

球状黒鉛鑄鉄の低温における破壊じん性の X線フラクトグラフィ的研究†

矢島 善次郎* 広瀬 幸雄**
田中 啓介*** 小河 弘*

X-Ray Fractographic Study on Fracture Toughness of Ductile Cast Iron at Low Temperatures

by

Zenjiro YAJIMA

(Faculty of Engineering, Kanazawa Institute of Technology, Kanazawa)

Yukio HIROSE

(Faculty of Education, Kanazawa University, Kanazawa)

Keisuke TANAKA

(Faculty of Engineering, Kyoto University, Kyoto)

and Hiromu OGAWA

(Faculty of Engineering, Kanazawa Institute of Technology, Kanazawa)

The fracture toughness tests of ductile cast iron (JIS FCD 60) were conducted at ambient and low temperatures by using compact tension specimens and three-point bending specimens with fatigue pre-cracks. The distribution of the half-value breadth of X-ray diffraction profiles beneath the fracture surface was determined. Based on those results and electron fractographic observation, the mechanism of fracture in ductile cast iron was discussed as a function of test temperature. The main results are summarized as follows:

(1) The size of the plastic zone ω_y , determined from the half-value breadth distribution is related to the fracture toughness K_{Ic} through

$$\omega_y = 0.13(K_{Ic}/\sigma_Y)^2$$

where σ_Y is the yield stress.

(2) The fracture toughness decreased with lowering temperature and the fracture mode of the matrix changed from dimples to cleavage. The unique relation was established between the fracture surface strain and K_{Ic}^2/σ_Y .

(Received Aug. 30, 1982)

キー・ワード：X線フラクトグラフィ，球状黒鉛鑄鉄，破壊じん性，破面ひずみ，破壊力学

1 緒 言

材料の破壊破面のX線回折法による観察から得られる情報をもとに，破壊機構および破面形成時の力学的条件を論ずる手法はX線フラクトグラフィ(X-ray fractography)と称され，従来の顕微鏡を使用した光学的フラクトグラフィと相補う技術として発展している¹⁾²⁾。特に鉄鋼材料に対する応用は広く行われており，筆者らも高張力鋼における破壊じん性試験片破面³⁾⁴⁾，応力腐食割れ破面⁵⁾に対して応用し，破面下の塑性域深さ

の測定および破面ひずみをもとにした破壊力学パラメータの評価並びに破壊機構の検討などにおいて成果を得た。さらにこのX線手法は実用材として広く用いられている鑄鉄に対しても応用されている。小長は疲労破面や引張破面などでX線回折線半価幅の測定を行い，特に球状黒鉛鑄鉄では破壊様式により異なる半価幅を得ている。しかしその定量的検討は充分ではない。また一般に鑄鉄は顕微鏡法によるフラクトグラフィが困難な材料とされており⁷⁾，X線の手法の発展が望まれている²⁾。

そこで本研究では球状黒鉛鑄鉄(JIS FCD 60)の破壊じん性試験片破面およびその近傍のX線回折線半価幅の測定を行った。破壊じん性試験は標準的な疲労予

† 原稿受理 昭和57年8月30日

* 正会員 金沢工業大学 金沢南局区内野々町

** 正会員 金沢大学教育学部 金沢市丸の内

*** 正会員 京都大学工学部 京都市左京区吉田本町

き裂材を用いて行い, 試験温度(低温)が破壊じん性値に及ぼす影響を明らかにするとともに, 破面のX線のパラメータと破壊力学パラメータの相関について考察した。

2 実験方法

2.1 材料および試験片

実験に使用した材料は JIS FCD 60 (wt. % ; 3.70C, 2.40 Si, 0.40 Mn, 0.04 P, 0.018 S) の $50 \times 300 \times 250$ mm の平板鋳込み材で鋳放しである。降伏応力 (0.2%耐力) σ_Y は 392 MPa, 引張強さ σ_B は 579 MPa, 破断伸び ϵ_t は 16.7% である。黒鉛は球状で球状化率 85%, 基地組織はフェライトで微量のパーライトが存在する。フェライト結晶粒径 d は約 $90 \mu\text{m}$, 試料表面の黒鉛の平均直径は約 $60 \mu\text{m}$ である。

