

令和 6 年 6 月 11 日現在

機関番号：82108

研究種目：基盤研究(B)（一般）

研究期間：2019～2023

課題番号：19H02468

研究課題名（和文）超微細繊維状結晶粒組織を有するフェールセーフ鋼の遅れ破壊機構解明

研究課題名（英文）Mechanism of delayed fracture in fail-safe steel with an ultrafine elongated grain structure

研究代表者

木村 勇次（KIMURA, Yuuji）

国立研究開発法人物質・材料研究機構・構造材料研究センター・主席研究員

研究者番号：80253483

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 13,400,000円

研究成果の概要（和文）：本研究では、引張強度が1800～2000MPaの超微細繊維状結晶粒組織を有する超高強度低合金鋼を加工熱処理プロセスにより創製し、これら超高強度鋼の環状切欠試験片の締付け体およびボルトの締付け体の大気暴露実験をつくば市の物質・材料研究機構内の暴露場および日本ウェザリングテストセンター宮古島試験場でそれぞれ実施した。その結果、大気腐食環境下での超高強度鋼の遅れ破壊挙動を超微細繊維状結晶粒組織、水素侵入挙動ならびにラボでの遅れ破壊促進試験データに関連付けて明らかにした。

研究成果の学術的意義や社会的意義

次世代の新鋼構造物の実現や自動車等のさらなる軽量化で必要とされる超高強度鋼の社会実装では、材料および部材がその使用中に突然、破断するという遅れ破壊の克服が大きな課題となっている。本研究では、超高強度鋼が遅れ破壊しやすいことに着目して、つくば市のマイルドな大気腐食環境下でも応力負荷条件等の制御により数か月程度の短期間で遅れ破壊を発生させ、その挙動を観察したことは学術的意義が高い。さらに様々な金属組織を有する超高強度鋼材に今回開発した手法を展開してデータを収集することで遅れ破壊を克服した超高強度鋼材開発への貢献が期待できる。

研究成果の概要（英文）：In this study, 1800-2000 MPa-class ultra-high strength low-alloy steels with ultrafine elongated grain structures were created by a thermomechanical treatment. The notched round-bar specimens and ultra-high strength bolts that were fabricated from the ultra-high strength low-alloy steels were fastened and subjected to outdoor exposure tests at the exposure site in National Institute for Materials Science, and at the in Miyako Island test site of Japan Weathering Test Center, respectively. Delayed fracture behavior of the ultra-high strength low-alloy steels was clarified in association with the ultrafine elongated grain structures, hydrogen uptake and the data obtained by accelerated delayed fracture tests.

研究分野：鉄鋼材料

キーワード：構造材料 鉄鋼 加工熱処理 水素脆化 遅れ破壊

様式 C - 19、F - 19 - 1 (共通)

1. 研究開始当初の背景

次世代の新鋼構造物の実現や自動車等のさらなる軽量化を目指して、リサイクル性に優れた単純な低合金組成で引張強さが 1500 MPa 超級の超高強度鋼およびその部材開発への期待が高まっている。超高強度部材の実現は素材の量を単に減らせるだけでなく、構造物のデザインを変革できる。ところが、引張強さが 1300 MPa を超える超高強度鋼の実用化例は極めて少ない。その主要因に遅れ破壊が挙げられる。例えばこの遅れ破壊のため、1400 MPa 級超高強度ボルトが 1996 年に建築分野で実用化されるまでの 30 年もの間、ボルト強度は 1000 MPa で頭打ちであった。なお、土木分野ではこの超高強度ボルトは未だ実用化には至っていない。

