腐食環境下における高強度鋼の微小表面き裂進展特性*
(第 1 報, 微小き裂における K_{Isc} の低下に起因する疲労き裂進展の加速)

中 島 正 貴^{*1}, 加 藤 容 三^{*2}, 北 岡 義 隆^{*3}

**The Growth Characteristics of Small Surface Cracks
for High-strength Steel in a Corrosive Environment
(1st Report, Acceleration in Fatigue Crack Growth
Caused by the Decreasing of K_{Isc})**

Masaki NAKAJIMA, Yozo KATO, and Yoshitaka KITAOKA

The growth characteristics of small fatigue cracks in room air, dry air and 1%NaCl solution were investigated for a high-strength steel, SNCM439. The growth rates of small fatigue cracks in room air accelerated slightly in contrast to long cracks, owing to the vapor in the air. The growth characteristics of small cracks in dry air were equivalent to those of long cracks. On the other hand, small cracks in a 1%NaCl solution showed a marked acceleration in fatigue crack growth as compared with long cracks. This was caused by the decrease of the threshold value of stress corrosion cracking (K_{Isc}), that is, K_{Isc} lowered with decreasing the crack length. The acceleration of small fatigue cracks in a 1%NaCl solution was predicted by the superposition method. Consequently, the predicted crack growth rates agreed well quantitatively with the experimental results.

Key Words: Fatigue, Corrosion Fatigue, Stress Corrosion Cracking, Crack Propagation, Chemically Short Crack, Small Crack, High-strength Steel

1. 結 言

高強度鋼の腐食環境下における疲労き裂進展挙動には、き裂寸法効果のあることが報告されている⁽¹⁾。この挙動は化学的微小き裂と呼ばれ、疲労繰返しにおける最大応力拡大係数 K_{max} が長いき裂の応力腐食割れ下限界値 K_{Isc} 以下の領域においても、き裂長さが短い場合に、疲労き裂進展速度に顕著な加速を生じることが知られている。

その原因について、著者らは先に、微小き裂の応力腐食割れ特性が長いき裂のそれと異なっていることを示唆し⁽²⁾、化学的微小き裂の加速およびその加速量に及ぼす繰返し速度の影響といった問題が、 K_{Isc} の低下によって説明される可能性のあることを指摘した⁽³⁾。

本論文では、微小表面き裂について空気中の水分の疲労き裂進展に及ぼす影響について考察するとともに、腐食疲労試験とならんで応力腐食割れ試験も行い、腐食環境下における微小き裂の疲労特性の定量的評価

に向けて検討を行った。

2. 実 験 方 法

2・1 材料および試験片形状 供試材は SNCM 439 で、その化学成分を表 1 に示す。材料は、試験片形状に機械加工後 880°C・1h 保持後油焼入れし、200°C・1h 保持後空冷した。熱処理後の機械的性質を表 2 に示す。図 1 に疲労試験および応力腐食割れ試験に用いた、微小き裂用の試験片形状を示す。上述の熱処理によって生じた脱炭層はペーパー研磨により除去し、その後き裂発生源として径 0.2 mm、深さ 0.2 mm のドリル穴を付した。試験に先だち繰返し速度 $f=1\text{Hz}$ 、応力比 $R=-1$ で負荷を漸減しつつ予き裂を導入した。き裂長さの測定には、最小目盛 10 μm の移動顕微鏡を用いた。なお、比較に用いた長いき裂用の CCT 試験片の形状および機械的性質については前報と同様である⁽²⁾。

2・2 疲労試験および応力腐食割れ試験 疲労試験に用いた試験機は、容量 98 kN の電気油圧式サーボ試験機で、荷重条件は繰返し速度 $f=1\text{Hz}$ 、応力波形は正弦波、応力比 $R=-1$ 、負荷は応力一定として $\sigma_{max}=200, 300\text{MPa}$ および 400 MPa である。

