



A. Nagasaka

T. Hojyo

超高強度 TRIP 鋼板のスポット溶接およびプレス加工に及ぼす遅れ破壊疲労特性

長坂 明彦* 北條 智彦**

キーワード：引張特性，スポット溶接試験片，TRIP 型マルテンサイト鋼，ホットスタンプ用鋼，水素脆性

1. 緒言

近年，軽量化ならびに衝突安全性の向上を目指して自動車用鋼板の超高強度化が進められている。とくに，自動車の前後のドアの間，後部ドアの付け根にある柱であるセンターパー（B ピラー），およびバンパービーム等で 1470 MPa 以上の強度を実現するためにホットスタンプ用鋼（hot stamped steel：HS 鋼）が使われている¹⁾。それに対して，優れた強度・延性バランスを有する TRIP²⁾ 型マルテンサイト鋼（TRIP-aided martensitic steel：TM 鋼）^{3,4)} は 1470 MPa 以上の超高強度鋼板のニーズの高まりに対応する材料として期待されており，様々な研究が報告されている⁵⁾。

たとえば，Senuma らは超高強度マルテンサイト鋼の遅れ破壊感受性に及ぼす Mn, Nb, Ti, Mo 等の成分の影響について検討している⁶⁻⁹⁾。そこでは，板厚 1 mm の試験片のノッチ部に最大応力が 1.3 GPa になるように負荷した状態でチオシアン酸アンモニウム NH_4SCN 水溶液に浸漬して，浸漬開始から破断までの時間を測定している。Yamazaki ら¹⁰⁾ は，U 字曲げ試料をボルトで締め付け，負荷をかけた状態で水素の陰極チャージを行った遅れ破壊試験の結果，U 字曲げをする前の試料の残留オーステナイト γ_R が多いほど遅れ破壊感受性が高まることを報告している。実用部材を模擬した自動車用高強度鋼板の水素脆化特性評価のため，1470 MPa 級 TM 鋼板の U 曲げ陰極チャージ試験が行われ，短冊状試験片を曲げ半径 3～15 mm で U 曲げ加工をして塑性ひずみを U 曲げ頂点部に 0～1000 MPa の応力をそれぞれ付与し，この U 曲げ試験片に水素チャージ（電解チャージ，3% NaCl + 5 g/L チオシアン酸アンモニウム NH_4SCN 水溶液，電流密度 10 A/m²，25℃）を行い，水素脆化試験を行っている。

また，引張強さ 1470 MPa 級の焼戻しマルテンサイト鋼において，Si 添加量を変えることで水素添加により擬へき開破壊主体であるもとの粒界破壊主体である鋼材を用意し，円周切欠き試験片の破壊強さと破面形態に及ぼす引張速度，水素量，温度の影響が検討されている¹¹⁾。自動車の側面衝突評価では，車体側面の B ピラーのフランジが鋼板面内で引張りを受ける変形モードになることがあるため，スポット溶接した引張試験片の強度と伸びに及ぼす熱

影響部（HAZ）軟化の影響が検討されている¹²⁾。しかしながら，スポット溶接した TM 鋼の引張特性における耐水素脆化特性に関する研究報告十分に行われていない。

そこで，本研究では超高強度鋼板における自動車の側面衝突の際に起こるスポット溶接近傍のホットスタンプ成形後の変形能（延性やじん性）を改善するため，自動車用超高張力鋼板の引張特性に及ぼすスポット溶接，および水素の影響を明らかにすることを目的として，スポット溶接した TM 鋼板の水素脆化特性を調査した。

2. 実験方法

Table 1 に供試鋼の化学組成を示す。供試鋼には Si 添加量の異なる化学組成を有する冷延鋼板（板厚 $t=1.4$ mm）を用いた（Table 1）。供試鋼は粗圧延（ $t=60 \rightarrow t=30$ mm），仕上げ圧延（ $t=30 \rightarrow t=4$ mm），酸洗後冷間圧延（ $t=4 \rightarrow t=1.4$ mm）をして作製した。TM 鋼は，900℃，1200 s のオーステナイト化後，250℃，200 s の等温変態処理を施した。また，比較として，900℃，240 s 加熱，金型保持 15 s のダイクエンチをした鋼とその後，700℃，1 h 空冷の焼戻しを施した 2 種類の鋼板を作製した。以後，ダイクエンチままのホットスタンプ材を HS1 鋼，HS1 鋼に焼戻しを施した材を HS7 鋼と呼ぶこととする。

Fig.1 にスポット溶接引張試験片を示す¹³⁾。引張試験片の平行部の中央にタブ材をスポット溶接し，スポット溶接試験片を作製した。Table 2 にスポット溶接条件を示す¹³⁾。スポット溶接試験には，定置式直流インバータスポット溶接機（ダイヘン，SLAI 65-601（S-1））を用いた。電極には DR 型，元径 16 mm，先端径 6 mm，先端 R40 mm の Cu-Cr 合金を用い，加圧力 3.0 kN，通電時間 333 ms，溶接電流 I は 6.5 kA で行った。

微細組織観察には，SEM を用いて行った。残留オーステナイトの体積率 f_γ (vol%) は CuK α 線によって測定された α -Fe 200， α -Fe 211， γ -Fe 200， γ -Fe 220， γ -Fe 311 回折面ピークの積分強度により測定した¹⁴⁾。また，残留オーステナイト γ_R 中の炭素濃度 C_γ (mass%) は CuK α 線によって測定した γ -Fe 200， γ -Fe 220，および γ -Fe 311 回折ピーク角度から求めた格子定数の平均値 a_γ ($\times 10^{-10}$ m) を次式 (1)¹⁵⁾ に代入して求めた。

* 長野工業高等専門学校 機械工学科 教授

** 東北大学 金属材料研究所 助教

$$a_{\gamma}=3.5780+0.0330C_{\gamma}+0.00095Mn_{\gamma}+0.0056Al_{\gamma}+0.0220N_{\gamma} \cdots \cdots (1)$$

ここで、 Mn_{γ} 、 Al_{γ} 、および N_{γ} はオーステナイト γ 中の元素濃度 (mass%) を表す。本研究では便宜上、それぞれの合金元素の添加量を用いた。

引張試験には、母材引張試験片 (母材試験片、板幅: 20 mm, 平行部の長さ: 60 mm, 標点間距離: 50 mm)、およびスポット溶接引張試験片 (溶接試験片、タブ板: 20×20×1.4 mm)¹⁾ を用い、インストロン型引張試験機によりクロスヘッド速度 1 mm/min (ひずみ速度 2.8×10^{-4} /s) で行った (Fig. 1)。ビッカース硬さ試験には、ダイナミック微小硬度計 (荷重 98.1 mN, 保持時間 5 s) により、鋼板の重ね面から $t/4 = 0.35$ mm 鋼板内側の位置にて、鋼板表面に $x=0.1$ mm 間隔に平行方向の硬さ分布を測定した。

Table 1. Chemical composition of steels used (mass%).

steel	C	Si	Mn	Ti	Cr	B
TM	0.22	1.51	1.51	0.020	0.21	0.003
HS1, HS7	0.22	-	1.21	0.038	0.25	0.004

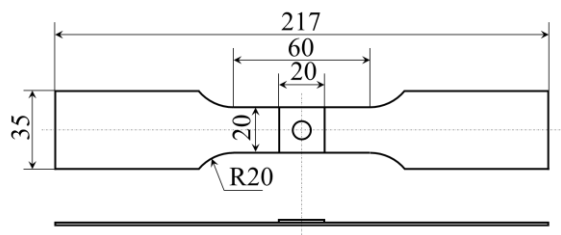


Fig. 1. Geometry of spot-welded specimen¹³⁾.

