

討16 鉄系 B C C 極低温用構造材料の破壊

金属材料技術研究所

○石川 圭介・澤谷 和男

I. 緒言:

極低温科学技術の発展および実用化が進み極低温領域で稼働する機器等に使用される構造材料の要求が高まりつつある⁽¹⁾。極低温領域としてここでは77K以下をとりあげる。この領域の技術として42K近辺の超電導関連の技術が最も大きい。さらに新しいエネルギーとして液体水素を対象としての20K近辺で使用される材料も考慮している。極低温で使用される材料に具備すべき特性としていくつかのものが挙げられる。物理的性質として熱伝導率、熱膨張率の小さいこと、さらに超電導関連においては非磁性であることも必要条件となってくる。また構造物の大型化、軽量化には高強度であることも欠かせない条件である。極低温という厳しい条件下であるため構造物にはより高い安全性が要求される。したがって極低温用構造材料としてはより高い強さとともに高い耐破壊性すなわち優れた靱性を備えていることが必要である。現在のところ77K以下で使用されている鉄系合金は18-8を始めとしたFCC(オーステナイト)合金であり、9%Ni鋼で代表されるBCC(フェライト系)合金は対象からはずされている。しかしBCC鉄合金は室温における強度がFCC合金に比べ格段に優れているにもかかわらず、BCC鉄の先天的性質としての低温脆性のため極低温においては使用が回避されてきた。しかしBCC鉄の低温脆性は明らかにされてなく、一体鉄が極低温においてへき崩破壊を有するか否かについて基本的な解答が与られれば、優れた強度をもつBCC鉄合金を極低温用構造材料として開発する意味は大きい。α-鉄の低温脆性については、結晶粒径と遷移温度の関係は明らかにされている⁽²⁾。しかし合金元素については定性的な理解は得られているが、低温脆性との関係において合金組成を論じたものはない。今回の発表は著者らが、BCC鉄合金の低温脆性破壊を阻止しさらに高い靱性を与えれば、本来の高強度とあわせて、高強度高靱性極低温用構造材料を創り出せると考え開発したFe-13%Ni-Mo合金の強度と破壊特性について論じる。

II. 合金設計:

実用の鋼は低温においてへき崩破壊により低温脆性を示すことはよく知られている。しかし高純度鉄は42Kにおいてすら高い絞りを示しある場合には変形双晶を伴うことなく全く延性的に破断する^(3,4)。しかし工業的にはいくら純鉄が極低温で脆性破壊をしないというだけでは採用するわけにはいかない。純鉄はBCC金属固有の大きな温度依存性を示す強さを有するため室温強度は極めて低い。だが鉄自体が極低温において必ずしも脆性でないという事実は鉄をベースとしたBCC合金を極低温用構造材料として開発の対象になりうる。他方材料の理想強度を推定する計算によると鉄はWやMo、イソノ結晶等と比べOKにおいても脆性でないと考えられる^(5,6)。従って鉄の遷移温度を著しく上昇させている元素としてCが考えられよう。しかしCが析出するような状態では亀裂の発生を助長することが考えられるが固溶領域においては今のところ明解な説明は得られていない。定性的にはCの添加により変形応力が上昇するため、一定とみなされているへき崩破壊応力を越えるため遷移温度が上昇するといわれている。従ってCは有力な強化元素であるにもかかわらず鉄系BCC極低温用構造材料の添加元素としては使用できない。他方Cを含む場合にも遷移温度を著しく低下させる元素としてNiがよく知られている。Niの効果については多く述べられているが^(7,8)、極低温材料を開発するに当たって重要なことは42Kにおいてもへき崩破壊による脆性破壊を起さないうためのNi添加量を推定することである。Fig. 1はFe-Ni合金の遷移温度の変化を示すものでNiを13%程度添加することによって遷移温度をOKに低下させることが

できる。これは定量的には12.5wt%であることを簡単な計算から予測した⁽⁴⁰⁾。NiはFeにとって有力な強化元素でないためFe-Ni二元合金においては単に遷移温度を0Kに低下させるだけにすぎないため炭素元素として強化元素を添加しなければならない。添加元素としてFe-Ni合金を脆化させることなく強化する元素を選択しなければならない。その一つとしてMo, Ti, Wがあるが多く添加できる莫などからMoが有力である。鉄合金において組織の微細化は、強さと靱性をともに向上させることはよく知られているので有害非金属元素を捕獲、排除することにより粒界移動を阻止すると考えられる元素を添加することは好ましい。それらとしてAl, Cr, Nb, Ti, Vがあげられる⁽⁴¹⁾。

