

Regular Article

Origin of Serrated Markings on the Hydrogen Related Quasi-cleavage Fracture in Low-carbon Steel with Ferrite Microstructure

Kazuho OKADA^{1,2)*} , Akinobu SHIBATA^{1,3)} , Hisashi MATSUMIYA^{2,4)}  and Nobuhiro TSUJI^{2,3)} 

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

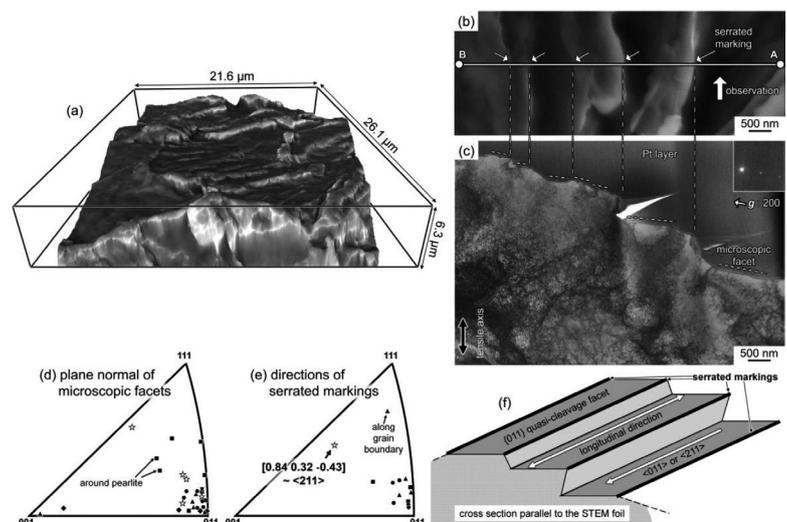
2) Department of Materials Science and Engineering, Kyoto University

3) Elements Strategy Initiative for Structural Materials (ESISM), Kyoto University

4) Institute of Space and Astronautical Science, Japan Aerospace Exploration Agency (JAXA)

Abstract: A typical hydrogen-related transgranular fracture, namely quasi-cleavage fracture, is usually accompanied by serrated markings on the resultant fracture surfaces in steels with body-centered cubic phases. The present paper investigated the microscopic three-dimensional morphology and crystallographic feature of serrated markings in a 2Mn-0.1C steel mainly composed of ferrite microstructure. The serrated markings corresponded to the corners of the step-like morphologies which consisted of microscopic $\{011\}$ facets whose longitudinal directions were almost parallel to $\langle 011 \rangle$ or $\langle 211 \rangle$ direction. In addition, the microscopic $\{011\}$ quasi-cleavage facets had the largest inclination angle from tensile axis among six crystallographically equivalent $\{011\}$ planes, suggesting that resolved normal stress imposed on the $\{011\}$ plane is an important factor for the hydrogen-related quasi-cleavage fracture. We propose that not only the slip deformation enhanced by hydrogen but also the coalescence of vacancies/voids induced by hydrogen-enhanced plastic deformation should be considered for understanding the mechanism of the hydrogen-related quasi-cleavage fracture along the $\{011\}$ planes.

Keywords: hydrogen embrittlement; ferritic steel; quasi-cleavage fracture; transmission electron microscopy (TEM); focused ion beam (FIB); three-dimensional morphology.



Received May 31, 2024; Accepted June 17, 2024; Advance online published June 22, 2024; Published September 1, 2024; Originally published in ISIJ Int., Vol.62, 2022, No.10, pp.2081-2088 and reprinted at the request of the ISIJ Editorial Board as it received the Sawamura Award in March 2024.

* Corresponding author. E-mail: OKADA.Kazuho@nims.go.jp, Address: National Institute for Materials Science (NIMS), 1-2-1 Sengen Tsukuba 305-0047



© 2024 The Iron and Steel Institute of Japan. This is an open access article under the terms of the Creative Commons Attribution license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

フェライト組織を有する低炭素鋼の水素脆性擬へき開破壊における Serrated Markings の起源

岡田 和歩^{1,2)}*  · 柴田 暁伸^{1,3)}  · 松宮 久^{2,4)}  · 辻 伸泰^{2,3)} 

Origin of Serrated Markings on the Hydrogen Related Quasi-cleavage Fracture
in Low-carbon Steel with Ferrite Microstructure

Kazuho OKADA, Akinobu SHIBATA, Hisashi MATSUMIYA and Nobuhiro TSUJI

1. 緒言

水素脆化とは、材料中に侵入した水素によってその材料の機械的特性が著しく劣化し、割れ発生や早期破断が生じる現象のことである。一般に、マルテンサイト鋼のような高強度鋼は、水素脆化に対して高い感受性を示す。マルテンサイト鋼の典型的な水素脆性破壊モードとして、粒界破壊と擬へき開破壊が知られている。水素脆性粒界破壊は、水素による粒界凝集エネルギーの低下により、特定の結晶粒界あるいはその近傍で発生する¹⁻⁴⁾。一方、水素脆性擬へき開破壊は、体心立方晶 (BCC) のへき開面である {011} 面とは異なる面に沿って生じる粒内破壊である。通常、水素脆性擬へき開破面上には、き裂進展方向とほぼ平行に伸びる筋状模様である Serrated Markings を伴う⁵⁻⁹⁾。我々はこれまでに、マルテンサイト鋼とフェライト鋼の両方において、Serrated Markings を伴う水素脆性擬へき開破面が {011} 面と平行であることを発見した^{1,2,10)}。これらの結果から、{011} 面に沿った水素脆性擬へき開破壊がマルテンサイトの階層組織に起因した破壊ではなく、BCC 構造を有する鋼における水素脆性擬へき開破壊の本質的特徴であることが明らかとなった。{011} 面は BCC 結晶のすべり面であるため、水素脆性擬へき開破壊のメカニズムは塑性変形と密接に関係していると考えられる。実際これまでに、水素助長局所変形 (Hydrogen-Enhanced Localized Plasticity, HELP) モデル^{11,12)} や水素助長歪み誘起起空孔 (Hydrogen-Enhanced Strain-Induced Vacancies, HESIV) モデル^{13,14)} など、塑性変形の寄与を考慮した水素脆化モデルが提案されてきた。しかし、いずれのモデルも、単体では水素脆性擬へき開破壊

