

Regular Article

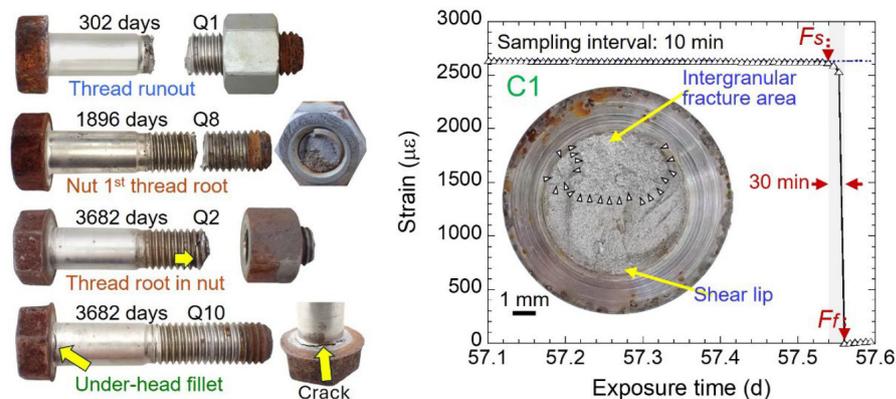
Delayed Fracture Mechanism of 1700 MPa-Class Quenched and Tempered Bolt under Atmospheric Corrosion Environment

Yuuji KIMURA^{1)*}  and Tadanobu INOUE¹⁾ 

1) Research Center for Structural Materials, National Institute for Materials Science

Abstract: Overcoming delayed fracture under atmospheric corrosion environment is a critical challenge for the practical application of ultra-high-strength bolts. This study investigated the delayed fracture behavior of 1700 MPa-class quenched and tempered bolts fabricated from a 0.4%C-2%Si-1%Cr-1%Mo steel (mass%) by means of outdoor exposure tests, accelerated tests and thermal desorption spectrometry. In a 10-year outdoor exposure test, the delayed fracture behavior of the ultra-high-strength bolts was categorized into two types: rupture at the thread runout and the first thread root in nut, and fracture at the thread root in nut and the under-head fillet. Outdoor exposure tests using notched bolts could reproduce the delayed fracture at the thread runout. By measuring the stain change for the shank of notched bolt during the outdoor exposure test, we successfully observed the delayed fracture process: the initiation of intergranular fracture along the boundaries of prior-austenite grains, followed by unstable fracture, and culminating in the formation of a shear lip. The delayed fracture of the bolts was attributed to hydrogen embrittlement. Slow-strain-rate testing for hydrogen-pre-charged notched specimens showed a linear relationship between the fraction of intergranular fracture (IGF) area and the peak value of the maximum principal stress σ_{max}^* at the notch root. The delayed fracture mechanism of the ultra-high-strength bolts was discussed based on the σ_{max}^* and the IGF area fraction at the fracture locations.

Keywords: low-alloy steel; ultra-high-strength bolt; outdoor exposure test; delayed fracture; hydrogen embrittlement.



Received October 17, 2025; Accepted November 27, 2025; Advance online published December 5, 2025; Published February 1, 2026

* Corresponding author. E-mail: Kimura.Yuuji@nims.go.jp, Address: National Institute for Materials Science, 1-2-1 Sengen Tsukuba Ibaraki 305-0047



© 2026 The Iron and Steel Institute of Japan. This is an open access article under the terms of the Creative Commons Attribution-NonCommercial-NoDerivatives license (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

大気腐食環境下における 1700 MPa級調質ボルトの遅れ破壊機構

木村 勇次¹⁾  * · 井上 忠信¹⁾ 

Delayed Fracture Mechanism of 1700 MPa-Class Quenched and Tempered Bolt under Atmospheric Corrosion Environment

Yuuji KIMURA and Tadanobu INOUE

1. 緒言

ボルトの高強度化はボルトの必要本数やサイズを減らせ、接合部のコンパクト化・軽量化につながる。これより、施工省力化、構造物全体の高性能化などのメリットが期待できる。例えば自動車分野では2018年に塑性域締結用1600 MPa級調質ボルトが実用化され、燃費と出力を両立させた可変圧縮比エンジンの実現に貢献した¹⁾。

ボルトの高強度化を阻害している最大要因は遅れ破壊である。摩擦接合用高力六角ボルトの規格 (JIS B 1186) が制定された1964年には高力ボルトの強度レベルはF13T (引張強さ $\sigma_B \geq 1300$ MPa) までであった^{2,3)}。ところが遅れ破壊のため、1967年にF13Tは規格から外れ、1981年にはF11T ($\sigma_B = 1100 \sim 1300$ MPa) の高力ボルトの製造が中止になった。1996年に1400 MPa級超高力ボルト⁴⁾が実用化されるまで、高力ボルトの強度レベルはF10T ($\sigma_B = 1000 \sim 1200$ MPa) までに限定されていた。F11Tの高力ボルトが使用されている既設橋梁では遅れ破壊が点検補修での課題となっている。大気腐食環境でのボルトの遅れ破壊は、腐食反応で発生した水素がボルト内部に侵入、ねじ谷などの応力集中部へ拡散集積して生じる水素脆化によると考えられている。

ボルト開発には実環境での耐遅れ破壊特性を保証できる標準的評価法の開発も不可欠であり、JIS原案法⁵⁾など様々な遅れ破壊評価法⁶⁻⁸⁾が提案されてきた。2010年には、応力集中部の最大応力点近傍での局所限界水素濃度 H_C^* と局所侵入水素濃度 H_E^* を指標とする H_C^*/H_E^* 法が(一社)日本鋼構造協会より提案された⁹⁾。2014年には、 H_C^* と H_E^* を確率統計的手法で評価¹⁰⁾して「 $H_C^* \leq H_E^*$ で遅れ破壊発生」と判定する遅れ破壊評価法ガイドラインが提示された¹¹⁾。 H_C^*/H_E^* 法は、現状で最も合理的かつ最適なボルトの遅れ破壊評価法と言えるが、その信頼性向上には、様々なボルトで追試が行われ、精査される必要がある。

Kimuraら¹²⁻¹⁴⁾は、2000 MPa級超高強度ボルトの実現を

目指した研究開発の一環として、試作した超高強度ボルトの遅れ破壊挙動を(一財)日本ウエザリングテストセンター (JWTC) 宮古島試験場での暴露試験で調査してきた。0.4%C-2%Si-1%Cr-1%Mo鋼 (mass%) から作製した1700 MPa級調質ボルト (ねじの呼びM12) では、 $H_C^* \leq H_E^*$ となる1050 MPaの負荷応力 σ_a での暴露試験により遅れ破壊発生が確認できた^{12,13)}。また、0.5%C-2%Si-1%Cr-1%Mo鋼について、ボルト形状を開発した1700 MPa級調質ボルト (ねじの呼びM22) では、遅れ破壊抵抗へのねじ形状の改善効果が $H_C^* \leq H_E^*$ 法で検証できた¹⁴⁾。

以上のように大気腐食環境での高強度ボルトの遅れ破壊に関する理解や評価法の開発は進んでいるものの、その発生機構を含め未だ不明確な点も多い。その理由の一つは、ボルトの遅れ破壊が数月から数年後に突然発生する^{2,3,9,12-16)}ため、き裂発生から最終的な破壊に至る過程を直接観察することが難しい点である。本研究では、0.4%C-2%Si-1%Cr-1%Mo鋼^{12,13,17)}について、前述した1700 MPa級調質ボルトのJWTC 宮古島試験場での暴露試験^{12,13)}を10年間実施して遅れ破壊挙動を整理した。ついで、つくば市の(国研)物質・材料研究機構 (NIMS) 構内で、軸部に切欠を有するボルト (切欠ボルト) を用いた暴露試験で遅れ破壊の再現を試みた。回収したボルトで水素吸蔵量や破面形態を調査するとともに、切欠ボルト軸部の歪の変化から遅れ破壊過程を観察した。さらに水素脆化促進試験の結果も踏まえ、大気腐食環境での1700 MPa級調質ボルトの遅れ破壊機構を包括的に考察した。

2. 実験方法

2.1 供試材

Table 1は0.4%C-2%Si-1%Cr-1%Mo鋼の化学成分を示す。既報¹²⁾のように、首下長さ60 mmのM12六角ボルトは、温度テンプレフォーム (TF) で鍛造成形したボルトを950°Cで

Table 1. Chemical compositions of 0.4%C-2%Si-1%Cr-1%Mo steels (mass%).

Lot.	C	Si	Cr	Mn	Mo	P	S	Al	T-N	O
1	0.39	1.98	1.00	0.20	0.99	<0.001	<0.001	0.020	0.0012	0.0009
2	0.43	2.04	1.05	0.21	1.02	0.002	0.001	0.019	0.001	0.0008

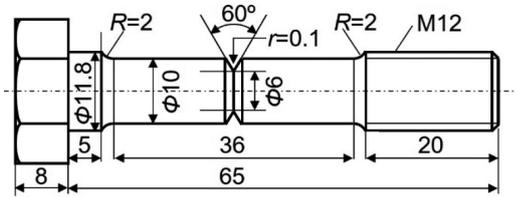


Fig. 1. Shape and dimension (mm) of M12 notched bolt.

Table 2. Tensile properties of M12 bolts (F1, 2) and QT sample (M2), that were quenched and tempered at 500°C: 0.2% proof stress $\sigma_{0.2}$, tensile strength σ_B , total elongation (EL), and reduction in area (RA).

