中断材を製作した。2つの非線形音響量は、クリープ開始から寿命の約30%まで減少し、その後寿命の40%過ぎから破断まで急増した。これは細粒HAZ部のクリープ中の転位の回復とボイドの発生・成長に関係する組織変化に起因する。それはSEMやTEM観察による結果から裏付けられた。EMAR法を用いた非線形超音波法は、細粒HAZでのType-IV損傷の捕らえることができる可能性を持っている。

キーワード : ASME Gr.91鋼, 溶接継手, タイプIV損傷, 非線形超音波, 電磁超音波共鳴, 非破壊評価

1. はじめに

近年、エネルギー効率の向上を目的として、火力発電プラントでは蒸気条件の高温・高圧化が求めら

れている。蒸気温度が約600℃の超々臨界圧発電プラント(USC)の管寄せ、主蒸気管等の大径厚肉部材には熱伝導が良く、熱膨張係数の小さなフェライト鋼が望ましいため、高Crフェライト系耐熱鋼が用いら

*湘南工科大学 工学部 機械工学科 教授

れている。その溶接部では、施工時の熱履歴により、溶接熱影響部(Heat affected zone: HAZ)に母材よりクリープ強度の低い細粒組織が形成される⁽¹⁾。その細粒 HAZ(Fine-grained HAZ)に沿って生じるクリープ破壊 (Type-IV 損傷) により、溶接部の寿命は母材より著しく低下する^{(2)~(6)}。また、高 Cr フェライト系耐熱鋼の Type-IV 損傷は、内部から進行するため、従来からのレプリカ法や非破壊検査手法が適用できない。このため、溶接部の損傷・余寿命評価方法として、材料内部の組織変化が検出可能で、非破壊的に広範囲の計測が容易な検査手法が熱望されている。

ここでは、非線形超音波法を用いて Type-IV 損傷を評価しようとした。非線形超音波はクリープ進行中の転位組織の変化を捕らえられる可能性をもつので、その適用は、Type-IV 損傷を特徴づける手法となる可能性を持つと考えられる。非線形超音波は、線形特性 (音速や減衰など) よりもクリープ中の材料の微細組織の変化に敏感である^{(6),(7)}。

本研究では、非線形超音波法と電磁超音波共鳴法 (Electromagnetic Acoustic Resonance: EMAR 法)⁽⁸⁾ 組み合わせた評価方法を高 Cr フェライト系耐熱鋼の溶接継手部の Type-IV 損傷へ適用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)⁽⁸⁾ を共鳴測定に適用した計測法である。EMAR 法は、高精度の超音波減衰測定というだけでなく、センサと被測定物との接触による非線形音響性効果がないという特徴を有している。非線形超音波法では、一般に次のような非線形音響特性 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 波相互作用の観察から評価をしている⁽⁶⁾。これまでの非線形超音波法を用いたクリープ損傷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を用いて①高調波の成分の振幅の計測が多く行われている^{(9)~(13)}。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と損傷に伴う非線形性を分離する難しさがある。他の非線形音響特性を調べた研究はない。また、著者らは EMAR 法に非線形超音波法を用いた方法によりバルク材のクリープや ASME Gr. 122 鋼の Type-IV の評価を行ってきている^{(14)~(16)}。

そこで、本研究では、EMAR 法を用いて高 Cr フェライト系耐熱鋼の代表的な ASME Gr. 91 鋼の溶接継

手部のクリープ損傷中の非線形超音波量:③非線形超音波スペクトロスコピー (Nonlinear Resonant Ultrasound Spectroscopy: NRUS) 法⁽¹⁷⁾による振幅依存性による共鳴周波数の移動⁽³⁾から評価と④非線形 3 波相互作用法^{(16),(18)}により発生した第 3 の波の振幅から評価し、その 2 つの非線形音響特性の相関関係とクリープ損傷中の微細組織の変化との関係を明らかにした⁽¹⁹⁾。

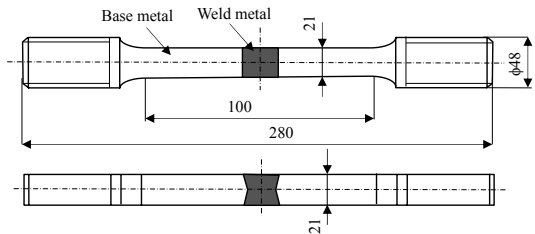


Fig. 1 Shape of creep test specimen for large-welded joint of ASME Gr. 91 steel.

