$2\frac{1}{4}$ Cr-1Mo 鋼再現 HAZ 試験片の低延性クリープ破壊および SR 処理の効果

—Cr-Mo 鋼熱影響部の低延性クリープ破壊に関する研究 (第1報)*—

玉置 維昭**, 鈴木 実平**, 川上 博士**, 水野 道太***, 赤尾 信広****

Low Ductility Creep Fracture in Synthetic HAZ Specimen of $2\frac{1}{4}$ Cr-1Mo Steel and the Effect of SR Treatment.

—Study of Low Ductility Creep Fracture in HAZ of Cr-Mo Steels (Report 1)*—

by Koreaki Tamaki**, Jippei Suzuki**, Hiroshi Kawakami**,
Michita Mizuno*** and Nobuhiro Akao****

Low-ductility fracture (LDF) occurred occasionally in the heat affected zone (HAZ) when the welded constructions of Cr-Mo steels were subjected to the long time services at high temperature. The LDF in $2\frac{1}{4}$ Cr-1Mo steel was reproduced in the laboratory by the creep rupture test in the temperature range of 775 to 875 K. The tests were made on synthetic HAZ specimens of the original and SR-treated conditions. SR treatment was carried out at 975 K for 2 hours. The ductility shown by the reduction in area of the specimen was discussed in relation to the time to fracture and the fracture mode.

Two different types of LDF were recognized in HAZ specimen in the original condition. The first type of LDF appeared in the short term range of rupture producing a typical intergranular fracture (the fracture of type I). The second type appeared in the long term range of rupture, longer than a critical time period, t_r , producing another type of intergranular fracture (type II). In this type of fracture, fractures occurred along grain boundaries accompanying a significant deformation of ferrite grains. A small quantity of ductile fracture of type III was usually accompanied to those fracture types.

SR-treated specimen fractured with ductile manner in the short term range of rupture, but it lost the ductility when the time exceeded a critical time period, t_{sr} , which was approximately the same as the time t_r . The fracture of type II appeared in this time range. Those results informed that, (1) the LDF in short term range, which produced the type I fracture, disappeared after SR treatment, (2) the LDF in long term range, which produced the type II fracture, revived even after the SR treatment.

Key Words: Cr-Mo steel, heat affected zone, low-ductility fracture (LDF), types of intergranular fracture, effect of SR-treatment, revival of the LDF, synthetic HAZ specimen

1. 緒 言

Cr-Mo 系耐熱鋼による溶接構造物 (高温圧力容器) を長時間使用したときに, 変形をほとんどともなわずに溶接熱影響部 (HAZ) が破壊することがあり, クリープ脆化などの名称でこの現象の研究がすすめられている¹⁻⁴⁾. この現象は鋼の焼入れ-焼もどしの熱サイクルにともなう材質劣化とクリープによるそれとが複合された現象と考えられる. この場合, 溶接後の急冷および溶接構造物の使用時の高温保持がそれぞれ HAZ の焼入れおよび焼もどしに相当する⁵⁾. ただしこの場合の焼入れ-焼もどしは, (1) 焼入れ温度 (溶接時の最高加熱温度) が 1600 K のように極端に高い HAZ の領域では, オーステナイト結晶粒の粗大化がおきる, (2) 製品使用時の時間, すなわち保持焼もどし時間がきわめて長く, この間に種々の組織変化が起きることが予想される, という点で通常の焼入れ-焼もどし現象とは異なる.

本研究は HAZ 粗粒域を対象として, 種々の破断時期におけるクリープ脆化現象を基礎的にしらべたものである. このために HAZ 粗粒域の顕微鏡組織のみを有する試験片, すなわち再現 HAZ 試験片を作製して実験を行った. さらにこの鋼の溶接部には通常, 応力除去焼きなまし処理 (SR 処理) が施されることを考慮して, クリープ脆化におよぼす SR 処理の影響をしらべた. これらの実験により, 本報では主として破面形態と破断時期との関係について検討した. この場合の試験材として $2\frac{1}{4}$ Cr-1Mo 鋼を使用した.

