高強度鋼平滑材の遅れ破壊寿命に及ぼす試験片薄肉化の影響*

朱 行 植^{*1}, 山 田 邦 博^{*2}

Mechanistic Aspects of Delayed Fracture of Thin Plate and Thin Walled Hollow Specimen Subjected to Sustained Loading

Haengsik JOO^{*3} and Kunihiro YAMADA^{*3} Department of Mechanical Engineering, KEIO University,
3-14-1 Hiyoshi, Kohoku-ku, Yokohama-shi, Kanagawa, 223-8522 Japan

To examine an influence of the reduction in specimen thickness on hydrogen induced cracking in high strength bolts steels, ASTM A 490 and S 35 C, delayed fracture tests were carried out under hydrogen environment using solid bar, thin plate and thin walled hollow specimens. Cathodic hydrogen charging was used for introducing hydrogen in the specimen under sustained load conditions. The lifetime under delayed fracture depends on the plate or wall thickness. A brittle fracture due to hydrogen still occurs in extremely thin, $t=0.3$ mm, plate and thin walled hollow specimen. The QC cracks in thin walled hollow specimen, still develops at the subsurface of the specimen and the origin of cracks is shifted to the center of the specimen as the specimen thickness becomes thinner. The condition for brittle fracture in delayed fracture can be evaluated by the classical Griffith criterion employing fracture stresses and QC crack lengths. Difference of hydrogen damages caused by the difference of mechanistic conditions, would make difference of fracture lives between thick and thin specimens.

Key Words: Hydrogen Embrittlement, Plane Stress, Plane Strain, Quasi-Cleavage Crack, Intergranular Crack

1. 緒 論

水素の侵入に起因した高強度鋼部材と構造物の破壊問題(遅れ破壊)の究明は,主に切欠きや疲労予き裂などの人工的応力集中部を持つ試験片を用いた実験的アプローチを中心に活発に行われてきた⁽¹⁾. その際,いわゆる破面形態から知れる初期き裂挙動の評価は応力集中部近傍に形成される粒界割れ(IG: Intergranular Crack)の特徴やその役割を中心に行われてきた^{(2)~(8)}.

一方,著者らは,ASTM A490 鋼, SNCM 439 鋼, S35C 鋼等を用いた遅れ破壊試験から人工的応力集中部を持たない平滑材の場合にも降伏応力の 1/7 程度,例えば 200MPa の応力レベルでも切欠き材と同様水素に誘起される脆性的な遅れ破壊が起こることを述べてきたが,初期き裂は必ずしも粒界割れではなく表面近傍の介在物などを起点とした内部き裂である擬へき開割れ(QC: Quasi-Cleavage Crack)として形成されること,その後,き裂進展過程を経て限界寸法にまで安定成長し,不安定き裂成長開始の引き金と

なること,さらに擬へき開割れ破面の最大深さ寸法は公称破断応力とともに Griffith の脆性破壊条件を満足させる限界き裂の役割を担うこと等を明らかにしてきた^{(9)~(12)}.

このような平滑材の低負荷応力レベルにおける初期き裂としての擬へき開割れの生成・進展に関するメカニズムの究明はいまだ十分ではないが,擬へき開割れの形成が脆性破壊に至る過程に重要な役割を演じることが明らかになってきた⁽¹³⁾. また,擬へき開割れ生成後のき裂進展はき裂先端の形状や負荷応力と水素の拡散・凝集挙動に依存しているから,平滑材としての応力状態は,巨視的には単純な引張りや曲げであっても,試験片の形状寸法が異なれば局所的欠陥部への水素の拡散・凝集の様相が異なることもあり得ようから,ここでは特に板厚,肉厚の寸法を極薄とした試験片を用いて遅れ破壊試験を行うことにより,水素誘起型き裂の生成・進展に及ぼす水素並びに微視的な力学的条件の役割を,明らかにすることを試みた.