Lot.	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_B (MPa)	EL (%)	RA (%)
F1	1550	1679	—	—
F2	1526	1699	—	—
M2	1506	1764	9.4	30

0.5 h オーステナイト化後油焼入れし、500°Cで1.5 h 焼戻しして作製した。45本のボルトのうち、腐食と遅れ破壊の関係を明確にするために、15本に防錆性に優れたジオメット処理、15本に電気亜鉛めっき処理を施した。ナット（高さ14 mm、硬さ480 HV）は、0.5%C-2%Si-1%Cr-1%Mo鋼材から作製し、ジオメット処理を施した。Fig. 1は、切欠きの応力集中係数が4.9のM12切欠ボルトの形状・寸法を示す。切欠ボルトはロット2の鋼のTF材を用いて、頭部の温間圧造後に調質処理して作製した。焼戻時間は1 hで、軸部とねじ部は切削加工で作製した。TF材を990°Cで10 min焼ならし後に切欠ボルトと同じ条件で調質処理した材料（QT材）も用意した。Table 2は、ボルトとQT材の引張特性を示す。ボルトの引張特性¹²⁾はくさび引張試験（くさび角度4°）で評価し、0.2%耐力 $\sigma_{0.2}$ と σ_B は荷重をねじ部の有効断面積84.3 mm²で除して求めた。

2・2 水素脆化促進試験および水素分析

水素脆化感受性は、クロスヘッド速度1 mm min⁻¹の通常歪速度試験（Conventional-Strain-Rate-Test: CSRT）⁷⁾とクロスヘッド速度0.005 mm min⁻¹の低歪速度試験（Slow-Strain-Rate-Test: SSRT）^{12,18)}で評価した。水素の陰極チャージは0.1 N NaOHまたは3%NaCl + 0.3%NH₄SCN水溶液中で、電流密度0.1~16 A m⁻²、チャージ時間72~168 hで行った。SSRTでは試験片にCdめっきして試験中の水素放出を抑制した^{12,18)}。試験片は水素分析まで液体窒素中で保管した。

水素量は四重極質量分析計を用いた昇温脱離分析で測定した。100°C h⁻¹の加熱速度で室温から300°Cまでに放出さ

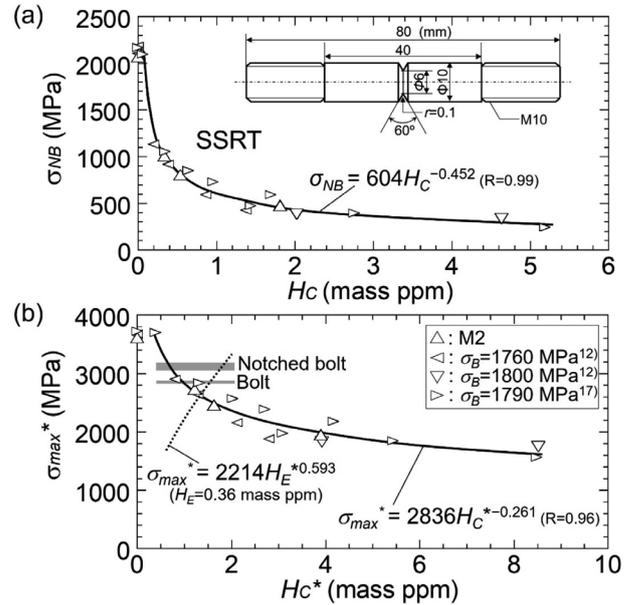


Fig. 2. (a) Notch tensile strength σ_{NB} vs critical diffusible hydrogen content for hydrogen embrittlement H_c in slow-strain-rate test (SSRT) with a crosshead speed of 0.005 mm min⁻¹ for hydrogen pre-charged notched specimens. (b) Peak value of maximum principal stress σ_{max}^* as a function of peak value of locally accumulated diffusible hydrogen concentration for hydrogen embrittlement H_c^* . The maximum content of diffusible hydrogen intruded from atmospheric corrosion environment H_E was measured to be 0.36 mass ppm by immersion test at pH2 and 30°C¹²⁾. Peak value of locally accumulated diffusible hydrogen concentration from atmospheric corrosion environment H_E^* was calculated using the H_E value. The respective σ_{max}^* values at the applied stress σ_a for the bolts (F1) and the notched bolts (F2) are also shown in (b).

れた水素量を拡散性水素量 H_D と定義した。

Fig. 2(a)は、応力集中係数4.9の切欠試験片のSSRTで得られた切欠引張強さ σ_{NB} と限界拡散性水素量 H_c の関係を示す。 σ_{NB} は最大引張荷重を切欠部の初期最小断面積で除して求めた。 H_c^* は H_c から次式で推定した^{9-12,18-20)}。

$$H_c^* = H_c \exp(-\Delta\sigma_h \Delta V_H / (RT)) \dots\dots\dots (1)$$

$\Delta\sigma_h$ は切欠底近傍の最大の静水圧応力 σ_m^* と切欠きから十分離れた箇所の一様静水圧応力 σ_p の差、 ΔV_H は水素の鉄結晶格子中の部分モル体積変化(= 2×10^{-6} m³ mol⁻¹)、 R は気体定数(= 8.31 J K⁻¹ mol⁻¹)、 T は試験温度(= 300 K)である。切欠底近傍の最大主応力のピーク値 σ_{max}^* と σ_m^* は、平滑引張試験片の σ_B と σ_{NB} から式(2)と(3)で算出した^{9-12,19,20)}。

$$(\sigma_{max}^*/\sigma_B)_{r=0.1mm} = 0.604 + 2.085(\sigma_{NB}/\sigma_B) - 0.713(\sigma_{NB}/\sigma_B)^2 \quad (2)$$

$$(\sigma_m^*/\sigma_B)_{r=0.1mm} = 0.116 + 1.866(\sigma_{NB}/\sigma_B) - 0.619(\sigma_{NB}/\sigma_B)^2 \quad (3)$$

一方、 H_E^* は環境からの最大侵入水素量 H_E から式(4)で推定した^{9-12,19,20)}。

$$H_E^* = H_E \exp(\sigma_m^* \Delta V_H / (RT)) \quad (4)$$

Fig. 2(b)にはFig. 2(a)のデータから算出された σ_{max}^* と H_C^* の関係を示す。 H_E が0.36 mass ppmでの σ_{max}^* と H_E^* の関係も破線で示す。 H_E は30°CでpH2の0.5 mol L⁻¹ NaCl + 0.01 mol L⁻¹ HCl溶液を用いた浸漬試験¹⁰⁻¹²⁾で求めた。

2・3 大気暴露試験

JWTC宮古島暴露試験場(北緯24° 44', 東経125° 19')での暴露試験^{12,13)}は、ボルトF1を用いて、2013年5月21日から2023年6月20日までの3682日間実施した。ボルトは、電気亜鉛めっき処理した厚さ40 mmのS50C鋼板にトルク法で締付けた。孔径は13 mmとした。目標締付力は89 kN(ねじ部での $\sigma_a = 1050$ MPa, $H_C^*/H_E^* = 0.7$)とした。暴露試験は、南面で板の傾きが20°の条件で頭部を上側にして行った。ボルトの破断有無は、毎日午前9時頃と午後4時半頃、2021年7月中旬以降は午前9時頃に確認した。3682日間の暴露試験後、ボルト締付体はボルトの飛散防止措置をしてNIMSへ輸送した。ボルトはサンドブラストで頭部とねじ先端部の錆びを除去して浸透防錆潤滑剤を噴き付けた後に取外した。ボルト締付体の回収からボルト取外しまでは3日を要し、表面未処理ボルトは取外し後直ちに液体窒素中で保管した。

NIMS屋外腐食試験場(北緯36° 04', 東経140° 07')での切欠ボルトの暴露試験は、頭部を下側にして2022年3月23日~12月19日の271日間(第1期)と2023年3月27日~8月31日の157日間(第2期)で実施した。目標締付力は37 kN(切欠部での $\sigma_a = 1300$ MPa, $H_C^*/H_E^* = 0.4$)とした。切欠ボルト、市販のナット(SCM435H, 高さ12 mm, 硬さ310 HV)と座金(S45C, 厚さ3 mm, 硬さ400 HV)のセットは外径26 mm, 内径14 mm, 厚さ44 mmの中空材(SCM440, 硬さ300 HV)にナット回転法で締付けた。ねじ部に乾性潤滑材を噴き付け、20 Nmのトルクでボルトを1次締め後にマーキングした。マーキングの位置を0°とし、ナットの回転角度40°を目標として本締めした。式(5)と(6)は、軸力 F と歪 ε の関係(Fig. S1(a)(Fig. SはSupporting informationを参照))と、 ε とナット回転角度 θ の関係(Fig. S1(b))を表す。

$$F(\text{kN}) = 3.12 + 0.0144\varepsilon(\mu\varepsilon) \quad (5)$$

$$\varepsilon(\mu\varepsilon) = 500 + 46.5\theta(^{\circ}) \quad (6)$$

歪ゲージ(2枚1ゲージ法3線式結線法)は頭部にあけた直径1.1 mmの孔を通して首下から15 mmの軸部に装着した。歪ゲージの装着後に頭部の孔は充填剤で埋めた。

第1期では20組のボルトセットを締付し、 σ_a の平均値は1290 MPa(標準偏差70 MPa)であった。第2期では12組のボルトセットで σ_a の平均値は1320 MPa(標準偏差40 MPa)であった。なお、第2期の切欠ボルト6本には、切欠を含む軸部に有機ジンクリッチペイントを噴き付けた後に防水テープを巻きつけて防錆した。第2期では歪ゲージを付けた切欠ボルトセット締付体(σ_a の平均値1440 MPa, 標準偏差60 MPa)4組の暴露試験も行った。

3. 実験結果

3・1 遅れ破壊挙動

Fig. 3は、遅れ破壊した未表面処理ボルトの外観である(他のボルトはFig. S2を参照されたい)。破断位置は、不完全ねじ部, ナット内第1ねじ谷, ナット内ねじ谷, ならびに首下R部に大別できる。頭部やねじ先端部と比べると準密閉環境にあった軸部と遊びねじ部では局所的に発錆が認められるものの腐食の程度は3682日後も軽微である。ナット内ねじ谷で遅れ破壊していたボルトでは複数個所でき裂が発生していた(Fig. 3(c))。Figs. 4, 5に遅れ破壊状況をまとめる。Fig. 5中のNAはボルト締付から暴露開始までの28日間で破壊したボルトを示し、電気亜鉛めっき処理(E)で12本、未表面処理(Q)で3本のボルトが首下R部で破壊した(Fig. S2(c))。この早期破壊はボルト製造工程で侵

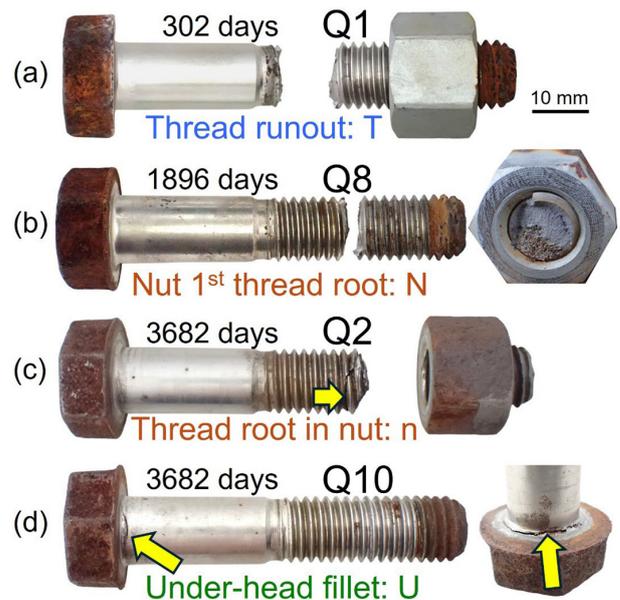


Fig. 3. Appearances of non-surface-treated M12 bolts (F1_Q) failed at (a) thread runout, (b) nut 1st thread root, (c) thread root in nut, and (d) under-head fillet during outdoor exposure test in Miyakojima, Okinawa. Arrows in (c, d) indicate cracks. (Online version in color.)

