

学 位 論 文
(平成 28 年度博士後期課程学位論文)

非接触・非線形超音波法による金属材料の疲労
損傷評価に関する研究

湘南工科大学 大学院
工学研究科 機械工学専攻

石井 優

学 位 論 文
(平成 28 年度博士後期課程学位論文)

非接触・非線形超音波法による金属材料の疲労
損傷評価に関する研究

湘南工科大学 大学院
工学研究科 機械工学専攻

石井 優

目 次

1 章	緒言	1
2 章	非線形超音波法	10
2-1	はじめに	10
2-2	理論的背景	10
2-3	非線形超音波の測定方法	14
2-3-1	高調波の発性	14
2-3-2	分調波の発生	15
2-3-3	非線形超音波スペクトロスコピー法 (NRUS)	16
2-3-4	非線形三波相互作用 (共鳴散乱波)	19
2-4	まとめ	22
3 章	EMAR について	23
3-1	はじめに	23
3-2	EMAT	23
3-3	電磁超音波共鳴法 (EMAR)	26
3-4	エネルギー損失	28
3-5	測定方法	30
3-6	金属組織中の超音波減衰	34
3-6-1	結晶粒界での散乱減衰	34
3-6-2	転位による吸収	35
3-7	EMAR 法を用いた非線形超音波法の測定方法	36
3-7-1	EMAR 法を用いた NRUS 法による非線形超音波挙動の測定	36
3-7-2	EMAR 法を用いた非線形三波相互作用の測定方法	37
3-8	まとめ	38
4 章	純銅の疲労損傷中の非線形超音波特性的変化	39
4-1	はじめに	39
4-2	純銅試験片	39

4-3	S-N 曲線	40
4-4	自動計測	42
4-5	非線形超音波量の測定結果	43
4-6	異なる製造ロットの試験片による振幅依存性測定	46
4-7	組織観察	48
4-7-1	組織観察用試験片	48
4-7-2	TEM 観察	48
4-7-3	非線形三波相互作用の測定	48
4-7-4	非線形三波相互作用法を用いた非線形超音波量の変化	50
4-8	組織観察	56
4-8-1	組織観察用試験片	56
4-8-2	TEM 観察	56
4-9	EBSD による結晶方位差測定	66
4-9-1	測定試料作成	66
4-9-2	4-9-2 結晶方位の測定方法	66
4-9-3	局所方位差の測定方法	66
4-9-4	局所方位差平均の算出	68
4-9-5	結晶粒変形量測定	69
4-9-6	平滑化フィルター	69
4-9-7	EBSD による結晶方位差測定結果	71
4-10	非線形超音波挙動と微細組織との関係	86
4-10-1	非線形超音波量 $\Delta f/f_0$, $A_3/(A_1A_2)$ の変化と転位組織の関係	86
4-10-2	非線形超音波量 $\Delta f/f_0$, $A_3/(A_1A_2)$ の変化と結晶方位差の関係	88
4-11	まとめ	92

5 章 A5052 の疲労進展中の非線形超音波特性の変化

5-1	はじめに	94
5-2	試験片	94
5-3	NNRUS による非線形超音波量の測定	95
5-4	非線形三波相互作用法による非線形超音波量の測定	98
5-5	疲労進展中の A5052 材の非線形超音波挙動の因子	103
5-6	まとめ	107

6 章 結論	109
参考文献	112
研究業績	119

1 章 緒言

疲労は、材料に降伏応力以下の応力を繰り返し負荷し続けた結果、突発的に破壊に至る現象であり、機械や構造物の破壊現象の 70～80%が疲労損傷に起因するものといわれている[1-4]。疲労による破壊は重大な事故を引き起こす可能性があり、機械や構造物の安全面の設計や健全性評価に関する最も重要な因子の一つである。

疲労破壊の研究の歴史に付いて 1829 年に鉱山用のチェーンが、繰り返し巻き上げられると、突然脆性的に破壊するという事故が報告されている[5,6]。その当時はまだ、「疲労」という専門用語は使用されていなかったが、これが繰り返し負荷による疲労破壊の現象として研究報告された最初の事例と考えられている。また、蒸気機関の発明による産業革命以後、動力を用いた数々の機械が広く利用されるようになり、ヨーロッパ各国で工作機械等を用いた機械産業、工業が大規模化し、鉄道が普及した結果、機関車車軸の疲労破壊に対する損傷事故解析を経て、疲労は深刻な問題として様々な疲労に対する研究がなされる契機となった。1852 年から 1869 年にかけて Wöhler[4,7,8]が鉄道用車軸の破断の原因を決定するための実験を行い、負荷応力（応力振幅）Stress amplitude と疲労寿命（破断までの繰り返し数）Number との関係や、ある応力振幅以下では繰り返し数がいくら増加しても破断に至らない（疲労限度）といった疲労に対する重要な特性が明らかになり、疲労破壊の基本則を確立した。この負荷応力と疲労寿命の関係は S-N 線図として材料の疲労強度を表す指標の 1 つとして現在も用いられている。

今日までに鉄道や船舶、航空機から、火力発電プラントまで様々な機械や構造物が発展し、社会に満ちている。それは同時に、負荷応力が一定でない時間に対して変動する応力を受ける部材すべてに疲労が生じる可能性を併せ持っている。近年では安心・安全が社会的に希求されているため、疲労損傷や疲労余寿命予測を正確に行える手法の確立のため様々な研究がなされている[9-11]。これら膨大な努力が払われているにもかかわらず、現在でも疲労破

壊による事故の発生が起り得る。産業用機械・構造物のみならず、我々が日常的に道具として使用している機器類について、それらの安全性を確保するには、ものづくりの段階で疲労破壊を回避、または予測できるような設計を行うことが必要不可欠となっている。また疲労破壊を事前に予測する技術の開発は非破壊検査技術において重要な目標である[12]。疲労破壊は、疲労寿命により低サイクル疲労(破断サイクル数 $N < 10^5$)と、高サイクル疲労($N > 10^5$)があり、低サイクル疲労では高応力に応じた大きな塑性変形を生じ、破壊に至る。一方の高サイクル疲労は塑性変形を伴わない破壊ともいわれ、繰り返し応力が負荷され続けた結果、突発的に破断に至る。高サイクル疲労によるき裂の発生と進展による破壊に到る予兆を正確に検知することが、疲労破壊を防ぐ手段と考えられる。疲労損傷による事故を未然に防ぐために、様々な非破壊検査法による疲労損傷評価法が研究され続けている。

高サイクル疲労による破壊は微小き裂や形状に由来する表面起点型のき裂発生機構をもつ。近年、高強度鋼など非常に硬い材料では介在物や微視欠陥など内部起点型と表面起点型のき裂発生機構をもつギガサイクル疲労が注目されている。この疲労は 10^7 サイクルの繰り返し応力を受けても破断しない場合でも 10^9 サイクル以上で破断に至る場合がありこのときはき裂の起点は内部に有る[13]。高サイクル疲労におけるき裂発生機構を Fig.1 の疲労き裂進展の模式図に示す。繰り返し応力が負荷された金属の表面に、せん断応力によりすべり帯の突出しや入り込みによる凹凸が形成される。すべり変形による突出しや入り込みに沿って結晶粒内部へ伝播する疲労き裂の発生を第 1 段階という。この第 1 段階は比較的短いき裂で材料の組織の影響を受ける。そして疲労き裂が引張応力によって成長すると内部に進展するような第 2 段階のき裂進展に遷移する。高サイクルの疲労は、このき裂進展過程の第 2 段階が寿命の大半を占める。このき裂進展過程において、結晶粒界やすべりに対する障害と出会ったときに進展を停止し、すべり面分離とへき開の混合したき裂となり、さらにき裂が進展すると結晶方位等の組織の影響を受けず、き裂は負荷応力と垂直方向に進展する。この領域ではき裂が安定的に進展し、1 サイクルごとの疲労き裂進展速度 da/dN と応力拡大係

数範囲 ΔK の関係を表すパリス則[13]が成立する。疲労き裂の進展速度が比較的高くなると、塑性領域の様にき裂の前縁部に局所的に大きなすべり変形を生じ、進展方向に直交する応力の負荷と除荷によって、縞模様の延性ストライエーションが発生する。ストライエーションの間隔は1サイクル当たりのき裂の進展距離に等しい。き裂の進展により断面積が減少してゆき、へき開を伴う最終破壊は負荷応力に対して約 45° のせん断破壊を起こす。高サイクル疲労は大きな塑性変形を伴わず進行するため、き裂発生と進展を事前に測定することが難しい[12]。第一段階の疲労き裂の原因となるすべり変形やき裂長さの観察にはレプリカ等の表面観察や磁粉探傷法、浸透探傷法、陽電子消滅法、X線回析法などが用いられる。

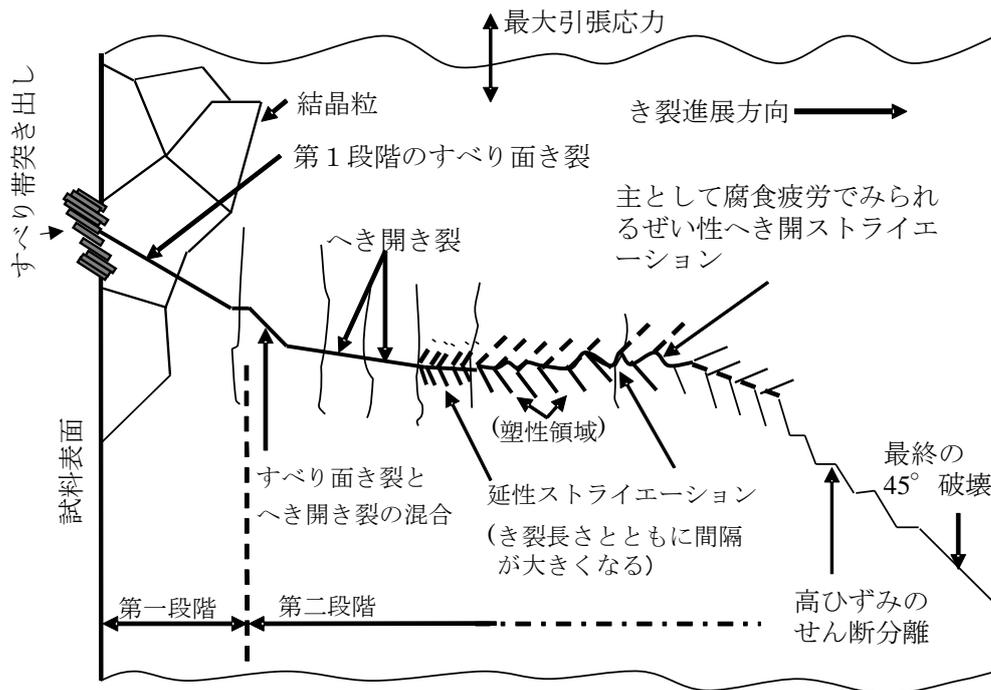


Fig.1-1 疲労き裂進展模式図 [13].

レプリカ法は、材料表面の組織をアセチルロースのプラスチックの膜に転写し、顕微鏡を使用して、表面に生じたき裂等を観察する方法で、材料を非破壊で観察することができ

る。しかし、レプリカ法による観察は熟練した作業員の主観的判断によるところが大きく、定量的な判断が難しい。また、き裂の深さを測定することはできない[14]。

磁粉探傷法は強磁性体材料を磁場の中に置き磁化された材料内を通る磁束が表面直下の欠陥の両端に磁場の作用によって漏洩し磁極が発生する、この磁束が表面に漏洩し、この磁束に着色した鉄粉などを吸着させるとで、き裂発生個所を観察する手法である。磁粉探傷法を用いるには、測定対象が強磁性体材料であることが必要であり、比較的浅い試料表面に生じた内部欠陥までしか測定できない[15]。

浸透探傷法は着色した浸透液を用い、毛細管現象によって試料表面に開口したき裂内部へ浸透液が侵入し、浸透液が沈着した個所を洗い出すことで、き裂の有無を調べる。浸透探傷法は材料を選ばないため現在広く使用されているが、表面き裂しか測定できず、内部欠陥に対しては有効ではない[16]。

陽電子消滅法 (Positron Annihilation : PA) は、加速器や放射性同位体から放出される陽電子と材料の電子とが消滅する際に発生する γ 線のドップラー広がりや陽電子が材料中で消滅するまでの時間を計測する方法で、この陽電子寿命はき裂発生前の転位密度と転位組織の変化に強く影響されることが知られている。材料中の空孔周りの負に帯電した電子との間に陽電子の消滅が起こり、この消滅の γ 線の分布によって、疲労損傷の初期の段階において転位と空孔の発生を予測することができる。陽電子は自然界に安定した状態で存在しないため、陽電子を放出する放射性同位元素を用いるか、核反応を利用して陽電子を発生させる、粒子加速器による高エネルギー荷電粒子の制動放射エックス線を用いて、電子対を生成させるなど、専門性の高い設備が必要となる[17-19]。

X線回折法 (X-ray diffraction : XRD) では、疲労き裂の発生過程において、繰返し応力の蓄積により材料表面にすべり帯の突出しと入込みが生じる。これにより、材料の表面上に異なる残留応力パターンが発生する。XRD が結晶構造の変化に非常に敏感なので、半値幅などの回折プロフィール分析により蓄積された残留応力を測定することで疲労損傷につい

での情報を間接的に得ることができる[20]。

レーザー散乱法では、疲労した材料の表面にレーザー光線を照射した際、反射され、散乱したレーザー光の光強度分布は、スペックル・パターンの形で、表面粗さと疲労損傷によるき裂長さをスペクトル幅パラメータによって測定することができる、このスペクトル幅は疲労サイクルの繰り返しによって増加するため、疲労き裂の成長を観測できる[21,22]。XRD法及びレーザー散乱法では材料の疲労限界を計測することができるが、これらの手法は試料表面に生じたき裂や欠陥の検出を目的としており、内部で進展したき裂の成長を捉えることが難しいという課題が残る。

アコースティック・エミッション（Acoustic Emission : AE）法では、繰り返し応力負荷によって材料内部組織の変形による空孔の生成やき裂発生時に生じる弾性波を測定し、き裂の発生と成長を測定する手法である。AE信号とき裂の開口変位によって、表面に発生するき裂の大きさを推定できる。AE法では進行中のき裂を測定できるなどの利点があるが、受動的な測定であるため、外乱の影響を大きく受けてしまうという問題がある[11,23,24]。

材料内部で進展する疲労き裂を定量的に測定する方法として、時間応答性の良い超音波法が利用されており、音速、超音波減衰係数等を用いた数多くの手法が研究されている。超音波を用いた手法は弾性波が媒質中を伝播し、異なる媒質や端面で反射する性質を利用している。音速を利用した手法は、被測定物中を伝わる超音波の伝播時間と厚さによって求まる。この音速は疲労の蓄積とともに、組織の変化等の影響を受け変化する。しかし、この音速の変化は疲労破壊に至るまでの間に大きな変化を見せないため、単純な音速だけでなく、音速の分布などの方法を用いることが検討されている。

超音波減衰では媒質中を伝播する音波の持つエネルギーが散乱や吸収によって減少してゆく現象を利用する[25,26]。疲労過程中の超音波減衰は、転位密度の変化により、超音波のエネルギーが吸収され、巨視的なき裂の発生前に大きな値を示す[27]。この超音波減衰と転位密度の関係を Granato-Lücke はモデル化して説明している[28]。

現在の保守検査では疲労に対して、検査によって機械の構成部材に疲労によるき裂が確認できた時点で部材を交換して対処している。また疲労破壊は初期の微小き裂を除去することで疲労寿命を回復できるため、鉄道車両においては超音波探傷によって車軸にき裂が検出されると旋盤加工によってき裂を除去し再度使用すると言った処置も行われている[7,29]。

一方で、航空機や原子力発電プラント等、部材の交換が容易でない構造部に疲労によるき裂が生じた場合、き裂長さを同定し、破壊力学的手法を用いてき裂進展を予測し、き裂長さが許容範囲内であるかなどの診断が行われている。

巨大なプラント設備では損傷の有無を検査するだけでも膨大な時間と費用を必要とするため簡潔に、且つ短時間で行える非破壊検査技術が望まれている[30]。これら非破壊検査技術において、時間応答性の良い超音波を用いた研究が行われている。音速の変化や超音波減衰係数の変化など超音波を利用した非破壊検査法の多くは、発生したき裂の検出を目的としていた。き裂の検出には音響インピーダンスの違いによる反射と散乱波の振幅を用いているが、閉じた微小き裂等の音響インピーダンスの差が小さい微細欠陥では反射と散乱波の検出が難しく、異なる手法を用いる必要があった。

近年、線形的な超音波特性の測定よりも材料内部の微細な欠陥（ボイドや転位，不完全溶接部等）に対する検出感度の高い非線形超音波法[31]の利用が注目されている。非線形超音波を利用することで、疲労き裂の発生前の材料の微細組織変化（すべり出しすべり込みや転位組織等）の検出を目的とした研究がなされている[9]。非線形超音波法は、入射した弾性波が材料内部の微細組織により歪められる現象を利用するため、線形超音波法（音速，超音波減衰の計測）よりも微細組織変化に対して非常に敏感に反応することがわかっている[32]。非線形超音波法では送信した超音波の微細な変化を捕らえるため、分調波，高調波法，非線形超音波スペクトロスコピー（Nonlinear Resonant Ultrasound Spectroscopy : NRUS）法，非線形三波相互作用法（共鳴散乱波法）を用いた非線形超音波特性の研究がなされている[33,34]。

高調波法を用いた非線形超音波法では、弾性波が伝搬した固体中に微視欠陥あるいは閉じた微小き裂等が存在する場合、この微小き裂に弾性波による変動応力が作用すると、引張りと圧縮の応力によって、き裂の開閉口が生じる。引張を受けたき裂では開口し超音波は反射し、圧縮を受けたき裂では弾性波の一部がき裂を通過する。これにより波形に歪みが発生し、周波数の成分では入射した周波数の整数倍の周波数を持つ高調波として観測される。また微小き裂の開閉口による接触型音響非線形性（Contact acoustic nonlinearity : CAN）[33]によっても高調波は発生する。この高調波法によって、疲労やクリープ損傷中の内部組織の微細な変化を測定する研究が行われている[35-37]。Cantrell[32]らは2次高調波を用いた疲労損傷進展を観察する研究において、疲労に因る転位密度と2次高調波に因る非線形超音波量の相関関係を明らかにした。しかし、高調波法では計測機器による非線形効果と測定物の物性による非線形効果が区別しにくいという課題がある[38]。

分調波法では閉じた微小き裂を有する固体中に有限振幅を持つ超音波を伝搬する際、圧縮応力によって閉じていたき裂を開閉口させき裂面の接触による強い非線形振動（CAN）が生じ入射周波数の整数分の1となる分調波成分を発生させる現象であり、高調波と区別が容易であるが、大振幅のバースト波を入射し閉じたき裂を開口させなければ分調波は発生しない[33,39]。

NRUS法では、共鳴周波数を用いて超音波を測定物中に駆動し、駆動電圧を変えていった際の共鳴周波数スペクトルの頂点座標を測定し続けると、中心周波数に移動が生じる。これは超音波による測定物内の微細なひずみ量の増加によって振幅依存性が生じる現象である。共鳴周波数による中心周波数の移動量を非線形超音波量として測定することで、材料内部の微細な変化を捉えることが出来る[34,40]。石井ら[41]は疲労損傷の進行に伴う共鳴周波数の移動量と内部組織（転位組織）変化の関連性を示した。その結果非線形超音波挙動は微細組織変化に関して非常に敏感に反応することが明らかになった。しかし、測定物の内部に十分なひずみが発生しない場合、非線形超音波量の測定が困難となる。また、高出力のバース

ト波を送信することで、金属材料などに発熱を生じさせてしまい、非線形量の測定に影響を及ぼす可能性があるため、NRUS 法による測定では温度上昇を考慮した補正法[42]を用いる必要がある。

非線形 3 波相互作用法は、測定物の内部に周波数の異なる 2 つの弾性波を伝搬した時、内部で出会った弾性波の交差角、周波数比の条件が揃った時、2 つの弾性波の相互作用によって新たな弾性波が発生する。初めに送信した 2 つの弾性波の振幅と、相互作用によって発生した新たな弾性波（散乱波）の振幅比によって、非線形超音波量を測定する手法である。非線形 3 波相互作用法では周波数の異なる弾性波を同時に駆動するため、複数の探触子を用いる必要があった。また、相互作用を発生させる為に弾性波を対象の内部で交差させるなど実機の計測に適用することが難しい[38,43-45]。これらの非線形超音波量は、測定物内の微細組織（空孔や転位、）の変化に非常に敏感に反応することがわかっている。

本論文では金属材料を疲労損傷させ、破断までの超音波特性の変化を電磁超音波共鳴法（Electromagnetic acoustic resonance : EMAR）[46]と 2 つの非線形超音波法: NRUS 法、非線形 3 波相互作用を組み合わせ、非接触的に疲労損傷中の金属材料の内部の超音波挙動を詳細に計測し、疲労損傷評価の指標となる非線形超音波特性を見つけ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）[46]に共鳴法を適用することで材料内部での超音波エネルギーの減衰を高精度で測定することが可能である。音響結合剤が不要であるため、測定物内部のみの共鳴状態を測定することが可能となり、接触に因る非線形効果を考慮しなくて良い測定が可能となる。金属材料の疲労損傷に EMAR 法を用いた 2 つの非線形超音波法（NRUS 法、非線形三波相互作用法）を適用し透過型電子顕微鏡（Transmission Electron Microscope : TEM）と電子後方散乱解析（Electron Backscatter Diffraction : EBSD）による組織観察結果から、疲労損傷による非線形超音波量と微細組織（転位組織）の関係を明らかにした。

本論文は、6 章から構成されており、2 章では非線形超音波の理論と原理について説明し

た，3章では EMAR 法による非線形超音波の計測方法を示した。4章では純銅材の片振り疲労に対して，NRUS 法および非線形3波相互作用法による非線形超音波法を適用し，その疲労中の非線形超音波特性の変化を調べ，材料微細組織の変化との関係を，TEM や EBSD を用いて明らかにした。5章では同様に構造用アルミニウム合金 A5052 の片振り疲労中の非線形超音波特性の変化を調べた。第6章では以上の成果をまとめ結論を導いた。

2章 非線形超音波法

2-1 はじめに

超音波とは、ヒトが聞くができない、可聴域を超えた 20KHz 以上の周波数をもつ音波とされている[47]。超音波を用いることで波の伝搬方向に指向性を持たせることが可能となる。媒質中を伝搬する超音波は媒質を伝搬する速度が早いため時間応答性がよく、異なる媒質との境界面で反射する性質があり、この反射波から内部組織の変化を捉える研究がなされている[48-51]。非線形超音波法は測定対象の内部に伝搬した超音波が、固体内の微細組織や欠陥の影響で歪められる現象である[31]。非線形超音波法ではこの波形のゆがみを微細組織の変化に対する感度の高さと捉え、入射した超音波のゆがみを非線形超音波量として評価している。本章では本論文で用いた非線形超音波法の理論的背景と測定に使用した非線形超音波法について述べる。

2-2 理論的背景

非線形超音波法とは、物体の内部に伝搬した弾性波が伝搬する物質の微細組織により歪められる現象を利用した手法である。弾性体に応力が負荷されると、負荷応力に応じたひずみが生じる。負荷された応力が取り除かれた際の応力 (σ) —ひずみ (ϵ) 曲線は同じ経路をたどり元の状態に戻る、この性質を線形弾性という[32]。しかし多くの固体の動的弾性挙動が線形理論で表せないことが、多数の実験によって示されている[32-34]。非線形な弾性挙動は、波の伝搬による高調波の発生、非線形減衰、共鳴周波数の移動、時間遅延効果を引き起こすことがわかっている[32-34]。その非線形性は、基本的に、応力 (σ) —ひずみ (ϵ) 関係の非線形性に由る。その一次元的な関係は式 (2-1) のように表される[52]。

$$\sigma = k_0 \varepsilon + \beta \varepsilon^2 + \delta \varepsilon^3 + \dots \quad (2-1)$$

ここで k_0 は線形弾性定数（2 次の弾性定数：ヤング率や体積弾性定数などに相当する）， β は 3 次の弾性定数， δ は 4 次の弾性定数に相当し， β は格子の非調和性[53]に起因する。音弾性は物質の非線形弾性に由来し，応力に伴う原子間距離の変化によって見かけの 2 次の弾性定数と密度が変化することに伴い音速が変化する現象であり，音速と応力の比例定数によって 3 次の弾性定数を測定できる。式（2-1）の関係が古典的非線形性と呼ばれている。多くの固体が低振幅下で（大気中 10^{-6} 以下のひずみ下），式（2-1）に一致した挙動を示す。この非線形挙動を引き起こす要因として次のように 3 つの原因があることが知られている [33,54,55]。

1)原子間ポテンシャルの非対称性（非調和性）…原子間ポテンシャルの非対称性（非調和性）に由来する非線形弾性で，材料の本質的な特性を表わしている。結晶中の一つの原子は周囲の原子から受けるクーロン力や，電子の波動関数の重なりによる量子力学的な力に起因するポテンシャルの中にある。Fig.2-1 に示すように，このポテンシャルの形は平衡点付近では調和的であり，放物線型をしているが，全体としては非対称な形をしており，その影響は僅かではあるが平衡点付近にまで及んでいる。原子間ポテンシャルは比熱，弾性定数の温度・圧力依存性，熱伝導，熱膨張など固体の熱力学的諸量と密接に関係している。その結果，結晶をひずませた時の応力とひずみの関係は非線型になる（弾性的非調和性）。この非線形挙動を Fig.2-2 に示す[54-56]。ひずみの増加によって非線形な挙動を示す。

2)微視欠陥による内部摩擦…固体内に存在する微小欠陥などが示す不可逆的な力学過程のため，応力-ひずみ関係が負荷と除荷とで異なる経路をたどることでヒステリシスループが生じる。Fig.2-3 に示すヒステリシスループの面積は，単位体積あたり 1 サイクル中に散逸する音響エネルギーに相当し，超音波減衰（内部摩擦）として観測される。すなわち，内部摩擦はヒステリシスを，さらに非線形性を伴って発現する。逆に，非線形現象は必ずし

も減衰を伴わない[45]。

3)微視欠陥による波形のゆがみ…疲労き裂の前駆段階に生じるすべり帯や小さな疲労き裂の破面先端の一部は、塑性変形に伴う圧縮応力によって閉じている。閉じた微小き裂を有する固体中に有限振幅を持つ超音波を伝搬する時、超音波の応力により、圧縮相と引張の応力相を持つ。Fig.2-4 のように固体中に微小なき裂が存在した時、圧縮の応力を受けた圧縮側ではき裂面同士の衝突させる方向に応力が作用する。き裂の隙間を閉じた圧縮相は部分的に閉じたき裂面を透過するが、引張側ではき裂面を引離す方向に応力が作用するため、超音波はき裂の開口面を透過できず反射（散乱）してしまう。これが繰り返されることで、透過した超音波と反射した超音波はそれぞれ、半波整流されたような矩形波となり、ひずみが生じ、2次高調波成分[9,33,57-59]や分調波[33,37,58,60]を生じる。この非線形現象は結合が弱い異材界面や結晶粒界でも同様の開閉口現象が起こりうる。

非線形効果をもたらす要因のスケールは、原子間ポテンシャル (Fig.2-2) < 内部摩擦 (Fig.2-3) < 微小き裂 (Fig.2-4) の順に大きくなってゆく。

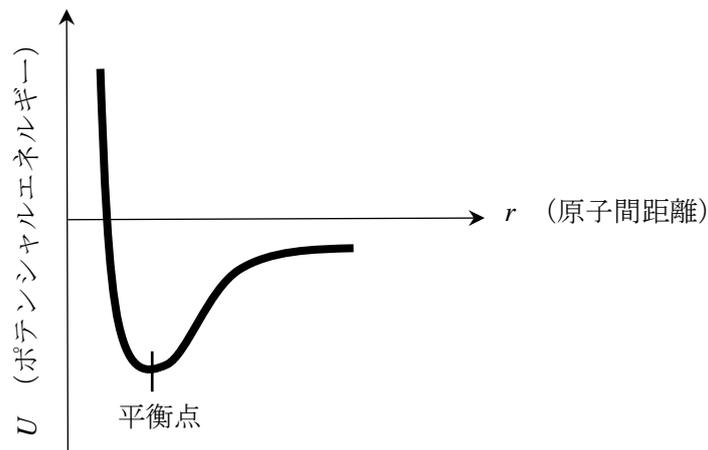


Fig.2-1 原子間ポテンシャルの非対称性.

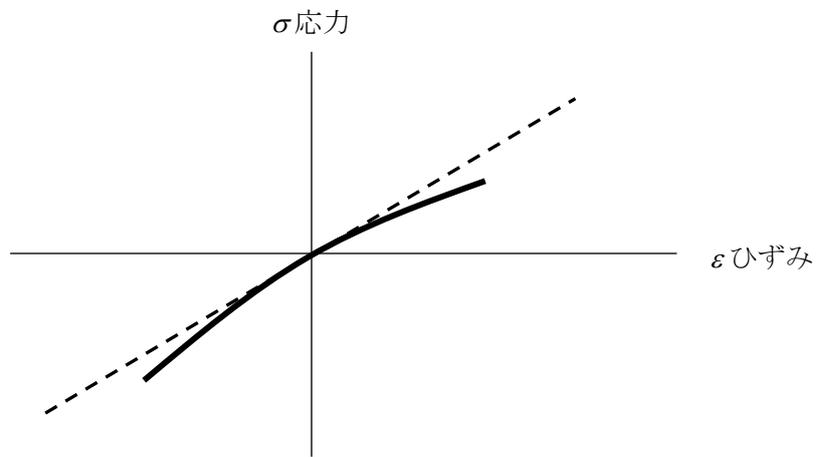


Fig.2-2 原子間ポテンシャルの非対称性による応力-ひずみ非線形性.

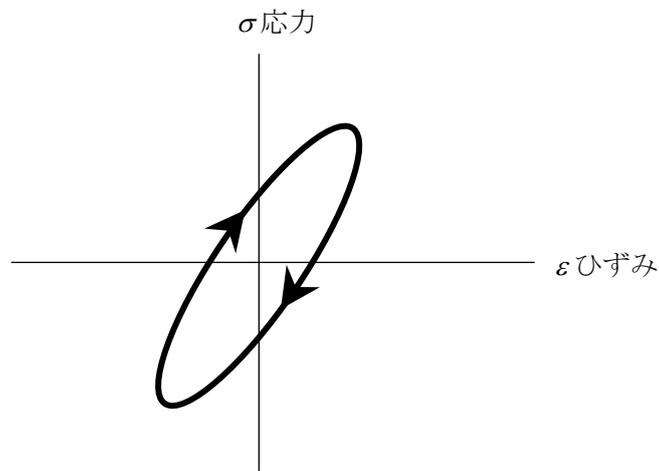


Fig.2-3 応力-ひずみ関係によるヒステリシスループ.

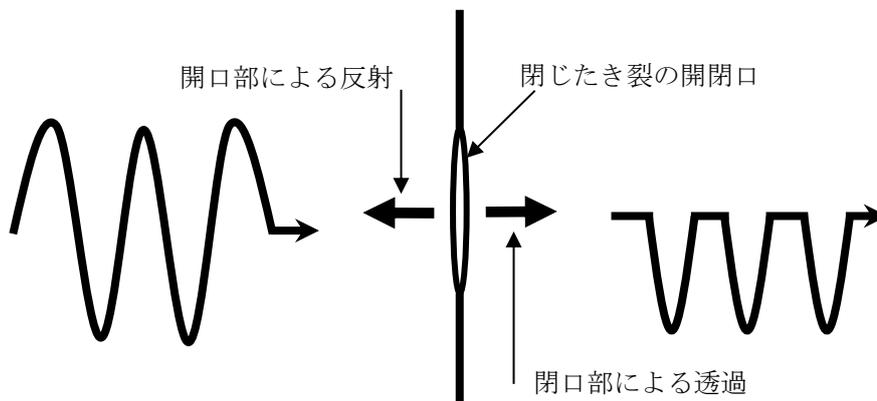


Fig.2-4 微小き裂の開閉口による波形の歪み.

2-3 非線形超音波の測定方法

2-3-1 高調波の発生

高調波は非線形性を示す弾性体の内部摩擦による位相の遅れを伴った振動[32]や微細なき裂や接触型音響非線形性 (CAN) [33,39]によっても発生する。CAN ではき裂長さよりも大きな振動振幅を持つ超音波を入射した場合、能動的にき裂面を開閉口させることで非線形振動させ、入射周波数の整数倍の高調波成分が発生する現象である。

2次高調波による非線形超音波量を表すパラメータとして、非線形弾性パラメータ β^e が用いられている。固体中の非線形弾性パラメータは有限振幅の超音波が固体中を伝搬する際に受ける音速変化の影響を表すために用いられる[61]。高調波の発生は非線形弾性挙動によるフックの法則から求められ、式 (2-1) より次式 (2-2) で表される[62]

$$\sigma = \kappa_0 \varepsilon + \left(\frac{1}{2}\right) \beta^e \varepsilon^2 + \dots = \kappa_0 \left[\varepsilon - \left(\frac{1}{2}\right) \beta^e (\varepsilon)^2 + \dots \right] \quad (2-2)$$

式 (2-2) より β^e は非線形弾性パラメータであり、 β^e は次式 (2-3) より求まる。

$$\beta^e = -\left(\frac{\kappa_0}{\beta}\right) \quad (2-3)$$

式 (2-1) とニュートンの運動方程式より $\rho \left(\frac{\partial^2 u}{\partial t^2}\right) = -\frac{\partial \sigma}{\partial \alpha_s}$ とおき、 u は粒子変位、 α_s は空間座標、 ρ は密度、 t は時間である。非線形波動方程式より $\frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = c^2 \left[1 - \beta^e \left(\frac{\partial u}{\partial \alpha_s}\right) \right] \left(\frac{\partial^2 u}{\partial \alpha_s^2}\right)$ と求められる。非線形波形は $\alpha_s=0$ とにおいて、 $u = u_1 \cos(\omega t)$ と仮定し、

$u = u_0 + u_1 \cos(\omega t) + u_2 \sin 2(\omega t - ka) + \dots$ 、ここで $u_2 = \left(\frac{1}{8}\right) k_\omega^2 u_1^2 x \beta^e$ となる。したがって

非線形パラメータ β^e は基本波の振幅 u_1 と2次高調波の振幅 u_2 の比で求めることができる。

ここでの k_ω は基本波の角振動数/無限小振幅次の音速, x は伝搬距離である。 β^e は次式 (2-4) で求められる。

$$\beta^e = \frac{8u_2}{(k_\omega^2 u_1^2 x)} \quad (2-4)$$

高調波はき裂の存在しない材料でも超音波ひずみや圧電探触子の音響結合剤界面によって発生してしまうため, 測定対象の微細組織による高調波成分と計測システムによる高調波成分を分けて捉えることが難しいという問題がある[38,63]。

2-3-2 分調波の発生

分調波は CAN [60]により, 閉じたき裂を有する固体中に超音波を入射することで, き裂面を開閉口させることで非線形振動を生じ, 入射周波数の整数分の 1 となる分調波成分を発生させる現象である。

閉じた微小き裂を有する固体中に有限振幅を持つ超音波を伝搬する際, 大振幅を入射することで圧縮応力によって閉じていたき裂を開閉口させき裂面の接触による強い非線形振動が発生する。分調波の発生は閉じた微小き裂からの応答であるため, 媒質や計測システムの妨害を受けないが, 閉じた微小き裂を開口させるためにき裂幅よりも大きい振動振幅のバースト波を用いる必要がある。

2-3-3 非線形超音波スペクトロスコピー法 (NRUS)

超音波スペクトロスコピー (Resonant Ultrasound Spectroscopy : RUS) 法 [64,65]は、共鳴周波数、試験片形状や密度から弾性定数を決めるのに使われる線形超音波手法である。この方法は、均一な弾性定数を持ち、決まった試験片形状下では、高精度の弾性定数の測定ができる。しかしながら、RUS 法は材料内部に発生した初期段階損傷にはあまり敏感ではない[32]。一方、RUS 法の非線形版である非線形超音波スペクトロスコピー法 (Nonlinear Resonant Ultrasound Spectroscopy : NRUS) [40,66-68]は、比較的低ひずみ振幅 (10^{-6} ~ 10^{-9}) から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方法である。測定対象の内部に発生させた共鳴スペクトルを測定する際、駆動電圧を変更すると同じ周波数に対し、最大振幅の異なる複数の共鳴スペクトルが得られる。この時、共鳴スペクトルのそれぞれ異なった最大振幅の座標を測定し、プロットすることで、振幅スペクトルの中心周波数の周波数シフトによる傾きが得られる。Fig.2-11 に疲労試験を行う前の純銅試験片の振幅依存性を、Fig.2-12 に応力振幅 95MPa で 140,000cycle 片振り疲労させた後の NRUS の測定例を示す。Fig.2-11 の損傷前では共鳴スペクトル中の中心周波数の移動は殆ど生じていない。しかし疲労損傷を与えられたことで、Fig.2-12 に示すように、中心周波数のピークの移動が生じる。この周波数シフトの傾きの関係は応力 σ とひずみ ε より求めることが出来る。ひずみ振幅が 10^{-6} (大気圧と室温下で) を超えるようなもとでは、応力-ひずみの関係は、ヒステリシスを示し[52]、次式 (2-5) に示す非線形効果を生じる。

$$\sigma = \int K(\varepsilon, \dot{\varepsilon}) d\varepsilon \quad (2-5)$$

ここで K は非線形ヒステリシス係数であり、微視欠陥による内部摩擦によって非線形効果を生じる。ヒステリシスによる非線形効果は次式 (2-6) によって与えられる。

$$K(\varepsilon, \dot{\varepsilon}) = K_0 \{ 1 - \alpha_H [\Delta\varepsilon + \varepsilon(t) \text{sign}(\dot{\varepsilon})] + \dots \} \quad (2-6)$$

ここでの K_0 は線形係数, $\Delta\varepsilon$: ひずみ振幅の変化量 [$\Delta\varepsilon = \frac{\varepsilon_{\text{Max}} - \varepsilon_{\text{Min}}}{2}$], $\dot{\varepsilon}$: ひずみ率 [$\dot{\varepsilon} = \frac{d\varepsilon}{dt}$], $\dot{\varepsilon} > 0$ ならば $\text{sign}(\dot{\varepsilon})=1$, $\dot{\varepsilon} < 0$ のとき, $\text{sign}(\dot{\varepsilon}) = -1$ となる。 α_H : ヒステリシスパラメータ, 応力-ひずみ関係の非線形ヒステリシス現象は式 (2-5,2-6) の近似で上記の振幅依存性を説明できる。このヒステリシスな弾性挙動は, 内部損傷 (未結合部, 微視き裂, 転位一点欠陥の相互作用等) が存在する場合に発現すると考えられている。その挙動には, 非線形内部摩擦 (転位や結晶粒界の影響, 回復等による) や構造特性 (幾何学的に均一な多孔性, 局所応力による幾何学的不規則等) も含まれる[42,67]。式 (2-6) において, 後半を非古典的非線形性として区別している[68,69]。その非古典的非線形性が, 古典的非線形性を上回ったとき (一般に, ひずみ振幅が 10^{-6} を超えるような場合), 係数 C_i は共鳴周波数の移動量 $\Delta f (=f_0 - f)$ とひずみの関数としてエネルギー損失の変化から式 (2-7) のように表される[70]。

$$\frac{f - f_0}{f_0} = \frac{\Delta f}{f_0} = \frac{C_i \Delta\varepsilon}{2} \quad (2-7)$$

式 (2-7) は 3 次高調波の 2 次の振幅依存性を表し, 係数 C_i はヒステリシスパラメータ α_H に比例する。従って, これらの係数の増加により素材の非線形ヒステリシス現象の挙動の増加を表すことができる。ここで f はひずみレベルを増加させていった時の共鳴周波数, f_0 は最も低いひずみレベルでの共鳴周波数である。

本論文ではこの NRUS の測定に EMAT を組み合わせた NNRUS (Non-contacting Nonlinear Resonant Ultrasound Spectroscopy : NNRUS) として提案し, 非線形超音波挙動の測定に用いた。Fig.2-11 及び Fig.2-12 に於いては横軸の周波数は Gauss 関数で近似した f_0 の値で正規化している。加振力を増幅させた際のピークの周波数を Gauss 関数で近似し, 中心周波数を実線で結んだ。疲労試験前の試料では Δf は殆ど変化がない。一方, 疲労損傷させた破断直前の試料では, 加振力の変化とともに Δf に増加が見られる。

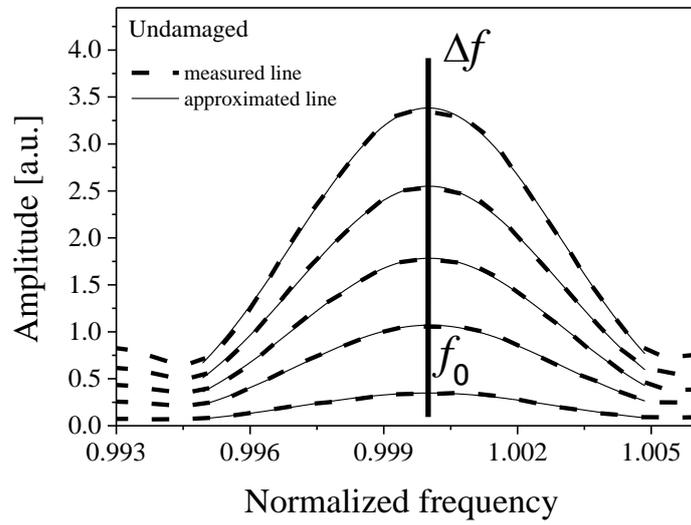


Fig.2-11 未損傷材の純銅の共鳴周波数の振幅依存性 ($f_0=1.94\text{MHz}$) .

