

Table 3. Tensile properties of weld joint.

Weld method	Test temperature (°C)	Y. S. (kg/mm ²)	T. S. (kg/mm ²)	El. (%) G.L.=50mm	Fracture position
Manual welding (HS2-A)	R. T. 450	37.3 28.9	58.8 49.7	23.8 20.5	Mother material //
Flash-butt welding	R. T. 450	39.2 26.2	60.0 49.8	19.5 20.0	// //

Table 4. Bend-results of weld joint.

Weld method	Bend condition	El. (%) G.L.=12mm	Results
Manual welding (HS2-A)	Face Root face	63.3~69.2 61.8~70.2	Good //
Flash-butt welding	Face Back	60.1~61.7 59.1~61.6	// //

Table 5. Charpy impact value of weld joint. (at R. T.)

Weld method	Notch position	Impact value (kg-m/cm ²)
Manual welding (HS2-A)	Mother material	10.4~11.1
	Weld metal	7.5~8.1
	Fusion line	13.6
	Heat affected zone	11.7~13.0
Flash-butt welding	Mother material	9.8~11.7
	Weld metal	4.2~4.7
	Fusion line	8.6~9.2
	Heat affected zone	10.4~11.7

接, 住金溶接棒製 HS 2-A), およびフラッシュバット溶接を行ないフインの溶接はユニオンメルト自動溶接によつた。それらの溶接方法および溶接条件の詳細はここでは省略する。

供試材としてフラッシュバット溶接用に 50.8φ×7 t 鋼管, 手溶接およびフイン溶接用には 50.8φ×8 t 鋼管を用いた。溶接材について継手引張, 曲げ試験および溶接部のカタサ, 衝撃試験を実施し, マクロ, ミクロ組織も調べた。それらの結果を Table 3~5, Fig. 1 に示す。

手溶接およびフラッシュバット溶接継手部の常温および 450°C における引張強さは母材のそれとほぼ同等の値を示し, 曲げ延性も良好であり, 衝撃値も満足すべきものであつた。また, 手溶接部, フラッシュバット溶接部およびフイン溶接部の各部における硬度も最高 Hv 235 程度であり, 総じて本鋼は良好な溶接性を有するものと考えられる。

さらに溶接継手について鋼管より採取した試験片のクリーブ破断試験および継手鋼管による鋼管ラプチャー試験を行なつた。その結果を Fig. 2 に示す。いずれも破断は母材で生じており, 溶接部の良好なることを示している。

4. 結 言

高張力鋼管をボイラ用として使用するための鋼管の材料について研究を実施し, さらに実用化するための量産

性および加工性について検討を行ないその成果の一部について述べた。これら一連の研究の結果その性能を確認することができたので知多火力発電所 3 号炉の節炭器管に採用されることとなつた。今後ともその性状については検討を続ける考えである。

なお最後に当たり, 本研究は当社常務取締役住友元夫氏, 取締役池島俊雄氏のご指導により遂行され, また三菱重工株式会社技術本部神戸研究所, 神戸造船所, 高砂製作所の方々の多大のご指導とご協力を得たことを報告し, 厚く謝意を表したいと考えます。

(173) Si キルド鋼の等温加熱による窒化物析出と高温強度の変化

住友金属工業, 中央技術研究所

工博 三好栄次・岡田隆保・仲山 剛

Nitride Precipitation in Silicon-killed Steel during Isothermal Heating and Its Influence on Creep Strength

Dr. Eiji MIYOSHI, Takayasu OKADA and Tsuyoshi NAKAYAMA

1. 緒 言

Si キルド鋼のクリープ強度は 600~700°C における高温加熱によつてかなり低下する。この現象は大型圧力容器の溶接部の応力除去焼鈍に伴う高温強度の低下と関連して注目され, かなり多くの研究が行なわれており^{1)~10)}, この強度低下の主な原因は加熱中に Si の窒化物が析出し, 鋼中の固溶窒素量が減少するためであることも明かにされている。

