

破面 3次元解析 (FRASTA) 法による 遅れ破壊プロセスの解析

山崎 真吾*・高橋 稔彦*・小林 隆夫*²

Analysis of Crack Initiation and Propagation process in Delayed Fracture by
FRASTA (Fracture-surface Topography Analysis) Method

Shingo YAMASAKI, Toshihiko TAKAHASHI and Takao KOBAYASHI

Synopsis : Crack initiation and propagation process in delayed fracture of high tensile strength steel bolt have been studied by Fracture-surface topography analysis (FRASTA) method. The delayed fracture process thus involves a series of crack initiations rather than the continuous growth of a single crack. Crack initiates at the region of maximum triaxial-stress state. After first crack initiation, new cracks initiate at new regions of sever triaxial-stress state, and these cracks join in propagation process.

Key words : high strength steel ; bolt ; delayed fracture ; hydrogen embrittlement ; FRASTA ; fracture surface topography ; service environment ; exposure test.

1. 緒言

高強度鋼の遅れ破壊における亀裂発生・伝播のプロセスについては、これまで多くの研究がなされてきており、その手法は試料の断面観察¹⁾、破面のSEM観察²⁾、電気抵抗測定³⁾、AEカウント測定⁴⁾、AE原波形解析⁵⁾と多岐にわたっている。これらの研究により、初期亀裂発生点は3軸応力が最大になる位置であること、応力負荷から初期亀裂発生までには潜伏期間が存在すること、一度亀裂が発生した後は亀裂は停滞と進展を繰り返し破壊に至るとされている。しかし亀裂伝播の形態については、一つの亀裂が連続的に成長するという説⁶⁾と、次々に新たな亀裂が発生・合体し不連続に成長するという説⁷⁾があり、未だ明らかにされていない。

亀裂発生・伝播挙動の解析例としては、竹本ら⁷⁾によるAEモーメントテンサー解析がある。これはCT試験片を用いて遅れ破壊の際の亀裂の発生位置、サイズ、時間を追跡したもので、亀裂先端の前方に新たな亀裂が発生するという解析結果を得ている。しかし、この手法は亀裂のサイズの解析精度は高い(μm オーダー)ものの、亀裂位置の解析精度は数百 μm からmmのオーダーであり、微小亀裂発生・伝播の状況を解析することは困難である。

更にこれまでの研究は全て促進試験によるものであり、実際の遅れ破壊のプロセスの解析をした例は無い。

FRASTA (FRActure-Surface Topography Analysis) 法⁸⁾とはSRI Internationalで開発された手法であり、レー

ザー顕微鏡によってマッピングした破面の3次元形状をパソコン上で突き合わせ、亀裂の発生位置や伝播挙動を経時的に解析するものである。解析精度は μm のオーダーであり、破壊のプロセスを詳細に知ることが出来る。本報では、実際の遅れ破壊における亀裂発生・伝播の挙動を解析することを目的として、暴露試験によって遅れ破壊した1570MPa級のボルトの破面のFRASTA解析を行った。また、比較として実験室的な遅れ破壊破面のFRASTA解析も行ったので、これらの結果について述べる。

2. 実験

2.1 供試鋼組成及び機械的性質

0.35C-0.07Si-0.26Mn-1.20Cr-0.80Moの成分の鋼材を2t真空溶解炉で溶解し、圧延にて $\phi 22\text{mm}$ のコイル材を製造した。このコイル材を用いて冷間圧造、転造によりM22 \times 90mmのボルトを成形した後、920°Cの油焼き入れ、450°Cの焼き戻し直後に水冷するという工程で1568MPaの引張強さに調整し、暴露試験に供した。また、このボルトから既報⁹⁾で用いたものと同じ形状の切り欠き試験片を切り出し、後述する遅れ破壊試験に供した。ノッチ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 実験方法

2.2.1 ボルトの暴露試験

ボルト60本を降伏点締めにて締結し、暴露試験を行った。

平成8年12月5日受付 平成9年4月11日受理 (Received on Dec. 5, 1996; Accepted on Apr. 11, 1997)

* 新日本製鐵(株)鉄鋼研究所 (Steel Research Laboratories, Nippon Steel Corp., 20-1 Shintomi Futtsu 293)

