

平成 30 年 6 月 23 日現在

機関番号：32706

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2016～2017

課題番号：16K17976

研究課題名(和文)水素脆化メカニズムに及ぼす応力速度効果と水素脆化特性の定量的評価手法の構築

研究課題名(英文)The effect of stress rate on hydrogen embrittlement mechanisms and the construction of quantitative evaluation on the characteristic of hydrogen embrittlement

研究代表者

大見 敏仁 (Ohmi, Toshihito)

湘南工科大学・工学部・講師

研究者番号：90586489

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,200,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、疲労条件下での応力集中部における水素凝集メカニズムに及ぼす応力速度効果を数値解析により明らかにし、実験的にも検証・考察を行い以下の知見を得た。

- 1) 水素濃度に関する「応力速度」の影響について数値解析を行った。この結果、鉄鋼材料やアルミなど多くの金属が有する「加工硬化に対してのひずみ速度効果」は無視できるものとの解析結果を得た。また、応力多軸度により水素凝集能力を評価できる可能性を示した。
- 2) 水素チャージ材に対する疲労試験からは、疲労負荷の負荷速度によりき裂成長挙動の変化が見られた。これにより、応力速度に依存して水素脆化メカニズムが変化する可能性を見出した。

研究成果の概要(英文)：In this study, the effect of stress rate on hydrogen concentration behavior under cyclic loading condition was clarified by numerical analyses and fatigue tests of hydrogen charged specimen. The following results were obtained.

- 1) The numerical analysis for the effect of stress rate on hydrogen diffusion and concentration behavior under cyclic loading condition was conducted. From this analysis, the effect of stress rate on work hardening has no influence on hydrogen concentration behavior. And the possibility that hydrogen concentration capacity can be estimated by the triaxial factor was indicated.
- 2) Fatigue tests of hydrogen charged specimen were conducted. From these results, a change of crack growth behavior was found by loading rate. This result indicates a possibility that hydrogen embrittlement mechanism depends on stress rate.

研究分野：材料強度学

キーワード：水素脆化 数値解析 ひずみ速度 疲労

### 1. 研究開始当初の背景

鉄鋼材料において材料中に水素が侵入することで発生する「水素脆化」現象は、未だにその原因が解明されていない。現在、水素濃度の上昇による金属結合への影響・局所塑性の促進・空孔生成エネルギーの低下など様々な説が唱えられ、材料や使用環境によって破壊形態が変化する複雑なメカニズムを有していると推測できる。

一方で、水素脆化は材料中の水素濃度が局所的に増加することによって誘起される。従って、材料中の水素凝集メカニズムを解明することで、水素脆化が誘起されにくい条件をも知ることができる。しかしながら、水素濃度分布の実験的観察が困難であるため、数値解析を用いて水素濃度分布を求めるための研究が行われている。

水素脆化の要因である水素濃度の増加メカニズムを解明し、これを制御することが可能となれば水素脆化を防止することも可能である。そのために様々な条件下での水素凝集挙動を予測可能な水素凝集シミュレータを開発できれば、水素脆化防止技術の開発や水素脆化研究の発展に大きく寄与することができる。

### 2. 研究の目的

材料中の水素濃度分布のその場観察が実験的に困難であるため、数値解析を用いて水素濃度分布を求めるための研究が行われている。水素は、静水圧応力(3軸応力)の勾配による拡散駆動力を受け、応力集中部近傍に拡散凝集することが実験的に知られている。

水素凝集挙動解析は、物質輸送論の一般式に表される相互干渉係数を用いることにより、差分法(FDM)を用いて行われている。その結果から静水圧応力最大点である弾塑性境界に水素凝集が起こることを示した。一方、有限要素法(FEM)を用いた水素凝集挙動解析も行われている。これらのシミュレーションには、正確な応力場の計算と誤差の少ない水素の拡散計算を行う必要がある。

このため本研究では、すでに開発済みの水素凝集シミュレータに対して実験的検証を加えることで、(1)水素拡散凝集挙動解析の高精度化と負荷速度依存性の調査を行った。また、この手法を応用した、(2)試験片内に水素を力学的に固定し大気中で水素脆化試験を行うための実験方法を確立することも合わせて行い、(3)疲労条件下での応力多軸性と水素脆化の定量的評価を行うことを目的とした。

