

## 論 文

## 5.5%Ni 鋼の焼もどし脆性と松かさ状破面

村上 雅人\*・柴田 浩司\*<sup>2</sup>・長井 寿\*<sup>3</sup>・藤田 利夫\*<sup>2</sup>

## Pine Cone Like Fracture Surface and Temper Embrittlement of 5.5%Ni Steels

Masato MURAKAMI, Koji SHIBATA, Kotobu NAGAI, and Toshio FUJITA

## Synopsis:

Pine cone like fracture surfaces ("pine cone") were observed in Charpy and compact tension specimens of cryogenic Ni steels containing retained austenite when temper embrittled and broken in a brittle manner. 5.5Ni steels, especially those bearing no molybdenum, were severely embrittled on slow cooling from the final tempering, and their fracture surfaces were mainly composed of "pine cone". Microscopic observations and various mechanical tests were performed to elucidate the characteristics of this fracture surface.

It was found that "pine cone" is a kind of intergranular fracture surfaces and produced by fracture along P segregated  $\alpha'/\gamma$  interfaces which formed at prior austenitic grain boundaries and its roughness is not caused by precipitates but the reverted austenites at grain boundaries. Intercritical heat treatment promoted austenite formation at grain boundaries and enhanced the roughness of "pine cone" and suppressed "pine cone" fracture. It was also found that the reverted austenite was not stably present on "pine cone" fracture surface through Mössbauer spectroscopy nevertheless reduced susceptibility to temper embrittlement.

## 1. 緒 言

通常の焼入れ焼もどし処理 (QT 処理) の中間に 2 相域加熱 (L 処理) を加えると, 5.5 Ni 鋼の低温靱性は著しく向上する。これは, この熱処理によって組織が層状となり微細化したうえ, 残留オーステナイト ( $\gamma_R$ ) が安定化するためと考えられている。

一方, 5.5 Ni 鋼の低温靱性は化学組成にも大きな影響をうける。例えば 0.2% の Mo の添加は, この鋼の焼もどし脆化感受性を低下させる。このため徐冷などの脆化処理を加えると, Mo を含まない鋼の脆化がとくにはげしい。

このような脆化材の破面を観察すると, 松かさの表面に似た破面が認められる。この破面は Mo を含む 5.5 Ni 鋼でもステップクーリングなどのきびしい脆化をうけた場合や, 条件によっては  $\gamma_R$  を含む焼もどし脆化した 9Ni 鋼・極低 C-11Ni 鋼<sup>2)</sup> などの脆性破面にもみとめられ,  $\gamma_R$ ・焼もどし脆性と関係が深いものと考えられる。 $\gamma_R$  の影響および焼もどし脆性は実用上重要な問

Table 1. Chemical compositions. (wt%)

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Fe
M0	0.060	0.28	1.20	0.006	0.002	5.84	0.65	0.21	bal.
M1	0.070	0.28	1.20	0.003	0.007	5.64	0.64	nil.	bal.
M2	0.060	0.29	1.19	0.003	0.005	5.87	nil.	nil.	bal.

題であるが, 従来この種の破面についてこのような観点からくわしく検討した報告がみられない。そこで著者らはこの破面をその形状から松かさ状破面あるいは pine cone 破面と名付け,  $\gamma_R$ ・焼もどし脆性と関連させながら, この破面の成因と特徴についていろいろな角度から検討を行った。

## 2. 実験方法

供試鋼の化学組成を Table 1 に示す。これらは, 電解鉄, 電解ニッケルなどを原料として真空溶解炉で溶製したものである。M0 は市販鋼とほぼ同一の組成を有した鋼であり, M1, M2 は Mo を添加しないで焼もどし脆性感受性を高めている。

昭和 55 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 57 年 2 月 26 日受付 (Received Feb. 26, 1982)

\* 東京大学大学院 (Graduate School, The University of Tokyo, 7-3-1 Hongo Bunkyo-ku 113)

\*<sup>2</sup> 東京大学工学部 工博 (Faculty of Engineering, The University of Tokyo)

\*<sup>3</sup> 東京大学工学部 (現: 金属材料技術研究所) 工博 (Faculty of Engineering, The University of Tokyo, Now National Research Institute for Metals)

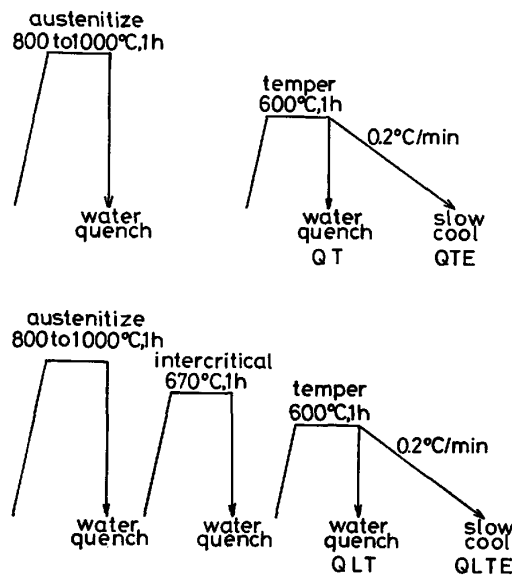


Fig. 1. Schematic representation for heat treatments.