Fig. 2 に水素チャージ引張試験を示す。水素チャージには、陰極チャージ法を用いた。定電流装置により試験片をカソード分極し、水素チャージを行った。対極には Pt 線を用いた。3 wt% の NaCl 水溶液に、5 g/L のチオシアン酸アンモニウム NH_4SCN を添加した水溶液 400 mL を水素チャージ水溶液として用いた。電流密度 10 A/m²、チャージ時間 48 h とした。水素チャージ領域は、マスキング処理後の試験片タブ板溶接部の両面 (20 mm×20 mm×2)、および両側面 (20 mm×1.4 mm×4) とした。

水素量の測定には、昇温脱離分析 (TDS) を用いた¹⁶⁾。水素チャージ引張試験のときと同様の水素チャージ液、電流密度で 48 h、水素チャージした試験片を昇温速度 100 °C/h にて 800 °C まで加熱した。標準リークガスを用いて校正し、放出水素分圧を水素放出速度に換算した。水素放出速度を時間積分し、試験片重量で除すことで累積水素量として求めた。室温から約 300 °C までに放出される水素

が拡散性水素であり、それ以上の温度で放出される水素は非拡散性水素とされる。水素脆性に寄与するのは拡散性水素であるため、拡散性水素量のみを求めた¹⁷⁾。

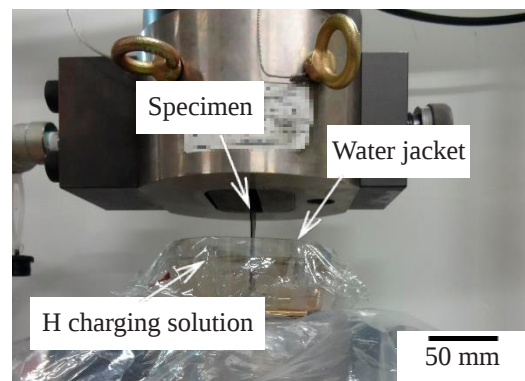


Fig. 2. Appearance of tensile test after hydrogen charging.

Table 2. Condition of spot welding.

Electrode cap	Electrode force	Welding time	Welding current (I)
Cu-Cr DR16×60, 40R	3.0 kN (0.25 MPa)	333 ms (20 cycles/60 Hz)	6.5 kA

3. 実験結果および考察

3・1 組織と機械的特性

Fig. 3 に供試鋼のミクロ組織 SEM 写真を示す。Fig. 3 (a) は TM 鋼、Fig. 3 (b) は HS1 鋼、および Fig. 3 (c) は HS7 鋼のミクロ組織である。3 %硝酸エタノール溶液腐食により、TM 鋼はマルテンサイトと残留オーステナイト γ_R (γ_R の体積率 $f_{\gamma}=1.52$ vol%, 残留オーステナイト γ_R 中の炭素濃度 $C_{\gamma}=0.79$ mass%), HS1 鋼はマルテンサイト, HS7 鋼は焼戻しマルテンサイトの組織からそれぞれなる。TM 鋼と HS1 鋼はマルテンサイト母相を有するが、HS1 鋼の比較的幅広いマルテンサイトラスには TM 鋼よりも多くのセメンタイトが析出したことが確認された。

Table 3 に供試鋼の母材試験片の機械的特性、および炭素当量 C_{eq} を示す¹⁸⁾。炭素当量 C_{eq} は溶接性を示すパラメータであり次式 (2) より求め、0.47~0.58 mass% の範囲である。ここで、[C], [Si], [Mn], および [Cr] は含有量 (mass%) を示す。

$$C_{eq}=[C]+[Si]/24+[Mn]/6+[Cr]/5 \cdots \cdots (2)$$

Table 4 に供試鋼の溶接試験片の機械的特性を示す。ここで、母材試験片の引張強さ TS と全伸び TEI 、溶接試験片の引張強さ (最大応力) $TS-W$ と溶接試験片の全伸び (破断伸び) $TEI-W$ より、引張強さの差 ΔTS を $\Delta TS=TS-W-TS$ 、全伸びの差 ΔTEI を $\Delta TEI=TEI-W-TEI$ とそれぞれ定

Table 3. Mechanical properties of steel sheets used.

steel	YS (MPa)	TS (MPa)	UEl (%)	TEl (%)	TS×TEl (GPa %)	C _{eq} (mass%)
TM	1180	1532	5.6	9.4	14.4	0.58
HS1	1095	1469	6.5	7.7	11.3	0.47
HS7	521	559	13.7	22.4	12.5	0.47

YS: yield stress or 0.2% offset proof stress, TS: tensile strength, UEl: uniform elongation, TEl: total elongation, TS×TEl: strength-ductility balance and C_{eq}: carbon equivalent.

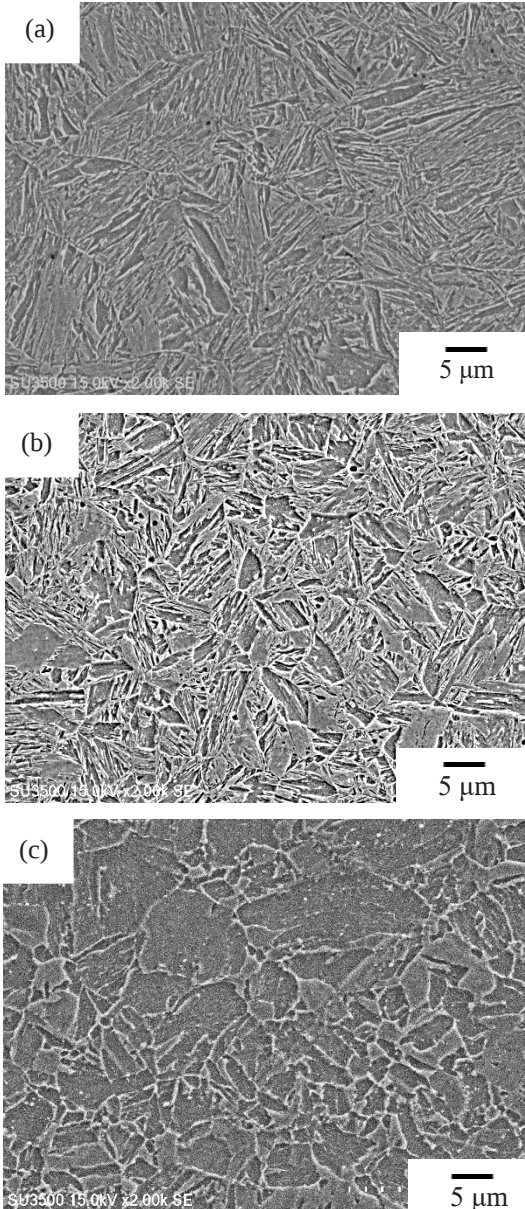


Fig. 3. Scanning electron micrographs of (a)TM, (b)HS1 and (c)HS7 steels¹³⁾.

