低温用 9% Ni 鋼の機械的性質におよぼす熱間加工の影響*

宮野 樺太男** 進 藤 弓 弦**

Effect of Hot forming on Mechanical properties of 9% Ni Steel for Low temperature service*

By Katao Miyano**, Yuzuru Shindo**

Abstract

Effect of hot forming process such as hot bending, line heating and spot heating on the mechanical properties of double normalized and tempered 9% Ni steel was studied by examining both tensile properties and impact behaviours.

The results are summarized as follows:

1. Most suitable heating temperature in hot bending was 820°C to 950°C, and normalizing at 900°C, normalizing at 790°C or normalizing at 790°C, and tempering at 570°C followed by air cooling were needed to obtain good notch toughness after forming.
2. The examinations of microstructures showed that good notch toughness was correlated with solution increase, spherical degree of carbides.
3. Line heating tended to harden especially the heating surface, and greatly reduce the notch toughness. However the notch toughness reduction at the mid-wall and the bottom surface (plate thickness was 13.5 mm) was slight in the case when water spray cooling from maximum heating temperature of 550°C to 900°C was applied.
4. Spot heating must be avoided, for local shrinkage makes the notch toughness scatter and reduce the toughness value itself.

1. 緒 言

最近、液化ガス貯蔵装置のいちじるしい発展にともない、LPG を対象とした各種貯蔵容器が多数製作され実用に供されている。しかしこれらの貯蔵容器は使用温度から考え Al キルド～3.5% Ni 鋼で製作される場合が多い。いっぽう液化メタンは極低温の貯蔵温度となるため、貯蔵容器用材料は 5% Mg-Al 軽合金やオーステナイト系ステンレス鋼に限られていた。ところで Mg-Al 軽合金は高温延性が乏しいために溶接割れに対する感受性が強く、疲労強度も低い。またオーステナイト系ステンレス鋼は非常に高価で経済的でないなどの問題が残っている。

したがって、近年欧米において新しいフェライト系 9% Ni 鋼が液化メタン、液体酸素の貯蔵容器用に多量製作され実用化の段階にある¹⁻²⁾。しかし、9% Ni 鋼が曲げ加工のための高温均一加熱や局部加熱を受けた場合、当然予想される組織変化やそれともなう材質変化に関する研究はほとんど無い。

それゆえ、本研究は NNT 処理した 9% Ni 鋼が 850

°C 以上の均一な熱間加工によって劣化した材質がその後の熱処理によっていかに回復し、また線状加熱曲げ加工、点加熱による変形矯正など局所的な加熱、冷却を受けた場合の機械的性質の変化を究明して適正な熱間加工条件を確立した。本研究の一部は日本溶接協会鉄鋼部会 9N 委員会の共同研究「低温用 9% Ni 鋼の溶接加工法に関する研究」の中でこの問題を取り上げて実施したものである。

2. 実験方法

2.1 供試材

実験に供した NNT 処理 9% Ni 鋼の化学成分と圧延方向の機械的性質は Table 1 のとおりである。表中、鋼 A は板厚 20 mm で熱間引張加工試験用、鋼 B は板厚 13.5 mm で線状加熱および点加熱の局部加熱試験用とした。

2.2 実験方法

(i) 熱間引張加工試験

Fig. 1 に示した熱間引張加工試験片を素材の圧延方向に採取して、この試験片の頭端を予め 100 Ton 引張試験機のチャックに取り付けて、手動ガス切断トーチを移動させながら試験片平行部を表裏両面から同時に酸素一アセチレン炎で加熱した。試験片の温度測定は平行部

* 原稿受付、昭和41年6月13日 (溶接学会昭和41年度春期全国大会にて発表)

** 正員、日本製鋼所室蘭製作所 Member, The Japan Steel Works Muroran Plant

Table 1 Chemical composition and mechanical properties of steel plates (NNT)

