

水素環境下における金属材料の疲労強度特性と破壊メカニズムに関する研究 (第 3 報)

材料環境部
永石尚昭
九州大学大学院工学研究院
松永久生

現在、水素燃料電池自動車に使用される材料の水素適合性の判定方法について、世界統一基準 (GTR) の制定を目指して議論が行われている。その一環として、著者らは環状切欠きを有する丸棒状試験片 (環状切欠き丸棒試験片) の疲労寿命および疲労限度の決定機構について研究を行っている。本報では、SUS304 環状切欠き丸棒試験片での疲労限度の決定機構を明らかにするために、平滑丸棒試験片での疲労限度との関係性について検討した。その結果、環状切欠き丸棒試験片の一定荷重振幅疲労試験で得られた疲労限度における切欠き底近傍の繰返しひずみ範囲は、平滑丸棒試験片のひずみ制御疲労試験で得られた疲労限度での繰返しひずみ範囲と概ね一致した。また、切欠き形状の異なる環状切欠き丸棒試験片の場合でも同様に繰返しひずみ範囲で整理できるかを検討するために、形状を変更し応力集中係数が異なる環状切欠き丸棒試験片を用いて新たに疲労試験を行い、疲労寿命特性を取得した。

1. はじめに

1.1 背景

水素エネルギー関連機器の構成部材として、金属材料の幅広い利用が期待されているが、水素環境下において強度や延性が低下する水素脆化が問題となるため、使用できる金属材料は制限されているのが現状である。国際的には、高圧水素機器の強度設計指針や材料の水素適合性試験の判定基準について統一がなされていない。

乗用車の自動車用圧縮水素容器関連では、GTR(Global Technical Regulation)-Phase IIにおいて、材料の水素適合性の判断基準を確立するために、CSA CHMC-1 や SAE-J2579 をベースに国際調和に向けた検討が行われている¹⁾。合理的な判断基準を確立するために、主に日本で使用されている平滑丸棒試験片の疲労寿命特性に加えて、米国やドイツ^{2,3,4)}で多用されている環状切欠き丸棒試験片の疲労寿命特性についても十分に把握し、その結果が示す物理的意味を明らかにしておく必要がある。

1.2 本報の概要

第 1 報⁵⁾では、図 1 に示す環状切欠き丸棒試験片 (応力集中係数 $K_t = 6.6$) で取得した低合金鋼 SCM435 と準安定オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 の疲労寿命特性 ($S-N$ 特性) と、CT 試験片で取得した疲労き裂進展特性の関係について述べた。

第 2 報⁶⁾では、上述の SUS304 について、高寿命領域 ($N_f > 10^5$) における寿命と疲労限度に着目し、実験および有限要素解析 (以下 FEA) を行った結果について述べた。

本報では、第 2 報での FEA の結果をもとに、SUS304 環状切欠き丸棒試験片の疲労限度の決定機構について検討した結果を述べる。

1.3 切欠きを有する部材の疲労寿命の予測法

機械や構造物は、一般に応力集中部 (切欠き部) を有している。稼働中、切欠き部に局部的な塑性変形が生じた場合を考える。切欠き部の遠方に負荷 P が繰返されると、それに応じて切欠き部の塑性変形域にも繰返し負荷が作用する。このとき、この領域は弾性・塑性変形境界により拘束されるため、塑性変形域内の繰返し変形は、ひずみ制御状態にあることが知られている⁷⁾。従って、応力集中部の疲労寿命を予測する手順は以下のとおりである。

- 1) 数値解析等を用いて切欠き部における繰返しひずみの値を推定する。
- 2) 平滑丸棒試験片に対してひずみ制御疲労試験を実施し、ひずみ制御状態での疲労寿命特性 (ひずみ範囲-寿命関係) を取得する。
- 3) 1) で得た切欠き部のひずみの値と、2) で得た疲労寿命特性を比較することで、疲労寿命を予測する。

上記の予測法は、本研究で用いている SUS304 環状切欠き丸棒試験片の疲労限度の決定機構を明らかにする手がかりになると考え、第 2 報での FEA の結果をもとに検討を行った。

