

論 文

UDC 669.14.018.292 : 669.15'24'25'26-194 : 539.537 : 546.3-31 : 546.3'221

10Ni-8Co鋼のシャルピー衝撃特性におよぼす
酸化物および硫化物の役割*

藤田 充苗**・河部 義邦***・西本 直博**

Role of Oxide and Sulfide Particles on Charpy Impact Properties in
10Ni-8Co Alloy Steels

Mitsutane FUJITA, Yoshikuni KAWABE, and Naohiro NISHIMOTO

Synopsis:

The influence of second phase particles such as oxide and sulfide on Charpy impact absorbed energy of 10Ni-8Co alloy steels (HT180) with various sulfur (0.002-0.015%) and oxygen (0.0006-0.0095%) contents was studied. The role of these particles in ductile fractures was discussed to be based on the variation of the dimple size and the relation between the impact energy and volume fractions of the particles.

Charpy impact absorbed energy (E_v) in these steels decreases remarkably with an increase of the volume fraction (V_p) of oxide and sulfide. The relation between E_v and V_p is expressed by $E_v = A \cdot V_p^{-n}$, where n -value indicating the dependence of E_v on V_p is 0.95 of 1/3 according to the change of size and spacing of the particles observed. When the dimple size on the fractured surface corresponds to the spacing of the particles observed, n -value is 0.95. When the dimple size smaller than the spacing of the particles, n -value decreases to 1/3. The latter is the case for the coarse oxide. This can be explained by the fact that the voids nucleated by the coarse oxide are linked by the smaller voids nucleated by sulfide.

1. 緒 言

10Ni-8Co 鋼 (HY 180) は、120~130 kg/mm² の強度水準において、最も靱性の高い強力鋼である^{1)~3)}。そして、この鋼に含まれる各合金元素の強度および靱性に対する役割は、焼戻し挙動の観察から詳細に報告されている^{2)~5)}。また、この鋼が高い靱性を発揮するには、O および S などの不純元素量を極力低減する必要性が指摘されている³⁾⁵⁾。しかし、これらの不純物を完全に除去することは困難なので、その役割を検討する必要がある。

一般に、鋼中の O および S 量を低下することにより、シャルピー衝撃値 (E_v) および平面歪破壊靱性 (K_{IC}) などの靱性値は著しく上昇する^{6)~9)}。靱性に対してこれらの元素量が影響をおよぼすのは、これらの元素が介在物を作り、延性破壊におけるボイドの発生、成長、連結の各段階の進行を容易にするためと考えられている¹⁰⁾。

延性破壊を呈する場合、靱性、延性値と介在物などの第二相粒子との関係については、数多くの集録がなされ^{11)~14)}、これらの値を、第二相粒子体積分率 (V_p)^{15)~18)}、

粒子の大きさ (半径 r)^{19)~21)} および粒子間距離^{22)~26)} (λ) などで説明している。一種類の粒子の V_p , r , λ によつて、 E_v および K_{IC} などの巨視的な靱性値が説明できるならば、ディンプルの大きさなどの微視的な破壊現象と E_v および K_{IC} とも良い対応を示すであろう。しかし、ディンプルの大きさが一定しない場合が多いことなどからも予想されるように¹⁰⁾²⁰⁾²¹⁾²³⁾、鋼の延性破壊は、一種類の粒子のみによつて起こるとは限らない。10Ni-8Co 鋼の場合、第二相粒子として、酸化物、硫化物および炭化物が考えられ、したがつて、この鋼の延性破壊に対しては数種類の粒子が影響をおよぼしていると考えるべきであろう。

本実験では、O および S 量の異なる 10Ni-8Co 鋼を使用して、 E_v におよぼす V_p の影響を検討した。次いで、数種類の粒子の延性破壊における役割を、第二相粒子と破面の様相との関連性という観点から検討を加えた。

* 昭和 50 年 4 月、51 年 4 月本会講演大会にて発表、昭和 51 年 10 月 14 日受付 (Received Oct. 14, 1976)

** 金属材料技術研究所 (National Research Institute for Metals, 2-3-12 Nakameguro Meguro-ku Tokyo 153)

*** 金属材料技術研究所 工博 (National Research Institute for Metals)

Table 1. Chemical composition of steels used in the experiment (wt %).

| Sample | C | Si | Mn | P | S | Ni | Cr | Mo | Co | O | sol. N | insol. N |
|--------|-------|-------|------|--------|-------|-------|------|------|------|--------|--------|----------|
| O-1 | 0.11 | 0.20 | 0.13 | 0.0022 | 0.006 | 9.99 | 1.93 | 0.98 | 8.03 | 0.0008 | 0.0008 | 0.0008 |
| O-2 | 0.092 | 0.19 | 0.10 | 0.0022 | 0.006 | 10.01 | 1.96 | 0.95 | 7.96 | 0.0008 | 0.0012 | 0.0011 |
| O-3 | 0.12 | 0.17 | 0.18 | 0.003 | 0.006 | 9.90 | 1.93 | 0.94 | 7.67 | 0.0006 | 0.0012 | 0.0011 |
| O-4 | 0.12 | 0.18 | 0.18 | 0.003 | 0.006 | 9.57 | 1.97 | 0.99 | 7.76 | 0.0006 | 0.0009 | 0.0007 |
| O-5 | 0.10 | 0.17 | 0.12 | 0.0022 | 0.006 | 9.94 | 1.96 | 0.97 | 7.72 | 0.0014 | 0.0008 | 0.0012 |
| O-6 | 0.13 | 0.095 | 0.17 | 0.002 | 0.005 | 9.97 | 1.94 | 0.99 | 8.09 | 0.0021 | 0.0019 | nd |
| O-7 | 0.10 | 0.15 | 0.11 | 0.0022 | 0.005 | 9.99 | 1.92 | 0.95 | 7.76 | 0.0040 | 0.0008 | 0.0012 |
| O-8 | 0.10 | 0.14 | 0.10 | 0.0022 | 0.006 | 9.91 | 1.94 | 0.98 | 8.00 | 0.0068 | 0.0008 | 0.0013 |
| O-9 | 0.14 | 0.15 | 0.19 | 0.002 | 0.005 | 10.06 | 1.94 | 1.05 | 8.09 | 0.0076 | 0.0020 | nd |
| O-10 | 0.13 | 0.15 | 0.20 | 0.002 | 0.006 | 10.00 | 1.93 | 1.03 | 8.09 | 0.0095 | 0.0025 | nd |
| S-1 | 0.13 | 0.18 | 0.18 | 0.005 | 0.002 | 9.51 | 2.00 | 0.85 | 8.7 | 0.0005 | 0.0014 | 0.0007 |
| S-2 | 0.11 | 0.11 | 0.19 | 0.010 | 0.015 | 10.1 | 2.20 | 1.01 | 8.3 | 0.0008 | 0.0011 | 0.0008 |

