

論 文

UDC 669.15'24'25'28'295-194.55 : 539.422.015 : 621.785.78 : 620.186.8

18Niマルエージ鋼の破壊靱性におよぼす
時効組織とオーステナイト結晶粒度の影響*

河部 義邦**・金尾 正雄**

中沢 興三**・宗木 政一***

Effects of the Aged Structure and the Prior Austenite Grain
Size on Fracture Toughness of 18Ni Maraging Steels

Yoshikuni KAWABE, Masao KANAO,

Kozo NAKAZAWA, and Seiichi MUNEKI

Synopsis:

A study has been made of the effects of the aged structure and the prior austenite (γ) grain size on plane strain fracture toughness (K_{IC}) of 18 Ni 300 and 350 grade maraging steels. The relationship between K_{IC} and tensile properties or Charpy V notch absorbed energy (CVN) has been also investigated. K_{IC} is strongly affected by the structure aged at different temperatures. It is found that K_{IC} of the specimen with high temperature aged structure is superior to those with low temperature aged and overaged structures, and the factors which affect K_{IC} of the three different aged structures are discussed. K_{IC} is scarcely affected by the prior γ grain size. This phenomenon is in contrast to those of tensile ductility and CVN which markedly decrease with increasing the prior γ grain size.

Therefore, any relationship between K_{IC} and tensile properties or CVN can not be observed. This may be due to the change of the fracture mode, with increasing the prior γ grain size, from dimple in the grain to dimple along the prior γ grain boundaries or quasi-cleavage.

(Received June 16, 1973)

1. 緒 言

著者らは前報¹⁾において、18Ni マルエージ鋼の強度と延性について報告したので、本報では引き続き破壊靱性について報告する。

マルエージ鋼のような高強度材では鋭い切欠や微小な亀裂によつて常温においても不安定破壊が生じやすく、しかもその破面はへき開を含まず、一般にディンプル破面を呈する特徴がある^{2,3)}。本研究はこのような破壊挙動に対する冶金学的因子の影響を明らかにし、優れた強力鋼開発の指導原理を得ようと試みたものである。

その際破壊に対する抵抗力、すなわち靱性を平面歪破壊靱性値(K_{IC})^{4,5)}を用いて評価した。 K_{IC} は 1) 先在亀裂を前提とし、2) 試験片の大きさに依存しない材料定数であり、3) 平面歪状態における不安定破壊の伝播開始特性で、絞りやシャルピー吸収エネルギーなどのよう

に諸特性を包含したものでなく、4) 亀裂長さや破壊力の関係が求められ、設計に直接利用でき得るなどの点に特徴がある。一方、冶金学的要因として時効組織とオーステナイト(γ)結晶粒度を取りあげた。前報¹⁾でも明らかにしたように、18Ni マルエージ鋼は焼入状態ではラスマルテンサイトの過飽和固溶体で、析出反応はゾーン形成→準安定相析出→安定析出相への遷移+逆変態 γ 相析出の過程をとり、種々な時効組織が得られる。また、 γ 粒度は、この鋼特有な熱脆化現象^{6)~8)}と関連し実用的にもきわめて重要な要因である。したがって、 K_{IC} に対して時効組織と γ 粒度の両者の影響をからみ合わせて検討し、さらに引張、シャルピー諸性質と対比させて検討したので、その結果を報告する。

* 昭和48年6月16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-A	0.003	0.025	0.002	0.001	0.004	17.83	7.95	4.71	0.70	0.05
300-B	0.003	—	—	—	—	18.19	8.36	4.76	0.75	0.06
350-E	0.004	0.003	0.003	0.003	0.004	17.36	13.19	3.73	1.60	0.10

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、18Ni 210 kg/mm²(300ksi) 級鋼と 245 kg/mm²(350ksi) 級鋼を用い、化学成分を Table 1 に示した。2 種類の鋼を用いたのは、強度水準の影響を詳しく検討するためである。300-A 鋼は 18Ni-9Co-5Mo-0.7Ti、350-E 鋼は 17.5Ni-12.5Co-3.75Mo-1.7Ti を目標にし、C、Si、Mn、P、S などの不純元素を極力低減するよう高純度原材料を用いて溶製した。300-B 鋼はシャルピー試験用に別溶製した鋼で 300-A 鋼と同一目標成分である。これらは真空高周波溶解炉で 18 kg ずつ溶製し、1 200°C × 2hr の均質化後 10 mm φ の丸棒と 12 mm の板に圧延した。ただし、350-E 鋼の一部は後述するような冷間圧延を与える処理に用いるため、15 mm の板にも圧延した。

γ 粒径を変えるため、820~1 200°C で 1hr 保持後空冷の溶体化処理を行なった。しかし、350-E 鋼ではこの溶体化処理後にも著しいバンド組織が認められた。そのため、1 200°C で 24hr の真空焼鈍を行ない、合金元素を均質化し、バンド組織の消滅をはかった。しかし、この処理により γ 粒径が著しく粗大化するので、10% の冷間圧延を施したのち、上記温度で溶体化処理を行ない γ 粒径を調整した。このようにして得られた γ 粒径と溶体化処理温度の関係を Fig. 1 に示している。

つぎに、異なる析出段階の組織を得るため、ゾーン形成組織(低温時効組織)のためには 400°C、準安定相析出組織(高温時効組織)には 475°C、安定析出相+逆変態 γ 相析出組織(過時効組織)には 550°C で時効した¹⁾。時効時間はそれぞれの時効組織の特徴を有する範囲内で強度水準をそろえようとする観点で選んだ。すなわち、予備実験の結果から、300-A、B 鋼は 400°C で 3 000 min、475°C で 1 000 min、550°C で 500 min 時効し、350-E 鋼は 400°C で 1 200 min、475°C で 360 と 1 440 min、550°C で 480 min 時効した。

2.2 試験片と試験方法

引張試験には、前報¹⁾と同様に、直径 4 mm、標点間距離 25 mm の試験片を用い、インストロン万能試験機を用いてクロスヘッド速度 0.5 mm/min(歪速度 3.4×

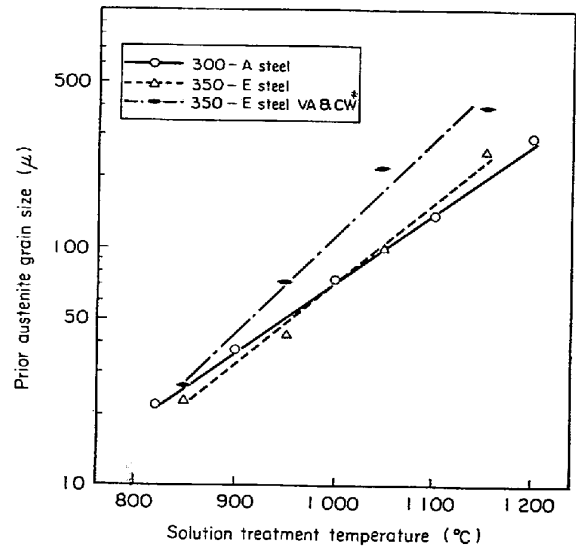


Fig. 1. Influence of solution treatment temperature on prior austenite grain size.
(* vacuum annealed and cold worked)

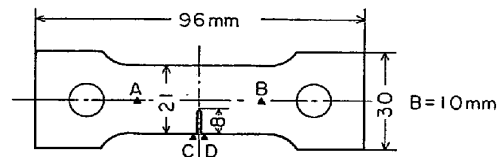


Fig. 2. Dimension of the specimen used for fracture toughness testing under plane strain condition.

10⁻⁴/sec)、常温で行なった。

シャルピー衝撃試験には、V ノッチ試験片(JIS 4 号)を用い、5 kg-m 容量の試験機を用いて、常温から -196°C で行なった。また、一部の試験片には V ノッチの切欠底に疲労亀裂をつけて試験した。

破壊靱性(K_{IC}) 試験には、Fig. 2 の板厚 10 mm の片側切欠引張型試験片を用いた。機械切欠の切欠底に約 2 mm、すなわち亀裂先端が試験片のほぼ中央にくるようにパイプロフォア疲労試験機を用いて、10⁵~2×10⁶ 回の繰返数で、疲労亀裂を付けた。なお、この疲労亀裂は時効処理後に挿入した。K_{IC} 試験にはインストロン試験機を用い、クロスヘッド速度 0.3 mm/min、常温で行なった。K_{IC} 値⁴⁾は、

$$K_{IC} = (Pa^{1/2}/BW) [1.99 - 0.41(a/W) + 18.70(a/W)^2 - 38.48(a/W)^3 + 53.85(a/W)^4]$$

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。本実験では亀裂進展を電位差法で検出した。そのため、試験片の A-B 間に 1.5 A の定電流を流し、C-D 間の電位差変化を検出し、X-Y 記録計に荷重-電位差曲線を描かせた。これらの曲線はほぼ 4 つのグループに分類されるので、代表例を Fig. 3 に示した。a) は 400°C で時効した試料に見られるものである。この時効組織は遅れ破壊感受性^{9)~11)}が高いため、大気中での負荷といえども疲労亀裂先端に遅れ破壊亀裂が発生し、荷重増加とともに進展した後不安定破壊が生じた。この場合は、後で示すように遅れ破壊と不安定破壊の破壊様式が明りょうに異なるので、安定に進行した遅れ亀裂長さを正確に求めることができる。したがって、負荷前の亀裂長さに、この遅れ亀裂長さを加えて K_{IC} を計算した。b) と c) はおもに 475°C で時効した試料に見られるものである。b) はほとんどスロークラックの進展なしに試験片全体が不安定破壊し、c) は試験片中央の平面歪状態が優勢な領域で亀裂が不安定的に進行する現象、いわゆるポップイン現象が発生したのち、最終的な不安定破壊が起こっている。c) の場合には、当然ポップイン荷重を用いて K_{IC} を計算した。d) はおもに 550°C で時効したものに見られるもので、不安定破壊が伝播開始する荷重点近傍でスロークラックの進展が認められる。b), c), d) の場合にはいずれも負荷前の亀裂長さをを用いて K_{IC} を計算している。

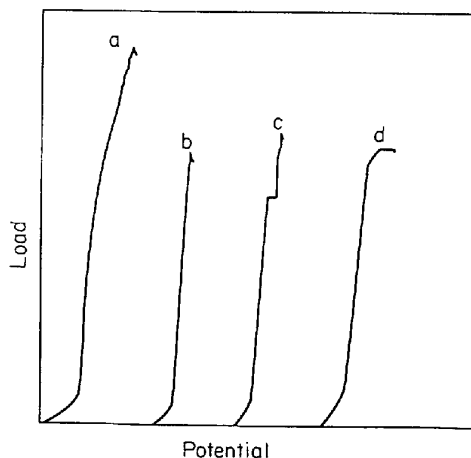


Fig. 3. Typical load-potential records for fracture toughness testing under plane strain condition, illustrating four types of crack extension behavior.