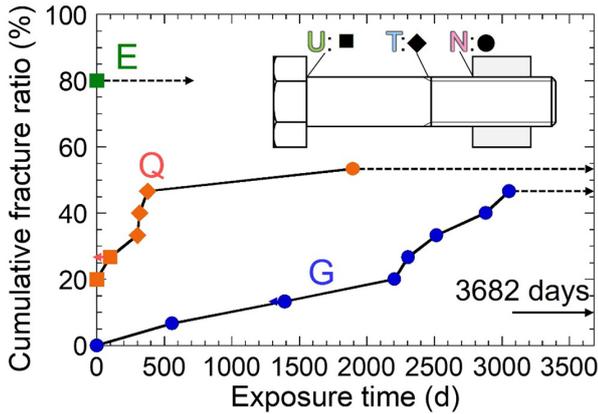


Fig. 4. Cumulative fracture ratio as a function of exposure time for the bolts (F1) with geomet coating (G), electroplating (E), and non-surface-treatment (Q). U, T, and N denote the fracture locations in Fig. 3. The bolts with unknown fracture dates are indicated by left-pointing arrows. (Online version in color.)

G1 ←1391 N	G2 ←3682 n	G3 ←3682 N	G4 ←3682 n	G5 555 N
G6	G7 2304 N	G8 ←3682 N	G9 ←3682 n	G10 2204 N
G11 ←3682 n	G12 3053 N	G13 ←3682 n	G14 2878 N	G15 2515 N
E1 ←3682 N	E2 NA U	E3 NA U	E4 NA U	E5 NA U
E6 NA U	E7 NA U	E8 NA U	E9 NA U	E10 NA U
E11 NA U	E12 NA U	E13 ←3682 N	E14 ←3682 N	E15 NA U
Q1 302 T	Q2 ←3682 n	Q3	Q4	Q5 NA U
Q6 ←3682 n	Q7	Q8 1896 N	Q9 NA U	Q10 ←3682 U
Q11 ←3682 n	Q12 317 T	Q13 NA U	Q14 ←97 U	Q15 377 T

U: Under-head fillet, T: Thread runout, N: Nut 1st thread root, n: Thread root in nut

Fig. 5. Summary of delayed fracture of the bolts (F1) with the exposure test in Miyakojima, Okinawa. The bolts with geomet coating (G1–15), electroplating (E1–15), and non-surface-treatment (Q1–15) were fastened in two steel plates, and exposed from May 21, 2013, to Jun. 20, 2023 (3682 days). The bolts failed before the exposure test are denoted by NA. The bolts with unknown fracture dates are indicated by left-pointing arrows. (Online version in color.)

入した水素による脆化が要因と推察された¹²⁾。暴露開始から97日後に未表面処理ボルトの首下R部で最初の破断が確認されたが、軸部も全面腐食 (Fig. S2(a)) しており早期破壊していた可能性が高い。302~377日に不完全ねじ部で3本、1896日にナット内第1ねじ谷で1本の未表面処理ボルトが破断した。ジオメット処理 (G) では、555~3053日で7本のボルトがナット内第1ねじ谷で破断した。3685日後のボルト取外しでは、ナット内ねじ谷で3本、首下R部で1本の未表面処理ボルトが破壊していた (Fig. S2(a))。ジオメット処理ではナット内第1ねじ谷で2本、ナット内ねじ谷で5本のボルトの破壊が確認された (Fig. S2(b))。3本の電気亜鉛めっき処理ボルトは、ナット内第1ねじ谷で破壊していた (Fig. S2(c))。このように、10年間の暴露試験ではナット内第1ねじ谷と不完全ねじ部での破断頻度が高かった。このことは既往の1300~1500 MPa級高力ボルト^{2,3,9)}や0.5%C-2%Si-1%Cr-1%Mo鋼の1700 MPa級超高力ボルト¹⁴⁾の暴露試験結果ともおおよそ一致する。

Fig. 6は暴露した切欠ボルトの外観を示す。切欠ボルトでも軸部に局所的な腐食が認められるものの腐食は軽微である。Fig. 3のボルトと比べると、暴露期間が短かく、腐食環境もマイルドであったため頭部やねじ先端部の腐食度合いは小さい。腐食速度を支配する主要環境因子の気温、相対湿度および飛来塩分量の2002~2012年間の平均²¹⁾は、JWTC宮古島試験場で24.0°C、78%、48.7 mg NaCl m² d⁻¹、NIMS屋外腐食試験場では15.0°C、73%、2.4 mg NaCl m² d⁻¹である。また、Fig. 6(b)に示すように取外し直後に軸部に水滴が付着していた未破断ボルトが1期では4本、2期では

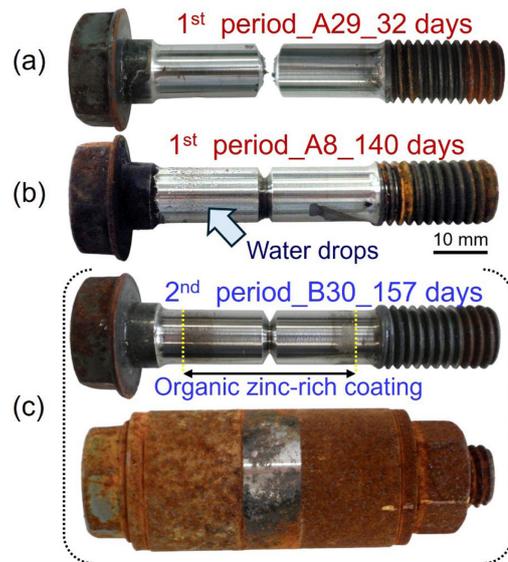


Fig. 6. Appearances of the notched bolts (F2) with outdoor exposure test in Tsukuba, Ibaraki: (a, b) 1st period from Mar. 23, 2022, to Dec. 19 (271 days), and (c) 2nd period from Mar. 27, 2023, to Aug. 31 (157 days). In 2nd period, six bolts were coated with organic zinc-rich paint to suppress hydrogen intrusion from the surfaces of the shank with a notch. (Online version in color.)

5本あった。なお、Fig. 6(b)のボルトのは降雨から6日後に回収した。鉄道橋で使用されたF11T, F13Tのボルトも遅れ破壊が発生した継手から抜き取りとしばしば軸部が湿潤状態になっていたと報告されている³⁾。Fig. 7は、切欠ボルトの遅れ破壊発生状況を示す。参考としてNIMSから約2 km離れた気象庁気象研究所での日降水量²²⁾も示す。1期と2期の暴露試験で破断から4~24 h以内に回収された11本のボルトのうち10本が破断前までの3日以内で雨に曝され、その日降水量は2~46 mmであった。よって、遅れ破壊発生への雨水の影響が示唆された。1期では、15日目から遅れ破壊が開始し、その後の71日間で累積破断本数は9本と急激に増加した (Fig. 7(a))。271日後の回収では、切欠部で2本、首下R部で1本のボルトが破壊していた。未破断の切欠ボルトの本数は25, 27, 140と203日に回収した4本と271日後に回収した2本の合計6本であった。すなわち、271日間で累積破断率は70~90%となる。切欠ボルトで遅れ破壊が顕著な時期は、Fig. 4の未表面処理ボルトの不完全ねじ部よりも約300日早く、その期間での累積破断率も高くなった。この要因には、1) 切欠ボルトで H_c^*/H_E^* を小さくしたこと、2) 腐食環境はマイルドであったが軸力はFig. 4のボルトの約40%と切欠ボルトの方で隙間から水が浸透しやすかったことが挙げられる。応力集中係数4.9は不完全ねじ部の応力状態を模擬しており、本暴露試験では

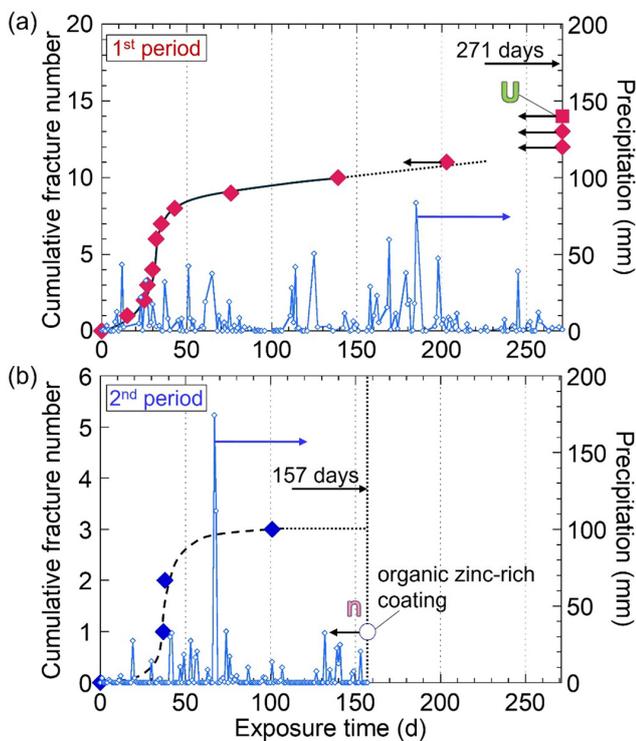


Fig. 7. Cumulative fracture number of the notched bolts (F2) as a function of exposure time. Daily precipitation in Tsukuba²²⁾ is shown for reference. U, and n denote the fracture locations in Fig. 3. The bolts with unknown fracture dates are indicated by left-pointing arrows. (Online version in color.)

