

高張力鋼の応力腐食割れのフラクトグラフィ的研究*

広瀬幸雄** 田中啓介***
矢島善次郎****岡林邦夫*****

Fractographic Study of Stress Corrosion Cracking in High Strength Steel

by

Yukio HIROSE

(Faculty of Education, Kanazawa University, Kanazawa)

Keisuke TANAKA

(Faculty of Engineering, Kyoto University, Kyoto)

Zenjiro YAJIMA

(Faculty of Engineering, Kanazawa Institute of Technology, Kanazawa)

and Kunio OKABAYASHI

(Faculty of Engineering, University of Osaka Prefecture, Sakai)

The fracture surface of stress corrosion cracking of tempered SNCM 8 steel in a 3.5% NaCl solution environment was observed by means of scanning electron microscopy and the X-ray diffraction technique. A quantitative nature of the topography and the residual stress of the fracture surface were found to be more closely related to the crack growth rate than to the stress intensity factor. The relation between the areal fraction ϕ of prior-austenite grain boundary fracture in the fracture surface and the growth rate da/dt of stress corrosion cracks was obtained as

$$da/dt = \exp(A - C\phi)$$

where A is a constant dependent on tempering temperature while C is independent. The residual stress σ_R measured on the fracture surface by the X-ray method was tensile and changed as a function of the areal fraction of grain boundary fracture:

$$\sigma_R = (1 - \phi)\bar{\sigma}_R$$

The mechanical field near the tip of a stress corrosion crack with microbranching was modeled by a blunt crack with the equivalent root radius ρ_{eq} . The equivalent stress intensity factor given by

$$K_{eq} = \sqrt{\rho_i/\rho_{eq}} K$$

was proposed to be a fracture mechanics parameter for characterizing the near-tip field, thus the crack growth rate. The value of ρ_{eq} is twice the microbranching width of the crack and ρ_i is the limiting root radius for a sharp crack. The concept the equivalent stress intensity factor may explain the finding that the fractographic feature is more closely related to the crack growth rate than to the stress intensity factor.

(Received Aug. 25, 1978)

キーワード：応力腐食割れ, 高張力鋼, フラクトグラフィ, X線応力測定, 破壊力学

1 緒 言

材料の破壊面の観察は、実用機器の破壊原因調査において不可欠であるばかりでなく破壊の微視機構を追求するための有力な一手法として広く用いられている。ここで通常破面観察には電子顕微鏡が使用され、

その凹凸の形態が観察されるが、近年X線回折法による破面解析もX線フラクトグラフィとして使用されてきている。¹⁾

高張力鋼の遅れ破壊面の電子顕微鏡観察によると破面形態は前オーステナイト粒界割れが主であるが応力拡大係数によりその破面に占める割合は異なる。前報に述べた低合金鋼 SNCM 8 の焼入れ後 200°Cで焼もどした材料の 3.5% NaCl 中での応力腐食割れ破面観察結果によると、前オーステナイトディンプルを伴う

* 原稿受理 昭和53年8月25日

** 正会員 金沢大学教育学部 金沢市丸の内

*** 正会員 京都大学工学部 京都市左京区吉田本町

**** 正会員 金沢工業大学 金沢市郊外野々市町

***** 正会員 大阪市立大学工学部 堺市中百舌鳥梅町

テアーリッヂよりなり, き裂成長に対する応力拡大係数の下限界 K_{ISCC} 近傍では全領域が前オーステナイト粒界割れであるのに対して, 応力拡大係数 K が増大するとその割合は減少した。

本研究においては焼もどし温度が違った場合に関して粒界破面率の K ないしは伝ば速度 da/dt との関係を検討し, さらに X 線回折法を用いて破面近傍の残留応力分布を測定することにより成長機構に関して考察を加えた。またき裂近傍の微小分岐状態を観察し, 微小分岐き裂を鈍化き裂でモデル化することにより成長機構の力学的解析を試みた。

