

(討11) ($\alpha+\delta$)領域加熱焼入れ処理によるNi含有鋼の低温靱性向上の原因

日本鋼管 技術研究所

○山田 眞 新倉正和
田中淳一, 市瀬弘之

1. 緒言

近年、石油化学工業の発展に伴い、各種液化ガスの需要が増大しており、又公害問題に関連したエネルギー革命により、液化天然ガスが注目されている。これら液化ガスの貯蔵、輸送容器用材料として、9% Ni鋼、ステンレス鋼、Al合金、アンバー(36% Ni)等が使用されているが、経済的観点から、いずれも極めて高価であるため、新しい材料の開発が盛んに行なわれている。最近のフェライト系極低温用鋼の発展の中で、低温靱性を向上させる新しい熱処理法を用いた、低Ni鋼の開発が行なわれた。この新しい熱処理方法とは、焼入れ(又は空冷)焼戻しの中間に、($\alpha+\delta$)領域加熱焼入れを加えた熱処理方法である。この熱処理方法による低温靱性向上の機構が解明されれば、高Ni鋼以外の鋼種への適用も、十分考えられる。本報告は($\alpha+\delta$)領域加熱焼入れによる靱性向上因子として、(1)結晶組織の微細化、(2)焼戻脆性抑制作用、(3)析出オーステナイト相(以下 δ 相と呼ぶ)、(4)フェライト地の靱性向上、の4つをとりあげ、検討したものである。

2. ($\alpha+\delta$)領域加熱焼入れ処理材(以下、多段熱処理と呼ぶ)の組織的特徴

表1に、多段熱処理材の機械的性質を、通常焼入れ焼戻し材と比較して示す。

表1 Ni含有鋼の機械的性質におよぼす熱処理の影響(H.T.80を含む、L方向)

Comp.	Heat treatment	Tensile testing					Charpy testing		
		Y. P. kg/mm ²	T. S. kg/mm ²	Y. R. %	El. %	R. A. %	vTrs °C	vE-196 kg-m	vE-100 kg-m
8%Ni(0.1%Mo)	800°CWQ.-575°C.T.(A.C.)	69.6	71.9	96.8	25.8	76	<-196	5.6	17.2
	800°CWQ.-650°CWQ.-570°C.T.(A.C.)	63.2	70.7	89.4	34.4	79	<-196	18.4	20.4
5%Ni 0.4%Cr 0.2%Mo	850°CWQ.-640°C.T.(W.C.)	69.3	73.8	93.9	29.0	76	-189	7.2	22.3
	850°CWQ.-700°CWQ.-600°C.T.(W.C.)	55.9	71.7	78.0	33.5	78	<-196	17.0	25.8
3.5%Ni 0.5%Cu 0.2%Mo	900°CWQ.-630°C.T.(A.C.)	65.9	70.0	94.1	30.9	78	-143	1.4	24.2
	900°CWQ.-710°CWQ.-630°C.T.(A.C.)	54.7	65.9	83.0	37.8	81	<-196	9.7	27.1
H.T.80	900°CWQ.-650°C.T.(A.C.)	83.1	86.4	96.2	24.7	75	-125	<1.0	26.0
	900°CWQ.-770°CWQ.-650°C.T.(A.C.)	61.2	68.3	89.6	32.8	81	-164	0.9	29.0

表1に示すように、多段熱処理材の主たる組織的特徴は、低温靱性の向上と、降伏点の低下である。低温靱性の改善は著しく、3.5% Ni鋼でも、極低温用鋼として使用することが可能である。

特にC方向の靱性向上が著しく、靱性の異方性軽減に大きな効果を示す。図1に大型シャルピー試験として、DWT.T.試験を行った結果を示す。従来、特定温度における吸収エネルギーの改善のみが報告されているにすぎないが、多段熱処理による破面遷移温度(以下vTrsと呼ぶ)の改善が顕著に認められる。セルフエネルギーに対する効果は明確ではない。

降伏点、引張強度共に多段熱処理により低下するが、降伏点の低下がより顕著であるため、降伏比の低下が起る。このことは、C方向靱性向上と考え合せ、Line Pipe 材等に対して有利となる。

