

超音波板波法による固溶窒素，炭素の判別*

磯野 英二** 上野 立** 宇田川建志**

Eiji Isono, Tatsuru Ueno and Tateshi Udagawa: Discrimination of Solute Nitrogen and Carbon in Steel Sheets by Ultrasonic Lamb Waves. An extraordinary attenuation of ultrasonic Lamb waves in mild steel sheets up to 500°C was observed, and we confirmed that it is due to the Snoek damping of carbon and/or nitrogen dissolved in the steel.

The measurement of Lamb wave attenuation has been devised more quantitatively in order to confirm the relation between the aging index and other quality of steel sheets and the internal friction.

The results are as follows:

(1) The internal friction Q^{-1} max by pulsed Lamb waves at 2.25 MHz of a commercial ultrasonic flaw detector is roughly equal to the total concentration of solute carbon and nitrogen atoms in the specimen following Smit's relation.

(2) Group velocity of Lamb waves is found to be suitable as the velocity of waves to obtain Q^{-1} .

(3) The solution of precipitated atoms, carbon and/or nitrogen, is observed when the specimen is heated above 325°C.

(4) The relation between the aging index and Q^{-1} max of specimens is found to be quite similar to that already reported.

(Received April 18, 1968)

I. 緒 言

さきに薄鋼板の高温での超音波探傷を目的として、1~5 MHz での超音波板波と温度の関係を検討中、250~320°C で減衰の異常ピークを認め、これは Snoek ピークであろうと考察し報告した⁽¹⁾⁽²⁾。またその後縦波についても若干の実験を行ない、顕著ではないが、同様の傾向を認め報告した⁽³⁾。一方同じころ Lord ら⁽⁴⁾による 6.65 MHz の縦波を用いた α 鉄中の窒素と炭素の Snoek ピーク測定の詳細な報告が出されたほか、Richter⁽⁵⁾による 5~15 MHz の結果が報告され、ともに類似の考察を行なっている。

そこで今回は、今まで行なってきた板波法による Snoek ピーク測定を、従来の内部摩擦法で種々検討されていることと結びつけるために、この板波法をさらに定量的に取扱う方法を考えると同時に、実用的な応用の一つとして、鋼板のひずみ時効性の簡易判別に利用できないかどうかの検討を試みた。

II. 実 験 方 法

1. 装置および試料

前報と同じ手製の平形炉(内容積 700×240×140 mm³)を使用し、約 200°C/hr の昇温速度で、常温~500°C 間を 25~

Table 1 Chemical composition of specimens

Classification of specimens	Thickness (mm)	Chemical composition (%)						Sol. C* (%)	Sol. N* (%)	Company spec.
		C	Mn	P	S	N	Al			
Cold rolled rimmed sheet	1.0	0.0445	0.28	0.015	0.024	0.0023	—	0.0013-23	0.0012-20	FC
Hot rolled rimmed sheet	1.9	0.0395	0.25	0.015	0.021	0.0028	—	0.0013-23	0.0012-20	FC
	2.3	0.0186	0.52	0.015	0.033	0.0050	—	0.0013-23	0.0012-20	FC
	3.1	0.021	0.19	0.009	0.022	0.0028	—	0.0013-23	0.0012-20	FC
Cold rolled Al-killed sheet	1.0	0.0326	0.32	0.015	0.020	0.0048	0.033	0.00012-17	—	FSDD
	2.3	0.0455	0.36	0.015	0.011	0.0053	0.10	0.00012-17	0.0012-20	FDD
Decarburized rimmed sheet	1.0	0.0030	0.30	0.007	0.009	<0.001	—	0.00024-50	0.00015-50	FUD

* mean value by internal friction method

** 富士製鉄株式会社中央研究所 (Central Research Laboratories Fuji Iron and Steel Co., Ltd., Sagami-hara)

* 1968年4月本会東京大会に発表

- (1) 磯野, 上野: 本誌, **30** (1966), 801.
- (2) E. Isono and T. Ueno: 5th Int. Conf. on NDT, 1967, (Canada).
- (3) 磯野, 上野: 非破壊検査, **16** (1967), 47.
- (4) A. E. Lord and D. N. Beshers: Acta Met., **14** (1966), 1659.
- (5) H. U. Richter: Neue Hütte, **12** (1967), 430.

