

Niフリー調質高張力鋼の再熱割れ感受性に及ぼす HAZ組織の影響

中村 満*・川村 英昭*²

Influence of HAZ Microstructure on Reheat Cracking Susceptibility in Ni Free
Type Quenched-tempered High Strength Steel

Mitsuru NAKAMURA and Hideaki KAWAMURA

Synopsis : Relation between reheat cracking susceptibility and HAZ microstructure on Ni-free high strength steels were investigated. In this experiment, HAZ microstructure obtained by synthetic-weld heat treatment was researched from relationship between stress relaxation behavior and high temperature properties. Interaction between reheat cracking susceptibility and Post-weld heat treatment (PWHT) was investigated. As a result, from results of stress relaxation test, both specimens (N1 and N2) show the same tendency and reheat cracking of all HAZ microstructure was occurred. Second, results of Constant-load test on heating, each HAZ microstructure of both specimen was strongly embrittled from 830 to 900K and gained less 5% obtained by reduction of area. Each bainitic structure of both steel (N1 and N2) was different of ratio of bainitic type structure in spite of same cooling rate. Different of an amount of Mo (0.2 mass%) were not influenced by reheat cracking susceptibility.

Key words: reheat cracking susceptibility; HAZ microstructure; Ni-free high strength steel; type of bainitic structure; PWHT characteristics.

1. 緒言

本研究ではNiフリー調質高張力鋼溶接部のベイナイト組織形態の相違によるPWHT (Post-weld heat treatment)特性について検討した。一般的に80キロ級高張力鋼の溶接熱影響部(HAZ)に対する靱性向上を目的として、Ni添加は有効である。しかし、サワー環境 (H₂Sが存在する環境)ではNi添加を制限する場合がある。サワー環境では、腐食反応に伴って発生する水素の鋼中への侵入によってSSC (sulfide-stress cracking)やHIBC (hydrogen-induced blister cracking)が誘起される^{1,2)}。水素脆化は転位による水素の移動と、水素による転位移動度の増大という相互に強め合う二つの要素を持って進展していくと考えられている。鉄鋼中には、転位以外にも水素と相互作用を及ぼしあういろいろな欠陥が含まれている。特に高強度鋼は、種々の密度Nの点欠陥 (固溶強化)、線欠陥 (高密度転位による強化)、面欠陥 (結晶粒微細化による強化、析出硬化)などが含まれており、水素はこれらの欠陥とさまざまな形態で相互作用を持つ。鋼中水素侵入量の低減には腐食速度を低減する事が重要である。この結果として、Niは皮膜の存在しない状態ではむしろ割れ発生加速効果があり、合金元素としては有害であるとの考え方もあり、例えば、NACE MR0175では、サワー環境に使用される油井管に対するNi添加量を規制している^{1,2)}。

本研究では、Niフリー調質高張力鋼に再現溶接熱サイクルを与え、各HAZ組織を得た後に前報³⁾と同様に、PWHTを施し、異なったHAZ組織の高温物性および応力緩和挙動を調べ、高温での脆化現象の解明及び再熱割れ発生の有無、さらに割れ発生因子としての結晶粒界及び粒内の析出炭化物・介在物、HAZミクロ組織と再熱割れの相関に着目してNiフリー調質高張力鋼の再熱割れ感受性及びPWHT特性を検討した。

2. 実験方法

本実験で用いたNiフリー調質高張力鋼の化学組成と機械的性質をTable 1に示す。本供試鋼はN-1及びN-2共にC:

Table 1. Chemical compositions and mechanical properties of Ni free HT steels used.

a) N-1 steel													(mass%)	
C	Si	Mn	P	S	Cu	Cr	Mo	V	Al	N	B	Ceq	Pcm	
.119	.26	.86	.0029	.0009	.20	.77	.34	.036	.070	.0029	.0011	.515	.252	
0.2%P.S (MPa)		T.S (MPa)		Elongation (%)		Impact Value (J/cm ²)		Hardness HV:2.94N		Grain Size (μm)				
745		798		20		150		270~280		23~27				

b) N-2 steel													(mass%)	
C	Si	Mn	P	S	Cu	Cr	Mo	V	Al	N	B	Ceq	Pcm	
.119	.26	.84	.0025	.0011	.20	.76	.54	.036	.067	.0021	.0009	.560	.262	
0.2%P.S (MPa)		T.S (MPa)		Elongation (%)		Impact Value (J/cm ²)		Hardness HV:2.94N		Grain Size (μm)				
767		823		20		198		270~280		23~27				

平成16年1月29日受付 平成16年4月11日受理 (Received on Jan. 29, 2004; Accepted on Apr. 11, 2004)

* 岩手大学工学部 (Faculty of Engineering, Iwate University, 4-3-5 Ueda Morioka 020-8551)

* 2 岩手大学大学院生 (Graduate Student, Iwate University)

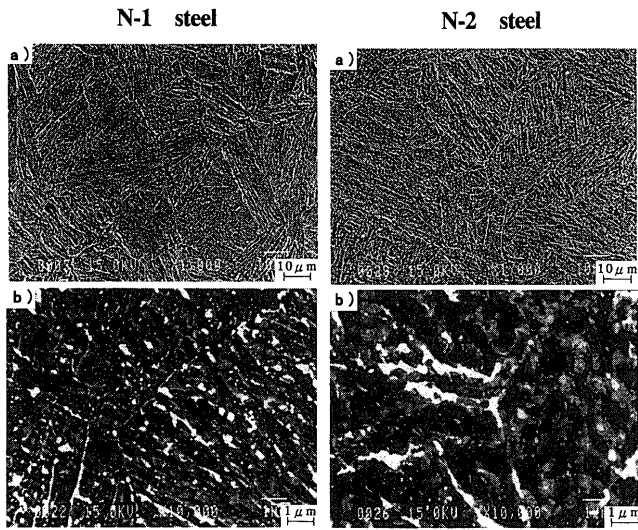


Fig. 1. Scanning electron micrographs of As-received HT steels.

