電磁超音波共鳴法による Ni 基耐熱合金の クリープ損傷と超音波減衰ピーク†

大 谷 俊 博* 荻 博 次** 平 尾 雅 彦***

Ultrasonic Attenuation Peak During Creep of a Nickel-Base Superalloy with Electromagnetic Acoustic Resonance

by

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

Electromagnetic acoustic resonance (EMAR) is a contactless resonant method with an electromagnetic acoustic transducer (EMAT). This method is free from extra energy losses, resulting in the measurement of intrinsic ultrasonic attenuation in solids. In this study, the EMAR was applied to detect the creep damage of a Ni-base superalloy (Waspaloy). The material was exposed to the temperature of 1073K at various stresses. We measured ultrasonic attenuation for 1-6-MHz frequency range as the creep advanced. The attenuation coefficient exhibits much larger sensitivity to the damage accumulation than the velocity. In a short interval, between 35% and 40% of whole life, attenuation experiences a large peak and ultrasonic velocity shows a small depression, being independent of the stress. This novel phenomenon is interpreted as resulting from microstructure changes, especially, dislocation mobility. This is supported by TEM observations for dislocation structure. This technique has a potential to assess the damage advance and to predict the creep life of metals.

Key words: Creep damage, Ni-base superalloy, EMAT, Ultrasonic attenuation, Non-contact evaluation
Dislocation

1 結 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。²⁾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、上述の条件を満足する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⁸⁾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。試験片には、ジェットエンジンやガスタービンの部材として良く使われる Ni 基耐熱合金ワスパロイを

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、板材の厚さ方向に横波を受送信する横波 EMAT^{9), 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。また、減衰係数はクリープ寿命の 35 ~ 40% の間でピークを示した。これは負荷応力に依存していなかった。光学顕微鏡、走査型および透過型電子顕微鏡による内部組織観察から、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

本研究に用いた試験片の形状を Fig. 1 に示す。幅 18 mm、長さ 35mm、厚さ 5mm であり、いずれも引抜き方向は、長手方向である。素材は市販の Ni 基耐熱合金ワスパロイを用いた。熱処理方法は、溶体化：1313K、1 時間保持後水冷、安定化：1118K、4 時間保持後空冷、時効：1033K、16 時間保持後空冷後を行った。化学成分を Table I に、室温および 1073K における機械的性質は、0.2% 耐力が 996MPa、689MPa、引張強さが 1400MPa、772MPa、破断伸びが 22.3%、22.4% であった。

† 原稿受理 平成 15 年 11 月 18 日 Received Nov. 18, 2003

* 正 会 員 ㈱住原総合研究所 NDC プロジェクト 〒251-8502 藤沢市本藤沢, NDCproject, 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.

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 1073K で行った。またクリープ試験材と隣接して参照試料を置き、熱履歴だけの影響を調べた。

(1) 中断試験法：1本の試験片に対して、定期的にクリープ試験を中断し、室温にて超音波特性を計測した後、試験を再開する。これを破断に至るまで繰り返す。荷重負荷時間は 20h または 100h とした。応力は 160, 150 と 140MPa を用いた。

(2) 連続試験法：多数の試験片を用意し、それぞれを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する。応力は 140 MPa とした。

中断試験においては、一本の試験片について超音波特性の変化を観察できるため、実機の定期点検での計測に近い状況である。一方、超音波特性の変化の要因を議論するためには、内部組織の変化を組織観察する必要があるため、連続試験も必要であった。

2・2 横波 EMAT

横波 EMAT は、トラック状に巻いた平面コイルと一對の永久磁石からなり、ローレンツ力を利用して、試料表面に垂直に伝ばする横波を受送信する (Fig. 2 参照)。ここで用いた横波 EMAT の受送信の有効面積は $10 \times 10 \text{ mm}^2$ である。EMAR 法の計測原理と減衰係数の計測方法は文献 (6), (7) に示されている。

