

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 5 月 21 日現在

機関番号：11301

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2013～2014

課題番号：25820001

研究課題名(和文) インデンテーション法による水素侵入層の局所的かつ定量的評価手法の構築

研究課題名(英文) A method to evaluate local hydrogen content near surface using an indentation test

研究代表者

高桑 脩 (TAKAKUWA, OSAMU)

東北大学・工学(系)研究科(研究院)・助教

研究者番号：60633518

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)：水素添加したステンレス鋼SUS316Lに対し、水素誘起硬化現象に着眼して水素添加時間を変化させながらインデンテーション試験および昇温脱離水素量測定を実施した。

その結果、水素添加時の電流密度および水素添加時間の増加に伴って水素誘起硬化率が増加し、インデンテーション試験時の圧子押し込み変位量減少割合(水素誘起硬化率)と水素侵入量が強い線形の相関性を有することを明らかにした。この関係を用いてインデンテーション試験での局所的水素侵入量の評価が可能となった。

研究成果の概要(英文)：In this study, we focused on hydrogen-induced hardening phenomenon so as to evaluate local hydrogen content and conducted an indentation test and thermal desorption analysis on austenitic stainless steel after being charged with hydrogen.

It was revealed that hydrogen-induced hardening rate increases along with increase in charging current density and charging time. Also, hydrogen content has a strong linear correlation with variation of indentation depth before and after being charged with hydrogen. The local hydrogen content can be evaluated by the relationship between hydrogen-induced hardening rate and hydrogen content.

研究分野：工学

キーワード：水素脆化 インデンテーション法 ステンレス鋼 表面改質

1. 研究開始当初の背景

環境負荷低減を目的として水素をエネルギー基盤とした水素社会の構築が進められている。しかし、水素はクリーンかつ運搬可能な優れたエネルギーである一方で金属材料中に容易に侵入して、水素脆化を引き起こすことが知られている。水素脆化は水素によって延性が低下するため、破壊が脆性的になるといった特徴がある。また、金属材料の種類により水素脆化の発現形態は異なるため未だその全容を明らかにするに至っていない。水素脆化メカニズムを把握するためには局所的な水素侵入量の評価が不可欠である。水素は金属材料内で拡散し凝集するため、その局所的な凝集挙動を明らかにする必要がある。しかし、局所的な水素量を評価することは非常に難しく、未だ水素の局所的な凝集挙動は実験的に明らかにされていない。研究代表者はこれまでに水素が固溶している表面層にインデンテーション試験（圧子押し込み試験）を行うと局所的な押し込み挙動に差異が発現することを明らかにした。これは固溶した水素が転位との相互作用により表面を硬化させることが原因であると推測できる。したがって、インデンテーション試験を用いて局所的な水素量の評価が出来る可能性がある。

2. 研究の目的

水素が金属材料に与える影響の解明のためにインデンテーション法を用いて局所的に水素侵入量を評価する手法を構築する。

3. 研究の方法

供試材には水素構造用材料として認可されているオーステナイト系ステンレス鋼を用いた。図1に示すようにインデンテーション試験において水素添加前後で押し込み変位に差異が生じることから、その押し込み変位差と水素侵入量の関係を明らかにする(図2)。インデンテーション試験は直径 100 μm のダイヤモンド球状圧子を用いて最大荷重 0.98 N で行った。

水素添加には簡便な電解チャージ法を用いた。これは陰極に試験片をセットし、電解液中(本研究では硫酸)で電流を印加することで陰極から水素を発生させて水素添加を行う方法である。この際、電流密度と水素添加時間が水素侵入量を変化させる指標となる。本研究では電流密度を 0.01 mA/mm^2 から 1.0 mA/mm^2 まで変化させ、水素添加時間を 0 ~ 48 h まで変化させた。

水素侵入量の評価では自作した昇温脱離装置を用いた。昇温脱離装置では水素添加後の試験片を昇温し、脱離した水素を検出する。本研究では検出器にガスクロマトグラフを用いた。