0.119 mass%, NiおよびNbをフリーとし、強化元素としてMo, V及びBを添加することによりHT780クラスとした。N-1とN-2鋼との相違はMo添加量をそれぞれ0.34, 0.54と0.2 mass%異なるものの、他の添加元素は一定としてそのPWHT特性を調べた。Ce_qはN-1, N-2それぞれ0.515, 0.560, P_{CM}は0.252, 0.262である。引張強さはN-1が798 MPa, N-2は823 MPa, 両供試材とも硬さはHV: 270~280, 平均オーステナイト粒径は23~27 μm程度であった。

Fig. 1に供試鋼のSEMマイクロ組織写真を示す。この組織は調質処理より各種形態を含むベイナイト組織となっていた。両供試鋼とも結晶粒径23~27 μmとほぼ同様であったが、N-1に比べN-2は析出ラメラ状セメンタイトが、よりランダムに析出している傾向が認められた。

2.1 ミクロ組織評価方法

HAZのミクロ組織は日本鉄鋼協会より出版された「鋼のベイナイト写真集」⁴⁾に記載されている分類手法に基づき定量及び混合比を求めた。内容は0.1~0.2%以下0.0X~0.00X%の炭素量の低炭素系低合金高強度鋼(High Strength Low Alloy: HSLA)の連続冷却変態組織(CCT)をシステムティックに配置し、組織写真のマップを形成するように編集しており、写真集の内容の特徴を以下に示す。

(a) 炭素量, Mn量その他の置換型合金元素Nb, B等の成分因子によって鋼種を種別し、オーステナイトの未再結晶/再結晶等の状態それぞれについて、冷却速度による変態組織の変化を光学顕微鏡, 電子顕微鏡(SEM)写真によって提示している。

(b) Zw: 中間段階変態組織を中心とした多様な組織写真については、下部組織を含めて形態を主とする暫定的な分類によって整理されている。さらに要因毎, マップによる考察並びに索引も付加され、全体として写真の「アトラス」を形成するようになっている。

(c) これらの分類は今までTEMによってのみ行われてきたが、試料作製等の種々の問題があった。上述の写真集においてはSEMより分類可能となっているのが特徴である。

ベイナイト写真集より参考とした組織はHAZ内で予想される冷却時間(1023~723K)を考慮し、冷却時間200s以上の組織は除外した。また、写真集では主マトリックス相(Major Matrix-Phases)および二次生成相(Minor Secondary Phases)を取り扱っているが、本研究では主マトリックス相のみを参考とし、定量を行なった。写真集の冷却時間, 硬さ, 光学顕微鏡写真及びSEM写真を参考に用い、写真を張り合わせ広範囲で定量を行った。本試料の硬さはマイクロピッカース硬度試験機(荷重2.94N)より測定した。定量に用いた主マトリックス相について説明する。

• $\alpha^{\prime m}$ Dislocated cubic Martensite (HV: 380~430)

ラスマルテンサイト(マッシュブ)であり、高い転位密度を持っている。旧オーステナイト結晶粒界が確認できる組織である。

• $\alpha^{\circ B}$ Bainitic Ferrite (HV: 270~330)

炭化物を含まないsheaf(帯)状のラスである。旧 γ 結晶粒界が確認できる組織である。

• α_B (Granular bainitic) α (HV: 220~250)

粒状のベイニティックフェライトの中間段階変態組織である。亜粒界が複雑であるが、回復しているためラスが確認できない組織である。

• $\alpha^{\circ B}$ の \circ マークは亜粒界に密な格子欠陥があることを意味している。

• $\alpha^{\circ B}$ のアンダーラインはその相のほとんどがアンダーラインの組織が占めていることを示している。

• () 中の(MA, ...)等は炭素に富んだ二次相を示す。

3. 実験結果および考察

Fig. 2およびFig. 3は本供試鋼に再現溶接熱サイクル処理を施し、得られたミクロ組織写真である。Fig. 2の $\alpha^{\prime m}$ 単相の組織は試験片の均熱帯から得られたミクロ組織である。ラスマルテンサイトであり、硬さは最高でHV: 410であった。一方、 $\alpha^{\prime m}$ - $\alpha^{\circ B}$ の組織は同様に冷却時間2.5sで得られたミクロ組織であるが、ラスが複雑な形態をとっている部分と束状にまとまって存在している部分、そして旧オーステナイト粒界が観察できた。両組織の硬さに大きな差はないが、ミクロ組織は明らかに異なることがわかる。本試料では $\alpha^{\prime m}$ 単相を得るために試験片を細く加工しなければならないが、本試料は $\alpha^{\prime m}$ 単相が形成されにくい試料であることが確認された。

