

## 論 文

UDC 669.141.24 : 539.375 : 539.56 : 669.788

## α鉄のクラック伝播挙動におよぼす水素の影響\*

井上 明久\*\*・細谷 佳弘\*\*\*・増本 健\*\*

## Effect of Hydrogen on Crack Propagation Behavior and Microstructures around Cracks in α-Iron

Akihisa INOUE, Yoshihiro HOSOYA, and Tsuyoshi MASUMOTO

## Synopsis:

The effect of hydrogen on the crack propagation behavior and the microstructures around cracks in α-iron has been examined by means of tensile testing with simultaneous charging of hydrogen and microscopic observation. The results obtained are summarized as follows:

(1) The yield strength and the flow stress at 2% strain increase by absorbing hydrogen, whereas the fracture strain and the total energy spent in the tensile test decrease remarkably.

(2) According to the notch tensile tests, the force for crack initiation does not change so much with the increase in hydrogen content, but the plastic strain induced around crack and the amount of work required for the propagation of cracks decrease notably with increasing the hydrogen content.

(3) Near the crack edge in notched specimen deformed under uncharged condition, well-defined cell walls which are elongated along the crack edge are observed. As the hydrogen content increases, the distribution of dislocations becomes uniform, the formation of well-developed cell structure is suppressed and the dislocation density slightly increases, indicating the difficulty in relaxation of stress concentration around cracks of α-iron.

(4) It is suggested that the hydrogen embrittlement of α-iron is mainly due to the lowering of deformability in the vicinity of cracks by the absorption of hydrogen and the easy initiation of the grain boundary cracking caused by the segregation and precipitation of absorbed hydrogen.

## 1. 緒 言

近年、鋼の高強度化に伴い、構造材料の遅れ破壊、応力腐食割れなどの水素に基因する脆化が工業的に大きな問題となっており、さまざまな観点から鋼の水素脆性に関する膨大な研究が行なわれてきた。その結果、鋼の水素脆化の原因として、水素ガス圧説、水素吸着説、転位との相互作用説、格子脆化説および板状集合体脆化説などの仮説が提唱されている<sup>1)~3)</sup>。しかし、鋼中の水素の挙動ならびに破壊への役割はまだ根本的に解明されておらず、水素に基因する脆化に対する明確な解決法は得られていない。

本研究では、水素脆化したα鉄のクラック伝播挙動および従来ほとんど知られていないクラック近傍の水素脆化組織を超高圧電子顕微鏡などにより微視的に観察することにより、α鉄の変形、破壊に対する水素の影響を検討することを目的としている。

## 2. 試料および実験方法

市販電解鉄 (99.9 wt%Fe) を脱炭、脱酸の目的から水素雰囲気中で高周波誘導溶解炉により約 1kg 溶製した。その鋳塊を 1100°C で熱間鍛造後、約 600°C で 5mm 厚まで温間圧延し、さらに冷間圧延によつて 0.1 mm 厚の薄板とした。その薄板の化学組成を Table 1 に示す。その後、この薄板から機械加工により Fig. 1(a) および (b) に示す試験片を作製した。(a) は幅 3mm、平行部 10 mm の平滑な引張試験片であり、(b) は幅 3 mm、長さ 20 mm の組織観察用有孔引張試験片である。平滑試験片は、950°C、30 min 真空中で焼鈍後、酸化層を電解研磨により除去した後、引張試験に供した。一方、組織観察用試験片は引張変形後研磨することなく透過電子顕微鏡によつてクラック近傍組織を直接観察する目的から同様の熱処理をした後、試験片中央部にジェット式研磨 (1:4 過塩素酸アルコール) によつて凹みをつけた

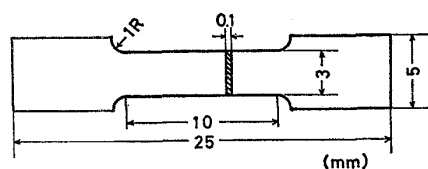
\* 昭和 51 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 53 年 4 月 28 日受付 (Received Apr. 28, 1978)

\*\* 東北大学金属材料研究所 工博 (The Research Institute for Iron, Steel and Other Metals, Tohoku University, 2-1-1 Katahira Sendai 980)

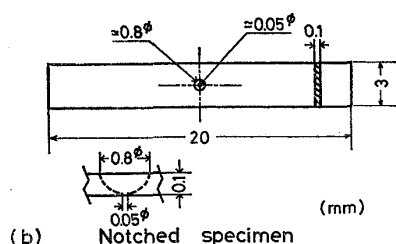
\*\*\* 東北大学大学院 (現在: 日本鋼管(株)技術研究所) (Graduate School, Tohoku University, Now Technical Research Center, Nippon Kokan K. K.)

Table 1. Chemical composition of specimen (wt%).

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	N	O	Fe
0.002	0.015	0.001	0.004	0.009	0.003	<0.001	0.001	0.0014	bal



(a) Unnotched smooth specimen



(b) Notched specimen

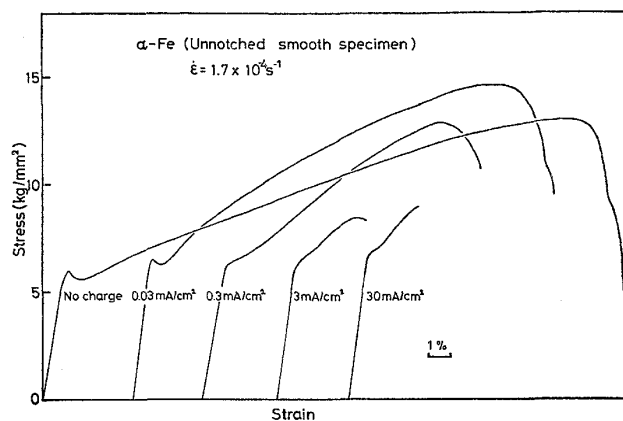
Fig. 1. Shape and size of the specimens for tensile test.

