

Application News

No. P103

電子線マイクロアナライザ EPMA-8050G、超音波疲労試験機 USF-2000A

金属材料の超音波疲労試験による破面の観察と分析

一般に、金属材料において内部の介在物が疲労破壊の起点となることがあります。金属材料の疲労強度を評価するためには、内部破壊の原因となる介在物を検出し、その介在物が何かを特定する手法が必要になります。介在物を確実に検出するためには、実際に疲労試験を行うことが最良の手段となります¹⁾。

今回は、超音波疲労試験機 USF-2000A を使用して SNCM439 の介在物検出を行い、電子線マイクロアナライザ EPMA™-8050G (以下、EPMA) を使用して、介在物の観察と元素の特定をしました。

T. Ono, F. Yano

破面の状態観察

疲労試験後の金属材料の破面状態を調べるため、光学顕微鏡と EPMA を使用して観察しました。試験片 1 の破面全体の写真 (光学顕微鏡) と、介在物付近を拡大した観察像 (EPMA による 2 次電子像) をそれぞれ図 1、図 2 に示します。破壊は内部の介在物を起点に発生しています。

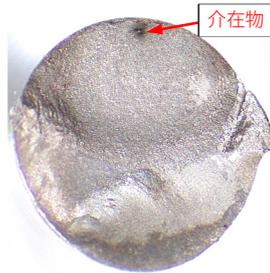


図 1 破面の写真 (光学顕微鏡)

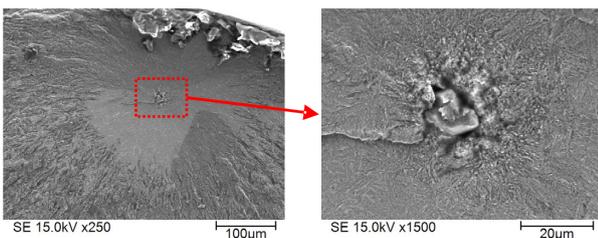


図 2 試験片 1 の介在物の観察像 (2 次電子像)

介在物の分析

介在物の組成を調べるためマッピング分析を行いました。試験片 1 の介在物のマッピング分析の結果を図 3 に示します。図 3 (a) は 2 次電子像で介在物の形状を示します。図 3 (b) の反射電子像は平均原子番号が大きいほど白く表示され、相対的な組成情報を把握できます。(c) ~ (f) はそれぞれ O、Al、S、Mn の分布像を示しており、いずれの元素も介在物部分で多く検出されています。

さらに、EPMA では状態分析により Al の化学結合状態の識別が可能です。介在物 (図 3 (b) の黄色○部) と標準試料 (Al、Al₂O₃) の Al Kb 線や K サテライト線のピーク波形を比較することで、介在物は Al₂O₃ であることが確認できます (図 4)。これらの結果から、介在物はアルミナ (Al₂O₃) と硫化マンガ (MnS) であることがわかりました。