鋼塊を  $1200^{\circ}\text{C}$  で熱間鍛造，圧延して  $13\text{ mm}$  直径の丸棒および  $16\text{ mm}$  厚の板材とし，前者より平行部直径  $4\text{ mm}$  平行部長さ  $20\text{ mm}$  の引張試験片，直径  $5\text{ mm}$  のオージェ分光分析用試験片を，後者より標準の  $2\text{ mmV}$  ノッチシャルピー試験片，ASTM 規格<sup>9)</sup> に準じた深さ ( $W$ )  $25\text{ mm}$  のコンパクトテンション (CT) 試験片を作製した．熱処理は Ar 雰囲気中で行った．熱処理工程を Fig. 1 に示す．

$-196^{\circ}\text{C}$  での衝撃特性はシャルピー吸収エネルギーで評価し，破面を走査電顕 (JSM T-20) で観察した． $\gamma_{\text{R}}$  量は MILLER の方法<sup>4)</sup>により測定した．また X 線による方法では測定が困難である破面上の  $\gamma_{\text{R}}$  量は，メスバウア分光分析の背面反射法で内部転換電子を計数することによって測定した．この方法によれば，集合組織，表面上の凹凸などの影響を受けずにマルテンサイト ( $\alpha'$ ) 中のオーステナイト ( $\gamma$ ) の分析が可能である<sup>5)~7)</sup>．また，内部転換電子の飛程距離が小さいので，この方法はおよそ  $1000\text{ \AA}$ <sup>5)</sup> とかなり薄い表面層の分析に有効である．

焼もどし脆性との関連から，オージェ分光分析により破面上の P などの不純物偏析も調べた．また  $-196^{\circ}\text{C}$  で CT 試験を行い，シャルピー試験結果と比較した．

微視組織は，透過電顕 (JEM 150) により薄膜および 2 段階レプリカ・カーボン抽出レプリカ<sup>8)</sup> の観察を行った．またトリデシルペンゼンスルホン酸ナトリウムを界面活性剤として添加した飽和ピクリン酸水溶液<sup>9)</sup>，2% nital を用いて試験片を腐食し，光顕・走査電顕によって観察を行った．

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 pine cone と破壊靱性

QLT 処理をした M1, M2 は  $-196^{\circ}\text{C}$  でのシャルピー吸収エネルギーが高く延性破面を呈する．しかし，これらを T 処理後水冷せずに  $0.2\text{ K/min}$  で徐冷すると，吸収エネルギーは， $3.2\text{ kgf}\cdot\text{m}$  以下まで低下し，Photo. 1(a) にみられるような pine cone 破面が観察される．この破面を 2 段階レプリカで観察すると，Photo. 1(b) のような形状を呈している．なお M0 も脆化処理によって吸収エネルギーが低下するが，擬へき開破面が多くなるだけで pine cone 破面はあらわれない．

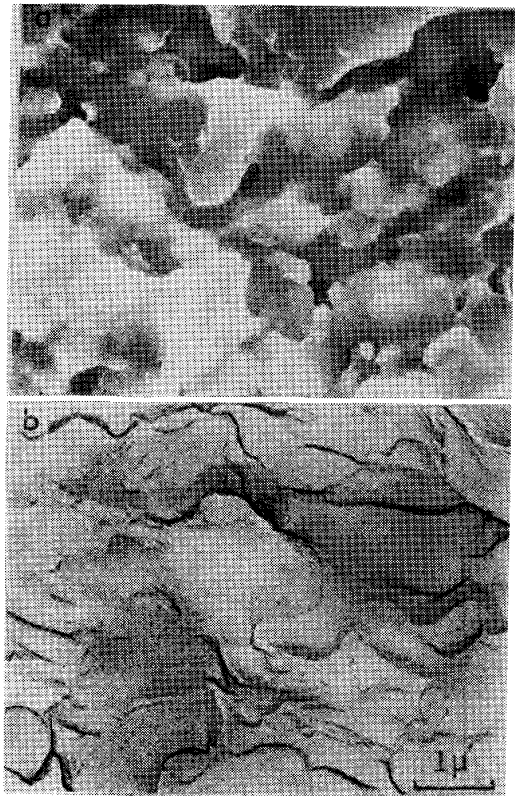


Photo. 1. Scanning electron fractograph (a), and transmission electron micrograph of two stage replica (b) of "pine cone" fracture surface of M1.

Table 2. Results of compact tension and Charpy tests at  $-196^{\circ}\text{C}$ .

specimen	fracture surface <sup>1)</sup>	CTOD (mm) <sup>2)</sup>	$K_{\text{Q}}$ ( $\text{kgf}/\text{mm}^{3/2}$ ) <sup>3)</sup>	$vE$ ( $\text{kgf}\cdot\text{m}$ )
a) QLT M0	D+C	0.165	864	30.0
b) QLT' M1	C	0.074	335	5.6
c) QLTE M1	P	0.020	172	1.7

1) D: dimple C: cleavage P: pine cone

2)  $\text{CTOD} = \text{COD} / [1 + ((a+z)/r)(w-a)]$

r: rotational factor a: crack length z: knife edge width

3) QLTE M1 only meets the plane strain condition:  $B \geq 2.5 (K_{\text{IC}}/\sigma_{\text{y}})^2$ . B: thickness of specimen  $\sigma_{\text{y}}$ : yield strength (offset 0.2%)

QLT M0, QLT'(T': 500°C)M1, QLTE M1 は  $-196^{\circ}\text{C}$  で破壊させると、それぞれ主としてディンプル、擬へき開、pine cone 破面を呈する。これら試料の CT 試験、シャルピー試験結果を Table 2 に示す。表中の破面形態は CT 試験片のものである。(b) の擬へき開破面、(c) の pine cone 破面とも 90% 以上の破面率を示しており、試験結果にこれら破面の影響が大きいと考えられる。(a) の dimple については同鋼種を用いて比較すべきであるが、M1 の CT 試験片は QLT 状態でも擬へき開破壊が多くみられるため、約 55% 延性破面を呈する M0 の結果を参考として示した。この結果によると CTOD,  $K_Q$  いずれで評価した場合も pine cone 破面を呈する試験片の靱性が最も低い。また、平面ひずみ条件である  $B \geq 2.5(K_Q/\sigma_y)^2$  ( $B$ : 板厚,  $\sigma_y$ : 降伏強度) を満足しているのは pine cone 破面を呈する QLTE M1 のみであり、この場合にかぎり  $K_Q = K_{IC}$  となることを付記しておく。

### 3.2 pine cone 破面の破壊経路

pine cone 破面が生成する際クラックはどのような経路をとって進行するのだろうか。M1 の Q(1000°C)LTE 処理材は  $-196^{\circ}\text{C}$  の CT 試験で擬へき開と pine cone 破面の混在した破面を呈する。最終破断に至る前に試験を止め断面を腐食し観察すると、クラックが粒内

をとっている部分と粒界を経路としている部分がみとめられた。このクラックの内部を走査電顕により観察すると、Photo. 2 に示すように前者は擬へき開破面、後者は pine cone 破面であることがわかった。