しかしながら, これらの研究においてはおもに熱処理と高温強度の関連に検討の重点がおかれ窒化物の析出挙動についてはほとんど追究されていない。Si キルド鋼におけるこのような窒化物の析出は上述の問題とともにさらに一般的に, N の高温強度への効果, たとえばその温度依存性, 強化機構なども関連して重要と考えられるのでその詳細を検討することとした。

本報においては主として, 500~700°C の温度域における窒化物の析出挙動, ならびにこれに伴うクリープ強度の変化について述べる。

2. 供試鋼と実験方法

供試鋼は 100 kg 高周波炉で溶製された Si キルド鋼でその化学成分を Table 1 に示す。これを 18 mmφ に鍛伸し, 鍛造のままおよび 900°C×1hr 空冷材に 500~700°C の間で 50°C おきに 5000hr までの等温加熱を

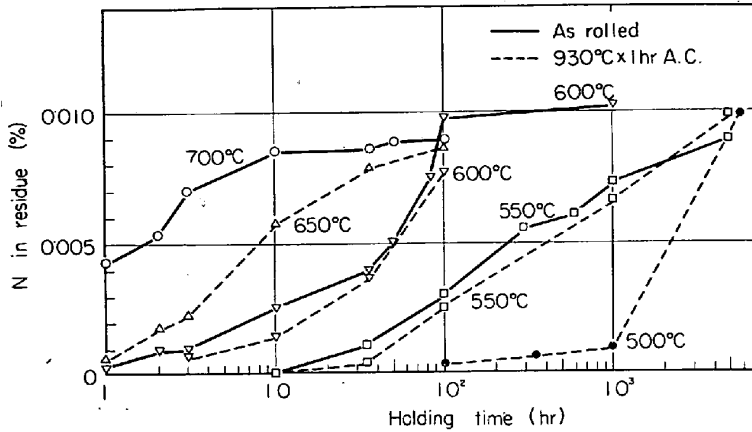


Fig. 1. Relation between holding time at various temperature above indicated and nitrogen content (%) in residue extracted by iodine-methanol dissolution method.

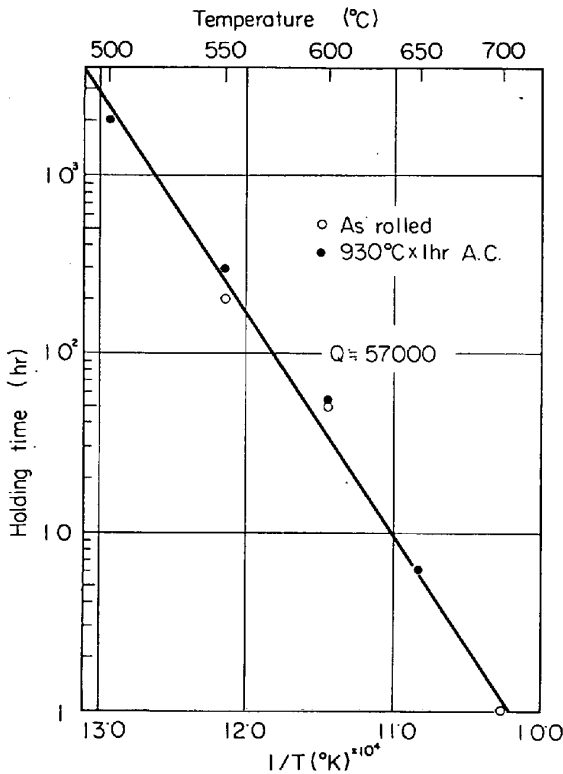


Fig. 2. Relation between the heating temperature ($T^{\circ}K$) and holding time (hr) for 50% precipitation of the nitride.

Table 1. Chemical composition.