Fig. 3の $\alpha^{\circ B}$ では束状のまとまったラスが確認できた。冷却時間50sで得られた $\alpha^{\circ B}$ - α_B のミクロ組織では、ラス幅がFig. 2のミクロ組織に比べて広がっていた。一方、

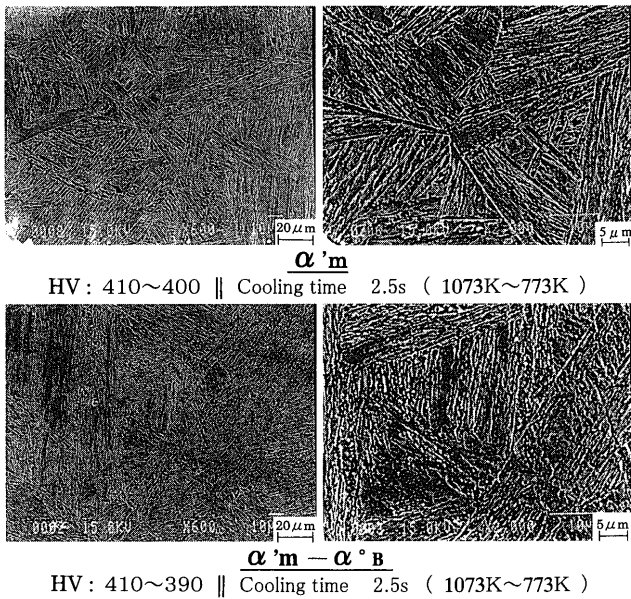


Fig. 2. Scanning electron micrographs after synthetic-weld heat treatment on Ni-free HT steels.

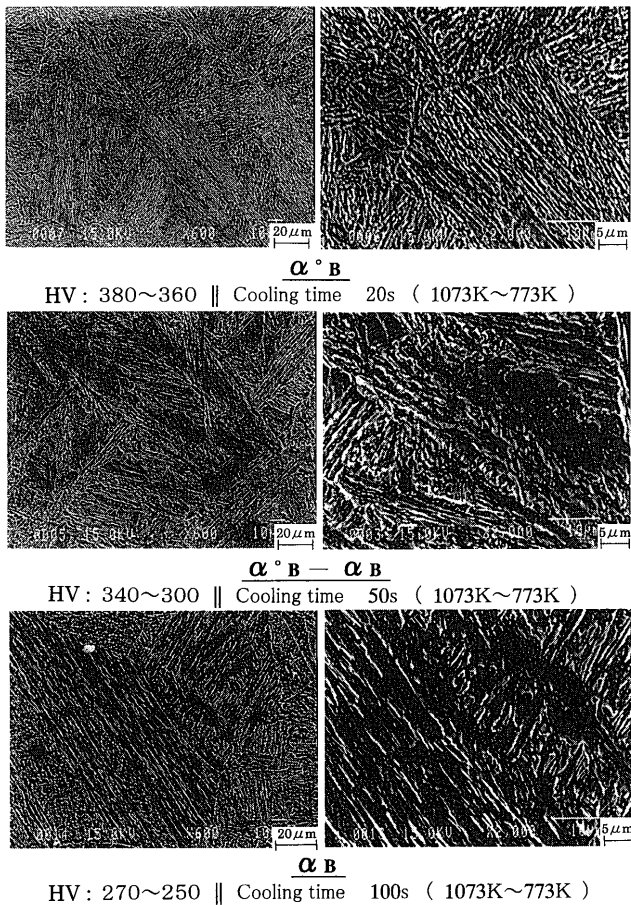


Fig. 3. Scanning electron micrographs after synthetic-weld heat treatment on Ni-free HT steels.

α_B は最も組織が粒状化しており、硬さがHV: 250~270と一段と低くなった。また、粒内・粒界に棒状の炭化物が確認できた。マイクロ組織は冷却時間が短くなるとともにより複雑な形態となる傾向を示した。

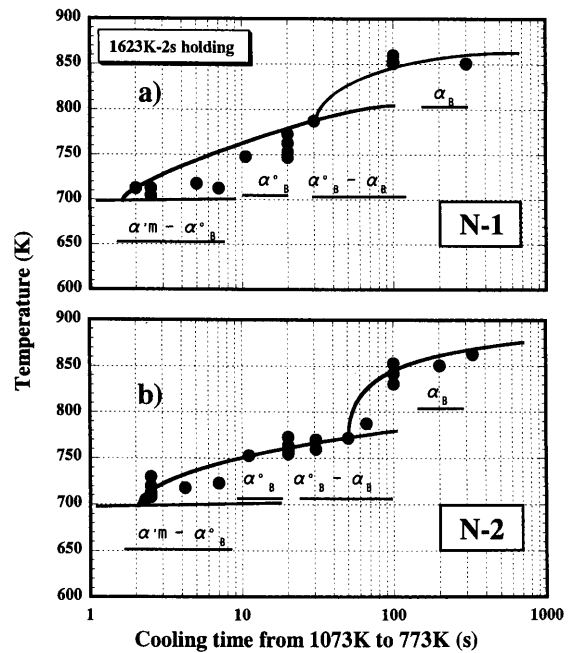


Fig. 4. SH-CCT diagram of Ni free HT steels. (a) N-1 steel, (b) N-2 steel.