しかし、粒界には旧  $\gamma$  粒界の他、パケット境界あるいはブロック境界などもあり、以上の結果から pine cone 破面がこれら粒界のいずれに沿っているのかを識別するのは困難である。そこで pine cone ファセットの径と旧  $\gamma$  粒径の比較を行うことにした。MALM ら<sup>10)</sup>は粒界破壊の場合、走査電顕で求めた粒径が光顕で求めた粒径とほぼ一致することを報告しており、旧  $\gamma$  粒径は M2 の焼入れまま材の光顕写真から、また pine cone ファセットの径は M2 の QTE, QLTE 材の破面の走査電顕写真から求め、比較することにした。Fig. 2 にヒストグラムを作成し、分布を比較した結果を示す。QTE 材の pine cone ファセット径と旧  $\gamma$  粒径の分布は非常によく対応を示しており、この場合 pine cone 破面はほぼ旧  $\gamma$  粒界に沿った割れと考えられる。これに対し L 処理を加えた場合、旧  $\gamma$  粒径と比較するとそれよりも小さい領域にファセットサイズの分布がみられる。しかし検討の結果、L 処理材に関しても pine cone 破面はほ

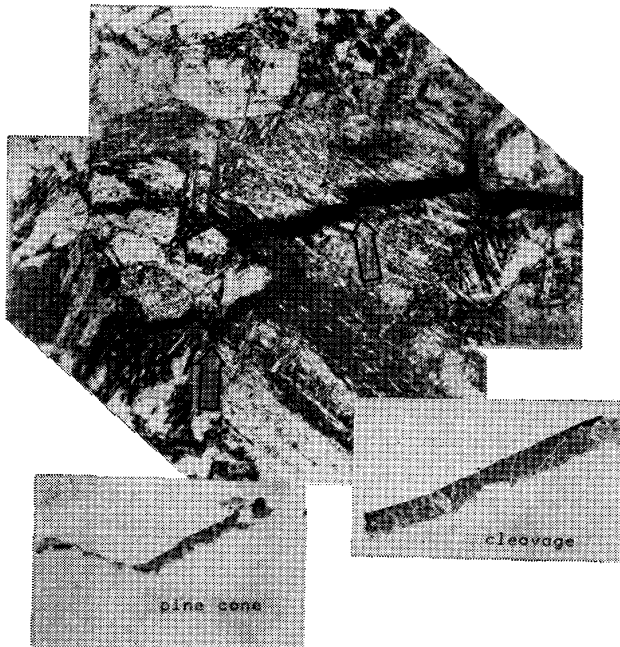


Photo. 2. Optical micrograph of the crack introduced to compact tension specimen of M1. Corresponding fracture surfaces are also observed through scanning electron microscope. Note intergranular and transgranular cracks correspond to "pine cone" and cleavage respectively. (SEM at 1500 times magnification)

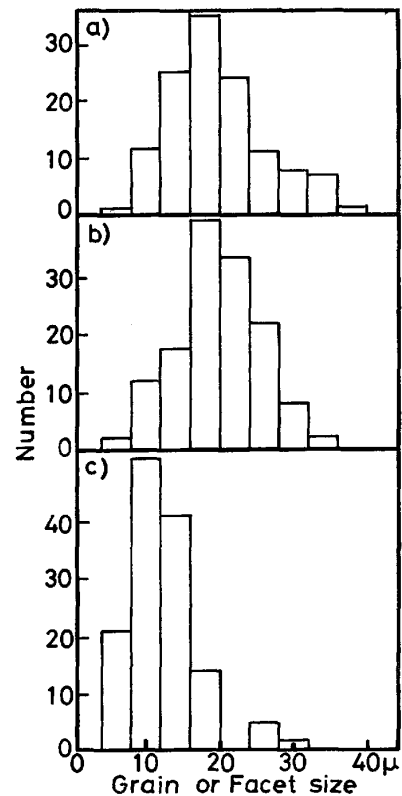


Fig. 2. Histograms showing the distribution of prior austenite grain sizes of M2(a) and "pine cone" facet sizes of QTE M2(b) and QLTE M2(c).

ぼ旧  $\gamma$  粒界に沿った割れであることがみとめられている。ただしこの理由についてはL処理の影響とも関連するため、3.4.2 節でくわしい検討を行う。

### 3.3 pine cone 破面と焼もどし脆性

pine cone 破面は徐冷などの脆化処理によつてあらわれ、しかも旧  $\gamma$  粒界に沿った割れであることから焼もどし脆性と関係が深いと考えられる。焼もどし脆性によつて粒界の結合強度が低下する原因としては、Pなどの不純物偏析が挙げられている<sup>11)</sup>。そこで、pine cone 破面上でこのような偏析がみとめられるかの検討を、オー

ージェ分光分析により行つた。オーージェ分析用試験片は径 5 mm、破断部径 3 mm の小型丸棒試験片であり、脆性破壊が起こりにくい。このためQ温度を 1200°C とし粒径を大きくして脆化感受性を高めた M1 の QLTE 材を用いた。試験片を高真空中で破断させ、生じた pine cone 破面のオーージェ分光分析を行つたところ、Fig. 3 (a) に示すようなスペクトルが得られPのピークがみとめられた。このピークは Ar<sup>+</sup> イオンで 30s スパッタリングすると、Fig. 3(b) に示すように消失してしまう。これはPが pine cone 破面上に偏析していることを示している。

一方、不純物の粒界偏析が原因となる高温焼もどし脆性は可逆性を有している。可逆性とは、いつたん脆化した試料を脆化範囲以上の温度に再加熱してから水冷すると靱性が回復し、さらに脆化処理をほどこすと再び脆化する現象をさす。そして、この現象と不純物の粒界偏析挙動がよく対応することが指摘されている。M1 の QLTE 材を 600°C で 10 min 加熱後水冷し、-196°C でのシャルピー試験に供したところ、Photo. 3 に示すように破面は主として擬へき開を呈し、pine cone 破面は消失した。この試験片を 600°C で 10 min 加熱後 0.2 K/min で徐冷すると、再び pine cone 破面があらわれる。ただし、600°C×10 min 加熱によつて pine cone 破面は消失するが、靱性自体は QLT の状態には回復しない。これは徐冷中に焼もどし脆性以外の機構による靱性の低下がはたらいているためと考えられる。しかし、pine cone 破面の消失、出現という観点では、観察結果は焼もどし脆性の可逆性によく対応している。

