論 文

© 1983 ISIJ

低温焼もどしを施した 0.35%C-B 鋼の
破壊靱性への B と N の影響

杉本 公一*・坂木 庸晃*2・宮川 大海*2・堀江 隆*3

Effects of Boron and Nitrogen on Fracture Toughness of Boron-treated 0.35%C Steels Tempered at Low Temperature

Kohichi SUGIMOTO, Tsuneaki SAKAKI, Ohmi MIYAGAWA, and Takashi HORIE

Synopsis :

Effects of boron, nitrogen, and controlling factors on fracture toughness K_{IC} of boron-treated 0.35%C steels tempered at low temperature were investigated.

- 1) K_{IC} linearly increased with a value of $\beta=34.0 \text{ B}-13.3 \text{ N}$, where B and N are boron and nitrogen contents (wtppm), respectively. Aluminium content gave little effect on K_{IC} .
- 2) Concentrations of boron and nitrogen in solution in austenite in equilibrium with BN and Fe_2B were calculated from solubility products in the iron-boron-nitrogen systems.
- 3) High content or concentration in solution of boron resulted in higher K_{IC} because of suppression of both decohesion at inclusion-matrix interface and intergranular fracture. Quasi-cleavage like cracks were observed in steels having high content or concentration in solution of nitrogen, and K_{IC} was reduced. However, effect of nitrogen on K_{IC} was less than that of boron.
- 4) Optimum amounts of boron and nitrogen required for high K_{IC} were found from the iron-boron-nitrogen equilibrium phase diagram.

1. 緒 言

中炭素ボロン (B) 鋼は安価で焼入性がきわめて良好であるうえに、焼入れ-低温焼もどし状態で衝撃値¹⁾²⁾が優れ衝撃遷移温度¹⁾が低いという利点を有するため、近年、土木建設用機械などの足回り部品として使用されている³⁾⁴⁾。

Bは鋼中への固溶量がきわめて微少である⁵⁾とともに冷却中にそのほとんどが旧オーステナイト粒界に偏析して^{6)~8)}粒界エネルギーを低下させるため、主に焼入性の改善^{1)~4)6)9)~12)}または結晶粒界の強化のために添加されてきた。ところで最近、Bの添加が固溶Nを低下させるために衝撃遷移温度を低くするという報告¹¹⁾がなされ、焼入性とは別に靱性に対してもBの効果が存在することが明らかとなつた。しかしながら、破壊靱性³⁾、衝撃値⁴⁾⁹⁾¹⁰⁾および衝撃遷移温度⁴⁾¹⁰⁾¹¹⁾に対するBの影響およびBによる靱性改善機構¹¹⁾¹³⁾に関する報告は少なく、焼入性に対する影響ほどには解明されていない。とりわけ

低温焼もどし状態における破壊靱性に関する研究は遅れている。

本研究はこのような観点に立つて、完全焼入-低温焼もどし組織を有する中炭素B鋼を用いて、破壊靱性に対するBおよびNの影響を詳細に調べた。さらに、破壊靱性を支配する因子を破壊挙動に基づいて分析し、各々の支配因子に対するBおよびNの影響について検討した。

2. 実 験 方 法

2.1 供試鋼と熱処理

供試鋼には Table 1 に化学組成を示す Ti と Al を複合添加した 0.35%C-B 鋼を用いた。5B~39B 鋼は添加N量と Al 量をほぼ一定とし、添加B量を 5~39 wtppm の範囲で順次変化させたもので主としてB量の影響を調べるために用いた。また、12B-LA と 9B-LN 鋼は添加B量は 11B 鋼のそれに相当するが添加N量および Al 量が異なる鋼で、前者は中N-低 Al 鋼、後者は低 N-低 Al 鋼である。添加 Ti 量はいずれの鋼

昭和 54 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 57 年 2 月 15 日受付 (Received Feb. 15, 1982)

* 東京都立大学工学部 (Faculty of Technology, Tokyo Metropolitan University, 2-1-1 Fukazawa Setagaya-ku 158)

*2 東京都立大学工学部 工博 (Faculty of Technology, Tokyo Metropolitan University)

*3 東京都立大学院(現: 新日本製鉄(株)) (Graduate School, Tokyo Metropolitan University, Now Nippon Steel Corp.)

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

Steel	C	Si	Mn	P	S	Ti	B	N	Al
5B	0.37	0.32	1.01	0.008	0.005	0.029	0.0005	0.0095	0.039
11B	0.37	0.32	1.00	0.007	0.005	0.028	0.0011	0.0092	0.042
20B	0.37	0.32	0.98	0.007	0.005	0.029	0.0020	0.0112	0.042
39B	0.35	0.32	1.01	0.008	0.005	0.032	0.0039	0.0096	0.057
12B-LA	0.35	0.23	0.97	0.020	0.012	0.020	0.0012	0.0070	0.010
9B-LN	0.35	0.26	0.84	0.017	0.010	0.024	0.0009	0.0029	0.020

Fig. 1. Round-bar tensile specimen (a), single-edge fatigue precracked bend specimen (b). a is the depth of the precrack.

