

ひずみ硬化とひずみ時効が鋼材に与える影響を検証する材料試験と検鏡試験

Mechanical and Microscopic Tests to Examine the Effect of Strain Hardening and Strain Aging on Structural Steel

建築都市空間デザイン専攻 空間防災講座 建築構造工学研究室 南出怜音

Abstract

Essential to steel reuse is the knowledge of how seismically-induced plastic deformation change steel properties and non-destructive schemes to detect that change. Monotonic tension tests of uniform and notched specimens, Vickers hardness tests, EBSD analyses, and nano-indentation tests were conducted to address these knowledge gaps. Plastic deformation causes strain hardening in steel, which, after time, evokes strain aging. Strain aging is known to cause increased strength, reduced ductility, and reduced fracture resistance. Strength increase, due to strain hardening and/or strain aging, was not accompanied by changes in grain size or misorientation. Increase of yield strength correlated very well with Vickers hardness, and was accompanied by increased nano-hardness in the ferrite phase. Reduced fracture resistance could be expressed by a classical ductile fracture criteria after calibrating the material property to test data.

Keywords: Strain Aging, Vickers Hardness, EBSD, Nanoindentation, Ductile Fracture Law

1. 背景と目的

鋼構造建築物で部材リユースを実現するためには、大地震を受けて塑性変形に伴うひずみ硬化を生じ、そののち時間経過によるひずみ時効を生じた鋼材の特性変化を把握する必要がある。

本研究は、非破壊検査でひずみ硬化とひずみ時効による機械的特性の変化を検出する方法を確立する目的で、ビッカース硬さ試験と引張試験の関連を調査した。ひずみ硬化とひずみ時効の発生機構を把握する目的で、EBSD（電子後方散乱回析）解析で結晶粒径や KAM（Kernel average misorientation：隣接方位差）値を測定し、ナノインデンテーション試験で鋼材結晶の相ごとの硬さを測定した。さらに、ひずみ硬化とひずみ時効が延性破壊条件に与える影響を検証する目的で、異なる応力状態で延性破壊する切欠き試験体の引張試験を実施し、有限要素解析との照合から、延性破壊則の材料係数を校正した。

2. 実験計画

表 1 に示す、A から E の 5 つの鋼材から各種の

試験体を採取した。鋼材 A と B は SN400B 鋼板、C は SN490B 鋼板、D と E は SS400 平鋼であった。同表に、ひずみ時効との関連が知られている炭素と全窒素（TN）、自由窒素（FN）含有量と、引張試験で測定した機械的特性を示す。炭素はミルシートに記載された値、TN と FN は、別途 JIS G 1228-1 アンモニア蒸留分離アミド硫酸滴定法で測定した値である。TN の多寡は、角形鋼管 BCR や BCP に規定される上限値 0.006 wt% で判断できる。鋼材 A と D、E はこの上限値を超え、B と C は許容内だった。したがって、鋼材 A と D、E は、顕著なひずみ時効を生じることが予測された。

ひずみ硬化とひずみ時効が機械的特性と延性破壊則に及ぼす影響を把握する目的で、図 1 と表 2 に示す、JIS 14A 号試験体や切欠き試験体の単調引張試験を実施した。いずれの試験体も、引張载荷方向が、鋼材のロール方向と一致するように製作した。JIS 14A 号試験体について、表 3 に示すように、鋼材種（A から E）と予ひずみ量（0% から 8%）、養生期間（7 日から 180 日）をパラメータに、合計 41 体の試験を実施した。図 1 の切欠き試験体は、鋼材種（D と E）、切欠き形状（形状 I と II を 3 種類ずつ）、予ひずみ量（0%、2%、8%、2% \times 4）、養生期間（30 日、90 日）をパラメータとした。なお、本研究では、予ひずみがない場合を、予ひずみ量 0% と表記している。それ以外の試験体は、所定の予ひずみ量まで単調引張り、除荷し、室温で所定の養生期間を経て、2 回目の単調試験で破断まで载荷した。ただし、2% \times 4 と