### 3.4 熱処理の影響

#### 3.4.1 Q処理

QTE 材、QLTE 材のQ温度を 800°C~1000°C と変化させると、-196°C で破断したシャルピー試験片に

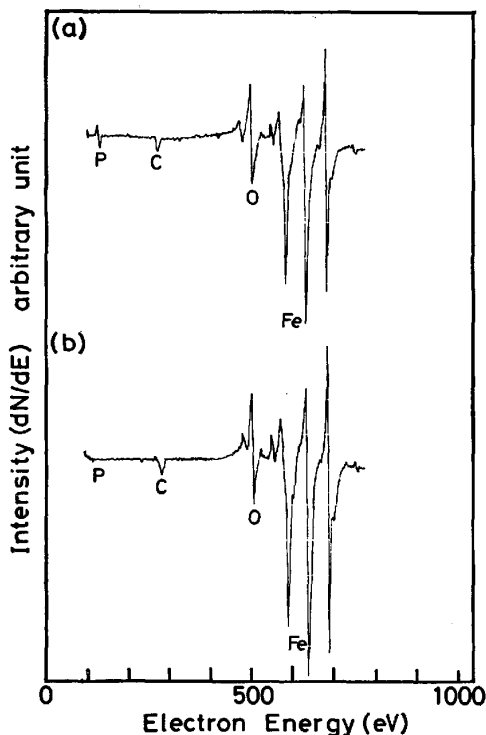


Fig. 3. Auger electron spectra from "pine cone" of Q(1200°C) LTE M1: (a) fresh fracture surface; (b) after Ar<sup>+</sup>sputtering for 30s.

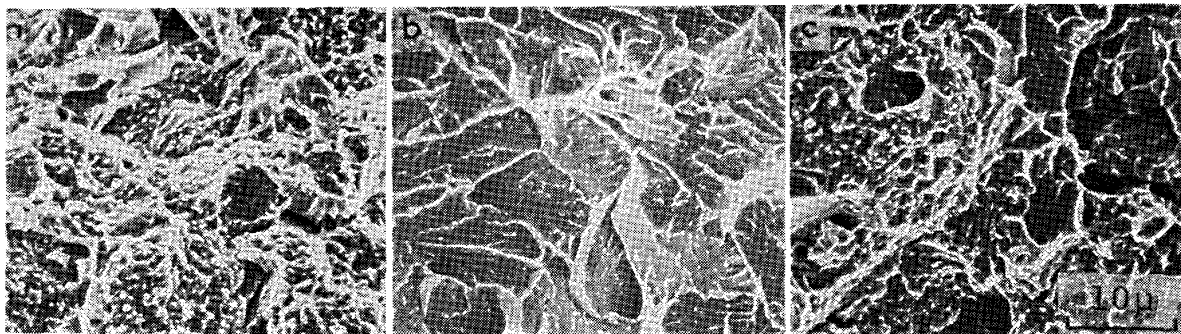


Photo. 3. Scanning electron fractographs of M2: (a) QLTE treated. (b) Reheated at 600°C for 10 min (DE treatment) after QLTE treated. Note no "pine cone" is observed in the fracture surface. (c) Embrittled by slow cooling at a rate of 0.2 K/min after QLTE+DE treatment. Note "pine cone" is re-observed in the fracture surface.

Table 3. Effects of Q temperature and L treatment on the amount of retained austenite, Charpy absorbed energy, and tensile properties of M2 at  $-196^{\circ}\text{C}$ .

Q Temp. $^{\circ}\text{C}$	QTE				QLTE			
	$\gamma_R$ %	$vE$ kgf-m	$\sigma_{1y}$ kgf/mm <sup>2</sup>	$\sigma_u$ kgf/mm <sup>2</sup>	$\gamma_R$ %	$vE$ kgf-m	$\sigma_{1y}$ kgf/mm <sup>2</sup>	$\sigma_u$ kgf/mm <sup>2</sup>
1000	1.0	0.0	84.7	100.0	3.0	1.7	82.4	97.7
900	2.6	0.1	87.2	102.4	4.0	3.2	86.0	102.2
850	2.9	0.1	92.0	102.0	5.5	1.7	91.2	100.9
800	3.0	0.1	92.9	102.8	6.0	2.4	92.4	102.8

$\gamma_R$ : amount of retained austenite,  $vE$ : Charpy impact energy,  $\sigma_{1y}$ : lower yield strength,  $\sigma_u$ : ultimate tensile strength

観察される pine cone 破面の形態が変化する。すなわち Q 温度が低くなるにつれ破面単位は小さくなり、表面の凹凸は激しくなる。しかし、各熱処理による  $\gamma_R$  量と吸収エネルギーおよび引張特性の変化 ( $-196^{\circ}\text{C}$ ) をまとめた Table 3 に示すように QTE 材の吸収エネルギーは Q 温度に関係なくほとんど 0 kgf-m と低い。QTE 材では pine cone 破面率が 80% を越えており、吸収エネルギーに及ぼすこの破面の影響が大きいものと考えられる。一般には破面の凹凸が大きく破面単位が小さくなれば吸収エネルギーは上昇すると考えられる。しかし、Q 温度が低くなるにつれ降伏強度が上昇しており、破面の凹凸の増加および破面単位の減少によつて見込まれる吸収エネルギーの上昇が相殺されていることも考えられる。

QLTE 材は QTE 材に比して吸収エネルギーが 2

kgf-m 程度高く、表面の凹凸もより顕著になるが、QTE 材同様 Q 温度による吸収エネルギーの変化はほとんど認められない。また破面の凹凸の大小は  $\gamma_R$  量とよく対応している。