C	Si	Mn	P	S	Cu	N	Sol. Al
0.12	0.18	0.42	0.025	0.018	0.10	0.0098	<0.002

行なつた。これらより窒化物分析試料，顕微鏡試料，クリープ試験片を作製した。

窒化物の分析はさきに報告した方法¹¹⁾¹²⁾にしたがい，沃素・メタノール ($60^{\circ}C \times 1hr$) によつて試料を分解し，残渣中の N 量および Si, Mn, Fe, Al 量を定量した。

このほか C 0.13%, Si 0.2%, Mn 0.45% を基本成分とする N 量の変化した数種の低炭素鋼を用いて，N の効果の温度依存性を検討した。

3. 実験結果

3.1 等温加熱における窒化物の析出

Fig. 1 に沃素メタノールによる抽出残渣中の N 量の変化を示した。これは加熱中に窒化物として析出した窒素量の変化とみることができるが，これより各温度において，加熱時間の増加とともに析出窒素量は増加することがわかる。たとえば $550^{\circ}C$ 加熱の場合，加熱時間 35hr まで析出はほとんどなく，これ以上で漸次析出し，5000hr においてはほぼ全量の窒素が析出しているとみることができる。また，加熱温度の影響としては，その高いほど短時間で析出の生ずることがわかる。

いま，加熱温度 ($T, ^{\circ}K$) と各温度において全体の 50% の窒素が析出するに要する時間 (t, hr) の関係を示すと，Fig. 2 のように $\log 1/t$ と $1/T$ の間に直線関係が認められ，

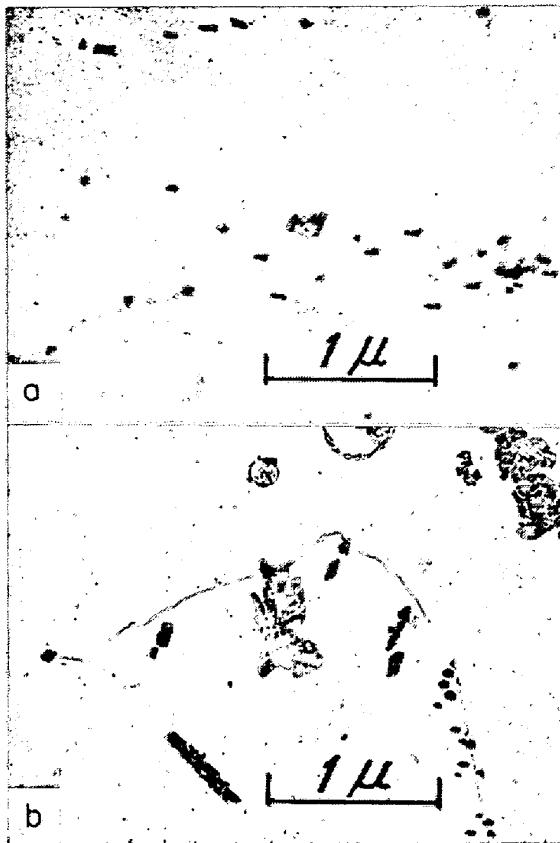
$$\log 1/t = 12.61 - \frac{12370}{T}$$

で表わされる。これより本析出反応の活性化エネルギーを推定すると約 57000 cal/mol. が得られる。この値は鉄中における Fe の自己拡散ないしは置換型固溶原子の拡散の活性化エネルギーにほぼ等しく，したがつて窒化物の析出はこれらの原子の拡散と密接な関係を有することが推察される。上式の関係をさらに低温側に外挿し，窒化物の析出時間を求めると， $450^{\circ}C$ においては約 3 万時間で約 50% の窒素が析出すると推定される。

つぎに，これら抽出残渣の組成分析結果を $650^{\circ}C$ 加熱の場合について，Table 2 に示す，加熱時間の増加とともに残渣中の Si および Mn 量の増加することがわかる。 $650^{\circ}C \times 0.5hr$ の加熱材では析出窒化物はほとんどなく，ここで分析された Si, Mn は酸化物として鋼中に存在するものと推定されるので，等温加熱に伴う Si, Mn の増加はこの値を減じた値に等しいと考えられる。一方，Fe, Al 量にはほとんど変化は認められないことから，この温度域で析出する窒化物は Si, Mn, N より構成されるものと考えられる。さらに，析出の活性化エネルギーが置換型原子の拡散のそれにほぼ等しいことを述べたが，組成分析結果よりみると，Si, Mn の拡散と関連することが考えられる。

