2.25%Cr-1%Mo 鋼のクリープ損傷に伴う超音波減衰と材料微視組織の変化†

大谷 俊博* 荻 博次** 平尾 雅彦***

Change of Ultrasonic Attenuation and Microstructure Evolution in Crept 2.25%Cr-1%Mo Steels

by

Toshihiro OHTANI*, Hirotugu OGI** and Masahiko HIRAO***

We studied microstructure evolution caused by creep in 2.25%Cr-1%Mo steel using ultrasonic attenuation. The material was exposed to the temperature of 923K at various stresses. We used electromagnetic acoustic resonance (EMAR) to measure attenuation. EMAR is a contactless acoustic-resonance method and free from energy losses associated with contact transducer, resulting in the intrinsic attenuation in solids. We used axial-shear-wave EMAT, which transmits and receives SH wave propagating in the circumferential direction of a cylindrical specimen. The attenuation coefficient was obtained from the ringdown curve at the resonance by interrupting the creeping. The attenuation exhibits much larger sensitivity to the damage accumulation than the velocity. Approaching the rupture, the attenuation coefficient becomes five times as large as the initial state. We correlate this attenuation evolution with the microstructure change, especially, the changes in dislocation structure that most contributes to the attenuation change. This is supported by TEM observations. The technique has a potential to assess the damage advance and predict the creep life of metals.

Key words: Creep Damage, Electromagnetic Acoustic Resonance (EMAR), Dislocation Damping, Ultrasonic Attenuation, Noncontact Evaluation, 2.25Cr-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なわれる場合が多く、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行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、上述の条件を満足と思われる電磁超音波共鳴法 (EMAR 法)^{6), 7)} を用いて金属材料のクリープ損傷と超音波特性の変化、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 (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、接触に関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、ボイラー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) の進行にともなう超音波特性の変化を調べた。EMAT としては、丸棒の円周方向に横波を伝ばさせる軸

対称 SH 波 EMAT^{6), 7)} 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⁹⁾ と破断パラメータ P_a ¹⁰⁾ 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、走査型およ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、クリープの進行にともなう転位組織の変化に反応して変化すること。さらに、転位振動の弦モデル¹¹⁾ により減衰係数と転位組織の関係が対応つけられることがわかった。

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 Fig. 1 に示す。ゲージ部は、直径 14mm、長さ 60mm 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 G3458 STP24 相当品) を用い 1193K で 1 時間保持後、40deg/hr で 923K まで冷却後、空冷を行った。化学的成分を Table I に示す。室温での機械的性質は、0.2% 耐力が 266MPa、引張強さが 490MPa であった。

クリープ試験は、縦型単レバー式クリープ試験機と加熱電気炉を用い、大気中 923K で行なった。多数の試験片を用意し、65MPa と 45MPa 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 Fig. 2 に

† 原稿受理 平成 13 年 2 月 6 日 Received Feb. 6, 2001

* 正 会 員 (株) 荻原総合研究所 NDC プロジェクト 〒251-8502 藤沢市本藤沢, NDC project., Ebara Res. Co., LTD., Hon-Fujisawa, Fujisawa, 251-8502

** 大阪大学大学院基礎工学研究科 〒560-8531 豊中市待兼山町, Grad. Sch. of Eng. Sci., Osaka Univ., Machikaneyama-cho, Toyonaka, 560-8531

*** 正 会 員 大阪大学大学院基礎工学研究科 〒560-8531 豊中市待兼山町, Grad. Sch. of Eng. Sci., Osaka Univ., Machikaneyama-cho, Toyonaka, 560-8531

Fig. 1. Specimen geometry.

Table I. Chemical composition of 2.25%Cr-1%Mo 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

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, 参考文献¹²⁾に説明がある. 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, 周方向に伝ばする表面 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 (〜 300V_{pp}, ~ 50μs) で励起し, 測定物に超音波を入射する. SH 波が伝ばし, 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.¹²⁾ 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 $N = 49$ の蛇行コイルを用いた. Fig. 3 に測定した共鳴スペクトルの例を示す. 1 次のモードでは, 試料表面だけが振動し, 高次のモードになるにしたが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, Fig. 4 に示す減衰曲線を得る.¹²⁾ この曲線に指数関数を近似して減衰係数を決定する.

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ーカットにより厚さ 200μm 程度まで薄く切り出した後, 電解研磨にて作製した. 電解研磨に用いた溶液はエタノール:純水:2-

Fig. 3. Measured resonant spectrum for 2.25%Cr-1%Mo steel of 14mm diameter with $N = 49$. Static magnetic field intensity was 12.7k A/m.

