

水素および予ひずみを与えられた高張力鋼板 における強度のひずみ速度依存性

高橋 明宏\*

# 1. はじめに

塑性加工の分野において, コンピュータを駆使した量 産技術の高度化が盛んに推し進められている<sup>1)</sup>. そのた めには信頼性の高い応力 - ひずみ曲線が要請される。生 産量の多い鉄系合金は、ひずみ速度が異なれば力学的性 質は大きく変化する<sup>2)</sup>ため、本質的に様々なひずみ速度 下での基礎実験データが必要となる.更に一般的な鍛造 やプレス加工においては作業工程が単発で終了すること はなく、多発入力により所定の成形迄を行っている. す なわち初期工程で予ひずみを与えられた材料に対して, その後続けて繰り返しひずみが導入されてから最終製品 形状に至るわけである.しかしながら,例えば高速圧延 およびプレス加工等のような高速度荷重入力を受ける塑 性加工法の高効率化を目指した構造解析に対して,現在 でも準静的な引張応力 - ひずみ応答特性を用いているケ ースが多い. そのようにして製作された部材が実機に組 み付けられ,有限要素解析等を経て機械類全体の設計お よび安全指針を得ており、それらが問題視されている. 例えば自動車衝突に対しての確度の高い「安全」を求め るには、予ひずみを導入した材料の高速引張特性を用い た CAE 構造解析が必要条件になるといえる.

近年,自動車用部材にはハイテンと呼ぶ高張力鋼板が 多用されている.生産技術の進歩も伴い自動車以外の交 通輸送機器用部材として,そして他にも建築構造用部材 としての適用が期待されている.そのため,材料特性の ひずみ速度感受性や腐食などの使用雰囲気の影響を詳細 に調査しなければならない.最近,簡易的な湿式水素添 加法が開発され,水素ステーション用部材への展開が期 待されている鋼材や,新規メッキ法に対する水素脆化研 究<sup>3</sup>)が盛んに報告されている.

本研究では、980MPa級の高張力鋼板(ハイテン)を供試 材とし、予ひずみを与えた試験片を用いて準静的および 動的ひずみ速度範囲下での応力-ひずみ曲線を取得する ことを目的として実験を行った.さらに浸漬チャージ法 を用いて水素を導入し、同様なひずみ速度範囲で引張試 験を実施し、供試材に対する引張変形時の変形応力およ び破壊挙動と、水素、予ひずみそしてひずみ速度の影響 をあわせて調査した.

### 2. 実験方法

# 2.1 供試材および予ひずみ導入方法

供試材は自動車技術会規格(SAE 規格)の 980MPa 級(引 張強さ)JSC980Y 圧延材(厚さ t=1.8mm)である. これはフ ェライトとマルテンサイトの複相組織を併有し,低降伏 強度と高い引張強さを示す Dual Phase 鋼である. 表1は この材料の化学成分を示したものである. 図 1(a)は予ひ ずみ導入のために使用した JIS 1 号引張試験片である. 材料万能試験機(島津製作所製 AG - I 容量 250kN)を用

表1 化学組成 (mass%)

	С	Si	Mn	Р	S	Cr	
	0.13	1.01	2.23	0.006	0.003	8 0.01	9
Ti	Mo	o C	u S	n 1	Ni	Al	Nb
0.037	0.00	05 0.0	21 0.0	003 0.	014	0.046	0.003



(a) 予ひずみ導入用JIS1号引張試験片の寸法と形状



(b) 予ひずみ導入用試験片から採取した引張試験 片の寸法と形状

図1 引張試験片の寸法および形状

い,負荷速度 1mm/min.にて予ひずみを導入した.図1(a) の試験片の中央に大ひずみゲージ(共和電業製 KFEM -5 - 120 - C1)を貼付し,ゲージ値が公称 3%および 10%の ひずみを指したところで導入作業を停止した.図2 は公 称応力 - ひずみ曲線である.公称 3%および 10%ひずみ は,応力ひずみ応答の均一変形領域の範囲内にあること がわかる.除荷した後は弾性回復を生じたため,除荷後 の実際のひずみは、公称3%の予ひずみで2.96~2.98%の 範囲、公称10%の予ひずみで9.93~9.95%の範囲であっ た.以降、予ひずみを導入していない試験片を0%予ひ ずみ材とし、予ひずみを導入した試験片を3%予ひずみ



