

論 文

UDC 669.15'26'28'292-194 : 669.14-153.63 : 620.174.24

等温変態処理した鋼の遅れ破壊特性*

福 井 彰 一**

Delayed Fracture Characteristics of Isothermally Transformed Steel

Shoichi FUKUI

Synopsis:

As a part of study of the influence of metal-structure on the delayed fracture strength of low alloy high strength steel in moist atmosphere, the delayed fracture characteristics in 0.1N-HCl solution was examined for Cr-Mo-V steel of bainitic structure obtained by isothermal heat treatment, and the structure tempered after the treatment.

At the hardness levels over Hv 350, the delayed fracture limit and the delayed fracture ratio of the materials isothermally transformed were higher than those of the materials conventionally quenched and tempered. Only in the case of tempered at 550°C after isothermal transformation, the delayed fracture strength decreased by the amount equal to that of the quench-tempered material with the same hardness.

Electron microscopic observation revealed that carbides precipitated densely along the prior austenitic grain boundaries in the steel tempered at 550°C after isothermal transformation. A very small amounts of carbides was observed along the grain boundaries in the steel transformed isothermally, and grain boundary carbides of the steel tempered at the temperature over 600°C were globulized.

The comparison of these results with those of quench-tempered material suggested that the difference in the delayed fracture strength between both materials at the high hardness levels attributed to the difference of the precipitation behavior of carbides along the austenitic grain boundaries.

(Received Jan. 18, 1972)

1. 緒 言

著者はさきに湿潤環境中における低合金強靱鋼の遅れ破壊強度におよぼす焼もどし温度の影響について調べ、遅れ破壊き裂はオーステナイト粒界に発生し、いわゆる低温焼もどし脆性温度領域で焼もどした鋼ではき裂はおもに旧オーステナイト粒界に沿って伝播し、また遅れ破壊強度も異常に低下することを報告した¹⁾。低温焼もどし脆性については多くの研究が行なわれ、その機構についての議論も多いが、現象的には結晶粒界部の強度低下によるものであることは明らかである²⁾³⁾。いつぼうも等温変態処理によつて得られるベイナイトは同等なかたさに焼もどしたマルテンサイトより切欠靱性が高く、とくに低温焼もどし脆性温度領域で焼もどされたマルテンサイトと比較したときにその差異は顕著である⁴⁾。

遅れ破壊強度と靱性との関係は明らかではないが、いずれも結晶粒界の性質に依存する点で共通しており、その意味で靱性の高いベイナイトを遅れ破壊強度の面から検討することにより、遅れ破壊強度におよぼす金属組織

の影響についてより深い理解が得られるものと考えた。そこで、Cr-Mo-V 鋼について等温変態処理温度を変えてかたさを調整した場合の遅れ破壊強度を調べたところ、焼もどしマルテンサイトにくらべて高い遅れ破壊強度が得られ、またその効果は旧オーステナイト粒界部の強度上昇によるものであることが明らかになったので、その結果について報告する。

2. 供試材および実験方法

供試材は Table 1 に示す化学組成をもつ Cr-Mo-V 鋼で、2 t アーク炉で溶製した 1 t 鋼塊から 2 ヒートで直径 10 mm の丸棒としたものである。900°C で 1 hr

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

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	V
0.36	0.65	0.72	0.016	0.09	0.18	0.09	1.52	0.51	0.17