析出相の一例を Photo. 1 a, b に示す。これらの結晶構造ならびに組成比の詳細については別に検討しているが，電子回折の結果によればその結晶構造は ARROW-SMITH ら⁷⁾⁹⁾¹⁰⁾の指摘しているごとく AlN 型に近似している。これらの点については鋼組成とくに Si, Mn との関連において別途報告したい。Table 2 には真空溶解によつて溶製した極低炭素，低硫黄材について等温加熱を行ない，窒化物析出について検討した結果を併記したが，普通鋼の場合と同じく，加熱時間の増加とともに，Si, Mn の増加が認められる。

なお，著者らはさきに他の低炭素鋼において，Si と Mn を含む窒化物の析出することを報告したが¹²⁾¹³⁾，



(a) 550°C x 600hr (b) 600°C x 50hr

Photo. 1. Structure of silicon-killed steel after isothermal heating above indicated. (Extraction replica)

Table 2. Chemical analysis of the nitride extracted by iodine-methanol dissolution method.

Steel	Heat treatment	N as nitride (wt %)	Si (wt %)	Mn (wt %)
Same as Table 1	900°C x 1hr A.C.*	0.0005	0.017	0.010
	+650°C x 0.5hr	0.0057	0.023	0.016
	+650°C x 10hr	0.0076	0.029	0.024
	+650°C x 35hr	0.0086	0.027	0.023
C 0.001 Si 0.25 Mn 1.17 N 0.0134 S 0.006	960°C x 1hr A.C.*	0.0004	0.005	0.009
	+650°C x 10hr	0.0062	0.012	0.023
	+650°C x 35hr	0.0122	0.016	0.031
	+650°C x 100hr	0.0125	0.017	0.032

* Air cooled

FABRITIUS ら¹⁰⁾ も Si キルド鋼の 600°C 加熱によつて、プロムエステルによる抽出残査中の Si と Mn が増加したことを報告している。

3.2 等温加熱に伴うクリープ強度の変化

3.1 で述べた長時間加熱材のクリープ試験結果を Fig. 3 に示す。試験条件は温度 450°C, 荷重 12.6 kg/mm² である。

これよりクリープ強度は加熱時間の増加とともに著しく低下することがわかる。この低下は 550°C の加熱で

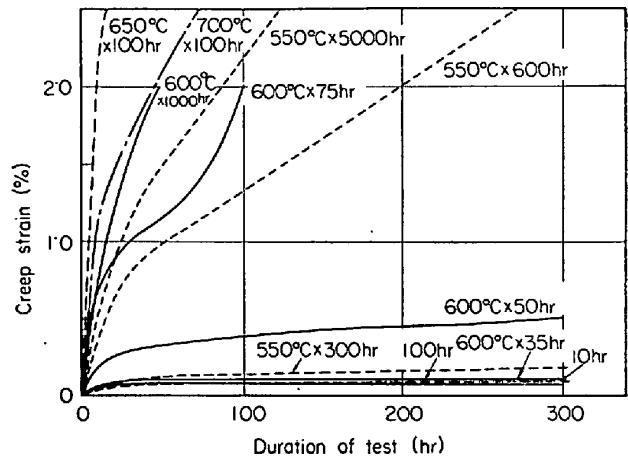


Fig. 3. Effect of isothermal heating above indicated on creep strength in silicon-killed low carbon steel. Test condition; 450°C, 12.6 kg/mm².

