9 % Ni 鋼板のアレスト性能と新衝撃試験 に関する一考察

正員 出口 明 雄* 正員 多 田 益 男**
正員 矢 島 浩**

A Consideration on Brittle Crack Arrestability and New Impact Test for 9 % Ni Steel

by Akio Deguchi, *Member* Masuo Tada, *Member*
Hiroshi Yajima, *Member*

Summary

Recent steel manufacturing produces 9 % Ni steels with high toughness through minimizing steel impurities and improving heat treatment. These 9 % Ni steels show ductile fracture and absorbed energy more than 20 kgf·m in V-Charpy impact test at -196°C , which indicates V-Charpy impact test being insufficient for the material selection. It has become difficult to know the arrestability of these 9 % Ni steels through surface-notched double tension test using LN_2 (-196°C) as refrigerant. The method was developed to get brittle crack propagation-arrest toughness for high toughness material.

In this paper crack arrestability of 9 % Ni steels which varies in toughness is examined by means of surface-notched double tension test and Charpy impact test of two specimen types. Surface-notched double tension test is conducted to check Kca values and Charpy impact test is conducted at temperature ranging $-100 \sim -269^{\circ}\text{C}$ in order to clarify the effect of specimen notch shape on ductile/brittle transition phenomenon of high toughness 9 % Ni steels and crack initiation and propagation energies. The following conclusions are obtained.

- (1) 3-surfaces slitted Charpy impact test is available for the material selection of recent 9 % Ni steels because transition temperature of this method rises $45 \sim 84^{\circ}\text{C}$ higher than that of V-notched one.
- (2) Crack arrestability of 9 % Ni steels can be estimated based on transition temperature and propagation energy of 3-surfaces slitted Charpy impact test.

1. 結 言

著者らは、地上 LNG 貯槽への 9 % Ni 鋼板の適用に際し、強度および靱性についてその安全性を検証してきた¹⁾。

最近の 9 % Ni 鋼板は、鋼中不純物の低減、熱処理法の改善など製鋼法の進歩により低温靱性の一層の向上が図られている。このような、最近の高靱性 9 % Ni 鋼板においては、冷却材として液体窒素の温度 (-196°C) までは使用できない現実では、脆性亀裂発生特性としての、また伝播停止特性 (アレスト性能) としての破壊靱性把握は、極めて困難である。強靱材に対する二重引張試験を可能ならしめる一方策として考案された表面切欠付二重引張試験^{2),3)}

(surface-notched double tension test, 以下“SDT 試験”と略称する) も、液体窒素温度での評価は困難になっている。

一方、9 % Ni 鋼板の工業的靱性評価試験として一般に実施されている、液体窒素温度での標準型 V-ノッチシャルピー衝撃試験では、吸収エネルギーが 20 kgf·m を超え、かつ脆性破面が認められないことが多いことから、材料受入れ試験としては不十分であるといわざるを得ない。

本報では、意図的に靱性レベルを変えた 5 種類の 9 % Ni 鋼板を供試し、新たに考案した 3 面スリットシャルピー衝撃試験結果からアレスト性能評価が可能であることを確認するとともに、3 面スリットシャルピー衝撃試験が、最近の高靱性 9 % Ni 鋼板に対する工業的靱性評価試験法として有効であることを確認した。

* 三菱重工業(株)技術本部横浜研究所

** 三菱重工業(株)技術本部長崎研究所

2. 供試9% Ni 鋼板

供試した9% Ni 鋼板の機械的性質を Table 1 に示す。供試鋼板は、熱処理法、化学成分などを変えて多様な靱性レベルに設定された板厚 25~32 mm の 5 種類である。

A 鋼は P, S を意図的に多くし、-196°C における破壊試験で一部脆性破壊が発生する低靱性鋼板として製造され、B 鋼も P を意図的に多くした低靱性鋼板である。C, D および E 鋼は、極低 P, S の、清浄な 9% Ni 鋼板である。

3. SDT 試験による 9% Ni 鋼板のアレスト性能評価

SDT 試験片の形状および寸法を Fig. 1 に示す³⁾。試験は、液体窒素を用いて表面切欠き部(亀裂発生部)を-196°C に冷却し、亀裂伝播線上に温度勾配を設けるか、温度一定として実施した。