のメカニズムを包括的に説明することはできない。例えば、Serrated Markings の起源は未だ明らかになっていない。Martin ら¹⁵⁾ は、パイプライン鋼の水素脆性擬へき開破面直下の変形微視組織を TEM により観察し、破面の凹凸とすべり帯が平行であることを報告している。彼らは、すべり帯の交差点で発生したボイドが成長することで破壊が生じたと提唱している。しかしながら、彼らの破壊モデルでは、水素脆性擬へき開破壊が {011} 面と平行であるという結晶学的特徴を説明することはできない。また、微視的なき裂進展方向と密接に関係する Serrated Markings の結晶学的特徴も明らかになっていない。

本研究では、主にフェライト組織を有する鋼の水素脆性擬へき開破面の微視的な3次元構造と結晶学的特徴を詳細に調べた。また、塑性変形の観点から、破面が {011} 面と平行であるという特徴や、Serrated Markings の微視構造を包括的に説明することができる水素脆性擬へき開破壊のメカニズムについても議論した。

2. 実験手法

本研究では、Fe-2Mn-0.1C (wt.%) を用いた。詳細な化学組成は、C:0.103, Mn:2.03, Si:0.01, P:<0.002, S:0.0010, Fe:bal. (wt.%) である。厚さ 1.5 mm の冷延板に対して、真空中で 900°C、30 min のオーステナイト化を施した後、炉冷を行った。その後、平行部長さ 10 mm、幅 5 mm、厚さ 1 mm の平板状引張試験片を作製した。3%NaCl + 3 g L⁻¹ NH₄SCN 水溶液を用いた陰極電解チャージ (室温、電流密度: 5 Am⁻², 時間: 24 h) によって試験片中に水素を導入し

原著論文: ISIJ Int., Vol.62 (2022), No.10, pp.2081-2088, 澤村論文賞受賞論文 (2024年表彰)

2024年5月31日受付 2024年6月17日受理 2024年6月22日早期公開 2024年9月1日発行 (Received May 31, 2024; Accepted June 17, 2024; Advance online published June 22, 2024; Published September 1, 2024; Originally published in ISIJ Int., Vol.62, 2022, No.10, pp.2081-2088 and reprinted at the request of the ISIJ Editorial Board as it received the Sawamura Award in March 2024.)

- 物質・材料研究機構構造材料研究センター (Research Center for Structural Materials, National Institute for Materials Science (NIMS))
- 京都大学工学研究科材料工学専攻 (Department of Materials Science and Engineering, Kyoto University)
- 京都大学構造材料元素戦略研究拠点 (Elements Strategy Initiative for Structural Materials (ESISM), Kyoto University)
- 宇宙航空研究開発機構宇宙科学研究所宇宙飛行工学研究系 (Institute of Space and Astronautical Science, Japan Aerospace Exploration Agency (JAXA))

* Corresponding author. E-mail: OKADA.Kazuho@nims.go.jp, Address: National Institute for Materials Science (NIMS), 1-2-1 Sengen Tsukuba 305-0047



© 2024 The Iron and Steel Institute of Japan. This is an open access article under the terms of the Creative Commons Attribution license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/deed.ja>).

た後、初期ひずみ速度 $8.3 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ での低ひずみ速度引張試験を行った。水素脱離を防ぐために、引張試験中も電流密度 5 Am^{-2} での水素チャージを継続して行った。水素チャージ材の引張強度(427 MPa)は、未チャージ材(417 MPa)とほぼ同等であった。一方で、水素チャージ材の全伸びは27%であり、未チャージ材(48%)と比較すると大きく低下していた。水素プレチャージ後の拡散性水素量は0.16 wt. ppmであったが、引張試験後の水素チャージ材の拡散性水素量は3.04 wt. ppmであり、引張試験中に多量の水素が試験片に侵入していたことがわかった。昇温脱離分析結果と機械的特性の詳細については、前報¹⁰⁾を参照されたい。

走査型電子顕微鏡(SEM, JEOL社製JSM-7800F)を用いて水素チャージ材の破面観察を行った。3条件(ステージ傾斜: 0° , $\pm 5^\circ$)で観察した擬へき開破面上の同一領域のSEM像から、Alicona社製の画像処理ソフトMex 6.2.1を用いて微視的な破面3次元像を再構築した。SEMステージの傾斜が 0° のときに電子線入射方向と引張軸が平行となるよう試料を設置した。破面3次元像を再構築した領域から、FEI社製のQuanta 3D 200iを用いた集束イオンビーム(FIB)加工によって引張軸と平行に試料を切り出した。FIB加工によって薄膜化した試料を、走査型透過電子顕微鏡(STEM, JEOL社製JEM-2100F)を用いて観察した。加速電圧は200 kVとした。

3. 実験結果

Fig.1に、熱処理後の試料の光学顕微鏡写真を示す。等軸フェライト粒の体積率は87.4%であった。また、切断法により測定した平均フェライト粒径は $10.9 \mu\text{m}$ であった。本フェライト鋼においては、大角粒界が優先的な水素脆性き裂の発生サイトであり、発生したき裂が擬へき開破壊によって結晶粒内を進展することがわかっている¹⁰⁾。その結果、水素チャージ材の破面のほとんど(91.3%)が、Serrated

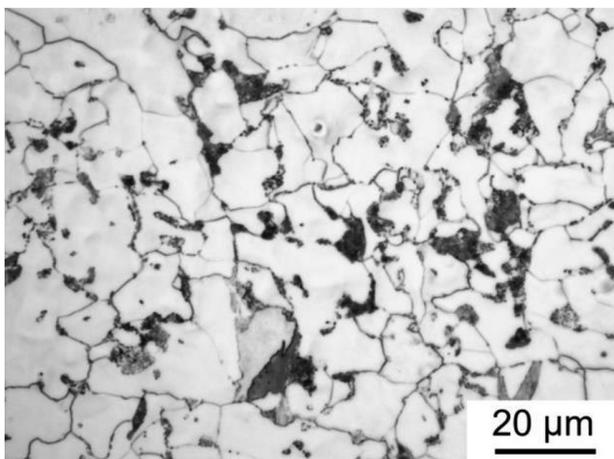


Fig. 1. Optical microscopy image of the heat-treated specimen.

