

# 高張力 4340 鋼 SCC 破面近傍の残留応力分布に 及ぼす電極電位の影響<sup>†</sup>

津 田 政 明\* 広 瀬 幸 雄\*  
矢 島 善 次 郎\*\* 田 中 啓 介\*\*\*

## Residual Stress near SCC Fracture Surface of AISI 4340 Steel under Controlled Electrode Potential

by

Masaaki TSUDA\*, Yukio HIROSE\*, Zenjiro YAJIMA\*\*  
and Keisuke TANAKA\*\*\*

Stress corrosion cracking tests were conducted by using the compact tension (CT) specimens of 200°C tempered AISI 4340 steel in a 3.5 % NaCl solution environment under various electrode potentials. The distribution of the residual stress beneath the fracture surface was measured with the X-ray diffraction technique. The fracture surface and the crack morphology were also observed by scanning electron microscopy. The Effect of electrode potential on the growth kinetics of stress corrosion cracking was discussed on the bases of the results of X-ray observation and scanning microfractography. The results obtained are summarized as follows :

- (1) The residual stress measured on the fracture surface was tension under cathodic potential. It decreased with increasing potential, and changed to compression under anodic potential.
- (2) The relation between the plastic zone depth  $\omega_y$  and the stress intensity factor  $K$  can be approximated by the following fracture mechanics equation :

$$\omega_y = \alpha (K / \sigma_y)^2$$

where  $\sigma_y$  is the yield strength. The  $\alpha$  value was 0.084 under the free corrosion condition and 0.053 under the cathodic polarization condition.

**Key words :** Stress corrosion cracking, X-ray stress measurement, Polarization, Fracture mechanics, High strength steel

### 1 緒 言

実用部材の破壊事例を解明する手段として電子顕微鏡等を用いたいわゆるフラクトグラフィとともに、X線回折によって得られる破面からの情報は、重要な手がかりとなる<sup>1)</sup>。この方法はX線フラクトグラフィと呼ばれ、これまで種々の材料の破壊様式に適用されている。とりわけ鉄鋼材料においては適用例も多く報告されており、破壊じん性破面<sup>2,3)</sup>、疲労破面<sup>4)</sup>については定量的解析が進んでいるが、応力腐食割れ破面<sup>5)</sup>、腐食疲労破面<sup>6)</sup>については不明な点が多い。

そこで本研究では、高張力低合金鋼の3.5% NaCl水溶液中で電位を変化させることにより、より広範囲な環境下でのき裂伝ば挙動について破壊力学的研究を行うとともに、X線残留応力測定をもとにしたX線フラクトグラフィ法によってその機構についての検討を行った。

### 2 実験方法

#### 2.1 材料および試験片

実験に用いた材料には前報<sup>5,7)</sup>と同様のAISI 4340鋼 (wt %, 0.39C, 0.77Mn, 0.27Si, 0.019P, 0.014S, 0.13Cu, 1.77Ni, 0.83Cr, 0.17Mo) で、市販のφ100 mmの丸棒を購入した。試験片の形状は1インチ型のコンパクト引張型CT試験片<sup>8)</sup>で、丸棒の中心軸方向と直角に切断した平板を機械加工により採取した。熱処理は880°Cで1hr焼ならしののち、850°Cで1hrオーステナイト化後油焼入れした。焼もどしは200°Cで2hr保持後水冷した。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。切欠き先端は放電加工によって切欠き先端での加工層が極めて小さくなる条件で加工した。

試験片形状寸法をFig. 1に示す。試験片の板厚  $B$

† 原稿受理 昭和62年8月31日 Received Aug. 31, 1987

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

\*\* 正 会 員 金沢工業大学 石川県金沢南局区内野々市町, Kanazawa Institute of Technology, Nonoichi-machi, Minami-kyoku, Kanazawa

\*\*\* 正 会 員 京都大学工学部 京都市左京区吉田本町, Faculty of Engineering, Kyoto University, Yoshida-hommachi, Sakyo-ku, Kyoto

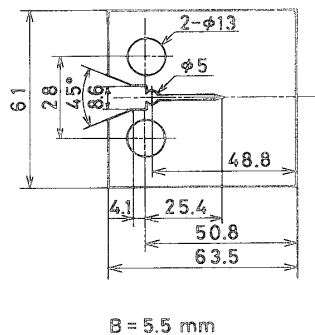


Fig. 1. Dimension of test specimen (in mm).