Fig. 2 に、供試した 5 種類の鋼板の SDT 試験結果を示す。ここで、脆性亀裂伝播停止靱性値 (K_{ca}) は (1) 式で算出した。

$$K_{ca} = F_p \cdot \sigma \sqrt{\pi a} \cdot \sqrt{(2W/\pi a) \cdot \tan(\pi a/2W)} \quad (\text{kgf}\sqrt{\text{mm}}/\text{mm}^2) \quad (1)$$

ただし、 F_p : 亀裂伝播に伴う荷重低下を考慮した補正係数³⁾

σ : 負荷応力 (kgf/mm^2)

W : 亀裂伝播幅 (mm)

a : 亀裂停止長さ [W が 1000 mm の試験片の場合は、有効亀裂長さ ($a_{\text{eff}} = 0.1a + 190$)]^{3), 4)} (mm)

Fig. 1 Shape of surface-notched double tension test specimen

Table 1 Mechanical properties of 9% Ni steels used

Steel Code	Thick. (mm)	Mechanical Properties				
		Tensile Test (at R.T.)			V Charpy Impact Test (at -196°C)	
		0.2% P.S. (kgf/mm^2)	T.S. (kgf/mm^2)	El. (%)	vE ($\text{kgf}\cdot\text{m}$)	Crystallinity (%)
A	32	69	72	28	7.0	75
B	25	71	76	28	19.9	20
C	30	65	74	32	22.3	0
D	32	69	72	30	24.8	0
E	30.5	66	73	24	26.0	0

-196°C での標準型 V-ノッチシャルピー衝撃試験で脆性破面が認められた (Table 1 参照) A および B 鋼では、SDT 試験でもアレスト性能評価が可能であった。一方、-196°C で脆性破面が認められなかった C, D および E 鋼では、それぞれ異なる結果が得られた。すなわち、D 鋼では SDT 試験によるアレスト性能評価が可能であり、ほぼ B 鋼と同等のアレスト性能を示したが、C および E 鋼では、SDT 試験でも、-196°C までの温度では、アレスト性能の定量的な把握はできなかった。

9% Ni 鋼板では、通常、材料受入れ試験として、JIS 規格で規定された -196°C での V-ノッチシャルピー衝撃試験が行なわれる。しかし、上述の Table 1, Fig. 2 から、-196°C での V-ノッチシャルピー衝撃試験では、意図的に低靱性鋼板として製造、供試した A 鋼クラスに対する評価は可能であるが、B 鋼クラス以上のアレスト性能を有する鋼板の判定には不十分である。

Fig. 2 Relation between K_{ca} value and temperature (comparison between experimental and estimated value)

4. 高靱性 9 % Ni 鋼板の低温衝撃特性

4.1 延性/脆性遷移現象に及ぼす試験片形状の検討

9 % Ni 鋼板の低温での延性/脆性遷移現象を把握するために、新たに考案した 3 面スリットシャルピー衝撃試験を実施した。試験片の形状および寸法を Fig. 3 に示す。深さ 2 mm の V-ノッチ部分を 0.14 mm 幅のスリットに置き換え、さらに試験片の両側面にも 0.14 mm 幅のスリットを設けた試験片である。側面スリットの深さを 0, 1, 2 および 2.5 mm と変化させて、破壊形態への影響を調べた。その結果、9 % Ni 鋼板に対しては、側面スリットの深さが 2 mm の 2S(2) 型試験片が最も合理的であると判断されたので、2S(2) 型 3 面スリットシャルピー衝撃試験片を供試することにした。

供試した 5 種類の鋼板について、 -100°C から -269°C (液体ヘリウム温度) までの極低温域において、2S(2) 型 3 面スリットシャルピー衝撃試験と、V-ノッチシャルピー (2V) 衝撃試験を実施した。結果を Table 2 に示し、遷移曲線の代表例を Fig. 4 に示す。なお、vE および sE は、それぞれ 2V および 2S(2) 衝撃試験による吸収エネルギーを表示したものである。また、液体ヘリウム温度域での衝撃試験は、発泡断熱シートで試験片を保温し、液体窒素で予備冷却した後に、液体ヘリウムで所定の温度まで冷却することによって実施した。温度の検出には極低温用の金・鉄-クロメル熱電対を用いた。なお、予め吸収エネルギーに及ぼす発泡断熱シートの影響が小さいことを確認した。

