

論 文

UDC 669.15-194.2 : 621.785.72.019

焼もどし脆化した中炭素鋼の破壊靱性*

福井 彰 一**・上原 紀 興***

Fracture Toughness of Temper-Embrittled Medium Carbon Steels

Shoichi FUKUI and Norioki UEHARA

Synopsis:

In order to find a clue to establish the relationship between fracture toughness and metallurgical factors, macroscopic energy (G_{IC}) for intergranular fracture of temper embrittled 0.3%C-1%Mn-1%Cr-0.02%P-0~3%Ni steels was investigated and it was compared with the surface energy of a crack (γ : true surface energy, γ_p : plastic strain energy in front of a crack) introduced from Griffith-Orowan's thermodynamic and/or microscopic criterion. To obtain the exact fracture toughness (G_{IC}) corresponding to intergranular fracture due to temper embrittlement, it is required not only to exclude the influence of stretched zone formation or normal rupture in front of fatigue pre-crack, but also to consider the influence of pre-crack path on fracture toughness. Fractographic studies were carried out in detail with a scanning electron microscope to find the exact energy for intergranular fracture mentioned above.

It was found that fracture toughness (G_{IC}) corresponding to intergranular fracture due to temper embrittlement was in the order of $10^3 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$. G_{IC} was much bigger than γ_S (surface energy) and γ_B (grain boundary energy), and it was found to be close to γ_P . If it is assumed that G_{IC} corresponds to γ_P , the reasons for the increase of degree of embrittlement ($\Delta FATT$) and the decrease of G_{IC} with Ni content in embrittled steels (P content is constant) are considered as follows. Intergranular fracture due to temper embrittlement is mainly caused by the decrease of γ_P , and the decrease of γ_P is considered, from AES analysis, to be due to the segregation of impurity elements and to the segregation of alloying elements such as Ni and Mn to austenite grain boundaries.

1. 緒 言

破壊力学に基づく K 値, G 値あるいは J 値などのいわゆる「破壊靱性」は工業的には構造物の安全性を評価するための材料特性の一つとして、近年ますます重要視されている。しかしこのような力学的あるいはマクロ的な材料評価値がミクロ的な金属学的因子とどのような関連を持つかは十分に明らかにされているとはいえず、これを明らかにすることは新材料を開発するうえでも重要であることはいうまでもない。本研究はこのような課題を検討するための手掛りを得ることを目的として、破壊靱性試験によつて検出されたマクロ的な破壊エネルギーが、ミクロ的に測定あるいは推測されている破壊エネルギーとどのような関連を持つかを調べようとするものである。

実験は鋼の脆性破壊の一つである高温焼もどし脆性に

よる粒界破壊を対象として行なつた。後に示すように脆性破壊の破壊条件について熱力学的あるいはミクロ的立場から導かれた Griffith の条件と、破壊力学から導かれた条件の類似性に着目すると、実験的に測定された破壊靱性値がミクロ的立場から与えられている粒界破壊に関わる各種の物理量をどのような関連をもつかを検討することができる考えた。

弾性き裂伝播に関する Griffith の必要条件¹⁾は(1)式に、Griffith-Orowan の必要条件²⁾は(2)式に示される。

$$\sigma_F = (2E\gamma/\pi c)^{1/2} \quad (\text{平面応力}) \dots\dots\dots (1)$$

$$\sigma_F = \{2E(\gamma + \gamma_P)/\pi c\}^{1/2} \quad (\text{平面応力}) \dots\dots (2)$$

ここで σ_F は破壊応力, c はき裂半長, E は弾性率, γ はき裂の表面エネルギー, γ_P はき裂先端の塑性変形エネルギーである。粒界破壊の場合には、粒界の表面エネルギーを γ_S , 粒界エネルギーを γ_B とすると、

* 昭和 51 年 4 月本会講演大会にて発表；昭和 52 年 11 月 17 日受付 (Received Nov. 17, 1977)

** 大同特殊鋼(株)中央研究所 工博 (Central Research Laboratory, Daido Steel Co., Ltd.)

*** 大同特殊鋼(株)中央研究所 (Central Research Laboratory, Daido Steel Co., Ltd., 2-30 Daido-cho Minami-ku Nagoya 457)

$$\gamma = 2\gamma_S - \gamma_B \dots\dots\dots (3)$$

である³⁾。

いつぼう，線形破壊力学においては弾性き裂の進展条件は次式で与えられる⁴⁾。

$$G_c = K_c^2 / E \quad (\text{平面応力}) \dots\dots\dots (4)$$

$$\sigma_F = (EG_c / \pi c)^{1/2} \quad (\text{平面応力}) \dots\dots\dots (5)$$

ここで K_c は限界応力拡大係数， G_c は限界き裂進展エネルギーである。(5)式と(1)，(2)式とを比較すると，焼もどし脆化した鋼の G_c を実験的に測定することにより粒界破壊の γ または $(\gamma + \gamma_P)$ を類推することが可能である。

いつぼう，合金鋼の高温焼もどし脆性は 600°C 前後の焼もどし後の徐冷あるいは焼もどし後 400°C から 600°C 付近で再加熱した場合に発生する⁵⁾。これは P, Sn, Sb, As などの不純物元素ならびに Ni, Cr, Mn などの合金元素が旧オーステナイト粒界に偏析するためと考えられ，この偏析の状況については近年オージェ分光分析をはじめとする表面分析装置の発達によつて次第に明らかにされつつある^{6)~9)}。しかし不純物元素などが旧オーステナイト粒界に偏析することにより旧オーステナイト粒界の破壊に対する抵抗がどのように変化するかについては若干の考察は行なわれているが¹⁰⁾ 実験事実として十分に明らかにされているとはいえない。ところで破壊靱性の実験手法を用いて焼もどし脆性による粒界破壊に要する仕事を求める場合には次のような点に留意する必要がある。すなわち破壊靱性試片の破面がマクロ的には粒界破壊あるいは劈開破壊などの脆性破壊の様相を呈していても，予き裂先端の破面を詳細に観察するとディンプル状の垂直破断や¹¹⁾あるいはストレッチ・ゾーン¹²⁾を形成している場合がある。このような場合には破壊靱性値は予き裂先端での材料の延性破壊に要する仕事を評価していることになる¹³⁾。そこで本研究では破壊靱性試片の破面観察を詳細に行なうことによつて，延性破壊等の影響がなく，粒界破壊のみに対応する破壊靱性値を見出すことに努め，それが従来一般的に知られている γ_S , γ_B , γ_P などの数値とどのような関連性があるかを調べた。

