

鋼破面の電子顕微鏡的研究*

(軟鋼の低温脆性に関する研究—IV)

中西昭一**・武政明雄**

Fractographic Study of Plain Carbon Steel with an Electron Microscope.

(Study of cold brittleness of plain carbon steel—IV)

Shoichi NAKANISHI and Akio TAKEMASA

Synopsis:

Fracture surface of plain carbon steel were observed with an electron microscope.

The crack initiation and the process of its propagation in a steel which was slowly given tension were examined to some extent in relation to the structure of steel.

The results were as follows:

- 1) The point of crack initiation had a relation with a pearlite banding.
- 2) The grain boundaries had a function to absorb the cracks. i. e. ductility of steel was increased in accordance with the grain refining.
- 3) The ball-type nonmetallic inclusions (under about 0.5μ) had no effect on crack propagation.
- 4) The elongated type nonmetallic inclusions did not arrest the crack propagation.
- 5) The nonmetallic inclusions above 5μ directly had little effect on initiation and propagation of cracks.
- 6) "Tongue" peeled surface was seemed to be an initial stage of twin formation and such deformation absorbed the energy at the fracture surface.

I. 緒 言

鋼の破断面を顕微鏡，または電子顕微鏡によつて観察し，その破断過程を推測することは，今までにいろいろの研究者¹⁾²⁾によつて行なわれているが，これらの観察は多く衝撃破壊の場合についてである。

筆者の一人はさきに鋼の静的引張の場合にみられる脆性と，その方向性について，報告³⁾したが，その場合の延性ならびに脆性破断面を電子顕微鏡により観察し，鋼の低速度引張破断時における脆性亀裂の発生，並びにその伝播過程との与動などについて，鋼の組織との関連においてある程度の推定を行なつた。その結果について報告する。

II. 試 験 方 法

Table 1 に示すような 16mm 厚のセミキルド鋼板より前報³⁾ に示すように， 930°C に 1h 加熱後炉冷せる試料 (A) と空冷せる試料 (B) を作製し，圧延方向に対して 0° ， 15° ， 30° ， 45° ， 60° ， 75° ， 90° の各方向より，V ノッチ引張試験片 (ティッパー試験片，ノッチ部の断面 $35\text{mm}\times 16\text{mm}$ ，標準 V ノッチ深さ 2mm) を作製した。

Table 1. Chemical compositions of specimen. (%)

C	Si	Mn	S	P	Cu	Cr	Sn
0.17	0.08	0.62	0.02	0.012	0.23	0.03	0.02

この試験片を -60°C ~ $+80^{\circ}\text{C}$ の各温度で引張破断後，つぎの方法により，レプリカを作製した。

上述の試験片より，破断面を残して，すみやかに厚さ約 2~4mm 位に切断し，あらかじめ用意してあつた厚さ約 2mm のポリスチレン重合板に破断面を乗せ，その表裏をスライドガラスで押え，クリップで加圧して， 150°C に加熱転写した。

試験片の破断面形態が延性破断面になつてくると，破断面の凹凸が激しくなり，一段レプリカ作成のさい，ポリスチレン板が加熱後においてもなじまないために，メチル・メタアクリル法 (80°C で重合) を少数の試料について使用した。

上述のポリスチレン法は操作が簡単であり，かつ迅速

* 昭和35年4月本会講演大会にて発表

** 富士製鉄株式会社広畑製鉄所 研究所

に処理ができ、確実性があり、また後述するポリステレン溶解のさい、蒸着膜が破壊することがなく、通常の蒸着膜と同等に取り扱うことができる上に、さらに強い耐酸性を有することはつぎにのべる操作上、もつとも重要なことで、第一段レプリカには、このポリステレンを使用するのが良好な結果を得るために必要である。

つぎに試験片を樹脂から剝離する操作は、通常の機械的剝離は絶対に不可能であつたので、約 15~20% の硝酸液中で試験片を溶解した。この程度の濃度ではポリステレン樹脂が侵される恐れはないものと思われる。

なお、メチル・メタクリル樹脂を使用した試験片については、一応 10~12% 硝酸溶液を使用した。

以上のようにして作った。第一段レプリカを蒸留水で充分洗滌後乾燥して、つぎの第二段レプリカの操作に移った。第二段レプリカは、ノッチに平行方向、すなわち試験片の長辺側から蒸着角 45° でクローム shadowing を行ない、ついで破断面に垂直方向より炭素を蒸着した。この場合、炭素膜厚は強度を考慮して、通常の場合の 2 倍弱位にした。真空蒸着終了後、試料の裏側にスライド・ガラスを当て打して、クロロホルム中で溶解し、洗滌後メッシュ上にすくい上げ検鏡した。

III. 試 験 結 果

1) 試料方向の決定

試料方向は Photo. 1 に見られるように、球形非金属介在物の欠痕 (注意深く観察すると、球形非金属介在物と思われる所と、地とは同じ構造を示している。また shadowing の型より欠痕なることが判明した。) によつて決定した。すなわち shadowing mark の短軸方向にノッチ部、換言すれば破断開始部が存在することになる。



Photo. 1. Method of determination of the start of fracture.