III. 実験結果:

合金組成: 使用した合金の化学組成はTable 1に示されるよう

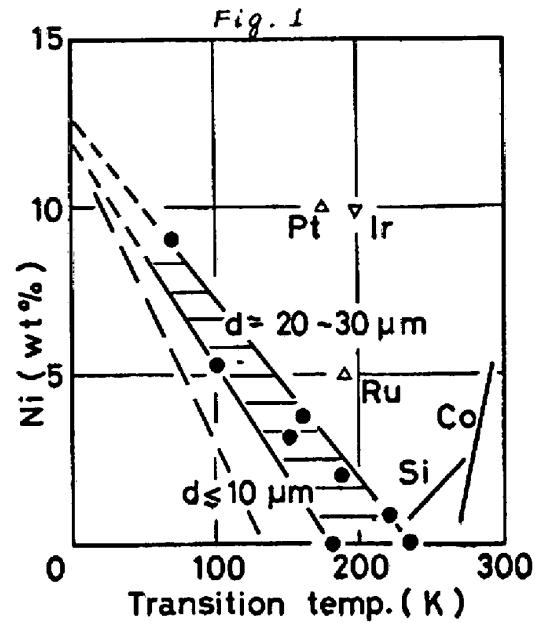
	Ni	Mo	Ti	Al	C	P	S	N
# 1	13.22	2.92	0.087	0.024	0.003	0.003	0.006	0.0020
# 2	13.22	2.89	0.24	0.027	0.008	0.003	0.006	0.0010
# 3	13.19	3.08	0.47	0.063	0.004	0.004	0.003	0.0016
# 4	13.26	3.17	0.83	0.038	0.008	0.004	0.004	0.0011

Table 1. Chemical Composition of materials

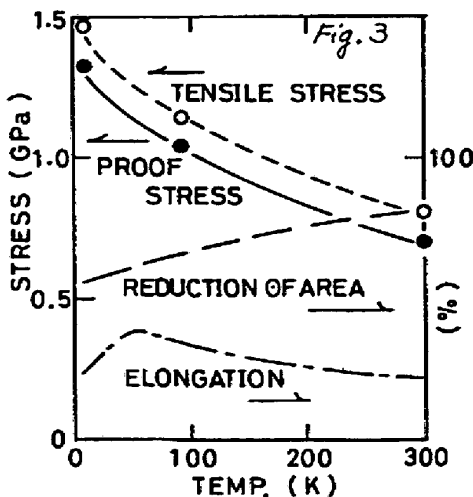
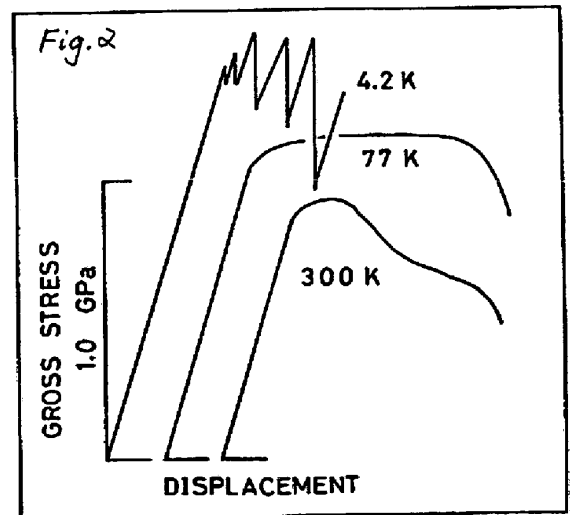
合金は水冷状態においても結晶粒は細かく旧フェーステイト粒径にて十数 μm であった。その後各温度で再加熱を行い強靱化をはかった。

試験結果:

A. 引張試験: 引張試験は丸棒試験片、ゲージ長さ20mmを用いて300, 77, 4.2 Kで $10^{-4} \sim 10^{-2} \text{ sec}^{-1}$ の初期歪速度で行い、0.2%耐力、引張強さ、伸び、絞り5条件毎に測定した。Fig. 2は#3の応力-変位曲線である。曲線の形状は試験温度に著しく依存する。4.2 Kにおいては音を伴う不連続変形を呈する。この変形機構は逆り変形で律速された断熱変形である⁽⁴²⁾。この合金の引張特性の温度依存性を示したものがFig. 3である。強さは試験温度の降下とともに上昇していくが、純鉄に比べ少く



なFe-13%-3%Moをベースに対しTiおよびAlを添加したものである。溶解は真空高周波にてAl脱酸を行った。均質化、鍛圧後、900℃で2時間フェーステナイト化した後水冷した。本



