高強度鋼の疲労き裂進展に対する 大気中水分による加速効果[†]

浅 見 克 敏* 王 海 青**

Acceleration Effect with Moisture in Air on Fatigue Crack Propagation of High Strength Steel

by

Katsutoshi ASAMI* and Haiqing WANG**

In order to clarify the influence of moisture in air on fatigue crack propagation characteristics at stage 2 of high strength steel (SNCM439) whose tensile strength was about 2000 MPa, fatigue tests were conducted under stress ratio, R , of 0.1~0.8 in wet air (relative humidity, RH , of 20~80%) and dry air ($RH=0\%$), and the fracture surfaces were observed by SEM.

The following results were obtained:

- (1) The acceleration of crack growth with moisture in air ($RH=20\sim80\%$) was recognized in the high ΔK region under $R=0.1\sim0.8$. This phenomenon was due to the hydrogen embrittlement.
- (2) The degree of crack growth acceleration was influenced by stress ratio and depended on both ΔK and K_{max} .
- (3) The thickness effect of specimen was not recognized on the crack growth acceleration.
- (4) The crack growth acceleration was different between two charges. This difference might be caused by the amount of penetrating hydrogen and the diffusivity of penetrating hydrogen.
- (5) The fatigue fracture toughness was influenced by the pre-austenitic grain size.

Key words: Fatigue crack propagation, High strength steel, Moisture, Dry air, Hydrogen embrittlement, Stress ratio, Thickness effect, Charge, Fatigue fracture toughness, Grain size

1 緒 言

近年、機械や構造物の軽量化を図るため、高強度鋼の使用が増えつつある。一方、金属材料の破壊特性は強度が高くなるほど環境に敏感となる¹⁾。金属材料の第2段階疲労き裂進展に対する環境の影響をみた実験では、水中や海水中など特殊な雰囲気下の報告が多い^{2)~4)}。しかし、高強度になると大気中の水分といえども無視できないと考えられる。

そこで著者は、高強度鋼の第2段階疲労き裂進展に対する大気中水分の影響について検討を始め、すでに一部報告した⁵⁾。その結果によると、大気中水分による加速効果は第2b段階進展を有する高強度鋼の主として高応力比下の中 ΔK 域で認められ、その傾向は繰返し速度が遅くなるほど顕著であった。そして、このような加速効果は粒界での水素ぜい化割れによるものと解釈された。

本報では、前報と製造チャージが異なる Ni-Cr-Mo 鋼を用い、以下の点について高強度鋼の第2段階疲労き裂進展特性に及ぼす大気中水分の影響を検討し

た。

- (1) 大気中の湿度は使用期間中一定でなく、また時期や場所によって異なることから、大気中水分の影響を湿度の違い(相対湿度 0~80%)に注目して検討する。
- (2) 大気中水分による加速開始時の力学的条件を、応力比を変えることによって検討する。
- (3) 加速に対する試験片の板厚効果について検討する。
- (4) 加速効果に対する製造チャージの影響を組織と侵入水素の違いに注目して検討する。

2 実 験 材 料

供試材には前報と製造チャージの異なる Ni-Cr-Mo 鋼の SNCM439 を用いた。以後、本報の材料を A 材、前報の材料を B 材と呼ぶことにする。それらの化学成分を Table I に示す。前報と同様、所定の形状に加工した試験片を 850°C で 1 hr 保持後に油焼入れし、その後、200°C で 2 hr 保持、空冷の低温焼もどしを行った。熱処理後の機械的性質を Table II に示

[†] 原稿受理 平成5年4月1日 Received Apr. 1, 1993

* 武蔵工業大学機械工学科 〒158 東京都世田谷区玉堤, Dept. of Mech. Eng., Musashi Inst. of Tech., Setagaya-ku, Tokyo, 158

** 武蔵工業大学大学院 〒158 東京都世田谷区玉堤, Graduate Student, Musashi Inst. of Tech., Setagaya-ku, Tokyo, 158

Table I. Chemical compositions of low alloy steel (SNCM439) used in this study.

Material	(wt. %)								
	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo
A	0.38	0.26	0.74	0.012	0.014	0.04	1.72	0.75	0.16
B	0.38	0.27	0.68	0.010	0.010	0.08	1.72	0.75	0.19

Table II. Mechanical properties of low alloy steel (SNCM439) used in this study.