* 昭和 44 年 3 月本会講演大会にて発表
昭和 47 年 1 月 18 日受付

** 大同製鋼(株)研究開発本部中央研究所

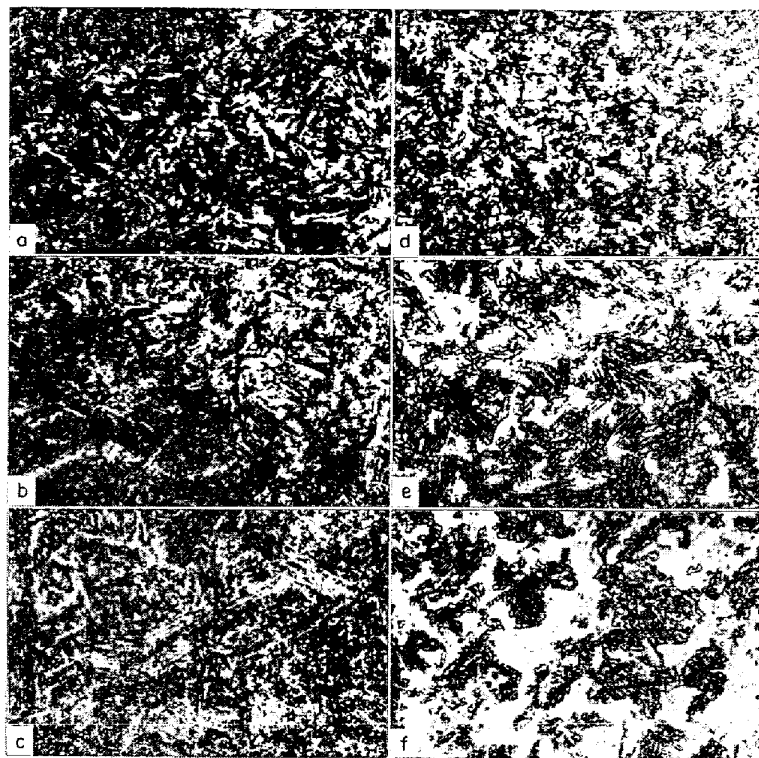
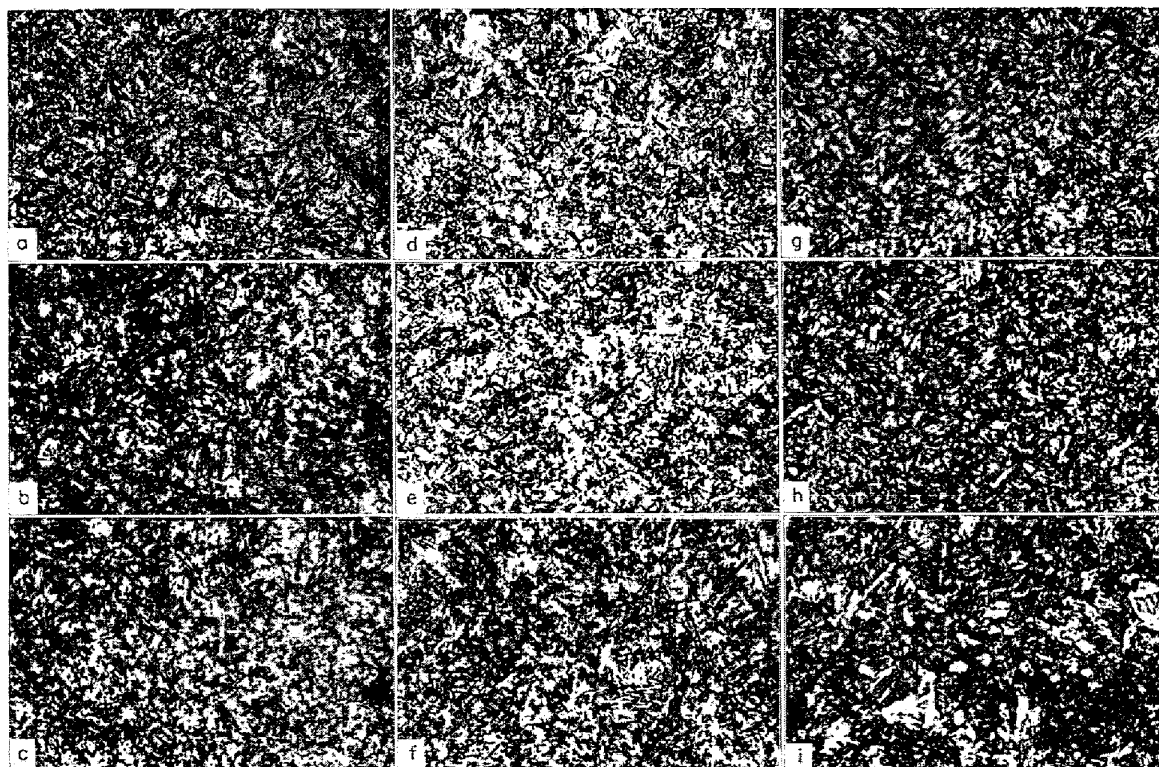


Photo. 1. Microphotographs of test pieces isothermally heat treated at 325°C (a), 350°C (b), 375°C (c), 400°C (d), 425°C (e) and 450°C (f) respectively, for 10 min (1% nital, $\times 600$)



a) Tempered at 550°C after 325°C I. T. f) Tempered at 650°C after 400°C I. T.
 b) Tempered at 600°C after 325°C I. T. g) Tempered at 550°C after 450°C I. T.
 c) Tempered at 650°C after 325°C I. T. h) Tempered at 600°C after 450°C I. T.
 d) Tempered at 550°C after 400°C I. T. i) Tempered at 650°C after 450°C I. T.
 e) Tempered at 600°C after 400°C I. T.

