

層状複合組織の制御に関する研究

経常研究

組織制御研究部

田頭 扶, 藤井忠行*, 城田 透

平成1年度～平成3年度

要 約

材料の組織を層状に制御したり, 異種の材料を層状に複合化することによって新しい機能や特性の発現が期待し得るため, 近年さまざまな手法での研究開発が行なわれている。本研究は, 組織制御の手法である固相反応, 固液反応等を活用し, それぞれにおいて層状の複合組織を得るための2つのサブテーマからなっている。

固相反応による組織制御として, 当研では既にWやMo等の高融点金属で, “再結晶法”による大型単結晶の創製技術を確立しており, ここではこれをさらに発展させ, 多層結晶材料(単結晶の層状材)の創製を試みている。単結晶化は2次再結晶過程で生じる異常結晶粒成長現象を利用しており, この開始温度や時間がCa, Mgなどのドーパ元素量に支配されることから, ドープ量を層状に制御することにより2～5層の多層結晶材料の創製が可能であることを確かめた。さらに, 再結晶過程での粒成長挙動や多層結晶の方位関係, および機械的性質についても調査検討を行なった。

固液反応による組織制御としては, 多孔質体へ熔融金属を強制的に加压溶浸させる方法により層状複合組織の形成を試みている。ここで, 多孔質体として相対密度の異なるアルミナ半焼結体を, 熔融金属としてPb-Sn合金を用いた加压溶浸の実験により, アルミナの表面部に層状の複合組織を形成させ得ることを確かめた。この実験において, 多孔質体の相対密度, 溶浸圧力, 溶浸温度などのプロセスパラメータの影響効果を明らかにするとともに, 得られた複合層のSEMやEPMAによる組織観察も行なった。

1 まえがき

近年, 材料に対するニーズの多機能化, 高性能化の要求に伴い, 材料の複合化技術に多くの期待が高まり, さまざまな形態や材料組合せでの複合化の試みが行なわれている。一般に, 複合化された材料の基本的な形態は分散型, 繊維型及び層状型に大別されるが, それぞれについても多様な手法の適用が可能であり, 個々に固有の技術的特長と課題を有している。本研究は, 層状型の形態の複合化に主眼を置いており, 組織制御の手段としての固相反応および固液反応の手法を活用したもので, いずれも層状の複合組織の形成を目指したものである。

2 固相反応による金属多層結晶材料の製造

2.1 緒 言

一般に多くの金属材料は通常の製造工程を経て得られた場合, その材料の金属学的組織は強い加工および焼鈍集合組織をもつ多結晶状態で使用されるのが普通であり, 特殊な場合には単結晶状態で

用いられる。しかし, 結晶状態である限り, 結晶方位による物理的, 化学的, 機械的性質に異方性が生じることはよく知られている。特に, 単結晶材料の場合, これらの異方性が顕著に現れる。しかし, 板の多層化(積層化)と接合技術によって板面内異方性を小さくし, しかも靱性のある材料にすることが可能であろう。また, 金属材料の“多層化”技術によって近年盛んに研究開発されている層状複合組織をもつ材料の性質を調べることは興味深い。

幸い, タングステン, モリブデン, クロム等, 高融点金属の大型単結晶化の製造技術は二次再結晶現象を応用した“再結晶法”(物質の層変態から分類すると固相法の範疇)により確立している¹⁻³⁾。高融点金属単結晶材はそれ自身, 多結晶材の極めて脆弱な結晶粒界がない点で大きな利点があるが, すでに述べたように, 単結晶材は強い結晶異方性があるばかりでなく, 一度表面からクラックが導入されるとその進行は早く, ヘキ開破壊を生じる。もし結晶方位を異にする単結晶板を多数層状(積層)化した多層結晶材が容易に製造されるならば, 使用条件によっては面内異方性が小さく, 靱性と信頼性に富んだ材料を生み出す可能性が高いと思われる。本研究はこのような視点にたって, 2次再結晶法を応用したモリブデン金属の多層結晶材料の

*現在: 反応制御研究部

製造を行った。さらに2次再結晶粒の成長挙動，得られた多層結晶板の結晶方位関係，機械的性質について報告する。

2.2 実験方法

多層結晶材を製造するには素材の作製工程に十分に配慮する必要がある。本実験におけるMo多層結晶素材の作製は以下のように行った。まず，三酸化モリブデン (MoO_3) 粉末に酸化カルシウム (CaO) を湿式法で10質量 ppm ドープした粉末(Cs)および100質量 ppm ドープした粉末(CI)の2種類のドープ濃度の異なる粉末を水素雰囲気中で還元後ドープ粉末とした。次に図1に示すように，2種類のドープ粉末を交互に積層 ($\text{Cs} + \text{CI} + \text{Cs} + \text{CI} + \dots$) し，3 ton/cm^2 の圧力でプレス成型後，水素雰囲気中1850℃，20時間保持して焼結した。焼結体は1200～600℃の温度で最終圧延率70～80%まで熱間および温間圧延を施した。圧延材は任意の形状に切断後，1800～2200℃の温度で2次再結晶焼鈍を行ない多層結晶材を得ると共に，以下に述べるような2次再結晶粒成長の観察，一次再結晶集合組織と2次再結晶粒との結晶方位関係および高温での機械的性質について調べた。

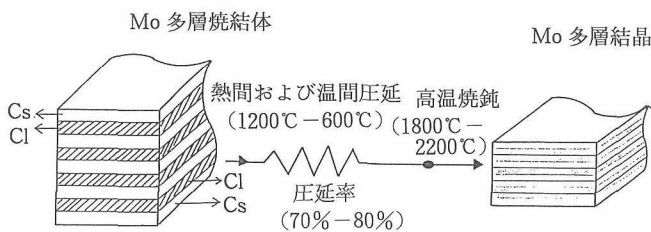


図1 Mo多層結晶の作成工程，CsおよびCIはドープ量(CaO量)の相違を示す層

2.3 実験結果および考察

2.3.1 2次再結晶粒の発生と成長の様相

一例として，濃度の異なるドープMo粉末を5層積層し，前述した作成工程で得られた圧延加工試料を真空高温炉で，1900℃，50分，70分，90分間保持後，得られた試料の板厚断面の金相組織を写真1に示す。1900℃，50分焼鈍後，写真1(a)で観察されるようにドープ濃度の低いCs層(両表面層，中心層)で単結晶層が出現している。ついで，70分後の焼鈍ではCs層で出現した単結晶層がドープ濃度の高いCI層に向かって浸蝕しながら成長する。その成長は90分後の焼鈍でCI層内で衝突して結晶粒界を形成する。結果的には3層結晶板が容易に得られる。上述した2次再結晶粒の発生と成長の様相を図2に模式的に示すと次のようになる。まず第1段階(a)では2次再結晶粒はドープ濃度の低いCs層で発生する。(核発生の機構はすでに多くの論文で記述してある⁴⁻⁶⁾)第2段階(b)で2次再結晶粒がCs層内で成長し完全に単結晶層となる。第3段階(c)でCs

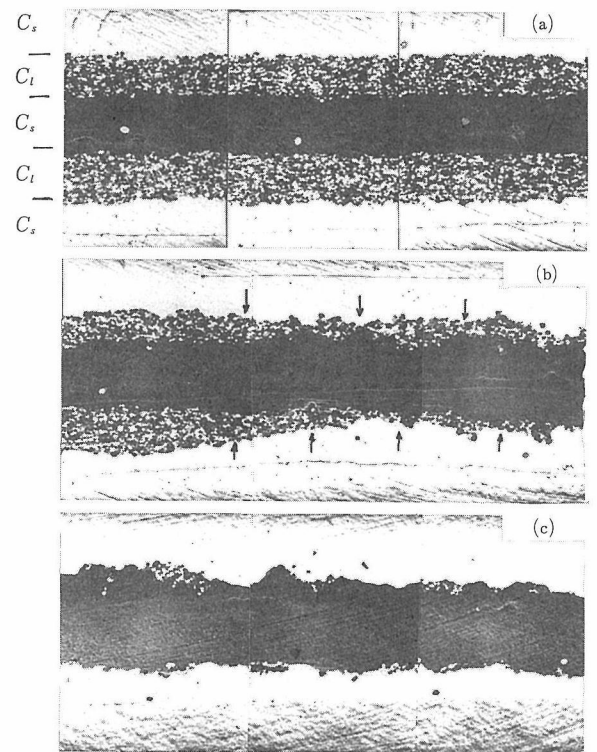


写真1 2次再結晶粒の成長過程 ((a), (b), (c)はそれぞれ1900℃，50分，70分，90分焼鈍後，矢印は成長方向を示す)

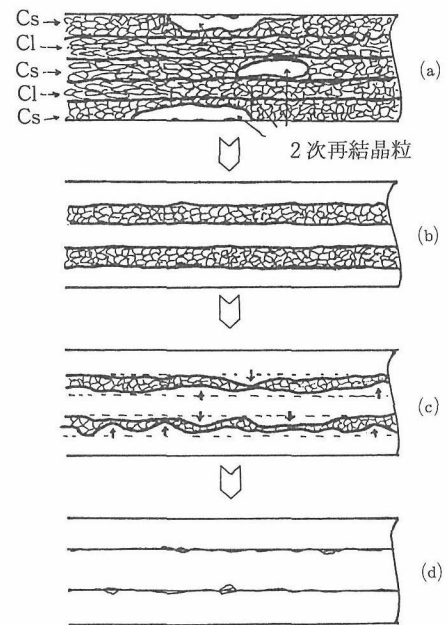


図2 2次再結晶粒の成長過程の模式図 ((b), (c), (d)は写真1の(a), (b), (c)に対応する)

層とCI層間の粒界はCI層に向かって成長が進行する。第4段階(d)でCI層内のほぼ中央でCs層にて出現した単結晶層

が衝突し結晶粒界を形成するという興味深い2次再結晶粒成長挙動を示す。したがって、このような2次再結晶粒の発生と成長の過程から、積層型多層結晶材料はドーブ濃度の低い層の数によって単結晶層の数が決定される。すなわち、本製造法の場合、素材作製段階で3層積層することにより2層結晶（双結晶）、5層積層で3層結晶、9層積層で5層結晶材料が得られることになる。写真2に本法によって得た多層結晶板のマクロ組織を示す。

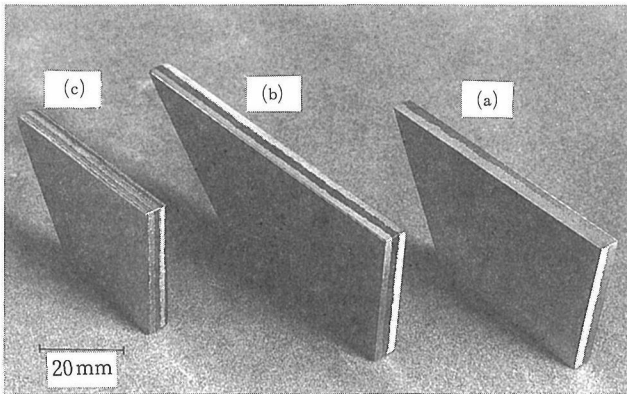


写真2 Mo多層結晶：(a) 2重層，(b) 3重層，(c) 5重層

2.3.2 多層結晶板の結晶方位関係

本製造法によって得られたMo多層結晶板の結晶方位関係について図3に2層、3層および5層結晶の各々の結晶層の方位を示す。2次再結晶核粒はすでに述べたように、Cs層から発生しているがその方位は板厚に対する位置によって決定されている。すなわち、両表面層から発生した2次再結晶粒方位 $[\{100\} + \{310\}] \langle 011 \rangle$ 近傍方位となり、中心層から発生した場合、 $\{112\} \langle 111 \rangle$ 近傍方位である。また、表面層と中心層の間から発生した場合 $\{113\} \langle 332 \rangle$ および $\{112\} \langle 111 \rangle$ 近傍方位であるという結果を得ている。このような2次再結晶粒方位の出現は一般に圧延および1次再結晶集合組織が板厚方向に対して優先方位

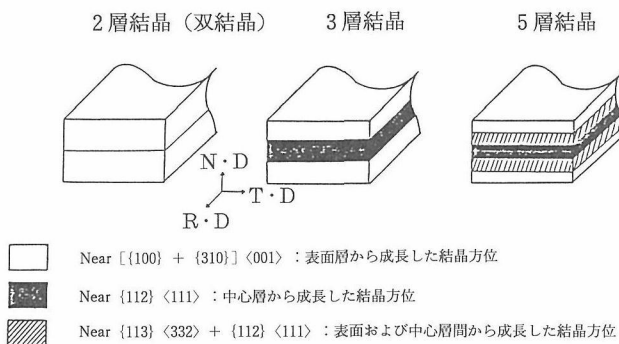


図3 2層結晶、3層結晶および5層結晶板の結晶方位関係

成分の集積度の勾配（Texture Gradient）と密接に関連している。また、得られた2次再結晶粒方位は1次再結晶集合組織成分の優先方位成分との間に $\langle 100 \rangle$ または $\langle 110 \rangle$ 軸を共通回転軸として $10^\circ \sim 30^\circ$ の関係にあり、1次再結晶方位成分中弱成分が2次再結晶粒方位となっていることが見いだされた。

2.3.3 多層結晶材の機械的特性

本法で製造されたMo多層結晶材は超高温耐熱材料の一つである。したがって、高温においてその強度を発揮しなければならない。そこで、得られた多層結晶材料の機械的特性の一つとして高温クリープ強度に対する垂下特性試験を行った。垂下試験は一種の高温曲げ試験である。多層結晶試料の中央に荷重1kgを垂し、水素雰囲気中1850℃、10時間保持後、試験片の曲げ角（垂下値： α ）を測定した。層結晶数と垂下値との関係を図4に示す。明らかに、層結晶数が1（単結晶）、2（双結晶、2層結晶）、3（3層結晶）、4（4層結晶）、5（5層結晶）と増加するにしたがって α 値が減少し耐垂下性が向上していることが理解出来る。しかしながら、この結果は、巨視的には高温靱性を表しているものと考えることが出来るが、多層結晶の強度特性を評価する場合、各層結晶の結晶方位関係および結晶粒界に帯状に存在するドーブ元素（この場合Ca濃度）の役割を今後十分に検討してみる必要がある。

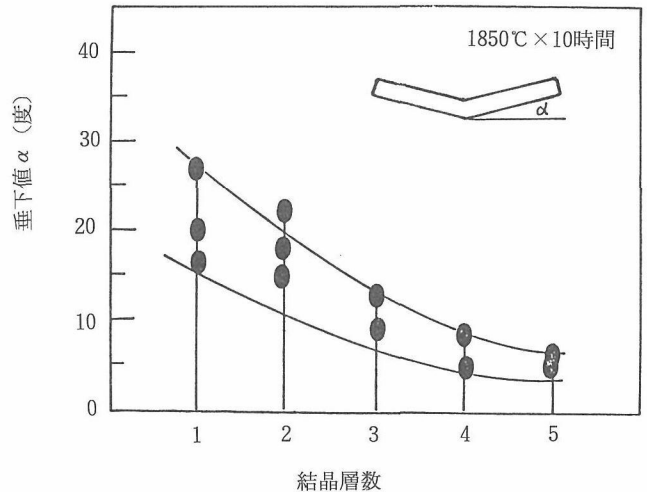


図4 結晶層数と垂下値の関係

2.4 小 括

以上、本研究課題では固相反応による金属多層結晶材料の製造として、2次再結晶法によるMo金属の多層結晶化を試み、再結晶粒の成長挙動および多層結晶の結晶方位関係、機械的性質について調べた。1) 金属マトリック中にドーブ元素量を調整し、層状に積層させることにより2次再結晶粒の成長を制御出来る。その結果、金属多層結晶材料が容易に製造可能であった。

- 2) 2次再結晶粒成長(異常結晶粒成長)はドーピング濃度の低い層領域で2次再結晶粒の核粒が発生し, 高い層領域に成長する。また核粒の優先結晶方位は1次再結晶集合組織の優先方位成分との間に $\langle 100 \rangle$ または $\langle 110 \rangle$ 軸を共通回転軸として $10^\circ \sim 30^\circ$ の関係にあった。
- 3) 多層結晶材料の高温垂下特性値は層結晶数の増加と共に著しく減少し, 耐垂下性が向上した。

3 加圧溶浸による層状複合組織の形成

3.1 緒言

溶湯加圧あるいは加圧溶浸は濡れ性の悪い材料組合せにおける複合法として特に有効な方法であり, 分散型や繊維型の複合材料の製造技術に多用されている。しかし本研究は, 金属~セラミックの層状の複合組織を得ることを目的に加圧溶浸法の適用を試みたものである。すなわち, 図5に示すように, ここでは多孔質のセラミックに溶融金属を加圧溶浸させ, セラミックの表面部に層状の複合組織を形成させるものである。金属~セラミックの組合せでは分散強化複合材, あるいは両者の接合という観点からこれまで多くの研究が行なわれているが, 上記のような層状複合化プロセスはこれまでにない複合形態であり, 新しい材料特性や機能が期待できるものと考えられる。さらにプロセスの面での新しい試みとして, 溶浸の温度を半溶融領域まで拡張している点がある。本研究では, このような複合化プロセスの技術的可能性を確かめるため, 低融点合金を用いた基礎的実験を行ない, 本プロセスに関わる基本現象ならびに問題点を探ることを主な目的としている。

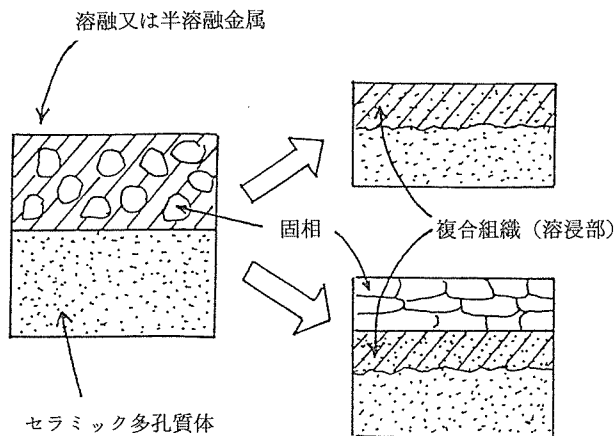


図5 加圧溶浸による層状複合化の概念

3.2 実験方法

実験に用いたセラミックは粒径約 $1 \mu\text{m}$ の高純度アルミナ粉を半焼結させた多孔質体, 相対密度75, 80, 90, 95%の4水準に気孔状態を焼結制御したものを準備した。多孔質体の寸法は $28\text{mm}\phi \times 15\text{mm}$ の円柱状のものである。

溶浸用の金属にはPb-Sn合金を用いた。図6に本合金の

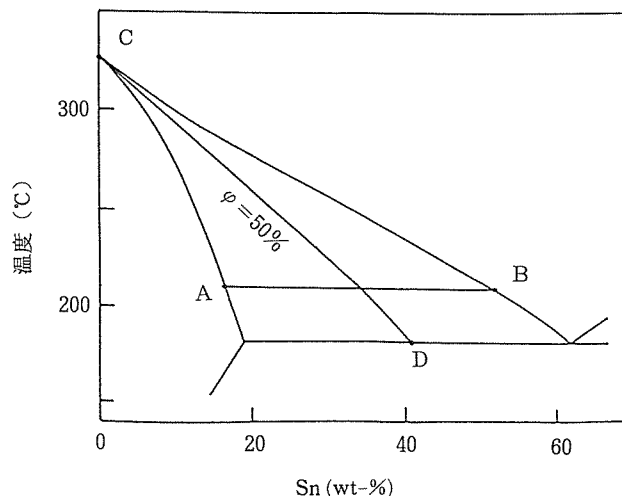


図6 Pb-Sn 平衡状態図

状態図を示すが, 合金組成は実験条件に応じて調整した。例えば, 温度一定($T=210^\circ\text{C}$)で固相分率を変える場合は図中AB線に沿って, また固相分率一定($\phi=50\%$)で温度を変える場合は同じくCD線に沿ってそれぞれ組成を変化させた。

溶浸実験に先立ち, セラミックの相対密度と開放気孔率及び閉塞気孔率を測定し, それらの関係を求めた。これらの測定はテトラリンを浸漬液に用いたアルキメデス法により行なった。

図7は加圧溶浸実験に用いた装置であり, 金型, ポンチ, 加熱炉などから成る。加圧溶浸実験の手順は以下のとおりである。まず, 金型内でアルミナ多孔質体とPb-Sn合金を重ねて所定の温度に加熱し, 合金を溶融または半溶

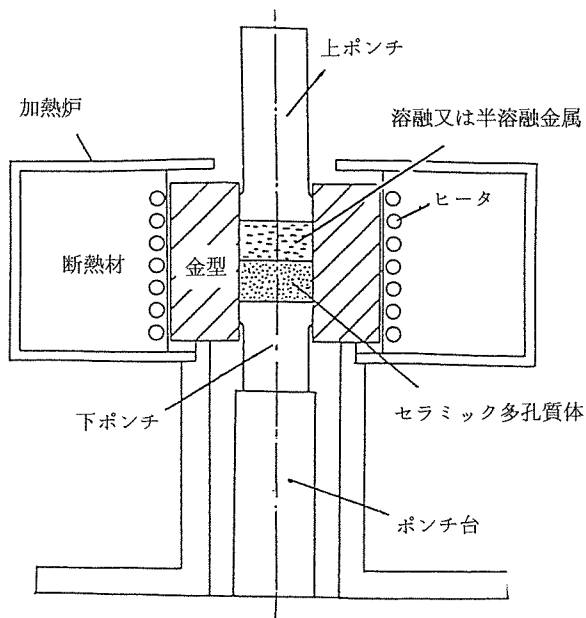


図7 加圧溶浸実験装置の略図

融状態に保持する。この状態でポンチにより所定の時間加圧を行なった後、溶浸されたアルミナ試料を金型から取り出して空冷する。

条件因子として、アルミナ多孔質体の相対密度、圧力、加圧時間、固相分率及び温度を取り上げた。表は溶浸実験の実験条件である。得られた試料については、条件因子と関連づけて溶浸量や溶浸複合層のマクロ、ミクロ組織の調査を行ない、溶浸挙動の検討をおこなった。

表 実験条件

条件因子	水準
相対密度 R (%)	75~95
加圧時間 t (sec)	30~180
圧力 p (kgf/cm ²)	60~200
固相分率 φ (%)	0~75
温度 T (°C)	210~270

3.3 実験結果及び考察

3.3.1 アルミナ多孔質体の気孔状態

一般に、多孔質体に存在する気孔のうち表面に通じているものは開放気孔、表面に通じていないものは閉塞気孔と呼ばれており、このうち開放気孔の存在が溶浸に不可欠な前提条件となる。そこで、上記アルミナ多孔質体の気孔状態を定量的に調べた。図8は本実験で使用したアルミナ多孔質体の相対密度と開放気孔率及び閉塞気孔率との関係である。図中、破線は全ての気孔が開放気孔である場合を示

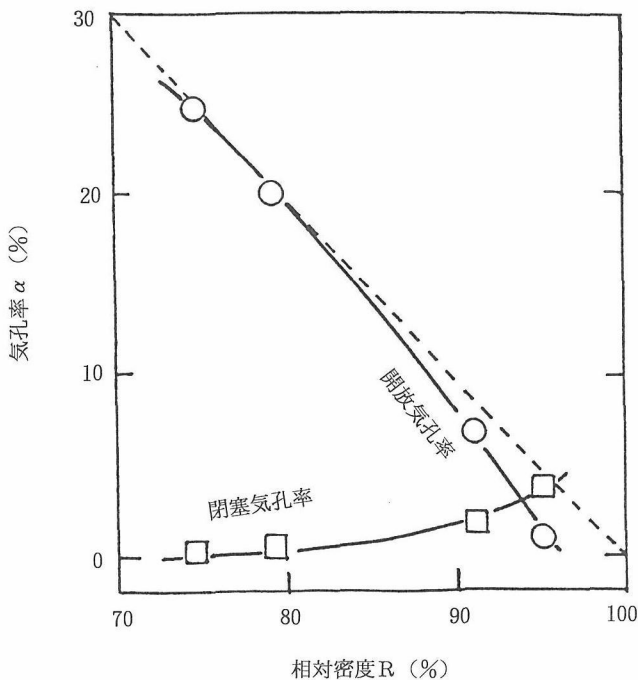


図8 アルミナ多孔質体の気孔率

す。これより相対密度が低くなると開放気孔が多くなることがわかる。相対密度75%及び80%の多孔質体では存在する気孔の大部分が開放気孔であり、逆に95%のものはほとんど閉塞気孔であることがわかった。

3.3.2 溶浸性に及ぼす条件因子の影響

加圧溶浸の実験で得られた試料の縦断面の一例を写真3に示す。黒く層状に取り巻いている部分がPb-Sn合金の溶浸した部分であり、加圧溶浸によって層状の複合組織が得られている。この層状複合組織の厚さは、実験条件に依存するものであるが、溶浸量w (溶浸前後の試料の重量差) とほぼ比例関係にある。そこでこれ以後、定量的測定が精確簡便である溶浸量を指標として溶浸挙動に対する条件因子の影響効果を検討した。

図9は加圧時間と溶浸量との関係である。溶浸量は加圧

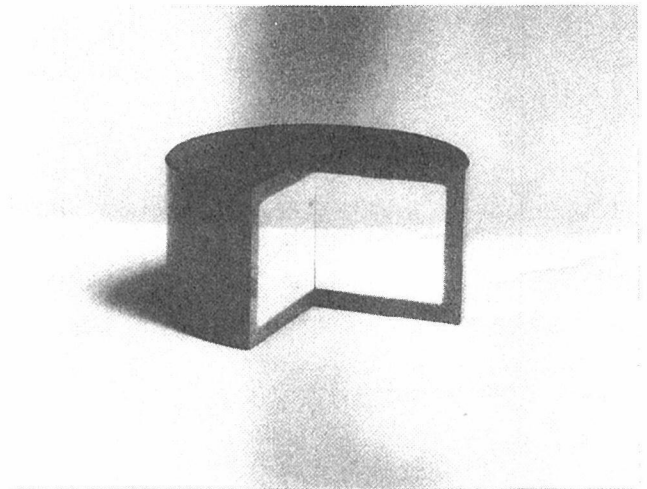


写真3 溶浸した試料の断面

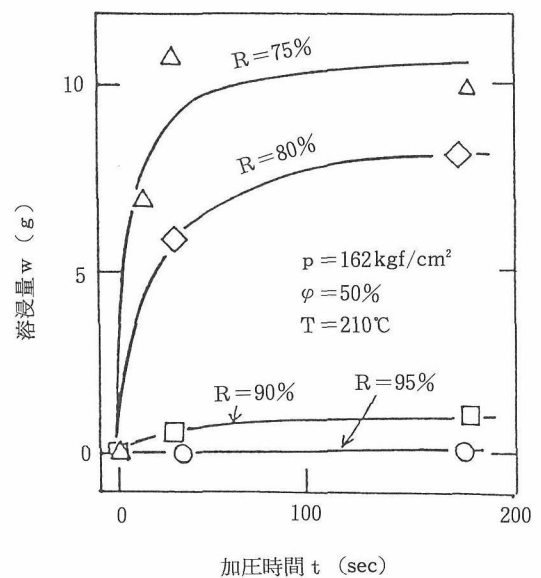


図9 溶浸量と加圧時間との関係

後急激に増加し、以後緩やかに一定値に近づく傾向を示した。この結果から、他の条件因子の影響をみる場合の加圧時間は180 s を標準条件とした。

図10はアルミナ多孔質体の相対密度の影響である。溶浸量は相対密度の増加とともに減少するが、これは前述のように開放気孔の量が減少しているためである。

図11は圧力の影響を示したものである。無加圧あるいは圧力レベルが低い範囲ではほとんど溶浸しない。溶浸のためにはある値を越えた圧力が必要であり、溶浸への圧力の効果が大きかった。

図12は固相分率の影響を示したものである。固相分率の

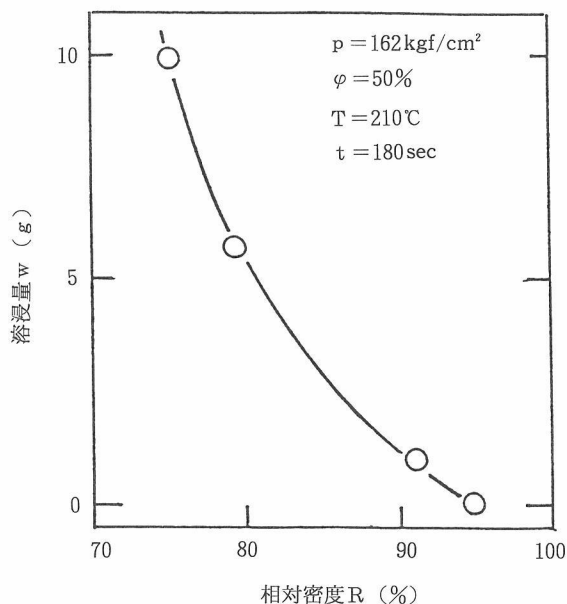


図10 溶浸量と相対密度との関係

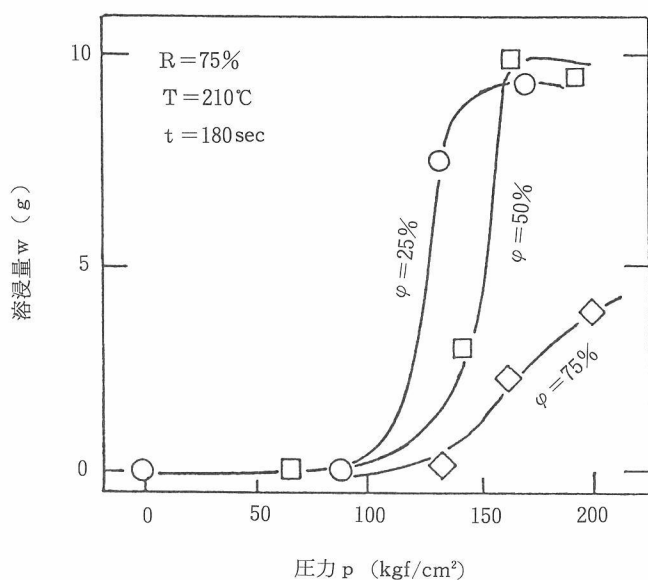


図11 溶浸量と圧力との関係

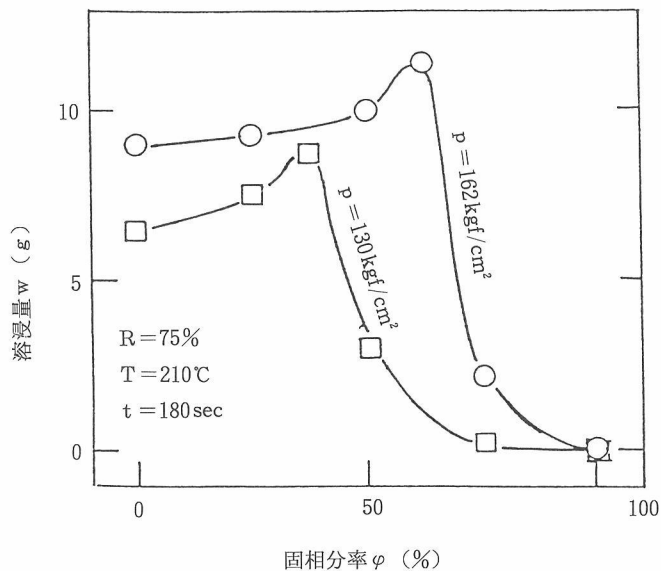


図12 溶浸量と固相分率との関係

影響も大きい。すなわち、固相分率がある値を過ぎると溶浸量は急激に減少したが、固相分率の低い条件では固相分率の増加にも拘らず、溶浸量の増加がみられた。

なお、温度の影響についても調べたが、これは比較的小さいものであった。

3. 3. 3 多孔質体における溶浸状態

得られた試料について Pb-Sn 合金の溶浸状態を金属組織学的に調べた。写真4は試料の表面部のマクロ組織をみた一例であり、灰色の部分が溶浸している組織である。未溶浸部との境界は合金とセラミックが入り組んだ傾斜組織となっている。写真5は溶浸部における中央部のミクロ組織である。この写真では白い部分が Pb-Sn 合金であり、ミクロ的にみると合金はかなりまばらに分布していることがわかる。さらに EPMA によって Pb-Sn 合金の溶浸層の厚さ方向の分布状態を調べた。EPMA による各元素の厚さ方向に沿うラインプロファイルの一例を図13に示す。溶浸層で

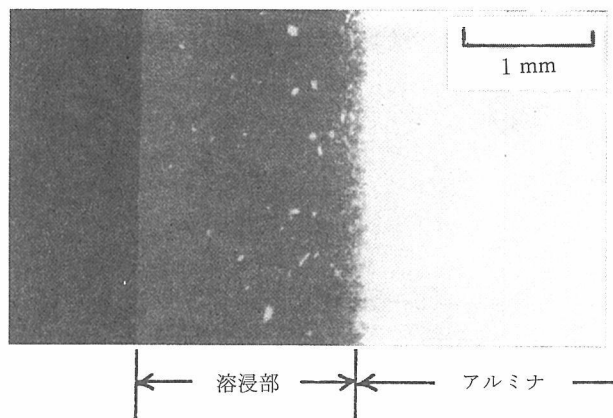


写真4 溶浸層のマクロ組織

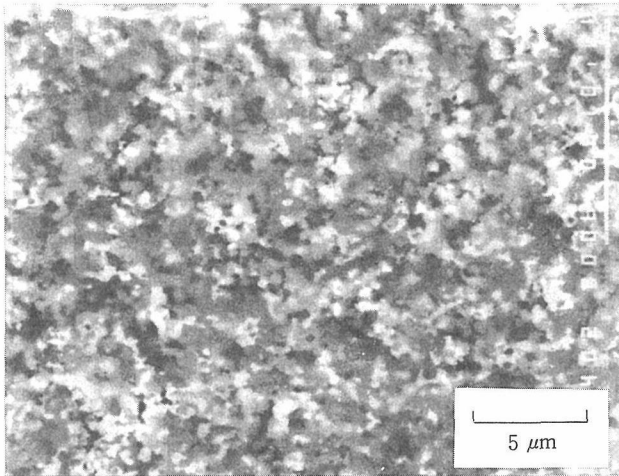


写真5 溶浸部分のマイクロ組織

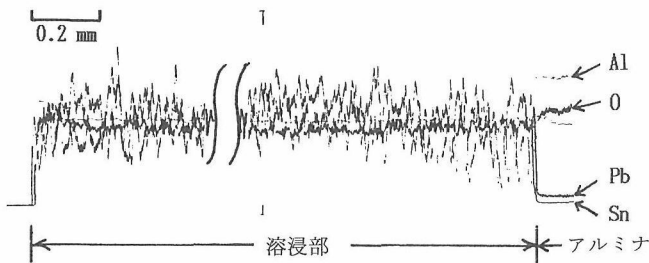


図13 溶浸層における厚さ方向のEPMA ラインプロフィール

はPb, Snともラインの振幅が著しい。これは写真5にみられるようにPb-Sn合金がかなり分散した状態で存在しているためである。この振幅は未溶浸部に近づくにつれ大きくなり、合金が漸減していることを示している。しかし、溶浸層全体でみるとラインの振幅の最大値・最小値はほぼ一定であり、マクロ的にみれば、溶浸はほぼ均一に行なわれたとみてよい。

3.4 小括

本研究は、溶融・半溶融金属の加圧溶浸を応用し、セラミック材の表層部に金属～セラミックの複合組織を形成させるための複合化プロセスを提案したもので、基礎的な実験によって溶浸の条件ならびに溶浸層の組織・構造の特徴を明らかにした。しかし、溶浸の詳細なメカニズムについては不明な点が多く、今後の課題として検討が必要である。またさらに機能開発を考慮すれば、このような材料の材料特性も合わせて調査しておくことが必要である。

参考文献

- 1) Fujii, T. and Watanabe, R.: J. Less-Common Metals., 96 (1984) 297.
- 2) Fujii, T. and Watanabe, R.: J. Less-Common Metals., 97

(1984) 163.

- 3) Fujii, T. and Watanabe, R.: U.S. Patent No. 4491560.
- 4) Pease, J. I., Tohes, D. W. and Hutehinson, W. B.: Met. Soc., 15(1981) 203.
- 5) Inokuchi, Y., Maeda, C., Itoh, Y. and Shimanaka, H.: Proc. 6th Conf. on Texture of Materials., 1(1984) 45.
- 6) Nielsen, J. P.: Trans. AIME., 200(1954) 1084.

研究発表

(口頭)

- 1) 2次再結晶法によるMo巨大双結晶板の製造, 藤井忠行, 粉体粉末冶金協会, 元. 10.
- 2) 熱延タングステン板の2次再結晶粒成長に及ぼすドーブ剤の影響, 藤井忠行, 粉体粉末協会, 元. 4.
- 3) モリブデン多層結晶板の新創製法について, 藤井忠行, 粉体粉末協会, 2. 4.
- 4) 加圧溶浸による分散複合材料の製造に関する研究, 小島重信, 城田透, 田頭扶: 第20回塑性加工春季講演会, 平成元年, 5.
- 5) 加圧溶浸による金属セラミックの層状複合化, 城田透, 田頭扶, 木内学: 第42回塑性加工連合講演会, 平成3年, 9.

(誌上)

- 1) Effect of Dopants on the Secondary Grain Growth in Tungsten Sheet, Fujii, T. and Hiraoka, Y., Proc. of The 12th Plansee Semina, 1(1989) 171.
- 2) Preparation of Large-Scale Molybdenum Multilayer Crystal and Its Characteristics, Fujii, T. and Hiraoka, Y., Proc. of The 12th Plansee Semina, 1(1989) 343.
- 3) Relationship between the Primary and Secondary Recrystallized Textures in Multi-Layer Mo Crystals, Fujii, T., Proc. of Con. on Grain Growth in Polycrystalline Materials., 1(1992) 461.
- 4) 2次再結晶法によるMo双結晶板の製造, 藤井忠行, 粉体粉末冶金, 36(1989) 284.
- 5) 熱延タングステン板の2次再結晶粒成長に及ぼすドーブ剤の影響, 藤井忠行, 岡本謙一(東タンKK), 粉体粉末冶金, 36(1989) 819.
- 6) Moの2次再結晶粒成長挙動, 藤井忠行, 材料科学, 6(1992) 278.
- 7) Application of Tungsten Single Crystals for Fusion Reactors, Hiraoka, Y. and Fujii, T., J. Nucl. Mater., 179(1991) 275.
- 8) Ductil-to-Brittle Transition Characteristics in Tungsten Single Crystal, Hiraoka, Y. and Fujii, T., Z. Metallkunde., 82(1991) 275.
- 9) モリブデン単結晶の曲げ破壊応力に及ぼす試験片厚さの効果, 平岡裕, 藤井忠行, 高温学会, 17(1991) 129.

特許

- 1) タングステンまたはモリブデン多重層結晶及びその製造方

- 法, 藤井忠行, 平岡 裕, 出願公開番号02-009786.
- 2) 半溶融合金の加圧溶浸法, 城田 透, 田頭 扶, 木内 学,
出願番号: 平成 4 年特許願第075559号
- 3) 加圧接合法, 城田 透, 田頭 扶, 木内 学, 出願番号: 平成
4 年特許願第075558号

応力誘起変態によるバリエーション選択過程の解析に関する研究

経常研究

組織制御研究部

宮地博文, 古林英一*¹, 中島宏興*²

機能特性研究部

梶原節夫

平成元年度～平成3年度

要 約

鋼のオーステナイトからマルテンサイトへの変態で、結晶学的に等価な方位関係をもって生成する複数の兄弟晶（バリエーション）のうち、特定のものだけが選択的に形成される現象を説明するモデルとして、(1)ベイン歪みを外力が助ける度合いの大きいバリエーションが選択されるという「BS (Bain Strain) Model」と、(2)オーステナイトの $\{111\} \langle 112 \rangle$ 双晶せん断歪みを外力が助ける度合いの大きいバリエーションが選択されるという「TS (Twinning Shear) Model」が最近提案された。両者はこれまで公表されている鉄鋼の変態集合組織データをうまく説明できるように見える。しかしそれらは変態のどの段階の変形に力が影響するかという点に関しては見解が異なっている。この点を明らかにする一つの方法として著者らは、変態時における母相の拘束応力の影響を適当な結晶系に適用してバリエーション選択現象を調べれば解決できると考え、計算による予測と検証実験を行った。

すなわち、 M_s 点以下への冷却（外力はかけない）により、マルテンサイト変態が薄板内で起こるとき、周りの母相からこれに作用する拘束応力は板面法線方向で低下する。このため拘束応力が変態を妨げる割合は、法線方向への変形の割合が大きいバリエーションほど小さい。その程度は、「BS モデル」では板面初期方位とベイン歪みに依存し、一方「TS モデル」では初期方位のみに依存することがわかった。そして(001)板面初期方位の薄板内で $|e_1| \leq |e_2|$ (e_1 はベイン圧縮軸方向への歪み、 e_2 はそれと垂直方向への歪み)の正方晶マルテンサイトが生成するとき両モデルに相違の現れることが予測されるに至った。

そこで上の条件を満足する材料を用意して検証実験を行った。すなわち、 M_s が室温付近にあるFe-30Ni合金を冷延焼鈍し、立方体方位の発達したオーステナイトの薄板に浸炭処理を施して炭素を0.8%固溶添加したのち深冷処理して一部を正方晶マルテンサイト変態させた。同試料中の γ および α の集合組織を測定し、バリエーションの同定をおこなった結果、「BS モデル」を支持する結果が得られた。

1 緒 言

マルテンサイト変態においては、母相とマルテンサイト相の間に一定の結晶方位関係がある。結晶の対称性を考慮すると、一個の母相から結晶学的に等価な方位関係を持った複数の兄弟晶（バリエーション）が生成し得る。しかし実際にはこれらのすべてが常に生成するわけではなく、材料に外力が加えられたり内部応力が存在するときは、限られたものだけが現れることがわかってきた。これはバリエーション選択現象といわれる。

マルテンサイトのバリエーション選択現象を説明するモデル

として以下のものが提案されている。

a) 形状変形モデル

これは変態の形状変形、すなわち変態を巨視的にみれば晶癖面に平行なせん断歪みと、垂直な体積膨張歪みという変形歪みの合成と見なせるが、これらと外力との相互作用による仕事を考え、この形状変形を外力が助ける度合いの大きいバリエーションが選ばれるとする Patel と Cohen による説である¹⁾。

b) 晶癖面モデル

生成するマルテンサイトの晶癖面の極が、変態の基となった塑性変形においてあまり活動していないすべり系のすべり方向と対応しているという Bokros と Parker の電顕観察をもとに、Borik と Richman が変態集合組織の説明に応用したモデルである。活発な系の転位では下部組織が発

*¹現在：反応制御研究部

*²退官

達し、これがバリエーションの成長を抑制するという説明がなされている²⁾。

c) 活動すべり系モデル

マルテンサイト変態に付随するせん断変形と外力との直接的相互作用を考えるモデルである。即ち、

K-Sの方位関係にある $\{111\}_\gamma$ や $\langle 01\bar{1} \rangle_\gamma$ は、ちょうど γ 相のすべり面とすべり方向に当たっている。外力に対して分解せん断応力が大きく活動しやすいすべり系を方位関係にもつK-Sバリエーションが選ばれるというのが活動すべり系モデルである³⁻⁷⁾。

d) 双晶せん断モデル

これもマルテンサイト変態に付随するせん断変形と外力との直接的相互作用を考えるモデルである。即ち、

$\{111\}_\gamma$ 面上の双晶の生ずる $\langle 11\bar{2} \rangle_\gamma$ 方向へのせん断変形が外力により最も助長されるバリエーションが選ばれるというモデルである^{12,13)}。

e) 格子変形モデル

マルテンサイト変態の現象論における格子変形(ベイン歪み)と外力の相互作用を考え、外力によって格子変形が助長されるバリエーションが選ばれるという考え方をとる⁸⁻¹¹⁾。

これらのうち、a) ~ c) は実験結果との一致が悪い(a)及びb)) ことや物理的根拠に欠ける(c) ことが指摘されている¹⁴⁾。一方d) 及びe) に関しては十分な検討がされていない。著者らは材料に作用する「外力」が単純引っ張りや単純圧縮などの場合には、両モデルは同一の結果を導くことを証明した⁹⁾。これに対し特別な内部応力(拘束応力)が作用するときには、両モデルに相違の現れる場合があることがわかった。以下これについて計算と検証実験を行った結果を述べる。

2 薄鋼板内におけるバリエーション選択現象

2.1 拘束応力の異方性の効果

橋本は薄鋼板内におけるマルテンサイト変態においてバリエーション選択現象が起こることを指摘し、これを次のように考察した¹⁵⁾。即ち、変形(歪み)を伴うマルテンサイト変態が固体内で起こるときは、まわりの母相からその変形を妨げるような拘束応力が働く。薄鋼板ではこの拘束応力に異方性が現れる。すなわち板面法線方向の拘束応力は他に比べて著しく小さいため、変態に伴う変形が同方向に容易になり、その影響をより多く受けるバリエーションが選択的に生成する。

Liu と Bunge は変態にともなう表面起伏の高さを顕微鏡観察により測定した。そして、選択されたバリエーションの表面起伏は高く、選択されなかったものは低いことを示した。彼らはその理由を次のように考察した。即ち、表面起伏が低いのは、変態時のせん断方向が板面にはほぼ平行であるためである。これは格子変形に対するまわりの粒からの抵抗が大きい。このため、バリエーションは選択されない。彼らはこれを thin-sheet effect と呼んだ¹⁶⁾。

著者らは室温で変態前後のオーステナイトとマルテンサイトの両方の組織が生成する Fe-30Ni 合金を用いてこれを実証した^{17,18)}。即ち、図1(a)は表1に示す同合金のオーステナイト相の $\{001\}$ 極点図である。同図によると、オーステナイト相には明瞭な立方体方位が発達している。一方、図1(b)はこれを冷却により(外力はかけない)マルテンサイ

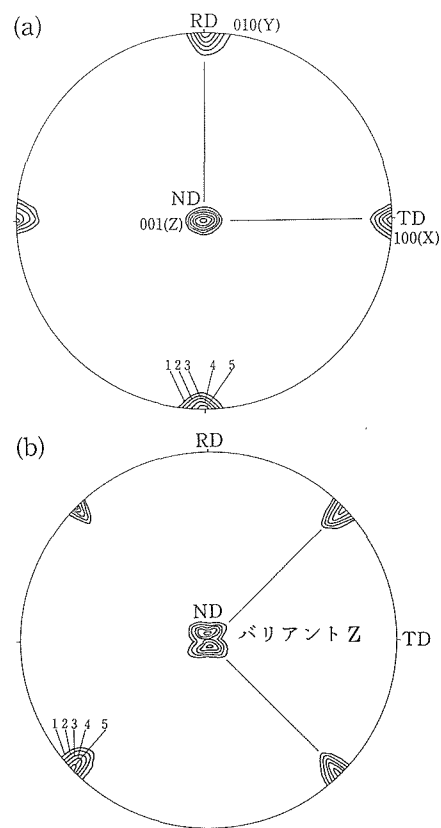


図1 Fe-30Ni 合金の $\{001\}$ 極点図
(a)オーステナイト
(b)(a)の立方体方位のオーステナイトから変態した立方晶 ($|e_1| > |e_2|$) マルテンサイト。
バリエーション Z のみが観察される。