$B = 5.5$  mm, 板幅  $W = 50.8$  mm, 切欠き先端位置  $a/W = 0.50$  とした。また試験片の着力線上での開口量を測定した。降伏応力 (0.2% 耐力)  $\sigma_y$  は 1530 MPa, 引張強さ  $\sigma_b$  は 1880 MPa, 破断伸び  $\epsilon_t$  は 4.5% であった。

### 2・2 き裂長さ測定方法

応力腐食割れき裂長さは, 試験片に設けた着力線上に, ダブルカンチレバービームゲージ (ASTM E399-81 (1981))<sup>8)</sup> を取り付け, その開口量と負荷した荷重によって計算されるコンプライアンスより求めた。このように測定したき裂長さは板厚方向に対して平均的な長さとなっており, このき裂長さを実際の疲労き裂長さとの差は約 1% 以下であった。

また, 応力拡大係数は, 次式により計算した。

$$K = [P/B \cdot a^{1/2}] [29.6(a/W) - 185.5(a/W)^2 + 655.7(a/W)^3 - 1017.0(a/W)^4 + 638.9(a/W)^5] \quad (1)$$

ここで,  $P$  は荷重,  $B$  は板厚,  $W$  は板幅,  $a$  はき裂長さである。

応力腐食割れ試験は, 単軸レバー式装置を用い荷重の調整を行いながら  $K$  値を変化させた。<sup>5,7)</sup>

### 2・3 環境条件

環境液として 3.5% NaCl 水溶液を用い, 対極の白金板と試験片との間にポテンショスタットにより一定

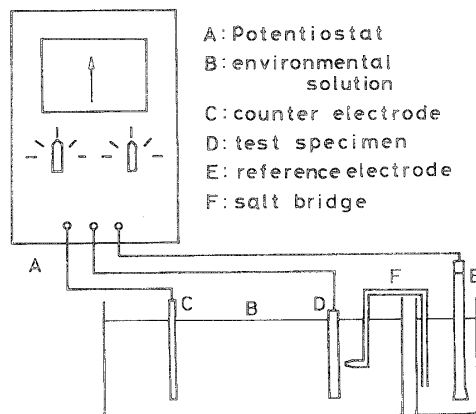


Fig. 2. Electrical circuit for polarization.

の電位を加えた。参照電極として飽和カロメル電極 (S.C.E.) を用いた。実験では 20 hr の浸漬時間後負荷した。き裂成長実験は電位一定で行った。環境液の温度は  $25 \pm 2^\circ\text{C}$  で一定にし循環させた。環境装置を Fig. 2 に示す。なお, 分極特性も同一の装置で測定した。<sup>9)</sup>

### 2・4 破面観察

実験後ただちに破面を採取し走査型電子顕微鏡によって破面観察した。

X 線応力測定はき裂進展方向の残留応力を  $1 \text{ mm} \times 4 \text{ mm}$  照射面積内で測定し, X 線応力測定標準<sup>10)</sup>に従って行った。破面下の残留応力分布は, 電解研磨で表面を順次除去して測定した。

## 3 実験結果および考察

### 3・1 き裂伝ば特性

本実験に用いた材料と同一材料の薄板 (縦 35 mm, 横 30 mm, 厚さ 1.0 mm) を用いて 3.5% NaCl 水溶液中において求めた分極特性を Fig. 3 に示す。測定は無負荷状態で定電位ステップ法 (20 mV/5 min) によって求めた。<sup>11)</sup> また, アノード分極曲線は, カソード分極ののちただちに測定した。腐食電位  $E_{\text{corr}}$  は  $-0.58 \text{ V vs. SCE}$  であり, 腐食電流密度  $i_{\text{corr}}$  はおよそ  $0.22 \text{ A/m}^2$  であった。

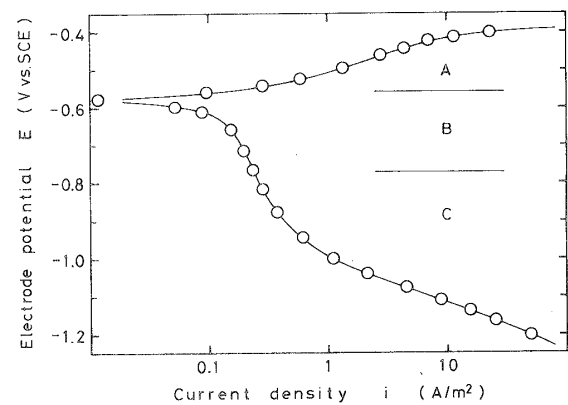


Fig. 3. Relation between current density and electrode potential.