2. 実験方法

2.1 供試材および熱処理

供試材は Table 1 に示すように、O および S 量の異なる 12 種類の 10Ni-8Co-2Cr-1Mo-0.12C 鋼を使用した。O-1~O-10 の試料は、17 kg 高周波真空溶解において、脱酸方法を変化させて溶製し、O 量を 0.001 から 0.01% の範囲に変化させた。S-1 は工業的な規模で溶製されたものである。20 t 電気炉で溶解後 2 回真空アーク溶解を行ない、本実験試料中 O および S 量の最も少ない試料である。S-2 は 50 kg 高周波真空溶解後 1 回真空アーク再溶解を行ない、O 量は少ないが S 量が試料中最も多い試料である。なお、S 量の間中水準として、O 量が 0.001% 以下の O-1~O-4 の試料を使用した。

溶製した試料は、33 mm 角棒に圧延後、1200°C で 5 h の均質化処理し、16 mm 角棒に圧延した。溶解量が異なる試料でも、均質化処理後の圧延比は約 4 と一定である。その後、この鋼の標準熱処理とされている^{2)~4)} 925°C で 1 h 保持後水冷 830°C で 1 h 保持後水冷の 2 段焼入および 510°C で 10 h 保持後水冷の焼戻しを行なった。試験片加工は脱炭層の影響を防ぐために、熱処理後に行なった。

2.2 実験方法

引張試験片は直径 4.5 mm、標点間距離 25 mm の試験片、シャルピー衝撃試験は、JIS 4 号試験片を使用し、それぞれ室温で行なった。

第二相粒子としての介在物を圧延方向に平行な断面および直角な断面について、金相顕微鏡により観察し、EPMA により粒子の同定を行なった。しかし、いずれの試料も介在物は小さく、金相顕微鏡では大きさの正確な測定は困難であった。そこで、衝撃破面の走査電子顕微鏡写真に認められるディンプル底の粒子より大きさを測定した。同時に、これらの粒子を EPMA で同定した。

ディンプルの大きさは、衝撃破面の中央部を 2000 倍に拡大した 2400 cm² の写真上から、巨視的なクラックの進行方向に対し直角方向の直径を測定した。この場合、直径 3.5 μ 以下のディンプルは測定できなかつた。そこで、3.5 μ 前後の小さなディンプルの大きさを測定するために、上記の破面中、小さなディンプルが多く観察される場所を選び、5000 倍に拡大した 1100 cm² の写真上で行なった。この場合、6.5 から 1.0 μ の大きさのディンプルを測定した。このように、破面が大きさの非常に異なるディンプルで構成されている場合は、ディンプルの大きさの分布を個数を用いて表示すると、小さなディンプルほど一定面積中に多くの個数を占める結果が得られ、どの大きさのディンプルが破面の一定面積中に多くの割合を占めるかという観点から、ディンプルの大きさの分布を把握することができない。そこで、ディンプルの大きさの分布を面積率を用いて表示した。その面積率は、ディンプルを円と仮定して計算した。

3. 実験結果

3.1 金相顕微鏡による介在物の観察

Photo. 1 に O 量の異なる試料に観察される介在物を示す。観察面は、圧延方向に対して垂直な断面で、引張およびシャルピー試験の破断面と対応している。二試料とも介在物は小さく、実験方法で述べたように、清浄度および大きさを正確に測定することは困難であったが、ほぼ次のようであった。O 量が多い試料中には、1~3 μ の介在物が多く存在し、一部に 5 μ 程度の大きな介在物も認められた。一方、O 量が少ない試料中には、1 μ 前後の介在物が多く、O 量が多い試料と比較して、数は若干少なくなっているようであるが、著しくは減少していない。顕微鏡下で観察される介在物は、形状、色などからほとんど酸化物と推定され、硫化物と思われる介在物はほとんど観察できなかつた。また、大きな介在物の組

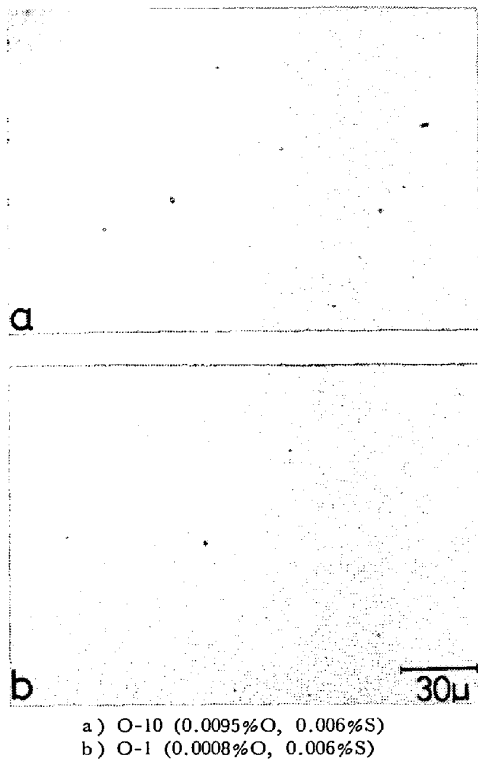


Photo. 1. Optical micrographs of oxide inclusion in the specimens with different oxygen content.

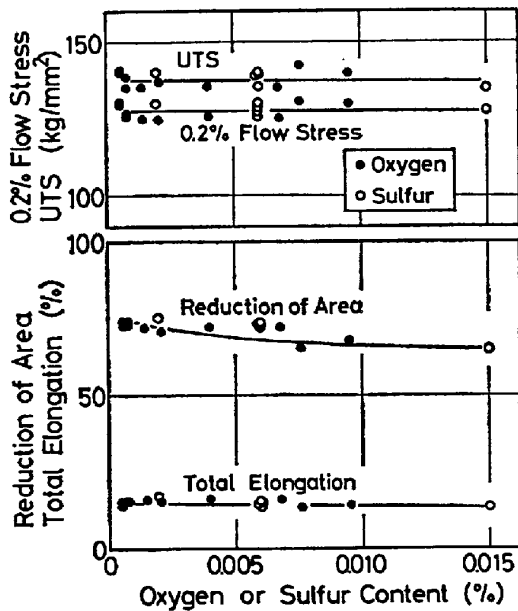


Fig. 1. Effect of oxygen and sulfur content on tensile properties.

