

# ロケットモータケース用 18%Niマルエージング鋼 の破壊靱性試験と Acoustic Emission

斎藤 敏・三島 豊\*・岸 輝雄・堀内 良

## 概 要

Mロケットのモータケース用材料として使用されている18%Niマルエージング鋼について、ASTM規格にしたがった compact-tension 型試験片により破壊靱性試験を行なった。 $K_{IC}$  は板面異方性を有し、き裂の進行方向が圧延方向に直角な場合は  $K_{IC} = 350 \text{ kg} \cdot \text{mm}^{-\frac{3}{2}}$  であるが平行な場合は  $290 \text{ kg} \cdot \text{mm}^{-\frac{3}{2}}$  に低下する。

また、き裂の伝播過程を Acoustic Emission 法により追跡し、安定き裂成長の開始点と考えられる応力値からAEが急増することを見出した。この関係はフラクトグラフィにおけるストレッチゾーンの幅の変化に一致し、AEは安定き裂の開始点をよくとらえていることが明らかになった。さらに安定き裂の伝播過程におけるAEの信号が大なるものほど破壊靱性値が高いこと、AEの波高分析の結果より安定き裂の伝播は二つの異なる機構で支配されていることなどが明らかになり、AE法の活用が破壊過程の理解を深めるに有効であることを明らかにした。

## 1. 緒 言

超高張力鋼であるマルエージング鋼は多くのすぐれた特性があり、その中でも18%Niマルエージング鋼は靱性も高く、溶接性にもすぐれているので、ロケットモータケースに適しており、Mロケットのモータケースにも使用されている材料である。

一般に、ロケットエンジンの性能を高めるためにはモータケースの軽量化が重要な要素となっている。このため高比強度材料を選択して、モータケースを軽量化する方法が採られており、超高張力鋼が使用される例が多い。

しかしながら、引張強さが百数十  $\text{kg/mm}^2$  以上の超高張力鋼では靱性の低下はさけがたい。このため、この種の材料を用いた構造物では塑性変形をほとんど示さずに降伏点以下の応力で、材料中に存在する応力集中部からき裂が伝播し、急速に破壊が進展する、いわゆる不安定破壊（脆性破壊）が生ずる危険性が大きくなることである。したがって超高張力鋼の使用にあたっては靱性の高い材料が要求されるわけである。

現在、構造物の設計の際に、破壊防止の定量的データを得るために破壊靱性の概念が取り入れられている。特に破壊靱性をあらわすパラメータとして、平面ひずみ破壊靱性値  $K_{IC}$  が重要である。これは不安定破壊を生ずる応力を与えるもので、材料固有な一定値となり、

---

\* 東大大学院

構造設計などに利用できる靱性に関する定量的なデータである。

破壊靱性試験においては、求める特性値がK値、J値、およびCOD(き裂開口変位)等、いかなる場合においても、また安定破壊、不安定破壊を問わず、き裂拡大の開始点を正確にとらえること、およびその伝播過程を理解することが最も基本的なことと考えられる。現在のところ、(1)荷重-変位関係、(2)電気抵抗法、(3)側面観察、(4)フラクトグラフィ的手法、などによりき裂開始点を求める方法が提案されており、著者の見る限りフラクトグラフによるき裂の開始点の探知が最も有力な手段と思われるが、(1)熱間圧延材、鍛造材の一部など組織的不均一の生じる材料では疲れき裂に伴うstriationがよく観察されない場合があること、(2)破壊的に行なうので多くの試験片を必要とすること、(3)き裂伝播過程に対して多くの情報が望みにくいこと、などの制約も考えられる。

一方、金属材料が塑性変形するとき、あるいはき裂が伝播するときに、弾性エネルギーの解放によって弾性波が発生するが、この現象はAcoustic Emission(以下AEと略す)と呼ばれており、電氣的機械的雑音がき裂伝播のAEと区別でき、塑性変形のAEとき裂成長のAEが分離できれば、AEはき裂開始点を探知する有力な手段となり得る。

著者らはすでに、球形ロケットモータケースに使用されているTi-6Al-4V合金について、破壊靱性試験におけるAEを測定して安定き裂発生および成長を感知する有力な手段となり得ることを見出した[1]。

本研究では18%Niマルエージング鋼の平面ひずみ破壊靱性試験を行ない、板面異方性の破壊靱性値への影響を明らかにすると共に、き裂の伝播に伴うAE信号を測定し、き裂の進展を探知すると共に、走査電子顕微鏡によるフラクトグラフィ的手法によりストレッチゾーンを解析して $J_{Ic}$ 破壊靱性の評価を試み、AE法と比較検討することを目的とした。また、波高分析の結果より、き裂進展の機構を理解しようとするものである。

## 2. 試料および実験方法

実験に用いた材料は18%Niマルエージング鋼で、その化学成分および機械的性質を表1に示す。試験片は圧延材を $820^{\circ}\text{C} \times 1\text{hr}$ の溶体化処理の後、厚さ14mmのcompact-tension型の引張試験片を作製した。第1図はその試験片の寸法および形状を示したものでchevron型のノッチが入っており、圧延方向(R.D.)に対してノッチの方向が $0^{\circ}$ のものをLD、 $45^{\circ}$ のものをHD、 $90^{\circ}$ のものをTDとして試験片に切り出した後、 $480^{\circ}\text{C} \times 3\text{hr}$ 空冷の時効硬化処理を行なった。その後、ASTM規格にしたがってノッチの先端に荷重700kgで $5 \times 10^4$ 回でMTS社製の10tonクローズループ方式の電気油圧式疲労試験機により、疲労き裂を導入した。き裂長さは $a/w \approx 0.6$ になるように入れた。またその一端にはCOD(き裂開口変位)を測定するためのクリップゲージを装着するノッチを入れてある。なお、試験片の寸法および形状はASTMのE399[2]に準じて作製した。

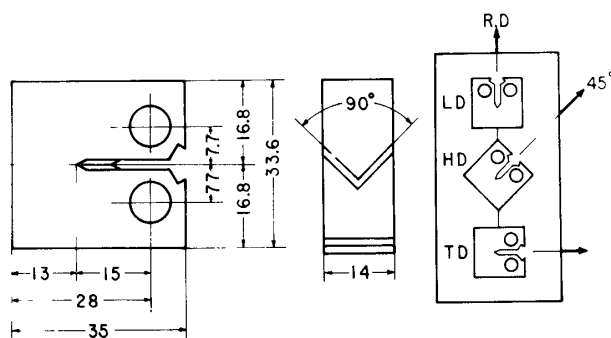
第2図は熱処理後、光学顕微鏡で組織観察をした結果を示してある。圧延方向に長く伸びた組織が見られる。

第3図に示したのが測定装置のブロック図である。AEの測定は、検出器として共振周波数140KHzのPZT厚み振動子を用い、試験片の上部に装着した。検出器からの出力信号

