

# 直流電位差法を用いた自動車用超ハイテンの 引張変形に伴う金属組織中の微細欠陥評価技術の開発

岐阜大学 教育学部 技術教育講座  
准教授 中田 隼矢  
(平成 27 年度 一般研究開発助成 AF-2015038)

キーワード：ハイテン，延性破壊，直流電位差法

## 1. 研究の目的と背景

気候変動枠組条約第 23 回締約国会議 (COP23) など、地球規模での温暖化対策が国際協調下で進められている。温暖化を防ぐためには、二酸化炭素などの温室効果ガスの排出抑制が不可欠であり、主要な排出源の一つは自動車の排気ガスである。これを削減するためには、自動車の燃費向上が必要であり、その実現には自動車車体重量の軽量化が有効となる。しかし、軽量化のために構造部材を単純に減じると車体強度が低下するため、衝突事故時の安全性が大きく低下する。そのため、車体強度を維持・向上しつつ、車体重量の軽量化を両立するためには、構造部材に比強度に優れた材料を適用することが有効となる。本背景のもと、近年はアルミ合金や複合材料などの利用が拡大しつつあるが、材料自体の製造コストや自動車部品を製作するための成形性を勘案すると、強度と成形性に優れた高張力鋼板 (ハイテン) の活用が望ましい。ハイテンは、その金属微細組織に軟質なフェライト相と硬質なマルテンサイト相、あるいは変形に伴い硬質なマルテンサイト相へと加工誘起変態 (TRIP) するオーステナイト相を含ませることによって、強度と延性を両立している。しかし、特性の異なる相が共存しているため、微細組織中の変形は不均一となる。この不均一変形に起因する局所的な損傷の蓄積によってボイドの発生が助長され、その成長や連結によって破壊に至る。従って、ハイテンの特性を向上させるためには、変形に伴い生じる微細組織中の損傷の様子を評価し、これを抑制するような組織設計が必要である。しかし、材料内部の変化を把握するためには、試験片を切断し電子顕微鏡等で観察・分析する必要があるが、時間と手間を要する。また、中性子を用いた非破壊検査でその場観察することも可能であるが、実施できる施設は限られる。一方で、実験室で簡便に実施できる非破壊検査法の一つとして、直流電位差法がある。評価対象に一定の直流電流を印加し、その際に生じる電位差によって、評価対象内部の欠陥を評価する手法である。本研究では、この直流電位差法を用いて、自動車用超ハイテンの引張変形に伴う微細組織中の損傷や欠陥評価を目指す。

## 2. 実験方法

### 2.1 引張中断試験

供試材には、TRIP 効果によって強度と成形性を両立で

きる TRIP 鋼の中から、引張強さ 590MPa 級のハイテン (以後、590 鋼)、及び引張強さ 980MPa 級の超ハイテン (以後、980 鋼) を供試材とした。本供試材より圧延方向に対して平行に引張試験片を採取し、引張中断試験に供した。試験片平行部の長さは 20 mm、幅 4 mm、試験片の厚さは 1 mm とし、引張試験時のクロスヘッド速度は 2.0 mm/min とした。図 1 に引張試験で取得した応力-ひずみ線図と引張試験の中断条件を示す。中断条件は、引張試験で得られた 0.2%耐力、または降伏応力と引張強さ間の塑性ひずみ域を均等に 3 分割し、引張強さ直前の 3 分の 1 のひずみ域をさらに 5 分割し、それぞれ中断条件とした。

