高強度熱延鋼板のき裂進展挙動に及ぼす予歪の影響

高橋 雄三^{1,3)*}・河野 治¹⁾・潮田 浩作^{2,3)}・栗飯原 周二⁴⁾

Influence of Plastic Pre-strain on Crack Growth in Hot Rolled High Tensile Strength Steel Sheets

Yuzo TAKAHASHI, Osamu KAWANO, Kohsaku USHIODA and Shuji AIHARA

Synopsis : A study to evaluate the effect of pre-strain on crack growth is carried out based on fracture mechanical method using 3 point bend test. Two kinds of hot rolled high tensile strength steel sheets were used as samples. One has relatively uniform microstructure strengthened by precipitates, and the other has relatively non-uniform microstructure strengthened by hard secondary phase particles. The effect of pre-strain on fracture mechanical resistance to crack growth was measured, and the mechanism involved in the result was discussed.

And the following conclusions were obtained.

- 1) The steel sheet with uniform microstructure has a higher resistance to initiation of crack growth (J_q), and tearing modulus (T_{mat}) than the other. Pre-strain reduces the resistance to initiation of crack growth of the both steel sheets. However, the decrease in J_q due to pre-strain is more significant in steel sheets with non-uniform microstructure.
- 2) The main factors determining crack growth in steel sheet with uniform microstructure are large precipitates and inclusions, and that for the other steel sheet is the secondary hard phase.
- 3) The reason for decline of J_q due to pre-strain is attributed to the increase of density of voids in the vicinity of crack front due to pre-straining. The difference in the influence of pre-strain on J_q may be understood as the difference in the density of void nucleation sites. Namely, larger density of void nucleation sites in the steel with non-uniform microstructure leads to lower J_q .

Key words : hot rolled high tensile strength steel sheet; fracture mechanics; crack growth; J integral; secondary phase; inclusion.

1. 緒言

高強度熱延鋼板は自動車を初めとした諸々の分野で使用されている。多くの場合、それらの実使用時や搬送時の省エネルギーのため、それらの高強度化と薄手化が望まれている¹⁻⁴⁾。また、実使用時の部材の機能向上の観点からも、それらの高強度化が望まれる場合が多い³⁾。

これらの用途で用いられる鋼板は多くの場合、実使用時に外力による破壊・損傷の危険にさらされる場合が多く、それらの安全性の確保の観点から、破壊(き裂の発生・進展)に対する抵抗を維持することが重要と考えられる。一般的には部材に加わる外力が一定の場合でも鋼板の薄手化により鋼材に加わる応力は増加するので、高強度鋼板の適用に当たっては、より高い負荷におけるき裂の進展を抑えることが重要である。

上述のような用途の場合、鋼板は加工による塑性変形を受けた後に使用されることが多く、予加工後のき裂の進展特性を改善することが重要である。例えば、鋼管用の熱延

鋼板の分野においては、曲げや引張からなる鋼管への塑性加工後の衝撃特性の劣化を考慮して、予加工材の衝撃特性に関する研究が行われている⁵⁾。また、建材の分野においても地震による振動の後の破壊を防ぐ観点から予歪後の鋼材のき裂進展に関する研究が進められている⁶⁾。

自動車の足回り部品に用いられる高強度熱延鋼板においても、プレス成形による塑性加工を受けた後に実部品として用いられるので、実部品の強度等の特性維持の観点からは、予加工後のき裂進展特性を考慮することが望ましい。

以上の観点から、高強度熱延鋼板のき裂進展挙動に及ぼす予歪の影響について、基礎的に評価し、そのメカニズムを解明することが重要と考えられる。

高強度熱延鋼板は、主相よりもより硬質な第二相を鋼組織中に含ませて変態組織強化を図ったり、またTi等の炭窒化物形成元素を添加して析出強化を図ることにより、その強度を得ている場合が多い⁷⁾。Ti添加鋼においては、強度に寄与する微細なTiCに加え、Tiが不可避的な不純物のNと結合した比較的粗大なTiNも析出する場合が多い。硬質

平成24年10月15日受付 平成24年12月6日受理 (Received on Oct. 15, 2012; Accepted on Dec. 6, 2012)

1) 新日鐵住金株式会社 技術開発本部大分技術研究部 (Oita R&D Lab. Technical Development Bureau, Nippon Steel & Sumitomo Metal Corporation, 1 Oaza Nishinosu Oita 870-0992)

2) 新日鐵住金株式会社 技術開発本部 (Technical Development Bureau, Nippon Steel & Sumitomo Metal Corporation)

3) 金沢大学自然科学研究科 (Graduate School of Natural Science and Technology, Kanazawa University)

4) 東京大学大学院工学研究科 (Graduate School of Engineering, The University of Tokyo)

* Corresponding author : E-mail : takahashi.k9e.yuzo@jp.nssmc.com

DOI : <http://dx.doi.org/10.2355/tetsutohagane.99.312>

Table 1. Chemical compositions of the steels studied.

	C	Si	Mn	S	Ti	N	Al	O
Steel A	0.04	0.94	1.33	0.003	0.146	0.0049	0.033	0.0015
Steel B	0.09	2.16	1.91	0.001	—	0.0036	0.036	0.0012

Table 2. Mechanical properties of the steels studied.