最後に、本実験で正確な K_{IC} が求められているか否かについて触れると、正確な K_{IC} を求めるには、試験片の板厚および亀裂長さが $2.5(K_{IC}/\sigma_y)^2$ の限界値より大きいことが ASTM 規格¹²⁾で要求されている。本実験では 10 mm の板厚を用いているので、 $K_{IC}/\sigma_y < 2$ ならば正確な K_{IC} が求められる。この条件を 1, 2 のデータを除いてはすべて満足しているため、正確な K_{IC} が得られていると考えられる。また、本実験では同一条件下で 2 本ずつ行なっているが、ばらつきは非常に少なかった。その原因は、十分な大きさの試験片を用いて K_{IC} を求めているためであろう。

これらの試験片の破断面はおもに走査型電子顕微鏡を用いて観察した。

3. 実験結果

3.1 210 kg/mm² 級鋼の引張諸性質

300-A 鋼の引張諸性質と γ 粒径の関係を Fig. 4, 5 に示した。引張強さと 0.2% 耐力は、400°C 時効材のみは γ 粒の粗大化に伴って若干減少するが、475°C と 550°C 時効材では γ 粒径にほとんど依存しない。一方、絞りはいずれの時効温度でも γ 粒の粗大化に伴って減少する。とくに、550°C 時効材は絞り値自体が低いとともに、粒度依存性も著しく、100 μ 以上の粒径ではほとんど絞りなしで破断している。

伸びは前報¹⁾と同様に、均一伸びと局部伸びに分けて求めた。局部伸びは絞りと類似な挙動を示し、 γ 粒の粗

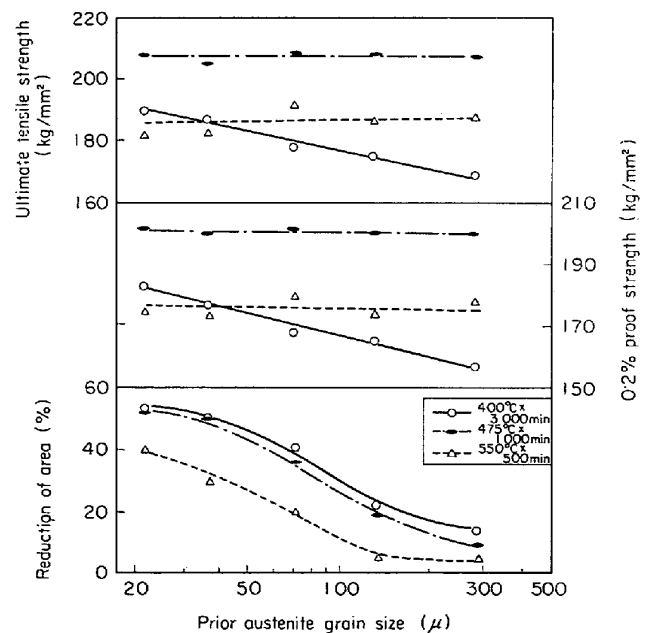


Fig. 4. Effect of prior austenite grain size and aging treatment on tensile properties of 300-A steel.

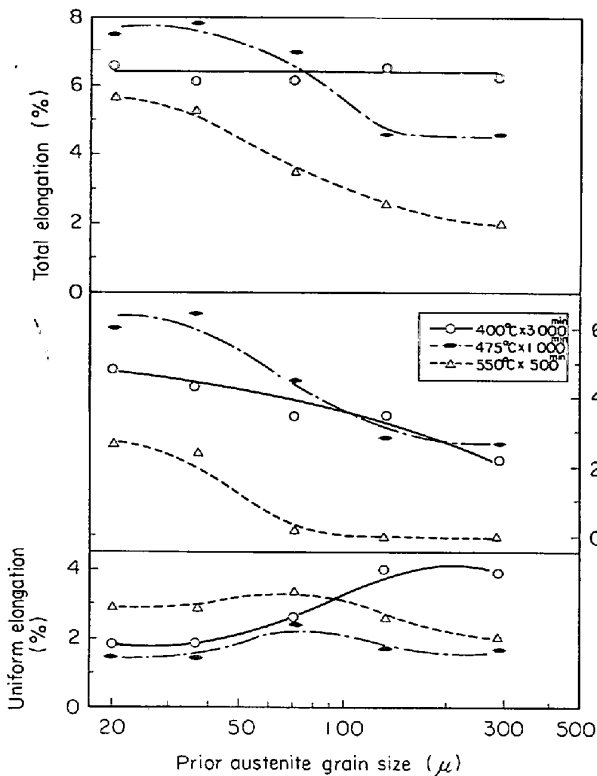


Fig. 5. Effect of prior austenite grain size and aging treatment on three kinds of elongation in tensile testing of 300-A steel.

大化に伴って単調に減少する。それに対し、均一伸びはいくぶん複雑な挙動を示し、400°C時効材では γ 粒の粗大化に伴って増加している。この現象は、400°C時効材では γ 粒の粗大化に伴って0.2%耐力が減少し、さらに粒径の粗大化に伴い一般に加工硬化性が增大する¹³⁾ためであろう。475°Cと550°C時効材でも細粒領域では上述の現象を示す傾向にあるが、粗粒領域では逆に減少している。これは、475°Cでは強度が高いため、また550°Cでは以下に説明する破面観察からうかがえるような組織上の特性により、微小亀裂が発生しやすく、そのため加工硬化が早期につぶされてしまうことに起因すると考えられる。

これらの破面のノーマル・ラプチャー部の観察結果をPhoto. 1に示した。細粒のときにはいずれの時効温度でも典型的なディンプル破壊である。ただし、550°C時効材は前報¹⁾でも報告したようにディンプルが細かくなるとともに混粒になる傾向がある。それに対し、粗粒のときには前 γ 粒界に沿った破壊様式が介入してくる。そして、400°Cでは典型的な粒界ディンプル破壊になるが、475°Cと550°Cでは粒界に沿って剝離が生じたと思える脆性的破面も認められる。

しかしこの破面のプロフィールには、Photo. 2に示す

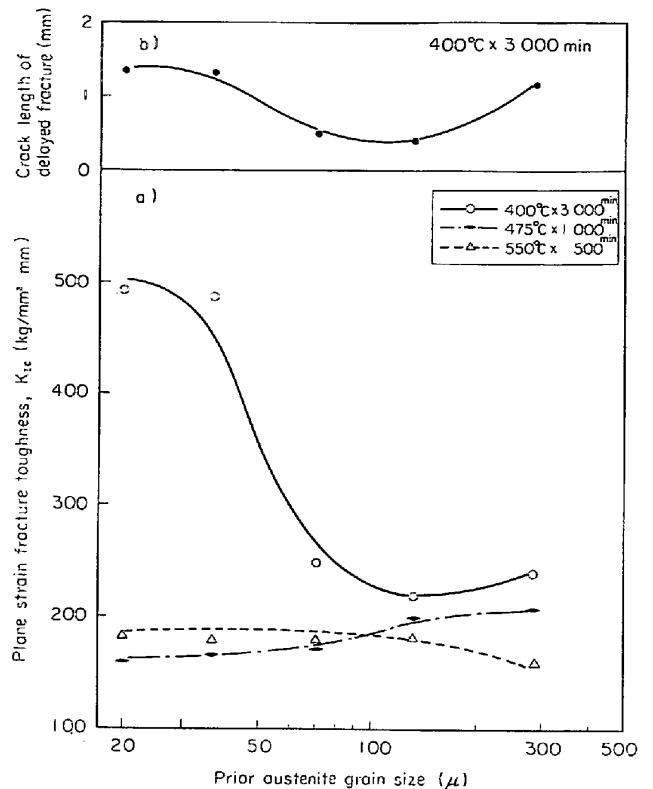


Fig. 6. Effect of prior austenite grain size and aging treatment on a) plane strain fracture toughness, and b) crack length of delayed fracture of 300-A steel.

ように、前 γ 粒界に沿った多くのサブクラックが認められるが、主亀裂面は必ずしも粒界に沿って伝播せず、しばしば粒内を横切つて伝播している。この現象は、前 γ 粒界と粒内で伝播抵抗に大きな差異がないことを示唆するものだと考えられる。

3.2 210 kg/mm² 級鋼の破壊靱性

300-A鋼の K_{IC} と γ 粒径の関係をFig. 6に示した。

K_{IC} は延性、たとえば絞りとは異なつた挙動を示し、475°Cと550°C時効材の K_{IC} は γ 粒径にまったく依存しない¹⁴⁾。それに対し、400°C時効材の K_{IC} は細粒のとき著しく増大する。この増大は、400°C時効組織は遅れ破壊感受性が高く、 K_{IC} 試験の負荷中に疲労亀裂先端で遅れ破壊亀裂の進展が生ずる現象と関連している。その現象と機構については次報¹⁵⁾で詳細に報告する。そこで、結論だけを簡単に述べると、この K_{IC} の増大は材料定数としての K_{IC} の増大ではなく、遅れ亀裂の先行による見かけ上増大したものである。

その K_{IC} 試験の負荷中に生じた遅れ亀裂長さを、(b)に示した。これは細粒のときに長く、 γ 粒径の粗大化に伴い短くなる。しかし、 γ 粒径が約300 μ になると再び長くなつている。この現象はPhoto. 3に示すように、

