

圧力容器用鋼の応力除去焼なまし脆化とマイクロ組織及び破面様相の関係

論文

勝亦 正昭*・小出 憲司*・梶 晴男*²

Relationships between Stress Relief Embrittlement, Microstructures and Fracture Appearances in Pressure Vessel Steels

Masaaki KATSUMATA, Kenji KOIDE and Haruo KAJI

Synopsis :

It has been known that degradation of toughness in steels accompanying with a decrease in strength occurs in prolonging stress relief (SR) annealing during the fabrication of pressure vessels. This degradation of toughness was named SR embrittlement. The relationship between SR embrittlement and microstructure and fracture appearance was investigated in 1.5Mn, 1.5Mn-0.5Mo, 0.5Mn-1Cr-0.5Mo and 0.5Mn-2.15Cr-1Mo steels heat-treated to martensite structure. SR annealings were carried out at 600 to 725°C.

Carbide size, inter-carbide distance and subgrain size were increased with the progress of SR annealing. Increases in manganese, chromium and/or molybdenum suppressed the growth of carbide and subgrain and caused to retard SR embrittlement.

SR annealing did not change cleavage facet size of Charpy impact fracture surface except for Mn-Mo steel, but increased the distance of tear ridge within cleavage facets in all the steels. The amount of plastic deformation, measured by X-ray line broadening, in cleavage surfaces was decreased by SR annealing.

It is considered that SR embrittlement is mainly caused by a decrease in cleavage fracture strength due to decrease in plastic work done for crack extension. The decrease in plastic work was induced by an increase in distance of a substructure boundaries related to the formation of tear ridge. Since cracking of carbides themselves or cracking between carbides and matrix occur in a steel containing carbides of more than 1 μm in diameter, that also decreased cleavage fracture strength and then caused SR embrittlement.

Key words : stress relief embrittlement ; pressure vessel steel ; microstructure ; carbide ; subgrain ; fracture appearance ; cleavage facet ; tear ridge.

1. 緒 言

圧力容器の製造工程において行われる応力除去焼なまし (SR) 処理により, 母材部の強度低下に伴い靱性劣化が生ずる場合のあることが知られている^{1)~3)}. この靱性劣化は SR 脆化と呼ばれ, 高温高圧で使用される厚肉の圧力容器において, 靱性の確保が困難となり問題とされている. 一般に調質鋼においては焼もどしによる強度の低下は靱性を向上させるが, SR 脆化は強度低下と靱性劣化が同時に生ずる特異な例である.

SR 脆化の機構として, 炭化物の凝集・粗大化¹⁾⁴⁾ 結晶粒の粗大化¹⁾⁴⁾, 複合炭化物の析出¹⁾⁵⁾ や成長⁶⁾, 焼もどし脆性⁷⁾などが考えられているが, どれも SR 脆化の

現象を十分に説明できていない. そこで本研究では Mn 鋼, Mn-Mo 鋼及び Cr-Mo 鋼について, SR 脆化とマイクロ組織及び脆性破面の関係を詳細に調査し, SR 脆化を支配している組織因子を究明した. なお, 前報³⁾で述べたように, SR 脆化は長時間加熱中の脆化と, 徐冷中の脆化に分離されるが, 本研究では前者を対象とした.

2. 実験方法

2.1 供試材と熱処理

供試材は前報³⁾で用いた A(0.15C-1.5Mn), B(0.35C-1.5Mn), C(0.16C-1.4Mn-0.5Mo), F(0.14C-0.5Mn-1Cr-0.5Mo) 及び H(0.12C-0.5Mn-2.15Cr-1Mo) 鋼である. 詳細な化学成分, 製造履歴は前報に示すとおりで

昭和 63 年 4 月 8 日受付 (Received Apr. 8, 1988)

* (株)神戸製鋼所材料研究所 (Materials Research Laboratories, Kobe Steel, Ltd., 1-3-18 Wakino-hama-cho Chuo-ku Kobe 651)

*2 (株)神戸製鋼所加古川製鉄所 (Kakogawa Works, Kobe Steel, Ltd.)

ある。各鋼とも材質ごとに同一の変態組織を得るためオーステナイト (γ) 化後水焼入れし、ラスマルテンサイト主体の組織とした。 γ 化温度は A 鋼 1100°C (JIS γ 粒度番号 1), B 鋼 1150°C (同 1), C 鋼 860°C (同 8), F 鋼 880°C (同 8), H 鋼 930°C (同 7) である。焼入れ後の SR 処理は各鋼とも 600~725°C の温度で行い、焼もどしパラメーター [$P = T(\log t + 20) \times 10^{-3}$, T : SR 温度 (K), t : SR 時間 (h)] で 17.5~22.0 の範囲とした。なお、SR 処理時の冷却速度は 30°C/h であるが、徐冷中の脆化は生じなかった³⁾。

SR 処理後、圧延方向と平行に採取された 2 mmV ノッチシャルピー試験片を用い、衝撃試験を実施し、50% 脆性破面遷移温度 (${}_vT_{rs}$) 及び遷移温度の幅 (ΔT_r , 90% 脆性破面遷移温度と 0% 脆性破面が得られる最低温度の差) を求めた。