表1 合金の化学成分 (重量%)

合金	Ni	C	N	その他
Fe-30Ni	29.67	0.001	0.001	Al : 0.025 Mn : 0.085 Si : 0.002 S : 0.003
Fe-30Ni-0.8C	29.67	0.80	0.01	Al : 0.025 Mn : 0.085 Si : 0.002 S : 0.003

ト変態させたときのマルテンサイト相の {001} 極点図である。次節で述べるように、マルテンサイト変態における格子変形としてベインの格子変形を仮定すると、同図のマルテンサイト相には板面法線方向にベイン収縮軸をもつバリエント Z 成分のみが生成している。

以下にバリエント選択に及ぼす拘束応力の影響を、格子変形モデルと双晶せん断モデルについて具体的に計算した。

2.2 格子変形モデルによる仕事量の計算

著者らは既に発表した一連の報告において、オーステナイト (格子定数 a_0) からマルテンサイト (c 及び a) への格子変形がベイン変形により行われると仮定した^{8,9,14,17,18}。本報告の解析においてもベイン変形を仮定した。ベイン変形はオーステナイトの一つの軸方向への収縮ひずみ ε_1 と、これに垂直な他の二つの軸方向への膨張ひずみ ε_2 により

$$\varepsilon_1 = (c - a_0)/a_0 \quad (1)$$

$$\varepsilon_2 = \{a - (a_0/\sqrt{2})\} / (a_0/\sqrt{2}) \quad (2)$$

で表される。ここで収縮軸 (c 軸) は X, Y, Z のいずれか一つの軸に平行にとることができるので、ベインの変形により生成するバリエント (以後ベインバリエント) は三つあることがわかる。これらをそれぞれ、バリエント X, バリエント Y, バリエント Z と呼ぶことにする。

今、板面法線方向に沿った拘束応力が $\Delta\sigma_N$ だけ減少すると、変態に関わる系がしなければならない仕事は、これにより

$$\Delta W = \Delta\sigma_N \cos\theta_\xi^i \cdot \varepsilon_1 + \Delta\sigma_N \cos\theta_\eta^i \cdot \varepsilon_2 + \Delta\sigma_N \cos\theta_\zeta^i \cdot \varepsilon_2 \quad (3)$$

だけ減少する。 θ_ξ^i は、板の法線方向とバリエント i のなす角、 θ_η^i および θ_ζ^i は膨張軸となす角である。また $\Delta\sigma_N$ は変形 (ひずみ) を常に妨げるように働くから、収縮に対して正、膨張に対して負である。

(3)式によると、 $\Delta\sigma_N$ が一定のとき、 ΔW は板の初期方位 ($\theta_\xi, \theta_\eta, \theta_\zeta$) およびベインひずみ成分 ($\varepsilon_1, \varepsilon_2$) により変化することがわかる。

2.3 双晶せん断モデルによる ΔW の計算

fcc の双晶せん断は $\{111\}_\gamma \langle 11\bar{2} \rangle_\gamma$ せん断系で双晶の生ずる方向のせん断である。

今、板の法線方向の拘束応力が $\Delta\sigma_N$ だけ減少すると、せん断変形に関わる系がしなければならない仕事は、これにより

$$\Delta W = \Delta\sigma_N \gamma_i \cos\phi \cdot \cos\lambda \quad (4)$$

だけ減少する。

ここで γ_i は同モデルにおけるせん断ひずみであり、 ϕ は板面とせん断面のなす角、また λ は板面法線方向 ($\Delta\sigma_N$ の方向) とせん断方向のなす角である。

上述のせん断系は全部で12通り存在する。Higo ら¹²はこの中で ΔW が最も大きいもの、つまり応力に対して分解せん断応力が大きく活動すると思われる系と結びついたバリエント (即ち、せん断方向に最も近い収縮軸 (c 軸) を

もったバリエント) が優先生成することを示した。(4)式によると ΔW は、せん断ひずみ量 γ_i が一定ならば、板の初期方位 (ϕ および λ) により変化することがわかる。

2.4 バリエント選択の予測

2.4.1 「格子変形モデル」における初期方位及びベインひずみの影響

(1) $|\varepsilon_1| > |\varepsilon_2|$ の場合

$\varepsilon_1 = -0.2, \varepsilon_2 = 0.12$ (Fe-30Ni 合金の fcc \rightarrow bcc 変態におけるベイン歪み¹⁶) の場合について、三つのバリエントの ΔW 値を十分に多くの γ 方位について(3)式により計算し、結果を図 2 (a) のステレオ三角上に示した。同図によると各バリエントの ΔW 値は γ 方位と共にそれぞれ変化していることがわかる。

一般にマルテンサイト変態のしやすさは、 ΔW の大きさに比例すると考えられるので、三つのバリエントにおけるそれらの「差」が大きい γ 方位ほどバリエントの選択が容易に起こるのであろう¹⁵。図 2 (a) によると、それらの「差」は

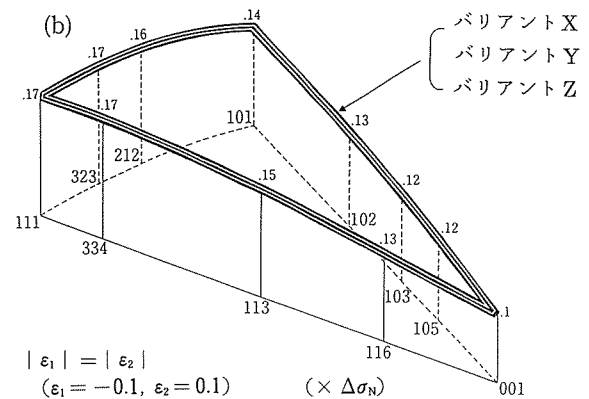
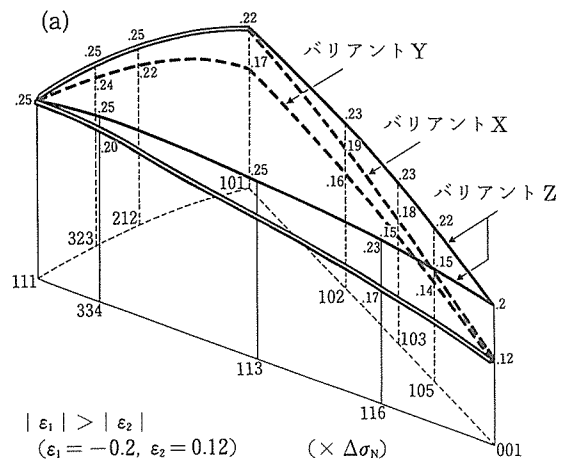


図 2 ベイン歪みに対する拘束応力の行う仕事に及ぼす初期方位の影響。各バリエントに対する計算結果をステレオ三角上にプロットした。
(a) $|\varepsilon_1| > |\varepsilon_2|$
(b) $|\varepsilon_1| = |\varepsilon_2|$

(001) γ 方位で最大であり, (111) 方位で最小(零)である。従って(001) γ 方位はバリエントの選択が最も起こりやすく, 逆に(111) γ 方位は全く選択されない。

(2) $|\varepsilon_1| \leq |\varepsilon_2|$ の場合

$|\varepsilon_1| = |\varepsilon_2|$ ($\varepsilon_1 = -0.1, \varepsilon_2 = 0.1$) の場合について三つのバリエントの ΔW 値を十分に多くの γ 方位について(3)式により計算し, 結果を図2(b)のステレオ三角上に示した。同図によると, ΔW 値そのものは γ 方位と共に変化するが, 三つのバリエント間の差は全く認められなかった。即ちバリエントの選択は全く起こらないと考えられる。

2. 4. 2 双晶せん断モデルにおける初期方位の影響

マルテンサイト変態前の十分に多くの γ 方位について, せん断変形による ΔW 値を(4)式により計算した。双晶せん断モデルのせん断系は, 2. 3 節で述べたように全部で12通りある。これらの系の活動によって生成するバリエントは4通りずつ(の三組)に分けることができる¹⁷⁾。このうち ΔW 値が最大で活動する可能性が最も高いと思われる一つをそれぞれの組の代表として選び, その値を図3のステレオ三角上に示した。

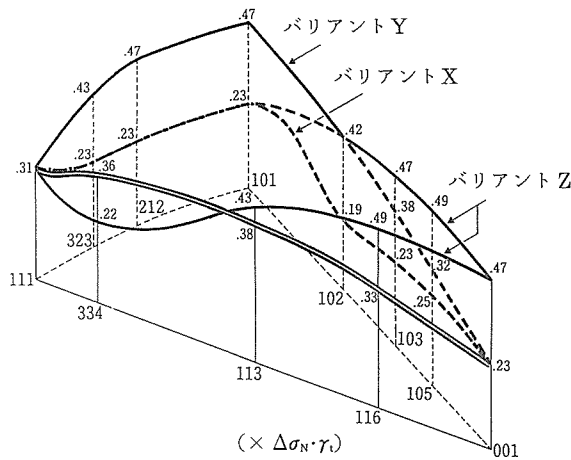


図3 双晶せん断歪みに対する拘束応力の行う仕事に及ぼす初期方位の影響。各バリエントに対する計算結果をステレオ三角上にプロットした。

同図によると, 三つのバリエントにおける ΔW 値の「差」は(001)及び(101) γ 方位で最大であり, バリエント選択がされる。一方(111) γ 方位は「差」が最小(零)であり, バリエントは選択されない。これらの結果を表2にまとめた。

3 検証実験と考察

前節で行った計算の結果格子変形モデルと双晶せん断モデルにおいて最も大きな相違が現れるのは, ベイン歪みが $|\varepsilon_1| \leq |\varepsilon_2|$ の正方晶マルテンサイトが, 板面初期方位 {001} の薄板内に生成する場合においてであることがわ

表2 ベインバリエントの選択に及ぼす(001), (101)及び(111)方位の影響。格子変形モデル及び双晶せん断モデルのそれぞれについて選択されるバリエントの数を示した。

モデル 初期方位	格子変形モデル		双晶せん断モデル
	$ \varepsilon_1 > \varepsilon_2 $	$ \varepsilon_1 = \varepsilon_2 $	
{001}	1	3	1
{101}	3 (又は2)	3	1
{111}	3	3	3

かった(図2(b), 図3及び表2参照)。

即ち, 同条件のとき格子変形モデルではすべてのバリエントが生成する(バリエントは選択されない)のに対し, 双晶せん断モデルではバリエントZ成分のみが生成すると考えられるからである。

この点を明らかにするために以下のような実験を行った。即ち, オーステナイトの立方体方位(板面に {001} 方位)が発達しやすく, また M_s が室温付近にあって変態前後のオーステナイト及びマルテンサイト両相の測定が可能な Fe-30Ni 合金を高周波真空溶解炉により溶製して以下のような処理を施した。まず均質化焼鈍後10mm厚に熱延し, これに強冷延を施して0.15mm厚の薄板を作成した。次いでこれに浸炭処理(液浸900℃×50h空冷)を施して炭素を0.8%固溶添加した。分析結果を表1に示す。これを両面から化学研磨して30 μ m厚としたのち, 深冷処理して一部をマルテンサイト変態させた。生成したフレッシュマルテンサイトのベイン歪みは, $\varepsilon_1 = -0.14, \varepsilon_2 = 0.11$ と推定される¹⁹⁾。この値は目標とした $|\varepsilon_1| = |\varepsilon_2|$ には達しないが, 後述するように, この程度の差異によっては結果に影響をうけなかった。次いで, 同試料中のオーステナイト及びマルテンサイトの極点図を測定した。極密度はX線の最高強度を等分割し, それぞれの等高線をアラビア数字で示した。オーステナイトの {001} 極点図を図4(a)に示す。同図によると浸炭処理後もきわめて集積度の強い立方体方位が発達しているのがわかる。また正方晶マルテンサイトのc軸の極点図を図4(b)に示す。ベインの方位関係においては, オーステナイト中の三つの $\langle 001 \rangle$ 軸のそれぞれは, それらがベイン変形の収縮軸(即ち回転軸)として活動するとマルテンサイトのc軸({001} 極)に変換する。それらは変態後も極点図上で極の位置は変わらないので, このc軸の有無を見ればバリエント選択の有無を直感的に理解できる。都合のよいことに, マルテンサイトの正方晶度が高くなると, この {001} 極は {100} 及び {010} 極(a軸及びb軸)と分離して測定できる。図4(a)と図4(b)を比較すると, マルテンサイトのすべて(3通り)のc軸({001} 極)が生成していることがわかる。

以上の結果マルテンサイトのバリエント選択現象は「格子変形モデル」による予測とよく一致することが明らかに

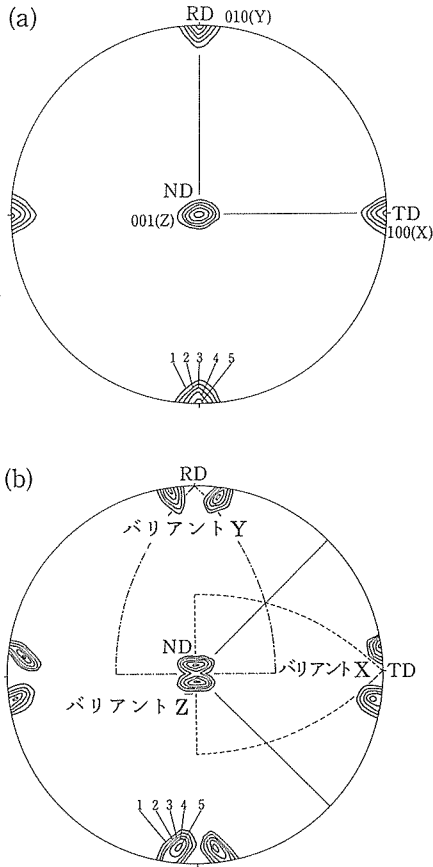


図4 Fe-30Ni-0.8C合金の極点図
 (a)オーステナイトの{001}極
 (b)(a)の立方体方位のオーステナイトから変態した正方晶
 ($|\epsilon_1| \approx |\epsilon_2|$) マルテンサイトのC軸極。
 すべてのバリエントが観察される。

なった。

既に述べたように、格子変形モデルと双晶せん断モデルは、試料に作用する力が単純圧縮や単純引張りの場合には、同一の結果を導く。なぜなら、双晶せん断系への分解せん断応力を最大とするような単純圧縮の軸及び引張りの軸はそれぞれ $\langle 118 \rangle$ と $\langle 441 \rangle$ 方向であるが、これらはそれぞれ $\langle 001 \rangle$ 及び $\langle 110 \rangle$ に非常に近い。同方位は格子変形モデルにおけるベイン歪みの収縮と膨張の方向とも一致しているからである⁸⁾。

一方、変態における拘束応力はすべての変形に対し、それを妨げるように働く。すなわち変形の向きによらない。従って、これが低下した板面法線方向へは、双晶せん断及びベイン変形における収縮や膨張のいずれも容易に起こるようになる。この点が単純圧縮や単純引張りによる作用と異なる点である。そして式(3)と式(4)でみたように、格子変形モデルと双晶せん断モデルは異なった結果を導く。

4 結 論

薄板内でのマルテンサイト変態（外力をかけない）におけるバリエント選択過程を双晶せん断モデルと格子変形モデルについて計算した。また計算結果に対する検証実験を行った。得られた結果は以下の通りである。

- (1) バリエント選択現象は、母相の結晶方位とベイン歪み量に依存する。
- (2) 格子変形におけるせん断変形とベイン歪みに及ぼす拘束応力の影響は、立方体方位の母相から bct マルテンサイトが変態するとき最も顕著に現れる。
- (3) 板面法線方向に最も大きなベイン歪み成分をもつバリエント、即ち、ベイン変位が拘束応力によって妨げられる程度が最も小さいバリエントが優先的に生成する。

参 考 文 献

- 1) Patel, J.R. and Cohen, M.: Acta Met., 1(1953) 531.
- 2) Bokros, J.C. and Parker, E.R.: Acta Met., 11(1963) 1291.
- 3) 渡辺 敏, 荒木 透, 宮地博文: 鉄と鋼, 55(1967) 797.
- 4) 久保寺治朗, 中岡一英, 多嶺多加志: 鉄と鋼, 52(1966) 1171.
- 5) 阿部秀夫, 伊藤邦夫: 日本金属学会誌, 31(1967) 1300.
- 6) Stone, G. and Thomas, G.: Met. Trans., 5(1974) 2095.
- 7) 柚島登明, 小川陸郎: 鉄と鋼, 65(1979) 1747.
- 8) 古林英一: 鉄と鋼, 71(1985) 1359.
- 9) Furubayashi, E., Miyaji, H. and Nobuki, M.: Trans. ISIJ, 27(1987) 513.
- 10) Olsen, G. and Jesser, W.A.: Acta Met., 19(1971) 1299.
- 11) Kato, M. and Mori, T.: Acta Met., 25(1977) 951.
- 12) Higo, Y., Lecroisey, F. and Mori, T.: Acta Met., 22(1974) 313.
- 13) Bogers, A.J. and Burgers, W.G.: Acta Met., 12(1964) 255.
- 14) 古林英一: 鉄と鋼, 71(1985)1155.
- 15) 橋本 修: 学位論文
- 16) Liu, W.P. and Bunge, H.J.: Materials Letters, 10(1991), 336.
- 17) Miyaji, H. and Furubayashi, E.: Texture Microstruct., 12(1990) 189.
- 18) Miyaji, H. and Furubayashi, E.: Texture Microstruct., 14-18(1991) 561.
- 19) Kajiwara, S. and Kikuchi, T.: Acta Metall., 39(1991), 1123.

研 究 発 表

(口 頭)

- 1) マルテンサイト変態のバリエント選択に及ぼす試料形状の影響, 宮地博文, 古林英一, 日本金属学会, 元. 9.
- 2) Effect of Stress on the Variant Selection in Martensitic Transformation, Miyaji, H. and Furubayashi, E., 9th International Conference on Textures of Materials, 1990. 9, Avignon (France).

- 3) マルテンサイト変態におけるバリエーション選択モデルの検証,
宮地博文, 古林英一, 日本金属学会, 3. 10.
(誌 上)
- 1) Effect of Specimen Size on the Variant Selection in
Martensitic Transformation, Miyaji, H. and Furubayashi, E.,

- Texture Microstruct., 12(1990), 189.
- 2) Effect of Stress on the Variant Selection in Martensitic
Transformation, Miyaji, H. and Furubayashi, E., Texture
Microstruct., 14-18(1991), 561.

高密度エネルギー熱源による異種表面層の形成に関する基礎研究

経常研究

組織制御研究部

入江宏定, 塚本 進, 浅井 義一

平成元年度～平成3年度

要 約

電子ビームやレーザーは微小面積に大パワーを投入できるため熱集中特性が優れている。このため両熱源を利用し素材バルクの熱的ダメージを最小限に抑制し、表面のみの特性を改善する表面改質技術が注目されている。本研究ではさまざまな表面改質技術のうち、表面近傍に異なる成分の層を形成する合金化及びクラディングについて基礎的に研究した。電子ビームとレーザーは熱集中特性では同等の性質を有するが、同時に異なる性質のプロセスでもある。例えば電子ビームは真空中で、レーザーは雰囲気ガス中で材料に照射されるが、また前者は後者に比べ優れた制御性を有する。これらを利用すると、電子ビームは添加材を供給する点ではかなり制約を受けるが、均質な溶融層を形成することは容易である。一方レーザーは材料添加の点では容易であるが、反射などの問題点があり素材と添加材料を均質に混合する点では問題がある。そこで本研究では電子ビームは合金化を中心に、レーザーはクラディングを中心に研究を進めた。

電子ビームの研究では広面積の表面を同時にかつ均質に処理する観点から、電子ビームの高速偏向と新しく開発した4極子コイルにより線条のビームを形成することに成功した。線条ビームは均一な溶込み深さが得られるが、溶融金属は中央部で盛上がり、両端でアンダカットを形成する傾向がある。これを解消しかつ添加元素が均質に混合する溶融金属の流動を確保するため、電子ビーム振動のパターンを開発した。そしてフィラワイヤを用いて均質に合金化することができた。一方レーザーでは材料添加方法について検討した。板状の材料を貼布する方法では添加材料と素材との密着性が重要である。しかし板状の金属では反射が大きく、粉末材料の供給が望ましい。粉末材料でも光沢性の金属と化合物では著しくレーザー照射条件が異なり、素材の溶融を最小限に抑えクラッドの希釈を抑制するためには、前者では比較的少量の粉末を低パワー、低速で処理することが望ましいが、後者では多量の粉末を高速、高パワーで処理する方が望ましい。添加元素が溶融時に発熱反応を生じるかどうかでも条件は著しく異なる。発熱反応が顕著な材料に対しては静止状態でのパルス照射を繰返すことが溶融金属の混合を防止でき良好な結果が得られる。

1 緒 言

高密度エネルギービームは材料を加熱したとき、照射箇所近傍での温度上昇は非常に小さく、材料の熱的ダメージを最小限に抑えることが可能である。本特性を利用し材料の極く表面層のみを溶融し、そこでの合金化や異種材料層の形成が可能である。この表面層形成による表面改質技術はいくつかの提案の後^{1,2)}、非常に多くの研究者により研究・開発が進められてきている。これらの研究は初期の可能性追求の研究を除き、近年ではすでに実用レベルでの研究が盛んである。しかし非常に多くの課題があらためて指摘されており、実用化のプロセス上での基礎的な現象解明の重要性が認識されている。そこで本研究では電子ビーム及びCO₂レーザーを利用した合金化とクラディング技術における課題を基礎的に解明することを目的として行った。

2 電子ビームによる表面合金化に関する基礎研究

電子ビームは真空中で材料を加熱できるとともに、微小面積を加熱でき、金属への吸収率も100%に近く、かつ制御性も優れた熱源である。しかし真空中で処理するため粉末などの材料の添加は予備実験の結果、非常に課題が多く、クラディングよりも合金化技術に適していることが判明した。しかし表面改質は広帯域の表面を処理することが要求されるため、集中熱源特性を保持しつつ広帯域表面を処理する必要がある。そこで本研究では4極子コイル及びビーム高速偏向技術により線条電子ビームを形成し、表面処理することを試みた。そしてこのビーム特性と、合金化を行ったときの溶融特性についての基礎的検討を行った。

2.1 線条電子ビームの形成とそのビーム特性

本研究では、次に述べる2つの方法で線条の電子ビーム

を形成した。第1は、図1に示した4極子コイルにより偏平な楕円形電子ビームを得る方法である。4極子コイル内では、印可された磁場により、電子ビームに対して図中のX軸方向に集束、Y軸方向に発散する力が働く。その結果X軸方向でのビーム集束点付近(A-A'断面)では、Y軸方向に伸びた偏平な楕円形電子ビームを得ることができる。図2にはこのようにして得られた線形電子ビームの両軸方向におけるパワー密度分布の一例を示す。いずれの対物距離D₀ (集束レンズ中心から測定位置までの距離)においても、Y軸方向に10mm程度の幅を有した偏平なビームが得られている。また、そのパワー密度分布は、Y軸方向ではほぼ台形分布となるのに対し、X軸方向では、X軸方向で

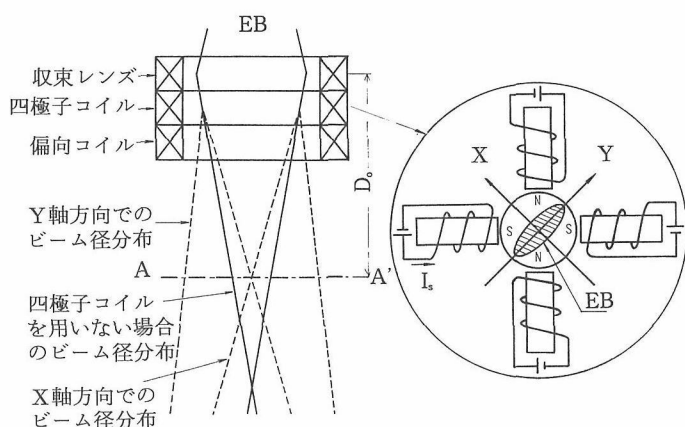


図1 4極子コイルによる偏平円形電子ビームの形成

の集束点 ($D_0 = 250\text{mm}$) 及びこれより下側 ($D_0 > 250\text{mm}$) で正規分布, 上側で台形分布波形となる。この特性の電子ビームをX軸方向に走査することにより、浅くて幅の広い溶融層を形成できる。

第2の方法は、電子ビームを走査線と直角方向(Y方向)に周波数5 kHz 振幅±5 mmで高速偏向することにより、模擬的に線形電子ビームを得る方法である。この場合Y方向での実質的なパワー密度分布は、ビーム偏向波形を制御することにより自由に選択できる。たとえば三角波形の振動ビームではY方向に均一な矩形分布が、またサイン波を用いると、両端でのパワー密度が増加した分布が得られる。一方X方向での分布は、前述した偏平ビームと同様に、焦点位置もしくは下側 ($D_0 > D_F$, D_F : 焦点距離) で正規分布, これより上方で台形分布波形となる³⁾。

2.2 アンダカットの形成機構とその防止

上述した2つの方法で得られた線形電子ビームを用いて溶接構造用鋼 SM50A 表面の溶融を試みた。その結果、いずれの場合も浅くて幅広い均一な溶融層がえられたが、溶融部両端で写真1に示すアンダカットの発生が認められた。

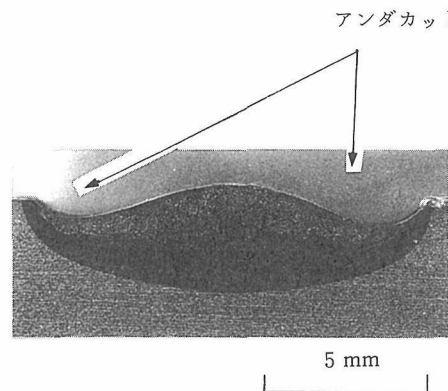


写真1 アンダカットビード

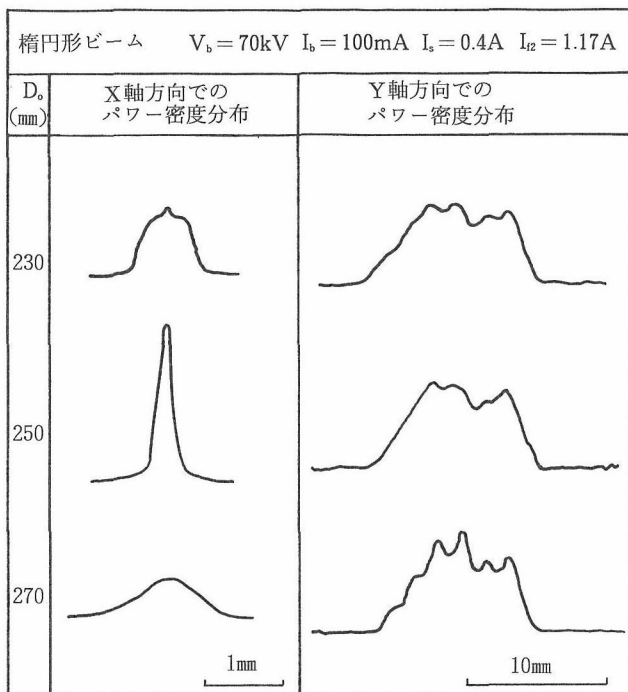
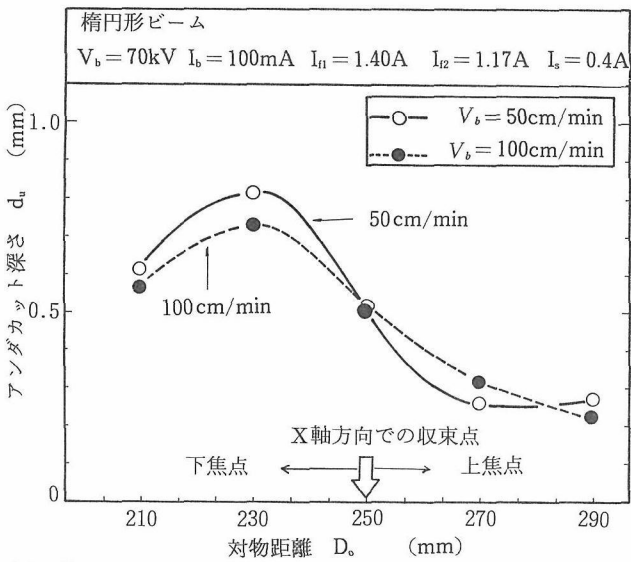
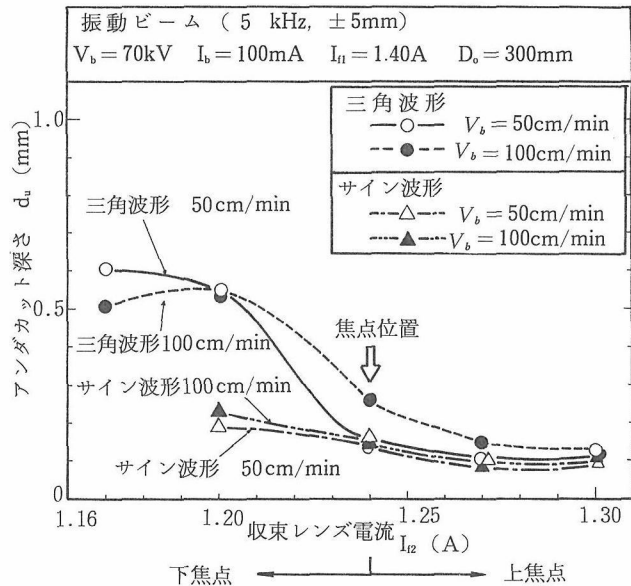


図2 楕円形電子ビームのパワー密度分布

これは前述したビームのパワー密度分布と密接な関連がある。図3には、ビーム特性とアンダカット深さの関係を示す。まず楕円形ビームと振動ビームを比較すると、Y軸方向でのパワー密度分布が台形となる楕円ビームにおいてアンダカット深さが大きくなる傾向にある。また振動波形によってもアンダカットの発生傾向が異なり、Y軸方向に均一な矩形分布となる三角波に比べ、両サイドで実質的なパワー密度分布が増加するサイン波形の場合にアンダカット深さが著しく減少する。すなわちY軸方向での分布に関しては、周辺での入熱が大きくなるほどアンダカットが抑制される。一方走査線方向(X方向)でのパワー密度分布は、いずれのビームを用いても、若干下焦点となる条件、すなわちパワー密度が比較的高かつ台形分布となる場合にアンダカットが最も発生しやすい。



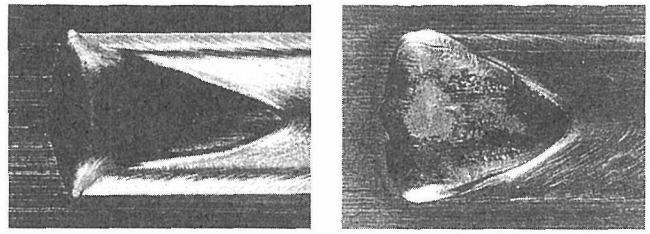
(a) 楕円形ビーム



(b) オシレーションビーム

図3 アンダカットビード発生に及ぼす電子ビーム特性の影響

溶融池形状もアンダカットの発生傾向と密接な関連がある。アンダカットが顕著に発生する場合は、写真2(a)に示すように溶融池両サイドが鋭角的に尖りかつ中央部で後方へと伸びた形状になるのに対し、アンダカットが抑制される場合には、両サイドが丸みを帯びかつ短い溶融池が形成される(写真(b))。ここで(a)に示す溶融池が形成されているときの各断面における凝固過程を考えることにより、アンダカットの形成機構を検討する。図4にこれを模式的に示す。図中(A)~(E)は、A~E断面における凝固過程を示す。溶融部横断面を詳細に観察すると、図4(a)に示すようなリップラインが形成されており、表面ではこれと直行した矢印の方向に凝固が進行する。A断面ではビーム直下でビーム孔が形成されているため、溶融池液面にくぼみを生



(a) 楕円形ビーム 下焦点 (アンダカットの発生が顕著)
(b) 三角波形オシレーションビーム 上焦点 (アンダカットの発生が抑制)

写真2 溶融池形状とアンダカットの発生傾向

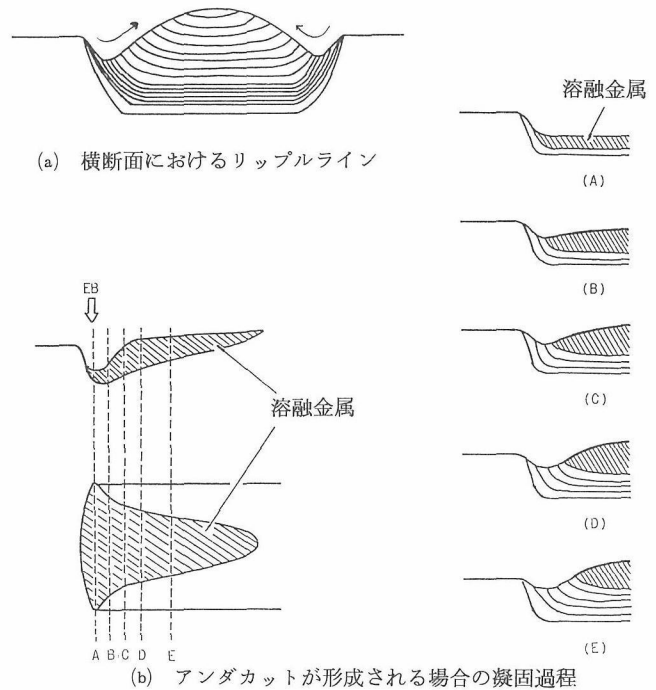


図4 アンダカットの形成機構

じており、この直後に凝固する両端部は材料表面より低い位置で凝固する。その後BからCへと時間が経過するに従い、両端から中央に向かって凝固面が次第に高くなり、滑らかに湾曲したアンダカットが形成される。すなわち横断面で見られる滑らかな形状のアンダカットは、ある時点で溶融金属がこのような形状を持つのではなく、周囲から凝固が進行する際に各凝固時点における溶融金属液面の高さが異なることにより形成されたものである。一方図4(b)に示した形状の溶融池となる場合には、溶融池両端での凝固が、ビーム孔の形成されるビーム直下よりかなり後方の液面の高い位置で起こるため、アンダカットが抑制される。線条ビームの両端の入熱を多く配分すると、このように溶融池両端での凝固を遅らせる効果があり、これがアンダカットが抑制できる主因である。

一方X方向でのパワー密度分布がアンダカットの発生傾向に影響を及ぼすのは、溶融金属の流動挙動に起因する。既に報告したように、電子ビーム溶接における溶融金属の

流れは、熔融池後方へ向かう周期的な後方流と熔融池周辺を穏やかに流れる周辺流に大別され、パワー密度分布が台形分布となるときは前者が、また正規分布となるときは後者が支配的となる⁴⁾。線条ビームにおいても同様な傾向があり、X方向での分布が台形となる場合に熔融池中央で激しい後方流が観察された。その結果、ビーム直下から後方へと熱が輸送されるため、熔融池両端での凝固がより早くなり、アンダカットが発生し易くなったと考えられる。

以上述べたように、アンダカットの発生を抑制するためには、線条ビームの両端に入熱を多く配分するか、進行方向へのパワー密度分布が正規分布となるように電子ビームを制御することが望ましい。

2.3 フィラーワイヤの添加による表面合金化

材料表面に合金元素を添加した場合、添加元素が表面全般にわたって均質に分布する必要がある。合金元素の添加方法としてはいくつかの方法が考えられているが、ここでは最も簡便な方法としてフィラーワイヤの添加を試み、均質な表面合金化層を得る方法について検討した。

フィラーワイヤには直径1mmの高Ni系ワイヤを用い、ビーム前方から線条ビームの中央にワイヤ添加を行った。この場合、ワイヤ添加位置でワイヤの熔融に入熱が奪われるため、局所的な溶込み深さの低下をきたした。このため、図5に示すように、ワイヤが送給される中心部での振動速度を低下させることにより均一な溶込みを得た。写真3には、三角波振動ビームにより合金化を試みたときの水平断面における添加元素の分布状態を示す。これを見ると100cm/minの走査速度では添加元素の偏析が著しく、本方法で均質な表面合金化層を得ることが困難である。一方走査速度が50cm/minになると、熔融金属の流動が緩慢な上焦点で若干の偏析が観察されるのに対し、後方へ向かう

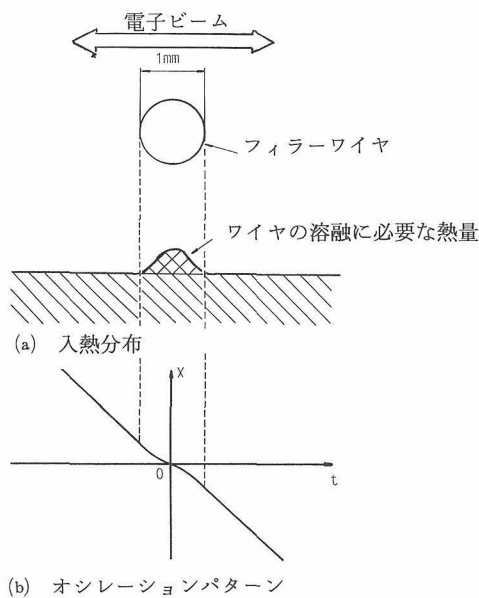


図5 ワイヤ溶融熱量を付加した電子ビーム振動パターン

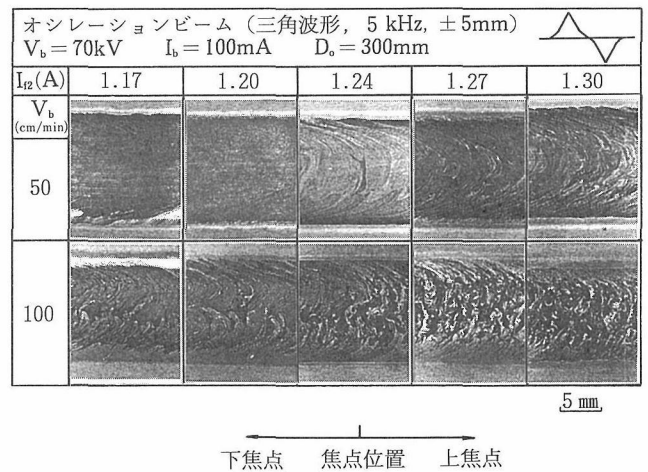


写真3 添加元素の分布に及ぼす電子ビーム特性の影響

湯流れの活発な下焦点において、攪伴効果によりほぼ均質な合金化層が得られた。しかしながらこのような条件下では、先に述べたアンダカットの発生が顕著である。

そこで図6に示すように、振動波形のピーク付近での傾きを小さくすることにより、線条熱源の両端20%の位置で

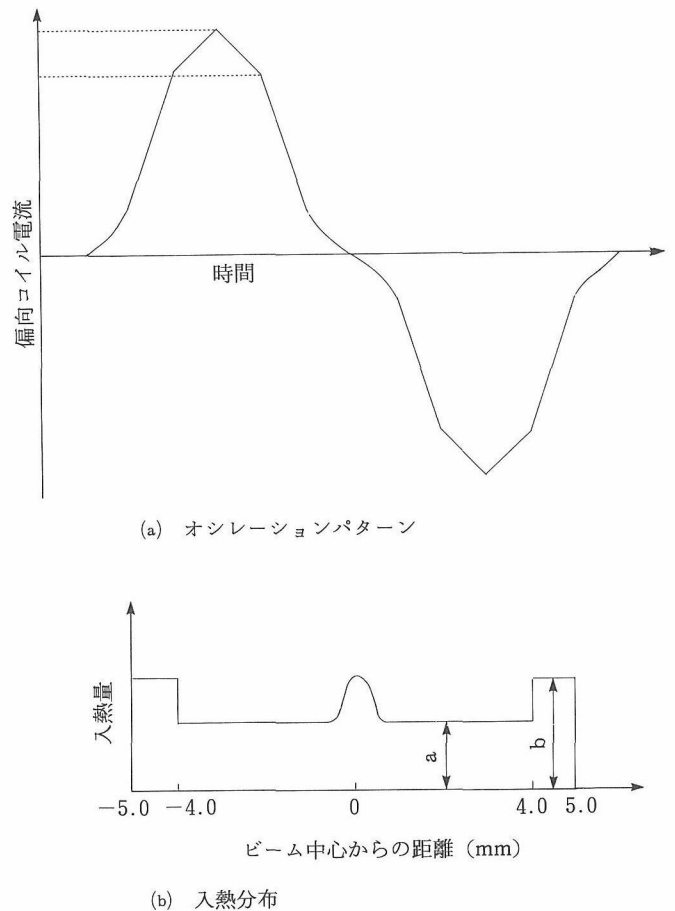


図6 適切な合金化層を得るための電子ビーム振動パターン

の実質的な入熱量を増加し、アンダカットの防止を試みた。均質な合金層が得られる下焦点のもとで、両端での入熱量の増加率 b/a を変化させた場合のアンダカットの変化を図7に示す。これによると両端部で1.5倍程度に入熱量を増加することにより、アンダカットが大幅に抑制されていることが判る。またいずれの条件においてもほぼ均質な合金層が得られており、アンダカットの発生を抑制した上で均質な合金層を得るには、このような波形制御を行った振動ビームを用いることが効果的である。

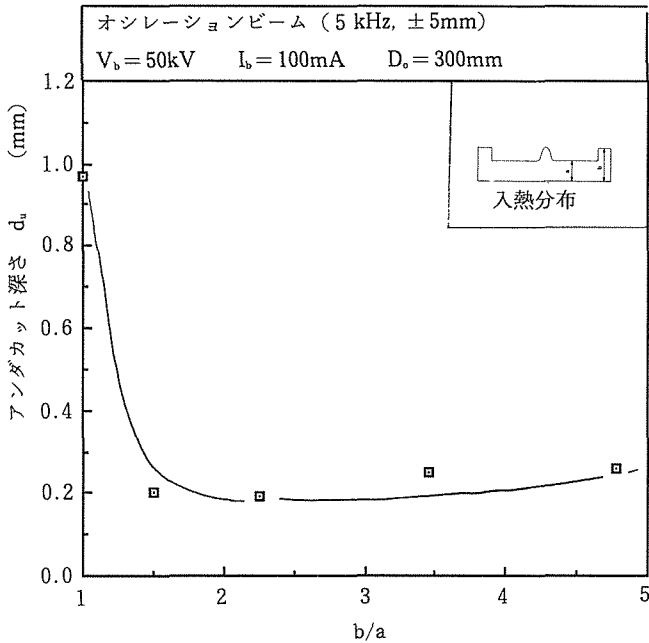


図7 入熱分布制御によるアンダカットの抑制

2.4 結論

線条電子ビームにより材料表面の合金化を試み、溶融特性に及ぼすビーム特性の影響を調べた結果以下の結論を得た。

(1) 4極子コイルにより偏平な楕円径ビームを成形することができた。またそのパワー密度分布は長軸方向で台形、短軸方向では集束条件により台形から正規分布へとなる。

(2) アンダカットビードは、溶融池側面が溶融金属液面の低いビーム孔近傍で凝固することにより形成される。従ってこの抑制には、線条熱源両端部での入熱を増加することにより、側面での凝固を遅らせることが効果的である。

(3) アンダカットは、走査方向でのパワー密度分布が台形となる条件下で発生しやすい。

(4) フィラーワイヤを用いた合金化を試みた結果、走査方向でのパワー密度分布が台形となる条件下で、後方への溶融金属流が強いため、最も添加元素が均質に分布する。

(5) 波形制御した振動ビームを用いることにより、アンダカットを抑制した上で均質な合金層を形成できる。

3 レーザビームによるクラディング層の形成に関する基礎的検討

レーザー溶融は電子ビームと異なり大気中あるいは制御雰囲気中で行うことが可能であり、粉末などの添加材料を容易に供給することが可能である。そこでこの利点を利用して従来材料に異種材料層を形成するいわゆるクラディング方法について検討した。このクラディング法は大出力レーザーが実用化して以来とくに注目を集めている技術であり、非常に多くの研究・開発がなされている。しかし一般に公表されている研究結果は特定対象物に対するものであり、それぞれの結果も多くの課題点を指摘したものが多く、実用化には多くの問題が山積している。しかも一般に研究されているクラディングの研究はすでにアーク溶融やプラズマ溶射などで実用化されている自溶性材料を取り扱ったものが大部分で、アーク溶融と同様に非常に大量の添加材を供給し、かつレーザーを振動偏向して低速で行う方法である。これらの研究では供給熱量も大きくなり、しかも素材の溶融量も増大するため、レーザーの持つ優れた特性はほとんど犠牲にされている。そこで本研究では、主として素材そのものの溶融を最小限に抑制してクラディングすることを前提として、クラディング材料の添加方法、クラディング材料の種類毎に含まれる課題について系統的かつ基礎的に調査した。素材には JIS SMA50B, ステンレス鋼を使用し、添加材料としては金属として Ni, Cr, Ti, Taなどを、また非金属材料として WC-12%Co を使用した。これらは素材と添加材との組み合わせを選択して分析を容易にすること、レーザー吸収率の著しくことなる材料を採用しその影響などを調べるためである。

3.1 材料添加方法の検討

添加材料の供給方法として考えられるのは、予めメッキやプラズマ溶射などで表面に塗布する、板材などを固定具で抑える、あるいは粉末を塗布またはガスとともに供給する方法が提唱されている。ステライトなどの実績のある自溶性合金などの大気汚染や素材との混合による欠陥発生心配のない材料はガス供給方式で素材を十分溶融しても比較的問題は発生しないと考えられるが、その他の素材との性質が著しく異なる材料では非常に問題がある。

そこで素材に SMA50B 鋼、添加材に Ni を使用し、図8に示すように(a)粉末供給法、(b)フィルム貼布(治具による押圧)法、(c)メッキ法の3種類について検討した。なおこのとき粉末供給では厚さ δ (空間充足率30%程度) をさまざまに変化させたが、フィルムは $100\mu\text{m}$ 、メッキは $50\mu\text{m}$ を使用した。マルチランによる溶融実験の結果を図9に示す素材の溶融深さ h_p と幅 w 、余盛り厚さ h_c 、及び断面積 S を測定した。それぞれの添加方法での溶融を表1に比較した。このときの粉末は $\delta = 1.0\text{mm}$ での結果である。表では比較を容易にするため単位入熱当たりで比較整理した。

