応力再分配効果が水素助長疲労き裂進展に及ぼす影響

佐々木 大輔^{1)*}・小山 元道²⁾・野口 博司²⁾

Influence of Stress Re-distribution on Hydrogen-induced Fatigue Crack Propagation

Daisuke SASAKI, Motomichi KOYAMA and Hiroshi NOGUCHI

Synopsis : In order to clarify influence of stress re-distribution effect on hydrogen-induced fatigue crack propagation, we investigated fatigue crack propagation rates and brittle-like fracture ratio. The experiments were conducted in nitrogen and hydrogen gas atmosphere with ferrite-pearlite steels having different pearlite ratio, respectively. The crack propagation rates and the brittle-like fracture ratio decreased as pearlite ratio increased. To explain the changes of crack propagation rates and fracture ratio, we proposed that the stress re-distribution effect causing stress and strain relaxation at a crack tip contributes to suppression of the hydrogen-induced fatigue crack propagation. As a verification, finite element methods were operated with models having different width of the hard phase and different distance between a crack tip and a hard phase in plane stress and strain conditions, respectively. The finite element method analysis showed that stress re-distribution effect was smaller in plane strain condition than that in plane stress condition, indicating that a large hardness difference is crucial in plane stress condition to suppress the hydrogen-induced fatigue crack propagation.

Key words : stress re-distribution; ferrite; pearlite; hydrogen embrittlement; fatigue; pre-cracked specimen; fatigue crack growth.

1. 緒言

近年水素エネルギー利用が注目され、工業製品の実用化、水素社会インフラの整備が進められている。水素が鉄鋼材料の機械的特性を低下させること¹⁻⁵⁾は古くから水素脆化として報告されている。そこで、現在では、70 MPa水素ステーションの普及に向け、金属材料の信頼性の高い利用方法と耐水素特性の高い高強度合金を見出すことが課題となっている^{6,7)}。高圧水素環境中で使用する鋼材の要件は、許容応力、相対絞り比、強度低下率等が指標となっている⁶⁾が、それらの強度評価は引張試験結果をもとに制定されており、現在疲労破壊挙動に着目した研究が進められている⁸⁻¹¹⁾。

水素が機械的性質を劣化させる因子の一つとして、水素助長局所塑性変形 (Hydrogen Enhanced Localized Plasticity : HELP)^{12,13)}が知られる。水素はパイエルスポテンシャルの低下、転位間斥力の低下などを引き起こすため、水素集積部でのみ局所的に転位の易動度が上昇し、HELP現象が発現する。水素環境中の疲労破壊においては、HELPによりき裂進展速度が10倍程度加速し、疲労寿命が短くなる¹⁴⁻¹⁶⁾。この水素助長疲労き裂進展を考える上で注目すべき点は脆性ストライエーションの形成である。脆性ストライエーションは、一般の疲労現象で報告されるストライ

エーションと比較して、その間隔が大きく、破面の粗さが小さい。この特異なストライエーションの形成は粒内き裂進展の結果であることがFe-Si単結晶¹⁷⁾と商用多結晶フェライト鋼¹⁸⁾で、報告されている。また、粒内き裂進展した際の破面は擬へき開的でありながら、そのき裂進展経路は特定の劈開面に沿わない¹⁹⁾。このき裂進展挙動を説明するため、HELPに由来するマイクロボイドの形成と結合²⁰⁾の観点から、局所的延性き裂進展機構が提案された¹⁸⁾。このモデルは、き裂先端のすべりによりき裂が開口し、き裂前方でボイド形成と結合が生じ、安定したき裂の延性成長過程が荷重負荷過程で発生するというモデルである。このモデルに基づく水素助長き裂進展機構では、水素局在化と塑性ひずみの局所化が重要因子として挙げられる²¹⁾。

一方で近年、応力再分配効果の観点から鋼線の疲労破壊²²⁾、ショットピーニングによる残留応力²³⁾に関する研究が行なわれている。応力再分配効果とは、ヤング率や降伏応力など異なる材料定数を有する二相のひずみとその界面で一致する必要があるため、二相の変形能の差により負荷された応力が均質材のそれから再分配される現象を示す。特に、鉄鋼材料においても、Dual-Phase鋼、Transformation-Induced Plasticity鋼等の高強度鋼は異なる機械的特性を有する複相組織から構成され、微視組織間で応力が再分配することによって、大きい延性と高い強度を同時に示すこと

平成29年5月9日受付 平成29年7月7日受理 (Received on May 9, 2017 ; Accepted on Jul. 7, 2017)

1) 石川工業高等専門学校機械工学科 (Department of Mechanical Engineering, National Institute of Technology, Ishikawa College, Kitacyujo Tsubata Ishikawa 929-0392)

2) 九州大学工学研究院機械工学部門 (Department of Mechanical Engineering, Kyushu University)

