

0.5 Mo 鋼のクリープ破壊挙動と破断延性に影響する 冶金的因子

論 文

新谷 紀雄*・横井 信*・京野 純郎*・九島 秀昭*

Creep Fracture Behavior and Metallurgical Factors affecting Rupture Ductility of 0.5 Mo Steel

Norio SHINYA, Shin YOKOI, Junro KYONO, and Hideaki KUSHIMA

Synopsis :

Creep fracture behavior and metallurgical factors affecting rupture ductility have been studied for the improvement of rupture ductility of 0.5Mo steel. The heats of the steel exhibit minimum rupture ductilities of 3~10% in elongation and 4~13% in reduction of area when tested at 450° and 500°C.

The decreases in ductilities correspond with the transition in fracture modes from transgranular to intergranular creep fractures. Intergranular creep fracture is caused by grain boundary cracking such as wedge-type one under higher stresses and by formation of cavities associated with grain boundary carbide particles under lower stresses. The effect of surface cracks on rupture properties is relatively insignificant although the mean length of the cracks is much longer than those of the grain boundary cracks and cavities.

Main factors affecting the grain boundary cracking and the cavitation in 0.5Mo steel are grain size, amounts of impurities, and size and distribution of grain boundary carbide particles. It was confirmed that higher ductility than that of 1Cr-0.5Mo steel is easily attained without reduction in rupture strength by means of controlling these factors.

1. 緒 言

0.5 Mo 鋼は、ボイラ・熱交換器、圧力容器、及びタービンケーシングなどの材料として広く使用されてきたが、この材料には、使用中に微細なき裂を生じ、破断延性が低い^{1)~6)}という欠点があるため、新しい高温機器では、0.5 Mo 鋼に代わって Cr-Mo 鋼が使用される傾向がある⁴⁾⁵⁾。しかし、現在稼働しているボイラなどには、なお多く使用されており、また上記の欠点が改善されれば 525°C 以下の温度領域では、経済性の面から、また省資源という立場からも、有力な鋼種となろう。

0.5 Mo 鋼の、微細なき裂を生じやすく、破断延性が低い性質は、従来から粒内変形との関係で説明されている¹⁾⁷⁾。Mo 添加による粒内のクリープ変形強度の上昇が粒界への応力集中を増し、粒界破壊へと導くとされている。しかし使用者側には、より直接的な破壊過程が明らかにされる必要があるだろうし、また破断強度を維持するにはクリープ強度を下げられないから、破断延性に影響する他の因子を見つけ出し、さらにはそのような因子を制御して、粒界き裂生成の抑制及び破断延性の増加

をはかることが重要であろう。

金材技研では、クリープデータシート作成計画⁸⁾の一部として、市販の 0.5 Mo 鋼、12 チャージ、について長時間クリープ破断試験を行つており⁹⁾、すでに 7 万時間を超えるデータを得ているが、いずれも長時間側での破断延性は非常に低く、使用温度領域でのクリープ破断伸び及び絞りの最小値はそれぞれ 3~10% 及び 4~13% の範囲にある。本研究では、これらのクリープ破断試験前後の試験片と試験データを用いて、0.5 Mo 鋼の破壊過程を明らかにし、かつ破断延性を改善する目的で、破断延性に影響する因子について検討した。

2. 供試材及び実験方法

2.1 供試材

ボイラ・熱交換器用合金鋼鋼管の 12 種 (STBA 12) について、長時間クリープ破断試験を行つている 12 チャージの中で、破断延性の最も大きいチャージ(A)と最も小さいチャージ(B)の 2 鋼種を供試材に選んだ。その化学成分を Table 1 に、公称の熱処理及び結晶粒度を Table 2 に示す。

昭和 54 年本会講演大会にて発表 昭和 56 年 6 月 22 日受付 (Received June 22, 1981)

* 金属材料技術研究所 (National Research Institute for Metals, 2-3-12 Nakameguro Meguro-ku 153)

Table 1. Chemical composition of 0.5Mo steels (wt%).

Heat	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	Al	Sn	B	N
A	0.13	0.29	0.49	0.006	0.007	0.047	0.18	0.57	0.053	0.005	<0.0001	0.0072	
B	0.13	0.21	0.58	0.010	0.010	0.068	0.07	0.58	0.15	0.004	0.013	<0.0001	0.0054

Table 2. Nominal heat treatment condition and grain size of as-received 0.5Mo steels.

Heat	Nominal heat treatment	Grain size	
		Austenite*	Ferrite*
A	920°C×10min→680°C×40min AC	G0 5.9	FGc-P6.2
B	920°C×1h→680°C×1.5h AC	G0 4.4	FGc-P5.4

* JIS G0551 "Method of Austenite Grain Size Test for Steel"
+ JIS G0552 "Method of Ferrite Grain Size Test for Steel"

Table 3. Re-heat treatment and grain size.