Photo. 2. Microphotographs of test pieces tempered for 1 hr after isothermal heat treatment. (1% nital, $\times 600$)

加熱後炉冷の焼なましを施してから切欠半径 0.1 mm, 深さ 1 mm の 60°V 型環状切欠をつけた直径 6 mm の遅れ破壊試験片を削り出し, その後塩浴炉を用いて等温変態処理を行なった.

オーステナイト化温度を 880°C とし, 30 min 加熱後 300~500°C で 10~60 min 保持水冷して金属組織を観察した予備実験の結果, 325°C~400°C では 10 min までの保持でほぼ変態を終了したが 300°C および 425°C 以上の等温保持では 1 hr 以上保持しても変態は進行せず, マルテンサイトの多い組織となつたので, 試験片の保持時間はいずれも 10 min と一定にした. なお, デラトメータにより加熱速度 250°C/hr で測定した各変態点はそれぞれ, A_{c1} 769°C, A_{c3} 850°C, M_s 322°C および M_f 100°C であつた. 処理した遅れ破壊試験片の等温度変態組織を Photo. 1 に示す. 425°C で等温度変態処理したものは面積率で約 20% のマルテンサイトが認められ, また 450°C で等温変態処理したものでは約 60% のマルテンサイトが混在している. 一部の試験片については等温変態処理後, それぞれ 550, 600 および 650°C で 1 hr の焼もどしを施して遅れ破壊試験に供した. これらの試験片の金属組織を Photo. 2 に示す.

熱処理した試験片の切欠部を直径 0.2 mm の軟質ステンレス鋼線を用い, 機械油に懸濁した 400 番カーボラダム粉末によつて研磨した. 試験片の切欠半径および切欠部直径を拡大投影器により測定した.

片持曲げ式遅れ破壊試験機により⁵⁾, 試験環境を 0.1 規定 HCl 水溶液として遅れ破壊試験を行なった. また遅れ破壊試験片と同形の試験片について静曲げ強度を測定した. 試験結果はいずれも切欠部における公称最大曲げ応力の値で整理された.

3. 実験結果

Fig. 1 に各温度で等温変態処理した試験片の遅れ破壊曲線を示す. 遅れ破壊曲線はいずれも数時間以内で破断時間が急激に増加しほぼ水平となる限界応力値を示したので, この応力値を遅れ破壊限度と呼ぶこととした. 静曲げ強度は等温変態温度の上昇に伴つてしだいに低下するが, 遅れ破壊限度は等温変態温度 400°C までは変態温度の上昇につれて上昇し, 400°C をこえると急激に低下する. 静曲げ強度に対する遅れ破壊限度の比の値を遅れ破壊限度比とし, 等温変態温度による遅れ破壊限度比およびかたさの変化の様子を Fig. 2 に示した. 等温変態温度が 400°C をこえると変態温度の上昇に伴つてかたさは急増する. これは Photo. 1 に示したように等温保持時に変態が完了していないために生じたマルテンサ

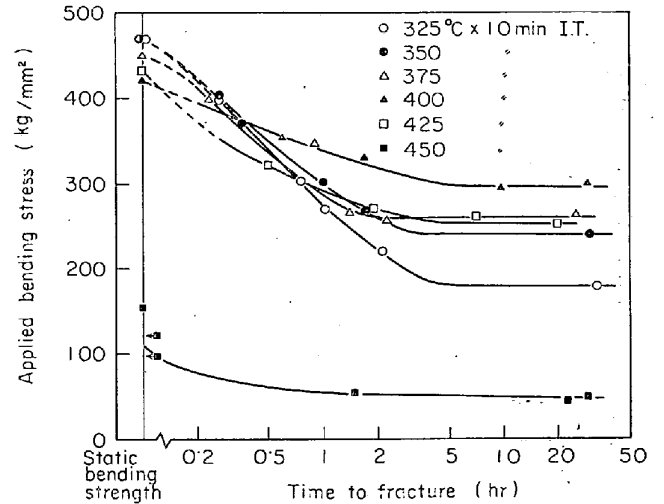


Fig. 1. Delayed fracture curves for steels isothermally transformed at various temperature.

