

金属材料のAE特性に関する研究

UDC 620.179.16:669.019
539.4.011.25Study of Acoustic Emission Characteristics During
Tensile Tests of Metals

鳥飼安生*・李孝雄*

Yasuo TORIKAI and Hyo Ung LI

1. はじめに

巨大構造物の破壊予知のために、塑性変形やクラック発生にともなって放出される音響波Acoustic Emissionを用いて欠陥を標定する技術¹⁾はめざましいものがある。しかしAEは材料の種類や内在する欠陥や不安定性の内的条件のほかに、荷重や温度雰囲気などの外的条件によっても大きな影響をうけるので、AEを利用するにあたって、諸材料のAE特性をあらかじめ明確に把握しておくことは、測定結果を正しく評価するのに不可決のことである。

材料のAE特性を解明するには、AEの発生機構の解明とともに関連して、材料の塑性変形中のAEを調べるのがより基本的な問題であり、これまでにAEと材料の微視的な現象を転位の運動との関連において解明するための研究¹⁾が行なわれているが、充分な成果をあげているとは言い難い。

われわれは以上の観点に立って、金属材料の塑性変形にともなうAEにおよぼす各種圧延板の焼純の効果およびAl-Mg合金材料の圧延方向に対する荷重の方向を3通り変えた効果について研究を行なった。

2. 試 料

試料はAl, Al-Mg合金、炭素鋼の3種類であり、それぞれの圧延材料から引張試験片を製作したものを各種温度で焼純を行なったものを用いた。使用した試料の組成を表1に示す。

表1 試料の組成と焼純条件

試料の組成	熱処理	引張形式
Al Al 1,050 P	Al 99.5%	
	Cu 0.02	300 °C
	Si 0.08	1 4hr
	Fe 0.29	600 °C
Al-Mg合金 52S	Al 96.5%	
	Mg 2.6	300 °C
	Si+Fe 0.45	1 4hr
	Cr 0.3	ピン
炭素鋼 SS 41	Mn 0.1	600 °C
	なし	
	C 0.12%	ピン
熱間圧延	700 °C	2hr
	850 °C	

成および焼純条件を表1に示し、Al, Al-Mg合金の形状と大きさを図1, 2にそれぞれ示す。炭素鋼の試験片

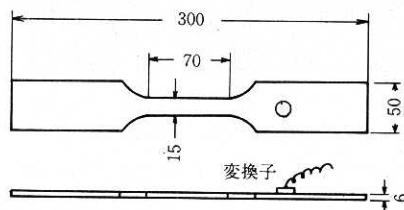


図1 Al試料の形状と大きさ

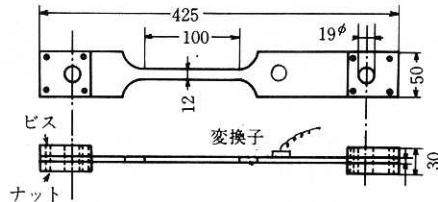
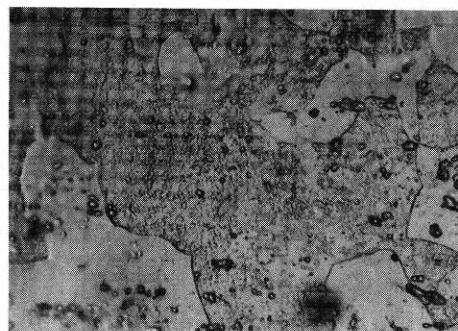


図2 Al-Mg合金試料の形状と大きさ

の大きさは平行部の幅が20mm、厚さ2mm以外は図2と同一寸法である。Al-Mg合金および炭素鋼の試験片はピンを用いて引張っているために、図2のように補強材を2液のエポキシ系接着剤ではり付け、4本のピスとナットで締付けピンからのノイズをできるだけ低減させた。

各試料はいずれも圧延材料であるので、加工の影響を除くために表1に示すような温度で焼純を行なって再結晶させた。焼純温度を350～400°Cにすると圧延組織が消えて約30μの再結晶粒（図3）がえられる。