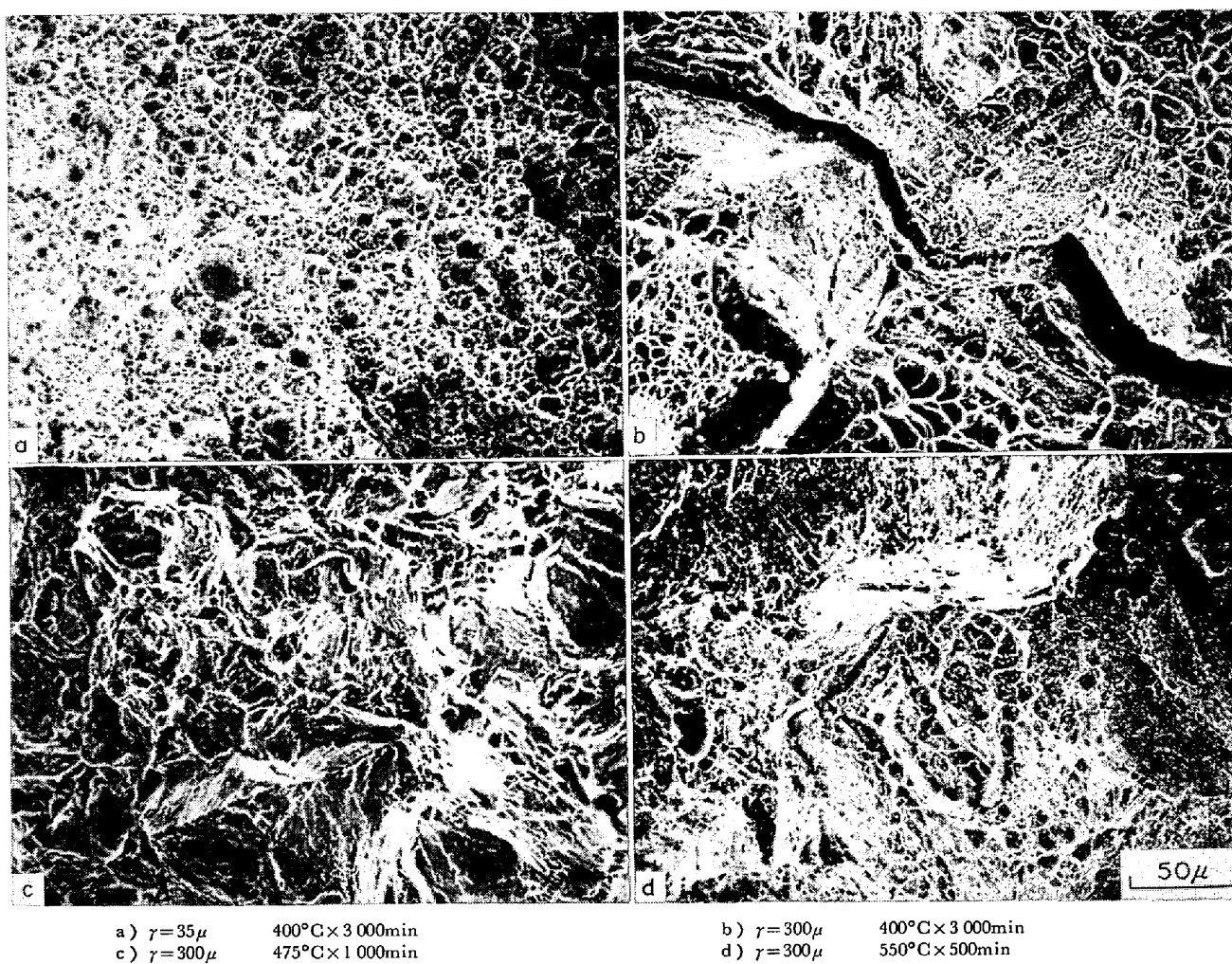


Photo. 1. Scanning electron fractographs in normal rupture region of tensile specimen of 300-A steel, showing the effect of prior γ grain size and aging treatment written above.

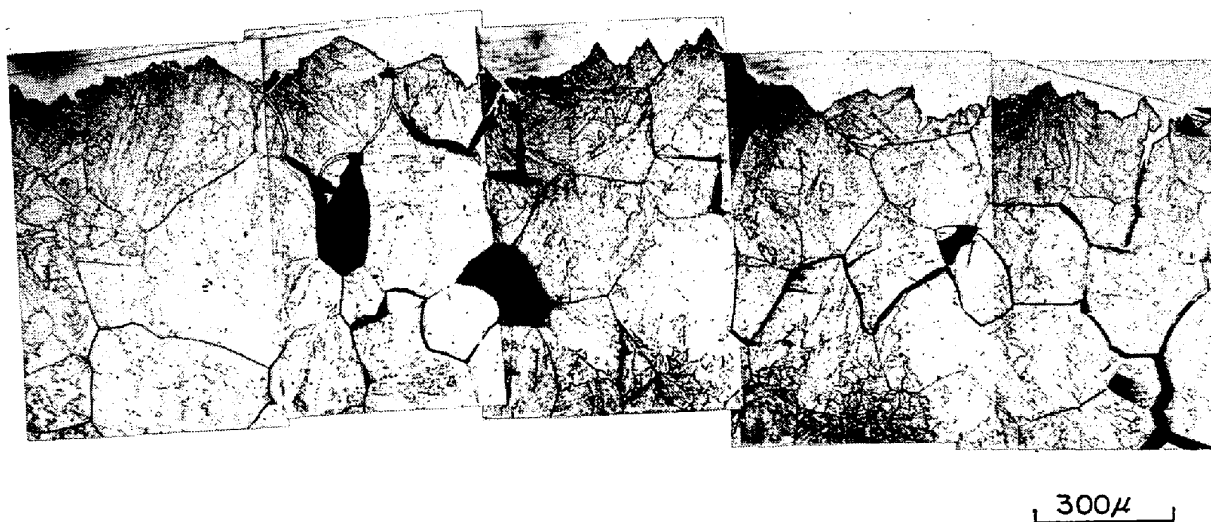


Photo. 2. The fracture profile of tensile specimen of 300-A steel aged for 3000 min at 400°C . Prior austenite grain size is 300μ .

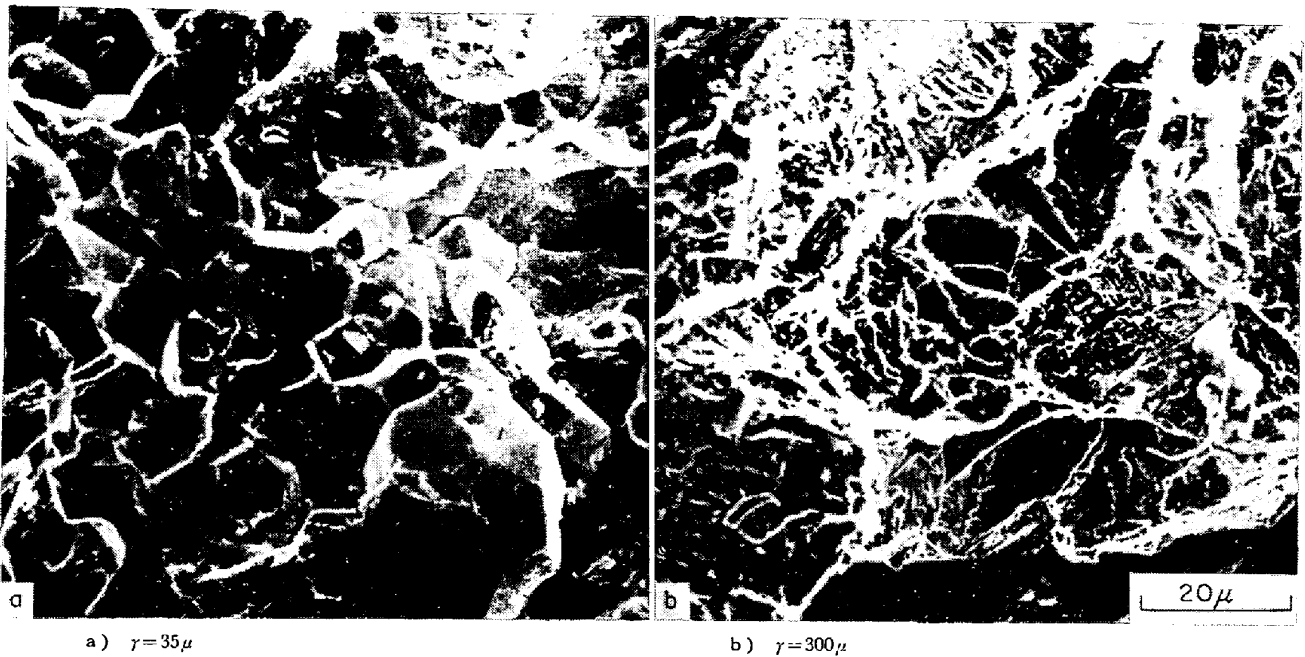


Photo. 3. Scanning electron fractographs of delayed fractured region which occurs ahead of fatigue precrack in fracture toughness specimen of 300-A⁺ steel.

細粒のときには遅れ破壊様式が粒界破壊であるのに対し、 300μ のときには粒内の擬へき開破壊に変化することと対応している。これについては後で考察する。また、 400°C 時効材では不安破壊が生じた部分はすべてディンプル破壊である。

475°C と 550°C 時効材では Photo. 4 に示すように疲労亀裂の先端から直接ディンプル型の不安定破壊が生じている。 550°C 時効材では不安定破壊に先立つてスロークラックが生じやすいことを述べたが、破面からはそれを区別することはできなかつた。 475°C 、 550°C 時効材とも、細粒のときには典型的なディンプル破壊であるが、粗粒になると粒界ディンプルおよび粒界で剝離が生じたと推察される破面が混在するようになる。

さらに上述した引張破面と比較すると、これらの破面は一般に平面的になつている。すなわち、ディンプルは浅く、また粒界に沿つて亀裂が進行する傾向は少なくなる。このような傾向が生じる理由は後で考察する。

3.3 210 kg/mm^2 級鋼のシャルピー衝撃値

Fig. 7 は吸収エネルギーにおよぼす試験温度と γ 粒径の影響を示す 400°C 時効材の代表例である。また、これらの曲線から、 0 、 -50 、 -100 、 -196°C における吸収エネルギーを求め、 γ 粒径と時効温度の影響を示したものが Fig. 8 である。

0°C ではいずれの時効温度でも大きな粒度依存性を示し、吸収エネルギーも 550°C 、 475°C 、 400°C 時効材の順に大きくなつている。そして、このような傾向は絞

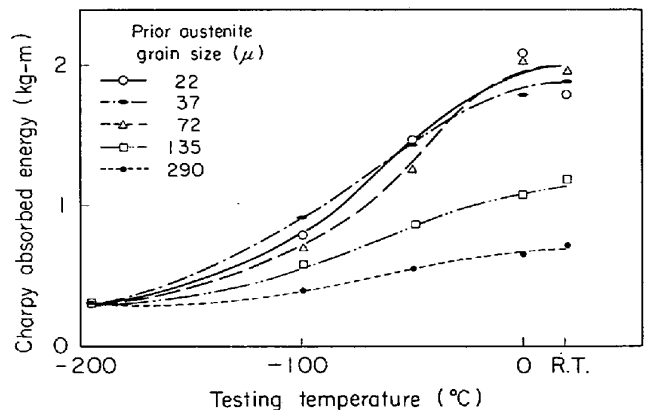


Fig. 7. Temperature dependence of the Charpy absorbed energy for the specimens aged for 3000 min at 400°C having different prior austenite grain size.

