

Fig. 5. Effect of normalizing cooling rate on the various transition temperatures. (normalized at 900°C 2hr and tempered at 650°C, 5hr)

ピー 90% 脆性破面遷移温度および 2 mm プレスシャルピー 50% 破面遷移温度がこれとほぼ一致をみた。

4. 結 言

ASTM A302B 鋼の機械的性質は熱処理に著しく左右される。特に厚板では焼準時の冷却速度の影響が大きい。本実験結果を要約すると次の通りである。

1) 規定の強度および靱性を得るには焼準時の冷却速度をできるだけ大きくする必要がある。そのためには 20°C/min 以上の焼準冷却速度が得られるよう熱処理条件を定めねばならない。

2) 低温靱性評価にあたり、各種遷移温度は試験片寸法効果 およびノッチ 効果の影響が著しい。き裂発生 の criterion としては大型 V シャルピー 100% 脆性破面遷移温度とも一致した NDT 温度によるのが望ましく、これは 2 mm V 標準シャルピー 30 ft-lb 遷移温度とはかなり傾向が異なつた。またき裂伝播 criterion としては NDT+60°F が大型衝撃 90% 脆性破面遷移温度ならびにプレスシャルピー 50% 破面遷移温度と一致をみた。

最後に本研究は鉄鋼照射試験研究合同委員会の昭和38年度原子力平和利用補助金研究炉外試験として長谷川委員長以下各位のご協力を得たことを付記し感謝申し上げます。

文 献

- 1) 薄田, 安藤: 三菱重工技報, 3 (1966) 1, p. 36~42
- 2) 長島, 森, 土生, 千々岩: 鉄と鋼, 51 (1965) 11, p. 2037

(247) 静的切欠曲げ試験による破壊靱性の測定

(鋼材の脆性破壊発生に関する研究—I)

日立製作所, 日立研究所

佐々木良一・〇正岡 功

勝田工場 島田 隆介

Measurement of Fracture Toughness in the Static Notched Bend Tests

(Studies on brittle fracture initiation of steels—I)

Ryōichi SASAKI, Isao MASAOKA and Takasuke SHIMADA

1. 緒 言

鋼の脆性破壊発生に関する研究は鋼板に関して溶接ビード付広巾引張試験¹⁾, ESSO 試験²⁾, Deep notch 試験³⁾, また回転体では回転円板破壊試験^{4)~6)}が広く行なわれている。このように実験室において低応力で脆性破壊を発生させるためには、一般に比較的大形の試験片を必要とする。

しかしこれら大型試験片による研究は脆性破壊研究に有力であるが、大がかりな設備とともに多量の試験材が必要で、経費もかかり、冶金的因子の影響を調べることも、また鋼種、溶番、熱処理などの異なる材料についてそれぞれ実施することは困難である。しかし一般取引上に用いられている引張試験や衝撃試験の値のみでは脆性破壊に対する評価がむずかしい点が多い。

いつばう Griffith-Irwin 理論⁷⁾は超高張力鋼の脆性破壊評価に広く用いられているが、大型試験片では強度が 100 kg/mm² 以下の鋼に対しても適用されており^{2)~4)}, また比較的小型の切欠曲げ試験への適用も試みられつつある⁸⁾⁹⁾。

このような観点からわれわれは経済的な曲げ試験に注目し、鋭い切欠を持つ静的曲げ試験を実施し、これから求められる破壊靱性が Griffith-Irwin 理論を満足し脆性破壊評価に適切であるかどうかを検討した。