×560

図3 Al (1,050P) の組織 (350 °C, 4hr焼純)

*東京大学生産技術研究所 第1部

Al-Mg合金は不純物が多く、結晶粒界がみにくかったが、600°Cで焼鈍したものは、粒径が大きく100~150μ位に成長する。また粒界にβ相(Al_3Mg_2)の析出(図4)がはっきり認められた。これに対し、400~500°C

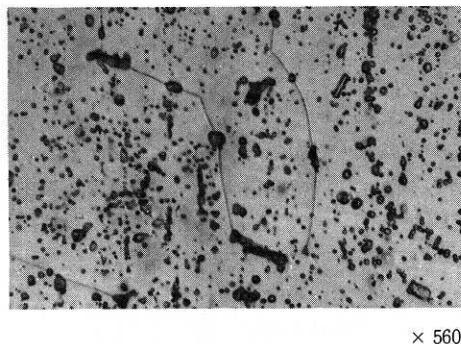


図4 Al-Mg合金(52S)の組織(600°C, 4hr焼鈍)
の焼鈍温度での組織はよくみえない所が多かったが、粒径は40~50μで粒界はまっすぐではなく多少くねっている。これは主に不純物の影響と思われる。これに対し、600°Cの焼鈍では、温度が高いので粒界はMgなどの不純物に打勝って移動し、かなり粒径が大きくなり、粒界は比較的まっすぐになっている。Al-Mg合金の500°Cで焼鈍したものと炉内で冷却したものと、大気中に出して冷却したものの組織は、写真から明瞭に認められなかつたが、いずれも結晶粒はほぼ50μの大きさであった。空冷試料では、Mgはβ相を析出するのが困難なほど速く冷却するので、炉冷の方がβ相の析出が多く粒界に散在しているのが認められた。

炭素鋼の金属組織を調べた結果は、市販材そのままで焼鈍を行なわないものが約25μ、700, 800°Cで焼鈍したもののがそれぞれ約50, 120μであった。いずれの試料も焼鈍温度が高くなるにつれて粒径のばらつきは小さくなる。

3. 実験方法

塑性変形中に生じたAE波形をブラウン管オッショロで観察すると、白色雜音に似た連続性AEと減衰振動状パルス波形の突発型AEとがみられる。このようなAE波形を解析するためによく用いられるパラメータに発生率、累積総数、実効値、振幅分布、周波数スペクトラム、到

達時間差などがある。本研究を行なうにあたって用いたパラメータは発生率、累積総数、実効電圧であり、発生率はAE信号をセンサー(変換子)で受波した出力電圧を増幅器に入れ、その出力側に設けたしきい値レベル(図5)を越える波のサイクルを全部数えることによって求められる。

実効値は連続AEを計測する場合には、しきい値レベルの影響を受けることがなく、実効値を2乗すればエネルギーに比例したものがえられ、物理的な意味付けが容

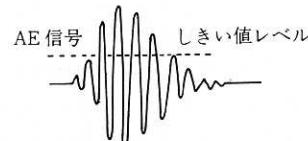


図5 しきい値レベルによるAE信号のカウント

易であるが、AEの発生する頻度の小さいものには不向きである。

AE波形を計測する装置のブロック図を図6に示す。

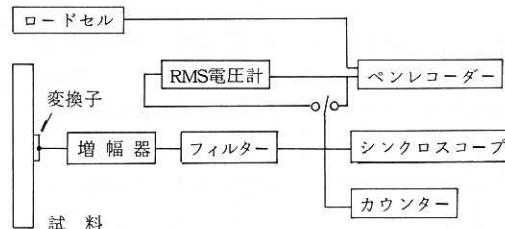


図6 実験装置の構成

センサーはPZT(8φ×1mm), 290KHzの半径モードの共振を用いホットメルトで試料に接着した。増幅器(80dB)を用い、しきい値レベルを0.22v, 0.5vにセットした2台のデジタルカウンターを用いて10秒ごとのAEの発生率を計数した。またAE信号はエンベロープ検討し、適当な積分器を通してペンレコーダで記録した。試験機はアムスラータイプのものを用いて、引張速度4.4mm/min一定にして実験を行なった。