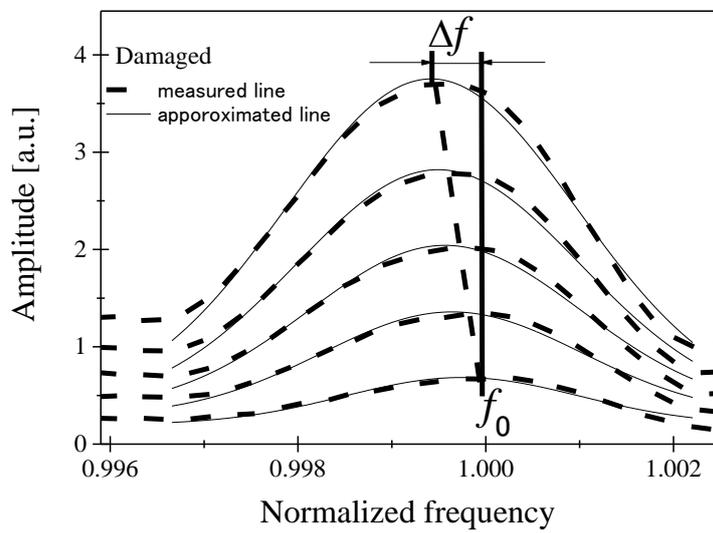


Fig.2-12 損傷材の共鳴周波数の振幅依存性 ($\Delta\sigma=95\text{MPa}$, $140,000\text{cycle}$, $f_0=2.00\text{MHz}$) .

2-3-4 非線形 3 波相互作用 (共鳴散乱波)

固体内で 2 つの弾性波が交差するとき、両者の伝搬速度、交差角、周波数比で決まる条件が満たされるとき、媒質の非線形性により第 3 の弾性波が発生する。この非線形音響現象を非線形 3 波相互作用、発生した弾性波を共鳴散乱波と呼ぶ。この現象は 1953 年、Landau-Lifshiz[52]によって存在が指摘され、その後の研究によって存在が確認された[43,71,72]。この共鳴散乱波の振幅は、入射波振幅の積に比例する。結晶中の弾性波による応力—ひずみ関係すなわちフックの法則が原子間ポテンシャルの非対称性により成り立たない場合、式 (2-1) のように ε についての高次の項を含むようになる。この時、2 つの弾性波による応力 (σ_1 , σ_2)、ひずみ (ε_1 , ε_2) が材料内に存在するとき、弾性波の重ね合わせが成り立たず ε の 2 次の項までの応力—ひずみ関係は次式 (2-8) となる。

$$(\sigma_1 + \sigma_2) = k_0(\varepsilon_1 + \varepsilon_2) + \beta(\varepsilon_1 + \varepsilon_2)^2 = (k_0\varepsilon_1 + \beta\varepsilon_1^2) + (k_0\varepsilon_2 + \beta\varepsilon_2^2) + 2\beta\varepsilon_1\varepsilon_2 \quad (2-8)$$

式 (2-8) 右辺最後の項、 $2\beta\varepsilon_1\varepsilon_2$ により波の重ね合わせが成り立たなくなり、2 つの弾性波の相互作用によって第 3 の弾性波が発生する。この異なる弾性波の相互作用によって、新たな弾性波が発生する現象を非線形 3 波相互作用という。

2 つの弾性波の相互作用によって生じた新たな弾性波の振幅 A_3 と、基本波となる 2 つの弾性波の振幅 A_1 , A_2 の振幅比 $A_3/(A_1A_2)$ [38]により非線形 3 波相互作用による非線形超音波量を求めることができる。従来の圧電素子センサを用いた手法では、Fig.2-13 のように送信用探触子を 2 つ、受信用探触子 1 つの 3 つの圧電センサの組み合わせで行っていた[38,44]。送信された 2 つの弾性波は試料内の交差領域で干渉し合い、和や差の周波数成分を持った弾性波が生じる。この時発生した弾性波は送信された基本波と異なる方向に伝播する、相互作用によって生じた弾性波の位相が揃わない場合、観測できる信号を形成しないが、すべて

の波源からの散乱波が同位相となって互いに重畳する場合、共鳴状態となり有限の信号強度を持つ信号が生じる。これを共鳴散乱波という。

本研究に用いた EMAT による共鳴散乱波の計測システムは 1 つの送受信用 EMAT と 1 つの送信用 EMAT から構成されている。2 つの EMAT を試験片に対して、Fig.2-14 のように対向させて取り付けることで、試料内部で共鳴散乱波を発生させ、入射波を交差させることなく非線形 3 波相互作用を生じさせた。Fig.2-15 に EMAR 法を用いた非線形 3 波相互作用による共鳴散乱波の測定例を示す。共鳴散乱波を実験、基本波を破線で示す。共鳴散乱波の周波数成分に基本波の高調波成分が含まれないよう差の周波数成分が素数となる組み合わせの 5 次と 7 次の共鳴モード次数の周波数 f_5 (1.84MHz 近傍) と f_7 (2.58MHz 近傍) を用い、干渉波の測定と基本波による干渉波近傍に励起される弾性波を測定した結果、干渉波 f_2 ($f_2=f_7-f_5$) の振幅は f_2 (0.77MHz 近傍) のみの共鳴周波数を計測した時の約 80 分の 1 の非常に小さな値であり、 f_2 は本来の共鳴状態が発生していないが、 f_5 、 f_7 の弾性波の相互作用によって f_2 の周波数領域に干渉波が発生したことを示している。また、基本波単体で EMAT を駆動した際に、 f_2 の周波数近傍に僅かに弾性波の振幅が見られるが、どちらも干渉波よりも小さい。これは Fig.2-14 のように入射した弾性波と散乱波の伝搬方向が等しいため、入射された基本波の位相の変化によって EMAT によって測定されたものと考えられる。

以上のことから EMAR 法を用いることで、これまでの非線形 3 波相互作用法よりも測定システムを簡略化し、非線形超音波挙動を測定することができ、EMAR 法を用いた単一の EMAT による非線形 3 波相互作用の計測が行える可能性があることがわかった。

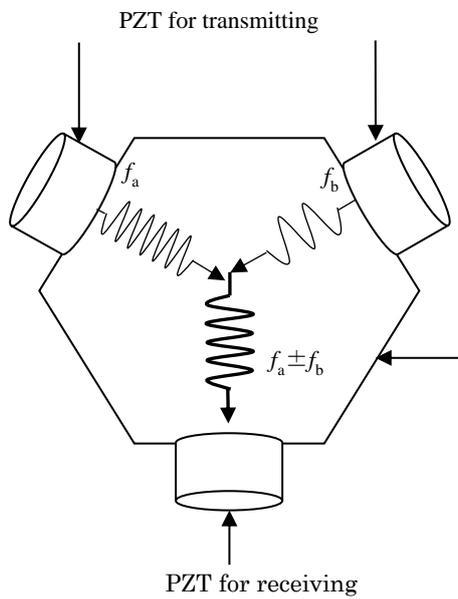


Fig.2-13 圧電センサを用いた非線形 3 波相互作用の測定法.

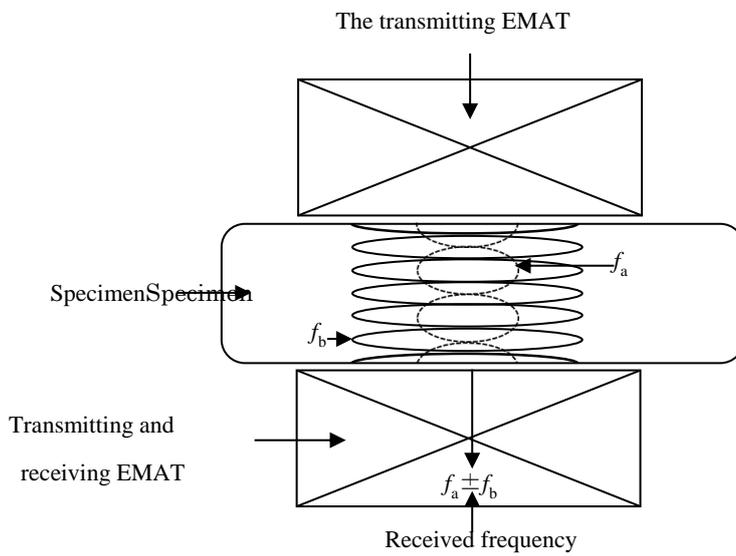


Fig. 2-14 EMAT を用いた非線形 3 波相互作用の測定法.

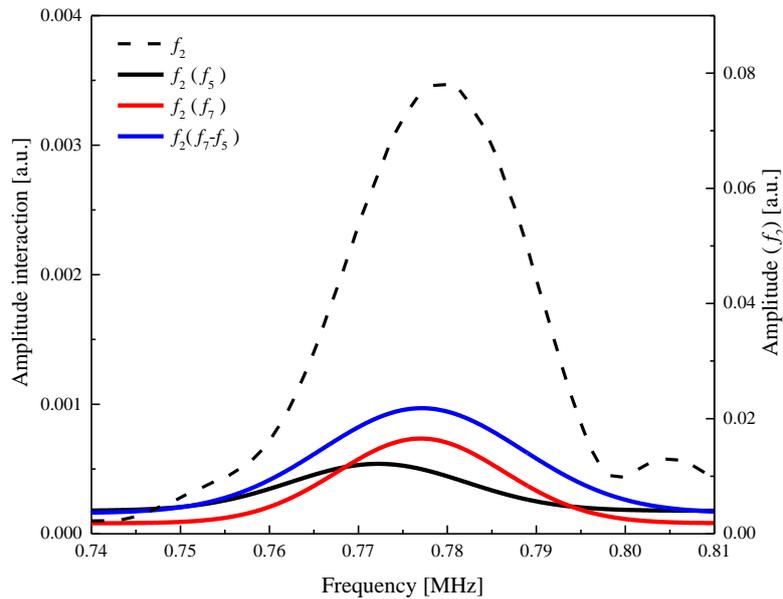


Fig. 2-15 EMAR 法を用いた非線形 3 波相互作用による散乱波の比較（未損傷試験片）。

2-4 まとめ

本章では、非線形超音波法とその測定方法について述べた。非線形超音波法は測定対象内部の微細組織の変化によって内部へ入射した超音波の波形がひずむ現象を捉える手法である。非線形超音波現象の原因として、原子間ポテンシャルの非対称性、ヒステリシスループ（内部摩擦）、微小き裂の開閉口現象による矩形波の発生が考えられる。非線形超音波挙動の測定には入射した周波数の整数分の 1 の周波数の振幅を生じる分調波法，入射した周波数の整数倍の周波数の振幅を生じる高調波法，超音波によるひずみレベルを増加させた際に生じる共鳴周波数の振幅依存性による中心周波数の移動（NRUS），測定物の内部に異なる 2 つの弾性波を伝搬させ、内部で相互作用させ新たな弾性波を生じる非線形 3 波相互作用法がある。

本論文では EMAR 法を適用した NNRUS 法と非線形 3 波相互作用法を用い、片振り疲労中の金属の非線形超音波挙動の変化の測定に用いた。

3 章 EMAR について

3-1 はじめに

電磁超音波共鳴法 EMAR 法は、非接触の電磁超音波探触子 EMAT の信号の送受信に共鳴法を組み合わせた手法である。EMAT は圧電素子センサ(Piezoelectric element : PZT)と異なり、音響結合剤を必要としないため測定する音響エネルギーの減衰が少ないものの、エネルギーの変換効率が低いという問題が在った。そこで、送受信に共鳴法を用いることで、エネルギーの変換効率を飛躍的に高めることが可能となった。本章では非線形超音波の送受信に用いた EMAT の構造及び EMAR 法の特徴、計測装置、EMAR 法を用いた非線形超音波の測定方法についても述べる。

3-2 EMAT

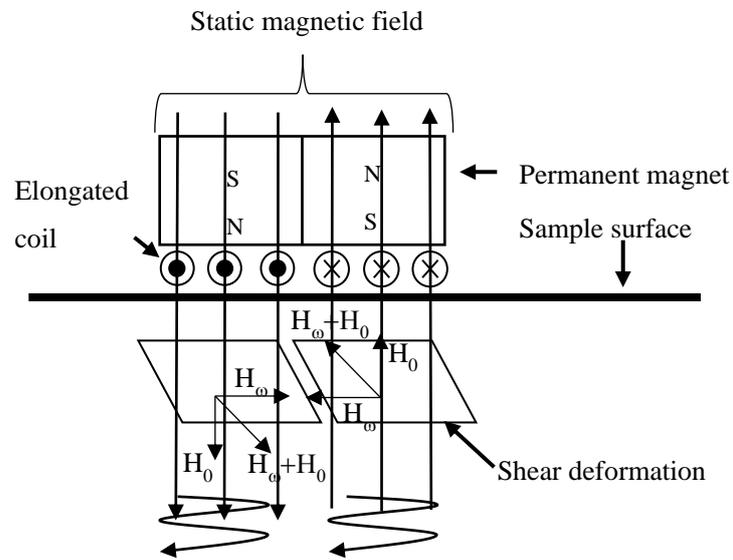
EMAT は導電性あるいは磁わいを示す材料に対し、ベクトルの異なる複数の磁場の相互作用により、超音波を発生させる機構を持った探触子である。そのため、導電性を示さない材料には適用できない

EMAT の作動原理は、被測定物の磁気的特性により常磁性体材料に適用されるローレンツ力を超音波の駆動源型とするローレンツ型と、強磁性体材料に適用される磁わい効果を駆動源とする磁わい型の 2 つからなる。本研究に用いた EMAT は板厚方向に超音波を伝搬させる体積波横波用 EMAT を用いた。体積波横波用 EMAT の構造はローレンツ型と磁わい型ともに同一であるが、作動原理はそれぞれ異なる。

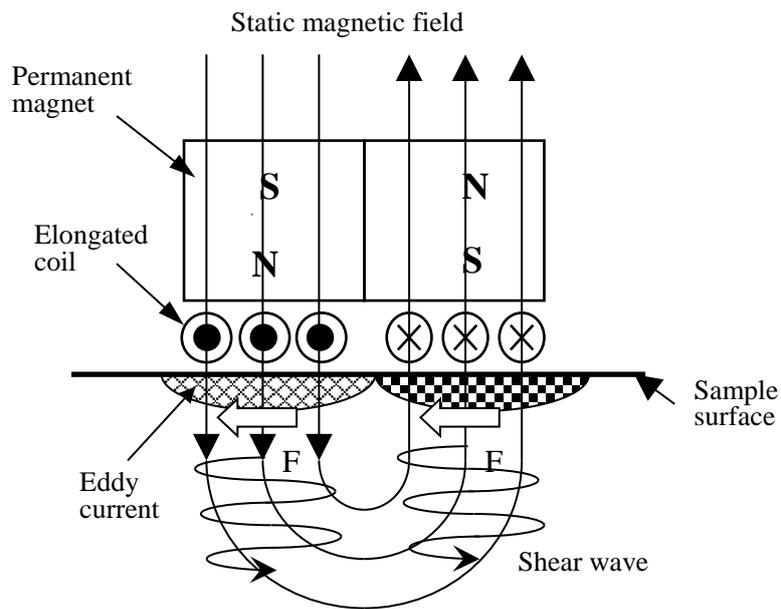
体積波横波用 EMAT は Fig.3-1 に示すような反対方向の磁極を持つ一対の永久磁石（ネオジウム - 鉄 - ボロン系磁石）とトラック状コイルから構成されている。Fig.3-1 (a)、磁わい型の EMAT では、強磁性を示す材料の表面に EMAT を取り付けると、永久磁石によって試

料の表面に垂直な静磁場 H_0 が生じる。コイルに高周波電流を流すと、金属表面にコイルの周方向に時間変化を起こす振動磁場 H_0 が励起される。これら 2 つの磁場の合成磁場 H_0+H_0 の方向に試料が磁化され、磁化方向に磁わいが生じせん断変形が誘発される。この磁わいはトラック状コイルの変動磁場によって高周波で振動し、このせん断変形も振動し超音波を発生させる波源となる。この超音波はせん断変形を受け超音波は静磁場との間で蛇行し横波を生じる、この横波が試料内への超音波の送信となる[46]。

Fig.3-1 (b), ローレンツ型の EMAT では、常磁性体表面に EMAT を取り付け、コイルに高周波電流を流すと、金属表面にコイルの磁場を打ち消そうとする方向に渦電流が励起される。この渦電流と永久磁石の磁場が相互作用し、金属材料内の自由電子に作用するローレンツ力を産み出す。フレミングの左手の法則からローレンツ力の方向が切り替わり、自由電子との衝突などの相互作用を経て超音波が発生、発生した超音波は蛇行し、試料表面に垂直な方向に伝播する横波を引き起こす[46]。どちらの EMAT でも受信時には励起過程の逆の過程をたどり、同じ EMAT で超音波を受信する[46]。強磁性体材料では、磁わい効果が支配的であるが、ローレンツ力も作用している。両者によって発生する横波はお互いに同位相である。横波超音波の偏向方向は Fig.3-2 の様にコイルの長手方向に垂直な方向に偏向し、伝搬する。本研究で使用した体積波横波用 EMAT のセンサ有効範囲は約 $10\times 10\text{mm}^2$ である。



(a) 磁わい型 横波用 EMAT.



(b) ローレンツ型横波用 EMAT.

Fig.3-1 横波用 EMAT の構造と超音波発生原理.

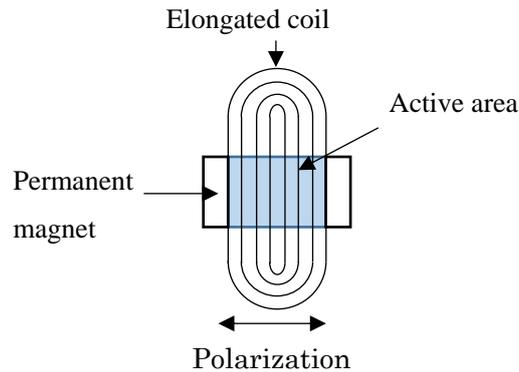


Fig.3-2 横波超音波偏向方向とセンサ有効範囲.

3-3 電磁超音波共鳴法 (EMAR)

超音波を用いた非破壊検査法の基本は、弾性波が物体の内部に浸透し、異なる媒質に接した際、反射する性質に基づいている。厚さ d_t の板厚方向に伝播する連続した超音波を考えた場合、超音波は板材の両端で反射を繰り返し、受信面で多重反射エコーを形成する。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、すべての反射波の位相が受信面で一致し、このとき多重反射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。この時の周波数が共鳴周波数である。板厚方向の共鳴の場合、 n 次の共鳴周波数 f_n は次式 (3-1) で与えられる。

$$f_n = \frac{nV}{2d_t} \quad (3-1)$$

このとき、 V 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。共鳴法は薄板の音速測定に特に有効である[73,46]。共鳴法を使用した測定に PZT を用いた場合、測定物とセンサの間に音響結合剤を必要とする。その為、共鳴モードが探触子—音響結合剤—試料と云った複合共鳴モードが発生してしまうため、複雑な補正

が必要となる[74,75,47]。

これに対し、EMAR 法は非接触で超音波の送受信ができる EMAT を探触子に使用することで、試料内のみの共鳴スペクトルを測定することができる。(Fig.3-3 参照)

EMAR 法では共鳴周波数の測定精度が向上するだけでなく測定も簡便に行える利点がある。一方で EMAT には送受信時の信号の変換効率が低いという欠点があった。しかしこの変換効率の低さは、入射された超音波のエネルギー損失が少なく、高精度の材料の超音波減衰を測定することが可能となる[74,75,47]。また、共鳴状態の多重反射エコーを送受信することによって Signal/Noise 比を大幅に改善することができ、変換効率が飛躍的に向上する。EMAR 法は EMAT に共鳴法を適用することで短所と長所を補いあうことで測定精度を高めた方法である[46]。共鳴状態の多重反射波にスーパーヘテロダイン処理をすることで、振幅と位相の検出により、 10^{-6}Hz の相対精度の共鳴周波数測定を可能としている。

内部へ伝播するに伴って、様々な要因により、超音波のエネルギーは散逸、あるいは吸収され、やがて消滅する。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、次式 (3-2) のように減じてゆく

$$A_t = A_0 \exp(-\alpha(t-t_0)) \quad (3-2)$$

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。減衰係数は金属材料の結晶粒界、転位密度の増加によって変動する。EMAR 法を用いることで超音波減衰係数の絶対値を測定できる。また、非接触による測定精度の向上は、試料表面に特別な処理を行わずに内部の超音波挙動を測定することを可能としている。そして、EMAR 法は非線形超音波挙動の測定において、探触子の接触による非線形効果を生じないという利点をもたらす。

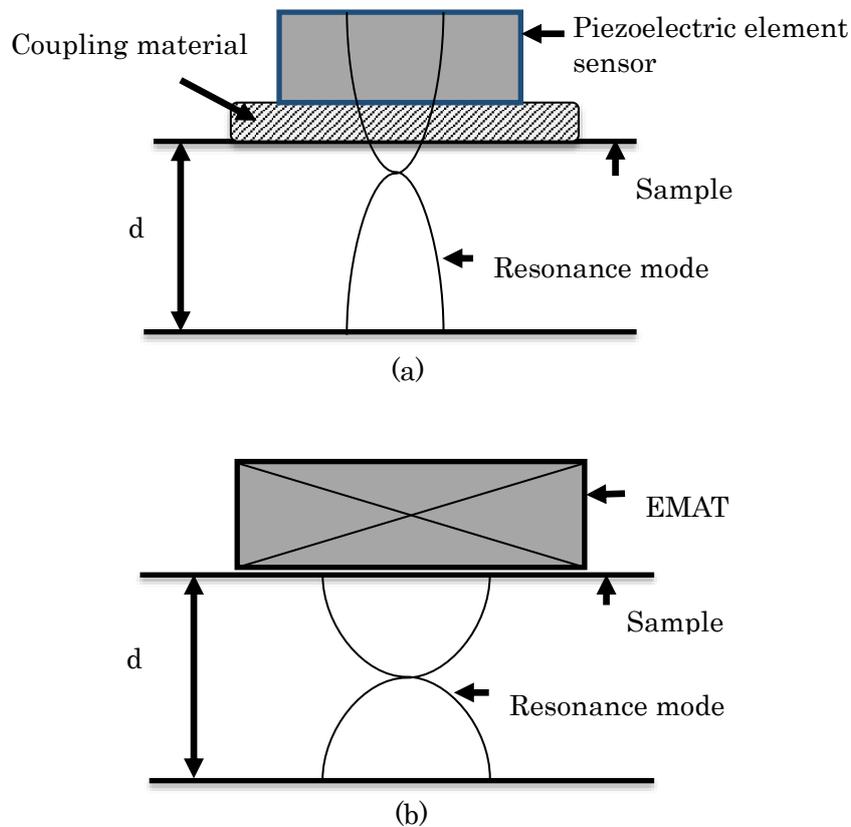


Fig.3-3 板厚共振による共鳴モード(基本モード $n=1$),
 (a) 圧電素子センサ, (b) EMAT.

3-4 エネルギー損失

接触式の圧電素子センサを用いた減衰係数の場合, 超音波によるエネルギー損失は, Fig.3-4に示す通り, 次の要因によって生じる。(1) 試料内の減衰, (2) 探触子, バッファ (遅延剤) 及び音響結合剤内の減衰, (3) 各境界面での反射, 透過による損失, (4) 超音波の回折による損失。この中で, 試料内部の情報をもたらすものは (1) 試料内の減衰のみであり, 他の因子による損失要因は, 何らかの補正手段を用いて取り除く必要がある。(4) 超音波の回折による損失に対しては, 補正式が Seki[74]らによって提案されている。Papadakis[75]はバッファ内での反射波を利用して (2) 探触子, バッファ (遅延剤) 及び音響結合剤内の減

衰, (3) 各境界面での反射, 透過による損失の影響を除去する方法を提案しているが, EMAT を探触子に用いる場合では, 非接触的に測定が可能になるため, (2) 探触子, バッファ (遅延剤) 及び音響結合剤内の減衰, (3) 各境界面での反射, 透過による損失はなく, 超音波の損失は (1) 試料内の減衰と (4) 超音波の回折による損失である。そして新たに (5) 機械—電気変換の際の損失が考えられるが, 鉄鋼材料の場合, 機械—電氣的損失は (1) 試料内の減衰の 2% 以下であり [76], 無視できる程度に収まる。(4) 超音波の回折による損失には, 数値解析的に補正が出来る。したがって, 探触子に EMAT を用いることで, 試料内のみの減衰の測定が容易に行なえ, 絶対的な減衰係数の値を得ることが出来る。更に, 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。また, 超音波のエネルギー損失が低いため, 超音波の微細な変化を捉える非線形超音波挙動の測定に際して, 接触に因る非線形効果は無視し, 試料内部組織の変化に因る非線形効果のみを測定することが可能となる。

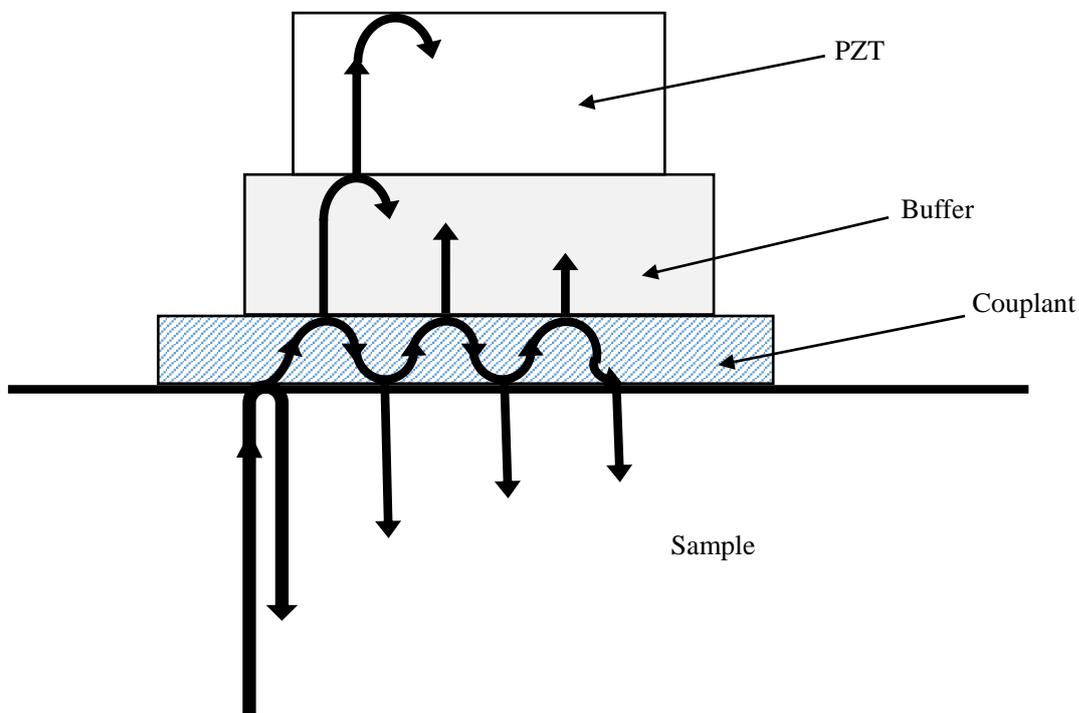


Fig.3-4 圧電素子センサー接触面での音響反射.

3-5 測定方法

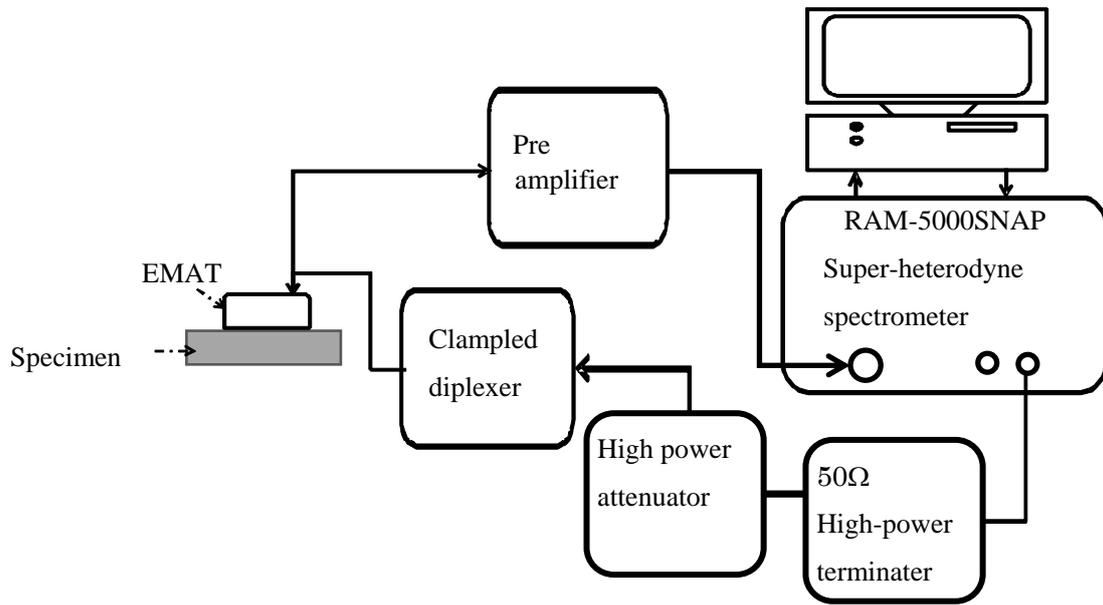
Fig.3-5 に EMAR による測定システムの概略と装置外観の写真を示す。測定システムは EMAT, スーパーヘテロダイン位相検出器 (RITEC 社製 RAM-5000SNAP), パーソナルコンピュータにより構成されている。周波数可変部は局所発信機 (シンセサイザ) のみである。検出部は, IF 発信機 (25MHz), 局所発信機及び混合機によって信号発生部に繋がっている。設定されたゲート内の受信信号のうち, 発信バースト波の周波数成分だけをアナログ信号処理を通じて検出し, そのスペクトルデータ (振幅と位相) を A/D 返還後にコンピュータに送信する。EMAT は, 測定物に多重反射を励起し, 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 0.2MHz~20MHz のうち, 任意の帯域を 300~500Hz の刻みで掃引する。周波数は 10^{-4} MHz の精度で設定できる。すべての測定条件はコンピュータから入力し, 必要な計算もコンピュータ上で行われる。作動原理は他の資料[77]に譲るが, 高い精度と実用性を持つ。この計測装置は汎用性に富んでおり, センサ (EMAT に限らず, 更に超音波法に限定しない) とソフトウェアを適宜選択することによって, 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及び減衰係数の測定方法を以下に述べる。EMAT より高出力のバースト波 (印加電圧~1600V_{p-p}, バースト幅~200μsec) を出力し EMAT を励起, 試験片内に超音波を駆動する。板材であれば試料表面で自由反射を繰り返す, 同じ EMAT が多重反射エコーとして受信する。ゲートで選択した受信信号からバースト波の周波数を掃引しスーパーヘテロダイン処理を施すことで振幅と位相を取り出す。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.3-6 に示す様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外れたとき, 振幅スペクトルは小さくなり Fig.3-6 の様な共鳴状態の周波数スペクトルみを選ぶことができる。この複数の共鳴スペクトルから Fig.3-7 の様な一つのモード次数の周波数のピークを選びだし, ピーク近傍を

GAUSS 関数で最小自乗近似し, その対象軸を求めることで共鳴周波数を得ることができる。これを共鳴周波数の初期値とする。得られた共鳴周波数で EMAT を駆動し試料内に定在波を発生させる。駆動を停止すると試料内に発生した定在波の振幅 A は時間と共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し, Fig.3-8 の様な減衰曲線が得られる。この減衰曲線を指数関数に近似することで式 (3-2) に示す減衰係数 α が得られる。



(a) RAM-5000 SNAP 外観.



(b) 計測システム概略図.

Fig.3-5 RAM-5000 SNAP による計測システム概略図.

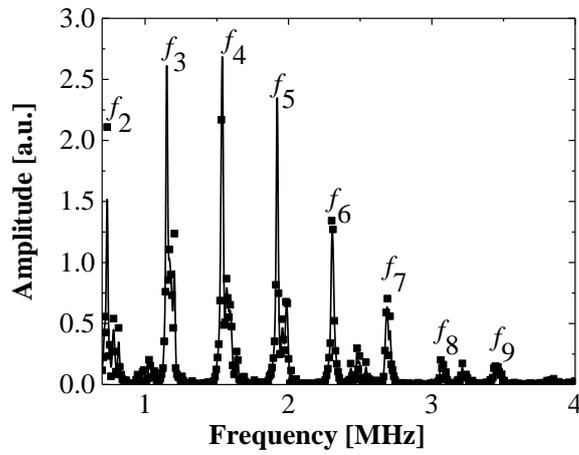


Fig.3-6 周波数全体の共鳴スペクトル計測.

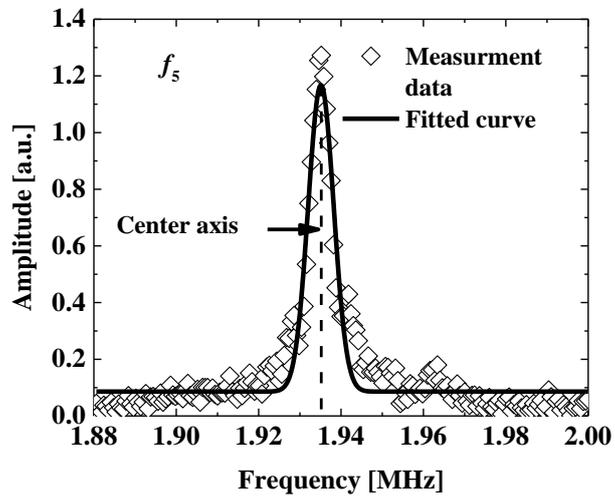


Fig.3-7 単一モードの共鳴スペクトル計測 (f_s).

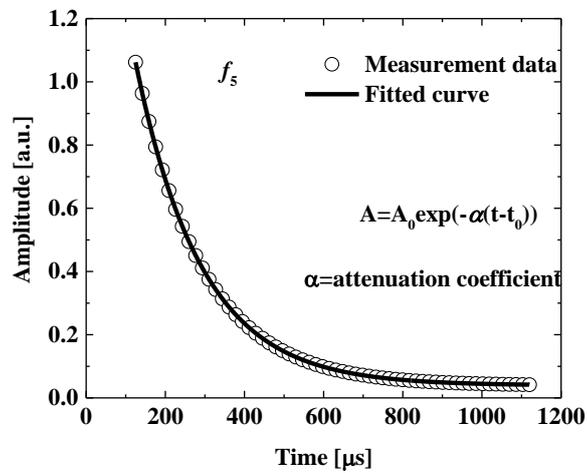


Fig.3-8 超音波減衰係数の測定.

3-6 金属組織中の超音波減衰

超音波が金属組織中に伝搬する際には、超音波ビームが媒質中に伝搬するために生じる回折損失 α_D 、結晶粒や結晶組織境界面での散乱による損失 α_s 、微細組織の内部摩擦に基づく吸収損失に起因する α_A に起因する超音波伝搬エネルギーの減衰が生じる。これらの要因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[78-80]。散乱減衰は、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、繰返し荷重による微小き裂）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であり、吸収減衰は転位との相互作用磁気弾性効果、熱弾性効果を含む。結晶粒界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。

3-6-1 結晶粒界での散乱減衰

多結晶金属内での超音波散乱波は、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。Bhatia ら[80,81]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とき、 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(3-3)のように表される。

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

ここで、 S は散乱因子と呼ばれる定数であり、結晶の弾性異方性に依存する。

3-6-2 転位による吸収

転位の周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、これを妨げようとする熱弾性効果による発熱が生じる。これは不可逆的な変換過程であり、この過程において、エネルギーの一部が転位の振動に費やされる。このような振動による超音波減衰について、Granato-Lücke は弦モデル [28]を用いて、転位まわりのひずみエネルギーは転位線の長さに比例するため、転位はより安定した状態となる様に長さを短くしようとする性質を張力を持つ弦と等価であると仮定している。刃状転位の周囲には圧縮と引張の応力場が存在し、点欠陥が応力場に入り込むとエネルギー的により安定化する。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出を起こす (Fig.3-9 参照)。超音波によって振動する応力が加えられたとき、転位はこれと共に振動し、粘性効果によって超音波のエネルギーを吸収する。Fig.3-9 に示すように転位線の両端が強い釘付けによって固着されている場合を考えると、このような釘付けは、析出物、結晶粒界、転位のからみあいなどで起こる。Granato-Lücke の弦モデルでは減衰係数 α と音速を次式 (3-4)、式 (3-5) のように表している。

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

$$\frac{V - V_0}{V_0} = - \left(\frac{4\mu b^2}{\pi^4 C} \right) \Lambda L^2 \quad (3-5)$$

式 (3-4) より、 μ は剛性率、 B は転位運動に対する比粘性係数[82]、 b はバーガースベクトル、 ρ は密度、 ω は角振動数である。 α は転位密度 Λ に比例し、転位線長さ L の4乗に比例して増加することが分かる。式 (3-5) を見ると、音速変化は転位密度 Λ に比例し、転位線長さ

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するとき、より大きい変化を与えるのは減衰係数の変化であるといえる。しかし、すべての転位が超音波による応力に対して振動するわけではない。超音波による低応力によっても振動可能な転位を対象とし、可動転位として定義されている。

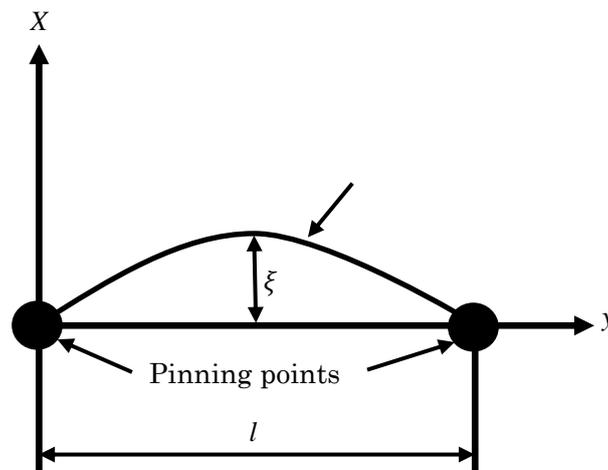


Fig.3-9 Granato-Lücke の弦モデル
(ξ は転位の移動量, l は転位セグメント長さ) .

3-7 EMAR 法を用いた非線形超音波法の測定方法

3-7-1 EMAR 法を用いた NRUS 法による非線形超音波挙動の測定

本論文では NRUS 法の測定に非接触で超音波を送受信できる EMAR 法を組み合わせることで NNRUS 法を新たに提案し、探触子の接触による非線形効果を考慮せず、測定対象内部の微細組織変化による非線形超音波挙動の測定を行った。計測は Fig.3-6 の共鳴周波数スペクトルの中から任意の共鳴モードを選択し、Fig.3-7 と同様に Gauss 関数でフィッティングすることでその中心軸から共鳴周波数を求め、SNAP から EMAT へのバースト波の送

信電圧を 10% (200 V_{p-p}) から 100% (1600 V_{p-p}) の間で 5 段階に変化 (加振力を変化) させて共鳴状態をつくり, 最も低い加振時の共鳴周波数を f_0 , 受信時の最大振幅の周波数を各加振力時における共鳴周波数 f とした。NNRUS による非線形超音波量は式 (2-7) で求めた。

3-7-2 EMAR 法を用いた非線形 3 波相互作用の測定方法

EMAR 法を用いた非線形 3 波相互作用では, Fig.2-14 に示すように試験片中央部分に 2 つの EMAT を対向させて設置し測定を行い, 2 つの弾性波の相互作用によって生じた新たな弾性波の振幅 A_3 と, 基本波となる 2 つの弾性波の振幅 A_1, A_2 の振幅比 $A_3/(A_1A_2)$ により非線形 3 波相互作用による非線形超音波量を求めた。本研究では基本波として, Fig.3-6 に示す周波数スペクトルの中から, 式 (2-8) 右辺の新たな弾性波の周波数成分に, 基本波の高調波成分が含まれないよう, 共鳴周波数の和と差の周波数成分が素数となる組み合わせの共鳴モード次数の周波数を用いた。非線形 3 波相互作用の計測では RAM-5000SNAP の振幅 A_1, A_2, A_3 の計測にあたり, EMAT の駆動開始から測定時間間隔をすべて同じ設定で行い, 出力を統一した。今回の計測では差の周波数成分の振幅を A_3 として非線形超音波量を求めた。

3-8 まとめ

本章では EMAR 法による超音波の送受信原理について述べた。EMAR 法は EMAT に共鳴法を組み合わせることで非接触的に超音波を送受信でき共鳴状態の同位相の多重反射エコーを受信するため EMAT の S/N 比を向上させ、エネルギー変換効率を大幅に向上させることが可能となった。

EMAR 法では音響結合剤を使用しないため、測定対象内のみの共鳴状態を測定することが可能となり超音波減衰係数の絶対値を計測することが可能となった。

PZT を用いた非線形超音波法の測定では、測定対象内部の微細な弾性波による波形のひずみを捉えるため、探触子の接触による非線形効果に対する補正を考慮に入れる必要があったが EMAR 法を用いることで非接触的に超音波信号の送受信を行うことが可能となり、接触による非線形性を考慮せずに計測が行えるため、非線形超音波量の測定に適していることがわかった。

4 章 純銅の疲労損傷中の非線形超音波特性の変化

4-1 はじめに

本章では、99.9%純銅の試験片を片振り疲労損傷させ、破断に至るまでの非線形超音波特性の変化を EMAR 法を用いた NNRUS 法、非線形 3 波相互作用法により評価した。また、材料内部の微細組織変化と非線形超音波特性の関係を明にするため、TEM 及び EBSD によって組織変化との関係を明らかにした。

4-2 純銅材試験片

本研究に用いた試験片は市販の JIS-C1100 相当の 99.9%Cu の板状試験片を用いた。疲労損傷評価法への適用性を検討するためには構造用鋼の試験片が適しているが、今回は介在物の影響の少ない純銅の試験片を用いることで、非線形超音波挙動の比較が容易になると考えた。試験片形状と寸法を Fig.4-1 に示す。試験片中央部（斜線部）に電解研磨をおこない、すべり帯の発生やき裂の発生を観測しやすくした。加振方向は試験片長手方向と一致させた。測定は試験片中央部で行うため、EMAT の有効範囲内にき裂が発生するよう、試験片の中央部分周辺に緩やかな断面積変化を与えることで、き裂発生箇所を試験片中央部に限定するようにした。試験片の機械的性質を Table4-1 に、熱処理条件を Table4-2 に示す。熱処理として焼きなまし処理を行い、加工応力を取り除いた。圧延方向は試験片の長手方向と一致させた。

4-3 S-N 曲線

高サイクル疲労損傷中の非線形超音波挙動の測定に際し、 10^5 cycle 以上の疲労寿命を示す応力振幅 ($\Delta\sigma$) を求めるため、12本の試験片を用いて疲労試験を行い、 $\Delta\sigma$ と破断サイクル数 (N_F) の関係を調べた。Fig.4-2にS-N曲線を示す。Fig.4-2より、応力比 $R=0.01$ 、 $\Delta\sigma=90$ [MPa]と94[MPa]で 10^5 cycleを超える疲労寿命を得られた。

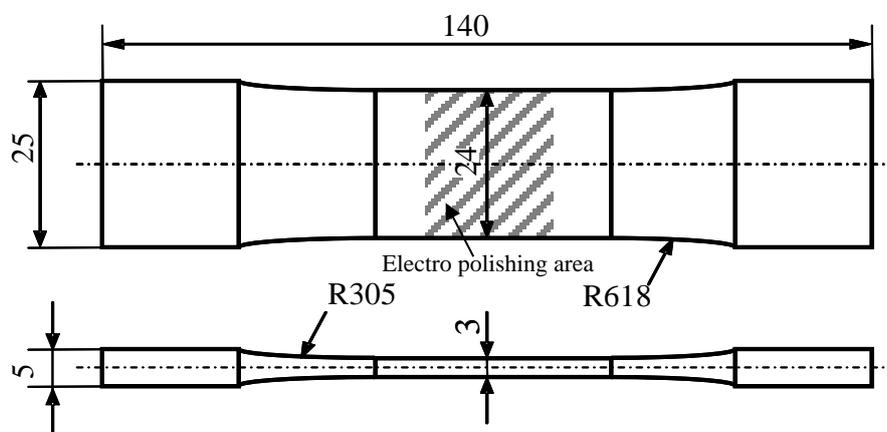


Fig.4-1 試験片寸法形状.