破壊じん性試験に使用したコンパクトタイプ (CT), 3点曲げ (TPB) 試験片はき裂進展方向が平板鋳込み材の長手直角方向となるよう採取した。前者は常温での試験を行い, 後者は低温の効果の検討に使用した。CT 試験片は Fig. 1 (a) に示す板厚 B が 20 および 10 mm, 幅 W が 50.8 mm の 1 インチ型である。疲労予き裂は ASTM E 399 規格に従い最大応力拡大係数 $K_{\max} = 9.3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (応力比 $R=0$) の条件で入れた。TPB 試験片は Fig. 1 (b) に示すような板厚 15 mm, 幅 30 mm, スパン間隔 120 mm のものである。また開口変位 (COD) 測定のためアクリル製の爪をネジ止めして用いた。切欠き先端には疲労予き裂を $K_{\max} = 9.3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (応力比 $R=0$) の条件で入れた。機械的性質の測定およびX線パラメータと塑性ひずみの関係を求めるために幅 10 mm, 板厚 6 mm の平板引張りおよび直径 15 mm の丸棒ねじり試験片を使用した。試

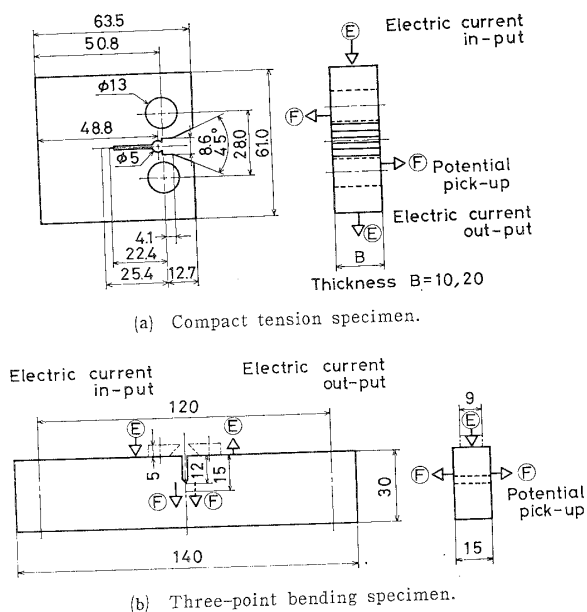


Fig. 1. Dimensions of test specimens (in mm) and positions of electrical potential pick-up.

験片は最後に電解研磨仕上げをした後実験に用いた。

2.2 破壊じん性試験

破壊じん性試験は ASTM 規格 E399 に従いインストロン型引張試験機を用いて平板の引張試験と同様クロスヘッド速度 1 mm/min の試験条件で行った。き裂発生点の検出は直流電位差法により行い, Fig. 1 中の⑧点より直流 30 A の一定電流を流し, き裂発生に伴う⑧点間の電位差変化を測定した。実験では荷重 P と荷重点変位 u および電位差出力 $4V$ を自動記録した。

低温における破壊じん性試験は -150°C から常温 (20°C) までの範囲で行い, 液体窒素を寒剤とする低温槽を使用した。実験は試験温度, 電位測定用電流値を設定してから 30 分以上保持し安定した後行い荷重 P , 荷重点変位 u , 開口変位 δ および電位差出力 $4V$ を自動記録した。

き裂発生点の検出は ASTM 規格 E813 の R カープ法およびストレッチゾーン法¹⁰⁾を基礎として電位差法の適用を検討した。応力拡大係数 K および J 積分の計算は ASTM 規格⁸⁾⁹⁾によった。

2.3 破面観察

引張試験片および破壊じん性試験片の破面観察には走査型電子顕微鏡を使用した。破壊じん性試験片の破面形態およびストレッチゾーンの観察は破面板厚中央部の疲労予き裂先端近傍で行った。さらにX線回折法で破面近傍の半価幅を測定した。X線による破面観察は Table I に示すX線回折条件を用いて疲労予き裂

Table I. X-ray diffraction condition.