Markingsを伴う擬へき開破面で覆われていた。Fig.2 (a-c)は、それぞれステージ傾斜 0° , $+5^\circ$, -5° にて、水素脆性擬へき開破面の同一視野を観察したSEM像である。これら3つのSEM像から破面の3次元像(Fig.2 (e))を再構築した後、Fig.2 (d)に示すようにPt層を蒸着させることで破面を保護し、FIBを用いて線分AB直下からSerrated Markingsとほぼ垂直に薄膜試料を作製した。Fig.3 (a)は、Fig.2の一部の拡大像であり、これらの図内の点A, Bは同一の位置を示している。Fig.3 (b)は、Fig.3 (a)の白実線直下領域のSTEM像である。このSTEM像の観察領域は一つのフェライト粒(Grain I)の内部である。白鎖線で示しているように、破面上のSerrated Markingsは階段状構造の角の部分と対応したものであることがわかる。Fig.3 (c)は、Figs.2, 3に示した擬へき開破面の3次元形態の模式図である。このような階段状構造の結晶学的特徴を理解するため、Fig.3 (b)に白鎖線で示したそれぞれの破面ファセット(1~6)の面方位を調べた。各ファセットの法線方向は、菊池線から得られた結晶方位、STEM像内の破面トレース、破面3次元像から得られたSTEM試料奥行方向の破面傾斜角から決定した。その結果、すべての破面ファセットが $\{011\}$ 面と平行に近いことが明らかとなった(Fig.3 (d))。Fig.3 (d)のそれぞれのプロットの番号はFig.3 (b)中のファセット番号と一致している。したがって、フェライト鋼の水素脆性擬へき開破面上のSerrated Markingsは、階段状の $\{011\}$ ファセットによって構成されていることが明らかとなった。前報¹⁰⁾では、より巨視的なスケールで水素脆性擬へき開破面が $\{011\}$ 面と平行に近いことを示したが、本研究の結果から、巨視的に $\{011\}$ 面と平行な擬へき開破面が複数の微視的 $\{011\}$ ファセットによって構成されていることが明瞭に示された。ここで、それぞれの微視的 $\{011\}$ ファセットの長手方向をSerrated Markingsの方向と定義した(Fig.3 (c))。Fig.3 (e)に示すように、Grain IのSerrated Markingsは、微視的(110)ファセット上の $[1-10]$ 方向と平行に近いことが明らかとなった(それぞれのプロットの番号はFig.3 (a)中のSerrated Markingsの番号(1~5)と対応する)。なお、Fig.3 (b)に示すSTEM像は、明瞭なコントラストを得るために試料をある程度傾斜させて観察したものであるが、方位解析には、試料を傾斜させずに得た菊池線と破面トレースを用いている。

Fig.4は、Figs.2, 3とは別の結晶粒(Grain II)における水素脆性擬へき開破面の解析結果であり、STEM試料の観察面はSerrated Markingsとほとんど平行であった。Figs.4 (a, b)はそれぞれPt層の蒸着前後の同一視野SEM像、(c)は(a)の拡大像、(d)は(c)の白実線直下領域のSTEM像である。Fig.4 (d)中の微視的ファセットの法線方向を(e)に示す。ファセット2のように大きくずれている場合もあったが、基本的にはGrain Iの場合(Figs.2, 3)と同様に、水素脆性擬へき開破面を構成する微視的ファセットのほとんど

が{011}面と平行に近かった。また、Grain IIでは、Grain Iとは異なり、微視的(011)ファセット上のSerrated Markingsの方向は[0.842 0.319 -0.434]であり、[21-1]方向とほぼ平行であった(Fig.4 (f))。

Serrated Markingsと破面直下の変形微視組織(特に転位セル構造)の関係を調べるため、Grain IIIの擬へき開破面から2つのSTEM試料を作製した。Figs.5 (a, b)は、それぞれPt層蒸着前後の破面SEM像である。STEM試料の観察面が、同一Serrated Markingsに対してほぼ垂直(Figs.5 (c-e))あるいは平行(Figs.5 (f-h))となるよう、薄膜試料を作製した。Figs.5 (e, h)は、それぞれ(d, g)の転位セル構造の模式図である。いずれの試料においても転位セル境界とSerrated Markingsが一致していないため、転位セル境界はSerrated Markingsの起源ではないと結論付けた。

合計5つの結晶粒に形成された水素脆性擬へき開破面を

解析し、その結果をFig.6にまとめた。ほとんど全ての微視的擬へき開ファセットが{011}面と平行であった(Fig.6 (a))。また、Fig.6 (b)に示すように、Grain II以外の結晶粒ではSerrated Markingsは<011>方向と平行に近かったが、Grain II(星印)ではSerrated Markingsは<211>方向と平行に近かった。さらに、観察された結晶粒の引張方位が特異な方位ではないことから(Fig.6 (c)), (a, b)は引張方位に依存した結果ではないと言える。

微視的{011}擬へき開ファセットの起源を考察するために、解析したそれぞれのフェライト粒において、6つの等価な{011}面が引張軸と成す角(θ_{SP-TA})と最大シュミット因子(S)をTable 1にまとめた。ここでは、<111>{011}すべり系を想定している。 θ_{SP-TA} が大きいということは、すなわち{011}面に働く分解垂直応力が大きいことを意味する。 θ_{SP-TA} が大きい順に6つの{011}面を並べており、微視的擬