	Yield Strength (MPa)	Tensile Strength (MPa)	Total Elongation (%)	Work hardening exponent	Thickness (mm)
Steel A	705	793	17	0.09	2.9
Steel B	584	861	23	0.12	2.6

第二相や粗大な TiN は鋼の主相に対して硬さが異なるので変形時にボイドの起点となるのでき裂の進展を促進することが予想される。しかし、これらの強化機構の異なる鋼において、予加工がき裂進展挙動に及ぼす影響についてこれまで調べられた例は少ない。

鋼材の破壊挙動に及ぼす塑性歪（予歪）の影響とそのメカニズムに関する研究として、これまで、建築用鋼の CTOD 特性、特に遷移温度に及ぼす引張および圧縮予歪の影響に関する研究⁶⁾、丸棒引張により求めた同じく建築用鋼の延性破壊曲線に及ぼす影響⁸⁾等が報告されている。これらの研究においては予歪により靱性（遷移温度）の劣化、延性破壊限界の歪が低下することが報告されている。その原因は、予歪段階での第二相とフェライトマトリックス界面の剥離⁶⁾、予歪による局所的な脆性破壊の発生⁸⁾とされている。しかしながら、予歪が室温におけるき裂の進展開始に対する抵抗や進展に対する抵抗といった破壊力学的なパラメータに及ぼす影響については、これまで調査された例は少ない。

本報は、上記のような背景の下、硬質相による変態組織強化、および Ti 添加による析出強化を図った 2 種類の高強度熱延鋼板を供試材として、それらの室温におけるき裂進展挙動に及ぼす予歪の影響を評価し、そのメカニズムを解明することを目的とした。特に、そのメカニズムの解明に向け、予歪による材料内部でのボイド発生を調べ考察を行った。

2. 実験方法

2・1 供試鋼

Table 1 と Table 2 に本研究に用いた供試鋼の主な化学成分と機械的特性を示す。Steel A は、TiC の溶体化の為 1230℃ 以上にスラブを加熱し、その後 Ar3 変態点以上の温度で熱間圧延を終了し、冷却の後 500℃ で巻取りを行い、得られた鋼板である。Steel B は、1150℃ にスラブを加熱し、Ar3 変態温度以上で熱間圧延を行い、冷却の後、室温にて巻取りを行い、得られた鋼板である。Fig.1 に、供試鋼の圧

Fig. 1. Microstructures of the steels studied.

延方向と板厚方向に平行な断面を埋め込みナイタル腐食を施した後板厚中心部にて撮影した組織写真を示す。Steel A は、板厚が 2.9mm、引張強度 TS が 793MPa、降伏強度 YS が 705MPa の高強度熱延鋼板である。その金属組織は、延伸した微細な組織からなっている。この組織には明確に判別可能な第二相組織は見られず形態上は比較的均一である。また、後述するように比較的硬さも均一であり、また Ti 添加により組織の析出強化が図られている。一方、Steel B は板厚が 2.6mm、引張強度 TS が 861MPa、降伏強度 YS が 584MPa の高強度熱延鋼板であり、金属組織としては整粒のフェライトと第二相からなっている。第二相はマルテンサイト、ベイナイトからなっており、それらの占積率は双方とも約 10% である。Steel B には Nb、Ti 等の炭化物形成元素は添加されておらず、フェライト変態の段階で炭化物は析出しないため、フェライト変態により含有される C のほとんどは第二相へ濃化されている。従って、第二相中の C 濃度は平均的には大凡 1% 程度まで高くなっているものと推定される。このため、後述するように Steel B の第二相は、フェライトに対して明らかに硬質であり、従って Steel B は不均一な硬さを有している鋼と言える。尚、Steel B の第二相の平均の円相当径は、任意の 30 個の第二相粒子の円相当径を平均した結果、4.7μm であった。

Table 2 における、引張強度 TS、降伏強度 YS は圧延直角方向（幅方向）の JIS5 号引張試験片を準備し 2 枚の試験を用いて 10mm/分 の速度で引張試験を実施した結果である。

2・2 き裂進展挙動の評価方法について

本研究では、予歪がき裂進展に及ぼす影響を評価するため、無歪材（熱延まま素材）、および予歪（ ϵ_{pre} ）を与えた素材を用いて機械切り欠き付き三点曲げ試験を行い、そのき裂進展開始に対する破壊力学的な抵抗を求めた。これらの試験は全て室温で行った。

引張予歪 ϵ_{pre} として 0%、7%（相当塑性歪 = 0.068）、20%（相当塑性歪 = 0.18）を与えた試料を用いて機械切り欠き

付き三点曲げ試験を行い、各々の予歪量でのき裂進展挙動を調査した。引張予歪 ϵ_{pre} は Fig.2 に示す引張試験片を用いて付与した。7%の予歪を与える場合はRの無い引張試験片を用いた。一方、一様伸びを上回る20%の予歪を与える場合は、ネッキングによる著しい局所的な板厚減少や破断を防ぐため、R付き引張試験片を用い、変形部に歪勾配を与え、変形部の著しいネッキングを抑制した。予歪方向は熱延鋼板の圧延方向に対して直角である。予歪量 ϵ_{pre} は引張前にR部に幅2mmのマーキングを施し、引張後にそのマーキングの幅を測定することにより算出した。予歪 ϵ_{pre} を加えた引張試験片より同じく Fig.3 に示すような機械切り欠き付きの三点曲げ試験片を採取した。この試験片を水準(鋼種、予歪量)毎に5~6本準備し、0.4~4.0mmの間の諸々の曲げストロークの曲げ試験を行った。ここで、試験片の機械切り欠きは幅0.1mmのバンドソーにより加工し、その方向は圧延方向と平行とした。また、曲げストロークの速度は3mm/分である。

