

論文

UDC 620.186.8 : 620.193.46.1 : 669.14.018.295 : 620.115.8

低合金鋼の遅れ破壊におよぼす焼もどし,
前オーステナイト粒度, 試験片形状の影響*

松 山 晋 作**

Effects of Tempering, Prior-austenite Grain Size and Shape of
Test Specimen on the Delayed Fracture of Low-alloyed Steels

Shinsaku MATSUYAMA

Synopsis:

Effects of tempering condition, prior-austenite grain-size, and shape of test specimen on the behavior of hydrogen-induced delayed fracture have been investigated for several low alloy steels for high strength bolt. The main results are as follows; (1) The tempering at temperatures above 500°C improves the resistance to delayed fracture, except for secondary hardenable steels. This resistance depends on the strength level and the strain hardening behavior. (2) Both steels with fine (ASTM 9-10) and coarse (ASTM 0-3) grains of prior-austenite have a tendency to be more susceptible to delayed fracture than these with medium grain size (ASTM 4-5). (3) The thinning of specimen width results in decreasing of the susceptibility to delayed fracture owing to the change of stress condition, from plain strain to plain stress.

(Received Apr. 27, 1971)

1. ま え が き

低合金強力鋼は, 切欠強度などの靱性値は引張強さが 150 kg/mm² 程度までは著しく減少することはないが, 遅れ破壊に対する感受性は水素含有量や切欠の鋭さにもよるが, およそ 120 kg/mm² 以上の引張強さになると急激に増加する¹⁾²⁾.

鋼構造物の大型化に伴い接手に用いた高力ボルトの強度は要求上次第に高くなり, この限界的な引張強さを越えたために, 数例の遅れ破壊現象を生じた¹⁾³⁾.

他方 18 Ni 型マルエージング鋼など, 焼入焼もどしマルテンサイトとは別の強化機構の高合金鋼では, この限界引張強さを 160 kg/mm² 程度まで高めることが可能である²⁾.

しかしながら, 大型構造物に大量使用を見込まれる場合にはこのような高価な高合金鋼は必ずしも実用的ではなく, 耐遅れ破壊強度の大きい低合金系強力鋼の開発がまたれている。

この研究は従来一般に用いられてきた数種の高力ボルト用低合金鋼について, 熱処理や試験片形状が水素による遅れ破壊特性とどのように関連しているかを明らかにして, 遅れ破壊現象の解明に寄与することを目的とした

ものである。

2. 実 験 方 法

2.1 供試材

供試材の化学成分を一括して Table 1 に示す。鋼種 1~3 は低炭素系, 鋼種 4~6 は中炭素系として選んだものである。

試験片は Fig. 1 に示す 5 通りの形状のものを用いたが, いずれも 18 mmφ の市販圧延棒鋼から圧延方向に採取した。

試験片記号 T10, T5, T2, T1 は, 切欠先端 R = 0.25 mm, 深さ 6 mm の 45°V 溝を有し, 幅がそれぞれ 10, 5, 2, 1 mm の角断面曲げ試験片; TR10 は切欠先端 R = 2.5 mm, 深さ 6 mm U溝付, 幅 10 mm の角断面曲げ試験片である。

試験片は, 切欠部の酸化や脱炭などを防ぐために, 10 × 10 × 100 mm に採取後, 所定の熱処理を施した上で, T10 および TR10 では切欠を, その他では幅を所定の

* 昭和44年10月, 昭和45年10月本会講演大会にて発表

昭和46年4月27日受付

** 日本国有鉄道鉄道技術研究所

Table 1. Chemical composition.

Steel	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	Ti	B
1	0.22	0.30	0.74	0.015	0.013	0.16		1.07	0.39		
2	0.20	0.73	1.19	0.016	0.011	0.17	0.12	1.54		0.80	
3	0.19	0.44	1.45	0.018	0.012	0.13	0.07	0.51			0.0031
4	0.30	0.22	0.51	0.020	0.008	0.12	3.19	2.68	0.63		
5	0.44	0.27	0.83	0.011	0.011	0.16	0.57	0.53	0.21		
6	0.39	0.28	0.71	0.007	0.010	0.13	0.06	1.07			

Table 2. Controlling of prior-austenite grain-sizes.

Steel	Austenitizing Quenching	Tempering	H _{RC}	Grain size
1	900°C, 1 hr OQ	300°C, 1 hr WC (500°C, 1 hr WC)	42.7 (36.8)	9.3
	1100°C, 1 hr OQ		41.7 (37.1)	5.5
	1200°C, 1 hr OQ		40.5 (36.0)	2.5
5	850°C, 1 hr OQ	400°C, 1 hr WC (550°C, 1 hr WC)	45.6 (36.7)	9.7
	1100°C, 1 hr OQ		44.5 (37.4)	3.7
	1200°C, 1 hr OQ		44.7 (37.2)	0.0

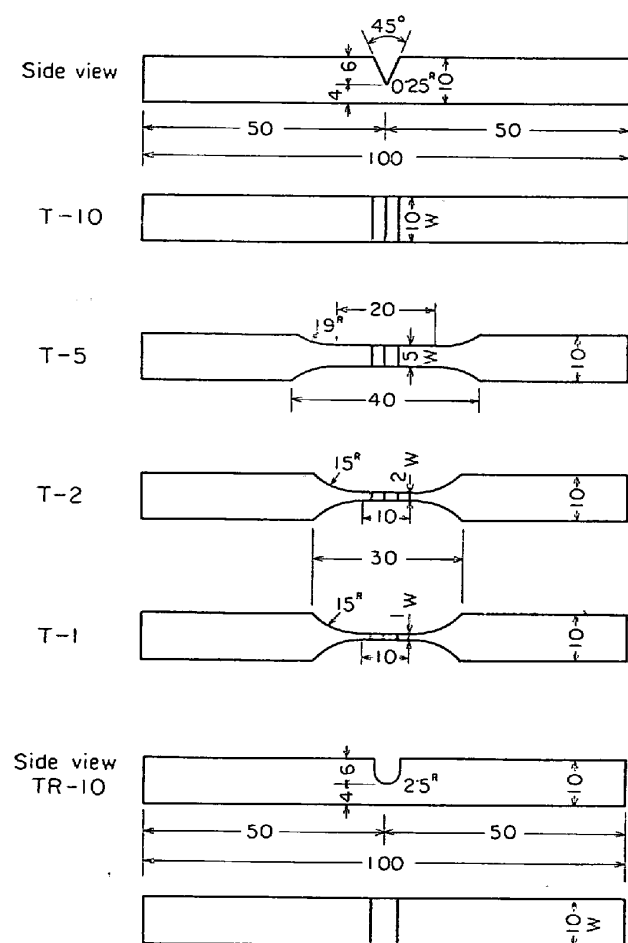


Fig. 1. Specimen geometries (mm).

寸法にし切欠を設けた。

Table 1 の各鋼種の遅れ破壊特性におよぼす焼もどしの影響を調べる目的で行なつた熱処理は次のとおりである。

鋼種 1 は 900°C, 30 min 保持水冷, 鋼種 2, 3 は 900°C, 30 min 保持油冷, 鋼種 4 は 950°C, 30 min 保持空冷, 鋼種 5, 6 は 850°C, 30 min 保持油冷を行ないそれぞれについて 200°C ~ 600°C の種々の温度で 1 hr 保持水冷した。

焼入前のオーステナイト粒度の影響を調べる目的で行なつた熱処理は Table 2 に示すとおりである。この場合に 1000°C 付近でのオーステナイト化は混粒度が著しくなるので避けた。

粒度の測定は鋼種 1 では 300°C, 鋼種 5 では 400°C でそれぞれ 1 hr 焼もどし後, ピクリン酸飽和水溶液にベンゼンスルフォネート系中性洗剤を表面活性剤として加えた腐食液を用いて, 前オーステナイト粒界を現出させて行なつた。

なお, 引張試験は, 18 mm φ の市販棒鋼から平行部直径 15 mm φ の試験片を削り出し, 大気中で所定の焼入焼もどし処理を行ない, その後酸化あるいは脱炭層を除去した平行部が 13 mm φ の 4 号試験片により行なつた。

