

環境脆化割れに伴う Acoustic Emission の信号処理法

野 末 章・岸 輝 雄
堀 内 良・A. B. セバイ

The Analysis Method of AE Signals Generated by Environmental Embrittlement

By

Akira NOZUE, Teruo KISHI, Ryo HORIUCHI
and A.B. ELSEBAI

Abstract: Acoustic Emission (AE) technique is applied to detect failure in α -Brass undergoing mercury attack. It is important to establish the analysis method of AE signals generated by environmental embrittlement. The result of this investigation shows that amplitude distribution is useful AE parameters to evaluate environmental embrittlement.

1. 緒 言

最近、大型構造物やプラントにおける使用環境条件の苛酷化に伴い、金属の環境脆化による割れの検出は構造物の安全監視の上で重要な問題となっている。非破壊検査法としては、超音波探傷法などさまざまな方法がなされているが、き裂の跡を追跡するフラクトグラフィ法と同様、き裂進展挙動を敏感に且つ動的に把握するには不十分である。これに対して AE は金属の破壊を動的に且つ敏感に検出できる有用性があり、疲労と共に実用構造物の破壊の典型的現象である応力腐食割れ（以下 SCC と略す、広義の意味で水素脆性を含む）のき裂進展機構の解明などに広く応用がなされ [1] ~ [3]、SCC の破壊機構の解明ならびに非破壊検査法の一手段となりつつある。一方、SCC は力学、環境、材料などの因子に支配される極めて複雑な現象であり、各研究者によって異なる結果が報告されるなど、未解明な点が多く、SCC を AE から十分に評価するには至っていない。これは各因子の統一的な解釈の欠如によるものと、AE の計測においては、AE の信号処理法の確立がなされていないことに起因していると思われる。また実際、構造物への AE の適用を考えると、溶接物などには使用当被からき裂などの欠陥を有しており、き裂伝播時の AE 挙動の把握が必要であると思われる。しかも実際環境脆化が問題となっているのは、軽水型原子炉の配管系の沸騰水による SUS 304 鋼の SCC、ロケットのモーターケースなどに使用される超高張力鋼

のマルエージング鋼の水素脆性 (HE) など、いずれも破面形態は粒界割れ (IG) を呈することが多い、従って、粒界破壊におけるき裂進展時の AE の信号処理の確立は、構造物などの SCC を AE から評価する上で重要なことと思われる。このような点を考え、本研究は液体水銀環境下で典型的な粒界割れを呈するとされている α 黄銅を供試材とし、き裂を有する CT 試験片を用い、粒界破壊に伴う AE の信号処理確立のためのモデル実験を行い、合わせて残留応力検出としての AE の有効性について検討を行った。

2. 実 験

2.1 供 試 材

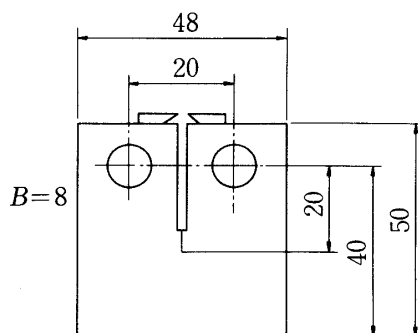
用いた材料は第1表に化学成分を示す市販の α 黄銅 (JIS BsP1) であり、その試験片の形状と寸法を第1図に示す。CT 試験片は圧延方向に採取し、貴通切欠きを入れた後、放電加工で 4mm 長さ、半径 0.1mm のノッチを入れ、400°C、600°C で各1時間 N_2 ガス中で焼鈍を施した。写真 1 a, 1 b に示すように、各焼鈍後の平均粒径はそれぞれ、 $30\mu m$ 、 $58\mu m$ であり、その機械的性質を第2表に示す。更に焼鈍後、ノッチの先端に、低荷重振幅 (ΔP

第1表 Chemical composition (wt%)

Cu	Pb	Fe	Zn.
70.5	0.10	0.15	Bal.

第2表 Mechanical properties

Heat Treatment	Strength (kg/mm ²)		Elongation %	Grain Diameter μm
	Yield	Tensile		
400°Cx1h	11.5	32.6	60	30
600°Cx1h	9.0	28.0	65	58