以後, 図中に示すように便宜的にこの分極曲線をアノード反応領域 A, 中間領域 B, カソード反応領域 C の A, B, C の三つの領域に分類する。

Fig. 4 に一定電圧に分極した状態での各電位のき裂成長実験で得られたき裂長さとの時間の関係を示す。ここで, 応力拡大係数  $K$  は  $18.6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  の一定値に保たれている。き裂長さは時間の経過に比例して成長していた。これより平均き裂伝ば速度 ( $da/dt$ ) を  $K$  が種々異なった場合について求めた。Fig. 5 には  $K = 18.6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  でのき裂成長速度と分極電位との関係を示す。本実験の範囲においては, き裂成長速度は

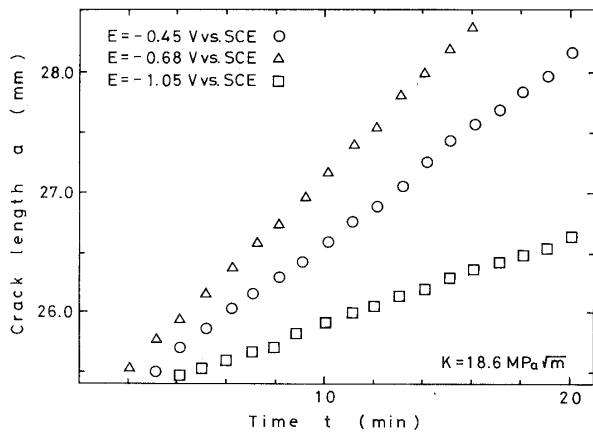


Fig. 4. Crack growth characteristics.

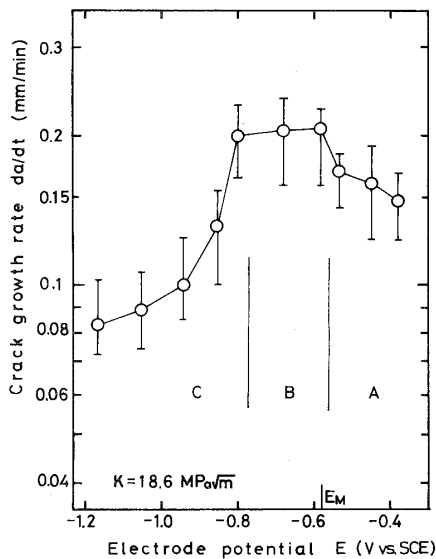


Fig. 5. Relation between electrode potential and crack growth rate.

80~200  $\mu\text{m}/\text{min}$  の間にあり, Fig. 3 の分極曲線で区分した三つの領域に対応して, 以下に示すようにそれぞれ特徴的な変化を示していた. A 領域においては, 電位が貴な方向に向かうに従って, き裂成長速度は低下する. また領域 B においては, ほぼ一定の成長速度を示すが, 他の領域に比べて最もき裂成長速度が速く, およそ 200  $\mu\text{m}/\text{min}$  であった. 領域 C においては, A 領域とは逆に卑な方向へ向うにしたがってき裂成長速度は低下しており, 半分以下の速度になっている.

A, B, C 各領域の代表的な電位下での, 応力拡大係数とき裂成長速度の関係を Fig. 6 に示す. どの分極状態でも  $K$  に対してき裂成長速度は 3 領域に分かれる. このき裂伝ば曲線を特徴づける量として次の三つを抽出した. (1) 下限界応力拡大係数 ( $K_{\text{Isc}}$ ), (2) 応力腐食割れ破壊じん性値 ( $K_{\text{sc}}$ ), (3) ( $K_{\text{II}}$ ) 値 [ $K_{\text{II}} = (K_{\text{Isc}} + K_{\text{sc}})/2$ ]. これら三つの量と電位の関係を Fig. 7 に示す. この三つの値は B 領域で最も小さく, A 領域, C 領域になると増大した. また, ( $K_{\text{II}}$ ) における第二

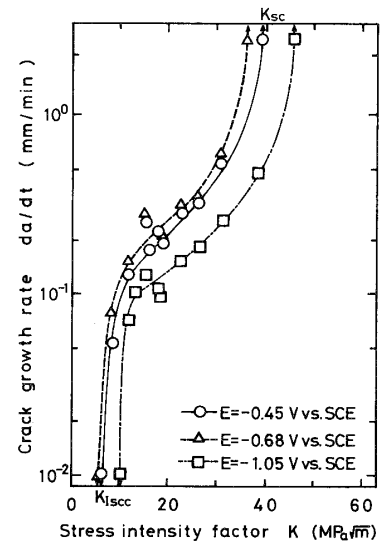


Fig. 6. Relation between stress intensity factor and crack growth rate.