未表面処理ボルトの不完全ねじ部での遅れ破壊を促進する方向で再現できた。この結果は、2期暴露試験でも再現できた (Fig. 7(b))。さらに、有機ジンクペイントによる防錆で切欠部での遅れ破壊が防止できた。なお、防錆した切欠ボルト6本のうち1本 (切欠ボルト B20) はナット内ねじ谷で破壊していた。

3・2 水素吸蔵挙動

Fig. 8は、水素放出曲線の代表例を示す。なお、未破断ボルトはCSRTで破断させて損傷状態を確認した後にFig. 9で示す位置で切断した。ボルトのCSRTでの破断位置はナット内第1ねじ谷であった。ボルトの錆は昇温脱離分析前にサンドブラストで除去した。暴露したボルトでは140~200°Cと400°C付近で水素放出ピークが現れる。これと同様の水素放出曲線は塑性域締付けして9年間暴露したF11Tボルト (ねじの呼びM22) でも観察された²³⁾。なお、400°C付近の水素放出ピークは、暴露前の切欠ボルトのねじ部先端 (位置7) でも観察され、非拡散性水素に対応すると考える。一方、140~200°C付近の水素放出は水素陰極チャージ材や浸漬材でも認められ、水素脆化に寄与する拡散性水素に対応する。前述の塑性域締付けしたF11Tボルトでは、全断面で塑性変形した遊びねじ部 (Fig. 9(a)では位置4) で H_D が最も多かった²³⁾。一方、Fig. 9(a)で示すように弾性域締付けした本ボルトでも、位置1と2の軸部 ($H_D \approx 0.02$ mass ppm) よりも不完全ねじ部を含む位置3と4の遊びねじ部 ($H_D \approx 0.03$ mass ppm) で H_D がわずかに多い傾向にあった。ただし外部環境に曝されていた未破断ボルト (Q3, 4, 7) のねじ先端部 (位置7) で H_D は最も多く、同様に曝さ

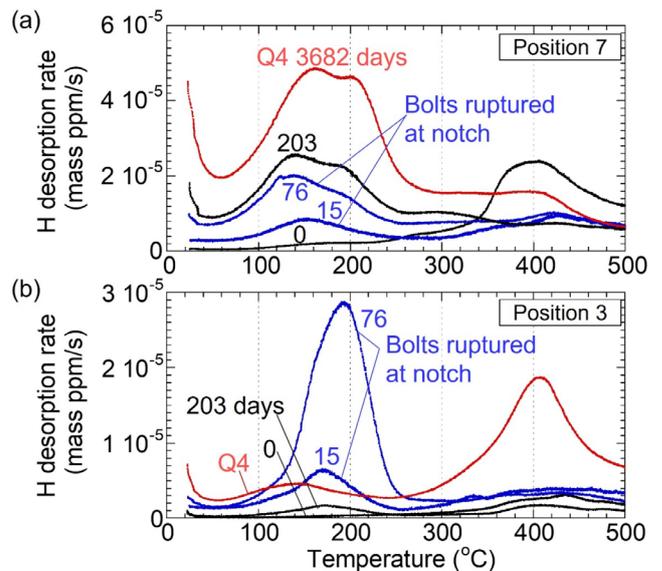


Fig. 8. Variation in hydrogen desorption rate during thermal desorption spectrometry analysis with a heating rate of 100°C h^{-1} for the notched bolts (F2) exposed in 1st period: (a) position 7 and (b) position 3 in Fig. 9. Data for the non-surface-treated bolt (F1_Q4) in Fig. 5 are also shown. (Online version in color.)

れた頭部 (位置0) の H_D (≈ 0.03 mass ppm) よりも格段に多い。3682日後に回収した未表面処理ボルト7本のうち、6本のねじ先端部の H_D の平均値は0.49 mass ppm (最小値0.31 mass ppm, 最大値0.56 mass ppm)であった。さらに残り1本のボルトQ2 (Fig. 3(c)) について、サンドブラストで錆を除去後にねじ先端部を切断して室温で72 h放置した後の H_D は0.40 massであった。これに対して、長さ15 mm, 幅5 mm, 厚さ1 mmの板材に0.1 N NaOH水溶液中で電流密度 10 A m^{-2} , 48 hの陰極チャージを施すと H_D は1.0 mass ppmまで増加し、さらに室温で放置すると24 h後には0.27 mass ppm, そして72 h後には0 mass ppmまで減少した¹⁷⁾。すなわち、長期間の暴露試験を通して内部に吸蔵された水素は室温では放出されにくい状態となっている。沖縄本島よりも宮古島の方で飛来塩分量が多く腐食環境が厳しい²⁴⁾ことを考慮すると、未表面処理ボルトのねじ先端部の H_D が沖縄本島の腐食環境を模擬した浸漬試験¹⁰⁾で測定された H_E ($= 0.36$ mass ppm)¹²⁾よりも高い傾向を示すのは妥当である。暴露試験中に水素は最も濃度が高い表面から繰り返して侵入、内部へ拡散・吸蔵されたと考える。ボルトの回収から取外しまでの3日間では表面水素濃度の低下に伴って水素の一部は放出された可能性はある。よって、暴露試験中のボルトの H_E は0.31~0.56 mass ppm以上と推定される。これと同様な吸蔵水素量分布は203と271日に回収した未破断の切欠ボルトでも観察された (Fig. 9(b))。遅れ破壊した切欠ボルトでは、15と76日に回収したボルトのように H_D が切欠部で高いものもあったが、その最大値はねじ先端部であった。Fig. 10に切欠部 (位置3) とねじ先端部

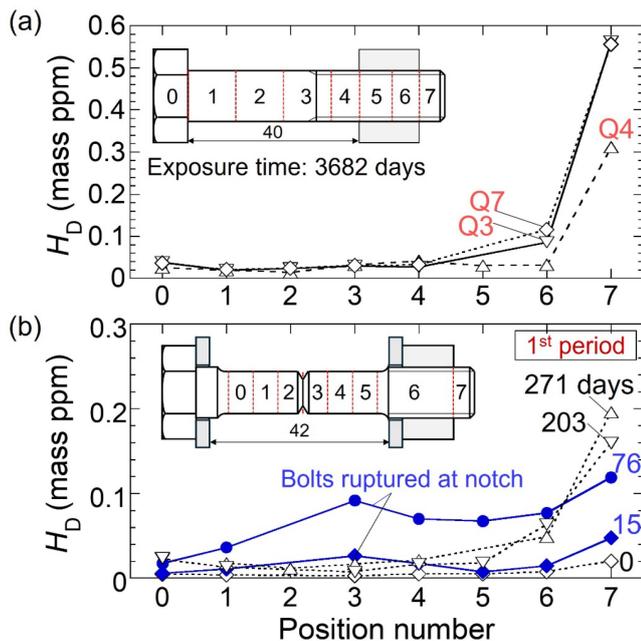


Fig. 9. Relation between diffusible hydrogen content H_D and sampling position: (a) the non-surface-treated bolts (F1_Q) in Fig. 5, and (b) the notched bolts (F2) in 1st period. (Online version in color.)

(位置7) の H_D を暴露時間の関数として示す。ねじ先端部の H_D は遅れ破壊発生の有無によらず100日までに急激に増加し、それ以上では0.1~0.4 mass ppmで横ばいとなる。直径7 mm, 長さ20 mmの丸棒を用いた浸漬試験による H_D の飽和時間が15日である¹²⁾ことも考慮すると、ねじ先端部内の H_D 分布は100日以上暴露試験でほぼ均一と見なせる。一方、切欠部では破断から4~24 h以内に回収されたボルトの H_D は0.02~0.09 mass ppmと、図中の H_C よりも低いが未破断ボルトの H_D (≤ 0.02 mass ppm) よりも高くなっている。Liら²⁵⁾は、0.6%C-2%Si-1%Cr-1%Mo鋼の1700 MPa級調質材から切出した切欠試験片 (Fig. 2(a)) を大気暴露した後にSSRTを行い、 H_D が多いほど σ_{NB} が低下することを示している。前述のように切欠部の腐食は軽微で、孔食が認められなかったことも考慮すると、遅れ破壊は水素侵入に伴って生じたと結論するのが妥当である。2期で軸部を防錆したボルトの暴露試験結果は、遅れ破壊発生に寄与した水素がねじ先端部からではなく切欠部表面から主に侵入したことを裏付けている。さらに H_C よりも H_E が少ない条件での遅れ破壊発生は既往のM22高力ボルトの暴露試験でも確認されている⁹⁾。この点に関して、Omura²⁶⁾は暴露したM22ボルトの表面水素濃度は平均水素濃度よりも高いことを指摘している。すなわち、遅れ破壊は応力集中部での

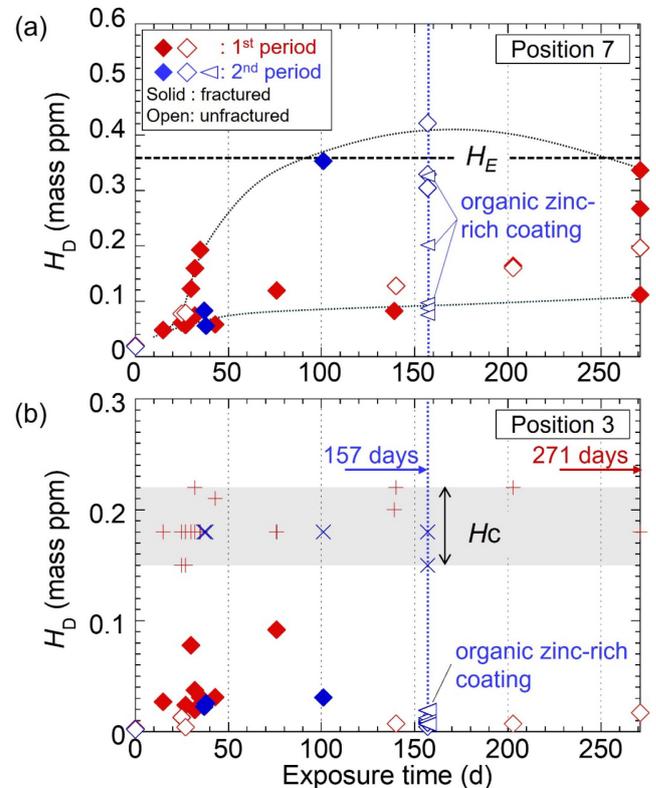


Fig. 10. Change in H_D as a function of exposure time for the notched bolt (F2): (a) position 7, and (b) position 3 in Fig. 9. The H_E value in Fig. 2b is presented in (a). The H_C values in (b) were calculated from the power law relationship between σ_{NB} and H_C in Fig. 2a. (Online version in color.)

