析出硬化型ステンレス鋼の脆性破壊*

千 田 哲 也** 松 岡 一 祥***
林 慎 也*** 高 橋 千 織***
古 谷 典 子*** 北 村 茂***
渡 邊 巖*** 間 島 隆 博***
西 森 勇****

Brittle Fracture of Precipitation Hardening Stainless Steel

By Tetsuya Senda, Kazuyoshi Matsuoka, Shinya Hayashi, Chiori Takahashi, Noriyuki Kotani,
Shigeru Kitamura, Iwao Watanabe, Takahiro Majima, Isamu Nishimori

Fracture of a hook of a launching strop used for lifting a launch on a patrol vessel is investigated in detail. The hook was made of a precipitation hardening stainless steel (JIS SUS630). No apparent deformation was observed in the hook and the fracture surface exhibited features of brittle fracture, such as chevron patterns in macroscopic observations and quasi-cleavage fracture in scanning electron microscopy. Hardness measurement revealed that the material was harder than expected from the prescribed heat treatment conditions. Charpy impact energy was less than one-half of the value in the literature. Elemental distribution maps obtained by electron-probe microanalysis showed segregations of the major additives including chromium, nickel and copper. The distribution patterns suggest that the segregations were formed during the die forging. These segregations may have formed low-toughness phases in the matrix. It is concluded that non-uniform microstructure with substantial segregation is responsible for the brittleness, or low toughness, probably caused by inadequate forging conditions such as low temperature and high pressing speed.

1. 緒 言

高強度材料の使用による機器の小型軽量化は、船用機器の高性能化の方策のひとつである。熱処理により微量元素を析出させて強化する材料である析出硬化型ステンレス鋼(PHステンレス鋼)は、1000MPaレベルの強度を有する高強度材料であり、シャフト、ポンプ、バルブ等に広く使用されている。一方で、一般に高強度材料は靱性が低くなる傾向があり、衝撃的な荷重により脆性的な破壊を起こすことがある。析出硬化型材料では、強度や硬さ等の機械的性質は熱処理により決定される。

熱処理条件の選択にあたって強度と靱性のバランスに配慮する必要があるほか、製作・加工時にも温度管理には特に注意を要する。

平成8年(1996年)9月に巡視船に搭載された警備救難艇を吊下げるランチング・ストロープのフックが破断し、搭載艇が片吊り状態になる事故が発生した。破損したフックは析出硬化型ステンレス鋼の一種であるSUS630で製作されていた。事故原因として材質に問題がある可能性が認められ、この事故が材料の高性能化に伴う問題として重要であると考えられるため、詳細な原因調査を行った。

2. 調 査 方 法

まず、フックの製作方法及びSUS630ステンレス鋼の諸性質について、聞き取り及び文献調査を行

*原稿受付 平成10年2月23日

**正会員 運輸省船舶技術研究所(三鷹市新川6-38-1)

***運輸省船舶技術研究所(三鷹市新川6-38-1)

****海上保安庁(千代田区霞ヶ関2-1-3)

った。つぎに、破断の過程を明らかにするために、外観検査、破面の観察を行った。また、材料の機械的性質を調べるために破損フックから試験片を切り出し、硬さ測定とシャルピ衝撃試験を行った。さらに、材質の問題を検討するために、破面近傍の断面について、EPMA(電子プローブマイクロアナライザー)で元素分析を行った。試料としては、破損したフック(試料Bとよぶ)のほかに、破損フックとペアで使用されていた同一製作ロットのフック(試料P)、製作時期の異なる未使用フック(試料N)及び別途入手したSUS630棒材(非鍛造品、JISの熱処理記号ではH1150、試料Rとよぶ)を適宜参照材として用いた。

3. 調査結果

3.1 フックの仕様・製作方法 ランチング・ストロープ用フックはSUS630製の鍛造品である。搭載艇の重量は満載状態で3000kgとされ、同型のランチング・ストロープ2本で吊り下げるになっている。安全係数を6として、安全荷重は $(3000/2) \times 6 = 9000\text{kgf}$ (88.2kN)で設計されている。製造されたフックは、ランチング・ストロープに組み立てた状態で3000kgf(29.4kN)の静荷重試験を受けている。事故発生時の使用状況については、異常な低温、衝撃的な荷重の負荷、取り扱い手順の誤り等の想定外の状況はなかったと報告されている。