遅れ破壊は腐食反応で生じた水素がねじ部等の応力集中部へ集積して引き起こされると考えられており、水素脆化に関しては多くの研究がある。しかし、大気腐食環境で侵入する水素と遅れ破壊の関係は未だ明確になっていない。例えば、締結されたボルトでは準閉鎖空間に長期間さらされた部位で遅れ破壊が発生するが、その破断部位はあまり腐食されておらず、水素が破断部位へどのようにして拡散集積したのかという疑問が生じる。遅れ破壊発生は全面腐食を前提とした腐食促進試験での侵入水素量と許容水素量の大小関係で議論されるが、暴露実験と促進試験での侵入水素量には乖離がある。遅れ破壊が水素によって引き起こされるという直接的証拠も未だ得られていない。すなわち、遅れ破壊に強い材料の創製とともに大気腐食環境での水素侵入と脆化の関係が解明されれば遅れ破壊克服への大きな前進となる。

申請者は、焼戻マルテンサイト組織の微細ヘテロ構造に着目し、1) 焼戻マルテンサイト組織を有する鋼材の 500 °C での温間溝ロール圧延では超微細繊維状結晶粒組織が形成され、2) 1800 ~ 2000 MPa 級で衝撃特性が飛躍的に向上することを見出した。なお、開発鋼は、「部材の一部が破壊・破損しても所定の荷重以下であれば部材そのものは完全に破断しない」というフェールセーフ機能を有することからフェールセーフ (FS) 鋼と呼称した。さらに FS 鋼の温間鍛造法をボルトメーカーと共同開発し、FS ボルトの創出にも成功した。その当時、1700MPa 超級では既存設備で調質ボルトの作製自体が困難であり、超高強度ボルトに関する研究開発は国内外でも進んでいなかった。2013 年 5 月から日本ウェザリングテストセンター宮古島試験場で開始した 1800 MPa 級 FS ボルト締付け体の大気暴露実験では、5 年経過後も FS ボルトは破断しておらず、優れた耐遅れ破壊特性が実証できた。FS 鋼は耐水素脆化特性に優れることも水素脆化促進試験で確認した。しかしながら、この大気暴露実験は遅れ破壊の発生有無の確認が目的であったために、遅れ破壊の主要因とされる水素の侵入挙動や水素量についての情報が全く得られていない状況であった。

2. 研究の目的

本研究では、「部材の一部が破壊・破損しても所定の荷重以下であれば部材そのものは完全に破断しない」というフェールセーフ機能を有する鋼 (フェールセーフ (FS) 鋼) の遅れ破壊挙動を調査する。具体的には超微細繊維状結晶粒組織の制御によって引張強度を 1800 ~ 2000MPa に調整した FS 鋼から作製したボルト型環状切欠試験片およびボルトの締結体の大気暴露実験を、つくば市の物質・材料研究機構内の暴露場および日本ウェザリングテストセンター宮古島試験場でそれぞれ実施して、遅れ破壊挙動を金属組織、水素侵入挙動に関連付けて明らかにする。その結果、FS 鋼の実使用環境での遅れ破壊機構を解明し、超高強度部材で遅れ破壊を克服するための指針を得ることを目標とする。

3. 研究の方法

100kg 真空溶解で溶製した 0.4%C-2%Si-1%Cr-1%Mo 鋼材について、物質・材料研究機構 (NIMS) の材料創製・加工ステーションが保有する温間溝ロール圧延装置を用いて FS 鋼材を作製した。ついで、引張強さが 1800 MPa の FS 鋼材から FS ボルトを作製し、遅れ破壊の発生部位の限定化と応力分布を単純化したボルト型環状切欠試験片 (切欠き部の応力集中係数 = 4.9) を設計・作製した。比較として、強度レベルが同じ QT 材のボルト型環状切欠試験片も作製した。また、0.4%C-2%Cr-1%Mo-2%Ni 鋼材から FS 材と QT 材も同様の手順で作製して、ラボでの遅れ破壊挙動も調査した。

