The Effect of a Hydrogen Gas Environment on Fatigue Crack Growth Characteristics of 0.13%C Steel

○学 村上武継(九大院), 学 家成康知(九大院), 学 萩原聡佳(九大院)
正 尾田安司(九大), 正 野口博司(九大)

Taketsugu MURAKAMI, Graduate School of Kyushu University, 744, Moto-oka, Nishi-ku, Fukuoka, 819-0395 Japan,

Yasutomo YANARI, Graduate School of Kyushu University,

Akiyoshi HAGIHARA, Graduate School of Kyushu University,

Yasuji ODA, Kyushu University,

Hiroshi NOGUCHI, Kyushu University

Key Words: Fatigue, Hydrogen Environment, Grain Boundary, Crack Propagation, Carbon Steel

1. 緒 言

近年, 化石燃料枯渇, 地球温暖化の観点から新しいエネルギー源として水素に期待が高まりつつある。水素利用社会においては水素ステーションのようなインフラへの水素輸送にパイプラインを使用することが考えられる。低炭素鋼はこのような水素輸送配管の材料として期待されている。しかしながら, 低炭素鋼は bcc 材料であり, いわゆる水素脆化が懸念される¹⁾。横川らは, 水素中での低炭素鋼の引張試験において脆性破面が出ることを報告している²⁾。また著者らは水素中で疲労試験を行い, 疲労においても粒界ファセットや脆性ストライエーションなど脆性的破面が現れることを確認した³⁾。一般にこのような破面の形成には水素が強く関与していると考えられているが, そのメカニズムは十分明らかとなっていない。水素中での疲労強度の評価法を確立するためにはこのような脆性的破面の形成メカニズムを調べることも重要であると考えられる。ここでは, 低炭素鋼 S10C を用い, 低圧力の水素ガス雰囲気下において, 疲労き裂伝ば特性を調べた。

2. 試験装置, 試験片 および 試験方法

2.1 供試材および試験片

使用した材料は, 低炭素鋼 S10C である。表 1 に S10C の化学成分を, 表 2 に機械的性質を示す。図 1 に試験片形状を示す。試験片は直径 22mm の丸棒材を 900℃, 1 時間で焼鈍後, 機械加工した。その後試験片表面をエメリー紙 #2000 で研磨した後, 表面観察を容易にするためにバフ研磨した。き裂の発生箇所を特定するために, 試験部中央に直径 0.1mm, 深さ 0.05mm の微小ドリル穴を導入した。加工による残留応力を除去し, 各試験片内の水素量をそろえる目的で 600℃, 1 時間の真空焼鈍を行った。ただし水素中での粒界観察のための試験片には粒界の観察を容易にするため, 表面にナイトールによるエッチングを施した。

2.2 試験方法

疲労試験は変位制御による完全両振りの平面曲げで行った。試験環境に 0.18MPa (絶対圧) の純水素ガスと, それと同圧の純窒素ガスを用いた。試験温度は 40℃ で, 試験周波数は 6Hz (一部 0.1 Hz) とした。試験条件は, 観察面の裏面に貼ったひずみゲージを用いて, 全ひずみ幅 $\Delta\epsilon_f$ で設定した。水素中に曝された試験片の水素固溶量は時間と共に増加し, 十分時間が経過した後飽和する。今回の実験では試験片内の水素固溶量を一定に保たせるため, 試験開始前に予め水素中に試験片を 1 時間曝した。S10C の拡散係数が

非常に高いため, この時間で飽和したとみなした。

3. 実験結果および考察

3.1 疲労寿命 図 2 に全ひずみ幅 $\Delta\epsilon_f$ - 破断寿命 N_f の関係を示す。□は窒素中, ○は水素中において 6 Hz で試験したものである。窒素中に比べ水素中の方が破断寿命は短い。また, △は水素中で 0.1 Hz で試験したものである。6 Hz の場合より寿命は短い。

図 3, 4 はき裂伝ば曲線である。図 3 は, $\Delta\epsilon_f = 0.37\%$ に対するもの, 図 4 は $\Delta\epsilon_f = 0.80\%$ に対するものである。図 5 は図 3, 4 から求めたき裂伝ば速度である。それぞれ○が水素中, □が窒素中のものである。き裂伝ば速度は水素によって加速していることが分かる。 $\Delta\epsilon_f = 0.80\%$ で△で表したものは周波数を 0.1 Hz としたものである。