2.2 組織及び破面観察

シャルピー試験後の試験片を用い、電子顕微鏡によるミクロ組織観察を行った。炭化物の平均粒径 (d_c), 最大粒径 (d_c^{max}) 及び平均粒子間隔 (D_c) は二段レプリカ法による電顕観察より、次式を用いて求めた⁸⁾。

$$d_c = \sqrt{3/2} d_{cm} \dots\dots\dots (1)$$

$$d_c^{max} = \sqrt{3/2} d_{cm}^{max} \dots\dots\dots (2)$$

$$D_c = d_c (\sqrt{\pi/4 f} - 1) \dots\dots\dots (3)$$

ここで、 d_{cm} , d_{cm}^{max} は電顕写真上の炭化物粒子を定量顕微鏡で測定した平均粒径と最大粒径の実測値、 f は炭化物の体積分率である。また、係数 $\sqrt{3/2}$ は任意切断面での測定から立体球直径への補正係数である。

下部組織の SR 処理に伴う変化を薄膜の透過電顕観察により調査し、サブグレインの平均粒径 (d_s) を線分法により求めた。

炭化物の抽出は、5% エチレン・ジアミン・テトラアンモニウム・クロライド-3% 修酸ナトリウム-1% 臭化カリ水溶液中で定電圧により行い、抽出残渣を FeK α 線を用い X 線回折し炭化物を同定した。

走査型電顕を用い、脆性破面率が約 90% 以上のシャルピー破断面を観察し、破面単位の大きさ (l_c)⁹⁾¹⁰⁾ 及び破面単位内に存在する鋭い凹凸 (ティアリッジ)⁹⁾ の間隔 (l_t) を線分法により求めた。

2.3 破面の塑性変形量の測定

加工により導入された不均一塑性変形により X 線の回折線が広がり、塑性変形量と回折線の広がりとは比例することが知られている¹¹⁾。そこで、A 鋼について、延性破壊の混入を防ぐため -196°C で破断させたシャルピー破面の塑性変形量を X 線回折の半価幅から求めた。FINKEL と KROTENOK¹²⁾ は回折パターンを形成する層の深

さが入射 X 線の角度と回折面に依存することを示した。これを利用して破面と垂直方向の塑性変形量の分布を測定した。X 線ディフракトメーターを用い、CoK α の入射 X 線と破面のなす角度を 50, 60, 70, 80 及び 90° に固定し、それぞれの角度で検出器を走査させ (211) 回折線を採取した。また、X 線は破面の中央部に照射し、破面の周囲にわずかに存在する延性破壊部分にはあたらないようにした。

さらに、マイクロビーム X 線ラウエ法により、破面単位内の微小体積の塑性変形量を測定した。用いたターゲットは Cr, 入射 X 線の線径は 30 μ m, カメラ距離は 20 mm, 照射時間 2 h である。(110) 回折線の黒化度をマイクロフォトメーターで測定し、半価幅を求めた。

3. 実験結果

3.1 SR 処理に伴う破面遷移温度の変化

Fig. 1 に A, B, C, F 及び H 鋼の SR 処理に伴う ${}_vT_{rs}$, ΔT_r の変化を示す。前報³⁾で述べたように ${}_vT_{rs}$ は P 値の増加に伴い最初低下し、その後上昇する。 ${}_vT_{rs}$ が最も低くなる P 値を P^* 値とすると、 $P \geq P^*$ における ${}_vT_{rs}$ の上昇が SR 脆化と呼ばれている。 P^* 値は鋼

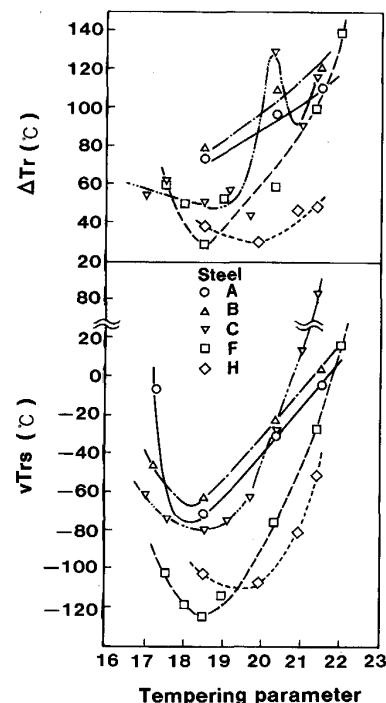
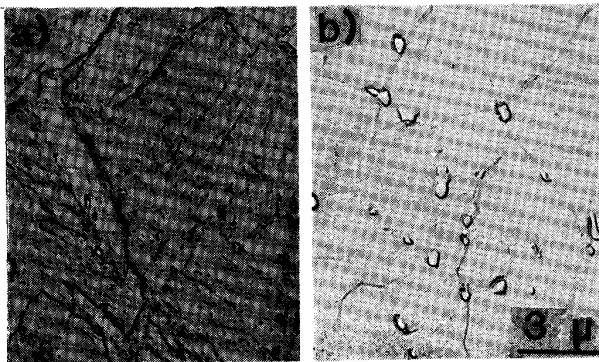


Fig. 1. Relationship between 50% brittle fracture transition temperature (${}_vT_{rs}$) and tempering parameter in Steels A(0.15C-1.5Mn), B(0.35C-1.5Mn), C(0.16C-1.4Mn-0.5Mo), F(0.14C-0.5Mn-1Cr-0.5Mo) and H(0.12C-0.5Mn-2.15Cr-1Mo).

種により異なり, A, B 鋼で約 18, C, F 鋼で約 18.5, H 鋼で約 19.8 であり, Cr, Mo 量の増加とともに高 P 値となる.

ΔT_r は P^* 値付近で最小となる傾向にあり, SR 脆化の進行とともに増大する. C 鋼に関しては $P > 20.5$ において再度 ΔT_r が低下する特異な挙動を示した. $P \geq P^*$ における ΔT_r の増大は, P 値の増大とともに 0% 脆性破面が得られる最低温度の高温側への移動が, 90% 脆性破面が得られる温度の高温側への移動に比べ大きくなったために生じた.



a) $P=19.0$ b) $P=21.4$

Photo. 1. Change in carbide size with stress relief annealing in Steel F.