2 実験方法

2・1 材料および試験片

実験に使用した材料は市販の SMCM 8 鋼 ($0.39\% C$, $0.27\% Si$, $0.77\% Mn$, $0.019\% P$, $0.014\% S$, $0.13\% Cu$, $1.77\% Ni$, $0.83\% Cr$, $0.17\% Mo$) である。³⁾ 試験片形状は 1 インチ型のコンパクト引張型試験片で以下のように製作した。なお板厚 B は 2, 5, 25.4mm である。まず入手した 100 mm 直径の丸棒から軸直角に輪切りした平板の中央より試験片を機械加工した後, 880°C で 1 hr 焼準後 850°C に再加熱 1 hr 保持後油焼入れした。焼もどし処理は 200°C および 400°C で 2 hr 行った。試験片の熱処理による脱炭層や表面残留応力の除去のため表面層 1.2 mm を 1μ ずつ研削除去し, エメリー紙研磨を行った。その後切欠きを放電加工により入れ, 最後に電解研磨仕上げをして実験に供した。熱処理後の機械的性質を Table I に示す。ここで材料の前オーステナイト粒径は 12μ であった。

Table I. Mechanical properties of material.

Tempering temperature (°C)	Yield strength (kg/mm²)	Tensile strength (kg/mm²)	Elongation (%)
200	156	192	4.5
400	136	143	6.5

2・2 応力腐食割れ試験

試験機は単軸レバー式荷重制御装置を用いて, 荷重 P 一定ないしは検出したき裂長さより P を変化させた K 一定試験条件で行った。き裂長さは 10 倍の倍率の移動型顕微鏡で測定した。

腐食環境条件として蒸留水に NaCl を溶した 3.5% NaCl 溶液中の浸せき状態であり, 液温 $22^\circ C \pm 2^\circ C$ で循環させた。循環だめの液は pH 6.2 で 2 hr ごとに新しい液と取り換えた。なお実験に当っては, 試験片を環境槽中に設定後 30 min 無負荷状態で保持した後負荷した。

2・3 電子顕微鏡および X 線回折法による破面観察

走査型電子顕微鏡による破面観察に先だって酸化層

をとりのぞくためドータイト試薬 (Dotite NAT 同仁薬化学研製) の 0.1% 水溶液中に約 1 hr 浸せきした。破面観察位置は板厚 2 mm, 5 mm, 25.4 mm の試験片では中央部 1 mm 幅に関して行った。粒界破面率は上述の観察位置で各 K に対して 5 ~ 7 枚の写真をとり, その破面写真中の粒界破面の面積を プラニメータにて測定し全視野に対する比の平均値として求めた。

X 線応力測定は K 一定で形成された破面のき裂進展方向の残留応力を応力測定法標準に従って測定した。⁵⁾ 測定は板厚 $B = 2$ mm および 5 mm に関して行った。X 線応力測定機 (東芝製 MDP 103 型) を用い, Table II に示す条件で行った。なお測定位置は $B = 5$ mm に関しては試験片中央部で $4 \times 4 \text{ mm}^2$ および $B = 2$ mm に関しては $2 \times 4 \text{ mm}^2$ である。また深さ方向の残留応力分布は表面より逐次電解研磨し除去した面に関して測定することにより求めた。

Table II. X-ray diffraction condition.

Characteristic X-ray	CrK α
Diffraction plane	(211)
Filter	V
Tube voltage (kV)	30
Tube current (mA)	16
Scanning speed (deg/min)	4
Time constant (sec)	5
Chart speed (mm/min)	40
Soller slit divergence (deg)	0.15
Irradiated area (mm 2)	4 \times 4

3 実験結果

3・1 き裂成長挙動

き裂成長速度 da/dt と応力拡大係数 K との関係を Fig. 1 に示す。ここで白印は K 一定試験で、黒印は P 一定試験で得た実験点である。また K_{ISCC} 近傍の伝ば挙動は K を約 10% ずつ減少させて得た結果であり、 K 減少に伴う潜伏期を越えた後の伝ば速度を測定した。³⁾