2.2 遅れ破壊試験

試験機は, 試験片の一端を固定し, 他の一端にモーメントアームを取付け切欠部より 420 mm の付置に所定の

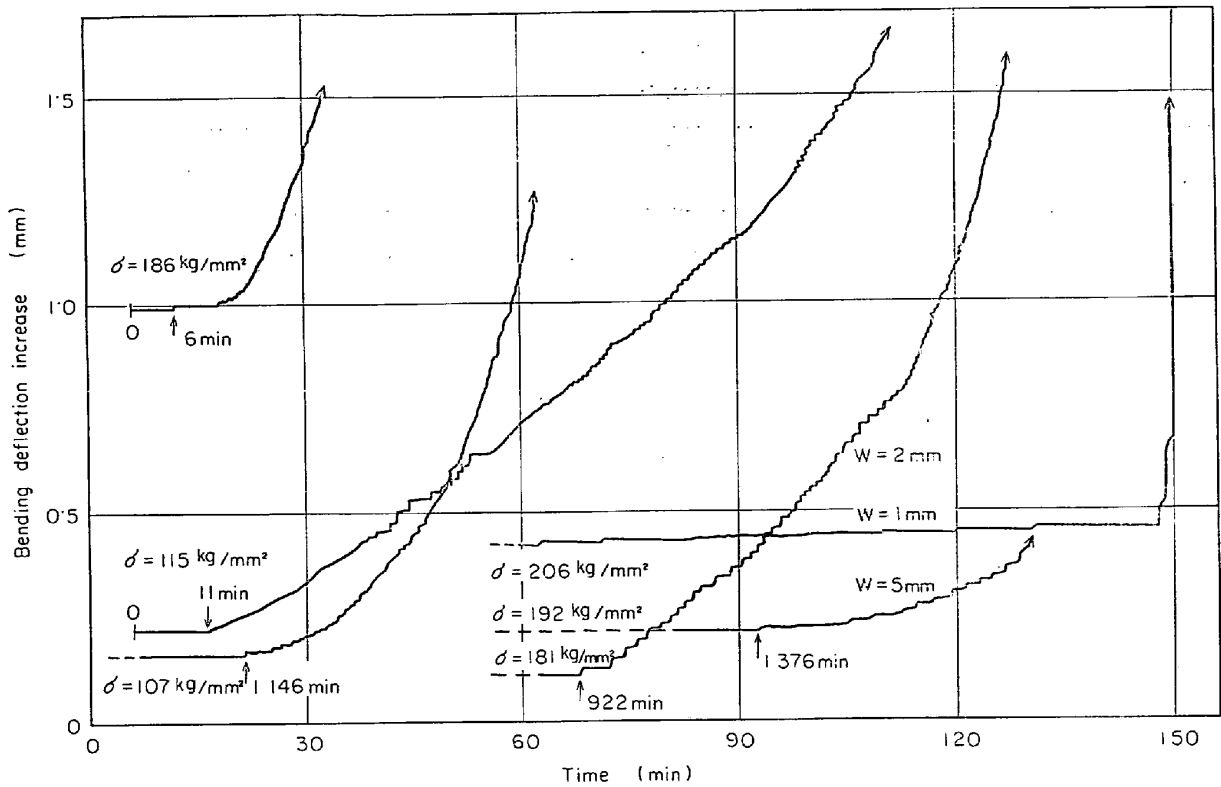


Fig. 2. Crack propagation curves for steel 1, tempered at 300°C, in 0.1N HCl, comparison of applied stress levels (left), and steel 5, tempered at 400°C, comparison of specimen widths (right).

重錘を下げて一定のモーメント（最大容量約 1 000 kg-cm）を与える片持梁り曲げ方式である。

負荷応力は切欠部の曲げモーメントを切欠底断面の断面係数で割った公称曲げ応力として求めた。

切欠部より荷重端側に 50 mm の位置のアーム上に、ダイヤルゲージと差動トランスをセットし、負荷開始か

ら破断に至るまでのたわみの変化を連続的にチャート紙（送り速度100 mm/hr）に記録した。

たわみの時間的変化は負荷開始直後は大きい、次第に飽和値に達し、きれつ発生まではそのまま一定値を保つ。きれつが発生するとたわみが急に増加しはじめ、一般には Fig. 2 にみられるように不連続に変化する。この不連続変化の際にはしばしば小さな音を発生する。

たわみが増加しはじめてからある時間で除荷し、250°C で試験片を加熱してきれつ面にテンパーカラーを着け、破断させてきれつ長さを測定してたわみ変化との関係を求めたのが Fig. 3 である。この関係は鋼種や粒度および荷重などに関係なく、試験片形状が同一ならばほぼ一つの曲線になる。

きれつは一般に切欠底のある一点より半円状に進行するが、幅の大きい T10 試験片では数箇所から発生する。この場合には最も長いきれつの長さをとった。

Fig. 3 のたわみ量を O に外挿するときれつ長さが O に近づくことから、Fig. 2 の矢印で示されるたわみが増力しはじめる点はきれつが成長しはじめる点にほぼ対応していると考えられる。これは厳密な意味でのきれつ発生点ではなく、おそらく内部に発生したきれつが切欠下に連結して開口する時点であろう。

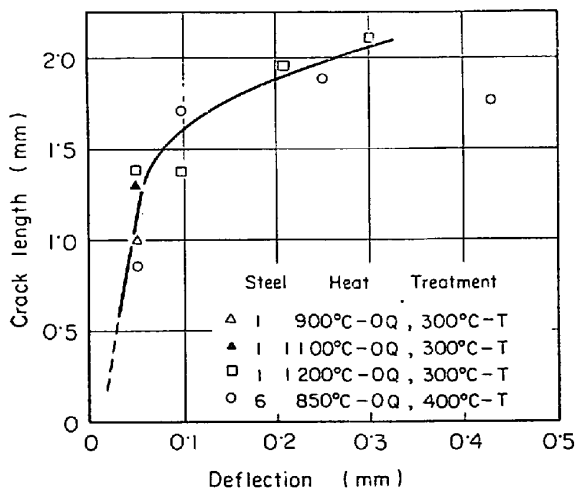


Fig. 3. The relation between maximum crack length and bending deflection increase for specimen type T10.

2.2.1 水素を陰極チャージした場合

焼もどしの効果および前オーステナイト粒度の効果を調べる実験では、次の条件で試験片全体にあらかじめ水素を陰極チャージした後、常温大気中で遅れ破壊試験を行なった。

試験片はトリクレン中で超音波脱脂洗滌した後、硫酸-硫酸ソーダ水溶液中で試験片を陽極にして熱処理による酸化被膜を電解除去し、亜硫酸を少量加えた4%硫酸水溶液中で電流密度 $0.02A/cm^2$ で5min 水素を陰極チャージした。その後約3hr 室温に放置してから、約 20μ 厚さのCdめつき(浴組成、CdO: 32g/l, NaCN: 112g/l, NaOH: 12g/l, デキストリン: 45g/l, 電流密度 $0.02A/cm^2$) を行ない水素の脱出を防止し、試験片内の水素濃度分布を均一化するために $150^\circ C$ で1hr 大気中で加熱した。

なおめつき前の室温放置は、表面付近の水素濃度が高いとめつき中にCd層の下に水素ガスを生じ、めつき層のつきが悪くなるので、あらかじめ表面付近の高濃度水素を適当に逃がすのが目的である。

2.2.2 0.1N 塩酸水溶液中での場合

試験中に外部から水素が供給される条件下では、水素があらかじめチャージされている場合と遅れ破壊挙動がどのように異なるか、また試験片形状の効果を調べるために形状によつて単位体積当たりの水素濃度が異なるようにするという二つの目的で、切欠部に0.1N塩酸(PH=1.1)を滴下する方法で遅れ破壊試験を行なった。

前オーステナイト粒度の効果と、試験片形状の効果を調べるために、鋼種1については試験片T10, T5, T2,

また鋼種5についてはT5, T2, T1を用いたが、後者では試験片製作上の制約から硬さはHrc40と低目にせざるをえなかった。

試験片幅により切欠下の単位体積当たり吸収される水素濃度が等しくなるように、切欠内面以外の周辺はエポキシ系の耐酸塗料を塗布し、塩酸との接触は幅に比例する切欠内面のみになるようにした。

塩酸の滴下速度は約 $3.7cc/min$ で、毛細ガラス管の径により調整した。

塩酸水溶液は循環させず、一度使用したものは廃棄した。塩酸滴下はたわみ変化がある一定値に飽和するのを待つて開始した。一般に高応力域ではたわみ変化が飽和するまでの時間が長く、低応力域では短い。そのために負荷後滴下開始までの時間は前者で60min前後、後者で30min前後とした。きれつ発生および破断までの時間は塩酸滴下開始点から計測した。

3. 実験結果および考察

3.1 焼もどしの影響

Table 1の各供試鋼について所定の焼入焼もどし処理後、前述の条件であらかじめ水素をチャージし、負荷応力と破断までの時間の関係(以下遅れ破壊曲線という)を求めた。その一例として鋼種1の場合をFig. 4に示す。それぞれの曲線にはそれ以下では破壊時間が無限大になる下臨界応力(以下遅れ破壊限度 $[\sigma_D]$ という)が存在し、少なくとも100hr以内で破断しない場合には、それ以上長時間負荷しても破断を生じないことが確認されたので、原則として100hr以上破損せずに経過したも

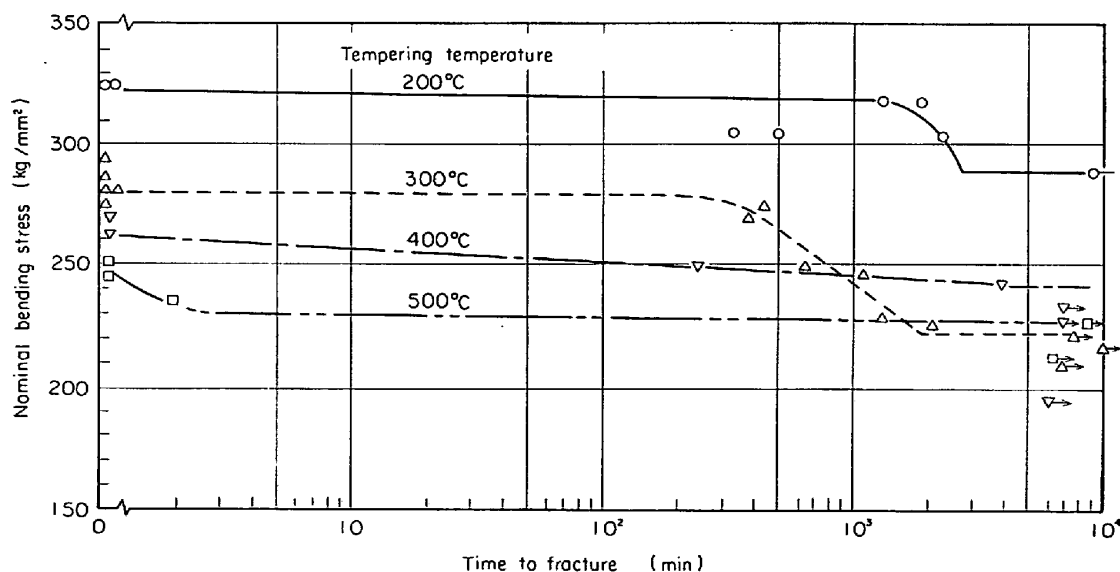


Fig. 4. The effect of tempering temperature on the behavior of delayed fracture for steel 1, hydrogenated and plated specimens (T10).