りの変化とも良く対応している。しかし試験温度の低下に伴い、粒度依存性が減少するとともに、吸収エネルギーの大きさの順番も逆転する。そして、 -196°C では、 400°C と 475°C 時効材ではまったく粒度依存性が認められないのに対し、 550°C では依然として粒度依存性が残っている。

これらの破面は、引張破面と同様に細粒ではディンプル破壊、粗粒になると粒界破壊様式が混在してくる。ただし、この粒界破壊様式が介入する度合は切欠底からの距離に依存し、切欠底直下で著しく、切欠底から離れるにしたがって平面的なディンプルを主体とする破面になる。この現象は、破壊様式が亀裂先端での塑性変形域の

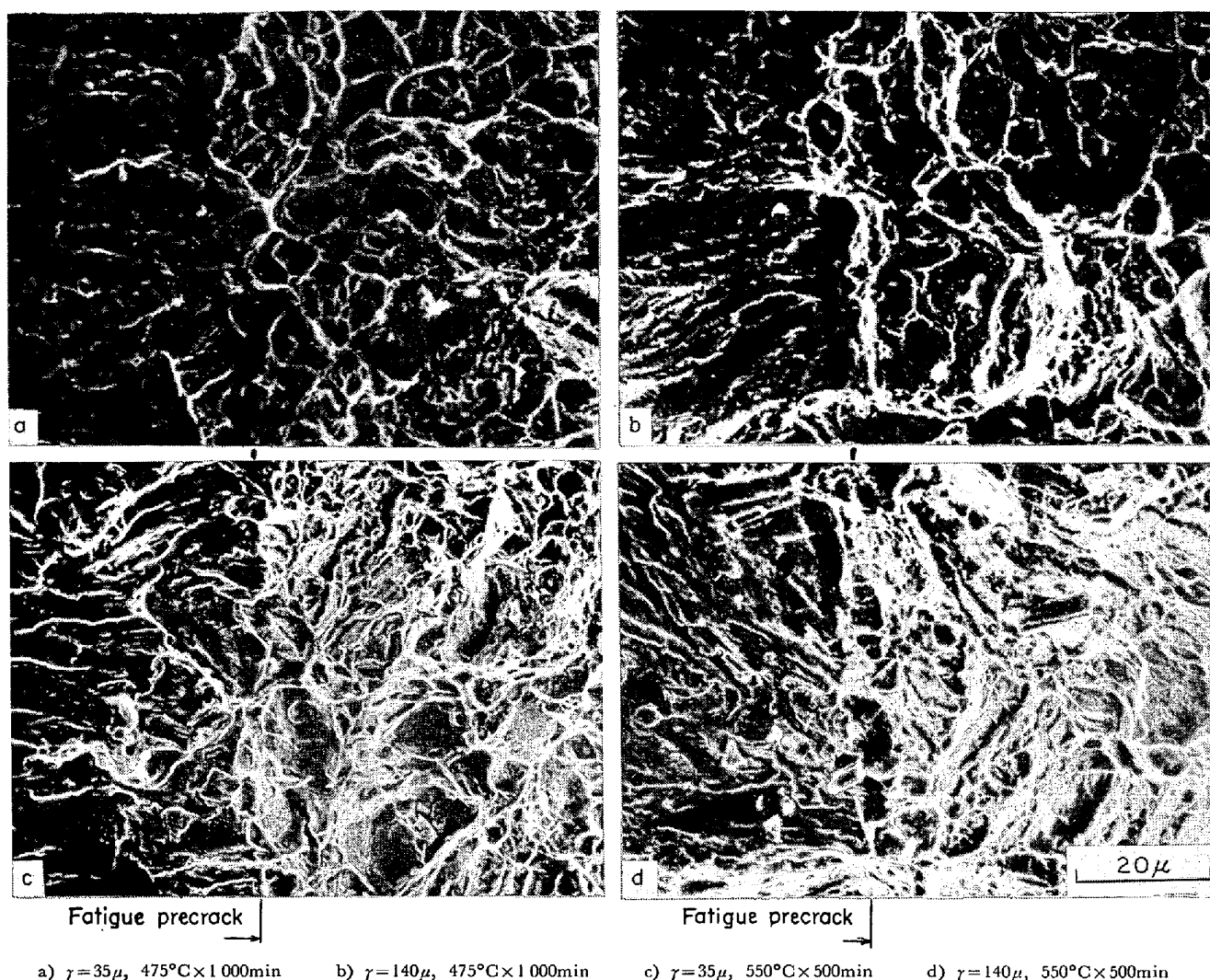


Photo. 4. Scanning electron fractographs of fractured surface adjacent to fatigue precrack in fracture toughness specimen of 300-A steel, showing the effect of prior γ grain size and aging treatment written above.

大きさに支配されることを示唆するものであろう。

また、エネルギー遷移が生じた細粒材の場合にも、破面遷移現象を認めることはできなかつた。この現象が生ずる理由を検討するため、つぎにシャルピー吸収エネルギーの内容を検討した。

シャルピー吸収エネルギーには不安定亀裂の発生、伝播、シャリップ形成に必要なエネルギーが含まれている。その内、シャリップ形成エネルギーは、全試験片ともほとんどその形成が見られないので無視することができる。そして、前二者のエネルギーを分離するため、Vノッチの切欠底に疲労亀裂を挿入した試験片を用いて伝播エネルギーを求めた。Fig. 9は475°C時効材を常温で試験した結果である。Vノッチ試験片の単位面積当りの吸収エネルギーは非常に大きな粒度依存性を示すのに対し、疲労予亀裂付試験片の吸収エネルギー(W/A)は

ほとんど粒度依存性を示さない。したがって、Vノッチシャルピー吸収エネルギーにおける大きな γ 粒度依存性は不安定亀裂の発生エネルギーの違いに起因するものである。さらに、伝播エネルギーの温度依存性は非常に小さいことが明らかにされている¹⁵⁾ので、細粒材における破面遷移を伴わないエネルギー遷移現象は、低温になるほど不安定亀裂の発生が容易になり、全エネルギー中に占める発生エネルギーの割合が急激に減少するためと考えられる。

W/A が純粋に平面歪状態における伝播エネルギーであるならば、 $1/2(W/A) = G_{IC}$ であるといわれている¹⁶⁾。(RONALDら¹⁶⁾は破壊の際2つの面が形成されるので、 W/A の1/2が G_{IC} であると述べている。しかし、 $G_{IC} = 2\gamma_P$ なので、理論的には $G_{IC} = W/A$ である。ただし、実験結果は $G_{IC} = 1/2(W/A)$ の關係に良く一致するので、

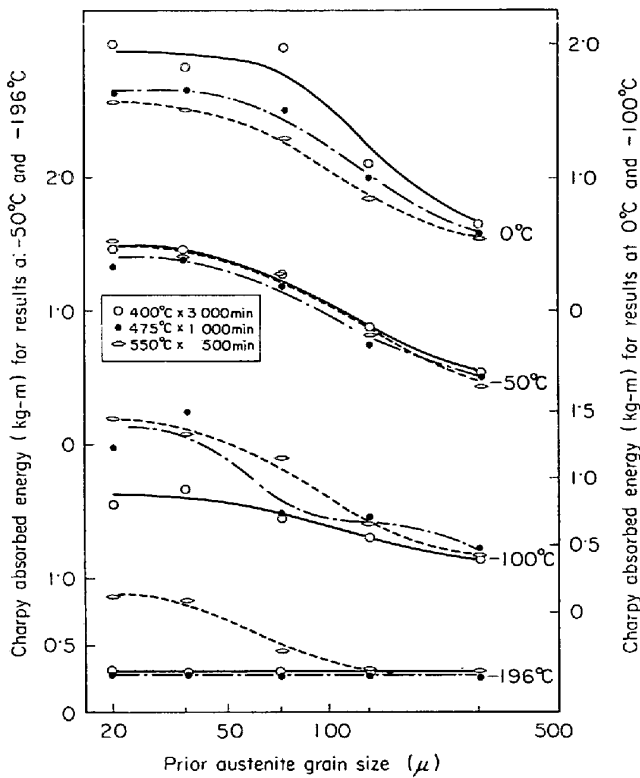


Fig. 8. Effect of prior austenite grain size and aging treatment on the Charpy absorbed energy obtained at 0°, -50°, -100° and -196°C.

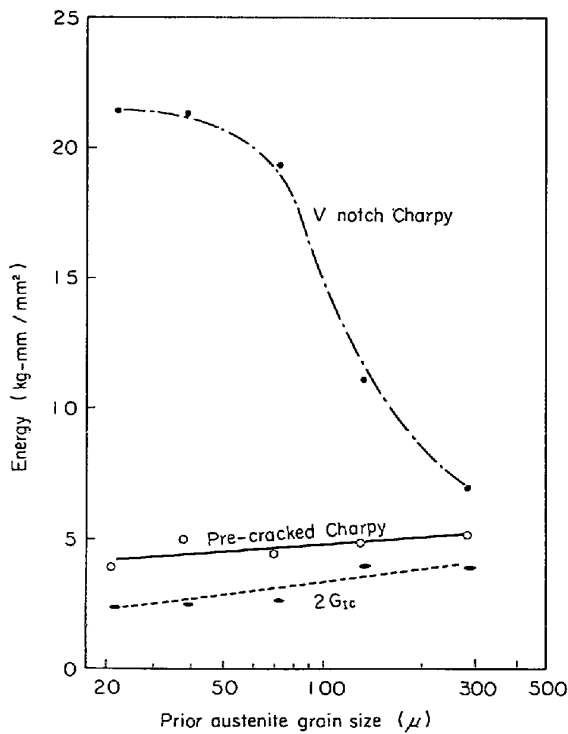


Fig. 9. Effect of prior austenite grain size on V notch Charpy absorbed energy, pre-cracked Charpy absorbed energy and $2G_{IC}$ for the specimen aged for 1 000 min at 475°C and tested at room temperature.

ここでは上式をそのまま用いることにする。) 一方, G_{IC} と K_{IC} の間には,

$$K_{IC}^2 = EG_{IC} / (1 - \nu^2)$$

E : ヤング率 (19 000 kg/mm²)

ν : ポアソン比 (0.3)

の関係が成立する. したがって, 実測した K_{IC} から求めた $2G_{IC}$ は, W/A と等しくなるはずである. しかし Fig. 9 から明らかなように, W/A は $2G_{IC}$ より若干高めの値が得られている. 高強度材の降伏強さは歪速度依存性がきわめて小さいので, この差をシャルピー試験と K_{IC} 試験の歪速度の差に帰結することはできない. むしろ, 予亀裂付シャルピー試験では正確な平面歪状態が得られてなく, シャリップがわずかではあるが形成され, さらに機械的エネルギーなどに余分のエネルギーが消費されることにより, このような差が生じるものと考えられる. このように, 強度水準の高い鋼においてさえも, W/A は K_{IC} と同一傾向を示すが, その値自体は必ずしも一致しないことに留意する必要がある.

3.4 245 kg/mm² 級鋼の引張諸性質

350-E 鋼の引張諸性質と γ 粒径の関係を Fig. 10 に示した.

