

## 論 文

UDC 669.15'24'25'28'295-194.55 : 539.422.015 : 539.43 : 621.785.784

18Ni マルエージ鋼の低温時効組織における  
遅れ破壊亀裂と破壊靱性値\*

河 部 義 邦\*\*・中 沢 興 三\*\*

金 尾 正 雄\*\*・宗 木 政 一\*\*\*

Delayed Failure Crack and Fracture Toughness of 18 Ni Maraging  
Steel with Aging Structure at Low Temperature

Yoshikuni KAWABE, Kozo NAKAZAWA,

Masao KANAO, and Seiichi MUNEKI

## Synopsis:

In the previous paper<sup>1)</sup>, the authors reported about the peculiar phenomena with regard to an 18 Ni maraging steel with low temperature aged structure, that  $K_{IC}$  was strongly dependent upon the prior  $\gamma$  grain size and the delayed failure crack was observed in front of the fatigue precrack. This study has been made in order to investigate these phenomena in more details and to discuss the mechanism by which  $K_{IC}$  is increased.

It is made clear that an increment in  $K_{IC}$  is completely associated with slow crack growth of delayed failure which precedes the unstable fracture. However, its increment is not an increment in true  $K_{IC}$  as a material constant but an increment in apparent  $K_{IC}$ .

This may be due to the blunting at crack front caused by the microbranching of the delayed failure crack, the degree of which also depends upon the prior  $\gamma$  grain size.

Tensile ductility also markedly decreases under the same condition in which an apparent  $K_{IC}$  increases. This is attributed to the occurrence of the delayed failure crack at the specimen surface adjacent to or in the necking region. Thus, the 18Ni maraging steel with low temperature aged structure shows the complicated behavior on toughness and ductility because of the high sensitivity to delayed failure.

(Received Oct. 18, 1973)

## 1. 緒 言

著者らは前報<sup>1)</sup>において、18Ni マルエージ鋼の平面歪破壊靱性 ( $K_{IC}$ ) と時効組織およびオーステナイト ( $\gamma$ ) 結晶粒度の関係を報告した。その結果、 $K_{IC}$  は一般には前  $\gamma$  粒径に依存しないが、400°C 時効の低温時効組織状態のみでは  $K_{IC}$  は大きな粒度依存性を有し、細粒のとき顕著に増加する特異現象が存在すること、さらにこの組織状態では  $K_{IC}$  試験の負荷中に疲労予亀裂先端に遅れ破壊亀裂が生じることを明らかにした。したがって、この特異現象を解明するには、遅れ破壊亀裂の先行と  $K_{IC}$  の増大の両者の関連をまず明確にすることが必要である。すなわち、観察された  $K_{IC}$  の粒度依存性が本質的な現象か、または遅れ破壊亀裂の先行による見かけ上の現象な

のかを分離することにある。

大気中のような比較のおだやかな環境下で生じる遅れ破壊は水素の拡散に支配されると考えられている<sup>2)~4)</sup>ので、 $K_{IC}$  試験の負荷中に遅れ破壊が先行する現象を阻止し、その影響を分離するには、低温または高速負荷試験を行なう必要がある。一方、そのような条件下の試験によつて強度と靱性が本質的に変化しないことを把握することも必要である。これらの点を考慮して、本報では  $K_{IC}$  と引張諸性質の温度、引張速度依存性を広範囲にわたつて検討した。その結果、負荷中の遅れ破壊亀裂の先行により見かけ上  $K_{IC}$  が増加する現象を明らかにし、そ

\* 昭和48年10月18日受付

\*\* 金属材料技術研究所 工博

\*\*\* 金属材料技術研究所

Table 1. Chemical composition of the steels used for the present investigation (%)

Steel	C	Si	Mn	P	S	Ni	Co	Mo	Ti	Al
300-C	0.002	—	—	—	—	17.67	8.16	5.05	0.80	0.07
300-D	0.002	0.007	0.004	0.002	0.002	17.62	8.66	4.89	0.92	0.11

の機構を考察したので、ここに報告する。

## 2. 試料および実験方法

### 2.1 試料および熱処理

供試材として 18Ni210 kg/mm<sup>2</sup> (300 ksi) 級鋼を用い、その化学成分を Table 1 に示した。300-C 鋼は低温時効組織、300-D 鋼は高温時効組織の影響をそれぞれ検討するため用いた試料である。これらは、真空高周波溶解炉で 18 kg ずつ溶製し、10 mm φ の丸棒と、12 mm または 17 mm 厚の板材に圧延した。

前  $\gamma$  粒径を変える熱処理の際には、1) 粒界破壊様式の遅れ破壊が生じる範囲内で大小 2 つの粒径を得ること、2) 粒界などでの平衡偏析の程度を同一に保ち、でき得るかぎり  $\gamma$  粒径のみを変化させることに留意した。そのため、細粒材には 850°C で 1hr 保持後空冷、粗粒材には 1050°C で 1hr 保持したのち、直接 850°C に焼入れし 1hr 保持後空冷の溶体化処理をそれぞれ行なった。反面、このような階段焼入によつて粗粒材を得た場合には、粒界偏析という程度に留まらず Ti(C, N) の析出による粒界脆化が懸念される。しかし、本鋼種では C 量が著しく低く、最高加熱温度が比較的 low、しかも後述するように  $K_{IC}$  は前  $\gamma$  粒径に依存していないので、その影響はかなり小さいものと推察される。ただ、粒界割れを対象とする場合にはこの現象も無視し得ないと思われるので粒界脆化の影響については考察の項で取りあげる。その結果、300-C 鋼では 27 $\mu$  と 111 $\mu$ 、300-D 鋼では 30 $\mu$  と 125 $\mu$  の前  $\gamma$  粒径の試料が得られた。

時効処理は、低温時効組織を得るためには 400°C で

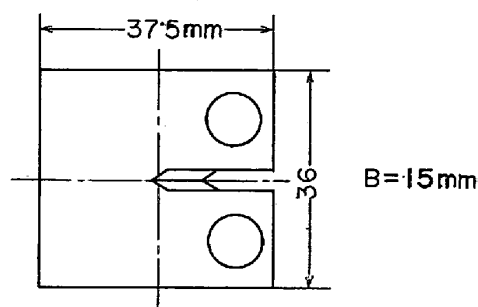


Fig. 1. Dimension of the compact tension type fracture toughness specimen under plane strain condition.

3 000 min, 高温時効組織には 475°C で 360 min 行なった。

### 2.2 試験片および試験方法

引張試験と 300-C 鋼の破壊靱性試験には前報<sup>1)</sup>と同一形状の試験片を用いた。ただし、300-D 鋼の破壊靱性試験には、Fig. 1 の CT 型 (compact tension) 試験片<sup>5)</sup>を用いた。また、破壊靱性試験片の疲労予亀裂は前報<sup>1)</sup>と同様な条件で挿入した。ただ前報<sup>1)</sup>の試験方法と異なる点は、引張、破壊靱性試験ともリー型万能試験機を用いたことである。しかし、この試験機はプログラム制御装置を備え、引張速度を正確に制御できるタイプのもので、本実験では引張速度を 0.16 mm/min から 50 mm/min の範囲で行なった。また試験温度は常温から -175°C の範囲で行なった。その際、低温試験は液体窒素噴射方式の低温槽を用い、試験温度に到達後 30 min 保持したのち試験した。