なお上述のクリープ破壊現象は従来, 「クリープ脆化」と通称されているところであるが, この現象は本来の脆化現象 (embrittlement), すなわち衝撃試験における遷移温度の上昇現象⁶⁾と区別して取り扱うべきものと考えられる. この見地から本報ではこの現象に「低延性クリープ破壊」または「(クリープ試験における) 低延性破壊」の用語を使用して記述した.

2. 実験方法

(1) 再現 HAZ 試験片の作製

使用した $2\frac{1}{4}$ Cr-1Mo 鋼板 (板厚 13 mm, JIS SCMV4, 焼入れ-焼もどし材) の化学組成を Table 1 に示す. 溶接熱サイクル再現装置⁵⁾を用い, 次の溶接条件で得られる熱影響部粗粒域に類似の顕微鏡組織をクリープ試験片に生じさせた. アーク電圧 24 V, 溶接電流 180 A, 溶接速度 15 cm/

*原稿受付 平成 8 年 3 月 27 日 平成 7 年度春季全国大会で発表

**正 員 三重大学工学部 Member, Faculty of Engineering, Mie University

***学 生 員 三重大学大学院 (現: 中部電力㈱) Student Member, Graduate Student of Mie University (Present address: Chubu Electric Power Co. Inc.)

****学 生 員 三重大学大学院 Student Member, Graduate Student of Mie University

min, 溶接入熱17.3 kJ/cm, 予熱なし。

試験片中央部に与えられた熱サイクルおよび得られた顕微鏡組織は次のとおりである。加熱速度100 K/sec, 最高到達温度1600 K, 冷却速度300 K/sec. 75%ベイナイト+25%マルテンサイト, 硬さ Hv 400。

以下この試験片を再現 HAZ 試験片 (略して HAZ 試験片) とよぶ。

(2) 再現 HAZ 試験片の SR 処理

SR 処理温度での長時間保持およびこの温度からの徐冷によって, SR 脆化^{6,7)}が起きる場合がある。この SR 脆化が低延性クリープ破壊に与えるかも知れない影響をさけるため, 本実験では短時間の SR 処理によって試験片が脆化していない状態 (脱脆化状態⁷⁾) にしたあと, 急冷するという熱処理を採用した。すなわち再現 HAZ 試験片10本を鋼製保護容器に封入して975 K で2 hr 保持したあと, 容器を炉から取り出して水冷した。このときの試験片自体の冷却速度は約4 K/sec である。

(3) クリープ破断試験

HAZ 試験片および SR 処理を施した HAZ 試験片を用

Table 1 Chemical composition of 21/4Cr-1Mo steel (wt%).

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
0.15	0.12	0.52	0.004	0.001	2.40	1.05

Cu	Ni	V	As	Al _{sol}	N
0.01	0.18	0.01	0.002	0.015	0.0059

Fig. 1 Specimen for creep-rupture test.

Fig. 2 Thermal- and loading histories which the specimen experienced.

Fig. 3 Results of creep rupture tests; HAZ and base metal specimens.

いてクリープ破断試験を行い, 応力と破断時期および破断時の延性 (断面減少率) との関係求めた。クリープ破断試験片は Fig. 1 に示す切欠き付きのものであり, その中央部20 mm が実際の HAZ と同等の顕微鏡組織になっている。試験温度を775, 825, 850および875 K とし, 温度の変動を±5 K 以内に保った。試験片を1 hr で所定の温度まで昇温し, この温度にさらに1 hr 保持して試験片および炉の温度を安定化させたあと, 200~800 MPa の応力を負荷した (Fig. 2)。

3. 溶接のままの試験片における低延性破壊

3.1 応力, 破断時期および延性の関係

HAZ 試験片の応力-破断時間線図を Fig. 3 に○印で示す。なお比較のために母材試験片における線図を●印で示す。4つの試験温度をつうじて, 高応力側では HAZ 試験片のほうが母材試験片よりも遅く破断し, 低応力側では逆に HAZ 試験片のほうが早く破断する傾向が見られる。このような傾向は従来の研究において指摘されているとおりである¹⁻³⁾。

