

SNCM 439 鋼の応力腐食割れき裂成長に及ぼす

結晶粒径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*****

Prior-Austenite Grain Size 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 cracking tests were conducted in 3.5% NaCl solution by using SNCM439 steel specimens which have three different prior-austenite grain sizes, $d=12, 78$ and $172 \mu\text{m}$. The fracture surfaces obtained were analyzed from a viewpoint of fractal geometry.

The results obtained are summarized as follows:

- (1) The crack growth rate, da/dt , increased with increasing the stress intensity factor, K , and with decreasing prior-austenite grain size, d .
- (2) The grain boundary fracture area, ϕ , decreased with increasing K . At a given K level, ϕ increased with increasing d .
- (3) The profiles of stress corrosion cracks had the character of fractal. The relevant fractal dimension, D , was about 1.05 in the region c where the intergranular cracking was predominant, while it was about 1.10 in the region b where the mixed feature of intergranular and transgranular cracking appeared.
- (4) The fractal analysis explained the dependence of da/dt on d .

Key words: Fractal analysis, Dimension, Stress corrosion cracking, Crack extension, Fracture mechanics, Stress intensity factor

1 緒 言

応力腐食割れ (SCC) においてき裂は枝分かれ、うねりなど、さまざまな形態を示すことはよく知られている^{1),2)}。特に、高張力鋼において、SCC き裂は前オーステナイト結晶粒界を選択的に進展していくことから、^{3),4)} 前オーステナイト結晶粒径はき裂の枝分かれ、うねりなどの単位として考えられたり、き裂進展あるいは発生メカニズムを解明する上での重要な経路となってきた^{5)~7)}。

これまでに、SCC き裂の形態については、巨視分岐などに関する巨視的な解析は多い^{8),9)}。しかしながら、き裂は前オーステナイト結晶粒径程度、あるいはその桁の範囲で複雑な形態を示すが、このような微視的領

域における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 機構の解明に対して有益である。

近年、複雑な形態をフラクタル幾何学により整理することが試みられており^{10),11)}、これまでも自然界に存在する多くのものがフラクタル特性を有することが知られている。金属材料の破壊分野においては K_{Ic} 試験やシャルピー試験で得た破面についても既にいくつかの試みがなされており¹²⁾、SCC き裂についてもフラクタル特性が存在する可能性が高い¹³⁾。

本研究においては、前オーステナイト結晶粒径の異なる構造用低合金鋼 SNCM 439 を用いて SCC 実験を行い、そのき裂についてフラクタル特性を調べる。

† 原稿受理 平成 2 年 9 月 12 日 Received Sep. 12, 1990

* 正 会 員 金沢大学教育学部 金沢市丸の内, Faculty of Education, Kanazawa University, Marunouchi, Kanazawa

** 学生会員 金沢大学大学院 金沢市丸の内, Graduate Student, Kanazawa University, Marunouchi, Kanazawa

*** 正 会 員 金属材料技術研究所 東京都目黒区中目黒, National Research Institute for Metals, Nakameguro, Meguro-ku, Tokyo

**** 正 会 員 金沢大学工学部 金沢市小立野, Faculty of Engineering, Kanazawa University, Kodatsuno, Kanazawa

***** 正 会 員 名古屋大学工学部 名古屋市中区不老町, Faculty of Engineering, Nagoya University, Furo-cho, Chikusa-ku, Nagoya

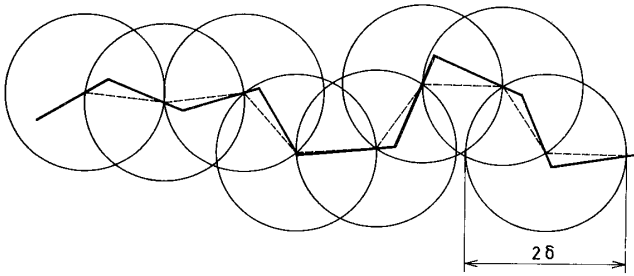


Fig. 1. Schematic illustration of fractal analysis.