後、仕上げ研磨(飽和リン酸クロム酸液、電流密度  $1.5 \text{ A/cm}^2$ 、液温  $100^\circ\text{C}$ )によつて直径約  $50 \mu\text{m}$  の穴を開けた。なお、これらの試片の粒径は約  $100 \mu\text{m}$  であつた。

水素添加は  $5 \text{ mg/l}$  の亜硫酸ナトリウムを加えた1規定硫酸溶液中で陰極電解法により行ない、吸蔵水素量の測定は電流密度  $3 \text{ mA/cm}^2$  で電解時間を変えた試料について水素ガスクロマトグラフ法により行なつた。なお、水素添加終了から分析開始までの所要時間は約  $5 \text{ min}$  であつた。吸蔵水素量は電解チャージ開始とともに急激に増大し、約  $5 \text{ min}$  で  $7 \text{ ppm}$  となり、飽和する。この飽和水素量はオーステナイト系ステンレス鋼などに比べて極めて少ない<sup>4)</sup>。以下の実験では、変形前の吸蔵水素量を一定にする目的から  $2 \text{ min}$  間のプレチャージの後に引張試験を開始した。なお、 $3 \text{ mA/cm}^2$  で  $2 \text{ min}$  間のプレチャージ後にはプリスターは全く見られず、この程度の電流密度による水素添加は試験片に損傷を与えないと言える。

引張試験は、インストロン型引張試験機を用い、室温で電解電流密度  $30 \text{ mA/cm}^2$  以下の範囲( $0.03, 0.3, 3, 30 \text{ mA/cm}^2$ )で水素添加させながら行なつた。この場合の試験方法の詳細は他の文献<sup>5)~8)</sup>に記してあるので省略する。

有孔試験片のクラックは引張軸に対してほぼ垂直な方向に伝播するが、その際のクラック伝播長さは有孔試験

Fig. 2. Tensile stress-strain curves of  $\alpha$  iron-unnotched smooth specimen deformed at various current densities.

片の前面に設置した  $40 \mu\text{m}$  の目盛付き対物レンズを取り付けた顕微鏡により読み取つた。クラック近傍の組織観察は、光学顕微鏡、JEM200B および JEM1000 超高压電子顕微鏡で行ない、また破断後の破面組織をJSM35型走査電子顕微鏡で観察した。

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 平滑試験片の応力-歪曲線におよぼす水素の影響

$\alpha$  鉄の平滑試験片を電解電流密度  $0 \sim 30 \text{ mA/cm}^2$  で水素添加しながら歪速度  $1.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  で引張変形した時の応力-歪曲線を Fig. 2 に示す。電流密度の増大に伴い、引張強さおよび伸びは著しく低下する。また、 $0.3 \text{ mA/cm}^2$  以上の電流密度で水素添加された  $\alpha$  鉄の降伏点伸びは消滅している。この降伏現象の消滅は帯域精製鉄を用いて行なつた ADAIR の結果<sup>9)</sup>と一致している。Fig. 3 は、Fig. 2 より平滑試験片における降伏応力(下降伏点あるいは  $0.2\%$  塑性ひずみにおける応力)、 $2\%$  塑性ひずみにおける流動応力、 $3\%$  塑性ひずみにおける加工硬化率、破断伸びおよび応力-歪曲線で囲まれた面積より求めた破断までに費された仕事量を電解電流密度に対して再整理したものである。降伏応力、流動応力および加工硬化率は、電流密度の増大に伴い最初比較的緩やかに、 $3 \text{ mA/cm}^2$  以上で急激に増大する。一方、伸びおよび破断までに費された仕事量は電流密度の増大に伴い著しく減少し、吸蔵水素による顕著な脆化が認められる。

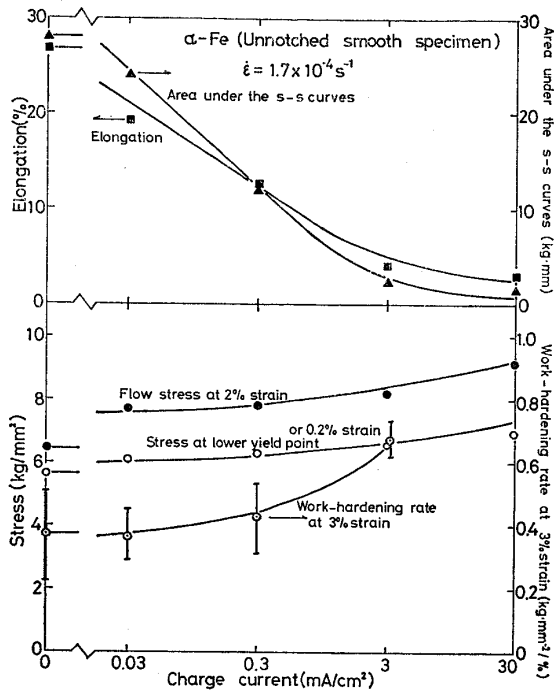


Fig. 3. The change of stress at lower yield point or 0.2% strain, flow stress at 2% strain, work-hardening rate at 3% strain, elongation and area under the stress-strain curves of  $\alpha$  iron-unnotched smooth specimen with current density.

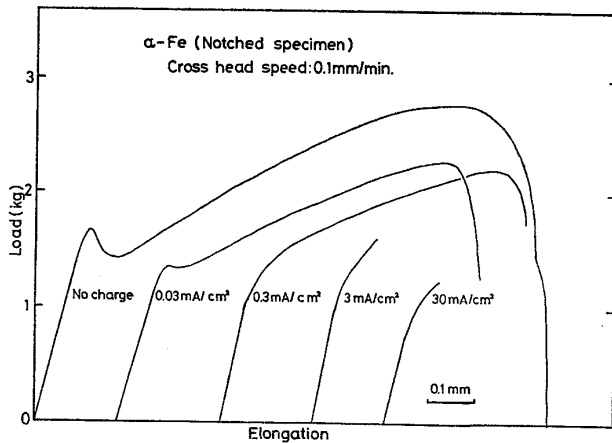


Fig. 4. Tensile load-elongation curves of  $\alpha$  iron-notched specimen deformed at various current densities.

### 3.2 有孔試験片の荷重-伸び曲線とクラック伝播挙動におよぼす水素の影響

α鉄の有孔試験片を電解電流密度が 0~30 mA/cm² で水素添加しながら 0.1 mm/min の速度で引張変形した時の荷重-伸び曲線を Fig. 4 に示す。引張試験中に穴付近のクラックの発生および伝播を光学顕微鏡により観察したところ、クラックは荷重-伸び曲線の見掛けの

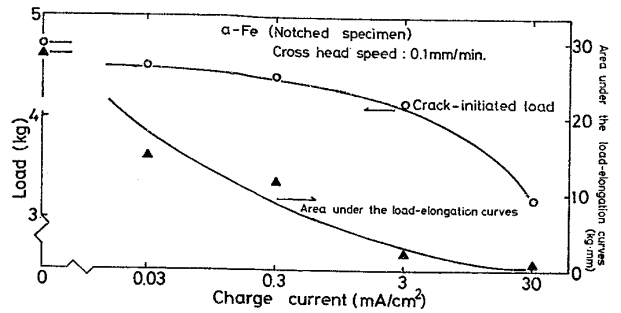


Fig. 5. The change of crack-initiated load and area under the load-elongation curves of  $\alpha$  iron-notched specimen with current density.