2) 延性破断面

引張試験温度が高温の場合においては、破断面は延性を呈するのは当然であるが、その破断面の代表的な写真を示すと Photo. 2 に見られるように、結晶は粒間において迂り、かつ迂り方向に伸びた延伸粒となり、その後結晶粒界で破断をしている。なおこの場合、一つの粒内においても、より小さい単位間の迂りが観察されるが、とくにこの傾向は破断開始部よりも中心に向うにしたがつて、大きくなつて行くようである。



Edge part

Central part

Photo. 2. Surface of the sample (B) under ductile fracture tested at 0°C.

延性破断領域においては、Photo. 3 に見られるようにパーライト層状組織があると、フェライト粒の変形が阻止され、フェライトの延性が低下してくる。すなわち試料 (A) のように冷却速度が遅く、パーライト帯状組織が発達した組織を示す鋼の延性が低下してくるのうかがわれる。

3) 遷移温度域における破断面

引張試験温度が低温側になつてくると、破断面の形態は延性から脆性に移行してくる。それに伴つて、破壊も粒間破断から粒内破断に変わってくる。

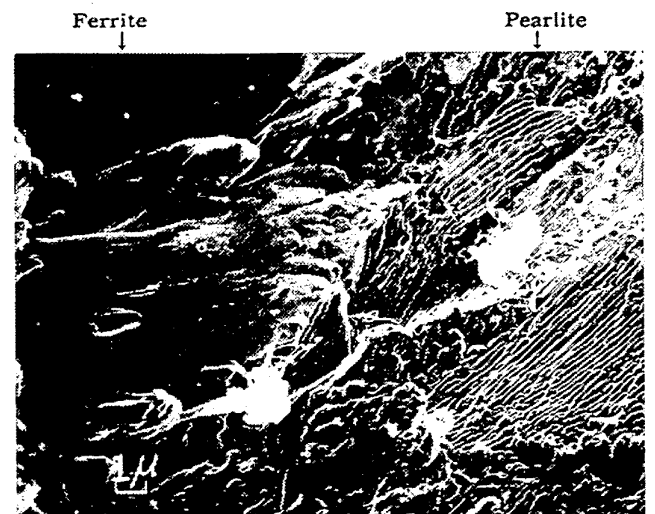


Photo. 3. Lamellar pearlite arrested deformation of ferrite with the sample (A) tested at 30°C.

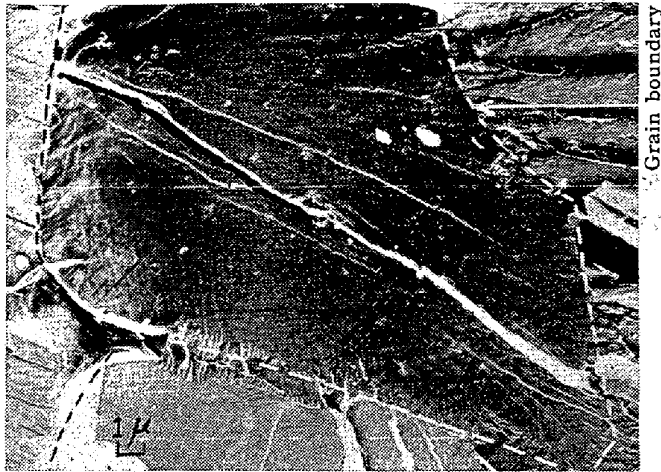


Photo. 4. Deformation of a grain in the transition range with the sample (B) tested at 0°C.

