

電磁超音波共鳴法による2.25 Cr-1Mo鋼の クリープ損傷評価（第二報）

大谷 俊 博*

Electromagnetic Acoustic Resonance for Creep Damage Assessment in 2.25 Cr-1Mo Steels - Part II

by Toshihiro OHTANI

Micro-structural evolution of 2.25 Cr-1Mo steels, subjected to tensile creep damage at 923 K, was studied by monitoring shear-wave attenuation and velocity using electromagnetic acoustic resonance (EMAR). This was based on an observation that monitoring of micro-structural changes in the bulk of high sensitivity metals can be done by following non-contact transduction based on magnetostrictive mechanism. The study revealed an attenuation peak, independent of applied stress, at short intervals, 50% to 60% of creep life. This novel phenomenon was interpreted as a drastic change in dislocation mobility and rearrangement, an observation supported by a TEM study on dislocation structure. A dense dislocation structure started to transform into sub-grain boundaries during the occurrence of this phenomenon, temporally accompanying long, free dislocation and absorbing a great amount of ultrasonic energy in producing an attenuation peak. Study results suggested that the use EMAR carried the potential to assess the progress of creep damage and to predict remaining creep life of metals.

Keywords: Creep damage, Electromagnetic Acoustic Resonance (EMAR), Dislocation damping, Ultrasonic attenuation, Noncontact evaluation, 2.25 Cr-1Mo steel

1. 緒 言

火力発電プラントの構成材料の経年劣化においてクリープ損傷は重要な問題である^{1~3)}。現在、クリープ損傷を評価する方法としてレプリカ法が広く使われている。しかし、この手法は、現場の熟練者の経験的な判断で行われる場合が多く、膨大な時間と労力を要し、限られた範囲の検査にしか適用できないという問題点がある。また、クリープ損傷では運転時間の経過とともに損傷が累積されるが、その損傷は構成材料全体に広がり、必ずしも表面から損傷していくとは限らないという特徴をもつ^{4, 5)}。そこで、クリープ損傷評価には、材料内部の組織変化が検出可能で、非破壊的に広範囲の計測が容易な検査手法が熱望されている。

本研究では、第一報に引き続き^{6, 7)}、前述の条件を満足すると思われる電磁超音波共鳴法（Electromagnetic Acoustic Resonance：EMAR法）^{8, 9)}を用いて金属材料のクリープ損傷と超音波特性的変化、特に減衰係数と

の関係を解明し、EMAR法の実機への適用性について議論する。EMAR法は、非接触で超音波を送受信できる電磁超音波探触子（Electromagnetic Acoustic Transducer：EMAT）を共鳴測定に適用した計測手段である。EMAR法による超音波減衰測定では、接触にかかわるエネルギー損失がなく、材料の絶対的な超音波減衰係数の測定が可能である。試験片は、ボイラ機器に広く使用されている2.25%Cr-1%Mo鋼を用いた。大気中、数種類の単軸応力を負荷し、クリープ損傷（ここではクリープひずみ）の進行に伴う超音波特性的変化を調べた。EMATとしては、丸棒の円周方向に横波を伝搬させる軸対称SH波EMAT^{7, 8)}を用いた。クリープ試験中の伸びと時間の関係に基づき、修正 θ 法¹⁰⁾と破断パラメータ P_0 ¹¹⁾から破断寿命を推定し、試験終了時の寿命消費率を求めた。その結果、寿命消費率と減衰係数の間にはよい相関関係が認められた。

光学顕微鏡、走査型及び透過型電子顕微鏡により、内部組織の変化を観察した。その結果、減衰係数はクリープの進行に伴う転位組織の変化に反応して変化すること、更に、転位振動の弦モデル¹²⁾により減衰係数と転位組織の関係が対応づけられることが分かった^{13, 14)}。

* 株荏原総合研究所 材料研究室 工学博士

2. 実験方法

2-1 試験片と試験条件

本研究に用いた丸棒試験片の形状を図1に示す。ゲージ部は、直径14 mm、長さ60 mmである。いずれも圧延方向は、長手方向である。素材は市販のASTM A182 F22 (JIS G 3458 STP24 相当品) を用い1193 Kで1時間保持後、40 deg/hで923 Kまで冷却後、空冷を行った。化学的成分を表に示す。室温での機械的性質は、0.2%耐力が266 MPa、引張強さが490 MPaであった。

クリープ試験は、縦形単レバー式クリープ試験機と加熱電気炉を用い、大気中923 Kで行った。多数の試験片を用意し、65 MPaと45 MPaの応力に対してそれぞれで所定のクリープひずみに至るまでクリープ試験を行い、その後、室温において超音波特性を計測した。

2-2 磁わい型EMAT

軸対称SH波を送受信するEMATの概略を図2に示す。このEMATは、軸方向の静磁場を与えるソレノイドコイルと円周方向に変動磁場を与える蛇行コイルから構成されている。軸対称SH波の発生原理はここでは省略する(参考文献^{6, 15)}参照)。軸対称SH波は、円柱や円管の外表面を軸方向に偏向しながら、周方向に伝搬する表面SH波である。

2-3 EMARによる超音波減衰の測定

EMATを高出力のバースト波信号(～300 V_{pp}, ～50 μs)で励起し、測定物に超音波を入射する。SH波が伝搬し、蛇行コイルの下を通る度に同じ蛇行コイルによって受信される。周波数を掃引して受信信号の振幅を測定す

