



Title	走査型電子顕微鏡による鋼の脆性破面の観察
Author(s)	高橋, 逸夫; Takahashi, Itsuo; 斎藤, 卓也 他
Citation	北海道大學工學部研究報告, 67, 35-46
Issue Date	1973-06-30
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/41131
Type	departmental bulletin paper
File Information	67_35-46.pdf



走査型電子顕微鏡による鋼の脆性破面の観察

高橋逸夫 齋藤卓也 野口徹 長岡金吾

(昭和47年11月30日受理)

SEM Observation of Brittle Fracture Surface of steel

Itsuo TAKAHASHI, Takuya SAITO, Toru NOGUCHI, Kingo NAGAOKA

(Received November 30, 1972)

Abstract

The features of brittle fracture were investigated by means of scanning electron fractography.

Notched tensile specimens of mild steel with ferritic-pearlitic structure were fractured at liquid nitrogen temperatures. The grain size of the specimens were 100μ and 200μ . The entire fracture surface (5×5 mm) was observed and covered by pictures with SEM.

Tracing of river patterns on ferrite and pearlite facets clearly revealed the origin and the route of propagation in brittle fracture. Brittle cracks seemed to commence within the ferrite grains or at the boundary of the ferrite-pearlite grain, at a depth of a few grains below the notch root. With a notch radii of 1 mm, the origin was at a depth of 0.3 and 0.5 mm below the notch root, and with notch radii of 0.25 mm, the origin was at a depth of 0.15 and 0.2 mm below.

Brittle cracks propagating to the entire fracture surface along many different routes, breadthwise and depthwise were traced.

Macroscopic "tear lines" were at times formed between two different routes.

1. 緒 言

鋼の脆性破壊については、現象的および解析的な立場から多くの研究が行なわれている。切欠鋼材の脆性破壊において、その破壊強度は、切欠底付近での亀裂の発生機構と伝播挙動によって影響を受けるであろうということは、多くの研究者によって述べられてきた。

解析的な研究では、切欠底の応力分布、塑性域^{1,2)}の大きさなどに着目したものが多いが、実際の破壊現象との関連において、切欠底における脆性破壊の発生点を明らかにすることはきわめて重要である。

近年、電子顕微鏡を用いたエレクトロンフラクトグラフィ³⁾と呼ばれる破面観察が進歩した。すでに破壊の発生、伝播機構に関する多くの報告⁴⁾が出されているが、それらの多くは局所的な範囲を対称としたものであり、破面全体についての亀裂の発生点、伝播の様相などの観察を行った例はほとんどない。これは、微視的な破壊機構と巨視的な破壊強度とを結びつける上で重要なことと考えられる。とくに、フェライトとパーライトの混合組織をもつ鋼材の複雑な破壊現象については、実際的な重要性があるにもかかわらず、そのフラクトグラフィは確立されていない。

著者らは、実用鋼材 (SM 41 A) の切欠引張試験片を、液体窒素温度で破断させ、その脆性破面を走査型電子顕微鏡を用いて、破面の全面について写真撮影を行った。この全面写真より、結晶粒単位のリバーパターンの方向性と、破壊の大きな流れの関係から亀裂の発生点を求め、伝播の径路、様相を究明することを試みた。

