

伸線強加工高強度鋼の疲労き裂発生寿命に及ぼす非拡散性水素の影響[†]

中谷正憲* 加藤貴士**
崎原雅之*** 箕島弘二****

Influence of Irreversible Hydrogen on the Fatigue Crack Initiation Life in Cold Drawn High Strength Steel

by

Masanori NAKATANI*, Takashi KATO**, Masayuki SAKIHARA*** and Kohji MINOSHIMA****

This paper discusses the influence of irreversible hydrogen on the fatigue crack initiation life in cold drawn eutectoid steel. Fatigue tests were conducted for the sample having an artificial small notch fabricated by focused ion beam (FIB) system. Samples were cathodically hydrogen charged, and internal hydrogen states were changed as follows: (a) virgin sample and (b) the one that contained only irreversible hydrogen. In the notched sample, the fatigue strength was lower than that of smooth sample. The slope of the S-N curves became steeper and the influence of irreversible hydrogen was not observed. This is because the fatigue life was almost dominated by fatigue crack propagation life, resulted from a crack being easily initiated at a notch root owing to high stress concentration. The surface fatigue crack propagation rate, obtained by using fatigue life data for notched sample, was not affected by irreversible hydrogen. Using the obtained fatigue crack propagation rate and the rate in high vacuum corresponding to the propagation in a fish-eye region, the crack initiation life from an internal inclusion for smooth sample was estimated, and it shows that the irreversible hydrogen reduced the fatigue crack initiation life, compared with those of a virgin sample. This is a reason why the fatigue strength of a smooth sample was decreased by irreversible hydrogen.

Key words: Fatigue, Hydrogen embrittlement, Crack initiation, Crack propagation, Irreversible hydrogen, Small notch, Inclusion, Focused ion beam (FIB)

1 緒 言

構造用金属材料の水素ぜい化は古くから問題となっており、その破壊機構についてはいくつか提案^{1)~3)}されているが、未だ解明には至っていない。この原因の一つに、材料内の水素吸蔵量および存在状態が強度特性や破壊機構に及ぼす影響が明らかになっていない点が挙げられる。しかし、近年昇温脱離ガス分析法^{4), 5)}により材料内の水素の吸蔵量とその存在状態に関する解析が行われ、これらの知見が強度特性評価や破壊機構に関する研究へ応用されつつある。^{4), 6), 7)}これらの研究により、材料内に吸蔵された水素は室温下で自由に拡散する拡散性水素と、トラップサイトと強く結合した非拡散性水素の2種類に分類できること⁴⁾、静的荷重下における水素ぜい化の主要因子は拡散性水素であり、非拡散性水素は影響しない^{4), 6)}と報告されている。したがって、組織制御により非拡散性水素トラップサイトを生成する^{8), 9)}ことで、耐水素ぜい化特性の向上を目指した材料開発も進められている。これは、破壊が生じているき裂先端への水素の拡散を抑制することで、耐水素ぜい化特性を向上させようとするものである。

一方、吸蔵水素が疲労強度特性に及ぼす影響に関する研究^{10), 11)}も精力的に行われているが、拡散性水素のみが静的強度を低下させることから、繰返し荷重下においても拡散性水素を対象とした研究がほとんどである。しかし、最近筆者ら¹²⁾は、非拡散性水素によっても疲労強度が低下することを明らかにし、非拡散性水素の吸蔵条件下での疲労強度低下の機構の解明や寿命評価を行ってきた。この場合の疲労破壊の起点は材料内部の非金属介在物であった。介在物近傍のひずみ場は非拡散性水素のトラップサイトであること¹³⁾が報告されている。また、介在物は応力集中源となり、繰返し荷重により介在物の周囲にトラップされていた非拡散性水素が介在物近傍のき裂発生箇所へ集積することで微小疲労き裂が発生し、疲労強度の低下が生じる^{12), 14)}ものと考えられる。したがって、非拡散性水素は介在物から発生する微小疲労き裂発生寿命に大きな影響を及ぼしているものと考えられるが、この詳細は明らかではない。S-N曲線などの疲労強度特性を表す疲労寿命は疲労き裂発生寿命と進展寿命の和であり、非拡散性水素による疲労強度低下機構を調べるためには、疲労き裂発生寿命と進展寿命を分離して評価する必要がある。

[†] 原稿受理 平成20年3月12日 Received Mar. 12, 2008 ©2008 The Society of Materials Science, Japan

* 学生会員 大阪大学大学院 〒565-0871 吹田市山田丘, Graduate Student, Osaka Univ., Yamadaoka, Suita, 565-0871

** 大阪大学大学院 〒565-0871 吹田市山田丘, Graduate Student, Osaka Univ., Yamadaoka, Suita, 565-0871

*** 大阪大学大学院工学研究科機械工学専攻 〒565-0871 吹田市山田丘, Dept. of Mech. Eng., Graduate School of Eng., Osaka Univ., Yamadaoka, Suita, 565-0871

**** 正会員 大阪大学大学院工学研究科機械工学専攻 〒565-0871 吹田市山田丘, Dept. of Mech. Eng., Graduate School of Eng., Osaka Univ., Yamadaoka, Suita, 565-0871