この結果に基づき、SCC メカニズムについて検討を加える。

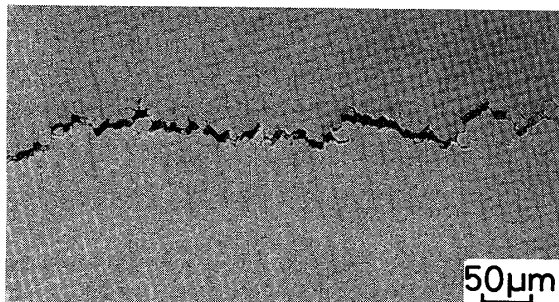
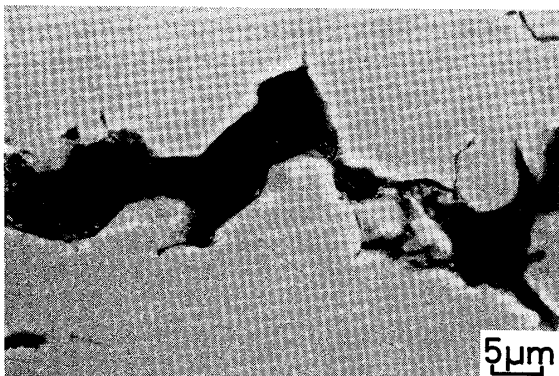
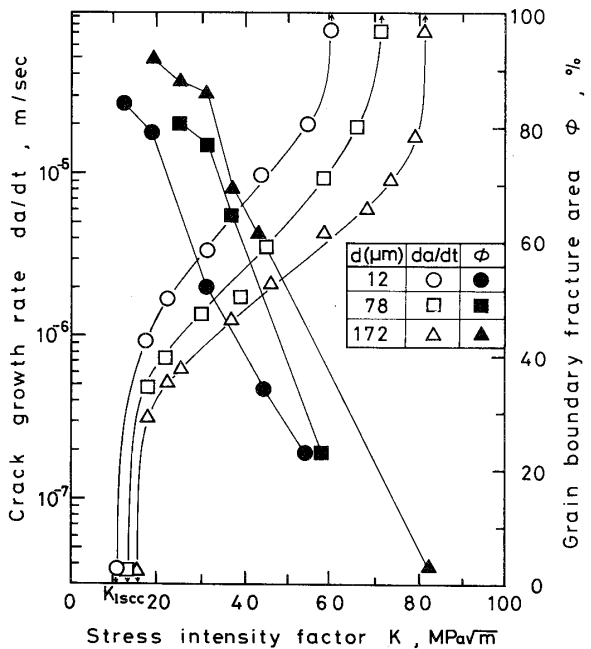
2 実験方法

2・1 材料および試験片

実験に用いた材料は前報^{1),14),15)}と同様の SNCM 439 鋼 (wt%, 0.39C, 0.77Mn, 0.27Si, 0.019P, 0.014S, 0.13Cu, 1.77Ni, 0.83Cr, 0.17Mo) で、供試材は市販の $\phi 100$ mm の丸棒である。

前報と同じ熱処理^{3),15)}により前オーステナイト結晶粒径 d を 12, 78, 172 μm に変化させた。なお、 d の測定は Linear intercept 法によった。

試験片は 1 インチ型のコンパクト引張型 (CT) 試験片^{1),15)}で、板厚方向を圧延方向と一致させ、丸棒の中心軸と直角になるように機械加工で切り出した。試験片表面は、研削により脱炭層を除去したのち、湿式研磨紙および電解研磨によって仕上げた。切欠き先端は $\pi/6$ rad V ノッチとし、そこでの加工層が極めて小さくなるような条件で放電加工を行った。

(a) $K=31.0\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ $d=12\mu\text{m}$ (b) $K=31.0\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ $d=12\mu\text{m}$ Fig. 2. Crack growth rate, da/dt , and grain boundary fracture area, ϕ , against stress intensity factor, K .

2・2 き裂測定方法

応力腐食割れき裂長さは、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¹⁶⁾ (ASTM E 399-81 (1981)) を取り付け、その開口量の変化から求めた。

2・3 環境条件

環境液は 3.5% NaCl 水溶液であり、液温を 298

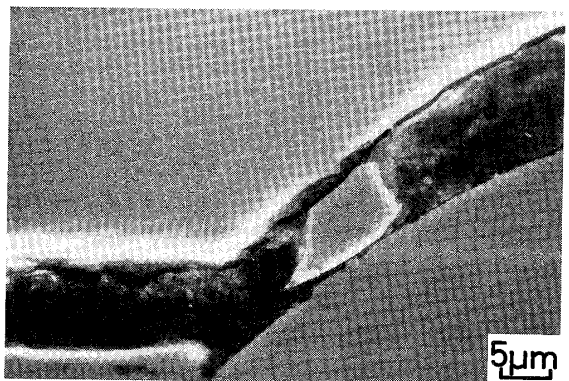
(c) $K=31.0\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ $d=172\mu\text{m}$ (d) $K=31.0\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ $d=172\mu\text{m}$

Fig. 3. Profiles of stress corrosion cracks.