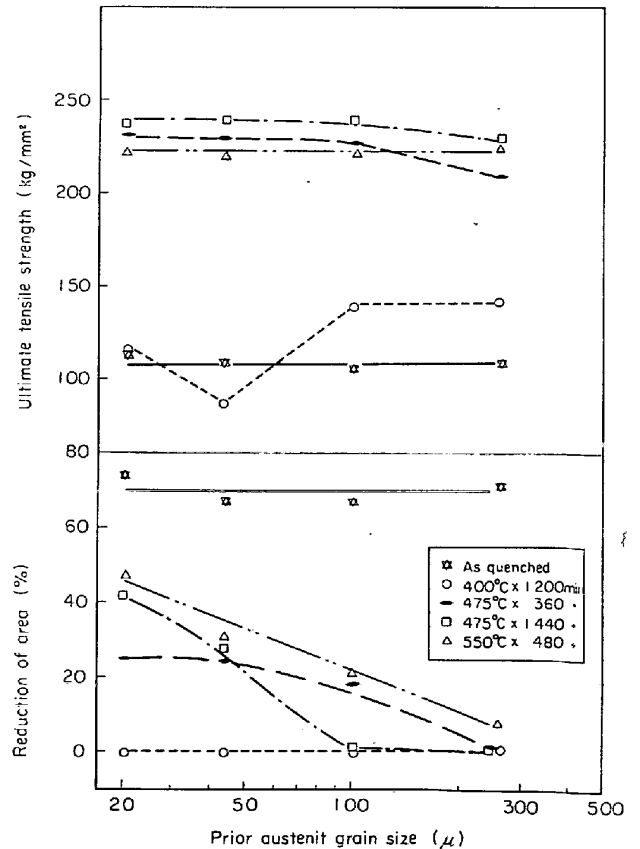


Fig. 10. Effect of prior austenite grain size and aging treatment on tensile properties of 350-E steel.

焼入状態では、強度、絞りともいずれも γ 粒径に依存しない。そして、この状態ではいずれの粒径でも完全なディンプル破壊である。それに対し、400°C時効材は平滑引張試験においても降伏点以下での不安定破壊が生じている。そして、その巨視的破面にはサムネール(thumb nail) 状の遅れ破壊部が認められる。その微視的な様相を示したのが Photo. 5 である。このように円周近傍の介在物を起点として粒界破壊様式の遅れ破壊が進行したのち、不安定破壊が進行している。そして遅れ破壊部が粒界破壊であるのに対し、不安定破壊部は粒界ディンプル破壊である。ただし、このような遅れ破壊部がすべての試料に認められるのではなく、一般に、細粒のときには生じやすく、粗粒では認めがたくなる傾向がある。また、降伏点以下での不安定破壊の成因のすべてがこのような外周部からの遅れ破壊亀裂に起因するとは考えられない。この点は後報で明らかにする予定である。

475°Cと550°C時効材では、強度はほとんど γ 粒径に依存しない。しかし、 γ 粒の粗大化に伴い降伏と同時に破断が生じ、引張強さは減少する傾向が認められる。一方、絞りは γ 粒の粗大化に伴い著しく減少する。この中で注目すべき点は、550°C時効材の絞りが最も優れていることである。この現象は300-A鋼の結果ときわめて対照的である。

これらの破面のノーマル・ラプチャー部の観察結果を Photo. 6 に示した。細粒では、475°C、550°C時効材ともディンプル破壊である。それが粗粒のときには、475°C時効材では粒界ディンプル、550°C時効材では擬へき開の破壊様式が混在する。引張破面で擬へき開の破壊様式が認められたものはこの場合のみであり、一般に脆性破面と考えられている破面を呈する時効組織のほう

が、逆に絞りが大きいことは興味深い。

また、このような引張諸性質はバンド組織の消滅をはかる真空焼鈍処理を行なつても本質的には変わらなかつた。

3.5 | 245 kg/mm² 級鋼の破壊靱性

Fig. 11 に、350-E 鋼の K_{IC} と γ 粒径の関係を示し

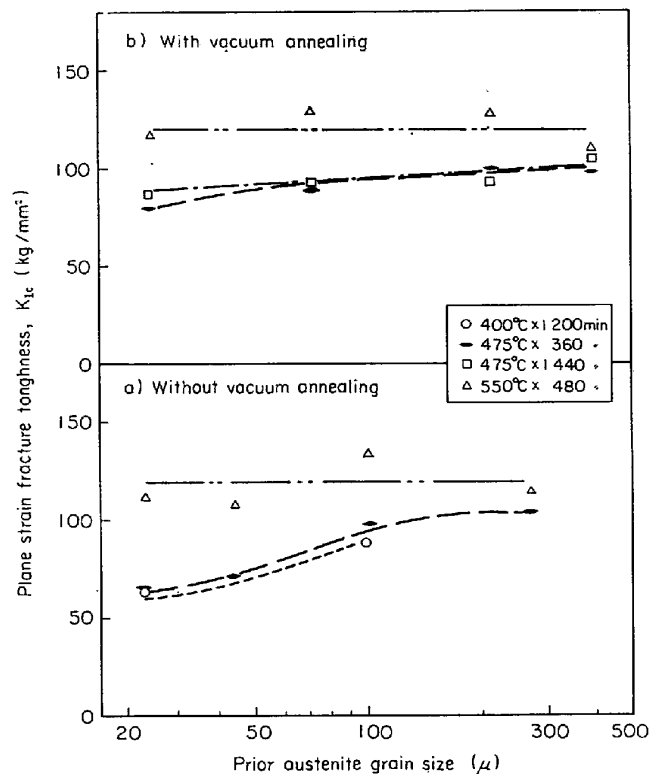


Fig. 11. Effect of prior austenite grain size and aging treatment on plane strain fracture toughness of 350-E steel. Comparison of a) and b) indicates the influence of vacuum annealing.

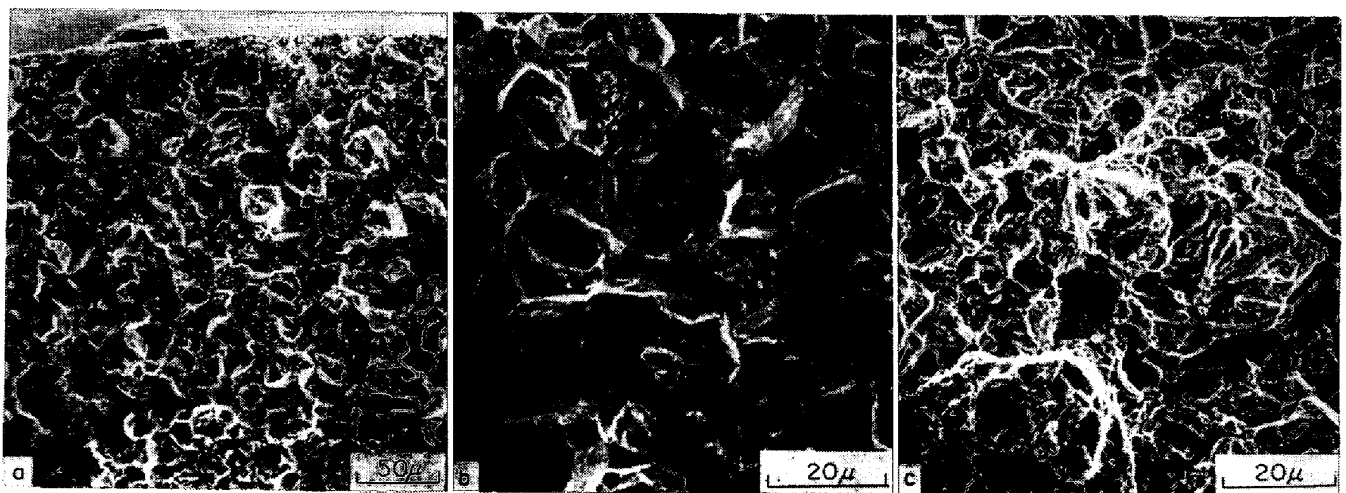


Photo. 5. Scanning electron fractographs of fractured surface of tensile specimen of 350-E steel aged for 1200 min at 400°C. a, b) Delayed fractured region. c) Unstable fractured region. (Prior γ grain size is 23 μ)

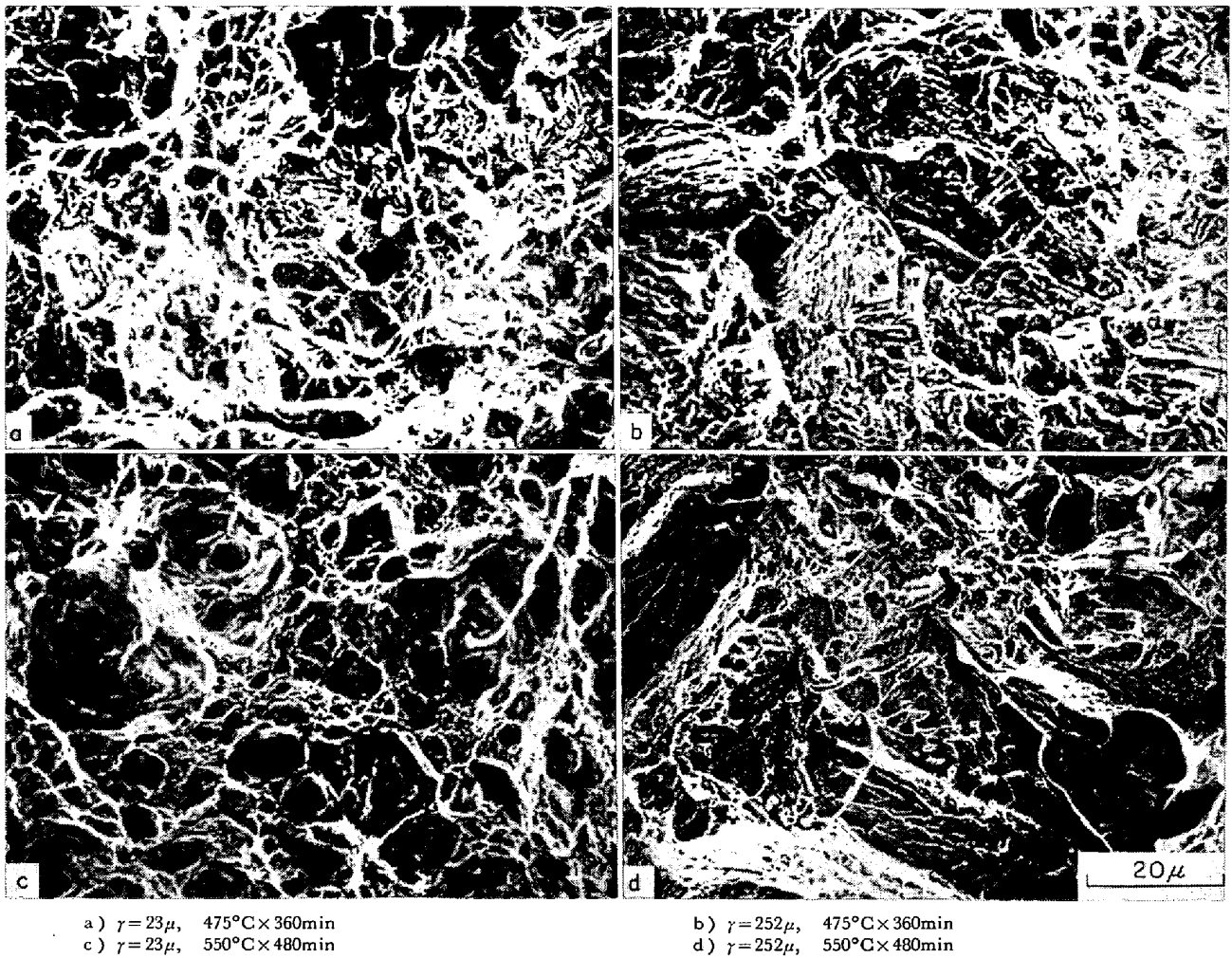


Photo. 6. Scanning electron fractographs in normal rupture region of tensile specimen of 350-E steel, showing the effect of prior γ grain size and aging treatment written above.

