

大阪大学 黒田 敏雄, 池内 建二
大阪大学 [院] ○中出 且之

1. 緒言

破壊解析において、材料の破断面から破壊の原因の特定およびその調査を行うための破面観察は必要不可欠である。さらにより正確な解析のためには、破面の高さ方向に関する情報が必要である。

従来から破面の三次元形状を観察するために二枚一組のステレオ SEM 写真を立体観察眼鏡を用いて三次元的に破面形状を観察する方法がとられてきたが定性的であり観察者の主観的な要素を多く含むため定量的かつ客観的に破面形状を把握することが非常に困難であった。

そこで本研究では破面の高さ方向の情報を得るために普及性の高いパーソナルコンピュータを用いて、二枚一組のステレオ破面写真から三次元立体画像を構築するソフトウェアの開発を行った。そしてそのソフトウェアを二相ステンレス鋼金属の水素脆性破面に適用し、定量的な解析に対する有用性を検討するとともに σ 相の析出した二相ステンレス鋼溶接金属の水素脆性破面に適用して σ 相の影響を検討した。

2. 供試材料および計算方法

本研究では供試材として 25%Cr-8%Ni-3%Mo type の 329J4L (DP3)二相ステンレス鋼溶接金属を用いた。水素脆性と σ 相析出との関係を調べるため、それぞれ試料を 1023K で種々の時間熱処理を行った。そして丸棒切欠引張試験片を作成し 7.2ks 水素チャージを行った。

試験片への水素チャージは陰極電解法により行った。電解液は 0.25g/l の NaAsO₂ を溶解した 5vol% の硫酸水溶液を用いた。白金を陽極に試験片を陰極にし、電流密度は 2000A/m²、チャージ時間 7.2ks、溶液温度は約 290K で行った。そして 293K において引張試験を行った。クロスヘッド速度は 0.016mm/s である。引張試験後、破面を走査型電子顕微鏡 (SEM) により観察した。その際破面の立体画像構築のために試料を 0°(基準像)と 4°(傾斜像)に傾斜し SEM 像を撮影した。

破面の三次元立体画像再構築の手順は、まず基準画像および傾斜画像の 2 枚のフィルムをフィルムスキャナーでコンピュータに取り込み、テンブ

レートマッチングによる同一点探索処理を行って、相対的な位置のずれから高さを計算した。

ステレオ写真上での同一点探索処理は基準像 (Standard Image) 上にある大きさの窓領域 (Window Area) を設定し、傾斜像 (Oblique Image) 上に窓領域より大きな探索領域 (Search Area) を設定後、Search Area 内で Window Area と同一領域を探索するものである。同一領域の判定法は、SSDA (残差逐次検定) 法および MCC (相互相関) 法を用いた。

SSDA 法は基準画像と傾斜画像の濃度の残差が最小となる位置を同一点と判定するものである。一方、MCC 法は基準画像内の窓領域を傾斜画像内の候補領域に重ね合わせ、各画素ごとの濃度値の積を求め、その領域全体の和から相関係数を算出するものである。すなわち Standard Image 内の Window Area を Oblique Image 内の Search Area に重ね合わせ、各ピクセルごとの階調値の積を求め、その領域全体の和から相関係数を算出するものである。

3. 実験結果および検討

切欠引張強さと σ 相析出との関係を Fig.1 に示す。329J4L(DP3)溶接金属 (溶接したまま) は水素を添加しない場合切欠強度は 1400MPa 程度であったが、再加熱を行うと切欠引張強さは σ 相の析出とともに低下する傾向であった。329J4L(DP3)溶接金属は 1023K, 72ks 再加熱を行うと水素を添加しなくても 600MPa 程度まで低下しており σ 相の析出量に依存した結果となった。

7.2ks 水素チャージを行うと溶接したままも含めていずれの再加熱条件においても切欠引張強さは低下する結果となった。これは σ 相は水素脆化感受性の高いことを示している。329J4L(DP3)溶接金属 (溶接したまま) はマトリックスのフェライト相とウィドマンステッテン状のオーステナイト相、そして溶接による再加熱によりフェライト相より形成された微細な二次オーステナイト相 (γ^* 相) の二相組織であったが 1023K, 72ks 再加熱を行うと Fig.2 に示すように σ 相がほぼ全面にわたって連続的に析出した組織となっていた。切欠引張強さ

は 400MPa 程度となったことから σ 相の析出した二相ステンレス鋼は水素脆化感受性が非常に高いことが示唆される。

Fig.3 は 1023K, 72ks 再加熱を行った 329J4L (DP3) 溶接金属の水素脆化破面を示す。き裂の進展方向は上から下の方向である。組織に依存した破面が見られウィドマンステッテン状の破面形態を呈している。組織的にはオーステナイト相が存在していたが延性的に破断した領域はまったく見られなく、平均的に平らな破面形状を呈している。7.2ks 水素チャージにより切欠近傍から試料内部に水素が拡散するため擬へき開破面は切欠に隣接した表面近傍のみであった。

