

© 1987 ISIJ

# 18Ni マルエージ鋼の水素脆性におよぼす 未再結晶溶体化処理の影響

論文

野末 章<sup>\*</sup>・栗林一彦<sup>\*2</sup>・大久保忠恒<sup>\*</sup>・堀内 良<sup>\*2</sup>

Influence of Solution Treatment under Unrecrystallizing Condition for Austenite (Unrecrystallization Solution Treatment) on Hydrogen Embrittlement of 18%Ni Maraging Steel

Akira NOZUE, Kazuhiko KURIBAYASHI, Tadatsune OKUBO and Ryo HORIUCHI

## Synopsis :

The purpose of the present paper is to clarify the influences of grain size of prior-austenite and solution treatment under unrecrystallizing condition for austenite on hydrogen induced grain boundary cracking in 18%Ni maraging steel. The grain size of the prior-austenite in the present alloy was varied from 24  $\mu\text{m}$  to 380  $\mu\text{m}$  by solution treatment under recrystallizing condition at appropriate temperatures from 1 153 K to 1 473 K. The crack growth rate was measured under the condition of sustained load in an environment of hydrogen cathodically charged in a 0.5% sulfuric aqueous solution. The crack growth rate of the specimen solution-treated under recrystallizing condition was strongly dependent on the grain size of the prior-austenite. The larger grain size was, the larger crack growth rate became. Unrecrystallization solution treatment, however, decreased the crack growth rate drastically down to the same level as the specimen with 24  $\mu\text{m}$  in grain size solution-treated under recrystallizing condition. Consequently, the dependence of crack growth rate on grain size of prior-austenite was not appreciated distinctly for specimens resolution-treated under unrecrystallizing condition.

It was elucidated that the unrecrystallization solution treatment as well as refining of prior-austenite grain size retarded the enrichment of hydrogen at prior-austenite grain boundary by way of an increase in hydrogen trapping sites resulting from refining of martensite-block structures.

**Key words :** maraging steel ; heat treatment ; hydrogen embrittlement ; crack growth rate.

## 1. 緒 言

鋼の高強度化は、通常は破壊非性の低下を招き、環境に対しても脆化の感受性を高め、大気中のような比較的穏やかな環境においても、低い応力レベルで破壊が生ずることが知られている<sup>1)</sup>。この環境脆化は、他の低合金鋼に比べて不純物濃度が低く、同一強度レベルでの破壊非性が相対的に高いマルエージ鋼においても例外ではなく、水素雰囲気中はもちろん、大気中においても著しい脆化が生じる<sup>2)</sup>。特に、強度レベルが 3.0 GPa を超える鋼種では、わずかな残留応力のみでも破壊が生ずることが報告されている<sup>3)</sup>。

水素脆化を受けた高強度鋼の破壊は、主として旧オーステナイト ( $\gamma$ ) 粒界割れを呈することから、水素環境下でのき裂進展速度と旧  $\gamma$  粒径との関係について、多く

の研究が行われている<sup>4)~10)</sup>。しかしながら、この関係は必ずしも明らかにはなっていない。その理由は、高強度鋼は、一般にマルテンサイト ( $\alpha'$ ) 組織あるいは焼もどし  $\alpha'$  組織となっていることが多く、旧  $\gamma$  粒径や強度レベルが同じであっても、合金組成や前処理によって異なる  $\alpha'$  組織、下部組織を示すためと思われる。高強度鋼の水素脆性は、強度レベルと応力状態が等しいならば、試料内での水素の移動度、および旧  $\gamma$  粒界の強度等によって支配される<sup>11)</sup>。転位、マルテンサイトの界面は水素の有効なトラップサイト<sup>12)</sup>であり、転位組織の形成を含む粒内組織の変化は、これらの水素の粒内トラップサイトの密度の変化を通して、水素の粒界への移動度に影響を与え、き裂進展速度を変化させるものと思われる。

これまでに、著者らは、18%Ni マルエージ鋼に微量

昭和 61 年 12 月 4 日受付 (Received Dec. 4, 1986)

\* 上智大学理工学部 工博 (Department of Metallurgy, Sophia University)

\*2 宇宙科学研究所 工博 (Institute of Space and Astronautical Science, 4-6-1 Komaba Meguro-ku, Tokyo 153)

のボロンを添加すると、逆変態 $\gamma$ の再結晶温度が上昇し、逆変態 $\gamma$ の未再結晶温度域での溶体化処理(未再結晶溶体化処理)は、 $\alpha'$ を微細化させることにより、組織の強靭化を実現することを報告した<sup>12)13)</sup>。水素脆性の感受性が、上述のように水素の粒界への移動度の支配を受けるならば、未再結晶溶体化処理による $\alpha'$ 組織の微細化は、水素のトラップサイトの増加を通して、マルエージ鋼の水素脆性の感受性を改善するものと期待される。

本研究は、この点を明らかにすることを目的としており、微量のボロンを含む18%Niマルエージ鋼において、未再結晶溶体化処理による $\alpha'$ 組織の変化と、き裂進展速度との関係について検討を加えたものである。

本論文では、き裂進展速度と応力拡大係数との関係において、き裂進展速度が応力拡大係数の値に依存しない領域IIのき裂進展速度に注目し、この値を水素脆性感受性の指標とした。