Heat	Re-heat treatment		Austenite grain size
	QT 1	980°C×20min WQ, 680°C×40min AC	G0 4.3
A	QT 2	920°C×20min WQ, 680°C×40min AC	G0 6.8
	QT 3	920°C×20min WQ, 870°C×15min WQ×3 680°C×40min AC	G0 9.6
	QT 2	920°C×20min WQ, 680°C×40min AC	G0 6.9
B	QT 3'	920°C×20min WQ, 880°C×20min WQ×3 680°C×40min AC	G0 9.2

2.2 クリープ破断試験

クリープ破断試験片は、標点距離 30 mm、直径 6 mm の寸法で、その軸方向が管軸と平行になるように採取した。クリープ破断試験は 450°, 500°, 及び 550°C で行つた。

2.3 破断後の観察及び密度変化測定

クリープ破断した試験片の縦割りした面を光顕及び走査電顕により観察した。またクリープ破断試験によつて試験片に生じたき裂やクリープキャビティ (creep cavity) の総量を定量的に把握する目的で、クリープ破断試験前後の試験片ねじ部及び平行部の密度変化量 ($\Delta D/D$) を RATCLIFFE の方法¹⁰⁾によつて測定した。密度変化測定用の試料は、破断部のくびれや破断時の影響をさけるため破面より 10 mm 以上離れた比較的一様伸びを示している所から採取し、表面き裂や酸化物を除去後、エメリーペーパー (#600まで) で研磨し、測定用に用いた。 $\Delta D/D$ の測定精度は約 $\pm 5 \times 10^{-5}$ であつた。

2.4 クリープ破断試験片表面の Ni めつき

破断延性に影響を及ぼすと考えられる表面き裂の生成を防ぐ目的で、試験片表面を Ni めつきにより被覆した後、クリープ破断試験を行つた。めつき浴としてはワット浴を用い、めつき層は約 50 μ の厚さとした。

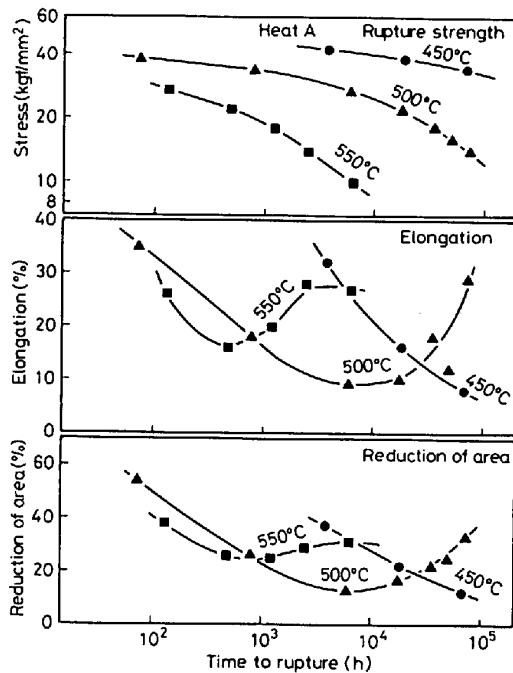


Fig. 1. Creep rupture properties of heat A.

2.5 再熱処理

結晶粒径を変えるため焼入温度を変え、また細粒化のためマルテンサイト→オーステナイトの繰り返し処理を施す¹¹⁾¹²⁾、水冷後、焼もどした。なお加熱には塩浴炉を用いた。再熱処理条件及び結晶粒度を Table 3 に示す。

3. 結 果

3.1 クリープ破断性質

供試材 A 及び B チャージのクリープ破断強度、破断伸び、及び絞りを Fig. 1 及び Fig. 2 に示す。両チャージ間の破断強度差は、450° 及び 500°C では大きく、A チャージの方が高強度を示す。しかし 550°C の長時間側では、強度差は減少する。破断伸び及び絞りは両チャージとも長時間側で著しく低下する。特に B チャージの低下は顕著で、いずれの温度でも長時間側で伸び及び絞りとも 10% 以下になる。A チャージは B チャージよりもやや大きい破断延性を示し、しかも高温長時間側で破断延性の回復が見られる。