Fig.4-2 試験片写真.

Table 4-1 機械的性質.

Tensile strength [MPa]	Elongation [%]	Hardness [HV]
236	46	95.2

Table 4-2 熱処理条件.

Heat treatment	Temperature (K)	Time [min]
Vacuum annealing	473	90

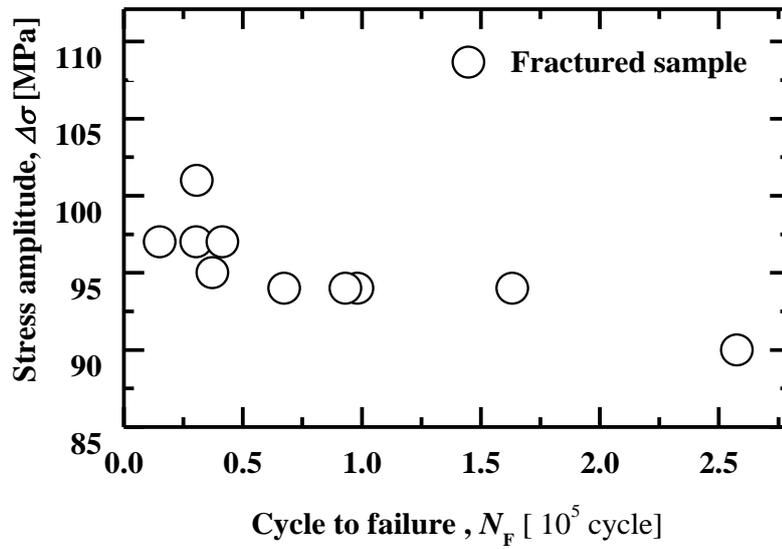


Fig.4-3 純銅試験片の S-N 曲線.

4-4 自動計測法

共鳴周波数，減衰係数，NNRUS の初期値を計測し終えた純銅の試験片を MTS858 卓上試験装置にて片振疲労させ，破断までの共鳴周波数，減衰係数の変化をオンラインで測定する。Fig.4-4 に計測システムと自動計測の測定点を示す。計測には RAM-10000 スーパーヘテロダイン位相検出器を用いる。EMAT を試験片に取り付けたまま疲労試験を行い，3-5 測定方法で述べた通り共鳴周波数，減衰係数の初期値を求め，疲労損傷中の試験片内部の超音波挙動の変化を自動計測する。計測は荷重の影響を避けるため応力値の最も低い点で行う。自動計測のプログラムは，100cycle 毎に共鳴周波数を測定，150cycle 毎に減衰係数を測定する。このため共鳴周波数と減衰係数の計測には 250cycle の荷重繰返しが必要になる。試験片の平均破断寿命を 10^5 cycle 以上にすることで，自動計測終了までの 250cycle 中の組織変化による共鳴周波数，減衰係数への影響は無視できると考えた。

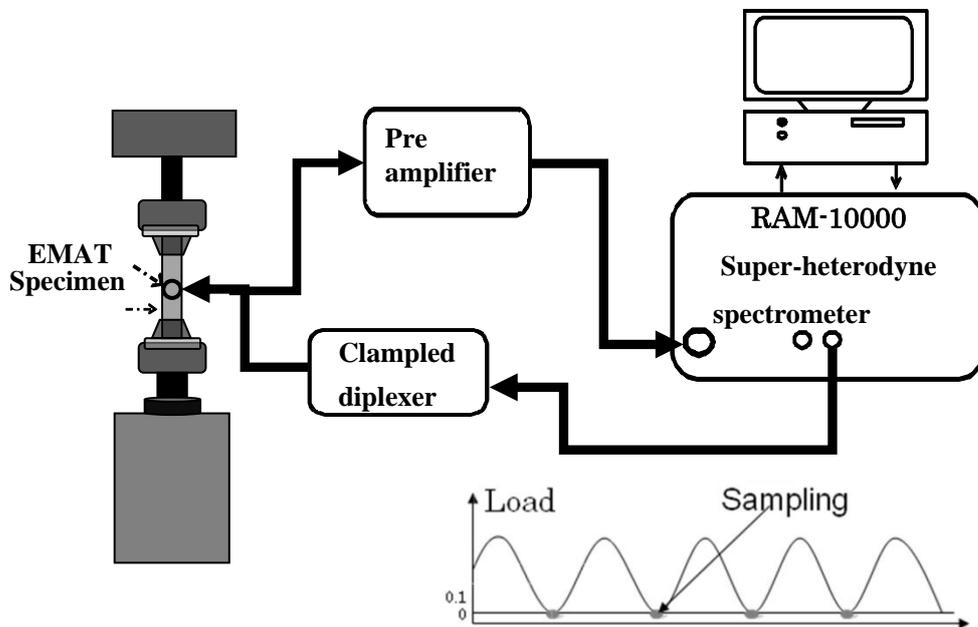


Fig.4-4 自動計測システムの測定点デモ.

4-5 非線形超音波量の測定結果

試験片に片振り応力を与え、破断までの超音波特性を測定した。疲労試験条件は応力振幅 $\Delta\sigma=94\text{MPa}$ ，応力比 $R=0.01$ ，繰返し数 5Hz で行った。163,307cycle (N_F : 破断サイクル数) で破断した。Fig.4-5 に共鳴周波数 f_s (1.84MHz) を用いた音速比 V/V_0 (V_0 : 初期の音速) と連続試験による減衰係数 α の測定結果を示す。横軸にはサイクル数 N を破断サイクル数 N_F で除した寿命比 $N/N_F(\%)$ を用いた。 V/V_0 は、一定サイクル毎に疲労試験を中断し、板厚及び音速を求め算出した。 V/V_0 は疲労試験の開始直後に最も大きく減少し、 $N/N_F=60\%$ 付近から再び減少量が増加し破断に至った。 V/V_0 の最大の変化量は初期値の 3% 程度であった。Fig.4-6 に α の測定結果を示す。 α は $N/N_F=20\%$ 付近まで僅かに減少し、その後 $N/N_F=60\%$ 付近までゆるやかに増加の傾向を見せ、 $N/N_F=60\%$ 以降変化量が増加し、 $N/N_F=80\%$ 付近でピークを示し、その後減少し破断に至った。この時の最大の変化量は、初期値の約 4 倍であった。Fig.4-7 に疲労繰返し数の増加に伴う NNRUS 法による共鳴周波数の移動量 $\Delta f/f_0$ を示す。横軸は加振力のレベルで表した。NNRUS による共鳴周波数の移動は、 $N/N_F=0$ では移動量は小さいが、繰返し疲労が増加するにつれて移動量が増加していくことが分かった。Fig.4-8 に疲労中の NNRUS と減衰係数 α の変化を示す。ここでは 10,000cycle 毎に疲労試験を中断して計測した結果である。Fig.4-6 と同様に減衰係数 α は $N/N_F=60\%$ 付近までゆるやかに増加し、60% 以降変化量が増加し、80% 付近でピークを示し破断に至る傾向が見られた。(Fig.4-9 (b) 参照) この時の最大の変化量は初期値の約 3 倍であった。一方、 $\Delta f/f_0$ は $N/N_F=20\%$ 付近まで減少した後、再び増加し 60% 付近までゆるやかに値は減少した。60% 以降、変化量が増加し、破断に至った。この時の非線形超音波の変化量は初期値の約 3 倍の値であった。また NNRUS による非線形超音波量の変化を測定した結果、共鳴周波数の移動量は α と同じ寿命比で変化量の増加が見られたことから、NNRUS による非線形超音波挙動と α の間には相関関係があると考えられる。

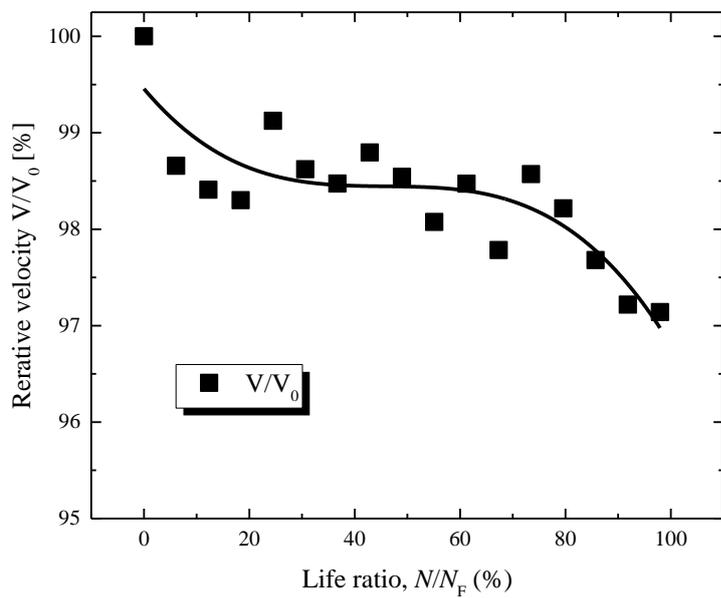


Fig.4-5 疲労損傷中の音速変化 ($f_5=1.84\text{MHz}$, $N_F=163,307\text{cycle}$, 偏向方向 加振力と平行) .

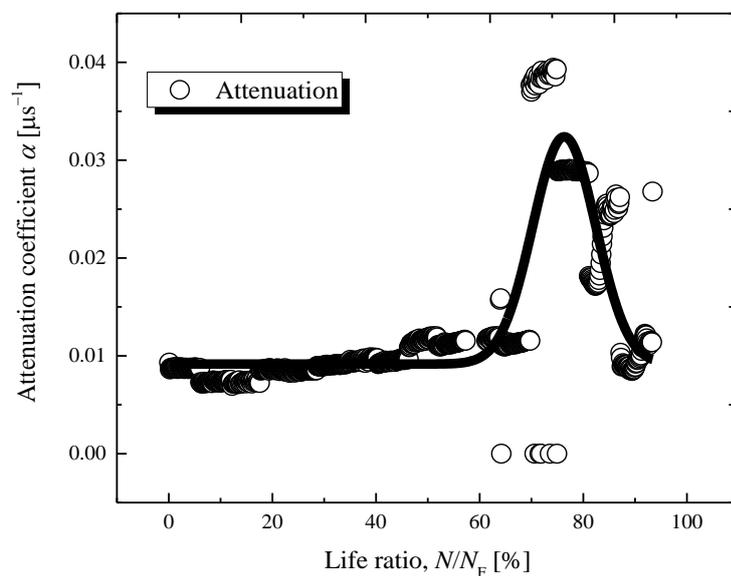


Fig.4-6 疲労損傷中の超音波減衰係数の変化 ($f_5=1.84\text{MHz}$, $N_F=163,307\text{cycle}$, 偏向方向 加振力と平行) .

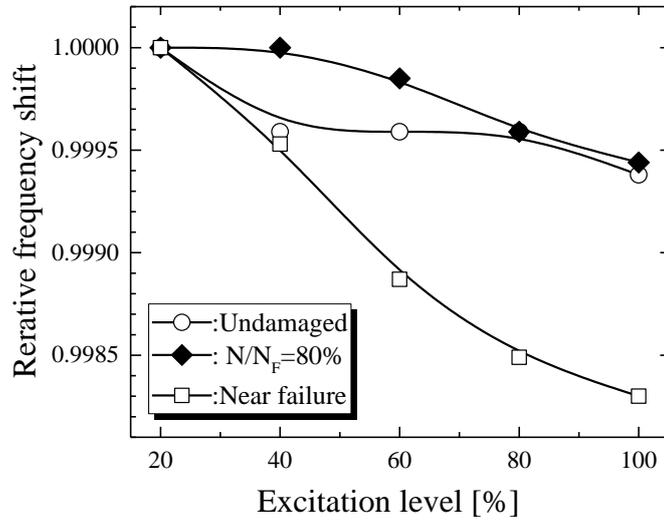


Fig.4-7 NNRUS による共鳴周波数の移動 ($f_5=1.84\text{MHz}$, $N_F=163,307\text{cycle}$, 偏向方向 加振力と平行)

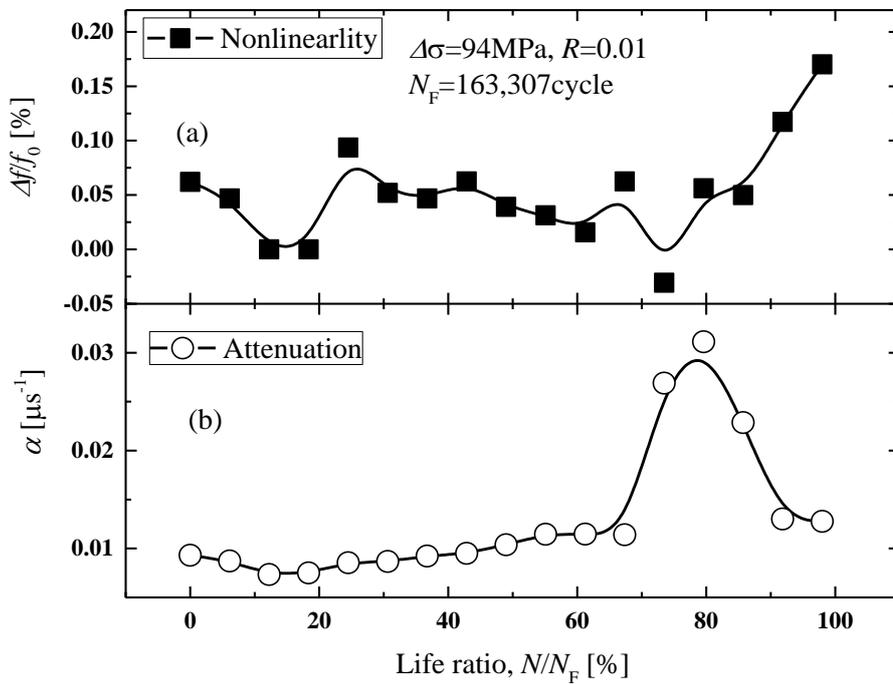


Fig.4-8 疲労損傷中の超音波特性の変化, (a) NNRUS の変化, (b) 超音波減衰係数の変化 ($f_5=1.84\text{MHz}$, $N_F=163,307\text{cycle}$, 偏向方向 加振力と平行) .

4-6 異なる製造ロットの試験片による振幅依存性測定

異なる製造ロットで製造された純銅の板状試験片を用いて NNRUS の測定を行った。試験片の熱処理条件、寸法は 4-2 と同様である。引張強さ、248MPa、硬さ 77.5Hv であった。疲労試験は 4-5 と同様に、一定の疲労繰返し数を与えた後、測定に供し、破断に至るまで繰返した。試験条件は $\Delta\sigma=97\text{MPa}$ 、応力比 $R=0.01$ 、繰返し数 5Hz で行った。また、今回の測定には超音波の応力によるひずみ振幅の増加による熱の影響を少なくさせるため、補正法[33]を用いた測定を行った。補正法は NRUS によるひずみ振幅を測定する際、ひずみレベルを増幅させる毎に後に、 f_0 の値を計測しなおすことで、熱による影響を補正し $\Delta f/f_0$ の値を算出する方法である。

今回は疲労試験後に組織観察を行うため、非線形超音波量が特徴的な変化を示す時点で疲労試験を中断した試験片を作成した。 N_F は試験片が破断に至る直前に疲労試験を中断した時点でのサイクル数を $N_F=286,030$ cycle とした。 $\Delta f/f_0$ 、 α 、 V/V_0 の測定結果を Fig.4-9 に示す。横軸は寿命比 N/N_F を用いた。共鳴周波数は 5 次モード f_5 (1.9[MHz]近傍)を用いた。 $\Delta f/f_0$ は疲労寿命の初期から $N/N_F=60\%$ 付近まで僅かに減少している、その後増加を示し、90%付近でピークを示した。この時の $\Delta f/f_0$ の最大の変化量は初期値の約 20 倍であった。 α は $N/N_F=60\%$ 過ぎから増加がみられ、 $N/N_F=90\%$ 付近でピークを示した。最大変化量は初期値の 1.7 倍であった。 V/V_0 は疲労初期に大きく減少し、その後は疲労損傷の増加と共に緩やかに減少していった。 V/V_0 の変化量は破断寿命付近でも初期値の 3%程度の変化量であった。 V/V_0 の変化量は $\Delta f/f_0$ による非線形超音波量や α の変化量よりも小さい。これらの超音波特性の変化は、異なる製造ロットで作られた試験片を用いた 4-5 の結果と同様な傾向が確認されたことから、疲労過程での NNRUS による非線形超音波量の変化は破断寿命に依存しない挙動であることが分かった。

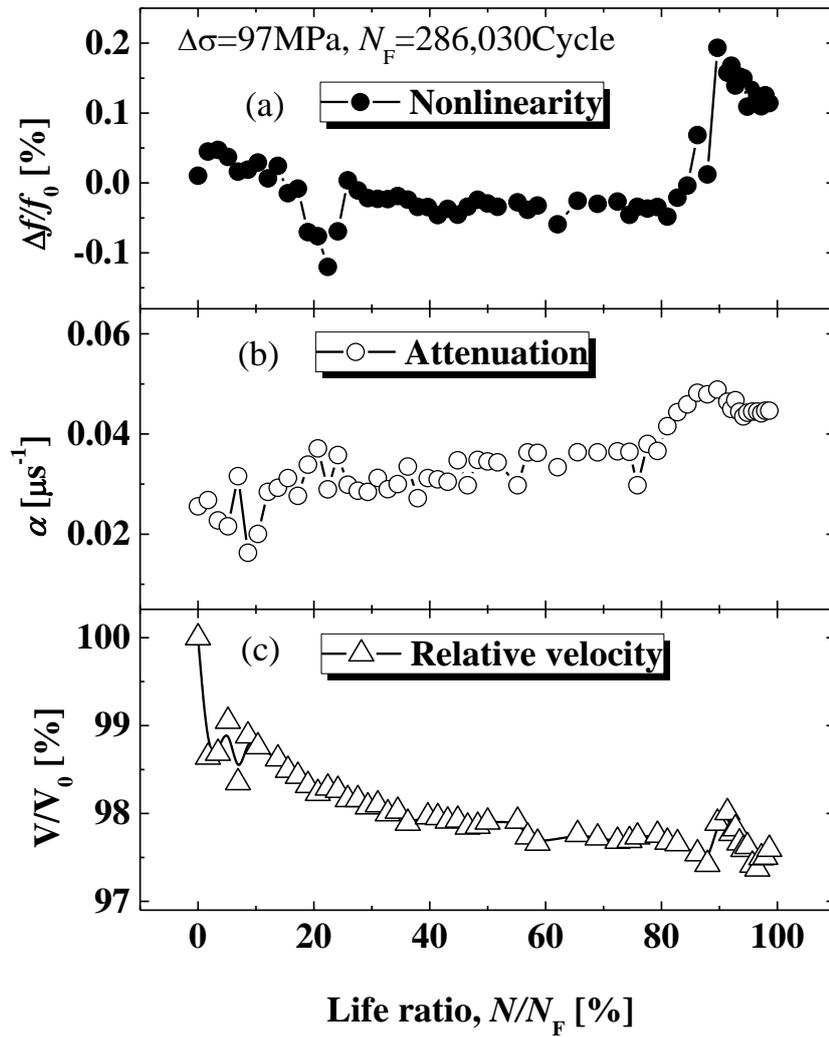


Fig.4-9 疲労損傷中の超音波特性の変化 (a) NNRUS の変化, (b) 超音波減衰係数の変化, (c) 音速の変化, ($f_5=1.9\text{MHz}$, $N_F=286,030\text{cycle}$, 偏向方向 加振力と平行) .

4-7 非線形 3 波相互作用法を用いた疲労損傷評価

4-7-1 測定方法

非線形超音波手法である非線形 3 波相互作用[41,48,67,68]を用いて、片振り疲労損傷中の純銅材料の非線形超音波量の変化を測定するため EMAR 法を用いた非線形 3 波相互作用法を用いる。非線形 3 波相互作用は、測定対象の内部に 2 つの異なる弾性波を励起し、内部で出会う弾性波が相互作用し、第 3 の弾性波（干渉波）を発生させる現象を利用した手法である。測定対象の内部に送信した基本となる弾性波の振幅と、内部で発生した干渉波の振幅の比をとることで、非線形超音波量とする。

4-7-2 試験片

測定に用いた試験片は、前節 4-6 で用いたものと同一ロットの純銅を用いた。測定箇所は試験片中央部分に Fig.2-14 のように EMAT を対向させて取り付け、2 つの EMAT で相互作用を発生させた。この時、一方の EMAT では信号の送受信を行い、もう一方の EMAT では送信のみを行う。

4-7-3 非線形 3 波相互作用の測定

本研究では基本波として、Fig.3-5 に示す振幅スペクトルの中から、式 (2-8) 右辺の新たな弾性波の周波数成分に、基本波の高調波成分が含まれないよう、差の周波数成分が素数又は倍数や約数とならない組み合わせの共鳴モード次数の中から振幅スペクトルの大きな 5 次と 7 次の共鳴モード次数の周波数を用い、基本波 f_5 (1.84MHz 近傍) の振幅を A_1 (Fig.4-10), f_7 (2.58MHz 近傍) の振幅を A_2 (Fig.4-11) とした。Fig.4-12 に f_2 の振幅（青の実線）と干渉波による差分 f_2 ($f_2=f_7-f_5$) の振幅（赤の実線）を示す。差分の振幅を GAUSS 関数で近似し振幅 A_3 とした。

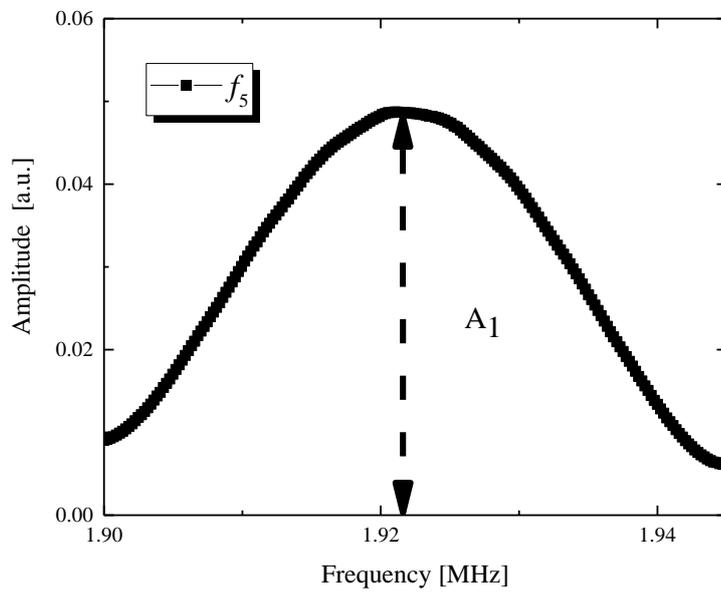


Fig.4-10 純銅試験片 基本波 f_5 周波数スペクトル, 振幅 A_1 .

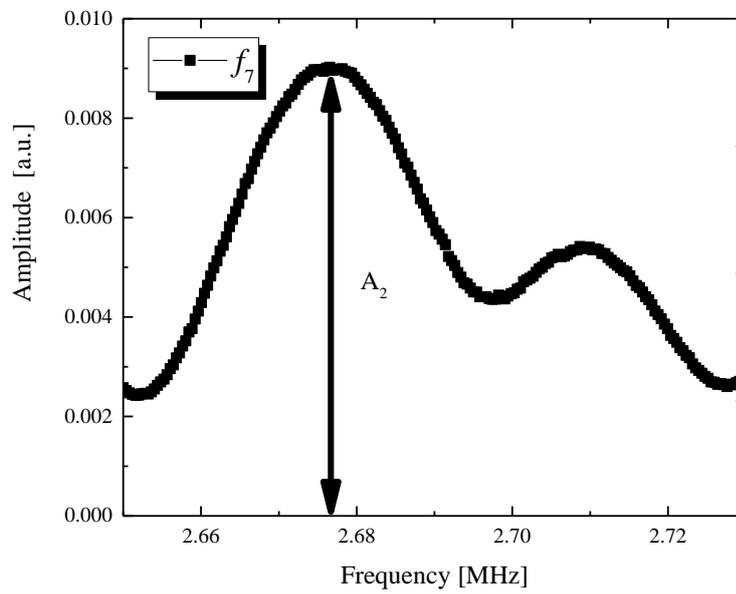


Fig.4-11 純銅試験片 基本波 f_7 周波数スペクトル, 振幅 A_2 .

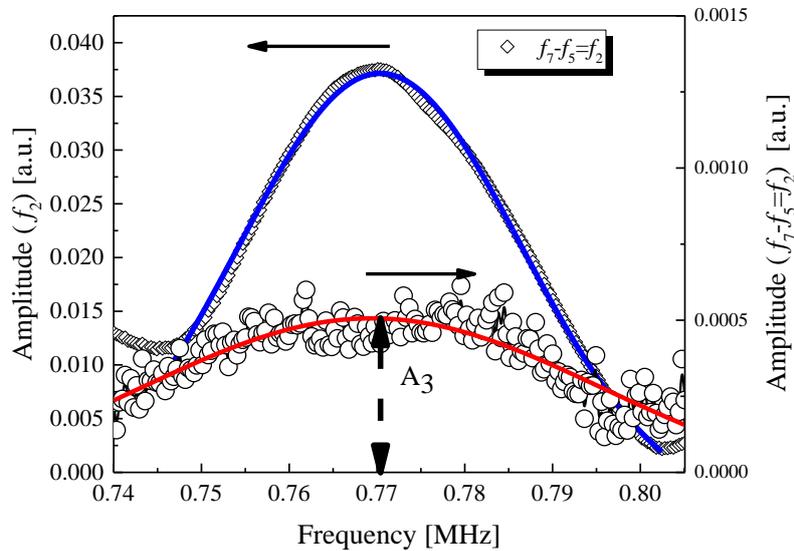


Fig.4-12 純銅試験片の干渉波 ($f_7-f_5=f_2$) の周波数スペクトル, 振幅 A_3 .

4-7-4 非線形 3 波相互作用法を用いた非線形超音波量の変化

応力振幅 $\Delta\sigma=97$ MPa, 応力比 $R=0.01$, 疲労試験時間短縮のため繰返し周波数 10Hz で片振り疲労損傷を与えた, 純銅の板状試験片の非線形 3 波相互作用による振幅比 $A_3/(A_1A_2)$, 減衰係数 α , 音速比 V/V_0 (V_0 :初期の音速) の変化を破断に至るまで計測した。 $N_F=238,115$ cycle であった。非線形 3 波相互作用の計測には, 前述のように f_5 と f_7 を用いて, その差の周波数 f_2 ($f_2=f_7-f_5$) の振幅 A_3 を計測した。また α と V/V_0 は共鳴周波数 f_5 における測定結果を用いた。

超音波の偏向方向は荷重方向と一致させた。基本波 f_5, f_7 及び干渉波 f_2 ($f_2=f_7-f_5$) の振幅 A_1, A_2, A_3 の破断までの変化を Fig.4-13 に示す。横軸は寿命比 N/N_F を用いた。基本波 f_5, f_7 の振幅 A_1, A_2 は特定の寿命比で大きな変化を見せず, 破断に至るまで徐々に減少していった。干渉波 f_2 ($f_2=f_7-f_5$) の振幅 A_3 も $N/N_F=60\%$ 付近まで減少してゆく点では A_1, A_2 と同じだが, 破断に至るまでの間, 再び値に増加の傾向が見られる点で異なる。

Fig.4-14 に疲労過程中の 3 波相互作用による振幅比 $A_3/(A_1A_2)$, 減衰係数 α , 音速比 V/V_0 の

測定結果を示す。横軸には N/N_F を用いた。Fig.4-14 (a) より、 $A_3/(A_1A_2)$ は疲労寿命の初期から $N/N_F=50\%$ 付近まで大きな変化を見せず、 $N/N_F=50\%$ を過ぎた辺りから変化量が増加をはじめ、 $N/N_F=80\%$ 付近でピークを示した後減少し、破断に至った。この時の $A_3/(A_1A_2)$ の最大の変化量は初期値の約 13 倍であった。 V/V_0 は Fig.4-14 (c) に示すように疲労進行とともに単調に減少した。 V/V_0 の変化量は破断寿命付近でも初期値の 2% 程度であった。また、Fig.4-14 (b) の α の変化は、前述の Fig.4-8 の計測結果を寿命比 N/N_F で統一し比較している。破断繰返し数 $N_F=286,030$ cycle であった。 α は寿命の $N/N_F=50\%$ 過ぎから $A_3/(A_1A_2)$ と同様に増加の挙動を示し、破断に至った。この時の α の最大変化量は初期値の約 2 倍であり、 $A_3/(A_1A_2)$ よりも変化の割合は小さかった。

EMAT からの超音波の偏向方向を荷重方向と直交させた基本波 f_3 、 f_1 及び干渉波 f_2 ($f_2=f_1-f_3$) の振幅 A_1 、 A_2 、 A_3 の破断までの変化を Fig.4-15 に示す。振幅 A_1 、 A_2 、 A_3 は破断まで徐々に減少してゆく傾向が見られ、干渉波の振幅は、基本波の振幅の減少量よりも小さかった。振幅比 $A_3/(A_1A_2)$ 、 α 、 V/V_0 の測定結果を Fig.4-16 に示す。Fig.4-16 (a) より $A_3/(A_1A_2)$ は疲労寿命の初期から変化量が微増しており、 $N/N_F=50\%$ 付近から変化割合が増加し、破断まで一貫して増加を続ける傾向を示した。この傾向は、Fig.4-16 (b) に示す α の変化挙動と等しかった。Fig.4-16 (c) に V/V_0 の挙動を示す。これらの超音波挙動は EMAT からの横波の偏向方向に依らず、同様の傾向を示した。この結果から、疲労過程中の $A_3/(A_1A_2)$ と α の挙動には相関関係があると考えられる。また、本手法による $A_3/(A_1A_2)$ の変化量は、共鳴周波数の移動[41]や高調波法による非線形超音波量[37,83]を用いた結果より大きな変化の割合を示した。

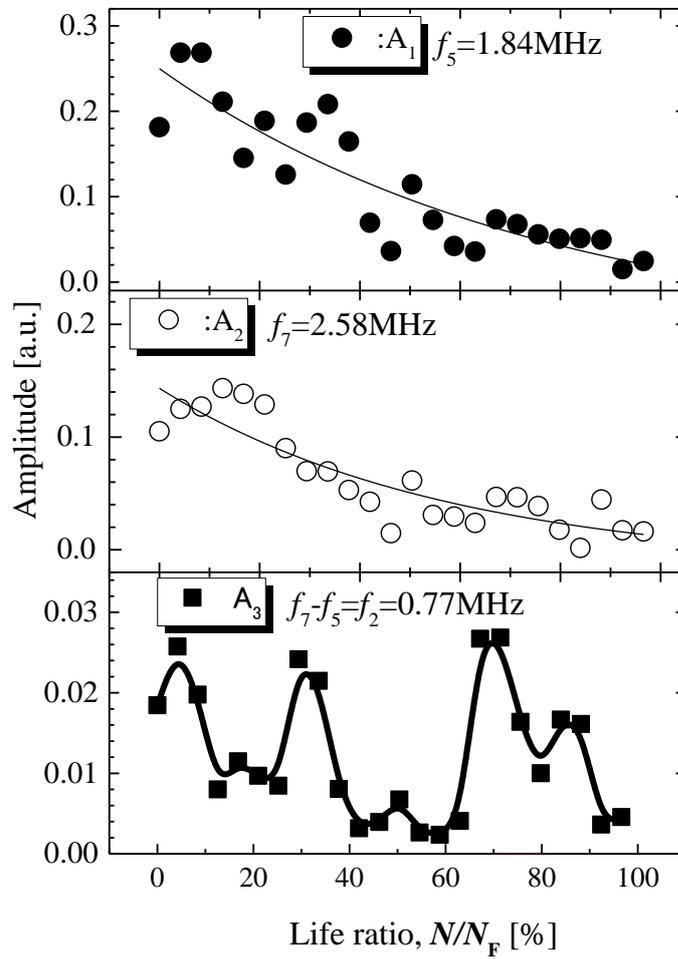


Fig.4-13 疲労損傷中の非線形三波相互作用による共鳴周波数の振幅変化（応力振幅 $\Delta\sigma=97\text{MPa}$, 応力比 $R=0.01$, $N_F=283,116\text{cycle}$, 偏向方向加振力に一致）.

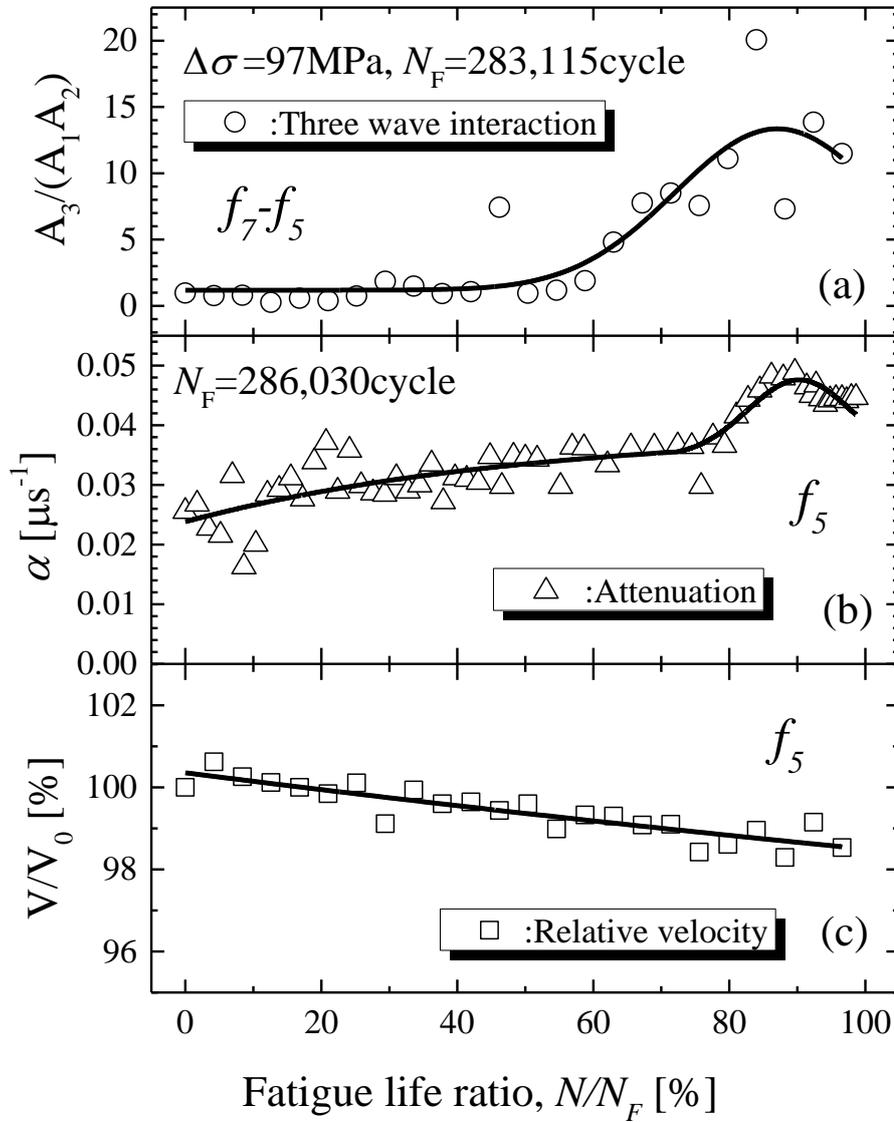


Fig.4-14 疲労損傷中の非線形3波相互作用による $A_3/(A_1A_2)$, 5次の共鳴モードの α , V/V_0 の変化 ($\Delta\sigma=97$ MPa, $R=0.01$, 偏向方向は荷重方向と一致) .

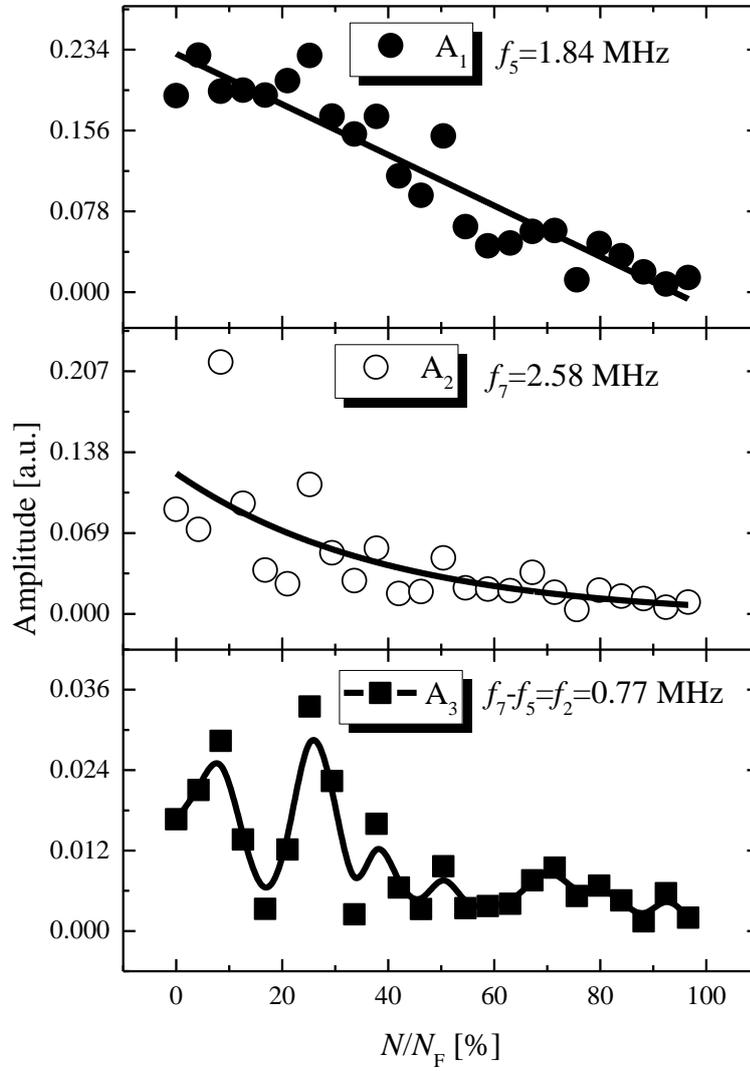


Fig.4-15 疲労損傷中の非線形3波相互作用による共鳴周波数の振幅変化（応力振幅 $\Delta\sigma=97\text{MPa}$, 応力比 $R=0.01$, 偏向方向加振力に直交）.