のは、試験を中止した。

それぞれの鋼種の遅れ破壊限度を焼もどし温度について整理すると Fig. 5 のようになる。この図の上方の曲線はいずれも水素をチャージしない場合の切欠曲げ強さである。

一般に低炭素系の材料は、低温焼もどし脆性を生ずる

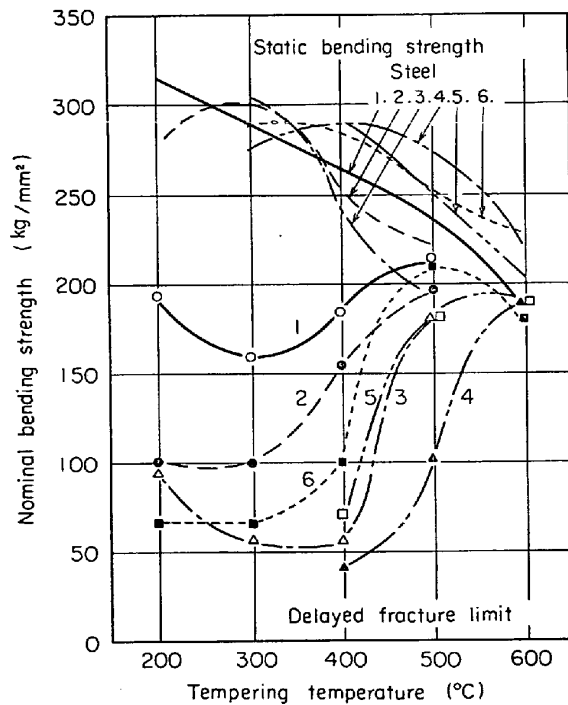


Fig. 5. The effect of tempering temperature on the static bending strength and the delayed fracture limit of several low-alloyed steels.

300°C 付近に遅れ破壊限度の極小値を生ずる傾向がある。ただし切欠曲げ強さはこのような挙動を示さない。

中炭素鋼では400°C以下の焼もどしでは温度の低下とともに遅れ破壊限度は一樣に低下し、低温焼もどし領域で再び上昇することなく、また切欠曲げ強さは低温焼もどし領域では上昇しなくなるか、下降を示す。このように低温焼もどし領域では、C量の遅れ破壊挙動におよぼす効果は、一般的にみられる炭素量の靱性におよぼす効果に主として支配されていると考えられるが、低炭素系でも鋼種3のように遅れ破壊感受性の大きい場合もあり、組織や他の合金元素による水素脆化感受性の相違など別の効果があるために、C量の効果のみを単独に論ずることはできない。

他方、低炭素系および中炭素系のいずれでも500°C以上では遅れ破壊感受性は小さくなる。遅れ破壊限度は焼もどし温度500°C以上では切欠曲げ強さにほぼ等しくなり、焼もどし温度上昇に伴い切欠曲げ強さが減少するために遅れ破壊限度も減少する。

これらの結果を引張強さで比較すると Fig. 6(A) のように各鋼種の曲線は接近して、いずれの場合にも約125 kg/mm²以上で遅れ破壊に敏感になる。なおこの図の縦軸は水素チャージ前の静的切欠曲げ強さに対する遅れ破壊限度の比（以下遅れ破壊限度比という）で示してある。

このように低合金焼もどしマルテンサイト鋼では、遅れ破壊の感受性が強度レベルに強く依存していることは他の結果でも多く認められている^{1)~4)}。

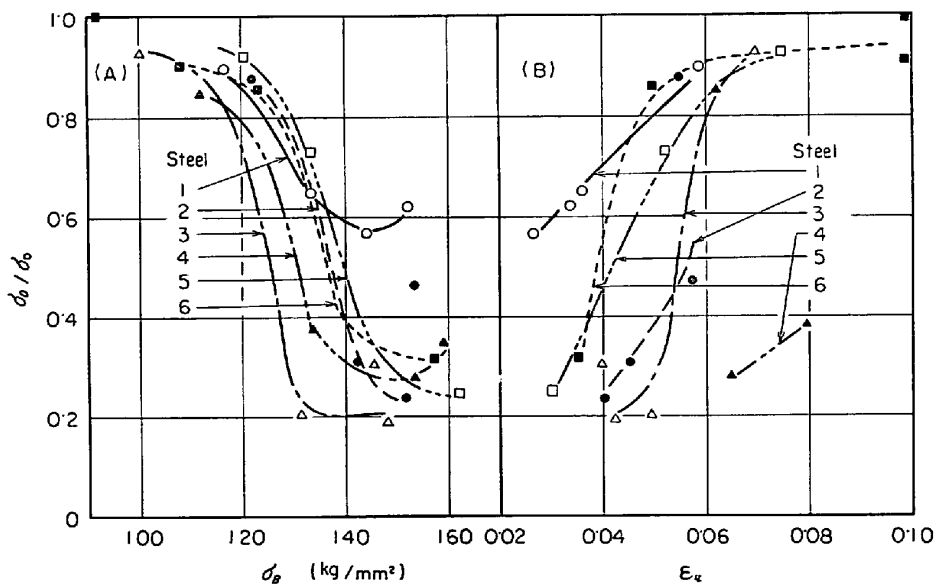


Fig. 6. The ratio of delayed fracture limit, σ_D , to static bending strength, σ_0 , versus (A) ultimate tensile strength, σ_B , and (B) general elongation, ϵ_u ; comparison of several low-alloyed steels.

Fig. 6(B) は Barba の式, $\epsilon_i = \epsilon_u + \delta_N/li$, (ただし ϵ_i はゲージ長 li での全のび率, ϵ_u は一様のび率, δ_N は局部伸び量) より求めた一様のび率 ϵ_u と遅れ破壊限度比の関係である。

ϵ_u は応力-歪曲線が, $\sigma = c\epsilon^n$, の指数関係で示される場合には, 歪硬化指数 n と等価の関係にある⁵⁾。一般には調質鋼の場合, 応力-歪曲線が降伏後の全領域にわたって一義的にこの指数関係を満足するとは限らないので, 厳密にはこの等価関係は成り立たないが, ϵ_u は歪硬化特性の目安にはなると考えられる。

この結果によると, 鋼種 4 以外は ϵ_u が 0.06 以下になると遅れ破壊に敏感になる。またこの領域では遅れ破壊限度比と ϵ_u が直線的な関係にあり, ϵ_u が小さいほど, 言いかえると歪硬化指数が小さいほど遅れ破壊に敏感になるということができる。

このことは一般に降伏点が高くなるほど歪硬化指数は減少することが認められている⁶⁾ので, 前述の遅れ破壊強度の材料強度レベル依存性から当然のことといえるが, 強度レベル依存性と歪硬化特性依存性のどちらがより本質的な意味をもっているのかは, 材料定数として信頼性のある歪硬化指数を求めることが一般に困難であるために明らかでない。

またこの結果では, 焼もどし二次硬化型の鋼種 4 だけは曲線が他のグループと離れている。このことは低温焼もどしは遅れ破壊に敏感であるために, 焼もどし二次硬

化を利用して強度を下げずに比較的高温の焼もどしを行なう方法が必ずしも高強度材の耐遅れ破壊性を改善するとは限らないことを示している。

また遅れ破壊限度と ϵ_u に直線関係があるということは, Fig. 5 にみられるような低温焼もどし脆性の効果が ϵ_u と焼もどし温度の関係にも現われることを示している。

3.2 オーステナイト粒度の影響

3.2.1 水素チャージの場合

Table 2 に示す 3 通りの前オーステナイト粒度を有する鋼種 1 および鋼種 5 の T10 試験片についての遅れ破壊特性を Fig. 7 および Fig. 8 に示す。

鋼種 1 では焼もどし温度として Fig. 3 に示すような遅れ破壊に最も敏感な 300°C および比較的敏感でない 500°C を選び, 鋼種 5 では同様の理由から 400°C および 550°C を選んだ。

いずれの場合にも最も粒度の粗い 1200°C オーステナイト化の場合に破断までの寿命が短く遅れ破壊限度が低くなるが, 他の二つのオーステナイト化温度では両者がほとんど同じか, 鋼種 1 の 500°C 焼もどしでは 900°C が, また鋼種 5 の 550°C 焼もどしではむしろ 1100°C のオーステナイト化のものが遅れ破壊感受性が小さくなっている。

また鋼種 1 の 300°C 焼もどし材について TR10 試験片を用いた同様の結果を Fig. 9 に示す。図中の破線

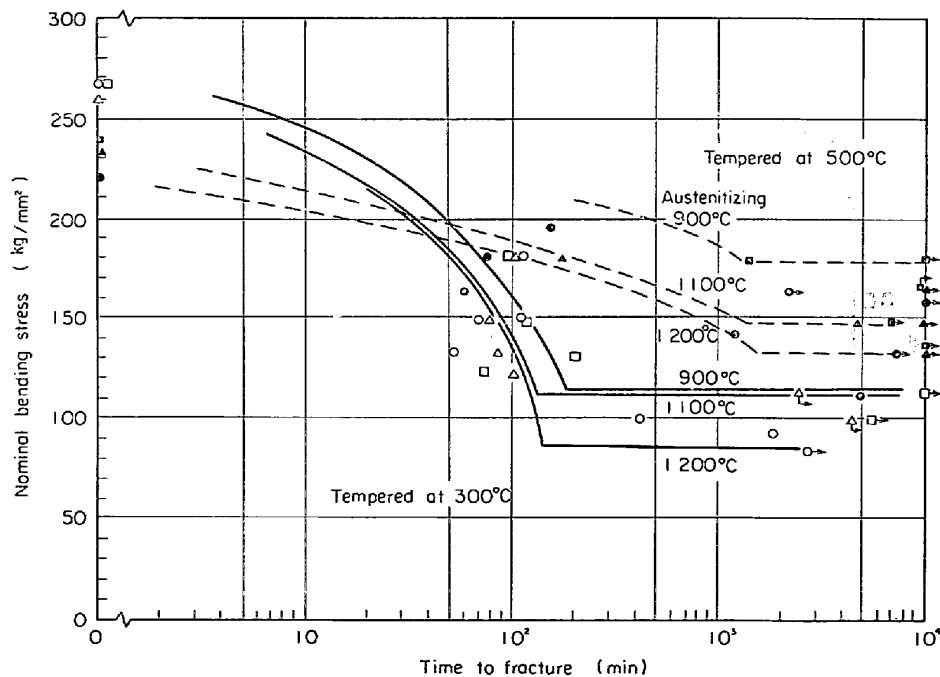


Fig. 7. Effects of austenitizing temperature and tempering temperature on the delayed fracture curve for steel 1, hydrogenated and plated specimens (T10).