表 1 鋼材の化学成分と機械的特性

鋼材	化学成分 [wt%]			機械的特性		
	炭素	TN	FN	σ_y [N/mm ²]	σ_u [N/mm ²]	伸び [%]
A	0.06	0.0080	0.0071	262	413	42.8
B	0.15	0.0051	0.0048	296	450	32.0
C	0.16	0.0055	0.0049	367	533	27.2
D	0.10	0.0118	0.0103	273	430	36.3
E	0.12	0.0091	0.0089	257	439	37.4

表記した試験体は、予ひずみ 2%と養生を 4 回繰り返したあと、5 回目の試験で破断まで载荷した。

同じ鋼材に対し、表 4 に示す (i) ビッカース硬さ試験、(ii) EBSD 解析、(iii) ナノインデンテーション試験を実施した。いずれも、JIS 14A 号試験体と照合するように、鋼材種 (A から E) と予ひずみ量 (0%、2%、4%、8%)、養生期間 (3 日から 180 日) をパラメータとした。予ひずみ量は、鋼材 A と C に 0%、4%、8%、B に 0%、D に 0%、2%、E に 0%、2%、8% を与えた。鋼材 B と D は、試験 (i) のみ実施した。予ひずみ量 0% のサンプルは試験体のグリップ部や端材から、その他のサンプルは、JIS 14A 号試験体に予ひずみを与えた後、塑性変形を受けた試験部分から採取した。熱や塑性変形による試験面・観察面への影響を抑えるため、採取には放電加工機を用いた。引張方向 (鋼材のロール方向) と直角する面を試験面・観察面とし、機械研磨とエッチングを施した。

試験(i)は、押し込み荷重 1 kgf と加力時間 15 s の条件で、一度の試験で 6 から 8 点のビッカース硬さ HV を計測した。試験(ii)は、FE-SEM (電界放射型走査電子顕微鏡) を用いて、視野範囲が 350 × 150 μm と測定間隔が 0.5 μm との条件で、一度の観察で 2 視野に対し結晶粒径と KAM 値を計測した。試験(iii)は、载荷・除荷速度が 400 μN/s、最大荷重が 10,000 μN、最大荷重保持時間が 10 s の条件で、一度の試験につき測定間隔が 5 μm で 40 × 6 点のナノ硬さを計測した。試験(iii)の後に、FE-SEM で反射電子像を撮影し、圧痕箇所がフェ

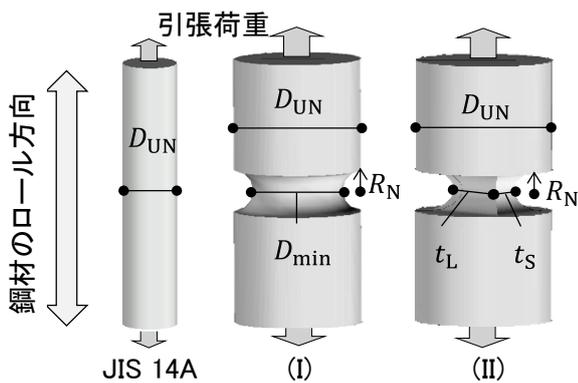


図 1 試験体形状

表 2 試験体の形状・寸法

試験体形状名	寸法 [mm]					
	D_{UN}	R_N	D_{min}	t_S	t_L	
JIS 14A	-	10	-	-	-	-
I	1	20	3	14	-	-
	2	16	3	10	-	-
	3	16	3	8	-	-
II	1	20	3	-	4	8
	2	20	4	-	4	5
	3	20	3	-	4	14