2. 実験方法

2.1 供試材

供試材は 0.3%C-0.25%Si-1%Mn-1%Cr-0.02%P を共通成分とし，Ni 量を 0, 1, 3% に変化させた三鋼種 (M32P, M41P, M42P) と，3%Ni を含有するが Mn 量が低い鋼種 (M44) との計四鋼種である。これらの供試材の製品でのチェック分析値を Table 1 に示す。P, Sn, Sb などの不純物元素を含有する鋼において Ni は高温焼もどし脆性による「脆化度」を増大させる元素として知られている¹⁴⁾。(ここで「脆化度」とは同じ化学成分を有する鋼の焼もどし脆化した状態と脆化しない状態での衝撃遷移温度の差である。)したがって Ni 量が異なる M32P, M41P, M42P 各鋼は脆化度と破壊靱性値がどのように対応するかを調べる目的で用いた。M44 鋼は破壊靱性値に対する予き裂の進行経路を調査する供試材として用いた。これらの供試材はそれぞれ大気中において高周波誘導炉で溶解後 50 kg 鋼塊とし，熱間鍛造により 15 mm 径の丸棒および 25 mm 厚×55 mm 幅の板に成形して各種の試験に供した。

2.2 熱処理

熱処理条件を Fig. 1 に示す。すなわち均一化焼なましによつて十分に均質化を行なつた後に 850°C 加熱後油冷の焼入れを行なつた。焼入れ後の旧オーステナイト結晶粒度番号は 7.5 から 10 の範囲にあり，いわゆる細粒であつた。また焼入れ状態の光学顕微鏡組織はほぼ全量がマルテンサイトであり，フェライト，パーライト，

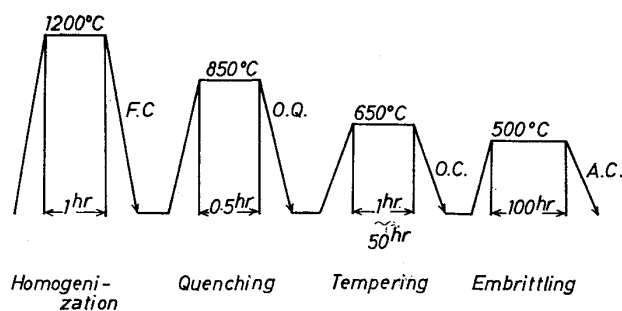


Fig. 1. Heat treatment.

Table 1. Chemical composition of steels.

Chemical composition (wt.%)													
Steel	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	Sn	Sb	As	Bi
M32P	0.32	0.22	1.02	0.017	0.010	<0.02	0.02	1.00	<0.02	<0.002	<0.002	0.004	<0.002
M41P	0.33	0.24	1.00	0.016	0.012	0.05	0.97	0.96	<0.02	<0.003	<0.002	0.002	<0.002
M42P	0.32	0.25	0.93	0.017	0.011	0.05	3.12	1.00	0.03	<0.003	<0.002	0.003	<0.002
M44	0.29	0.26	0.03	0.024	0.015	0.02	2.92	1.01	<0.02	<0.003	<0.002	<0.002	<0.002

ベイナイトおよび残留オーステナイトなどは観察されなかった。焼もどしは各鋼の焼もどし軟化抵抗が異なるため、 650°C での保持時間を調節して各鋼とも硬さが Hv 220 ± 10 になるように調整した。なお焼もどしの加熱保持時間は、M32P 鋼が 1.5 h, M41P 鋼が 30 h, M42P 鋼が 50 h, M44 鋼が 40 h である。焼もどし温度から油冷した状態を以後「靱性処理」状態 (Unembrittled) と呼ぶ。焼もどし後の脆化処理は 500°C で 100 h 保持する、いわゆる等温脆化処理を行なった。この処理を行なった状態を以後「脆化処理」状態 (Embrittled) と呼ぶ。これらの各熱処理はいずれも試験片を加工する前の素材の状態で行ない、加熱は大気中である。

2.3 試験

2.3.1 衝撃試験

深さ 2 mm の V 字形切欠試験片を使用し、JIS Z2242 に定める方法に準じて試験を行なった。高温 (最高 300°C) での試験は試験片を大気中で所定の温度に加熱し、また低温 (最低 -196°C) での試験は試験片を液体窒素またはドライアイスで温度調節したアルコール中で所定の温度に冷却して行なった。

2.3.2 引張試験

試験片は平行部径 6 mm, 平行部長さ 50 mm, 標点間距離 21 mm の丸棒試験片である。試験機はインストロン型引張試験機を用い、クロスヘッド速度 1 mm/min (0.05 min^{-1}) で行なった。低温での引張試験は液体窒素から発生する蒸気によって冷却する低温槽内で行なった。

2.3.3 破壊靱性試験

ASTM E399 に定める方法により、厚さ (B) 20 mm, 幅 (W) 50 mm のコンパクト・テンション試験片を用いて行なった。低温での破壊靱性試験は、引張試験と同様に低温槽内で行なった。得られた限界応力拡大係数 (K_Q) を用いて $2.5 (K_Q/\sigma_Y)^2$ を算出し (σ_Y は同一温度での降伏応力) これが試験片厚さ (20 mm) 以下の場合には K_Q は valid K_{IC} であるものと判定した。

2.3.4 破面観察

衝撃試験片破面の脆性破面率は倍率 5 倍の光学顕微鏡写真の上で面積計を用いて算出した。また引張試験片、破壊靱性試験片の破面観察は走査型電子顕微鏡を用いて行なった。

3. 実験結果と検討

3.1 引張性質

Fig. 2 に靱性処理ならびに脆化処理をした 0%Ni 鋼 (M32P), 1%Ni 鋼 (M41P), 3%Ni 鋼 (M42P) の降

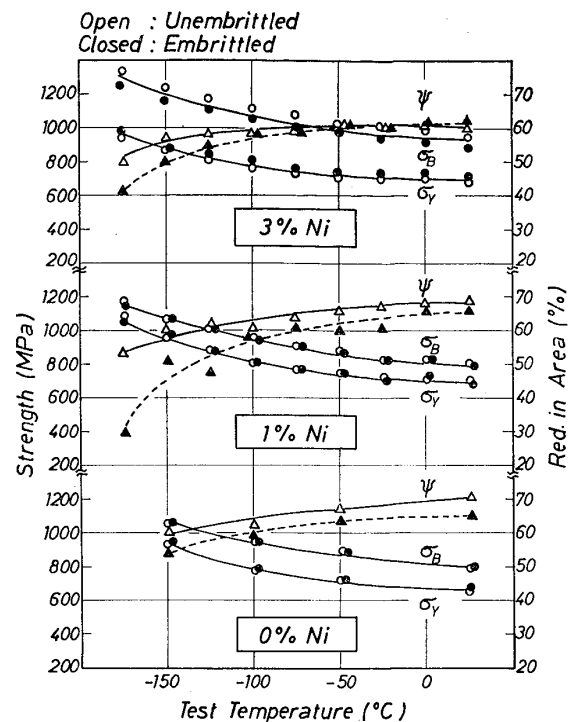


Fig. 2. Changes in tensile properties with test temperature. σ_Y , σ_B , ψ is 0.2% proof stress, tensile strength and reduction in area respectively.