予歪後の板厚は0%, 7%, 20%の予歪量に対応してそれぞれ Steel A で2.9mm, 2.8mm, 2.6mm, Steel B で2.6mm, 2.5mm, 2.35mmとなったが、それらを機械切り欠き付き三点曲げ試験片に加工する際は予歪後の板厚が2.6mm以上の場合には2.6mmに研削し、板厚が2.6mm以下の場合には研削せず予歪後の板厚ままの試験片を得た。機械切り欠き付き三点曲げ試験片によるき裂進展挙動の評価では、き裂先端の応

力多軸度が板厚により変化するため、その評価結果は板厚の影響を含むことになり、Steel B の場合のように予歪量毎に板厚が異なる試験片を用いた場合、評価される値は本来の板厚影響のない場合と比べ誤差を含む可能性がある。しかし、その板厚差は0.25mmであり、その影響は、後述する供試鋼間の差や予歪の有無による差と比べ十分小さいと想定される⁹⁾。

所定の曲げ試験後、各試験片を大気中で250℃×30分保持して開口部を酸化着色し、その後試験片の開口部を液体窒素温度で破断し、酸化着色部(即ち曲げ試験での開口部)の深さを板厚1/4t部, 1/2t部, 3/4t部で測定し、平均することにより曲げ試験でのき裂進展量 Δa を求めた。

各曲げ試験での変位荷重曲線から試験に要した加工エネルギーを求め、式(1)で定義するJ積分値に換算した¹⁰⁾。式(1)は、き裂の進展が開始した以降に、所定のき裂進展量においてき裂の進展を考慮してJ積分値を求めるための式である。この式の右辺第一項は、き裂進展による補正項である。

$$J_{n+1} = J_n \times (b - a_{n+1}) / (b - a_n) + 2U_{n+1} / (B(b - a_n)) \dots (1)$$

ここで、下付き文字は各々の予歪 ϵ_{pre} の水準ごとに、曲げ試験を曲げストロークが小さい順番に数えた場合の順番である。 a_n はn番目の試験片を用いて測定したき裂深さである。 U_n は、n本目とn+1本目の曲げ試験の加工エネルギーの差分である。 J_n はn番目の試験片のき裂進展量 Δa_n に対応したJ積分値である。また、B, bはそれぞれ試験片板厚、試験片の初期のリガメント(き裂の試験片断面のき裂以外の部分)の長さである。

式(1)に基づいてJ積分値を求めるには、初めにき裂進展開始した時点、即ち Δa が0から大きくなり始めた時点の曲げストロークを求め、その時点の加工エネルギーを求めて、次にそれらの値から式(2)を用いてJ積分値を求める必要がある。ここで、式(2)は、三点曲げ試験片を用いる場合に、き裂の進展が生じる以前のJ積分値(エネルギー解放率)を求める表式である¹¹⁾。き裂進展が開始する曲げストロークは試験前に求めることはできないので、き裂成長した後の曲げ試験の曲げストロークとき裂進展量の関係からき裂進展量が0となる曲げストロークを外挿求めた。

$$J_1 = 2U_1 / (B(b - a_0)) \dots (2)$$

a_0 は試験片の初期の機械切り欠き深さ(2.6mm)であり、 U_1 はその時点の曲げ試験の加工エネルギーである。

以上により、き裂進展開始時点および1~n本目の試験片に対応した Δa とJを求め、Fig.4に示すようにそれをプロットしてJ-R曲線とした。材料、予歪の水準毎にJ-R曲線

Fig. 2. Geometry of tensile specimen used for pre-straining.

Fig. 3. Notched 3point bend specimen used in this study.

を求め、それらの一次回帰式を式 (3) のように求めた。

$$J = T_{mat} \cdot \sigma_o^2 / E \cdot \Delta a + J_q \quad (3)$$

式 (3) において、 E はヤング率であり 210 GPa とした。 σ_o は流動応力であり TS と YS の平均値とした。 J_q 、 T_{mat} はフィッティングにより求められる値である。これらはそれぞれき裂進展開始に対する抵抗、およびき裂進展抵抗 (テアリングモジュラス) に相当する値である。

本稿においては、式 (1) または式 (2) で求められた、試験片毎に得られる任意の Δa に対応する J の値、即ち任意のき裂深さに対応するき裂進展抵抗を J_{mat} と表記し、特に Δa が 0 である場合の J の値、即ちき裂進展開始に対する抵抗を「 J_q 」と表記する。尚、 J_q は式 (3) へのフィッティングにより求められる値である。また、 J 値等の破壊力学パラメーターは本来疲労予き裂を入れた試験片を用いて評価する必要があるが、本報告では機械切り欠きを用いており、その意味で本報告において得られる J 値は、き裂の進展しやすさを示すパラメーターである。 J 値と等価な破壊力学パラメーターとして CTOD 値が知られている。CTOD 値に及ぼす切り欠き幅 (スリット幅) の影響はこれまで研究されており、き裂進展開始に対応する CTOD 値は切り欠き幅 (スリット幅) とおおよそ同じオーダーの幅だけ増加傾向が見られる¹²⁾ ので、切り欠き幅が小さければその影響も小さいと思われる。

Fig. 4. Schematic illustration of measurement of resistance to initiation of crack growth (J_q).

Fig. 5. Angle of observation of crack in 3 point bend specimens.