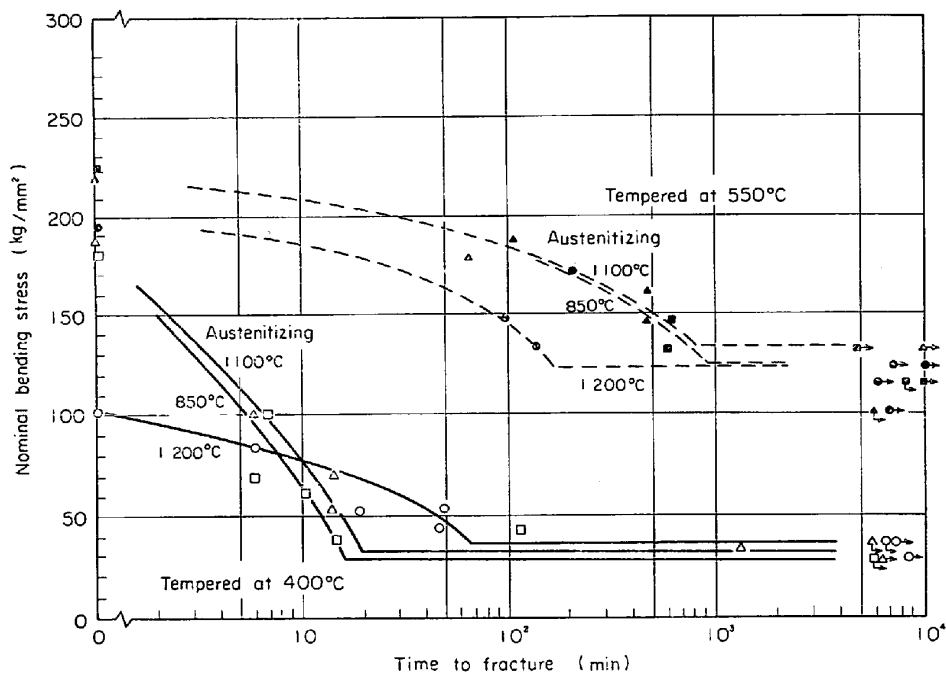


Fig. 8. Effects of austenitizing temperature and tempering temperature on the delayed fracture curve for steel 5, hydrogenated and plated specimens (T10).

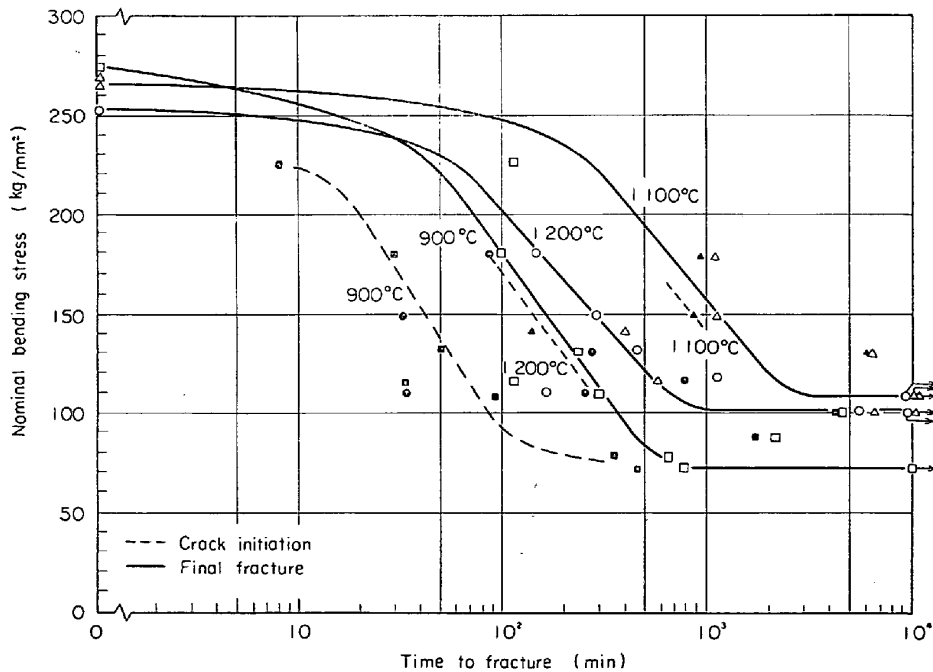


Fig. 9. Effects of austenitizing temperatures on delayed fracture curve of steel 1, hydrogenated and plated specimens (TR10).

はたわみ変化から求めたき裂発生時間である。

この結果では全体に Fig. 7 の場合よりも破断時間が長くなっており、またオーステナイト粒度による差が顕著になっている。

この差異は主としてき裂発生時間の差異にもとづい

ている。しかしながら、遅れ破壊限度は Fig. 7 の場合と大差はない。

一般に水素濃度が等しければ、切欠の鋭いほど遅れ破壊限度は低くなり破断寿命は短くなることが認められているが、このように切欠半径の差にもかかわらず遅

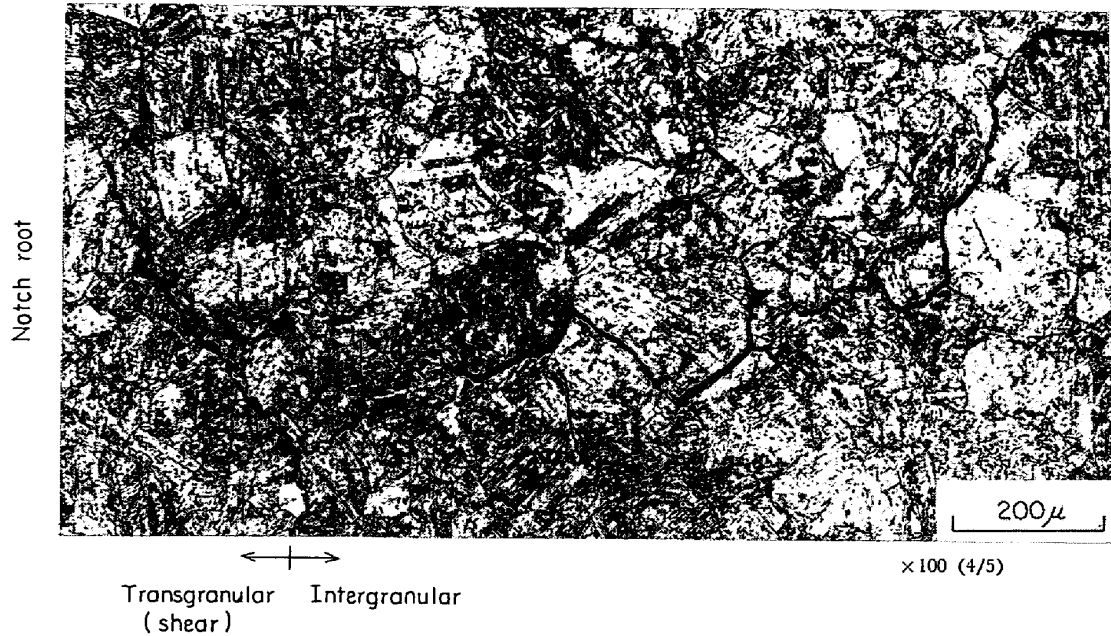


Photo. 1. Delayed fracture cracks along prior-austenite grain boundaries for steel 1, hydrogenated specimen, austenitized for 1hr at 1200°C, oil quenched and tempered for 1hr at 300°C.

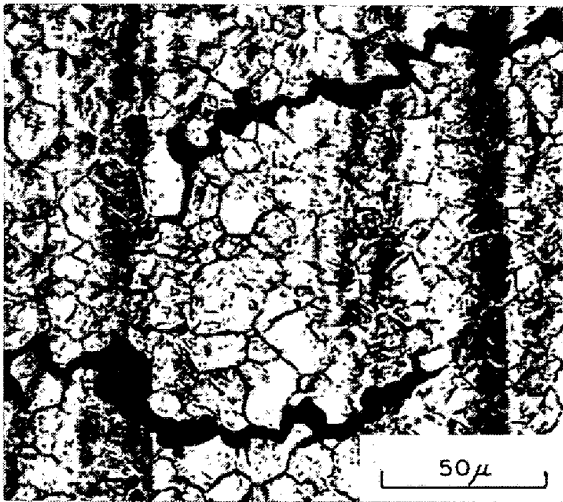


Photo. 2. Delayed fracture cracks with swelling for steel 5, hydrogenated specimen, austenitized for 1hr at 850°C, oil quenched and tempered for 1hr at 400°C.

