

高強度鋼における遅れ破壊機構のAE原波形解析

山崎 真吾*・高橋 稔彦*

Delayed Fracture Mechanism in High Strength Steels by Acoustic Emission Source Wave Analysis

Shingo YAMASAKI and Toshihiko TAKAHASHI

Synopsis : Acoustic emission(AE) source characterization was carried out to examine the mechanism of delayed fracture in high strength steels. In static load delayed fracture test, incubation time for crack initiation was observed. Crack initiates at the region of maximum triaxial-stress state. After crack initiation, cracks propagated discontinuously. The diffusible hydrogen content demanded for first intergranular crack initiation was more than that demanded for crack propagation. The AE source characterization showed that the inter-granular crack diameter were 40 to 80 μ m and crack evolution rate were 30 to 40m/s.

Key words : high strength steel; delayed fracture; hydrogen embrittlement; Acoustic emission; AE; crack initiation; crack propagation; intergranular crack.

1. 緒言

高強度鋼の水素脆化の一形態である遅れ破壊についてはこれまで多くの研究がなされてきたが、き裂発生・伝播の過程と水素量との関係にはいまだ不明な点が多い。

破壊の過程を解析する手法の一つとしてAcoustic Emission(以下AE)はかなり以前から用いられており、Bhattacharyaら¹⁾は遅れ破壊試験時のAE計測数の測定により、応力負荷からき裂の発生まで潜伏期間が存在すること、一度き裂が発生するとその後はき裂が断続的に発生し、巨視的に見れば安定的に進展すると報告している。また南雲ら²⁾は、検出したAE波形解析により、き裂発生・伝播の潜伏期間中に生じる微小局所塑性変形検出の可能性を述べている。しかし従来のAE測定では破壊現象を定量的に評価することは困難であり、定性的な評価手法に止まっていた。ところが1980年頃に定量的な信号処理を用いてき裂の大きさ・生成速度を解析する原波形解析手法³⁾が提案され、始めて破壊の動的特性を定量的に解析できるようになった。この手法により竹本ら⁴⁾は遅れ破壊の初期段階のき裂の大きさは直径40 μ m程度であること、き裂の進展は不連続であるという解析結果を得ている。

これらの研究により遅れ破壊の過程については解明が進んできたが、き裂の発生・伝播に必要な水素量を実験的に明らかにした例はいまだになく、したがって遅れ破壊の律速過程と水素量の関係は明らかではない。遅れ破壊の支配的過程に必要な水素量を明らかにすることは、この水素量

と環境からの侵入水素量とを比較することによって、遅れ破壊発生の危険性と寿命を予測できる可能性があるため、材料評価の上で非常に重要な課題である。

本報では、遅れ破壊の律速過程と水素量の関係を明らかにすることを目的として、1183~1330MPa級のSCM440鋼を用い、AE原波形解析によりき裂の発生・伝播と拡散性水素量の相関を解析した。

2. 実験方法

2・1 供試鋼組成および機械的性質

40C-0.21Si-0.79Mo-1.20Cr-0.20Moの成分の鋼材を50kg真空溶解炉で溶解し、 ϕ 22の丸棒に熱間鍛造し、950°C×1hの焼ならし後900°C×1hの油焼入れを行った。その後、500、550°C×1hの焼もどしを施し、その直後に水冷した。以後、500°C焼もどし材をA鋼、550°C焼もどし材をB鋼と呼ぶ。両鋼の引張強さは、A鋼が1330MPa、B鋼が1183MPaであった。これらの材料から既報⁶⁾で用いたものと同じ形状の切り欠き試験片を作製した。切り欠き形状はボルトのねじ部を想定して、応力集中係数を3.5とした。

2・2 遅れ破壊試験

遅れ破壊試験は既報⁶⁾と同様、試験片に陰極水素チャージを行った後、Cdめっきを施し、24時間室温で放置してから大気中で平滑引張試験片の引張強さの0.9倍の荷重を負荷する方法で行った。Cdめっきとめっき後の24時間の室温放置は、試験片の水素量を一定に保ち、かつ濃度分布を均

一にすることが目的である。

2・3 AE原波形解析方法

遅れ破壊試験時のき裂の発生・伝播に伴うAE波の原波形解析を行った。原波形解析とは、き裂発生時に試験片表面で得られる検出波を解析することによって、試験片内部で発生したき裂の規模・生成速度を求める手法である。以下にその概要を述べる。