破断した試験片の破断部近傍の光顕組織を Photo. 1

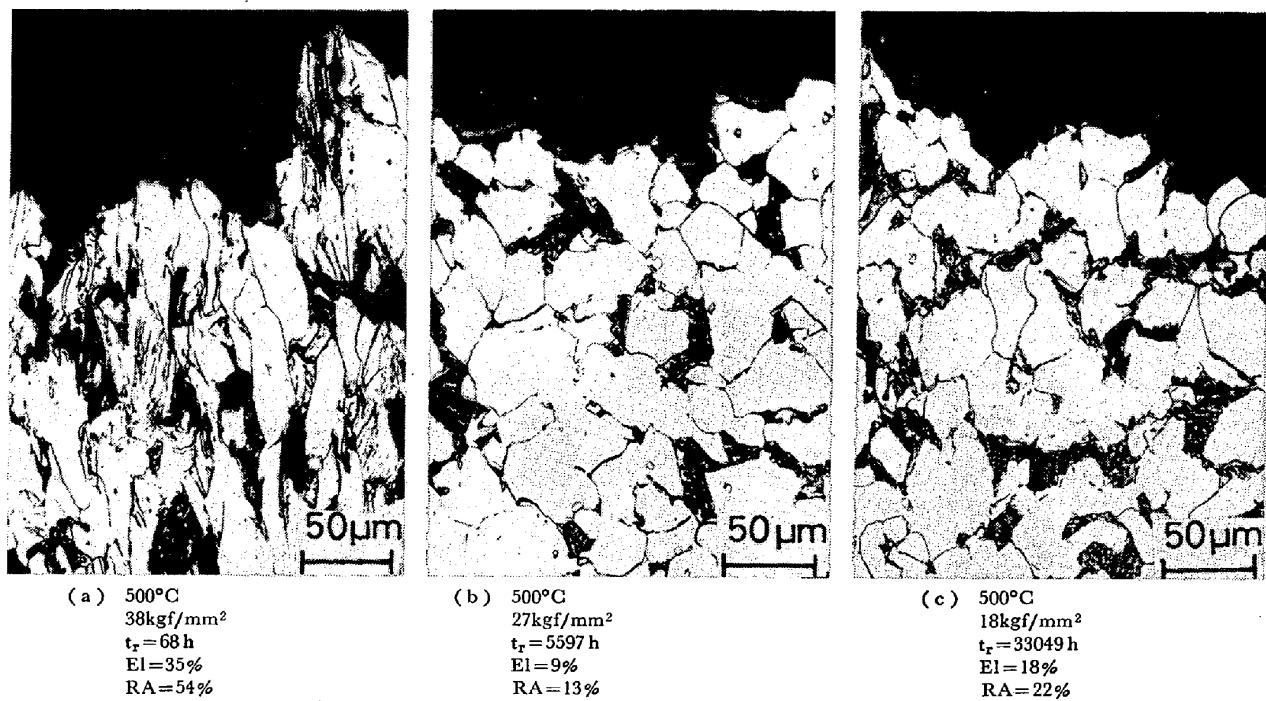


Photo. 1. Optical micrographs showing near fracture surface.
(t_r : time to rupture, El : elongation, RA : reduction of area)

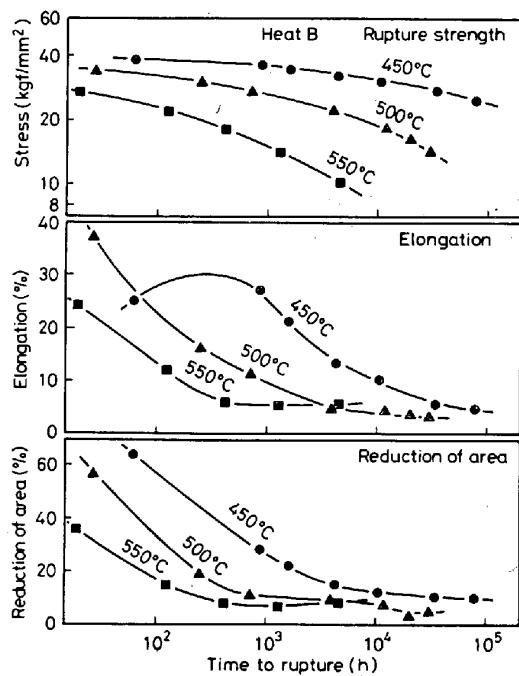


Fig. 2. Creep rupture properties of heat B.

に示す。破断時間が長く、破断延性が低下するにともない、粒界き裂の生成が著しくなり、粒内クリープ破壊から粒界クリープ破壊へと変化している。粒界き裂はおもにフェライト粒間の粒界に、また一部パーライトの界面にも観察された。破断部の様相はA及びBチャージとも同様であった。Photo. 2(a)は破断した試験片の表面近傍に生成している表面き裂を示す。表面き裂は粒界を通

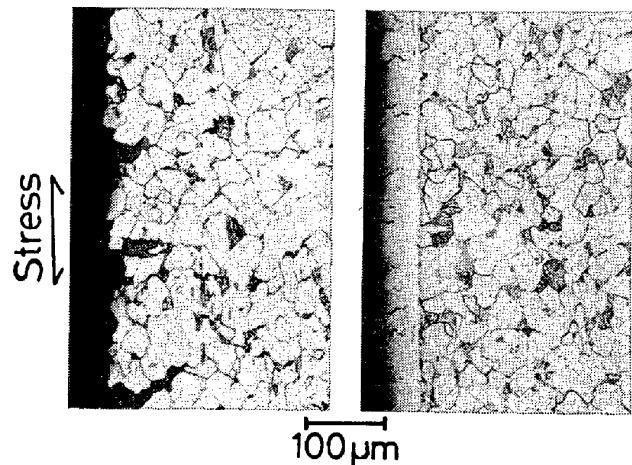


Photo. 2. Appearances of ruptured specimen surfaces.

り進展している。

電顕による組織観察では、高温長時間になるにつれ、粒内に針状の Mo_2C が析出、成長するのが観察されたが、破断延性の低下との対応は見られなかつた。また粒界き裂やクリープキャビティの生成に影響するといわれている粒界無析出帶¹⁸⁾は明確には形成されていなかつた。

3.2 表面き裂

クリープ破壊したAチャージの試験片平行部に生じた表面き裂長さの度数分布を Fig. 3 に示す。計測は、図

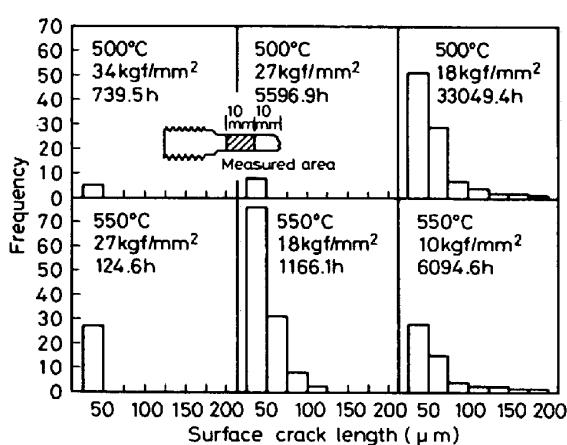


Fig. 3. Histogram of surface crack length for heat A.