Material	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_b (MPa)	δ (%)	ϕ (%)	H_v
A	1419	1924	12.7	48.6	576
B	1440	1970	11.0	43.5	562

す。両材の化学成分、引張特性およびビッカース硬さに製造チャージによる差はほとんどみられない。

疲労試験片は ASTM 規格に準拠した ICT 試験片で、A 材の板厚は 15 mm と 7.5 mm、B 材は 12.5 mm である。なお、き裂進展方向はすべて圧延方向に直角とした。

3 実験方法

疲労試験には MTS 社製電気油圧式サーボ疲労試験機を用い、応力比 $R=0.1, 0.5, 0.8$ の荷重制御による正弦波で行った。繰返し速度 f は 17 Hz としたが、最終破断直前の高速度域ではき裂長さの測定が困難となるため、1~10 Hz に落とした。

試験環境としては、相対湿度 $RH=0.20, 40$ および 80% を採用した。その際の湿度制御方法は、実験室大気をコンプレッサーとフィルターを通してヒートレスドライアに送り、まず乾燥空気を得た。乾燥空気の大気圧露点は約 -73°C であり、これを $RH=0\%$ とみなした。この乾燥空気をヒーターで加熱した純水のタンク内に送り、加熱温度を制御することで $RH=20\sim 80\%$ の湿潤空気を得た。湿度の制御範囲は $\pm 2\%$ 程度であった。なお、B 材の試験は $RH=0\%$ と $RH=50\sim 65\%$ の大気中で行われた。

疲労試験は試験片全体をチャンバーに入れ、各湿度の空気をそのチャンバーに流出させること⁵⁾で行った。その際、試験温度は $20\sim 25^{\circ}\text{C}$ となるように留意した。

疲労き裂進展時の破壊機構を知るため、試験片板厚中央部および表面部の破面を走査型電子顕微鏡で観察した。そして、写真撮影した $0.15\times 0.15\text{ mm}^2$ の破面写真上に交点が 100 個ある碁盤目状のシートをのせ、交点の破面様相（疲労、粒界、擬へき開およびディンブル破壊など）を識別することで、各破面の百分率を求めた。

疲労き裂進展特性と密接な関連を持つき裂閉口の測定には、試験片の背面ひずみを利用した除荷弾性コンプライアンス法を用いた。

侵入水素量とその拡散性（水素ぜい化割れに対する

影響の程度）を知るため、電解水素チャージ法により水素を過飽和に固溶させた試料を用意した。試料の形状は、A、B 材とも板厚 3 mm、板幅 12.5 mm、長さ 30 mm の短冊形である。

電解水素チャージは、電解液に 25°C 、0.1 N 規定の硫酸溶液 (H_2SO_4) を、そして陽極に白金線を用い、陰極を試料として、電流密度 $5\text{ mA}/\text{cm}^2$ 、チャージ時間 24 h で行った。侵入水素量とその拡散性の測定には、自然放水素測定法と真空中加熱放水素測定法⁶⁾を採用した。前者は水素チャージを終了した試料をアルゴル中で置換し、室温で自然放出される水素量を測定するものであり、拡散性の水素が測定される。後者は室温で放出が終了した試料を真空中で加熱し、質量分析計により放出される水素量を測定するもので、非拡散性の水素が測定される。

4 実験結果および考察

4・1 湿度の影響

Fig. 1 に $R=0.1$ における $RH=0\%$ と 80% の $da/dN-\Delta K$ 曲線（A 材、板厚 15 mm）を示す。低 ΔK 域では両湿度下の da/dN に差はない。しかし、高 ΔK 域では $RH=80\%$ のほうが $RH=0\%$ よりも da/dN は速く、大気中水分による加速が認められる。

加速に対する湿度の影響を明らかにするため、 $RH=20\%$ と 40% の結果を Fig. 1 に併記した。 $RH=20\sim 80\%$ の da/dN に大きな差は認められず、 $RH=20\sim 80\%$ の範囲内では、2000 MPa 級強度の第 2 段階

Fig. 1. $da/dN-\Delta K$ curves for material A ($R=0.1, t=15\text{ mm}$).