義した (Table 3, Table 4)。各鋼の母材の引張特性は、TM 鋼, HS1 鋼で 1470 MPa 級の引張強さを有し, HS7 鋼は 590 MPa 級の引張強さとなった。一方, HS7 鋼は TM 鋼, HS1 鋼よりも大きな全伸びを有した。また, TM 鋼は残留オーステナイト γ_R のひずみ誘起変態により, HS1 鋼と同レベルの引張強さを有するにもかかわらず HS1 鋼よりも大きな全伸びを有した。

TM 鋼, および HS1 鋼において, 溶接試験片は母材試験片に比較して, 引張強さと全伸びはそれぞれ低下した (Table 3, Table 4)。TM 鋼, および HS1 鋼の溶接試験片はスポット溶接部外周で破断した。一方, HS7 鋼において, 溶接試験片は母材試験片に比較して, TS-W は変化しなかったが, TEl-W はわずかに低下し, 母材部破断した (Table 4)。このことから, TM 鋼の溶接試験片最大応力 TS-W=1450 MPa, および破断伸び TEl-W=7.0%は, HS1 鋼の破断伸びに比較して優れており, HS1 鋼の母材強度 (TS=1469 MPa) レベルを有することがわかる (Table 3, Table 4)。また, TM 鋼は優れた強度・延性バランス TS×TEl=14.4 GPa% (TS=1532 MPa, TEl=9.4%) を有し, TM 鋼の溶接試験片の強度・延性バランス TS-W×TEl-W=10.2 GPa%も HS1 鋼のそれに比較して優れている。

Table 4. Mechanical properties of spot-welded test specimen.

spot welded test specimen	TS-W (MPa)	TEl-W (%)	TS-W ×TEl-W (GPa %)	ΔTS (MPa)	ΔTEl (%)
TM	1450	7.0	10.2	-82	-2.4
HS1	1388	6.2	8.6	-81	-1.5
HS7	557	21.7	12.1	-2	-0.7

TS-W: tensile strength of spot-welded test specimen, TEl-W: total elongation of spot-welded test specimen, TS-W×TEl-W: strength-ductility balance of spot welded test specimen, ΔTS: tensile strength difference (ΔTS=TS-W-TS) and ΔTEl: total elongation difference (ΔTEl=TEl-W-TEl).

3・2 引張強度特性に及ぼす水素の影響

Table 5 に各鋼のスポット溶接・水素チャージ後の最大応力を示す。母材試験片の引張強さを *TS*、スポット溶接試験片の最大応力を *TS-W*、水素チャージ母材試験片の最大応力を *TS-H*、水素チャージ溶接試験片の最大応力を *TS-WH* と呼ぶこととする。Fig. 4 に破断後の母材試験片を示す。(a) の TM 鋼母材試験片を TM-B, (b) の TM 鋼水素チャージ母材試験片を TM-H, (c) の HS1 鋼母材試験片を HS1-B, (d) の HS1 鋼水素チャージ母材試験片を HS1-H と呼ぶこととする。母材試験片では、引張方向と 45° の最大せん断応力方向に破断しているため、延性破壊と考えられる (Fig. 4 (a), Fig. 4 (c))。水素チャージ後の試験片では、引張方向に垂直に破断しているため、脆性破壊が支配的であると考えられる (Fig. 4 (b), Fig. 4 (d))。

Fig.5 に破断後の溶接試験片を示す。(a) の TM 鋼溶接試験片を TM-W, (b) の TM 鋼水素チャージ溶接試験片を TM-WH, (c) の HS1 鋼溶接試験片を HS1-W, (d) の HS1 鋼水素チャージ溶接試験片を HS1-WH と呼ぶこととする。溶接後試験片では、面内引張試験¹²⁾ として行ったため、平滑試験片と同様に評価した。水素チャージ無しの場合は、引張方向と 45° の最大せん断応力方向に破断しているため、延性破壊が支配的であると考えられる (Fig. 5 (a), Fig. 5 (c))。TM-WH では、右側が引張方向に垂直に、左側が引張方向と 45° の最大せん断応力方向に破断しているため、延性破壊と脆性破壊と考えられる (Fig. 5 (b))。HS1-WH では、引張方向に垂直に破断しているため脆性破壊と考えられる (Fig. 5 (d))。

Fig. 6 に HS7 鋼の水素チャージ試験片を示す。(a) の HS7 鋼水素チャージ母材試験片を HS7-H, (b) の HS7 鋼水素チャージ溶接試験片を HS7-WH と呼ぶこととする。HS7 鋼では、どちらも引張方向と 45° の最大せん断応力方向に破断しているため、延性破壊と考えられる (Fig. 6 (a), Fig. 6 (b))。

Table 5. Tensile strength and maximum stress of TM, HS1 and HS7 steels.

specimen	<i>TS</i> (MPa)	<i>TS-W</i> (MPa)	<i>TS-H</i> (MPa)	<i>TS-WH</i> (MPa)
TM	1532	1450	1126	929
HS1	1469	1388	725	811
HS7	559	557	507	533

TS: tensile strength of base metal specimen,
TS-W: tensile strength of spot-welded specimen,
TS-H: tensile strength of base metal specimen with hydrogen charging and *TS-WH*: tensile strength of spot-welded specimen with hydrogen charging.

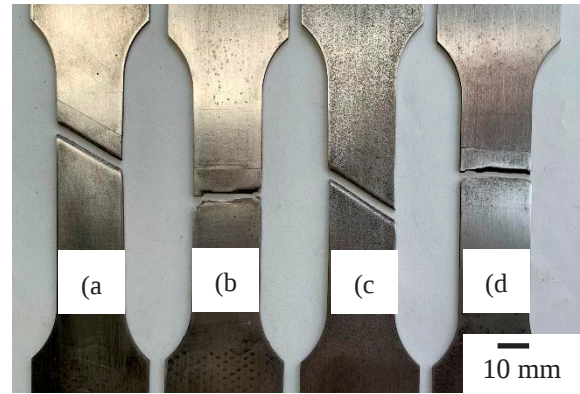


Fig. 4. Base metal specimens after tensile test ((a)TM-B, (b) TM-H, (c) HS1-B, (d) HS1-H)

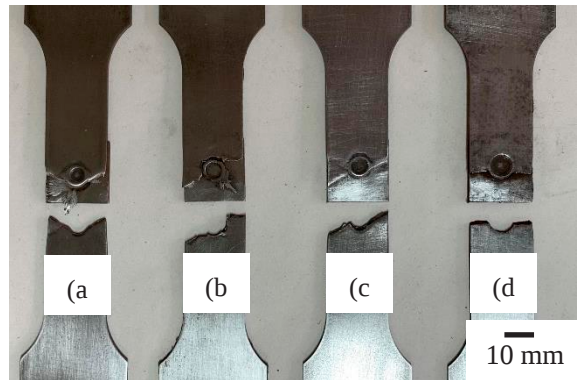


Fig. 5. Spot-welded specimens after tensile test ((a)TM-W, (b) TM-WH, (c) HS1-W, (d) HS1-WH).

