

低合金鋼における引張変形と疲労変形による 微細組織および磁気特性の変化

八重樫 光*

Changes of Dislocation Structure and Magnetic Properties in Tensile and Fatigue Deformed Low Alloy Steel

Kou YABEGASHI

Synopsis : In tensile and fatigue deformed low carbon steels, the magnetic parameters and the total dislocation density were measured. The total dislocation density that was measured by transmission electron microscopy (TEM) reflects the information of cellular dislocation structure. Magnetic parameters, coercive field H_C and the coefficient of magnetic susceptibility c had dependency on ρ_t , written as $H_C \propto \rho_t^{1/2}$ and $c \propto \rho_t$. These magnetic parameters have simple dependences on dislocation density, and would be useful for nondestructive evaluation of internal structure in practical steel.

Key words: tensile deformation; fatigue; dislocation density; cellular structure; coercive field; coefficient c ; nondestructive evaluation; low alloy steel.

1. はじめに

鉄鋼は熱処理などで強度を高めることが容易で、また比較的安価な素材であることから様々な構造物の主要構造材として広く用いられている。主要構造材における、経年劣化による性能低下が重大な損害に直結しかねない構造物に関しては、定期的に健全性を検査し安全を保障する必要がある。最も確実な健全性評価手法は、対象物からサンプリングして機械試験を行うことであるが、稼動・使用している構造物においては現実的ではなく、非破壊検査手法が不可欠である。

鉄鋼材料は様々な要因によって経年劣化するが、金属疲労は劣化の主な原因の一つである。特に構造物中での溶接継手やリベット止め等で固定された付近は、応力集中によって低サイクル疲労が進行する場合がある。鉄鋼材を疲労すると、金属表面または内部に微小亀裂が生じ、それが合体・成長することで破壊に至る。このとき亀裂発生の前駆現象として転位組織の変化が起こる場合が多い¹⁾。

現在行われている金属疲労の評価方法には、超音波探傷法や渦電流法などの亀裂を発見する非破壊検査法が多く用いられている。これらの方法の検出感度を向上させてより微細な亀裂を検出可能にし、疲労劣化を早期発見することに主眼を置いた研究が盛んに行われている²⁾ものの、転位組織の評価手法に関する研究はあまり行われていない。転位組織を非破壊的に評価する手法を開発することで、疲労による劣化をさらに早い段階で検出することが可能になると考えられる。

磁気的物理量が組織変化に対して敏感であることは古くから知られており、その性質を利用して転位組織の変化を非破壊的に測定することが可能と考えられる。保磁力は転位組織の変化に影響される磁気パラメータの一つである。保磁力 H_C は磁壁が運動を開始する臨界磁場であり、転位密度との間に $H_C \propto \rho^{1/2}$ の関係が成り立つことが分かっている³⁾。

また、過去の研究で、低磁場で測定する磁化率より得られる、磁化率の係数 c が塑性変形によって増加することが見出された⁴⁾。Takahashi らは、磁壁移動がほぼ終了し回転磁化が磁化過程の主体になる保磁力付近の磁場範囲において、磁化率 χ と外部磁場 H の関係が

$$\chi = \frac{c}{H^3} \dots\dots\dots (1)$$

のようになり、この式の係数 c は、単結晶および多結晶 Fe、低炭素鋼において引張変形によって増加すると報告している⁴⁾。さらに、著者は引張変形によってセル組織を形成した多結晶 Fe と低炭素鋼において、セル内部の転位密度 ρ_{in} と $c \propto \rho_{in}$ の関係になること⁵⁾を明らかにした。以上のことから、これらの磁気的物理量を測定することで転位組織変化を非破壊評価することが可能であると考えられる。

本研究では、実際の構造物における経年劣化の原因となる金属疲労に着目する。金属疲労による転位組織と磁気的物理量の相関を明らかにし、転位組織を非破壊的に評価する可能性について検討することを目的とする。

平成 19 年 9 月 4 日受付 平成 19 年 11 月 2 日受理 (Received on Sep. 4, 2007; Accepted on Nov. 2, 2007)

* 岩手大学工学部附属金属材料保全工学研究センター (現: (株) 淀川製鋼所) (Nondestructive Evaluation and Science Research Center, Faculty of Engineering, Iwate University, now Yodogawa Steel Works, 9 Showa-cho Kure 737-0027)

Table 1. The chemical composition of SFVQ-1A and SM490YA steel.