破壊靱性試験での亀裂進展はおもに電位差法で検出した。そして、本実験で得られた荷重-電位差曲線は前報<sup>1)</sup>で分類した 4 つのタイプの内、a) と b) 型であった。したがつて、 $K_{IC}$  の計算には、不安定亀裂伝播開始点の荷重 ( $P$ ) としてはすべて最大荷重を用い、また亀裂長さ ( $a$ ) としては a) 型の荷重-電位差曲線を示す場合は初期亀裂長さに遅れ破壊亀裂長さを加えたもの、b) 型の曲線の場合は初期亀裂長さを用いて行なった。なお、CT 型試験片での  $K_{IC}$ <sup>5)</sup> は、

$$K_{IC} = (Pa^{1/2}/BW) [29.6 - 185.5(a/W) + 655.7(a/W)^2 - 1017.0(a/W)^3 + 638.9(a/W)^4]$$

$P$  : 不安定亀裂伝播開始点の荷重 (kg)

$B$  : 板厚 (mm),  $W$  : 板幅 (mm),  $a$  : 亀裂長さ (mm) で求めた。なお、本実験では同一条件下で 1 本ずつしか試験しなかつた。また、これらの試験片の破面はおもに走査型電顕を用いて観察した。

## 3. 実験結果

### 3.1 $K_{IC}$ の温度、引張速度依存性

まず、前  $\gamma$  粒径の異なる低温時効組織材について、 $K_{IC}$  におよぼす試験温度と引張速度の影響を検討し、その結果を Fig. 2 に示した。

この図から明らかなように、 $K_{IC}$  の温度依存性は -40

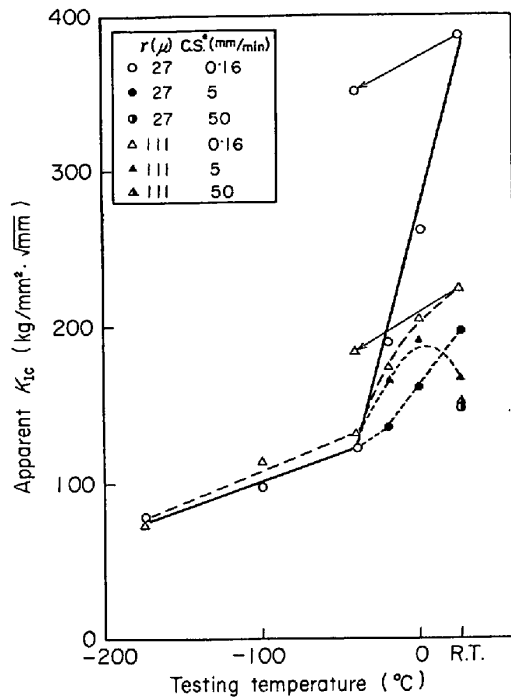


Fig. 2. Temperature and crosshead speed dependence of apparent  $K_{IC}$  for the specimens with the low temperature aged structure and different prior  $\gamma$  grain sizes. (\* crosshead speed)

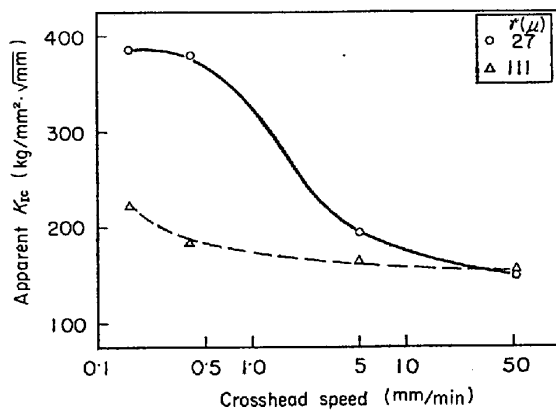


Fig. 3. Crosshead speed dependence of apparent  $K_{IC}$  at room temperature for the specimens with the low temperature aged structure and different prior  $\gamma$  grain sizes.

$^{\circ}\text{C}$  を境としてそれ以上と以下では明りように異なっている。さらに、 $-40^{\circ}\text{C}$  以上では、 $K_{IC}$  は引張速度と前  $\gamma$  粒径にも強く支配され、細粒材を常温でしかも低速で引張つたとき  $K_{IC}$  はもつとも大きくなる。Fig. 3 は常温での  $K_{IC}$  におよぼす引張速度の影響をさらに広範囲に検討した結果である。 $K_{IC}$  は引張速度が遅くなるほど大きくなるが、その傾向は粗粒材では比較的ゆるやかなのに対し、細粒材では極めて著しい。

このような特異現象と時効組織の関係を明らかにする

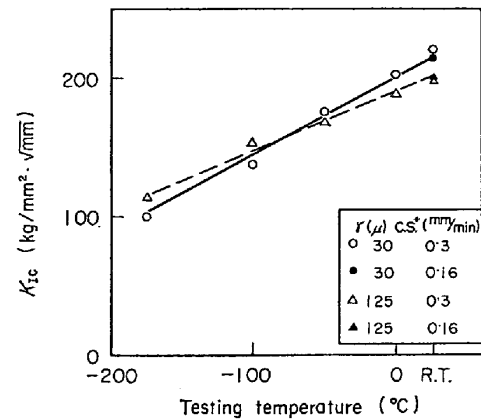


Fig. 4. Temperature and crosshead speed dependence of  $K_{IC}$  for the specimens with the high temperature aged structure and different prior  $\gamma$  grain sizes. (\* crosshead speed)

ため、高温時効組織材についても同様に、 $K_{IC}$  の温度依存性を検討した。その結果を Fig. 4 に示した。この組織では、試験したすべての温度範囲において、温度上昇に伴ない  $K_{IC}$  は直線的に増加する。また、いずれの温度でも  $K_{IC}$  はほとんど前  $\gamma$  粒径に依存しない。さらに、常温において  $K_{IC}$  は引張速度にも依存しない。したがって、Fig. 2, 3 に示した  $K_{IC}$  の特異な温度、引張速度および粒度依存性は低温時効組織に特有な現象であることは明白である。

つぎに、これらの試験片の破面を観察した。Photo. 1 は破面の巨視的様相を示したものである。低温時効組織材では疲労予亀裂の先端に結晶状の破面が生じ、その先端が大きくえぐられて不安定破壊が進行しているものが認められる。そのような傾向は Photo. 1 に示しているように、引張速度が一定の場合は試験温度が高いほど、一定試験温度では引張速度が遅いほど、さらに細粒材ほど著しい。この傾向はすでに述べた  $K_{IC}$  の増大傾向と完全に対応している。したがって、 $K_{IC}$  の増大はこの破面様相の出現と関連しているものと思われる。

つぎに、これらの各個所の微視的様相を観察し、Photo. 2 に示した。低温時効組織材を  $-20^{\circ}\text{C}$  以上で低速で引張つた試験片では Photo. 2 b, d に示したように疲労予亀裂先端に粒界破壊様式の遅れ破壊が発生、伝播したのち、ディンプル型の不安定破壊が進行している。それに対し、 $-20^{\circ}\text{C}$  以下で試験した場合、 $-20^{\circ}\text{C}$  以上でも引張速度が速い場合、およびすべての高温時効組織材では a, c に示したように疲労予亀裂先端から直接ディンプル型の不安定破壊が伝播している。このように、巨視的観察において結晶状破面と認められたものは粒界破壊様式の遅れ破壊が進行した領域である。

