

高張力鋼 SNCM439 の応力腐食割れき裂成長におよぼす 電極電位の影響とフラクタル特性[†]

津 田 政 明* 広 瀬 幸 雄* 黒 瀬 雅 詞**
松 岡 三 郎*** 黒 部 利 次**** 田 中 啓 介*****

Electrode Potential Effect on Crack Growth and Fractal Character of Stress Corrosion Cracking in SNCM439 Steel

by

Masaaki TSUDA*, Yukio HIROSE*, Masashi KUROSE**
Saburo MATSUOKA***, Toshitsugu KUROBE****
and Keisuke TANAKA*****

Stress corrosion tests were conducted by using SNCM439 steel in 3.5% NaCl solution under various cathodic potentials. The crack profiles obtained in these tests were analyzed by fractal geometry. The results obtained were summarized as follows:

- (1) The more base the cathodic potential is, the slower the crack growth rate becomes and the larger the branching width becomes.
- (2) The profile of main cracks under cathodic polarization has the fractal character. The fractal dimension measured by the yardstick method is of no significance to the stress intensity factor and polarized electrode potential.
- (3) The fractal character of stress corrosion crack branching under cathodic polarization measured by the box counting method shows the single region for the case of only micro branching, and it shows the double regions for the case of mixture of micro and macro branching.

Key words: Stress corrosion cracking, Polarization, Fractal analysis, Fractal dimension, High strength steel

1 緒 言

応力腐食割れ (SCC) は、環境、組織など多様な因子の複合的な現象であり、いくつかのパラメータを用いて説明したとしても現象を網羅することはできず、各種条件によって SCC の破壊形態は異なる。

高張力鋼の SCC き裂は前オーステナイト結晶粒界を選択的に進展し、枝分れ、うねりなどの特徴的な形態を示すが、このような微視的領域におけるき裂の定量的評価はされていない。したがって、SCC き裂の形態について定量的な評価法を開発することは、SCC の機構解明に対して有益である。

前報⁸⁾では、フラクタル幾何学⁹⁾⁻¹²⁾の観点から、前オーステナイト結晶粒径を 3 種類変えた SNCM439 鋼を 3.5% NaCl 水溶液中に自然浸漬して得た SCC き裂の伝ば経路すなわち破面形態を解析した。その結果、

SCC 破面はフラクタル特性を有していることが明らかになり、フラクタル特性は前オーステナイト結晶粒径や粒界破面率と密接な関係にあることがわかった。

本実験においては、前報と同じ SNCM439 鋼のうち粒径 12 μm のものを用いて、3.5% NaCl 水溶液中のカソード分極下において SCC 実験を行い、SCC き裂のフラクタル特性を測定する。この結果にもとづき、分極電位とフラクタル特性の関係を調べるとともに、フラクタル幾何学の観点からみた SCC 機構について検討を行う。

2 実 験 方 法

2・1 材料および試験片

供試材は SNCM439 鋼 (wt%, 0.39C, 0.77Mn, 0.27Si, 0.019P, 0.014S, 0.13Cu, 1.77Ni, 0.83Cr, 0.17Mo) で、市販の $\phi 100$ mm の丸棒である。

[†] 原稿受理 平成 3 年 10 月 15 日 Received Oct. 15, 1991

* 正 会 員 金沢大学教育学部産業技術研究室 〒920 金沢市丸の内, Dept. of Mat. Sci., Kanazawa Univ., Marunouchi, Kanazawa, 920

** 学生会員 金沢大学大学院 〒920 金沢市丸の内, Graduate Student, Kanazawa Univ., Marunouchi, Kanazawa, 920

*** 正 会 員 金属材料技術研究所 〒153 東京都目黒区中目黒, National Res. Inst. for Metals, Meguro-ku, Tokyo, 153

**** 正 会 員 金沢大学工学部精密工学科 〒920-01 金沢市小立野, Dept. of Mat. Sci., Kanazawa Univ., Kodatsuno, Kanazawa, 920-01

***** 正 会 員 名古屋大学工学部機械工学科 〒464-01 名古屋市中種区不老町, Dept. of Mech. Eng., Nagoya Univ., Chikusa-ku, Nagoya, 464-01

試験片は前報⁸⁾と同一の1インチ型のコンパクト引張型(CT)試験片を用いた。切欠き先端は放電加工により $\pi/6$ radのVノッチとした。前オーステナイト結晶粒径 d は前報⁸⁾と同様の熱処理によって $12\ \mu\text{m}$ になるように調整した。

応力腐食割れき裂長さは、読取り顕微鏡による方法および試験片に設けた着力線上のつめにダブルカンチレバービームゲージを取付け、その開口量の変化から求める方法の2種類を用いた。

2・2 環境条件

環境としては、前報^{6),8)}と同様に、 $298\pm 2\text{K}$ に制御した3.5% NaCl水溶液を用いた。この水溶液中に試験片を浸漬し、対極として用いた白金板と試験片との間にポテンショスタットにより自然電極電位より卑な一定電位を加え、20 hr浸漬したのちに負荷し、試験を開始した。参照電極として飽和カロメル電極(S.C.E.)を用いた。電位としては、 -0.7 , -0.9 , -1.05 , -1.2 V vs. SCE の4種類である。