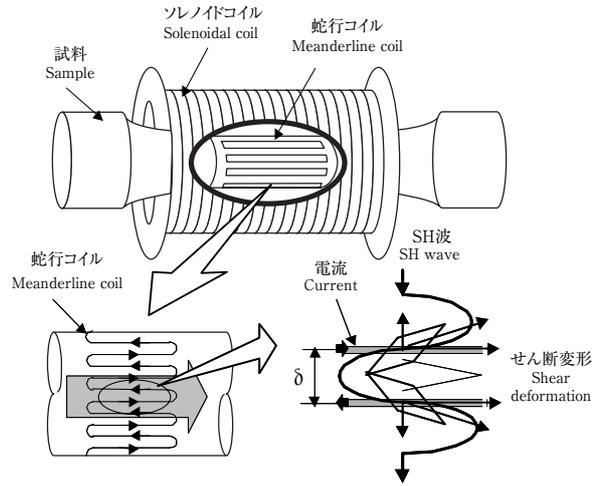


図2 軸対称SH波EMATの構造と送受信原理
Fig. 2 Principle of the EMAT for axial shear resonance

ると複数の共鳴ピークが観測できる。共鳴周波数は、 $NJ_N(kR) - kRJ_{N+1}(kR) = 0$ で決定される¹⁵⁾。ここで、 N は蛇行コイルのターン数、 J_N は N 次の第1種ベッセル関数、 R は丸棒の半径、 k は波数である。波数 k は、 m 次の共鳴周波数 $f_m^{(N)}$ と横波の音速 C の関係から $k = 2\pi f_m^{(N)}/C$ で表される。本研究では $N=49$ の蛇行コイルを用いた。図3に測定した共鳴スペクトルの例を示す。1次のモードでは、試料表面だけが振動し、高次のモードになるに従って振動領域は内部へ移る¹²⁾。減衰係数を求めるには、各共鳴周波数でEMATを励起して共鳴状態をつくり、励起後の残響を測定することで、図4に示す減衰曲線を得る。この曲線に指数関数を近似して減衰係数を決定する¹⁶⁾。

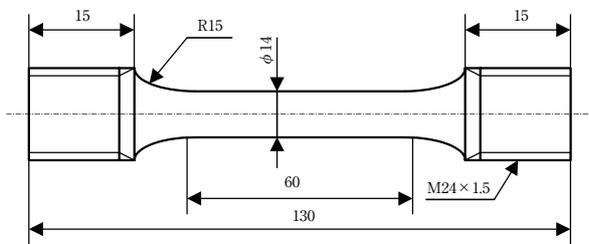


図1 試験片形状 (mm)

Fig. 1 Geometry and dimension of creep specimen in millimeters

表 2.25 Cr-1Mo鋼の化学成分 (mass%)

Table Chemical composition of 2.25 Cr-1Mo steel (mass%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu
0.13	0.25	0.56	0.02	0.02	0.08	2.2	0.9	0.13

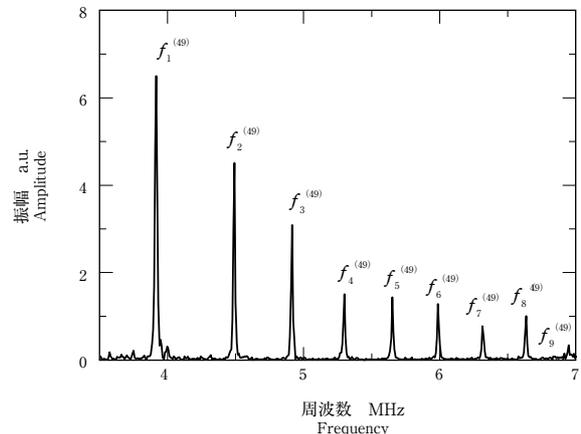


図3 2.25 Cr-1Mo鋼の共鳴スペクトル

(φ 14 mmの丸棒, $N=49$, 静的磁界の強さ 12.7 kA/m)

Fig. 3 Measured resonant spectrum for 2.25 Cr-1Mo steel cylinder (14 mm diameter with $N=49$, Static magnetic field intensity of 12.7 kA/m)

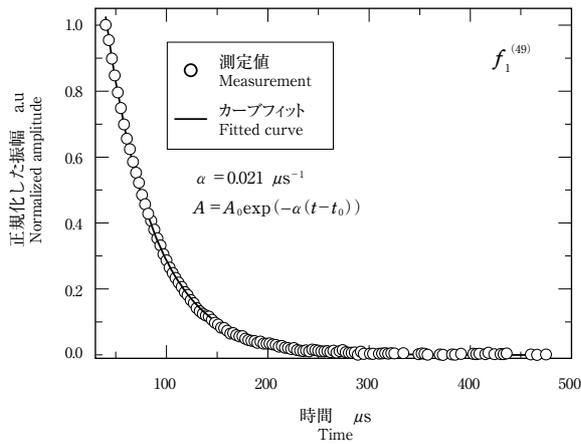


図4 減衰曲線（図3中の第1次モード $f_1^{(49)}$ ）
Fig. 4 Measured ringdown curve of the first mode $f_1^{(49)}$ shown in Fig. 3

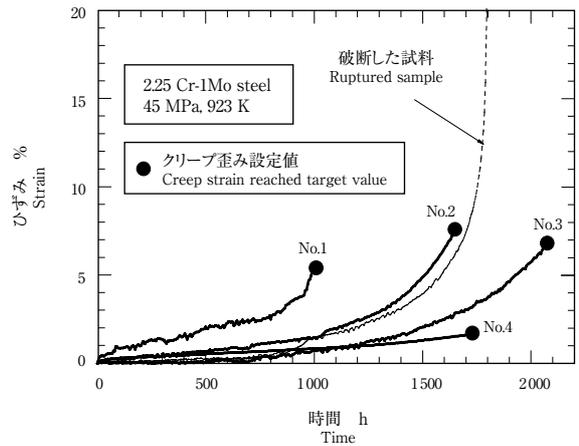


図5 2.25 Cr-1Mo鋼のクリープ曲線（45 MPa, 923 K）
Fig. 5 Creep curves for 2.25 Cr-1Mo steel under 45 MPa at 923 K

2-4 組織観察

超音波計測後、光学顕微鏡（OM）、走査型電子顕微鏡（SEM）、透過型電子顕微鏡（TEM）を用いて組織観察を行った。TEM用試料についてはワイヤカットにより厚さ200 μm 程度まで薄く切り出した後、電解研磨によって作製した。電解研磨に用いた溶液はエタノール：純水：2-nブトキシエタノール：60%過塩素酸 = 70：12：10：8である。観察には株式会社日立製作所製H-800透過型電子顕微鏡（加速電圧200 kV）を用いた。これらの組織観察写真をスキャナでコンピュータに取り込み、その後の解析に用いた。

