

## (討22) 鋼の焼もどしによる Acoustic Emission 特性の変化

川崎製鉄・技術研究所

○佐野謙一・今中拓一

船越督己・藤元克己

## 1. はじめに

物質中の微小な弾性エネルギーの解放に伴う Acoustic Emission (AE) を検出することによって、塑性変形や破壊のプロセスに関する有益な情報を得ることができる。AE の発生特性は試料の内部構造や変形のモードに敏感であるために、とくに鋼の場合には複雑な挙動を示す。これまでに実用鋼に関して非常に多くの興味深い実験が報告されているが、それらの結果を統一的に解釈する試みはほとんど無く、その情報が十分に活用されているとは言い難い。この研究はもともと各種実用鋼の基本的な AE 発生特性を明らかにして、強度や靱性の研究に AE を役立てる目的で始めたものであるが、本報告においてはそれらの理解の基礎となると思われる、単純な組成の焼もどしマルテンサイトの変形中の AE 発生特性の特徴について述べる。

## 2. 試料および実験方法

実験に用いた試料は真空溶解した 0.3% C, 0.3% C - 1.5% Si および 0.3% C - 1% V 鋼でその化学組成を表 1. に示す。これらの試料を鍛造後均質化焼鈍し、熱間および冷間圧延によつて厚さ 1mm の板材とした後、巾 10mm

表 1. 試料の化学組成 wt %

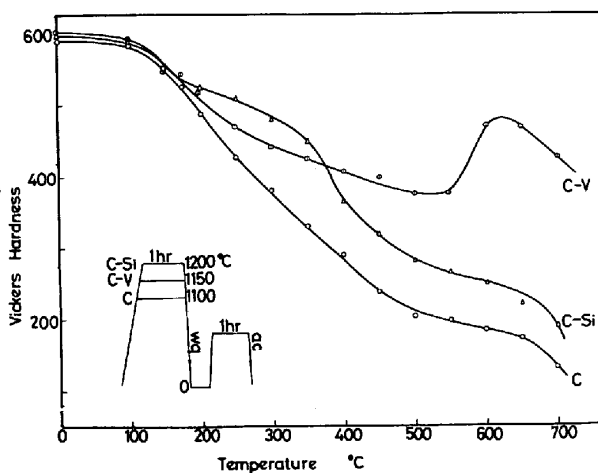
Steel	C	Si	Mn	P	S	Al	V
C	.28	.005	.001	.002	.003	.001	
C-V	.28	.011	.004	.003	.003		.95
C-Si	.29	1.42	.006	.002	.003		

平行部長さ 60mm の引張試験片に加工した。熱処理は真空カプセル中において炭化物が完全に固溶する温度に加熱後氷水中に焼入れ、50℃から750℃の間の温度で焼もどした。

なお焼入れたままの試料を室温中に放置すると AE 発生特性が変化するので、焼もどし処理を行なうまではドライ・アイス・アルコール中に保存した。Acoustic Emission の測定は共振周波数 145 kHz の P Z T 素子を用いた市販の変換器をシリコン・ガラスを接触媒質として試料表面に固定し、検出した信号を約  $10^5$  倍 (96 db) 増巾後、計数率や実効電圧を測定した。測定法の詳細や問題点についてはすでに報告してある。<sup>(1)(2)</sup> なお AE 信号、荷重および歪は一旦磁気テープに記録して、後で繰返し再生して解析を行なった。変形は 5 トン型インストロン試験機を用いて室温 (22℃) で行ない、とくに指定のない場合には、毎分 2mm のクロス・ヘッド速度で変形した。

## 3. 実験結果および検討

硬さ変化: 0.3% C, 0.3% C - 1.5% Si および 0.3% C - 1% V 鋼の焼もどしによる硬さの変化を図 1. に示す。Si を含む鋼では一般に  $\epsilon$ -炭化物を安定にして、 $\epsilon$ -炭化物からセメントイトへの遷移温度を高温側に移行させることが知られているが、図においても 200°C と 400°C の間で 0.3% C 鋼に比較して焼もどし軟化の遅滞が見られる。V を含む鋼では 200°C 以上における焼もどし軟化の遅滞の他に 600°C 近傍において、V-炭化物析出による 2 次硬化が見られる。