さらに前報の場合と同様に 240 hr を打切り時間として成長の認められなかった値を K_{ISCC} とした。図において、いずれの焼もどし温度および板厚によらず、 K_{ISCC} 近傍の第Ⅰ領域不安定破壊に対応する K_{SC} 近傍の第Ⅲ領域およびその中間の第Ⅱ領域に分かれている。Table III に K_{ISCC} , K_{SC} 値をまとめた。 K_{ISCC} は 200°C 焼もどしでは板厚に関係なく同一になったが 400°C 焼もどしでは板厚の厚い方が小さい値を示した。応力腐食割れ破壊じん性値 K_{SC} については板厚のうすいものほど高くなる。 K_{ISCC} と K_{SC} の差が大きい 400°C 焼もどし材では領域Ⅱでの伝ば速度が K に依存しない一定のプラトーが現れるが、 K_{ISCC} と K_{SC} の差の小さい 200°C 焼もどし材の領域Ⅱにおいての伝ば

速度は K とともに漸増している。

3・2 破面形態

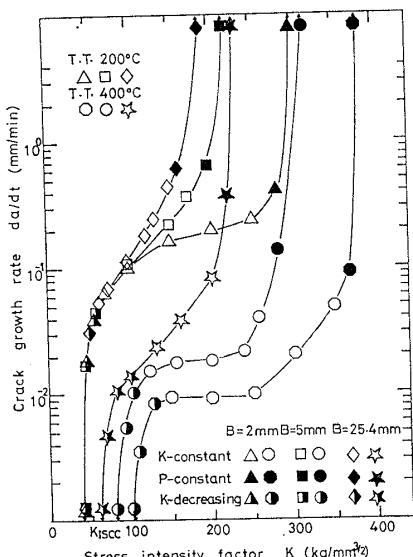


Fig. 1. Relation between crack growth rate and stress intensity factor.

Table III. Stress intensity factors; K_{ISCC} , K_{SC} , and K_t .

Tempering temperature T (°C)	Thickness B (mm)	Threshold stress intensity factor K_{ISCC} (kg/mm ^{3/2})	Fracture toughness in air K_t (kg/mm ^{3/2})	Stress corrosion fracture toughness K_{SC} (kg/mm ^{3/2})
200	2	35	187	303
	5	35	—	220
	25.4	35	180	194
400	2	100	227	378
	5	80	—	320
	25.4	65	220	225

Fig. 2 は焼もどし温度 400°C の板厚 $B=2$ および 25.4 mm の試験片の破面走査型電子顕微鏡写真を示す。焼もどし温度 400°C $B=2$ mm に関して(a) K_{ISCC} 近傍の第 I 領域ではほぼ全域前オーステナイト粒界割れであるのに対し(b) K が大きい第 II 領域のものは粒界割れの中に一部ディンプルを伴った延性的なテアリッヂが認められ、2 次き裂が多く認められる。(c) 第 III 領域ではこの領域が増す。また(d) 不安定破壊破面はすべてディンプル破面である。一方 $B=25.4$ mm の場合(f) $K=200 \text{ kg/mm}^{3/2}$ の場合を $B=2$ mm の(b)と同一 K の場合と比較した場合前者において粒界破面の量は小さい。³⁾ 200°C 焼もどし材に関して前報に述べた結果とほぼ同様で上述の傾向が認められた。

板厚 $B=2$ mm の場合に関して粒界破面率 ϕ (%) と K との関係を成長速度 da/dt と K との関係に示した結果を Fig. 3 に示す。ここで注目すべき点は第 II 領域に関して K によらず da/dt が一定となるいわゆるプラトーが存在する 400°C 焼もどし材に関して、 ϕ も一定となっており、一方 200°C 焼もどし材で K とともに da/dt が漸増する場合 ϕ が漸減していることである。このことより ϕ は K 値よりも da/dt と密接な関係にあることが推察される。つぎに da/dt と ϕ との関係を Fig. 4 に示す。図より $B=2$, 25.4 mm によらず各焼もどし材に関して一本の直線で表され、次式となる。

