低合金鋼 SCM440H の長周期変動応力下の水素誘起き裂進展加速に 及ぼす水素濃度, 板厚, 周波数および温度の影響*

近 藤 良 之^{*1}, 久保田 祐信^{*2}, 溝部 浩志郎^{*3}

Effects of Hydrogen Concentration, Specimen Thickness, Loading Frequency and Temperature on the Hydrogen Enhanced Crack Propagation of Low Alloy Steel

Yoshiyuki KONDO^{*4}, Masanobu KUBOTA and Koshiro MIZOBE

^{*4} Department of Mechanical Engineering, Kyushu University,
744 Moto-oka, Nishi-ku, Fukuoka-shi, Fukuoka, 819-0395 Japan

Crack propagation of SCM440H low alloy steel under varying load is enhanced by absorbed hydrogen. Substantial acceleration of crack propagation rate up to 1 000 times was observed compared with that of uncharged material. The role of factors affecting enhanced acceleration was investigated by changing hydrogen concentration absorbed in metal, specimen thickness, loading frequency and temperature. Results are as follows, (1) 0.2 mass ppm diffusible hydrogen in metal was enough to cause enhanced acceleration. The predominant fracture mode showing acceleration was quasi cleavage. (2) In the case of specimen as thin as 0.8 mm, the constraint of the crack was weak, and the enhanced crack propagation did not appear. However, the introduction of side-groove to 0.8 mm thick specimen resulted in enhanced acceleration. (3) The crack propagation rate in time domain was almost constant irrespective of loading frequency. Lower loading frequency resulted in higher crack propagation rate in cycle domain. (4) The crack propagation at different temperature was controlled by thermal activation process. The crack propagation rate in time domain is controlled by the diffusion of hydrogen. Enough concentration of hydrogen, enough constraint and low loading frequency resulted in enhanced acceleration of crack propagation.

Key Words: Fatigue, Crack Propagation, Hydrogen, Hydrogen Embrittlement, Low Alloy Steel

1. 結 言

材料中に侵入した水素の影響によって低合金鋼の疲労き裂進展速度は, き裂進展下限界値から高い速度にいたるすべてのき裂進展領域において加速される⁽¹⁻⁵⁾. 前報^(4,5)では低合金鋼 SCM440H について, 比較的高いき裂進展速度領域で, 長周期変動応力下のき裂進展挙動を調べた. その結果, 引張強さが 1000MPa 程度の材料中に水素が侵入した場合, ある K 値を境に水素がない場合に比べて 1000 倍にも及ぶき裂進展の加速が生じる条件があること, および破面形態は擬へき開が主要モードとなることを報告した. また, この現象に及ぼす応力比, 応力繰返し周期, 応力保持時間, 材料の強度レベルの影響等について調べた. 応力繰返し周期が長い場合には時間依存型き裂進展が関与し, き裂進

展速度が顕著に加速される進展挙動を示した. このようなき裂進展の加速は実機の安全運用にとって非常に重要である. 山口ら⁽⁶⁾は水素脆化環境下での低合金鋼のき裂進展に及ぼす応力周波数と水素量の影響について有用な結果を報告している. その目的は腐食環境中の挙動であり, 電解質溶液中で実験がなされている. 本報では, 腐食作用のない環境でのき裂進展に及ぼす材料中水素の影響を調べることを目的とし, 急激なき裂進展の加速を引起す要因を幅広く検討するため, 材料中の水素濃度を種々に変えた試験, 試験片板厚の変更やサイドグループの付与により拘束状態を変えた試験, 応力繰返し速度を 10Hz から 1 周期 1800s まで広範囲に変えた試験, および温度を 333K から 238K までの間で変えた試験を行い, き裂進展の加速に関与する種々の要因について総合的に検討した結果を報告する.

2. 実験方法

2.1 供試材および試験片 供試材として低合金鋼 SCM440H を使用した. 表 1 に化学成分を示す. 材料の熱処理は, 焼入れ温度を 1143K とし, 焼戻し温度

* 原稿受付 2010 年 3 月 29 日.