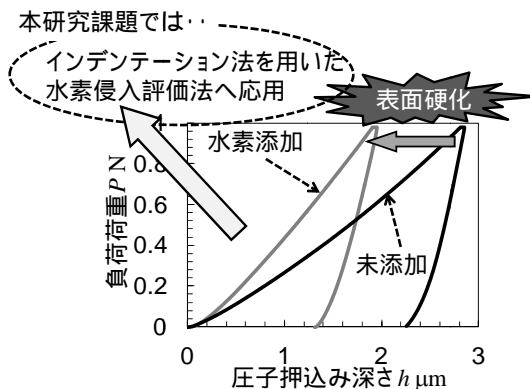


図1 水素添加による硬化現象

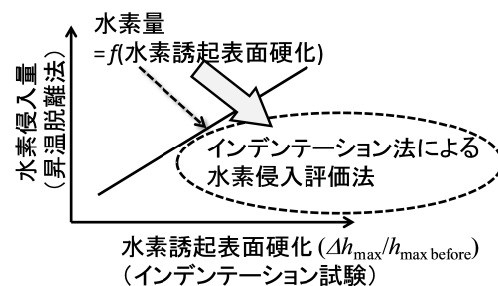


図2 水素量と変位の関係

4. 研究成果

図3には水素添加時の電流密度を 0.01 mA/mm^2 から 1.0 mA/mm^2 まで変化させた際のインデンテーション試験で得られた荷重-変位曲線を示す。なお、水素添加時間は 48 時間であり、黒線は水素添加前のものを示す。電流密度は水素侵入の駆動力と関係があるパラメータである。図3より、電流密度の増加に伴い荷重-変位曲線が右に遷移していることがわかる。そこで図4には各電流密度における水素添加時間と押し込み変位減少割合(水素誘起硬化率)を示す。これらより、水素添加時間および電流密度が増加するほど水素誘起硬化率が増加していることがわかる。最大で、28%の硬化が見られる。また、図5には昇温脱離法により得られた水素侵入量を