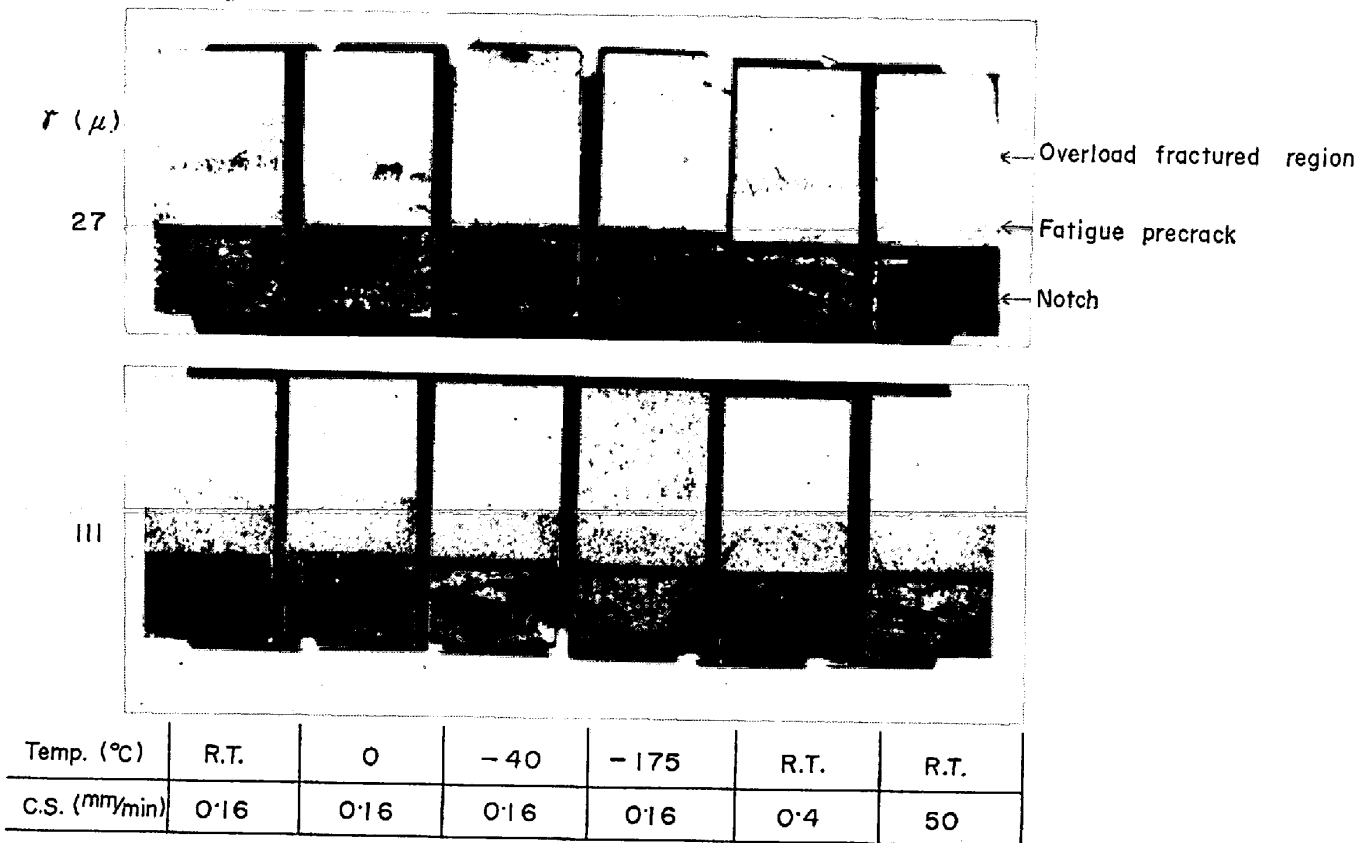


Photo. 1. Macroscopic appearance of fractured surface of plane strain fracture toughness specimens with the low temperature aged structure in the conditions written above.

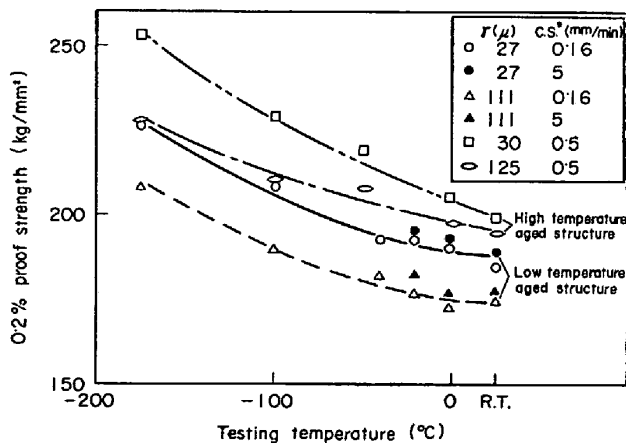


Fig. 5. Temperature and crosshead speed dependence of 0.2% proof strength for the specimens with the different aged structures and prior  $\gamma$  grain sizes. (\* crosshead speed)

この遅れ破壊部のプロフィールを Photo. 3 に示した。この写真は、常温で 0.16 mm/min の引張速度で破壊応力の直前まで負荷し、疲労予亀裂先端に遅れ破壊亀裂を生ぜせしめたものである。この写真から明らかなように、遅れ破壊亀裂は前  $\gamma$  粒界に沿って正確に伝播するとともに、多くの微視的な枝分れが生じている。そして、

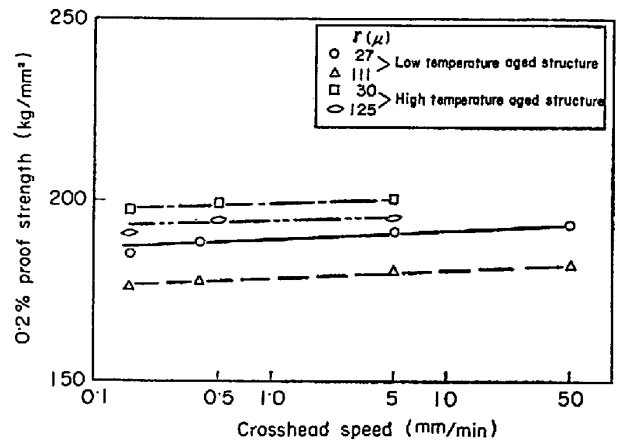


Fig. 6. Crosshead speed dependence of 0.2% proof strength for the different aged structures and prior  $\gamma$  grain sizes.

この枝分れが生じる傾向は粗粒材よりも細粒材のほうが顕著であると思われる。また、亀裂が部分的に断続しているところが認められる。このことは、亀裂が3次的に進行していることを示唆するものであろう。

最後に、上述の条件で疲労予亀裂の先端に遅れ破壊亀裂を挿入した試験片を、遅れ破壊亀裂がそれ以上進展しない  $-40^{\circ}\text{C}$  で破壊試験を行なった。この実験の目的