2. 供試材および実験方法

2.1 供試材

供試材は、板厚 25 mm の ASME Gr. 91 鋼 (9Cr-1Mo-VNb 鋼) の板材である⁽⁶⁾。化学成分を Table 1 に示す。その供試材を母材とした H 開先 (Double U groove) の溶接継手をガス・タングステンアーク溶接 (Gas Tungsten Arc Welding: GTAW) により作製した溶接後熱処理 (Post Weld heat treatment: PWHT) は、740 °C、65 min. で行った。開先のほぼ全積層を含む幅 24.5 mm、厚さ 24.5 mm、平行部長さ 120 mm の大型平板溶接継手試験片 (Large-welded joint) を製作し (Fig. 1 参照)、600 °C、90 MPa の条件で、所定の時間までクリープ試験を行い、中断材を作製した。中断時間は、破断時間の約 0.1 ($t=1,000$ h)、0.2 ($t=2,000$ h)、0.5 ($t=4,425$ h)、0.7 ($t=6,000$ h)、0.8 ($t=7,040$ h)、0.9 ($t=7,970$ h) とした。破断時間 t_r は 8,853.4 h だった。その中断材から、Fig. 2 に示すような板厚が約 3.5 mm 程度になるように試験片を切り出し、室温にて HAZ 近傍で板厚方向の超音波特性の測定を行った。溶接継手の全積層が観察できる面の積層方向を幅 (Width)、溶接線方向を厚さ

Table 1 Chemical composition of ASME Gr. 91 steel (mass%).

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	V	Nb	Al	N
0.1	0.25	0.43	0.006	0.002	0.012	0.06	8.87	0.93	0.19	0.07	0.014	0.06

(Thickness)とした。

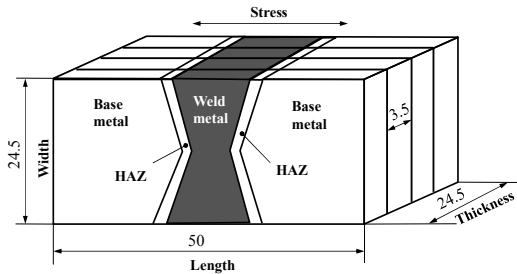


Fig. 2 Shape of welded joint specimen of ASME Gr. 91 steel.

2・2 非線形超音波特性的計測方法

非線形超音波特性的の計測には、体積波横波 EMAT を用いた。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^{(5),(13)}。EMAT の送受信の有効面積は $10 \times 10 \text{ mm}^2$ である。細粒 HAZ に限定した超音波計測をすることが望ましいが、細粒 HAZ の位置同定の困難さや検出感度の低下から、本実験では HAZ 全体の超音波特性的の計測を行う。そこで銅箔で非測定領域を覆い計測領域(幅方向 10 mm, 応力と平行方向 2 mm の領域)を狭めた。EMAT の原理, EMAR 法の計測原理の計測方法は参考文献⁽⁶⁾において詳解されている。

2つの非線形音響特性: ③共鳴周波数の振幅依存性的の変化, ④3波相互作用による振幅の計測方法を以下に述べる。③共鳴周波数の振幅依存性的の計測には NRUS 法により、比較的低振幅から高振幅まで試料を加振しながら、ひずみ振幅の周波数依存性を調べる。相対的な周波数の移動量を観察することで、材料内部の微細組織の変化を計測する。加振力を増加させて、試料の共鳴周波数の移動を計測する方法である。本研究では、EMAT を駆動する電圧を 10% から 100% ($156 \text{ Vp-p} \sim 1560 \text{ Vp-p}$) の間で測定し、共鳴周波数シフト Δf を振幅に依存しない共鳴周波数 f_0 で除した $\Delta f/f_0$ を NRUS 法における非線形超音波量として定義する⁽¹⁷⁾。④非線形 3 波相互作用の測定においては、試料内に 2 つの探触子から異なる周波数を発生させる。この時 2 つの超音波の相互作用により第 3 の超音波が生じる。その第 3 波の振幅を非線形超音波量とする方法である。Fig.3 に 3 波相互作用法に EMAR 法を適用させた新たな計測方法を示す⁽¹⁶⁾。2 つの EMAT を厚さ方向に対向させ、双方から異なる m, n 次 ($m > n$)

の共鳴周波数 f_m, f_n (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) 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), 一方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。今回は差の成分のみ計測した。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。ここでの非線形超音波量を $A_3/(A_1 A_2)$ と定義する。計測にはスーパーヘテロダイン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⁽⁶⁾参照。

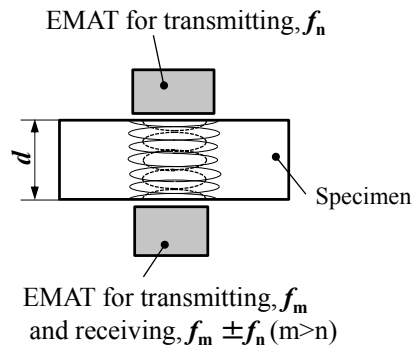


Fig.3 Experimental arrangement for three wave mixing technique.