3 フラクタル特性の測定

き裂形態の観察は、走査型電子顕微鏡(SEM)によって試験片縦断面の破面形態を幾種類かの倍率で撮影して行った。

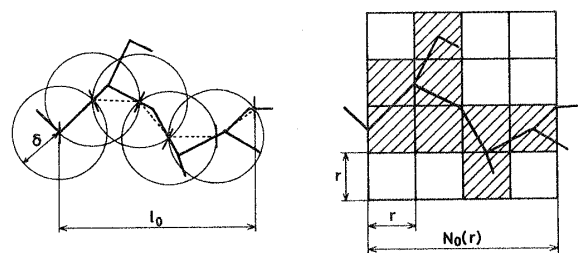
フラクタル特性の測定には2つの方法を用いた。Iの方法としては、Fig. 1(a)に示した円により粗視化する方法で、この方法は前報⁸⁾においても用いた。IIの方法としては、Fig. 1(b)に示したます目によって粗視化する方法である。以後、前者を折れ線近似法、後者をボックス法と呼ぶことにする。

Iの折れ線近似法では、き裂写真上において寸法 δ のディバイダでき裂を順次またいで測定する。この測定を δ の寸法を順次変えて測定していき、 δ とき裂長さ l の関係を求める。き裂プロフィールがフラクタル特性を有しているときには、次式が成立する。

$$l = c\delta^{-D+1} \quad (1)$$

ここで、 c と D は定数で、特に D をフラクタル次元と呼ぶ。

IIのボックス法では、き裂写真に1辺の長さ r の正方形からなる網目をかぶせる。つぎに、き裂を一部分でも含む正方形の数 $N(r)$ を数える。 r を変化させ



(a) Yardstick method. (b) Box counting method.

Fig. 1. Schematic illustration of fractal analysis.

て、この手順を行うとき、次式(1)

$$N(r) = cr^{-D} \quad (2)$$

の関係を満たす場合には、き裂プロフィールはフラクタル特性を有することになる。式(2)の両辺に r を掛けると、左辺の $rN(r)$ はき裂プロフィールの長さ l にほぼ等しく、右辺は cr^{-D+1} となるので、 r を δ に置き換えると、式(1)が導かれる。式(1)と式(2)で与えられるフラクタル次元 D は $1 \leq D \leq 2$ となる。き裂プロフィールが複雑であるほど、 D は大きな値となる。

4 実験結果

4・1 き裂成長曲線

Fig. 2にカソード側に分極した場合のSCCき裂成長速度 da/dt と応力拡大係数 K の関係を示す。き裂成長曲線は K_{ISCC} 近傍の第1領域、 K とともにゆるやかに速度が増す第2領域、速度が急に増す第3領域の三つの領域に大別できる。第2領域の K の範囲は電位によって多少の差はあるものの、およそ $K=15\sim 30\text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ であった。また、この図を同一の K で比較すると、電位が卑になるにしたがってき裂成長速度は遅くなった。

4・2 き裂プロフィールと破面様相

Fig. 3(a), (b)に $E=-1.2\text{ V vs. SCE}$ のき裂プロフィールを示す。Fig. 3(a)の低倍率写真では全体にうねりがみられるとともに、複数の巨視分岐⁴⁾がみられる。Fig. 3(b)の高倍率写真では、き裂プロフィールはまだうねっており、また複数の微小な分岐もみられる。

Fig. 3(c), (d)に $E=-0.7\text{ V vs. SCE}$ のき裂プロフィールを示す。 $E=-1.2\text{ V vs. SCE}$ の場合と同様な様相を示しているが、低倍率写真で見られる巨視分岐

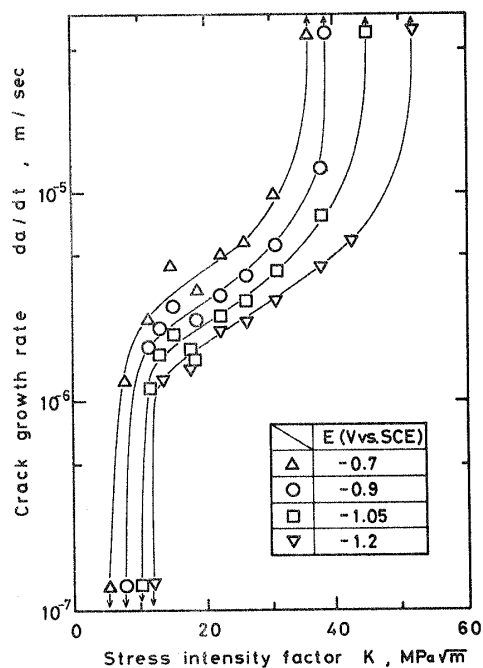


Fig. 2. Stress corrosion crack growth rate under various electrode potential.