ライト相かパーライト相かを判別した。

切欠き試験体は、異なる応力状態で延性破壊を生じる目的で、Smith et al.¹⁾ を参考に、表 2 に示す 6 種類を製作した。いずれも、直径 21 mm の円形断面部分を切り出し、その中央部分を切欠き加工した。予ひずみ量 0% は、はじめから切欠き加工した試験体を単調引張载荷した。予ひずみ量 2% と 8% は、まず、円形断面試験体に一様に予ひずみを与えた後、養生期間中に切欠き加工し、2 回目の単調試験で破断まで载荷した。

3. 硬さ試験・検鏡試験の結果

図 2 に養生期間別の HV を、佐藤²⁾ による結果も含めて示す。同じ鋼材でも、予ひずみ量が多いほど (0% より 4%、4% より 8%)、養生 3 日後の HV は上昇した。FN の多い鋼材 A は、予ひずみ量が 4% でも 8% でも、養生期間を経ると 90 日後まで HV が上昇したが、FN の少ない鋼材 C は、養生期間を経ても HV が変化しなかった。したがって、HV は、ひずみ硬化とひずみ時効のいずれも検出できることを見いだせた。

図 3 に、養生 90 日目の鋼材の平均 HV と、単調引張試験から測定した降伏強度と引張強度との関係を示す。HV は、降伏強度とも引張強度とも相関することが知られている³⁾。実際に、予ひずみ量 0% の鋼材 A と C、E では、平均 HV と降伏強度、平均 HV と引張強度にほぼ線形の相関関係があった。予ひずみ量にも養生期間にも関わらず、平均 HV と降伏強度には、線形関係を見いだせた。しかし、ひずみ硬化とひずみ時効を経た鋼材の引張強度は平均 HV に比べ大きく上昇しておらず、予ひずみ量が多いほど引張強度と平均 HV との関係は予ひずみ量 0% の相関関係から乖離した。したがって、ひずみ硬化とひずみ時効のいずれが原因で強度が上昇しても、平均 HV から

表 3 単調引張試験の試験体一覧と養生期間 [日]

鋼材	予ひずみ量				
	0%	2%	4%	8%	2% \times 4
A	O		7, 14,	30, 90,	-
B	O	90, 180	30, 90,	180	-
C	O		180		-
D	O	7, 30, 90	-	-	-
E	O	90	-	90	90

表 4 材料学的試験の種類と養生期間 [日]

試験	予ひずみ量				
	0%	2%	4%	8%	2% \times 4
(i)	O	3, 7, 14, 30, 90, 180			
(ii)	O	7, 90			
(iii)	O	3, 90			

降伏強度を予測できる可能性がある。

図4に、EBSD解析で測定した結晶粒径とKAM値の視野ごとの平均値を、養生期間別に示す。結晶粒径は鋼材種だけに依存し、予ひずみ量や養生期間で増減しなかった。KAM値は、予ひずみ量が大きいほど大きい傾向があり、室温養生では変化しなかった。鋼材CとEの予ひずみ量0%は、予ひずみ量4%や8%より大きなKAM値を示したが、予ひずみ量0%だけを離れた部位から採取したために、ばらつきの要因が加わったものと考えられる。したがって、ひずみ時効による材料特性の変化は、EBSD解析で検出できる結晶粒径や方位差の変化を伴わないことを確認できた。

図5に、鋼材Eで測定したナノ硬さを示す。反射電子像で滑らかな白灰色の領域をフェライト相、縞状の領域をパーライト相と判別し、圧痕位置の相を判別した。予ひずみ量や養生期間に関わらず、パーライト相はフェライト相よりナノ硬さが高かった。予ひずみ量8%の場合に注目すると、養生3日から90日に、フェライト相の平均ナノ硬さは1.06倍となり、パーライト相より顕著に上昇した。予ひずみ量0%で、予ひずみや養生期間を経た場合より大きなナノ硬さを測定したが、予ひずみ量0%だけを離れた部位から採取したことが原因と考えられる。したがって、ひずみ硬化やひずみ時効による降伏強度上昇は、パーライト相よりも、フェライト相の強度上昇が原因であると思われる。炭素を多く含むパーライト相のほうがフェライト相より硬く⁴⁾、変形しにくくひずみ硬化を生じにくいとの一般的な知見と整合する。