^{*1} 正員, フェロー, 九州大学大学院工学研究院, (独)産業技術総合研究所 (〒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, (独)産業技術総合研究所.

^{*3} 学生員, 九州大学工学部 (〒819-0395 福岡市西区元岡 744).

E-mail: kondo.yoshiyuki.804@m.kyushu-u.ac.jp

を 803K とした。表 2 に供試材の機械的性質とビッカース硬さを示す。

試験片形状を図 1 に示す。試験片は機械加工により深さ 2mm、角度 60°、先端半径 0.005mm の切欠きを付した切欠き試験片である。3 章と 5 章では図 1(a) のサイドグループなしの試験片を用い、4 章で拘束の影響

Table 1 Chemical composition of SCM440H (mass%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu
0.42	0.22	0.80	0.017	0.02	0.03	1.04	0.16	0.02

Table 2 Mechanical properties of SCM440H

Tempering Temp. (K)	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_B (MPa)	δ (%)	ϕ (%)	HV1
803	1046	1151	17	63	368

Fig. 1 Test specimen (dimensions are in mm)

Fig. 2 Test machine

Fig. 3 Continuous hydrogen charge method

響を調べる際には図 1(b)のサイドグループを有する試験片を用いた。これらの試験片を用いてまず最大応力が試験時の 50%以下の繰返し応力によって切欠き底から深さ 0.15mm の 2 次元疲労き裂を導入した予き裂試験片を作製した。硬さの変化を避けるために予き裂導入後の熱処理は行っていない。

2.2 試験装置 任意波形のプログラム負荷試験を行うために、図 2 に示す面内曲げ試験機を試作した。試験片に連結したレバーの先端に上下動変位を与え、試験片に繰返し均一曲げモーメントを与える形式である。繰返し上下動変位の駆動源として 2 種類の方法を採用した。長周期（周期 1800s）の三角波応力波形の試験の場合は、コンピュータ制御のステップモータによってねじ構造を利用した直線運動変換機構付きのスライダを上下動させて繰返し変位を発生させた。また、周波数効果を調べる正弦波応力波形の試験の場合には、スライダに取付けたギヤ式減速機付モータをインバータ制御で回転速度を制御し、モータ軸に取付けた偏芯カムを回転させることによって正弦波状の繰返し上下動変位を発生させた。

試験片に負荷されるモーメントは、試験片の公称部の弾性ひずみをひずみゲージにより測定することによって求めた。き裂長さ計測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⁽⁷⁾によって行った。

2.3 連続水素チャージ法 低合金鋼では材料中の水素の拡散速度が大きいために⁽⁸⁾、あらかじめ水素侵入させた材料を室温大気中に放置すると、短時間のうちに大半の水素が放散して水素濃度が低下してしまう。長時間にわたって水素が存在する条件下で試験を行うために、図 3 に示すようにき裂を電解質溶液に接触させないようにしつつ、かつ連続的に陰極により水素チャージする方法を用いた⁽⁴⁾。き裂部分をゴム系接着剤でシールしてき裂を電解質溶液に触れないよう

にして、希硫酸溶液を入れたポリプロピレン製容器に入れる。この容器内で白金板を陽極、試験片を陰極として疲労試験中にも連続的に陰分極を行い、水素供給源とする。水素は試験片中を濃度拡散し、き裂部に到達する。陰分極箇所とき裂の間の距離はシールの軸方向範囲 x を調整することにより任意に変更できる。陰分極の条件は、溶液を pH=2 の希硫酸水溶液とし、電流は 0.12A、電流密度は 174A/m^2 とした。なお、疲労試験前にも予め 173ks(48h)水素チャージした後、連続チャージ下の疲労試験に移行した。