局所水素濃度で議論する必要がある。

3・3 破面形態

Fig. 11 は、遅れ破壊したボルトと SSRT で破断した切欠試験片のマクロ破面である (他のマクロ破面は Fig. S3 を参照されたい)。Fig. 11(e), (g) で観察される明瞭なステップはき裂が複数の起点から進展したことを示す。破壊起点を含むき裂を破壊起点部と定義すると、破壊起点部では、Fig. 12 に示すように旧オーステナイト粒界に沿った粒界割れが観察された。粒界割れは水素脆化した高強度鋼^{6,8,12,17,19,20,27-31} や遅れ破壊したボルト^{3,16,32} で共通して観察される破面形態である。Fig. 2(b) で H_C^* がボルトの H_C^* とほぼ同じ条件の SSRT では、切欠底周辺の数か所から破壊起点部が均一に発生する傾向にあった (Fig. 11(h), Fig. S3(c))。これに対し、未表面処理ボルト (Fig. 11(a), (b)) と切欠ボルト (Fig. 11(e), (f)) の破壊起点部の発生箇所はねじ谷底や切欠底の 1 か所または 2, 3 か所と局所的である。同様なボルトのマクロ破面は遅れ破壊した高力ボルトでも報告されている³。このことは水素侵入が局所的であったことを意味する。また、未表面処理ボルトの最終破断部にはディンプル (Fig. 12(b)) が観察され、その最外周部にはシアリップが形成されている。これと同様な遅れ破壊は、0.5%C-2%Si-1%Cr-1%Mo 鋼から作製した 1700 MPa 級高力ボルトでも観察された¹⁴。SSRT で破断した切欠試験片の最終破断部では擬へき開破面 (QC) も混在していた (Fig. 12(f))。なお、同様な擬へき開破面は水素未チャージ材の SSRT でも観察された。切欠ボルトのマクロ破面は未表面処理ボルトと同じであるが、最終破断部の破壊様相 (Fig. 12(d)) は SSRT の破壊様相 (Fig. 12(f)) に類似していた。以上のことから、破壊起点部がある程度の大きさになっ

たところでボルトが不安定破壊したと推察する。一方、暴露試験後にき裂が確認されたボルト (Fig. 11(c), (d), (g)) は CSRT で破断させた。首下 R 部で破壊していたボルト Q10 (Fig. 11(d)) では、最終破断部よりも破壊起点部が広くなっ

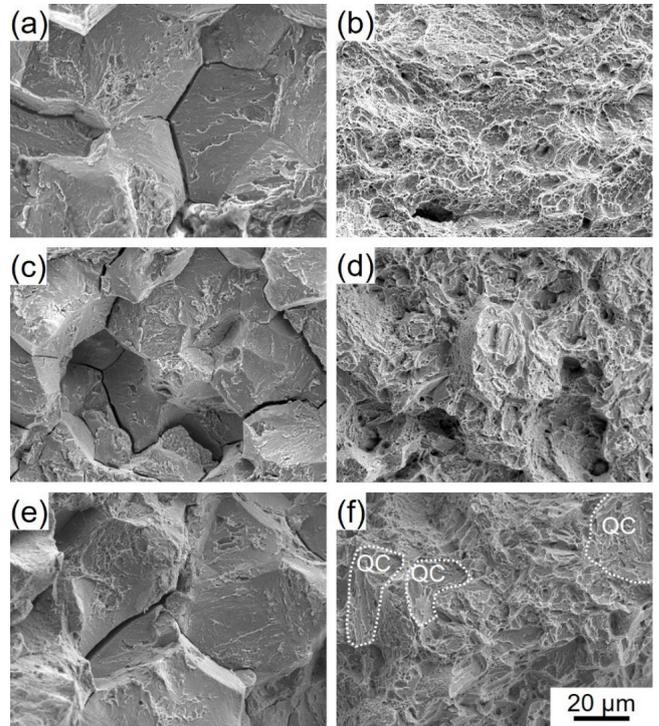


Fig. 12. Fracture surfaces of (a, b) Q8 bolt in Fig. 11b, (c, d) the notched bolt in Fig. 11f, and (e, f) the notched specimen with SSRT in Fig. 11h. (a, c, e) show intergranular cracks located approximately 0.2 mm from the thread root or notch roots. (b, d, f) were taken from the central sections. QC in (f) denotes quasi-cleavage fracture.

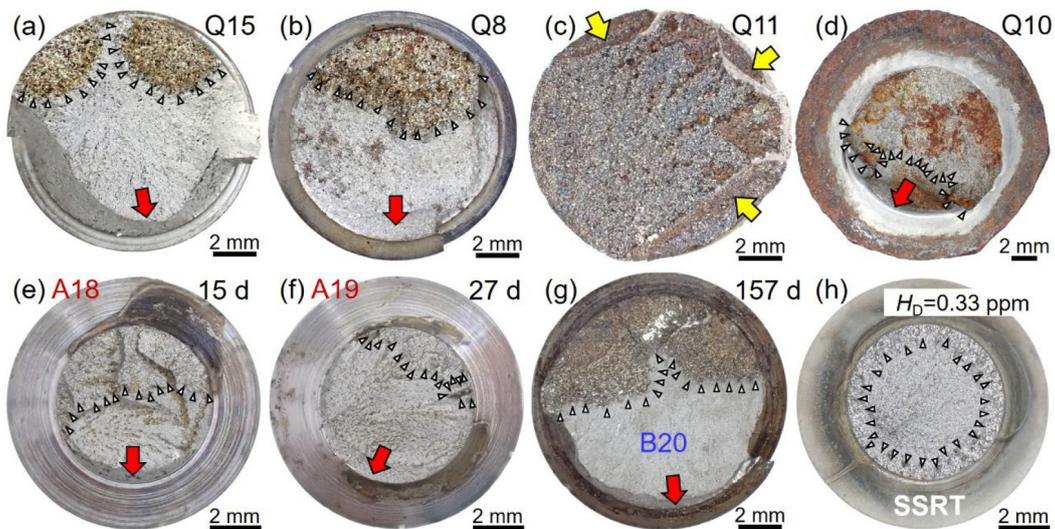


Fig. 11. Macroscopic fracture surfaces for the non-surface-treated bolts (F1_Q) failed at (a) thread runout, (b) nut 1st thread root, (c) thread root in nut and (d) under-head fillet, and for the notched bolts (F2) failed at (e, f) notch root and (g) thread root in nut. (h) shows a macroscopic fracture surface of the notched specimen with SSRT. Red arrows and triangles indicate shear lips and intergranular fracture (IGF) areas, respectively. The fraction of IGF area in Q11 bolt (c) is almost 100%, and yellow arrows indicate cracks. (Online version in color.)

ている。ナット内ねじ谷で遅れ破壊していたボルト Q11 (Fig. 11(c)) では、Fig. 3(c)のボルト Q2でも示したように主き裂以外のねじ谷でもき裂が発生し、マクロ破面のほぼ全域で粒界破面が観察された。ナット内ねじ谷で破壊した切欠ボルト B20 (Fig. 11(g)) では腐食が進行した粒界破壊領域と延性破壊領域をより明確に区別できる。CSRTによるねじ部での破断強度も 601 MPaと高く、き裂の進展は停留していたと判断した。Fig. 13は、マクロ破面写真から測定した粒界破壊領域の面積率と暴露時間の関係を示す。ここで粒界割れを含む領域を粒界破壊領域と定義した。Fig. 13(b)では、粒界破壊領域が切欠部最小断面内であった切欠ボルト (◆) と断面外まで及んだ切欠ボルト (◇) を区別した (Fig. S3(b))。ナット内第1ねじ谷と不完全ねじ部で破断したボルトの粒界破壊領域と破壊起点部は一致し、表面処理と暴露時間にはよらずその面積率は20~40%である。一方、3682日の暴露試験後に破壊が確認された未表面処理ボルトの首下R部 (U) とナット内ねじ谷 (n) での粒界破壊領域の面積率はそれぞれ約70%と100%である。ジオメット処理でもナット内ねじ谷での粒界割れ領域の面積率が100%のボルト (G11) があつた (Fig. S3(a))。切欠ボルトの粒界破壊領域の面積率は全試料で20~80%、Fig. 11(e), (f)のように粒界破壊領域が切欠部最小断面内であった切欠ボルト (◆) では20~40%と暴露時間の影響は認められない。また、Fig. 11(g)で示したナット内ねじ谷

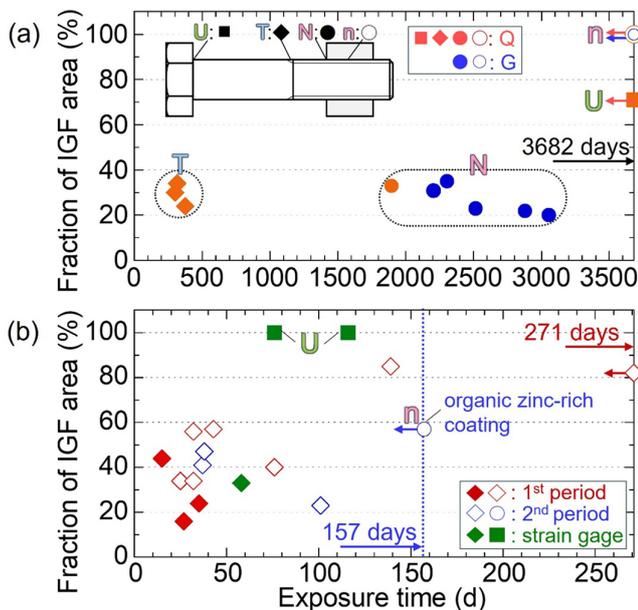


Fig. 13. Fraction of intergranular fracture (IGF) area as a function of exposure time: (a) the bolts (F1) with geomet coating (G), non-surface-treatment (Q), and (b) the notched bolts (F2). U, T, N, and n denote the fracture locations. The notched bolts in which the IGF area is beyond the minimum cross-section at the notch are denoted by ◇ in (b). The bolts with unknown fracture dates are indicated by left-pointing arrows. (Online version in color.)