EMAT を高出力のバースト波信号 ($\sim 1000\text{V}_{\text{P-P}}$, $\sim 50\mu\text{sec}$) で励起し、測定物に超音波を入射する。入射さ

れた超音波は板の両面で反射を繰り返し、入射面に到達するたびに、同じ EMAT によって電気信号に変換される。受信信号にはスーパーヘテロダイン処理を行い、入射波と同一周波数成分の振幅を検出している。⁷⁾

共鳴スペクトルは、送信周波数を掃引しながら個々の周波数で振幅を検出することによって得られる。板材の場合、 n 次の共鳴周波数 f_n は $f_n = nc/(2d)$ で表され、等間隔に現れる。ここで、 C は測定物中の横波音速、 d は板厚である。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減衰曲線を得る。^{6), 7)} この曲線に指数関数を近似して減衰係数 α を決定する。

2・3 組織観察

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 用試料はワイヤーカットにより厚さ $200\mu\text{m}$ 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 10% 過塩素酸-エタノールである。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

3・1 中断試験法

クリープ試験片に 140MPa, 150MPa と 160MPa の応力を負荷した。Fig. 3 に、クリープ進展に伴う横波の共鳴周波数 (1 ~ 6MHz) における減衰係数 α の変化を示す。この結果は、1073K, 応力 160MPa でクリープ試験をしたものである。破断時間 480.9h であった。横波の偏向方向は、荷重方向と平行である。また、参照試験片での減衰係数の変化も示している。減衰係数は周波数依存性を示すとともに、クリープ開始から 180h まで増加し、その後減少している。それに対し、参照試験片では減衰係数の変化は小さい。

Fig. 4 に、約 4.5MHz (第 14 共鳴モード) の共鳴周波数での減衰係数とクリープひずみの関係を示す。この結果は、応力 140MPa, 150MPa, 160MPa に対するものである。140MPa に対応する破断時間は 1024.5h であり、150MPa では 518.9h, 160MPa では 480.9h であった。減衰係数は、クリープ試験開始からひずみが 2% から 3% ま

Table I. Chemical composition of waspaloy [wt%].

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	Ti	Al	Fe	Co	Zr	B
0.07	0.04	0.01	0.004	0.001	0.02	BAL	19.59	4.14	2.92	1.33	0.58	13.17	0.05	0.004

Fig. 2. Structure of shear-wave EMAT.

Fig. 3. Frequency dependence of the shear-wave attenuation. for the polarization in the stress direction (Interrupted test, 160MPa, 1073K).

Fig. 4. Relationship between attenuation coefficients of the 14th modes and creep strains under 140, 150 and 160MPa. The polarization is parallel to the stress direction (Interrupted test, 1073K).

Fig. 6. Creep strain versus time (Continuous test, 140MPa, 1073K).

では急激に増加し、ピークを示した後、ひずみが約5～7%になるまで急激に減少する。その後は破断までほぼ一定である。減衰係数は、クリープひずみに明瞭には依存していない。この変化は他の共鳴周波数でも同様であった。

Fig. 5には、減衰係数 α 、相対音速変化 $\Delta V/V_0$ (V_0 :初期の音速)、クリープひずみとクリープ時間および寿命消費率 t/t_r (クリープ時間/破断時間)との関係を示す。共鳴周波数は3.5MHz近傍(第11共鳴モード)で応力は140MPaである。減衰係数は、クリープ開始から増加し、 $t/t_r = 0.4$ でピークを示す。その後 $t/t_r = 0.5$ まで減少し、破断までほぼ一定になる。一方、音速は $t/t_r = 0.2$ までは0.4%程度増加し、その後 α が極大を示す $t/t_r = 0.5$ で減少し、その後はほとんど変化せず、破断直前で減少する。最大変化量は3%程度である α の極大値と音速の最大値が同時期 $t/t_r = 0.4$ で起こった。このような α や音速の変化は単調ではないため、クリープ損傷評価には音速と減衰係数を併用することが有効な手段となる。この変化は他の応力や他の共鳴周波数でも同様であった。