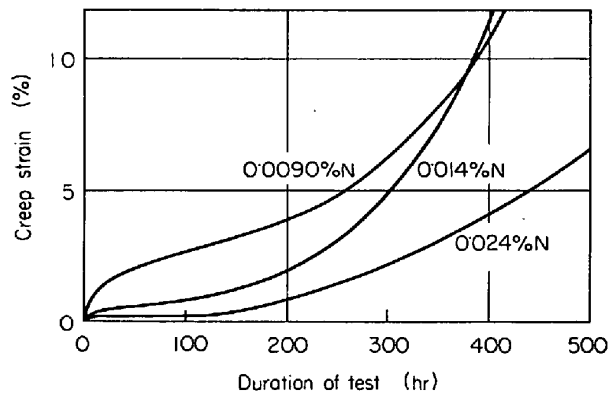


Fig. 4. Creep curves of the ruptured specimens for various nitrogen contents. Test condition; 550°C, 8kg/mm².

は 300hr 以上, 600°C では 35hr 以上, より高温ではより短時間で生ずる。

Fig. 1 と Fig. 3 を対比して, クリープ強度の低下と析出窒素量の関係を求めると, 析出窒素量が約 0.005% 以上, すなわち固溶窒素量が約 0.005% 以下になった場合に, クリープ強度が急激に低下していることがわかる。また, 析出窒素量がほぼ等しい, すなわち固溶窒素量がほぼ等しい場合でもクリープ強度の低下の度合は加熱温度によつてことなることがわかる。したがつて, 等温加熱によるクリープ強度の低下は, その主因が固溶窒素量の減少にあるにしても, このほかに加熱によつて生ずる他の組織変化とも関連するものであることがわかる。

3.3 窒素の効果の温度依存性

さきに, 窒素の効果には温度依存性があり, 500°C 以下においてはかなり明確に N 量の効果が認められ, その増加とともにクリープ破断時間は増大するが, これ以上においては窒素の効果が認められなくなる場合のあることを報告した¹⁴⁾。たとえば, 550°C, 荷重 8 kg/mm² の条件で, N 量が 0.009, 0.014, 0.020, 0.024% の Si キルド鋼・焼ならし材のクリープ破断時間はそれぞれ

495, 478, 482, 681 hr であり、大きな差は認められなかった。一方、これらの短時間におけるクリープ曲線には Fig. 4 に示すごとく、明らかに窒素の強化作用が認められた。したがって、この温度においても短時間においては窒素は強化作用を有するが、長時間になると、漸次その効果を失うものと判断される。Fig. 1 によれば 550°C において窒化物の析出はほぼ 35hr 以上において開始している。含有窒素量がことなる故、直接には比較し得ないが、Fig. 3 の N 0.024% に対するクリープ曲線の 100~200hr の間におけるやや急激な変化は窒化物の析出と関係をもつことが考えられる。この場合、破断後の組織中には明りように窒化物の析出が認められる。

以上のことから、窒素の効果の温度依存性は試験中における 3.1 で述べた窒化物析出とも関連があると考えられる。

4. 結 言

Si キルド鋼を 500~700°C の温度で長時間加熱した場合に生ずる窒化物の析出挙動を検討し、さらにこれに伴うクリープ強度の変化について述べた。

等温加熱中における窒化物の析出は rate process にしたがって、その活性化エネルギーは約 57000cal/mol と推定された。組成分析の結果によれば、析出窒化物は Si, Mn, N よりなると推定されその結晶構造についてはなお検討中であるが、AIN 型に近似している。

等温加熱に伴うクリープ強度の低下は本鋼の場合、固溶窒素量が約 0.005% 以下においてかなり顕著になる。また窒素の効果の温度依存性は試験中における窒化物の析出と関連があるものと考えられる。