表 1 試料の化学成分と機械的性質

Chemical composition													
C	Si	Mn	P	S	Ni	Co	Mo	Ti	Al	Zr	B	O	N
0.01	0.04	0.03	0.005	0.007	18.39	8.06	4.86	0.57	0.06	0.04	0.003	0.0009	0.0024

Mechanical properties			
Strength (kg/mm <sup>2</sup> )		Elongation	Charpy
Yield	Tensile	%	kg·m/cm <sup>2</sup>
175	186	15	4.0



18% Ni Maraging Steel

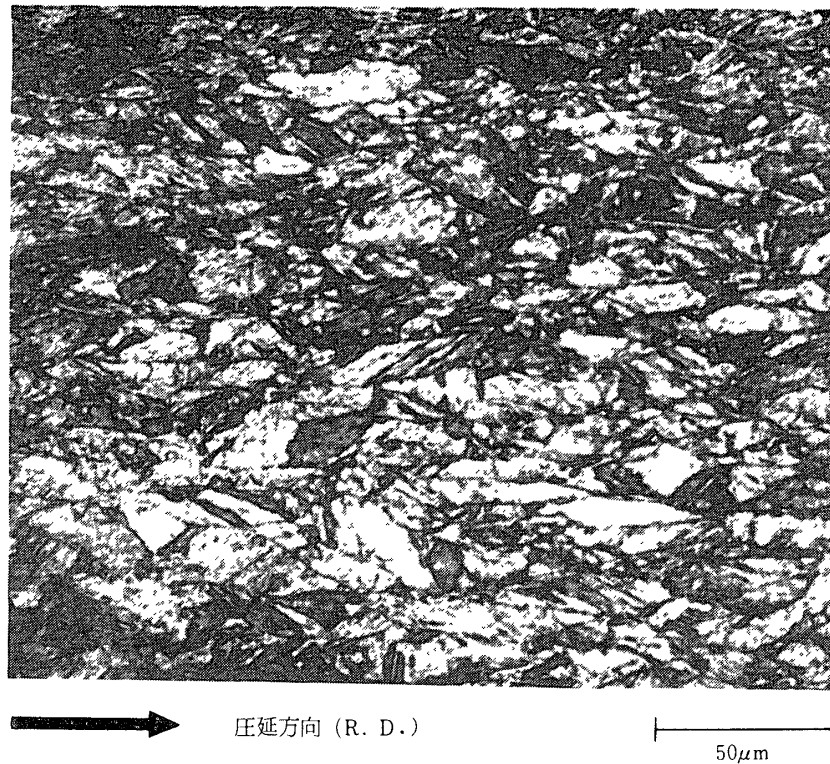
第1図 試料形状と採取方向

は増幅された後、機械的あるいは電氣的な雑音を除去するためのバンドパスフィルター（通過帯域30～300 KHz）を組み込んだ振幅弁別器を通して rate count（AE発生頻度）と total count（AE発生累積総数）を測定してペンレコーダーに記録させた。その時の信号波形はブラウン管オシロスコープで観察し、連続的に写真撮影した。その時の全増幅率は70 dbであった。さらに、振幅弁別器からのAE出力信号は磁気テープによるデータレコーダーに記録し、再生時に threshold（しきい値）を変えることによって波高分析を行なった。

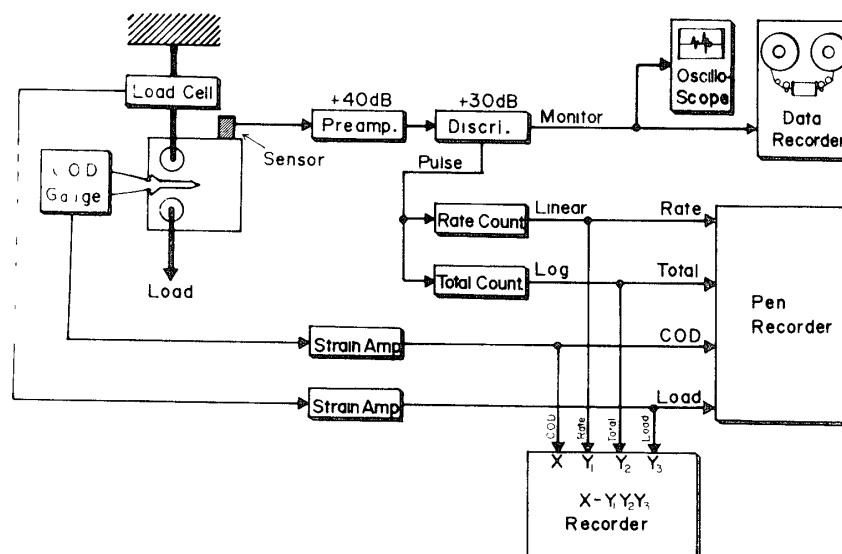
CODはクリップゲージを装着し、ひずみ測定器を通してペンレコーダーに記録させた。なお  $K_{Ic}$  を求めるための荷重—き裂開口変位曲線を描かせるため、X軸にき裂開口変位、Y軸に荷重を入れ、X—Yレコーダーに記録させた。また、機械的雑音除去のためには、ピンおよびピン穴等にあらかじめ予荷重をかけ、測定AE信号への影響を取り除いた。

破断試験は島津オートグラフIS—10 Tを使用し、応力拡大係数の増加速度が  $155 \text{ kg/mm}^2 \cdot \sqrt{\text{mm}}/\text{min}$  の荷重速度で破断試験を行なった。

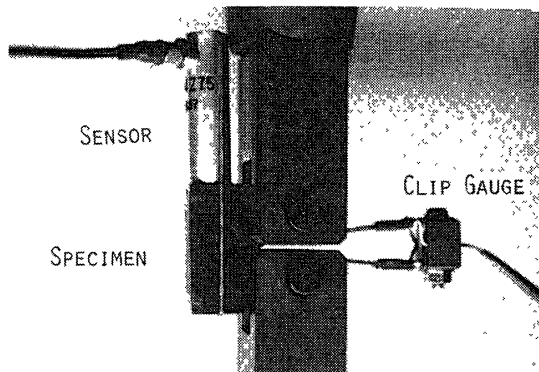
第4図、第5図に試験片にAE検出器とき裂開口変位測定のためのクリップゲージを取りつけた状態、および計測装置の写真を示す。



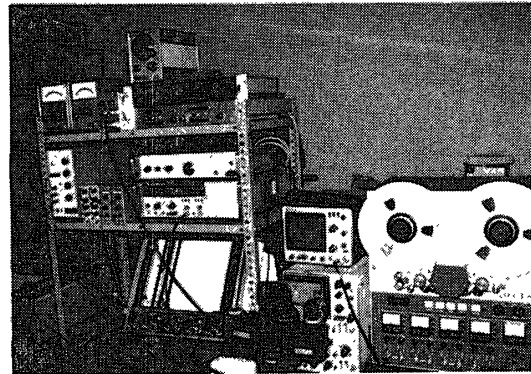
第2図 試料の光学顕微鏡組織



第3図 測定装置のブロック図



第4図 試験片取り付け部



第5図 計測装置

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 破壊靱性試験におけるAE挙動

第6図は本実験で得られた破壊靱性試験に伴うAE挙動の代表的な例を示したもので、荷重、AE total count, AE rate count, およびCOD曲線を示しており横軸には試験時間をとっている。