まずFig. 1に示すように、鋼材内部におけるき裂の発生を考える。AE計測においては試験片に接着した圧電型変換子で微小な弾性波を検出し、これをプリアンプで増幅した後のいわゆる検出波形を信号処理している。これらの信号処理によって、検出波のエネルギー、事象発生頻度の経時変化、あるいは複数の変換子への初動波到達時間差による欠陥位置の評定等が可能である。しかしながら検出波形は試料や変換子・増幅器等のAE計測系の伝達特性により、き裂発生点におけるき裂開口の時間的な変化(原波形)が大きく歪められたものになっており、き裂の規模・生成速度といった直接的な情報は得ることができない。原波形解析とは、AE発生源の大きさが発生位置から計測位置までの距離に対して十分小さい場合に、波形を歪める原因である鋼材中の弾性波の伝達特性、変換子、増幅器等の検出機器の電気的特性をあらかじめ解析し、これらをもとに検出波形から原波形を数学的に逆演算する手法である。解析原理は以下のように数式化できる。微小き裂の発生は面上の変位のくい違いとして定式化できる。Fig. 1に示すように面Aにおいて変位のくい違い $\mu_i(x, t)$ が発生したときの変形モーメントテンソル $D_{jk}(x, t)$ は、弾性定数を C_{jkmn} 、面Aの法線ベクトルを $v_n(x)$ 、面Aの面積を ΔA とにおいて次式で示される⁷⁾。

$$D_{jk}(x, t) = C_{jkmn} [\mu_i(x, t)]_m v_n(x) \Delta A \dots\dots\dots (1)$$

$D_{jk}(x, t)$ はき裂発生点においてdipole forceによって生じるモーメントを表し、 $D_{jk}(x, t)$ が得られれば、き裂の大きさ、モード、面方向、生成速度が解析できる。点xに作用したj方向の単位力によって生じる点x'におけるi方向の変位、すなわちmonopole forceに対する伝達媒体のGreen関数を $G_{ij}(x', x, t)$ 、点x'におけるi方向の変位に対する計測系の応答関数を $S_i(x', t)$ とすれば、 $\mu_i(x, t)$ が発生したときの点x'における検出波形 $V(x', t)$ は、

$$V(x', t) = S_i(x', t) * G_{ij,k}(x', x, t) * D_{jk}(x, t) \dots\dots\dots (2)$$

で表される。ここで*は時間に関する畳み込み積分を、 $G_{ij, k}$ は G_{ij}/X_k 、即ち第二種Green関数(dipole forceに対する応答関数)を表す。したがって $S_i(x', t) * G_{ij, k}(x', x, t)$ が既知であれば、逆畳み込み積分によって $D_{ij}(x, t)$ が得られる。

媒体のGreen関数と計測系の応答関数は、大平ら⁸⁾の手法によって求めた。これは、既知の信号 $f(t)$ を入力したときの変換子(位置x'は固定)の出力 $V_0(t)$ を計測し、

$$S(t)_i * G_{ij}(t) = V_0(t) * f^{-1}(t) \dots\dots\dots (3)$$

により媒体と計測系の応答関数 $S(t)_i * G_{ij}(t)$ を一括して求めるものである。既知の入力信号としてはシャープペンシルの芯の圧折による力の解放現象を用いる。ただし、芯の圧折はmonopole forceであり、これから求められるGreen関数 $G_{ij}(t)$ からdipole forceに関する第二種Green関数 $G_{ij,k}(t)$ を求める必要がある。ここで微小き裂がモードIで生成したと仮定すると、縦波初動について

$$G_{ij,k}(t) = (1/c) G_{ij}(t) / t \dots\dots\dots (4)$$

が成立する⁹⁾。cは縦波音速である。微小き裂がモードIで生成する場合は、式(2)は近似的に

$$V(t) = S_3(t) * G_{33,3}(t) * D_{33}(t) \dots\dots\dots (5)$$

と表せる。更に式(5)は式(4)を用いて

$$D_{33}(t) = c \int_0^t \{ V(t) * (S_3(t) * G_{33}(t))^{-1} \} dt \dots\dots\dots (6)$$

と変形できる。 D_{33} はき裂発生点においてdipole forceによって生じるモーメントの時間関数であり、ある立ち上がり時間 Δt をもつステップ状の関数で表される。 D_{33} の値から次式によりき裂半径が計算できる^{10,11)}。

$$a = \{ 3 E (1 - 2 \nu) D_{33} / 16 (1 - \nu) 2 \sigma \}^{1/3} \dots\dots\dots (7)$$