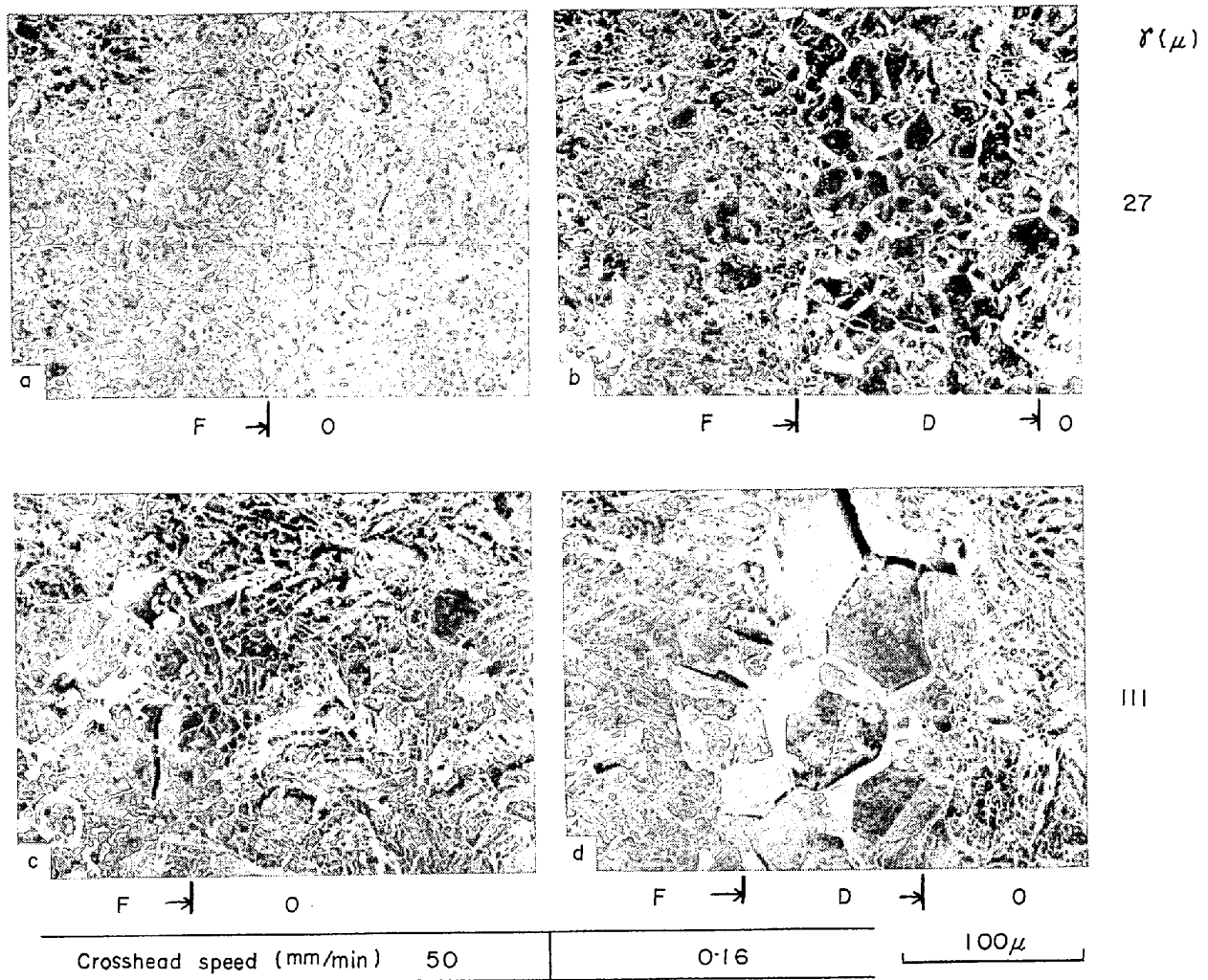


Photo. 2. Scanning electron microfractographs of fractured surface adjacent to the fatigue precrack in plane strain fracture toughness specimens with the low temperature aged structure, showing the effect of the prior  $\gamma$  grain size and crosshead speed. Testing is carried out at room temperature.

(F : Fatigue precracked region D : Delayed failure region O : Overload fractured region)

は、今までの実験から遅れ破壊亀裂の生成が  $K_{IC}$  の向上に関与していることが明らかにされたので、遅れ破壊亀裂生成の動的過程が有効なのか、または疲労予亀裂先端に遅れ破壊亀裂が生成していること自体の静的様相が有効なのかを明らかにすることにある。その結果を Fig. 2 に矢印で示した。  $K_{IC}$  はほぼ温度依存性に相当する減少分が認められるのみで、遅れ破壊亀裂の挿入のない同一条件のもの  $K_{IC}$  と比較し非常に高い値が得られている。したがって、この結果は、疲労予亀裂先端に遅れ破壊亀裂が生成する静的様相、すなわち亀裂の幾何学的形状が問題であることを明りように示唆するものである。

### 3.2 引張諸性質の温度、引張速度依存性

前節で述べた  $K_{IC}$  の特異な温度、引張速度依存性と強

度との関係を明らかにするため、引張試験を行なった。

まず、0.2% 耐力の試験温度と引張速度依存性を Fig. 5 および 6 に示した。いずれの時効組織、 $\gamma$  粒径のものでも、0.2% 耐力は試験温度の低下に伴ない単調に増加し、さらに、引張速度にもほとんど依存しない。したがって、前節で述べた  $K_{IC}$  の特異な温度、引張速度依存性が強度変化に起因するものでないことは明白である。

一方、伸び、絞りすなわち延性は  $K_{IC}$  とまったく同様な温度、引張速度依存性を示した。伸びと絞りは同一傾向を示すので、Fig. 7 および 8 には絞りの結果のみを示した。

すでに前報<sup>7)</sup>で明らかにしたように、絞りは、 $K_{IC}$  とは対照的に、いずれの時効組織でも前  $\gamma$  粒径の粗大化に

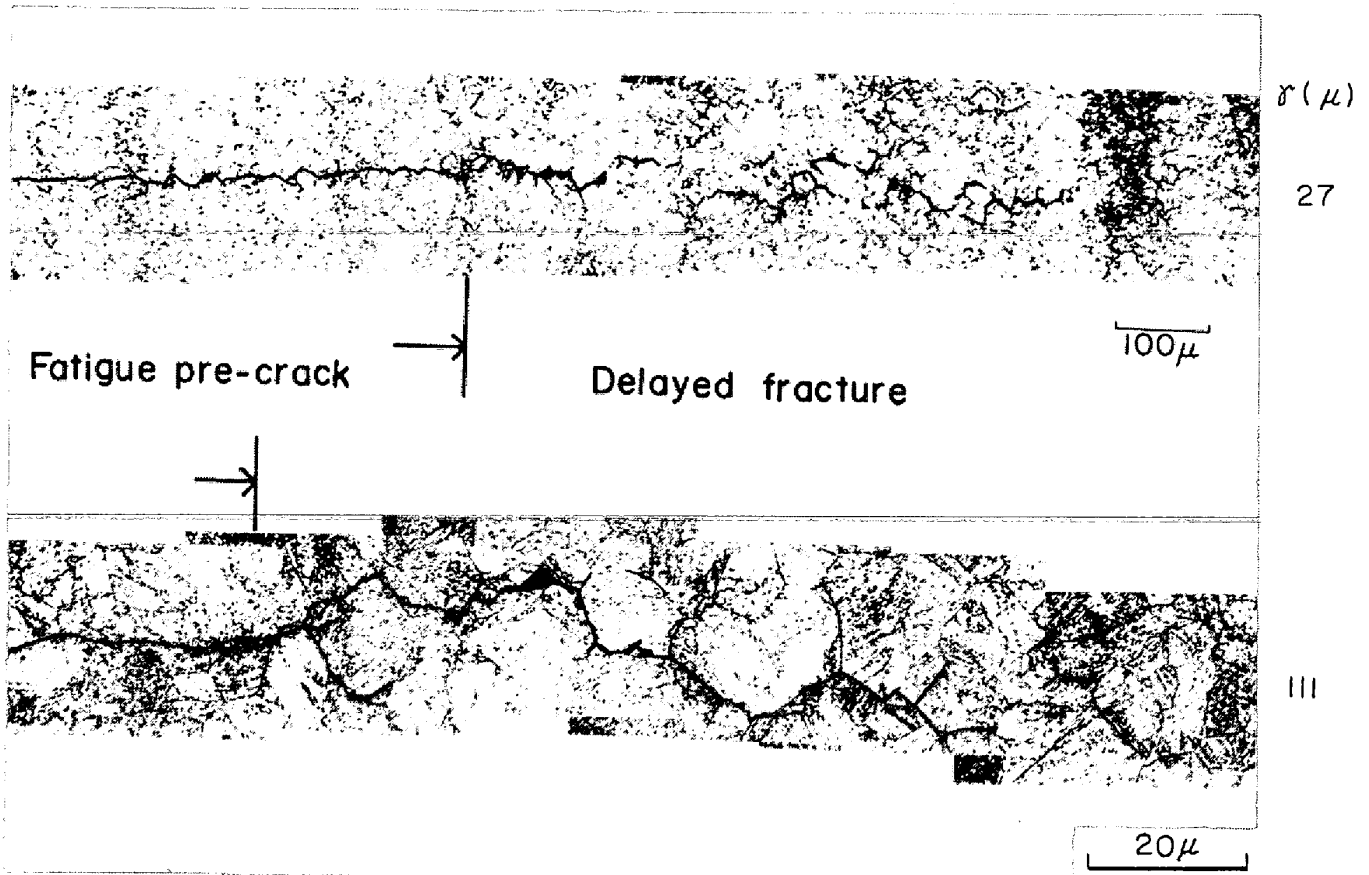


Photo. 3. Crack profiles of delayed failure occurred ahead of the fatigue precrack of the specimens with the low temperature aged structure, showing the microbranching.