* 2 Metallurgy and Fracture Mechanics Department, SRI International

暴露場所は都内で、平成5年10月から開始した。ボルトの防錆処理は施さず、熱処理肌ままで使用した。今回の破面解析には、暴露開始後150日で首下部で遅れ破壊したボルトを供した。

2・2・2 遅れ破壊試験

遅れ破壊試験は既報⁹⁾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定荷重を負荷する方法で行った。Cdめっきを施した目的は、遅れ破壊試験中の水素の逃散を防止し、水素量一定の条件で試験を行うためである。めっき時の水素侵入は、電流効率がほぼ100%であるほうふっか浴を用いることで防止した。Cdめっき後の24時間の室温放置は、試験片の水素濃度分布の均一化が目的である。

今回の破面解析には、電流密度 5 mA/cm^2 、チャージ時間2時間の条件で、負荷後41分で破断した試験片を用いた。

2・2・3 破面3次元解析方法

破面解析はFRASTA(FRActure-Surface Topography Analysis)法によって行った。Fig. 1に解析原理を示す。パソコン上で2つの破面を(a),(b),(c)と近づけると、破壊の最終段階で破断した部分が最初に重複し始める。(Fig. 1(a)のA)。これに対し破壊の初期に亀裂が発生した部分(Fig. 1(a)のB)は、亀裂発生後の変形に伴い開口するため、両破面間距離が大きい。そのため2つの破面を近づけても最後まで重複しない(Fig. 1(c)のB)。このようにして2つの破面の重複の状況から亀裂の発生・伝播のプロセスを推定する。XZ面に平行な任意の切断面、YZ面に平行な任意の切断面、およびXY面内での解析が可能である。解析精

度は水平方向(XY面内)が $1 \mu\text{m}$ 、垂直方向(Z軸方向)が 50 nm である。ただし、垂直方向は最高部分と最低部分の高低差を8 bitでサンプリングするため、高低差の大きい破面では分解能は低くなる。

2・2・4 初期亀裂のSEM観察

亀裂の発生点を確認するために、遅れ破壊試験時にAE(Acoustic Emission)測定¹⁰⁾を行い、亀裂の発生を示す信号が発生した時点で試験片を取り出した。この試験片を液体窒素温度の引張試験で破断させSEM観察を行った。遅れ破壊時に発生した亀裂は粒界、それ以外の部分は劈開破面として区別できる。

3. 試験結果

3・1 遅れ破壊したボルトの破面のFRASTA解析

Fig. 2(a)に破面の外観写真を示す。FRASTA解析を行ったのは、Fig. 2(a)中のAの部分である。起点近傍の拡大写真をFig. 2(b)に示す。起点近傍はボルトの中心方向への深さ4 mm、円周方向の幅13 mmの範囲に、高強度鋼の遅れ破壊に特徴的な粒界破壊が発生していた。なお、Fig. 2(a)Aの下方、白い部分はshear lipであるが、ボルト回収時には片方の破面のshear lip部が欠損していた。起点近傍の解析結果をFig. 3からFig. 5に示す。Fig. 3は破面の3次元形状のイメージ像である。Fig. 4はZ軸方向(引張軸方向)から見た亀裂発生・伝播状況である。(a)はFRASTA解析部分のSEM写真、(b)から(h)は破面間隔を徐々に大きくしたFRASTA解析結果である。図の左端部から更に $50 \mu\text{m}$ ほど

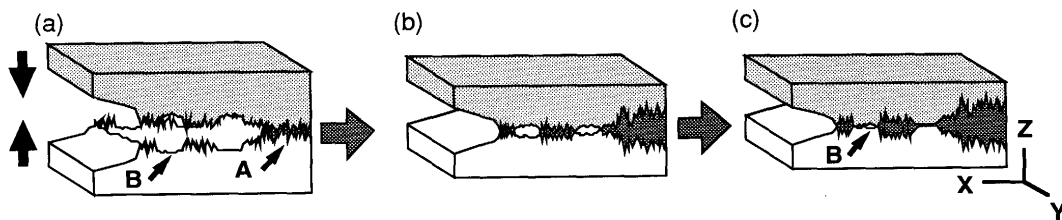


Fig. 1. Principle of FRASTA.

