

論 文

UDC 669.15'24'26'28-194.2 : 539.56 : 620.178.2

焼入れ状態の Ni-Cr-Mo 鋼の靱性について*

斎 藤 鉄 哉**・内 山 郁***

The Toughness of As-Quenched Ni-Cr-Mo Steels

Tetsuya SAITO and Iku UCHIYAMA

Synopsis:

The toughness of Ni-Cr-Mo steels containing a small amount of V or/and Nb was estimated for as quenched conditions in relation to the austenite grain size. The toughness was quantified with the experimentally determined critical J -value, formulated by J. R. RICE, using small size three-point bending specimens.

The results obtained are as follows;

(1) The critical stress intensity factor calculated from the critical J -value is in satisfactory agreement with measured plane strain fracture toughness K_{IC} in the range of large scale yielding.

(2) The tensile properties deteriorate with coarsening of austenite grain. The toughness of the steels, on the other hand, remains nearly constant through a wide range of austenite grain size, showing a gradually decreasing tendency with the grain growth. However, all specimens with the largest grain in each series of the steels show a discontinuous deterioration in fracture toughness because of grain boundary fracture.

(3) The fracture toughness of the steels used is in a good correlation with the size of dimples, which originate at small inclusions. The toughness is, therefore, almost independent of the austenite grain size, as the austenitizing treatment results in no change in the mean spacing of the points responsible for dimple fracture.

(4) The steels with a small amount of V or/and Nb indicate the tendency to a better fracture toughness compared with those containing no Nb.

1. 緒 言

線形弾性破壊力学を基礎としている平面歪破壊靱性値 K_{IC} あるいはその塑性域への延長と考えられる亀裂先端開口変位 (以下 COD という) の臨界値 ϕ_c により材料の靱性を定量的に評価し、それと冶金学的因子との相関を調べて、靱性の向上に寄与しようとする試みが各方面でなされている。材料の靱性評価という点から見ると、J. R. RICE の J 積分概念¹⁾にもとづく破壊基準が提唱されており²⁾³⁾、特に高靱性の鋼における前述のような目的での靱性評価には有効な手段となると思われる。

一方、近年、焼入れのままのマルテンサイト組織を有する低合金鋼は比較的靱性に優れていることが報告されており⁴⁾⁵⁾⁶⁾⁷⁾、さらにオーステナイト化温度の上昇により、前オーステナイト粒粗大化と平行して靱性が向上す

ることも示されている⁴⁾⁵⁾⁷⁾。マルエージ鋼などの超強力鋼については、亀裂先端での塑性変形域が粒径に比べて十分に小さいために平面歪破壊靱性値のオーステナイト粒度依存性がないこと⁸⁾が明らかにされているが、低合金鋼のように強度が低く靱性の良い材料では、その関係は必ずしも明白とは言えない。

本実験では以上のことを考慮して、比較的強靱な Ni-Cr-Mo 鋼の焼入れのままの状態での靱性とオーステナイト化温度の変化によつて得られる前オーステナイト粒径との相関関係を調べ、焼入れのままの状態での低合金鋼の靱性を律している因子について検討した。靱性評価は実験的に、臨界 J 値を求めることにより行ない、その破壊基準としての有用性についても、若干の考察をした。

* 昭和 49 年 11 月本会講演大会にて発表 昭和 49 年 10 月 2 日受付 (Received Oct. 2, 1974)

** 金属材料技術研究所 (National Research Institute for Metals, 2-3 Nakameguro Meguro Tokyo 153)

*** 金属材料技術研究所 工博 (National Research Institute for Metals)

2. 供試材と実験方法

2-1 供試材

電解鉄を主原料とし、純度のよい合金元素を用い 20kg-高周波真空炉で溶製した 4 種類の鋼を供試材とした。これらの鋼の化学組成および変態点を Table 1 に示す。これらの供試材は、溶製後 1 200°C で鍛造し、同温度で 4 hr 拡散焼鈍を行なった。その後、1 200°C で熱間圧延して、20 mmφ の丸棒とした。さらに、890°C × 20 min 空冷の熱処理を行なった後、機械加工により引張試験片および曲げ試験片を作製した。なお、拡散焼鈍後の材料はその一部を切断し、1 200°C で熱間圧延して厚さ 25 mm の板とした。この板については、上述の丸棒と同様な熱処理を行ない、機械加工により小型引張 (Compact tension) 型の破壊靱性試験片 (以下 CT 試験片という) を作製した。機械加工の終わったこれらの試験片は、前オーステナイト粒度を変化させるために、850°C, 950°C, 1 050°C, 1 150°C および 1 250°C の 5 種類のオーステナイト化温度で、おのおの 15 min 保持後、直ちに 850°C に焼入れて同温度に 10 min 間保持した後、油冷を行なった。ただし、850°C でオーステナイト化を行なった試料については、その温度に 25 min 間保持した後、直ちに油冷を行なった。

2-2 引張試験

引張試験片の形状を Fig. 1(a) に示す。使用した引張試験機はインストロン (容量 10 t) で、試験片に伸び計 (strain gauge extensometer) を装着して、荷重-伸び曲線を X-Y レコーダに記録した。クロスヘッド速度は 1.0 mm/min とした。

2-3 曲げ試験

曲げ試験片の形状を Fig. 1(b) に示す。曲げ試験片には、あらかじめ約 2~4.5 mm 程度の種々の長さの疲労亀裂を導入した。疲労亀裂の導入は、電磁共振型疲労試験機 (容量 10 t) を用い、3 点荷重で、 5×10^5 前後の繰り返し数で行なった。静的曲げ試験は、引張試験と同様にインストロン試験機を用い、引張-曲げ変換用治具を用いて、クロスヘッド速度 0.5 mm/min で行なつ

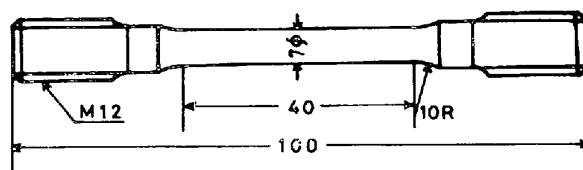
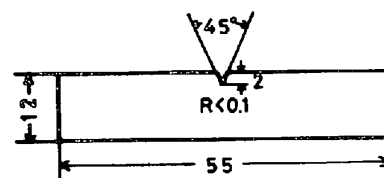
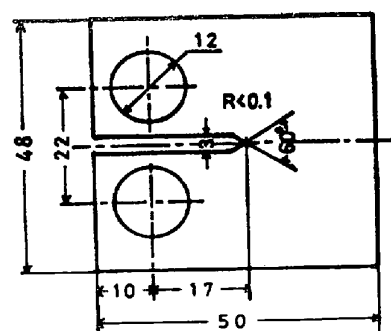


Fig. 1 (a).



Thickness B = 12.0

Fig. 1 (b).



Thickness B = 20.0

Fig. 1 (c).

Fig. 1. Testing specimen designs.

- a) Tensile specimen.
- b) Three-point bending specimen, tested after fatigue precracked.
- c) Compact tension specimen, tested after fatigue precracked.

た。なお、荷重支点間距離 S は、すべて 40 mm である。荷重-時間曲線のほかに、標準型クリップゲージを利用して、荷重-試験片表面開口変位曲線を得るとともに、差動トランス型変位計を用いて、試験片中央の荷重点における荷重方向への試験片のたわみ量 (以下、単にたわみ量という) を検出し、荷重-たわみ量曲線を多ペン X-Y レコーダで同時に記録して、以後の解析に供し

Table 1. Chemical composition (wt%) and transformation temperature (°C, austenitizing temperature; 900°C) of the materials used.