も 0.020~0.032 wt% の範囲である。

供試鋼を Fig. 1 に示した試験片に機械加工したのち、2段階からなる熱処理を施した。まず、熱処理履歴の影響を取り除くとともにホウ化物を再固溶させるため、一次熱処理として 1150°C で 30 min 保持後 10% 食塩米水中に急冷した。つぎに二次熱処理として主として 850°C で 30 min 保持後 10% 食塩米水中に完全焼入した。本報告ではとくにことわらないかぎり二次熱処理時の焼入温度は 850°C であるが、例外として固溶 B 量を変化させる目的で 11B, 39B 鋼の 2 鋼については最高 1000°C までの温度からも焼入を施した。焼入れ後、液体窒素中で 10 min のサブゼロ処理、180°C で 1 h の低温焼もどしを施し、微細な ϵ 炭化物を含む焼もどしマルテンサイト組織とした。なお、一次および二次熱処理におけるオーステナイト化は窒素の吸収を避けるため Ar 中で行った。二次熱処理の焼入温度が 850°C のときの旧オーステナイト粒径はすべての鋼種にわたって約 15~20 μ であり、焼もどし後の硬さは HV 560~590 であった。

2.2 引張試験と破壊靱性試験

引張試験と破壊靱性試験はともにインストロン型引張試験機 (容量 10 t) を用い、室温でクロスヘッド速度 0.5 mm/min で行った。

引張試験には直径 5 mm, 平行部長さ 34 mm, 標点間

距離 30 mm の丸棒引張試験片 (Fig. 1(a)) を用い、試験片平行部に差動トランスを装着し、荷重-変位曲線を X-Y レコーダに記録した。

破壊靱性試験は ASTM 規格 E 399 に基づいて行った。すなわち、Fig. 1 (b) に示すようにシャルピーサイズの片側切り欠き試験片に板幅 w とき裂長さ a との比が 0.45~0.55 の範囲に入るように疲労き裂を導入した後、三点曲げ試験を行った。この際、三点曲げ試験片の切り欠き開口部にクリップゲージを取り付け、荷重-クリップゲージ変位を X-Y レコーダに記録した。平面ひずみ破壊靱性値は次式¹⁴⁾より計算した。

$$K_{IC} = (3PS/2tw^{3/2}) [1.93(a/w)^{1/2} - 3.07(a/w)^{3/2} + 14.53(a/w)^{5/2} - 25.11(a/w)^{7/2} + 25.8(a/w)^{9/2}] \quad (1)$$

P は ASTM 規格 E 399 に基づく 5% 減セカント線から求められる荷重であり、本報告の場合、のちの Fig. 4 における最高荷重に相当する。 S は支点間距離 (40 mm), t は板厚 (10 mm) である。なお、本実験で得られた K_{IC} は $t \geq 2.5 \times (K_{IC}/\sigma_Y)^2$ (σ_Y : 降伏応力) の条件を満足している。

2.3 組織および破面観察

ホウ化物の分布状態の観察および破壊靱性試験において最高荷重点まで負荷した試験片に発生したき裂の観察は、試験片を十分研磨したのち 6% ピクリン酸アルコール溶液にて軽く腐食し光学顕微鏡にて行った。

破面上のホウ化物および窒化物などの同定は、厚手のセルロース膜を用いてこれらを破面からひきはがしカーボンレプリカをとつたのち電子顕微鏡回折によつて行った。

3. 実験結果

3.1 ホウ化物などの分布状態

一次熱処理後および二次熱処理後のホウ化物の分布状態の代表例を Photo. 1 に示す。(a), (b) はそれぞれ 11B, 39B 鋼の一次熱処理後の光顕写真、(c), (d) はそれぞれ同じ鋼の二次熱処理後の光顕写真である。

写真をみると、39B 鋼では一次熱処理後、旧オーステナイト粒界および粒内に点状のホウ化物が多量かつ密に分布している (b)。さらに、これに二次熱処理を施すと、さきに分布していたホウ化物のほかにも過飽和に存在していた B がホウ化物としてさきの旧オーステナイト粒界近傍および二次熱処理時の旧オーステナイト粒界に析出し、みかけ上母地内に一様に分布しているように見える (d)。一方、添加 B 量の低い 11B 鋼ではホウ化物は一次熱処理後、旧オーステナイト粒界にわずかに存在す

(a) 11B after 1st H.T.
(b) 39B after 1st H.T.
(c) 11B after 2nd H.T.
(d) 39B after 2nd H.T.

Photo. 1. Distribution of borides in 11B steel (a), (c) and 39B steel (b), (d).

る (a) が, 二次熱処理後の旧オーステナイト粒界はホウ化物が析出している一部の領域を除き B の偏析状態⁷⁾にあると思われる (c). 添加 B 量がさらに少ない 5 B 鋼ではホウ化物は認められなかった.