第1図 CT-Specimen

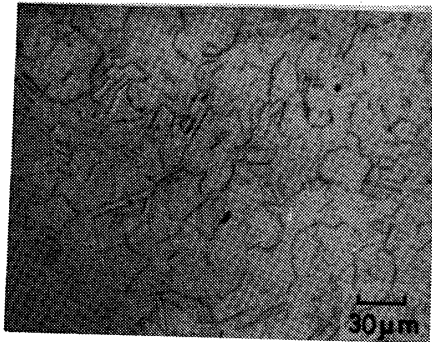


写真1a 組織写真

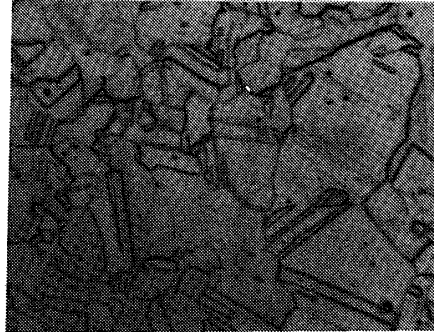
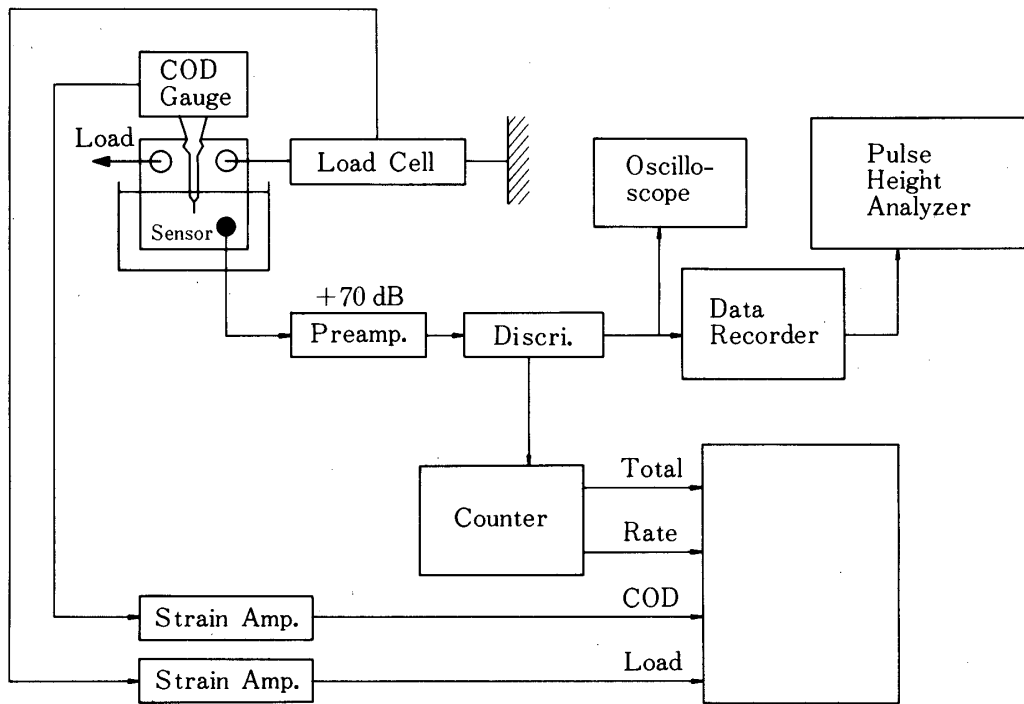


写真1b 組織写真

= 230 kg) で疲労クラックを導入し、疲労予き裂の長さ と板幅の比 a/W を 0.5 とした。予き裂先端の塑性域の大きさ ω は $\omega = \frac{1}{2\pi} \left(\frac{K_{max}}{\sigma_y} \right)^2$ で求めた所、2.5 mm となった。

2.2 実験方法

環境として、25℃の硝酸第1水銀溶液（イオン交換水 1 ℓ，硝酸第1水銀 100 g，硝酸 13 ml）を用いた。この水溶液は古くから冷間加工した黄銅の残留応力がアンモニア雰囲気内で応力腐食割れを起こす程高いか否かを試験する標準溶液として用いられている。