フックは、100個を単位として製造され、その手順は図1に示すように、概ね以下の通りであったと報告されている。材料は直径42mmの丸棒で入手し、フック1個分の長さに切断し、1150℃に加熱して所定の厚さに鍛造により伸ばした後、フック形状に曲げる。ショット・ブラストをかけた後、再度1150℃に加熱して、空冷鋳型を用いた型鍛造により成形する。この鍛造はエア・ハンマを使って1回の加圧で完了する。バリ取りのためのグラインダー研磨を行い、ショットブラストをかけ、酸

図1 フック製造のフロー

洗いをしてから傷等の検査を行う。錆をグラインダーで除去し、研磨して仕上げる。成形されたフックは、シャックル、ロープ返しを取り付けるための穴明けを行ったのち、析出硬化のための時効熱処理を行う。温度は580℃で、4.5h保持した後自然空冷される。ロープ返し用ピン加工、メッキ等の表面処理を行って最終的に組立てられる。完成後、アムスラー横型引張試験機で静荷重試験(上記の3000kgfでの試験)を行い、変形等の異常の有無を検査する。

3.2 材料の性質^{1)・5)} フックに使用されたSUS630(17-4PHステンレス鋼)は、Armco Steel Corp.で開発された代表的な析出硬化型ステンレス鋼の一つである。高強度であり、マルテンサイト系ステンレス(たとえばSUS410等)に比較して成形性、溶接性、耐食性に優れている。化学成分のJIS規格¹⁾は表1に示すとおりである。主な添加元素として17%Cr、4%Ni、4%Cuを含む鋼で、時効処理を行うことにより炭素量の低いマルテンサイト中に銅を主成分とする微細析出相を生成させて高強度化する。炭素の含有量を低く(0.07%以下)抑えることで固溶化熱処理後の硬さを低減し、加工性を向上させている。また、炭化物を形成させて炭素を安定化し、マルテンサイトの硬度を低くす

表1 SUS630の化学組成(質量%)¹⁾

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Cu	Nb
≤0.07	≤1.00	≤1.00	≤0.040	≤0.030	3.00~5.00	15.00~17.50	3.00~5.00	0.15~0.45

表2 熱処理条件と機械的性質¹⁾

熱 処 理			機 械 的 性 質						
記 号		条 件	耐力 (MPa)	引張強さ (MPa)	伸び (%)	絞り (%)	硬 さ		
							H B	HRC	Hv相当
固溶化		S 1020～1060℃ 急冷					≦ 363	≦ 38	≦ 380
析 出 硬 化	H 900	S 処理後 470～490℃ 空冷 (AC)	≧ 1175	≧ 1310	≧ 10	≧ 40	≧ 375	≧ 40	≧ 400
	H 1025	S 処理後 540～560℃ 空冷 (AC)	≧ 1000	≧ 1070	≧ 12	≧ 45	≧ 331	≧ 35	≧ 350
	H 1075	S 処理後 570～590℃ 空冷 (AC)	≧ 860	≧ 1000	≧ 13	≧ 45	≧ 302	≧ 31	≧ 320
	H 1150	S 処理後 610～630℃ 空冷 (AC)	≧ 725	≧ 930	≧ 16	≧ 50	≧ 277	≧ 28	≧ 290

るためNbを添加している。

表2に示すように、本材料の性質は熱処理により決定される。1020℃～1060℃の固溶化温度からの急冷(S処理)によりマルテンサイト組織となる。マルテンサイト変態を完了させるためには、32℃以下に冷却する。銅を含む強化相を析出させるための析出硬化熱処理(または時効処理、H処理ともいう)は、目的とする強度、硬さ、靱性のかねあいに、最適の温度を選択することになっている。もっとも低温で処理されるH900処理では、最高の強度と硬さが得られるが靱性は低く、熱処理温度が高くなるほど強度と硬度は低下し靱性が向上するという傾向を示す。製造方法に示されたこのフックの熱処理条件はH1075に相当する。

加工に当たり留意すべき点として、文献にいくつかの指摘が示されている。銅は析出硬化に必要な元素であるが、過大に含有すると熱間加工性が低下して製造が困難になるとともに靱性が低下する。偏析により濃度のばらつきの起きやすい铸造品等では銅を3%以下に抑える方がよいとされる。また、クロム、ニッケルのバランス上、 δ フェライト相が残存するため熱間加工性はあまりよくないとされる。特に大型の鍛造では、表面および中心部に割れが発生しやすい。このため、鍛造の圧下量を小さくし、鍛造温度範囲を1120℃～1180℃に保持する等の注意が必要とされる。鍛造終了後の冷却は空冷でよいが、いったん鍛造前の加熱温度に再加熱することが望ましい。また、耐食性に関しては、塩化物水溶液等により応力腐食割れを生じることがあり、割れ感受性は強度が高いほど大きいとされる。