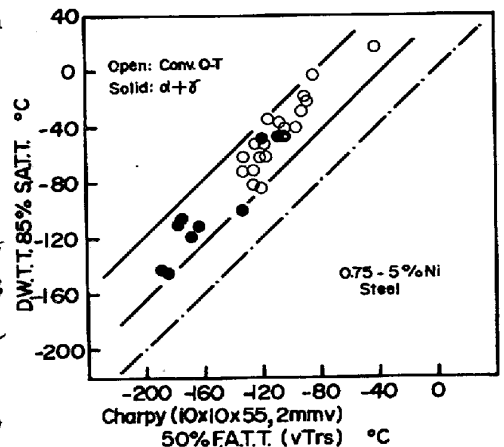


図1 シャルピー衝撃試験のvTrsとDWT.T. 85% S.A.T.T.の関係(C方向)

一方、伸び(全伸び、一様伸び)、絞りの増加による延性の改善も認められ、特に一様伸びの増加は、脆性破壊に対して有利となる。この多段熱処理の効果は、高Ni鋼のみならず、H.T.80、H.T.60クラスの高張力鋼においても顕著に効果が認められ、その材質的特徴は、Ni鋼の場合と同様である。

3. 結晶組織微細化効果

($\alpha+\delta$)領域に加熱された際に、旧オーステナイト粒界や、ラス粒界に沿って、 δ 相が析出し、結晶組織が微細化されると考えられる。写真1に8%Ni鋼のレプリカ組織を示す。(d+ δ)領域加熱された場合は、 δ 相の析出により旧オーステナイト粒が、あたかも細かく分割された様に見える。靱性向上が、組織の微細化によってもたらされているとすれば、破壊に対する単位、すなわち、ファセットサイズが微細化されるはずである。表2は3.5%Ni鋼を用い、(d+ δ)領域加熱温度を2水準とし、衝撃破面におけるファセットサイズを測定した結果である。

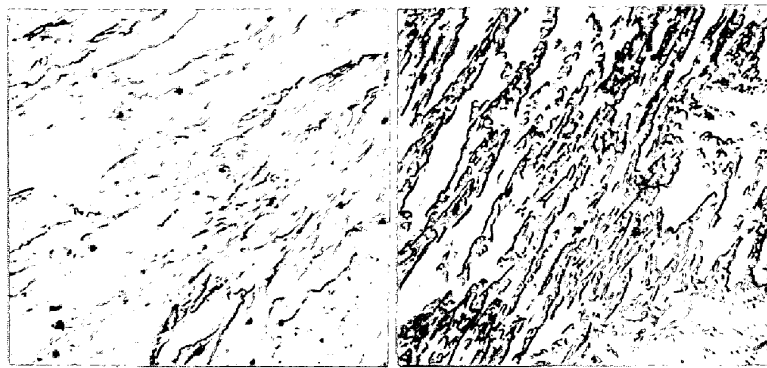


写真1. 8%Ni鋼のレプリカ組織
Conv. QT 1000°C W.Q. 550°C T. (d+ δ) 1000°C W.Q.-650°C W.Q.-550°C T.

表より明らかなように、(d+ δ)領域加熱により、 δ 相の析出により旧オーステナイト粒が、あたかも細かく分割された様に見える。靱性向上が、組織の微細化によってもたらされているとすれば、破壊に対する単位、すなわち、ファセットサイズが微細化されるはずである。表2は3.5%Ni鋼を用い、(d+ δ)領域加熱温度を2水準とし、衝撃破面におけるファセットサイズを測定した結果である。

表より明らかなように、(d+ δ)領域加熱

表2. ファセットサイズにおよぼす熱処理の影響

Comp.	Q' Temp. °C					
	680		740			
	vTrs °C	F.S. μ	vTrs °C	F.S. μ	vTrs °C	F.S. μ
base	-85	42	-150	42	-147	41
" -0.8 Mn	-102	38	-166	37	-145	42
" -0.5 Cu	-103	35	-162	43	-144	35
" -0.4 Mo	-60	45	-130	46	-138	38

