

© 1986 ISIJ

# 9% Ni 鋼の延性破壊エネルギーに及ぼす 析出オーステナイト量の影響

論文

古君 修\*・中野善文\*\*・上田修三\*\*\*・田中智夫\*\*\*\*

## Effect of the Amount of Austenite Precipitated on the Charpy Absorbed Energy for Ductile Fracture of 9% Ni Steel

Osamu FURUKIMI, Yoshifumi NAKANO, Shuzo UEDA and Tomoo TANAKA

## Synopsis :

An investigation was made on the effect of the amount of austenite precipitated on the Charpy absorbed energy for ductile fracture of high toughness 9% Ni steel. The main results obtained are as follows:

(1) As slab reheating temperature and finish-rolling temperature are raised, the Charpy absorbed energy for ductile fracture increases.

(2) As slab reheating temperature and finish-rolling temperature are raised, the amount of austenite precipitated decreases.

(3) The Charpy absorbed energy for ductile fracture has a good relation with the amount of austenite precipitated.

(4) The fraction of area of dimples smaller than one  $\mu\text{m}$  increases with an increase in the amount of austenite precipitated.

(5) The Ni content measured at the bottom of dimples smaller than one  $\mu\text{m}$  by micro Auger analysis is as much as that of austenite.

(6) The above results indicate that the austenite precipitated decreases the Charpy absorbed energy for ductile fracture through the formation of dimples smaller than one  $\mu\text{m}$ .

### 1. 緒 言

LNG 貯蔵タンクに用いられる 9% Ni 鋼には、構造物の安全性の観点から低温での靶性に厳しい要求がなされている。したがつて、多くの研究者によつて 9% Ni 鋼の低温靶性改善について検討がなされてきた。すなわち、低温靶性を向上させる方法としては、1) 析出オーステナイト相の制御<sup>1)</sup>、2) P, S などの不純物元素の低減<sup>2),3)</sup>、3) 圧延、熱処理の制御<sup>4)</sup>、などがあげられている。

1962 年に MARSCHALL ら<sup>1)</sup>は、析出オーステナイト相が低温靶性を向上させるという実験結果を報告している。これに対し、大岡ら<sup>5)</sup>の実験によると析出オーステナイト相はむしろ低温靶性を低下させる。また、船越<sup>6)</sup>は C 量が 0.05% のように低い場合には析出オーステナイト相の増加は -196°C でのシャルピー吸収エネルギー

を増加させるが、C 量が 0.09% の場合ではむしろ同温度での吸収エネルギーを低下させると述べている。このように、析出オーステナイト相が低温靶性に及ぼす影響については、まだ定説がないといえる。

一方、P, S などの不純物元素が 9% Ni 鋼の低温靶性に及ぼす影響について系統的に調べられ、P, S の低減が低温靶性を著しく改善することが明らかにされた<sup>2),3)</sup>。これに基づき、製鋼技術の進歩により P, S の低減が可能になったこととあいまつて、9% Ni 鋼は P, S 量を極力低くし製造されている。さらに、厚板圧延後の冷却を制御する技術が開発され、9% Ni 鋼へ適用して、より一層低温靶性のすぐれた鋼板を製造することが研究されている<sup>4),7)</sup>。これらの製造技術の進歩により、9% Ni 鋼は -196°C でシャルピー試験を行つてもほぼ 100% の延性破壊を生じるようになった。

しかし、-196°C での吸収エネルギーは 100% 延性

\* 昭和 59 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 60 年 8 月 15 日受付 (Received Aug. 15, 1985)

\* 川崎製鉄(株)鉄鋼研究所 (Iron & Steel Research Laboratories, Kawasaki Steel Corp., 1 Kawasaki-cho Chiba 260)

\*\* 川崎製鉄(株)鉄鋼研究所水島研究部 Ph. D (Mizushima Research Dept. Iron & Steel Research Laboratories, Kawasaki Steel Corp.)

\*\*\* 川崎製鉄(株)鉄鋼研究所水島研究部 工博 (Mizushima Research Dept. Iron & Steel Research Laboratories, Kawasaki Steel Corp.)

\*\*\*\* 川崎製鉄(株)エンジニアリング事業部研究開発センター 工博 (Research & Development Center, Engineering Division, Kawasaki Steel Corp.)

Table 1. Chemical composition of steel used (wt%).

C	Si	Mn	P	S	Ni	Al
0.06	0.24	0.59	0.002	0.001	8.98	0.029

破壊においても高低があり、その原因の究明とともに、安全性の観点からその吸収エネルギーをより高くすることは重要な課題となつてゐる。前述の析出オーステナイト相の低温靶性に及ぼす影響に関する諸研究は、いずれも延性-靶性遷移域あるいは靶性域におけるものであり、-196°C でなお延性破壊を示す状況下における析出オーステナイト相の影響を調べた研究はなく、延性破壊での吸収エネルギーに及ぼす影響については、詳細な研究が望まれている。

本研究は、低温靶性を改善するため P, S を低減し、圧延後制御冷却を行う最新のプロセスで製造する 9% Ni 鋼について、まず、1) スラブ加熱温度、圧延仕上げ温度および焼もどし温度が -196°C での吸収エネルギーおよびオーステナイト相の析出に及ぼす影響を系統的に調べ、続いて、2) 析出オーステナイト相の形態、分布および量と 100% 延性破壊を示すときの -196°C での吸収エネルギーの関係を、抽出レプリカ法によるオーステナイト相の観察などの新しい手段を用い、さらに、析出オーステナイト相と破壊の単位すなわちディンプルの形成との関係に着目し詳細に追求したものである。これらの実験結果に基づき、9% Ni 鋼の延性破壊エネルギーと析出オーステナイト相の関係について考察し、延性破壊エネルギーを増加させるための留意点を提案する。

## 2. 実験方法

本研究に用いた実験材は靶性を向上させるため P, S を低減した転炉溶製の商用 9% Ni 鋼であり、その化学組成を Table 1 に示す。実験用のスラブの寸法は、110(厚) × 100(幅) × 100(長) mm<sup>3</sup> である。スラブ加熱温度 (HT) は 1250 および 1150°C の 2 条件とし、60 min 加熱後、熱間圧延により厚さ 16 mm の鋼板とした。圧延仕上げ温度 (FRT) は 750~950°C の間を 50°C 間隔で変化させ、それらの圧延仕上げ温度域で 71% の圧下を 3 パスで付与した。圧延後ただちに 20°C/s の冷却速度で室温まで冷却し、その後 670°C で 60 min 加熱する中間焼入処理、さらに 480, 510, 540, 570 および 630°C の 5 条件で焼もどし処理を施した。焼もどし処理時間は 60 min とした。中間焼入処理ではフェライト-オーステナイト 2 相域に加熱されるため、オーステナイト安定化元素の偏析を促進し、つぎの焼もどし処理

におけるオーステナイトの析出が容易になる。本実験では、この安定したオーステナイト相の延性破壊エネルギーに及ぼす影響を調べるために中間焼入処理を行つた。なお、中間焼入処理を施しても完全にオーステナイト化されないため、FRT および HT の影響は消滅しない。

これらの実験材について、JIS 4 号試験片を用い、-196°C でシャルピー衝撃試験を行い、吸収エネルギーおよび脆性破面率を求めた。つぎに、シャルピー破面を走査型電子顕微鏡で観察し、ディンプルの大きさ別分布を測定した。また、Perkin-Elmer 社製の走査型マイクロオージェ分析装置 PHI 600 を用い、直径 1 μm 以上の粗大ディンプルと 1 μm 以下の微細ディンプルについて、それらの底部の Ni/Fe の組成比を測定した。真空度は  $5 \times 10^{-10}$  torr、電圧は 10 kV、電流は 50~100 nA とした。各ディンプルの生成が母材のマルテンサイト相あるいはオーステナイト相と関係があるかを調べるために、母材のマルテンサイト相およびオーステナイト相についても Ni/Fe を測定した。

圧延、熱処理条件によるオーステナイト相の析出量の差は、Mo-K<sub>α</sub> 線を用いて測定した X 線回折強度について優先方位の補正を行い定量化した。なお、測定用試料としては、-196°C でのシャルピー特性の冶金的考察を勘案して、-196°C で 10 min のサブゼロ処理を行つたものを用いた。9% Ni 鋼において析出したオーステナイト相には、母材のマルテンサイト相と比較して Ni が 20~30% 多く濃化していることが XMA などの測定に

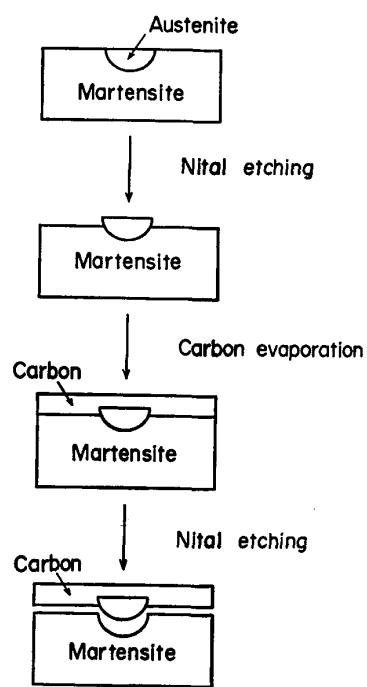


Fig. 1. Preparation of extraction replica.

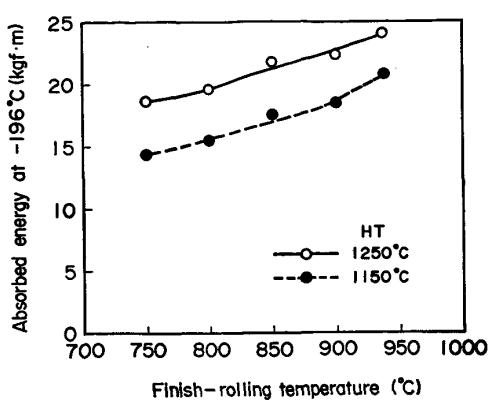


Fig. 2. Effects of finish-rolling temperature and slab reheating temperature (HT) on absorbed energy at  $-196^{\circ}\text{C}$ . (Tempering temperature was held at  $570^{\circ}\text{C}$ .)

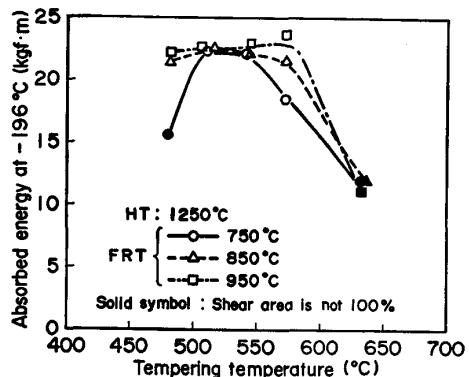


Fig. 3. Effects of tempering temperature and finish-rolling temperature (FRT) on absorbed energy at  $-196^{\circ}\text{C}$ .