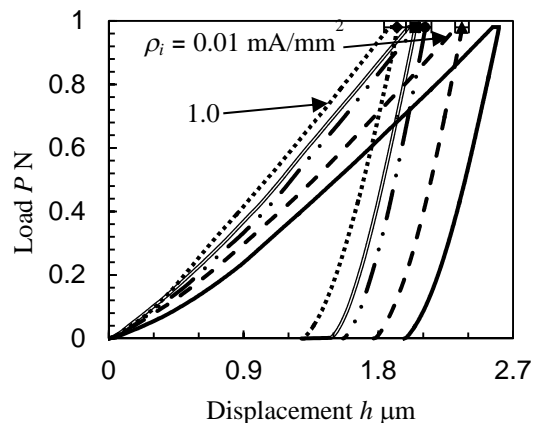


図3 水素添加前後の荷重 - 変位曲線

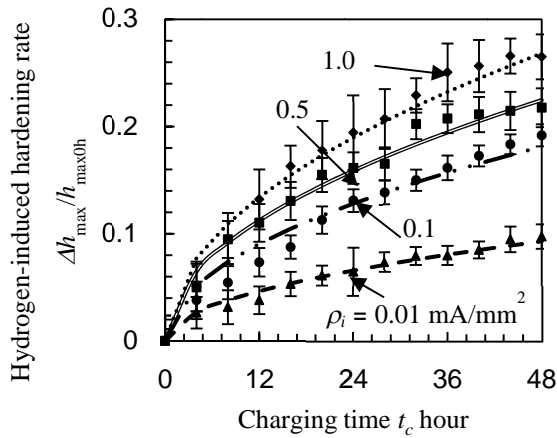


図4 水素誘起硬化率と水素添加時間

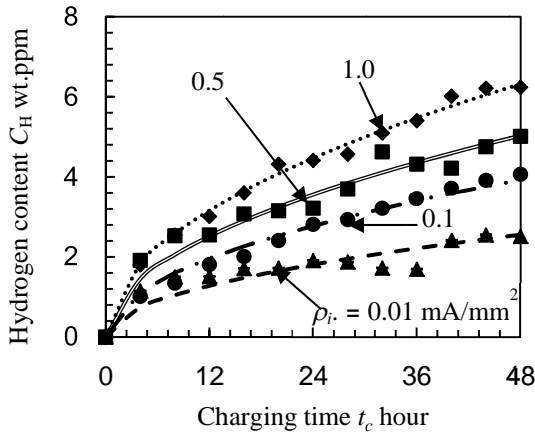


図5 水素侵入量と水素添加時間

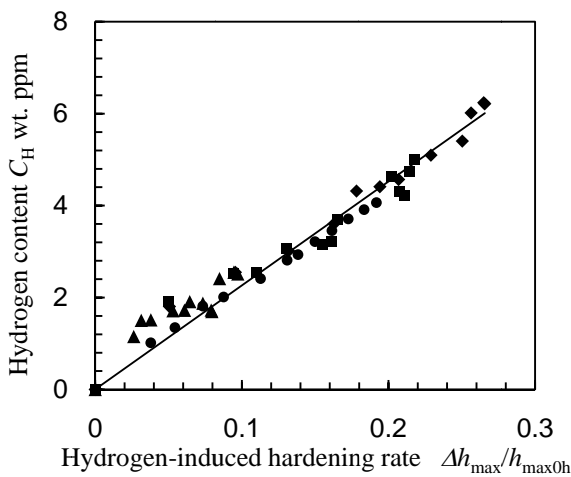


図6 水素侵入量と水素誘起硬化率

示す。水素侵入量も水素誘起硬化率と同様に電流密度および水素添加時間の増加に伴って増加している。ここで水素侵入量との関係を検証するために図6には水素侵入量と水

素誘起硬化率との関係を示す。図6より、水素侵入量と水素誘起硬化率は線形関係にあるといえる。相関係数は0.98であり、これらが無相関である確率は0.01%以下である。線形関係における本研究での比例定数は22.6であったが、この定数は圧子形状および水素誘起硬化現象を発生させる水素-転位間相互作用に依存する。そこで対象とする表面の転位密度によりこの硬化現象は変化すると考えられるため、冷間加工および焼鈍により転位密度を変化させた試験片に対しても同様の試験を実施した。

図7には冷間圧延を10, 20, 30, 50%行った試験片および焼鈍を1時間, 4時間行った試験片に対して水素添加を行った際の水素侵入量と水素添加時間の関係を示す。また、図8には水素侵入量 C_H と圧子押込み変位差(水素誘起硬化量) Δh_{max} の関係を示す。図7より、圧延率が大である試験片ほど水素侵入量が増加していることがわかる。これは圧延率の増大に伴い転位密度が増大し、水素を補足する転位が大幅に増加したためであると考察できる。図8より、圧延率が大であるほど傾きが大であることがわかる。したがってこれらの傾きを補正する必要がある。

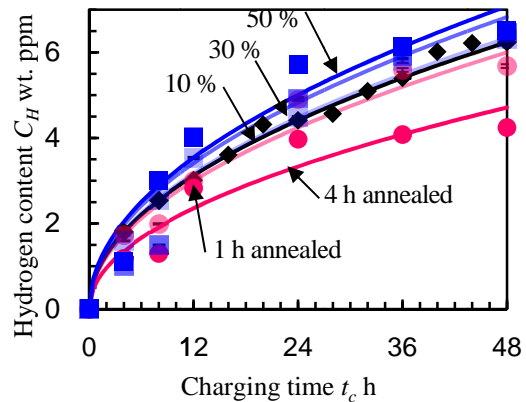


図7 圧延率焼鈍および焼鈍時間と水素侵入量

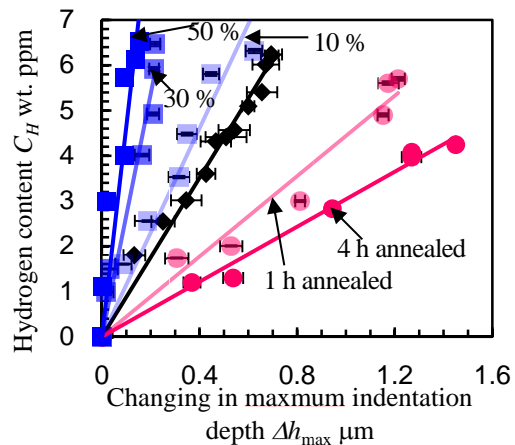


図8 水素侵入量と水素誘起硬化量

以上より、本研究ではオーステナイト系ステンレス鋼に対しする局所的な水素侵入量評価にインデンテーション法が有効であることが明らかとなった。冷間加工材に対しては圧延率や転位密度など加工の強度を表すパラメータで補正することにより対応が可能である。