3.3 破断面の観察 図2に、フックの全体写真を示す。破断部の破面はほぼ完全に合致する。また、破片を組み合わせた状態でロープ返しの開閉が可能であり、全体の寸法変化(伸び)はほとんどない。

図2 破断したフックの外観

図3 フックの破断面のマクロ写真

図3に破断面の光学写真を示す。周辺にはシャー・リップ(shear lip)とみられる傾斜部分が観察されたが、中央部は平坦な梨地状破面で、シェブ

図4 破断面のSEM(走査電子顕微鏡)写真

図5 破断起点近傍のSEM写真

ロン・パターン (chevron pattern, 山形模様または矢筈模様) が観察される。その山形の頂点方向に、幅7mm、最大深さ1mmの腐食による変色部があり、あらかじめ存在したき裂(以下、初期き裂という)と考えられる。破断面の特徴は、この初期き裂が起点となった脆性的な破壊であることを示唆し

ている。また、内部(写真のV部)には、多数の筋状のき裂が観察された。

初期き裂(破断の起点と思われる変色部分)付近のSEM写真を図4に示す。今回の破断の開始点と思われるシェブロン・パターンの頂点付近(「観察位置」として示した部分)について、さらに詳細に観察したものを図5に示す。変色のあった初期き裂は、図5の写真ではC部であるが、腐食生成物に厚く覆われており、観察からは初期き裂が形成された原因は特定できなかった。しかし、古いき裂であること及び鋭くないこと等から、鍛造または曲げ加工時にできたき裂またはシワである可能性が高い。梨地状でシェブロン・パターンが観察された部分はQ部であるが、延性的特徴は少なく、脆性破壊で生じる破面的一种である擬へき開破面とみられる。破面観察から破壊のプロセスを推定すると、もともと存在した初期き裂(変色部)を起点とする脆性的な破壊による破断に至ったと考えられる。

3.4 機械的性質の計測 硬さは簡便な測定で、機械的性質(強度・靱性)との関連もあるデータが得られるため、破面の近傍の断面でピッカース硬さ測定(300kg, 15s)を行った。その結果、断面5カ所での測定でのそれぞれ5点測定した平均値が382から402までの範囲であった。位置による差は小さく、全体を平均すると391であった。JIS G 4303ではH1075材の下限值のみが規定(HB302以上, Hv320以上に相当)されているため規格を満たしてはいるが、H1075材の文献値の360²⁾と比較するとかなり高い。高硬度の熱処理を行うと強度は向上するが靱性は低下する傾向があることから、本材料は設計値より脆化していると推定される。

材質の脆化が疑われるため、破損フック(試料B)及び製作ロットの異なる未使用フック(試料N)からシャルピ試験片(JIS 3号試験片)をそれぞれ2点切り出して、0℃におけるシャルピ衝撃エネルギーを測定した。ノッチはフックの内側曲面方向に設けた。衝撃エネルギーの測定結果を表3に示す。衝

表3 シャルピ衝撃試験結果

	破損フック(B)	未使用フック(N)
衝撃エネルギー(J)	20.6	59.8
衝撃値 (J/cm ²)	25.7	74.8

撃エネルギーは試料Nで約60Jであったが、試料Bでは約20Jと1/3程度に低下していた。文献²⁾に示されるH1075材のシャルピ衝撃エネルギー(室温)は約54Jであり、破損品ではこれを大きく下回ってH900材に近い値であった。なお、文献²⁾では0℃と20℃の値の差は8%程度である。

図6は、シャルピ衝撃試験での荷重の測定結果であるが、試料Nに比較して、試料Bでは短時間で破壊が起きていることがわかる。シャルピ試験の破面を観察すると、試料Bでは脆性的(擬へき開破面)であったのに対して試料Nでは延性的な特徴(ディンプル)があわせて観察された。これらの試験から、破損フックの材料は、熱処理条件から想定されるものより高硬度・低靱性であるとの結論を得た。

3.5 組成・組織分析 硬さ、シャルピ衝撃エネルギーがともにH900～H1025材程度の値であることから、析出硬化処理の温度が低すぎたことが疑われるが、析出硬化熱処理の炉の温度記録を見る限りでは温度履歴に問題はなかったと考えられる。そこで、脆化の原因を調べるためにEPMA(電子プローブ・マイクロアナライザ)による化学