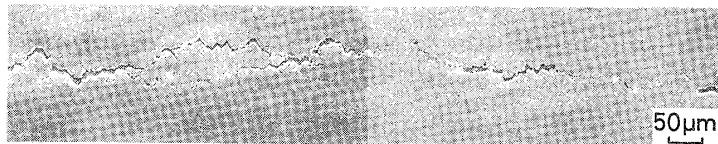
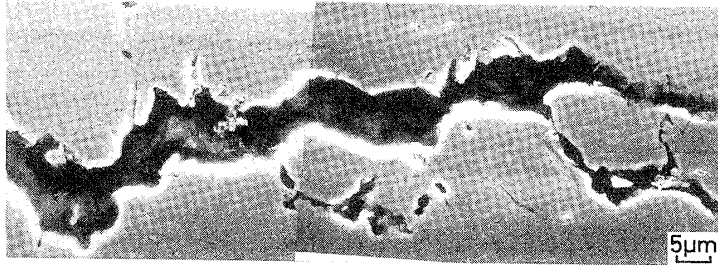
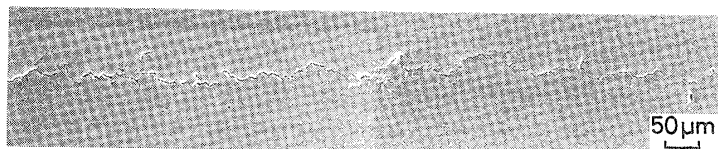
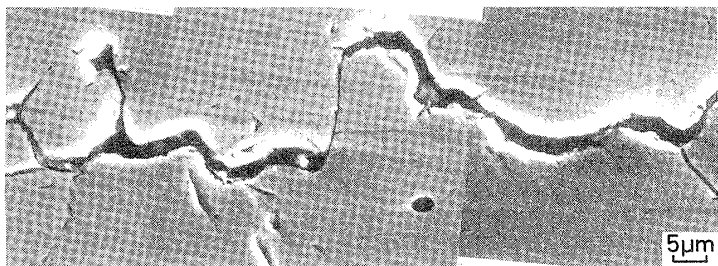
(a) $E = -1.20 \text{ V vs. SCE}, K = 24.8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.(b) $E = -1.20 \text{ V vs. SCE}, K = 24.8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.(c) $E = -0.70 \text{ V vs. SCE}, K = 24.8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.(d) $E = -0.70 \text{ V vs. SCE}, K = 24.8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

Fig. 3. Stress corrosion crack profiles observed with scanning electron microscope.

は頻度も少なくなり, その長さも短くなっている。

Fig. 3 に対応した破面の SEM 写真を Fig. 4 に示す。Fig. 4 (a), (b) に示すように $E = -1.2, -0.7 \text{ V vs. SCE}$ の場合ともに破面全体に粒界割れを生じていることがわかる。

4・3 フラクタル特性

Fig. 3 に示すようなき裂プロフィールに対して 2 種類のフラクタル解析を行った。1 つは Fig. 1 (a) の折れ

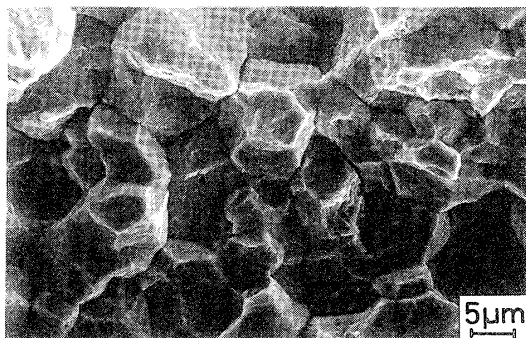
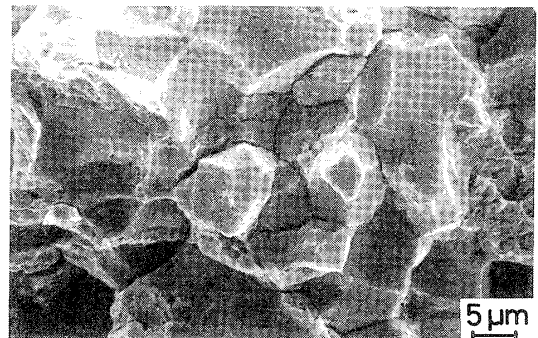
(a) $E = -1.2 \text{ V vs. SCE}, K = 24.8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.(b) $E = -0.7 \text{ V vs. SCE}, K = 24.8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

Fig. 4. Fracture surface appearance of stress corrosion cracking.