ホウ化物の組成については渡辺ら¹⁵⁾¹⁶⁾の詳細な研究がある. 渡辺らは粒界破壊を生ずるように化学組成を調整した B 鋼を用いて粒界破面上に残されたホウ化物を抽出し, その実体を明らかにした¹⁶⁾. それによると, BN¹⁵⁾¹⁶⁾および $\text{Fe}_{23}(\text{C}, \text{B})_6$ ^{10)12)15)~17)}と同時に, 回折像が得られない成分不明のホウ化物の存在が認められた. 本実験に用いた 20B 鋼の破壊靱性試験片の破面(Photo. 3(c))から抽出したホウ化物を Photo. 2 に示す. 写真から, ホウ化物のうちの一部は BN であることが認められたが, $\text{Fe}_{23}(\text{C}, \text{B})_6$ ^{10)12)15)~17)}, $\text{Fe}_3(\text{C}, \text{B})$ ¹⁷⁾, および Fe_2B ⁵⁾¹⁷⁾などは電子回折によつて検出されなかった.

ホウ化物以外の第 2 相粒子としては粗大な AlN , TiN および MnS が観察された. AlN の体積率はわずかで, TiN と MnS の多くはのちに Photo. 5(a) に示すように MnS-TiN 複合介在物となっていた.

3.2 引張特性への B および N の影響

焼入れ-低温焼もどしを施した 5B~39B 鋼の引張特

Photo. 2. Electron micrograph of BN extracted from fracture surface of bend specimen of 20B steel.

Fig. 2. Effect of B content on tensile properties of 5B~39B steels. $\sigma_{0.2}$: 0.2% proof stress, σ_B : tensile strength, e : rupture elongation, e_u : uniform elongation, and ϵ_f : true fracture strain.

性を Fig. 2 に示す. これによると, B の添加は 0.2% 耐力 ($\sigma_{0.2}$) および引張強さ (σ_B) をわずかに減少させる. 一方, 破断伸び (e) および一様伸び (e_u) は添加 B 量が増加するにつれてわずかに大きくなる. しかし, 真破断ひずみ (ϵ_f) は添加 B 量によらずほぼ一定である.

のちに 4.1 で計算する固溶 N 量 (以下 [N] 量と略記する) とその変動範囲を用いて $\sigma_{0.2}$ を整理すると Fig. 3 のようになる. すなわち, $\sigma_{0.2}$ は [N] 量の減少につれて直線的に低下する. このような結果は大谷ら¹⁴⁾によつても報告されている. Fig. 2 に示した添加 B 量の増加に伴う $\sigma_{0.2}$ の低下は N が BN として多く固定され, そのため強化に有効な [N] 量が減少したためと考えられ

Fig. 3. 0.2% proof stress as a function of [N] concentration.

Fig. 4. Load-clip gauge displacement curves of fatigue precracked specimens of 5B~39B steels.

る。なお、 $\sigma_{0.2}$ には添加 C 量の差 (0.02 wt%) および添加 N 量の低い鋼では析出 TiC も影響すると思われるが、これらによる影響は前述の B と N の影響に比べて無視できるほど小さい。一方、添加 B 量が高いほど e および e_u が大きくなるのは添加 B 量が多いほど変形応力が低いことに起因する。

3.3 破壊靱性への B および N の影響

添加 N 量、Al 量および Ti 量がそれぞれ 0.01%、0.04%、0.03% でほぼ一定である 5B~39B 鋼の破壊靱性試験で得られた荷重-クリップゲージ変位曲線を Fig. 4 に示す。また、5B~39B 鋼、12B-LA 鋼および 9B-LN 鋼の K_{IC} と添加 B 量との関係を Fig. 5 に示す。これを見ると、5B~39B 鋼に限れば K_{IC} は添加 B 量の増加とともに直線的に高くなり 39 wt ppm において最高となる。そして、 $K_{IC}(\text{N/mm}^{3/2})$ と添加 B 量 (wt ppm) との間には次式が成立する。

 Fig. 5. Effect of B content on fracture toughness K_{IC} .

 Fig. 6. Effect of N content on fracture toughness K_{IC} .

$$K_{IC} = 1480 + 34.0B \quad (2)$$

しかし、添加 N 量、Al 量および Ti 量が異なる 9B-LN 鋼および 12B-LA 鋼の K_{IC} は上式からはずれ高い値を示している。とくに添加 N 量の低い 9B-LN 鋼でこの傾向が著しい。そこで、添加 B 量が約 10 wt ppm でほぼ等しい 11B、12B-LA、9B-LN 鋼の 3 鋼種について K_{IC} と添加 N 量との関係を図示すると Fig. 6 のようになり、N との親和力が高い Ti および Al の添加量がかかなり異なるにもかかわらず、次式に示すように $K_{IC}(\text{N/mm}^{3/2})$ は添加 N 量 (wt ppm) と直線関係を示した。

$$K_{IC} = 3080 - 13.3N \quad (3)$$

(2) 式と (3) 式から K_{IC} に対する添加 B 量と添加 N 量の両者の影響を表す次式が得られる。

$$K_{IC} = 2770 + 34.0B - 13.3N \quad (4)$$

Fig. 7. Linear relationship between K_{IC} and boron-nitrogen factor β .