2・3 き裂進展中の破面および断面の観察方法について

上記で求めた予歪がき裂進展開始に対する抵抗 (「 J_q 」値) に及ぼす影響について考察するため、無加工または 20% の予歪を加えた Steel A および Steel B を対象として機械切り欠き付き三点曲げ試験を行い、き裂進展中の破面を走査型電子顕微鏡を用いて観察した。すなわち、切り欠き先端からき裂が進展し始める前および後の所定の曲げストロークにて試験を停止し、その時点のき裂面とそれに垂直な板厚中心の破面を観察した (Fig.5-a)。また、断面にナイトール腐食を施し、組織を現出させた後に観察した。同じく機械切り欠き付き三点曲げ試験を行い、き裂を 0.5mm 程度進展させ、その後液体窒素温度で試験片をき裂面から破断させ、走査型電子顕微鏡により進展したき裂の破面観察も行った (Fig.5-b)。

予歪 ϵ_{pre} を加えた材料における内部破壊の進行を評価するため、予歪 ϵ_{pre} が 20% の場合の圧延直角方向断面 (幅方向断面) の組織を走査型電子顕微鏡により観察した。予歪 ϵ_{pre} の影響を調べる為、ここでは観察する断面は予歪方向 (圧延直角方向) と平行とした。その際、観察前にナイトール腐食により組織を現出した。

2・4 ミクロ組織の硬さ、および素材の硬さの分布の評価について

2・2 で求めたき裂進展開始に対する抵抗 (「 J_q 」値) の予歪による影響を詳細に考察するため、ミクロ組織の硬さの分布を評価した。供試鋼の幅方向と平行な断面を埋め込み、アルミナ研磨、電解研磨を施し、ミクロ組織を現出させた後、1/4t 部において、1000 μ N の荷重にてミクロ組織硬さの調査を行った。この調査は、HYSITRON 社製トライボインデントー TI900 を使い、1000 μ N の荷重にてバーコビッチ圧子を組織中に押し込み、押し付け荷重 (1000 μ N) / 圧痕断面積の値を算出し、硬さの値とした¹³⁾。この微小荷重での硬さの測定値は以降「ナノ硬さ」と記載する。ナノ硬さ測定は、前述のような均一な組織からなる Steel A の場合、十分距離の離れたランダムな位置の 10 点を選んで測定を行った。一方、整粒のフェライトおよび硬質の第二相からなる Steel B の場合は、それらの組織の違いが測定前の AFM 画像上で明確であるため、フェライト組織、第二相組

Fig. 6. Relationship between stroke and load in 3 point bend tests.

織を区別し、それぞれ4点、7点の測定を行った。

また、介在物の硬さと素材の硬さの差異を比較するため、素材の1/4t部の15か所にて、荷重1kgでピッカース硬さ測定を行った。

2・5 粗大析出物の詳細観察方法について

供試鋼の介在物の組成、サイズ分布を比較するため、幅方向と板厚方向に平行な断面を埋め込み、研磨して、走査型電子顕微鏡により、板厚中心部を中心とした板厚方向1.5mm、幅方向1.5mmの部分の矩形部分で観察される1.0 μm 以上の粗大析出物を全て自動的に検出し、析出物・介在物の形状、組成およびサイズの分布を調べた。この介在物の定量的な評価は日本電子株式会社製ソフトウェア「広領域自動粒子解析ソフト (EX-35110 Ver3.7)」を用いて行った。

3. 実験結果

3・1 き裂進展挙動

Fig.6に供試鋼の機械切り欠き付き三点曲げ試験での変位荷重曲線を示す。Fig.7にSteel A, Steel Bにおける、機械切り欠き付き三点曲げ試験での曲げストロークとき裂進展量の関係を示す。図中のX軸上のプロットは、前述の方法で求めたき裂進展量が0の場合に対応する推定の曲げストロークのプロットである。Fig.6から明らかなように、Steel AよりSteel Bの方が最高荷重の曲げストロークが小さい。これは、き裂が進展することにより曲げ荷重の低下がもたらされることを考えると、Steel Bの方がSteel Aよりき裂が進展開始する曲げストロークが小さいことに対応する。この点は、Fig.7で示されるき裂進展量の傾向と対応する。また、Fig.6およびFig.7よりSteel AおよびSteel Bにおいて予歪を加えることにより、き裂進展の開始する曲げストロークが小さくなっており、予歪によりき裂進展の開始が促進されていることが分る。

また、き裂の進展は、Steel Aにおいては予歪に依らず荷

Fig. 7. Relationship between stroke and crack extension.

重が約1050Nレベル、同様にSteel Bも予歪量に依らず約1000Nレベルで生じている。

き裂が発生してからのストロークに対する荷重の低下はSteel Bの方がSteel Aより大きい。しかし、Steel A, Steel B共にストロークの増加に対する荷重の低下は予歪量に対して大きな変化はしていない。すなわち、き裂の進展開始に要するエネルギーは予歪により低下するが、き裂の進展に要するエネルギーは予歪に依ってほとんど変化しないことがわかる。

また、Steel Aの方がき裂の進展に要するエネルギーはSteel Bよりかなり大きく、また予歪量の増加に伴いき裂の進展エネルギーもより大きく低下する。

Fig.8に2・2節で述べた実験により得られたJ-R曲線(き裂進展量 Δa とき裂進展抵抗 J_{mat} の関係)を示している。これからはSteel AよりSteel Bの方がき裂進展抵抗 J_{mat} は小さく、また双方の鋼共に予歪によりき裂進展抵抗 J_{mat} は低下していることが分る。

Fig.8に示す各々のJ-R曲線から求めた J_q 値と T_{mat} をTable 3に示す。ここで、 T_{mat} は実験結果から鋼種毎に一定の値とした。これより J_q 値は予歪の付与により低下するこ

Fig. 8. Influence of pre-strain on resistance to initiation of crack.