3. き裂進展加速に及ぼす水素濃度の影響

き裂進展の加速現象には材料中に存在する水素の濃度が影響すると推察されるので、まず水素濃度の影響について調べた。材料中の水素濃度の制御は、図 3 に示すシール領域の軸方向範囲 x を変化させることによって行った。すなわち、陰分極される箇所から距離に応じて水素濃度分布が発生するので、シール距離を変えることによりき裂部分の水素濃度を変えることができる。本研究ではシール範囲の寸法 x を 1, 7, 10, 15, 20mm の 5 種類に変えた試験を行った。なお、最小を 1mm としたのは、実験的に施工できる最短の長さが 1mm であったことによる。試験片は図 1(a)の試験片で、板厚 $B=8\text{mm}$ のものを使用した。

応力波形は周期 1800s の三角波で、応力比 $R=0$ とした。き裂進展試験結果を図 4 に示す。白丸印が未チャージ材の結果である。◆印で示すシール範囲が 20mm の場合には水素の影響はまったく見られない。シール範囲を 15mm とした場合には未チャージ材に比べて 2

倍以上程度 of 軽微な加速が認められる。一方、シール範囲を 10mm 以下にすると著しい加速が発生した。

加速状態でき裂進展速度にプラトー領域が現れる代表的な K 値条件として、 $K_{\max}=70\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ におけるき裂進展速度をシール範囲の寸法 x に対してプロットしたものを図 5 に示す。陰分極箇所とき裂の距離が 10mm 以内では同様の加速が生じ、10mm を超えると急激に加速現象が消失することが示されている。試験終了後にき裂を含んで厚さ 2mm の薄片を試験片軸直角方向に切出し、昇温脱離分析装置により拡散性水素⁽⁸⁾の濃度を測定した。拡散性水素の濃度と $K_{\max}=70\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ におけるき裂進展速度の関係を図 6 に示す。なお、水素チャージを行わない素材の拡散性水素濃度は 0.016 mass ppm である。著しい加速が生じる現象の発生に対して水素濃度に閾値が存在することが示されており、拡散性水素濃度が 0.2 mass ppm 以上になると著しい加速状態が現れ、0.1mass ppm 未満では現れないことが明らかになった。

板厚中央部における破面の SEM 観察写真を図 7 に示す。図 7(a)のシール長さ 1mm で加速が生じた場合に

Fig.4 Effect of seal length on crack propagation rate

Fig.5 Relation between seal length and crack propagation rate at $K_{\max}=70\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$

Fig.6 Effect of hydrogen concentration on crack propagation rate at $K_{\max}=70\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$

は破面は擬へき開破面であるが, 図 7(b)に示すシール長さが 15mm でき裂進展の加速が生じなかった場合には破面はストライエーション状の粒内破面となっており, き裂の加速は擬へき開破面の出現と対応していることが示されている。

Fig.7 Fracture surface ($K_{\max}=70\text{MPa m}^{1/2}$)

4. き裂進展加速に及ぼす拘束の影響

これまでの研究で, 著しいき裂進展の加速が生じる場合のき裂破面は擬へき開であることが示された. 一般的に擬へき開が生じるためには 3 軸応力場が必要なため⁽⁹⁾, き裂に対する拘束が影響することが推察される. そこで以下では試験片板厚の効果を調べるとともに, サイドグループを付与することにより, 拘束の影響について調べた.

まず, 図 1(a)の平滑試験片で試験片板厚 B を 8, 2, 0.8mm の 3 種類に変えた試験を行った. 応力波形は周期 1800s の三角波で, 応力比 $R=0$ とした. 図 3 のシール部の長さ x は急激な加速が生じる 7mm とした. き裂進展試験結果を図 8 に示す. 一般的に未チャージ材の場合にも若干の板厚効果は存在するが⁽¹⁰⁾, 水素チャージ材の場合ほど顕著ではないので, ここでは未チャージ材の結果として板厚 8mm のものと比較した. K 値が

低い領域では試験片板厚にかかわらず K 値に依存した加速が生じるが, K 値が高い領域ではとプラトー状となる傾向を示した. プラトー部のき裂進展速度は試験片板厚に依存しており, 板厚が 2mm 以上の場合は 10~100 倍の著しい加速を示すが, 板厚が 0.8mm と薄い場合は加速程度が小さい. 試験片板厚と一方向塑性域寸法の比は $K_{\max}=70\text{MPa m}^{1/2}$ において板厚 8mm の場合 16 倍, 2mm の場合 4.2 倍, 0.8mm の場合 1.7 倍であり, 板厚が小さく十分な拘束状態にない場合には後に