Acoustic Emission 発生特性: 焼もどし温度による AE 発生特性の変化の例として、図 2. に 0.3% C

図 1. 焼もどしによる Vickers 硬さの変化

- 1% V鋼の各焼もどし温度で特徴的な引張変形中の実効電圧によるAE発生特性を荷重時間曲線と共に示す。

焼入れたままの状態では大振巾の突発型AEのみが観察され、さらに荷重を増大すると粒界脆性破壊した。大振巾のAEが発生し始めた時点で除荷し、表面を光学顕微鏡によって観察すると、もとのオーステナイト粒界に沿って微細な割れが多数観察されたことから、この大振巾AEの発生は微小亀裂の発生によると考えられる。

100℃焼もどしの場合には降伏点近傍で最大値をとる連続型AEと破断点近傍における大振巾の突発型AEの両方が観察され、破面は1部が粒界脆性破面であった。

250℃焼もどしでは連続型AEのみが観察された。Vを含む鋼の場合には、300℃以上での焼もどしによってAEの実効値が低下するほか、2次硬化が起る600℃焼もどしをした試料では再びほぼ全面的な粒界脆性破壊が起り、それに伴って大振巾の突発型AEも観察された。それぞれの鋼の連続型AEの実効値のピーク電圧を図3に焼もどし温度の関数として示す。

0.3% C鋼では焼もどし温度が100℃と350℃の間の場合にだけ連続型AEが観察され、250℃焼もどしで最大値を示す。

400℃以上で焼もどした場合にはAEは観察されなかった。

写真1.に各温度における特徴的な電頭組織を示す。焼入れたままの状態(a)では典型的なラス状マルテンサイト組織で炭化物は認められなかった。250℃焼もどしでは、(b)に見られるように回復の他に多数の方向性を持った針状の炭化物が観察される。炭化物は $\chi$ 相またはウィデマンステッテン状セメンタイトの可能性もあるが<sup>(3),(4)</sup>一応 $\epsilon$ -炭化物であると考えことにする。