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6件)

- [1] 高桑 脩, 眞野 優太, 祖山 均, キャピテーションピーニングによるオーステナイト系ステンレス鋼への水素侵入抑制, 日本機械学会論文集, Vol. 81, No. 824, (2015), pp. 14-00638. (査読有)
- [2] 眞野 優太, 高桑 脩, 祖山 均, 球状圧子押し込み試験によるオーステナイト系ステンレス鋼の局所的な水素侵入量評価, 日本機械学会論文集, Vol. 81, No. 823, (2015), pp.14-00426. (査読有)
- [3] Osamu TAKAKUWA, Yuta MANO and Hitoshi SOYAMA, Effect of Indentation Load on Vickers Hardness of Austenitic Stainless Steel after Hydrogen Charging, Proceedings of the ASME2014 Pressure Vessels & Piping Conference, Paper No. 28280, (2014), pp. 1-6. (査読有)
- [4] Osamu TAKAKUWA, Yuta MANO and Hitoshi SOYAMA, The Interaction between Hydrogen and Surface Stress in Stainless Steel, Proceedings of the 12th International Conference on Material Science and Engineering Technology, (2014), pp. 1285-1289. (査読有)
- [5] Osamu TAKAKUWA, Yuta MANO and Hitoshi SOYAMA, Effect of Hydrogen on the Micro- and Macro-Strain near the Surface of Austenitic Stainless Steel, Advanced Materials Research, Vol. 936, (2014), pp. 1298-1302. (査読有)
- [6] Osamu TAKAKUWA, Yuta MANO and Hitoshi SOYAMA, Increase in the Local Yield Stress near the Surface of Austenitic Stainless Steel due to Invasion by Hydrogen, International Journal of Hydrogen Energy, Vol. 39, No. 11, (2014), pp. 6095-6103. (査読有)

[学会発表](計5件)

- [1] 眞野優太, 高桑脩, 祖山均, 昇温脱離装置の試作と表面改質したステンレス鋼における水素侵入抑制の実証, 日本機械学会東北支部第50期総会・講演会, 2015年3月14日, 東北大学(宮城県仙台市)
- [2] 眞野優太, 高桑脩, 祖山均, ステンレス鋼の粒内・粒界における押し込み変形に及ぼす水素の影響, 日本機械学会東北支部

第50期秋季講演会, 2014年9月5日, 東北学院大学(宮城県多賀城市)

- [3] 高桑脩, 藤沢拓弥, 祖山均, 応力測定によるステンレス鋼の局所的な水素量評価法の提案, 日本機械学会東北支部第50期秋季講演会, 2014年9月5日, 東北学院大学(宮城県多賀城市)
- [4] 高桑脩, 眞野優太, 祖山均, オーステナイト系ステンレス鋼の水素侵入に及ぼす表面応力の影響とその相互作用, 日本機械学会M&M2014材料力学カンファレンス, 2014年7月21日, 福島大学(福島県福島市)
- [5] 眞野優太, 高桑脩, 祖山均, 微小圧子押し込み試験によるオーステナイト系ステンレス鋼の局所的な水素侵入評価, 日本機械学会M&M2014材料力学カンファレンス, 2014年7月21日, 福島大学(福島県福島市)
- [6] 高桑脩, 眞野優太, 祖山均, ステンレス鋼への水素侵入に及ぼす表面仕上げの影響, 日本機械学会東北支部第49期総会・講演会, 2014年3月14日, 東北大学(宮城県仙台市)
- [7] 高桑脩, 眞野優太, 祖山均, 水素添加後のオーステナイト系ステンレス鋼表面層のビッカース硬さに対する押し込み荷重の影響, 日本機械学会M&M2013材料力学カンファレンス, 2013年10月13日, 岐阜大学(岐阜県岐阜市)

[図書](計0件)

[産業財産権]

出願状況(計0件)

取得状況(計0件)

[その他]

ホームページ等

<http://www.mm.mech.tohoku.ac.jp/>

6. 研究組織

(1)研究代表者

高桑 脩 (TAKAKUWA, OSAMU)

東北大学大学院工学研究科・助教

研究者番号: 60633518

(2)研究分担者

()

研究者番号:

(3)連携研究者

()

研究者番号: