409 Cr-Mo 鋼の焼戻脆化と水素脆化

Temper embrittlement and hydrogen embrittlement of Cr-Mo steel

○正 和田洋流 (日本製鋼所)

Yoru WADA, The Japan Steel Works, Ltd., 4-Chatsu machi, Muroran city, Hokkaido

A large 3.5 inch thick compact tension specimens (CT) were hydrogen charged in an extra high capacity autoclave and long time crack growth tests were conducted in the air to simulate the hydroprocessing reactor at shutdown. It was confirmed that the hydrogen charged large specimen held such enough hydrogen content for a long time that is enough to determine a slow stable crack growth rate or delayed fracture behavior. The recent generation steel with high purity, less temper embrittlement susceptibility, showed sub-critical crack growth over 10 days. On the other hand, temper embrittled, old generation steel showed fast fracture phenomenon at very low stress intensity factor ($=K_{IC-H}$) which is below the fracture toughness without hydrogen charged condition ($=K_{IC}$). This fast fracture phenomenon occurred at about 10% of the K_{IC} at room temperature and about 50% of the K_{IC} at 86°C. The threshold stress intensity factor for crack growth ($=K_{IH}$) made no difference between old generation steel and recent generation steel above 20°C.

Key words: Temper embrittlement, K_{IH} , K_{IC-H} , da/dt - K_I , Fast fracture, Sub-critical crack growth

緒言

圧力容器が高温高压水素雰囲気中で運転されると、容器壁から水素が侵入する。これらは運転休止冷却時においても長時間壁内に残留し、水素助長割れ、ひいては遅れ破壊を引き起こす要因となる。さらに古い圧力容器は使用中に焼戻脆化が進行するので、水素によって破壊感受性が高まること懸念される。焼戻脆化鋼が水素を吸収した場合の靱性低下の把握とその定量的評価についての資料は少なく、加圧温度の設定や欠陥の正しい評価手法の確立が強く望まれている。従来の研究では、実機を再現するために水素を高温高压水素で添加後、休止温度である室温付近でのき裂進展試験中に短時間で試験片から水素が逃散してしまう問題があった。そこで本研究では、大型 3.5CT 試験体のサーマルチャージを大型オートクレーブ装置導入により実現し、大気中での長時間き裂進展試験により、焼戻脆化鋼の破壊におよぼす鋼中水素の影響を調べた。

水素脆化試験方法

本試験に供した材料は、2.25Cr-1Mo フルベイナイト焼入焼戻鋼であり、最近の製鋼技術を模擬した純度の高い鋼（最近製造鋼）および 1960 年代の製鋼技術を模擬するため、故意に Si, Mn, Sn を添加した鋼（60 年代製造鋼）を 8ton インゴットにて溶製し、300mm 板厚まで鍛錬後、QT+PWHT(690°C×8hr)熱処理を施した。さらに長時間高温供用による焼戻脆化を再現するため、ステップクーリング熱処理を行った。Table 1 にこれらの化学成分分析結果および機械的性質を示す。試験体の水素チャージ方法は Figure 1 に示す内径 240mmφ の大容量大型オートクレーブ内にて 420°C, 12MPa 水素ガス中にて 90 時間チャージを行った。その後 Figure 2 に示すように試験片取り出しに際しては、試験片からの水素放出を最小限にするために水素ガスを抜いた後 10 分程度以内に迅速に行い、水槽にて急冷し、その後ただちにき裂進展試験を開始した。荷重負荷方法は実機厚

肉圧力容器の冷却時を考慮し、応力拡大係数の増加率 $dK/dt=0.0005\text{MPa}\sqrt{\text{m/s}}$ の割合で極低速ライジングロード試験を行った。き裂発生下限界応力拡大係数 K_{IH} の検出には水素無添加材の荷重-変位線図を重ね合わせ、荷重の低下点をき裂の発生点=水素助長割れ下限界応力拡大係数: K_{IH} とする方法により評価した。き裂進展速度の計測には直流電位差法を適用した。