ここでaはき裂半径、 ν はポアソン比、 σ は降伏応力である。また D_{33} の関数の立ち上がり時間 Δt とaの値からき裂生成速度bを求めることができる。

$$b = 2 a / \Delta t \dots\dots\dots (8)$$

なお、今回の解析では式(6)を用い、逆畳み込み積分を

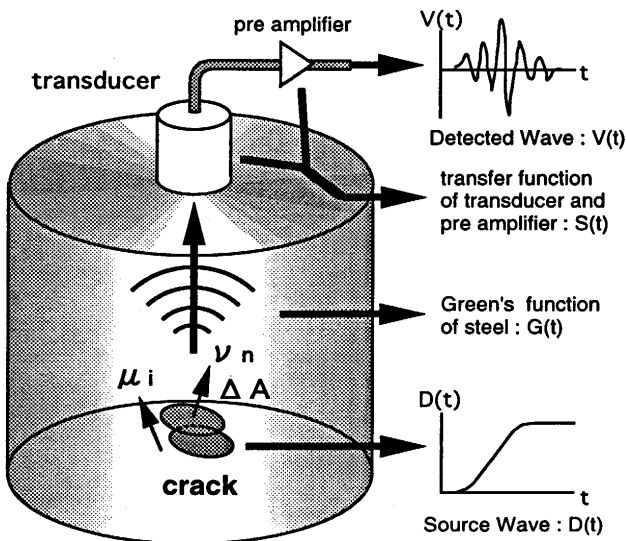


Fig. 1. Principle of AE source wave analysis.

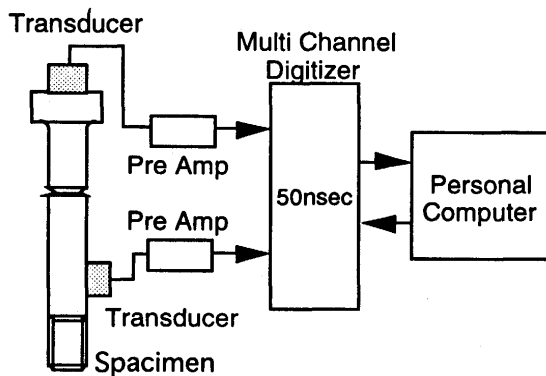


Fig. 2. Schematic diagram for AE source wave analysis system.

行う際、Laplace変換を施し周波数領域で計算した後、Laplace逆変換して時間領域の解を求めている。

計測システムの概要をFig. 2に示す。システムはJTトーン製DCM100の解析ソフトを改良し、変換子を変位型のものに交換して原波形解析の精度を向上させている。試験片の頭部と軸部に変換子を設置しており、2つの変換子への信号の到達時間差によって信号源の位置評定を行う。測定誤差は3mm程度である。試験片には予め陰極水素チャージとCdめっきによって一定量の水素を含有した状態にしておく。原波形解析に用いる波形は、試験片の頭部に取り付けた変位型変換子(周波数帯域:20kHz~1.9MHz)で検出したものをプリアンプ(周波数帯域:10kHz~5MHz), ADコンバーター(サンプリング時間:50ns, 分解能:10bit)で時系列離散化データとした後、ハードディスクに記録した。データ数は1024点(プレトリガー512点)とした。なお測定に先立ち、シャープペンシルの芯(Pentel社製, 0.5mmφ, 2H)を、試験片の切欠の試験片頭部側の面上で、試験片の長さ方向に圧折し、発生する信号 $V_0(t)$ を記録した。この信号と、大久ら¹²⁾が求めた上記の芯の圧折の原波形(Δt が約 $1\mu\text{s}$, 解放エネルギーが約5Nのステップ状の関数) $f(t)$ を用い、式(3)によって前出の伝達関数 $S_3(t) * G_{33}(t)$ を求め変換子を含む計測系の校正を行った。校正後、負荷と同時にAE測定を開始した。