2. 試料および実験方法

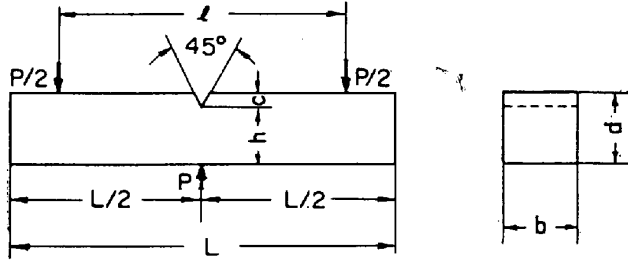
Table 1 は試料の化学成分を示す。電気炉で溶製した大型鍛造品の 1 部を使用した。これは均一な熱処理が施こされている。Table 2 は試験片の寸法を示す。すべてシャルピー衝撃試験片と相似で、5 mm 角より 100 mm 角まで作製した。切欠き底の曲率半径はできる限り鋭いものとし、鋭い刃物でプレスしたプレス切欠きとその上にさらに窒化処理を行なつた窒化切欠きの 2 種類とした。プレス切欠きは切欠き底の曲率半径 0.25 mm R の試験片にさらに鋭い刃物で深さ 0.5 mm だけ圧入して作成した。その先端は半径 0.05 mm 以下である。つぎに窒化切欠きはプレス切欠き後 520°C, 40 hr 分解アンモニアガス中にて窒化処理して作成した。窒化層の厚さは 0.01~0.15 mm 程度で、Photo. 1 に示すようにこの試験片は低荷重で窒化層からき裂が発生する。

試験方法は 3 点荷重方式により、切欠きの部分に最大応力が加わるように荷重を加え試験片を破断させた。負荷に際しては弾性範囲内で一定の応力速度 (公称応力で 100 kg/mm²・min) とした。また試験を一定温度で実施するため、治具および試験片ともに恒温の液体に浸し実

Table 1. Chemical composition of test specimen. (wt%)

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	V
0.26	0.27	0.49	0.011	0.007	0.06	3.14	0.07	0.42	0.10

Table 2. Size of test specimen.



	$b = d$ mm	$c = 0.2d$ mm	$h = 0.8d$ mm	L mm	l mm
5□ specimen	0	1	4	27.5	20
10□ specimen	10	2	8	55	40
20□ specimen	20	4	16	110	80
40□ specimen	40	8	32	220	160
60□ specimen	60	12	48	440	240
100□ specimen	100	20	80	550	400

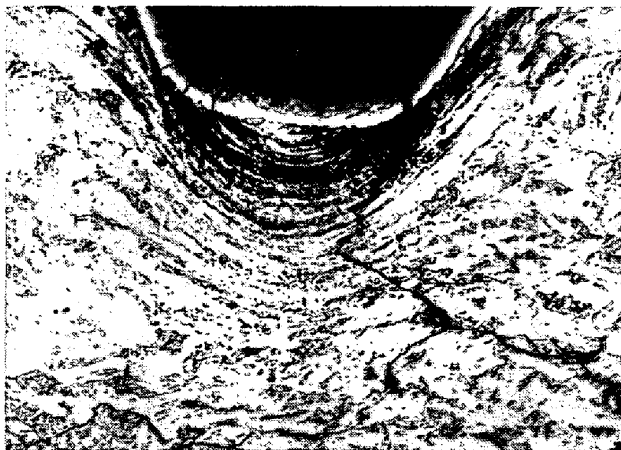


Photo. 1. Crack initiated from nitride layer at a low nominal stress.

験した。

破壊靱性の計算は WUNDT ら⁴⁾⁸⁾の方法によつて曲げ試験時の脆性破断における公称応力 σ_n と試験片寸法 c, d (Table 2) から求めた。すなわち破壊靱性を示すパラメータである臨界応力強度係数 K_c および破壊じん性 G_c は次式によつた。

$$K_c = \sigma_n \cdot \sqrt{(1-c/d) \cdot f(c/d) \cdot d} \dots\dots\dots (1)$$

$$G_c = ((1-\nu^2)/E) \cdot (1-c/d) \cdot f(c/d) \cdot \sigma_n^2 \cdot d \dots (2)$$

ここで ν は Poisson 比, E はヤング係数を示す。また $f(c/d)$ は Fig. 1 に示すように WUNDT らの使用した 3 点荷重方式に対する関数⁹⁾をそのまま使用した。また本実験はすべて $c/d=0.2$ に一定して実験し、本実験で求められた K_c および G_c は平面ひずみ状態における値とみなすことができるので以下 K_{Ic} および G_{Ic} の表現を