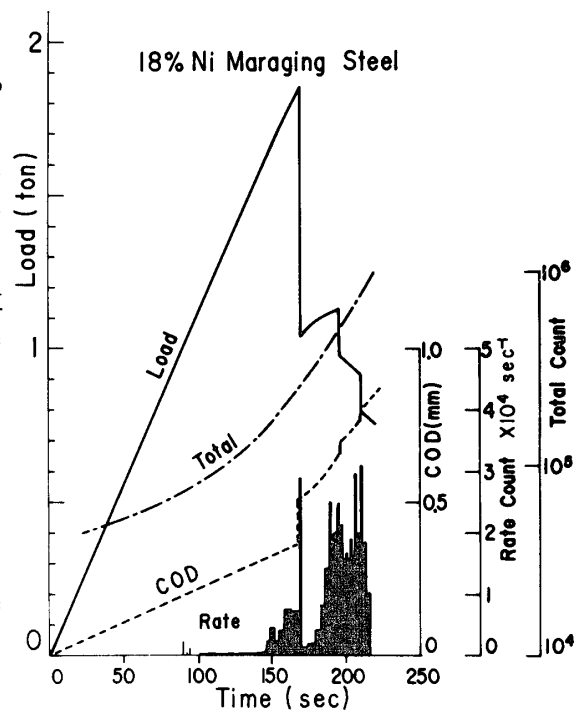
マルエージング鋼は、塑性変形においては観察されるAEの発生量は非常に少ないので、き裂伝播のAEをとらえ易い材料と考えられる。

図のAE rate count 曲線より明らかなように最大荷重点より低荷重（最大荷重の85～90%）で明らかにAEは発生しており、先に報告したTi合金[1]におけるA点、すなわち安定き裂の開始点に対応するものと思われる。

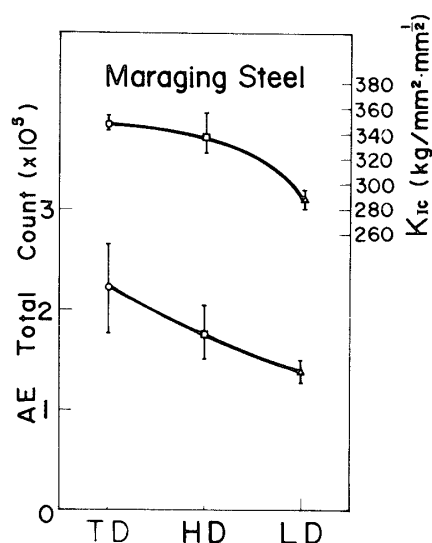
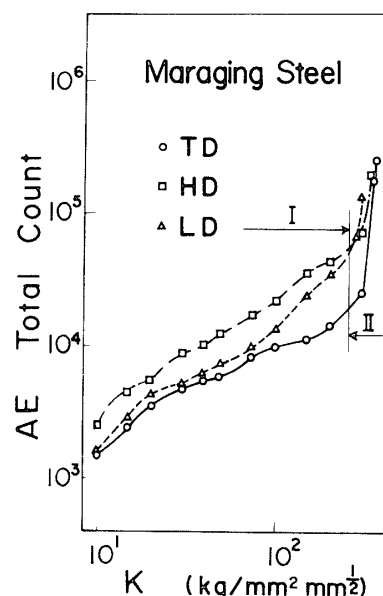
#### 3.2 破壊靱性値の板面異方性

第7図は  $K_{IC}$  の板面異方性の値と、 $K_{IC}$  に至るまでのAE total count 数を示したものである。 $K_{IC}$  の値はTD方向が  $350 \text{ kg} \cdot \text{mm}^{-\frac{3}{2}}$  と高く、LD方向では  $290 \text{ kg} \cdot \text{mm}^{-\frac{3}{2}}$  と低い値となる。これは  $K_{IC}$  に至るまでのAE total count ともよく対応している。 $K_{IC}$  の板面異方性は第2図の光学顕微鏡による組織観察からも明らかなように、圧延方向に結晶粒が伸びた組織がき裂の進展に影響をおよぼしているものと考えられる。

第8図はASTMのE 399-72に準じて求めたK値とAEの total count の関係を3方向の試料について両対数プロットで示したものである。AEのカウント数はK値と共に増加す



第6図 変形に伴う荷重、CODとAE挙動

第7図  $K_{Ic}$ およびAEの板面異方性

第8図 K値とAEの関係

るが、 $K$ の増大と共に比較的ゆるやかに増加する領域Ⅰと急激に増加する領域Ⅱの二つのStageに分けられる。

StageⅡは第6図において、最大荷重の90%程度の荷重からAEのrate曲線が急増することに対応した部分で、安定き裂の進展する領域に対応すると考えられるものである。

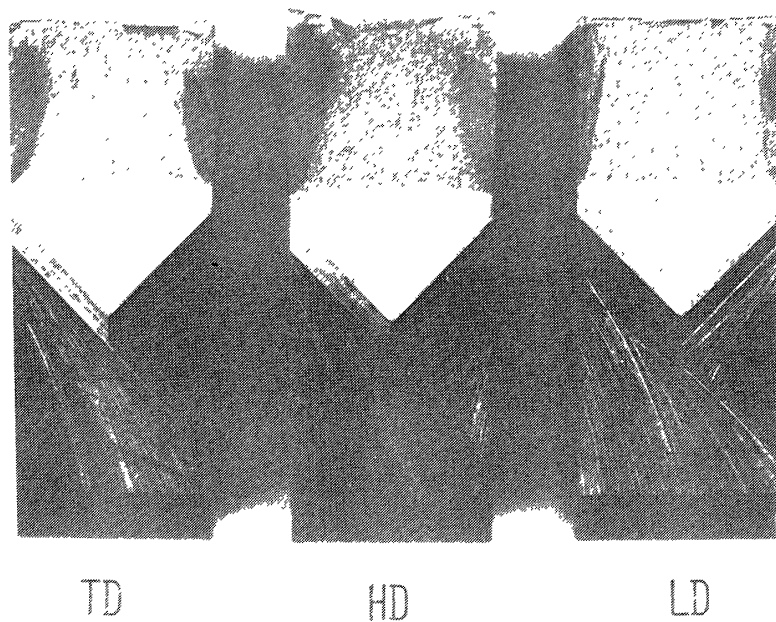
図から明らかなように、き裂の進行方向が圧延方向に直角で  $K_{Ic}$  の高いTD方向のものがStageⅡでのAEが最大で、 $K_{Ic}$  の低い方向ではAEは小さくなる。このStageⅡでのAEの発生量の大小が破壊までのAEのtotal countを支配するため第7図に示したように  $K_{Ic}$  の異方性がtotal countと対応する結果を与えている。したがってこのAEの情報は安定き裂の伝播過程が破壊靱性と密接な関係を持つことを示している。