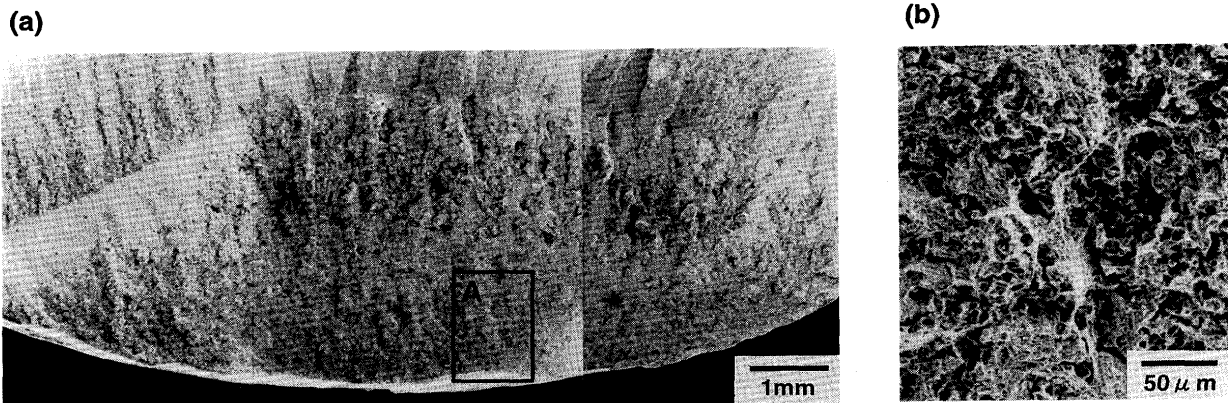


Fig. 2. Scanning electron micrographs of fracture surface of bolt.

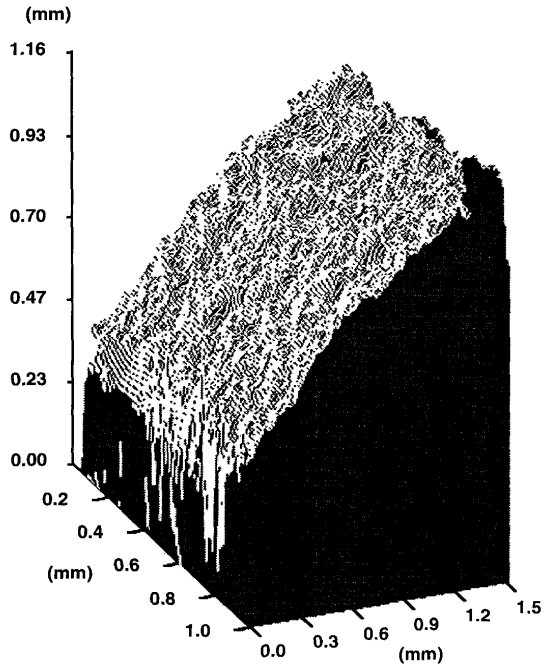


Fig. 3. Scanned image of fracture surface of bolt.

左(即ち図の外)の位置がボルトの外周部である。図中の白い部分は破面が重複しない部分、即ち亀裂または破面の欠損部である。(b)は破面が完全に重複した状態、即ち亀裂発生前であるが、上側の破面のshear lip部が欠損していたため、左端が白く抜けている。この欠損部はボルトの破断時に欠落したと思われる。(c)より欠落部直下(ボルト外周部から250 μ mの深さの位置)から亀裂が発生していることが分かる。(d)から(h)にかけては、発生した亀裂が連続的に進展するのではなく、亀裂前方に新たな亀裂が発生し、これらが合体して大きくなる過程が示されている。Fig. 5はFig. 4 (a)の線分AB(亀裂発生点を通る)を含む、Z軸と平行な断面で見た亀裂の発生・伝播状況を示す。図中の黒い部分は両破面の重複部であり、白い部分は亀裂発生または破面の欠落部分である。図の左端部から更に50 μ mほど左の位置がボルトの外周部である。上側の破面の左端のshear lip部分は欠損している。Fig. 4と同様に亀裂はボルト外周部から250 μ mほど内部の位置から発生し、その後は亀裂の前方で新たな亀裂が発生し、これらが合体するというプロ