れ破壊限度に大きな差がないのは、角断面型曲げ試験片の場合切欠半径が大きくてもコーナー部での応力集中が大きいと考えられる。T10試験片の場合にはきれつはコーナーからは生じないで幅の中央部に発生するのに対して、TR10試験片では両コーナーより発生する。しかしながら、きれつ発生点がコーナーに限られるために、きれつ発生の可能性が減少することや、中央部に比べて周囲の水素供給領域が小さいことなどのためにきれつ発生時間が Fig. 7 の場合よりも長くなつたものと

考えられる。Fig. 10 は Fig. 7 の 300°C 焼もどしの場合と、Fig. 9 のきれつ発生後破断までのきれつ伝ば時間を比較したものである。一度きれつが発生すれば切欠底半径の差にかかわらず応力条件は類似するものと考えられるが、この結果にみられるようにきれつ伝ば時間にも差異がみられるのは、TR10試験片ではきれつがコーナーから発生するために、きれつは幅を減少する方向に拡大するのに対し、T10試験片では厚さを減少する方向に拡大するので、後者の方が応力の寄与が大ききれつの進展速度は早くなるからであろう。

きれつは鋼種 1 の 300°C 焼もどし、鋼種 5 の 400°C 焼もどしでは主として前オーステナイト粒界に沿う。

Photo. 1 は鋼種 1 の 1200°C 焼入、300°C 焼もどしの場合のきれつで、切欠よりある深さから先で粒界割れがみられ、切欠底の表面側ではせん断による粒内割れになっている。

Photo. 2 は鋼種 5 の 850°C 焼入、400°C 焼もどしの例(進行方向は紙面に垂直)で、きれつは粒界に沿って 2 カ所に生じ、これらのきれつはせん断粒内割れにより連結することが多い。水素による遅れ破壊きれつは結晶粒が細かい場合には、Photo. 2 にみられるようにふくらみを生ずるのがしばしば観察される。しかしながら 1100°C 以上でオーステナイト化した粗大粒の場合にはこのような例はあまり認められない。

このふくらみは粒界きれつ部に集まつた分子状水素の

圧力によるものと思われるが、結晶粒が大きいと一回に生ずる粒界きれつの寸法が大きくなり、圧力が塑性変形を与えるに十分な大きさにならないか、過大圧力に達する前にきれつが拡大して圧力が低下するためと考えられる。

このふくらみが分子状水素の圧力で生ずるとすれば、そのきれつは当然閉じていなければならない。その場合 JOHNSON ら⁷⁾が観察したように最初は切欠底のある位置に発生し、次に生ずるきれつも先在きれつに連続するのではなくその先端に独立して発生することになる。Fig. 2 にみられるようにきれつは不連続的進行を示し、急進するときしばしば音を発生することは、先在きれつとその先端に生じた新しいきれつが急進的に連結するためであろう。分子状水素の圧力がきれつ内面の塑性変形を惹起するほど大きいとすれば、この圧力はきれつの連絡や前進に対して外力に加算されて寄与すると考えられる。

きれつに生ずるふくらみは外力が小さく、きれつ発生後外に開口するまでの時間が長いほど生じやすいと考えられる。したがってこの現象は切欠下に最初に生じたきれつに主としてみられ、以下次々に発生するきれつの場合には応力集中が増加するために、きれつ発生位置も先在きれつ先端に近接し、分子状水素の圧力が十分大きくなる前にきれつは拡大連結すると考えられる。

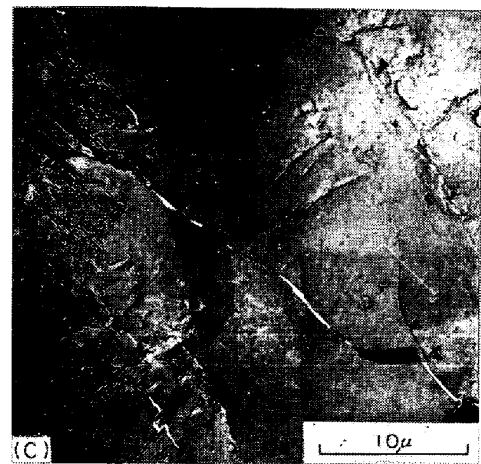
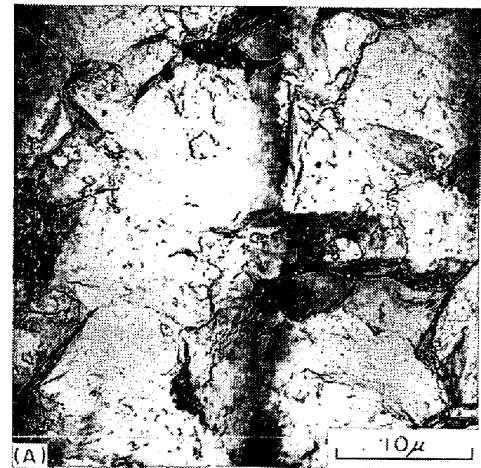
以上の考察はあくまでも先在しているきれつに分子状水素が集まることを想定しているのであつて、そもそもきれつの形成が分子状水素によるものかどうかは疑問である。

Photo. 3 は鋼種 1 の 300°C 焼もどしの粒界割れの様子を二段レプリカ法を用いて電子顕微鏡により観察した結果で、水素脆性割れの特徴といわれる hairline⁸⁾ が認められる。また粒界割れの中に局部的な擬脆性的な破面、あるいは dimple pattern が認められるが、これは先在きれつとの連結の際に生じたものと考えられる。

Photo. 4 は鋼種 1 の 500°C 焼もどしの場合の、粒界割れの領域を示したものであるが、一般には延性的な dimple pattern の領域がかなり多い。

Fig. 7~Fig. 9 の結果から水素チャージ前後の静的曲げ強さの比、および遅れ破壊限度比の前オーステナイト結晶粒度との関係を示すと Fig. 11(A) および(B) のようになる。粒度が 2 以下に粗大化すると切欠曲げ強さも水素チャージにより著しく低下するが、細粒側では切欠曲げ強さはほとんど変化しない。

他方遅れ破壊限度比は粗粒側では切欠曲げ強さと同様に低下するが、細粒側では必ずしも上昇するとは限らない。鋼種 1 の 300°C 焼もどし、鋼種 5 の 550°C 焼もど



A : × 3 000 (1/2) B : × 3 000 (5/10) C : × 3 000 (1/2)

Photo. 3. Electron fractographs showing the appearance of the delayed fracture area for steel 1, hydrogenated specimens; (A) 900°C-1hr OQ, 300°C-1hr WC, (B) 1 100°C-1hr OQ, 300°C-1hr WC, and (C) 1 200°C-1hr OQ, 300°C-1hr WC.

しの場合には細粒側でも遅れ破壊限度比は低下し、むしろ中間粒度で最も大きくなる傾向がある。

粒界割れを起こす原因が粒界での不純物偏析にあるとすれば、細粒ほど粒界不純物は希釈されるのでこの結果

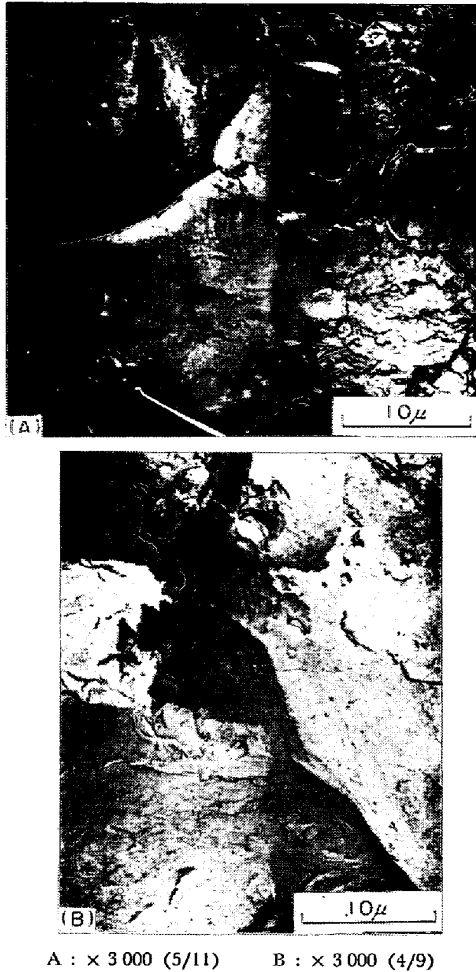


Photo. 4. Electron fractographs showing the appearance of the delayed fracture areas for steel 1; (A) 1 100°C-1hr OQ, 500°C-1hr WC, and (B) 1 200°C-1hr OQ, 500°C-1hr WC.

とは逆に遅れ破壊は生じにくくなると考えられる。

他方前オーステナイト粒が微細になるほどHall-Petchの関係と同様の粒度依存性によつて降伏点は上昇し、引張強さも増大することが認められている⁹⁾。このように強度が増加すると遅れ破壊に敏感になることは考えられる。

さらに切欠や先在きれつ先の先端のきれつ発生可能領域(たとえば応力の三軸性が最大になる領域)にあり、きれつ発生に有利な内外力に対する方位をもつ粒界は、細粒ほど多くなるから、細粒ではかえつて遅れ破壊が生じやすくなることも考えられる。

他方過度に粗粒化した場合は全粒界面積が減少するために一粒界当たり集まる水素量が多くなるとか、一度にできる単位きれつが大きくなるために伝ばが容易になるとか、さらに切欠曲げ強さの低下にみられるような一般的な脆化現象などが遅れ破壊を容易にする原因と考えられる。

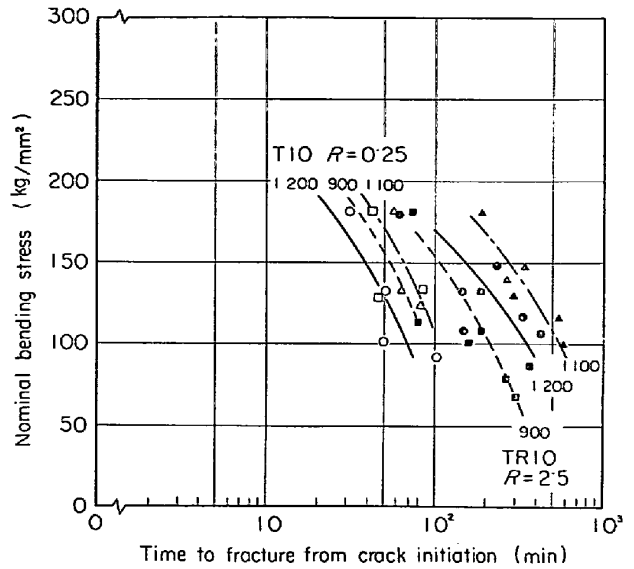


Fig. 10. Effects of austenitizing temperatures on the duration of crack propagation for steel 1; comparison of notch root radii, hydrogenated and plated specimens, type T10 and TR10.