Fig. 7 に各鋼種の K_{IC} と $(34.0B - 13.3N)$ との関係を図示したが、両者の間には上式に示す直線関係がほぼ成立することがわかる。つまり、 K_{IC} はみかけ上添加 B 量および N 量の両者に影響され、B は著しく K_{IC} を高めるが、N は K_{IC} を低下させることが明らかにされた。以後、(4)式の $(34.0B - 13.3N)$ を破壊靱性値 K_{IC} に対するボロン-窒素因子 β と名づける。

3.4 破壊挙動

破壊靱性試験後の破面の走査電顕写真を Photo. 3 (a)~(f) に示す。いずれも写真左側の比較的平坦な部分が疲労予き裂部で、試験中き裂は右方へ進展する。

まず、5B~39B 鋼 ((a)~(d)) をみると、添加 B 量の低い 5B 鋼および 11B 鋼では粒界ファセットが多数認められる。その粒界ファセットの大きさは両鋼とも二次熱処理時の旧オーステナイト粒径にほぼ一致している。20B 鋼でも微細なディンプルにおおわれた少数の粒界ファセット (A 領域) がみられるが、その大きさは 5B および 11B 鋼の場合と異なり一次熱処理時の旧オーステナイト粒径 (約 100μ) にほぼ一致している。そのほかの特徴として、矢印で示したような擬へき開き裂を起点としたと考えられる脆性的なディンプル (以下、擬へき開ディンプルと呼称する) が 11B 鋼でとくに多くみられた。この擬へき開ディンプルは 20B 鋼でもわずかに存在するが 39B 鋼ではほとんど消失して一様なディンプル破面となる。

12B-LA 鋼 (e) および 9B-LN 鋼 (f) では粒界ファセットは認められないが、前者では擬へき開ディンプルが多く存在している。以上の観察結果と Fig. 7 より、破壊形態を β によつて分類するとおよそ次のようになる。

- (i) $\beta \leq -850$: 二次熱処理時の旧オーステナイト粒界に沿った粒界破壊
- (ii) $\beta < -520$: 擬へき開き裂を起点とした脆性的なディンプルを含む破壊
- (iii) $\beta \geq -80$: 一様なディンプル破壊

また、破壊靱性試験において最高荷重点で試験を中断した試験片の縦断面上でき裂先端部を観察し、一例を Photo. 4 に示す。これをみると、主き裂は介在物粒子を起点として発生・成長したボイドを連結して進展している。

以上の結果を総合すると、本供試鋼の K_{IC} を考えるうえには、(1)擬へき開き裂を起点とした脆性的ディンプルの発生頻度、(2)旧オーステナイト粒界の強度、および(3)介在物粒子を起点としたボイドの発生・成長の難易などに関連した因子、を考える必要がある。これらの因子については次に詳細に考察する。

なお、ホウ化物の影響については、Photo. 4 から介在物粒子を起点としたボイド間に存在する微細なホウ化物粒子は主き裂の中継点としての役割を果たしているに過ぎず、むしろ各ホウ化物粒子は微小ディンプルの発生場所となり主き裂をジグザグ化させ、延性的な破面に寄与しているようにみえる。このほか、20B 鋼で生じた粒界ディンプル (Photo. 3(c)) 中には Photo. 2 に示したように BN が存在しているが、Fig. 7 をみるかぎりホウ化物による粒界ディンプル破壊が生じたために K_{IC} がとくに低くなったということはないので、この場合、ホウ化物の影響は小さいと考えてよいであろう。

4. 考 察

4.1 固溶 B 量と固溶 N 量について

前述のように、 K_{IC} は添加 B 量および添加 N 量によって決まる β と直線関係にあるが、本質的にはそれらの固溶量が K_{IC} を支配していると考えられる。そこで本節では平衡溶解度積に基づいて B および N などの固溶量を推定し、これらと K_{IC} との関係について検討する。

はじめに、供試鋼の二次熱処理時のオーステナイト化温度における析出相および B, N, Al の固溶量 [B], [N], [Al] について検討する。

本供試鋼は Ti, Al, N および B を含むのでオーステナイト化温度において TiN, AlN, BN および Fe_2B などを析出する可能性がある。これらの析出物と平衡する固溶元素の平衡溶解度積に関する従来研究⁽¹⁸⁾⁽¹⁹⁾によれば、Ti は Al, B に比較して N との親和力がとくに強い⁽²⁰⁾ことが明らかにされている。したがって、本供試鋼の二次熱処理時のオーステナイト化温度 (850~1000°C)

Photo. 3. Scanning electron micrographs of fracture surface adjacent to fatigue precrack in the bend specimens of 5B(a), 11B(b), 20B(c), 39B(d), 12B-LA(e), and 9B-LN(f). Arrows indicate the dimples of quasi-cleavage type.

