12Cr 鋼の遅れ破壊のき裂経路遷移に及ぼす応力変動の影響*

近 藤 良 之^{*1}, 久保田 祐信^{*2}, 永 末 知 広^{*3}Effect of Load Variation on the Transition of Crack Path
in Delayed Failure of 12Cr SteelYoshiyuki KONDO^{*4}, Masanobu KUBOTA and Tomohiro NAGASUE^{**} Department of Mechanical Engineering, Kyushu University,
744 Moto-oka, Nishi-ku, Fukuoka-shi, Fukuoka, 819-0395 Japan

The crack path of 12Cr martensitic stainless steel tempered at low temperature is intergranular in the case of delayed failure and transgranular in the case of corrosion fatigue. The effect of varying load on the transition of crack path in delayed failure was examined. Delayed failure test was done in pure water under triangularly varying load. The crack path was dependent on load frequency. Higher frequency resulted in transgranular crack and lower frequency resulted in intergranular crack. There was a threshold frequency below which intergranular crack could appear. An insertion of a few cycles of rapid loading into the low frequency loading which usually resulted in intergranular crack caused the transition into a transgranular crack.

Key Words: Delayed Failure, Intergranular Crack, Transgranular Crack, Crack Path, Hydrogen Embrittlement

1. 緒 言

腐食環境中で使用される金属材料の損傷形態は多岐にわたる。遅れ破壊は、環境中において静的な引張応力下で、時間が経過した後に割れを生じる現象である⁽¹⁾。とくに高強度鋼を使用する際に注意すべき破壊形態であり、その環境因子は金属に侵入した拡散性水素といわれている。破面形態は粒界破面、または擬へき開などの粒内破面になることが多い。一方、環境中で応力が比較的速い繰返し速度で変動する場合には腐食疲労が生じ、破面形態は粒内破面あるいは粒界が混在した粒内破面になることもある。

ここで、遅れ破壊の場合に粒界き裂、腐食疲労の場合に粒内き裂というように、き裂経路が明瞭に異なる材料に対して応力変動が加わったとき、き裂経路ならびにき裂進展速度がどのように変化するかは興味深い問題である。そのような材料の 1 例として 12Cr 鋼低温

焼戻し材を取上げて、遅れ破壊き裂進展挙動の遷移に及ぼす応力変動の影響を調べた。

2. 実験方法

2.1 供試材および試験片 供試材としてマルテンサイト系ステンレス鋼である 12Cr 鋼を取上げた。高強度鋼とするために 673K で焼戻した。材料の化学成分ならびに機械的性質を表 1, 2 に示す。強度を高くした本材料は純水中で遅れ破壊することが知られている⁽⁶⁾。⁽⁷⁾

Table 1 Chemical composition of test material (mass %)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
0.14	0.37	0.37	0.019	0.001	0.45	12.06	0.37

Table 2 Mechanical properties of test material

0.2% proof strength $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile strength σ_B (MPa)	Elongation ϕ (%)	Reduction of area δ (%)	HV
1116	1452	21.0	66.0	478

* 原稿受付 2008 年 3 月 19 日。

^{*1} 正員, フェロー, 九州大学大学院工学研究院(〒819-0395 福岡市西区元岡 744)。^{*2} 正員, 九州大学大学院工学研究院。^{*3} 九州大学大学院[現: アシックス(株)](〒650-8555 神戸市中央区港島中町 7-1-1)。

E-mail: ykondo@mech.kyushu-u.ac.jp

使用した試験片は図1に示すCT試験片である。き裂長さ測定は背面ひずみゲージによる除荷弾性コンプライアンス法⁶⁾によって行った。

2.2 試験方法 試験片に静荷重および繰返し荷重を与えるために、図2に概略図を示す試験装置を試作した。ハーモニックギア減速機付の5相ステップモータのパルス数、パルス速度、正逆回転をコンピュータで制御した回転運動を駆動源とし、これに繋がるねじでリニアスライダを直線動作させ、試験片に負荷する構造である。荷重は試験片に連結したロードセルで測定した。環境水用チャンバーは容量500mlで、環境水としては大気開放した非脱気純水を用いた。試験温度は室温である。

Fig.1 Test specimen (Dimensions are in mm)

Fig.2 Test equipment

3. 遅れ破壊および腐食疲労き裂進展試験結果

3.1 静荷重下の遅れ破壊き裂進展試験結果 静荷重下での遅れ破壊き裂進展試験結果を図3に示す。応力拡大係数 K に依存しない一定進展速度のプラトー領域が現れている。この場合の破面 SEM 写真を図4に示す。全面的に粒界破面である。

3.2 腐食疲労き裂進展試験結果 大気中および水中で応力比 $R=0$ の疲労き裂進展試験を行った結果を図5に示す。荷重波形はいずれの環境においても周期10sの三角波とした。水中では大気中に比べてき裂進展速度が約20倍加速した。破面写真を図6に示す。図(a)は大気中、図(b)は水中の結果であり、いずれも粒内破面であるが、水中での破面は擬へき開破面の様相を呈している。