成を EPMA により調べた結果、O, Si, Mn の濃化が認められ、大きな介在物は MnO と SiO₂ の化合物であると推定される。

S 量の影響を調べた水準の試料中には、0.001% 以下の O しか含まれておらず、大きな酸化物系介在物は認められなかつた。S 量が少ない S-1 試料中には、介在物

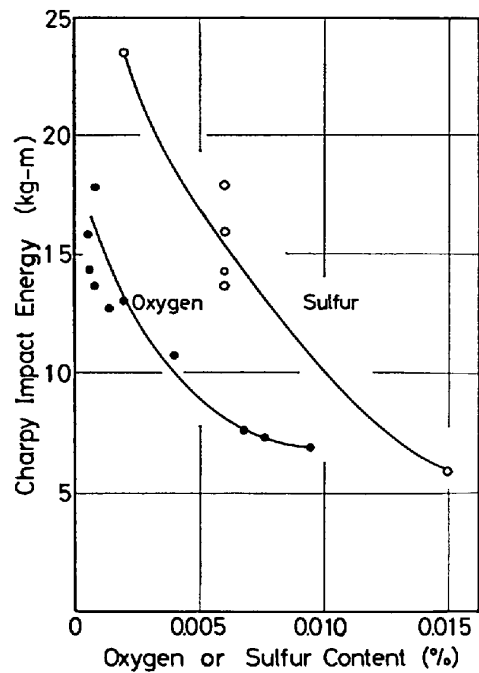


Fig. 2. Effect of oxygen and sulfur content on Charpy impact absorbed energy.

は非常に少なく、S 量の最も多い S-2 試料中には、1μ 前後の硫化物が非常に多く観察された。これらの硫化物系介在物は、色および形状から MnS であると推定される。

3.2 引張およびシャルピー衝撃特性

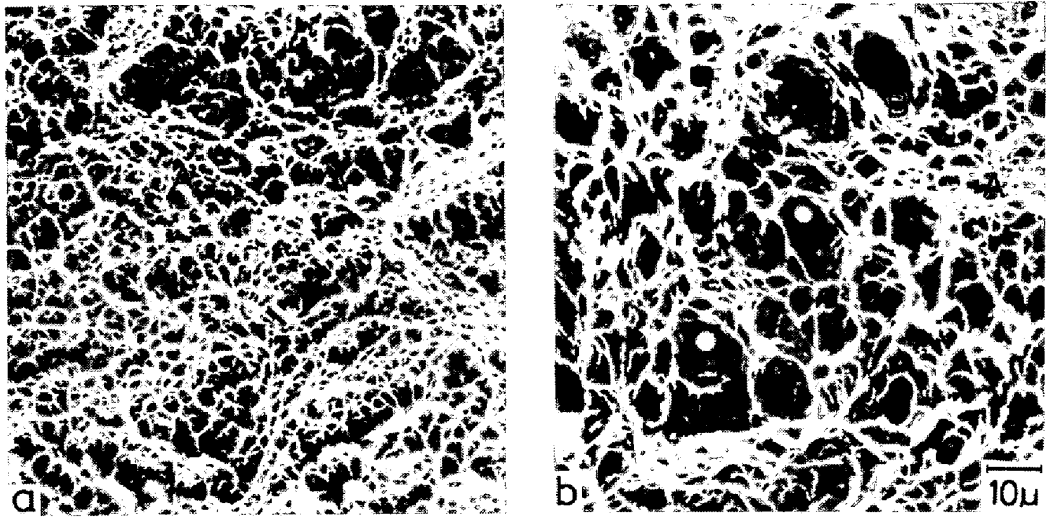
Fig. 1 に O 量および S 量の異なる試料の引張試験結果を示した。含有 O 量によつて、引張強さおよび 0.2% 耐力はほとんど変化なく、140 および 127 kg/mm² 程度の値を示している。しかし、O 量が 0.01 から 0.001% に低下することによつて、絞り率は 65 から 75% に上昇し、伸びは 15 から 17% に上昇する。このように、本実験範囲の O 量の変化によつて、強度はほとんど影響を受けないが、伸び、絞りなどの延性は、わずかに影響を受けることが解る。また S 量の異なる試料の試験結果も O 量の異なる試料の傾向とまったく同様である。

Fig. 2 に O および S 量に対するシャルピー衝撃値 (E_v) の変化を示した。引張特性とは異なり、シャルピー衝撃値は O および S 量の変化によつて著しく影響を受ける。O 量が 0.01% から 0.001% に低下すると約 7 kg·m から 15 kg·m に著しく上昇する。同様に S 量の低下によつても、衝撃値は改善される。