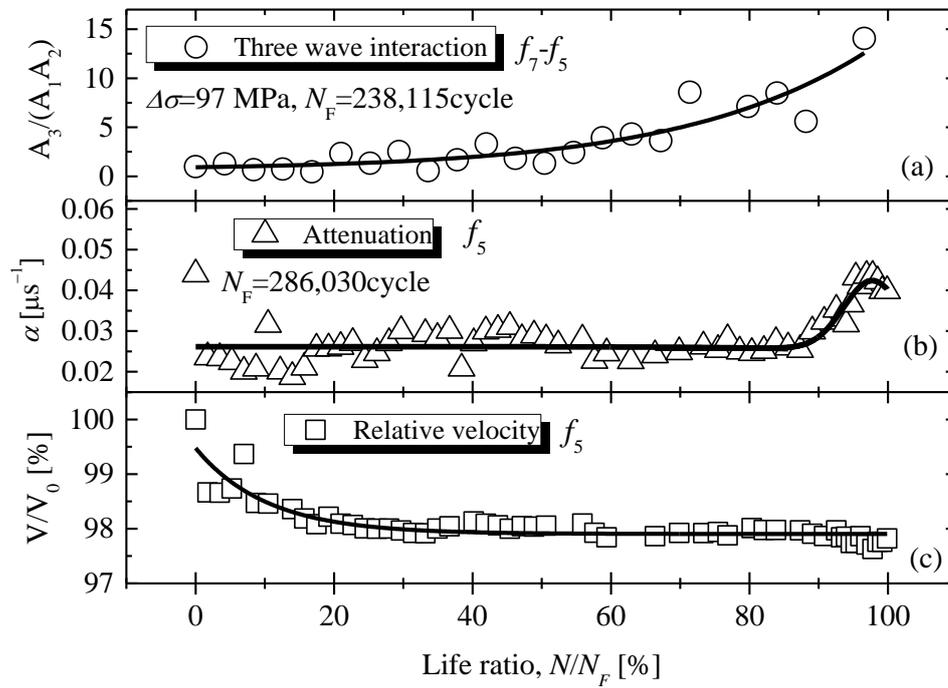


Fig.4-16 疲労損傷中の非線形3波相互作用による $A_3/(A_1A_2)$, 5次の共鳴モードの α , V/V_0 の変化 ($\Delta\sigma=97$ MPa, $R=0.01$, 偏向方向は荷重方向と直交) .

4-8 組織観察

疲労損傷過程中的非線形超音波挙動と組織変化の関係を明らかにするため、非線形超音波挙動及び超音波減衰の変化点で途中止した試験片を作成し、TEM および EBSD による組織観察に供し、非線形超音波挙動と微細組織（転位）の変化の関係を明らかにした。

4-8-1 組織観察用試験片

試験片は、前節 4-6 の疲労試験に用いたものと同じ製造ロットの試験片を用いた。疲労試験条件も同一の試験条件のもとで行った。TEM 及び EBSD による組織観察は Fig.4-1 の中央部 $10 \times 10 \text{mm}^2$ の範囲で行った。この測定範囲は非線形超音波量の計測に用いた EMAT の測定有効範囲と同一である。組織観察に供した試験片は未損傷材 ($N/N_F=0\%$)、疲労試験直後 ($N/N_F=0.18\%$)、非線形超音波量 $\Delta f/f_0$ の増加前 ($N/N_F=53\%$)、破断寿命付近 ($N/N_F=100\%$) の 4 本である。試験片の中央部の所定の位置から厚さ約 1.5mm、幅 9mm 長さ 12mm の小片を切り出して、湿式機械研磨により厚さ約 $70 \mu\text{m}$ の薄膜に仕上げた後、ツイングジェット法による電解研磨をジェット研磨機（丸本ストルアル社製テヌポール 5）にて TEM 試料に仕上げた。電解液は 30% 硝酸メタノール溶液を用いた。

4-8-2 TEM 観察

TEM による組織観察には、日本電子製透過電子顕微鏡 JEM-200CX、加速電圧 200Kv を用いた。観察倍率は 6,000, 10,000, 20000, 40,000 倍とし、各 2 視野で撮影した。装置の構造上、倍率を変化すると撮影方向が回転するため、荷重方向を図中に赤の矢印で示した。

疲労損傷中の TEM による組織観察結果を Fig.4-17～Fig.4-24 に示す。観察位置は未損傷材 ($N/N_F=0\%$)、疲労試験直後 ($N/N_F=0.18\%$)、非線形超音波量 $\Delta f/f_0$ の増加前 ($N/N_F=53\%$)、破断寿命付近 ($N/N_F=100\%$) の 4 点で行った。 $N/N_F=0\%$ の Fig.4-17, Fig.4-18 の組織には、どちらの視野による観察でも転位線が広範囲に均等に分布し、転位同士のからみ合いが見

られる。疲労試験直後 ($N/N_F=0.18\%$) Fig.4-19, Fig.4-20 の組織は、転位密度が僅かに増加し、転位線が長く、堆積やからみつぎが見られ、僅かに格子状になっている。 $N/N_F=53[\%]$ の組織観察結果 Fig.4-21 の組織では転位が集積しセル構造を形成し始め、伸張したセル構造になっている。セル内の転位密度は低い。異なる視野で観察された Fig.4-22 ではセル壁がより明瞭であった。破断寿命付近の ($N/N_F=100\%$) Fig.4-23, Fig.4-24 の組織では転位は図中 A の領域に示すような等軸のセル構造を示し、セル壁が Fig.4-21, Fig.4-22 より明瞭になっている。このことから、疲労を受けた純銅の内部ですべり変形が生じ、すべり線上を移動した転位の堆積によって転位密度が増し、等軸のセル構造が生じていったことが明らかとなった。

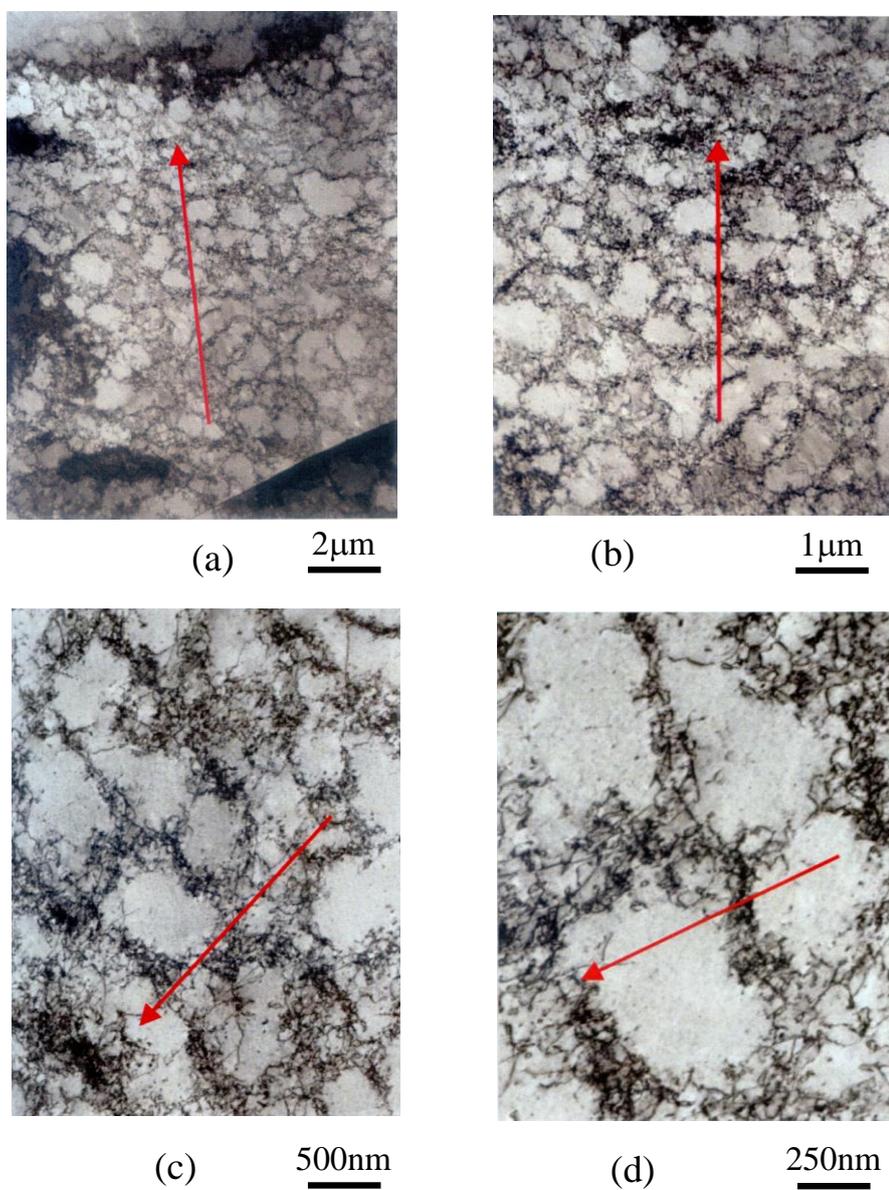


Fig.4-17 TEMによる疲労損傷中の純銅の微細組織変化, $N/N_F=0\%$, 観察方向 1,
 (a) 6,000倍, (b) 10,000倍, (c) 20,000倍, (d) 40,000倍, 矢印: 荷重方向
 ($\Delta\sigma=97\text{MPa}$, 応力比 $R=0.01$, 繰返し数 5Hz) .

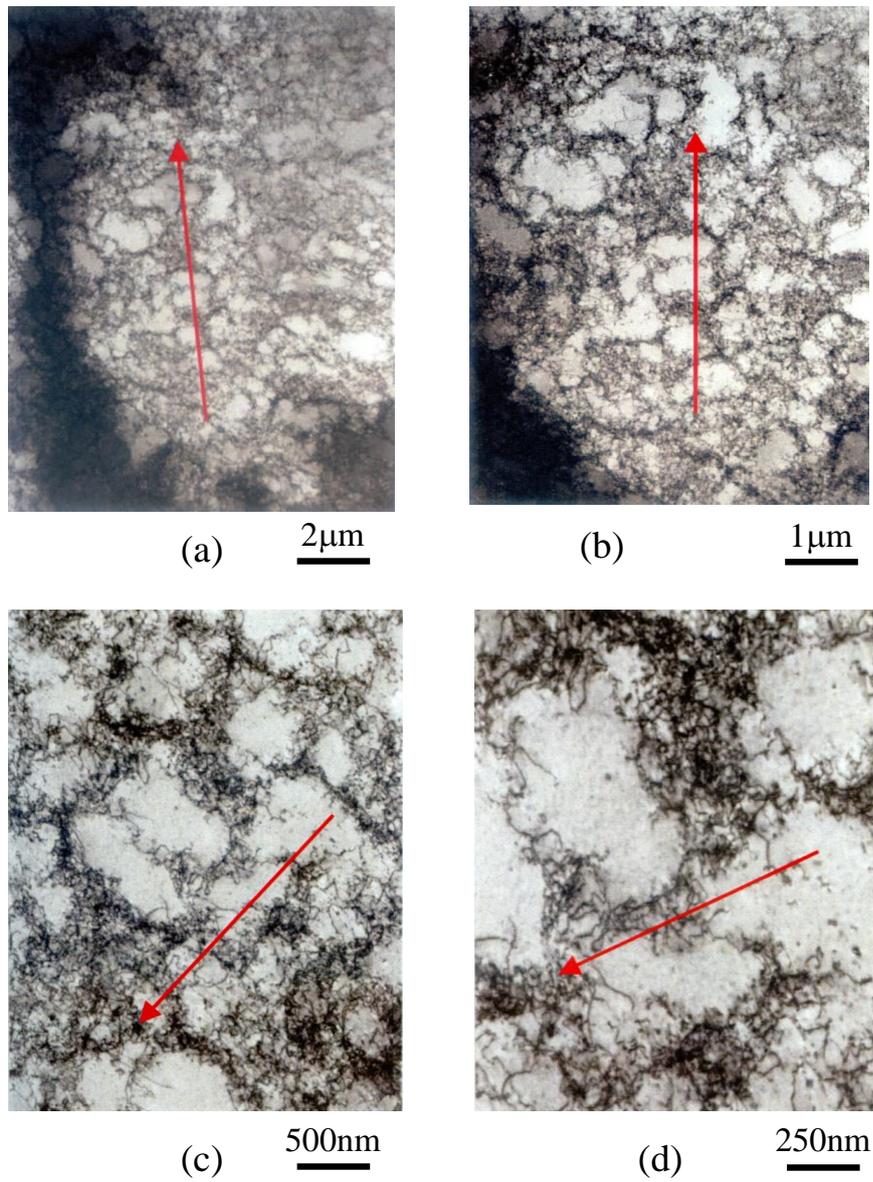


Fig.4-18 TEMによる疲労損傷中の純銅の微細組織変化, $N/N_F=0\%$, 観察方向 2, (a) 6,000 倍, (b) 10,000 倍, (c) 20,000 倍, (d) 40,000 倍, 矢印: 荷重方向 ($\Delta\sigma=97\text{MPa}$, 応力比 $R=0.01$, 繰返し数 5Hz) .

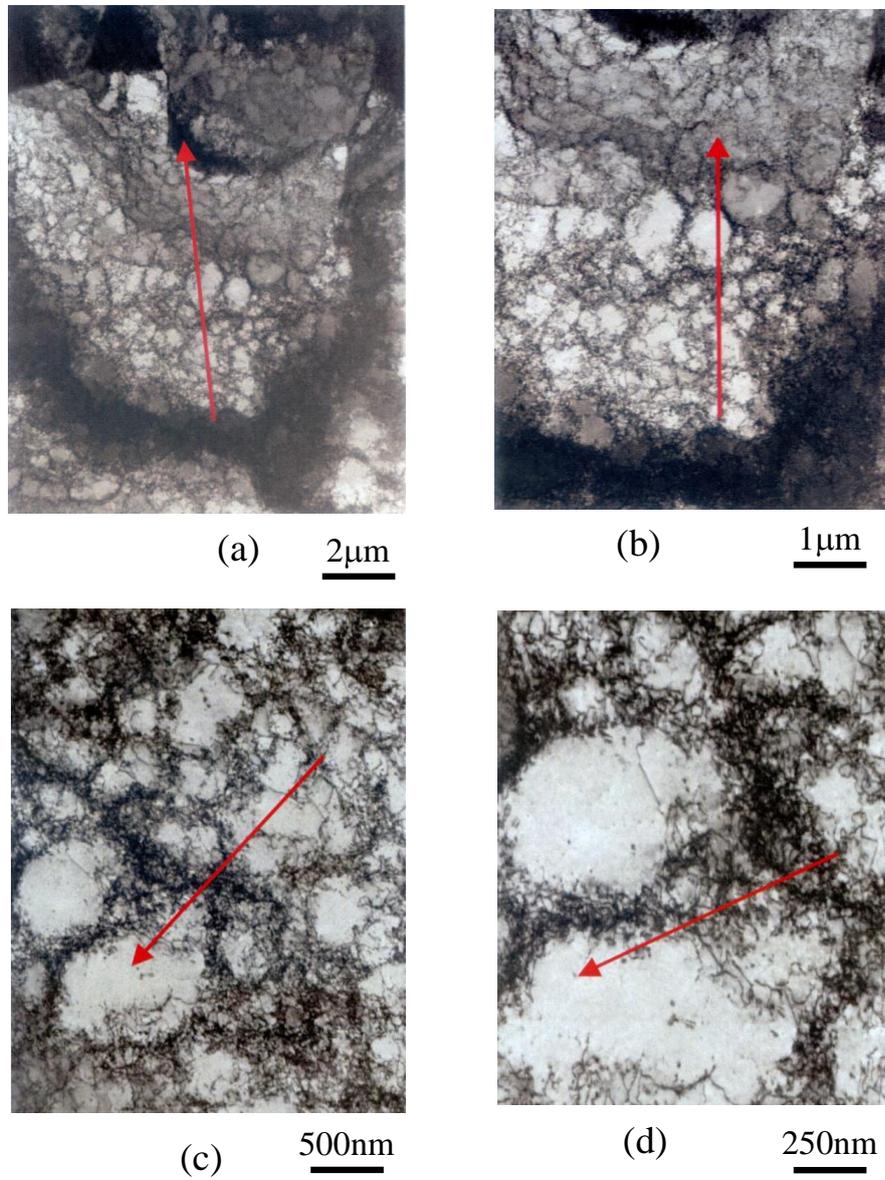


Fig.4-19 TEMによる疲労損傷中の純銅の微細組織変化, $N/N_F = 0.18\%$, 観察方向 1, (a) 6,000 倍, (b) 10,000 倍, (c) 20,000 倍, (d) 40,000 倍, 矢印: 荷重方向 ($\Delta\sigma = 97\text{MPa}$, 応力比 $R = 0.01$, 繰返し数 5Hz) .

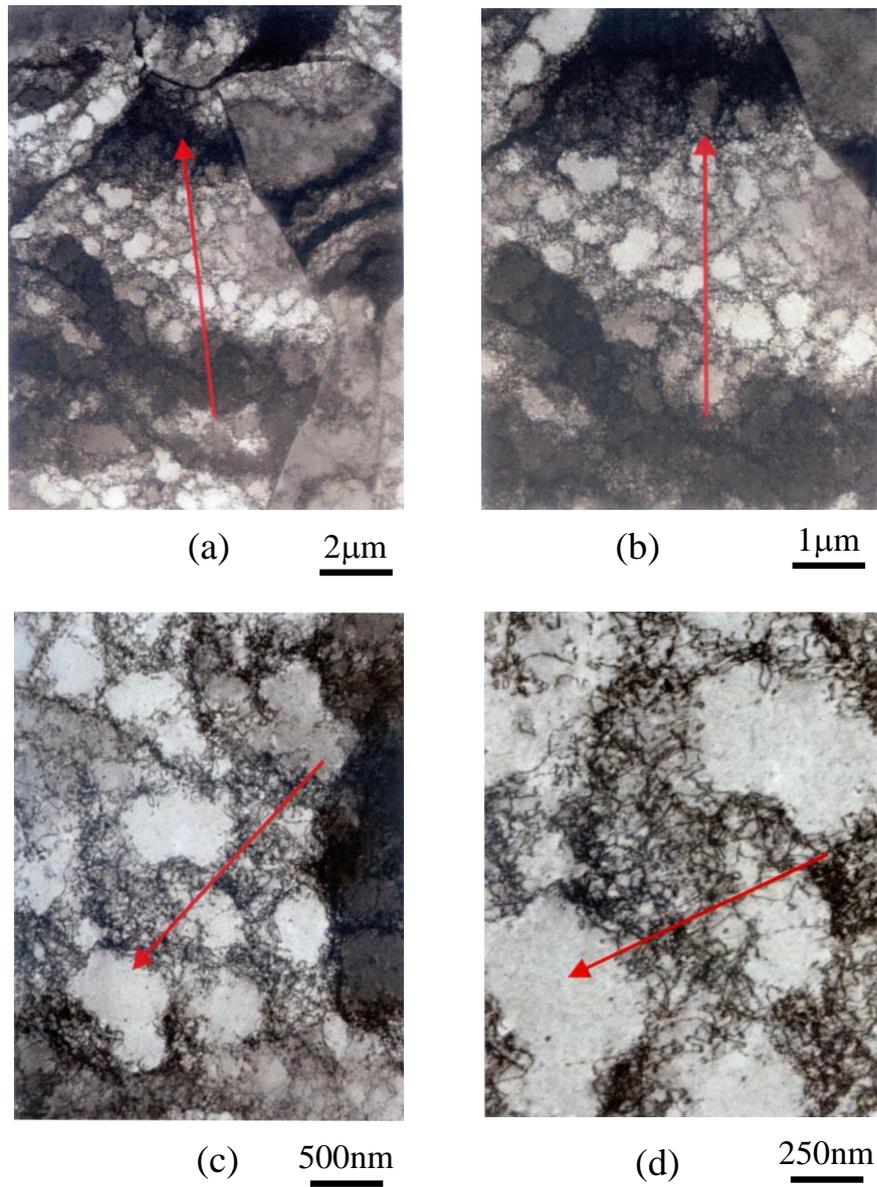


Fig.4-20 TEMによる疲労損傷中の純銅の微細組織変化, $N/N_F=0,18\%$, 観察方向 2, (a) 6,000倍, (b) 10,000倍, (c) 20,000倍, (d) 40,000倍, 矢印: 荷重方向 ($\Delta\sigma=97\text{MPa}$, 応力比 $R=0.01$, 繰返し数 5Hz) .

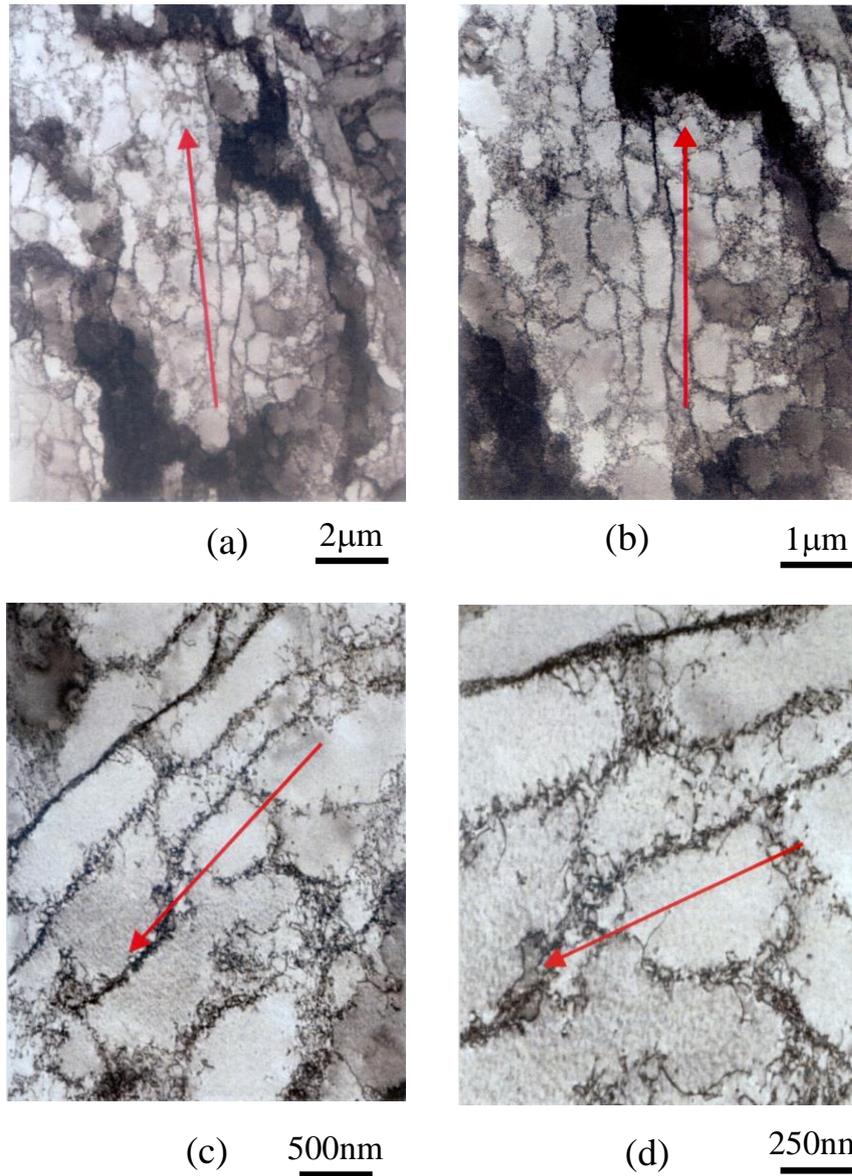


Fig.4-21 TEMによる疲労損傷中の純銅の微細組織変化, $N/N_F=53\%$, 観察方向 1, (a) 6,000倍, (b) 10,000倍, (c) 20,000倍, (d) 40,000倍, 矢印: 荷重方向 ($\Delta\sigma=97\text{MPa}$, 応力比 $R=0.01$, 繰返し数 5Hz) .

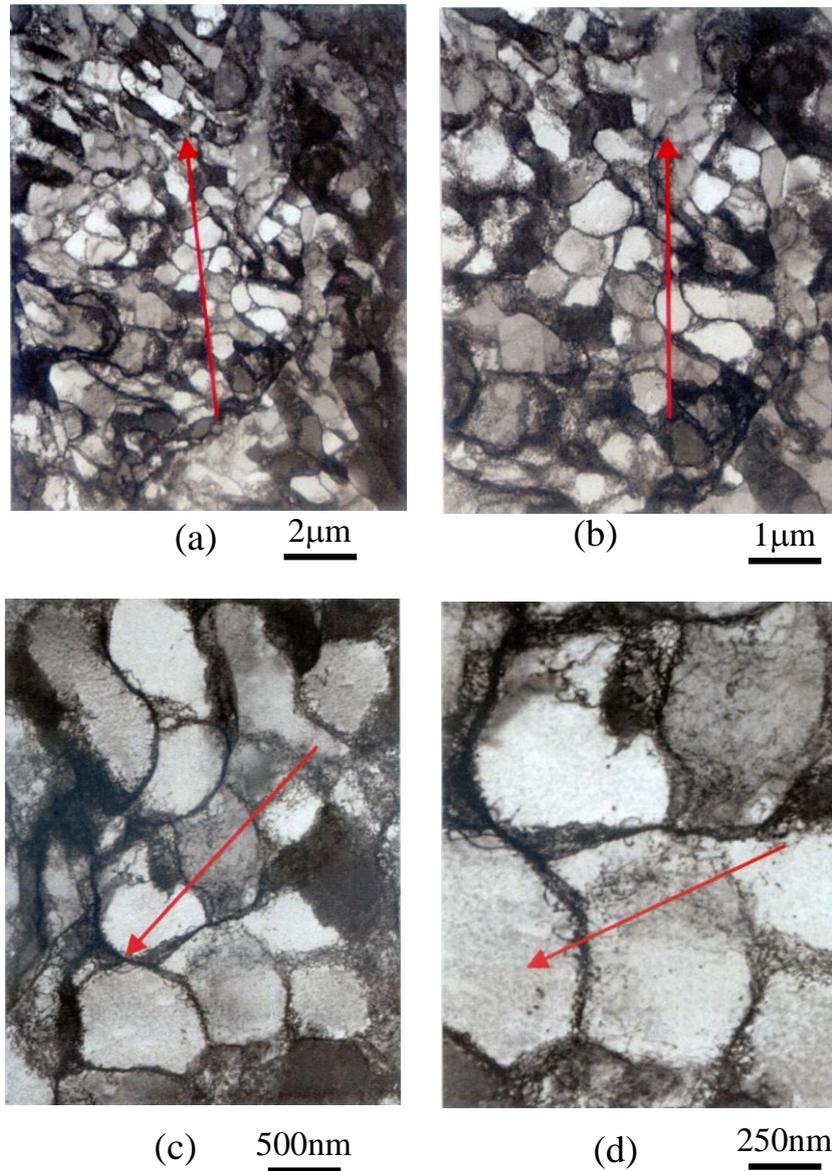


Fig.4-22 TEMによる疲労損傷中の純銅の微細組織変化, $N/N_F=53\%$, 観察方向 2, (a) 6,000 倍, (b) 10,000 倍, (c) 20,000 倍, (d) 40,000 倍, 矢印: 荷重方向 ($\Delta\sigma=97\text{MPa}$, 応力比 $R=0.01$, 繰返し数 5Hz) .

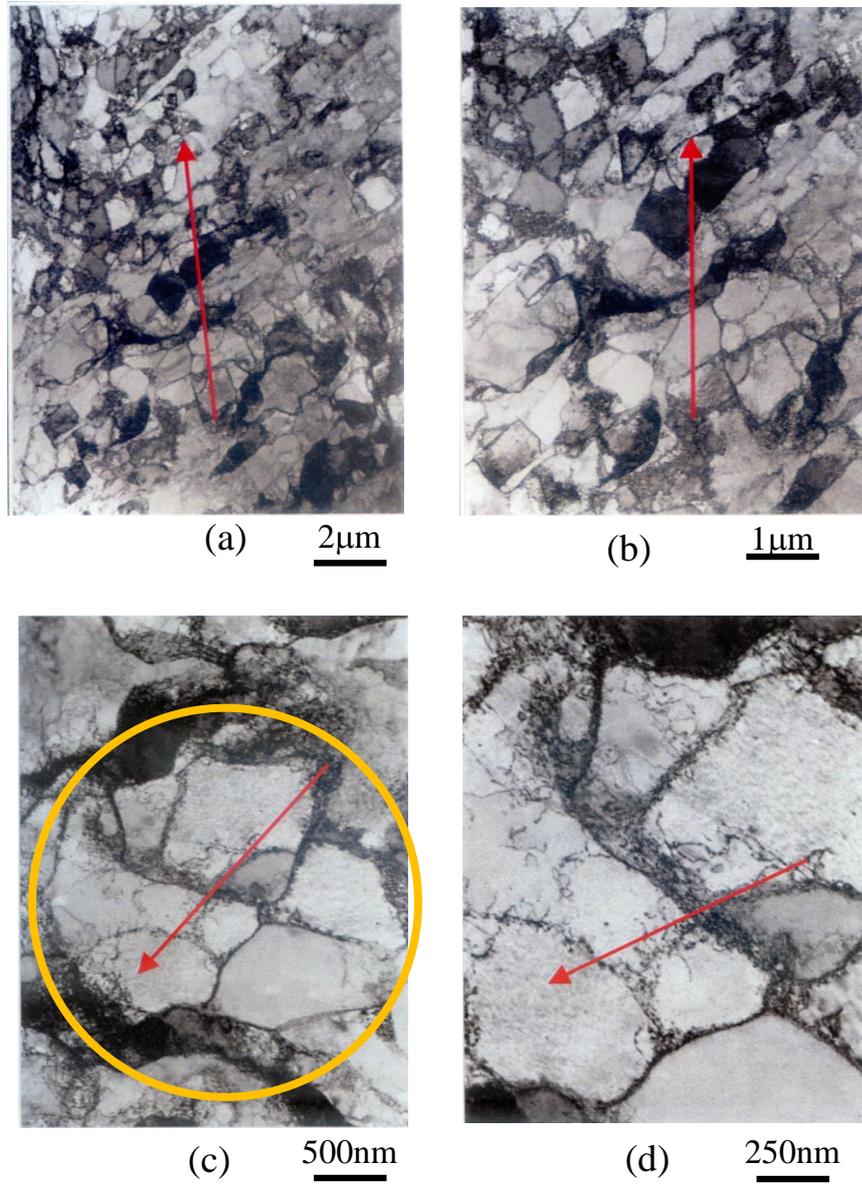


Fig.4-23 TEMによる疲労損傷中の純銅の微細組織変化，破断直前，観察方向1，
 (a) 6,000倍，(b) 10,000倍，(c) 20,000倍，(d) 40,000倍，矢印：荷重方向
 ($\Delta\sigma=97\text{MPa}$ ，応力比 $R=0.01$ ，繰返し数 5Hz)。

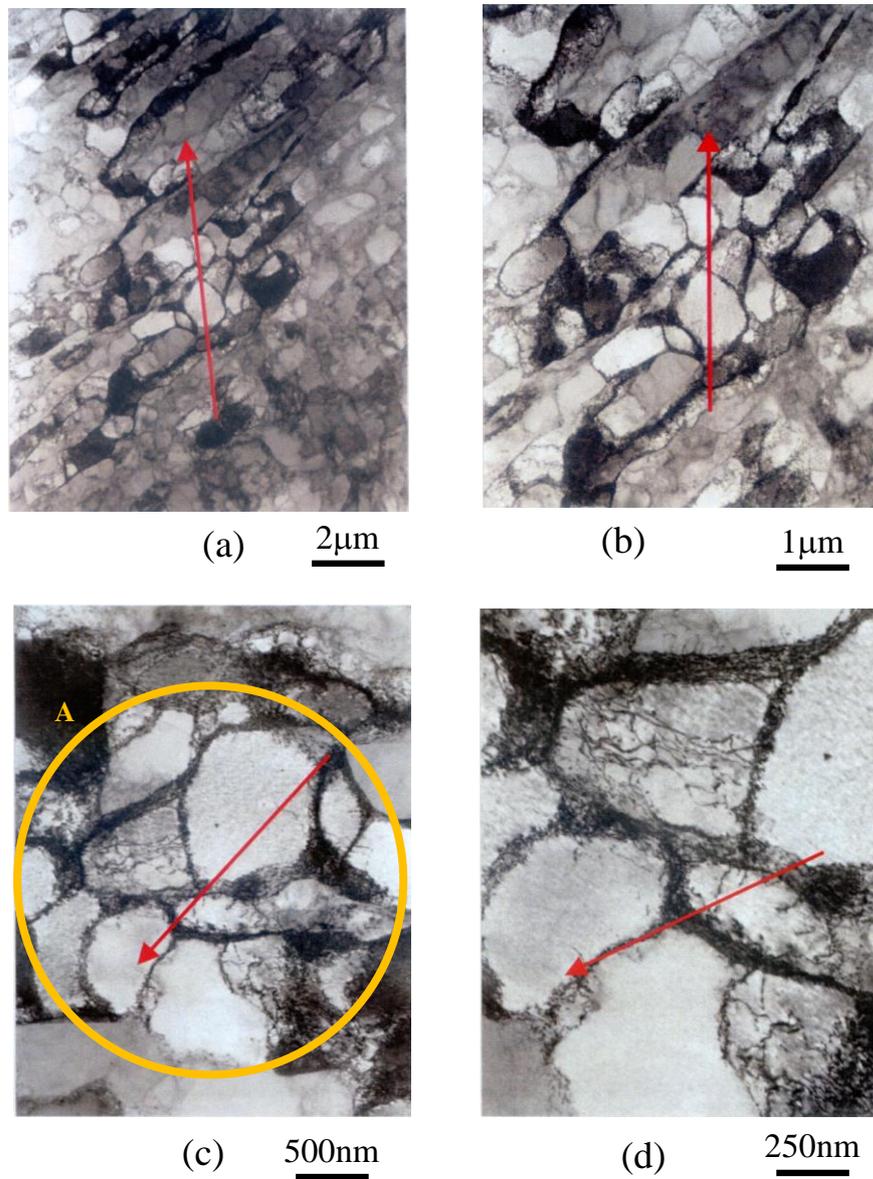


Fig.4-24 TEMによる疲労損傷中の純銅の微細組織変化，破断直前，観察方向2，
 (a) 6,000倍，(b) 10,000倍，(c) 20,000倍，(d) 40,000倍，矢印：荷重方向
 ($\Delta\sigma=97\text{MPa}$ ，応力比 $R=0.01$ ，繰返し数 5Hz) .

4-9 EBSD による結晶方位差測定

TEM 観察を行った試験片 4 本それぞれの結晶方位差を電子後方散乱回折 (Electron Backscatter Diffraction : EBSD) によって求めた。EBSD を用いることで、測定点間の結晶方位差から疲労試験中の繰返し荷重による転位密度の変化を推定できる[84,85]ため、 $\Delta f/f_0$ と転位密度の関係を明らかにすることを試みた。

4-9-1 測定試料作成

供試材は、前述の TEM 観察に供したのと同じ試料を用いた。試料表面を最終粒度 $3\mu\text{m}$ 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-S) による仕上げ研磨を行った。

4-9-2 結晶方位の測定方法

電界放射型走査電子顕微鏡 (Carl Zeiss ULTRA55) に備え付けられた EBSD 測定システム (OIM Data Collection ver.5.2) を使用し、EMAT では測定感度のない試料表面の結晶方位分布を測定した。回析パターンを取得するため、CCD カメラの画素数を 696×520 ピクセルとし、ステップサイズ d は、 $0.4\mu\text{m}$ で、1 回あたり、 401×400 個の測定点に対し方位測定を行った。測定は 1 つの試料につき 2 回ずつ実施した。また、ステップサイズを、 $0.08\mu\text{m}$ とし $32 \times 32\mu\text{m}^2$ の領域に拡大した詳細測定も実施した。観察方向は Fig.4-25 に示す Loading direction (LD), Transverse direction (TD), Normal direction (ND) で行い 3 次元的な結晶方位はこれら 3 つの方位の組み合わせで表すことができる[86]。

4-9-3 局所方位差の測定方法

前述の方法で得られた結晶方位データは釜谷[86,87]らが開発した結晶方位差解析ソフト MADAM (Misorientation Analyzer for Damage Measurement) [86,87]を用いて、局所方位差 (Local

misorientation : M_L) を式 (4-1) のように定義した[88]。

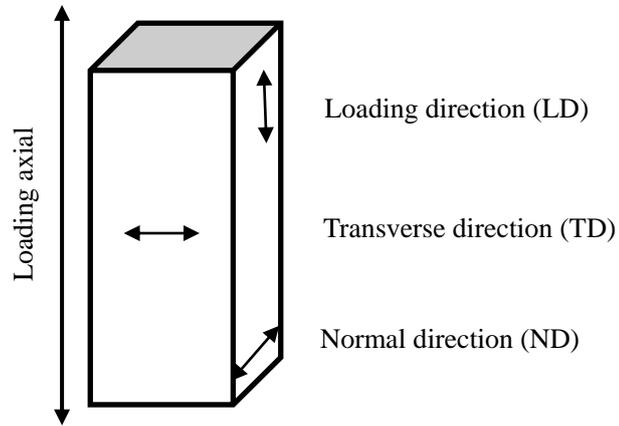


Fig.4-25 EBSD による観察方向の定義.