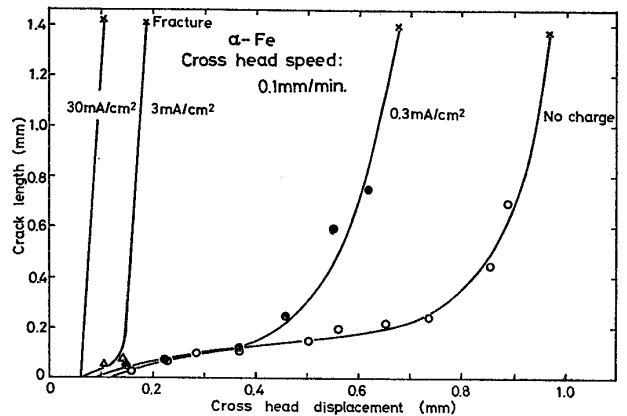


Fig. 6. Relation between cross head displacement and tensile crack length of  $\alpha$  iron-notched specimen deformed at various current densities.

降伏点付近から発生し、クロスヘッドの変位とともに伝播して、最後に試料を横断して破断する。したがって、Fig. 4における引張荷重はクラックの発生と伝播に必要な力であり、引張伸びは弾性伸びとクラック周辺の塑性変形伸びを示すと考えられる。Fig. 5は Fig. 4から求めたクラックが発生した時の荷重および荷重-伸び曲線に囲まれた面積であるクラック伝播に費された仕事を電解電流密度に対して図示したものである。クラック発生時の荷重およびクラック伝播に費された仕事量は電流密度の増大に伴い減少し、クラックの発生、伝播は水素吸蔵により容易になる。ここで注目されることは、本報の有孔試験片ではクラック発生時の荷重の低下に比べてクラックの伝播に費された仕事量の低下が著しく大きいことである。すなわち、吸蔵水素量の増大はクラックの発生に要する力よりもクラック周辺での塑性変形による伸びおよびクラック伝播に必要な仕事量を著しく低下させることを意味している。この結果は、球状セメントを含む共析炭素鋼において水素は炭化物界面からのボイドの発生にほとんど影響を与えず、その成長を促

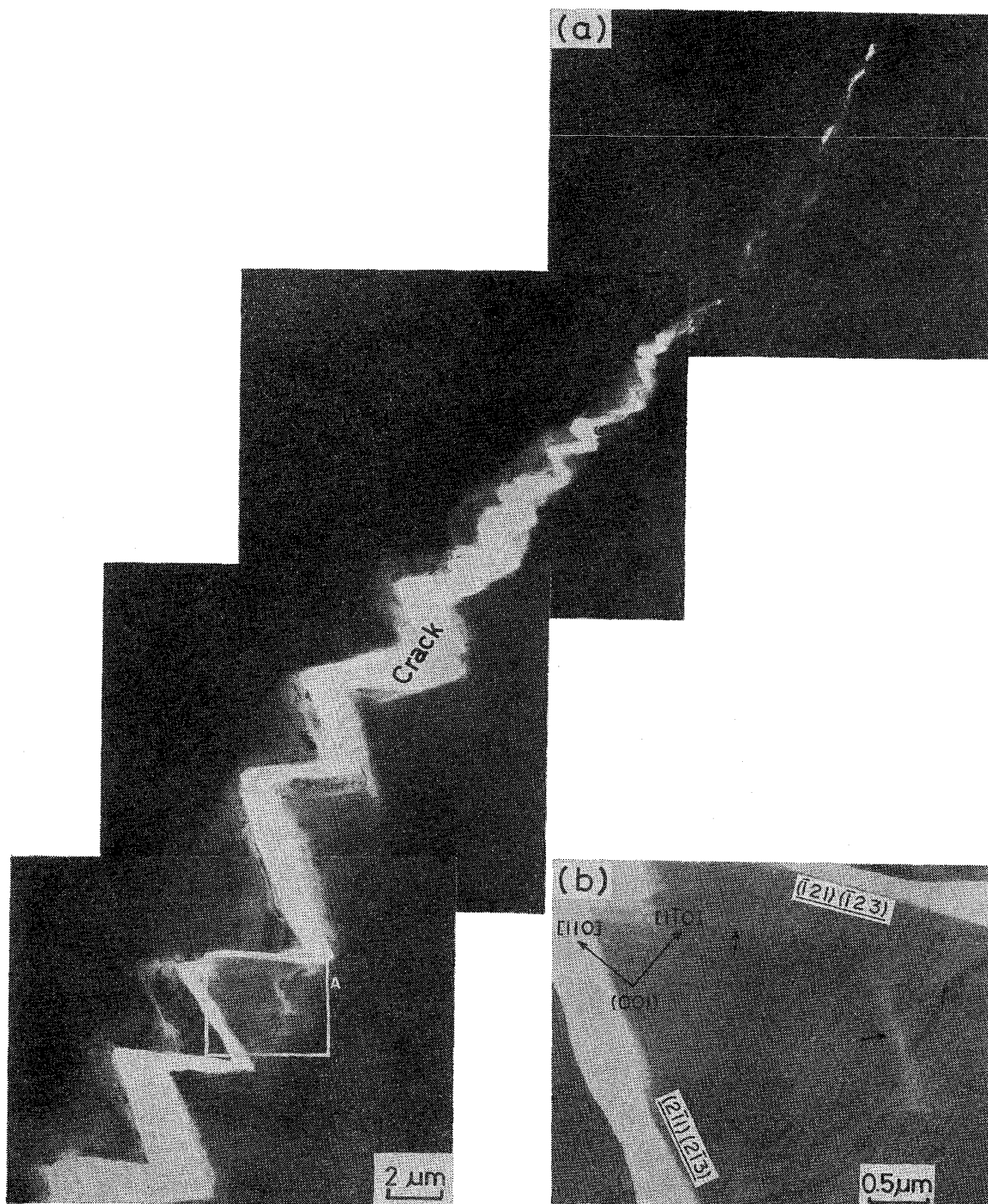


Photo. 1. Transmission electron micrograph (a) showing the structure around a tensile crack in  $\alpha$  iron-notched specimen deformed under uncharged condition and enlarged micrograph (b) taken from the region marked A in (a).

