

(討22) 鉄の粒界破壊に及ぼす酸素、炭素、窒素の影響

金属材料技術研究所 ○本多龍吉 田賀秀武
富士製鉄株式会社 難波和郎

1 序

低炭素鉄において酸素が多いと粒界に沿う脆性的な破壊が起り易い事は古くから多くの研究者によって報告されてきた。(此の問題に関する文献については、巻末に掲げてある最新の教科書や参考書を参照されたい。^{1,2,3)}これらの報告に従えば鉄中の酸素量が30ppm値までは鉄の破壊強度は大きく、延性-脆性遷移温度は低い。そして遷移温度以下での破壊破面は劈開型である。一方酸素が30ppmより多くなると従い破壊強度は低下し、遷移温度は上昇し、破壊は粒界型に移行する。此の様子は変化は酸素0.003%から0.01%ないし0.02%の間で最も著しい。但し此の様子は又炭素量にも依存し、炭素量が極めて少ない場合-0.002ないし0.003%以下に酸素の影響は最も著しい。此の様子は例えば低炭素鉄板の製造取り扱いと言った実際的な問題においても極めて重要であり、又酸素や炭素の粒界偏析といった金属物性上興味深い問題にも関連している。

さて此の様子は酸素の影響については既に多くの報告が出されていて現象論的にはほとんど確立した事実の様に見えるかもしれない。しかしながら炭素の量が酸素の影響と関係するものならば酸素の影響を正確に調べるには同じ炭素量で、酸素量のみ異なる試料を使いなければならぬ筈である。しかし事實はその様な試料を作る事は極めて難しく一般に酸素の多いものには炭素が少ない傾向がある。しかも炭素量が極めて少ない時にはその分析値も常に正確であるとはいえず、難しい。従って従来報告において酸素の影響は過大視され、炭素の影響は過少評価されている可能性があると著者等は考えた。此の様な事情の下に酸素及び炭素の粒界破壊に及ぼす影響を調べ直したのであるが今回その結果の一部をここに報告する。

猶炭素が粒界強度に影響を与えよとすれば多くの点でこれと類似の性質を持つ窒素はどうかという問題がおこってくる。一般に鉄の脆性破壊という観点からは窒素は有害な元素と為され、粒界破壊についても窒素の粒界偏析は低応力で粒界破壊の起る原因となるとする報告がなされている。⁴⁾此の考え方は反論もされておらず可成り一般に受けられている如く見える。⁵⁾しかし此の場合も炭素の影響を分離した実験の結論ではないと著者等は考え、脱炭鉄に対する窒素の影響を調べてみた。此の結果についても紙面と時間の許す範囲で簡単に報告する。

2 酸素、炭素に関する実験とその結果

再電解鉄を真空溶解した後、溶解炉中にアルゴンを入れ、溶湯に色々な量の炭素はいしは酸化鉄を加えて炭素量及び酸素量の異なる5kgインゴットを幾か用意した。此の様なインゴットの中炭素量が大体同じで酸素量のみ異なる三種のものを選んで以下に述べる実験に使用した。最初これらのインゴットを1200℃にて、鍛造圧延後かきむきして厚さ10mmの板とし、更に冷間圧延を行って厚さ1.7mmの

板を作った。此の状態では三種の試料の炭素量は0.013~0.014%の範囲にあり酸素量は0.003, 0.012及び0.018%である。此の不純物については: N < 0.001%; Si < 0.001%; Mn < 0.001%; S, 0.004%; P, 0.002%; Al, 0.005%; Co, 0.008%; Ni, 0.004%; Cr, Cu, Mo, W, Nb, Ti, Zr, V, B, Sn, Ta, Zn, Mgは0.002%以下であった。此の様な板より引張試験片を切り出したが試験片の平行部寸法は長さ40mm巾5.5mmである。

表一 5種の熱処理

熱処理温度	930°C	700°C			冷却
雰囲気	真空	湿水素	乾水素	真空	
熱処理 1	1時間保	0	0	0	真空中にて徐冷
2	持後700°C	1時間	1時間	1日	
3	まで炉冷	8時間	8時間	1日	
4		48時間	48時間	1日	
5		0	192時間	0	乾水素中にて徐冷

これらの試料について表一に掲げられた5種の熱処理を行った後化学所磨(燐酸60+過酸化水素40+アルコール5中で表面層約0.1mmを除いた)してから引張試験を行った。熱処理中使用した真空度は 1×10^{-5} mmHgのもの、湿水素は露点0~2°Cのもの、乾水素は露点-50~-60°Cのもの(露点は加熱中の炉の出口で測定)、徐冷とある場合は700°C-400°Cの間で100°C/hr、400°C以下で25°C/hrの冷却速度を用いた。熱処理の目的の一つは、炭素レベルの異なる場合について酸素の影響を調べる為に炭素量を調整する事であり、乾水素のみで長時間焼鈍した場合の目的は酸素の入る可能性のない熱処理では破壊挙動がどの様になるかを調べる為である。湿水素乾水素で相次いで各1時間ずつ焼鈍した試料(表一の処理2)の炭素量は0.005%、湿水素と乾水素ないしは乾水素のみで長時間焼鈍した試料の炭素量は0.001%近辺にあった。酸素量は分析値のバラツキの範囲内ですべての焼鈍後一致している様に見える。(目下分析を繰り返している。) 結晶粒度は試料の種類、熱処理によらず大体同じで結晶粒の平均直径は0.18µm前後であった。引張り試験は常温、-75°C及び-196°Cにおいて、2 $\frac{1}{2}$ mmの速度で行われた。結果のバラツキを考慮して同一条件で各二本ずつ試験をした。