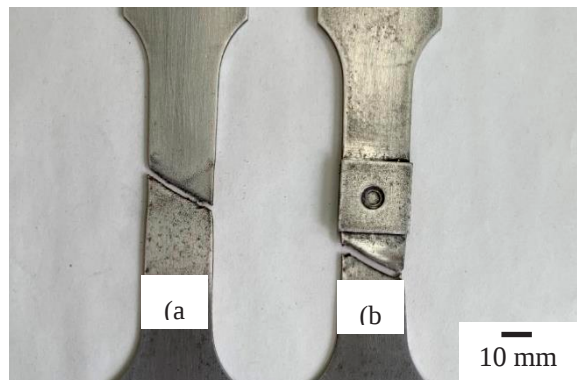


Fig. 6. Specimens after tensile test ((a)HS7-H, (b) HS7-WH) .

Fig. 7 に TM 鋼, Fig. 8 に HS1 鋼, Fig.9 に HS7 鋼の母材試験片, および溶接試験片の水素チャージ有無の応力 σ - ひずみ ϵ 線図を示す。Figs.7, 8 より, TM 鋼, HS1 鋼の母材試験片, および溶接試験片の水素チャージ無しの場合は、塑性変形をしたあと、破断したのに対し、水素チャージして引張試験した場合は、母材試験片, および溶接試験片のいずれも弾性変形領域で破断を生じた。一方, Fig. 9 の HS7 鋼は母材試験片, および溶接試験片の水素チャージの有無においてそれぞれ最大応力は同等であるが, 水素チャージにより破断伸びが小さくなっていることがわかる。

Fig. 10 に引張強さの比較を示す。Fig. 11 に引張強さに及ぼす水素の影響を示す。水素チャージ後の HS1 鋼母材試験片の引張強さは $TS-H=725$ MPa で、HS1 鋼母材試験片の $TS=1469$ MPa と比べ半減し、水素チャージ部で脆性破壊した (Table 5, Fig. 4 (d))。

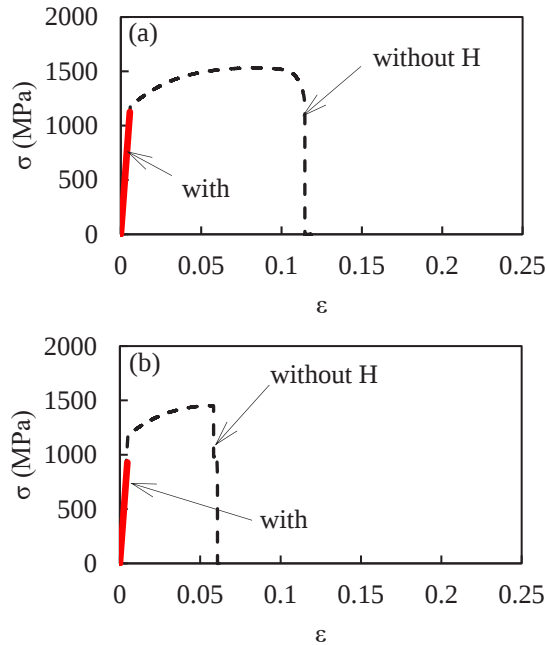


Fig. 7. Stress (σ)-strain (ϵ) curves for TM steel of (a) base metal without and with hydrogen charging, (b) spot-welded test specimen without and with hydrogen charging.

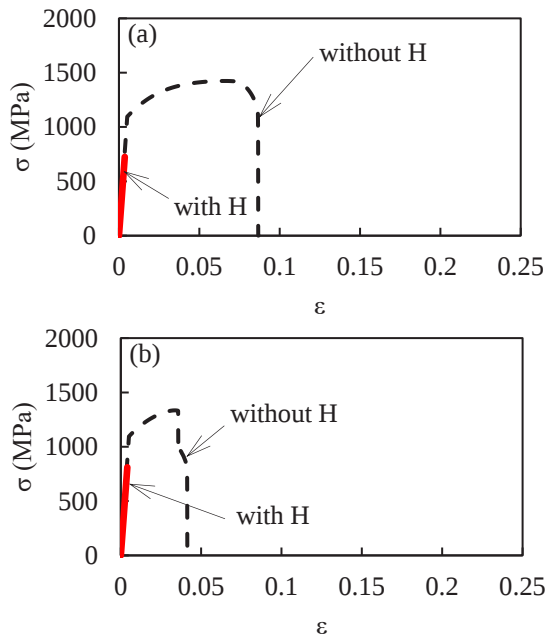


Fig. 8. Stress (σ)-strain (ϵ) curves for HS1 steel of (a) base metal without and with hydrogen charging, (b) spot-welded test specimen without and with hydrogen charging.

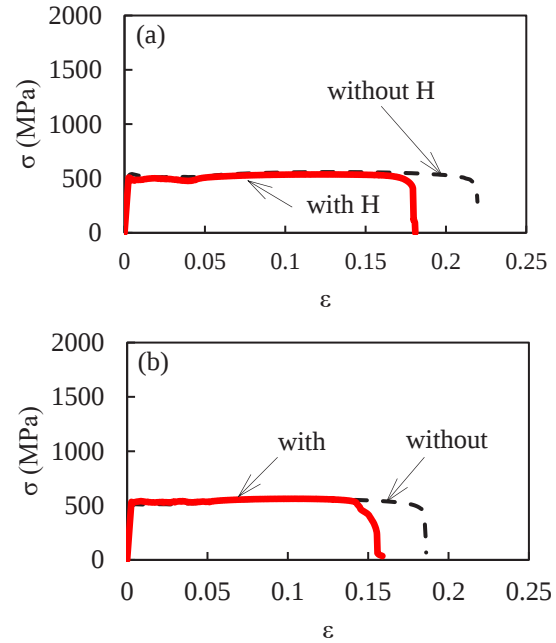


Fig. 9. Stress (σ)-strain (ϵ) curves for HS7 steel of (a) base metal without and with hydrogen charging, (b) spot-welded test specimen without and with hydrogen charging.

水素チャージ後の TM 鋼母材試験片の引張強さは $TS-H=1126$ MPa で、水素チャージ後の HS1 鋼母材試験片の引張強さ $TS-H=725$ MPa と比べ、水素脆化の影響が小さい (Fig. 10, Fig. 11)。水素チャージ後の TM 鋼溶接試験片は $TS-WH=929$ MPa で、水素チャージ後の HS1 鋼溶接試験片の $TS-WH=811$ MPa と比べ、水素脆化、スポット溶接の影響が小さい (Fig. 10, Fig. 11)。

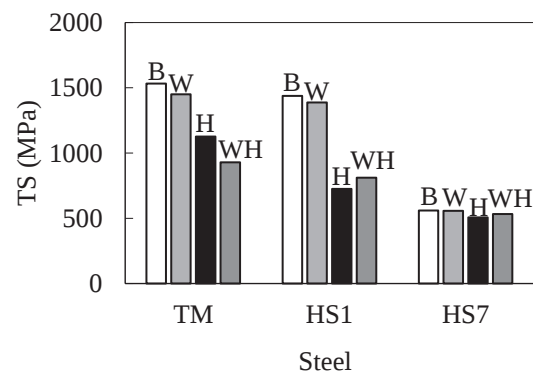


Fig. 10. Tensile strength and maximum stress of TM steel, HS1 steel, and HS7 steel, in witch “B”, “W”, “H” and “WH” denote “Base sample”, “Spot-welded sample”, “Hydrogen charged sample” and “Spot welded and hydrogen charged sample”, respectively.