Sample No	C	Mn	Si	Ni	Cr	Mo	V	Nb	S	O	N	Af	As	Ms
1	0.28	0.56	0.29	1.91	0.78	0.24	—	—	0.006	0.0030	0.0034	775	720	362
2	0.24	0.49	0.24	1.86	0.79	0.24	0.061	—	0.006	0.0024	0.0026	787	720	376
3	0.28	0.57	0.25	1.93	0.78	0.24	—	0.062	0.006	0.0021	0.0030	796	727	377
4	0.27	0.52	0.25	1.85	0.78	0.24	0.072	0.060	0.005	0.0023	0.0025	786	718	363

た。上記の疲労亀裂の導入および静的曲げ試験はすべて室温で行なった。

一方、上で述べたような曲げ試験を適当な試験片表面のところで中断して、その試験片をシャルピー試験機により液体窒素温度で破断し破面を観察するという方法を繰り返し、荷重-試験片表面開口変位曲線の挙動と亀裂の成長開始点とを対応づける予備試験を行なった。その結果により、本実験においては、亀裂の成長開始がほぼ荷重-試験片表面開口変位曲線の傾きの大きく変化するものと対応しているとし、後出の Fig. 5 に示すように、亀裂成長開始に相当する試験片開口変位量を求め、さらに、それに相当するたわみ量を求めた。

2.4 平面歪破壊靱性試験

Fig. 1(c) に示したような厚さ 20 mm の CT 試験片を用いた。曲げ試験片の場合と同様な方法で、この場合にも、約 3 mm 長さの疲労亀裂を導入した。その後の破断試験は、油圧式引張試験機 (容量 50 t) を用い、クロスヘッド速度 0.5 mm/min で、平面歪破壊靱性試験法⁹⁾¹⁰⁾にもとづいて行なった。なお、疲労亀裂の導入および破断試験はすべて室温で行なった。この平面歪破壊靱性試験は、Table 1 に示す No 1 の 850°C × 25 min 加熱後油冷 (850°C OQ) および 1250°C × 10 min 保持後 850°C × 15 min 加熱し、油冷 (以下 1250°C + 850°C OQ という。その他についても同様) した 2 条件について行なった。

2.5 組織および破面観察

種々のオーステナイト化温度に加熱し油冷した試料を研磨し、表面活性剤を添加したピクリン酸飽和水溶液で腐食して、前オーステナイト結晶粒径 d_T (以下単に粒径という) を測定した。また、ナイトール腐食を行なつて、組織を光学顕微鏡で観察した。さらに、各試料から作製した薄膜について、150kV 電子顕微鏡により、下部組織の直接透過観察を行なった。

破断後の CT 試験片および曲げ試験片については、工具顕微鏡を用いて、30 倍の倍率で、あらかじめ導入してあった疲労亀裂の長さの測定を行なった。

破面の観察は、走査型電子顕微鏡により加速電圧 25kV で行なった。

3. 実験結果

3.1 前オーステナイト結晶粒度

Fig. 2 に各試料のオーステナイト化温度と粒径との関係を示す。図から明らかなように、4 鋼種の粒径とオーステナイト化温度との関係は、ほぼ 2 種類の曲線によって代表される。すなわち、4 鋼種中、Nb を含まないもの

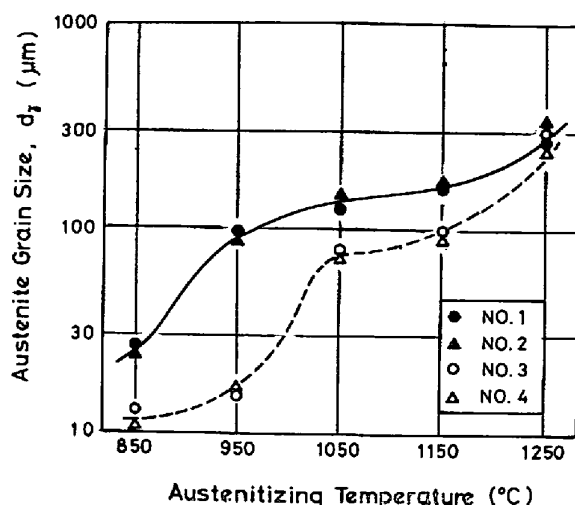


Fig. 2. Relationship between austenitizing temperature and austenite grain size d_T of the materials.

の (No 1 と No 2) と Nb を含んでいるもの (No 3 と No 4) とでその挙動が異なっている。本実験のように、微量の V 添加では、高温加熱の際の結晶粒の粗大化を阻止する効果は無視できる程度である。一方、ほぼ同量の Nb を添加した場合には、その効果が認められ、結晶粒の粗大化温度はより高温側に移っている。

3.2 引張試験

4 鋼種の引張性質と粒径との関係を Fig. 3 に示す。粒径が大となるにつれて、降伏点 (0.2% 耐力) σ_y , 引張強さ σ_B , とともに次第に減少している。破断応力 σ_F は、絞り ϕ の急激な減少に対応し、急激に低下している。このように、オーステナイト化温度の上昇による粒径の増大とともに引張性質は劣化している。しかし一定粒径で考えた場合には 4 鋼種の引張性質には大きい差は見られない。Fig. 4 は、すべての試験片について、粒径と降伏点との関係を PETCH の式 $\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2}$ にもとづいて示したものである。多小のバラツキはあるが、 $k_y = 17 \text{ N/mm}^{3/2}$ ($\approx 1.7 \text{ kg/mm}^{3/2}$) 程度の値を示している。この値はフェライト鋼で得られている $k_y = 20 \sim 25 \text{ N/mm}^{3/2}$ ($\approx 2.0 \sim 2.5 \text{ kg/mm}^{3/2}$) に比較してかなり低い値であり、マルテンサイト組織の鋼の強化におよぼす前オーステナイト粒界の影響は、フェライト鋼での結晶粒界のそれほど大きくはないことを示している。

3.3 曲げ試験

Fig. 5 に、曲げ試験で得られた荷重 P -試験片表面開口変位 V_g 曲線および荷重 P -たわみ量 Δ 曲線の例を、No 1 850° OQ の 1 試料について示す。図中に V_g^{crit} および $\Delta_{\text{crit}}^{\text{crit}} = 0.503$ で示した点は 2.2 項で述べたようにして求めた亀裂の成長開始が生じたと考えた点の試験片表面開口変

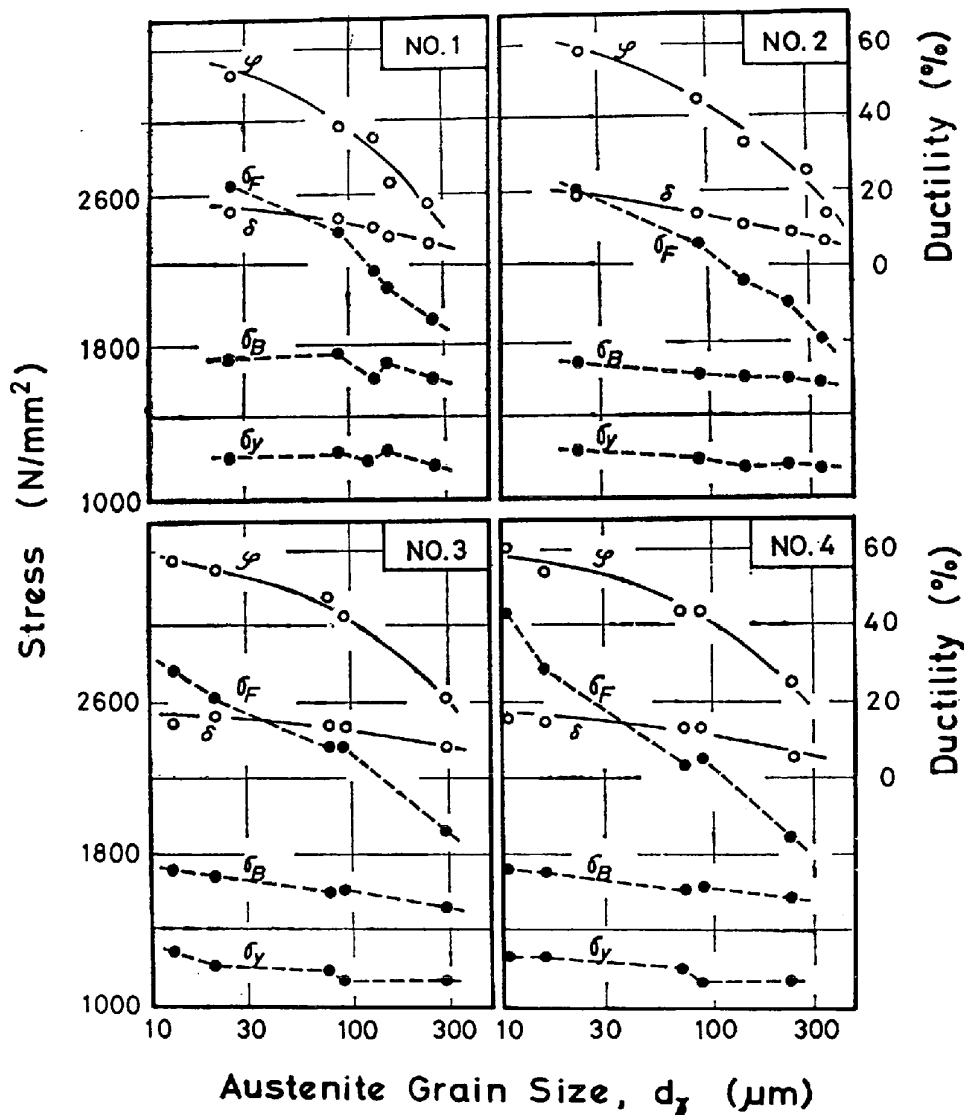


Fig. 3. Effect of the austenite grain size d_T on the tensile properties of the materials.

