

技術報告

UDC 669.15'24-194 : 669.14.018.41-15-462 : 621.791.011 : 539.3/.4

LNG 用 9% Ni 調質熱処理鋼管の性能*

平 忠 明**・平林 清照***・市之瀬弘之****・

大須賀立美*****・武重 賢治*****

Properties of Quenched and Tempered 9 % Ni Steel Pipes for LNG Service

Tada-aki TAIRA, Kiyoteru HIRABAYASHI, Hiroyuki ICHINOSE,
Tatsumi OSUKA, and Kenji TAKESHIGE

Synopsis:

The development of a 9% nickel steel pipe suitable to the transportation of the liquefied natural gas has been studied to both laboratory and mill scale.

(1) As-rolled 9% nickel steel plates were formed to the pipes by UOE process. The pipes were welded by using the 9% nickel steel wire with SAW or MIG welding equipment, and quenched and tempered by continuous heating pipe QT installation. As a result the developed pipes had good qualities and properties in both pipe body and weld portion, and satisfied A333 Gr. 8 in the Standard of ASTM.

(2) The microstructures in the weld portion of the 9% nickel steel pipes produced by pipe-QT process were consisted of the tempered martensite and partial retained austenite structures as same as in the pipe body, and the maximum hardness in the weld portion was only Hv. 264.

The toughness of both pipe body and weld portion, and the macrostructure of welded joint were of good properties.

(3) The optimum condition for the rapid heating cycle in a short time is to quench at 790°C and temper at 620°C for 4 min.

1. 緒 言

9%Ni 鋼は極低温における機械的性質が優れているにもかかわらず溶接性に関しては問題点が多く、従来は Ni 基合金被覆棒またはワイヤによる溶接が大部分であった¹⁾。近年、越賀、田中らによつて MIG または TIG による共金溶接法が開発されてきた²⁾³⁾。一方サブマージアーク溶接 (SAW) の場合には共金系の 9%Ni 鋼溶接材料において、溶接ままで靱性が確保できず、従来の Ni 基合金ではコストも高く、しかも溶接入熱増大による HAZ 靱性劣化が問題であつた。これらの溶接上の問題が解決されれば、LNG を輸送する 9%Ni 鋼ラインパイプはより安価に製造できるようになる。それには共金のワイヤで SAW 溶接をした後、焼入れ、焼もどし

(QT) して高靱性を得ることが望ましい。そこで本研究はパイプ QT に適した 9%Ni 鋼の熱処理条件、溶接条件を実験的に検討するとともに、実管製造に際しては、圧延ままの 9%Ni 鋼を製管して、共金ワイヤで SAW 溶接と MIG 溶接をしたのち、パイプ QT の設備を用いて鋼管を連続的に熱処理することによつて、母材、溶接部共に優れた性能をもつ鋼管を開発した。

2. 供試鋼および溶接材料

本研究に供試した 9%Ni 鋼の化学成分を Table 1 に、その製造プロセスを Table 2 に示す。鋼 A は UOE+Pipe QT に用いた 9%Ni 鋼であり、この Heat で 4 本の鋼管を製管してパイプ QT した。鋼管のサイズは 710 mm (28") 外径 (OD) × 8.0 mm 肉厚 (WT)

* 昭和53年4月 本会講演大会にて発表 昭和55年11月22日受付 (Received Nov. 22, 1979)

** 日本鋼管(株)技術研究所福山研究所 工博 (Fukuyama Laboratories, Technical Research Center, Nippon Kokan K. K.)

*** 日本鋼管(株)技術研究所福山研究所 (Fukuyama Laboratories, Technical Research Center, Nippon Kokan K. K., 1 Kokan-cho Fukuyama 721)

**** 日本鋼管(株)技術研究所福山研究所 ph. D. (Fukuyama Laboratories, Technical Research Center, Nippon Kokan K. K.)

***** 日本鋼管(株)技術研究所 (Technical Research Center, Nippon Kokan K. K.)

***** 日本鋼管(株)福山製鉄所 (Fukuyama Works, Nippon Kokan K. K.)

Table 1. Chemical composition of 9% Ni steel used. (wt %)

Steel	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Sol. Al	T N ₂
A	0.04	0.19	0.40	0.004	0.003	9.06	-	0.11	0.018	0.0061
B	0.05	0.24	0.44	0.005	0.007	8.92	0.11	-	0.028	0.0063

Table 2. Manufacturing process of pipe A and B.