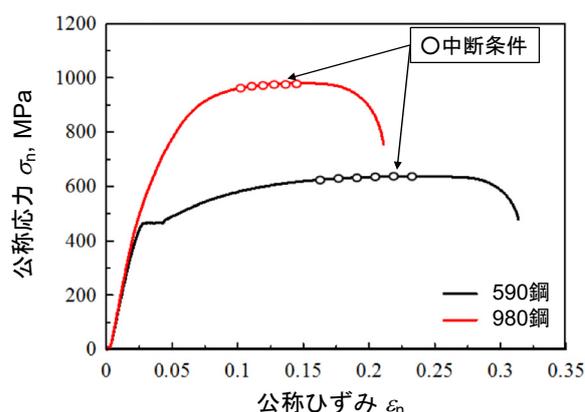


図 1 引張試験結果と中断条件

### 2.2 直流電位差法

本研究で測定した直流電位差は、試験片の掴み部間に一定の直流電流を印加した時の平行部内の電位差である。直流電流の供給には、(株)エーディーシー製の電圧/電流発生器 6244 を、電位差測定には(株)アドバンテスト製のデジタルマルチメーター R6561 を用いた。図 2 に示すように、先端直径が 0.09 mm の 2 本のタングステン棒を計測端子とし、平行部中央の引張軸に沿って 2.5 mm 間隔で電位差測定を行い、各計測結果を a-1~a-6 と定義した。電位差測定は、引張変形前に実施した後、引張中断試験毎に実施した。電位差測定は、1~5 A の 5 段階の電流供給下で順次行うとともに、各供給電流に対して電流の正負を入れ替えて 6 回 (正と負の電流で各 3 回) 行った。その後、得られた電位差の絶対値を平均化することで、電位差に含まれる熱起電力の影響を除去した。

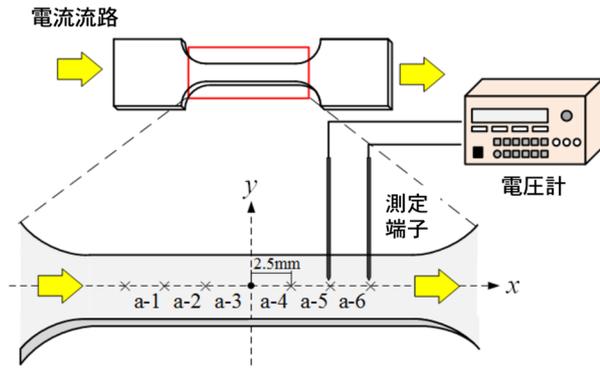


図2 引張試験片平行部内の直流電位差測定

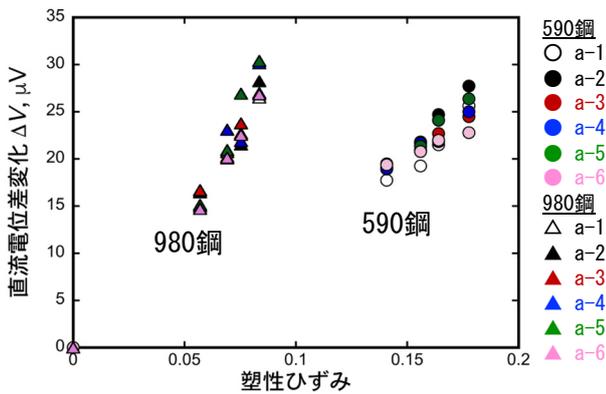


図3 引張変形に伴う塑性ひずみと直流電位差変化

### 3. 研究成果

#### 3・1 引張変形に伴う直流電位差変化

590鋼及び980鋼の引張中断材について、中断時の平行部長さより算出した塑性ひずみと平行部中の各計測領域の引張変形前後の電位差変化を図3に示す。塑性ひずみの増加に伴って電位差は概ね線形的に増加したが、同じ塑性ひずみであっても、計測領域によって電位差変化には僅かではあるがバラツキが生じていた。

#### 3・2 断面積減少による直流電位差変化

変形に伴う電位差変化の要因は、試験片平行部の断面積減少と材料の電気的特性の変化である。そこで、引張中断材平行部の電位差測定領域の寸法をノギスで計測し、変形に伴う局所断面積の変化を評価した。この面積と塑性ひずみの関係を図4に示す。その結果、変形初期においては平行部内の各領域の局所断面積はほぼ一様だったが、変形の進行に伴って平行部の局所断面積の減少にバラツキが生じ、特に590鋼でその傾向が強い。試験前の平行部局所断面積のバラツキは0.1%以下であり、かつ初期の局所断面積の大小とその後の局所断面積減少に明瞭な相関は認められなかった。従って、マクロな均一変形領域で観察された局所的な不均一変形は、試験片の加工精度に起因するものではないと推定される。図5に、引張変形に伴う電位差変化の最大値と最小値とその計測領域の局所断面積の関