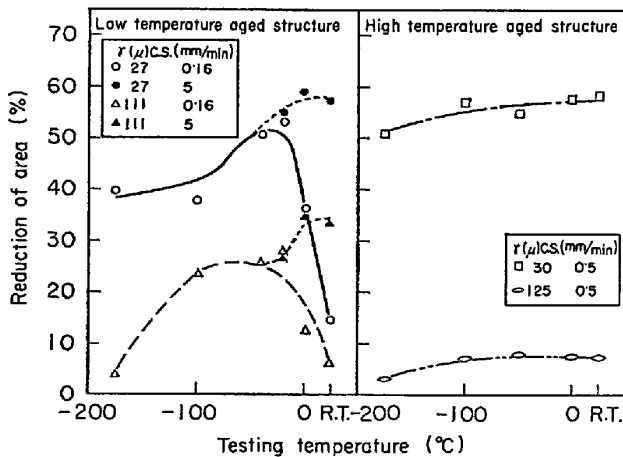


Fig. 7. Temperature and crosshead speed dependence of reduction of area for the specimens with the different aged structures and prior  $\gamma$  grain sizes.

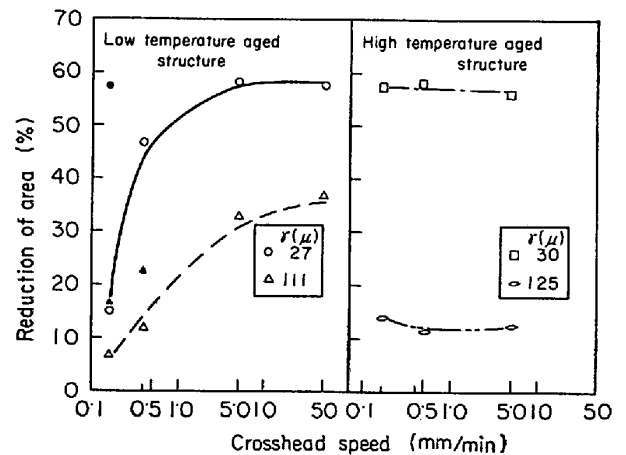


Fig. 8. Crosshead speed dependence of reduction of area at room temperature for the specimens with the different aged structures and prior  $\gamma$  grain sizes. Full symbol indicates the result tested immediately after baking at 200°C.

伴ない大きく減少する。この現象のほかに、低温時効組織材では試験温度と引張速度にも強く支配される。すなわち、 $-20^{\circ}\text{C}$  以上の温度領域では、低速で引張った場合絞りは温度上昇に伴い著しく減少する。しかし、この減少は 5 mm/min の高速で引張ったとき大きく改善さ

れる。それに対し、高温時効組織材の絞りは、温度、引張速度にほとんど依存しない。したがって、この絞りに現われる特異な温度、引張速度依存性も低温時効組織に特有な現象であるとともに、これらの依存性は  $K_{IC}$  に現われる特異現象と良く対応している。

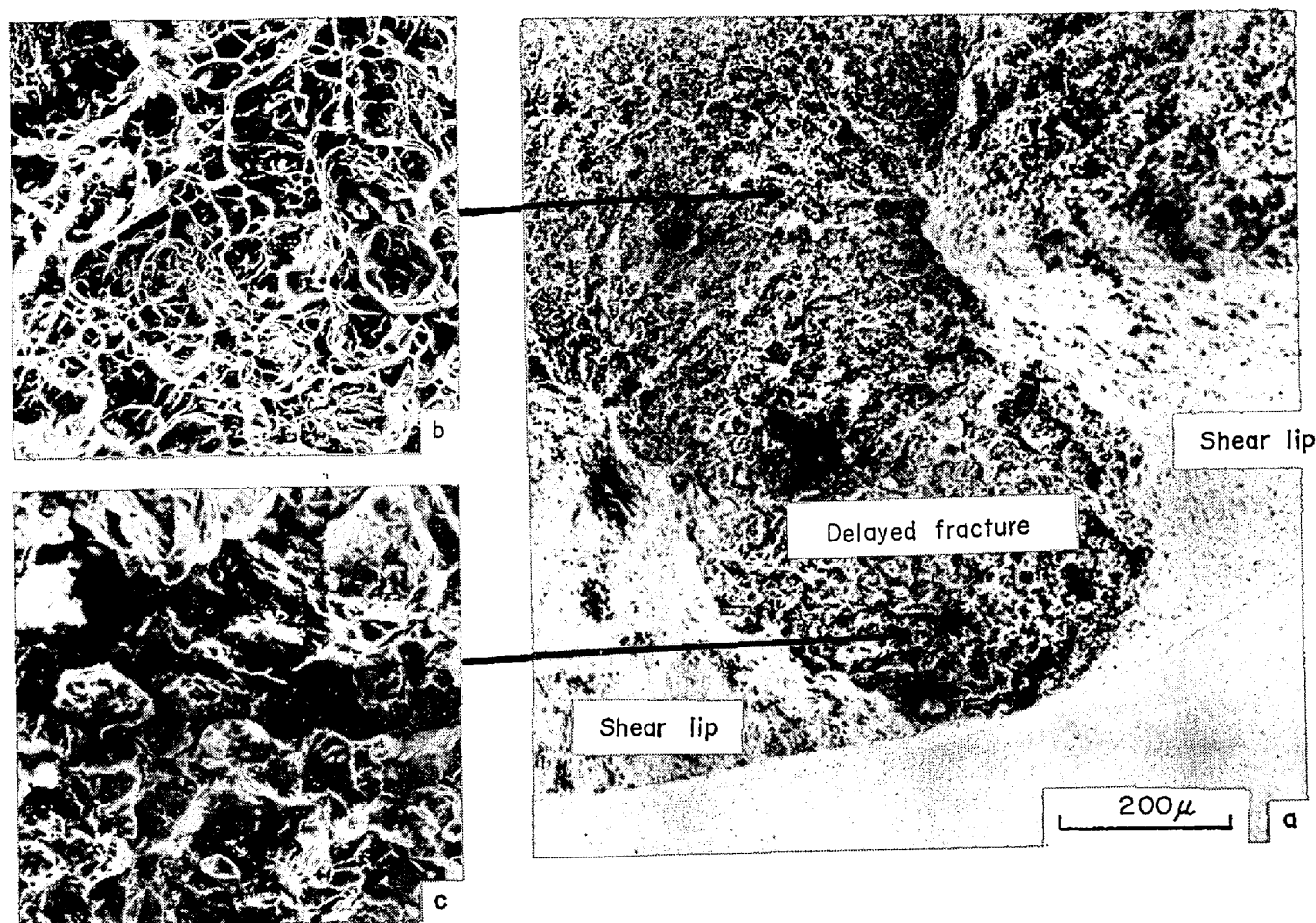


Photo. 4. Scanning electron microfractographs of fractured surface of tensile specimen with the low temperature aged structure, tested at room temperature and crosshead speed of 0.16 mm/min.