においてはNは Ti と結合して TiN を形成し、さらに残ったNがあればこれが AlN および BN を形成すると考えてよい。このような考え方は NAKASATO ら²¹⁾がB鋼の焼入性を論ずるときに用いている。TiN を形成したあとに残るN量を $\bar{N}$ (wt%) とすると、 $\bar{N}$ は次式によって与えられる。

$$\bar{N} = N(\text{添加量, wt\%}) - \frac{N \text{ の原子量}}{Ti \text{ の原子量}} \times Ti(\text{添加量, wt\%}) \dots\dots\dots (5)$$

上式を用いて求めた各鋼のN量を Table 2 に示す。なお、9B-LN 鋼では添加 Ti 量に比較して添加N量が少ないため $\bar{N}=0$ となる。この $\bar{N}$ を用いるならば、以下の計算において Ti の影響を考慮する必要はない。

さて、Ti を含まない Fe-B-Al-N 系において、オー

Table 2. Calculated equilibrium concentrations [B], [N], [Al] at 850°C, and excess amounts of nitrogen $\bar{N}$ after formation of TiN (wt%).

Steel	5B	11B	20B	39B	12B-LAI	9B-LN
B	0.0005	0.0011	0.0020	0.0039	0.0012	0.0009
N	0.0010	0.0010	0.0027	0.00027	0.0012	0.0
Al	0.039	0.042	0.042	0.057	0.010	0.020
[B]	0.00012	0.00039	0.00018	0.00039	0.00039	0.00039
[N]	0.00053	0.00016	0.00036	0.00016	0.00016	0.0
[Al]	0.039	0.042	0.042	0.057	0.010	0.020

ステナイト域における [B], [N] および [Al] 量 (wt%) は Fe-B-N 系において BN が析出する場合 ((6) 式)⁵⁾ および Fe-Al-N 系において AlN が析出する場合 ((7) 式)²²⁾ についてそれぞれ独立に求められた平衡溶解度積を用いて計算される⁶⁾。

Photo. 4. Optical micrograph showing a crack adjacent to fatigue precrack of the bend specimen subjected up to maximum load. Arrow indicates the direction of crack propagation.

$$\log_{10} [B][N] = -13970/T + 5.24 \quad \dots\dots (6)$$

$$\log_{10} [Al][N] = -6180/T + 0.725 \quad \dots\dots (7)$$

ここでは Al と B の相互作用は十分小さいとして無視されている。添加 B 量, 添加 Al 量, $\bar{N}$ 量および (6), (7) 式を用いて 850°C における $[B]$, $[N]$ および $[Al]$ 量を計算したところ, $[Al]$ 量が添加 Al 量を上まわるため計算上, AlN は析出しないという結果が得られた。

そこでつぎに, Al を含まない Fe-B-N 系について考える。FOUNTAIN ら⁵⁾は Al を含まない Fe-B-N 系においては B, N の添加量に応じて BN または Fe_2B が析出することを示した。つまり, BN が析出するときの $[B]$ と $[N]$ の平衡溶解度積は (7) 式で与えられ, Fe_2B が析出するときの $[B]$ 量 (wt%) は次式で与えられる。

$$\log_{10} [B] = -8860/T + 4.432 \quad \dots\dots (8)$$

(6) 式と (8) 式を用いて, 添加 B 量, $\bar{N}$ 量と平衡析出相の関係を求め図示すると Fig. 8 が得られる。オーステナイト (γ) 化温度が 850°C の場合には, 直線 DBE は (6) 式で示される BN と平衡する $[B]$ と $[N]$ の平衡溶解度曲線を, 直線 AB は (8) 式で示される Fe_2B と平衡する $[B]$ 量を表している。なお, オーステナイト化温度が 900, 950, 1000°C の場合の各領域の境界は細線で示してある。各供試鋼の添加 B 量, $\bar{N}$ 量を黒丸で, $[B]$, $[N]$ 量を白丸で示す。各鋼の $[B]$, $[N]$ 量はまた Table 2 にも示してある。

$[B]$ 量と K_{IC} との関係を述べる前に $[B]$ 量および $[N]$ 量の変動範囲について考えてみよう。3.1 で述べ

Fig. 8. Equilibrium phase diagrams of Fe-B-N systems at 850 to 1000°C. Solid marks indicate B and $\bar{N}$ contents, open marks designate $[B]$ and $[N]$ concentrations.