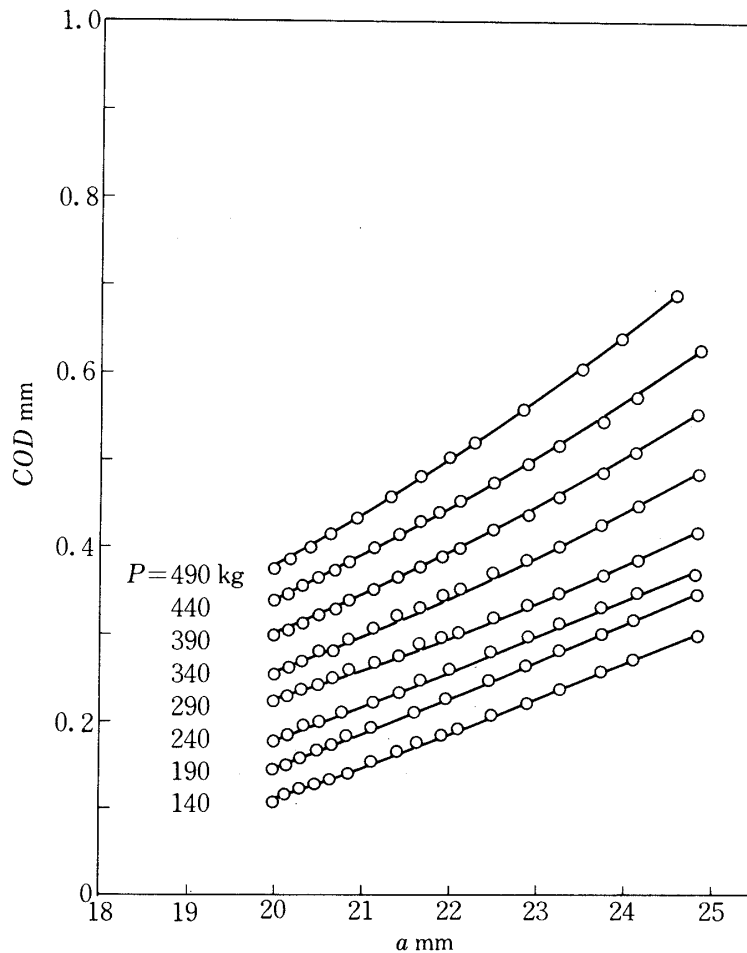


第2図 AE の測定ブロック図

使用した試験機はてこ比1対10で、容量1.5tonの自作した横型荷重一定装置であり、その概観図とAEの測定ブロック図を第2図に示す。

試験としては、CT試験片のクラック部のみを硝酸第1水銀溶液内に浸漬し、浸漬とはほぼ同時に一定荷重を負荷し、K増加の遅れ破壊試験を行った。き裂進展のモニター及びき裂進展速度の測定を行うために、COD(き裂開口変位)をクリップゲージにより測定した。第3図にCODとクラック長さの校正曲線を示す。

AEの測定としては、疲労試験などと異なり、静的な試験であり、実際荷重負荷後、治具のこすれなどから生じる機械的ノイズは観測されず、1chにより測定した。検出器として接着面以外をエポキシ系樹脂で被覆した140KHz共振型トランスデューサー(目黒計器製M-3)を用い、検出器からの出力信号を増幅器(NF AE 912)で増幅後(全利得70dB),



第3図 き裂開口変位とクラック長さの関係

通過帯域 100 ~ 200 KHz のバンドパスフィルターを通した後、しきい値 $30\mu\text{V}$ で Dead Time 法 (Dead Time 0.3 ms) に事象処理した事象率と事象総数をカウンター (NF AE 932) により測定した。同時に AE 信号をビデオコーダー (SONY AV-8750) に録音し、再生後 12 ch の波高分析装置 (NF TU-2308) で波高分析を行い、事象数の振幅分布、エネルギー (比例 V_p^2) を求めた。

2.3 K と da/dt の算出

CT 試験片の応力拡大係数 K は E 647-78 T [4] により、(1) 式より算出した。

$$K = \frac{P}{B\sqrt{W}} \cdot \frac{2 + \alpha}{(1 - \alpha)^{\frac{3}{2}}} (0.886 + 4.64\alpha - 13.3\alpha^2 + 14.72\alpha^3 - 5.6\alpha^4) \quad (1)$$

$$\alpha = a/W$$

ここで P は荷重、B は板厚、W は板幅、 a はクラック長さである。

き裂進展速度 da/dt は第 3 図に示す COD とクラック長さの較正曲線より求めた。

3. SCC 因子と AE パラメーター

SCC を AE から評価する上で、SCC を支配する因子の把握及び AE の信号処理法を確立するが重要である。SCC を支配する因子は力学、環境、材料であることが知られており、AE パラメーターと共に下記のように整理される。SCC のき裂進展に伴う AE は突発型が多く、減衰能などの影響を受けるリングダウン計数、時定数に依存する RMS 電圧は使用に適さず、事象数、振幅分布、エネルギー (αV_p^2) 分布、周波数分布を計測すべであり、それらのパラメーターの物理的意味を明確にすることが AE 計測の今後の重要な課題の一つ