さらに、注目すべき点は、上述の絞り値の大きな減少は、脱水素処理を行なうと大きく改善されることである。すなわち、Fig. 8 の黒印は、常温、低速下で引張ったとき絞り値が大きく減少する条件のものを、200°C、真空中加熱の脱水素処理を行なったのち直ちに試験したもので、絞り値が大きく改善されることを示している。その場合、細粒材では引張速度に依存しなくなる値にまで回復させることができるが、粗粒材では回復はするが、引張速度に依存しない値にまでは回復させることができなかった。これは、粗粒材ではネッキング部で最終破断が生じるのではなく、そこから離れたところで絞りなしで最終破断が生じてしまうためである。したがって、上述の絞り値は、最終破断部から求めたのではなく、最小断面積部から求めたものである。この現象が生じる理由は後で考察する。

これらの引張試験片の巨視的な破面は、全般的には典型的なカップコーン状を呈している。しかし、詳細に観察すると、低温時効材を -20°C 以上の温度領域で低速で引張り、絞り値が大きく減少した試料では、試験片の全

周にシャリッパが認められず、ノーマル・ラプチャー部が一部試験片の外周部にまで張り出している特徴がある。この様相を Photo. 4 に示した。この写真(a)から明らかなように、ノーマル・ラプチャー部が外周にまで張り出している部分は粒界破壊様式の遅れ破壊が生じた部分(c)であり、真のノーマル・ラプチャー部分は(b)ディンプル破壊である。そして、このような様相は、絞り値が大きく減少する上述条件下のすべての試験片に観察された。

#### 4. 考 察

##### 4.1 $K_{IC}$ の特異な温度、引張速度および粒度依存性について

3.1 節で示した低温時効組織に特有な  $K_{IC}$  の各種依存性が、真の  $K_{IC}$  の依存性なのか、または単なる見かけ上の依存性なのかをまず考察する。すでに述べたように、この  $K_{IC}$  の特異な増大は、疲労予亀裂の先端に遅れ破壊亀裂が生じる現象と完全に対応している。一方、常温において 50 mm/min の高速で引張り、遅れ破壊亀裂が

生じない場合には、 $K_{IC}$  は前 $\gamma$ 粒径に依存しないとともに  $-175^{\circ}\text{C}$  から  $-40^{\circ}\text{C}$  間の勾配の延長線上に乗っている。しかも、この勾配は高温時効組織材の  $K_{IC}$  の  $-175^{\circ}\text{C}$  から常温間の勾配ともほぼ一致している。したがって、低温時効組織材でも、疲労予亀裂の先端に遅れ破壊亀裂が生じない場合に得られる真の  $K_{IC}$  は、 $-175^{\circ}\text{C}$  から常温の温度領域で直線的な温度依存性を示すと考えるのが妥当であり、観察された  $K_{IC}$  の特異な依存性は遅れ破壊亀裂の先行に起因する見かけ上の現象であろう。なお、“見かけ上”という言葉は重要な意味を持っているので、本節後半の機構を説明する個所で、その正確な意味を述べる。

本破壊靱性試験のようなかなり早い負荷速度であるにもかかわらず、低温時効組織材において遅れ破壊が生じる理由は、遅れ破壊感受性が著しく高い<sup>9)~11)</sup>ためである。感受性が高い機構についてはいまだ統一的な見解は得られていないが、前報<sup>1)</sup>で考察したような変形様式の違いが大きな役割を占めているものと推察される。すなわち、低温時効組織は微細なゾーン形成段階であり、この析出段階の場合には変形に際し、転位によつて析出物が剪断され、 $\gamma$ が少数のすべり面上に集中するため、粒界などの障害物において応力集中が著しく増大すると考えられている<sup>9)~11)</sup>。ただ、この機構のみにより遅れ破壊が生じるのではなく、遅れ破壊の温度、引張速度依存性から明白なように、遅れ破壊それ自体を律速するのはあくまでも水素拡散であろう。ただし、時効組織によつて水素拡散がどのように変化するかという点については現在まったく明らかにされてない。したがって、低温時効組織の遅れ破壊感受性が他の時効組織の場合より著しく大きいのは、変形様式の違いによる応力集中の引き金効果が大いことに起因するという考えかたが現在最も妥当だと思われる<sup>7)</sup>。

さて、今までの考察において、遅れ破壊亀裂の先行によつて、見かけ上  $K_{IC}$  が増加することが明らかになったので、次に、見かけの  $K_{IC}$  増加量について考察する。ここでいう見かけの  $K_{IC}$  増加量とは、直線的な温度依存性を示す真の  $K_{IC}$  と実験値との差である。そして、この増加量は遅れ破壊亀裂の先行による不安定破壊を抑制する能力の増加分、すなわち遅れ破壊亀裂の寄与量である。

Fig. 9 は見かけの  $K_{IC}$  増加量と遅れ破壊亀裂長さとの関係を示したものである。これから明らかなように、見かけの  $K_{IC}$  増加量は前 $\gamma$ 粒径に著しく支配される。さらに、細粒、粗粒材とも遅れ破壊亀裂が長くなるに伴ない見かけの  $K_{IC}$  増加量は増大するが、ある一定以上の長さでは飽和する傾向がある。一定引張速度で負荷する際に

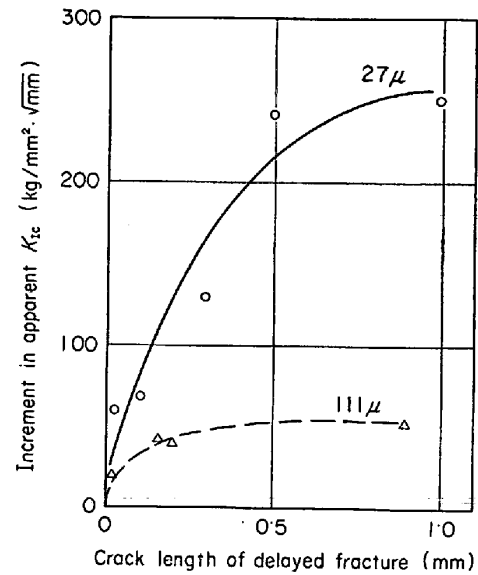


Fig. 9. Relationship between an increment in apparent  $K_{IC}$  and the crack length of delayed fracture which precedes the unstable fracture, for the specimens with the low temperature aged structure and different prior  $\gamma$  grain sizes.

生じる遅れ破壊亀裂の長さはおもに、1)  $K_{ISCC}$ 、2) 伝播速度、3)  $K_{IC}$  に支配されるであろう。それ以外に、本試験のように遅れ破壊亀裂が不安定破壊の進展を抑制する能力を有する場合には、遅れ破壊の亀裂長さは不安定破壊の進展が抑制される度合にも支配されると思われる。そして、この因子の度合は、4) 亀裂先端で得られる真の  $K_{IC}$  値以上の  $K$  値、によって表現され得るであろう。この4)の因子を見逃がせないのは、遅れ破壊亀裂が不安定破壊の進展を抑制する能力を保持しなければ、不安定破壊は常に真の  $K_{IC}$  で生じ、見かけ上  $K_{IC}$  が増加する現象は決して生じないからである。この4因子の内、 $K_{ISCC}$ <sup>12)13)</sup>と真の  $K_{IC}$ <sup>17)</sup>は前 $\gamma$ 粒径に依存しない。したがって、Fig. 9において、一定の見かけの  $K_{IC}$  増加量（すなわち、4)因子一定）の場合に粗粒材のほうが細粒材よりも遅れ破壊亀裂長さが非常に長い現象は、2)の伝播速度が速い<sup>12)~14)</sup>ことによるものであろう。また、この現象は、細粒材で短い遅れ破壊亀裂が生じた状態と粗粒材に長い遅れ破壊亀裂が生じた状態とで、不安定破壊を抑制する能力が等しいことをも意味している。