50°C ステップで、端面およびドリル孔エコーの変化を測定した。測定は市販超音波探傷器(スペリー式 UR-1C 型)に、可変減衰器(0~50 dB)を付加し、周波数 2.25 MHz 可変角水晶探触子を用いて行なつた。各温度での測定所要時間は約 10 分である。

試料は Table 1 に示す当社広畑製鉄所製造の板厚 1.0~3.1 mm の各種市販鋼板を用い、圧延方向に直角に巾 200 mm の試料(長さは素板の板幅のまま)を切出して使用した。

2. 板波減衰定数の測定法

板波の高温減衰値は、今までの報告では、炉中にある試料の端面エコーの変化 (dB) のみで見えていたが、より定量的に取扱うには、減衰定数 α (dB/m) を求めておく必要がある

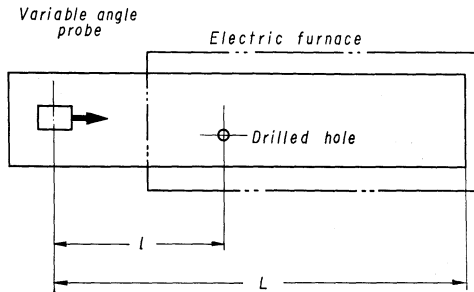


Fig.1 Schematic view of attenuation measurement by Lamb waves at high temperature

り、つぎのように工夫した。Fig.1 に示すように、試料の炉中にある部分にドリル孔を明け、ドリル孔と端面までの間で α を求めることとした。この場合ドリル孔での音圧反射率 R は温度に影響されず一定であると仮定し、またドリル孔と端面の間での温度勾配は無視できる範囲と考えた。

いま探触子からドリル孔までの減衰定数を α' とすると、この部分は炉の内外にまたがっているため温度勾配があり、音波の伝播距離 r の函数と考えられる。板波の減衰式 $P = P_0 e^{-\alpha r} \cdot 1/\sqrt{r}$ より⁽¹⁾、端面エコーの音圧 P は

$$P = P_0 \exp \left[-2 \int_0^l \alpha' dr - 2\alpha(L-l) \right] \times 1/\sqrt{2L} \quad (1)$$

またドリル孔からの反射エコーの音圧 $P_{\text{def.}}$ は

$$P_{\text{def.}} = R \cdot P_0 \exp \left[-2 \int_0^l \alpha' dr \right] \times 1/\sqrt{2l} \quad (2)$$

ここで(1)式と(2)式より両音圧の比をとると α' が消去され $P_{\text{def.}}/P = R \exp [2\alpha(L-l)] \times \sqrt{L/l}$ (α は Neper 単位) (3)

(3)式を dB 表示に便利なように書きかえると、
 $20 \log P_{\text{def.}}/P = 20 \log R + 2\alpha(L-l) + 10 \log L/l$ (α は dB 単位) (4)

したがって減衰定数 α は

$$\alpha = \frac{-20 \log R + 10 \log L/l + 20 \log P_{\text{def.}}/P}{2(L-l)} \quad (5)$$

となる。

3. 内部摩擦との関係

減衰定数 α (Neper/m) と内部摩擦 Q^{-1} とはつぎの関係がある。

$$Q^{-1} = \frac{\alpha \lambda}{\pi} = \frac{2\alpha v}{\omega} = \frac{\alpha v}{\pi f} \quad (6)$$

しかし超音波周波数では常温でも散乱や転位の運動による減衰などがあり、減衰定数は 0 でないの、ここでは α は高温での減衰定数から常温での減衰定数を差引いた値 $\Delta\alpha$ を用いた。また超音波探傷器による実測値は dB/m であるので、この点も考慮し、測定周波数 2.25 MHz を入れて計算すると

$$Q^{-1} = 1.63 \times 10^{-8} \times \Delta\alpha \cdot v_p \quad (7a)$$

$$Q^{-1} = 1.63 \times 10^{-8} \times \Delta\alpha \cdot v_g \quad (7b)$$

ここで音速 v (m/sec) は板波であるので、位相速度 (v_p) と群速度 (v_g) とがあり、両者を検討することとした。

Snoek ピーク温度について、前報では固溶窒素によるピーク温度 T_N については Delatte がまとめた図から、固溶炭素の T_c については Thomas, Leah の報告から、それぞれ $281^\circ, 309^\circ\text{C}$ を得たが、今回は Lord ら⁽⁴⁾ によつて、実験的に求められた D_0, A の値を Snoek ピーク温度とこれらの関係式に入れ、2.25 MHz について求めてみると、 T_N は 286°C 、 T_c は 317°C となつた。