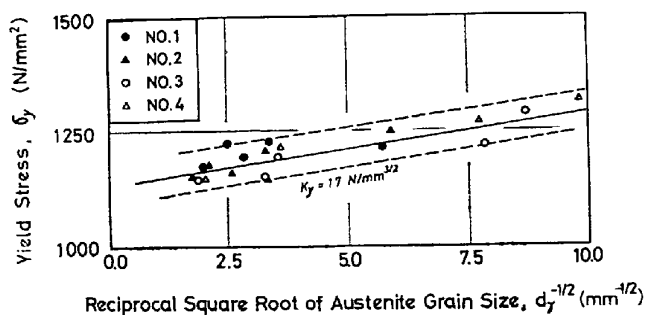


Fig. 4. Relationship between the reciprocal square root of austenite grain size $d_T^{-1/2}$ and yield (0.2% proof) stress σ_y , showing $k_y = 17 \text{ N/mm}^{3/2}$ in the Petch equation. One plotted point represents the mean of three measured values.

位およびたわみ量をそれぞれ示している。この時の荷重を P_Q とすると、3点曲げ試験における荷重 P_Q と見かけ上の応力拡大係数 K_Q の関係は次式で与えられる¹¹⁾。

$$K_Q = (3P_Q S / 2BW^{3/2}) [1.93(a/W)^{1/2} - 3.07(a/W)^{3/2} + 14.53(a/W)^{5/2} - 25.11(a/W)^{7/2} + 25.80(a/W)^{9/2}] \dots (1)$$

ここで、 S は支点間距離、 a は亀裂長さ、 B は試験片厚さそして W は試験片幅を示す。

この(1)式は、 $S/W = 4.0$ について与えられているものであるが、本実験では、 $S/W = 40.0/12.0 = 3.3$ となっている。しかし、この S/W の差にもとづく K_Q の違いは大きくないと¹¹⁾¹²⁾ 思われるので、(1)式をそのまま使用して K_Q を求めた。Fig. 6 に、このようにして求めた亀裂成長開始時の見かけ上の応力拡大係数 K_Q と粒径

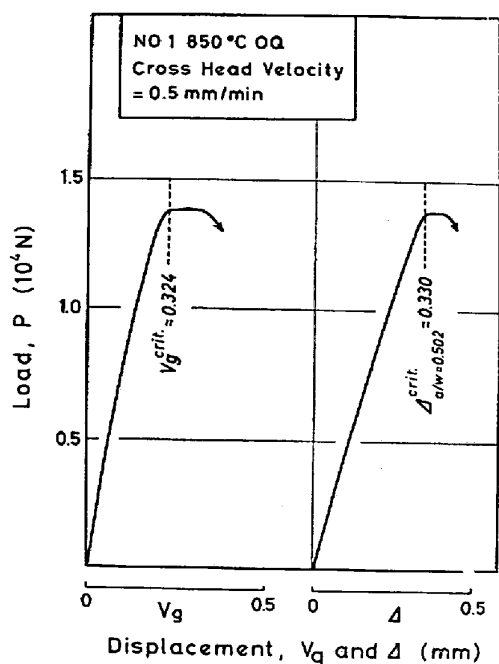


Fig. 5. Load-displacement curves for a three-point bending test. V_g and Δ denote the crack opening displacement measured on the specimen surface with a standard clip gauge and the displacement of the specimen in the loading direction at the loading point, respectively.

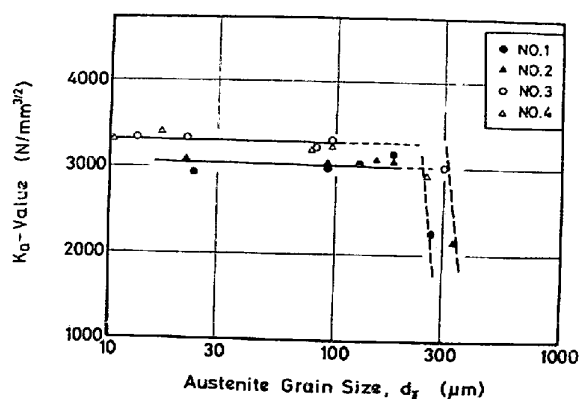


Fig. 6. Relationship between austenite grain size d_γ and the apparent stress intensity factor K_Q at the beginning of the crack growth.

との関係を示した。しかし、破壊靱性試験規準によれば平面歪破壊靱性値 K_{Ic} を求める条件⁹⁾¹⁰⁾として

$$a, B, (W-a) \geq 2.5(K_Q/\sigma_y)^2 \quad \dots\dots\dots (2)$$

が与えられており、本実験で得られた値はこの条件を満足していない。したがって、この K_Q 値の物理的意味は不明確であり、これによつて実験鋼の靱性を正しく評価することはできない。この見かけ上の応力拡大係数について見れば、Fig. 6 からわかるように、粒径が大となる

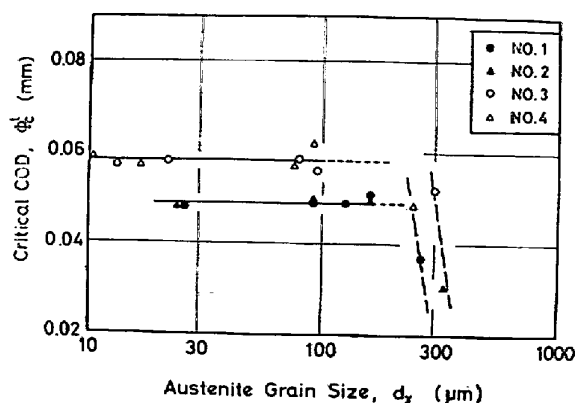


Fig. 7. Relationship between austenite grain size d_γ and critical crack opening displacement Φ_c^* , calculated on the assumption of a constant rotational centre.

につれて、粒径のある範囲内では多少の減少傾向を示しながらほぼ一定値を保つが、粒径がさらに大きくなると急激に減少する。さらに、4 鋼種の見かけ上の応力拡大係数を、粒径を一定として比較すると、No. 1, No. 2, No. 3, No. 4 の順にわずかながら大となる傾向を示している。

Fig. 7 は、臨界 COD 値 Φ_c^* の測定結果を粒径と関係づけて示したものである。ここでいう Φ_c^* とは、標準型クリップゲージにより求めた曲げ試験片開口変位の臨界値 V_g^{crit} を用いて、単純に次式¹³⁾により計算して求めたものである。

$$\Phi_c^* = V_g^{crit} / [1 + r(a+z)/(W-a)] \quad \dots\dots\dots (3)$$

ここで、 z はクリップゲージ装置のため試験片に固定したナイフエッジの高さ、 r は回転因子 (Rotational factor) を示す。本計算では、便宜上 $r=3.0$ を用いた。しかし、亀裂先端での塑性変形域がそれ程大きくなく V_g^{crit} が比較的小さい値を取る場合には、 r は一定値を取らず、 Φ_c^* は (3) 式のように V_g^{crit} の一次関数ではないことが知られている¹⁴⁾¹⁵⁾。したがって、本実験が求めている Φ_c^* は、 K_Q の場合と同様に、靱性の一応の目安となり得たとしても、これによつて定量的靱性の評価をすることはできないと考えられる。Fig. 7 に示した Φ_c^* と粒径との関係は、Fig. 6 に示した見かけ上の応力拡大係数と粒径との関係と定性的には、非常に良く一致した傾向を示している。

以上のように、本実験における供試材のような強さと靱性の水準を有する鋼においては、小型の曲げ試験片を用いて、従来の方法により平面歪破壊靱性値 K_{Ic} を求めることあるいは実測した COD により靱性の定量的評価を行なうことは困難である。そのため本実験では、

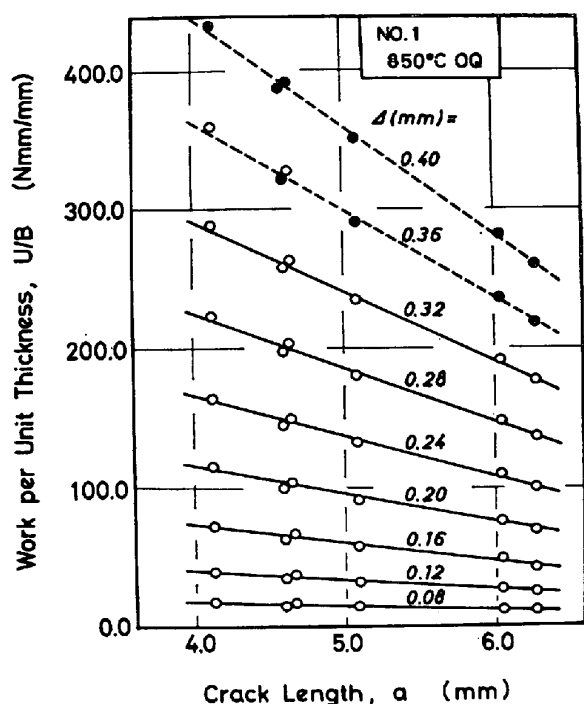


Fig. 8. Work done to the unit thickness of the specimen U/B as a function of the crack length a for the specimens of No 1, austenitized at 850°C and oil-quenched. The open and closed marks in the figure denote the displacement range where the of $\Delta < \Delta_{\text{crit}}$ and $\Delta \geq \Delta_{\text{crit}}$ respectively.