たように, 供試鋼中には AlN が存在するがその体積率はきわめてわずかであるので, $[N]$ 量を変動させる主な元素は Ti のみであると仮定する。いま, 添加 Ti 量の分析誤差を ± 0.001 wt% と考えるのは妥当であろう。Ti 量が ± 0.001 wt% 変わると, $\bar{N}$ 量は約 ± 0.0003 wt% 変化し, これに対応して各供試鋼の $[B]$, $[N]$ 量は Fig. 8 に示す範囲で変動する。このように, 9B-LN および 39B 鋼を除くすべての鋼において, 添加 Ti 量のわずかな分析誤差が $[B]$ および $[N]$ 量の計算値を大きく変化させる。

以上求めた $[B]$ 量と $[N]$ 量の変動範囲を考慮すると, 各供試鋼の $[B]$ 量の多少 (Fig. 8) は K_{IC} の高低 (Fig. 7 など) とほぼ対応し, $[B]$ 量が多いほどおおむね K_{IC} が高いといえる。なお, 直線 DB 上に限ってみると $[B]$ 量の増加は $[N]$ 量の低下を意味する。

Fig. 8 をみると, 添加 B 量および $\bar{N}$ 量が図中の斜線を施した領域 ABC の十分右側に位置する 39B および 9B-LN 鋼では, Ti の濃度に変動があつたとしても直線 AB で示される最大限の $[B]$ 量を確保することができ, また $[N]$ 量も低く押えられる。結論として, 高い K_{IC} を得るためには添加 B 量および $\bar{N}$ 量が Fig. 8 の領

域 ABC の十分右側に位置するように化学組成を調整すればよい。

4.2 K_{IC} を支配している因子への B および N の影響

ここでは、3.4 で述べた K_{IC} を支配する (1) ~ (3) の因子に対して、B と N が具体的にどのような影響をおよぼしているのかについて検討する。

(1) 擬へき開き裂を起点とした脆性的なディンプルの発生頻度

一般に、固溶 N は降伏応力を高める反面、へき開破壊を容易にして衝撃遷移温度を高くする²³⁾。本実験でも Fig. 3 に示したように、[N] 量の増加は変形応力を高くしており、したがって [N] 量の多いほど擬へき開き裂の発生頻度が高くなると考えられる。

しかしながら、実際には介在物を起点として発生・成長したボイドが主き裂と合体・連結する過程で、き裂先端付近およびボイドの中間領域に Photo. 3(b) に示したような 1 結晶粒径程度の大きさの擬へき開き裂があつても、主き裂はこれらを媒介として進展し、擬へき開き裂の存在はき裂の進展に対しては副次的な役割を果たすに過ぎない。このことはき裂や破面の観察からも推定できた。

(2) 田オーステナイト粒界の強度

鋼中において B は固溶量がきわめて低く⁵⁾、しかもそのほとんどは主に結晶粒界に偏析して^{6)~8)}粒界強度を高める²⁴⁾働きをする。そこで、以下粒界破壊抑制に対する B の効果をさらに詳しく検討する。

二次熱処理時の焼入温度を 850~1000°C の範囲で変化させて [B] 量を大幅に変え、これと K_{IC} との関係を調べた。11B 鋼と 39B 鋼についての結果を Fig. 9 に示す。図中には各焼入温度における [N] 量の計算値も同時に示した。これをみると、39B 鋼では K_{IC} は焼入温度にはほとんど影響されないが、11B 鋼では焼入温度が 950°C 以上になると焼入温度の上昇とともに著しく高くなる。このときの破面を観察すると、39B 鋼ではすべて一様なディンプル破壊である。一方、11B 鋼では焼入温度が 850, 900°C のときは粒界破壊を生ずるが、950°C 以上では粒界破壊の傾向は消失し、ディンプル破壊に変化していた。通常、焼入温度を高くすると結晶粒の粗大化を招き結晶粒界はより脆化するが、Fig. 9 の結果は B の粒界強化作用がきわめて大きいことを示している。また、とくに 11B 鋼において焼入温度の上昇に伴い [N] 量が増加するにもかかわらず [B] 量の増加によつて K_{IC} が高くなるという結果より、 K_{IC} への [N] 量の影響は小さいと考えてよい。

なお、粒界破壊を阻止するのに必要な [B] 量は粒

Fig. 9. Effects of quenching temperatures on K_{IC} of 11B and 39B steels. Numerals in this figure indicate [B] and [N] concentrations at quenching temperature.

界・粒内強度の相対的關係や N の粒界偏析量などによつても影響されるので、Fig. 9 に示した 11B 鋼における 8.9 wt ppm という値はこれに対する一応の目安と考えられる。この値は田賀ら²⁴⁾が C, O および N を極力低めた純鉄で求めた値 (3 wt ppm) よりも高いが、この相違は鋼の強度レベルの差によると思われる。

(3) 介在物を起点とするボイドの発生・成長の難易
一般に、本実験に用いたマルテンサイト鋼のようにディンプル破壊を生ずる超強力鋼の K_{IC} および COD は第 2 相粒子または介在物の平均粒子径と平均粒子間隔²⁵⁾、ならびに粒子と母地界面の結合力²⁶⁾²⁷⁾によつて影響をうけるといわれる。破壊靱性試験片の疲労予き裂先端部においてボイドが発生するときの塑性ひずみを測定することは困難であるので、ここでは平滑引張試験片を用いてボイドが発生するときの塑性ひずみを測定し、それへの B の影響を調べる。