$$da/dt = \exp(A - C\phi) \quad (1)$$

ただし、 A は焼もどし温度に依存し、 C は依存しない定数である。

3・3 破面近傍の残留応力分布

応力腐食割れ破面を X 線応力測定すると引張残留応

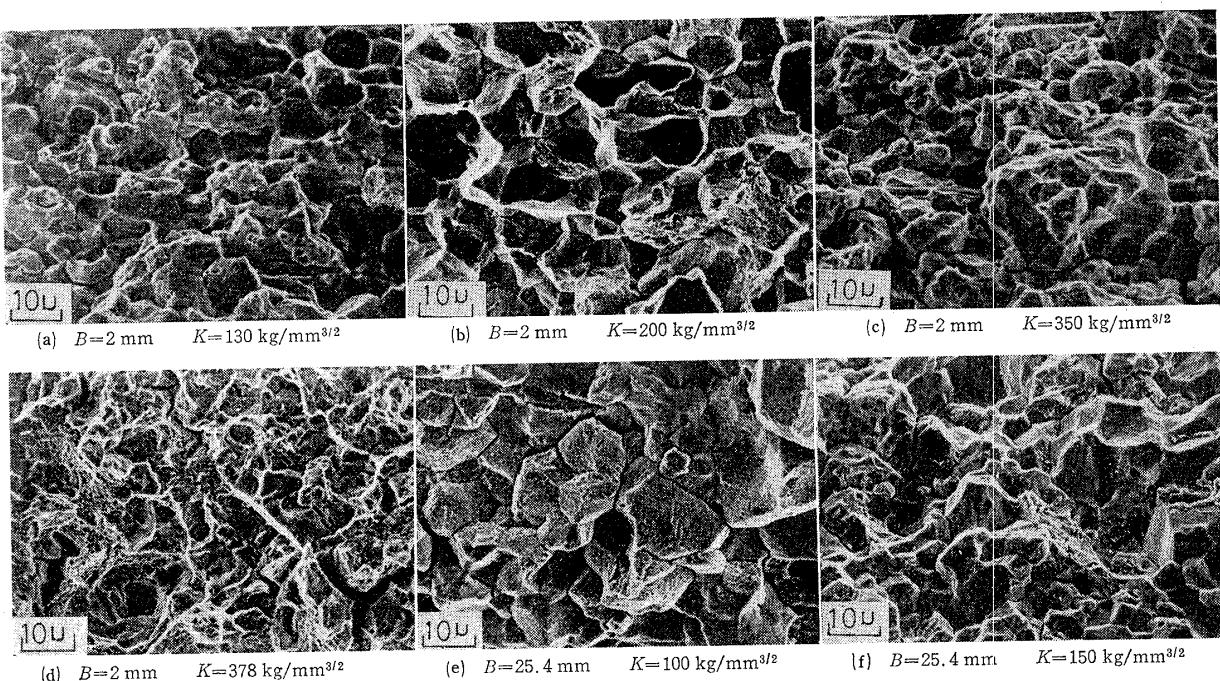


Fig. 2. Scanning electron micrographs of stress corrosion fracture surfaces of 400°C tempered steel
(Crack growth direction is from bottom to top).

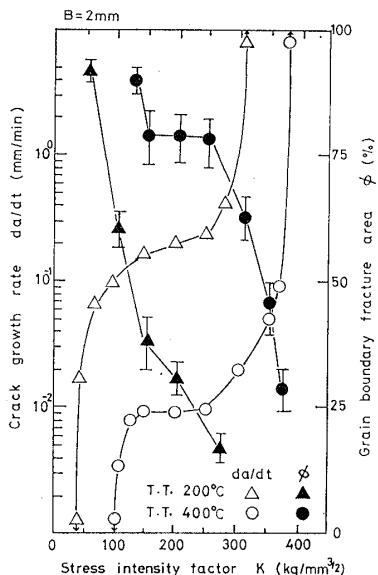


Fig. 3. Variation of grain boundary fracture areal fraction with stress intensity factor.

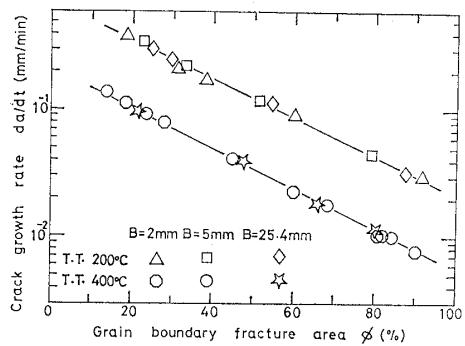


Fig. 4. Relation between crack growth rate and grain boundary fracture areal fraction.

