

材料内部欠陥形成機構の解明と非破壊検出法の開発

研究代表者 理工学研究部（工学） 塩澤 和章

1. 目的

機械・構造物の省資源化，省エネルギー化，高効率化，軽量化などに対応した高機能材料の開発とその機器設計への適切な適用は安全性と信頼性を保障した高度福祉社会の構築並びに持続可能な地球環境の保全に対して欠くことのできない基礎的技術課題である．高強度鋼や表面改質処理によって機能性を向上させた鉄鋼材料の疲労において，二重 S-N 曲線或は二段折れ曲がり S-N 曲線と呼ばれる特異な S-N 曲線が出現することが近年報告されてきている．これは高応力振幅・短寿命域における表面破壊から，低応力振幅・長寿命域における内部破壊に破壊機構が遷移するために生ずる現象である．内部破壊は表面破壊の疲労限度以下の 10^7 回を越える超長寿命域で生じ，破壊の起点は材料内部の非金属介在物であるため，機器の長期使用の安全性・信頼性の保障と余寿命管理の立場から破壊機構の解明と内部欠陥検出手法の確立が重要な研究課題である．本研究では，機器の安全性・信頼性を保障した疲労設計法の確立と，高強度鋼の開発に対して微視的組織制御の指針を提供することを目的として，超高サイクル域で生ずる非金属介在物を起点とする内部疲労破壊の機構を解明することである．また，材料内部の介在物から発生する微小き裂の非破壊検出技術を確立することによって機器の保守・管理技術の高精度化を図ることをもう一つの目的とした．

2. 低合金鋼 SNCM439 の超高サイクル疲労と破壊機構

低合金鋼 JIS SNCM439 に 1123K で 1 h 保持後空冷の焼ならし，1123K で 1 h 保持後油冷の焼入れの後，4 種類の温度レベル（433K，573K，773K，893K）で 2 h 保持後空冷の焼戻しの熱処理を行った砂時計型試験片を用いて室温・大気中で繰返し速度 50Hz の条件下で片持ち回転曲げ疲労試験を行った．実験から得られた S-N 曲線を Fig. 1 に示す．高温で焼戻しを行った二種類の試験片 893K（ビッカース硬さ HV321）および 773K（同 HV360）は試験片表面をき裂発生起点とする表面破壊であり，明瞭な疲労限度を呈する．一方，433K の低温焼戻しを施した試験片（同 HV592）は高応力振幅・短寿命域における表面破壊から低応力振幅・長寿命域における試験片内部の非金属介在物を起点とする内部破壊に遷移する二重 S-N 曲線を呈する．また，573K 焼戻し材（同 HV477）は超長寿命域において内部破壊が現れ

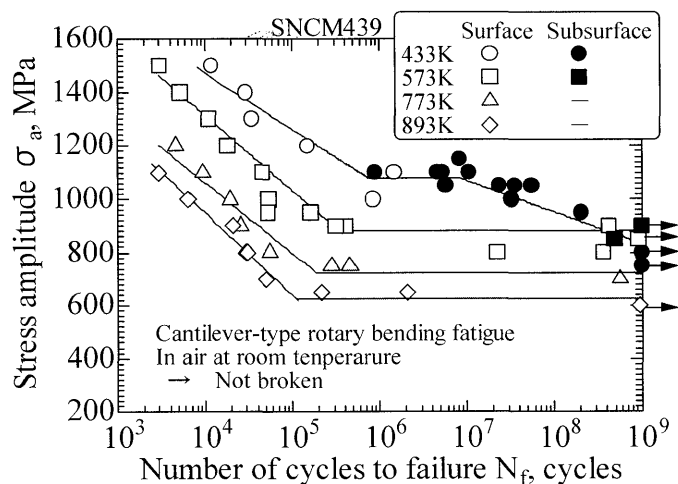


Fig. 1 S-N curves obtained from specimens tempered at four different temperatures.