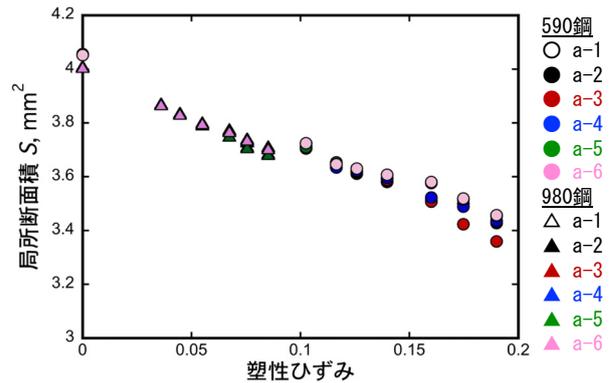


図4 引張変形に伴う塑性ひずみと局所断面積の関係

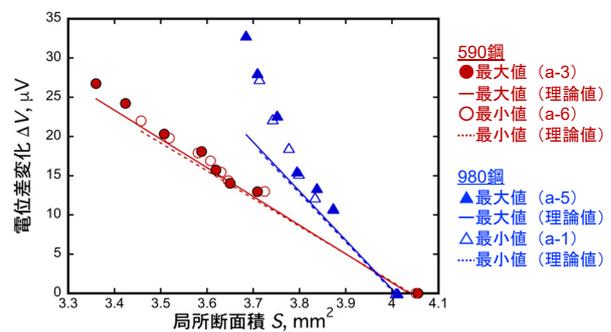


図5 引張変形に伴う局所断面積と電位差変化の関係

係を示す。計測領域は590鋼においては、最大値はa-3、最小値はa-6、980鋼においては、最大値はa-5、最小値はa-1だった。また、変形に伴う断面積減少によって生じる電位差変化の理論値 $\Delta V_S$ を式(1)より算出し、合わせて示す。

$$\Delta V_S = \left( \frac{S_0}{S} - 1 \right) V_0 \quad (1)$$

$S_0$ ：変形前面積(mm<sup>2</sup>),  $S$ ：変形後面積(mm<sup>2</sup>),  
 $V_0$ ：変形前電位差(μV)

図5より、材料毎に計測領域に依存せず、局所断面積の減少に伴い電位差変化が線形的に増加することが認められる。従って、同じ引張中断材中の平行部内の電位差のバラツキは、局所的な断面積減少が強く影響していることが示唆される。一方で、590鋼においては、計測された電位差変化は理論値とほぼ同等だが、980鋼においては、計測された電位差変化とその理論値は、断面積が減少するほど乖離が大きくなっている。これは、980鋼の引張変形に伴う電位差変化には、試験片平行部の局所断面積の減少だけでなく、材料の電気的特性の変化が影響していることを示唆している。