安定き裂の進行開始点がAEにより検知できることはこれより容易に  $J_{Ic}$  が求められることを意味し、特に注目されるので3.3にフラクトグラフィと関連させて検討する。

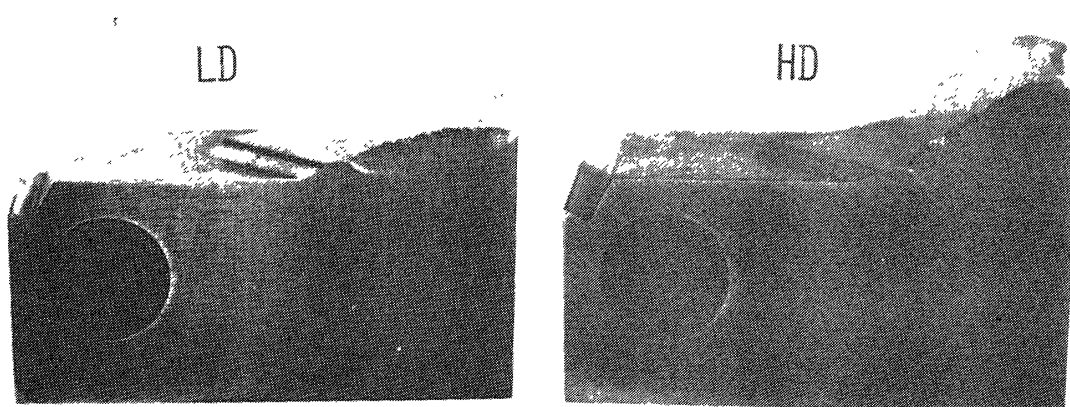
この試験では荷重曲線もCOD曲線も明瞭なpop-inが観察されるまで直線的に変化しており、ASTMで規格化した求め方による  $K_{Ic}$  の値はこの最大荷重点に対応している。またAEもpop-inに対応して大きな値を示し、信頼度の高い破壊靱性値を求め得たものと考えられる。換言すれば、試験片の厚さを14mmとしたことはこのマルエージング鋼に対してほぼ完全な平面ひずみ状態でのき裂の伝播を測定できたものであり、き裂先端での塑性域も小さく、線形破壊力学の近似がよく成り立つ条件を満たしたものだといえる。

第9図は破壊靱性試験後の試験片の破断面を3方向について示したものである。chevron型ノッチ先端に導入された疲労き裂領域と破断試験による引張破断部領域がよく観察される。

またTD, LD方向の試験片では、破断試験によるき裂の進展方向は、荷重負荷方向にほぼ直角に進展するが、圧延方向に45°に切り出したHD方向の試験片では、き裂の進展方向が荷重負荷方向に対して約45°の方向、すなわち圧延方向に進展する傾向にある。これを示し



第 9 図 破壊靱性試験後の破断面



第 10 図 側面より見た破断部

たのが第10図で、試験片の側面より破断面を観察したものである。

### 3.3 フラクトグラフィ的破壊靱性の評価とAE

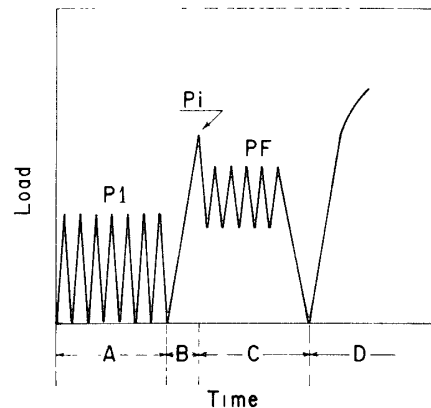
破壊靱性試験片の破断面をフラクトグラフィ的に観察すると、あらかじめ入れた疲労き裂の領域と引張による急速破壊領域との間にストレッチゾーンと称する帯状に広がった平坦で無特徴的な領域が存在する[3]。

この領域は急速破壊の発生過程に対応するもので、急速破壊に先行して疲労き裂の先端が開口した跡で、破壊機構に関する情報を含んでおり、定量解析としてはその幅から破壊靱性が求められるものと考えられている。

小林[4]らは、Begleyらが提案している  $J_{Ic}$  試験方法[5]をフラクトグラフィの見地から検討して、ストレッチゾーンの解析を主体として安定破壊の開始条件を評価する破壊靱性試験の方法を提案している。

我々は、小林らの提案しているこのフラクトグラフィ的手法による  $J_{Ic}$  試験方法を導入し、ストレッチゾーンの幅と  $J$  との関係を調べ、AE信号の解析から求めた安定破壊の開始点と比較検討することを試みた。その試験方法を荷重—時間曲線で示せば第11図のようになる。すなわち、

- (1) 試験片に疲労予き裂 ( $a/w \geq 0.6$ ) を入れる (第11図のA部)
- (2) 実際に安定破壊が開始する際の荷重を予想し、それ以前の異なる所定の変位まで、見かけの応力拡大係数の増加速度を一定にして荷重する (B部)
- (3) 荷重をわずかに減少し、疲労によりさらにき裂を2～4 mm程度進展させ、き裂前縁にマークをつける (C部)
- (4) さらに試験片を静的に破断させる (D部)。これらの手順は同一試験機で連続的に行なう。
- (5) 図のB部で形成されたストレッチゾーン幅SZWを測定し、その値を荷重—荷重点の変位曲線で囲まれる面積  $S$  から次式で求められる  $J$  [6] に対してプロットする。



第11図 フラクトグラフィ的  $J_{Ic}$  試験法の手順

$$J = 2S / Bb \quad (1)$$

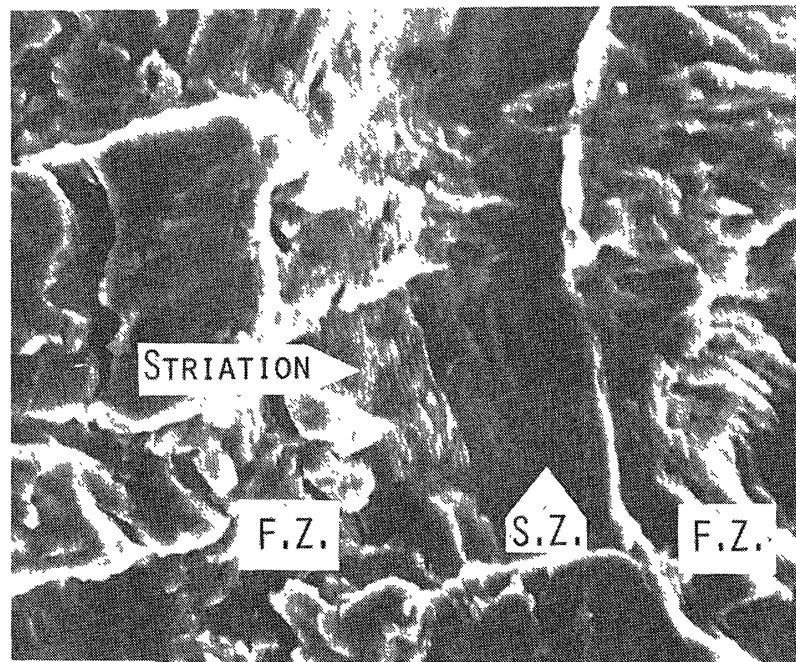
$B$  : 試験片板厚

$b$  : リガメント幅

- (6) 1本の試験片を静的に破断させ、 $SZW_c$  を測定する。
- (7) (5)でプロットした  $SZW-J$  曲線の外挿線上で  $SZW_c$  に対応する  $J$  を読み取って  $J_{Ic}$  とする。