2. 実験方法

供試材料、試験片

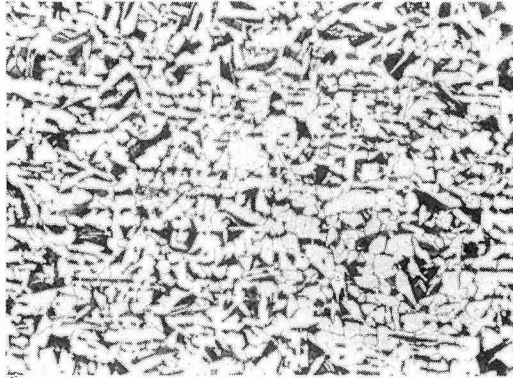


写真1 素材 (SM 41 A) $d=20\mu$

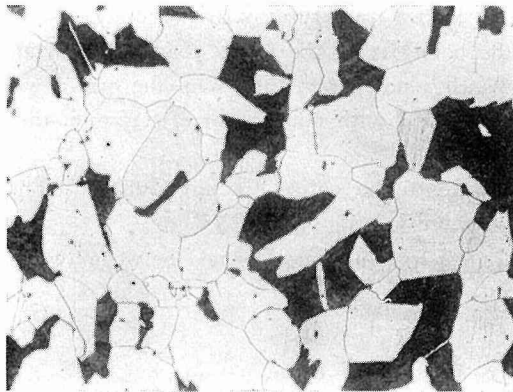


写真2 1150°C 1時間 炉冷 $d=100\mu$

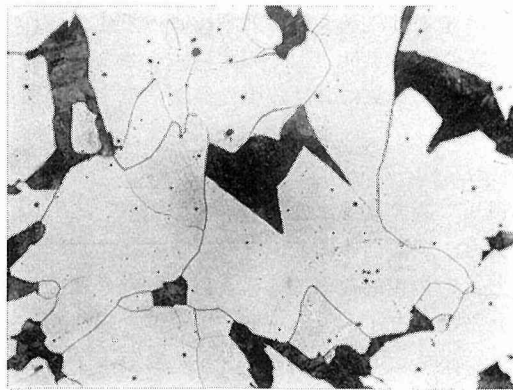


写真3 1200°C 10時間 炉冷 $d=200\mu$

第1表 供試材料の化学成分(%)

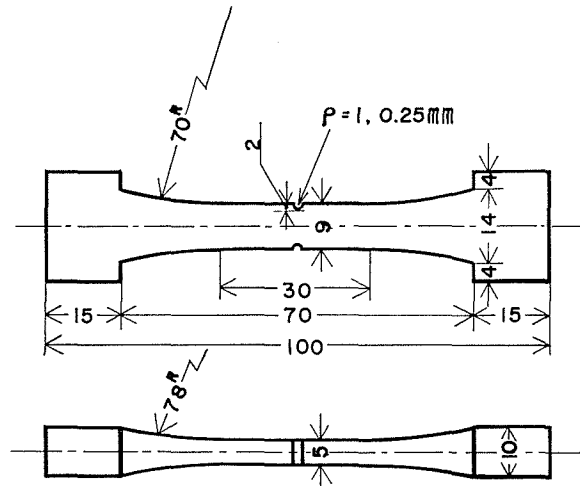
C	Si	Mn	P	S
0.23	0.05	0.80	0.01	0.023

第2表 熱処理条件

熱処理条件	粒度番号	結晶粒平均直径
1150°C 1時間 炉冷	3.9	100 μ
1200°C 10時間 炉冷	1.6	200 μ

第3表 機械的性質

	引張強さ (kg/mm ²)	下降伏点 (kg/mm ²)	上降伏点 (kg/mm ²)	伸び (%)	絞り (%)	真破断応力 (kg/mm ²)
素材	44.3	26.2	30.2	44.7	66.1	96.0
100 μ	40.1	17.8	18.4	42.9	57.0	76.0
200 μ	36.4	14.9		42.4	44.1	70.2

