
Acoustic Emission 波高解析装置の開発と鋼のマルテンサイト変態の研究への適用
Development of Pulse Height Analyzer for Acoustic Emission and its Application to the
Study of Martensitic Transformation in Steels

佐野 謙一(Ken-ichi Sano) 今中 拓一(Takuichi Imanaka)

要旨：

新しく開発した acoustic emission の波高解析装置のおもな特徴について述べた。この装置の応用例として Fe-Ni-C および Fe-Ni-Mn-C 鋼のマルテンサイト変態の過程を acoustic emission によって調べ、波高分布の変化を解析した。マルテンサイト変態に伴う acoustic emission の波高分布は、地震の振幅と発生頻度に関する石本-飯田の統計的關係に従うことが判明した。この關係式に現れるパラメータの持つ意味について、X線回折による変態量の測定や光学顕微鏡組織の観察結果を参考にして検討した。

Synopsis：

The feature of a pulse height analyzer developed for the analysis of acoustic emission is described. An example is given of its use for acoustic emission resulting from martensitic transformation in Fe-Ni-C and Fe-Ni-Mn-C alloys. The amplitude distribution of acoustic emission obeys the Ishimoto-Iida statistical relation in the statistical seismology. Parameters in the relation are correlated to the results of X-ray diffraction analysis and metallographic observation.

(c)JFE Steel Corporation, 2003

本文は次のページから閲覧できます。

Acoustic Emission 波高解析装置の開発と鋼の マルテンサイト変態の研究への適用

Development of Pulse Height Analyzer for Acoustic Emission
and its Application to the Study of Martensitic Transformation in Steels

佐野 謙一*
Ken-ichi Sano

今中 拓一**
Takuichi Imanaka

Synopsis:

The feature of a pulse height analyzer developed for the analysis of acoustic emission is described. An example is given of its use for acoustic emission resulting from martensitic transformation in Fe-Ni-C and Fe-Ni-Mn-C alloys. The amplitude distribution of acoustic emission obeys the Ishimoto-Iida statistical relation in the statistical seismology. Parameters in the relation are correlated to the results of X-ray diffraction analysis and metallographic observation.

1. はじめに

変形や破壊の微視的過程の観測手段として acoustic emission (以下 AE) を有効に適用するためには、その発生特性を定量的に記述する方法を確立する必要がある。AE の発生特性は振幅、発生頻度、周波数スペクトラムなどによって特徴づけられるが、実際にはさまざまな制約からこれらのパラメータを測定することは必ずしも容易ではない。種々の状況におけるこれらのパラメータの持つ意味については、最近総合的な検討が試みられている¹⁻³⁾。AE 発生特性のうち振幅および発生頻度を適切に記述、評価する方法として、波高解析器の適用は非常に有効であると考えられており、これまでも興味深い結果が報告されている⁴⁻⁶⁾。この報告においては AE の波高値の表示方法について簡単に考察したあと、新しく開発した AE の

波高解析装置の概要とそのマルテンサイト変態の研究への適用例として、予備的な実験結果について述べる。

2. acoustic emission の波高値の表示方法について

AE の信号は便宜的に連続型と突発型とに分類される。連続型 AE の場合には不規則雑音の解析手法を導入して、各振幅における滞在確率密度関数によって振幅分布特性を表すことができる²⁾。信号の平均的な振幅を表すためには電圧実効値による場合が多いが、これは確率密度関数がガウス型の場合、電圧実効値は標準偏差に比例することに基づく。連続型 AE について、後述の突発型 AE の場合と同様に一定のしきい値を超える頻度として計数率を測定すると、微小な振幅の変化を拡大して観察することができるので、この方法は簡便