2・3 組織観察

組織観察は、電子後方散乱解析 (Electron Back Scatter Diffraction: EBSD), EDX 分析 (Energy Dispersive X-ray Spectrometry), 走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope: SEM) および透過電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscope: TEM) を用いて、溶融境界から荷重方向に約 1.5 mm 離れた細粒 HAZ について行った^{(6), (16)}。析出物の分析には抽出レプリカ法を用いて TEM 中で観察しながら EDX 分析をした。EBSD では転位量を定量的に評価するためのパラメータとして KAM (Kernel Average Misorientation)^{(20)~(22)} 値を測定した。ここでは、マルテンサイトラスの回復や再結晶による微小領域の転位組織の変化を観察するため、方位差 2° 以上の点は除外して、測定領域全体における平均値を求めた。また、方位差 $5 \sim 65^\circ$ を粒界として粒界長さを求めた。中断材の細粒 HAZ から薄膜、抽出レプリカ試料を採取して、TEM による転位

組織、析出物の観察および同定をおこなった⁽¹⁸⁾。破断材の観察は、未破断側の HAZ でおこなった。SEM を用いてボイドおよびき裂の観察を行った。ボイド数と面積率の計測は、幅方向に 2 mm 間隔で 11 箇所 HAZ の測定領域(縦 0.2 mm x 横 2.0mm)で行った。マイクロビッカース硬度計を用いて溶接継手部硬さ分布の測定も実施した。荷重 4.903 N、保持時間 15 s の条件でおこなった。溶融境界を基準にして荷重軸方向に 250 μm 間隔で測定した^{(5), (16)}。

3. 実験結果および考察

3-1 非線形超音波特性

Gr.91 鋼溶接継手のクリープ中断材における共鳴スペクトルを Fig. 4 に示す。本研究では、5 次モード f_5 (2.1 MHz 近傍) と 8 次モード f_8 (3.5 MHz 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⁾並びに超音波特性; 減衰係数, α , 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_8 と f_5 の共鳴周波数を用いて相互作用させ, 差分のモード次数 ($f_3=f_8-f_5$) 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_8 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_3 の最大振幅)。破断時間 $t_r=8,853.4$ h だった。

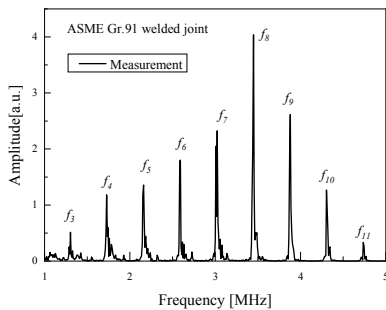


Fig.4 Measured resonant spectrum for ASME Gr. 91 steel welded joint specimen of 3.5-mm thickness by EMAR (873K, 90MPa, 1000h).

Fig. 5 にクリープ進行にともなう 3 波相互作用法における非線形超音波量⁽⁴⁾ $A_3/(A_1A_2)$ とそれに対応する振幅 A_1, A_2 , および A_3 の変化を示す。横軸は寿命比 t/t_r (t : クリープ中断時間, t_r 破断時間) である。計測場所は HAZ 部である。 $A_3/(A_1A_2)$ は, 初期から $t/t_r=0.30$ まで減少し, $t/t_r=0.40$ 付近から破断に向けて急増していった[Fig. 5(a)]. A_1, A_2 はクリープ開始から減少し,

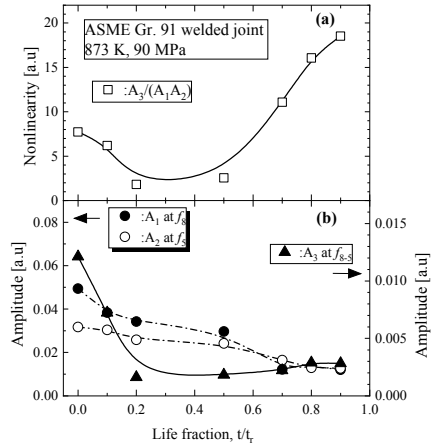


Fig.5 Evolutions of (a) the nonlinearity with three wave mixing, and (b) the fundamentals and interaction wave amplitudes at HAZ in ASME Gr. 91 steel welded joint during creep (873 K, 90 MPa).