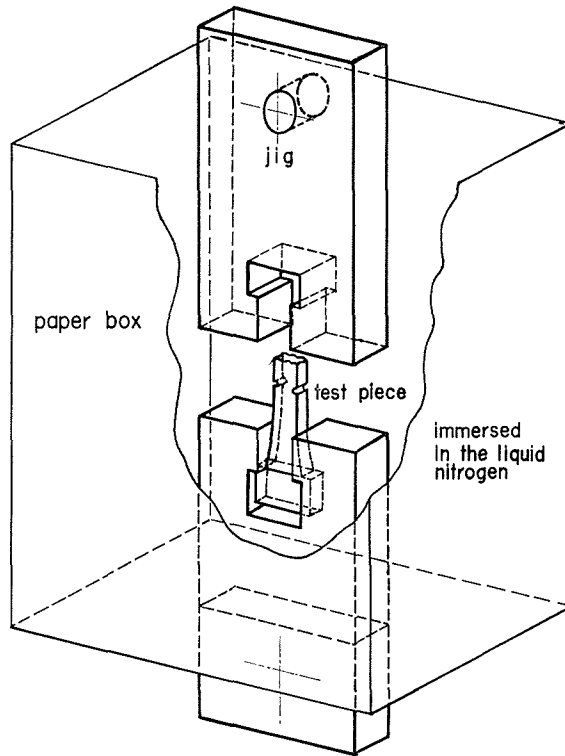


第1図 切欠引張試験片形状

本実験に用いた材料は、厚さ 16 mm の溶接構造用圧延鋼板 (SM 41 A) である。第1表にその化学成分を示す。この顕微鏡組織写真を写真1に示す。この材料を第2表に示す熱処理によって、平均結晶粒直径が 100 μ 、200 μ の2種類のを得た。この顕微鏡組織写真を写真2、写真3に示す。なお、結晶粒度判定には JIS G 0552 の鋼のフェライト結晶粒度試験方法の切断法に従った。素材および熱処理後の材料の機械的性質を第3表に示す。粒度調整の熱処理後、第1図に示すような試験片を切削加工し、表面をエメリーペーパーで研磨した後、加工による残留応力除去のため、550°C で90分間保持後、炉冷し焼鈍した。

試験方法

試験片を液体窒素中にて引張破断させるために、第2図に示すような装置を考案、製作した。厚紙製の箱の中に注がれる液体窒素の面は、試験片つかみ部より、じゅうぶん上になるように試験中に随時補充された。熱電対による温度測定の結果、試験片は紙箱中で常に液体窒素温度を保持していることが確かめられた。なお、紙箱は熱容量、熱伝導率が小さく、液体窒素に対してじゅ



第2図 試験片取付部と冷却装置

うぶんな強度を有し、また製作が非常に簡単であって、低温における試験においては、この方法がきわめて有効であった。荷重はピンジョイントを有する治具（第2図）を介して加えられた。常温における歪ゲージを用いた試験によれば、つかみ部の仕上げ精度を考慮することによって、試験片にかかる曲げをじゅうぶん無視できることが確かめられた。用いた試験機はロードセルタイプの万能材料試験機であり、クロスヘッド速度は0.5 mm/min で試験した。試験後、破断面の走査型電子顕微鏡観察のため、試験片の破断直後にエチルアルコールに浸し、じゅうぶん乾燥させて破面の保存をはかった。

3. 実験結果および考察

引張破断試験

引張、圧縮試験の結果を第4表に示す。切欠材の場合、破断応力は破断荷重を切欠底の最小断面積で割った値である。

平滑材において、結晶粒径 $d=100\mu$ の場合、引張破断応力は圧縮試験より求めた降伏点に一致した^{5,6)}。 $d=200\mu$ の場合、引張破断応力は圧縮降伏点より 10 kg/mm^2 程低かった。

切欠材においては、 $\rho=1.00\text{ mm}$ の場合、破断応力を圧縮降伏応力で除した値 σ_{F1}/σ_Y は、0.9 前後の値であり、全面降伏に近い状態での破壊であることを示している。一方、 $\rho=0.25\text{ mm}$ の場合には、 σ_{F2}/σ_Y はほぼ0.6の値であっていわゆる低応力破壊⁷⁾である。平滑材に対する切欠材の破壊強度の低下率は、いずれの切欠底半径においても、 $d=200\mu$ より $d=100\mu$ の方が大きかった。