いずれにせよ0.3% C鋼においてはこの針状炭化物の生成が連続型AEの発生と密接な関係を持っていることは明らかである。

400℃焼もどし(c)では炭化物の粗大化や一部の球状化が見

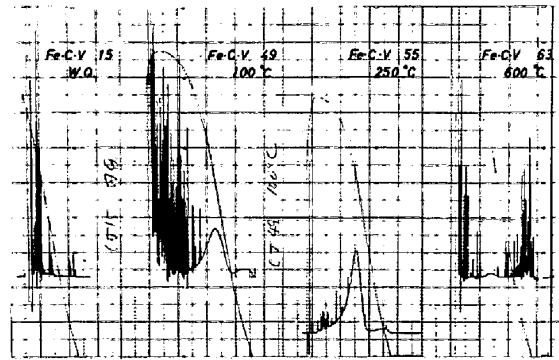


図2. Vを含む鋼の焼もどしによるAE発生特性の変化

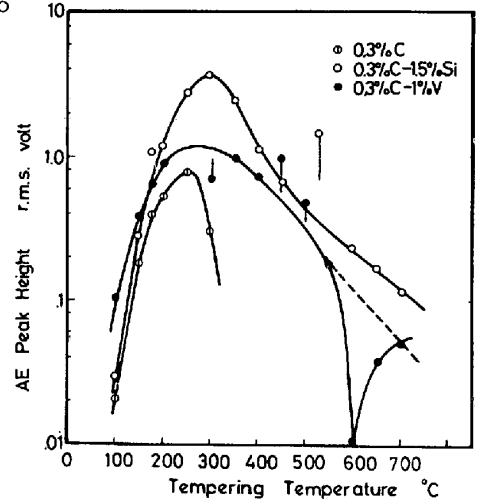


図3. AE実効値と焼もどし温度の関係

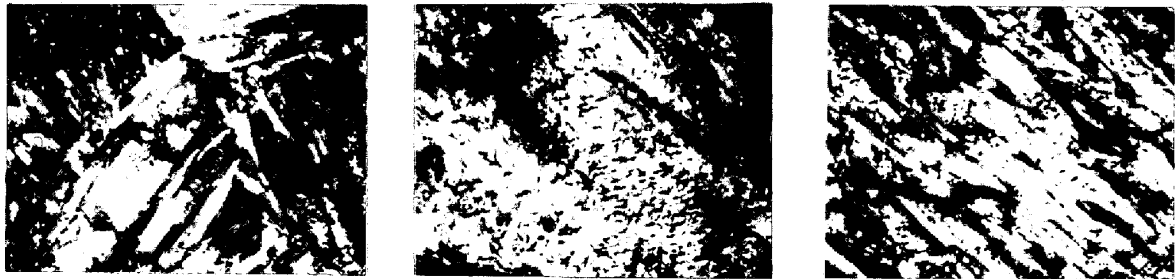


写真1. 0.3% C鋼の電子顕微鏡組織

a. 焼入れのまま      b. 250℃焼もどし      c. 400℃焼もどし      1 $\mu$

られ、準安定炭化物からセメンタイトへの変化が起っていると考えられるほか、転位の消滅も顕著である。SiやVを含む鋼では500℃以上まで針状の炭化物が見られ、連続型AEは300℃で最大値を示した後焼もどし温度の増大と共に減少するが、0.3% C鋼の場合のように、消滅してしまうことはない。300℃から400℃の間の焼もどしでは、 $\epsilon$ -炭化物からセメンタイトへの移行が高温側にずれることによって、連続型AEが観察される温度範囲も高温側にずれると考えられる。

400℃以上の焼もどし温度では各鋼の間で回復や再結晶挙動等に相当差があるので、AE発生特性の変化を炭化物の挙動のみによって説明することはできない。Vを含む鋼では2次硬化が顕著な600℃においてAEのピーク電圧は最小値を示し、さらに焼もどし温度を高くして過時効の状態となると再び増大する。Felbeckら<sup>(5)</sup>の考えによると、AEパルスの振巾は転位の平均自由行程に比例するので、このことはV-炭化物の間隔によって転位の平均自由行程が変化することに対応すると考えられる。

連続型AEと塑性変形の関係：さてこれまでに述べてきた低温で焼もどしたマルテンサイト鋼で見られる連続型AEの発生機構や変形機構との関係について若干検討してみたい。図4.は250℃で焼もどした0.3%C-1.5%Si鋼の応力-歪曲線と連続型AEの実効値を同時記録した例である。連続型AEは弾性限よりやや低目の応力から増大し始め塑性歪約0.05%で最大値を示し、それ以上の歪では急速に減少する。このことから連続型AEが増大しはじめる点は試料全体にわたって塑性流動が開始する応力に対応すると考えられるので、J.C.M.Li<sup>(6)</sup>にならって、この応力をAE降伏応力と定義することにする。(Liは個々のAEパルスの発生をAcoustic Yieldingと表現している。)なおチャートの上でAEの実効値の増大が認められる応力に達する直前から、オッソロ・スコープ上では小振巾のAEパルスの発生頻度が増大することが観察される。これは個々の二り線の活動などの局部的な降伏に対応すると考えられるので、降伏機構を明らかにする上では重要な情報を担っているが、試料全体の降伏との関係などの本質的な問題として、また測定技術の上からも今後の課題として残されている。AEパルスの観測から見る限り降伏は二りサイト活動の統計的な頻度の増大にすぎないように思われる。Acoustic Emissionの