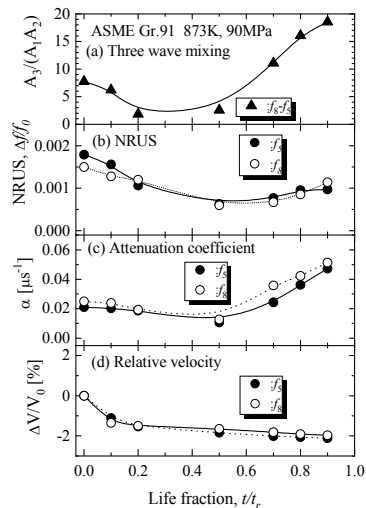


Fig. 6 Evolutions of (a) the nonlinearity with three wave mixing, (b) the nonlinearity with NRUS, (c) attenuation coefficient and (d) relative velocity at HAZ in ASME Gr. 91 steel welded joint during creep (873 K, 90 MPa).

第3の波 f_3 の振幅 A_3 は初期から $t/tr=0.30$ まで減少し, $t/tr=0.40$ 付近から僅かに増加していった [Fig. 5(b)]. 第3の波の振幅 A_3 は, 基本波の振幅 A_1, A_2 の10分の1程度である.

Fig.6に前述の $A_3/(A_1A_2)$ (③), NRUSによる $\Delta f/f_0$ (④), 減衰係数, α , 相対音速, $\Delta V/V_0$ と寿命比の関係を示す. 計測場所は HAZ 部である. $\Delta f/f_0$ は, クリープ開始から $t/tr=0.40$ 付近まで減少, その後 t 破断に向けて僅かに増加した [Fig. 6(b)]. 減衰係数も同様な傾向であった [Fig. 6(c)]. $\Delta V/V_0$ は, 初期から $t/tr=0.20$ 付近まで急激に減少後, その後破断に向けて僅かに減少していった. その減少量は最大でも 2.0%程度であった [Fig. 6(d)]. $A_3/(A_1A_2)$ は, 他の超音波特性よりも, 変化量は大きく, 破断直前では初期値の3倍近く増えていた.

3・2 組織観察

クリープ中断材および未使用材の HAZ 近傍での硬さ分布を Fig.7 に示す. 採取場所は, 試験片の板幅の下表面から 1/3 の所である. この部分周辺に破断材で, き裂が観察されていた. (4) 細粒 HAZ およびインタークリティカル HAZ (Inter-critical HAZ) 付近で寿命の早い時期に低下し, その後はあまり変化していない.

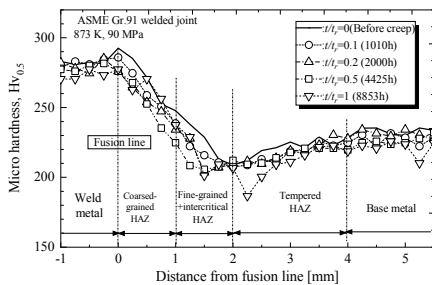


Fig. 7 Hardness distribution in the welded joint of ASME Gr. 91 steel before creep and $t/tr=0.1, 0.2, 0.5,$ and 1 (873 K, 90 MPa).

EBSD および TEM による細粒 HAZ 部のクリープ中の組織観察および EDX による析出物の解析結果を示す. 観察場所は上表面から板幅の約 1/3, 溶融線から荷重方向に約 1.5 mm 離れた細粒 HAZ 部である. Fig.8 に EBSD 測定による細粒 HAZ 部の結果を示す. 未使用材 ($t/tr=0$) と $t/tr=0.2, 1$ (破断材) である. $t/tr=0.2, 1$ では, 結晶粒径が $t/tr=0$ よりも僅かに大きくなった. $t/tr=0.2, 1$ ではあまり変化はない. また図