* Corresponding author : E-mail : d.sasaki@ishikawa-nct.ac.jp

DOI : <http://dx.doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2017-050>

ができる。しかし、水素環境中の疲労破壊挙動に及ぼす応力再分配効果の影響についてはこれまでに報告はない。

そこで、本研究では軟質相としてフェライト、硬質相としてパーライトを有する二相鋼での応力再分配効果が水素助長疲労き裂進展に及ぼす影響を明らかにする。二相鋼の応力再分配効果が水素助長疲労き裂進展に及ぼす影響を明らかにすることで、耐水素脆化特性の高い使用条件と組織形態を示すことが出来る。そこで、本研究は以下の点に主眼をおく。

1. 硬質相分率が異なる材料において光学顕微鏡を用いた水素雰囲気中での疲労き裂進展挙動のその場観察を行い、それへの硬質相の影響を示す。
2. 疲労破面でのストライエーションに関する情報と、表面き裂進展挙動を相関付けることで水素ガス環境中疲労き裂進展速度に対する硬質相の影響を明らかにする。
3. 複相組織を有する疲労現象を模擬した有限要素法 (Finite Element Method : FEM) 解析を行うことで、応力再分配効果がき裂先端の塑性ひずみと静水圧応力分布に及ぼす影響を明らかにする。さらにFEM解析を用いて表面き裂と内部き裂の異なる応力状態で静水圧応力分布・塑性ひずみに及ぼす応力再分配効果を明らかにする。

2. 実験方法

材料はパーライト分率の異なる二種類のフェライトーパーライト鋼 (材料A, 材料B) を用いた。化学組成を Table 1 に示す。これら鋼の直径 22 mm の丸棒を 950 K, 1 時間の熱処理後、室温まで炉冷した。熱処理後の金属組織を Fig. 1 (a) と (b) に示す。初期組織はフェライトーパーライト鋼であり、材料A, 材料Bそれぞれの平均の結晶粒径サイズは約 20 μm と 24 μm である。以後、フェライトを軟質相、

Table 1. Chemical compositions of the steels used (mass%).

Material	C	Si	Mn	P	S	N
A	0.21	0.21	0.53	0.012	0.016	0.0089
B	0.31	0.29	0.77	0.011	0.013	0.0048

Fig. 1. Microstructures of (a) material A and (b) material B, respectively.

パーライトを硬質相とよぶ。硬質相分率は材料Aで20.8%, 材料Bで46.2%である。Fig. 2 (a) に示す試験片形状に切り出した後、試験片表面をエメリー紙#2000まで研磨した後、50 nm 粒子直径のコロイダルシリカを用いてバフ研磨した。研磨後、軟質相、硬質相それぞれの結晶粒とき裂進展経路の関係を明らかにするため、試験片表面を3%ナイターによりエッチングした。実環境では微小欠陥、微小き裂、応力集中部などからき裂が進展するため、本研究では微小欠陥、微小き裂を模擬してドリル穴を試料表面に導入した。ドリル穴は直径 $d = 100 \mu\text{m}$ のドリルを用いて、Fig. 2 (b) に示すように深さ $h = 100 \mu\text{m}$ を2つ連結で、試験片長手方向に対して垂直に並ぶように導入した。2つのドリル穴両端までの距離はドリルの芯振れにより試験片表面で230 μm から240 μm となった。

試験は、変位制御による完全両振り平板曲げ試験である。曲げ方向を Fig. 2 (c) に示す。試験波形は三角波であり、周波数は6 Hzとした。疲労試験では、光学顕微鏡を用いたその場観察を行った。き裂長さには、Fig. 2 (d) に示すように試験片長手方向に対して垂直方向に二つのドリル穴の直径を含む投影長さをを用いた。試験雰囲気は絶対圧0.18 MPa, 純度99.9999%の純水素ガス環境中313 Kとした。水素による疲労き裂進展挙動の変化を比較検討するため、純度99.9999%の純窒素ガス環境中にて同一条件で試験を行った。負荷条件として、試験片中央裏面に設置したひずみゲージから得られる全ひずみ幅が $\Delta\epsilon_t = 0.70\%$ となるよう設定した。実験では、疲労試験開始時の、水素固溶量、試験片温度を揃えるため、温度313 K, 絶対圧0.18 MPaの水素環境中で一時間試験片を保持した。さらに、疲労き裂進展挙動を観察後、液体窒素浸漬により低温脆化を利用し試験片を破断させ、走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて破面観察を行った。脆性破面率はImageJを用いた二値化処理により算出した。また、軟質相中の脆性破面率を求めるため、脆性破面率を軟質相の面積分率で除した値を軟質相中脆性破面率とした。

Fig. 2. Specimen configuration. (a) Overall view of the specimen. (b) The shape of the drill holes. (c) Bending direction. (d) The definition of the crack length.