力が測定された。 K 一定試験における破面に関して測定した200°Cおよび400°C焼もどし材における K と残留応力 σ_R の関係をFig.5に示す。図にみられるように K とともに増加する傾向にある。Fig.1に示す da/dt と K との関係と比較すると破面残留応力値 σ_R は da/dt と密接な関係にある。

K に対する破面から内部方向への残留応力分布をそれぞれ200°Cおよび400°C焼もどし材に関してFig.6に示す。 σ_R は内部に入るに従って減少していく。一方400°C焼もどし材に関して破面近傍の引張残留応力

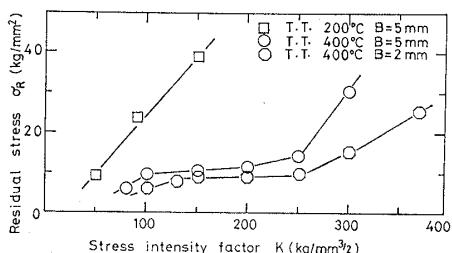


Fig. 5. Variation of fracture surface residual stress with stress intensity factor.

は小さく内部に極大値をもった後なだらかに減少していく。この引張応力はき裂先端での開口型の局所塑性変形に起因するもので、破壊じん性破面に関しては、Muro¹⁾らによても観察されている。また400°C焼もどし材に関して破面近傍で残留応力の減少が観察されているがこれは破面形態の観察で認められる2次き裂の形成による応力解放に起因するものと考えられる。なお第Ⅱ領域の2次き裂の深さ、つまり後述のき裂の微小分岐幅は塑性域の4分の1程度である。

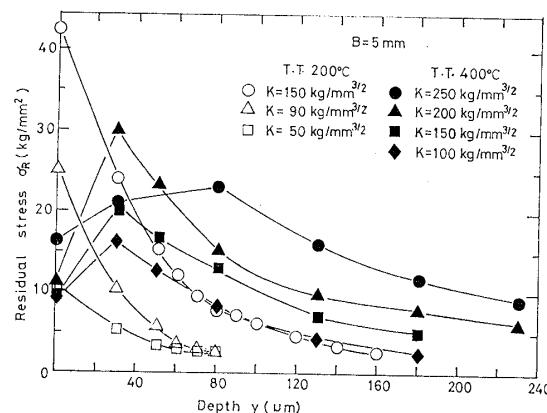


Fig. 6. Residual stress distribution from fracture surface at 200°C and 400°C.

残留応力の初期値からの変化が観察される領域が塑性域に対応する。ここで材料の初期残留応力のX線測定結果は3~4 kg/mm²程度であった。ここでFig.6に関して $\sigma_R=5 \text{ kg/mm}^2$ および 7 kg/mm^2 の位置までの深さ w_y を測定し、 K との関係を示した結果がFig.7で、 $\sigma_R=7 \text{ kg/mm}^2$ となる位置は K の2乗に比例する。破壊力学におけるき裂方向への平面ひずみ塑性域の大きさ w と K の関係式⁷⁾

$$w = (1/3\pi)(k/\sigma_Y)^2 = 0.11(K/\sigma_Y)^2 \quad (2)$$

と同一の K 依存性を有する。またLevy⁸⁾らの完全弾性塑性体の小規模降伏条件下的静止き裂先端塑性域の有限要素法解析結果によると、荷重軸方向への塑性域のひろがりは

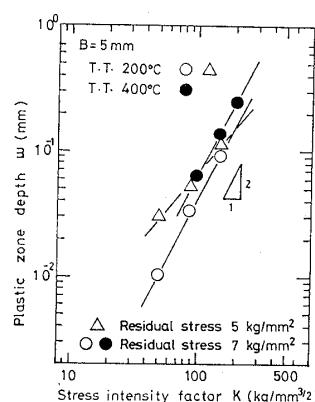


Fig. 7. Relation between plastic zone depth and stress intensity factor.