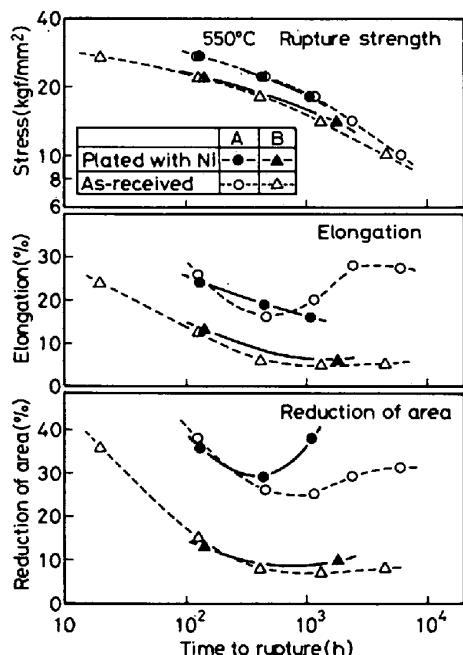


Fig. 4. Creep-rupture properties of specimens plated with Ni.

中に示すように破面から 10~20 mm の縦割りした面内で行い、長さ 25 μ 以上のき裂を対象とした。測定した表面き裂のうち 200 μ に達するものがあつたが、破断延性の低下傾向 (Fig. 1) と表面き裂の数や、長さ分布などとの間に明確な対応は見られない。B チャージについても同様の結果が得られている。

Fig. 4 は Ni めつき試験片の破断性質を、Photo. 2 (b) はクリープ破断した Ni めつき試験片の表面近傍を示す。Ni めつきの被覆により表面き裂の生成はかなり阻止されているが、破断時間や破断延性への影響は小さい。A チャージの長時間側の破断絞りが Ni めつきによりやや上昇しているが、これは表面き裂の阻止による効

果よりも、クリープ中に C が Ni 側に移行し、表面近傍が脱炭、軟化しているためであろう。破断部の表面近傍のみ結晶粒が長く伸ばされ絞られているのが観察された。

3.3 粒界き裂及びクリープキャビティ

走査電顕により観察された粒界き裂及びクリープキャビティを Photo. 3 に示す。観察面は破面より 10 mm 以上離れた一様伸び部である。比較的高応力下で破断した試験片には粒界三重点などから発生する楔型状のき裂と粒界の粗大な炭化物を起点とするき裂が多く、フェライトとパーライトの界面に生成するき裂も一部に見られた。低応力側になると、主として粒界の粗大な炭化物の界面に、また一部には球状化したパーライトの界面にクリープキャビティが発生し、粒界に沿つて成長している。キャビティを生じている粒界は応力軸方向に対し直角方向に近いものが多い。

A, B 両チャージを比較すると、高応力側で生成する粒界き裂及び低応力側のクリープキャビティとも B チャージの方が大きい傾向があつた。これは B チャージの方が結晶粒が大きく、また温度及び破断時間がほぼ同じ場合、粒界上の粗大炭化物が大きく、かつ多いことに対応するであろう。さらに B チャージには、一部に塊状のいわゆるディボーストパーライト¹⁴⁾¹⁵⁾ (divorced pearlite) が生成され、これらの界面に発生するき裂も見られた。

Photo. 4 は、クリープ試験中に生じた粒界すべりにより、製管時に管軸方向に長く伸ばされた非金属介在物に生じた粒界方向のずれを示している。このような例は、高応力側で粒界き裂の生成が著しい領域において B チャージに見られた。これは A チャージに比べ、B チャージの方が粒界すべり量が大きいためと思われる。

Fig. 5 はクリープ破断試験前後の試験片の密度変化量 ($\Delta D/D$) を示す。粒界き裂やキャビティの他に $\Delta D/D$ に影響する因子として、クリープ変形による転位密度の増加とクリープ中の析出などの組織変化が考えられる。転位密度の増加による影響は DAY¹⁶⁾ の Cr-Mo 鋼についての結果から $\Delta D/D$ の測定精度以下と推定される。また図中のねじ部の $\Delta D/D$ はおもに組織変化によるものと考えるが、ほとんど変化していない。したがつて、試験片一様伸び部の $\Delta D/D$ は粒界き裂やキャビティの生成量に対応すると考えてよいであろう。

500°C における $\Delta D/D$ の減少傾向をみると、Fig. 5 に示すように、B チャージは初期に著しく減少し、その後やや上昇し、約 1 万時間以後また急激に減少する。一方 A チャージは、1 万時間までの減少は少ないが、以後著しく減少する。約 1 万時間までの領域では、両チャ