図2 予ひずみを導入したときの引張応力 - ひずみ曲線

材および10%予ひずみ材と呼ぶことにする.図1(b)には, 同図(a)の予ひずみ材から切り出した試験片の寸法およ び形状を示している.なお特に断らない限り,引張試験 片は圧延方向が試験片の長手方向になるように採取した.

### 2.2 準静的および高速引張試験方法

すべての引張試験は前述の材料万能試験機にて実施した.負荷速度は0.05mm/min.,1mm/min.および500mm/min. とした.標点間距離GLが6.5mmであるため,それぞれ ひずみ速度は,1.28×10<sup>-4</sup> [1/s],2.56×10<sup>-3</sup> [1/s]および1.28 [1/s]となる.FrostおよびAshby<sup>4)</sup>は,ひずみ速度が1[1/s] 以上の場合は高速変形の域であると主張している.市販 の電気油圧サーボ式高速負荷試験機で負荷速度6× 10<sup>5</sup>mm/min.の試験が可能ではあるが,著者の経験<sup>5)</sup>から, 試験機に取り付けられているロードセルを利用して荷重 検出を行う場合に,ある負荷速度以上で荷重信号に重畳 する振動波の影響を抑制することは困難だと判断してい る.ただし本研究で実施する500mm/min.の場合,予備実 験の結果からロードセルが応力波の伝播や反射の影響を おおよそ受けないことがわかったため,荷重検出には試 験機に付属しているロードセルを使用した.

試験中の評点間距離の変位は,試験片肩部にレーザー 変位計(キーエンス製 IL - 030)を上下二つ設置して計測 した.また標点間の中央に微小ひずみゲージ(東京測器研 究所製 FLK - 1 - 11)を一枚貼付し,1ゲージ法にて負荷 開始初期の微小ひずみ値を検出した.なお,変位計の電 圧出力およびひずみゲージ出力は,サンプリング速度が 20kHz の計測器(横河電機製 PC ベース WE7000 -WE7245)を用いて記録した.

すべての引張試験の試験片は同一条件で3本準備して 実施した.また簡易的なマイクロスコープを用いて試験 後の破断状況を観察した.観察は破面および破断面に対 して直交する方向から行った.

### 2.3 水素チャージ方法と硬度試験

堤らの方法<sup>6)</sup>に準拠して,図1(b)の試験片を

313K(40℃)の 20 mass%チオシアン酸アンモニウム (NH<sub>4</sub>SCN)水溶液に 48 時間浸漬する浸漬チャージ法を用 いた.今後,浸漬しなかった試験片を未チャージ材,浸 漬した試験片を水素チャージ材と呼ぶことにする.図3 は浸漬チャージ法を模式的に示したものである.0%予ひ ずみ材,3%予ひずみ材および10%予ひずみ材をそれぞれ 個別の試験管に入れ,溶液重量を試験片重量の3倍以上 になるように統一した.浸漬チャージ前,試験片表面を



図3 浸漬チャージ法の概要

1000 番までの耐水ペーパーで研磨した.研磨方向は試験 片長手方向と一致させるようにした.水素チャージ材の 試験片表面に対しては,特に表面の研磨処理は行ってい ない.松尾ら<sup>7)</sup>は SCM435 低合金鋼に引張負荷によって 公称 10%予ひずみを与えた後,本研究と同様な浸漬チャ ージ法を適用し,導入した水素の量を昇温脱離分析装置 (TDA)で測定した.その結果 0.60ppm まで導入できたと 報告している.その際,未チャージ材の SCM435 の水素 量は 0.01ppmであったとしている.吉川ら<sup>8)</sup>は 0.16 mass% の炭素を有する SM490B 鋼に浸漬チャージ法によって水 素を 1.10ppm 導入できたと報告している.本研究では定 量的な水素量分析を行っていないが,水素チャージ材は 未チャージ材に比べて 10 から 100 倍のオーダーの水素量 を導入できていると考えている.