HAZ 試験片における断面減少率と破断時間の関係を Fig. 4 に示す。HAZ 試験片の断面減少率はいずれの試験温度のときも20%以下の小さい値であり, この場合の破壊が一般に低延性破壊であることを示している。ただし矢印を付した時間の付近から延性が若干回復する。

3.2 試験片の破面形態の分類

クリープ破断した HAZ 試験片の破面を, 100~500の倍率で破面の垂直方向から SEM 観察した。さらに破面に垂直な切断面を研磨, 腐食して SEM 観察し, 破面観察結果を確認した。一つの結晶粒 (この場合, 旧オーステナイト結

晶粒)の領域を最小単位とした場合、各試験片の破面形態が次の4つの型に分類されることがわかった (Fig. 5)。

I 型 (Fig. 5 (a))：典型的な粒界破面であって、破壊は旧オーステナイト粒界に沿って起きる。破面上に現れる結晶の面は平坦、平滑であり、その稜線は鋭角である。

II 型 (Fig. 5 (b))：旧オーステナイト粒界に沿った粒界破面である。ただしこの場合の破面形態は次の諸点で I 型の

形態と明らかに異なっている。(1)結晶粒が変形している、(2)結晶の面に、粒界上ですべりが起きたことを示す波状模様が見られる、(3)きれつの一部は結晶粒内に侵入する。

III 型：フェライト粒内における延性破面である。この型の破面には典型的なディンプル破面 (Fig. 5 (c)) のほか、Fig. 5 (d) のようにファセット直径が大きく、ふぞろいな延性破面が含まれる。

IV 型 (Fig. 5 (e))：粒内破面の一種であるが、破面は平坦であって、ほとんど変形をともなわずに生じたものと考えられる。このことは、この形態の破面がフェライト結晶粒の特定の結晶面 (例えばへき開面) に沿って生じたことを示唆している。

3.3 破面形態によらず破断時期の影響

各試験片にみられる I 型から IV 型までの破面の面積率 (破面率) を各試験温度および破断時期について示すと Fig. 6 のようになる。同図で●印は I 型の破面率を示し、○印は I 型と II 型の破面率の合計を示している。これらのプロットを結ぶ曲線で仕切られた3つ (または4つ (875 K の場合)) の領域の縦方向の幅が各破断時期における破面率を示す。

試験温度825 K および775 K の図 (Fig. 6 (c) および (d)) において破断時期が遅くなるにしたがって、I 型 + II 型の破面率が増加し、その分だけ III 型の破面率が減少する。I 型の破面率はそれぞれ825 K および775 K において2 hr および20 hr 付近で極大値に達したあと急速に減少して時間 t_f でゼロになる。なお875 K および850 K の場合 (Fig. 6 (a) および (b)) には、きわめて早い時期 (0.5 hr 付近) に I 型の

Fig. 4 Change in reduction in area with increasing time to fracture; HAZ specimen.

Fig. 5 Fracture surfaces of four typical fracture modes in HAZ and base metal specimens.

Fig. 6 Fractions of areas of fracture types I, II, III and IV ; HAZ specimen.
● fraction of type I, ○ fractions of types I and II or IV, ▲ fraction of type IV.

破面率が極大値に達し、減少に転じるようである。

II型の破面はI型の破面率が極大になる時間の付近から現れはじめ、時間経過とともにその破面率が増大して、時間 t_f においてI型におきかわる。

I型およびII型の破面は、短時間側では試験片の切欠き底に生じ、長時間側では切欠き部から最終破断部にわたって生じる。両者がともに現れる場合、切欠き底にI型の層、その内側にII型の層を生じる。

VI型の破面（低延性・粒内破面）は、875 Kにおいて長時間後（ t_f 以降）に破断した試験片で観察されたものであって、試験片の最終破断部に生じる。

III型の破面（延性破面）はすべての破断時期をつうじて観察されるものであり、主として試験片の最終破断部に生じる。その破面率は短時間域で大きく、時間経過とともに次第に減少する。

上述のI型の破面が消失してII型の破面だけになる時期 t_f は、破断時の延性が若干増大する時期（Fig. 4の矢印の時

Fig. 7 Time periods at which the transitions in reduction in area (RA) and fracture mode (FM) occur.
○ and ● t_f and t'_f : transition in FM of HAZ specimen.
□ and ■ t_{sr} and t'_{sr} : transition in RA of SR-treated specimen.
(□) estimated.