3. 結果

クリープ試験片に65 MPaと45 MPaの応力を負荷した。それぞれ14本、13本の試験片を用いて異なるクリープひずみの試験片を作製した。図5には45 MPa負荷時の所定のクリープひずみに達するまでのクリープ曲線を示す。図5中の番号は試料の番号を示している。参照として破断まで至った試料のクリープ曲線も示した。同一試験条件にもかかわらず、それぞれのクリープ曲線は異なる曲線を示している。図6には、65 MPaと45 MPa負荷時に得られた試験片の所定のクリープひずみと時間の関係を示す。個々の点がそれぞれ一つの試験片の試験の結果を表す。図6中の番号は試料の番号であり、図5の番号と一致する。クリープひずみとクリープ時間は良い相関関係を示していない。つまりクリープ時間が長い程、クリープひずみが大きいわけではなく、同一条件のクリープ試験を行ってもクリープ時間とクリープ損傷の間に強い相関関係はない。言い換えると、時間はクリー

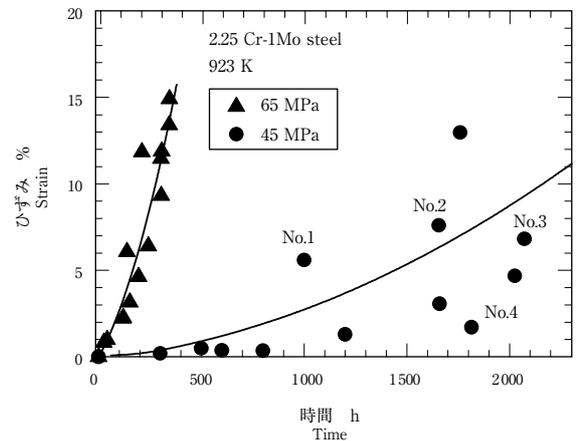


図6 設定したクリープひずみと時間の関係（65 MPa, 923K.）
Fig. 6 Relationship between the target creep strain and time in 2.25 Cr-1Mo steel under 45 and 65 MPa at 923 K

プ損傷の目安とはなり得ない。

次に4次モードにおける減衰係数とひずみの関係を図7に示す。65 MPaでは減衰係数はひずみが約4%から6%付近まで増加を示し、ピークに達した後13%まで減少し続け、最小値に達した後15%まで再び増加に転じている。また、45 MPaの場合も同様なピーク現象は見られるが、ピークが現れるひずみは3%前後と65 MPaの場合より早い。この変化は他のモードでも同様な変化であった。

以上から、クリープひずみと減衰係数に単調ではないが関係のあることが分かった。個々の試験片の破断時間や破断ひずみが等しいなら、これを寿命評価に役立てることが可能であるが、これらは試験片や応力で異なる。そこで、それぞれの試験片のクリープ曲線から推定寿命

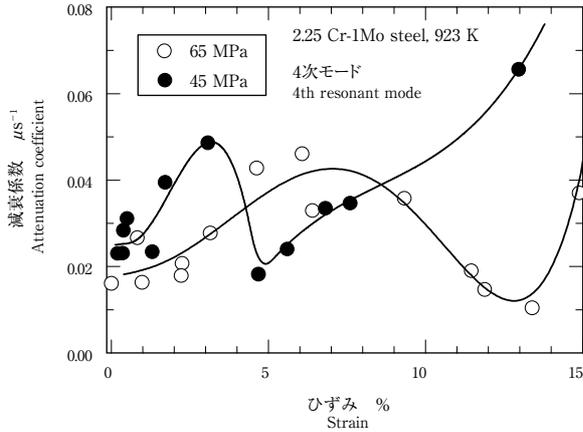


図7 第4次モードにおけるクリープひずみと減衰係数の関係 (第4次モード, 45と65 MPa, 923 K)
 Fig. 7 Relationship between the attenuation coefficients of the fourth resonant mode and the creep strain under 45 and 65 MPa at 923 K

消化率を求め、減衰係数と対比した。

推定寿命消費率 t/t_r は、丸山らが提案した改良 θ 法¹⁰⁾と破断パラメータ P ¹¹⁾を用いて、推定破断時間 t_r を求め、実際のクリープ時間 t を除して t/t_r を求めた。改良 θ 法と破断パラメータ P について簡単に説明をする。

改良 θ 法はクリープ曲線を数式で近似することにより寿命を推定する方法であり、式(1)に示すように、クリープ曲線を近似する。

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + A \{1 - \exp(-\beta t)\} + B \{\exp(\beta t) - 1\} \dots\dots\dots (1)$$

ここで、第1項は初期ひずみ、第2項は一次クリープ、第3項は三次クリープをそれぞれ表す。改良 θ 法では破断近傍(寿命の90%付近)のデータで十分である。改良 θ 法を用いるにあたって、初期ひずみの項を取り除くことで、三つのパラメータ(A, B, β)で表すことができる。 A は加工硬化のパラメータであり、加工硬化が激しいほど減少する。 B は弱化に関するパラメータであり、 B が低下すると三次クリープの出現が遅れ一次クリープ域でのひずみ速度低下が顕在化する。組織が安定であるほど B は低下し、見掛け上の定常状態が現れやすくなる。クリープ曲線から各試験片の推定破断時間 t_r を求める手順を以下に示す。

- (1) 数本の試験片を用いて異なる応力下で破断するまでクリープ試験を行う。
- (2) (1)のデータを式(1)で非線形近似することによりパラメータ A, B, β を決める。
- (3) (2)で求めた A, B, β と式(2)から破断パラメータ P を求める。

ータ P を求める。

$$P = \frac{1}{\beta} \ln \frac{\varepsilon_r - \varepsilon_0 - A}{B} \dots\dots\dots (2)$$

ここで ε_r は破断ひずみを表す。このパラメータを使うのは最小自乗曲線とデータとの破断前付近に生じているずれを補正するためである。この破断パラメータを求めるには破断ひずみ ε_r を定めることが必要である。今回、破断試験片の破断ひずみが約30%であり、破断近傍ではひずみ速度が急激に大きくなることを考慮し、すべての試験片においてひずみが25%で破断するものと仮定した。破断ひずみ ε_r が多少ずれても、これは式(2)で対数項に含まれるため破断パラメータ、つまり推定破断時間に与える影響は小さい。

(4) 破断パラメータ P と(1)で得た破断時間 t_r を用いて C と q を決定する。

$$t_r = CP^q \dots\dots\dots (3)$$

(5) 他の試験片に対しても同様に、式(1)をクリープ曲線に補間し、パラメータ A, B, β 及び破断パラメータ P を求める。

(6) 求められた破断パラメータと既に破断試験片について(4)で求めておいた C と q を用いて式(3)から各試験片の推定破断時間 t_r を求める。各試験片のクリープ時間 t を推定破断時間 t_r で割った値が推定寿命消費率 t/t_r である。