本研究で対象とする介在物からのき裂発生寿命を明らかにするためには、介在物寸法（約 $10\mu\text{m}$ ）程度以下のき裂長さを測定することが望ましいが、最新の非破壊評価技術を用いても、その測定は困難である。そこで本研究では、集束イオンビーム (Focused Ion Beam: FIB) を用いて、切欠き先端が極めて鋭い微小切欠きを導入した切欠き試験片の疲労強度特性を検討し、これを元に疲労き裂進展特性を推定した。さらに、材料内部の介在物を起点とする平滑材の疲労き裂発生寿命を推定し、これよりき裂発生に及ぼす非拡散性水素の影響について検討し、非拡散性水素による疲労強度低下機構について考察を加えた。

2 実験方法

2.1 供試材

供試材は直径 1.8mm の伸線強加工高強度鋼である。化学成分および機械的性質をそれぞれ Tables 1, 2 に示す。微視組織は引抜き方向に組織が引き伸ばされた強加工パーライト組織である。長さ 130mm の試験片中央部に曲率半径 5mm の環状切欠きを研削加工により設けた後、表面加工層を取り除くために、最小断面部直径が 1.0mm となるように電解研磨により最終仕上げを施して平滑試験片を作製した。この平滑材の疲労破壊の起点¹²⁾は Fig. 1 に示す材料内部の Al_2O_3 介在物であり、起点となった介在物の投影面積を調べた結果、 $20 \sim 60\mu\text{m}^2$ であった。

本研究では、この平滑試験片に集束イオンビーム加工システム (Seiko Instruments Inc., SIM9200S) を用いて微小切欠き（幅： $10\mu\text{m}$ 、高さ： $1\mu\text{m}$ 、深さ： $5.5\mu\text{m}$ ）を導入した。切欠き寸法は介在物の投影面積の最大値と同程度となるように設定した。電界放射型走査電子顕微鏡

(Field Emission Scanning Electron Microscope : FESEM, 日立製作所, S-4500) で切欠き断面を 60° 斜め上方から観察した結果を Fig. 2 に示す。切欠き先端の曲率半径はおよそ 30nm であり、非常に鋭くなっていることがわかる。また、有限要素解析により求めた切欠き底の応力集中係数はおよそ 9 であった。以後、この FIB 切欠きを付与した試験片を切欠き材と呼ぶ。

2.2 水素吸蔵特性

水素チャージはカソード電解法を用いた。電解液は溶存酸素濃度を 0.1ppm 以下と十分に脱気した酢酸・酢酸ナトリウム緩衝溶液 ($0.2\text{mol/L CH}_3\text{COOH} + 0.17\text{mol/L CH}_3\text{COONa}$, $\text{pH} = 4.8$) であり、試験片に対して 500A/m^2 の一定電流を印加した。また、水素チャージを施した試料の水素吸蔵状態は昇温水素分析により解析⁵⁾した。測定には、検出部に四重極質量分析計をもつ昇温脱離ガス分析装置 (Thermal Desorption Spectrometry : TDS) を用いた。加熱は 100°C/h の定速昇温とし、測定温度範囲は室温 $\sim 500^\circ\text{C}$ とした。昇温水素分析には伸線加工時に生じた表面酸化層を機械研磨により除去した直径約 1.6mm 、長さ 20mm の線材を試料として用いた。Fig. 3 に水素放出曲線¹²⁾を示す。水素チャージ直後は、破線で示すように 75°C と 280°C 付近に水素放出ピークが存在するが、60 時間乾燥空气中に放置すると、低温側のピークが消滅し、高温側のピークのみとなる。また、7 日間放

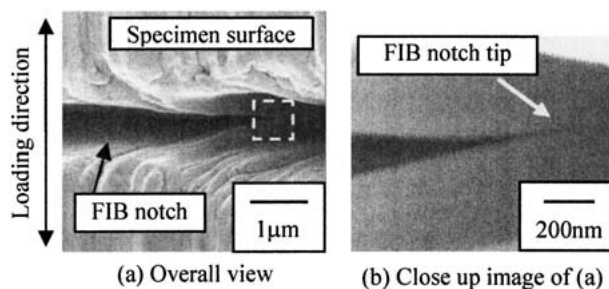


Fig. 2 FESEM images of the cross section of FIB notch.

Table 1 Chemical composition (mass %).

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni
0.80	0.17	0.52	0.008	0.004	0.01	0.01
Cr	Al	Mo	N	O	Fe	
0.02	0.001	0.01	0.0036	0.0040	bal.	

Table 2 Mechanical properties.

Tensile strength [MPa]	Reduction in area [%]
2040	39

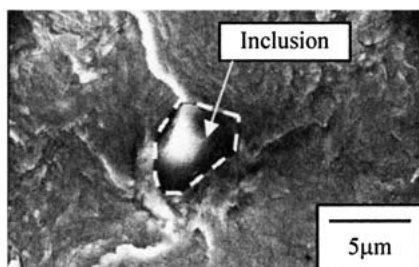


Fig. 1 SEM image of fatigue fracture origin in smooth sample.