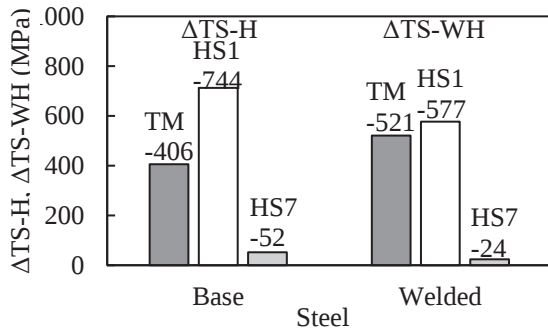


Fig. 11. Maximum stress difference between base and hydrogen charged samples ($\Delta TS-H$), base and spot-welded and hydrogen charged samples ($\Delta TS-WH$) of TM steel.

TM 鋼, および HS1 に水素チャージを行うと, TM 鋼では水素は主に旧オーステナイト粒界やラス境界¹⁹⁾, 転位上²⁰⁾, 残留オーステナイト中, または残留オーステナイト γ_R / マルテンサイト境界²¹⁾ に, HS1 鋼では TM 鋼と同様に旧オーステナイト粒界やラス境界, 転位上のほかに, マルテンサイト / セメンタイト 境界²²⁾ にトラップしたと考えられる。オーステナイト (fcc) とマルテンサイト (bcc) の水素固溶量の差²³⁾ から, TM 鋼 は引張試験中の残留オーステナイト γ_R のマルテンサイト変態によって変態したマルテンサイト近傍の水素濃度が上昇し, き裂が発生する¹⁶⁾。しかし, TM 鋼の残留オーステナイト γ_R は微細均一に存在し, 周囲を硬質のマルテンサイトに囲まれていたことにより塑性ひずみに対する安定性が高かったことから, 残留オーステナイト γ_R のひずみ誘起, および応力誘起変態が抑制されたこと, および変形早期に発生したき裂のサイズは小さく, すぐにき裂進展が抑制されたことから, TM 鋼は HS1 鋼よりも強度の低下が小さかったと考えられた。また, 水素チャージ後の HS7 鋼母材試験片は $TS-H=507$ MPa で, HS7 鋼母材試験片の $TS=559$ MPa と比べ, 同等の強度を得られ, 母材部で破断した。これは, 1200 MPa 以下の鋼が水素の影響を受けにくいことに起因する (Fig. 10, Fig. 11)。水素チャージ後の TM 鋼母材試験片の $TS-H=1126$ MPa と, TM 鋼溶接試験片の $TS-W=1450$ MPa は, HS1 鋼のそれと比べ, 同等の強度を示した (Fig. 10)。

3・3 引張強度特性に及ぼすスポット溶接部の硬さ分布の影響

Fig. 12 に TM 鋼のスポット溶接部断面を示す。また, Fig. 13 に TM 鋼, Fig. 14 に HS1 鋼, および Fig. 15 に HS7 鋼の溶接部断面のビッカース硬さ HV 分布をそれぞれ示す。

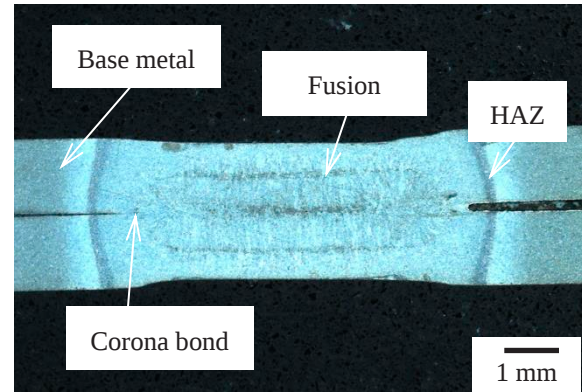


Fig. 12. Cross-sectional image of spot-welded TM steel.

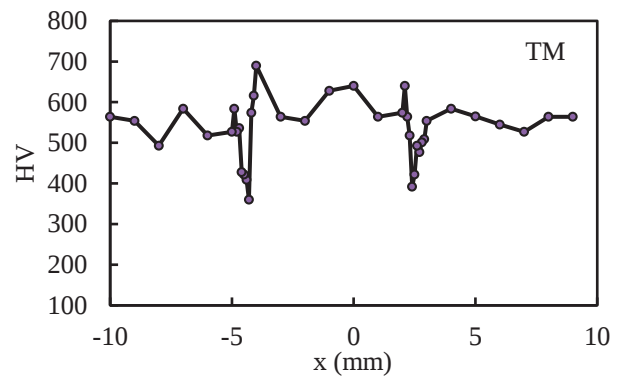


Fig. 13. Vickers hardness (HV) distribution for TM steel¹³⁾.

Fig. 13 から Fig. 15 の各鋼のスポット溶接部の硬さ分布より, TM 鋼の母材は, 500 HV~600 HV, HS1 鋼の母材は 400 HV~500 HV を有し, 溶融部の硬さも母材の硬さと同程度変わらなかった。また, TM 鋼, HS1 鋼とも HAZ 部の硬さは母材よりも低下したが, TM 鋼の HAZ 部の硬さ低下量は, HS1 鋼の HAZ 部の硬さの低下量ほど大きくなかった。一方, HS7 鋼では, 母材の硬さは 200 HV 程度であったが, スポット溶接の溶融部, および HAZ 部の硬さは約 500 HV まで上昇し, 母材に比較してかなり高くなった。TM 鋼, および HS1 鋼は, HAZ 部の硬さが母材, および溶融部に比較して低下したことにより, この HAZ 部が切欠きと同様の作用を示し, HAZ 部でき裂が発生したため, 母材試験片に比較して破断伸びが低下したと考えられた。一方, HS7 鋼の母材部硬さは 200 HV, 溶融部の硬さが 500 HV であることから, HAZ 部は切欠きとして作用せず, 溶融部や HAZ 部ではなく母材破断したため, 破断伸びの大きな低下は抑制されたと考えられる。TM 鋼において, スポット溶接の HAZ 軟化は抑制されないが, 引張試験中の残留オーステナイト γ_R の TRIP 効果によって HAZ 軟化した部分を強化して HAZ 部でのき裂の発生を遅らせたため, $TS-W=1450$ MPa の高い溶接試験片の最大応力を発現したと考えられる (Table 3, Table 4)。

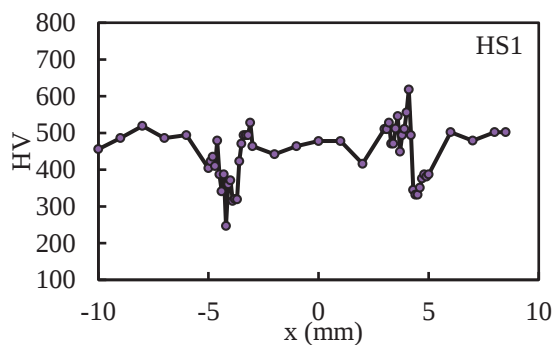


Fig. 14. Vickers hardness (HV) distribution for HS1 steel¹³⁾.

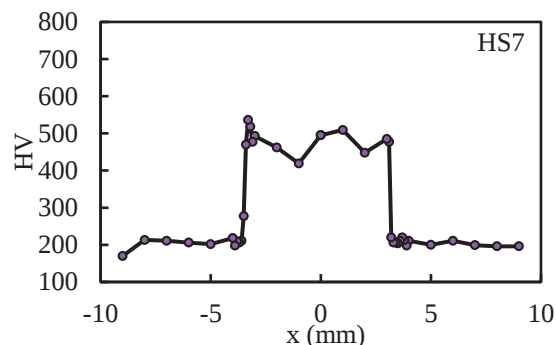


Fig. 15. Vickers hardness (HV) distribution for HS7 steel¹³⁾.