空気中の水分の影響を比較検討するために対照とし

* 平成元年 10 月 15 日 第 67 期全国大会講演会において講演、原稿受付 平成元年 2 月 27 日。

*¹ 正員、豊田工業高等専門学校 (〒471 豊田市栄生町 2-1)。

*² 正員、岐阜大学工学部 (〒501-11 岐阜市柳戸 1-1)。

*³ 学生員、岐阜大学大学院。

た乾燥空気は、ミニガスドライヤにより得た。乾燥空気の湿度は定格で 1.18 ppm、露点 -75°C である。乾燥空気中での試験は、塩化ビニール製の槽内を十分に乾燥させるため、乾燥空気を送り始めて 72 h 以上経過した後に行うとともに、予き裂の導入についても乾燥空気中にて行った。

腐食環境は、蒸留水を溶媒とした 1% NaCl 水溶液 (以下、塩水) である。塩水は、容量 10 L の貯水槽から 25°C 一定に保たれた恒温槽を通じてアクリル樹脂製の腐食槽に導き、循環して使用した。このときの塩水の pH は 5.8~6.1 であり、溶存酸素濃度は 8.2 ppm (21.9°C) であった。すなわち、酸素を十分に含んだ塩水といえる。試験は塩水への 72 h の浸漬の後に開始した。

微小き裂の応力腐食割れ (SCC) 試験に用いた試験機は、容量 29.4 kN のてこ式の静荷重試験機であり、試験環境は疲労試験と同一である。本試験では、き裂進展を開始するまでの潜伏期間を考慮して、き裂進展が生じるか否かを 200 h で判定した。き裂進展が確認されない場合には、き裂進展が確認されるまで 200 h ごとに約 10% 荷重を増加させた。初期き裂長さは、試験後の破面から測定した。種々の予き裂長さについて同

一の試験を行って、そのき裂進展開始条件を求めた。

また、SCC き裂は、図 2 に示すような極端なトンネル現象を生じるため、表面き裂長さ $2c$ から、深さ方向のき裂長さ a を予測することは困難である。それゆえ、本試験でのき裂長さの測定は、直流電位差法によった。電位差は、パーソナルコンピュータを用いて自動計測されたが、計測に伴うノイズの影響を考慮して、電位差は 5 秒間の平均 (100 個のサンプル) をとった。き裂長さ a と電位差の校正関係は、複数の中断試験を行って、実験的に求めた⁽⁴⁾。その際の負荷応力は 310 MPa 一定とした。なお、長いき裂の応力腐食割れ試験は、CCT 試験片に用いたと同じ SNCM 439 について、同様の熱処理条件による 1 inch 厚さの WOL 試験片を用いて行った。

2.3 応力拡大係数の評価について 微小表面き裂の応力拡大係数 K の評価は、Newman-Raju の解析によった⁽⁵⁾。この解析に必要なアスペクト比 a/c と表面き裂半長 c の関係は⁽⁴⁾、ビーチマーク法などによって得た。また、トンネル現象を生じている SCC き裂の場合には、図 2 のように a/c' をアスペクト比として用いた。疲労試験は応力比 $R=-1$ で行っており、応力拡大係数幅 ΔK は、引張側のみで評価され、 $\Delta K = K_{\max}$ である。き裂開閉口挙動は、表面ひずみゲージ法によって測定した。

長いき裂の応力拡大係数の評価は、CCT ならびに WOL の両試験片について通常用いられる解析法によった。

3. 実験結果および考察

3.1 空気中の微小疲労き裂進展特性 図 3 に、空気中ならびに乾燥空気中での長いき裂および微小き裂の $da/dN-\Delta K$ 関係を示す。まず、長いき裂に注目すると空気中 (Δ および実線) ならびに乾燥空気中 ($\blacktriangle$) における結果には差はなく、空気中の水分の影響はここ

表 1 材料の化学成分 (Wt %)

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo
0.38	0.26	0.74	0.017	0.008	0.07	1.69	0.78	0.15

