

## 論文

UDC 669.14.018.41 : 669.15'24'28'873-192 : 539.56.096

## Fe-13%Ni-3%Mo-0.2%Ti 合金の低温における破壊靱性\*

石川 圭介\*\*・津谷 和男\*\*・丸山 典夫\*\*\*

## Fracture Toughness of Fe-13%Ni-3%Mo-0.2%Ti Alloy at Cryogenic Temperature

Keisuke ISHIKAWA, Kazuo TSUYA, and Norio MARUYAMA

## Synopsis:

Fracture tests at cryogenic temperature were carried out on Fe-13%Ni-3%Mo-0.2%Ti alloy for cryogenic service. The results showed that this alloy did not yield cleavage fracture even at 4 K. The temperature dependence of the fracture toughness was smaller than those of the yield and the tensile stress. The clear transition temperature was not observed down to 4 K. The ductile-brittle transition temperature decreased with Ni concentration in B.C.C. iron ( $\alpha$ -iron) alloy and was extrapolated to 0 K at about 13% of Ni. This estimated value agreed with the results obtained by Charpy impact test.

The structural materials for cryogenic use should possess high strength and toughness for safety at lower temperature. The yield stress (proof stress) and the fracture toughness of this alloy were 750 MPa at 300 K and 90 MPa $\sqrt{\text{m}}$  at 4 K, respectively. The good balance between them was satisfied in this alloy.

## 1. 序論

超高温、極低温、超高压、超高真空等の極限状態と考えられる分野における技術開発がさけばれている。このような環境における新現象の発見とその実用化、また極限状態を出現させる新しい技術の開発には、工業技術の現状を飛躍的に前進させるという期待がある。その中の一つである極低温技術は、ガスの液化にはじまり最近では LNG 関連の技術はほぼ完成しているといつても過言でない。また究極的な液化ガスであつた He の液化の成功は超電導現象という全く予期しなかつた新現象を発見させた。今日では超電導現象の実用化は各国で精力的に行われている。とくにエネルギー分野において期待が大きく、省エネルギー、および省資源に関して送電用ケーブルの開発、および大型発電機の開発があげられる。また新しい輸送システムとしての磁気浮上列車、新しいエネルギーを開拓する核融合炉の開発などがあげられる<sup>1,2)</sup>。発電機、核融合炉は大型化することにより効率が上がるという必然的な要請があるため、実用段階においては巨大な構造物になることが予想される。大型化すると同時に、超電導状態を保持するため極低温（4 K 近くを考える）下に耐えねばならない。このような環境

下で使用される構造材料への要求は、単純なものではなく厳しいものと考えられる。しかし構造材料の基本として備えるべき性質は高強度と安全性の観点から高靱性であろう。しかし 4 K における材料試験は、歴史的にも要求が少なかつたのでデータの蓄積がとぼしい。また材料特性の温度依存性は、極低温になると熱的性質が重要な支配因子となるため、連続性が保証されない場合があり高温のデータからは予測が難かしい。したがつて極低温における材料試験は、既存の材料の使用可能性の検討のためおよび信頼できるデータを蓄積するということからも今後積極的に行われる必要がある。

B C C 鉄合金は強度においてすぐれた特性を有するにもかかわらず、低温脆性という先天的とも思われる欠点がある。この機構の明解な説明はなされていないが、低温脆性を除去する実用上の努力は続けられてきた。その一つとして 6 K においても脆性破壊を示さない鉄合金が開発されている<sup>3)</sup>。

本論文においては、極低温用構造材料として高強度、高靱性という観点から新しく考案された B C C 鉄合金である Fe-13%Ni-3%Mo-0.2%Ti 合金の極低温における特性を調べてみた。この合金は強磁性体であるため、用途が限定されるが、強度と靱性においてバランスがと

\* 昭和 52 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 52 年 10 月 25 日受付 (Received Oct. 25, 1977)

\*\* 金属材料技術研究所 工博 (National Research Institute for Metals, 2-3-12 Nakameguro Meguro-ku Tokyo 153)

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

Table 1. Chemical composition (wt%) of the tested material.

Ni	Mo	Ti	C	P	S	N	Fe
13.4	3.17	3.17	0.21	0.003	0.004	0.0016	Bal.

れているもの一つと考えられる。引張、破壊非性試験の結果、4Kにおいてもへき開破壊による脆性も遷移現象も示さなかつた。また鉄の遷移温度は添加Ni量に依存しあよそ13%を含有すると0Kになることが破壊非性試験により明らかになつた。

## 2. 実験方法

### 2.1 試料

使用した試料はすでに著者が提案したBCC鉄系極低温用構造材料の一つ<sup>4)</sup>で化学分析の結果はTable 1に示してある。真空高周波溶解により17kgインゴットを真空中で鋳造した。インゴットは大気中1200°C(1473K)で2hの均質化したあと、同温度にてプレスにより60□の棒材にした。いつたん室温まで冷却後切断しふたび1200°Cで2h加熱後、同温度で板厚13mmおよび6mmの板に圧延した。圧延は一方向のみを行い、一回の圧下率は20~25%であつた。

熱処理は標準的なオーステナイト化および再加熱処理を施した。オーステナイト化は900°C(1173K)で2h保持し空冷した。その後、600°C(873K)で2hの再加熱を施した。これは本合金における強度と非性の間によい釣合の特性がえられる処理である。本合金のA<sub>f</sub>、M<sub>f</sub>はそれぞれ670°C(943K)と260°C(533K)である。上述の処理を施した材料の光学顕微鏡組織はPhoto. 1に示す。平均前オーステナイト粒度は比較的小さく十数μmである。腐蝕液は2%硝酸ナイトールを使用した。

