

脆性き裂伝播抵抗に寄与する鋼微視機構の観察及び効果の定量化

Observation of micro-mechanisms and quantitation of effects for brittle crack propagation resistance
in steels

東京大学 工学系研究科 システム創成学専攻 37-166336 中西 大貴
指導教員 川畑 友弥 准教授

提出日: 2018 年 1 月 25 日

Keywords: Brittle crack propagation resistance, Twin deformation, Finite element analysis, Retained austenite, Martensite transformation

I. 研究背景・目的

近年、LNG 貯槽タンクの大型化に伴い、使用される鋼板の極厚化が進み、高い破壊安全性の維持への関心が高まっている。従前に較べ一層、脆性破壊を発生させない材料及び脆性破壊が発生したときに停止させる技術が必要となっている。特に、脆性き裂伝播停止特性の改善を図ることで、構造物の終局的な全体崩壊を防ぐことができるが、そのメカニズムが不明であることから、様々な方向から解明を試みる必要がある。本研究室では、脆性き裂伝播抵抗のマイクロ機構を解明するための研究を行っており、本論文では、き裂の動力学や連続体力学スケールでは説明できない 2 つの現象に着目しそのメカニズムやき裂伝播抵抗への寄与を定量的に考察することを目的とする。

1 つ目は、粗大粒 3%Si-2%Al 鋼の破面で特徴的に観察される、双晶変形とその境界で起きるき裂(Twin boundary crack)を扱う。双晶変形と Twin boundary crack はその存在こそこれまで報告されているが、機構に不明な部分が多いため、詳細観察からこの現象の理解を図ると共に、有限要素解析を用いて脆性き裂伝播の際における散逸エネルギーの評価を試みる。得られる散逸エネルギーはそのまま材料のき裂伝播抵抗と読み替えることができる。

2 つ目は、9%Ni 鋼など LNG タンク用鋼の構成組織であるマルテンサイト組織のラス間に見られる残留 γ (オーステナイト) が加工誘起変態する現象を扱う。残留 γ を多く含む材料では、脆性き裂伝播停止特性が改善することが知られているが、その機構、動的伝播における残留 γ の影響及び好適態様は解明されていない。本研究では、X 線回折法を用いて、脆性き裂伝播前後の残留 γ の量を比較し、有限要素解析によって得られた歪分布情報と組み合わせ整理した結果を示し、効果発現機構を考察する。

II. 3%Si 鋼を用いた単結晶の脆性き裂伝播研究

1. 粗大粒 3%Si-2%Al 鋼の伝播速度測定

粗大粒 3%Si-2%Al 鋼を用いて行った伝播速度測定試験を説明する。試験に用いた供試鋼の化学

成分レール値を Fig.1 に示す。供試鋼に 3%Si-2%Al 鋼を用いた理由はフェライト単相となり {100} 集合組織を形成し、脆性破壊の現象を理解しやすくするためである。また、シャルピー衝撃試験から得られた $vTrs$ (シャルピー破面遷移温度) が 151°C であり、常温でも容易に脆性破壊を起こすため、高速度カメラによる脆性破壊の伝播挙動を観察することができる。この供試鋼に対し、熱処理を試行錯誤し、1300°C ノルマ (焼きならし) で熱処理を行い、4-5mm の粗大粒材を作成した。Fig.1 にそのマイクロ組織を示す。

長さ 120mm、幅 40mm、厚さ 5mm、機械切り欠き 5mm の曲げ試験片を作成した。試験片に歪ゲージを貼り、スパン長さ 90mm で常温にて 3 点曲げ試験を行った。結晶粒の大きさが 5mm 程度であり試験片厚さ方向に結晶粒が 1 つになることを意図して、試験片厚を 5mm とした。また、伝播速度測定に加えて高速度カメラで脆性き裂伝播挙動の観察を行った。歪ゲージによる動的歪変化のピーク位置によって同定したき裂位置と、高速度カメラで撮影した画像をコマ送りで観察し測定した表面におけるき裂位置を同じ時間軸で表したグラフを Fig.2 に示す。高速度カメラは表面観察であり、歪ゲージによる動的計測は試験片内部のデータであることを考慮すると、表面のき裂が内部のき裂よりも顕著に遅れて現れていることが分かる。このことから、単結晶粒内においてもき裂前縁形状がトンネル型をしていることが推測される。動的伝播き裂先端形状がこのようなトンネル形状であろうことはこれまで推測されていたが、ほぼ単結晶材料でも同様であることが確認できた。粒内の伝播も応力支配で決定されていることを強く支持する結果と言える。