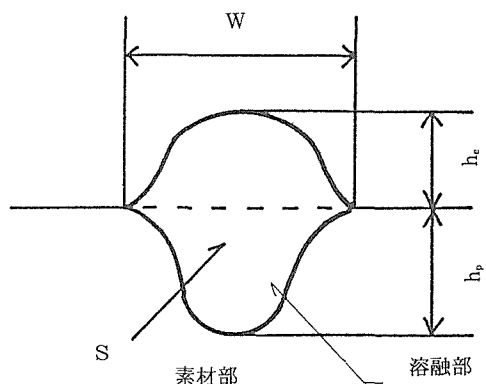


図8 レーザクラディングでの溶融形状諸量

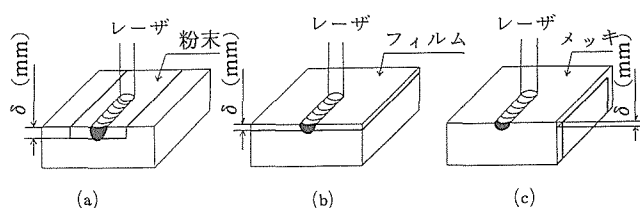


図9 レーザクラディング材の供給方法

表で明らかのようにメッキ及びフィルム貼布では余盛り高さは非常に少ない。素材の溶融も低パワー、低速ではほとんどなく、パワーを上げ速度を増加させると若干増大する。これに対し粉末供給では余盛り、素材溶融とも断面積が著しく増大する。これはCO₂レーザの金属表面での反射率が大きくメッキ層、フィルムではほとんど反射されたものと考えられる。一方粉末添加では充足率が低く、かつ粉末粒表面で反射したレーザも内部に進入するため著しく溶融量が増大したと考えられる。

次に各添加法での溶融層の滑らかさについて調べた。結

果を表2に示す。表は平均値と変動範囲を示すが、余盛り高さでの平均値に対する変動率をみると、フィルム添加が低速で低パワーの場合最も安定しているが、これは素材の溶融が大部分を占めるため、クラディングより合金化になっている。クラディングは速度20 cm/minにおいてなされており、このときフィルムが最も変動率が大きくフィルム溶融と素材溶融が独立で行われ、フィルム溶融は塊状となり好ましくない。これに対しメッキでは比較的滑らかになっている。この結果固体状の添加を行う場合は素材との密着度が非常に重要になる。なおメッキの場合素材とメッキ層間に水素などガス成分が残留するため気孔の形成が激しい。これに対し粉末供給では比較的少量の粉末を使用した方が安定するが、これは粉末そのものの粒度に分布があり(このケースでは粉末の大きさは20~75 μm, 平均50 μm)、塗布層が少ないと空間充足率にかなり場所的不安定性が生じるためと思われる。

この結果粉末添加が最も入熱が少なくクラディングででき好ましいため、以下の実験では粉末添加法を採用した。粉末供給法では、粉末を素材表面に添付するとき、そのまま使用、蒸発性液体(アルコールなど)と混ぜて添付し液体を蒸発させる、パラフィンなど有機溶剤を使用する方法が考えられるが、パラフィン使用時が最も気孔の発生が少なかった。しかしこのときはパラフィンのためレーザ吸収率が一段と大きくなり、素材溶融量が増大するため、必ずしも他の方法と同一レベルで比較することが困難である。アルコール使用と無使用では前者の法が大きな気孔が発生し易い。これは粉末表面に水分などが残留したためと考えられる。また粉末表面も酸化されている可能性が高く、これも気孔発生に寄与する。このように粉末添加では粉末表面での水分付着など粉末そのものの前処理が気孔発生に大きく影響すると考えられる。

表1 各供給方法でのレーザ溶融形状の比較

添加材	レーザ照射条件	単位入熱あたりの断面積比		
		余盛り部	素材溶融部	合計
Ni-メッキ	P = 1kW v = 6cm/min	0	0.04	0.04
	P = 3kW v = 20cm/min	0.08	0.17	0.25
Ni-フィルム	P = 1kW v = 6cm/min	0.04	0.05	0.09
	P = 3kW v = 20cm/min	0.02	0.13	0.15
Ni-粉末	P = 4kW v = 1m/min	0.72	0.28	1.0
	P = 4kW v = 50cm/min	0.32	0.48	0.80

表 2 各供給方法でのレーザ溶融形状及びその均一度

レーザ照射条件	添加法	溶融部形成			
		幅W (mm)	深さ h_p (mm)	高さ h_s (mm)	断面積S (mm ²)
P = 1kW v = 6cm/min	Ni-メッキ	1.48 +0.11 -0.06	0.38 +0.05 -0.05	0.02 +0 -	0.32 +0.07 -0.05
	Ni-フィルム	1.51 +0.05 -0.07	0.34 +0.11 -0.15	0.19 +0 -	0.57 +0.12 -0.21
	Ni-粉末 (1.0)	0.85 +0.73 -0.41	0.17 +0.21 -0.11	0.44 +0.17 -0.34	0.94 +0.50 -0.47
	Ni-粉末 (0.5)	1.39 +0.16 -0.15	0.27 +0.05 -0.03	0.27 +0.08 -0.11	0.56 +0.14 -0.18
	Ni-粉末 (0.3)	1.09 +0.15 -0.15	0.25 +0.07 -0.04	0.07 +0.12 -0.07	0.33 +0.13 -0.09
P = 3kW v = 20cm/min	Ni-メッキ	1.59 +0.01 -0.01	1.10 +0.01 -0	0.05 +0.01 -0.02	1.29 +0.01 -0.01
	Ni-フィルム	2.20 +0.05 -0.08	0.62 +0.14 -0.09	0.04 +0.03 -0.02	1.12 +0.16 -0.17
	Ni-粉末 (1.0)	2.54 +0.28 -0.28	1.07 +0.02 -0.03	0.51 +0.05 -0.03	2.50 +0.01 -0.02
	Ni-粉末 (0.5)	2.28 +0.07 -0.05	1.06 +0.03 -0.04	0.19 +0.04 -0.03	1.80 +0.07 -0.06
	Ni-粉末 (0.3)	2.25 +0.03 -0.06	0.90 +0.04 -0.03	0.05 +0.04 -0.03	1.55 +0.05 -0.04

3.3 添加材料の種類についての比較

一般にクラディングでは添加材料は目的により決定されるが、ここではプロセス面からみた添加材料種類について比較した。レーザは対象材料により著しく吸収率が異なる。このため吸収率の高い溶射材料の WC-12%Co 粉末と吸収率の低い粉末 Ni について比較した。吸収率がことなると溶融量が著しく変化する。両者の相違を比較的安定した素材溶融部について比較したものが、図10である。図では添加層の厚さとレーザパワーを比較してある。溶融幅の変動はかなり複雑であるが、溶込み深さについては一定の規則が観察された。両者の相違はレーザ吸収率の大きい WC が圧倒的に大きい。しかも全体の傾向としてはそれぞれパワーに応じた最大溶込み深さを達成する添加層の厚さが存在する。一方 Ni 添加では層の厚さとともに素材溶融量は減少する。このときの余盛り厚さのパワー依存性を図11に示す。Ni は素材溶融に比べて余盛りの大きさは非常に大きいとその変動幅も著しく増大し、かつ大きな気孔を内在する。WC では余盛りの高さより素材溶融量が多いことが多く、高速溶融ではじめて同等となる。しかし気孔の発生は著しく少ない。WC での Ni と比較した大きな相違は上述の吸収率の大きさにも依存するが、WC と Co が反応した際、反応熱を発生すると言われており（定量的な反応熱は解明されていない）、これにも起因するのではないと思われる。そし

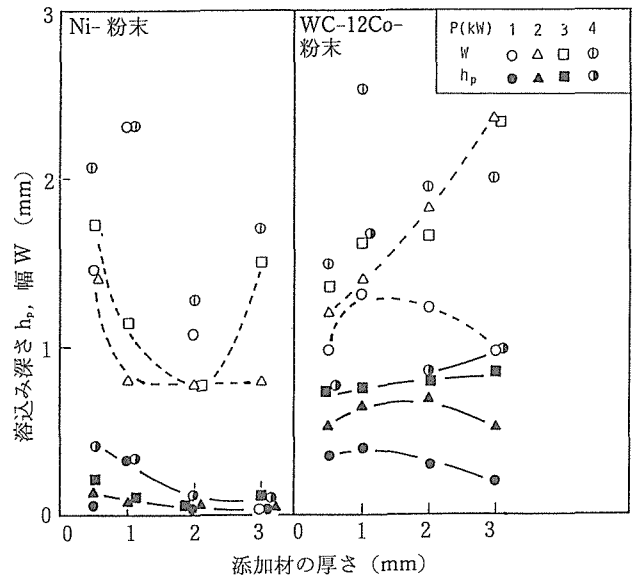


図10 Ni及びWC粉末供給でのレーザ溶融状態

て気孔の減少はこの反応熱による高温化と素材にによる希釈率の増大に起因すると考えられる。この燃焼反応に近い現象はステンレス鋼に Ta をクラディングしたときにも観察された。これらの結果から Ni のような材料では比較的少量の添加材料を低速で溶融すると素材の希釈率が減少するのに対し、WC のような材料では多量の添加材を高速で溶

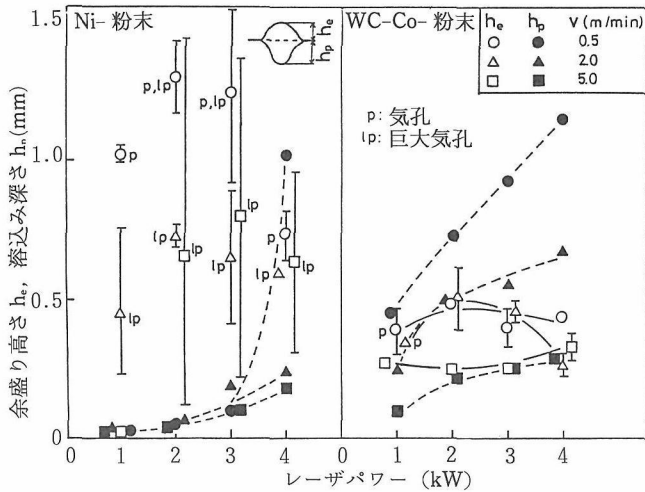


図11 Ni及びWC粉末供給でのレーザー溶融状態

融した法が好ましい結果が得られる。

3.4 照射条件の検討

上記は諸図でも明らかなように比較的レーザーを絞り狭い溶融での実験の結果であるが、一般にクラディングは広い表面の処理が要求されることが多い。そこで素材溶融をできるだけ抑制し、広帯域の処理法について検討した。対象材料を素材 SMA50B 鋼，クラッド材 Ni とし，レーザー径などを中心に変化させた。上記のように本材料の組み合わせでは添加層をあまり増加させずに低速で処理することが望ましい。この前提で行った結果が写真4である。写真での d_{fw} は焦点と試料表面との距離で，大きいほどビーム径は

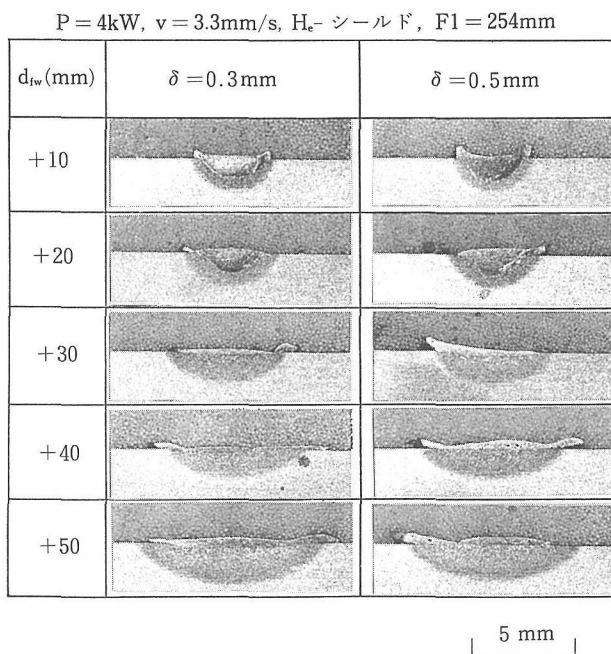


写真4 焦点位置を変化させたときのNiクラッド層

大きくなる。写真で明らかなように，0.3mm厚の添加で30mm以上焦点をはずした方が素材の希釈の少ないクラッド層が形成される。図12はこのときの硬さ分布を示したものであるが，明らかに溶融部では硬さが未溶融部より低下しており，素材の希釈は少ない。また添加厚さ0.3と0.5mmでは後者の硬さが低くなっており，より純Ni層に近くなっている。この条件でさらに横側に溶融層を重ねて行っても，比較的均質な層を形成することができた。さらにこの上に多層のNi層をクラッドしても良好な結果が得られた。

一方WCのように素材溶融の顕著な材料では多量の添加材を高速溶融で処理することが望ましいが，この場合でも広帯域を処理するとパワー密度が減少するため高速化が困難であり，素材の多量溶融は避け難い。そこで前述のTa-SUS系を例にとってレーザーのパルス照射を試みた。このパルス照射は照射中は素材を静止させて行う方法で，素材の移動に伴う溶融金属の流動を防止し，反応熱の発生を抑制する方法である。しかしCO₂レーザーは単発パルスが発生することは困難であるので，図13に示すように5Hzの

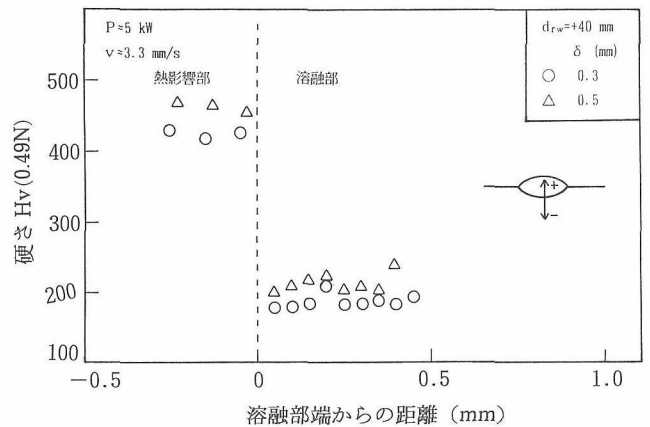


図12 Niクラッド時の硬さ分布

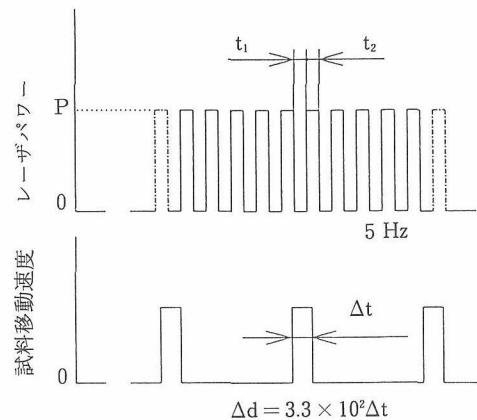


図13 連続静止パルスレーザークラッド法

パルスを発生し、間欠的に素材を一定距離駆動し熔融金属の流動を最小限に抑制した。この結果の一例を写真5に示す。Taは高融点金属で極めて表面張力が大きく、完全には純Ta層を形成することはできなかったが、素材ステンレス熔融層の上にTa濃度の濃い層が形成できた。WCと炭素鋼でも同様の実験を行ったが、この場合は添加材のWCとCoとの反応であり若干結果が異なるが、マイクロビッカース硬度2800以上の純WCに近い層が形成できた。

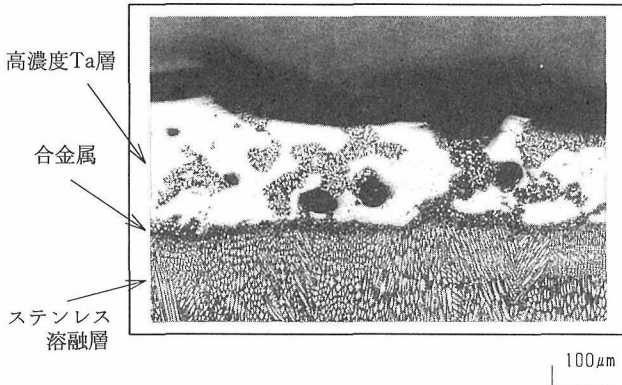


写真5 連続静止パルスレーザークラッド法によるTaクラッド層

3.5 結論

大出力CO₂レーザーを使用し、素材の溶融量を最小限に抑制することを前提として、クラディング法により異種層を形成するための基礎的検討を行った。検討項目としては材料添加方法、添加材料の種類によるレーザー照射条件の選定が中心であるが、非常に多くの検討因子が存在することが判明した。

材料添加方法の検討では、粉末添加と連続体材料とでは前者のレーザー吸収率が著しく大きく好ましい。連続体材料（フィルムなど）では素材との密着性が重要となる。また粉末添加では金属系と非金属系では著しく結果が異なる。前者では素材溶融が少ないが、一度に多量の添加材を溶融すると気孔の発生が顕著であるため、比較的少量の材料で低速、低パワーで処理することが望ましい。一方後者では気孔の発生は少ないが、素材の溶融量が多くなる傾向のため多量の添加材を高速溶融で処理することが望ましい。また材料によっては反応熱を発生するケースが存在する。このときは熔融金属の流動を伴うと素材の溶融を抑制することが困難なため、連続的な静止パルス溶融を行うのが望ましい。また上記の方法を繰り返して、広帯域で、厚いクラッド層を形成することは十分可能である。

参考文献

- 1) Draper, C.W.: J.Mater. Sci. 19(1984), 3815
- 2) Schiller, S.: Metal Prog., Apr. (1986), 39
- 3) 入江宏定, 橋本達哉, 稲垣道夫: 溶接学会誌, 46(1977), 9
- 4) 塚本進, 入江宏定, 橋本達哉, 稲垣道夫: 溶接学会誌, 51(1982), 3

研究発表

(口頭)

- 1) 電子ビームによる母材の溶融過程とスパイクの形成機構, 塚本進, 入江宏定, 溶接学会, 1989. 9
- 2) 電子ビーム溶接時の溶融過程に及ぼす供試材並びに溶接パラメータの影響, 塚本進, 入江宏定, 溶接学会, 1989. 9
- 3) Melting Process and Spiking Phenomena in Electron Beam Welding, Tsukamoto S. and Irie, H. The 44th Annual Meeting of IIW, 1991. 6
- 4) Prevention of Weld Defects Using Modified Electron Beam, Tsukamoto S. and Irie, H. The 44th Annual Meeting of IIW, 1991. 6
- 5) Apparatus and Application of Electron Beam Welding in Japan, Irie, H. Doc. IV-585-92, The 45th Annual Meeting of IIW, 1992. 9
- 6) Standards of Electron Beam Welding in Japan, Irie, H. Doc. IV-586-92, The 45th Annual Meeting of IIW, 1992. 9
- 7) 異種ステンレス鋼電子ビーム溶接部の凝固過程, 塚本進, 原田広史, Bhadeshia H.K.D.H., 溶接学会, 1992. 10
- 8) CO₂レーザーによるステンレス鋼の表面改質, 入江宏定, 第45回レーザーエネルギー応用機器研究会, 1993. 6

(誌上)

- 1) 電子ビーム溶接における局所的な凝固の遅れの形成機構, 塚本進, 入江宏定, 溶接学会論文集, 8(1990), 179
- 2) 電子ビームによる母材の溶融過程とスパイク形成機構, 塚本進, 入江宏定, 溶接学会論文集, 8(1990), 331
- 3) 電子ビーム溶接時の溶融過程と熔融金属の流動挙動, 塚本進, 入江宏定, 溶接学会論文集, 9(1991), 348
- 4) 材料加工用レーザー装置の開発の現状, 入江宏定, 溶接学会誌, 59(1990), 574
- 5) レーザ法による機能性材料, 入江宏定, 溶接学会誌, 61(1992), 168
- 6) Autogenous Electron Beam Welds across Dissimilar Stainless Steels: Solidification Sequence, Tsukamoto, S. Harada, H. Bhadeshia, H.K.D.H. Proc. 3rd Int. Conf. on Trends in Welding Research

マイクロX線CT法の基礎技術に関する研究

経常研究

計測解析研究部

山内 泰, 岸本直樹, 増田千利*¹, 小口信行*²,

生田 孝*³

平成元年度～平成3年度

要 約

通常のX線源と間接撮影システムを組合わせた顕微断層撮影装置を開発した。CCTV用CCDカメラを基にしたSYSTEM1と、超高感度冷却型CCDカメラを基にしたSYSTEM2及び同システムに高空間分解能蛍光板を組合わせたSYSTEM3の三種の方式を試みた。SYSTEM1では、 $\phi 300\mu$ の銅線を識別することができ、本方式による断層撮影が可能であることが示された。SYSTEM2では、セラミクス管のマルチスライス断層撮影で $20\mu\text{m}$ を切る分解能が得られた。さらに高解像度を達成するため、微細柱状組織の蛍光膜を開発した。適切な前処理を施したガラス基板にCsIを真空蒸着することにより蛍光膜を作製した。蒸着中に基板ホルダーを170K程度に冷却・保持すると、粒径 200nm 以下の微細柱状組織が得られることがわかった。空間分解能は、 $5\mu\text{m}$ よりも良いことが示された。このサブミクロン蛍光膜を使用したSYSTEM3では、SiC/C複合材料の3次元断層撮影で $10\mu\text{m}$ 以下を達成した。この性能の中で投影像の分解能が約半分を占めており、蛍光膜の高分解能化が引き続き重要であることがわかった。特に光の拡散を押さえる対策が今後の課題である。また、本システムを用いて3次元分の再構成データを実用時間内に得て、縦断層像などの機能を実現し、新しい材料評価技術としての可能性を示した。

1 緒 言

X線断層撮影法の特徴の一つは、原理的に非破壊であるため、多くの断層像を回転軸に沿って十分に細かく撮影して3次元像が得られることである^{1,2)}。材料の研究において光学顕微鏡やSEM等の顕微鏡がよく用いられるが、その観察は試料の切断した2次元面に限られている。そのため、運良く情報を含んでいる面で切断されているかどうか問題となる。3次元像であれば試料全体の情報が得られ、知るべき情報を得る可能性ははるかに高くなる。

高分解能を目指したマイクロCTはシンクロトロン光の出現と共に現実化し、ミクロン程度の分解能を持つまでになっている。一方、通常のX線源を用いた研究でも発散拡大法により $10\mu\text{m}$ オーダーの結果が報告されており、歯科標本又はそれ以下程度の比較的小さい物体を対象としたX線CTならば充分可能だと考えられる。

本研究では、3次元マイクロCTの開発に資するため、間接法により透過X線を2次元で検出する小規模CTシス

テムの構築を試みた。

本システムの特徴は、次の二点である。

- 1) X線での拡大を行わず、蛍光板により可視光に変換した後、拡大する方法を採っている。この方法では、蛍光板を物体に近づけることにより、X線像の幾何学的ボケをX線源サイズの1/100程度に抑えることが可能である。
- 2) 可視光像の検出にはCCDカメラを用いて2次元像を得ており、試料を1回転させるだけで縦方向の掃引をせずに3次元分の測定を行うことが可能である。

この方針に基づいて、通常のTVカメラを利用したSYSTEM1、冷却型CCDスチルカメラを利用したSYSTEM2、それに高空間分解能蛍光板を使用したSYSTEM3それぞれの性能等に関する検討を行った。

2 SYSTEM1

2.1 TVカメラを用いた断層撮影装置

構成は図1に示すとおりである。試料を透過したX線は蛍光板で可視光に変換された後、レンズを通り全反射プリズムで曲げられ通常のTVカメラのCCD上に3倍程度の拡大像を結ぶ。測定の際の制御・データ収集及び逆投影処理は、図中”P”と示すパーソナルコンピュータを基に2種類のフレームメモリーとGPIBカードを増設しCRTと回転

*¹ 損傷機構研究部

*² 表面界面研究部

*³ 客員研究官 (大阪電気通信大学)

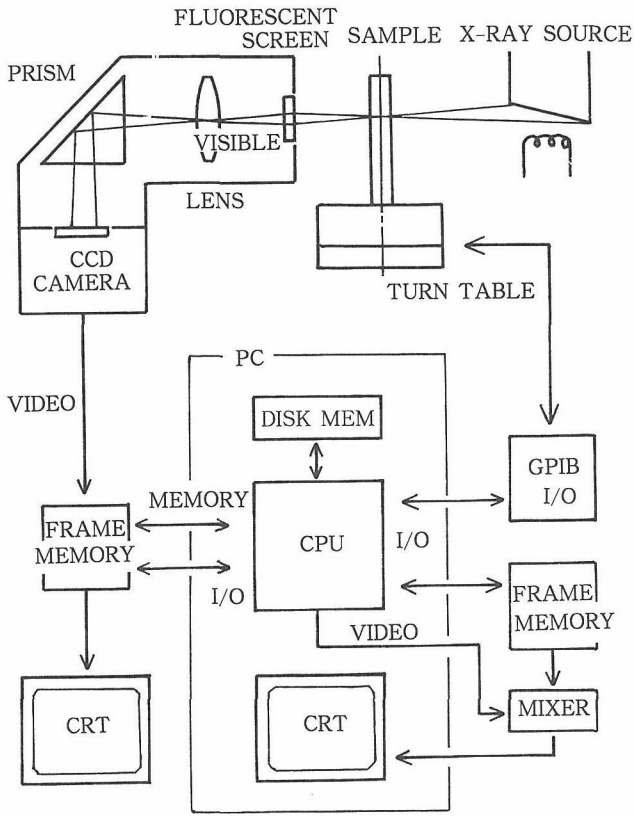


図1 SYSTEM1のブロック図

台を駆動するステップモーター制御系とを加えた構成で行う。なお、断層像の再構成はShepp-Loganフィルターを用いた逆投影法によって行い、計算に要する時間は256×256で1枚当たり20分程度であった。

2.2 性能

結果を写真1に示す。線源には見かけの線源サイズが約1mm×1mmのMo管球(40kV・30mA)を用いた。外径1mmのセラミックスパイプの内と外にφ300μmのCu線を取付けたものを試験試料として線源から115mmの距離に置き、その後方約5mmに蛍光板を配置して測定し、64×64画素の断層像を再構成した。比較的明確に2本のCu線

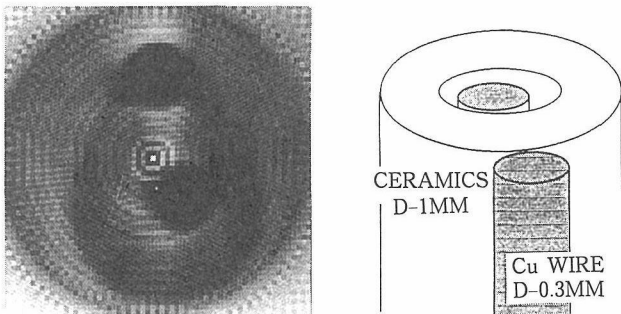


写真1 管球線源を用いSYSTEM1によって得られた断層像

が黒点として現れており、またセラミックパイプもグレーの円として認められる。なお、雑音低減のために縦方向200画素、横方向6画素、256フレームの積算処理を行っており、2πを100分割した測定に1時間程度を要した。

3 SYSTEM2

3.1 冷却型CCDカメラを用いた断層撮影装置

より高い解像度での再構成像の十分な信号・雑音比を得るため、SYSTEM1をもとにカメラを長時間信号蓄積の行える冷却型CCDカメラに換えた改良を施した。図2に全構成の模式図を、写真2、3にそれぞれ試料ステージ・撮像系と制御・データ処理系の概観を示す。カメラの変更ともなう、可視光学系を改造して倍率が7倍程度になるようにし、ビデオ入出力用フレームメモリーを取り除き、カメラの制御及び画像データの収集もGPIB経由で行うようにした。

高い解像度を得ることを目的に、線源を見かけの線源サイズ1×1mmの通常の封入管球から見かけのサイズ0.1×0.1mmが得られる回転対陰極式の微細集束X線源(Mo, 40kV・30mA)に換えた。蛍光板は蛍光体を比較的厚く塗布した効率の高いNo.4を用い、角度分割を細かくするため1πを200分割して一画面あたり10秒間蓄積露光した。一回の測定に約80分を要した。また、あらたに蛍光板やCCDの感度むらやX線の照度むら、熱雑音や迷光による

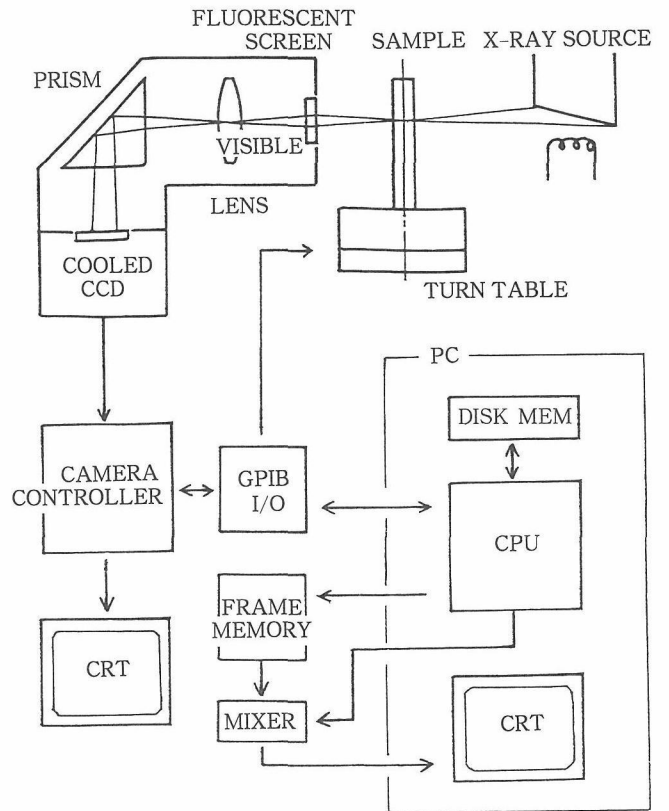


図2 SYSTEM2のブロック図

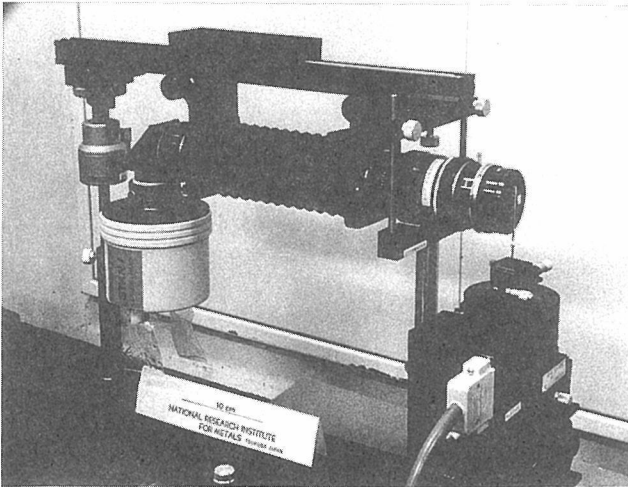


写真2 SYSTEM2の試料ステージ・撮像系の概観

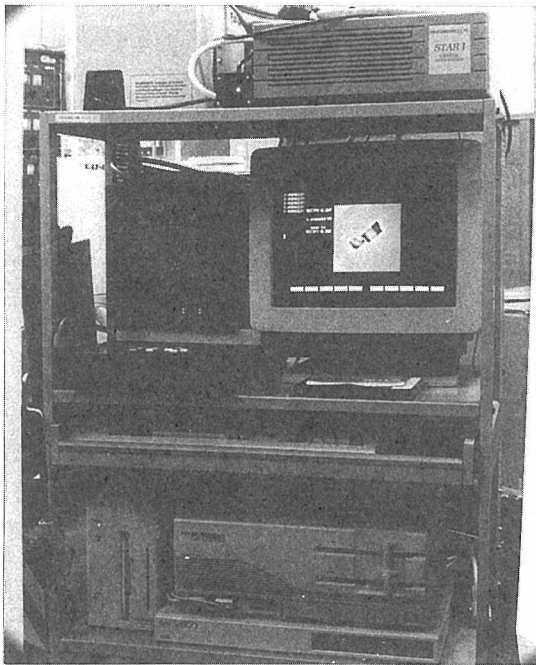


写真3 SYSTEM2の制御・信号処理系の概観

バックグラウンド等を除くため、X線源のシャッターを開かない暗レベル露光と試料を置かない白レベル露光を行って各画素毎に補正している。さらに、回転対陰極の回転に伴う振動の影響を逃れるため防振ゴムによる対策を施している。

3.2 性能

結果を写真4に示す。外径1mmのセラミックパイプの内に $\phi 50\mu\text{m}$ のTi線を取付け、外側に厚さ $15\mu\text{m}$ のAl箔をほぼ2回転巻いたものを試験試料として線源から約200mmの距離に置き、その後方約5mmに蛍光板を配置して測定し、 256×256 画素の断層像を再構成した。明瞭なコン

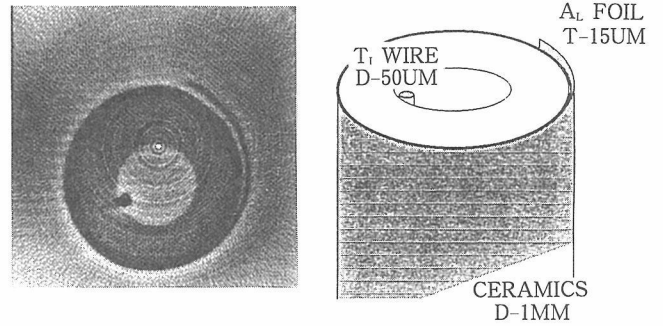


写真4 回転対陰極線源を用いたSYSTEM2によって得られた断層像
厚く効率の高い蛍光板 No.4 を使用した。

トラストでTi線、セラミックパイプとも再生できているが、Al箔はまだ不明瞭である。

Al箔の像は透過X線像の幾何学的ぼけから予想されるよりもかなり低い解像度しか得られていないことを示している。この原因として考えられる変換後の可視光の蛍光板中での散乱によるぼけを減らすべく、蛍光板を薄手のNo.3に戻すとともに、露光時間を20秒にして信号強度の低下を補って断層撮影を試みた。

結果を写真5に示す。蛍光板と露光時間を除き、条件・試料とも写真4と同じである。写真5 b-d) は一度の撮影データをもとに再構成した異なる場所の断層像である。それぞれ写真5 a) に示す横からみた透視像上で、上から3/96、中央および94/96の所で水平に切った像である。写

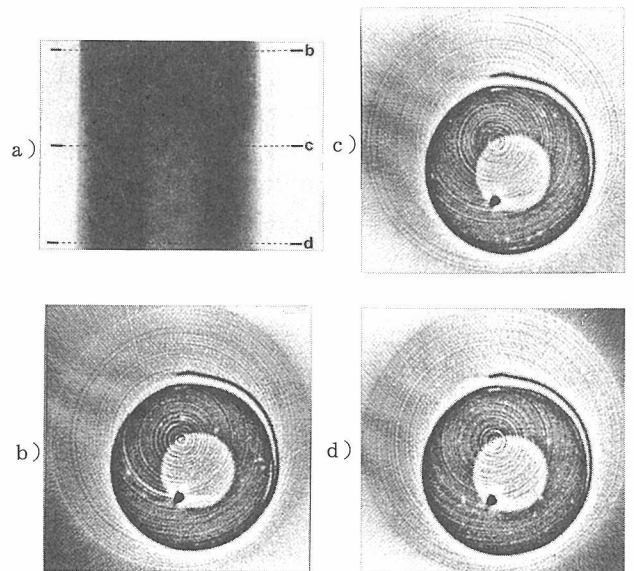


写真5 回転対陰極線源を用いたSYSTEM2によって得られた a) 透視像及び b), c), d) 一回の測定から得られた上中下3枚の断層像
薄く解像度の高い蛍光板 No.3 を使用した。

真4に比して明らかに細かく解像できている。Al箔が一重か二重であるか、それがセラミックパイプの壁面から浮き上がっているかが識別できるうえ、セラミックパイプ自身の白点状の欠陥も見ることができる。

4 Csl 蛍光膜の作製

以上の断層撮影装置では、沈澱法により作製した蛍光板を用い20 μm を切る分解能を得たが、蛍光板を詳細に調べた結果、この分解能は変換後の可視光の蛍光板中での散乱が主に効いていると推測された。そこで、真空蒸着法によって、サブミクロン微細柱状組織のCsI 蛍光膜の作製を試みた。

優れた蛍光体であるCsIの蒸気圧が、比較的低温で高いことから真空蒸着により均一に塗布する研究が行われてきた。現在ではX線イメージインテンシファイヤー等で実用化されている。その基礎となった、Stevensらの報告ではCsIの蒸着膜は10 μm 程度の柱状晶になり易く、また100 μm 程度の膜厚では製膜後の熱処理により膜厚と同じ程度のサイズでクラックを導入することができる³⁾と記されている³⁾。この地割れの性質がX線イメージインテンシファイヤーに利用されている。もう一つの興味ある記述は膜の成長が下地の形態に強く影響されることである。近年、この性質を利用して直径数 μm の光ファイバーを束ねた端面の上に、各ファイバーに連続した柱状の構造を作成し高分解能化を図ることも行われている⁴⁾。また、このような結晶成長を制御して微細構造を形成する研究以外にも、孔径1 μm 程度の無数のピンホールをリソグラフィ技術によってシリコン基板上に作成する方法が報告されている⁵⁾。そのピンホールの中にCsIを真空蒸着によって充填し、CsIの微細な柱状構造を作成するのであるが、真空蒸着による充填では、厚さを孔径程度以上にするのは困難である。

そこで我々は、真空蒸着によるCsI 蛍光膜の結晶成長を制御する方法を更に改良することとし、微細なサブミクロンの径の柱状組織の生成を試みた。

4.1 蒸着膜の作成方法

作成手順を図3に模式的に示す。蛍光膜を支持する透明基板には、平均板厚150 μm のガラス板を使用した。約5mm巾に切りだした長さ18mm程度のガラス板を溶剤を用いて超音波洗浄を施した後、タンタルの薄板で作られたホルダーに固定した。これに再度洗浄を施したのち、10⁻⁶Torr程度の真空中でホルダーの直接通電によりカバーガラスを軟化点直下まで加熱・フラッシングした。次いで、金をターゲットとする直流マグネトロンスパッタリング装置のプラズマに曝して、スパッタクリーニングすると同時に金を極めて薄く付着させた。

以上の前処理を施した基板をホルダーとともに真空蒸着装置に設置した冷却ステージに下向きに取付けた。この冷却ステージはステンレススチール製で、冷却ブロック内に

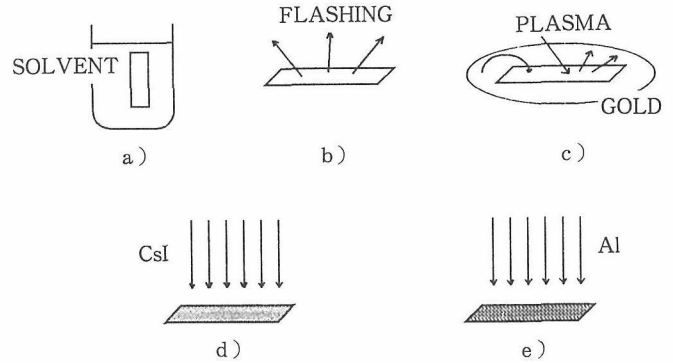


図3 CsI 蒸着工程

液体窒素を循環させることにより、ステージに取付けた基板ホルダーを約170Kまで冷却することができる。

蒸着源にはタンタルポートをを用い、直接CsI粉末を載せポートの通電加熱により昇華させた。CsIの添加材にはTIIを使用した。TIIの蒸気圧がCsIよりもかなり高いため、単に混合物を昇華させるとTIIが先に蒸発してしまい蒸着膜中への添加がうまく行えない。そこで、蒸着ポート内にセラミクス片で遮熱した小型のポートを設置し、その中へTIIを混合したCsI粉末を入れることにより、CsIとTIIの蒸着速度を調整した。CsIの蒸着終了後、変換光の反射と表面の保護のため、その場でアルミニウムをタンダステン・ソレノイドヒーターを用いて薄くオーバーコートした。

4.2 結果

上記の手順で作成したCsI 薄膜のうち、蒸着中にステージの冷却をしたロット40と、冷却しなかったロット35の蛍光膜のSEM観察像を写真6に示す。表層のAlオーバーコートの下にCsIの層が見える。ホルダーが常温の場合では、ミクロンオーダーのグレインとなっている。これは、既に報告されている冷却なしで数10~100 μm 程度の膜厚を作成した場合の柱状組織の径の値であり³⁾、今回は膜厚

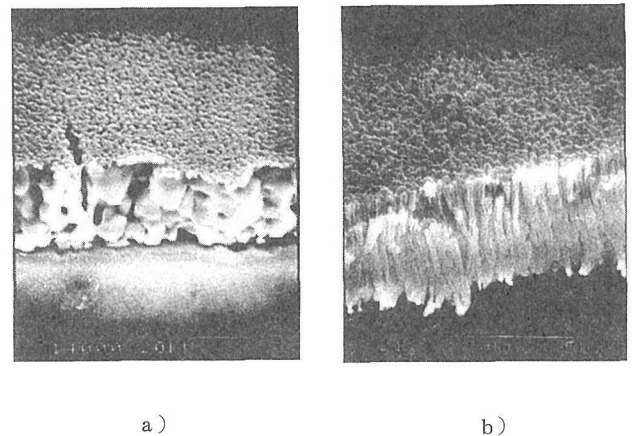


写真6 CsI 蛍光膜の走査電子顕微鏡像

が $5\ \mu\text{m}$ 程度と柱の径と同程度であるため、柱状組織が明確に観察できていないものと考えられる。一方、ホルダーを 170K まで冷却した場合には、同じ $5\ \mu\text{m}$ の膜厚にもかかわらず、 200nm 以下の径の極めて微細な柱状組織が認められる。これは、冷却により蒸着分子の移動が抑制され、結晶粒の統合が狭い範囲でしか生じないために、より細い粒径のままに柱状に成長したものと考えられる。

X線回折の測定結果を図4に示す。冷却を施したb)と

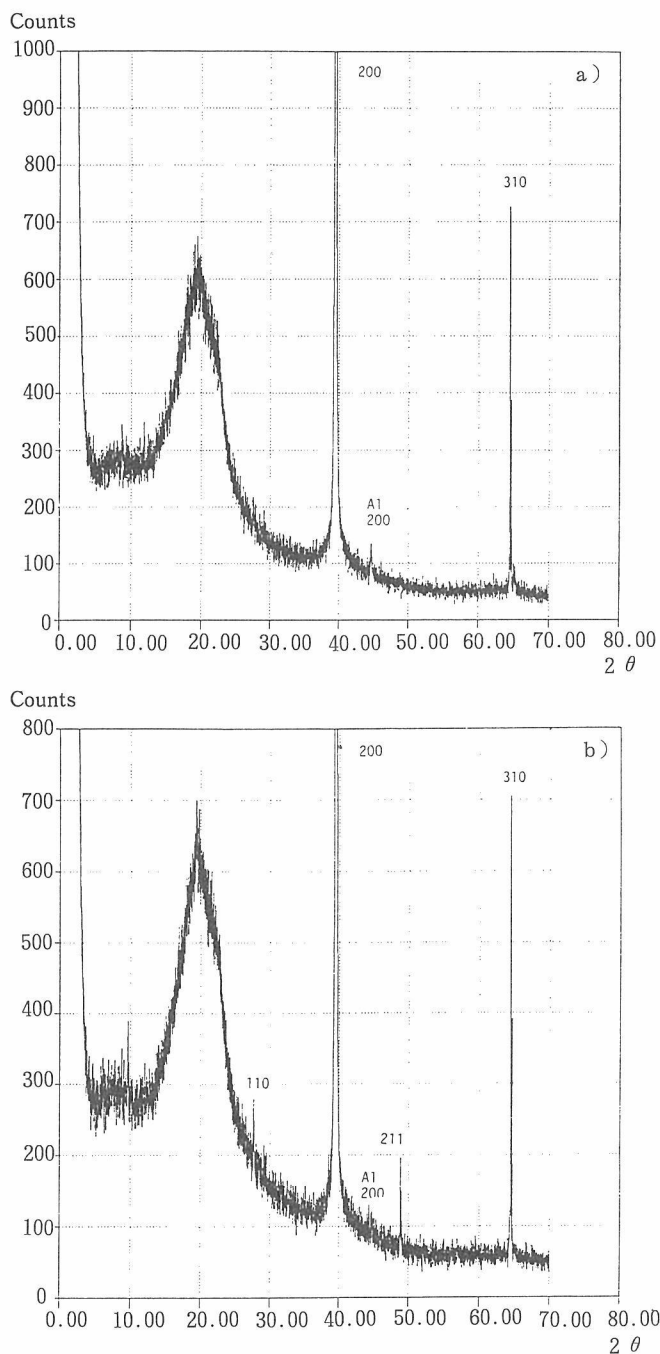


図4 CsI 蛍光膜の X線回折パターン

施さなかったa)とでは大きな差は見られず、ともに(100)面が表面に平行となる配向を示している。蒸着時の基板温度が 570K 以上では(111)面が表面と平行となるが、常温では(100)面が平行となることが知られており、この結果は妥当である³⁾。b)では(110)などのピークもわずかではあるが認められ、粒径の微細化もしくは低い製膜温度の影響が現れたものと考えられるが、結晶の配向を大きく乱すまでには至っていない。Alのピークはオーバーコートによるものである。

写真7にロット40の蛍光膜を用いて冷却型 CCD カメラを用いて間接撮影したタングステン線の X線投影像 a) とその強度のラインプロファイル b) を示す。タングステン線の境界の部分での強度変化は急峻で、ほぼ3画素程度で8割以内に収まっている。この写真では1画素のサイズが $1.7\ \mu\text{m}$ に相当するので、これより蛍光膜の分解能が $5\ \mu\text{m}$ よりも良いことが分かる。膜の粒径と比較して大きな値であるが、原因として考えられるのは、試料から蛍光面までの $1\sim 2\ \text{mm}$ 程度離れているために X線像のボケが $1\sim 2\ \mu\text{m}$ 程度見込まれ、残りが光の散乱と拡散によるものと考えられる。CsIの可視光域での屈折率は1.7程度と大きく、柱状結晶の内面で全反射を生ずる角度範囲が広い。従って、積極的な拡散防止策を取らなくても、結晶粒の長手方向から外に広がりにくい性質を示すと予想されるが、SEM像や回折スペクトルに見られるようにサブミクロン結晶が平滑な形状にならないことや粒間隔が小さいことなどの効果が大きく、光の拡散を生じるものと考えられる。

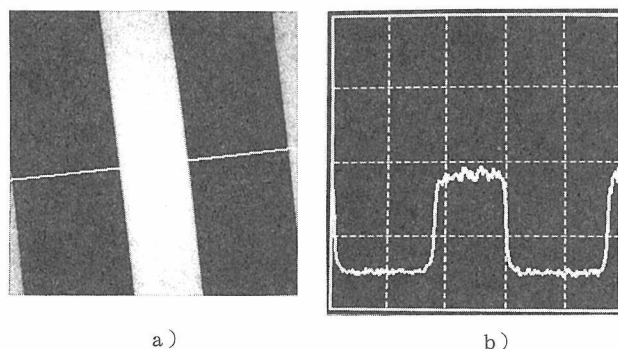


写真7 CsI 蛍光膜で撮影したタングステン線の透視像とラインプロファイル

5 SYSTEM3

5.1 高分解能蛍光板の使用

本システムでは、前節で述べた方法で新たに作成したCsI 蛍光膜を使用し、また光学系等にも若干の改良を施した。また、計測の制御にパーソナルコンピューターを主に用い同時に CT 再構成処理も行い得る構成になっているが、ローカルエリアネットワーク (LAN) にも接続しており、LAN 経由で他の計算能力の高いエンジニアリング