た。a)は真空焼鈍を行なわない試料，b)は行なつた試料の結果である。

この鋼でも， K_{IC} は絞りとはかなり異なつた挙動を示し，550°C時効材では γ 粒径にまったく依存しない。反面，550°C時効材の K_{IC} が最も優れている点では絞りの傾向と一致している。400°C時効材では前述の鋼種と同様に K_{IC} 試験の負荷中に疲労亀裂先端に遅れ破壊が発生し，しかも遅れ亀裂の破壊様式はいずれも粒界破壊である。それにもかかわらず，前述の鋼種とは異なり K_{IC} の増大が認められない。強度水準の違いによってこのような差異が生じる理由は後で考察する。

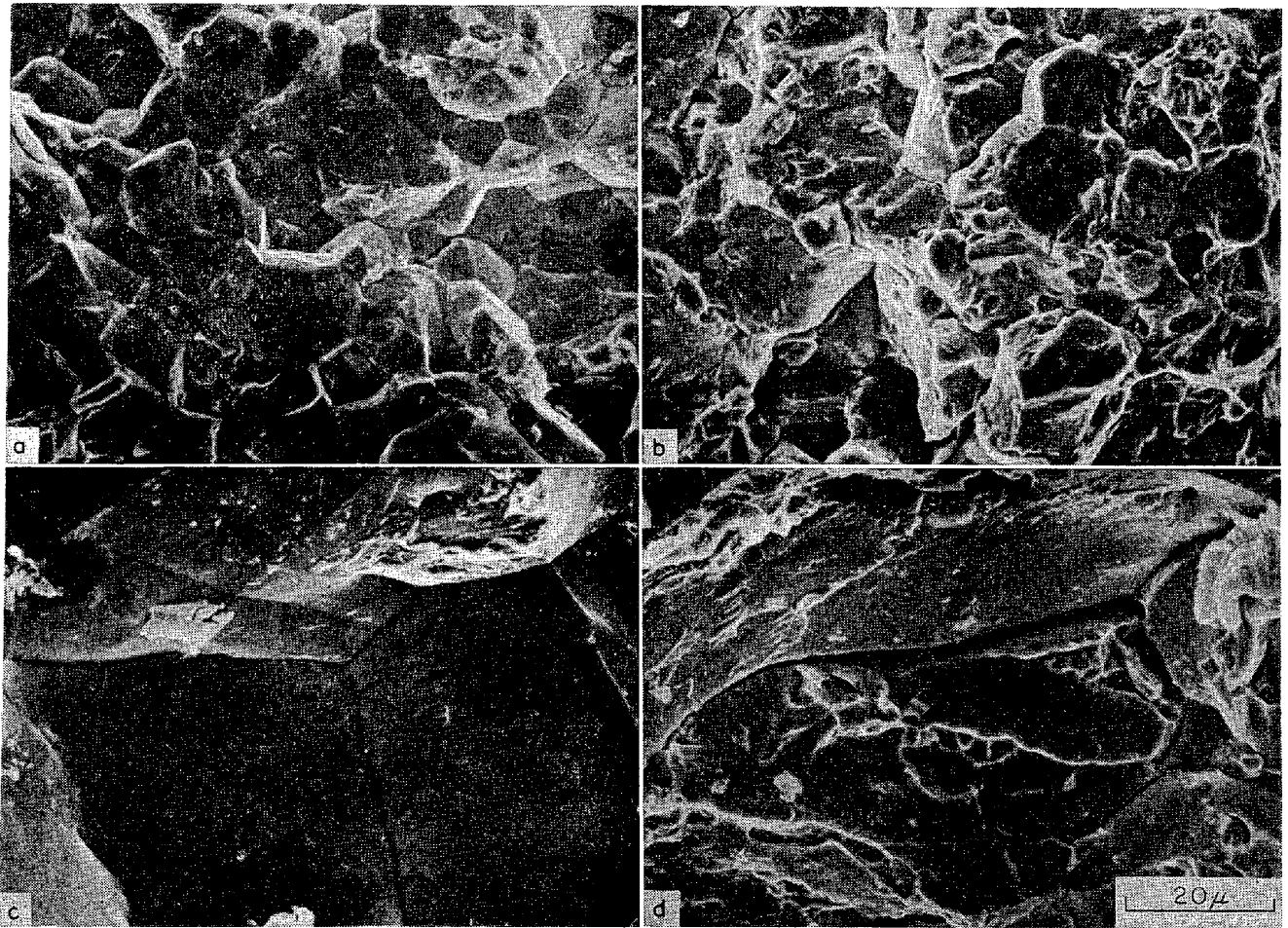
475°C時効材ではa)に示したように， γ 粒の粗大化に伴つて K_{IC} は若干増加する傾向が認められた。しかし，この処理状態ではすでに述べたように著しいバンド組織の生成が認められ，しかもその生成傾向は低温で γ 化するほど，すなわち γ 粒径が細かいほど著しい。そのため，このバンド組織と真の γ 粒径の影響を分離するため，真

空焼鈍を行なつた後 γ 粒径を調整した。その結果はb)に示すように， K_{IC} はほとんど γ 粒径に依存しなくなる。したがつて，この鋼の場合も K_{IC} は本質的には γ 粒径に依存しない¹⁴⁾ものと考えられる。

つぎに，破面の観察結果をPhoto. 7および8に示した。Photo. 7は400°C時効材の破面であり，左側は遅れ破壊部，右側は不安定破壊部である。この写真から明らかのように，Photo. 5の引張試験片の破面と同様に，遅れ破壊は粒界破壊であるのに対し，不安定破壊は粒界ディンプル破壊である。475°Cと550°C時効材では，Photo. 8に示すように，疲労亀裂から直接不安定破壊が生じ，細粒のときにはディンプル破壊，粗粒のときには擬へき開破壊になる。

3.6 破壊様相の全般的傾向

今まで，個々のケースごとに破面の様相を述べてきたので，その全般的な傾向を把握するため一括してTable 2に示した。



a, b) $\gamma=23\mu$, c, d) $\gamma=100\mu$

Photo. 7. Scanning electron fractographs of fractured surface of fracture toughness specimen of 350-E steel aged for 1200 min at 400°C. (left) delayed fractured region. (right) unstable fractured region.

Table 2. The summarized results of the fracture modes observed in tensile and fracture toughness specimens.

Steel	Tensile testing		Fracture toughness testing	
	Prior austenite grain size			
	Fine	Coarse	Fine	Coarse
300-A (210kg/mm ² grade)	D	D DGB	D	D DGB
350-E (245kg/mm ² grade)	D	D DGB C (550°C)	D DGB (400°C)	D DGB C

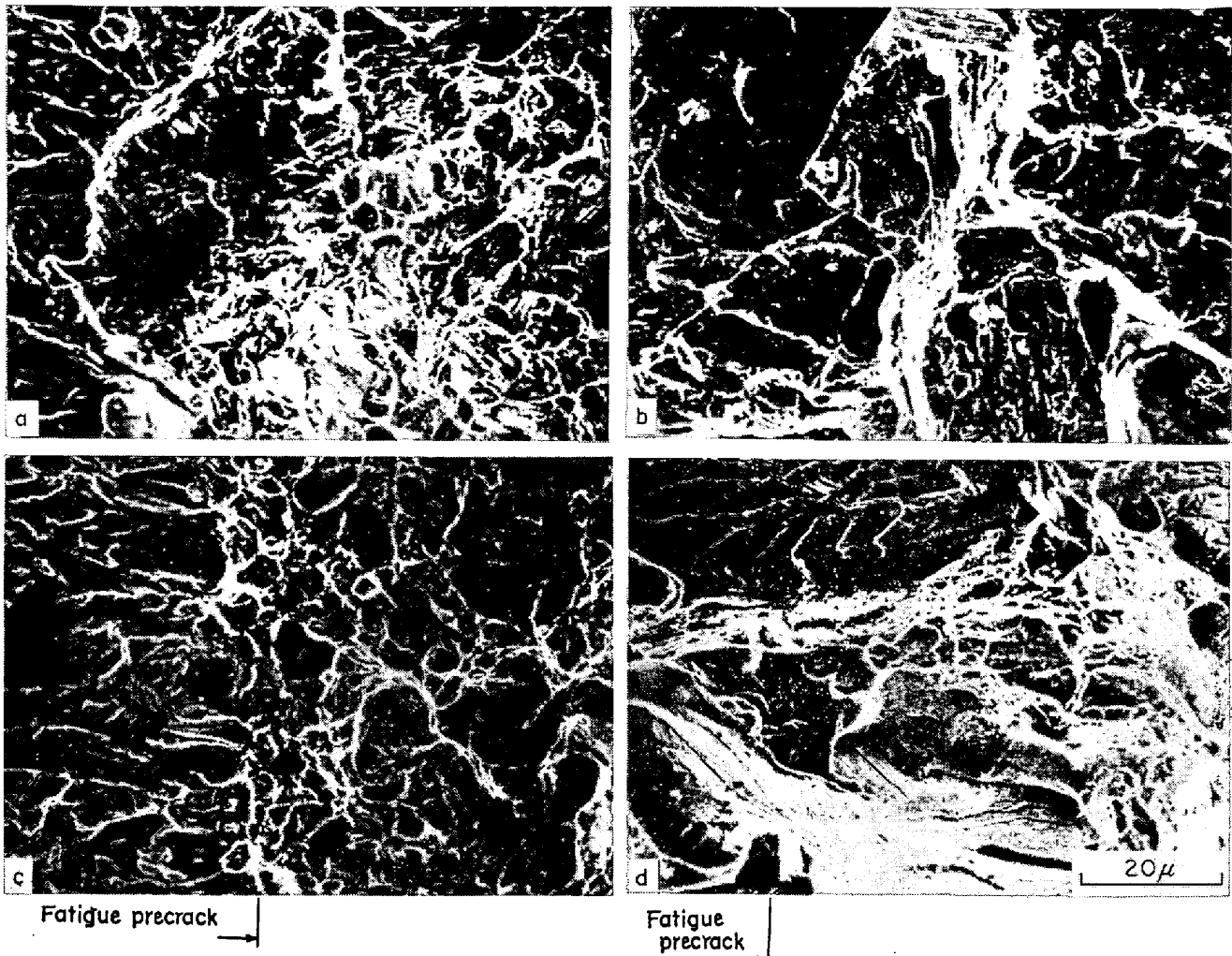
Deep ← (D) → Shallow
 Along boundary ← (DGB) → Short cut