なお、フラクトグラフィ的観察は走査電子顕微鏡により平面ひずみの条件が十分に満足し、安定破壊の開始が優先することが予想される試験片の板厚中央部について行なった。

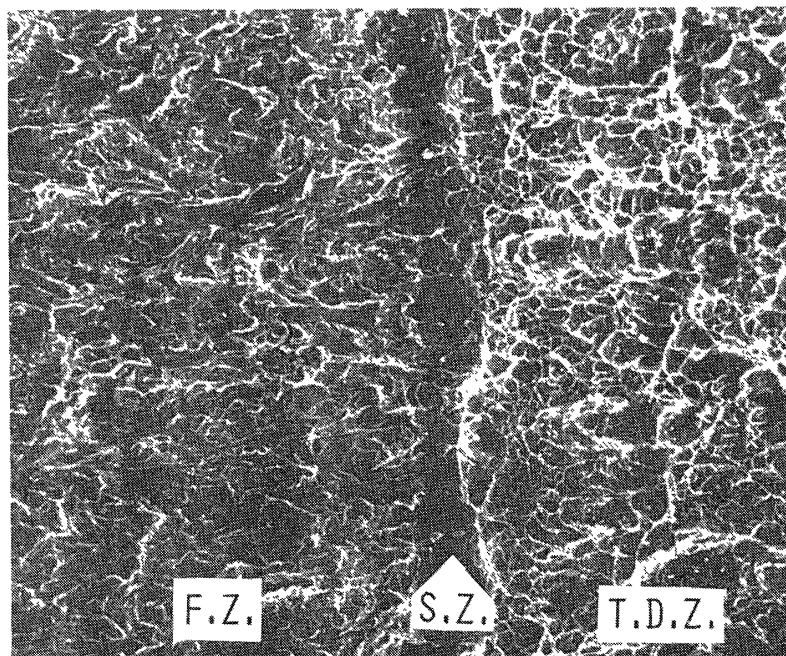




き裂進展方向

5  $\mu$ m

(a) LD 方向

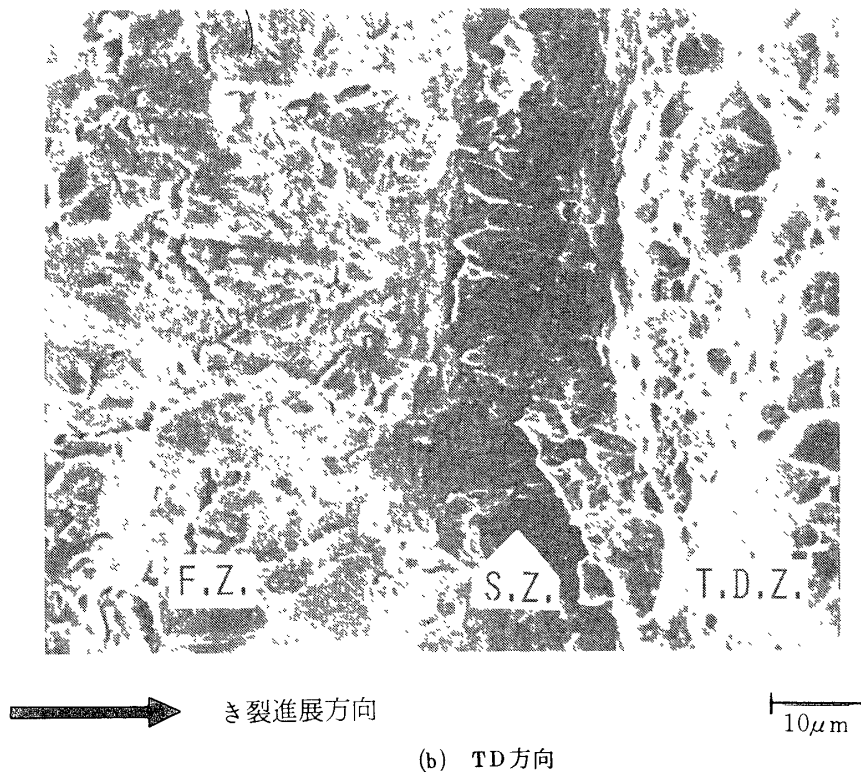
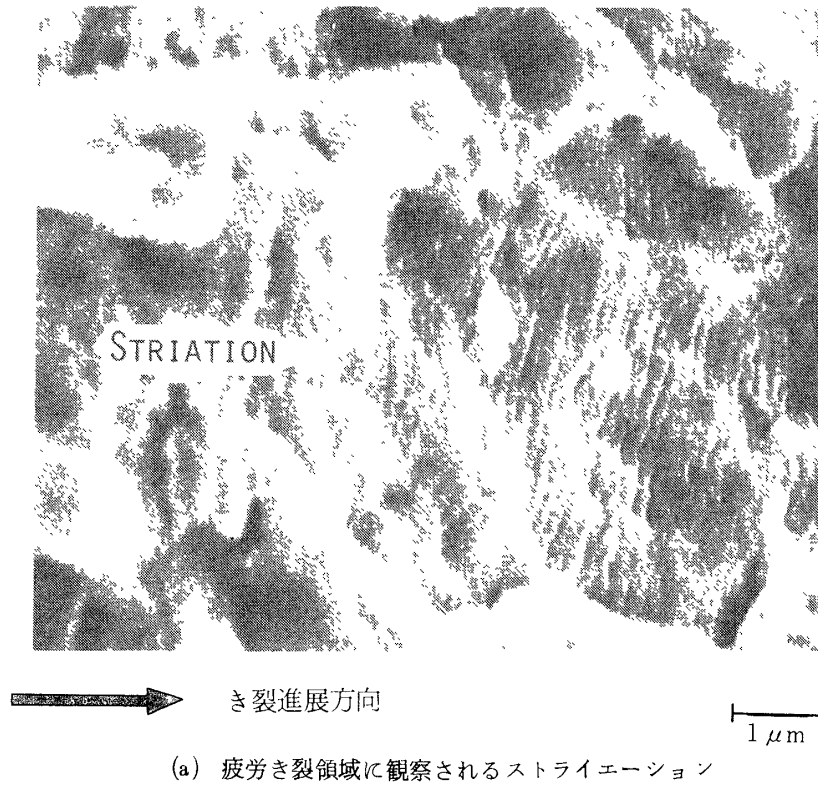