3. 実験結果

3.1 AE原波形解析によるき裂の検出

A鋼, B鋼の遅れ破壊試験片を用いて、遅れ破壊試験時のき裂の発生挙動のAE原波形解析を行った。Fig. 3にA鋼の検出波形の一例, Fig. 4にFig. 3の波形の原波形解析結果を示す。このときの試験条件は、拡散性水素量0.32ppmで負荷後1754秒後に第一のき裂発生, 1778秒後に第二のき裂発生を検出した。Fig. 3の波形は第一のき裂のもので、き裂半径 a は $40\mu\text{m}$ という解析結果が得られた。また第二のき裂は $a=38\mu\text{m}$ という解析結果を得た。発生したき裂の確認

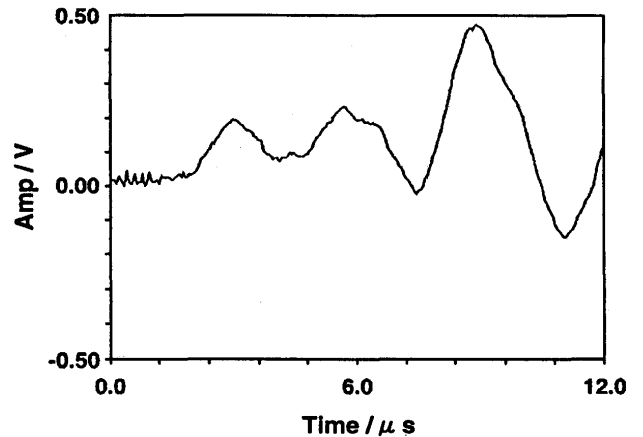


Fig. 3. Detected wave of first crack in delayed fracture test of steel A.

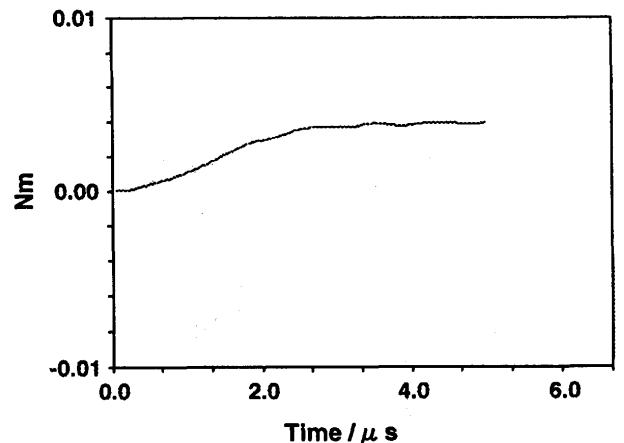


Fig. 4. Analyzed source wave of first crack in delayed fracture test of steel A.

のため、第二のき裂発生直後に除荷し、めっきを除去して 170°C で脱水素をした後に液体窒素温度に冷却し、 $1\text{mm}/\text{min}$ の速度で引張試験を行い破断させた試験片のSEM観察を行った結果をFig. 5に示す。破面には、半径 $40\mu\text{m}$ 程度の粒界破壊が2箇所認められ、原波形解析の結果と良く一致している。既報¹³⁾でも、同様の解析および破面観察を行っており、半径 $10\mu\text{m}$ 程度のき裂を検出できることを確認している。ただし解析はモードIのき裂を前提としており、き裂の方向が傾けば誤差範囲は30%程度になると考えられる¹⁴⁾。なお、本計測系の測定限界は半径 $3\mu\text{m}$ 程度と思われる。また、既報¹³⁾では遅れ破壊の起点は切欠底から $200\mu\text{m}$ の深さの点であったことから、Fig. 5の2つのき裂の内、右側の、切欠底から $200\mu\text{m}$ の深さの位置のき裂が起点と考えられる。また式(8)から求めたき裂生成速度 b は、右側のき裂が $33\text{m}/\text{s}$ 、左側が $38\text{m}/\text{s}$ であった。 b は式(8)より、 a と Δt の関数である。 a はき裂の傾きの影響を受けるが、 Δt は影響が小さい¹⁵⁾。したがって測定誤差は a と同程度と考えられる。