### 3. 研究の方法

(1)水素拡散凝集挙動解析の高精度化と負荷速度依存性の調査

前述のとおり、応力誘起拡散現象に対しては、より詳細なき裂先端近傍における応力状態を把握し水素の拡散解析に適用する必要がある。水素凝集挙動解析は、物質輸送論の

一般式表される相互干渉係数を用いることにより、差分法(FDM)を用いて行われている。この相互干渉係数は現象に即すように定めてきたが、その物理的意味を水素拡散駆動ポテンシャルの相違からくる、拡散係数の比とらえてきた。拡散は熱活性化過程であるため温度の影響を考慮した解析を行うことが望ましい。温度や拡散係数の分布を考慮した解析手法が構築されれば、水素凝集シミュレータの開発と発展に大きく寄与することができる。

また、応力解析についてFEMの適用により詳細な応力解析は可能となっているが、降伏応力のひずみ速度依存性などの物理モデルを追加し高精度化を図る。その上で、疲労周波数に相当する種々の負荷速度下での解析を行い、水素凝集挙動(凝集位置や水素濃度分布)に及ぼす力学的効果を系統的に明らかにする。

#### (2)小型試験片を用いた水素脆化試験

これまでに、(1)で精度向上を目指しているシミュレータを用いて、水素の拡散凝集を制御する手法を提案してきた。すなわち、水素チャージ時に応力集中状態を維持することで試験片内に水素を固定する手法である。試験片の応力状態は、FEMによる解析と試験片のひずみ計測結果から定性的な一致を確認している。本研究では、試験片中の水素量測定を行い最適な試験条件を定量的に評価する。この試験方法を用いて、鋼やステンレスなどの水素脆化試験を行い、破面観察・破壊経路観察と試験結果、試料中水素量を比較することで、水素脆化の破壊メカニズムの分類を行う。試料中の水素量が破壊メカニズムまたは数値解析結果との定性的比較は、数値解析の精度検討のみならず、今後の研究手法の指針となる重要な意味を持つ。

(3)応力多軸性と水素脆化特性について定量的評価

(1)の解析結果と(2)実験結果を基に、応力多軸性と水素脆化特性の定量的な評価を試みる。本来、水素拡散シミュレータにより予測されるべき水素分布ではあるが、水素凝集の駆動力である応力状態と水素脆化特性を定量的に分類できれば、水素脆化防止に必要な機械部品の設計指針を得られ、工業的価値は計り知れない。拡散に関わる静水圧応力と塑性領域に関わる相当応力を含む多軸度をパラメータとして用いる。

### 4. 研究成果

(1)水素拡散凝集挙動解析の高精度化と負荷速度依存性の調査

これまで水素拡散解析を行う対象としては室温環境・一定温度を想定してきた。しかしながら、今後は水素ステーションの水素ディスプレイ等、温度変化のある環境での水素拡散解析も扱えるようにすることが望ましい。このような条件下での解析の高精度化のため、熱伝導解析と応力解析及び水素拡散解

析を組み合わせた連成解析手法の開発を行った。解析のフローチャートを図1に示す。

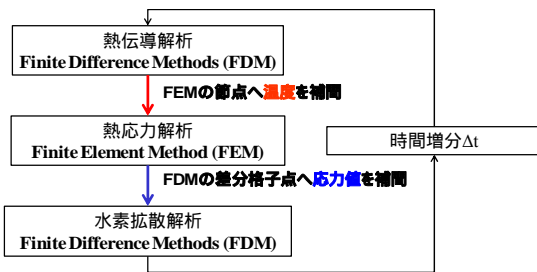


図1 連成解析の流れ

この解析手法により、これまで考慮することのできなかった、解析領域内の温度分布や水素の拡散係数の分布などを考慮できるようになり、より複雑な条件下での水素拡散解析を行えるようになった。

応力集中部近傍での水素濃度分布は、応力分布の影響を受ける。特に疲労条件においては、負荷過程に発生・拡大する降伏域のみならず、除荷過程に再降伏領域の影響を強く受けると考えられる。このため研究代表者らは、初期降伏域と再降伏域の2箇所に水素が凝集する可能性を指摘してきた。

一方、ひずみ速度に依存して降伏応力が変化するひずみ速度依存性が知られている。降伏条件が変化すれば、前述の再降伏領域の大きさも変化するが、疲労条件では周波数も変化する。水素凝集に対する拡散に要する時間、ひずみ速度、降伏領域の3者の影響を、実際の材料物性を考慮した解析により明らかにした。図2に様々な材料のひずみ速度依存性パラメータDを示す。また、降伏応力とひずみ速度との関係についての式を式(1)に示す。