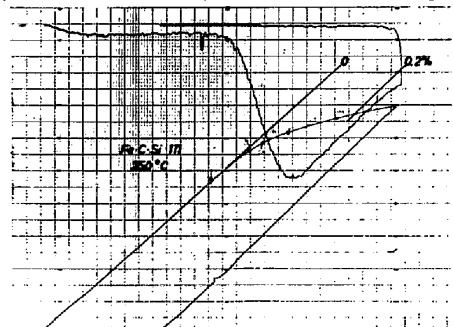


図4. 応力-歪曲線とAEの関係

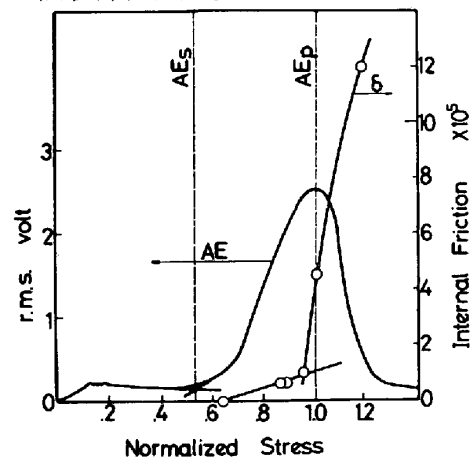


図5. AEの発生と内部摩擦の外部応力による変化

発生機構としては、塑性変形他に、先に述べた微小亀裂の発生や、焼もどしマルテンサイトの場合には残留オーステナイトの応力誘起変態、炭化物の割れなども考慮しなければならないが、電顕観察の結果や合金元素を含む鋼のAE発生特性などから判断して、塑性変形以外のAE発生機構が連続型AEの主要な原因であるとは考え難い。この点を別な観点から明らかにするために、変形の各段階における内部摩擦の変化を調べた。図5.は0.3%C-1.5%Si鋼の内部摩擦の変化を横振動法によって測定し、AEの実効値がピークを示す応力で規格化した応力に対して示したものである。AE降伏応力以上の応力を付加した試料では室温時効によって内部摩擦の回復がおこる。これは新たに導入された運動転位の固溶炭素原子による固着が原因と考えられる。したがって連続型AEの発生機構としては、固着点からの離脱または増殖による運動転位の導入が主要な原因であることが裏付けられた。このようにして定義した0.3%C-1.5%Si鋼のAE降伏応力と0.2%流動応力を焼もどし温度の関数として図6.に示す。300℃以下の焼もどし

発生機構としては、塑性変形他に、先に述べた微小亀裂の発生や、焼もどしマルテンサイトの場合には残留オーステナイトの応力誘起変態、炭化物の割れなども考慮しなければならないが、電顕観察の結果や合金元素を含む鋼のAE発生特性などから判断して、塑性変形以外のAE発生機構が連続型AEの主要な原因であるとは考え難い。この点を別な観点から明らかにするために、変形の各段階における内部摩擦の変化を調べた。図5.は0.3%C-1.5%Si鋼

の内部摩擦の変化を横振動法によって測定し、AEの実効値がピークを示す応力で規格化した応力に対して示したものである。AE降伏応力以上の応力を付加した試料では室温時効によって内部摩擦の回復がおこる。これは新たに導入された運動転位の固溶炭素原子による固着が原因と考えられる。したがって連続型AEの発生機構としては、固着点からの離脱または増殖による運動転位の導入が主要な原因であることが裏付けられた。このようにして定義した0.3%C-1.5%Si鋼のAE降伏応力と0.2%流動応力を焼もどし温度の関数として図6.に示す。300℃以下の焼もどし

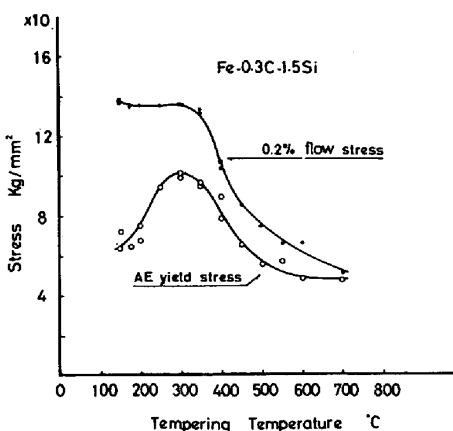


図6. AE降伏応力と0.2%流動応力の焼もどしによる変化

では、0.2%流動応力はほとんど変化しないが、A E降伏応力は焼もどし温度と共に増大する。300℃以上の焼もどしでは0.2%流動応力もA E降伏応力もほぼ一定の比率を保ちながら焼もどし温度の増大によって減少する。300℃以下のA E降伏応力の増大は $\epsilon$ -炭化物の析出過程の進行による転位の固着力または運動の障害物の強さの増大に対応すると考えられる。図7. に3種の鋼のA E降伏応力を焼もどし温度の関数として示す。300℃以下の焼もどしによるA E降伏応力の変化には合金元素の種類による相違が見られる。これは準安定炭化物の析出分解挙動におよぼす合金元素の効果に対応していると考えられる。Vを含む鋼では2次硬化に伴うA E降伏応力の増大が見られる。