±2K に制御した。実験は無負荷で 24 hr 浸漬したのちに開始した。

2・4 顕微鏡観察

試験片縦断面におけるき裂形態を観察するため、実験後ただちに板厚中央部をマイクロカッターで切断し、切断面をエメリーペーパーとアルミナで研磨した。観察は走査型電子顕微鏡 (SEM) と金属顕微鏡によって幾種類かの倍率で行った。これと並行して、破面を SEM で観察した。

3 フラクタルの測定

うねりを持つき裂のフラクタル特性を測定するために、Fig. 1 のようにまずき裂上に半径 δ の円を描く。つぎに点線のようにき裂と円の交点を結んで、ある一定間隔 l_0 についての長さ l を求める。当然、基準の長さ δ を変化させると、き裂長さ l も変化する。フ

ラクタル特性が成立する場合には δ と l の関係は次式で表される。¹¹⁾

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

ここで、 D はフラクタル次元であり、 c は定数である。き裂の形状が複雑であるほど δ の変化に対して l の変化が大きくなるので、フラクタル次元は大きな値となる。

4 実験結果

4・1 応力腐食割れき裂成長

き裂成長速度 da/dt を K で整理したものを Fig. 2 に示す。成長曲線はどの d の場合にも、 K_{ISCC} 近傍の第 I 領域、 K とともにゆるやかに速度が増す第 II 領域、および速度が急に増す不安定破壊近傍の第 III 領域の 3 つの領域に大別できる。同一の K で比較すると、どの領域でも d の小さいものの方が da/dt は速く