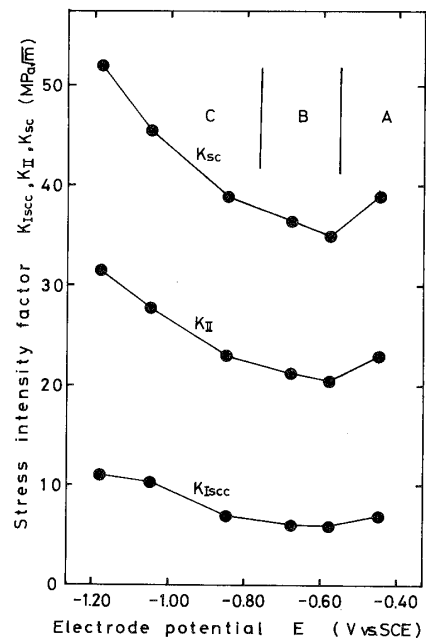


Fig. 7. Variation of stress corrosion fracture toughness, stress intensity factor in the middle of region II and threshold stress intensity factor with electrode potential.

領域でのき裂成長速度 ( $da/dt$ )<sub>II</sub> は, B 領域のものが最も速かった.

### 3・2 き裂伝ばの微視的様相

実験中断後すぐに除荷し, 洗浄した試験片をたて割りにし観察したき裂の走査型電子顕微鏡写真を Fig. 8 に示す. 領域 A に対応する Fig. 8(a)では, き裂は多数の微視分岐を生じ, 分岐の幅も前オーステナイト結晶粒径 (12  $\mu\text{m}$ ) の 2 倍程度である. また, 各所に破壊片が脱落したと思われる部分が観察される. Fig. 8(d)は同一試験片のき裂先端部のものであるが, 結晶粒径程度の大きさの微視分岐が多く観察される. 領域