* 技術研究所厚板研究室主任研究員・工博

** 技術研究所物理研究室主任研究員・工博

法として広く用いられている。ただし、よく知られているように、しきい値の設定によって計数率の絶対値だけでなく定性的な特性まで変化してしまうので、実験条件の異なるデータ間の比較は困難となる。しきい値の設定による計数率の変化から、AE 信号の確率密度関数を求める試みも報告されている⁷⁾。この場合には AE 信号の周波数スペクトラムが一定であることを仮定しなければならず、確率密度関数を直接求める方法が適用できない場合の簡略法とみるべきであろう。

突発型の AE については、連続型の AE とは異なった観点から計数率と振幅の対応関係が検討されている。突発型の AE の波型が減衰振動する正弦波によって表される場合、1 事象あたりの計数 n_e は Harris ら⁸⁾ によると次式で表される。

$$n_e = \left(\frac{f_0}{\beta} \right) \ln \left(\frac{V_p}{V_i} \right) \dots\dots\dots (1)$$

ここで f_0 は周波数、 β は減衰率、 V_p はピーク電圧、 V_i はしきい電圧である。したがって n_e は振幅の対数に比例することになる。実際このような考察に基づいて、事象あたりの計数 n_e に対する発生頻度によって振幅分布を表示するような機器が最近市販されている。 n_e の和によって計数率を表した場合には、振幅に関する情報も加味されていることになる。しかしながら、個々の AE 事象を上述のように簡単に模式化することが適当とは考えられず、また事象あたりの AE 計数の和によって計数率を表した場合には、振幅と頻度の情報を分離できなくなるという問題がある。

突発型 AE の振幅分布特性を表すためのより直接的な方法は、個々の AE パルスのピーク電圧の分布を求める方式によるものである。これにはいったん磁気テープに AE 信号を記録して、あとで計数器のしきい電圧を変えながらテープを繰返し再生して計数する方法⁹⁾と、多チャンネルの波高解析器を用いて一度に振幅分布を求める方法とがある。以下に多チャンネルの波高解析器を用いる方式について述べる。

3. acoustic emission の波高解析装置の概要とおもな仕様

この装置の主要部分は、基本的には放射線計測

などで用いられている多チャンネル波高解析器と同等なものであるが、AE 波の解析に用いるために以下の基本的な仕様を満たすことに留意した。

- (1) 突発型 AE の信号を直接インプットできること。通常の波高解析器では極短時間幅 (1 μ sec 程度) のパルスしかインプットできないが、実際の AE 信号はリング・ダウン波形 (Photo. 1 参照) を示すのでなんらかの波形変換が必要である。
- (2) 波高分布の変化を連続的に記録できること。通常の波高解析器ではデータ出力中には解析が行えず、死時間を生ずる。これは、破壊や変形による波高分布の変化を調べる際には重大な欠点となる。

この2条件を満たすために初めは市販の波高解析器を改造することを考慮したが、適当な機種がなく、AE 専用の波高解析器として当所で新しく開発した。以下に各部の機能について述べる。



Photo. 1 Example of burst-type acoustic emission observed during deformation of as-quenched 0.3%C steel

3.1 ピーク・ホールド・ユニット

リング・ダウン波形の突発型 AE 信号を通常の放射線用の波高解析器にかけるためには、インプット前に 1 μ sec 程度の時間幅を持つ一定形状のパルスに波形変換をする必要がある。波形変換の方法としては、包絡線検波した信号のピーク値をサンプリングする方法⁹⁾や、以下に述べるようにピーク値を保持してサンプリングする方法などがある。前者がアナログ的であるのに対し、後者はデジタル的であるといえる。包絡線検波の場合には、検波の時定数の選択やピーク識別のための微