よつて知られている。したがつて、ナイタールで腐食した場合には、マルテンサイト相が電気化学的要因により優先的に腐食される。この原理を応用すると、Fig. 1 に示すように抽出レプリカでオーステナイト相が採取できる。まず、ナイタール腐食の段階でマルテンサイト相が優先的に腐食され、オーステナイト相が試料表面に残る。つぎに、炭素を蒸しありにナイタール腐食して炭素蒸着膜をマルテンサイト相から剥離すると、オーステナイト相が炭素蒸着膜に残る。この方法で採取した抽出レプリカを用い、透過型電子顕微鏡によりオーステナイト相の析出状態を加速電圧 200 kV で観察した。

つぎに、圧延後制御冷却のままの試料をピクリン酸 + ライポン F 溶液で腐食して、光学顕微鏡観察によりオーステナイト粒度の測定を行つた。また、圧延条件がその後の熱処理におけるオーステナイト変態挙動に及ぼす影響を調べるために、高周波誘導加熱・冷却式自動変態点測定装置を用いて、圧延後制御冷却のままの試料のオース

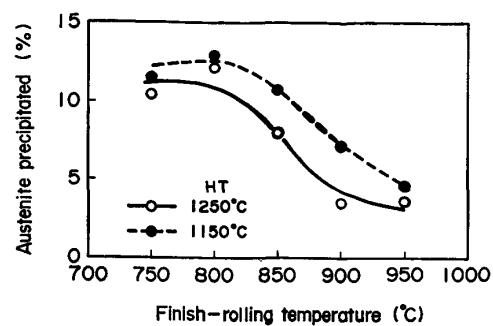


Fig. 4. Effects of finish-rolling temperature and slab reheating temperature (HT) on the amount of austenite precipitated. (Tempering temperature was held at  $570^{\circ}\text{C}$ .)

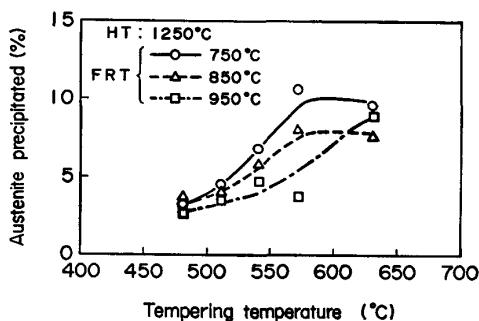


Fig. 5. Effects of tempering temperature and finish-rolling temperature (FRT) on the amount of austenite precipitated.

テナイトの晶出開始温度（以後 True  $\text{Ac}_1$  点と称す）を測定した。

### 3. 実験結果

#### 3.1 スラブ加熱温度、圧延仕上げ温度および焼もどし温度と延性破壊エネルギー

圧延後制御冷却して製造する 9% Ni 鋼の、 $-196^{\circ}\text{C}$  におけるシャルピー吸収エネルギーと HT, FRT および焼もどし温度の関係を調べた。HT をパラメーターとして、 $-196^{\circ}\text{C}$  での吸収エネルギーと FRT の関係を Fig. 2 に示す。ここで、焼もどし温度は  $570^{\circ}\text{C}$  である。HT および FRT が高くなるほど、吸収エネルギーは増加する。破面はほぼ 100% の延性を示す。なお、引張強さおよび降伏点の FRT, HT 依存性は顕著に認められなかつた。

HT を  $1250^{\circ}\text{C}$  とし FRT を  $750$ ,  $850$  および  $950^{\circ}\text{C}$  とした場合について、焼もどし温度と吸収エネルギーとの関係を Fig. 3 に示す。FRT が  $750^{\circ}\text{C}$  の場合には、焼もどし温度が  $480^{\circ}\text{C}$  ではへき開破壊である脆性破面を伴い、 $510\sim 570^{\circ}\text{C}$  の範囲では 100% 延性破面になる。FRT が  $850$  および  $950^{\circ}\text{C}$  の場合には、焼もどし温度が  $510^{\circ}\text{C}$  ではへき開破壊である脆性破面を伴い、 $570\sim 650^{\circ}\text{C}$  の範囲では 100% 延性破面になる。

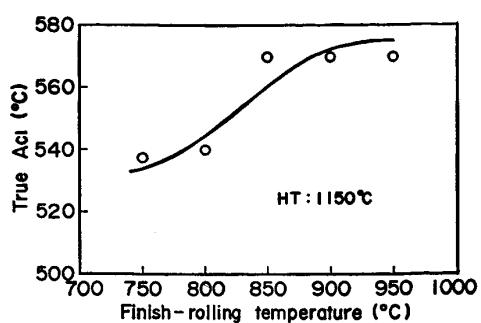


Fig. 6. Effect of finish-rolling temperature on true  $Ac_1$  temperature.

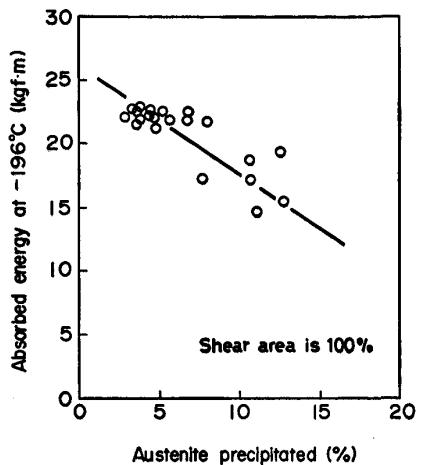


Fig. 7. Relation between absorbed energy at  $-196^{\circ}\text{C}$  and the amount of austenite precipitated.