Characteristic X-ray	Cr-K α
Diffraction plane	(211)
Filter	V
Tube voltage (kV)	30
Tube current (mA)	16
Scanning speed (deg/min)	4
Soller slit divergence (deg)	0.15

先端に接して板厚中央部で $1 \times 10 \text{ mm}^2$ のX線照射域内でX線応力測定装置を用いて $\psi_0 = 0^\circ$ の入射角で回折プロファイルを測定した。半価幅として $K\alpha_1, K\alpha_2$ 2重線のピーク値の半分の位置での回折角度幅を採用した。破面深さ方向での測定は破面を逐次電解研磨し, 新生面に対して測定することにより行った。またX線回折線半価幅は塑性ひずみと密接な相関があることが軟鋼などで明らかになっている。¹¹⁾¹²⁾そこで本研究においてもまず塑性ひずみと半価幅との関係をあらかじめ求め, その検定関係を使用し破面の半価幅より塑性ひずみを評価した。

3 実験結果

3.1 半価幅と塑性ひずみとの関係

Fig. 2 に常温における引張一様変形およびねじり変形に対して求めた半価幅比 B/B_0 と Mises の相当引張塑性ひずみ ϵ_p との関係を示す. ここで B_0 は母材の半価幅 ($B_0=2.6 \times 10^{-2}$ rad), B は試験片の半価幅である. B として各ひずみ10点測定したが図中にはそのばらつきと平均値を示す. B/B_0 と ϵ_p との関係は変形様式によらず, ひずみ 0.017~1.13 の範囲で次式が成立する.

$$B/B_0 = 0.77 \log \epsilon_p + 2.10 \quad (1)$$

このような半価幅と相当引張塑性ひずみとの関係は低炭素鋼に関して田中ら¹¹⁾および Goto¹²⁾によって報告されていたが, 球状黒鉛鑄鉄においても成立つことが確認されたことになる. また田中ら¹¹⁾は試験温度の低下がこの関係式に影響を及ぼさないことを確認している. 本研究においては式(1)の関係を使用し, B/B_0 の測定値より ϵ_p の評価を行うが, ϵ_p が 1.13 以上では上式を外そうして使用する.

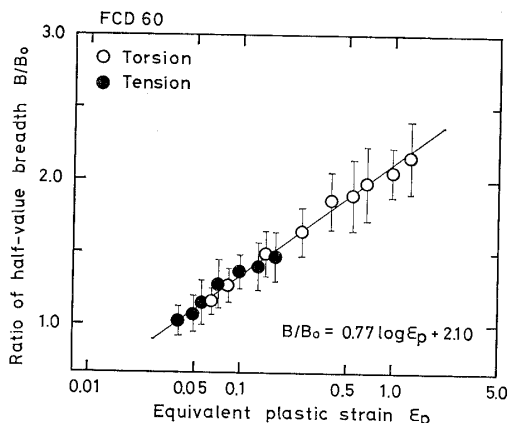


Fig. 2. Relation between half-value breadth and plastic strain.

3・2 破壊じん性

3・2・1 き裂発生点の検出 き裂発生点の検出は電位差法を主体としたが検出評価のため常温の破壊じん性試験に関してRカーブ法およびストレッチゾーン法との比較を行った.