#### 3.4.2 L 処理

5.5 Ni 鋼は焼入れ焼もどし処理のみでは最適焼もどし温度幅が狭く、また  $-196^{\circ}\text{C}$  で十分な靱性が得られない。しかし、この中間に  $\alpha + \gamma$  2 相域加熱 (L 処理) を加えると、組織の微細化と  $\gamma_R$  の安定化によつて低温靱性が向上する<sup>1)</sup>。この L 処理が pine cone 破面に及ぼす影響を M2 を用いて検討を行った。Photo. 4 に QTE 材と QLTE 材の組織と破面を対応させて示す。QTE 材の場合粒界に生成する  $\gamma$  はごくわずかであり、破面に凹凸はみとめられるが明らかに粒界破面とわかる様相を呈している。これに対して、 $\gamma$  の生成量の多い

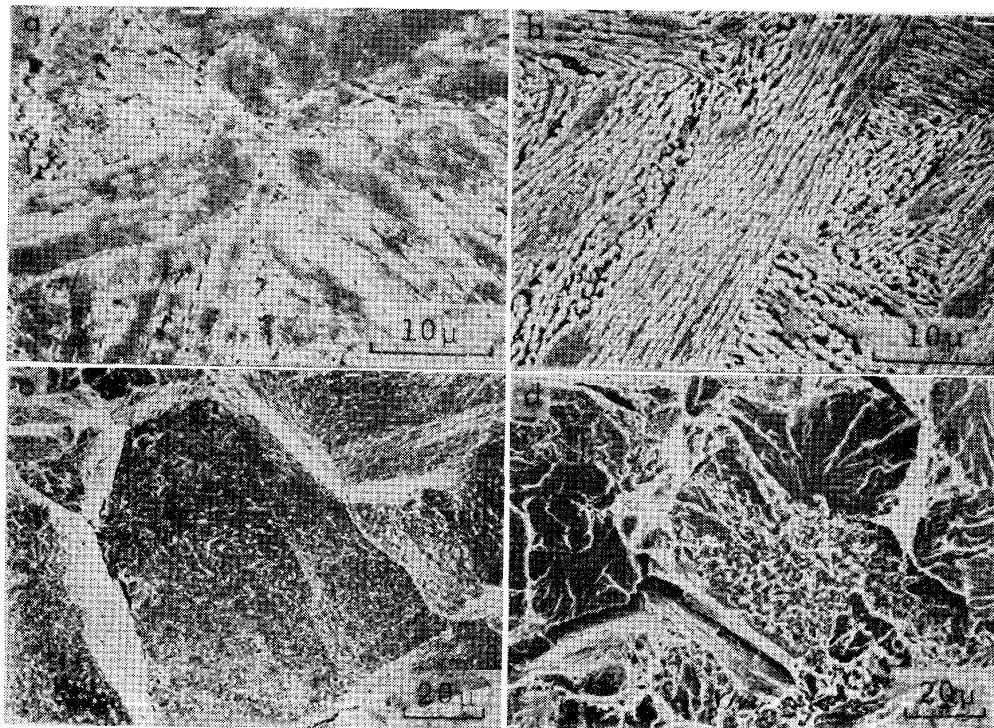


Photo. 4. Scanning electron micrographs of microstructures of M2: (a) Q(1000 $^{\circ}\text{C}$ )TE treated; (b) Q(1000 $^{\circ}\text{C}$ )L (700 $^{\circ}\text{C}$ )TE treated, and corresponding fracture surfaces: (c) QTE; (d) QLTE.

QLTE 材では、擬へき開と pine cone 破面が混在した破面となつている。

このように L 処理材で擬へき開破面率が高くなる原因としては、へき開強度の低下あるいは旧  $\gamma$  粒界の脆化感受性の低下による粒界強度の上昇が考えられる。へき開強度が低下するおもな原因として、破壊発生の起点となる第二相粒子すなわち炭窒化物の析出が挙げられる。M2 の QTE 材と QLTE 材とで、抽出レプリカ観察、透過電顕観察を行うと、両者とも直径  $0.3\mu$  を越す炭化物はなく、その量、分布にも本質的な差はみとめられない。したがって L 処理材のへき開強度の低下が擬へき開破面率を高くする主要原因となるとは考えにくい。それよりも、L 処理によつて旧  $\gamma$  粒界での  $\gamma$  の生成が促進され、旧  $\gamma$  粒界の脆化感受性が軽減されたため QLTE 材の擬へき開破面率が上昇したとする方が考えやすい。すなわち  $\gamma$  の生成量のわずかな QT 材では脆化処理によつて旧  $\gamma$  粒界がたやすく脆化し、Fig. 4(a) に示すようにほぼ旧  $\gamma$  粒界に沿つて割れが生じる。一方、 $\gamma$  が緻密に生成し旧  $\gamma$  粒界をおおつている QLT 材では、脆化処理による脆化の程度が小さい粒界が存在するため、き裂は Fig. 4(b) に示すように粒界・粒内のうち相対的に強度の低いほうを選択しながら進行すると考えられる。すでに示したように QTE 材の pine cone ファセットサイズが旧  $\gamma$  粒径にほぼ一致するのに対し、QLTE 材では旧  $\gamma$  粒径より小さくなつているのはこのような理由によるものと考えられる。

なお、WADA らは Ni-Cr-Mo-V 鋼<sup>12)</sup> と  $2\frac{1}{4}$ Cr-1Mo 鋼<sup>13)</sup> において、Ucisk ら<sup>14)</sup> は Ni-Cr 鋼において焼もどし脆性に及ぼす 2 相域加熱の影響を調べているが、これら鋼での 2 相域加熱温度はいずれも  $Ac_3$  点に近く、再結晶したオーステナイト結晶粒を利用して微粒化の効果をおねらつたもので、5.5 Ni 鋼の場合とは内容が異なる。

### 3.5 pine cone 破面の表面起伏

pine cone 破面の表面凹凸の大小は  $\gamma_R$  量とよい対応を示しているが、はたして  $\gamma_R$  に起因したものか検討を行った。

pine cone 破面は旧  $\gamma$  粒界に沿つた割れであるので、

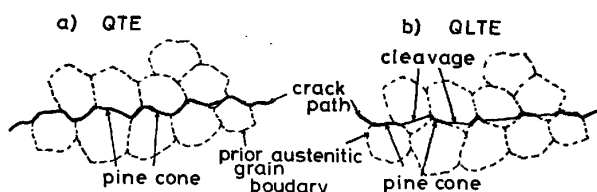


Fig. 4. Schematic illustration for crack path: (a) QTE; (b) QLTE.