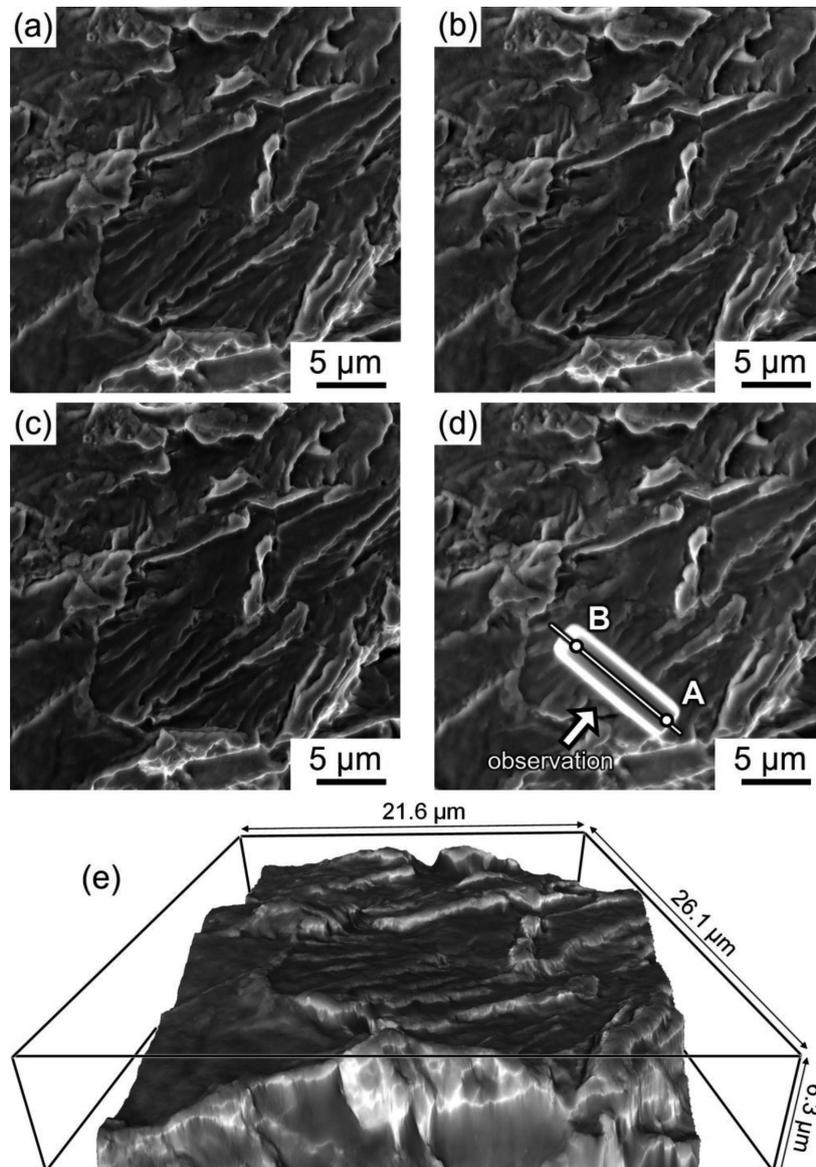


Fig. 2. SEM images of the hydrogen-related quasi-cleavage fracture surface; (a-c) before Pt deposition observed with tilting angles of 0°, +5°, and -5°, (d) after Pt deposition, and (e) the reconstructed three-dimensional image of the fracture surface.

へき開ファセットと平行な $\{011\}$ 面は灰色でハイライトされている。Grain II 以外のすべての結晶粒において、 θ_{SP-TA} が最大の $\{011\}$ 面が微視的擬へき開ファセットと対応していた。Grain II では、微視的擬へき開ファセットは S_f が最大の $\{011\}$ 面と平行であったが、その θ_{SP-TA} も 2 番目に大きく、最大と 2 番目の θ_{SP-TA} の差は 8.4° であり小さかった。したがって、 $\{011\}$ 面に働く分解垂直応力が水素脆性擬へき開破壊において重要な役割を担っており、この破壊がすべり面分離のように、水素によって助長されたすべり変形に直接引き起こされる破壊ではないことが示唆された。

4. 考察

水素脆性擬へき開破壊と塑性変形が密接に関係していることは多数報告されてきた¹⁰⁻¹⁵⁾。しかし、本研究により、微視的擬へき開ファセットは、 θ_{SP-TA} が最大の $\{011\}$ 面と対

応することが明らかとなった (Table 1)。すなわち、水素脆性擬へき開破壊は、単純に水素によって塑性変形が助長されることで生じるすべり面分離のような現象ではなく、 $\{011\}$ すべり面に働く分解垂直応力が重要な役割を担う破壊現象であることが明確に示された。我々は前報¹⁶⁾において、フェライト鋼の変形微視組織を観察し、(i) 水素が刃状転位に対するらせん転位の相対的な易動度を増加させ、絡まり合った転位形態が形成されること、(ii) き裂進展開始直前のひずみ量において、水素がらせん転位密度を増加させること、(iii) ナノボイドが $\{011\}$ 面トレースと平行に合体・連結することで、水素脆性擬へき開き裂が不連続に進展することを明らかにした。我々は、これらの結果から、らせん転位のジョグ引きずり運動によって多量の空孔が導入され、これらの空孔が合体・連結することにより $\{011\}$ すべり面に沿った水素脆性擬へき開破壊が生じるというモデルを提唱した。Matsumoto ら¹⁷⁾ は、第一原理計算を行い、