図8には、前記方法により求めた t/t_r とクリープひず

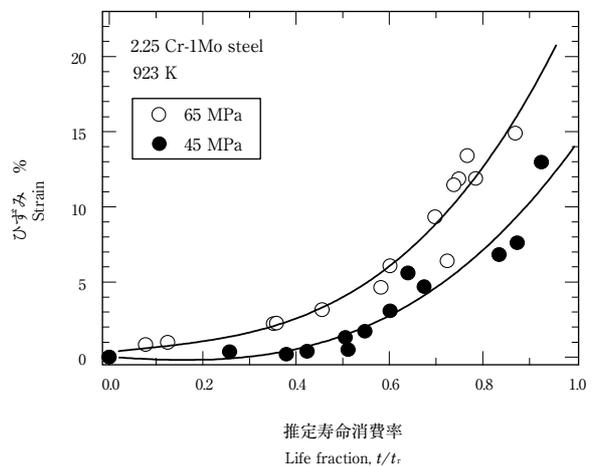


図8 第4次モードにおける推定寿命消費率とクリープひずみの関係 (45と65 MPa, 923 K)
 Fig. 8 Relationship between the attenuation coefficients of the fourth resonant mode and the creep strain under 45 and 65 MPa at 923 K

みの関係を示す。二つの応力下でのクリープひずみ変化が、それぞれ1本の曲線で整理され、 t/t_r とクリープひずみには良い相関関係があることが分かる。次に、応力65 MPa, 45 MPaの1次モードにおける減衰係数 α と t/t_r の関係を図9に示す。それぞれの応力下において、 α は初期にはほとんど変化はないが、 t/t_r が0.4付近から0.6付近まで急増した後、0.8付近まで低下する。その後再び増加して破断に至る。減衰係数とひずみの関係(図7)では、応力によってピークとなるひずみに違いが見られたが、減衰係数と推定寿命消費率の関係では、応力に関係なく寿命の60%前後でピークを示している。

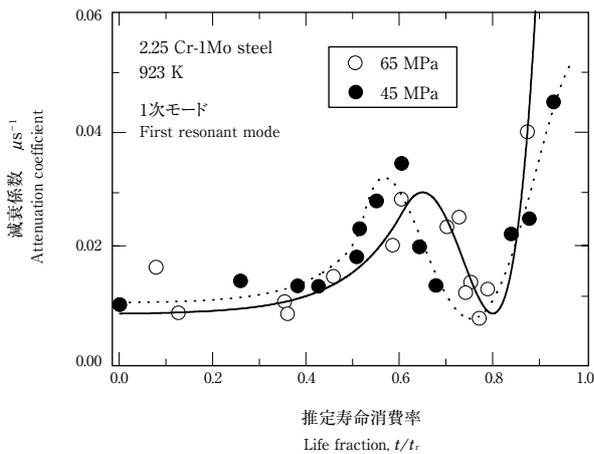


図9 第1次モードにおける推定寿命消費率と減衰係数の関係 (45と65 MPa, 923 K)

Fig. 9 Relationship between the attenuation coefficients of the first resonant modes and the estimated life fraction under 45 and 65 MPa at 923 K

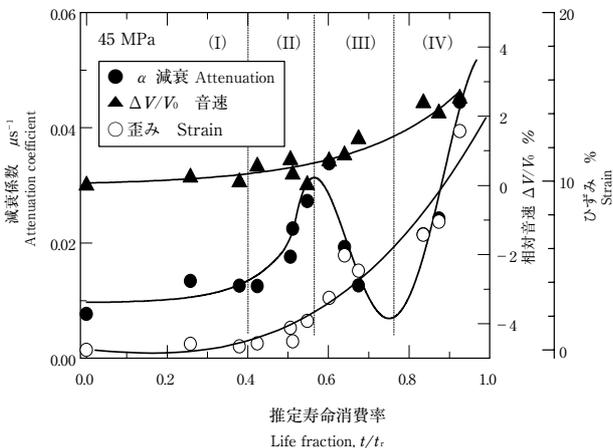


図10 推定寿命消費率と第1次モードにおける減衰係数、音速とひずみの関係 (45 MPa, 923 K)

Fig. 10 Attenuation and velocity evolution of the first resonant mode and creep strain under 45 MPa at 923 K

図10に45 MPaの第1次モードの減衰係数 α 、相対音速比 $\Delta V/V_0$ (V_0 :初期音速)、クリープひずみと推定寿命消費率 t/t_r の関係を示す。音速は、 $t/t_r=0.6$ までほとんど変化はないが、 $t/t_r=0.6$ 以降単調に増加する。最終破断近くでは3%近い上昇が見られた。クリープ損傷を評価する場合、減衰係数のように組織変化を反映して敏感に反応する物理量と、音速のように単調に増加する量とを組み合わせることが損傷評価の精度を向上できると考える。ただし、ここでは材料微視組織の変化に敏感な減衰係数の変化に注目していく。

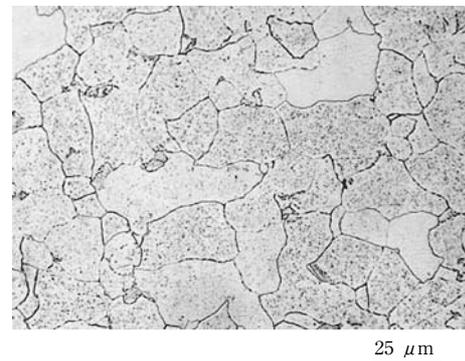
4. 考察

クリープ損傷に伴う多様な組織変化のなかから、減衰係数に影響を及ぼす3因子を取り上げ^{17, 18)}、それぞれについて定量的検討をした。ポイドや微小き裂はごく末期以外では発生していなかったのを除く。