線近似法を用いて主き裂のうねりを対象にした場合であり, もう 1 つは Fig. 1 (b) のボックス法を用いて分岐き裂を含めた全体のき裂プロフィールを対象にした場合である。また, フラクタル解析は Fig. 2 で安定き裂伝ぱをする第 II 領域 ($K = 15 \sim 25 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$) について行った。

4・3・1 主き裂のうねりのフラクタル特性 Fig. 5 に分極電位 E を一定にした場合のいくつかの K における主き裂のうねりを, 折れ線近似法により解析した結果を示す。解析は前報と同様に 200~2000 倍の写真を撮り, それらの写真上でき裂のさしわたし長さが 80 mm になる領域内で行った。そのため, Fig. 5 の縦軸は各 δ 時のき裂長さ l をさしわたしの実際のき裂長さ l_0 で無次元化してある (Fig. 1 (a) 参照)。

Fig. 5 (a) の $E = -1.2 \text{ V vs. SCE}$ でそれぞれの K 値を一定に保持した場合には, 測定する δ が大きい領域では δ の変化によらず l は一定で, 解析範囲の実際の長さ l_0 に等しくなる。この領域を a 領域とする。a 領域より δ が小さな領域では, δ を小さくしていくに従い l は長くなり, l と δ の間に負の傾きを持つ直線関係が成り立った。この領域を b 領域とする。Fig. 5 (b)~(d) の $E = -1.05, -0.9, -0.7 \text{ V vs. SCE}$ の他の分極電位でも, a と b の 2 領域に分かれた。

Fig. 6 には $K = 24.8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ のときの結果を電位をパラメータにして示す。それぞれどの分極電位の場合でも, 多少のばらつきはあるものの K のちがいでよって b 領域の傾きに大きなちがいはみられなかった。また, a と b の 2 領域の境界となる δ の値は E によらずおよそ 50 μm 程度となった。

以上の結果より, b 領域においては, どの条件の場合にも l と δ の間には負の傾きを持つ直線関係が成

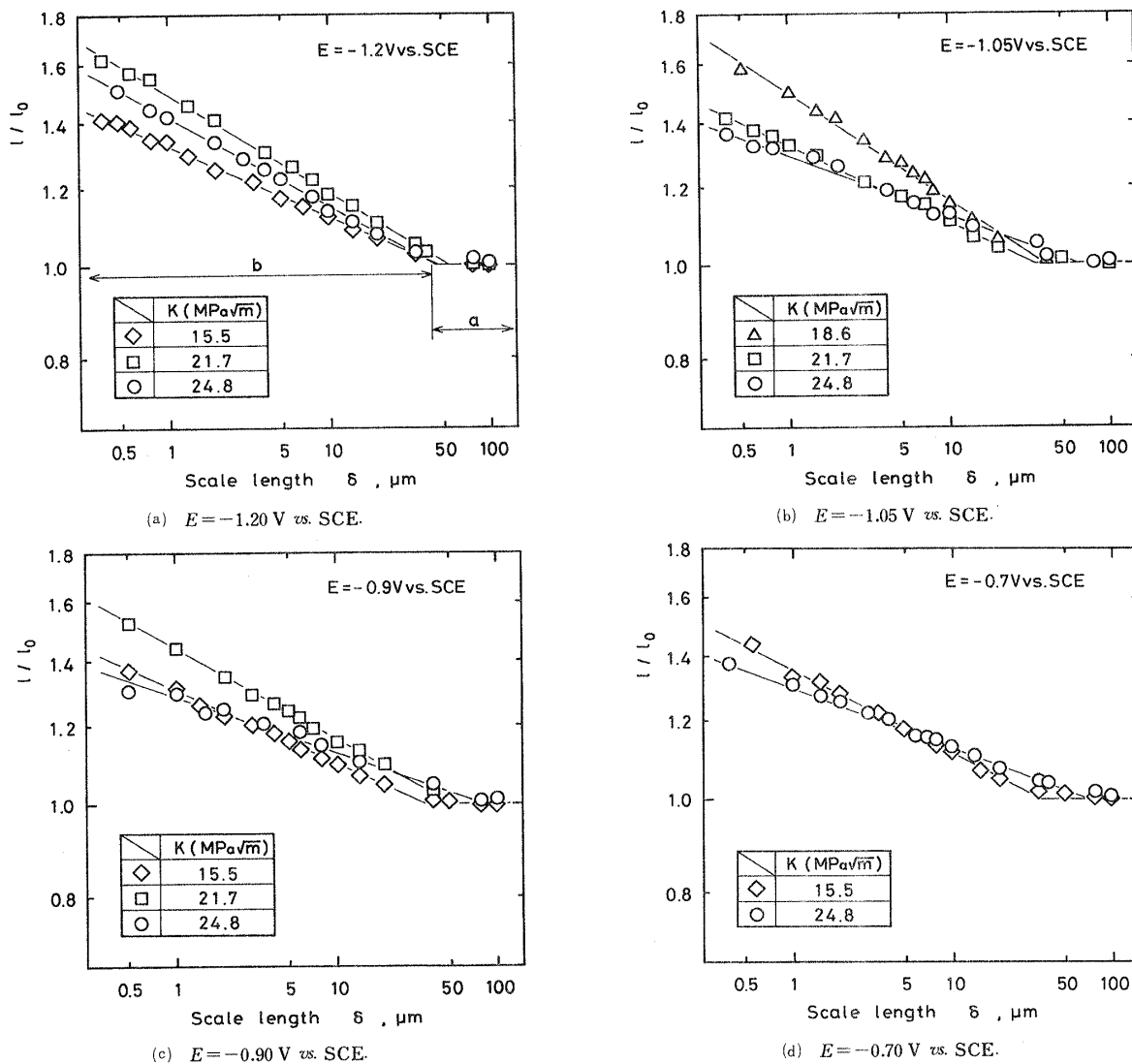


Fig. 5. Plots of logarithms of non-dimensional crack length measured by various scale length.