Fig. 4は再現溶接熱サイクル処理より得たSH-CCT図を示す。N-1鋼及びN-2鋼共に実験内最速の冷却速度2s (1073~773K)でも $\alpha' m$ が同一形状の試料では単独で得られなかった。これはオーステナイトの化学安定化傾向が大きく、 A_3 点を下げるNiが添加されず、逆に化学安定化傾向が小さいAlが添加されているためと考えられる^{5,6)}。この結果、両CCT図に大きな差は現れず、Mo量の差(0.2 mass%)によるCCT図に及ぼす影響は軽微であると考えられた。

Fig. 5はベイナイト組織と冷却時間の量比の関係を示す。N-1鋼では冷却時間約10sにおいて $\alpha^o B$ (17%)と $\alpha^o B - \alpha B$ (83%)が混合した組織になっており、30s以上の冷却時間では $\alpha B - \alpha^o B$ が消滅していき αB が徐々に増加、80s以上では αB が単相で得られた。一方、N-2鋼ではN-1鋼では消滅した $\alpha' m - \alpha^o B$ (24%)を含んだマイクロ組織が冷却時間10sにおいて存在し、同様に100sでは αB (7%)が含まれていた。N-1鋼に比べN-2鋼のそれぞれの硬化組織が、より長い冷却時間でも確認できた。CCT図では両高張力鋼に明確な差が確認できなかったが、ベイナイト組織の量比においては明らかに差が現れた。これはMo添加量の相違によりN-2が、より硬化組織になりやすいことがわかる。

N-1及びN-2鋼の再現溶接熱サイクル処理後の冷却時間(以下: t_c)とピッカース硬さ(HV)及び結晶粒径(μm)の関係を図6に示す。両高張力鋼とも硬さが $t_c=2s$ で約HV: 400相当であったが、 $t_c=50s$ でほぼ受入れ材(以下: A.R材)とほぼ同じ硬さになり、 t_c が長くなるにつれて硬さが低下している。結晶粒径は、N-1鋼では $t_c=200s$ 、N-2鋼では $t_c=300s$ で最大約235 μm まで粗大化している。マイクロ

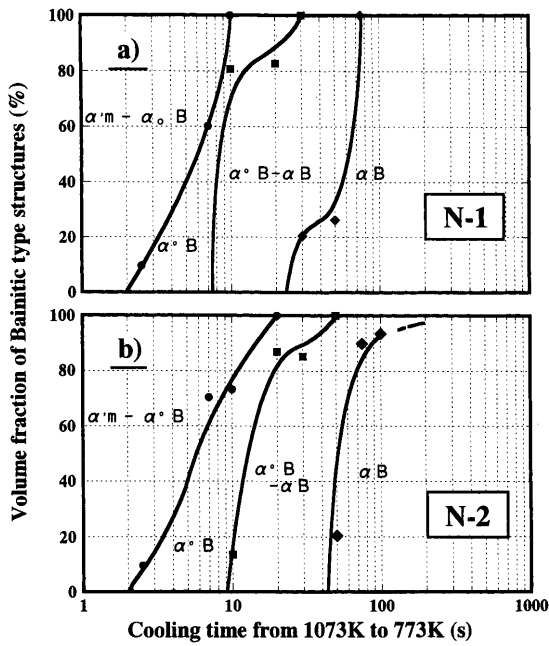


Fig. 5. Relation between cooling time from 1073 to 773K and volume fraction of bainitic structures. (a) N-1 steel, (b) N-2 steel.

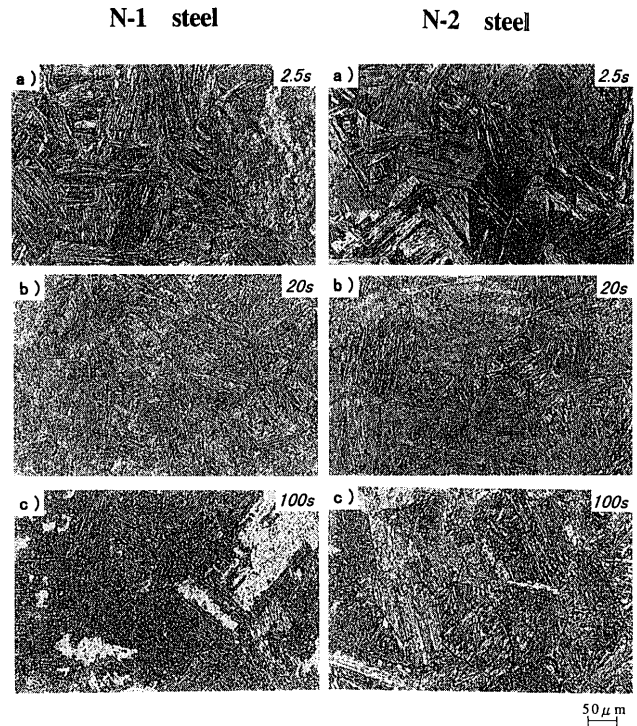


Fig. 7. Optical micrographs after synthetic-weld heat treatment on Ni free HT steels.