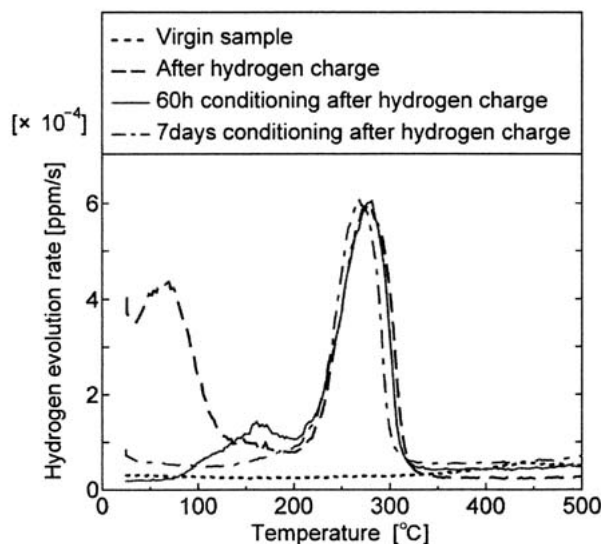


Fig. 3 Hydrogen evolution profile measured by TDS.¹²⁾

置してもこの高温側の水素放出ピークはほとんど変化しない。したがって、この高温側の放出ピークを非拡散性水素の放出と見なした。

2・3 疲労試験

応力比 $R = 0$ 、繰返し速度 30Hz の正弦波波形を用いた疲労試験を実施した。試験には電気油圧サーボ式疲労試験機を用いた。疲労強度特性に及ぼす非拡散性水素の影響を調べるために、(1) 水素チャージを行っていない未チャージ材、(2) 切欠き材に対して予備水素チャージを 6 時間施した後、乾燥空気（露点： -67°C ）中に 72 時間放置して拡散性水素を放出させ、非拡散性水素のみを吸蔵させた非拡散性水素吸蔵材の 2 種類の試験片を用いた。なお、試験環境からの水素の侵入を防ぐため、試験は乾燥空気（露点： -67°C ）中で実施した。また、すべての破面は電界放射型走査電子顕微鏡を用いて観察した。

3 実験結果および考察

3・1 疲労寿命

S - N 線図を Fig. 4 に示す。繰返し数が 10^7 cycles を超えても破断しなかった試験片には右矢印を付している。これらの破断しなかった試験片については、引き続き応力を増加させて試験を行った。以下、低一高二段変動荷重試験と呼ぶ。図中のアルファベット (a, b, ..., f) は、この試験における同一の試験片であることを示している。図には箕島ら¹²⁾が報告した内部介在物を破壊起点とする平滑材の結果を併せて示している。なお、切欠き材と同様に 10^7 cycles 負荷しても破断しなかった試験片に対しては低一高二段変動荷重試験を行っており、その結果にはアルファベット (g, h, i, j) を付している。

切欠き材においては、繰返し数が $10^4 \sim 10^5$ cycles と比較的短寿命で破断する場合と 10^7 cycles まで負荷しても破断しない場合が観察され、平滑材のように $10^5 \sim 10^7$ cycles の間で破断した試験片は得られなかった。また、切欠き材の起点はいずれの場合も FIB により導入した微小切欠きであり、内部介在物を起点とした平滑材に比べて疲労寿命および疲労限が大きく低下し、 S - N 曲線における傾きも大きくなる。これは切欠き底の高い応力によ

て表面起点型破壊が促進されたためである。なお、低一高二段変動荷重試験の高レベル荷重負荷時の疲労寿命と一定振幅荷重試験で破断した試験片の寿命にほとんど差は認められない。切欠き先端が非常に鋭く、低レベル荷重負荷時には切欠き底に停留き裂¹⁵⁾として存在し、切欠きからき裂がほとんど進展しなかったためと考えられる。

疲労破壊の起点が FIB 切欠きおよび介在物であるとき、それらの寸法のばらつきを考慮して疲労寿命を評価する必要がある。そこで、FIB 切欠きおよび介在物を初期欠陥とみなし、応力拡大係数範囲 ΔK により疲労寿命を評価した。初期欠陥に対する応力拡大係数範囲 ΔK_{ini} は、初期欠陥の荷重軸方向投影面積をもとに村上の式¹⁶⁾から求めた。

初期欠陥応力拡大係数範囲 ΔK_{ini} と疲労寿命 N_f の関係を Fig. 5 に示す。なお、低一高二段変動荷重試験を実施した切欠き材では、一定振幅試験で破断した疲労寿命分布と高レベル荷重での疲労寿命にはほとんど差が見られなかったことから、Fig. 4 で付した同一試験片を示すアルファベットは省略した。起点が介在物である平滑材の疲労寿命は、非拡散性水素の吸蔵によって低下し、未チャージ材において 10^7 cycles 負荷しても破断しない最大の ΔK_{ini} ($3.7\text{MPa}\sqrt{\text{m}}^{1/2}$) 以下の値であっても非拡散性水素吸蔵材では疲労破壊が生じている。