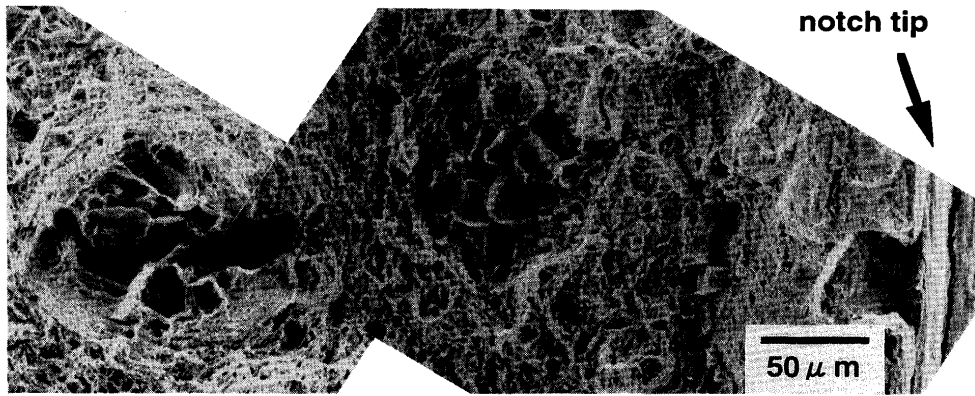


Fig. 5. Scanning electron micrographs of initial crack in delayed fracture test of steel A.

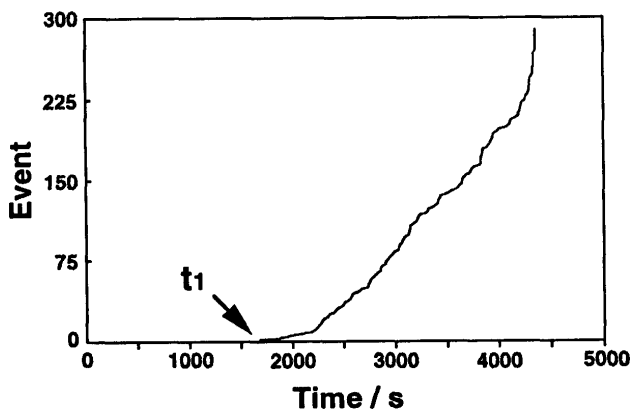


Fig. 6. Time-Event relationship in delayed fracture test of steel B.

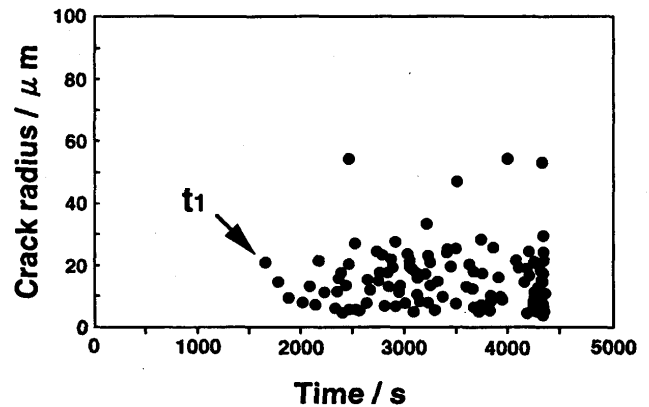


Fig. 7. Time-Crack radius relationship in delayed fracture test of steel B.

3・2 水素量一定の条件下でのき裂の発生・伝播状況

Fig. 6 にB鋼の遅れ破壊試験における時間一き裂の累積数の関係の一例を示す。拡散性水素量は0.24ppmであった。ある潜伏時間を経てき裂が発生し、一度き裂が発生すると連続的にき裂の発生を繰り返す、破断に至ることがわかる。なお、き裂の数は、発生源の位置評定によって切欠近傍から発生したと判定される信号の内、波形からき裂と判断される信号の数を計測した。Fig. 7 にFig. 6 の各AE信号の原波形解析結果を示す。 t_1 の時間に半径20 μm 程度の初期き裂が発生し、その後半径5~60 μm のき裂が次々と発生し破断に至る様子が示されている。

Fig. 8 にB鋼の拡散性水素量と初期き裂発生時間・破断時間の関係を示す。遅れ破壊発生の限界拡散性水素量(以後 H_c とする)は0.41ppmであり、 H_c 以上の水素をチャージすると、ある潜伏時間の後にき裂が発生し、一度き裂が発生すると、き裂が不連続的に伝播して破断に至る。き裂発生から破断に至るまでの時間は水素量が少ないほど長く、限界水素量近傍では数100分程度である。また限界水素量の3倍程度の水素をチャージすると、潜伏時間無しに負荷と同時にき裂が発生する。これに対し、 H_c 以下の水素量ではき裂は発生しない。同様の試験をA鋼についても行った。引張強さがB鋼と異なるため H_c は0.17ppmと少なくなるが、亀