Steel	Size	Process	Welding Condition
A	710mmOD X8.0mmWT	As Rolled Plate+UOE +Pipe QT	SAW Wire:9%Ni Steel Wire Flux:Fused Basic Flux
			MIG Wire:9%Ni Steel Wire
B	610mmOD X6.5mmWT	QT Plate+UOE	SAW Wire:63Ni-15Cr-14Mo -Fe Flux:Agglomerated Flux

である。一方鋼Bは比較材として用いた9%Ni鋼でQT plate+UOEで1本造管した。鋼管サイズは610mm(24") OD×6.5mmWTである。鋼管Aの溶接材料はTable 2に示すように9%Ni鋼の共金ワイヤでSAW溶接とMIG溶接でもつて造管し、この時のSAW用フラックスは塩基性溶融型フラックスである。鋼管Bの溶接材料は63Ni-15Cr-14Mo-FeのNi基合金ワイヤと焼結型のフラックスを用いて溶接をした。

3. 母材溶接部の熱処理条件と溶接条件の実験的検討

3.1 鋼Aの最適熱処理条件の検討

9%Ni鋼の通常の炉内における最適熱処理条件は、これまでに種々検討され、ASTM, A 553でも規格化されているが、パイプQTのような短時間熱処理では、最適条件が変化する可能性があるため、実管をパイプQTする前に、実験的に短時間焼入れ焼もどしの温度と機械的性質の関係を調べた。供試鋼板はTable 1に示した鋼Aの化学成分をもつ8.0mm厚の鋼板である。熱処理は急速加熱を前提にしているため、ソルトバスによるパイプQTシミュレーションを行い、その加熱冷却パターンをFig. 1に示す。焼入温度は770°C~830°Cの3水準、焼もどし温度は570°C~660°Cで4水準行つた。試験結果をFig. 2, Fig. 3に示す。600°Cまでは焼もどし温度の上昇とともに、YS, TSは低下するが、600°Cを越えるとTSは再び上昇する。YSは630°C焼もどしで最小となり、それ以上では再び上昇する。本鋼種はP, S, Siともに低いため、靱性が良好で、試験温度-196°Cでのシャルピー破面はすべて延性破面で

あつたため、vE -196°Cは焼もどし温度によらずほぼ一定であつた。残留オーステナイト量は630°Cまでは焼もどし温度と共に上昇し、630°Cを越えると再び低下する。従来、最もよい靱性を示す残留オーステナイト量は2~4%程度とされており⁴⁾、本鋼の最適焼もどし温度は600~620°Cと考えられる。焼入温度による強度、靱性変化は本実験範囲では認められなかつたが、残留オーステナイト量は、焼入温度の上昇とともに低下する。これは従来言われている⁵⁾焼入温度の上昇に伴い、Ac₁温度(Ac₁ true, Ac₁ conventionalともに)が上昇するためと考えられる。最適焼入温度を本実験範囲のデータより決定するのは困難であるが、ASTM A553の熱処

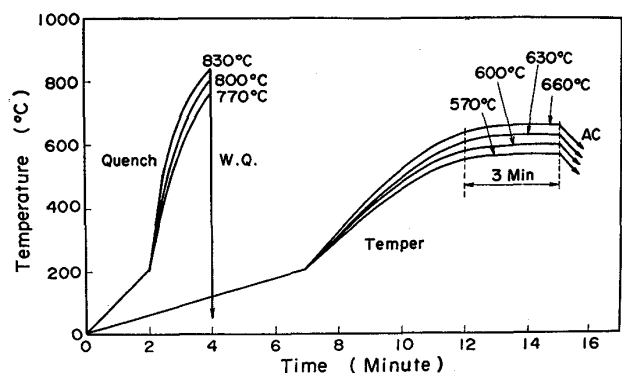


Fig. 1. Simulation pattern of heat treatment by salt bath. (steel A)

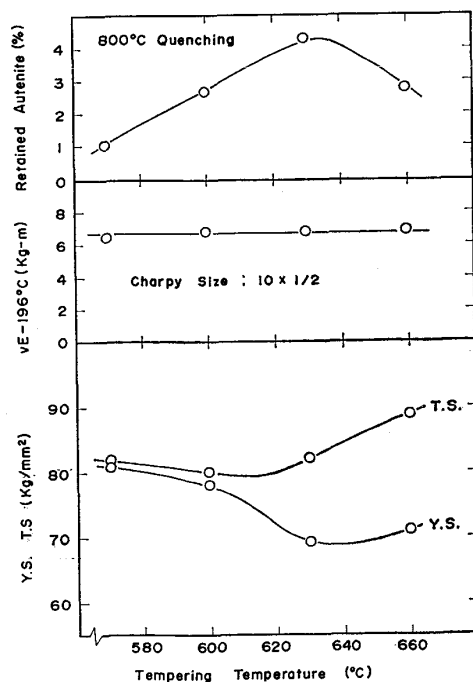


Fig. 2. Relation between tempering temperature and mechanical properties of quenched and tempered 9% Ni steel. (keeping time of tempering : 3 min)