## 2. 実験方法

### 2.1 供試材と試験片

供試材は、Table 1に示されるような化学組成の2.0 GPa級の18%Niマルエージ鋼である。試験片は、ASTM規格E399-83に準拠したCompact tension型試験片であり、採取方向は<T-L>である。試験片の板厚は水素が試験片中央部まで均一に吸収され、また、ASTM規格の平面ひずみ条件も満足するように6mmとした。なお本供試材について3.6ksの恒温保持で、逆変態および溶体化の完了する下限の温度は1023Kであった。逆変態 $\gamma$ の再結晶温度は、熱間圧延後の再加熱時で1123K、ほう化物の完全に固溶した1473K、3.6ksの高温溶体化処理後の再加熱時では1153Kであった。

### 2.2 試料の調整、および熱処理と加工の条件

旧 $\gamma$ 粒径を変えることを目的として、熱間圧延材に対して、逆変態 $\gamma$ の再結晶温度以上、1123Kから1473Kの温度範囲内の5条件の溶体化処理(再結晶溶体化処理)を施した。また再結晶溶体化処理材と未再結晶溶体化処理材のき裂進展速度を比べるために、それぞれの再結晶溶体化処理材に対して、逆変態 $\gamma$ の未再結晶温度域である1073K、3.6ksの溶体化処理を施した。さら

Table 1. Chemical composition of the present 18%Ni maraging steel.

Ni	Co	Mo	Ti	B	Fe
18.0	8.9	5.1	0.51	0.003	bal.
C, P, S, O, N<0.002		Si, Mn<0.01			

に、1473K再結晶溶体化処理材については、1033Kと1133Kで未再結晶溶体化処理を施し、1373K再結晶溶体化処理材については1033Kで、未再結晶溶体化処理を施した。なお溶体化処理の恒温保持時間は3.6ksとした。

未再結晶溶体化処理の影響と冷間加工の影響を比較することを目的として、1473K再結晶溶体化処理材について、20%~40%の冷間加工を施した試料も用意した。

溶体化処理後、あるいは冷間加工後に試験片に加工し、その後に時効を施し、実験に供した。時効条件は18%Niマルエージ鋼で通常用いられる753K、10.8ks(480°C, 3h)<sup>14)</sup>であり、一部については72ks, 360ksの長時間の時効を加えた。なお、時効処理後、#1000のエメリー紙で試験片表面を研磨した。

### 2.3 き裂進展速度の測定

水素脆性試験に供する前に、あらかじめ疲労予き裂を約2mm導入した。応力拡大係数( $K$ )は、ASTM規格E647-86に準拠して求めた。なお繰返し応力拡大係数の最大値 $K_{Fmax}$ は約20MPam<sup>1/2</sup>である。所定荷重に対するき裂長さとき裂開口変位(COD)との較正曲線より、き裂進展速度( $da/dt$ )を算出した。

### 2.4 水素脆性試験

Pt板を対極とし、303Kの0.5%H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>水溶液内において、400A/m<sup>2</sup>の電流密度で陰極電解を施しながら、初期 $K$ 値が60MPam<sup>1/2</sup>(1473K溶体化処理材の破壊靭性の約60%に相当)になるように一定負荷し、CODの時間変化を測定した。Fig. 1はその概観を示している。

### 2.5 組織観察と破面観察

研磨後15%Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>水溶液を用いて、電流密度50kA/m<sup>2</sup>で約30s~60s間、電解腐食を施して旧 $\gamma$ 粒界を現出させ、線分法により、旧 $\gamma$ の平均結晶粒径を求めた。

破面については試験後に有機溶剤で洗浄し、走査型電

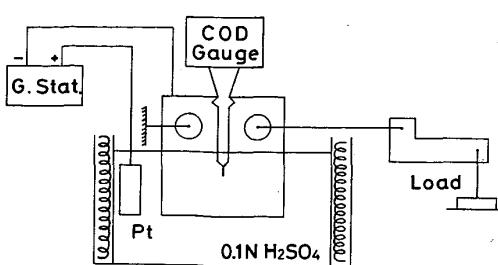
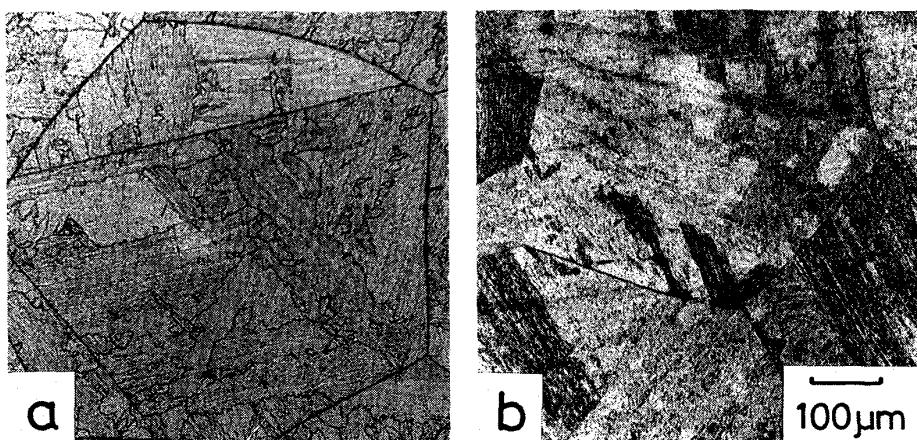


Fig. 1. Schematic diagram of the present apparatus for hydrogen embrittlement testing.



a : Solution-treated at 1473 K for 3.6 ks b : Resolution-treated at 1123 K for 3.6 ks  
Photo. 1. Optical micrographs of the present alloy.

子顕微鏡を用いて観察した。

### 3. 実験結果

#### 3・1 旧γ粒径と組織

Photo. 1 は供試鋼の組織写真である。a は 1473 K, 3.6 ks の再結晶溶体化処理材、b は a に対して 1033 K, 3.6 ks の未再結晶溶体化処理を施したものとの組織を示している。b では、1473 K の高温溶体化処理によって得られた粗大な旧γ粒が認められ、逆変態γの再結晶は生じていないことが分かる。

#### 3・2 応力拡大係数とき裂進展速度の関係

##### 3・2・1 旧γ粒径依存性

Fig. 2 は、再結晶溶体化処理材のき裂進展速度と応力拡大係数の関係を示している。図中の表は、溶体化処理温度と旧γ粒径の関係である。き裂進展速度は、旧γ粒径の増大とともに大きくなる。なお不安定破壊の開始点  $K_{IX}$  は、旧γ粒の粗大化に伴い増加する傾向が認められる。

##### 3・2・2 未再結晶溶体化処理の影響

1473 K, 3.6 ks で再結晶溶体化処理を施したものと出発材として、その後に未再結晶溶体化処理を施した試料のき裂進展速度と応力拡大係数との関係を Fig. 3 に示す。未再結晶溶体化処理を施したものでは、明らかにき裂進展速度が低下している。

##### 3・2・3 冷間加工の影響

転位は、水素の有効なトラップサイトであり<sup>15)~17)</sup>、したがつて転位密度の増加はトラップサイトの増加を通して水素の拡散を遅らせ、水素脆性の感受性を減少させることが期待される。未再結晶溶体化処理を施した試料では、再結晶γからのα'変態と、その後の逆変態の過

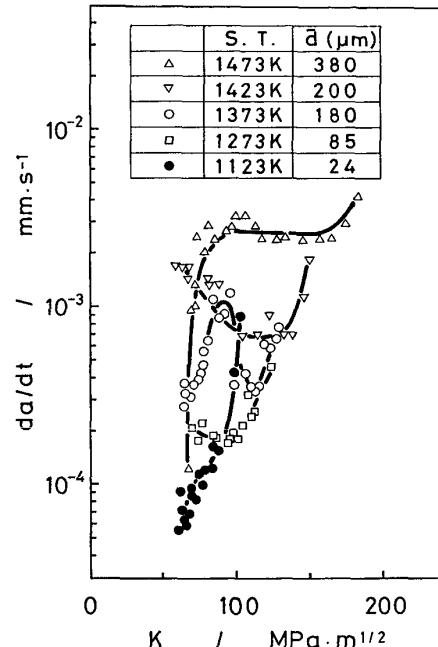


Fig. 2. Relations between crack growth rate and stress intensity factor in specimens solution-treated under recrystallizing condition for austenite.

程で生じた転位を受け継ぐことによって、α'中の転位密度が再結晶γから生じたものよりも高くなっていると考えられる。しかしながら、ほとんどの場合、α'組織の微細化も生じており、水素のトラップに対する転位密度上昇の寄与のみを単独に評価することは困難である。ここでは、き裂進展速度の減少におよぼす転位密度の上昇の効果を調べることを目的として、冷間加工を施した試料のき裂進展速度と応力拡大係数との関係を調べた。Fig. 4 に示すように、冷間加工を施すことにより、き

裂進展速度の低下が見られ、かつ加工量の増加とともにその低下が顕著になつた。

### 3・2・4 時効時間の影響

未再結晶溶体化処理および冷間加工による転位密度の増加は、転位芯の短経路拡散や析出サイトの増大、析出核生成頻度の増加等による時効挙動の促進をもたらすことが考えられる。前述の未再結晶溶体化処理と冷間加工のき裂進展速度におよぼす影響は、時効挙動の変化に基づくものとも考えられる。この点を明らかにするため、

時効時間をえた試料のき裂進展速度を求めた。その結果、1473 K, 3.6 ks の溶体化処理後、時効温度 753 K での保持時間を 10.8 ks, 72 ks, 360 ks とした試料では、領域Ⅱのき裂進展速度にはほとんど差が認められなかつた。

### 3・3 破面観察

Photo. 2 は、旧  $\gamma$  粒径の異なる再結晶溶体化処理材の破面、Photo. 3 は 1473 K 再結晶溶体化処理材にそれぞれ a 1033 K, 3.6 ks, b 1133 K, 3.6 ks の未再結晶

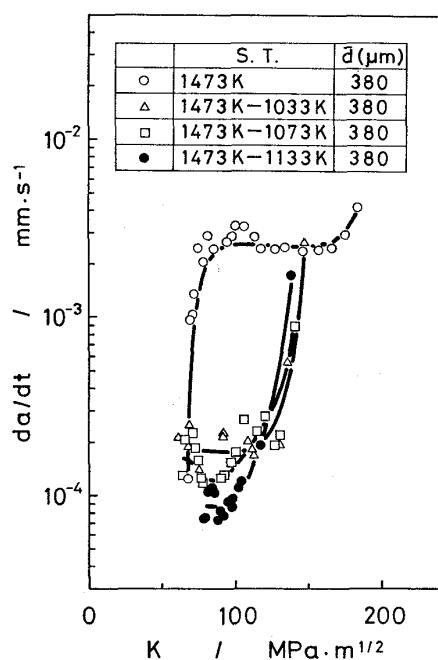


Fig. 3. Relations between crack growth rate and stress intensity factor in specimens solution-treated under unrecrystallizing condition for austenite.

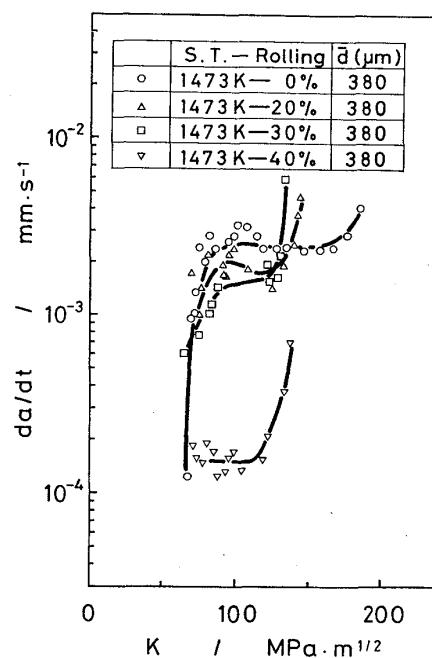


Fig. 4. Relations between crack growth rate and stress intensity factor in specimens marformed at 20%, 30% and 40% in thickness reductions, respectively.

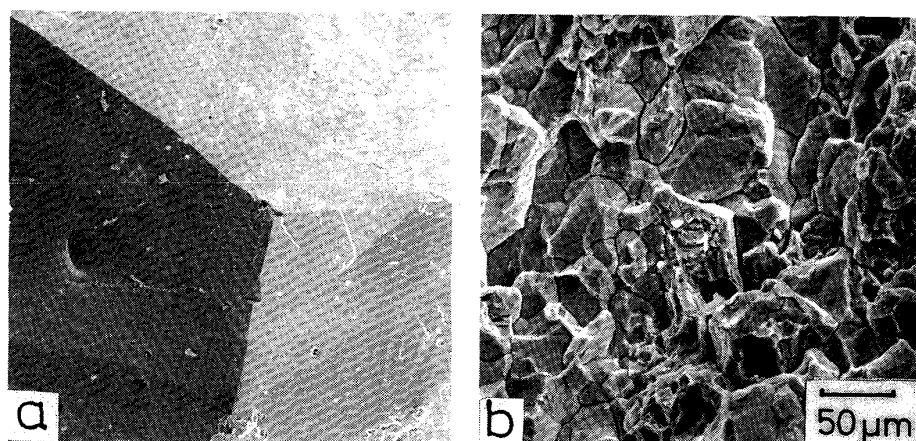
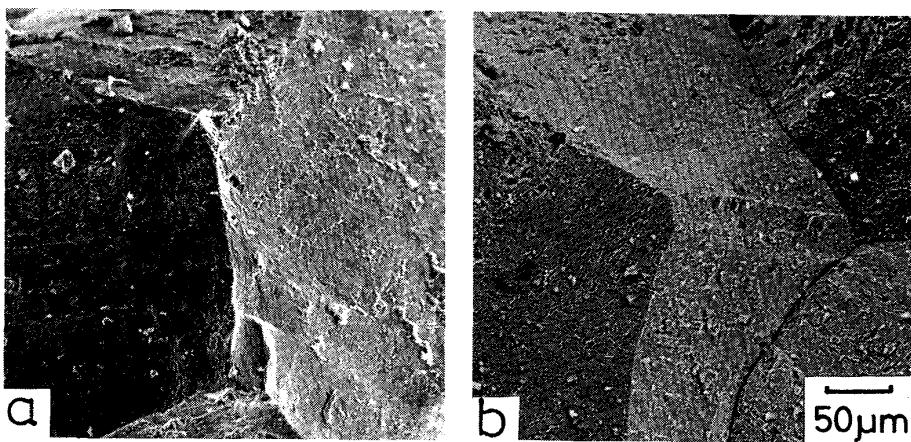
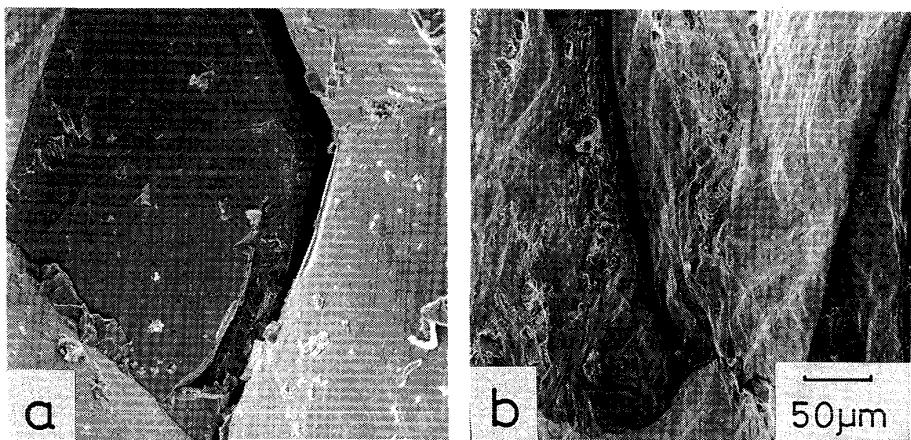


Photo. 2. Scanning electron micrographs of fracture surfaces of specimens solution-treated under recrystallizing condition for austenite.



a : 1 033 K for 3.6 ks  
 b : 1 133 K for 3.6 ks, subsequently after the solution treatment at 1 473 K for 3.6 ks.

Photo. 3. Scanning electron micrographs of fracture surfaces of specimens solution-treated under unrecrystallizing condition for austenite.



a : 20% thickness reductions   b : 40% thickness reductions  
 Photo. 4. Scanning electron micrographs of fracture surfaces of specimens marformed.

溶体化処理を施した試料の破面を示している。また、Photo. 4 a b は、1 473 K 再結晶溶体化処理材にそれぞれ 20%, 40% の冷間加工を加えた試料の破面を示している。いずれも領域Ⅱに相当する  $K \sim 80 \text{ MPam}^{1/2}$  の位置における破面である。Photo. 2,3,4 とも、基本的には旧  $\gamma$  粒界割れを呈している。未再結晶溶体化処理を施したものでは、粒界面に微細なディンプルが一部見られる。また 20% では明らかではないが、40% 冷間加工材では粒界面上に凹凸が生じている。

#### 4. 考 察

まず旧  $\gamma$  粒径とき裂進展速度との関係を明らかにするため、領域Ⅱのプラトー域でのき裂進展速度により、旧  $\gamma$  粒径の影響の評価を試みた。本鋼種では、Fig. 2,3,4 に示したように、旧  $\gamma$  粒径が小さくなるに伴い、また未

再結晶溶体化処理や冷間加工を施すことにより、プラトー域が短く、不明瞭になる傾向が認められた。そのような場合には、領域Ⅱのき裂進展速度の極小値を、プラトー域の値とした。Fig. 5 はその結果を示している。再結晶溶体化処理材では、図中に○印で示すように、旧  $\gamma$  粒径の減少に伴い、き裂進展速度の低下が見られた。未再結晶溶体化処理材では、図中に□印で示すように、旧  $\gamma$  粒径依存性はほとんど認められなかつた。

以下では、再結晶溶体化処理材の粒径とき裂進展速度の関係を検討し、その後に、未再結晶溶体化処理の効果を考える。

##### 4・1 旧 $\gamma$ 粒径のき裂進展速度におよぼす影響

本鋼種の破面形態は基本的には旧  $\gamma$  粒界割れである。旧  $\gamma$  粒界き裂進展速度の旧  $\gamma$  粒径依存性は、  
 (1)き裂の経路のジグザグ化や枝分かれ

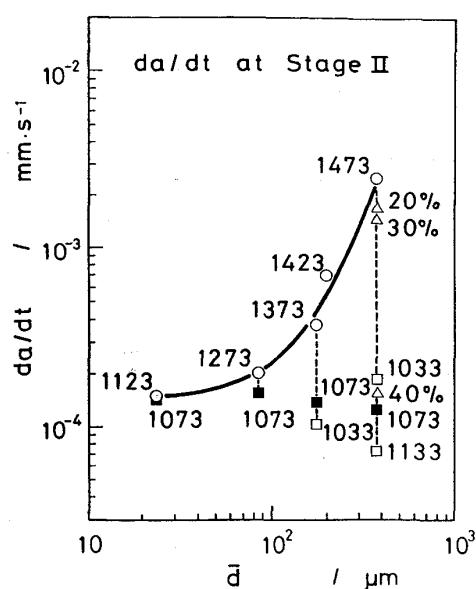


Fig. 5. Relations between prior-austenite grain size and crack growth rate at the region of stage II. Circles signify the specimens solution-treated under recrystallizing conditions for austenite. Squares signify the specimens resolution-treated under unrecrystallizing condition and triangles signify the marformed specimens. Numbers in the figure signify the solution treatment temperature or the amount of thickness reduction.

(2)き裂先端塑性域内での粒界三重点の数（き裂の枝分かれの頻度）

(3)ラス, ブロック, パケット境界への水素のトラップ

#### (4)不純物の旧γ粒界偏析

等に支配されると考えられる。旧γ結晶粒の粗大なものは、き裂の経路のジグザグ化や枝分かれが著しく、みかけ上、き裂は鈍化し、き裂先端の実効的な応力拡大係数の減少が期待される<sup>18)19)</sup>。しかし、Fig. 5 はまつたく反対の結果を示しており、き裂経路のジグザグ化や枝分かれでは、き裂進展速度の旧γ粒径依存性を説明することはできない。

不純物原子、特に半金属原子(Sb, P, Sなど)の粒界偏析と水素脆性との相乗効果については、それらの原子の偏析により粒界の飽和水素濃度が増加し、粒界的結合を弱め、脆化を促すことが報告されている<sup>20)21)</sup>。本鋼種では Sb はほとんどなく、P, S などの不純物もそれぞれ 20 ppm 以下と、極めて少ないと、不純物の旧γ粒界偏析による効果については無視できるものとみなした。以下では(2), (3)について検討する。

マルエージ鋼等の高強度鋼の水素脆性においては、応

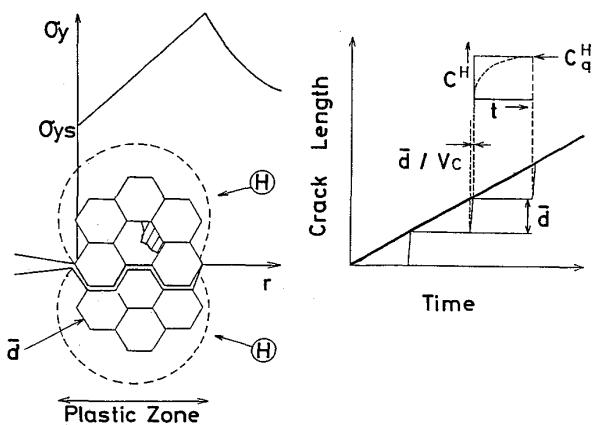


Fig. 6. Schematic diagram of crack growth process at hydrogen induced grain boundary embrittlement, where  $d$ ,  $V_c$ ,  $C^H$  and  $C_q^H$  denote average grain size, crack propagation velocity, hydrogen concentration on grain boundary and its critical value for an onset of crack propagation, respectively.

力拡大係数が小さい場合、水素はき裂先端の塑性域内に応力誘起拡散し、旧γ粒界割れを起こすことが明らかにされている<sup>22)</sup>。き裂の進展は Fig. 6 に模式的に示されるように、水素が旧γ粒界に拡散し、旧γ粒界での水素濃度  $C^H$  が臨界値  $C_q^H$  に達した後に、き裂が進展するというプロセスの繰返しと考えられる。実験的に測定されるき裂進展に要する時間はあくまでも巨視的な値であり、微視的には水素の旧γ粒界上への拡散、き裂の分岐の際の旧γ粒界三重点での停留、および実際のき裂の進展に要する時間の和で表される。このうち個々の旧γ粒界ファセットの割れに要する時間  $\bar{d}/V_c$  は極めて短いことから<sup>†</sup>、水素脆性試験で得られるき裂進展速度は、拡散時間と停留時間に支配されているといえる。特にマルエージ鋼では、水素の拡散係数が他の高強度鋼に比べて非常に小さい<sup>24)</sup>ことから、測定されるき裂進展速度には、旧γ粒界への水素の拡散が大きな影響をおよぼしているものとみなしてよい。

再結晶溶体化処理を施したマルエージ鋼では、ラスの幅は旧γ粒径によらず、ほとんど同じ分布を示し、パケット、ブロックの大きさが旧γ粒径にはほぼ比例して変化することが報告されている<sup>25)26)</sup>。同じパリヤントからなる同一ブロック内の隣接したラスは、角度差の小さい(約  $\pi/90 \text{ rad}$  ( $2^\circ$ )) 境界をつくるに過ぎない<sup>27)</sup>。隣接したブロック、パケットには、基本的には大きな角度差がある。これらの大角境界が水素の有効なトラップサイトと

<sup>†</sup>  $\bar{d}$  は平均の旧γ粒径、 $V_c$  は一つの旧γ粒界ファセットを進展する時のき裂進展速度であり、音速の数分の一と報告されている<sup>23)</sup>。

なり得るならば、細粒鋼は粗粒鋼に比べて水素の旧 $\gamma$ 粒界への拡散に多くの時間を要し、その結果、き裂進展速度は低下するものと考えられ、本実験の結果と一致する。著者らは、すでに本鋼種の水素の拡散係数 $D$ を電気化学的透過法により測定し、Fig. 5 に示したき裂進展速度の旧 $\gamma$ 粒径依存性と同様な、 $D$ の旧 $\gamma$ 粒径依存性を得ている<sup>28)</sup>。

粒界三重点でのき裂の停留の効果は、次節でまとめて検討する。

#### 4・2 未再結晶溶体化処理のき裂進展速度におよぼす影響

Fig. 5 に□印、■印で示したように、再結晶溶体化処理材に未再結晶溶体化処理を施すと、粗粒鋼ではき裂進展速度は著しく低下し、旧 $\gamma$ 粒径依存性はほとんど認められなくなる。未再結晶溶体化処理によるき裂進展速度の低下の要因としては、

(1)  $\alpha'$  内の転位密度の増加

(2)  $\alpha'$  組織、特にラス、ブロックの微細化等の旧 $\gamma$ 粒内における水素のトラップサイトの増加によるもの、および

(3) 微細な再結晶 $\gamma$ 粒の生成や局所的な粒界移動による粒界面積の増加

等が考えられる。転位密度の増加を目的とした冷間加工は、Fig. 4 と Fig. 5 に示したように加工度によって異なり、20%程度の低加工では顕著な効果はなく、き裂進展速度を1073 Kでの未再結晶溶体化処理と同程度にまで低下させるには、40%以上の強加工を必要とする。マルエージ鋼のようなラス $\alpha'$ 組織を示す鋼では、冷間加工前にすでに変態時に生成される高密度( $\sim 10^{15}/\text{m}^2$ )の転位を含んでおり<sup>29)</sup>、冷間加工の加工度を20%から40%へ増やすことがラス内部の転位密度を飛躍的に上昇させるとは考えにくい。加工度の増加に伴うき裂進展速度の低下は、転位密度の増加というよりは、むしろ結晶粒の偏平化、変形帶の形成<sup>30)31)</sup>等による実質的な組織の微細化の効果<sup>32)</sup>と考える方が妥当と思われる。