4. 時効指数

固溶窒素、炭素が簡便に測定できれば、これらに基因するとされているひずみ時効性の判別も容易に行ないうると考えられる。そこで高温減衰測定試験片を採取した隣接部より、引張方向が圧延方向に直角になるよう、それぞれ 2 枚ずつ引張試験片 (JIS 5 号) を取り、引張試験機 Autograph I S-10T により測定を行ない、時効指数を求めた。

$$\text{時効指数}(\%) = \frac{\left(\frac{100^\circ\text{C 沸騰水中 1 時}}{\text{間時効後の下降伏点}} \right) - \left(\frac{10\% \text{ 予歪}}{\text{の応力}} \right)}{\left(\frac{10\% \text{ 予歪}}{\text{の応力}} \right)} \times 100$$

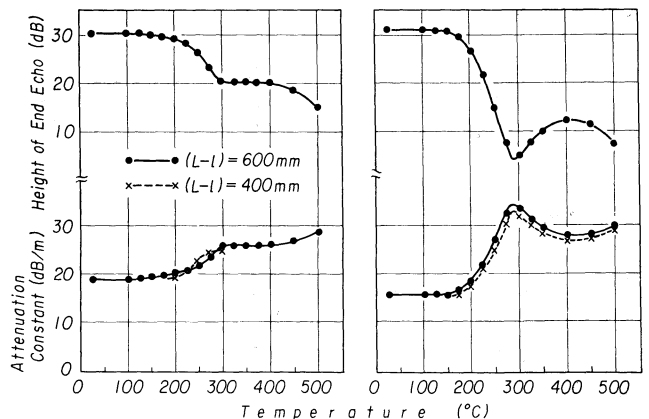
一方リムド鋼とキルド鋼のくり返し加熱が、Snoek ピーク温度近辺での減衰定数におよぼす影響を一部について調べた。

III. 実験結果

1. 高温減衰

(1) 予備実験

高温減衰定数を測定するため(5)式を導いたが、この式が実際に成立するかどうかの確認を行なつた結果の一例を Fig.2 に示す。すなわち 1.0 mm 厚の板の炉内端面から 600 mm のところと 400 mm のところに、それぞれ 2 mm ϕ と 4 mm ϕ のドリル孔を、超音波ビームの伝播に妨害のないようにあけて測定した。二つのドリル孔エコーは、音



(a) Cold rolled Al-killed sheet (1.0mm) (b) Cold rolled rimmed sheet (1.0mm)

Fig.2 Effect of Lamb wave propagation length in specimens on attenuation at high temperatures

圧、距離が異なるにもかかわらず(5)式で求めた α は、各温度でほぼ完全に一致したので、(5)式は本実験については成立するものと考えた。以後の実験は計算に便利なよう、 $2(L-l)$ が1.0 mになるようにし、孔径としては $3\text{mm}\phi$ を用いて行なった。

(2) 冷延リムド鋼板-1.0 mm

Fig.2(b)に示したように、Snoek ピーク温度での減衰増加はかなり大きく、 $\Delta\alpha$ は17dB/mでその温度も固溶Nによる $T_N = 286^\circ\text{C}$ に非常によく一致している。

(3) 冷延Alキルド鋼板-1.0 mm

同じく Fig.2(a)に示したように、減衰の増加は小さく($\Delta\alpha=5\text{dB/m}$)、明瞭なピークは認められなかつたが、変化点の現われる温度は固溶Cによる $T_c=317^\circ\text{C}$ に近い。