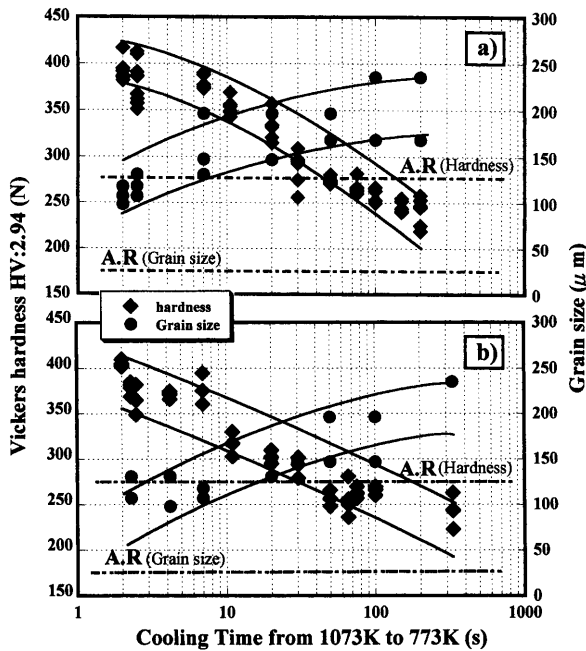


Fig. 6. Relation between Vickers hardness, grain size and cooling time from 1073 to 773K. (a) N-1 steel, (b) N-2 steel.

組織の変態温度が高くなるにつれ硬さが低下し、結晶粒径はより粗大化する傾向があり、また、N-1鋼はN-2鋼に比べその傾向が顕著に現れていた。

Fig. 7はN-1およびN-2鋼の各HAZ組織中の代表的な三つのマイクロ組織写真を示す。tc=2.5sでは両マイクロ組織とも $\alpha'm-\alpha^{\circ}B$ と $\alpha^{\circ}B$ が混合した組織である。微細でランダムな結晶方位の組織と、整合性があり、ややラス幅の広い組織が観察された。tc=20sのマイクロ組織はtc=2.5sのマイクロ

組織に比べラス幅が広く、粒内には粒状炭化物が析出していた。tc=100sのマイクロ組織はラス幅がさらに広がっており、溶接後の冷却過程で析出した炭化物が凝集し、粒界や粒内にさらに粗大化した炭化物として存在していた。

Fig. 8は昇温定歪速度試験による初期応力約500MPaでのN-1及びN-2鋼のHAZマイクロ組織毎の応力緩和挙動を示す。両鋼とも応力緩和挙動にHAZマイクロ組織依存性はほとんど観察されず、また、両鋼の同一HAZ組織を比較した場合も応力緩和挙動に大きな差は現れなかった。N-1においてtc=100sの α_B とA.R材はそれぞれPWHT温度1040K、1006Kで完全に応力緩和した。一方、tc=2.5sの $\alpha'm-\alpha^{\circ}B$ と $\alpha^{\circ}B$ の混合組織、tc=20sの $\alpha^{\circ}B$ と $\alpha^{\circ}B-\alpha_B$ の混合組織は残留応力150~160MPa、PWHT温度900K付近で応力緩和できずに破断、すなわち再熱割れが発生した。N-2ではA.R材と $\alpha'm$ 単相の組織以外のHAZ組織は全て残留応力170~190MPa、PWHT温度890~950Kで再熱割れが発生した。N-2のtc=100sの組織では再熱割れが発生したがN-1では発生しなかった。これは高温引張試験の結果、伸び及び絞り値を測定したが、N-2の900K近傍での脆化傾向は著しく、前述のようにN-2はN-1よりもMoが多く含まれているため、N-1よりも比較的に硬化組織が多く生成され、PWHT過程で炭化物がより多く析出し、また、N-2のみに含まれていた $\alpha^{\circ}B$ も再熱割れの一因となっていると考えられる。

一方、各マイクロ組織の詳細な検討の結果、 $\alpha'm$ 単相の組織は両鋼の各HAZマイクロ組織の中で最も高い再熱割れ発

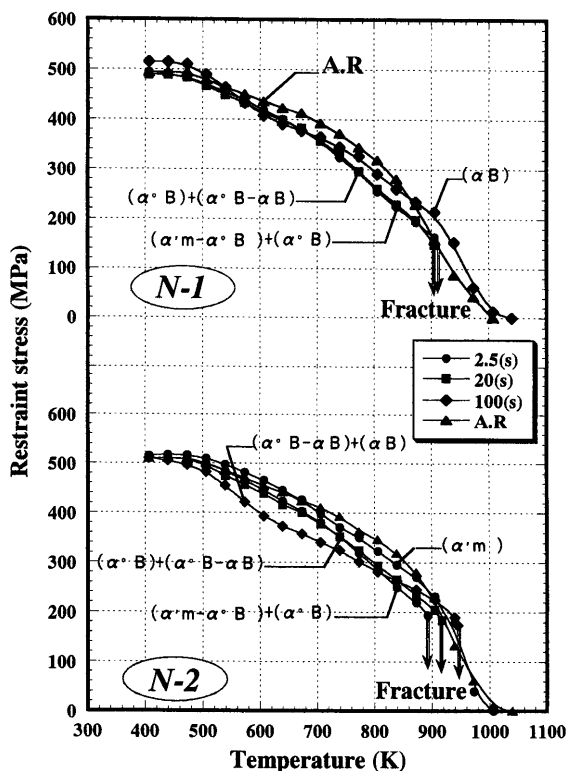


Fig. 8. Stress relaxation behavior of HAZ microstructures obtained Constant-strain rate test on heating.