真空焼鈍のみの試料及び、湿水素と乾水素の双方で焼鈍した試料の、常温及び-196°Cにおける試験結果を表1~表4図に示す。図から明らかになる如く延びや破壊応力は酸素量に関して何等系統的な差を示していない。一方水素焼鈍の時間が計16時間ないしはそれ以上のもの(C \approx 0.001%)は水素焼鈍の時間がもっと短いもの(C \approx 0.005%)に較べて破壊応力も延びも顕著に減少している。例えばの(1)について言えば後者は-75°Cにても完全に延性を示したけれども、前者は同じ温度で完全な脆性破壊を行い、観察された破面は粗界型であった。後者は-196°Cでは可成り脆い、だが破面は劈開型であった。前前者は常温においても、完全な延い

を示すす10~12%のののの破壊した。延性状態における抗張力や降伏力も酸素量にはよりなかつた。

乾水素処理を行った試料の試験結果においても同じく酸素による破壊挙動の差は見出されなかつた。そして常温ではこれらの試料は完全な延性を示したけれども、 -75°C や -196°C では延性はそれぞれ2%以下及び0%で、破壊力はそれぞれ 22kg/mm^2 及び 20kg/mm^2 程度と著しく低い値を示した。これらの値は湿水素も乾水素の両方で長く焼鈍した試料に較べると高いけれども炭素の多い試料に較べては遙かに低い。

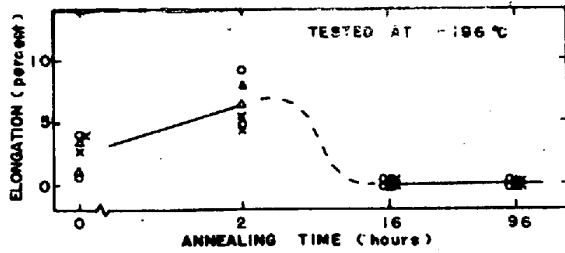
これらの結果から鉄中に存在している酸素は0.003~0.018%の範囲で破壊強度や延性にほとんどないしは全然影響を及ぼさない事が判る。長時間水素焼鈍を行うと破壊じん性は低下するけれども此の様子は乾水素焼鈍でも観察されし又表面酸化の可能性を考慮して試料表面はすべて可成り厚く取り除いてから試験をしている。従ってじん性の低下が熱処理中に起った外部酸素の侵入によるものであるとは考え難い。粗界型の破壊に伴う破壊じん性の低下は常に炭素量の低い場合に観察されたから、少なくとも此の様子は酸素量の範囲では、粗界の強度は炭素量によって支配される事も考え事が最も自然である。乾水素のみで焼鈍された試料は湿水素も使われた場合に較べて若干よい破壊じん性を示したから酸素の影響を完全に否定する事は出来なけれども此の差は脱炭の程度差によるものと考え事ができる。

3 窒素に関する実験としての結果

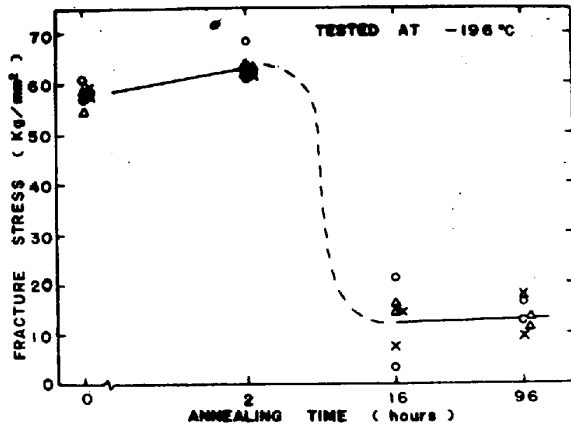
本実験においても再電解鉄から作られた板状の引張試験片(最初C, 0.010%; 0.006%)を使用した。これらの試験片をまず最初にカー表熱処理の如く熱処理(粒度調整と脱炭)した。最後の真空焼鈍は省いた。更にこれらをアムモニア水素の混合気中で窒化し0.011%と0.040%の窒素を含んだ試片を作成した。次に窒化しないものと窒化した試料計三種(すべて結晶粒の平均直径は0.18mm)を600℃から急冷または徐冷して常温、 -75°C 、 -196°C で引張り試験した。その結果の一部をFig. 5~6図に示す。急冷試料は徐冷試料より若干破壊じん性が低いけれども、何れの冷却条件の下でも窒化量と共に破壊じん性は向上している。破面の観察結果も合せ考えて窒素の粒界偏析が粒界を弱めるとは考えられない。