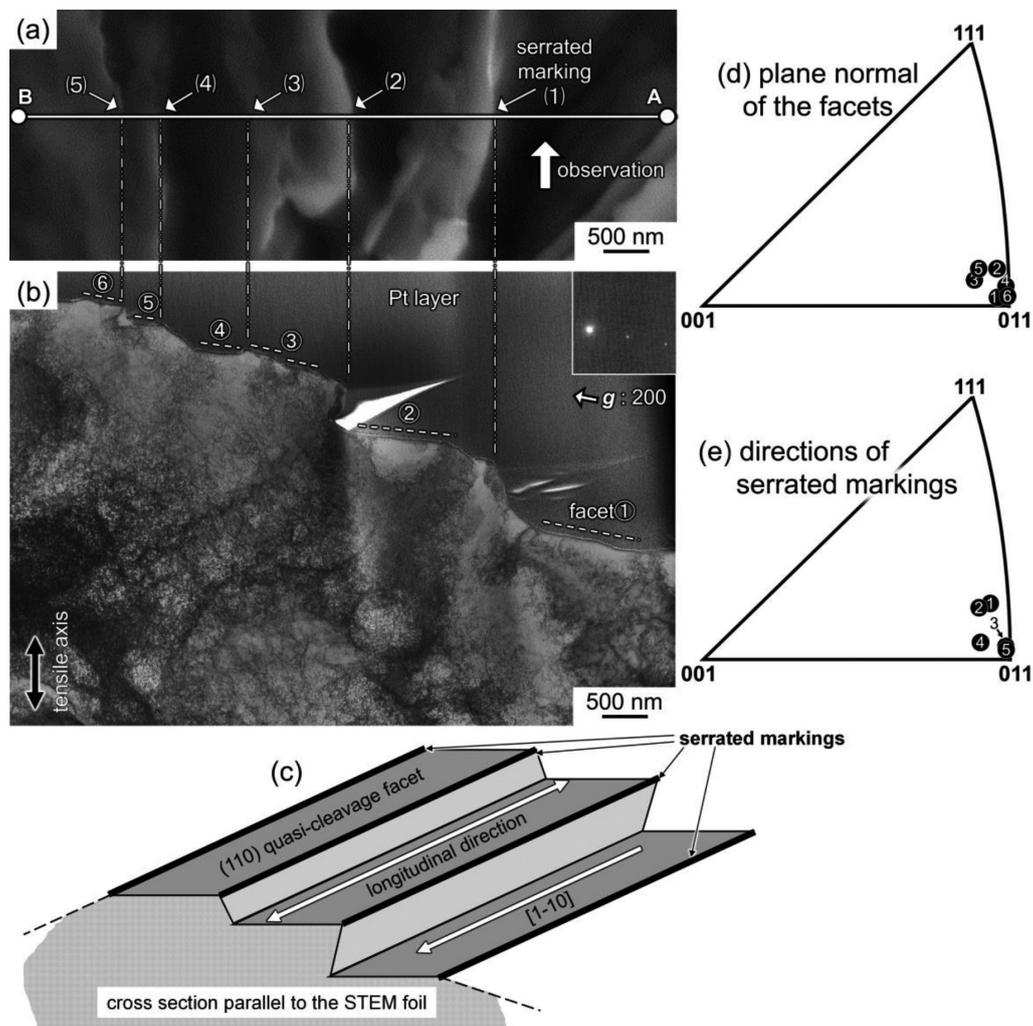


Fig. 3. (a) SEM image of the hydrogen-related quasi-cleavage fracture surface formed in Grain I. Points A and B shown in Figs. 2(d) and 3(a) indicate the identical positions. (b) STEM image of the microstructure beneath the white solid line in (a). The white chain lines indicate the positions of the serrated markings. (c) Schematic illustration of the three-dimensional morphology of the quasi-cleavage fracture surface. Stereographic triangles showing the crystallographic orientation of (d) normal directions of the fracture facets and (e) directions of serrated markings. The number of each pole indicated in (d) and (e) corresponds to each fracture facet component in (b) and serrated marking in (a), respectively.

水素が空孔拡散の活性化エネルギーを上昇させることで空孔の拡散頻度が極めて小さくなることを明らかにした。彼らは、らせん転位のジョグ引きずり運動によって導入された空孔がほとんど拡散せず、すべり面近傍に高密度で残留することを報告している。Neerajら¹⁸⁾は、原子間力顕微鏡と低加速電圧 (3–7 kV) 条件でのSEMを用いてフェライト/パーライト鋼の水素脆性擬へき開破面を観察し、破面上にナノスケールのディンプルが存在することを示した。これらの結果は、らせん転位のジョグ引きずり運動によって導入された空孔の連結・合体が擬へき開破壊において重要な役割を果たしているという、我々が提唱したモデルを支持するものである。したがって、水素により助長された

塑性変形によって導入される空孔・ボイドの合体において、すべり面に働く分解垂直応力が重要であると考えられる。また、擬へき開破面の階段状構造は、不連続な微視的 {011} ファセットの連結に由来するものと推察され、これは前報の結果¹⁶⁾と一致するものである。ただし、本研究では、微視的 {011} ファセットの連結セグメント、すなわち、階段状構造の比較的垂直なセグメントの詳細な形成メカニズムを明らかにすることはできなかった。

Fig.6に示すように、Serrated Markingsの方向は、Grain II 以外では<011>方向と平行であり、Grain IIでは<211>方向と平行であった。らせん転位のジョグ引きずり運動によって空孔が導入される方向は、単純に、すべり面法線方向と