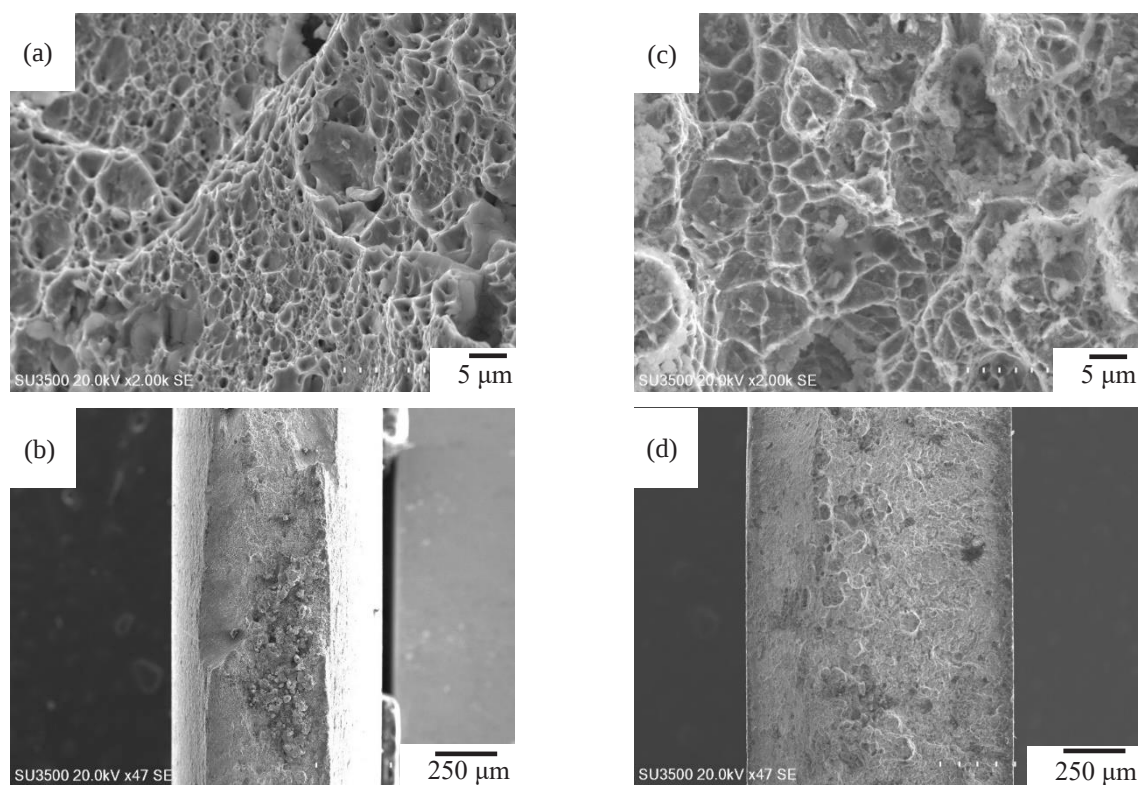


Fig. 16. Scanning electron micrographs of fracture surface in TM steel. ((a) high magnification ($\times 2000$) of base metal, (b) low magnification ($\times 47$) of (a), (c) high magnification of base metal with hydrogen, (d) low magnification of (c)).

Fig. 16 に TM 鋼, Fig. 17 に HS1 鋼の破面写真を示す。Fig. 16 より, TM 鋼は水素の有無にかかわらずディンプル破面になった。しかし, 水素チャージした母材試験片の破面は浅く底が平らなディンプルが支配的で, 通常のディンプルではなく, 脆性的なディンプルを形成したと考えられる。以上のことから, TM 鋼は HS1 鋼と比べ, 水素脆化の影響が小さく, TM 鋼の水素脆化はスポット溶接の影響と同等の強度を示した (Fig. 16)。TM 鋼は母材試験片, 水素チャージ後母材試験片のどちらでもディンプルが見られた。しかし, 水素チャージ後母材試験片のディンプルは浅く平らなディンプルが支配的となっていた。よって, 水素チャージ後の母材試験片では, 擬へき開破壊となり, 脆性破壊したと考えられる (Fig.16 (c))。

Fig.18 に, TM 鋼, HS1 鋼, および HS7 鋼のタブ板 ($20 \times 20 \times 1.4$ mm) に水素チャージを実施し, それらを 100°C/h で昇温脱離分析した水素放出曲線を示す。TM 鋼の拡散性水素量は 2.0 ppm で, HS1 鋼の 2.9 ppm と比べ少ないことが分かる。ここで, 水素は転位にトラップされることと, 鋼材の強度が上がるほど転位密度が高くなることから, 母材強度レベルが高い TM 鋼の方が, 拡散性水素量が大きくなることが考えられた, しかし, TM 鋼の拡散性水素量は HS1 鋼より小さくなった。TM 鋼では水素は主に旧オーステナイト粒界やラス境界¹⁹⁾, 転位上²⁰⁾, 残留オーステナイト γ_R 中, または残留オーステナイト γ_R /マルテンサイト境界²¹⁾ に, HS1 鋼では TM 鋼と同様に旧オーステナイト粒界やラス境界, 転位上のほかに, マルテンサイト/セ