疲労き裂進展に湿度の違いはほとんど影響しないと判断される。

B 材と同様、A 材の第 2 段階疲労き裂進展は大気中水分の有無や後述する応力比によらず、 da/dN - ΔK 曲線の形態から第 2a → 第 2b → 第 2c 型と判断される。そして、大気中水分による加速は $RH=0\%$ における第 2b 段階の途中から始まり、ただちに第 2c 段階へと移行している。その後の加速の程度は、 ΔK が大きくなるほど著しくなる傾向を示す。

大気中水分による加速がみられた高 ΔK 域の破面例を Fig. 2 に示す。同じ ΔK であっても、 $RH=0\%$ に比べて $RH=80\%$ の破面には水素ぜい化によると思われる粒界破壊が顕著に認められる。また、Table III に示すように $RH=20\sim80\%$ の範囲では、粒界破面率に差はほとんどなく、湿度の違いが da/dN にほとんど影響しなかったこととよく対応している。なお、

(a) $RH=0\%$.

(b) $RH=80\%$.

Fig. 2. Difference of microfractograph between $RH=0\%$ and $RH=80\%$ for material A ($R=0.1$, $\Delta K=18 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$).

Table III. Area percentages of intergranular fracture in $RH=20\sim80\%$ for material A.

Stress ratio R	Humidity RH (%)	Rate of intergranular fracture (%)		
		$\Delta K=6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$	$\Delta K=10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$	$\Delta K=20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
0.1	20	7	13	54
	40	8	16	55
	80	11	19	58

粒界破壊のほかに擬へき開状の破壊も一部みられた。しかし、粒界破面率は ΔK が大きくなるほど増したが、擬へき開破面率はほとんど変わらなかった。

以上の結果より、高 ΔK 域の大気中水分による加速要因は、A 材においても主として水素ぜい化によって粒界破壊が生じたためと理解される。そして、 $RH=20\sim80\%$ の範囲内では大気中水分による加速はほぼ同程度であり、一般的な大気環境下では高強度鋼の第 2 段階疲労き裂進展に湿度の違いを考慮する必要はないといえる。

4・2 応力比の影響

Fig. 3, 4 に $R=0.5$ と 0.8 における $RH=0\%$ と 80% の da/dN - ΔK 曲線 (A 材, 板厚 15 mm) を示す。 $R=0.1$ と同様 (Fig. 1 参照), $R=0.5$ と 0.8 でも低 ΔK 域の da/dN は両湿度で一致し、高 ΔK 域でのみ大気中水分による加速が認められる。しかし、加速の

Fig. 3. da/dN - ΔK curves for material A ($R=0.5$, $t=15 \text{ mm}$).

Fig. 4. da/dN - ΔK curves for material A ($R=0.8$, $t=15 \text{ mm}$).

Fig. 5. Relationship between ΔK or K_{max} at which fatigue crack propagation is translated from stage 2b into stage 2c and R (material A, $t = 15$ mm).

程度は応力比 R によって異なり, R が大きくなるほど加速し始める da/dN は遅くなり, 大気中水分に対してより敏感となる. 一方, その後の加速は R が小さいものほど著しい. このように加速に対する応力比の影響は複雑であり, 以下この点について検討する.

$RH = 0\%$ の場合, 第 2b 段階から第 2c 段階への移行をデンプル破面率 50% のところと定義すると, そのときの ΔK は Fig. 5 に示すように, R が大きくなるほど直線的に小さくなる. しかし, K_{max} でみると R によらずほぼ一定であり, 第 2b 段階から第 2c 段階への移行は K_{max} に依存しているのが分かる. 一方, 大気中水分による加速は, 応力比によらず $RH = 0\%$ における第 2b 段階の途中から始まり, 粒界破面率が 30%, かつ擬へき開破面率が 20% 以上になると第 2c 段階へ移行する. その時の ΔK は, $RH = 0\%$ と同様, R が大きくなるほど直線的に小さくなる. しかし, K_{max} は R が大きくなるほど急激に大きくなる.

このように大気中水分による加速が始まる力学条件は, ΔK と K_{max} の両者に依存している. そのため, 大気中水分による加速に対し, 応力比の影響は複雑になったものと考えられる.

なお, $R=0.8$ では湿度によらず全 ΔK 域でき裂閉口が測定されなかった. 一方, 図は割愛するが, $R=0.1, 0.5$ ともき裂閉口が生じなくなる ΔK は, $RH = 0\%$ より $RH=80\%$ のほうが小さく, また大気中水分による加速が始まる ΔK とき裂閉口が生じなくなる ΔK は一致していた. そして, その時の粒界破面率は約 30% であった.

Fig. 6. da/dN - ΔK curves for material A ($R=0.5$, $t=7.5$ mm and 15 mm).

以上の結果より, 高強度鋼の第 2 段階疲労き裂進展における大気中水分による加速効果は, ΔK と K_{max} の両者に依存するため, 複雑な応力比効果を示すことが明らかとなった. また, $R=0.1$ と 0.5 では加速が始まる時点からき裂閉口がみられなくなり, その時の粒界破面率は約 30% と比較的小さいことがわかった.

