

討27 9% Ni 鋼板の破壊靱性と強度に及ぼす S および P 量の影響

川崎製鉄㈱ 技術研究所 ○Ph. D 中野善文、古君 修、榎並禎一

1. 緒言

LNG貯槽の脆性破壊は壊滅的損害をもたらすため、使用される9% Ni 鋼に関してはきわめて高い靱性が要求される。9% Ni 鋼の靱性を改善する方法としては、P、S量の低減が考えられる。近年、製鋼技術を中心とした製造方法の進歩により、これら不純物を低減した優れた9% Ni 鋼板の製造が可能となった。本稿は、9% Ni 鋼におけるS量と破壊力学に基づいた破壊靱性の関係、また、P量が母材および溶接部靱性とその破壊形態に及ぼす影響について調べたものである。

2. 9% Ni 鋼の破壊靱性に及ぼす S 量の影響

2.1. 実験方法

実験に供した材料は、焼入れ焼もどし(QT)、2回焼ならし焼もどし(NNT)および圧延ままの9% Ni 鋼板で、厚さは30mmであった。供試材の化学組成をTable 1に示す。S量は8~50ppmの間で変化させた。

シャルピー試験はJIS4号試験片を用い、77K(-196℃)における吸収エネルギーおよび脆性破面率を求めた。亀裂発生および延性亀裂進展特性を調べるために、切欠付3点曲げ試験を、また、脆性亀裂伝播停止特性を調べるために混成ESSO試験を実施した。これらの試験は、103K(-170℃)で行った。

2.2. 実験結果および考察

Fig. 1に、103KにおけるCODと77Kにおけるシャルピー吸収エネルギー $vE(77K)$ の関係を示す。各データ点に添付した数字はppm単位によるS量を示しており、L-TおよびT-LはASTM規格E-399で定められた試験方向を示している。たとえば、L-T試験片では切欠

Table 1 Chemical composition (wt%)

Steel	C	Si	Mn	P	S	Ni
A	0.051	0.26	0.63	0.0029	0.0008	9.10
B	0.043	0.27	0.60	0.0020	0.0013	9.14
C	0.064	0.25	0.58	0.0020	0.0023	9.06
D	0.052	0.25	0.62	0.0050	0.0050	9.13
E	0.051	0.21	0.59	0.0040	0.0010	9.16

に直角な試験方向が主圧延方向に平行であり、亀裂の進展方向が主圧延方向に直角になるように試験片を採取したものである。CODは $vE(77K)$ の増加とともに増加し、S量の減少とよく対応した。しかし、QT材とNNT材および圧延まま材では、CODと $vE(77K)$ の関係は異なっていた。S量50ppmでは、QT材とNNT材の $vE(77K)$ はほぼ等しいが、CODはQT材のほうがはるかに高い値を示した。NNT材のシャルピー試験片の延性破面率は60%で延性破壊と脆性破壊の両者を示すのに対し、QT材のそれは延性破壊のみを示した。吸収エネルギーの大部分は延性破壊による。

一方、CODは脆性破壊あるいは最大荷重のどちらか先に生じたほうによって決定される。したがって、もし脆性破壊が生じるなら、CODはNNT材で見られるように小さくなる。これらのことは、QT材とNNT材が同一S量を有し、ほとんど同じ吸収エネルギーを与えていたにもかかわらず、CODに大きな違いを生じたという実験結果を説明している。