し温度が  $480$  から  $570^{\circ}\text{C}$  の範囲では脆性破面は生じない。焼もどし温度が  $630^{\circ}\text{C}$  では、FRT に関係なく脆性破面を部分的に示すようになる。 $100\%$  延性破面を示すものについてみると、吸収エネルギーは FRT が低温になるほど低くなる。この傾向は、焼もどし温度が  $570^{\circ}\text{C}$  の場合に顕著である。また、FRT が低温の場合には、焼もどし温度が高くなるに従い吸収エネルギーは低下する。

### 3.2 圧延および熱処理条件とオーステナイト相の析出

HT をパラメーターとして、X線で測定した析出オーステナイト量と FRT の関係を Fig. 4 に示す。ここで、焼もどし温度は  $570^{\circ}\text{C}$  である。HT および FRT が高くなるに従つて、オーステナイト量は減少する。この現象は、Fig. 2 に示す吸収エネルギーと HT および FRT との関係とは対称的である。このオーステナイト相の析出時期を調べるために、中間焼入れ ( $670^{\circ}\text{C}$ ) 後の試料についてもオーステナイト量を測定した結果、HT および FRT 条件にかかわらず  $1\%$  以下であつた。したがつて、オーステナイト相は主に焼もどし過程で生じたものである。オーステナイト量と焼もどし温度の関

係を、Fig. 5 に示す。オーステナイト量は焼もどし温度の上昇に従い増加し、しだいに飽和する傾向にある。また、オーステナイト量は FRT が低温ほど、より低い焼もどし温度領域から増加し、その増加量も大きい。

HT が  $1150^{\circ}\text{C}$  の場合の圧延後制御冷却したままの試料について、再加熱したときの True  $Ac_1$  点に及ぼす FRT の影響を Fig. 6 に示す。FRT が高くなるに従い、True  $Ac_1$  点は上昇する。

### 3.3 析出オーステナイト量と延性破壊エネルギー

3.1 の実験結果から、オーステナイト量と延性破壊エネルギーには相関関係があると考えられるので、オーステナイト量と  $100\%$  延性破壊の場合の吸収エネルギーとの関係を調べた。その結果を Fig. 7 に示す。図から明らかのように、オーステナイト量の減少とともに吸収エネルギーは直線的に増加する傾向にある。これは、延性破壊の場合には析出オーステナイト相は  $-196^{\circ}\text{C}$  における吸収エネルギーを低下させることを示唆している。

### 3.4 析出オーステナイト相の形態と分布の電子顕微鏡観察

HT を  $1150$  と  $1250^{\circ}\text{C}$ 、FRT を  $750$  および  $950^{\circ}\text{C}$  に変化させ、焼もどし温度を  $570^{\circ}\text{C}$  とした試料をナイタル腐食して、抽出レプリカを採取し電子顕微鏡で観察した結果を Photo. 1 に示す。いずれの試料にもマルテンサイトラスの間隙に微細な黒く腐食された相が観察され、それらの個数は HT および FRT が低温になるに従い増加する。Photo. 2 は、抽出レプリカで観察された黒い相およびその電子回折像である。この解析結果から、Photo. 1 あるいは 2 に認められる析出物はオーステナイト相であることがわかる。Photo. 1 から FRT が低温になるほど析出オーステナイト相が増加することがわかるが、この結果は Fig. 4 に示す X 線によるオーステナイト量の測定結果と一致する。

### 3.5 ディンプルサイズと析出オーステナイト相のサイズ

延性破壊における吸収エネルギーは、ディンプルサイズと相関関係をもつことが推定される。そこで、破面におけるディンプルサイズの分布を詳細に調べた。HT が  $1250^{\circ}\text{C}$  で FRT が  $750$  および  $950^{\circ}\text{C}$  の試料のシャルピー破面を、走査型電子顕微鏡で観察した結果を Photo. 3 に示す。破面は直径  $1\ \mu\text{m}$  以上と  $1\ \mu\text{m}$  以下のディンプル（以下それぞれ粗大および微細ディンプルと称す）の双方から成り立つことがわかる。そして、微細ディンプルがとくに多数存在するが、その存在比率は FRT の高低によって明瞭に異なる。すなわち、FRT が低い場合に微細ディンプルが数多く存在する。FRT