未再結晶溶体化処理が施された $\alpha'$ 組織には、すでに前報<sup>13)</sup>で明らかにしたように、ラス、ブロックと一部にはパケットの微細化が生じている。同じバリアントのラスの境界は角度差が小さく、サブバウンダリーに類似の構造をとつていていることから、領域IIのき裂進展速度におよぼすラスの微細化の効果は以下に示すように、サブバウンダリーの微細化に伴う転位密度の上昇として考えることができる。

ラス $\alpha'$ 組織を示す鋼の降伏強度 $\sigma_{ys}$ は、有効結晶粒<sup>33)</sup>の大きさを $D_e$ とすることにより、

$$\sigma_{ys} = \sigma_0 + K_y D_e^{-1/2} + \alpha \mu b \rho_t^{1/2} \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

と与えられる<sup>34)</sup>。ここで、 $K_y$  は有効結晶粒径に対する Hall-Petch の係数であり、 $\alpha$  は 0.5 程度の定数である。

ラス組織の形成を、ラスの幅を $d_e$ 、ラス間の角度差を $\theta$ とした次式<sup>35)</sup>

$$\rho_t = 2\theta / bd_e \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

で与えられる転位密度 $\rho_t$ の変化とみなし、

$$\rho_t = \rho_0 + \rho_i \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

と置くと、ラスの微細化は $\rho_t$ の増加を通して、 $\sigma_{ys}$ に寄与するものと考えられる。冷間加工の効果は、結晶粒の偏平化、変形帶の形成等による実質的な組織の微細化が生じないような比較的低い加工度では、ラス内部の転位密度 $\rho_0$ の上昇とみなすことができる。前報<sup>13)</sup>に示したように、1473 K 再結晶溶体化処理材と 1073 K 未再結晶溶体化処理材のラスの幅は、それぞれ 0.18  $\mu\text{m}$ 、0.13  $\mu\text{m}$  をピーク値とする分布をとる。前述のように $\theta \sim \pi/90 \text{ rad}$  ( $2^\circ$ ) とし、ラス幅の分布のピーク値を $d_e$  とすると、未再結晶溶体化処理によるラスの微細化は $\sim 10^{14}/\text{m}^2$  の転位密度の増加に相当する。一方、20%~40%の冷間加工による降伏強度の変化<sup>36)</sup>から推定される $\rho_0$ の変化は、 $\alpha \sim 0.5$  とすると、 $\sim 10^{15}/\text{m}^2$  となり、ラスの微細化による $\rho_t$ の増加よりも大きい。変態によって導入された転位と、加工によって導入された転位を同等に扱えるかどうかという点<sup>32)</sup>に問題は残るもの、ラス組織の微細化だけでは、き裂進展速度の低下の要因とはなりにくいものと思われる。

18%Ni マルエージ鋼およびラス $\alpha'$ 組織を示す Fe-Ni 合金では、ブロックが $\alpha'$ の強度を支配する有効結晶粒に対応し、ブロックの微細化が $\alpha'$ の強化につながる。未再結晶溶体化処理によるき裂進展速度の低下が、ブロックの微細化による水素のトラップサイトの増加によって支えられているならば、4・1 節で述べた旧 $\gamma$ 粒径とき裂進展速度の関係とを併せて考えることにより、本鋼種の水素脆性の感受性は、 $\alpha'$ のブロックによって支配されるとして説明される。 $\gamma$ 中の回復が急速に進行する<sup>13)</sup> 1133 K, 3.6 ks においても、き裂進展速度が 1033 K, 3.6 ks のものと同程度であるのは、ブロックの微細化の効果が大きいことを示しているものといえよう。

微細 $\gamma$ 粒の生成や局所的な粒界移動による粒界面積の増加は、特に溶体化処理温度が高い場合に影響が大きいと思われる。しかしながら、未再結晶溶体化処理が施された試料では、溶体化処理温度の違いによるき裂進展速度の変化は、Fig. 3 と Fig. 5 に示されるように小さいことから、この効果は基本的には小さいといえる。

旧 $\gamma$ 粒界を経路としたき裂進展では、旧 $\gamma$ 粒界三重点

は、き裂進展方向を変えることから、水素脆性試験においては、粒径の変化は旧 $\gamma$ 粒界三重点でのき裂の停留の頻度の変化を通して、き裂進展速度に影響を与えることが考えられる。停留の条件を決めるものは、三重点の前後での旧 $\gamma$ 粒界面にかかる応力の変化と、トラップをも含めた水素の旧 $\gamma$ 粒界への拡散速度と考えられるが、旧 $\gamma$ 粒内での水素が十分にトラップされる場合には、実質的には拡散速度がき裂進展を律速するものと思われる。実際、未再結晶溶体化処理を施した試料で旧 $\gamma$ 粒径依存性がみられなくなるのは、このことに対応しているといえる。結論としては、ブロック組織の微細化による水素のトラップサイトの増加が水素脆性の感受性の改善に効果が大きいといえる。

### 5. 総括

18%Niマルエージ鋼の水素脆性試験において、き裂進展速度と応力拡大係数の関係における、領域IIのき裂進展速度におよぼす旧オーステナイト( $\gamma$ )粒径の影響と、未再結晶溶体化処理の効果について検討を行い、以下のことを明らかにした。