- ①結晶粒界による散乱
- ②析出物による散乱
- ③転位による吸収

4-1 結晶粒界による散乱

結晶粒界からの散乱について考える。 $t/t_r=0.6$ の試料の光学顕微鏡による組織写真を写真1に示す。応力方向は写真の長手方向である。粒界に析出物が見られる。これらの組織写真をコンピュータに取り込み、個々の結晶粒の面積を計算し、結晶粒が球状であると仮定して、平均結晶粒径を求めた。その結果クリープの進行とともに結晶粒径は小さくなっていった。その減少量は3~5 μm ほどであった。結晶粒径が、超音波の波長に比べて十分小さい場合、粒界での散乱による減衰 α_s は式(4)で表される^{17, 18)}。



05-102 01/208

写真1 クリープした試験片の光学顕微鏡による組織観察 ($t/t_r=0.6$, 45 MPa, 923 K)

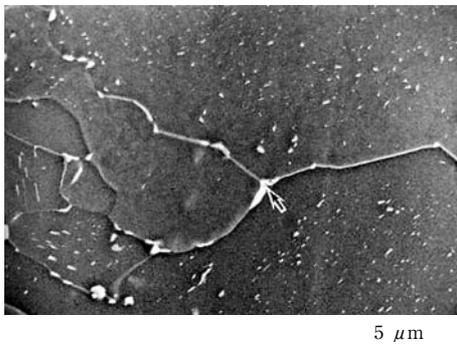
Photo 1 Optical micrograph of the crept specimen at $t/t_r=0.6$ (45 MPa, 923 K)

$$\alpha_s = Sd^3f^4 \dots\dots\dots(4)$$

ここで、 S は散乱因子と呼ばれる定数、 d は平均結晶粒径、 f は周波数である。この式に $S = 2.25 \times 10^{-10} \mu\text{s}^3/\mu\text{m}^3$ ¹⁹⁾とクリープ前の状態の平均結晶粒径 $d=30 \mu\text{m}$ 、周波数 $f=4.0 \text{ MHz}$ を代入して減衰係数を計算すると $\alpha = 1.56 \times 10^{-3} \mu\text{s}^{-1}$ となり、これは実測値より1桁以上小さい。また減衰係数の変化は、単調に減少する粒径変化とは対応していない。よって結晶粒による散乱の減衰係数への寄与は小さく、粒径変化の効果も無視してよい。

4-2 析出物による散乱

写真2に $t/t_f=0.6$ の試料のSEM観察の結果を示す。析出物は粒界に現れている。この析出物(写真2中矢印)



05-102 02/208

写真2 クリープした試験片のSEMによる組織観察 ($t/t_f = 0.6$, 45 MPa, 923 K)

Photo 2 Scanning electron micrograph of the crept specimen at $t/t_f=0.6$ (45 MPa, 923 K)

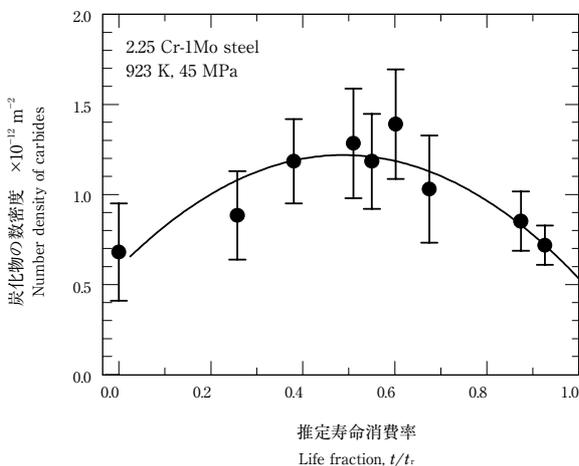


図11 クリープ進行に伴う析出物(炭化物)の数密度の変化 (45 MPa, 923 K)

Fig. 11 Change in the number density of carbides with creep progress (45 MPa, 923 K)

をエネルギー分散型X線分析装置(EDX)で分析したところ、Cr-Mo系の炭化物であることが分かった。図11はSEM観察写真をコンピュータに取り込み、炭化物の数密度を測定した結果である。炭化物の数密度は寿命前半に増加した後、減少している。寿命前半では炭化物の凝集・粗大化が進行するものの、新たな炭化物の析出が上まわり、その結果数密度は増加する。しかし、ある程度析出が進行した後に、炭化物の凝集・粗大化が上まわり、炭化物の数密度は漸減すると考えられる。析出物の大きさは平均で $2 \mu\text{m}$ 程度であった($t/t_f=0.6$)。これは観察している超音波の波長($>0.3 \text{ mm}$)より十分小さく、Rayleigh散乱領域を考える必要がある。このとき、減衰係数 α_s は式(5)で表わされる^{17, 18)}。

$$\alpha_s = n\gamma/2 \sim Ca^2(ka)^4, (ka \ll 1) \dots\dots\dots(5)$$

ここで、 n は散乱体の数密度、 γ は散乱断面積、 k は超音波の波数、 a は散乱体の半径、そして C は散乱体の体積密度と性状(析出物あるいはポイド)から決まる定数である。析出物に起因する減衰係数は、式(5)や組織観察から α の変化を説明できない。また、SEM観察の結果をもとに式(5)から実際に α_s を計算した。ここで、 $a=1 \mu\text{m}$ 、散乱体の体積分率を0.01とすると $C=4.32 \times 10^{-4}$ 、 $\alpha_s=3.01 \times 10^{-9} \mu\text{s}^{-1}$ となり、実測値の1%にも達しない。したがって、析出物やポイドによる散乱は本測定での α の変化に関与していないと結論できる。以上から、 α は転位による吸収を反映していると考えられる。