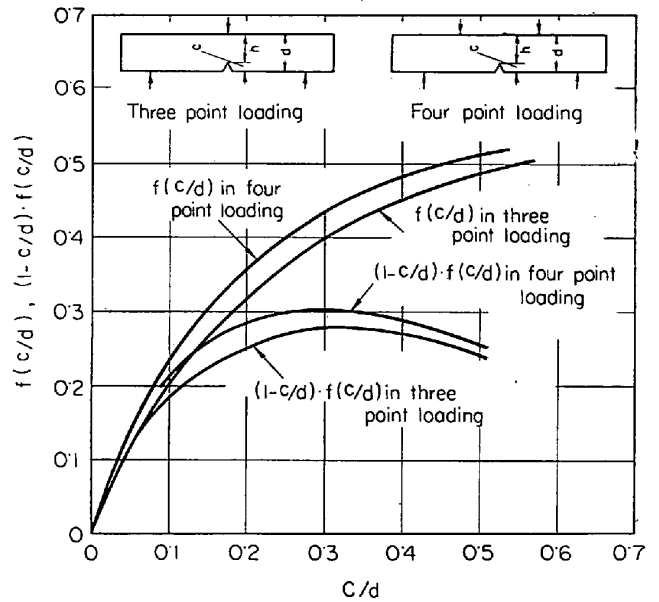


Fig. 1. Variations of $f(c/d)$ vs. c/d and $(1-c/d)f(c/d)$ vs. c/d .

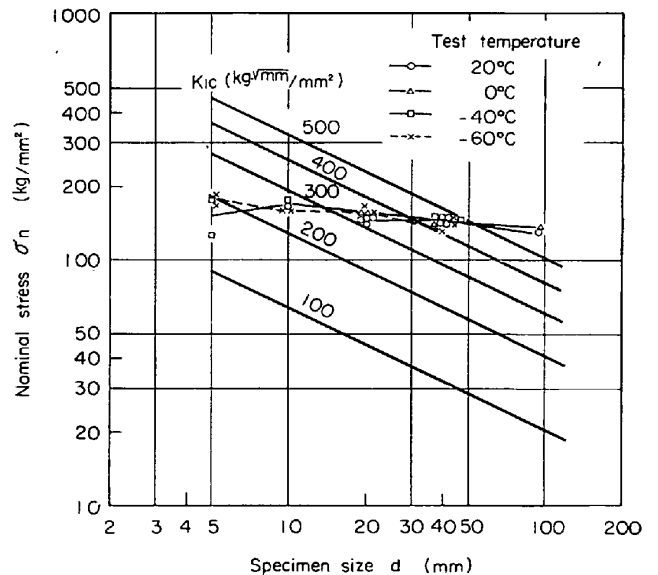


Fig. 2. Relation between nominal stress σ_n and specimen size d of the pressed notch specimens.

用いた。

3. 実験結果およびその考察

3.1 プレス切欠き試験片による静的曲げ試験結果

Fig. 2 はプレス切欠き試験片による公称応力 σ_n と試験片寸法 d の関係を示す。試験温度 $20^\circ\text{C} \sim -60^\circ\text{C}$ 、試験片寸法 $5 \sim 100$ mm 角の範囲で実験したが、 σ_n は試験温度の影響をほとんど受けず同じ値を示し、また d が

増加するにつれ多少低下はするが、その程度は非常に小さい。

Fig. 2 に Griffith-Irwin 理論に適合した場合の K_{Ic} 一定のときの σ_n と d の関係を同時に示すが、この関係は $\log \sigma_n$ と $\log d$ が勾配 $-1/2$ の直線で表わされる。プレス切欠き試験片による $\log \sigma_n$ と $\log d$ の関係はこの直線式とまったく異なる。これはプレスノッチ程度の切欠の鋭さでは試験片の小さいものあるいは試験温度の高いものは延性き裂を生じやすいためである。しかし -40°C 以下の低温で試験した試験片あるいは 100 mm 角の試験片も 100% 脆性破面を生じているが低応力破壊には至らない。いずれにしてもプレスノッチ程度の切欠鋭さでは満足した K_{Ic} および G_{Ic} は求めることができないと考えてよからう。