3. 実験結果および考察

3・1 き裂進展速度

Fig.3に材料A, 材料Bの水素ガス環境中・窒素ガス環境中のそれぞれの繰返し数とき裂長さの関係を示す。サンブナンの原理から, 連結したドリル穴の両端からそれぞれドリル穴の長さ分離れた点, すなわち全き裂長さが750 μm 以上の時ドリル穴の形状効果を無視できると考えた。安定した疲労き裂進展現象を対象とするため, 横軸をき裂長さ750 μm からの繰返し数に設定している。以下き裂進展速度はき裂長さ750 μm から1400 μm までの範囲で平均0.12 $\mu\text{m}/\text{cycle}$ であった。同一試験条件で行われたS10Cフェライト・パーライト鋼の結果が800 μm から2000 μm の範囲で0.12 $\mu\text{m}/\text{cycle}$ 程度である¹⁵⁾。ひずみ制御の低サイクル疲労寿命はマンソンコフィン則で整理されるように, 材料内の塑性ひずみが疲労き裂進展に重要であるので, 上記, S10C, 材料A, 材料Bの実験結果が一致する。後の3・4節でき裂先端塑性ひずみと硬質相分布の影響を示し, 本考察に関して検証を行っている。一方で, 水素ガス環境中のき裂進展速度は材料A, 材料Bでそれぞれ0.63 $\mu\text{m}/\text{cycle}$, 0.45 $\mu\text{m}/\text{cycle}$ であった。窒素ガス環境中の疲労き裂進展速度と比較して, き裂進展速度が材料A, 材料Bでそれぞれ5.3倍, 3.8倍加速している。

3・2 表面き裂観察

Fig.4に材料Aの水素ガス環境中, 窒素ガス環境中における表面片側き裂観察結果を示す。まず水素ガス環境中の表面片側き裂観察結果に着目する。Fig.4 (a) はき裂長さ750 μm から1400 μm における観察結果である。いずれの材料でも疲労試験の初期に軟質相粒内にすべり帯が発生した。

Fig. 3. Relationship between number of cycles from 750 μm and crack length. Round and Square marks indicate the data of material A and B, respectively. Blue and red dates indicate the data in nitrogen and hydrogen gas atmosphere, respectively. (Online version in color.)

Fig.4 (a) 中の白色点線は疲労き裂進展経路である。Fig.4 (b) 中では硬質相を赤い領域で表示し, それ以外の領域は軟質相である。Fig.4 (a), (b) 中に矢印でそれぞれの750 μm 以降の繰返し数におけるき裂先端を示す。Fig.4中右から左にき裂は進展している。水素ガス環境中表面き裂観察によって本材料のき裂進展に関して以下の3点が観察された。1) 疲労き裂が軟質相内もしくは粒界, 硬質相を貫通して進展する。2) 軟質相内を進展する場合, 既存のすべり帯に沿ってき裂が進展する。3) 軟質相内でのき裂進展と比較して, 硬質相内もしくは硬質相近傍での疲労き裂進展速度が小さくなる。Fig.4 (b) に着目すると, 硬質相内部のき裂進展が支配的である400 cycleから600 cycleにおける片側き裂進展速度は0.14 $\mu\text{m}/\text{cycle}$ であった。軟質相中のき裂進展が支配的である600 cycleから700 cycleでは, 片側き裂進展速度は0.38 $\mu\text{m}/\text{cycle}$ であった。同様の傾向は材料Bの表面き裂観察でも確認された。このことから, 硬質相が水素ガス環境中の疲労き裂進展において進展抵抗となることが示された。

Fig.4 (c) に材料Aの窒素ガス環境中における810 μm から1100 μm までの片側表面疲労き裂観察結果を示す。材料A, Bともに疲労試験の初期に軟質相粒内にすべり帯が発生した。しかし, Fig.4 (a) に観察されるような明確なすべり線は観察されなかった。Fig.4 (c) 中の白色点線は疲労き

Fig. 4. Surface crack observation of material A. (a) Crack growth path of the material A in hydrogen gas atmosphere. (b) is enlarged photo of the area from 200 cycle to 800 cycle. (c) Crack growth path of the material A in nitrogen gas atmosphere. In Figs.4 (b) and (c), red area is hard phase.