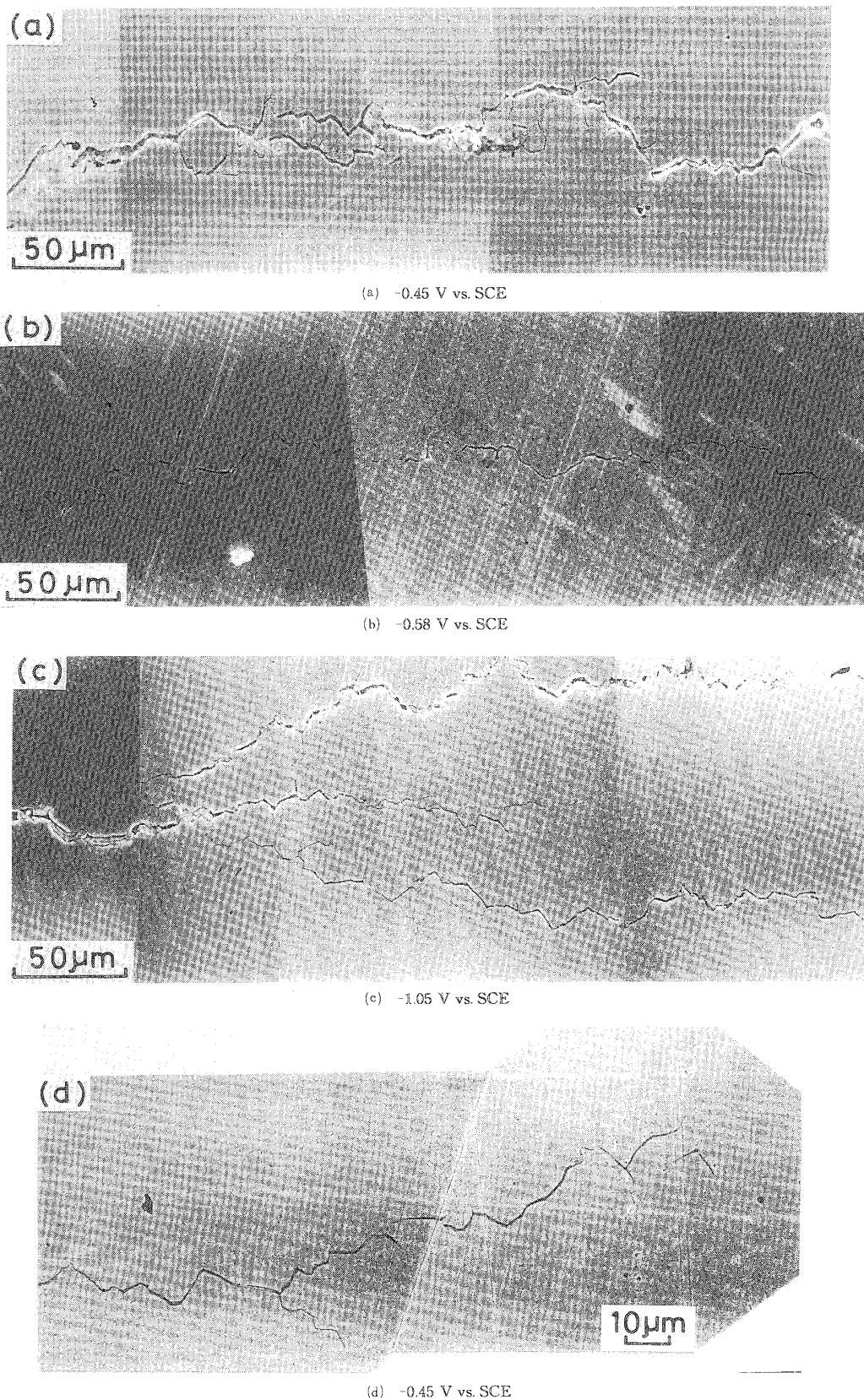


Fig. 8. Crack growth characteristics in various electrical conditions.

Bに対応する Fig. 8(b)では、き裂は直線的で微視分岐もわずかである。C領域に対応する Fig. 8(c)では、微視分岐は領域 B と同程度である。また巨視的な枝

分かれが数本観察される。破壊片の脱落はほとんどみられない。

Fig. 9 に各領域における電位とき裂の微視分岐幅の

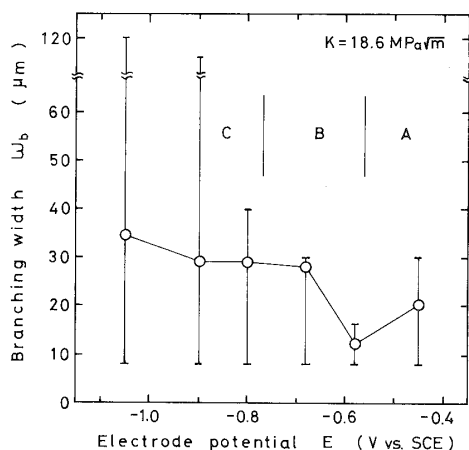


Fig. 9. Relation between electrode potential and branching width.

関係を示す。図中に、平均値と測定値のばらつきを同時に示す。

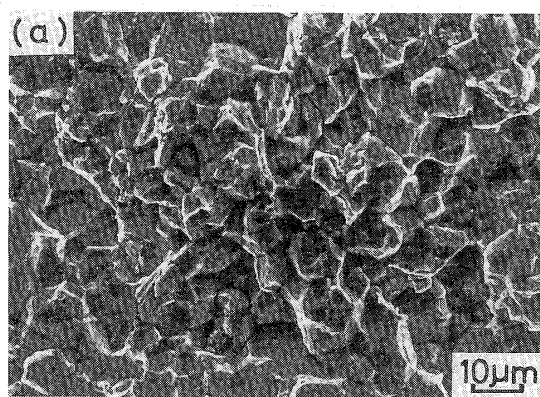
Fig. 10 に破面の電子顕微鏡写真を示す。A 領域に対応する破面では、破面単位の大きさが微小であり、前オーステナイト結晶粒径以下の小さな単位の粒界破壊が観察される。B 領域に対応している破面は、粒界破壊と粒内破壊とが混在しており、擬へき開割れやディンプルが観察される。C 領域に対応する破面は、B 領域で観察された粒内破壊が顕著となってディンプルの割合も増加している。

各分極電位 A, B, C 領域での拡散性水素溶解量 ( $C_0$ ) を電気化学的に測定した<sup>13)</sup>。-0.45, -0.68, -1.05 V vs. SCE では、それぞれ 6.97, 0.0086, 19.1 ppm であった。つまり、A 領域と C 領域では  $C_0$  は高い。これとは逆に、成長速度はこの領域では低い (Fig. 5 参照)。