ワークステーション (EWS) を援用して、再構成処理を迅速に行う事ができる。

5. 2 複合材料の観察

図5に本システムで観察した試料の模式図を示す。直径 $5\mu\text{m}$ のカーボン繊維で織った布にCVI法(気相反応含浸法)⁷⁾でSiCを析出させた、SiC/C複合材の板から巾0.3mm奥行き0.7mm分を切りだしたものである。SiC/C複合材は、中性子照射による放射化が少ない軽元素より構成されており、核融合炉用低誘導放射化材料として注目されているが、その性格上不純物が混入するとその低誘導放射化性能が劣化する。そのため、純度の高い合成法であるCVI法が研究されている。

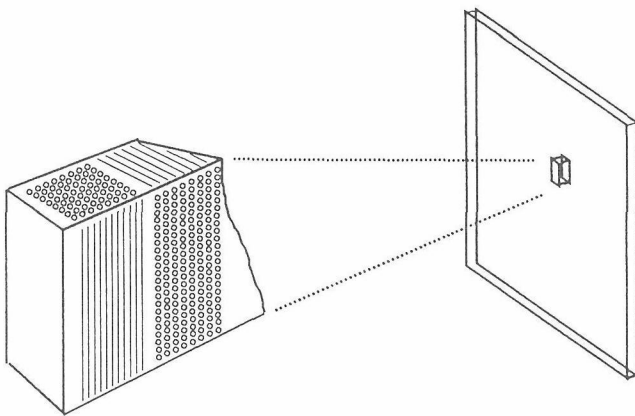


図5 SiC/C試料の切り出し位置

この試料の通常のCT横断層像を写真8に示す。X線吸収係数分布がコントラストを与えるため、密度だけでなく元素情報、例えばSiCとCの相違がコントラストに現れる。写真8では、SiCは、C繊維に含浸されているばかりでなく、表面に堆積してSiCのみの濃いコントラストとなって現れている。このSiCの堆積は、カーボン繊維の布の織り合わせた隙間にも認められ、蒸気が回り込むことのできる場所はどこにでもSiCの蒸着が生ずることがわかった。

写真のラインプロファイルにBと示したピークは断層像中のAで示すわずかなギャップに対応する。このピークの半値巾が2.5画素程度であることと1画素が $3.5\mu\text{m}$ に相当することから、分解能は $10\mu\text{m}$ よりも良いことが分かる。この高い分解能は、蛍光板の性能のみならず、パワーを余り落とさずにkWオーダーを保ちながら比較的小さな線源サイズを達成できる超強力X線源のファインフォーカスモードにも、負うところが大きい。256×256×192画素の3次元像の再構成もLANを活用して1時間程度で行い、任意の断面、即ち通常の横断面だけでなく縦断面も試行錯誤しながら見ることができ、より詳細な観察ができる。

写真9 a)に、本手法の特徴である3次元観察の例とし

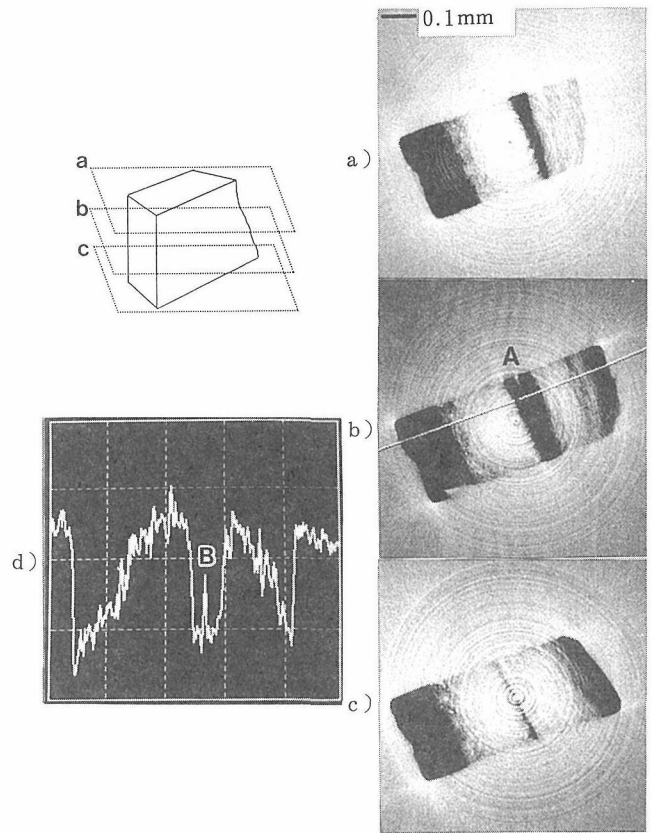


写真8 SiC/S試料の横断層像

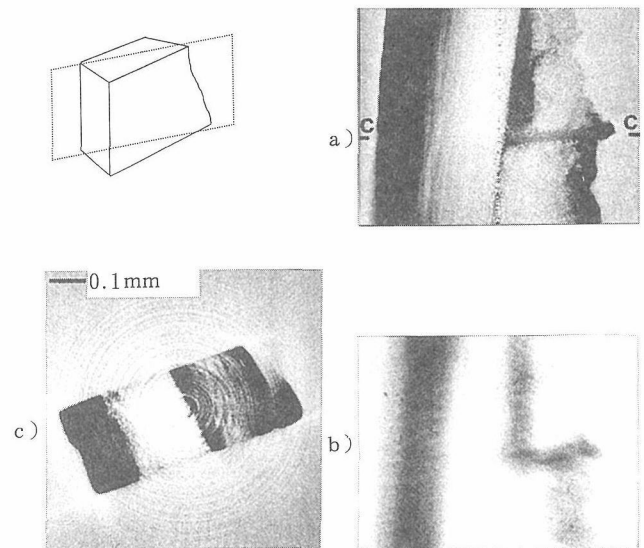


写真9 SiC/C試料の縦断層像及び透視像

て、CT縦断面を示す。同じ方向から見た通常の透視像であるb)と比較して構造が詳細に観察できる。例えば図中にCと示した、SiC充填密度の高いカーボン繊維層と思われる中間的濃淡レベル層が認められる。また、点Cでの横断層像からも中間濃淡レベルの高密度充填層が広がっているのが確認できる。

6 結 言

3次元マイクロCTを通常のX線源を使用して実現することを試み次のことがわかった。

- 1) 微細焦点の回転対陰極X線源を用いれば、透過X線像を一度可視光に変換する間接撮影方式で20 μm 以下の分解能を得ることができる。
- 2) 通常のTV用CCDカメラに比べ信号蓄積のできる冷却型CCDカメラを用いた方が飛躍的によい性能が得られる。
- 3) 空間分解能をさらに向上させることを目的に、散乱や拡散の少ない微細な柱状組織を有する蛍光膜を開発するため、CsIの真空蒸着法の改良を行った。その結果、適当な前処理を施した基板を用いて、蒸着時の温度を170K程度に保つことにより、サブミクロンの粒径の柱状組織が生成されることがわかった。その蛍光板としての分解能を評価したところ5 μm よりも良いことが示された。
- 4) この新しい蛍光板を使用することにより、空間分解能を10ミクロンを切る程度にまで向上させることができた。
- 5) これらのシステムは、より高い空間分解能の3次元マイクロCT装置の出発点として開発したものであるが、現在の性能でも、物体内のミクロンレベルの構造を非破壊で実用的時間で調べることができ、複合材料や電子部品などを対象とした幅広い応用が考えられる。
- 6) 開発した蛍光膜の粒径は、可視光での分解能の限界である1 μm よりもかなり小さく、細粒化は限界に達しているが、可視光変換像の分解能には、まだ改善の余地が残されている。今後は、変換光の散乱や拡散の防止策の検討が重要である。

参 考 文 献

- 1) Flannery, B.P., Deckman, H.W., Roberge, W.G., D'Amico, K.L., Science, 237, 1389 (1987).
- 2) Kinney, J.H., Jhonson, Q.C., Nichols, M.C., Bonse, U., R.A.Saroyan, R.A., Nusshardt, R., Pahl, R., Rev. Sci. Instrum., 60, 2471 (1989)
- 3) Stevels, A.L.N., Schrama-de Pauw, A.D.M., Philips Res. Repts., 29, 340 (1974)
- 4) Oba, K., Ito, M., Yamaguchi, M., Tanaka, M., Adv. Electro. Electron Phys., 74, 247 (1988)
- 5) Deckman, H.W., Dunsmuir, J.H., Gruner, Sol M., J.Vac. Sci. Technol., B7, 1832 (1989)
- 6) Yamauchi, Y., Ikuta, T., Nondestructive Characterization IV, (1991), (Plenum Press, New York), 115.
- 7) Okada, M., Noda, T., Abe, F., J.Nucl. Mater., 169, 249 (1989).

研 究 発 表

(口 頭)

- 1) 小物体を対象としたX線CT装置の開発, 山内 泰, 生田 孝, 応用物理学会, 1. 9.
- 2) 超強力X線源を用いたマイクロCT装置の開発, 山内 泰, 生田 孝, 応用物理学会, 2. 9.
- 3) 通常線源を用いた3次元X線顕微断層撮影, 山内 泰, 生田 孝, 岸本直樹, 応用物理学会, 3. 3.
- 4) 平行ビーム配置での3次元X線顕微断層撮影, 山内 泰, 生田 孝, 岸本直樹, 金属学会, 3. 4.
- 5) 通常線源による3次元X線顕微断層撮影, 山内 泰, 生田 孝, 岸本直樹, 複合材料シンポジウム, 3. 10.
- 6) C/SiC複合材料の非破壊3次元観察, 山内 泰, 生田 孝, 岸本直樹, 応用物理学会, 4. 3.
- 7) 通常X線源を用いた顕微断層撮影によるC/SiCの3次元観察, 山内 泰, 生田 孝, 岸本直樹, 金属学会, 4. 4.
- 8) 真空蒸着によるサブミクロン蛍光膜の作製と顕微CTへの応用, 山内 泰, 岸本直樹, 生田 孝, 第28回X線分析討論会, 4. 11.
- 9) 通常線源を用いたX線顕微断層撮影による組成評価, 山内 泰, 岸本直樹, 生田 孝, 応用物理学会, 5. 3.

(誌 上)

- 1) X-ray Microtomography Using Super High Power Rotating Anode Generator, Yamauchi, Y. and Ikuta, T., Nondestructive Characterization IV, (1991), (Plenum Press, New York), 115.
- 2) Three-Dimensional High Resolution Tomography for Small Objects, Yamauchi, Y., Kishimoto, N. and Ikuta, T., Nondestructive Testing and Evaluation, 7(1992), 309.
- 3) 3-D High Resolution X-ray Tomography for Small Objects, Yamauchi, Y., Kishimoto, N. and Ikuta, T., Advanced Nuclear Energy Research JAERI-M 92-207(1992), 285.
- 4) CsI蛍光膜の作製と顕微断層撮影への応用, 山内 泰, 岸本直樹, X線の進歩第25集, (1993)印刷中.
- 5) Microtomography Using Conventional X-ray Sources, Yamauchi, Y., Kishimoto, N. and Ikuta, T., Nondestructive Characterization VI, (1993), (Plenum Press, New York), in press.
- 6) Evaluation of Composition by Microtomography Using Conventional X-ray Sources, Yamauchi, Y., Kishimoto, N., Ikuta, T. and Sito, T., Proc. of International Symposium on Nondestructive Evaluation, (1993), submitted.

特 許

- 1) 高空間分解能CsI蛍光膜の製造法, 山内 泰, 岸本直樹, 特願平03-315163, 1. 11. 5.
- 2) 高分解能X線CT装置, 山内 泰, 岸本直樹, 生田 孝, 特願平03-315195, 1. 11. 5.

複合コンピュータシステムを用いた画像計測に関する研究

経常研究

計測解析研究部

深町正利, 木村 隆, 本間一廣, 小川一行

平成1年度～平成3年度

要 約

複数のコンピュータを結びつけてSRM ローカル・エリア・ネットワークを構築し、電子プローブX線マイクロアナライザー (EPMA) のX線画像データを応用した材料組織の評価作業を効率よく迅速におこなう方法を開発した。この複合コンピュータ・システムを用いることで、(1)個々の分析作業に応じてX線画像データを処理・解析するために必要な応用プログラムの作成と、(2)大量なX線画像データの処理と解析をすること、その結果を図形や画像の形で出力すること、などのコンピュータ・データ解析に必要な作業を効率よく迅速におこなうことができる。

コンクリート組織の評価を、例として、試みにとりあげてみた。その結果、このコンピュータ・システムを応用することで、材料性能の向上にともなう材料組織の進歩に合わせて、EPMA分析能力を向上させて、十分な精度をデータ処理能力をもって、材料組織評価を行うことができることがわかった。

1 緒 言

本研究は、はじめ、材料組織の計測・解析コンピュータ・システムを用いて定量的におこなう材料組織評価方法の開発を目的として提案されました。しかし、結晶粒度、介在物分布状態の計測などは陳腐であり新規性が無い、との指導を受けました。信頼がおけて、精度や処理速度において実用に耐えるような材料組織の計測・解析・評価技術の開発は材料開発、材料検査において大切な基礎技術ではありませんけれども、理解のいただけるような研究環境が得られる別の機械をまつことにしました。研究対象を時代のニーズにかなうとされたEPMA (Electron Micro-Probe X-ray Analyzer の略名で、真空中に固体状態の試料を置き、細く収束させた電子線束で試料を照射してX線、電子、光、などを発生させ、主として成分元素のミクロな分布状態を調べることを目的とした機器分析装置) コンピュータ・カラー・マッピング技法の高精度化を指向した基礎的な検討に変更しました。

以上の経緯で、EPMAをコンピュータ・マッピングを処理速度を速くし精度をよくすることで材料組織評価に実用するのに資する基礎技術の開発をおこなった。

近年、EPMA分析における新しい動きはコンピュータで支援されて分析がおこなわれるようになったことです。金属材料技術研究所においても、はやい時期にコンピュータで支援されたEPMAを導入し金属材料組織の評価に応用してきました。EPMAがコンピュータで支援されることに

よって材料組織評価技術の分野にあらわれた新しい動きのひとつは、分野データが系統的に試料表面の統計学の言葉で地域マップ・データとよばれるデータの形で収集されて、測定結果が信号強度の強弱をカラーマップや濃淡マップとして表示されるようになったことです。

しかし、EPMA分析においては、特性X線信号がX線量子1個1個として計測される程度に信号量が少ないことが問題です。化学分析に比肩する1～2%の分析精度を得るためには、計測時間が10秒で10点程度分析点を選んで平均値と偏差値を検討する方法がとられます。コンピュータで支援された面分析では、分析点1点あたりの計測時間は0.1秒を越えることはありません。その理由は、通常512×512分析点(画素)で面分析がおこなわれ、面分析データ収集時間が7時間を越えてしまうために、長時間装置を使用する場合における作業環境安全性を保証し、分析装置を精度よく機能させる保証をするためには装置と作業環境に対する投資が非常に高価につくからです。したがって、X線画像データは、膨大な数の分析点が並んだものではあるが、1分析点あたりの信号量が非常に少ないこととなります。このようなデータを解析して信頼のおける材料組織評価をおこなうことは困難であると考えられています。EPMAのX線画像から誤った材料組織評価がされていることがよくあります。一般的には面分析画像データでは成分元素のおおまかな分布を知る手段として使うのに止めるのが安全とされています。しかしながら、面分析データは統計学で信頼のおける調査方法として珍重される、しっか

い調査がおこなわれた地域メッシュデータでありますので、X線画像データから信頼のおける精度のよい材料組織評価が可能なデータ解析方法の考察・開発が求められています。

面分析で得られる画像データをデジタル・コンピュータ処理することで付加価値の高いデータに変換して、精度のよい材料組織評価を可能にすることがいろいろと試みられています。しかし、画像データはデータ量が大きいため、機器分析データの解析・評価において実用になるシステムを実現させるためには、当然のこととして、高速度の大容量のコンピュータが必要になります。この研究では、コンピュータの専門家ではない分析作業者が扱い易く、手にも入れ易い小型コンピュータを複数有効に組み合わせることでEPMA分析X線画像を処理・解析する方法を開発することを試みました。その目的に沿った、コンピュータ・システムを作り、データ処理を高速度でおこなう可能性を検討しました。5台のコンピュータをネットワークすることで(1)画像ノイズの軽減、(2)画像変換、(3)材料組織評価に必要なパラメータの抽出、計測、データ解析、などに有効なことを明らかにすることができました。本研究で構築した複合コンピュータ・システムを応用することで、これまで、2～3ヶ月の時間を必要とした材料組織評価の作業を1～2週間でおこなえることがわかりました。

ところで、材料組織は常に進歩しており、それにともなって組織分析・評価方法を進歩させることが必要です。複合コンピュータシステムを用いて分析データを処理することで、データ解析のソフト面では材料組織の進歩にあわせてデータ処理方法を迅速に改良し対応していくことが可能であることがわかりました。

2 方 法

2.1 複合コンピュータ・システムの構成

複数のワークステーションをSRMネットワーク上で結合させて、EPMAX線画像データの分析を目的とするシステムを構築しました。その構成を図1に示します。SRM (Shared Resource Managementの略名、データ、プログラム、プリンター、プロッターなどをネットワークされたコンピュータが効率よく利用できるように管理されるコンピュータ・システム) サーバー1台、ワークステーション4台、共用プリンター1台、共用プロッター1台、共用ハードディスク1台で複合コンピュータ・システムが構成されています。これら装置は市販のものを使い、またシステムを構成する装置を動作させるのに必要な基本ソフト(OS)も市販のものを使用しました。

共用で使用するプリンターの他に、各ワークステーションにはそれぞれ独立のプリンターを付属させました。その理由は、(1)プログラムの開発時にプログラムリストを手軽にチェックできるので作業しやすいプログラム開発環境と

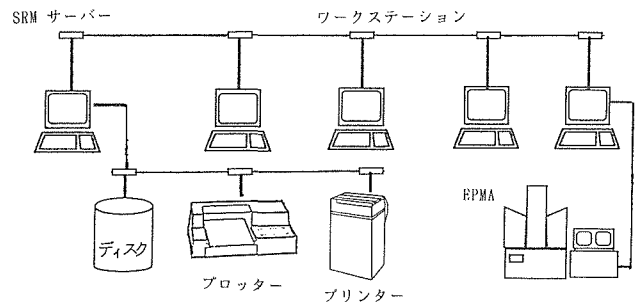


図1 複合コンピュータシステムの構成を示す。

することができる。(2)このシステムでは、解析した結果をグラフィック機能を応用して画像、図形の形で多量の情報を効率よく把握できるように工夫しています。ワークステーションにはCRTに表示された画面をそのまま紙上に白黒画像としてダンプする機能があり、この機能を使うとデータ解析途中の画像を記録しておく事が分析作業効率を向上するのに有効な場合が多いこと、(3)また分析内容によっては、CRTからダンプされる画像で十分な場合があります。このような場合には、共用プロッターで画像を出力するよりも迅速にデータ処理ができる、などの理由で各ワークステーションにプリンターを付属させました。なお、共用プリンターは、高速度印字機能を使って、プログラムの1部分ではなく全体にわたるような長い範囲を詳細にチェックする場合に、プログラム・リストをつくるのに使用しました。応用プログラムの開発では、きれいに印字されたチェックしやすいプログラム・リストを迅速に手に入れることが、分析作業の生産性を高めるのに必要です。複合コンピュータシステムで使用しているエディターはよく整備された使い易いものですが、しかし応用プログラムの全体をCRT画面でチェックするのはきつくと、困難で、苦しい、いわゆるプログラム開発の3K作業であり、体力の限界を越える場合があります。作業環境の向上と生産性の観点から高速度で美しい字体で印字できるプリンターを設置しました。

2.2 応用プログラム

EPMAX線画像データの分析に用いる応用プログラムは、データの入力、転送、処理、解析、分析結果の出力にわたって、必要なものをすべて本研究で開発しました。

システムのハードウェアを制御・管理するOSとしてBASICとUNIXを使用しており、これらOSをベースにして応用プログラムはBASIC言語とC言語で作成しました。ネットワークにはこれまでにコンピュータ画像処理用として設置されたコンピュータをすべて加えました。いろいろな性能のものがあ、BASICだけをOSとして動作するもの、BASICとUNIXとの両方で動作するもの、UNIXのみで動作するものがあります。応用プログラムをOSをBASICにして動作させる場合にBASIC言語で、UNIXを

OSとする場合にはC言語でプログラムを作成しました。

ワークステーションの性能に差がありますが、SRMシステムを用いることで、これら性能のちがうコンピュータを共同させてEPMAのX線画像データを1つの目的の下で分析作業をさせることができます。コンピュータをネットワークして利用する利点とされる

- (1) 装置、プログラム、データなどの資源を有効に利用できる。
- (2) 処理速度を速くできる。
- (3) 1次元的な作業管理ができる。

などがあげられています。これらの利点を満足したEPMAX線画像データ分析複合システムを作ることができました。

2.3 複合コンピュータ・システムの運用方法

コンピュータで制御される市販のEPMAを使用してX線画像データを収集します。このX線画像データを(1)磁気テープに記録してこれを媒体として複合コンピュータ・システムに入力する、または(2)EPMAと複合コンピュータ・システムとを結んだデータ転送用バス(GPIB)を使って転送する、などの方法を用いて複合コンピュータ・システムに入力します。X線画像処理は本研究で開発した複合コンピュータ・システムでおこないます。

X線画像データはSRMサーバーが共用データとしてハードディスクに管理します。複合コンピュータ・システムに接続されたワークステーションは、どれでも、いつでもこのX線画像をワークステーションのRAMメモリーに複製してそれぞれのワークステーション独自の目的の下でデータ処理ができます。処理した画像データはSRMが管理するハードディスクに、別の新しい画像データとしてまたは元のX線画像データを置き換えて記録することができます。

X線画像データをSRMサーバーに管理させておくことによって、X線画像データに対するデータ処理のプロセスを、EPMAと複合コンピュータ・システム間のデータの転送、画像データ解析、データ出力などの各作業に分割して、それぞれのワークステーションに専門の作業を割り当てることができます。また、1つのX線画像データに対して、観点を変えたデータ解析を複数のワークステーションでおこない、得られた分析結果を複合的に解析をすることもできます。

応用プログラムはワークステーションを使って開発します。SRMサーバーは応用プログラムも管理しており、SRMハードディスクに記録されている応用プログラムを複合コンピュータ・システムに接続されたワークステーションは、どれでも、いつでもワークステーションのRAMメモリーにプログラムを複製して使用できます。それぞれのワークステーションで作成したり修正したりする応用プログラムを別の応用プログラムとしてSRMハード

ディスクに記録したり、修正したプログラムをもとのプログラムと置き換えたりすることができます。この応用プログラムにたいする複合コンピュータ・システムの機能を応用して、プログラムを分割して応用プログラムの開発を複数のワークステーションでおこなうことができます。また、すでに開発してある応用プログラムを別の分析作業に転用する場合には、予備作業をしてデータ解析の実行ぐあいを見ながら、必要があれば、別のワークステーションで適当な修正を応用プログラムに加えます。すなわち、材料組織評価作業の目的にかなった精度が得られるように調整し、また作業効率のよい画像データ解析作業の環境をそなえた応用プログラムにカスタマイズし本作業を迅速におこないます。

3 複合コンピュータシステムの応用と性能評価

3.1 概要

本研究で構築した複合コンピュータ・システムの材料組織分析・評価に対する性能テストにはコンクリート劣化試験に用いた試料を使用しました。このコンクリート試料は、目下、つくば研究所の建設にたずさわっている“間組”の研究所より提供をいただいたものであり、来年移転予定の研究棟の建材としても用いられている、とのことです。セメント+粘土+砂を素材としたコンクリートに、数カ月にわたり、硫酸塩水溶液(10%Na₂SO₄)を吹きつけてコンクリートを劣化させる試験をして、試料に生じるコンクリート組織をEPMAのX線画像データを解析する方法でコンクリートの性能評価が可能かどうかを検討しました。硫酸塩水溶液をコンクリートに作用させることによって予定されるコンクリート組織の変化は、セメント成分と水とが反応してコンクリートを硬化させる組織として形成されている水和物(Ca(OH)₂)とNa₂SO₄とが化学反応して、石膏(Na₂SO₄・2H₂O)やエトリングサイト(3CaO・Al₂O₃・3CaSO₄・32H₂O)を形成します。その際に膨張して、コンクリートに割れや欠落を生じることです。

EPMAを応用してコンクリート組織を評価する作業に役立つであろうことがらとして、(1)コンクリート中に分布する穴や割目を電子顕微鏡として観察すること、(2)コンクリートの劣化にともなうローカルな化学組成の変化を観察すること、(3)劣化にともなう鉱物の発生の確認とその分布状態を調べるなどが考えられますが、はたして可能か否かを検討することが依頼されました。複合コンピュータ・システムを応用することで、X線画像データを用いた最新の分析技術としてコンクリート組織劣化の評価ができることを明らかにすることができました。

3.2 コンクリートに分布する鉱物の同定作業

劣化反応の前後の試料に存在する鉱物の確認は、本研究で開発した散布図分析法を用いておこないました。散布図分析は、複合コンピュータシステムの開発にともなって実

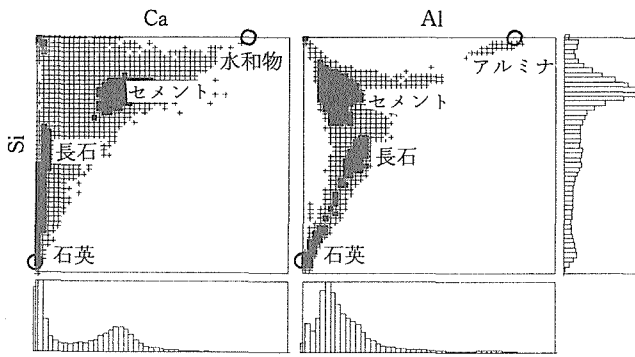


図2-a 劣化試験前におけるコンクリート組織をCa-Si系およびAl-Si系散布図で調査した。

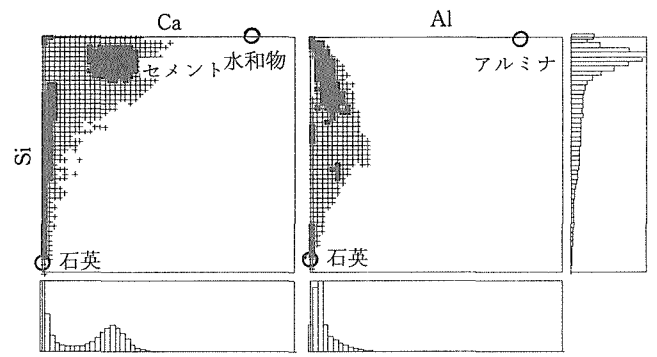


図3-a 劣化試験後におけるコンクリート組織をCa-Si系およびAl-Si系散布図で調査した。

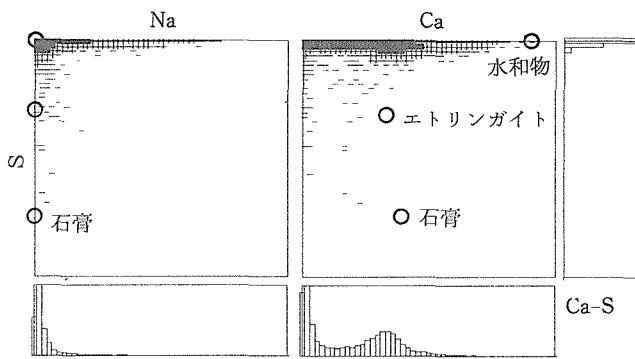


図2-b 劣化試験前におけるコンクリート組織をNa-S系およびCa-S系散布図で調査した。

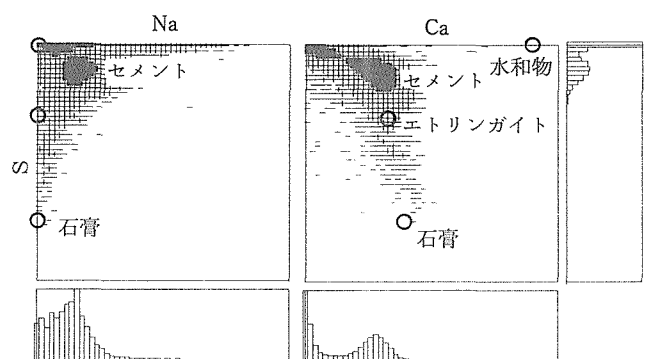


図3-b 劣化試験後におけるコンクリート組織をNa-S系およびCa-S系散布図で調査した。

用化した、EPMAのX線画像データの解析方法です。2種類の成分元素を対にして組合せて成分元素濃度間の関係を解析することで、分析試料に存在する化合物を同定精度を向上させることが可能になります。また、その化合物のミクロな分布状態を迅速に精度よく画像表示してコンクリート組織評価に資することができます。

図2-a, bと図3-a, bに散布図の例をしめします。分析ではNa, Ca, Al, Mg, O, Fe, K, Sの8元素のコンクリート試料での分布をX線画像でしらべました。このうち、Ca-Si, Ca-Al, Ca-S, Na-Sを対に組合せた散布図でコンクリートの劣化試験前後の組織変化をしめしました。散布図は2つの統計量の間を解析する目的で表計算に用いられている相関分布-周辺度数分布表をコンピュータ・グラフィックス技法を応用して画像化したものです。劣化前のコンクリートに存在するコンクリート相として、ポルトランドセメント+粘土、長石、石英、アルミナの存在が確認できました。微細な水和物(Ca(OH)₂)の存在も推定できました。

劣化したコンクリート試料では、(セメント+粘土)の領域にNaとSが侵入していることや、反応をうけた長石から生じた2種類の鉱物に分解していることが認められ、

水和物と硫酸塩が化学反応して形成された微細な石膏とエトリンガイトの生成が推定できます。

この分析においては8元素(Na, K, Mg, Al, Si, Ca, S, Fe)を分析の対象としました。2元素を組合せて対にすると、散布図が28できます。複合コンピュータ・システムでSRMハード・ディスクにX線画像データを管理させておいて、複数をワークステーションで処理することによりデータ解析の速さが使用したワークステーションの台数だけ向上し、ワークステーション1台では3ヵ月かかる解析を1週間で終了することができました。画像データ解析に必要なプログラムの整備を迅速にできたことと、画像データをあつかう方法を合理化することができて、勤務時間を有効に無駄なく用いることができたことが分析作業の迅速化に寄与しています。

3.3 鉱物分布図の作成作業

散布図分析法では、存在を確認された鉱物の試料表面における分布図を作りコンクリート組織の評価に提供することができます。鉱物分布図を作成する原理は鉱物を特定できる成分元素の濃度値範囲を散布図を構成する2成分元素について指定し、この指定された濃度値範囲をもつ分析点(画素)だけを選んで画像を構築することにあります。画

素の色や濃淡度を鉱物ごとに変えることで、複数の鉱物の分布を1枚のマップ上に描くことができます。

図4と図5は、散布図で存在を確認や推定できた鉱物のコンクリート中に分布する様子を、鉱物ごとに色分けして鉱物分布図として観察したものです。図4は劣化試験前のコンクリート試料で、図5は劣化試験後のコンクリート試料です。

図6はそれぞれの鉱物の成分元素濃度がコンクリートの劣化試験前後で変化する様子を濃度値の頻度分布ヒストグラムでしました。CRTに表示された鉱物のカラーマップ上にマウスを使用して分析領域を設定すると、その領域の成分元素濃度値の頻度分布をヒストグラムに表示します。このように、測定した全成分元素について濃度値の頻度分布を複数の領域についてヒストグラムの形で迅速に比較する機能を備えています。例では、中ぬきのヒストグラムが劣化試験前の化学組成を、高さを半分にした塗り潰したヒストグラムと縦線を入れたヒストグラムで劣化試験後の化学組成を表示しています。セメント領域の化学組成が変化しています。また、長石が2つの鉱物に分解していること

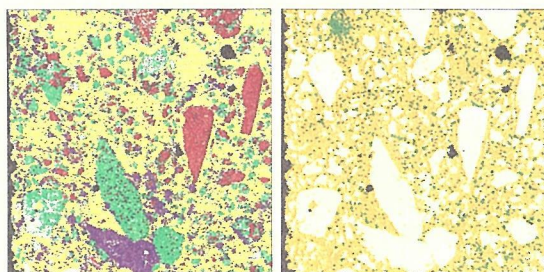


図4 劣化試験前におけるコンクリート組織を鉱物分布図で調査した。左図はアルミナ（紫色）、長石（緑色）、石英（赤色）、セメント（黄色）、穴（黒）の分布をしめす。右図は同じ試料位置での、セメント（黄色）、穴（黒）、水和物（緑色）、石膏およびエトリングガイト（赤色）の分布をしめす。領域の広さは8 mm × 8 mm。

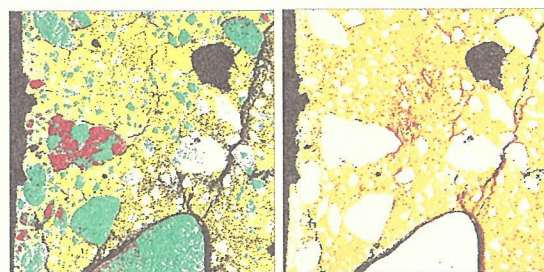


図5 劣化試験後におけるコンクリート組織を鉱物分布図で調査した。左図はアルミナ（紫色）、長石（緑色）、石英（赤色）、セメント（黄色）、穴（黒）の分布をしめす。右図はセメント（黄色）、穴（黒）、水和物（緑色）、石膏およびエトリングガイト（赤色）の分布をしめす。領域の広さは8 mm × 8 mm。

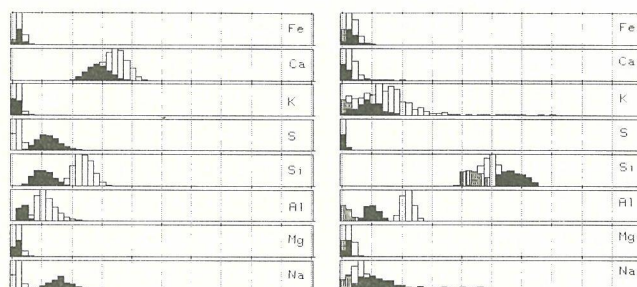


図6 劣化試験にともなう化学組成変化をセメント（左図）と長石（右図）についてしめす。

がわかります。複合コンピュータ・システムでは、複数のワークステーションで鉱物分布図をX線画像データを処理して構築して、SRM サーバーに管理されているプロッターに出力することができます。SRM サーバーはワークステーションから送られてくる鉱物分布をあらゆる画像をハード・ディスクに記録しておき、プロッターの空きを待って次から次へと自動的に出力します。この機能を応用することで、プロッターを使用するスケジュールを気にせず各ワークステーションに仕事をさせることができます。1枚の画像の出力に3～5時間かかりますので、複合コンピュータ・システムを24時間体制で運転することで、画像データの出力などの機械的な作業を夜間などの勤務時間外におこなうように管理して、分析者の判断が必要なデータ処理時間を昼間におこなうことで、分析作業の効率を向上させることが可能です。

最近ではウィンドウ機能がワークステーションに付与されていて、複数のデータ解析を1台のワークステーションで同時におこなうことができます。本研究においても、ウィンドウ機能をもつワークステーションでマルチジョブ分析をこころみましたが、処理速度が極端に遅くなり実用的ではありませんでした。複合コンピュータシステムではコンピュータ1台ごとに1つの作業をさせています。システムに接続するコンピュータ台数に比例して処理速度が速くなります。

結論として、複合コンピュータ・システムをもちいて、精度のよい迅速な EPMA 画像データ解析に取り組める分析環境をつくることができました。コンクリート組織の EPMA 分析・評価のような経験の積み重ねのない新しい分析作業についても、作業依頼者の目的・意図を聞き取ることで、分析方法を確立し、引き続いて大量な X 線画像データの処理・解析をし、結果をグラフィック表示することにわたる分析作業を短時間に迅速におこなうことが可能であることがわかりました。複合コンピュータシステムを活用することで、当研究所における新材料組織の進捗速度に合わせて材料組織評価方法を改良していけることはもちろん、時代の要求である『時短』に対応させて分析作業環境を整備していくことが可能とおもわれます。

4 結 言

EPMA 分析で得られる X 線画像データを解析して鉱物分布図を高速度で、効率よく、精度よくおこなうことを目的として、複数のワークステーションを結合したシステムをつくり、その効用を検討した。その結果次の結論がえられた。

- (1) 複数のワークステーションを分析作業を目的に結合した SRM ローカル・エリア・ネットワーク・システムと呼ばれるシステムを構築した。このコンピュータシステムではハードディスク、プリンター、プロッターなどのハードウェア設備として、応用プログラムなどのソフトウェアをシステムに組込まれた各ワークステーションが共有して資源を有効に使用する工夫がされている。構築したシステムは分析データ解析システムとして機能した。
- (2) 複合コンピュータシステムの目的は、X 線画像データを解析して、作業依頼者の必要とする情報が迅速に、精度よく得られる分析作業環境をつくることである。当研究所の分析作業としては経験のない、コンクリート組織の解析のような分析作業においても、作業依頼者の求める組織評価を短時間に行うことができた。そのことに寄与した因子として
- (3) 応用プログラムの開発と分析作業を平行しておこなうことが必要であること
- (4) 応用プログラムの開発時間を短くすることができること
- (5) 処理速度が速いこと
- (6) 1 組の X 線画像データを同時に多面的に解析することで複合化されたデータ処理が可能であり必要な材料組織評

価方法を考案・開発することが容易であること、などが複合コンピュータシステムに付与されていることをあげることができる。

本研究で開発した複合コンピュータシステムは、小規模なものであり、現在のコンピュータ事情では多少時代遅れに入りつつある。欠損部品の調達も困難になった。しかし、なお、健在であり、一般分析サービスに対応できており、当研究所の宇宙実験材料の先端的な材料組織解析にも急ぎょ応用されたりしている。

この研究に協力と支援をいただいた方々に感謝します。

参 考 文 献

- 1) 内山 郁, 渡辺 融, 紀本静雄: X 線マイクロアナライザー, 日刊工業新聞社, (1992).
- 2) 森田優三: 新統計概論, 日本評論社, (1987).

研 究 発 表

(口 頭)

- 1) コンピュータ・データ処理を応用した微細な鉱物の EPMA 分析: 深町正利, 木村 隆, 大場 章, 日本金属学会第107回大会 (1990).
- 2) コンピュータ・データ処理を応用した Ga を富に含有する微細な鉱物の EPMA 観察: 同上, 第108回大会 (1991).
- 3) 散布図を応用した微細な鉱物の EPMA 分析: 同上, 第109回大会 (1991).

(誌 上)

- 1) An Application of Computer Image Processing to the Clarification of X-ray Images of Energy Dispersive X-ray Spectrometry; M. Fukamachi and T. Kimura; ISIJ, 30(1990), 516.

微小欠陥の非破壊定量評価に関する基礎研究

経常研究

損傷機構研究部

増田千利, 福原熙明, 植竹一蔵, 山脇 寿,

田中義久, 斎藤鉄哉*¹, 伊藤秀之*²

平成元年度～平成3年度

要 約

構造用金属材料に存在する微小欠陥の定量的な非破壊評価に対する基礎的研究において、弾性波及び電磁気を用いた評価手法について検討を行った。

弾性波を用いた材料評価に係わる研究では、超音波が材料に対して斜に入射する場合において、先に提唱した数値実験法を駆使し、実用的なセンササイズにおける超音波入射点と欠陥の関係、超音波伝搬における音場について、さらに材料中の亀裂端部による散乱波に起因する端部エコーの生成機構など、弾性波動論の基礎問題を解明した。また、材料の微視組織変化に対する底面からの反射超音波の周波数を解析することによりクリープ損傷評価が可能なることを明らかにした。

電磁気的特性を用いた材料評価に係わる研究では、漏洩磁束探傷において、微小欠陥の定量的評価に重要となる磁気センサ寸法、欠陥寸法及び漏洩磁束値との関係の実験式を導出した。これにより実用的なセンサ設計が容易となった。また、低サイクル疲労において発生する近接欠陥の評価に対し、双極子モデルによる理論と実験の両面から検討し、漏洩磁束の時間軸波形のピーク値による評価方法及びベクトル軌跡パターン認識による評価方法を提案した。

1 緒 言

構造材料の表面及び内部に存在し、肉眼での検出が不可能とされる欠陥を検出、評価できる非破壊検査技術の確立は、構造物の社会的安全性、経済性の点で極めて重要である。近年、大型化、軽量化、高強度化した構造物の安全と信頼性の確保においては、非破壊検査による材料評価の重要性が認識されている。これらの構造材料の強度そして欠陥検出法の高性能化の観点から微小欠陥の検出と定量的評価法の確立が重要となってきた。そこで本研究においては、弾性波及び電磁気による手法を用いて、欠陥と音場そして欠陥と漏洩磁束それぞれの挙動について理論的及び実験的に検討し、微小欠陥の検出及び定量的評価法の確立を目指した基礎的な検討を行った。

2 弾性波を用いた材料評価に係る研究

超音波探傷は材料内部の見えない部分の欠陥の検出・評価にとって有力な武器であるが、材料中の結晶粒など超音波散乱による超音波減衰との戦いでもある。減衰は周波数に大きく依存し、周波数が高いと減衰も大きい。従って、

高い周波数を用いた場合、十分なエコーを欠陥あるいは底面から得るためには板厚の薄いものに限定される。実用鋼構造部材の内部欠陥では減衰のため使用できる周波数は5 MHz程度で、波長は1 mm程度となる。従って表面欠陥と違って内部欠陥の場合には検出可能な微小欠陥はmmオーダーで、如何に0.1 mm以下の精度で計測できるかである。減衰が少なればもっと高い周波数が使用でき、波長も小さくなり、このオーダーは小さくなっていく。

材料中の欠陥からの超音波反射（エコー）は超音波の波長に依存し、波長より十分大きい欠陥は十分なエコーが得られる。しかし傾いた大きな面状欠陥では別な方向に反射して受信エコーは小さくなってしまふ。この場合、欠陥の両端部からの微弱な散乱波を検出して端部位置を求め寸法推定する端部エコー法がある。しかし、微弱なエコー信号のため非金属介在物など微小な散乱源からのエコーとの区別が困難なことが多く、端部エコー固有の特徴抽出が必要である。その際、材料内の超音波の伝搬方向と欠陥からの反射方向を正確に把握しておかないと定量的評価はできない。どの周波数の超音波ビームがどの点からどの方向伝搬し、欠陥に入射するかは使用する探触子ごとに異なり、探触子の特性に大きく依存しており、超音波探傷技術の基本的な問題である。超音波による欠陥評価、材料評価はまさ

*¹計測解析研究部 *²退職

にこの探触子の特性評価にかかっているといっても過言ではない。これらは欠陥の大小を問わず共通する基本的な問題であり、本研究の中心課題である。

探触子の基本的特性として指向性のほか、超音波ビームの材料への入射点と材料中の超音波ビームの屈折角の正確な把握が必要である。現在、JIS⁹⁾にその測定方法が規定されているが高精度探傷を考えるとそれらの決定過程に多くの問題を含んでいる。

ここでは、超音波が材料に斜め入射する際の送受信場に起因する斜角探触子の入射点と屈折角の決定過程の解析の問題に前報²⁾で提案した数値実験法を適用し、その数値実験法の有効性を既知の標準欠陥による実験によって確認した。これを踏まえて入射点と屈折角の測定条件の新たな提案を行うとともに波長より大きい欠陥の定量評価法を提案した。

波長より十分に小さい欠陥の場合には十分なエコーが得られず透過した超音波波形の変化となって現れるが、探触子の特性に大きく係わる超音波の伝搬距離の正確な把握はこの場合においても上記と同様に重要である。特にこの場合には1ヶの微小欠陥の検出よりむしろ0.1 mm以下の微小な欠陥群の評価のほうが適している。これは結晶粒による散乱減衰と類似し、散乱減衰の評価に繋がる。その際、波形の変化が強調されるような探傷方法として周波数の帯域を広く考える方法が必要とされる。ここでは垂直探傷における広い周波数帯域の超音波パルスに対して、微小欠陥群がそれに如何なる応答を示し、底面エコー波形に変化が現れるかを周波数解析することによる材料評価法を検討した。本研究ではクリープ損傷を対象とし、結晶粒界に微視欠陥が存在する場合の評価方法について検討した³⁾。

2. 1 数値実験による超音波探傷法の評価

2. 1. 1 はじめに

超音波探傷では波長より十分大きい欠陥の場合はそのエコーから欠陥の有無と寸法測定を、また波長より十分小さい分布欠陥の場合にはそれらを通じた超音波の変化から材料の組織的变化の判別が行なえる。その際、これらエコーの挙動を支配する因子の解明無くしては定量的材料評価は不可能で、それらは材料中の超音波の波長と探触子(センサー)の振動子の寸法で決まる指向性など音場特性、欠陥など反射源の反射指向性など散乱音場特性であり、その一部としての端部エコーである。さらに音束変位⁴⁾、減衰が加わって探触子位置、エコー位置、エコー高さ、エコー波形の変化となって現れる。これらは使用する周波数およびパルス形状で一般に異なってくる。特に斜角探触子の入射点と屈折角の把握は斜角探傷の基礎として高精度化にとって不可欠である。

今迄、これらが複雑にからむ影響因子についての基礎的問題を検討した研究は著者らを除いて見当たらない。ここでは前報²⁾で提唱した重ね合せ法による数値実験法の適用

により入射点と屈折角の理論的意味付けを行い、さらに数値実験法を発展させ、パルスによる計算によって微小反射源からのエコー信号との区別が一般に困難な端部エコーについてその特徴を計算によって見だし、超音波材料評価法の基礎基盤に資する。

2. 1. 2 計算方法および実験方法

計算方法は前の報告²⁾に提案し、示したものを使用した。基本的考え方は、超音波斜角探傷のシミュレーションで、図1(a)に示すように、二重媒質のうち、第一媒質中に振動子を考え、第二媒質(音速異方性を考慮する場合は図1(b)による)中に凹または凸の反射源、または任意の形状の反射源Sを考える。ここでは第一媒質はアクリル樹脂を考え、第二媒質は鋼およびアルミ合金を考える。波動は第一媒質中は縦波を、第二媒質中は横波を考える。いずれも微小な音源要素または反射源要素から構成されていると考