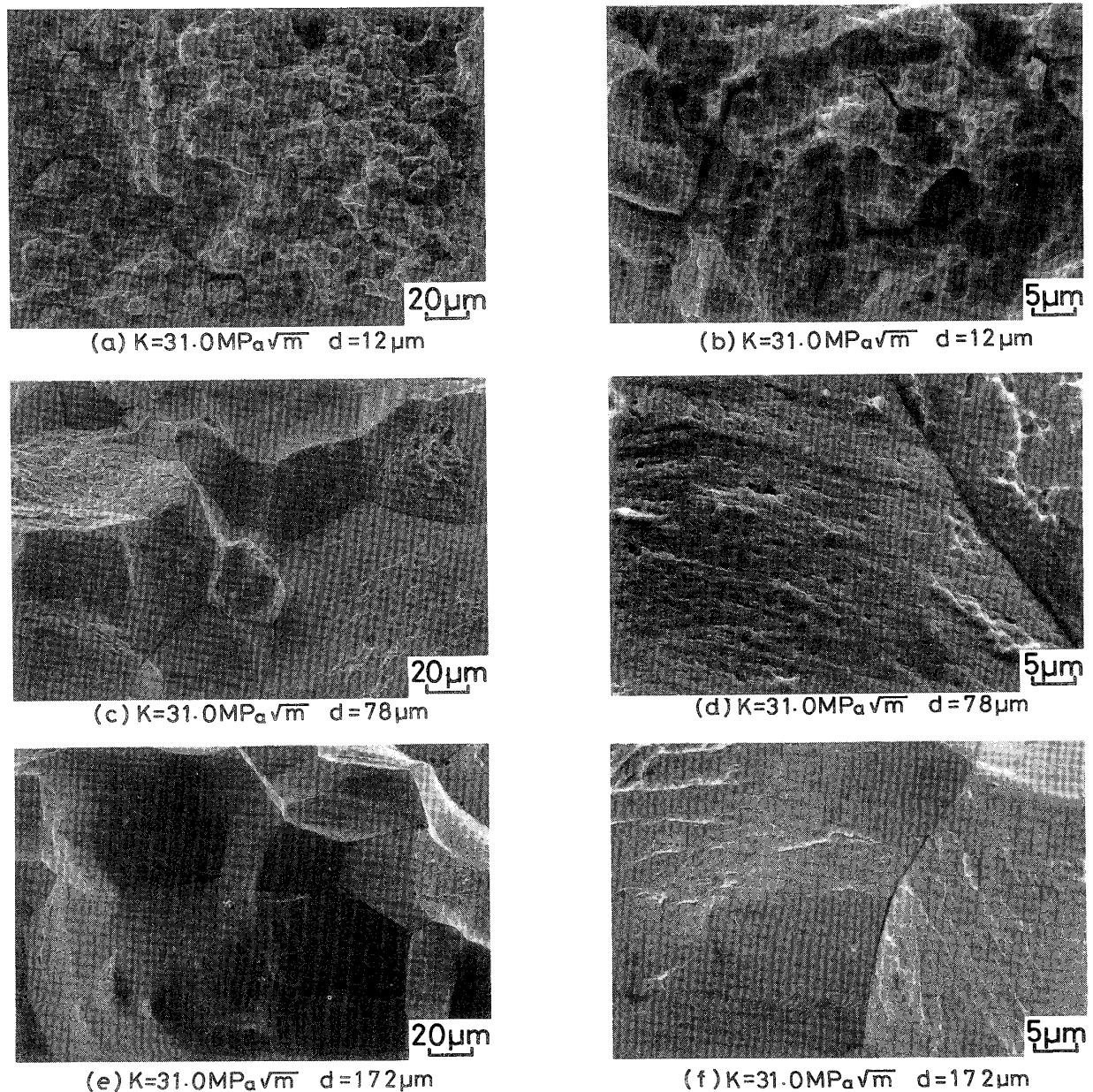


Fig. 4. Fracture surfaces appearance of stress corrosion cracking.

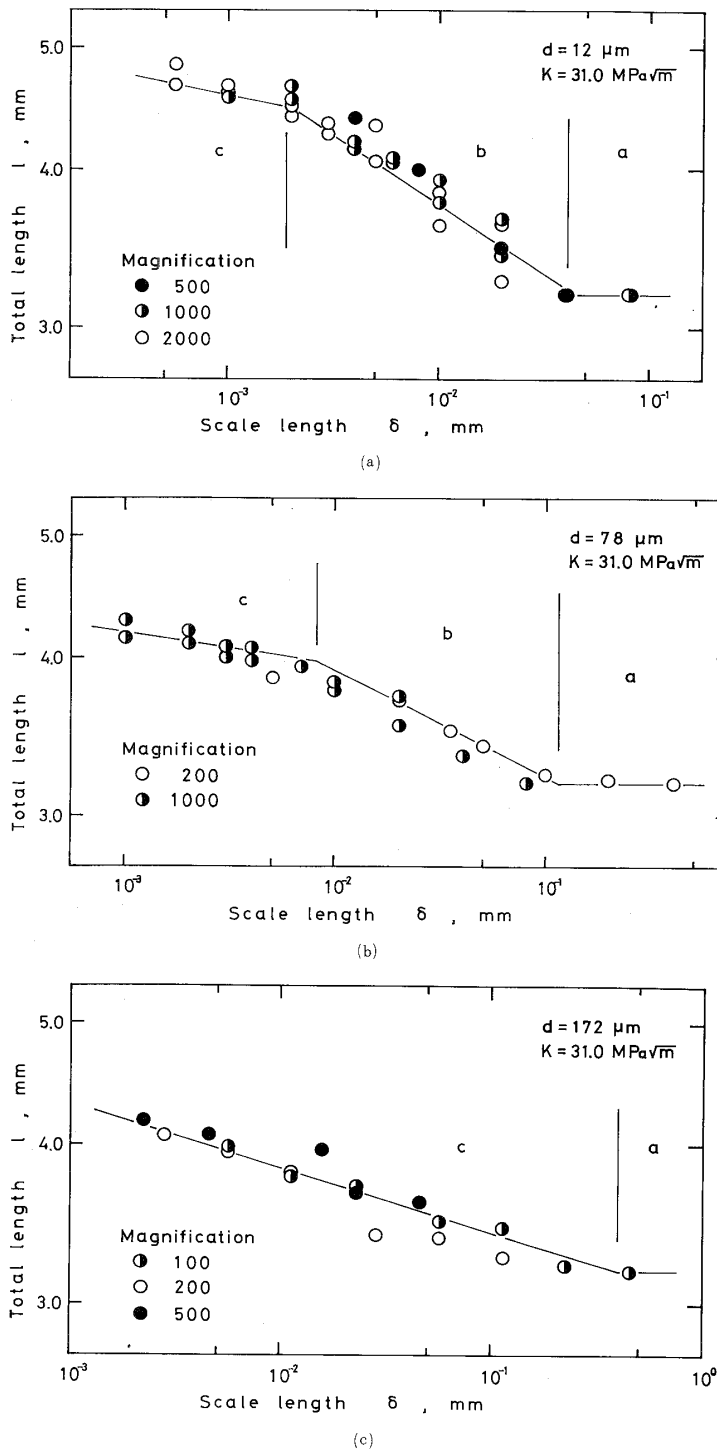


Fig. 5. Fractal plots of fracture profiles at $K=31.0 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, as a function of magnifications: apparent length, l , vs. scale length, δ .