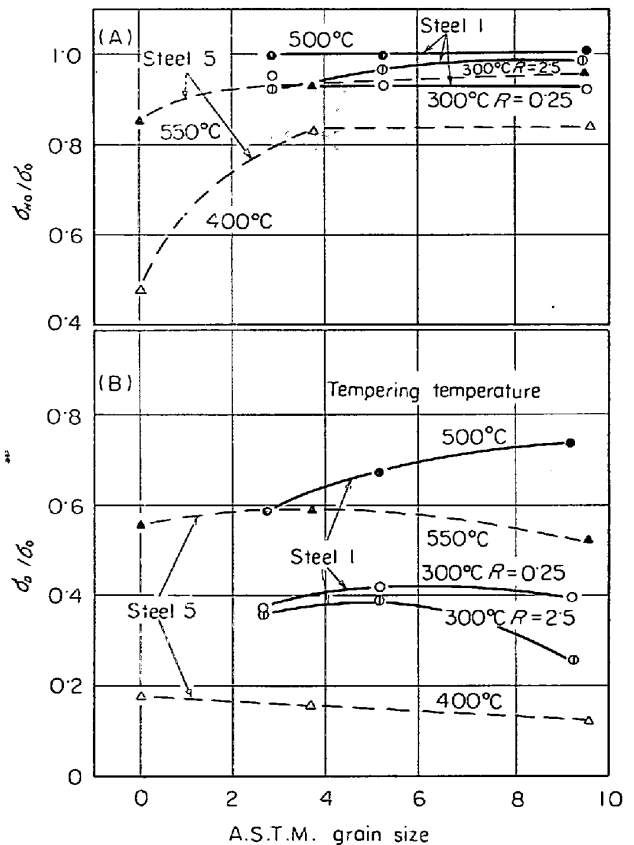


Fig. 11. The relation of (A) static bending ratio after and before hydrogenation, σ_{H0} and σ_0 , or (B) the delayed fracture limit ratio σ_D/σ_0 , between prior-austenite grain size; summarization of the results of Fig. 7, 8 and 9.

3.2.2 0.1N 塩酸水溶液の場合

0.1N HCl 水溶液を切欠部に滴下した場合の鋼種 1 の T5 および T2 試験片についての結果を Fig. 12 および Fig. 13 に示す。T10 試験片の場合には Fig. 12 (T5) とほぼ同一の結果がえられた。

これらの遅れ破壊曲線の特徴は一般に曲線が時間とともに二段の変化を示すことで、高応力・短時間側を第 I 段階、低応力・長時間側を第 II 段階と呼ぶことにする。

第 I 段階は水素チャージの場合の遅れ破壊限度に相当するもので、0.1N HCl 環境下で吸収した切欠下の水

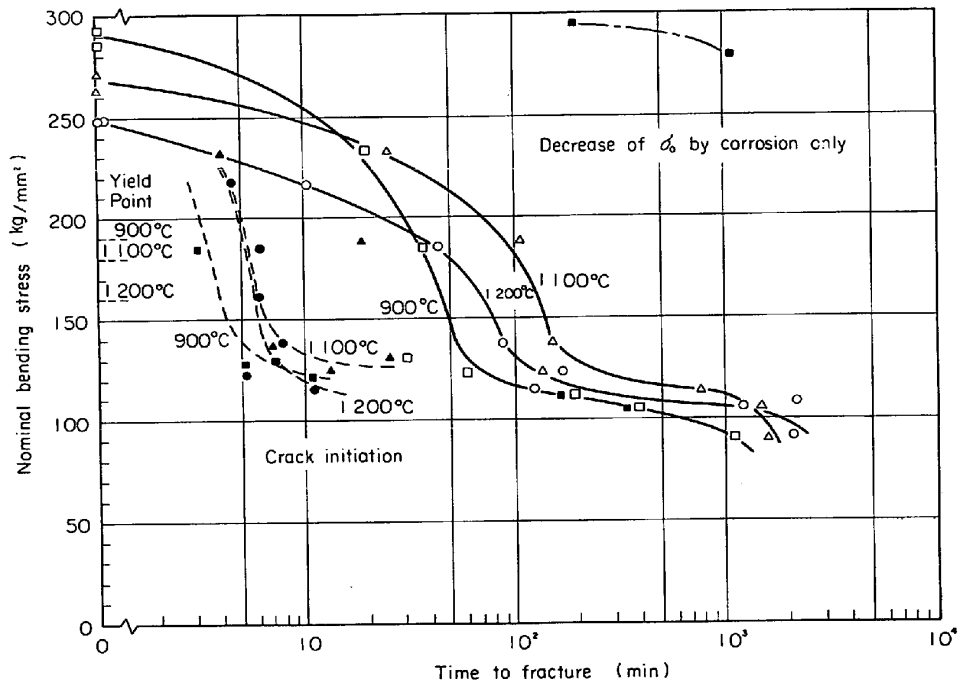


Fig. 12. The effect of austenitizing temperature on the delayed fracture curve for steel 1, specimen type T5, in 0.1N HCl.

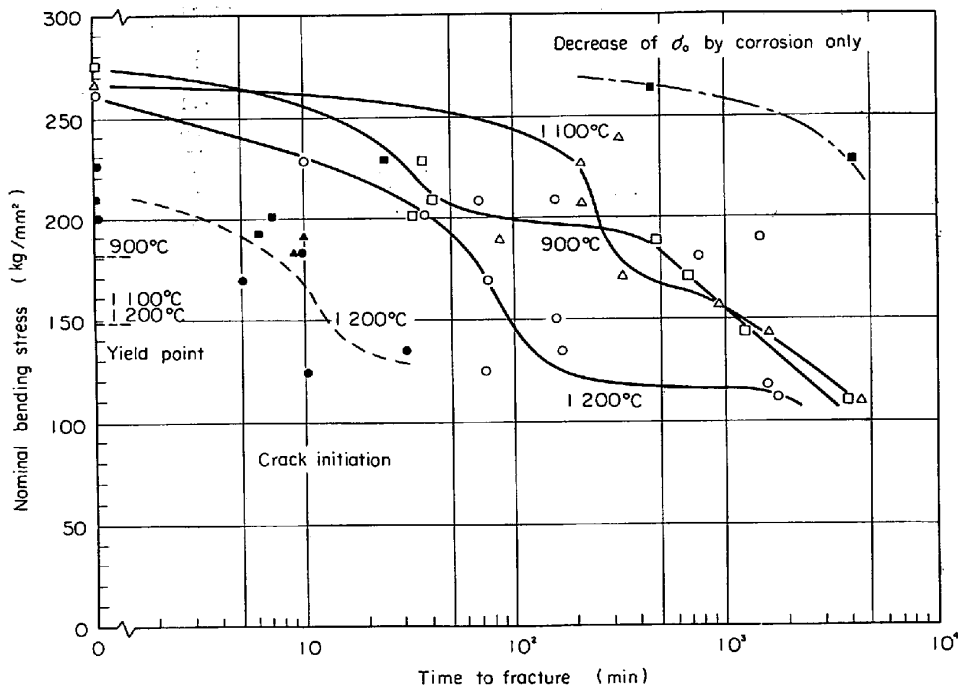
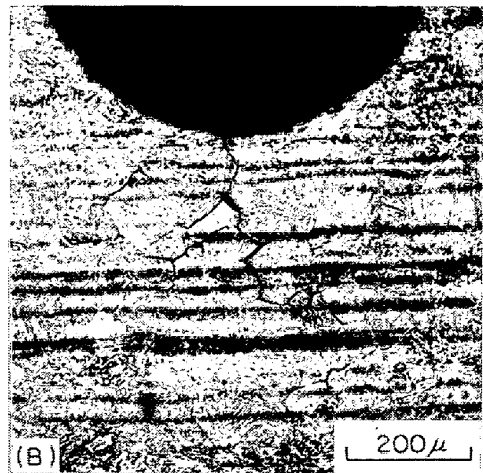
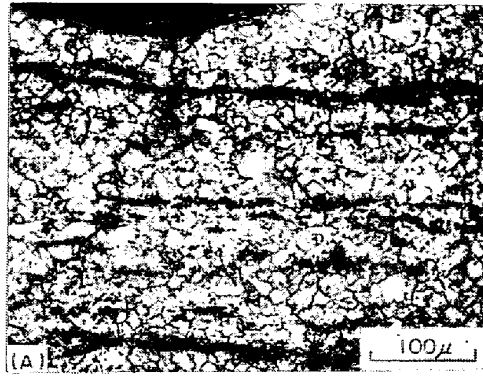


Fig. 13. The effects of austenitizing temperature on the delayed fracture curve for steel 1, specimen type T2, in 0.1N HCl.



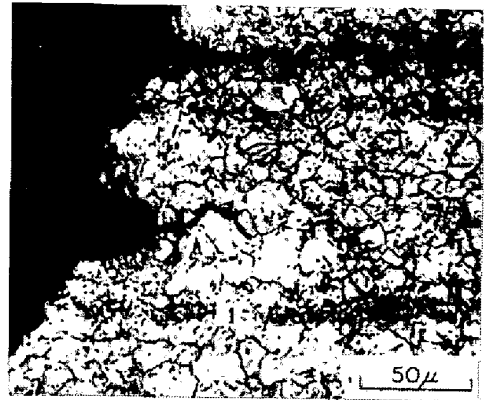
A : $\times 200(5/9)$ B : $\times 100(5/7 \cdot 5)$ C : $\times 100(5/9)$

Photo. 5. Delayed fracture cracks under notch root of specimen for steel 1, in 0.1N HCl; (A) 900°C-10 min OQ, 300°C-1hr WC, (B) 1100°C-10 min OQ, 300°C-1hr WC, (C) 1200°C-10 min OQ, 300°C-1hr WC.

素濃度と応力条件により決まるきれつ発生限界応力である。きれつ発生時間はこの応力以下で急増する。

第Ⅰ段階で生ずるきれつは Photo. 5 に示すように粒界割れで、切欠下のある位置で分岐したり、一般に水素チャージの場合と比較すると枝分れする傾向が強い。

他方第Ⅱ段階は切欠底がかなり腐食をうけ、この影響が無視できなくなる。しかしながら水素の効果がなく単に腐食による断面減少あるいは応力集中増大だけであれ



$\times 400(3/5)$

Photo. 6. Delayed fracture cracks at the extremity of corrosion pit for steel 4, in 0.1N HCl, austenitized for 10 min at 850°C, oil quenched and tempered for 1hr at 400°C.