Table 3. Fracture mechanical parameters obtained.

	ϵ_{pre}	$Jq(\text{MJ}/\text{m}^2)$	T_{mat}
Steel A	0	0.487	130
	0.068	0.318	130
	0.18	0.187	130
Steel B	0	0.227	51.9
	0.068	0.100	51.9
	0.18	0.078	51.9

とがわかる。Fig.8中には、Table 3中で示される Jq 値と予歪量の関係の一次回帰式を用いて求めた J-R 曲線の回帰式による推定線も記載している。

3・2 き裂の形状および破面性状

3・2・1 き裂の断面形状

Fig.9に、機械切り欠き付き三点曲げ試験における板厚中心でのき裂断面形状の曲げストローク (0.5mm, 1.0mm, 2.0mm) にともなう変化を、Steel AおよびSteel Bの無歪材および予歪 (ϵ_{pre}) 材について示す。

き裂が生じている水準の観察結果から、機械切り欠き底直下のき裂はせん断的な破壊を呈しており、機械切り欠き底から100~200 μm 離れた位置からき裂は蛇行しつつマクロには切り欠きと同じ方向に進展していることが分かる。切り欠き底がせん断状のき裂、およびそこから100~200 μm 内部では蛇行状のき裂からなっている理由は以下のよう考えられる。破壊靱性がある程度良好な材料では、負荷が加わったき裂先端は平面応力状態のため応力多軸度が小さいのでボイドは発生しにくい。一方、そこから内部に入るにしたがい応力多軸度が増加しボイドが発生しやすくなる。そのため、負荷が増加するに連れて、まずき裂先端から内部に入った部分でボイドが生成・連結する。その後、き裂先端から成長してきたせん断状のき裂と会合する。更に負荷が増加すると、開口き裂の場合、最大の塑性歪がき裂進行方向に対して45°方向に生じるため¹⁴⁾、切り欠き底から内部に入った部分のき裂は蛇行しながら進展すること

Fig. 9. SEM micrographs showing evolution of cracks during 3 bend test observed on the cross section with and without pre-strain.

になる。

Steel Aの無歪材では、曲げストロークが1.0mm~2.0mmの間にある時にき裂が生じているが、予歪を与えた場合は曲げストロークがそれより小さい0.5mm~1.0mmの間にある時に既にき裂が生じており、予歪によりき裂進展開始の曲げストロークが小さくなっていることがわかる。Steel Bでは、無歪材の場合、曲げストロークがSteel Aより小さい0.5~1.0mmの間にある時にき裂が生じているが、予歪材では曲げストロークが0.5mmより小さい時にき裂が既に進展し始めている特徴がある。Steel Bも予歪によりき裂の進展開始が加速されることがわかる。Steel AとSteel Bを比較した場合、予歪の有無に関わらずSteel Bの方がSteel Aよりき裂進展量は大きい。以上から、Steel AよりSteel Bの方がき裂の発生はより小さい曲げストロークで生じ、なおかつ予歪が付与されると、さらに小さな曲げストロークでき裂進展が開始する。この挙動はFig.7で示される結果と一致する。

Fig.10に、き裂進展開始直後のき裂先端の断面の拡大写真を示す。各々のき裂においてせん断部分を除いたところでの蛇行幅に着目すると、Steel Aの無歪材では約150 μm 、Steel Aの予歪材では約80 μm 、Steel Bの無歪材は約20 μm 、Steel Bの予歪材は約5 μm である。従って、Steel AよりSteel Bの方が蛇行の幅は小さく、両鋼共に予歪によりそれは小さくなっている。この傾向は、 Jq 値、即ちき裂進展開始に対する抵抗の予歪に対する変化と一致しており、 Jq 値が小さいほどき裂の蛇行幅は小さい傾向がある。

Fig.10にはき裂近傍で観察されたボイドの拡大写真も示している。Steel Aでは粗大な析出物を核としたボイドが形成されている。この析出物はその形状から、後述するようにTiNであると推定される。一方Steel Bでは硬質相と軟質相の界面からボイドが生じていることが分かる。

3・2・2 破面性状

Fig.11に機械切り欠き直下の塑性変形部やせん断変形部に隣接する部位での破面性状を示す。この破面は、き裂進展開始時に生じた破面である。これらの破面はいずれもディンプルからなる延性破面を呈している。

延性破面におけるディンプルは一次ディンプルと二次ディンプルに区別される。一次ディンプルは、塑性変形の進行に伴い異相界面の近傍に発生・成長した粗大なボイドに対応する¹⁵⁾。二次ディンプルは一次ディンプルの間に形成されるものであり、そこでの応力集中と素材の変形応力のバランスが崩壊したことにより生じた二次的な破壊に対応する小さなディンプルからなる¹⁵⁾。

Steel Aの無歪材の破面は、明らかに粗大な一次ディンプルと微細な二次ディンプルからなり、両者は明確に判別可能である。Steel Aの無歪材の一次ディンプルのサイズはばらついており、直径が最大で40 μm 程度のもも見られる。一方、Steel Aの予歪材は、一次ディンプルのサイズは比較的均一であり、最大のサイズはおおよそ30 μm である。また、予歪材では、一次ディンプルが主となり二次ディンプルの破面の面積が減少している特徴がある。