4.3 板厚の影響

Fig. 6 に $R=0.5$ における板厚 7.5 mm と 15 mm の da/dN - ΔK 曲線 (A 材) を示す. なお, 他の応力比についても同じ傾向であった.

まず, $RH = 0\%$ の結果に注目すると, ΔK や応力比によらず両板厚材の da/dN は一致している. このことは, 本材料の降伏応力が大きいため, 板厚が 7.5 mm になっても全領域で平面ひずみ条件が満たされていることを意味している. したがって, 大気中水分による加速効果に対し, $RH=80\%$ の結果は板厚の影響のみを反映していると判断される.

そこで, $RH=80\%$ の結果をみると, $RH = 0\%$ と同様, ΔK や応力比によらず両板厚材の da/dN は一致している. また, 破面の写真は割愛するが, 両板厚材とも ΔK や R によらず表面部と中央部で粒界破壊などの状況に差は認められなかった. したがって, 大気中水分による加速効果に板厚は影響しないと結論される.

4.4 製造チャージの影響

Fig. 7, 8 に $R=0.1$ と 0.8 における A 材と B 材の da/dN - ΔK 曲線を示す. なお, 前述の結果より, 両材における湿度や板厚の違いはき裂進展特性に影響しないものと判断される.

両応力比とも大気中水分の有無によらず, 低 ΔK 域では両材の da/dN は一致している. しかし, 中および高 ΔK 域では大気中水分による加速効果が両材

Fig. 7. da/dN - ΔK curves for materials A and B ($R=0.1$).

Fig. 8. da/dN - ΔK curves for materials A and B ($R=0.8$).

で明らかに異なる。すなわち、応力比によらず A 材のほうが大気中水分による加速効果は顕著であり、 ΔK が大きくなるほど著しくなる傾向にある。一方、B 材では中 ΔK 域でのみ加速効果が認められ、また応力比によってその程度に差がある。そして、最終破壊直前の高 ΔK 域になると、大気中水分の有無によらず da/dN は再び一致し、加速効果が認められなくなる。

以上のことより、大気中水分による加速効果は B 材よりも A 材で著しいことがわかった。一方、Table II に示したように静的引張性や硬さに差は認められな

かった。そこで、両組の組織を観察したところ、Fig. 9 に示すように旧オーステナイト粒径は B 材（約 $40 \mu m$ ）のほうが A 材（約 $16 \mu m$ ）より 2～3 倍程度大きい。また、B 材で炭化物が多くみられる。

一方、高強度鋼の水素ぜい化の程度は侵入水素量とその拡散性に依存していると考えられる。そこで電解水素チャージ後に室温で自然放出される水素を拡散性水素、加熱により放出されるトラップ性の強い水素を非拡散性水素と定義し、A、B 材における両水素を測定した結果を Table IV と Fig. 10 に示す。

Table IV より、拡散性水素量は B 材のほうが圧倒

(a) Material A.

(b) Material B.

Fig. 9. Difference of microstructure between materials A and B.

Table IV. Amounts of penetrating hydrogen for materials A and B.

Material	Diffusible hydrogen	Discharged hydrogen by heat	(ppm)
			Total
A	5.588	0.150	5.738
B	0.006	0.373	0.379

Fig. 10. Relationship between speed of hydrogen emission and heating temperature.

的に多いのがわかる。なお、現在のところ、このような差をもたらす要因は明らかでない。一方、加熱による水素の放出 (Fig. 10 参照) は B 材が 90°C 付近から始まるのに対し、A 材より高温の 120°C 付近から始まる。そして、放出ピーク量は B 材のほうが多い。また、Table IV に示したように、全体としての非拡散性水素量も B 材のほうが数倍多い。両材における非拡散性水素量の違いは、B 材でより多く存在する炭化物が水素のトラップサイトになるためと推察される。

以上の結果より、粒界での水素ぜい化割れを誘起すると考えられる拡散性水素量は A 材のほうが多く、そのために大気中水分による加速が B 材より著しくなったものと判断される。その要因の一つに Fig. 9 に示した微視組織の違いが挙げられる。また、Fig. 11 に示すように、加速し始める ΔK におけるき裂先端の繰返し塑性域寸法 $\Delta R_p (=1/3\pi(\Delta K/\sigma_{ys})^2)$ と旧オーステナイト粒径 D の比率は、応力比によらず両材で一致している。したがって、高強度鋼における大気中水分による加速開始条件は、 $\Delta R_p/D$ によって規定されている可能性がある。これらの点については、より詳細な金属組織学的検討 (結晶構造、析出物の差異) や他の高強度鋼における検討が必要であり、今後の課題としたい。

Fig. 11. Relationship between $\Delta R_p/D$ and R for materials A and B (ΔR_p : Cyclic plastic zone size when acceleration of fatigue crack propagation with moisture in air begins, D : Pre-austenitic grain size).Table V. Fatigue fracture toughness K_{fc} of materials A and B.