Elements(wt. %)	C	Si	Mn	P	S	Ni	Mo	Cr	Fe
SFVQ-1A steel	0.18	0.18	1.50	0.004	<0.001	0.89	0.12	0.12	bal.
SM490YA steel	0.17	0.35	1.44	0.015	0.03	-	-	-	bal.

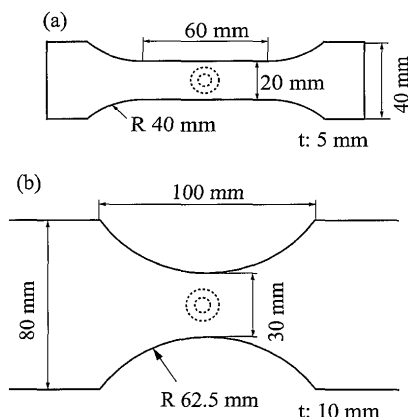


Fig. 1. The shape of samples for (a) tensile deformation and (b) fatigue deformation.

2. 実験方法

引張変形する試料にはJIS SFVQ-1A鋼を用いた。SFVQ鋼は、圧力容器に使用される調質鋼である。疲労変形する試料には溶接構造用鋼JIS SM490YA鋼を使用した。この鋼は、炭素当量および溶接割れ感受性組成を低く設計し溶接性能を高めた鋼で、建築物の主要構造部材に使用されている。SM490鋼は、試料の条件をより実用材に近づけるためショットブラスティングにより表面に圧縮応力を導入した。試料の化学組成をTable 1に示す。どちらの鋼もC量0.2wt%以下でMnを主な添加元素とした低合金鋼である。

引張変形はFig. 1(a)に示した形状の試験片を、インストロン型試験機を用いて室温においてひずみ速度 $2 \times 10^{-3}/\text{min}$ で行った。疲労変形はFig. 1(b)の砂時計型試験片を用い、繰返し応力を5Hzの周期で負荷した。変形した試験片の破線部から放電加工機を用いて転位組織観察用の3mmφの円盤と磁化測定用のリング型試験片を作製し、転位組織観察と磁化測定を行った。転位組織観察は、円盤試料を荷重負荷方向に平行に切り出し、過塩素酸10%と酢酸90%の混合液で電解研磨した後、Philips製Tecnai30Lを用いて加速電圧300kVにて行った。磁化測定は、リング型試験片に1次コイル70回、2次コイル30回巻き、理研電子製B-H Tracerを用いて室温で行った。

3. 実験結果および考察

3・1 引張変形および疲労変形による転位組織の変化

SFVQ鋼を引張変形して得た公称応力-公称ひずみ曲線をFig. 2に示す。この曲線より、降伏応力は450MPa、引

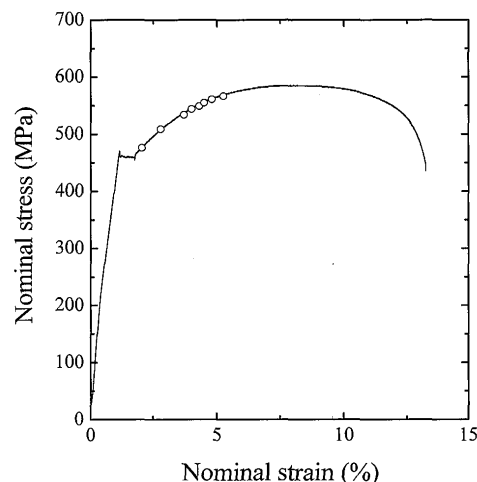


Fig. 2. Nominal stress-strain curves of SFVQ-1A steel at room temperature with strain rate of $2 \times 10^{-3}/\text{min}$.