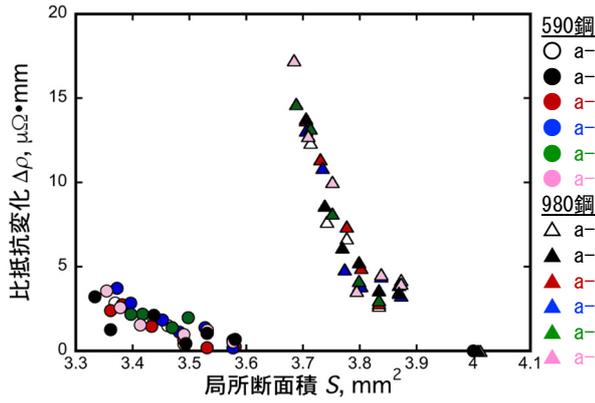


図 6 局所断面積の減少に伴う比抵抗変化の関係

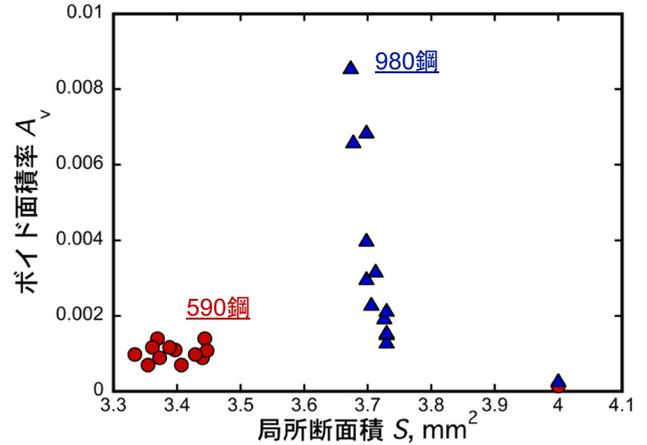


図 8 引張変形に伴うポイドの面積率変化と局所断面積の関係

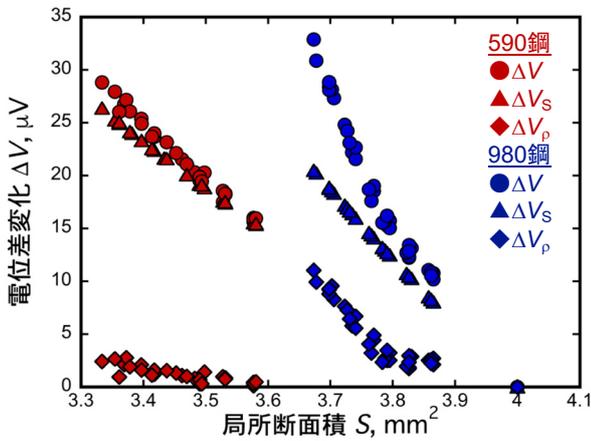


図 7 局所断面積の減少に伴う電位差変化

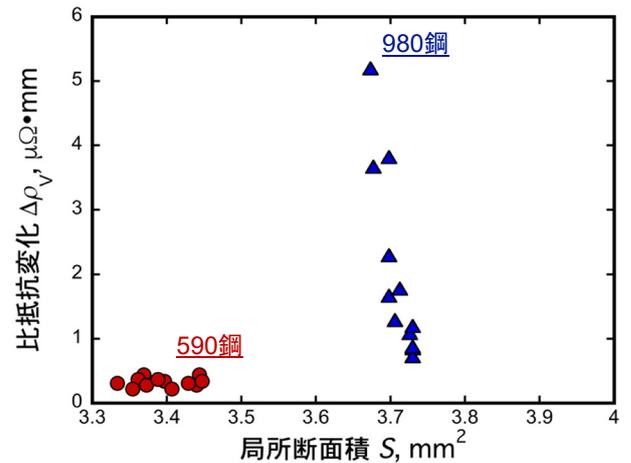


図 9 ポイドに起因する比抵抗変化と局所断面積の関係

### 3・3 引張変形に伴う比抵抗変化

引張変形に伴う電位差変化の要因として、材料の電気的特性の変化が示唆された。これを評価するため、引張中断試験片の比抵抗 $\rho$ を式(2)によって算出し、電位差計測領域毎の比抵抗の変化と局所断面積の関係を比較した結果を図 6 に示す。

$$V = \rho \cdot \frac{L_0}{S} \cdot I \quad (2)$$

$V$ : 電位差( $\mu\text{V}$ ),  $\rho$ : 比抵抗( $\mu\Omega \cdot \text{mm}$ ),  
 $L_0$ : 測定端子間距離(mm),  $S$ : 局所断面積( $\text{mm}^2$ ),  
 $I$ : 電流( $\mu\text{A}$ )

590 鋼に比べて 980 鋼の方が局所断面積減少に伴う比抵抗の増加が大きかった。本研究においては、試験片に対して一定の直流電流を印加しているため、比抵抗変化に伴う電位差変化は式(3)より導出できる。この比抵抗変化に起因する電位差変化 $\Delta V_p$ に加えて、実験によって計測された電位差変化 $\Delta V_s$ 、及び平行部の断面積減少に起因する電位差変化 $\Delta V$ と局所断面積 $S$ の関係を図 7 に示す。

$$\Delta V = \Delta V_s + \Delta V_p \quad (3)$$

590 鋼においては、変形に伴う比抵抗上昇に起因する電位差変化は僅かとなり、前述の通り電位差変化の要因は平行部の断面積減少が支配的であることがわかる。一方で 980 鋼においては、変形初期の比抵抗変化に起因する電位差変化はほぼ一定だが、局所断面積  $3.8 \text{ mm}^2$  程度から比抵抗変化は線形的に上昇しており、変形の進行に伴って 980 鋼の電気的特性が変化していることが示唆される。

### 3・4 比抵抗変化に及ぼすポイドの発生と成長

比抵抗は材料組織の影響を受け、その影響因子としては転位密度やポイドなどの内部欠陥がその代表である。そこで、引張中断試験片平行部の厚さ方向の中央断面を走査型電子顕微鏡で観察し、変形に伴って発生・成長するポイドの面積率を測定した。局所断面積に対するポイドの面積率を図 8 に示す。590 鋼は引張変形が進行してもポイドの面積率はあまり変化しなかったが、980 鋼は変形に伴いポイドの面積率は線形的に増加した。導体中に存在する欠陥の影響による比抵抗変化は式(4)より評価できる<sup>1)</sup>。複数観察面