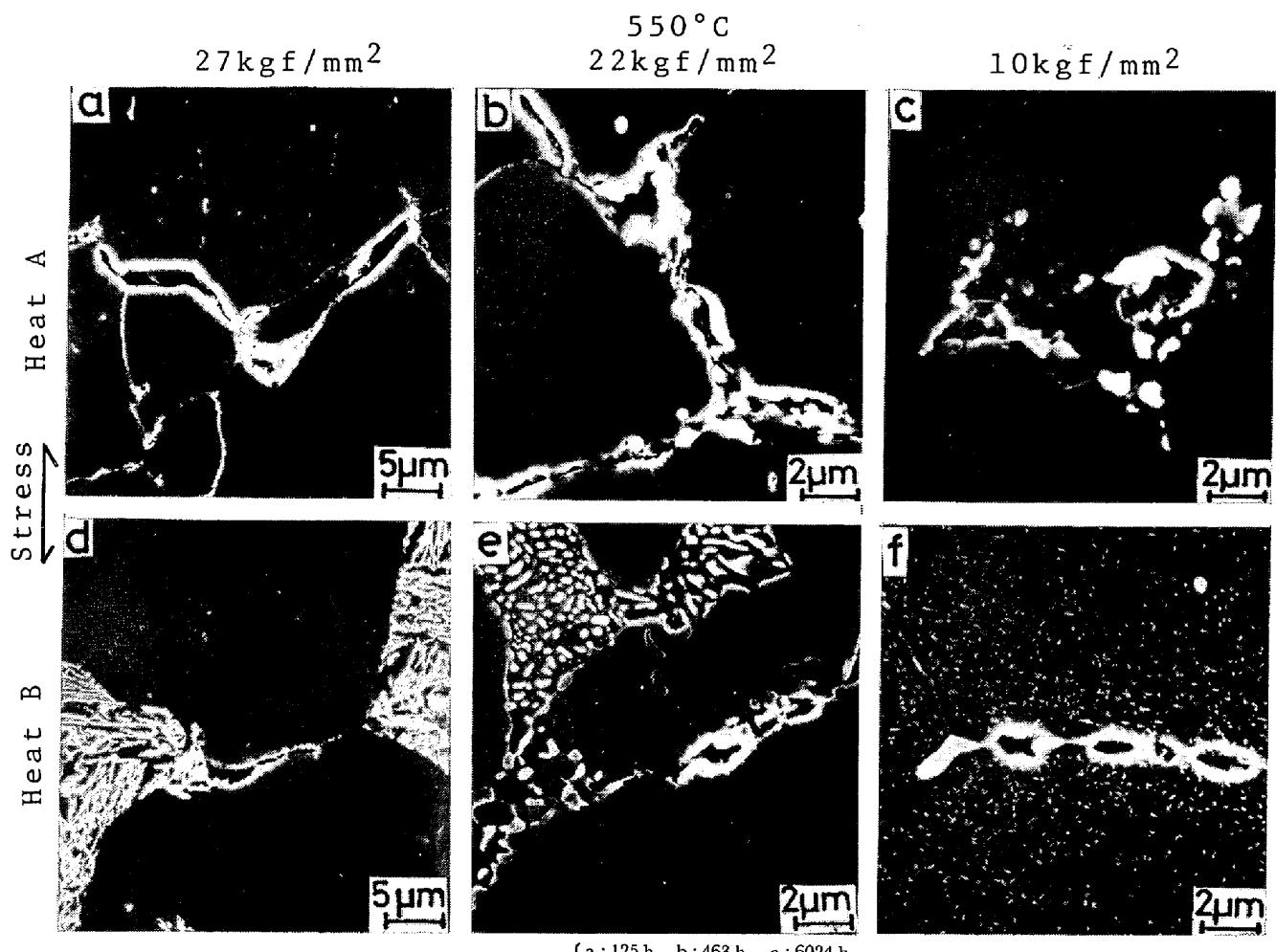


Photo. 3. Grain boundary cracks and cavities in ruptured specimens.

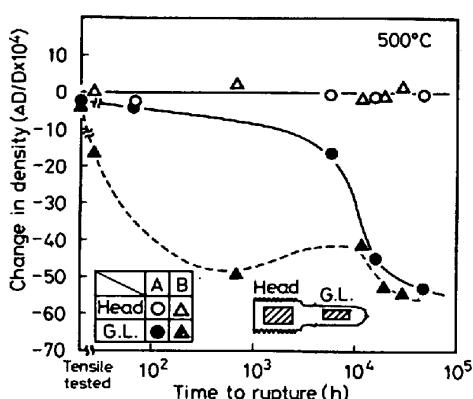


Fig. 5. Change in density after creep rupture test.

ジとも、おもに粒界き裂であるが、1万時間以上ではクリープキャビティが主となる。Bチャージは、粒界き裂を生じる領域で $\Delta D/D$ が著しく減少していることや、Photo. 4 から、粒界すべり量が大きいと考えられる。

3.4 再熱処理材の破断延性

結晶粒の大きさや組織を熱処理により変え、破断性質への影響を調べた。550°Cでの結果を Fig. 6 に示す。

Aチャージは結晶粒の微細化により破断延性は著しく増大しており、QT 2 (Go 6.8) 及び QT 3 (Go 9.6) 処理材の破断伸び及び絞りはそれぞれ 35% 及び 70% を超え、破壊様式は粒内破壊であった。結晶粒の大きい QT 1 (Go 4.3) 処理材は再熱処理前 (Go 5.9) とほぼ同じ破断延性を示している。結晶粒度の違いを考えると、焼なまし材（再熱処理前）より焼入れ焼もどし材（再熱処理）の方が破断延性が大きいといえよう。破断強度は再熱処理前とあまり変わっていない。

一方 Bチャージについてみると、QT 2 (Go 6.9) 及び QT 3' (Go 9.2) 処理材とも破断強度は短時間側で著しく増加しており、また破断延性もかなり増加している。しかしながら、破断伸びは約 20% 以下、そして破断絞りも 35% 以下にとどまり、Aチャージの場合に比べかなり低い。