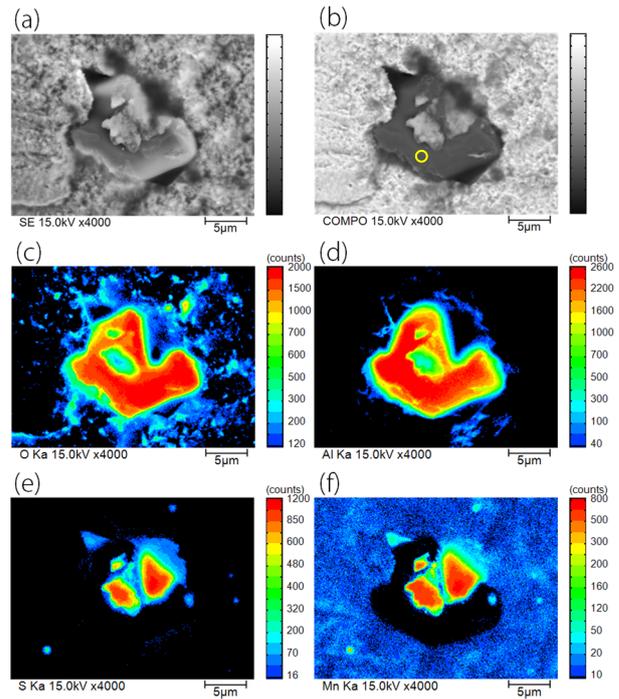


図 3 試験片 1 の介在物のマッピング分析の結果
(a) 2 次電子像、(b) 反射電子 (組成) 像、(c) O 分布像、
(d) Al 分布像、(e) S 分布像、(f) Mn 分布像

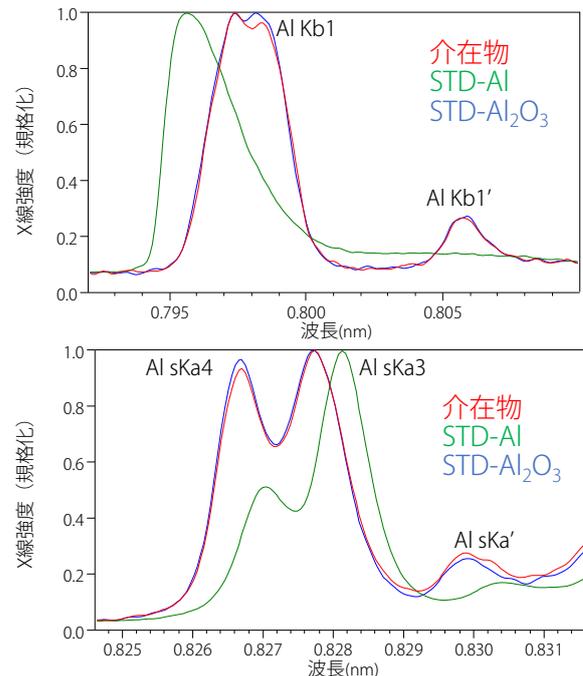


図 4 Al 状態分析 (上: AlKb 線、下: Al sKa 線)

■ 超音波疲労試験による介在物検出

一般に、構造用の金属の多くは繰返し回数が 10^6 回までは疲労強度が低下するものの、 10^7 回以降は疲労限界が現れ、疲労破壊しないことが知られています。しかし、焼入れや表面処理を施した高強度の金属材料では、内部の介在物が疲労破壊の起点となり、 $10^8 \sim 10^9$ 回でも疲労破壊が起こることがわかってきました。内部から破壊する場合、疲労強度は内部の介在物の寸法や種類に依存するといわれています。そのため、高強度の金属材料の疲労強度を評価するためには、金属材料中の介在物の寸法と種類を把握することが重要であるといわれています。

そこで、内部破壊の原因となる介在物を確実に検出するためには実際に疲労試験を行うことが最良の手段となりますが、 10^9 回を超える疲労試験を行った場合、10 Hz で約 3.2 年が必要になります。今回使用した超音波疲労試験機は 20 kHz での試験が可能であり、 10^9 回の試験を約 14 時間で終わらせることが可能になります。つまり、実際に疲労試験を行い、介在物を検出する場合、超音波疲労試験機は非常に有効な手段となります。

今回は、超音波疲労試験機 USF-2000A を使用して SNCM439 の介在物検出を行いました。図 5 に試験の様子を、表 1~2 に今回使用した試験装置、試験条件を示します。

内部破壊するような最大負荷応力の設定は、既報²⁾をもとに 900 MPa と設定しました。試験結果を表 3 に示します。破断繰返し数は $2.91 \times 10^7 \sim 6.27 \times 10^8$ となり、最大で 10 倍以上のばらつきが確認されました。また、破壊はすべて内部の介在物を起点に発生しました。