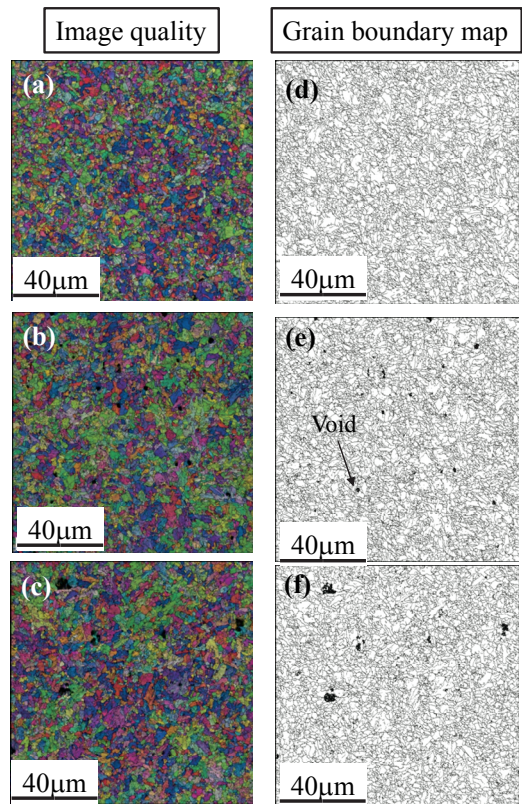


Fig. 8 EBSD images (left) and grain boundary map (right) of fine-grained HAZ in ASME Gr.91 welded joint at (a), (d) $t/tr=0$ (before creep), (b), (e) $t/tr=0.2$ and (c), (f) $t/tr=1$ (873 K, 90MPa).

中の矢印が示すようにポイドが観察された. これからの EBSD 観察結果から KAM 値および粒界長さを計測した.

つぎに, 未使用材 ($t/tr=0$) とクリープ中断材 ($t/tr=0.1, 0.2, 0.5, 1$) の細粒 HAZ 部の TEM 観察と析出の解析の結果を示す. 未使用材 ($t/tr=0$) では, セル化した組織や回復した結晶粒が見られる [Fig.9(a)]. また微細な $M_{23}C_6$, MX および Cr_2N の析出 (図中の矢印) が見られた [Fig.10(a)~(c)]. $t/tr=0.1$ では, 未使用材よりも回復した組織が見られ [Fig.9(b)], 未使用材で観察されなかった Laves 相の析出 (図中の矢印) が確認できた [Fig.10(d)]. 転位密度は, 未使用材, $t/tr=0.1, t/tr=0.2$ の順に減少したが, $t/tr=0.2$ 以降は転位下部組織の大きな変化は見られなかった [Fig.9].

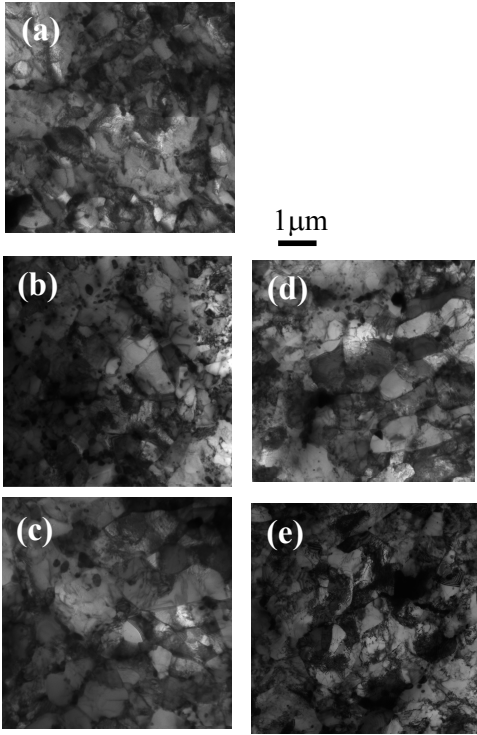


Fig. 9 TEM images of fine-grained HAZ at (a) $t/t_r=0$ (before creep), (b) $t/t_r=0.1$, (c) $t/t_r=0.2$, (d) $t/t_r=0.5$ and (e) $t/t_r=1$ (ASME Gr.91, 873 K, 90 MPa).

Fig.11 に未使用材とクリープ中断材の硬さ、ポイド面積率および個数密度、KAM 値、粒界長さの変化を示す。横軸は寿命比である。ポイド面積率および個数密度は、試験片の板幅方向 11 点の測定点での HAZ 全体 (粗粒 HAZ から 0.2 mm) の平均値である。硬さは Fig.7 に示すような試験片の下表面から板幅 1/3、溶融境界から 1.5 mm 離れた位置の値である。硬さは、 $t/t_r=0.2$ まで減少し、その後破断まで大きな変化は見られない [Fig.11(a)]。ポイド面積率および個数密度は $t/t_r=0.2$ から発生が観察され、時間の増加とともに直線的に増加していく。 $t/t_r=0.8$ 付近で、個数密度の増加は飽和、一方ポイド面積率は加速している [Fig.11(b)]。この変化は ASME Gr. 122 鋼に比べ大きい⁽¹⁶⁾。KAM 値は、硬さと同様な変化を示し、 $t/t_r=0.2$ まで減少するがその後の変化は少ない。粒界長さも硬さと同様に $t/t_r=0.2$ まで減少し、その後破