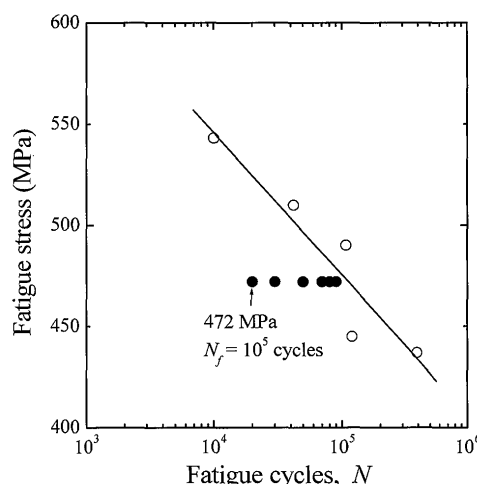


Fig. 3. S-N line of SM490YA steel.

張り強さは580MPaだった。負荷した応力と磁氣的物理量の相関を考察することを容易にするため、引張変形は局部収縮が起こらない引張強さ以下のプロット点で示した応力で行い、変形後の断面積から真応力を計算によって求めた。

SM490YA鋼の疲労変形は、最大負荷応力を降伏応力以上に設定して低サイクル疲労試験を行った。なお、SM490YA鋼の降伏応力は、事前の引張試験で460MPa、引張強さは570MPaであることを確認している。疲労試験の負荷荷重とサイクル数は、Fig. 3に示すS-N線図より472MPa、 $2 \times 10^4 \sim 9 \times 10^4$ サイクルとした。この負荷応力での疲労寿命は、Fig. 3から 10^5 サイクルと予想される。従って $2 \times 10^4 \sim 9 \times 10^4$ サイクルは負荷したサイクル数と疲労寿

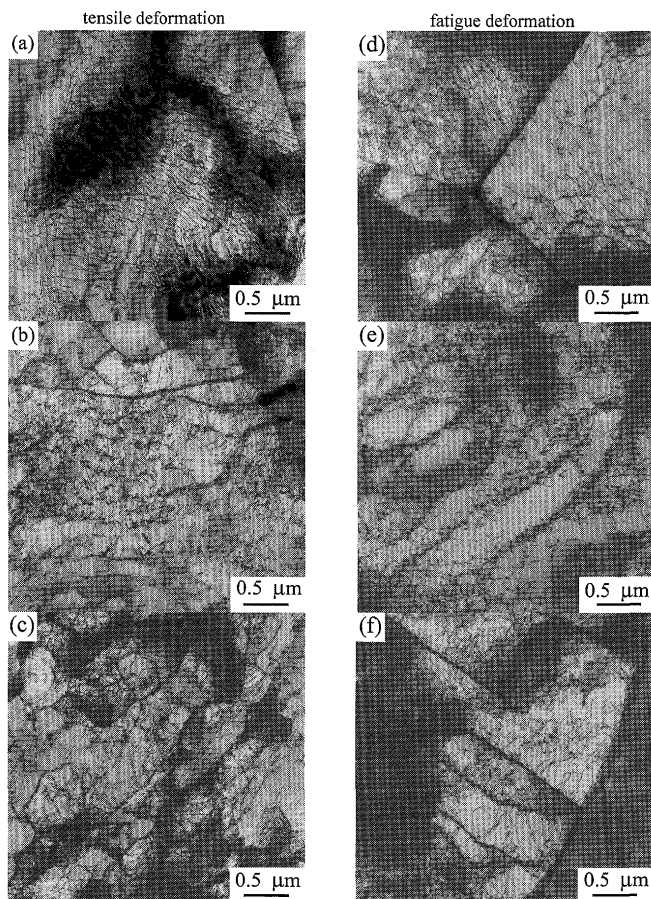


Fig. 4. TEM micrographs of SFVQ steel (a) as received, tensile deformed unto (b) 480, (c) 540 MPa, and SM490 steel (d) as received, fatigued at (e) $N/N_f=0.2$, (f) $N/N_f=0.9$.