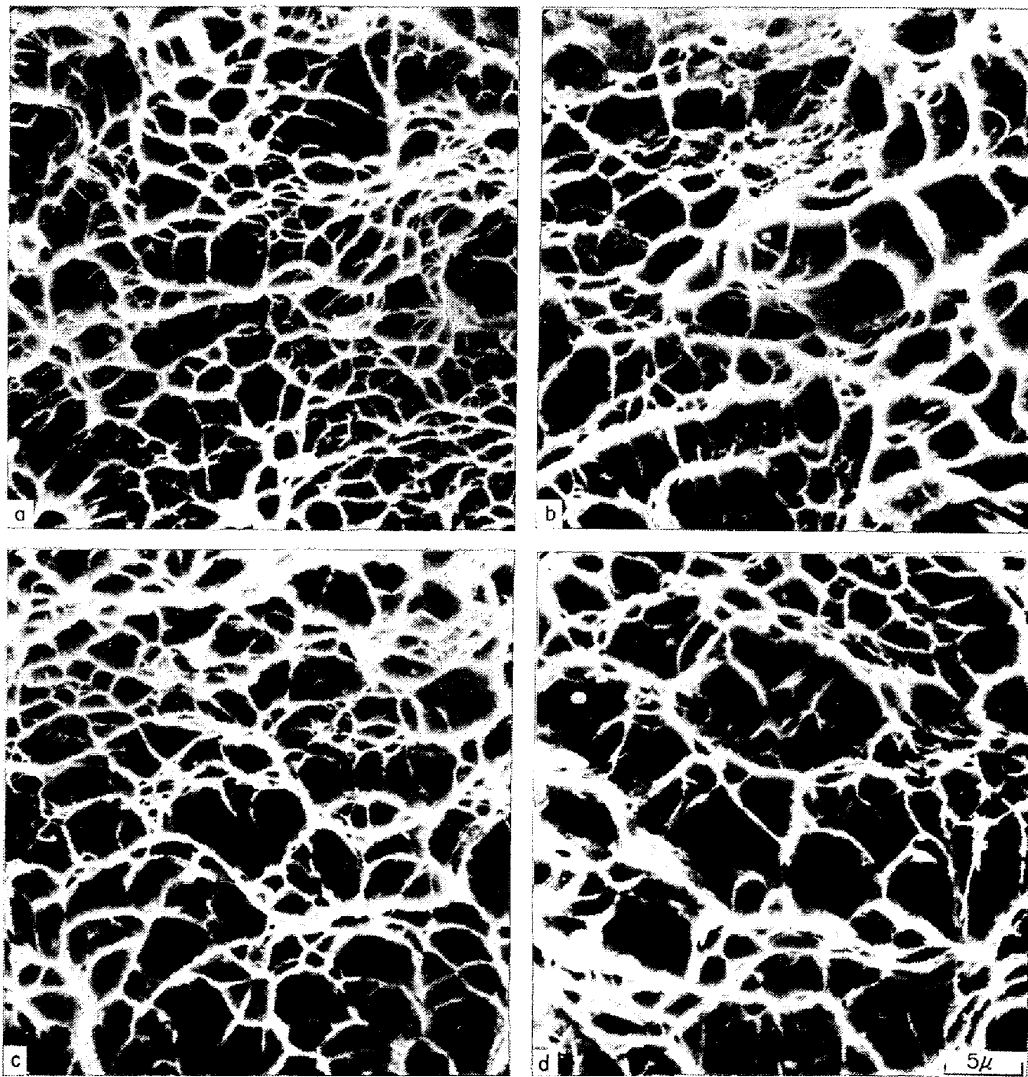
3.3 破面観察

3.3.1 衝撃破面上のディンプルの大きさ

引張およびシャルピー衝撃試験片の破面はすべて延性破壊を呈している。O 量による衝撃破面の変化を Photo. 2 に示す。O 量の多い (O-10) 試料では、大きなディン



a) O-1 (0.0008%O, 0.006%S), only small dimple, b) O-10 (0.0095%O, 0.006%S), mixing small and large dimple
 Photo. 2. Electron microfractograph showing small (A) and large (B) dimples on Charpy impact fractured surface.



a) O-1 (0.0008%O, 0.006%S), b) O-10 (0.0095%O, 0.006%S)
 c) S-1 (0.0005%O, 0.002%S), d) S-2 (0.0008%O, 0.015%S)

Photo. 3. Electron microfractograph showing small dimples on Charpy impact fractured surface.

Table 2. Areal fraction occupied by the dimple with different sizes on Charpy impact fractured surface.

| Sample | Dimple size | | |
|--------|-------------|---------------|------------|
| | >1.0 μ | 1.0~6.5 μ | >6.5 μ |
| O-1 | 25.6% | 68.9% | 5.5% |
| O-10 | 24.3 | 52.9 | 22.8 |
| S-1 | 23.3 | 68.7 | 8.0 |
| S-2 | 10.8 | 81.1 | 8.1 |

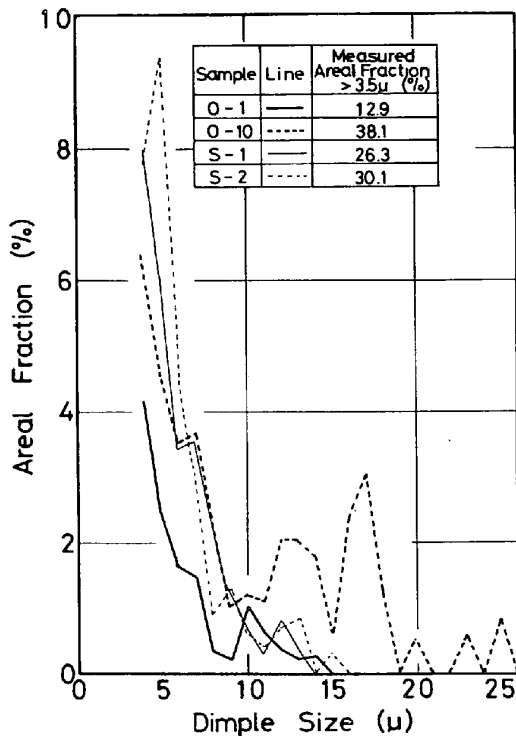


Fig. 3. Areal fraction occupied by the dimple with different sizes on Charpy impact fractured surface in the specimens with different oxygen and sulfur contents.

プルと小さなディンプルが混在しており、大きなディンプルの底には 2~3 μ の大きさの介在物が認められる。O量の少ない (O-1) 試料では、大きなディンプルは少なくなり、小さなディンプルが多くなっている。他の試料においても、O量の低下とともに、大きなディンプルは減少する傾向を示していた。さらに、S量の影響を調べた試料では、いずれも大きなディンプルは、ほとんど認められなかった。このように、大きなディンプルはO量の多い試料に認められる傾向がある。

次に、小さなディンプルの様相におよぼすOおよびS量の影響を Photo. 3 に示す。小さなディンプルの大きさは、O量の低下によつて小さくなっている。また、S量が 0.015% から 0.006% に低下するところでは小

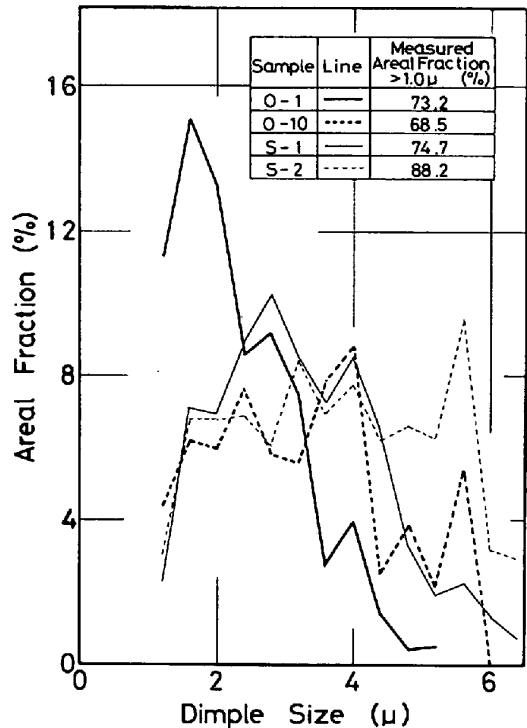
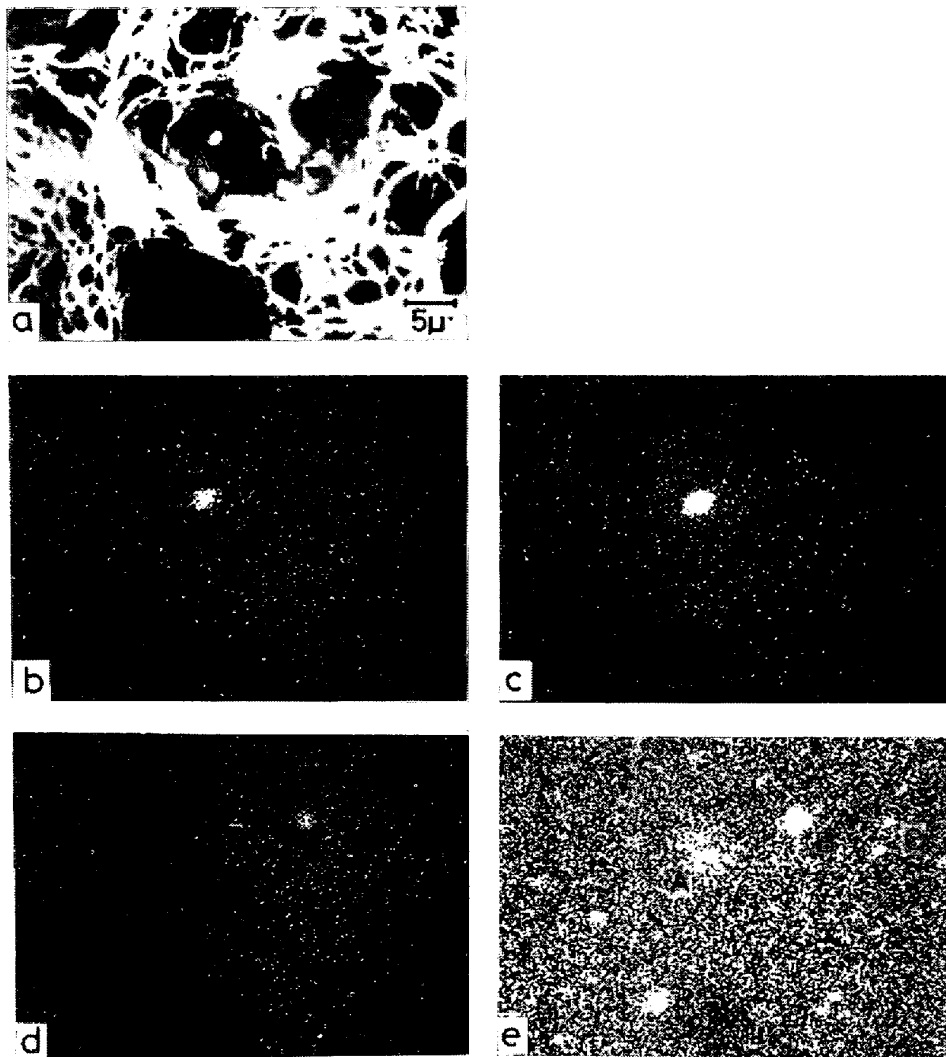