Fig.3 Crack propagation rate of delayed failure under static load

Fig.4 Intergranular crack surface in delayed failure under static load

Fig. 5 Fatigue crack propagation rate in air and in water

Fig. 6 SEM observation on fatigue fracture surface

4. 負荷周期を変えたき裂進展試験結果

4.1 負荷周期の効果 水中で図 7 に示す三角波荷重波形の周期 t を 10s から 1800s まで広範囲に変えたき裂進展試験を行った。き裂進展速度を図 8 に示す。負荷周期が 160s 以下ではき裂進展速度が応力拡大係数範囲 ΔK 依存型の進展となるのに対し、周期が 340s 以上では K 値依存性のないプラトー状のき裂進展挙動を示した。

図 9 に ΔK が約 $30\text{MPa m}^{1/2}$ における 1 サイクルあたりのき裂進展速度を負荷周期に対して示す。図中のハッチングは、き裂進展速度のばらつきを示すもので、静荷重下のき裂進展速度については図 3、短周期変動負荷については図 8 の実験データが、平均値に対して factor of 2 (データ上限 2 倍, 下限 1/2 倍) のばらつきを有したことを考慮してばらつき範囲として示したもので、

Fig. 7 Triangular load pattern

Fig. 8 Crack propagation rate in different frequency test

Fig. 9 Effect of test frequency on crack propagation rate in water ($\Delta K=30\text{MPa m}^{1/2}$)

Fig.10 Transition of fracture surface morphology in different frequency test ($\Delta K \approx 30 \text{ MPa}^{1/2}$)

ほぼ 90%信頼区間に相当する。負荷周期が 160s 以下ではほぼ一定の進展速度であるが、340s と 600s の中間の周期で減速が見られた後、1800s の条件で再度加速する状況が見られる。

各負荷周期条件に対する破面 SEM 写真を図 10 に示す。負荷周期が 160s 以下の条件では粒界破面はほとんど認められず、340s、600s では粒内・粒界混合破面、1800s ではほぼ全面粒界破面であった。負荷周期の変化に対する粒界破面率の変化を図 11 に示す。粒界破面率は拡大率 100 倍の破面 SEM 写真 3 視野の画像について粒界面積を画像処理によって求め、視野面積で除して粒界破面率とした。

破面観察結果に基づいて、図 9 の中間周期領域での減速の理由は次のように推定される。負荷周期が短い条件では単独き裂として K 値依存性を有しながら粒内を進展する腐食疲労の特性が現れる。負荷周期が 340s、600s になると粒界き裂が混在して腐食疲労と遅れ破壊の両方が関与するようになるが、腐食疲労の観点から見れば粒界き裂は先端が分岐しており⁶⁾、単独き裂に比較してき裂の特異性が低減するために減速が生じる。一方、遅れ破壊の観点から見ると、破面の一部に粒内き裂が存在すると、粒内き裂は静荷重下では進展することができないために進展抵抗となり、遅れ破壊特性のき裂進展を減速させる。このように中間的負荷周期においては、腐食疲労単独でもなく遅れ破壊単独でもない状況となり、いずれと比較しても減速する領域が現れるものと考えられる。

図 9 の $t=1800\text{s}$ 、600s、340s の実験で求めた da/dN を、同図の一点鎖線で示す粒界破面が 100%の場合の速度

Fig.11 Ratio of intergranular facet

Fig.12 Relation between intergranular facet ratio and crack propagation rate

で除したき裂進展速度比と、粒界破面率の関係を図 12 に示す。わずかな粒内破面の混在により、100%粒界き裂の場合の速度から顕著に減速されるという状況が示されている。この様な粒界破面率の変遷により、図 9 の中間的周期領域でき裂進展の減速事象が見られたものと推定される。

4.2 負荷周期が変化する周期変動多重負荷試験

4.2.1 試験結果 次に図 13 中の小図に示すように、本

来粒界き裂となる長い周期の負荷（変動周期 $t=1800s$ ）の途中の $\Delta K=28.3MPa m^{1/2}$ の時点以降、粒内き裂が現れるような短い周期（変動周期 $t=10s$ ）を、 $n=1\sim 20$ 回挿入したものを 1 ブロックとして複数回繰返した場合に、破面形態ならびにき裂進展速度がどのように変化するかを調べた。この試験ではまず周期の長い（変動周期 $t=1800s$ ）負荷のみで粒界き裂を進展させ、その後所定の変動周期試験に切替えた。この試験において破面形

Fig.13 Transition of fracture surface appearance in frequency changing test ($n=1$ cycle)

Fig.14 Transition of fracture surface appearance in frequency changing test ($n=5$ cycle)

態が遷移する状況の典型例の破面 SEM 写真を $n=1$ と $n=5$ について図 13, 14 に示す。 $n=1$ の場合には短周期負荷の存在にかかわらず切替え後もほぼ全面粒界破面であるが、 $n=5$ の場合には最初の長周期負荷の領域では全面粒界破面であるが、変動周期パターンに切替えた以降は粒内破面に遷移した状況が示されている。