進させることを示した GARBER らの結果<sup>10)</sup>と一致している。なお、クラック伝播に費された仕事量には新しく自由表面を形成するに要する仕事量と塑性変形に要する仕事量が含まれるが、この大部分は後者により占められていると考えられる。

Fig. 4 と同一条件で  $\alpha$  鉄の有孔試験片を引張試験した時のクロスヘッドの変位とクラック長さとの関係を

Fig. 6 に示す。水素無添加材でのクラックの成長は初期の成長阻止段階、安定成長段階、不安定成長段階の3つに分けられる。初期の領域は、電解研磨による開口の際に生じた穴の周囲の薄化域(約 0.2 mm)内であるため、板厚の増大によりクラックの成長が遅くなったものである。その後クラックは安定に成長するが、約 0.4 mm クラック長さ以上で不安定成長し、破断する。水素

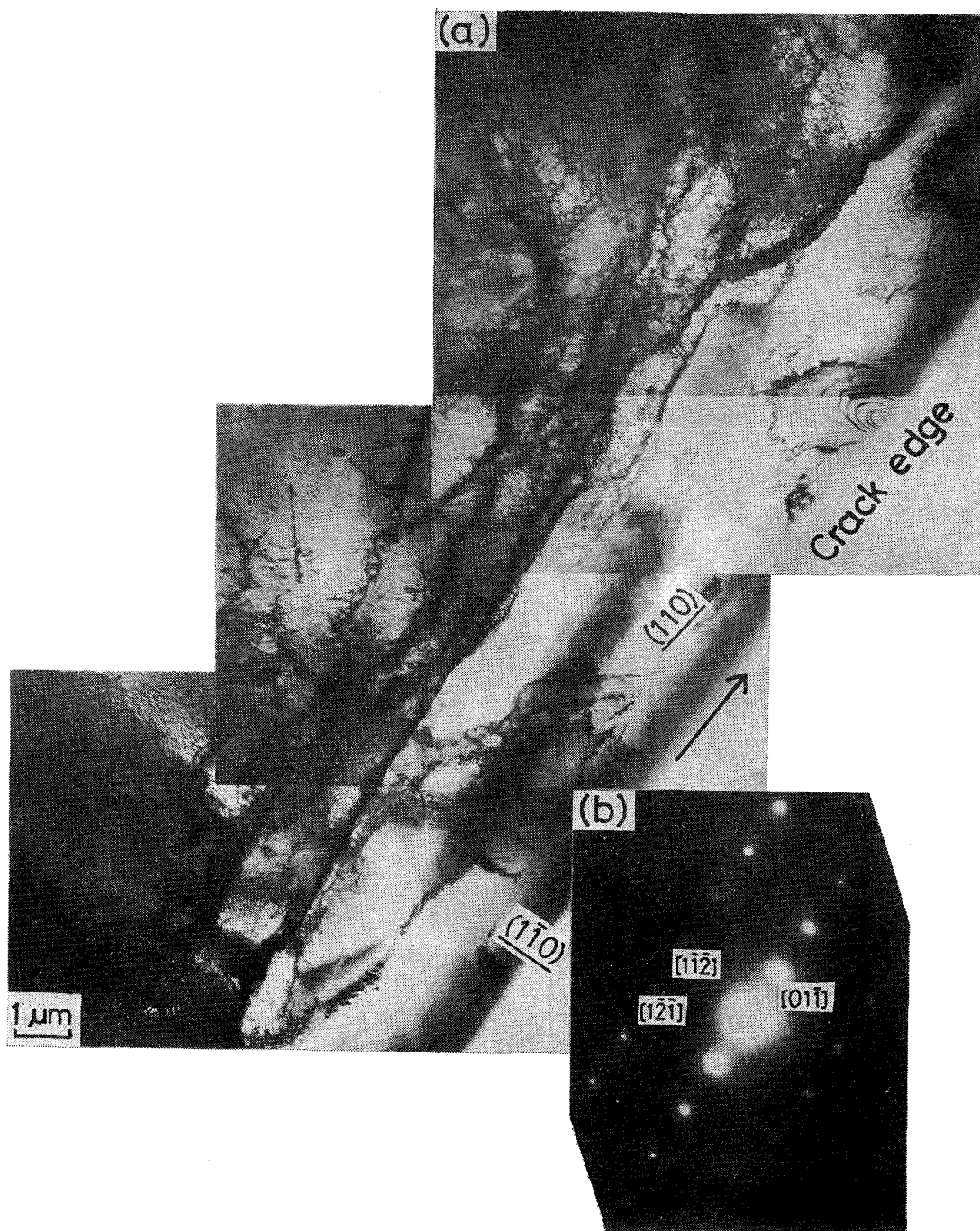


Photo. 2. Transmission electron micrograph (a) showing the structure near a tensile crack edge in  $\alpha$  iron-notched specimen deformed under uncharged condition, and selected area diffraction pattern (b).

添加のための電流密度の増大は、とくにクラックの安定成長段階の割合を減少させて、破断時のクロスヘッドの変位を著しく減少させる。また、安定成長段階における傾斜はクラックの伝播速度に対応する。この速度は水素無添加材では約 0.03 mm/min であるが、電流密度が 0.3 および 3mA/cm<sup>2</sup> と増大するに伴いそれぞれ約0.04 および約 0.06 mm/min と速くなる。以上の結果から、吸蔵水素量の増大は鋭いクラックを急速に進展させる効

果を有していると結論される。

### 3.3 クラック近傍の微視的組織におよぼす水素の影響

前節では、平滑試験片の機械的性質および有孔試験片のクラック伝播挙動などから水素による  $\alpha$  鉄の脆化特性を調べた。本節では、超高压透過電顕観察による微視的な組織学的観点より  $\alpha$  鉄の水素脆化の原因を検討した。なお、以下に示すクラック近傍組織はすべてFig. 6 に示した安定成長段階まで進展したクラックについて観