4. 実験結果および考察

図7, 9, 11に各試料の塑性変形中に発生するAEのペンレコーダによる実験記録を示す。上半分が応力値を示す曲線で、下半分がAEの振幅を表す。また上半分の棒グラフ

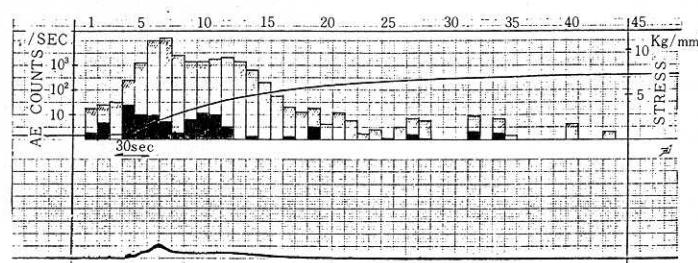


図7 Al試料の引張試験におけるAEの発生状況(400°C, 4hr焼鈍)

ラフは2台のカウンターの10秒ごとの読みを示し、図7、11の斜線の棒グラフはカウンターのしきい値レベルの低い方(0.22v)の読み、塗りつぶした棒グラフがしきい値レベルの高い方(0.5v)の読みを示す。これらのカウンターのレベルは増幅器の入力に換算すると7, 15μvに相当する。また図9のAl-Mg合金のデータについては、大振幅のAEが発生するため、カウンターのしきい値レベルを上げてそれぞれ0.5, 1.5vにセットした。横軸は時間軸で1目盛が10秒を表す。

4.1 アルミニウム

図7は400°C, 4時間焼鈍を行なった試料の典型的な結果を示したものである。引張の初期で荷重が増加する以前の信号はチャックの部分からの雑音であり、ところどころ髪のように出ている信号もチャックによるものである。熱処理を施さない試料でのAEは振幅のレベルの上昇が全くみられず、この髪のような信号だけが観測された事実から間違いないものと思われる。したがって、塗りつぶした棒グラフは主にチャックなどによる雑音である。斜線の棒グラフに注目すると、応力-歪曲線の降伏点付近で発生率が最大となり、それ以後は減少していく様子がうかがえる。図8に連続型AEのブラウン管オッショロの波形を示す。振幅が非常に小さく雑音レベルの約2~3倍程度である。

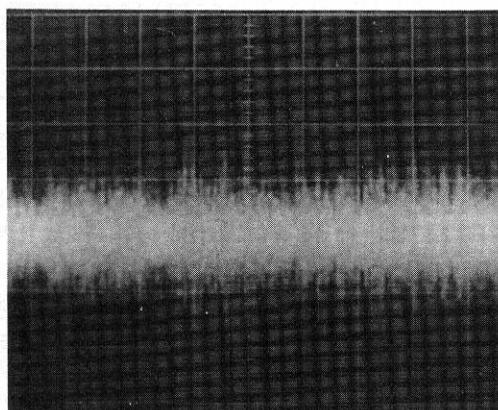


図8 Al試料のAE信号波形(400°C, 4hr 焼鈍)
縦軸 0.2 v /div 横軸 2 m sec /div

焼鈍温度とAEの累積総数の間には表2のような関係にあり、400°C付近でAEの活性度が最大になることがわかる。

表2 AlにおけるAEの累積総数

熱処理 ℃	平均粒径 μ	AEの累積総数 × 10 ³
なし		2.4
350	30	32
400	30	360
500	40	81
600		20

しきい値レベル 0.22v

AEの発生源としては、応力により不純物にピン止めされていた堆積転位が応力の増加とともにいったん不純物から離脱すると、このピン止めされていた応力は他のピン止めされた転位に力をおよぼすために、連鎖的に転位の離脱がおこり、いっせいに多くの転位が動きだすような一種の不連続的変形がAEの主たる発生源と考える説²⁾がある。このときピン止めの度合が強ければ大振幅のAEを発生する。したがってこの説に立てば、Alの場合、ピン止めが弱いために小振幅の連続性AEが観測されることになる。