第4表 引張圧縮試験の結果

	平 滑 材		切 欠 材	
	引 張 試 験	圧 縮 試 験	引張試験, 破断応力 (kg/mm ²)	
	破断応力 (kg/mm ²), σ_F	降伏点 (kg/mm ²), σ_Y	$\rho=1.00$ (mm), σ_{F_1}	$\rho=0.25$ (mm), σ_{F_2}
100 μ	73.1	71.3	53.4	38.5
	71.1	71.5	60.0	43.5
平 均	72.1	71.4	56.7	41.0
200 μ	61.3	69.5	61.3	47.6
	63.1	69.1	62.3	48.6
平 均	62.2	69.3	61.8	48.1

走査電子顕微鏡観察

破面観察には、日立走査電子顕微鏡 (HSM-2 型) を使用した。写真4は液体窒素温度中で引張破断させた SM 41 A の脆性破面である。SM 41 A はフェライト、パーライトの混合組織からなる材料である。この破面を考察する場合、フェライトの破面、パーライトの破面を識別する必要がある。このためにフェライト組織のアームコ鉄、パーライト組織の S 55 C を選び、それぞれを液体窒素温度で引張破断した。その脆性破面を写真5, 6に示す。

写真5のアームコ鉄の脆性破面には、劈開破壊の特徴を示すリバーパターンが全面に見られる。これは、亀裂の伝播が2つ以上の結晶面に、わたって起こるためにできた段で、これらの段はそのエネルギーを最小にするように、亀裂全面に対して垂直になる傾向があり、また亀裂の伝播方向に向って段が合体して大きくなる。したがって、フェライト結晶粒の劈開面に生じたリバーパターンは、その点における亀裂の伝播方向を示すから、リバーパターンの詳細な観察により破壊の発生点や破壊の発生、伝播径路を考察しうる。このことより、写真5においては矢印の方向が亀裂の伝播方向を示すものと判断できる。また写真5の T.B は二つの劈開面が傾いている場合に、リバーパターンが不連続に伝播する *tilt boundary*⁹⁾ を示している。

パーライト破面の観察には、ほぼ70%がパーライト組織である S 55 C を用いた。写真6は全面がパーライトの脆性破面であって、フェライト破面とは異なるラメラ状を呈し、セメントライトが引き裂かれ延性を帯びた一種の *tear line* が形成されている。またアームコ鉄におけると同様に伝播方向を示し、写真の矢印の方向がそれを示している。

以上、アームコ鉄、S 55 C の脆性破面の観察より、フェライトの破面、パーライトの破面を明瞭に識別できることが明らかになった。したがってこれらの混合組織をもつ SM 41 A における破壊の発生、伝播径路、およびこれらに關与するフェライト、パーライト結晶粒の影響を把握することができる。

切欠材の全面写真を写真7, 8に示す。切欠材の破断面はほぼ5×5mmで、これを走査型電子顕微鏡で順次撮影し全面写真を作製したが、一つの試料で50程度の部分に分けて写真撮影を完了した。したがって全面写真による破面観察には、キャビネサイズの印画紙を50枚程度組み合わせ合わせたものを使用した。全面写真において破壊の発生点、および伝播の径路は、結晶粒単位のリバーパターンを全面に描き、これを大きな流れとして把握し、この収斂する方向を解析することによって求めることができた。この操作で求めた発生点、伝播径路は第3, 4図に示す。肉眼観察による破断面は、結晶質のいわゆる脆性破面を呈しているが、脆性破面において一般的に観察されるシェブロンパターンは試料が小さいためもあって観察されなかった。しかし走査型電子