間)にはほぼ等しい。これらの事実から、短時間域の低延性破壊と長時間域の低延性破壊はそれぞれ別種のものと考えられる。ここで時間 t_f を試験温度（T）に対してプロットすると、Fig. 7の○印のようになる。なお同図では $1/T$ および $\log t$ を等間隔で目盛り、これに相当する位置に温度と時間が記入されている。

図中の直線は、 $1/T$ と $\log t_f$ の関係が焼もどしパラメータ式⁹⁾、 $T(\log t + k) = P$ にしたがうと仮定して描いたものである。なおこの場合の定数 k として、同じ鋼種に生じる焼もどし脆化⁷⁾を整理したときに用いた値、18をそのまま使用した。上式により t_f の焼もどしパラメータ P 値（焼もどしの進行を示す数値）を求めると 16.7×10^3 になる。

また図中の●印はFig. 6(a)の t'_f をプロットしたものであって、上式によって P 値を求めると 18.4×10^3 になる。 t'_f は図の点線で推測したような高温、長時間域にのみ存在するものと考えられる。

4. SR処理後の試験片における低延性破壊

4.1 応力、破断時期および延性の関係

SR処理を施したHAZ試験片の応力-破断時間線図をFig. 8に○印で示す。この場合の破断時期は溶接のまま（SR処理前）のHAZ試験片（点線）にくらべて一般に遅い。とくに775 Kの場合は破断時期が著しく遅くなっている。

破断時間と断面減少率の関係をFig. 9に○印で示す。高応力下で短時間で破断した試験片の場合、その断面減少率はきわめて大きく（約60%）、SR処理による延性改善効果が認められる。しかし破断時期がある臨界の時点に達すると断面減少率が急激に低下して、SR処理前の試験片の値（点線のバンド）とほぼ同じになる。断面減少率がSR処理前のものと同じになる時点を図中に t_{sr} で示す。時間 t_{sr} は試験温度の低下とともに長時間側に移行しており、775 Kの場合には、きわめて長時間になる（1000～10000 hrと推

Fig. 8 Results of creep rupture tests; SR-treated HAZ specimen.

Fig. 9 Change in reduction in area with increasing time to fracture; SR-treated HAZ specimen.

Fig. 10 Fractions of areas of fracture types II, III and IV; SR-treated HAZ specimen.

○ fractions of type II (and IV, if present).
▲ fraction of type IV.

定される)。

また試験温度875 K の場合には、長時間側の t_{sr} 付近から断面減少率が若干増加するようである。

t_{sr} 値を前述の $1/T-t$ 図中に示すと Fig. 7 の□印のようになる。このプロットを結ぶ境界線(一点鎖線)は、溶接のままの HAZ 試験片において、短時間域の低延性破壊から長時間域のそれに移行する時期 t_f (実線)よりも若干長時間側に位置している。なお焼もどしパラメータ式($k=18$)によってこの境界値の焼もどしパラメータ値を求めると 17.1×10^3 になる。

またIV型の破面が現れる時間 t_{sr} を同図■印で示す。時間 t_{sr} は、溶接のままの試験片における時間 t_{sr} とほぼ同じである。

4.2 破面形態によらず破断時期の影響

SR 処理後の試験片において、Fig. 10 に示すようにII, III およびIV型の3つの破面形態が観察された。同図で○印がII型(IV型が共存する場合はII型+IV型)の破面率を示し、▲印がIV型の破面率を示す。また残りがIII型の破面率である。図中の曲線はこれらのプロットを結んだ3領域の境界