一方、Steel Bの場合、Steel Aで見られたような微細な二次ディンプルは少なく、破面の大半は、Steel Aより微細で高密度の一次ディンプルからなっている。Steel Bの無歪

材の一次ディンプルのサイズは最大で20 μm 程度であり、Steel Aより小さい。Steel Bの無歪材と予歪材を比べた場合、Steel Aと同様に、予歪材では一次ディンプルのサイズのばらつきが小さくなり、また最大のディンプルサイズも小さくなる。

以上から、破面上の一次ディンプルのサイズは、予歪によりそのサイズのばらつきが減少し、その最大サイズも小さくなることが判明した。

3・3 破面上のディンプルの詳細観察

Fig.12にはFig.11に示した供試鋼における破面上のディンプルの拡大写真とその中心に存在する粗大析出物のEDSピークを示す。Steel Aの場合、無歪材、予歪材共にディンプルの中心に粗大析出物が見られ、EDSによる組成分析からそれらは主にTiNであり、一部はTiS、更にごく一部が Al_2O_3 であることが判明した。Fig.12にはディンプル内に存在するTiNとTiSの例を示す。TiNがボイドの核となっていることはFig.10のき裂先端近傍の観察結果からも推定される。以上から、これらの粗大析出物がSteel Aにおけるき裂進展を生じさせる主要因と考えられる。

一方、Steel Bでは粗大析出物がディンプル内にある場合は稀である。Fig.10のSteel Bにおけるき裂先端の拡大写真から認識されるように、Steel Bでは無歪材、予歪材共に軟質相と硬質相の界面において剥離が生じており、これがボ

Fig. 10. SEM micrographs showing void initiation during 3 bend test observed on the cross section with and without pre-strain.

Fig. 11. SEM micrographs showing fracture surface after 3 bend test of specimens with and without pre-strain.

Fig. 12. Precipitates embedded in dimples on fracture surface of Steel A, together with EDS spectrum.

イドの起点となり延性破壊を生じさせていることが推察される。

Steel Bのき裂進展開始がSteel Aより早い理由は、ボイドの発生場所がSteel Bの場合には軟質相／硬質相の界面、Steel Aの場合には介在物／地鉄の界面であるので、その密度はSteel Bの異相界面密度の方がはるかに高いためと考えられる。

3・4 予歪材におけるボイドの生成サイトのSEM観察

Fig.13にSteel AおよびSteel Bにおいて、20%の予歪 (ϵ_{pre}) を加えた後に、予歪方向と平行な断面をSEM観察した結果を示す。Steel Aにおいては、粗大な析出物としてTiN、TiSが観察され、それらは予歪の効果として近傍にボイドを生じており、更に一部は破碎されていることが分かる。ボイドを生じている析出物は比較的粗大であり、その下限サイズはTiNの場合約5 μm 、TiSは約2 μm であった。

一方、Steel Bの場合、硬質相が予歪の効果として分断されたり、界面が剥離してボイドを生じていることが分かる。

Fig. 13. SEM micrographs showing void formation in the interface between precipitate and matrix, breakage of precipitates in specimen A, and void formation in the interface between hard second phase and matrix in specimen B after tensile pre-straining by 0.18.

a) Size distribution of inclusions and precipitates of steels studied as observed on cross section in transverse direction.

4. 考察

4・1 ボイド生成サイトの原因

Steel Aにおいては、主にTiNといった粗大な析出物を起点にボイドが生じ、Steel Bでは主に第二相を起点としてボイドが生じていることが以上から判明した。ここでは、それらがボイドの起点となった理由について考察を行う。

Table 4にミクロ組織の硬さ（ナノ硬さ）の測定結果を示している。Steel Aのミクロ組織のナノ硬さの測定値は4.63GPaであり、最小値、最大値はそれぞれ4.25GPa、4.63GPaである。一方Steel Bのフェライトの硬さの平均値は3.5GPa、第二相のナノ硬さの平均値は5.99GPaである。以上から、Steel Aは比較的組織の硬さは均一であり、Steel Bは組織硬さの不均一性が大きいことが分かる。

Fig.14-aに、幅方向断面上の介在物のサイズ分布を示す。Fig.14-bに代表的な粗大介在物の写真を示す。

ボイドの起点となり易い粗大な介在物は、Steel Aの方が多く、その多くは粗大な介在物はTiNである。Steel AはTi、Nが多めのため、そのような粗大なTiNが生じたものと考えられる。TiNは、アルミナ (Al_2O_3) 上に複合析出している場合が多い。

一方、Steel Bの介在物はSteel Aの介在物より微細であり、それらの中の粗大介在物はアルミナ (Al_2O_3) が多かった。

Table 4. Result of hardness measurement.

	Nano-indentation				Vickers hardness measurement	
	Number of measurement	Average hardness (GPa)	Minimum hardness (GPa)	Maximum hardness (GPa)	Number of measurement	Average hardness (HV)
Steel A	10	4.63	4.25	5.25	15	250
Steel B Ferrite	4	3.50	3.44	3.59	15	273
Steel B Secondary phase	7	5.99	4.70	8.10

b) Typical coarse precipitates contained in the steels studied.

Fig. 14. Size distribution and shapes of inclusions contained in the steels studied.