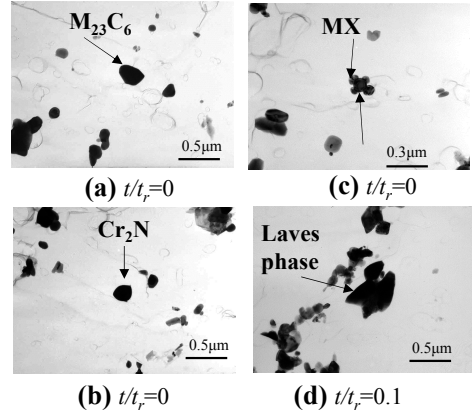


Fig. 10 TEM images of precipitations: (a) $M_{23}C_6$, (b) Cr_2N , (c) MX at $t/t_r=0$ and (d) laves phase at $t/t_r=0.1$ of the fine-grained HAZ in ASME Gr. 91 steel welded joint during creep (873 K, 90 MPa), which were analyzed by EDX.

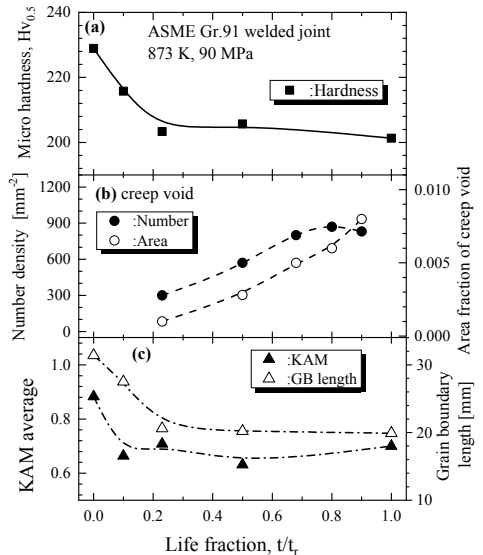


Fig. 11 Changes of (a) the hardness, (b) number density and area fraction of creep voids (c) KAM average and (d) grain boundary length of the fine-grained HAZ in ASME Gr. 91 steel welded joint during creep (873 K, 90 MPa).

断まで大きな変化は見られない [Fig.11(c)]。粒界長

さの減少は組織の回復によるサブグレインの減少による。細粒 HAZ の硬さ、KAM 値および粒界長さのクリープ中の変化は、転位下部組織のクリープに伴う回復、転位密度の減少と良く対応していた。

ASME Gr. 91 鋼では寿命の早い段階で細粒 HAZ 組織の回復が起き、その後クリープボイドの発生・成長が起き、寿命の 80 % でき裂となり破断することを示している。

従来の線形特性からの超音波法では、ボイドがある程度密集し、き裂にならないと検出できないことから⁽²³⁾、寿命の 80 % 以降の Type-IV 損傷評価のみが可能であるのに対して、今回の結果は、非線形超音波法は寿命初期から末期までの損傷評価の可能性を示している。

3・3 非線形超音波量と組織の関係

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^{(24)~(28)}。

- i) 固体を構成する結晶格子が有する非対称性⁽²⁴⁾、⁽²⁶⁾
- ii) 転位の運動の非線形性⁽²⁷⁾
- iii) 固体に内在する欠陥やき裂により生じる非線形性⁽²⁸⁾

今回は、ボイドやき裂が観察されていることから、組織変化にともなう要因の i), ii) に加え、iii) のき裂による非線形性も要因になる。

非線形超音波量は減衰係数の変化と同じ傾向を示している (Fig.6 参照)。これまでの我々の研究では、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^{(29)~(31)}。その関係は、Granato と Lücke の弦モデル⁽³²⁾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 α 、相対音速 $\Delta V/V_0$ と転位密度 A 、平均転位長さ L との関係を下のように導いた。

$$\alpha = C_1 AL^4 f^2 \quad (1)$$

$$\Delta V/V_0 = -C_2 AL^2 \quad (2)$$

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 A 、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 A 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 Δf は、 $\Delta \epsilon$ に比例する⁽²⁶⁾。