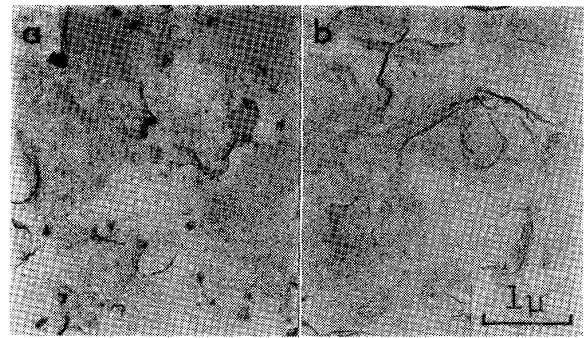


Photo. 5. Carbon extraction replicas taken from "pine cone" fracture surfaces of M1(a) and M2 (b).

その表面に凹凸が生じる原因としては

- (a) 粒界に生じた  $\gamma$  内あるいはこの  $\gamma$  が破壊時に変態して生じたマルテンサイト ( $\alpha'$ ) 内での割れ
- (b) 粒界に析出した炭化物とマトリックス界面での剝離
- (c) 粒界に生じた  $\gamma$  (あるいは破壊時に変態して生じるフレッシュ  $\alpha'$ ) とマトリックス界面での剝離の 3 通りが考えられる。

pine cone 破面上には P の偏析がみとめられており、 $\gamma$  内でこういった偏析が生じるとは考えにくく、(a) の可能性は除かれる。

(b) は  $\gamma_R$  と直接関係はない。しかし、粒界に炭化物が多量に存在する場合、炭化物とマトリックスの界面に不純物が偏析し、その界面で剝離した結果 pine cone 破面の凹凸が生じる可能性も考えられる<sup>15)</sup>。そこで pine cone 破面のカーボン抽出レプリカ<sup>8)</sup> をとり観察した結果、Photo. 5 に示すように、M1 の pine cone 破面上には電子線回折により  $(Fe, Cr)_7C_3$  と同定される微細な炭化物が多量にみとめられたが、M2 の pine cone 破面上には炭化物がほとんどみとめられなかつた。これは pine cone 破面の凹凸が粒界に析出した炭化物によるものではないことを示している。

次に (c) の可能性について検討した。M1 を  $1000^\circ\text{C}$  から焼入れ、 $670^\circ\text{C}$  で 5 h 2 相域加熱を行い粒界での  $\gamma$  の生成を促進させ、 $\gamma$  が粒界をおおうようにした。その後徐冷による脆化処理をほどこし、P を含む粒界を優先的に腐食する試液<sup>9)</sup> を用いて微視組織を現出させ観察すると、Photo. 6 に示すように旧  $\gamma$  粒界に生じた  $\gamma$  とマトリックスの界面に、腐食による groove (溝) が形成されており、P の偏析サイトとなつていることを示している。しかしその腐食の度合は界面によつて異なり、しかも同一の  $\gamma$  でも両側のふたつの界面のうち一方が強く腐食されており、この側で偏析が優先的に生じてい

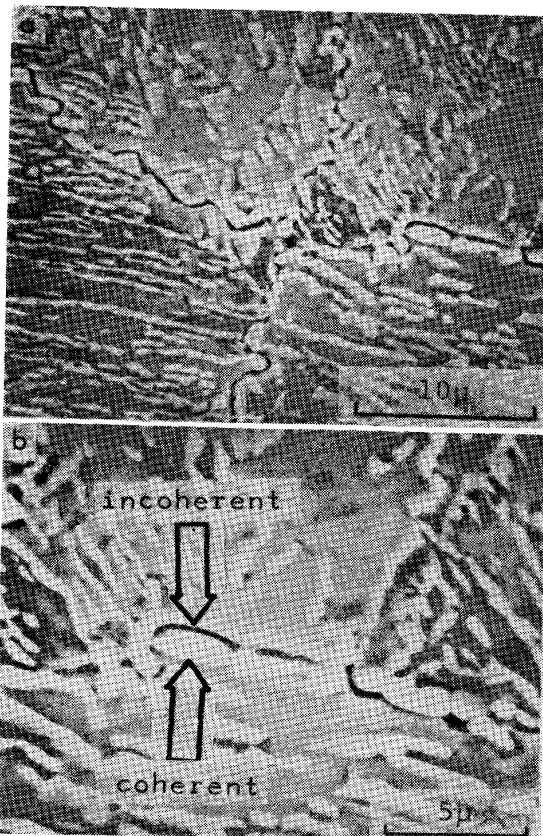


Photo. 6. Scanning electron micrographs showing microstructure of Q(1000°C)L(670°C×5h) TE M1 revealed by a special etchant which preferentially attacks P-containing boundary.

ることを示している。OGURA<sup>16)</sup>は整合な界面にはPが偏析しないが、非整合な界面にはPが偏析することを示しており、偏析度の差は $\alpha'$ から $\gamma$ が生成する際の $\alpha'$ - $\gamma$ 界面の整合性に関係があると考えられる。しかし $\alpha'$ - $\alpha'$ 粒界に $\gamma$ が生成する際の機構の詳細は不明の点が多い。SMITH<sup>17)</sup>は $\gamma$ 粒界に初析フェライトが生じる場合のひとつの機構として、その両側の $\gamma$ 粒それぞれに整合な界面と非整合な界面を生じ、成長はおもに非整合な界面の進行によるという機構を提唱している。ふたつの界面の整合度は実際に確かめられたものではないが、この仮説は観察結果をよく説明することが報告されている<sup>18)</sup>。本研究では、粒界の $\gamma$ 生成機構の検討や、 $\gamma$ ととなりあふたつの $\alpha'$ 結晶粒との界面の整合性あるいは方位関係の測定を行うにはいたらなかつたが、SMITHが提唱したと同様な機構で $\gamma$ が生じ、非整合な $\alpha'$ - $\gamma$ 界面にPが偏析していることが考えられる。そして、この偏析により界面の強度が低下し、 $\gamma$ の形状をとどめたまま剝離した結果 pine cone 破面が生じると考えられる。