分回路の設計が難しいので、本装置では後者の方法によった。Fig. 1 に本システムで用いる波形変換のタイム・チャートを示す。LLD (下限弁別器) の設定電圧を超える信号については、その最大値をピーク・ホールド回路によって保持する。同時に LLD 出力を on にすることにより LLD をしきい値とする計数率が測定できる。ULD (上限弁別器) はあるレベル以上の信号を排除するために用いる。これは電氣的雑音などによる過大入力の遮断が目的である。LLD 出力が off になってから t_1 sec 後に V_p に比例したパルスが出力されてピーク・ホールド回路はリセットされる。ホールド・タイムは $2 \sim 250 \mu\text{sec}$ に設定することが可能で、この間に LLD の設定電圧を超える信号があれば同一事象に属する信号とみなされる。ホールド・タイムを設けることによって個々の事象を識別し、一つの突発型の信号の中に 2 つ以上のピークが含まれる場合、最大値のみを取り出すことが可能となった。なおサンプリング終了後に t_2 sec の死時間を設けてある。これは $10 \mu\text{sec} \sim 2.5 \text{msec}$ の範囲に設定

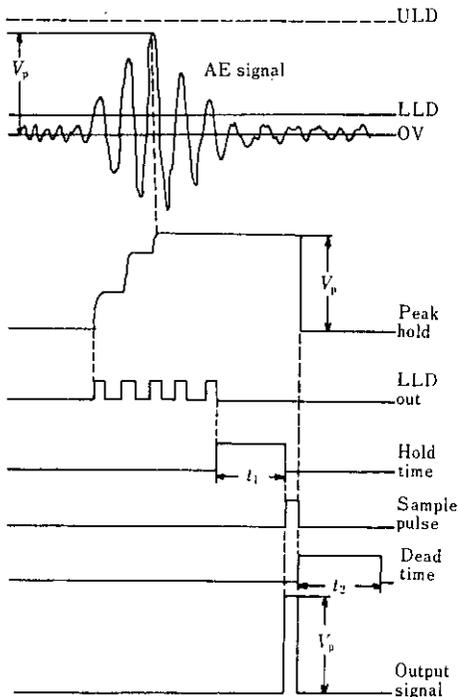


Fig.1 Transformation time chart of acoustic burst pulse into short duration pulse

することが可能で、おもに測定系や試料内に反射波を生じた場合、原信号と反射信号を誤って重複測定することを防止するのに用いる。

3-2 波高解析器本体

本装置のブロック・ダイアグラムを Fig. 2 に示す。入力信号で破線より左、また出力信号で点

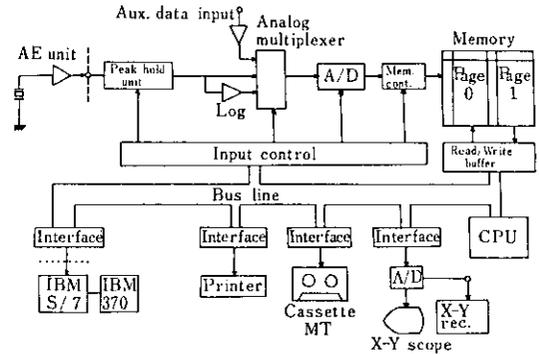


Fig.2 Block diagram of pulse height analyzer designed for the study of acoustic emission

線より下の部分は装置本体には含まれていない。ピーク・ホールド・ユニットによって波形変換した AE 信号は、そのままの形、あるいは対数変換後 A/D 変換 (10bit) されて 1024 チャンネル \times 2 頁の IC メモリーの一方の頁に記憶される。1 チャンネルあたりの記憶容量は 2^{14} (16384) カウントである。1 頁分のデータとしては頻度分布のほかには波高解析の始まりと終りのアナログ・パラメータ ($\pm 1V$, 10bit) および記録モード、頁数のデータを含む。アナログ・パラメータは荷重、伸び、温度などの信号の電圧を記録するために用いる。2 頁のメモリーは交互に用いて一方の頁にデータを記録しながらもう一方の頁から磁気カセット・テープなどにデータを出力する。この機能によって波高解析の死時間は頁の切換えに要する時間程度 ($5 \mu\text{sec}$ 以下) となった。磁気カセット・テープの書込み時間の制限から分析時間の下限は 1sec となった。分析時間間隔は 1sec から 1024sec の間で任意に設定でき、また外部から手動操作によって任意の時間の測定を行うこともできる。対数モードの場合には、振幅は $0 \sim 60 \text{dB}$ の対数スケール