命の比を用いて表すと $N/N_f=0.2\sim0.9$ に相当する。

引張および疲労変形による転位組織変化を Fig. 4 に示す。引張変形前の SFVQ 鋼では、転位が網状に分布している個所が部分的に見られたが、全体の転位分布はほぼ均一だった。これを引張変形すると転位のタングルやセル構造が形成されるとともにセル内部の転位が増殖した (Fig. 4(b), (c))。セル壁は変形応力が大きくなるほど鮮明になり、かつセルの微細化とセル間方位差の拡大が確認された。540 MPa で引張変形した試料に形成されたセルの平均直径は $0.5\ \mu\text{m}$ 以下だった。SFVQ 鋼を 540 MPa よりも大きい真応力で変形すると、転位が複雑に絡み合っていて転位一本を識別することは困難だった。

一方疲労変形前の SM490 鋼では、転位密度が高かったが網状の分布は観察されなかった (Fig. 4(d))。 $N/N_f=0.2$ まで疲労するとセル壁が形成され (Fig. 4(e))、さらに疲労するとセル壁が鮮明になった。疲労によってセルサイズはほとんど変化しないものの (Fig. 4(f))、隣接したセル間の方位差は疲労によって広がっていて、同一の観察条件で転位観察を行える領域が狭まった。セル間の方位差角は、詳細は後述するが $N/N_f=0.2$ ではおおむね 0.5° 、 $N/N_f=0.9$ では 1° 以上に拡大した。

3・2 セル組織が磁気的物理量に与える影響

引張変形と疲労変形における転位組織変化の共通点として、セル組織の発達が挙げられる。セル組織は変形によって転位が局所的に集積することで形成される。セルを隔てるセル壁は転位の集合体であり周囲に応力場を持つため、単独の転位と同様に磁気的物理量に影響を与えと考えられる。

セル壁が磁気的物理量に与える影響を評価するため、本研究では試料内部での転位組織変化を総合的に反映するため、全転位密度 ρ_t を

$$\rho_t = (1 - f_w)\rho_{in} + f_w\rho_w \quad \dots\dots\dots (2)$$

と定義しセル構造を考慮した転位密度を測定することとした。ここで ρ_{in} はセル内の転位密度、 f_w はセル壁の面積分率、 ρ_w はセル壁の転位密度である。

セル内の転位密度 ρ_{in} は Keh の方法⁶⁾により算出した。Keh の方法とは、TEM 写真にメッシュをかけ、メッシュの線と転位線との交点の数から次式を用いて転位密度を算出する手法である。

$$\rho = \frac{n_1/l_1 + n_2/l_2}{t} \quad \dots\dots\dots (3)$$

ここで、 l_1 と l_2 はメッシュの線の長さ、 n_1 と n_2 は転位線とメッシュの交点の数、 t は試料厚さである。試料厚さは等厚干渉縞から $200\ \text{nm}$ と算出した。

セル壁の面積分率 f_w は、セル形状が一定ではなかったので単位面積あたりのセル壁の総延長と厚さから算出した。セル壁の転位密度 ρ_w はセル間の方位差角 θ から算出した。セル壁を同一符号の転位が一列に配列した小角粒界と仮定すると、セル間の方位差角 θ とセル壁を構成する転位の間隔 h の関係は

$$h = \frac{b}{2 \sin(\theta/2)} \quad \dots\dots\dots (4)$$

で表すことが出来る⁷⁾。セル壁を構成する転位が刃状転位の場合は傾角粒界、らせん転位の場合はねじれ粒界になる。傾きの方位差角 θ_{tilt} とねじれの方位差角 θ_{twist} から転位間隔 h_{edge} 、 h_{screw} を算出し

$$\rho_w = h_{\text{edge}}^{-2} + 2h_{\text{screw}}^{-2} \quad \dots\dots\dots (5)$$