裂進展経路を示し、硬質相を赤い領域で表示しそれ以外の領域は軟質相である。図中右から左にき裂は進展しており矢印でそれぞれの750 μm 以降の繰り返し数におけるき裂先端を示す。表面き裂観察によって本材料のき裂進展に関して上記水素ガス環境中の表面疲労き裂進展観察結果1)、2)と同様の現象が観察された。一方で、硬質相を貫通後き裂進展速度は上昇しているが、水素ガス環境中の観察結果3)と比較して硬質相近傍で進展速度が大きく減少する様子は観察されず、き裂進展速度に与える硬質相の影響は小さい。具体的には1000 cycleから2200 cycleの軟質相中片側表面疲労き裂進展速度が0.04 $\mu\text{m}/\text{cycle}$ 、2200 cycleから2800 cycleの硬質相を経路に含む片側表面疲労き裂進展速度が0.0565 $\mu\text{m}/\text{cycle}$ 、2800 cycleから3100 cycleの軟質相中片側表面疲労き裂進展速度は0.0695 $\mu\text{m}/\text{cycle}$ であった。この結果から窒素ガス環境下においては硬質相による疲労き裂進展において進展抵抗としての効果は小さいことが示された。ただ、水素ガス環境中で硬質相中を疲労き裂が進展する場合でも進展速度は0.14 $\mu\text{m}/\text{cycle}$ であり窒素ガス環境中の軟質相内の疲労き裂進展速度と比較しても2倍程度速い。

以上、水素ガス環境中でのみ、軟質相中の疲労き裂進展速度が硬質相内部もしくは近傍で大きく減少することが確認された。言い換えると、本材料において水素による疲労寿命低下に対して軟質相中の疲労き裂進展速度が支配的であることが確認された。

3・3 破面解析による硬質相の応力再分配効果の検証

次に、SEMを用いた疲労破面解析を行った。Fig.5に材料Aの水素ガス環境中の破面を示す。Fig.5において、上部中央にドリル穴が観察される。Fig.5中に直径750 μm 、1400 μm の半円状の仮想的なき裂先端を黒色点線で示す。仮想したき裂長さ750 μm から1400 μm の範囲に観察された破面の拡大図をFig.6に示す。水素ガス環境中の破面では放射状模様に加えて、図中矢印で示すように縞模様のコントラストを有する脆性ストライエーション^{14,19)}が観察された。材料Aでは試験片表面中央部から550 μm の破面において脆性ストライエーション幅が2.57 μm であった。材料Bでは水素ガス環境中の破面において、試験片表面中央部から570 μm の破面において脆性ストライエーション幅が

Fig. 5. Fracture surface of material B after the fatigue test in hydrogen gas atmosphere.

1.59 μm であった。脆性ストライエーション幅は軟質相内でのローカルな疲労き裂進展速度に対応し¹⁸⁾、硬質相の疲労き裂進展過程を含む表面き裂進展速度よりも高い値を示した。また、脆性ストライエーション幅が硬質相分率の増加に伴い減少したことから、硬質相分率の増加により軟質相内での1 cycle水素助長き裂進展速度が減少したことが示された。

ここで、脆性ストライエーションは軟質相中で形成されると仮定し軟質相内の水素助長き裂進展に及ぼす硬質相分率の影響を明らかにするため、破面全体の脆性ストライエーションが観察された破面率（以下、脆性破面率）に加えて、軟質相中の脆性破面率を求めた。軟質相中の脆性破面率は、組織観察により同定した軟質相割合から軟質相の破面面積を算出し、この破面面積で観察された脆性ストライエーション領域面積を除すことにより求めた。Table 2に破面全体における脆性破面率 S_B と軟質相中の脆性破面率 S_{BF} 、軟質相分率を示す。Table 2に示すように、脆性破面率 S_B は材料A、材料Bにおいてそれぞれ66%、34%であった。軟質相中の脆性破面率 S_{BF} は材料A、材料Bにおいてそれぞれ83%、63%であった。硬質相分率の増加により、軟質相中の水素助長き裂進展が破面全体で抑制されたことが示された。

以上、1) 硬質相分率の増加に伴い軟質相中のき裂進展速度が低下すること、2) 硬質相分率の増加に伴い軟質相中脆性破面率が減少することに基づけば、硬質相分率の増加が水素助長き裂進展を抑制したことが示された。すなわち、水素助長き裂進展に重要とされるき裂先端のひずみ局所化と水素の局在化を硬質相が緩和することが示唆された。

Fig. 6. Fracture surface of material B in hydrogen gas atmosphere. (Online version in color.)

Table 2. Fracture surface area and soft phase ratio.