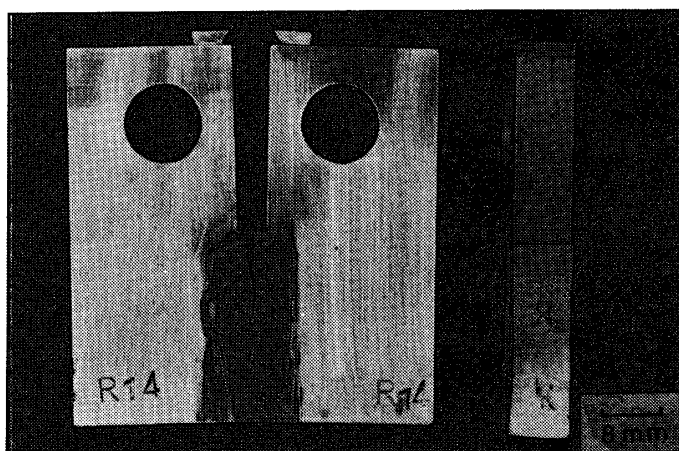


写真2 マクロ破面

であり、その中でも、き裂進展の微視的不安定破壊の尺度を示す振幅分布は特に有効であると考えている。

3.1 SCC 因子

(i) 力学因子

K_I , da/dt , \dot{K} , 平面歪, 平面応力

(ii) 環境因子

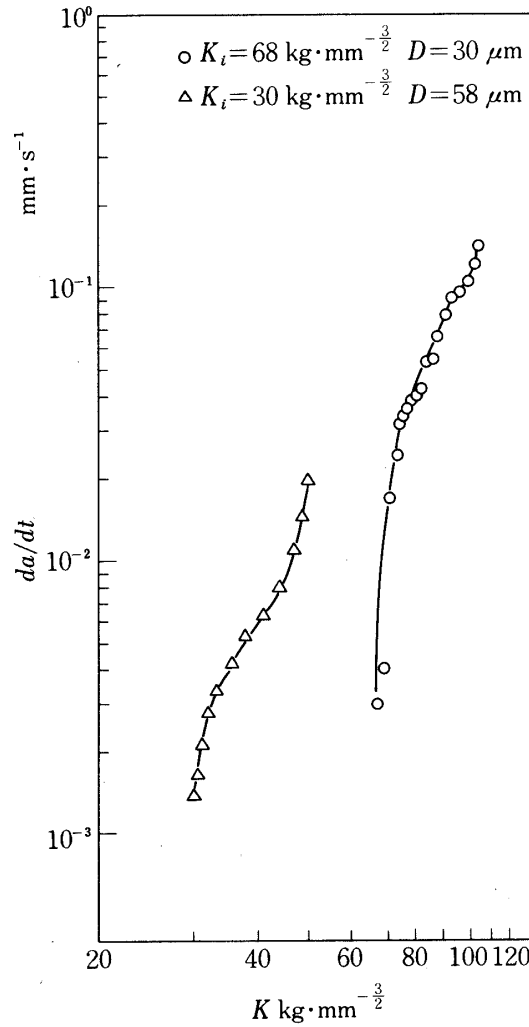
溶液, 電位, 温度

(iii) 材料因子

σ_y , K_{IC} , K_{IX} , K_{ISCC} , 組織

3.2 AE パラメーター

(i) 事象数



第4図 き裂進展速度 da/dt と応力拡大係数 K との関係

- (ii) リングダウン計数
- (iii) 振幅, 振幅分布
- (iv) エネルギー (αV_p^2), エネルギー分布
- (v) RMS 電圧
- (vi) 周波数分布
- (vii) 波形

4. 実験結果と考察

4.1 K と da/dt との関係

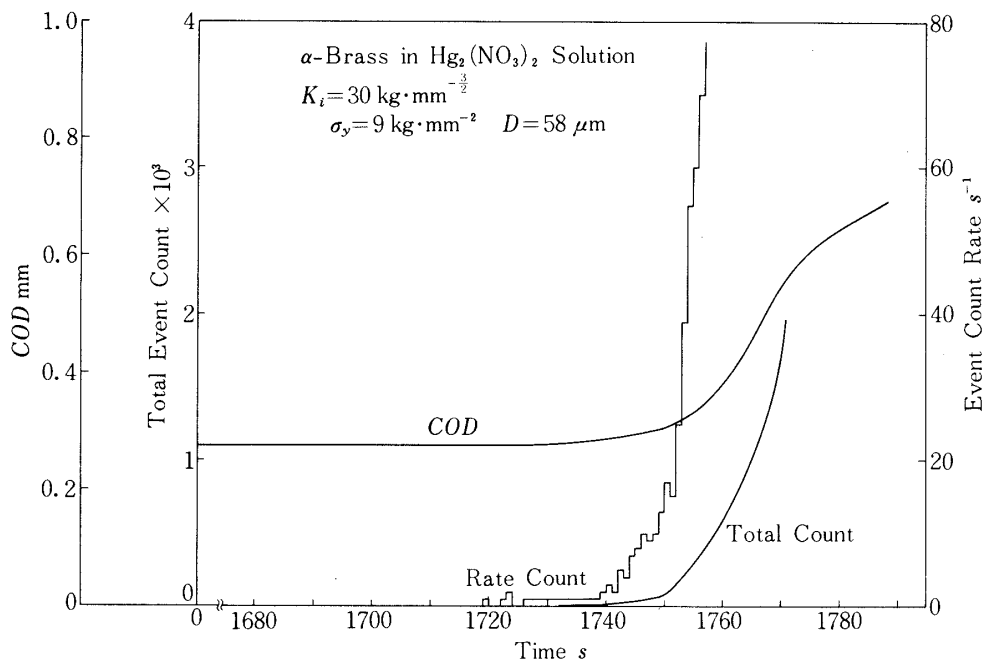
不活性環境下では, α 黄銅は典型的な延性材料であり, 板厚 8mm の薄板では, 全断面降伏後き裂が進展するか, 塑性不安定破壊により破断すると考えられ, 力学因子として線形破壊力学パラメーター K を導入することはできないが, 本研究の環境下では脆化が著しく, き裂を進展させるのに必要な応力は $0.1\sigma_y$ と非常に小さく, 写真 2 に示すように, 破面をマクロ観察すると塑性変形の痕跡を残すシアリップは形成されておらず, しかもき裂が直線的に進行していることから, K_I でき裂先端の応力状態を記述できる.