本供試鋼の延性破壊に対して支配的な役割を演ずる介在物は母地との湿れ性の悪い MnS²⁶⁾²⁷⁾、および湿れ性は比較的良い²⁷⁾が割れやすいといわれる TiN である。そこで、この 2 種類の介在物の体積率および分布状態が類似している 5B~39B 鋼に関して、引張破断試験片の縦断面を研磨し光学顕微鏡にて介在物を観察した。介在物としては Photo. 5(a) に示す MnS と TiN の複合介在物も多いが、まず単独に存在する MnS と TiN について介在物と母相との界面に Photo. 5(b) に示すような剥離が起こるときの塑性ひずみ $\epsilon_d^s, \epsilon_d^t$ を測定した。Photo. 5(c) には剥離を起こしていない TiN を示す。39B 鋼においては TiN-母地界面が剥離を起こ

Photo. 5. Optical micrograph showing voids initiated at MnS-TiN interface (a), decohesion at TiN-matrix interface (b), and non-decohesion at TiN-matrix interface (c).

Fig. 10. Effects of B content on ϵ_M^d , ϵ_T^d , or ϵ_F^d . ϵ_M^d or ϵ_T^d indicates true plastic strain at which MnS-matrix or TiN-matrix interface decohered respectively. ϵ_F^d is true plastic strain at which TiN particles cracked. Cracking of TiN was observed only in 39B steel.

す以前に TiN が割れを生ずるので、割れを生ずるときの塑性ひずみ ϵ_F^d を測定した。これらの測定結果を Fig. 10 に示す。この図から、 ϵ_M^d および ϵ_T^d (39 B 鋼についてのみ ϵ_F^d) はともに添加 B 量 (これは 4.1 に述べたようにほぼ [B] 量に対応する) の増加につれて大きくなるのがわかる。そして ϵ_M^d は ϵ_T^d より幾分か大きい。

このような剥離ひずみに対して B が影響するという現象はいままでまったく報告がない。

つぎに MnS-TiN 複合介在物の場合には、ボイドの発生は TiN-MnS 界面における剥離 (Photo. 5(a)) のほか、TiN, MnS それぞれと母地との界面における剥離によつて生じている。複合介在物からボイドが発生するときの塑性ひずみは単独介在物の場合に比べて幾分小さかつた。この場合の塑性ひずみと添加 B 量との関係はおおむね Fig. 10 の傾向と一致していたが、正確な関係を求めることは困難であつた。

谷野ら²⁸⁾は、0.06/0.12C-0.2Si-1.0Mn-0.013N-0.0013B 鋼において MnS-母地界面に BN が析出することを報告しているが、MnS-母地界面に B が偏析するという報告は現在までなされていない。しかし、MnS-母地界面は湿れ性が悪く整合性がないため大角粒界と類似しており、したがつてこの界面上に B が偏析して界面のエネルギーを下げ、結合を強化して剥離ひずみを増大させること、およびこのような作用は B 量が多いほど強いであろうことは十分考えられることである。

一方、KEOWN ら¹⁷⁾は Cr-Mo-V 鋼 (0.0035 wt% B) 中の B の分布をオートラジオグラフィーによつて調べ、B は炭化物には偏析するが TiN 中または TiN-母地界面には偏析しないことを報告している。しかしながら、彼らは焼入れ後 700°C という高温焼もどし鋼を用いているため、焼入れ時に TiN-母地界面に偏析していた B が焼もどし時に炭化物中へ拡散してしまったことも考えられ、低温焼もどし鋼において TiN-母地界面に B が偏析しないという証拠にはならない。

さて、Fig. 10 の結果は以下に述べるように直接 K_{IC} と関連づけることができる。本実験でみられたようなデンプル破壊はボイドの発生・成長とその合体によつて起こる。RICE と TRACY の理論によれば、3 軸応力状態においてはボイドは主応力方向のみではなく横方向にも急速に成長する²⁹⁾。破壊靱性試験片は鋭いき裂をもち、弾性変形の段階からき裂先端部はすでに 3 軸応力状態にあるので、ボイドが発生するとすぐに横方向にも成長し始めまもなく破壊に至る。したがつて、Fig. 10 に示したボイドが発生するときのひずみの大きさが直接 K_{IC} の高低を支配していると考えてよい。

以上の考察より、本供試鋼の K_{IC} は (3) のボイドの発生・成長の難易によつて最も影響をうけるが、B 量の少ない鋼で粒界破壊が起こる場合には (2) の粒界強度の因子も重要であることがわかつた。しかし、 K_{IC} に対して個々の因子が定量的にどの程度寄与しているかについては現時点では明らかでない。

5. 結 言

焼入れ-低温焼もどし状態の 0.35%C-B 鋼の平面ひずみ破壊靱性値 K_{IC} への B および N などの影響と, K_{IC} を支配している因子について検討した. 得られた主な結果を要約すると以下のとおりとなる.