Material	S_B [%]	S_{BF} [%]	Soft phase ratio [%]
A	66	83	79.2
B	34	63	53.8

3・4 表面き裂におけるき裂先端の応力場と塑性ひずみへ応力再分配効果が及ぼす影響

本節では、FEM解析を用いて、硬質相が割れないと仮定した場合の硬質相による応力再分配効果の表面き裂応力場と塑性ひずみへ及ぼす影響を明らかにする。Fig.7に解析モデルを示す。FEM解析は商用ソフト Marc2013を用いて行った。FEM解析において軟質相、硬質相の材料特性は、ヤング率200 GPa、ポアソン比0.3、加工硬化係数0.2である。硬質相であるパーライトの材料特性に関しては、フルパーライトの初期降伏強度はいくつかの研究で300 MPaから760 MPaまで報告されており^{24,25)}、パーライト分率が低下することで材料のマクロ的な初期降伏強度が低下することが報告されている²⁶⁾。これらの結果に基づき、本研究では半定量的に硬質相の効果を検討するため、軟質相を想定した要素は初期降伏強度を250 MPa、硬質相を模擬した要素に初期降伏強度を500 MPaを与えた。FEM解析モデルは、軟質相を模擬した材料特性を有する要素で大部分構成されている。解析モデルは荷重方向に長さ3.00 mm、荷重負荷方向と法線方向の試験片表面にあたる長さを1.00 mmとする2次元平面モデルである。表面き裂先端の応力場と塑性ひずみへ応力再分配効果が及ぼす影響を議論するため、応力状態は平面応力状態とした。荷重負荷方法は全ひずみ幅 $\Delta\epsilon_t = 0.70\%$ の試験を再現するため、モデル上端にx軸方向に沿って0.0105 mm強制変位を与えることで再現する。Fig.7 (c) と (d) に示すように、き裂先端に強制変位方向に対して平行に硬質相を層状に配向させている。材料Aを模擬したモデルでは、硬質相厚さ10 μm とし、き裂先端から30 μm の位置に軟質相／硬質相界面が位置するよう設

定し、この解析モデルを以後モデル1と呼ぶ。き裂先端の応力場・塑性ひずみに対して1) 硬質相厚さ、2) 軟質相間隔の影響を議論するため、モデル2としてモデル1の硬質相厚さを20 μm にしたもの、モデル3としてモデル2の軟質相／硬質相界面をき裂先端から10 μm の位置に設定したものを解析した。解析モデルは上下左右対称モデルで全長1200 μm までき裂が進展した際を模擬している。解析モデルは試験片の4分の1モデルにあたるため、き裂長さを600 μm としている。メッシュサイズはき裂先端前方と後方に100 μm 、合わせて200 μm の範囲を200分割している。モデルの要素数は29161要素、節点数は28800個である。要素タイプは四節点一次要素である。負荷時間を200分割して解析を行っている。

解析結果をFig.8, Fig.9, Fig.10に示す。Fig.8はき裂先端の相当塑性ひずみの分布を表している。Nishikawaらが提案したき裂進展モデルに基づけば¹⁸⁾、本研究で用いた解析モデルにおいて、き裂先端の相当塑性ひずみは水素助長き裂進展におけるマイクロボイドの形成、成長に関連する因子である。Fig.8に示すように、いずれのモデルにおいてもき裂先端で高い塑性ひずみが観察されき裂先端から5 μm 程度からひずみ分布には大きな変化は観察されなかった。また、き裂先端の塑性ひずみの値はモデル1、モデル2、モデル3でそれぞれ1.69、1.66、1.62であった。モデル間での塑性ひずみの差は最大で4.14%であり、本実験の窒素ガス環境中の疲労き裂進展速度が材料A、材料Bで同一であったことを踏まえて、わずかな差であると考えられる。

Fig. 7. FEM analysis model. (a) Overall view of analysis model. (b) is an enlarged figure in Fig.7 (a). Figs.7 (c), (d) and (e) are model 1, 2 and 3, respectively. (Online version in color.)

Fig. 8. Equivalent plastic strain from the crack tip. Figs.8 (a), (b) and (c) are the results of Model 1, 2 and 3. (Online version in color.)

Fig.9に示すように静水圧応力はき裂先端で最大値を示し、き裂から離れるに従い減少していくが二相の界面と硬質相内で再び高い値を示す。静水圧応力のき裂先端 ($x=0$ m) における最大値はモデル1, モデル2, モデル3でそれぞれ 5.69×10^8 Pa, 5.68×10^8 Pa, 5.70×10^8 Paであった。静水圧応力が二相界面で示した値はモデル1, モデル2, モデル3でそれぞれ 3.55×10^8 Pa ($x=3.00 \times 10^{-5}$ m), 3.56×10^8 Pa ($x=3.00 \times 10^{-5}$ m), 4.86×10^8 Pa ($x=1.00 \times 10^{-5}$ m) であった。界面近傍の軟質相中静水圧応力はモデル1, モデル2, モデル3で 3.15×10^8 Pa ($x=2.90 \times 10^{-5}$ m), 3.17×10^8 Pa ($x=2.90 \times 10^{-5}$ m), 4.08×10^8 Pa ($x=9.00 \times 10^{-6}$ m) であった。つまり二相界面の静水圧応力は界面近傍の軟質相中静水圧応力よりも高い値を示している。静水圧応力が高い値を有する結果は軟質相中拡散性水素をより多く固溶できることを示す^{21,27-30}。