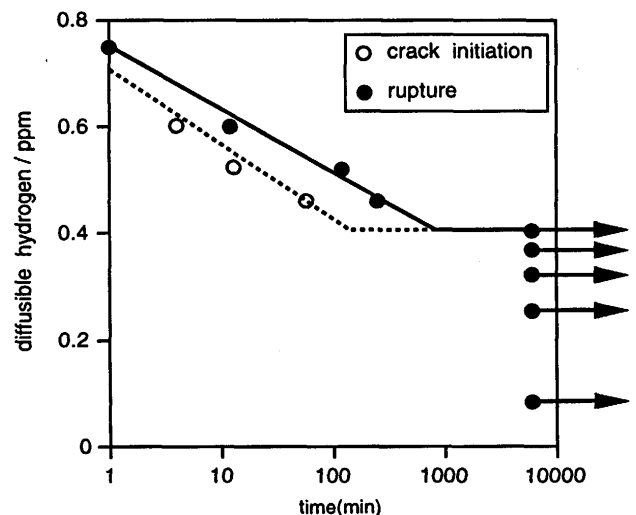


Fig. 8. Incubation and rupture time and diffusible hydrogen content of steel B.

裂発生・伝播状況はB鋼と同様の傾向が見られる¹⁰⁾。これから初期き裂の発生に必要な水素量は、初期き裂発生後のき裂伝播に要する水素量より多いことが推測される。

3・3 き裂発生および進展と水素量の関係

前述の推測を検証することを目的として、AE測定を行いながら遅れ破壊試験を行った。き裂が発生しなければ試験

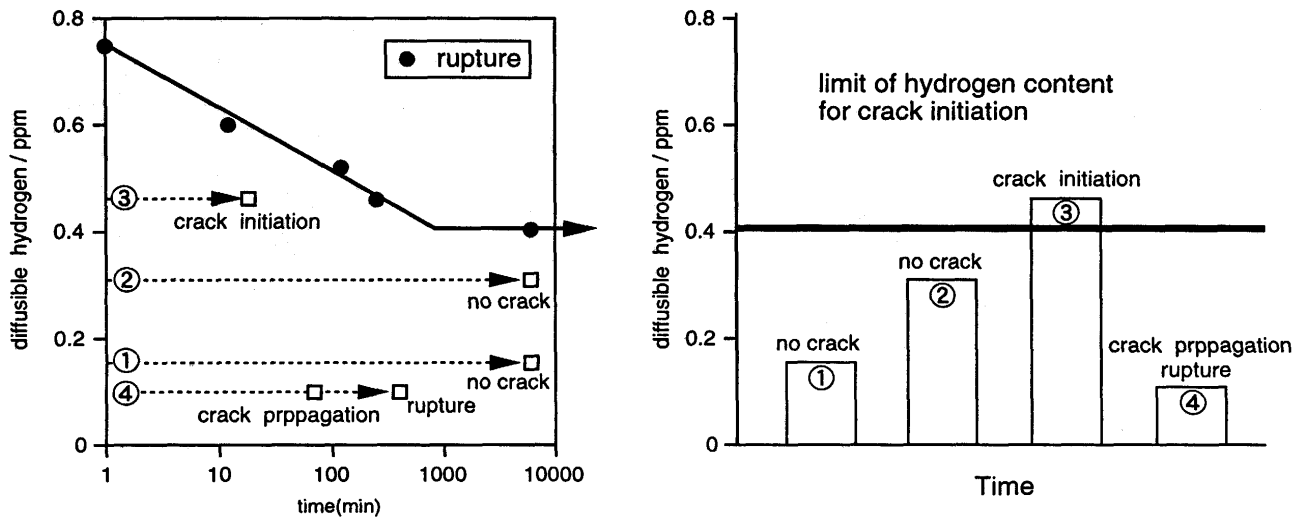


Fig. 9. Hydrogen content for crack initiation and propagation of steel B.