一方、切欠き材においては、 ΔK_{ini} が大きい場合、平滑材とほぼ同程度の寿命となるが、 ΔK_{ini} が小さくなるにつれて平滑材のそれと比較して短寿命となり、その差が大きくなる。したがって、Fig. 4 に示した S - N 曲線と同様に、平滑材に比べて分布の傾きは大きくなっている。この疲労寿命の差異は破壊起点となる介在物もしくは切欠きの応力集中係数に起因するき裂発生寿命の差であると考えられる。すなわち、母材中に球状の介在物である Al_2O_3 が密着した状態にあり、それぞれの弾性率を考慮して 3 次元 FEM 解析により応力集中係数を求めたところ、およそ 1.3（文献値 1.32¹⁷⁾）であるのに対して、切欠き材ではおよそ 9 である。介在物起点の場合には、起点の応力集中が比較的小さいため、き裂発生に多くの繰

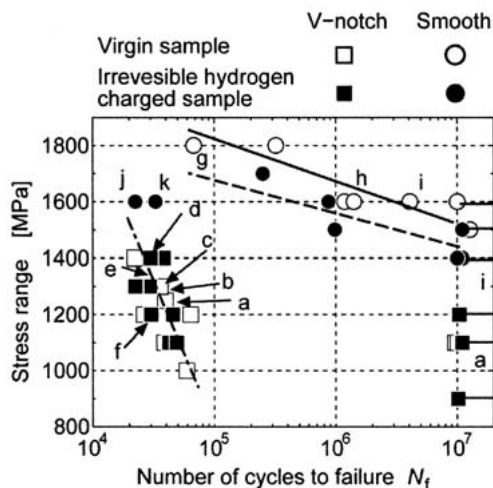


Fig. 4 S - N curves.

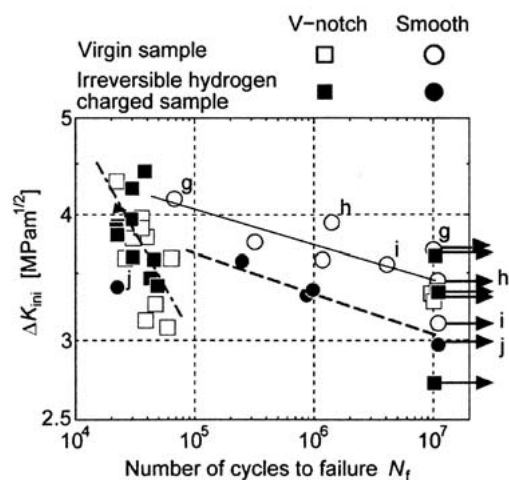


Fig. 5 Relationship between ΔK_{ini} and N_f .

返し数を要し, 低応力振幅になるほど疲労寿命に占めるき裂発生寿命の割合は大きくなる. 一方, 切欠き材は切欠き底での応力が高いため, 疲労負荷初期段階からき裂が容易に発生・進展するものと考えられる. したがって, 切欠き材の場合は疲労寿命のほとんどをき裂進展寿命が支配しているため, き裂発生過程が大部分を占める平滑材に比べて, 短寿命となり, その寿命分布の傾きも大きくなると考えられる.

また, 非拡散性水素吸蔵の影響について見ると, ややばらつきがあるものの, 非拡散性水素吸蔵材の疲労寿命は未チャージ材とほぼ等しく, 切欠き材の疲労寿命に非拡散性水素の影響は見られない結果となり, 平滑材の場合と異なった.

3・2 破面観察

切欠き材のマクロ疲労破面には, 平滑材の場合と同様に非拡散性水素吸蔵による影響は見られなかった. 未チャージ材および非拡散性水素吸蔵材の破壊起点近傍をFESEMにより観察した結果をFig. 6に示す. Fig. 6(a)に示すように未チャージ材では介在物の周囲に微細な凹凸が観察された. 一方, 非拡散性水素吸蔵材においては強加工パーライト組織に依存したぜい性的な破面が観察された. 一方, 高 ΔK 領域では, 破面には非拡散性水素の影響は見られず, これらの結果は非拡散性水素による疲労強度の低下を生じた平滑材の場合と同様の結果であった. これは切欠き材においても非拡散性水素が疲労き裂

進展特性に影響を及ぼす可能性を示唆するものの, 切欠き材の疲労寿命には非拡散性水素の影響は見られなかったことから, き裂進展速度に及ぼす影響は小さいと考えられる.

なお, 最終破断時の疲労破面の投影面積をもとに村上の式から算出した疲労破壊じん性値 ΔK_{fc} にも非拡散性水素の影響は見られず, 平滑材および切欠き材ともに $32 \sim 40 \text{ MPam}^{1/2}$ の範囲にあり, その平均値は $36 \text{ MPam}^{1/2}$ であった.

3・3 表面疲労き裂進展特性

前述のように, 切欠き材では切欠き底での応力集中が高くき裂が発生しやすいため, き裂進展寿命が疲労寿命のほとんどを占めていると考えられる. そこで, Fig. 5に示した ΔK_{ini} - N_f 関係を基に, 直径が約1mmの線材中の疲労き裂進展特性を推定して, 非拡散性水素がき裂進展特性に及ぼす影響について検討した.