(4) 熱延リムド鋼板-2.3 mm

Fig.3(a)に2.3 mm板についての結果を示す。モードにより変化の程度は異なるが、各モードともSnoek ピーク温度でかなり大きな減衰を示しており、その温度はいずれも 285°C 近辺にある。

(5) 脱炭処理リムド鋼板-1.0 mm

Fig.3(b)にその結果を示す。減衰定数はだだららとほぼ直線的に増加し、ピークらしいものは見られない。

(6) 冷延Alキルド鋼板-2.3 mm

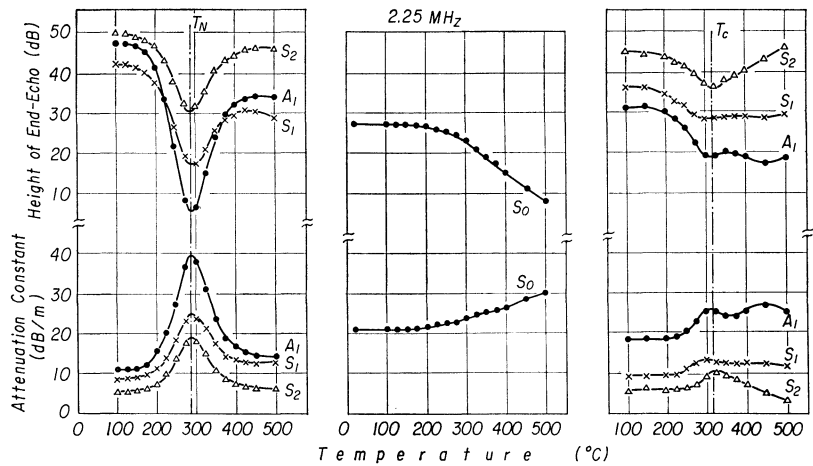
Fig.3(c)に2.3 mm板についての結果を示す。さきの1.0 mm板では明瞭なピークを認め得なかつたが、ここでは T_c 温度とよく一致する温度で、各モードともわずかではあるがピークが認められる。

2. 時効指数

各種鋼板についての時効指数測定結果をTable 2に示す。

3. 加熱履歴が高温減衰におよぼす影響

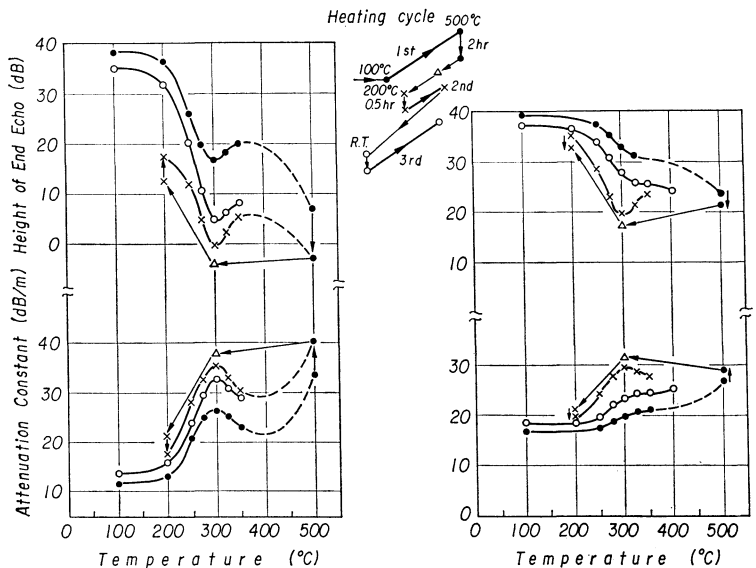
同一試験片で 500°C までの測定をくり返し行なうと、Snoek ピーク温度近辺で減衰定数の変化が認められたので、1.0 mmの冷延リムドおよびキルド鋼板について検討した結果をFig.4に示す。すなわち 500°C までの測定を終った試料を、この温度に2時間保持し(この間にリムド鋼では約7dB/m、キルド鋼で約2dB/m



(a) Hot rolled rimmed 2.3mm (b) Decarburized rimmed 1.0mm (c) Cold rolled Al-killed 2.3mm
Fig.3 Effect of classes of steel sheets on the attenuation constant at high temperatures