Fig. 3 に CT 試験片の $P-u$ および ΔV との関係を示す. $P-u$ 線図は初期において線型的に増加し荷重の増大とともにしだいに非線型となり最大荷重点をすぎ全面降伏して破断となる. $P-\Delta V$ 線図には図中A, Bで示す二つの明確な変曲点がある. A点に対応する荷重まで負荷しその後除荷し, 疲労破壊させたものについて破面観察した結果ストレッチゾーンおよび安定き裂進展を示す痕跡は見られなかった. このことからA点での変曲点は初期荷重による疲労予き裂先端の開口に起因するものと考えられる. つぎにBの変曲点について検討する. $P-u$ 線図上に示すa~d点の荷重まで負荷し除荷後疲労破壊させて破面観察した結果a点

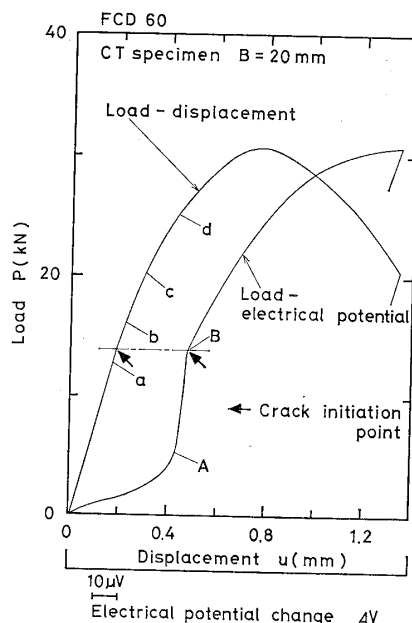


Fig. 3. Load versus displacement and potential change.

では疲労予き裂先端に安定き裂は観察されなかった. 変曲点以後のb点のものでは疲労予き裂とマークのための疲労予き裂との間に安定き裂が見られ荷重の増加するc, d点ではさらにこの安定き裂は増加していた.¹³⁾ これらのことからa, bの間でき裂が発生していることが分る.

Fig. 4 は破面板厚中央部で測定したストレッチゾーン幅 S とJ積分 J との関係を示す. S は J に対し多少ばらついているが線型的に増加しほぼ一定値となる.

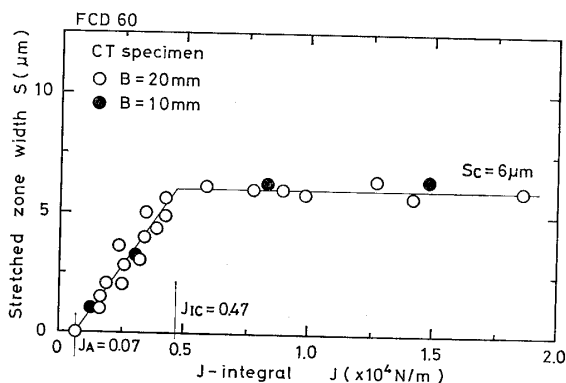


Fig. 4. Relation between stretched zone width and J-integral.

この一定となるストレッチゾーン幅を限界値 S_c とすると $S_c=6\mu\text{m}$ となる. ここで $S-J$ の関係で折れ曲がり点での J を J_{Ic} とすると $J_{Ic}=0.47 \times 10^4 \text{N/m}$ となる. また J_A は Fig. 3 中のA点までの $P-u$ 線図より求めたJ積分値で $J_A=0.07 \times 10^4 \text{N/m}$ となりこの点ではストレッチゾーンは観察されない.

Fig. 5 は ASTM の規格に従って構成したRカーブである. ここで鈍化曲線として S_c の値を用いて $4a=$

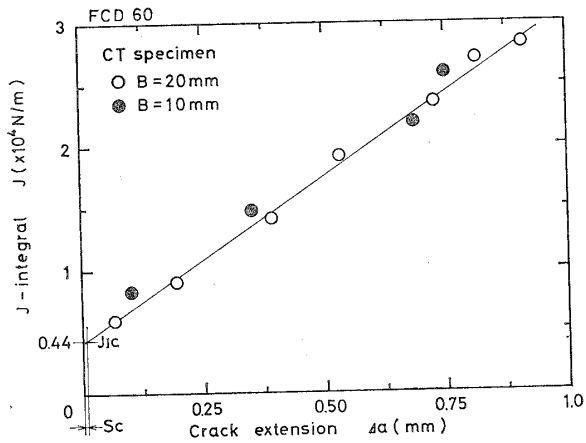


Fig. 5. Variation of J-integral with crack extension.