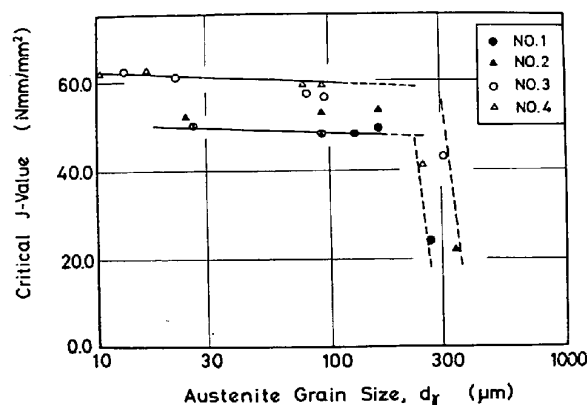


Fig. 9. Relationship between austenite grain size d_T and critical J -value.

付録に示すような BEGLEY らの提唱した方法により臨界 J 値を求めて、定量的な靱性の評価を行なった。荷重 P -たわみ量 Δ 曲線下の面積は電子計算機により、 $\Delta = 0.04 \text{ mm}$ のステップで荷重を読み込み数値計算によって求めた。 Δ をパラメータとして得られた試験片単位厚さ当りの仕事量 U/B と亀裂長さ a との関係の一例を、No 1, 850°C OQ の試料について Fig. 8 に示す。

Fig. 8 から明らかなように、 U/B - a の関係は、限られた亀裂長さ a の範囲内では、ほぼ直接関係として近似される。一方、臨界 J 値決定に必要な Δ_{crit} は Fig. 8 の $\Delta = 0.36 \text{ mm}$ に相当するプロットでも解るように亀裂長さ a の小さい領域では多少大きい傾向を示す。本実験においては Δ_{crit} と a/W との関係を内挿して $a/W = 0.5$ における $\Delta_{a/W=0.5}^{\text{crit}}$ を用いて、臨界 J 値の決定を行なった。 $a/W = 0.5$ を選んだ理由としては、 $a/W = 0.5$ 近傍では Δ_{crit} はほぼ一定値におちつくという本実験結果、 Δ_{crit} を a/W のどの値で取つても臨界 J 値におよぼす影響は小であるという報告²⁾ あるいは平面歪破壊靱性曲げ試験において $a/W = 0.5$ が用いられている⁹⁾¹⁰⁾ などである。

Fig. 9 は、以上のようにして求めた臨界 J 値と粒径との関係を示す。粒径のある範囲内では、臨界 J 値は粒径の増大とともに、若干の減少傾向は見られるが、ほとんど一定値を保ち、粒径がより大となると、臨界 J 値は急激に低下する。また、粒径一定で比較した場合、No 1, No 2, No 3 および No 4 の順に靱性は良くなっている傾向が認められた。

4. 考 察

4.1 臨界 J 値と見かけ上の応力拡大係数 K_Q および臨界 COD 値 ϕ_c との関係

BEGLEY らは全面降伏 (Full scale yielding) 下において小型の試験片を用いて実測した臨界 J 値 J_{IC} と大型試験片から実測した平面歪破壊靱性値 K_{IC} との間に次式の関係があることを示した²⁾。

$$J_{\text{IC}} = \frac{(1-\nu^2)}{E} K_{\text{IC}}^2 \quad \dots\dots\dots (4)$$

この式により、本実験で求めた臨界 J 値を用いて K_{IC} を求め、この K_{IC} を CT 試験片により実測した平面歪破壊靱性値 K_{IC}^{M} と比較した。実測した K_{IC}^{M} は、No 1, 850°C OQ の試料では $3140 \text{ N/mm}^{3/2}$ ($\approx 314 \text{ kg/mm}^{3/2}$)、No 1, $1250^{\circ}\text{C} + 850^{\circ}\text{C}$ OQ の試料では $2500 \text{ N/mm}^{3/2}$ ($\approx 250 \text{ kg/mm}^{3/2}$) となった。また、臨界 J 値から計算で得られた K_{IC} は、それぞれ $3240 \text{ N/mm}^{3/2}$ ($\approx 324 \text{ kg/mm}^{3/2}$) および $2240 \text{ N/mm}^{3/2}$ ($\approx 224 \text{ kg/mm}^{3/2}$) であり、限られた試験ではあるが、非常に良い一致が認められた。Fig. 10 は得られた結果を、平面歪破壊靱性値 K_{IC} と粒径との関係として示したものである。本実験のように、平面歪破壊靱性試験規準の範囲を越えた大規模変形 (Large scale yielding) を伴う破壊の場合でも (4) が成立することは、全面降伏下でも成立することが実証されていることと相まって、 J 概念が実験的に広範囲にわたって用

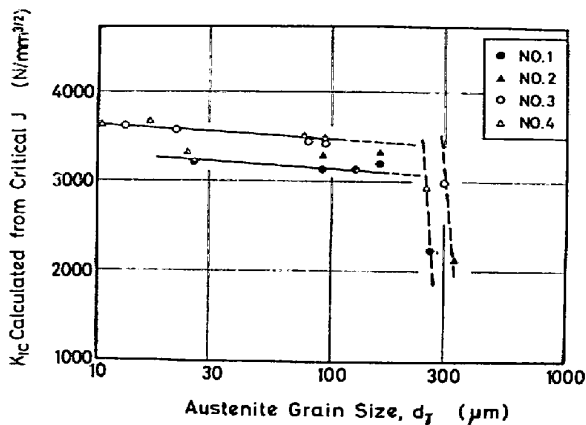


Fig. 10. Relationship between austenite grain size d_T and plane strain fracture toughness K_{IC} calculated from the critical J -value.

いられることを示すものである。さらに、小型試験片で破壊靱性値が得られることは、実用的には、大型試験片の場合問題となりやすい冶金学的な処理すなわち組織のコントロールその他の点で非常に有利である。しかし、寸法制限 (Size limit) など¹⁶⁾については、今後の実験、検討が必要である。

Fig. 6 と Fig. 10 とを比較すると明らかなように、粒径の大きい領域すなわち K_{IC} の小さい領域においては、

$$K_Q \approx K_{IC} \dots\dots\dots (5)$$

となるが、粒径の小さい領域においてはすなわち K_{IC} の大きい場合には

$$K_Q < K_{IC} \dots\dots\dots (6)$$

の傾向が認められる。この結果は、 K_Q は亀裂先端に生じる塑性変形に消費される仕事を無視しているのに対し、臨界 J 値にはこの効果が考慮されている¹⁷⁾ことから来るもので、この J 値から計算した K_{IC} は、塑性変形が小さい程 K_Q に近い値をとるとして説明できる。

つぎに、臨界 J 値と実測により求めた臨界 COD 値 ϕ_c^* との関係について述べる。Dugdale-Barenblatt モデルによると J 積分の積分経路 Γ を cohesive zone にそって取れば、

$$J = \int_0^{\phi_c^*} \sigma(\phi) d\phi = \sigma_y \phi_c^* \dots\dots\dots (7)$$

となる。この式は亀裂先端での三軸応力性を考慮することにより、平面歪状態では 2~3 程度の係数を必要とすると言われている¹⁵⁾¹⁸⁾¹⁹⁾。いずれにしても

$$J/\sigma_y \phi_c^* = M \dots\dots\dots (8)$$

の関係が期待される。Table 2 は、臨界 J 値と約 8 本の試験片の平均値として求められた $\sigma_y \phi_c^*$ との関係を示している。多少のパラッキはあるが、臨界 J 値が特に低い No 1 と No 2 の 1250°C+850°C OQ を除いては、

Table 2. Relationship between the critical J -value and the critical opening displacement ϕ_c^* of the materials. M denotes the ratio of the critical J -value to $\sigma_y \cdot \phi_c^*$.