Steel B中の介在物の最大のサイズは、測定の範囲では、 $5.5\mu\text{m}$ であったが、これは同鋼における第二相のサイズとオーダーとしては同じである。但し、これは $1.5\text{mm} \times 1.5\text{mm}$ の断面中に1個の頻度で検出されているので、その密度は粗大な第二相粒子の密度より遥かに小さい。

検出された介在物の面積率を求めるとSteel Aでは0.08%、Steel Bでは0.016%であった。

TiNやアルミナといった介在物の硬さはSCM440鋼中に存在するものを対象としてAFM微小硬さ試験機にて評価されており¹⁶⁾、TiNはピッカース硬さ相当で1000~4000HV、アルミナは同じく900~2500HVと推定されている。これは、Table 3に示される各々の鋼のピッカース硬さと比べるとそれぞれ4~16倍、3~10倍に相当する。

以上から、Steel AにおいてTiNがボイド生成の主要因となった理由は以下のように推定される。Steel Aはマイクロ組織の硬さが比較的均一であるため、そのマイクロ組織の中でのボイドの生成は生じにくい一方で、そのマイクロ組織より遥かに硬い粗大なTiNが多く鋼中に含まれるため、TiNがボイド発生起点となったものと推定される。一方で、Steel Bにおけるボイド発生の主要因が第二相の破壊や界面剥離である理由は、以下のように考えられる。Steel Bにおいても、母材組織の硬さと介在物の硬さの差はマイクロ組織中の硬質相と軟質相の硬さの差より大きいので、介在物起因のボイドが生じることは予想される。しかし、その介在物の密度は第二相に比べはるかに小さい。一方で、Steel Bの第二相はフェライトより明らかに硬質であり、かつその平均サイズは粗大介在物と同程度であり、またその密度も粗大な介在物よりはるかに大きい。そのため、Steel Bのボイド生成サイトの大部分は第二相となったものと推定される。

4・2 き裂進展開始に及ぼす予歪の影響

供試鋼のき裂進展挙動に及ぼす予歪の影響として、き裂進展開始に対する抵抗(J_q)を低減させ、同時にき裂の蛇行幅も減少させることが明らかとなった。また、予歪の付与により破面上の一次ディンプルの最大サイズが微細となり、一次ディンプルの二次ディンプルに対する割合が増加した。これらのメカニズムについて、ここでは考察する。

開口き裂先端の歪は、弾塑性を前提とすると以下のような式で与えられる¹⁷⁾。

$$\epsilon_{ij} \propto (J_{app}/r)^{n/(1+n)} \quad (4)$$

ここで、 ϵ_{ij} は任意の歪成分であり、 J_{app} はき裂先端の負荷によるき裂進展の駆動力、 r はき裂先端からのき裂進展方向の距離、 n は(5)式で表わされるRamberg-Osgoodの式で素材の応力-歪関係を表わした時の加工硬化指数であり、Steel A、Steel Bでそれぞれ12.3、9.5であった。

Fig. 15. Schematic illustration to explain relationships between crack growth and flaw distribution.

$$\epsilon/\epsilon_0 = \sigma/\sigma_0 + \alpha (\sigma/\sigma_0)^n \quad (5)$$

ここで σ_0 は降伏応力、 ϵ_0 は降伏歪である。 α は定数でありSteel A、Steel Bでそれぞれ1.91、0.36であった。

供試鋼でのき裂進展に及ぼす予歪の影響について考察するため、(4)式を前提とし、Steel A、またはBの無歪材のき裂先端の歪分布とボイド起点の位置を模式的にFig.15に示す。ここで示す歪は、き裂への負荷によりき裂先端で生じる歪(ϵ_{ij})である。ここで加工硬化指数 n は両供試鋼の平均的な値である10とした。(4)式で表されるき裂近傍の歪(ϵ_{ij})は、き裂進展駆動力 J_{app} が大きいほど増加し、き裂先端から離れるにつれ減少する。また、Fig.15では、ボイド発生の限界歪が ϵ_f であるボイド起点を「●」で示している。

き裂先端の負荷が高まり J_{app} が増加するときき裂先端の歪(ϵ_{ij})は高くなる。それが粗大析出物や第二相の近傍でのボイド発生の限界歪(ここでは ϵ_f と記載)を超えると、先ずボイドが発生する。更に継続して負荷を与えると、それらのボイドが成長、合体し、最後に主き裂(切り欠き底)と連結してき裂の進展を生じる。Fig.15は、き裂が進展開始した直後を想定している。

これに対し試験片自体に予歪が加わる場合には、Fig.13に示すように、粗大な析出物や硬質第二相とフェライト界面には歪が局在化し、予歪の付与でマイクロボイドが発生したり、更には析出物の破碎が生じたりする。この場合のき裂先端の歪分布とボイド起点の分布をFig.16に示している。Fig.16では、無歪の場合にボイド発生の限界歪が ϵ_f であったものの予歪の付与により既にマイクロボイドや破碎を生じているボイド起点を「●」で示し、予歪影響によりボイド発生の限界歪が低減し新たにき裂進展に一次ボイドを生じるようになったボイド起点を「○」で示している。

予歪に続く3点曲げ試験においては、無歪の場合と比較して、より小さなき裂先端歪(ϵ_{ij})、あるいはき裂先端への負荷無し($\epsilon_{ij}=0$)でボイドが生じ、またそれらの密度も

Fig. 16. Schematic illustration to explain influence of pre-strain on critical J.