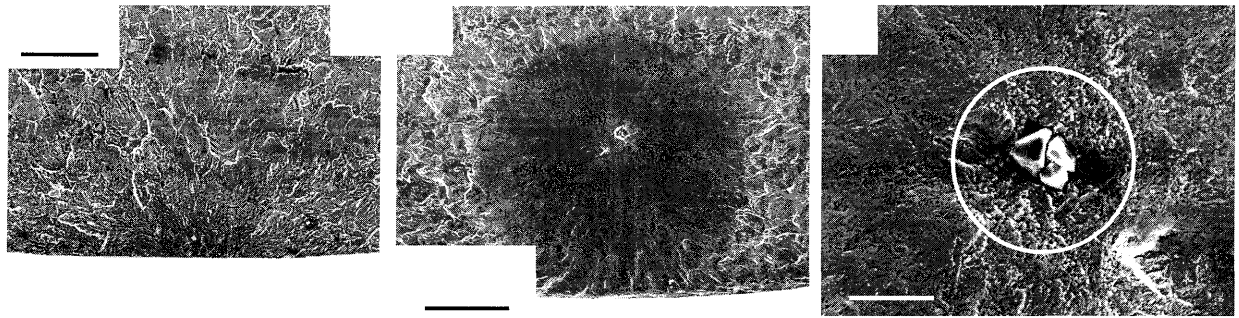


Fig. 2 SEM observation of fracture surface of the specimen tempered at 433K ruptured by surface fracture mode (a), internal inclusion-induced fracture mode (b) and GBF area around an inclusion (c).

る。以上のように、焼戻し温度の違いにより疲労強度に変化が生ずると共に、破壊形態が変化することになる。

Fig. 2 は 433K 焼戻し材の SEM による破面観察の一例である。図(a)に示すように、表面破壊のき裂発生起点には非金属介在物は観察されず、結晶のすべりを起点としてき裂が発生して破壊に至る。一方、内部破壊のき裂発生起点には非金属介在物が認められ、フィッシュアイが観察され (図(b)), 介在物の周囲には粒状で白く輝いた GBF (Granular Bright Facet) 領域が観察される (図(c))。GBF 領域は超高サイクル疲労破壊を支配する重要な因子であり、その形成機構の解明が重要である。研究の結果、GBF 領域は以下の3つの特徴をもつことが明らかとなった。

(1) 介在物周囲に形成される GBF 領域は、その周囲に比べて粒状の凹凸となり、粗さが大きい。Fig. 3 は走査型プローブ顕微鏡 (SPM) による観察結果の鳥瞰図である。図(a)の GBF 領域は粒状の凹凸が観察され、その形状は基材組織中の微細炭化物 (図(b)) と類似している。

(2) EPMA による分析の結果、GBF 領域はその周囲に比べて高濃度の炭素 (C) が検出される。

(3) 破面のトポグラフィ情報をもとに FRASTA (Fracture Surface Topographic Analysis) 法による破壊過程のコンピュータシミュレーションを行った結果、非金属介在物周囲に離散的

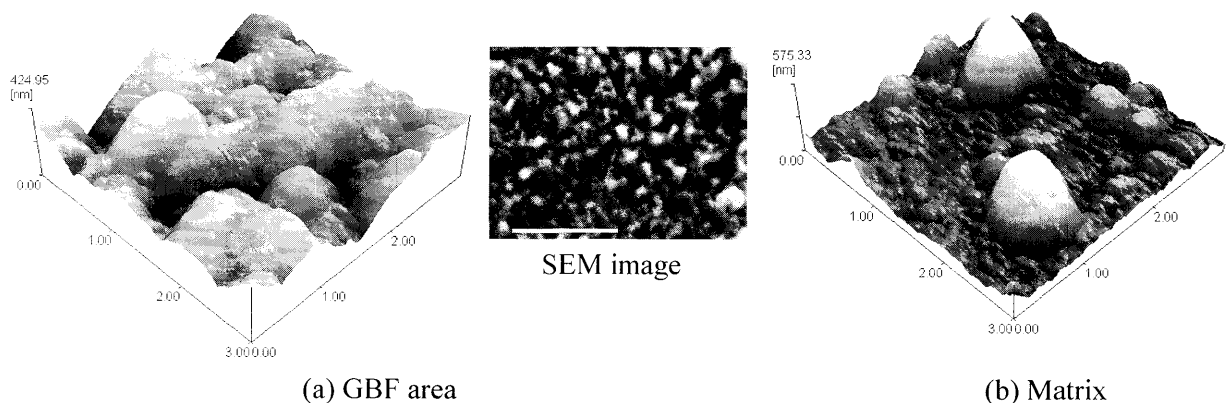


Fig. 3 Birds-eye pattern of the GBF area on the fracture surface (a) and the matrix (b) of a specimen tempered at 433K.