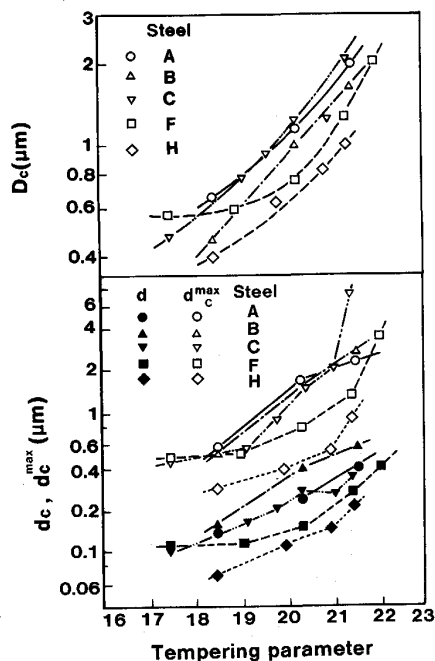


Fig. 2. Changes in mean diameter (d_c), maximum diameter (d_c^{max}), inter-particle distance (D_c) of carbide with stress relief annealing in Steel A, B, C and H.

3.2 SR 処理に伴う炭化物の変化

SR 処理に伴う炭化物の大きさ, 分布状態の変化を観察したところ, SR 処理の進行に伴ってラス境界, パケット境界および旧 γ 粒界に沿って炭化物の析出が進み, しだいに炭化物は大きくなり, 特に旧 γ 粒界でその傾向が著しかった. さらに SR 処理が進むと炭化物の粗大化が進行するとともにその数が減少した. Photo. 1 に F 鋼の $P=19.0$ と 21.4 の時の炭化物の様相を示す.

Fig. 2 に d_c , d_c^{max} 及び D_c の SR 処理に伴う変化を示す. P 値の増加とともに d_c , d_c^{max} 及び D_c は増大する. C, F 及び H 鋼では $P \geq 21$ になると, d_c^{max} は急激に増大する. 鋼種別にみると, Cr, Mo を含む F, H 鋼とくに H 鋼の d_c , d_c^{max} 及び D_c は他の鋼のそれに比べて小さい.

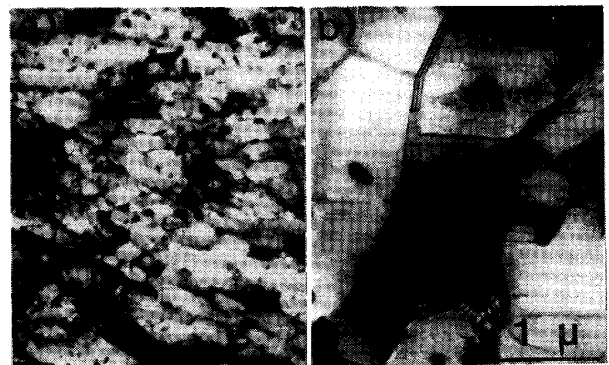
3.3 SR 処理に伴う炭化物の種類の変化

Table 1 に A, C, F, H 鋼の SR 処理に伴う炭化物の変化を示す. A 鋼ではすべての SR 処理条件で M_3C しか観察されなかった. C, F 鋼はほぼ同じ挙動を示し,

Table 1. Change in carbide species with stress relief annealing.

Steel	Carbide	Tempering parameter					
		17	18	19	20	21	22
A	M_3C	d	d	—	d	d	
C, F	M_3C	—	d	d	d	d	
	Mo_2C	—	n. d.	d	d	d	
	$M_{23}C_6$	—	n. d.	n. d.	n. d.	d	
H	M_3C	—	d	d	n. d.	n. d.	
	Mo_2C	—	n. d.	d	d	n. d.	
	M_7C_3	—	n. d.	d	d	d	
	$M_{23}C_6$	—	n. d.	d	d	d	
	M_6C	—	n. d.	n. d.	d	d	

d : Detected n. d. : Not detected — : Not examined



a) $P=19.0$ b) $P=21.4$

Photo. 2. Change in sub-structure with stress relief annealing in Steel F.

主に M_3C が観察され、 $P > 19.5$ で Mo_2C , $P = 21.4$ で $M_{23}C_6$ が観察された。H 鋼では P 値の増加に伴い種々の炭化物が出現し、 $P \geq 20.5$ で M_3C は観察されず、合金炭化物のみとなる。本実験結果はこれまでに報告されている結果とほぼ一致している¹³⁾。

3.4 SR 処理に伴う下部組織の変化

Photo. 2 に F 鋼の P^* 値付近 ($P = 19.0$) と $P = 21.4$ の下部組織を示す。低 P 値では、ラス境界、パケット境界および旧 γ 粒界などに炭化物の析出が、ラス内部では転位の再配列、転位密度の減少が観察された。また、ラス幅の増加も観察されたが、サブグレインの形成は観察されなかつた。 P^* 値付近では炭化物の成長とともに、サブグレインの形成が認められ、サブグレイン内部の転位密度はかなり減少している。SR 脆化が生ずる段階では炭化物の粗大化とともに全領域でサブグレインが形成され、しかもサブグレインの成長が認められた。 P 値がさらに増すと d_s はより増大した。他の鋼においても同様の挙動が観察された。