一方、一定の遅れ破壊亀裂長さの場合に、細粒材の見かけの  $K_{IC}$  増加量が粗粒材よりも非常に大きい現象は、不安定破壊の進展を抑制する能力が細粒材のほうが非常に大きくなり得ることを意味している。

このような遅れ破壊亀裂の先行により見かけ上  $K_{IC}$  が増加する機構を、Fig. 10 に模式的に示した。この図の



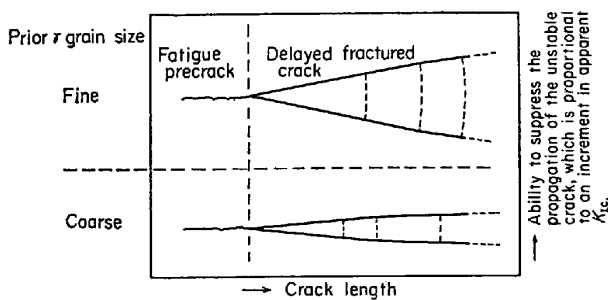


Fig. 10. Schematic representation of the mechanism which an increment in apparent  $K_{IC}$  is obtained, due to the phenomenon that the delayed failure crack precedes the unstable crack ahead of the fatigue precrack. The ability to suppress the propagation of the unstable crack increases with the crack length of delayed failure, which increases with increasing the testing temperature and decreasing the crosshead speed.

横軸は亀裂長さ、縦軸(遅れ破壊亀裂部分での幅広がり)は不安定破壊の進展を抑制する能力を示している。この模式図では、Fig. 9の結果に基づき、その能力が細粒材と粗粒材で大きく異なることを誇張して示している。また、遅れ破壊亀裂は試験温度の上昇および引張速度の低下に伴ない長くなるが、それに伴ない不安定破壊の進展を抑制する能力も増大し、見かけの  $K_{IC}$  増加量も大きくなる。また、ある程度亀裂が長くなつたところで、幅広がり勾配が変わるのは、不安定破壊を抑制する能力が飽和してくることを示している。

遅れ破壊亀裂が不安定破壊の進展を抑制できる理由は Photo. 3 に示したように、亀裂先端でミクロ的な枝分れ (branching) 現象<sup>15)</sup>が生じるためであろう。すなわち、枝分れによる亀裂先端の鈍化 (blunt) 効果が有効切欠底半径 ( $\rho_{eff}$ ) より大きくなれば、亀裂先端の応力状態を平面歪から平面応力状態に近づけ見かけ上  $K_{IC}$  (正確には  $K_C$  と言うべきであろう) を高める<sup>16)</sup>ものと思われる。このように、機構的な観点からも、観察された  $K_{IC}$  の増大はあくまでも見かけ上の増大であり、材料定数としての  $K_{IC}$  の増大でない点に留意しなければならない。更に、たびたび“見かけ上”という言葉を用いてきたのは上述のように亀裂先端の応力状態が正確な平面歪状態でない点を考慮したからであり、不安定破壊の進展を抑制する能力の増加が本質的には存在しないということを意味するものでないことに注意してほしい。さて上述の考察から明らかのように、見かけの  $K_{IC}$  増加量が前  $\gamma$  粒径に大きく依存する現象は、遅れ破壊亀裂の枝分れの程度の差に起因するものであろう。差が生じる理由は、枝分

れが亀裂先端での塑性変形域と粒径の相対的大きさに支配されるためであると思われる。前報<sup>1)</sup>で示したように、平面歪状態における塑性域の大きさは  $K_{IC} \approx 200 \text{ kg/mm}^2 \cdot \sqrt{\text{mm}}$ 、 $\sigma_y = 180 \text{ kg/mm}^2$  の場合約  $60 \mu$  であり、この寸法は粗粒材の前  $\gamma$  粒径より小さく、細粒材より大きい。塑性変形域内は三軸応力最大部であるとともに、応力誘起拡散により水素脆化の最も著しい領域である。したがって、塑性域内に存在し得る結晶粒が多いほど粒界における枝分れが生じやすいものと思われる<sup>6)</sup>。また、ここで試料の熱処理の項で述べた階段焼入による粒界脆化の影響についても考察する必要がある。まず、粒界脆化により遅れ亀裂の枝分れが促進されるか、抑制されるかという本質的な点については現段階ではまったくわからない。しかし、階段焼入を行わずに粒度調整し、粒界脆化が生じていない前報<sup>1)</sup>の結果においても、明りような  $K_{IC}$  の見かけの粒度依存性が認められた。この事実は、今までに述べてきた実験結果と考察が、階段焼入を行なつたことによる粒界脆化に本質的な影響を受けていないことを明りように示すものである。

このように、遅れ破壊の先行により (見かけの)  $K_{IC}$  が増加する現象は、今までにもいくつかの報告<sup>6) 7) 17) ~ 20)</sup>がある。しかし、これらはほとんどが腐食性水溶液中の遅れ破壊試験において、最終破断が生じるときの  $K_{I\beta}$  (ほぼ  $K_{IC}$  に相当する) が遅れ破壊亀裂の枝分れにより増加することを述べたものである。その中で、CARTER<sup>7)</sup>の 18Ni 350 級鋼についての報告は、本研究結果と同様に、大気中のかなり早い負荷速度において遅れ破壊亀裂が生じ、見かけ上  $K_{IC}$  が増加することを言及したものである。その報告に対して、本研究は遅れ破壊亀裂生成と  $K_{IC}$  の見かけの増加との関係を明確にし、更にその増加は遅れ破壊亀裂枝分れの幾可学的形状変化のみに起因することを実証し、CARTER の知見を拡張、定量化したものである。更に、本研究は、枝分れとそれに伴う現象に対する前  $\gamma$  粒径の影響を明確にし、新しい知見をもたらしたものである。しかも、本研究の解析から、この機構を先在亀裂先端に不安定破壊の進展を抑制する能力を有する安定な亀裂を故意に生ぜしめ、不安定破壊の進展を引延ばす機構 (亀裂誘起靱性改善法) であると一般化することが可能で、極めて興味深いものがある。

しかし、本実験の方法では安定亀裂として遅れ破壊亀裂を用いるので、材料全体の遅れ破壊感受性を高める必要があり、直接実用化することは不可能である。したがって、この機構を単に学問的な興味に終わらせず、技術的にも可能にするには、先在亀裂先端に、局所的に不安定破壊の進展を抑制する能力を有する安定亀裂を生ぜ

せしめる方法を追求することが今後の課題であろう。

#### 4.2 絞りの特異な温度、引張速度依存性について

絞りにおいて特異現象が生じる温度、引張速度範囲、さらに低温時効組織に特有な現象である点は、前述した  $K_{IC}$  の特異現象と完全に対応している。しかも、Photo. 2 と 4 に示したように、いずれの特異現象も遅れ破壊亀裂の生成と関連している。ただ、遅れ破壊亀裂の生成が不安定破壊の進展に対しては上述の機構により抑制するように作用するのに対し、絞りに対しては著しく不利に作用している違いがある。そして、絞りに対して不利に作用する最大の理由は、このような高強度材では切欠感受性が高く、顕著な切欠弱化になるためであると思われる。そして、遅れ破壊は水素拡散に支配されるので、引張速度依存性は少なくとも  $-40^{\circ}\text{C}$  までの領域における温度依存性と同一機構によると考えられるので、以下引張速度依存性の観点から考察する。