S_c と R カーブとの交点の J を J_{Ic} とすると $J_{Ic} = 0.44 \times 10^4 \text{ N/m}$ となる。ここで Fig. 4 より求めた J_{Ic} 値よりもわずかに低目になっているがその差は小さい。Fig. 4, 5 の結果よりストレッチゾーン法および R カーブ法ともに $B=10$ と 20 mm の値はほぼ一致する。Fig. 3 中 $P-\Delta V$ 線図上の変曲点 B をもってき裂発生日と考へ、 $P-u$ 線図上のそれに対応する P まで J をもとめると $J = 0.45 \times 10^4 \text{ N/m}$ となり上述のごとく決定した J_{Ic} とほぼ一致する。これらのことより $P-\Delta V$ 線図で明確に傾きの変化する点をもってき裂発生日とし、き裂発生日の応力拡大係数 K_i をもって破壊じん性値とする。以下この手法を使用した。ここでき裂発生日までの $P-u$ 線図は直線であるので J 表示と K_i 表示との間には次の関係が成立する。⁹⁾

$$K_i^2 = J_{Ic} E \quad (2)$$

ここで E はヤング率である。

3.2.2 低温での破壊じん性 Fig. 6 に TPB 試験片に対する破壊じん性値 K_i の温度依存性を示す。なお図中には参考のため最大荷重点より求めた応力拡大係数 K_Q も示す。さらに同図中には平板引張試験片より求めた降伏応力 σ_Y , 引張強さ σ_B の値も示した。 K_i は低温になるにしたがってゆるやかに減少し -70°C 以下ではあまり変らない。一方、 K_Q は -20°C 以下で急激に減少し -70°C 以下では K_i と一致する。ここで図中縦線は安定き裂が成長した後へき開破壊したもの、横線は安定き裂成長なしにへき開破壊したものを示している。その他は疲労破面からディンプル型で安定成長し破断した。

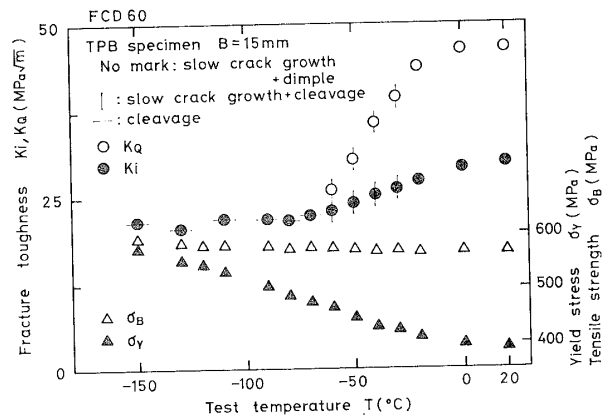


Fig. 6. Variation of fracture toughness and mechanical properties with temperature.

3.3 走査型電子顕微鏡による破面観察

低温試験片の疲労予き裂先端近傍の破面写真を Fig. 7 に示す。ここで FTG は疲労破面, STZ はストレッチゾーンおよび FRC は破壊じん性破面である。(a) $T = -20^\circ\text{C}$ では常温と同様ストレッチゾーンが認められ、

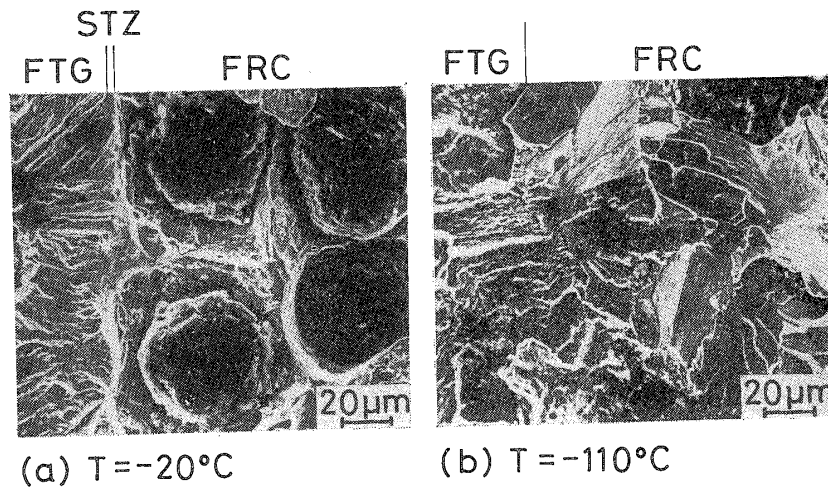


Fig. 7. Scanning electron micrographs of fracture surfaces (crack growth direction is from left to right).

FTG : Fatigue crack
STZ : Stretched zone
FRC : Fracture toughness

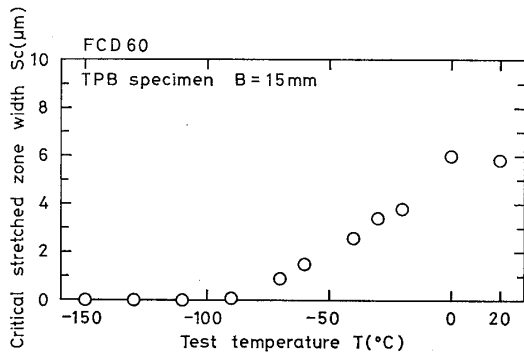


Fig. 8. Variation of critical stretched zone width with temperature.

破壊破面は黒鉛粒のまわりで大きくくびれており基地の破面はディンプルである。また (b) $T = -110^\circ\text{C}$ ではストレッチゾーンは認められずへき開破面となっている。限界ストレッチゾーンの幅 S_c の試験温度に対する変化を Fig. 8 に示す。常温から 0°C の間ではほぼ一定であり、温度の低下とともに小さくなり -90°C ではほぼ 0 となりそれ以下の温度ではストレッチゾーンは認められない。 S_c の温度に対する変化傾向は Fig. 6 に示した K_i および K_Q の温度に対する変化傾向とよく一致している。

3.4 X線回折法による破面観察

Fig. 9 に X線回折法により破面観察した低温試験の結果を示す。半価幅比 B/B_0 の分布は右下がりの曲線で示されある深さ以上で一定となる。ここで B/B_0 がほぼ 1 となる深さをもって塑性域深さ ω_y とする。 ω_y は温度が低くなるにしたがって小さくなる。このことは破壊じん性値 K_i と対応させると K_i が小さくなるほど ω_y は小となる。また B/B_0 の分布は低温になるにしたがって破面表面近傍のばらつきが小さくなり、 $y=0$ における B/B_0 の値は試験温度の低下にしたがって小さくなり明らかな傾向を示している。

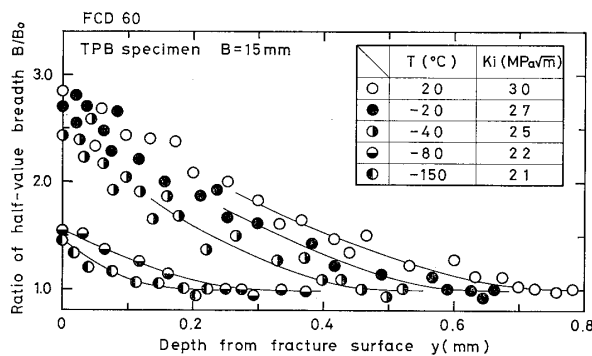


Fig. 9. Half-value breadth distribution near fracture surface.