また、粒界にこのように $\gamma$ が生成した場合、破面の凹凸が靱性に影響を及ぼすことが予想される。Photo. 6

に示したように、粒界をおおうほど $\gamma$ が生成するとPの偏析サイトは旧 $\gamma$ 粒界から $\gamma$ - $\alpha'$ 界面へ移行する。この際Pの偏析サイトの面積が拡大し<sup>†</sup>、偏析を相対的に弱めるうえ、き裂経路を複雑にしき裂の伝播抵抗を増大させる。また界面の整合度の差によつて偏析度が異なるため、一部には剝離しにくい界面が存在するようになる。これは、粒界に $\gamma$ が存在する場合その凹凸がはげしいほど焼もどし脆性の軽減に役立つことを示している。

### 3.6 $\gamma_R$ の安定性

低温靱性に及ぼす $\gamma_R$ の影響に関しては、いろいろな議論がなされてきた<sup>19)</sup>。一般には、冷却や変形によつて容易に $\alpha'$ に変態してしまうものは、それがクラックの発生場所となつたり、へき開破壊を容易にするため低温靱性に悪影響を及ぼすとされている<sup>20)</sup>。しかし、粒界破壊の場合の $\gamma_R$ の安定性を検討した報告はほとんどみられない。pine cone 破面は粒界破壊の一種であり、この破面上の $\gamma$ の安定性は粒界破壊の場合の $\gamma$ の安定性を示していると考えられる。 $-196^\circ\text{C}$ のシャルピー試験で破断した材料の破面上の $\gamma$ を反射型のメスバウア装置によつて測定し、バルクの量に対してどの程度破面上に $\gamma$ が存在するかによつて $\gamma$ の安定性を調べることにした。しかしM1のQLTE材のpine cone 破面のスペクトルはFig. 5(a)に示すように $\gamma$ のピークを有していない。電解研磨により約 $75\mu\text{m}$ とりのぞいて測定してもFig. 5(b)に示すように $\gamma$ のピークはみとめられ

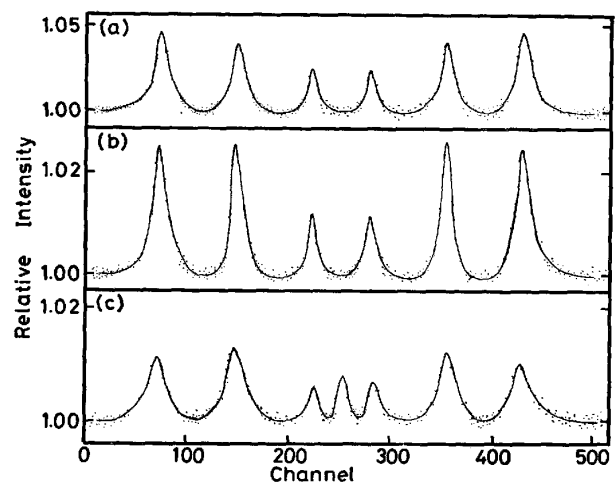


Fig. 5. Conversion electron Mössbauer spectra from "pine cone" fracture surface of M1: (a) fresh fracture surface; (b) fracture surface electropolished  $75\mu\text{m}$ ; and (c) the surface at 5 mm depth from the fresh fracture surface. Curves were hand-drawn through datum points.

†  $\gamma$ が粒界に沿つて半球状に生成したとすると、半径 $r$ とすれば、粒界 $\pi r^2$ に対し、 $\gamma$ - $\alpha'$ 界面の表面積は $2\pi r^2$ となり、面積は2倍になる。

ない。これは破壊の際に塑性変形が生じ  $\gamma_R$  が  $\alpha'$  に変態してしまうことを示唆している。

M1 の QLTE 材は CT 試験において ASTM 規格<sup>3)</sup> の平面ひずみ状態を満足しており、有効な  $K_{IC}$  値を与えている。シャルピー試験と CT 試験では破壊様式などが異なり、正確な対応関係はないが次式<sup>21)</sup>にしたがつて塑性変形域の半径 ( $R_p$ ) を求めてみた。

$$R_p = 1/4\sqrt{2\pi(K_{IC}/\sigma_y)^2}$$

$K_{IC} = 172$  (kgf/mm<sup>3/2</sup>),  $\sigma_y = 90.2$  (kgf/mm<sup>2</sup>) を代入すると  $R_p \approx 205$  ( $\mu$ ) を得る。この試料はシャルピー試験において約 2.0 kgf·m の吸収エネルギーしか持たないが、CT 試験結果から求めるとかなりの大きさの塑性変形域を有しており、シャルピー試験の場合でも、破壊にともなつてある程度の塑性変形域が形成されると考えられる。

なお、本実験に用いたメスバウア測定の有効性の確認の意味も含め、ほぼバルクに等しいと考えられる破面から 5 mm の深さの所を切断し表面研磨したのちメスバウア測定に供したところ、Fig. 5(c) に示したように明瞭な  $\gamma$  のピークがみとめられた。このスペクトルの積分強度比から  $\gamma$  の体積率を求めると約 7.5% となり、X線回折によつて得られた 7.0% と実験の精度内でよい対応を示した。

それでは、 $\gamma_R$  はどの程度の変形で変態するのか検討を行つた。-196°C での引張試験によつて数種のレベルのひずみを加え、それら試験片の  $\gamma_R$  量を測定し真ひずみで整理した<sup>22)</sup>。塑性変形を加えると集合組織の影響のため、正確な  $\gamma$  量を X 線で求めるためには種々のくふうが必要となる<sup>23)~25)</sup>。しかし本研究の場合、ごくわずかの塑性ひずみしか与えていないので、集合組織の影響を無視できると考え、MILLER の簡便法<sup>4)</sup> により測定を行つた。試験片は M1 の QLTE 材を用い、脆化処理によ

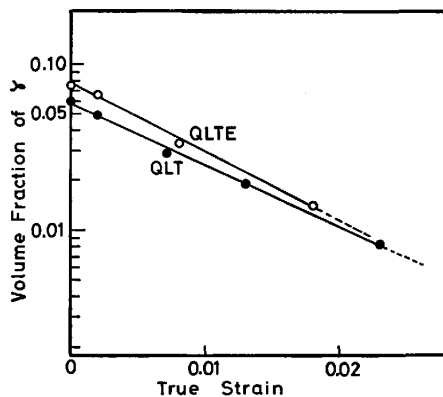


Fig. 6. Decomposition of retained austenite as a function of true strain.