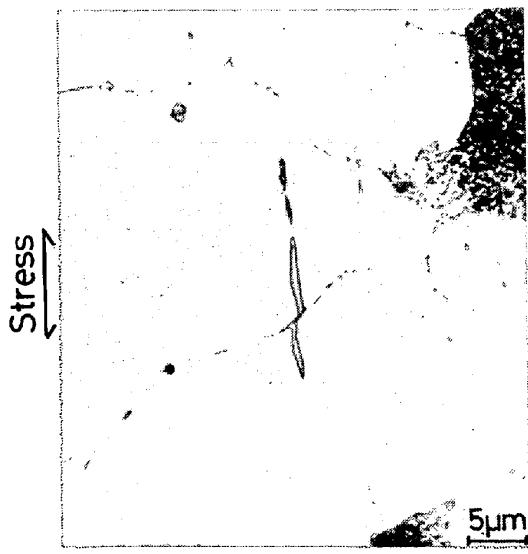
Photo. 5 は Aチャージの再熱処理破断試験片についての走査電顕による観察結果を示す。QT 1 処理材は粒界き裂を生じている。また QT 2 及び QT 3 処理材はクリ

ープキャビティを生じているが、再熱処理前に比べ、量的には少ない。粒界析出物についてみると、再熱処理材は Photo. 3 の焼なまし材より小さい。

4. 考察

4.1 表面き裂の影響

クリープ破断した試験片の観察から、0.5 Mo 鋼の破断延性の低い原因として、表面き裂や内部の粒界き裂及びクリープキャビティの著しい生成が考えられた。しかし、表面き裂は粒界き裂などによりはるかに大きいにも



Heat B, 500°C, 34 kgf/mm²

Photo. 4. Step of non-metallic inclusion caused by grain boundary sliding.

かかわらず、Fig. 4 や Photo. 2 に示すように、破断性質への影響は小さかつた。この理由として、(1)表面にき裂が多数生成され、表面層はかなり応力緩和される。また表面き裂の先端は酸化やクリープ変形による鈍化などにより応力集中は小さくなる。(2)表面き裂の生成は、内部に生成される粒界き裂やキャビティに比べ、個々の大きさは大きても、表面層に限られ、総量的には少なく、相対的に影響が小さい、などが考えられる。

4.2 破断延性に影響する冶金的因子

高応力側で生成する粒界き裂のおもなものとして、粒界三重点に生成する楔型き裂と粒界の炭化物を起点とするき裂が、低応力側では粒界炭化物の界面より発生するクリープキャビティが観察された。そしてこれらが破断延性を低下させると考えられる。き裂やキャビティの発生や成長機構として、楔型き裂の発生やキャビティの成長条件については McLEAN¹⁷⁾¹⁸⁾が、楔型き裂の成長速度については WILLIAMS¹⁹⁾が、粒界すべりにより粒界炭化物を起点として生じるようなき裂については EVANS²⁰⁾が、そして粒界炭化物界面に生成するキャビティについては RAJ²¹⁾らがそれぞれモデルを提唱している。これらのモデルなどから予測されるき裂やキャビティの生成に対する冶金的因子の影響をまとめると次のようになる。(1)結晶粒径を大きくすると、楔型き裂の発生に必要な応力 (σ_s) が下がり、楔型き裂または粒界炭化物を起点としたき裂はともにその成長速度を大きくする。さらに粒界すべりがキャビティ生成に関係している場合

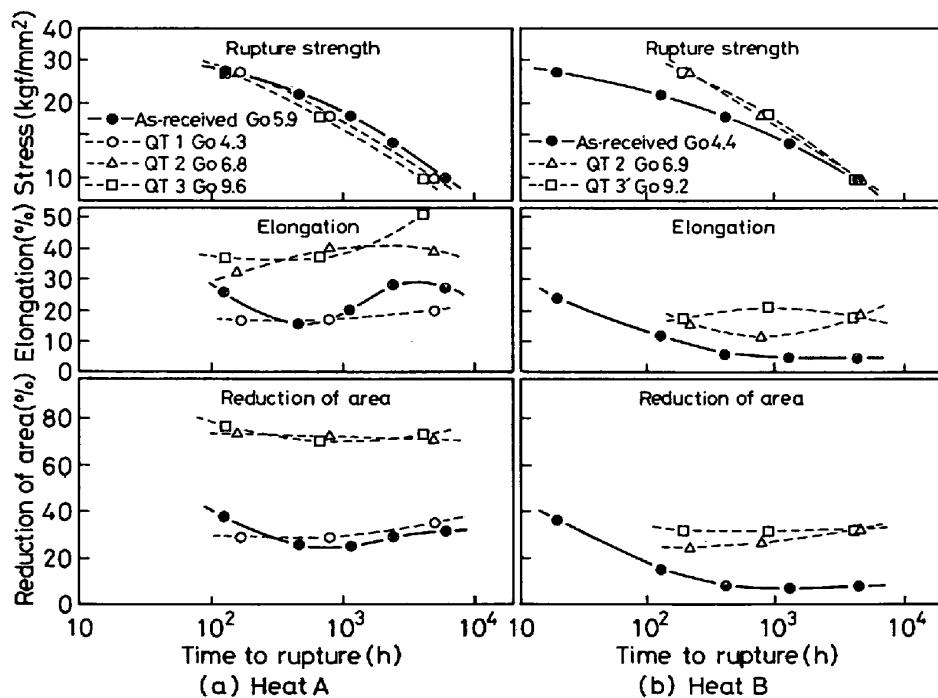


Fig. 6. Effect of re-heat treatment on rupture properties.