4 考 察

4.1 塑性域の大きさ

Fig. 10 に塑性域深さ ω_y と破壊じん性値 K_i を降

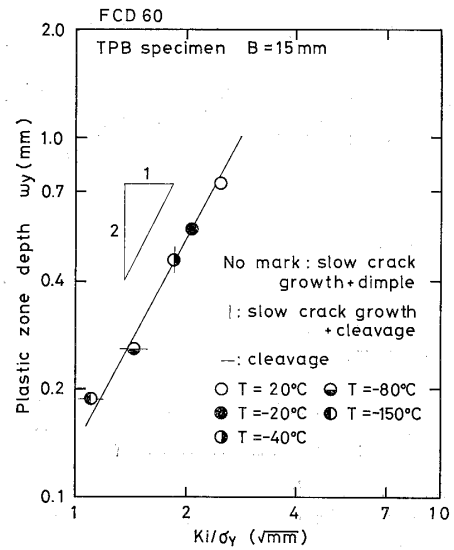


Fig. 10. Relation between plastic zone depth and stress intensity factor divided by yield stress.

伏応力 σ_Y で割った商 K_i/σ_Y で整理した結果を示す。両者は試験温度の違いに関係なく傾きが 2 の直線で表される。 ω_y は次式の形で表すことができる。

$$\omega_y = \alpha (K_i/\sigma_Y)^2 \quad (3)$$

ここで $\alpha = 0.13$ である。筆者らが前報で行った高張力鋼 (JIS SNCM 8 焼入焼もどし材) の場合 $\alpha = 0.12 \sim 0.14$ であり、また本研究と同種材の常温での鈍化切欠き破壊じん性材では $\alpha = 0.13$ であった¹⁴⁾。また Levy¹⁵⁾ の有限要素法解析では $\alpha = 0.15$ が得られており、本材料の $\alpha = 0.13$ はほぼこれらと一致した。式(3)をもとにすると破面形態に関係なく σ_Y がわかっている破面の X線観察により ω_y を測定することにより破壊じん性値の推定が可能となる。

4.2 破面ひずみと破壊機構

半価幅比 B/B_0 と Mises の相当引張塑性ひずみ ϵ_p との関係より式(1)を使って、破面の B/B_0 の測定値より破面の塑性ひずみを評価した。これは破面下の X線照射域中の材料が破断過程で受けた塑性ひずみに対応するものとみなされる。また別報に述べたように十分に深い鈍化切欠き底からの延性き裂の発生は切欠き底での最大ひずみ ϵ_{max} を破壊条件としてとられる場合が多い。

切欠き底の最大ひずみ ϵ_{max} は完全弾塑性体に対して

$$\epsilon_{max} = (3/4) (1/E) (K^2/\rho\sigma_Y) \quad (4)$$

で与えられた¹⁷⁾。つまり ϵ_{max} は $K/\sqrt{\rho\sigma_Y}$ の関数となる。このとき破面ひずみ ϵ_f は ϵ_{max} の関数、すなわち $K_i/\sqrt{\rho\sigma_Y}$ と密接に関係しているものと予想される。疲労予き裂材に関しては $\rho = 0$ であり、式(4)をもとにすると ϵ_{max} が無限大となり ϵ_f と ϵ_{max} の対応は検討できない。しかしこの場合においては、 ϵ_f は $K_i^2/$

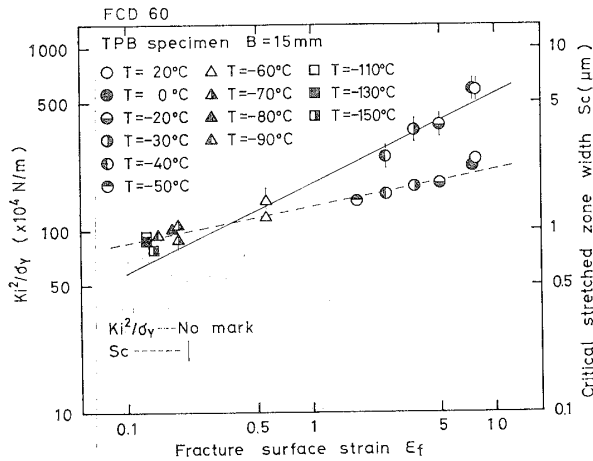


Fig. 11. Relation between K_i^2/σ_Y , critical stretched zone width and fracture surface strain.