ル (1dB ステップ) で記録される。波高解析中のメモリーの内容はモニター・スコープ上に表示される。本装置のデータ出力機構としては磁気カセット・テープのほか、プリンター出力、X-Y 記録計出力および電算機 (IBM 370/115, S/7) と接続するためのインターフェイスが含まれる。通常実験中には波高分布のデータを逐次磁気カセット・テープに転送し、実験終了後にテープを再生して種々の解析を行う。本体の解析機能としては頁別に記録したデータの集計、縦軸の対数変換、頁別またはそれを集計したデータの総カウント数および振幅の平均値などを求めることができる。総カウント数および振幅の平均値はモニター・スコープ上にデジタル表示される。さらに複雑なデータ処理はデータを電算機に転送して行う。その場合、データは IBM システム 7 型ミニコンピュータを経て 370 型中型計算機に転送される。データ処理は 370 型の入力機構を通じ FORTRAN IV で書かれたプログラムによって実行される。なお 370 型には CRT ディスプレー、ハード・コピー・ユニットなどの種々の端末装置が付属しているので、データ処理および記録を迅速に行うことができる。

4. 鋼のマルテンサイト変態に伴う acoustic emission の波高分布特性

Fe-Ni-C および Fe-Ni-Mn-C 合金のマルテンサイト変態に伴う AE 発生特性、特にその波高分布特性に関する予備的な実験結果について述べる。鉄合金のマルテンサイト変態に伴う AE 発生特性については、これまでも Speich^{10,11)} および Ono¹²⁾ による報告がある。マルテンサイト変態に伴う AE は、変態によって形成する個々のマル

テンサイト葉に対応することから、変態の kinetics を明らかにするうえで有益な情報をになっていると考えられる。これらの報告において、AE 発生特性は計数率や累積計数によって表され、波高分布特性に関しては明らかにされていない。

4.1 実験方法および試料

実験に用いた試料の化学組成を Table 1 に示す。これらの試料を $4 \times 4 \times 10\text{mm}$ に切断後、

Table 1 Chemical compositions (wt%)

Steel	C	Si	Mn	P	S	Ni
#90	0.32	-	2.9	0.003	0.008	18.1
#93	0.86	-	1.0	0.003	0.008	18.0
#632	0.34	0.008	0.004	0.003	0.005	29.8

#90 および #93 は 1000°C で、また #632 は 1200°C でそれぞれ 60min 保持後真空カプセルのまま水焼入れしたが、水焼入れのままの状態では 100% オーステナイトであった。これらの試料を -196°C で 20min 保持したあとの光学顕微鏡組織写真を Photo. 2 に示す。#90 では転位マルテンサイト #93 および #632 では双晶マルテンサイトが形成している。試料は直径 6mm の真鍮製導波棒の先端にアラルダイトによって接着した。AE は導波棒を介して恒温槽の外部に取付けた変換子によって検出し、100~300kHz の帯域幅で 80dB 増幅後計数率や波高分布などを解析した。恒温槽は窒素ガスによって冷却する方式で、 200°C から -195°C の間で昇降温をプログラム制御することができる。実験装置全体を Photo. 3 に示す。変態挙動を調べるため、AE のほかに光学顕微鏡による組織観察および X 線回折による変態量の測定¹³⁾ などもあわせて行った。