Fig.8 Effect of specimen thickness on crack propagation rate

Fig.9 Effect of side groove on crack propagation behavior

破面を示すように擬へき開が実現せず、著しい加速状態には至らないものと考えられる。

つぎに、薄い試験片に対する比較として、図 1(b)に示したサイドグループを付与して拘束を高めた試験を実施した。サイドグループ底板厚 B_N はサイドグループ無しの試験片と一致させて 0.8mm と 2mm の 2 種とした。K 値を求める際に使用する試験片等価板厚 Be は全体板厚を B として $Be=(B \times B_N)^{1/2}$ として求めた⁽¹¹⁾。き裂進展試験結果を図 9 に示す。サイドグループ付与によって正味板厚 0.8mm の試験片においても、板厚 8mm の試験片の値にまでは到達しないが、相当大きな加速が生じるようになった。正味板厚 0.8mm の試験片について、サイドグループの有無による破面の差を図 10 に示す。薄板でもサイドグループを付与した場合には、図 10(a)に示すように擬へき開破面が出現し、き裂進展にも著しい加速が生じる。一方、サイドグループ無しの薄板試験片では、図 10(b)に示すように粒内疲労破面であった。このように薄板で拘束が不十分な場合には擬へき開機構が作動せず、水素によるき裂の加速は見られない。以上より、急激な加速が生じるためには十分な拘束状態にあることが必要条件であることが示された。

Fig.10 Observation of fracture surface
(Net thickness=0.8mm, $K_{max}=70\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)

5. き裂進展加速に及ぼす応力周波数の影響

5.1 周波数効果の実験結果

水素侵入した材料の疲労き裂進展速度には応力の周波数効果が存在し、繰返し速度が小さいほど 1 サイクルごとのき裂進展速度が大きくなることが報告されている^{(4),(6),(12),(13)}。本報ではこれまでの報告よりさらに広い範囲で周波数効果について調べた。使用した試験片は図 1(a)で、試験片板厚 $B=8\text{mm}$ のものを用いた。応力波形は正弦波で、応力比 $R=0$ とした。図 3 のシール部の長さ x は 7mm とした。周波数の高い条件としては繰返し速度を 10Hz とし、周波数の低い条件として応力周期を 1.5s, 10s, 60s, 1800s の合計 5 条件とし、さらに図 11 に示す応力保持を伴う波形で保持時間を 1800s とした条件についても実施した。

試験結果を図 12 に示す。水素の存在により全般的に○印で示す未チャージ材に比べて加速が見られる。K 値が低い領域では応力の繰返し周期の影響は見られない。一方、K 値が高い領域では応力の繰返し周期に顕

Fig.11 Stress pattern with stress hold

Fig.12 Effect of loading frequency on crack propagation rate

著に影響されるとともに, $K_{\max}$ 値に依存しないプラト
ー状態になってき裂進展速度が飽和する傾向が見られた。
他の報告^{(12),(13)}では繰返し周期が 10^2 s オーダーの条件
では疲労き裂進展に対する水素による加速効果は 30
倍程度の加速で飽和すると報告されており, 本報の結果
も同様の傾向を示した。しかし, 本研究で繰返し周期
をさらに 1800s まで長くすると, 加速倍率は飽和す
ることなく増大を続け, 未チャージ材に比べて 100 倍
を超えた。応力保持を伴う波形の場合は, 加速倍率は
1000 倍にも及んだ。この種の急激な加速は時間依存型