すべての未チャージ材および水素チャージ材の硬度試 験は、ビッカース硬度計(AKASHI 製 AVK - AⅡ)を用い て、押込荷重 9.8N,保持時間 15 秒にて行った.試験点 数はそれぞれ 30 点とした.

なお,水素チャージ材の引張試験および硬度試験は浸 漬チャージ終了後,10時間以内にすべて実施した.

#### 実験結果および考察

### 3.1 応力-ひずみ曲線に対するひずみ速度の影響

図4は予ひずみを施した未チャージ材に対して各ひず み速度下で引張試験を行ったときの応力 - ひずみ曲線で ある.各図中に示したF点は、ひずみ速度1.28[1/s]で試 験したときの破断点と判断した点である.高速変形であ るため、応力波の発生とその波動の分散や反射によりロ ードセルが見かけ上の荷重を計測しているよう見える. そこで、試験後に試験片の突き合わせ伸びを測定し、弾 性回復を考慮して F 点を定めた. (a)の 0%予ひずみ材か ら(c)の 10%予ひずみ材まで,導入した予ひずみが同一の 場合,応力ひずみ応答に及ぼすひずみ速度の影響はほと んど認められない.予ひずみに対する影響では,導入し た予ひずみのオーダーが高いほど引張強さおよび降伏応 力が増大するが,逆に延性は低下した.Dual Phase 鋼は 低降伏応力型の鋼材であり,図 4(a)に示す加工硬化挙動 を現すことから,良好な塑性加工性を示すと考えられて いる.しかし予ひずみ 3%加工後は図 4(b)のような加工硬 化挙動を示すことになり,低降伏応力型の応力ひずみ応



図4 0%から10%まで予ひずみを導入した未チャージ材の各ひずみ速度下で引張試験を実施して得られた応力 - ひずみ曲線

答とは言い難い.図4(c)も同様である.すなわち,本供 試材の加工ひずみ履歴に対する検討は,低降伏強度型で あるが故に重大視されなければならない.

図 5(a)は、水素チャージ材に対して 2.56×10<sup>-3</sup>[1/s]および 1.28[1/s]のひずみ速度で試験した 0%予ひずみ材の応

力 - ひずみ曲線を示し、(b)は 10%予ひずみ材のそれらを 示したものである.参考として, (a)には 2.56×10-3[1/s] で試験した未チャージの 0%予ひずみ材,および(b)には 同様のひずみ速度で未チャージの10%予ひずみ材の応力 - ひずみ曲線を掲載した.水素をチャージすることで引 張強さおよび降伏応力はほぼ変わらないものの、引張延 性が顕著に低下した.水素チャージした10%予ひずみ材 の延性は、未チャージ材に比べ30%以下に留まり、極端 に脆化していた.また水素チャージ材に限って,ひずみ 速度の影響を比較したところ、強度に関する差異は認め られないが、ひずみ速度が高くなると破断までの延性が 向上した.この傾向は導入した予ひずみのオーダーにか かわらず一致していた. また, ひずみ速度 2.56×10<sup>-3</sup>[1/s] の水素チャージ材における破断点近傍に応力 - ひずみ挙 動の著しい変曲点が存在する.しかし未チャージ材には 観察されなかった.