サブグレインの形成開始は C, F 鋼では $P = 19.1$, H 鋼では $P = 18.5$ で観察された。C, F 鋼は $P = 18.5$ の観察結果がないが、H 鋼に比べ C, F 鋼の方が炭化物の成長が速いことから、C, F 鋼においても $P = 18.5$ においてサブグレインの形成は開始していると考えられる。

Fig. 3 に C, F, H 鋼の d_s と P 値の関係を示す。 P 値の増加とともに d_s は増大する。 $P = 21.0$ 付近までは F, H 鋼の d_s はほとんど同じであるが、 P 値がさらに増加すると、F 鋼の d_s が H 鋼のそれより大きくなる。一方、C 鋼の d_s は F, H 鋼のそれより大きく、 $P > 20.3$ になると、サブグレインを含むラス組織の他に旧

γ 粒径 (約 $20 \mu m$) より大きい再結晶フェライト (α) 粒が観察される (Photo. 3)。粗大再結晶粒内にはサブグレインは観察されず、転位密度も著しく低く、粗大炭化物が見られる。

d_s は D_c と良い相関がみられ、

$$d_s^{-1/2} = 1.63 D_c^{-1/2} - 0.55, (r = 0.99) \dots\dots (4)$$

で表すことができた。ここで r は相関係数である。この結果は炭化物粒子の凝集、粗大化に伴いサブグレインが成長していることを示している。

3.5 SR 処理に伴うシャルピー破面様相の変化

Photo. 4 に F 鋼の $P = 19.0$, および 21.4 におけるシャルピー脆性破面を示す。SR 処理の初期段階では破面は典型的な擬へき開を呈しているが、SR 処理が進行すると破面単位内のティアリッジの数が減少し、しだいにへき開破面の形態に近くなる。他の鋼種においても同様の変化が観察されたが、A, B 鋼では γ 化処理を高温で行ったため、破面単位が大きく、また、低 P 値で一部粒界破壊が観察された。また、C 鋼では組織観察からも明らかのように、SR 処理の進行とともに粗大再結

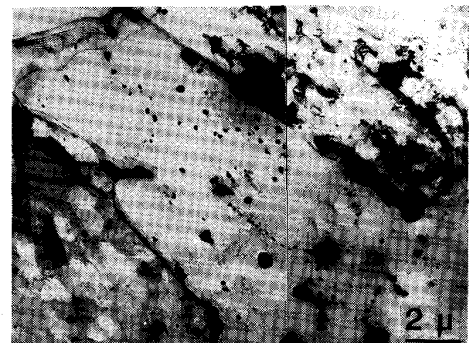


Photo. 3. Coarse recrystallized ferrite observed at tempering parameter of 20.3 in Steel C.

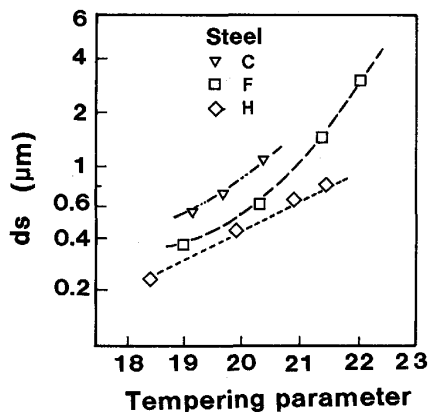
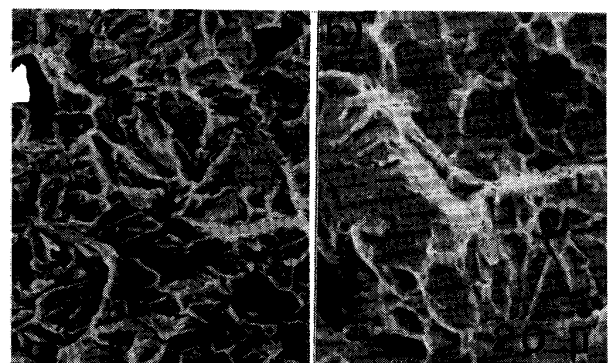


Fig. 3. Change in mean subgrain size (d_s) of tempered martensite with stress relief annealing in Steel C, F and H.



a) $P = 19.0$ b) $P = 21.4$

Photo. 4. Change in appearance of cleavage fracture surface with stress relief annealing in Steel F.

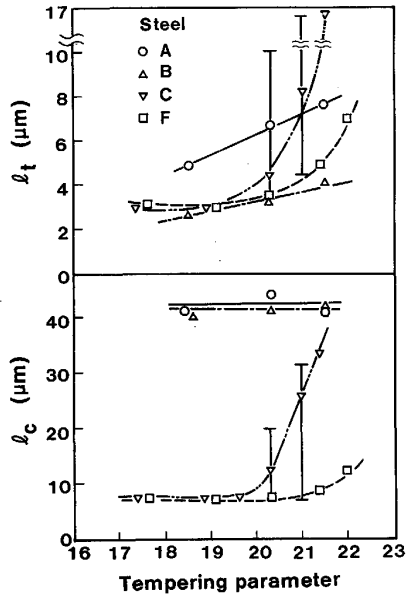


Fig. 4. Changes in mean cleavage facet size (l_c) and mean tear ridge distance (l_t) with stress relief annealing in Steels A, B, C and F.