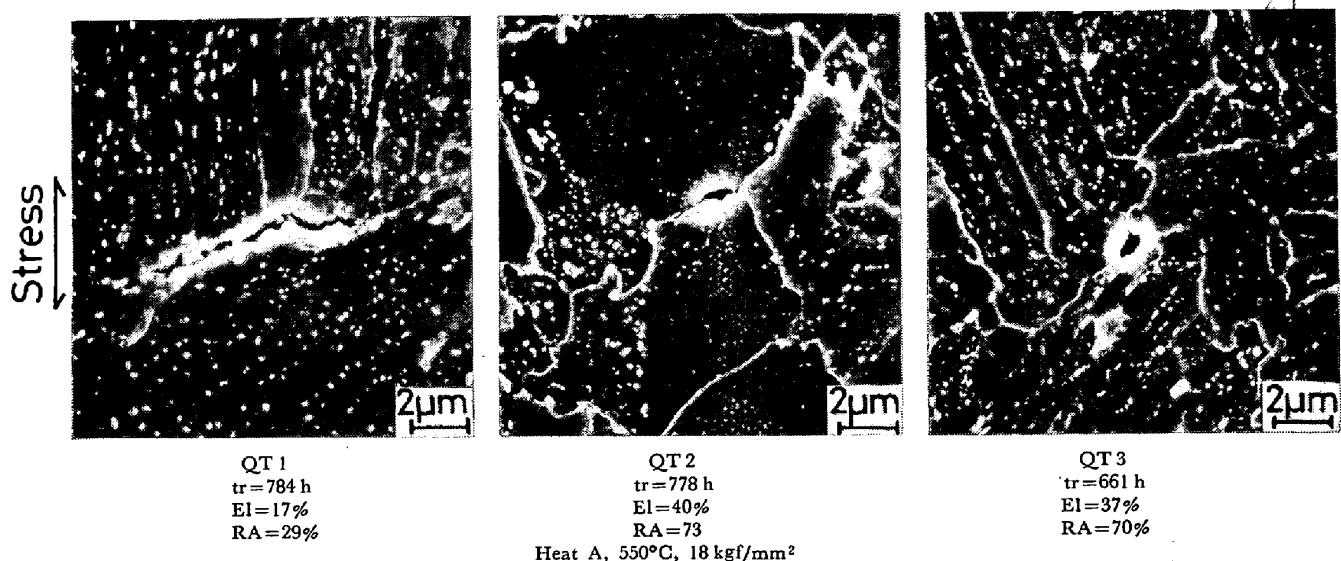


Photo. 5. Grain boundary crack and cavities observed in ruptured specimens of quenched and tempered heat A. (tr : time to rupture, El : elongation, RA : reduction of area)

は、その発生速度が大きくなる。(2)粒界の粗大な析出粒子は粒界き裂やキャビティの発生源となり、これらの発生総数を増やす。また粒子径が大きいほど粒界にかかる応力は高くなり、キャビティの発生速度を速める。(3)P, S, Sn, Sb などは粒界に偏析し、有効表面エネルギー(γ)を小さくするとされているが、 γ が小さくなると σ_s は低下し、さらにき裂成長速度及びキャビティの発生速度は増大する。

き裂やキャビティの発生や成長速度が大きいほど粒界破壊を起こしやすく、また破壊までに蓄積されるひずみが小さく、破断延性が小さくなると考えてよいであろう。実験的にも前記(1)～(3)の因子、すなわち大きな結晶粒、粒界の粗大な粒子²²⁾、及び比較的多量の不純物^{23)～25)}が著しく破断延性を低下させることが知られている。なお粒界析出物の粒界すべりへの影響は MILLER ら²⁶⁾の実験結果より低合金鋼では小さいと考えられる。

次に、Cr-Mo 鋼と同程度の破断延性を得る指標を求めるため、以上の基礎的な知見を基に、本研究における A 及び B チャージ間の破断延性の違い、及び再熱処理による破断延性への影響を分析する。

A 及び B チャージを比較し、B チャージがき裂やキャビティの生成がより著しく、破断延性が劣る原因として考えられるのは、結晶粒が大きいこと、粒界に偏析する不純物量が多いこと、及び粒界析出物が粗大になることなどである。き裂やキャビティの多くはフェライトの粒界に生じるので、フェライト粒の大きさを比較すると、A チャージは FGc-P 6.2 に対し B チャージは FGc-P 5.4 であり、その大きさの比は 1:1.7 である。不純物としては、一般には (P + S + Cu + Sn + Sb + As) 量が

破断延性を低下させるとされている。また TU ら²⁵⁾は多数チャージの Cr-Mo-V 鋼について回帰分析し、破断延性は主に Sn 量に依存し、510°C の破断伸びは (23.8–145.9 Sn) と表せるとしている。本供試材においては、Sb 及び As は分光分析において検出されていないので、(P + S + Cu + Sn) 量を比較すると、A チャージの 0.071% に対し B チャージは 0.183% で、また Sn 量は A チャージが 0.005%，B チャージが 0.013% である。