**歪速度の影響：**すでに報告したように<sup>(7)</sup>A Eの活動度は歪速度に敏感である。図8. はA E実効電圧のピーク値をクロスヘッド速度の平方根に対してプロットしたもので、ここに見られる直線関係からA E電圧の2乗が歪速度に比例することがわかる。銅単結晶の場合にはA Eの実効電圧と歪速度の間にほぼ比例関係が成立する。<sup>(8)</sup>このことは銅単結晶と焼もどしマルテンサイトの変形機構の差に由来すると考えられる。

A E実効電圧の2乗は音響エネルギーに比例することから、焼もどしマルテンサイトの場合、一定のエネルギーを放出する位りサイトの数が歪速度とは無関係に単位歪あたり一定であるとすれば上の結果を説明できる。しかしながら、実効電圧に対して個々の位りサイトにおいて発生するパルス振巾と活動した位りサイトの数は同様に寄与するのでさらに検討を要する。

#### 4. むすび

焼もどしマルテンサイトの降伏を支配する機構についてはすでに多くの理論や実験が報告されている。その多くに共通した問題点は理論を導く際に仮定した機構が実際に変形中の試料内部で起っていることを直接に示すことの困難さにあると思われる。このような観点から Acoustic Emission は変形中の運動転位の挙動を調べるための新しい観測手段として今後有力なものとなるであろう。

#### 文献

- 1) : 今中拓一, 佐野謙一, 清水真人 : 川崎製鉄技報 : 5 (1973), 1
- 2) : 今中拓一, 佐野謙一, 清水真人 : 日本金属学会会報 : 12 (1973), 871
- 3) : G.R. Speich and W.C. Leslie : Met. Trans., 3 (1972), 1043
- 4) : K.H. Jack and S. Wild : Nature, 212 (1966), 248
- 5) : A.B.L. Agarwal, J.R. Frederick and D.K. Felbeck : Met. Trans., 1(1970), 1069
- 6) : J.C.M. Li : Discussions Faraday Soc., 38 (1964), 138
- 7) : T. Imanaka, K. Sano, and M. Shimizu, : Crystal Lattice Defects, 4(1973), 57
- 8) : M. Shimizu, K. Sano, T. Imanaka and K. Fujimoto : to be published, Proc. 2nd. Symp. on Acoustic Emission, Tokyo(1974), 日本高圧力技術協会, 日本非破壊検査協会 協催

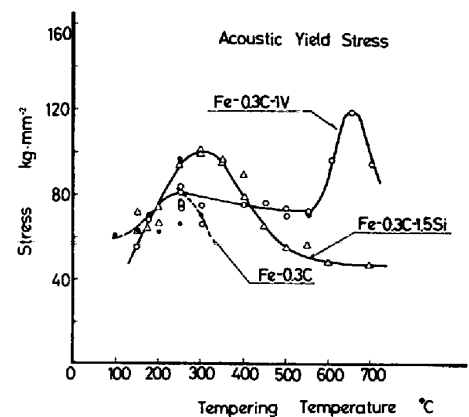


図7. A E降伏応力と焼もどし温度

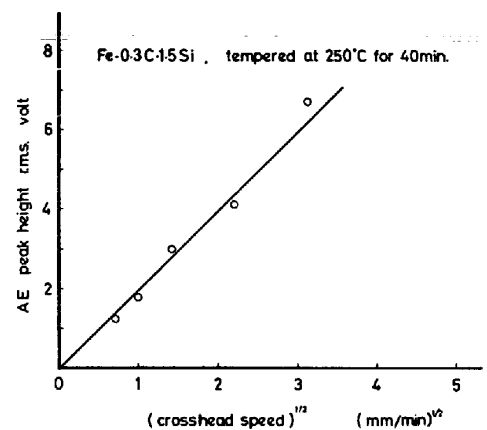


図8. A E ピーク電圧と歪速度