### 2.2 試験方法

#### 2.2.1 引張試験

使用した引張試験片の寸法はFig. 1(a)に示す。引張試験片は、引張軸が圧延方向と一致するように採取した。試験温度は300K(室温)、77K(液体窒素温度)、および4K(液体ヘリウム温度)である。4Kにおける試験は同時に6本の試験が順次に行える治具(最大容量0.2MN)をクライオスタット内に収めたものを使用して行つた<sup>5)</sup>。引張速度は2mm/minの一定とした。この場合の初期歪速度は1.67×10<sup>-3</sup>sec<sup>-1</sup>である。

#### 2.2.2 破壊非性試験

使用した試験片の寸法はFig. 1(b), (c)に示す。Fig. 1(b)は標準のシャルピー試験片(10×10×55,

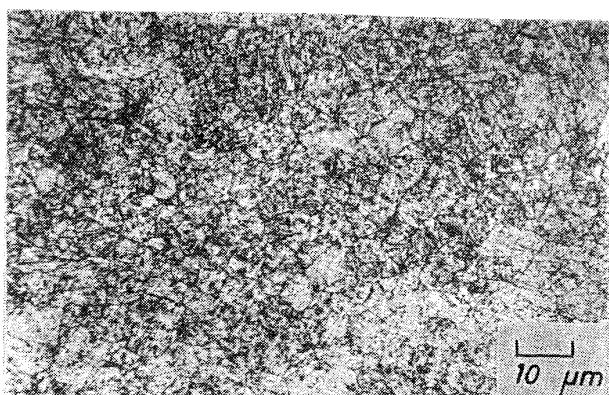


Photo. 1. Optical micrograph of the cross section of the plate material perpendicular to the rolling direction.

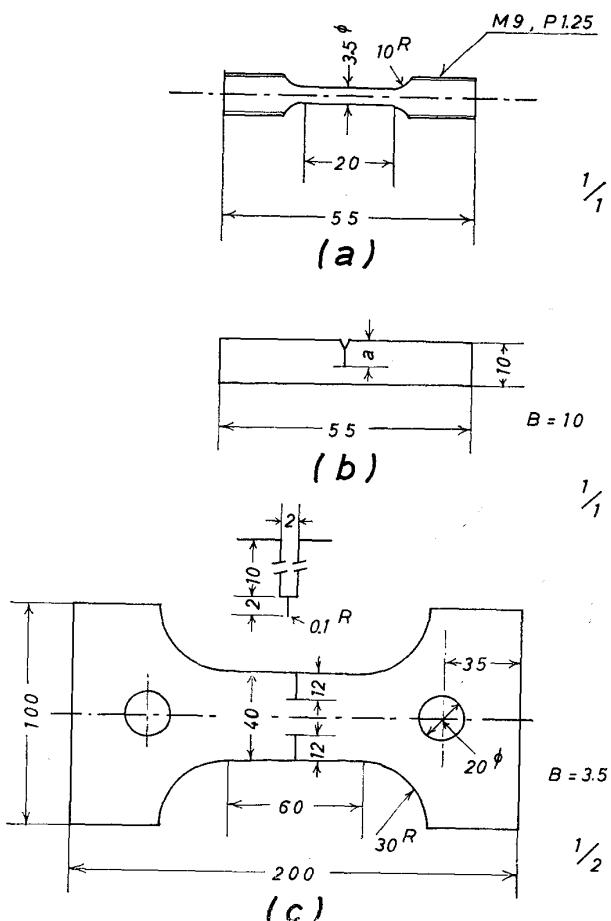


Fig. 1. Dimension of the used specimens, (a) the round tensile specimen, (b) the 3 point bend test specimen, and (c) the double notch plate specimen.

2mmVノッチ, R=0.25)に疲労亀裂を導入したものである。疲労亀裂の導入条件はASTM規格をみたしている。破壊非性試験はスパン距離40mmの3点曲げ試験により行つた。試験温度は2.2.1同様に300K、77K、および4Kである。4Kの試験は上述のクライオ

スタッフ内に同時に3本の曲げ試験が順次に行える回転式の治具(最大容量0.2MN)を収めて行つた。アンビルの降下速度は1mm/minと一定とした。

Fig. 1(c)に示す切欠付平板試験片(Double notch plate specimen)は放電加工により亀裂を導入したものである。試験は温調を装備したクライオスタッフを使用して行つた。試験温度は4K, 20K, 77K, 181Kおよび300Kである。引張治具の最大容量は1MNである。また引張速度は2mm/minの一定とした。

2.2.1および2.2.2において使用した試験機は最大容量1MNの島津製作所製のDSS-10Tである。

### 2.2.3 破面観察

破面観察は、とくに4Kにおける引張試験片および3点曲げ試験片の走査電顕観察を行つた。JEOL, JSM-T20を使用し加速電圧は25kVで2次電子像を写真撮影した。

## 3. 実験結果

### 3.1 引張特性の温度依存性

引張試験における、荷重-変位曲線の温度依存性は、Fig. 2に示される。曲線の形状は試験温度に著しく依存する\*。

300Kにおいては均一伸びが小さいわりにくびれてからの伸びが大きいのが特徴である。試験温度を77Kに下げるとき、低い加工硬化率のもとでの均一伸びが増大する。この傾向は多くの金属材料にみうけられ、結晶構造などにもよらないようである<sup>7)</sup>。現在のところ伸びを支配している因子は明りようでないため詳しい説明は困難である。後述するように、へき開破壊などの遷移現象とともに急激破壊の起こらない場合には、低温になるにつれて塑性変形の均一化が増し、その結果として均一伸びが

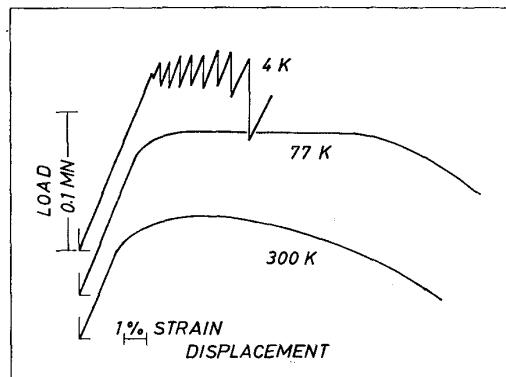


Fig. 2. Load-displacement curves of the tensile tests at various temperature.