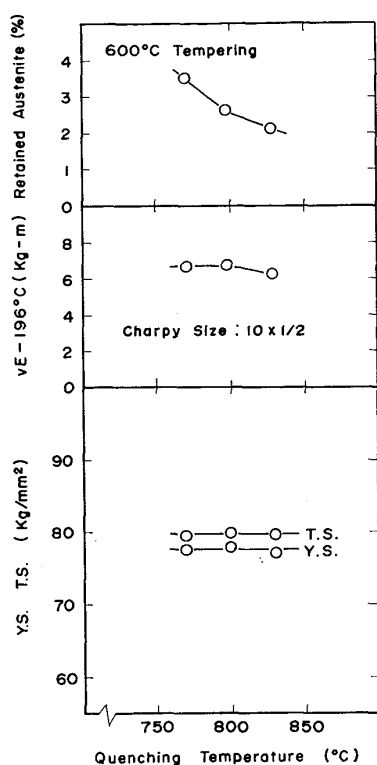


Fig. 3. Relation between quenching temperature and mechanical properties of 9% Ni steel. (C direction)

理温度規格（焼入温度 800～925°C）を考慮すると 800°C 程度が好ましいと考える。800°C 焼入れ、600～620°C 焼もどしでパイプ QT を行えば、本鋼は ASTM 規格を十分満足することが明らかになった。

3.2 鋼 A の溶接条件と溶接部の最適熱処理条件の検討

まず 9%Ni 共金ワイヤと塩基性溶融型フラックスを用いて、継手の曲げ特性に及ぼす溶接条件の影響を検討した。拡散性水素量を測定した。アーク電圧が 30V の場合拡散性水素は 4.6～5.1 cc/100 g であった。アーク電圧が 40V になると 10.2 cc/100 g に上昇することがわかった。アーク電圧が高くなると溶接金属の拡散性水素量が増大し、Fig. 4 に示すように、これが継手の曲げ延性を低下させる。SAW においてアーク電圧により溶接金属の拡散性水素量が増加する傾向は本試験に供試したフラックスに限定される現象ではなく、森垣ら⁶⁾が述べているように一般的に示されていることである。しかしアーク電圧の高い場合でも、溶接直後に脱酸素処理 (Fig. 4 では PWHT) をすれば、曲げ延性が回復することから考えて溶接終了時点からある時間における溶接金属中の水素量が継手の曲げ延性の支配的な因子となっていることが推定される。以上のことから、良好な継手の曲げ特性を確保するためには、アーク電圧を制限する必要がある、実管溶接に適用した。

次に 9%Ni 鋼共金ワイヤでもつて SAW 溶接を行い、パイプ QT の熱処理シミュレーションをかけて溶接部の性能試験を行つた。熱処理は Fig. 1 と同様のパターンで行い、焼入れは 820°C より水冷し、焼もどしは 540°C から 660°C の間の 5 水準で行つた。Fig. 5 は SAW 溶接金属の靱性に及ぼす焼もどし温度の影響を示す。QT した溶接金属の vE -196°C と横膨張率は溶接ままの溶接金属よりも高靱性であり、しかも焼もどし温度が 600°C～630°C の間で最も高靱性になっていることが認められる。●印の HAZ 靱性は、600°C 焼もどし温度において、溶接金属よりも高靱性が得られ良好である。Fig. 6 は SAW 溶接した試験板について、溶接ままとソルトバス熱処理シミュレーションによる 820°C 焼入れ、600°C 焼もどした時の溶接継手の硬度分布を

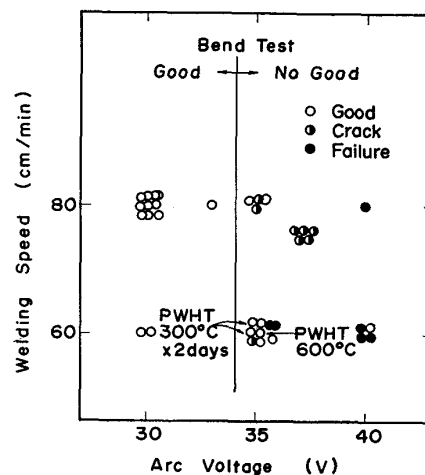


Fig. 4. Relation between arc voltage and guided bend test results of 9% Ni steel welds.