として ρ_w を求めた。ここで h_{screw} を 2 倍しているのは、ねじれ粒界は直交する 2 組のらせん転位配列によって形成されるためである⁸⁾。方位差は菊池図形から解析した。引張変形した SFVQ 鋼における方位差の測定例を Fig. 5 に示す。写真中央のセル壁を境に結晶方位が異なるので上下のセルで回折条件が異なっており、上のセル内の転位ははっきりと見えるが下のセル内の転位は観察できない。図に示した A、B 点において菊池図形を撮影し、図形のずれから方位差

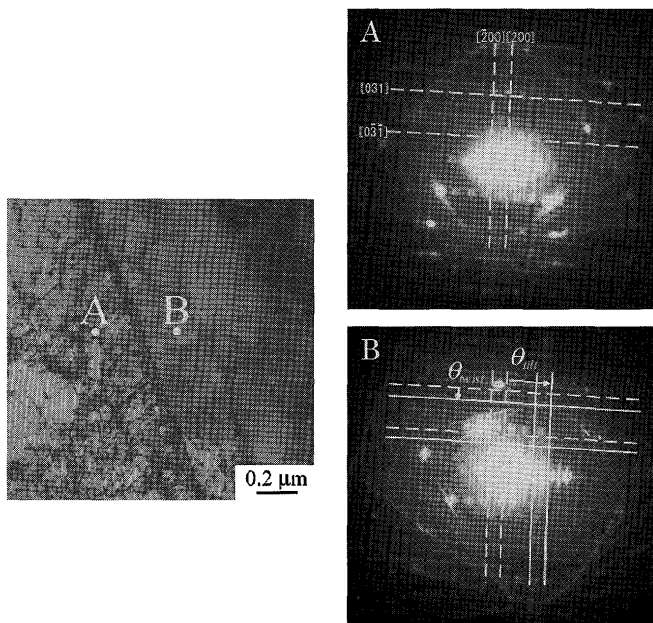


Fig. 5. The Kikuchi maps for tensile deformed steel measured at the points A and B in the left figure. The diameter of dots in left figure is equal to the electron beam size of 50 nm.

角を測定した。Fig. 5において $\theta_{\text{tilt}}=0.80^\circ$, $\theta_{\text{twist}}=1.55^\circ$ であった。これらの測定結果と(4)式および(5)式より $\rho_w=2.7 \times 10^{16} \text{ m}^{-2}$ と算出された。引張変形されたSFVQ鋼と疲労変形されたSM490鋼において前述の方法で測定した f_w , ρ_w および ρ_m をFig. 6に示す。引張変形によってこれらのパラメータは全て増加し(Fig. 6(a)), セル内の転位密度が増加するとともにセル構造が発達している様子がわかる。一方疲労変形によっては f_w と ρ_m はサイクル数によって変化しなかった。ただし f_w については、疲労変形によってセル壁が僅かに薄くなる現象が見られた。これによって f_w は減少傾向を示すように見えるがその変化は測定誤差に対して小さく、ほとんど変化しない。 ρ_w はサイクル数に対して明瞭な増加傾向を示すため、疲労変形による転位組織変化は局所的に進行すると言える。

3・3 疲労および引張変形による磁気的物理量の変化

変形前後の試料を磁化測定し、得られた磁化曲線から保磁力 H_c と磁化率の係数 c を求めた。磁化率の係数 c は、磁化曲線から微分磁化率 χ を計算し(1)式を用いて算出した。算出する磁場範囲は、20~80 Oe程度である。20 Oeよりも低い保磁力付近の磁場範囲では、磁化過程は主に磁壁移動によるため(1)式は理論的に成り立たない。また100 Oe付近の高い磁場範囲では磁化回転が不連続になるため磁化率の値がばらつき(1)式を適用することが出来ない⁵⁾。以上の理由から、中間の限られた磁場範囲で係数を求めた。

引張変形したSFVQ鋼における、保磁力と係数 c の応力に対する依存性をFig. 7に示す。保磁力は $H_c \propto \sigma$ の関係で整理することが出来る。この関係は過去の研究結果と一致