2. SUS304 環状切欠き丸棒試験片の有限要素解析

2.1 目的

切欠き部の疲労寿命を予測するには、繰返し荷重負荷中の切欠き部における繰返し応力-ひずみ関係が必要となる。その推定方法として Neuber 則⁸⁾がその簡易性から工業的によく用いられている。しかしながら、その評価のプロセスにおいては、実際に切欠き底近傍で繰返される応力・ひずみの分布が明確ではなく、評価結果は必ずしも切欠き底で生じる現象にもとづいたものとは言えない。そこで、本研究では、切欠き底近傍の繰返し応力-ひずみ分布を明らかにして、疲労寿命特性と定量的に結びつけるために、FEA による構造解析を行った。

2.2 解析条件

先述のとおり、FEA の目的は疲労試験中の切欠き底近傍の繰返し応力-ひずみ分布を求め、疲労限度と定量的に結びつけることである。したがって、FEA における荷重負荷条件は、疲労限度⁹⁾ ($\sigma_a = 100 \text{ MPa}$, $R = 0.1$ すなわち切欠き断面の最大・最小公称応力は $\sigma_{\max} = 222 \text{ MPa}$, $\sigma_{\min} = 22 \text{ MPa}$) とした。なお、FEA に用いたメッシュモデルと材料モデルについては第 2 報で詳述したので説明を省略する。

2.3 解析結果

図 2 に、FEA より得られた切欠き底表面における試験中の応力ひずみ関係を示す。ここでは代表的なサイクル数の結果を示している。切欠き底には、1 サイクル目の最大荷重負荷時に降伏応力よりも高い引張応力が発生し、塑性変形が生じている。その後、最大荷重から最小荷重に転じる際、早期に再降伏が起きる。そして最小荷重到達時には切欠き底の応力は圧縮となる。すなわち、最小断面に作用する公称応力は常に正であるが、切欠き底では局所的に圧縮応力が生じ、応力比は 0.1 とならない。この現象はシェイクダウン⁹⁾と呼ばれ、応力集中部などで塑性変形が生じた際にみられる現象である。サイクル数の増加に伴って応力-ひずみ関係が示すループは移動するが、1000 サイクル以降はほとんど移動せずに安定する。このときの局所的な応力比 R_L は -0.89 、ひずみ範囲 $\Delta\epsilon$ は 0.76% であった。

図 3 に、10000 サイクル負荷後の切欠き断面における切欠き底近傍のひずみ範囲 $\Delta\epsilon$ と塑性ひずみ範

囲 $\Delta\epsilon_p$ の分布を示す。切欠き底表面を 0 とし、試験片中心軸方向を正とした座標を横軸としている。図 3 に示したとおり、切欠き底表面のひずみ範囲は 0.76% であった。試験片内部にいくにつれ $\Delta\epsilon$ と $\Delta\epsilon_p$ は急激に減少している。また、 $\Delta\epsilon_p$ が 0 以上、すなわち繰返し塑性変形が生じる領域 (図 4 中、緑線が正の領域を指す) は切欠き底表面から約 45 μm 程度と非常に狭く、これは供試材の平均結晶粒径にほぼ等しい。