Fig. 4. Areal fraction occupied by the dimple with different sizes above 1.0 μ in the area where small dimples principally exist on Charpy impact fractured surface for specimens with different oxygen and sulfur contents.

く、さらに 0.002% に低下するところでは再び大きくなっている。

このようなディンプルの大きさをより詳細に検討するために種々の大きさのディンプルが破面上で占める面積率を測定した。その結果を Table 2, Fig. 3 および Fig. 4 に示した。なお、Fig. 3 および 4 中には測定した破面の総面積率を示している。Table 2 はディンプルの大きさを 3 つに分類し、そのディンプルが破面に占める面積率を示した。ここで、大きなディンプルは 6.5 μ 以上、小さなディンプルは 6.5 から 1 μ 、微細なディンプルは 1 μ 以下の直径を持ったディンプルを意味する。Table 2 では、Photo. 2 および 3 で示した傾向が明瞭に示され、O量の多い O-10 では他の試料に比較し、大きなディンプルの占める面積率が多い。一方、S量の多い S-2 では、小さなディンプルの占める面積率が多く、微細なディンプルが少なくなっている。

Fig. 3 は、破面全体を構成するディンプルの大きさと面積率の関係を示している。すなわち、シャルピー破面中心部の平均的な場所での関係である。しかし、2000 倍の写真上では、3.5 μ 以下のディンプルの測定は困難であつた。そこで、3.5 μ 前後の関係を詳細に調べるため



a) Secondary electron image, b) O K α , c) Si K α , d) S K α , e) Mn K α

Photo. 4. Electron beam scanning image on Charpy impact fractured surface in O-10 specimen. Showing Mn-silicate (A) MnS (B) and small MnS (C) particles on the bottom of dimples.

に、小さなディンプルを形成している場所を選び、5000倍の写真上から、その場所における6.5から1 μ までのディンプルの大きさと面積率を求め、Fig. 4に示した。Fig. 3および4のディンプルの大きさと面積率の間は、かなりばらついている。なかでも、O量の多い試料では、6.5 μ 以上のディンプルにおいて、また、S量の多い試料では、6.5から1 μ の範囲でばらついている。しかし、なめらかな曲線を想定することにより、各ディンプルにおける面積率が最も多くなるディンプルの大きさが求められ、その結果をTable 3(A)に示した。なお後述するように6.5 μ 以上の大きなディンプルは酸化物粒子、6.5 μ から1 μ の小さなディンプルは硫化物粒子より主として形成されているので、Table 3ではそれぞれ酸化物、硫化物と記した。ディンプルの大きさは、測定したディンプルの大きさの単純平均値で示す場合が多

い。しかし、ディンプルの大きさが広範囲にばらつく場合は、この値では破面を構成する主なディンプルの大きさを代表しないことが多く、小さな値を示す傾向が強いので、本実験では、ディンプルの大きさを面積率が最も多くなる大きさで示すことを試みた。

3.3.2 ディンプル底の介在物

衝撃破面のディンプル底に認められる介在物をEPMAで同定した。O量の多いO-10試料の結果をPhoto. 4に示す。破面上で大きなディンプル底にみられる2~3 μ の介在物(A)はマンガンシリケートであり、一部に1 μ 程度のMnS(B)と推定される介在物も認められる。しかし、(B)のような大きな硫化物は、非常に少なかった。大部分の硫化物は、Photo. 4中の小さなディンプル底の0.2~0.4 μ の介在物(C)として、存在すると考えられる。

Table 3. Result of fractographic measurement, calculated volume fraction of inclusion, and calculated average inclusion spacing.

| Sample | (A) Dimple size (μ) | | (B) Inclusion size (μ) | | (C) Calculated volume fraction (%) | | (D) Calculated average inclusion spacing (μ) | |
|--------|------------------------------|---------|---------------------------------|---------|---------------------------------------|---------|---|---------|
| | Oxide | Sulfide | Oxide | Sulfide | Oxide | Sulfide | Oxide | Sulfide |
| O-1 | 10.0 | 1.8 | 1 | 0.23 | 0.0048 | 0.0324 | 22.2 | 2.6 |
| O-10 | 13.0 | 4.0 | 1.5 | 0.40 | 0.0570 | 0.0324 | 14.6 | 4.7 |
| S-1 | 10.0 | 3.0 | 1 | 0.23 | 0.0030 | 0.0108 | 25.9 | 3.9 |
| S-2 | 10.0 | 4.5 | 1 | 0.50 | 0.0048 | 0.0810 | 22.2 | 4.3 |

(A) Obtained from maximum areal fraction in Fig. 3 and Fig. 4.
 (B) Average of 100 inclusions.
 (C) Calculated from chemical composition according to equation (3) and (4).
 (D) Calculated from (B) and (C) according to equation (1).