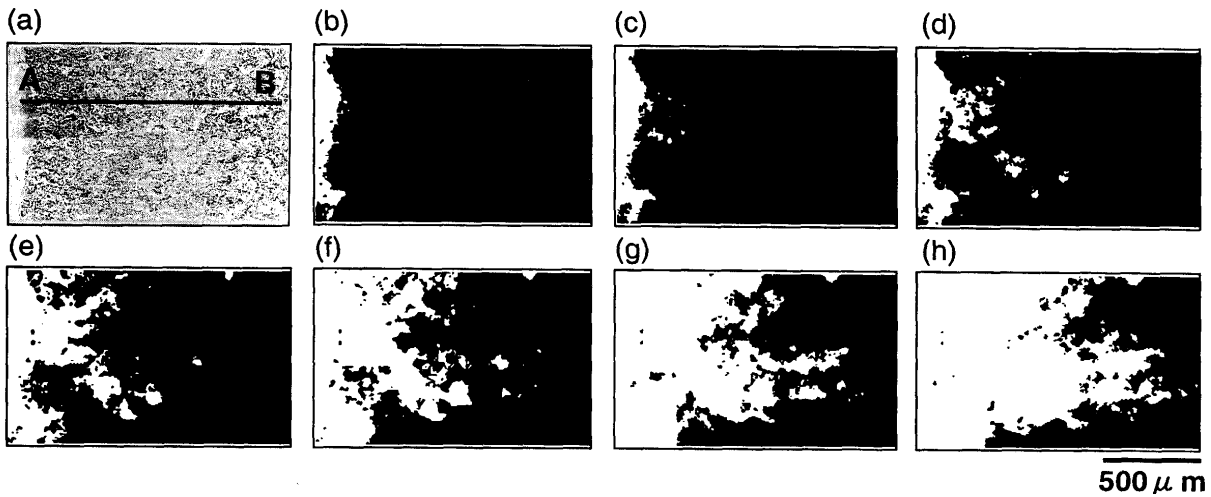


Fig. 4. Crack initiation and propagation process of bolt in X-Y plane.

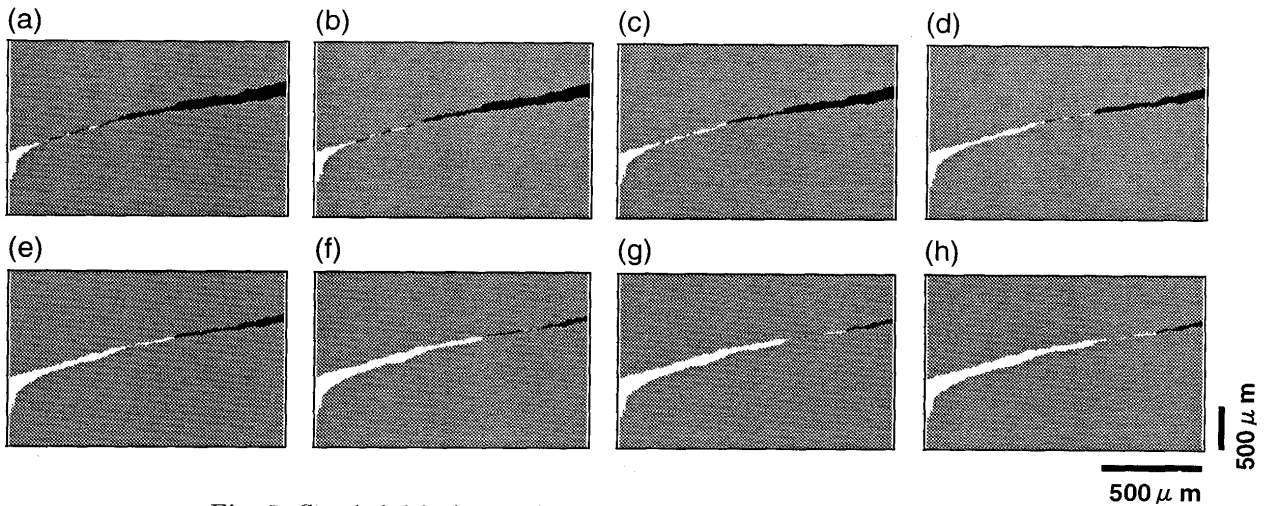


Fig. 5. Crack initiation and propagation process of bolt in X-Z plane.