図5 0%および10%予ひずみ材の水素チャージ材 における各ひずみ速度下で引張試験を実施 して得られた応力 - ひずみ曲線

ところで材料の変形に対するひずみ速度の影響を簡易 的に比較する目的で、一定のひずみ量における変形応力 に対し,試験したひずみ速度で整理することが行われる. そのときのプロットの傾きは、ひずみ速度感受性指数 *m* 値<sup>9</sup>として扱われ、以下の式のように記述される.

$$\sigma = K \dot{\varepsilon}^m \tag{1}$$

ここでσは変形応力, εはひずみ速度, K は定数である. 図 6 は, ひずみ 7%における 0%予ひずみ材の未チャージ 材および水素チャージ材の変形応力σ<sub>0.07</sub>のひずみ速度依 存性を示したものであり, 対数化させたものをプロット した. 図中の直線は式(1)に対応するものであり, 未チャ ージ材および水素チャージ材について, 以下のようにな った.



図6 0%予ひずみ材の未チャージ材および水素チャージ材の 7%変形応力に対するひずみ速度依存性

$$\sigma_{0.07} = 994 \dot{\varepsilon}^{0.0048} \tag{2}$$

$$\sigma_{0.07} = 1011 \dot{\varepsilon}^{0.0062} \tag{3}$$

式(2)が未チャージ材および式(3)が水素チャージ材で あり、それぞれ最小二乗法によると決定係数は R<sup>2</sup>=0.949 および 0.957 であった.本研究のひずみ速度範囲におい て、未チャージ材のm値よりも水素チャージ材のそれが 大きく、水素チャージ材の方が変形応力に対するひずみ 速度感受性が高いといえる.

土田ら<sup>10)</sup>は 0.15%炭素の Dual Phase 鋼に対して, 3.3 ×10<sup>-6</sup>から 1.0×10<sup>3</sup>[1/s]のひずみ速度範囲で 7%変形応力 に対するひずみ速度の影響を調査し, K 値と m 値を求め ている. その結果, K=988MPa, m=0.0055 (R<sup>2</sup>=0.900)とな っており,本研究で得られた結果とよく一致している.

#### 3.2 破面観察結果

図7は各予ひずみ材における未チャージ材および水素 チャージ材に対し,準静的ひずみ速度2.56×10<sup>-3</sup>[1/s]で試 験したときの破面観察結果である.未チャージ材は,予 ひずみのオーダーにかかわらず試験片の角部が稜状に留 まっており,稜部間が試験片中央に向かって凹状に絞ら れた破面を形成していた.また試験片横断面からの観察 と併せ,カップコーン型の破壊形態を示すことも確認さ れた.一方,水素チャージ材は大幅な絞り変形が認めら れず,せん断的な破壊形態を成していた.さらに特徴的 なのは,破面上に現れる球形状の凹凸である.これは0% 予ひずみ材が最も大きく,導入した予ひずみのオーダー が高くなれば,それらの球形サイズが低減するといった



図7 各予ひずみ材の未チャージ材および水素チャージ材を準静的ひずみ速度2.56×10<sup>-4</sup>[1/s]で試験 したときの破面観察結果



図8 各予ひずみ材の未チャージ材および水素チャ ージ材をひずみ速度1.28[1/s]で試験したときの 破面観察結果

傾向を示した.また各予ひずみ材の中央部で球形サイズ が比較的大きくなり外表面に向かうにしたがって,サイ ズが小さくなっていた.さらに10%予ひずみ材に限って は、球形の凹凸が試験片の中央部に集積していた.