4.2 Kで300 Kの高々2倍である。伸びは途中で最大を示すがこれは均一な一般的な現象である。しかし絞りは単調に減少している。従って伸びに比べ絞りは単純引張試験の結果から靱性を推定する場合の尺度としてより良いものといえよう⁽⁴³⁾。

B. 衝撃試験: ヴノツテシャルピー試験を300, 77 Kで行い衝撃値と靱性の評価とした。衝撃値は熱処理により著しく変化するが

、Tiが多い場合を除き高い値を与える。衝撃破面は一例を Photo 1 に示すように破面近傍に著しい塑性変形を伴ったことを示す隆起のはげしい様相を呈する⁽⁴⁴⁾。この様子は著しく高い衝撃値を与える場合に通常よく見うけられる。すなわち亀裂の発生・伝播に大きなエネルギーを有していることと一致するものである。Fig.4は700°Cで2時間再加熱した場合の300 Kにおける耐力と77Kにおける衝撃値の変化をTi濃度に対して描いたものでTiの

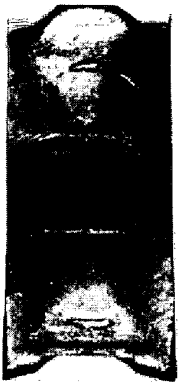
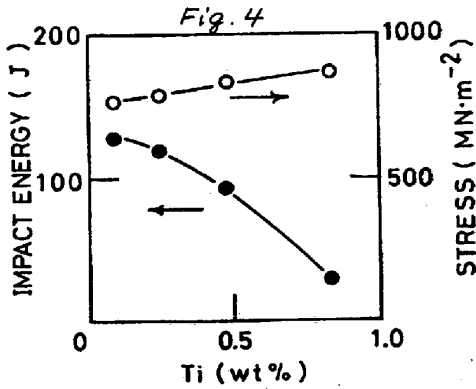


Photo 1



量に対して強さは比例して増加するが、衝撃値は急激な低下を示している。

C. Fractography : シマルピー及び引張試験の破面をSEMによりへき開破壊の存在を確認する目的で調べたが、衝撃値の低い#4においても77Kシマルピー破面は100%テンプルであった。更に#3を4.2Kで引張破断させた時の破面はPhoto2に示すように全く

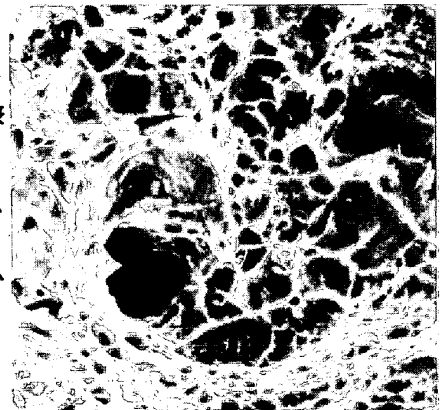


Photo 2

へき開破面は認められなかった。今までのところFe-13%Ni合金はへき開による低温脆性は認められていない。また焼戻し脆化が著しいFe-13%Ni合金に添加した場合も低温にてへき開破壊は認められずむしろ粒界破壊により低エネルギー破壊が進行していた⁽¹⁵⁾。

IV. 考察:

A. 強さと結晶粒径: 耐力及び引張強さの旧オーステナイト結晶粒径

依存性は Fig.5 に示される様に耐力においては300 K, 77Kでは差は認められないが4.2 K 可なり断熱変形が始まると小さくなる。この合金の依存性 R_y は他のフェライト系鉄合金に比べても小さい⁽¹⁶⁾。4.2Kで一段と小さくなるのは、可動転位を含むときのマイクロ降伏では結晶粒径依存性がなくなる事実⁽¹⁷⁾と一致する。とくに断熱変形はマイクロ降伏が引き金になっていると考えると妥当な結果といえよう。また低温とくに4.2Kにおける変形応力の結晶粒径依存性がさらに小さくなることは4.2Kにおいて双晶変形が起きていないことを示唆する間接的証拠でもありうる。