線である。また図中の時間 t_{sr} および t'_{sr} は Fig. 9 から転記したものである。なお SR 処理後の試験片には、溶接のままの試験片で見られた I 型の破面（典型的な粒界破面）は現れない。

同図と破断時間-断面減少率図 (Fig. 9) とを対比させると、次のことが言える。(1)短時間域で延性が高い場合には、III型の破面（粒内での延性破面）のみが現れる。(2)長時間域で延性が低下しはじめると、II型の破面（塑性変形をとった粒界破面）が現れる。なおこのように延性が低下した試験片においても、最終破断部にはIII型の破面を生じる。(3)試験温度875 K の場合には、500 hr 以降の長時間域でIV型の破面（粒内での低延性破面）が現れる。

以上の破面形態における延性に関する実験結果から次のことが結論される。(1)短時間域での低延性破壊現象は SR 処理によって完全に消失する。(2)しかし長時間域での低延性破壊現象は、SR 処理前と処理後を問わず、ほぼ同じ温度・時間域で現れる。

5. 低延性破壊と焼もどしにおける二次硬化との関係

溶接のままの試験片について、破断後の硬さを測定した結果を Fig. 11 に○印で示す。同図では横の主軸として、加熱開始時（負荷開始時の2 hr 前）からの時間を表示した。また高応力下で短時間で破断した試験片のデータもプロットしてある。これは短時間域で起きる硬さ変化を重視したことによる。なお同図に付記した点線は、二次硬化のよう

Fig. 11 Change in hardness of HAZ specimens with increasing time to fracture.
○ HAZ specimen, ● SR-treated HAZ specimen.

な異常現象が起きない場合、硬さは焼もどし時間とともに単調に低下すると仮定して描いたものである⁹⁾。なお図中の時間 t_f は Fig. 6 から転記したものである。図によれば、短時間域において顕著な硬さの上昇、すなわち焼もどしにおける二次硬化を生じている。この二次硬化は、マルテンサイトから析出した Fe_3C （およびベイナイト中に存在した Fe_3C ）に代わってモリブデン炭化物 Mo_2C が析出するときに起きる現象である^{9,10)}。同図において二次硬化が終わる時期はI型の破面が消失してII型の破面だけになる時期 t_f (Fig. 6) にほぼ等しい。

次に SR 処理後の試験片における硬さを同図の●印で示す。この場合、時間経過とともに硬さはゆるやかに低下しており、溶接のままの試験片のような異常硬化現象は見られない。すなわち長時間域での低延性破壊が起きる時期 (t_{sr} で示す) においても、硬さは変化しない。

以上の実験事実から次のことが推論される。(1)短時間の低延性破壊はフェライト結晶粒が二次硬化しているときに起きる。(2)長時間域のそれは二次硬化終了後の軟化した状態 (HAZ 試験片), または SR 処理によって十分に軟化した状態 (SR 処理後の試験片) で起きる。

6. 母材における低延性破壊

母材試験片の断面減少率と破断時期の関係を Fig. 12 (a) に示す。短時間域における断面減少率は、溶接のままの HAZ 試験片にくらべてはるかに大きい。しかし母材の断面減少率はある時間で極大になったあと、急激に低下する。断面減少率が低下する時期 (仮に15%になる時期) を t_{br} と

Fig. 12 (a) Change in reduction in area with increasing time to fracture, and (b) relationship of temperature and t_{br} in figure (a); base metal specimen.