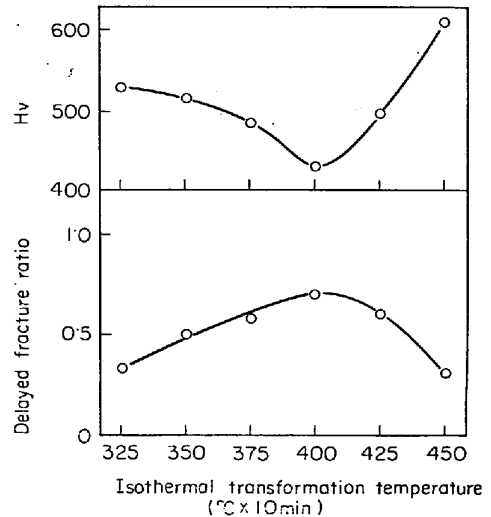


Fig. 2. Change of hardness and delayed fracture ratio with isothermal transformation temperature.

イトに起因するものと考えられるが, このようなマルテンサイトの混在により遅れ破壊限度が低下し, また遅れ破壊限度比も低下する.

Fig. 3, 4 および 5 はそれぞれ 325°C, 400°C および 450°C で等温変態処理したのち, 各温度で焼もどした試験片の遅れ破壊曲線である. 325°C で等温変態処理したものは 550°C での焼もどしにより静曲げ強度および遅れ破壊限度は低下するが, 600°C での焼もどしにより遅れ破壊限度は急増し, 650°C での焼もどしで再び低下している. 400°C 等温変態処理材では焼もどし温度の上昇に伴つて静曲げ強度はしだいに低下するが遅れ破壊限度は 550°C での焼もどしにより低下し 600°C および 650°C での焼もどしによつて回復している. これ

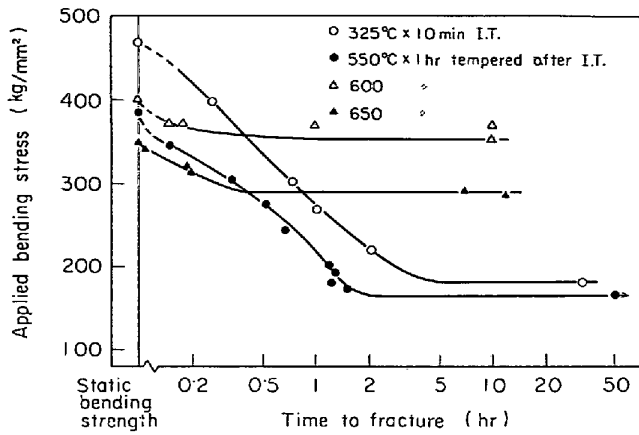


Fig. 3. Delayed fracture curves for steels tempered after isothermal treatment at 325°C.

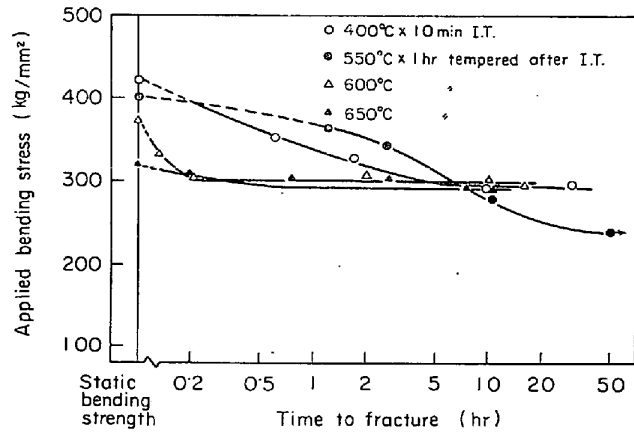


Fig. 4. Delayed fracture curves for steels tempered after isothermal treatment at 400°C.

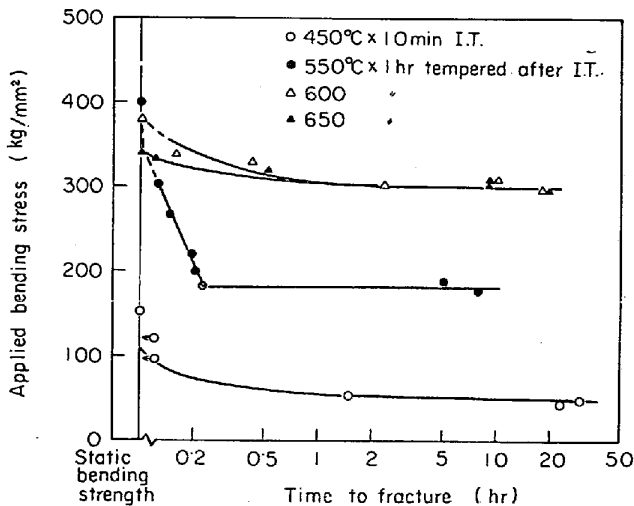


Fig. 5. Delayed fracture curves for steels tempered after isothermal treatment at 450°C.