写真4 -196°CにおけるSM 41 Aの脆性破面

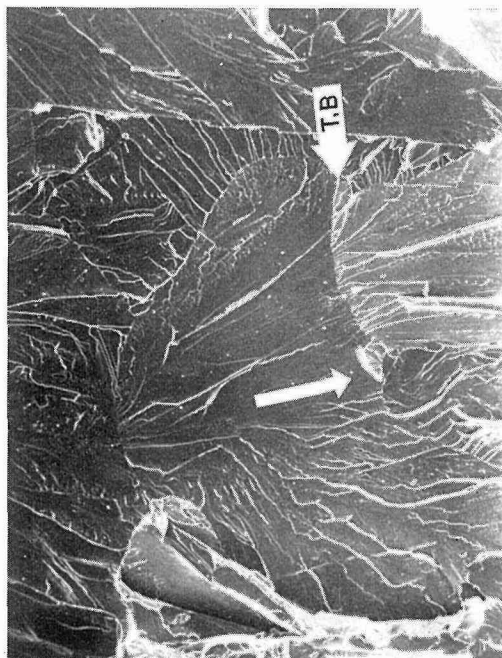


写真5 -196°Cにおけるアームコ鉄の劈開面



写真6 -196°CにおけるS 55 Cの脆性破面

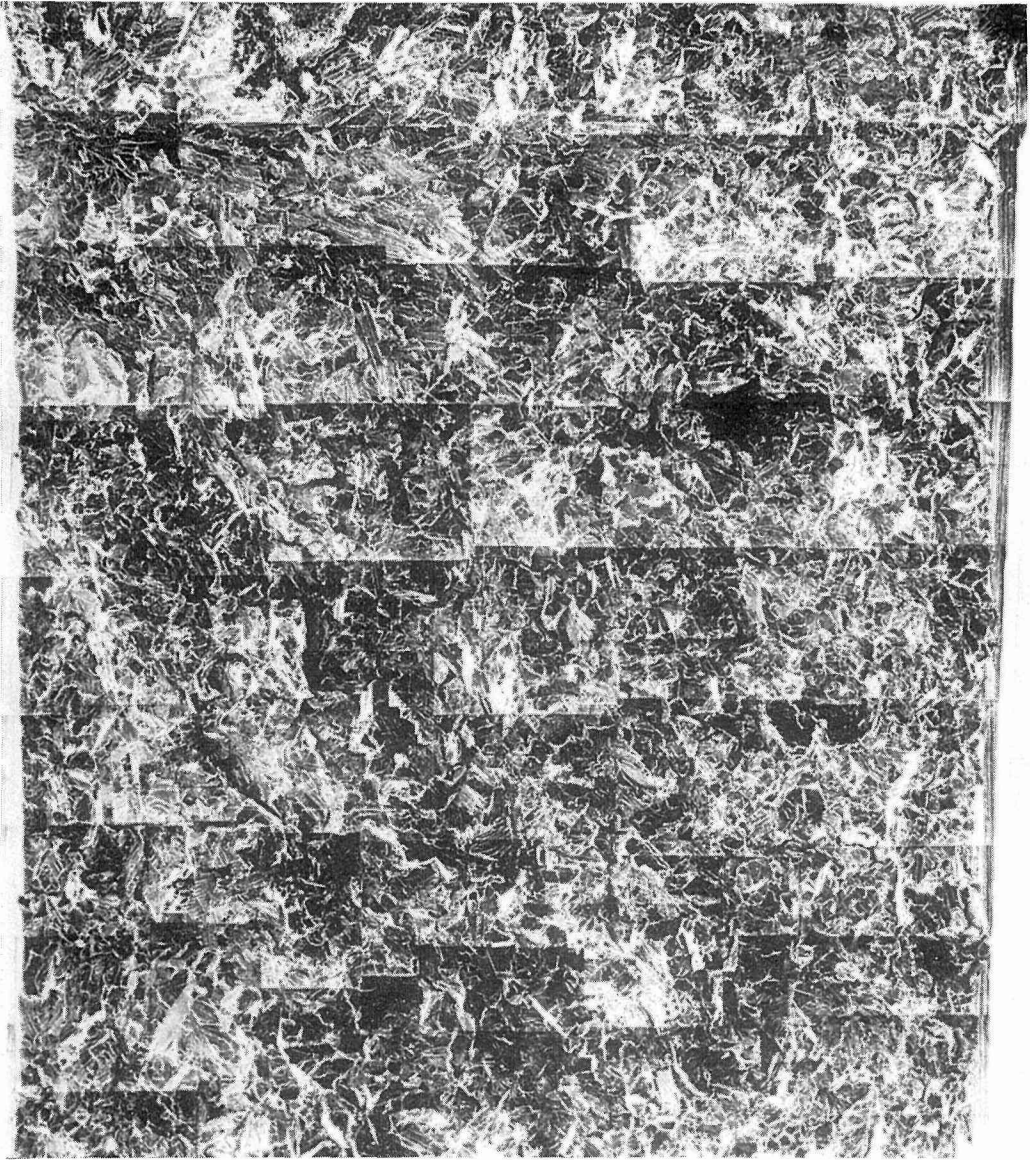


写真7 -196°Cにおける引張破断面の全面写真 ($d=100\ \mu$, $\rho=1\ \text{mm}$)