晶 α 粒が現れ、これに対応して破面単位の大きなへき開破面が観察された。

Fig. 4 に A, B, C 及び F 鋼の SR 処理に伴う l_c 及び l_t の変化を示す。C 鋼を除き $P \leq 21.5$ では l_c は P 値によりほとんど変化しない。この時の l_c は旧 γ 粒径の約 $1/3 \sim 1/4$ であった。 $P=22$ の F 鋼において、 l_c は若干増大した。一方、C 鋼においては粗大再結晶 α 粒の出現とともに l_c は P 値とともに急激に増大する。しかし、ラスが残存している領域の l_c は P 値によらずほとんど一定であった。

l_t に関してはいずれの鋼においても P 値が約 19 以上で P 値とともに増加する。C 鋼においては粗大再結晶 α 粒に対応する破面単位内の l_t は著しく大きかった。また、旧 γ 粒径の大きい A 鋼の l_t は大きい。しかし、A 鋼と同様の旧 γ 粒径を有している B 鋼の l_t は小さい。これは B 鋼の炭素量が高いので、炭化物の体積率が多くなり、炭化物間隔が狭くなることと関係があると推測される。

3.6 SR 処理に伴う脆性破面の塑性変形量の変化

Fig. 5 に A 鋼を $P=18.5$ (P^* 付近) 及び 21.5 (SR 脆化域) で SR 処理し、 -196°C でシャルピー試験した破面の塑性変形量を示す。両試料の衝撃エネルギーはそれぞれ 0.5 kgf-m, 0.2 kgf-m で、脆性破面率はほぼ 100% であった。塑性変形量は破面の表面で大きく、内部へ入るに従い小さくなること、また、SR 脆化が進んだ P 値の大きい試料は P^* 値付近の試料に比べ塑性

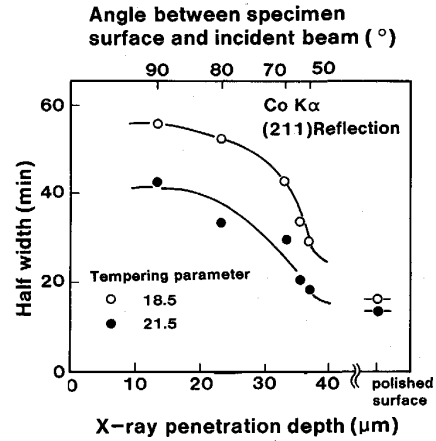


Fig. 5. Change in amount of plastic deformation in the direction vertical to fracture surface measured by changing X-ray penetration depth in Steel A.

Table 2. Plastic deformation, measured by micro-Raué X-ray method, in cleavage fracture facets of Steel A.

Tempering parameter	Half width (mm)	
	Surface fractured at -196°C	Surface polished
18.5	7.3	3.9
21.5	4.5	3.8

変形量は減少することがわかる。研磨面における半価幅は P 値の大きい試料の方が小さく、これは焼もどしの進行による転位密度の低下によるものであるが、この差は小さいので、破面近傍における半価幅の差は塑性変形量の相違と考えてよい。

Table 2 は同じ試料を用い、破面単位内の塑性変形量を測定した結果を示している。 P 値の大きい試料の塑性変形量は P 値の小さい試料のそれに比べて小さい。

4. 考 察

4.1 P^* 値とマイクロ組織及び破面様相の関係

P^* 値は Fig. 1 に示したように鋼種により異なる。そこで、 P^* 値における d_c , d_c^{max} , D_c , d_s , l_c , l_t を Fig. 2~4 より求めて Table 3 に示した。この結果から炭素量のほぼ等しい A, C, F, H 鋼においては P^* 値における d_c , d_c^{max} , D_c , d_s の値はほぼ等しく、その時の l_c , l_t も旧 γ 粒径の同等な C, F 鋼でほぼ同様である。炭素量の高い B 鋼では炭化物の体積率が増加するため、 D_c , d_s が小さくなるが、 d_c^{max} , d_c は他の鋼種とほぼ同じ値を示している。また、 l_t は l_c の同等な A 鋼より小さい。以上の結果から P^* 値は炭化物や下部組織が特定の状態になった時に達成され、本実験結果

Table 3. Microstructure parameter at tempering parameter (P^*) where the lowest ${}_vT_{rs}$ was obtained.

Steel	P^*	d_c (μm)	d_c^{max} (μm)	D_c (μm)	d_s (μm)	l_c (μm)	l_t (μm)
A	18	0.13	0.50	0.60	0.40	42	4.4
B	18	0.13	0.50	0.40	0.25	42	2.6
C	18.5	0.14	0.50	0.66	0.50	8	2.8
F	18.5	0.11	0.50	0.56	0.40	8	3.0
H	19.8	0.11	0.40	0.56	0.45	—	—

によると d_c が約 $0.12 \mu\text{m}$, d_c^{max} が約 $0.5 \mu\text{m}$, D_c が約 $0.6 \mu\text{m}$, d_s が約 $0.4 \mu\text{m}$ となった時である。

炭素鋼の焼もどしの第4段階における炭化物の成長はオストワルド成長の理論により説明でき、サブグレインの大きさは炭化物の平均間隔により決まると報告されている¹⁴⁾。オストワルド成長の理論による M_3C 粒子の成長に及ぼす合金元素の影響は次式で示される¹⁵⁾。