この種の不連続的変形過程は、上にあげた転位の堆積と離脱過程の他に、フランクリード源などの転位の増殖過程³⁾も考えられる。この増殖もいったん一個所で増殖すると、これが他の増殖源を刺激して連続的に増殖が行なわれ、転位がいっせいに動きだすから主要なAE源の一つと考えられるが、この実験からはいずれの機構がより支配的であるかは明確にできない。

4.2 Al-Mg合金その1

図9は400°C, 4時間焼鈍を行なった試料の結果を示したものである。降伏点以前はほとんどAEを発生せず、降伏点に至ると急に大振幅のAEが発生していることがわかる。その後、応力はしばらく一定に保たれるが、また増加し始める。この時点からAEの出かたが変わってきて或る間隔で急激な振幅変化が認められるようになる。図10はこの変化の瞬間をとらえたもので、急激な振幅の変化が認められる。またそれ以後の変化は応力値の低下

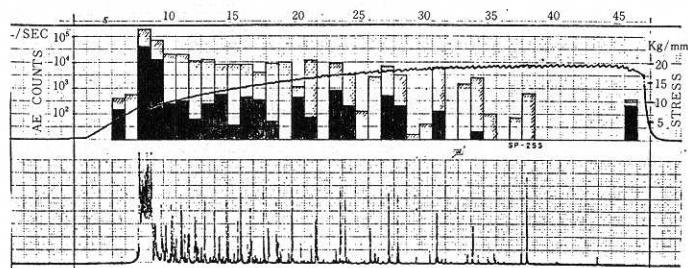


図9 Al-Mg合金試料の引張試験におけるAEの発生状況(400°C, 4hr 焼鈍)

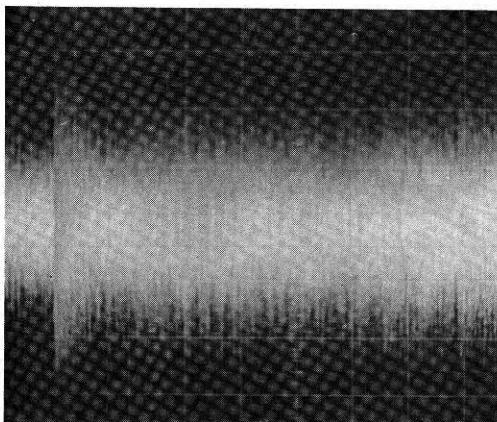


図10 Al-Mg合金試料のAE信号波形 (400 °C, 4hr 烧鈍)
縦軸 0.2 v/div 横軸 0.2 msec/div

とAE振幅の増加が実によく対応している。

焼鈍条件の変化に対するAEの累積総数を計数した結果を表3に示す。Alと同様に400°C付近にAEの活性度の最大がある。500°Cの炉冷と空冷を較べると、空冷の方がAEの総数が少ないことがわかる。すでに指摘したように、炉冷と空冷とでは粒界に析出する β 相に差が認められるので、この析出物と転位の相互作用がAEの活

表3 Al-Mg合金におけるAEの累積総数

熱処理 °C	平均粒径 μ	AEの累積総数 $\times 10^3$
300		24
350		3900
400	40	8700
500	50	5400
600	130	1400
500 空冷		2100

しきい値レベル 0.5v

度を規定しているものと思われる。

4.3 炭素鋼

図11はSS-41熱間圧延材の特に焼鈍を行なわない試料のAEデータである。Al-Mg合金のように降伏点で急激にAEが発生しているのが認められ、このときのAE波形は突発型であり、その様子を図12に示す。その後、