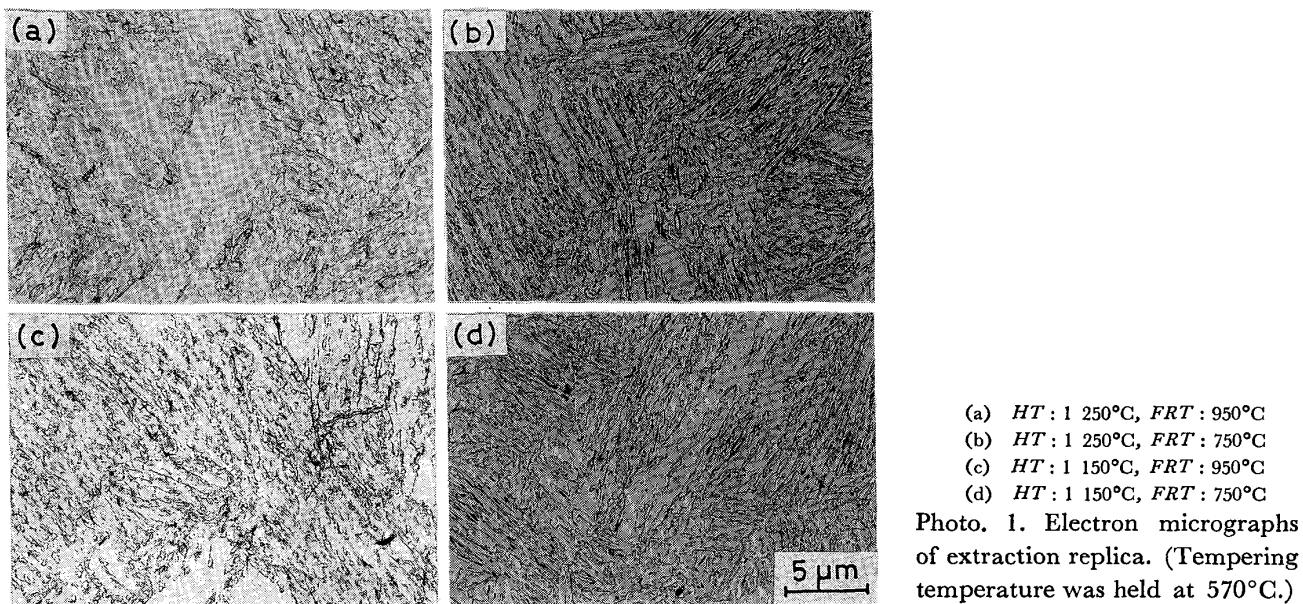


Photo. 1. Electron micrographs of extraction replica. (Tempering temperature was held at 570°C.)

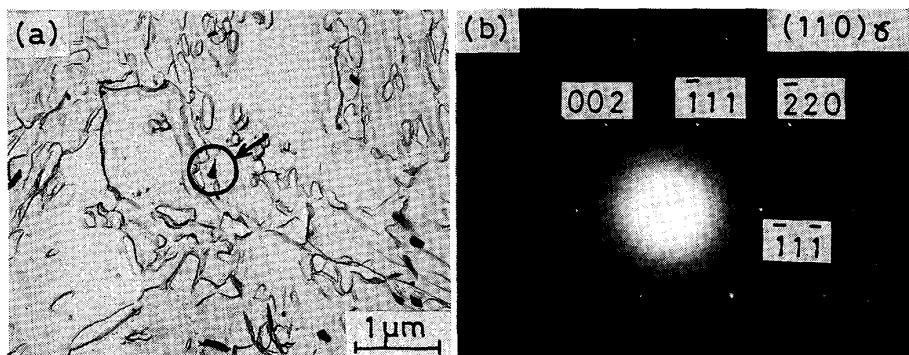
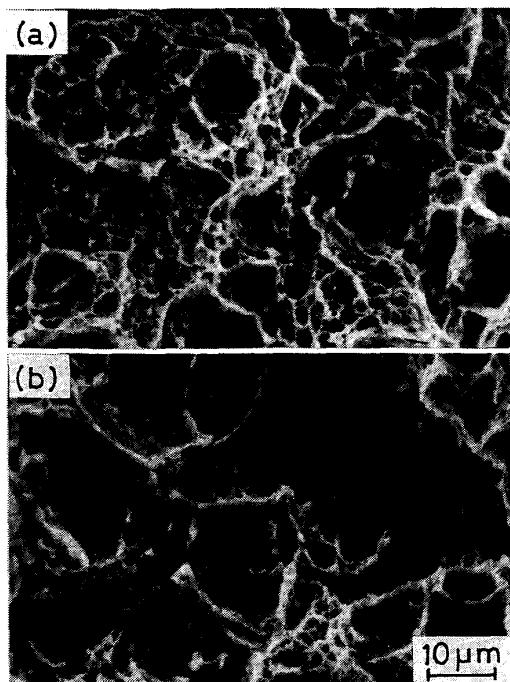


Photo. 2. Analysis of precipitates observed in extraction replica.



(a) HT: 1 250°C, FRT: 750°C (b) HT: 1 250°C, FRT: 950°C

Photo. 3. Scanning electron micrographs of the Charpy fracture appearance.

と微細ディンプルの面積率の関係を Fig. 8 に示す。FRT が高温になるに従い微細ディンプルは減少する。オーステナイト量と微細ディンプルの面積率との関係を Fig. 9 に示す。両者にはよい相関関係が認められ、オーステナイト量が増加するに従い微細ディンプルの面積率が増加する。

走査型マイクロオージェ分析装置を用い、微細ディンプルと粗大ディンプルおのおの 5 個についてその底部の組成を分析した結果の 1 例を Fig. 10 に示す。図中の C および O のピークは、汚染によるものである。このような測定値から、運動エネルギー 651 eV の Fe のピークと 848 eV の Ni のピークの比を求めた結果を Fig. 11 に示す。微細ディンプルの方が、粗大ディンプルより Ni 量が多い。一方、母材について、マルテンサイト相とオーステナイト相のマイクロオージェ分析を破面と同様な方法で行つた結果を Fig. 12 に示す。Fig. 11 と 12 を比較すれば、粗大ディンプル底とマルテンサイト相の Ni/Fe のピーク比および微細ディンプル底とオーステナイト相の Ni/Fe のピーク比はそれぞれ近い値を