\* 4Kにおいては、荷重-変位曲線の形状は速度にも大きな依存性を示す<sup>6)</sup>。

増すと考えられる。さらに温度が低下すると塑性変形自体に不連続性が現れてくる。4Kにおいて見られる鋸歯状の不連続変形は、応力振幅に比例した大きさの突発音が発生する。このような塑性挙動は、ほとんどの金属、合金で観察されている<sup>8)9)10)</sup>。また比較的高純度の鉄においても同様な不連続変形が認められている<sup>11)12)</sup>。極低温における不連続変形の機構として、双晶変形<sup>13)</sup>、塑性誘起変態<sup>14)</sup>および断熱変形<sup>9)</sup>が考えられる。本合金においては、4Kにおける破壊試験片の組織観察から双晶が認められないこと、また塑性的にまた熱的に不安定なオーステナイト相の存在がほとんど認められないことから、極低温における変形応力の上昇と熱的性質の著しい変化によつて局所的な温度上昇に助けられた塑性変形がなだれ的に発生すると考えられ、BASINSKI<sup>9)</sup>が提唱した断熱変形が支配した結果、不連続変形が生じたと推論される。したがつて応力低下は変形応力の温度依存性によつて支配されている。本合金の4Kにおける応力低下量と変形応力の温度依存性からの粗い見積では、およそ50Kの温度上昇が4Kにおける不連続変形時に局所的に予想される。

Fig. 3は引張特性の試験温度依存性である。耐力(0.2%歪の応力)および引張応力は温度の低下とともにない上昇しているが、その割合はBCC系の純金属に比べ低い。伸び(全伸び)はすでに述べたように均一伸びに類似され77K近傍に山をもつとみなせる。しかし絞りは温度降下とともに単調に低下している。

### 3.2 低温における破壊靭性値

破壊靭性値の測定は、Fig. 1(b)(c)に示す試験片を

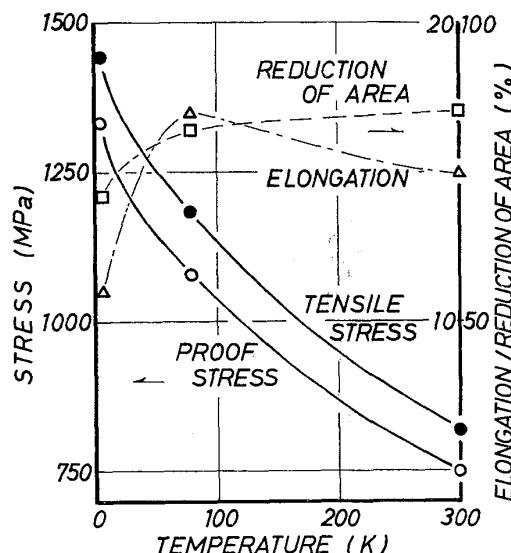


Fig. 3. Temperature dependence of the tensile properties of Fe-13%Ni-3%Mo-0.2%Ti alloy.

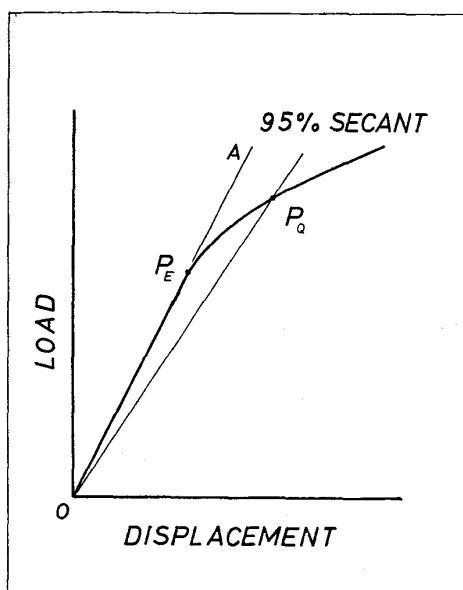


Fig. 4. Schematic load-displacement curve for the determination of  $P_E$  ( $K_E$ ) and  $P_Q$  ( $K_Q$ ).

用い、限界値の測定はクリップ・ゲージを使わず Fig. 4 に示すように、荷重-クロスヘッドの変位曲線から求めた。 $K_E$  は弾性限からずれる点の荷重  $P_E$  から、 $K_Q$  は  $\overline{OA}$  より勾配で 5 % 低い直線との交点  $P_Q$  から次式を使って求めたもので厳密な  $K_{IC}$ ,  $K_C$  ではない\*。

3 点曲げ試験片の  $K$  値の計算式は

$$K = 6M\alpha^{1/2}/BW^2 \cdot Y$$

$$Y = 1.93 - 3.07(a/W) + 14.53(a/W)^2 - 25.11(a/W)^3 + 25.80(a/W)^4 \quad (1)$$

である。ここで  $M$  は  $PS/4$  であたえられる曲げモーメント、 $P$  は荷重、 $S$  はスパン距離 (40mm)、 $a$  は亀裂の全長、 $B$  は板厚、 $W$  は板幅である。また切欠付平板試験片においての  $K$  値は、次式を用いた。

$$K = Pa^{1/2}/BW \cdot Y$$

$$Y = 1.98 + 0.36(2\bar{a}/W) - 2.11(2\bar{a}/W)^2 + 3.42(2\bar{a}/W) \quad (2)$$