増加することが予想される。従って、ボイドの連結に要する歪 (ϵ_{ij}) の増加も小さくて済むので、小さな負荷 (J_{app}) によりき裂の進展開始が生じることが推察される。

以上の考察から、予歪が加わるとボイドの発生と連結に要する歪 (ϵ_f) は小さくなるので、き裂進展開始に対する抵抗が低下したものと考えた。また、予歪によりボイドの発生密度が増加する結果、き裂先端の破壊進行域のサイズも小さくなるので蛇行幅も低減したと推察した。

無歪材と予歪材を比べた場合に、無歪材において比較的粗大な一次ディンプルが見られ、一方予歪材では粗大な一次ディンプルが減少し一次ディンプルのサイズのばらつきが低減した理由については、以下のように考えられる。

粗大な異相ほどボイドを生じ易いことが知られている¹⁸⁾。従って、無歪材の場合、先ず粗大な析出物・介在物等の異相からボイドが生成しはじめ、徐々に小さい異相でボイドが生じるため、ボイドのサイズのばらつきが生じたものと考えた。一方、予歪材の場合、初めからある程度小さい析出物の近傍で既にボイドが生じているので、それらがき裂近傍の破壊進行域内に入ると容易に再成長を始めたため、ディンプルサイズのばらつきが低減したものと考えた。

5. 結言

高強度熱延鋼板のき裂進展挙動に及ぼす予歪の影響について、3点曲げ試験を用いた破壊力学的な検討を行い評価した。Ti添加による析出強化を図り組織の硬さが比較的均一である鋼、および硬質第二相による変態組織強化を図り比較的硬さが不均一である鋼を供試鋼として、それらの熱延まま（無歪）材および予歪材のき裂進展開始に対する破壊力学的な抵抗に及ぼす予歪の影響を評価し、そのメカニズムについて考察を加えた。得られた結果は以下の通りである。

1) 均一組織鋼より不均一組織鋼の方がき裂進展開始に対する破壊力学的な抵抗 (J_q 値)、およびき裂進展抵抗 (T_{mat}) は小さい。均一組織および不均一組織の両供試鋼において予歪により、 J_q 値は低下する。低下代は、不均一組織鋼の方が大きい。

2) 均一組織材のき裂進展の主因は粗大析出物・介在物であり、不均一組織材では硬質第二相である。

3) 双方の鋼において予歪により J_q 値が低下した理由は、予歪により異相界面での先行的なボイドが生じ、き裂進展時のボイドの密度が増加したためと考えた。予歪の鋼種による J_q 値への影響の差異は、ボイドの起点となる硬質第二相や粗大な析出物の密度の差異から説明が可能である。すなわち、不均一組織鋼のように、ボイドの起点が多いほど J_q 値は大きく低下する。

4) 上記3) の結果から、不均一組織鋼では第二相の密度が高くディンプルサイズが小さくなり、き裂の蛇行幅が減少した。

文 献

- 1) 自動車用材料シンポジウム「高強度化の限界を探る」テキスト、日本鉄鋼協会・自動車技術会編、(1993)、1.
- 2) 第209回西山記念講座「革新的な鉄鋼材料を生み出す組織制御技術とメタラジの進歩」テキスト、日本鉄鋼協会編、(2012)、65.
- 3) 第175回西山記念講座「鉄鋼材料の特性・機能を最大限に活かす」テキスト、日本鉄鋼協会編、(2002)、5.
- 4) 自動車用材料シンポジウム「自動車用鉄鋼材料と、その競合材料」テキスト、日本鉄鋼協会・自動車技術会編、(1995)、9.
- 5) I.Takada, Y.Kataoka and S.Yamaguchi: *Kawasaki Steel Giho*, **11** (3), (1979), 347.
- 6) C.Miki, E.Sasaki, H.Kyuba and I.Takenoi: *Proc. Jpn. Soc. Civ. Eng.*, (2000), No.640 / I-50, 165.
- 7) ハイテンハッドブック、社団法人日本鉄鋼協会自動車用材料共同研究調査会編、(2008)、53.
- 8) H.Yoshinari, K.Enami, M.Kan and S.Kaneda: *J. Soc. Mater. Sci., Jpn.*, **54** (2005), No.3, 296.
- 9) S.Kawano, M.Tanaka, M.Taneda and S.Shimazu: *Journal of the Society of Naval Architects of Japan*, **165-06** (1989), 265.
- 10) 町田進：延性破壊力学、日刊工業新聞社、東京都、(1984)、102.
- 11) 例えば、T.L.Anderson 著、栗飯原周二監訳：破壊力学 基礎と応用 第三版、森北出版、東京都、(2011)、198.
- 12) J.F.Knott 著、宮本博訳：破壊力学の基礎、培風館、東京都、(1977)、165.
- 13) 第二回ナノインデンテーション研究会資料、オミクロンナノテクノロジージャパン株式会社編、(2008)、8.
- 14) 例えば、町田進：延性破壊力学、日刊工業新聞社、東京都、(1984)、50.
- 15) T.L.Anderson 著、栗飯原周二監訳：破壊力学 基礎と応用 第三版、森北出版、東京都、(2011)、235.
- 16) N.Nagashima, S.Matsuoka and K.Miyahara: *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng.*, **65** (1999), No.631, 477.
- 17) T.L.Anderson 著、栗飯原周二監訳：破壊力学 基礎と応用 第三版、森北出版、東京都、(2011)、114.
- 18) T.L.Anderson 著、栗飯原周二監訳：破壊力学 基礎と応用 第三版、森北出版、東京都、(2011)、226.