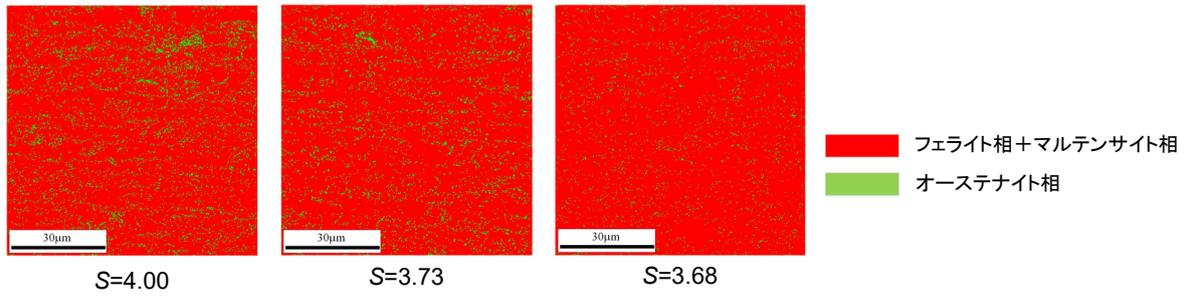


図 10 FE-SEM/EBSD で分析した 980 鋼の相分布図

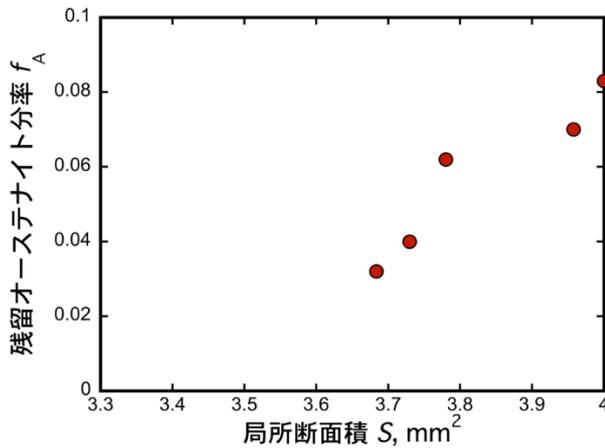


図 11 引張変形に伴う残留オーステナイト分率変化

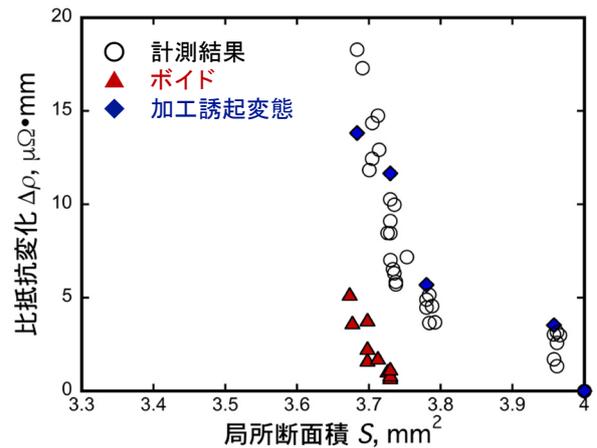


図 12 実験で計測した比抵抗変化と、ボイドと加工誘起変態に起因する比抵抗変化の推定値

上から求めた平均面積率と体積率はほぼ等しくなることから<sup>2)</sup>、SEM 観察より求めたボイドの面積率から、式(4)を用いて比抵抗変化を求めた。

$$\Delta\rho_V = 1.5\Delta A_S\rho_0 \quad (4)$$

$\Delta\rho_V$  : 欠陥に起因する比抵抗変化( $\mu\Omega\cdot\text{mm}$ ),  
 $\Delta A_S$  : 未変形時からの欠陥の体積率変化,  
 $\rho_0$  : 未変形時の比抵抗( $\mu\Omega\cdot\text{mm}$ )

本式より、本実験で得られたボイドを欠陥として扱い、その面積率変化による比抵抗変化を算出した。その結果を図 9 に示す。ボイドの発生や成長の度合いが低かった 590 鋼においては、比抵抗変化はほぼ一定だった。一方で、980 鋼においては変形の進行に伴って、ボイドに起因する比抵抗は線形的に増加した。