D : Dimpled fracture
 DGB : Dimpled fracture along grain boundary
 C : Quasi cleavage fracture

引張試験のノーマル・ラプチャー部と破壊靱性試験の疲労亀裂先端の破面を対比させたのは、応力状態がほぼ等しい平面歪状態において、広範囲に塑性変形が生じ安定に亀裂が伝播した場合と、塑性変形が亀裂先端に制限され不安定的に伝播した場合とを比較するためである。

210 kg/mm² 級鋼は細粒のときにはディンプル破壊、粗粒では粒界破壊様式が含まれてくる。245 kg/mm² 級鋼でも細粒のときにはおもにディンプル破壊、粗粒では粒界ディンプル破壊のほかに、擬へき開破壊が認められるようになる。強度水準の高い後者の鋼で特異な点は、400°C 時効材は細粒のときにも粒界ディンプル破壊になることである。したがって、400°C 時効組織は粒界破壊が生じやすい特性を有しているものと思われる。さらに、後者の鋼では、粗粒になると擬へき開が認められる特徴がある。しかし、絞りや K_{IC} から明らかなように、この破面の生成が必ずしも脆化を意味してはいない。

さらに、引張破面と破壊靱性破面では定性的ではあるが、つぎのような違いがある。まず、ディンプル破壊の



a) $\gamma=23\mu$, $475^{\circ}\text{C}\times 360\text{min}$ b) $\gamma=252\mu$, $475^{\circ}\text{C}\times 360\text{min}$ c) $\gamma=23\mu$, $550^{\circ}\text{C}\times 480\text{min}$ d) $\gamma=252\mu$, $550^{\circ}\text{C}\times 480\text{min}$

Photo. 8. Scanning electron fractographs of fractured surface adjacent to fatigue precrack in fracture toughness specimen of 350-E steel, showing the effect of prior γ grain size and aging treatment written above.

場合は、引張破面ではかなり深いディンプルであるのに対し、破壊靱性破面では浅くなる傾向がある。また粒界ディンプル破壊の場合は、引張破面では前 γ 粒界に沿う傾向が強いのに対し、破壊靱性破面では粒内を横切る傾向が強く、破面が平坦になりやすい傾向がある。

4. 考 察

4.1 遅れ破壊亀裂の先行と K_{IC}

K_{IC} 試験の負荷中に疲労亀裂先端に遅れ破壊亀裂が先行して K_{IC} が増大する現象と機構については、次報¹⁵⁾において報告する。本報では、1) 210 kg/mm² 級鋼で最も粗粒の場合、および 2) 245 kg/mm² 級鋼の場合に、疲労亀裂先端に長い遅れ破壊亀裂が先行するにもかかわらず K_{IC} が増大しない、すなわち遅れ破壊亀裂が有効な効果を示さない理由を考察する。

すでに述べたように、210 kg/mm² 級鋼の細粒のときに認められる K_{IC} の増大は、見かけ上の増大である。これは次報¹⁵⁾で示すように、遅れ亀裂の枝分れ(branching)により亀裂先端が鈍化(blunting)するためと考えられる¹⁰⁾¹⁷⁾¹⁸⁾。そして遅れ破壊亀裂の枝分れ現象は一般に破壊様式が粒界破壊の場合に認められている¹⁸⁾¹⁹⁾。したがって、1) の場合に K_{IC} が増加しないのは、遅れ破壊様式が擬へき開に移行し、枝分れ現象が生じがたくなっているためであろう。一方、2) の場合は遅れ破壊の様式はすべて粒界破壊である。しかし、破断面を観察すると、1) の場合と同様に遅れ破壊亀裂の枝分れ現象が少なくなり、亀裂先端の鈍化効果は生じがたくなると思われる。亀裂の枝分れ現象に関しては、枝分れにより亀裂先端の応力が分散されるので亀裂伝播速度の荷重(または K) 依存性が小さいほど枝分れが生じやすいのだと

考察されている¹⁹⁾。したがって、上述の現象は逆に強度水準が高くなるほど、亀裂伝播速度の荷重（または K ）依存性が増大することを示唆しているのではなからうか。

つぎに、上述のように遅れ破壊亀裂が K_{IC} の増大に寄与しないにもかかわらず、その寸法が長くなる理由を説明する必要がある。この点に関しては、遅れ破壊亀裂長さ a と K_{IC} の増大の間には直接的な関係は存在しないと考えている。なぜなら、遅れ破壊亀裂が長いことは遅れ破壊に対する感受性が大きいことを意味し（すなわち低荷重側から遅れ亀裂が成長を開始するか、伝播速度が速いかである）、一方 K_{IC} の見かけの増大は blunting 効果が大きいことを意味している。したがって、遅れ亀裂が長くなるほど先端での blunting 効果が増大する条件下においてのみ、長さが意味を有するようになるものと思われる。

4.2 K_{IC} の γ 粒度依存性

すでに述べてきたように γ 粒度に依存するのは、絞りや V ノッチシャルピー吸収エネルギーのように不安定亀裂の発生特性が含まれ、しかも破壊様式が粒内ディンプルから粒界ディンプル破壊への変化を伴う場合である。

一方、不安定亀裂の伝播特性に対し γ 粒度依存性が生じないのは亀裂先端での塑性変形が強く制限される結果、粒界に沿った伝播経路を取りえなくなるためと考えられる。この点を以下説明する。平面歪状態における塑性域の大きさ (R) は、 $R \approx 0.05(K_{IC}/\sigma_y)^2$ で表わされる²⁰⁾。300-A 鋼の $K_{IC} \approx 200 \text{ kg/mm}^2 \cdot \sqrt{\text{mm}}$ 、 $\sigma_y = 180 \text{ kg/mm}^2$ を代入すると R は約 60μ であり、かなり細粒の場合の γ 粒径に相当している。一方、前 γ 粒界で微小亀裂が発生するには、変形が少なくとも 1 個の結晶粒内に広がり、粒界に応力集中が生じなければならない。そのためには、亀裂先端の塑性域は粒径よりもやや大きな程度のものである。本実験の引張およびシャルピー試験で粒界破壊が生ずる程度の γ 粒径では、この限界より塑性域のほうが非常に小さくなるので、粒界破壊様式を取りえなくなり、 γ 粒度依存性が現われないと推察される。それならば、著しく細粒にすれば粒径の影響がどうなるかという問題がある。その場合は、粒界での応力集中が小さくなり、粒界破壊様式を取り得ず、やはり粒度依存性は現われないと考えられる。ただし、このように、塑性域の大きさに破壊様式が支配されるのは、引張破面の項で示唆したように、粒内と粒界とで伝播抵抗の差が比較的小さい場合のみであろう。粒内に比し、粒界の伝播抵抗がかなり小さい場合には粒界で発生した微小亀裂が塑性域とは関係なく、そのまま粒界

を伝播すると考えられる。

つぎに、発生と伝播特性では粒径の影響が本質的に異なるかという問題がある。これも破壊様式が関与し、たびたび述べてきたようにディンプル破壊ではいずれも粒度依存性が生じないと考えられる。ただ、発生特性の場合は伝播の場合より一般に塑性域が大きく、ディンプル以外の低エネルギー下の破壊様式を取りやすいものと考えられる。

一方、粒界破壊²¹⁾または擬へき開破壊²²⁾の場合には、伝播特性に対しても粒度依存性が現われると考えられている。これは粒径に伴い、粒界破壊の場合は転位の堆積可能距離および粒界面積の増減により粒界の脆化度が変化するため、擬へき開亀裂伝播の場合は粒界が障害になるためであろう。しかし、粒界の構造によっては亀裂の発生と伝播に対する役割が相異なることから、このような破壊様式を取る場合でも発生特性に比較し、伝播特性が比較的粒径に鈍感になりやすい可能性が指摘されている²³⁾。

この指摘に関与すると思われるものが、強度水準が 245 kg/mm^2 に上昇すると、粒界や擬へき開破面が混在する場合でも K_{IC} がほとんど γ 粒径に依存しなくなることである。これは強度水準の上昇に伴い亀裂伝播抵抗が著しく減少し、粒界の役割が減少するためと推察される。

4.3 K_{IC} におよぼす時効組織の影響

K_{IC} と時効組織の関係を強度水準をも考慮して明らかにするには、今回の実験結果のみでは十分とはいえない。そのため、次報¹⁵⁾で報告する結果（この報告では、試験温度と引張速度を変えて、 400°C 時効材の細粒鋼についても、真の K_{IC} を求めている。）をも含めて、 K_{IC} と降伏強さの関係を各時効組織ごとに求め、Fig. 12 に示した。

K_{IC} は時効組織によって明りょうに異なっている。 475°C 時効組織の K_{IC} が最も優れ、 400°C （ここで比較しているのは真の K_{IC} であるので遅れ破壊亀裂が先行し見かけ上 K_{IC} が増加したものは除く）および 550°C 時効組織ではかなり劣っている。しかし、 550°C 時効組織の K_{IC} は高強度側では強度依存性が低下し、 475°C 時効組織の状態とほぼ等しくなる傾向がある。 K_{IC} と 0.2% 耐力の関係は、 $K_{IC} \propto \sigma_{0.2}^m$ の関数で表わされ、 m は約 3 である²⁴⁾。

一般に靱性は大きくすると、1) 応力集中、2) 応力緩和、3) 凝集力の 3 つの因子に支配される。その各因子が時効組織によって影響を受ける割合を示したのが Table 3 である。ここでは、強度上昇に伴う靱性低下の必然的傾

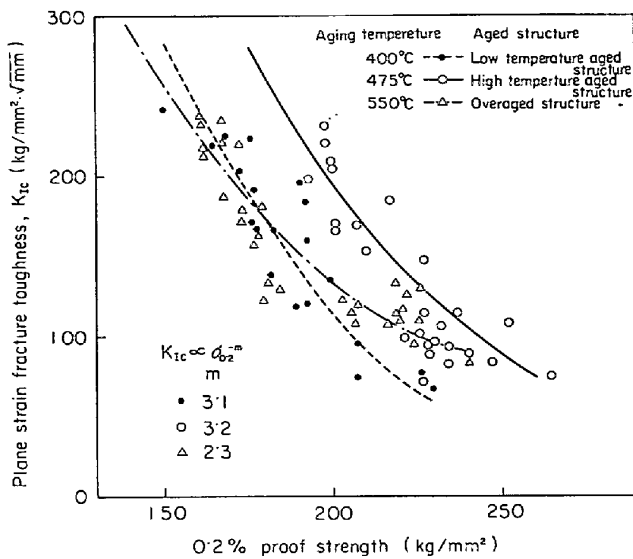


Fig. 12. Relationship between 0.2% proof strength and plane strain fracture toughness for three different aged structures of 18Ni maraging steel.