き裂進展方向

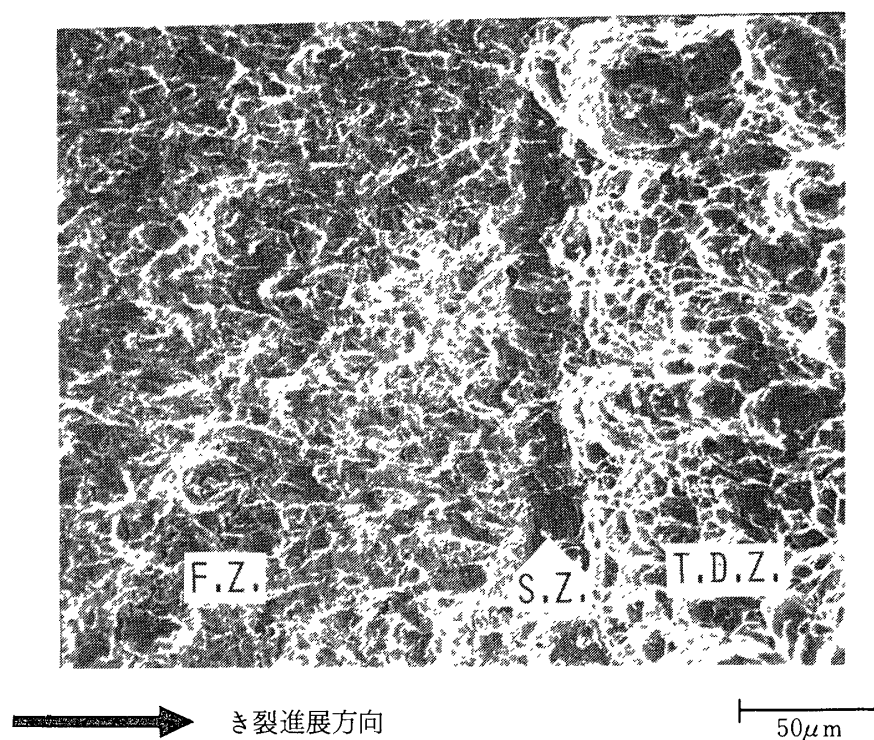
50  $\mu$ m

(b) LD 方向

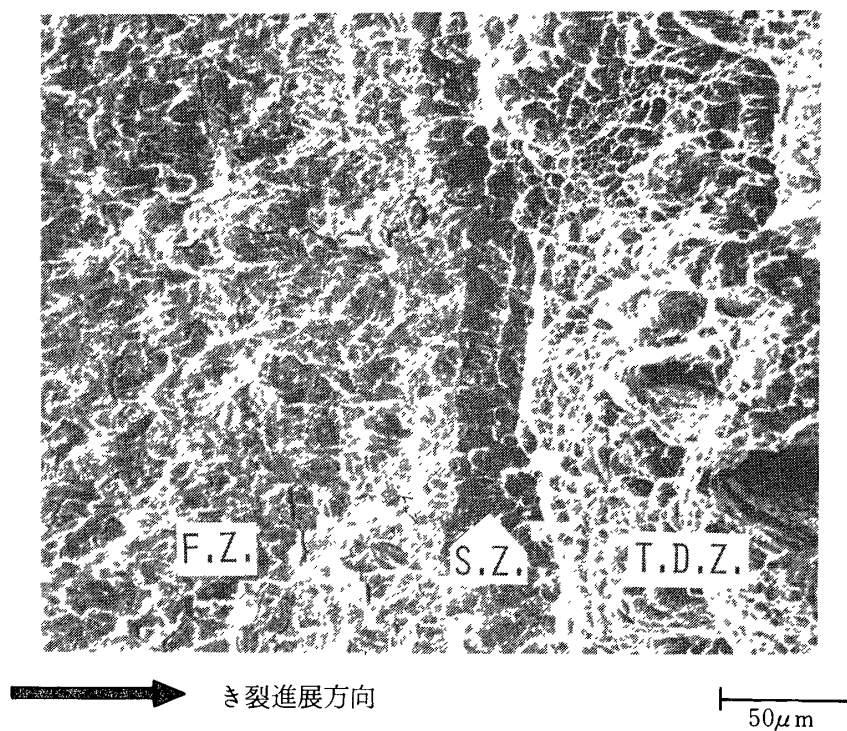
第 12 図 (a), (b) 破断後のクラフトグラフ



第13図 (a) (b)破断後のフラクトグラフ



(a) HD 方向



(b) TD 方向

第 14 図 (a), (b) 破断後のフラクトグラフ

第12図, 第13図, 第14図にフラクトグラフィ的観察の結果を一部示す。

第12図(a)はLD方向についてのフラクトグラフを示したもので, 疲労予き裂領域 FZ にはストライエーションが観察され, 隣接して平坦で無特徴的なストレッチゾーン(第11図のB部で形成)が帯状に存在しており, さらにストライエーションで特徴づけられる疲労き裂領域が続いている。後者の疲労き裂領域は, 第11図のC部に相当するもので, き裂前縁にマークをつけるために部分的に除荷した後, 疲労によりき裂を導入したものである。第12図(b)はLD方向の試験片について, 疲労予き裂を入れた後に静的に破断させた場合の低倍率のフラクトグラフであるが, 疲労き裂領域と無特徴なストレッチゾーン, および引裂きディンプルで特徴づけられる急速破壊領域 TDZ (Tear Dimple Zone) が明瞭に識別することができる。

第13図(a)は疲労き裂領域に観察されるストライエーションを示したもので, 図の横方向がき裂進展方向である。第13図(b)はTD方向の試験片について, 疲労き裂導入後, 引張り荷重で破断させたもので, それぞれFZ, SZW, TDZ が明瞭に観察される。

第14図(a)はHD方向, (b)はTD方向の試験片について疲労予き裂を入れた後, 引張り荷重で破断させた場合のフラクトグラフを示してある。

第15図はLD方向の試験片について, フラクトグラフィ的観察結果からのストレッチゾーンの幅を測定した値を, (1)式からのJに対してプロットした結果を示したものである。さらに, J値の各段階におけるAEのtotal count数を破線で同時に示してある。

図から明らかなように, 過荷重により破断させて求められたSZWcの値は $28\mu\text{m}$ であり, 最大荷重点( $K_{Ic}$ 測定点)の80%の変位まで負荷して求められたSZWの値はほぼ $23\mu\text{m}$ 附近であり, SZW-J曲線の外挿線上でSZWcに対応するJを読み取ることによって得られた $J_{Ic}$ の値は $4.4\text{kg}\cdot\text{mm}/\text{mm}^2$ であった。