第 4 図に平均粒径が $30\mu\text{m}$, $58\mu\text{m}$ の供試材の K 増加遅れ破壊試験における応力拡大係数 K とき裂進展速度 da/dt との関係を示す. 粒界破壊開始点に相当する K_{th} に粒度依存性が認められ, 粒径が大きい程水銀脆化感受性が大であることがわかる. α 黄銅の液体水銀脆化は遊離した水銀が応力誘起により, き裂先端の粒界に浸入していくことによるもの [5] と理解されており, K_{th} の粒度依存性は次の様に理解される. 同一の K で考えると, き裂先端の開口量 CTOD は同じであるが, 相対的に大きな粒界は小さな粒界に比べて, 水銀の浸入径路が直線的であり, 水銀の浸入が容易となり, 粒界脆化感受性が大となると考えられる.

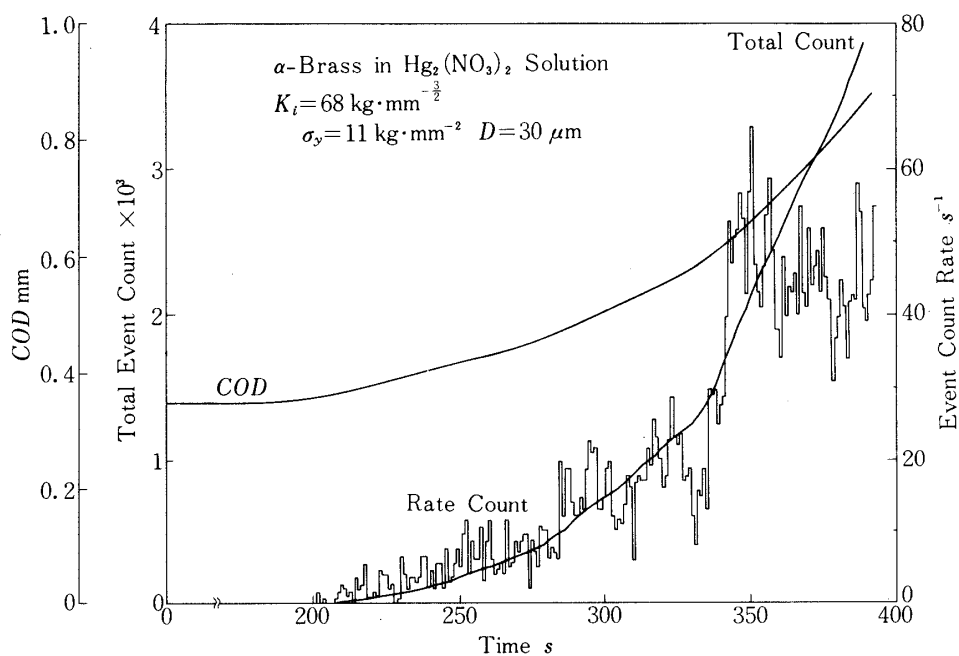
4.2 AE の発生状況

異なった粒径を有する α 黄銅の水銀脆化に伴う AE の発生状況について概観する. 一般的に COD の変化としては, き裂先端の弾塑性変形及びき裂進展にもとづくものが考えられるが, クリープ現象のような塑性変形がほとんど生じないと思われる本供試材の定荷重試験においては, 荷重負荷後の COD の増加は後者のき裂進展にもとづくものと考えられ, COD の変化点をもって, 主き裂成長開始点とみなしてさしつかえないであろう.

第 5, 6 図いずれの場合においても, 試験開始後 COD が一定で, 主き裂の成長が認められず, 水素脆性などとほぼ同様の潜伏期間が存在する. この領域は遊離水銀がクラック先端部の粒界に浸入していく時間と考えられ, AE の発生も認められない. 更に時間の経過と共に, 水銀が粒界脆化に必要な臨界点に達する量まで浸入した後, 主き裂の成長, 則ち COD の増加が認められ, それとほぼ同時に AE が発生しており, 環境脆化におけるき裂の進展を AE はよく捉えているといえる. き裂進展時の AE の発生は 4340 鋼の水素脆性 [6] と同様, 漸増領域と急増領域の 2 つの領域に分かれており, 本報告ではそれぞれを slow crack growth, rapid fracture と呼ぶことにする.