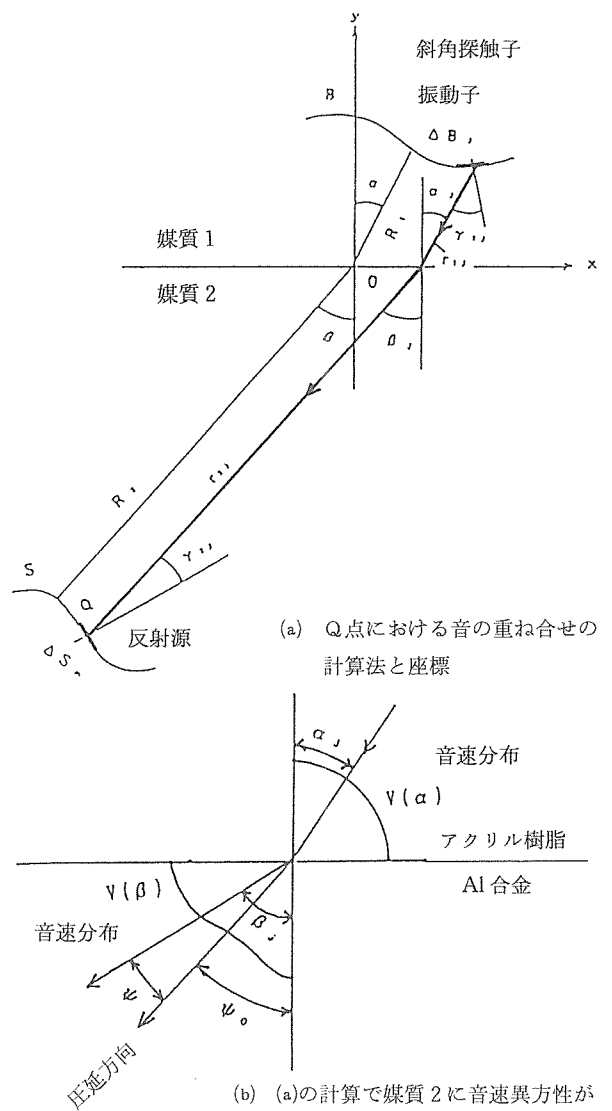


図1 数値実験の計算モデル

え、N個の微小振動子から構成される振動子Bから放射される超音波（連続波、パルス）を観測点（Q点）で異なったNヶの経路で重ね合わせる事により(1)式のように、音圧が計算できる。

$$P_a^T \cdot \exp [i\phi_a^T] = \sum_{j=1}^N C_j^T \cdot D_j^T \cdot t_{20j}^T \cdot K_j \cdot \exp [i\phi_j] \quad (1)$$

ここでCは音源に関する定数。Dは距離特性。tは2つの媒質間の弾性波の斜めの通過率、Kは減衰に関する量。φは位相である。

また、逆に点反射源（Q点）から放射される超音波をx位置の受信面B上でN個の微小受信要素で重ね合わせれば受信波形および受信音圧が計算できる。観測点がM個のかたまりで反射面Sを構成していれば(2)式に示すように、さらにM回の重ねあわせによりその反射源の受信音圧（エコー）を得ることができる。

$$h_{sx} \cdot \exp [i\phi_{sx}] = \sum_{q=1}^M h_{qx} \cdot \exp [i\phi_{qx}] \quad (2)$$

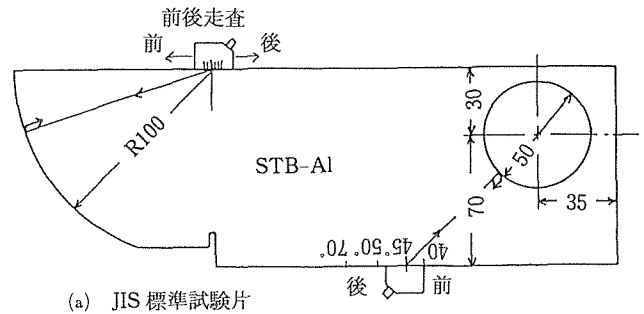
超音波斜角探傷では探触子を前後に走査（斜角探触子では前方に超音波が出るからその方向を前、反対を後と決めている。従って紙面上では左右に対応する。）するときのエコーの動き、すなわちエコーダイナミクス（前後走査グラフ）が欠陥の形状判別の重要なカギとなる。この場合の計算は振動子のX軸上の位置を変化させ、その度毎に上記の計算を繰り返すことになる。

本研究では、固体中の弾性波の反射屈折伝搬挙動に大きく依存し、その本質が明かでない斜角探触子の特性である入射点（超音波が材料のどの位置から入射するか）と屈折角（材料中どの角度で伝ばんするか）におよぼす因子の解明から固体中の超音波伝搬挙動を明らかにし、超音波探傷技術の向上をはかる。

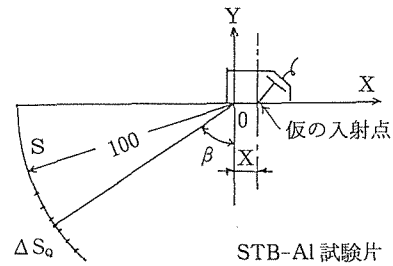
斜角探触子の入射点と屈折角の理論的意味づけを行うため次の数値実験を行った。

斜角探触子の入射点は試験材に斜めに超音波が入射する際、探触子のどの位置から入射すると考えればよいかについて、点音源ではそれが球面あるいは円筒面の曲率中心から放射された場合、超音波は円弧状に広がるから（この状態は遠距離音場という）、その反射はその曲率中心に全て戻ってきて最大のエコー高さを示すはずであるとする考えが基本である。実際の探触子は振動子がある有限の寸法をもっているから点音源とはなり得ず、屈折を伴うので音場が曲げられ、入射点をどの位置にとったら良いかは半円柱の試験片による測定によって決めることになっている。従って出発点からして曖昧さが存在している。

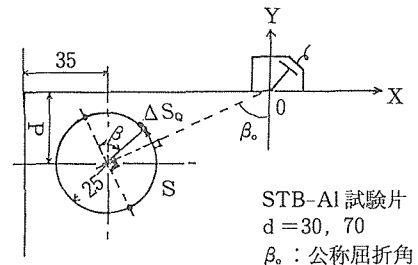
ここではこの曖昧さをもっと意味のあるものとするため数値実験を行うわけである。反射源は入射点用として JIS に規定されている標準試験片 STB-A1¹⁾ (図 2(a)) のR100、



(a) JIS 標準試験片



(b) 入射点測定用数値実験法と座標



(c) 屈折角測定用数値実験法と座標

図 2 斜角探触子の入射点と屈折角を測定する JIS 標準試験片とそれらの数値実験のため座標のとり方

に加えて R50, R25 の鋼製半円柱試験片を仮定し、図 2 (b) に示すように計算座標をとり、探触子を x 軸上を動かしながら(2)式によりエコー高さの計算を行った。この場合の計算上の仮の入射点として振動子の中心軸が探傷面に交わる点とした。

斜角探触子の屈折角はその入射点から超音波が放射され、角度に対して素直な横穴反射源から反射したエコーは超音波ビームの最大強度の探触子位置で最大エコーを表わし、三角法によって反射源の位置が求められるとする単純な理論に基づいている。入射点が曖昧であるからそれを用いた屈折角の測定方法は曖昧さをそのまま引きずっている。ここではそれを打破するために測定方法と同じプロセスの数値実験を行った。それは屈折角測定用としての STB-A1 の直径50mmの横穴を考え、図 2(c)に示すような計算座標をとり、(2)式を用いて入射点の場合と同様な計

算を行った。

さらに実用的な問題として、標準試験片材料に圧延の際に横波の音速異方性 (図1(b))がある場合、斜角探触子の入射点と屈折角はどうなるのかについて計算した。

反射源が欠陥の場合にも本数値実験法は適用可能であることを示すために、き裂状欠陥の端部エコーの理論的意味づけのため第2媒質中に幅6mm、厚さ0mmの帯状平面反射源を考え、そのエコーダイナミックスの計算を連続波とパルスの両方で計算した。

パルスによる計算には次式のn波正弦パルスf(t)を使用した。

$$f(t) = \sin(\omega t) \sin(\omega t / (2n)), \quad 0 < t < nT$$

$$f(t) = 0, \quad t < 0, t > nT \quad (3)$$

ここでtは時間、Tは周期、 ω は角周波数である。

重ね合わせは各パルスの観測点への到達時間差だけずらせた計算を行っており、連続波(位相差)と同じ結果となることを確かめている。

実験には公称屈折角45度と70度の斜角探触子、超音波探傷器、JIS標準試験片STB-A1、半円柱試験片(R50, R25)、接触媒質としてスピンドル油を使用し、探傷面上における探触子を0.5mmピッチで鋼製スケールにそって手で前後(紙面上では左右に相当する)に走査し、そのときのR面から反射した超音波のエコー高さを探傷器のデシベル(dB)ツマミで読んだ。

2.1.3 計算結果と考察

2.1.3.1 斜角探触子の入射点と屈折角⁵

図3⁶⁾はR100, 50, 25の凹面円筒を反射源とした斜角探触子(振動子サイズは10mm, 周波数は5MHz, 公称屈折角は45度)の数値実験による前後走査グラフを実験との比較で示す。JISではR100の試験片による測定が規定されている。遠距離音場(R100の場合)では前後走査グラフのピークは一つで、これで入射点が決まるが、近距離音場と考えられるR25ではピークは二つ現れ、入射点が求められない。従って、入射点の測定が可能な条件はピークが一つしか存在しない前後走査グラフが現れるRの範囲である。

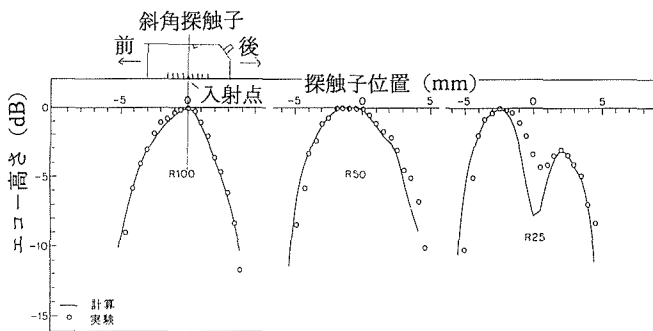


図3 半円柱試験片の前後走査グラフによる入射点の決定過程の数値実験 (図2の(b)に対応)

屈折角70度の探触子の場合にはR100の遠距離音場の範囲においても前後走査グラフのピーク位置は大きくマイナス側にずれ、探触子の目盛りからその量だけプラスの入射点のずれとなる結果を得ている。

図4は反射源をSTB-A1の直径50mmの横穴(凸面)とし、周波数5MHz, 公称屈折角70度の斜角探触子の前後走査グラフに関する数値実験結果で、実験結果とともに示す。これは斜角探触子の屈折角の決定過程を示すもので、屈折角はグラフのピーク位置における試験片上の目盛りを入射点を基準に読んで決めるが、先の入射点のプラスのずれが屈折角決定に係わってくることを示す。

一方、図5⁷⁾アルミ合金中に音速異方性が存在するとき斜角探触子の入射点、屈折角は如何なる影響を受けるかについて数値実験したものである。音速の分布($\phi_0 = 0$ と45)によって入射点、屈折角の測定は大きく影響される。入射点測定時と屈折角測定時ではずれの方向が逆になるので屈

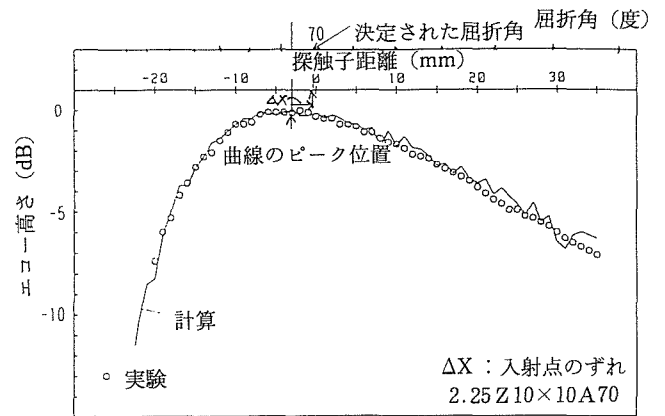


図4 直径50mmの横穴による探触子屈折角の決定過程の数値実験 (図2の(c)に対応)

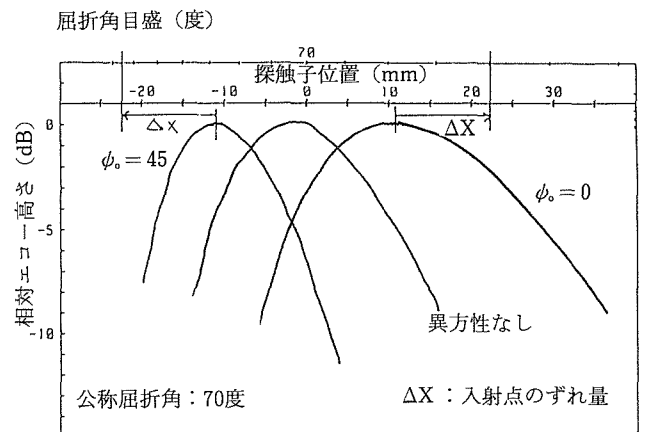


図5 入射点のずれが屈折角のずれを拡大するように作用する公称屈折角70度の探触子の例 (図1(b)の音速異方性が存在する場合)

折角の測定値に大きな誤差を生じる。従って、この場合には入射点の測定値は無視した方が探傷結果に過大な誤差を生まなくてよいといえる。

このように、提案している数値実験を使用することによって従来解析が困難とされていた入射点測定条件、屈折角と入射点との絡みを明らかにした。音速異方性が存在する場合、この絡みは大きなずれとなって現れてしまい、反射源の形状としては問題がある。しかし JIS の標準試験片は IIW の試験片が原形となっており、ISO にも取り入れられるなど変更されるには程遠い⁹⁾。従って、欠点を認識して使用していくことが望まれる。

超音波探傷は常に欠陥と波長との係り合いで考えねばならない。従ってこれらの成果は欠陥の大小に関わらず共通した超音波斜角探傷技術として利用できる。

2. 1. 3. 2 端部エコーの数値実験による評価

材料中の欠陥からの超音波反射（エコー）は超音波の波長に依存し、波長より十分大きい欠陥は十分なエコーが得られる。しかし傾いた大きな面状欠陥では別な方向に反射して受信エコーは小さくなってしまふ。この場合、欠陥の両端部からの微弱な散乱波を検出して端部位置を求め寸法推定する端部エコー法がある。しかし、微弱なエコー信号のため非金属介在物など微小な散乱源からのエコーとの区別が困難なことが多く、端部エコー固有の特徴抽出が必要である。ここでは、パルスによる数値実験からき裂状欠陥の端部エコーは前後走査グラフにおいてはどのような特徴を示すか、欠陥の上端と下端でエコーパルス波形の形はどうか、端部エコーはどのようにして起こるか、について検討した数例を述べる。

図6は図中で右上のポンチ絵に示すような探傷において公称屈折角45度の通常の斜角探触子をモデル探触子と仮定

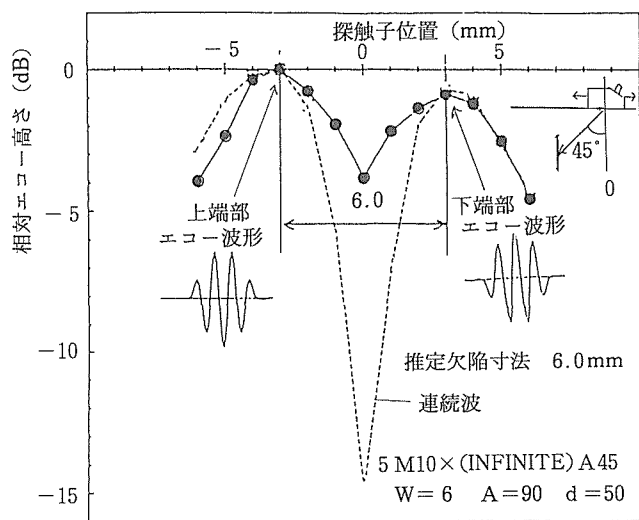


図6 端部エコーの前後走査グラフのパルスによる数値実験（上部エコーと下部エコーでは波形が反転）

し、探傷面に垂直な6mmの帯状平面欠陥の上端部と下端部の端部エコーの前後走査グラフに関するパルスを用いた数値実験結果である。計算は(2)式をパルスに置き換えて行っている。図中には連続波の結果も妥当性を示すため比較して示している。

斜角探触子を前後に動かすとき上端部と下端部でそれぞれエコー波形が高くなること、および図示するように両者のエコー波形は互いに反転していることを示す。次にこの反転現象はなぜ起こるかについて考えてみる。

図7は1.5波の波形を用い端部エコーの生成機構についての数値実験で、面状反射源の上下端部と同じ位置に二つの点反射源がある場合（図7(a)）のエコー波形の生成過程を比較して示す。面状反射源からは沢山の点反射源を仮定して図7(b)に示すように、微小時間 dT (T は初期波の1波長の周期を表す) ずれたそれらを重ね合わせると中間部分は干渉して消滅し、端部の散乱波のみ（図7(c)）が残る。その際、波形は1.5波の初期波形とは異なり、互いに反転した波形が上端部と下端部にそれぞれ残る。これが端部エコーの特徴である。反転しない2つの同じエコーパルスは端部エコーではなく2つの独立した微小欠陥である。図7(c)には時間軸上で二つのパルス間距離を測る際、ゆるやかなカーブで始まる波形の立ち上がりよりも山から谷、谷から山に向かい横軸を切るゼロクロスで測るほうが急峻で測り易く精度よく測れる可能性が高いことも示す。両者は計

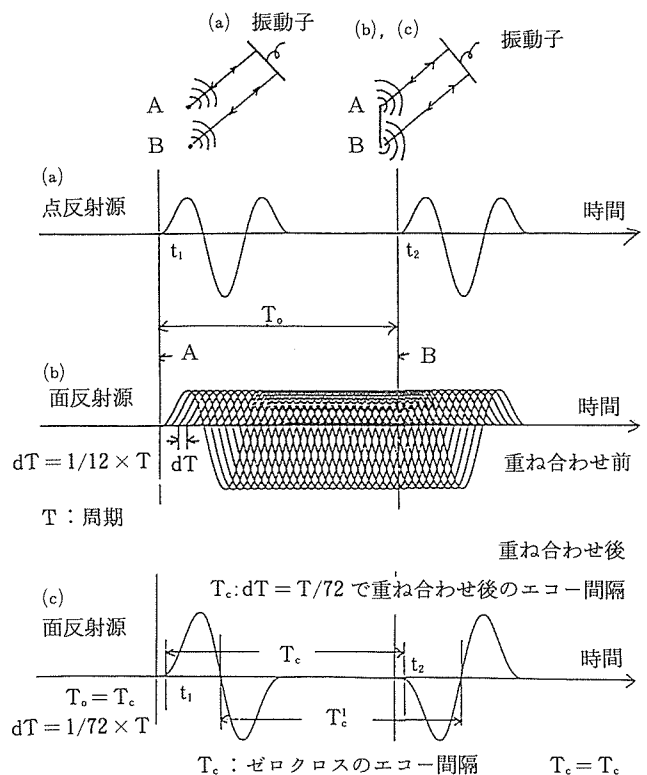


図7 端部エコーの生成機構

算では全く一致するが実験では微小反射源からのエコーとの重なりなどで立ち上がりを読むことは難しく一致することを確かめるのは困難である。

2. 1. 4 小 括

前報で提案した数値実験法を用いて2つの未解決の問題にメスを入れた。一つは斜角探触子の重要な特性である入射点と屈折角の理論的意味付けを行った。これには斜めに弾性波が固体媒質に入射するときの音場と凹面と凸面の円筒面反射源の絡み合う過程で入射点と屈折角が決定され、それは公称屈折角によっては音速異方性が存在すると大きなずれとなることを指摘し、超音波探傷の技術向上を図る上で探触子の送受信特性の解明で貢献できた。もう一つは、上記数値実験をパルスで行えるよう高度化し、斜角探傷を模擬した計算で端部エコーの特徴である上端エコー波形と下端エコー波形の反転現象を再現するとともに、その生成機構を明かにし、き裂状欠陥の定量的計測技術向上の指針を示した。

今後の問題としては管内面き裂、複数欠陥、複雑形状欠陥等の計算モデルの検討、これらの反射指向性、エコーダイナミックスの基礎的問題等の検討が挙げられる。さらに音速異方性が存在する場合のこれらの問題が追加される。

2. 2 周波数解析によるクリープ損傷の評価⁹⁾

2. 2. 1 はじめに

材料の超音波探傷・評価では材料中の巨視的欠陥の評価のみでなく使用中発生する微小欠陥、微視欠陥である損傷・劣化の評価も重要な課題である。火力発電プラントでは使用材料の寿命予測が行われている。その際、クリープ損傷の評価がなされるが決め手になる評価技術は存在しない。ここでは超音波の波長より1/100以下のマイクロボイド群の発生によるクリープ損傷の検出・評価を線形システム理論の応用のなかで、その周波数応答で評価することを検討した。

2. 2. 2 理論的基礎

図8に示すような線形システム理論において超音波伝搬システムという概念を導入する。すなわち形状寸法が全く

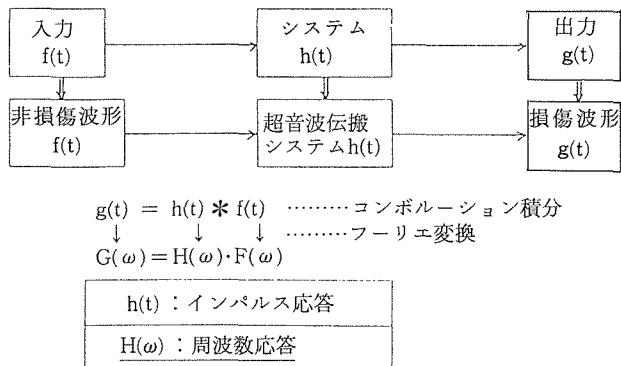


図8 超音波伝搬システムの概念の提案

等しい非損傷材と損傷材を考える。今、非損傷材を超音波伝搬システムに置き、それにある波形を入力しても出力波形は変化しないとする。次に損傷材をそのシステムに置き同じ入力波形をインプットした場合波形に変化があったとする。これは損傷が原因である。そこで非損傷材では波形の変化は無いから非損傷材を伝搬した波形をそのまま入力波形として使用することができるとする。その場合の関数を $F(\omega)$ とし、損傷材を通過した波形の関数を $G(\omega)$ とすれば、損傷に関係したそのシステムの周波数応答関数 $H(\omega)$ は次式にて表わされる。

$$H(\omega) = \frac{G(\omega)}{F(\omega)} \quad (4)$$

また、そのシステムのエネルギーは次式で与えられる。

$$E = \frac{1}{2\pi} \int H^2(\omega) d\omega \quad (5)$$

実際の計算では周波数スペクトルの有効範囲内で計算している。また $F(\omega)$ には非損傷材の底面エコーの時間波形をフーリエ変換し、 $G(\omega)$ には損傷材の底面エコーの時間波形をフーリエ変換したものをを用いている。

2. 2. 3 実験方法

クリープ損傷試験は次のようなものである⁹⁾。クリープ試験は ASTM A302C 鋼の直径10mm、標点間距離50mmの試験片、容量5tの単式クリープ試験機を使用し、試験温度は450, 500, 550Cの条件で試験したものである。損傷材は破断近傍の平行部から、また非損傷材は試験片の掴み部から、直径9mm長さ20mmの試料を切り出し両端面を研磨後ラップ仕上げし、超音波周波数応答解析に供した。

超音波周波数応答解析は図9に示す装置構成で試料の長手方向の底面エコー波形をデジタイザーで計算機に取り込んで行った。

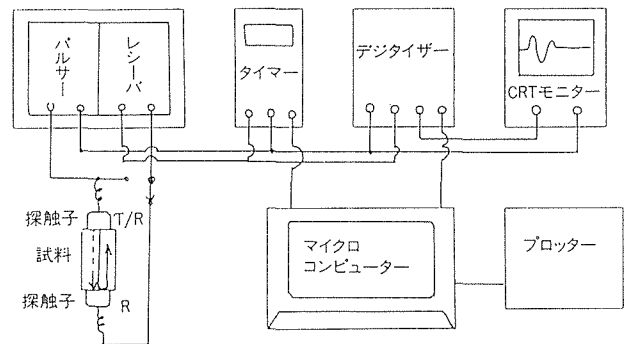


図9 クリープ損傷評価用実験装置構成

2. 2. 4 実験結果および考察

図10は損傷を受けた試料で計測した超音波エコー波形を示す。損傷が進むにしたがってエコーの位置が後方にずれるとともに波形は変化し、波長が長くなっているのが分か

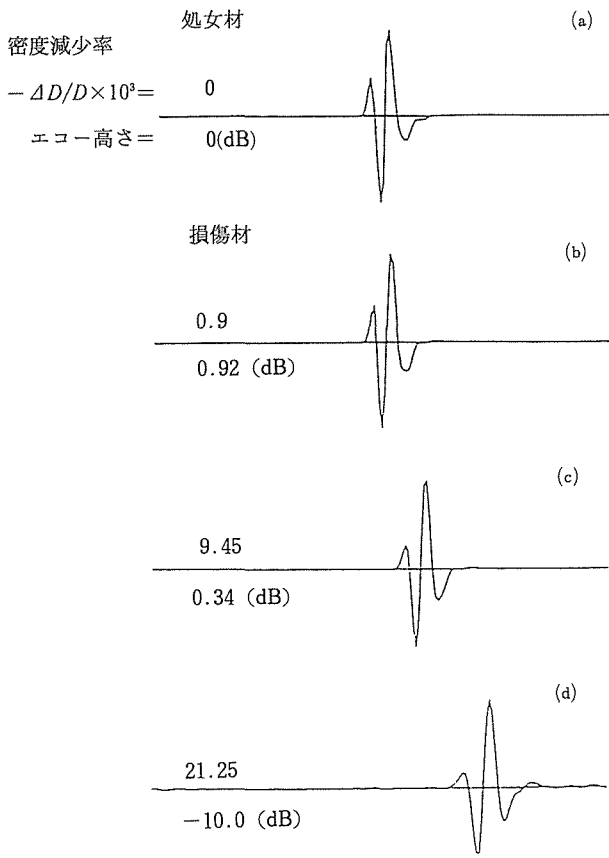


図10 クリープ損傷材のエコー波形

る。前者は超音波伝搬速度の低下を意味し、後者は周波数スペクトルの変化を示唆する。図11はこれらの周波数スペクトルである。クリープ損傷の尺度としての密度の減少に

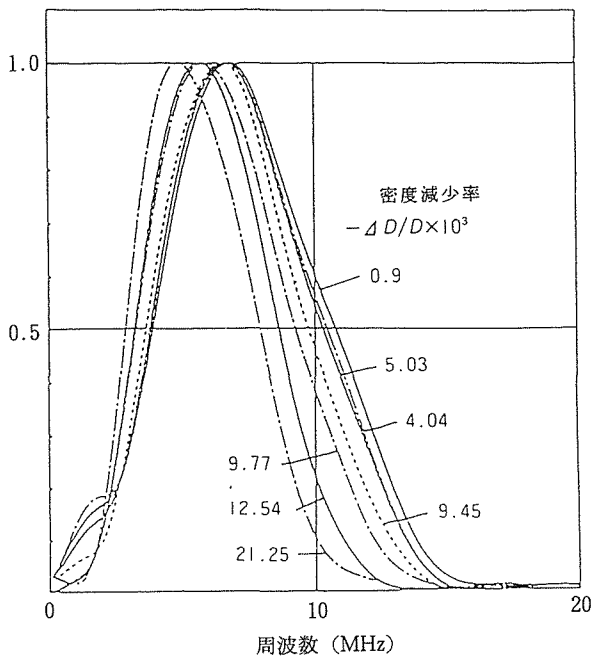


図11 クリープ損傷材の超音波周波数スペクトル

伴って周波数スペクトルのピーク位置が低い周波数の側にずれていくのが分かる。これらの周波数スペクトルは探触子、装置の周波数特性が含まれており、普遍的ではない。それらを除去し、密度の低下のみの周波数応答を求めたのが図12である。密度の低下によって周波数応答のパターンが異なっており、これによってクリープによる密度低下の評価が可能になることが分かる。図13はこれらのエネルギー損失の結果で、クリープ損傷による密度低下によってエネルギー損失は増加しており、これから損傷の評価が可能となることが分かる。

ここで使用した損傷材は破断材であり、その損傷程度が最大に近いため、本手法が寿命予測に必要な初期クリープ損傷材に適用できるかについては検討が残る。

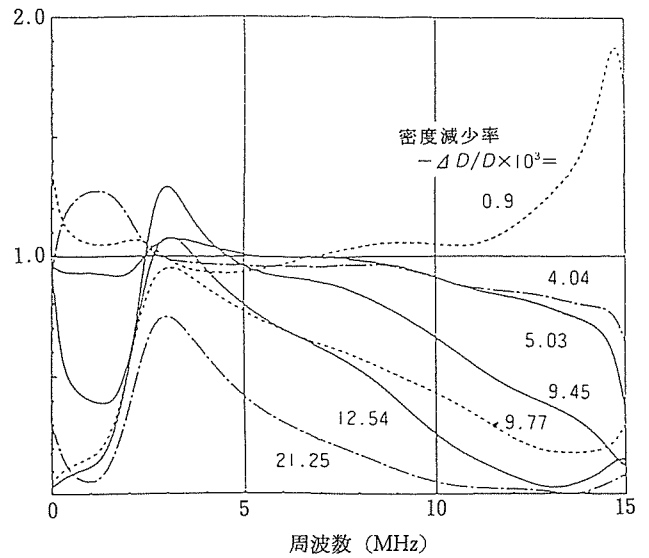


図12 クリープ損傷の周波数応答

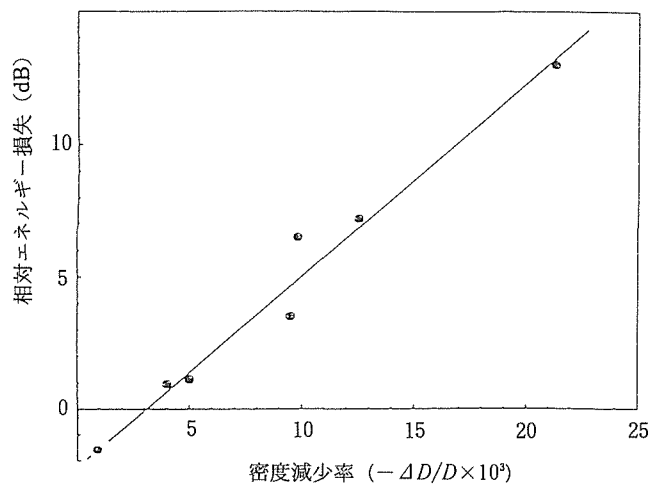


図13 クリープ損傷による超音波伝搬エネルギー損失

2. 2. 5 小 括

線形システム理論の適用で、材料の有している超音波周波数応答によって微小な欠陥群からなるクリープ損傷の検出・評価を可能ならしめた。これは損傷評価のみでなく広く材料のマイクロ組織の評価からマクロな欠陥評価の可能性を秘めており新たな展開が期待される。それらは振興調整費研究の中で鋼の結晶粒の大きさの評価と超音波減衰の問題、内在する欠陥および強化材等の周波数応答による評価の問題として研究が継続されている。

3 電磁気的特性を用いた材料評価に係わる研究

近年、自動車部品等への鉄鋼材料の利用においては、製造ラインで加工された材料をそのまま製品の部品として用いることが提案されるようになり、強度が問題となるような部品では、要求される検出欠陥の寸法がより微小となる傾向にある。

このようなことから、電磁気的手法による材料表面微小欠陥の検出精度向上について検討することが重要となり、本研究テーマについて検討することとなった。

電磁気的手法の中でも、表面欠陥の定量的検出に優れる漏洩磁束探傷試験法において、前年度までは欠陥とセンサ寸法との関連について検討を行い、欠陥の高精度な評価においてはセンサ寸法が重要であることが明らかにできた。

このような結果を踏まえて本研究テーマにおいては、

- 1) 微小欠陥を精度よく評価するにはセンサ寸法が重要となることから、漏洩磁束探傷におけるセンサ設計に役立つ実用的な実験式を導出すること
- 2) 構造材料における低サイクル疲労割れには微小欠陥が近接して存在するが、このような欠陥の分離評価が困難とされ、また、近接欠陥の漏洩磁束探傷についてこれまでに明らかにされた例がないことから、近接欠陥の定量評価のための基礎的な検討を行うこと
- 3) また、これまで漏洩磁束の基礎研究を直流励磁により行ってきたが、表面欠陥の検出精度を向上させるには、材料表面に磁束を集中させることができる交流励磁法の適用が有効との観点から、交流励磁による漏洩磁束探傷試験法の基礎について研究することとした。

3. 1 センサ寸法と漏洩磁束測定値

3. 1. 1 はじめに

漏洩磁束の高精度な検出に対しては、センサ及び欠陥寸法と漏洩磁束測定値との定量的な関係を明らかにすることが重要である。本探傷法は、測定条件によって深さ0.3 mm 以下の割れ状の欠陥が検出可能とされている。これらの微小欠陥を含む割れ状欠陥の定量的評価に対し、センサ寸法、欠陥寸法及びリフトオフが関連する漏洩磁束測定値の実験式の導出について検討し、漏洩磁束探傷におけるセンサ設計に有用な指針を示すものとした。

3. 1. 2 センサモデルと出力

ホール素子の出力は、その素子面に直角に交わって通過する磁束密度の大きさに比例する。そこで、図14に示すようにXY軸上で幅w、長さlのセンサ（ホール素子）モデルを考える。このモデルの二つの出力端電極はx = 0及びWに位置しており、それらはY軸に平行な軸上にある。また、ホール素子の厚さは無視できるものとする。

いまホール素子面上のP (x, y)を通るX軸に平行な軸上の電圧Eを考えることにする。この素子に供給する電流をIとして、素子面に直角に交わる空間の磁束密度をB₀(x, y)とすると、このホール素子の電圧は

$$E = R_H I \int_0^l B_0(x, y) dx \quad \dots\dots\dots(6)$$

R_H : 比例定数

と表せる。

ここで考える溝状欠陥の長手方向がホール素子の長さlに比較して十分に長い場合、Y軸に平行な軸上の各点の漏洩磁束はほぼ均一と考えられるため、漏洩磁束の分布はX軸方向のみの変化を考えればよい。したがって、素子面全体を直角に横切る磁束密度Bは、ホール素子面内の平均値として次式のように表せる。

$$B = \delta (R_H I / w) \int_0^l B_0(x) dx \quad \dots\dots\dots(7)$$

δ : 比例定数

上式は、欠陥の直上でホール素子を走査したときのセンサモデルより導かれる漏洩磁束値である。したがって漏洩磁束測定値は、方形状素子の一边を無限長欠陥に平行に置いたとき、欠陥に直交する素子幅wによって変化すること

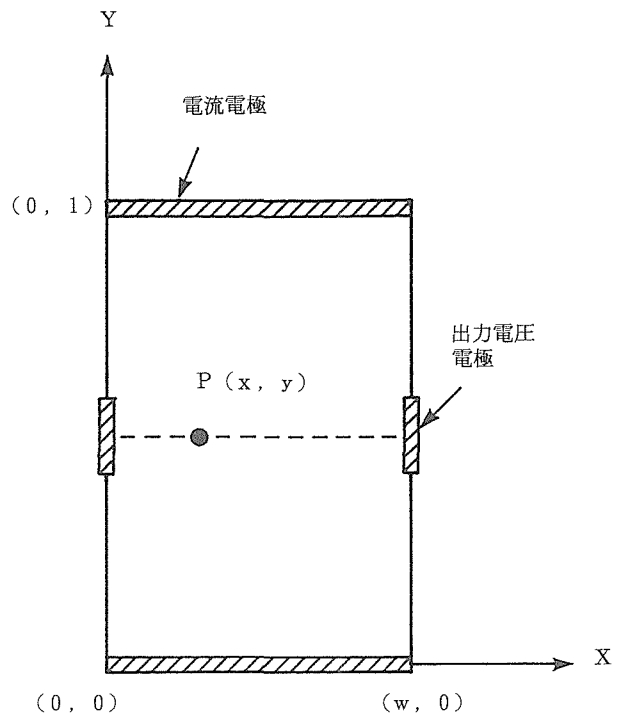


図14 センサ（ホール素子）モデル形状

になる。

3.1.3 試験片及び測定法

ホール素子は市販のGaAs（ガリウムヒ素）及びInAs（インジウムヒ素）の組成による5種の寸法（0.18 t × 0.18 w mm ~ 6.0 t × 1.8 w mm）のものを用いた。試験片はSM50A鋼板（220 t × 50 w × 10 t mm）を用い、人工欠陥は、深さ d = 0.2 ~ 4.0 mm，幅 2 a = 0.29 ~ 2.43 mm，そして試験片の幅方向全長にわたる長さのものを放電加工によって作製した。材料の磁化はDCで行い，漏洩磁束の垂直成分を測定した。

3.1.4 測定結果及び考察

3.1.4.1 センサと欠陥寸法に係わる漏洩磁束測定値の実験式

ホール素子モデルによる漏洩磁束値は，式(7)で表せることを示したが，ここで式(7)における係数 δ (R_Hl/w) は比例係数 ε とセンサ寸法 wⁿ との積として表すことができる。また積分の項はセンサ幅内を通過する真の漏洩磁束の全量を表しており，それは材料の磁化状態が同じであれば，欠陥深さ d，欠陥幅 2 a，リフトオフ h に依存する。したがって式(7)は，これらの関数として次式のように書き表せる。

$$B_z = \epsilon w^n d^i a^j h^m \quad \dots\dots(8)$$

図15は，欠陥深さ d とセンサ幅 w との比に対する漏洩磁束測定値の関係を示す。本図は測定データを直線近似したものである。図の横軸に平行方向の実線は同一深さの欠陥に対する w と B_z の関係を示し，縦軸に平行方向の実線はセンサ幅を一定にした場合の d と B_z の関係を表す。これらの関係は，リフトオフが変化することによって縦軸方向にはほぼ平行移動する。また，欠陥幅 2 a が変化した場合の漏洩磁束測定値はほとんど一定であったことから，ここでは，2 a による漏洩磁束測定値の変化は無視できるものとした。

同図より，次式で示される実験式が得られた。

$$B_z = \beta h^{-1} d^m w^n \quad \dots\dots(9)$$

ここで，β = 18.77 × 10⁻⁴

i = 0.9

n = 0.29 h + 1.18

m = γ hⁱ⁻ⁿ

γ = 1.4

j = 0.28

である。

漏洩磁束測定値は，真の漏洩磁束とそれを検出するセンサ及び測定位置（リフトオフ）が関連してくるため，いずれの変数に対してもリフトオフが関与していることが式(8)より示される。欠陥深さ d による漏洩磁束は材料表面とセンサ間距離（リフトオフ）h によって異なり，センサ幅 w による漏洩磁束測定値もまたリフトオフ h による影響を受ける。また，式(9)では，漏洩磁束が欠陥幅 2 a に依存しな

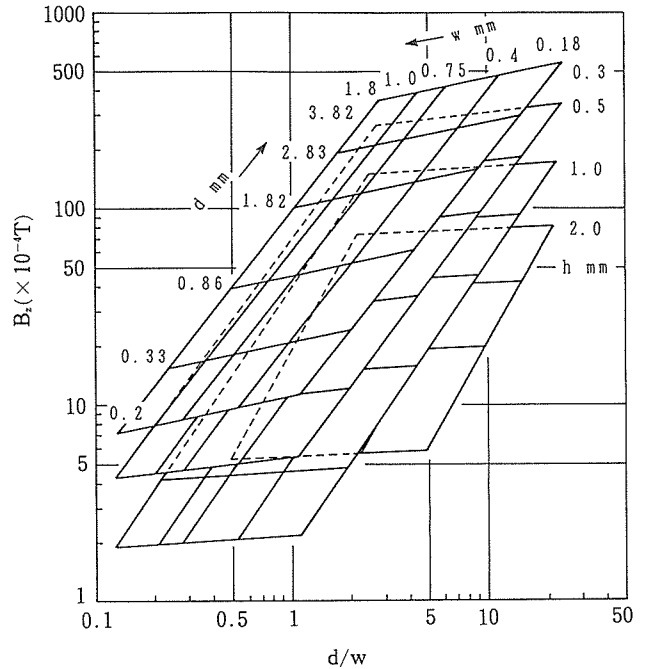


図15 欠陥深さとセンサ幅の比 d/w に対する漏洩磁束 B_z

いとしているため，式(8)における a^j は式(9)において 1 と置かれている。通常はリフトオフを一定にして測定が行われるため，h を定数と考えれば実験式(9)はセンサモデルより示される式(8)と形式的に一致する。本実験式を疲労亀裂に対して適用した結果について以下に示す。

図16は，疲労亀裂試験片（d = 0.4 mm，2 a = 0.005 mm）に対する，漏洩磁束測定値と実験式(9)による計算値との対応を示す。ここで実験式(9)における係数 β は材料の磁化状態，材質などにより異なる値をとるため，ここでは疲労亀裂試験片に対する測定より得られた値 β = 6.0 × 10⁻⁴ を適用した。

図における計算値と実測値とで比較的良好な一致が示される。図より，リフトオフ h が大きい場合の漏洩磁束測定値は小さくなり，センサ寸法による差がないことが示される。したがって，この場合は小さい寸法のセンサを使う効果が小さい。一般に適用される実用的なリフトオフ h は探傷感度などを考慮して，h = 0.3 ~ 0.5 mm の範囲にあり，この領域ではセンサ寸法が測定値に及ぼす影響が比較的大きいといえる。

得られた実験式から次のことが推測できる。再現性よく測定できる漏洩磁束の下限値が 3 ~ 4 × 10⁻⁴ T とすると，ここで用いた最小のセンサ幅 w = 0.18 mm であれば，d = 0.2 mm (B_z = 3.7 × 10⁻⁴ T) の疲労亀裂検出の可能性はある。また，同じ試験条件において，d = 0.2 mm の疲労亀裂検出のためには w = 0.3 mm (B_z = 3.2 × 10⁻⁴ T) 以下の小さいセンサを測定に用いる必要がある。

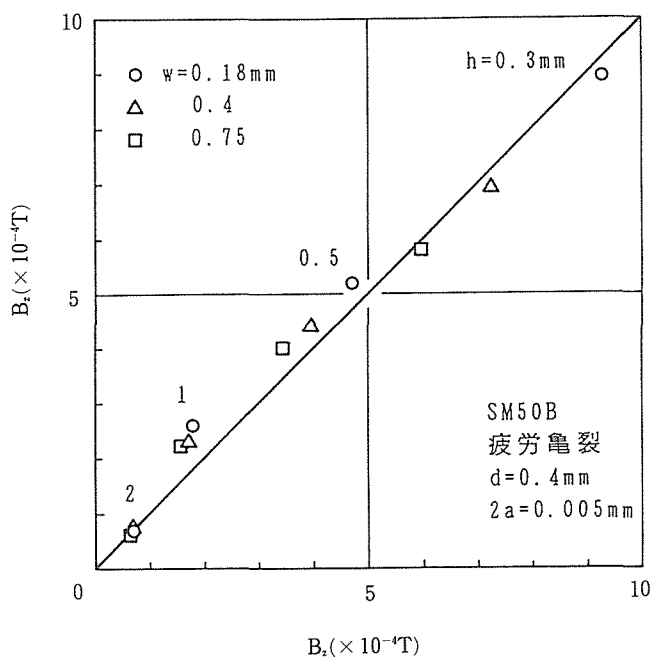


図16 疲労亀裂に対する漏洩磁束測定値と計算値との対応

3. 1. 5 小 括

これまで明瞭でなかったセンサ寸法による漏洩磁束測定値の変化の傾向が明らかにでき、漏洩磁束探傷におけるセンサ設計に有用な指針を示す実験式を得ることができた。本実験式によれば、深さ0.2mmの疲労亀裂検出のためにはセンサ幅が0.3mm以下の小さいセンサを測定に用いる必要があることが推測できる。

3. 2 近接している表面欠陥による漏洩磁束とその評価方法

3. 2. 1 はじめに

低サイクル疲労などにおいては、近接して微小欠陥が発生することがある。このように近接した欠陥においては、それぞれの欠陥端部の磁荷の相互作用により漏洩磁束が複雑な波形となるため、欠陥を明瞭に識別、評価することが困難である。しかし、これらの近接する欠陥に対する基礎的な検討は、これまでに行なわれた例がなく、これらの漏洩磁束を明らかにし、その評価方法を開発することは、これらの微小欠陥を弁別及び定量評価する上で重要である。そこで、近接した二つの表面割れ（近接割れ）による漏洩磁束を磁気双極子モデルと実験より明らかにし、その評価法の開発について検討した。

3. 2. 2 磁気双極子モデル

図17に示すような溝状の欠陥が、材料表面上に近接して存在するとき、二つの溝の近接によって溝端面に分布する微小磁荷が変化しないものと仮定すると、漏洩磁束の接線成分 B_x 及び法線成分 B_z は、次式によってそれぞれ表すことができる。

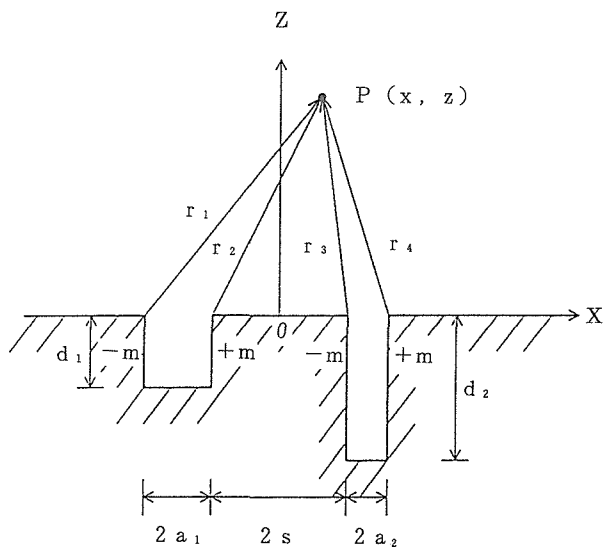


図17 近接割れの磁気双極子モデル

$$B_x = \frac{m}{2\pi} \left\{ \tan^{-1} \frac{d_1(x+s)}{(x+s)^2 + z(z+d_1)} - \tan^{-1} \frac{d_1(x+2a_1+s)}{(x+2a_1+s)^2 + z(z+d_1)} + \tan^{-1} \frac{d_2(x-2a_2-s)}{(x-2a_2-s)^2 + z(z+d_2)} - \tan^{-1} \frac{d_2(x-s)}{(x-s)^2 + z(z+d_2)} \right\} \dots\dots(10)$$

$$B_z = \frac{m}{4\pi} \left\{ I_n \frac{(x+s)^2 + (z+d_1)^2}{(x+s)^2 + z^2} - I_n \frac{(x+2a_1+s)^2 + (z+d_1)^2}{(x+2a_1+s)^2 + z^2} + I_n \frac{(x-2a_2-s)^2 + (z+d_2)^2}{(x-2a_2-s)^2 + z^2} - I_n \frac{(x-s)^2 + (z+d_2)^2}{(x-s)^2 + z^2} \right\} \dots\dots(11)$$

ここに導出した解析モデルは、二つの割れが近接して存在しても、互いの割れ端面の磁荷が変化しないと仮定した場合に成り立つものであり、二つの割れが大きく接近したことにより各端面の磁荷の大きさが変化する場合には成立しない。

3. 2. 3 試験片及び測定法

試験片には構造用鋼SM50A (220 t × 50 w × 10 tmm) を用い、それにワイヤカットによる放電加工で割れを模擬する溝を加工した。放電加工溝は試験片の幅方向に長く、そ