2V 衝撃試験では、液体窒素温度 (-196°C) 以上の温度で脆性破面率 50 % 以上の延性/脆性遷移現象が認められたのは、意図的に低靱性鋼板として製造、供試した A 鋼だけであった。B および D 鋼は液体ヘリウム (-269°C) を使った極低温試験において初めて遷移現象を示し、C および E

Table 2 Results of Charpy impact test

Steel Code	Thick. (mm)	Absorbed Energy at -196°C (kgf-m)		Transition Temperature ($^{\circ}\text{C}$)		
		vE [2V]	sE [2S(2)]	vTrs [2V]	sTrs [2S(2)]	$\Delta\text{Trs}^{(1)}$
A	32	7.0	0.7	-180	-135	45
B	25	19.9	1.2	-225	-150	75
C	30	22.3	4.4	—	-259	—
D	32	24.8	1.8	-269	-185	84
E	30.5	26.0	3.3	—	-196	—

$$(1) \Delta\text{Trs} = \text{sTrs} - \text{vTrs}$$

Fig. 3 Shape of Charpy impact test specimens

Fig. 4 Comparison of transition curves between 3-surfaces slitted and V-notched Charpy impact test

鋼は液体ヘリウム温度においても遷移現象を示さなかった。

一方、2S(2) 衝撃試験では、C 鋼を除く 4 鋼種で、液体窒素温度以上の温度において遷移現象が観察され、C 鋼でも液体ヘリウム温度では遷移現象を示すことが認められた。

切欠き形状がV-ノッチからスリットへと尖鋭化したことと側面スリットの拘束効果により、2S(2)衝撃試験結果は2V衝撃試験結果に比べて、遷移現象が45~84°C高温側にシフトされることが明らかになった。

以上述べたように、供試鋼板においては、3面スリットシャルピー〔2S(2)〕衝撃試験結果の-196°Cにおける吸収エネルギー(sE_{-196})が、前述のSDT試験におけるアレスト性能の優劣と一致し、また、破面遷移温度(sT_{75})も、2V衝撃試験結果における破面遷移温度(vT_{75})に比べて高温側にシフトされるために、-196°Cまでの温度で sT_{75} がほぼ把握できている。したがって、3面スリットシャルピー〔2S(2)〕衝撃試験は、高靱性9%Ni鋼板の工業的靱性評価試験法として有効であると考えられる。

4.2 極低温シャルピー衝撃試験における破壊現象の検討

前述したシャルピー衝撃試験では、衝撃ハンマー歪の時間変化を計測した。その代表例をFig.5に示す。

ハンマー歪は試験片へのハンマー衝突直後から急激に上昇し、2S(2)衝撃試験においても、2V衝撃試験においても、延性破壊する場合には、歪は極大値を示した後、緩やかに漸減している。一方、破断面に脆性破面が混在するような破壊をする場合には、歪は上昇过程中に急激に下降している。

液体ヘリウム温度(-269°C)では、高温側での試験に比べて、歪の最大値が40~60%増大している。この現象は、

Fig.5 Hammer strain-time curves in Charpy impact test result

極低温での供試9%Ni鋼板の強度上昇に起因したものと考えられる。CおよびE鋼においては、液体ヘリウム温度での試験で、破断面の50%あるいはそれ以上脆性破面を呈したにも拘わらず、計測された吸収エネルギーは、延性破壊した場合(液体窒素温度での試験結果)とほとんど同等であった。これも上述と同様の理由によるものと考えられる。通常フェライト系やマルテンサイト系鋼材では、顕著な強度上昇を示さない温度領域でV-ノッチシャルピー衝撃試験結果が遷移現象を示すために、破面遷移温度とエネルギー遷移温度とはほぼ一致している。このような吸収エネルギーの低下を伴わない遷移現象は、9%Ni鋼板のような高靱性材料の特徴であるといえる。ただし、この温度領域では、塑性変形による温度上昇や残留オーステナイトの歪誘起マルテンサイトへの変態など、複雑な現象の影響も受けていると考えられる^{5)~7)}。