2. 供試材及び実験方法

表 1 に示した化学成分を有する高張力ボルト鋼 ASTM A490 鋼と S35C 鋼を試験片母材とした. ASTM A490 鋼は図 1-(a)に示すような板幅 14.5mm,

* 原稿受付 2003 年 3 月 12 日.

^{*1} 正員, 慶応義塾大学大学院(〒223-8522 横浜市港北区日吉 3-14-1).^{*2} 正員, 慶応義塾大学理工学部.

E-mail: jhsmsi20@hotmail.com

Fig. 1 Shape and dimension of thin plate and hollow specimens

Table.1 Chemical compositions of specimens

Material	wt(%)						
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Fe
ASTMA490	0.33	0.16	0.68	0.016	0.01	0.79	Balance
S35C	0.36	0.24	0.75	0.1	0.15	0.11	Balance

板厚がそれぞれ 2mm, 1mm の薄板試験片に加工した。さらに板厚 0.5mm 以下の試験片は焼き入れの際の変形を避けるために板厚 1mm の試験片を焼入れしてから板厚 0.5mm と 0.3mm に加工した。一方, S35C 鋼は図 1-(b)に示すような平行部を有する直径 8mm と同 5mm の平滑丸棒の中実材並びに、外径 8mm を一定とし、内径をそれぞれ 4mm, 7.4mm なる 2 種類の薄肉中空試験片に加工した。ASTM A490 鋼は、1100℃の雰囲気炉で 2 分間保持し、続いて 870℃の塩浴炉で 10 分間保持した後油焼入れを行った。また S35C 鋼は 900℃の雰囲気炉で 10 分間保持した後油焼入れを行い、ASTM A490 材と共に旧オーステナイト粒径 10~20 μ m のマルテンサイト組織を得た。これらの試験片はエメリーペーパー及びバブ研磨を施し、試験部表面を鏡面仕上げとした後、200℃, 1 時間の真空焼き戻し処理を施し供試材とした。ASTM A490 鋼の機械的性質は、引張強さ

$\sigma_B=1510\text{MPa}$, 降伏強さ $\sigma_y=1310\text{MPa}$, 断面収縮率 (R.A) 55%, S35C 鋼では引張強さ $\sigma_B=1630\text{MPa}$, 降伏強さ $\sigma_y=1330\text{MPa}$, 断面収縮率 (R.A) 50%である。

水素の添加は, ASTM A490 鋼に対して 0.3M, S35C 鋼に対して 0.03M 硫酸中で、陽極に白金線を用いた陰極電解法により試験片表面からのみ行い、その際の電流密度は 500A/m^2 とし、試験片平行部以外はテープシールで絶縁した。硫酸の濃度が 0.3M の場合、試験片の表面とテープシールとの間に隙間腐食を生じる傾向があり、特に板厚が 0.5mm 以下になると顕著となる。そこで S35C 鋼の場合は、上述のように硫酸濃度を 0.3M から 0.03M に下げた溶液を用いて水素の添加を行った。ASTM A490 材と S35C 材の遅れ破壊実験はそれぞれ 0.3M と 0.03M 溶液中で行い、破断寿命はすべて同じ条件の電流密度と溶液濃度の下で比較した。遅れ破壊試験はすべて 3ton クリープ試験機を用いた定荷重負荷の下で行い、負荷と同時に水素添加を開始し、硫酸の濃度と電流密度はともに最終破断に至るまで一定の条件を維持し、破断面の形態は走査型電子顕微鏡 (SEM) で観察した。

3. 結果及び考察

3.1 試験片の肉厚の減少が破断寿命に及ぼす影響 4 種類の薄板試験片を用いた ASTM A490 鋼の遅れ破壊試験結果を図 2 に、直径 8mm と 5mm の S35C 鋼平滑丸棒中実材と肉厚 2mm と 0.3mm の平滑薄肉中空試験片を用いた遅れ破壊結果を図 3 に示す。試験片の板厚と肉厚が 0.3mm まで極めて薄くなっ

Fig.2 Relationship between fracture stress and fracture time in ASTM A490 steel

Fig.3 Relationship between fracture stress and fracture time in S35C steel (R: Solid specimen, H: Hollow specimen)