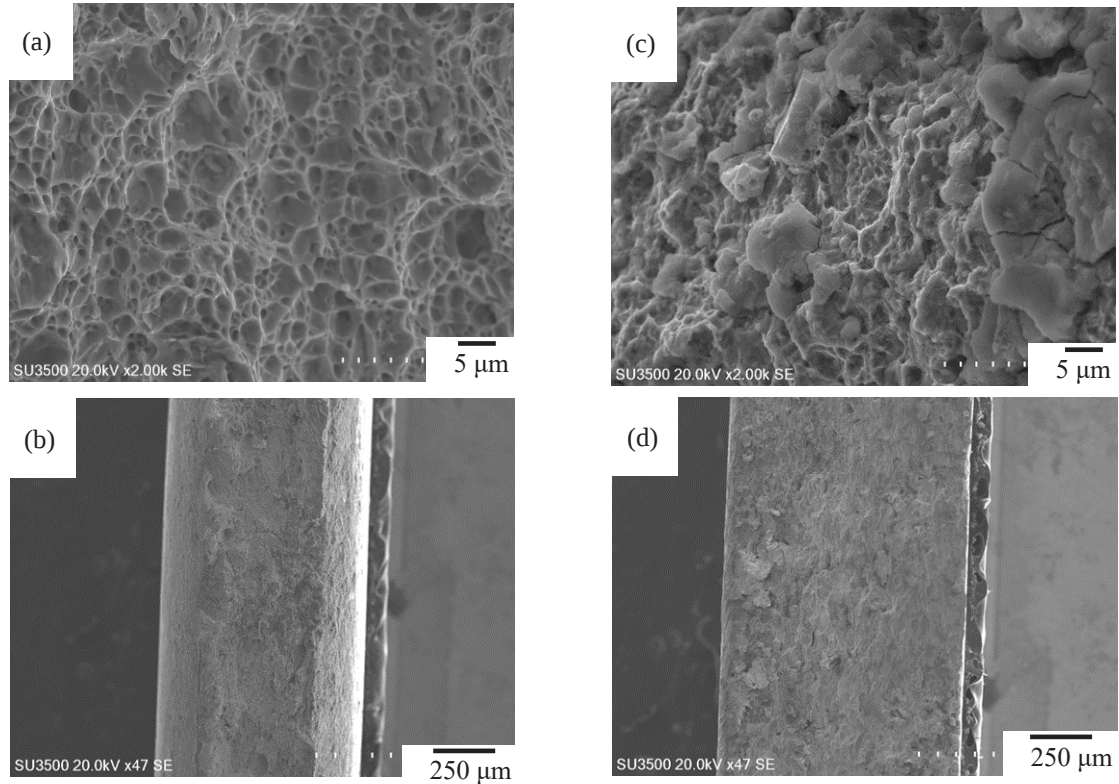


Fig. 17. Scanning electron micrographs of fracture surface in HS1 steel. ((a) high magnification ($\times 2000$) of base metal, (b) low magnification ($\times 47$) of (a), (c) high magnification of base metal with hydrogen, (d) low magnification of (c)).

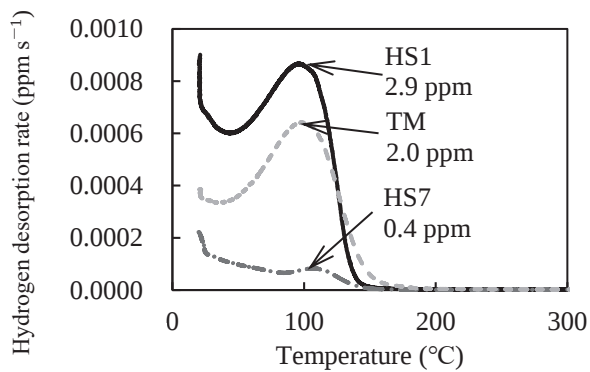


Fig. 18. Typical hydrogen desorption curves for TM, HS1 and HS7 steels.

メンタイト境界²²⁾にトラップしたと考えられる。TM 鋼の強度は、塑性変形中の残留オーステナイト γ_R のマルテンサイト変態によって確保される。一方、HS1 鋼の強度は母相の転位密度の上昇、およびマルテンサイト母相内の多量のセメンタイト析出によって確保されたと考えられる。したがって、HS1 鋼は転位上、および TM 鋼よりも多量に存在するマルテンサイト母相／セメンタイト境界に多くの水素がトラップしたために HS1 鋼の水素量が高かったと考えられた。また、HS7 鋼の拡散性水素量は 0.4 ppm で、

TM 鋼と HS1 鋼と比べ極端に少ないことが分かる。これは HS1 鋼の転位密度が高いこと、およびセメンタイト析出量が多かったことに起因したと考えられた。そのため、HS7 鋼は水素チャージの有無に関わらず母材部で破断した。

Fig. 19 (a, d) に TM 鋼の母材部、Fig. 19 (b, e) に HAZ 部、および Fig. 19 (c, f) に溶融部断面の EBSD 解析結果 (IPF マップ、および相分布マップ) をそれぞれ示す。母材部はマルテンサイト母相 (青色) と微細な残留オーステナイト γ_R (赤色) からなる (Fig. 19 (d))。一方、スポット溶接部はスポット溶接時に母材が溶融し、急冷されて固溶したことにより非常に微細な組織を有した (Fig. 19 (f))。また、HAZ 部は組織が粗大化したように見えた (Fig. 19 (e))。しかし、母材部、スポット溶接部、HAZ 部とも残留オーステナイト γ_R の量に大きな差は確認されなかった。

以上のことより、母材試験片における水素チャージ後の最大応力 $TS-H=1126 \text{ MPa}$ と引張強さ $TS=1532 \text{ MPa}$ との差 ($\Delta TS-H=TS-H-TS=-406 \text{ MPa}$) は、ホットスタンプ鋼 (HS1 鋼) のそれ ($\Delta TS-H=-744 \text{ MPa}$) と比べ優れた。これは、TM 鋼の残留オーステナイト γ_R が水素脆性による強度低下を抑制したことにより起因したと考えられる (Fig. 11)。TM 鋼の溶接試験片における水素チャージ後の最大応力 $TS-WH$ と最大応力 $TS-W$ との差 ($\Delta TS-WH=TS-WH-TS-W=-521 \text{ MPa}$) と HS1 鋼のそれ ($\Delta TS-WH=-577 \text{ MPa}$) の影響は同程度であった。これはスポット溶接部の

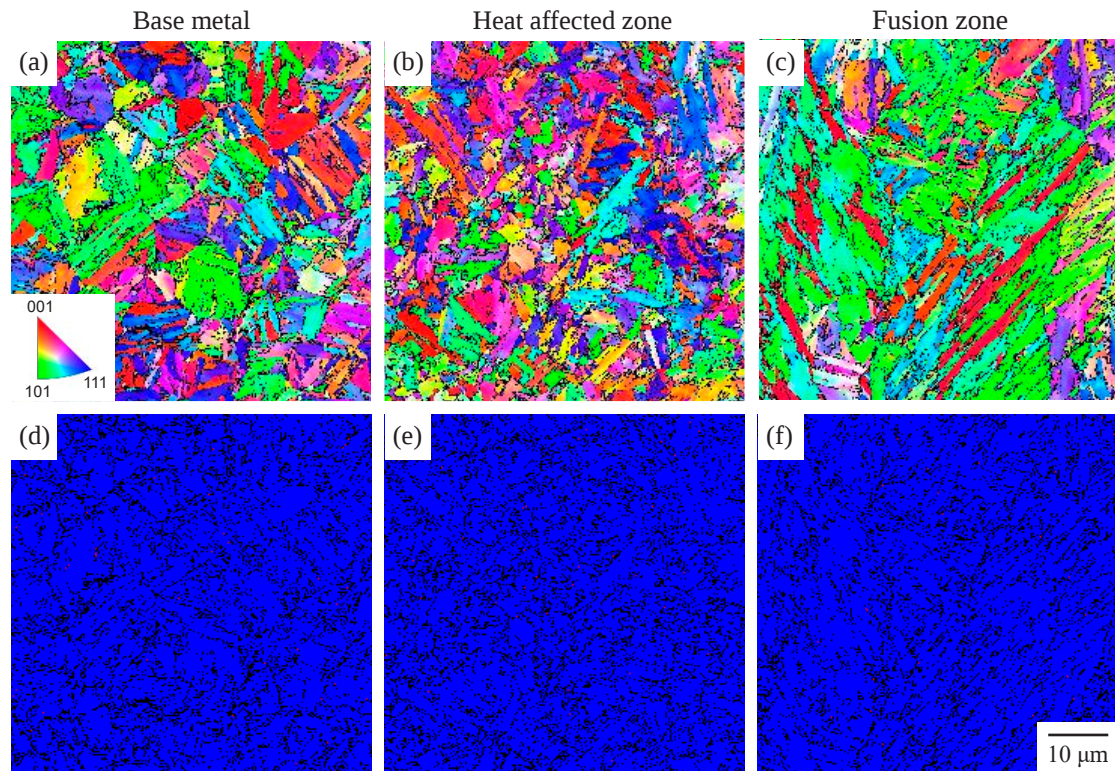


Fig. 19. (a, b and c) Inverse pole figure maps and (d, e and f) phase maps of bcc and fcc in (a and d) base metal, (b and e) heat affected zone and (c and f) fusion zone for TM steel. Red and blue portions in phase maps represent retained austenite and martensite, respectively.