切欠き材の疲労寿命 N_f は, 切欠き底より最終破壊に至るまでき裂進展速度 da/dN がパリズ則, $da/dN = C(\Delta K)^m$ (C, m : 材料に依存する定数), にしたがうとすると, 初期き裂長さ, すなわち切欠き深さ a_{ini} より最終き裂長さ a_f までパリズ則を積分することにより求めることができる. ここで, 最終破壊時のき裂長さ(き裂深さ)は $300 \sim 400 \mu\text{m}$ であり, 初期き裂長さ(約 $5 \mu\text{m}$)と比較して十分に長く, しかも応力拡大係数は村上の式¹⁶⁾, すなわちき裂長さの $1/2$ 乗と負荷応力の関数で表されることを考慮すると, 初期き裂長さにおける応力拡大係数幅 ΔK_{ini} と疲労寿命 N_f の関係は,

$$\Delta K_{ini}^m N_f = \frac{2a_{ini}}{(m-2)C} \quad (1)$$

と得られる. そこで, Fig. 5に示した両対数グラフで図示した未チャージ材と非拡散性水素吸蔵材の ΔK_{ini} と N_f のそれぞれの関係を最小二乗法により直線近似することにより m 値を求めると, いずれの場合も $m = 4.6$ となった. つぎに, m 値, 初期き裂長さ a_{ini} および ΔK_{ini} を式(1)に代入することにより求めた疲労寿命と実験で得た寿命の差の二乗和が最小となるように C を求めることにより, 未チャージ材のき裂進展速度 $(da/dN)_v$, 非拡散性水素吸蔵材のき裂進展速度 $(da/dN)_h$ は, 応力拡大係数幅の単位を $\text{MPam}^{1/2}$, き裂進展速度のそれを m/cycle とすると, 切欠き材においてき裂進展が観察された ΔK の範囲($3.1 \text{ MPam}^{1/2} \leq \Delta K \leq 40 \text{ MPam}^{1/2} = \Delta K_{fc}$)において,

$$(da/dN)_v = 3.7 \times 10^{-13} \times (\Delta K)^{4.6} \quad (2)$$

$$(da/dN)_h = 3.0 \times 10^{-13} \times (\Delta K)^{4.6} \quad (3)$$

と得られた.

Fig. 7に, 未チャージ材と非拡散性水素吸蔵材の da/dN と ΔK の関係を示す. 図に示すように, da/dN には非拡散性水素吸蔵の影響は見られないことがわかる.

3・4 疲労き裂発生寿命の推定と疲労寿命に及ぼす非拡散性水素の影響

非拡散性水素が da/dN に対してほとんど影響しないことから, 平滑材の非拡散性水素による疲労寿命低下は

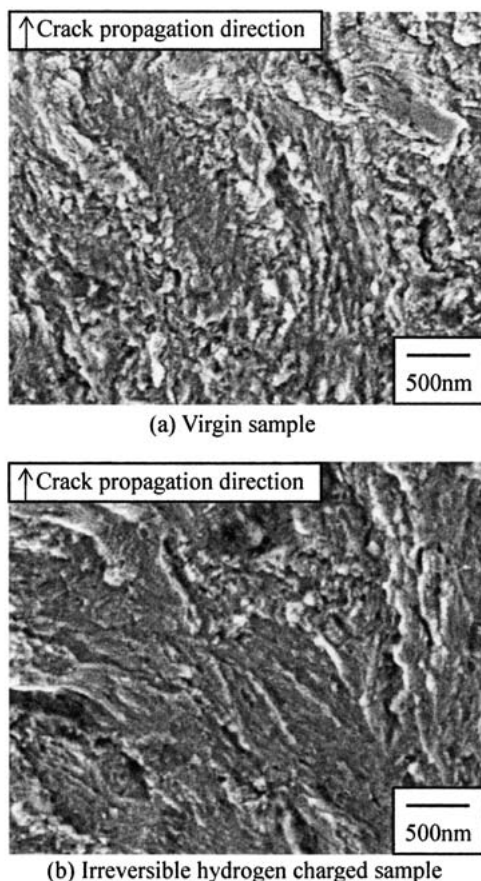


Fig. 6 FESEM images of fatigue fracture surfaces near FIB notch.

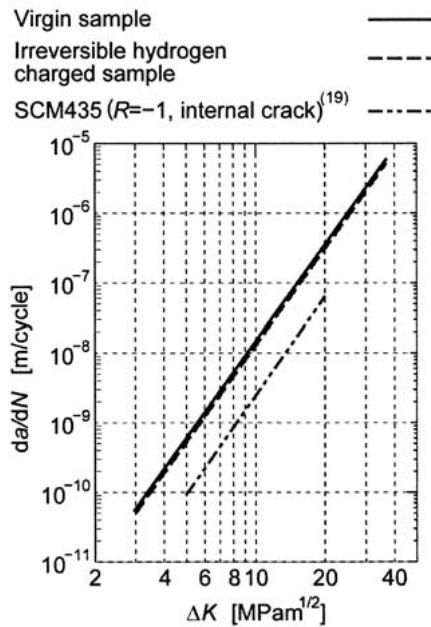


Fig. 7 Crack propagation rate estimated from the relationship between ΔK_{ini} and N_i .