4. 破壊則の較正

金属材料の延性破断は応力三軸度 $\eta = \sigma_m / \bar{\sigma}$ と相当塑性ひずみ $\bar{\epsilon}_p$ で決定されることが知られている⁵⁾。ここに、 σ_m と $\bar{\sigma}$ はそれぞれ平均応力とミーゼス応力である。

切欠き試験体が破壊した時点の η と $\bar{\epsilon}_p$ を算定するために、引張試験を有限要素法解析ソフトウェア Adina ver. 25.00⁶⁾ で再現した。

円形切欠き(形状I)試験体は、円筒座標系を用いて、最小0.1mmの四角形一次要素で分割した。四角形切欠き(形状II)試験体は、三次元座標系を用いて、対称性を考慮した四分領域を、最小0.05mmの六面体一次要素で分割した。図6に、試験で得た荷重と標点間変位の関係を、解析と併せて示す。図中に示す、試験体が延性破壊を生じた標点間変位まで、モデルの上端部に強制変位を与えた。材料則を精度高く較正したこともあり、解析は試験結果をよく再現した。この解析から、破断起点(最小断面の中心点)の相当塑性ひずみ $\bar{\epsilon}_p$ と主応力 $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ を抽出し、さらに応力三軸度 η を算定した。図7に、鋼材Eの形状I-2の解析で得た、破断起点の $\bar{\epsilon}_p$ と η の関係と、近傍における $\bar{\epsilon}_p$ の分布を示す。 $\bar{\epsilon}_p$ が等しい時点で比較すると、予ひずみ量が大きいほど、ひずみ硬化とひずみ時効による降伏強度の上昇が原因で降伏領域が狭まり、弾性にとどまった材料による拘束効果が大きく、 η が高くなった。 η は $\bar{\epsilon}_p$ が増大すると一定しなかったが、便宜上、平均値 η_{ave} で代表させることとした。