表 2 材料の機械的性質

0.2% proof stress MPa	Tensile strength MPa	Elongation %	Reduction of area %
1465	1967	12	45

図 1 微小き裂用試験片

図 2 SCC き裂の形状

では認められない。なお、図3中の実線による空気中の結果は前報のものである⁽³⁾。一方、微小き裂についてみると空気中の da/dN は、乾燥空気中と比べてやや加速ぎみである。また、微小き裂の乾燥空気中における da/dN は、長いき裂の同条件のものとは比べてやや高いようであるが、その差は小さい。

これらの点について、力学的条件を検討するためにき裂開閉口を測定した。図4に、長いき裂の空気中ならびに微小き裂の空気中および乾燥空気中におけるき裂開閉口挙動について示す。図4中、 K_{op} はき裂開口応力拡大係数である。空気中における長いき裂の K_{op}/K_{max} 値は、実験された全領域でほぼ $K_{op}/K_{max} \approx 0$ である。一方、微小き裂のそれは空気中ならびに乾燥空気中とも $K_{op}/K_{max}-K_{max}$ 関係はほぼ一致しており、 K_{max} が小さい領域においてき裂は圧縮側で開口しており、 K_{max} の増加に伴い K_{op}/K_{max} 値は増加し、 $K_{max} \approx 15 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 付近で長いき裂のそれと一致する。

続いて図3に示した $da/dN-\Delta K$ 関係について、き裂開閉口挙動を考慮して有効応力拡大係数 ΔK_{eff} を用いて整理した結果を図5に示す。微小き裂の場合、空気中の da/dN は乾燥空気中のそれと比べて依然としてやや高い。一方、空気中の長いき裂と乾燥空気中の微小き裂の da/dN の差は、 ΔK_{eff} で整理することでは

ほぼ消失している。以上のことから、微小き裂の疲労き裂進展特性が環境の影響に敏感であり、空気中の水分によって若干ではあるが影響されていることが示唆される。

3・2 塩水中における微小疲労き裂進展特性 塩水中における3種類の応力のもとでの、微小き裂の $da/dN-\Delta K$ 関係を図6に示す。比較のために、前報にて報告した⁽³⁾、塩水中および空気中の長いき裂の $da/dN-\Delta K$ 関係を併記した。なお、これは厚さ5mmのCCT試験片を用いて、十数mm以上のき裂長さについて得られたものである。微小き裂の進展特性は、負荷応力によらずほぼ一つの $da/dN-\Delta K$ 曲線としてみなすことができ、本研究の範囲内では応力依存性は認められない。長いき裂の $da/dN-\Delta K$ 関係と比較す

図4 空気中におけるき裂開閉口挙動

図3 空気中における $da/dN-\Delta K$ 関係

図5 空気中における $da/dN-\Delta K_{eff}$ 関係

ると、長いき裂の da/dN は、 $\Delta K=9\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 付近より急激な加速を示しているのに対し、微小き裂のそれは、より低い ΔK 領域で加速を開始しており、たとえば、 $\Delta K=8\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ においては、8~20 倍程度の加速量である。しかし、 $\Delta K>18\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ の領域においては、逆に、微小き裂の da/dN は長いき裂のそれと比べて低下している。この逆転の原因については不明である。

3.3 微小き裂の応力腐食割れ特性 SCC き裂進展に対する、初期応力拡大係数 K_i と初期き裂長さ a_i の関係を図7に示す。また比較のために、ほぼ同一の材料・環境条件のもとでの、遠藤ら⁽⁶⁾、Imhof⁽⁷⁾ならびに広瀬ら⁽⁸⁾による長いき裂に関する応力腐食割れ下限値 K_{Isc} を併記した。なお、それら長いき裂の初期き裂長さは、文献中の試験条件に述べられている予き裂の長さをとっている。図7より SCC き裂の進展開始応力拡大係数はき裂長さに依存し、き裂長さの減少に伴って低下している。とくに $a_i=0.24\text{ mm}$ の場合には、 K_{Isc} は $5.4\sim 5.9\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ の範囲にあり、長いき裂のそれが $10\sim 14\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 程度であることと比べて、微