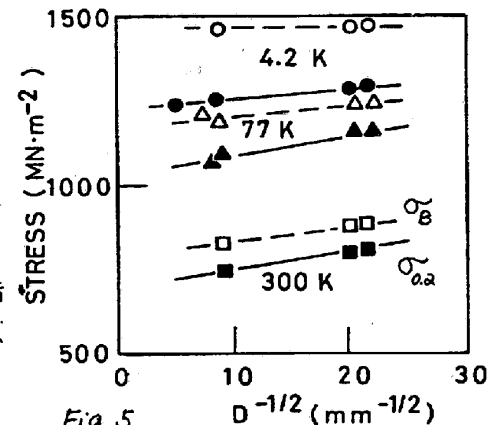


Fig. 5

B. 結晶粒径依存性 R_y と破壊応力: 鉄に12.500%のNiを添加すると鉄はOKにおいてあらへき開破壊を起さないことは、極低温においてあらBC鉄が低温脆性を起さないためにNiの存在は十分条件である。しかし塑性変形が先行する応力下でへき開破壊が起らないためには、応力集中等によってもへき開破壊応力が高く到達できないことが必要条件となる。へき開破壊応力は一つは理想強度から推定できるが、むしろより変形が先行する場合にはCottrell が導いた見かけ上のへき開破壊応力が考慮されよう⁽¹⁸⁾。この関係において合金化等により著しく変化するのは R_y である。 R_y のNiおよびC量による変化を示したものがTable 2である。これによりNiの増加、Cの低減は R_y を減少させているのは破壊応力を上昇させへき開破壊の開始を困難にしている⁽¹⁰⁾。

C. 衝撃値と単純引張試験における絞り: この合金のように延性破壊する場合には、さびしい条件が課せられるにもかかわらず、丸棒引張試験における絞りと衝撃値の間に一対一の対応が良く、極低温において引張試験を有ることによって靱性が推定できる⁽¹³⁾。実験的に導かれた両者の関係は延性破壊(デ

ンブIV破壊)は介在物等により発生した空洞が連結する
 という単純な二次元(又は三次元)模型からも導出
 できる。強度の増加はより小さな介在物も空洞形成に
 参加することになり、臨界の介在物間隔は小さくなる
 。したがってへき開破壊を起さない場合の靱性を向上
 させるには、介在物の総量を低減させることとより小
 さい寸法のものをも均一に分散させることがあげられる
 (19)。さらに強さと衝撃値をともに改善する方法として
 加工によって発生した残留応力(内部応力)の効果と
 利用することが可能である。残留応力は時には介在物とのほく離れ応力を見かけ上増しさらにマトリック
 ス全体の变形応力自体も増すことがある。しかし残留応力を等方的に導入することは難かしく、ある程
 度の異方性は回避できない(20)。

		Temp. (K)		
		300	77	4.2
Pure	C=0.X	0.29	—	0.7
Iron	C=35	0.67	—	1.2
Fe-	C=20	0.50	—	—
3.6Ni	C=200	2.94	—	—
# 3	C=40	0.30	0.32	0.14

C in ppm, k_y ($\text{MN}\cdot\text{m}^{-3/2}$)

Table 2

V. 謝 辞:

本研究の遂行に当り、金属材料技術研究所、工業化研究部溶圧室、技術課工作室ならびに低温室、お
 よび化学分析室の方々に援助いただいたことを感謝いたします。また本研究に対し激励をいただいた本
 研究所所長荒木 透博士ならびに実験に於て協力していただいた丸山 興夫君、宮岸 二三男君(工学
 院大)及び深田 雅一君(芝浦工大)に感謝いたします。

VI. 参 考 文 献:

(1) 重要研究開発分野の研究開発促進調査報告書, 科学技術庁計画局(1975).
 (2) N.J. Petch; *Phil. Mag.*, 3 (1958), 1089. (3) R.L. Smith and J.L. Rutherford; *Trans. AIME*, 212
 (1957), 857. (4) 高木、松井; *金属*, 45(1975), 36. (5) A. Kelly et al.; *Phil. Mag.*, 15 (1967)
 , 567. (6) J.R. Rice and R. Thomson; *Phil. Mag.*, 29 (1971), 73. (7) W. Jolly; *JISI*,
 206 (1968), 170. (8) W. Jolly; *Trans. AIME*, 242 (1968), 306. (9) Y. Bergström
 and Å. Josefsson; *Scand. J. Met.*, 3 (1974), 259. (10) 石川; 日本金属学会講演概要
 (1976・10), 161. (11) 石川, 津谷; 日本国特許 昭50-123212, (12) 石川, 津谷; 日本金属学会講
 演概要 (1976・10), 162. (13) 石川, 津谷, 鉄と鋼; vol. 62 (1976), S 338. (14) K. Ishikawa
 and K. Tsuya; *Proc. 19th Japan Cong. Mat. Res.*, (1976), 57. (15) 石川, 津谷; 鉄と鋼,
 vol. 62 (1976) S 337. (16) E.O. Hall; *Yield Point Phenomena in Metals and Alloys*,
 Macmillan, (1970). (17) N. Brown and K.F. Lukens, Jr.; *Acta Met.*, 9 (1961), 106.
 (18) A.H. Cottrell; *Trans. AIME.*, 212 (1958), 192. (19) N.E. Hannerz and J.F. Lowery;
Metal Const., 7 (1975), 21. (20) 石川, 津谷; 鉄と鋼, vol. 62 (1976), S 336.