れらが平行になるように配置されている。また試験片に加工した溝寸法は、深さ $d = 1 \sim 4$ mm, 幅 $2a = 0.3 \sim 2.4$ mm, 近接割れ間距離 $2s = 0.7 \sim 23.7$ mm の範囲とした。

試験片の磁化には DC を適用し、センサにはホール素子 ($0.18t \times 0.18w$ mm) を用いて漏洩磁束の法線成分を測定した。漏洩磁束の測定は、溝の長手方向に対して直角に横切るようにセンサを走査させて行なった。

3. 2. 4 測定結果及び考察

3. 2. 4. 1 磁気双極子モデルの計算と実測による漏洩磁束波形

図18は磁気双極子モデルより導かれた式(10), (11)を用いて、等しい深さの割れ(深さ1 mm, 幅0.3mm)が近接する場合の漏洩磁束波形を計算した結果を示す。接線成分と法線成分波形が近接割れ間距離によって変化する様子が示される。

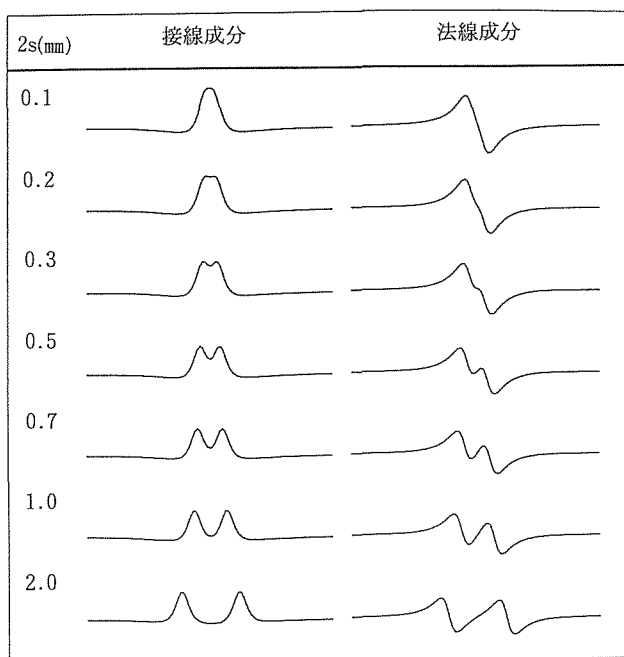


図18 近接割れの漏洩磁束波形 (計算)

接線成分波形においては、近接割れ間距離 $2s$ が小さくなるとともに二つの正ピークが近付き、最後には一つのピークとなる。法線成分波形においては、一つの割れが正負の二つの等しいピークを持ち、近接割れ間距離が小さくなるとともに、近接する側の割れ端面による正負のピークが重なり、それらの相互作用による小さいピークが生じる。この小さいピークは近接割れ間距離が小さくなるとともに小さくなり、最後には判別が不可能となり外側の正負ピークだけになる。

図19は、人工溝(以下、単に割れと呼ぶ)の測定により得られた漏洩磁束の法線成分波形を示す。横軸はセンサの

割れ深さ $d_1 = d_2 = 1.0$ mm
 割れ幅 $2a_1 = 2a_2 = 0.3$ mm
 リフトオフ $h = 0.3$ mm

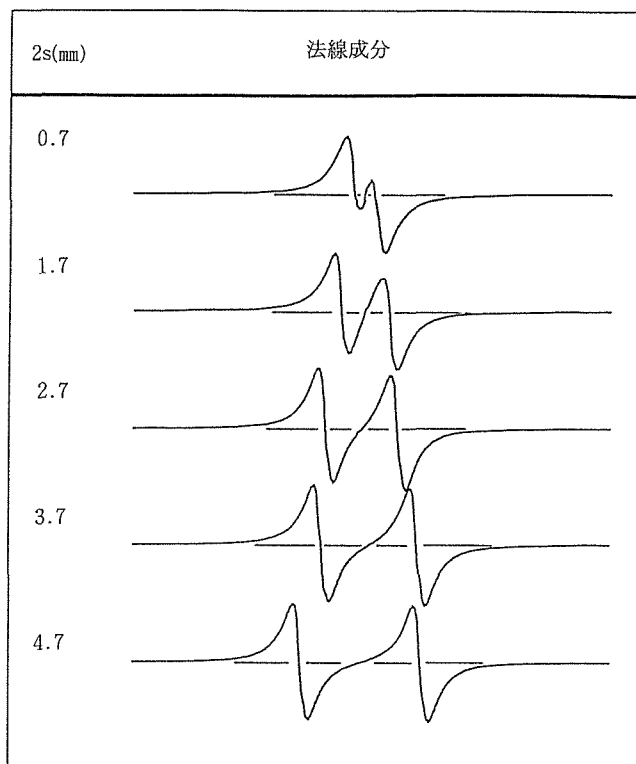


図19 近接割れの漏洩磁束波形 (測定)

移動距離、縦軸は漏洩磁束の振幅である。図18と同様に、近接割れ間距離 $2s$ の変化によって、割れ近傍の漏洩磁束波形が次第に変化している。ここでは等しい深さの割れが近接する場合の測定結果であり、近接割れ間距離が0.7 mm あたりまでの変化の傾向は、図18における単純化したモデルによって示される法線成分波形の変化とよく対応している。

図20は近接して存在する割れの一つの割れ深さが1 mm 一定で、他方が1, 2, 3, 4 mm の場合の近接割れ間距離 $2s$ と漏洩磁束の関係を示す。漏洩磁束は、割れ深さ1 mm の割れによる漏洩磁束のピーク・ピーク値を取った。図より、小さい方の割れの磁荷に及ぼす影響は、近接する割れの寸法及び近接割れ間距離によって異なることが示される。このような現象は、近接する小さい方の割れを漏洩磁束測定値から評価することがこのままでは困難であることを示している。

また、近接割れではそれぞれの割れによる漏洩磁束の相互作用によって生じる波形の微小変化を検出するセンサの分解能が重要になってくる。そのためにはできるだけ小さいセンサを用いて、リフトオフを小さくすることが必要である。

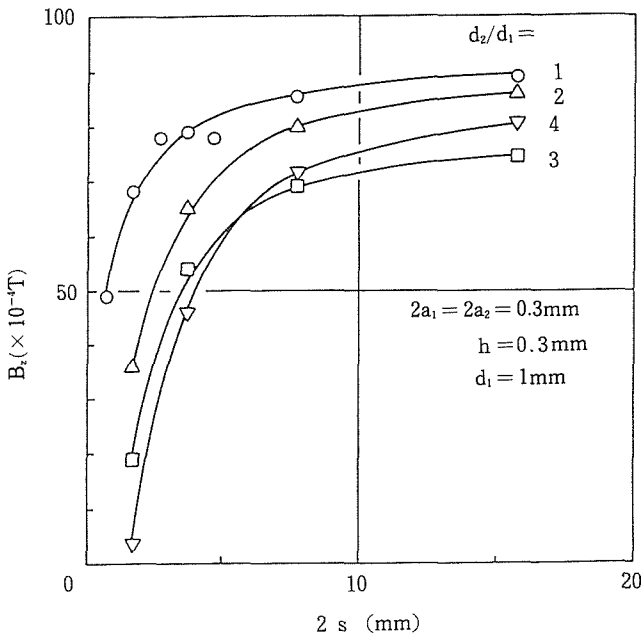


図20 深さの異なる割れが近接する場合の小さい方の割れにおける近接距離と漏洩磁束の関係

3. 2. 4. 2 近接割れ評価法の検討

近接割れに対し、次の二つの評価法すなわち漏洩磁束法線成分のピーク値による評価法及びベクトル軌跡パターン認識による評価法について検討を行った。以下にこれらの評価法について示す。

(1) 漏洩磁束法線成分のピーク値による評価法

二つの等しい寸法の割れが平行に近接して存在する場合及び近接して存在する割れの深さが異なる場合、これらの外側の割れ端面による各ピーク値は近接割れ間距離によって変化しない。このことから、深さの等しい割れ及び異なる深さの深い方の割れは漏洩磁束のピーク値から評価可能である。しかし深さが異なる場合の小さい方の割れは、大きい方の割れの磁荷の影響が大きく、原波形のままでは評価できない。この場合には、次に示す波形の減算によって小さい方の割れの波形を抽出して評価可能である。

図21は、近接割れ間距離 $2s = 0.7\text{mm}$ の場合で、測定波形の矢印で示した部分は小さい割れによる波形の変化を示し、大きい方の割れ深さ d_2 が大きくなるにしたがってそれは不明確となって行く。これらの原波形では小さい波形の振幅が読取り難いが、減算処理後の波形では振幅を十分に読取ることができる。大きい方の割れが小さい方の割れ深さの2, 3, 4倍となると小さい方の割れの漏洩磁束は、波形処理によってそれぞれ7.6, 3.8, 3.5 ($\times 10^{-4}\text{T}$) として得られている。このように二つの割れが非常に近接している場合の小さい方の割れ寸法の評価は、波形処理後に読取った小さい方の割れによる漏洩磁束値を、各 d_2 ごとの $2s$ と漏洩磁束の関係に整理しておくことにより、波形

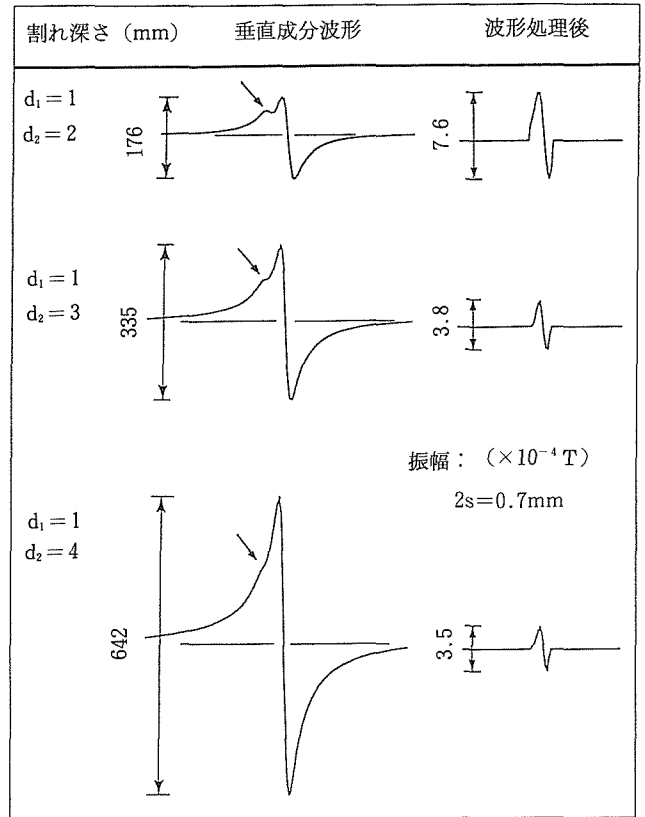


図21 近接割れによる漏洩磁束波形処理の効果

処理後の測定値により推測が可能となる。

(2) ベクトル軌跡パターン認識法

漏洩磁束の時間軸波形では、近接割れ間距離が小さくなると、欠陥の弁別が困難となることから、より明瞭に近接割れが弁別、評価できる手法の一つとして新たに以下の方法を提案する。

漏洩磁束の検出は複数素子により構成されるセンサ^{10,11)}を用いて行い、同時に得られる漏洩磁束の接線及び法線成分をX-Y座標系の横軸と縦軸にそれぞれ入力する。すると図22に示すように、割れによる漏洩磁束の変化は円弧状の軌跡を描き、 B_z 軸の振幅を示す法線成分の正負のピーク P_1, P_3 は円弧の上下に位置し、 B_x 軸の振幅を示す接線成分のピーク P_2 は円弧の右端に位置する。ここで示される軌跡の大きさは漏洩磁束の大きさに比例する。したがって、割れ深さは軌跡の大きさから評価が可能である。

図23は、磁気双極子モデルによる式(10), (11)を用いて計算したベクトル軌跡パターンの変化を示す。これは近接割れの寸法が等しい場合で、図における $2s = 2\text{mm}$ では横軸に軸対称な同じ大きさの円弧状の軌跡が二重に描かれ、離れた二箇所に同じ寸法の割れがあることを示している。近接割れ間距離が小さくなるとともに、同じ大きさの二重であった円弧が外側の大きな円弧と、それに内接する小さな円弧となる。両方の割れが更に近接して存在すると、そ

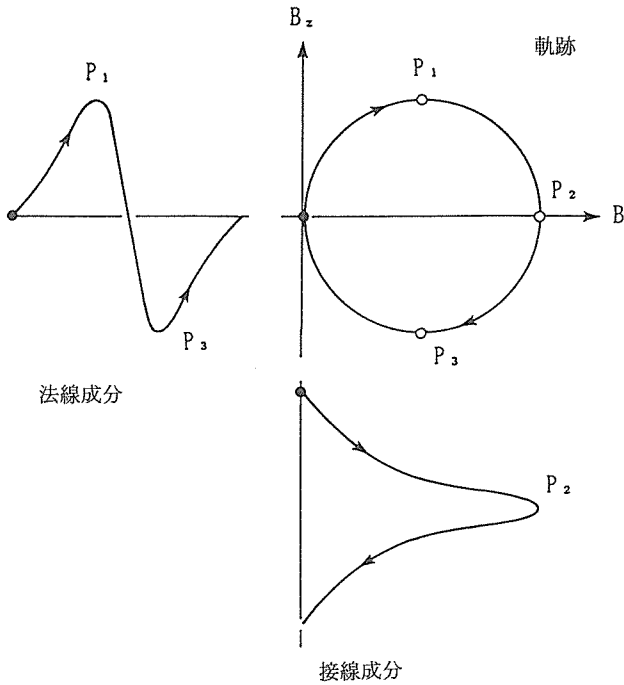


図22 ベクトル軌跡パターン模式図

割れ深さ	$d_1 = 1.0\text{mm}$
	$d_2 = 1.0\text{mm}$
割れ幅	$2a_1 = 0.3\text{mm}$
	$2a_2 = 0.3\text{mm}$
リフトオフ	$h = 0.3\text{mm}$

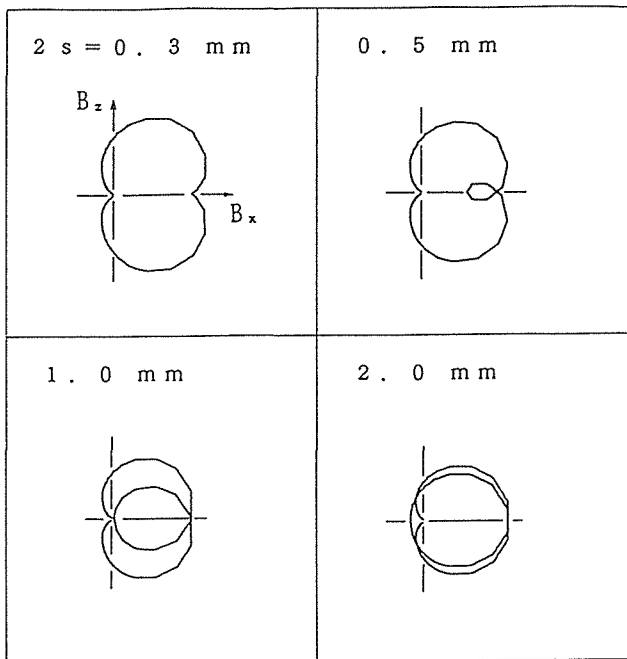


図23 等しい深さの近接割れによるベクトル軌跡パターン

の小さな円弧も消滅して外側の一つの円弧だけとなるが、外側の円弧と横軸との交点の最大値の点で円弧の凹みができ、これが近接割れの特徴を表している。割れ深さは円弧の B_z 軸方向の振幅の最大または最小値で評価することができる。

また深さの異なる近接割れにおいては、内側の小円弧が B_x 軸上ではなく、その位置は $2s$ の大きさに依存して外側の円弧に内接して示される。

近接割れの弁別と評価は、これらの近接割れのベクトル軌跡パターン認識手法を用いることにより、時間軸波形の観測で行うよりも、精度よくできると考えられる。しかし、この手法では時間成分が示されていないので、近接割れ間距離や割れ位置を知りたい場合には、時間軸波形も同時に得ておく必要がある。また、深さの異なる割れが近接する場合のベクトル軌跡パターンの評価においては、時間軸波形の場合と同様に、近接割れの各深さ d_1, d_2 及び近接割れ間距離 $2s$ の変化の関係をあらかじめ求めておく必要がある。また、リフトオフの増加は漏洩磁束の大きさを減少させるため、ベクトル軌跡パターンにおいては漏洩磁束の大きさを表す円弧が小さくなり、深さが異なる近接割れでは小さい方の割れによる円弧の認識が困難となる。したがってリフトオフは、できるだけ小さくして測定することが近接割れを精度よく評価する上で重要となる。

3.2.5 小 括

近接割れの磁気双極子モデルを導出し、その漏洩磁束波形を計算と実測より明らかにできた。近接割れの評価法として時間軸波形のピーク値による方法とベクトル軌跡パターンによる方法について示した。

時間軸波形による評価では、波形のピーク値で近接割れが評価できる。しかし、割れ深さ比が異なる場合の小さい方の割れは、大きな割れの磁荷による影響が大きく、原波形からの評価が困難である。したがって、ここでは大きな割れによる波形成分を原波形より減算処理して、小さな割れによる波形成分のみを取り出して、補正、評価することが可能であることを示した。

また、新しい評価法として、二つのセンサを用いて漏洩磁束の接線及び法線成分を同時に測定し、これらの合成によるベクトル軌跡から欠陥寸法を評価する方法を提示した。近接割れの特徴的なベクトル軌跡パターンとその大きさから、近接割れの評価が可能であることを明らかにした。

4 総 括

材料の微小欠陥の非破壊定量・評価について超音波探傷技術と漏洩磁束探傷技術を用いて検討した。

前者では超音波の波長に対して欠陥が十分大きい範囲として超音波斜角探傷の基本特性である斜角探触子の入射点と屈折角の弾性波動論的意味付けを行ない、また、端部エコーの生成機構を明かにして欠陥検出・評価の定量化を可

能とし、欠陥の大小に共通した基礎問題を明らかにした。また、波長に対して欠陥が十分小さい範囲として線形システム理論の適用から損傷の周波数応答による損傷評価法を提案し、マイクロボイドの発生と成長で起こるクリープ損傷の検出・評価が可能なることを明らかにした。このアプローチは他の材質・欠陥評価法として振興調整費研究へと発展させ研究を継続している。

後者では微小欠陥の定量的評価に対し、センサ寸法の影響を考慮した漏洩磁束値を明らかにする実験式を導出した。本実験式は、漏洩磁束探傷におけるセンサ設計において有用な指針を示すものである。また、近接して存在する割れの評価においては、その漏洩磁束波形変化を明らかにし、その評価法の開発について検討した。時間軸波形のピーク値による評価法とベクトル軌跡パターン認識による評価法を提案し、その有用性を明らかにした。交流励磁による探傷においては、周波数による漏洩磁束の振幅と位相の傾向がつかめた。欠陥の定量的評価の基礎を明らかにする上で、更に、浸透深さ、材質、表面粗さ等と漏洩磁束との関係を検討することが重要と考えられる。

参 考 文 献

- 1) JIS Z 2345(1987), 超音波探傷用標準試験片
- 2) 斎藤鉄哉, 松本庄次郎, 伊藤秀之, 福原熙明, 植竹一蔵, 山脇寿: 非破壊的材料評価手法に関する研究, 金属材料技術研究所報告集, 12, (1991) 255.
- 3) 木村勝美, 斎藤鉄哉, 伊藤秀之, 福原熙明, 星本健一, 松本庄次郎, 植竹一蔵, 山脇寿: 非破壊試験法による欠陥及び材質変化の定量的検出に関する研究, 金属材料技術研究所報告集, 9, (1989) 253.
- 4) H.Fukuhara and T.Saito: Numerical Calculation of the Shift of Probe Index of Ultrasonic Angle Probes, NDT International, 23(1990) 276.
- 5) 福原熙明: 斜角探触子の入射点と屈折角に関する数値実験, 非破壊検査, 39(1990) 875.
- 6) H.Fukuhara: Determination Condition of Probe Index and Beam Angle IIW Type Standard Test Block, First Far East Nondestructive Testing Conference, (1991) 9.
- 7) H.Fukuhara: Numerical Simulation for the Effect of Sound Velocity Anisotropy on Shift of Probe Index and Beam Angle of Ultrasonic Angle Probes, Non-destructive Testing Evaluation, 8(1992) 417.
- 8) 福原熙明, 新谷紀雄, 京野純郎: クリープ損傷の超音波による検出, 非破壊検査, 40(1991) 450.
- 9) 新谷紀雄, 京野純郎, 九島秀昭, 横井 信: 1.3Mn-0.45 Mo-0.5Ni 鋼のクリープ破壊機構と破断寿命, 材料, 33(1984) 441.
- 10) 植竹一蔵, 伊藤秀之: 欠陥漏洩磁束に及ぼす磁化方向角度の影響, 非破壊検査, 30(1981) 631.
- 11) 植竹一蔵, 伊藤秀之: 漏洩磁束探傷におけるリフトオフ効果と欠陥寸法評価方法, 非破壊検査, 33(1984) 788.

研 究 発 表

(口 頭)

- 1) Determination Condition of Probe Index and Beam Angle Using IIW Type Standard Test Block, H.Fukuhara, First Far East Nondestructive Testing Conference, (1991), 9.
- 2) 漏洩磁束探傷におけるセンサ寸法と分解能について, 植竹一蔵, 伊藤秀之, 斎藤鉄哉, 日本非破壊検査協会春期大会, (1990. 3).
- 3) センサ寸法と漏洩磁束の関係について, 植竹一蔵, 伊藤秀之, 斎藤鉄哉, 日本非破壊検査協会第3分科会, (1991. 2).
- 4) The Relation between Measured Value of Magnetic Flux Leakage and Sensor Size, I.Uetake, H.Ito and T.Saito, The 5th International Symposium on NDT Characterization of Materials, (1992. 5).

(誌 上)

- 1) 斜角探触子の入射点と屈折角に関する数値実験, 福原熙明, 非破壊検査, 39(1990) 875.
- 2) クリープ損傷の超音波による検出, 福原熙明, 新谷紀雄, 京野純郎, 非破壊検査, 40(1991) 450.
- 3) Numerical Simulation for the Effect of Sound Velocity Anisotropy on Shift of Probe Index and Beam Angle of Ultrasonic Angle Probes, H.Fukuhara, Nondestructive Testing Evaluation, 8(1992) 417.
- 4) Numerical Calculation of the Shift of Probe Index of Ultrasonic Angle Probes, H.Fukuhara and T.Saito, NDT International, 23(1990) 276.
- 5) 漏洩磁束探傷におけるセンサの寸法効果について, 植竹一蔵, 伊藤秀之, 斎藤鉄哉, 非破壊検査, 40(1991) 291.
- 6) The Relation between Measured Value of Magnetic Flux Leakage and Sensor Size, I.Uetake, H.Ito and T.Saito, NDT and Evaluation, Vol.7, No.1-6 (1992) 347.
- 7) 近接している表面溝状きずによる漏洩磁束とその評価法, 植竹一蔵, 斎藤鉄哉, 非破壊検査, 42(1993) 455.

疲労損傷のその場観察技術に関する研究

経常研究

環境性能研究部

松岡三郎, 竹内悦男, 長島伸夫, 蛭川 寿

損傷機構研究部

升田博之, 住吉英志, 池田雄二

平成元年度～平成3年度

要 約

疲労損傷は材料、力学、環境が相互に影響を及ぼし合う複雑な挙動であるが、その本質は材料表面やき裂先端で転位運動により生じるすべり変形、並びにすべり変形で露出する新生面上での吸着・酸化であると考えられることができる。本研究は、このような考えに立ち、走査型トンネル顕微鏡を用いた大気中と水溶液中での材料表面と破面の観察、及びダイヤモンドチップの引っかきで露出させた新生面上の吸着・酸化に対応して放出される光電子の測定を行うことにより、疲労を中心とした材料損傷を高倍率で、しかもその場状態で評価することを目的として行ったものである。

1 緒 言

機械や構造物の信頼性を確保するためには、材料損傷メカニズムを解明することが重要である。疲労損傷を例にとると、図1に示すように、荷重負荷時には転位運動によりすべり変形が生じる。同時に、すべり変形で材料表面に露出した新生面には周囲の水分子や酸素分子が吸着し、それに続いて酸化が進行する。荷重を除荷すると、新生面の吸着・酸化のためにすべり変形は完全に元の状態に戻らず、不可逆的となる。荷重を繰返して行くと、不可逆的変形が蓄積され、疲労き裂が発生する。その後の疲労き裂伝ば過程においても、き裂先端で同様なすべり変形と新生面の吸着・酸化が生じる。したがって、疲労損傷の最も根本的な現象は転位運動によるすべり変形及びそれにより露出した新生面の吸着・酸化と考えることができる。この点は程度の差はあるが、ぜい性破壊、腐食、応力腐食割れなどに関する材料損傷に共通するものである。そこで、疲労を始めとする材料損傷メカニズムを解明するためには、転位運動によるすべり変形を原子レベルで観察し、また吸着・酸化を高精度でその場状態で把握することが重要となる。本研究は、このような点に関し、原子レベルの分解能を有し、さらに真空中のみならず大気中や水溶液中で使用できる走査型トンネル顕微鏡、及び ρA オーダの測定能力を有する光電子測定装置を導入し、疲労を中心とした材料損傷の新しい評価法を開発することを目的として行ったものである。

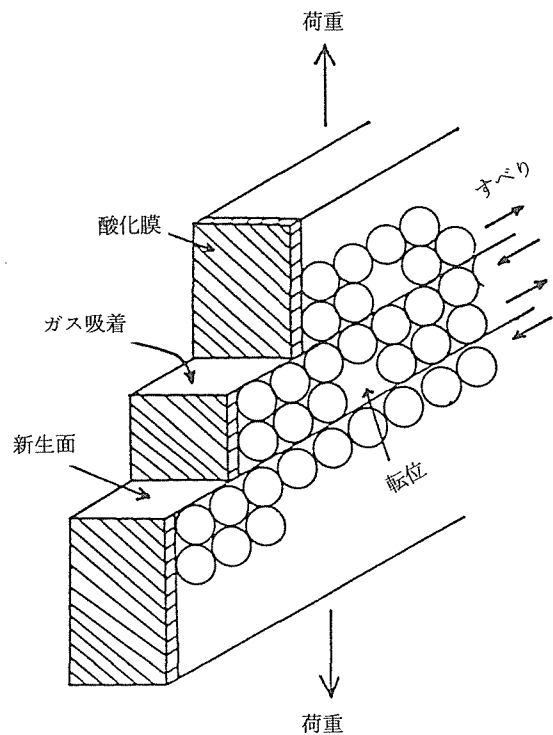


図1 材料表面におけるすべり変形と吸着・酸化の模型図

2 疲労き裂伝ば特性

材料損傷は材料、力学、環境に係わる因子が相互に影響を及ぼし合う複雑な挙動であるが、上述したような転位運動によるすべり変形及びそれにより生じた新生面の吸着・酸化が重要であることを、疲労き裂伝ばを例にしてまず述べる。

図2は室温大気中、高温大気中、3%NaCl水溶液中の da/dN と $\Delta K/E$ の関係である¹⁾。ここで、 da/dN はき裂伝ば速度、 ΔK は応力拡大係数範囲、 E はヤング率である。また、図中に示す最大荷重一定 ΔK 減少法を採用し、き裂閉口を起こさない条件下で試験を行った。このため、横軸の ΔK はそのまま有効応力拡大係数範囲 ΔK_{eff} となり、材料自身が有する特有の疲労き裂伝ば特性を得ることができる。

図2(a)はHT80高張力鋼と1Cr-1Mo-0.25V低合金鋼の疲労き裂伝ば特性である。室温大気中の結果を基準にして比較すると、高温大気中の1Cr-1Mo-0.25V鋼の疲労下限 $\Delta K_{eff,th}$ は大きくなり、これ以上の定常伝ば域での da/dN は加速している。一方、3%NaCl水溶液中の $\Delta K_{eff,th}$ は逆に低下している。図2(b)はSUS403ステンレス鋼の結果であるが、図2(a)の高張力鋼と低合金鋼の結果に比べると、疲労き裂伝ば特性の環境依存性は小さい。

図3は図2のような結果から実用的にも重要な $\Delta K_{eff,th}$ を抜き出し、 $\Delta K_{eff,th}$ 近傍の破面上に形成されていた皮膜の厚さに対して示したものである。

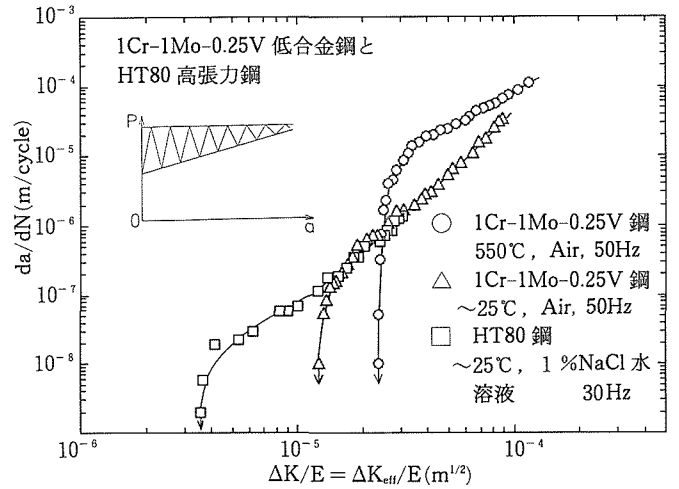
転位論によると、き裂先端の皮膜が存在せず、新生面の状態であるときには、 $\Delta K_{eff,th}$ はき裂先端から転位が射出される下限として、次式で与えられる^{2),3)}

$$\Delta K_{eff,th}/E = (0.38 \sim 0.59) \times 10^{-9} (m^{1/2}) \quad (1)$$

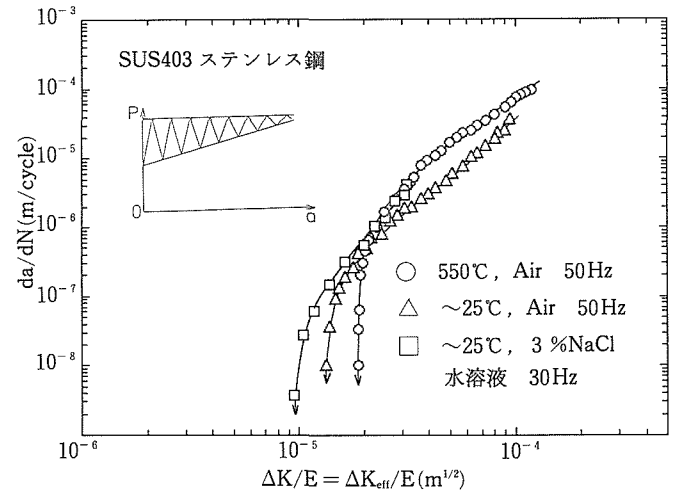
図3で3%NaCl水溶液中でSM50BとHT80高張力鋼並びにS45C炭素鋼において得られた $\Delta K_{eff,th}/E$ の実験値は式(1)で与えられる理論値と一致している。この材料と環境の組合せの場合、き裂先端には単原子層の水分子吸着膜が形成されていると予測できる¹⁾。このような薄い皮膜はき裂先端での転位の射出に影響を及ぼさず、実験と理論が一致したと考えられる。一方、皮膜が厚くなると、転位射出は困難になることが知られている⁴⁾。これに対応し、図3では単原子層の水分子吸着膜に始まり、約5nmの不働態膜、30nm~10 μ mの酸化膜のように、皮膜厚さの増加とともに疲労下限は上昇している。

図4は室温大気中における5083-Oアルミ合金の疲労き裂伝ば特性の湿度依存性を示している⁵⁾。室温大気中のわずかな水蒸気量にも疲労き裂伝ば特性は依存し、湿度が高いほど da/dN は加速している。

従来、疲労特性は力学的側面から検討されてきたが、図2から4で示したように、材料と環境も強い影響を及ぼすことがわかる。疲労下限界を例にとると、き裂先端から一つの転位が射出される限界として疲労下限界は決定され、



(a) 1Cr-1Mo-0.25 低合金鋼と HT80 高張力鋼



(b) SUS403 ステンレス鋼

図2 室温大気、高温大気中、3%NaCl水溶液中の疲労き裂伝ば特性

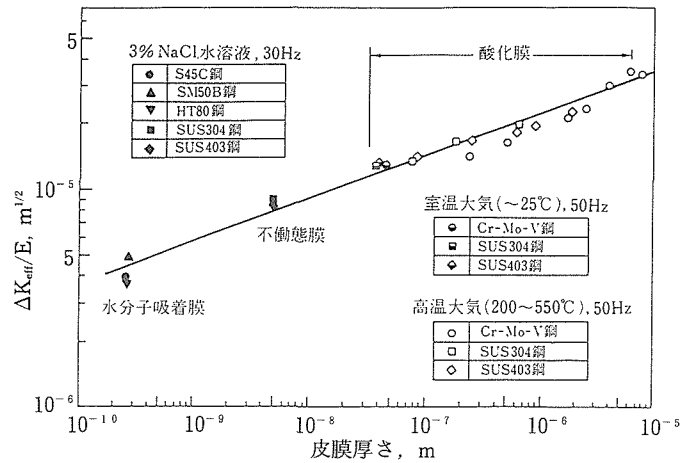


図3 疲労下限界値と皮膜厚さの関係

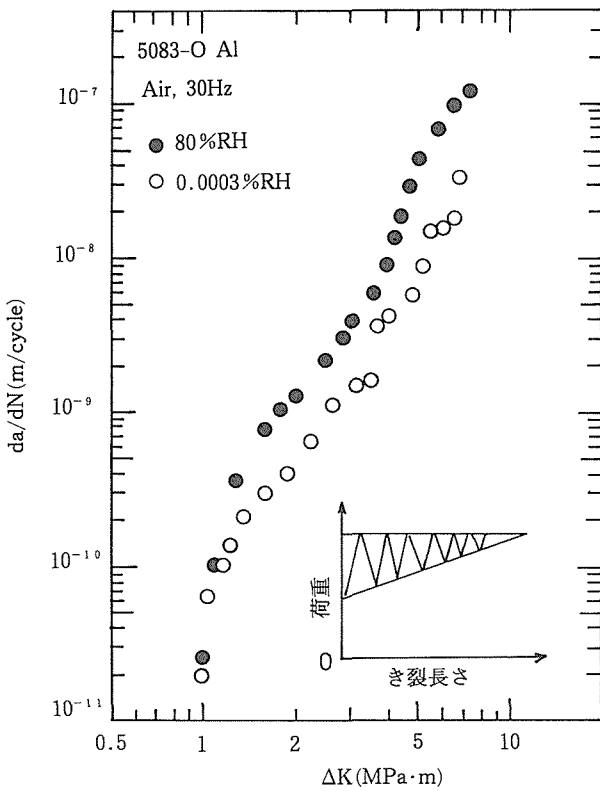


図4 室温大気中における5083-Oアルミ合金の疲労き裂伝ば特性に及ぼす湿度依存性

また材料と環境の影響は、極めて薄い水分吸着膜や不働態膜などを含めて、き裂先端の皮膜が転位射出を押えることを通して反映されることになる。したがって、疲労を始めとする材料損傷を解明するためには、高分解能で高精度な評価技術が必要となる。

3 光電子測定

室温大気中においては光電子を測定することにより、新生面の吸着及び初期酸化過程が評価でき、かつ図4のような疲労特性の湿度依存性あるいは真空度依存性が説明できることを示す。

3.1 光電子測定装置

図5に光電子測定装置を示す⁹⁾。光源は超高圧水銀灯を用い、モノクロメータで波長300~400nmの光に単色化した。測定は、直径2mmの円内を光照射範囲とし、試料表面をダイヤモンドチップで引っかき、新生面を露出させて行った。試料、電子コレクター、超高圧水銀灯は真空槽内に納められており、 10^{-6} Torrより良い真空度まで到達できる。さらに、0.0003%RH(相対湿度)の乾燥大気と80%RHの湿潤大気を空気調整器で発生させ、真空槽内に導くこともできる。また、試料は加熱板により400℃以上まで加熱できる。

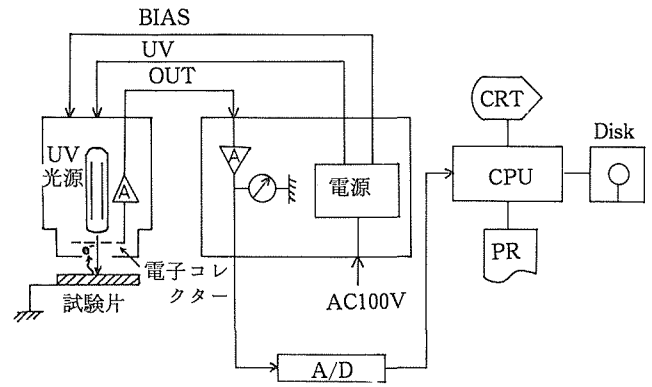


図5 光電子測定装置

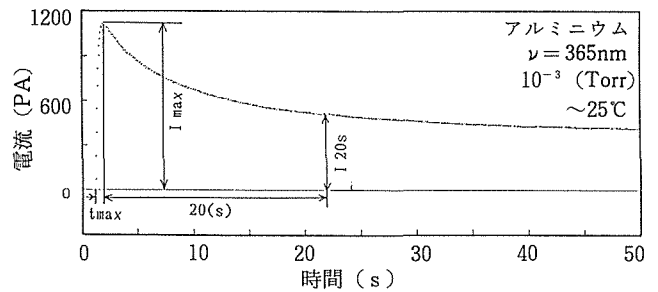


図6 アルミニウムの新生面からの光電子放射挙動

3.2 光電子放射挙動

図6はアルミニウムの新生面からの光電子放射挙動を波長365nm、真空度 10^{-3} Torr、室温($\sim 25^\circ\text{C}$)のもとで調べた結果である。引っかき後、光電子量は急激に増加し、最大値に達する。その後、徐々に減少し、元の酸化膜でおおわれた定常面の状態に戻る。光電子増加過程は空気中の水分子や酸素分子が新生面に吸着する過程、また減少過程は皮膜成長と対応していると考えられている⁹⁾。このような挙動は、光電子が最大となった電流値 I_{max} 、その時の時間 t_{max} 、これから20秒後の電流値 $I_{20\text{s}}$ を用いて整理した。

図7には 3×10^{-6} Torrにおけるアルミニウムとチタンの最大電流と波長の関係である。図の上側のエネルギー E は次式より求めた。

$$E = h\lambda = hc/\nu \quad (2)$$

ここで、 h はプランク定数、 λ と ν は励起光の波長と振動数、 c は真空中での光速である。通常の金属の仕事関数は4eV程度であり、これ以上で光電子が放出される。一方、図7の結果によると、仕事関数以下のエネルギーで電子は放出されている。したがって、この電子は新生面の吸着・酸化反応と関係したエキソ電子であると考えられる。

図8には、アルミニウムにおいて試験温度を変えて求めた t_{max} と真空度の関係を示す。試験温度に関係なく、

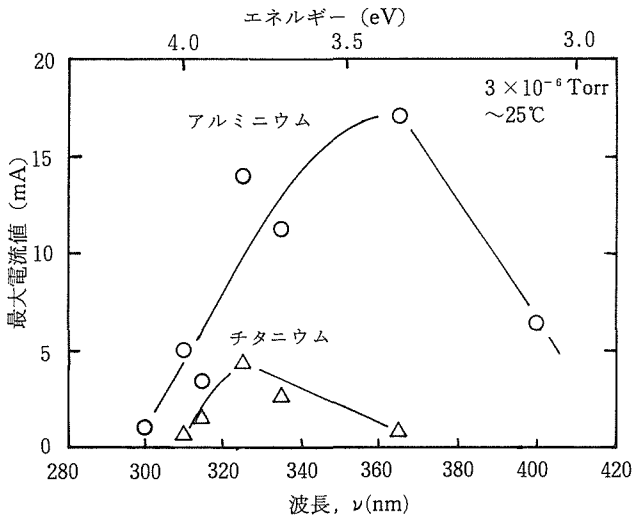


図7 アルミニウムとチタンの最大電流値と波長の関係

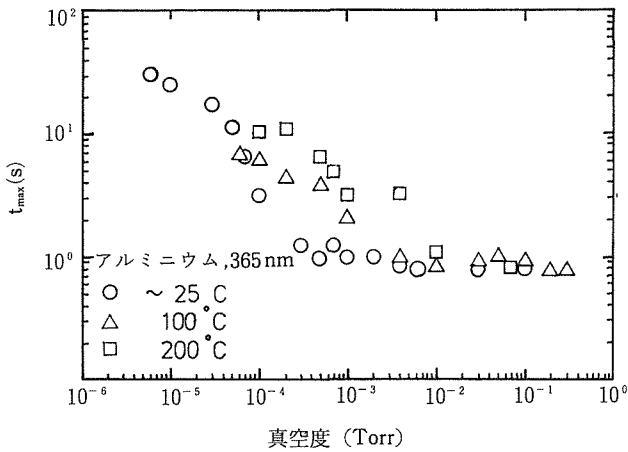


図8 アルミニウムにおける最大光電子放射までの時間 t_{max} と真空度の関係

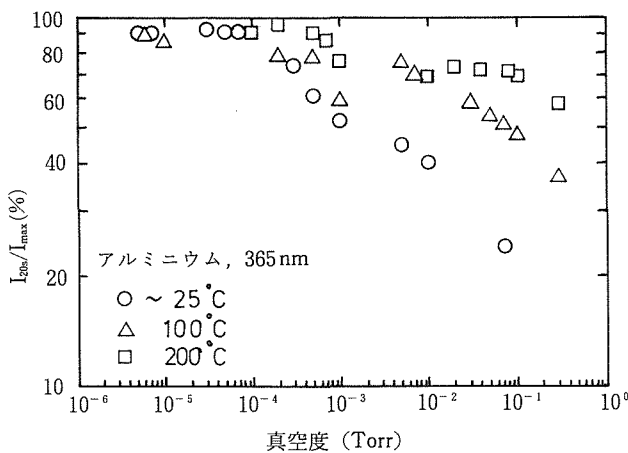


図9 アルミニウムにおける I_{20s}/I_{max} と真空度の関係

10^{-3} Torr 以下で t_{max} は増大しており、新生面の吸着過程は高真空側で穏やかになることがわかる。

図9はアルミニウムにおける I_{20s}/I_{max} と真空度の関係である。 I_{20s}/I_{max} は皮膜成長の目安となるが、この観点からすると、 10^{-3} Torr 以上の高真空側では試験温度に関係なく皮膜成長はゆるやかであると考えられるが、これ以下の低真空側では真空度が低く、試験温度が高いほど皮膜成長は速くなっている。皮膜成長は大気中の水分が重要な役割をはたすと考えると、100または200°Cよりも室温のほうが水分は多く存在するので、皮膜成長は室温で速くなったと思われる。これについては、次で述べる光電子放射に対する室温大気中の湿度の影響を調べると明確になる。

図10はアルミニウムの光電子放射を乾燥大気 (~25°C, 0.0003%RH) と湿潤大気 (~25°C, 80%RH) で調べた結果である。光電子は湿潤大気中のほうが多く放射され、水分子の影響が大きいことがわかる。

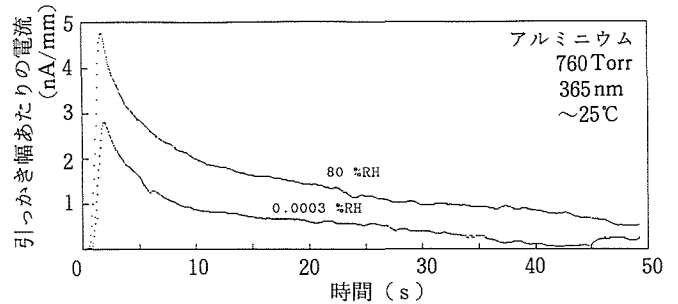


図10 乾燥大気中と湿潤大気中におけるアルミニウムの光電子放射挙動

3.3 光電子放射と疲労特性

前述したように、疲労過程では荷重繰返しごとに材料表面あるいはき裂先端にすべり変形により新生面が露出する。新生面の吸着・酸化が強く起こるほど、荷重除荷時の不可逆変形が大きくなるので、き裂伝ば速度は速くなる。新生面の吸着・酸化は光電子を測定することによって評価できる。この点からすると、図4の5083-Oアルミ合金の疲労き裂伝ば速度は乾燥大気中よりも湿潤大気中で速くなっている。これは図10のアルミニウムの光電子が湿潤大気中で多く、新生面の吸着・酸化が強いことと対応して説明できる。

新生面の吸着・酸化は真空度にも依存し、図8と9の結果は光電子放射挙動が 10^{-3} Torr付近を境として変化している。これに対応し、アルミニウム合金の疲労き裂伝ば特性⁷⁾並びに鉛の低サイクル疲労特性⁸⁾は約 10^{-3} Torr以上の高真空側で良い結果となっている。鉛の光電子放射挙動は文献5)に示してある。

以上で述べたように、新生面から放射される光電子を測定することは室温における疲労特性を解釈する上で有益な情報を与える。また、最近では400°C以上の高温において光電子測定が可能となっていることから、高温酸化の評価

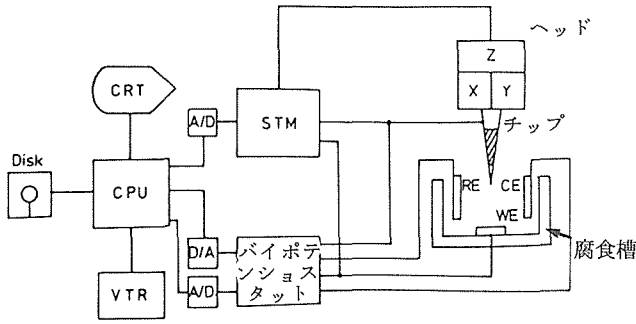


図11 水溶液中で稼働する STM のシステム図

への応用の道が開けつつあり、重点基礎研究の「光励起エキソ電子法による表面酸化損傷の基礎的研究」(平成3年度)で研究が開始されている。

4 走査型トンネル顕微鏡観察

ここでは、走査型トンネル顕微鏡 (STM) を用いることにより、原子レベルでのフラクトグラフィ及び水溶液中での腐食過程のその場観察ができることを述べる。

4.1 走査型トンネル顕微鏡 (STM)

大気中と水溶液中で稼働する2台のSTMを使用した。図11は水溶液中STMのシステム図⁹⁾であるが、これから参照電極 (RE)、対極 (CE)、バイポテンシヨスタットを除き、探針と試料 (WE) の間のトンネル電流を測定する場合が大気中STMとなる。水溶液中STMの場合、腐食槽に水溶液を入れ、電気化学反応が起こる状態にすると、トンネル電流よりも大きなファラデー電流が生じるため、探針と試料のみでは観察ができない。そこで、図11のように参照電極と対極を追加し、かつバイポテンシヨスタットにより探針と試料の電位を別々に設定できるようにする。また、探針は先端の数 μm の部分を残してエポキシ樹脂でコーティングし、電気的ノイズが入り込まないようにする。これにより、水溶液中で電位制御のもとでSTM観察が可能となる。STMヘッドはX、Y、Z方向で $9 \times 9 \times 3 \mu\text{m}$ と $0.6 \times 0.6 \times 0.6 \mu\text{m}$ の走査範囲を有する2種類を使用した。画像データはパーソナルコンピュータで取得した。