伏強さ、引張り強さ (σ_B)、絞り (ψ) の試験温度による変化を示す。静的な強さについては三鋼とも室温から -175°C の範囲で脆化処理の影響は認められない。いっぽう、絞りについては脆化処理の影響が認められ、とくに 1%Ni 鋼および 3%Ni 鋼を -100°C 以下で試験をした場合に脆化処理材は靱性処理材に比較して絞りが低いことが認められた。破面観察を行なった結果、脆化処理による絞りの減少は破壊様式の変化に関係があると考えられた。すなわち Photo. 1 に示すように、 -100°C での引張り破面は靱性処理材が浅いディンプル破面ないしは擬劈開的な破面を呈しているのに対して、絞りの低い脆化処理材は明らかに粒界破壊である。これらの結果は従来の報告^{15)~20)}と矛盾しない。

3.2 衝撃試験による脆化度

Fig. 3 に靱性処理および脆化処理をした 0%Ni 鋼, 1%Ni 鋼, 3%Ni 鋼の衝撃吸収エネルギーと試験温度の関係を示す。Fig. 3 は脆化処理が上部シェルフ・エネルギーならびに下部シェルフ・エネルギーには影響を及ぼすことなく、吸収エネルギーの遷移曲線を高温側に移行させることを示している。なお上部シェルフ・エネルギーを示す状態での衝撃試験片の破面は靱性処理材ならびに脆化処理材ともディンプル状を呈しており、また下部シェルフ・エネルギーを示す状態では靱性処理材が擬劈開

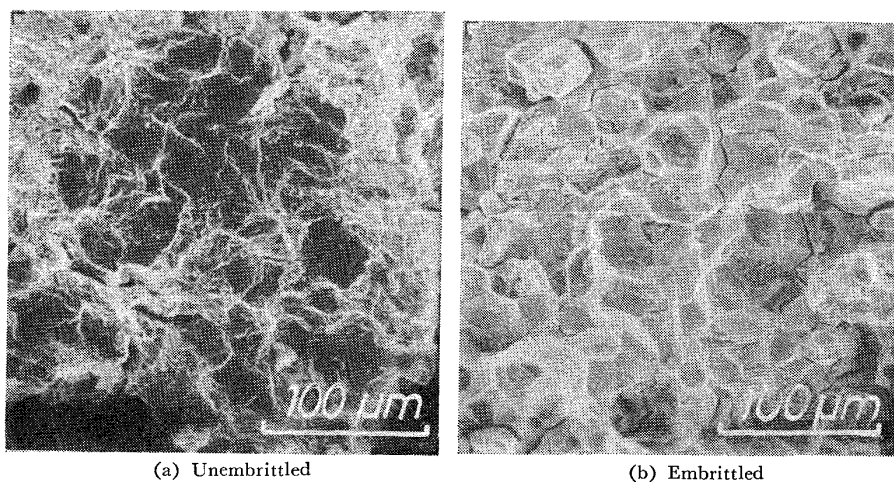
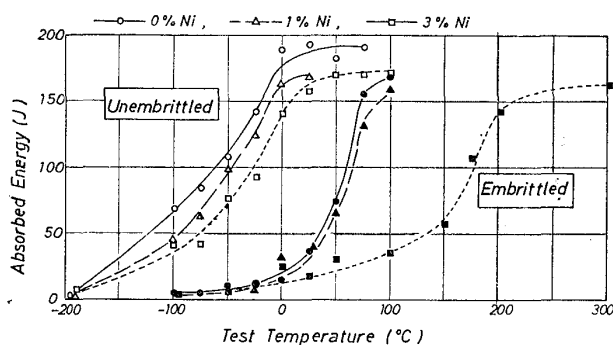
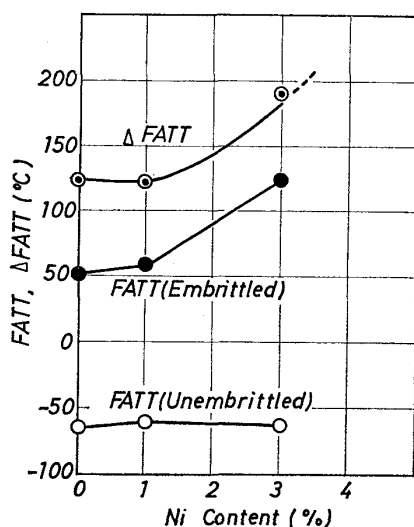
Photo. 1. Fractography of tensile specimens. (0%Ni steel, tested at -100°C)

Fig. 3. Changes in Charpy impact absorbed energy with test temperature.

Fig. 4. Influence of Ni content on FATT and Δ FATT of 0.3C-1Mn-1Cr-0.02P steels.

破壊, 脆化処理材は粒界破壊であつた。脆化処理による衝撃遷移挙動の定量的な評価は破面観察によつて行なつた。すなわち衝撃試験片の破面に占める脆性破面の面積率が 50% となる温度を破面遷移温度 (FATT) と定義

脆化処理材と靱性処理材の破面遷移温度の差 (Δ FATT) を脆化度と定義した。破面遷移温度および脆化度を Ni 量について整理した結果を Fig. 4 に示す。同図は靱性処理材の FATT は Ni 量が 0 から 3% の範囲内でほとんど変化しないのに対して, 脆化処理材の FATT は Ni 量の増加とともに上昇し, とくに Ni 量が 1% 以上でその傾向が著しいことを示している。また Δ FATT は Ni 量が 0 から 1% の間ではほとんど変化がなく, 1 から 3% の間で急増することを示している。なお Δ FATT と Ni 量の関係を示す曲線は, 0.3%C-1%Mn-1%Cr を基本組成とする鋼において作成した脆化度と金属学的因子の間の回帰式^{*42)} にもとづいて作図してある。

3.3 破壊靱性

3.3.1 破壊靱性値

靱性処理および脆化処理をした 0%Ni, 1%Ni, 3%Ni 鋼の限界応力拡大係数 (K_Q) と試験温度の関係を Fig. 5 に示す。靱性処理材は試験片厚さとの関係で, 三鋼とも試験温度 -180°C においてのみ平面歪状態における valid K_{IC} が得られた。靱性処理材の -180°C における破壊靱性試験片の破面には, 後述するような予き裂 (疲労き裂) 先端でのストレッチ・ゾーンは観察されず, 予き裂に続く急速破壊面は擬劈開破壊の様相を呈していた。いつぼう, 脆化処理材は 10%Ni 鋼は -75°C 以下, 1%Ni 鋼は -50°C 以下, 3%Ni 鋼は 10°C 以下の温度における測定値が valid K_{IC} であつた。その状態における急速破壊面は粒界破壊を呈していた。 -180°C で比較すると脆化処理材の K_{IC} は靱性処理材に比較して