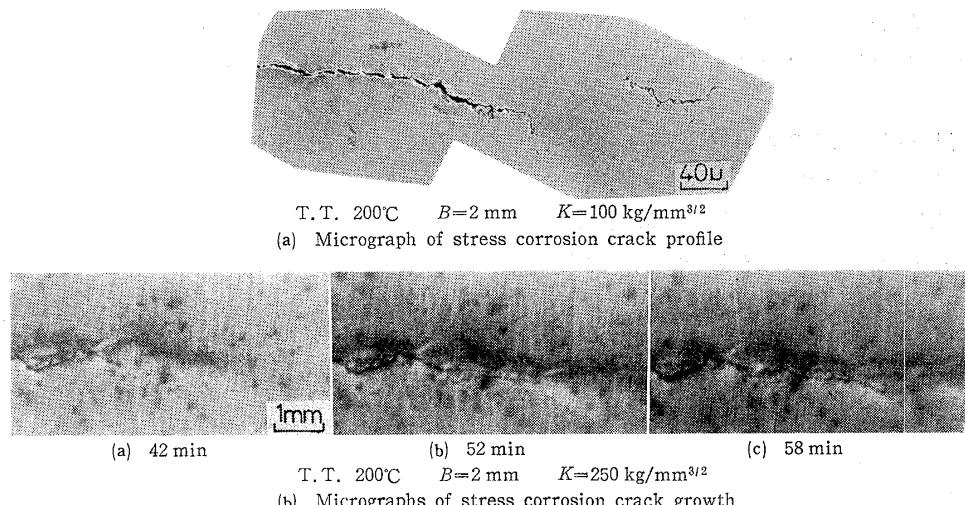


Fig. 8. Micrographs of stress corrosion cracks.

$$\omega_y = 0.15(K/\sigma_y)^2 \quad (3)$$

で与えられる。ここで $\sigma_y = 7 \text{ kg/mm}^2$ となる位置を塑性域と定義し、 K との関係を求める

$$\omega_y = 0.085(K/\sigma_y)^2 \quad (4)$$

となる。また、400°C 焼もどし材の Fig. 6 に関しても $\sigma_y = 7 \text{ kg/mm}^2$ の位置 ω_y と K との関係は Fig. 7 の黒印にみられるように K^2 に比例し次式を得る。

$$\omega_y = 0.080(K/\sigma_y)^2 \quad (5)$$

4 考 察

4・1 破面形態および破面残留応力

破面形態はき裂の成長機構と密接に関係している。高張力鋼の 3.5% NaCl 中の応力腐食割れは水素に助けられた割れ (Hydrogen-Assisted Cracking HAC)^{2,9)} であることがほぼ確定されている。この場合の微視機構として主き裂先端の静水圧応力場を水素が拡散し、最大静水圧応力成分を有する位置に集った水素により微視割れが形成され、次いでこの微視割れが主き裂に連絡することにより成長するモデルが Gerberich ら¹⁰⁾あるいは Leeuwen によって提案されている。本実験条件に関して Fig. 8 (a) に例示するように 200°C 焼もどし材の第 II 領域において主き裂先端に分離き裂がしばしば観察された。また Fig. 8 (b) のき裂進展の連続写真にみられるように不連続成長が認められる。最大静水圧成分の生じる位置は加工硬化材に関する Griffiths らの有限要素法解析結果では弾塑性境界やや後方で生じ、また Rice らによるとき裂先端開口変位の約 2 倍の位置に生じることが報告されている。いずれにしても塑性域内のき裂より離れた位置に微視き裂が形成されるものと予想される。なお、山川らは弾塑性境界に微視き裂が形成されることを報告している。

ここで Fig. 9 (a) に示す成長機構を採用し破面観察結果に加える。主き裂先端より離れた塑性域内に微視き裂が前オーステナイト粒界に形成される。この微視き裂が主き裂方向に成長し、力学的不安定破壊条件が

満たされた状態で機械的破壊により主き裂と連結する。その後同様な過程を通じて段階的な進展を続ける。さて高張力鋼の破壊面には引張残留応力が形成される⁶⁾ことは Muro らによって報告されているが、このモデルにおいて粒界破面の残留応力が零に近く機械的破面の残留応力が引張りであると考える残留応力値 σ_R と粒界破面率 ϕ との間には密接な関係にあるものと考えられる。Fig. 10 は Fig. 6 に示した σ_R を ϕ との関係で整理した結果である。図では空中破壊じん性試験破面の残留応力および応力腐食割れ不安定破壊破面の残留応力を示す。図の関係は

$$\sigma_R = (1 - \phi)\bar{\sigma}_R \quad (6)$$

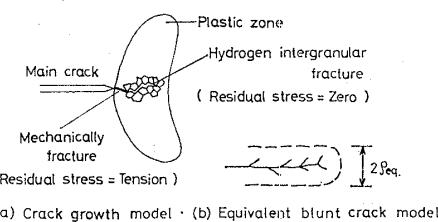


Fig. 9. Crack growth model and equivalent blunt crack model.