のき裂進展が関与した結果であり⁽⁴⁾, 応力周期がさら
に長くなれば 1 サイクルのき裂進展量はさらに増加し
続けるものと推定される。

図 12 で高い K 値領域でき裂進展速度が飽和傾向を
示す原因について以下に検討する。図 12 の 1 サイクル
あたりのき裂進展速度には機械的疲労の成分も含ま
れているので, 水素による加速成分のみを検討するた
めに, 線形加算則を仮定して未チャージ材のき裂進展
速度を差引いた 1 サイクルあたりの水素によるき裂進
展の加速分 ($da/dN_{\text{Charge}} - da/dN_{\text{Uncharge}}$) を図 13 に示す。
この整理では応力周期の影響が存在する。

そこで, 1 サイクルあたりのき裂進展の加速分を応

Fig.13 Increment of crack propagation rate in one cycle
($da/dN_{\text{Charge}} - da/dN_{\text{Uncharge}}$)

Fig.14 Hydrogen enhanced crack propagation rate
in time domain ($(da/dN_{\text{Charge}} - da/dN_{\text{Uncharge}})/t$)

(a) Frequency = 10Hz

(b) Period $t = 1800$ s

(c) Stress hold time $t_H = 1800$ s $10\mu\text{m}$

Fig.15 Effect of frequency on fracture surface
morphology ($K_{\max} = 50\text{MPa m}^{1/2}$)

力 1 周期の時間 t で除して、単位時間あたりのき裂進展速度の加速成分 da/dt を式(1)で求め、その結果を図 14 に示す。

$$da/dt = (da/dN_{\text{Charge}} - da/dN_{\text{Uncharge}}) / t \quad (1)$$

このように整理すれば、単位時間あたりのき裂進展の加速成分は試験条件ごとに K 値に依存する領域と、 K 値に依存しないプラトー領域で構成される。プラトー領域の速度は条件ごとに若干の差異が存在するが、1 周期が 0.1s から 1800s の 4 桁にわたる広範囲の条件に対して応力保持波形の場合をも含めて、最大で 1×10^{-7} m/s の比較的狭い範囲に収まるという興味深い結果が得られた。この原因は下記のように推定される。低 K 値領域で単位時間あたりのき裂進展速度が小さい場合には水素の供給は十分であり、図 12 に示されるように K 値の繰返し 1 サイクルを単位とした繰返し数依存形のき裂進展挙動となる。このため図 14 の整理では K 値の低い領域では繰返し周期条件ごとに異なった線図となる。一方、高 K 値領域では高い速度で進展するき裂先端への水素供給が不十分となり、水素の単位時間あたりのき裂先端への拡散が律速過程となる。その結果としてき裂進展速度が飽和した可能性⁽⁶⁾が示唆されており、次項で検討する。

破面形態に及ぼす周波数の影響を図 15 に示す。周波数が 10Hz と高い場合は図 15(a)のようにストライエーション状の粒内疲労破面であるが、繰返し周期が長くなると図 15(b), 図 15(c)のように粒界が一部混在した擬へき開破面となり、擬へき開破面の出現がき裂進展の加速を引起こしたことが明らかである。

5.2 水素の拡散とき裂進展速度の温度依存性

水素によって加速される単位時間あたりのき裂進展速度が飽和挙動を示す原因としては、き裂先端への水素の供給が追いつかなくなることによるものと推定される。しかし、濃度拡散ならびに応力勾配に起因する拡散によるき裂先端局所の水素濃度の定量評価ならびに、局所水素濃度と破壊の関係を定量的に評価するには現状では知見が不足している。そこで、本報では水素の拡散が律速過程であるとの仮説を検証する一方法として、温度を変えたき裂進展試験を実施することとした。これは、破壊現象の温度依存性と水素の拡散係数の温度依存性を比較することにより、水素の拡散が律速過程になっていることを間接的に特定するという考え方である⁽¹⁴⁾。

試験温度として 238K, 263K, 283K, 293K, 313K, 333K の 6 種類についてき裂進展試験を行った。試験片にはあらかじめ 293K で 86Ks の水素チャージを行った。その後、283K 以上の条件の場合は恒温槽で所定温度に調