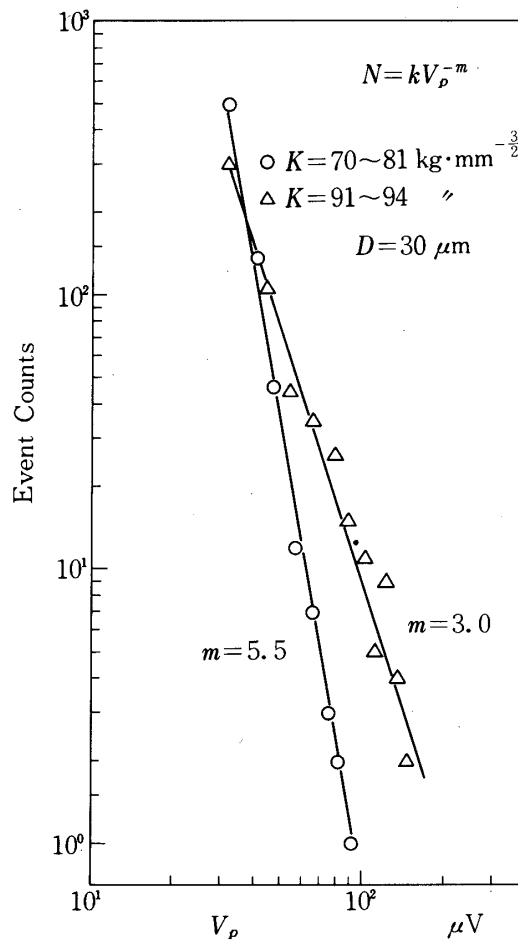
第5図 AEの発生状況



第6図 AEの発生状況

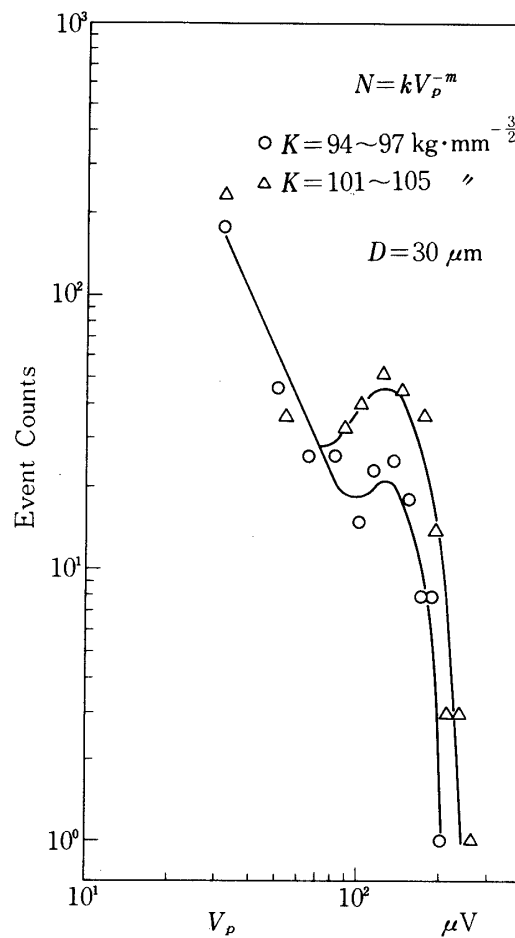
4.3 AEの振幅分布と粒界脆化指数m値

破壊機構をAEで論じる上で、AEの信号処理として微視的にみた不安定破壊の尺度を示す振幅分布の測定が有力である。き裂進展時の振幅分布は地振のマグニチュード分布と同様、石本、飯田の関係式 $N \cdot dV_p = k \cdot V_p^{-m} \cdot dV_p$ で近似されることが多いが、マルエージング鋼のような脆性材料の破壊靱性試験におけるき裂の安定成長（微視的にみたポップインにもとづく不安定破壊）不安定成長時、4340鋼などの水素脆性における critical crack growth 領域など、カタストロフィックな領域では、上式の指数則では近似できず、高振幅側でピークを生じることが知られている [7]。第7、8図に粒径 $30 \mu\text{m}$ の供試材のK増加遅れ破壊試験におけるAEの振幅分布の変化を示す。第7図は slow crack growth におけるAEの振幅分布を示しており、そのAEの振幅分布は $N = kV_p^{-m}$ の対数直線分布で近似され、その指数m値はKの増加と共に減少している。第8図の rapid fracture 領域になると、石本、飯田の式では近似できず、高振幅側にピークを生ずる。粒径を $58 \mu\text{m}$ と大きくすると、slow crack growth 領域の第9図では第7図と同様 power law で近似されるが、



第7図 AEの振幅分布

K が増加し第 10 図の rapid fracture 領域になると, 第 8 図の様にピークは生成されず, しかも power law でも近似されなかった. この理由としては, 大きな粒径は第 4 図に示すように, 不安定破壊開始点に相当する K_{1X} が小さな粒径に比して小さく, き裂進展の打切りが早く起こり, ピークが生成されなかったと理解される. 本供試材の水銀脆化は遊離水銀が引張応力の下で優先的に粒界に浸入していくことによることから理解されるように, 破面は写真 3 a, 3 b に示すように粒界割れを呈する. 写真 3 a は slow crack growth 領域, 写真 3 b は rapid fracture 領域における破面である. 破面は水銀溶液浸漬のため多少汚れているが, 破面様相は損われておらず, 全領域にわたって典型的な粒界割れを呈している. 第 11 図は K 増加に伴う m 値の変化について整理したもので, m 値は粒界脆化の度合を示し, 粒界脆化指数という物理的意味をもっていると考えられ, 微視的破壊様式を反映した重要なパラメーターである. マルエージング鋼などの破壊靱性試験において, 安定き裂成長以後の高振幅測のピーク生成の理由として, プロセスゾーンにおけるマイクロクラックの形成, ボイドの合体などによるデンプル破壊などの異なる破壊機構の合成の結果として理解され