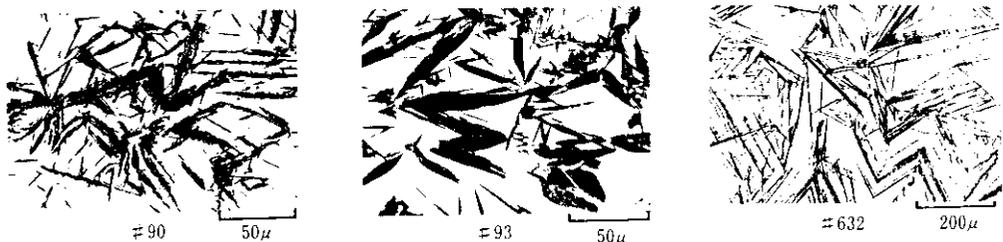
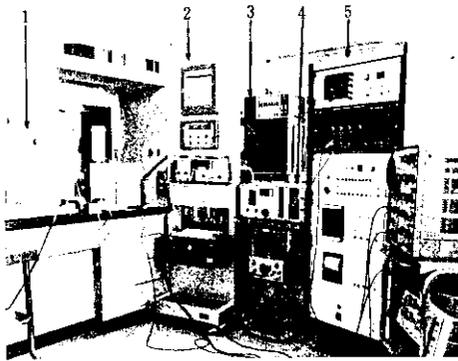


Photo. 2 Microstructure of specimens after holding for 20min in liquid nitrogen (-196°C)



- 1: Constant temperature bath
- 2: Controller of constant temperature bath
- 3: Tape recorder
- 4: Acoustic emission amplifier
- 5: Acoustic emission pulse height analyzer

Photo. 3 Instrumentation for the acoustic emission study of martensitic transformation

4.2 実験結果と検討

Fig. 3 に室温から -85°C まで $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ で冷却した場合の各試料の AE の累積計数と温度の関係を実線によって示す。累積計数のしきい値は 1V とした。試料 #90 および #93 を各温度で 10min 保持した後、室温で測定した X 線回折によるマルテンサイト生成量 (%) と温度の関係を同じ図に破線によって示してある。AE がマルテンサイト葉の数に対応するのに対して X 線回折の結果が

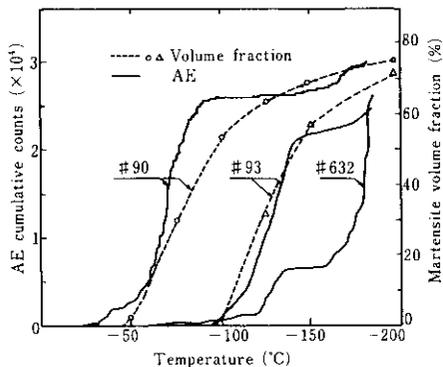


Fig.3 Cumulative counts of acoustic emission resulting from martensitic transformation (solid line) and volume fraction of martensite determined with quantitative X-ray analysis (dotted line)

マルテンサイトの体積を表していること、AE は一定冷却速度で冷却中に生成したマルテンサイトに対応するのに対し、X 線回折の結果は各温度で等温的に生成したマルテンサイト量を表していることなどの相違を考慮すると、両者はきわめてよい一致を示しているとみるべきであろう。図から明らかなように、X 線回折によってマルテンサイトが検出される温度に比較して、かなり高温側で AE が検出され始めている。多くの場合変態の初期に観察される AE は、離散的で若干の AE 群が観察されたあとで休止期間があり、再び AE 群が発生するという過程を繰返してから定常的に AE が発生し始める。この定常的発生開始温度は、X 線回折によって決めた M_s 点とほぼ一致する。初めに AE が観察される温度は試料間のバラツキが大きい。変態初期の AE 発生特性は、試料の焼入れによる内部応力の変動や合金濃度の空間的なゆらぎによって、局所的に変態が起こることを反映しているものと考えられる。試料 #90, #93 に比較して #632 では、 -120°C 近傍で AE 累積計数が急激に増加したのち休止期間があり、その後 -160°C 以下で再び顕著に増加し始める。このことは成分的に #90, #93 が等温の変態型、#632 が非等温の変態型であることと関係があると思われる。

次に変態に伴う AE の波高分布の測定例を Fig. 4 に示す。これは室温から -185°C の間で発生した AE の波高分布を 20°C 間隔で磁気カセット・テー