写真8 -196°Cにおける引張破断面の全面写真 ($d=200\ \mu$, $\rho=0.25\ \text{mm}$)



写真9 $d=100\mu$ の破壊発生日点近傍 (SM 41 A)



写真10 $d=100\mu$ の破壊の伝播の様相 (SM 41 A)

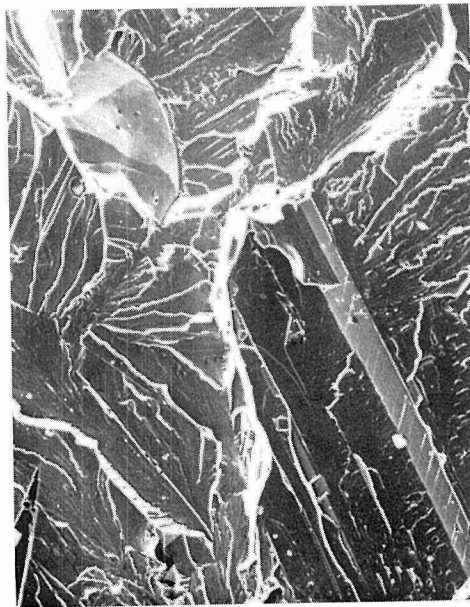
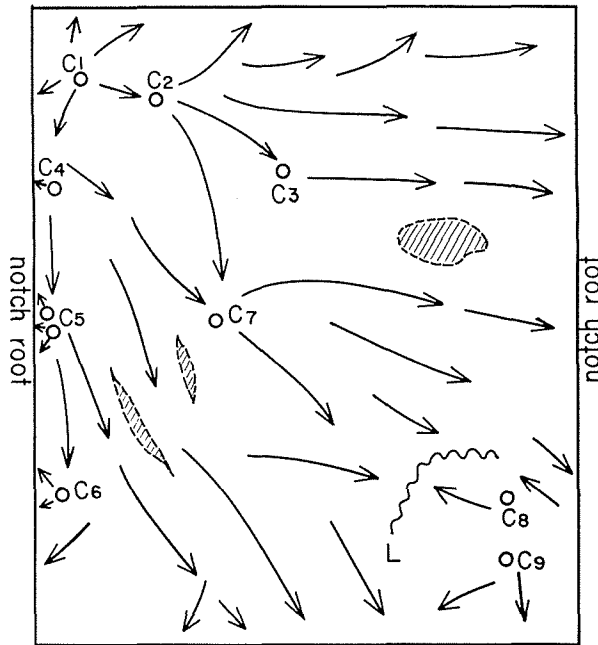
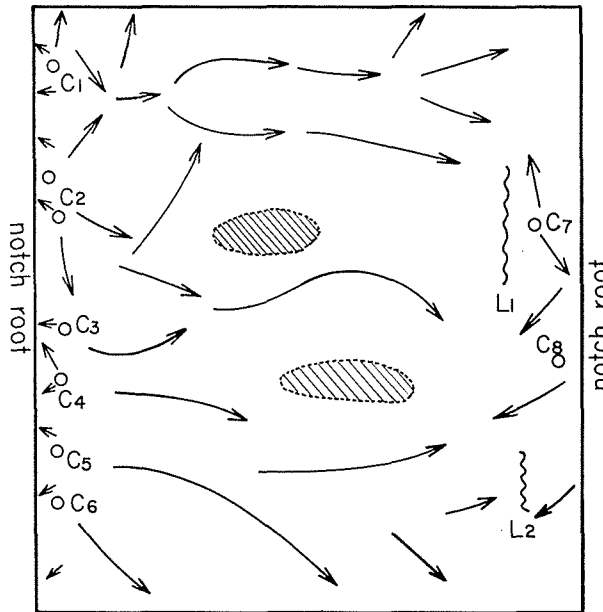