セスで成長することが確認できる。また、亀裂の開口量は Fig. 5 より $3\sim 10\mu\text{m}$ である。

3・2 遅れ破壊試験で破壊した試験片の破面のFRASTA解析

Fig. 6 (a) に破面のFRASTA解析部、Fig. 6 (b) に Fig. 6 (a) A部分の拡大写真を示す。起点近傍は遅れ破壊に特徴的な粒界破壊が発生している。起点近傍の解析結果を Fig. 7 から Fig. 9 に示す。Fig. 7 は破面の3次元形状のイメージ像である。Fig. 8 はZ軸方向(引張軸方向)から見た亀裂発生・伝播状況である。図の左端部はノッチ底である。(a) はFRASTA解析部分のSEM写真、(b) から (h) は破面間隔を徐々に大きくしたFRASTA解析結果であり、ノッチ部分は最初から白く抜けている。(b) は亀裂発生時であり、ノッチ底 $200\mu\text{m}$ の深さの点で亀裂が発生している。(c) から (h) にかけては、3・1のボルト破面と同様、発生した亀裂が連続的に進展するのではなく、亀裂前方に新たな亀裂が発生し、これらが合体して大きくなる過程が示されている。Fig. 9 は Fig. 8 (a) の線分AB(亀裂発生点を通る)を含む、Z軸と

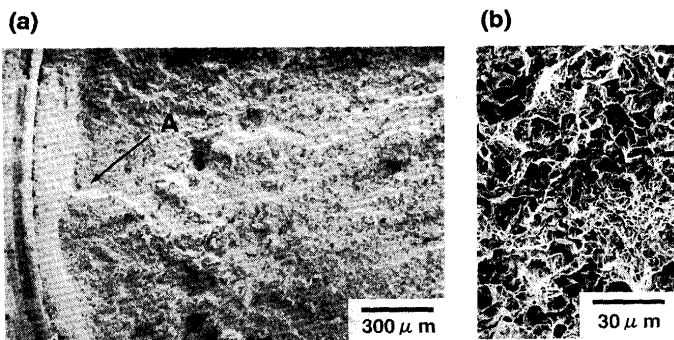


Fig. 6. Scanning electron micrographs of fracture surface of test piece.

平行な断面で見た亀裂の発生・伝播状況を示す。図の左端の白色部はノッチ底である。Fig. 8 と同様に、亀裂はノッチ底から $200\mu\text{m}$ ほど内部の位置から発生し、その後は亀裂の前方で新たな亀裂が発生し、これらが合体するというプロセスで成長することが確認できる。また、亀裂の開口量は Fig. 9 より $7\sim 13\mu\text{m}$ である。

3・3 初期亀裂のSEM観察

Fig. 10 に初期亀裂のSEM観察結果を示す。粒界亀裂の発生点はノッチ底から $200\mu\text{m}$ 内部に入った点であることが

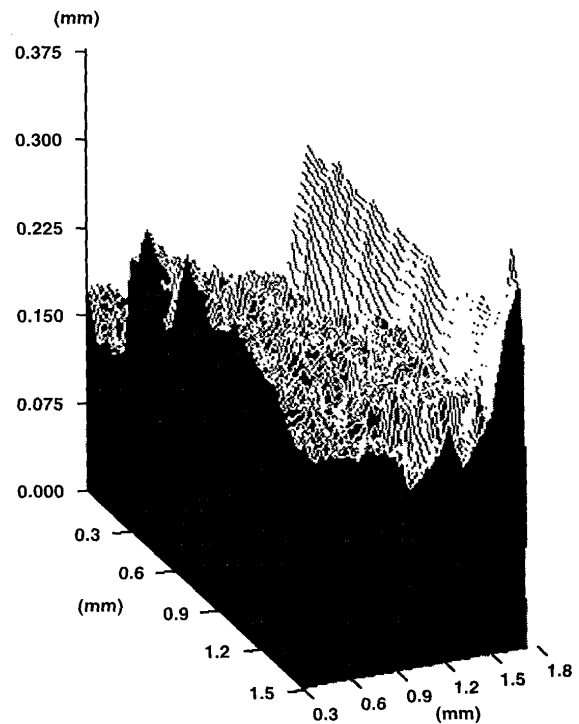


Fig. 7. Scanned image of fracture surface of test piece.