試験片 1、2、3 における破面状態と介在物の観察像（2 次電子像）をそれぞれ図 2（前頁）、図 6、図 7 に示します。すべての試験片において内部の介在物から破壊が進行しており、介在物が疲労破壊の起点となっていることがわかります。観察像から求めた介在物の寸法（長径）を表 4 にまとめます。表 3、表 4 より、介在物の寸法が大きいほど破断繰返し回数が小さく、介在物の大きさが疲労強度に影響している可能性が示唆されました。

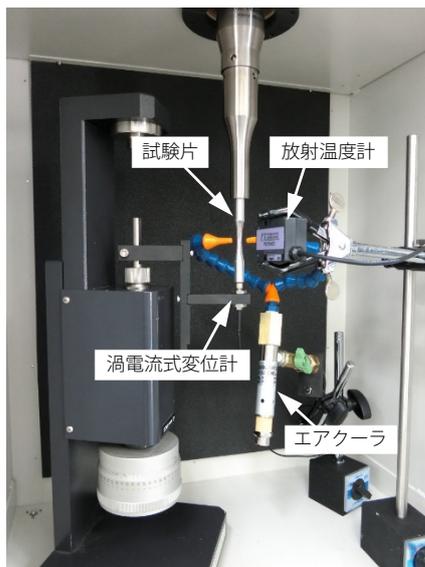


図 5 試験の様子

表 1 試験装置

試験機	: 超音波疲労試験機 USF-2000A
温度計	: 放射温度計
変位計	: 渦電流式変位計

表 2 試験条件

試験片	: SNCM439
最大負荷応力	: 900 MPa
最大繰返し数	: 1×10^{10}
試験数	: n = 3
応力比	: -1
周波数	: 20 kHz
間欠運転	: 発振時間 300 ms、停止時間 200 ms

表 3 試験結果

試験片	最大負荷応力 [MPa]	破断繰返し回数
1	900	6.27×10^8
2	900	1.06×10^8
3	900	2.91×10^7

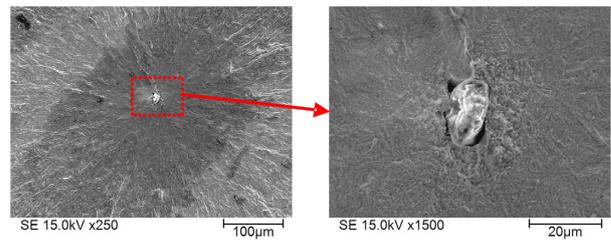


図 6 試験片 2 の介在物の観察像（2 次電子像）

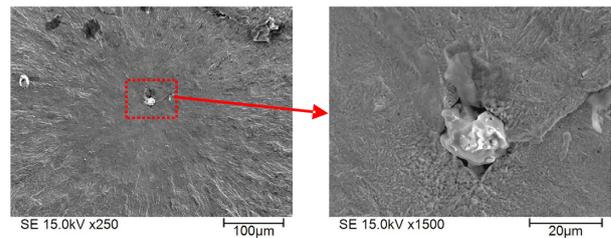


図 7 試験片 3 の介在物の観察像（2 次電子像）

表 4 介在物の寸法

試験片 No.	試験片 1	試験片 2	試験片 3
介在物の寸法（長径）	16 µm	20 µm	22 µm

■ まとめ

今回、超音波疲労試験機を使用して介在物の検出を行いました。内部破壊の原因となる介在物を検出するためには、実際に疲労試験を行うことが最良の手段であり、試験時間を大幅に短縮できる点で超音波疲労試験機は有効な手段であるといえます。また、電子線マイクロアナライザを使用して介在物の分析を行うことで、介在物の大きさや各元素の分布だけでなく化合物を特定することができました。その結果、介在物の大きさは、破断繰返し数のばらつきに影響している可能性があり、超音波疲労試験においても破面観察が重要であるということがわかりました。

参考文献

- 1) 古谷佳之、松岡三郎、阿部孝之、鉄と鋼 Vol. 88 (2002) No. 10
- 2) アプリケーションニュース No. i258

EPMA は、株式会社 島津製作所の商標です。