Fig.10に示す静水圧応力勾配は正の場合き裂先端の水素拡散を応力誘起拡散^{21,27-30}に基づいて促進することを示す。モデル1, モデル2の場合 $x=0$ m から $x=2.80 \times 10^{-5}$ m まで静水圧応力勾配が正の値を示し $x=2.80 \times 10^{-5}$ m で 2.07×10^6 Pa/ μm , 1.92×10^6 Pa/ μm をそれぞれ示している。モデル3の場合 $x=0$ m から $x=8.00 \times 10^{-6}$ m まで静水圧応力勾配が正の値を示し, $x=8.00 \times 10^{-6}$ m で 7.24×10^6 Pa/ μm を示している。一方で、二相界面近傍の軟質相内ではモデル1, モデル2の場合 $x=2.90 \times 10^{-5}$ m においてそれぞれ -4.02×10^7 Pa/ μm , -3.89×10^7 Pa/ μm の値を示し, モデル3の場合 $x=9.00 \times 10^{-6}$ m において -7.85×10^7

Pa/ μm といずれも静水圧応力勾配が負の値を示している。この値は二相界面近傍の正の値の静水圧応力勾配のおよそ10倍の値をとり, 界面への水素拡散駆動力が大きいことを示す。すなわちFig.10の結果は硬質相による応力再分配効果が軟質相中水素の二相界面への拡散を促進することを示す。

これらの結果は以下のように解釈できる。荷重負荷方向の軟質相と硬質相の伸びは、節点を共有しているため、両相の界面で一致する必要がある。初期降伏強度が高い硬質相は軟質相から受ける垂直伸びの促進により受け持つ荷重が増加し、その分軟質相中の荷重は減少する。サンブナンの原理より、硬質相が受け持つ再分配荷重は二相の界面近傍では、軟質相内部にまで高い応力を示し、き裂先端近傍の応力を緩和するはずである。この解釈は、Fig.9, Fig.10に示される二相の界面において静水圧応力が高くなり、軟質相中の静水圧応力勾配が負となる現象を説明できる。

ここで各モデル間の静水圧応力, 静水圧応力勾配の違いに基づいて水素環境下の疲労き裂進展挙動に与える、硬質相厚さ, 軟質相間隔の影響を考察する。まず硬質相厚さがき裂先端水素分布に与える影響に関して考察する。モデル1と硬質相厚さが厚いモデル2を比較すると、モデル1の静水圧応力に対して二相界面で示される静水圧応力の差は0.28%にあたる。二相界面近傍のモデル1の静水圧応力勾配に対してモデル2の静水圧応力勾配の差は-3.23%である。水素拡散速度は、濃度勾配と静水圧応力勾配に依存するため、材料内水素濃度が均一であるとき、二相界面への

Fig. 9. Hydrostatic stress distribution near the crack tip. Figs.9 (a), (b) and (c) are the results of Model 1, 2 and 3. (Online version in color.)

Fig. 10. Hydrostatic stress gradient from the crack tip. Figs.10 (a), (b) and (c) are the results of Model 1, 2 and 3. (Online version in color.)

水素拡散速度が3.23%遅くなることを示している。つまり硬質相厚さが厚くなることで、二相界面の水素固溶量を増加する代わりに、二相界面への水素濃化に時間を要することが示された。

次に、軟質相間隔がき裂先端水素分布に与える影響に関して考察する。モデル2と軟質相間隔の異なるモデル3を比較すると、モデル2の静水圧応力に対して二相界面で示されるモデル2とモデル3の静水圧応力の差は36.5%であった。モデル1、モデル2、モデル3の静水圧応力を比較すると、軟質相間隔が減少すること（き裂先端から硬質相までの距離が10 μm 減少すること）は硬質相厚さが10 μm 増加した場合と比較して、より固溶水素量の増加に影響を与えることを示す。静水圧応力勾配に着目すると、モデル2とモデル3を比較すると二相界面近傍の静水圧応力勾配の差は102%であり、き裂先端から二相界面までの水素量が一定の場合、二相界面への水素拡散速度が2倍に上昇することを示す。つまり軟質相間隔が減少することで、二相界面での固溶水素量が増加し、二相界面への水素濃化に要する時間が短くなることが示された。