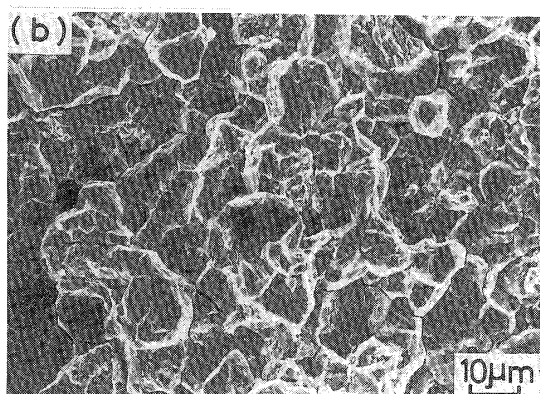
水素のき裂成長挙動に及ぼす効果を考えると、き裂成長速度が速くなることと、 $K_{Isc}$  が低くなることが Brown<sup>14)</sup>、山川<sup>15)</sup> らによって報告されている。本実験の場合には彼らの結果とは逆に A, C 領域では伝ば速度が大きく、 $K_{Isc}$  が大きくなっている。しかし、前述のように C 領域ではき裂の巨視分岐がみられ、A, B 領域では微視分岐がみられた。また、その程度は A 領域の方が B 領域の場合よりも分岐幅も大きく、き裂のうねりも大きかった。本実験材料ではこの分岐による応力集中の緩和の効果が大きく作用し、A, C 領域とも B 領域よりき裂成長抵抗が大きくなったものと考えられる。一方、従来の結果は分岐より水素による加速効果が大きく作用したものと理解される。これらの結果との相違は、試験片の採取方向つまり圧延方向とき裂の進展方向や負荷方向のちがいによる影響があらわれているものと考えられるが、今後の検討が必要である。

### 3・3 破面近傍の残留応力測定

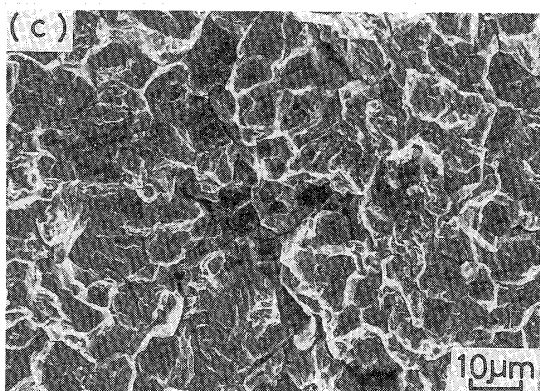
昭和63年 6月



(a) -0.45 V vs. SCE



(b) -0.58 V vs. SCE



(c) -1.05 V vs. SCE  
 $K = 18.6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$

Fig. 10. Scanning-electron micrographs of stress corrosion fracture surfaces.

$K = 18.6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  の破面上の残留応力値とそのときの付加電位との関係を Fig. 11 に示す。このとき、残留応力は電位が最も卑な側から貴な側になるにしたがってしだいに減少し、B 領域と C 領域の境界で引張りから圧縮に転ずる。

$K = 18.6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  の場合について、電位が異なったときの破面下の残留応力分布を Fig. 12 に示す。いずれの場合にも破面上より少し内部で引張りの残留応力の最大値を示し、それより内部になるにつれて徐々に減少し、ついにはほぼ一定の値を示す。A, B 領域の破面上では圧縮であるが数  $\mu\text{m}$  の深さから引張りに転ずる。C 領域のものでは破面上でも圧縮の残留応

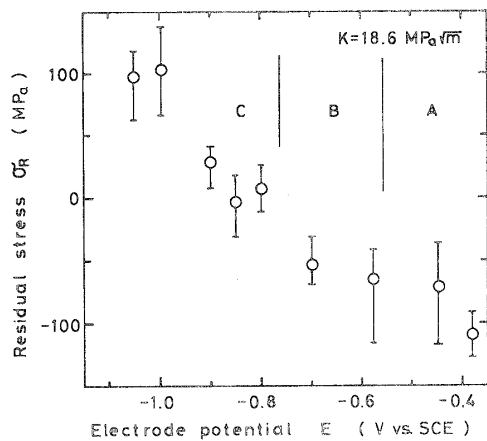


Fig. 11. Relation between electrode potential and residual stress.