でも破壊挙動は断面収縮率 (RA) 2%以下の脆性破壊挙動を示した。図2と図3より分るように両材とも試験片の板厚と肉厚が薄くなることにより長寿命化し、いずれの材料の場合にも極薄肉厚 0.3mm になった場合の破断寿命の増加は顕著であることが認められる。このような試験片の板厚あるいは肉厚の変化による破断寿命の変化は板厚と肉厚寸法の差によってもたらされる内部き裂先端の局所的応力状態とそれに誘起される水素凝集力の違いによるものと推測される。そこで、平滑材試験片のき裂進展過程の大半を占める初期き裂の進展挙動が試験片の板厚と肉厚の変化によってどのような影響を受けるのかを破面形態から調べることにした。

3・2 き裂の生成・進展に及ぼす試験片肉厚減少の影響 図4に薄板材と丸棒中実材の破面のき裂進展形態の模式図と中実材初期き裂 QC 部分の SEM の写真を示す。いずれの試験片も、その形状と寸法に関係なく初期き裂は擬へき開割れであり、その形状は円形或いは楕円形を呈している。図5に薄板材と薄肉中空材の破面の SEM 写真とき裂進展形態の模式図を示す。

板厚が 0.5mm 以下の薄板材と肉厚が 0.3mm の極薄肉中空材の場合には十分な板厚と肉厚を持っている板材や中実材とは、き裂進展形態が異なる。すなわち、後者では、単一起点からのき裂進展により破断に至るのに対し、前者ではき裂進展経路模式図5のように破面上に複数生成した QC き裂の連結によって破断に至る。破面上に現れる各段差は単一あるいは複数の QC き裂が生成・進展したき裂面が互いに連結し、最終破面が形成されたことを示している。

Fig.4 Schematic illustration of cracking process of the fracture surface in solid and plate specimens ($d=8\text{mm}$, 5mm , $t=2\text{mm}$, 1mm) and SEM fractograph (QC: Quasi-Cleavage Crack, IG: Intergranular Crack, MVC: Microvoid Coalescence, SL: Shear lip)

Fig.5 Schematic illustration of cracking process of the fracture surface in the thin plate and hollow specimens ($t=0.5\text{mm}$, 0.3mm and $t=0.3\text{mm}$) and SEM fractograph.

板厚と肉厚がそれぞれ 0.3mm の場合も同様であるが、最終破壊に至るき裂進展の基本的な破面形態は中実材と同様である。図 5 に示すように板厚が 0.5mm 以下、薄肉中空材の肉厚が 0.3mm の薄板材になると QC き裂の形状は中実材のように円形や楕円形ではなくて試験片の板厚と肉厚方向いっばいに広がり幅方向(板材)と円周方向(中空材)に不規則な QC 破面形状を伴う成長をする。このような QC き裂進展形態は試験片厚み方向の幾何学的寸法の制限による薄肉試験片の特徴⁽¹⁴⁾である。

3.3 き裂の起点部深さとき裂生成数 (QC き裂の数) に及ぼす試験片肉厚減少の影響 極薄肉中空材の場合でも依然として初期き裂生成箇所は内部であることが分ったが、上述の板材、丸棒中実材と薄肉中空材の結果を比べることから、肉厚の大小が初期き裂の生成箇所にもどのような影響を及ぼすかを調べてみた。破面上で測定される試験片表面からき裂生成起点までの距離を図 1 の t 、 a と $(a-b)$ の半分で割ることによって無次元化した数値とそれぞれの試験片肉厚寸法との関係を図 6 に示す。同図から分るように板材、中空材ともに肉厚寸法が薄くなるに連れてき裂の起点部は試験片の表面近傍から中央部に移動する傾向にある。同図には中実材の結果も合わせて示した。極薄肉になっても初期き裂の起点部が試験片の表面ではなくて依然として内部であることは、水素誘起型き裂の生成が水素による内圧の形成⁽¹⁵⁾に関連することを示唆している。