### 3・5 比抵抗変化と加工誘起変態による相分率変化

TRIP 鋼の優れた強度と延性は、変形に伴い残留オーステナイトがマルテンサイトに変態する加工誘起変態によって発現している。加工誘起変態によって、結晶構造は面心立方格子から体心立方格子に無拡散変態し、その比抵抗も変化する。そこで本研究では、TRIP 効果が特に大きい 980 鋼について、変形に伴う残留オーステナイト分率の変

化を電界放出型電子顕微鏡に搭載した後方散乱電子回折 (EBSD) 検出器によって評価した。EBSD で得られた残留オーステナイト相の分布図の一例を図 10、残留オーステナイト分率の分析結果を図 11 に示す。変形前の残留オーステナイト分率は約 0.08 程度だったが、変形の進行に伴い分率は線形的に低下した。減少した残留オーステナイトはマルテンサイトに加工誘起変態したと仮定し、加工誘起変態に起因する比抵抗変化を計算した。ここでは、Lucらのオーステナイト鋼を対象にした加工誘起変態による比抵抗変化の報告より<sup>3)</sup>、残留オーステナイトの比抵抗を  $\rho_A=678(\mu\Omega\cdot\text{mm})$ 、マルテンサイトの比抵抗を  $\rho_M=949(\mu\Omega\cdot\text{mm})$  として計算した。この結果に加えて、既示したボイドに起因する比抵抗変化、及び実験で計測された引張変形に伴う比抵抗変化を共に図 12 に示す。ボイドに起因する比抵抗と比べて、加工誘起変態に起因する比抵抗が大幅に大きく、比抵抗変化の大半を占めていることがわかる。自動車のさらなる軽量化を実現するため、ハイテンの高強度・高延性化のニーズは大きい。これを実現するためには、加工誘起変態のさらなる利用が重要となる。直流電位差法によって、加工誘起変態挙動を評価できるならば、材料開発に大きく貢献することが期待される。一方で、今回考慮できていない比抵抗変化の要因として、転位密度の影響がある。本研究の供試材は、複相組織を呈しているため、各組織で生じる変形は一樣ではない。従って、

それぞれの組織の転位密度変化を評価する必要がある、引き続き検討を進め、その影響を明らかにしたい。

#### 4. まとめ

非破壊検査法の一つ直流電位差法を用いて、加工誘起変態型自動車用ハイテン・超ハイテンの引張変形に伴って生じる微細組織中の欠陥の評価を試みた。得られた知見を以下に示す。

1. 塑性ひずみの上昇に伴い、試験片平行部中の直流電位差変化は概ね線形的に増加したが、同一の塑性ひずみ域であっても計測領域によって直流電位差の変化には僅かにバラツキが生じた。これはマクロな均一変形域であっても、平行部の断面積が局所的に減少していることに起因すると思われる。
2. 590鋼においては、直流電位差の変化の要因は、試験片の断面積減少が支配的だと思われる。一方で、980鋼においては、変形初期の直流電位差変化の主要因は、試験片の断面積減少だったが、変形の後期からは材料の電気的特性の変化の影響が強くなることが示唆された。
3. 980鋼においては、引張変形に伴い比抵抗変化が大きく変化し、ポイドの面積率増加に比べて、加工誘起変態によるマルテンサイトの相分率増加の影響が強いことが示唆された。

#### 謝 辞

本研究は、公益財団法人天田財団からの研究助成(平成27年度一般研究開発助成 AF-2015038)により実施した研究に基づいていることを付記するとともに、同財団に深甚なる謝意を表します。また、本研究の遂行に協力いただいた、筆者の前所属である岡山大学の多田直哉教授、上森武准教授、並びに大学院生の高木佑輔君に感謝致します。

#### 参考文献

- 1) 多田直哉, 中山英介, 北村隆行, 大谷隆一: 日本機械学会論文集 (A 編), 65-632 (1999), 693.
- 2) 佐藤直子, 定松直, 足立吉隆: 鉄と鋼, 100-10 (2014), 1182.
- 3) Luc saint-sulpice, Mohamed lakrit, Shabnam arbab chirani, Sylvain calloch: Mechanics of Materials, 71 (2014), 1-9.

#### 受 賞

高木佑輔, 中田隼矢, 上森武, 多田直哉, “高張力鋼板の引張変形に伴う直流電位差変化”, 日本材料学会第3回材料 WEEK (2017) において日本材料学会塑性工学部門委員会優秀学生講演発表賞を受賞