硬さ分布の HAZ 軟化における応力集中の影響が一因であると考えられる (Fig. 11)。

4. 結言

自動車用超高強度 TRIP 型マルテンサイト鋼 (TM 鋼) 板のスポット溶接引張特性に及ぼす水素の影響を調査した。主な結果は以下の通りである。

(1) TM 鋼の母材試験片における水素チャージ後の最大応力 $TS-H=1126$ MPa と引張強さ $TS=1532$ MPa との差 ($\Delta TS-H=TS-H-TS=-406$ MPa) は、ホットスタンプ鋼 (HS1 鋼) のそれ ($\Delta TS-H=-744$ MPa) と比べ優れた。これは、TM 鋼の残留オーステナイト γ_R が水素脆性による強度低下を抑制したこと起因したと考えられた。

(2) 水素チャージにより鋼中に吸蔵された水素量は、HS1 鋼, TM 鋼, 焼戻しされたマルテンサイト鋼 (HS7 鋼) の順番に低下し、HS1 鋼が最も高かった。これは、HS1 鋼の転位密度が高いことが一因と考えられた。

(3) TM 鋼のスポット溶接試験片における水素チャージ後の最大応力 $TS-WH$ と最大応力 $TS-W$ との差 ($\Delta TS-WH=TS-WH-TS-W=-521$ MPa) と HS1 鋼のそれ ($\Delta TS-WH=-$

577 MPa) の影響は同程度であった。これは、スポット溶接部の硬さ分布の HAZ 軟化における応力集中の影響が一因であると考えられた。

謝辞

最後に、本研究の一部は公益財団法人天田財団によって行われた。ここに、深謝いたします。

参考文献

- 1) T. Okada, K. Hamada, H. Fujimoto, H. Ueda, M. Yasuyama and M. Uchiyara: *J. Jpn. Soc. Weld. Soc. Meet.*, **91**(2012), 296 (in Japanese).
- 2) V. F. Zackay, E. R. Parker, D. Fahr and R. Busch: *Trans. Am. Soc. Met.*, **60**(1967), 252.
- 3) K. Okita, J. Naito, T. Murakami and S. Ikeda: Proc. 4th Int. Conf. on Hot Sheet Metal Forming of High-Performance Steel (CHS), Verlag Wissenschaftliche Scripten, Auerbach, (2013), 137.
- 4) D. V. Pham, J. Kobayashi and K. Sugimoto: *Tetsu-to-Hagané*, **99**(2013), 659 (in Japanese).
- 5) T. Hojo, J. Kobayashi, K. Sugimoto, A. Nagasaka and E. Akiyama: *Metals*, **10**(2020), No.1, 6.
- 6) T. Tokizawa, K. Yamamoto and T. Senuma: Proc. 4th Int.

- Conf. on Hot Sheet Metal Forming of High-Performance Steel, ed. by M. Oldenburg *et al.*, Verlag Wissenschaftliche Scripten, Auerbach. (2013), 473.
- 7) T. Kishimoto, Y. Takemoto and T. Senum: Proc. 6th Int. Conf. on Hot Sheet Metal Forming of High-Performance Steel, ed. by M. Oldenburg *et al.*, AIST, Warrendale, PA, (2017), 187.
 - 8) T. Senuma: *J. Jpn. Soc. Technol. Plast.*, **58**(2017), 1021 (in Japanese).
 - 9) T. Senuma and M. Okayasu: Final Report of Fundamental Factors and Characteristic Evaluations of Hydrogen Embrittlement, ISIJ, Tokyo, (2018), 117 (in Japanese).
 - 10) K. Yamazaki and Y. Mizuyama: *Tetsu-to-Hagané*, **83**(1997), 754 (in Japanese).
 - 11) K. Ogawa, S. Matsumoto, T. Suzuki and K. Takai: *Tetsu-to-Hagané*, **105**(2019), 112 (in Japanese).
 - 12) H. Fujimoto, K. Hamada, T. Okada and M. Fujii: *Q. J. Jpn. Weld. Soc.*, **34**(2016), 285 (in Japanese).
 - 13) A. Nagasaka, T. Hojo, K. Aoki, H. Koyama and A. Shimizu: *Tetsu-to-Hagané*, **106**(2020), 439 (in Japanese).
 - 14) H. Maruyama: *J. Jpn. Soc. Heat. Treat.*, **17**(1977), 198 (in Japanese).
 - 15) D. J. Dyson and B. Holmes: *J. Iron Steel Inst.*, **208**(1970), 469.
 - 16) T. Hojo, R. Kikuchi, H. Waki, F. Nishimura, Y. Ukai and E. Akiyama: *ISIJ Int.*, **58**(2018), 751.
 - 17) S. Takagi, Y. Hagihara, T. Hojo, W. Urushihara and K. Kawasaki: *ISIJ Int.*, **56**(2016), 685.
 - 18) K. Monma: Daigaku Kiso Kikai Zairyo SI Tan'i Ban (SI Basic Unit for University Basic Mechanical Materials, Jikkyo Shuppan, Tokyo, (2001), 71 (in Japanese).
 - 19) A. Kimura and H. Kimura: *J. Jpn. Inst. Met.*, **47**(1983), 807 (in Japanese).
 - 20) T. Kushida: Advances in Delayed Fracture Solution, ISIJ, Tokyo, (1997), 40 (in Japanese).
 - 21) J. L. Gu, K. D. Chang, H. S. Fang and B. Z. Bai: *ISIJ Int.*, **42**(2002), 1560.
 - 22) T. Tsuchida, T. Hara and K. Tsuzaki: *Tetsu-to-Hagané*, **88**(2002), 771 (in Japanese).
 - 23) T. Hojo, M. Koyama, N. Terao, K. Tsuzaki and E. Akiyama: *Int. J. Hydrog. Energy*, **44**(2019), 30472.
- <出典>
- ①長坂 明彦, 北條 智彦, 青木 克弥, 小山 景史, 清水 空博: 自動車用超高強度 TRIP 型マルテンサイト鋼板のスポット溶接引張特性, 鉄と鋼, **106** (2020), 438-447.
 - ②長坂 明彦, 北條 智彦, 青木 克弥, 小山 景史, 清水 空博, ズルハフィズ ビン ゾルケペリ, 柴山 由樹, 秋山 英二: 自動車用超高張力 TRIP 型マルテンサイト鋼板のスポット溶接引張特性に及ぼす水素の影響, 鉄と鋼, **107** (2021), 175-184.
 - ③Akihiko NAGASAKA, Tomohiko HOJO, Katsuya AOKI, Hirofumi KOYAMA, Akihiro SHIMIZU, Zulhafiz Bin ZOLKEPELI, Yuki SHIBAYAMA, Eiji AKIYAMA: Effect of Hydrogen on Spot-Welded Tensile Properties in Automotive Ultrahigh-Strength TRIP-Aided Martensitic Steel Sheet, ISIJ International, **61** (2021), 2644-2653.