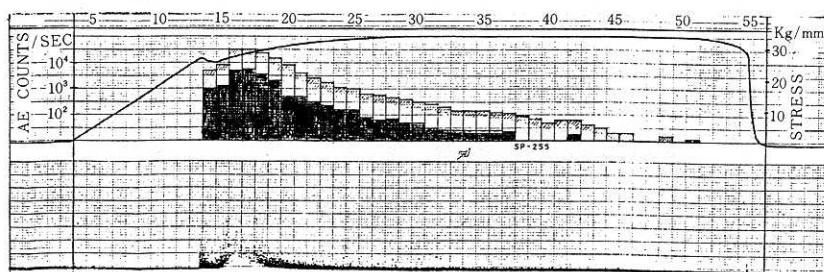


図11 炭素鋼試料の引張試験におけるAEの発生状況 (焼鈍なし)

加工硬化が進むにつれてAE信号は微弱になり、発生率が低下する。

焼鈍温度にたいするAEの累積総数は表4に示すよう、温度を上げると減少する。用いた試料は熱間材のた

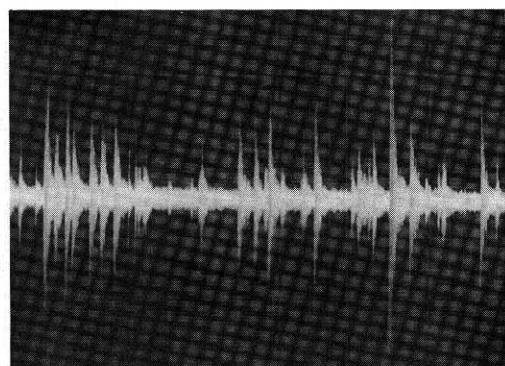


図12 炭素鋼試料のAE信号波形 (焼鈍なし)
縦軸 0.5 v/div 横軸 0.5 msec/div

表4 炭素鋼におけるAEの累積総数

熱処理 °C	平均粒径 μ	AEの累積総数 $\times 10^3$
なし	25	1,100
700	50	90
850	120	5

しきい値レベル 0.22v

めに、焼鈍を行なわなくとも圧延組織はかなり回復しており、焼鈍を行なうと結晶粒の粗大化が進み、AEの活性度は低下する。その際、降伏応力も約半分に低下する。

表2~4に共通していることは、ある程度焼鈍によって加工組織が回復すれば、AEは発生するようになるが、高い温度で焼鈍すると結晶粒が大きくなり、AEの活性度が低下することである。結晶粒が大きくなると、粒界の面積は減少するからAEの発生は粒界に強く依存するものとみることができる。先にも述べたように、AEが堆積された転位のピン止めされた場所からの離脱によるものとすれば、この堆積はもちろん不純物にもよるが、結晶粒界で堆積される転位の占める割合の方が大きいとみなせる。結晶粒界に堆積した転位は粒界付近に集中応力場を作り、この応力が隣接している結晶粒中の転位の

ピン止めをはずすのに充分なくらい大きくなると、隣接結晶中の転位は動き出し、これと同時に集中応力場は緩和される。これは多結晶の金属の塑性変形の機構であるが、この機構とAEの発生とは強いつながりがありそうである。

4.4 Al-Mg合金その2

図13に示すようなAl-Mg合金(組成はその1と同じ)の小型試験片を製作し、焼鈍後の炉冷と空冷によるAE特性の相違、および圧延方向に対する荷重の方向を0°、45°、90°と3通り変えた荷重方向によるAE特性の相違を調べるために実験を行なった。試験機はインストロンタイプのものを用い、試験のあいだ引張り速度は2.5mm/min一定に保った。

図14に400°C、2時間焼鈍を行なった後炉冷と空冷した試料(0°の場合)のAEを実効電圧で記録した例を示す。AEの発生状況は図9と同様の経過をたどるのが認められる。