(base: 0.06C-1Mn-3.7Ni-1Cu-0.25Mo)
Q: 1200°C, T: 600°C

熱による破壊の単位の微細化は認められず、又(d+ δ)領域加熱温度による影響も認められない。従って、低温靱性向上は結晶組織微細化に起因するものではない。

4. 焼戻脆性抑制作用

9%Ni鋼に代表されるように、Ni含有鋼は焼戻脆化感受性の高い鋼であり、焼戻後水冷することによる靱性改善は著しい。Niの焼戻脆化促進現象は、Ni自体によるものなのか、不純物の偏析速度、炭化物その他の因子に影響をおよぼしているのかは、現状では明確ではない。しかし焼戻脆化作用に対し、粒界に析出する炭化物が重要な役割をはたしていることは明らかである。(d+ δ)領域加熱を行なった場合、粒界に多量の δ 相が析出し、炭化物が δ 中に溶解されてしまうため、焼戻脆化感受性の低下が考えられる。

図2に、5%Ni鋼における、500°C等温焼戻曲線を示す。(d+ δ)領域加熱温度が低温の場合、両成分系共に、焼戻脆化感受性は著しく低下し、vTrsの上昇量、 Δ vTrs(焼戻し前の状態を基準とした場合、以下、脆化量と呼ぶ)は通常焼入れ焼戻し材の約半分である。一方、(d+ δ)領域加熱温度が高い場合は、成分系により挙動が異なり、高Mn系では抑制効果が認められるが、基本成分系では、通常の焼入れ焼戻し材と同等の感受性を示している。

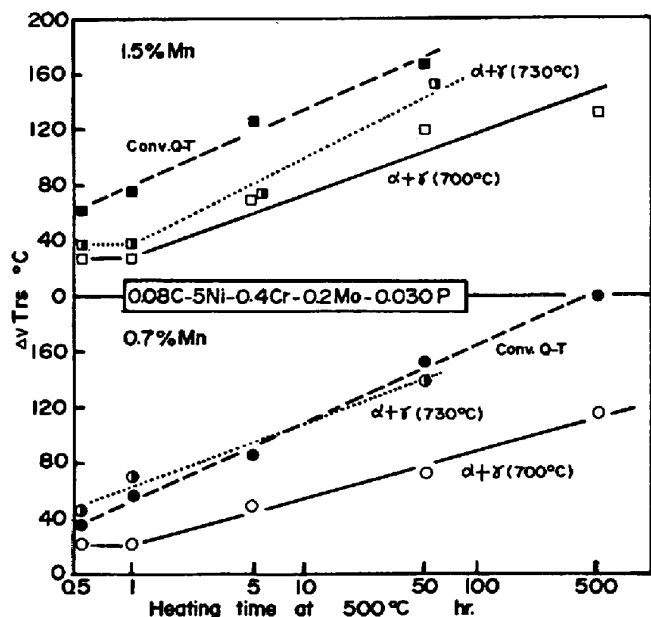


図2. 5%Ni鋼の500°C等温焼戻曲線

この成分系による違いを、 δ 量で考察してみると、図3に示す結果が得られる。脆化量は δ 量に依存しており、 δ 量の増大に伴って、脆化量が減少している。高Mn系では、 $(\delta+\gamma)$ 領域加熱温度が高くても、

δ 相が安定に存在しており、脆化が抑制されるが、基本成分系では、 $(\delta+\gamma)$ 領域加熱温度が高い場合、 δ 量が通常の焼入れ焼戻し材と同じになり、脆化量むしろ同程度となる。

γ Trsの焼戻し後の冷却速度依存性も多段階熱処理により小さくなり、焼戻し後水冷することによる γ Trsの低下は、通常の焼入れ焼戻しの場合の半分程度となる。

粒界 δ 相の焼戻し脆性に対する役割を、Auger分析によって調べた結果を、図4、図5、写真2に示す。Auger分析装置上の問題から、供試鋼としては3%Mn鋼を用い、不純物元素Pの偏析挙動におよぼすNiの影響を調べた。

写真2からわかるように、Ni含有3%Mn鋼は、旧オーステナイト粒界に δ 相が析出しており、X線回折結果より、5%の体積率を示す。(Ni free鋼では0.5%以下である。)