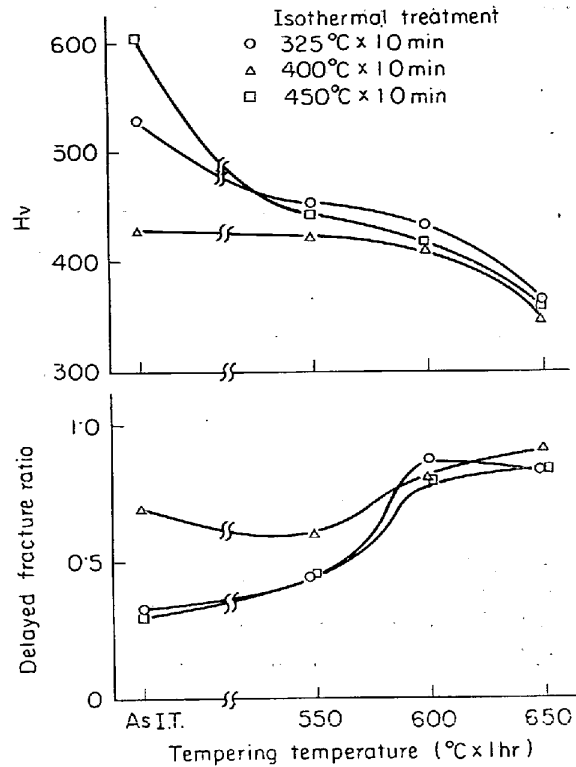


Fig. 6. Change of hardness and delayed fracture ratio with tempering temperature of steels isothermally heat treated.

より静曲げ強度は急激に増加し、遅れ破壊限度はしだいに上昇している。

Fig. 6 に等温変態処理材の焼もどしによるかたさおよび遅れ破壊限度比の変化を示す。325°C で等温変態処理したものは 550°C での焼もどしによるかたさの低下が著しいが、400°C で等温変態処理したものは 550°C での焼もどしによるかたさの低下は少なく、また 450°C で等温変態処理したものは等温変態処理のままでのかたさは著しく高いが 550°C での焼もどしにより急激にかたさが低下している。これは 450°C 等温変態材に含まれるマルテンサイトの焼もどしによる軟化が顕著なためであろう。遅れ破壊限度比はいずれも 550°C 焼もどしまではあまり変化しないが 600°C 以上での焼もどしにより著しく増加している。等温変態処理のままで高い遅れ破壊限度比をもつ 400°C 処理材では 550°C での焼もどしによりやや遅れ破壊限度比が低下する傾向を示している。

4. 結果の検討

焼入れ焼もどした低合金鋼の遅れ破壊強度はかたさに強い依存性があつて、かたさ Hv 350 付近まではかたさが上昇しても 0.1 規定 HCl 水溶液中での遅れ破壊限度比は 0.85 程度で大差はないが、かたさが Hv 350 を