3・2 連続試験法

クリープ試験片に140MPaの応力を負荷した。9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。Fig. 6には、140MPa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、クリープ時間だけではクリープ損傷度を表せない。

次に5次(共鳴周波数1.5MHz近傍)、8次(2.5MHz近傍)、11次(3.5MHz近傍)そして14次(4.5MHz近傍)モードにおける減衰係数とひずみの関係をFig. 7に示す。減衰係数はひずみが約2%まで増加を示し、ピークに達した後4%まで減少しその後ほぼ一定になる。連続試験法でも中断試験法と同様なピーク現象は見られる。ピークが現れるひずみもほぼ等しい。この変化は他のモードでも同様の变化であった。以上から、クリープひずみと減衰係数に単調ではないが密接な関係の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寿命消費率を推定し、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 $P\alpha^{10)}$ 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. 8には、 t/t_r とクリープひずみの関係を示す。クリープひずみ変化が、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。

Fig. 5. Attenuation and velocity evolutions of the 11th resonant mode and creep strain (Interrupted test, 140MPa, 1073K).

Fig. 7. Relationship between the attenuation coefficients of the 5th, 8th, 11th and 14th resonant modes and the creep strain (Continuous test, 140MPa, 1073K).

Fig. 8. Creep strain versus the estimated life fraction.
(Continuous test, 140MPa, 1073K).

次に、Fig. 7の結果において横軸を t/t_r に変換した結果を Fig. 9 に示す。減衰係数は $t/t_r = 0.3$ まで増加を示し、ピークに達した後 $t/t_r = 0.5$ まで減少しその後ほぼ一定になる。

Fig. 10 に第 11 共鳴モードの減衰係数 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。Fig. 5 の中断試験の結果と同じ傾向である。このことは試験法 (中断, 連続) による組織変化の違いがないことを示している。したがって、連続試験法で得た試験片の内部組織を観察することで、クリープ進行にともなう超音波特性変化の要因を知ることができる。

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。ボ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

$t/t_r = 0.5$ の試料の光学顕微鏡による組織写真を Fig. 11 に示す。応力方向は写真の長手方向である。粒内および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

Fig. 9. Relationship between the attenuation coefficients of the 5th, 8th, 11th and 14th resonant modes and the estimated life fraction (Continuous test, 140MPa, 1073K).

Fig. 10. Attenuation and velocity evolutions of the 11th resonant mode and creep strain (Continuous test, 140MPa, 1073K).

Fig. 11. OM micrograph of a crept specimen at $t/t_r = 0.5$ (Continuous test, 140MPa, 1073K).

球状であると仮定して、平均結晶粒径を求めた。その結果を Fig. 12 に示す。クリープによって結晶粒径はほとんど変化していなかった。その増加量は $3 \sim 5 \mu\text{m}$ 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。減衰係数の変化は、ほぼ一定であ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. 13 に $t/t_r = 0, 0.39$ の試料の SEM 観察の結果を示す。析出物は粒界、粒内に現れている。この析出物 (Fig. 13 の中の矢印) をエネルギー分散型 X 線分析装置 (EDX) で分析したところ、Al-Ti-Ni の金属間化合物 γ' であることがわかった。クリープ前 ($t/t_r = 0$) の Fig. 13 (a) では、粒内に $0.05 \mu\text{m}$ の微細な γ' 粒子が緻密かつ均一に分布し、粒界では $1 \mu\text{m}$ 程度の Cr 系炭化物の介在物が点在している。クリープが進行すると (Fig. 13 (b), $t/t_r = 0.39$) では、粒子が粗大化して、その間隔が広がっている。また結晶粒界近傍の γ' がなくなり、Fig. 11 で見られるように結晶粒界近傍が白い帯になる。Fig. 14 は SEM 観察写真をコンピュータに取り込み、粒内の γ' 粒子の粒径と数密度を測定した結果である。 γ' 相の粒径は

Fig. 12. Change of grain size as creep progresses (Continuous test, 140MPa, 1073K).