遷移温度域における破断面は Photo. 4 に見られるように、粒間の辻りもまだ完全に阻止されていないで、わずかに粒の変形が見られ、かつ粒内の辻りも観測されている。この場合、粒界に存在するパーライトはほとんど変形を起こさないで、粒界の交点にパーライトが存在するような場合には、Photo. 5 に見られるようにパーライトにより、粒界の両端が移動を阻止され、中央のみが変形をする。すなわちこの粒、並びに、応力方向に存在するつぎの粒は非常に大きな拘束を受けた状態に置かれ、したがって、かかる粒から脆性亀裂が発生しやすくなってくる。

かかることから考えても、粒界、とくに粒界交点にパーライトが存在するような組織の鋼は非常に脆化しやすいことが分り、パーライトが粒間に析出するような熱履歴をうけた。試料 (A) の方が試料 (B) より脆化しやすい。

Pearlite Pearlite

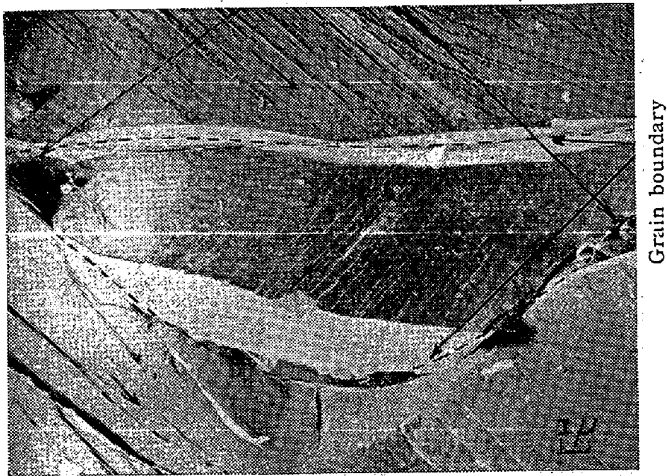
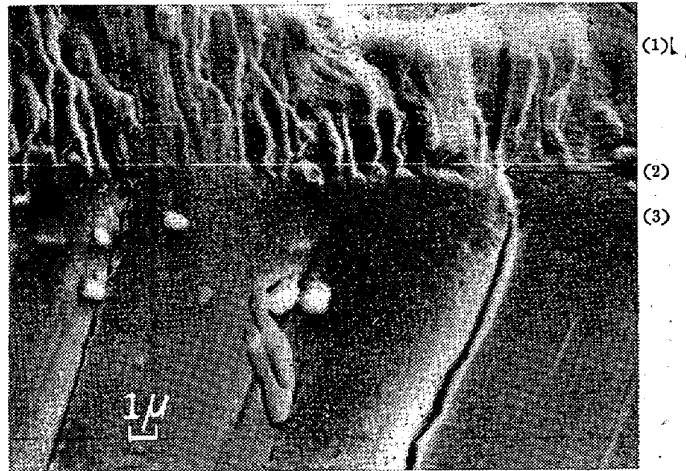


Photo. 5. Pearlite arrested migration of the grain boundary with the sample (A) tested at 10°C.

4) 脆性破断面

さらに引張試験温度が低下してくると、破断面はほとんど辻りを起こしていないような状態で破断を起こす。このような破断面を観察しつぎのような結果が得られた。

1) 亀裂発生点 普通炭素鋼では、フェライト地中にパーライト層が存在するので引張応力がかかった場合、この点に応力集中が起こり、亀裂発生点になることが十分考えられる。

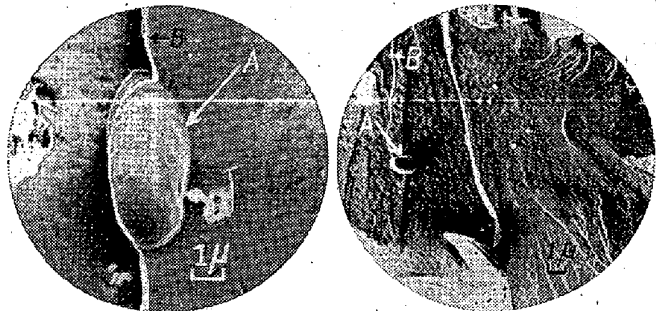


(1) Pearlite (2) Crack starts
(3) Change of crack direction

Photo. 6. Crack initiation on a lamellar pearlite with the sample (A) tested at -60°C.