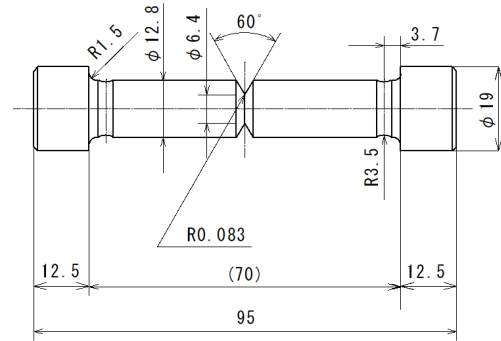


図 1 環状切欠き丸棒試験片 (応力集中係数 $K_t = 6.6$) の形状と寸法

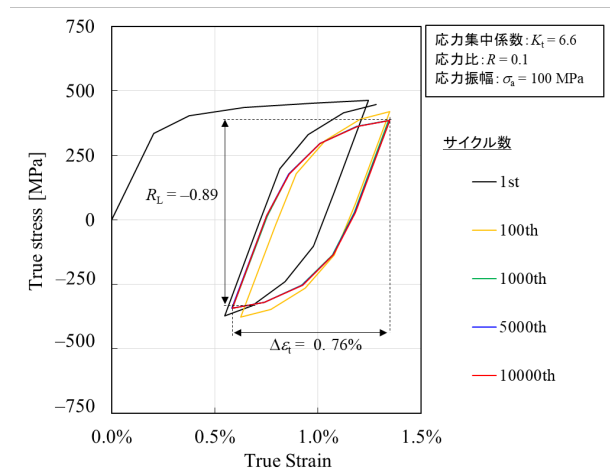
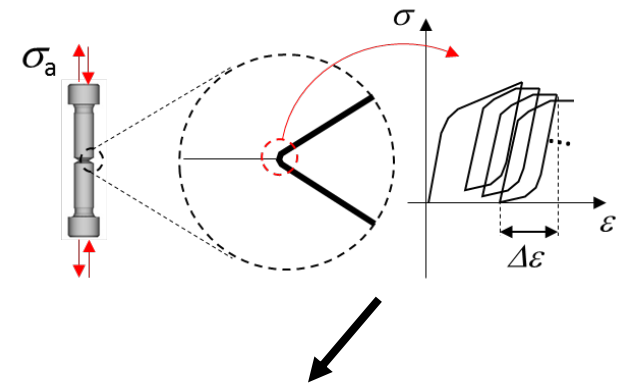


図 2 切欠き底の繰返し応力-ひずみ関係

3. SUS304 環状切欠き丸棒試験片の疲労限度の決定機構に関する考察

SUS304 環状切欠き丸棒試験片の疲労限度は、第 2 報で明らかにしたように、き裂の発生限界である。このように切欠き部近傍で応力とひずみが勾配を有する場合の疲労き裂の発生を定量評価するためには、切欠き底表面におけるひずみの値ではなく、切欠き底近傍 1~数結晶粒程度の領域におけるひずみ場もしくはひずみの平均値を考慮する必要がある⁷⁾と考えられる。

図 4 に SUS304 平滑丸棒試験片のひずみ制御疲労試験の全ひずみ範囲-寿命関係を示す。本研究で用いた供試材のデータは○印でプロットしている。これらは FEA の材料パラメータを決定するために実施した試験の結果⁶⁾である。参考に NRIM (National Research Institute for Metals, 現 NIMS) で取得されたデータ¹⁰⁾を×印でプロットしている。平滑丸棒試験片のひずみ制御疲労試験で取得された疲労限度での繰返しひずみ範囲 $\Delta\epsilon_{t,th}$ は 0.46%であった。一方、図 3 に示した疲労限度における切欠き断面の $\Delta\epsilon_i$ の分布から、供試材の平均結晶粒径にあたる 43 μm の範囲の全ひずみ範囲 $\Delta\epsilon_a$ の平均値 $\Delta\epsilon_{t,ave}$ を求めると 0.51%となった。

以上のように、環状切欠き丸棒試験片の一定荷重振幅疲労試験で得られた疲労限度での切欠き底近傍の繰返しひずみ範囲の一結晶粒範囲の平均値 $\Delta\epsilon_{t,ave}$ と、平滑丸棒試験片の一定ひずみ振幅疲労試験で取得された疲労限度での繰返しひずみ範囲 $\Delta\epsilon_{t,th}$ は概ね一致した。この結果は、1.3 に述べたように切欠き底近傍のひずみ分布を数値解析等で求め、平滑丸棒試験片の一定ひずみ振幅疲労試験の結果と比較すれば、切欠き部の疲労寿命を予測できることを示唆している。

4. 応力集中係数が異なる SUS304 環状切欠き丸棒試験片の疲労試験

4.1 目的

前節では、環状切欠き丸棒試験片と平滑丸棒試験片で取得されたそれぞれの疲労特性を同じ指標、すなわちひずみ範囲で整理する方法について検討した。次の段階として、応力集中係数が異なる試験片の場合でも同様の方法で整理できるかを確認するために、応力集中係数が異なる 2 種類の試験片を用いて疲労試験を行った。供試材はこれまで用いてきたものと同じ SUS304 の鋼板である。