0.2~0.4 μ の介在物 (C) は, EPMA の観察のみでは, 正確には結論できないが, MnK α 線が高い部分に対応していることから MnS と考えられる. また, S-1 および S-2 試料のディンプル底の介在物は, いずれも EPMA の観察結果から MnS と推定した. したがって, ディンプルを形成するためのポイド発生の起点となった介在物は, 大きなディンプルはおもに酸化物であり, 小さなディンプルはおもに硫化物であると思われる. 微細なディンプルは, より小さな硫化物か炭化物と思われるが, 同定できなかつた. 10Ni-8Co 鋼中の炭化物の大きさは, 電子顕微鏡観察から数 10 \AA であると思われる.

次に介在物の大きさを Table 3(B) に示した. おもに大きなディンプルを形成すると思われる酸化物は大きく, 小さなディンプルを形成すると思われる硫化物は小さい. そして, Stone²³⁾ らの示したポイド成長定数に関するディンプルの大きさと介在物の直径の比は, 約 10 前後である. また, Table 3(D) には, 次節で述べる酸化物および硫化物の第二相粒子の体積分率 (V_p) から計算した粒子間距離 (λ) を示した. V_p は λ および粒子の大きさ (半径 r) で表わすことができ, その関係には, いくつかの考え方が示されている¹⁷⁾²⁵⁾²⁷⁾²⁸⁾が, ここでは, 粒子の配列を立方晶構造と仮定し次式²⁵⁾から求めた.

$$V_p = 4/3 \pi (r/\lambda)^3 \dots\dots\dots (1)$$

Table 3 に示すように, (1)式によつて計算した λ は, ディンプルの大きさとほぼ一致している. しかし, 酸化物によつて形成すると思われる大きなディンプルの大きさは, 計算したより小さくなる傾向が認められ, 特にその傾向は λ の大きいほど著しい.

3.3.3 衝撃破面近傍の側断面観察

E_b の相違は微視的な破面様相を異にするばかりでなく, 破面近傍の変形量および巨視的なクラックの進行径路を異にする. E_b が高い試料のクラックは, 弾塑性域境界にそつて彎曲して行進し, E_b の低い試料は, 切欠底

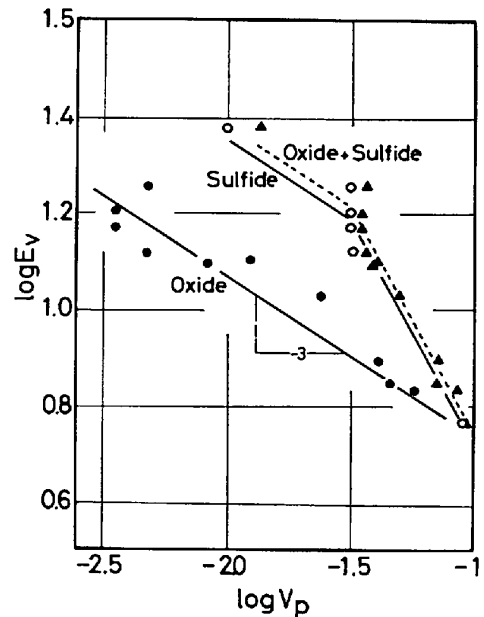


Fig. 5. Logarithmic relationship of Charpy impact absorbed energy with volume fraction of oxide and sulfide.

から直線的に進行する. このように, E_b が高いことの内容にはクラック発生までの変形量が多いことと, クラック進行距離が長くなつていることも考慮しなければならない.

3.4 シャルピー衝撃値と第二相粒子体積分率

Fig. 2 に 10Ni-8Co 鋼中に含有する O および S 量によつて, E_b は著しく影響を受けることを示した. これについて, E_b におよぼす V_p の影響を次式を用いて検討した.

$$E_b = C \cdot V_p^{-n} \dots\dots\dots (2)$$

ここで, V_p は第二相粒子の体積分率, n は E_b の V_p 依存性を示す定数, C は定数. V_p としては, 硫化物粒子の体積分率を一定にした場合の酸化物粒子の体積分率 (V_o), 酸化物のそれを一定にした場合の硫化物粒子の体積分率 (V_s) および両方を加えた ($V_o + V_s$) を考え, そ

れぞれについて整理した。 V_o および V_s は介在物の種類が決まれば、鋼中に含有する O および S 量により、次式²⁰⁾にしたがって決定することができる。

$$V_o = K_1 \cdot O \text{ wt\%} \dots\dots\dots (3)$$

$$V_s = K_2(S \text{ wt\%} - 0.002) \dots\dots\dots (4)$$

K は介在物の種類によつて決まる定数。本実験では、酸化物は主として、マンガン・シリケートなので $K_1 = 6.0$ とし、硫化物は MnS であるので $K_2 = 5.4$ とした。なお、 V_s の計算値は、(4)式では含有 S 量の内、0.002% は固溶するとされているが、0.002% の S を含む試料においても MnS が観察されたので、含有 S 量はすべて MnS として求めた。

V_s 一定で V_o を変えた試料 および V_o 一定で V_s を変えた試料について、三種類の $\log V_p$ と $\log E_v$ の関係を Fig. 5 に示す。それぞれの V_p ではほぼ直線関係が認められ、 E_v と V_p は(2)式の関係にある。 $(V_p + V_s)$ で整理すると

$$E_v = 0.6(V_o + V_s)^{-0.95} \dots\dots\dots (5)$$

で示される。J. M. GRAY ら⁷⁾ は HY 130 の E_v を $(V_o + V_s)$ で同様に整理し

$$E_v = 7.25(V_o + V_s)^{-0.75} \dots\dots\dots (6)$$

の結果を得ている。(6)式は E_v の単位が ft-lb であるので、定数 7.25 は kg·m で表わすと 1.0 になる。(5)式中 E_v の V_p 依存性 (n) の値は、本実験の測定精度を考慮すれば、(6)式の n 値に近い値であると考えられる。 $(V_o + V_s)$ で整理すると、(5)式の直線上から離れた点が認められ、この点は V_o および V_s の最も少ない S-1 試料の点である。したがって、すべての試料の E_v は、(5)式で整理できない。次に、 V_o および V_s と一種類の粒子で整理すると、 V_o の場合

$$E_v = 3.0 V_o^{-1/3} \dots\dots\dots (7)$$

で示され、 n は $1/3$ である。 V_s の場合は、試料数が少ないので明確ではないが、 V_s の三水準で異なつた依存性を示す。すなわち、S 量が 0.002% から 0.006% の間では、(7)式と同様に n は $1/3$ であり、0.006% から 0.015% の間では、(5)式と同様に n は 0.95 を示す。

$(V_o + V_s)$ で整理した際、(5)式よりずれた S-1 の値は、(7)式と同様に $n = 1/3$ を適用することにより、直線関係が得られる。したがって、二種類の粒子を加えた場合も、また一種類の粒子の場合も、 E_v の V_p 依存性には、二つの異なつた値が存在すると考えるのが妥当であろう。