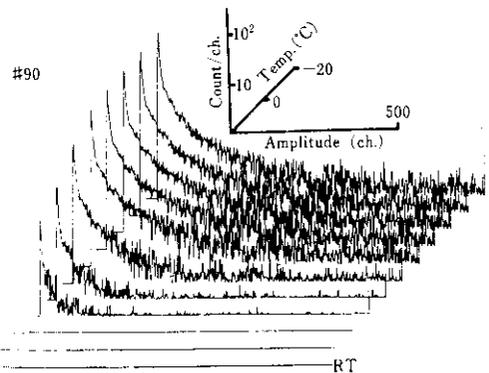


Fig.4 Cumulative amplitude distribution of acoustic emission resulting from martensitic transformation

プにいったん記録したあと、累積和を X-Y 記録計によって立体的に記録表示したものである。図中 -185°C の波高分布は室温から -185°C まで冷却する間に発生したすべての AE の波高分布を表している。また LLD の設定電圧は約 0.04V である。先に示した Fig. 3 の累積計数は 250 チャンネル以上の AE の総和に対応する。図から明らかなように、発生頻度は振幅が増加すると急激に低下する。この試料の AE の総数は 2.14×10^5 であったが、しきい値を低くすればこの数ははるかに大きな値となるはずである。このように累積計数はしきい値に強く依存するので、累積計数の絶対評価を行う際には注意しなければならない。たとえば、AE の累積計数と変態の kinetics を対応させる場合にはこの点を考慮すべきであるが、あまり重視しない傾向がある。Fig. 5 は、3 種の鋼について室温から -185°C の間で 20°C ごとに振幅分布を測定した結果である。変態過程の進行に伴って発生総数も振幅分布も変化する。変態の初期に比較的振幅の大きい AE が多く発生する傾向が見られ、後期には小振幅の AE が主となる。

定性的には、変態初期のマルテンサイトの伝播に対する障害はオーステナイトの粒界などであるが、変態の進行によって生成したマルテンサイト自体が後続するマルテンサイトの伝播を阻止することに対応すると考えられる。振幅分布特性については統計的な吟味が必要である。Fig. 6 に 3 種の試料について室温から -185°C の間で発生した AE の振幅と頻度の関係を示す。図から明らかなように、両対数表示した場合に頻度と振幅は直線関係で表される。これは仲佐⁶⁾による主として金属の破壊による AE の振幅分布および茂木¹⁴⁾による岩石の破壊による弾性衝撃波 (AE と同じ) の振幅分布と同じ傾向で、次式で表される石本-飯田の統計的關係に従う。

$$n(a)da = ka^{-m}da \quad \dots\dots\dots(2)$$

ここで a は振幅、 $n(a)da$ は振幅が a と $a+da$ の間にある AE のカウント数、 k 、 m は常数である。 m は 1 から 4 の間の値をとるとされている。図中に各試料の m の値を示す。以上の結果からマルテンサイト変態による AE の振幅分布は、破壊によ