片を取り出し、めっきを除去した後に170°Cで脱水素し、水素測定を行う。そして前回より多量の水素をチャージし、再度AE測定を行いながら遅れ破壊試験を行う。これを、き裂が発生するまで同一の試験片を用いて繰り返し行い、き裂発生に必要な水素量を求める。き裂が一つ発生したら、めっき除去・脱水素後、前述の水素チャージ、遅れ破壊試験の手順を繰り返して、同一の試験片でき裂が存在する状態で新たなき裂が発生するのに必要な水素量を求める。Fig. 9に、B鋼を用いて、一個の試験片で拡散性水素量を1, 2, 3, 4と変化させてAE測定を行った結果を示す。1, 2の水素量ではき裂は発生せず、3の水素量(0.47ppm)に至ってき裂(半径約28 μ m)が発生した。一旦き裂が発生した後は、4に示されるように0.1ppmという少ない水素でもき裂は進展し、破断に至る。このことはき裂発生に必要な水素量は、き裂の伝播に必要な水素量より数倍以上多いことを示すものである。同様の試験をA鋼についても行った。水素量レベルは異なるが、B鋼同様、き裂発生に必要な水素量は0.21ppm、き裂進展に必要な水素量は0.05ppm以下であり、前者が後者を大幅に上回った¹⁶⁾。

4. 考察

AE原波形解析により、破壊のプロセスを経時的かつ定量的に解析することが可能である。き裂発生・進展に必要な拡散性水素量をAE原波形解析法で解析した結果によると、(半径20 μ m程度の)初期き裂の発生に必要な水素量は、き裂の進展に必要な水素量よりかなり多い(今回の実験では少なくとも4倍以上)。また、初期き裂の発生位置は切欠底から200 μ mの深さの位置であった。FEM解析によれば、この試験片における3軸応力最大点は切欠底から250 μ mの位置にあり¹⁷⁾、き裂発生点にほぼ一致する。これらは、遅れ破壊がFig.10に示したプロセスで起こることを示唆して

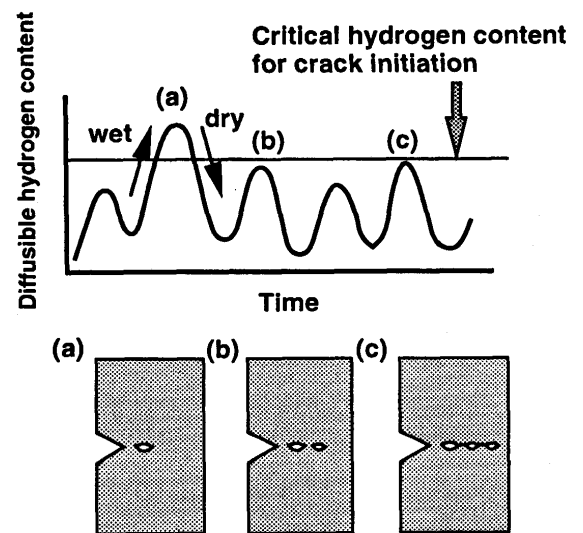


Fig. 10. Delayed fracture process.

いる。すなわち環境の変化(乾燥、湿潤)に伴い、鋼材中の拡散性水素量は増減を繰り返す¹⁸⁾。水素は応力3軸応力が高い部分に集積する¹⁹⁾。この過程において切欠底の3軸応力最大点における水素量がある限界値を超えると、き裂が発生する。一度き裂が発生すれば、曲率半径が小さいき裂先端部では切欠底より応力条件が厳しくなり、また後述するようにき裂先端に多量の水素が集積する²⁰⁾ので、平均水素量がき裂発生時より少なくてもき裂は伝播し破断に至る。このプロセスにおいては、一度(半径20 μ m程度の)き裂が発生すればいずれ遅れ破壊に至るため、き裂の発生が遅れ破壊の支配的過程と考えられる。したがって水素量一定の条件下での遅れ破壊試験において、一度き裂が発生すると必ず破断に至るのは当然であり、遅れ破壊試験で求められる限界拡散性水素量は初期き裂が発生する水素量の下限值に他ならない。

また、今回の研究により、これまでほとんど明らかにさ

れていなかった粒界き裂の生成速度を解析し、30~40m/sという、比較的小さい速度で生成するという結果を得た。過去の研究^{21,22)}でも粒界き裂は延性的に生成するという議論はあった。南雲ら²³⁾は塑性変形により導入された空孔が水素によって安定化され、遅れ破壊の原因になるというモデルを提案している。今回の測定結果がこのモデルで説明できるか、詳細な検討が必要である。