Table 2 Results of aging index measurement

Specimen	σ_2 (kg/mm ²)	σ_3 (kg/mm ²)	Aging index	
Cold rolled rimmed 1.0 mm	31.5	36.1	14.7	15.0
	31.3	36.1	15.3	
Hot rolled rimmed 2.3 mm	44.5	50.7	14.0	14.0
	44.7	50.9	14.0	
Cold rolled Al-killed 1.0 mm	28.9	30.5	5.6	5.2
	29.3	30.7	4.8	
Cold rolled Al-killed 2.3 mm	30.4	30.9	1.7	1.4
	30.5	30.9	1.1	
Decarburized rimmed 1.0 mm	24.9	25.7	3.2	3.2
	24.9	25.7	3.2	



(a) Cold rolled rimmed sheet (1.0mm) (b) Cold rolled Al-killed sheet (1.0mm)
Fig.4 Effect of heating cycle on attenuation of Lamb waves at high temperatures

増大した), これを 200°C まで空冷し 30 分保持後再び 500°C まで加熱測定したが, 1 回目に比べかなり大きな減衰を示した. この場合キルド鋼において固溶 C による Snoek ピークが明瞭に現われた. これらの試料を炉中冷却し, 翌日測定した結果を第 3 回加熱として示してある. 減衰は若干回復しているが, 最初の値と比べるとまだかなり大きな減衰がみられる.

Fig.5 は同種の鋼板を 150°, 200°, 325°, 400° および

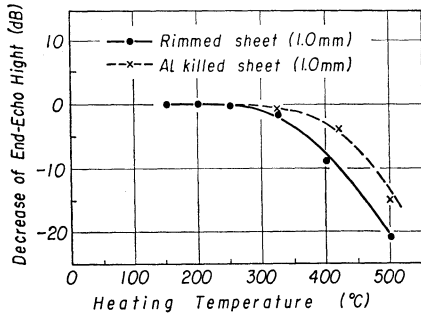


Fig.5 Effect of heating on the attenuation of Lamb waves at the Snoek peak temperature

500°C におおの 2 時間保持した後, 直ちに各板の Snoek ピーク温度にもつていつて測定した場合の端面エコーと各温度に保持しないで直接 Snoek ピーク温度で測定した端面エコーの差を, 保持温度に対してプロットしたものである.

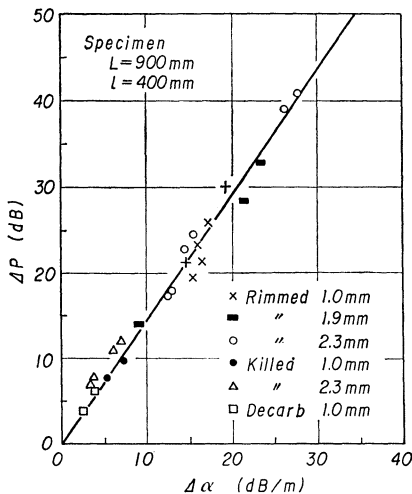


Fig.6 Relation between the decrease of end echo height and attenuation constant at the Snoek peak temperature (2.25 MHz)