らに対して、マルテンサイトが混在する 450°C 等温変態処理材では、等温変態処理のままにおける静曲げ強度、遅れ破壊限度はいずれも著しく低いが、焼もどし処理に

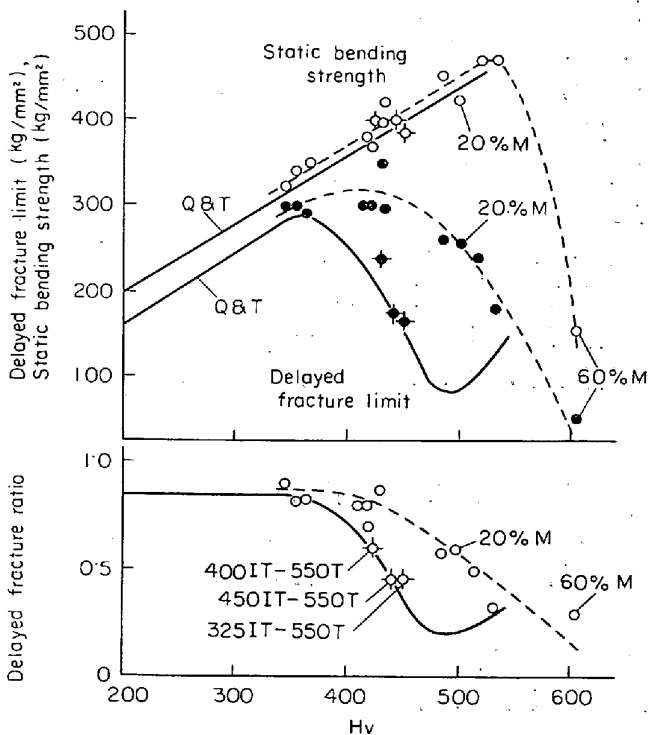
こえると急激に遅れ破壊限度比が減ずる。またこのようなかたさによる遅れ破壊限度比の変化挙動は鋼の組成によつてはあまり大きく影響されない⁵⁾⁶⁾。等温変態処理材およびこれを焼もどしたものについても特定の温度で焼もどしたものを除くと、Fig. 7のように静曲げ強度、遅れ破壊限度および遅れ破壊限度比はかたさに依存して変化することがわかる。図中には比較のために焼入れ焼もどし材の値を実線で併記した。静曲げ強度は等温変態処理材の場合でも Hv 520 程度まではほぼ焼入れ焼もどし材と同様なかたさ依存性を示している。遅れ破壊限度および遅れ破壊限度比は Hv 350 以下では等温変態処理材と焼入れ焼もどし材との間に大差はないが、Hv 350 をこえると焼入れ焼もどし材では急激に遅れ破壊強度が低下するのに対して等温変態処理材では Hv 420 まで遅れ破壊強度は低下しない。

本研究における遅れ破壊試験は 0.1 規定 HCl 中で行なわれているが、この環境中での遅れ破壊の発生には水

素脆化が寄与すると考えられるので⁵⁾⁶⁾、まずこの点から等温変態処理材と焼入れ焼もどし材との特性の差異を検討してみよう。NOSYREVA⁷⁾によると陰極的に水素を吸収させた 0.84% C 鋼における水素の透過速度はトルースタイト、ソルバイトなどのような安定な金属組織ではマルテンサイトより大きい、マルテンサイトと 200°C で等温変態処理して得たベイナイトとの間には差異が認められないという⁸⁾。水素脆化感受性については、0.27% C-3.15% Cr-0.41% Mo 鋼に関する HOBSON and HEWITT の報告⁹⁾によると陰極的に水素を吸収させた場合に水素 1cm³/100g Fe 当たりの破断絞りの減少率は 370°C で、等温変態処理したものとこれと同等の引張強さ (148 kg/mm²) とした焼もどしマルテンサイトとはいずれも 11.7% 程度で両者にはほとんど差異はない。したがって、これらの特性から焼入れ焼もどし材と等温変態処理材との間の遅れ破壊強度の差異を説明することはできない。

等温変態組織にマルテンサイトをそれぞれ 20% および 60% 含む 425°C および 450°C 等温変態処理材の遅れ破壊強度は Fig. 7 に示されるようにベイナイト単味の金属組織を示すものと同等なかたさ依存性を示し、20% 程度のマルテンサイトを 含むものでも同等なかたさをもつ焼入れ焼もどし材よりも高い遅れ破壊強度を示している。焼入れ焼もどし材の遅れ破壊強度が Hv 500 以上のかたさで再び上昇しているのは 200°C 付近の低い温度で焼もどしているため、このような低温焼もどしマルテンサイトの遅れ破壊強度が等温変態処理材のそれに近づくことは興味深い現象である。他方 550°C で焼もどした等温変態処理材の遅れ破壊強度は Fig. 7 にダッシュ付き記号で示されるように同等なかたさをもつ焼入れ焼もどし材のそれに近い値となつている。これらの現象については以下にまとめて考察する。

さきに焼入れ焼もどし材について、初期の遅れ破壊き裂が旧オーステナイト粒界に生成し、また低温焼もどし脆性域で焼もどした鋼では旧オーステナイト粒界部の劣化のために遅れ破壊強度が低下することを指摘し、セメントタイトの粒界部析出と関連づけて考察した¹⁾⁶⁾。ベイナイト変態における炭化物の析出様相は上部ベイナイトと下部ベイナイトの場合とでやや異なるが、いずれも変態の進行に伴つて逐時炭化物を析出していく点でマルテンサイトの焼もどしの場合と異なる¹⁰⁾。ベイナイト変態においては結晶粒界のような炭化物の析出しやすいところに炭化物が析出しなくても変態の進行に伴つて逐時粒内に炭化物を析出して炭素の過飽和度を下げ、マトリックスの安定化をはたすことができる。しかし等温変態