ここで  $\bar{a} = (a_1 + a_2)/2$  とした<sup>15)</sup>。

Fig. 5 は 4 K, 77 K および 300 K における曲げ試験の荷重-変位曲線である。300 K および 77 K においては曲げ変形の初期に、亀裂の不安定成長は認められない。しかし 300 K においては全過程において全く認められないが 77 K においては、安定成長後に不安定成長がくり返し認められる。4 K においては、塑性変形の不連続性と判別ができないため現段階では明確なことはいえない。

\* 絶対値を求めるることは困難であるため、ここではあくまで温度依存性の相対的变化を注目した。

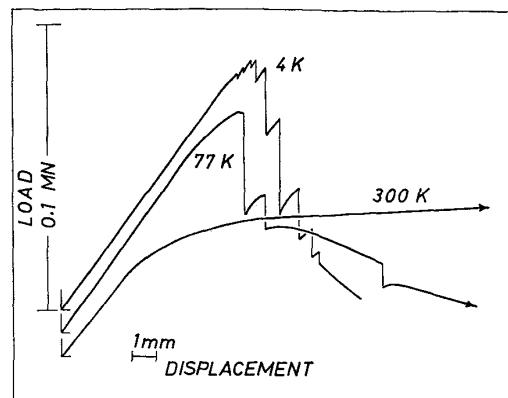


Fig. 5. Load-displacement curves of the 3 point bend test at various temperature.

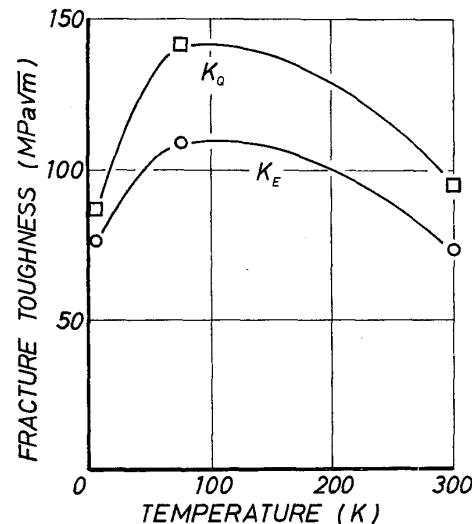


Fig. 6. Temperature dependence of the fracture toughness  $K_E$  and  $K_Q$  in the 3 point bend test.

Fig. 6 は曲げ試験における  $K_E$  および  $K_Q$  の温度依存性である。温度の低下とともに  $K_E$ ,  $K_Q$  ともに上昇しさらに低温になると減少し途中でピークを示している。しかし 4 K の  $K$  値は必ずしも 300 K の値よりも低下していない。このような傾向は他の鉄系材料においても認められている<sup>16)</sup>。降伏応力と伸びの温度依存性に関連するものと考えられよう。ここで注目されることは、 $K$  値の温度依存性において明らかな遷移現象が認められないことである。切欠付平板試験片の荷重-変位曲線を Fig. 7 に示した。77 K までは板厚方向への降伏が変形初期に起こり大きな伸びが現れるが、20 K, 4 K では、塑性変形と同時に亀裂の発生、進展が起こり不安定破壊をしている。この場合の  $K_Q$  は最大荷重を用いて計算した。Fig. 8 は  $K_E$ ,  $K_Q$  および COD (Crack Opening Displacement) の温度依存性を示したものである。 $K_E$ ,

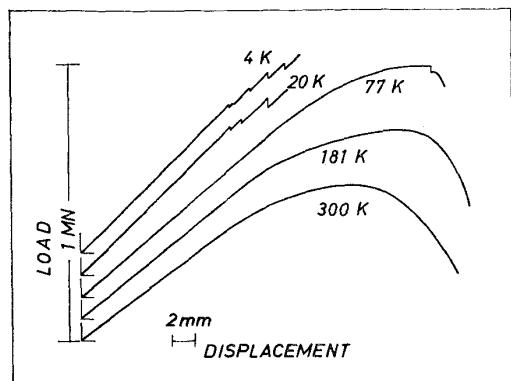


Fig. 7. Load-displacement curves of the double notch plate test at various temperature.

$K_Q$  の温度依存性は 3 点曲げによるものと類似した傾向を示している。ここにおいても  $K_E$ ,  $K_Q$  の遷移現象は認められなかつた。COD は破断前後における亀裂先端の開き変位を光学顕微鏡下で測定したものである。COD の温度依存性は  $K$  値とはことなり単調に温度の降下とともに減少している。

### 3・3 破断面の様相

Photo. 2 (a) (b) に 4 K における引張破断面および 3 点曲げ試験における疲労亀裂直下の破断面の走査電顕写真を示す。ともに完全な延性破壊様式を示すディンプル状の組織である。もちろん 4 K 以外の温度においても同様であつた。このことは、2 で述べたように  $K$  値において遷移現象が認められなかつたことと対応しているといえる。すなわち本合金においては、破壊靭性値においてもまた微視的な破面観察においても 4 Kまでの極低温で、へき開破壊にともなう低温遷移現象は認められなかつた。