ボルト型環状切欠試験片の締付け体の大気暴露実験では、まず、FS 鋼材と QT 鋼材の一部を用いて、ラボでの水素脆化促進試験および腐食促進試験によって、材料の許容水素量と水素侵入量に関する基礎データを取得し、締付け条件を決定した。なお、新型コロナウイルス感染症の影響により当初計画していた日本ウェザリングテストセンター宮古島試験場での大気暴露実験開始が困難となったために、つくば市の物質・材料研究機構内の暴露場のみでのボルト型環状切欠試験片締付け体の大気暴露実験を計画した。大気暴露実験中に破断した試験体または定期的に回収した試験体を部位ごとに細断して水素の分布状態と損傷の度合いの関係を調査した。未破断の試験体については引張試験を行い、その損傷状態も確認した。上記すべての試験体中の水素量は四重極質量分析計を用いた昇温脱離水素分析法で測定した。

また、0.6%C-2%Si-1%Cr-1%Mo 鋼材については、引張強さが 2000 MPa の超高強度での遅れ破壊

挙動を調査することを目的として、1800MPa 級 FS 鋼材と同様の手順で FS 鋼材から 2000 MPa 級 FS ボルトを作製し、ボルト締付け体の大気暴露実験を 2020 年 3 月から日本ウェザリングテストセンター宮古島試験場で開始した。

4. 研究成果

図 1 は、ボルト型環状切欠き試験片の形状寸法とその締付け体の一例を示す。ボルト型環状切欠き試験片締め付け体の第 1 期大気暴露実験では、遅れ破壊挙動を把握することを目的とした。ラボでの水素脆化促進試験および腐食促進試験より求められた許容水素量と水素侵入量の関係から締付け力を FS 材では引張強さの 0.9~1.0 倍（許容水素量 0.6~0.7 質量 ppm）および QT 材では引張強さの 0.7~0.8 倍の範囲（許容水素量 0.1~0.2 質量 ppm）とした。その結果、QT 材では、暴露開始から約 1 か月で試験体が高い頻度で遅れ破壊することが確認された。その破面はラボでの水素脆化促進試験でも観察された、旧オーステナイト粒界に沿った粒界割れを呈していた。一方、FS 鋼材では、QT 材よりもはるかに高い締付け力でも破断に至らなかったものの、定期的に回収した試験体では図 2 に示すような切欠き底近傍での割れが確認された。このように、ラボでのデータベースに基づいて切欠き試験体の締付け力を設定することで、つくば市での比較的マイルドな大気腐食環境下でも超高強度鋼材の遅れ破壊を発生させることができ、QT 材と FS 材では金属組織の違いによって大暴露実験での遅れ破壊挙動も大きく異なることが実証できた。さらに回収した試験体については、引張試験によって試験体の損傷状態を調査した。これらすべての試験体は水素の侵入経路の調査のために、細かく分割して、その分割部位ごとで水素量を測定した。その結果、遅れ破壊には水素侵入が要因であるものの、ラボでの水素陰極チャージ法による水素脆化試験法で想定される許容水素量（平均水素量）よりも少ない水素量で遅れ破壊が発生することが確認された。すなわち、これは、切欠き部表面から応力集中部に局所的に侵入する水素が遅れ破壊を引き起こすことを示唆するものであった。引き続き実施したボルト型環状切欠き試験片締め付け体の第 2 期大気暴露実験では、第 1 期で得た結果をもとに破断部位となる切欠き部を防錆塗料で塗装して切欠き部表面からの水素侵入を抑制した試験体も用いた。その結果、ほぼ同時期の大気暴露実験では累積破断本数割合と水素量の比較から FS 材および QT 材のそれぞれで遅れ破壊の再現性が確認できた。また、これと同時に、切欠き部を防錆処理することで遅れ破壊の発生が顕著に抑制されることが検証できた。このことから、遅れ破壊は切欠き部表面から侵入する水素が遅れ破壊発生に寄与することが明確になった。