$$\Delta f/f_0 \propto C_3 \Delta \epsilon \quad (3)$$

ここで C_3 は、非線形ヒステリシスパラメータである⁽²⁶⁾。

Fig.11 の KAM 値や粒界長さの変化から細粒 HAZ 部のクリープ中の転位密度は、 $t/tr=0.2$ まで減少し、その後大きな変化はない。このことから $t/tr=0.2$ までの非線形超音波量の変化は転位組織の変化に起因していると考えられる。この転位組織と非線形超音波との関係を考える。式(1)から転位密度の低下 (KAM 値の低下) は減衰係数の低下を生じる。そして減衰の低下は超音波により生じる応力とひずみのヒステリシスの低下を生じ、その結果 ii) 転位の運動の非線形性の低下を生じると考えられる。また、 $t/tr=0.40$ 付近の非線形超音波量の増加について考える。増山らは ASME Gr. 91 鋼のボイド成長過程を示している⁽³³⁾。これによると、ボイド発生初期では、サブグレイン粒境界に分離が生じ、サブグレイン粒を取り囲むように分離が進行し、最終的に粒が脱落して大きなボイドが発生するとしている。サブグレイン粒境界の分離は、音響インピーダンスの差がない同一材料の隙間ゼロの界面と同等と考えられる。その界面に作用する圧縮応力より入射する超音波に励起される変動応力が大きくなり波形のゆがみが生じ非線形音響量が生じると考えられる。その分離する箇所が増加 (ボイド数密度の増加) し非線形超音波量が増加する。さらにクリープボイドの成長が進行すると、サブグレイン粒境界を囲む分離や微視き裂の成長より、ボイド周辺の転位組織の変化と微視き裂による非線形性の増加により非線形超音波量が増加したと考えられる。また 3 波相互作用法による非線形超音波量が NRUS 法より組織変化に敏感に変化していた理由として、減衰係数の増加により、同じ音響エネルギーで加振しても、EMAR 法では十分なひずみ振幅⁽⁶⁾が得られず、共鳴周波数の振幅依存性が現れ難かったのに対し、3 波相互作用法では、振幅比を取るため減衰係数の変化の影響を受けにくく、組織変化に敏感だったと考えられる。

EMAT を用いた非線形超音波法、特に 3 波相互作用法、により (Fig.6 および Fig.11)、初めて高 Cr フェライト系耐熱鋼 ASME Gr. 91 鋼の溶接継手部のク

クリープ損傷中の回復による転位密度の減少とクリープボイドの発生・成長、き裂成長挙動を捕えることができた。これまでの非破壊評価、特に超音波法では Type IV 損傷末期のき裂成長あたりから計測できたのに対して、本手法による非線形超音波法は、初期損傷(回復による転位密度の低下)から中期(クリープボイドの発生・成長)から末期(クリープボイドの合体、き裂成長)損傷を捕える可能性を示した。同様な結果を ASME Gr. 122 鋼の溶接継手部のクリープ損傷過程においても得ており⁽¹⁶⁾、本測定法の普遍性を示すものである。また、本測定法は HAZ 全体での非線形超音波量を測定しているが、その結果は組織変化が顕著な細粒 HAZ で非線形超音波量の変化を代表しており、本測定法の有効性を示している。今回の計測法を即、実機に適用するために、1 個の EMAT で 3 波相互作用法が用いられるような計測方法の研究を進めている。また、転位組織変化やボイド生成による非線形超音波量の定量的な解析も必要である。EMAR 法を用いた非線形超音波法は、細粒 HAZ での Type-IV 損傷を早期に検出し、その発生・成長過程を評価し余寿命予測が出来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 を用いて高 Cr フェライト系耐熱鋼 ASME Gr. 91 鋼の溶接継手部のクリープ損傷中の 2 つ非線形超音波量と微細組織の変化との関係を調べた。以下の事が明らかになった。

- 1) 細粒 HAZ 部の共鳴周波数の移動と 3 波相互作用法による 2 つの非線形超音波量は、クリープ寿命の約 30 % まで減少し、その後寿命の 40 % 過ぎから破断に向けて急増した。寿命 30 % までの変化は、クリープによる細粒 HAZ 部の回復にともなう転位密度の減少に起因する。また寿命 40 % 以降の変化はクリープボイドの発生・成長による非線形性の増加に起因する。それは SEM や TEM 観察による結果から裏付けられる。減衰係数の変化も 2 つの非線形音響量と同じであった。
- 2) 3 波相互作用法による非線形超音波量の変化は、細粒 HAZ 部の全寿命中の組織変化を捕らえている。その非線形超音波量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。
- 3) EMAR 法を用いた非線形超音波法は、細粒 HAZ での Type-IV 損傷を捕らえ、余寿命予測を行える可能性を持っている。