Steel	Plate thick (mm)	Chemical composition (%)									Mechanical properties			
		C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Cu	Mo	Yield Strength (kg/mm ²)	Tensile strength (kg/mm ²)	Elongation (GL=50 mm) (%)	VE-196* (kgm)
A	20	0.09	0.26	0.53	0.006	0.006	9.00	0.01	0.16	0.02	60.9	74.4	28.4	5.6
B	13.5	0.08	0.28	0.56	0.012	0.013	9.50	0.05	0.15	0.03	59.7	74.4	44.5	7.9

* average value of 3 specimens

Fig. 1 Shape of hot tension specimen, unit of length; mm **Photo. 1** Appearance of hot tension test**Table 2** Heat-treatment after hot tension test

Mark	Detail of heat-treatment
NNT	898°C×1h A.C., 787°C×1h A.C., 570°C×1.5h A.C.
NT	787°C×1h A.C., 570°C×1.5h A.C.
T	570°C×1.5h A.C.

中央端面に挿入した 0.5 mm ϕ Pt-Pt-Rh 熱電対と同時に輻射温度計で板厚中央部と表面について行なった。

熱間引張加工温度は 850, 950, 1050°C を目標とし各温度へ約 15 min で昇温させた後 20 min 加熱保持した。規定の温度に試験片を均一加熱した直後 5% の引張歪を与えてそのまま空冷した。Photo 1 に加熱状況を示した。規定の熱間引張予歪を与えた試験片は Table 2 に示した二重焼準ならし焼もどし, 単一焼ならし, 焼もどしおよび焼もどしのみの後熱処理をそれぞれ行なってから, 9.9 mm ϕ 丸棒引張試験片と 2 mm V ノッチ衝撃試験片を圧延方向に採取して機械試験した。

(ii) 線状加熱試験

1000 mm 寸法の鋼 B に田中式井 30 の火口を取付けた自動切断器の炎を走行させる方法で行なった。線状加熱試験の概略図は Fig. 2 のごとくで, 線状加熱後水冷す

Fig. 2 Line heating apparatus, unit of length; mm **Photo. 2** Appearance of line heating test

る場合は, 火口の後方 85 mm に設置した水冷管から 3 l/min の冷却水を流出させた。加熱面近傍の熱サイクル測定はあらかじめ加熱表面層直下 1 mm, 板厚中央部さらに裏面 1 mm 上の位置へ挿入した 0.5 mm ϕ Pt-Pt-Rh 熱電対によって自動記録を予備試験で行なった。Photo. 2 は線状加熱後水冷している状況である。

線状加熱の試験条件は火口の走行速度を変化させることによって, 加熱表面層直下が 550, 680, 800, 940°C の各最高到達温度になるよう務め, 必要に応じて二線または三線の線状加熱を行なった。線状加熱を与えた同一加熱線上から ASTM-A 20 板状の引張試験片を, 加熱表面層 5 mm の部分の厚さと全厚にわたってそれぞれ圧延方向へ採取した。また衝撃試験片は加熱表面層 1 mm を削除した後, 5 mm サブサイズと標準の 2 mm V ノッチシャルピー試験片をそれぞれ直角方向へ採取した。

(iii) 点加熱試験

この実験は線状加熱の場合と同じ田中式 30 の火口をリングシャワ付き自動切断器に取り付けて酸素—アセチ

レン炎でもって鋼Bを局部加熱した。鋼板が受ける熱サイクルは (ii) の線状加熱試験と同様に板厚方向三点に挿入した熱電対で測定した。加熱条件は加熱表面層直下の最高到達温度を 500, 700, 900, 1100°C とし各温度に 10, 30, 60 s 点加熱保持して加熱終了後 10 s 空冷を行ない、その直後冷却水で急冷した。点加熱の範囲は熱電対挿入位置を中心として大略 200 mmφ が均一加熱されるよう務めた。点加熱後の各種試験片採取要領は (ii) の線状加熱の場合とまったく同一である。