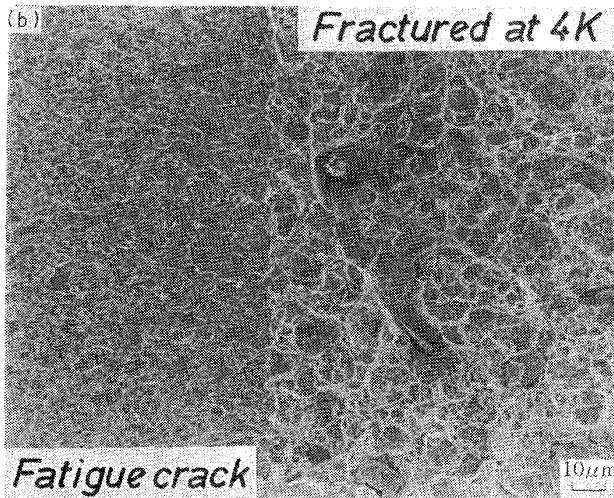
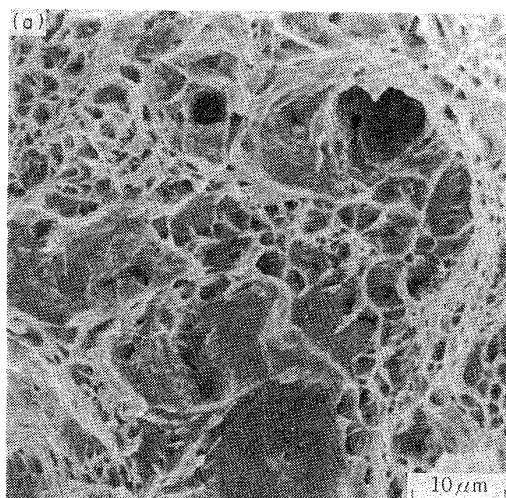


Photo. 2. Electron micrographs, (a) tensile specimen tested at 4K and (b) fracture toughness specimen fractured at 4K after the introduction of fatigue crack at 300K.

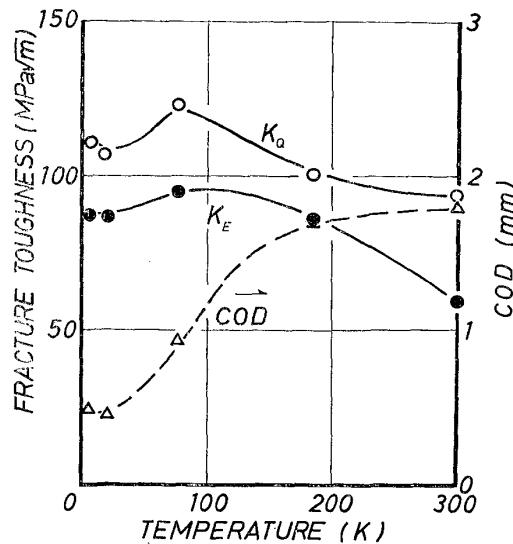


Fig. 8. Temperature dependence of the fracture toughness  $K_E$  and  $K_Q$  and COD after final failure.

## 4. 考察

### 4・1 破壊靭性値の相互比較

金属材料の破壊靭性の表示はいろいろのものが提唱されている<sup>17) 18) 19)</sup>。またそれらの間には、相互関係においても理論的な検討が加えられている<sup>20)</sup>。また実験的にも BARSM と ROLFE<sup>21)</sup>による  $K_{IC}$  とシャルピー衝撃値(CVN)との関係は有名である。しかし同一材についてこれらの値の温度依存性について相互に比較した例は見当らない。したがつてここでは Fig. 6 と Fig. 8 および引張特性を示す Fig. 3 にもとづいて比較検討をこころみる。3・2 において述べたように、 $K$  値と COD とはことなる温度依存性を示していた。線型弾性域および小規模

Table 2. Each constant calculated by the equation (4).

Temp. K	$\sigma_{0.2}$ MPa	$K_E$ MPa $\sqrt{m}$	$K_Q$ MPa $\sqrt{m}$	COD mm	$R_1$	$R_2$
4	1331	86.8	114	0.47	12.1	20.8
20	1190	96.3	107	0.45	13.9	21.4
77	1076	90.0	123	0.94	8.0	15.0
181	885	72.5	94.3	1.72	3.5	5.8
300	750	58.9	77.3	1.91	2.4	4.2

$$R_1 = K_E^2 / \sigma_{0.2} \text{ COD}$$

$$R_2 = K_Q^2 / \sigma_{0.2} \text{ COD}$$

Table 3. Each constant calculated by the equations (5) and (6).

Temp. K	$K_E$ MPa $\sqrt{m}$	$K_Q$ MPa $\sqrt{m}$	CVN J	$R_1$	$R_2$	$R_3$	$R_4$
4	76.6	86.8	112	0.045	0.057	4.95	6.36
77	109	142	190	0.068	0.116	4.54	7.71
300	73.4	94.7	241	0.033	0.054	1.44	2.40

$$R_1 = \sigma_{0.2} (K_E / \sigma_{0.2})^2 / (CVN - \sigma_{0.2} / 100)$$

$$R_2 = \sigma_{0.2} (K_Q / \sigma_{0.2})^2 / (CVN - \sigma_{0.2} / 100)$$

$$R_3 = K_E^2 / (CVN)^{3/2}, R_4 = K_Q^2 / (CVN)^{3/2}$$

降伏域では両者の間に次の関係が成立する<sup>22)</sup>.