さらに、限界拡散性水素量の数倍という多量の拡散性水素がチャージされた場合、応力負荷開始直後にき裂が発生することも明らかになった。応力負荷からき裂発生までの潜伏時間は、平均的に存在していた水素が応力誘起拡散によって、応力3軸度が高い部分に、き裂を発生させるのに必要な量だけ集積するのに要する時間と考えられる。平均水素量が多ければ、より少ない水素の集積でき裂が発生するため潜伏時間は短くなり、き裂発生に必要な水素量がすでに平均的に存在していれば潜伏時間はゼロになる。したがって潜伏時間がゼロになる水素量が、真の意味でき裂発生に必要な水素量と思われる。野末²⁰⁾の弾塑性境界における水素の集積量の解析によれば、今回用いた形状の試験片の場合、切欠先端の最大水素量は平均水素量の4倍程度になり、疲労き裂では最大水素量は平均水素量の数10倍程度になる。この解析結果は、限界拡散性水素量の3倍程度の水素量をチャージすれば、潜伏時間なしにき裂が発生するという実験結果と良い一致を示す。

5. 結言

発生したき裂のサイズ、生成速度を解析できるAE原波形解析手法を用いて、遅れ破壊のき裂の発生・伝播に必要な拡散性水素量を解析し、以下のことを明らかにした。

(1) 発生する粒界き裂の大きさは半径5~60 μ mの範囲であり、特に10~40 μ mの範囲に集中している。これは旧オーステナイト粒3~12個程度の面積である。

(2) き裂生成速度は、30~40m/sである。

(3) 応力負荷から初期き裂の発生までの潜伏時間は拡散性水素量に依存し、限界拡散性水素量の3倍程度の水素量が存在する場合、潜伏時間はほぼゼロである。

(4) 初期き裂の発生に必要な水素量は、その後のき裂の伝播に必要な水素量の少なくとも4倍以上であり、初期亀裂の発生が遅れ破壊の支配的過程であると考えられる。

(5) 限界拡散性水素量は、すなわち初期き裂が発生する水素量の下限值に等しく、遅れ破壊プロセスの支配的過程の水素量の評価指標として妥当と考えられる。

本研究を行うに当たり、青山学院大学機械工学科の竹本幹男教授には有益な御助言を頂いた。記して感謝する。

文 献

- 1) A.K.Bhattacharya, N.Parida and P.C.Gope: J.Mater.Sci, 27 (1992), 1421.
- 2) 南雲道彦, 門田安弘: 鉄鋼基礎共同研究会 遅れ破壊部会報告書, (1975), 149.
- 3) 丹羽義次, 小林昭一, 大津政康: 土木学会論文報告集, 314 (1981), 125.
- 4) 林 泰久, 竹本幹男: 防食技術, 39 (1990), 347.
- 5) 竹本 誠, 林 康久, 竹本幹男: 材料と環境, 43 (1994), 570
- 6) 山崎真吾, 高橋稔彦: 材料とプロセス, 7 (1994), 1594.
- 7) 榎木 学, 岸 輝雄, 木原淳二: 日本金属学会誌, 52 (1922), 405.
- 8) 大平貴規, 岸 輝雄: 日本金属学会誌, 46 (1982), 518.
- 9) J.E.Sinclair: J.Phys.D: Appl. Phys., 12 (1979), 1309.
- 10) 岸 輝雄: 機械の研究, 40 (1989)1, 89.
- 11) J.W.Hutchinson: Acta.Metall. 35 (1987), 1605.
- 12) 大久信広, 岸 輝雄: 第3回AE総合コンファレンス論文集, (1981), 57.
- 13) 山崎真吾, 高橋稔彦: 材料とプロセス, 8 (1995), 1506.
- 14) 高坪純治, 岸 輝雄: 日本機会学会論文集A, 54-507 (1988), 2047.
- 15) 大津康正: アコースティック・エミッションの特性と理論, 森北出版, 88.
- 16) 山崎真吾, 高橋稔彦: 遅れ破壊解明の新展開, 日本鉄鋼協会 (1997), 29.
- 17) 山崎真吾, 高橋稔彦: 材料とプロセス, 7 (1994), 1627.
- 18) 山川広二, 西村六郎, 池野欣成: 材料とプロセス, 7 (1994), 1610.
- 19) R.A.Oriani and P.H.Joseohic: Acta Met., 22, (1974), 1065.
- 20) 野末 章: 遅れ破壊解明の新展開, 日本鉄鋼協会, (1997), 197.
- 21) K.J.Tien *et al.*: Scripta Met., 14 (1980), 584.
- 22) W.T.Chu *et al.*: Scripta Met., 13 (1979), 1063.
- 23) 南雲道彦: 遅れ破壊解明の新展開, 日本鉄鋼協会(1997), 1.