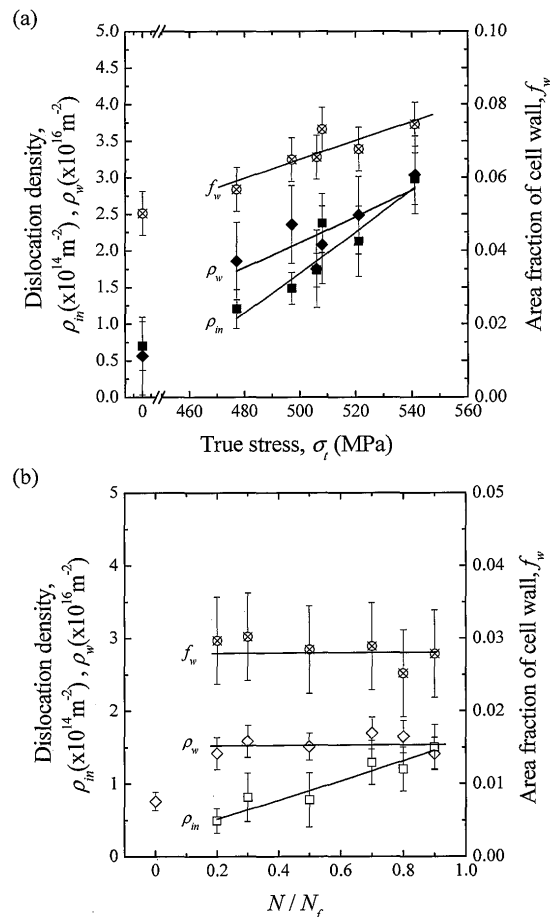


Fig. 6. The measured ρ_m , ρ_w and f_w of (a) tensile deformed and (b) fatigue deformed steel.

する³⁾。一方係数 c は $c \propto \sigma^2$ の関係で整理することが出来る。この関係は、飽和漸近領域で測定される係数 c と同様である⁹⁾。

疲労変形したSM490YA鋼における、保磁力と係数 c のサイクル数に対する依存性をFig. 8に示す。 $N/N_f=0.2$ まで疲労すると保磁力と係数 c は共に急激に増加した。それ以上のサイクル数では、保磁力の増加量がごく僅かであったのに対して係数 c は大きく増加した。

次に、全転位密度と磁気的物理量の相関をFig. 9に示す。図において保磁力(Fig. 9(a))は $H_c \propto \rho_t^{1/2}$ の関係、磁化率の係数 c (Fig. 9 (b))は $c \propto \rho_t$ の関係になっている。これらの関係は引張変形したSFVQ鋼と疲労変形したSM490鋼に共通である。セル内の均一に分布した転位とセル壁を構成するグループ化した転位それぞれが磁気的物理量に与える影響を考察するため、磁気的物理量と全転位密度の関係を

$$H_c = H_{c0} + \gamma_{Hc} \rho_t^{1/2}, \quad c = c_0 + \gamma_c \rho_t$$

と表記し、各パラメータの値をTable 2にまとめた。 H_{c0} と c_0 に関しては、転位以外の格子欠陥から影響を受けると考えられるが、 γ の値は転位組織の変化によってほぼ決まると考えられる。 γ_{Hc} は引張変形と疲労変形でほぼ同じ値に

なった。この結果はセル内に単独で存在する転位と小角粒界を構成する転位の保磁力への寄与度が同程度であることを意味する。保磁力を決める要素は、磁壁をピン止めする力の大きさ、つまり応力場の大きさの最大値であるといわれている³⁾。転位が単独で存在する場合は、転位芯付近を最大とした長範囲応力場が存在する。一方転位が小角粒界を形成すると互いの応力場が重なり合って長範囲応力場は打ち消されるが、転位芯付近の応力場は残留する⁷⁾。磁壁が受けるピン止め力の最大値はこの転位芯付近の応力場によって決定され则认为ると、 γ_{Hc} の値が引張変形と疲労変形でほぼ同じになることを矛盾無く説明することが出来る。