3.2 破面観察 図 6, 7 に破面写真を示す (破面中央で表面から約 400 μm の深さのところ)。図 6 は $\Delta\epsilon_f = 0.37\%$ の場合である。この条件のとき水素中試験の破面には粒界が数多くみられる。これに対して窒素中の破面は主として粒内であった。

図 7 は $\Delta\epsilon_f = 0.80\%$ の場合の破面例である。窒素中の破面は主として粒内延性破面であり, 延性ストライエーション (状のもの) が多く見られる。水素中では脆性的な破面になり, 脆性ストライエーションが見られる。付近に延性ストライエーションが混在するところもある。

3.3 粒界進展挙動 粒界破面は脆性的に形成される可能性が高い。そこで粒界破面の形成過程の観察を行なった。図 8 と図 9 に観察例を示す。

図 8 は水素中で粒界を進展していくき裂の例である。(c)の矢印ではさまれたところが粒界破面である。(b)は破面と試験片表面との関係を明確にするために試料を 45° 傾斜したときの像である。(a)は表面の像である。き裂は上から下へ進展している。図中の小さな矢印は 1 万回ごとのき裂先端位置を表している。粒界でのき裂進展速度は速くなっている。しかしながら, 試験片表面にはすべり面分離で進展するき裂で見られる交互すべりと似たすべりの痕跡がみられる。き裂は一気にはではなく徐々に進展したものである。ここでの粒界はフェライトとフェライトの粒界であり, き裂をはさんだ結晶粒にはいずれもすべりが観察される。

図 9 は水素中で先行き裂として粒界から発生したき裂の例である。(c)が破面で矢印にはさまれたところが粒界である。き裂は下から上に進展している。(b)は試料を傾斜したときの像であり, (a)は試験片表面のレプリカの像である。図 8 と異なるのは粒界をはさむ結晶粒にすべりの痕跡があ

まり見られないことである。変形は粒界に集中している可能性がある。窒素中ではこのような粒界から発生する先行き裂もみられないことから、この場合も何らかのかたちで水素が関与しているものと思われる。

4. 結 言

低炭素鋼 S10C について低圧の水素ガス雰囲気及び窒素ガス雰囲気下で疲労き裂伝ば試験を行なった結果以下の結論を得た。

- (1) 水素中でのき裂伝ば速度は、窒素中に比べて高くなる。
- (2) 水素中では粒界破面が出来やすくなる。
- (3) き裂は粒界でも徐々に進展する可能性が高い。

文 献

- (1) 福山ら, 材料, **46**(1997), 607.
- (2) 横川ら, 日本金属学会誌, **44**(1980), 870.
- (3) 尾田ら, 機械学会 2006 年度年次大会講演論文集, No.06-1(2006), 635

Table 1 Chemical composition (wt%)

C	Si	Mn	P	S	Cu	Al	Ni+Cr
0.13	0.22	0.39	0.013	0.022	0.090	0.010	0.01

Table 2 Mechanical properties

σ_s [MPa]	σ_B [MPa]	σ_T [MPa]	Ψ [%]
202.9	372.4	771.3	67.7

Fig.1 Shape and dimensions of specimen (in mm)

Fig.2 $\Delta\epsilon_t - N_f$ diagram

Fig.3 Fatigue crack growth plots($\Delta\epsilon_t=0.37\%$).

Fig.4 Fatigue crack growth plots($\Delta\epsilon_t=0.80\%$).

Fig.5 Fatigue crack growth rates

(a) In nitrogen (b) In hydrogen
Fig.6 Fracture surfaces ($\Delta\epsilon_t=0.37\%$, 6 Hz)

(a) In nitrogen (b) In hydrogen
Fig.7 Fracture surfaces ($\Delta\epsilon_t=0.80\%$, 6 Hz)

Fig.8 Crack path ($\Delta\epsilon_t=0.15\%$, 6 Hz)

Fig.9 Crack path ($\Delta\epsilon_t=0.37\%$, 6 Hz)