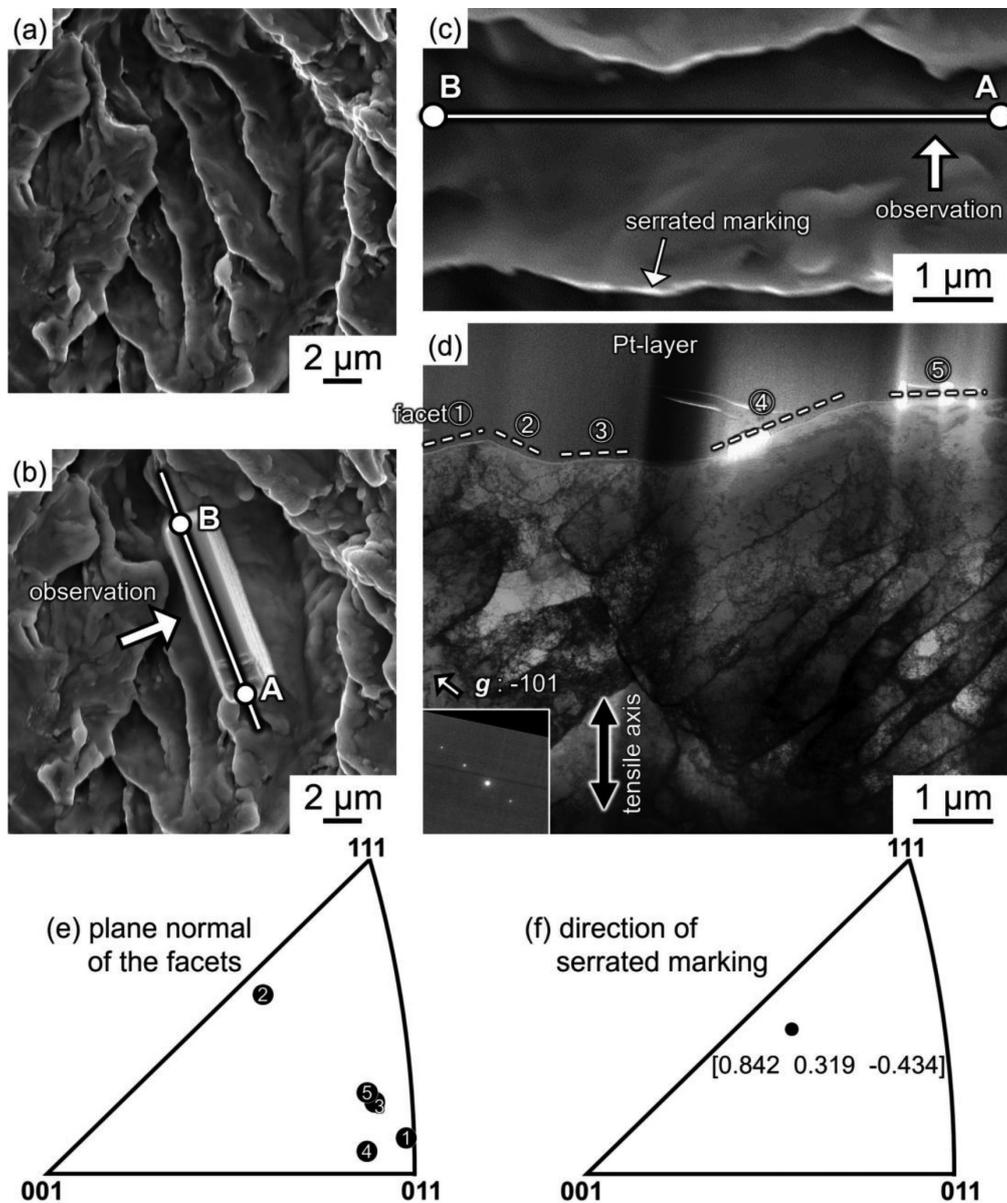


Fig. 4. (a–c) SEM images of the hydrogen-related quasi-cleavage fracture surface formed in Grain II; (a, c) before Pt deposition and (b) after Pt deposition. Points A, B, and white solid lines in (b) and (c) indicate the identical positions. (d) STEM image of the microstructure beneath the white solid line in (b, c). Stereographic triangles showing the crystallographic orientation of (e) normal directions of the fracture facets and (f) direction of serrated marking. The number of each pole indicated in (e) corresponds to each fracture facet component in (d).

らせん転位の転位線方向の外積から計算することができる。すなわち、 $\langle 111 \rangle \{011\}$ すべり系を考えると、 $\langle 211 \rangle$ 方向と平行な空孔列が導入されるはずである。Grain II では、微視的擬へき開ファセットは $\{011\}$ 面と平行に近く、 $\{011\}$ $[1-11]$ すべり系の S_f が最大である ($S_f = 0.435$)。そして、 S_f 最大のらせん転位のジョグ引きずり運動によって導入される空孔列の方向は $[21-1]$ 方向であり、これは実測された Serrated Markings の方向 $[0.842 \ 0.319 \ -0.434]$ と非常に近い (Fig.4 (f))。この結果は、Serrated Markings の方向がらせん転位のジョグ引きずり運動によって導入される空孔列の方向と密接に関係していることを裏付けている。一方、Grain II 以外の結晶粒では、微視的擬へき開ファセットは θ_{SP-Td} 最大の $\{011\}$ 面と平行であり、Serrated Markings は $\langle 011 \rangle$ 方向と平行であった。らせん転位のジョグ引きず

り運動によって導入される空孔列の方向は $\langle 211 \rangle$ 方向であるため、 $\langle 011 \rangle$ 方向と平行な Serrated Markings の起源を明らかにすることはできなかった。複数のすべり系の活動によって導入された空孔のクラスター化挙動が、 $\langle 011 \rangle$ 方向と平行な Serrated Markings の形成に影響を及ぼしたものと考えられる。水素チャージされた Fe における空孔クラスターの形成については、いくつかの報告がある。例えば、Tateyama and Ohno¹⁹⁾ は、水素存在下においては $\langle 111 \rangle$ 方向と平行な線状クラスターや、 $\{011\}$ 面あるいは $\{001\}$ 面と平行な面状クラスターがエネルギー的に有利であると報告している。Hayward and Fu²⁰⁾ は、空孔クラスター表面にトラップされた水素による表面エネルギーの減少を計算し、球状クラスターが面状あるいは線状クラスターと比較してエネルギー的に有利であると報告している。し