一方 γ_c の値は変形方法によって異なり、疲労変形した場合は引張変形した場合に比べて小さかった。回転磁化する磁気モーメントの数は、係数 c を決定する重要な要素で

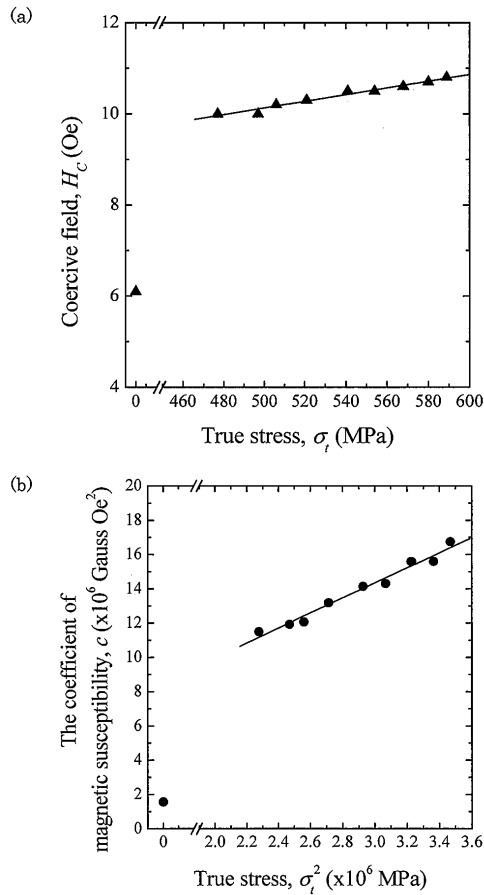


Fig. 7. Coercive field H_c and the coefficient of magnetic susceptibility c in tensile deformed SFVQ steel.

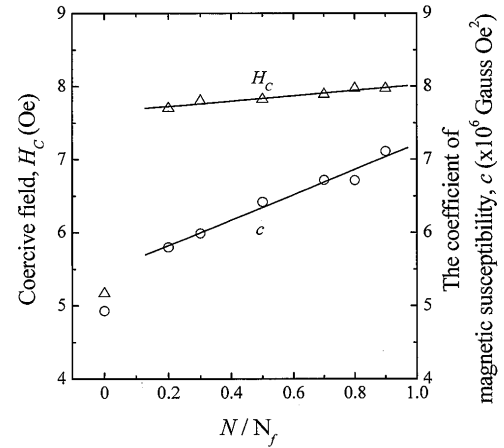


Fig. 8. Coercive field H_c and the coefficient of magnetic susceptibility c in fatigue deformed SM490 steel.