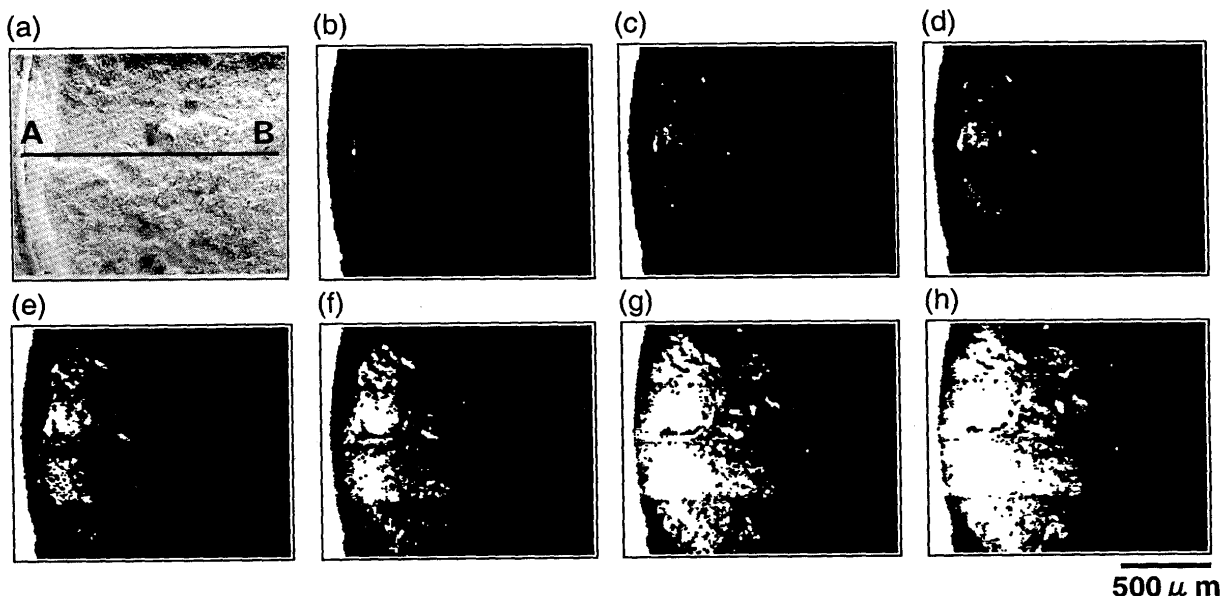


Fig. 8. Crack initiation and propagation process of test piece in X-Y plane.