な微小き裂が形成され、それらの成長・合体によってき裂が進展することが認められた。

以上の結果から、GBF領域の形成機構として「微細炭化物の離散はく離説」を新たに提案した。すなわち、非金属介在物による応力集中と疲労変形により介在物周囲の微細炭化物が基材からはく離して微小き裂が発生する。これら微小き裂の成長・連結によってGBF領域が形成される。GBF領域の大きさがき裂進展の下限界応力拡大係数範囲を越えると通常のき裂としての進展が可能となり破壊に至る。

GBF領域の形成が基材中に析出する微細炭化物に依存すると考えると、GBF領域の凹凸、すなわち粗さは微細炭化物の大きさと関連することになる。Fig. 4はGBF領域の粗さ（Rmax）と微細炭化物の平均粒径との関係を求めたものであり、これまでに本研究室で実施してきた各種の高強度鋼についてまとめた結果である。図から明らかなように、両者には良い相関が認められる。

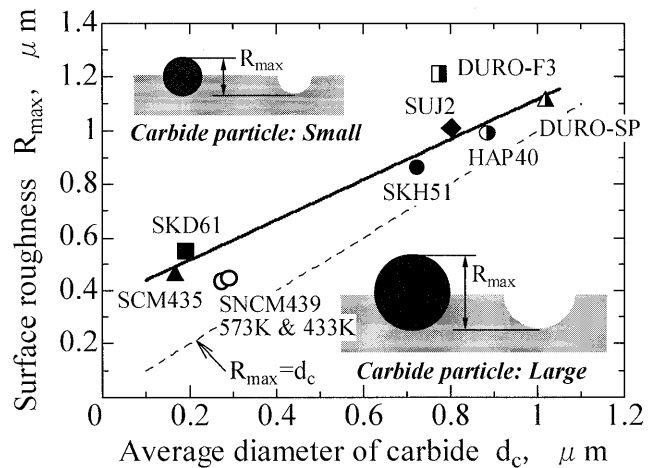


Fig. 4 Experimental relationship between surface roughness on GBF area and size of carbide in the matrix for some steels.

3. 超音波後方散乱波のウェーブレット解析による微小き裂検出に関する基礎的検討

疲労破壊の起点が材料内部の非金属介在物である場合、材料内部の微小き裂の非破壊検出手法の開発が重要となる。本研究では Fig. 5 に示すように、超音波探傷によって得られる後方散乱波に注目しウェーブレット解析を行った。ウェーブレット解析は時間的情報を失うことなく周波数解析可能な信号処理方法であり、内部介在物および微小き裂の大きさおよび位置を評価できる可能性がある。

超音波後方散乱波の測定には 50MHz 焦点付き探触子およびパルサ・レーザを用い、水浸法により測定した。超音波波形の計測にはデジタルオシロスコープを用い、サンプリング間隔 1ns で行った。取り込んだ波形データをパソコン上で数値計算ライブラリにより式 (1) のウェーブレット解析を行った。解析には時間一周波数解析に適している点から式 (2) の Gabor 関数を用いた。

$$(W_{\phi} f)(b, a) = \int_{-\infty}^{\infty} \frac{1}{\sqrt{a}} \phi\left(\frac{x-b}{a}\right) f(x) dx$$

..... (1)