* Δ FATT($^{\circ}\text{C}$) = $-845.3 + 5.0(\text{Hv}) + 11.0(\text{P}\% \times 1000) - 82.0(\text{Ni}\%) + 61.2(\text{N}_T) - 0.0054(\text{Hv})^2 - 0.11(\text{P}\% \times 1000)^2 + 9.92(\text{Ni}\%)^2 + 0.79(\text{N}_T)^2 + 0.0066(\text{P}\% \times 1000) + 0.37(\text{Hv})(\text{Ni}\%) - 0.30(\text{Hv})(\text{N}_T) - 0.26(\text{P}\% \times 1000)(\text{Ni}\%) - 0.48(\text{P}\% \times 1000)(\text{N}_T) - 0.95(\text{Ni}\%)(\text{N}_T)$ ただし基本組成: 0.3%C-1%Mn-1%Cr, 硬さ (Hv): 200~300, P %: 0.030, Ni %: 0~5, オーステナイト結晶粒度番号 (N_T): 0~9

約 1/2 から 1/3 であり、脆化処理によつて K_{IC} が低下することが判明した。また脆化処理材においては Ni 量が増加するとともに K_{IC} も減少することが認められた。焼もどし脆化した鋼の破壊靱性の測定例は数少ない

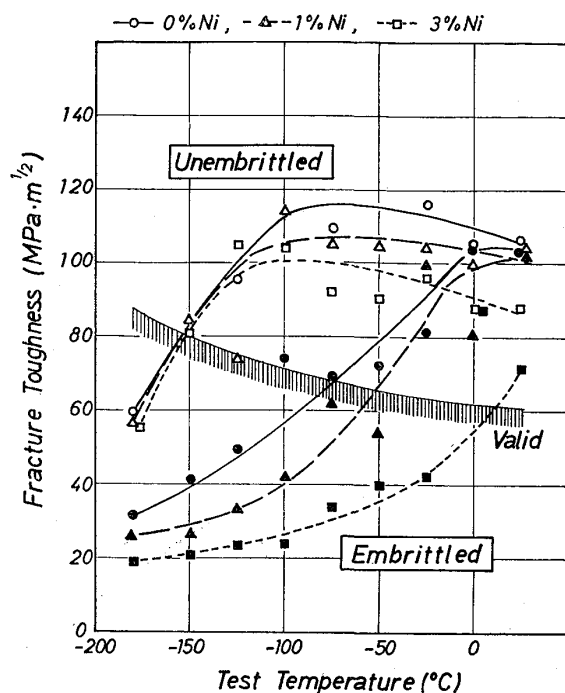


Fig. 5. Changes in fracture toughness with test temperature.

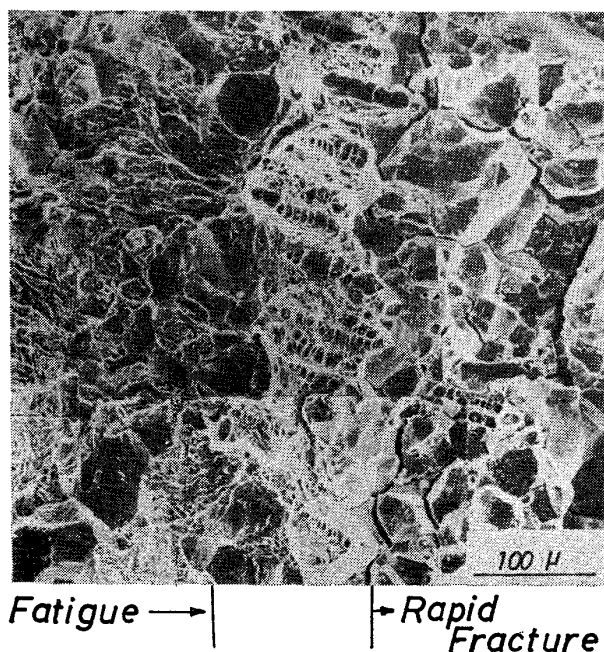


Photo. 2. Fractography of a fracture toughness specimen. (3%Ni steel in embrittled condition, tested at room temp.) Stretched zone and normal rupture are observed between fatigue pre-crack and intergranular crack.

がすでに報告されており²¹⁾²²⁾、焼もどし脆化処理によつて K_{IC} が低下するという点では本研究の結果と同様の結果が得られている。

3.3.2 破面観察による破壊靱性値の吟味 (1)

Photo. 2 に 3%Ni 鋼の脆化処理材の室温における破壊靱性試験片の破面を示す。破壊は画面の左から右の方向に進行しており、画面左側は疲労試験機によつて導入した予き裂である。破壊靱性試験における主き裂の破面は画面右側に示されるように粒界破壊であるが、予き裂（疲労破面）と主き裂（粒界破面）との間に約 10 から 20 μm 程度の幅のストレッチ・ゾーンと約 100 μm 程度の幅のディンプル破面が観察される。したがつてこの試験片の破壊の進行状況は次のように推定することができる。すなわち単調に増加する負荷によつて、まず予き裂の先端が鈍化 (blunting) しつつ前進してストレッチ・ゾーンを形成する¹²⁾。ストレッチ・ゾーン先端の歪量が限界量に達すると²³⁾垂直破断（延性破壊）が発生し、ディンプル破面を形成する。垂直破断の進行とともにき裂の進行速度は増大し、その速度が限界に達すると粒界破壊に移行する¹³⁾²⁴⁾、このような破壊の様式をとる場合には破壊靱性を支配するのは予き裂先端での材料の延性であると考えられており、破壊靱性と延性の間の関係式が提案され²⁵⁾²⁶⁾、その妥当性を確認した報告もある²⁷⁾。試験温度が低くなるにしたがつて、予き裂と粒界

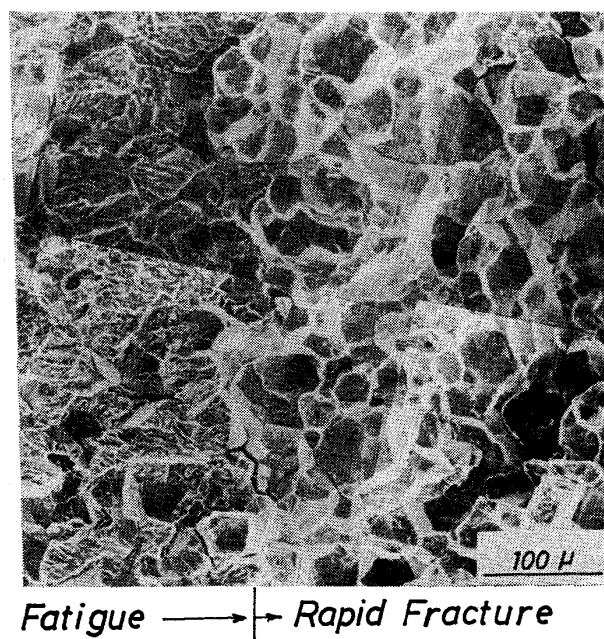


Photo. 3. Fractography of a fracture toughness specimen. (3%Ni steel in embrittled condition, tested at -100°C) Intergranular fracture is seemed macroscopically to occur directly from the front of fatigue pre-crack.

