チオシアン酸アンモニウム水溶液で水素侵入した 高強度鋼のき裂の発生*

中村真理子**, 齋藤博之**, 藤本憲宏**, 東 康弘**, 澤田 孝**

** 日本電信電話株式会社 環境エネルギー研究所

Cracking of a High Strength Steel Charged with Hydrogen in Ammonium Thiocyanate Solution

Mariko Nakamura**, Hiroyuki Saito**, Norihiro Fujimoto**, Yasuhiro Higashi** and Takashi Sawada**

** NTT Energy and Environment Systems Laboratories

The hydrogen embrittlement test of steel samples carried out. The loaded samples are immersed in an ammonium thiocyanate solution. Sub-cracks grew in the transverse direction to the loaded stress on the specimen surface. The most quick-growing crack may cause the fracture of specimen.

Key words : hydrogen embrittlement, hydrogen, ammonium thiocyanate

1. 緒 言

水素脆化は材料・環境・応力の条件が重なる時に生じるとされる¹⁾。高強度鋼の水素脆化試験として、気相からの水素蓄積、液相からの水素蓄積などが用いられ、定荷重・定ひずみなどの各種条件での評価試験が実施される¹⁾。チオシアン酸アンモニウムを用いた水素脆化試験（以下、FIP 試験）は国際プレストレス連盟により 1988 年にまとめられた試験であり²⁾、近年でも利用されている。腐食防食協会においても、2010 年 12 月に「第 170 回腐食防食シンポジウム・プレストレスコンクリート用鋼材と水素脆化評価—FIP 試験の精度向上について—」と題する会議が開催され、FIP 試験の精度向上をめざした試験素案も公開されている³⁾。この試験においては、時間に対する鋼材の 50%破断確率 $F(50)$ を用いた評価が行われてきたが²⁾、高強度鋼の破断にあたって破断と時間の相関関係である形状パラメーター m 値を考慮する必要性は強調されてこなかった。本研究においては、高強度鋼の FIP 試験における破断時間が m 値とどのような関係にあるかを検討し、破断個所以外に発生するき裂との関係から高強度鋼の FIP 試験における破断について論じた。

2. 実験方法

組成 0.3% C-bal. Fe の高強度鋼（1500 MPa 級）の鋼材を用い Fig. 1 の寸法に切り出して供試材とした。本数は 3 本とした。試験の方法は腐食防食協会の素案³⁾に準じ、20%チオシアン酸アンモニウム溶液中で Table 1 に示す条件の定荷重試験を行った。付与した定荷重は最大引張荷重の 0.8 倍である。試験は上記素案に従って最大 200

時間まで行うこととし、それ以前に鋼材が破断を生じた場合には破断した時点で試験を終了することとした。試験に用いたセルは Fig. 2 のとおりガラス製である。試験

Fig. 1 Specimen size.

Table 1 Test conditions.

Item	Condition
Test solution	20%- ammonium thiocyanate solution
Temperature	50 ± 1°C
Immersion length	58mm
Load	24kN
Test duration	To fracture

Fig. 2 Cell structure.

* 第 58 回材料と環境討論会（名古屋，2011 年）にて発表

** 180-8585 東京都武蔵野市緑町 3-9-11 (3-9-11, Midori-cho, Musashino, Tokyo, 180-8585 Japan)

が終了した後の供試材を取り出し、破断面と側面を顕微鏡及びSEMで観察した。

3. 結果および考察

今回用いた供試材は試験時間内に全て破断し、その破断時間は9.8~10.8時間であった。この結果をTable 2として示す。F(50)値は10時間である。この供試材の破断時間の確率分布をW. Weibullの方法⁴⁾⁻⁶⁾にしたがってワイブル確率紙によって表現すると、Fig. 3のようになる。通常のFIP試験においては単にF(50)値により供試材の評価がなされるが²⁾、Fig. 3において供試材の破断時間と破断確率が直線関係とみなせることから、今回の系では形状パラメーター m を考慮することができる。Fig. 3から m に相当する直線の傾きを読み取ると明らかに $m > 1$ である。このことは、信頼性工学の寿命予測⁵⁾によれば、供試材の破断時間付近で複数の故障(破断)原因が競合し、ひとつの原因を止めたとしても他の原因で近接した時間に故障が生じる状態になっていると推定することができる。

ところで、破断した供試材の外観はFig. 4のとおりであり、破断位置には明確な傾向がみられなかった。破断

面を観察するとFig. 5, Fig. 6のように粒界破壊とみられる部分(View 1)とディンプルを含むとみられる部分(View 2)が観察された。View 1は供試材とFIP試験の試験液が接する界面(供試材表面)の近傍であり、View 2は供試材の中央部近辺である。また、供試材の側面を観察したところ、Fig. 7のように、破断に至らない、負荷した定荷重の方向を法線とする方向のき裂がみられた。き裂内部の状態は直接観察できなかったが、View 1から類推して粒界破壊により生じたものとみられる。

Fig. 3において $m > 1$ であることと、Fig. 7のように破断に至らないき裂が複数生じていることを考慮すると、本供試材をFIP試験に供した時の破断は、まず複数のき

Fig. 5 Fracture surface of specimen.

Fig. 3 Weibull analysis of sample failure.

Fig. 4 Specimens after test.

Fig. 6 Two different morphologies at fracture surface.
(a) View 2 in Fig. 5 (b) View 1 in Fig. 5.

Fig. 7 Cracks on the specimen surface.

Fig. 8 Schematic fracture model of this specimen.

裂が供試材表面近傍に生じ、このうちでたまたま最も早く粒界破壊が成長した箇所で、残存する断面積が負荷した定荷重に耐えられなくなって破断したと推定される (Fig. 8)。このように考えると、供試材の破断位置に明確な傾向がみられなかったこととも符合する。

4. 結 論

高強度鋼 (1500 MPa 級) を供試材として FIP 試験を実

施する際の破断について検討し、次の結果を得た。

- (1) 供試材の破断位置は明確な傾向を示さない。
- (2) 供試材側面には負荷荷重方向を法線とする複数のき裂が生じる。
- (3) 複数のき裂のうち、たまたま最も早く成長したき裂から供試材が破断すると考えられる。

参 考 文 献

- 1) M. Nagumo, Suiso-zeisei-no-kiso, p.1 (2008).
- 2) G. Hampejs, The FIP stress corrosion test with ammonium thiocyanate, p.1, Federation Internationale de la Precontrainte (1988).
- 3) JSC, Proc. 170th Symposium, p.65 JSCE (2010).
- 4) W. Weibull, Journal of Applied Mechanics, p.293 (1951).
- 5) H. Shiomi, Japan Society of Mechanical Engineers, p.1270 (1971).
- 6) Souchi-Zairyo-no-jumyo-yosoku nyumon, p.65 (1984).

(Manuscript received November 11, 2011;
in final form February 13, 2012)

要 旨

チオシアン酸アンモニウム中に定荷重を負荷した高強度鋼を浸漬して水素脆化試験を行った後の状態について検討した。側面では荷重を法線方向とする複数のき裂が発生し、そのひとつが成長して破断に至ると考えられる。

キーワード 水素脆化, 水素, チオシアン酸アンモニウム