(n) で破壊していた切欠ボルト B20の停留き裂の面積率は約60%で、首下R部 (U) で破壊していた切欠ボルトの粒界破壊領域の面積率は約100%である。以上のように、ボルトの破面形態は、表面処理や暴露時間よりも遅れ破壊の発生位置で異なる。

4. 考察

4.1 長期暴露に伴う損傷

本ボルトでは10年間の暴露試験を通して目視では確認できないレベルで損傷が蓄積している可能性がある。Hommaら³²⁾は、暴露試験開始から16年後に破断した1300 MPa級高力ボルト (SCM435) の破面を詳細に観察し、長期間の水素の繰り返し侵入による局所塑性変形損傷の蓄積によってねじ谷直下に旧オーステナイト粒界に沿う微小き裂領域 (Frail zone) が形成されること指摘している。そこで、応力集中部での最大相当ひずみが σ_{max}^* とともに高い不完全ねじ部とナット内第1ねじ谷⁹⁾について長期暴露に伴う損傷の蓄積が遅れ破壊発生に及ぼす影響を考察した。

Fig. 14は、暴露した未表面処理ボルトと切欠ボルトのCSRT結果を示す。ボルト座面とナット座面間の距離は40 mmとした。水素を陰極チャージしたボルトと切欠試験片 (形状寸法はFig. 2(a)に示す) のCSRT結果も示す。ボルトの破断位置はナット内第1ねじ谷であった。 H_D が1 mass ppm以上ではボルトはTable 2の $\sigma_{0.2}$ 未満で破断し、ボルトの σ_B と切欠試験片の σ_{NB} に差がない。よって、本暴露試験の σ_d の範囲ではナット内第1ねじ谷と不完全ねじ部の σ_{max}^* は同程度と見なせる。M22ボルトのFEM解析では不完全ねじ部の σ_{max}^* はナット内第1ねじ谷の σ_{max}^* の90%強程度と推定されている⁹⁾。

10年間の暴露試験でナット内第1ねじ谷を含む遊びねじ

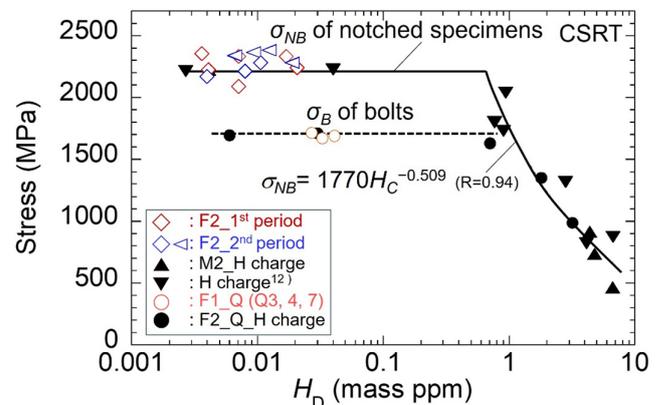


Fig. 14. Changes in σ_B of the non-surface-treated bolts (F1, 2_Q), σ_{NB} of the notched bolts (F2) in Fig.10 and σ_{NB} of the notched specimens as a function of H_D with CSRT at a crosshead speed of 1 mm min⁻¹. Solid symbol indicates the bolts and the notched specimens charged with hydrogen before CSRT. (Online version in color.)

部の H_D は0.03 mass ppm (Fig. 9(a))と増加している。水素侵入は乾湿繰り返しによる表面水素濃度の変動を伴う²⁶⁾ことから、この H_D の増加はボルト表面で水素が繰り返し侵入・放出されたことを示唆している。一方、ボルトのCSRTでは暴露時間によらずボルトの σ_B は同じでボルトは σ_B に対して1~3%の応力低下を伴って破断した。ジオメット処理ボルト(G6)では H_D は測定できなかったが、 σ_B は1710 MPa、破断強度は1700 MPaで未表面処理ボルトと同じであった。さらにこれらボルトの破断面には粒界破壊領域のような損傷領域も認められなかった (Fig. S3(a))。同様に、切欠ボルトでも H_D が0.02 mass ppm以下では σ_{NB} や破断面の破面形態 (Fig. S3(b)) に差はなかった。前述のように、破断したボルトでも不完全ねじ部とナット内第1ねじ谷の間で破面形態に明確な違いは認められない (Figs. 11, 13)。以上のことから、10年間の暴露試験に伴う水素の侵入の繰り返しによる損傷は本ボルトの力学特性に影響を及ぼすほどには蓄積されていないと判断する。

水素分布が均一な試験片のCSRTでは H_D は H_C^* に一致⁷⁾し、Fig. 14中の σ_{NB} と H_C の関係式から切欠ボルトの σ_a (=1300 MPa)での H_C^* は1.8 mass ppmと推定できる。Fig. 2(b)のSSRTでは切欠ボルトの H_C^* は0.7 mass ppmである。一方、Fig. 10(a)で切欠ボルトのねじ部先端の水素分布は均一で H_D (=0.1~0.4 mass ppm)は H_E に一致すると見なすと、式(4)より H_E^* は0.5~2.2 mass ppmとなる。すなわち、CSRTとSSRTのいずれでも $H_C^* \leq H_E^*$ となる可能性がある。同様にJWTC宮古島試験場での暴露試験でも、 H_C^* はSSRTで1.2 mass ppm、CSRTで2.8 mass ppmとなるのに対して、 H_E^* は H_E が0.31~0.56 mass ppmで1.3~2.3 mass ppmと推定される。よって、腐食反応を通して $H_C^* \leq H_E^*$ となり得る。したがって、本暴露試験では、不完全ねじ部とナット内第1ねじ谷での遅れ破壊はボルト表面の局所的な腐食反応を通して $H_C^* \leq H_E^*$ となったことで生じたと考える。

4・2 遅れ破壊機構

水素侵入経路を頭部とナット側に限定した暴露試験でのボルトの遅れ破壊挙動は、不完全ねじ部とナット内第1ねじ谷での破断と、首下R部とナット内ねじ谷での破壊の2つに大別できた。

Fig. 15は、切欠ボルトの暴露に伴う軸部の歪(軸力)変化である。ここで歪は、測定値から遅れ破壊終了点 F_f での歪を差引き、 F_f での歪を0とした相対値で示した。また、遅れ破壊発生までにボルト間の歪変化量に差がなかったことに着目して、ボルト間の歪の差分を補正して未破壊ボルトの歪変化を破壊ボルトの歪変化に重ねた。よって、図中の未破壊ボルトの歪を基準として歪が低下し始める時刻を遅れ破壊開始点 F_s とした。

ボルトC1は歪がわずかに低下した後に切欠で破断した。 F_s から F_f までの時間は30 minである。 F_s から不安定破壊開始までの切欠部での応力低下は約100 MPaであり、面

積率が33% (Fig. 13(b))の破壊起点部の形成に対応すると推察する。Yamasaki and Takahashi²⁷⁾は、 σ_B が1330 MPaのSCM440鋼を用いて、定荷重試験でのき裂の発生・伝播と H_D の相関をAE原波形解析により調査した。ねじ部を想定した応力集中係数3.5の切欠試験片で $0.9\sigma_B$ (=1197 MPa)の σ_a では、初期き裂発生から破断に至るまでの時間は H_D が少ないほど長くなり、 H_C (=0.41 mass ppm)付近では数100 min程度であることが報告されている。

首下R部で破壊したボルトC4, 5では、歪(軸力)は連続的に低下し、500 $\mu\epsilon$ 付近で歪の低下率が鈍化した後に再び減少している。C5では遅れ破壊発生の当日に日降水量で

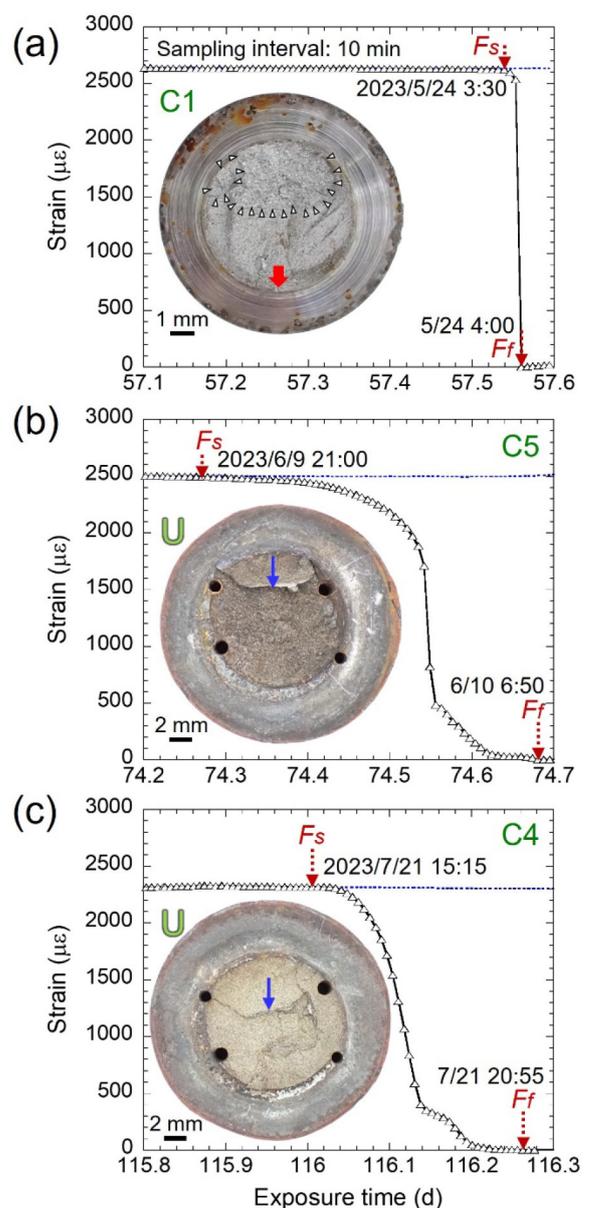


Fig. 15. Change in strain for the shank as a function of exposure time for the notched bolts (F2) failed at (a) notch root, and (b,c) under-head fillets. The macroscopic fracture surfaces are shown. Strain change of unfractured bolt is shown as a blue dashed for reference. Blue arrows in (b, c) indicate steps. (Online version in color.)