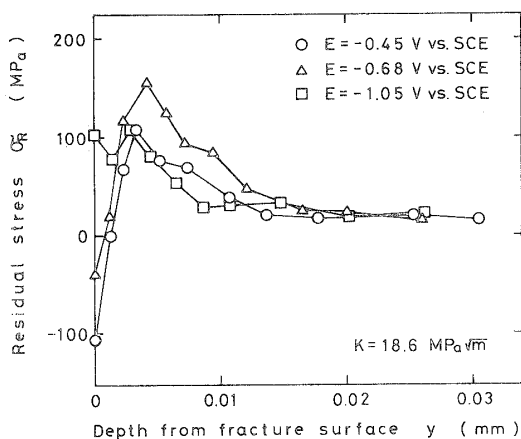


Fig. 12. Residual stress distribution beneath fracture surface in stress corrosion cracking.

力は測定されなかった。そして、十分に深い破面下での応力値は無負荷状態での残留応力の値と一致した。また、残留応力が一定となる深さを塑性域寸法とみなせば塑性域の大きさも各電位によって大きく変わらない。

Fig. 13 では電位が  $-0.45 \text{ V vs. SCE}$  の場合で  $K$  が異なる場合を示すが、ごく表面で圧縮、少し内部で

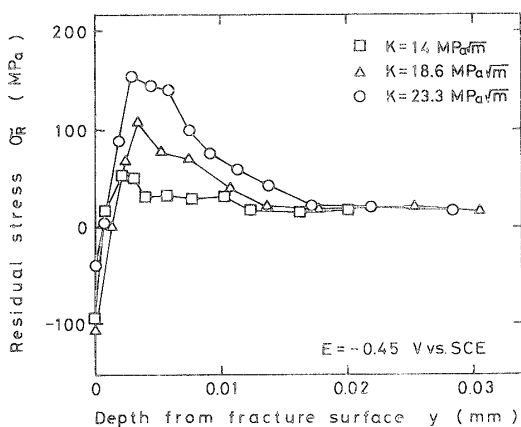


Fig. 13. Residual stress distribution beneath fracture surface in stress corrosion cracking.

引張りに転じ、その後極大値をとった後減少していく。この傾向は  $K$  によって変わらない。塑性域深さは  $K$  が増えることによって大きくなっていることが分る。

破面の残留応力分布型に関して破壊じん性破面の場合については既に検討した<sup>2)</sup>。つまり、き裂先端での引張変形によって形成される破面引張型の残留応力が、破面のあらさによって解放され、破面上での引張残留応力が少し内部で極大となる分布型をとる。本実験の応力腐食割れの場合には、破面近傍で水素吸蔵による膨張のため圧縮残留応力が形成され、これが上の分布型に重畳する。Fig. 12, 13 の破面ごく近傍で、圧縮の残留応力が測定されているのは水素の効果によるものと理解される。今後の定量的解析が必要である。

Fig. 12, 13 より塑性域寸法  $\omega_y$  を求め、応力拡大係数の値を降伏応力の値で割った値との関係を Fig. 14 に示す。図中には前報<sup>6)</sup>の自然電位の結果をも示す。自然電位の結果は図から分かるように、 $\omega_y$  と  $K/\sigma_y$  の関係は両対数線図上で傾きが2の直線関係を示し、次式(2)で表わされた。ここで  $\alpha$  は 0.084 であった。

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

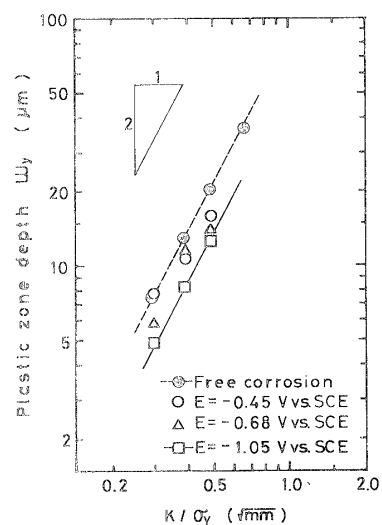


Fig. 14. Relation between plastic zone depth and stress intensity factor divided by yield strength.

一方、本実験結果は図にみられるように電位が  $-1.05 \text{ V vs. SCE}$  の場合は式(2)で近似され、その時の  $\alpha$  は 0.053 であった。その他の電位の場合はこの両直線の間に含まれ、式(2)で表すと  $\alpha$  は両者の間にあり、電位が上昇するに従い大きくなっている。厳密には、電位が  $-0.45 \text{ V vs. SCE}$  の場合は、式(2)の傾き2で近似できないようであり、今後の研究が期待される。

また、Fig. 15 は  $K = 18.6 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  での  $\omega_y$  と電位との関係を示す。図において各電位での塑性域寸法は B 領域で最も大きくなる。A 領域では貴な電位にな