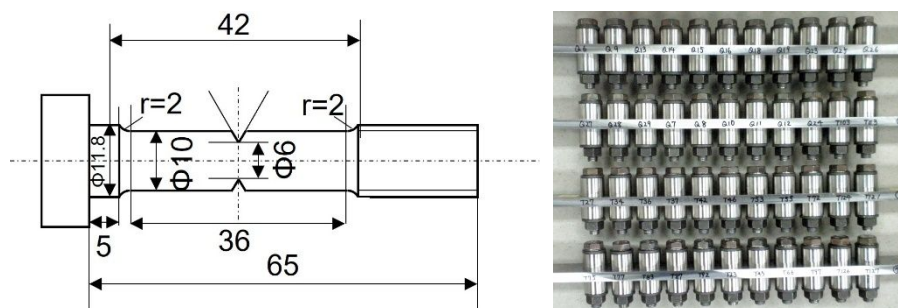


図 1 ボルト型環状切欠き試験片の形状寸法とその締付け体の一例



図 2 回収した FS ボルトの外観写真

本鋼材の有効な水素トラップサイトとして Mo 添加によるナノ析出が想定されたことから 0.4%C-2%Cr-1%Mo-2%Ni 鋼材をモデル合金として用いて走査型透過電子顕微鏡（STEM）観察によりその存在状態を調査した。図 3 は、その観察結果を示す。Mo のほかに Cr が濃化した数 nm のナノ析出物が超微細繊維状結晶粒組織の基地中に分散していることがはじめて観察できた。

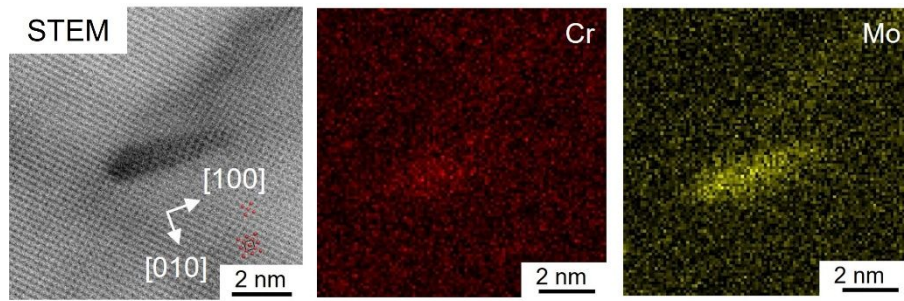


図3 Mo,Cr が濃化したナノ析出物の STEM による観察事例

2020年3月から日本ウェザリングテストセンター宮古島試験場で開始した2000 MPa級FSボルト締付け体の大気暴露実験については、2021年6月にボルト1本が破断した以外は、本研究期間の破断は確認されず、フェールセーフボルトが2000 MPaの超高強度でも優れた耐遅れ破壊性を有していることが確認できた。ボルトと暴露実験は本課題が終了後も継続中である。

本研究では、ボルト型環状切欠き試験片の負荷応力状態を制御することでNIMS構内の大気暴露実験場で遅れ破壊を発生させる試験方法を確立できたことも大きな成果の一つである。これによりFS鋼材に限らず様々な金属組織を有する超高強度鋼について、遅れ破壊直後の試験片の破面観察や水素量を測定することが可能となった。さらに、モニタリング技術の開発によって遅れ破壊の発生挙動をより詳細に観察することも可能となる。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計7件（うち査読付論文 6件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 5件）

1. 著者名 森山 仁志、木村 勇次、山口 隆司、津崎 兼彰、増田 浩志、長崎 英二、秦 子策	4. 巻 30
2. 論文標題 1700MPa級超高力ボルトの量産試作およびそれを用いた摩擦接合継手のすべり耐力	5. 発行年 2024年
3. 雑誌名 鋼構造論文集	6. 最初と最後の頁 120_115 ~ 120_127
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.11273/jssc.30.120_115	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