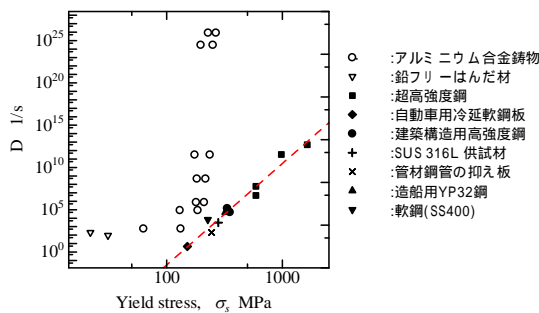


図2 ひずみ速度依存性と降伏応力の関係

$$\sigma_y = \sigma_s \left\{ 1 + \left( \frac{\dot{\epsilon}}{D} \right)^{1/q} \right\} \quad (1)$$

- $\sigma_y$ : 動的降伏応力 [GPa]
- $\sigma_s$ : 静的降伏応力 [GPa]
- $\dot{\epsilon}$ : ひずみ速度 [ $s^{-1}$ ]
- D: 材料固有の定数 [1/s]
- q: 材料固有の定数 [-]

この結果、静的降伏応力が増加すればするほど、ひずみ速度依存性は増加するものの、降伏条件には影響しにくくなるのが分か

り、水素拡散解析の結果もそれを裏付けた。この傾向は鋼以外の金属でも見られ、普遍的なものであると予想される。したがって、ひずみ速度依存性に関しては、静的な物性値での設計を行えば十分であると言える。

## (2) 小型試験片を用いた水素脆化試験

これまで、小型試験片を用いた本試験方法は2.25Cr-Mo鋼や電磁ステンレス鋼に対しての適用実績を積み重ねてきた。本研究では、ひずみ速度効果の影響を見るため、周波数を一定としたまま、最大負荷荷重を変え、水素環境下でのき裂成長速度特性の比較を行った。実験結果を図3に示す。破壊形態の比較のため応力比は一定として、水素未チャージ材および最大荷重が440[kgf]と400[kgf]の3者を比較した。水素チャージ条件は以下のとおりである。触媒毒：チオ尿素0.5g/day、チャージ時間：96時間、負荷電流：0.8A(電流密度1,000A/m<sup>2</sup>)。

この結果から、プラトー領域が発現する典型的な水素脆化の特徴が見られたが、それらが発現するき裂長さが異なることが分かった。周波数が同じで最大負荷荷重が違うというのは負荷速度が異なることに他ならない。負荷速度が遅い場合(400-40[kgf])はき裂成長初期にはプラトー領域が発現しておらず、むしろ大気中のき裂成長に対して平行に加速するような傾向が見られる。この傾向は、本研究者がF-HIDP(水素誘起転位集積によるへき開破壊：Facet-like Fracture Hydrogen Induced Dislocation Pile-up)として分類してきた破壊形態に見られる傾向であるが、破壊の途中から、破壊メカニズムが大きく変わったものと考えられる。

本実験は負荷速度や応力状態のみに起因して、破壊メカニズムが遷移する可能性を示しており、今後の数値解析や実験での方針に大きく影響を与える結果が得られた。

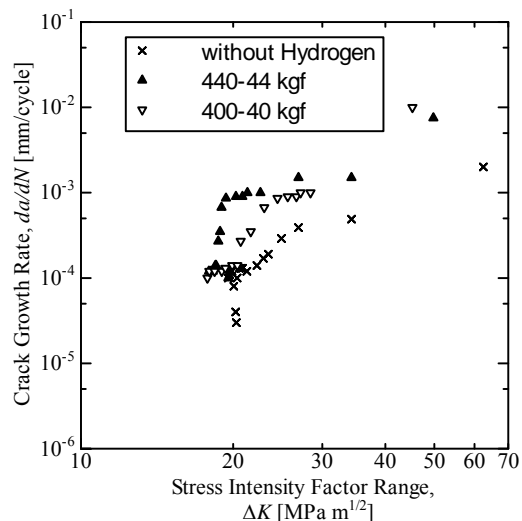


図3 水素チャージ材の疲労き裂成長速度特性

(3) 応力多軸性と水素脆化特性について定量的評価

(1) の解析結果と(2) 実験結果を基に、応力多軸性と水素脆化特性の定量的な評価を試みる。本来、水素拡散シミュレータにより予測されるべき水素分布ではあるが、破壊起点での最大水素濃度を如何に予測するかが、設計時の要点となる。本研究では拡散に関わる静水圧応力と塑性領域に関わる相当応力を含む多軸度をパラメータとして用いた。解析結果について、多軸度(TF: Triaxial Factor)と最大水素濃度の関係を図4に示す。多軸度は相当応力と静水圧応力の比である。多軸度の定義式を式(2)に示す。