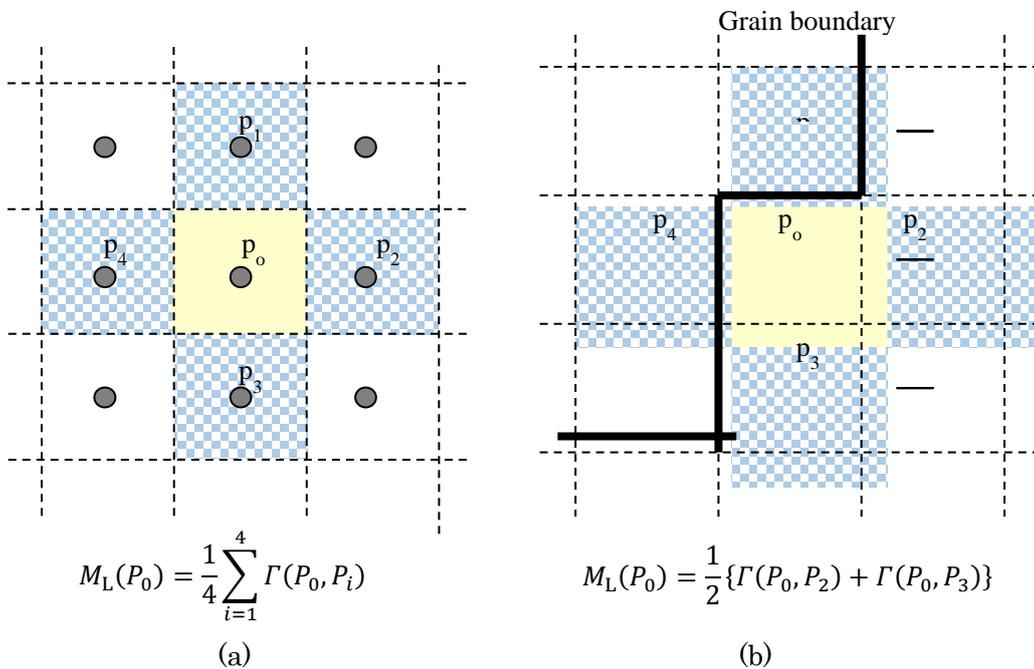


Fig.4-26 局所方位差の定義 (a) P_0 を起点とした 4 つの測定点の方位差, (b) P_0 に結晶粒界の存在する方位差.

$$M_L(P_0) = \frac{1}{4} \sum_{i=1}^4 \Gamma(P_0, P_i) \quad (4-1)$$

ここで $\Gamma(P_0, P_i)$ は Fig.4-26 (a) に示すように、基準点 P_0 を中心に隣接した 4 つの測定点 P_i との方位差を示す。この時、Fig.4-26 (b) のように点 P_0 と点 P_i との間に結晶粒界が存在する場合は、計算から除外した。方位差のしきい値角度 $\Gamma_{GB}=5^\circ$ 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て M_L を求めた。

4-9-4 局所方位差平均の算出

1 度の測定において得られる結晶方位は 160,400 点であり、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ことが示されている[88,89]、そこで、この M_L の分布の対数平均を局所方位差平均 M_{ave} として、式(4-2)によって算出した[88,89]。

$$M_{ave} = \exp \left[\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \ln \{ M_L(P_i) \} \right] \quad (4-2)$$

ここで、 n はデータ数を示す。方位差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となり、結晶粒界近傍では、2 つ以上の結晶方位回折パターンが重なり結晶方位が正しく同定されない可能性がある。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てしまう。そのため、9 個以下の測定点で構成される結晶粒は、正しく測定のできなかつた測定点（ブランク点）として、 M_{ave} などの解析には用いていない。 n はブランク点を除いた測定点数となる。

4-9-5 結晶粒変形量測定

結晶方位の変化を表す指標として、結晶粒変形量 (Modified Crystal Deformation : *MCD*) [88]も求めた。*MCD* は式 (4-3) で定義される。

$$MCD = \exp \left[\frac{\sum_{k=1}^{n_g} \left\{ \sum_{i=1}^{n_k} \ln \{ \Gamma(m_k, P_i) \} \right\}}{\sum_{k=1}^{n_g} n_k} \right] \quad (4-3)$$

ここで、 m_k は結晶粒 k_g に含まれる測定点の平均方位を示し、 n_k は結晶粒 k_g に含まれる測定点の個数、 n_g は結晶粒数である。 $\Gamma(m_k, P_i)$ 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。これは、他の EBSD 解析ソフトによって算出される結晶方位分布パラメータ GROD (Grain Orientation Spread) の対数平均に相当する。Fig.4-27 に *MCD* の概念図を示す。*MCD* は測定間隔、測定条件の影響を受けにくく、塑性ひずみ量と相関関係を示すという特徴がある[89]。

4-9-6 平滑化フィルター

結晶方位差の測定には 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ためには誤差の影響を低減させることが必要となる。誤差の影響を低減させる一般的な方法として、ローパスフィルタや移動平均などの平滑化処理が考えられる。しかし、結晶方位差は絶対値として算出されるため単純な平滑化では誤差の影響を取り除けない。もし、真の方位差がゼロであったとしても、誤差により増加した方位差の平均はゼロにはならない[90]。局所方位差を算出する過程で、平滑化がなされていると考えることもできるが、誤差の影響は小さくない。結晶方位差における誤差は、その算出に用いる結晶方位測定値の誤差に起因

する。結晶方位が正確であれば、そこから算出される方位差に新たな誤差が生じる要因は無い。今回適用した平滑化フィルターは、方位差の算出に用いる結晶方位に含まれる誤差を低減させることを意図したデータ処理方法となる。Fig.4-28 に平滑化フィルターの概念図を示す。それぞれの点は測定点を示し、測定点の周囲9個の集合を考えこれらの中心における結晶方位を、9個の方位の平均値と置き換える。このとき、9個の集合の中に結晶粒が存在する場合は、中心の点と同じ結晶粒に属する測定点のみを用いて平均方位を算出する。平滑化フィルターでは、結晶方位の移動平均を平面的に適用したものと考えることができる。

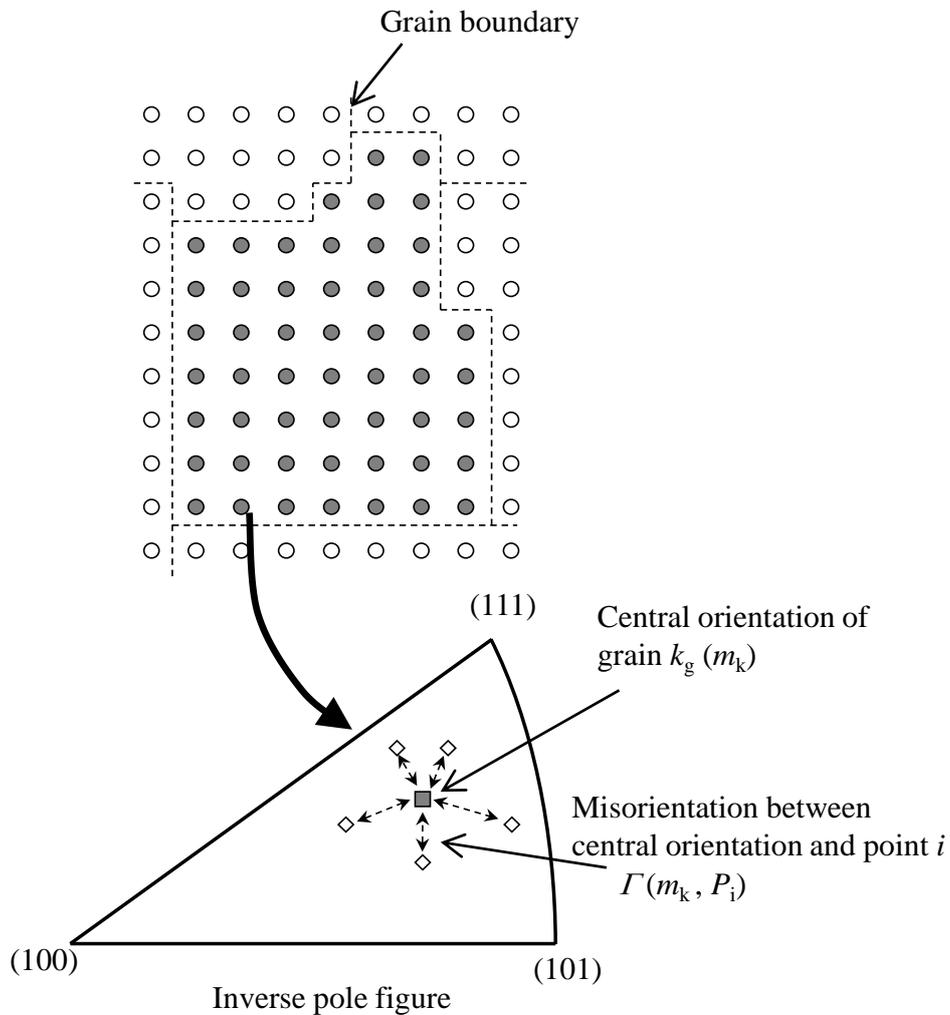


Fig.4-27 MCD パラメータの概念図.

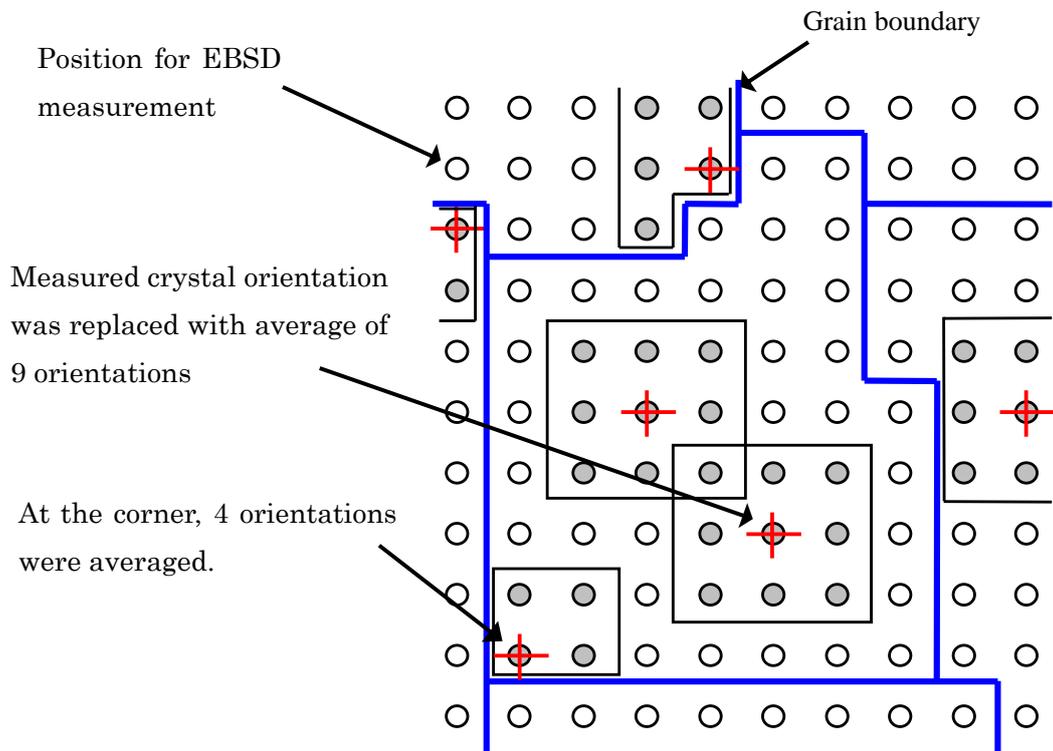


Fig.4-28 平滑化フィルター概念図.

4-9-7 結晶方位差測定結果

Fig.4-29～Fig.4-36に純銅片振り疲労中の、微細組織変化を示す。ステップサイズ d は $0.4\mu\text{m}$ の場合である。また、Fig.4-37～Fig.4-40はステップサイズを $0.08\mu\text{m}$ とした詳細測定の結果である。結晶方位差が大きい部位は濃い青で示される。Fig.4-29, Fig.4-30, Fig.4-37に示す疲労試験前のEBSDでは極所方位差 M_L は小さく、Fig.4-31, Fig.4-32, Fig.4-38の疲労試験直後では僅かに増加しており、繰返し荷重によるひずみが生じている。Fig.4-33, Fig.4-34, Fig.4-39の $\Delta f/f_0$ が大きな変化を見せる点($N/N_F=53\%$)では M_L は増している。結晶粒内にもすべりのような線状の分布(例: Fig.4-34, Aの領域)も見られる。Fig.4-35, Fig.4-36, Fig.4-40の破断寿命付近では、Fig.4-33, Fig.4-34, Fig.4-39より M_L はさらに増加し、繰返し負荷により発達したすべりと思われる線状の分布の量も増加している。この M_L の値は、疲労繰

返し数と共に増加する傾向がみられた。Fig.4-41 に疲労中の M_L の平均値 M_{ave} の変化を示す。横軸を寿命比 N/N_F を用いた。 M_{ave} の値は疲労の初期から $N/N_F=53\%$ にかけて最も大きな変化を示し、その後 $N/N_F=53\%$ からは M_{ave} 変化量は減少したが、破断まで増加し続ける傾向を見せた。Fig.4-42 に MCD の変化を示す。横軸は N/N_F を用いた。Fig.4-40 の M_{ave} の測定結果と同様に、 MCD は初期から破断に至るまで一貫して増加の傾向を見せたが、 $N/N_F=53\%$ から変化量が減少していた。この寿命比の組織観察結果 Fig.4-33, Fig.4-36, Fig.4-39 より、 M_L の大きい部位が網目状にみられ、破断までに増加してゆく。これは繰返し疲労による転位のセル構造が発達した事を示している[91]。この結果から、前節の TEM 観察で明らかになった転位組織の変化は繰返し応力が負荷されたことで、繰返しひずみが蓄積し、結晶粒が変形する。せん断応力を受けた金属表面にすべり帯が発生し、すべり面上を移動した転位が堆積し、転位密度が増加してゆき、等軸のセル構造を生じたことが分かった。

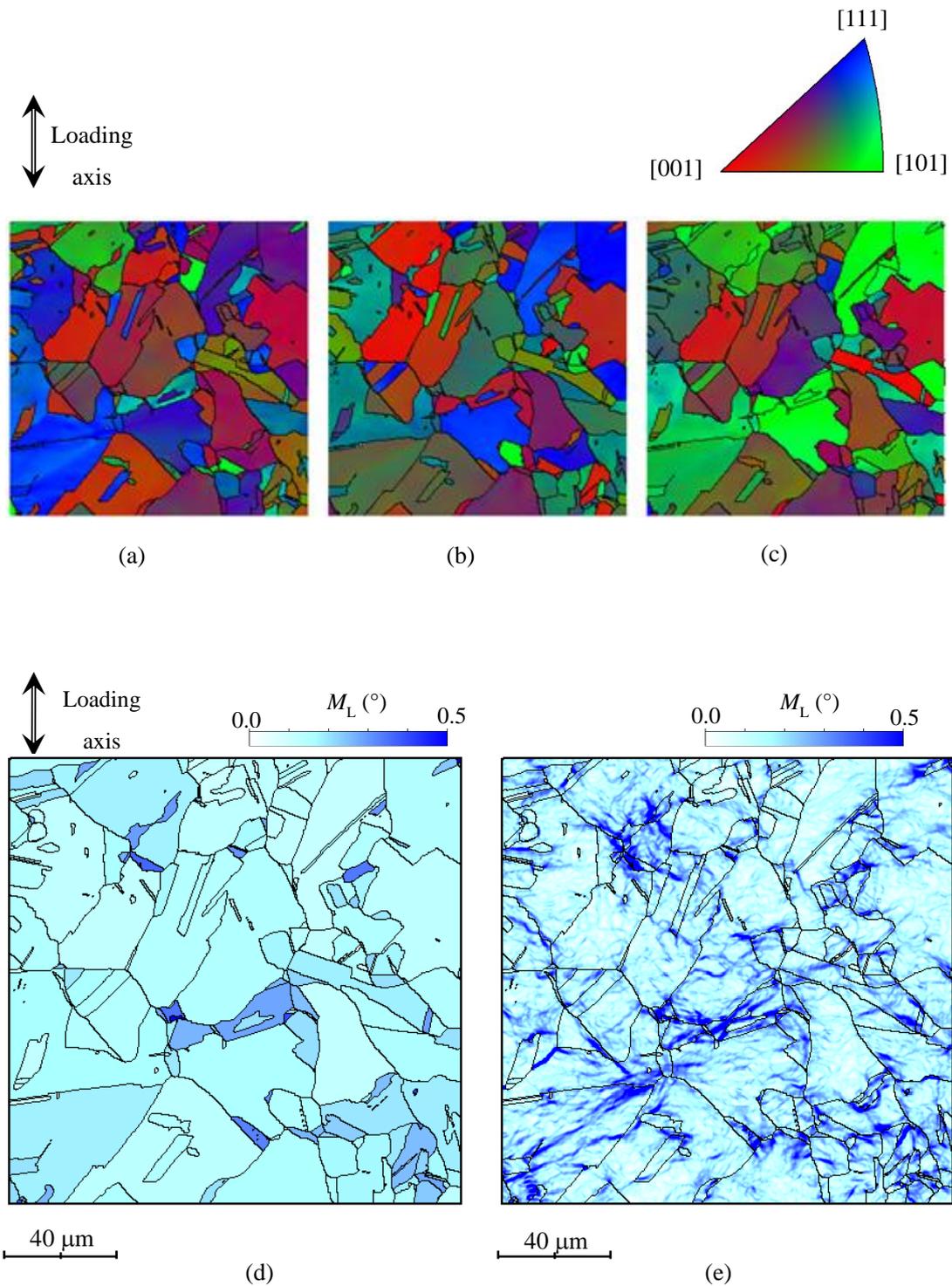


Fig.4-29 EBSDによる疲労損傷中の純銅の結晶方位と M_L の分布測定, $N/N_F=0\%$,
 1回目, $d=0.4\mu\text{m}$, (a) LD, (b) TD, (c) ND, (d) M_L の粒平均, (e) M_L
 ($\Delta\sigma=97\text{MPa}$, 応力比 $R=0.01$, 繰返し数 5Hz) .

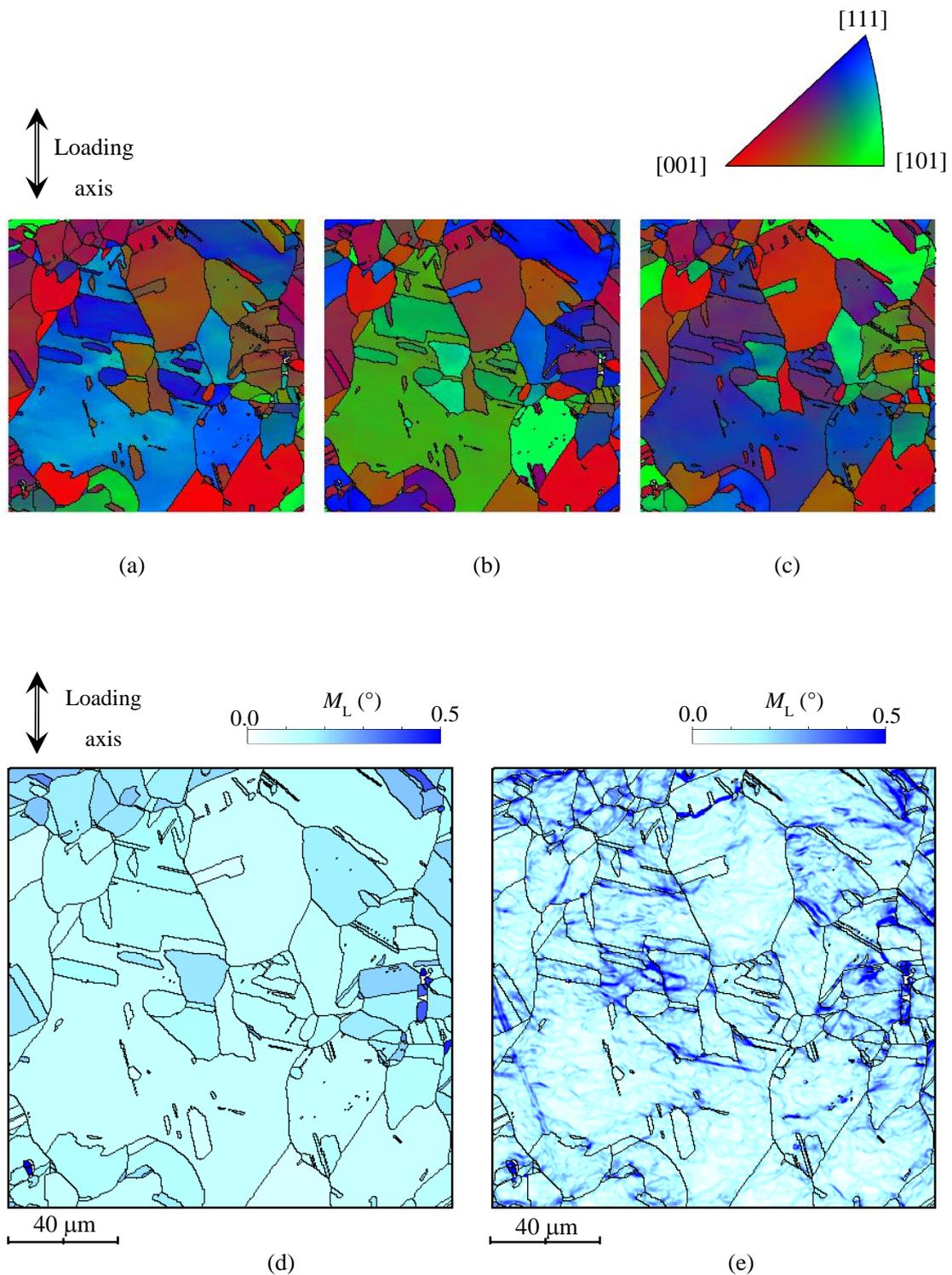


Fig.4-30 EBSDによる疲労損傷中の純銅の結晶方位と M_L の分布測定, $N/N_F=0\%$,
 2回目, $d=0.4\mu\text{m}$, (a) LD, (b) TD, (c) ND, (d) M_L の粒平均, (e) M_L
 ($\Delta\sigma=97\text{MPa}$, 応力比 $R=0.01$, 繰返し数 5Hz) .

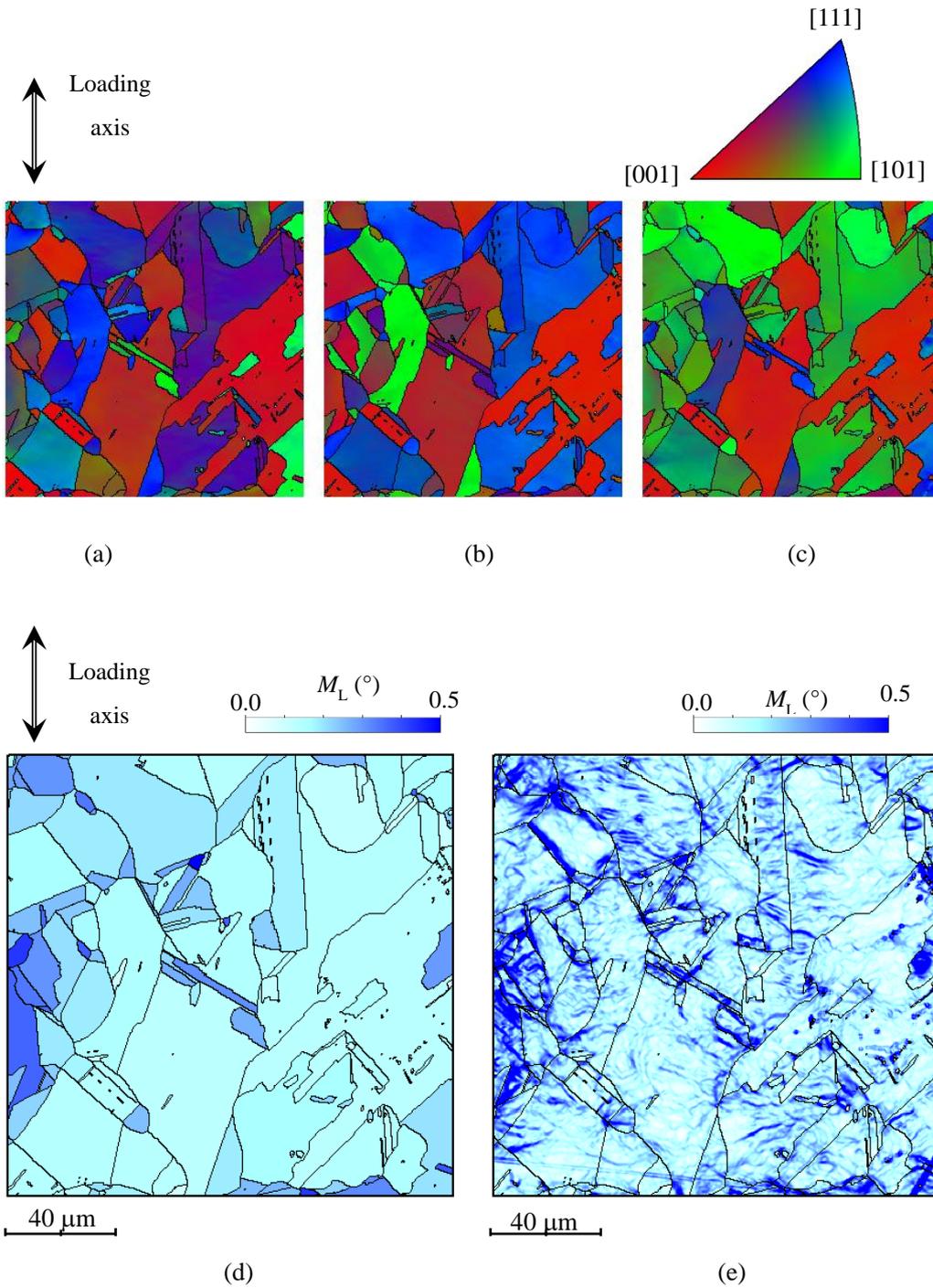


Fig.4-31 EBSDによる疲労損傷中の純銅の結晶方位と M_L の分布測定, $N/N_F=0.18\%$,
 1回目, $d=0.4\mu\text{m}$, (a) LD, (b) TD, (c) ND, (d) M_L の粒平均, (e) M_L
 ($\Delta\sigma=97\text{MPa}$, 応力比 $R=0.01$, 繰返し数 5Hz) .

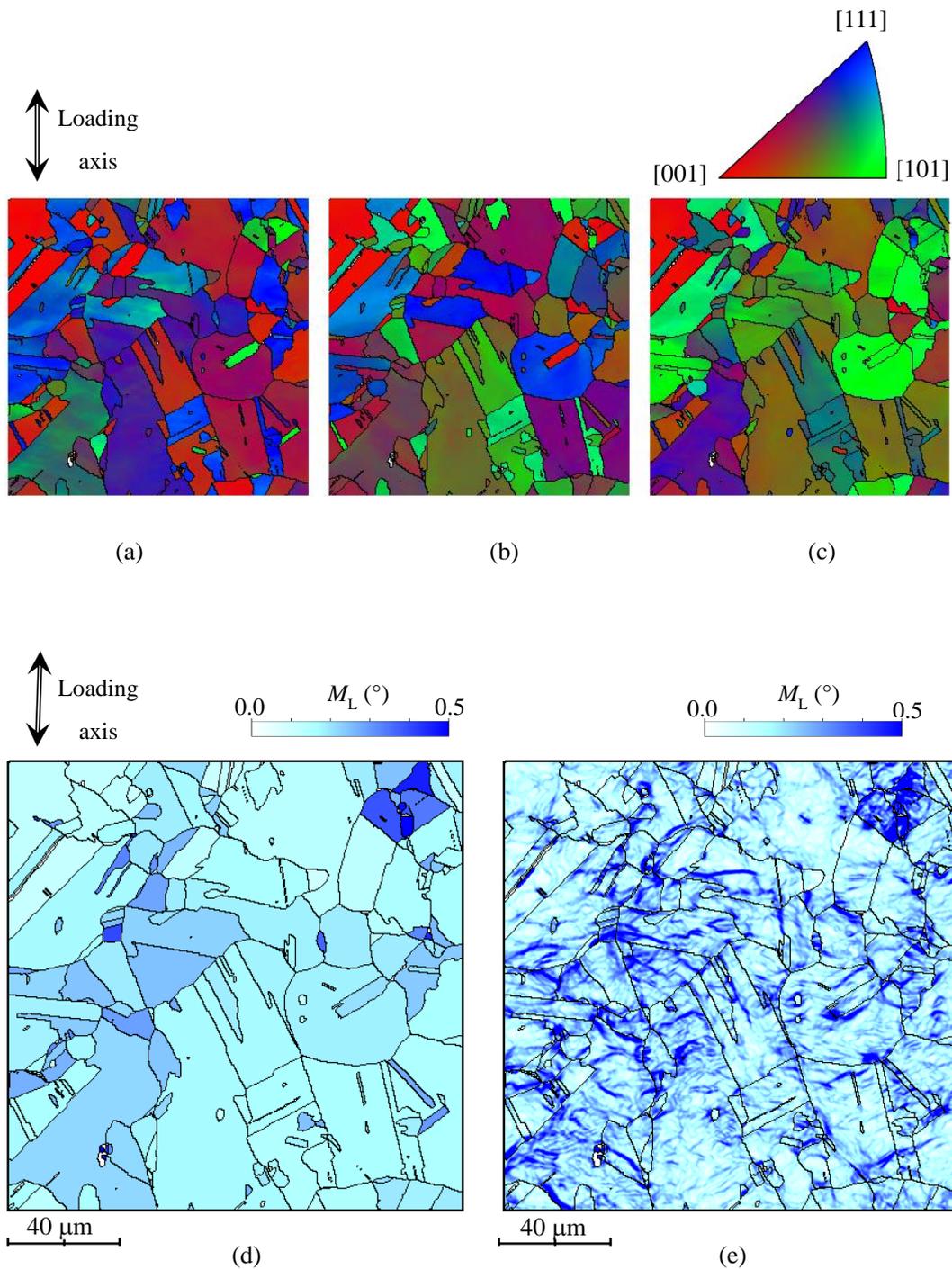


Fig.4-32 EBSDによる疲労損傷中の純銅の結晶方位と M_L の分布測定, $N/N_F=0,18\%$, 2回目, $d=0,4\mu\text{m}$, (a) LD, (b) TD, (c) ND, (d) M_L の粒平均, (e) M_L ($\Delta\sigma=97\text{MPa}$, 応力比 $R=0,01$, 繰返し数 5Hz) .

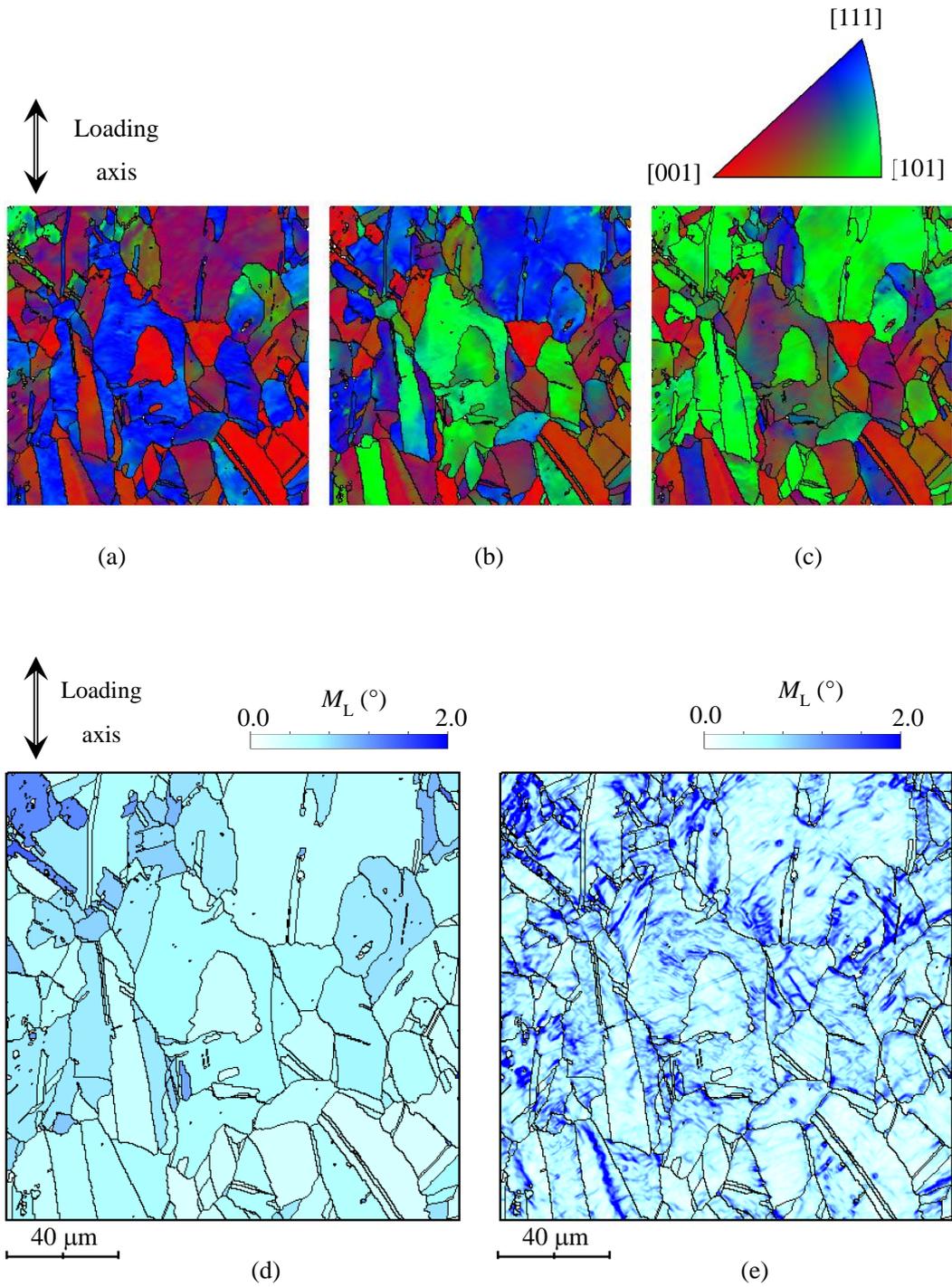


Fig.4-33 EBSDによる疲労損傷中の純銅の結晶方位と M_L の分布測定, $N/N_F=53\%$,
 1回目, $d=0.4\mu\text{m}$, (a) LD, (b) TD, (c) ND, (d) M_L の粒平均, (e) M_L
 ($\Delta\sigma=97\text{MPa}$, 応力比 $R=0.01$, 繰返し数 5Hz) .

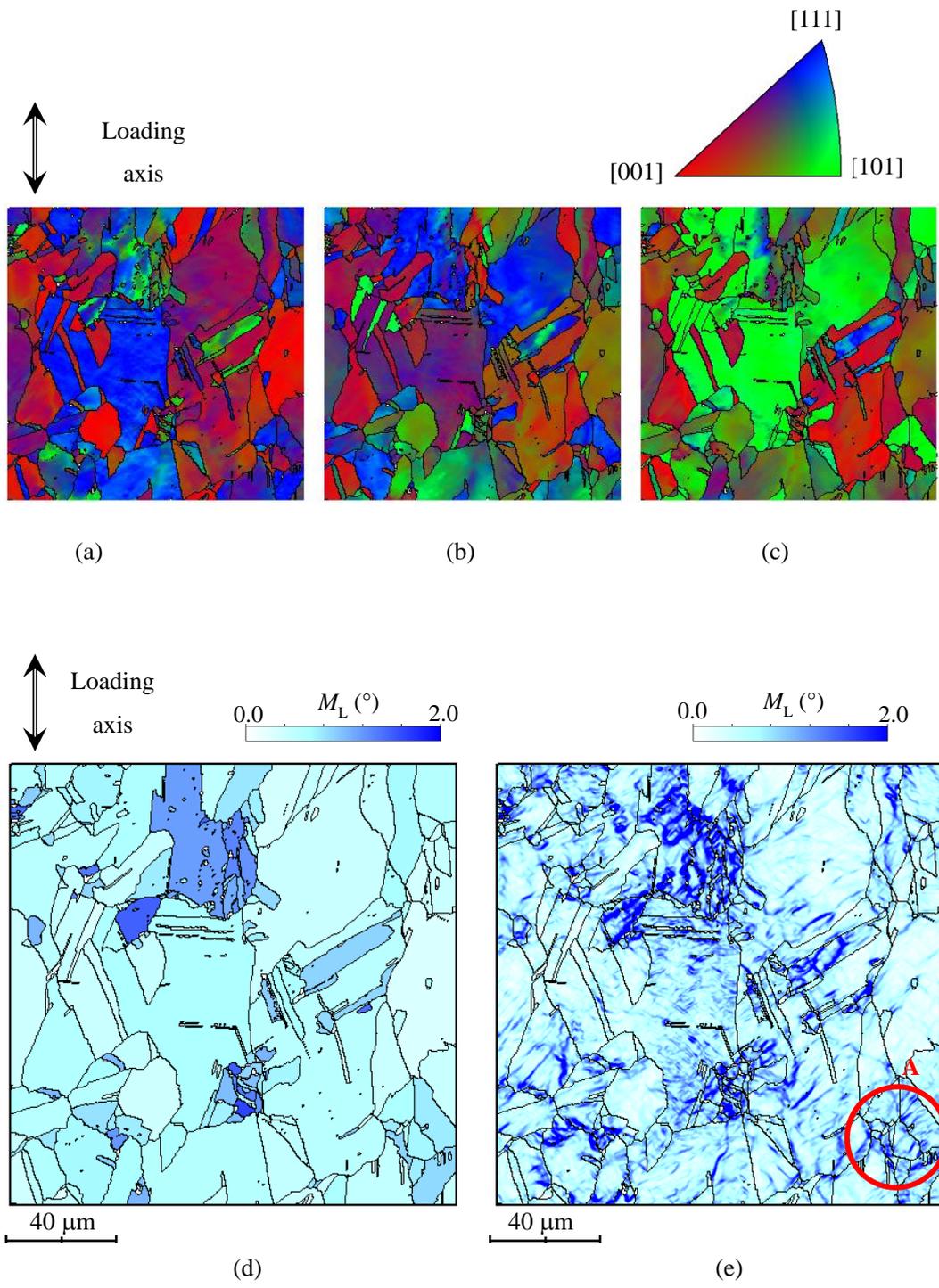


Fig.4-34 EBSDによる疲労損傷中の純銅の結晶方位と M_L の分布測定, $N/N_F=53\%$, 2回目, $d=0.4\mu\text{m}$, (a) LD, (b) TD, (c) ND, (d) M_L の粒平均, (e) M_L ($\Delta\sigma=97\text{MPa}$, 応力比 $R=0.01$, 繰返し数 5Hz) .

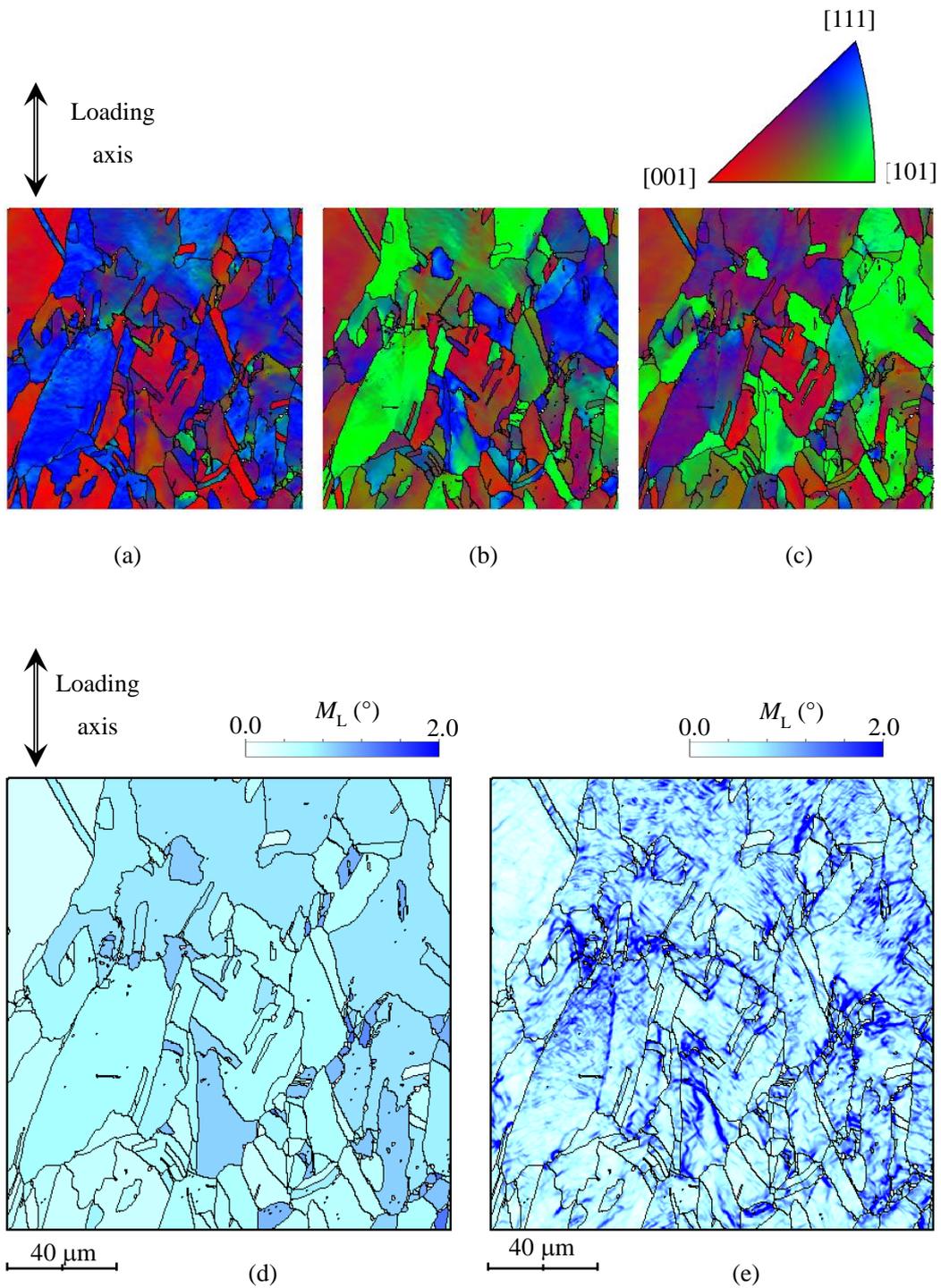


Fig.4-35 EBSDによる疲労損傷中の純銅の結晶方位と M_L の分布測定, $N/N_F=100\%$, 1回目, $d=0.4\mu\text{m}$, (a) LD, (b) TD, (c) ND, (d) M_L の粒平均, (e) M_L ($\Delta\sigma=97\text{MPa}$, 応力比 $R=0.01$, 繰返し数 5Hz) .

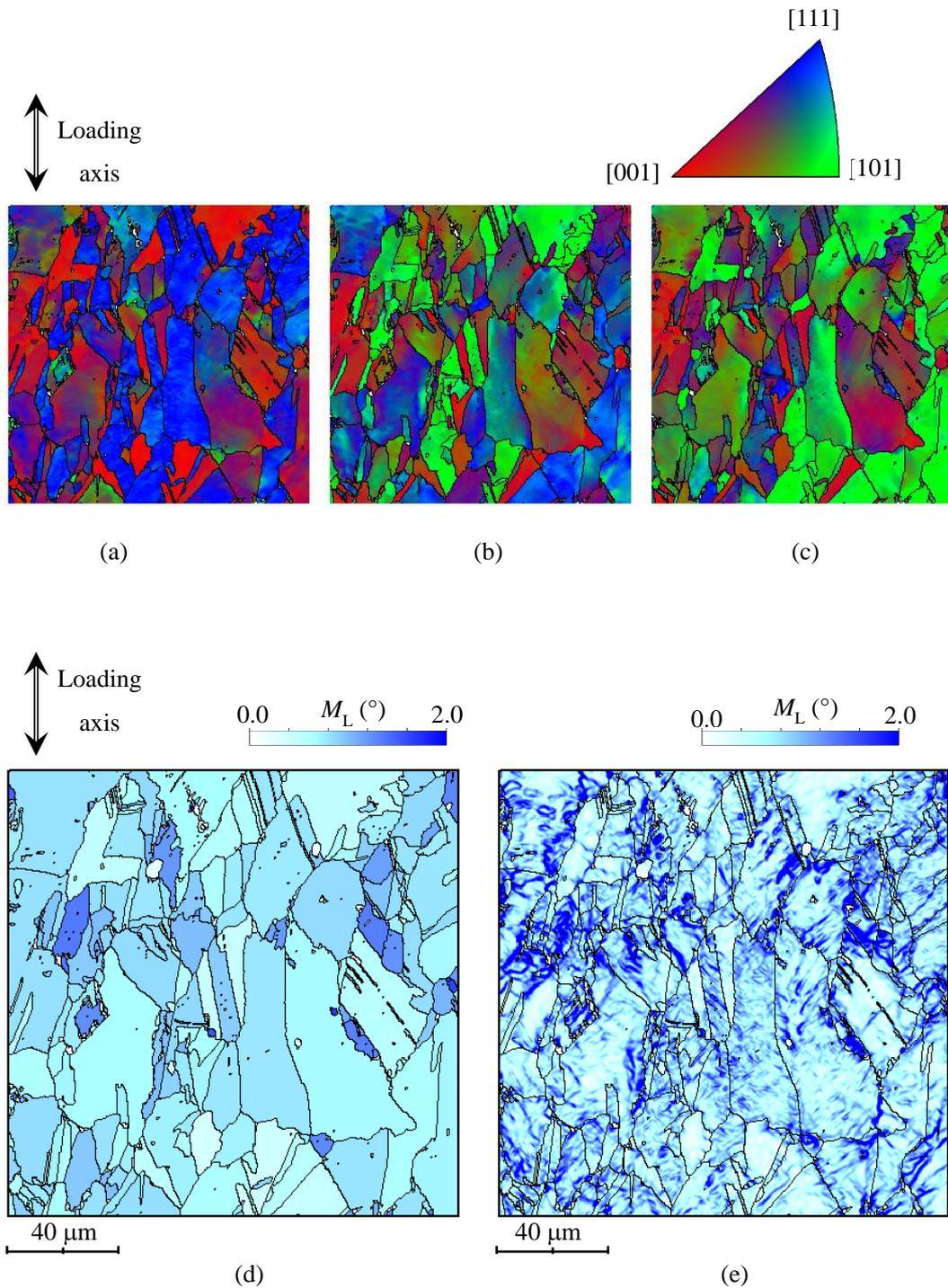


Fig.4-36 EBSDによる疲労損傷中の純銅の結晶方位と M_L の分布測定, $N/N_F=100\%$, 2回目, $d=0.4\mu\text{m}$, (a) LD, (b) TD, (c) ND, (d) M_L の粒平均, (e) M_L ($\Delta\sigma=97\text{MPa}$, 応力比 $R=0.01$, 繰返し数 5Hz) .