Photo. 6 に見られるように、パーライト層から亀裂が、層の方向に発生し、フェライト中に伝播してゆくと、進行方向がフェライトの特性にもとづく一定方向（おそらく (100) と思われる）に変ってくる。すなわちパーライト層状組織が十分発達するように徐冷された試料 (A) が脆化しやすいのは、かかるパーライト中のフェライト-セメンタイト層間に起こる応力集中による亀裂発生も一因と考えられる。

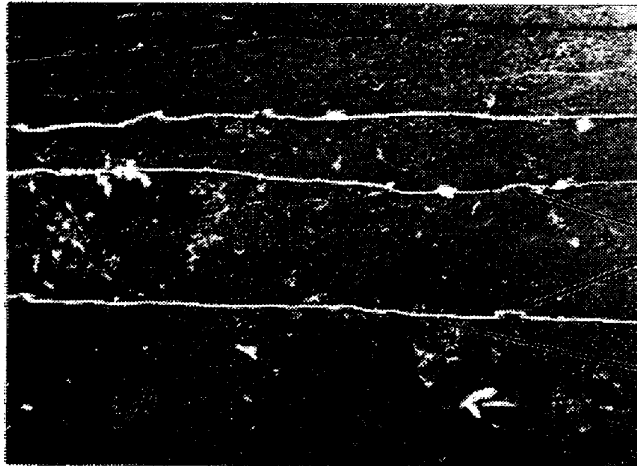
2) 亀裂伝播 まづ非金属介在物の亀裂伝播に対する与動を見ると、球形非金属介在物については Photo. 7



A: Nonmetallic inclusion B: Crack

Photo. 7. Behavior of ball type nonmetallic inclusions with the sample (B) tested at -40°C.

左に見られるようにほとんど亀裂伝播に影響を有しないようであるが、中には、Photo. 7 右のように亀裂伝播を阻止する場合もある。これは球形非金属介在物が幾分扁平状化し、かつ介在物の長軸が亀裂進行方向に対し、直角に近い角度を有し、その上亀裂が介在物の中央に進んで来た場合に阻止の役目をするようである。



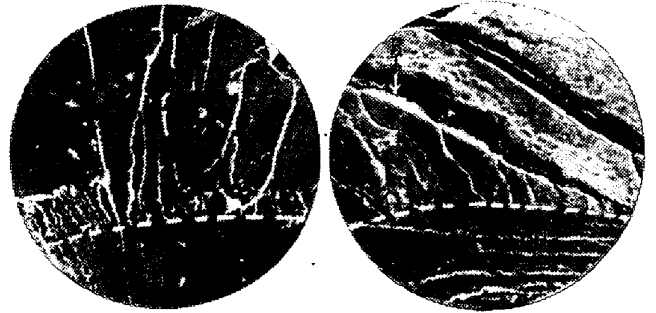
(1) Nonmetallic inclusion, (2) Crack

Photo. 8. Behavior of elongated nonmetallic inclusions with the sample (A) tested at -30°C .

一方、延伸状非金属介在物は、Photo. 8 に見られるように亀裂が進行してきて、介在物に当たると、その一方から、また亀裂が発生し、進行してゆく。またこのような非金属介在物の周辺を亀裂が通過する場合は、亀裂進行路が介在物側に曲げられることが観察された。

電子顕微鏡で調査した破面上には、球形非金属介在物は、大きさが約 $5\mu\sim 0.1\mu$ 位、延伸状介在物については、約 0.5μ 以下のものしか観察されず、鋼中に存在する普通程度の大きさの介在物は見当らない。もちろんレプリカ作製上の欠陥による大型介在物の脱落も考えられるが、直接破面を顕微鏡で観察しても見当らず、レプリカ操作上の欠陥によるのではなく、やはり脆性破断面にはかかる大型の介在物が存在しにくいと見るのが妥当と考えられる。大型の非金属介在物 (約 5μ 以上) が脆性破壊に関与しないとは考えられないので、おそらく、介在物周辺のフェライトの特性が、鋼の地とは変り、脆化しやすい (成分的に) ような状態になり、したがって、非金属介在物の周辺に脆性亀裂が進行してくると、介在物を含む面には、亀裂が進行しないで周辺を通過し、そのために、脆性破断面上には大型非金属介在物が観察されないと考えられる。

結晶粒界については、Photo. 9 に見られるように、結晶粒界において、亀裂伝播のエネルギーはかなり吸収されている。その吸収の様子は Low⁴⁾によつて、衝撃破



A: Grain boundary, B: Crack

Photo. 9. Rivers pattern on the grain boundary with the sample (B) tested at -10°C .