本研究の一部は、科研費 (25282106) の助成により実施したものである。ここに感謝の意を表す。

参考文献

- (1) 長谷川泰士, 村木太郎, 大神正浩, 鉄と鋼 92 巻, 10 号, (2006), 609.
- (2) F. Masuyama, Inter. J. Pressure Vessels & Piping, Vol.83, Issue11-12, (2006),819.
- (3) N. Komai and F. Masuyama, ISIJ International, Vol.42, No.12, (2002),1364.
- (4) H. Hongo, M. Tabuchi, and T. Watanabe Metallurgical and Materials Trans. A, Vol. 43A, (2012),1163.
- (5) 本郷宏通, 田淵正明, 劉源, 塚本進, 材料, 62 巻, 2 号, (2013),75.
- (6) K. Y. Jhang, Inter. J. Precision Eng. & Manufacturing, Vol.11, No.1, (2009),123.
- (7) K. Y. Jhang, IEEE Trans. Ultrasonics, Ferroelectrics & Frequency Control, Vol. 47, No.3, (2000), 540.
- (8) M. Hirao, and H. Ogi, EMATs for Science and Industry: Nondestructive Ultrasonic Measurements, (2003), 1, Kluwar Academic Publishers, Boston.
- (9) S. Baby, B. Nagaraja Kowmudi, C. M. Omprakash, D. V. V. Satyanarayana and K. Balasubramaniam, and V. Kumar, Scripta Materialia, Vol. 59, (2008),818.
- (10) J. Szelazek, S. Mackiewicz and Z. L. Kowalewski, NDT&E Inter., Vol. 42, (2009),150.
- (11) J. S. Valluri, K. Balasubramaniam and R.V. Prakash, Acta Materialia, Vol.58, (2010), 2079.
- (12) K. Balasubramaniam, J. S. Valluri and R. V. Prakash, Mater. Characterization, Vol. 62, (2011), 275.
- (13) Y. Xiang, M. Deng and F. Xuan, J. Appl. Phys., 115, (2014), 044914.
- (14) T. Ohtani, H. Ogi, and M. Hirao, J.J. Appl. Phys., Vol. 48 No. 7, (2009), 07GD02-1-6.
- (15) 大谷俊博, 草薙祐紀, 石井優, 材料, 62 巻, 2 号, (2013), 60.
- (16) 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 巻, 2 号, (2015),80.
- (17) K. E-A. Van Den Abeele and J. Carmeliet, Research Nondestructive Evaluation, Vol.12, No.1, (2000), 31.
- (18) G. L. Jones and D. R. Kobett, JASA., Vol. 35, No.1, (1963), 5.
- (19) 大谷俊博, 本間匠, 石井優, 田淵正明, 本郷宏通, 平尾雅彦, 材料, 66 巻, 2 号,(2017), 114.
- (20) F. Fujiyama, K. Mori, D. Kaneko, H. Kimachi, T. Saito, R. Ishii and T. Hino, Inter. J.

Pressure Vessel& Piping, Vol.86, Issue 9,
(2009),570.

- (21) 諸岡聡, 友田陽, 足立吉隆, 森戸茂一, 神山崇“, 鉄と鋼, 94 巻, 8 号, (2008),313.
- (22) 長井健介, 篠原康浩, 津留英司, 石野まゆ子, 鈴木 徹也, 鉄と鋼, 98 巻, 6 号, (2012),267.
- (23) 福富広幸, 西ノ入聡, 緒方隆志, 電力中央研究所報告, Q07003 (2008).
- (24) D. C. Wallace, Thermodynamics of crystals, (1972), 14, Dover Publisher.
- (25) 平尾雅彦, 非破壊検査, 56 巻, 6 号, (2007),292.
- (26) K. Y. Kim, Phys. Rev. B, 54, (1996),6245.
- (27) R. A. Guyer, K. R. McCall and G. N. Boitnott, Phys. Rev. Letter, 74, (1995),3491.
- (28) O. Buck, W. L. Morris and J. M. Richardson, Appl. Phys. Lett., Vol. 33 (5), 1978),371.
- (29) 大谷俊博, 荻博次, 平尾雅彦, 機械学会論文集, 67 巻, 655 号, A 編, (2001), 454-461.
- (30) 大谷俊博, 荻博次, 平尾雅彦, 材料 51 巻, 2 号 (2002),195.
- (31) 大谷俊博, 荻博次, 平尾雅彦, 材料, 55 巻, 4 号 (2006),416.
- (32) A. Granato and K. Lücke, J. Appl. Phys., Vol.27, (1956),583.
- (33) 増山不二光, 山口富子, 日本材料学会, 第 51 回 高温強度シンポジウム前刷集, (2013),110.