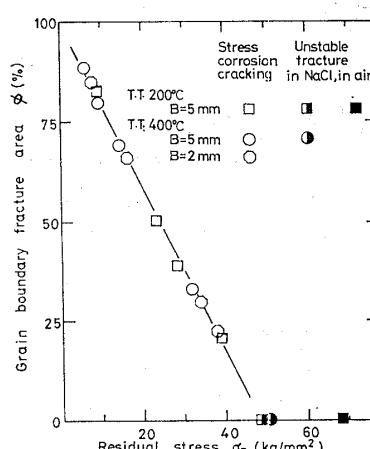


Fig. 10. Relation between grain boundary fracture areal fraction and residual stress.

で表され、機械的破面の部分 ($1-\phi$) には同一の引張応力 σ_R を残留し粒界破面の部分は零であることが結論される。

4・2 微視分岐き裂の応力ひずみ場

本実験において第Ⅱ領域の成長過程にあるき裂に関して先端鈍化は明りょうでないが微視分岐 (micro-branching)³⁾¹⁴⁾ を伴っている。このき裂分岐はき裂先端近傍の応力ひずみ場を決定する重要な因子であるが、ここでは Fig. 9 (b) に示す等価切欠き半径 ρ_{eq} ¹⁵⁾ を有する鈍化き裂でモデル化する。このモデルは Austen¹⁶⁾ らによって提案され Noronha¹⁶⁾ らもこれを採用して平面ひずみ状態での同様な評価を行っている。ここで平面応力状態を含めて異った手法により評価することを以下のように試みた。

同一材料同一熱処理を行った半径 ρ を有する鈍化切欠きコンパクト引張試験片で空中破壊じん性試験を行い、電位差法で検出したときき裂発生の応力拡大係数 K_{oi} と $\sqrt{\rho}$ の関係を求めた。Fig. 11 がその結果で

$$K_{oi} = \alpha \sqrt{\rho} \quad (7)$$

なる線型関係が認められる。ここで疲労き裂に対する K_i 値は Fig. 11 に示すように有限の ρ_i に対応する K 値となる。よって(7)式を変形して

$$K_i = \sqrt{\rho_i / \rho_0} K_{oi} \quad (8)$$

が成立する。ついで応力腐食き裂成長試験を中断し、

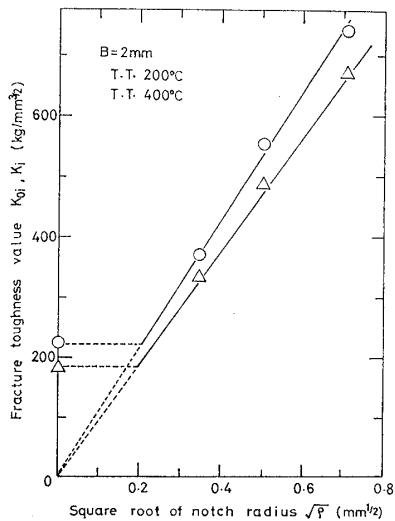


Fig. 11. Relation between stress intensity factor and square root of notch radius.

Table IV. Values of ω_b , K_{isi} , ω , ρ_{eq} , and ρ_i .

Tempering temperature T (°C)	Apparent stress intensity factor K_{app} (kg/mm ^{3/2})	Crack branching width ω_b (μm)	Plastic zone size ω (μm)	Fracture toughness in air K_{isc} (SCC crack) (kg/mm ^{3/2})	Fracture toughness in air K_i (fatigue crack) (kg/mm ^{3/2})	Equivalent crack tip radius ρ_{eq} (μm)	Limiting crack tip radius ρ_i (μm)
200	200	25	523	212	187	51	40
400	250	51	1076	325	227	103	44