整した電解液を陰分極チャンバーに循環させて試験片の温度調整を行いながら、同時に連続陰分極してき裂進展試験を行った。263K 以下の条件の場合は、電解液が凍るために連続陰分極は実施できないので、ドライアイスで温度調整したエチルアルコールを循環して温度調整のみを行ってき裂進展試験を行った。試験片温度は熱電対を試験片に直接スポット溶接して測定した試験片実体の温度である。試験片は図 1(a)で、板厚 $B=8\text{mm}$ 、シール距離 x は 7mm とした。応力条件は正弦波応力で、周期 10s、応力比は $R=0$ とした。なお、試験終了後に材料中の拡散性水素濃度を測定した結果、0.16~0.5 mass ppm であり、水素の存在下で試験が来ている。き裂進展試験結果を図 16 に示す。一般的に未チャージ材の中程度のき裂進展速度領域においては、温度⁽¹⁵⁾や繰返し速度の影響は大きくないので、ここでは未チャージ材の結果として室温、繰返し速度 10Hz

Fig.16 Effect of temperature on crack propagation rate

Fig.17 Temperature dependency of crack propagation rate per cycle da/dN

のものと比較した。K 値が高い領域におけるき裂進展速度には顕著な温度依存性が見られ、温度が 263K(-10℃)以上ではき裂進展の加速が見られる。一方、238K(-35℃)まで下げると▲印のように未チャージ材の結果と一致し、水素によるき裂進展加速は生じなくなるが示された。

き裂進展速度の加速倍率の温度依存性は K 値レベルによって異なるが、試みに $K_{\max}=40\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ で(1)式で求められる 1 サイクルあたりのき裂進展速度 da/dt を絶対温度の逆数に対して表示したものを図 17 に示す。き裂進展速度の温度依存の原因が熱活性過程であると仮定して⁽¹⁴⁾Arrhenius の式(2) を当てはめると、活性化エネルギーとして $Q_1=18\text{kJ/mol}\cdot\text{K}$ が得られた。

$$da/dt \propto \exp(-Q_1/RT) \quad (2)$$

Fig.18 Temperature dependency of the increment of crack propagation rate in time domain $(da/dN_{\text{Charge}} - da/dN_{\text{Uncharge}}) / t$

Fig.19 Temperature dependency of crack propagation rate in time domain $(da/dN_{\text{Charge}} - da/dN_{\text{Uncharge}}) / t$

ここで、 R : ガス定数、 T : 絶対温度である。Telseren ら⁽¹⁶⁾は低炭素鋼の 3.5%NaCl 水中の腐食疲労き裂進展に対する活性化エネルギーとして $16.8\text{kJ/mol}\cdot\text{K}$ を報告しており、本報の結果はこれに極めて近い。

しかしここで、図 16 のデータは 1 サイクル中のき裂進展速度そのものであり、機械的疲労によるき裂進展の寄与も含んでいる。そこで、水素による加速分のみを抽出して以下に検討を行う。図 16 のデータに基づいて式(1)によって求めた単位時間あたりのき裂進展速度の加速成分を図 18 に示す。なお、238K については水素の影響がほとんど認められず、 da/dt が誤差範囲内の小さな値となったため、プロットしていない。この試験におけるプラト一部 $K_{\max}=40\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ での単位時間あたりき裂進展速度 da/dt の温度依存性を図 19 に示す。若干のばらつきがあるが、熱活性過程を仮定して Arrhenius の式(2) に当てはめると、単位時間あたりの水素によるき裂進展速度の加速成分に対する活性化エネルギー Q_2 として $32\text{kJ/mol}\cdot\text{K}$ が得られた。