$$r^3 - r_0^3 = \frac{8\sigma V D_M}{27 RT(1 - K)^2 U_M} t \dots\dots\dots (5)$$

ここで、 r は時間 t における平均粒子径、 r_0 は $t=0$ における平均粒子径、 σ は M_3C 粒子と α 母相間の界面エネルギー、 V は 1 mol あたりの M_3C のモル容積、 R はガス定数、 T は加熱温度、 D_M は合金元素 M の α 中における拡散係数、 U_M は合金元素 M の濃度、 K は合金元素 M の M_3C と α への分配係数を表す。700 °C における D_{Mn} , D_{Cr} , D_{Mo} を $\alpha\text{-Fe}$ 中の拡散係数¹⁶⁾ の外挿値から求めるとそれぞれ 6.54×10^{-13} , 3.47×10^{-13} , $6.04 \times 10^{-13} \text{ cm}^2/\text{s}$ となりオーダー的には等しいと考えられるので、(5)式より K が大きい元素は M_3C の成長を遅らせる¹⁵⁾。Mn, Cr, Mo の 700 °C における K の値はそれぞれ 10.5, 28, 7.5 と報告されており¹⁷⁾¹⁸⁾ M_3C の成長を抑制するうえで有効な元素である¹⁵⁾。(5)式を用い Mn, Cr, Mo を単独で等量添加したことによる $r^3 - r_0^3$ の値を計算すると約 15 : 1 : 30 となり、Cr の M_3C の成長抑制効果が Mn, Mo のそれより大きいことがわかる。定量的な議論はできないが、1.5Mn 鋼 (A, B 鋼) より 1.5Mn-0.5Mo 鋼 (C 鋼), 0.5Mn-1Cr-0.5Mo 鋼の方が、さらに 0.5Mn-2.15Cr-1Mo 鋼 (H鋼)の方が M_3C の成長が遅くなり、ある一定の炭化物粒子径が得られる P 値は大きくなることは理解できる。前報⁶⁾で報告したように P^* 値を増加させる効果は Mn, Cr より Mo の方が大きかった。これは Mo の多量添加は Table 2 に示したように合金炭化物の析出を促進し、合金炭化物は鉄炭化物に比べ成長速度がはるかに小さい¹⁵⁾ ので、炭化物の平均粒子径は小さくなるためと考えられる。

d_c の低下は D_c , d_s の低下をもたらすので、Mn, Cr, Mo の増加により D_c , d_s も小さくなる。C 鋼で SR の

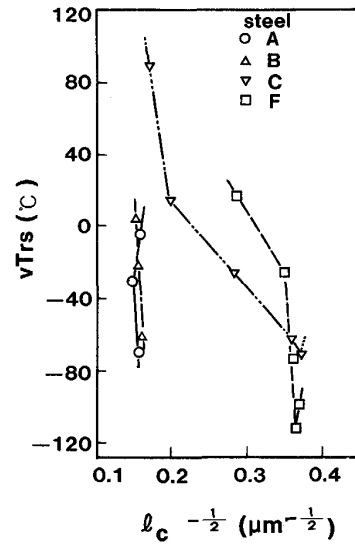


Fig. 6. Relationship between ${}_vT_{rs}$ and l_c .

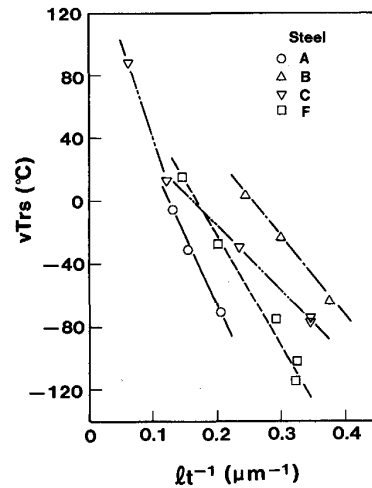


Fig. 7. Relationship between ${}_vT_{rs}$ and l_t .

進行に伴い粗大 α 粒が形成された原因の詳細は検討していないが、C 鋼では他の鋼に比べ帯状のマイクロ偏析が顕著で、これに対応し粗大 α 粒は帯状に形成される³⁾。すなわち、負偏析帯で合金元素低減による d_c の粗大化が生じ、その結果 d_s の成長が起こったと推察される。

4.2 SR 脆化と破面様相の関係

Fig. 6 に ${}_vT_{rs}$ と l_c の関係を示す。A, B, F, H 鋼では SR 処理により l_c はほとんど変化しないので、 ${}_vT_{rs}$ の上昇は l_c の粗大化とは関係ないことがわかる。一方、C 鋼においては再結晶 α の粗大化に対応し l_c の増大がみられるが、 ${}_vT_{rs}$ と $l_c^{-1/2}$ の間には直線関係⁹⁾¹⁰⁾はみられず、 l_c の粗大化のみで ${}_vT_{rs}$ は説明できない。

Fig. 7 に ${}_vT_{rs}$ と l_t との関係を示す。 ${}_vT_{rs}$ は l_t^{-1} の

低下とともにほぼ直線的に上昇する。ティアリッジは破面単位の境界に比べクラック伝播に対する抵抗力は小さいが、局所的な塑性変形の集中により破壊の抵抗となるので、 l_t が大きくなることは破壊に対する抵抗が減少することを示している。これは Fig. 6 や Table 2 で示した破面全体や破面単位内の塑性変形量の値が SR 脆化材で小さくなることから推察される。

焼もどしマルテンサイト組織鋼において、ティアリッジは旧 γ 粒を分割しているパケット内にあるバリエーションの異なるマルテンサイト境界を脆性き裂が通過する時生ずる塑性的引きちぎれと考えられている⁹⁾。本実験では SR 脆化が生ずる領域ではマルテンサイトが十分に回復または再結晶しているためこの境界を確認することはできなかった。ただし、 $P > 21$ の場合、C、F 鋼において l_t に相当する粒径を有する再結晶粒が観察された。