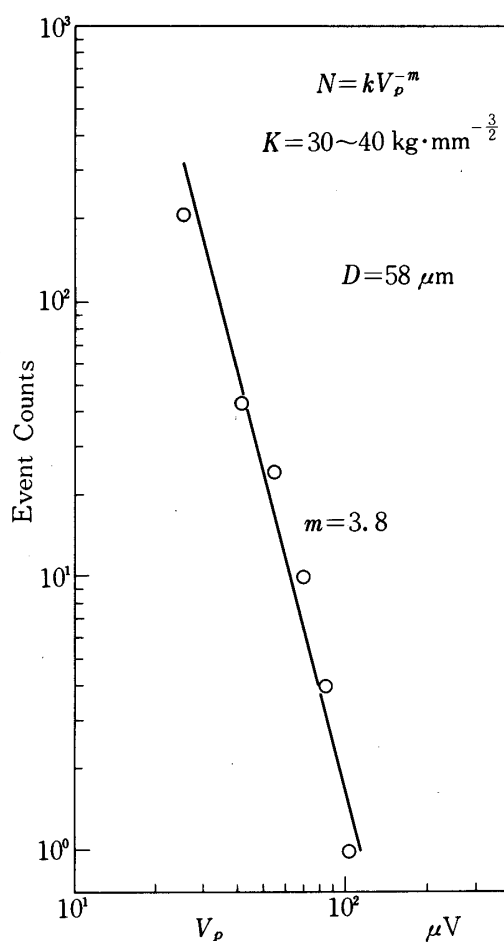


第 8 図 AE の振幅分布

ているが、本研究のような全領域粒界割れを呈している場合においても、rapid fracture領域においてピークが現出しており、異なる破壊機構の合成だけではこのような現象についての説明は困難である。最近、大塚[8]は破壊の進行がある確率で止められるという基石モデルにより、地振の頻度分布を統一的に説明できることを提案した。それによると頻度分布は

$$\log P_2(n) = \log(p/q) + \log C_2(n) + \log(pq)^n \quad (2)$$

で整理でき、頻度曲線の形は増加関数の $C_2(n)$ と減少関数 $(pq)^n$ のかねあいである。 n の小さい部分では(2)式の右辺の第3項が支配的となり、マグニチュード分布を示す Gutenberg-Richter の式 $\log N = \alpha M + \beta$ で近似されるが、大地震が起こる直前では上式では近似できず、(2)式を考えると、 n が大きい場合に相当し、右辺第2項が支配的となり、地振の頻度分布の曲線の勾配の急変を説明できるとしている。この基石モデルは Hammersley ら [9] の提案した浸透理論におけるサイトパーコレーションに相当し、曲線の

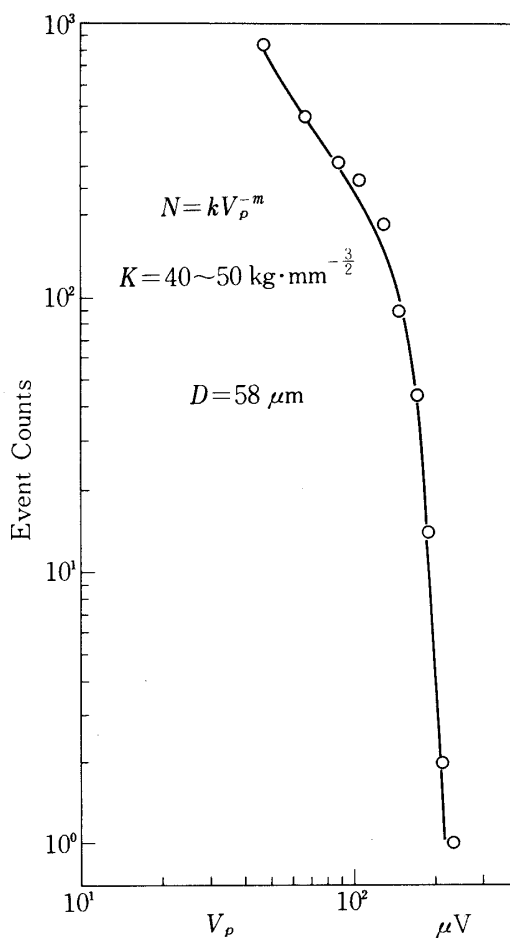


第9図 AEの振幅分布

勾配の急変は臨界確率 P_c 以後のカタストロフィックな誘発的爆発現象として理解できる。また、栗林 [10] らはき裂先端の end region 内を粒界単位に分割し、粒界の割れる頻度分布を求め、 K 増加に伴う AE の振幅分布における m 値の減少及びピークの現出を、き裂進展の確率過程より理解できることを指摘している。いずれにしてもき裂の進展を確率論的に理解することにより、AE の振幅分布を統一的に解釈できると思われる。

4.4 残留応力の検出としての AE

α 黄銅のアンモニア環境中での SCC は時期割れとして古くから知られており、その破壊機構は Tarnish Rupture [11] が有力な説であると考えられている。一般に SCC を支配する因子の一つである応力は引張応力が考えられており、その応力は外部応力のみならず、残留応力であっても SCC を生じさせることが可能である。 α 黄銅の残留応力の評価は種々の方法が提案されているが、その残留応力が SCC を起こす程高いか否かを、簡易的に試験する方法として、本研究で用いた硝酸第1水銀溶液内に浸漬する方法がある。この溶液と α 黄銅との反応は電気化学的なものでなく、遊離水銀の浸入といった応力誘起による毛細管現