Fig.3 の破面に対して三次元像を構築した結果を **Fig.4** に示す。枠内が計算領域である。計算条件は傾斜角度 4° 解像度 600dpi, Window area は 120×120 pixel, Search area は 240×170 pixel, Interval 10pixel である。ウィドマンステッテン状に析出したオーステナイト相の幹になっている領域 A を境

にして段差が生じており B 領域を中心とした領域が凹になっていることからこの領域が優先的な破壊のサイトとなっていることが示唆される。Fig.2 の微細組織と対応させても σ 相の優先的な析出サイトとなっている領域であり、この B 領域における **Fig.5** の EDX 分析結果を見ても Cr, Mo の含有量が高いことから σ 相が優先的な破壊のサイトとなってき裂が進展していることがわかった。



Fig.3 SEM photograph of fracture surface for hydrogen-charged 329J4L(DP3) weld metal reheated at 1023K for 72ks.

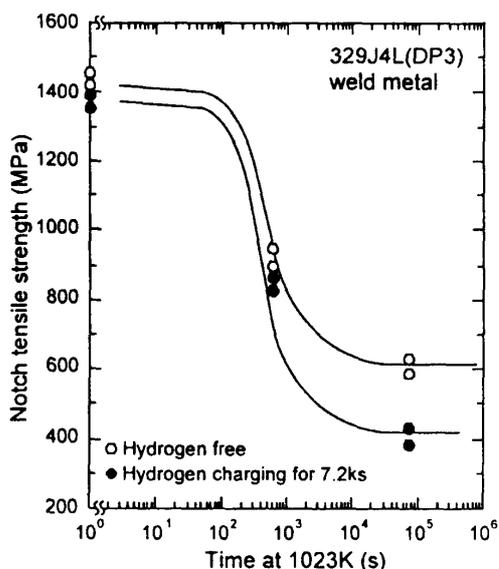


Fig.1 Variation in notch tensile strength with aging time at 1023K for 329J4L(DP3) weld metal.

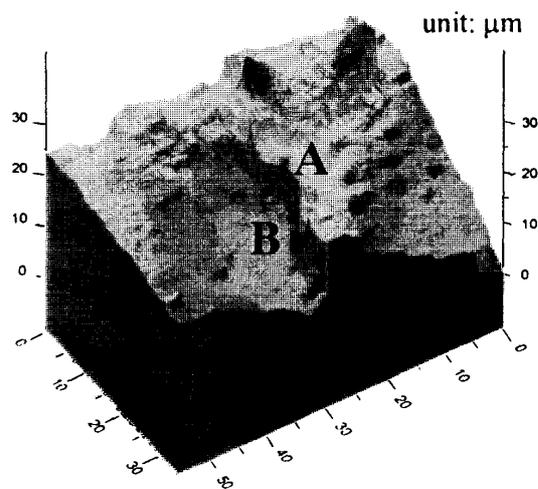


Fig.4 3-dimensional topography of the fracture surface for 329J4L(DP3) weld metal heated at 1023K for 72ks and then hydrogen-charged.

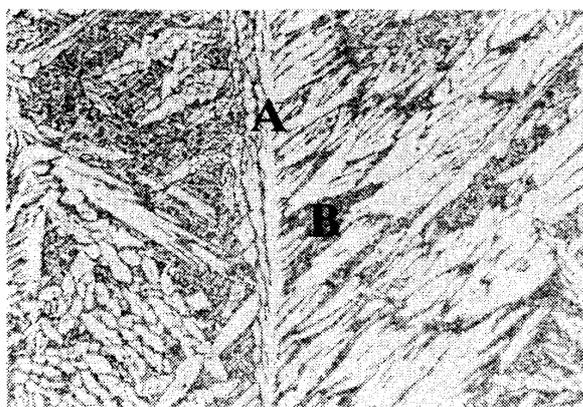


Fig.2 Optical micrographs for 329J4L(DP3) weld metal reheated at 1023K for 72ks.

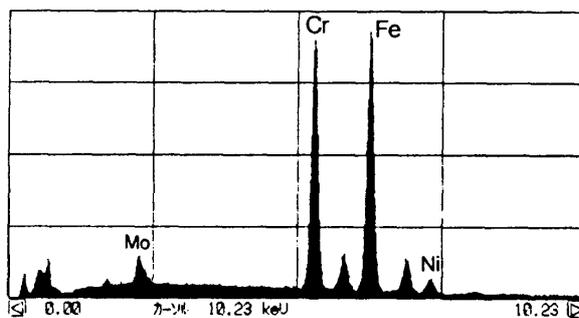


Fig.5 X-ray spectrum measured by EDX for region B containing σ phase.