4.3 SR 脆化とマイクロ組織の関係

vT_{rs} は脆性破壊応力 σ_f と降伏応力 σ_y との関係で決まり、 σ_y の上昇または σ_f の低下は vT_{rs} の上昇をもたらすことが知られている。SR 処理に伴う P 値の増加と vT_{rs} の関係を模式的に示すと Fig. 8 の実線となる。これは σ_y の低下による vT_{rs} の低下と σ_f の低下による vT_{rs} の上昇の結果と考えられる。そこで、 σ_f の低下に関係するマイクロ組織の変化を考察する。

第 2 相粒子が均一に分散した多結晶材料の σ_f は、

$$\sigma_f = \frac{4G\gamma_p}{k_y} d_G^{-1/2} \dots\dots\dots(6)$$

で与えられる⁹⁾。ここで、 G は剛性率、 k_y は σ_y の結晶粒径依存性を示すパラメーター、 γ_p はき裂進展に際し単位面積当たりになされる仕事、 d_G は結晶粒径の $1/2$

を表す。焼もどしマルテンサイト組織の場合 $2d_G = l_c$ である⁹⁾¹⁰⁾。C 鋼では粗大再結晶 α 生成に起因する l_c 増加による σ_f の低下が起こっている。他の鋼では、 P 値増加による l_c の増加はほとんどなく、 l_t の増加すなわち裂進展中の塑性変形量 V_c の低下及び σ_y の低下に起因する $\gamma_p (= \sigma_y \cdot V_c)^{20)}$ の低下による σ_f の低下が起こっていると考えられる。

l_t は D_c や d_s の 2~6 倍ほど大きく、これらと直接の対応関係はない。Photo. 1 b) に示すように、 $P = 21.4$ の場合、レプリカ観察で旧 γ 粒径より小さく、 d_s より大きい再結晶粒が観察された。この再結晶粒の大きさは F 鋼で 3~5 μm ($P = 21.4$)、5~10 μm ($P = 22.0$)、C 鋼で 3~5 μm ($P = 21.0$) であり、それぞれの l_t の値 4.8 μm 、6.9 μm 、4.4 μm に近い値であった。測定例は少ないが、 $P > 21$ ではこの再結晶粒界とティアリッジが対応していると考えられる。薄膜観察によるサブグレインはこの再結晶粒の径方向に 2~4 個存在していることになる。 $P < 21$ においてこのような再結晶粒が観察されない場合も数個のサブグレイン粒界の一つがティアリッジを形成するのに働いていると考えられる。そこで、 vT_{rs} ($^{\circ}\text{C}$) と d_s (μm) の関係を C、F、H 鋼に関し求めた結果、 P 値が 19~22 の範囲にわたって、 $vT_{rs} = -54 d_s^{-1} + 16$ ($r = 0.962$) $\dots\dots\dots(7)$ の関係式が得られた。この結果は上記考え方を支持していると思われる。

Hahn と Rosenfield²¹⁾ 及び Hodgson と Tetelman²²⁾ は 1 μm 以上の析出粒子が存在するとその粒子自身またはその界面の割れが σ_f に影響を与えると報告している。この場合、 σ_f は析出粒子に発生した割れが α 中を伝播するのに必要な応力で決まるとされ、次式で与えられている²²⁾。

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{4E\gamma_p}{(1-\nu^2)d_c^{max}}} \dots\dots\dots(8)$$

ここで、 E はヤング率、 ν はポアソン比である。(8)式から $d_c^{max-1/2}$ の減少とともに σ_f は直線的に低下することがわかる。

Fig. 9 は vT_{rs} と d_c^{max} の関係を示したもので、A、B、C、F 鋼とも $d_c^{max-1/2}$ が約 1.1 $\mu\text{m}^{-1/2}$ 以下に低下 (d_c^{max} が約 0.95 μm 以上に増加) すると vT_{rs} は直線的に上昇することがわかる。 $d_c^{max-1/2} > 1.1$ では直線関係が崩れるとともに鋼種間のばらつきが大きくなる。なお、C 鋼は $d_c^{max-1/2} \leq 0.7$ で vT_{rs} がこの直線からずれるが、これは l_c の増加による vT_{rs} の上昇が加わったためである。

粗大炭化物の割れによる vT_{rs} の上昇が起こると靱性-

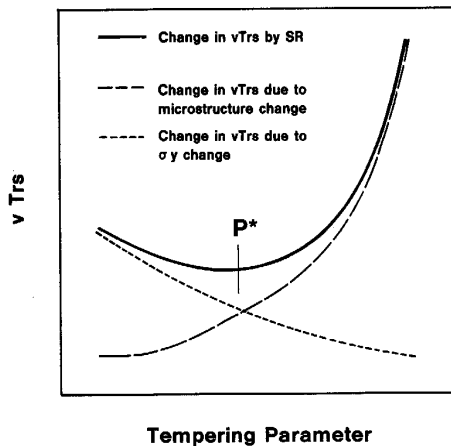


Fig. 8. Schematic representation for change in vT_{rs} by stress relieving.

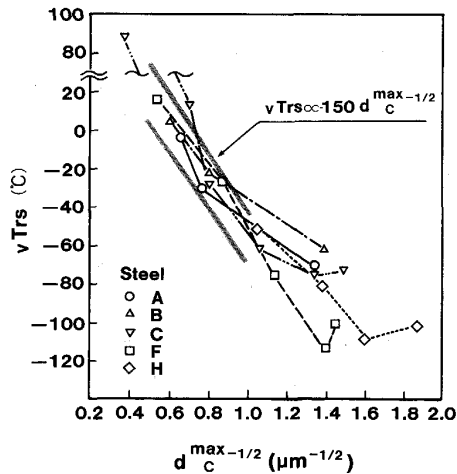


Fig. 9. Relationship between vT_{rs} and d_c^{max} .