なった。

4・2 走査型電子顕微鏡観察

縦断面における応力腐食割れき裂の SEM 観察結果を Fig. 3 に示す。この撮影条件では、き裂は前オーステナイト結晶粒界に沿って進展していることがわかる。

ある一定の視野間隔において、Fig. 3(a) に示すように結晶粒径 d が小さい場合、低倍率観察ではき裂はほぼ直線的となるが、同一のき裂でも Fig. 3(b) のよ

うに倍率を高くして観察すると、き裂全体にうねりが見られるようになる。逆に結晶粒径が大きいき裂では、Fig. 3(c), (d) に示すように、低倍率においてき裂全体にうねりを観察でき、高倍率でうねりが消え、直線的となる。

破面の SEM 写真を Fig. 4 に示す。破面の凹凸の様相は d と倍率によって変化した。この傾向は、Fig. 3 の縦断面における傾向と一致した。また、破面上には粒界破面だけでなくディンプルやしわ模様も観察された。

破面観察により求めた粒界破面率 ϕ を Fig. 2 に併せ示す。いずれの d でも、 K が高く、 da/dt が速いほど粒内破壊が増加していることが分かる。また、同一の K においては、 d が小さいほど粒内破壊が増加していることも分かる。

4・3 SCC き裂のフラクタル特性

Fig. 3 のような縦断面におけるき裂様相を Fig. 1 に示す方法でフラクタル特性を調べた結果を Fig. 5 に示す。Fig. 5 の縦軸はき裂長さ l 、横軸は単位長さ δ で、 $K=31.0 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ とし、倍率をパラメータにして示してある。なお、どのき裂の測定でも解析範囲は実寸法で 3.2 mm としたが、実際はそれぞれの倍率の写真上で 320 mm の範囲を解析し、その後実寸法が 3.2 mm になるように調整した。

Fig. 5(a) の $d=12 \mu\text{m}$ の場合では両対数線図上で写真の撮影倍率によらず同一の傾向であった。 δ が大きい a 領域では δ の変化によらず l は一定であり、解析範囲の長さ l_0 に等しくなった。 δ が小さい b 領域では、 l と δ の間に負の傾きを有する直線関係が存在した。さらに δ の小さい c 領域では、b 領域よりはゆるい傾きの直線関係が成り立っていた。

Fig. 5(b) の $d=78 \mu\text{m}$ の場合においても同様に、3つの領域に別れることが分かる。

しかし、それぞれの領域に対応する δ 値は $d=12 \mu\text{m}$ のものに比べて大きくなった。

Fig. 5(c) の $d=172 \mu\text{m}$ の場合においては、a 領域に相当する領域は観察されるが、a 領域より δ の小さな領域では、一定の負の傾きを持つのみであり、全体として 2 領域であることが分かる。ここで、a 領域より δ の小さな領域では Fig. 5(a), (b) でみられる c 領域と傾きがほぼ等しいため、この領域は c 領域で

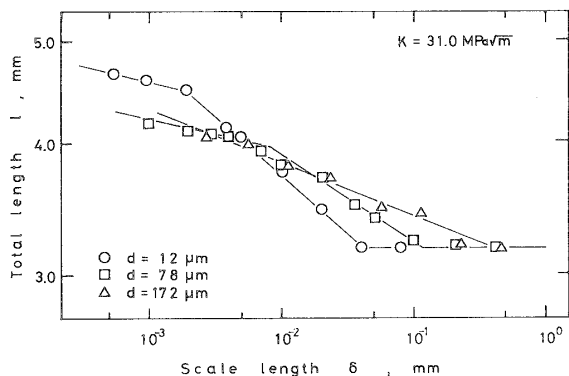


Fig. 6. Fractal plots of fracture profiles at $K=31.0 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, as a function of prior-austenite grain size: apparent length, l , vs. scale length, δ .