Fig. 2に、QT材の延性亀裂発生抵抗 J_{10} と延性亀裂

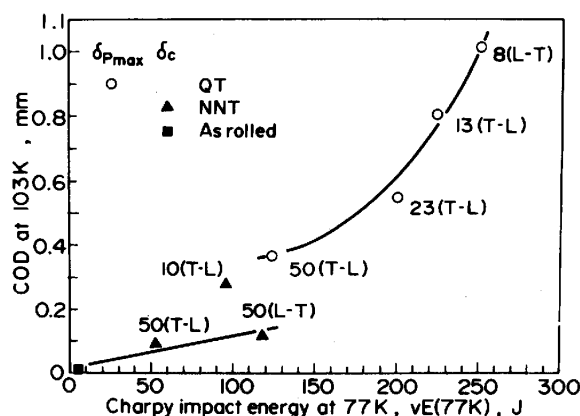


Fig. 1 Relation between COD at 103K and Charpy impact energy at 77K

進展抵抗 dJ/da の $vE(77K)$ に対する関係を示す。S 量低減に伴う吸収エネルギーの増加は、延性亀裂発生および進展に対する抵抗を増大させた。

Fig. 3 には、QT 材の混成 E S S O 試験において、試験板に侵入した平坦および剪断亀裂長さと $vE(77K)$ の関係を示す。剪断亀裂長さが吸収エネルギーの増加とともに急激に減少するのに対し、平坦亀裂長さは吸収エネルギーによってあまり影響を及ぼされない。したがって、吸収エネルギーの増加は延性亀裂伝播に対する抵抗を増大させると結論できる。

以上のように、S 量低減によるシャルピー吸収エネルギーの増加は、QT 材の延性破壊に対する抵抗を顕著に増大させた。そこで、シャルピー、3点曲げ、混成 E S S O 試験片の延性破面上に走査型電子顕微鏡によって観察されるディンプルの大きさを定量的に評価した。

Fig. 4 には、平均ディンプル直径と吸収エネルギー、COD および混成 E S S O 試験片の剪断亀裂長さの関係を示す。いずれの場合も、平均ディンプル直径の平方根の逆数と破壊靱性パラメータの間にはよい直線関係が得られ、平均ディンプル直径が大きいくほど吸収エネルギーおよび COD は小さく、剪断亀裂長さは大きくなった。また、このような直線関係は、 J_{IC} および dJ/da の場合にも得られた。シャルピー、3点曲げおよび混成 E S S O 試験は、試験方法

および試験温度が異なるが、ここでは延性破壊を対象としているため、各試験でディンプルの大きさにあまり差がなかった。そこで、Fig 5 に各試験で得られた平均ディンプル直径の平均値と S 量の関係を示す。両者にはよい直線関係があり、平均ディンプル直径は S 量によって支配されているこ

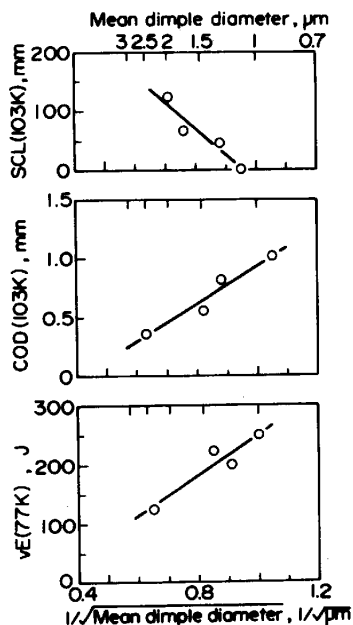


Fig. 4 Relation between various fracture toughness values and mean dimple diameter