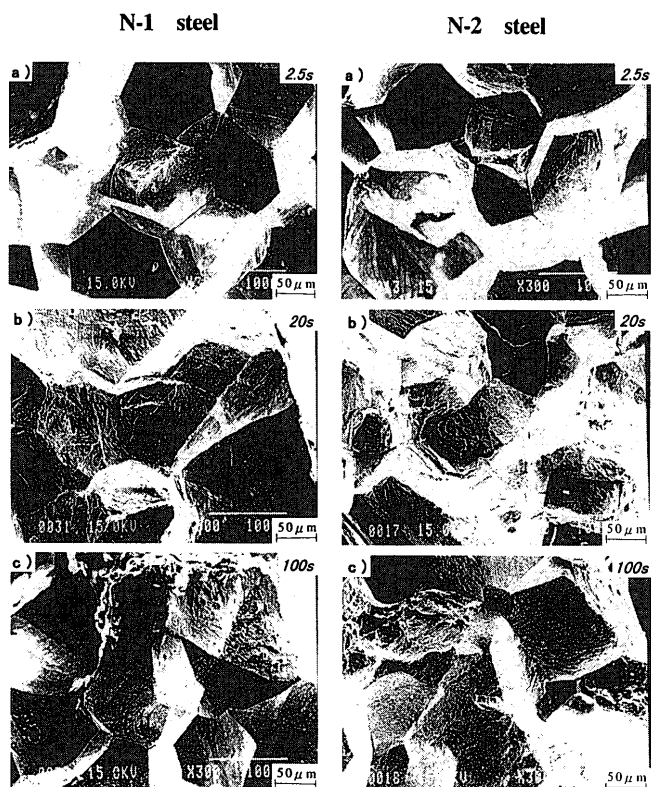


Fig. 9. Fractographs of reheat cracking surface obtained Constant-strain rate test on heating.

生限界応力を示した。両鋼の限界応力がほぼ等しかった組織は2.5sのマイクロ組織で、両鋼のベイナイト組織量比もほぼ同様であったが、 $\alpha'B$ が含まれている2.5sのマイクロ組織と $\alpha'm$ 単相の組織限界応力には約100MPaの差が生じた。その他の20sと100sの再熱割れ発生限界応力には明瞭な差が現れ、 $\alpha'B$ が多く含まれているマイクロ組織が、より低い再熱割れ発生限界応力を示した。

Fig. 9は応力緩和試験で再熱割れが発生した各HAZ組織の破面を示す。両鋼の各HAZ組織とも典型的な粒界破壊を示しており、また、両鋼の冷却時間2.5sの試料($\alpha'm$ - $\alpha'B$ と $\alpha'B$ の混合組織)は他の試料に比べ破断面上に延性を示す凹凸が少なかった。

Fig.10は同様に再熱割れが生じた各種HAZ組織の割れ近傍のマイクロ組織を示す。N-1及びN-2共に粒界及び粒内に炭化物が観察された。N-1鋼の20sの組織からは粒界に微少なキャビティと炭化物が連なっていることが分かる。これは粒界に生成された炭化物に粒内すべりより応力集中が生じ、微少キャビティが形成され、拡大連結し大きな割れに成長する途中であると思われる^{7,8)}。両鋼の炭化物の析出傾向に大きな差異は観察されなかったが、 $\alpha'B$ の組織である100sのマイクロ組織の炭化物は他のマイクロ組織に比べて、より粗大化していた。両鋼のMo量は0.2mass%の差があるが、本供試鋼の組成ではその差は応力緩和中の炭化物析出にさほど大きな影響を与えないと考えられる。この結果、脆化傾向は粒界での炭化物、介在物の偏析による粒

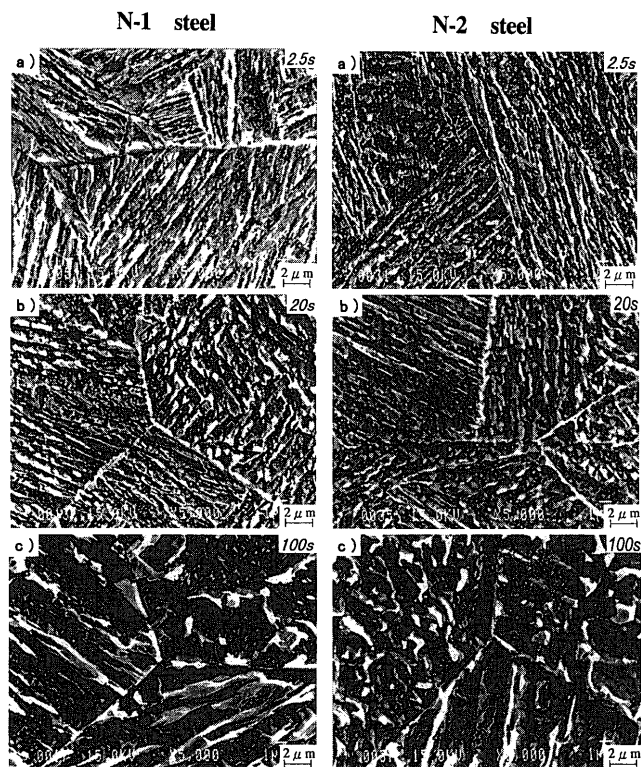


Fig. 10. Scanning electron micrographs of near intergranular cracking surface obtained by Constant-strain rate test on heating.