Remarks
 Solid lines: results for quenched and tempered materials
 Broken lines: results for isothermally transformed materials
 Open circles: the values of static bending strength or delayed fracture ratio for isothermally transformed materials
 Closed circles: the values of delayed fracture limit for isothermally transformed materials
 Dashed circles: the values for materials tempered at 550°C after isothermal transformation
 Q & T: quenched and tempered
 IT: isothermally transformed at indicated temperature (°C)
 T: tempered at indicated temperature (°C)
 M: martensite

Fig. 7. The relationship between hardness and delayed fracture characteristics.

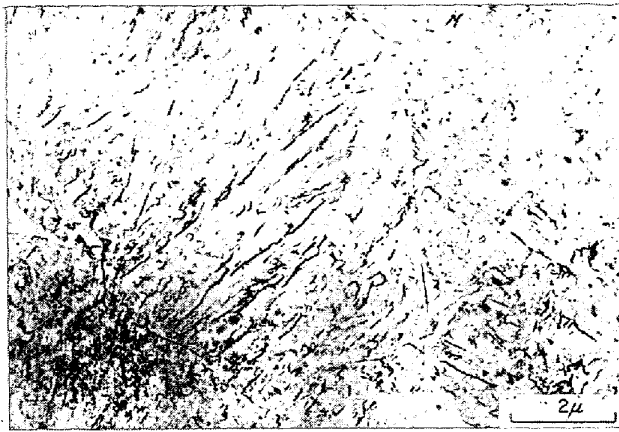


Photo. 3. Electron microscopic observation of steel isothermally transformed at 325°C.

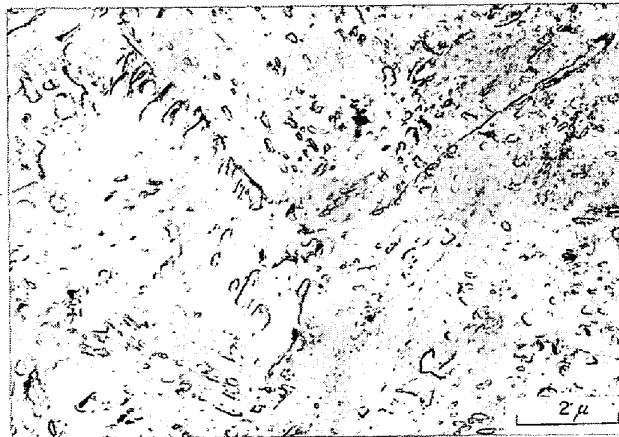


Photo. 4. Electron microscopic observation of steel tempered at 550°C after isothermal transformation at 325°C, showing grain boundary precipitation of carbides.

処理材の場合でも適当な温度に再加熱すれば炭化物の再配列および残存する過飽和炭素の析出のために旧オーステナイト粒界部への炭素の移動が生ずるのであろう。Photo. 3 は 325°C で等温変態処理した試料の電子顕微鏡写真で、旧オーステナイト粒界部には炭化物の析出はほとんど生じていないが、これを 550°C で焼もどしたものは Photo. 4 のように粒界の炭化物が肥大化するとともに、旧オーステナイト粒界部に炭化物が連なつて析出しているのがわかる。さらに高温の 600°C で焼もどしたものは Photo. 5 のように旧オーステナイト粒界部の炭化物は粒状化している。Fig. 7 に示したように等温変態処理材でも 550°C で焼もどした場合には遅れ破壊強度が低下しているのは、このような旧オーステナイト粒界部における炭化物の析出状態に起因するものと思われる。さらに等温変態処理後の焼もどしによつて旧オーステナイト粒界部に連なつた析出炭化物が認められる試料の遅れ破壊強度が通常の焼入れ焼もどしに

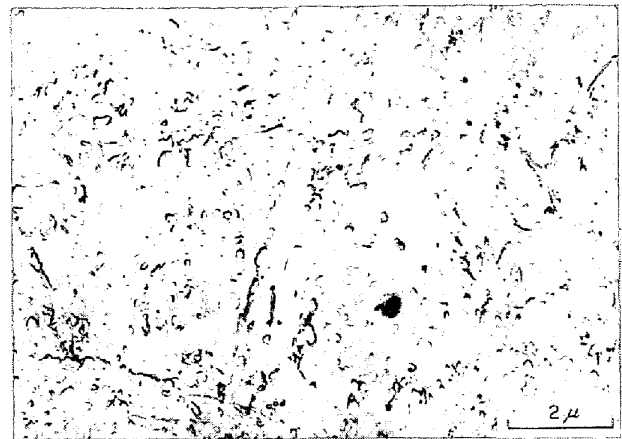


Photo. 5. Electron microscopic observation of steel tempered at 600°C after isothermal transformation at 325°C, showing globulization of grain boundary carbides.

