Fe-3.2wt.%Si 合金単結晶の傾斜疲労き裂先端における
繰返し変形におよぼす水素の影響の TEM 解析*高橋可昌^{*1}, 坂本 惇司^{*2}, 田中 將己^{*3}
東田 賢二^{*4}, 野口 博司^{*5}TEM Analysis on the Effect of Hydrogen on Cyclic Deformation
around an Oblique Fatigue Crack Tip
in Single-Crystalline Fe-3.2wt.%Si AlloyYoshimasa TAKAHASHI^{*6}, Junji SAKAMOTO, Masaki TANAKA,
Kenji HIGASHIDA and Hiroshi NOGUCHI^{*6} National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST),
744 Motoooka, Nishi-ku, Fukuoka-shi, Fukuoka, 819-0395 Japan

The effect of hydrogen on local cyclic behavior around an oblique fatigue crack tip in single-crystalline Fe-3.2wt.%Si alloy is precisely investigated by using cross-sectional transmission electron microscopy (TEM). The observation successfully reveals that the crack propagation is strongly correlated to the formation of dislocation cell structure in an inert atmosphere, whereas no cell structure is formed around the crack tip in a hydrogen atmosphere.

Key Words: Fatigue, Crack Propagation, Hydrogen, TEM, Dislocation Cell Structures, Iron-Silicon Alloy, Single Crystal

1. 結 言

水素ガス雰囲気中における金属材料の疲労き裂進展速度の増加は、いわゆる水素脆化現象の 1 つとして知られている。筆者らは、これまでにモード I 型巨視き裂先端の繰返しすべり挙動におよぼす水素ガスの影響について、透過型電子顕微鏡(transmission electron microscope; TEM)を用いた詳細観察を行った。その結果、水素がき裂先端における交互すべりの分布を局所化させることを明らかにした⁽¹⁾。一方、最大せん断応力とすべり面の影響を受け、巨視的に傾斜進展する混合モード型の疲労き裂については、微視的進展機構を支配する材料因子について不明な点が元々多いこともあり、水素ガスの影響を検討した例は報告されていない。筆者らは、既報⁽²⁾において、不活性ガス(ヘリウム)

雰囲気中で Fe-3.2wt.%Si 単結晶に導入した傾斜疲労き裂先端近傍を詳細に TEM 観察し、き裂進展が転位セル組織と密接に関係することを明らかにした。

本研究では、水素ガス中において進展させた傾斜疲労き裂を対象として、き裂先端の繰返しすべり挙動におよぼす水素ガスの影響について TEM 観察による詳細検討を行う。

Fig. 1 Geometry and crystallographic orientation of specimen⁽²⁾

* 原稿受付 2010 年 1 月 27 日.

^{*1} 正員, (独)産業技術総合研究所(〒819-0395 福岡市西区元岡 744).^{*2} 准員, 九州大学大学院工学研究院(〒819-0395 福岡市西区元岡 744).^{*3} 九州大学大学院工学研究院.^{*4} 正員, 九州大学大学院工学研究院.^{*5} 正員, フェロー, 九州大学大学院工学研究院.

E-mail: yoshim.takahashi@aist.go.jp

Fig. 2 Cross-sectional TEM image of near tip region ($da/dN \approx 0.04 \mu\text{m}/\text{cycle}$, $\Delta K \approx 16 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, in helium, 0.58 MPa)⁽²⁾

2. 試験片および試験方法

図1に、試験片の形状、寸法および結晶方位を示す。供試材(Fe-3.2wt.%Si 単結晶)から短冊型の試験片を採取し、中央に貫通切欠きを導入した。疲労き裂進展試験は、純度 99.999%の水素ガス雰囲気中で行い、圧力および温度を 0.58 MPa (ゲージ圧)および室温とした。試験には最大応力 280 MPa 、応力比 0.05 、周波数 1 Hz の正弦波応力を用いた。き裂先端近傍の繰返しすべり挙動を既報のものと比較検討するために、既報とほぼ同じき裂進展速度($da/dN \approx 0.04 \mu\text{m}/\text{cycle}$, $\Delta K \approx 13 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$)でき裂進展を中断した試験片を作製した。ただし、 a および N は、それぞれ切欠き底から進展方向へ測ったき裂長さおよびサイクル数である。試験後に板厚中心付近からき裂先端断面を含む TEM 試料を作製した。TEM 観察には、九州大学超高压電子顕微鏡室の JEM-1300NEF(加速電圧: 1250 kV)を使用した。