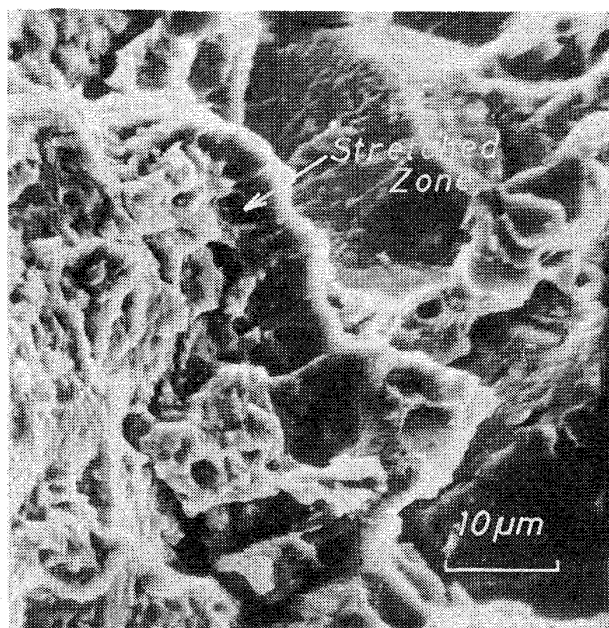


Photo. 4. Detail of the fracture surface shown in Photo. 3. Stretched zone is observed in front of fatigue pre-crack.

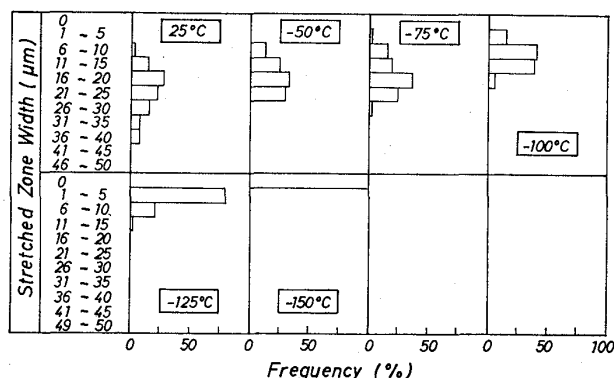


Fig. 6. Changes in stretched zone width of unembrittled 0.3 C-1 Mn-1 Cr-1 Ni-0.02P steel with test temperature.

破壊面の間にあるディンプル破壊面の幅は小さくなり、Photo. 3 に示すように 3%Ni 鋼の場合には試験温度 -100°C でほとんど観察されなくなる。しかし予き裂先端を詳細に観察すると Photo. 4 に示すように依然としてストレッチ・ゾーンが存在することが認められる。ストレッチ・ゾーンは巨視的な応力状態が平面歪状態の破壊靱性試験片の破面にも認められ²⁸⁾、またストレッチ・ゾーンが存在する場合には主き裂の破壊様式に関係なく破壊靱性はストレッチ・ゾーンの形成に支配されることが報告されている¹³⁾²⁹⁾。したがって本研究の目的である焼もどし脆性による粒界破壊の破壊靱性を評価する場合には、ストレッチ・ゾーンの存在しない状態で測定を行なう必要がある。ストレッチ・ゾーンの幅は試験温度

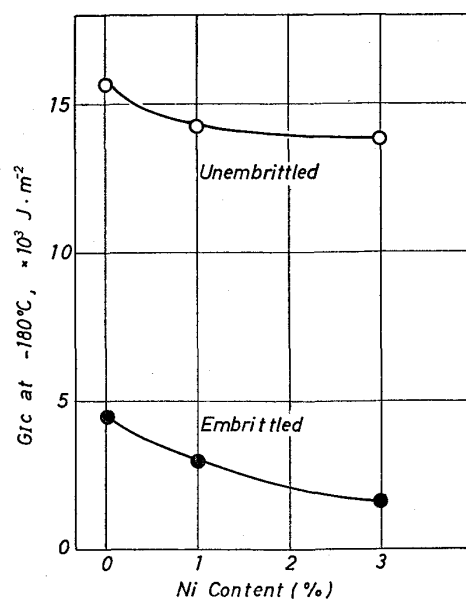


Fig. 7. Influence of Ni content on crack release rate (G_{IC}) at -180°C .

が低いほど小さくなるので、本研究で用いた 0, 1, 3% Ni 鋼のうちで最も低温までストレッチ・ゾーンが存在すると思われる 0%Ni 鋼についてストレッチ・ゾーンの幅と試験温度の関係について調査した結果を Fig. 6 に示す。この結果によれば試験温度が -150°C 以下であればストレッチ・ゾーンは形成されず、予き裂は直ちに脆性破壊へ進展することが判明した。そこで試験温度 -180°C における結果をとり、靱性処理材および脆化処理材のき裂の進展に要するエネルギー (G_{IC}) を Ni 量について整理し、結果を Fig. 7 に示した。ここで G_{IC} は $G_{IC} = K_{IC}^2(1-\nu^2)/E$ (ν : ポアソン比, E : 弾性率) の式によつて計算した。その結果、靱性処理材および脆化処理材とも G_{IC} は Ni 量の増加とともに減少すること、また粒界破壊が支配的な脆化処理材の G_{IC} は本実験の範囲内で $1.5 \sim 5 \times 10^3 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$ 程度であり、この値は擬劈開破壊が支配的な靱性処理材の G_{IC} の約 1/3 であることが認められた。

3.3.3 破面観察による破壊靱性値の吟味 (2)

焼入れ焼もどし鋼を用いて ASTM-E399 で推奨される条件* で疲労試験機を用いて予き裂を入れた場合、一般的には疲労き裂は旧オーステナイト結晶粒内を貫通するが、Fig. 5 に結果を示した本研究の破壊靱性試験片の場合も、Photo. 2 および Photo. 3 に例示したように疲労き裂は主として旧オーステナイト粒内を貫通していた。本節ではとくに粒界の破壊に要するエネルギーを評

* $K_{Ic}(\text{max})/E < 0.000192 \text{ m}^{1/2}$, $K_{Ic}(\text{max}) < 0.6K_Q$ 但し $K_{Ic}(\text{max})$ は疲労の最大応力に対応する応力拡大係数