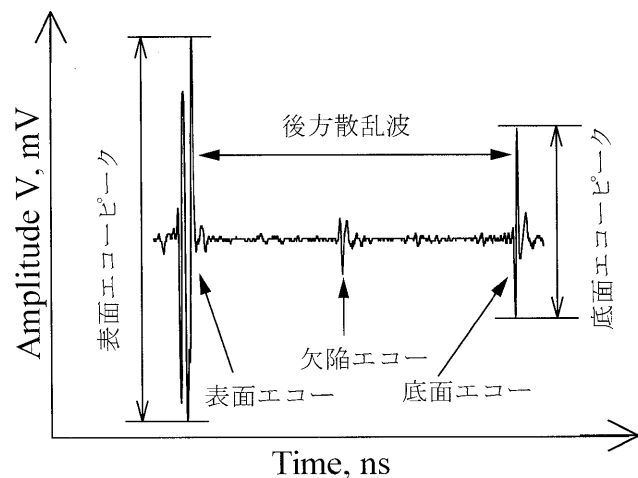


Fig. 5 Schematic presentation of supersonic wave.

$$\phi(x) = \frac{1}{\pi^{\frac{1}{4}}} \sqrt{\frac{\omega_0}{\sigma}} \exp\left(-\frac{1}{2}\left(\frac{\omega_0}{\sigma}\right)^2 x^2 + \omega_0 xi\right) \dots \dots \dots (2)$$

Fig. 6はAl角材の表面から2mmの深さに直径0.5mmの円柱状穴を施した試験片から得られた後方散乱波と同波形のウェーブレット解析結果を示す。図は表面波からの各時間における周波数に対応するスケール(S)と、強度に対応するウェーブレット係数(WT)の関係を示したものである。図(a)に測定した原波形とその解析結果を示す。後方散乱波の原波形にはランダムノイズおよび表面多重散乱波が検出され、ウェーブレット変換した際にも影響を与える。したがって、これらの影響を除去する事によって欠陥からの情報を詳細に検出できることになる。図(b)はランダムノイズを除去した結果を、また、図(c)はさらに多重散乱波を除去した結果である。これらの両者を除去することによって試料内部の穴からの散乱波を明確に抽出することが可能となった。ウェーブレット解析によって得られた波形のピーク位置に対応する時間から欠陥の位置が、また、スケールおよびウェーブレット係数から欠陥の大きさおよび種類が検出可能であると考えられる。

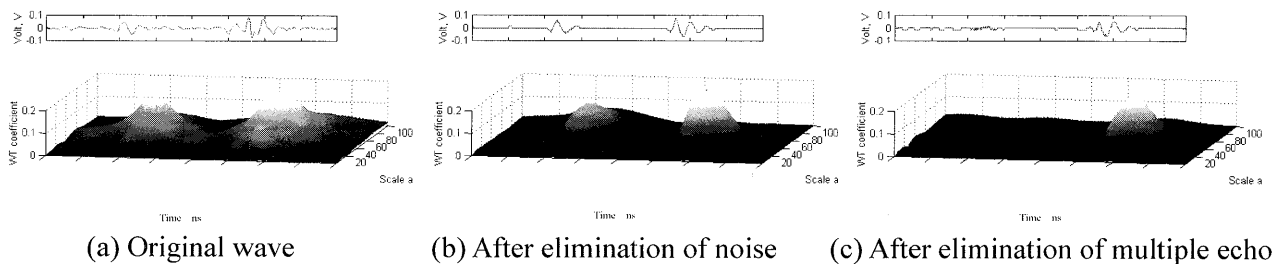


Fig.6 Result of wavelet analysis for original wave (a), and after elimination of noise (b) and multiple echo(c).

4. 成果の応用

機械要素部材に要求される高機能化を実現するために、材料の微視的組織制御が重要な課題である。材料中の析出物の制御による高機能材料の開発に対して析出物の役割とその制御指針を明確にすることによって超高サイクル域における疲労信頼性に優れた高強度鋼の開発が実現できる。また、内部の微小欠陥の非破壊評価法として超音波後方散乱波のウェーブレット解析は有効な手段であり、その高精度化に向けた研究によって新たな非破壊検出法の確立が可能である。

5. 利用施設

本研究の実施に際して、VBLの下記装置を利用した。

- ・高出力・高分解能 X 線回折システム；残留応力測定
- ・極微表面解析顕微鏡システム (SPM)；疲労破面の詳細観察