Table 3. The effect of stress concentration, stress relaxation and cohesive force on fracture behavior of 18Ni maraging steel with different aged structures.

Aged structure	Stress concentration	Stress relaxation	Cohesive force
Aging temperature			
Low temp. aged st. 400°C	↑	↓	
High temp. aged st. 475°C			
Overaged st. 550°C	↑	↑	↓

↑ Increase } The height of an arrow indicates the degree
↓ Decrease } of the effect on fracture.

向に加え、時効組織によっていずれの因子が上積みされ、上述のような傾向を示したかについて簡単に考察する。

400°C時効のゾーン形成段階組織では、前報¹⁾でも考察したように、変形に際し転位はゾーンを切断して進行する塑性挙動をとると思われる^{25)~27)32)}。その結果、特定なすべり面に変形が集中し、応力集中は著しく増加すると思われる。必然的に応力緩和は困難にされるであろう。これらの靱性を悪化する因子が上積みされ、400°C時効材は標準の475°C時効材に比し、低 K_{IC} 側に移行するものと思われる。

一方、550°C時効組織では、大きな硬い安定析出相と軟らかい γ 相が生成し、基質との塑性挙動が著しく異なるため応力集中を高めると思われる。しかし、軟かい γ

相の存在により応力緩和能は増大する場合は起こり得ると考えられる。また、この時効組織は、破面観察においてディンプル核の増加および前 γ 粒界での破断面が認められるように、析出相と基質界面の剝離が生じやすく、すなわち凝集力は低下していると思われる。この応力緩和と凝集力のかね合いが K_{IC} に異なつた影響を与えるものと思われる。強度水準が低いときには応力緩和能の必要性は少なく、凝集力の低下が K_{IC} に対して悪影響をおよぼすと思われる。強度水準の上昇に伴い、基質自体の応力緩和が著しく困難にされるので、上積みされる緩和能力の増大は著しく有効になり、反面塑性域内の応力水準が高くなるので、凝集力の低下がクローズアップされなくなるものと思われる。この結果、550°C時効組織の K_{IC} は先に述べたような傾向を示すものと推察される。

このように、マルエージ鋼には低温時効組織と過時効組織による2つの脆化作用が存在し、その中間の準安定相が基質とほぼ非整合に均一に分布している組織状態のとき靱性は最も優れている³²⁾。しかし、強度水準の上昇に伴い、低温時効組織の脆化作用が顕著になる反面、過時効組織は靱性に対して有利に作用する可能性が現われてくることは注目すべき点である。

4.4 K_{IC} と他の機械的性質との相関

すでに述べたように、 K_{IC} と引張試験の伸び、絞り、Vノッチ・シャルピー試験の吸収エネルギー(CVN)の間に相関性はまったく認められなかつた。しかし、この実験結果は K_{IC} と引張諸性質との間に提案されている半理論的な相関関係²⁸⁾²⁹⁾、および K_{IC} とCVN間の実験的な相関関係³⁰⁾の存在を否定するものではない。なぜなら、著者らの実験結果では破壊様式の変化が認められたのに対し、これらの相関関係は破壊様式がディンプル破壊の場合にのみ成立する関係だからである。事実、 γ 粒径が約30 μ の300-A鋼を475°Cで時効し、100%ディンプル破壊の場合には、 $K_{IC}=165 \text{ kg/mm}^2 \cdot \sqrt{\text{mm}} = 46.6 \text{ ksi}\sqrt{\text{in}}$ 、 $\sigma_y=201 \text{ kg/mm}^2=287 \text{ ksi}$ 、 $\text{CVN}=1.90 \text{ kg}\cdot\text{m}=13.80 \text{ ft}\cdot\text{lb}$ を $\left(\frac{K_{IC}}{\sigma_y}\right)^2 = \frac{5}{\sigma_y} \left(\text{CVN} - \frac{\sigma_y}{20}\right)$ ³⁰⁾に代入すると、この関係にきわめて良く一致する。ただし、注意すべき点は、CVNには発生、伝播、シャリッブ形成エネルギーが含まれ、 K_{IC} と物理的に相関があるのは伝播エネルギーのみである。したがって、100%ディンプル破壊の領域で K_{IC} とCVN間にきわめて寄与率の高い相関が成立する³⁰⁾ことは、逆にCVNにおける伝播エネルギーの割合がほぼ一定であることを示唆していると考えられる。

Wei ら³¹⁾は、S 含有量を変化させた 4345 鋼の CVN と K_{IC} を求め、CVN では S 量による系統的な変化が認められないのに対し、 K_{IC} では S 量の増加に伴い系統的に減少することを報告している。この結果は、硫化物系介在物がおもに伝播特性に影響をおよぼすことを意味している。したがって、特定の冶金学的因子の影響を検討する場合には、たとえ破壊様式に変化が認められなくても CVN に占める伝播エネルギーの割合が変化し、 K_{IC} と CVN の相関が成立しなくなる場合も起こりうることに注意する必要がある。

5. 結 言

本実験では、210 kg/mm² と 245 kg/mm² 級 18Ni マルエージ鋼の破壊靱性 K_{IC} におよぼす時効組織と前オーステナイト結晶粒度の影響を検討した。さらに、 K_{IC} と引張諸性質、V ノッチ・シャルピー吸収エネルギーとの相関を検討するとともに、破壊の様相を走査型電顕を用いて観察した。その結果を要約すると次の通りである。

1) K_{IC} はいずれの時効組織でも前 γ 粒径にほとんど依存しない。この現象は、引張試験の伸び、絞りおよび V ノッチ・シャルピー吸収エネルギーが前 γ 粒径の粗大化に伴って著しく低下する現象とは対照的である。このような差異は、 K_{IC} 試験では亀裂先端での塑性変形域が著しく小さいことに起因すると考えられる。

2) ただし、不安定破壊に先行し粒界破壊様式の遅れ亀裂が疲労亀裂の先端に生じ、しかも前 γ 粒径が細粒の場合には、見かけ上 K_{IC} が増大する現象が認められる。そのため見かけの K_{IC} の粒度依存性が現われる場合がある。

3) K_{IC} は時効組織には強く支配される。そして、 K_{IC} は低温時効組織および過時効組織の場合よりも高温時効組織のとき最も優れている。しかし、強度水準の上昇に伴い過時効組織は K_{IC} に対し有利に作用する傾向が現われてくる。

4) K_{IC} と引張、シャルピー諸性質間に相関性は認められなかつた。これは、前 γ 粒径の粗大化に伴いディンプル破壊以外の粒界ディンプルおよび擬へき開の破壊様式が現われるためである。

本実験を遂行するに当たり試料の溶解、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, 宗木: 鉄と鋼, 59 (1973); p. 1388
- 2) A. S. TETELMAN and A. J. McEVILY, Jr.:

- Fracture, VI (1968), p. 137 Academic Press
- 3) J. R. Low, Jr.: Eng. Fracture Mech., 1 (1968), p. 47
- 4) W. F. BROWN, Jr. and J. E. SRAWLY: ASTM STP. 410 (1967)
- 5) W. F. BROWN, Jr.: ASTM STP. 463 (1970)
- 6) G. J. SPEADER: Met. Trans., 1 (1970), p. 2011
- 7) R. L. CAIRNS and C. J. NOVAK: Met. Trans., 2 (1971), p. 1837
- 8) D. KALISH and H. J. RACK: Met. Trans., 2 (1971), p. 2665
- 9) A. T. STAVROS and H. W. PAXTON: Met. Trans., 1 (1970), p. 3049
- 10) C. S. CARTER: Boeing Document, D6-25274, (AD 709574 (1970)
- 11) 山本, 藤田: “鋼の強靱性” (1971), p. 283 (Climax Molybdenum)
- 12) ASTM Designation: E399-72, (1972), Part 31, p. 955
- 13) 増井, 河原田, 武智: 鉄と鋼, 58 (1972), p. 1096
- 14) C. S. CARTER: Met. Trans., 1 (1970), p. 1551; p. 1621
- 15) 河部, 金尾, 中沢, 宗木: 鉄と鋼 (投稿中)
- 16) T. M. F. RONALD, J. A. HALL and C. M. PIERCE: Met. Trans., 3 (1972), p. 813
- 17) R. P. M. PROCTOR and H. W. PAXTON: Corrosion Science, 11 (1971), p. 723
- 18) A. T. STAVROS and H. W. PAXTON: Met. Trans., 1 (1970), p. 3049
- 19) M. O. SPEIDEL: 金属中の水素国際会議 (1972, パリ) preprint p. 358
- 20) F. A. McCLINTOCK and G. R. IRWIN: ASTM STP 381, p. 84 (1965)
- 21) 川畑, 和泉: 日本金属学会講演概要, (1972, 10月), p. 125
- 22) D. WEBSTER: Trans. ASM, 62 (1969), p. 759
- 23) 北島: 鋼の組織と強度・靱性シンポジウム資料 (1973年2月), p. 19
- 24) M. H. JONES and W. F. BROWN, Jr.: ASTM STP 463 (1970), p. 63
- 25) E. HORNBOGEN: Proceedings ICSIIS. Suppl. Trans. ISIJ, Part II, (1971), p. 997
- 26) H. J. RACK and D. KALISH: Met. Trans., 2 (1971), p. 3011
- 27) A. J. DEARDO, Jr. and R. D. TOWNSEND: Met. Trans., 1 (1970), p. 2573
- 28) G. HAHN and A. ROSENFELD: ASTM STP 432 (1968), p. 5
- 29) 中佐, 武井, 石尾: 日本金属学会誌, 36 (1972), p. 935
- 30) J. M. BARSON and S. T. ROLFE: ASTM STP 466 (1970), p. 281
- 31) R. P. WEI: ASTM STP 381 (1965), p. 279
- 32) 田中, 山本: “鋼の強靱性”, p. 195 (1971); (Climax Molybdenum).