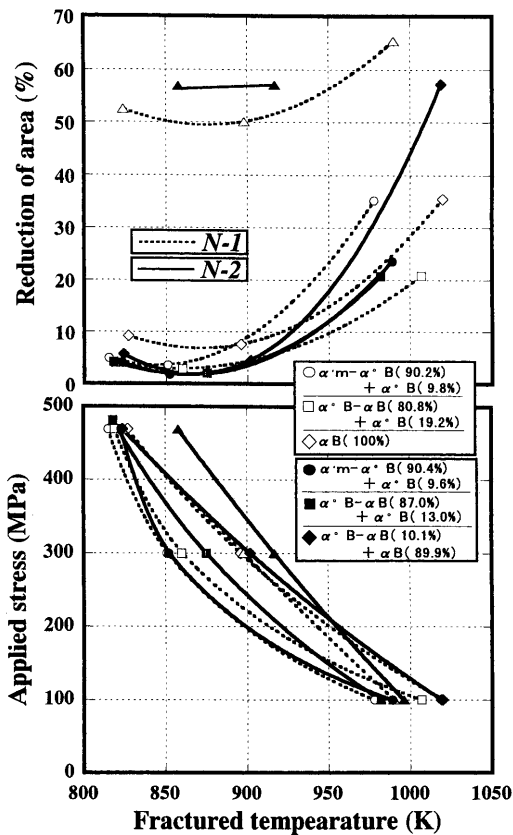


Fig. 11. Relation between the reduction of area, applied stress and fractured temperature obtained by Constant-load test on heating.

界破壊であることが判明した。

Fig.11は昇温定荷重試験で得られた各HAZ組織の強度特性のうち、絞り値及び負荷応力と破断温度の関係を示す。負荷応力が約470MPaでは、N-2のA.R材を除いてほぼ同一の破断温度であったが、負荷応力が低くなるにつれ破断温度に50K程の幅が観察され、負荷応力300MPaにおいてN-1及びN-2の各HAZ組織の破断温度は約850~900Kであった。一方、絞り値では830~900K付近で全てのHAZ部が著しい脆化を示していた。この温度範囲はNiフリー鋼における焼き戻し過程での炭化物の析出、凝集、それに伴うマトリックスのフェライト化及び二次硬化が急速に起こっている温度領域と考えられる。この結果からもHAZ固有の高温物性を検討した本実験より、応力緩和特性でも得られたが、著しい脆化傾向が830~900Kで確認できた。

Fig.12はPWHT過程におけるHAZ組織毎の塑性変形能と熱膨張による変位量から再熱割れ及び延性の評価をした図を示す。ここで示したDeformabilityとは昇温定荷重試験における破断時の変位量(C.L Values)を示し、材料の塑性変形能を意味する。Displacementとは本実験の昇温定歪速度試験で与えられた熱膨張分の変位量(C.S Values)を表示したものである。つまりPWHT過程での材料及びHAZ組織の再熱割れや脆化の程度を評価する場合、それぞれの塑性変形能の把握が最も重要であり、図中の変形能曲線と変

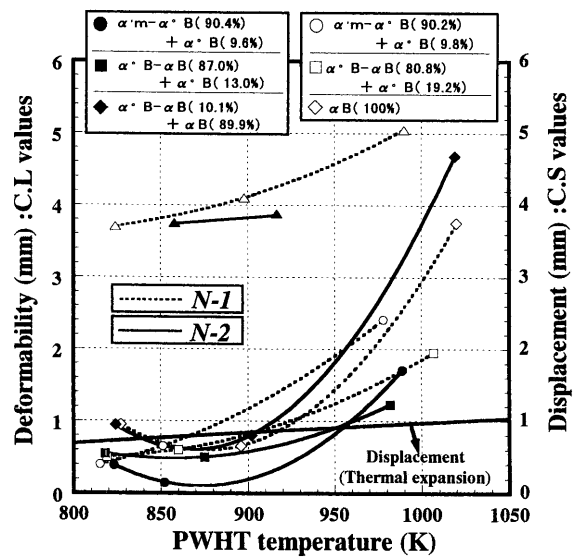


Fig. 12. Evaluation method of the reheat cracking susceptibility of Ni free HT steels.

位量線が交わる場合、材料に再熱割れが発生することになる。また、この図は両曲線が接近することで脆化の程度を予測することが判別可能なものである。この結果より、N-1鋼では約815~920KにおいてHAZ組織自身の変形能が小さいため再熱割れが発生することがわかり、さらにN-2鋼は800~955Kの広範囲で再熱割れが生じることが推定された。この結果、Niフリーとし、耐食性を向上させたHT780鋼でも炭化物生成傾向の強いMo、V及びB、Nの微量添加は、そのPWHT特性すなわち、再熱割れ感受性を良好にする結果とはならなかった。