察したものである。

水素無添加状態で  $0.1 \text{ mm/min}$  のクロスヘッド速度で引張変形した  $\alpha$  鉄有孔試験片のクラック近傍の透過電顕組織を Photo. 1 に示す。クラックは鋸歯 (ジグザグ) 状に伝播した形態を示し、その周辺には塑性変形に伴う薄化 (明視野) 領域が見られる。これらの鋸歯状ステップは  $\alpha$  鉄の室温における迂り面である  $\{110\}$ ,  $\{112\}$  および  $\{123\}$  トレース方向に沿っている。Photo. 1(b) は、薄化域内の変形組織をより明瞭に示すために、写真 (a) 中の白枠で囲まれた領域 A を拡大したものである。矢印で示すように、クラック端と同じ  $(\bar{1}21)$ ,  $(\bar{1}23)$  および  $(2\bar{1}1)$ ,  $(2\bar{1}3)$  トレース方向に沿う薄化帯が見られ、クラックが迂り変形によつて伝播することを示している。なお、クラック端近傍に高密度の転位は認められないが、これは転位が試料外に抜け出したためと考えられる。このような  $\alpha$  鉄におけるクラック伝播形態は、金<sup>11)12)</sup>、アルミニウム<sup>13)14)</sup>、タングステン<sup>15)</sup> などの薄板において認められている結果とよく類似しており、結晶構造などの違いによる変化はほとんど認められなかつた。Photo. 1 と同一条件で引張変形した  $\alpha$  鉄のクラック近傍組織を  $1000\text{kV}$  超高圧電顕で観察した結果を Photo. 2 に示す。クラックは  $(110)$  および  $(\bar{1}\bar{1}0)$  面に沿つて進行し、クラック近傍にはクラック端に沿つて長く伸びた十分に発達したセル壁が観察される。この事は、SAKA と IMURA<sup>16)</sup> が超高圧電顕内での引張変形によるその場観察により指摘したように、せん断変形により生じたクラックの先端では高い応力集中により多数の転位が増殖されるが、クラックの通過の際にこれら高密度の転位は互いに合体、消滅を繰り返して再配列することを示している。なお、クラック端近傍にこのよう

なセル壁が観察される場合と Photo. 1 に示したようにほとんど転位が見られない場合とがある。これは活動迂り面と膜面との結晶方位差に関係するものと考えられる。

Photo. 3 は  $3 \text{ mA/cm}^2$  の電流密度で水素添加しながら  $0.1 \text{ mm/min}$  の速度で引張変形した  $\alpha$  鉄のクラック先端の電顕写真である。Photo. 1 および 2 に示した水素無添加材に比べて、薄板域は著しく減少し、また鋸歯状ステップはほとんど見られなくなり、直線的なクラック端を示している。これらの組織は、水素添加した  $\alpha$  鉄のクラック伝播時における塑性変形量が少なく、クラックの伝播が極めて容易に起こることを示している。

ところで、先にも述べたように変形挙動は結晶方位によつて異なる。したがつて、水素添加によるクラック近傍の転位形態の変化を明らかにするためには、同一観察面で引張方位も同じものである比較が必要である。本実験では方位差による変形組織のバラツキをできる限り小さくするために、種々な方位を持つ多数の結晶粒の組織を観察することに留意した。Photo. 4 は Photo. 3 における同様の水素添加条件で引張変形した  $\alpha$  鉄におけるクラック端近傍での転位配列の特徴を示す超高圧透過電顕写真である。Photo. 1 および 2 に示した水素無添加材のクラック端近傍組織に比べて、転位分布は均一であり、十分に発達したセル組織は見られず、しかもクラック端近傍の転位密度はやや高くなつている。この転位配列の変化より、水素吸蔵材ではクラック端近傍の応力集中域においても転位の再配列あるいは消滅などによる動的回復は困難であると言える。さらに、クラック端近傍の薄化域は極めて小さく、しかもクラック端の形態は直線的である。この破断端はフェライトの迂り面のひとつ

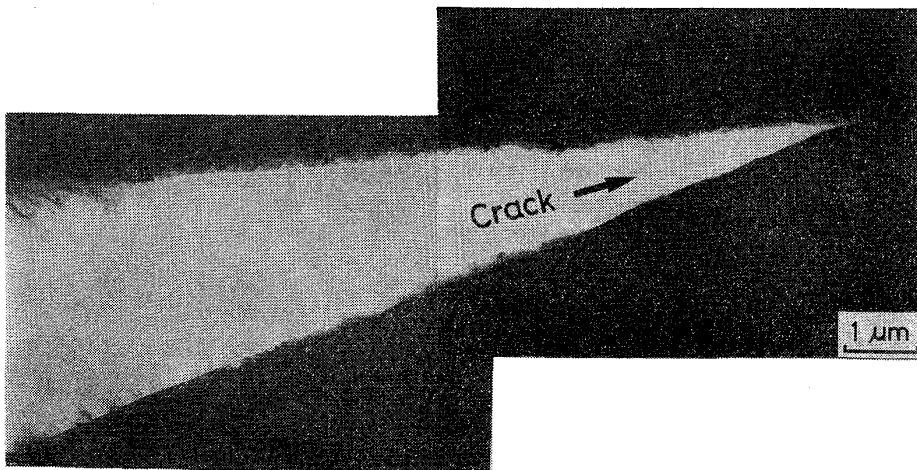


Photo. 3. Transmission electron micrograph showing the structure around a tensile crack in  $\alpha$  iron-notched specimen deformed at the current density of  $3\text{mA/cm}^2$ .



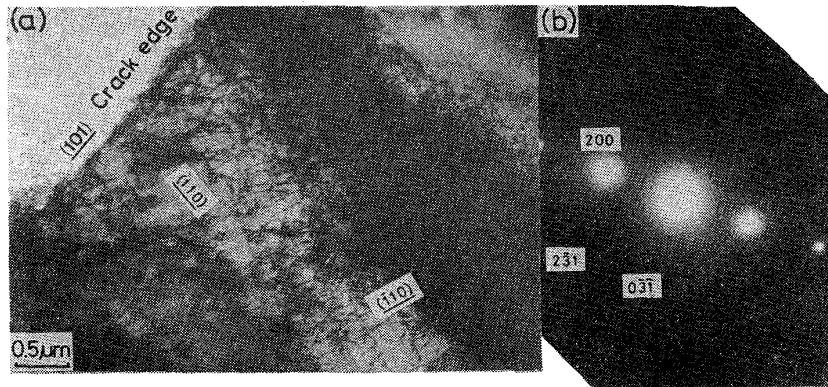


Photo. 4. Transmission electron micrograph (a) showing the structure near a tensile crack edge in  $\alpha$  iron-notched specimen deformed at the current density of  $3\text{mA}/\text{cm}^2$ , and selected area diffraction pattern (b).