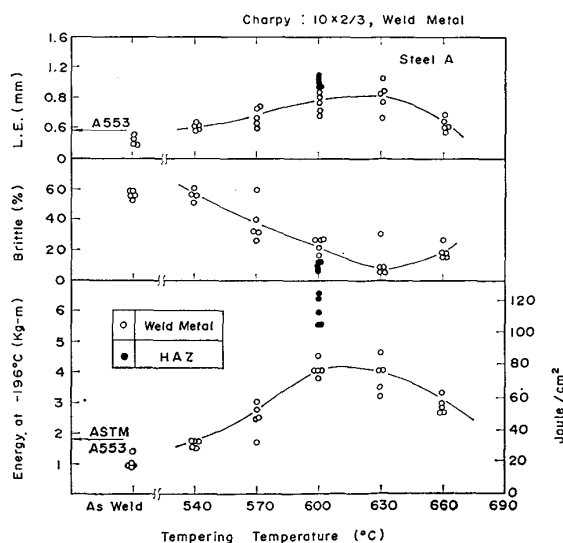


Fig. 5. Relation between tempering temperature and impact properties of weld metal (820°C quench; keeping time of tempering: 3 min)

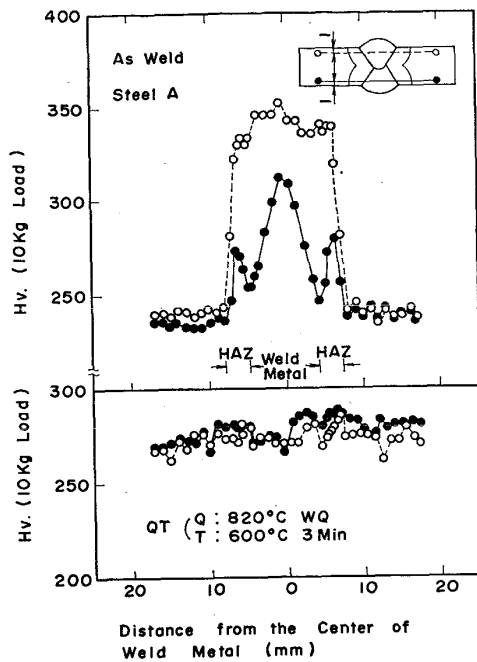


Fig. 6. Hardness distribution of welded joints.

比較して示す。溶接ままの溶接金属は 9%Ni 鋼共金ワイヤを用いているので、低炭素のマルテンサイト組織になるため、母材硬度に比べて著しく硬化する。しかし QT 後の溶接金属の硬度は均一の焼もどしマルテンサイトになるので、母材と同一の硬度が得られ、硬度の均一性は優れている。以上の結果から母材および溶接部の実験室的熱処理シミュレーションによつて最適な熱処理条件が得られたので実管に適用し、母材の温度において $790^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$ 焼入れ、 $620^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$ 焼もどしの条件に設定してパイプ QT した。

4. パイプ QT による試作鋼管の開発

4.1 9% Ni 鋼管のパイプ QT 条件

本研究のために、Table 1 に示す鋼 A からパイプ QT 方式で 4 本造管し、鋼 B から QT Plate+UOE 方式で 1 本造管して性能比較をした。鋼 A から造管した鋼管 4 本はパイプ QT の設備を用いて 790°C から焼入れをした。 $700^{\circ}\text{C} \sim 200^{\circ}\text{C}$ までの冷却速度は 50°C/s である。焼もどしの条件は 620°C 4 min 均熱後空冷した。ASTM A333 (Gr. 8) における焼入れ焼もどしは 15 min の保持が必要であるが、本研究においては鋼管の性能を重視した考えのもとに、性能が規格を満足する相当品を試作することとした。

4.2 造管試験結果

4.2.1 パイプ QT による母材の性能

鋼管 A と鋼管 B の引張強度の比較および矯正引張試験

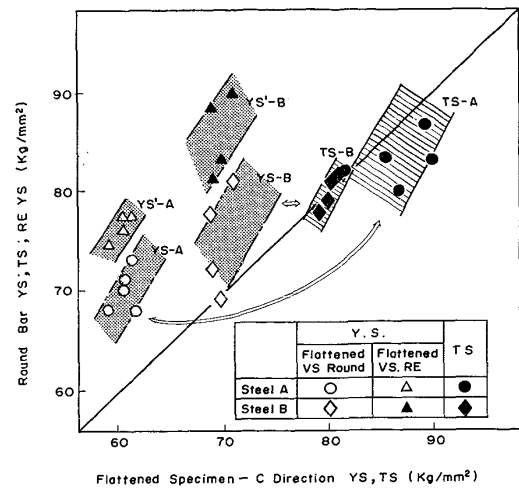


Fig. 7. Relation between flattened specimen and round bar, ring expansion test result.