C	0.001
Si	3.02
Mn	0.01
P	0.002
N	0.0017
Al	1.88
O	0.001

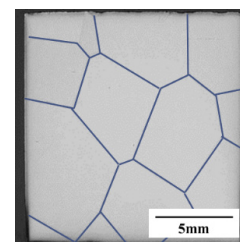


Fig.1 Chemical composition [mass%] and microstructure of 3%Si-2%Al steel

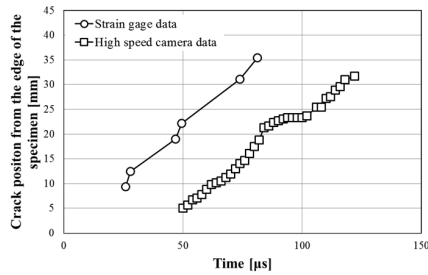


Fig.2 Comparison of crack position by dynamic measurement with by high speed camera

き裂伝播速度の整理のため、伝播中の駆動力の一次評価として、実験の荷重変位曲線から得られた最大荷重を用いて、着目位置にき裂先端があるときの静的 K (応力拡大係数)値を用いる。Fig.3に静的 K 値と動的計測によるき裂伝播速度の関係を示すが、き裂伝播速度は静的 K と良好な線形関係が認められる。また、き裂伝播速度は単結晶粒と多結晶で応力拡大係数に対して層別化され、粒界遅延効果が認められる。さらに、多結晶のき裂伝播速度の中でも、Twist角を有する粒界を横切る速度は極めて遅い。脆性き裂伝播速度の理論上限値と言われている Rayleigh 波速度(鋼の場合 2900m/s)に比べて、単結晶粒内の伝播速度は顕著に遅いことが分かった。SEM による破面観察の結果、Fig.4 のような双晶変形と Twin boundary crack (以下、TBC とする)が観察された。単結晶粒内であっても、これらの現象がエネルギー散逸源となり、き裂伝播速度が遅くなる一因であると考えられる。

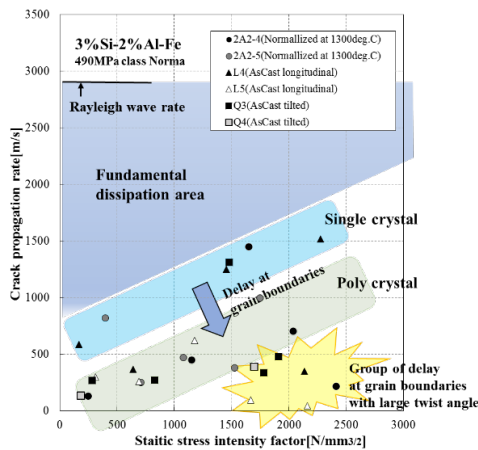


Fig.3 Relationship between K value and crack propagation rate

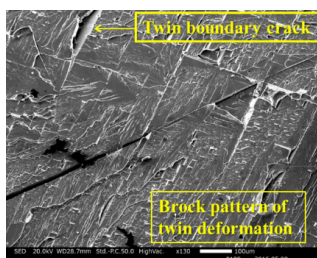


Fig.4 Twin deformation and Twin boundary crack

2. 有限要素解析による散逸エネルギーの評価

FEM を用いて、単結晶粒内の双晶変形及び TBC、結晶粒界、Twist 角を有する粒界の各散逸エネルギーを評価する。構成式を得るため、幅 13mm、長さ 80mm、標点間距離 10mm、厚さ 2mm の試験片を用いて、クロスヘッド変位 0.5、50、500 の 3 条件で、常温で高速引張試験を行い、得られた真応力-真歪曲線を Swift 式で近似し、得られた降伏応力と歪速度から Cowper-Cymonds 係数を求め、これらを FEM の構成式とした。また、それぞれ試料全体が単結晶状態、多結晶状態、Twist 角を有する粒界であると仮定して、Fig.3 から単結晶内、多結晶、Twist 角を有する粒界を横切る伝播速度を取り出し、き裂伝播速度履歴を再現した。Fig.5 に FEM モデルを示すが、伝播部の要素サイズは試験片厚さ方向に 0.5mm、伝播方向に 50 μ m で計算を行った。節点解放時のエネルギー散逸規則として RAMP 法[1]を用いた。前述した、単結晶粒内においても脆性き裂がトンネル型で伝播していることを考慮して、局所限界応力一定説に基づき、脆性き裂伝播中の応力が一定となるようなトンネル形状を算出することにより、実際の脆性き裂伝播時のトンネル形状を推測した。トンネル形状には動的応力拡大係数をパラメータとする $y = b * K * x^{1.8}$ [2]を用いた。