IV. 考 察

1. 高温減衰測定

この方法は端面エコーとドリル孔エコーの両方を測定するので手数がかかり繁雑である. 端面エコーの測定のみで定量的な表示ができれば

これにこしたことはない. そこで Snoek ピーク温度での端面エコー高さから常温でのそれを差引いた値 ΔP (dB) と,

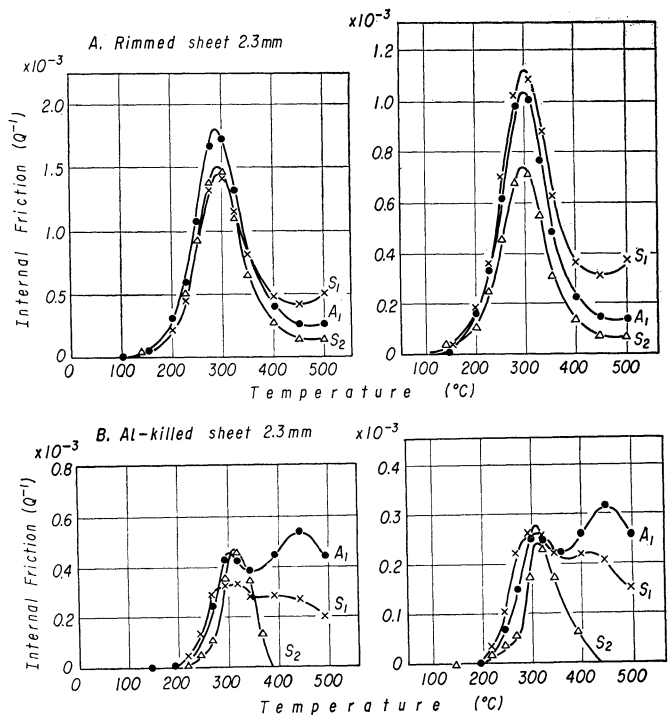
Table 3 Calculated phase and group velocity of specimens

Thickness (mm)	$f \cdot d$ (MHz·mm)	Mode	Phase velocity (m/sec)	Group velocity (m/sec)
1.0	2.3	S_0	4400	2500
1.9	4.3	S_0	3000	2700
		A_1	4700	2500
		S_1	5800	5000
		S_2	9500	3200
2.3	5.2	A_1	3900	2300
		S_1	5400	4300
		S_2	6800	3400
3.1	7.0	S_1	4500	2300
		A_1	3500	2700
		A_2	5500	3700
		S_3	9500	2500

Longitudinal wave velocity 5790 m/sec
Shear wave velocity 3200 m/sec

減衰定数 $\Delta\alpha$ (dB/m) との関係を示す, 各種鋼板の測定結果からプロットすると Fig.6 のようになる. すなわちこの両者はかなりよい直線関係 ($\Delta\alpha/\Delta P=0.68$) にあり, 試料中の音波の伝播距離を一定にしておけば, 端面エコーの変化のみで減衰定数の変化量が求められる.

2. 内部摩擦



(a) Phase velocity (V_p) (b) Group velocity (V_g)
Fig.7 Internal friction calculated by two kinds of velocities of Lamb waves versus temperature (2.25 MHz)

内部摩擦は(7)式より求めることができる。 v_p, v_g については文献⁽⁶⁾より求めた値(**Table 3**)を用いた。 $\Delta\alpha$ について

Fig.7は**Fig.3**の結果を、位相速度と群速度ごとに求めた Q^{-1} の結果を示す。同一鋼板ではモードが異なつても測定周波数は同じであるから、各モードの $\Delta\alpha$ から求めた Q^{-1} は同一の値を示すものと考えられるが、モード間であまりよい一致は見られない。**Fig.8,9**は1.9 mm および3.1 mm 熱延リムド鋼について同様にまとめたものである。2.3mm リムド鋼と同様 Q^{-1} は**Table 1**の固溶N%とオーダーとしてはかなり一致している

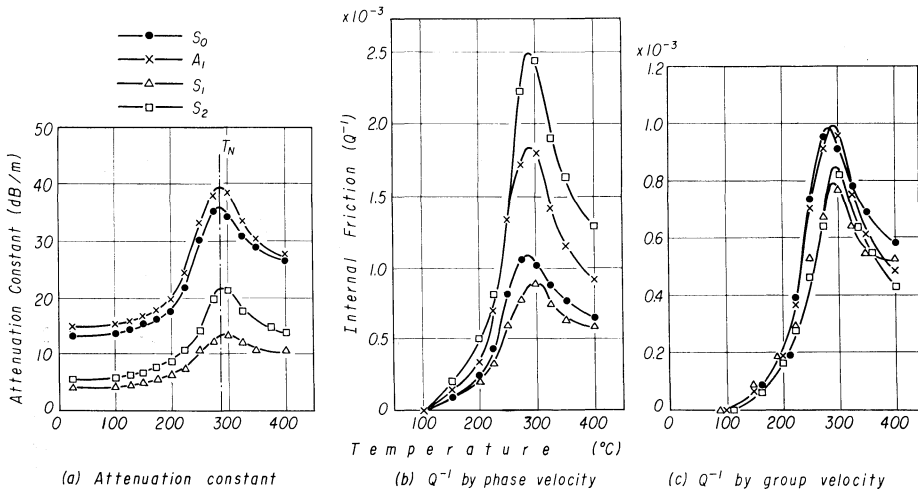


Fig.8 Attenuation constant and internal friction versus temperature, hot rolled rimmed 1.9 mm sheet