片と丸棒、リングエキスパンション (RE) YS の比較を Fig. 7 に示す。図中の記号は YS-A, TS-A が鋼管 A の矯正試験片と丸棒 YS, TS の関係、YS'-A は鋼管 A の矯正試験片と RE の YS である。YS-B, TS-B は鋼管 B の矯正試験片と丸棒の YS, TS の関係であり、YS'-B は矯正試験片と RE の YS である。鋼管 A に比べて鋼管 B は成形による加工硬化が残存するために、YS/TS が高く、RE-YS は丸棒 TS、矯正試験片の TS よりも高いパイプも生じた。これに対して鋼管 A は矯正試験片の YS/TS は 80% 以下と良好であり、丸棒 YS は矯正引張試験片 YS に比べて約 6.5 kg/mm^2 高い。RE-YS は丸棒 YS より、更に 4.9 kg/mm^2 から 6.7 kg/mm^2 高いことを認めた。このようにパイプ QT によつて製造した 9%Ni 鋼管の YS, TS は ASTM 規格 A 333 (Gr. 8) を十分に満足した上に、矯正試験片の YS/TS も良好な値が得られた。鋼管 A と B の母材の衝撃特性を Table 3 に示す。パイプ QT で得られた鋼管 A は QT Plate+SAW のプロセスから得た鋼管 B よりも衝撃特性は、はるかに良好である。鋼管 A が B よりも衝撃特性が良好な理由は (1) 鋼管 A の P, S は

Table 3. Mechanical properties of pipe A and B.

Process	Pipe No.		Charpy Test				DWTT
			L		C		
			vE-196°C J/cm²	L.E. mm	vE-196°C J/cm²	L.E. mm	
Pipe QT	A	A1	236	1.65	160	1.42	100
		A2	249	1.75	157	1.37	100
		A3	233	1.68	190	1.62	100
		A4	279	1.93	220	1.83	100
QT Plate + SAW	B		156	0.98	87	0.86	98

(Charpy Size A: $10 \times 2/3$, B: $10 \times 1/2$)

Table 4. Mechanical properties of welded joint of 9% Ni steel pipe.

Process	Pipe No.	Welding Process	Charpy Test						Weld Tensile Test	
			Weld		Bond		HAZ		TS Kg/mm ²	Breaking Position
			vE-196°C J/cm ²	L.E. mm	vE-196°C J/cm ²	L.E. mm	vE-196°C J/cm ²	L.E. mm		
Pipe QT	A	A1 SAW	71	0.65	109	0.88	147	1.15	85.4	Base Metal
		A2 SAW	84	0.71	91	0.75	160	1.23	85.4	Base Metal
		A3 SAW	83	0.70	129	1.05	175	1.47	79.5	Base Metal
		A4 MIG	102	0.87	102	0.89	188	1.58	81.4	Base Metal
QT Plate + SAW	B	SAW	131	0.82	93	0.60	131	0.80	80.3	Base Metal

(Charpy Size : A : 10 x 2/3, B : 10 x 1/2)

鋼管Bよりも低いこと、(2)成形による加工硬化がパイプQTによつて消滅するのに対して、Bは残存していることによるためである。

4.2.2 パイプQTによる溶接部の性能

パイプQTとQT Plate+SAWによつて製造したパイプ溶接部の機械的性質の比較をTable 4に示す。溶接金属の-196°Cの靱性は鋼管BがNi基合金ワイヤで溶接しているために共金系ワイヤで溶接したパイプQTの鋼管Aよりも高いがAの靱性はASTM規格を十分に満足し良好である。またQT後のMIG溶接金属の靱性はQT後のSAW溶接金属の靱性と同等以上の値が得られている。ボンドおよびHAZの靱性は鋼管Aの方がBよりも良好であり、AのHAZは母材と均一組織をしており、HAZの脆化は全く認められなかった。溶接継手の引張試験結果は鋼管A、Bともに、すべて良好であり、破断は母材切れであつた。またガイドベンドテスト(表曲げ、裏曲げ)もすべて良好であつた。