微小疲労き裂発生寿命に起因していることが予想される。本節では、平滑材で見られた介在物起点型破壊の疲労き裂発生寿命を推定して、疲労き裂発生寿命に及ぼす非拡散性水素の影響について検討する。

介在物を起点とする場合の破面を Fig. 8 に示す。疲労破面は介在物を中心として同心円状にき裂が進展するフィッシュアイ領域と、楕円状にき裂が成長する表面き裂進展領域に分けることができる。したがって、平滑材の疲労寿命 N_f は、 N_{ini} ：き裂発生寿命、 N_{fish} ：介在物から発生した内部き裂がフィッシュアイを形成し、そのき裂の一端が表面に接するまでに要する繰返し数、 N_{sur} ：フィッシュアイから最終破断までに要する繰返し数とすると、

$$N_f = N_{ini} + N_{fish} + N_{sur} \quad (4)$$

と表される。したがって、各領域における疲労き裂進展特性が既知ならば、それぞれの領域の進展寿命を計算することにより、き裂発生寿命を求めることができる。そこで、フィッシュアイ領域では介在物より同心円状に、表面き裂進展領域では最終破断時のアスペクト比を保ったままフィッシュアイ領域の外縁から最終破断までき裂が進展すると仮定して、それぞれの寿命を求めた。なお、応力拡

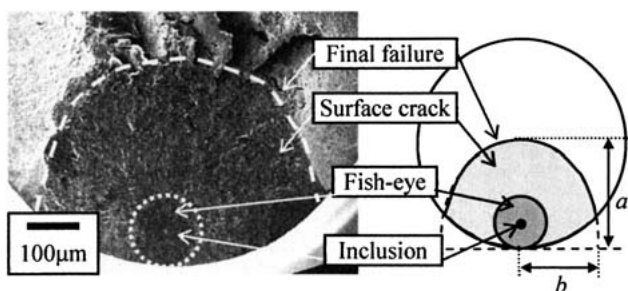


Fig. 8 SEM image and schematic illustration of internal fatigue fracture surface.

大係数の算出には村上の式¹⁶⁾を用い、また、表面き裂領域でのき裂のアスペクト比として、すべての平滑試験片の最終破壊部のアスペクト比 a/b の平均値 $5/4$ を用いた。

また、内部破壊領域であるフィッシュアイ領域では、高真空中でき裂が進展するため、大気中の da/dN に比べてき裂進展速度が低下する。¹⁸⁾そこで、フィッシュアイ領域のき裂進展速度 $(da/dN)_{fish}$ は、SCM435 鋼 ($\sigma_B = 1968\text{MPa}$) の超長寿命疲労試験におけるフィッシュアイ領域 ($5\text{MPa}^{1/2} \leq \Delta K \leq 20\text{MPa}^{1/2}$) の da/dN を推定した結果¹⁹⁾である、

$$(da/dN)_{fish} = 4.64 \times 10^{-14} \times (\Delta K)^{4.72} \quad (5)$$

を用いた。この da/dN と ΔK の関係を Fig. 7 に二点鎖線で併せて示している。また、前述のように、表面き裂進展領域では、 da/dN に非拡散性水素の影響が見られなかったことから、内部き裂進展に対しても非拡散性水素の影響は無視した。また、表面き裂進展領域のき裂進展速度 $(da/dN)_{sur}$ についても、同じ理由から、Fig. 5 に示した未チャージ材と非拡散性水素吸蔵材の結果を区別せずに前節と同様の方法で求めた、

$$(da/dN)_{sur} = 3.2 \times 10^{-13} \times (\Delta K)^{4.6} \quad (6)$$

を用いた。以上のき裂進展特性を用いて、フィッシュアイ領域 ($3\text{MPa}^{1/2}$ から $19\text{MPa}^{1/2}$ 、ただし、式 (5) の $\Delta K \leq 5\text{MPa}^{1/2}$ の da/dN は外挿により推定) および表面き裂進展領域 ($6\text{MPa}^{1/2}$ から $40\text{MPa}^{1/2}$) の進展寿命を求め、平滑材の疲労寿命とこれらの進展寿命の差からき裂発生寿命を求めた。結果を Fig. 9 に示す。図中のアルファベットは、低応力負荷荷重において 10^7 cycles 負荷後も破断しなかった試験片に対して応力を上げて再び疲労試験を実施した低-高二段変動荷重試験を意味しており、Fig. 4 の記号と対応させている。この変動荷重試験の場合は、 da/dN に及ぼす変動応力効果²⁰⁾は生じないと見なしてき裂発生寿命を評価した。また、低応力レベルではき裂が発生せずに高応力レベルでき裂が発生した場合には、低応力レベルの繰返し数には右矢印を、また高レベル応力におけるき裂発生寿命には * 印を付してい