例として、Fig.6 に単結晶粒内を対象とした、き裂長さに対するき裂先端から 50 μ m 離れた位置の各節点の開口方向応力とその時のトンネル形状を示すが、き裂長さ 25mm まで各節点の応力が同じ値で一定に推移しており、有限要素解析から求めた単結晶粒内の双晶変形及び Twin boundary crack の散逸エネルギーは 1200~2200J/m²であると推察される。また、同様の手法で、結晶粒界の散逸エネルギーは 1500~4200 J/m²、Twist 角を有する粒界の散逸エネルギーは 2000~5600 J/m²であると推察される。Fig.3 から推測されるように、Twist 角を有する粒界における散逸エネルギーが最も大きく、これは、栗飯原ら[3]が報告したテアリッジの散逸エネルギーが 10³ オーダーであることと比較しても、大きな散逸エネルギーであることが分かった。

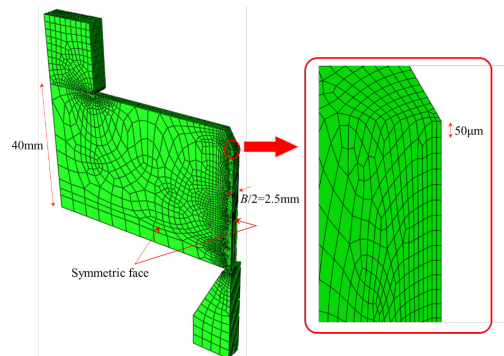


Fig. 5 FEM model outline and mesh division on the crack propagation path

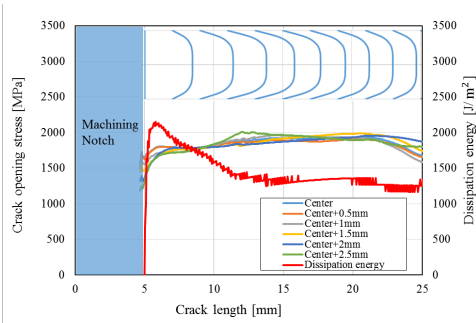


Fig. 6 Dissipation energy in single crystal with tunnel shape crack

III. 残留 γ の脆性き裂伝播抵抗の評価

本章では、LNG 貯槽用材料で工業的に活用している 9%Ni 鋼中に微細分散している残留 γ による脆性き裂伝播抵抗機構を実験及び解析を用いて評価する。これまでの知見では、残留 γ の脆性き裂発生に及ぼす影響として、Crack blunting 機構、加工誘起変態による応力緩和及びエネルギー吸収、Sink 機構、細粒化、硬質第二相による歪均一化が挙げられる。しかし、動的き裂伝播中の特性改善機構はこれまで明らかにされていない。著者は、高応力領域における引張力の負荷により、残留 γ がマルテンサイト変態を起こし、FCC から BCC への変態に伴う体積膨張によって周囲に圧縮場を形成し、応力緩和及び駆動力の低下が起こる加工誘起変態に着目している。

1. 供試鋼

本実験の供試鋼の化学成分レドール値を Table 1 に示すが、LNG 貯槽タンク用に実際に用いられている焼入れ焼き戻しを施した 9%Ni 鋼に、靱性を調整するために、再度 Table 2 に示す熱処理を実施した。これは、焼き戻し温度を変えることにより、残留 γ の含有量を変化させることが狙いとしてあり、X 線回折によって残留 γ 量を測定し、9NG2 は 2.50%、9NG3 は 4.27%、9NG4 は 2.88%含まれていることが分かった。基本的に、高い焼き戻し中には γ の体積率が上昇し、9NG2 と 9NG3 を比較すると、焼き戻し温度の上昇で残留 γ 量が単純増加している。しかし、逆変態する γ 量が多くなりすぎると、 γ に含まれる炭素濃度が低くなり、元々不安定な γ の安定性がさらに低下し、冷却途中にマルテンサイト変態してしまうため、最終的に残留 γ 量が逆に減少する。9NG4 の残留 γ 量が 9NG3 よりも小さいのはこのことに起因している。X 線回折については後述する。また、光学顕微鏡観察から、3 鋼種ともマイクロ組織はベイナイト及びマルテンサイト組織であることが推察される。さらに、破壊靱性を調べるために、シャルピー試験を行い、遷移曲線を Fig. 7 に示す。Fig. 7 から、靱性は 9NG3、9NG2、9NG4 の順で高いことが示された。