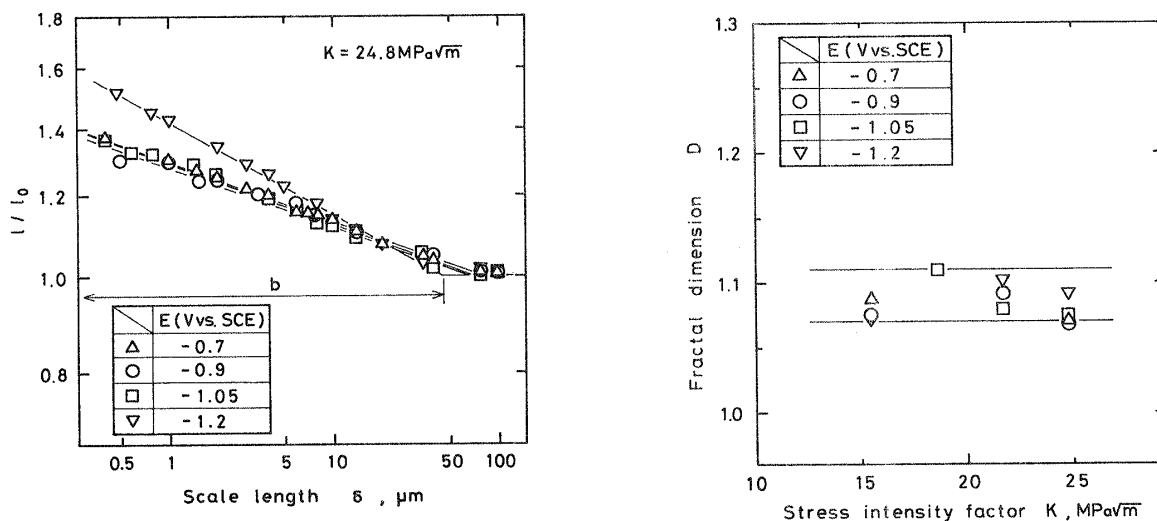


Fig. 6. Plots of logarithms of crack length measured by various scale length, $K = 24.8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

Fig. 7. Relationship between stress intensity factor and fractal dimension.