引張試験片の場合は、脱水素処理を行なうと絞りが大きく改善されることから示唆されるように、遅れ破壊亀裂はおもに、試験片内部に固溶する水素によつてひき起こされていると考えられる。ただし、後述するように、遅れ破壊亀裂の発生が大気中からの水素吸収にまつた依存せず、内在水素のみによつてひき起こされるということではない。それに対し、破壊靱性試験片は疲労亀裂が直接大気と接触しているの、内在する水素か、大気中の水蒸気からの水素か、いずれが主役を演じているかわからない。

ところで、脱水素処理を行なつた試験片でも、低速で引張つた場合には、ネッキング部分から離れたところで、ほとんど絞りなしで破断する。(この現象は、水素をチャージした H50 鋼 (5Cr-Mo-V 鋼)<sup>20)</sup>、さらに著者らが行なつている 400 級マルエージ鋼においても認められる。) しかも、このような破断挙動を示した破面にも、遅れ破壊亀裂の生じた部分が観察される。したがつて、この現象は別々の機構による破壊現象が、別々の個所で生じることによるものと思われる。すなわち、別々の機構による破壊現象とは、1つはネッキング部にボイドを発生し、それらをせん断亀裂を連ねて表面におよんでくる典型的なカップ・コーン状を呈する破壊と、他の1つは遅れ破壊である。その場合、遅れ破壊は水素拡散に律速され、一方水素拡散は応力促進型なので、内在水素量が比較的多い場合は、ネッキング部のような3軸応力が優勢な領域近傍で遅れ破壊が生じやすいものと思われる。このような例は、Photo. 4 に示した場合であろう。

ただ、注意すべき点は、この場合でも遅れ破壊亀裂は

試料表面近傍から発生していることである。かりに内在水素のみによつて遅れ破壊亀裂が生じるのであれば、ネッキング部中央の3軸応力がもつとも大きい領域で生じ易いはずである<sup>20)</sup>。したがつて、Photo. 4 の現象は脱水素処理を行なつた場合の挙動から遅れ破壊亀裂がおもに内在する水素によつてひき起こされることは間違いないと思われるが、同時に大気中からの水素吸収にも依存することを示唆するものであろう。

それに対し、脱水素処理を行なうことにより絞りが向上するとともにネッキング部から離れた場所で破断することは、もはや上述の関係が成り立たず、遅れ破壊亀裂の生じる時間が引延ばされるとともにネッキング部に限定されなくなることを意味している。このネッキング部に限定されなくなる理由が問題であるが、本実験結果のみではその理由を明確にすることはできない。しかし、上述の考え方の延長として、次のように考察される。まず、脱水素処理を行なつた場合は、遅れ破壊亀裂の生成に対し、大気中からの水素吸収の役割が増大するであろう。そのため、大気中からの水素吸収が著しく促進されるとは考えられないネッキング部に限定されず、むしろ試料表面またはごく近傍に介在物など微少亀裂の起点になるものが存在し、大気中からの水素吸収が促進されることのほうに律速されて遅れ破壊亀裂が生じるようになるものと推察される。そして、この現象が粗粒材に現われやすいのは、亀裂発生が容易であるとともに遅れ破壊亀裂の伝播速度が速いためであろう。

## 5. 結 言

18Ni マルエージ鋼の低温時効組織状態では、 $K_{IC}$  は顕著な粒度依存性を示し、しかも  $K_{IC}$  試験の負荷中に疲労予亀裂先端に遅れ破壊亀裂が生じる現象がある。本実験は上述の特異現象を解析し、その機構を考察するため行なつたものである。その結果を要約すると次の通りである。

1)  $K_{IC}$  は、 $-20^{\circ}\text{C}$  以上の温度で低速で引張つたとき、強度の温度および引張速度依存性から予期される以上に、著しく増大する。しかも、この増大は前  $\gamma$  粒度に強く依存し、粗粒材よりも細粒材のほうが著しい。

2) この  $K_{IC}$  の増大は疲労予亀裂先端に遅れ破壊亀裂が生じる現象と完全に対応し、遅れ破壊亀裂が長くなるほど  $K_{IC}$  は増大する。しかし、この増大は材料定数としての  $K_{IC}$  の増大ではなく、見かけ上の増大 ( $K_C$  値の増大) である。

3) 見かけの  $K_{IC}$  増加が生じる理由は、遅れ破壊亀裂 (粒界破壊様式をとる) の枝分れによる亀裂先端の鈍化効果に起因するものと思われる。また、この現象が前  $\gamma$

粒径に強く依存するのは、遅れ破壊亀裂の枝分れ程度が前 $\gamma$ 粒径に支配されるためであると思われる。そして、この機構を模式的に示した。

4) 引張試験の伸び、絞りも、見かけの  $K_{IC}$  増加が認められる同一条件下で、著しく減少する。

5) この現象にも遅れ破壊亀裂が関与している。すなわち、この延性の減少は、引張試験片のネッキング部近傍に外周部から遅れ破壊亀裂が生成し、切欠効果が附与されるためである。

6) 以上のように、18Ni マルエージ鋼の低温時効組織は遅れ破壊感受性が著しく高いため、大気環境下の靱性、延性に対しても、極めて複雑な影響を与える場合が存在する。

本実験を遂行するに当り、試料の溶解、鍛造圧延、熱処理に協力された当研究所工業化研究部溶解圧延室の諸氏に深く感謝いたします。

#### 文 献

- 1) 河部, 金尾, 中沢, 宗木: 鉄と鋼, 60(1974), p. 269
- 2) 藤田: “材料強度と破壊国内総合 シンポジウム論文集” p. 1 (1973, 4月)
- 3) 金尾: “鉄鋼材料の環境脆化” p. 75 (1973) (日本鉄鋼協会)
- 4) 福井: 材料科学, 10 (1973), p. 10
- 5) ASTM Designation: E 399-72, (1972), Part 31, p. 955
- 6) A. T. STAVROS and H. W. PAXTON: Met Trans., 1 (1970), p. 3049
- 7) C. S. CARTER: Met Trans., 1 (1970), p. 1551, 2 (1971), p. 1621
- 8) 山本, 藤田: “鋼の強靱性” (1971), p. 283 (Climax Molybdenum)
- 9) E. HORNBOGEN: Proceedings ICSIIS, Suppl. Trans, ISIJ, Part I, (1971), p. 997
- 10) H. J. RACK and D. KALISH: Met. Trans., 2 (1971), p. 3011
- 11) 田中, 山本: “鋼の強靱性” (1971), p. 195 (Climax Molybdenum)
- 12) R.P.M. PROCTOR and H. W. PAXTON: Trans. ASM, 62(1969), p. 989
- 13) R. N. PARKINS and E. G. HANEY: Trans. Met. Soc. AIME, 242 (1968), p. 1943
- 14) 松山: 鉄と鋼, 58 (1972), p. 395
- 15) M. O. SPEIDEL: 金属中の水素国際会議 (1972, パリ) preprint, p. 358
- 16) T. R. WILSHAW, C. R. RAU and A. S. TETELMAN: Eng. Fract. Mech., 1 (1968), p. 191
- 17) R. P. M. PROCTER and H. W. PAXTON: Corros. Sci., 11 (1971), p. 723
- 18) C. S. CARTER: Boeing Document D 623871, (1969)
- 19) A. M. SULLIVAN: J. Eng. Fract. Mech., 4 (1972), p. 65
- 20) D. WEBSTER: Trans. ASM, 62 (1969), p. 759
- 21) P. BOWKER and D. HARDIE: 金属中の水素国際会議, (1972, パリ), preprint, p. 284
- 22) K. FARRELL and A. G. QUARRELL: J. Iron Steel Inst., 202 (1964), p. 1002