3.2 窒化切欠き試験片による静的曲げ試験結果

Fig. 3 は窒化切欠き試験片による公称応力 σ_n と試験片寸法 d の関係を示す。試験温度 40°C ~ -65°C 、試験片寸法 $5\sim 60\text{ mm}$ 角の範囲で実験したが、多少のばらつきはあるにせよ 20 mm 角以上の試験片に対し、すべての温度で Griffith-Irwin 理論から導かれた (1) 式を満足する直線式を得ることができた。すなわち各温度で d の増加とともに σ_n を減少し、 $\log \sigma_n$ と $\log d$ は勾配 $-1/2$ の直線を示す。またこの直線は試験温度の低くなるにつれ低応力側にずれ、この関係を満足する K_{Ic} の値は漸次低下する。このように窒化切欠きは自然欠陥と同じ程度の鋭い切欠きと考えれば、窒化切欠き試験片による曲げ試験を実施することは Griffith-Irwin 理論にしたがって材料の破壊靱性を求めるのに適した方法といえる。

しかし試験片寸法が比較的小さい場合には表面の窒化層の影響を受ける部分が多くなり、またノッチ底部に塑性変形も起こしやすくなり、Griffith-Irwin 理論からずれてくる。本実験範囲において 10 mm 角以下の試験片ではその傾向が著しく、少なくとも試験片寸法は 20 mm 角以上のものについて試験する必要がある。

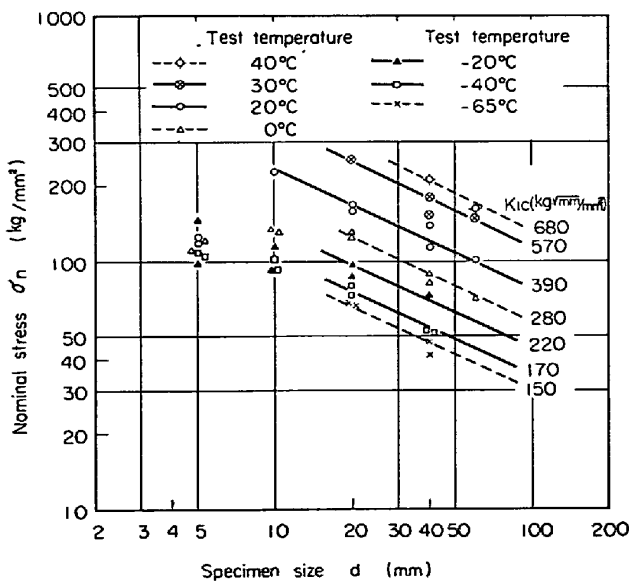


Fig. 3. Relation between nominal stress σ_n and specimen size d of the nitrated notch specimens.

またかなり高温で試験を行なうときには小型の試験片ほど延性破壊しやすく脆性破壊強度を求めるためにはより大型の試験が必要となる。これは靱性の高いものほど著しい。このように静的曲げ試験において破壊靱性を求める試験温度はある程度制限を受ける。しかし通常脆性破壊の危険性のある温度では窒化切欠き試験片で適当な寸法を選べば十分破壊靱性を求めることができる。

3.3 窒化処理による材質変化の有無に対する検討

窒化切欠き作成のため試験片はアンモニアガス中 520°C 、 40 hr 加熱されるが、この加熱のため試料の材質が変化しないことが重要で、それに対する検討を行なった。

Fig. 4 は窒化処理および窒化層除去後の V シャルピー衝撃遷移曲線の変化を示す。その結果窒化した試験片は衝撃値が著しく低下し遷移温度が上昇する (曲線 (2)) が、窒化後両側表面の窒化層を各 1 mm 除去したもの (曲線 (3))、および切欠き底を 0.5 mm 研磨したもの (曲線 (4)) はやや回復し、この両者を同時に行なつて窒化層を完全に除去したもの (曲線 (5)) は窒化しないもの (曲線 (1)) とほとんど同じ遷移曲線に回復した。