り立つことから¹⁰⁾、分極下でも SCC き裂はフラクタル特性を持っていることがわかる。また、a 領域では傾きを持たないことから、フラクタル解析を行うには単

位長さ δ が大きすぎることになる。同様な結果は前報⁸⁾で報告した自然浸漬中の場合にも得られた。

Fig. 7 には Fig. 5 と 6 の b 領域の直線の傾き、すな

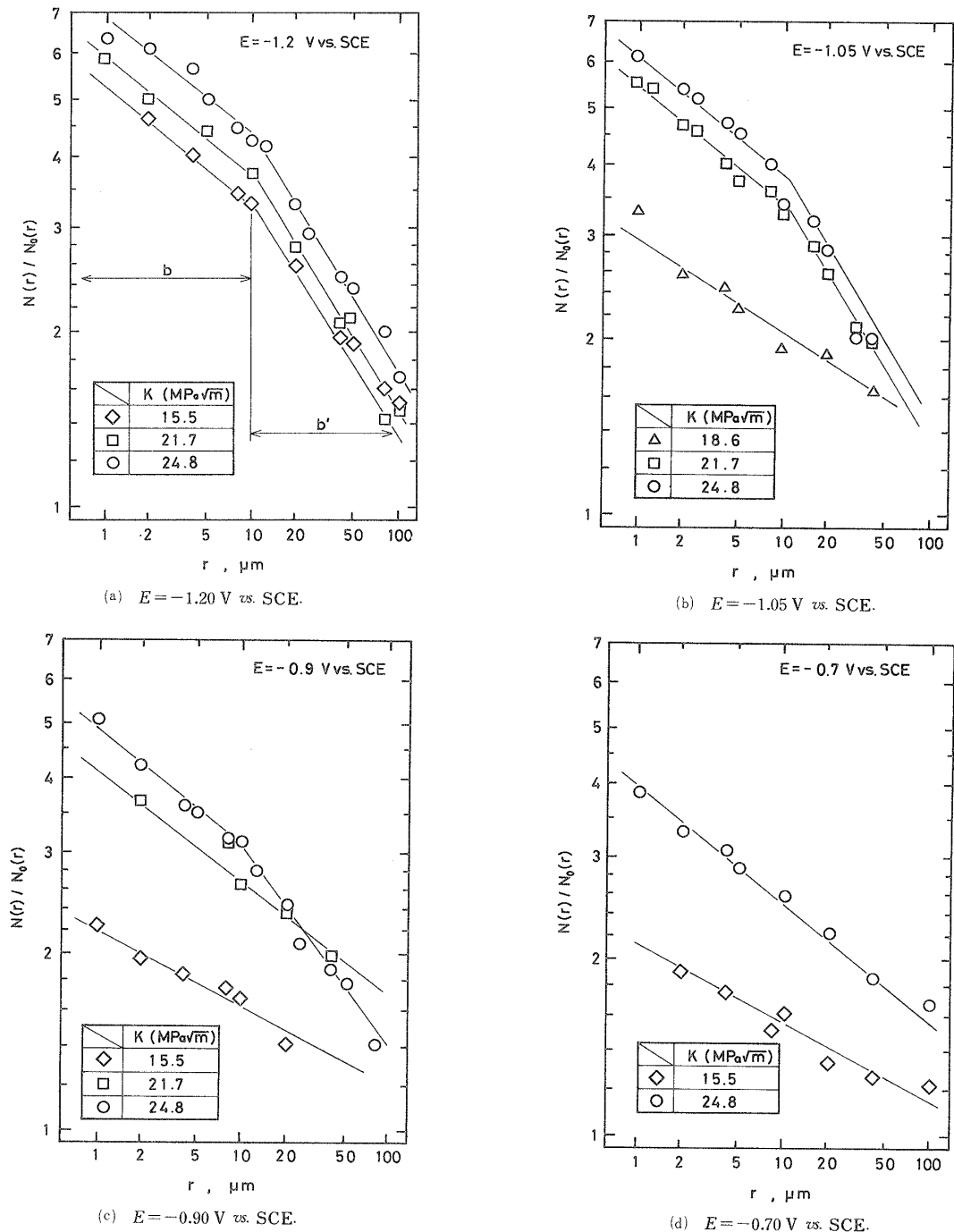


Fig. 8. Plots of logarithms of number of mesh measured by various mesh sizes.

わちフラクタル次元 D を求め, K をパラメータにて示す. どの条件に対しても D 値はほぼ同じ値を示しており, K と分極電位に対する依存性はみられなかった.

4・3・2 分岐き裂を含んだフラクタル特性 Fig. 8 に分岐き裂を含んだ全体のき裂プロフィールを Fig. 1(b) のボックス法で解析した結果を示す. 横軸は正方形の一辺の長さ r であり, 縦軸はき裂プロフィールの含まれる正方形の個数, $N(r)$ を主き裂伝ば方向の 1 列の正方形の個数, すなわちさしわたし個数 $N_0(r)$ で無次元化している. 上述の折れ線近似法では各倍率写真上

の長さを一定にして解析したが, ボックス法ではき裂プロフィールの実寸法を固定して, 各倍率写真上の長さを変えて測定し, 倍率とき裂長さを調整して解析している.

Fig. 8(a) の $E = -1.2 \text{ V vs. SCE}$ の場合には, K によらず 2 つの傾きを持つ折れ線で近似された. ここで, 変曲点より r の小さい領域を b 領域, 変曲点より r の大きい領域を b' 領域とする. 第 3 章で述べたように, 式 (2) の両辺に r を掛けると, 式 (1) が導かれるので, Fig. 8(a) の $N(r)/N_0(r)$ と r の関係は Fig. 5(a) の l/l_0 と δ の関係と基本的には同じになるはずであ

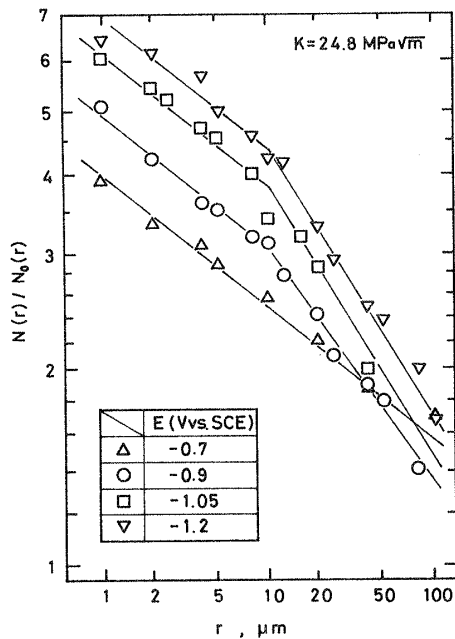


Fig. 9. Plots of logarithms of number of mesh measured by various mesh sizes, $K=24.8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

る。しかし、Fig. 5(a)では $\delta=1 \mu\text{m}$ のとき $l/l_0 \approx 1.5$ となるのに対し、Fig. 8(a)では $r=1 \mu\text{m}$ のとき $N(r)/N_0(r) \approx 6$ となっている。この相違は Fig. 5(a)では主き裂のみを対象としているのに対し、Fig. 8(a)では分岐き裂を含んでいることによる。