$$K^2 = m \cdot E \sigma_y \cdot COD \quad \dots \dots \dots (3)$$

ここで  $m$  は応力状態によって変化する定数であるが、ここでは一定とみなす。降伏応力  $\sigma_y$  は耐力  $\sigma_{0.2}$  と新しいものとする。さらにヤング率  $E$  の温度依存性は降伏応力のそれに比べ無視できるほど小さいと\* 次のように簡単になる。

$$K^2 \propto \sigma_y \cdot COD \quad \dots \dots \dots (4)$$

(4) 式にしたがつて計算した結果が Table 2 である。4K, 20Kにおいては(4)式が成立しているようであるが、温度が上昇するにつれて成立していないことが明らかである。これは亀裂発生前における塑性変形量を考えれば当然といえる。すなわち厳密な意味で(4)式が成立していないことのみならず、実測した COD が  $K_E$  または  $K_Q$  に対応していないからであろう。他方、実用面における靭性の評価にシャルピー衝撃値がよく採用される。しかしシャルピー試験を4Kにおいて行なうことは困難のため、我々が提案した絞りとの相関から求めてみた<sup>24)</sup>。その値を Table 3 に併記してある。BARSOM と ROLFE<sup>21)</sup> は上部シェルフ領域において  $K_{IC}$  と CVN の間に、次のような相関を見いだした\*\*.

$$(K_{IC} / \sigma_y)^2 \approx 1.5 / \sigma_y \cdot (CVN - \sigma_y / 100) \quad \dots \dots \dots (5)$$

\* 本合金のヤング率は測定されていないが、純鉄<sup>22)</sup>のデータを参考にする。純鉄の4Kにおけるヤング率の外挿値は 225.6 GPa、一方 300K では 211.8 GPa でありその増加率は 6.5% で Fig. 3 の耐力のそれに比べ小さい。

\*\* SI 単位に書き改めたため定数に若干の差があり、そのため等号にしなかった。

さらに広い範囲の CVN に対して次式の成立をも認めている。

$$K_{IC}^2 / E \propto (CVN)^{3/2} \quad \dots \dots \dots (6)$$

両式ともある種の鉄鋼材料に対して成立つ相関であるため理論的根拠とする背景は貧弱であるといわなければならない。しかし実際に高靭性材料では  $K_{IC}$  または  $K_C$  を測定することは容易ではない、したがつてそれらの間に簡単な相関が広く成立するならば実用上の利点はある。そこで本合金においても、それらの間の関係を検討してみた。この場合、 $K_E$ ,  $K_Q$  を  $K_{IC}$  とみなすならば(5)式よりも(6)式の方が適用に妥当性がある。また  $E$  はここでも一定とみなす。(5)式および(6)式の各温度における両辺の比を Table 3 に示してある。Table 2 同様よい相関があるとは認められなかつた。したがつて本合金において求められた、靭性値すなわち  $K$  値、COD およびシャルピー衝撃値(CVN)の間に、広い温度範囲にわたつて成立つ簡単な相関は認められなかつた。

#### 4.2 破壊靭性値と強度との関係

極低温用構造材料としては強度と靭性との間にバランスがとれたものが好ましい。そこで強度(降伏応力または耐力)と靭性値の比較をこころみた。Fig. 9 は耐力と 3 点曲げによる破壊靭性値ならびに CVN の関係を描いたものである。CVN と耐力の間には、ほぼ直線関係が成立つている。しかし破壊靭性値  $K_E$ ,  $K_Q$  と耐力の間には簡単な関係ではなく、これらの関係を利用して極低温における破壊靭性を推定することは難かしい。

#### 4.3 BCC 鉄合金の破壊靭性と Ni 量の関係

BCC 鉄合金の低温脆性を低減する添加元素として

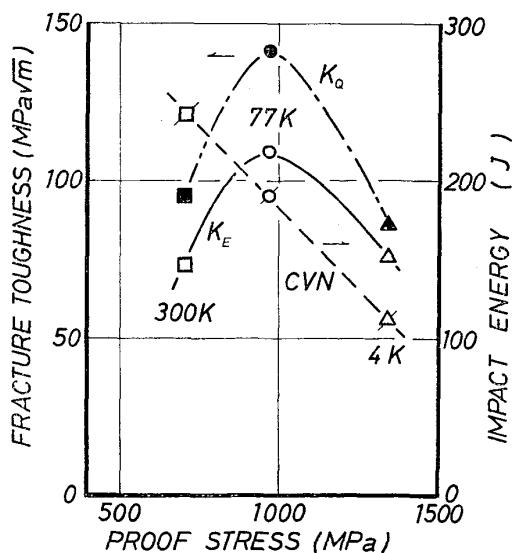


Fig. 9. Relationship between fracture toughness  $K_E$  and  $K_Q$ , impact energy (CVN) and 0.2% strain proof stress at respective temperature.

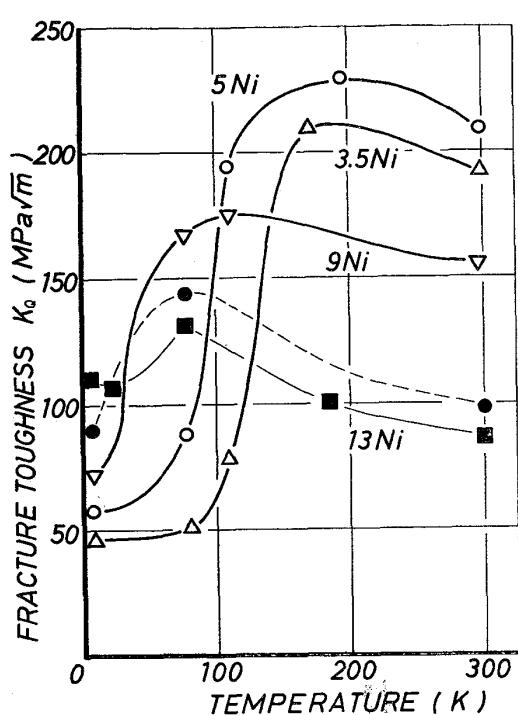


Fig. 10. Temperature dependence of fracture toughness  $K_Q$  for iron alloys with various Ni concentration. (● from 3 point bend test, ■ from double notch plate test)