Table 1 Chemical composition of 9% Ni steel used (%)

Ni	C	Si	Mn	P	S
9.0	0.05	0.23	0.66	0.02	0.01

Table 2 Heat treatment conditions

Mark	Quenching	Tempering
9NG2	1000deg.C×1hr.→WQ	575deg.C×1hr.→AC
9NG3	1000deg.C×1hr.→WQ	600deg.C×1hr.→AC
9NG4	1000deg.C×1hr.→WQ	625deg.C×1hr.→AC

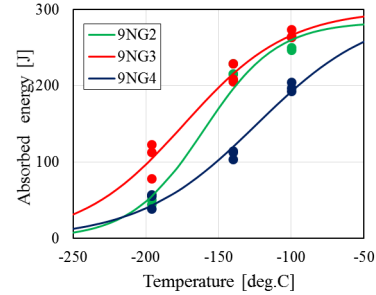


Fig. 7 Charpy transition curve

2. 残留 γ を含む 9%Ni 鋼を用いたアレスト試験

前述した供試鋼を用いて、Fig. 8 に示す 3 点曲げ試験片を作成した。試験片下部を厚くしているのは、現象が複雑である曲げ負荷ではなく、引張負荷に近付けるためである。試験温度は液体窒素の -196°C で 3 点曲げ試験を実施した。

Fig. 9 に破断後の破面を示すが、9NG2 と 9NG3 の試験片はサイドリガメントの形成が観察され、明確なアレスト再発生が複数回起こっているのに対して、9NG4 は伝播部を全て伝播してしまっている様子が観察された。

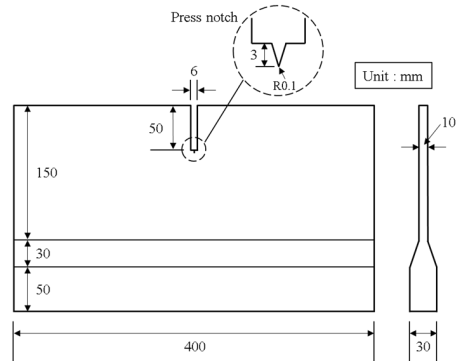


Fig. 8 Three-point bending test specimen configuration

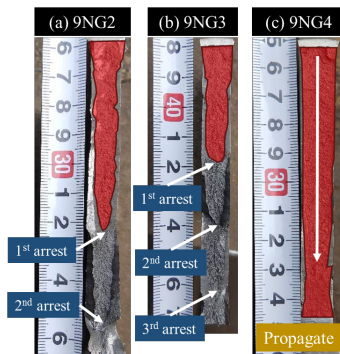


Fig. 9 Fracture surface of specimens

3. X線回折及び有限要素解析

Fig. 10 に示すように、破断試験後のノッチから15mm、試験片板厚中央部の破面奥行き方向に1mm ずつの点を測定点とし、X線回折を用いて測定点における残留 γ 量を計測した。X線照射範囲を2mm角に絞って測定し、その正方形の中心点を破面からの測定距離とした。X線回折の測定結果から、破面近傍で残留 γ が減少し、多くがマルテンサイト変態していることが分かった。

また、アレスト靱性を求めるのに必要な動的応力拡大係数と、残留 γ のマルテンサイト変態率を歪で整理するのに必要な塑性歪を求めるために、FEM解析を行った。低温鋳付丸棒引張試験を行い、Swift式及びCowper-Symonds式を用いて構成式を得た。3点曲げ試験においてき裂伝播速度を測定できなかったため、FEMモデルで再現するき裂伝播速度履歴は500m/s一定として解析を行った[4]。Fig. 11にFEMモデルを示す。

破断試験後の破面から観察されたサイドリガメントによる閉口力を考慮し、有限要素解析により得られた動的応力拡大係数を、駆動力の補正を行うことにより、実際のアレスト靱性値 K_{ca} を算出し、Table 3に示す。破面からも明らかであるが、9NG3が最もアレスト靱性が高く、9NG4が最も低いという結果になった。

