

論文の内容の要旨

論文題目 水素の可視化による鋼の遅れ破壊に関する研究

氏名 長尾彰英

鉄鋼材料の高強度化に関してはこれまで多くの関連研究がなされてきているが、高強度鋼では部材の製造工程や使用時に鋼中に水素が侵入して破壊に至る遅れ破壊と呼ばれる問題が未解決となっている。この原因の一つとして、き裂の発生・伝播に關与する水素量の実験的評価がなされていないことが挙げられている。これは、EPMA などの通常の分析機器では水素の分析が行えないことに加えて、鋼中の水素量が極微量であることや鋼中の水素の拡散係数が著しく大きいことから、鋼中における水素の局所的な分布を調べるのが極めて困難であることに起因する。そこで本論文は、遅れ破壊のメカニズムの解明に向け、従来実験的に評価することができなかつた遅れ破壊におけるき裂の発生に關与する水素量の評価を行うことを目的とした。

そこでまず、各種の水素分析・可視化法について、遅れ破壊が発生する応力集中部近傍における局所的な水素分布を検出できるかどうか、また、水素検出に対する分解能・感度、定量性の有無などを比較検討した。その結果、試料表面に原子核乳剤を塗布し、試料から放出される水素原子と乳剤中の臭化銀との反応によって、水素原子の放出箇所を銀として可視化する手法である水素マイクロプリント法 (HMT) を応用することによって、き裂の発生に關与する水素量の評価が可能になるのではないかと判断された。

HMT は従来主として材料組織と対応させた水素の放出箇所の可視化法として用いられてきたが、文献調査や予備実験の結果から、水素放出箇所が再現性良く可視化できていない場合があることが判明し、実験結果の再現性が十分に信頼に足るレベルに達していないと考えられた。また、塗布した臭化銀粒子の直径は $0.11\mu\text{m}$ であるものの、HMT により観察された銀の粒子の直径が $1\mu\text{m}$ 以上の場合があることから、還元生成された銀粒子が移動・再配置していることが予想され、場合によっては試料表面から銀が脱離している可能性も考えられる。このようなことから、HMT はその定量性に関しても十分に信頼に足るレベルに達していないと判断された。そこで、本論文ではこの HMT を応用して、表面に放出される水素の分布から材料内部における水素分布の評価を行うことを可能とするため、最初にこの HMT の実験手法の改良を図って、再現性や定量性を向上させることとした。そのため、乳剤の希釈率および HMT による実験時における鋼の腐食抑制などに関する検討を行って HMT の基礎的な実験手法を確立した上で、銀粒子が粗大化する要因の原因究明などに関連して定着処理に関する検討を行った。その結果、乳剤中の臭化銀粒子を保持しているゼラチンをホルマリンで硬膜してから定着処理を行うことによって、例えばパーライト組織を有する鋼を用いて水素放出箇所の可視化を行った場合、セメンタイト上から優先的に水素が放出されることを再現性良く示すことができるようになった。また、この定着処理法によって銀粒子の粗大化を抑制できるようになったことから、銀粒子の脱離を抑制できるようになったものと判断され、このことより HMT を用いて放出水素量を評価する場合の定量性が向上したと判断された。

次に、このように実験手法を改良した HMT による実験結果の妥当性を示すため、応力集中部近傍に水素が集積する要因とされる応力勾配や塑性変形が水素の拡散に及ぼす影響を HMT によって調べられるかどうかの検討を行うこととした。そのため、四点曲げジグを用いて、いくつかのレベルの曲げ応力下で引張曲げ応力負荷面に放出される水素を可視化し、観察される銀の量の評価を行った。その結果、応力勾配の存在によって水素の拡散が促進されることや、運動転位によって水素の運搬が生じることなどを HMT によって確認することができ、HMT の実験結果が妥当であると判断された。

このように HMT の実験結果の妥当性を示した後、上記要因によって応力集中部近傍に集積すると考えられる水素の分布を調べるため、両側 V ノッチ付き平板試験片を用いて、片面から試験片内部に水素を導入した後、引張定荷重を負荷し、荷重負荷開始時から除荷後の保持中まで材料表面に放出される水素を継続的に HMT によって捉えた。その結果の