Fig. 8(b)から(d)の $E=-1.05, -0.9, -0.7 \text{ V vs. SCE}$ の場合にも Fig. 8(a)の $E=-1.2 \text{ V vs. SCE}$ の場合と同様な結果が得られた。しかし、 K が小さく E が貴になるに従い、 b 領域のみしか出現しなくなる。

Fig. 9は Fig. 8の結果の中から $K=24.8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ のときの結果について E をパラメータにして示す。 b と b' の2領域を有する場合の $N(r)/N_0(r)$ 値は電位が貴なものから卑なものになるにしたがって大きくなり、また各領域の直線の勾配はほぼ等しくなった。また、 $E=-0.7 \text{ V vs. SCE}$ の場合には b 領域のみで、直線の勾配は他の変位の b 領域の勾配と等しくなった。

Fig. 10には Fig. 8と Fig. 9の直線の傾きより求めた D 値を、そのときの K 値に対して示す。 b 領域の D 値は分極電位と K によらず、ほぼ1.1から1.2の範囲となり、Fig. 7に示した折れ線近似法で求めた主き裂の D 値とほぼ一致した。一方、 b 領域での D 値は1.35~1.4とかなり高い値を示していた。また、Fig. 8と Fig. 9に示すように b と b' 領域を分ける変曲点の r は約 $10 \mu\text{m}$ で、結晶粒径 $d=12 \mu\text{m}$ とほぼ一致していた。

5 考 察

5・1 フラクタル特性

前報⁸⁾では、 $d=12, 78, 172 \mu\text{m}$ の SNCM439 鋼を

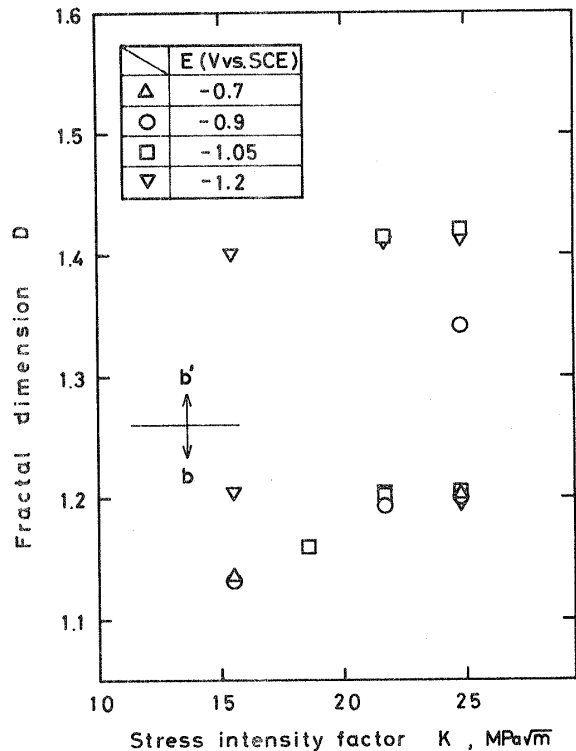


Fig. 10. Relationship between stress intensity factor and fractal dimension.

自然浸漬中で SCC 破壊し、巨視き裂分岐はほとんど起こさなかったことから、折れ線近似法で主き裂のうねりをフラクタル解析した。その結果、フラクタル特性は粒界破面率に多少依存したが、主因子は結晶粒径 d であることが判明した。すなわち、式(1)において D 値は d に依存せず1.05から1.1の範囲となり、 c 値が d の増加とともに大きくなった。

本報の場合にも、Fig. 4に示すように粒界割れが破面全体をおおっていることから、主き裂のうねりに対するフラクタル特性の支配因子は粒径であると考えられ、結果として Fig. 7に示すように D 値は E と K に依存せずほぼ1.1となった。しかし、本報のカソード分極下では分岐き裂が生じ、それを含めてき裂プロフィール全体を解析すると、Fig. 9と Fig. 10に示すように、 b と b' 領域が生じた。 b' 領域は $r \geq d$ で生じており、かつその領域では $D=1.35 \sim 1.4$ となり、分岐した形状の $D=1.2 \sim 1.4$ とほぼ一致していることから、 b' 領域はき裂分岐と関係していると考えられる。一方、 b 領域は $r \leq d$ で生じ、かつ $D=1.1 \sim 1.2$ であることから、主き裂のフラクタル特性を反映していると考えられる。しかし、この場合の D 値は Fig. 3(a)と(b)に示すような微小分岐き裂の影響を含んでいるので、Fig. 7の主き裂のみに対する D 値 (≈ 1.1) より多少大きくなっている。

5・2 き裂成長速度とフラクタル特性

前報⁸⁾では粒径 d が大きい SNCM439 鋼ほど自然浸

漬中のき裂成長速度 da/dt は遅くなった。5・1節で述べたように、この場合の主き裂のフラクタル特性については、 l/l_0 との関係を表す式(1)で D 値(=1.05~1.1)がほぼ一定となり、 c 値が d の増加につれて大きくなった。その結果、 d が大きいほどき裂がまわり道するため da/dt は遅くなると説明できた。