3. 実験結果および考察

3.1 熱間引張加工温度と後熱処理による機械的性質の変化

熱間引張加工温度は 850, 950 および 1050°C を目標にしたが、試験片平行部の加熱温度範囲は 820~850, 920~950, 1020~1050°C となった。Fig. 3 は常温の引張試験結果である。

0.5% 耐力は熱間加工温度が高温度ほど上昇し、いづれの後熱処理においても素材よりかなり高く単純な後熱処理ほどその傾向が強い。引張強さは熱間引張加工温度 850°C のとき後熱処理に関係なく素材より若干高い傾向にある。伸びや絞りは一重焼ならし焼もどし処理の場合最良である。

Fig. 4 は試験温度 -196°C で行なった衝撃試験結果である。熱間引張加工温度や後熱処理効果の影響がいちじるしく現われ、素材の衝撃特性を確保するためには熱間加工温度が高温度ほど複雑な後熱処理が必要である。熱間引張加工温度が 850°C と 950°C のときは、二重焼ならし焼もどしと単一焼ならし焼もどしの熱処理差に

Fig. 3 Effect of hot tensional temperature and reheat-treatment on tensile properties.

Fig. 4 Effect of hot tensional temperature and reheat-treatment on impact properties.

よる衝撃値に変化が見られない。これは熱間加工前の均一加熱が第一段焼ならし (898°C 空冷) と同一効果を与えるためであろう。また熱間加工温度が 950°C 以上になると、焼もどし処理のみでは衝撃値低下がいちじるしく第二段焼ならし (787°C 空冷) の必要性を示唆している。以上の実験結果から最適な熱間曲げ加工前の加熱温度は 820~950°C と考えられ、898°C 空冷処理のみの素材で規定の熱間曲げ加工を行なった後、単一焼ならし焼もどしを与えることによりじゅう分素材相当の衝撃値が保たれるものと考えられる。

なお QT 処理鋼は熱間曲げ加工後、再加熱焼入れ焼もどし処理が当然要求されよう³⁾。鋼材の焼もどし温度附近以下で温間曲げ加工する場合は 500~600°C の温度範囲が最も望ましく、それにより素材の衝撃特性に比較して全然劣化せず、むしろ向上する傾向が認められるが、400°C 以下では加工歪量の増加とともに脆化がいちじるしく⁴⁾応力除去焼なましが必要である⁵⁾。

つぎに熱間引張加工後、後熱処理した鋼材の電子顕微鏡組織 (×4400, カーボンレプリカ法により蒸着) を Photo. 3 に示した。(a) は素材のまま、(b), (c) はそれぞれ 950°C で熱間引張加工後二重焼ならし焼もどしまたは焼もどしのみの後熱処理を与えた場合である。素材組織は焼もどし熱処理中に炭化物の大部分が安定なオーステナイトへ固溶して、若干量の残留未溶解炭化物がオーステナイト粒界と考えられる位置に球状化しながら散在している。熱間引張加工後二重焼ならし焼もどしの組織も素材と同じように、残留未溶解炭化物がフェライトのマトリックスに存在しているオーステナイト結晶粒界に凝集し固溶が進行している。しかし、熱間引張加工後に焼もどしだけの後熱処理を施した組織は炭化物の固溶が相当進行しているが、フェライトおよびオーステナ

Photo. 3 Change of microstructures by heat-treatment after hot tension at 950°C

- (a): Base metal
(b): Double normalized and tempered after hot tension
(c): Tempered after hot tension

イト結晶は加工歪の影響を受けてかなり方向性を残している。これが衝撃値低下の原因と考えられる。

3.2 線状加熱による局部加熱層の機械的性質の変化

本実験に使用した加熱条件は火口30, 酸素圧力 7 kg/cm^2 , アセチレン圧力 0.5 kg/cm^2 で, 酸素-アセチレン炎を噴出させた火口の走行速度と板厚方向三点の最高到達温度との関係を Fig. 5 に示した。火口の走行速度が急速なほど加熱表面直下層の最高到達温度が低く, また表面直下と裏面直上の温度差が接近する傾向にある。