降伏応力が高いほど水素凝集量が多いという傾向は、これまで報告されてきた。また、経験的な傾向とも一致している。同様に、多軸度も最大水素凝集と良い相関を示している。多軸度は応力集中箇所の形状だけでなく、負荷状態にも依存するパラメータであるので、材料物性値である降伏応力とは異なり、過重負荷状態を反映した水素凝集度パラメータとなりうる可能性を示していると言える。一方、負荷速度効果といった動的効果は反映されないと考えられることから、水素濃度そのものではなく、水素凝集能を示すパラメータとして期待できると考えられる。

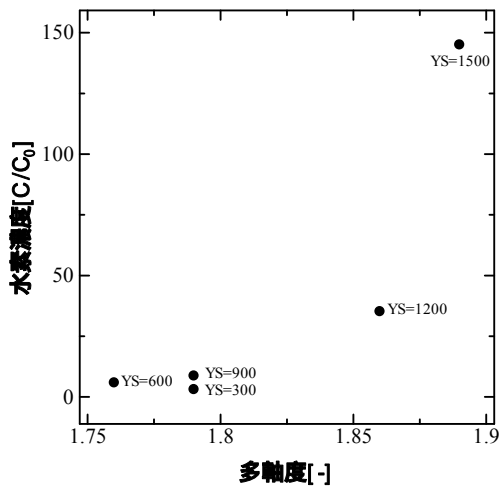


図4 多軸度と最大水素濃度の関係

$$TF = \frac{3\sigma_p}{\bar{\sigma}} \quad (2)$$

$$\sigma_p = \frac{1}{3}(\sigma_x + \sigma_y + \sigma_z)$$

$\sigma_p$  : 静水圧応力 [MPa]

$\bar{\sigma}$  : 相当応力 [MPa]

## 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文](計1件)

横堀壽光、大見敏仁、石川信行、法による、拡散性水素の凝集挙動に及ぼすトラッ

プ水素の影響についての解析, 日本材料強度学会誌, 第51巻(2号),(2017)29-34, 査読あり

[学会発表](計3件)

A.Toshimitsu Yokobori, Jr., T. Ohmi, G.Ozeki, T.kasuya, N.Ishikawa, S.Minamoto and M.Enoki, The Clarification of Hydrogen Diffusion and Concentration Behaviors at Weldment based on a Coupled Analysis of Heat Transfer-Thermal Stress-Hydrogen Diffusion, 14th International Conference on Fracture, Rhodes, Greece, June 18-23, (2017)

山路 教弘, 横堀 壽光, 川島 佑介, 大見 敏仁, 水素拡散解析による水素環境下での疲労き裂成長速度に及ぼす材料の力学的性質と応力繰返し速度, 日本材料強度学会学術講演会, 2017年6月15日, 島津製作所東京支社 東京都千代田区

永井 拓海, 山路 教弘, 大見 敏仁, 松崎 隆, 横堀 壽光, 水素拡散解析に基づく水素環境下における疲労き裂成長速度の応力繰返し速度特性と水素輸送に及ぼす応力効果, 日本材料強度学会学術講演会, 2016年6月16日, 島津製作所東京支社 東京都千代田区

[図書](計 件)

[産業財産権]

出願状況(計 件)

名称:  
発明者:  
権利者:  
種類:  
番号:  
出願年月日:  
国内外の別:

取得状況(計 件)

名称:  
発明者:  
権利者:  
種類:  
番号:  
取得年月日:  
国内外の別:

[その他]  
ホームページ等

6. 研究組織  
(1) 研究代表者

大見 敏仁 (Toshihito, Ohmi)  
湘南工科大学・工学部・講師  
研究者番号：90586489

(2)研究分担者  
( )

研究者番号：

(3)連携研究者  
( )

研究者番号：

(4)研究協力者  
( )