4.2 大気中STM観察

図12に銀のバフ研磨面に導入したすべり変形を大気中でSTMにより観察した結果を示す¹⁰⁾。トンネル電流 I_t は1nA、トンネル電圧 V_t は20mVである。すべり変形は種々の材料損傷に共通して起こるものであるが、銀のようなfcc金属ではひずみ量が10%付近ですべり間隔は約 $2 \mu\text{m}$ 、ステップ高さは約 $0.2 \mu\text{m}$ で一度飽和することが知られている¹¹⁾。このような寸法は図12のSTM像において得られている。ひずみ量がさらに大きくなると、すべりステップの根元に約10nm間隔の小さなすべりが生じるが、このような痕跡もSTM像に見られる。

図13はモリブデン単結晶を液体窒素中でぜい性破壊して得た破面の大気中STM像である¹²⁾。図(a)と(h)の間で倍率は2桁以上異なっており、図(h)の最高倍率の走査範囲16nmはモリブデン原子数で約50個に相当している。このように大きく倍率が異っても、それぞれのSTM像にはき裂伝ば

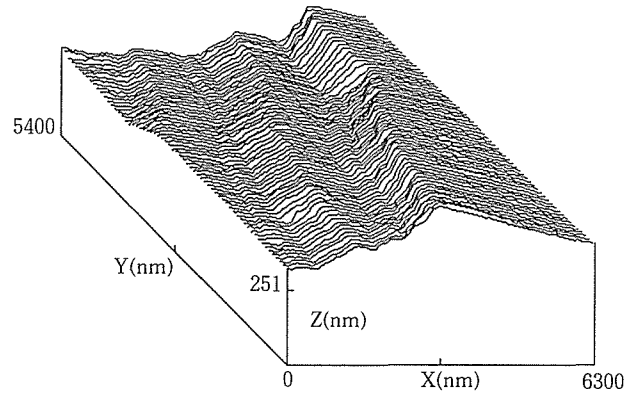


図12 銀のバフ研磨面のすべり変形の大気中STM像
 $I_t = 1 \text{ nA}$, $V_t = 20 \text{ mV}$

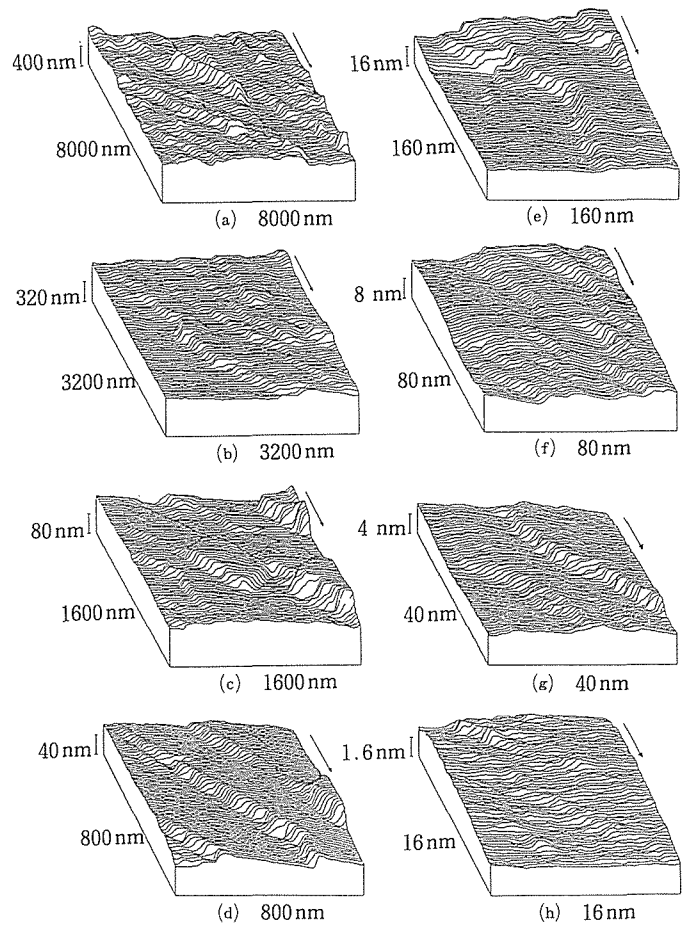


図13 モリブデンぜい性破面の大気中STM像
 $I_t = 1 \text{ nA}$, $V_t = 20 \text{ mV}$

方向に平行なクリベジステップが見られ、互いに良く似ている。倍率が異なっても同じ図形が得られることをフラクタル特性あるいは自己相似性というが、モリブデンのぜい性破面はフラクタル特性を有していることになり、それを特徴づけるフラクタル次元は約1.05であった。

フラクタル特性は理論的には無限小まで成り立つが、実際の現象では下限が存在する。図13では、図(g)までは明瞭なステップが形成されるが、図(h)は平坦になっているように見える。したがって、図(g)のステップ間隔約20 nm 以下になると、フラクタル特性はなくなると考えられる。換言すると、モリブデンのぜい性破面は約20nm を最小寸法として形成されていることになる。この寸法は図12との関係で述べた最小すべりステップ間隔とほぼ等しいことから、ぜい性破壊においてもき裂先端でのすべり変形あるいは転位運動が重要であることを示唆している。同様な結果はクロムのぜい性破面やTi-6Al-4Vチタン合金の疲労破面においても得られている¹³⁾。

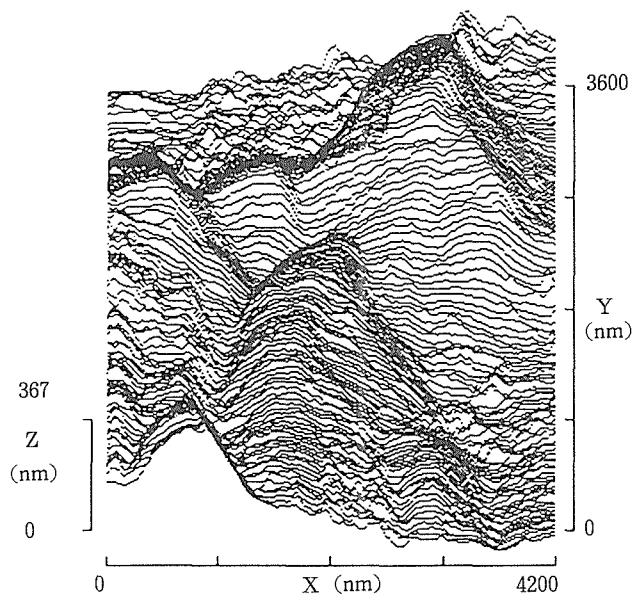
以上、図12と13の結果から、STMを用いることにより、現時点でも原子レベルのフラクトグラフィが可能であることがわかり、今後は個々の転位運動を取り込んだ材料損傷評価も可能になると考えられる。

4.3 水溶液中 STM 観察

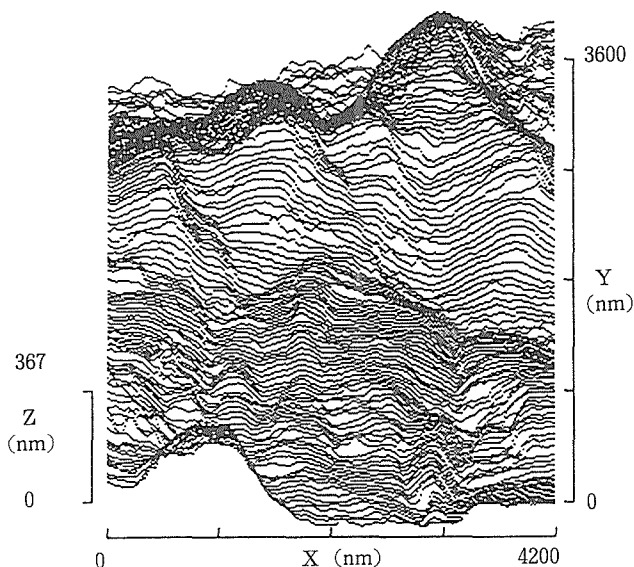
図14は1%NaCl水溶液中のアノード域においてSNCM439鋼をSTMで観察した結果である¹⁴⁾。水溶液中では探針電圧 $E_{tip} = -550\text{mV}$ と試料電位 $E_{WE} = -530\text{mV}$ を別々に設定し、トンネル電圧 $V_t = E_{WE} - E_{tip} = 20\text{mV}$ として与えられる。トンネル電流 $I_t = 2\text{nA}$ である。図(a)は測定開始時、図(b)は12分後のSTM像であるが、明らかに形状が変化し、アノード溶解していることがわかる。両像を差し引き、12分間の溶解速度を求めると、平均で0.27 nm/secであった。一方、電流密度 i_w は 6.80A/m^2 であったが、これよりファラディ変換で求めた計算値は0.25 nA/secとなり、実験値とよく一致した。

図15はSNCM439鋼のアノード溶解面の高倍率像を示す。しかし、測定はアノード電位域からカソード電位域に移して行った。このような高倍率においても、鉄原子数にして約70個に相当する長さの約20nmを周期とする凹凸が観察できた。図13との関係で述べたように、ぜい性破壊は約20nmを最小寸法として起こる可能性を述べたが、溶解過程でも同程度の寸法のマイクロアノードとカソードが重要な役割りをしていると推測できる。

走査型電子顕微鏡を始めとする従来の高分解能測定装置では、水溶液中のその場観察は不可能であった。しかし、図14と15の例のように、STMの導入によって原子レベルに近い領域でその場観察が可能となった。その上に、図14で述べたように連続観察した2つのSTM像を差し引くことによって溶解量の定量的評価ができる。したがって、今後はSTMを腐食疲労や応力腐食割れに適用すると、新規



(a) 測定開始時, $i_w = 6.80\text{A/m}^2$



(b) 12分後, $i_w = 6.80\text{A/m}^2$

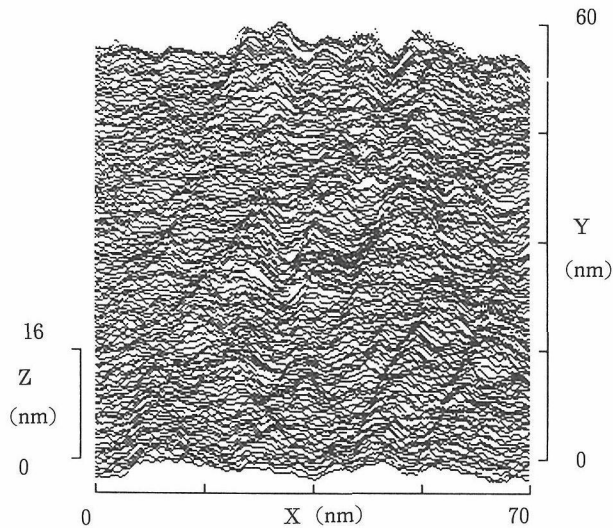
図14 1%NaCl水溶液中のアノード域におけるSNCM439鋼表面のSTM像。 $I_t = 2\text{nA}$, $E_{tip} = -550\text{mV}$, $E_{WE} = -530\text{mV}$, $V_t = 20\text{mV}$

な成果が期待できる。

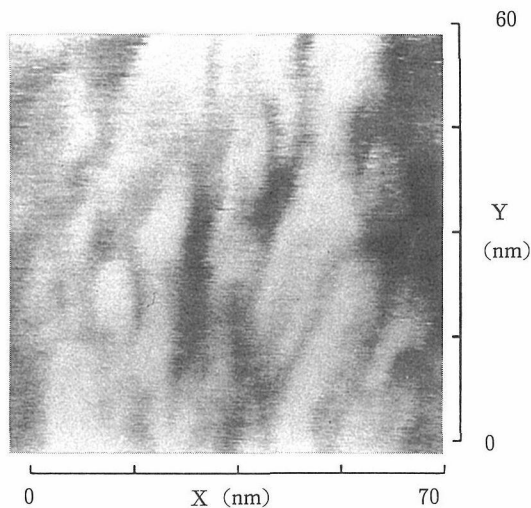
大気中と水溶液中でのSTMを用いた研究はそれぞれインテリジェント材料研究「インテリジェント構造材料に関する研究」(平成3~7年度)と基盤研究「水溶液中における材料損傷の原子レベル評価に関する研究」(平成4~6年度)に引き継ぎ、研究を進めている。

5 結 言

本研究で得られた主な結論をまとめると次のようになる。
(1) 材料と環境の種々の組合せのもとで疲労特性を調べ



(a) 立体イメージ



(b) グレーイメージ

図15 1%NaCl水溶液中で得たSNM439鋼溶解面の高倍率STM像。 $I_t = 1\text{ nA}$, $E_{ip} = -115\text{ mV}$, $E_{WE} = -552\text{ mV}$, $V_t = -437\text{ mV}$

た結果から、疲労を始めとする材料損傷は転位運動によるすべり変形及びすべり変形で露出した新生面の吸着・酸化が重要であることが確認できた。

(2) 大気中においては新生面から放射される光電子を測定することによってガス吸着及びその後の初期酸化を評価することができ、疲労特性の湿度と真空度依存性を説明できた。

(3) STMを用いることにより、大気中では原子レベルでのフラクトグラフィ、水溶液中では腐食などのその場観察ができることが明らかになった。

参考文献

- 1) Matsuoka, S., Masuda, H. and Shimodaira, M., Metall. Trans. A, 21A(1990), 2189.
- 2) Rice, J.R. and Thomson, S., Phylo. Mag., 29-1(1974), 73.
- 3) Yokobori, A.T. and Yokobori, J., Fatigue Crack Growth Threshold Concepts, (1983), 171, AIME.
- 4) Weeks, R., Dundurs, J. and Stippes, M., Int. J. Eng. Sci. 6 (1968), 365.
- 5) 長島伸夫, 升田博之, 松岡三郎, 材料, 40(1991), 1100.
- 6) 宇田広之, 応用機械工学, 26(1985), 169.
- 7) 遠藤吉郎, 駒井謙治郎, “金属の腐食疲労と強度設計” (1982) 養賢堂.
- 8) K.U. Snowden, Acta Metall., 12(1964), 295.
- 9) 升田博之, 長島伸夫, 松岡三郎, 日本機械学会論文集, 57A (1991), 2270.
- 10) 松岡三郎, 鉄と鋼, 75(1989), 1943.
- 11) Jaoul, B., 金属の塑性, (1969), 丸善.
- 12) 住吉英志, 松岡三郎, 石川圭介, 二瓶正俊, 日本機械学会論文集, 57A(1991), 2237.
- 13) 松岡三郎, 住吉英志, 石川圭介, 日本機械学会論文集, 56A (1990), 2091.
- 14) 升田博之, 松岡三郎, 長島伸夫, 材料と環境, 40(1991), 754. (誌上)
- 1) Near-Threshold Fatigue Crack Growth Properties at Elevated Temperatures for 1Cr-1Mo-0.25V and 12Cr Stainless Steels, Matsuoka, S., Takeuchi, E., Nishijima, S. and McEvily, A., Metall. Trans. A, 20A(1989), 741.
- 2) 低荷重繰返し速度下での高温疲労き裂伝ば特性, 竹内悦男, 松岡三郎, 西島敏, 日本機械学会論文集, 55A(1989), 718.
- 3) 変動荷重 ΔK 減少試験法による疲労き裂伝ば機構の研究, 升田博之, 松岡三郎, 材料, 38(1989), 410.
- 4) 変動荷重 ΔK 減少法によるHT80鋼の低 ΔK 域腐食疲労き裂伝ば機構の研究, 升田博之, 松岡三郎, 防食技術, 38(1989), 378.
- 5) 走査トンネル顕微鏡の疲労研究への応用, 松岡三郎, 鉄と鋼, 75(1989), 1993.
- 6) A Method to Obtain Ideal Fatigue Crack Properties for Steels, Masuda, H. and Matsuoka, S., J. Test. Eval., 17 (1989), 394.
- 7) 極低繰返し速度下におけるHT80とSUS304鋼の腐食疲労き裂伝ばの加速現象, 下平益夫, 松岡三郎, 升田博之, 西島敏, 材料, 39(1990), 162.
- 8) 光電子放射測定による金属の初期酸化挙動の研究, 升田博之, 松岡三郎, 長島伸夫, 防食技術, 39(1990), 343.
- 9) 走査型トンネル顕微鏡によるクロムぜい性破面の観察とフラクタル特性, 松岡三郎, 住吉英志, 石川圭介, 日本機械学会論文集, 56A(1990), 2091.
- 10) Fatigue Threshold and Low-Rate Crack Propagation Properties for Structural Steels in 3 Pct Sodium Chloride Aqueous Solution, Matsuoka, S., Masuda, H. and Shimodaira, M., Trans. Metall. A, 21A(1990), 2189.

- 11) The Mechanism of Corrosion Fatigue Crack Propagation in Structural Steels under Variable Loading, Masuda, H. and Matsuoka, S., Corrosion Science, 30(1990), 631.
- 12) 高温疲労き裂伝ばに及ぼす荷重波形の影響, 竹内悦男, 松岡三郎, 西島敏, 日本機械学会論文集, 56A(1990), 2078.
- 13) 走査型トンネル顕微鏡による高温皮膜の観察, 松岡三郎, 升田博之, 池田雄二, 赤池和洋, 越智保雄, 日本機械学会論文集, 57(1991), 2602.
- 14) 電気化学STMによる水溶液中の金属表面のその場観察, 升田博之, 長島伸夫, 松岡三郎, 日本機械学会論文集, 57A(1991), 2270.
- 15) STMによるモリブデン脆性破面の観察とフラクタル特性, 住吉英志, 松岡三郎, 石川圭介, 二瓶正俊, 日本機械学会論文集, 57A(1991), 2237.
- 16) 金属破面のフラクタル, 松岡三郎, 材料と環境, 40(1991), 498.
- 17) Fractal Character of Metal Fracture Surfaces, Matsuoka, S., Corrosion Engineering, 40(1991), 599.
- 18) 金属新生面からの光電子放射, 材料, 40(1991), 1100.
- 19) SNCM439 鋼の応力腐食割れき裂成長に及ぼす結晶粒径の影響とフラクタル特性, 津田政明, 広瀬幸雄, 黒瀬雅詞, 松岡三郎, 黒部利次, 田中啓介, 材料, 40(1991), 1066.
- 20) 走査型トンネル顕微鏡による低合金鋼の微小腐食機構の研究, 升田博之, 松岡三郎, 長島伸夫, 材料と環境, 40(1991), 754.

低温高速環境下の破壊評価の高度化に関する研究

経常研究
環境性能研究部
安中 嵩, 中野恵司
平成元年度～平成3年度

要 約

高レベル放射性物質輸送容器用の肉厚球状黒鉛鋳鉄の弾塑性破壊靱性について、黒鉛粒子分布の影響及び広い範囲の負荷速度依存性を明らかにするとともに、材料の破壊靱性評価法を検討した。

試験機には引張速度に応じて、インストロン引張試験機、電気油圧サーボ式試験機、新たにデザインし製作した落重型衝撃引張試験機を使用した。試験片は25mm厚のコンパクトテンション試験片である。

鋳鉄の厚肉内部は凝固時の冷却速度が遅く黒鉛粒子間距離が長くなる。延性破壊領域の静的破壊靱性は黒鉛粒子間距離が長くなるとともに増加した。この破壊靱性に及ぼす黒鉛粒子分布と温度の影響については、予き裂先端と黒鉛を核として塑性変形によって成長したボイドが連結することによってき裂の進展が開始するとするモデルによって説明できる。

一方、動的破壊靱性への黒鉛粒子分布の影響は小さかった。そして延性-脆性遷移温度は応力拡大係数増加速度の増加とともに上昇した。前者は後者の対数と直線関係があった。

測定した弾塑性破壊靱性から推定される平面ひずみ破壊靱性を降伏強さで割ったパラメータは延性破壊領域では応力拡大係数増加速度や温度によらず一定であり、本材料の材料定数として提案される。なお、このパラメータを用いれば静的試験結果から、動的破壊靱性挙動の推定が可能になる。

得られたデータに基づいて、本材料の延性破壊領域における不安定破壊評価を行った。球状黒鉛鋳鉄は多くの黒鉛粒子を含むために延性破壊領域における破壊靱性値も比較的小さいが、厚板表面の応力が降伏強さ以下であれば、臨界面き裂深さは非破壊検査で検出可能な大きさより大きい。すなわち延性破壊領域であれば、輸送容器用材料として使用可能であると思われる。

1 緒 言

近年、経済性の観点から、高レベルの放射性物質の中間貯蔵兼用の輸送容器として、球状黒鉛鋳鉄製容器の開発がはかられてきた¹⁾。この材料は低温脆性を示すが、その延性-脆性遷移挙動は負荷速度により変化する。輸送容器の健全性をより正確に評価するためには、条件によって変化する事故時の負荷速度を予測し、その負荷速度に対応する温度の関数としての破壊靱性挙動を推定できることが必要である。そして、高コストの設備を必要とし、測定の高い高速試験を行わないでも、静的試験の結果から、動的破壊靱性挙動を推定できることが望ましい。

球状黒鉛鋳鉄はSi量が高く、多量の黒鉛を含むために靱性の低下は否めない。これまで破壊靱性に及ぼすSi量、パーライト量、黒鉛の球状化率などの影響も報告されているが、破壊に大きな影響を及ぼす因子の一つとして黒鉛粒子がある。延性破壊領域における黒鉛量または黒鉛分布の影響については、黒鉛粒子間距離²⁾または黒鉛粒径³⁾が増加するとともに増加するとの報告もあるが、鋳造体が異なれば

他の要因と重なりあい、その影響は明瞭でないことも多い⁴⁾。

厚肉の球状黒鉛鋳鉄鋳造品の場合、鋳造時の冷却速度の差により場所によりマイクロ組織に差を生じる。最終凝固部の肉厚中央部分は冷却速度が遅いため、黒鉛粒子径が大きくなり、一般的に強度や伸びが劣ることが多く⁵⁾、最弱部分とみなされてきた。しかし厚肉球状黒鉛鋳鉄の破壊靱性については肉厚方向の位置による明瞭な差は認められないとの報告⁶⁾、最終凝固部が低いとの報告⁷⁾、さらに黒鉛粒径の増加とともに増加するとの報告⁸⁾があり明確ではない。球状黒鉛鋳鉄厚肉容器の場合、破壊靱性に及ぼす黒鉛粒子分布の影響を明らかにすることは、試験片採取の方法や場所にも関連し、品質保証上重要である。

本研究は厚肉球状黒鉛鋳鉄について、弾塑性破壊靱性に及ぼす黒鉛粒子分布すなわち黒鉛粒子間距離の影響を明らかにするとともに、動的破壊靱性の広い範囲にわたる負荷速度依存性及び温度の影響を明らかにし、その評価法の検討を行うことを目的としたのである。

2 実験方法

供試材は铸放しの外径1350mm, 肉厚500mmの球状黒鉛厚肉円筒铸物の外表面より肉厚の15, 30, 45%の位置から切出した150mm×125mm×60mmの多くのブロックである。冷却速度の差のため厚さ方向の位置により黒鉛分布は異なる。上記15, 30, 45%の位置から切り出した供試材を以後それぞれ材料A, B, Cと称する。

各材料の化学成分を表1に示す。本材料はJIS FCD 300LTに相当するものである。肉厚方向による化学成分の差はほとんど認められなかった。マイクロ組織観察, イメージアナライザ (LUZEX 500) による切断面上の黒鉛分布の測定を行った。黒鉛粒子の平均直径はその面積に相当する円の直径として換算し測定された。球状化率の計算は日本铸物協会特殊铸鉄部会による球状黒鉛铸鉄球状化率判定法によった。

機械的性質の測定は直径4mm, 平行部長さ20mmの試験片を用い, 室温から液体窒素温度まで段階的に温度を変化させて行った。静的及び動的な弾塑性破壊靱性 J_{IC} , J_{ID} の測定は25mm厚のコンパクトテンション (CT) 試験片を用い, 日本機械学会基準JSME S 001に準拠して行った。一部は複数試験片法によったが, 主としてき裂の伝播開始を超音波によって検出する超音波単一試験片法によって測定した。用いた超音波法は試験片上下面の予き裂先端に相当する位置に取り付けた超音波探触子によって超音波透過および反射パルス高さの変化を測定し, これからき裂の発生点を検出することによる破壊靱性測定法である⁹⁾。試験機は引張速度に応じてインストロン引張試験機, 電気油圧サーボ式試験機, 落重型衝撃引張試験機⁹⁾を使用した。

低温試験では冷却槽内に霧状の液体窒素を噴出させ試験片を冷却させたが, その噴出を自動制御し試験温度が一定になるようにした。ただし試験片は遮蔽板によって液体窒素とは直接的には触れ合わないようにした。

表1 試料の化学成分 (重量%)

材料	C	Si	Mn	P	S	Mg
A	3.56	2.02	0.18	0.019	0.002	0.04
B	3.56	2.00	0.18	0.019	0.002	0.04
C	3.56	2.04	0.19	0.002	0.002	0.04

3 実験結果及び考察

3.1 ミクロ組織及び機械的性質

測定した切断面上での黒鉛直径 (円相当直径) の分布を図1に示す。黒鉛の球状化率は高く, パーライトはほとんど見られなかった。材料A, B, Cの順に黒鉛粒子は大きくなるとともに数は少なくなっていた。また結晶粒径は材

料Cのほうが若干大きかったが, その差は小さかった。ミクロ組織の特性をまとめて表2に掲げる。ただし三次元の黒鉛直径 D_V は試料中にはすべて同一直径の球状黒鉛のみがあるものと仮定して, 切断面上で実測した平均黒鉛直径 D_A から計算によって求めた。平均黒鉛粒子間距離は対象となる素過程によって異なるので¹⁰⁾, そのパラメータ $N_A^{-1/2}$ を示した。これについては後述する。

静的な機械的性質に及ぼす温度の影響を図2に示す。室温での引張性質は降伏強さ237MPa, 引張強さ362MPa, 伸び20%程度であった。強度は温度の低下にともなって増加したが, 伸びは-120℃までは室温の値と同程度であった。しかし, それ以下の温度で急激に延性は低下した。静的引張試験における延性-脆性遷移温度は-140℃であった。また, 材料A, B, Cの差は強度には見られないが, 材料A, B, Cの順にやや延性が低下する傾向が見られた。

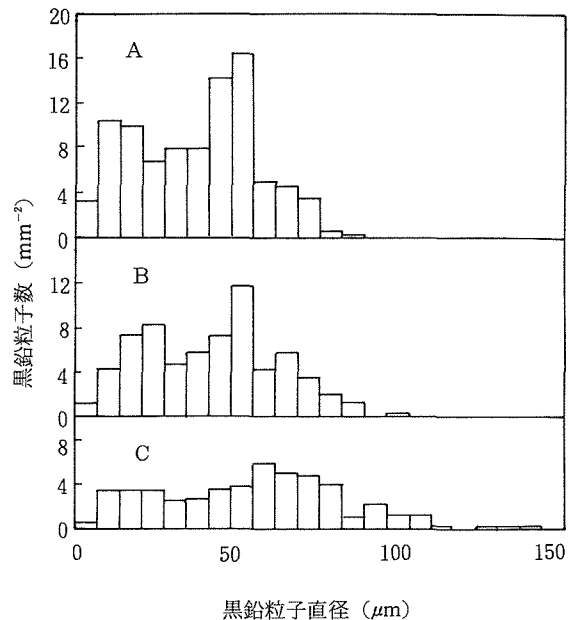


図1 平面上における黒鉛粒子径の分布

表2 球状黒鉛铸鉄の黒鉛粒子分布及び結晶粒度

		A	B	C
黒鉛粒子数	N_A (mm ⁻²)	90.6	67.2	49.5
平面上で測定される平均黒鉛粒子径 D_A (mm)		0.0391	0.0443	0.0513
平均黒鉛粒子径 (3次元)	D_V (mm)	0.0479	0.0542	0.0628
粒子間距離パラメータ	$N_A^{-1/2}$ (mm)	0.105	0.122	0.142
黒鉛球状化率	(%)	98	97	98
結晶粒度番号		5.6	5.1	4.7

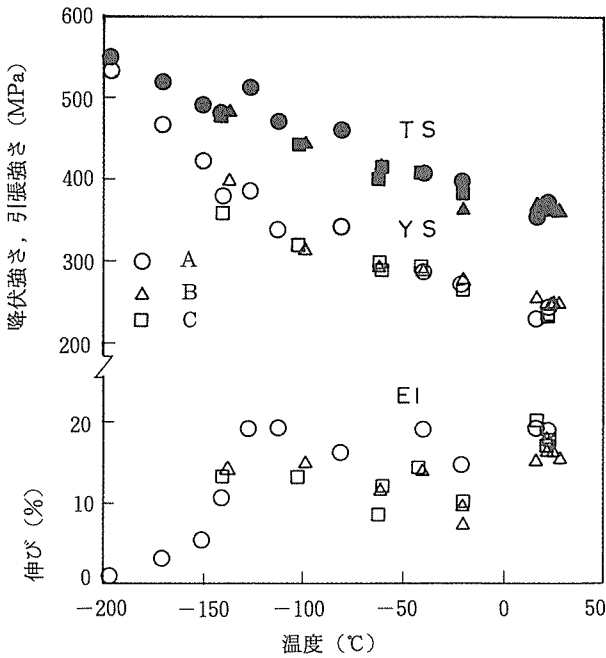


図2 温度による機械的性質の変化

3. 2 静的破壊靱性におよぼす黒鉛粒子分布の影響

複数試験片法によって得られた J-R 曲線を図 3 に示す。この場合鈍化直線は測定できなかったが $J = 2\sigma_f \Delta a$ で与えられる鈍化直線と R 曲線の交点で J_{IC} を求めた。 J_{IC} は外表面に近い材料 A でもっとも低く、内部の材料 C で高くなり、肉厚位置による差がみられた。

J_{IC} に影響を及ぼす因子として、化学成分、強度、結晶粒径、黒鉛粒子の分布などが考えられる。本実験では化学成分、強度や結晶粒径については肉厚位置による大きな差は認められなかったことから、 J_{IC} の肉厚位置による差は黒鉛粒子間距離の影響が大きいと考えられる。延性破壊領域の J_{IC} と粒子間距離パラメータ $N_A^{-1/2}$ の関係を図 4 に示す。室温及び -40°C とも $N_A^{-1/2}$ が増加するにつれて J_{IC} は増加した。

J_{IC} に及ぼす温度の影響を図 5 に示す。図中の I 付き黒印は複数試験片法によって得られた値であり、単一試験片法の結果と併せて図示した。すべての点は J_{IC} の有効条件を満足させる。さらに -100°C 以下の黒印は K_{IC} の有効条件をも満足させる。

J_{IC} は室温からおよそ -70°C までは温度の低下に伴って増加した。このときの破壊の様相は延性破壊であった。また図からも明らかなように複数試験片法と単一試験片法による結果は良く一致し、本材料でも超音波単一試験片法は有効であることが示された。

さらに温度が低下すると温度の低下とともにへき開破面が増大し、 J_{IC} は低下した。この脆性破壊領域では肉厚の位置による差（黒鉛分布の差）は見られなかった。材料 A の弾塑性破壊靱性による延性-脆性遷移温度は -95°C であ

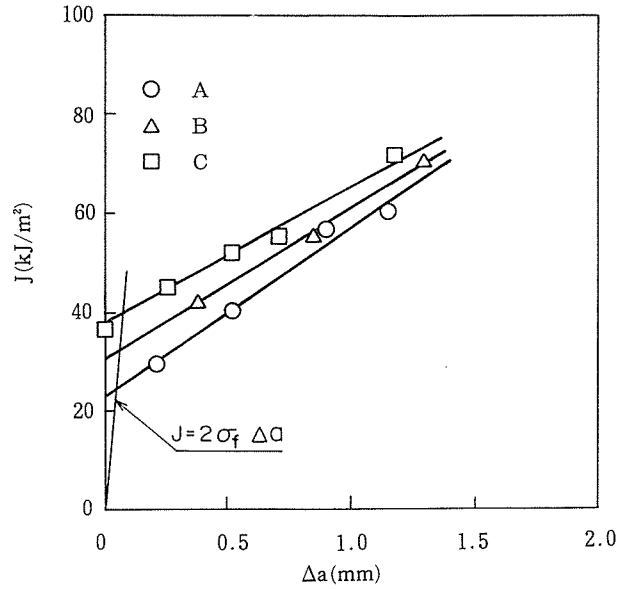


図3 J-R 曲線に及ぼす温度と黒鉛粒子分布の影響

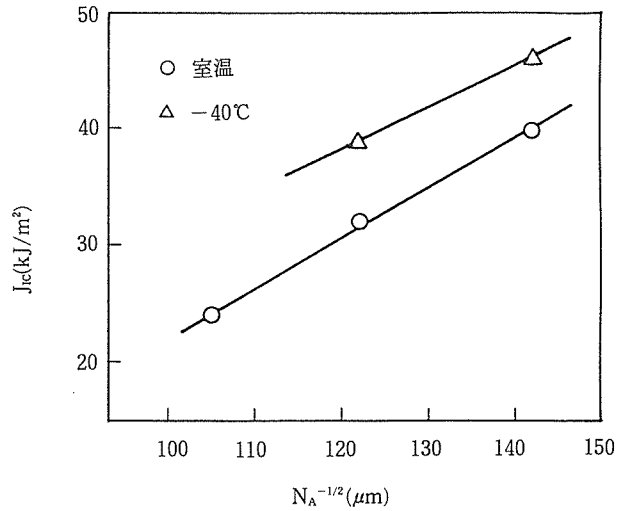


図4 J_{IC} と $N_A^{-1/2}$ の関係

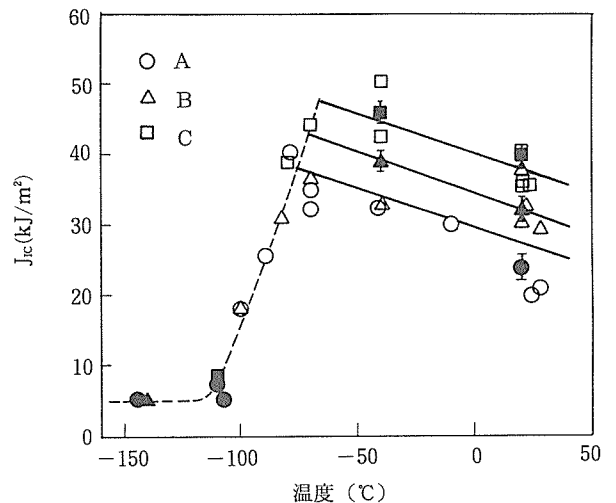


図5 J_{IC} に及ぼす温度と黒鉛粒子分布の影響

た。

延性破壊領域におけるCT試験片の予き裂先端からのき裂伝播開始についてそのモデルを図6に示す。試験片に荷重をかけたとき予き裂先端には大きなひずみをうけた塑性領域が生ずる。球状黒鉛鑄鉄の延性破壊は黒鉛を核として発生するボイドの連結によって起こる。すなわち試験片の予き裂先端において、黒鉛を核としてボイドが発生、成長する。そして予き裂先端と最近接ボイド間の距離がボイド径に比例するある距離になったとき、予き裂先端とボイド間の塑性変形が選択的に促進され、予き裂先端との間にミクロ的な延性不安定破壊が起こると仮定する。球状黒鉛鑄鉄は半径 r の黒鉛粒子を含み、各試験内では r は一定であると仮定する。

Riceらは球形ボイドの成長について、真ひずみを ϵ とするとボイドの平均半径 R は次式で表されるとした¹¹⁾;

$$dR/R = 0.322 \exp(3\sigma/\sigma_Y) d\epsilon \quad (1)$$

ここに σ は平均応力、 σ_Y は降伏応力である。予き裂先端の最近接黒鉛粒子近傍の塑性変形域においては σ は一定であるとすると、(1)式は定数 a を用いて

$$dR/R = a d\epsilon$$

と表すことができる。ボイドは黒鉛粒子を核として発生、成長することを考慮すれば

$$R = r \exp(a\epsilon) \quad (2)$$

引張試験において0.14のひずみを与えたときの黒鉛粒子とボイドの大きさの関係を図7に示す。実験的には $a = 2.32$ であった。

CT試験片の予き裂先端から 距離 X_0 のところに最初の

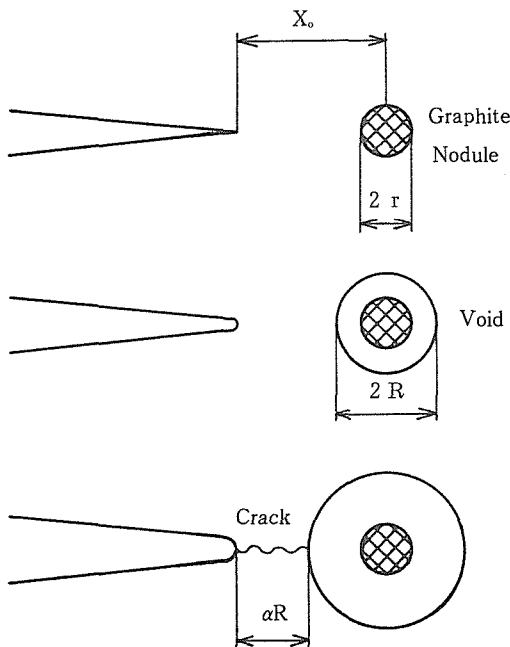


図6 予き裂先端のボイドの成長と連結による延性破壊のモデル

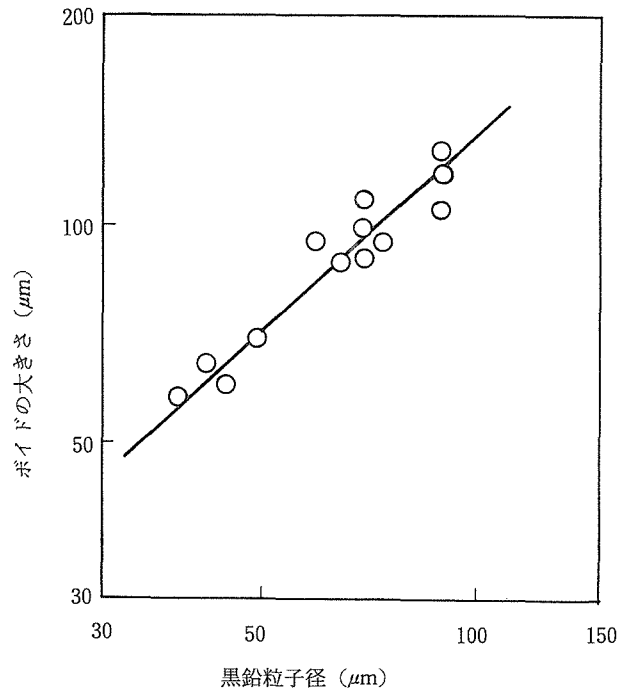


図7 黒鉛粒子径と粒子を核として成長したボイドの大きさの関係、室温、真ひずみ 0.14

黒鉛が存在するとする。この黒鉛を核としてボイドが成長し、予き裂先端とボイド表面との距離が αR になったとき安定き裂の進展が始まるとすると、き裂進展開始条件は

$$X_0 - R = \alpha R \quad (3)$$

となる。ここに α は定数である。

黒鉛の体積率を f とすると、単位体積当りの黒鉛の数 N_V は次式で表される。

$$N_V = 3f/4\pi r^3 \quad (4)$$

本材料においては 炭素量から計算して $f = 0.113$ である。また2次元平面上の単位面積当りの黒鉛粒子数 N_A は

$$N_A = 2rN_V \quad (5)$$

で表される¹²⁾。ここで2次元平面上で考えて、予き裂先端から最近接の黒鉛粒子中心までの距離を推定する。図8の図中に示すように予き裂先端を原点とする極座標を考える。原点から予き裂先端方向に角度 θ の範囲内で距離 x と $(x + dx)$ の間で黒鉛粒子が見いだされる確率は確率密度関数を $f(x)$ とすると次式で表される;

$$f(x) dx = \{1 - \int_0^x f(x) dx\} \theta x N_A dx \quad (6)$$

ここに N_A は単位面積当りの黒鉛粒子数である。この式を解くと

$$f(x) = \theta N_A x \exp(-\theta x^2 N_A / 2) \quad (7)$$

最近接距離の期待値 ξ_A は次式のようになる。

$$\begin{aligned} \xi_A &= \int_0^\infty x f(x) dx \\ &= \int_0^\infty \theta N_A x^2 \exp(-\theta N_A x^2 / 2) dx \end{aligned} \quad (8)$$

$\xi_A/N_A^{-1/2}$ と θ の関係を図8に示す。 ξ_A は θ に依存するが、 $\theta = \pi/2$ のとき $\xi_A/N_A^{-1/2} = 1$ となり予き裂先端からの最近接黒鉛粒子間距離は $N_A^{-1/2}$ に近い値としてよいと思われ

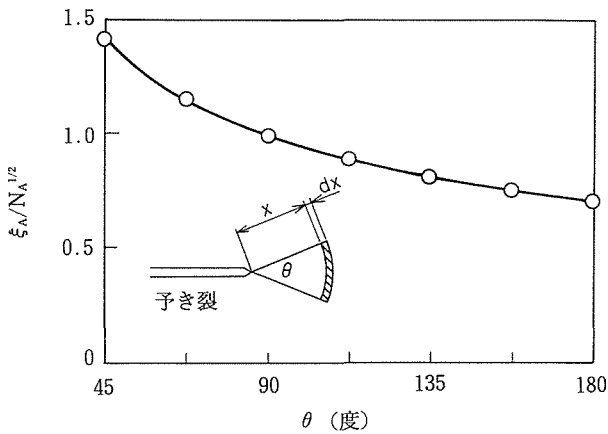


図8 予き裂先端からの角度と予き裂先端からその角度内で最初に見いだされる粒子までの距離の関係

る。したがって予き裂先端から最初の黒鉛までの平均距離 X_0 は

$$X_0 = \beta N_A^{-1/2} \quad (9)$$

とすることができるとされる。ここに β は 1 に近い定数である。(4), (5), (9)式より

$$X_0 = (2\pi/3f)^{1/2} \beta r \quad (10)$$

となる。(2), (3), (10)式より

$$\epsilon = (1/a) \ln \{ (2\pi/3f)^{1/2} \beta / (1+\alpha) \}$$

すなわち、き裂の進展は黒鉛粒子位置におけるひずみがある一定の臨界ひずみに達したとき起こることになる。

予き裂先端からの距離を X 、予き裂先端開口変位 (CTOD) を δ とすると、Rice らは予き裂先端のひずみ ϵ は X/δ の関数であることを示した¹¹⁾。すなわち距離 X の位置におけるひずみが ϵ に達したとき CTOD は

$$X/\delta = \gamma \quad (11)$$

で表される。ここに γ は ϵ が一定であれば定数である。

一方、CTOD は J 積分値を用いて次式によって表される；

$$\delta = \lambda J / \sigma_Y \quad (12)$$

ここに σ_Y は降伏強さ、 λ は定数である。一般には $\lambda = 1 \sim 1/3$ とされている。(11), (12)式より

$$J = (1/\lambda\gamma) \sigma_Y X \quad (13)$$

ここで $X = X_0$ として J_{IC} は求められる。

$$J_{IC} = (\beta/\lambda\gamma) \sigma_Y N_A^{-1/2} \quad (14)$$

$$= k \sigma_Y N_A^{-1/2} \quad (15)$$

k は定数である。温度が低下するにつれて降伏強さは増加する。従って(15)式は温度の影響をも示していることになる。

本実験で用いた球状黒鉛鑄鉄の室温における CTOD と J/σ_Y の関係を図9に示す。ただしCTODの計算はイギリス規格 BS5762(1979)に準拠した。両者の関係は近似的に $\lambda = 0.62$ とすることができる。(14)式は $\beta/\gamma = 0.7$ のとき ($k = 1.1$) 実験値とよく一致した。すなわち本実験の場合、 k は 1 に近い値となった。実験から求めた降伏強さを用いて

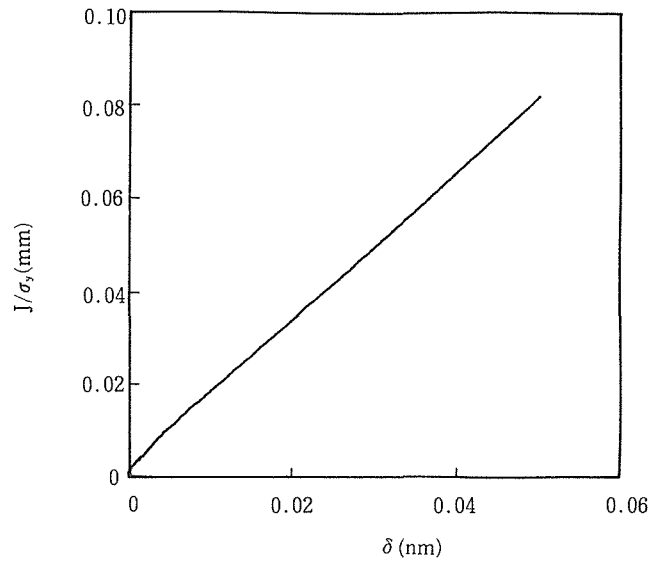


図9 J/σ_Y とき裂先端開口変位の関係

(15)式から計算した結果を図5の延性破壊領域中に実線で示してある。温度の影響は降伏強さの増加に起因する影響として説明できるものと思われる。

3. 3 破壊靱性に及ぼす応力拡大係数増加速度の影響

前述のように静的破壊靱性 J_{IC} は黒鉛の粒子間距離に依存した。しかし動的破壊靱性 J_{ID} に及ぼす黒鉛の粒子間距離の影響は小さくなり、本研究では明かにはできなかった。材料Aの破壊靱性 J_{IC} , J_{ID} の温度による変化を図10に示す。温度の低下とともに、延性破壊の範囲では J_{IC} , J_{ID} は増加したが、ある温度以下では低温脆化が始まり破壊靱性は低下した。この破壊靱性の低下はへき開破壊が増加するためである。負荷速度 (応力拡大係数増加速度 \dot{K}) の増加とともに、延性破壊領域における破壊靱性は増加した。この破壊靱性の増加は主として強度の増加によるものと思われる。そしてもちろん、延性-脆性遷移温度は負荷速度の増加とともに増加した。図11に示すように \dot{K} の対数と延性-脆性遷移温度は直線関係にあった。

3. 4 材料定数パラメータの提案

J_{IC} または J_{ID} から次式によって静的または動的平面ひずみ破壊靱性 ($K_{IC}(J)$ または $K_{ID}(J)$) を推定することができる；

$$K = (EJ/(1-\nu^2))^{1/2} \quad (16)$$

ここに E はヤング率、 ν はポアソン比であり、0.3とした。 $K_{IC}(J)/\sigma_Y$ 及び $K_{ID}(J)/\sigma_Y$ と温度の関係を図12に示す。延性破壊領域においては $K_{IC}(J)/\sigma_Y$ 及び $K_{ID}(J)/\sigma_Y$ は温度及び負荷速度に依存しない一定値と見なすことができる。ここで降伏強さ σ_Y は ASTM 規格 E813 に記述されている限界荷重の式によって推定された降伏強さを採用した。本材料ではパラメータ $K_{IC}(J)/\sigma_Y$ 及び $K_{ID}(J)/\sigma_Y$ は延性破壊領域の破壊特性を表す材料定数とみなすことができると思われる。