σ_Y ないしは限界ストレッチゾーン幅 S_c と関係するものと予想される。Fig. 11 に常温および低温の場合の結果を含めて示す。両者の間には両対数線図上でほぼ直線関係が成立している。このことはX線フラクトグラフィの応用の観点からは ϵ_f の測定より破壊じん性値を評価できる可能性を示唆しており、重要であろう。これらの関係の破壊機構との関係については、今後の研究が必要である。

5 結 言

本研究で得られた主な結論をまとめるとつぎのようになる。

(1) 球状黒鉛鑄鉄の破壊じん性試験において電位差法を用いて、き裂発生点の検出が可能となり、もつめた破壊じん性値はRカーブ法およびストレッチゾーン法で求めた値と一致した。

(2) 破面下の半幅分布より決定した塑性域深さ ω_y は試験温度に関係なく破壊じん性値 K_i と次式で関係した。

$$\omega_y = 0.13(K_i/\sigma_Y)^2$$

ただし σ_Y は対応する温度での降伏応力である。

(3) 破壊じん性値 K_i は試験温度の低下とともに低

くなり、基地の破面形態もディンプル型よりへき開型に遷移した。これらの場合に関して破面形態に関係なく破面ひずみ ϵ_f と K_i^2/σ_Y の間には単一の関係が成立した。

(昭和56年7月13日 第18回X線材料強度に関するシンポジウムにて一部講演)

参 考 文 献

- 1) 平 修二, 田中啓介, 鉄と鋼, **65**, 450 (1979).
- 2) 材料強度部門委員会, “X線フラクトグラフィ”, 材料, **31**, 244 (1982).
- 3) 矢島善次郎, 広瀬幸雄, 田中啓介, 日本材料強度学会誌, **16**, 59 (1981).
- 4) 矢島善次郎, 広瀬幸雄, 田中啓介, 小河 弘, 材料, **32**, 783 (1983).
- 5) 広瀬幸雄, 田中啓介, 矢島善次郎, 岡林邦夫, 材料, **28**, 189 (1979).
- 6) 小長哲郎, 第16回X線材料強度に関する討論会前刷, p. 42 (1980).
- 7) 北川英夫, 小寺沢良一, “フラクトグラフィ” (1977) 培風館
- 8) ASTM Standard, Part 10, E399-81 (1981).
- 9) ASTM Standard, Part 10, E813-81 (1981).
- 10) H. Kobayashi, K. Hirano, H. Nakamura and H. Nakazawa, Proc. 4th Int. Conf. Fracture, Waterloo, **3**, 583 (1977).
- 11) 田中啓介, 藤山一成, 中村 研, 材料, **29**, 62 (1980).
- 12) T. Goto, Proc. 1973 Sympo. Mech. Beh. Mat., Kyoto, 265 (1973).
- 13) 広瀬幸雄, 田中啓介, 矢島善次郎, 日本材料学会第30期学術講演会前刷, p. 235 (1981).
- 14) 矢島善次郎, 広瀬幸雄, 田中啓介, 小河 弘, 材料, **32**, 1334 (1983).
- 15) N. Levy, P. V. Marcal, W. J. Ostergren and J. R. Rice, Int. J. Frac. Mech., **7**, 143 (1971).
- 16) 田中啓介, 藤山一成, 中川幸長, 中村 研, 川辺泰嗣, 材料, **29**, 710 (1980).
- 17) J. R. Rice, Fracture, H. Liebowitz, ed., Vol. II, 191 (1968) Academic Press