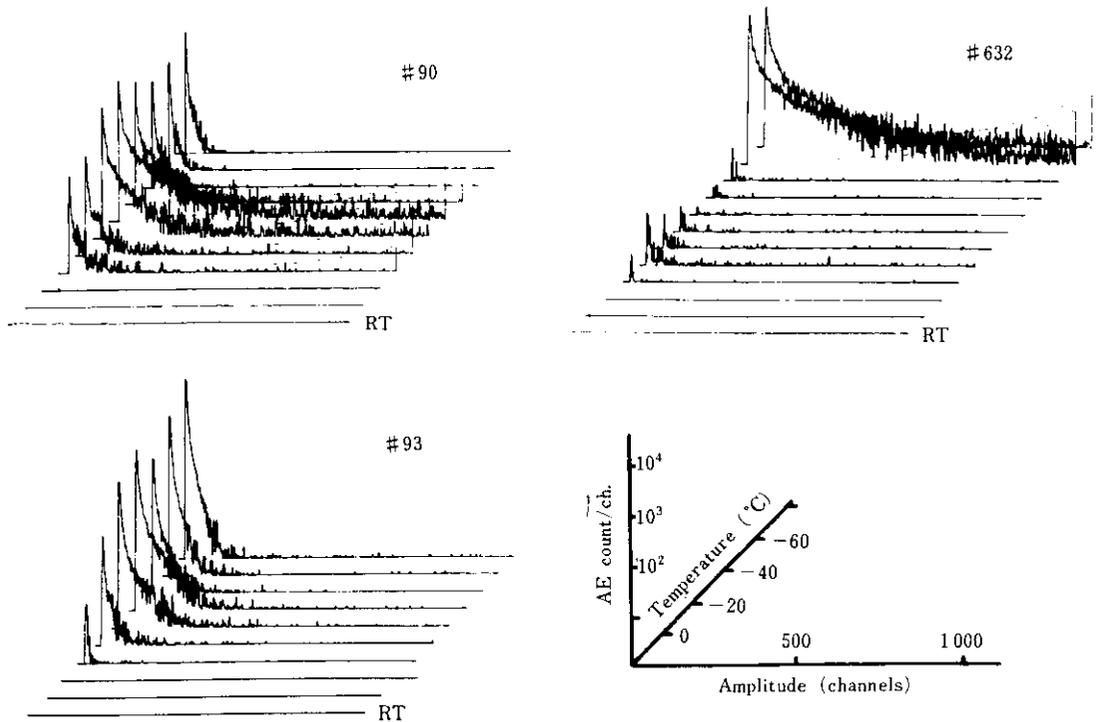


Fig.5 Differential amplitude distribution of acoustic emission resulting from martensitic transformation

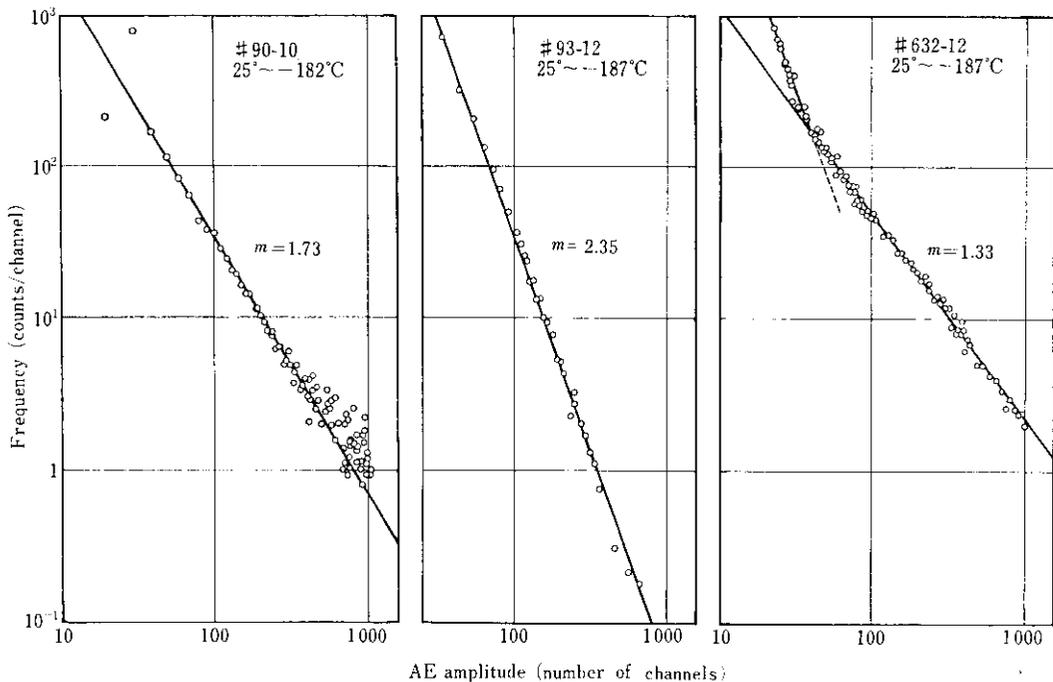


Fig. 6 Logarithmic representation of cumulative amplitude distribution of acoustic emission resulting from martensitic transformation