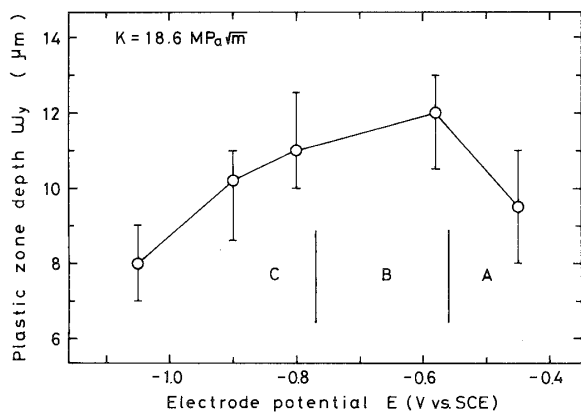


Fig. 15. Relation between electrode potential and plastic zone depth.

るほど小さくなり、C 領域では卑な電位になるほど小さな値を示す。Fig. 9 と Fig. 15 を対比させると、塑性域寸法と分岐幅とは電位に対して逆の傾向があることが分かる。本実験のようにき裂先端での分岐幅が種々異なるような条件のもとでは、応力拡大係数は同じでもき裂先端部でのき裂の鈍化によって実質的な応力拡大係数が低下し、その結果塑性領域寸法が小さくなるものと理解される。

#### 4 結 言

高張力低合金鋼の 3.5 % NaCl 水溶液中での電位を変化させた腐食下での応力腐食割れき裂伝ば挙動について破壊力学的検討を行うとともに、破面に X 線フラクトグラフィ手法を適用し、破面近傍の残留応力分布を測定し、次のような結論を得た。

(1) き裂の成長速度はアノード反応領域においては、電位が貴な方向に向かうに従って、またカソード反応領域においては電位が卑な方向に向かうに従って低下する。一方中間反応領域においてはほぼ一定のき裂成長速度を示し、アノード、カソード両反応領域の場合と比べて速い。これは、電位によるき裂の分岐の影響が大きいことに起因する。

(2) 破面上の残留応力は、電位が  $-1.05$  V vs. SCE のように卑な場合に引張りの残留応力を示し、それより貴な電位をかけた場合は圧縮の残留応力値を示した。

(3) 破面下の X 線残留応力分布から求められた塑性域寸法  $\omega_y$  は、電位が  $-1.05$  V vs. SCE の場合には両対数線図上で傾きが 2 の直線関係を示し、応力拡大係数  $K$  と降伏応力  $\sigma_Y$  との間に次式が成り立つことが分かった。

$$\omega_y = \alpha (K / \sigma_Y)^2$$

ここで  $\alpha$  は 0.053 で、自然電位の場合の 0.084 と比べていくぶん小さく、電位が自然電位と  $-1.05$  V vs. SCE の間にある場合には  $\alpha$  はこの値の中間にあり、電位が上昇するに従い大きくなっていった。

(昭和62年7月24日 第24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) 矢島善次郎, 広瀬幸雄, 田中啓介, 小河 弘, 材料, **32**, 783 (1983).
- 3) Y. Hirose, Z. Yajima and K. Tanaka, Adv. in X-Ray Analysis, **28**, 289 (1985).
- 4) Y. Hirose and K. Tanaka, Adv. in X-Ray Analysis, **29**, 265 (1986).
- 5) 広瀬幸雄, 田中啓介, 矢島善次郎, 岡林邦夫, 材料, **28**, 189 (1979).
- 6) 矢島善次郎, 広瀬幸雄, 田中啓介, 材料, **35**, 725 (1986).
- 7) 広瀬幸雄, 田中啓介, 矢島善次郎, 津田政明, 材料, **31**, 510 (1982).
- 8) ASTM Standard, E399-81 (1981).
- 9) 腐食防食部門委員会, “Dechema 方式腐食防食実験工学” (1984).
- 10) 日本材料学会, “X 線応力測定法標準” (1973).
- 11) 日根文男, “腐食工学の概要” (1978) 化学同人.
- 12) 広瀬幸雄, 田中啓介, 岡林邦夫, 材料, **28**, 196 (1979).
- 13) 吉沢四郎, 鶴田孝雄, 山川宏二, 防食技術, **24**, 511 (1975).
- 14) B. F. Brown, Stress Corrosion Cracking of High Strength Steels, “The Theory of Stress Corrosion Cracking in Alloys”, 186 (1971) NATO.
- 15) 金 光培, 三俣秀幸, 椿野晴繁, 山川宏二, 材料, **35**, 1182 (1986).