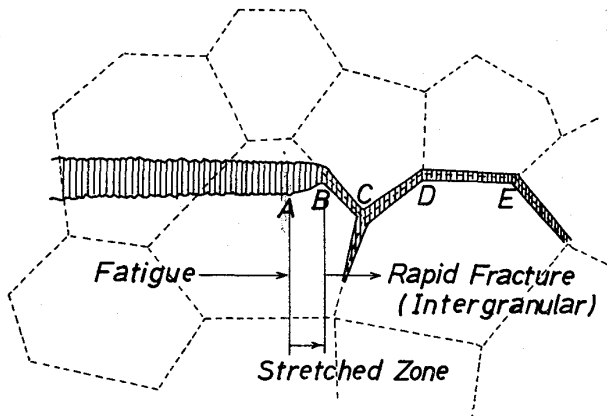
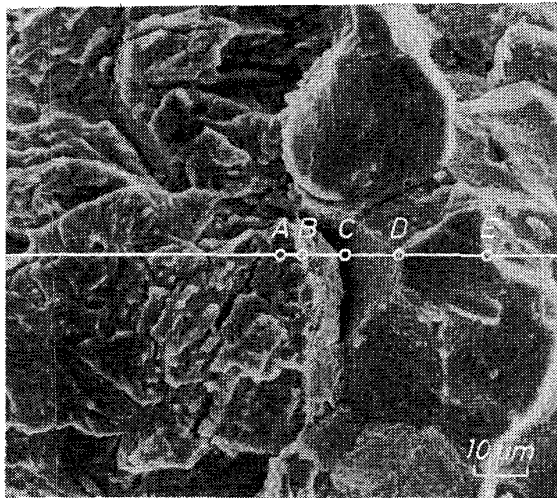


Fig. 8. Schematic illustration of crack extension in front of fatigue pre-crack. (3%Ni steel in embrittled condition, tested at -100°C .)

価する場合の予き裂の進行経路の影響について吟味を行なう。

Fig. 8 は 3%Ni 鋼の -100°C での破壊靱性試験片の破面写真をもとに、予き裂から主き裂への破壊の進行経路を推定して模式的に描写したものである。旧オーステナイト粒内 (A点) で停止している予き裂は、最初ストレッチ・ゾーンを形成しつつ前進し、B点で旧オーステナイト粒界に達すると旧オーステナイト粒界に沿って $B \rightarrow C \rightarrow D \rightarrow E$ のように破壊が進行している。試験温度がさらに低く、 -180°C の場合には Fig. 8 の A点とB点の間が擬劈開破壊を呈する。すなわち予き裂先端でのストレッチ・ゾーンの形成やディンプルの形成を抑制するように十分に低い温度で破壊靱性試験を行なっても、予き裂が旧オーステナイト粒内を貫通して進行している場合には、その停止点から最も近い旧オーステナイト粒界までの粒内破壊に要するエネルギーが、観測された G_{IC} に混入している可能性がある。この可能性を吟味するために、同じ材料を用いてそれぞれ旧オース

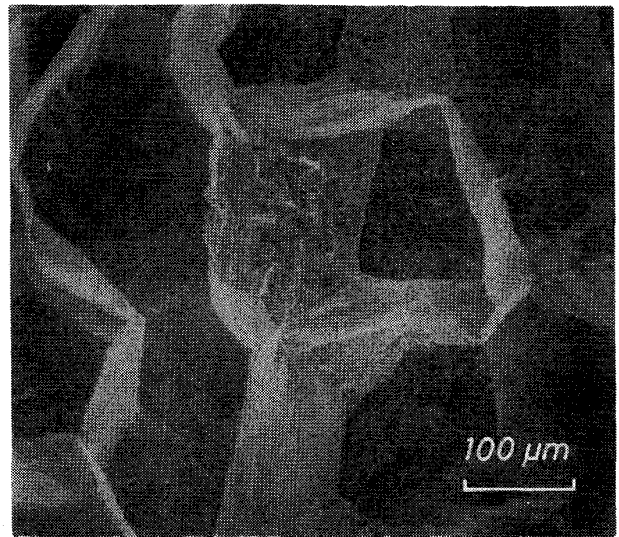


Photo. 5. An example of intergranular pre-crack introduced by fatigue at $K_f(\text{max}) : 56.4 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$. (M44 steel in embrittled condition)

Table 2. Influence of pre-crack path on fracture toughness. (M44 steel)

Fatigue Cracking		
Temperature	Room temp.	Room temp.
$K_f(\text{max}), \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$	31.9	56.4
Crack path	Transgranular	Intergranular
Fracture toughness		
Test temperature($^{\circ}\text{C}$)	-180°C	-180°C
$K_{IC}, \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$	53.0	48.4
$G_{IC}, \times 10^3 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$	12.4	10.4
Heat treatment : 1200°C O. Q. + 650°C oil cool + $500^{\circ}\text{C} \times 100\text{h}$ A.C.		

ナイト粒内と旧オーステナイト粒界を通る予き裂を疲労によつて導入し、その後同一の条件で破壊靱性試験を行ない、破壊靱性値に及ぼす予き裂の進行経路の影響を調べた。脆化処理を行なつた鋼の予き裂を疲労によつて導入する場合、オーステナイト粒度にかかわらず最大応力拡大係数 ($K_f(\text{max.})$) が小さい場合には疲労き裂は旧オーステナイト粒内を、旧オーステナイト粒が十分に大きく、かつ $K_f(\text{max.})$ が十分に高い場合には旧オーステナイト粒界を通ることを見出したので、本実験においては M44 鋼を用いて 1200°C から焼入れし、旧オーステナイト粒度番号を 2 ないし 3 程度に調節した後、旧オーステナイト粒内を通る予き裂を導入するために $K_f(\text{max})$ を $31.9 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 、また旧オーステナイト粒界を通る予き裂を導入するために $K_f(\text{max})$ を $56.4 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ に設定した。後者の条件で導入した疲労破面の一例を Photo. 5 に示す。その結果 Table 2 に示すように

旧オーステナイト粒界を通る予き裂から粒界破壊させた場合の G_{IC} は、旧オーステナイト粒内を通る予き裂から粒界破壊させた場合の G_{IC} の約 84% であった。Fig. 7 に示した脆化処理材（主き裂は粒界破壊）の G_{IC} はいずれも予き裂が旧オーステナイト粒内を通る場合の測定値であるので、粒界を通る予き裂から粒界破壊を進展させるに要するエネルギー（これを純粋に粒界破壊の進展エネルギーと考える）は Fig. 7 に示した数値より約 10~20% 低いと考える必要があるがオーダー的には大差ない。なお Table 2 に示した M44 鋼の K_{IC} , G_{IC} 値は Fig. 5 および Fig. 7 に示した脆化処理状態の同じ 3%Ni 鋼 (M42 鋼) よりかなり大きい。Fig. 1 に示した条件で熱処理した場合の M42 鋼の脆化度 ($\Delta FATT$) は 277°C, M44 鋼は 110°C であるので、M42 鋼と M44 鋼の脆化処理状態における破壊靱性値の大小関係は脆化度のそれと一致する。これは M44 鋼が M42 鋼より Mn 量が少ないために焼もどし脆性による脆化の程度が小さいものと考えられる³⁰⁾。