(1) 平面ひずみ破壊靱性値 K_{IC} は添加 B 量の増加および添加 N 量の低下にしたがい直線的に高くなる. B と N の両者の効果を表すボロン-窒素因子 $\beta=34.0 \text{ B}-13.3 \text{ N}$ を用いると, K_{IC} は β と直線関係を示した. また, Al の影響はほとんど認められなかった.

(2) Fe-B-N 系平衡状態図よりオーステナイト中における B と N の平衡濃度を求めたところ, K_{IC} は固溶 B 量とおおむね比例し, 固溶 N 量とはほぼ逆比例の関係を示した. 高い K_{IC} をうるための最適条件が TiN を形成したのちに残る N 量と添加 B 量より明らかにされた.

(3) 添加 B 量 (または固溶 B 量) の増加は母地-母地界面の剥離, および粒界破壊を抑制することによって K_{IC} を高めることが明らかとなった. 一方, 添加 N 量 (または固溶 N 量) の増加は変形応力を幾分高め擬へき開き裂を起点とした脆性的なディンプルを多く生じさせ K_{IC} を低めるが, K_{IC} への寄与は B に比べて小さいと考えられた.

終わりに臨み, 供試鋼を提供していただきました(株)神戸製鋼所中央研究所の太田定雄氏に深謝いたします. また, 本実験に協力された藤田忠司, 渋谷敏夫両工学士に謝意を表します.

文 献

- 1) S. J. ROSENBERG and J. D. GRIMSLEY: JISI, 182 (1956), p. 278
- 2) R. WILCOCK: JISI, 173 (1953), p. 406
- 3) R. F. KERN: Metal Prog., 71 (1973), p. 90
- 4) M. K. KOUL and C. L. McVICKER: Metal Prog., 74 (1976), p. 40
- 5) R. W. FOUNTAIN and J. CHIPMAN: Trans. AIME, 224 (1962), p. 599
- 6) 土生隆一, 宮田政祐, 関野昌蔵, 合田 進: 鉄と鋼, 60 (1974), p. 1470
- 7) M. UENO and J. INOUE: Trans. ISIJ, 13 (1973), p. 210
- 8) 白岩俊男, 藤野允克, 村山順一郎: 鉄と鋼, 67 (1981), p. 606
- 9) D. T. LLEWELLYN and W. T. COOK: Metals Tech., 1 (1974), p. 517
- 10) G. F. MELLO, P. R. SLIMMON, and P. P. PODGURSKY: Metall. Trans., 4 (1973), p. 2279
- 11) 大谷泰夫, 渡辺征一, 川口喜昭, 山口洋治: 鉄と鋼, 64 (1978), p. 2205
- 12) 山中和夫, 大森靖: 鉄と鋼, 62 (1976), p. 895
- 13) 金沢正午, 中島 明, 田辺康児: 溶接学会誌, 34 (1965), p. 154
- 14) W. F. BROWN, Jr. and J. E. SRAWLEY: ASTM STP No. 410 (1967), p. 13
- 15) 渡辺征一, 大谷泰夫: 鉄と鋼, 62 (1976), p. 1851
- 16) 渡辺征一, 大谷泰夫: 鉄と鋼, 66 (1980), p. 506
- 17) S. R. KEOWN and F. B. PICKERING: Metal Science, 11 (1977), p. 225
- 18) 成田貴一: 日本化学雑誌, 77 (1956), p. 1536
- 19) 沢村 宏, 盛 利貞: 鉄と鋼, 43 (1957), p. 31
- 20) M. KAPADIA, R. M. BROWN, and M. J. MURPHY: Trans. Metall. Soc. AIME, 242 (1968), p. 1689
- 21) F. NAKASATO and M. TAKAHASHI: Met. Tech., 6 (1879), p. 102
- 22) L. A. ERASMUS: JISI, 202 (1964), p. 32
- 23) F. B. PICKERING: 鋼の強靱性 (1971), p. 9, 京都, Climax Molybdenum
- 24) 田賀秀武, 吉川明静: 金属材料技術研究所研究報告, 15 (1972), p. 57
- 25) J. R. RICE and R. J. JOHNSON: Inelastic Behavior of Solids, ed. by M. F. KANNIEN et al. (1970), p. 641 [McGraw Hill]
- 26) T. GLADMAN, B. HOLMES, and I. D. McIVOR: Effect of Second Phase Particles on Mechanical Properties of Steels, 68, Iron and Steel Institute, London (1971)
- 27) たとえば, J. F. KNOTT: 破壊力学の基礎 (1977), p. 223
- 28) 谷野 満, 船木秀一, 小松 肇, 張 永権: 鉄と鋼, 66 (1980), S1177
- 29) J. R. RICE and D. M. TRACEY: J. Mech. Phys. Solid, 17 (1969), p. 201