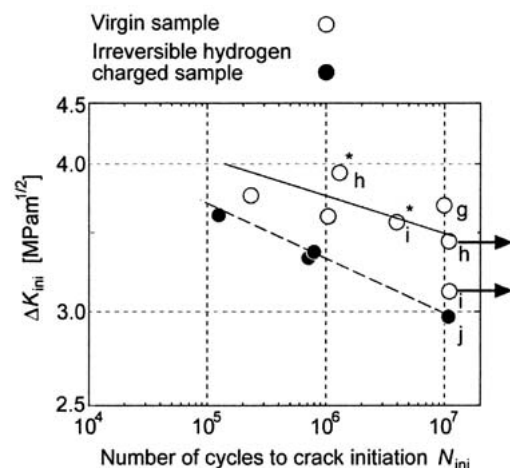


Fig. 9 Influence of irreversible hydrogen on number of cycles to crack initiation from internal inclusion.

る。なお、低応力レベルでき裂が発生した場合には、低応力レベルのデータのみを図示している。

き裂発生寿命の疲労寿命に対する割合についてみると、未チャージ材、非拡散性水素吸蔵材ともにその値は80%以上であり、き裂発生寿命が疲労寿命のほとんどを占めていた。また、図に示すように、き裂発生寿命は非拡散性水素の吸蔵により大幅に短くなることが明らかである。以上のことから、非拡散性水素の影響はき裂進展よりもき裂発生に大きく寄与することにより、平滑材の疲労寿命に非拡散性水素の影響が現れたものと結論される。

繰返し荷重下ではトラップサイトから非拡散性水素が脱離し、き裂や応力集中部などに集積することで強度低下が生じる^{12), 14)}ものと推測される。前述のように、平滑材の疲労き裂発生過程では介在物からのき裂発生に多くの応力繰返し数を要する。Fig. 9に示したように、長寿命になるほど疲労き裂発生寿命の低下が大きくなる傾向が見られるが、これは、き裂発生までの繰返し負荷期間が長くなるにつれて、き裂発生部に集積する水素量も増加し、き裂が発生しやすくなったためと考えられる。また、介在物と母材の界面が非拡散性水素トラップサイトであること¹³⁾も影響因子の一つと考えられる。一方、FIB切欠き材では繰返し荷重負荷直後にき裂が発生し、疲労き裂進展寿命が疲労寿命のほとんどを占めるため、疲労寿命に非拡散性水素の影響が明瞭に現れなかったと推測される。介在物以外の試料表面を起点とし、疲労寿命のうちき裂発生寿命が支配的となる場合の非拡散性水素による疲労強度の低下量については今後の検討課題である。

一方、低 ΔK 領域（低き裂進展速度域）では非拡散性水素により、破面がぜい性的となったが、高 ΔK 領域（高き裂進展速度域）では非拡散性水素の影響はほとんど見られなかった。このことから、き裂進展過程においては繰返し負荷によってき裂先端近傍で非拡散性水素の脱離・集積が生じたとしても、十分な水素が集積する前にき裂が進展する²¹⁾ため、非拡散性水素の影響が現れにくくなったと考えられる。

4 結 言

本研究では、非拡散性水素の吸蔵が疲労き裂発生に及ぼす影響を明らかにするために、鋭い切欠きを有する切欠き材の疲労強度特性を明らかにし、これを元に直径が1mmの線材中のき裂進展速度を推定した。さらに、得られたき裂進展速度をもとに、内部介在物を起点とする平滑材の疲労き裂発生寿命を推定し、非拡散性水素がき裂発生に及ぼす影響について考察した。得られた結果をまとめると以下のようなものである。

(1) 切欠き材の疲労強度は平滑材に比べて低下し、しかもS-N曲線の傾きは大きくなった。これは、切欠きの応力集中係数が大きいこと、切欠き底からの疲労き裂発生が容易になり、疲労寿命のほとんどをき裂進展寿命が占めるためである。

(2) 内部介在物を起点とする平滑材の疲労強度は非拡散性水素により低下したのに対して、切欠き材のS-N曲

線および切欠きをき裂として見なし求めた ΔK_{ini} と N_f の関係には非拡散性水素の影響は見られなかった。

(3) 切欠き材の疲労強度特性を元に、疲労寿命のほとんどをき裂進展寿命が占めるとみなして、直径が1mmの伸線強加工高強度鋼のき裂進展速度を推定した。このき裂進展速度には、非拡散性水素の影響は見られなかった。

(4) 切欠き材より求めた疲労き裂進展特性および高真空中で進展するフィッシュアイ部のき裂進展特性を元に、内部介在物を起点とする平滑材の疲労き裂発生寿命を求めた。これより、き裂発生寿命は疲労寿命のほとんどを占めていること、また、非拡散性水素吸蔵によりき裂発生寿命は低下し、非拡散性水素の影響はき裂進展よりもき裂発生に対して大きく現れることが明らかとなった。

(5) 切欠き近傍では、非拡散性水素を吸蔵することにより、未チャージ材にくらべて強加工パーライト組織に依存したぜい性的破面様相を呈していた。しかし、き裂進展特性に対しては、破面様相の影響はほとんど認められなかった。