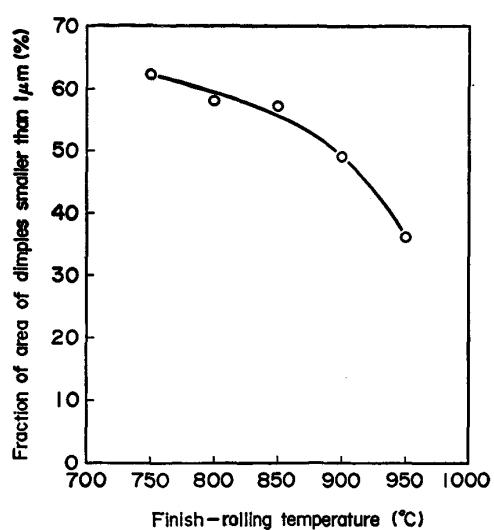


Fig. 8. Effect of finish-rolling temperature on fraction of area of dimples smaller than 1  $\mu\text{m}$ .

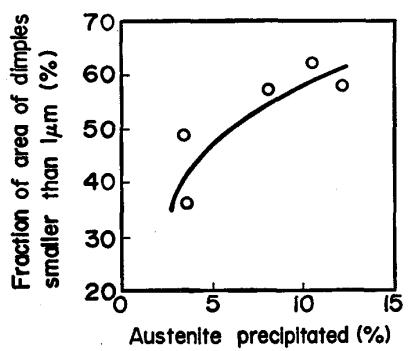


Fig. 9. Relation between the fraction of area of dimples smaller than 1  $\mu\text{m}$  and the amount of austenite precipitated

示す。これは、微細ディンプルはオーステナイト相から成り立ち、粗大ディンプルは地のマルテンサイト相であることを意味している。

#### 4. 考察

9% Ni 鋼の韌性を向上させるために、1) 安定したオーステナイト相の増加、2) P, S などの不純物元素の低減、および、3) 制御冷却技術の適用などが行われてきた。これらの結果、-196°C でほぼ 100% の延性破壊を示すまでに低温韌性は向上した。しかし、これらの対策は延性-脆性破面遷移温度をより低温側に移行させることを目的としたものである。したがつて、この目的を達成した現在において、延性破壊エネルギーの向上が残された大きな課題である。本研究において、前節で述べたとおり P, S を低減し、圧延後制御冷却プロセスを用いて製造した -196°C で 100% の延性破壊を示す高韌性 9% Ni 鋼の延性破壊エネルギーは、オーステナ

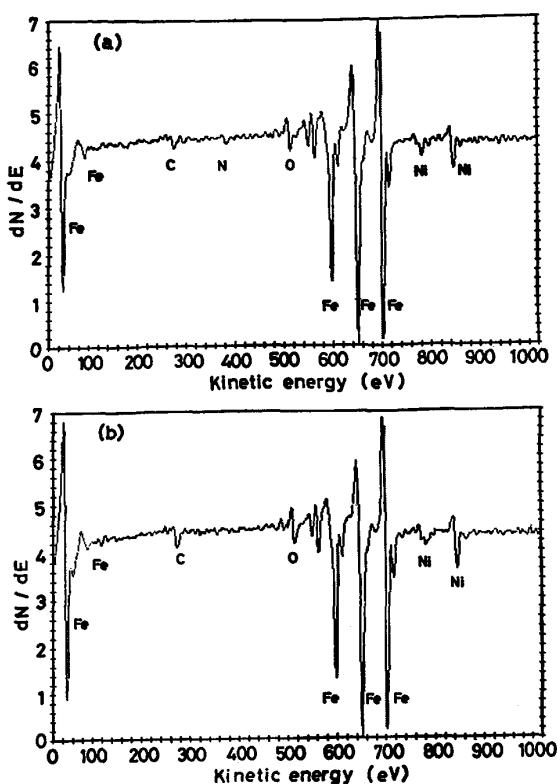


Fig. 10. Examples of micro Auger analysis of (a) coarse and (b) fine dimples.

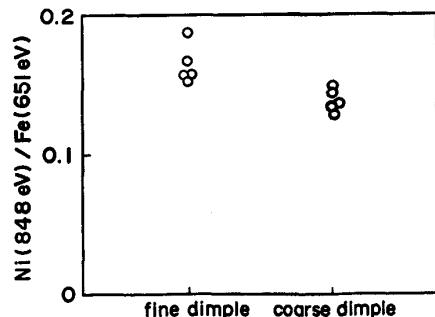


Fig. 11. Result of scanning micro Auger analysis for fine and coarse dimples.

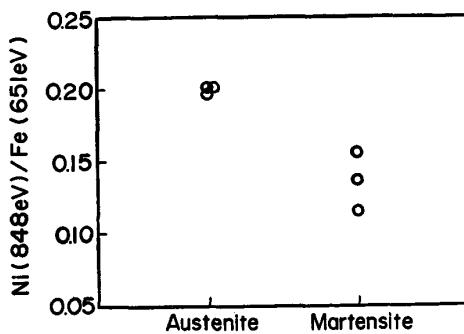


Fig. 12. Result of scanning micro Auger analysis for martensite and austenite structures.