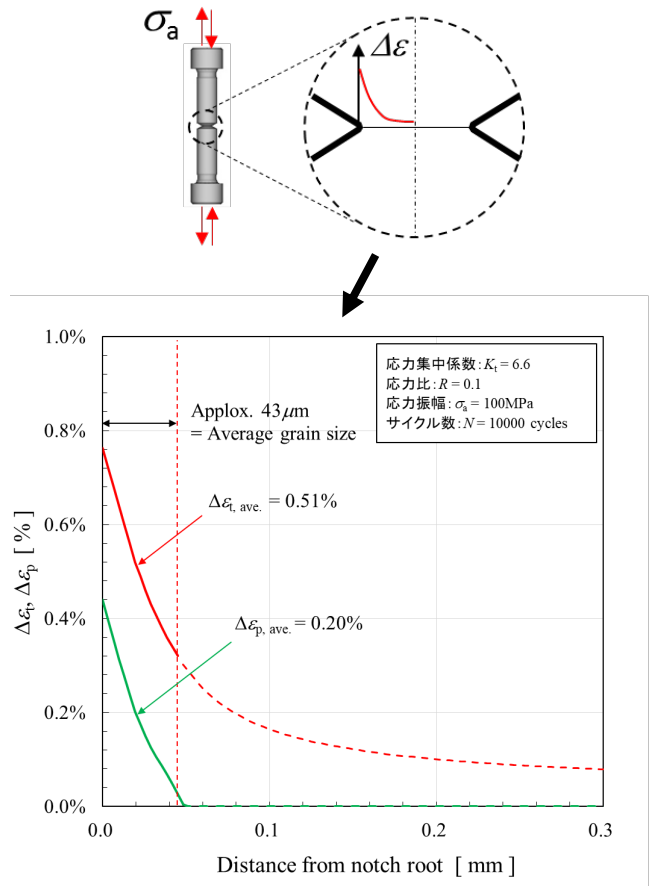


図 3 切欠き断面における $\Delta\epsilon_i$, $\Delta\epsilon_p$ の分布

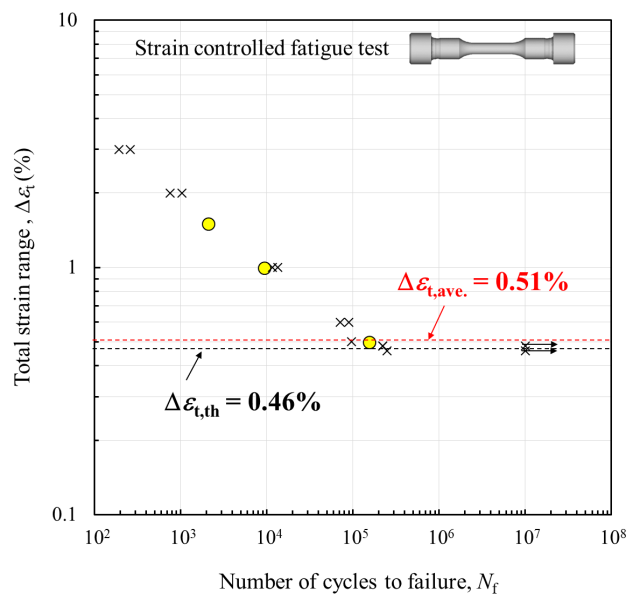


図 4 平滑丸棒試験片(SUS304)のひずみ制御疲労試験の結果

4.2 疲労試験方法

図 5 (a)に、応力集中係数 $K_t = 3$ の環状切欠き試験片の形状および寸法を示す。試験片は直径が 8 mm の丸棒の中央部に、深さ 0.5 mm の環状 V 字切欠きを有している。切欠き先端半径は 0.3 mm である。図 5 (b)に、応力集中係数 $K_t = 2$ の環状切欠き試験片の形状および寸法を示す。試験片は直径が 7.8 mm の丸棒の中央部に、深さ 0.9 mm の環状 U 字切欠きを有している。切欠き先端半径は 1 mm である。なお、上記の試験片の形状、寸法で応力集中係数が 3 および 2 になることは、理論式¹⁾および FEA で確認している。