なお、析出相のさらに詳細については鋼組成とくに、Si, Mn の含有量との関連において別途報告する予定である。

文 献

- 1) J. M. ROBERTSON, et al.: I. S. I. Spec. Rep., No. 69 (1961), p. 14
- 2) J. GLEN, et al.: *ibid*, p. 40
- 3) D. S. WOOD, et al.: *ibid*, p. 111
- 4) J. GLEN, et al.: I. S. I. Spec. Rep., No. 70 (1961), p. 222
- 5) K. J. IRVINE: et al.: *ibid*, p. 246
- 6) 寺井: ボイラ鋼管用炭素鋼・Cr-Mo 鋼のクリープ特性に対する脱酸条件の影響についての研究, (1961)
- 7) J. M. ARROWSMITH: J. Iron & Steel Inst. (U. K.), 201 (1963), p. 699
- 8) 薄田, 山本: 日本金属学会講演概要集, (1965) April, p. 88, (1966) April, p. 110
- 9) M. F. DAY, et al.: British Welding J., 12 (1965) Nov., p. 531
- 10) H. FABRITIUS, et al.: Stahl u. Eisen, 86 (1966) 6, p. 354
- 11) 新見: 日本鉄鋼協会, 鉄鋼分析部会, 非金属介入物小委員会提出資料, No. 55 (1966) Feb.
- 12) 新見, 堂谷, 仲山: 日本金属学会講演概要集, (1966) Oct., 207
- 13) 三好, 岡田: 鉄と鋼, 52 (1966) 11, S62

14) 三好, 岡田: 鉄と鋼, 50 (1964) 12, p. 1965

(175) 溶接構造用70キロハイテン (2H Super 鋼板) の溶接継手のラプチャー強度

日本製鋼所, 室蘭製作所

熊田 有宏・○土屋 勝弘
Creep Rupture Properties of Welded Composite of 70kg/mm² High-strength Pressure-vessel Steel (2H Super Steel)

Yūkō KUMADA and Katsuhiko TSUCHIYA

1. 緒 言

最近圧力容器用材料として溶接構造用ハイテンが多く使用されるようになってきており、クリープおよびラプチャー試験結果もいくつか発表されている¹⁾²⁾。設計温度としては 400°C 前後であり比較的低い。設計の基準として、高温引張り強さあるいは耐力をとるか、クリープあるいはラプチャー強度をとるかの丁度目付近であり、一応クリープあるいはラプチャー強度を定める必要がある。

本報告は、このような観点から、当所製の 70 キロハイテン 2H Super 鋼板およびその溶接継手についてラプチャー試験を実施し、設計基準としてクリープおよびラプチャー強度をとる必要のある温度範囲を明らかにした。また同時に、ラプチャー試験における、母材、溶着金属部、熱影響部の組織変化を観察し、組織変化とラプチャー挙動との関連を求めた。

2. 供試材および実験方法

供試材は当所製の調質型 70 キロハイテン 2H Super 鋼板およびその溶接継手を用いた。溶接継手については試験の途中での組織変化とラプチャー強度の関係を調べるために S. R. 処理を行なわなかった。試験に供した 2H Super 鋼板 (母材) および溶着金属部の化学成分を Table 1 に、試験前の各部の組織を Photo. 1 に示す。試験片は、直径 6mmφ、標点間距離 30mm で軸方向と板の圧延方向が平行になるように作製した。溶接継手試験片は、軸方向とビード方向が直交しており、平行部は溶着金属部を中心として熱影響部および母材部からなっている。母材試験片および溶接継手試験片のマクロエッチ後の外観を Photo. 2 に示す。

試験温度は 425°C, 450°C, 500°C, 550°C の 4 温度とし、各温度において最高 10,000 hr を目標として試験を実施した。

3. 実験結果

3.1 ラプチャー試験結果

各温度における母材試料と溶接継手試料のラプチャー試験結果を Fig. 1 に示す。これより次のことが分る。425°C の試験温度では、母材試料の方が溶接継手試料よりもラプチャー強度が高い。450°C では両者のラプチャー強度は同程度になり、500°C, 550°C では溶接継手試料の方が強くなるが、550°C ではその差が小さくなる。

3.2 破断部および組織の観察結果