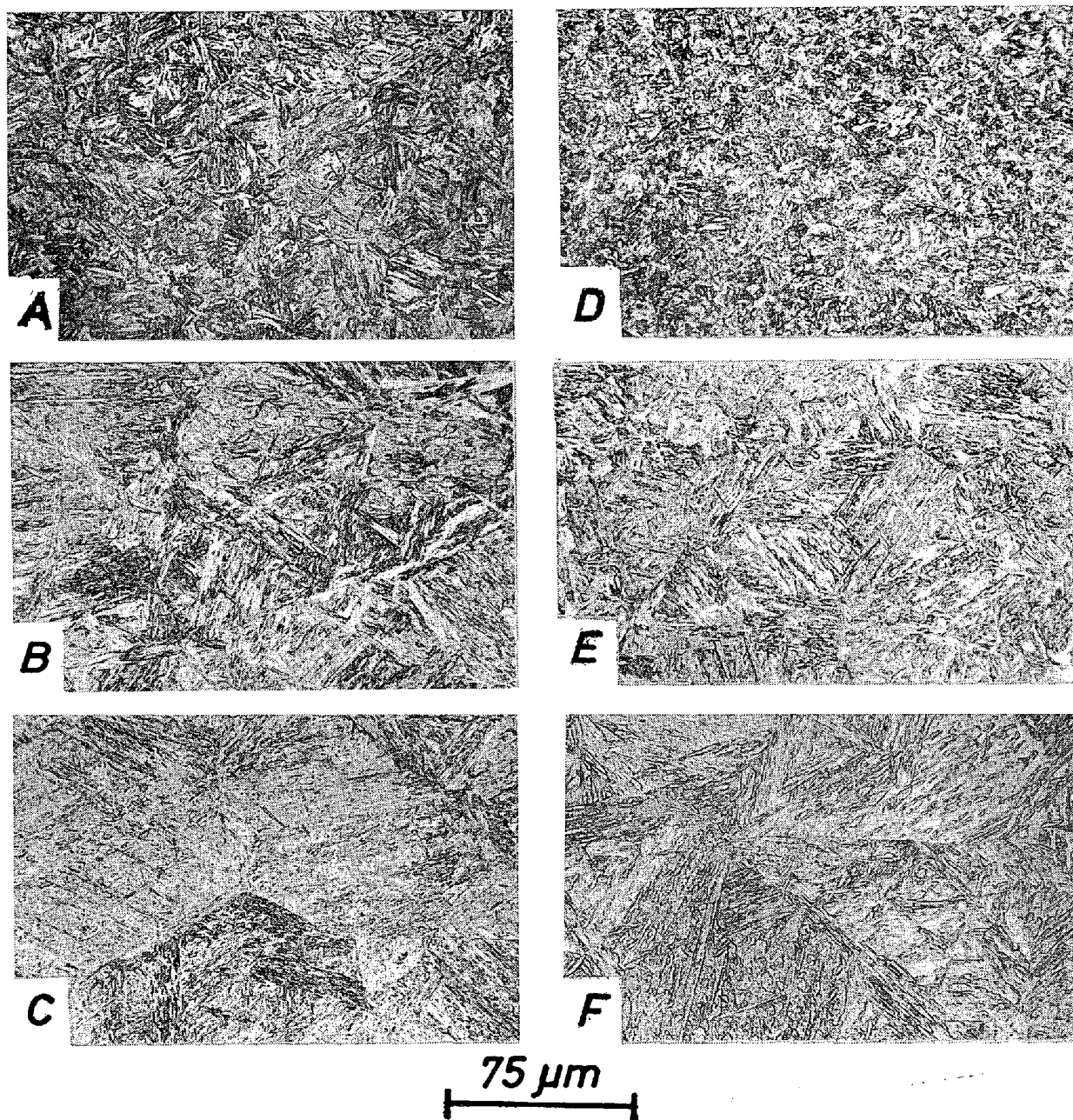
Treatment	Sample No	Critical J -value (Nmm/mm ²)	$\sigma_y \cdot \phi_c^*$ (Nmm/mm ²)	M
850°C×25 min Oil quench	1	50.0	58.4	0.86
	2	52.0	58.7	0.89
	3	62.4	73.6	0.85
	4	61.8	74.7	0.83
950°C×15 min + 850°C×10 min Oil quench	1	48.0	61.2	0.79
	2	52.8	59.1	0.78
	3	60.8	71.8	0.85
	4	62.0	72.4	0.86
1 050°C×15 min + 850°C×10 min Oil quench	1	48.2	58.6	0.82
	2	—	53.1	—
	3	56.8	70.6	0.80
	4	56.8	69.5	0.85
1 150°C×15 min + 850°C×10 min Oil quench	1	49.4	63.8	0.77
	2	53.6	56.4	0.95
	3	56.2	64.3	0.87
	4	57.8	72.1	0.80
1 250°C×15 min + 850°C×10 min Oil quench	1	23.8	43.5	0.55
	2	21.8	34.5	0.63
	3	42.8	53.9	0.79
	4	40.8	55.3	0.74

$M=0.8\sim0.9$ とほぼ一定となつている。 $M<1.0$ となつた理由として次のように考えることができる。(3)式に関連して述べたように、塑性変形域の小さい領域で、この(3)式によつて ϕ_c^* を求めると、 ϕ_c^* 亀裂発生の際の実際の COD 値 ϕ_c よりも大きい値となる。したがつて、 M は実際には実験で得られた $0.8\sim0.9$ よりも大となつていてと考えられる。さらに、臨界 J 値の特に低い例を除いて、 M がほぼ一定であることは、塑性変形域が小さい領域においても、一定範囲内では ϕ_c^* と $V_{crit}^{(1)}$ とが直線関係で近似できることを示している。

4.2 破壊靱性と組織および破面との関係

Photo. 1 は使用した試料の光学顕微鏡写真の例である。これから明らかなように、粒径が大となるにつれて組織は粗くなつており、マルテンサイトパケットは明らかに粗大化している。このような粗大化した粒が靱性におよぼす影響については、i) 高温でのオーステナイト化により粒径が大となることと平行し、靱性は急激に増大する⁴⁾⁵⁾、ii) 粒粗大化にともない、靱性は低下する²⁰⁾²¹⁾、iii) ほとんど靱性と粒径とは無関係である⁸⁾²²⁾、など異なつた結果が報告されている。

ZACKY ら⁵⁾は、市販 4340 鋼を高温でオーステナイト化した後に焼入れを行なつた場合、通常の焼入れ処理



- A) Steel No 1, austenitized at 850°C and oil-quenched
 B) Steel No 1, austenitized at 1050°C and oil-quenched after holding at 850°C.
 C) Steel No 1, austenitized at 1250°C and oil-quenched after holding at 850°C.
 D) Steel No 4, austenitized at 850°C and oil-quenched.
 E) Steel No 4, austenitized at 1050°C and oil-quenched after holding at 850°C.
 F) Steel No 4, austenitized at 1250°C and oil-quenched after holding at 850°C.

Photo. 1. Optical micrographs.

を行なった場合と比較して、粒径が増大し、平面歪破壊靱性値は約2倍に増加することを報告しており、その理由に、マルテンサイトラス境界に観察されたオーステナイト相をあげている。また、高合金鋼においては、高温でのオーステナイト化によつて残留粗大析出物が再固溶し、そのために靱性が向上することが知られている。しかし、これらは粒径の影響というよりはむしろ第2相の影響であり、上述のii)あるいはiii)の結果と矛盾して

いるとはいえない。本実験においては、Photo. 1からもわかるように、850°C OQの試料においても残留粗大析出物は認められない。また、X線回折によつてもオーステナイト相の存在は確認されなかった。これらのことは、Photo. 2に示すような電子顕微鏡観察や回折によつても確認された。したがつて、粒径の増大をもたらす高温でのオーステナイト化が靱性におよぼす影響のうち、上記の2つについては本実験では無視することができ



A) Steel No 2, austenitized at 850°C and oil-quenched.
B) Steel No 2, austenitized at 1250°C and oil-quenched after holding at 850°C.

Photo. 2. Electron micrographs.