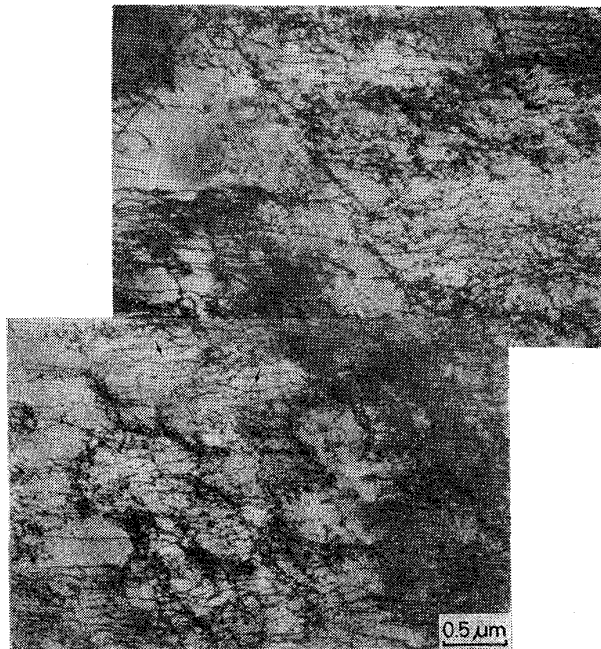


Photo. 5. Transmission electron micrograph showing the structure around a tensile crack in  $\alpha$  iron-notched specimen deformed at the current density of  $3\text{mA}/\text{cm}^2$ .

である (101) トレース方向に沿っており、水素脆化した  $\alpha$  鉄のクラック進展も水素無添加材におけると同様にフェライトの迂り面に沿って生じると言える。Photo. 4 と同様に、水素脆化した  $\alpha$  鉄のクラック端を含む 5 枚の組織写真においてクラック端のトレース解析を行なった結果、水素脆性き裂はフェライトの迂り面である {110} および {112} トレース方向に沿って進展しており、劈開面である {100} トレース方向に沿うき裂は見出されなかつた。この結果は、水素脆化した  $\alpha$  鉄においても水素無添加材と同様にクラックの進展にはフェライトの迂り面上での迂り変形が大きく寄与することを意味している。この透過電顕観察結果はフェライトの水素脆性破面

が迂り面と一致することをエッチピット法により示した以前の結果<sup>17)18)</sup> と一致している。Photo. 5 は、 $3\text{mA}/\text{cm}^2$  の電流密度で水素添加しながら  $0.1\text{mm}/\text{min}$  のクロスヘッド速度で引張変形した  $\alpha$  鉄のクラック端より  $10\ \mu\text{m}$  程度離れた領域の転位配列を示す超高圧電顕写真である。水素無添加材に比べて、転位の分布は均一であり、十分に発達したセル組織は見られない。この変化は Photo. 4 に示した結果と同じであるが、この写真の他の特徴は矢印で示すように転位が何らかの障害物によつてピン止めされ、その移動が妨害されているように思われる組織が見られることである。

以上のクラック近傍の組織観察結果より、水素添加材では水素無添加材に比べて転位の分布は均一であり、十分に発達したセル組織は観察されず、しかも転位密度はやや高くなっている。この組織は、炭素あるいは窒素を固溶した  $\alpha$  鉄を青熱脆性温度域で変形した時の組織<sup>19)</sup> と類似しており、水素の吸蔵に伴い変形転位の移動および消滅が困難になることを示唆している。しかし、最近 MATSUI ら<sup>20)</sup> は高純度鉄 (残留抵抗比  $1\ 800\sim 5\ 200$ ) の変形挙動におよぼす水素の影響について調べ、変形応力は水素添加により低下するが、純度の低下に伴い上昇することを報告している。これより、本研究で得た組織が転位と水素との直接的相互作用によるか否かについては疑問であるが、少なくとも本実験で用いた純度の  $\alpha$  鉄では、水素が他の不純物元素、たとえば微量炭素あるいは窒素などとの相互作用により転位芯のまわりに複雑な雰囲気形成を形成することが考えられる。中でも、この雰囲気形成は刃状成分を持つ転位において特に著しいことが予想される。また、水素添加により転位と上記の不純物元素との相互作用が強くなり、転位芯のまわりに雰囲気形成されることを示唆する他の実験事実として、水素添加による  $\alpha$  鉄の降伏点伸びの減少および加工硬化率

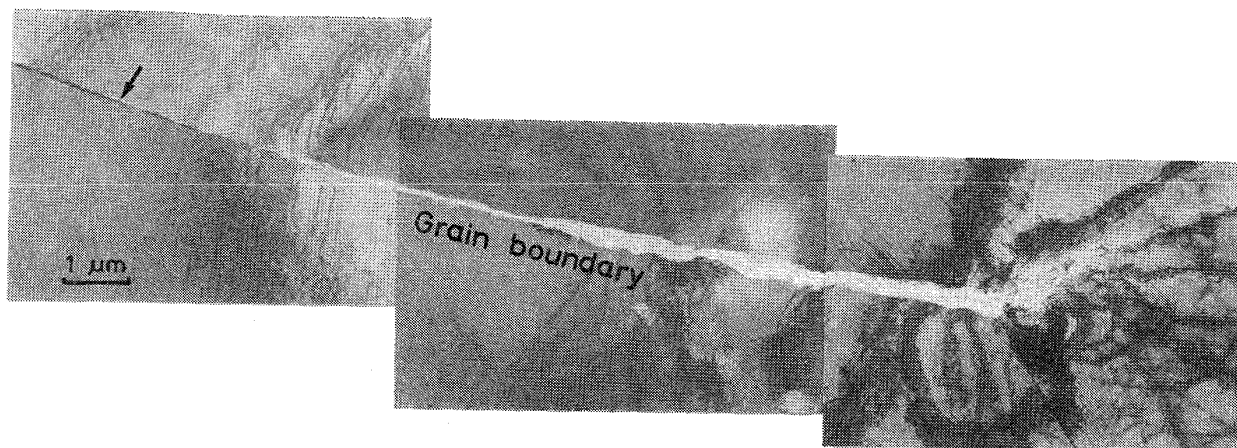


Photo. 6. Transmission electron micrograph showing the grain boundary cracking around a tensile crack in  $\alpha$  iron-notched specimen deformed at the current density of  $3\text{mA}/\text{cm}^2$ .