以上、本研究の有限要素法解析結果では、1) き裂先端の塑性ひずみに対して硬質相厚さ、軟質相間隔が与える影響は小さいこと、2) き裂先端で静水圧応力が最大となること、3) 二相界面近傍に界面への水素拡散を促進する静水圧応力勾配が存在すること、4) 硬質相厚さが増大することは二相界面の水素固溶量を増加する代わりに、二相界面への水素濃化に時間を要すること、5) 軟質相間隔が減少することは二相界面での固溶水素量が増加し、二相界面への水素濃化に要する時間が短くすること、が示された。二相界面の水素濃化が促進されることは、き裂先端の最大静水圧応力による局在化した水素を二相界面へ拡散させることで緩和することを示す。特に、材料A、材料Bを模擬したモデル1、モデル3の解析結果によれば材料Bの方がよりき裂先端の水素濃化を緩和されることが示された。水素助長疲労き裂進展で重要とされる因子はき裂先端の局所的な水素濃化と局所的な塑性ひずみである^{18,21)}。上記解析結果と硬質相分率が大きい材料Bで疲労き裂進展速度が遅いこと、硬質相近傍ではき裂進展速度が減少することに基づく、増大した硬質相厚さと減少した軟質相間隔は、応力再分配効果により局所的な水素濃化を緩和し、水素助長疲労き裂進展を抑制することが示された。

3・5 内部き裂におけるき裂先端の応力場と塑性ひずみへ応力再分配効果が及ぼす影響

3・4節では、平面応力状態の解析モデルを用いて、表面き裂進展を対象として議論を行った。3・5節では平面ひずみ状態の解析モデルを用いて、内部き裂先端の応力場と塑性ひずみへ及ぼす影響を議論する。そこで、モデル4としてモデル3を平面応力状態から平面ひずみ状態に変更した解析結果を示す。Fig.11 (a) で示すように、き裂先端の塑性

ひずみの値は0.39まで減少し、平面応力状態と比較しておよそ0.24倍となったが、き裂先端から4 μm 以上離れた場合塑性ひずみは一定となり、平面応力状態と比較して0.02以上の高い塑性ひずみをとる塑性域は10分の1に減少した。加えてFig.11 (b) で示すようにき裂先端の最大静水圧応力は 1.25×10^{10} Paを示し、平面応力状態の 5.70×10^8 Paと比較しておよそ22倍の値をとり最大固溶水素量が大きいことが分かる。加えて、Fig.11 (c) に示す二相の界面までの静水圧応力勾配に着目すると、静水圧応力勾配は平面応力状態よりも著しく大きな値を示し、き裂先端への水素濃化が早く水素局所化を促進することが示された。き裂先端での局所的な水素濃化が水素助長疲労き裂進展には重要である^{18,21)}。そのため、水素濃度分布の観点からは数値解析的に平面応力状態と比較して、平面ひずみ条件では応力再分配効果による水素助長疲労き裂進展抑制効果が減少することが予想される。

Fig. 11. Comparison between the results of plane stress and strain condition. (a) Equivalent plastic strain. (b) Hydrostatic stress. (c) Hydrostatic stress gradient. Blue and yellow marks are results of plane stress and strain condition, respectively. (Online version in color.)

平面ひずみ条件で応力再分配効果が減少した結果に対して以下のように解釈する。相当応力 σ_{eq} は以下の式(1)で表される。 σ_{ii} は*i*平面に対する垂直応力、 τ_{ij} は*i*平面に対して*j*方向に向かう応力であることを示す。

$$\sigma_{eq} = \frac{1}{\sqrt{2}} \left[\left(\sigma_x - \sigma_y \right)^2 - \left(\sigma_y - \sigma_z \right)^2 - \left(\sigma_z - \sigma_x \right)^2 + 6 \left(\tau_{xy}^2 + \tau_{yz}^2 + \tau_{zx}^2 \right) \right]^{\frac{1}{2}} \quad (1)$$

平面ひずみ状態では、き裂先端の要素はモデル奥行方向の拘束を受けモデル奥行方向の応力が増加し、応力三軸度が高くなる。そのため、相当応力が減少し軟質相の伸び、ひずみ量が減少する。同時に、硬質相は軟質相から受ける垂直伸びの促進効果が小さくなる。つまり、二相の初期降伏強度差に対して、き裂先端応力場による変形量の差が小さく応力再分配効果が観察できなかったと考える。

水素拡散は格子拡散係数、拡散性水素濃度、時間、温度、静水圧応力勾配、塑性ひずみ量に関連するトラップサイト数等によって支配される^{21,28,30)}。平面ひずみ条件の場合、数値解析結果で示すようにき裂先端で著しく静水圧応力が高くかつ静水圧応力勾配が大きいため、き裂先端の水素の局在化を誘発しやすい。以上の考察は、水素助長疲労き裂進展抑制において平面ひずみ状態が支配的になる場合は、力学的に二相間で大きな硬度差が必要であることを示す。

4. 結論

本研究では、応力再分配効果が水素助長疲労き裂進展に及ぼす影響を明らかにすることを目的とし、平板曲げ試験、その場表面き裂観察、破面解析、FEM解析を行った。実験観察、数値解析により以下の知見を得た。