5. 考 察

5.1 吸収エネルギーと横膨張率の関係

鋼Aで造管した鋼管4本について、vE-196°Cと横

膨張率の関係をFig. 8に示す。母材のL.C方向、溶接金属、ボンドおよびHAZとともに、vE-196°Cと横膨張率の関係は直線関係である。溶接金属<Bond<HAZ<母材(C)<母材(L)の順に靱性は高くなっているが、いずれもASTM規格A553およびA333(Gr. 8)を満足した鋼管である。

5.2 鋼管Aと鋼管Bの溶接継手の硬度の比較

鋼管Aと鋼管Bの溶接継手の硬度分布をFig. 9に示

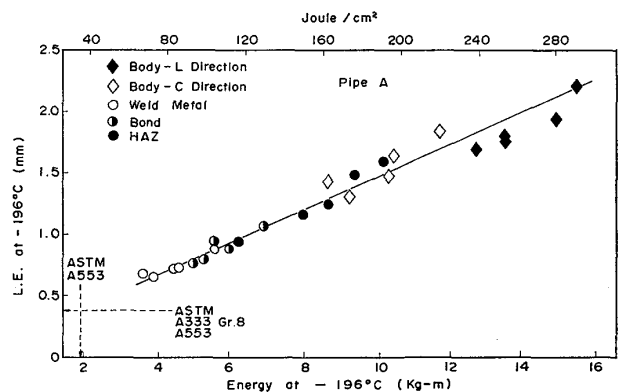


Fig. 8. Relation between Charpy energy and lateral expansion at -196°C. (Charpy size : 10 x 2/3)

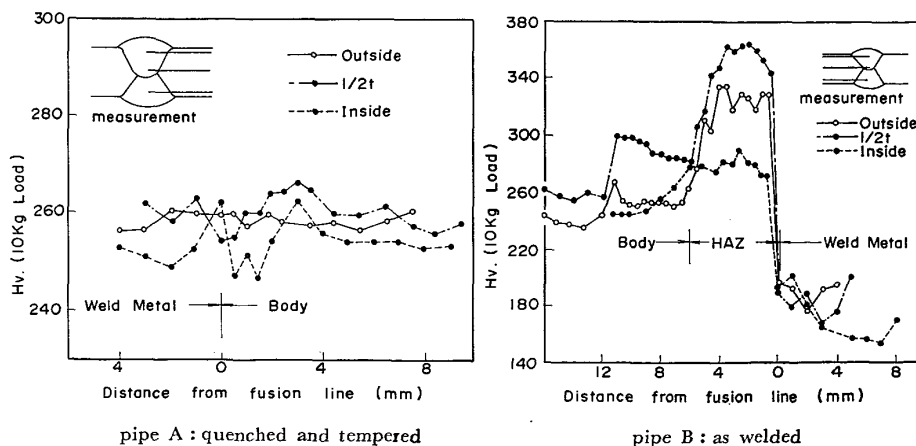


Fig. 9. Hardness distribution of welded joints of 9% Ni steel A and B.

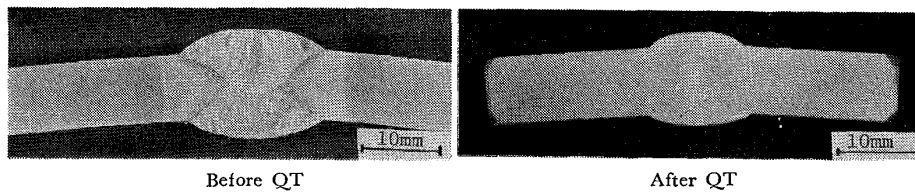


Photo. 1. Macrostructure of welded joints of 9% Ni steel pipe A.