4. 考 察

延性破壊における第二相粒子の役割は、緒言で述べた

ように、第二相粒子の大きさ (半径 r)、粒子間距離 (λ) および体積分率 (V_p) によつて論じられている。そこで、本実験結果から、ディンプルの大きさおよびシャルピー衝撃値 (E_v) に対する第二相粒子の役割を検討してみる。

4.1 ディンプルの大きさと第二相粒子

ディンプルの大きさは r が大きければ大きく²⁰⁾²¹⁾、 λ が大きければ大きくなる^{23)~26)} と考えられている。Table 3 に示したディンプルの大きさは、粒子の直径の 10 倍程度であり、また λ とほぼ一致し、その大きさは r にも λ にも関係しているように思われる。この関係は、 r と λ の関係を示す(1)式を考えることによつて、定性的には理解できる。 V_p が一定である場合、 r が大になれば λ は大となりディンプルは大きくなる。また r が小になれば λ は小となりディンプルは小になる。しかし、各試料間で V_p は変化しているので、上記のような単純な説明はできない。

Photo. 3 に示したように、S 量が 0.006% を中心として、0.002% および 0.015% に変化するとディンプルは、いずれも大きくなる。 V_p の変化によつて、前者は r 一定で λ が大きく、後者は r が大きく λ も大きくなつている。これらの試料のディンプルは、硫化物粒子を起点として発生したボイドが連結することによつて、形成されたと思われること、および Table 3 に示したように、硫化物粒子の λ とディンプルの大きさがほぼ一致していることから、ディンプルの大きさは、これらの試料では、 λ に依存していると考えられる。

しかし、酸化物粒子によつて形成されたと思われるディンプルは、酸化物粒子の λ より小さくなる傾向を示した。これは、破面観察から明らかなように、大きさの異なる硫化物粒子の存在することにより、低応力あるいは低歪でまず大きな酸化物粒子からボイドが発生し、そのボイドが λ に相当するまで成長する前に、それらのボイド間が硫化物粒子から発生、成長したボイドによつて連結するためと思われる。このような破壊は、より小さな粒子、たとえば硫化物と炭化物粒子が存在する場合でも同様に考えられる。O および S 量の少ない S-1 試料は後述の事から、このような破壊を起こしているとも考えられる。この場合は、硫化物粒子から発生したボイドを、より小さな炭化物粒子によるボイドが連結すると考えられるが、詳細な観察が行なえないので、推測の域を出ない。

結局ディンプルの大きさは、ほぼ同じ大きさの粒子のみでディンプルが形成される場合、その粒子の λ に依存する。しかし、ディンプル形成に関与する粒子の大きさが著しく異なると、大きな粒子によつて形成されるディ

ンプルは、大きな粒子の λ より小さくなると思われる。

4.2 シャルピー衝撃値と第二相粒子

Fig. 1 および 2 に示したように、引張特性にほとんど影響しないような O および S 量の範囲でも、 E_v はその量の変化によつて影響を受けることを明らかにした。また、Fig. 5 において、 E_v の V_p 依存性 (n) に 1/3 と 0.95 の二つの値が存在することが認められた。O 量の影響を調べた試料では、 V_0 で整理すると n は 1/3 であった。この場合、これらの試料の破面は、大きなディンプルと小さなディンプルが混在しており、注目している粒子のみによつて、ディンプルは形成されていない。そのため、試料中に大きな粒子とより小さな粒子が存在し、大きさの著しく異なるディンプルが混在する破壊形態を示す範囲で、 $n=1/3$ が成立すると考えることができる。

E_v と V_p の関係について、延性破壊機構に立ち入った考察はなされていない。 E_v と K_{IC} との間には、ROLFÉ³⁰⁾ の実験式から近似的に

$$K_{IC}^2 \approx C \cdot E_v \dots \dots \dots (8)$$

が成立することから、 K_{IC} における考え方に基づいて、 E_v の V_p 依存性を考えてみる。HAHN¹⁶⁾ らは、粒子が大きい場合の、 K_{IC} の V_p 依存性について、

$$K_{IC}^2 = 2 \sigma_Y \cdot E (\pi/6)^{1/3} \cdot D \cdot V_p^{-1/3} \dots \dots \dots (9)$$

を報告している。この式は、 K_{IC} の場合、直径 D である大きな粒子の V_p 依存性は 1/6 であることを示し、(8)式を考えると、本実験で得られた n が 1/3 を示す場合と同様な結果と考えられる。

n が 0.95 になるのは、(V_0+V_s) で整理した場合と V_s の多い範囲で認められた。この範囲では注目する粒子によつて形成されたディンプルが主として破面の大部を構成していた。したがつて、注目する粒子によつて、ボイドが発生し、そのボイド間で連結が生じるような破壊を示す範囲であると考えられる。しかも、先に述べたような、ディンプルの形成に二つの粒子が関与するような場合でも、二つの粒子を加え一つの粒子の V_p として整理すると、 n は大きくなる。

BROEK¹⁵⁾ は、HAHN ら¹⁶⁾ の(8)式に、小さな粒子の体積分率の影響をも考慮し、 K_{IC} と V_p との関係を(10)式で示している。

$$K_{IC}^2 = C/g(\epsilon) \cdot \sigma_f \cdot E \cdot D \cdot V_p^{-1/3} \cdot v^{-\alpha} \dots \dots \dots (10)$$

ここで、 $g(\epsilon)$ は歪硬化係数、 σ_f は真破断応力、 V_p は大きな粒子の体積分率、 D は大きな粒子の大きさ、 v は小さな粒子の体積分率、 α は K_{IC} の v 依存性。

(10)式にしたがつて、(2)式を検討してみる。本実験で使用した試料間では引張性質がほぼ同じであることから、(2)式は(10)および(8)式より

$$E_v = C \cdot V_p^{-1/3} \cdot v^{-\alpha} \dots \dots \dots (11)$$

で示される。(11)式において、大きな粒子を酸化物、小さな粒子を硫化物と考え、それらの粒子が混在する場合の E_v の第二相粒子体積分率依存性は、それぞれの体積分率を積の形で整理しなければならない。しかし GRAY²⁾ らと同じように、(V_0+V_s) で整理すると、(5)式で示したように、 n は 0.95 と大きな値を示す。 E_v の V_0 依存性は、1/3 であり、 E_v の V_s 依存性は 1/3 と 0.95 の二つの値が認められた。このことより E_v を (V_0+V_s) で整理すると、 n が大きくなるのは、積の形で整理すべきところを、和の形で整理したために、 V_s の大きな n の影響が強くあらわれたものと思われる。