あると考えられる。b領域とc領域はき裂先端の塑性域寸法と結晶粒径の大小関係で出現するが、この点については考察で詳しく述べる。

b領域とc領域は、両対数線図上で直線関係を持つことから、SCCき裂はフラクタル特性を有しているといえる。一方、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。

Fig. 6に上述の結果を1つの図にまとめて示す。同じ K のもとでは、結晶粒径の大きなもののほうがa領域からbまたはc領域へ変曲するところの δ 値が大きくなっている。

つぎに、それぞれの K について同様な整理を行った結果を粒径別にわけてFig. 7に示す。この図では縦軸と横軸をそれぞれ解析範囲 l_0 と粒径寸法 d で無次元化してあるが、フラクタル次元 D に相当する直線の勾配はFig. 5と6の結果と同じである。 $d=12 \mu\text{m}$ の場合 $\delta/d=5$ 付近からb領域が始まり、c領域は $\delta/d=0.1$ 付近から始まっており、この領域は K に強く依存していない。 $d=78 \mu\text{m}$ の場合も同様な領域を示すが、 $\delta/d=1$ 付近からb領域が始まっているが、 $K=24.8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ ではc領域のみが存在しb領域はみられない。 $d=172 \mu\text{m}$ の場合には、 $\delta/d=5$ 付近からc領域が始まっているが、 $K=43.4 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ の場合ではb領域とc領域が存在しているように見える。なお、フラクタル次元 D はb領域ではほぼ1.10、c領域ではほぼ1.05であった。

5 考 察

本研究ではき裂成長経過をフラクタル解析の対象としている。従来の研究によると、Fig. 8に示すように塑性領域寸法と結晶粒径が密接に関係し、通常、き裂は塑性域境界に発生し合体して進展していくことが知られている。^{5),6),9)}そこで、 $\omega/d \leq 1$ の場合Fig. 8(a)には粒界割れが支配的となり、 $\omega/d \geq 1$ の場合Fig. 8(b)には粒内割れが混在してくると考えられる。ここで、 ω は

塑性域寸法 ($\omega=(1/3\pi)(K/\sigma_y)^2$), σ_y は降伏応力, d は結晶粒径である。Fig. 9には粒界破面率 ϕ と ω/d の関係を黒印で示してあるが、この関係は d に依存せず、Fig. 8のモデルにより示した考え方が成立していることになる。

上述の考えに従うと、SCCき裂のフラクタル特性の領域に影響を及ぼす因子として結晶粒径 d が考えられる。事実、Fig. 7に示すように、 l/l_0 と δ/d の関係は d により多少の差はあるが、無次元化によりどれもほぼ同じ傾向を示している。このことは直観的にはFig. 3の写真上でも確かめられる。すなわち、

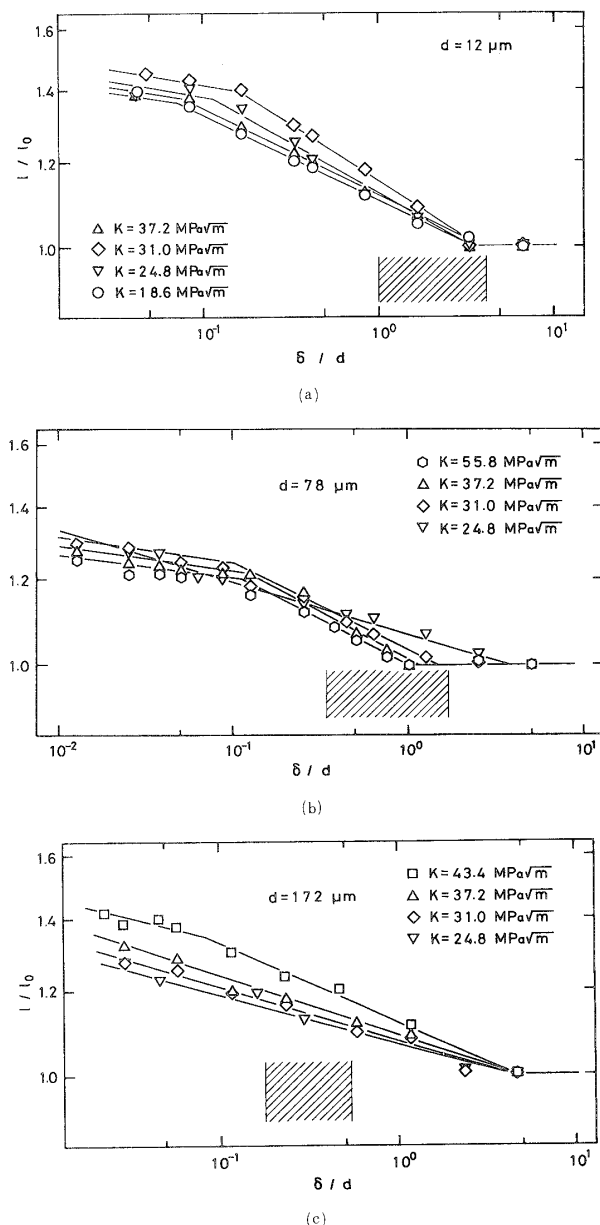


Fig. 7. Fractal plots of fracture profiles at (a) $d = 12 \mu\text{m}$, (b) $d = 78 \mu\text{m}$ and (c) $d = 172 \mu\text{m}$ as a function of stress intensity factor, K : scale length divided by prior-austenite grain size, δ/d , vs. total length divided by section length, l/l_0 .

