A14 SCM435 鋼の疲労き裂伝ばの微視的機構におよぼす水素ガス雰囲気の影響

Effect of Hydrogen on Micromechanism of Fatigue Crack Propagation in SCM435

○学 山口慶悟(九大院), 学 重長正人(九大), 正 高橋可昌(産総研),
田中將己(九大), 正 東田賢二(九大), 正 野口博司(九大)

Keigo YAMAGUCHI, Kyushu University, 744, Moto-oka, Nishi-ku, Fukuoka, Japan,
Masato SHIGENAGA, Kyushu University
Yoshimasa TAKAHASHI, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology
Masaki TANAKA, Kenji HIGASHIDA, Hiroshi NOGUCHI, Kyushu University

Key Words: SCM435, Fatigue, Crack Propagation, Hydrogen Embrittlement, SEM, TEM, Micromechanism

1. 緒 言

水素エネルギーの安全利用を確立するために、構造用材料の機械的特性、とりわけ疲労き裂伝ば特性におよぼす水素の影響を明らかにすることが重要である。このような背景から、近年、さまざまな材料について水素ガス中における疲労き裂伝ば特性データが精力的に取得されている。一方、き裂伝ばの微視的機構におよぼす水素ガスの影響については不明な点が多い。

本研究では、水素ステーション向け蓄圧器の候補材料の一つであるクロムモリブデン鋼(JIS SCM435)を対象として、水素ガス中および非水素ガス中にて疲労き裂伝ば試験を行う。通常の破面観察(フラクトグラフィ)に加え、き裂先端近傍の断面を透過型電子顕微鏡(TEM)により観察し、疲労き裂伝ばの微視的機構におよぼす水素ガスの影響について考察する。

2. 試験片および試験方法

供試材の化学成分を表 1 に示す。受け入れ材を 1113 K で 9 ks オーステナイト化処理後、油焼入れを施し、マルテンサイト化した。その後、743 K で 7.2 ks 焼戻し処理を施した。本供試材の降伏応力は 1.25 GPa である。試験片形状を図 1 に示す。丸棒の中央を平滑に加工し、中心に貫通切欠きを導入した。本試験片の長手方向に繰返し負荷を与え、疲労き裂伝ば試験を行った。試験は、ガスチャンバーを備えた油圧サーボ式疲労試験機を用いて行った。応力波形は、最大応力(σ_{max})350 MPa、応力比(R)0.05 の正弦波とし、周波数は 1 Hz とした。き裂伝ば特性におよぼす水素ガスの影響を明らかにするため、比較対象として化学的に不活性なヘリウムガスを用いた。水素ガスおよびヘリウムガスの純度は、それぞれ 99.999 % および 99.995 % である。各雰囲気での圧力および温度は、0.58 MPa(ゲージ圧)および室温とした。き裂長さの測定は、チャンバーに設けたガラス窓を介して CCD カメラにより行った。応力拡大係数範囲(ΔK)の評価には、中央き裂引張(CCT)試験片に対する式

$$\Delta K = \Delta \sigma \sqrt{\pi a \sec \frac{\pi a}{2W}} \quad (1)$$

を用いた。ただし、 $\Delta \sigma$ は応力範囲、 a はき裂半長、 W は試験片半幅である。まず、各雰囲気中において破断するまで繰返し負荷を行い、き裂伝ば速度(da/dN)と ΔK の関係を取得した(試験片 A, C)。試験後に走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて破面観察を行った。次に、各雰囲気中において $\Delta K = 35 \text{ MPam}^{1/2}$ でき裂伝ばを中断した試験片を作製した(試験片 B, D)。本試験片の板厚中心付近からき裂先端断面を含

Table 1 Chemical composition of JIS SCM435 steel (Wt. %)

C	Cr	Mo	Si	Mn	Ni	Cu	P	S
0.38	1.11	0.15	0.22	0.84	0.08	0.12	0.02	0.02

Fig. 1 Specimen geometry (unit: mm)

Fig. 2 Relationship between stress intensity factor range and crack propagation rate

Table 2 Constants for Paris' formula

Specimen	C	m
A (in helium)	2.45×10^{-5}	2.44
C (in hydrogen)	5.03×10^{-4}	2.35

む TEM 試料を作製した。TEM 試料の作製は、集束イオンビーム(FIB)法により行った。TEM 観察は、超高压電子顕微鏡(JEM-1300NEF)を用いて行い、加速電圧は 1250 kV とした。