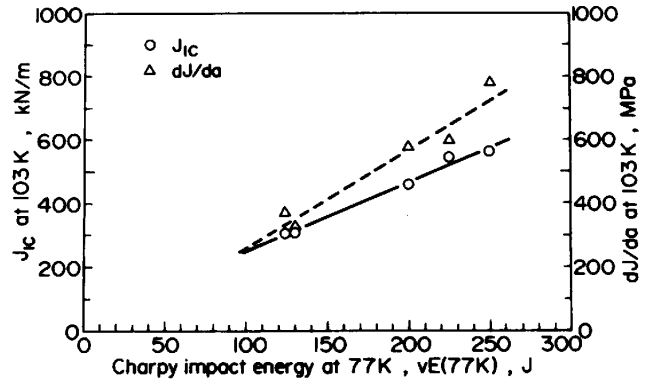


Fig. 2 Relation between J_{IC} and dJ/da at 103K vs. Charpy impact energy at 77K

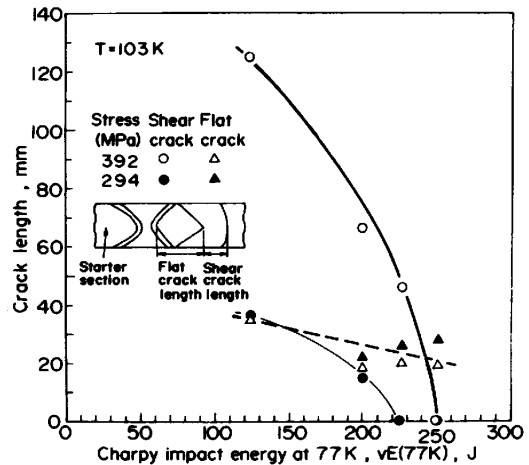


Fig. 3 Plots of flat and shear crack lengths vs. Charpy impact energy at 77K

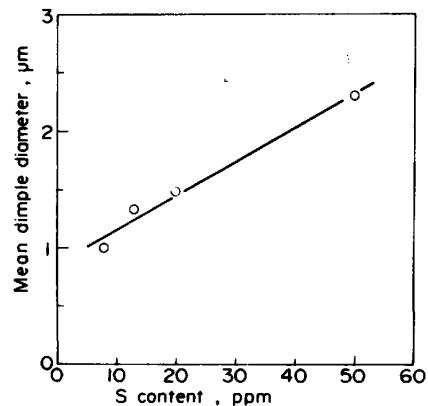


Fig. 5 Relation between mean dimple diameter and S content

とがわかる。

一方、ディンプルの大きさと介在物の大きさの間には、よい対応関係が見られた。このことにより、9% Ni 鋼のQT材においては、S量を低減することによりMnS といった介在物を核とするディンプルの形成に必要な応力は大きくなり、その結果、破面上のディンプルは小さく、かつ材料の延性破壊に対する抵抗が増大すると考えられる。

3. 9% Ni 鋼の破壊靱性におよぼすP量の影響

3.1. 実験方法

実験に供した材料はQT処理した9% Ni 鋼板で、厚さは20 mmであった。焼入れ温度と時間は、730℃および70 minとした。焼もどし温度と時間は、570℃および80 min とし、冷却は水冷、空冷、炉冷(40℃/h) の3種類とした。供試材の化学組成をTable 2に示す。P量は10~130 ppmの間で変化させた。

Table 2 Chemical composition (wt. %)

Steel	C	Si	Mn	P	S	Ni
1	0.053	0.26	0.62	0.001	0.0009	9.32
2	0.052	0.24	0.67	0.005	0.0009	9.13
3	0.056	0.26	0.62	0.008	0.0009	9.12
4	0.061	0.26	0.62	0.013	0.0008	9.14

シャルピー試験はJIS4号試験片を用い、108K(-165℃) および77K(-196℃)における吸収エネルギーおよび脆性破面率を求めた。一部の試料については破面を走査型電子顕微鏡で観察し、破壊形態を調べた。3点曲げ試験は全厚で行い、試験温度は108Kとした。なお、試験片は切欠に直角な方向が主圧延方向と直角とし、シャルピー試験片は板厚中央部から採取した。

溶接部靱性に及ぼすP量の影響を、QT(空冷)材に入熱量30kJ/cm で溶接したときのボンド部に相当する再現溶接熱サイクルを付与して製作したシャルピー衝撃試験片を用いて求めた。さらに、再現溶接熱サイクル付与後、560℃で120min 加熱する溶接後熱処理(PWHT)を行った試料についてP量の影響を調べた。PWHT後の冷却速度は、ASTM規格に基づく200℃/hと40℃/h(炉冷)の2種類とした。一部の試料については破面を走査型電子顕微鏡で観察し、破壊形態を調べた。