E鋼の液体ヘリウム温度における、2S(2)および2V衝撃試験破断面の走査型電子顕微鏡による観察結果の代表例を、Fig.6に示す。2V衝撃試験では、延性破壊を呈し、ミクロ的な破面形態にも延性破壊の特徴であるディンプルが全面に観察されている。一方、2S(2)衝撃試験では、約80%の脆性破面率を呈し、ミクロ的には脆性破壊の特徴である擬劈開ファセットとその間をつなぐ細かいディンプルで構成されている。このようなディンプルの存在は、Ni量の濃淡に起因した安定なオーステナイト相が含まれるため

Fig.6 Fractographs of 3-surfaces slitted and V-notched Charpy impact test specimens (Steel code E, at -269°C)

あり、9% Ni 鋼板が低温靱性に優れている所以でもある⁸⁾。

5. 高靱性 9% Ni 鋼板のアレスト性能簡易評価法の提案

5.1 3面スリットシャルピー衝撃試験の破面遷移温度によるアレスト性能の推定

高靱性 9% Ni 鋼板において、従来の 2 V 衝撃試験では再現できなかった延性/脆性遷移現象が、2S(2)衝撃試験法を適用することにより再現可能となった。そこで、2S(2)衝撃試験による破面遷移温度(sT_{rs})と、脆性亀裂伝播停止特性(アレスト性能)との相関性について検討した。

先に、3章で述べた A, B および D 鋼それぞれの K_{ca} 値と温度との関係の中央値(平均値)(Fig. 2 参照)を、板厚 30 mm の値 [$K_{ca}(t_{correct}=30 \text{ mm})$] に補正した後、 $K_{ca}(t_{correct}=30 \text{ mm})$ 値が 400 または 600 $\text{kgf}\sqrt{\text{mm}}/\text{mm}^2$ を示す温度、すなわち $T_{K_{ca}(t_{correct}=30 \text{ mm})=400}$ または $T_{K_{ca}(t_{correct}=30 \text{ mm})=600}$ と sT_{rs} との関係求めて、Fig. 7 に示す。なお、 K_{ca} 値の板厚 30 mm への補正には、(2)式～(4)式⁹⁾を用いた。すなわち、任意の板厚(t mm)の K_{ca} 値は(2)式のように表わせる。

$$K_{ca} = K_0 \exp(-k_0/T_k) \quad (\text{kgf}\sqrt{\text{mm}}/\text{mm}^2) \quad (2)$$

ここで、 K_0, k_0 : 材料定数

T_k : 温度 (K)

また、温度 T_k における $K_{ca}(t_{correct}=30 \text{ mm})$ 値は、(3)式および(4)式で表わせる。

$$K_{ca}(t_{correct}=30 \text{ mm}) = (K_0/f(t)) \exp(-k_0/T_k) \quad (\text{kgf}\sqrt{\text{mm}}/\text{mm}^2) \quad (3)$$

ここで、 $f(t)$: 板厚効果係数

$$f(t) = \begin{cases} 1 - 0.05(t - 30) & : t \leq 35 \text{ mm} \\ (54/65) - (3t/1300) & : 35 \text{ mm} < t \leq 100 \text{ mm} \end{cases} \quad (4)$$

なお、Fig. 7 中には、低温用炭素鋼板および低 Ni 合金鋼板についても、同様な関係を求めて示した。

Fig. 7 より、アレスト性能と 2S(2)型 3面スリットシャルピー衝撃試験結果の破面遷移温度(sT_{rs})との間には、良い相関関係があることが明らかになった。Fig. 7 の関係から、高靱性 9% Ni 鋼板に対して、2S(2)衝撃試験結果の sT_{rs} からのアレスト性能推定法として、(5)式が提案できる(ただし、板厚 30 mm の場合)。

$$\left. \begin{aligned} T_{K_{ca}=400} &= (sT_{rs} - 12) \pm 14 \quad (^\circ\text{C}) \\ T_{K_{ca}=600} &= (sT_{rs} + 7) \pm 14 \quad (^\circ\text{C}) \end{aligned} \right\} \quad (5)$$

5.2 吸収エネルギーによるアレスト性能の推定

シャルピー衝撃試験におけるハンマー歪と時間との関係の代表例を先に示した(Fig. 5 参照)が、延性破壊した場合と脆性破壊が混在した場合とでは、歪～時間線図が大きく異なっている。いずれの場合も、切欠き底の変形、亀裂発