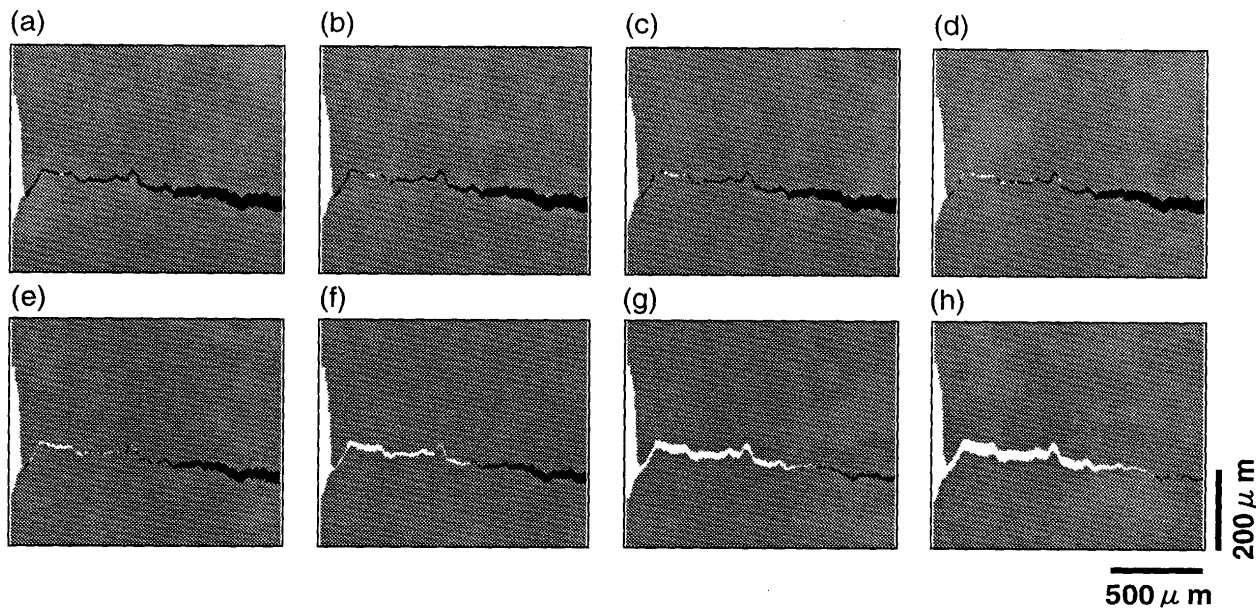


Fig. 9. Crack initiation and propagation process of test piece in X-Z plane.

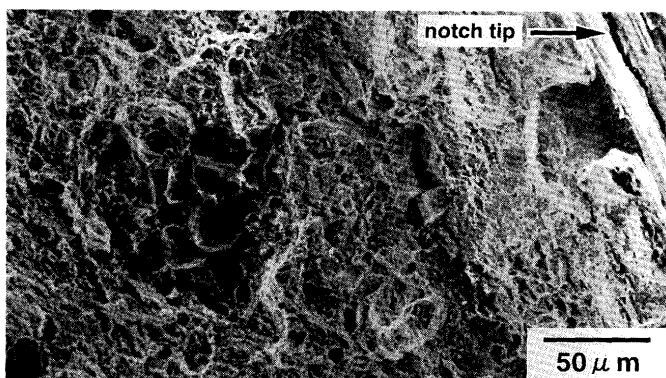


Fig. 10. Scanning electron micrographs of initial crack.

確認できる。これは3・2で述べたFRASTA解析による初期亀裂発生点と一致しており、FRASTAが亀裂の発生・伝播状況を精度良く解析できることを示すものである。

4. 考察

暴露によって遅れ破壊した実ボルトの破面と実験室で遅れ破壊させた試験片の破面を、FRASTA法によって3次元解析した。その結果、遅れ破壊の初期亀裂はそれぞれ首下、またはノッチ底から200 μ m程度の深さの部分で発生していること、亀裂の伝播は連続的ではなく、既に存在する亀裂の進展方向前方で新たな亀裂が発生し、これらが合体するというプロセスを繰り返して成長することを明らかにした。亀裂の発生点は最表面ではなく、引張応力の最大点と考えられる。そこで今回用いた遅れ破壊試験片に関し、試験状態における引張方向の応力の分布状態のFEM弾塑性解析を行った。メッシュ形状をFig. 11に示す。要素数は299、ノード数は316である。解析結果をFig. 12に示す。引張応力

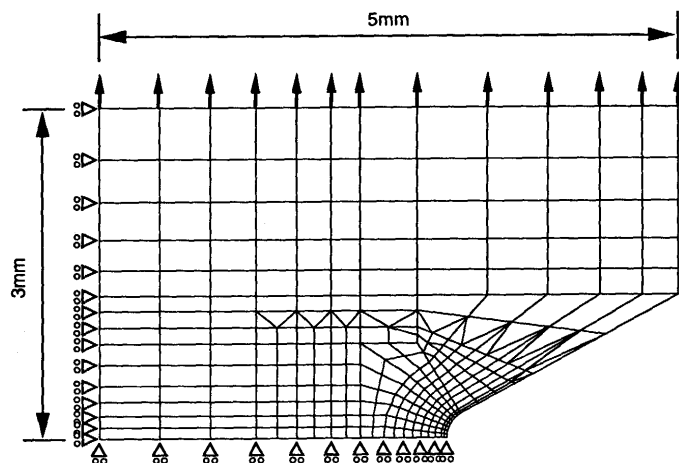


Fig. 11. Finite mesh (299 elements) of notched specimen.