小き裂の K_{Isc} は長いき裂のその半分程度にまで低下している。さらに、本実験は Cut-off 時間を 200 h としているため、SCC き裂の進展開始応力拡大係数を高く評価している可能性があり、より長期の試験を行った場合には、 K_{Isc} 値はさらに低下するものと予想される。

SCC き裂進展速度 da/dt と応力拡大係数 K の関係を図8に示す。微小き裂については、そのき裂進展下限値が長いき裂のそれと比べて低いことから、長い

図7 応力腐食割れ下限特性に及ぼすき裂長さの影響

図6 塩水中における da/dN - ΔK 関係

図8 応力腐食割れき裂進展特性

き裂の K_{Isc} 以下の領域においてもき裂進展が生じている。しかしながら、その進展速度は大きくばらついており、この領域での SCC き裂の進展特性については、検討の余地がある。また、微小き裂のプラトー領域については、箕島⁽⁹⁾の指摘する二段プラトーは認められず、ここでは長いき裂のそれと同様な進展特性を示している。こうした結果より、後節でふれる微小疲労き裂の進展特性の予測評価のために、微小き裂が SCC による成長を開始する K 値において、図 8 中、実線のように進展速度は急激に上昇するとし、プラトー領域の進展速度の外挿線を進展速度はたどるものと考えた。この進展速度に対する評価は、速度を高く見積もることによって、より安全側の取扱いをしようとするものである。また、長いき裂についても同様の予測を行うために、破線による結果を用いた。

続いて、図 9 に微小き裂の SCC 破面を示す。き裂の進展が確認されてから試験を中断するまでの時間は約 28 h である。図 9 より、予き裂近傍の粒界割れのファセット面上に腐食溶解のこん跡が顕著に現れているが、それはき裂の進展に伴って認められなくなる。試験時間が比較的短いにもかかわらず、こうした顕著な腐食溶解を生じる引き金が何であるか明らかでないが、微小き裂のき裂先端におけるアノード溶解量が長いき裂のそれと比べて大きく、溶け出した金属イオンの加水分解反応が促進されることにより、き裂内溶液

の水素イオン濃度が増大し、pH が低下するとともにき裂先端への水素溶解量が増して水素ぜい化をもたらしたものと考えられる。

3.4 微小疲労き裂進展特性の評価 高強度鋼の腐食疲労き裂進展特性は、 $K_{max} > K_{Isc}$ の領域では SCC 支配であるのに対し、 $K_{max} < K_{Isc}$ の領域において疲労支配となることが明らかとされている。図 6 で示された微小き裂にみられる長いき裂と比較した場合の、低い ΔK 領域での加速については、図 7 に示すき裂長さの減少に伴う K_{Isc} の低下を考慮することができる。すなわち、長いき裂では SCC が関与したき裂進展が生じないはずの低 ΔK 領域にあるにもかかわらず、微小き裂については、 $K_{max} > K_{Isc}$ といった条件が K_{Isc} の低下によって満足される結果、SCC の寄与によるき裂進展の加速が生じたものと考えられる。この点について、近似的ではあるが、Wei-Landes による線形加算則に基づく微小き裂および長いき裂の da/dN の評価を以下に試みる⁽¹⁰⁾。その際の応力腐食割れによる速度成分 $(da/dN)_{sc}$ は、先に述べた微小き裂および長いき裂の $da/dt-K$ 関係より換算し、また、不活性環境中での疲労による速度成分 $(da/dN)_f$ は図 5 に示した $da/dN-\Delta K$ 関係を用いた。