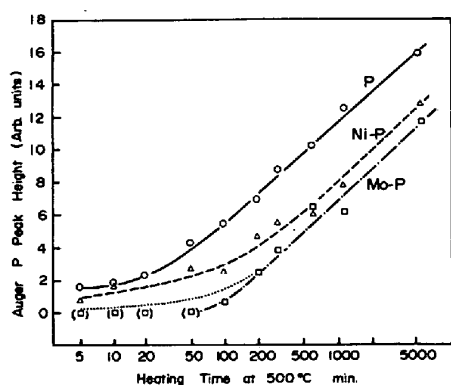


図4. 500°C等温脆化に伴う粒界偏析P量の変化

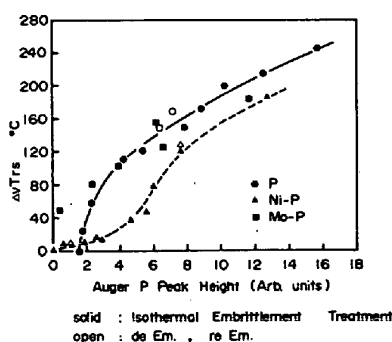


図5. 粒界偏析P量と焼戻し脆化量

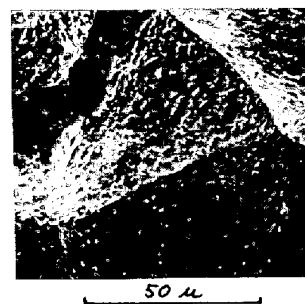


写真2. Ni含有3%Mn鋼の粒界破面様相

図4は、500°C等温脆化処理時間の増加に伴って、粒界偏析P量が増加することを示しており、Ni添加はPの粒界偏析を遅くしている。実質的にPの拡散速度を遅くするのが、 δ 相の粒界析出により、粒界面積が増大するために相対的にPの偏析量が少いのかは、今後検討を要する。いずれにしても、Niを添加し、粒界に δ 相が析出している場合、粒界へのPの偏析は抑制される。更に、図5から、このような場合、同一のP偏析量での脆化量が小さいことがわかる。特に通常の熱処理に相当するようなP偏析量の少ない側で、この傾向が顕著である。すなわち、炭化物-フェライト界面よりもオーステナイト-フェライト界面の方が同一P偏析量での剥離がしにくく、粒界破壊が抑制されるために、焼戻し脆化感受性が小さくなることを示している。以上のごとく、 $(\delta+\gamma)$ 領域加熱は焼戻し脆化を抑制し、 δ 相がその感受性の低下に寄与していることが示された。

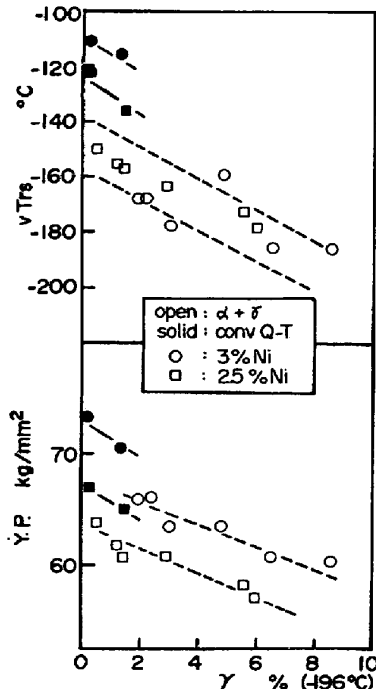
5. δ 相自体の効果、およびフェライト地の韌性向上効果。

9% Ni鋼のようなフェライト系極低温用Ni鋼における δ 相の役割は、従来より議論的となっており、 δ 相の安定性により影響され、必ずしも一義的ではない。最近、塑性変形が加わった時の安定性が重要であるとする報告等もあるが、多段階熱処理により、極低温で安定な δ 量が増加する点では、各研究者とも一致している。(図6の8% Ni鋼の例参照)

従来の報告は、 δ 相の効果も-196°Cでの吸収エネルギーで評価している。韌性への真の効果を知る

ためには、 νTrs への影響を知る必要がある。

図7に2.5~3%Ni鋼の δ 量(-196°Cで安定、常温と-196°Cでの δ 量には、大きき差が無い)に対する νTrs および降伏点の変化を示す。 δ 量の増加



base: Q06C-1Mn-1Cu-0.2Mo

図7 δ 量による降伏点および νTrs の変化(2.5, 3%Ni鋼)