再熱処理材の破断延性についてみると、結晶粒の微細化による効果が大きいことを示している (Fig. 6)。A チャージの QT 2 及び QT 3 処理材の破断延性は 1Cr-0.5Mo 鋼²⁷⁾よりもはるかに大きく、2.25 Cr-1 Mo 鋼²⁸⁾に近い破断延性を示している。しかし、QT 2 及び QT 3 処理材とも粒内破壊で、両者に特に差異が見られないことから結晶粒の微細化により特に効果があるのは Go 7 度までであろう。また焼入れ焼もどし組織にしたことによる破断延性の改善もみられる。これは焼なまし材に比べ、ペーライト界面でのき裂やキャビティの生成がないこともあるが、それ以上にマルテンサイトラス境界への炭化物の析出など粒内での析出が促進されることにより、旧オーステナイト粒界への炭化物の析出、成長が抑制され (Photo. 5)、粒界析出物の粒子径 (P) や P/ λ (ここで λ は粒界析出物間距離) が小さくなるためであろう²²⁾。

B チャージにおいても結晶粒微細化によりかなり破断延性が増加したが、A チャージに比べて不十分であつた。これは不純物量が多いためと考えられる。

5. 結 言

0.5Mo鋼のクリープ破壊過程、チャージ間の破断延性のばらつき原因、及び組織的因子の破断延性への影響を調べ、次の結果を得た。

- 1) 0.5Mo鋼のクリープ破断延性は長時間側で著しく低下するが、この低下は破壊様式が粒内破壊から粒界破壊へと移行すると対応する。
- 2) 長時間側で破断した試験片には、粒界き裂、クリープキャビティ、及び表面き裂が著しく生成するが、表面き裂の破断性質への影響は小さく、粒界き裂及びキャビティが粒界破壊を招き、破断延性を低下させると考えられる。
- 3) 粒界き裂及びキャビティの生成に著しく影響する冶金的因素として(a)結晶粒の大きさ、(b)粒界の粗大析出物、及び(c)P, S, Cu, Snなどの不純物量があり、(a)及び(b)が小さい方が、また(b)及び(c)が少ないほど破断延性は大きくなる。
- 4) 破断強度を低下させないでCr-Mo鋼程度の破断延性を得る一つの目安として、(a)結晶粒度はGo7程度、(b)(P+S+Cu+Sn+Sb+As)≤0.07%，かつ(Sn+Sb+As)≤0.005%，及び(c)焼入れ焼もどし組織、が考えられる。

文 献

- 1) J. GLEN: JISI, 190 (1958), p. 30
- 2) L. M. WYATT and M. G. GEMMILL: Proc. Joint Inter. Conf. on Creep, (1963), p. 7-1 [The Institute of Mech. Engrs.]
- 3) W. A. STAUFFER and A. KELLER: Proc. Joint Inter. Conf. on Creep, (1963), p. 3-29 [The Institute of Mech. Engrs.]
- 4) L. M. T. HOPKIN and E. A. JENKINSON: JISI, 202 (1964), p. 929
- 5) B. PLASTOW, L. H. TOFT, and D. E. YELDHAM: Proc. Inter. Conf. on Creep and Fatigue in Elevated Temp. Applications, (1974), Paper C/49/74 [The Institute of Mech.

Engrs.]

- 6) 高松利男、乙黒靖男、塩塚和彦、橋本勝邦: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 851
- 7) F. R. BECKITT, S. R. KEOWN, and F. B. PICKERING: R. D. D. Report No. PM. 5281 /3/68/A, The United Steel Companies Ltd. (1968)
- 8) 横井 信、池田定雄、伊藤 弘、馬場栄次: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 2076
- 9) NRIM Creep Data Sheet No. 8A (1979)
- 10) R. T. RATCLIFFE: Brit. J. Appl. Phys., 16 (1965), p. 1193
- 11) G. SAUL, J. A. ROBERTSON, and A. M. ADAIR: Met. Trans., 1 (1970), p. 383
- 12) K. NAKAZAWA, Y. KAWABE, and S. MUNEKI: Mater. Sci. Eng., 33 (1978), p. 49
- 13) B. J. CANE: Metal Sci., 10 (1976), p. 29
- 14) 井上 敏、木下修司、鈴木 章: 鉄と鋼, 58 (1972), p. 764
- 15) 井上 敏、木下修司: 鉄と鋼, 62(1976), p. 1513
- 16) R. V. DAY: JISI, 203 (1965), p. 279
- 17) D. MCLEAN: J. Inst. Metals, 85 (1956~57), p. 468
- 18) D. MCLEAN: Rept. Progr. Phys., 29 (1966), p. 1
- 19) J. A. WILLIAMS: Phil. Mag., 15 (1967), p. 1289
- 20) H. E. EVANS: Phil. Mag., 23 (1971), p. 1101
- 21) R. RAJ and M. F. ASHBY: Acta Met., 23 (1975), p. 653
- 22) W. PAVINCH and R. RAJ: Met. Trans., 8A (1977), p. 1917
- 23) R. A. TAIT and J. F. KNOTT: Grain Boundaries, Spring Residential Conf., Series 3, No. 5 (1976), Cl [The Inst. of Metallurgists]
- 24) H. R. TIPLER and B. E. HOPKINS: Met. Sci., 10 (1976), p. 47
- 25) L. K. TU and B. B. SETH: Met. Technol., 5 (1978), p. 79
- 26) D. MILLER and R. PILKINGTON: Met. Trans., 9A (1978), p. 489
- 27) NRIM Creep Data Sheet No. 1A (1976)
- 28) NRIM Creep Data Sheet No. 3A (1976)