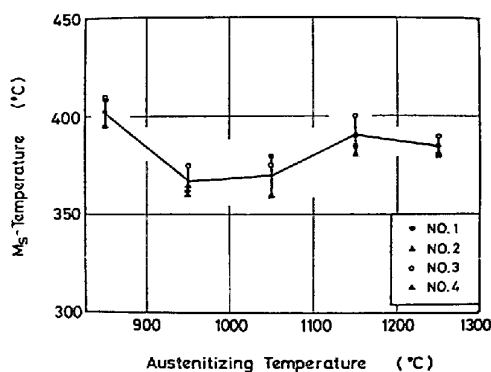


Fig. 11. Relationship between austenitizing temperature and M_s -temperature. The specimens were austenitized for 10 min, cooled rapidly to 850°C, held for 15 min at that temperature and then quenched.

るであろう。Photo. 2で見られるように、マルテンサイトラス内には微細な析出物が観察され、組織は油冷中に焼もどしを受けた Autotempered マルテンサイトである。焼もどし材においては、焼もどし温度によつて靱性は変化するので、オートテンパー材の場合、 M_s 温度の

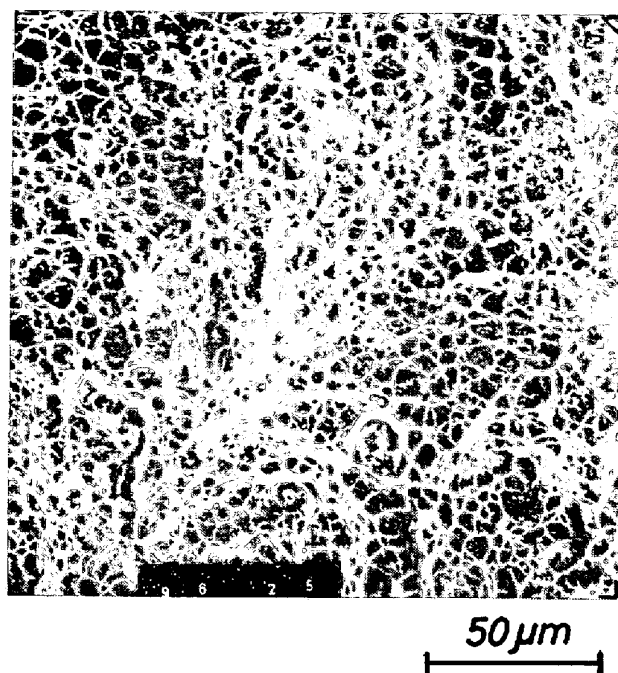


Photo. 3. Scanning electron fractograph of bending specimen. Steel No 2 austenitized at 950°C and oil-quenched after holding at 850°C, showing typical dimple fracture surface.

高低が靱性に影響をおよぼす可能性がある。すなわち、 M_s 点が高い場合、より高温で焼もどしを受けたことに相当するであろう。しかし、本実験試料の M_s 点は、Table 1 に示されているようにほぼ一定である。また、高温でのオーステナイト化による M_s 点の変化は、Fig. 11 に示すようにそれほど大きくない。Fig. 11 は Formaster 熱膨張計（試料形状：3 mm ϕ $\times$ 10 mm）によつて得られた結果であり、各試料は真空中で、所定のオーステナイト化温度に 15 min 間保持した後、850°C に急冷、同温度に 10 min 保持してアルゴンガスにより急冷を行なつた。この図からわかるように、オーステナイト化温度が高くなると、最初 M_s 点は多少低下の傾向を示し、次に上昇する。最初の低下傾向には、高温での加熱による固溶化促進が寄与しているのかもしれない。後半の M_s 点の上昇傾向²³⁾は粒径の増大がその一因と考えられる。ただし、ここでは脱炭については何の配慮もしていない。しかし、この結果によれば、 M_s 点は $\pm 15^\circ\text{C}$ の範囲でほぼ一定となつており、 M_s 点の高低による焼もどし状態への影響は大きいとは思われない。事実、電子顕微鏡による観察では析出物の形態に相違は認められなかつた。さらに、Photo. 2からもわかるように、マルテンサイトラスの大きさについて見ると、低温でオーステナイト化したものは高温でのそれに比べて、大きく成

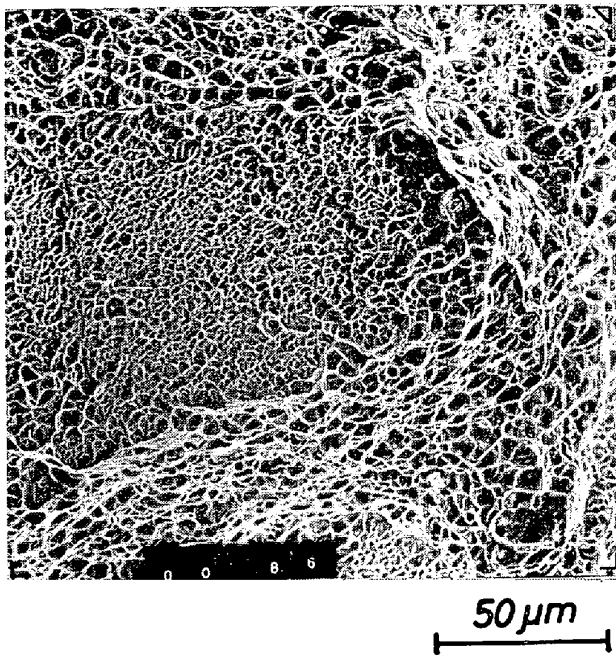


Photo. 4. Scanning electron fractograph of bending specimen. Steel No 2, austenitized at 1 250 °C and oil-quenched after holding at 850 °C, showing grain boundary fracture surface with dimple pattern.

長しているものが多少増加しているようがあるが、全体的に考えると、ラスの大きさが著しく増大しているとは言えない。これは低合金鋼についての従来の結果²⁴⁾と類似している。また、鋼種間での差違も認められなかった。

以上のように、高温でのオーステナイト化処理の靱性への影響因子としては、粒径の増大およびそれにとまなうバケットの粗大化が考えられ、上述したような i) の原因として知られている組織上の変化は、本実験では認められない。

粒径と破壊靱性との関係を考える場合、破壊の形態を考慮しなければならないことは既に指摘されている²²⁾。

本実験のように、破壊がすべてディンプル (Dimple) によつて生じる場合には、(Photo. 3 および Photo. 4) 結晶粒の靱性におよぼす影響は、へき開破壊の場合とは異なってくるであろう。すなわち、ディンプル破壊の場合には破壊はボイド (Void) の発生およびそれらの凝集の過程をとり、へき開破壊の場合のように、成長している亀裂に対する障害物として粒界を考えることはできないであろう。

ボイド発生位置間の距離を観察されるディンプルの大きさに等しいと考えると、Photo. 3 から明らかなように、ディンプルの直径は 10~5 μm 程度であり、この距

離は前オーステナイト粒径よりも小である。ディンプルの大きさは、粒径に関係なく、破壊が粒内ディンプルの場合には全鋼種ともに一定で、ほぼ上記の大きさであった。一方、Photo. 4 にその一例を示すように、No 1, No 2, No 3 および No 4 の 1 250 °C + 850 °C OQ の試料では、前オーステナイト粒界にそつたディンプル破壊が見られ、破壊靱性の急激な低下と対応している。これらの場合ディンプルの大きさは、粒内でのそれよりも微細で 5 μm 以下のものが大部分である。このことから粒界破壊の場合、ボイドの発生位置がより多いことが推察される。また、いずれの破壊様式の場合にも、ディンプルの内部には微細な第二相粒子が存在しているのが認められ、粒内ディンプルの場合、その大きさは 1 μm 以下 0.5 μm の程度のものが大部分であり、粒界ディンプルではさらに微細である。これらの第二相は、形状などから考えて酸化物系あるいは硫化物系の介在物であると考えられる。T. J. BAKER らは高温加熱時に MnS が基地鉄に固溶し、前オーステナイト粒界に再析出することを報告している²⁵⁾が、本実験においても同様な現象が考えられ、粒粗大化が生じた場合粒界面積の減少により、粒界での不純物濃度が大となつて粒界の脆化が促進され、粗大粒で粒界の破壊が容易になつたと考えられる。粒界破壊ではディンプルが浅いことすなわち破壊の際の塑性変形が小さいことは粒界の脆性を示しており、脆い粒界ではより小さい第二相粒子がボイド発生に寄与しうると考えられる。粒界破壊によつて、破壊靱性あるいは延性が低下することはマルエージ鋼についても明らかにされている⁸⁾²⁶⁾。その場合には、強度レベルの比較的低い溶体化処理状態では粒径が大となつても粒界破壊は認められないが過時効状態においては粒界ディンプル破壊を生じ、その原因として逆変態 γ 相が粒界に優先析出するためである²⁶⁾とされている。しかし本実験結果から考えて、マルエージ鋼の場合にも高温でのオーステナイト化による上述のような不純物の濃度が粒界で大となることは当然考えられる。事実、逆変態 γ 相生成が認められない高温時効状態で粒界破壊を生ずることはこのことを示唆しているものと思われる。さらに、過時効状態で逆変態 γ 相に粒界が優先的に生成すること自体にも粒界の不純物濃度が大であることが影響していることは十分考えられる。