写真11 伝播に及ぼすパーライトの影響



第3図 破壊の発生・伝播の解説図 ($d=100 \mu$, $\rho=1 \text{ mm}$)



第4図 破壊の発生・伝播の解説図 ($d=200 \mu$, $\rho=0.25 \text{ mm}$)

顕微鏡によれば、第3、4図に示されるように破壊の発生点及び伝播径路を観察することができた。写真7、8はそれぞれ $d=100 \mu$ 、 $d=200 \mu$ の全面写真で、その発生、伝播径路の解析を第3、4図に示した。

$d=100 \mu$ の場合、破壊の発生点は第3図の C_1 であった。これは切欠底より内部に 0.3 mm ほどの位置であり、結晶粒3個程度の深さであった。写真9はこの発生点近傍である。亀裂の周

辺に見られるリバーはこのことを表わしている。これによると亀裂の発生点は、フェライト、パーライトの粒界である。SM 41 A のような混合組織をもつ金属において、生地と第二相粒の境界から亀裂が発生しやすいことは、多くの研究による亀裂発生メカニズムからじゅうぶん理解できる⁹⁾。

$d=200\mu$ の場合、破壊の発生点は第4図の C_2 であった。この発生点には、リバーの収斂が近接して2点含まれた。 C_2 は切欠底より 0.15 mm 程内部に位置し、ほぼ結晶粒1個の深さである。また亀裂はフェライトの結晶粒内より発生した。第3図の C_4, C_5, C_6 、第4図の C_{2-6} の位置から大きなリバーパターンの流れが発散し、伝播する状態が観察された。これらの切欠底からの深さはいずれも、破壊の発生点と同じ程度であった。これらの形成については、破壊の発生時、あるいは伝播中の両方が考えられる。いずれにしても破壊の発生点は切欠底より内部に結晶粒数個の深さであるとされているが、ここでもそれが確かめられた。

以上のことから、脆性亀裂の発生点は1個ないし数個程度と考えられた。また、 $d=100\mu, 200\mu$ のいずれにおいても、切欠底半径が 1 mm の場合、全面降伏に近い荷重で破断し、その場合の破壊の発生点は切欠底から 0.3 mm および 0.5 mm の深さであった。切欠底半径が 0.25 mm の場合には、破断荷重は全面降伏の $60\sim 80\%$ であり、破壊の発生点の深さは 0.15 mm 、および 0.2 mm であった。切欠底半径が鋭くなることにより破壊の発生点は、切欠底に近い位置に移る傾向が認められた。

写真10は $d=100\mu$ における発生点近傍の亀裂の伝播領域と考えられる部分の写真である。結晶粒数個にわたって伝播する大きなリバーパターンの流れが随所に観察される。写真はこの一部である。これは劈開面がほぼ連続している場合、あるいは擬劈開面⁹⁾がこれに連続している場合に形成されると考えられる。このような“なだれ状破面”は他の試料においても多く観察された。これらは結晶粒界、第二相粒などにあまり影響されない伝播過程である。一方、写真11に示すように、延性的な様相を示すパーライトが、伝播の方向を変えあるいは伝播を阻止している状態が観察された。これより実用鋼の破壊を考える場合、第二相粒の影響をじゅうぶん解明する必要があると思われる。