Steel Code	Thick. (mm)	Symbol	
		$T_{K_{ca}=400}$	$T_{K_{ca}=600}$
9% Nickel Steel	A	▽	▼
	B	□	■
	D	◇	◆
Carbon Steel (SLA33B)	25	⊕	●
Carbon Steel (SLA33B, SLA37)	25~40	△	▲
Low Nickel Steel (Ni=1.5~3%)	20~50	○	●

Fig. 7 Relation between sT_{rs} and critical temperature for crack arrest [$T_{K_{ca}=400}$, $T_{K_{ca}=600}$ ($t_{correct}=30 \text{ mm}$)]

生、亀裂進展の段階を経て、破壊に至るが、破壊抵抗が増大する亀裂の安定成長段階までを破壊の“発生過程”、亀裂進展に対して材料が抗しきれずに破壊抵抗が減少する、亀裂の不安定化段階以降を“伝播過程”と言うことができよう^{10),11)}。破壊形態の違いによるハンマー歪の時間変化の特徴は、破壊の伝播過程において明確に現われ、延性破壊では徐々に、脆性破壊では急激に破壊抵抗が減少する。遷移現象を顕著に示す亀裂の伝播過程に費やされるエネルギーに着目し、以下の検討を行なった。

前述の 9% Ni 鋼板に対するシャルピー衝撃試験で得られた、ハンマー歪～時間線図における歪の時間積分値と吸収エネルギーとの関係を対比して Fig. 8 に示す。両者は、吸収エネルギーが小さい範囲では比例関係を示している。今回用いた 30 $\text{kgf}\cdot\text{m}$ 容量の衝撃試験機では、吸収エネルギー 10 $\text{kgf}\cdot\text{m}$ 程度の場合には、衝突前のハンマー初速度に対する試験片破断後のハンマー速度は 82% 程度であり、2S(2)衝撃試験における吸収エネルギーは 10 $\text{kgf}\cdot\text{m}$ 以下であることから、ハンマー歪の時間積分値からの亀裂発生/伝播エネルギー評価は、高々 10% 程度の誤差範囲にあるといえる。したがって、本検討における歪の時間積分値(歪～時間線図に囲まれた面積)は、試験片の破断に要した仕事量とほぼ比例関係にあり、吸収エネルギーともほぼ比

Fig. 8 Relation between absorbed energy and integrated area of hammer strain-time curve in Charpy impact test result

例関係で表わされる。

上述の関係を利用し、2S(2)衝撃試験結果の吸収エネルギー(sE)を、Fig. 9に示す面積比により、亀裂の発生エネルギー(E_i)と伝播エネルギー(E_p)に分離した。供試した5種類の鋼板の E_i および E_p と温度との関係をFig. 10に示す。Fig. 10から明かなように、 E_i 、 E_p のいずれも遷移現象を示しているが、ハンマー歪～時間線図から予測されたように、遷移現象は E_p の方が顕著に認められる。また、液体ヘリウム温度のような極低温において、 E_i が顕著に増大しているのが特徴で、通常の遷移現象と異なっている。前述したように、この温度領域で強度上昇が顕著になっていることに起因しているものと考えられる。

次に、2S(2)衝撃試験結果における亀裂伝播エネルギー(E_p)とSDT試験結果における K_{ca} 値との関係を、 K_{ca} 値が特定できたA、BおよびD鋼について求めた。結果を

Fig. 9 Schematic diagram of hammer strain transient

Fig. 10 Energy transition curves of crack initiation and propagation in 3-surfaces slitted Charpy impact test result

Fig. 11に示す。低温用炭素鋼板SLA 33Bの結果も同図中に併記した。なお、 K_{ca} 値は、前述した(3)式および(4)式を用いて板厚30mmの場合に補正した値である。靱性レベルの異なる3種類の9%Ni鋼板に対して、2S(2)型3面スリットシャルピー衝撃試験による E_p と板厚30mmに補正した K_{ca} 値とは、(6)式で表わされる相関関係があることが明らかになった。

$$K_{ca}(t_{correct}=30\text{ mm})=450 \cdot E_p^{0.5} \quad (\text{kgf}\sqrt{\text{mm}}/\text{mm}^2) \quad (6)$$