図8は各予ひずみ材における未チャージ材および水素 チャージ材に対し、ひずみ速度 1.28[1/s]で試験したとき の破面観察結果である. 未チャージ材は準静的なひずみ 速度で試験したときと同様, 稜部が明確で稜部間が凹ん だ破面であり、カップコーン型の破壊形態であった.-方,水素チャージ材はひずみ速度が高くなると,絞り変 形がより発達しており,図5の結果と対応していた.さ らに図7で観察された球形状の凹凸も確認されたが、未 チャージ材と比べて球形サイズが大幅に低下していた. 図7とは逆に、試験のひずみ速度が高くなった場合、0% 予ひずみ材よりも10%予ひずみ材の方が球形状の凹凸の 存在が際だっていることがわかる.とはいえ水素チャー ジ材の10%予ひずみ材の破面の凹凸の性状は、ひずみ速 度に依存しておらず、おおよそ同等な破面だと考えられ る. 堤らは<sup>6)</sup>, 予ひずみを導入した SS400 に浸漬チャー ジ法を用いて水素をチャージし、準静的ひずみ速度にて 引張試験を行っている,その結果,試験片破断後の破面 近傍の横断面観察から, 未チャージ材に比べてディンプ ルが広く形成され、ディンプルが合体してできるボイド が軸直交方向に成長していく状況を報告している. Morris ら<sup>11)</sup>も水素チャージした 5.5%Ni 鋼のディンプル 形状を調査し、水素添加したものはディンプル深さが浅 いことを報告している.

一般に、き裂伝播抵抗は、き裂先端の降伏変形とそれ に伴う非線形の負荷によるき裂先端の応力特異性の変化 により大きく遷移することが報告されている<sup>12),13)</sup>. Chen<sup>14)</sup>が伝播き裂の先端における漸近解を基に解析し た結果、以下に示す延性パラメーターΩ<sup>12)</sup>が34.5以上で 十分な降伏変形により安定き裂成長が生じ、それ未満で はき裂は抵抗を受けずに伝播し、安定き裂成長は内因的 な伝播抵抗が高いときに限って生じ得る.

$$\Omega = \frac{E\varepsilon_{1f}}{\sigma_0} \tag{4}$$

ここでEは縦弾性係数、 $\varepsilon_{1f}$ は一軸引張試験の破断ひずみ、 そして $\sigma_0$ は流動応力であり、本研究では 0.2%耐力と引張 強さの相加平均で求められる. **表 2**は未チャージ材およ び水素チャージ材の異なるひずみ速度で試験したときの 0%予ひずみ材と 10%予ひずみ材の $\Omega$ 値である.この結果、 水素の導入にかかわらず、10%予ひずみ材で $\Omega$ 値が 34.5

表2 未チャージ材および水素チャージ材の異なる ひずみ速度で試験したときの各予ひずみ材に おけるΩ値

Strain rate	$2.56 \times 10^{-3}$ [1/s]		1.28 [1/s]	
Prestrained	0%	10%	0%	10%
Uncharged	79.5	30.3	60.6	30.0
Hydrogen charged	43.5	8.94	51.7	16.0

未満となった. すなわち,水素チャージ材でも予ひずみ を与えていない場合はき裂先端の降伏変形による効果は 十分に現れているといえる.また10%予ひずみ材は水素 の導入に関係なく HRR 応力場<sup>15)</sup>から,応力特異性の弱 い,すなわち@n(1/r)の弱い RDS 応力場<sup>16)</sup>へ遷移している と考えられる.なお,rはき裂先端からの塑性域である.

今後,特に予ひずみを与えた水素チャージ材に関する 知見は,将来的な水素ステーションの構造設計に関連す る塑性加工の現場で大変興味深い結果を含んでいる.本 研究で観察された球形状の凹凸の深部について,走査電 顕等を用いて詳細に観察し,引張延性や絞りの低下に対 する定量的要因の考究が今後の課題であると考える.

#### 3.3 硬度試験結果

**表3**は未チャージ材および水素チャージ材のビッカー ス硬度の平均値を示したものである. すべての硬度結果 は,ばらつきが±4%以内であった.水素チャージ材は未 チャージ材に比べ,どの予ひずみ材において硬度が低下 した.しかしながら,±4%のばらつきを考慮すれば,両 者の硬度に対する有意差はないと考えられる.そのため, 硬度試験からは水素をチャージすることによる力学的性 質の差異は評価できないといえる.