次に、破面全体について伝播過程を考察すると第3、4図に示すようにいくつかの大きな径路に分かれて伝播することがわかる。多くの試料においては、破壊がいったん切欠底に沿って伝播し、その後全領域に進む傾向を示すことが観察された。また破面の途中において破壊形式が著しく変化することが観察された。これは異なる伝播面の間にできた大きな段によるものであり、いわば巨視的な *tear line* が形成されたものである。いわゆるシェブロンパターンはこのようにして形成されたものであろう。第3、4図において斜線部分がこれを示している。また第3図の C_5, C_6 、第4図の C_7, C_8 のように逆向きから伝播した破壊が衝突する部分では、巨視的に延性のある破面を形成するが、微視的な劈開破面により形成された破面である。第3、4図においては、 \sim 線で示されている。実際の試料の肉眼観察によると発生点側はかなり平滑面を呈していて、伝播の最終段階においてはかなり大きな不連続面が見られるが、上述のことはほぼこれと一致している。また最終的に破断する部分には *shear lip* を伴う場合が多い。なお、多くの試料の観察において破面の随所に、結晶粒1、2個程度の粒界破壊が認められたが、これは脆弱な粒界の破壊によって偶発的に現われたものであって、全体としては粒内破壊が支配的である。したがって SM 41 A の伝播には大きな影響をおよぼしていないものと考えられる。

4. 結 論

液体窒素温度 (-196°C) における溶接構造用鋼 (SM 41 A) の切欠引張脆性破面の走査型電子顕微鏡による観察から、次のことが明らかになった。

(1) SM 41 A のようなフェライト、パーライト混合組織の実用鋼においても、走査型電子顕微鏡写真撮影による破断面の全面写真から、フェライトとパーライトの破面に生じたリバーパターンの方向性を広範囲に解析することによって、破壊の発生点と亀裂の伝播径路を求めることができた。

(2) 結晶粒が 100μ , 200μ において切欠底半径を 0.25 mm , 1.00 mm に変化させた場合、亀裂の発生点は切欠底から $0.15\sim 0.50\text{ mm}$ 内部の深さであった。これは結晶粒数個の大きさに相当する。

(3) 脆性亀裂は、フェライト結晶粒内あるいはフェライトとパーライトの粒界近傍から発生した。脆性亀裂の発生点は1個ないし数個であった。

(4) 破断に至るまでの脆性亀裂の伝播は、大きないくつかの径路にわかれ、径路の合体、交差するところでは不連続面が形成された。これらは巨視的な *tear line* を形成する。

(5) 脆性亀裂の伝播は、一般にフェライト結晶粒界、パーライトなどによってその伝播方向が変えられたり、2次的な亀裂の発生源となるが、時には数結晶粒にわたる連続劈開状の破面が形成され、これには粒界もパーライトも伝播に対して大きな障害となっていない。

参 考 文 献

- 1) 横堀武夫, 北川正義: 日本機械学会論文集, No. 720-1, (昭和47), p. 187-190.
- 2) Hendrickson, J. A., D. S. Wood, D. S. Clark: Transactions of The ASM, Vol. 150, (1958), p. 656-681.
- 3) Henry, G., L. Roesch: 鉄と鋼, 第57年 (1971), 第8号, p. 1385-1401.
- 4) 寺崎富久長, 大谷泰夫: 鉄と鋼, 第58年 (1972), 第2号, p. 293-305.
- 5) Hall, E. O.: Proc. Phys. Soc. London, B 64 (1951), p. 747.
- 6) Petch, N. J.: J. Iron. Steel Inst, 174 (1953), p. 25.
- 7) 大塚昭夫, 森 要: 第17回材料強度と破壊, 国内総合シンポジウム論文集, (昭47), p. 43-54.
- 8) 飯田国広: 金属材料, 第12巻 (1972), 第3号, p. 85-100.
- 9) 横堀武夫: 材料強度学, (1964), 岩波書店, p. 115-118.