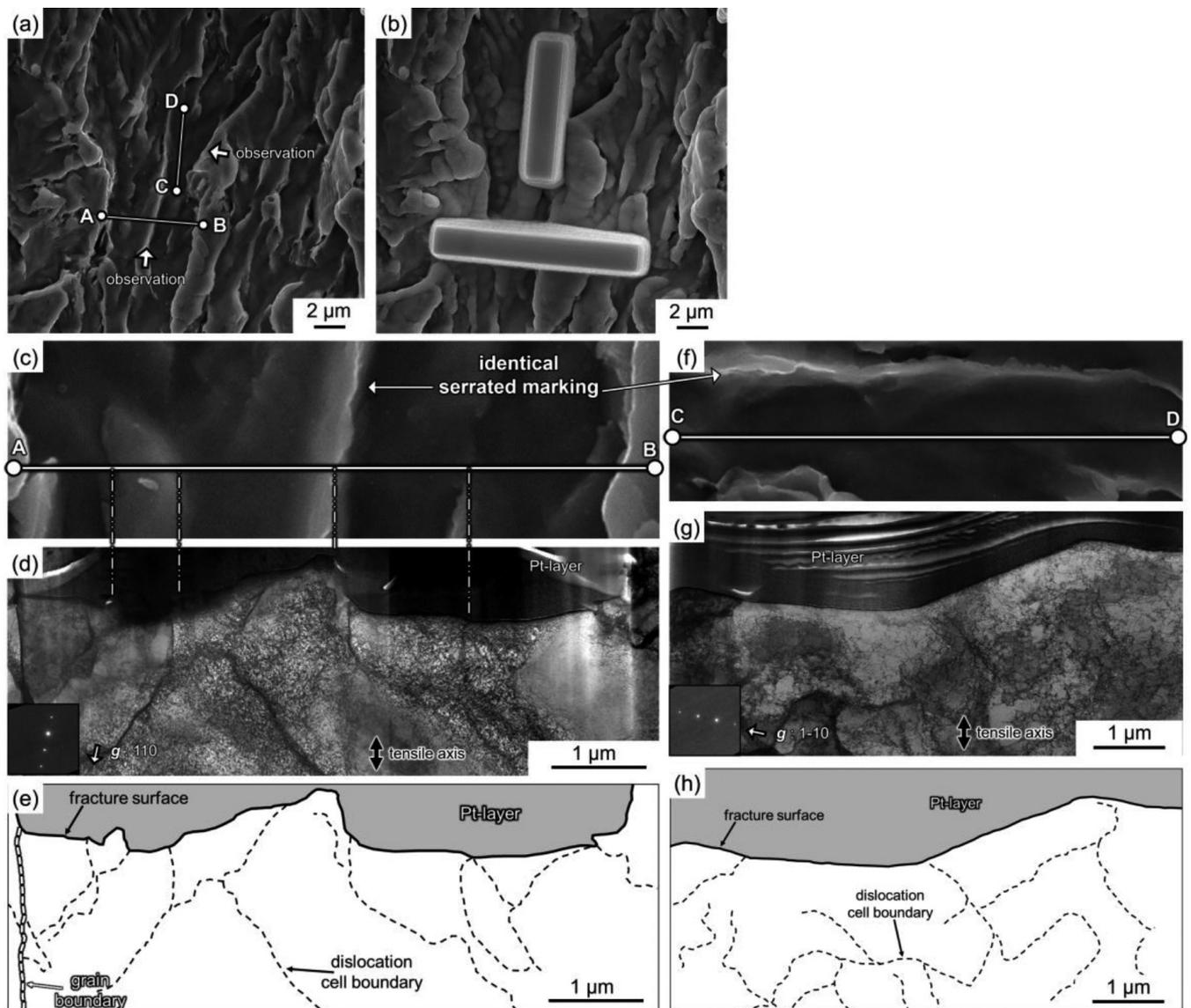


Fig. 5. (a, b, c, and f) SEM images of the hydrogen-related quasi-cleavage fracture surface formed in Grain III; (a, c, f) before Pt deposition and (b) after Pt deposition. Points A, B, C, D, and white solid lines indicate the identical positions. (d, g) STEM images of the microstructure beneath the white solid lines in (c, f), respectively. White chain lines indicate the positions of the serrated markings. (e, h) Schematic illustrations of the dislocation cell structure in (d, g).

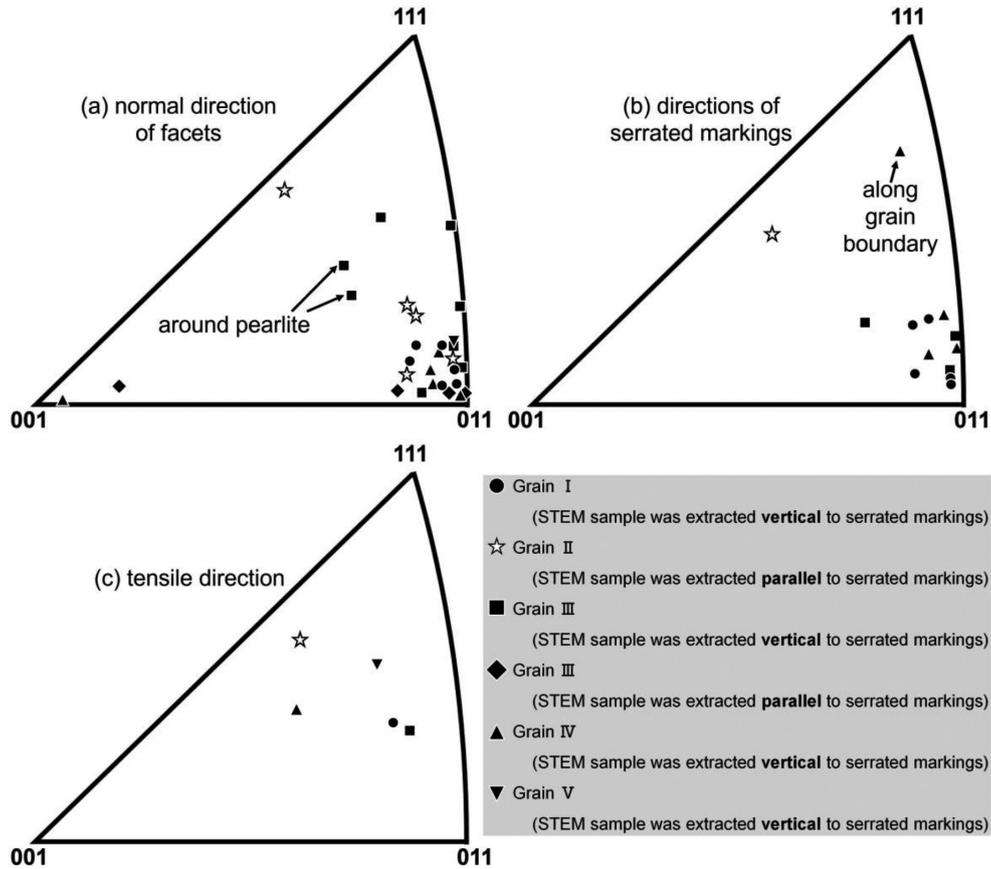


Fig. 6. Stereographic triangles showing the (a) normal directions of the microscopic quasi-cleavage facets, (b) directions of serrated markings, and (c) tensile directions of the analyzed grains.

Table 1. Summary of the inclination angles of the {011} slip planes from tensile axes (θ_{SP-TA}) and the largest Schmidt factors (S_f) for each six crystallographically equivalent {011} slip plane in the analyzed grains. The six {011} slip planes are listed in the order of larger θ_{SP-TA} for each grain. The {011} plane parallel to the microscopic quasi-cleavage facets in each grain is highlighted by gray.

No.	Grain I			Grain II			Grain III			Grain IV			Grain V		
	serrated markings // [1-10]	serrated markings // [2 1 -1]	serrated markings // [1-10]	serrated markings // [01-1]	serrated markings // [1-10]	serrated markings // [1-10]	serrated markings // [1-10]	serrated markings // [1-10]	serrated markings // [1-10]	serrated markings // [1-10]	serrated markings // [1-10]	serrated markings // [1-10]	serrated markings // [1-10]	serrated markings // [1-10]	
	{011} slip plane	θ_{SP-TA}	largest S_f [slip direction]	{011} slip plane	θ_{SP-TA}	largest S_f [slip direction]	{011} slip plane	θ_{SP-TA}	largest S_f [slip direction]	{011} slip plane	θ_{SP-TA}	largest S_f [slip direction]	{011} slip plane	θ_{SP-TA}	largest S_f [slip direction]
1	110	76.4°	0.202 [1-1-1]	101	64.2°	0.366 [-111]	110	77.4°	0.202 [1-1-1]	011	68.8°	0.335 [1-11]	110	70.4°	0.265 [-111]
2	110	43.4°	0.462 [11-1]	011	55.8°	0.435 [1-11]	011	42.2°	0.458 [11-1]	101	50.5°	0.48 [-111]	011	48.9°	0.444 [-1-11]
3	101	35.5°	0.391 [11-1]	110	35.8°	0.308 [-11-1]	101	36.0°	0.4 [11-1]	110	30.2°	0.313 [-111]	101	39.0°	0.371 [-1-11]
4	0-11	23.0°	0.358 [111]	0-11	18.4°	0.298 [111]	0-11	22.8°	0.354 [111]	-101	25.5°	0.387 [111]	0-11	18.2°	0.297 [111]
5	-101	16.5°	0.26 [111]	-101	14.0°	0.229 [111]	-101	17.7°	0.277 [111]	0-11	15.6°	0.242 [111]	-101	10.9°	0.179 [111]
6	-110	6.1°	0.098 [111]	-110	4.2°	0.069 [111]	-110	4.8°	0.077 [111]	-110	9.3°	0.145 [111]	-110	7.1°	0.118 [111]