脆性遷移温度域 (ΔT_r) が広がることが知られている²³⁾が、本実験でも Fig. 1 に示したように P 値の増加すなわち炭化物の粗大化とともに ΔT_r が増大した。

以上まとめると、(1)SR 処理の初期段階ではマルテンサイトの回復、再結晶に伴う σ_y 低下により vT_{rs} が低下する。この時 d_c 、 d_c^{max} 、 D_c 、 d_s などの下部組織の変化は少ないので σ_f の低下による vT_{rs} の上昇は少ないと考えられる。(2)さらに SR が進行すると下部組織の成長が起こり、パッケージ内のパラントの異なるマルテンサイト境界の間隔が広くなり、その結果 γ_p の低下を通じて σ_f が低下し、 vT_{rs} の上昇が起こる。この vT_{rs} の上昇は σ_y 低下による vT_{rs} の低下分より大きいので、結果として SR 処理による vT_{rs} の上昇が起きる。この(1)から(2)への遷移点が vT_{rs} が最も良好となる P^* 値である。(3)また、 d_c^{max} が $1\mu\text{m}$ 以上となる SR 処理を施すと炭化物自身やその界面の割れによる σ_f 低下が起こり、これによる vT_{rs} 上昇が加わると考えられる。

5. 結 言

(1)SR 処理の進行に伴い、炭化物の平均粒径 (d_c)、最大粒径 (d_c^{max})、炭化物の平均間隔 (D_c)、サブグレインの平均粒径 (d_s) は増加した。

(2)SR 処理の進行に伴い、脆性破面の破面単位の大さき (l_c) は C 鋼を除きほとんど変化しないが、ティアリッジの平均間隔 (l_t) は増大し、破面の塑性変形量は減少した。この結果はき裂先端近傍でなされる仕事 (γ_p) の低下による破壊応力 (σ_f) の低下が起こったことを示している。

(3)SR 脆化はティアリッジの生成原因となるパケッ

ト内の下部組織の間隔が広がったことによる γ_p の低下に伴う σ_f の低下で定性的に説明できる。

(4) d_c^{max} が $1\mu\text{m}$ 以上の場合、SR 脆化は(3)で述べた原因の他に炭化物自体または炭化物と α 母相界面の剥離による σ_f の低下が加わると考えられる。

(5)Mn, Cr, Mo 量の増加により SR 脆化が起こりにくくなるが、これは Mn, Cr, Mo が炭化物のオストワルド成長を抑制し、 d_s や d_c^{max} の増加を抑制するためと考えられる。

文 献

- 1) 宮野樺太男, 島崎正英, 長谷川昭夫: 日本製鋼所技報, (1971) 29, p. 11
- 2) 榎並禎一, 佐藤新吾, 田中智夫, 船越督巳: 川崎製鉄技報, 6 (1974), p. 145
- 3) 勝亦正昭, 小出憲司, 梶 晴男: 鉄と鋼, 75 (1989), p. 353
- 4) 長嶋晋一, 森 直道, 土生隆一, 千々岩力雄: 鉄と鋼, 51 (1965), p. 2037
- 5) 権藤 永, 西 正, 榊原瑞夫: 鉄と鋼, 53 (1967), p. 494
- 6) 権藤 永, 佐藤 誠, 榊原瑞夫: 製鉄研究 (1967) 258, p. 7305
- 7) A. H. ROSENSTEIN and W. H. ASCHE: Temper Embrittlement in Steel, ASTM STP 407 (1968), p. 20
- 8) 佐久間健人, 西沢泰二: 日本金属学会会報, 10 (1971), p. 279
- 9) 松田昭一, 井上 泰, 三村 宏, 岡村義弘: 鋼の強靱性 (1972), p. 47 [Climax Molybdenum Development Company (Japan) Ltd.]
- 10) 寺崎富久長, 大谷泰夫: 鉄と鋼, 58 (1972), p. 293
- 11) B. D. CULLITY 著, 松村源太郎訳: X 線回折要論 (1961), p. 266
- 12) V. M. FINKEL and P. I. KROTENK: Fizika Metal, 11 (1961), p. 601
- 13) 例えば R. G. BAKER and J. NUTTING: J. Iron Steel Inst., 192 (1959), p. 257
- 14) G. R. SPEICH and W. C. LESLIE: Metall. Trans., 3 (1972), p. 1043
- 15) 佐久間健人: 日本金属学会会報, 20 (1981), p. 247
- 16) H. OIKAWA: Technology Reports, Tohoku Univ., 47 (1982), p. 215
- 17) A. HULTGREN, L. F. DONAGHEG and M. HILLERT: Acta Metall., 20 (1953), p. 847
- 18) 佐藤知雄, 西沢泰二: 日本金属学会誌, 19 (1955), p. 385
- 19) A. S. TETELMAN and A. J. McEVILY, Jr.: Fracture of Structural Materials (1967), p. 266 [John Wiley & Sons, Inc.]
- 20) A. S. TETELMAN and A. J. McEVILY, Jr.: Fracture of Structural Materials (1967), p. 71 [John Wiley & Sons, Inc.]
- 21) G. T. HAHN and A. R. ROSENFELD: Acta Metall., 14 (1966), p. 1815
- 22) D. E. HODGRON and A. S. TETELMAN: Fracture 1969 Proc. 2nd Int. Conf. Fracture, ed. by P. L. PRATT, England (1969), p. 266 [Chapman and Hall Ltd.]
- 23) N. P. ALLEN: J. Iron Steel Inst., 174 (1953), p. 108