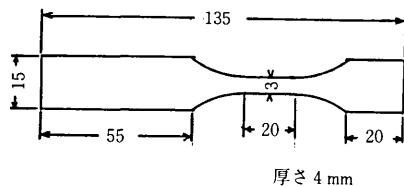


図13 Al-Mg合金その2の試料の形状と大きさ

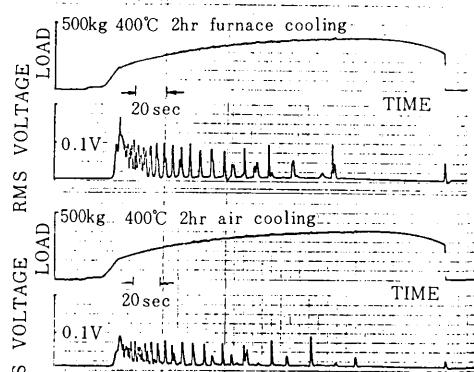


図14 Al-Mg合金その2の0°試料におけるAEの発生状況

表5-1 炉冷試料の焼鈍温度と荷重の方向にたいするAEの累積総数

焼鈍条件	0°試料	45°試料	90°試料
300 °C	26	14	19
2 hr	11	11	2.3
400 °C	26	13	
2 hr	4.1	0.66	
500 °C	25	23	20
2 hr	6.8	3.2	2.8
600 °C	2.3	1.3	7.4
2 hr	0.43	0.013	0.78

上段 $\times 10^5$: しきい値レベル
下段 $\times 10^4$: " 1.5 v

表5-2 空冷試料の焼鈍温度と荷重の方向にたいするAEの累積総数

焼鈍条件	0°試料	45°試料	90°試料
300 °C	10	16	19
2 hr		3.2	6.3
400 °C	10	12	1.3
2 hr	1.1	1.0	0.031
500 °C	10	0.2	21
2 hr	1.5	0.089	6.1
600 °C	2.6	2.1	3.3
2 hr	0.061	0.079	0.062

上段 $\times 10^5$: しきい値レベル 0.5 v
下段 $\times 10^4$: " 1.5 v

められる。

表5にはしきい値レベルを0.5、1.5vにセットした炉冷と空冷試料の破断に至るまでのAEの累積総数を計測した結果を示す。各温度で2時間焼鈍した試料では、データがややばらついているが、空冷試料の方がAEの活性度は低下する傾向をみせている。圧延方向にたいする引張方向の影響は、これだけの実験からは明確な結果をうることができなかつたが、破断までの延びの大きいものほどAEの活性度は低下しており、45°試料は600°Cを除いて0°、90°のものに較べて伸びが増大する傾向を示している。

5. おわりに

以上、Al-Al-Mg合金、炭素鋼試料の塑性変形中のAE特性におよぼす焼鈍の効果について明らかにした。この実験では、試料の種類も少なく、データ不足であることと、検出しているAE信号の周波数成分が290kHzに限られているので、今後はAEの解析にあたって振幅分布、周波数スペクトラムなどのパラメータを併用したよりきめの細かい研究を行なう必要がある。終りに本研究の前半の部分は現在、日立製作所に勤務している松崎均氏が修士論文としてまとめたものであることを付記する。

この研究を行なうにあたって、AEについて種々ご助言をいただいた本所第1部鈴木助教授、第3部尾上研の山田氏、東京工業大学の羽田野氏に感謝いたします。また熱処理と金属組織についてご協力いただいた複合材料センターの大蔵助教授、第4部加藤研の井上氏、西川研の長田氏に感謝いたします。

(1977年1月14日受稿)

参考文献

- 1) 尾上守夫ほか:アコースティック・エミッションの基礎と応用、コロナ社
- 2) 例えば、D. R. James and S. H. Carpenter: J. Appl. Phys., vol. 42, 4685 (1971)
- 3) V. D. Natsik and K. A. Chisho: Sov. Phys. Solid State, vol. 14, 2678 (1973)