図6 シャルピ衝撃試験における時間一荷重曲線。横軸は時間、縦軸は荷重；(a) 試料B, (b) 試料N

表4 EPMAによる化学成分分析結果(質量%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Cu	Nb	Al	V	Co	Fe
0.008	0.259	0.592	—	—	3.787	16.279	3.165	0.214	0.054	0.059	0.033	74.704

分析を行った。

まず、化学組成が規格に適合しているかを調べるために、定性・定量分析を行った。定性分析から存在が明確に確認できた元素は、C, Si, Cr, Fe, Ni, Cuであった。主な元素について、断面内9箇所、プローブ径を20 μm として定量分析を行った。断面内の分析位置による差は小さく、組成の平均値は表4の通りであり、表1に示すSUS630のJIS規格の範囲内であった。

次に、主な構成元素について、破断部近くの断面7箇所において、150 μm ×150 μm の範囲で面分析(マッピング)を行い、元素の相対的な分布を調べた。代表的な結果を図7に示す。濃度が高いほど白く(明るく)表示されている。主な構成元素のなかで鉄(Fe)は均一に分布しているが、クロム(Cr)には帯状または粒子状に濃度の高い領域があり、その部分ではニッケル(Ni)と銅(Cu)の濃度が

低く、これらの元素は偏析していることがわかった。Crが富化している領域ではNiとCuの固溶量が十分ではなく、Fe-Cr相を形成していることも考えられる。

偏析している元素(Cr, Ni, Cu)について、図8に参照材のEPMAの分析データと比較した結果を示す。未使用フック(試料N)の分析箇所にあわせて破損フック(試料B)もここでは先端部から得た試料を用いたため図7とは少しパターンが異なっている。試料NにはCr等の偏析パターンがわずかにみられたが、試料Bに比較すると均一分布といえる。また、試料R(非鍛造材)ではNi, Cr, Cuに格別の偏析はみられず、均一な分布をしている。なお、破損フックとペアであったフック(試料P)には試料Bとほぼ同様の偏析があった。したがって、この偏析は、破損品と同一ロットの製品に特有のものと考えられる。

図7 破断フック材料の元素の分布(試料B)

図8 偏析した元素分布の比較；(a) 試料B, (b) 試料N, (c) 試料R

図9 Niの分布パターンの場所による違い
(試料B)

図9は、偏析相の形態の分布を調べるために、Niの面分析を断面各部で比較したものである。Niの偏析領域のパターン(パターンはCr, Cuも同様である)は、断面の位置によって異なり、概ね型鍛造(フック形状への最終的な鍛造)時の物質移動の流れに沿っている。それ以前の加工・処理による偏析であれば、固溶化熱処理温度以上に加熱される型鍛造時に再度均質化されるはずであることから、この偏析は型鍛造加工時に形成されたものと推定される。

4. 考 察

鋼材の脆性破壊は、切欠きなどの応力集中部のある材料が低温で高速の変形(衝撃的な荷重)を受ける場合に起きる。観察された初期き裂は脆性破壊の主たる原因となるほどの大きさではなく、また使用条件(温度、荷重)にも特に異常はなかったと報告されている。一方、硬さ測定とシャルビ衝撃試験結果から、材料自身が所定の靱性値を有せ

ず、脆化していることは明らかで、これが破断の直接的原因と考えられる。

SUS630は、固溶化熱処理においてCuを固溶させ、析出硬化熱処理によって微細なCu-richの析出相を形成させて強化をはかっているが、Cu量が多すぎると靱性を低下させると言われる。また、Fe-Cr相で形成される可能性のあるFe-Cr金属間化合物(シグマ相)もまた靱性低下の原因となると考えられている。Cuの偏析はCu量過剰の部分を局所的に生成し、Cr過剰領域ではFe-Cr化合物の生成の可能性も考えられることから、EPMA分析で明らかになったNi, Cr, Cuの偏析による脆化の可能性が強く示唆される。なお、材料の低靱性化の原因として水素脆化の可能性もあるが、明確な特徴は全くみられない。