Gray highlight: quasi-cleavage facet, θ_{SP-TA} : inclination angle of {011} slip plane from tensile axis, S_f : Schmidt factor

かしながら、いずれの結果も<011>方向と平行なSerrated Markingsの形成メカニズムを完全に説明することはできない。Serrated Markingsの形成メカニズムをより詳細に明らかにするためには、き裂先端近傍領域の応力/ひずみや、クラスター内でガス化した水素の内部圧力を考慮する必要がある。さらに、水素の存在によって空孔の拡散頻度が極めて小さくなるため^{17,20)}、空孔クラスターの最終的なエネルギー安定状態のみでなく、空孔拡散挙動も考慮すべきであ

ると考えられる。

5. 結言

本研究では、主にフェライト組織からなる低炭素鋼において、水素脆性擬へき開破面の微視的な3次元形態と結晶学的特徴を調べた。得られた主な結果は以下の通りである。

(1) Serrated Markings は、微視的{011}ファセットにより構

成される階段状構造と対応しており、それぞれのファセットの長手方向は<011>あるいは<211>と平行に近かった。

- (2) 微視的 {011} 擬へき開ファセットは、結晶学的に等価な6つの {011} 面の中で引張軸からの傾斜角度が最大であったことから、{011} 面に働く分解垂直応力が水素脆性擬へき開破壊において重要な役割を担うことが明らかとなった。
- (3) {011} 面に沿った水素脆性擬へき開破壊のメカニズムを理解するためには、水素によって助長されるすべり変形のみでなく、水素により助長された塑性変形によって導入される空孔・ボイドの連結・合体も考慮すべきである。

利益相反に関する宣言

本研究の遂行に関する利益相反は無い。

謝辞

本研究は、日本学術振興会 科学研究費補助金 JP19J21267, JP15H04158, JP19H02459, JP20K21083, および文部科学省 Elements Strategy Initiative for Structural Materials (ESISM) の助成を受けて行われたものである。

文 献

- 1) A. Shibata, Y. Momotani, T. Murata, T. Matsuoka, M. Tsuboi and N. Tsuji: *Mater. Sci. Technol.*, **33**(2017), 1524. <https://doi.org/10.1080/02670836.2017.1312210>
- 2) A. Shibata, T. Murata, H. Takahashi, T. Matsuoka and N. Tsuji: *Metall. Mater. Trans. A*, **46**(2015), 5685. <https://doi.org/10.1007/s11661-015-3176-x>
- 3) M. Yamaguchi, J. Kameda, K. Ebihara, M. Itakura and H. Kaburaki: *Philos. Mag.*, **92**(2012), 1349. <https://doi.org/10.1080/14786435.2011.645077>
- 4) I.M. Robertson, P. Sofronis, A. Nagao, M.L. Martin, S. Wang, D.W. Gross and K.E. Nygren: *Metall. Mater. Trans. A*, **46**(2015), 2323. <https://doi.org/10.1007/s11661-015-2836-1>
- 5) S.P. Lynch: *Acta Metall.*, **36**(1988), 2639. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(88\)90113-7](https://doi.org/10.1016/0001-6160(88)90113-7)
- 6) A. Kimura and H. Kimura: *Mater. Sci. Eng.*, **77**(1986), 75. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(86\)90355-1](https://doi.org/10.1016/0025-5416(86)90355-1)
- 7) S.P. Trasatti, E. Sivieri and F. Mazza: *Mater. Corros.*, **56**(2005), 111. <https://doi.org/10.1002/maco.200403821>
- 8) A.W. Thompson: *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, **19**(1996), 1307. <https://doi.org/10.1111/j.1460-2695.1996.tb00168.x>
- 9) A. Shibata, H. Takahashi and N. Tsuji: *ISIJ Int.*, **52**(2012), 208. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.52.208>
- 10) K. Okada, A. Shibata, Y. Takeda and N. Tsuji: *Int. J. Hydrog. Energy*, **43**(2018), 11298. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2018.05.011>
- 11) H.K. Birnbaum and P. Sofronis: *Mater. Sci. Eng. A*, **176**(1994), 191. [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(94\)90975-X](https://doi.org/10.1016/0921-5093(94)90975-X)
- 12) T. Tabata and H.K. Birnbaum: *Scr. Metall.*, **17**(1983), 947. [https://doi.org/10.1016/0036-9748\(83\)90268-5](https://doi.org/10.1016/0036-9748(83)90268-5)
- 13) M. Nagumo: *ISIJ Int.*, **41**(2001), 590. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.41.590>
- 14) M. Nagumo and H. Matsuda: *Philos. Mag. A*, **82**(2002), 3415. <https://doi.org/10.1080/01418610208240452>
- 15) M.L. Martin, J.A. Fenske, G.S. Liu, P. Sofronis and I.M. Robertson: *Acta Mater.*, **59**(2011), 1601. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.11.024>
- 16) K. Okada, A. Shibata, W. Gong and N. Tsuji: *Acta Mater.*, **225**(2022), 117549. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2021.117549>
- 17) R. Matsumoto, N. Nishiguchi, S. Taketomi and N. Miyazaki: *J. Soc. Mater. Sci. Jpn.*, **63**(2014), 182 (in Japanese). <https://doi.org/10.2472/jms.63.182>
- 18) T. Neeraj, R. Srinivasan and J. Li: *Acta Mater.*, **60**(2012), 5160. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.06.014>
- 19) Y. Tateyama and T. Ohno: *Phys. Rev. B*, **67**(2003), 174105. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.67.174105>
- 20) E. Hayward and C.-C. Fu: *Phys. Rev. B*, **87**(2013), 174103. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.87.174103>