Fig. 11 Relation between K_{ca} and E_p

ただし, E_p : 亀裂伝播エネルギー (kgf・m)

9% Ni 鋼板のアレスト特性すなわち K_{ca} 値は, (6) 式の関係を用いて推定が可能であり, (6) 式により E_p から推定した K_{ca} 値と温度との関係を, SDT 試験結果と対比して Fig. 2 中に示す。A, B および D 鋼では良く一致している。

6. ま と め

意図的に靱性レベルを変えた 5 種類の 9% Ni 鋼板を供試して, 新たに考案した 3 面スリットシャルピー衝撃試験結果からのアレスト性能評価について種々検討し, 概略次の結論を得た。

(1) 最近の高靱性 9% Ni 鋼板に対しては, 標準型 V-ノッチシャルピー衝撃試験による靱性評価は不十分であり, 3 面スリットシャルピー衝撃試験の適用が有効である。

(2) 表面切欠付二重引張 (SDT) 試験は, 9% Ni 鋼板のアレスト特性 (K_{ca} 値) 把握に有効な手段であるが, 最近の高靱性 9% Ni 鋼板では, 液体窒素温度で K_{ca} 値を特定することは困難である。

(3) 最近の高靱性 9% Ni 鋼板に対して, 3 面スリットシャルピー衝撃試験結果からのアレスト特性 (K_{ca} 値) 推定式として, (5) 式および (6) 式を提案した。

参 考 文 献

- 1) 今井純一郎, 中谷一郎, 山形俊介, 出口明雄, 矢島浩, 多田益男: 9% ニッケル鋼製 LNG 貯槽の破壊力学による安全性評価, 三菱重工技報, Vol. 21 No. 2 (1984)
- 2) 渡邊 之, 鈴木元昭, 松田 稔, 山形俊介, 矢島 浩: 9% Ni 鋼および溶接部の脆性亀裂伝播停止特性 (第 1 報) — 評価法に関する一提案 —, 日本造船学会論文集, 第 155 号 (昭 59. 6)
- 3) 矢島 浩, 多田益男, 山形俊介, 出口明雄, 今井純一郎, 勝田順一: 表面切欠付二重引張試験に関する一考察, 西部造船会会報, 第 72 号 (昭 61. 8)
- 4) 木原 博, 金沢 武, 池田一夫, 前中 浩, 木下 勝, 永元隆一, 矢島 浩: クラックアレスターの有効性について (第 1 報), 造船協会論文集, 第 122 号 (昭 42. 12)
同上 (第 2 報), 日本造船学会論文集, 第 124 号 (昭 43. 12)
池田一夫, 前中 浩, 岡部利正, 矢島 浩, 中島正樹: 溶接型クラックアレスターの研究, 三菱重工技報, Vol. 6 No. 6 (昭 44. 11)
- 5) Oshida, Y., Deguchi, A.: MARTENSITE FORMATION AND THE RELATED TOUGHNESS IN 304 STAINLESS STEEL DURING LOW TEMPERATURE FATIGUE, Fatigue Fract. Engng Mater. Struct., Vol. 10 No. 5 (1987), pp. 363-372
- 6) 佐野謙一: 9% Ni 鋼における亀裂先端の温度上昇による脆性-延性遷移, 日本造船学会溶接研究委員会第 1 分科会資料 (1982. 5)
- 7) 田村 博, 恩沢忠男, 植松 進: 9% Ni 鋼再現溶接熱影響部のじん性と残留オーステナイト, 溶接学会誌, 第 49 巻第 12 号 (1980)
- 8) Hardwick, D.: SOME PROPERTIES OF STEELS CONTAINING NINE PERCENT NICKEL, IRON & STEEL (1961. 9), pp. 414-420
- 9) 日本溶接協会: 低温用圧延鋼板判定基準 WES 3003 (1983)
- 10) 行方次郎: 計装化シャルピー試験の応用に関する研究, 日本材料強度学会誌, Vol. 18 No. 1 (1983)
- 11) Fearnough, G. D., Hoy, C. J.: J. Iron Steel Inst., No. 202 (1964), p. 912