さて次に、このような位置に発生したボイドが、破壊靱性値にどのように関係しているかを考えてみる。ディンプル破壊に関してはいくつかのモデルが提唱されているが、焼入れのままの状態では、加工硬度が大であることを考慮に入れて、次のように考えた。加工硬化材の開

口様式 (Mode I) を厳密に扱った理論は今のところないが、 $\tau = \tau_y (r/r_y)^n$ による加工硬化材に静的に荷重を加えた場合の COD 値 ϕ に対して、K-H. SCHWALBE が平面歪状態での疲労亀裂伝播をとり扱って得た結果²⁷⁾ を用いて、次式を導くことができる。なお、 τ および r はせん断応力およびせん断歪を示しており、 τ_y および r_y はおのおの降伏点での応力および歪である。

$$\phi = \frac{30(1-\nu)(1-2\nu)^2}{\pi^2(1+n)\sigma_y^2} \left[\frac{\sigma_y(1+\nu)}{E(1+n)} \cdot \frac{(1+n)^2}{n^{n/(1+n)}} \right]^{(1+n)} K^2 \quad (9)$$

一方、亀裂先端から最近接ボイド発生位置までの距離を X_0 とすると、RICE らのモデルによれば²⁸⁾、 ϕ_c/X_0 は発生したボイドの初期の大きさ、破壊発生時の歪などにより異なり

$$\phi_c/X_0 = 1.0 \sim 2.7 \quad (10)$$

となる。したがって今、中間値をとって、 $\phi_c/X_0 = 1.85$ を仮定すれば、式(9)は次のようになる。

$$X_0 = \frac{16 \cdot 2(1-\nu)(1-2\nu)^2}{\pi^2(1+n)\sigma_y^2} \left[\frac{\sigma_y(1+\nu)}{E(1+n)} \cdot \frac{(1+n)^2}{n^{n/(1+n)}} \right]^{(1+n)} K_{IC}^2 \quad (11)$$

RACK らは定数項に違いはあるが、上式と同様な式を用いて彼らの実験結果を第2相の間隔によつてよく説明で

きたとしている²⁹⁾。Table 3 に本実験で得られた結果を示す。加工硬化指数 n は、引張試験における塑性歪 $\varepsilon = 0.002 \sim 0.004$ の範囲で測定したものである。加工硬化指数 n は、フェライト粒径に対してはその依存性が認められているが、Table 3 からわかるように、前オーステナイト粒径が変化しても大きい差は認められなかった。得られた X_0 について考えると、破壊様式が粒内ディンプルの場合には、ほぼ一定で、 $X_0 = 5.8 \sim 7.9 \mu\text{m}$ ($\bar{X}_0 = 6.8 \mu\text{m}$) となり、先に述べた微細な第2相を中心を持つディンプル間の距離とほぼ等しい値となる。また、粒界ディンプル破壊の場合には、 X_0 は小さく、特に粒界ディンプル破面の割合の大である No 1 および No 2 の場合においては $X_0 = 3.0$ および $2.7 \mu\text{m}$ となり、やはりディンプルの大きさと対比できる。しかし、これらの場合には、用いた降伏応力あるいは加工硬化指数などが、脆化した粒界の性質を十分に示しているかどうか疑問の余地はあるが、以上のように、ディンプル破壊に対し加工硬化を考慮に入れたモデルを用いて考察した結果、得られた破壊靱性値は、前オーステナイト粒径よりも小さい間隔で分布している微細な第2相により律せられていることがわかる。なお、Table 3 には、計算で得られた ϕ_c も合わせて示されている。Fig. 7 の実測した ϕ_c に比較してかなり低い値となつている。

本実験において、破壊様式が等しい範囲内では、靱性値がオーステナイト化温度にほとんど影響されていないのは、粒径の増大およびそれにとまなうパケットの粗大化以外には、ほとんど組織的变化が見られず、しかも、破壊が介在物の大きさおよび分布密度などと直接関係するディンプル破壊であるためと思われる。さらに、より高温でオーステナイト化した場合には、破壊は前オーステナイト粒界にそつて生じ、靱性値は急激に低下する。しかし、これらの結果は、油冷という条件下でのものであり、冷却速度が異なつた場合、例えば、不純物の前オーステナイト粒界の再析出などの過程は異なつてくると思われその結果は当然違つてくると考えられる⁴⁾³⁰⁾³¹⁾。

E. W. WILLIAM⁷⁾らは焼入れのままの市販の 4330 鋼について破壊靱性値を求め、 870°C 、油冷で $K_{IC} = 60.0 \text{ Ksi}\sqrt{\text{in}}$ ($\approx 2100 \text{ N/mm}^{3/2}$) また 1200°C から食塩氷水に焼入れさらに液体窒素温度に冷却して $K_{IC} = 102.5 \text{ Ksi}\sqrt{\text{in}}$ ($\approx 3590 \text{ N/mm}^{3/2}$) を得ている。両者共に破面は全てディンプルであるが、後者の場合がディンプルはより大であることを示した。この結果は式(11)で示す傾向と一致し、後者の処理によりボイド発生位置間の距離が大となつたことが推察される。

先にふれたように、粒径一定で見た場合、No 1, No 2,

Table 3. Results of work hardening exponent n , mean spacing of the points responsible for dimple fracture X_0 and calculated critical crack opening displacement ϕ_c .

Treatment	Sample No	n^*	X_0 (μm)	ϕ_c (μm)
850°C × 25 min Oil quench	1	0.179	6.1	11.3
	2	0.171	6.3	11.7
	3	0.169	7.4	13.7
	4	0.165	7.6	14.1
950°C × 15 min + 850°C × 10 min Oil quench	1	0.162	6.2	11.5
	2	0.179	6.4	11.8
	3	0.189	7.2	13.3
	4	0.170	7.9	14.6
1 050°C × 15 min + 850°C × 10 min Oil quench	1	0.191	5.8	10.7
	2	—	—	—
	3	0.158	7.5	13.9
	4	0.175	7.3	13.5
1 150°C × 15 min + 850°C × 10 min Oil quench	1	0.177	6.1	11.3
	2	0.183	6.5	12.0
	3	0.183	7.1	13.1
	4	0.190	7.2	13.3
1 250°C × 15 min + 850°C × 10 min Oil quench	1	0.176	3.0	5.6
	2	0.189	2.7	5.0
	3	0.159	5.7	10.5
	4	0.177	5.2	9.6

* Measured over the plastic strain range of $\varepsilon = 0.002 \sim 0.004$.

No 3 および No 4 の順に靱性が向上している, 即ち V あるいは Nb 添加が多小靱性改善に寄与している傾向が見られるが, 本実験結果からは, その理由は明らかでない. 靱性値は粒径が増大すると多少減少する傾向があることあるいは $1250^{\circ}\text{C}+850^{\circ}\text{C}$ OQ の処理を行なった場合 Nb 添加鋼では特に粒界破壊が抑止されていることなどから考えてこれらの添加は粒界の性質改善の効果があるものと考えている.

5. 結 言

Ni-Cr-Mo 鋼を $850^{\circ}\text{C}\sim 1250^{\circ}\text{C}$ の種々の温度でオーステナイト化し, 850°C より油焼入れした状態で, 引張, 曲げおよび平面歪破壊靱性試験などを行ない, また組織および破面の観察を行なつて以下の結果を得た.

1) 実験的に小型曲げ試験片によつて求めた臨界 J 値は実測 K_{Ic} と良い対応を示し, COD あるいは K_{Ic} の測定が困難な大規模降伏領域においても, 臨界 J 値を実測して, 破壊靱性の定量的評価を行なうことができる.

2) 高温でのオーステナイト化は, 前オーステナイト結晶粒および変態後のパケットの粗大化をとめないそれにしたがつて, 引張性質は劣化する. 一方, 破壊靱性は前オーステナイト粒の粗大化とは無関係に一定であるがオーステナイト化温度がより高温になると, 粒界破壊を生じ, 靱性は急激に劣化する.