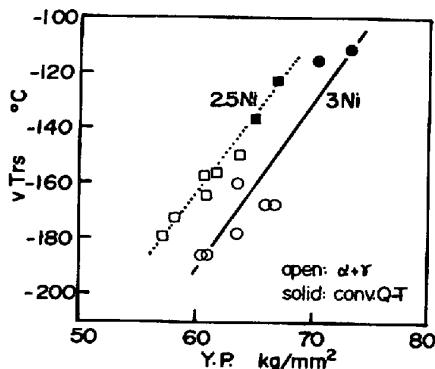


図9 2.5, 3%Ni鋼の降伏点と νTrs の関係

に伴って、 νTrs は低下するけれども、同時に降伏点も低下しており、結局、 νTrs の低下は、両者が加算された形で引き起こされたと考えられる。

降伏点の低下、すなわちフェライト地の軟化による νTrs の低下が、安定 δ 相の析出が起らない状態で評価できれば、 δ 相のみの効果を推測することが可能である。H.T.80, H.T.60で多段熱処理を行なった場合、図8に示すごとく降伏点低下によって説明することが出来る。両鋼種共に δ の析出は0.5%以下程度であり、 δ 相の効果を無視することができる。

一方、図9は図7と同じ材料での νTrs の降伏点依存性を示す図である。この場合は、図7に示すごとく、焼入れ焼戻し材、および多段熱処理材共に δ 相が析出している。こ

の場合も νTrs は降伏点の低下に伴って低下するが、

δ 相の析出を伴わない場合に比較して、依存性が大きい。一方、図7において、 δ 相の析出に伴う降伏点の低下のみでは説明できない、 δ 相自体による νTrs の低下現象が認められる。

このことから、 δ 相自体による韌性向上と、フェライト地の韌性向上が同時に存在していると考えられる。 δ 相自体の韌性向上への役割については、クラック伝播に対してshock absorberとして作用すること等がすでに報告されているが、焼戻脆化感受性の高いNi含有鋼では、クラック発生を抑制する効果も重視しなければならないと考えられる。

6. まとめ

Ni含有鋼の($\alpha+\delta$)領域加熱材の韌性向上の原因は、フェライト地の韌性向上と、析出オーステナイト相によってもたらされる。オーステナイト相は、焼戻脆化感受性の高いNi鋼においては、旧オーステナイト粒界での剥離をしくくさせる効果をもつ。結晶組織微細化による韌性向上効果は、ほとんど無い。

- | | | | | | | |
|--------------------|-----|------------------------------|-----|---------|-----|--------------------------------|
| 1) 市之瀬, 山田, 天明. | 鉄と鋼 | Vol. 58, No. 11, p.5435 (72) | (5) | 長島, 天岡等 | 鉄と鋼 | Vol. 58, No. 1, p.128~141 (72) |
| 2) 天明, 市之瀬, 田中, 山田 | | Vol. 59, No. 11, p.5692 (73) | (6) | 天野, 松井等 | | Vol. 59, No. 6, p.752~763 (73) |
| 3) 田中, 山田, 小野, 清水. | | Vol. 60, No. 4, p.240 (74) | | | | |
| 4) 田中, 山田, 小野, 清水 | | Vol. 60, No. 11, p.5615 (74) | | | | |

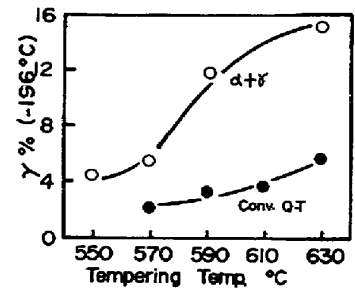


図6 8%Ni鋼の析出 δ 量の焼戻し温度による変化(-196°Cで安定)

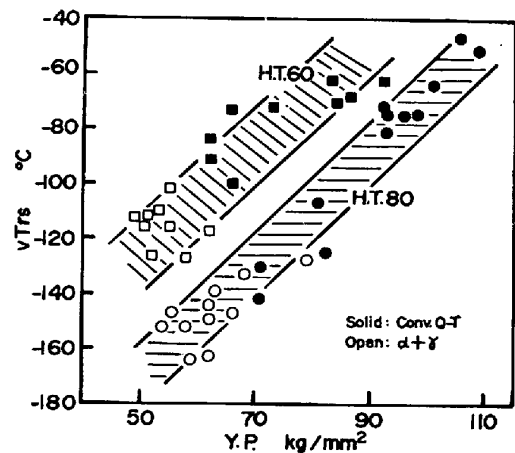


図8 H.T.80, H.T.60の降伏点と νTrs の関係