上記で得たき裂進展速度の活性化エネルギーと水素の拡散の活性化エネルギーの比較を以下に行う。BCC 金属中の水素の拡散について Nakai ら⁽¹⁷⁾は 0.001%C の電解鉄の結果を報告している。それによれば、焼鈍状態では水素拡散の活性化エネルギーは $Q=7.4\text{kJ/mol}\cdot\text{K}$ であるが、鋼中の格子欠陥や析出物、粒界などの欠陥のトラップ効果が存在する条件では増大するため、10%程度以上の塑性変形を与えた材料では $33\text{kJ/mol}\cdot\text{K}$ に上昇することを報告している。この値は上記の Q_2 と極めて近い値である。本報の供試材は焼戻しマルテンサイト組織で多くの析出物や境界を有する組織であるとともに、き裂先端の塑性変形した領域を通過して応力勾配に駆動されて水素がき裂先端へ拡散する必要があるため、塑性変形を受けた材料中の水素拡散の活性化エネルギーと一致することは妥当なことから考えられる。

以上のことから、単位時間あたりき裂進展速度がプラト一状となる原因は、水素の拡散が主要な律速過程になっているためと考えられる。またこの結果から、温度が 240K 程度以下になると水素による加速効果が格段に低下することが示されているので、これ以下の低温域でのき裂進展に対する水素による加速効果は大きな問題ではないと考えられる。

図 20 に破面形態に及ぼす温度の影響を示す。温度が 333K 以上で、き裂進展の加速が生じる条件においては、図 20(a)に示すように粒界が一部混在する擬へき開破面となる。しかし温度が 263K で加速程度が小さい場合は、図 20(b)のように塑性の様相が現れ、238K で加

速が見られない場合にはストライエーション状の粒内疲労破面となることが示された。このように温度が低い場合には、材料内に水素が侵入しているにも関わらず、破面は未チャージ材と同様になり、き裂進展速度も未チャージ材と差がなかったものと考えられる。

Fig.20 Effect of temperature on fracture surface morphology ($K_{\max} = 50\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)

6. 結 言

低合金鋼 SCM440H の 803K 焼戻し材について、材料中に侵入した水素によって急激なき裂進展の加速が生じる要因を検討するため、材料中の水素濃度を変えた

試験、試験片板厚の変更やサイドグループの付与により拘束状態を変えた試験、応力繰返し速度を 10Hz から 1 周期を 1800s までの広範囲に変えた試験、温度を 238~333K の間で変えた試験を行い、加速に関与する種々の要因について検討を行った。得られた結論は以下のとおりである。

- (1) 応力繰返し周期が 1800s の長周期変動応力下では、急激なき裂進展の加速が発生する水素濃度には閾値が存在し、拡散性水素が 0.2 mass ppm 以上存在すれば急激な加速が生じ、0.1ppm 未満では加速は認められなかった。急激な加速域の破面形態は擬へき開であった。
- (2) 試験片板厚が 0.8mm と薄い場合には急激な加速は認められなかった。この場合の破面形態はストライエーション状の粒内破面であった。0.8mm の試験片にサイドグループを付して拘束度を増加させると破面形態が擬へき開となり、急激な加速が認められた。
- (3) き裂進展速度には応力の周波数効果が認められ、応力の 1 周期の時間が長いほどき裂進展速度は増加した。単位時間当たりのき裂進展速度の加速成分 da/dt は低 K 値領域では K 値依存性を示し、高 K 値領域では K 値に依存しないプラトー状の挙動を呈した。プラトー域の単位時間当たりのき裂進展速度の加速成分は狭い範囲に収まる傾向を示し、その最大値は $1 \times 10^{-7}\text{m/s}$ を超えなかった。これは水素の拡散が律速になっているものと推論された。
- (4) 上記(3)の推論を確認するために温度を変えたき裂進展試験を行った。水素によって加速された速度成分を単位時間当たりの速度で評価した際の最大値は温度とともに増加し、熱活性化過程であると仮定した Arrhenius 式の活性化エネルギーとして、333K 以下の温度範囲において $32\text{KJ/mol} \cdot \text{K}$ が得られた。この値は材料内の水素拡散の活性化エネルギーと近い値であることから、き裂進展速度がプラトー状を呈する原因は水素の拡散が律速過程であることによるものと推定された。
- (5) 238K(-35°C)においてはき裂進展に及ぼす水素の影響はほとんど見られなかった。これ以下の温度域で使用される部材では水素の拡散が困難となるため、水素に起因するき裂進展の加速を考慮する必要はないことが示唆された。