4. 考 察

焼もどし脆化処理を行なった 0.3C-Mn-Ni-Cr 鋼の破壊靱性値について破面観察によつて吟味を行ない、破壊靱性値に対する予き裂先端でのき裂鈍化や延性破壊、また予き裂の通過経路など各種の影響をとり除いた結果、粒界破壊のみに対応すると考えられる破壊靱性値は $G_{IC} \approx 10^3 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$ (-180°C) 程度であった。この値はミクロ的には γ_P に相当する値と考えられることを従来報告されている γ_S , γ_B , γ_P などの値と比較しながら以下に述べる。

焼もどし脆性は前述の通り P, Sb, Sn, As などの鋼中の不純物や Ni, Cr, Mn などの合金元素が旧オーステナイト粒界に偏析し、粒界の破壊に対する抵抗が低下するためと考えられている。事実、Fe-P 合金の実験結果では試料中の P 量が増加するにつれて γ_S , γ_B は低下するが、その値は $1 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$ の桁と報告されている³¹⁾。いづれもどし脆性の現象的な特徴は、破壊の遷移温度が上昇することであり、またそれは歪速度の影響を受けることから、焼もどし脆性による粒界破壊は不純物などの粒界偏析によつて γ_P が変化することによると考える方が合理的である¹⁰⁾³²⁾。脆性破壊に γ_P が関与する場合には $\gamma \ll \gamma_P$ であることは OROWAN が指摘しており³³⁾、劈開破壊については Fe-3%Si 合金を用いて実験的にそれが確認されている³⁴⁾。しかし焼もどし脆性による粒界破壊については確かな実験はなく、 $\gamma_P \approx 10^2 \sim 10^3 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$ と推定している場合があるが¹⁰⁾、本研究で得られた G_{IC} は

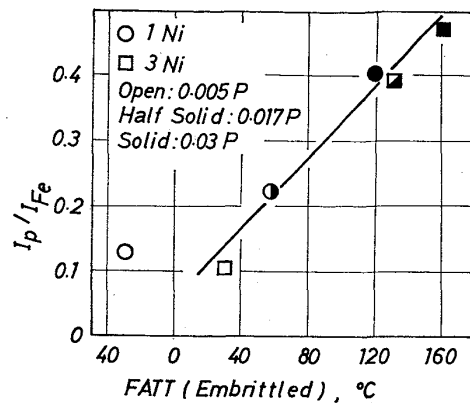


Fig. 9. Effect of Ni and P content on Auger spectroscopy of P and FATT.

この推定値と比較的良好に一致する。本実験で得られた G_{IC} が γ_P に対応する値であると考え、Fig. 7 に示したように脆化処理材の G_{IC} が Ni 量とともに減少する事実は次のように理解することができる。本実験に用いた供試材を含む 0.3%C-0.3%Si-1%Mn-1%Cr-1, 3%Ni-0.005~0.030%P 鋼の脆化処理後の粒界破面における AES 分析結果は文献 (35) に報告されている。Fig. 9 はそれより P の粒界偏析量に相当する測定値 (I_P/I_{Fe}) と FATT との関係図を引用したものであり、図中の半黒丸印と半黒四角印は本実験に用いた供試材 M41P, M42P である。同図は FATT と粒界における P の偏析の程度とは良い相関関係にあり、上記の組成の鋼においては焼もどし脆性の主因が P の粒界偏析であると同時に、Ni は P の偏析量を増加させることを示している。P はフェライトを固溶強化することは良く知られており、このような固溶強化元素が粒界近傍に濃縮すると粒界近傍の塑性変形態が低下するため、 γ_P が減少すると説明されている¹⁰⁾³⁷⁾。この説に従えば Ni 量が増加するにつれて脆化処理材の G_{IC} が低下する本実験の結果は、Ni が P の粒界への偏析量を増加することによつて間接的に γ_P を低下させるためと考えることができる。しかし上記の AES 分析結果では Ni 含有量が多いほど粒界破面における Ni および Mn の偏析の程度が大きいことも認められており、また Fig. 7 に示したように靱性処理材の G_{IC} も Ni 量が増加するにつれて若干低下する事実とを考慮あわせると、Ni 自身による γ_P の低下も考える必要がある。その意味で Ni と同様の効果を持つ元素としては Mn³⁸⁾, Cr³⁹⁾ などが知られており、今後不純物以外の合金元素の粒界偏析と脆化機構を解明することも重要な課題であろう。

次に焼もどし脆性の試験結果に対する試験法の影響について述べる。前述の通り焼もどし脆性による脆化の程

度を表わすためには脆化处理材と靱性処理材の衝撃試験による遷移温度の差, すなわち $\Delta FATT$ が従来一般的に使われてきた. しかし $\Delta FATT$ は焼もどし脆化による粒界の脆化の程度を正確に表現するものではないことは三村⁴⁰⁾ や KNOTT⁴¹⁾ が指摘したとおりである. 事実, 本研究においても Fig. 4 に示したように脆化处理材の FATT は Ni 量が 0 から 1% の間で高温側に移行し, Fig. 7 の破壊靱性試験の結果と同様に Ni によつて焼もどし靱性が助長されるとの知見が得られるのに対して, 靱性処理材の FATT も脆化处理材と同程度に高温側に移行するために, 見掛け上 $\Delta FATT$ は Ni 量が 0 から 1% の範囲でほとんど変化しないとの結果となる. したがつて焼もどし脆化の程度に及ぼす Ni 量の影響を表現する図としては Fig. 4 の $\Delta FATT$ に関する図よりも, Fig. 7 の G_{IC} の図の方が現象をより忠実に表現していると考えられる.

また Fig. 3 に示したように衝撃試験によつて得られた下部シェルフ・エネルギーには脆化处理の有無や Ni 量の多少の影響はほとんど検出されず約 4~5 J 程度であるのに対して, 破壊靱性試験結果では Fig. 7 に示したように衝撃試験では下部シェルフ・エネルギーが得られる -180°C において脆化处理材の G_{IC} は脆化处理材の G_{IC} の約 1/3 であり, しかも Ni 量の増加とともに減少することが明瞭に認められた. これはとくに破壊に要するエネルギーが低い領域では衝撃試験よりも破壊靱性試験の方がより正確であることを示すものであろう.