以上の結果から 520°C 、 40 hr 窒化処理して表面に窒化層を生成させることは切欠き底からのき裂発生感受性を高め、かつ shear lip の発生を防ぐが、ごく表面付近以外材質自体を脆化させることはなく、ある程度寸法を大きくとれば窒化層自体の影響を受ける表面付近のしめる割合も小さくでき、脆性破壊抵抗を求める試験として好都合と考えられる。また 520°C 、 40 hr 加熱による材質劣化については大気中で同条件加熱し加工後試験し

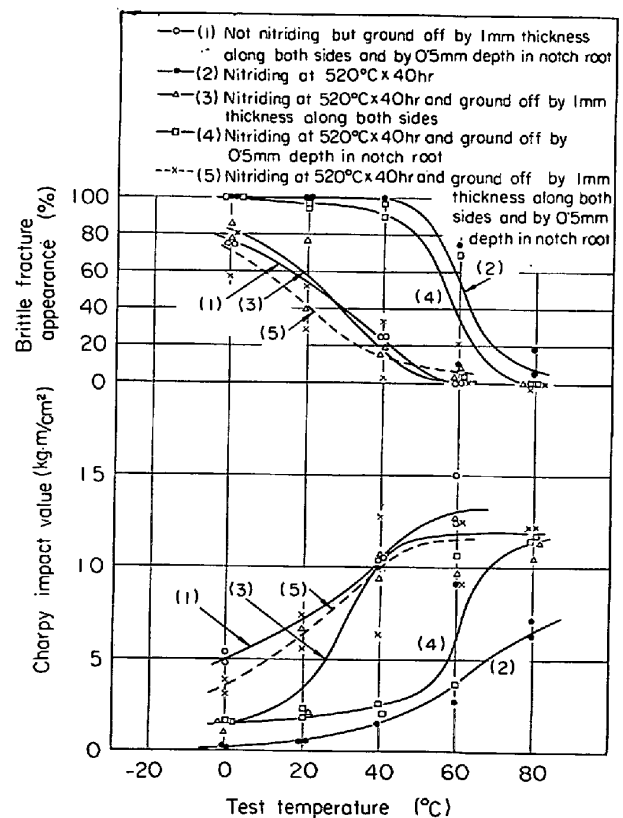


Fig. 4. Effect of nitriding and removal nitride layer on the Charpy transition curve.

て、加熱前と等しい遷移曲線を示すことも確認した。

4. 結 言

静的切欠曲げ試験結果より破壊靱性を求め、GRIFFITH-IRWIN 理論の適用性について検討した。結果を要約すると次のとおりである。

(1) プレス切欠き試験片による静的曲げ試験では GRIFFITH-IRWIN 理論を満足する破壊靱性は求められない。

(2) 窒化切欠きは自然き裂に近い非常に鋭い切欠きと考えられ、20 mm 角以上の試験片による静的曲げ試験で GRIFFITH-IRWIN 理論を満足する破壊靱性が求められる。

(3) 試験片寸法が 20 mm 以下では表面の窒化層の影響が多くなり、また塑性変形しやすく好ましくない。

(4) 比較的高温で靱性の高い材料を試験するときは小型の試験片では延性破壊しやすくより大型の試験片が必要となる。

(5) 窒化層の影響を受ける部分はごく表面で、内部は材質的な変化を受けない。窒化層はき裂発生感受性を高めるとともに shear lip の発生も防ぐ。

最後に 60~100 mm 角の曲げ試験に際して種々ご便宜を与えられた金属材料技術研究所岩元部長に厚く感謝申し上げる。

文 献

- 1) H. KIHARA and M. MASUBUCHI: Weld. J., 38 (1959) 4, p. 159S
- 2) 秋田, 池田: 造船協会論文集, 第 112 号 (1963), p. 153
- 3) 秋田, 池田: 造船協会論文集, 第 116 号 (1964), p. 136
- 4) D. H. WINNE and B. M. WUNDT: Trans. ASME, 80 (1958), p. 1643
- 5) 柱, 渡辺, 勝田, 武井: 機械学会誌, 64 (1961), p. 583
- 6) G. O. SANKEY: Proc. ASTM, 60(1960), p. 721
- 7) G. R. IRWIN: Encyclopedia of Physics, VI (1958), Springer, p. 582
- 8) B. M. WUNDT: ASME Preprint, 59-MET-9, (1959)