3.2. 実験結果および考察

Fig. 6に、QT材のvE(77K)に及ぼすP量の影響を示す。P量の影響は、焼もどし時の冷却速度によって大きく異なった。P量を0.005%まで低減すると、冷却速度を炉冷まで遅くしてもvE(77K)は高かった。しかし、P量が0.008%まで増加し、冷却速度が炉冷程度に遅くなると著しく靱性が劣化した。

つぎに、シャルピー試験でP量の影響が顕著に認められた、焼もどし時の冷却を炉冷とした試料について、108Kで3点曲げ試験を行った。Fig. 7に結果を示すが、シャルピー試験と同様に、P量の増加とともにCOD値は低下した。

Fig. 8に、再現溶接熱サイクル付与ままおよびさらにPWHTした材料の、vE(108K)とP量の関係を示す。再現溶接熱サイクルを付与したままでは、P量が0.013%まで増加してもvE(108K)は変わらないが、PWHTを行うとP量の増加に従いvE(108K)は著しく低下した。PWHT時の冷却速度が200℃/hの場合、P量が0.005%以下ではPWHTによるvE(108K)の低下は認められ

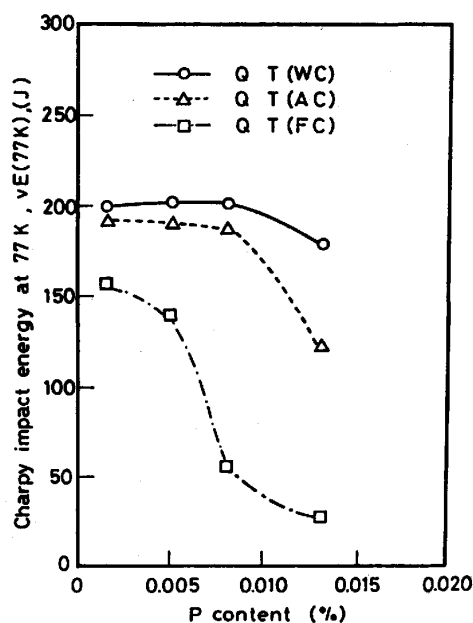


Fig. 6 Effect of P content on Charpy impact energy for quenched and tempered plate

なかった。しかし、40℃/hの冷却速度では、P量を0.001%まで低減してもPWHTによりvE(108K)は低下した。

Fig. 9に、再現溶接熱サイクル付与のままおよびさらに冷却速度が40℃/hのPWHTを施した試料の、108KにおけるCODとP量の関係を示す。vE(108K)と同様に、再現溶接熱サイクルを付与したままではP量の影響は認められなかったが、PWHTを行うとP量の影響は顕著に認められた。PWHTを施した時は、P量が0.001%の試料では熱サイクルままと比較して、vE(108K)は低下したがCODは低下しなかった。

以上、母材および溶接部の靱性に及ぼすP量の影響を示したが、P量が増加し焼もどしまたはPWHTの冷却を遅くすると脆化することが現象的に認められた。これは、Cr-Mo鋼などに認められる焼もどし脆性と共通の現象と考えられる。一般的に、焼もどし脆性はPが粒界に偏析し粒界破壊を伴い脆化する現象として知られている。そこで、焼もどし時の冷却を炉冷とした試料、および再現溶接熱サイクル付与後PWHTを行いその際の冷却を炉冷としたものについて、シャルピー試験片と3点曲げ試験片の破面を走査型電子顕微鏡で観察した。その結果の一部を、Photo. 1に示す。熱サイクル材では粒界破面が認められたが、母材ではP量の増加とともに脆化しているにもかかわらず、破面は劈開破面であった。したがって、母材については従来の焼もどし脆性とは違った機構で、Pが脆化を促進しているものと考えられる。このように、焼ならしまたはPWHT時の冷却速度が遅い場合の、P量の増加による溶接部、母材の靱性劣化は、前者は劈開破面の増加で後者は粒界破面の増加によった。