4-3 転位による吸収

超音波による変動応力が加わったとき、転位はこれとともに振動し、超音波エネルギーが吸収されると考えられている。GranatoとLückeは、このような転位の振動を、粘弾性体中の弦の振動としてモデル化し¹²⁾、減衰係数 α と転位密度 Λ 、平均転位長さ L の関係を以下のように導いた。

$$\alpha = A_1 f^2 \Lambda L^4 \dots\dots\dots(6)$$

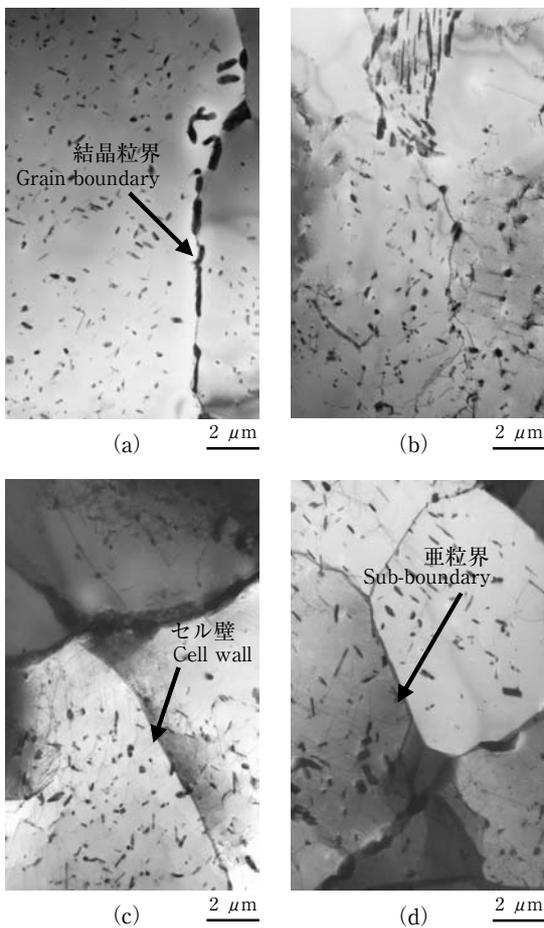
ここで、 A_1 は正の定数であり、剛性率、ポアソン比、転位運動の比粘弾性係数、バーガスベクトルに依存する。 f は周波数である。このモデルによると、減衰係数は転位密度 Λ と転位の平均長さ L の4乗に比例する。転位を釘付けする因子として転位網、格子間不純物原子や点欠陥がある。ただし、注意すべきことは、式(6)がすべての転位を対象としているわけではなく、超音波のような低応力波に対しても振動できる転位だけを対象にしていることである。この転位を可動転位と定義した。

可動転位は結晶粒界、サブバウンダリーやセル壁にたい積した転位を除いたもので、これらが減衰の原因となる。したがって、結晶粒界やサブグレインに拘束されている転位は、 α に貢献できない。電磁超音波共鳴で測定した減衰係数は、多結晶の純銅や低炭素鋼の疲労損傷^{20~22)}やSUS304鋼、SUS316L鋼やNi基耐熱合金ワスパロイの高温クリープ変形^{23~26)}に伴う転位構造の変化を検出できることが明らかとなっている。それゆえ、本研究の減衰係数の変化もこれを反映していることは十分に考えられる。

そこで、TEMにより転位組織の変化を観察した。観察例を図11に示す。写真3 (a) はクリープ前の状態を、写真3 (b) ~ (d) は、それぞれ $t/t_r=0.6, 0.67, 0.98$ 付近の組織を示す。クリープ前の組織では、転位密度は低く、粒内には $1 \mu\text{m}$ 以下の棒状の炭化物に絡んだ転位や自由な可動転位がわずかに見られた。粒界には最大で $2 \mu\text{m}$

の炭化物が見られる。写真3 (b) は図9において α が極大値を示した組織である。粒内の転位密度は更に高くなり、粒内の炭化物に絡みついた転位線が多く見られる。粒内の炭化物の数も増え、寸法も大きくなり $1 \mu\text{m}$ 以上のものも見られた。また、この段階で初めてセル壁の形成が見られた(写真3 (b) 中矢印で示す)。写真3 (c) は α が極小値を示した組織である。粒内の転位密度は低下し、炭化物に絡みついた転位線も少なくなった、それに対してセル壁周囲の転位密度は高くなり、セル壁も明確になってきた(写真3 (c) 中矢印で示す)。セル組織からサブグレイン組織へ移行していつている。炭化物の間隔は、 $t/t_r=0.6$ 付近より広がっている。写真3 (d) のクリープ末期では、サブグレイン内の転位密度は増大しており、転位線も長くなっている。また炭化物に絡みついた転位も増加し、サブグレインが細分化されている。

図12はTEM観察で得た多数の組織写真をデジタル化してコンピュータで取り込み、転位密度と転位平均長さを測定した結果である。転位密度はKeh²⁷⁾の方法を用いた。ここで対象とした転位は、粒界やサブバウンダリーにたい積した転位ではなく、結晶粒内の炭化物や他の転位に釘付けされた転位及び可動転位だけである。なぜならば、これらの転位こそが減衰変化の主要因であるからからである。図12において Λ_1 は $t/t_r=0.6$ まで増加した後、 $t/t_r=0.8$ まで減少している。その後破断まで増えている。また L_1 も Λ_1 と同様な変化をした。このTEM観察による Λ_1 と L_1 を用いて、式(6)から減衰係数を算出した。結果を測定値(●印)とともに図13に示す。



05-102 03/208

写真3 クリープ試験前とクリープした試験片 ($t/t_r = 0.6, 0.67$ と 0.98) のTEMによる組織観察 (45 MPa, 923 K)

Photo 3 Transmission electron micrographs of the creep specimens at $t/t_r = 0.6, 0.67$ and 0.98 (45 MPa, 923 K)

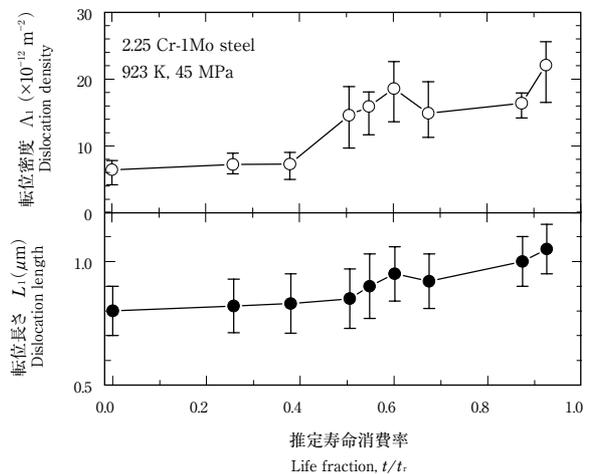


図12 クリープ進行に伴う可動転位の密度と長さの変化 (45 MPa, 923 K)

Fig. 12 Change in the dislocation density and length with creep progresses progress (45 MPa, 923 K)