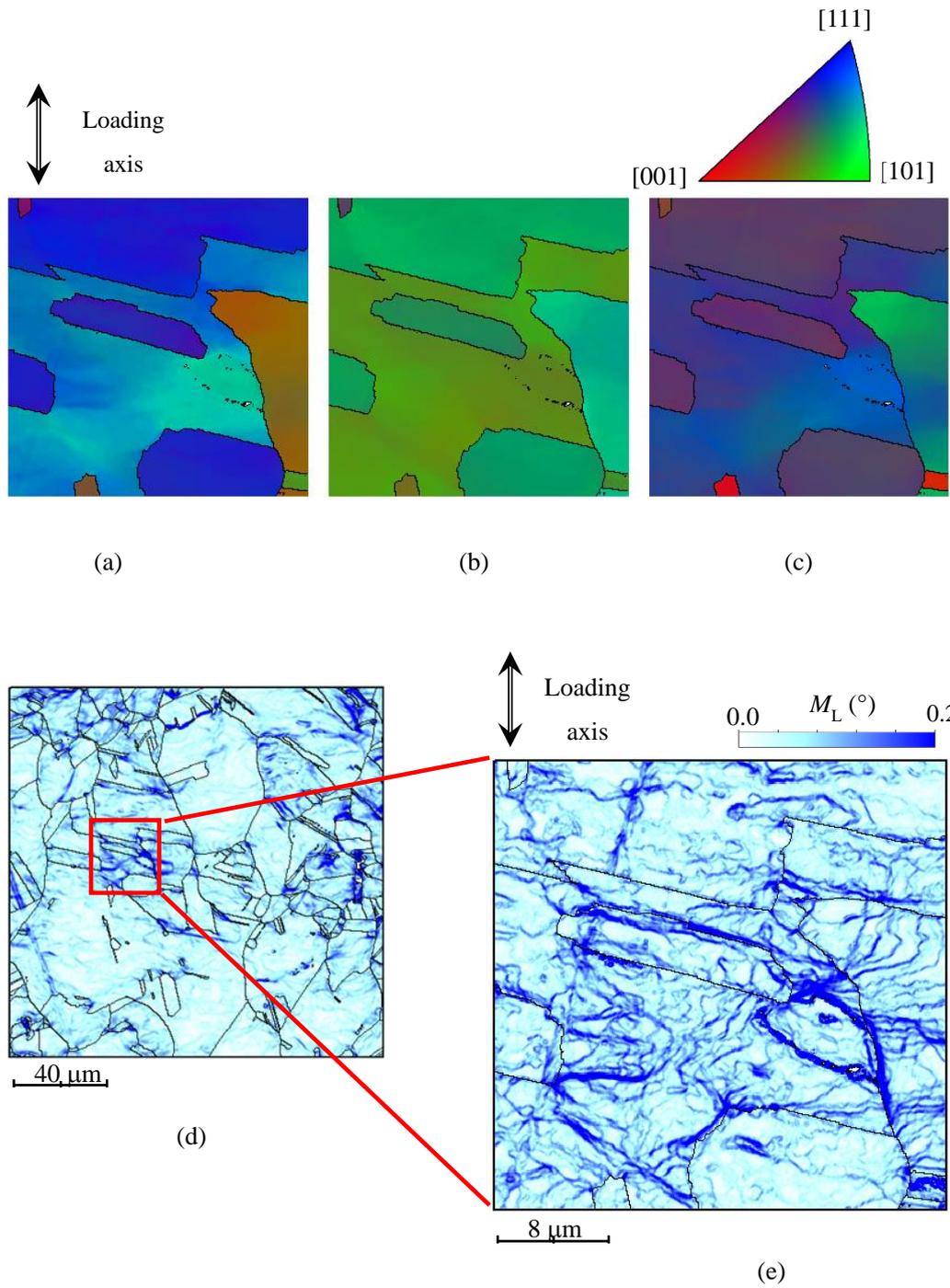


Fig.4-37 EBSDによる疲労損傷中の純銅の結晶方位と M_L の分布測定, $N/N_F=0\%$, 2回目, (a) LD, (b) TD, (c) ND, (d) M_L ($d=0.4\mu\text{m}$), (e) M_L ($d=0.08\mu\text{m}$), ($\Delta\sigma=97\text{MPa}$, 応力比 $R=0.01$, 繰返し数 5Hz) .

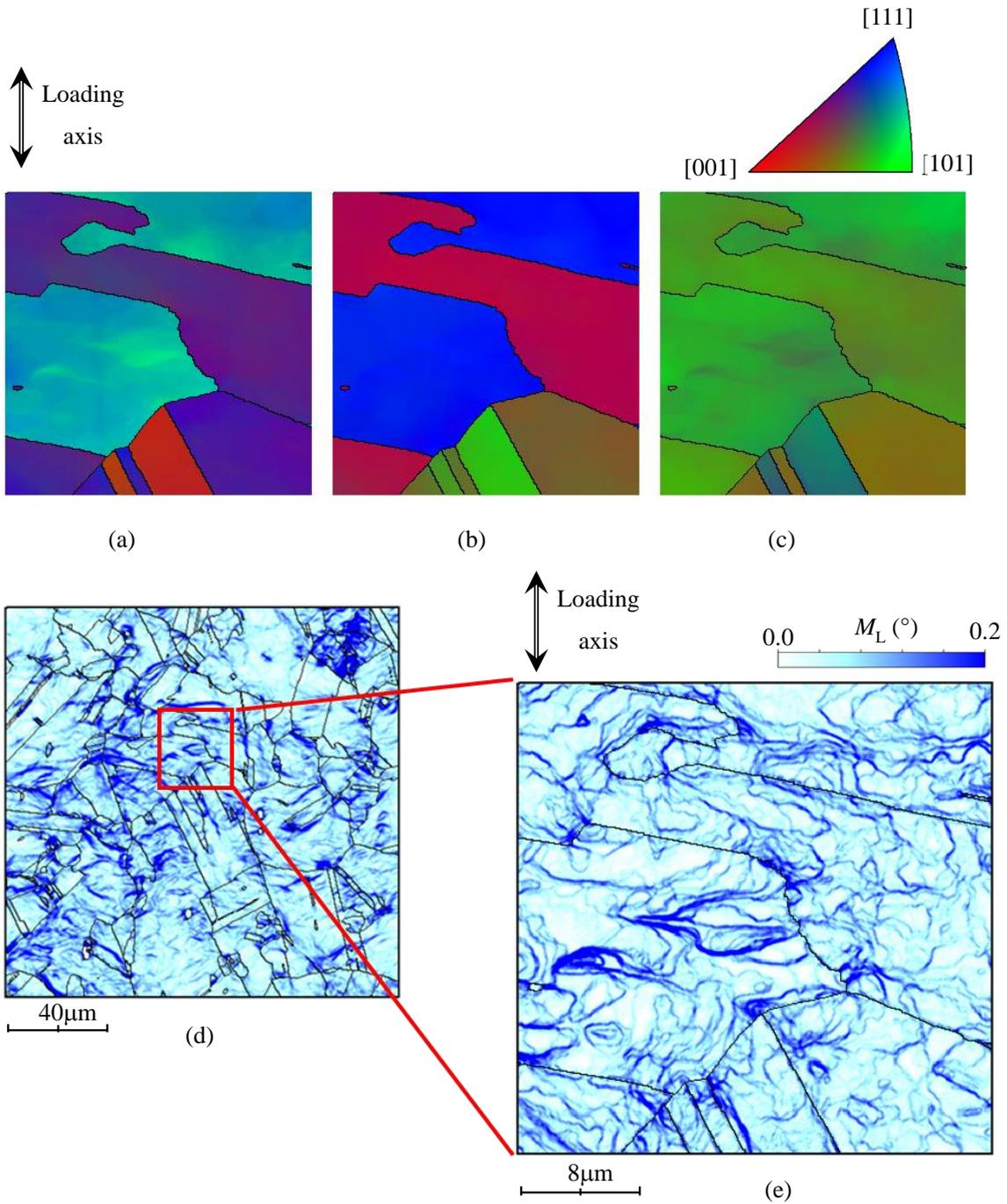


Fig.4-38 EBSDによる疲労損傷中の純銅の結晶方位と M_L の分布測定, $N/N_F=0.18\%$, 2回目, (a) LD, (b) TD, (c) ND, (d) M_L ($d=0.4\mu\text{m}$), (e) M_L ($d=0.08\mu\text{m}$), ($\Delta\sigma=97\text{MPa}$, 応力比 $R=0.01$, 繰返し数 5Hz) .

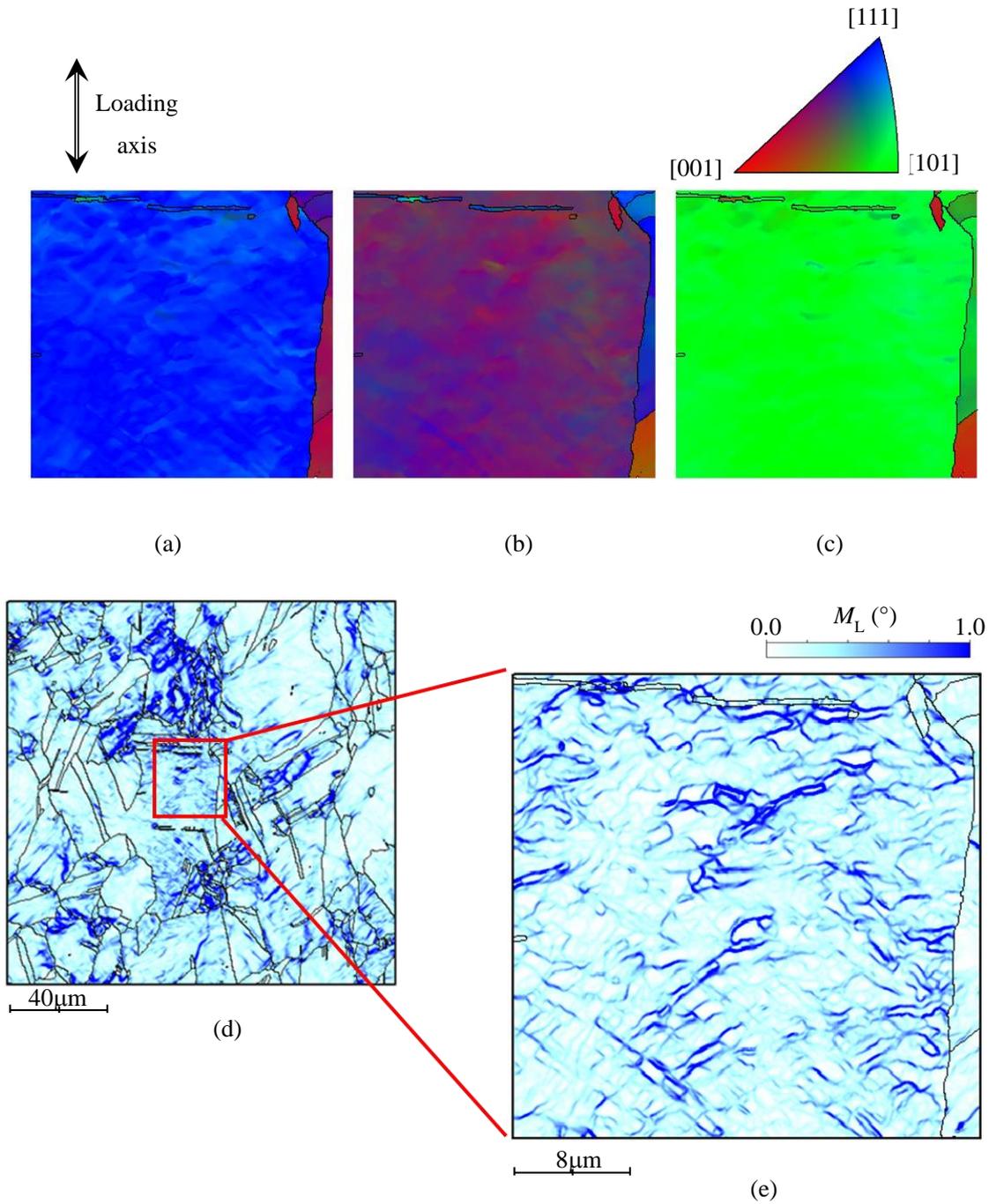


Fig.4-39 EBSD による疲労損傷中の純銅の結晶方位と M_L の分布測定, $N/N_F = 53\%$, 2 回目, (a) LD, (b) TD, (c) ND, (d) M_L ($d=0.4\mu\text{m}$), (e) M_L ($d=0.08\mu\text{m}$), ($\Delta\sigma=97\text{MPa}$, 応力比 $R=0.01$, 繰返し数 5Hz) .

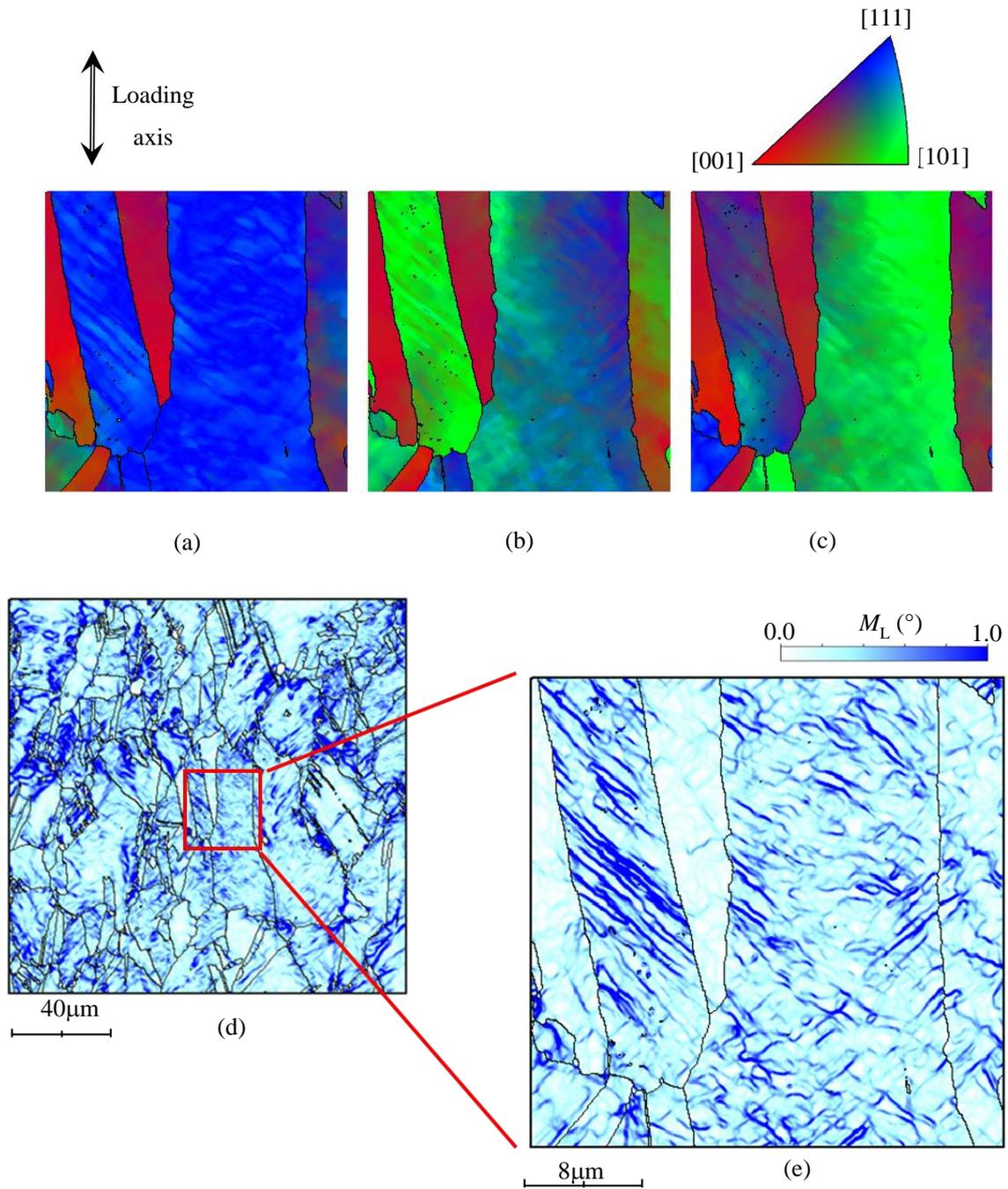


Fig.4-40 EBSDによる疲労損傷中の純銅の結晶方位と M_L の分布測定, $N/N_F=100\%$, 2回目, (a) LD, (b) TD, (c) ND, (d) M_L ($d=0.4\mu\text{m}$), (e) M_L ($d=0.08\mu\text{m}$), ($\Delta\sigma=97\text{MPa}$, 応力比 $R=0.01$, 繰返し数 5Hz) .

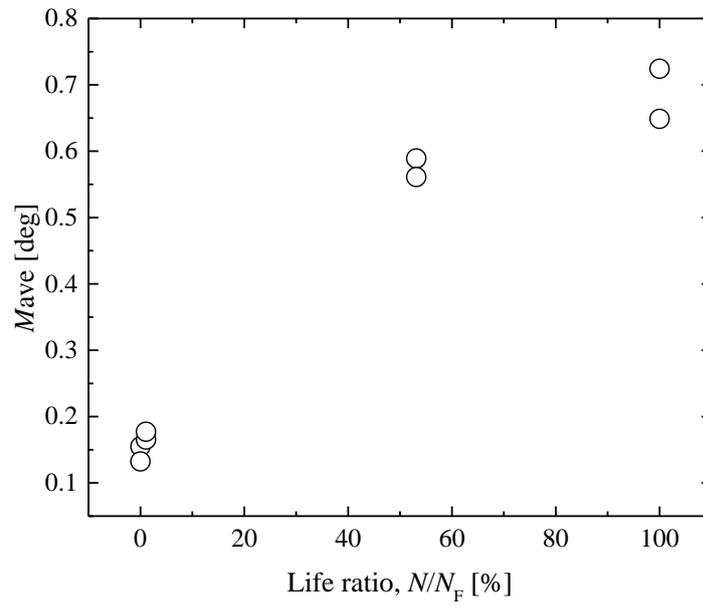


Fig.4-41 EBSDによる疲労損傷中の純銅の結晶方位差平均 M_{ave} .

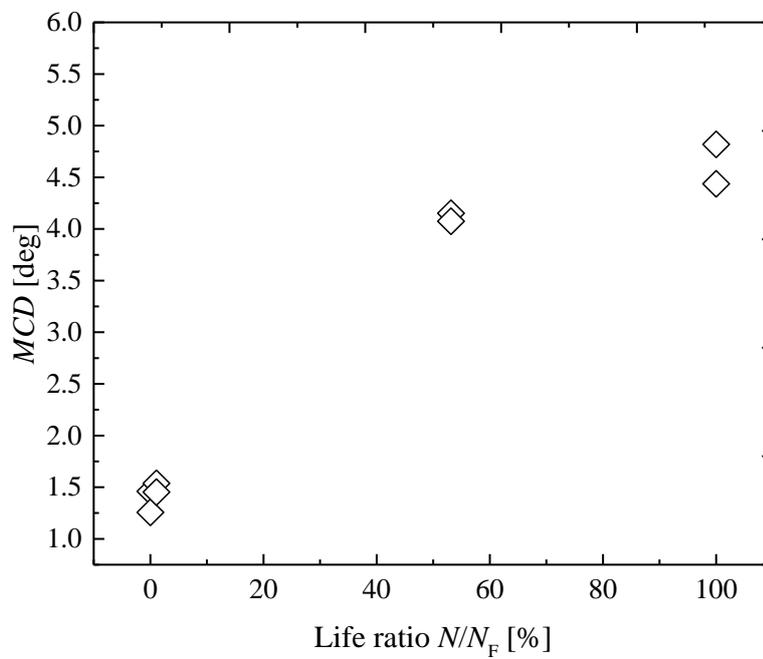


Fig.4-42 EBSDによる疲労損傷中の純銅の結晶方位変化 MCD .

4-10 非線形超音波挙動と微細組織との関係

前節 4-6, 4-7 で得られた非線形超音波量 $\Delta f/f_0$, $A_3/(A_1A_2)$, 減衰係数 α , 相対音速 V/V_0 の変化を, 前節 4-8 で得られた TEM による組織観察と, 4-9 で得られた EBSD による結晶方位差 M_L , MCD の測定結果と比較し, 非線形超音波挙動の変化と繰返し疲労による組織変化の関係を議論した。

4-10-1 非線形超音波量 $\Delta f/f_0$, $A_3/(A_1A_2)$ の変化と転位組織の関係

Fig.4-43 に特徴的な NNRUS の挙動と TEM による組織観察結果との比較を示した。各点をそれぞれ (a) 未損傷材 ($N/N_F=0\%$), (b) 疲労試験直後 ($N/N_F=0.18\%$), (c) 非線形超音波量 $\Delta f/f_0$ の増加前 ($N/N_F=53\%$), (d) 破断寿命付近 ($N/N_F=100\%$) である。(a) の状態では, 組織には転位線が広範囲に均等に分布し, 転位密度は低い。(a) ~ (b) の疲労初期に V/V_0 は大きく減少した。その後, 破断に至るまで緩やかに減少する傾向を示した。組織観察の結果, 疲労の蓄積に伴い, すべり線が増加している。式 (3-12) より, 音速の変化と転位密度, 転位線の長さの間には反比例の関係があり音速が減少すれば転位密度と転位長さは正の値をとり減衰係数は増加する。反対に音速が増加すれば減衰係数は減少するため, すべり線上の転位密度の増加によって音速が低下したと考えられる。

固体中の超音波非線形性の要因について, 古典的な要因として 2-2 節に示した, (1) 原子間ポテンシャルの非対称性に由来する非線形効果[54-56], (2) 微視欠陥による内部摩擦 [45], (3) 微小き裂の開閉口による超音波波形の歪みによる非線形性[9.57]の 3 つの因子が考えられる。Fig.4-43 より, 疲労寿命の全体にわたってき裂が観測されておらず, 原子間ポテンシャルの影響はヒステリシス効果と分けて捉える事が出来ないことから, NNRUS の挙動は原子間ポテンシャルとヒステリシス効果に因るものと考えられる。また, 応力ひずみ曲線のヒステリシス効果による音響エネルギーの散逸割合が内部摩擦の形で超音波減衰として観測されることから, Fig.4-8, Fig.4-9 にみられる NNRUS の測定結果はすべり

線上に堆積した可動転位密度の増加に因る影響があると考えられる。Cantrell[92]は疲労損傷を与えた金属材料の詳細な組織観察から疲労損傷中の超音波非線形性の要因として、(1)弾性的な応力-ひずみ関係による非線形性、(2) 転位単極子の発生と消滅、(3) 転位双極子密度と再構造、(4) き裂生成と成長による非線形パラメータの増加を挙げており、これを Fig.4-43 の NNRUS による非線形超音波量の変化と組織観察結果と比較した。

Fig.4-43 (a) 疲労前の点では転位密度が低く α と $\Delta f/f_0$, $A_3/(A_1A_2)$ の値は低い。Fig.4-43

(b) 点では転位密度の増加に伴い、 α と $\Delta f/f_0$, $A_3/(A_1A_2)$ の値は微増している。Fig.4-43

(b) 付近で僅かに転位密度が上昇し、格子状の組織が見える Fig.4-43 (b) ~ (c) 間の $N/N_F=20\%$ 付近で、 α の乱れと $\Delta f/f_0$ が減少した。繰返し荷重を受けた金属内には結晶格子面に刃状転位とらせん転位があり、すべり面を移動した正負のらせん転位は交差すべり面を介し、相互作用によって消滅し、転位単極子密度が増減するため、この間に転位単極子による刃状転位とらせん転位の発生と消滅が生じ、可動転位密度が減少したと考えられる。 $N/N_F=20\sim 80\%$ の間に疲労の蓄積により、一次すべり面上を移動した異極性の転位が互いの応力場による安定した双極子となり、転位双極子密度が増加することで、多数の転位の堆積により、転位多重極子によるすべりへの障害となり、転位の板状組織を含む再構造化によりセル構造化が生じたと考えられる[92]。この間に、 α は緩やかに増加するが $\Delta f/f_0$ は大きな変化を示していない。しかし $A_3/(A_1A_2)$ は $N/N_F=50\%$ 付近から変化量の増加を示している。Fig.4-36 (c), (d) 間に $\Delta f/f_0$ と $A_3/(A_1A_2)$ が急激な増加を示したことから、引き伸ばされたようなセル構造化による転位線長さの増加と等軸のセル構造化により $\Delta f/f_0$, $A_3/(A_1A_2)$ は増加し、セル構造内部の可動転位の減少によって破断直前に $\Delta f/f_0$ と $A_3/(A_1A_2)$ の値が減少したと考えられる。

転位運動と超音波減衰について、Granato-Lücke の弦モデル[28]では、転位周りのひずみエネルギーは転位線長さに比例し、転位はより安定な状態となるように引き合う性質を、張力を持つ弦と等価であるとした。式 (3-11) より減衰係数 α は転位密度 A に比例し、転位

線長さ L の 4 乗に比例して増加することから固着点間の転位は円弧を描くように張り出しを起し、粘性効果により超音波のエネルギーを吸収する。この超音波エネルギーの吸収は不可逆的な力学過程により熱エネルギーとして発散される。これが超音波減衰として観測され、超音波減衰はヒステリシスを伴って発現する。以上の理由から本研究において測定された NNRUS と転位運動の変化には明確な相関関係があり、疲労損傷中に計測された NNRUS による $\Delta f/f_0$ と $A_3/(A_1A_2)$ の変化は可動転位の運動に支配されていると考えられる。

4-10-2 非線形超音波量 $\Delta f/f_0$, $A_3/(A_1A_2)$ の変化と結晶方位差の関係

Fig.4-44, に前節 4-9 で得られた M_{ave} 及び MCD と疲労繰返し数の増加に伴う $\Delta f/f_0$ の変化量を, Fig.4-45 に M_{ave} 及び MCD と $A_3/(A_1A_2)$ の変化量を示す。横軸は寿命比で一致させ比較に用いた。Fig.4-44, Fig.4-45 より M_{ave} , MCD は同じ挙動をとりながら疲労の蓄積とともに増加を示し, N/N_F の 50% 付近から変化量が減少し破断に至っている。この寿命比は, $\Delta f/f_0$, $A_3/(A_1A_2)$ が大きな変化を見せる前と一致している。前節 4-9-7 よりこの寿命比ですべり線が観察されていることから, $\Delta f/f_0$, $A_3/(A_1A_2)$ の値が増加を始めた $N/N_F=53\%$ で繰返し疲労による転位のセル構造が発達したと考えられる。

前節 4-8 の TEM 観察結果と前節 4-9 の EBSD による結晶方位差測定により, 繰返し疲労による転位の移動によって生じたセル組織の発達による微小き裂の開閉口による非線形効果[9]によって, 疲労寿命の末期に $\Delta f/f_0$ の変化量と, M_{ave} や MCD の変化量の間には差が現れたと考えられる。

$A_3/(A_1A_2)$ では $\Delta f/f_0$ よりも早い寿命比から変化量の増加が見られた。これは非線形 3 波相互作用法では 2 つの弾性波を用いて干渉波を発生させているため, NNRUS 法に比べ, 超音波によるひずみ振幅が大きいと、微視組織の変化に対する非線形超音波量の敏感さとして現れたと考えられる。Fig.4-46 に疲労進展中の非線形超音波量挙動と転位組織変化の模式図を示す。図中 ρ を可動転位密度として非線形超音波挙動の関係を考えると, 繰返し疲労の初

期に正負の転位は発生と消滅を繰り返すため、 ρ は減少する。表面での MCD の変化は大きい。疲労寿命の半ばではすべり線の増加と転位の釘付けによる転位の堆積が起こり ρ は増加。セル構造が生成されることで MCD 及び非線形超音波量が増加を始め、疲労の末期では微細化したセル内部の転位密度が増加し非線形超音波量がピークを示す。疲労による組織変化は内部に進展するため、この間に EBSD による MCD の変化割合が減少する。破断直前では可動転位が減少し、き裂が発生。可動転位の減少により非線形超音波量が減少すると考えた。

EMAR 法による超音観察結果と波の送受信は試験片内部の共鳴状態を捉え、EBSD 及び TEM による組織観察は限定された表面の観察であり、これらの組織変化と異なる測定領域の超音波挙動に相関関係が見られることから試験片内部全体に渡って、同様の可動転位密度の変化が起こっていると考えられる。

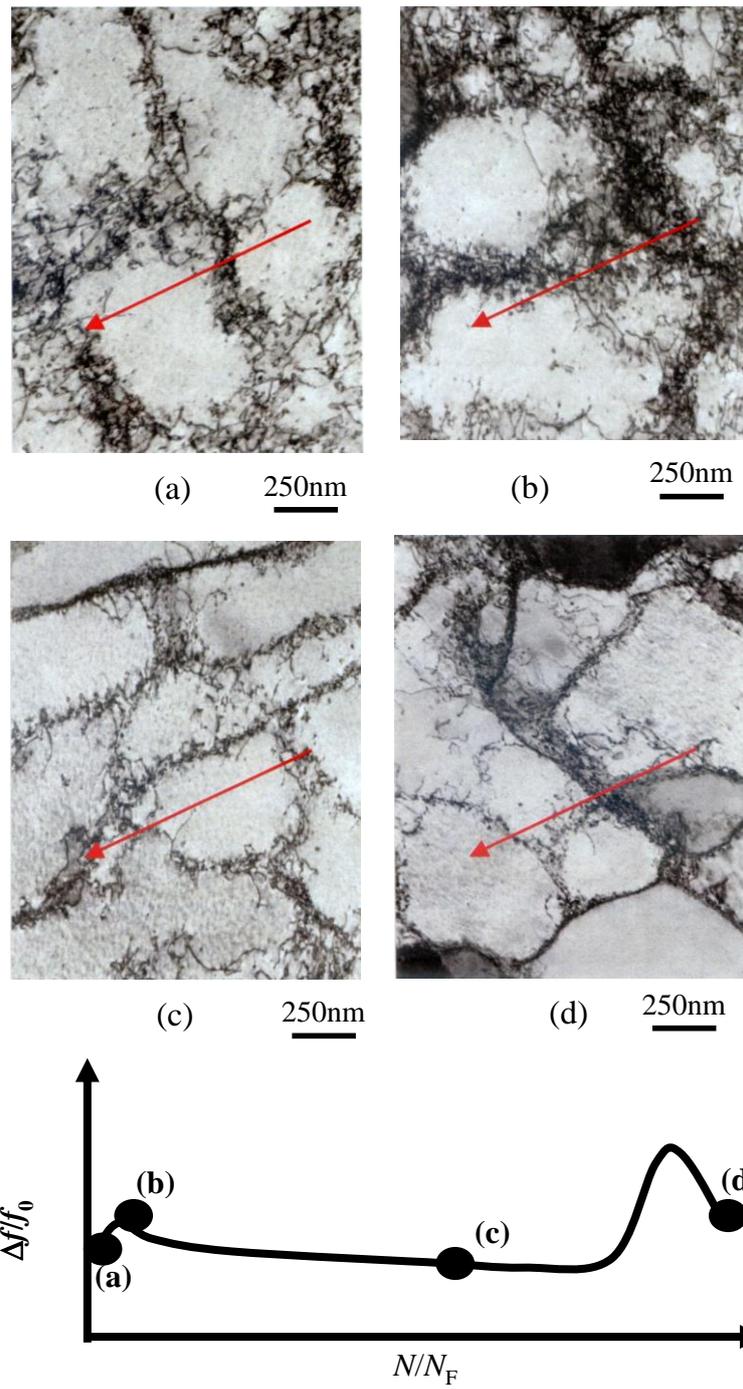


Fig.4-43 TEMによる疲労損傷中の純銅の微細組織変化, (a) $N/N_F=0\%$, (b) 0.18%, (c) 53%, (d) Near failure, ($\Delta\sigma=97\text{MPa}$, 応力比 $R=0.01$, 繰返し数 5Hz) 矢印：荷重方向.

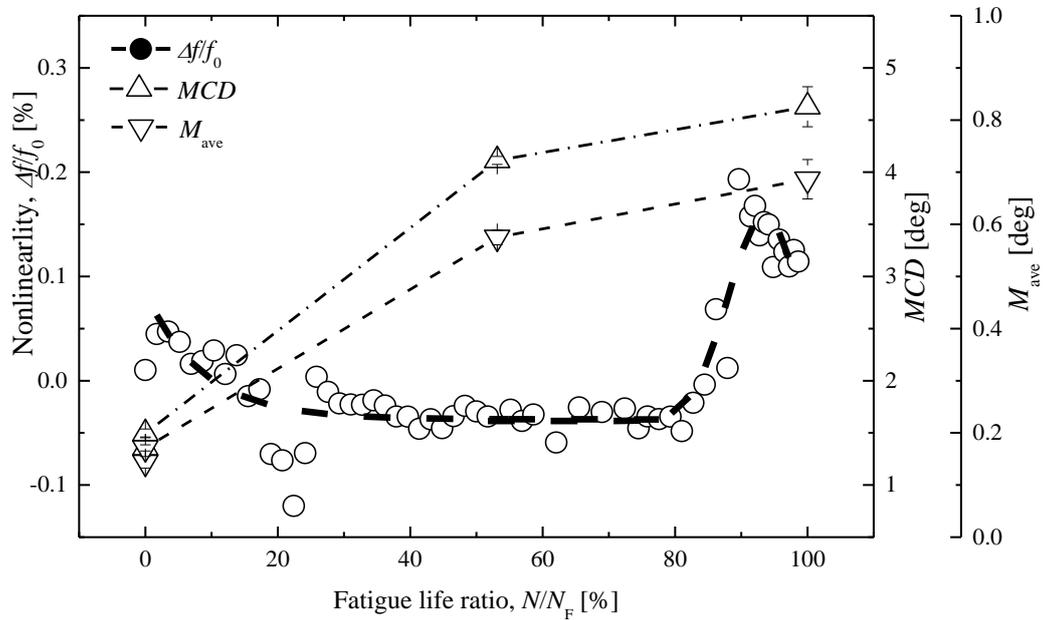


Fig.4-44 繰り返し疲労試験中の $\Delta f/f_0$ とEBSDによる M_{ave} , MCD , による組織変化の比較 ($\Delta\sigma=97\text{MPa}$, 応力比 $R=0.01$, 繰返し数 5Hz) .

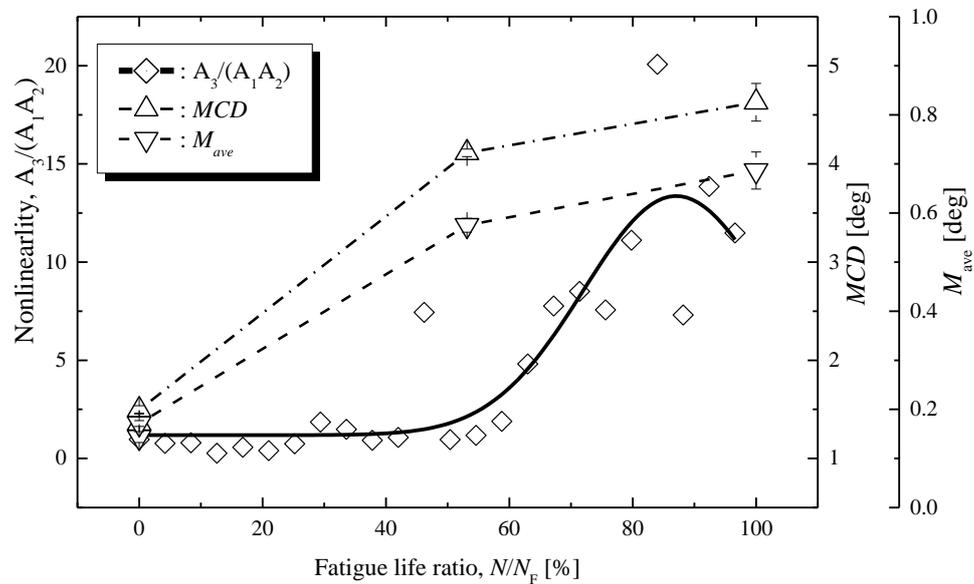


Fig.4-45 疲労進展中の非線形超音波量 $A_3/(A_1A_2)$ と M_{ave} , 結晶方位変形量 MCD の変化 ($\Delta\sigma=97\text{MPa}$, $R=0.01$, 偏向方向は荷重方向と一致) .

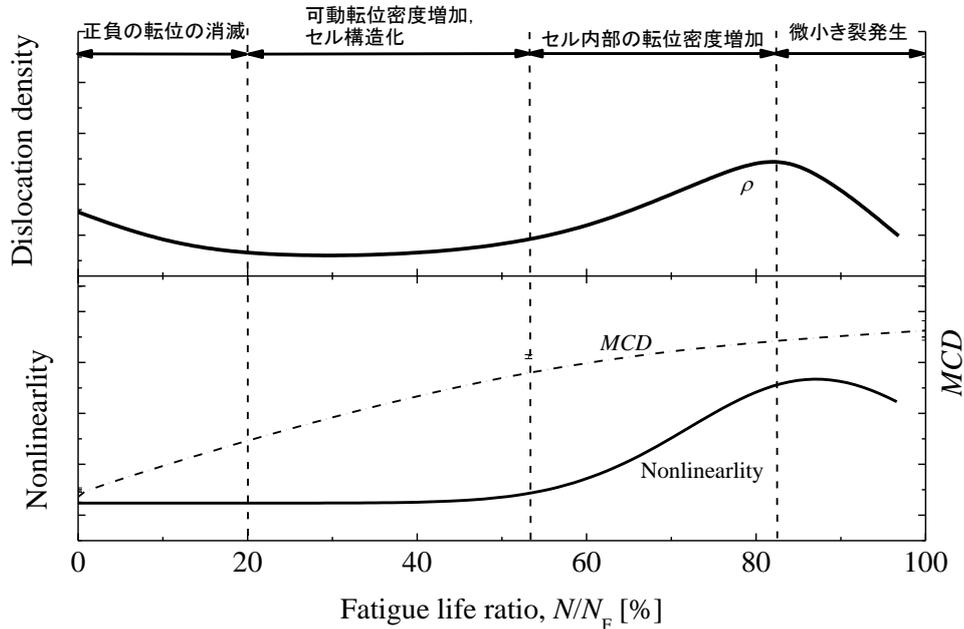


Fig.4-46 疲労進展中の非線形超音波量挙動と転位組織変化の模式図.

4-11 まとめ

純銅の板状試験片に片振り疲労損傷を与え、EMAR法を用いた非線形超音波量の変化をNNRUS法によって測定した結果、 $N/N_F=50\%$ 付近から非線形超音波量は増加を始め、破断に至ることが分かった。また非線形3波相互作用法を用いた非線形超音波量の変化 $A_3/(A_1A_2)$ を破断に至るまで測定した結果、 $N/N_F=50\%$ 付近から非線形超音波量は増加を始め、80%付近でピークを示した後、破断に至ることが分かった。この非線形超音波挙動は超音波減衰挙動と同じ挙動を示し破断に至ったことから、TEM観察及びEBSDによる組織観察を行った結果、この非線形超音波量の変化は転位組織の変化を捕えていることが明らかとなった。この非線形超音波量の変化は超音波減衰係数の測定結果よりも、大きな値を示したため、EMAR法を用いたNNRUS法、非線形3波相互作用法は転位等の微細組織の変化を捕えられる可能性があることがわかった。 $A_3/(A_1A_2)$ の変化はNNRUSを用いた非線形超音波量 $\Delta f/f_0$ の

測定結果よりも大きな値を示し、転位組織の変化に対する敏感さも優れていると考えられるため、疲労き裂発生前の微細組織の変化を捉えることで疲労余寿命予測に利用できる可能性がある。現在の手法では複数の探触子を用いて測定対象に対向させて設置する必要があるため、実機への適用は難しい。今後、単一の探触子を用いて非線形3波相互作用を発生させられるよう新たな探触子を作成することで、実機計測への適用性が増すと考えられる。

5章 A5052 の疲労進展中の非線形超音波特性の変化

5-1 はじめに

本章では一般構造用アルミニウム合金 A5052 材の板状試験片を片振り疲労させ、疲労進展中の非線形超音波量の変化を、EMAR 法を用いた NNRUS による $4f/f_0$ と非線形 3 波相互作用による非線形超音波量 $A_3/(A_1A_2)$ を破断に至るまで測定した。

5-2 試験片

試験片には一般構造用鋼アルミニウム合金 A5052 の板材を用いた。試験片形状を Fig.5-1 に、機械的性質を Table5-1、化学成分 (mass%) を Table5-2 に示す。試験片にはき裂発生箇所を限定するため、試験片中央部に応力集中部[94]を設けた。応力集中係数は 3.065 である。測定は試験片中央部 (斜線部) で行う。

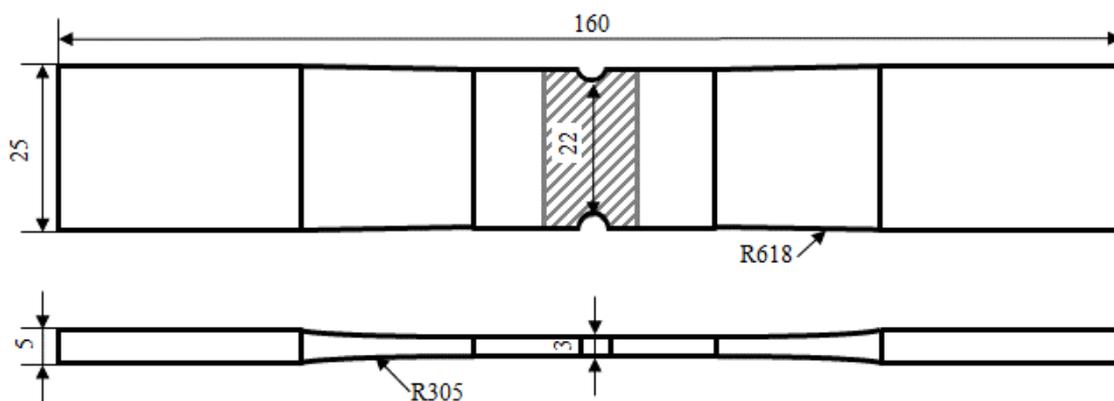


Fig.5-1 Al 試験片の寸法と形状 [単位 : mm].