再熱割れで生じる粒界割れは、粒内界の強度差、炭化物・介在物などの粒内界への析出により生じる析出硬化や粒界での応力集中への動的要因、キャビティの形成とその成長、などいろいろな要因が重なり、発生すると考えられる。粒界割れを引き起こす原因の一つと考えられるキャビティの形成及び成長には、粒界すべりに伴う応力集中が主要な役割を果たしていると考えられた。この応力集中は変形応力が高く、粒界すべりが容易なほど大きくなる。これに必要なエネルギーは粒界すべりによる応力集中で変形応力を拡大した形で与えなくてはならない。したがって、変形応力が大きく粒界すべりも生じ、集中した応力の絶対値を高める変形条件が脆化を支配すると考えられる^{7,8)}。

Fig.13に各HAZマイクロ組織のPWHT過程でのモデル図を示す。尚、図では粒界での炭化物(黒)析出形態とキャビティの生成(白)現象に着目して示した。本研究の溶接熱サイクル処理より得られた α' m単相及び α' mを含んだマイクロ組織は、組織がより微細化しており、加えて粒界に析出した炭化物も比較的少なく、また粗大化していないことから応力集中が起きず、そのためキャビティの形成が少なく、他の組織に比べ再熱割れ感受性が低くなったと考えられる。 α_B のマイクロ組織の粒界には粒状化した炭化物が

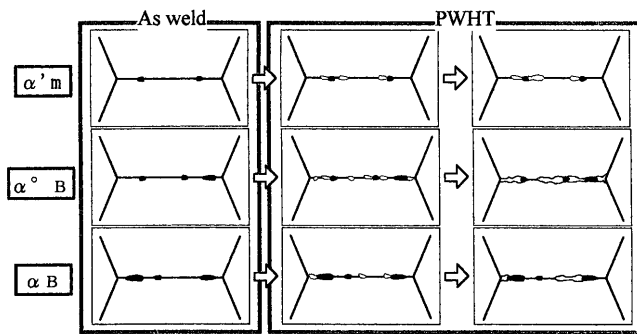


Fig. 13. Schematic diagram of reheat cracking mechanism in intergranular behavior of HAZ microstructures.

観察され、粒界すべりによる応力集中が予想されるがマトリックスの軟化が、変形応力を低下させ $\alpha'm$ と同様に再熱割れ感受性が低くなったと考えられた。一方、 $\alpha°B$ を含んだマイクロ組織はマトリックスが α_B に比べ比較的軟化していないため変形応力が高く、また、粒界に形成された炭化物により、応力集中が起こり、他のマイクロ組織に比べよりキャビティが多く形成されたため粒界割れが生じやすいマイクロ組織であると考えられた。つまり、 $\alpha°B$ は他の組織に比べ、より再熱割れ感受性が高いマイクロ組織と考えられる。

4. 結論

Niフリー調質高調力鋼の再熱割れ感受性とマイクロ組織の相関を検討するために、再現溶接熱サイクル処理より得られたHAZマイクロ組織の高温物性及び応力緩和挙動を調べ、再熱割れ感受性及びPWHT特性を検討した結果、以下の結論を得た。

(1) Niフリー鋼の昇温定歪速度試験法による応力緩和挙動の検討の結果、各HAZ組織の応力緩和挙動はほぼ同一の傾向を示し、全ての組織において再熱割れが発生した

が、再熱割れ発生限界応力が100sの試料において $\alpha°B$ が全く含まれていなかったN-1鋼がN-2鋼より約500MPa高くなった。

(2) 高温強度および各HAZ組織固有の変形能を調べる目的で行った昇温定荷重試験の結果、Niフリー鋼の各HAZ組織は両鋼ともPWHT温度830~900K付近で最も脆化し、またR.Aで5%以下となった。

(3) 再熱割れの有無、脆化の程度、延性低下の割合等、PWHT特性を評価するためPWHT過程におけるHAZ組織毎の塑性変形能を検討した結果、Niフリー鋼は、両鋼ともいずれのHAZ組織においても再熱割れが発生し、特にPWHT温度870K付近で大幅に脆化する事が判明した。

(4) それぞれのベイナイト組織は両鋼において同様の冷却速度でもその量比は異なった。100sの試料ではN-1鋼には $\alpha°B$ - α_B の混合組織は存在しないが、N-2鋼では存在していた。ベイナイト組織の量比が異なると再熱割れ発生限界応力に明らかに差があらわれ、 $\alpha°B$ は α_B に比べ再熱割れを引き起こす大きな要因であると考えられた。

(5) 本実験でのMo量の差(0.2mass%)では応力緩和挙動に大きな差は生じなかった。また、PWHT特性として再熱割れ感受性の改善は認められなかった。

文 献

- 1) 鈴木信夫：材料環境学入門，腐食防食協会編，東京，(1993)，73.
- 2) 飯野，牧尾：鋼鉄中の水素—欠陥相互作用と水素誘起脆性(2)，日本金属学会編，東京，(1988)，33.
- 3) M.Nakamura, K.Tagashira, H.Horie, E.Kajiwara and H.Kawashima: *Tetsu-to-Hagané*, **80** (1994), 406.
- 4) 鋼のベイナイト写真集—1，日本鉄鋼協会編，東京，(1992)，87.
- 5) 門間改三，須藤 一：構成金属材料とその熱処理，日本金属学会編，仙台，(1994)，101.
- 6) 海老原能雄：金属便覧，丸善，東京，(1990)，539.
- 7) 鋼の熱間加工の金属学，日本鉄鋼協会，東京，(1982)，241.
- 8) 鋼の熱間加工の金属学，日本鉄鋼協会，東京，(1982)，311.