逆変態 $\gamma$ の再結晶温度以上で溶体化処理した試料(再結晶溶体化処理材)の領域IIにおけるき裂進展速度は、旧 $\gamma$ 粒径の減少とともに低下した。逆変態 $\gamma$ の再結晶温度以下で溶体化処理した試料(未再結晶溶体化処理材)では、粗粒鋼のき裂進展速度が著しく低下し、旧 $\gamma$ 粒径に対する依存性はほとんどなくなる。未再結晶溶体化処理による水素脆性感受性の低下は、旧 $\gamma$ 粒径の減少に伴うブロック幅の減少の場合と同様であり、ブロック境界面積の増加による水素の旧 $\gamma$ 粒内でのトラップに起因するものと結論された。

本研究の一部は、昭和59年度文部省科学研究補助金奨励研究(A)を受けて行われた。

### 文献

- 1) J. P. HIRTH: Metall. Trans. A, 11 (1980), p. 861
- 2) 河部義邦, 中沢興三, 金尾正雄, 宗木政一: 鉄と鋼, 60 (1974), p. 1613
- 3) 河部義邦, 深町正利, 宗木政一, 高橋順次: 鉄と鋼, 70 (1984), p. 896
- 4) 米沢俊一, 山川宏二, 吉沢四郎: 材料, 32 (1983), p. 1125
- 5) R. P. M. PROCTOR and H. W. PAXTON: Trans. ASM, 62 (1969), p. 989
- 6) 中佐啓治郎, 武井英雄, 吉田基次, 斎藤利之: 日本金属学会誌, 44 (1980), p. 1156
- 7) 広瀬幸雄, 田中啓介, 矢島善次郎, 岡林邦夫: 材料, 28 (1979), p. 189
- 8) 平野一美, 小林英男, 加家壁弘志, 中沢一: 日本機械学会論文集, 46 (1980), p. 1174
- 9) R. PADMANABHAN and W. E. WOOD: Metall. Trans. A, 14 (1983), p. 2347
- 10) J. KAMEDA: Acta Metall., 34 (1986), p. 1721
- 11) 大西敬三, 加賀寿: 水素による遅れ破壊の機構(日本鉄鋼協会編) (1975), p. 207
- 12) 栗林一彦, 堀内良: 鉄と鋼, 72 (1986), p. 2109
- 13) 栗林一彦, 堀内良: 鉄と鋼, 73 (1987), p. 2251
- 14) R. F. DECKER, J. T. EASH and A. J. GOLDMAN: Trans. ASM, 55 (1962), p. 58
- 15) 大西敬三: 日本金属学会会報, 8 (1969), p. 576
- 16) 大谷南海男: 鉄と鋼, 60 (1974), p. 304
- 17) S. ASANO, A. KITAMURA and R. OTSUKA: Scr. Metall., 12 (1978), p. 805
- 18) 吉川一雄, 溝口孝達, 太田定雄, 佐藤第一: 材料, 31 (1982), p. 265
- 19) S. SURESH: Metall. Trans. A, 14 (1983), p. 2375
- 20) K. YOSHINO and C. J. McMAHON, Jr.: Metall. Trans., 5 (1974), p. 363
- 21) J. KAMEDA and C. J. McMAHON, Jr.: Metall. Trans. A, 14 (1983), p. 903
- 22) W. W. GERBERICH, Y. T. CHEN and C. ST. JOHN: Metall. Trans. A, 6 (1975), p. 1485
- 23) 大平貴規, 岸輝雄, 野末章, 大久保忠恒: 日本金属学会講演概要集(1982年9月), p. 259
- 24) 坂本芳一, 長谷一徳: 日本金属学会誌, 43 (1979), p. 190
- 25) 牧正志, 森本啓之, 田村今男: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 1598
- 26) 牧正志, 津崎兼彰, 田村今男: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 515
- 27) B. P. J. SANDVIK and C. M. WAYMAN: Metall. Trans. A, 14 (1983), p. 809
- 28) 野末章, 大久保忠恒, 松本裕: 日本金属学会講演概要集(1985年4月), p. 269
- 29) G. R. SPECH: Trans. Metall. Soc. AIME, 245 (1969), p. 2553
- 30) I. KOZASU, C. OUCHI, T. SANPEI and T. OKITA: Micro alloying 75, Washington D. C. (1976), p. 100 [Union Carbide]
- 31) 古林英一: 第8回鉄鋼工学セミナー(1982), p. 59
- 32) 住友芳夫, 古林英一, 中村森彦: 鉄と鋼, 69 (1983), p. 790
- 33) 松田昭一, 井上泰, 三村宏, 岡村義弘: Proc. Int. Sympo. on Toward Improved Ductility and Toughness, Kyoto (1971), p. 47
- 34) A. R. MARFER: Proc. Int. Conf. Phase Transformation in Ferrous Alloys, ed. by A. R. MARFER and J. I. GOLDSTEIN, AIME, Philadelphia (1983), p. 11
- 35) L.-A. NORSTRÖM: Scand. J. Metallurgy, 5 (1976), p. 159
- 36) 添野浩, 黒田哲郎, 土屋正利, 田口和夫: 鉄と鋼, 62 (1976), p. 220