る AE と同様に石本-飯田の統計的関係に従うことが明らかになった。この分布則を物理的モデルに基づいて演繹することは、実験的にこの分布則が成立する条件を確認することとともに今後に残された課題である。石本-飯田の統計的関係はもとも地震の振幅と発生頻度に関するもので、茂木によって岩石の微小亀裂に伴う弾性衝撃波の振幅分布特性に拡張されたものである。したがって、マルテンサイト変態の場合にこの統計的関係が成立することは形式的な一致にすぎない。筆者らは一つの試みとして、温度の降下に伴ってマルテンサイトが形成する過程と、荷重の増加によって微小亀裂が生成する過程との共通点を吟味した。破壊の場合には、経験的に指数 m は亀裂の伝播を阻止する確率に対応し、延性が増加すると m が大きくなると考えられている¹⁵⁾。マルテンサイト変態の場合にあてはめて考えれば、マルテンサイトの伝播の容易さと m が対応すると考えられないであろうか。この場合、試料 #632 において大振幅域で $m=1.3$ と、#90, #93 の $m=1.7$ および 2.6 に比較して小さいという事実は、Photo. 2 に見ら

れるようにマルテンサイト組織が粗大であることに対応しているものとして理解できる。上述の分布則の解釈に関しては、現在変態の kinetics との対応などの観点から検討を進めている。

5. おわりに

AE の発生特性を定量的に記述する方法を確立するためには、発生機構に対するより進んだ理解が必要であり、今後の進歩に待つべき点も多い。振幅に関しても、その絶対値は周波数スペクトラムと同様に測定系に依存する度合いが大きい。このため、測定系の絶対較正法を開発する研究が種々の機関で進められている。一方、AE が本質的に確率過程であると考えられることから、その統計的な性質を明らかにすることも重要である。このような観点から、波高解析の手法の導入は今後 AE 研究の有力な武器となるものと考えられる。機器の開発とともに理論的な解析もさらに進められる必要がある。

参 考 文 献

- 1) 小野桓司：鉄と鋼，59 (1973)，1338
- 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) K. Ono：Proc. 2nd Acoustic Emission Symposium, (1974), 1-Session 4, [国際産業企画協会]
- 4) Y. Nakamura, C. L. Veach and B. O. McCauley：Acoustic Emission, ASTM STP-505, (1972), 164, [ASTM]
- 5) A. A. Pollock：Nondestructive Testing, 6 (1973), 264
- 6) 仲佐博裕：電力中研総合報告，29 (1975)
- 7) J. Eisenblätter, P. Jax and H. Schwable：Proc. 2nd Acoustic Emission Symposium, (1974), 1-Session 7, [国際産業企画協会]
- 8) D. O. Harris, A. S. Tetelman and F. A. Darwish：Acoustic Emission, ASTM STP-505, (1972), 238, [ASTM]
- 9) 仲佐博裕：非破壊検査，22 (1973)，596
- 10) G. R. Speich and R. M. Fisher：Acoustic Emission, ASTM STP-505, (1972), 213, [ASTM]
- 11) G. R. Speich and A. J. Schwoeble：Monitoring Structural Integrity by Acoustic Emission, ASTM STP-571, (1975), 40, [ASTM]
- 12) K. Ono, T. C. Schlotthauer and J. J. Koppelaar：UCLA Rept., Eng. 7334, (1973), [University of California]
- 13) 鈴木重治，船越督巳：鉄と鋼，61 (1975)，A-45
- 14) K. Mogi：Bull. Earthquake Res. Inst., 40 (1962) 125, 831
- 15) 茂木清夫：Acoustic Emission とその構造物の安全性監視への応用，(1972)，1，[国際産業企画協会]