る安定性の変化も検討した。結果を Fig. 6 に示す。 $\gamma_R$  は QLT の状態でも、たとえば 2% 程度の変形で大部分が変態しており、種々の準安定オーステナイト鋼とくらべ安定度は非常に低い<sup>22)</sup>。また、塑性変形に対する安定度の脆化処理による変化は小さい。ただし、ここで安定性を調べている  $\gamma_R$  には旧  $\gamma$  粒界に生成した  $\gamma$  だけでなく、粒内に生成した  $\gamma$  も含まれる。このため厳密な意味で粒界の  $\gamma_R$  の安定度を議論するのは難しい。しかし、粒界に生成した  $\gamma$  が特に安定であるという理由は見出せない。したがつて、粒界に逆変態生成した  $\gamma$  のほとんどは、-196°C での破壊によつて生じる変形で  $\alpha'$  にたやすく変態してしまうものと判断される。

#### 4. 結 言

$\gamma_R$  を含む低温用 Ni 鋼に徐冷などの脆化処理を加えると松かさの表面に似た破面 (pine cone 破面) がみられる。5.5 Ni 系鋼では、とくに Mo を含まない鋼に脆化処理をほどこすとこの破面が多く観察される。この破面について、 $\gamma_R$ 、焼もどし脆性と関連させながらいろいろな角度から検討を加えた。その結果、以下の点が明らかとなつた。

(1) pine cone 破面は旧  $\gamma$  粒界に生成した  $\gamma$  と  $\alpha'$  マトリックスの界面に P が偏析し、この界面に沿つて剝離した結果生じる粒界破面である。

(2) pine cone 破面の表面起伏は粒界に生成した  $\gamma$  に起因し、粒界炭化物が直接の原因とはなつていない。

(3) 2相域加熱 (L 処理) は  $\gamma_R$  の量を増加させ、pine cone 破面の表面起伏を大きくする。また粒界に生成した  $\gamma$  は、破壊の際の塑性変形でたやすくマルテンサイトに変態するが、粒界の焼もどし脆化感受性を低下させ、pine cone 破面率の低下、破壊の際の吸収エネルギーの増大をもたらす。

最後に、この研究をすすめるにあたり御助力をいただいた科学技術庁金属材料技術研究所中川龍一部長、工業化研究部の諸氏、新日本製鉄基礎研究所関野昌蔵博士、井上泰博士、東京大学生産技術研究所石田洋一教授、佐々紘一技官に感謝いたします。

#### 文 献

- 1) S. NAGASHIMA, T. OOKA, S. SEKINO, H. MIMURA, T. FUJISHIMA, S. YANO, and H. SAKURAI: Trans. ISIJ, 11 (1971), p. 402
- 2) 長井 寿: 博士論文, 東京大学 (1981)
- 3) ASTM E399-74, Annual Book of ASTM standards (1974), p. 561
- 4) R. L. MILLER: Trans. ASM, 57 (1964), p. 892
- 5) K. R. SWANSON and J. J. SPIKEMAN: J. Appl. Phys., 41 (1970), p. 3155



- 6) D. J. SCHWARTZENDRUBER and L. H. BENETTE: *Script. Metall.*, 6 (1972), p. 737
- 7) N. ABE and L. H. SCHWARTS: *Mater. Sci. Eng.* 14 (1974), p. 239
- 8) 芥川 武, 内山 郁, 深見 章: 鉄と鋼, 54 (1968), p. 1222
- 9) G. A. DREYER, D. E. AUSTIN, and W. D. SMITH: *Met. Prog.*, 86 (1964), p. 116
- 10) S. MALM and L. NORSTROM: *Scand. J. Metall.*, 7 (1978), p. 145
- 11) D. McLEAN: *Grain Boundaries in Metals*, Clarendon, Oxford (1957)
- 12) T. WADA and D. V. DOANE: *Metall. Trans.*, 5 (1974), p. 231
- 13) T. WADA and W. C. HAGEL: *Metall. Trans.*, 7A (1976), p. 1419
- 14) A. U. UCISIK, C. J. McMAHON, Jr., and H. C. FENG: *Metall. Trans.*, 9A (1978), p. 321
- 15) J. R. RELIC and C. J. McMAHON, Jr.: *Metall. Trans.*, 5 (1974), p. 2439
- 16) T. OGURA, C. J. McMAHON, Jr., H. C. FENG, and V. VITEK: *Acta Metall.*, 26(1978), p. 1317
- 17) C. S. SMITH: *Trans. ASM*, 45 (1953), p. 533
- 18) R. W. K. HONEYCOMBE and F. B. PICKERING: *Metall. Trans.*, 3 (1972), p. 1099
- 19) C. W. MARSCHALL, R. F. HEHEMANN, and A. R. TROIANO: *Trans. ASM*, 55 (1962), p. 135
- 20) J. R. STRIFE and D. E. PASSOJA: *Metall. Trans.*, 11A (1980), p. 1341
- 21) G. R. IRWIN: Plastic zone near a crack and fracture toughness, *Proc. 7th Sagamore Cong.* (1960), p. IV-63
- 22) K. NAGAI, K. SHIBATA, T. FUJITA, and Y. UJIE: submitted to *Trans. ISIJ*
- 23) R. L. MILLER: *Trans. ASM*, 61 (1968), p. 592
- 24) L. LOPATA and E. B. KULA: *Trans. Metall. Soc. AIME*, 233 (1965), p. 288
- 25) R. GULLBERG and R. LAGNEBORG: 同上, 236 (1966), p. 1482
- 26) 長井 寿, 柴田浩司, 村上雅人, 藤田利夫: 鉄と鋼, 69 (1983), p. 462