Fig. 14. Changes of the average diameter and number density of γ' phase as the creep progress. (Continuous test, 140MPa, 1073K).

(a) $t/t_r = 0$

(b) $t/t_r = 0.39$

Fig. 13. SEM micrographs of the crept specimens at $t/t_r = 0, 0.39$ (Continuous test, 140MPa, 1073K).

クリープ開始から $t/t_r = 0.5$ まで増加し、その後一定になる。一方、数密度はクリープ開始から急激に減少し $t/t_r = 0.5$ 程度から一定になる。寿命前半で γ' の凝集・粗大化が終了する。 γ' 粒子の大きさは平均で $0.2\mu\text{m}$ 程度であった ($t/t_r = 0.5$)。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 (2) で表わされる。^{13), 14)}

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

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。また、SEM 観察の結果をもとに式 (2) から実際

に α_s を計算したところ、 $\alpha_s = 3.01 \times 10^{-12} \mu\text{sec}^{-1}$ となり、実測値の 1% にも達しない。したがって、 γ' 粒子による散乱は本測定 of α の変化にほとんど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える。

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 と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、パ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、可動転位すなわち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。結晶粒界や γ' 粒子周辺に堆積している転位は、 α に貢献できない。したがって可動転位は結晶粒界、析出物や γ' 粒子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。電磁超音波共鳴で測定した減衰係数は、多結晶純銅や低炭素鋼の疲労損^{7), 16)~18)} や SUS304 鋼や 2.25Cr-1Mo 鋼の高温クリープ変形^{19), 20)} にもと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. 15 に示す。Fig. 15 (a) はクリープ前の状態を、Fig. 15 (b)~(d) は、それぞれ $t/t_r = 0.31, 0.58, 0.83$ 付近の組織を示す。クリープ前の組織では、粒径が $0.05\mu\text{m}$ 以下の微細な γ' 粒子が緻密かつ均一に分布している。その間隔は $0.05\mu\text{m}$ 程度である。転位密度は低く、転位は γ' 粒子間を連なるように分布している。転位長さは $0.5\mu\text{m}$ から $0.6\mu\text{m}$ である。Fig. 15 (b) は Fig. 9 において α が極大値を示した組織である。転位密度は高くなり、 γ' 粒子

に絡みついた転位線が見られる。γ'粒子の凝集・粗大化により、数密度が減少し、粒径は増加している。その大きさは0.2μm程度のものが多い。この結果としてγ'粒子の間隔は広がり、0.2μm以上になっている。Fig. 15 (C)はαが減少している時点の組織である。γ'粒子の凝集・粗大化はいっそう進み、転位密度はさらに増加し、γ'粒子に絡みついた転位線や転位線同士が絡まっているのが多く見られる。クリープ末期のFig. 15 (d)では、ほとんどの転位が複雑に絡み合い、γ'粒子に幾重にも絡まり堆積している。クリープ損傷中のTEM観察において、転位は粒界に少なく、粒内に転位量が多かった。

Fig. 13～15で示したSEMやTEM観察結果とクリープ損傷中の組織変化の過去の報告^{19)～25)}から、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3段階に別け説明すると以下ようになる。

Fig. 8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(4)のように記述する。^{26), 27)}

$$\dot{\epsilon} \sim A_3 \sigma^m n(\epsilon) v(\epsilon) \quad (4)$$

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($0 < t/t_r < 0.3$): Fig. 8より、 ϵ は増加していることから、クリープ初期から転位の運動(すべり、増殖)が起こっていることがわかる。また、γ'粒子の凝集・粗大化が起きて(Fig. 13, Fig. 15 (b) 参照)、γ'粒子同士の間隔が広がっている。転位の固着点長さが大きくなり転位が動きやすくなる。その結果、 Λ が増大し、 L が大きくなり α が増加する。