Table5-1 A5052 材の機械的性質.

引張強さ [MPa]	伸び [%]	ブリネル硬さ [10/500]
196	28	47

Table5-2 A5052 材の化学成分 (mass %) .

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Cr	Al
0.08	0.21	0.05	0.04	2.52	0.04	0.20	Bal

5-3 NNRUS による非線形超音波量の測定

NNRUS による $\Delta f/f_0$ の測定には 3 次の共鳴モードの $f_3=1.39[\text{MHz}]$, 8 次の共鳴モード, $f_8=4.22[\text{MHz}]$ を用いた。RAM5000SNAP の出力 10% を最も低いひずみ振幅の周波数 f_0 とし 10~100% まで 10 段階にわたってひずみ振幅を増加させ, $\Delta f/f_0$ の変化量を測定した。測定には補正法[33]を用いて計測を行った。Fig.5-3 に NNRUS による $\Delta f/f_0$ の測定結果を示す。横軸をサイクル数 N と破断サイクル数 N_F の比である寿命比 $N/N_F[\%]$ で表した。試験条件は応力振幅 $\Delta\sigma=75.8\text{MPa}$, 応力比 $R=0.01$, $N_F=280,271\text{cycle}$ 。 $\Delta f/f_0$ の変化は f_8, f_3 のどちらも特定の寿命比で特徴的な変化量を示さず, 殆ど変化が見られなかった。Fig.5-4 に超音波減衰係数 α の測定結果を示す。 f_3 の α の変化は疲労の進展に伴い破断まで増加してゆく傾向が見られたが, 非常にばらつきが多かった。 f_8 の α の値は初期から $N/N_F=40\%$ 付近まで減少し, その後増加し, 80% 付近で最も大きな値を示し破断に至った。

Fig.5-5 に相対音速比 $\Delta V/V_0$ ($\Delta V=V-V_0$, V_0 =初期の音速) の測定結果を示す。 $\Delta V/V_0$ は $N/N_F=10\%$ 付近まで減少し, その後, 疲労進展に伴い微増し, 破断に至る事がわかった。この時の $\Delta V/V_0$ の変化はどちらも最大で 0.2% 程度であり, $\Delta V/V_0$ はほとんど変化していない。これら超音波特性の変化は, A5052 材は疲労進展中に大きな転位密度の変化が生じていない, あるいは NNRUS によって試験片内に十分なひずみ振幅が生じていない可能性がある。特に $\Delta f/f_0$ の変化は内部摩擦の増加によるヒステリシスによって非線形超音波量が増加するため, この内部摩擦は超音波減衰係数 α の形でも観測される。非線形超音波は必ずしも超音波減衰を伴わないため, $\Delta f/f_0$ と α の変化には相関関係が見られないことから転位の運動の影響による内部摩擦が小さく, $\Delta f/f_0$ で捕えられなかったのではないかと考えられる。

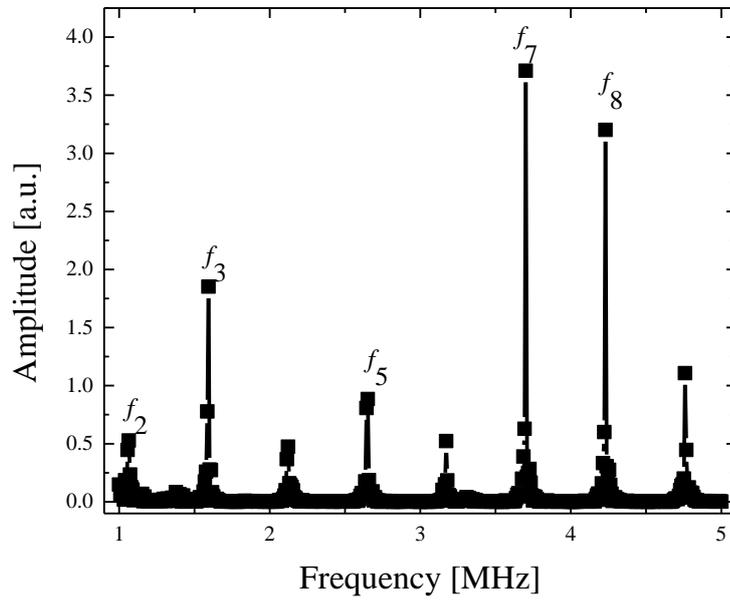
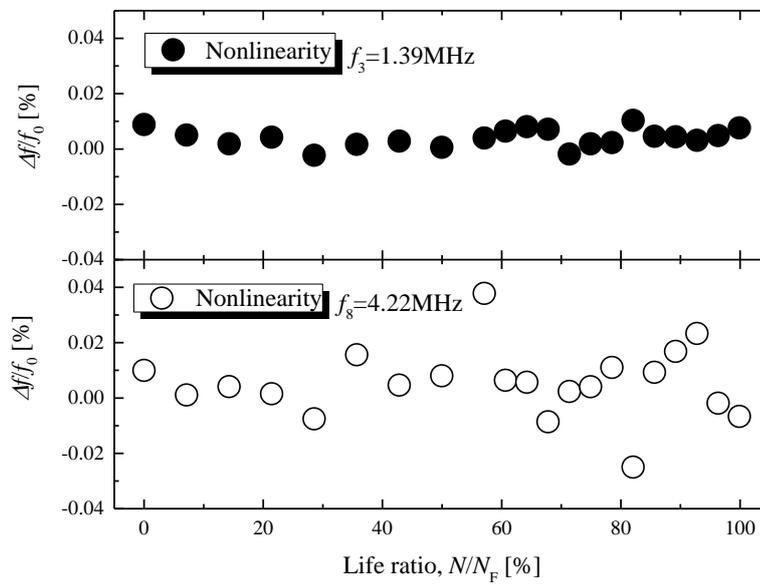


Fig.5-2 A5052 試験片の共鳴スペクトル.



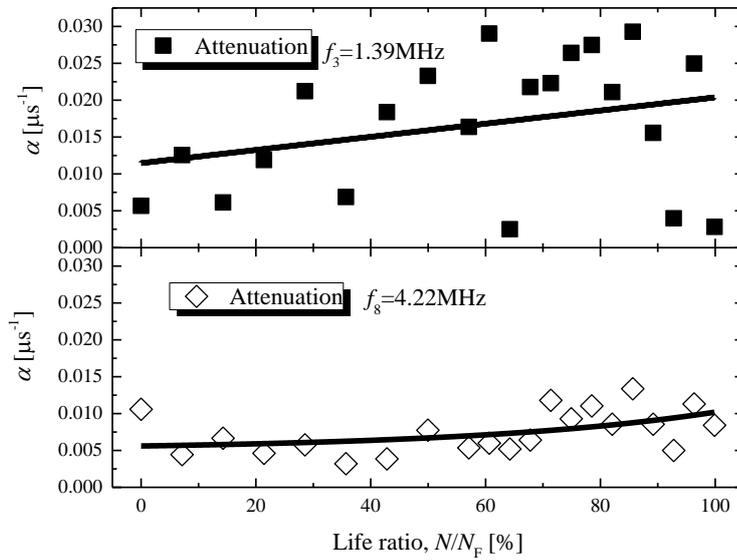


Fig.5-4 疲労進展中の超音波減衰 α の変化 ($f_3=1.39$ [MHz], $f_8=4.22$ [MHz], $\Delta\sigma=75.8$ MPa, $R=0.01$, $N_F=280,271$ cycle, 偏向方向荷重と一致) .

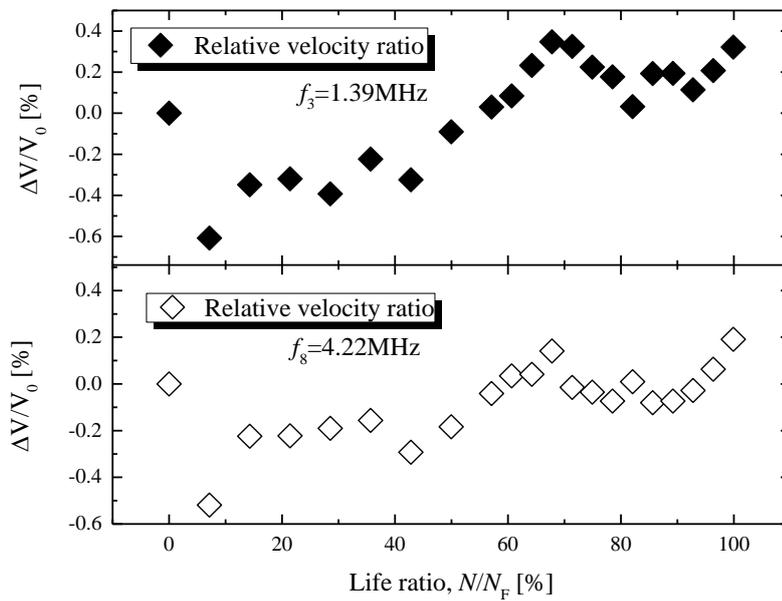


Fig.5-5 疲労進展中の相対音速比 $\Delta V/V_0$ の変化 ($f_3=1.39$ [MHz], $f_8=4.22$ [MHz], $\Delta\sigma=75.8$ MPa, $R=0.01$, $N_F=280,271$ cycle, 偏向方向荷重と一致) .

5-4 非線形 3 波相互作用法による非線形超音波量の測定

疲労中の非線形 3 波相互作用による非線形超音波量 $A_3/(A_1A_2)$ の測定結果を示す。 $A_3/(A_1A_2)$ の測定には差の周波数成分を用いた。差の組み合わせは 3 次の共鳴モード, $f_3 = 1.39[\text{MHz}]$ と, 8 次の共鳴モード, $f_8 = 4.22[\text{MHz}]$ を用い, $f_8 - f_3 = f_5$ ($f_5 = 2.64[\text{MHz}]$) を振幅 A_3 とした。

Fig.5-6 に破断までの A_1 , A_2 , A_3 , の振幅の変化を示す。横軸を寿命比 N/N_F で表した。Fig.5-6 より, f_3 の振幅 A_1 は疲労進展の間, 破断に至るまで振幅が僅かに増加する傾向が見られた。反対に, f_8 の振幅 A_2 は $N/N_F = 40\%$ 付近まで増加の傾向を見せたが 40%以降減少し, 60%付近からはほとんど変化していない。 $f_8 - f_3$ の振幅 A_3 は初期から $N/N_F = 40\%$ 付近まで減少した後, 再び変化量が増加の傾向を示し破断に至った。

Fig.5-7 に $A_3/(A_1A_2)$ の測定結果を示す。横軸を寿命比 N/N_F で表した。 $A_3/(A_1A_2)$ は疲労の初期には大きな変化を見せないが $N/N_F = 50\%$ 付近から変化量が増加し, 90%付近でピークを示し, その後減少し破断に至った。 $A_3/(A_1A_2)$ の最大の変化量は初期値の約 8 倍であり, 他の超音波特性には見られなかった特定の寿命比で変化量の増加が見られた。Fig.5-8, Fig.5-9, に超音波の偏向方向が荷重方向に直交の場合を示す。 $A_3/(A_1A_2)$ の測定結果を示す。振幅 A_3 は初期から破断まで緩やかに減少し, A_1 は破断まで大きな変化を示さなかった。 A_2 は $N/N_F = 60\%$ 付近まで増加していたが, その後急激に減少し非常に小さな振幅しか示さなかった。 $A_3/(A_1A_2)$ は $N/N_F = 50\%$ 付近から変化量が増加し, 80%付近でピークを示し, その後減少し破断に至り, 偏向方向に依らず, 寿命比に一定の挙動を示した。

次に応力振幅 $\Delta\sigma = 75.8\text{MPa}$, 応力比 $R = 0.01$ で疲労試験を行い, 疲労き裂の発生までの非線形超音波挙動を測定した際の振幅の変化を Fig.5-10 に示す。使用した周波数は 5 次の共鳴モードの周波数 f_5 (2.65MHz 近傍) を A_1 , 7 次の共鳴モードの周波数 f_7 (3.70MHz 近傍) を A_2 , $f_7 - f_5 = f_2$ (1.03MHz) を振幅 A_3 とした。横軸を N/N_F の寿命比で示した。 N_F は試験片表面にき裂が確認された繰り返し数, 約 20,000cycle とした。Fig.5-10 より, f_5 の振幅 A_1 は初期から $N/N_F = 20\%$ 付近まで増加した後, き裂発生までに減少していった。 f_7 の振幅 A_2 は N/N_F

=50%付近まで増加した後、減少し破断に至った。 F_7-f_5 の振幅 A_3 は $N/N_F=20\%$ 付近まで増加した後減少し、その後増加と減少を繰り返しながら破断に至った。

Fig.5-11 に $A_3/(A_1A_2)$, α , V/V_0 の測定結果を示す。Fig.5-11 より、 α の値は初期から N/N_F の 50%にかけて減少し、その後ほぼ一定の値を取り、破断直前に変化量が増加した。 V/V_0 は疲労寿命の全体に渡り、僅かに減少したが、最大の変化量は初期値の 1%以下であったためほとんど変化していない。 $A_3/(A_1A_2)$ は疲労の初期から 50%付近まで僅かに減少し、60%付近から変化量が増加し 90%付近でピークを示し、その後、減少し破断に至った。 $A_3/(A_1A_2)$ の最大の変化量は初期値の約 3 倍であった。この $A_3/(A_1A_2)$ の変化挙動は、異なる破断寿命、異なる周波数モードを用いた非線形 3 波相互作用の結果である Fig.5-7, Fig.5-9 の $A_3/(A_1A_2)$ と同じ挙動を示していることから、 $A_3/(A_1A_2)$ による非線形超音波挙動は、破断寿命によらない挙動であるといえる。

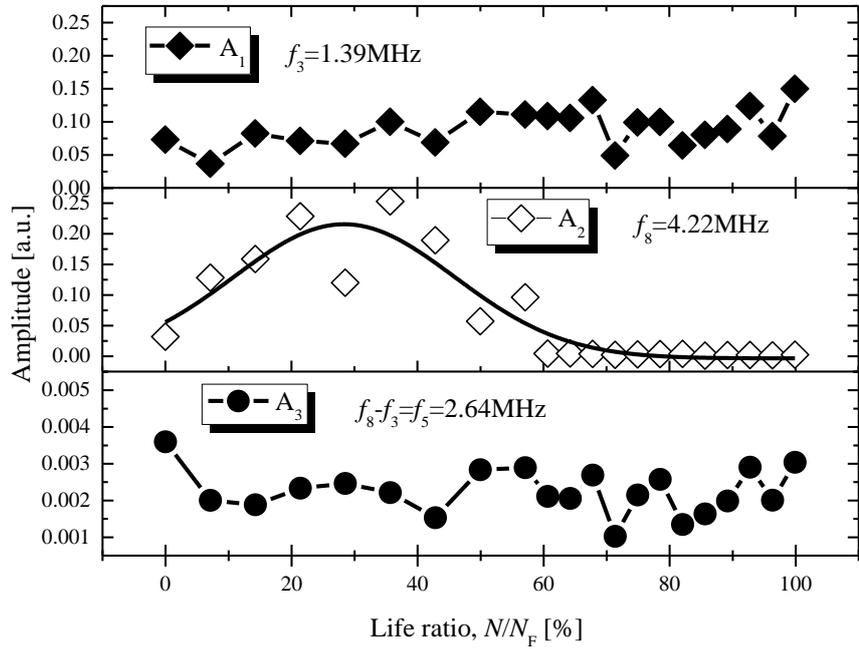


Fig.5-6 疲労進展中の振幅変化 ($f_3=1.39$ [MHz], $f_8=4.22$ [MHz], $f_8-f_3(f_5=2.64$ [MHz]), $\Delta\sigma=75.8$ MPa, $R=0.01$, $N_F=280,271$ cycle, 偏向方向荷重と一致).

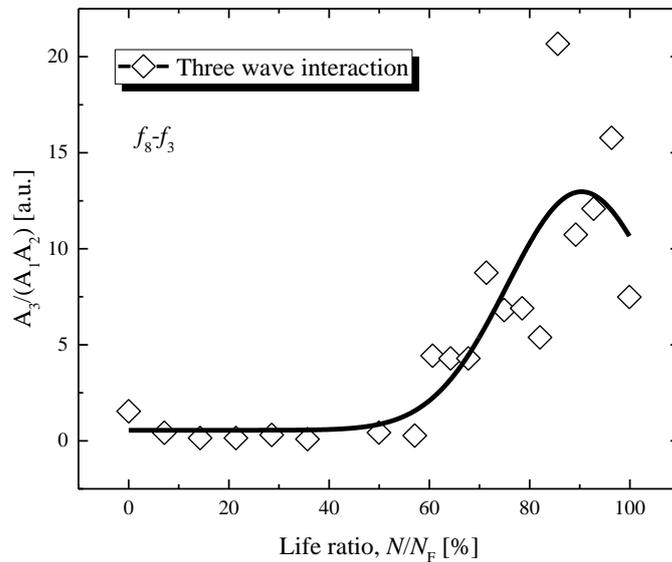


Fig.5-7 疲労進展中の $A_3/(A_1A_2)$ による非線形超音波量の変化 ($f_3=1.39$ [MHz], $f_8=4.22$ [MHz], $f_8-f_3(f_5=2.64$ [MHz]), $\Delta\sigma=75.8$ MPa, $R=0.01$, $N_F=280,271$ cycle, 偏向方向荷重と一致).

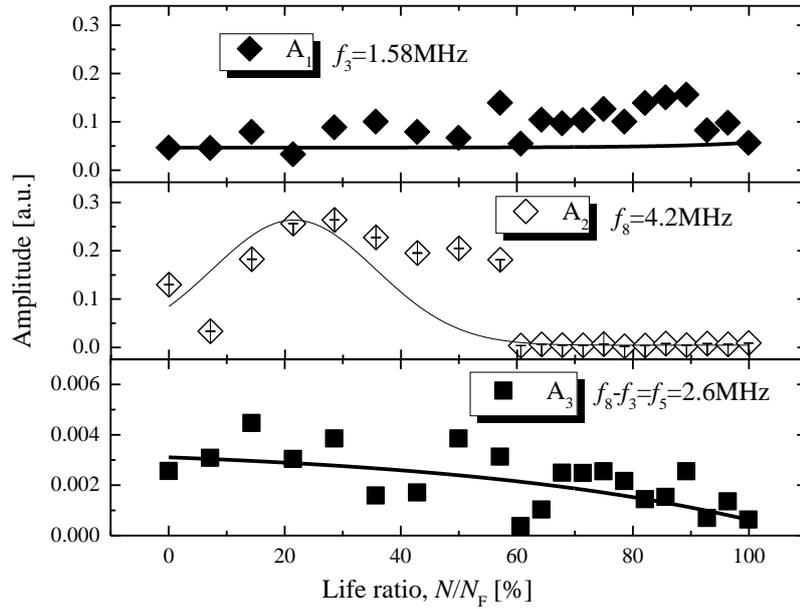


Fig.5-8 疲労進展中の振幅変化 ($f_3=1.39$ [MHz], $f_8=4.22$ [MHz], $f_8-f_3(f_5=2.64$ [MHz]), $\Delta\sigma=75.8$ MPa, $R=0.01$, $N_F=280,271$ cycle, 偏向方向荷重と直交).

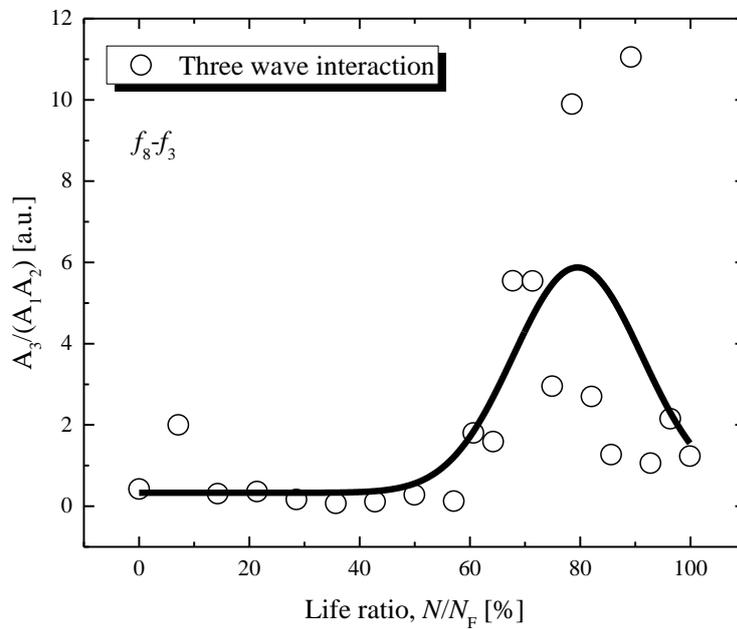


Fig.5-9 疲労進展中の $A_3/(A_1A_2)$ による非線形超音波量の変化 ($f_3=1.39$ [MHz], $f_8=4.22$ [MHz], $f_8-f_3(f_5=2.64$ [MHz]), $\Delta\sigma=75.8$ MPa, $R=0.01$, $N_F=280,271$ cycle, 偏向方向荷重と直交) .

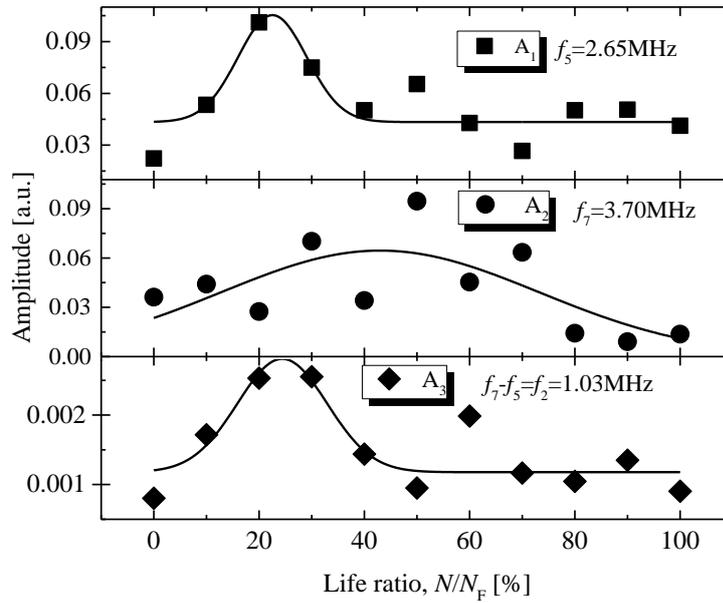


Fig.5-10 き裂発生までの疲労進展中の振幅変化 ($f_5=2.65$ [MHz], $f_7=3.70$ [MHz], $f_7-f_5(f_2=1.03$ [MHz]), $\Delta\sigma=75.8$ MPa, $R=0.01$, $N_F=200,000$ cycle, 偏向方向荷重と一致) .

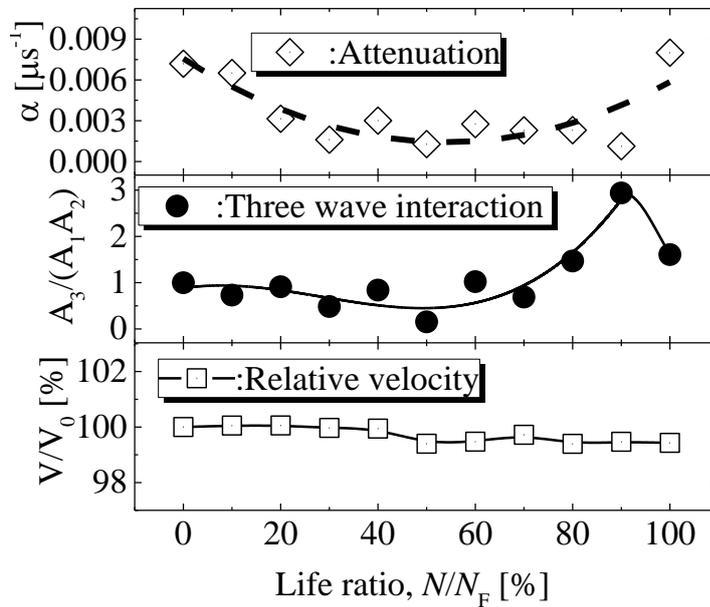


Fig.5-11 疲労き裂発生までの $A_3/(A_1 A_2)$ による非線形超音波量の変化 ($f_5=2.65$ [MHz], $f_7=3.70$ [MHz], $f_7-f_5(f_2=1.03$ [MHz]), $\Delta\sigma=75.8$ MPa, $R=0.01$, $N_F=200,000$ cycle, 偏向方向荷重と一致) .

5-5 疲労進展中の A5052 材の非線形超音波挙動の因子

5-4 節より片振り疲労損傷を与えた A5052 材の疲労進展中の非線形超音波特性の測定において、NNRUS による非線形超音波量 $\Delta f/f_0$ は特定の寿命比 N/N_F で変化量の増加が見られなかった。 $\Delta f/f_0$ の測定に必要なひずみ振幅が試験片に与えられていない可能性を考えたが、NNRUS の測定中、試験片表面が熱を持っていたことがわかった。A5052 に対し EMAT は渦電流を発生させるため、発熱による共鳴周波数の移動量への影響が現れたと考えられる。Hauptert[42]らは温度が 0.1°C 変わる毎に NRUS による周波数の変化に 0.01% の影響をおよぼし、これが弱い非線形性を示す材料の周波数の移動量に等しいことを明らかにした。また Feltner[95]は繰り返し疲労を受けたアルミニウムでは初期の繰り返し過程で形成された転位密度とセル構造は、疲労繰り返し数が増えてもわずかしか増加しないことを観察している。また Ogi[96]らは塑性変形を受けた純アルミニウムの超音波減衰の測定において、荷重を除荷した試験片の超音波減衰と音速が荷重前の数値に回復する傾向を報告している。この現象は、荷重が負荷されることにより、点欠陥が転位線上に移動し、可動転位となるが、荷重が除荷されることで点欠陥が回復し転位が釘付けされ、可動転位が減少すると考えられている。この回復現象は室温環境下において、荷重を除荷した直後から観測されている。4 章で $\Delta f/f_0$ の変化は減衰係数 α の変化挙動と相関が見られたことから転位密度の変化によるヒステリシスによるものであることが解っている、そして α の変化が非常に小さいことから、実際の測定までに転位の回復が生じ可動転位密度が減少したため、 $\Delta f/f_0$ の変化も同様に小さくなったと考えられる。Fig.5-12 に A5052 の繰り返し疲労の増加中の NNRUS による共鳴周波数の移動量を示す。試験条件は $f_3=1.39[\text{MHz}]$, $\Delta\sigma=75.8\text{MPa}$, $R=0.01$, $N_F=280,271\text{cycle}$ である。Fig.5-10 より A5052 の共鳴周波数の移動量は 10^{-4} の変化量であった。これに対し、Fig.4-7 に示した純銅を用いた共鳴周波数の移動量は 10^{-3} の変化量を示していた。EMAT を用いた NRUS によるひずみ振幅を測定するため、ネオアーク株式会社製 MLD-230D 光ヘテロダイン微小振幅測定器を用いて純銅と A5052 の未損傷材のひずみ振幅を測定した結果、

A5052の方がひずみ振幅の値は大きかった。このことから、繰返し荷重を受けたA5052では転位の回復が生じたため $\Delta f/f_0$ の変化挙動が大きな変化を示さず、熱等による外乱の影響を大きく受けてしまったと考えられる。また同じ非線形超音波法である非線形3波相互作用による非線形超音波量 $A_3/(A_1A_2)$ は $N/N_F=60\%$ から変化量が増加し、異なる共鳴周波数の組み合わせでも測定できている。NNRUSと非線形3波相互作用の要因は転位組織の運動にあることが4章の純銅の組織観察により明らかになっている。 $A_3/(A_1A_2)$ の測定では、試験片への共鳴周波数の送信は A_1 、 A_2 、 A_3 の計3回である。NNRUSの測定では最小の加振力10%から最大の加振力100%まで10回の送信を短時間で行い、補正法を含めれば20回の送信を行うため、渦電流の発生時間が長くなり発熱の影響が生じたと考えられる。

Fig.5-13にA5052試験片と純銅試験片の $A_3/(A_1A_2)$ の変化挙動の比較を示す。横軸は寿命比(N/N_F)で表すことで一致させている。A5052と純銅では応力振幅、破断寿命ともに異なるが、寿命比で一致させた場合、寿命の $N/N_F=50\%$ 付近から変化量が増加し、90%付近でピークを示し、破断に至る傾向が一致していることから、A5052の非線形超音波挙動も純銅と同じく転位の運動によるものと考えられる。共鳴周波数の移動を用いる $\Delta f/f_0$ と異なり、 $A_3/(A_1A_2)$ は振幅比を計測するため、2つの弾性波を内部に駆動しているため大きなひずみ振幅を生じさせることで非線形性を捉えている可能性がある。A5052の測定では、 $N/N_F=65\%$ 付近でFig.5-14に示すように、試験片表面にき裂のような線が顕微鏡観察により確認された。このき裂状の線は試験片表面を荷重方向に垂直に横断していた。このようなき裂状の組織は純銅の試験片では見られなかったことから、A5052の $A_3/(A_1A_2)$ の変化は微小き裂の開閉による影響も同様に捕えている可能性があると考えられる。Fig.5-11に示す目視出来るき裂が生じた時点で疲労試験を中断し、 $A_3/(A_1A_2)$ を測定した結果では、き裂発生によってそれまで増加の傾向にあった $A_3/(A_1A_2)$ の値は初期値と同じ程度まで減少している。これは微小き裂の非線形超音波量への影響は非常に大きい、き裂の増大によって非線形3波相互作用による非線形効果が妨げられ、非線形超音波量が減少し破断に至ったと考えられる。純

銅の $A_3/(A_1A_2)$ の変化量もセル構造の増加による結晶粒界が微小き裂の役割を果たしたことで、A5052 の $A_3/(A_1A_2)$ の変化挙動と同じ傾向を示したと考えられる。

Fig5-15 に疲労進展中の非線形超音波挙動と転位組織、微小き裂変化の模式図を示す。A5052 の疲労中、減衰係数は初期に減少し、その後ほとんど増加しなかったことから可動転位密度 ρ が余り増加しなかったと考えられる。しかし $N/N_F=60\%$ 付近から微小き裂と思われる線状の組織が観察されており、同じ寿命比付近から振幅比による非線形超音波量が増加していることから、A5052 の疲労中の非線形超音波量の変化は微小き裂の影響を捕えており、き裂が成長し開口すると非線形効果が生じず疲労寿命の末期に値が減少すると考えられる。

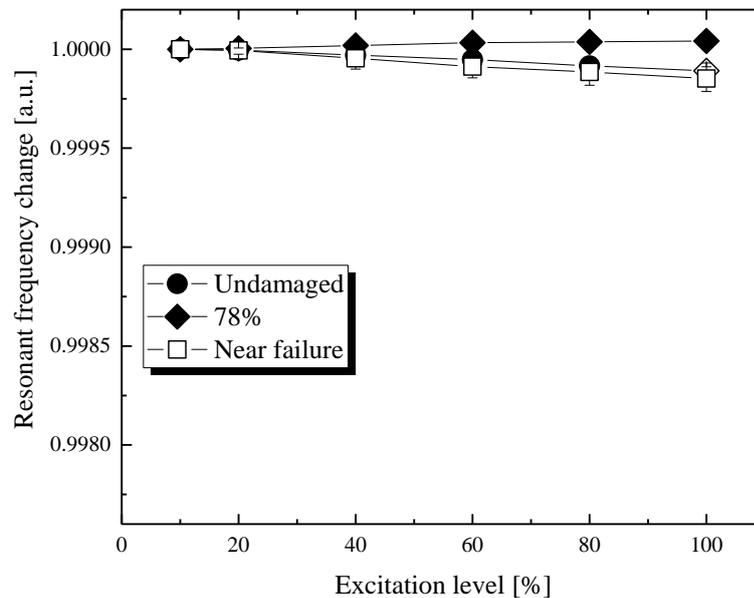


Fig.5-12 Al 試験片による疲労繰返しによる共鳴周波数の移動量, ($f_3=1.39$ [MHz], $\Delta\sigma=75.8$ MPa, $R=0.01$, $N_F=280,271$ cycle) .

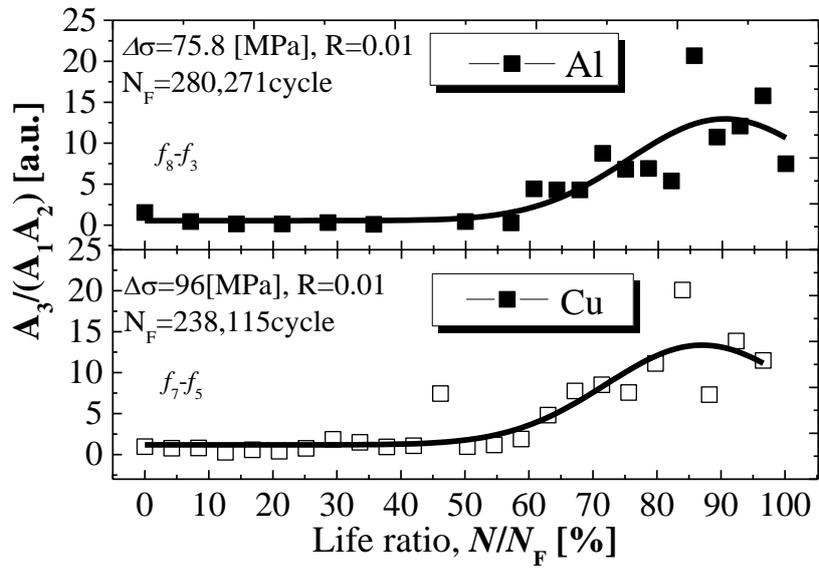


Fig.5-13 A5052 と純銅の疲労進展中の $A_3/(A_1A_2)$ の変化.

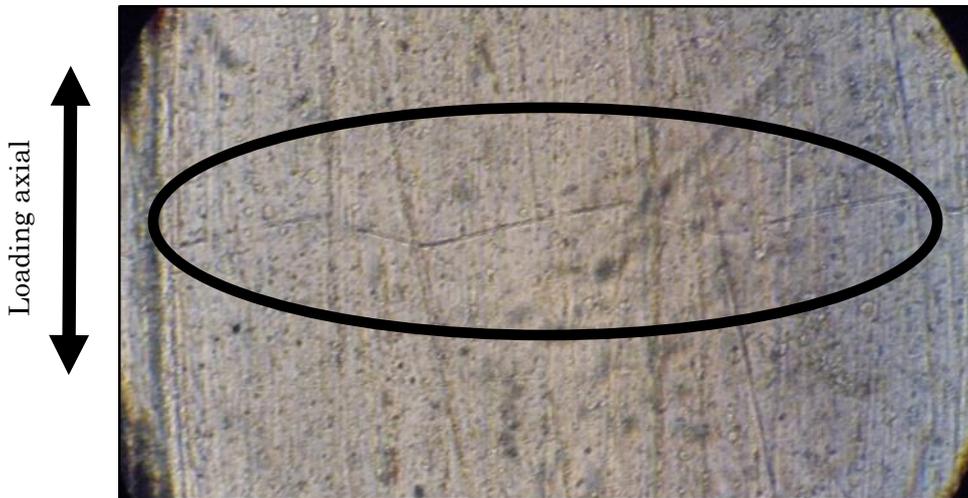


Fig.5-14 疲労進展中の A5052 材の表面観察 ($\Delta\sigma=75.8$ MPa, $R=0.01$, $N/N_F=60\%$ 観察倍率 500 倍) .

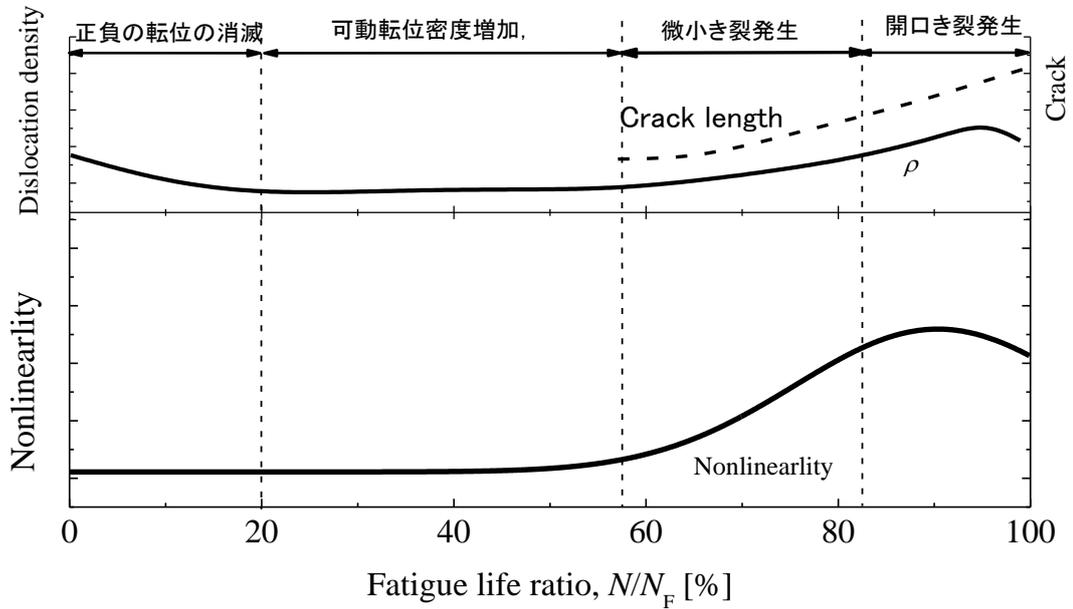


Fig.5-15 疲労進展中の非線形超音波挙動と転位組織，微小き裂変化のまとめ
模式図.