(249) 起電力測定による溶鋼中の酸素の定量について

(アルミナ固体電解質の検討—I)

日本製鋼所, 室蘭製作所

理博 中川 義隆・○志賀 靖彦

Determination of Oxygen Content in Molten Steel by EMF Measurement

(On the alumina solid electrolyte—I)

Dr. Yoshitaka NAKAGAWA and Yasuhiko SHIGA

1. 緒 言

近年, 溶鋼中の酸素量を電気化学的に直接定量する方法が数多く研究されている^{1)~5)}。この迅速酸素分析法が実用化されると, 精錬技術は著しく向上するであろう。

しかし現段階では固体電解質として優れた性質をもつジルコニヤライムが非常に高価なものであることが, 一つの理由として, 現場作業にこの分析法が採用されるに至っていない。そこでわれわれは実用的な固体電解質を見出すべく種々の検討を行なっている。ここではアルミナの場合の実験結果について報告する。

2. 実験方法

2.1 高温ガス中における起電力測定

溶鋼における起電力を測定する前に, アルミナの固体電解質としての適性を高温ガスについて調べた。Fig. 1 (a) に装置の概略を示す。両極には白金線を用い, 固体電解質は内径 5 mm, 肉厚 1.5 mm の電融アルミナ管である。標準電極には空気酸素含有量一定を流し, 測定電極には (O₂+Ar) あるいは (CO+Ar) の混合ガスを, 組成を変化させながら流して, そのときの起電力を測定した。電位差計は電子管式のものである。実験温度は 1250°C および 1350°C である。ガス分析はオルザット法で行なつた。

2.2 溶鋼における起電力測定

装置の概略を Fig. 1 (b) に示す。木炭炉でアルミナ坩堝を用い, 溶鋼 800 g を 1540±10°C に保持して実験を行なつた。その供試材の化学成分は C: 0.84, Si: 0.32, Mn: 0.67, P: 0.024, S: 0.018 である。固体電解質には前述の電融アルミナ管を用い, その中に炭素飽和鉄を入れ, 標準電極には黒鉛棒を用いた。一方溶鋼に装入する電極は鋼線を用いた。起電力測定は, 溶鋼に 1 回 5 g づつ酸化第 2 鉄を添加して酸素含有量を逐次高めながら行ない, 同時に真空採取法で試料を採取した。酸素分析は真空溶融法で行なつた。

3. 結果および考察

3.1 高温ガス中における起電力測定結果

Fig. 2 に結果を示す。横軸は O₂ および CO の容量 % で, 他のガスは Ar である。これはまた酸素ポテンシャルを意味する。起電力は酸素ポテンシャルとともに増加するが, (10%CO+Ar) に相当するポテンシャル以上では, 電起力の値は一定になつている。酸素ポテンシャルによつて起電力の値が増加するのは, アルミナを隔てて一相から他相に移動する単位時間あたりの酸素イオン

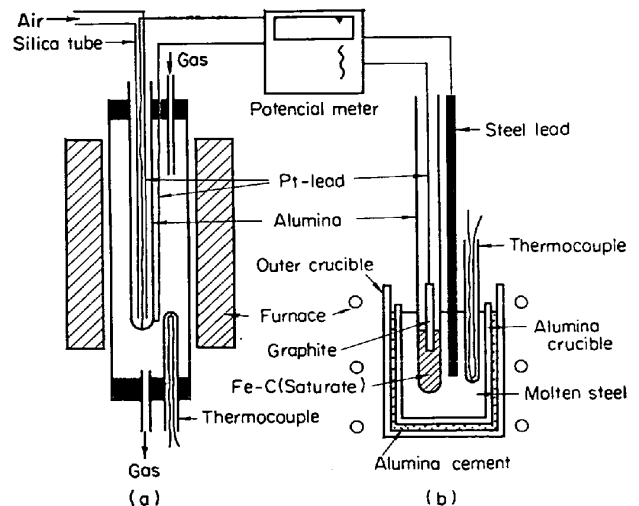


Fig. 1. Schematic of apparatus.