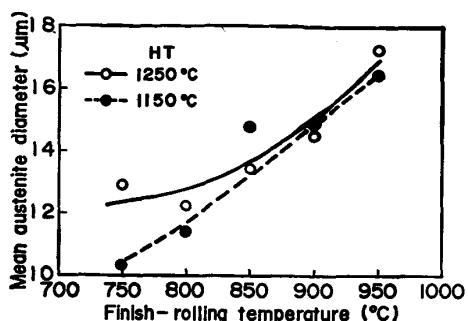


Fig. 13. Relation between mean austenite diameter and finish-rolling temperature.

イト量を低減すると増加することが明らかになつた。つまり、オーステナイト相は完全延性破壊と延性-脆性混合破壊では吸収エネルギーにまったく逆の影響を与えることが考えられる。

以上の観点から、まず、1) 鋼板の製造条件とオーステナイト量の関係を明確にし、つづいて従来の研究結果と比較しながら、2) 延性と延性-脆性混合破壊での析出オーステナイトの靭性に及ぼす影響の相違、および3) オーステナイトの析出と延性破壊エネルギーの低下のメカニズムについて考察する。

#### 4.1 スラブ加熱温度および圧延仕上げ温度のオーステナイトの析出に及ぼす影響

圧延後の制御冷却プロセスを用いて製造した 9% Ni 鋼では、スラブ加熱温度 (HT) および圧延仕上げ温度 (FRT) が低下するに従い焼もどし処理後のオーステナイト量が増加する。HT をパラメーターとして、制御冷却後の試料について測定したオーステナイト粒径と FRT の関係を Fig. 13 に示す。いずれの HT の場合も、FRT が低温になるに従いオーステナイト粒径は微細になる。また、FRT が低い場合は、HT が 1150°C の方が 1250°C に比べて細粒となる。一般に、オーステナイト粒径が微細なほど、変態後ち密なラスマルテンサイト組織が形成されるといえるので<sup>8)</sup>、HT や FRT が低いほど変態組織は多数のラス境界をもつことになる。一方、Fig. 6 に示すように FRT は制御冷却後の再加熱時におけるオーステナイト変態に影響を及ぼし、FRT が低温になると True  $Ac_1$  点が低下する。すなわち、再加熱時のオーステナイト変態が容易になる。本実験材では、ラス境界が  $Ac_1$  変態核サイトになると、HT や FRT が低いほど  $Ac_1$  変態核サイトは多く、True  $Ac_1$  点が低くなり同一焼もどし条件でより多くのオーステナイト相が析出すると考えられる。

圧延後  $Ac_3$  点以上に再加熱する従来の焼入れ焼もどし処理では、オーステナイトに完全に変態するため、オ

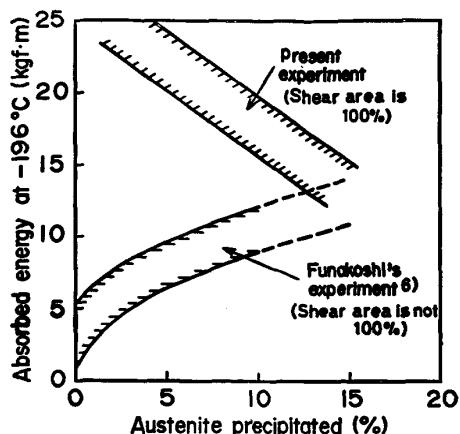


Fig. 14. Relation between absorbed energy at  $-196^{\circ}\text{C}$  and the amount of austenite precipitated.

ーステナイト粒度は FRT や HT によってほとんど変化しない。すなわち、本実験における制御冷却を用いて製造した 9% Ni 鋼で認められたような、FRT および HT の低下に従いオーステナイト量が増加する現象は、従来の焼入れ焼もどし材では認められない。したがつて、FRT および HT を高温にすることにより延性破壊エネルギーを増加させる対策は、制御冷却プロセスで製造するときのみ有効であるといえる。

#### 4.2 延性と延性-脆性混合破壊での析出オーステナイトの靭性に及ぼす影響の相違

制御冷却プロセスで製造した 9% Ni 鋼では、オーステナイト相が延性破壊エネルギーを低下させるという現象が明らかになつた。これは、オーステナイト相が靭性を向上させるという従来の実験結果と矛盾するようにみえる。従来の実験は圧延後再加熱焼入れ焼もどし材についてであるが、オーステナイト相が靭性に及ぼす影響については、統一的な解釈が必要である。

船越<sup>6)</sup>が求めた、0.05%C-9%Ni 鋼の再加熱焼入れ焼もどし材における吸収エネルギーとオーステナイト量の関係を、本実験結果と合わせて Fig. 14 に示す。二つの実験は相反するようにみえるが、実は船越の実験と本実験では  $-196^{\circ}\text{C}$  における破壊モードが異なるのである。すなわち、前者では脆性破壊あるいは延性-脆性混合破壊であるのに対して、後者では完全に延性破壊である。このように、吸収エネルギーが 12 kgf·m 以下と比較的低くべき開破壊を伴う場合には、オーステナイト量が増加するに従いシャルピー吸収エネルギーは増加する。それに対し、鋼材の遷移温度が低温にあり  $-196^{\circ}\text{C}$  で 100% 延性破壊を示す本実験の場合には、むしろ析出オーステナイトは延性破壊エネルギーを低下させる。つまり、析出オーステナイトは延性破壊と脆性破壊ではまったく逆の影響を与え、それらの増加は脆性