4. 結言

S、Pが9%Ni鋼の靱性を支配している機構について調べた。S量の低減は、延性破壊での平均ディンプル直径を小さくする。そのことにより材料の延性破壊に対する抵抗が増大し、靱性が向上することがわかった。一方、母材および溶接部で、焼ならし後炉冷あるいはPWHT(炉冷)したとき、P量の増加は、前者では劈開破面、後者では粒界破面

を増加させ、靱性を劣化させた。

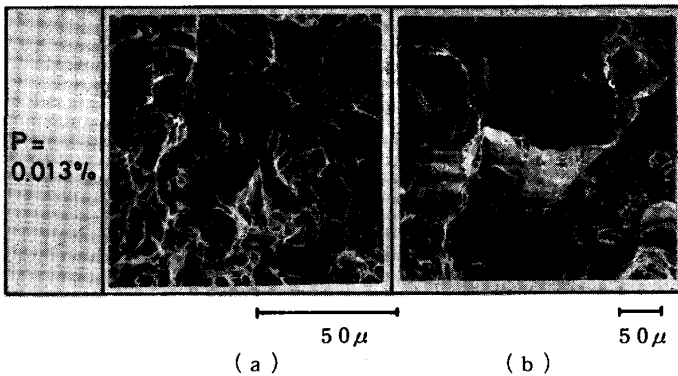


Photo. 1 Electron micrographs of Charpy test specimens of quenched and tempered(FC)plate(a) and post weld heat treated(FC)bond(b)

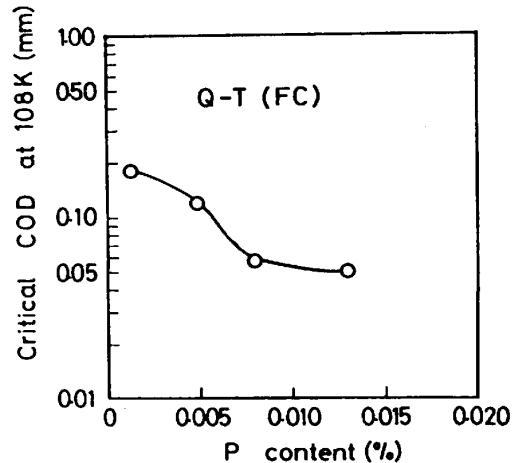


Fig. 7 Effect of P content on COD for quenched and tempered plate

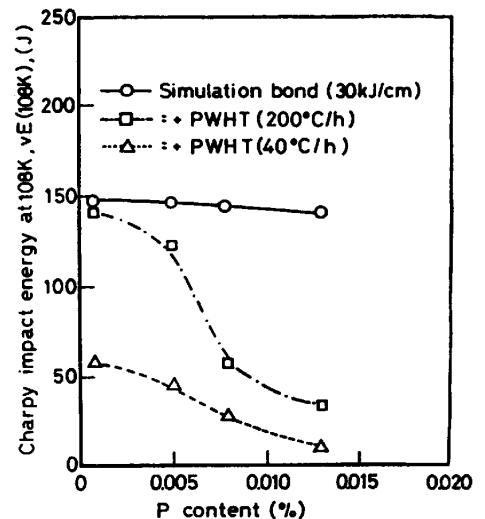


Fig. 8 Effect of P content on Charpy impact energy for simulated bond

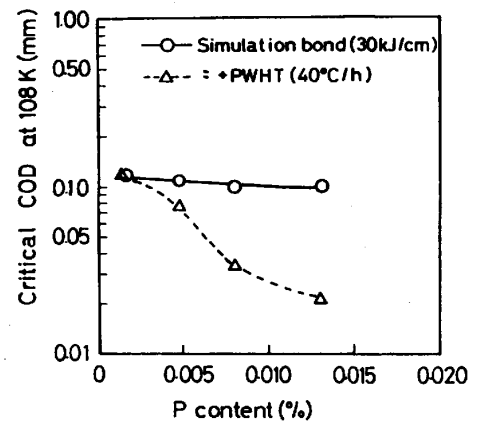


Fig. 9 Effect of P content on COD for simulated bond