Rice et al.⁵⁾ は、式(1)の延性破壊則を理論的に

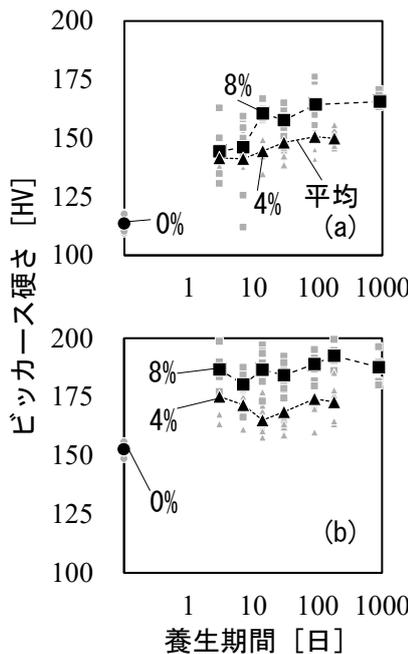


図2 ビッカース硬さ：
(a) 鋼材A, (b) 鋼材C

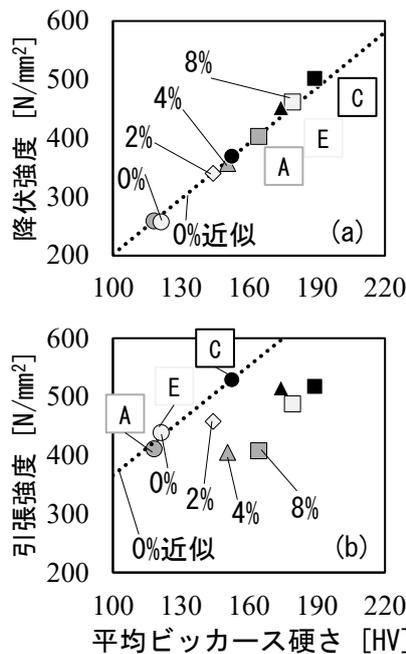


図3 平均HVと強度の関係：
(a) 降伏強度, (b) 引張強度

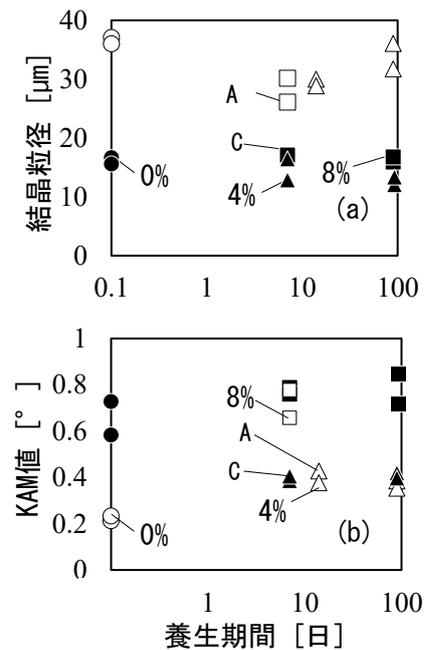


図4 EBSD観察結果：
(a) 結晶粒径, (b) KAM値

導いた。

$$0 = I_f - \int_0^{\bar{\epsilon}_f} e^{\frac{3}{2}\eta} d\bar{\epsilon}_p \quad (1)$$

切欠き試験体の解析に基づく $\bar{\epsilon}_p$ と $\eta (= \eta_{ave})$ を式(1)に代入して材料係数 I_f を求め、その平均をとった。図8に、鋼材Eについて実施した、全18体の試験体について計算した、破断起点の η_{ave} と $\bar{\epsilon}_f$ の関係を示し、校正した I_f を式(1)に代入した近似関係を示す。実験から、 η_{ave} が大きいほど $\bar{\epsilon}_f$ が小さい傾向が得られており、近似関係の精度は良好であった。図9に、材料係数 I_f と予ひずみ量、養生期間の関係を示す。養生無しに、予ひずみによる I_f の低減(式(1)の右辺第二項の積分から計算)を併せて示す。鋼材DもEも、ひずみ硬化を伴う予ひずみ付与によって I_f が低減し、養生期間を経てひずみ時効が進行すると、さらに I_f が低減した。したがって、式(1)と材料係数 I_f を用いて、ひずみ硬化とひずみ時効による破壊靱性の低下を表現できる可能性を見出した。図6に示される、予ひずみと養生期間を経た試験体の延性低下は、先述の拘束効果と、 I_f の低減の両方によってもたらされたと考えられる。

5. 結論

ひずみ硬化とひずみ時効を経た鋼材について、材料試験と検鏡試験を実施し、以下の知見を得た。

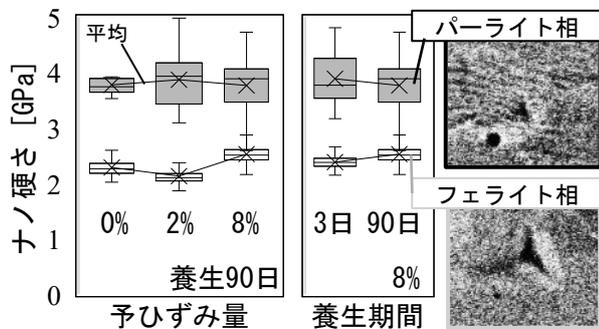


図5 鋼材E ナノ硬さの比較

- ひずみ時効による降伏強度の上昇は、結晶粒径や結晶方位差の変化を伴わない。
- ビッカース硬さは、ひずみ硬化とひずみ時効のいずれも検出できる。
- ひずみ硬化とひずみ時効を経た鋼材のビッカース硬さは、降伏強度と強い相関を示した。
- ひずみ硬化とひずみ時効による鋼材の降伏強度の上昇は、パーライト相よりフェライト相の寄与による。
- ひずみ硬化とひずみ時効による破壊靱性の低下を、Rice et al.⁵⁾ が提案した延性破壊則と材料係数 I_f を用いて表現できる可能性がある。