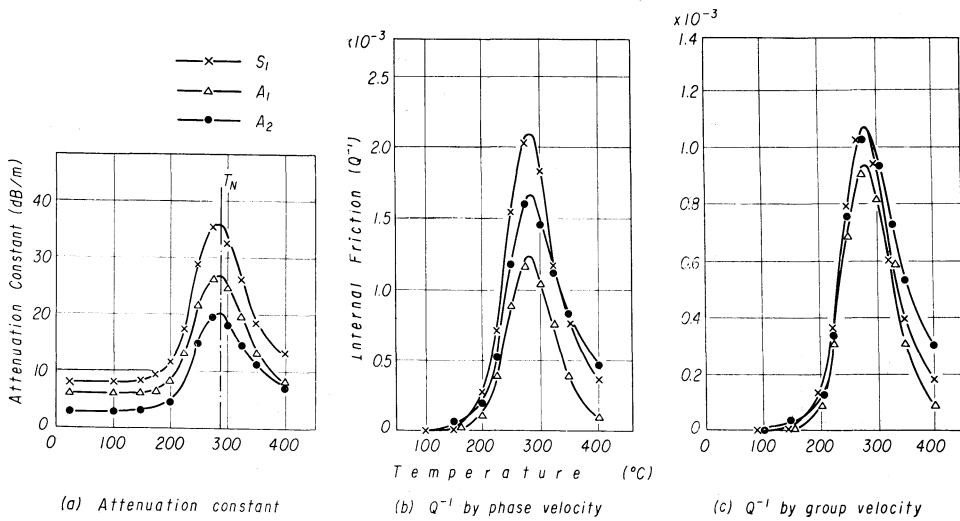


Fig.9 Attenuation constant and internal friction versus temperature, hot rolled rimmed 3.1 mm sheet

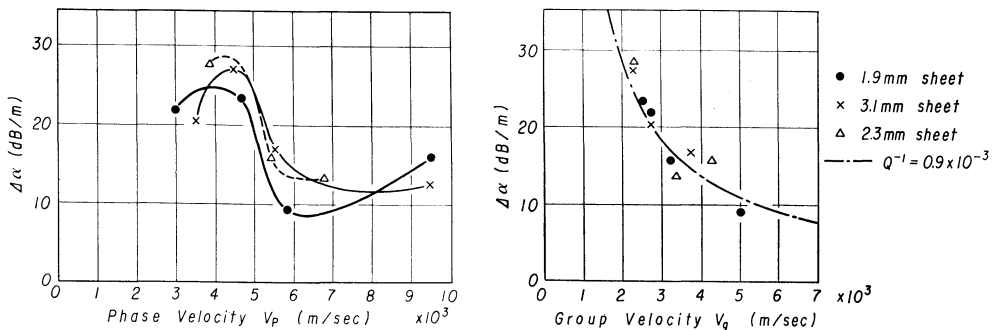


Fig.10 Maximum increase of the attenuation constant versus Lamb wave velocities (2.25 MHz)

ではバックグラウンドの補正が必要と思われるが、前述のごとく常温での減衰定数を差引いた値 $\Delta\alpha$ で整理した。

(6) 学振編：超音波探傷法，(1964)。

が、モード間では相当大きな違いを示している。ただ群速度から求めた Q^{-1} の方が各モード間の差が少ない。

Fig.10はSnoek ピーク温度での $\Delta\alpha$ と v_p, v_g との関係

を 1.9, 2.3, 3.1 mm リムド鋼のすべてのモードについてまとめたものである。(7)式から予想されるように、同一板の各モードから求めた Q^{-1} が等しい値を示すためには、 $\Delta\alpha \times v =$ 一定の曲線上に乗るはずであるが、位相速度を用いた場合、極大、極小が現われるのに反し群速度を用いると一応この関係が満足されているように思われる。また板波のエネルギー伝播速度である群速度 v_g から内部摩擦を求めること、すなわち(7b)式を使用するのが妥当と考えられる。