文献

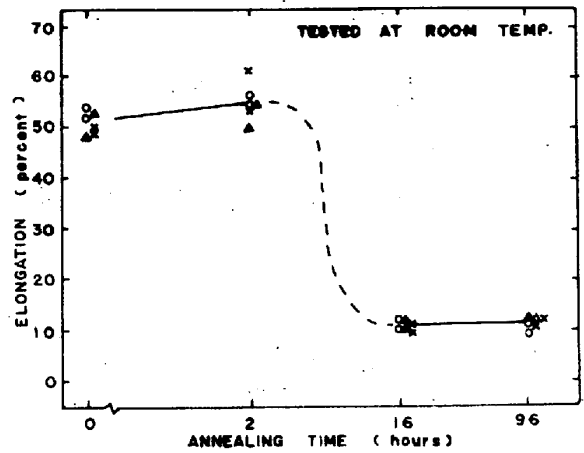
- 1) J. D. Fast: "Interaction of Metals and Gases", Vol 1, 1965, Academic Press, New York.
- 2) 日本学術振興会製鋼分19委員会編: "鉄鋼と合金元素(上)", 1966年, 誠文堂新光社, 東京, P. 933.
- 3) A. S. Tetelman and A. J. McEvily: "Fracture of Structural Materials", 1967, John Wiley and Sons, New York.
- 4) B. E. Hopkins and H. R. Tipler: J. I. S. I. 177 (1954), 110.
- 5) N. P. Allen: "Iron and its Dilute Solid Solutions", Ed. C. W. Spencer et al., Interscience Publishers, New York, 1963, p. 271



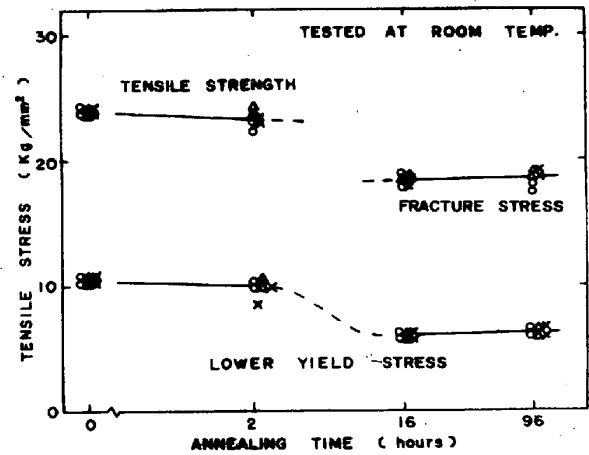
第1図



第2図

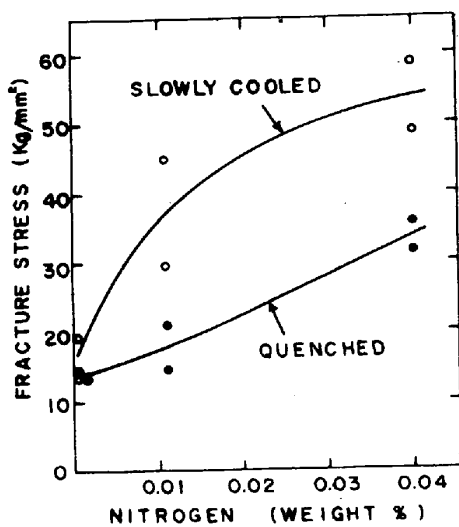


第3図

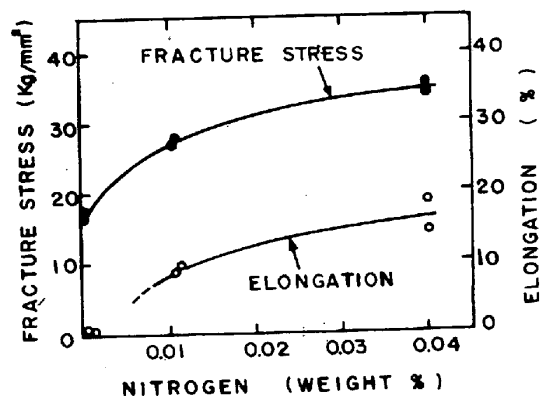


第4図

第1~4図 異なる量の酸素を含み、異なる時間700°Cにおいて水素焼鈍された鉄試料の-196°C及び常温における延びと破壊応力。横軸は焼鈍時間で湿水素焼鈍時と乾水素焼鈍時間との和。○, 酸素量0.003%; △, 酸素量0.012%; ×, 酸素量0.018%。



第5図 徐冷及び急冷された鉄試料の-196°Cにおける破壊応力と窒素量との関係。



第6図 急冷された鉄試料の-75°Cにおける破壊応力及び延びと窒素量との関係。