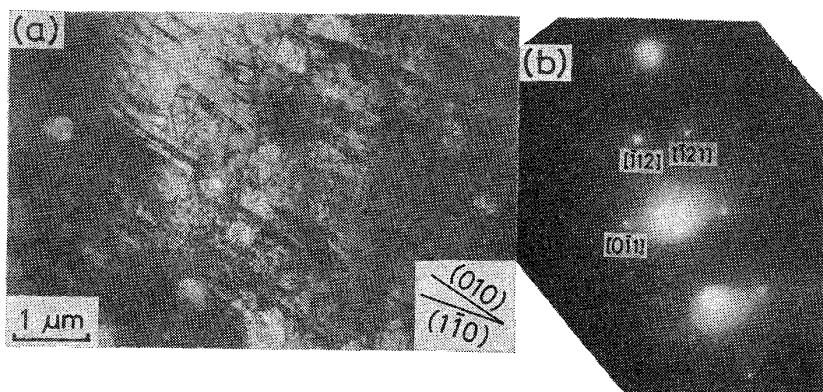


Photo. 7. Transmission electron micrograph (a) showing the structure around a tensile crack in  $\alpha$  iron-notched specimen deformed at the current density of  $3\text{mA}/\text{cm}^2$ , and selected area diffraction pattern (b).

の上昇 (Fig. 2 参照) が挙げられる。すなわち、 $\alpha$ 鉄が炭素、窒素および水素などの元素を微量含むことにより、加工硬化率は上昇し、この結果降伏点伸びは減少することが以前の研究<sup>9)21)22)</sup>で明らかになっている。したがって、転位は雰囲気中にピン止めされたり、あるいは雰囲気を引きずりながら移動しなければならないため運動速度は低下すると考えられる。このような転位の運動挙動の変化は平滑試験片に比べて5~6倍程度の高濃度の水素が凝集すると報告されている<sup>23)</sup>クラック先端近傍で特に著しくなり、塑性変形による応力集中の緩和はより一層起こり難くなると推察される。この結果、クラック先端域での集中応力は増大し、クラックは脆性的に進展するようになると考えられる。

以上のような転位配列の変化のほかに、水素添加材においては粒界に沿う割れがしばしば見られるようになることが水素無添加材と異なる他の大きな特徴のひとつである。その一例を Photo. 6 に示す。クラックは粒界の3重点から発生し、粒界に沿って伝播しており、さらに

その割れの先端に矢印で示すように50~70 nm 幅の微小空洞の列が見られる。水素はクラック先端の引張応力場に拡散、凝集する<sup>24)</sup>が、とくにその先端近傍にある粒界に集まりやすいと考えられる。したがって、この写真に見られる割れは、粒界に凝集した水素が関与したものと推察されるが、水素ガス圧によるものなのか、あるいは析出水素による界面エネルギーの低下により発生したかについては本研究では明らかにできなかった。このように、水素固溶量の少ない $\alpha$ 鉄では転位と水素との相互作用による脆化のほかに、粒界あるいは介在物界面に偏析する水素が破壊に大きな影響をおよぼすと言える。これは、水素吸蔵によりき裂様式が粒界割れに移る<sup>25)</sup>ことから支持される。ところで、蒲池<sup>26)</sup>は軟鋼の結晶粒界に水素によると考えられる巨大な空洞を認めている。また高橋と竹山<sup>27)</sup>および羽木ら<sup>28)</sup>は水素吸蔵した $\alpha$ 鉄を超高圧電顕で観察し、変形試料では粒界周辺が水素の析出優先場所になることを報告しており、本研究における観察結果はこれらの結果と一致している。



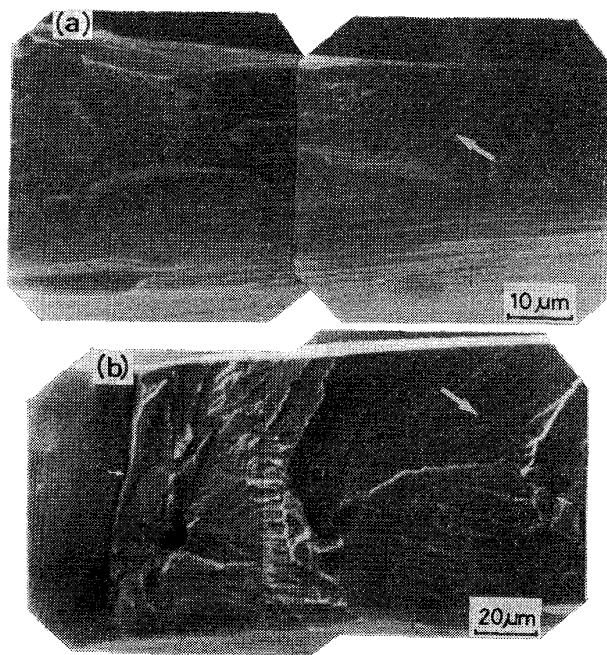


Photo. 8. Scanning electron micrographs showing the tensile-fractured appearance of α iron-notched specimen. (a) 0.3mA/cm<sup>2</sup>, (b) 3mA/cm<sup>2</sup>.

最近、鉄の水素脆化の原因として、微細な水素凝集相の役割を強調した考え方が提唱されている<sup>29)</sup>。本研究においてもクラック近傍に Photo. 7 に示すような(010)あるいは(110)面上で生成していると考えられる析出物様のものが観察された。しかし、これが水素化物であるか否か、また転位との絡み合いは認められるが、き裂の進展に如何なる役割を果たしているかについては現在のところ明らかでない。

以上の超高压透過電顕観察のほか、クラック伝播後の破面形態を走査電子顕微鏡で観察した。水素無添加状態ではほぼ100%の断面収縮を呈する延性割れを起こすが、電流密度の増大に伴い断面収縮率は減少し、延性き裂から凹凸の少ない平面的な脆性き裂様式および粒界割れへと移行する。これらの破面形態を Photo. 8 に示す。破面には水素無添加材に見られたディンプル模様は全く見られず、寺崎と中里<sup>17)</sup>あるいは南雲と宮本<sup>18)</sup>により報告されているストラエーションと同様な模様(矢印)が認められる。このストラエーション模様はクラックの不連続な進展に伴って生じたものであり、ストラエーションのひとつのステップは Photo. 4 に示した直線的なクラック端に対応すると思われる。さらに破面には矢印で示すように介在物界面から発生したと思われる割れを伴う空洞および粒界割れが観察される。これらの2次割れは介在物界面および粒界に凝集した水素によるものと理解される。以上の結果より、水素吸蔵によるこの