よつて同等のかたさとしたものの遅れ破壊強度とほぼ一致することは焼入れ焼もどし材における Hv 350 以上の高硬度域での異常な遅れ破壊強度の低下に対して旧オーステナイト粒界部の炭化物析出状態の寄与が大ききことを裏付けている。また、焼入れ焼もどし材における Hv 500 以上での遅れ破壊強度の上昇は 200°C 付近の低い温度で焼もどしたことによるものであるが、この焼もどしによつてはまだ旧オーステナイト粒界部には炭化物は連なつてはいない。このような状態における遅れ破壊強度が等温変態処理材のそれに近いことは逆に等温変態処理材の遅れ破壊強度が旧オーステナイト粒界部の劣化の影響を受けていないことを示している。

5. 結 言

① 等温変態処理およびその後焼もどしを施した Cr-Mo-V 鋼について 0.1 規定 HCl 水溶液環境中における遅れ破壊特性を調べた結果を要約するとつぎのとおりである。

- 1) 等温変態処理温度の上昇につれてかたさは低下し、遅れ破壊限度および限度比は上昇する。マルテンサイトが混在するとマルテンサイト量の増加に伴い、かたさは上昇し、遅れ破壊限度および限度比は低下する。
- 2) 等温変態処理後 550~650°C で焼もどした場合、一般的には遅れ破壊限度比は焼もどし温度の上昇につれて増加するが、550°C での焼もどしによつて遅れ破壊限度比の上昇は停滞するか、あるいはむしろ低下する。
- 3) 等温変態処理後 550°C で焼もどしたものを除けば、遅れ破壊限度は Hv 420 付近で最大を示し、遅れ破壊限度比は Hv 430 以下では 0.85 程度のほぼ一定値を示すが、それ以上のかたさになると遅れ破壊限度および

限度比はいずれもしだいに減少する。

4) Hv 350 以上のかたさでは通常の焼入れ焼もどし材にくらべて等温変態処理材の遅れ破壊限度および限度比は高い。しかし等温変態処理後 550°C で焼もどしたものは同一かたさの焼入れ焼もどし材と同等の遅れ破壊強度となる。

5) 電子顕微鏡組織観察の結果、等温変態処理後 550°C で焼もどしたものには、旧オーステナイト粒界部に連なつた炭化物の析出が認められた。等温変態処理のままでは粒界部の炭化物析出はなく、また 600°C 以上で焼もどしたものでは粒界部の炭化物は粒状化していた。

6) 等温変態処理材の遅れ破壊特性ならびに金属組織を焼入れ焼もどし材のそれらと比較検討した結果から、高硬度域における両材の遅れ破壊強度の差異は旧オーステナイト粒界部における炭化物の析出状態によるところが大であると推察した。

終わりに本研究の発表を許可下さいました大同製鋼

(株)取締役中央研究所所長浅田千秋博士ならびに終始ご鞭撻ご指導下さいました東京工業大学田中実教授に厚くお礼申し上げます。

文 献

- 1) 福井: 鉄と鋼, 55 (1969)2, p. 151
- 2) J. M. CAPUS: Rev. Metall, 56 (1959), p. 181
- 3) J. McMAHON, Jr.: "Temper Embrittlement of Steel" ASTM Special Publ., No 407 (1968), p. 127
- 4) 浅田, 本宮, 山本: 電気製鋼, 28(1967)5, p.351
- 5) 福井, 浅田: 鉄と鋼, 54 (1968) 12, p. 1290
- 6) S. FUKUI and C. ASADA: Trans. ISIJ, 9(1969), p. 448
- 7) S. S. NOSYREVA: Stal, 8 (1948), p. 5422
- 8) M. SMIALOWSKI: Hydrogen in Steel, (1962), p. 98, Pergamon Press
- 9) J. D. HOBSON and J. HEWITT: JISI, 173(1953), p. 131
- 10) 金属熱処理技術便覧 (昭 36 年), p. 48, 日刊工業新聞社