ば、Fig. 12 および Fig. 13 の右上方の曲線に示すように、かなり高応力に耐えることができる。この曲線はその点で示される時間まで無負荷状態で 0.1N HCl を切欠に滴下し、その後 200°C で 5 hr 脱水素処理を行ない求めた静的切欠曲げ強さである。すなわち水素がない場合の機械的曲げ強さに与える腐食のみの影響は、第Ⅱ段階程度の時間ではそれほど大きくない。ところが第Ⅱ段階でも低荷重下であるにもかかわらず、長時間経過すると遅れ破壊を生ずるのは、腐食による断面減少の結果、曲げ応力が増加することに加えて Photo. 6 にみられるように腐食ピットの生成により応力集中が増加し、水素による遅れ破壊きれつ発生限界応力に達するためであろう。腐食は他方では切欠半径を大きくして初期の切欠形状による応力集中を緩和する作用があるので、前述のようなピットなどの応力集中源をあらたに形成することなしには、第Ⅱ段階程度の時間では、遅れ破壊きれつを発生することは困難であると考えられる。なお腐食ピットの底から生ずるきれつはいずれもオーステナイト粒界割れで、このきれつの進行時には階段上のたわみ変化が観察される。以上のことは第Ⅱ段階の応力域でもきれつが発生しさえすれば伝ばしうることを意味している。すなわち先在きれつ試験片を用いてきれつ成長限界値として求まる K_{Isc} に対応する公称応力よりも、第Ⅰ段階の水平部は高い応力域にある。

一般に水素による遅れ破壊限度は、水素濃度の高いほど、また切欠が鋭いほど低下するので、陰極チャージしながら負荷するような場合には、遅れ破壊曲線は第Ⅰ段階がそのまま低応力側にまで低下すると考えられるが、一般の腐食環境すなわち自然電極電位付近の条件下では、その環境での水素侵入力は表面下の水素濃度があ

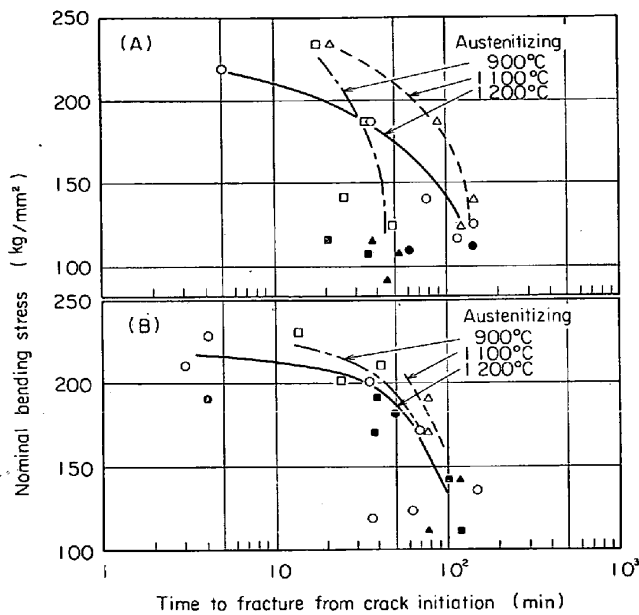


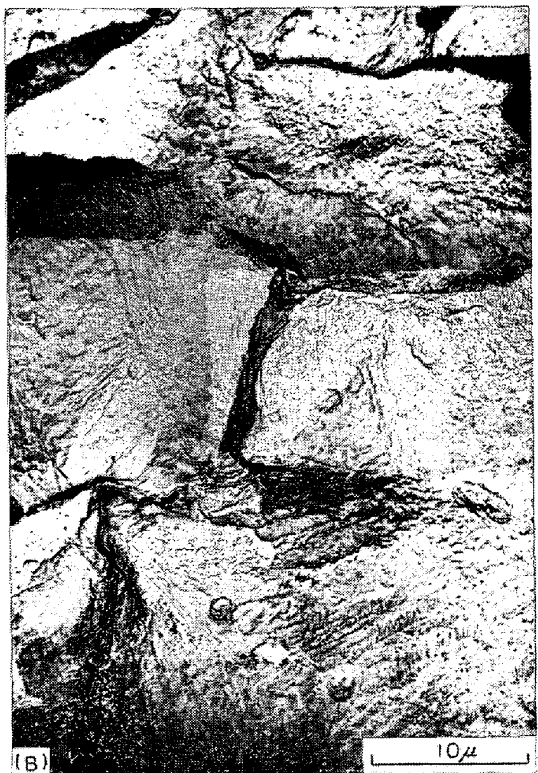
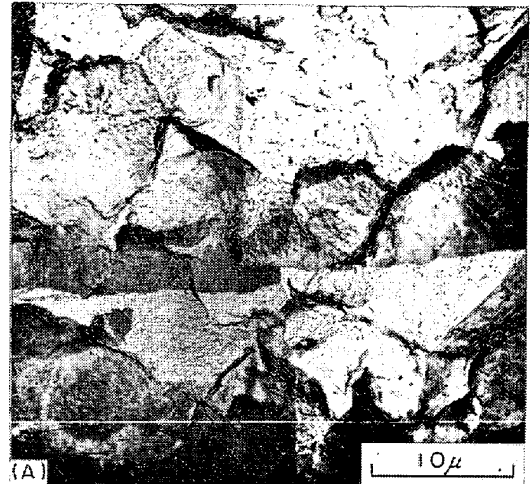
Fig. 14. The effect of austenitizing temperature on the duration of crack propagation for steel 1, in 0.1N HCl; (A) specimen type T5 and (B) T2. open circle; stage I (high stress region) of delayed fracture curves of Fig. 12 and 13, closed circle; stage II (low stress region) of same curves.

る大きさになると平衡状態に達するために、その濃度で決まる臨界応力が存在するものと考えられる。ただし表面は短時間にその濃度に達しても内部の濃度分布は一樣でなく、時間とともに内部の濃度が高くなるので、第Ⅱ段階でのきれつ伝ば時間は Fig. 14 の黒い点に示すように第Ⅰ段階の下限の伝ば時間とは不連続になり、やや短時間側にずれる。

以上から考えると、切欠下でのきれつ発生限界応力と K_{ISCC} に相当するきれつ伝ば限界応力の間には、停留きれつのごときものはみられないと考えられる。ただし水素濃度勾配が大きく、きれつを生じてそれが再び進行する以前にきれつ先端が腐食により鈍化すれば、きれつが停留することも考えられる。

Photo. 7 は鋼種 1 の 0.1N HCl 中での破面であるが水素チャージの場合と同様の粒界割れの特徴を示している。ただし表面の腐食のために hair line などの特徴はみられない。

前オーステナイト粒度の効果は主として第Ⅰ段階での寿命に明りように現われ、きれつ発生限界応力および第Ⅱ段階ではあまり明らかでない。これらの結果から静的切欠曲げ強さの60%および80%の応力での寿命と 100hr および 500hr での静的曲げ強さに対する遅れ破壊時間強度の比を粒度で整理したのが Fig. 15 である。水素チ



A : $\times 3000(1/2)$ B : $\times 3000(4/7)$

Photo. 7. Electron fractographs showing the appearance of the delayed fracture areas for steel 1, in 0.1N HCl; (A) 900°C-10min OQ, 300°C-1hr WC, and (B) 1100°C-10 min OQ, 300°C-1hr WC.

ャージの場合と同様に粗粒、粗粒よりも中間粒度で第Ⅰ段階の破断寿命が長くなる。この差異は Fig. 14 にみられるように主としてきれつ伝ば時間に支配されている。これはあらかじめ水素をチャージした場合と異なり、水素の濃度勾配があるため全寿命に対するきれつ伝ば時間の割合が相対的に大きくなるためであろう。

この場合の遅れ破壊挙動のオーステナイト粒度に対する関係は前述の水素チャージの場合と同様と考えられる

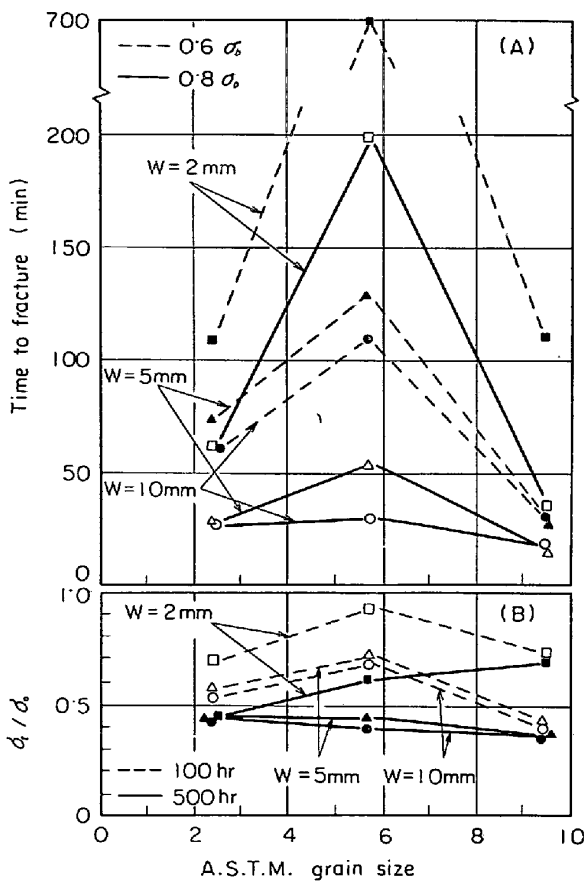


Fig. 15. The relation of (A) delayed fracture time at $0.6 \sigma_0$ and $0.8 \sigma_0$ or (B) ratio of delayed fracture strength, σ_f , to σ_0 at 100hr and 500hr between prior-austenite grain size; comparison of specimen width.