ような破面形態の変化はクラック近傍組織の水素吸蔵による変化と密接に関係していると言える。

#### 4. 結 言

α鉄の破壊挙動におよぼす水素の影響を解明するため、水素添加を行ないながら引張変形したα鉄平滑試験片の変形挙動、有孔試験片のクラック伝播挙動およびクラック近傍組織を光学顕微鏡、超高压電子顕微鏡および走査電子顕微鏡などによって観察し、微視的な組織学的観点からα鉄の水素脆性き裂について検討し、次のような結果を得た。

(1) 水素添加により、降伏応力および2%塑性ひずみにおける流動応力は増大するが、伸びおよび破断までに費された仕事量は著しく減少し、水素による顕著な脆化が認められる。

(2) 有孔試験片でのクラック発生時の荷重、クラック周辺の塑性変形による伸びおよびクラック伝播に要する仕事量は水素添加により減少し、クラックの発生、伝播が容易になる。その中でも、本報の有孔試験片では水素はクラックの伝播を特に容易にさせる。

(3) 水素添加により、水素無添加材に特徴的な迂り面に沿う大きな鋸歯(ジグザグ)状ステップはほとんど見られなくなり、クラック近傍の薄化域は著しく減少する。水素脆性き裂はフェライトの迂り面である{110}および{112}トレース方向に沿って進展していた。また、クラック端近傍の転位組織にも脆化を示唆する特徴的な変化が見られる。水素無吸蔵材では十分に発達したセル組織が認められるが、水素吸蔵材では転位の分布は均一であり、十分に発達したセル組織は見られず、しかも転位密度は水素無添加材に比べてやや高くなっている。さらに、転位が何らかの雰囲気によりピン止めされたり、あるいは雰囲気を引きずりながら移動していると思われる組織がしばしば見られる。これらの結果より、クラック先端近傍での集中応力の塑性変形による緩和は水素吸蔵により困難になり、クラックの伝播は容易になると言える。

(4) 水素添加に伴い、クラック先端域内の粒界には微小空洞の連結による割れが頻繁に見られるようになる。このような粒界割れは水素無添加材では全く認められなかつたことなどから、水素固溶量の少ないα鉄では粒界などに凝集、偏析した水素がき裂を促進させるものと考えられる。

(5) 水素添加に伴い、α鉄の破面様式はディンプル模様を示す延性き裂から凹凸の少ない平面的な脆性き裂へと変化する。脆化破面には、ストラエーションに類似

した模様が見られるほか、介在物および粒界から発生した2次割れがしばしば見られた。

最後に、水素分析をして下さいました東北大学金属材料研究所共通分析室の細谷 稔氏および1000kV 超高压電子顕微鏡の操作に御協力頂いた東北大学超高压電顕室の太田平四郎氏に感謝致します。また、本論文をまとめるにあたり、種々な有益な御助言を頂いた新日本製鉄(株)、基礎研究所室長南雲道彦博士に厚く感謝申し上げます。なお、本研究の費用の一部は昭和52年度文部省科学研究費補助金(奨励研究A)によつたことを付記し、感謝の意を表する。

#### 文 献

- 1) たとえば大谷南海男: 金属の塑性と腐食反応, (1972), p. 191 [産業図書]
- 2) 南雲道彦: 金属と水素, (1974), p. 106 [日本金属学会]
- 3) 水素による遅れ破壊の機構, (1975), p. 5 [日本鉄鋼協会]
- 4) O. D. GONZALEY: Trans. Met. Soc. AIME, 245 (1969), P. 607
- 5) 細谷佳弘: 東北大学修士学位論文, (1977)
- 6) 細谷佳弘, 井上明久, 増本 健: 学振, 耐熱金属材料第123委員会研究報告, 18(1977), p. 109
- 7) 細谷佳弘, 井上明久, 増本 健: 鉄と鋼, 64 (1978), p. 769
- 8) A. INOUE, Y. HOSOYA, and T. MASUMOTO: Trans. ISIJ, 19(1979), p. 170
- 9) A. M. ADAIR: Trans. Met. Soc. AIME, 236 (1966), P. 1613
- 10) R. GARBER, I. M. BERNSTEIN, and A. W. THOMPSON: Scripta Met., 10(1976), P. 341
- 11) D. W. PASHLEY: Proc. Roy. Soc., A255(1960), P. 218
- 12) J. W. MENTER and D. W. PASHLEY: Structure and Properties of Thin Films, (1956), P. 110
- 13) P. J. E. FORSYTH and R. N. WILSON: J. Inst. Metals, 92(1963-4), P. 82
- 14) 芳井熊安, 多賀 豊, 川辺秀昭, 山田朝治: 材料 24(1975), p. 520
- 15) G. F. SARZHAN, V. I. TREFILOV, and S. A. FIRSTOV: Fiz. Metal Metalloved., 38(1974), P. 67
- 16) H. SAKA and T. IMURA: Japan J. Appl. Phys., 9(1970), P. 1185
- 17) 寺崎富久長, 中里福和: 水素による遅れ破壊機構, (1975), p. 165 [日本鉄鋼協会]
- 18) 南雲道彦, 宮本勝良: 日本物理学会シンポジウム予稿集, 1978年4月, p. 56
- 19) 竹山太郎, 高橋平七郎: 鉄と鋼, 8(1972), p. 1054
- 20) H. MATSUI, H. KIMURA, and N. MORIYA: 4th International Conference on the Strength of Metals and Alloys, Nancy-France, Sept. 1976, P. 291
- 21) B. JAOUJ: J. Mech. Phys. Solids, 9(1961), P. 69
- 22) J. F. ENRIETTO: JISI, 204 (1966), P. 252
- 23) S. OCHIAI, S. YOSHINAGA, and Y. KIKUTA: Trans. ISIJ, 15(1975), P. 503
- 24) 菊田米男, 荒木孝男, 落合真一郎: 水素による遅れ破壊の機構, (1975), p. 125 [日本鉄鋼協会]
- 25) 寺崎富久長: 学振第129委員会, 高強度の遅れ破壊シンポジウム, (1975), p. 12
- 26) 蒲地一義: 水素による遅れ破壊の機構, (1975), p. 93 [日本鉄鋼協会]
- 27) 高橋平七郎, 竹山太郎: 日本金属学会講演概要集 79(1976), p. 281
- 28) 羽木秀樹, 林 安徳, 大谷南海男: 日本金属学会誌, 42(1978), p. 124
- 29) F. E. FUJITA: Trans. JIM, 17(1976), P. 232