壊の場合に指摘されているように、結晶粒界に亀裂が交わる所で、突然いわゆる“rivers”ができています。これとまったく同じ模様が結晶粒界で表われる。すなわち衝撃、静的切欠引張の場合ともに、低温における結晶粒界のエネルギー吸収形態は“rivers”の発生によるものと考えられる。しかし、これによつて吸収されるエネルギーの値は、かなり小さいものと思われ、粒の大きさによる低温側における吸収エネルギーの間には、顕著な差は試料(A)(B)間には見られない。低温になつても、今回の試験温度範囲 (-60°C まで) では破面上に、双晶変形は観測されなかつた。しかし、この場合、低温になつてくると、Photo. 10 に見られるように、双晶面が劈開面を横切る交線を端辺 (すなわち [110]) とするかまぼこ型の剝離面が観察された。これは WERNER⁵⁾, CRUSSARD⁶⁾らも衝撃破面で認めているが、これに対する具体的な説明はなされておらず、PATEAU⁷⁾らはラセン状転位の蓄積によるのであらうと述べている。引張破断の場合も、脆性破断面でこれと同様の模様が見られる点は興味深いことである。これは上述のように双晶面と面方向が一致する点よりみて、双晶変形の初期段階と思わ



Photo. 10. “Tongue” marking with the sample (A) tested at -40°C .

れ、その点より CRUSSARD らの見解も一応納得できる。

IV. 総 括

静的切欠引張試験（ティッパー試験）片の延性ならびに脆性破面を電子顕微鏡で観察することにより、つぎのことが明らかになった。

- 1) パーライト層状組織の部分においても脆性亀裂が発生する。
- 2) 結晶粒界は亀裂吸収の役目をしている。すなわち結晶粒の微細化により延性は増大する。
- 3) 球形非金属介在物 ($5\mu \sim 0.1\mu$) は亀裂伝播に影響がない。場合により伝播阻止効果もある。
- 4) 延伸状非金属介在物 (約 0.5μ 以下) は亀裂伝播に対する抵抗とはならない。
- 5) 5μ 以上の非金属介在物は亀裂発生ならびに伝播に対し直接的な影響を有しない。
- 6) かまぼこ型剝離面は双晶の初期段階で、これによつても破面における亀裂伝播のエネルギーは吸収される。

V. 結 言

鋼の静的切欠引張試験破断面を電子顕微鏡により観察することにより、脆性ならびに延性亀裂の発生、および

伝播の様相を推定し得た。

この結果よりみて適当な熱処理を鋼板に適用することにより、鋼のパーライト帯状組織を消失せしめ、かつ細粒にすることにより、鋼の切欠靱性を増大せしめることができる。

終りに臨み、研究中、多大の御鞭達を戴いた富士製鉄広畑製鉄所鶴野研究所長に、また実験の一部を担当された中木村、横田の両氏に対し、深く感謝するしだいである。

(昭和 35 年 9 月寄稿)

文 献

- 1) W. PITSCH: Arch. Eisenhüttenw., 28 (1957) Okt., p. 663~665
- 2) J. B. LEAN et alii.: Rev. Metallurg. 56 (1959) p. 427~451
- 3) 中西: 鉄と鋼, 46 (1960) p. 146~151
- 4) J. R. Low: The Colloquium of the International Union of Theoretical and Applied Mechanics, Madrid, Sept., (1955)
- 5) OTTO WERNER et alii.: Arch. Eisenhüttenw., 27 (1956) Okt., p. 645~656
- 6) G. CRUSSARD et alii.: J. Iron & Steel. Inst. (U.K.), 183 (1956) June., p. 146~177
- 7) J. PATEAU et alii.: Communication to the congress on Electron Microscopy, Liege (1956) May

Si-Mn 鋼および Si-Mn-Cr 鋼におよぼす B および Mo の影響*

(構造用高抗張力鋼の研究—II)

浅野 栄一郎**・石田 徹***

Effect of Addition of B and Mo on Si-Mn and Si-Mn-Cr Steel.

(Study on high-strength structural steel—II)

Eiichirō ASANO and Tōru ISHIDA

Synopsis:

Effects of addition of some elements on properties of Si-Mn structural steel were investigated. In the report I (Tetsu to Hagané, Vol. 45, No. 10 (1959), 1158), the effects of addition of V were researched, while in this report II, effects of B and Mo on Si-Mn and Si-Mn-Cr structural steel were studied.

There were four groups among specimens tested:

The 1st group, containing 4 grades steel, was prepared for testing the effects of B on properties of Si-Mn steel. The 2nd group, containing 3 grades of steel, was for testing the effects of B with Mo on properties of Si-Mn steel. The 3rd group, containing 3 grades of

* 昭和34年11月本会講演大会にて発表 ** 東都製鋼株式会社 工博 *** 東都製鋼株式会社