1. 著者名 木村勇次、井上忠信	4. 巻 76
2. 論文標題 耐遅れ破壊特性に優れた超高強度フェールセーフボルトの創製	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 自動車技術	6. 最初と最後の頁 24 - 29
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) なし	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Kimura Yuuji、Inoue Tadanobu	4. 巻 62
2. 論文標題 Influence of Annealing on Delamination Toughening of Mo-Bearing Medium-Carbon Steel with Ultrafine Elongated Grain Structure Processed by Warm Tempforming	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 ISIJ International	6. 最初と最後の頁 402 ~ 404
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2021-068	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

1. 著者名 Kimura Yuuji、Moronaga Taku、Inoue Tadanobu	4. 巻 62
2. 論文標題 Influence of Thermomechanical Treatment on Delayed Fracture Property of Mo-Bearing Medium-Carbon Steel	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 ISIJ International	6. 最初と最後の頁 377 ~ 388
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2021-407	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

1. 著者名 Ueji Rintaro, Kimura Yuuji, Inoue Tadanobu	4. 巻 62
2. 論文標題 Preferable Resistance against Hydrogen Embrittlement of Pearlitic Steel Deformed by Caliber Rolling	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 ISIJ International	6. 最初と最後の頁 368 ~ 376
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2021-429	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

1. 著者名 Kimura Yuuji, Inoue Tadanobu	4. 巻 60
2. 論文標題 Mechanical Property of Ultrafine Elongated Grain Structure Steel Processed by Warm Tempforming and Its Application to Ultra-High-Strength Bolt	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 ISIJ International	6. 最初と最後の頁 1108 ~ 1126
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2019-726	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

1. 著者名 木村勇次、井上忠信	4. 巻 53
2. 論文標題 2000 MPa級超高強度ボルトの開発	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 橋梁と基礎	6. 最初と最後の頁 109-112
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計8件 (うち招待講演 4件 / うち国際学会 5件)

1. 発表者名 Yuuji Kimura, Taku Moronaga and Tadanobu Inoue
2. 発表標題 Improvement of Delayed Fracture Property for Mo-bearing Ultra-high Strength Steel by Thermomechanical Treatments; Ausforming vs Warm Tempforming
3. 学会等名 International Conference on PROCESSING & MANUFACTURING OF ADVANCED MATERIALS Processing, Fabrication, Properties, Applications; Thermec2023 (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 Yuuji Kimura, Taku Moronaga and Tadanobu Inoue
2. 発表標題 Hydrogen-induced Delayed Fracture Properties for Ultra-high Strength Low-alloy Steels Processed by Thermomechanical Treatments; Ausforming vs Warm Tempforming
3. 学会等名 28th IFHTSE Congress (国際学会)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 Yuuji Kimura and Tadanobu Inoue
2. 発表標題 Hydrogen Embrittlement of Ultrafine Elongated Grain Structure Steel
3. 学会等名 MRM2023/IUMRS-ICA2023 (国際学会)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 木村勇次、井上忠信
2. 発表標題 温間テンポフォーミングで創製した超高強度ボルトの遅れ破壊
3. 学会等名 日本熱処理技術協会 第96回(2023年秋季)講演大会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 Yuuji Kimura and Tadanobu Inoue
2. 発表標題 Delayed Fracture Behavior of Ultra-High-Strength Low-Alloy Steel Processed by Warm Tempforming
3. 学会等名 ICAS2022 (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Kimura.Yuuji、Inoue Tadanobu
2. 発表標題 Delayed Fracture Property of 1800-MPa-Class Ultra-high-Strength Steel with an Ultrafine Elongated Grain Structure
3. 学会等名 THERMEC ' 2021 (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 木村勇次
2. 発表標題 温間テンブフォーミングによる超高強度鋼 およびボルトの開発
3. 学会等名 2020年度第1回「水素脆化の基本要因と実用課題」フォーラム会合 (日本鉄鋼協会) (招待講演)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 木村勇次
2. 発表標題 温間加工による超高強度鋼の開発
3. 学会等名 日本鉄鋼協会 (招待講演)
4. 発表年 2020年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

https://samurai.nims.go.jp/profiles/kimura_yuuji/publications?locale=ja

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
--	---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------