(a) Crack surface (SEM images, Specimen A)

(b) Cross section of crack tip (TEM image, Specimen B)

Fig. 3 Micrographs of specimens fatigued in helium
($\Delta K \approx 35 \text{ MPam}^{1/2}$, $da/dN = 0.15 \text{ μm/cyc.}$)

3. 試験結果および考察

3.1 疲労き裂伝ば特性 図 2 は、各雰囲気中における $da/dN - \Delta K$ 関係を示す。いずれも測定範囲内においてはほぼ直線関係を有する。水素中における da/dN は、ヘリウム中のそれに比べ、 ΔK によらず 10 倍程度であり、水素によって伝ば速度が著しく加速されることがわかる。図中の破線は、Paris 則

$$da/dN = C(\Delta K)^m \quad (2)$$

への回帰直線を示している。表 2 に定数 C および m の値を示す。各々の m 値(直線の傾き)は他の高強度材について報告されている値に近い^{(1), (2)}。

3.2 き裂伝ばの微視的機構 図 3 および図 4 は、それぞれ各雰囲気中における破面の SEM 像およびき裂先端断面の TEM 像を示す。これらの図では、ほぼ同じ ΔK 値($35 \text{ MPam}^{1/2}$)に対する破壊の微視的様相を比較している。図 3(a)より、ヘリウム中における破面上にはファセットなどは認められず、延性的な様相である。破面上には、伝ば方向に対してほぼ垂直な方向にストライエーションが認められる(拡大図)。ストライエーションの間隔は、巨視的に観測されたき裂伝ば速度(0.15 μm/cyc.)にほぼ等しい。また、図 3(b)より、上下の破面近傍は変形を強く受けたため、互いに完全に整合せず、き裂伝ばは延性的である。これらより、ヘリウム中における疲労き裂伝ばの微視的過程は、局所における安定的(連続的)な繰返し変形に支配されていると考えられる。

一方、図 4(a)より、水素中における破面上には、ファセットおよび擬へき壊などの脆性的な破壊の痕跡が認められる。ファセットどうしの境界が分離している様子も見られる(拡大図)。図 4(b)より、き裂先端は分岐しており、主き

(a) Crack surface (SEM image, Specimen C)

(b) Cross section of crack tip (TEM image, Specimen D)

Fig. 4 Micrographs of specimens fatigued in hydrogen
($\Delta K \approx 35 \text{ MPam}^{1/2}$, $da/dN = 2.2 \text{ μm/cyc.}$)

裂および分岐き裂の上下破面形状は互によく整合している。また、電子回折解析を別途実施したところ、き裂は結晶方位の大きく異なる境界に存在することがわかった。一方、図 4 中において、巨視的な伝ば速度(2.2 μm/cyc.)に対応する変形の痕跡は認められない。以上より、水素中における疲労き裂伝ばは、微視的には粒界ないし亜粒界に沿った不安定伝ばと分岐による停留を繰返す不連続な過程に支配されていると考えられる。なお、このような伝ば過程に対する塑性変形の関与の有無は、現時点では不明であり、今後検討が必要である。

4. 結 言

本研究により、以下の結論を得た。

- (1) 水素中では、疲労き裂伝ば速度がヘリウム中に比べて著しく増加した(10 倍程度)。
- (2) ヘリウム中における疲労き裂伝ば過程は、局所における安定的な繰返し変形に支配されており、結晶粒内を延性的に伝ばする。一方、水素中の疲労き裂伝ば過程は、粒界もしくは亜粒界に沿った伝ばと分岐による停留を不連続に繰返す。

参考文献

- (1) R. O. Ritchie, S. Suresh, C. M. Moss, Near-threshold fatigue crack growth in 21/4Cr-1Mo Pressure vessel steel in air and hydrogen, J. Eng. Mater. Tech., 102(3) (1980) 293-299
- (2) S. Yoshioka, M. Demizu, M. Kumasawa, A. Hijikata, Effect of hydrogen gas environment on fatigue crack growth in Ni-Mo-V steel (in Japanese), J. Soc. Mater. Sci. Japan, 29(321) (1980) 628-633