一方 Smit, Bueren⁽⁷⁾が固溶 N% あるいは固溶 C% と Q_{\max}^{-1} の間に、固溶 N(%) = $Q_{\max}^{-1} \cdot T/220$, 固溶 C(%) = $Q_{\max}^{-1} \cdot T/270$ の関係があると述べているが、大体これを満足している。

なお得られた Snoek ピーク曲線の N, C についての分離を、バックグラウンドの補正をして計算機により求めてみたが、試料内温度のバラツキが $\pm 5^\circ\text{C}$ である本装置ではあまり意味がないと判断された。

他方高温での内部摩擦測定を行なうには磁界をかけることになっているので検討されるべき問題かも知れない。

3. 時効指数

各鋼板について(7b)式より求めた Q_{\max}^{-1} と、時効指数と

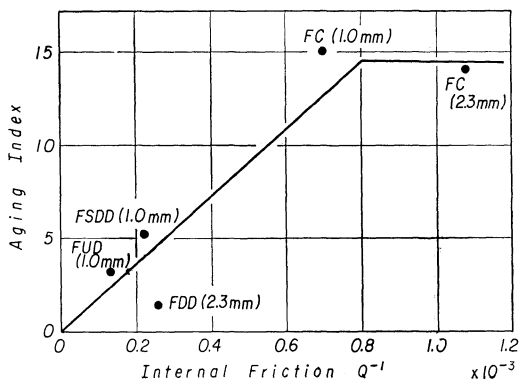


Fig.11 Relation between aging index and internal friction by 2.25 MHz Lamb waves

の関係をプロットした結果を Fig.11 に示した。測定点が少ないとはいえ、実験的に固溶 (C+N)% と時効指数との間には 1.8×10^{-3} % まで直線的な関係があるという報告⁽⁸⁾と類似性を示している。したがって板波の高温減衰を測定することによつて、鋼板のひずみ時効性を定量的に簡便に判定できるものとする。またくり返し加熱による減衰定数の変化は、C あるいは N 原子の固溶、あるいは析出によるものと思われるので、高温減衰定数、内部摩擦の測定にあつては、最低必要な温度、時間以上加熱したりすることは避けなければならない。

V. ま と め

薄鋼板の超音波板波法による高温減衰の問題を、より定量的に考察することを試みた。すなわち周波数 2.25 MHz の板波で、板厚 1.0~3.1 mm の各種鋼板について 500°C までの減衰定数を測定し、内部摩擦および時効指数との関係を調べた結果を総括すると、

(1) 試験片にあけたドリル孔と、端面エコーとで減衰定数 α (dB/m) を求め得るが、Snoek ピーク温度付近では、常温からの増加量 $\Delta\alpha$ と端面エコー (dB) の減少量 ΔP との間にはかなりよい曲線関係があり、端面エコーの測定のみで定数を求める。

(2) 各種鋼板の温度-減衰定数曲線は、板中の固溶 C 量および固溶 N 量によつて明瞭に影響をうけ、そのピーク温度は Lord らの報告している Snoek ピーク温度と非常によく一致した。

(3) 減衰定数の増加量 $\Delta\alpha$ と各板波モードの位相速度および群速度から Snoek ピーク温度での内部摩擦 Q_{\max}^{-1} を計算した結果、 Q_{\max}^{-1} の値はオーダーとしては固溶 C% および固溶 N% と比較的良好一致した。またこの計算には群速度を用いるのがよい。

(4) 板波から求めた Q_{\max}^{-1} と時効指数との間には従来報告されているものと類似の関係がみられるので、この方法で簡便にひずみ時効性の判別ができると思われる。

(5) 試料を 325°C 以上でくり返し加熱したときにみられるピーク高さの変化は、炭素または窒素原子の溶解、析出によるものと思われる。

(7) J. Smit and H. G. Bueren : Philips. Res. Rep., 9 (1954), 460.

(8) 平松, 花井, 高階: 富士製鉄技報, 14 (1966), 68.