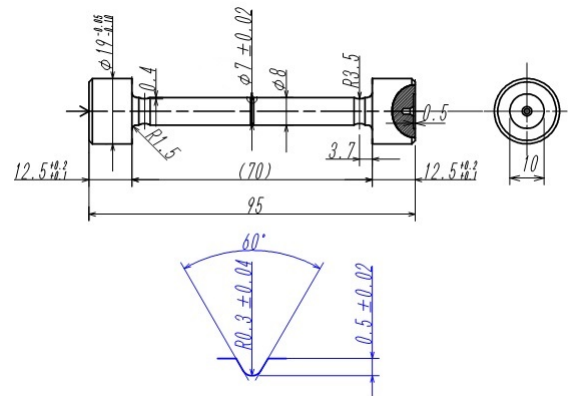
疲労試験には油圧サーボ引張圧縮疲労試験機((株)島津製作所製サーボパルサー-EHF-E 型)を用いた。試験周波数は $f = 1$ Hz, 応力比は $R = 0.1$, 応力振幅は $\sigma_a = 120\text{MPa} \sim 250\text{MPa}$ とした。試験雰囲気は大気、試験温度は室温である。

4.3 疲労試験結果

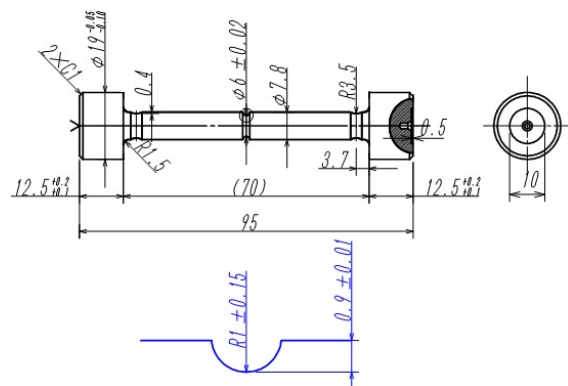
図 6 に、得られた疲労寿命特性を示す。 $K_t = 3$ の試験片の結果を▲印で、 $K_t = 2$ の試験片の結果を◆印でプロットしている。また、比較のために $K_t = 6.6$ の試験片の結果を○印でプロットしている。なお、 σ_a は荷重振幅を試験片の最小断面積で除して求めた公称応力振幅である。

有限寿命領域においては、応力集中係数が大きいほど疲労寿命は短くなった。一方、疲労限度については、応力集中係数の差はほとんど現れなかった。疲労限度近傍において 10^7 サイクル負荷後非破断の試験片の切欠き底を観察したところ、いずれの試験片でもき裂は見つからなかった。すなわち、得られた疲労限度はき裂の発生限界であると考えられる。

応力集中係数が異なる一方で疲労限度に差が表れなかった理由を理解するためには、FEA によって切欠き底近傍の応力やひずみ分布を推定し、3 種類の試験片について比較することや、切欠き底近傍の硬さや金属組織の状態を調査することが必要と考えられる。それらについては今後の検討課題とした。