変動周期試験のき裂進展速度を図 15 に示す。長周期のみの○印と比較して、 $n=1$ の場合には差がないが、 $n=3$ 以上になると長周期のみの場合よりも加速が生じ、 K 値依存性も現れている。この挙動を破面の変化から考察する。試験したすべての荷重周期変動試験における荷重パターン切替え後の破面 SEM 写真を図 16 に示す。図(a)に示す $n=1$ の場合は、破面はほぼ全面粒界破面で、き裂経路を変える効果がないために粒界き裂進展する○印の場合と同じ速度になったものと考えられる。一方、図 15 で加速が見られた n が 3 以上の条件 (図 16(b) ~ (e)) では、 n の増加とともに粒内破面が増加し、 $n=5$ ではほとんど全面が粒内破面となり、腐食疲労の様相が卓越して現れている。このためにき裂進展速度も粒界き裂が卓越する長周期のみの場合とは異なった挙動を示している。

4.2.2 き裂進展速度予測 上記のように粒界粒内混在の場合のき裂進展速度の予測は、単純な線形累積によって行うことは原理的には不可能であるが、試みに成立性を検討してみた。粒界き裂の進展速度と、粒

内き裂の裂進展速度に短周期変動回数 n を乗じたものを加算する線形累積則によって求めた 1 ブロックのき裂進展量の予測と、実験結果の比較の 1 例を、 $n=20$ について図 17 に示す。また、短周期変動回数 n の影響についての予測結果と実験結果の比較を図 18 に示す。図中のハッチングは factor of 2 の進展速度のばらつき範囲を示したものである。いずれも予測値は実験結果より高

Fig.15 Crack propagation rate in frequency changing test

Fig.16 Transition of crack surface morphology in frequency changing test ($\Delta K=35\text{MPa}\sqrt{\text{m}}^{1/2}$)

Fig. 17 Prediction for frequency changing pattern on the basis of linear accumulation law

Fig. 18 Effect of n on the crack propagation rate and its prediction by linear accumulation law ($\Delta K=35\text{MPa m}^{1/2}$)

めの結果を与えており、安全側の予測になっている。 n が大きく粒内き裂として進展するき裂に対して、長周期負荷部分の寄与として粒界き裂進展速度を加算するのは、進展機構を反映していないので線形累積則の精度は良くない。

き裂経路の粒界から粒内への遷移に対する支配因子は本研究のみでは判断できないが、 $n=3$ で遷移が生じたことと図 18 を勘案すると、 $n=3$ は 1 ブロック内の粒内腐食疲労き裂進展量が粒界き裂進展量を上回った条件にほぼ対応しており、これが条件になっていることが示唆されている。

5. 結 言

き裂進展経路が遅れ破壊の場合に粒界であり、腐食疲労の場合には粒内となる高強度材料として 12Cr 鋼の 673K 低温焼戻し材をとりあげ、非脱気純水中での遅れ破壊のき裂進展破面形態ならびにき裂進展速度の遷移に及ぼす応力変動の影響を調べた。得られた結論は以下のとおりである。

- (1) 供試材料は静荷重下では粒界き裂破面を呈し、腐食疲労では粒内き裂破面を呈した。この材料と環境条件の組み合わせにおいて、三角波状に変化する荷重を与えたところ、負荷周期が短い場合は粒内き裂であったが、負荷周期が長くなると粒界き裂に遷移する事象が認められ、負荷周波数の変化によりき裂経路と破面形態が遷移することが確認された。
- (2) 本来は粒界き裂が現れる長周期負荷の途中に、

粒内き裂が現れるような短周期の変動荷重を挿入したブロックを複数回繰返すパターンにおいて、3 回という少数回の短周期負荷を挿入するだけで、き裂経路が粒内に遷移する事象が認められた。

- (3) 同一材料と環境の組み合わせにおいても負荷周期や負荷パターンによって卓越して出現するき裂経路が変化するので、き裂進展速度予測にあたってはこのことを考慮する必要がある。

文 献

- (1) N.Otani, Kinzoku-no-sosei-to-hannou., Sangyotosho, (1979).
- (2) S.Matsuyama, Okurehakai, Nikkankogyo-shinbun-sha, (1989).
- (3) Zairyoukankyogaku-nyumon, Maruzen, (1993).
- (4) Y.Fukai, et al., Suiso-to-kinzoku, Uchida-rokakuho, (2002).
- (5) P.Gangloff and R.P.wei, *Metallurgical Transactions*, **8A** (1977), p.1043.
- (6) Y.Kondo, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol.59, No.560 (1993), pp.916-921.
- (7) Y.Kondo, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol.60, No.570 (1994), pp.337-343.
- (8) M. Kikukawa, et al., *Journal of Materials Science, Japan*, Vol.25 (1976), pp. 899-903.