このように火口の走行速度を変化させることにより, 加熱表面直下の最高到達温度は $550, 680, 800^\circ\text{C}$ および 940°C の四温度が得られるわけであるが, 実際の歪取り作業は被加熱層が冷却後収縮変形することを期待するため, 水冷のごとき急速冷却を与える場合が多い。

そこで最高到達温度から空冷した場合と, 冷却水を流出させて急冷した場合の加熱表面直下における熱サイクル測定結果を Fig. 6 に示した。これらの熱サイクル曲線から 550°C 前後における平均冷却速度を考えるならば, 空冷においては最高到達温度の影響は明瞭でなく大略 $1\sim 2^\circ\text{C/s}$ であって, これは自動潜弧溶接ボンド部 (入熱量 40000 J/cm) の冷却速度に近い。しかし, 水

Fig. 5 Relations between the running speed of nozzle and maximum temperature.

Fig. 6 Thermal cycles below heating surface of line heating

Fig. 7 Thermal cycles of line heating (air cool)

冷においては最高到達温度によって冷却速度が異なり 940°C のときは約 40°C/s , 680°C のときは約 30°C/s であって, これは手動溶接ボンド部 (入熱量 10000 J/cm) の冷却速度のごとき急冷に近い。最高到達温度が高温度ほど大きな局部収縮が期待できることは明らかである。

Fig. 7 には板厚方向各位置について測定した熱サイクルの代表例として, 最高到達温度 940°C から空冷したときの結果を示した。冷却速度は加熱面から離れた裏面ほど徐冷されるようであるが, その差異はいちじるしくない。とくに水冷した場合の加熱表面直下と裏面直上

Table 3 Combinations of maximum temperature, cooling process and heating line

Cooling process	Max. temp. of heating surface (°C)			
	550	680	800	900
A.C.	1	1	1	1
W.C.	1	1	1	1
A.C.	2	2	2	2
W.C.	3	3	3	3

Remark A.C. = Air cool
W.C. = Water cool

の冷却速度はほぼ同程度であった。

以上記述した種々の熱サイクルを $13.5 \times 1000 \times 1000$ mm の大型鋼板に与えたが、その実験条件の組合せは Table 3 のとおりである。一線線状加熱のときは空冷と水冷の両冷却を行ない、二線、三線線状加熱のときは前線の線状加熱中心から 7 mm 離れた位置を繰返し線状加熱を行なって、空冷と水冷のみの冷却をそれぞれ採用した。なお同一鋼板上に各条件の熱サイクルを多数与えるため、各々の熱サイクルが周囲の熱影響を受けないように隣接する他の条件の加熱線中心間距離を 150 mm 以上にし、かつ加熱線周囲の温度が完全に常温に達した後につぎの条件の加熱を行なった。

Fig. 8 は引張試験結果で素材表面層 5 mm 厚さの 0.5 % 耐力 66.8 kg/mm^2 、引張強さ 80.1 kg/mm^2 および全厚の 0.5 % 耐力 62.8 kg/mm^2 、引張強さ 73.2 kg/mm^2 に比較して線状加熱による強度上昇値をそれぞれ $\Delta \sigma_{0.5}$ と σ_B で整理して示した。比較的熱影響を強く受けた加熱

Fig. 8 Strengthen degree of 0.5 % offset strength ($\Delta \sigma_{0.5}$) and tensile strength ($\Delta \sigma_B$) by line heating.