Material	Stress ratio R	Humidity RH (%)	Fatigue fracture toughness K_{fc} (MPa $\sqrt{m}$)
A	0.1	0	50.1
		80	51.3
	0.5	0	51.5
		80	48.7
	0.8	0	48.4
		80	48.5
B	0.1	0	89.2
		50~65	88.4
	0.8	0	92.5
		50~65	90.1

一方、Table V に示すように、湿度や応力比によらず A 材の疲労破壊じん性 K_{fc} は B 材の約 1/2 である。両材間の K_{fc} の違いは、河部らの超強力マルエージング鋼の結果から判断し、旧オーステナイト粒径の違いに起因していると推察される。すなわち、河部らは粒

Fig. 12. Schematic illustration of da/dN - ΔK curves for materials A and B.

径が小さくなるほど破壊じん性は低く¹⁰⁾と報告しており、本実験における K_{fc} の結果はこれとよく対応している。すなわち、旧オーステナイト粒径の大小は破壊じん性に大きな影響を及ぼし、高強度鋼の開発に重要な示唆を与えているものといえる。

なお、 K_{fc} に大気中水分の影響は認められなかった (Table V 参照)。したがって、Fig. 12 の模式図で示すように、大気中水分による加速効果は、製造チャージの違いによらず、本質的には同じであると判断される。

5 結 論

高強度鋼の第2段階疲労き裂進展特性に及ぼす大気中水分の影響を湿度、応力比および板厚に注目して検討した。また、製造チャージによる影響についても前報の結果と比較検討した。その結果、以下の結論を得た。

(1) 水素ぜい化による粒界破壊が主として生じたため、応力比によらず大気中水分による加速効果が高 ΔK 域で認められた。なお、相対湿度 $RH=20\sim 80\%$ の違いは加速効果にほとんど影響しないことがわかった。

(2) 大気中水分による加速効果は応力比 R によって異なった。すなわち、 R が大きくなるなど加速し始めるき裂進展速度は遅く、一方その後の加速は R が小さいものほど著しくなるなど複雑であった。これは加速の力学的な開始条件が ΔK と K_{max} の両者に依存するためであった。

(3) 加速効果に板厚の影響は認められなかった。

(4) 同鋼種であっても製造チャージによって拡散性水素の浸入量が異なるため、大気中水分による加速効果は中から高 ΔK 域でチャージ間に差が認められた。

(5) 疲労破壊じん性 K_{fc} は旧オーステナイト粒径が大きいものほど大きくなった。

最後に、水素の測定にご協力をいただいた日本電信電話(株)技術協力センターの高井健一氏と三谷進氏に感謝致します。また、実験に協力された武蔵工業大学卒論生の伊東克己君と福田尚久君に感謝します。

(平成4年11月18日 日本材料学会第21回疲労シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 例えば、大谷隆一、駒井謙次郎共編、“環境・高温強度学”，p. 53 (1984) オーム社
- 2) 酒井達雄、鈴木幹彦、日本機械学会論文集，A-56，1775 (1990)。
- 3) 遠藤吉郎、駒井謙次郎著，“金属の腐食疲労と強度設計”，p. 94 (1982) 養賢堂
- 4) 中沢 一、本間寛臣著，“金属の疲労強度”，p. 134 (1982) 養賢堂
- 5) 浅見克敏、江村秀樹，材料，39，425 (1990)。
- 6) 三谷 進，材料，40，1009 (1991)。
- 7) 例えば、小林英男，材料，29，198 (1980)。
- 8) P. C. Hughes, I. R. Lamborn and B. B. Liebert, JISI, p. 154 (1965)。
- 9) S. Asano and R. Otsuka, Scripta Met., 10, p. 1015 (1976)。
- 10) 河部義邦、宗木政一、高橋順次，鉄と鋼，69，p. 145 (1983)。