得られた予測結果と実験値の比較を図 10 に示す。図 10 中の実線で示す微小き裂に関する予測結果は、試験

図 9 微小き裂における応力腐食割れ破面

図 10 疲労き裂進展特性の予測

結果の SCC き裂進展特性を過大に評価しているわけであるが、ほぼ妥当な評価を与えている。また、長いき裂の場合には、実験点と予測結果の破線はほぼ一致している。しかしながら、ここでの試験において微小き裂の SCC 特性は、正確には図 8 に示す実線のような傾向をとってはならず、その速度の評価にはさらなる検討が必要である。このように微小き裂の応力腐食割れ特性にはまだ検討の余地が残されているが、本研究の範囲内で、化学的微小き裂の進展特性をほぼ定量的に予測評価できたものと考えられる。

4. 結 言

高強度鋼 SNCM 439 を用いて、空气中、乾燥空气中および 1% NaCl 水溶液中において微小疲労き裂進展特性を求めるとともに、微小き裂の応力腐食割れ特性について確認し、それらを用いて化学的微小き裂の進展特性を定量的に評価した。得られた結果は以下のとおりである。

(1) 空气中ならびに乾燥空气中における微小疲労き裂進展特性の比較より、微小き裂の場合に空气中の水分の影響とみられる加速が認められた。

(2) 塩水中における微小疲労き裂進展特性について、本研究の範囲内では $da/dN-\Delta K$ 関係に、応力依存性は認められなかった。しかしながら、それは長いき裂と比べて、より低い ΔK 領域において著しく加速

されており、化学的微小き裂の存在が明らかである。

(3) SCC き裂の進展開始応力拡大係数はき裂長さに影響され、き裂長さの減少に伴って低下する。本研究の範囲内で、き裂進展開始応力拡大係数の最小値は、 $a_i=0.24\text{ mm}$ において、 $K_i=5.9\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ であった。

(4) 上記の結果に基づいて、化学的微小き裂の進展特性を、Wei-Landes の線形加算則によって評価したところ、ほぼ定量的に予測可能であった。

最後に、本研究を卒業研究として取り組んでくれた当時岐阜大学学生 岡本龍三、奥村彰敏の両君に謝意を表します。

文 献

- (1) Gangloff, R. P., *Res Mech. Let.* 1(1981), 299.
- (2) 中島・加藤, 機論, 54-500, A (1988), 656.
- (3) 中島・加藤, 機論, 54-504, A (1988), 1467.
- (4) 中島・ほか 2 名, 機論, No.880-2(1988), 163.
- (5) Newman, J. C., Jr., *ASTM Spec. Tech. Publ.*, 687(1979), 16.
- (6) 遠藤・ほか 2 名, 機論, 45-398(1979), 1152.
- (7) Imhof, E. J and Barsom J. M., *ASTM Spec. Tech. Publ.*, 536(1973), 182.
- (8) 広瀬・田中, 材料, 29-323(1980), 822.
- (9) 真島・ほか 2 名, 機論, 55-512, A (1989), 689.
- (10) Wei, R. P and Landes, J. D., *Mat. Res. Stands.*, 9(1969), 25.

討 論

〔質問〕 近 藤 良 之

〔三菱重工業(株)高砂研究所〕

化学的微小き裂の進展特性が線形加算則によって定量的に評価可能と結論しておられるが、図 8 の実データ(●印)に基づく線形加算とは大きなへだたりがあり、別のメカニズムによる加速が存在するように見受けられる。この点についてお考えがあれば伺いたい。

〔回答〕 ご指摘のように、図 8 の実データによる速度評価では図 6 にみられるような微小き裂の加速特

性を予測できず、過小な評価となる(付1)。しかしながら、SCC き裂の進展開始応力拡大係数にき裂寸法依存性があることも事実であり、ここでの化学的微小き裂の加速に SCC が関与していることは確実と思われる。

微小き裂の SCC におけるき裂進展特性には、不明な点も多くあり、今後実験を続けて明らかにしていきたいと考えている。

(付1) 文献(4)の163ページ。