参考文献

- (1) Stewart, A.T., *Engineering Fracture Mechanics*, Vol.13 (1980), pp.463-478.
- (2) Yanagihara, K., Oyanagi, S., Kubota, M., Sakae, C. and Kondo, Y., Effects of Crack Size, Stress Ratio and

- Hydrogen on the Near Threshold Fatigue Crack Propagation of High Strength Steel, *Journal of Materials Science, Japan*, Vol.54 (2005), pp. 1237-1243.
- (3) Kondo, Y., Kubota, M., Shishime, K. and Yamaguchi, J., Effect of Absorbed Hydrogen on the Near Threshold Fatigue Crack Growth Behavior of Short Crack, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers A*, Vol.74, No.746 (2008), pp. 1366-1372.
- (4) Kondo, Y., Kubota, M. and Shimada, K., Crack Propagation Behavior of SCM440H Low Alloy Steel Enhanced by Hydrogen under Long-term Varying Load and Static Load, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers A*, Vol.75, No.754 (2009), pp.752-760.
- (5) Kondo, Y., Kubota, M. and Mizobe, K., Study on Crack Opening Displacement and Hydrogen Enhanced Crack Propagation of Low Alloy Steel, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers A*, Vol.76, No.765 (2010), pp.594-601.
- (6) Yamaguchi, Y., Nakakura, M. and Nonaka, H., Influence of Fatigue Frequency and Hydrogen Content on Crack Propagation in Hydrogen Embrittlement Environment, *Journal of Materials Science, Japan*, Vol.45 (1996), pp.1181-1185.
- (7) Kikukawa, M., Jono, M., Tanaka, K. and Takatani, M., Measurement of Fatigue Crack Propagation and Crack Closure at Low Stress Intensity Level by Unloading Elastic Compliance Method, *Journal of Materials Science, Japan*, Vol.25 (1976), pp. 899-903.
- (8) Nagumo, M., *Fundamentals of Hydrogen Embrittlement*, Uchida-roukakuho, (2008).
- (9) A.S.Tetelman and A.J.McEvily, *Fracture of Structural Materials*, John Wiley & Sons, USA, (1967).
- (10) Tokaji, K., Ando, Z. and Nagae, K., The Effect of Sheet Thickness on Near-Threshold Fatigue Crack Propagation and Oxide- and Roughness-Induced Crack Closure, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers A*, Vol.52, No.475 (1986), pp. 655-662.
- (11) *Annual book of ASTM standards*, E1820-08a, ASTM, (2009).
- (12) Tanaka, H., Homma, N., Matsuoka, S. and Murakami, Y., Effect of Hydrogen and Frequency on Fatigue Behavior of SCM435 Steel for Storage Cylinder of Hydrogen Station, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers A*, Vol.73, No.736 (2007), pp. 1358-1365.
- (13) Uyama, H., Mine, Y. Murakami, Y., Effect of Test Frequency on Fatigue Behavior in a Tempered Martensitic Steel with Hydrogen Charge, *Journal of Materials Science, Japan*, Vol.55 (2006), pp. 726-731.
- (14) Gangloff, R.P. and Wei, R.P., Gaseous Hydrogen Embrittlement of High Strength Steels, *Metallurgical Transactions A*, 8A (1977), pp.1043-1053.
- (15) Narumoto, A., Tanaka, M. and Funakoshi, T., Fatigue Crack propagation of Various Structural Steels, *Kawasaki Steel Giho*, Vol.6, No.1 (1974), pp.38-51.
- (16) Telseren, A. and Doruk, M., Temperature Dependence of Water-enhanced Fatigue-crack Growth in Mild Steel, *Engineering Fracture Mechanics*, Vol.6 (1974), pp.283-286.
- (17) Nakai, Y., Uesugi, Y. and Shimanaka, H., Diffusion Behavior of Hydrogen in Steel, *Kawasaki Steel Giho*, Vol.6, No.3 (1974), pp.324-339.