第10図 AE の振幅分布

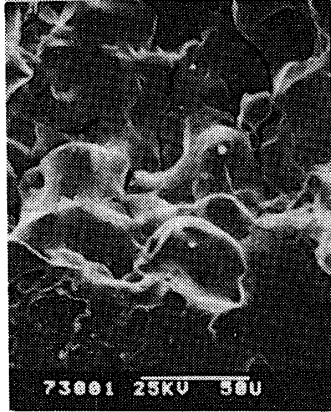


写真3a フラクトグラフィー

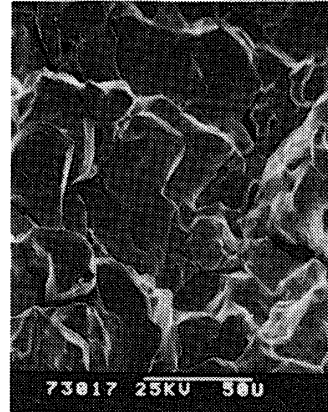
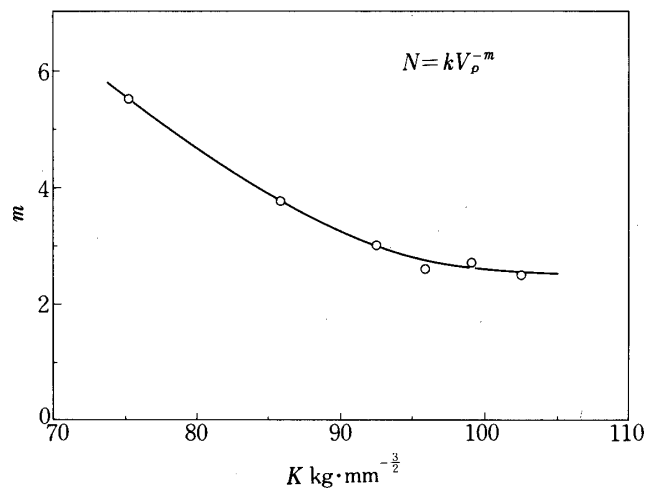


写真3b フラクトグラフィー

象的なものであり、SCCなどにみられるカソード面に生成する水素の放出などによる環境雑音はなく、しかも初期応力拡大係数 K_I の大小により潜伏期間の大小が認められることから、残留応力の検出として、単に AE の発生するまでの時間を求めれば、潜伏期間と K_I の校正曲線より残留応力の定量化が可能と思われる。

5. 総括

液体水銀環境下で典型的な粒界割れを呈する α 黄銅の CT 試験片を供試材とし、粒界脆化に伴う AE の信号処理確立のためのモデル実験を行い以下の結論を得た。



第11図 m 値の K 依存性

- (i) AE は環境脆化のき裂進展をよく捉えることができ、き裂進展のモニターとして有用である。
- (ii) 環境脆化のき裂進展挙動を AE で評価する上での AE の信号処理として、振幅分布が有効であり、その振幅分布を表わす石本、飯田の式における m 値は粒界脆化指数を示し、微視的破壊様式を表わす重要なパラメーターである。
- (iii) AE の振幅分布はき裂進展の確率過程を反映したものであり、 K 増加に伴う高振幅側におけるピークの現出は、き裂進展のカタストロフィク現象を示しており、き裂が多数の粒界を瞬時にして進展する頻度が多くなることを表わしている。このような事はき裂の跡を追跡するフラクトグラフィ法など従来の測定手段では得ることができない情報であり、AE がき裂進展の動的測定手段といわれるゆえんでもあり、微視的破壊の研究手段としての有用性を示すものである。
- (iv) 残留応力の検出としての AE の有効性が示された。

参 考 文 献

- [1] I. Komura, et al.; International Conference on AE, September 1979. Anaheim, USA.
- [2] K.E. Stahlkopf, P.M. Hutton, E.L. Zebroski; The 3rd Conference on Periodic Inspection of Pressurized Components, C204/76, 75.
- [3] H.L. Dunegan and A.S. Tetelman; Eng. Fract. Mech. 2, (1971). 387.
- [4] ASTM E647-78T Annual Book of ASTM Standards (1978).
- [5] H.L. Bradford and Teohle; Corrosion, 34, (1978), 96.
- [6] 野末, 岸, 堀内; 第2回 AE 総合コンファレンス (1979) 108.
- [7] 岸, 三島, 齊藤, 堀内, 第1回 AE 総合コンファレンス (1977) 73.
- [8] 大塚; 地振, 24, (1971) 215.
- [9] H.L. Frisch and J.M. Hammersley; J. Soc. Indust. Appl. Math., 11, (1963), 894.
- [10] 栗林; 私信.
- [11] T.P. Hoar; Corrosion, 19, (1963), 331t.