表面層の結果によれば、表面層の硬化が 550°C ですでに現われ 0.5 % 耐力で $37 \sim 54 \text{ kg/mm}^2$ 、引張強さで $30 \sim 43 \text{ kg/mm}^2$ も素材より強化し水冷ほど強化傾向がいちじるしい。 800°C になると強化傾向はさらに進むが、多線の線状加熱では繰返し熱サイクルが部分的に焼もどし効果を与えるために、空冷処理における強化度が相殺されている。この焼もどし効果は 940°C で顕著に現われ水冷処理でも起きていることがわかる。いっぽう全厚の引張試験結果も加熱表面硬化層の影響を受け強度上昇が大きい。しかし、 $800, 940^\circ\text{C}$ では多線線状加熱の加熱表面層が脱炭、軟化のためにむしろ加熱表面層よりも強度上昇が著るしい。

この事実は Fig. 9 に示した加熱中心部の板厚方向硬さ分布から明らかとなり、 550°C 一線線状加熱後水冷の場合は焼入れ硬化層がごく加熱表面層の一部分に過

Fig. 9 Hardness distributions of plate-thick direction **Fig. 10** Relations between maximum temperature of heating surface and absorbed energy (average value of 3 specimens taken from transverse direction)

ぎないのに反し, 940°C 二線線状加熱では, 加熱表面層は軟化し板厚中央部や裏面がむしろ硬化している. この硬化機構は Fig. 5 の加熱温度分布から容易に推察できる.

V ノッチシャルピー衝撃試験の結果は Fig. 10 のとおりで試験片の採取方向は圧延方向へ直角方向である. 加熱表面層直下から採取した 5 mm サブサイズシャルピー試験によれば, 最高到達温度や冷却法に無関係に 1.5~2 kgm (-196°C) の吸収エネルギーで素材よりも相当脆化している. 全厚にわたって採取した標準シャルピー試験では, 最高到達温度が高温度ほど脆化するが脆化度は水冷ほど小さい.

したがって, 板厚 5 mm 程度の鋼板に対する線状加熱は材質を劣化させ脆性破壊の感受性を高めるゆえ注意する必要がある. 板厚 13 mm 程度の場合, 全板厚における脆化度を考えると水冷のごとき急冷方法を採用すれば 900°C 程度の加熱は許されるものと考えられるが, あくまでも小型試験結果による評価であり, 今後大型脆性破壊試験法によってこの点を究明する必要がある.

3.3 点加熱による局部加熱層の機械的性質の変化

点加熱試験での加熱表面層直下の最高到達温度, 保持時間と板厚方向各位置の最高到達温度の関係は Table 4

Table 4 Maximum temperature in plate-thick directions by spot heating

Max. temp. of heating surface (°C)	Heating time (S)	Max. temp. of middle (°C)	Max. temp. of bottom surface (°C)
500	30	500	500
	60	502	502
700	30	700	683
	60	700	683
900	10	868	760
	30	875	780
	60	900	816
1100	10	1030	822
	30	1060	870
	60	1060	895

のとおりである. 500, 700°C 加熱温度の場合は, 板厚中央部, 裏面ともほぼ加熱表面層の温度に昇温している. しかし, 900, 1100°C になると加熱保持時間が長時間ほど裏面の温度上昇は認められるも, 加熱表面層直下との温度差がまだいちじるしい.

加熱表面層直下で測定した点加熱の熱サイクル曲線を Fig. 11 に示した. この熱サイクル曲線から 550°C 前後における平均冷却速度を求めると, 最高到達温度 700°C のとき 12°C/s, 900, 1100°C のときはそれぞれ 25, 22°C/s である. この冷却速度は線状加熱後水冷した場合の約 $\frac{1}{2}$ に近い.

Fig. 11 Thermal cycles below heating surface of spot heating.

Fig. 12 Relations between maximum temperature of heating surface and tensile properties.

Fig. 12 に 5 mm 厚さと全厚の引張試験結果を同時に示した. 素材の 0.5% 耐力, 引張強さに対する点加熱後のこれらの変化は最高到達温度, 加熱保持時間の影響が強く線状加熱の場合とその様相が異なっている. まず 5 mm 厚さの表面層強度が全厚強度を下廻り, 表面層の焼入れ硬化能が低下している. また, 線状加熱の一線または三線で水冷処理した場合の強度と比較すれば, 強度上昇が小さくて冷却速度の影響とともに, 加熱保持中板厚方向の部分的な焼もどし効果と表面層の脱炭が原因していると考えられる. とくに 900°C, 60 s の場合にその傾向がいちじるしい.