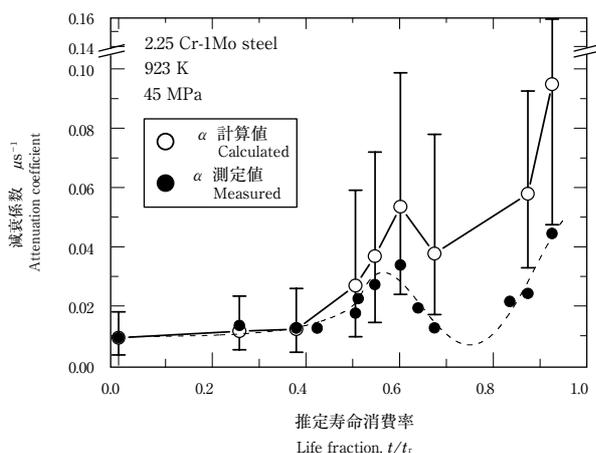


図13 第1次モードにおける減衰係数の計算値と測定値の比較 (45 MPa, 923 K)

Fig. 13 Comparison between the calculated and measured α_s of the first resonant mode (45 MPa, 923 K)

ただし、定数 A_1 はクリープ前の試料に対して、実測値と計算値が一致するように決定した。図13の計算値を実測値と比較するには、 $\Lambda_1 \propto \Lambda$ 、 $L_1 \propto L$ という仮定が必要である。 Λ と L は、超音波の微小振幅においても可動な転位に対するものであり、TEM観察によって得られた Λ_1 と L_1 には必ずしも一致しない。すなわち、TEM観察された可動転位が実際の超音波により振動するかどうか観察することは不可能である。一般に転位線上に点欠陥が吸着・釘付けされており、それら点欠陥の間隔が L に相当する。つまり $L_1 > L$ となる。また、転位を釘付けする点欠陥同士の相互作用を考えると、長い転位線ほど隣り合う点欠陥の距離が広がると考えられる。図13を見ると計算値 α の変化は実測値 α の変化と対応しており、これは前述の仮定の妥当性を示すとともに、減衰係数変化の主要因が転位振動によるエネルギー吸収であることを強く裏付ける結果である。しかし、絶対値は計算値の方がかなり大きな値を示している。これは、式(6)において α の変化には L の影響が大きいことから、計算値 α と実測値 α の違いは L_1 の値の違いによると思われる。以上の考察から、本研究で観測された減衰係数の変化は転位構造の変化に起因すると結論できる。

GranatoとLückeは減衰係数と同様に音速に対しても以下の式を導いた。

$$\Delta V/V_0 = A_2 \Lambda L^2 \quad \dots\dots\dots (7)$$

ここで A_2 は正の定数である。転位密度と長さの増加は音速の減少を招くはずである。しかし図10において減衰係数が極大値を示す点では、音速に変化は見られていな

い。これはCrやMo系の弾性的に硬い炭化物の析出の増加とそれに伴って、母材自身の弾性係数が増えたためと考えられるが、明らかではない。今後の検討課題である。写真3で示した転位構造の変化や図12の可動転位の密度変化は、過去の報告^{28~34)}にも見られた。これらをもとに、図10に示すようにクリープ進行に伴う組織変化と減衰係数の関係を4段階に別け説明すると以下のようになる。図10におけるクリープ曲線において、クリープひずみ速度は常に増加していることが分かる。ここでクリープひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ は式(8)のように記述する^{33, 34)}。

$$\dot{\epsilon} \propto A_3 \sigma^m n(\epsilon) v(\epsilon) \quad \dots\dots\dots (8)$$

ここで σ は応力、 $n(\epsilon)$ は転位密度(クリープひずみ ϵ の時、変形に寄与した転位密度)、 $v(\epsilon)$ は転位の運動速度、 A_3 、 m は定数とする。

(1) 第1段階 ($0 < t/t_r < 0.4$) : 初期から寿命の40%付近までは、炭化物の析出は増加する(図13参照)。しかし図10から $\dot{\epsilon} \neq 0$ であり、 α 及び $\Delta V/V_0$ も変化が見られない。このことは、この段階では、転位の運動(すべり、増殖)が起こっていないことを示している。図12の転位密度の変化とも一致している。

(2) 第2段階 ($0.4 \leq t/t_r < 0.6$) : t/t_r が40%を超えると、 $\dot{\epsilon}$ の上昇(ϵ の増加)が始まっている。このことから転位の運動と増殖が開始されると考えられる。また析出物の数密度の増加(図11)と転位数の増加〔(図12(b))〕から、固溶炭素及び転位線上の固着点(炭素原子)が減少して固着点長さが大きくなり転位が動きやすくなると考えられる。その結果、 L が大きくなり減衰係数は増加する。この段階の後半で、セル壁の形成が初めて起こる。増殖した転位は、セル壁の形成に費やされる。セル内部の可動転位はセル壁近傍に吸収され、内部の転位密度が減少する。これに伴い可動転位密度が低下し、減衰係数の極大値が現れる。その時点のクリープひずみは3%程度であり、寿命は60%になる。

(3) 第3段階 ($0.6 < t/t_r \leq 0.8$) : この段階は、セル壁が活発に形成されサブグレイン組織への移行段階にあたる。クリープ進行とともに全転位密度は増加し、新たに生成された転位は主にセル壁形成に費やされる。その結果セル壁近傍の転位間隔も狭くなっていく。また転位間の相互作用が強くなり転位の運動に抗する応力を生じさせる。これが加工硬化に対応する³⁰⁾。一方、セル内では、転位密度の減少により、転位間隔が大きくなり転位の運動に抗する応力は低下する。これが回復に対応する³⁰⁾。セル内の転位間隔の増加は、炭化物の数密度の低下と一

致する。 $t/t_r=0.7$ 近くから、セル構造の転位網が急速に回復してサブグレインの形成が始まる (図12 (c))。セル又はサブグレイン内の転位密度の減少は減衰係数の最小点 ($t/t_r=0.7\sim 0.8$) に至るまで続く。最小点では加工硬化と回復のバランスした状態と考えられる。

(4) 第4段階 ($t/t_r > 0.8$) : この段階では炭化物は、合体して粗大化していき、炭化物密度の低下や炭化物間隔の増加が起こる。このことから L が大きくなり α が増加すると考えられる。また、内部応力の開放によって転位に作用する有効応力が大きくなり、転位の運動、生成が容易になる。その結果、サブグレイン内の転位の増殖が始まり全転位密度やサブバウンダリーの転位密度、サブグレイン内の転位密度は増加する。また炭化物間隔はもつれた転位あるいは転位網によって結ばれ、転位線長さが増加する。そして減衰係数は急増する。粗大化した炭化物は転位の増殖源になり、破断に至るまで転位を増殖し続ける。