E_v と V_p の関係について述べてきたが、延性破壊は基本的には第二相粒子に支配されているので、 E_v は r および λ に依存するのであろう。しかし、 E_v と V_p がある関係を持つているならば、(1)式より E_v は r/λ の関数として関係づけられる。(7)式のように n が 1/3 である場合には、 E_v と r/λ とは逆比例の関係にある。また、 n が 1/3 より大きな場合でも、 E_v が V_p で整理できることから、 V_p 一定では、 r および λ を種々の手段で変化させたとしても、 r/λ の比率を変えることができないので、 E_v の変化は起こらないことを意味している。

5. 結 論

O および S 量の異なる 10Ni-8Co 鋼を使用して、シャルピー衝撃値 (E_v) におよぼす第二相粒子の体積分率 (V_p) の影響を検討し、数種類の粒子の延性破壊における役割を、粒子の大きさ (半径 r) および粒子間距離 (λ) とディンプルの大きさとの関連性から検討した。その結果を要約すると次のとおりである。

1) O は、おもに 1~2 μ の大きさの酸化物粒子を、S は、おもに 0.1~0.5 μ の大きさの硫化物粒子を形成している。酸化物はおもにマンガンシリケート、硫化物は MnS であると思われる。

2) O および S 量の変化によつて、引張試験における強度は影響を受けないが、伸びおよび絞り、O および S 量の低下によりわずかに増加する。しかし、 E_v は著しく影響され、O および S 量の低下によつて著しく上昇する。

3) E_v と酸化物および硫化物の V_p との間は、 $E_v = C \cdot V_p^{-n}$ の関係で整理でき、 n は注目する粒子の種類と V_p に応じて、1/3 と 0.95 の二つの値をとることが認められた。

4) 衝撃および引張破面は、O 量の多い試料では、大きさの非常に異なるディンプルが混在しており、O 量の

少ない試料では、S量の多い場合でも、大きなディンプルが非常に少なくなっている。そして、大きなディンプルは、大きな酸化物を起点として形成され、小さなディンプルは、小さな硫化物を起点として形成されている。ディンプルの大きさは、小さなディンプルの場合は、硫化物の λ とほぼ一致しているが、大きなディンプルの場合、酸化物の λ より小さくなる。これは、大きな酸化物粒子から発生したボイド間を、小さな硫化物粒子によるボイドが連結したためと考えられる。

5) E_p の V_p 依存性と破面の微視的な様相の間には関連性が認められた。 n が1/3の場合は、ディンプルの大きさは、注目する粒子の λ より小さく、また、0.95を示す場合には、 λ にほぼ一致している。このことは、注目する粒子がボイドの発生、成長、連結の各段階に関与する場合、 n が大きくなることを意味している。

本実験を遂行するに当り、有益な御意見をいただいた当研究所、強力材料研究部津谷和男部長および強力第一研究室山郁室長、また、試料の作成、化学分析および破面観察に協力された当研溶解圧延室、化学分析室および物理分析室の諸氏に深く感謝します。

文 献

- 1) A. MAGNÉE, et al: Cobalt-Containing High-Strength Steels, (1974), p. 45 Centre D'Information Du Cobalt
- 2) 金沢正午, 谷口至良, 中島 明, 谷野 満, 石黒隆義, 矢田 浩, 山戸一成: 製鉄研究, (1975) No. 284, p. 11
- 3) 金沢正午, 森川博文: 日本金属学会報, 14 (1975) 3, p. 195
- 4) G. R. SPEICH, D. S. DABKOWSKI, and L. F. POTER: Met. Trans., 4 (1973) 1, p. 303
- 5) 金沢正午, 中島 明, 谷野 満, 木村 勲: 鉄と鋼, 58 (1972) 4, S 559
- 6) A. G. FRANKLIN and W. J. TEGART: JISI, 202 (1964) 7, p. 588
- 7) J. M. GRAY and W. G. WILSON: Pipeline & Gas J., (1972) 12, p. 50
- 8) A. J. BIRKLE, R. P. WEI and G. E. PELLISLER: Trans. ASM, 59 (1966), p. 981
- 9) D. D. HILL and D. E. PASSOJA: Welding J., 53 (1974) 12, p. 481-S
- 10) T. B. COX and J. R. LOW, Jr: Met. Trans., 5 (1974) 6, p. 1457
- 11) 寺崎富久長: 塑性と加工, 13 (1972) 2, p. 139
- 12) 小指軍夫: 硫化物系介在物と鋼の延性および靱性, (1974) p. 127 第24回西山記念技術講座, 日本鉄鋼協会編
- 13) I. L. MOGFORD: Metals Rev., 12 (1967), p. 49
- 14) A. R. ROSENFELD: Metals Rev, 13 (1968), p. 29
- 15) D. BROEK: Particles and Growth in Aluminium Alloys, by ed. G. C. Sih, H. C. Elstand D. Broek, (1974) p. 35 [Drukkerij Vonk]
- 16) G. T. HAHN and A. R. ROSENFELD: Met. Trans., 6A (1975) 4, p. 653
- 17) B. I. EDELSON and W. M. BALDWIN: Trans. ASM, 55 (1962), p. 230
- 18) T. GLANDMAN, B. HOLMES, and I. D. MEIVOR: Effects of Second Phase Particles on Strength, Toughness and Ductility, Rept. No. 145 (1971) p. 68, Iron and Steel Institute
- 19) R. KIESSLING and H. NORDBERG: Clean Steel, 1 (1971), p. 159
- 20) 小林芳人, 清水真佐男, 国尾 武: 日本機械学会論文集第1部, 42 (1976) 3, p. 666
- 21) 井上 毅, 木下修司: 塑性と加工, 14 (1973) 4, p. 291
- 22) W. A. SPITZIG: Correlations between Fractographic Features and Plane-Strain Fracture Toughness in an Ultrahigh-Strength Steel, STP 453 (1969) p. 90, ASTM
- 23) R. H. VON STONE, R. H. MERCHANT, and J. R. LOW, Jr: Investigation of the Plastic Fracture of High-Strength Aluminum Alloys, STP 556 (1973) p. 93, ASTM
- 24) 斎藤鉄哉, 内山 郁: 鉄と鋼, 61 (1975) 8, p. 2038
- 25) K. ERIKSON: Scand. J. Met., 4 (1975) p. 173
- 26) D. BROEK: Engineering Fracture Mechanics, 5 (1973) 1, p. 55
- 27) J. GURLAND and J. PLATEAU: Trans. ASM, 56 (1963), p. 443
- 28) M. ASHBY: Z. Metallk., 55 (1964) 1, p. 5
- 29) A. G. FRANKLIN: JISI, 207 (1969) 2, p. 181
- 30) J. M. BARSON and S. T. ROLFE: Correlation Between K_{Ic} and Charpy V-notch Test Results in the Transition Temperature Range, STP 466 (1969) p. 281, ASTM