して、試験温度に対してプロットすると Fig. 12 (b) のようになる。さらにこれらのプロットを通る直線の焼もどしパラメータ値 ($k=18$ とする) は 17.3×10^3 になる。

母材試験片で断面減少率が大きい場合には、III 型の破面 (延性破面) を生じる。しかし断面減少率が低下する時期 (Fig. 12 の t_{br} 付近) では II 型の破面が現れ、III 型の破面は減少する。

このような母材における延性低下現象は、SR 処理後の HAZ 試験片の場合とよく似ている (Fig. 9, 10)。また延性が低下する時期 t_{br} (Fig. 12 (b)) も、SR 処理後の HAZ 試験片において延性が低下する時期 t_{sr} (Fig. 7 の□部) に近い。

7. 結 論

再現 HAZ 試験片 (切欠き付き) を用いて、2 1/4Cr-1Mo 鋼熱影響部の低延性クリープ破壊現象をしらべ、次の結果を得た。

(1) 溶接のままの状態に相当する試験片において、短時間型、長時間型および高温型の 3 種類の低延性破壊現象が観察された。

(2) 短時間型低延性破壊の場合、破断時の延性が著しく低く、典型的な粒界破面 (I 型) を呈する。また長時間型低延性破壊の場合、短時間型にくらべて延性は若干高く、変形をともなった粒界破面 (II 型) を生じる。短時間型から長時間型への移行時期 t_f (hr) と温度 T (K) との大略の関係は次式のようになる。

$$T(\log t_f + 18) = 16.7 \times 10^3$$

(3) 975 K, 2 hr の SR 処理を施した試験片では、短時間域での破断時の延性は高い。しかし次式 (大略値) の臨界の時間 t_{sr} を超えると延性が急激に低下する。

$$T(\log t_{sr} + 18) = 17.1 \times 10^3$$

この時期は (2) における移行時期 t_f に近い。またここで生じる破面は II 型であり、溶接のままの試験片における長時間型低延性破壊におけるものと同種である。

(4) 高温型低延性破壊は 875 K で長時間後に破断した試験片で観察されたものであって、へき開破面に類似した粒内破面 (VI 型) を生じる。高温型は SR 処理後の試験片にも現れる。

(5) 母材試験片の場合、短時間域で十分に高い延性を示すのであるが、長時間域で延性が急激に低下する。母材の延性が低下する時期は、SR 処理を施した試験片で延性が低下する時期に近い。

本研究は文部省科学研究費補助金の交付を得て実施されたものである。

本研究に協力された三重大学大学院学生 近藤武司君ならびに同大学工学部学生 領家宏治、浅井雄二、中谷友紀、ロスミー・イスマイルおよび森沢史郎の諸君に感謝します。

参 考 文 献

- 1) 高松, 乙黒他: 鋼のクリープ脆化におよぼす金属学的因子の影響, 鉄と鋼, 65-7 (1979), 851-860.
- 2) 高松, 乙黒他: 鋼のクリープ脆化におよぼす溶接後熱処理の影響, 鉄と鋼, 67-6 (1981), 774-783.
- 3) 石黒, 村上他: 压力容器用 Cr-Mo 鋼溶接熱影響部のクリープ延性と金属組織, 鉄と鋼, 70-10 (1984), 1421-1428.
- 4) 阿部, 長江: Cr-Mo 鋼のクリープ脆化とその評価方法, 溶接学会論文集, 3-3 (1985), 582-589.
- 5) 玉置, 鈴木, 川上他: 2 1/4Cr-1Mo 鋼熱影響部における焼もどし脆化の分類, 溶接学会論文集, 14-2 (1996) 344-351.
- 6) 木下, 梶, 勝亦: 低合金鋼の応力除去焼なましぜい化と焼もどしぜい化の関連, 神戸製鋼技報, 29-4 (1979), 67-71.
- 7) 玉置, 川上, 鈴木他: Cr-Mo 鋼 HAZ において 750 K から 1000 K の温度範囲で生じる各種の焼もどし脆化について, 第 142 回溶接冶金委資料, WM-1576-95, (1995, 11).
- 8) F.R. Larson, J. Miller: A time-temperature relationships for rupture and creep stresses, Trans. ASME, 74-7 (1952), 765-775.
- 9) 玉置, 鈴木他: 再熱割れにおよぼす炭化物の影響について, 溶接学会誌, 52-2 (1983), 132-140.
- 10) K. Tamaki, J. Suzuki et al: Time-temperature-hardness diagram of tempered steels, Res. Rep. Fac. Eng. Mie Univ., Vol. 15 (1990), 9-22.