Fig.6 Relationship between relative depth of crack origin and thickness of specimen (P: Plate specimen)

Fig.7 Relationship between numbers of QC crack and thickness of specimen

また、板厚 $t=0.5\text{mm}$ 以下の板材と肉厚 0.3mm の薄肉中空材の場合には常に複数の QC き裂が破面上に確認されるが、この QC き裂の数とそれぞれの試験片の板厚、直径と肉厚の寸法との関係を図 7 に示す。図 7 から分るように最終破面を形成した QC の数は試験片の肉厚寸法が小さくなるに連れて増加する傾向を示した。すなわち薄肉と十分な肉厚を持つ 2 種類の試験片における水素の拡散・凝集挙動に差異があることを示唆している。では、破断の引き金となった QC き裂の最大寸法の役割を検討することしよう。

3.4 薄肉形状試験片の安定き裂と Griffith 脆性破壊条件式 薄板材と薄肉中空材の板厚と肉厚が 0.3mm まで薄くなっても断面収縮率 (RA) が 2% 以下の典型的な脆性破壊を示していることから薄板材の場合にも中実材と同様な、脆性破壊条件を満たしていることが期待される。薄板材試験片の場合は、板厚が 0.5mm 以下なると図 5 に示したように不規則な QC 破面形態を示したので QC き裂の深さに代わる代表寸法を評価するために、図 8(a)(b)に示した破面上の寸法 L_{QC} をき裂代表寸法として用いることとした。肉厚 0.3mm 薄肉中空材の QC き裂の代表寸法は、図 8(c)に示すように $\sqrt{\text{area}}$ 法^{(16), (17)}を用いた仮想円形き裂の直径を用いることとした。これらより、ASTM A490 鋼の限界き裂長さ寸法: L_{QC} (m) と公称破断応力: σ_f (MPa) との関係は図 9 に、S35C 鋼

Fig. 8 Notional crack length was measured by maximum length of thick and width direction in thin plate specimens ($0.3\text{mm} \leq t \leq 2\text{mm}$) and $\sqrt{\text{area}}$ method of thin walled hollow specimens ($t=0.3\text{mm}$)

Fig.9 Relationship between the fracture stress and the QC crack length of thin plate specimen in ASTM A490

Fig.10 Relationship between the fracture stress and the QC crack length of solid and thin walled hollow specimens in S35C

のき裂長さ寸法: L_{QC} (m) と公称破断応力: σ_f (MPa) との関係は図 10 に示すようになった. 極薄板材と極薄肉中空材試験片においても Griffith の脆性破壊条件を十分に満足させる限界き裂寸法の存在が明らかとなった.

3.5 試験片の肉厚寸法が遅れ破壊破断寿命に及ぼす影響 板材試験片と薄肉中空材試験片とも板厚と肉厚が薄くなるに従って水素の拡散・凝集の差が生じるのであれば, 一本の試験片に肉厚の大小が混在するような状況を想定すると, そこでのき裂は肉

Fig. 11 SEM fractograph and schematic illustration of QC cracking process in the fracture surface of eccentric hollow specimen

厚の厚い部分に生成され、そこからき裂が進展して最終破断に至ることが期待される。偶然に作製された偏芯薄肉中空材試験片（最大肉厚：0.63mm，最小肉厚：0.45mm）を用い、200MPa で遅れ破壊実験に供し、1080 分後初期き裂が形成されたと推定される状態で遅れ破壊実験を中断し、次に真空炉を用いて 200℃ で 1 時間脱水素処理を施し、試験片内の拡散性水素をすべて除去した状態で強制破断を行った（ひずみ速度は約 $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ）。強制破断させた破断面の模式図と確認された QC き裂の SEM の写真を図 11 に示す。肉厚の厚い部分には初期安定き裂である QC き裂が複数個確認されたが、薄い部分には遅れ破壊過程進行時でのき裂の進展痕跡は認められず強制破断過程で形成された MVC と SL だけが確認された。