謝辞

硬さ試験と検鏡試験を通じた共同研究で連携させていただき、多くの助言を下された北海道大学の池田賢一先生と白紙悠之氏に心より感謝申し上げます。

【参考文献】

- 1) Smith et al.: Ph.D. Dissertation, Stanford Univ., 2014
- 2) 佐藤史都: 修士論文, 北海道大学, 2024
- 3) 金谷貴志: 日本建築学会学術講演梗概集, 構造-III, 989-990, 2006
- 4) 高木節雄: 特殊鋼, 67, 2, 5-9, 2018
- 5) Rice et al.: J. Mech. Phys. Solids, 17, 3, 201-217, 1969
- 6) Bentley Systems, Inc.: Theory and Modeling Guide ADINA 25.00, 2025

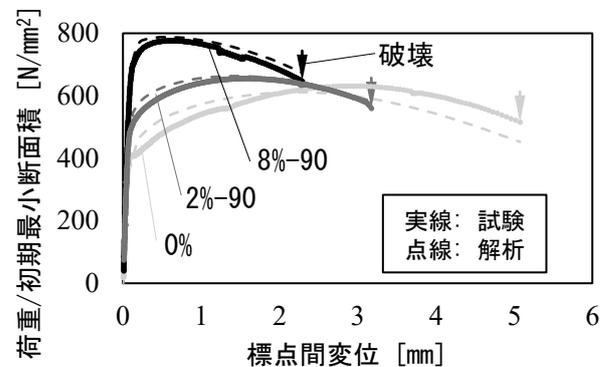


図6 鋼材E 形状 I-1 荷重-標点間変位関係

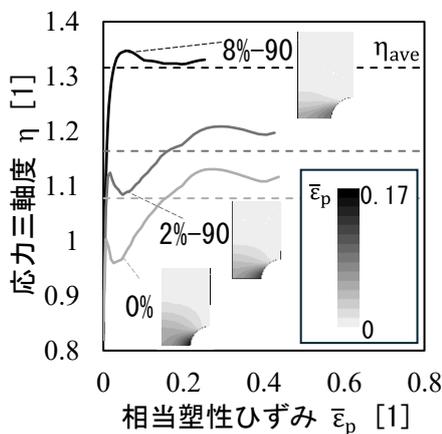


図7 鋼材E 形状 I-2 $\eta - \bar{\epsilon}_p$ 関係

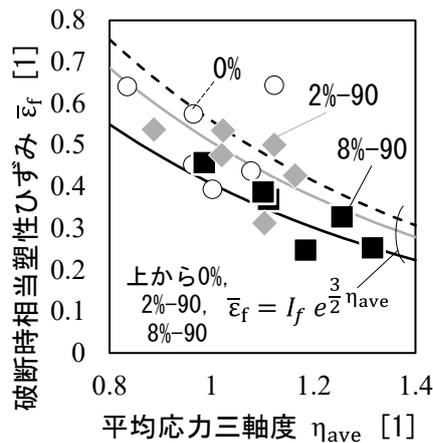


図8 鋼材E $\bar{\epsilon}_f - \eta_{ave}$ 関係

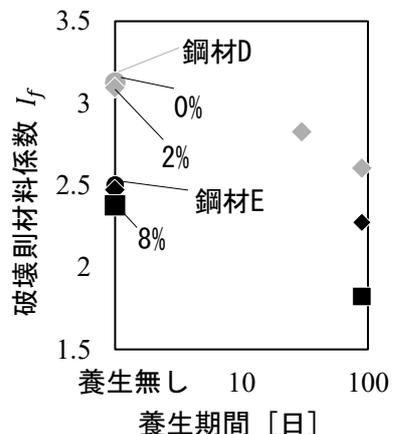


図9 材料係数 I_f の比較