Fig. 4. Measured ringdown curve of the first resonant mode $f_1^{(49)}$ in Figure 3.

n ブトキシエタノール: 60% 過塩素酸 = 70:12:10:8 である. 観察には日立製作所製 H-800 透過型電子顕微鏡 (加速電圧 200kV) を用いた. これらの組織観察写真をスキャナー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 65MPa と 45MPa 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成した. Fig. 5 には, 65MPa, 45MPa で得られた試験片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を表す. 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, 時間はクリープ損傷の目安とはならない. 次に 4 次モードにおける減衰係数とひずみの関係を Fig. 6 に示す. 65MPa 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, 45MPa 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 65MPa 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.

Fig. 2. Structure of axial shear wave EMAT.

Fig. 5. Creep strain versus time (65 and 45MPa).

Fig. 7. Creep strain versus the estimated life fraction (65 and 45MPa).

Fig. 6. Relationship between the attenuation coefficients of the 4th resonance mode and the creep strain (65 and 45MPa).

Fig. 8. Relationship between the attenuation coefficients of the 1st resonance modes and the estimated life fractions (65 and 45MPa).

以上から、クリープひずみと減衰係数に単調ではない関係があることがわかった。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消費率を求め、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⁹⁾と破断パラメータ P_α ¹⁰⁾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。Fig. 7 には、 t/t_r とクリープひずみの関係を示す。2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わかる。次に、応力 65MPa、45MPa の1次モードにおける α と t/t_r の関係を Fig. 8 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 (Fig. 6) 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。Fig. 9 に 45MPa 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

Fig. 9. Attenuation and velocity evolutions of the 1st resonance mode and creep strain versus the estimated life fraction (45MPa).

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

クリープ損傷にともなう多様な組織変化の中から、減衰係数に影響を及ぼす因子を取り上げ^{13), 14)}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. $t/t_r = 0.60$ の試料の光学顕微鏡による組織写真を Fig. 10 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 $3 \sim 5 \mu\text{m}$ 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 (1) で表される.¹⁴⁾

$$\alpha_s = Sd^3 f^4 \quad (1)$$

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 $S = 2.25 \times 10^{-10} \mu\text{sec}^3/\mu\text{m}^3$ ¹⁵⁾ 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 $\alpha = 1.56 \times 10^{-3} \mu\text{sec}^{-1}$ となり, これは実測値より一桁以上小さい. 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

Fig. 11 に $t/t_r = 0.60$ 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 (Fig. 11 中矢印) 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わかった. Fig. 12 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・粗大化が卓越し, 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 ($t/t_r = 0.6$). 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,

Fig. 10. OM micrograph of the crept specimen at $t/t_r = 0.6$ (45MPa).

Fig. 11. SEM micrograph of the crept specimen at $t/t_r = 0.6$ (45MPa).

Fig. 12. Change of the number density of carbides as creep progress (45MPa).

減衰係数 α_s は式 (2) で表わされる.^{13), 14)}

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

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 (析出物あるいはボイド) から決まる定数である. 析出物に起因する減衰係数は, 式 (2) 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 (2) 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 $C = 4.32 \times 10^{-4}$, $\alpha_s = 3.01 \times 10^{-9} \mu\text{sec}^{-1}$ となり, 実測値の 1% にも達しない. したがって, 析出物やボイドによる散乱は本測定 of α の変化に関与していないと結論できる. 以上より, 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,¹¹⁾ 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.

$$\alpha = A_1 f^2 \Lambda L^4 \quad (3)$$

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, バーガースペクトルに依存する. 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 (3) 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堆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^{16)~18)} や SUS304 鋼の高温クリープ変形¹⁹⁾ にもな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 Fig. 13 に示す. Fig. 13 (a) はクリープ前の状態を, Fig. 13 (b)~(d) は, それぞれ $t/t_r = 0.60, 0.67, 0.98$ 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からん

Fig. 13. TEM micrographs of crept specimens at $t/t_r = 0, 0.6, 0.67$ and 0.98 (45MPa).

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。Fig. 13 (b) は Fig. 9 において α が極大値を示した組織である。粒内の転位密度はさらに高くなり、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 (Fig. 13 (b) 中矢印で示す)。Fig. 13 (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辺の転位密度は高くなり、セル壁も明確になってきた (Fig. 13 (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。Fig. 13 (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いく。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。

Fig. 14 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 Λ_1 と転位平均長さ L_1 を測定した結果である。ここで対象とした転位は、粒界やサブバウンダリーに堆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およ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である。Fig. 14 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 (3) から減衰係数を算出した。結果を実測値 (●印) とともに Fig. 15 に示す。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。Fig. 15 の計算値を実測値と比較には、 $\Lambda_1 \propto \Lambda$ 、 $L_1 \propto L$ 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

Fig. 14. Change of the dislocation density and length as creep progress (45MPa).