3. 試験結果および考察

図2に、ヘリウムガス中で進展させたき裂先端近傍の

断面TEM像を示す⁽²⁾。き裂は微視的には $[001]$ 方向(負荷軸に垂直な方向)から約 50° 傾斜して進展している。き裂の下側および前方には、主すべり方向($[\bar{1}11]$)に沿って伸長したセルが密集した領域(セル領域)が見られる。セル領域の転位密度は高く、周囲の母材に比べて硬くなっていると考えられる。き裂は、その前方にセル領域を形成しながら、セル領域と母材の境界付近を進展している。一方、母材中には、他の転位構造(ペイン、ラビリンス等)が見られる。これらの構造の詳細については既報⁽²⁾を参照されたい。

図3に、水素ガス中で進展させたき裂先端近傍の断面TEM像を示す。き裂は微視的には $[001]$ 方向から約 30° 傾斜して進展している。ヘリウム中では見られたセル構造は水素中では見られない。き裂から離れた母材中にはヘリウム中と同様にペイン、ラビリンス等の転位壁構造が認められる。一方、き裂の近傍では、母材中の転位構造が不明瞭になっている。これは、き裂進展に伴いき裂先端から $[\bar{1}11]/[\bar{1}11]$ すべり方向へ射出された転位により母材中の転位構造が変化を受けたこ

Fig. 3 Cross-sectional TEM image of near tip region ($da/dN \approx 0.04 \mu\text{m}/\text{cycle}$, $\Delta K \approx 13 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}^{1/2}$, in hydrogen, 0.58 MPa)

とを示すと考えられる。これより、き裂はモードI型き裂と同様に交互すべりにより進展したと推察される⁽¹⁾。

以上より、ヘリウム中と水素中では、き裂進展に対するセル構造の関与の有無が大きな相違点であることが明らかになった。 da/dN はヘリウム中と水素中で等しいが、 ΔK は水素中の方がヘリウム中に比べて低い。すなわち、セル構造の関与が無い水素中の方が、き裂進展抵抗が低く危険なモードであることがわかる。セル構造の形成には交差すべりが強く関与することが知られている。一方、水素ガス環境中における転位のその場観察により、水素が交差すべりを起こしにくくすることが報告されている⁽³⁾。本結果は、水素ガスがき裂先端における転位の活動(交差すべり)に作用し、その結果、き裂進展を支配する微視的機構を大きく変化させることを示唆している。

4. おわりに

斜疲労き裂先端の繰返しすべり挙動におよぼす水素ガスの影響について、Fe-3.2wt.%Si 合金の単結晶を用いた検討を行った。不活性ガス(ヘリウム)中および水素ガス中で導入したき裂先端断面の TEM 観察を実施

した。その結果、ヘリウム中ではき裂進展にセル構造が強く関与するのに対し、水素中ではき裂進展にセル構造が関与しないことが明らかになった。

謝 辞

本研究は NEDO 技術開発機構の水素材料先端科学基礎研究事業の一環として行った。TEM 観察では九州大学超高压電子顕微鏡室の大尾岳史氏の御協力を得た。

文 献

- (1) Takahashi, Y., Tanaka, M., Higashida, K., Yamaguchi, K., Noguchi, H., Effect of Gaseous Hydrogen on Cyclic Slip Behavior Around a Fatigue Crack Tip in Fe-3.2wt.%Si Single-Crystalline Alloy, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 75, No. 756, (2009), pp.1082-1089.
- (2) Takahashi, Y., Sakamoto, J., Tanaka, M., Higashida, K., Noguchi, H., TEM Observation of Cyclic Deformation around an Oblique Fatigue Crack Tip in Single-Crystalline Fe-3.2wt.%Si Alloy, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 76, No. 762, (2010), pp.251-253.
- (3) Ferreira, P.J., Robertson, I.M., Birnbaum, H.K., Hydrogen Effects on the Character of Dislocations in High-Purity Aluminum, *Acta Materialia*, Vol. 47, No. 10, (1999), pp. 2991-2998.