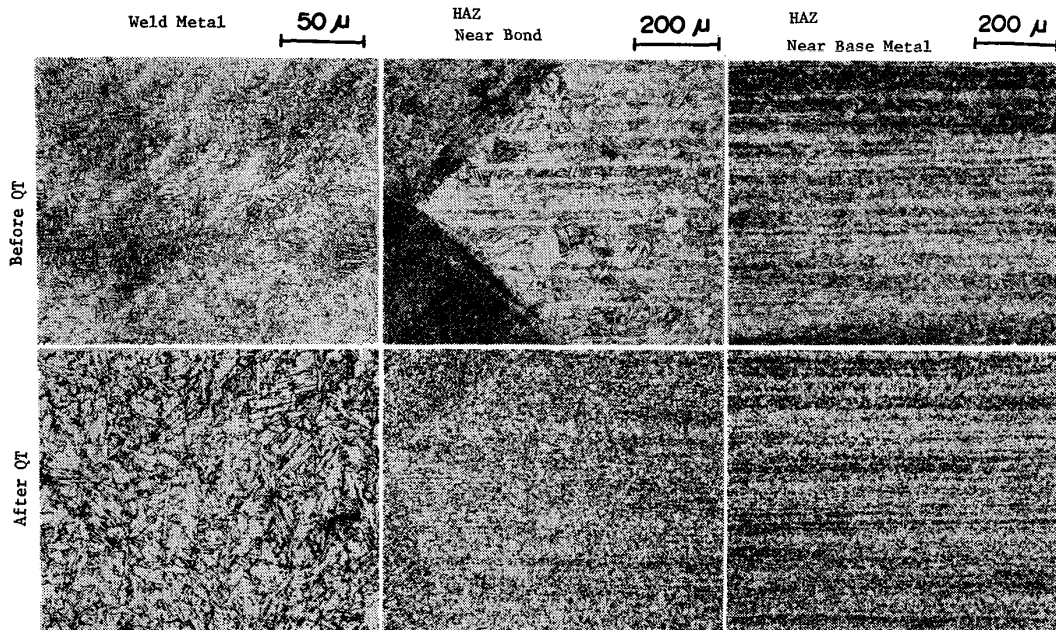


Photo. 2. Microstructure of welded joints of 9% Ni steel pipe A.

す。SAW 溶接したAの QT 後の HAZ は母材と均一組織の焼もどしマルテンサイトと一部残留オーステナイトになるため硬度も max. H_V 264 であり、溶接金属、HAZ の硬度の均一性が優れているのに対して、Bは溶接ままであるため、HAZ 粗粒域はマルテンサイト組織になり、硬度も max. H_V 366 になつて後熱処理または焼もどしが必要になる。さらにBの場合は Ni 基合金ワイヤで溶接しているので安定オーステナイトになり、母材硬度よりも低く、溶接金属と HAZ および母材との強度差が大きい。このために鋼管Aではガイドベンドテスト (GB) は良好であるのに対して、BはGBで溶接部に歪みが集中して問題を生じることがある。このようにパイプ QT 方式の方が QT Plate+SAW 方式よりも溶接継手の性能は良好である。

5.3 鋼管 A の QT 前と QT 後の組織変化

パイプ QT で造管した鋼管Aの QT 前後のマクロ組織を、Photo. 1 に示す。QT 前は溶接金属のデンドライト組織と HAZ が明確であるのに対して、QT 後は溶接金属のマクロ的なデンドライトはほぼ消滅しており、HAZ は母材と同一の組織を示している。Photo. 2 は鋼管Aの溶接部の顕微鏡組織の変化を示す。QT 前の溶接金属は

低炭素の島状マルテンサイトが全面に析出しており、HAZ 粗粒域はラス状マルテンサイト量の多い組織であるのに対して、QT 後の溶接金属は、焼もどしマルテンサイトになるとともに一部残留オーステナイトになつている。QT 後の HAZ は母材と同一組織になつており、焼もどしマルテンサイトと一部残留オーステナイトである。

9%Ni 鋼が良好な低温靱性を示す原因について、従来数多くの研究が報告されている。MARSHALL⁷⁾ らは 9%Ni 鋼の高い靱性の支配因子は焼もどし過程に生じる微細な逆変態オーステナイト (γ_R) である。すなわち (1) γ_R が衝撃荷重を吸収すると共に割れの伝播も阻止する。(2) γ_R がフェライト地中の炭素その他の不純物を吸収し、フェライト地の靱性を向上させるとしている。一方、大岡⁴⁾⁸⁾ らは、焼もどし脆化領域と γ_R が生成してくる領域の中間領域 (525~550°C) に焼もどされた多量の Ni を固溶するマルテンサイトまたはベイナイト自身が高い靱性を有しているとしている。一方市販鋼の場合、大岡らの実験室的に溶製されたものより不純物が多く、焼もどし脆化が高温側でも現れるようになり、また材質の安定性を考え、通常焼もどし温度は 575

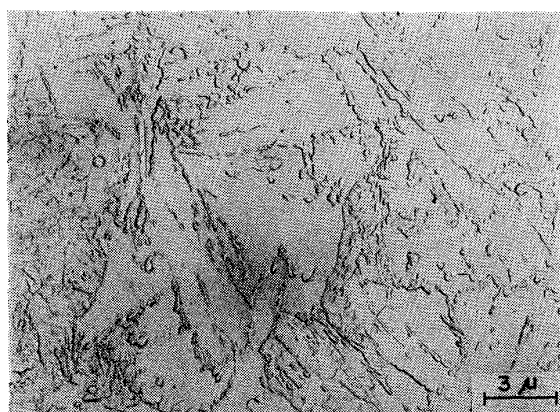


Photo. 3. Microstructure in weld metal of pipe A by electron microscope.