(2) 第2段階($0.3 \leq t/t_r < 0.5$): t/t_r が30%を超えると、クリープ進行とともに全転位密度はさらに増加する。γ'粒子の凝集・粗大化の速度は低下し(Fig. 14 参照)、γ'粒子同士の間隔の広がりも鈍る。その結果、γ'粒子への転位の堆積や転位同士の絡み合いが多くなり(Fig. 15 (c) 参照)、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

Fig. 15. TEM micrographs of crept specimens at $t/t_r = 0, 0.31, 0.58$ and 0.83 (Continuous test, 140MPa, 1073K).

せる。²⁵⁾それにより可動転位密度 Λ が急激に低下し, α の極大値が現れる. その時点のクリープひずみは 2% 程度であり, 寿命の 30% に相当する (Fig. 8).

(3) 第 3 段階 ($0.5 < t/t_r$): この段階は, γ' 粒子の凝集・粗大化はほぼ終了する. クリープ進行とともに全転位密度は増加し続け, γ' 粒子への転位の堆積や転位同士絡み合いがさらに進み (Fig. 15 (d) 参照), 可動転位がなくなり, 減衰係数は一定またはわずかに減少していく.

$t/t_r = 0.3$ 付近で現れた α のピークは, 増殖した転位の絡み合いが始まった段階に対応すると考えられる. その付近では γ' 粒子の凝集・粗大の速度が一定になる領域と考えられる. SUS304 鋼や 2.25Cr-1Mo 鋼においても同様にクリープ損傷過程の減衰係数のピーク現象を捕らえている.^{19), 20)} このことは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 (転位組織や γ' 粒子の数密度や粒径) 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 論

Ni 基耐熱合金ワスパロイ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寿命の 35 ~ 40% の間で極大値を示した. その極大値がみられる時点は, 増殖した転位の絡み合いの始まりと γ' 粒子の凝集・粗大の速度が一定になる時点と一致した. これは負荷応力に依存していなかった.

(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 γ' 粒子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および γ' の凝集・粗大の変化を対応つけられる.

(4) 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.

(5) EMAR 法は Ni 基耐熱合金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.

(6) 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.

(7) 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および余寿命予測の研究を行っていききたい.

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”, 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, No. 930-71, 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, “EMATs for Science and Industry: Nondestructive Ultrasonic Measurements”, p.39 (2003) Kluwer Academic Publishers, Boston.
- 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 K. Lücke, “Dislocation and Mechanical Properties of Crystals”, Eds by J. C. Fisher, W. G. Johnson, R. Thomson and T. Vreeland, Jr., p.425 (1957) John-Wiley, New York.
- 12) H. Ogi, M. Hirao and M. Minoura, J. Appl. Phys., **81**, 3667 (1997).
- 13) R. Truett, C. Elbaum and B. B. Chick, “Ultrasonic methods in Solid State Physics”, p.159 (1969) Academic Press, New York and London.
- 14) K. Goebbels, “Res. Tech in NDT”, **4**, p.87 (1980) Academic Press, London.
- 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) 大谷俊博, 荻 博次, 平尾雅彦, 材料, **51**, 195 (2002).
- 21) C. R. Barrett, W. D. Nix and O. D. Sherby, Trans. ASM, **59**, 3 (1966).
- 22) A. Orlova and J. Cadek, Phil. Mag., **28**, 891 (1973).
- 23) T. Hasegawa, Y. Ikeuchi and S. Karashima, Metal Sci. J., **6**, 78 (1972).
- 24) 岡崎正和, 橋本昌光, 佐田 隆, 材料, **41**, 1729 (1992).
- 25) 辛島誠一, 鉄と鋼, **65**, 820 (1974).
- 26) 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.
- 27) J. Cadek, “Creep in Metallic Materials”, p.115 (1988) Elsevier, Amsterdam.