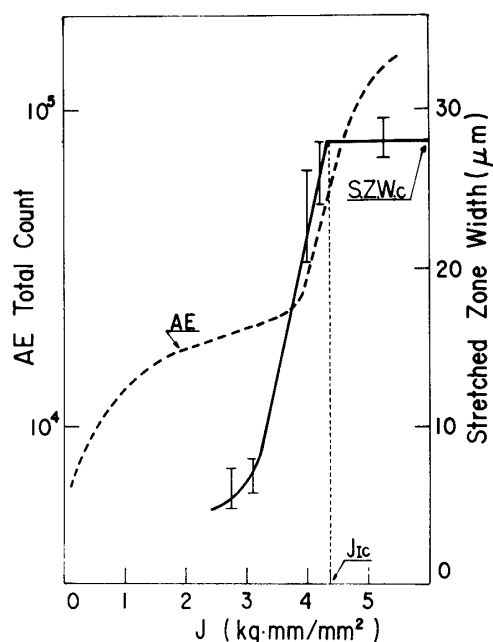
一方, J値に対してAEのtotal count数の変化を破線でプロットしてあるが, 図から明らかなようにJ値が $3.9\text{kg}\cdot\text{mm}/\text{mm}^2$ 附近よりAEの信号発生が急増しており, これは第6図のAE rate count曲線が最大荷重点( $K_{Ic}$ 測定点)の85~90%から顕著に上昇していることに対応するもので, AE信号の解析によって得られた安定破壊の開始点を示すものである。

第16図はストレッチゾーンの幅の増加に伴うAE信号の変化をプロットしたもので, 図から明らかなようにSZWが $20\mu\text{m}$ 附近からAE信号は急増しており, 15図の結果からも明らかなように, 安定破壊の開始点に対応しているものと思われる。

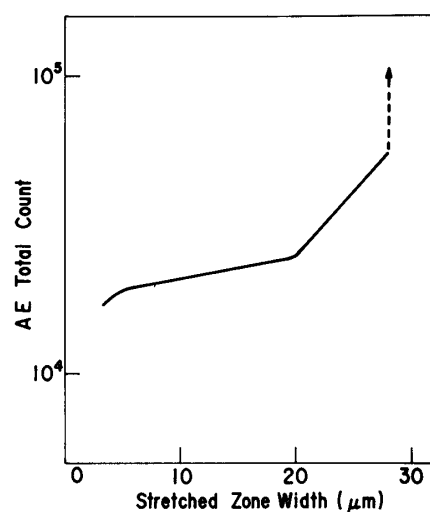
これらの結果より, フラクトグラフィ的解析による安定破壊の開始点評価とAE信号による安定破壊の開始点の評価は, ほぼよい一致を示す結果が得られたといえるが, AE信号の方がより安全側に安定き裂開始点を探知している。

### 3.4 AE波高分析の結果とその解釈

第17図にAEの波高分析を行なった結果を示してある。これはリングダウン計数法で, 全てのAE波を計数し, それぞれの波高, すなわち振幅電圧における計数の全計数に対する割合(相対計数率)を表わしたものである。この図から明らかなように波高分布には一つの極大値が観察される。



第 15 図 ストレッチゾーン幅と J の関係



第 16 図 ストレッチゾーン幅と AE の関係

リングダウン計数法では、ピータ電圧が  $V_p$  のとき、しきい値(threshold)電圧  $V_t$  より大きな全計数は、一事象あたり

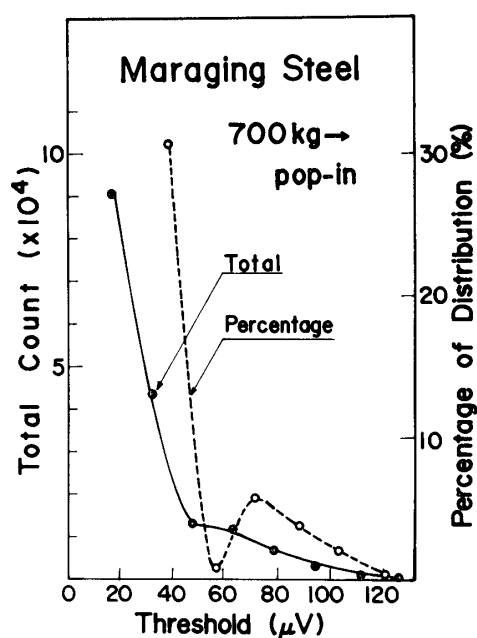
$$N = (f/\beta) \ln(V_p/V_t) \quad (2)$$

で与えられる。ここで  $f$  は変換子(検出器)の共振周波数、 $\beta$  は減衰係数である。

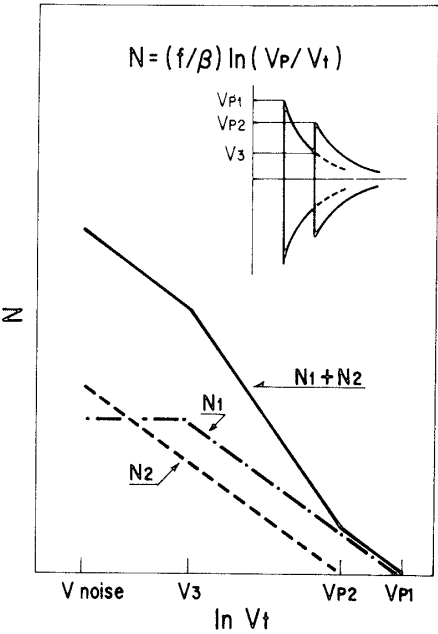
この計数法では多くの AE 波が存在しても  $V_t$  が減少すると  $V_t$  より大きい波の総カウント数  $N$  は単調に増加することになる。

しかしながら、第18図に示すように二つの波が重なり合うと、図中の  $V_3$  より小さい波は数え落とされることになり、 $N$  と  $\ln V_t$  の関係を示す曲線は第18図に示すように、変曲点をもつことになる。

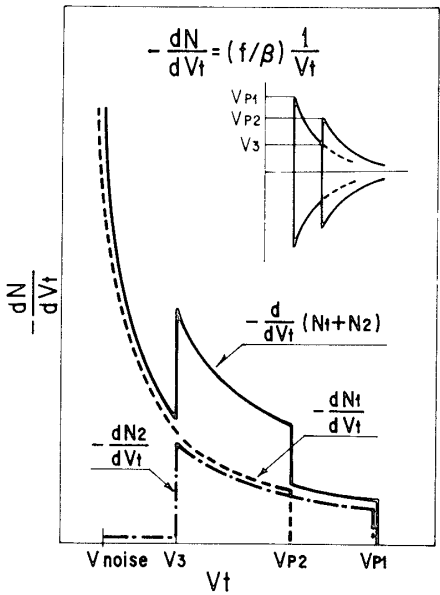
この関係より、各振幅における相対計数率は第19図のように示され、極大値を有することになる。それゆえ、第17図に示す極大は、大きな AE 信号と小さな AE 信号が重なって出現したことによるものと考えられる。