組成分布のパターンから、偏析は型鍛造時に形成されたと推測される。熱処理により性質を調整している材料においては、鍛造時の温度管理は特に重要で、低すぎる温度での鍛造は割れ発生や低靱性相の析出の可能性があるとされる。図1に示される製造方法を検討すると、独立した固溶化熱処理工程がなく、鍛造時の加熱を固溶化熱処理としている。鍛造温度が低すぎたり加工速度が速すぎると、所要の熱処理条件が満たされず、均質な固溶化組織が得られなくなるとともに、3.2で述べたように割れが発生しやすくなることから、注意深い温度管理が必要である。また、冷却温度が遅すぎると固溶限を越えた元素の析出による偏析が起きる可能性がある。製造手順によれば、鍛造時の加熱温度は1150℃で十分高いことになっているが、実際に鍛造が施工されるときは記録されていない。型鍛造時の温度管理に問題があったことは、材料内部の欠陥(図3のV部)及び鍛造時に生じたしわと考えられる初期き裂の存在からも示唆される。これらを総合すると、型鍛造時の温度管理が適切でなかったために、偏析による低靱性相の生成及び応力集中の原因となる鍛造欠陥の形成があり、これらによる材料の脆化(靱性低下)が脆性破壊の根本的な原因であったと考えられる。

5. 結 言

析出硬化型ステンレス鋼(SUS630)製のフックの破断事故の原因の調査を行った。破面観察結果は

脆性的な破壊を示唆し、硬さとシャルピ衝撃試験結果から、材料が低靱性であったことが明らかになった。元素分析によりクロム等の偏析がわかり、鍛造時の温度管理が不適切であったために低靱性相を形成したという結論を得た。製作にあたり、鍛造時の熱管理が重要であることが明らかとなった。

謝 辞

SUS630の諸性質、加工(特に鍛造)についてご教示をいただいた羽田晋介氏(神戸製鋼所)及び小賀正樹氏(明電舎)に謝意を表します。

参 考 文 献

- 1) 日本工業規格JIS G 4303.
- 2) ステンレス協会編, ステンレス鋼便覧, 642-645, 日刊工業新聞社.
- 3) 日本鉄鋼協会編, 鉄鋼便覧第3版; IV鉄鋼材料, 試験・分析, 165-167, 丸善.
- 4) 塚本・松木・矢ヶ崎, 金属学会報, 3-11(1964)615-621.
- 5) 川畑・藤田・江波戸, 金属学会報, 3-11(1964)649-671.

質 疑 応 答

質問者 ナカシマプロペラ(株) 大内一之

〔質問〕

SUS630の鍛造品が所定の強度を持っていない事例の報告で、一歩間違えば大事故を起こす可能性もある問題であり、メーカーとしては大いに考えさせられる問題です。SUS630の場合、現在の市場ではミルシートの様なものがあるのか、又それが信用できるのか。鍛造品の場合、これらが規定通り行われているかの証明はあるのか。又、不良品を見分ける手立てはあるのか、差し支えなければ教示いただきたい。

〔回答〕

今回の事故は、材料そのものではなく、加工(特に鍛造)に問題があったと考えています。したがって、ミルシート等による材料の検査よりは、加工工程の管理が重要です。特に、熱処理により性質を調製する材料を用いる場合には温度管理がきわめて重要で、今回の製品の場合、独立した固溶化熱処理工程が鍛造の後にあれば、たとえ鍛造に不適切な点があっても事故にいたる欠陥にはならなかったと推定されます。

製品の検査、または所期の性能があることの証明に関しては、今回のフックでは静荷重負荷によるブルーフ試験が行われておりましたが、強度は十分でも靱性が不足するような場合には有効ではありませんでした。このSUS630についていえば、靱性が不足する場合には硬度が高くなっており、硬さを調べれば靱性の推定が可能と思われます。

非破壊的な検査については、必ずしも容易ではありません。著者らのグループでは、超音波及びバルクハウゼン・ノイズによる評価を試みましたが、後者では有力なデータは得られませんでした。超音波の底面エコーを調べたところ、試料Nとの比較で、試料B(破損したフック)のほうがエネルギー損失は小さく、エコーの低周波成分が高いという結果を得ました。これは、超音波法の可能性を示していますが、実用的な方法とするためには、系統的な実験によるバックデータの収集が必要であると思われます。

~~~~~メッセージ~~~~~

今回の調査で用いた電子プローブ・マイクロアナライザ(EPMA)は、固体の元素分析を行う装置です。材料の組織検査として普通に用いられる装置ではないのですが、微量の元素の存在や、わずかな分布濃度の差が明確に分析されるので、最近、よく使うようになりました。今回も、図7等示されたクロムなどの不均一な分布は、説得力のあるデータになったと考えています。分析装置の種類も数多くありますが、それぞれ長所と短所がありますので、その特性をよく理解して用いると、事故原因の調査の有効な手段となると考えています。