33.5 mm²²⁾の雨が降り破面が最も腐食されていた。C4, 5の粒界破壊破面率は約100% (Fig.13(b)) であり、ステップが認められる。歪の変化はこのような不連続なき裂伝播に対応すると推察する。F_sからF_fまでの時間はC5とC4でそれぞれ590と340 minで、断面積109.4 mm²の軸部でのこの間の応力低下は約350 MPaである。このように、首下R部では粒界割れを伴ってき裂が低応力で緩やかに伝播している。Shibataら³¹⁾は、水素チャージした焼入れままマルテンサイト鋼のき裂伝播を破壊靱性試験とX線CTで定量評価した。水素量が4 mass ppmと高い場合でもき裂伝播抵抗が認められ不安定な早期破断が直ちに起こらないことが示されている。

Fig. 16は、Fig. 2(b)で σ_{max}^* と H_C^* の関係を示した切欠試験片、暴露試験した未表面処理ボルトと切欠ボルトについて、粒界破壊領域の面積率と σ_{max}^* の関係を示す。リラクゼーションによる10%までの軸力低下^{3,9)}を考慮して、ボルトの σ_{max}^* は0.95 σ_a で算出し、エラーバーは(0.9~1.0) σ_a での σ_{max}^* を示す。ナット内第1ねじ谷と不完全ねじ部の σ_{max}^* は式(2)で算出した。また、JISM22ボルトの $\sigma_{0.2}$ の75%の σ_a では、ナット内ねじ谷と首下R部の σ_{max}^* はナット内第1ねじ谷の σ_{max}^* の80%程度でおおよそ等しいとFEM解析で推定されている⁹⁾。よって、ボルトのナット内ねじ谷と首下R部の σ_{max}^* はねじ部の応力集中を想定した式(7)^{9,11)}から算出した。切欠ボルトでは、ナット内ねじ谷の σ_{max}^* は式(7)から算出し、首下R部での σ_{max}^* は応力集中係数を3³³⁾として軸部での σ_a の3倍とした。

$$(\sigma_{max}^*/\sigma_B)_{r=0.25\text{ mm}} = 0.564 + 1.511(\sigma_{NB}/\sigma_B) - 0.380(\sigma_{NB}/\sigma_B)^2 \dots\dots\dots (7)$$

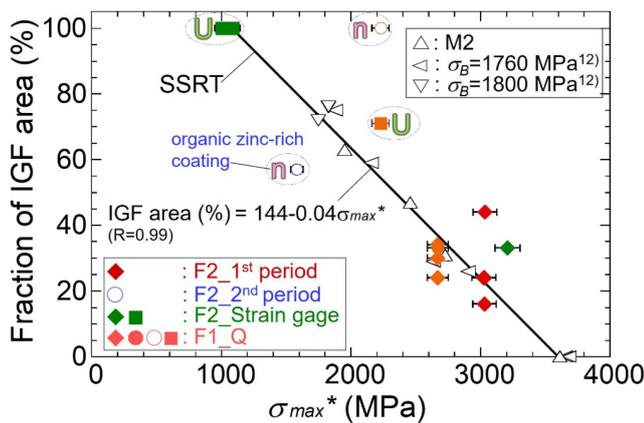


Fig. 16. Relationship between the fraction of IGF area and σ_{max}^* for the non-surface-treated bolts (F1-Q) and the notched bolts (F2) in Fig. 13. The regression line was calculated from the SSRT data of the QT samples in Fig. 2. The σ_{max}^* of bolts were calculated at 0.95 times the σ_a using eq. 2 or 7, considering stress relaxation, and the error bars indicate the σ_{max}^* at (0.90–1.0) σ_a . The σ_{max}^* of the notched bolts failed at under-head fillet (U) in Fig. 15b, c were calculated to be 3 times the σ_a at the shank. (Online version in color.)

SSRTした切欠試験片の σ_{max}^* と粒界破壊領域の面積率の間には直線関係が認められ、 σ_{max}^* が低いほど粒界破壊領域の面積率は大きくなる。同様の相関関係は他の中炭素低合金鋼の調質材^{19,29)}でも確認された (Fig. S4)。

ナット内第1ねじ谷と不完全ねじ部のデータ点は切欠ボルトの切欠部と同様に回帰直線付近にプロットされる。0.5%C-2%Si-1%Cr-1%Mo鋼の1700 MPa級高力ボルトでは、特殊形状のために不完全ねじ部での σ_{max}^* が推定されていないが、軸力が391と445 kNでの破壊起点部の面積率の平均は2.0%と1.3%と軸力が高い方で大きい¹⁴⁾。以上のことは、粒界割れが発生して破壊起点部が臨界の面積率になると不安定破壊する水素脆化機構で遅れ破壊が説明できることを裏付けている。 σ_{max}^* が高いナット内第1ねじ谷と不完全ねじ部では局所的な腐食反応を通して水素が侵入して $H_C^* \leq H_E^*$ となったときに、Fig. 15(a)で示したように短時間で破壊起点部が形成されてボルトが破断したと解釈する。

一方、ナット内ねじ谷と首下R部では、ナット内第1ねじ谷と不完全ねじ部よりも σ_{max}^* が低く、図中の回帰直線では不安定破壊までの破壊起点部の面積率は大きくなる。しかもFig. 15(b), (c)で示したようにき裂伝播に伴って軸力も低下する。軸力の低下はき裂先端近傍の応力を低下させ、き裂伝播を抑制する。き裂伝播が抑制される状況下では塑性緩和に伴うき裂先端の鈍化が生じ得る。き裂先端近傍への水素の供給が滞る場合にはき裂の鈍化はさらに促進されるであろう。Fig. 15(b), (c)のボルトC5, 4での低軸力(500 μE 付近)での軸力低下速度の低下はき裂先端が鈍化した可能性を示唆している。とくにナット内ねじ谷では、ねじ山同士の接触による機械的な拘束によってき裂が開口しにくい。ナット内ねじ谷で遅れ破壊した切欠ボルトB20のねじ谷($\sigma_{max}^* = 1586$ MPa)での H_C^* は9.3 mass ppmとFig. 2(b)の σ_{max}^* と H_C^* の関係式から推定される。この H_C^* は、前述の応力集中係数4.9の切欠き部での H_E^* (=2.2 mass ppm)と比べても著しく高い。よって、切欠ボルトB20のナット内ねじ谷での遅れ破壊でき裂が停留した (Fig. 11(g)) のは、これらの要因が複合的に影響したためと考える。また、前述の定荷重試験とAE原波形解析では、き裂が一旦発生すると H_C の数分の1の H_D でもき裂が伝播することが示されている²⁷⁾。Kawamori and Yuse³⁴⁾は、 σ_B が1549 MPaのSCM435鋼板のU曲げ試験を大気腐食環境で行い、水素侵入と水素脆化挙動をその場観察した。環境からの水素侵入と放出に伴ってき裂の発生、停留、伝播が繰り返されることが示されている。したがって、破壊起点部の臨界面積率よりも粒界破壊領域の面積率が大きくなったのは、軸力の低下とともに、き裂表面からの水素侵入によってき裂伝播が促進されたためと推察する。破面の腐食状態から、き裂が停留した後に粒界に沿ったき裂が発生・伝播したと推察される例として、ナット内ねじ谷で遅れ破壊したボルト($\sigma_{max}^* = 2230$ MPa, $H_C^* = 2.5$ mass ppm)が挙げられる。ボ

ルトQ11 (Fig. 11(c)) では、矢印で示したき裂は主き裂よりも破面の腐食が進行しており、これらのき裂が主き裂よりも先に発生していたと推察される。ボルトG11 (Fig. S3(a)) では、面積率20~30%の破壊起点部が形成された後に水素侵入に伴って粒界に沿ったき裂が発生・伝播し、最終的に粒界破壊領域の面積率がほぼ100%の破面が形成されたとみなせる。

σ_{max}^* が同程度の不完全ねじ部とナット内第1ねじ谷での破断時期の違い (Fig. 4) は水素侵入挙動の違いを示唆している。ジオメット処理した不完全ねじ部で遅れ破壊が発生しなかったのは防錆により水素侵入が抑制されたためと考える。一方、ナット嵌め合部で遅れ破壊が集中したのはジオメット膜の締付時の損傷や暴露に伴う劣化で水素が局所的に侵入した可能性を考える。さらに、鉄道橋では高力ボルトの頭部を下向きにした継手で首下R部での破断が多発し、その理由の一つに水が首下に溜まりやすかったことが挙げられている³⁾。この観点では、頭部を上側にした本暴露試験では未表面処理で4本、ジオメット処理で14本ならびに電気亜鉛めっきで3本のボルトがナット嵌め合部で遅れ破壊した (Fig. 5)。一方、首下R部での破壊は未表面処理ボルトの2本のみであった。頭部を下側にした切欠ボルトの暴露試験のデータ数は少ないが、首下R部で3本、ナット嵌め合部で1本と首下R部での破壊本数が多かった (Figs. 7, 13(b))。このように、雨水の侵入や滞留は遅れ破壊発生と密接に関係することが示唆された。実際のボルト継手では添接部の隙間から雨水が侵入する可能性があり、遅れ破壊発生挙動がより複雑になる。