3) 破壊がディンプルによつて生じる場合には, 硫化物あるいは酸化物系介在物と考えられる微細な第二相粒子の分布間隔が破壊靱性と密接に関係する. したがつてその間隔の変化を伴わない場合オーステナイト化温度の変化は破壊靱性に影響を与えない.

4) 高温でオーステナイト化することによつて粒界は脆化し, より微細な第二相粒子がディンプル核となりうる. したがつて, その間隔が小となるため破壊は粒界にそつたディンプルによつて生じ, 破壊靱性値が急減するものと思われる.

5) 同一粒径で比較した場合, V あるいは Nb 添加により破壊靱性が良くなる傾向が認められた.

終りに, 本実験に関して有益な示唆, 討論をいただいた金属材料技術研究所, 鉄鋼材料研究部津谷和男部長に感謝いたします.

文 献

- 1) J. R. RICE: J. Appl. Mech., 35 (1968) June, p. 379
- 2) J. A. BEGLEY and J. D. LANDES: Fracture Toughness, ASTM STP 514, p. 1
- 3) J. A. BEGLEY and J. D. LANDES: Progress in Flow Growth and Fracture Toughness Testing,

- ASTM STP 536, p. 246
- 4) E. P. PARKER and V. F. ZACKY: Engng. Fract. Mech., 5 (1973), p. 147
- 5) V. F. ZACKY, et al.: Proc. 3rd Intern. Conf. on Strength of Metals and Alloys: Cambridge, England, 1 (1973), p. 175
- 6) J. A. McMAHON and G. THOMAS: 同上, p. 180
- 7) E. W. WILLSON, et al.: An Investigation of Metallurgical Factors which Affect Fracture Toughness of Ultra-High Strength Steels, DAAG 46-72-C-0220, (1973)
- 8) 河部, 他: 鉄と鋼, 60 (1974), p. 269
- 9) ASTM Designation: E-399-72 (1972)
- 10) BISRA Industry Report: MG/EB/350/68 (1968)
- 11) W. F. Jr. BROWN and J. E. SRAWLEY: Plane Strain Crack Toughness Testing of High Strength Metallic Materials, ASTM STP 410 (1967), p. 13
- 12) R. J. BUCCI, et al.: 2) に同じ, p. 40
- 13) D. ELLIOT, et al.: BISRA Open Report, MG/S/7/71 (1971)
- 14) A. A. WELLS and F. M. BURDEKIN: Intern. J. Fract. Mech., 7 (1971), p. 233
- 15) D. J. HAYES and C. E. TURNER: 同上, 10 (1974), p. 17
- 16) P. C. PARIS: Written Discussion to 2): 2) に同じ, p. 1
- 17) G. R. EGAN: Engng. Fract. Mech., 5 (1973), p. 167
- 18) N. LEVY, et al.: Intern. J. Fract. Mech., 7 (1971) 2, p. 143
- 19) J. R. RICE: Fracture, Vol. III, ed. by H. Liebowitz, (1968), p. 192 [Academic Press]
- 20) D. WEBSTER: Trans. ASM, 62 (1969), p. 759
- 21) M. MARVIC and J. H. SMITH: Technical Report, AFML-TR-71-213 (1973)
- 22) C. S. CARTER: Met. Trans., 1 (1970), p. 1551
- 23) A. S. SASTRI and D. R. F. WEST: JISI, 203 (1965), p. 138
- 24) 中島, 荒木: 鉄と鋼, 58 (1972), p. 1993
- 25) T. J. BAKER and R. J. JOHNSON: JISI, 211 (1973), p. 783
- 26) 河部, 他: 鉄と鋼, 59 (1973) 10, p. 1388
- 27) K. H. SCHWALBE: Intern. J. Fract., 9 (1973), p. 381
- 28) J. R. RICE and R. J. JOHNSON: Inelastic Behavior of Solids, ed. by M. F. KANNIENEN et al, (1970), p. 641, [McGraw Hill]
- 29) H. J. RACK and D. KALISH: Met. Trans., 5 (1974), p. 1595
- 30) R. O. RITCHIE and J. F. KNOTT: Met. Trans., 5 (1974), p. 782
- 31) D. KALISH and H. J. RACK: Met. Trans., 2 (1971), p. 2665

付 録

J. R. RICE¹⁾ により提唱された J 積分は、二次元弾性体を取り扱い、全歪理論 (Deformation Theory of plasticity) にしたがえば、線型弾性体のみならず弾塑性体にも適用することができる。

$$W(\epsilon) = \int_0^\epsilon \sigma_{ij} d\epsilon_{ij} \quad \dots\dots\dots (A1)$$

で定義される歪エネルギー密度を用いて、 J は次式のような線積分によつて与えられる。

$$J = \int_{\Gamma} \left(W dy - \vec{T} \frac{\partial u}{\partial x} ds \right) \quad \dots\dots\dots (A2)$$

ここで、

$\vec{T}$: 積分経路 Γ 上のトラクションベクトル

u : 変位ベクトル

s : 弧長

Γ を亀裂の下表面から発し、反時計回り亀裂先端の先方を通り、亀裂の上表面で終るように取れば、 J 値は積分経路 Γ に関係なく一定値となることが証明される。

一方、亀裂長さのみが異なる 2 つの同一物体に荷重が加えられた場合、各々の物体中の亀裂長さを a および $a + \Delta a$ とすると、 J は両者のポテンシャルエネルギー U の差として次式で与えられる¹⁾。

$$J = - \lim_{\Delta a \rightarrow 0} \frac{U(a + \Delta a) - U(a)}{\Delta a} = - \frac{\partial U}{\partial a} \quad \dots\dots\dots (A3)$$

(A3) 式を、線形弾性体について考えると、エネルギー解放率 (Energy release rate) G の定義より

$$G \equiv J \quad \dots\dots\dots (A4)$$

となり、 J は平面歪状態においては次式で示される。

$$J = \frac{(1-\nu)^2}{E} K^2 \quad \dots\dots\dots (A5)$$

BEGLEY らは (A3) 式をもとにして J 概念による破壊基準として、臨界 J 値を実験的に求める方法を提唱している²⁾³⁾。それによれば、亀裂長さ a を有する試験片に無荷重状態から P の荷重まで負荷した場合の荷重点での荷重方向へのたわみを Δ とすると、試験片になされる仕事量は荷重-たわみ曲線の下部分の、たわみ量 0 から Δ

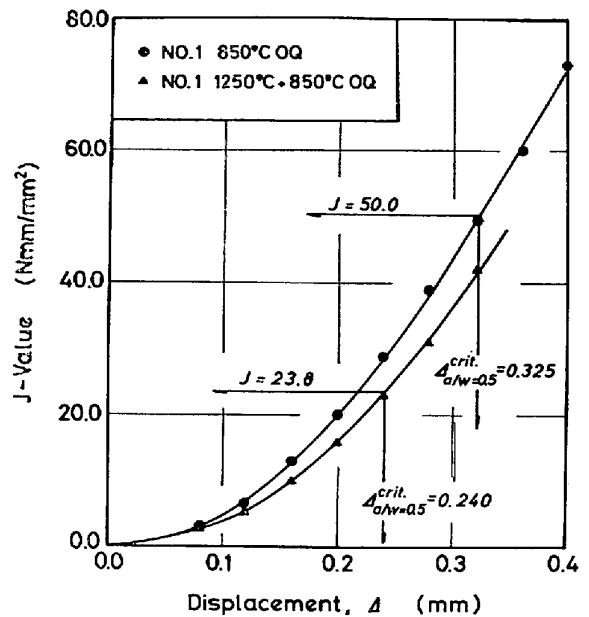


Fig. A1. Relationship between the displacement Δ and J -value, showing the determination process of the critical J -value for two kinds of specimens.

までの面積によつて与えられる。亀裂長さ a の異つた試験片について、試験片の単位厚さ当りになされる仕事量 U/B を求めると、 J は次式で与えられる。

$$J = - \frac{\partial (U/B)}{\partial a} \Big|_{\Delta = \text{const.}} \quad \dots\dots\dots (A6)$$

したがつて、 Δ をパラメータとして U/B と a との関係をプロットすれば、 Δ 一定の場合の J 値は $U/B - a$ 曲線の傾きの負の値として与えられる。(Fig. 8 参照)このようにして得られた J 値と Δ との関係の一例を Fig. A1 に示す。この図にもつて、亀裂の成長開始時の Δ すなわち $\Delta = \Delta^{\text{crit.}}$ に相当する J 値すなわち臨界 J 値を求めることができる。