$t/t_r = 0.6$ 付近で現れた減衰係数のピークは、増殖した転位が絡み合いサブグレインの形成が始まった段階に対応すると考えられる。同様な結果をSUS304鋼, SUS316L鋼やNi基耐熱合金ワスパロイのクリープ損傷過程においても得ており^{23~26)}、本測定法の普遍性を示すものである。また、電磁超音波共鳴法はクリープ進行に伴う材料全体の内部組織変化、特に転位組織をとらえることができ、損傷評価及び余寿命予測に有効であると考えられる。

5. 結 論

2.25%Cr-1%Mo鋼のクリープ損傷に伴う微視的組織の変化を電磁超音波共鳴法で測定する減衰係数と音速の変化から評価した。その結果以下のことが明らかになった。

(1) 超音波減衰は、クリープひずみや時間より寿命消費率と良い相関関係をもつ。

(2) 超音波減衰は、クリープ損傷に対して敏感に反応し、それは結晶粒界と析出物による散乱減衰よりも、転位による吸収減衰に支配される。

(3) 弦モデルにより、超音波減衰と転位組織の変化を対応つけられる。

(4) 構造用金属材料のクリープ損傷評価と寿命予測を行える可能性をもっている。

(5) 減衰係数と音速の両方をモニタリングすることで、より精度の高い寿命評価が可能になる。

(6) 今後は負荷履歴影響やより長寿命なクリープを含んだ損傷評価及び余寿命予測の研究を行っていきたい。

参 考 文 献

- 1) 構造材料の信頼性評価技術委員会, 構造材料の寿命・余寿命評価のための計測技術に関する調査, 日本鉄鋼協会 (1983).
- 2) 日本鉄鋼協会特定基礎研究会, 耐熱鋼の高温クリープ及びクリープ疲労損傷材のレプリカ法による非破壊的損傷量/寿命評価, 日本鉄鋼協会 (1991).
- 3) 科学技術庁研究開発局編, 構造材料の信頼性評価技術の開発に関する研究, 第II期成果報告書 (1989).
- 4) 川上敏幸, 押川辰也, 渡邊肇, 福島一夫, 仲庭正義, 日本機械学会平成4年度材料力学部門講演論文集, No.930-71 (1993) 508-509.
- 5) 吉川戸彦, 福島一夫, 日本機械学会講演論文集, No.964-1 (1996-3), 94-95.
- 6) 大谷俊博, 荻博次, 森下智博, 平尾雅彦, 荏原時報, No.192 (2001), 24-32.
- 7) 大谷俊博, 荻博次, 森下智博, 平尾雅彦, 機械学会論文集A, 65 (1999), 1802-1809.
- 8) Hirao, M., Ogi, H., and Fukuoka, H., Rev. Sci. Instrum., 64 (1993), 3198-3205.
- 9) Hirao, M. and Ogi, H., Ultrasonics, 35 (1997), 413-421.
- 10) 丸山公一, 原田千里, 及川洪, 材料, 34 (1985), 1289-1295.
- 11) Maruyama, K. and Oikawa, H., Trans. ASME, J. Pressure Vessel Technol., 109 (1987), 142-148.
- 12) Granato, A. and Lücke, K., J. Appl. Phys., 27 (1956), 583-593.
- 13) 大谷俊博, 荻博次, 平尾雅彦, 材料, 51-2 (2002), 195-201.
- 14) Ohtani, T., Ogi, H., and Hirao, M., Metall. and Mat. Trans. A, 36A (2005), 411-420.
- 15) Ogi, H., Hirao, M., and Minoura, M., J. Appl. Phys., 81 (1997), 3667-3682.
- 16) Ogi, H., Hirao, M., Honda, T., and Fukuoka, H., Rev. Progr. QNDE, 14 (1995), 2601-2608.
- 17) Truell, R., Elbaum, C., and Chick, B. B., Ultrasonic methods in Solid State Physics, Academic Press, New York and London (1969), 159-249.
- 18) Goebbels, K., Res. Tech in NDT, Vol.4, (Sharpe R. S. 編), Academic Press, London (1980), 87-157.
- 19) Ogi, H., Hirao, M., and Honda, T., J. Acoust. Soc. Am., 98 (1995), 458-463.
- 20) Hirao, M., Ogi, H., Suzuki, N., and Ohtani, T., Acta Materialia, 48 (2000), 517-524.
- 21) Ogi, H., Hamaguchi, T., and Hirao, M., Metal. and Mater. Trans. A, 31A (2000), 1121-1128.
- 22) Ohtani, T., Ogi, H., Minami, Y., and Hirao, M., J. Alloys and Compounds, 310 (2000), 440-444.
- 23) 大谷俊博, 荻博次, 平尾雅彦, 日本機械学会論文集A, 67 (2000), 454-461.
- 24) 大谷俊博, 荻博次, 平尾雅彦, 材料, 53 (2004), 692-698.
- 25) Ohtani, T., Ogi, H., and Hirao, M., Inter. J. Sol. St., 42 (2005), 2911-2928.
- 26) 大谷俊博, 武井和生, 材料 (2005), 607-614.
- 27) Keh, A. S. and Weissmann, S., in Electron Microscopy and Strength of Crystal, (1963) Interscience, New York, 231-299.
- 28) Barrett, C. R., Nix, W. D. and Sherby, O. D., Trans. ASM., 59 (1966), 3-15.
- 29) Orlova, A. and Cadek, J., Phil. Mag., 28, (1973), 891-899.
- 30) Hasegawa, T., Ikeuchi, Y., and Karashima, S., Metal Sci. J., 6 (1972), 78-82.
- 31) 岡崎正和, 橋本昌光, 佐田隆, 材料, 41 (1992), 1729-1735.
- 32) 辛島誠一, 鉄と鋼, 65 (1974), 820-830.
- 33) 丸山公一編著, 中島英治著, 高温強度の材料科学, 内田老鶴圃 (1997).
- 34) Cadek, J., Creep in Metallic Materials, Elsevier, Amsterdam (1988).