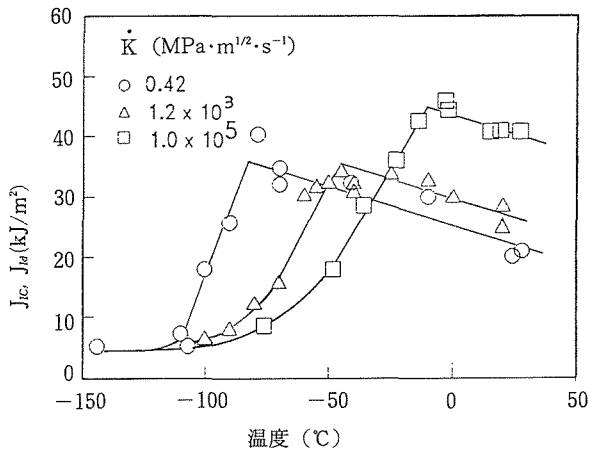


図10 破壊靱性に及ぼす温度と \dot{K} の影響

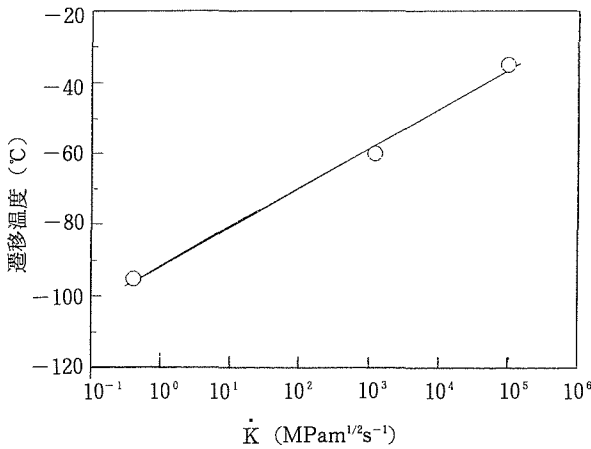


図11 破壊靱性の延性-脆性遷移温度と \dot{K} の関係

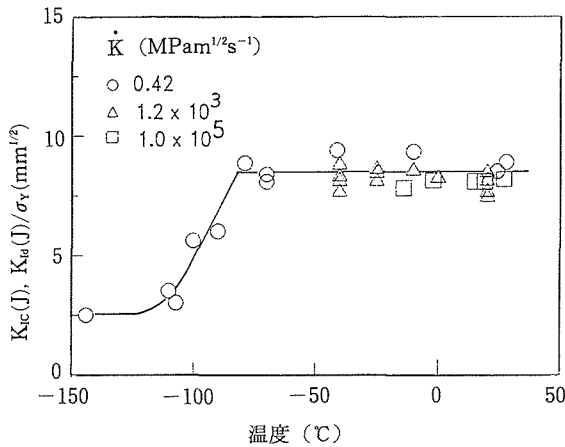


図12 $K_{Id}(J)/\sigma_Y$ または $K_{Ic}(J)/\sigma_Y$ と温度の関係

3. 5 球状黒鉛鑄鉄の評価

この材料の評価を行うために、線形破壊力学に基づく解析を行い、最大許容欠陥の大きさを算出する。まず材料中

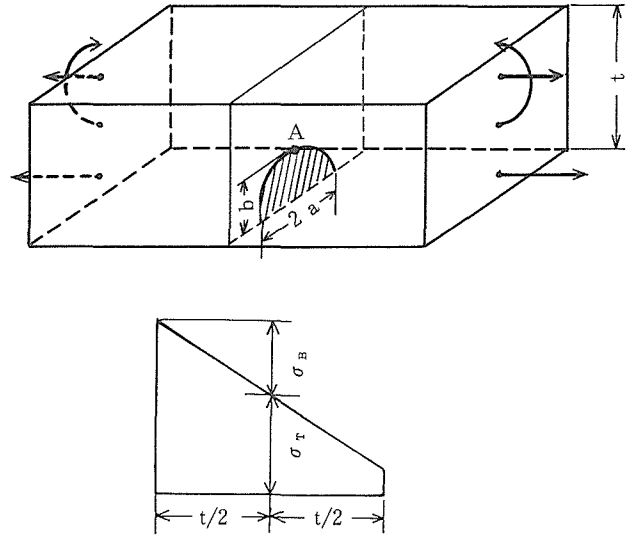


図13 半楕円状の表面き裂を有する厚板に負荷する応力モデル

に存在し得る欠陥を想定しなければならない。輸送容器の下側中央部の外表面に短径 $2b$ (き裂深さ b)、長径 $2a$ の半楕円形の表面き裂があると仮定する。そして輸送容器の水平落下の場合を想定する。輸送容器のこの状態は図13に示されるように板表面に垂直なこのような形状の表面き裂をもつ板厚 t の板に引張りと曲げが加わったものとして模擬できる。図中のA点において応力拡大係数は最大となる。

このような場合の応力拡大係数の計算については多くの論文がある。Isidaらによると、A点における応力拡大係数は次式によって表される¹³⁾；

$$K = (\sigma_T F_T + \sigma_B F_B) (\pi b)^{1/2} \quad (17)$$

ここに F_T 、 F_B は補正係数で、 b/a 、 b/t の関数として多項式で与えられている。表面き裂側の板表面の応力を σ とする；

$$\sigma = \sigma_T + \sigma_B \quad (18)$$

輸送容器のセルには均一引張 ($\sigma_B = 0$) と純曲げ ($\sigma_T = 0$) の中間の状態の応力が作用する。ここで $b/a = 1/4$ 、 $t = 400\text{mm}$ と仮定する。本材料の延性破壊領域では、前述のように $K_{Id}(J)/\sigma_Y$ は一定と見なされるので次式が得られる；

$$\sigma/\sigma_Y = \{K_{Id}(J)/\sigma_Y\} / \{F(\pi b)^{1/2}\} \quad (19)$$

F は均一引張りのとき F_T 、純曲げのとき F_B である。

均一引張りの場合の σ_T/σ_Y と臨界面面欠陥深さ b_c の関係を図14に示す。図中の実線が本材料の場合の曲線である。一方、純曲げの場合の同様な関係は図15に示される。延性破壊領域で作用応力が降伏強さ以下であれば、臨界面面き裂深さは一般に言われている非破壊検査により検出可能な欠陥の大きさより大きい。すなわち球状黒鉛鑄鉄は輸送容器用材料として使用可能であると思われる。

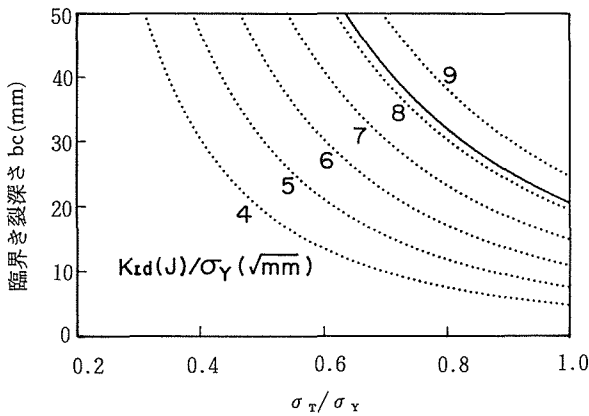


図14 均一引張りの場合の応力と臨界面き裂深さの関係

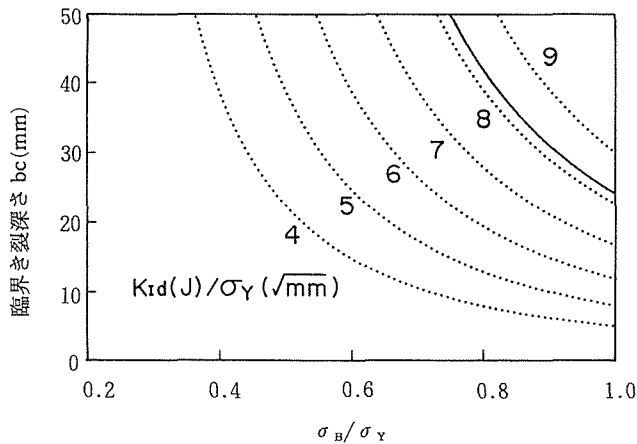


図15 純曲げの場合の板表面応力と臨界面き裂深さの関係

延性破壊の最低温度は負荷速度に依存する。健全性評価にはキャスクの緩衝材の性能に左右される負荷速度と負荷応力レベルの推定とその保証が重要である。

4 結 言

厚肉球状黒鉛鋳鉄について低温高速環境下での破壊挙動をより正確に推定するために、室温以下の温度において広い負荷速度範囲にわたって弾塑性破壊靱性試験を行い、黒鉛粒子や負荷速度の影響を調べた。その結果に基づいて材料の不安定破壊健全性の評価法を検討した。

温度が低下するに従って破壊は延性破壊領域からへき開破壊をとまら脆性領域へと移行する。延性破壊領域では破壊靱性は温度の低下、負荷速度（応力拡大係数増加速度 \dot{K} ）の増加とともに増加する。この破壊靱性の増加は強度の増加に主として原因があると思われる。

延性破壊領域における黒鉛粒子分布の影響は負荷速度の

大きさによって異なる。すなわち静的破壊靱性 J_{Ic} は黒鉛粒子間距離が長くなるとともに増加する。この J_{Ic} に及ぼす黒鉛粒子分布と温度の影響は、き裂進展開始が予き裂先端と黒鉛を核とする塑性変形によって成長したボイドの連結によって起こるとするモデルによって説明できる。一方動的破壊靱性 J_{Ia} に及ぼす黒鉛粒子分布の影響は小さい。

本材料には低温脆性があるが、延性-脆性遷移温度は \dot{K} の増加とともに上昇する。前者は後者の対数と直線関係にある。

延性破壊領域では弾塑性破壊靱性から推定した平面ひずみ破壊靱性を降伏強さで割ったパラメータ $K_{Ic}(J)/\sigma_Y$ 及び $K_{Ia}(J)/\sigma_Y$ が温度及び \dot{K} によらず一定であり、本材料では材料定数とみなすことができる。このパラメータを用いることにより、静的破壊靱性試験の結果から、低温及び高負荷速度の場合の延性不安定破壊評価が可能である。

得られた結果により延性不安定破壊の評価を行うと、厚板表面における負荷応力が降伏強さ以下であれば、最大許容欠陥深さは非破壊検査で検出可能な最小欠陥の大きさ以上になる。球状黒鉛鋳鉄はその良好な品質が保証されるならば、少なくとも延性破壊領域では輸送容器用材料として使用できる可能性があると思われる。

参 考 文 献

- 1) 中村史朗, 坂本信弘, 井上勝哉, 大城桂作, 松田公扶: 鋳物, 59(1987), 664.
- 2) Holdsworth, S.R. and Jolley, G.: Int. Symp. Metall. Cast Iron, (1975), 809.
- 3) 前園敏郎, 高橋良治, 末永 允: 鋳物, 60(1988), 578.
- 4) Bradley, W.L. and Mead, Jr., H.E.: ASME MPC, 11(1979), 69.
- 5) 矢中棣二, 斉藤弘道, 桜井大八郎, 荒田弘人: 鋳物, 60(1988), 20.
- 6) 岩淵義孝, 成田英記, 一宮義昭: 鋳物, 59(1987), 153.
- 7) 岩淵義孝, 成田英記, 津村 治: 鋳物, 60(1988), 215.
- 8) 安中 嵩, 岩尾暢彦, 古屋宣明, 山脇 寿, 松本庄次郎, 木村勝美: 鉄と鋼, 71(1985), 1398.
- 9) Yasunaka, T., Nakano, K. and Saito, T.: ISIJ International, 31(1991), 26.
- 10) Kocks, U.F.: Acta Met 14(1966), 1629.
- 11) Rice, J.R. and Johnson, M.A.: Inelastic Behavior of Solids, ed. by Kanninen, M.F. et al., (1970), 641, [McGraw-Hill Inc.]
- 12) Underwood, E.E.: Quantitative Microscopy, ed. by DeHoff, R.T. and Rhines, F.N., (1968), 77, [McGraw-Hill Inc.]
- 13) Isida, M., Noguchi, H. and Yoshida, T.: Int. J. Fracture, 26(1984), 157.

研 究 発 表

(口 頭)

- 1) 落重式衝撃引張試験機による動的弾塑性破壊靱性の測定, 安

- 中 嵩, 中野恵司, 日本鉄鋼協会, 1. 4.
- 2) 球状黒鉛鑄鉄の動的破壊靱性とその評価, 中野恵司, 安中嵩, 日本鉄鋼協会, 1. 4.
- 3) 球状黒鉛鑄鉄の破壊靱性に及ぼす黒鉛分布の影響, 中野恵司, 安中 嵩, 日本鉄鋼協会, 1. 9.
- (誌 上)
- 1) *Determination of Dynamic Elastic-Plastic Fracture Toughness by a Drop-weight Impact Testing Machine*, Yasunaka, T., Nakano, K. and Saito, T.: *ISIJ International*, 31(1991), 298.
- 2) 落重型引張衝撃試験機と動的弾塑性破壊靱性の測定, 安中嵩, 中野恵司, 斉藤鉄哉, *材料試験技術*, 36(1991), 23.
- 3) 厚肉球状黒鉛鑄鉄の破壊靱性に及ぼす黒鉛粒子間距離と温度の影響, 中野恵司, 安中 嵩, *鉄と鋼*, 78(1992), 926.
- 4) *Dynamic Fracture Toughness and Evaluation of Fracture in a Ferritic Nodular Cast Iron for Casks*, Yasunaka, T. and Nakano, K., *Proceedings 10th Int. Sympo. on Packaging and Transportation of Radioactive Materials*, (1992), 1304.

クリープ試験監視装置によるクリープデータシート作成業務の総合化

環境性能研究部

横川賢二，伊藤 弘，八木晃一

要 約

金属材料技術研究所では，昭和41年以来，各種の国産高温用金属材料について10万時間を目標とした長時間クリープ及びクリープ破断試験を実施し，得られた結果をクリープデータシートとして国内外に公表し，好評を得ている。この間，クリープデータシート作成に関する周辺技術の進歩に併せ，新測定装置や新システムを導入し，データの信頼性を高めるとともに，省力化を図ってきた。今般，昭和53年度の導入したクリープ温度監視装置が老朽化し，更新するのを機会に，温度・ひずみ計測の自動化はもとより，データのファイル作成，統計的解析，作図，作表などデータシート編集支援の機能を付加させたクリープ試験監視装置による新システムを構築した。これによりクリープデータシートの原稿作成作業が従来よりも迅速に，ミスなく行えるようになった。

1 緒 言

昭和41年に当研究所でクリープデータシート作成業務を開始してからすでに27年が経過した。この間に多くの国産高温用金属材料についてクリープ試験やそれに付随した高温引張試験が行われ，その取得された膨大なデータは整理されて金材技研クリープデータシートとして刊行されている。

クリープ試験やその他の材料試験に関する試験方法は約30年前のクリープデータシート作成計画時とほとんど変わりはないが，クリープ試験に関連する周辺の装置や技術はこの間に長足の進歩を遂げている。そこで，金材技研クリープデータシート作成業務もこれら技術の進歩をいち早く取り入れ，試験の省力化，データの信頼性向上，経費削減などを図ってきた。

クリープデータシート作成のプロジェクトが始まった頃の温度測定は，もちろんR熱電対を用いていたが，熱起電力はポテンショメーターで計測していた。その後すぐにメカニカルチョッパーを有するデジタル電位差計に置き換えられ，熱電対と1対1に対応する押しボタンとマイクロレーの回路により，任意の熱電対と氷点式基準接点とを接続させ，熱起電力が計測されるようになった。昭和53年にミニコンピューターによるクリープ温度監視装置が導入され，従来の測定回路を活かして1日2回の全クリープ試験機の温度測定を自動化し，省力化を図った¹⁾²⁾。また，この際に氷点式基準接点が電子式基準接点に置き換えられた。

一方，データの整理・解析，データシートの出版でもコンピューター化が図られた。金材技研クリープデータシートは1万時間程度のクリープ破断データを取りまとめた初

版を出版した後，改訂版を5万時間程度のデータが得られた時点でA版として，10万時間のデータを含む最終版としてB版を出版している。A版には標準的な外挿法による10万時間破断強さの推定値を，B版には設計線図が掲載される。これらの統計的解析には関連研究で開発された評価手法が使われている³⁾。また，蓄積した膨大な高温引張及びクリープ破断データをファイル化し，これらの特性を整理・解析して図で表示するためのシステムを開発し⁴⁾，昭和58年度に出版したクリープデータシートからこの作図システムで開発された出力フォーマットを活用している⁵⁾。

このように温度測定の自動化，試験機運用管理，データファイルの作成，データ解析，作図などの作業をクリープ試験温度監視装置としてのミニコンピューター OKITA-CSystem 50/40 で実行させてきたが，その後パーソナル・コンピューターが高性能化したことから，温度測定及び試験機運用管理は従来の装置をそのまま使い，データ解析や作図などはパーソナル・コンピューター (NEC PC-9801) を用いて行ってきた。このため，従来のシステムでは各作業が個別に行われ，個々の作業ごとに数値を入手し，その数値のチェックなどが必要であり，手間がかかるとともに，ミスを生じ易いシステムとなってしまった。そこで，約10年使用し，老朽化したクリープ試験温度監視装置の更新を機に，クリープデータシート作成作業を総合化するシステムの構築を図った。

本報告は，パーソナル・コンピューターによる新しいクリープ試験監視装置を設置するのに伴って，温度・ひずみ計測の自動化，試験機運用管理はもとより，個々の試験片ごとの試験終了報告書作成，データファイルの作成，データの解析・評価，作表・作図などの機能を一体として持た

表1 最新のクリープデータシートと高温引張及びクリープ破断データ数

CDS No.	材 料 名 (材 料 規 格)	ヒート 数	高温引 張試験 本 数	クリープ破断試験			発 刊 年 度
				試 験 温 度 範 囲 (°C)	本 数	延 試 験 時 間 (×10 ³ h)	
1 A	JIS STBA 22	11	110	500~ 650	313	6150.8	1976
2 A	JIS STBA 23	10	100	500~ 650	270	4347.6	1976
3 B	JIS STBA 24	12	120	500~ 650	326	6772.4	1986
4 B	JIS SUS 304-HTB	9	100	600~ 750	345	8883.5	1986
5 B	JIS SUS 321-HTB	9	100	600~ 750	344	7700.4	1987
6 A	JIS SUS 316-HTB	9	100	600~ 750	351	7551.9	1978
7 B	JIS SUS 42	9	82	400~ 500	236	7986.9	1992
8 B	JIS STBA 12	12	111	450~ 550	262	5886.0	1991
9 B	ASTM A 470-8	11	110	500~ 650	294	6053.7	1990
10A	ASTM A 565-616	9	90	500~ 650	264	4860.7	1979
11A	ASTM A 387D	8	75	500~ 650	187	3780.9	1980
12B	JIS STBA 25	9	100	500~ 650	240	6205.6	1992
13A	JIS SUS 403-B	9	81	450~ 600	238	4890.6	1980
14B	JIS SUS 316-HP	2	24	700~ 850	60	632.6	1988
15B	JIS SUS 316-B	6	72	700~ 850	166	1164.4	1988
16B	JIS SCH 22-CF	14	171	800~1050	279	4549.8	1980
17A	JIS SB 49	8	73	400~ 500	158	5065.4	1981
18B	JIS SBV 2	5	51	450~ 550	115	2650.2	1987
19A	JIS STBA 26	11	110	550~ 700	264	2574.3	1981
20A	JIS STBA 20	9	81	450~ 600	250	11088.6	1981
21A	JIS SCMV 3 NT	14	140	500~ 650	344	6877.0	1981
22B	A 286	4	43	550~ 700	106	2386.9	1993
23B	S 590	3	36	650~ 800	85	1505.3	1989
24B	Inconel 700	2	24	700~ 850	55	508.4	1989
25A	High strength steel	21	210	400~ 550	357	4315.7	1983
26A	JIS NCF 800H TB	6	66	800~1050	181	14181.4	1983
27A	JIS NCF 800H-P	6	66	800~1050	158	2886.4	1983
28A	JIS SUS 347-HTB	9	100	600~ 750	285	6159.2	1983
29B	Inconel 713C	8	49	850~1000	196	1789.7	1990
30B	X-45	4	30	750~ 900	101	804.7	1988
31A	ASTM A 356-9	9	90	450~ 600	183	2004.6	1984
32	JIS SUS 304-HP	45	144	500~ 650	696	5637.2	1982
33	N 155	9	63	550~ 700	154	808.5	1984
34B	U-500	9	76	700~1000	211	1346.6	1993
35A	JIS SCMV 2 NT	8	80	500~ 650	212	3113.8	1990
36A	ASTM A 542	7	70	500~ 650	248	3144.2	1991
37A	JIS SCH 13	5	42	700~ 950	101	900.2	1992
38A	JIS SCH 24	7	64	900~1050	97	582.4	1991
39A	JIS NCF 750-B	4	50	600~ 900	101	13173.4	1992
40	JIS STB 52	2	22	600~ 900	37	4670.2	1989
41	STB 52	5	75	400~ 500	97	6413.7	1991
42	ASME SA-387 Gr91	6	66	450~ 700	107	369.0	
43	STBA 27	2	22	450~ 700	28	47.8	
44	JIS SUS 316FR	1	12	550~ 750	23	33.7	
合 計		376	3141		9125	192456.2	

A : 改訂第1版 B : 改訂第2版

せ、クリープデータシート作成のための業務を総合化するシステムを構築してきたが、その概要について述べたものである。

2 クリープデータシート作成に関わる業務

2.1 クリープ試験

金材技研クリープデータシート作成で対象としている金属材料は、現在44材種、376ヒートである(表1を参照)。このように膨大なヒート数についてクリープ試験を実施している理由は、クリープ強度が化学成分や熱処理条件に敏感で、それぞれの材種のクリープ強度を特徴づけるのに複数ヒートをサンプリングすることが必要なためである。金材技研クリープデータシートには、クリープ試験データ以外に化学分析値、硬さ、結晶粒度などとともに、高温引張試験データが記載されている。この高温引張試験はJISに基づいて金材技研で実施している。

クリープ試験はJISに基づいて実施されている。試験はクリープ破断試験が大部分であるが、一部の材料、一部の温度・応力条件でクリープ変形試験を行っている。温度計測はR熱電対を用いて、1日に2回自動的に行っており、内規の温度範囲(JISの1/2)を超えたものについては温度調節装置の設定ダイヤルを変えて調節している。使用してい

る熱電対の管理に関しては別報に詳細に報告している⁶⁾⁷⁾。クリープ伸びはダイヤルゲージを用いて測定しているが、一部自動的に計測している。

2.2 データの整理及びファイル作成

試験終了後、高温引張試験では、引張強さ、耐力(0.1, 0.2, 0.5及び1.0%)、伸び、絞りが、クリープ試験では温度調節装置や加熱炉の故障による温度変動、地震などの影響の有無を確認した後、破断時間、伸び、絞り、さらにクリープ曲線から指定ひずみ到達時間や最小クリープ速度などが求められ、試験終了報告書が作成される。この試験終了報告書に記載されているデータが、原始データファイルを作成する際のものとなる。

2.3 クリープデータシートの編集作業

金材技研クリープデータシートはここ数年、1年に4冊づつ出版している。材料ごとにデータの振舞いが異なり、決して一筋縄では編集できないものばかりであるが、コンピューター支援による解析・評価、そしてその結果の作図表示などは作業を進める上での判断の根拠を与えているために役立っている。表2はクリープデータシートに掲載される各版の内容を示す。解析結果も含めたかなりの数の図及び表が記載される。これらの統計的解析、作図、作表などの作業を実施するためには各材種ごとの原始データファ

表2 クリープデータシートの内容

	初 版	A 版	B 版
製造履歴	○	○	○
化学成分	○	○	○
引張強度データ	○	○	○
引張強度図	○	○	統計的評価
クリープ破断データ	~10 ⁴ h	3~5×10 ⁴ h	≥10 ⁵ h
応力-破断時間図	○	○	統計的評価
クリープ破断強度の予測	—	ヒートごと、全ヒート(最近)	ヒートごと、全ヒート
主破断曲線	—	—	○
設計線図	—	統計的評価	統計的評価
瞬間ひずみのデータ	—	—	○
指定ひずみに達した時間のデータ	—	—	○
第3期開始点の時間データ	—	—	○
最小クリープ速度のデータ	—	—	○
指定ひずみ・第3期開始点・破断時間の図	—	—	○
応力-最小クリープ速度の図	—	—	統計的評価
破断時間-最小クリープ速度の図	—	—	統計的評価
受け入れ材の金属組織写真	○(最近)	○	○
破断試験片の外観写真	—	—	○
最長破断試験材の金属組織写真	—	—	○
試験片採取方法	—	○	○
試験方法	—	○	○
統計的評価方法	—	一 部	○
供試材製造会社	—	—	○

イルからそれぞれの作業に必要な情報を取り出したデータファイルを作成しなければならない。

3 従来のシステムの問題点

3.1 温度及び伸び計測

クリープデータシート作成に用いているクリープ試験機の台数は約1100台であり、毎日2400ポイント以上の温度測定を行う必要がある。先に述べたように、プロジェクト開始当時は熱電対の熱起電力をポテンショメーターで手動により測定していたが、デジタル電位差計を導入し、さらに電子式基準接点、クリープ温度監視装置を導入することによって温度計測の自動化を図ってきた。クリープ伸びも一部についてはひずみゲージタイプのセンサーを用いて自動測定できるようになっている。

温度及び伸びの計測を統括し、制御する装置がクリープ温度監視装置であった。これは10数年前のミニコンピューターによって構成されているもので、毎日の測定データをテープに記憶させるために機械駆動部分を有するものであった。クリープ試験にとって温度は最重要因子であることから、クリープ温度監視装置は金材技研クリープデータシート作成活動において要の装置である。老朽化した装置の更新では、機械駆動部分が極力少ない装置へ交換することが求められた。

3.2 データの整理と解析

図1は従来のシステムでの試験終了からクリープデータシート原稿作成までの作業の流れを示す。作成された試験終了報告書をもとに、ワードプロセッサを使って原始データファイルである高温引張試験データファイル(C-DSTD)及びクリープ試験データファイル(CDSRD)が作成される。ここで、試験終了報告書のデータのチェック、さらに各データファイルについて入力したデータのチェックが行われる。

統計的解析、作図、作表などのプログラムは作成された時期も、また作成されたときの考え方も違っていたために、共通のフォーマットではない。このため、それぞれのプログラムを走らせるには、原始データファイルからそれぞれのプログラムにあった統計解析用、作図用、作表用のデータファイルを作成する必要があった。このためにこの段階でも入力データのチェックが必要であった。

さらに、作表作業はこの作表データファイルから出力された印字データ表をもとに、ワードプロセッサを使ってデータをキーボードから入力していた。また、作図においても統計計算によって得られた回帰式の係数などを入力し、先の作図用データファイルと合わせて作業が進められた。このため、入力データのチェックが必要であった。

このように、従来のシステムでは、システムの構築のためのプログラム開発が同時に行われなかったこともあって、各作業ごとに専用のデータファイルを作成しなければ

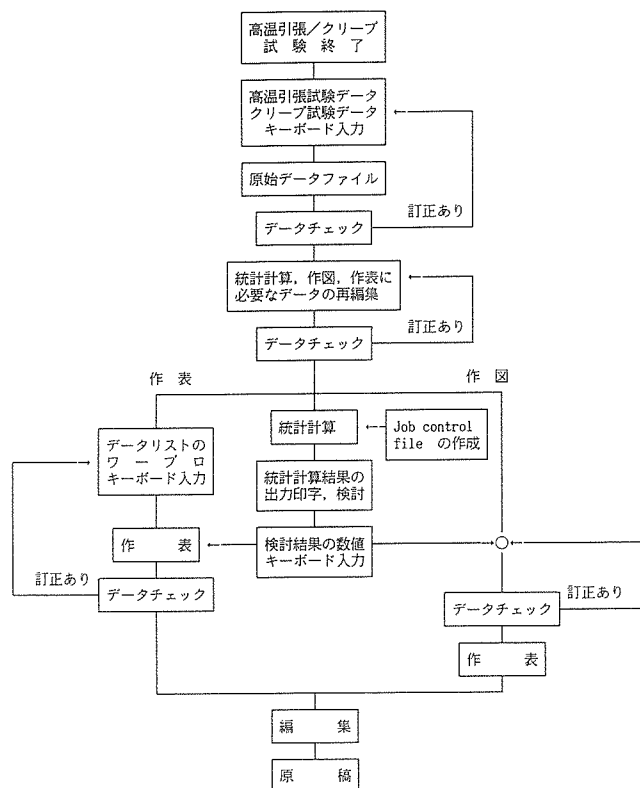


図1 従来システムでの試験終了から原稿作成までの流れ

ならず、その度にデータのチェックが必要となる大変わずらわしく、人手を必要とするシステムであった。

4 新システム構築のための基本的方針

更新したクリープ試験監視装置では、従来のシステムが有していた欠点を克服し、さらに将来のより省力化できるシステムへの橋渡しができるようなものにしようと計画した。新しいシステムを構築するに当たって以下の事項を基本方針とした；

- (1) 従来の温度、伸びの計測回路はそのまま活用する。
- (2) 従来のシステムで使用していたソフトウェアはできる限り活用する。
- (3) データシートの形式は従来と同じにする。
- (4) 一度作ったデータファイルで全ての作業を容易にできるようにし、入力データのチェックの回数を減らし、省力化を図る。
- (5) できるだけ小型のコンピューターでシステムを構成し、維持のためのコストを低減させる。
- (6) 誰もが手軽にデータの入出力ができるように対話形式の操作にする。
- (7) 温度計測結果などのデータはメインのコンピューターでも、また端末でも読めるようにする。
- (8) データシートの編集作業全てが一貫して将来できるように、全ての作業を1つのシステムに総合化する。

5 新システムのハードウェア構成

クリープ試験監視装置のハードウェアの構成を図2に示す。新システムは、監視室に設置された本体と、2階及び1階の試験室に設置された端末によって構成され、それぞれは小規模LANによって接続されている。監視室には32bit パーソナルコンピュータ (OKI if800 EX120H)、ファイルサーバー (OKI db-1HS、記憶容量; 126MB)、バックアップ装置としての光磁気ディスク装置 (記憶容量; 128MB) が装備され、また作図用、帖表出力用、作表用などのプリンターが備えられている。1階試験室 (主として複式クリープ試験機を設置) 及び2階試験室 (単式クリープ試験機を設置) にも、それぞれ32bit パーソナルコンピュータ及び出力用プリンターを設置し、温度の定時測定結果が出力されるようになっている。また、温度や伸びの測定値はLANを介して直接ファイルサーバーに送られる。さらに、各試験室のパーソナルコンピュータを使って監視室に設置されているファイルサーバーの情報を参照することができ、試験室作業を行いながら移動せずに並行してデータの入出力作業などが行える。なお、この新システムでは、旧システムで使用してきた測定台 (作業者が指定の押しボタンを押すことによって各熱電対の熱起電力を測定できる装置)、リモートステーション (リレーなどによって構成されたスキャナーの一種)、リレーボックス、配線などのハードウェア資産をそのまま使用している。

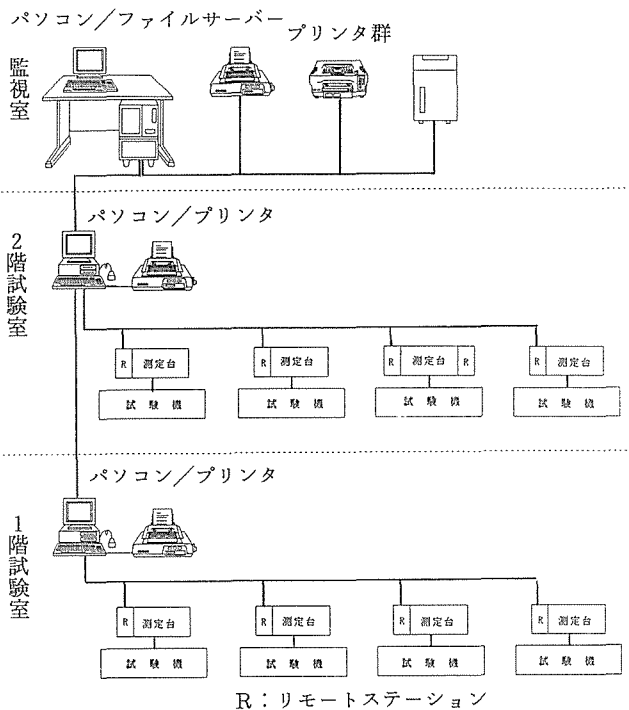


図2 クリープ試験監視装置のハードウェアの構成図

各パーソナルコンピュータの操作は、CRT画面上に日本語のメニューが表示され、対話形式で行われる。このため、データの入力以外はCRT画面上の数字の選択及びカーソル移動だけで操作できるので、誰でも簡単に操作でき、非常に作業能率が高く、しかも誤操作の少ないシステムになっている。

6 新しいシステムによる業務の総合化

新しいクリープ試験監視装置は、温度及び伸びの自動計測、試験機運用管理、データファイルの編集作業、統計的解析、作図、作表などの機能を持ったもので、金材技研クリープデータシート作成に関する作業が一貫して行える機能を有するシステムとなっている。

6.1 温度及び伸びの自動測定

温度計測は、試験片に荷重が負荷された時点でパーソナルコンピュータに温度測定の命令が与えられ、その後試験片が破断して命令が解除されるまで継続される。温度はR熱電対を使って計測される。計測された熱起電力値は、試験前に検定されたときの校正値と比較し、表示される。計測値と校正値との差が温度差に換算され、この値がJIS及び金材技研の規定 (JISの1/2) の温度範囲を超えたものには目印 (*及び**) を付けて印字される (図3を参照)。また、計測値と校正値の差及び測定回数に関するデータはファイルサーバーに蓄積され、平均試験温度の算出に使われる。なお、*及び**印が付けられた試験機については、試験温度の調整が行われる。

多くの試験機のクリープ伸びの測定はダイヤルゲージの指示値を毎日あるいは4日ごとに読みとることによって行われている。この場合に、作業者は試験機の測定日を間違えないことが大事である。このため、定時測定の出力には (図3を参照) クリープ伸びを測定すべき試験機が記号で表示される (A, B, C, Dなど)。また、一部の試験機では変位変換機を使ってクリープ伸びが自動的に計測でき、そのデータを使って図4に示すようなクリープ曲線が表示できるようになっている。

6.2 試験機運用管理

本システムの中で行われる試験機運用管理機能としては、クリープ試験機への試験の割当、試験終了報告書の作成などがある。

(1) 試験機の割当

長時間クリープ試験を高い信頼性を持って実施するには、試験機の過去の実績 (故障記録など) や、常用していた試験温度を調べ、試験条件 (温度及び応力) に適合した試験機を選び出す必要がある。また、試験が破断試験かクリープ伸びを測定する試験かによっても試験機が異なる。CRT上及びプリント出力で、試験機の使用状況、常用温度、最大荷重容量、試験目的、使用中・未使用などの情報を得ることができる。

使用状況	測定	マーク	試験機	試験温度℃	93-04-30 07:17 基準熱起電力値との差(μV)			
					上側	下側	平均	平均累計
試験中	D		25-17	650	3	18	10.5	6.7
試験中	B		25-18	400	2	0	1.0	1.0
試験中	D		25-19	650	0	0	.0	2.4
試験中	C		25-20	600	3	0	1.5	3.3
試験中	A		25-21	650	7	3	5.0	9.2
試験中	A		25-22	400	5	1	3.0	1.3
試験中	A		25-23	500	1	6	3.5	-3.9
予約			25-24	600				
試験中	C	*	25-25	600	-17	-21	-19.0	-13.3
試験中	A		25-26	450	8	11	9.5	.3
試験中	A		25-27	600	-3	1	-1.0	1.2
未処理			25-28	550				
試験中	A		25-29	550	11	11	11.0	5.3
試験中	A		25-30	450	-1	4	1.5	2.6
試験中	A		25-31	550	10	9	9.5	.0

CDS範囲外(*) 3 JIS範囲外(**) 1 測定不能(---) 0

図3 定時温度測定の出出力例

*** 記号リスト ***

シンボル = ○	試験片番号 = iDGT	STRESS (MPa) = 235
シンボル = △	試験片番号 = iDGN	STRESS (MPa) = 157
シンボル = □	試験片番号 = iDGI	STRESS (MPa) = 137
シンボル = ●	試験片番号 = iDHI	STRESS (MPa) = 235
シンボル = ▲	試験片番号 = iDHN	STRESS (MPa) = 157
シンボル = ■	試験片番号 = iDHD	STRESS (MPa) = 137

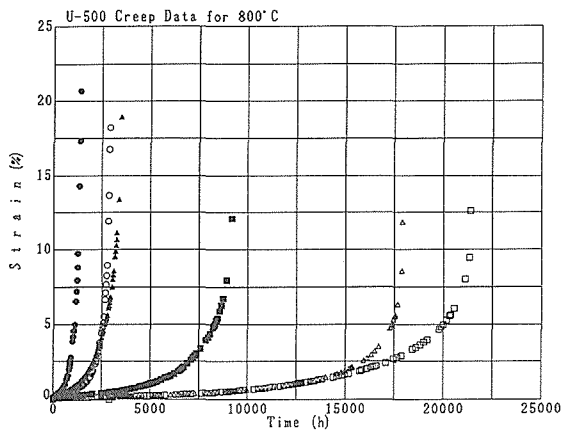


図4 クリープカーブの出出力例

(2) 試験情報の入力

使用する試験機を決めたら、試験片番号(材料名もわかるように番号が決められている)、試験温度、応力、使用熱電対の検定した熱起電力値などのクリープ試験情報を入力する。

(3) 試験終了報告書の作成

試験終了後、試験片の破断伸び及び絞り測定され、またクリープひずみに関するデータが整理され、それらのデータとともに変形に関するデータ(最小クリープ速度、指定ひずみ到達時間など)も含めて入力され、試験終了報告書が作成される。この報告書には、試験中の平均試験温度、故障による試験中断記録、異常温度上昇や降下の記録なども併せて書き込まれる。報告書作成の作業が終了すると、データはデータシート作成のためのワークファイルに仮登録される(図5を参照)。

6.3 データ・ファイリング

高温引張試験のデータ、クリープ破断試験のデータ、クリープ変形試験のデータは試験終了後、ワークファイルに仮登録される(図5)。高温引張試験のデータは1件ずつキーボードから入力される。クリープ破断試験及びクリープ変形試験のデータは試験終了報告書を作成すると自動的にワークファイルの中へ入力される。なお、ひずみデータは1点ずつキーボードから入力する方法と、自動伸び測定装置から自動的に入力する方法とがある(ひずみデータ数は最大300点に制限されている)。

仮登録されたデータはチェックが済むと自動的にそれぞれの原始データファイルに入力され、原始データファイルが作成・更新される。この原始データファイルから各作業に適した専用のファイルが作成される。本システムでは、ワークファイルのデータのみをチェックすれば、その後は原始データファイルのデータを使って全ての作業ができ、省力化が図られている。

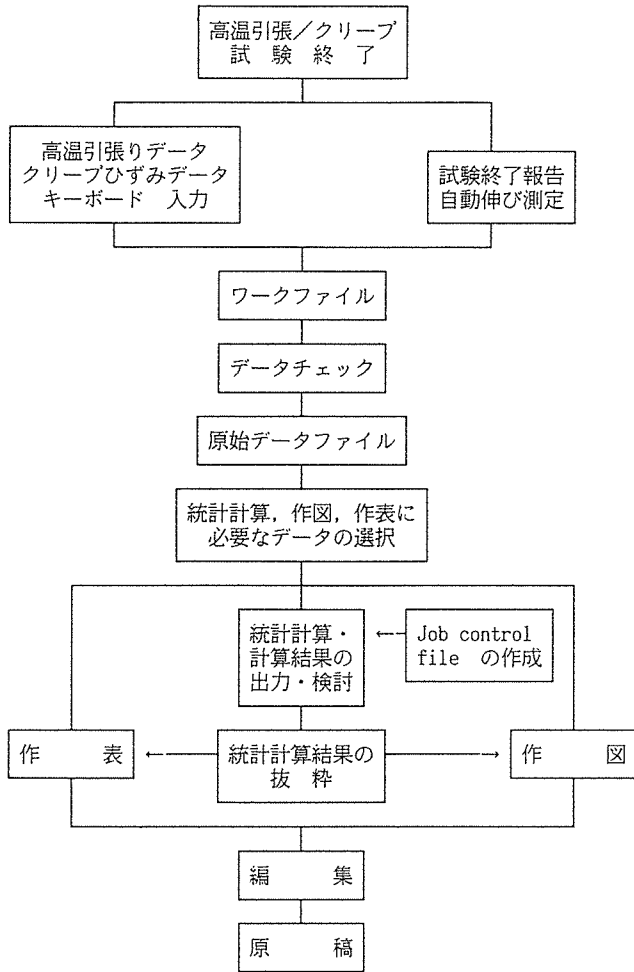


図5 新しいシステムでの試験終了から原稿作成までの流れ

6.4 統計的解析

本システムでは、従来の統計解析プログラム⁹⁾を全て引き継いでいるが、新システムに移植するために一部を改良した。新システムでは、ファイル作成から、計算、計算結果の出力まで一連の操作で行える。

6.5 作図及び作表

作図及び作表作業はデータシート作成で重要な工程であり、最終作業のためデータのミスは許されない。そのため、作業ごとにデータファイルが作成された従来のシステムでは、作図及び作表の前及び後に念入りなデータのチェックが行われた。新システムでは、登録された原始データファイルのデータが最後まで使われるため、基本的にはミスが起こらないようになっている。

作図用に編集されたデータファイルを使って、独自に開発した作図用プログラムにより、表2に示した各種の図がレーザービームプリンターによって作成される。これらの図は金材技研クリープデータシートの図として近日中に使用される予定である。図6に作図の出力例を示す。

作表の場合、作表プログラムを使ってテキストファイル

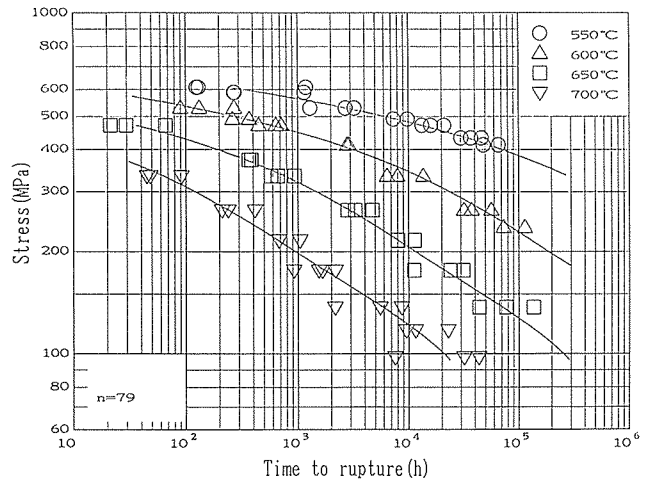


図6 レーザービームプリンターでの出力例
(鉄基 15Cr-26Ni-1.3Mo-2.1Ti-0.3V, A286)

が粗編集され、その後ワードプロセッサ機能を使って、表が整理される。

7 結 言

老朽化したクリープ温度監視装置の更新を機に、新しいクリープ試験監視装置を導入し、クリープ試験からクリープデータシートの編集作業の一部までも含むシステムの構築を図った。これにより得られた成果は以下のとおりである。

- (1) CRT上の日本語表示をもとに対話形式で操作ができるようになったため、コンピューター知識がなくても誰もが容易に扱えるようになった。
- (2) ワークファイルを作成するためのデータ入力以外、他の操作はCRT上の数字の選択かあるいはカーソル移動のみとなったため、作業の簡便化とともにデータ入力ミスの減少化が図られた。
- (3) 監視室及び試験室に設置されたパーソナルコンピューターは小規模LANによって接続されたため、どのコンピューターからも入出力作業が行え、監視室にいかずに現場で処理が可能となったため、他の作業をミスなく並行して進めることができるようになった。
- (4) ワークファイルのデータがチェックされると自動的に原始データファイルが作成・更新され、それ以後の各作業はすべてこのファイルをもとに実行されるようになったことから、データチェックなどのための時間及び労力を大幅に低減させることが可能となった。
- (5) データシート作成で必要とされる統計的解析、作図、作表などの一連の作業が連続して行えるようになったため、作業工程が従来のシステムよりも低減し、省力化、省時間化が実現できた。
- (6) 今後、このシステムをさらに発展させることができ

ば、クリープデータシート編集作業の自動化が可能になるものと期待される。

謝 辞

本システムは、本文中でも触れたように旧システムのハード及びソフト両面の資産を全面的の踏襲し、発展させたものである。旧システムの開発に当たってリーダー役を努められた第5研究グループ第1サブグループリーダー・門馬義雄氏、また共同開発者の方々に敬意を表します。さらに、新システムの開発に当たっても多くの方々にご支援・ご協力をいただきました。ご支援いただいた方々に深く感謝いたします。

参 考 文 献

- 1) 横井 信, 他: 金属材料技術研究所研究報告集 4, (1983), 50.
- 2) 横井 信, 池田定雄, 伊藤 弘, 馬場栄次: 鉄と鋼, 65 (1979), 2076.
- 3) 横井 信, 門馬義雄: 鉄と鋼, 65(1979), 831.
- 4) 宮崎昭光, 森下 弘, 松崎恵子, 門馬義雄: 金属材料技術研究所研究報告集 7, (1986), 201.
- 5) 金属材料技術研究所, NRIM Creep Data Sheet, No.28A, (1983).
- 6) 伊藤 弘, 江頭 満, 宮崎秀子, 門馬義雄, 横井 信: 鉄と鋼, 72(1986), 1944.
- 7) 門馬義雄, 伊藤 弘, 江頭 満, 馬場栄次, 宮崎秀子, 田中千秋: 鉄と鋼, 75(1989), 665.
- 8) 門馬義雄, 宮崎昭光, 吉田吉栄, 永井秀雄, 森下 弘, 横井 信: 鉄と鋼, 66(1980), S556.

科学技術庁金属材料技術研究所
編集委員会研究報告集小委員会

編集委員長	吉	原	一	紘
小委員長	門	脇	和	男
委員	大	塚	秀	幸
"	目		義	雄
"	新	野		仁
"	飯	塚	裕	久
事務局	企	画	課	普
			及	係

研 究 報 告 集 15

平成6年3月15日 印刷

平成6年3月25日 発行

発行所 科学技術庁金属材料技術研究所

本 所 〒153 東京都目黒区中目黒2丁目3番12号
TEL (03) 3719-2271 (代)

支 所 〒305 茨城県つくば市千現1丁目2番1号
TEL (0298) 53-1000 (ダイヤルイン)

印刷所 株式会社エリート印刷

〒300-12 茨城県牛久市柏田町3269
TEL (0298) 73-2232