ナット内第1ねじ谷と不完全ねじ部でのボルトの破断はpH2での水素侵入環境¹⁰⁾を設定すると H_C^*/H_E^* 法でおおよそ評価できた。これに対し、Fig. 2(b)の H_C^* と H_E^* の関係から、 σ_{max}^* の低下に伴い首下R部やナット内ねじ谷での H_C^* は H_E^* に対して有意に高くなると推定される。表面傷などの損傷がない場合はpH2よりも厳しい水素侵入環境を考慮する必要がある。これらの位置での遅れ破壊は目視や触診で確認しにくい場合もありボルトの実用化では問題となる。このように、超高強度ボルトでは雨水が溜まりやすく σ_{max}^* が低いボルト部位での局所的な腐食に伴う水素侵入機構を明らかにして H_E^* の推定精度を向上することも重要な課題として見出された。

5. 結言

0.4%C-2%Si-1%Cr-1%Mo鋼から作製した1700 MPa級調質ボルトの遅れ破壊挙動を水の侵入経路を頭部とナット側に限定した大気暴露試験で調査した。さらにボルト軸部の歪の変化測定による遅れ破壊過程の観察および水素脆化促進試験も行った。大気腐食環境での遅れ破壊機構を包括的に考察し、以下の知見を得た。

- (1) JWTC宮古島試験場での10年間の暴露試験ではボルトの遅れ破壊は、不完全ねじ部とナット内第1ねじ谷での破断と、首下R部とナット内ねじ谷での破壊に大別できた。切欠ボルトを用いたNIMS屋外腐食試験場での暴露試験では、宮古島試験場でのボルト不完全ねじ部での遅れ破壊を促進する方向で再現できた。暴露試験期間中の不完全ねじ部と切欠部での遅れ破壊は防錆処理で防止できることを確認した。
- (2) 遅れ破壊は破断位置表面での局所的な腐食反応を通して侵入する水素によって引き起こされ、雨水の侵入や滞留が遅れ破壊発生に影響することが示唆された。
- (3) ボルトの破面形態は、表面処理や暴露時間よりも遅れ破壊の発生位置で異なった。不完全ねじ部とナット内第1ねじ谷で破断したボルトのマクロ破面は、旧オーステナイト粒界に沿った粒界割れを含む破壊起点部、最終破断部とシアリップで構成されていた。一方、首下R部とナット内ねじ谷で遅れ破壊していたボルトのマクロ破面の大半は粒界破壊領域で占められ、粒界破壊領域の面積率がほぼ100%のボルトも観察された。
- (4) SSRTでは、粒界破壊領域の面積率は切欠底近傍の最大主応力のピーク値 σ_{max}^* に比例した。 σ_{max}^* が最も高いナット内第1ねじ谷と不完全ねじ部では粒界割れが発生して破壊起点部が臨界の面積率になると不安定破壊するという水素脆化機構で遅れ破壊が説明できた。最大応力点近傍での局所限界水素濃度 H_C^* を局所侵入水素濃度 H_E^* が上回った時に破壊起点部が形成され、ボルトが破断すると解釈できた。
- (5) σ_{max}^* が低い首下R部、ナット内ねじ谷などでの遅れ破壊では、き裂発生・伝播による軸力の低下とともに、き裂表面からの水素侵入によってき裂伝播が促進される機構が示唆された。

Supporting Information

補足資料 (Fig. S1-S4) は以下のウェブサイトに掲載する。
<https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2025-080>

利益相反に関する宣言

本論文に関して、開示すべき利益相反関連事項は存在しない。

謝辞

本研究はNIMSの材料溶解創製ユニット、電子顕微鏡ユニットの支援を受けて実施された。水素分析と破面観察は関真紀氏の助力に負うところが大きい。本研究の一部はJSPS科研費JP19H02468, JP24K01204の助成を受けた。ここに謝意を表す。

文 献

- 1) D. Sekine, M. Oyanagi, T. Hamada, T. Furukawa, Y. Matsumoto and S. Kanoe: *SAE Tech. Pap.*, (2024), 2024-01-2070. <https://doi.org/10.4271/2024-01-2070>
- 2) M. Kanao: *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, **22** (1982), 462. <https://doi.org/10.2355/isijinternational1966.22.462>
- 3) S. Matsuyama: *Tetsu-to-Hagané*, **69** (1983), 903 (in Japanese). https://doi.org/10.2355/tetsutohagane1955.69.8_903
- 4) N. Uno, M. Kubota, M. Nagata, T. Tarui, H. Kanisawa, S. Yamasaki, K. Azuma and T. Miyagawa: *Nippon Steel Tech. Rep.*, **97** (2008), 95. <https://www.nipponsteel.com/en/tech/report/nsc/pdf/n9714.pdf>, (accessed 2025-10-01).
- 5) S. Matsuyama: Delayed fracture, The Nikkan Kogyo Shimbun, Tokyo, (1989), 183 (in Japanese). ISBN978-4526025778
- 6) T. Tarui and S. Yamasaki: *Tetsu-to-Hagané*, **88** (2002), 612 (in Japanese). https://doi.org/10.2355/tetsutohagane1955.88.10_612
- 7) Y. Hagihara, T. Shobu, N. Hisamori, H. Suzuki, K. Takai and K. Hirai: *ISIJ Int.*, **52** (2012), 298. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.52.298>
- 8) A. Kuduzović, M.C. Poletti, C. Sommitsch, M. Domankova, S. Mitsche and R. Kienreich: *Mater. Sci. Eng. A*, **590** (2014), 66. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.10.019>
- 9) Guidebook for Evaluation of Delayed Fracture Property of High Strength Bolts, JSSC Technical Report, No. 91, JSSC, Tokyo, (2010) (in Japanese).
- 10) K. Matsuoka, N. Uno, E. Akiyama, Y. Hagihara, S. Matsuyama and H. Harada: *Steel Constr. Eng.*, **20** (2013), 79_29 (in Japanese). https://doi.org/10.11273/jssc.20.79_29
- 11) JSS IV 10-2014: 2014, Guideline for evaluation of delayed fracture of high strength bolts (in Japanese).
- 12) Y. Kimura, T. Inoue, T. Nakata and M. Fukuda: *Trans. JSME*, **84** (2018), 17-00493 (in Japanese). <https://doi.org/10.1299/transjsme.17-00493>
- 13) Y. Kimura and T. Inoue: *ISIJ Int.*, **60** (2020), 1108. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2019-726> (Originally published: *Tetsu-to-Hagané*, **105** (2019), 127. <https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2018-077>)
- 14) Y. Kimura, H. Moriyama, E. Nagasaki, T. Yamaguchi, H. Masuda and K. Tsuzaki: *Steel Constr. Eng.*, **32** (2025), 125_30 (in Japanese). https://doi.org/10.11273/jssc.32.125_30
- 15) E. Akiyama: *ISIJ Int.*, **52** (2012), 307. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.52.307>
- 16) H. Yaguchi: *ISIJ Int.*, **64** (2024), 751. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2023-264>
- 17) Y. Kimura, T. Inoue and E. Akiyama: *Mater. Sci. Eng. A*, **703** (2017), 503. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.07.091>
- 18) M. Wang, E. Akiyama and K. Tsuzaki: *Scr. Mater.*, **53** (2005), 713. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2005.05.014>
- 19) Y. Kimura, T. Inoue, T. Otani, A. Ochiai, S. Ikurumi and T. Takatsuji: *Mater. Sci. Eng. A*, **819** (2021), 141514. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141514>
- 20) Y. Kimura, T. Moronaga and T. Inoue: *ISIJ Int.*, **62** (2022), 377. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2021-407>
- 21) NIMS Corrosion Data Sheet, No. 3C, National Institute for Materials Science, Tsukuba, (2014) (in Japanese).
- 22) Past Weather Data Search, Japan Meteorological Agency, <https://www.data.jma.go.jp/stats/etrn/index.php> (in Japanese), (accessed 2025-10-01).
- 23) S. Sakashita, E. Akiyama, K. Tsuzaki and S. Matsuyama: *Tetsu-to-Hagané*, **88** (2002), 849 (in Japanese). https://doi.org/10.2355/tetsutohagane1955.88.12_849
- 24) NIMS Corrosion Data Sheet, No. 6, National Institute for Materials Science, Tsukuba, (2019).
- 25) S. Li, E. Akiyama, Y. Kimura, K. Tsuzaki, N. Uno and B. Zhang: *Sci. Technol. Adv. Mater.*, **11** (2010), 025005. <https://doi.org/10.1088/1468-6996/11/2/025005>
- 26) T. Omura: *ISIJ Int.*, **52** (2012), 267. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.52.267>
- 27) S. Yamasaki and T. Takahashi: *Tetsu-to-Hagané*, **83** (1997), 460 (in Japanese). https://doi.org/10.2355/tetsutohagane1955.83.7_460
- 28) C.J. McMahon, Jr.: *Eng. Fract. Mech.*, **68** (2001), 773. [https://doi.org/10.1016/S0013-7944\(00\)00124-7](https://doi.org/10.1016/S0013-7944(00)00124-7)
- 29) Y. Nie, Y. Kimura, T. Inoue, F. Yin, E. Akiyama and K. Tsuzaki: *Metall. Mater. Trans. A*, **43** (2012), 1670. <https://doi.org/10.1007/s11661-011-0974-7>
- 30) Y. Kimura, T. Moronaga and K. Tsuzaki: *ISIJ Int.*, **65** (2025), 20. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2024-189>
- 31) A. Shibata, Y. Madi, J. Besson, A. Nakamura, T. Moronaga, K. Okada, I. Gutierrez-Urrutia and T. Hara: *ISIJ Int.*, **64** (2024), 660. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2023-316>
- 32) T. Homma, T. Chiba, K. Takai, E. Akiyama, W. Oshikawa and M. Nagumo: *ISIJ Int.*, **62** (2022), 776. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2021-238>
- 33) K. Wakiyama, J. Kim and M. Tada: *Steel Constr. Eng.*, **2** (1995), 53 (in Japanese). <https://doi.org/10.11273/jssc1994.2.53>
- 34) M. Kawamori and F. Yuse: *Corros. Sci.*, **219** (2023), 111212. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2023.111212>