Fig. 13 は V ノッチシャルピー衝撃試験結果で, 試験片の採取方向は線状加熱試験と同様に圧延方向へ直角方

Fig. 13 Relations between maximum temperature of heating surface and absorbed energy (average value of 3 specimens taken from transverse direction)

向とした。図中には衝撃値 3 個のパラツキ範囲をも示した。加熱表面層直下および全板厚にわたって脆化部が 500°C, 60 s ですでに現われ最高到達温度が 700°C (加熱表面直下層), 900°C (全板厚方向) までは高温ではど衝撃値が直線的に低下し、さらに高温側では保持時間によって低下または上昇している。しかし、素材に比較して脆化がきわめて大きいゆえ点加熱は望ましくない。板厚方向の位置におけるこのような衝撃値の挙動の差異が生ずるのは、最高到達温度、保持時間によって板厚方向各位置の組織変化、たとえば低温加熱による部分変態の程度や、高温加熱のときのオーステナイト化の程度に原因すると考えられる。

4. 結 言

以上示した NNT 処理 9% Ni 鋼の熱間加工と材質変化に関する実験結果および考察から得られた結論を示すとつぎのごとくである。

(1) 820~1050°C で熱間引張加工しながら空冷しその後二重焼ならし焼もどし、単一焼ならし焼もどしおよび焼もどしの後熱処理の影響を求めたところ、最適な加工温度は 820~950°C で引張特性は後熱処理内容に左右され難い。しかし、二重焼ならし焼もどしまたは単一焼ならし焼もどしが衝撃特性を確保するために要求されることが判明した。

(2) 焼ならし焼もどし後の良好な衝撃特性は顕微鏡観察の結果、未溶解炭化物がフェライトのマトリックス中に存在しているオーステナイト粒界に凝集、固溶が進行し炭化物が球状化を呈したためであることが判明した。

(3) 一線および多線線状加熱によって鋼材は硬化し水冷はどその傾向が顕著である。加熱表面層直下 5 mm の範囲は最高到達温度、冷却法には無関係に脆化は大きい、10 mm の範囲では脆化は少なく水冷法を採用すれば、最高到達温度 900°C までの加熱は許されよう。今後、大型の脆性破壊試験でこの点を究明する必要がある。

(4) 短時間の点加熱は鋼材を硬化させる。しかし、900°C, 60 s のとき高温長時間加熱は鋼材内部に部分的な焼もどし効果を与え母材の引張特性と大差がない。点加熱表面層および全板厚方向は脆化が大きく、点加熱は実用上望ましくない。不安定な衝撃特性は加熱温度、時間によってオーステナイト化の程度が異なるためである。

参 考 文 献

- 1) C. Roques, and J. Dallet: "9% Ni Steel," Weld. & Met. Feb. Vol. 31 (1963) No. 5, 214~222
- 2) M. Swiss: "9% Ni Steel as a Material for Constructing Liquid Fuel Storage Tanks", Iron & Steel. Vol. 38 (1965) No. 5, 202~204
- 3) H. Rappenne: "9% Ni Steel in Storage Tanks for Liquefied Methane," Weld. & Met. Feb. Vol. 31 (1963) No. 9, 374~380
- 4) 呉造船: "9% Ni 鋼の加工に関する研究", 日本溶接協会鉄鋼部会 9 N 委員会資料 9 N-16-66 (昭和41年2月18日)
- 5) 日本製鋼: "低温用 9% Ni 鋼の溶接加工法に関する共同研究", 日本溶接協会鉄鋼部会 9 N 委員会資料 9 N-19-65 (昭和40年5月)