が、き裂の分岐傾向からすると細粒になるほど大きな曲折をしなくなるので、伝ぱが容易になり、き裂が分岐しなくなる点も、細粒の場合に寿命が短くなる原因に加える必要がある。

3.3 試験片形状の影響

Fig. 12(T5), Fig. 13(T2), および T10 試験片の結果を各試験片の幅 (W) で比較すると Fig. 16 のようになる。ただし縦軸は大気中の切欠曲げ強さに対する負荷応力の比 (遅れ破壊強度比) で示した。

900°C および 1100°C でオーステナイト化した場合には、W が 10 mm, および 5 mm ではそれぞれほぼ同一の曲線になるが、W が 2 mm の場合だけ遅れ破壊を生じにくい。また 1200°C オーステナイト化の場合には、W の如何にかかわらずほぼ同じ曲線になる。(ただし W=2 mm ではばらつきが大きい。)

この効果を生ずる原因には、(1) き裂発生可能な個所が W に比例しているために、W が小さくなるとき裂発生点が減少し破壊しにくくなること、(2) W が小さ

くなると平面応力条件下にある領域が相対的に増加し、降伏点が下がりき裂の発生しにくくなることの 2 点が考えられる。

前項で述べたように破断寿命の差異はき裂伝ぱ時間に支配されるので、ここでいうき裂の発生とは先在き裂先端での新たなき裂の発生であり、伝ぱの一つの過程である。W が大きい場合には切欠下に 2~3 個のき裂が同時に発生するが、この数は粒度にはあまり依存しない。

W が 2 mm の場合には両側面の平面応力域 (シアリップ形成) に対し、中央部の平面歪域は狭くなり、粗粒の場合最初のき裂形成に際し発生条件を満足する粒界の有無は大きな影響をおよぼす。Fig. 13(T2) の 1200°C オーステナイト化の場合にはばらつきが多く、短時間側にひいた曲線のほかに、900°C の曲線とほぼ同じ曲線の二つに分れる傾向があることはその影響によるものであろう。

また平面応力域には遅れ破壊き裂は発生しにくく、W=2 mm では平面歪部のき裂伝ぱ経路が狭いため、先在き裂先端でのき裂発生が困難になる。

き裂は通常一点から半円状に拡大するが、W が 10 mm と 5 mm の場合には伝ぱ特性には差異がない。

鋼種 5 について、W を 5 mm, 2 mm, 1 mm と一層小さくした場合の結果を Fig. 17 に示す。W=1 mm の場合は巨視的には全断面が平面応力条件になり、破面はほぼ完全に slant になり、遅れ破壊き裂として識別しうる破面は巨視的には存在しない。W=2 mm の場合には Fig. 13 と同様ばらつきが大きい。この場合試験片加工上の制約から、遅れ破壊に敏感な強度に高められなかったが、W が小さくなるほど遅れ破壊を生じにくくなることが示された。

またき裂の伝ぱは Fig. 2 (右側) にみられるように平面応力条件の W=1 mm ではステップの間隔が他に比べて長いことが認められた。このような間隔の長いステップは長時間腐食環境下におかれた他の形状の試験片の場合にもしばしば観察されるもので、水素の影響によるものか、あるいはこの場合断面が小さいので腐食による断面減少や微小なピットによる影響が大きく、応力増加に伴い降伏域が順次拡大することによるものか明らかでない。

4. 結 論

高力ボルトなどに用いられる数種の低合金鋼を用いて、水素による遅れ破壊挙動におよぼす焼もどし条件、前オーステナイト粒度および試験片形状などの効果につ

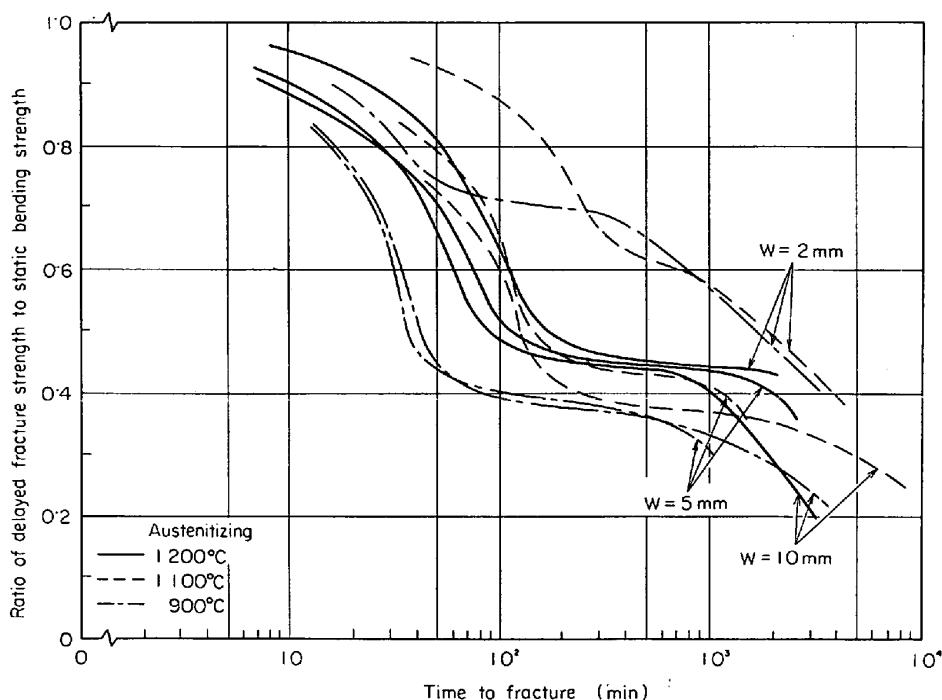


Fig. 16. Effects of austenitizing temperature and specimen width, W , on the delayed fracture curve for steel 1, in 0.1N HCl.

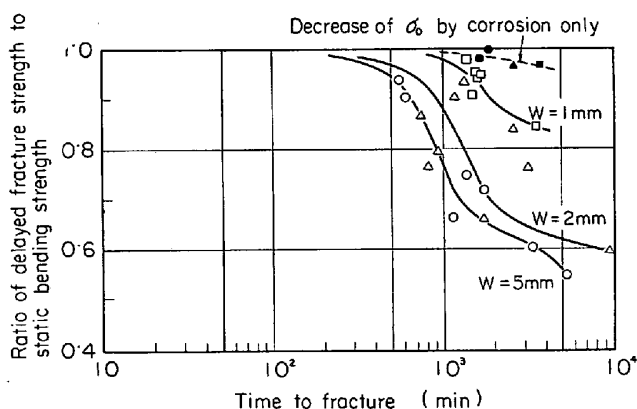


Fig. 17. The effect of specimen width on the delayed fracture curve for steel 5, HRC 40.0.

いて検討した結果次のことが明らかになった。

(1) 一般の低合金調質鋼では 500°C 以上で焼もどしを行えば遅れ破壊を生じにくくなるが，二次硬化性のある合金の場合にはさらに高い温度で焼きもどさなければ耐遅れ破壊性は向上しない。

(2) しかしながら引張強さで比較すれば，ほとんどの鋼種でも 125 kg/mm² 以上で遅れ破壊に敏感になる。

(3) 遅れ破壊限度比は，二次硬化性合金鋼を除けば一様のびが 0.06 以下で低下し，両者の間には直線的な関係が認められた。

(4) 850°C あるいは 900°C，1100°C，1200°C の 3 通りのオーステナイト化温度で調整した三種類の粒度について遅れ破壊特性を調べた結果，あらかじめ水素チャージした場合には遅れ破壊限度比が，細粒でも粗粒でも低下し，むしろ中間粒度（粒度番号 4～5）で大きくなる傾向が認められた。また 0.1N HCl 環境下では，やはり同様の中間粒度で破断寿命が長くなる傾向がありこれは主としてき裂の伝ば時間が長くなるためであることが認められた。

(5) 0.1N HCl のような腐食性の強い環境下では，遅れ破壊曲線は二段の変化を示し，高応力短時間側の変化は水素チャージの場合と同様の水素のみによる効果で低応力長時間側は腐食ピット生成による局部応力増大により水素脆性割れを生ずるものであることが認められた。

(6) 400°C 以下の低温焼もどし材での遅れ破壊き裂は前オーステナイト粒界に沿う場合が多い。たわみの変化からき裂の前進過程は不連続的段階的であること，細粒の場合にき裂の発生部付近でしばしばふくらみが観察されることから，遅れ破壊き裂は切欠あるいは先在き裂の先端部の前オーステナイト粒界に新たにき裂を独立して発生しては連結しながら拡大するものと考えられる。

(7) 粗粒鋼では静曲げ強度などの靱性値の低下と

に単一粒界きれつも大きくなるために伝ばが容易になり、さらに全粒界面積の減少とともに一粒界当たりの水素量も増加することも考えられるため遅れ破壊限度も低く、きれつ伝ば時間も短くなる。他方細粒になるほど強度レベルも若干増加し、さらにきれつ発生可能域での粒界数が増加するために遅れ破壊が生じやすくなる。これら二つの効果は粒度に関して相反するものであるためにそれらの中間的な粒度で耐遅れ破壊性が向上するものと考えられる。

(8) 試験片幅を 10 mm~1 mm に変えて遅れ破壊挙動を調べたところ、幅 10 mm と 5 mm では大差ないが、2 mm になると全破面に対するシアーリップ領域の割合が増加し、遅れ破壊きれつ伝ば領域が中央に限定されて狭くなり、遅れ破壊寿命が長くなる。この場合粗粒ではきれつ発生可能粒界が減少するためにばらつきを生ずる。さらに 1 mm の場合にはほとんど全断面が平面応力条件になり、水素脆性型の遅れ破壊は生じにくくなる。

文 献

- 1) 田島, ほか: JSSC (日本鋼構造協会誌) 6 (1970), No 52
- 2) 山本, 藤田: 神鋼技報 R and D, 18(1968) 3, p. 93
- 3) 田島, 松山: 土木施工, 10(1969) 3, p. 73
- 4) 福井: 鉄と鋼, 55(1969) 2, p. 151
- 5) 原, ほか: JSSC, 5(1969) 48, p. 7
- 6) V. J. COLANGELO, M. S. FERGUSON: Corrosion, 25(1969) 12, p. 509
- 7) H. H. JOHNSON, J. G. MORLET, and A. R. TROIANO: Trans. AIME, 212(1958), p. 528
- 8) B. V. WHITESON, A. PHILLIPS, V. KERLINS, and R. A. RAWE: Electron Fractography, (1968), p. 151, [ASTM, STP436]
- 9) R. P. M. PROCTOR and H. W. PAXTON: Trans. ASM, 62(1969), p. 989