参 考 文 献

- 1) R. A. Oriani and P. H. Josephic, "Testing of the decohesion theory of hydrogen-induced crack propagation", Scripta Metallurgica, Vol.6, pp.681-688 (1972).
- 2) H. K. Birnbaum and P. Sofronis, "Hydrogen-enhanced localized plasticity - A mechanism for hydrogen-related fracture", Materials Science and Engineering A, Vol.176, pp.191-202 (1994).
- 3) M. Nagumo, T. Ishikawa, T. Endoh and Y. Inoue, "Amorphization associated with crack propagation in hydrogen-charged steel", Scripta Metallurgica, Vol.49, pp.837-842 (2003).
- 4) K. Takai and R. Watanuki, "Hydrogen in trapping states innocuous to environmental degradation of high-strength steels", ISIJ International, Vol.43, No.4, pp.520-526 (2003).
- 5) A. Turnbull, R. B. Hutchings and D. H. Ferriss, "Modelling of thermal desorption of hydrogen from metals", Materials Science and Engineering A, Vol.238, pp.317-328 (1997).
- 6) S. Suzuki, N. Ishii and Y. Tsuchida, "Diffusible hydrogen behavior in pre-strained high strength steel", Journal of the Iron & Steel Institute of Japan, Vol.80, No.11, pp.855-859 (1994).
- 7) M. Wang, E. Akiyama and K. Tsuzaki, "Effect of hydrogen on the fracture behavior of high strength steel during slow strain rate test", Corrosion Science, Vol.49, No.11, pp.4081-4097 (2007).
- 8) F. G. Wei, T. Tsuchida and K. Tsuzaki, "Hydrogen trapping in quenched and tempered 0.42C-0.30Ti steel containing bimodally dispersed TiC particles", ISIJ International, Vol.43, No.4, pp.539-547 (2003).
- 9) C. A. Lensing, Y. D. Park, I. S. Maroef and D. L. Olson, "Yttrium hydrogen trapping to manage hydrogen in HSLA steel welds", Welding Journal, Vol.83, No.9, pp.254-S-266-S (2004).
- 10) Y. Murakami and H. Matsunaga, "The effect of hydrogen

- on fatigue properties of steels used for fuel cell system”, International Journal of Fatigue, Vol.28, No.11, pp.1509-1520 (2006).
- 11) Y. Mine, C. Narazaki, T. Kanazaki, S. Matsuoka and Y. Murakami, “Fatigue crack growth behavior and hydrogen penetration properties in austenitic stainless steels exposed to high-pressure hydrogen gas environments”, Journal of the Iron and Steel Institute of Japan, Vol.93, No.3, pp.247-256 (2007).
 - 12) K. Minoshima, M. Nakatani, A. Sugeta and M. Sakihara, “Influence of internal hydrogen state on the fatigue behavior in cold drawn high strength steel”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.73, No.725, pp.118-124 (2007).
 - 13) T. Otsuka, H. Hanada, H. Nakashima, K. Sakamoto, M. Hayakawa, K. Hashizume and M. Sugiyama, “Observation of hydrogen distribution around non-metallic inclusions in steels with tritium micro-autoradiography”, Fusion Science and Technology, Vol.48, No.1, pp.708-711 (2005).
 - 14) M. Nakatani, K. Minoshima and M. Sakihara, “Relationship between the activation energy of hydrogen trap site and a decrease in fatigue strength by absorption of non-diffusive hydrogen in cold-drawn high strength steels”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.74, No.740, pp.566-573 (2008).
 - 15) T. Miyazaki, H. Noguchi and M. Kage, “Quantitative evaluation of fatigue limit of a metal with an arbitrary crack under a stress controlled condition (2nd report, steel under a positive mean stress)”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.70, No.692, pp.612-619 (2004).
 - 16) Y. Murakami, “Metal fatigue : effects of small defects and nonmetallic inclusions”, p.17 (1993) Yokendo Ltd..
 - 17) Y. Murakami and S. Zhou, “Analysis of stress/strain concentration at nonmetallic inclusion and S-N curve of ultra-long fatigue failure of high-strength steels”, Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A, Vol.68, No.665, pp.26-33 (1999).
 - 18) K. Komai, H. Matoba and J. Kikuchi, “Fatigue crack growth and closure behaviors of high-tensile strength steel in vacuum”, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.33, No.368, pp.566-571 (1983).
 - 19) A. Sugeta, Y. Sugiyama and K. Minoshima, “Ultra high-cycle fatigue characteristics and interior crack growth behavior under repeated two-step loading on high strength steel”, Proceedings of Mechanical Engineering Congress, 2007 Japan (MECJ-07), No.07-1, pp.345-346 (2007).
 - 20) M. Kikukawa, M. Jono and S. Mikami, “Fatigue crack propagation and crack closure behavior under stationary varying loadings (test results of aluminum alloy)”, Journal of the Society of Materials Science, Japan, Vol.31, No.344, pp.483-487 (1982).
 - 21) R. P. Wei, “On understanding environment-enhanced fatigue crack growth – A fundamental approach”, American Society for Testing and Materials Special Technical Publication 675, pp.816-830 (1979).