°C 1hが採用されており、このときの γ_R 量は竹田⁹⁾によれば4~8%は存在している。本研究に用いた焼もどし温度は短時間加熱(4min)の620°Cであつて、このときの焼もどしパラメータ P 値は 16.8×10^3 であり、市販鋼の575°C 1h焼もどしの P 値は 16.9×10^3 で、ほぼ一致し、620°C焼もどしは妥当であることがわかる。

次にQTの母材と溶接金属の金属組織を電子顕微鏡で観察し、X線回折によつて γ_R 量を測定した。Photo. 3は溶接金属の結果である。組織は母材と同様焼もどしマルテンサイトになつており、小さな γ_R が観察されるがフェライト結晶粒径は母材よりやや大きい。また溶接金属の γ_R 量は4.8%であり、母材の γ_R 量は4.5%であつた。このことから短時間加熱の620°C焼もどしと市販鋼の575°C 1h焼もどしの γ_R 量はほぼ一致している。

この γ_R はMARSHALL⁷⁾が述べているように、炭素、その他の不純物を吸収した状態であり、竹田⁹⁾はLNG温度で長時間浸漬試験をした結果、この γ_R は全く恒温マルテンサイト変態を起こさず脆化しないことを明らかにしている。

6. 結 論

LNG輸送に適した9%Ni鋼管をパイプQTによつて製造するに際して、実験室的検討と実管の製造を行い、次の事柄を明らかにした。

(1) 試作鋼管は圧延のままの9%Ni鋼を造管して、共金系の溶接ワイヤでSAW溶接をした後、パイプQTの設備を用い、鋼管を連続的に熱処理することによ

つて、母材、溶接部ともに良好な性能を有し、しかもASTM規格A 333 (Gr. 8)を十分に満足する鋼管が得られた。

(2) 実験室的熱処理シミュレーションおよびパイプQTによる実管の急速加熱短時間熱処理条件は790°C焼入れ、620°C 4minの焼もどしが最適であり、一般市販鋼の焼もどし条件とされている575°C 1hと比較した場合、焼もどしパラメータ P 値および残留オーステナイト量ともに、よく一致しており、パイプQTの熱処理条件は妥当と思われる。

(3) QT後のMIG溶接金属はQT後のSAW溶接金属に比べて、同等以上の靱性が得られたが、MIG溶接法を用いなくても9%Ni鋼共金ワイヤと塩基性溶融型フラックスを用いたSAW溶接法でQT後十分な性能が得られた。

(4) 従来のNi基合金ワイヤでQT Plate+SAWした鋼管Bは母材に比べて、HAZ粗粒域はマルテンサイト組織になり、最高硬度もHv 366と著しく高く、溶接金属はオーステナイトのために硬度が母材よりも低く強度差が大きい。しかもHAZの靱性劣化が認められるのに対して、本研究で開発したパイプQTによる9%Ni鋼管Aの溶接部は母材と均一組織の焼もどしマルテンサイトと一部残留オーステナイトになるために最高硬度もHv 264と良好である。さらに靱性についても良好であり、またマクロ組織、顕微鏡組織も良好である。

以上の事柄から9%Ni鋼管を製造するプロセスとしてパイプQT方式が最も良好な方法といえる。

文 献

- 1) 伊藤慶典, 小泉 勇: 住友金属, 21 (1969) 3, p. 10
- 2) 越賀房夫: 溶接学会概要, 21 (1977), p. 96
- 3) 田中甚吉: 溶接学会概要, 21 (1977), p. 98
- 4) 大岡耕之, 杉野和男: 日本金属学会誌, 20(1977), 5, p. 435
- 5) 伊藤亀太郎, 片上幹史: 富士製鉄技報, 15(166), 4, p. 29
- 6) 森垣 脩, 鈴木丈夫, 杉岡 勲: 溶接学会誌, 45 (1976), 7, p. 21
- 7) C. W. MARSHALL: Trans. ASM, 55 (1962), p. 135
- 8) 大岡耕之, 三村 宏: 日本金属学会誌, 30(1966), p. 442
- 9) 竹田頼正, 片山茂久雄, 牛島正夫: 三菱重工技報, 14 (1977), p. 16