延性破面遷移温度を低温側に移行させるが、上部棚エネルギーを低下させる。

以上述べたように、オーステナイト相は脆性と延性破壊ではまったく逆の影響を与えるので、9% Ni 鋼を制御冷却プロセスで製造するときには、1) P, S などの低減によって脆性延性破面遷移温度を -196°C 以下の低温側に移行させ、さらに、2) 延性破壊エネルギーを高めるために HT, FRT を高温にすることが必要である。

#### 4.3 オーステナイトの析出と延性破壊エネルギーの低下

本実験で得られた結果をまとめると、100% 延性破壊が生じたときの延性破壊エネルギー、オーステナイト量および微細ディンプルの面積率の関係は、1) オーステナイト量が増加するに従い延性破壊エネルギーは減少する、2) オーステナイト量が増加するに従い微細ディンプルの面積率が増加することである。これらに基づき、析出オーステナイト相が微細ディンプルの生成に寄与し、この微細ディンプルの生成が延性破壊エネルギーを低下させることがわかる。Fig. 11 および 12 に示すように、微細ディンプルの底部をマイクロオージェで分析した結果、その Ni 量がオーステナイト相の Ni 量に近似していることからも、オーステナイト相が微細ディンプルの核となっていることが裏付けられる。Photo. 1 に示すようにオーステナイト相の大きさは 1 μm 以下であり、オーステナイト相が 1 μm 以下のディンプルの核になることは可能である。ただし、オーステナイト相の硬さはマルテンサイト相の硬さよりも低いので、オーステナイト相自体がディンプルの核となるのではなく、シャルピー試験において成分元素が濃化しているオーステナイト相が硬いマルテンサイト相に歪み誘起変態を起こし、これがクラックの核になるものと考えられる。

ディンプルの大きさと延性破壊エネルギーの関係については、すでに研究がなされている。HAHN ら<sup>9)</sup>は、AISI 4340 鋼においてディンプルが大きくなると破壊靭性が高くなると報告している。これは、ディンプルが大きいと塑性変形量が大きく、したがつて、破壊靭性が高くなるということで説明されている。本実験でのディンプルの観察からもわかるように、大きいディンプルの方が小さいディンプルに比べてその底部は深く、シャルピー破面での塑性変形量は大きいディンプルの多い方が大きいことになる。本実験で認められた小さいディンプルの割合が増加するに従い延性破壊エネルギーが低下する現象は、HAHN らの結果と一致する。すなわち、高靭性な 9% Ni 鋼ではオーステナイト相が微細ディンプルの核となり、延性破壊エネルギーを低下させる。

#### 5. 結 言

オーステナイト相は 9% Ni 鋼の靭性を向上させるといわれてきたが、延性破壊エネルギーに及ぼす影響についてはまだ明らかにされていない。P, S を低減し制御冷却プロセスで製造する、-196°C では脆性破壊を示さない高靭性 9% Ni 鋼の延性破壊エネルギーを増加させることを目的として、延性破壊エネルギーに及ぼすオーステナイト相の影響を、抽出レプリカによるオーステナイト相の観察という新しい実験手法などを用いて調べ、主に次の結果を得た。

- 1) スラブ加熱温度および圧延仕上げ温度の上昇とともに、延性破壊エネルギーは増加する。
- 2) スラブ加熱温度および圧延仕上げ温度の上昇とともに、焼もどし後の析出オーステナイト量は低下する。
- 3) 析出オーステナイト量が増加すると、シャルピー試験破断面において 1 μm 以下の微細ディンプルの面積率が増加する。
- 4) マイクロオージェ分析によると、微細ディンプル底部の Ni 量とオーステナイト相の Ni 量はほぼ等しい値を示す。

以上の諸現象から、i) 析出オーステナイト量と延性破壊エネルギーにはよい対応関係があり、完全延性破壊の領域においては析出オーステナイト量が増加するほど延性破壊エネルギーは低下すること、ii) 析出オーステナイト相は延性破壊単位であるディンプルの核となることにより、延性破壊エネルギーの低下を惹起すること、iii) 制御冷却プロセスで製造する高靭性 9% Ni 鋼の延性破壊エネルギーを増加させるには、スラブ加熱温度および圧延仕上げ温度を高温にする必要があること、などがいえる。

#### 文 献

- 1) C. W. MARSHALL, R. F. HEHEMANN and A. R. TROIANO: Trans. ASM, 55 (1962), p. 135
- 2) 古君 修, 鈴木重治, 中野善文: 鉄と鋼, 68 (1982), S 493
- 3) Y. NAKANO, S. SUZUKI, A. KAMADA and K. HIROSE: Advances in cryogenic engineering materials, 28 (1982), p. 127
- 4) 斎藤直樹, 豊福昭典, 矢野清之助: 鉄と鋼, 69 (1983), S 1246
- 5) 大岡耕之, 三村 宏, 矢野清之助, 杉野和男, 楠 泉 武: 日本金属学会誌, 30 (1966), p. 442
- 6) 船越督己: 日本材料強度学会誌, 8 (1973), p. 139
- 7) 松井和幸, 田川寿俊, 平 忠明, 岩崎宣博, 伊沢 徹, 高野俊夫: 鉄と鋼, 69 (1983), S 525
- 8) 松田昭一, 井上 泰, 三村 宏, 岡村義弘: 鉄の強靭性 (1971), p. 45 [Climax molybdenum development Company Ltd.]
- 9) G. T. HAHN and A. R. ROSENFIELD: Metall. Trans., 6A (1975), p. 653