1. 硬質相分率の増加に伴い軟質相中、き裂進展速度が低下することと、硬質相分率の増加に伴い軟質相中脆性破面率が減少することに基づき、硬質相分率の増加が水素助長き裂進展を抑制したことが示された。
2. 数値解析により、硬質相が軟質相中のき裂先端の水素局所化を応力再分配効果により抑制することが示された。
3. 水素助長き裂進展抑制において平面ひずみ状態が支配的になる場合は、力学的に二相間で大きな硬度差が必要であることが示された。

文 献

- 1) J.P.Hirth: *Metall Trans. A*, **11**(1980), 861.
- 2) M.Koyama, E.Akiyama, K.Tsuzaki and D.Raabe: *Acta Mater.*, **61**(2013), 4607.
- 3) M.Koyama, C.C.Tasan, E.Akiyama, K.Tsuzaki and D.Raabe: *Acta Mater.*, **70**(2014), 174.
- 4) D.Sasaki, M.Koyama and H.Noguchi: *Philos. Mag. Lett.*, **95**(2015), 260.
- 5) M.Wang, E.Akiyama and K.Tsuzaki: *Scr. Mater.*, **52**(2005), 403.
- 6) H.Kobayashi, T.Yamada, H.Kobayashi and S.Matsuoka: *J. High Pressure Gas Safety Inst. Jpn.*, **53**(2016), No.12, 5.
- 7) H.Arashima: *Jpn. Steel Works Tech. Rep.*, **65**(2014), 36.
- 8) H.Hirukawa, Y.Furuya and M.Hayakawa: *Tetsu-to-Hagané*, **93**(2007), 600.
- 9) Y.Yamashita and Y.Murakami: *Int. J. Fatigue*, **93**(2016), 406.
- 10) Z.Hua, X.Zhang, J.Zheng, C.Gu, T.Cui, Y.Zhao and W.Peng: *Int. J. Hydrog. Energy*, (2017), 1.
- 11) Y.Onishi, M.Koyama, D.Sasaki and H.Noguchi: *ISIJ Int.*, **56**(2016), 855.
- 12) H.K.Birnbaum and P.Sofronis: *Mater. Sci. Eng. A*, **176**(1994), 191.
- 13) I.M.Robertson, P.Sofronis, A.Nagao, M.Martin, S.Wang, D.Gross and K.Nygren: *Metall Mater. Trans. A*, **46**(2015), 2323.
- 14) H.Nishikawa, Y.Oda and H.Noguchi: *J. Solid Mech. Mater. Eng.*, **5**(2011), 263.
- 15) D.Lee, H.Nishikawa, Y.Oda and H.Noguchi: *Int. J. Fract.*, **179**(2012), 147.
- 16) M.Yoshikawa, N.Tsutsumi, H.Matsunaga and S.Matsuoka: *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng. A*, **76**(2010), 908.
- 17) Y.Takahashi, M.Tanaka, K.Higashida, K. Yamaguchi and H.Noguchi: *Acta Mater.*, **58**(2010), 1972.
- 18) H.Nishikawa, Y.Oda, Y.Takahashi and H.Noguchi: *J. Solid Mech. Mater. Eng.*, **5**(2011), 179.
- 19) Y.Takahashi, H.Nishikawa, Y.Oda and H.Noguchi: *Mater. Lett.*, **64**(2010), 2416.
- 20) M.Nagumo: *Mater. Sci. Technol.*, **20**(2004), 940.
- 21) D.Sasaki, M.Koyama, K.Higashida, K.Tsuzaki and H.Noguchi: *Int. J. Hydrog. Energy*, **40**(2015), 9825.
- 22) J.Toribio, M.Lorenzo, D.Vergara and L.Aguado: *Constr. Build. Mater.*, **114**(2016), 317.
- 23) J.C.Kim, S.K.Cheong and H.Noguchi: *Int. J. Fatigue*, **55**(2013), 147.
- 24) R.A.Gonzaga, P.M.Landa and A.P.P.Villanueva: *Manuf. Eng.*, **33**(2009), 150.
- 25) S.Hamano, T.Shimizu and T.Noda: *Denki-Seiko*, **77**(2006), 107.
- 26) R.Mizuno: *Tetsu-to-Hagané*, **96**(2010), 414.
- 27) R.M.McMeeking: *J. Mech. Phys. Solids*, **25**(1977), 357.
- 28) P.Sofronis and R.M.McMeeking: *J. Mech. Phys. Solids*, **37**(1989), 317.
- 29) A.H.M.Krom, R.W.J.Koers and A.Bakker: *J. Mech. Phys. Solids*, **47**(1999), 971.
- 30) H.Kotake, R.Matsumoto, S.Taketomi and N.Miyazaki: *Int. J. Press. Vessel. Pip.*, **85**(2008), 540.