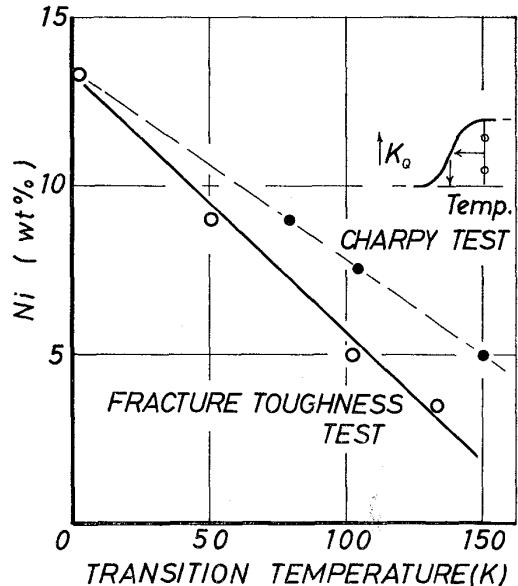


Fig. 11. Relationship between Ni concentration in iron alloys and ductile-brittle transition temperature obtained by fracture toughness test and Charpy impact test.

Ni がよく知られている。そこで靱性値と Ni 量の関係を調べてみた。Ni を変化させた場合の破壊靱性値 ( $K_Q$ ) の温度依存性は NBS (National Bureau of Standards) で測定されたものを Fig. 10 に示す<sup>25)26)</sup>。同時に著者らの測定した  $K_Q$  をも示してある。ここで Ni 量によつ

て変化する量として遷移温度、上部および下部シェルフ・破壊靱性値が考えられる。Fig. 11 は Ni 量と遷移温度との関係を示したものである。遷移温度は模式的に示すように 4K と 300K の  $K_Q$  値の差の二分の一になる温度と定義した。Ni 量と遷移温度の低下は直線関係にあり、Ni 量がおよそ 13% で 0K になる。また参考のためシャルピー衝撃試験の結果も示してある<sup>4)</sup>。シャルピー衝撃試験による遷移温度の外挿もほぼ Ni 量 13% で 0K の遷移温度を与えることはすでに報告した<sup>4)</sup>。Ni 量が少ないと、シャルピー衝撃試験による方が遷移温度に関して厳しい試験であるといえよう。シャルピー衝撃試験と破壊靱性試験の大きな差異は応力の拘束条件と歪速度と考えられる。低温においてもかなりの塑性変形を呈する延性材料においては、本実験で採用されているような小型試験片では、拘束条件の差は元来生じにくいものと考えられよう。したがつて歪速度の差が低 Ni 側であらわれたものといえる。しかし高 Ni になると延性が増し、かつまた低温になると断熱変形が生じるため歪速度の効果は小さくあるいは逆の結果にもなる<sup>27)</sup>。したがつて、遷移温度が下がるにつれて、試験方法の差が遷移温度におよぼす影響は少なくなる。また 13% の Ni 添加が鉄の脆性遷移温度を 4K 以下 (実際的には 0K とみなす) にすることは、破面組織においても材料試験においても確かめられたが、これは BCC 鉄合金が 0K においてへき開による脆性破壊をしないための必要条件であると考えられる。さらに十分条件としては、その場合におけるへき開応力  $\sigma_F^*$  が材料のあらゆる付加応力より高いことが保証されなければならない。遷移温度、 $\sigma_F$  が金属組織とくに結晶粒径の関数になつてゐることはよく知られている<sup>28)</sup>。したがつて Fig. 11 の関係もある結晶粒径について成立するものと考えなければならない<sup>30)</sup>。破壊靱性値そのものと Ni 量の関係を示したもののが Fig. 12 である。4K および 300K における破壊靱性値の Ni 量依存性は逆になることがわかる。4K の破壊靱性値と Ni 量に異常なところは認められないが、300K においては、5% Ni において異常が認められている。この原因は明らかにされていないが、熱処理の差で残留オーステナイト相の存在によるものと考えられる。強度と靱性はたがいに逆比例すると考えられている。実際、300K においては Ni 量とともに強度(耐力および引張応力)は上昇するため、破壊靱性値の低下が生じていることは理解されるが、4K においても強度自

\* こりによってへき開破壊が開始する応力は次式で表わされる。 $\sigma_F = 2\mu\gamma/k_y \cdot d^{-1/2}$ 、ここで  $\mu$  は剛性率、 $\gamma$  はへき開面の表面エネルギー、 $k_y$  は降伏応力の結晶粒径依存性パラメーター、 $d$  は平均結晶粒径である<sup>28)</sup>。

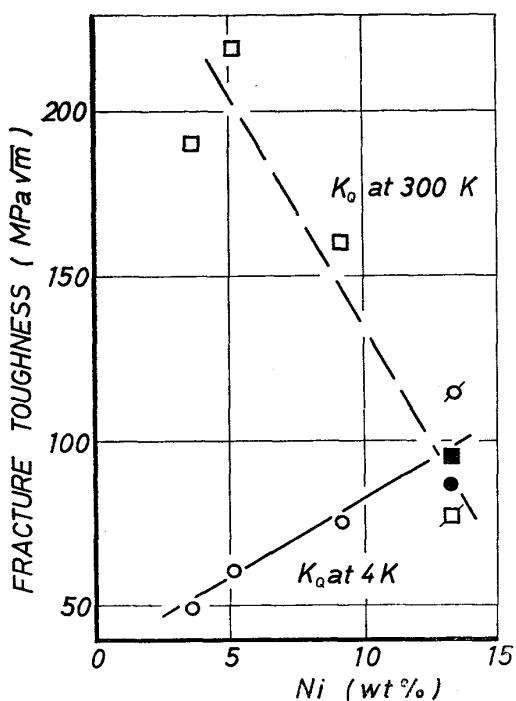


Fig. 12. Ni concentration dependence of fracture toughness  $K_Q$  at 4K and 300K, respectively. (● ■ from 3 point bend test, ○ □ from double notch plate test)