Figure 1 Large, high capacity high pressure, high temperature hydrogen autoclave

Figure 2 Test procedure for internal hydrogen embrittlement testing

Table 1 Chemical composition (mass%) and mechanical properties

	C	Si	Mn	P	Cr	Mo	Sn	J Factor	T.S. (MPa)	FATT (°C)
Recent steel	0.14	0.08	0.55	0.005	2.42	1.08	0.010	95	614	-76.0
60's steel	0.14	0.25	0.56	0.014	2.43	1.05	0.022	292	648	22.0

試験結果

Figure3 は水素チャージされた最近製造鋼と 60 年代製造鋼について、極低速引張歪み下における応力拡大係数 K_I 値およびき裂進展量の時間変化の差異を示したものである。60 年代製造鋼は K_{IH} が $31\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ でき裂成長の開始が急激に立ち上がり、低荷重で脆性的に破断した。このときの応力拡大係数 K_I は急速破壊に移行する際の荷重とき裂長さから $45\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ (以後この急速破壊点を K_{IC-H} と呼ぶ) となった。一方、最近製造鋼は破断せず、長時間 sub-critical flow growth が続いた。尚、試験後の試験片水素量分析の結果、2 週間経過後においても 2ppm 程度の水素が試験片に残留しており、厚肉実機とほぼ同等の水素環境を再現していることを確認した。

Figure4 には急速破壊した破面様相の一例を示すが、疲労予き裂と急速破壊領域の間に sub-critical flow growth の形跡を示す領域が明瞭に認められた。これら sub-critical flow growth 領域と急速破壊領域における破面の違いを Figure5 (a),(b) にそれぞれ示したが、両領域ともに粒界型破面が主体であり、水素を吸蔵しない同一引張条件下での破面は延性的なディンプル模様であったことから、急速破壊は水素が粒界上で何らかの弱化作用をおよぼしたために起こったものと考えられる。

Figure6 には各温度における K_{IH} , K_{IC-H} を水素チャージ無しの場合の破壊靱性値 K_{IC} と比較した。 K_{IH}

Figure 3 Cracking behavior of recent steel and 60's steel

Figure4 Fractured surface for the hydrogen charged 3.5CT specimen(60's steel, 50°C slow rising load test)

Figure 5 Fracture surface of (a) fast fracture region, (b) slow crack growth region

Figure6 Temperature dependence of K_{IH} , K_{IC-H} and K_{IC} for (a) 60's steel (b)Recent steel,

については 60 年代製造鋼、最近製造鋼ともほぼ同等の傾向となり、き裂の発生限界 K_{IH} は焼戻脆化の影響をあまり受けない。一方、急速破壊に移行する際の荷重とき裂長さから求めた応力拡大係数 K_{IC-H} については、60 年代製造鋼は室温で K_{IC} の約 1/10、86°C においては上部棚破壊靱性値の約 1/2 となった。最近製造鋼については -50°C において低荷重破壊が認められたが、室温以上においては図中の横棒印で示される様に急速破断現象は殆ど認められなかった。したがって水素による破壊靱性の低下は焼戻脆化の影響を受けるが、温度の上昇とともに破壊点は回復し、水素脆性の効果は小さくなる傾向となった。

結言

水素チャージした大型 3.5CT 試験体を用いることにより従来小型試験体では再現し得なかった、長時間水素脆化き裂進展試験を実現した。

- (1) 焼戻脆化した 60 年代製造鋼に水素を添加した場合、水素を添加しない場合よりも低い荷重点で急速に破壊する現象が認められた。
- (2) 最近製造鋼は、室温以上では、き裂の発生下限界は 60 年代製造鋼とあまり差はなかったが、急速破壊は殆ど認められず、長時間 sub-critical flow growth が続いた。

謝辞

本研究は NEDO(新エネルギー・産業技術総合開発機構)/PEC((財)石油産業活性化センター)の『石油精製高温系設備信頼性評価技術開発』によるものであり、関係者の皆様方に感謝いたします。