巨視的力学条件は同じでも肉厚が異なる場合、QC き裂が肉厚の厚い部分に形成されるという事実は、肉厚の厚い方に水素誘起型き裂が先に形成されることを意味している。肉厚の厚い部分には薄い部分に比べ、水素の凝集され易い状況、例えば、介在物などの微小欠陥周りに水素の拡散・凝集を助長する微視的な平面歪応力場が形成されているものと推測される。すなわち、肉厚の大小が遅れ破壊破断寿命の差をもたらす一つの力学的要因となっていると言えよう。

4. 結 論

本研究では、平滑板材試験片と平滑薄肉中空材試験片を用いて肉厚寸法の変化が応力誘起型き裂の生成・進展と遅れ破壊破断寿命に及ぼす影響について検討を加えた。得られた結果を以下に要約する。

- (1) 試験片の形状に拘らず平滑板材試験片と平滑薄肉中空材試験片の板厚と肉厚の寸法が薄くなるに連れて遅れ破壊破断寿命は長寿命化する傾向を持つ。
- (2) 板厚と肉厚が 0.3mm まで極めて薄肉化した試験片においても初期き裂は依然として内部き裂であり、そのき裂の生成箇所はそれぞれ試験片の肉厚寸法の減少とともに試験片の表面近傍から中央部に移動する。板厚と肉厚が 0.3mm まで極めて薄くなっても初期き裂の生成箇所が表面ではなくて内部であることは遅れ破壊におけるき裂生成に水素による内部圧力の形成が必要であることを示唆している。

- (3) 破面上に確認された QC き裂の数が肉厚寸法の増加とともに減少するのは厚肉材になるほどき裂先端の水素の拡散・凝集が顕著であり、内部に生成された単一のき裂が安定き裂から不安定き裂へ遷移し易い状況であることを示唆している。

- (4) 板材と中空材試験片両方とも板厚と肉厚が 0.3mm まで極めて薄くなっても公称破断応力 (σ_t) と複数のき裂が連結した最大限界き裂寸法の長さ (L_{QC}) との関係は Griffith の脆性破壊条件式で評価することが出来る。

- (5) 同一の力学条件下で同じ形状の試験片でも肉厚寸法によって破断寿命が異なるのは薄肉より厚肉のところに遅れ破壊寿命の差をもたらす一つの力学的要因が存在することを示している。

参考文献

- (1) 松山晋作, 遅れ破壊, 日刊工業新聞社, 1989
- (2) J.P.Hirth, Metall. Trans., 11A, (1980), 861.
- (3) K.kiuchi and R.B.McLellan, Acta Metall., 31, (1983), 961.
- (4) 遅れ破壊解明の新展開, (1977), 日本鉄鋼協会.
- (5) M. F. Stevens, I.M. Bernstein, Metall. Trans., 20A, (1989), 909.
- (6) S.I. Pyun, H.K. Lee, Metall. Trans., 21A, (1990), 2577.
- (7) A. Taha, P. Sofronis, Engineering Fracture Mechanics, Vol.68, (2001), 803.
- (8) C.P. Wu, L.W. Tsay, C. Chen, Mater. Sci. and Engin., A346, (2003), 302.
- (9) 水口俊直, 山田邦博, 国尾武, 機論, 56, A (1990), 114.
- (10) 坪井恭, 山田邦博, 機論, 60, A, (1994), 1157.
- (11) K. Tsuboi, H. Yatabe and K. Yamada, Mater. Sci. and Tech., 12, (1996), 400.
- (12) 木村勝彦, 山田邦博, 機論, 58, A, (1992), 78.
- (13) 中谷祐二郎, 山田邦博, 機論, 63, A, (1997), 1392.
- (14) 中谷祐二郎, 靱勝彦, 山田邦博, 機論, 64, A, (1998), 2561.
- (15) A. S. Tetelman and W. D. Robertson, Trans AIME, Vol. 224, (1962), 775.
- (16) 村上敬宜, 石田誠, 機論, 51A, (1985), 1050.
- (17) 村上敬宜, 児玉昭太郎, 小沼静代, 機論 54A, (1988), 688.