体は Ni 量とともに、上昇しているにもかかわらず、破壊靱性値は上昇して、強度と靱性の関係が成立していない。理由としては、300Kにおいては、全 Ni 量にわたって延性破壊であり、4Kにおいては 13% Ni をのぞいてへき開破壊である。すなわち延性破壊過程においては、Ni 量の増加は強度と靱性の一般則から理解できるように破壊靱性値を低下させている。しかしへき開破壊過程においては、Ni 量によりへき開破面の表面エネルギーおよび辺り変形時の応力集中度を表示するとみなせる降伏応力の結晶粒径依存性パラメーター  $k_y$  が変わることにより、へき開応力  $\sigma_F$  が変化していると考えるならば妥当な結果といえよう。

## 5. 結論

本実験の結論を要約すると次のとおりである。

(1) Fe-13%Ni-3%Mo-0.2%Ti 合金の引張および靱性試験を室温から液体ヘリウム温度までの温度で行った。

(2) 4Kにおける引張および靱性試験片の破面上にへき開破壊は認められなかつた。

(3) 引張強度にくらべ破壊靱性値の温度依存性は小さく、明りような遷移温度は認められなかつた。

(4) BCC 鉄合金の  $K_Q$  値の遷移温度は Ni 量に比例して低減しおよそ 13% にて 0K になり、シャルピー

衝撃試験の CVN の遷移温度の外挿値と一致した。

(5) 破壊靱性値  $K_Q$  と COD、シャルピー衝撃値の間には簡単な相関は認められなかつた。

本実験を遂行するに当たり、試料の作製、化学分析および破面観察に協力いただいた、当研究所、工業化部溶解圧延室、化学分析室および物理分析室の諸氏に謝意を表もます。また 4K の試験において技術課低温室の方々に感謝いたします。

## 文 献

- 1) B. W. BIRMINGHAM and C. N. SMITH: Cryogenics, 16(1976), p. 59
- 2) G. BOGNER: ibid., 16(1976), p. 259
- 3) S. JIN, J. W. MORRIS, and V. F. ZACKAY: LBL-1484(1973)
- 4) K. ISHIKAWA and K. TSUYA: Proc. 19th Japan Cong. Mater. Res., 19(1976), p. 57
- 5) K. ISHIKAWA and K. TSUYA: Cryogenics, 17 (1977), p. 295
- 6) K. ISHIKAWA: unpublished results 投稿準備中
- 7) Handbook on Materials for Superconducting Machinery (1974) (MCIC)
- 8) L. P. KUBIN and B. JOUFFREY: Phil. Mag., 24 (1971), p. 437
- 9) Z. S. BASINSKI: Proc. Roy. Soc., A 240 (1957), p. 229
- 10) N. M. MADHAVA and R. W. ARMSTRONG: Met. Trans., 5(1974), p. 1517
- 11) Z. S. BASINSKI and A. SLEESWYK: Acta Met., 5 (1957), p. 176
- 12) R. L. SMITH and J. L. RUTHERFORD: J. Metals, 209(1957), p. 857
- 13) T. H. BLEWITT, R. R. COLTMAN, and J. K. REDMAN: J. Appl. Phys., 28(1957), p. 651
- 14) 福島英二, 他: 日本国学会誌 36 卷 (1972), p. 195
- 15) W. F. BROWN, Jr. and J. E. SRAWLEY: Plane Strain Crack Toughness Testing of High Strength Metallic Materials, ASTM STP 410(1966), p. 9
- 16) R. L. TOBLER: Proc. ICF-4, 3(1977), p. 839
- 17) G. R. IRWIN: Encyclopedia of Physics, IV (1958), p. 551 (Springer)
- 18) A. A. WELLS: Crack Propagation Symposium, (1961), p. 210
- 19) J. C. RICE: J. Appl. Mech., 35(1968), p. 379
- 20) J. C. RICE: Fracture II, ed. by H. Liebowitz, (1968), p. 191 (Academic Press)
- 21) J. M. BARSOM and S. T. ROLFE: Impact Testing of Metals, ASTM STP 466(1970), p. 281
- 22) D. BREAK: Elementary Engineering Fracture Mechanics, (1974), p. 213 (Noordhoff)
- 23) W. KÖSTER: Z. Metallk., 39(1948), p. 1
- 24) 石川圭介, 津谷和男: 機械学会講演論文集, No.

- 770-2 (1977), p. 39
- 25) R. T. TOBLER, et al.: Low Temperature Fracture Behavior of Iron-Nickel Alloy Steels, ASTM STP 579(1975), p. 261
- 26) R. P. REED, et al.: NBSIR 76-848(1976), p. 239
- 27) 石川圭介, 津谷和男: 日本金属学会発表, (1976)
- 28) A. H. COTTRELL: Trans. Met. Soc. AIME, 212 (1958), p. 192
- 29) J. HESLOP and N. J. PETCH: Phil. Mag., 3 (1958), p. 1128
- 30) K. ISHIKAWA and K. TSUYA: Proc. ICF-4, 3 (1977), p. 847