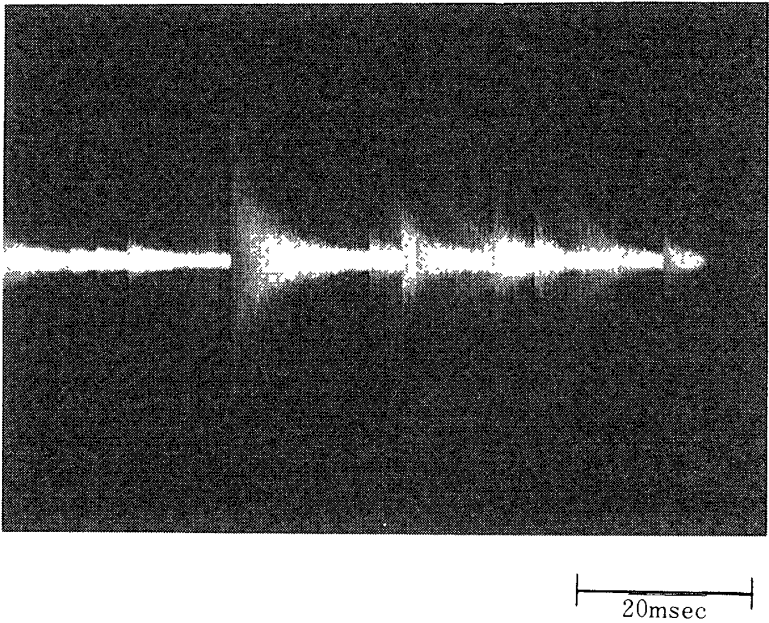
第 17 図 振幅分布曲線



第 18 図



第 19 図 各振幅における相対計数率

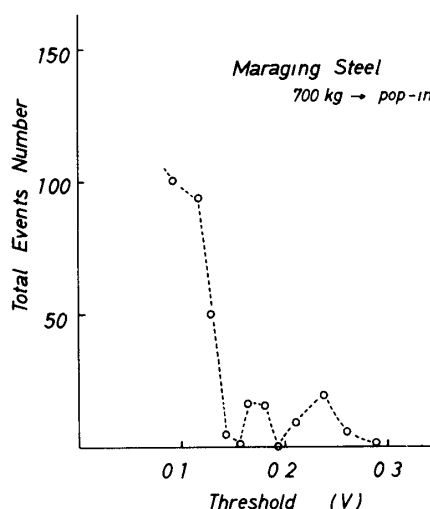


第 20 図 破壊靱性試験における AE 信号の波形

第20図はブラウン管オシロスコープで観察されたAE信号の波形を示してゐる。き裂の伝播過程に伴うAE信号はこのようにリングダウンを引く減衰振動状パルス波形の信号として観察され、その振幅は純金属の塑性変形などに観察される連続的な波形よりもはるかに大きく、第18図、第19図にモデルとして示した振幅の異なる波の重なりが観察される。

次に各事象のピーク値電圧を10m secのdead timeをかけて、一事象一カウントの仮定より、その分布を求めたのが第21図である。これは疲労き裂を導入した荷重700 kgとpop-inの荷重の間でtotal countについて分布を調べたものである。安定き裂の成長と共に、大きなAE波が観察される傾向にはあるが、平均的には二つの振幅に分類できるAE波が観察されている。これが第17図の極大の意味に対応するものと思われる。しかしながらこの方法では、二つの事象が重なって出現したときには、あとから出た波を数え落としている恐れがある。それゆえ、リングダウン計数法で測定し、それを処理することにより、AE波のピーク電圧のみならず、その出現のしかた等の情報をも得られる可能性は興味深い。

特にリングダウンを示さない、単パルス状の電氣的雑音が入る場合、リングダウン計数法では、単に一カウントとして、全カウントに始ど影響を与えないことになり、雑音除去の面からも利点がある。



第21図 振幅分布曲線

以上、いづれにせよ平面ひずみ破壊靱性試験

におけるき裂進展は、AEの測定結果より、エネルギー解放の大きさの異なる二つの素過程、すなわちmicro crackの形成とその合体のような機構に支配されていると推察できる。

また、これらの過程は相伴なって生じ、かつ不連続に生じているものと考えられる。また一般に、塑性変形における振幅分布は第17図におけるような極大を示さない。この結果より、波高分析を行う事により、塑性変形におけるAEと、き裂進展に伴うAEを分類できる可能性が示されている。

#### 4. 総 括

18% Ni マルエージング鋼のcompact-tension型引張試験片を用いて平面ひずみ破壊靱性試験を行い、その板面異方性を調べると共に、AE信号による破壊靱性値の評価と、フラクトグラフィ的手法による破壊靱性の評価を比較検討した。さらにAEの波高分析を行い、き裂進展の機構を理解することを試みた。得られた結果は次の通りである。

(1) 破断試験においてpop-inが観察され、ASTM規格によって求められる $K_{IC}$ は最大荷重点であり、その値はかなり大きい板面異方性がある。

(2) AE信号の解析から、18% Ni マルエージング鋼では、安定き裂開始に対応すると思われるAE信号が、最大荷重点の90%附近より感知された。

(3) AE信号による破壊靱性値とフラクトグラフィ的解析による破壊靱性値とを比較した結果、ほぼ良い一致を示したが、AE信号の方が、より安全側に安定き裂開始点を探知している。

(4) AEの波高分析から求めた各振幅におけるAEの存在確率(相対計数率)は、ある振幅で極大を有する。このような極大はき裂伝播に伴うAEに特徴的なもので、リングダウンを持つ大きさの異なる波の重なる効果として理解できる。このことはき裂進展機構を解明する重要な手がかりとなる。

以上、AEは破壊靱性値 $K_{IC}$ 、 $J$ などと良い相関を有しており、安定き裂発生および成長を感知する有力な手段となり得ると考えられる。

終りに実験を進めるにあたってお世話になった東大工学部の久松研究室、宇宙研の丹羽研究室に深く感謝すると共に、日大大学院学生小幡義彦君の協力に感謝いたします。

1976年9月20日 材料部

## 参 考 文 献

- [1] 斎藤・岸・堀内・中之瀬・垣見：東京大学宇宙航空研究所報告 第12巻第1号(A)  
1976年2月
- [2] ASTM E399-72 1972
- [3] たとえば、飯田国広：'74 HPI シンポジウム。フラクトグラフィと事故解析に関するシンポジウム 5-1 昭和49年6月、日本高圧力技術協会。
- [4] 平野・小林・中村・中沢：日本機械学会講演論文集 No.760-9 p.151
- [5] J. D. Landes and J. A. Begley : ASTM-STP560 (1970) p. 170
- [6] J. R. Rice, P. C. Paris and J. G. Merkle : ASTM-STP536 (1973), p. 231