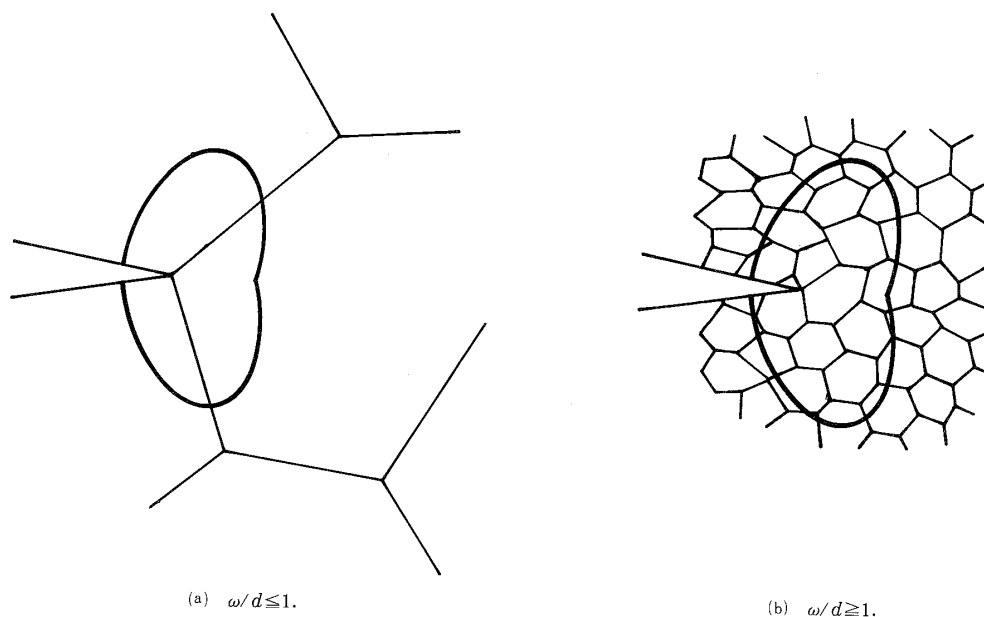


Fig. 8. Schematic illustration of conditions loading to crack length with various prior-austenite grain size.

Fig. 3(b)と(c)では倍率は10倍異なっているが、それぞれの写真上の $d=12$ と $172 \mu\text{m}$ のき裂形態はよく似ている。

つぎに、フラクタル特性の次元の大きさに影響する因子としては粒界破壊と粒内破壊の混合割合が考えられる。Fig. 9にはb領域とc領域のフラクタル次元 D と ω/d の関係を白印で示してある。c領域の D 値は ϕ に関係なくほぼ1.05である。b領域は ϕ が75%以下になると出現し、かつその D 値は ϕ の減少とともにやや増加している。これらのことから、c領域は粒界割れすなわち、結晶粒界によって出現したと考えられる。一方、実験結果からも明らかなように d が小さくなるにつれて粒内破壊が増加していることから、結晶粒径の影響を強く受けており、b領域は粒内破壊の混在とともに出現したと考えられる。

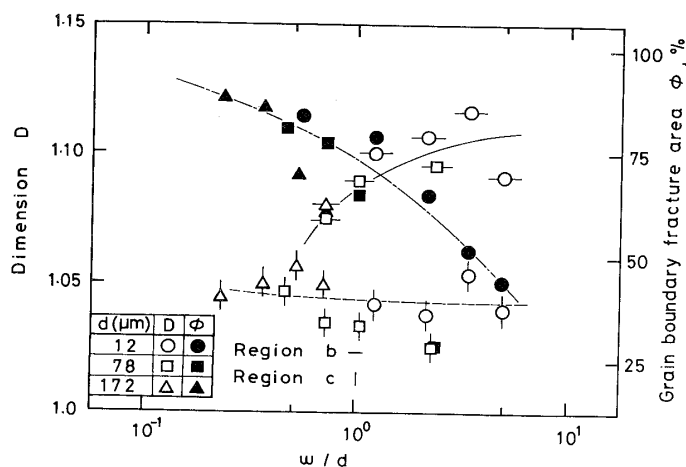


Fig. 9. Fractal dimension and grain boundary fracture area against plastic zone size divided by prior-austenite grain size.