また、FEMからFig. 10に示す測定点での塑性歪を求め、X線回折から得られた測定点での残留 γ 量を母材に含まれる残留 γ 量で除することにより求めた残留 γ のマルテンサイト変態率を塑性歪で整理した(Fig. 12)。また、古谷[5]の8%Ni鋼及び12%Ni鋼を用いた静的引張試験における歪に対する残留 γ のマルテンサイト変態率もFig. 12に合わせて載せる。まず、動的試験における3鋼種を比較すると、アレスト靱性値を考慮した時、アレスト靱性が最も高い9NG3が塑性歪に対するマルテンサイト変態率が高い。すなわち、残留 γ のマルテンサイト変態率が高いと、アレスト靱性が良くなることが示唆される。また、9NG2と9NG4において、9NG4の残留 γ のマルテンサイト変態率の高いのにも関わらず、アレスト靱性が顕著に低い理由は、9NG4の焼き戻し温度が高いことにより、冷却時に多くがマルテンサイト変態をするため、硬質相が多量に材料に分散してしまい、母材そのものの靱性が低くなってしまったことによると考えられる。次に、静的引張試験と比較すると、本試験の動的3点曲げ試験の残留 γ のマルテンサイト変態率はかなり低い。これは動的試験では、塑性変形による温度上昇が考えられ、この温度上昇が残留 γ のマルテンサイト変態を妨げていると考えられる。真応力-真歪曲線を積分して求めた塑性仕事の90%が熱エネルギーに変換されると仮定すると、破面近傍で100°C近く温度上昇していることが推定できる。

IV. まとめ

今回、難易度の高い、かなり工夫した実験群により、鋼材の脆性破壊の特徴やLNG貯槽タンク用鋼材の破壊時のマイクロ挙動の理解が深まり、大いに進歩したと言える。結局、これらのマイクロ挙動の把握が全体の理解には大事である。今後も、全貌理解・体系化のために、積み上げの努力を継続しなくてはならないと言える。

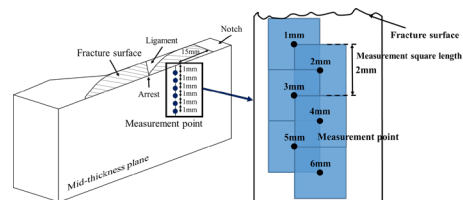


Fig. 10 Measurement positions and range of X-ray diffraction

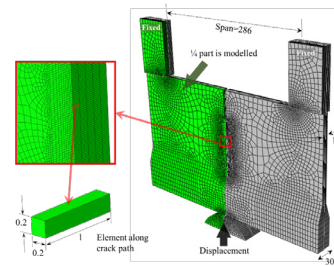


Fig. 11 FEM model of three-point bending test using 9% Ni steel

Table 3 Arrest toughness obtained from FEM

Steel	Arrest toughness, K_{ca} [N/mm ^{3/2}]
9NG2	5875
9NG3	5919
9NG4	5481

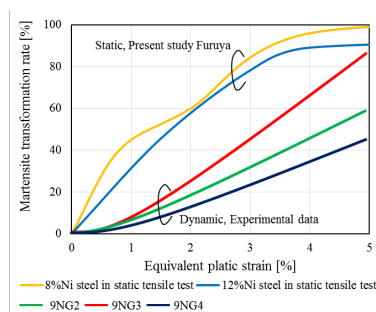


Fig. 12 Martensite transformation rate for plastic strain

参考文献

- [1] 安藤翼, 厚鋼板脆性き裂アレスト特性評価法に関する研究, 修士論文, 東京大学
- [2] 頓所史章, 鋼材の温度勾配型アレスト試験における局所破壊条件の考察, 卒業論文, 東京大学
- [3] 粟飯原周二, 材料の組織と特性部会「高張力鋼の破壊挙動とマイクロ組織」フォーラム, 日本鉄鋼協会, 第1回会議資料, 2011
- [4] 町田進, 川口喜昭, 塚本雅敏, 長大亀裂に対する9%Ni鋼板の脆性破壊伝播停止性能について, 日本造船学会論文集, 第150号, pp. 511-517, 1981
- [5] 古谷仁志, 低温用ニッケル鋼の変形および破壊に関する研究, 名古屋大学, 博士論文, 2014