表3 各予ひずみの未チャージ材および水素チャージ 材の硬度試験結果

Prestrained	0%	3%	10%
Uncharged	288	303	326
Hydrogen Charged	280	301	318

### 4. おわりに

980MPa 級高張力鋼板を供試材とし、予ひずみを与え た試験片を用いて 1.28×10<sup>-4</sup>から 1.28[1/s]までのひずみ 速度範囲にて引張試験を行い、応力 - ひずみ曲線を取得 した.また、浸漬チャージ法を用いて試験片に水素を添 加し、変形応力に及ぼす予ひずみやひずみ速度の影響の 調査を試みた.以下に本研究で得られた知見をまとめる.

- 1)本研究のひずみ速度範囲において、導入した予ひずみ のオーダーにかかわらず、応力ひずみ曲線の挙動に変 化は認められなかった.
- 2)水素チャージ材の引張強さと降伏応力は未チャージ材 と同等であった.しかし,引張延性および絞りは大幅 に低下した.
- 3) 未チャージ材および水素チャージ材のひずみ速度感受性指数 m 値は, それぞれ m=0.048 および m=0.062 であり, 水素チャージ材の方が変形応力に対するひずみ速度依存性が高いことがわかった.
- 4)水素チャージ材で特徴的な球形状の凹凸を成した破面が観察された.この破面は予ひずみおよびひずみ速度によって変化することを明確にした.
- 5)硬度調査からは水素を添加することによる力学的性質 の差異は現れない.

### 謝辞

本研究は公益財団法人天田財団(当時天田金属加工機 械技術振興財団)の研究開発助成(AF-2003004)から継続 し展開した研究成果であります.ここに付記し,財団お よび関係の皆様に深甚なる感謝の意を表します.また, 浸漬チャージ法を御教示いただきました大分大学工学部 の堤紀子博士に心より感謝申し上げます.

# 参考文献

- 佐藤健太郎,小田明,富沢浩紀,三上寿夫,菅沼浩,則岡明 仁,渡邊正昭:自動車技術会学術講演前刷集,965(1996), 1-4.
- 2) 作井誠太,酒井拓:鉄と鋼,58(1972),1438-1455.
- 3) 例えば, 松岡三郎: 伝熱, 48(2009), 7-19.
- 4) H. J. Frost and M. F. Ashby : Deformation Mechanism Maps, Pergamon Press, Oxford, (1982).
- 5) A.Takahashi, T.Kobayashi and H.Toda : Proceedings of ICAA, Vol.1(1998), 505-510.
- 金子祥太朗,堤紀子:日本機械学会宮崎講演会 No.118-3(2011), 83-84.

- 7) 松尾尚,山辺純一郎,福島良博,松岡三郎,村上敬宜:材料, 59(2010), 924-931.
- 8) 吉岡倫夫,堤紀子,松岡三郎,村上敬宜:日本機械学会論 文集 A, 76(2010), 908-917.
- 9) T. H. Courtney : Mechanical Behavior of Materials, McGROW-HILL, (2000).
- 10) 土田紀之,井崎栄政,田中知幸,深浦健三:鉄と鋼, 97(1011), 37-44.
- 11) Y. H. Kim and J. W. Morris, Jr : Metall. Trans. A, 14A(1983), 1883-1888.
- 12) 高橋明宏,小林俊郎,戸田裕之,水谷道: 軽金属, 50(2000), 386-391.
- M. Kiritani and M. Kato : Symposium on High-Speed Plastic Deformation, Hiroshima, Mater. Sci. and Tech., Vol.350, 2003
- 14) K, S, Chen : Metall. Trans. A, 24A(1993), 569-583.
- 15) T. L. Anderson : Fracture Mechanics, CRC Press, (1995).
- 16) J. R. Rice, W. J. Drugan and T. L. Sham : ASTM STP 700, American Society of Testing Materials, Philadelphia, (1980), 189-221.