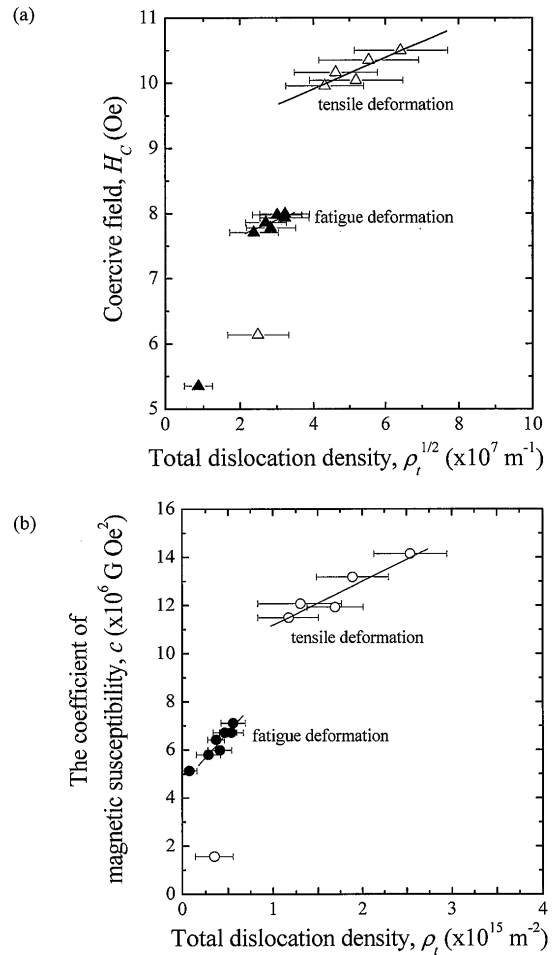


Fig. 9. The relation between total dislocation density and (a) coercive field, (b) the coefficient c for tensile and fatigue deformed steels.

Table 2. Comparison of experimental values of c_0 and γ_c for polycrystalline Fe, Mn-steel with calculated ones.

Parameter	H_{c0} (Oe)	γ_{Hc} ($\times 10^{-6} \text{ Oe m}^{-2}$)	c_0 ($\times 10^6 \text{ Gauss Oe}^2$)	γ_c ($\times 10^{-5} \text{ Gauss Oe}^2 \text{ m}^{-2}$)
Fatigue deformation	7.0	3.0	4.6	4.2
Tensile deformation	8.9	2.4	9.3	1.9

あると考えられる⁵⁾。応力場の強さは磁気モーメントの回転角、応力場の広さは回転する磁気モーメントの数に強い影響を与える。セル壁は前述のとおり長範囲応力場を持たないため、セル壁を構成する転位が係数 c に与える影響は単独の転位に比べて小さいと考えられる。従って、セル壁の転位密度 ρ_w のみが増加する疲労変形において γ_c が小さくなったと考えられる。

4. まとめ

引張変形および疲労変形した鋼において、磁気測定と転位組織観察を行った。引張変形によってセル組織が形成され、セル組織の発達と共にセル内部の転位密度が増加した。疲労変形によってはセル構造が形成、発達するもののセル内部の転位密度はほとんど変化しなかった。変形によって形成されたセル組織が磁氣的物理量に与える影響も考慮して定量的に評価するため、セル壁を構成する転位も考慮した全転位密度 ρ_t を測定した。磁氣的物理量である保磁力 H_c と磁化率の係数 c について、 $H_c \propto \rho_t^{1/2}$, $c \propto \rho_t$ の関係が疲労変形と引張変形どちらでも成り立つことを明らかにした。引張変形と疲労変形した場合での磁氣的物理量と全転位密

度の相関より、保磁力に対しての影響度は均一に分布する転位とグループ化した転位はほぼ同等であり、磁化率の係数 c に与える影響度は異なると推定できる。

本研究によって磁氣的物理量の保磁力 H_c と磁化率の係数 c は転位組織の変化を反映し、且つ全転位密度と単純な関係を示すことが分かった。このことより磁気測定による転位組織の非破壊検査は可能であると考えられる。

文 献

- 1) M.Klesnil and P.Lukas: 金属疲労の力学と組織学, 養賢堂, 東京, (1980), 68.
- 2) 宮 健三, 高木敏行, 中曾根祐司編著: 材料劣化の電磁解明と電磁非破壊検査, 日本AEM学会, 東京, (2001).
- 3) H.Trauble: Magnetism and Metallurgy, ed. by A.E.Berkowitz and E.Kneller, Academic, New York, (1969), 621.
- 4) S.Takahashi, J.Echigoya and Z.Motoki: *J. Appl. Phys.*, **87** (2000), 805.
- 5) K.Yaegashi: *ISIJ Int.*, **47** (2007), 327.
- 6) A.S.Keh: Direct Observations of Imperfections in Crystals, Interscience, New York, (1961), 213.
- 7) A.P.Sutton and R.W.Balluffi: Interfaces in Crystalline Materials, Clarendon, Oxford, (1995), 115.
- 8) J.P.Hirth and J.Lothe: Theory of Dislocations Second Edition, John Wiley & Sons, (1982), 706.
- 9) H.Kronmüller: *Int. J. Nondestruct. Test.*, **3** (1972), 315.