5-6 まとめ

一般構造用アルミニウム合金 A5052 の板状試験片に片振り疲労損傷を与え，破断までの非線形超音波挙動の変化を NNRUS 法による共鳴周波数の移動量 $\Delta f/f_0$ と非線形 3 波相互作用法による振幅比 $A_3/(A_1A_2)$ によって測定した。NNRUS 法による共鳴周波数の移動は，疲労寿命の間に特定の寿命比で変化の挙動を見せなかった。これは，アルミニウム中の点欠陥の回復と EMAT からの超音波の送信によって試験片に発熱が生じたため， $\Delta f/f_0$ の測定に影響が出たと考えられる。非線形 3 波相互作用を用いた $A_3/(A_1A_2)$ の測定では疲労寿命の 60% 付近から変化量の増加が見られ，90% 付近でピークを示し，破断に至った。この $A_3/(A_1A_2)$ を用いた非線形超音波挙動は異なる試験片，異なる共鳴周波数の組み合わせで行った測定でも同じ寿命比で変化量の増加が見られたことから，非線形 3 波相互作用による非線形超音

波挙動は材料の内部組織の変化を捉えていると考えられる。この A5052 の非線形 3 波相互作用による非線形超音波挙動は純銅試験片を用いた非線形 3 波相互作用による非線形超音波挙動と同じ傾向を示したことから、A5052 試験片の非線形 3 波相互作用により非線形超音波挙動は転位の運動と微小き裂の進展を捉えていると考えられる。今後、非線形超音波挙動の特徴的な寿命比での組織観察を行い内部組織の変化との関係を明らかにする必要がある。また、非線形 3 波相互作用法を単一の探触子で行えるよう EMAT を改良することで、実機の疲労損傷進展の観察に利用できると考えられる。

6 章 結論

本研究では電磁超音波共鳴法 (EMAR 法) を用いて、金属材料の疲労損傷中の非線形超音波量の変化を非接触非線形超音波スペクトロスコーピー法 (NNRUS 法) と非線形 3 波相互作用法によって測定し、非線形超音波量の変化と材料の微細組織の変化 (転位組織) との関係性を明らかにし、非線形超音波法の実機への適用性を議論するため、介在物の影響のない純銅 (JIS-C1100 相当) の試験片及び、一般構造用アルミニウム合金 A5052 に片振り疲労損傷を与え、非線形超音波量と微細組織の変化を観察した。以下に各章で得られた要点を示す。

1 章では現在までに研究されている疲労損傷評価に用いられる非破壊検査法についてまとめた。疲労破壊を未然に防ぐため、試料表面に発生する微小な疲労き裂を観察するための技術が、数多く研究されていた。しかし、内部起点型の疲労き裂には適用することが困難であり、すでに発生したき裂の観察を対象としているものが多かった。近年、微小き裂発生前の材料内部の微細組織の変化を非破壊的に観察する手法として、非線形超音波を用いた手法が研究されている。非線形超音波の測定には圧電センサが用いられてきたが、接触による非線形効果が生じるといった問題があった。本研究で提案される EMAR 法を非線形超音波の測定に用いることで、接触による非線形効果を無視でき、計測システムを簡略化することも可能となるため、非線形超音波法の実機への適用性を高めることが出来る。

2 章では本研究に用いた非線形超音波の特徴と発生原理を説明した。そして NRUS 法と非線形 3 波相互作用法の非線形超音波の計測システムの特徴を示した。この非線形超音波法により材料内部の微細な組織変化を捉えることが出来ることを示した。

3 章では電磁超音波探触子 (EMAT) の超音波発生原理を説明した。そして EMAR 法を用いた超音波の送受信原理について述べた。EMAR 法は非接触で超音波を送受信できるため、EMAR 法を組み合わせた NNRUS 法は探触子の接触による非線形効果を考慮せずに計測が可能であり、非線形超音波量の測定に優位である。また、EMAR 法を用いることで非線形 3

波相互作用では従来法よりも計測システムを簡便化することが可能となった。

4章では純銅の板状試験片に片振り疲労損傷を与え、NNRUS法による共鳴周波数の移動による非線形超音波量とEMAR法を用いた非線形3波相互作用法による振幅比による非線形超音波量を測定した結果、2つの非線形超音波量はどちらも寿命比の50%付近から増加を始め、80~90%付近で最大値を示し、破断に至ることが分かった。この非線形超音波挙動は超音波減衰挙動と同じ挙動を示し破断に至ったことから、TEM観察及びEBSDによる組織観察を行った結果、この非線形超音波量の変化は転位組織の運動による可動転位密度の変化を捉えていることが明らかとなった。この非線形超音波量の変化は超音波減衰係数の測定結果よりも、大きな値を示したため、NNRUS法とEMAR法を用いた非線形3波相互作用法には材料内部の微細組織の変化を捉えられる可能性があることがわかった。

EMAR法を用いた非線形3波相互作用法の振幅比による非線形超音波量の変化はNNRUS法の共鳴周波数の移動量を用いた非線形超音波量の測定結果よりも大きな値を示し、転位組織の変化に対する敏感さも優れていると考えられるため、疲労き裂発生前の微細組織の変化を捉えることで疲労余寿命予測に利用できる可能性がある。現在の手法では複数の探触子を測定対象に対向させて設置する必要があるため、実機への適用は難しい。今後、EMAR法による単一の探触子を用いて非線形3波相互作用を発生させられるよう新たな探触子を作成することで、実機計測への適用性が増すと考えられる。

5章では一般構造用アルミニウム合金A5052の板状試験片に片振り疲労損傷を与え、破断までの非線形超音波挙動の変化をNNRUS法による共鳴周波数の移動量と非線形3波相互作用法による振幅比によって測定した。NNRUS法による共鳴周波数の移動は、疲労寿命の間に特定の寿命比で変化の挙動を見せなかった。これはEMATからの超音波の送信によって試験片に発熱が生じたため、共鳴周波数の移動量の測定に影響が出たと考えられる。また4章の純銅を用いたNNRUSによる共鳴周波数の移動量と比較した結果、A5052の変化量は純銅の変化量の10分の1の変化量であった。これはA5052の内部摩擦が小さいことを示

しており、共鳴周波数の移動は内部摩擦に依存しているため、NNRUS 法は内部摩擦の変化が小さい材料の観察には有効ではない可能性がある。

非線形 3 波相互作用を用いた振幅比の測定では疲労寿命の 60%付近から変化量の増加が見られ、90%付近でピークを示し、破断に至った。この振幅比を用いた非線形超音波挙動は異なる試験片、異なる共鳴周波数の組み合わせで行った測定でも同様の傾向を示した。この A5052 の非線形 3 波相互作用による非線形超音波挙動は純銅試験片を用いた非線形 3 波相互作用による非線形超音波挙動と同じ傾向を示したことから、A5052 試験片の非線形 3 波相互作用による非線形超音波挙動は転位の運動と微小き裂の進展を捉えていると考えられる。今後、非線形超音波挙動の特徴的な寿命比での組織観察を行い内部組織の変化との関係を明らかにする必要がある。また、非線形 3 波相互作用法を単一の探触子で行えるよう EMAT を改良することで、実機の疲労損傷評価に利用できると考える。

参考文献

- [1] 藤木榮, 機械部品の疲労破壊破断面の見方, 日刊工業新聞 (2002).
- [2] Ivanova, V. S. and Terent'ev, V. F., The nature of metal fatigue, Metallurgy Moscow (1975).
横堀武夫(訳), 金属疲労の基礎と破壊力学, 現代工学社 (1979).
- [3] 吉田亨, 破断面の見方—破面観察と破損解析, 日刊工業新聞社 (2005).
- [4] 宮田隆司, 金属材料の疲労の話, 技術開発ニュース, No.115 (2005).
- [5] Cazaud, R., Pomey, G., Rabbe, P. and Janssen, Ch., La Fatigue des metanux, (1969) Dunod, Paris ; Translated by H. Funakubo and S Nishijima, Kinzoku no Tsukare, Maruzen, (1973).
- [6] Toyama, K. and Jono, M., Kinzoku Zairyo Kenkyu no Rekishi, JSMS Committee on Fatigue of Materials, (1988).
- [7] 小林英男, 金属疲労の歴史と今, 一般社団法人, 日本溶接協会, 原子力研究委員会, FQA 小委員会, 疲労ナレッジプラットフォーム公開資料 (2015).
- [8] A. Wöhler., Zeit. Für Bauwesen, Vol.8, 10, 13, 16 et 20, 1858-1870. Engineering, (1871), p.199.
- [9] Morris, W. L., Buck, O. and Inman. R. V., Acoustic harmonic generation due to fatigue damage in high-strength aluminum, Journal of Applied Physics, Vol.50, Issue 11 (1979), pp.6737-6741.
- [10] Karjalainen, L. P. and Moilanen, M., Fatigue softening and hardening in mild steel detected from Barkhausen noise, Institute of Electrical and Electronics Engineers Transactions, Vol.16, Issue 3 (1980), pp.514-517.
- [11] Moorthy, V., Jayakumar, T. and Baldev, R., Acoustic emission behaviour during stage II fatigue crack growth in an AISI type 316 austenitic stainless steel , Bulletin of Materials Science, Vol.17, Issue 6 (1994), pp.699-715.
- [12] Suresh, S., Fatigue of materials, Cambridge University Press (1991).
- [13] 改訂 材料強度学, 公益社団法人 日本材料学会 (2011).
- [14] 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 (1987).
- [15] Berthold. R., Les essais non destructifs des pièces métalliques, Z.V.D.I.,20 avril, (1935).
- [16] De Leiris. H., La détection des fissure par ressuage, revue de métallurgie, p.797, dec. 1949.
L'essai de ressuage, revue métaux,, (1951).
- [17] Lynn, K. G. and Byrne, J. G., Positron Lifetime Studies Made in Fatigue Damaged AISI 4340 Samples, Metallurgical Transactions, vol. 7A,1976, pp. 604-606.
- [18] Nishiwalei, K., Owada, N., Hinode, K., Tanijawa, S., Shibata, K., Fujita, T. and Doyama, M., Proc. 5th int. Conf. on 'Positron annihilation', Lake Yamanaka, Japan, (1979), pp.177-

180.

- [19] 鹿野文寿, 河合昭雄, 陽電子消滅法による非破壊診断, 溶接学会誌, Vol.69, No.7 (2000), pp.577-581.
- [20] Toru, G., *Advances in X-ray analysis*, (ed. C. SBarrett et al.), new york.plenum, Vol.35 (1992), pp.489-501.
- [21] Haworth, W. L., *Holographic study of fatigue deformation and crack growth in metal. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures. Vol.1 (1979)*, pp. 351–361.
- [22] Haworth, W. L., Singh, V. K. and Mueller, R. K., *Holographic detection of fatigue-induced surface deformation and crack growth in a high-strength aluminum alloy, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol.11 (1980)*, pp.219–229.
- [23] Hartbower, C. E., Gerberich, W. W. and Liebowitz, H., *Investigation of crack growth stress wave relations, Engineering Fracture Mechanics, Vol.1, Issue 2 (1968)*, pp. 291–307.
- [24] Dunegan, H.L., Harris, D.O. and Tatro, C.A., *Fracture analysis by use of acoustic emission, Engineering Fracture Mechanics, Vol.1 (1968)*, pp.105-121.
- [25] Ohtani, T., Ogi, H., Minami, Y. and Hirao, M., *Ultrasonic attenuation monitoring of fatigue damage in low carbon steels with electromagnetic acoustic resonance (EMAR), Journal of Alloys and Compounds, Vol.310, Issues 1-2 (2000)*, pp.440-444.
- [26] 吉井徳治, 島田道男, 成瀬健., 電磁超音波共鳴法による鋼材疲労評価の研究, 海上技術安全研究所報告, 第4巻, 第4号 (2004), pp.403-417.
- [27] N. R. Joshi and R. E. Green Jr., “Ultrasonic detection of fatigue damage,” *Engineering Fracture Mechanisms 4 (1972)*, pp. 577–583.
- [28] Granato, A. and Lücke, K., *Theory of mechanical damping due to dislocation, Journal of Applied Physics, Vol.27, Issue 6 (1956)*, pp. 583-593.
- [29] 外山和男, 公江茂樹, 岩村明., 機械・構造物の強度評価と安全性 3. 機械・構造物の強度と安全性評価の実例 3・3 鉄道車両-車軸, 台車枠, *Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.41, No.465 (1992)*, pp. 957-962.
- [30] 川島紘一郎, 阪上 隆英, 巨 陽, *非破壊検査工学最前線 (2009)*
- [31] 鎌倉友男, *非線形音響学の基礎*, 愛智出版 (1996).
- [32] Jhang, K. Y., *Nonlinear ultrasonic technique for nondestructive assessment of micro damage in material : a review, International Journal of Precision Engineering and Manufacturing, Vol.10, No.1 (2009)*, pp.123-135.
- [33] Zheng, Y. Maev, R. and Solodov, I., *Nonlinear acoustic applications for material characterization: A review, Canadian Journal of Physics, Vol.77, No.12 (2000)*, pp.927-967.

- [34] K. E-A. Van Den Abeele, P. A. Johnson, and A. Sutin., Nonlinear elastic waves spectroscopy (NEWS) techniques to discern material damage, Part I : Nonlinear wave modulation spectroscopy. *Research Nondestructive Evaluation*, Vol.12, Issue 1 (2000), pp. 17-30.
- [35] Cantrell, J. H. and Yost, W. T., Acoustic harmonic generation from fatigue-induced dislocation dipoles, *Philosophical Magazine A*, Vol.69, Issue 2 (1994), pp.315-326.
- [36] Cantrell, J. H. and Yost, W. T., Nonlinear ultrasonic characterization of fatigue microstructure, *International Journal of Fatigue*, Vol.23 (2001), pp.479-487.
- [37] Ogi, H., Hirao, M. and Aoki, S., Noncontact monitoring of surface-wave nonlinearity for prediction the remaining life of fatigue steels, *Journal of Applied Physics*, Vol.90, Issue 1 (2001), pp.438-442.
- [38] Croxford, A. J., Wilcox, P. D., Drinkwater, B. W. and Nagy, P. B., The use of non-collinear mixing for nonlinear ultrasonic detection of plasticity and fatigue, *Journal of Acoustical Society of America*, Vol.126, Issue 5 (2009), pp.122-177.
- [39] Solodov, I., Wackerl, J., Pfeleiderer, K. and Busse, G. : Nonlinear self-modulation and subharmonic acoustic spectroscopy for damage detection and location, *Applied physics letters*, Vol.84, Issue 26 (2004), pp.5386-5388.
- [40] Van Den Abeele, K. E-A. and Carmeliet, J., Nonlinear elastic waves spectroscopy (NEWS) techniques to discern material damage, Part II : Single-mode nonlinear resonance acoustic spectroscopy, *Research Nondestructive Evaluation*, Vol.12, Issue 1 (2000), pp. 31-42 .
- [41] 石井優, 草薙祐紀, 大谷俊博, 中庭正義, 疲労損傷中の純銅における非線形超音波特性の変化 : EMAT による非線形超音波スペクトロスコピー, 非破壊検査, Vol.64, No.4 (2015), pp.179-183.
- [42] Hauptert, S., Renaud, G., Rivie`re, J. and Talmant. M., Johnson, P. A., Laugier, P., High-accuracy acoustic detection of nonclassical component of material nonlinearity, *Journal of the Acoustical Society of America*, Vol.130, Issue 5 (2011), pp. 2654-2661.
- [43] Jones, G. L. and Kobett, D. R., Interaction of elastic waves in an isotropic solid, *Journal of Acoustic Society of America*, Vol.35, No.1 (1963), pp.5-10.
- [44] Hirao, M. Tomizawa, A. and Fukuoka, H., Nonlinear resonance interaction of ultrasonic waves under applied stress, *Journal of Applied Physics*, Vol.56 (1984), pp.235-237.
- [45] 平尾雅彦, 弾性波の非線形相互作用と応力の効果, 非破壊検査, Vol.56, No.6 (2007), pp.292-296.

- [46] Hirao, M. and Ogi, H., EMATs for science and industry: nondestructive ultrasonic measurements, Kluwar Academic Publishers, Boston (2003).
- [47] 島川正憲, 超音波工学—理論と実際—, 工業調査会 (1975).
- [48] Truell, R. and Hikata, A., Fatigue in 2S aluminum as observed by ultrasonic attenuation methods, Watertown Arsenal Technical Report No. WAL 143 (1956), pp.14-47.
- [49] Joshi, R.N. and Green Jr, R. E., Ultrasonic attenuation monitoring of fatigue damage in nuclear pressure vessel steel at high temperature, Journal of Material Evaluation, Vol.33, No.2 (1975), pp. 25-29.
- [50] Ogi, H., Hirao, M. and Minoura, K., Noncontact measurement of ultrasonic attenuation during rotating fatigue test of steel, Journal of Applied Physics, Vol.81, Issue 8 (1997), pp.3677-3684.
- [51] Hirao, M., Ogi, H., Suzuki, N. and Ohtani, T., Ultrasonic attenuation peak during fatigue of polycrystalline copper, Acta Materialia, Vol.48, Issue 2 (2000), pp. 517-524.
- [52] Landau, L. D. and Lifshitz, D. M., Theory of elasticity, Pergamon, Oxford (1986), pp.1-187.
- [53] 福岡秀和, 戸田裕己, 平尾雅彦, 音弾性の基礎と応用, オーム社 (1993).
- [54] Moises, L., Henry, B. and Richard S., Handbook of elastic properties of solids, liquids, and guss, Vol.3, Academic Press, (1991).
- [55] Kim, K. Y., Thermodynamics at finite deformation of an anisotropic elastic solid, Physical Review, B, 54 (1996), pp,6245-6254.
- [56] Wallace, D. C., Thermodynamics of crystals, Dover Publications, (1998).
- [57] Richardson, J. M., Harmonic generation at an unbonded interface—I. Planar interface between semi-infinite elastic media. International Journal of Engineering Science, Vol.17 (1979), pp.73-85.
- [58] 山中一司, サブハーモニック超音波のレーザー干渉計測によるステンレス鋼疲労き裂の定量的非破壊評価, 公益財団法人 JFE21 世紀財団, 技術研究報告書 (2004).
- [59] 杉浦竜也, 福田誠, 今野和彦, 溶接欠陥を持つ試料から発生する二次高調波超音波の検出, 計測自動制御学会東北支部, 第 282 回研究集会, 資料番号 282-7, (2013).
- [60] Solodov, I. Y. and Vu, C. A., “Popping” Nonlinearity and chaos in vibrations of a contact Interface between solids, Acoustical Physics, Vol.39, Issue 5 (1993), pp.476-479.
- [61] 今中拓一, 転位の運動と高調波, 非破壊検査第 56 巻 6 号 (2007), pp.286-291.
- [62] Cantrell, J. H. (edited by Thompson, D. O. and Chimenti, D.E.), Nondestructive evaluation of metal fatigue using nonlinear acoustic, Review of Progress in Quantitative

- Nondestructive Evaluation, Vol.28 (2009), pp.19-32.
- [63] 山中一司, 小原良和, 山本撰, 三原毅, き裂の非線形超音波映像法, 非破壊検査第 56 巻 6 号 (2007), pp.280-285.
- [64] Demarest, Jr, J. H., Cube resonance method to determine the elastic constants of solids, Journal of the Acoustical Society of America, Vol.49 (1971), pp.768-775.
- [65] Migliori, A. and Sarroao, J., Resonant ultrasound spectroscopy, Wiley-Interscience, New York, (1997).
- [66] Guyer, R. A. and Johnson, P. A., Nonlinear mesoscopic elasticity : Evidence for a new class of materials, Physical Today, Vol.52 (1999), pp. 30-35.
- [67] Guyer, R. A. and Johnson, P. A., Nonlinear mesoscopic elasticity : the Complex behavior of rocks, soil, concrete, Wiley-VCH, Weinherm, (2009), pp. 1-410.
- [68] Guyer, R. A., McCall, K. R. and Boitnott, G. N., Hysteresis, Discrete memory and nonlinear wave propagation in rock : A new paradigm, Physical Review Letter, Vol.74 (1995), pp. 3491-3494.
- [69] Van Den Abeele, K. E-A., Johnson, P. A., Guyer, R. A. and McCall, K. R., On the quasi-analytic treatment of hysteretic nonlinear response in elastic wave propagation, Journal of the Acoustical Society of America, Vol.104, Issue 4 (1997), pp. 1885-1898.
- [70] Johnson, P. and Sutin, A., Slow dynamics and anomalous nonlinear fast dynamics in diverse solids, Journal of the Acoustical Society of America, Vol.117 (2005), pp. 124-130.
- [71] Hirao, M., Tomizawa, A. and Fukuoka, H., Nonlinear resonance interaction of ultrasonic waves under applied stress, Journal of Applied Physics, Vol.56, Issue 1 (1984), pp.235-237.
- [72] 木暮嘉明, フォノンとは何か—音波と量子の世界—, 丸善 (1988).
- [73] 村上 芳則, 平尾 雅彦, 福岡 秀和, 三戸 良亮, 共振法による薄板の音弾性応力測定, 日本機械学会論文集, A 編 58 (1992), p.319 .
- [74] Seki, H., Granato, C.A. and Truell, R., Diffraction effects in the ultrasonic field of a piston source and their importance in the accurate measurement of attenuation, The Journal of the Acoustical Society of America., Vol.28 (1995), pp.230-238.
- [75] Papadakis, E. P., Absolute measurements of ultrasonic attenuation using damped nondestructive testing transducers, Journal of Testing and Evaluation, Vol.12 (1984), pp.273-279.
- [76] 日本鉄鋼協会基礎研究回マイクロ組織センサー研究部会, ミクロ組織の非破壊検査技術に関する最近の研究, (1980), p117.
- [77] Hirao, M., Ogi, H. and Fukuoka, H., Resonance EMAT system for acoustoelastic stress

- measurement in sheet metals. *Review of Scientific Instruments*, Vol.64 (1993), pp.3198-3205.
- [78] Goebbels, K., *Structure Analysis by Scattered Ultrasonic Radiation*, *Research Techniques in Nondestructive Testing*, Vol.4, Academic Press, (1980), pp.87-157.
- [79] Krautkramer, J. and Krautkramer, H., *Werkstoffprüfung mit ultraschall*, Springer, Berlin, (1975).
- [80] Bhatia. A. B., *Scattering of high-frequency sound waves in polycrystalline materials*, *Journal of the Acoustical Society of America*, Vol.31 (1959), pp.16-23 .
- [81] Bhatia, A. B. and Moore, R. A., *Scattering of high frequency sound waves in polycrystalline materials. II*, *Journal of the Acoustical Society of America*, Vol.31 (1959), pp.1140-1141.
- [82] 鈴木秀次, 金属の強さ, アグネ, (1972).
- [83] Jaya Rao, V.V.S., Kanan, E., Prakash, R.V. and Balasburamaniam, K., *Fatigue damage characterization using surface acoustic wave nonlinearity in aluminum alloy AA7175-T7351*, *Journal of Applied Physics*, Vol.104, Issue 12 (2008), 123508.
- [84] Field, D. P., Trivedi, P. B., Wright, S. I. and Kumar, M., *Analysis of local orientation gradients in deformed single crystal*, *Ultramicroscopy*, Vol.103, Issue 1 (2005), pp.913-922.
- [85] Pantleon, W., *Resolving the geometrically necessary dislocation content by conventional electron backscattering diffraction*, *Scripta Metallurgica*, Vol.58, Issue 11 (2008), pp.994-997.
- [86] Kamaya, M., Wilkinson, A. J. and Titchmarsh, J. M., *Measurement of plastic strain of polycrystalline material by electron backscatter diffraction*, *Nuclear Engineering and Design*, Vol. 235 (2005), pp.713-725.
- [87] Kamaya, M., Wilkinson, A. J. and Titchmarsh, J. M., *Quantification of plastic strain of stainless steel and Nickel alloy by electron backscatter diffraction*, *Metallurgical Materials*, Vol. 54 (2006), pp. 539-548.
- [88] 釜谷昌幸, 電子後方散乱回折による結晶方位差分布の測定, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.74, No.739 (2008), pp.315-322.
- [89] Kamaya, M., *Measurement of local plastic strain distribution of stainless steel by electron backscatter diffraction*, *Material Characterization*, Vol. 60 (2009), pp. 125-132.
- [90] 釜谷昌幸, EBSD による塑性ひずみ分布の測定, 材料, Vol. 58 (2009), pp.568-574.
- [91] 竹内 伸, 結晶塑性論, 内田老鶴圃 (2013).
- [92] Cantrell, J. H. (edited by Thompson, D. O. and Chimenti, D.E.), *Nondestructive evaluation*

- of metal fatigue using nonlinear acoustic, *Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation*, Vol.28 (2009), pp.19-32.
- [93] 釜谷昌幸, EBSDによる低サイクル疲労損傷の観察 (SUS316 鋼および STS410 鋼の微視組織的变化), *日本機械学会論文集 A 編*, Vol.77, No.773 (2011), pp.154-169.
- [94] 村上敬宜, 応力集中の考え方, 養賢堂, (2005).
- [95] Feltner.C.E. Dislocation arrangements in aluminium deformed by repeated tensile stress, *Acta Metallurgica*, Vol.11, Issue 7 (1963), pp 639-828.
- [96] Ogi, H., Tsujimoto, A., Hirao, M. and Ledbetter, H., Stress-dependent recovery of point defects in deformed aluminum: an acoustic-damping study, *Acta Materialia*, Vol 47 (1999), pp.3745-3751.

研究業績

1. 学術論文

- 1) 石井優, 大谷俊博, 仲庭正義, 釜谷昌幸, (2016-6), 非線形三波相互作用による純銅の疲労損傷評価, 日本機械学会論文集, Vol.82, No.837, 15-00629-1-12.
- 2) 石井優, 草薙祐紀, 大谷俊博, 仲庭正義, (2015-4), 疲労損傷中の純銅における非線形超音波特性の変化:EMAT による非線形超音波スペクトロスコピー, 非破壊検査, Vol.64, No.4, pp.179-183.
- 3) T. Ohtani, T. Honma, Y. Ishii, M. Tabuchi, H. Hongo and M. Hirao, (2016), Nonlinear Ultrasonic Change in High Chromium Ferritic Heat Resisting Steel Welded Joint during Creep, *Studies in Applied Electromagnetic and Mechanics*.Vol.41 ,Electromagnetic Nondestructive Evaluation (XIX), (IOS press),pp.94-101.
- 4) 大谷俊博, 本間匠, 石井優, 田淵正明, 本郷宏通, 平尾雅彦, (2015-2), Gr. 122 鋼溶接継手のクリープ損傷中の非線形音響特性と微細組織の変化, 日本材料学会, Vol.64, No.2,pp.80-87.
- 5) 大谷俊博, 草薙祐紀, 石井優, (2013-2) Cr-Mo-V 鋼のクリープ中の非線形音響特性の変化と微細組織の関係, 材料 Vol.62, No.2, pp.60-67.
- 6) 大谷俊博, 本間匠, 石井優, 田淵正明, 本郷宏通, 平尾雅彦, (2017-2), ASMEGr.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, 材料, Vol.66, No.22,pp.114-121.

2. 国際会議発表

- 1) Y. Ishii, T.Ohtani, M. Nakaniwa, M. Kamaya, (2016-11), Evaluation of fatigue damage in a pure copper with nonlinear three-wave interaction, 5th Joint Meeting, Honolulu Hawaii, Acoustical Society of America and Acoustical Society of Japan.
- 2) T. Ohtani, Y.Ishii, M.Tabuchi, K.Sawada, H.Hongo, (2016-11), Creep-induced nonlinear ultrasonic change in an austenitic stainless steel, 5th Joint Meeting, Honolulu Hawaii, Acoustical Society of America and Acoustical Society of Japan.
- 3) T. Ohtani, Y. Ishii, M. Tabuchi, H. Hongo, and K. Sawada,(2015-10), Creep damage Evaluation of an Austenitic Stainless Steel with Nonlinear Acoustics, *Proceedings of International Conference on Advanced Technology in Experimental Mechanics 2015(ATEM2015)*, Abstract book, p168.
- 4) Y. Ishii, Y. Kusanagi and T.Ohtani, (2013-6), Nonlinear ultrasonic characterizations in metals during fatigue Progress, 3 rd International Symposium on Laser Ultrasonics and Advanced Sensing, p.114.
- 5) Y. Ishii and T.Ohtani, (2012-6), Nonlinear resonant ultrasound spectroscopy (NRUS) applied to fatigue damage evaluation in a pure copper. The 19th International Symposium on Nonlinear Acoustics, program and abstract, p.83.
- 6) Yutaka Ishii and Toshihiro Ohtani,(2011-9), Fatigue damage characterization of polycrystalline copper using nonlinear ultrasonic techniques, International Conference on Advanced Technology in

Experimental Mechanics 2011(ATEM'11),OS02-4-4,p61.

3. 国際会議講演論文集(査読あり)

- 1) T. Ohtani, T. Honma, Y. Ishii, M. Tabuchi, H. Hongo, and M. Hirao, (2016-5), Change of Nonlinear Acoustics in ASME Grade 122 Steel Welded Joint during Creep, *42nd Annual Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation*, D. O .Thompson and D. E. Chimenti, Editors, AIP Conf. Proc. 1706, 130006-1-130006-7.
- 2) T. Ohtani, Y. Kusanagi and Y. Ishii, (2013-6), Noncontact nonlinear resonant ultrasound spectroscopy to evaluate creep damage in an austenitic stainless steel, *Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation*, D. O .Thompson and D. E. Chimenti, Editors, Vol.32B,pp.1227-1233.
- 3) T. Ohtani and Y. Ishii, (2012-6), Nonlinear Resonant Ultrasound Spectroscopy (NRUS) Applied to Fatigue Damage Evaluation in a Pure Copper, *Nonlinear Acoustics state-of-arts and perspectives, ISNA19*, pp. 201-204.

4. 国際会議講演論文集(査読なし)

- 1) T.Ohtani, Y. Kusanagi, Y. Ishii, M. Tabuchi, H. Hongo, and M. Hirao, (2014-9), Evolution of Nonlinear Acoustics during Creep in Welded Joint for High Cr Ferritic Heat Resisting Steels, 2014 IEEE International Ultrasonics Symposium Proceedings, pp.1444-1447.
- 2) T. Ohtani, Y. Kusanagi and Y. Ishii, (2013-8),Evolution of Nonlinear Acoustic Characterization during Creep in Cr-Mo-V steel, 8th Japan-China Bilateral Symposium on High Temperature Strength of Materials.
- 3) T.Ohtani, Y. Kusanagi and Y. Ishii, (2012-7), Noncontact nonlinear resonant ultrasound spectroscopy to evaluate creep damage in an austenitic stainless steel, *Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation*, Abstracts.p.85.
- 4) Y. Ishii and T.Ohtani, (2012-6), Nonlinear resonant ultrasound spectroscopy (NRUS) applied to fatigue damage evaluation in a pure copper. *The 19 th International Symposium on Nonlinear Acoustics*, program and abstract, p.83.

5. 国内講演論文集(査読なし)

- 1) 大谷俊博, 中井雅也, 石井優, 田淵正明, 本郷宏通, (2017-5), 非線形超音波法による Ni 基 Alloy617 のクリープ損傷評価, 日本材料学会・第 66 期学術講演会講演論文集, 発表予定.
- 2) 大谷俊博, 本間匠, 石川皓嵩, 石井優, 田淵正明, 本郷宏通, 平尾雅彦, (2016-12), 非線形超音波法による高クロム・フェライト系耐熱鋼溶接継手部のクリープ損傷評価, 第 54 回高温強度シンポジウム前刷集, pp.30-34.
- 3) 石川皓崇, 石井優, 大谷俊博, 榊原隆之, (2016-9), 引張試験中の低炭素鋼の非線形音響特性の変化, 2016 年度年次大会講演論文集, 日本機械学会, J0420303.

- 4) 中井雅也, 石井優, 大谷俊博, 田淵正明, 本郷宏通, (2016-9), ニッケル基合金アロイ 617 のクリープ損傷中の非線形超音波特性的変化, 2016 年度年次大会講演論文集, 日本機械学会, J042304.
- 5) 石井優, 大谷俊博, 釜谷昌幸, 仲庭正義, (2016-9), 純銅の疲労中の非線形超音波特性と微細組織の変化, 2016 年度年次大会講演論文集, 日本機械学会, J042305.
- 6) 大谷俊博, 本間匠, 石川皓嵩, 石井優, 田淵正明, 本郷宏通, 平尾雅彦, (2016-5), 非線形超音波法による改良 9Cr-1Mo 鋼溶接継手部のクリープ損傷評価, 日本材料学会・第 65 期学術講演会講演論文集.
- 7) 大谷俊博, 本間匠, 石井優, 田淵正明, 本郷宏通, 平尾雅彦, (2015-12), クリープ損傷中の高 Cr フェライト系耐熱鋼溶接継手部の非線形超音波特性的変化, 第 53 回高温強度シンポジウム前刷集, pp.126-130.
- 8) T. Honma, Y. Ishii, T. Ohtani, M. Tabuchi, M. Hongo and M. Hirao, (2015-11), Creep-induced Nonlinear Ultrasonic Changes in ASME Gr. 91 Heat Resistant Steel Welded Joint, Proceeding of The 36th Symposium on Ultrasonic Electronics.
- 9) Y. Ishii, T. Honma and T. Ohtani, (2015-11), Measuring acoustic nonlinearity using three wave mixing in metals during fatigue, Proceeding of The 36th Symposium on Ultrasonic Electronics.
- 10) 本間匠, 横山瑞穂, 石井優, 大谷俊博, 田淵正明, 本郷宏通, 平尾雅彦, (2015-9), ASME Gr. 91 鋼溶接継手部のクリープ損傷中の非線形超音波特性的変化, 2015 年度年次大会講演論文集, 日本機械学会 J0420201.
- 11) 石井優, 石川皓嵩, 中井雅也, 本間匠, 大谷俊博, (2015-9), 疲労試験中のアルミニウム合金の非線形超音波特性的変化, 2015 年度年次大会講演論文集, 日本機械学会, J0420205.
- 12) 大谷俊博, 本間匠, 石井優, 田淵正明, 本郷宏通, 平尾雅彦, (2015-5), 非線形超音波法による高 Cr フェライト系耐熱鋼溶接継手部のクリープ損傷評価, 日本材料学会・第 64 期学術講演会講演論文集.
- 13) T. Honma, Y. Ishii, T. Ohtani, M. Tabuchi, M. Hongo and M. Hirao, Evolution of Nonlinear Acoustics during Creep in Welded Joint for High Cr Ferritic Heat Resisting Steels, 2015 IERE-CRIEPI Tokyo Workshop "'Advanced Electric Power Management - Thermal Power Generation against Huge Impact by Renewable Energy Penetration -", May. 19-22, 2015
- 14) 本間匠, 石井優, 大谷俊博, 田淵正明, 本郷宏通, 平尾雅彦, (2015-1), ASME Gr. 122 鋼溶接継手部のクリープ損傷中の非線形超音波的变化, 第 22 回超音波による非破壊評価シンポジウム論文集, 日本非破壊検査協会, 超音波部門, pp.31-34.
- 15) 大谷俊博, 石井優, 田淵正明, 澤田幸太, 本郷宏通, (2014-1), オーステナイトステンレス鋼のクリープ損傷中の非線形音響量と微細組織的变化, 第 52 回高温強度シンポジウム前刷集, pp.82-86.
- 16) Y. Ishii, T. Honma, T. Ohtani, M. Nakaniwa and M. Kamaya, (2014-12), Evolution of Nonlinear Ultrasonics and Microstructural Change during Fatigue in Metal, Proceeding of Symposium on

Ultrasonic Electronics, Vol.35, pp.69-70.

- 17) T. Honma, Y. Ishii, T. Ohtani, M. Tabuchi, M. Hongo and M. Hirao, (2014-12), Creep-induced Nonlinear Ultrasonic Change in ASME Gr. 122 Heat Resistant Steel Welded Joint, Proceeding of Symposium on Ultrasonic Electronics, Vol.35, pp.61-62.
- 18) 石井優, 大谷俊博, 本間匠, (2014-11), アルミニウム材料の金属疲労損傷中の非線形音響量と微細組織の変化, 軽金属学会 第 127 回秋期大会講演概要, P.471.
- 19) 大谷俊博, 草薙祐紀, 石井優, 田淵正明, 澤田幸太, 本郷宏通, (2014-10) 非線形超音波法を用いたオーステナイトステンレス鋼のクリープ損傷評価, 平成 26 年度秋期講演大会講演概要集, 日本非破壊検査協会, pp.69-72.
- 20) 石井優, 草薙祐紀, 大谷俊博, (2014-9), 疲労進行に伴うアルミニウム合金の非線形超音波挙動の変化, 2014 年度年次大会講演論文集, 日本機械学会, J0420103.
- 21) 大谷俊博, 草薙祐紀, 石井優, 田淵正明, 本郷宏通, 平尾雅彦, (2014-9), 高 Cr 鋼溶接継手部のクリープ損傷中の非線形超音波の変化, 2014 年度年次大会講演論文集, 日本機械学会, J0420106.
- 22) 大谷俊博, 草薙祐紀, 石井優, 久布白圭司, 長谷川泰士, (2014-5), フェライト系高 Cr 鋼溶接継手材のクリープ損傷中の非線形超音波特性の変化, 平成 26 年度春期講演大会講演概要集, 日本非破壊検査協会, pp.115-118.
- 23) 大谷俊博, 草薙祐紀, 石井優, 田淵正明, 本郷宏通, 平尾雅彦, (2014-5), 高 Cr 鋼溶接継手部のクリープ損傷中の非線形超音波の変化, 日本材料学会・第 63 期学術講演会講演論文集 No.110.
- 24) 大谷俊博, 草薙祐紀, 三浦滉大, 石井優, 小林悟, 鎌田康寛, 久布白圭司, 長谷川泰士, (2014-3), フェライト系高 Cr 鋼溶接継手材のクリープ損傷中の磁気および非線形超音波特性の変化, 平成 25 年度第 3 回非線形超音波による非破壊評価の高度化研究会, 日本非破壊検査協会.
- 25) 大谷俊博, 草薙祐紀, 三浦滉大, 石井優, 小林悟, 鎌田康寛, (2013-12), フェライト系高 Cr 鋼溶接継手材のクリープ損傷中の磁気および非線形超音波特性の変化, 第 51 回高温強度シンポジウム前刷集, pp.82-86.
- 26) 石井優, 草薙祐紀, 大谷俊博, (2013-11), 疲労中の純銅材料の微細組織と非線形超音波の変化, 平成 25 年度秋期講演大会講演概要集, 日本非破壊検査協会, pp.75-76.
- 27) Y. Ishii, Y. Kusanagi, and T. Ohtani, (2013-11), Evolutions of microstructure and nonlinear ultrasonics in pure copper during fatigue damage, Proceeding of Symposium on Ultrasonic Electronics, Vol.34, pp.83-84.
- 28) Y. Kusanagi, Y. Ishii, and T. Ohtani, (2013-11), Nonlinear Ultrasonic Characterizations of Welded Joint in High Chromium Ferritic Steel during Creep Damage, Proceeding of Symposium on Ultrasonic Electronics, Vol.34, pp.85-86.
- 29) 草薙祐紀, 石井優, 大谷俊博, (2013-9), 非線形超音波法による 9Cr 鋼溶接継手材のクリープ損傷評価の研究, 2013 年度年次大会講演論文集, 日本機械学会.

- 30) 石井優, 草薨祐紀, 大谷俊博, (2013-9), 非接触非線形超音波法による金属疲労中の音響特性の変化, 2013 年度年次大会講演論文集, 日本機械学会.
- 31) 草薨祐紀, 菅野克敏, 芹澤利明, 石井優, 大谷俊博, (2013-7), クリープ中の高 Cr フェライト系耐熱鋼の溶接継手部の非線形超音波量の変化, 保守検査ミニシンポジウム, 日本非破壊検査協会, 保守検査部門, pp.65-70.
- 32) 草薨祐紀, 石井優, 大谷俊博, (2013-1), 非接触・非線形超音波共鳴スペクトロスコーピー法によるオーステナイト系ステンレス鋼のクリープ損傷評価, 第 20 回超音波による非破壊評価シンポジウム論文集, 日本非破壊検査協会, 超音波部門, pp.25-28.
- 33) 石井優, 草薨祐紀, 大谷俊博, (2013-1), 疲労中の金属材料の非線形超音波特性の変化, 第 20 回超音波による非破壊評価シンポジウム論文集, 日本非破壊検査協会, 超音波部門, pp.23-26.
- 34) 大谷俊博, 草薨祐紀, 石井優, (2012-12), 非接触・非線形超音波法による Cr-Mo-V 鋼のクリープ損傷評価, 第 50 回記念高温強度シンポジウム前刷集, pp.104-108.
- 35) 草薨祐紀, 石井優, 大谷俊博, (2012-11), オーステナイト系ステンレス鋼のクリープ中の非線形音響量の変化, 第 11 回保守検査シンポジウム講演論文集, 日本非破壊検査協会, 保守検査部門, pp.57-64.
- 36) Y. Ishii, Y. Kusanagi, and T. Ohtani, (2012-10), Nonlinear Ultrasonic Characterization of Fatigue Damage in pure copper, *Proceeding of Symposium on Ultrasonic Electronics*, Vol. 33, pp.447-448.
- 37) Y. Kusanagi, Y. Ishii, and T. Ohtani, (2012-10), Nonlinear Ultrasonic Characterization of Creep Damage in an Austenitic Stainless Steel, *Proceeding of Symposium on Ultrasonic Electronics*, Vol. 33, pp.177-178.
- 38) 石井優, 草薨祐紀, 大谷俊博, (2012-09), 非線形三波相互作用法による金属材料の疲労過程での非線形超音波挙動の変化, 2012 年度年次大会講演論文集, 日本機械学会, J042042.
- 39) 草薨祐紀, 大谷俊博, 石井優, (2012-09), オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 のクリープ損傷評価への非線形超音波スペクトロスコーピー法の適用, 2012 年度年次大会講演論文集, 日本機械学会, J042015.
- 40) 大谷俊博, 草薨祐紀, 石井優, (2012-05), オーステナイト系ステンレス鋼のクリープ損傷中の非線形超音波量の変化, 日本材料学会・第 61 期学術講演会講演論文集.

6. 受賞歴

- 1) 平成 24 年 1 月 27 日 日本非破壊検査協会 第 19 回超音波による非破壊評価シンポジウム新進賞
「金属の疲労損傷評価への非接触非線形超音波スペクトルスコーピー法の適用」

7. 競争的研究資金の獲得状況

- 1) 平成 24 年度 日本アルミニウム協会 研究助成金 50 万円
- 2) 平成 25 年度 日本アルミニウム協会 研究助成金 30 万円

謝辞

本研究を遂行するに至るまで、研究の場を提供していただき、且つ数々の御助言、御指導を賜りました湘南工科大学工学研究科の大谷俊博教授に心からの感謝を申し上げます。

また、論文作成に対し、価値あるご助言、ご指導を頂きました大阪大学大学院基礎工学研究科の荻博次准教授並びに湘南工科大学人間環境学科の森井亨教授、湘南工科大学機械工学科の田中秀明教授に感謝申し上げます。また学会等で折りに触れ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感謝申し上げます。

また、組織観察にご協力頂いた日鐵住金テクノロジー（株）の中庭正義様、（株）原子力安全システム研究所の釜谷昌幸様、EMAT によるひずみ量の測定に強力頂いたネオアーク株式会社製造技術部の高野修様並びに勝野雄輝様、計測装置に関して助言いただいたインサイト（株）の園部実様に感謝申し上げます。

本研究の一部は平成 24 年度 日本アルミニウム協会よりの研究助成を受けたものである。この場で感謝の意を表す。

また計測等に協力頂いた湘南工科大学大学院生の草薙祐紀、本間匠、石川皓崇、湘南工科大学学生の石井幹大、石井竜也、難波亮太にこの場を借りて感謝の意を表す。

最後に、本論文を祖母石井ノブ、父石井茂、母石井明美、姉石井真理絵、愛猫しぐれ、愛犬クックに捧げる。