本報の場合、Fig. 2 に示すように $d=12\ \mu\text{m}$ の SNCM439 鋼の da/dt は E が卑であるほど遅くなった。しかし、Fig. 8 と Fig. 9 に示すように d が一定の場合、主き裂の l/l_0 と δ の関係は E に依存しないので、上述のまわり道の効果による da/dt の E 依存性は説明できない。しかし、カソード分極下ではき裂の分岐が起こるので、これを含んでき裂全体をボックス法でフラクタル解析すると、Fig. 9 に示すように同一 K での $N(r)/N_0(r)$ 値は E に依存し、卑な電位ほど大きくなった。

いま、破壊が生じたときに費やされたエネルギー U を考える。このとき、破面が持つ単位面積あたりの表面エネルギーを γ 、破面の表面積を S とすると、破壊に費やされるエネルギーとの間には次式の関係がある。

$$U = S\gamma \quad (3)$$

したがって、 γ を材料定数と考えるならば、破壊を生じさせるために費やされたエネルギー U は、破面の表面積に比例することになる。前述したように、式(2)の両辺に r を掛けると、式(1)が導かれるので、 $N(r)/N_0(r)$ は l/l_0 と同じになる。言い換えると、 $N(r)/N_0(r)$ は分岐き裂を含んだ試験片単位厚さあたりの破面の表面積を表している。したがって、Fig. 9 の結果と式(3)から考えると、電位が卑であるほど、同じ K のもとで与えられたエネルギー U はき裂分岐によって多く費やされ、結果として Fig. 2 に示すようにき裂伝ば速度は遅くなると結論づけられる。この考えは前報⁸⁾で用いたき裂のまわり道の効果とも矛盾しない。

6 結 言

結晶粒径 $12\ \mu\text{m}$ の高張力鋼 SNCM439 のコンパクト引張型試験片を用いて 3.5% NaCl 水溶液中の分極下において SCC 実験を行い、き裂のフラクタル特性を測定した。この結果にもとづき、分極電位がフラクタル特性におよぼす影響を調べ、フラクタル幾何学からみた SCC 機構について検討し、以下のような結論を得た。

(1) 分極電位が卑であるほどき裂成長速度は遅くな

り、巨視分岐き裂の距離が長くなり頻度は高くなる。

(2) 折れ線近似法で測定した主き裂のフラクタル特性から、フラクタル解析を行うには単位長さが大きい領域とフラクタル特性を有する領域とに分かれた。このとき得られたフラクタル次元は K 値や分極電位に対して有意性は持たない。

(3) ボックス法で測定した分岐を含むフラクタル特性は折れ線近似法で求めたき裂長さより大きい値が得られ、卑に分極し K が大きいとき2つの領域を持っており、 K が小さく貴な側に分極していくと1つの領域を示した。この2つの領域の変曲点は結晶粒径と一致していた。

(4) SCC き裂へのフラクタル概念の導入により、き裂のうねりのみならず分岐を含んだき裂全体を数量化して表現することができ、き裂観察に有効な手段であることがわかった。

(平成2年7月24日 第27回 X線材料強度に関するシンポジウムにて一部講演)

参 考 文 献

- 1) C. S. Carter, Eng. Frac. Mech., **3**, 1 (1971).
- 2) 金 光培, 三俣秀幸, 椿野春繁, 山川宏二, 材料, **35**, 88 (1986).
- 3) 広瀬幸雄, 田中啓介, 矢島善次郎, 岡林邦夫, 材料, **28**, 189 (1979).
- 4) 広瀬幸雄, 田中啓介, 矢島善次郎, 津田政明, 材料, **31**, 510 (1982).
- 5) Y. Hirose, T. Mura, PVP-Vol. **99**, ASME, 245 (1985).
- 6) 津田政明, 広瀬幸雄, 矢島善次郎, 田中啓介, 材料, **37**, 599 (1988).
- 7) M. Tsuda, Y. Hirose, Z. Yajima, K. Tanaka, ICRS-2, 997 (1989).
- 8) 津田政明, 広瀬幸雄, 黒瀬雅詞, 松岡三郎, 黒部利次, 田中啓介, 材料, **40**, 1066 (1991).
- 9) B. B. Mandelbrot, 広中平祐監訳, “フラクタル幾何学” (1984) 日経サイエンス社
- 10) 高安秀樹, “フラクタル” (1986) 朝倉書店
- 11) 松岡三郎, 住吉英志, 石川圭介, 日本機械学会論文集, A-**56**, 2091 (1990).
- 12) 松岡三郎, 材料と環境, **40**, 498 (1991).
- 13) ASTM Standard, E399-81 (1981).
- 14) 高安秀樹, 高安美佐子, “フラクタルって何だろう” (1988) ダイアモンド社
- 15) 日本材料学会編, “材料強度学” (1986) 日本材料学会