Fig. 15. Comparison between calculated and measured α_s of the 1st resonance mode (45MPa).

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。Fig. 15 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、これは上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 (3) 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。

$$\Delta V/V_0 = -A_2 \Lambda L^2 \quad (4)$$

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まねくはずである。しかし Fig. 9 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。

Fig. 13 で示した転位構造の変化や Fig. 14 の孤立転位の密度変化は、過去の報告^{19)~24)}にも見られた。これらをもとに、Fig. 9 に示すようにクリープ進行にともな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なになる。Fig. 9 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わかる。ここでクリープひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ は式 (5) のように記述する。^{25), 26)}

$$\dot{\epsilon} \sim A_3 \sigma^m n(\epsilon) v(\epsilon) \quad (5)$$

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 (Fig. 12 参照)。しかし Fig. 9 より $\dot{\epsilon} \approx 0$ であり、 α および $\Delta V/V_0$ 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。Fig. 14 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 (Fig. 12) と転位数の増加 (Fig. 13(b)) から、固溶炭素およ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。これにともな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。²⁴⁾ 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。²⁴⁾ 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を形成が始まる (Fig. 13(c))。セルまた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 鋼のクリープ損傷過程においても得ており、¹⁹⁾ 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、損傷評価および余寿命予測に有効であると考えられる。

5 結 言

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。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持つ。

(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持っている。

(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。

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”, p.1 (1983) 日本鉄鋼協会。
- 2) 日本鉄鋼協会特定基礎研究会, “耐熱鋼の高温クリープおよ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”, p.3 (1991) 日本鉄鋼協会。
- 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, 508 (1993)。
- 5) 吉川州彦, 福島一夫, 日本機械学会講演論文集, No.964-1, 94 (1996)。
- 6) M. Hirao, H. Ogi and H. Fukuoka, Rev. Sci. Instrum., **64**, 3198 (1993)。
- 7) M. Hirao and H. Ogi, Ultrasonics, **35**, 413 (1997)。
- 8) 大谷俊博, 荻 博次, 森下智博, 平尾雅彦, 日本機械学会論文集, A-65, 1802 (1999)。
- 9) 丸山公一, 原田千里, 及川 洪, 材料, **34**, 1289 (1985)。
- 10) K. Maruyama and H. Oikawa, Trans. ASME, J. Pressure Vessel Technol., **109**, 142 (1987)。
- 11) A. Granato and Lücke, “Dislocation and Mechanical Properties of Crystals”, Eds by J. C. Fisher, W. G. Johnson, R. Thomson and T. Vreeland, Jr., 425 (1957) John-Wiley。
- 12) H. Ogi, M. Hirao and M. Minoura, J. Appl. Phys., **81**, 3667 (1997)。
- 13) R. Truell, C. Elbaum and B. B. Chick, “Ultrasonic methods in Solid State Physics”, p.159 (1969) Academic Press。
- 14) K. Goebbels, “Res. Tech in NDT, Vol.4”, (Sharpe R. S. 編), London, p.87 (1980) Academic Press。
- 15) H. Ogi, M. Hirao and T. Honda, J. Acoust. Soc. Am., **98**, 458 (1995)。
- 16) M. Hirao, H. Ogi, N. Suzuki and T. Ohtani, Acta Materialia, **48**, 517 (2000)。
- 17) H. Ogi, T. Hamaguchi and M. Hirao, Metal. and Mater. Trans. A, **31A**, 1121 (2000)。
- 18) T. Ohtani, H. Ogi, Y. Minami and M. Hirao, J. Alloys and Compounds, **310**, 440 (2000)。
- 19) 大谷俊博, 荻 博次, 平尾雅彦, 日本機械学会論文集, A-67, 454 (2000)。
- 20) C. R. Barrett W. D. Nix and O. D. Sherby, Trans. ASM., **59**, 3 (1966)。
- 21) A. Orlova and J. Cadek, Phil. Mag., **28**, 891 (1973)。
- 22) T. Hasegawa, Y. Ikeuchi and S. Karashima, Metal Sci. J., **6**, 78 (1972)。
- 23) 岡崎正和, 橋本昌光, 佐田 隆, 材料, **41**, 1729 (1992)。
- 24) 辛島誠一, 鉄と鋼, **65**, 820 (1974)。
- 25) 丸山公一編著, 中島英治著, “高温強度の材料科学”, p.111 (1997) 内田老鶴圃。
- 26) J. Cadek, “Creep in Metallic Materials”, p.115 (1988) Elsevier。