一例を Fig. 1 に示す。Fig. 1 はノッチ底近傍における銀の分布を EDX によって線分析した結果であり、縦軸が銀の特性 X 線強度を、横軸がノッチ底からの距離を示している。この図からノッチ底近傍で銀の量が多くなっていることが認められる。定荷重を荷重しない場合には銀の特性 X 線強度は全面においてほぼ一様であることが確認されたため、Fig. 1 の銀の量の多い箇所は荷重荷重時にノッチ底近傍に水素が集積したことを反映しているものと理解される。このようにノッチ底の応力集中部近傍に水素が集積することを HMT を用いて初めて実験的に示すことに成功した。また、同様の試験法で遅れ破壊が生じた場合には、ノッチ底近傍に水素脆化特有の擬へき開破壊が生じ、その破壊域の大きいノッチ底の側に、より多くの水素が放出されたことから、水素が集積することによって破壊が発生することを示唆する実験結果も得ることができた。

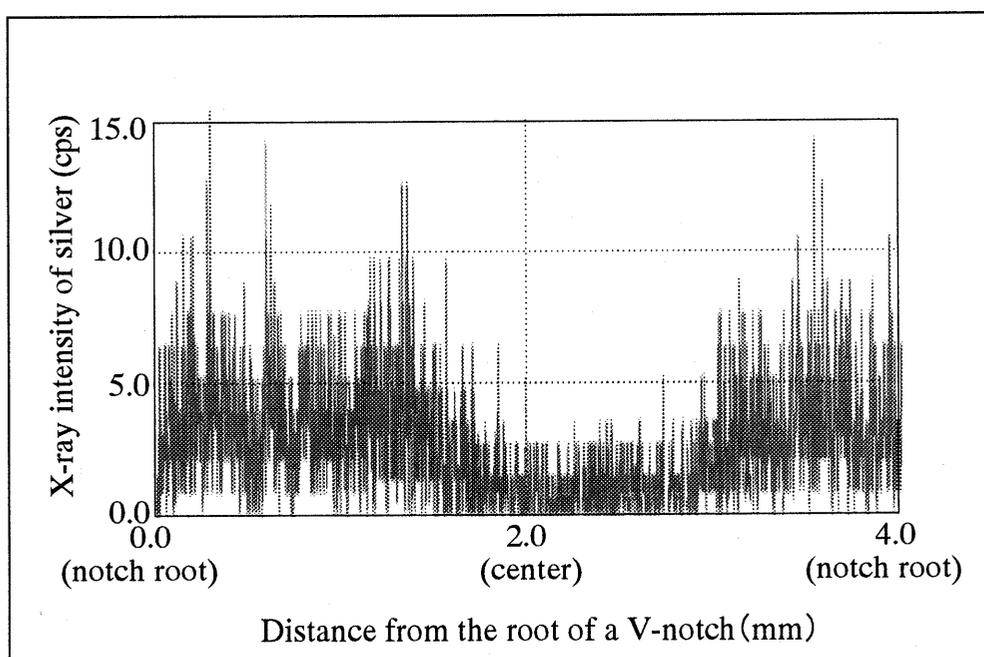


Fig. 1 定荷重荷重時におけるノッチ底近傍の水素分布の水素マイクロプリント法による可視化例

上記のノッチ底の応力集中部近傍における水素分布の可視化の際には、片面から水素を導入してその反対面に放出される水素を、荷重荷重開始時から除荷後の保持中まで継続的に捉えるという実験手法を採用した。このような実験手法の場合、材料内部の水素分布は板厚の中心に対して板厚方向で常に非対称であるため、材料表面に放出される水素分布から材料内部の水素分布を評価することは困難である。そこで次に、材料表面に放出される水素分布から材料内部の水素分布の評価を行うことを可能とするため、荷重荷重時にお

る材料内部の水素分布を板厚の中心に対して板厚方向で対称として、除荷後に材料表面に放出される水素を捉えるという実験手法を採用して、ノッチ底近傍の応力状態が平面歪状態のときや、き裂が発生する前におけるノッチ底の応力集中部近傍の水素分布を HMT によって可視化した。その結果、ノッチ底近傍の応力分布が平面歪状態の場合には水素放出量の多い箇所の大きさがノッチ底近傍に発生する塑性域の大きさとほぼ対応することや、き裂発生前にはノッチ底近傍に水素が集積していることを示すことに成功した。

今後、放出水素量と観察される銀量の定量的な評価や材料内部から材料表面への水素拡散放出挙動のシミュレーションなどを行うことが必要となるが、本論文は、鋼の遅れ破壊において材料内部で生じるき裂の発生および伝播に關与する水素量の評価を行うことへの道を初めて拓いたと言うことができよう。