領域の成長速度 da/dt は $\exp(K_{eq})$ と直接関係あることを報告している。⁶⁾ (10)式を(11)式を使って書き換える、さらに ω_b と ω の比例関係を仮定すると、その比例定数を β として

$$\begin{aligned} K_{eq} &= \sqrt{\rho_t} K_{app} / \sqrt{2\omega_b} \\ &= \sqrt{\rho_t} K_{app} / \sqrt{2\beta(K^2/\sigma_y^2)} \\ &= \sqrt{\rho_t} \sigma_y / \sqrt{2\beta} \end{aligned}$$

となり、 K_{app} が変化しても K_{eq} は一定となり伝ば速度が一定となることが予想される。逆に da/dt が同一のところでは同一の K_{eq} をもつことが推定され、前述の粒界破面率あるいは σ_R は K_{app} よりも伝ば速度の関数となったものと理解される。

4 結 言

低合金鋼 SNCM 8 焼もどし材の 3.5% NaCl 中の応力腐食割れ破面を観察し、成長機構に関し考察を加えた結果次のような結論が得られた。

(1) 走査型電子顕微鏡による破面観察によると粒界破面とテアーリッヂが観察され、粒界破面が全破面に対して占める割合 ϕ は試験片板厚によらずき裂成長速度 da/dt との間に

$$da/dt = \exp(A - C\phi)$$

なる関係が成立した。ここで定数 A は焼もどし温度に存依し、 C は依存しない。

(2) X線応力測定法により破面には引張残留応力 σ_R が観察され破面率 ϕ との間には

$$\sigma_R = (1 - \phi)\bar{\sigma}_R$$

なる線型関係が成立し、この関係は粒界破面の残留応力を零、機械的破面残留応力を引張応力 $\bar{\sigma}_R$ と考えることにより説明され、破面残留応力測定より破壊機構の分離が可能である。

(3) 微視分岐を伴う応力腐食割れき裂先端の力学場は等価切欠き半径 ρ_{eq} を有する鈍化切欠きでモデル化され、成長速度はき裂に対する有効切欠き半径 ρ_t とした場合

$$K_{eq} = (\rho_t / \rho_{eq})^{1/2} K_{app}$$

で求まる破壊力学的パラメータである等価応力拡大係数によって決定されていることが予想され、かつ ρ_{eq} はき裂幅の約 2 倍であった。

最後に本研究を遂行するに当り、種々の点でご助言ご援助いただいた京都大学工学部平修二教授に感謝いたします。

(昭和53年7月20日 日本材料学会第15回X線材料強度に関するシンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 平 修二, 田中啓介, 鉄と鋼, **65**, 450 (1979).
- 2) Beachem, C. D., Met. Trans., **3**, 437 (1972).
- 3) 広瀬幸雄, 田中啓介, 岡林邦夫, 材料, **27**, 545 (1978).
- 4) 吉沢四郎, 米沢俊一, 山川宏二, 腐食防食協会78年春期大会前刷, p.39 (1978).
- 5) 日本材料学会編, “X線応力測定標準” (1973).
- 6) Tsushima, H., H. Nakashima, and H. Muro, 日本材料強度学会誌, **10**, 91 (1975).
- 7) 岡村弘之, 線型破壊力学入門 (1976) 培風館
- 8) Levy, N., P. V. Marcal, W. J. Ostergren, and J. R. Rice, Int. J. Frac. Mech., **7**, 143 (1971).
- 9) Brown, B. F., The Theory of Stress Corrosion Cracking in Alloys, NATO, p.186 (1971).
- 10) Gerverich, W. W., Y. T. Chen, and C. St. John., Met. Trans., **6A**, 1485 (1975).
- 11) Leeuwen, H. P., Corrosion, **31**, 42 (1975).
- 12) Griffith, J. R., and D. R. J. Owen, J. Mech. Phys. Solids, **19**, 419 (1971).
- 13) Rice, J. R., and M. A. Johnson, Inelastic Behavior of Solids, M. F. Kanninen edited, p.641 (1970).
- 14) Carter, C. S., Eng. Frac. Mech., **3**, 1 (1971).
- 15) Austen, I. M., R. Brook, and J. M. West, Int. J. Frac., **12**, 253 (1976).
- 16) Noronha, R. J., and P. F. Pachman, Eng. Frac. Mech., **10**, 289 (1978).