(a) 応力集中係数 $K_t = 3$



(b) 応力集中係数 $K_t = 2$

図 5 環状切欠き丸棒試験片の形状と寸法

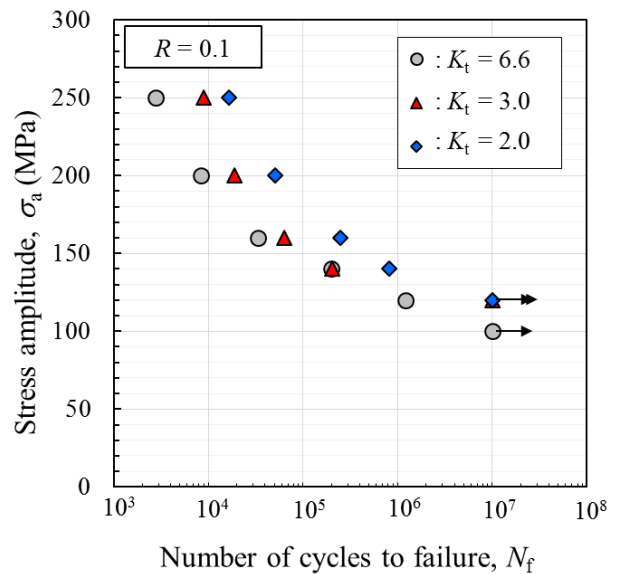


図 6 各種環状切欠き丸棒試験片(SUS304)の疲労寿命特性

5. おわりに

第 2 報で示した FEA の結果を用いて、SUS304 環状切欠き丸棒試験片の疲労限度と、平滑丸棒試験片の疲労限度との関係性を考察した。また、応力集中係数が異なる SUS304 環状切欠き丸棒試験片の疲労試験を行った。得られた知見を以下に示す。

- 1) 環状切欠き丸棒試験片の一定荷重振幅疲労試験で得られた疲労限度での切欠き底近傍の繰返しひずみ範囲の一結晶粒範囲の平均値 $\Delta\epsilon_{i,ave}$ と、平滑丸棒試験片の一定ひずみ振幅疲労試験で取得された疲労限度での繰返しひずみ範囲 $\Delta\epsilon_{i,th}$ は概ね一致した。この結果から、切欠き底近傍のひずみ分布を数値解析等で推定し、平滑丸棒試験片の一定ひずみ振幅疲労試験の結果と比較すれば、切欠き部の疲労寿命を予測できることが示唆された。
- 2) 有限寿命領域において、応力集中係数が大きいほど疲労寿命は短くなり、応力集中係数の差が顕著に現れた。一方、疲労限度については、応力集中係数の差はほとんど現れなかった。この現象を理解するためには、応力集中係数の異なる試験片について FEA によって切欠き底近傍の応力やひずみ分布を把握するとともに、疲労限度において $N = 10^7$ で非破断の試験片の切欠き底近傍の硬さや金属組織の状態を調査することが必要と考えられる。それらは今後の課題である。

参考文献

- 1) 山辺純一郎, 松永久生, 松岡三郎. 安全性と経済性を考慮した高圧水素部材の強度設計法. 溶接学会誌 2016; 85(4): 16-20.
- 2) San Marchi C, Somerday BP, Nibur KA. Development of methods for evaluating hydrogen compatibility and suitability. International Journal of Hydrogen Energy 2014; 39: 20434-20439.
- 3) ASTM. G142-98 (Reapproved 2011) Standard test method for determination of susceptibility of metals to embrittlement in hydrogen containing environments at high pressure, high temperature, or both. West Conshohocken, PA: ASTM international 2011.
- 4) ANSI/CSA, CHMC 1-2014. Test method for evaluating material compatibility in compressed hydrogen applications – phase 1 – metals. Mississauga, ON: Canadian Standards Application 2014.
- 5) 永石尚昭, 円城寺隆志, 松永久生. 水素環境下における金属材料の疲労強度特性と破壊メカニズムに関する研究 第 1 報. 佐賀県工業技術センター研究報告書 2017;25:1-5
- 6) 永石尚昭, 松永久生. 水素環境下における金属材料の疲労強度特性と破壊メカニズムに関する研究 第 2 報. 佐賀県工業技術センター研究報告書 2018;26:1-8
- 7) (社)日本材料学会. 疲労設計便覧. 養賢堂 1995.
- 8) Neuber H. Journal of Applied Mechanics 1961;28(4):544.
- 9) (社)日本材料学会 疲労部門委員会. 初心者のための疲労設計法. 2007
- 10) NIMS. Data sheets on fatigue properties for weld and base metals of SUS304-HP (18Cr-8Ni) hot rolled stainless steel plate. NRIM Fatigue Data Sheet No. 65 1990.
- 11) Noda N, Nishitani H, Takase Y, Shinozaki M. Convenient stress concentration formula useful for any shape of notch in a round test specimen (Tension of round bar having an extremely sharp v-shaped notch and an extremely blunt circular-arc Notch). Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers A 1997; 63: 1926-1931.