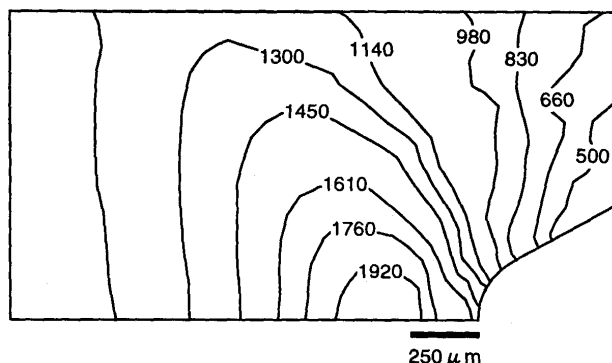


Fig. 12. Stress (MPa) distribution.

の最大点はノッチ底からの深さが約250 μ mの位置であり、FRASTA解析による初期亀裂発生点、およびSEMによる初期亀裂の観察結果にはほぼ一致することが分かった。Johnsonら¹¹⁾は試験片の断面観察から初期亀裂は3軸応力最大点で発生するという観察結果を得ているが、今回の結果はこ

れを裏付けるものである。亀裂の伝播の際は、既に存在する亀裂の20~150 μm 前方に新たな亀裂が発生するが、これは、応力場が亀裂の発生により再構築されるためと考えられる。亀裂の伝播形態に関しては、Gerberichら²⁾が1300~1600MPa級の4340鋼を用いた水素脆化破面のSEM観察による研究を行っている。これによれば、粒界亀裂前方の3軸応力場に、水素が集積し新たな粒界亀裂が発生する“process zone”が存在する。亀裂先端からprocess zoneの距離は200~250 μm であり、発生した粒界亀裂は延性リガメントによって結合する。今回用いたボルト破面でも、散在する粒界破壊領域の間に延性破壊領域が存在しており(Fig. 2(b)), この説を裏付けるものと考えられる。

今回のFRASTA解析により、Johnson, Gerberichらの提唱するプロセスが、初めて3次元かつ経時的に再現され、その妥当性が示された。また、実ボルトの破壊プロセスをはじめて明らかにすることができた。

5. 結言

実環境で遅れ破壊したボルトの破面と、促進試験によって遅れ破壊した試験片の破面を用いて、亀裂の発生・伝播状況を、破面の3次元解析法であるFRASTAによって解析

し、以下のことを明らかにした。

(1) 暴露試験によって遅れ破壊した実ボルトにおいて、初期亀裂は応力3軸度の最大点近傍で発生する。

(2) 亀裂の伝播は不連続的である。すなわち既に存在する亀裂の前方20~150 μm の位置で新たな亀裂が発生し、これらが結合するという過程を繰り返して成長する。

(3) 促進試験により遅れ破壊した破面の解析結果は、実ボルトの解析結果とほぼ同じである。

文 献

- 1) H.H.Johnson, J.G.Morlet and A.R.Troiano: Met. Trans. Soc. AIME, **214** (1958), 528.
- 2) W.W.Gerberich, T.Livne, X.F.Chen and M.Kaczorowski: Met. Trans., **19A** (1988), 1319.
- 3) E.A.Steigerwald, F.W.Schaller and A.R.Troiano: Trans. Met. Soc. AIME, **215** (1959), 1048.
- 4) A.K.Bhattacharya, N.Parida and P.C.Gope: J.Mater. Sci., **27** (1992), 1421.
- 5) 林 泰久, 竹本幹男: 防食技術, **39** (1990), 347.
- 6) E.A.Steigerwald, F.W. Schaller and A.R.Troiano: Trans. Met. Soc. AIME, **215** (1959), 1048.
- 7) 竹本 誠, 林 泰久, 竹本幹男: 材料と環境, **43** (1994), 570.
- 8) T.Kobayashi, D.A.Shockley and R.L.Jones: Corrosion, **47** (1991)7, 528.
- 9) 96-151山崎真吾, 高橋稔彦: 鉄と鋼, **83** (1997), 454.
- 10) 山崎真吾, 高橋稔彦: 材料とプロセス, **8** (1995), 1506.