最後に、SCC き裂成長経過のフラクタル解析とき裂成長速度との関係は次のようになる。Fig. 7中の斜線範囲はそれぞれの図中に示す K に対応して求められる ω の範囲である。 d が大きいほど、斜線の領域は小さい δ/d 値となり、そのときの l/l_0 の値は増加している。この結果は、塑性領域内の粒界で主き裂に先行するき裂が発生し、合体していくことを考えると、 d が大きいほどき裂はまわり道をして進展することを示している。一方、本研究では試験片開口量と荷重によりき裂計測を行っているので、き裂長さは切欠きを含む水平面に投影された長さとなっており、き裂がまわり道する影響は含まれていない。言い換えると、Fig. 2の da/dt と K との関係の d 依存性はまわり道の効果を考慮することにより薄まることになる。

6 結 言

前オーステナイト結晶粒径を 12, 78, 172 μm と変えた高張力 SNCM 439 鋼の焼もどし材を用い、3.5%NaCl 溶液中における応力腐食割れき裂成長挙動を調べ、フラクタル特性との関係について検討し、次のような結論が得られた。

- (1) 同一 K でき裂成長速度 da/dt は結晶粒径 d が大きいほど低速となった。
- (2) 破面様相は低 K 側では粒界割れが中心であったが、高 K 側では粒内破壊が多くなった。また、同一の K では粒界割れ破面率は d が大きいほど高くなった。
- (3) 縦断面におけるき裂形態はフラクタル特性を有していた。粒界破壊が中心のc領域では $D=1.05$ 、粒内破壊が混在するとb領域で

は $D=1.10$ となった。

(4) フラクタル解析の結果, き裂成長速度 da/dt は d が大きいほどき裂進展経過の影響を強く受け, この影響を考慮すると da/dt の d 依存性は薄まるということが明らかとなった。

(平成2年5月25日 日本材料学会第39期学術講演会にて講演)

参 考 文 献

- 1) 津田政明, 黒瀬雅詞, 広瀬幸雄, 松岡三郎, 黒部利次, 田中啓介, 日本材料学会第39期学術講演会前刷, p. 220 (1990).
- 2) C. S. Carter, "Stress Corrosion Crack Branching in High Strength Steels", Eng. Frac. Mech., **3**, 1 (1971).
- 3) 広瀬幸雄, 田中啓介, 矢島善次郎, 岡林邦夫, 材料, **28**, 189 (1979).
- 4) 金 光培, 三俣秀幸, 椿野春繁, 山川宏二, 材料, **35**, 88 (1986).
- 5) W. W. Gerberich, J. Garry, J. F. Lessar, Effect of Hydrogen on Behavior of Materials, TES-AIME, New York, p. 70 (1976).
- 6) H. P. van Leeuwen, "A Failure Criterion for Internal Hydrogen Embrittlement", Eng. Frac. Mech., **9**, 291 (1977).
- 7) 中佐敬治郎, 武井英雄, 吉田基治, 斎藤利之, 日本金属学会誌, **44**, 1156 (1980).
- 8) K. Nakasa, H. Takei, "Crack Branching Angle of High Strength Steels in Delayed Failure", Eng. Frac. Mech., **24**, 513 (1986).
- 9) 広瀬幸雄, 田中啓介, 矢島善次郎, 津田政明, 材料, **31**, 510 (1982).
- 10) B. B. Mandelbrot, "The Fractal Geometry of Nature", Freeman, San Francisco (1982); 広中平祐監訳, "フラクタル幾何学" (1984) 日経サイエンス社
- 11) 高安秀樹, "フラクタル" (1986) 朝倉書店
- 12) 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).
- 13) 津田政明, 広瀬幸雄, 矢島善次郎, 田中啓介, 材料, **37**, 599 (1988).
- 14) M. Tsuda, Y. Hirose, Z. Yajima, K. Tanaka, "Load Variation Effect on Crack Growth of Stress Corrosion in High Strength Steel", ICRS-2, p. 997 (1989).
- 15) Y. Hirose, T. Mura, "Predictive Capabilities in Environmentally Assisted Cracking"-PVP-Vol. 99, ASME, 245 (1985).
- 16) ASTM Standard, E399-81 (1981).