5. 結 言

破壊靱性試験によつて測定される破壊エネルギーと金属学的因子との関係を考える手掛りを得るために, Ni 量を変化させた 0.3%C-1%Mn-1%Cr-0.02%P-Ni 鋼を用いて高温焼もどし脆化した状態での破壊靱性値を測定した. 得られた破壊靱性値について破面観察によつて吟味を行ない, その結果をミクロ的な立場から報告されている粒界破壊に関わる各種の物理量と比較し, 下記の知見を得た.

1. 焼もどし脆化した供試材の破壊靱性値は Ni 量が 0 から 3% の範囲内で Ni 量が増加するにつれて次第に低下した. これは Ni 量が増加するにつれて衝撃試験による脆化度 ($\Delta FATT$) が増加する事実と傾向としては一致した.

2. 破壊靱性試片の破面観察により, 予き裂先端でのストレッチ・ゾーンや垂直破断などの延性破壊の痕跡が観察されない試験条件を選択した. そのような条件下では脆化处理材の G_{IC} は $10^3 \text{ J}\cdot\text{m}^{-2}$ の桁であつた.

3. 予き裂先端での延性破壊の影響をとり除いても, 予き裂が旧オーステナイト粒内を貫通している場合の G_{IC} は予き裂が粒界を進行している場合に比較して約 10~20% 高いことが判明した.

4. 粒界破壊に対応する G_{IC} の値は文献に報告されているき裂先端での塑性変形エネルギー (γ_P) に近い値である.

5. シャルピー衝撃値が 10 J 程度以下の著しく靱性が低い状態では衝撃試験よりも破壊靱性試験の方が熱処理や合金元素の影響を明瞭に検出できた.

本研究の発表を許可された大同特殊鋼(株)研究開発本部長藤原達雄博士に感謝の意を表します. また本研究は鉄鋼協会材料研究委員会 (委員長 (当時): 新日本製鉄(株)基礎研究所所長島晋一博士) における研究の一部として行なつたことを付記し, 委員長はじめ委員各位の御討論に謝意を表します.

文 献

- 1) A. A. GRIFFITH: Phil. Trans. Roy. Soc. A221 (1920), p. 163
- 2) E. OROWAN: Rept. Prog. Phys., 12(1948), p. 185
- 3) D. McLEAN: Grain Boundary in Metals (1957), (Oxford Press)
- 4) G. R. IRWIN: Encyclopedia of Physics, Vol VI (1958), (Springer, Heidelberg)
- 5) J. M. CAPUS: Temper Embrittlement in Steel (ASTM STP 407), (1968), p. 3
- 6) P. W. PALMBERG and H. L. MARCUS: Trans. ASM 62(1969), p. 1016
- 7) R. VISWANATHAN: Met. Trans., 2(1971), p. 809
- 8) H. L. MARCUS, L. H. HACKETT Jr., and P. W. PALMBERG: Temper Embrittlement of Alloy Steels (ASTM STP 499), (1972), p. 90
- 9) C. J. McMAHON Jr., and A. K. CIANELLI: Met. Trans. 8A(1977), p. 1055
- 10) A. JOSHI and D. F. STEIN: Temper Embrittlement of Alloy Steels (ASTM STP 499), (1973), p. 59
- 11) D. ELLIOT and H. STUART: BISRA Open Rep. MG/C/49/'70
- 12) G. A. GRIFFIS and J. W. SPRETNAC: Met. Trans. 1(1970), p. 1077
- 13) R. C. BATES, W. G. CLARK and D. M. MOON: Correlation of Fractographic Feature with Fracture Mechanics Data (ASTM STP 453), (1969), p. 192
- 14) R. H. GREAVES and J. A. JONES: JISI, 111(1925), p. 231
- 15) R. H. GREAVES: JISI, 100(1919), p. 329
- 16) R. H. GREAVES, M. FELL and R. HATFIELD:

- JISI 100(1919), p. 340
- 17) *F. R. LARSON* and *J. NUNES*: Trans. ASM, 53 (1961), p. 663
 - 18) *F. R. LARSON* and *F. L. CARR*: Trans. ASM, 55(1962), p. 599
 - 19) *F. R. LARSON* and *J. NUNES*: Proc. ASTM, 62 (1962), p. 1192
 - 20) *F. L. CARR* and *F. R. LARSON*: Proc. ASTM, 62 (1962), p. 1210
 - 21) *G. BERRY* and *R. BROEK*: Met. Sci., 10(1976), p. 286
 - 22) *R. O. RITCHIE*, *L. C. E. GENIETS* and *J. F. KNOTT*: 3rd Int'l Conf. Strength of Metals and Alloys (1973, Cambridge), p. 124
 - 23) *U. E. WOLFF*: Application of Electron Microfractography to Materials Research (ASTM STP 493), p. 20
 - 24) *J. F. KNOTT* and *A. H. COTTRELL*: JISI, 201 (1963), p. 249
 - 25) *G. T. HAHN* and *R. A. ROSENFELD*: Applications Related Phenomena in Ti-Alloys (ASTM STP 432) (1968), p. 5
 - 26) *P. F. THOMASON*: Int'l J. Fract. Mech., 7(1971), p. 409
 - 27) *R. K. RANDEY* and *S. BANERJEE*: Eng. Fract. Mech, 5(1973), p. 965
 - 28) *J. A. RICE* and *J. M. JOHNSON*: Inelastic Behavior of Solids (Proc. Battelle Inst. Met. Sci. Collq., 1969)
 - 29) 福井彰一, 上原紀興: 日本金属学会講演概要集 (1973, Apr.), p. 147
 - 30) *D. McLEAN* and *L. NORTHCOTT*: JISI, 158(1953), p. 169
 - 31) *E. D. HONDROS*: Proc. Roy. Soc., 286, A(1965), p. 479
 - 32) *M. E. FINE* and *H. L. MARCUS*: Met. Trans., 2 (1971), p. 1473
 - 33) *E. OROWAN*: Fatigue and Fracture of Metals (1952), p. 139 (John-Wiley and Sons)
 - 34) *J. J. GILMAN*: J. Appl. Phys., 31(1960), p. 2208
 - 35) 井上 泰: 材料研究委員会報告「鋼の焼もどし脆性に関する研究」(1975), p. 147 (日本鉄鋼協会)
 - 36) *E. C. BAIN*: Functions of the Alloying Elements in Steel (1939), p. 66
 - 37) *J. J. GILMAN*: Fracture (1953), p. 193 (John-Wiley and Sons)
 - 38) *J. R. Low Jr. et. al.*: Trans. AIME, 242(1968), p. 14
 - 39) *A. PREECE* and *R. D. CARTER*: JISI, 173(1953), p. 387
 - 40) 三村 宏: 鉄と鋼, 57(1971), p. 2273
 - 41) *J. F. KNOTT*: Metallurgia, 77(1968), p. 93
 - 42) 福井彰一, 上原紀興: 材料研究委員会報告「鋼の焼もどし脆性に関する研究」(1975), p. 147 (日本鉄鋼協会)