Ni-Cr-Mo-V鋼の強度・衝撃特性に及ぼす化学組成と焼戻し熱処理の影響

吉岡 洋明*・伊藤 裕道*²・田中 泰彦*³・池田 保美*³

The Influence of Chemical Composition and Temper Heat-treatment on Strength and Impact Toughness in Ni-Cr-Mo-V Steels

Yomei YOSHIOKA, Hiromichi ITOU, Yasuhiko TANAKA and Yasumi IKEDA

Synopsis : To meet the requirements for optimum utilization of power station sites and economic realization of coal fired thermal units, tandem compound 60 Hz 1000 MW large thermal units were developed. One of the most critical items was development of a large-size high strength generator rotor forging with comparable toughness to the conventional rotor forging. Based on the investigation results of existing rotor forging, chemistry optimization was conducted within the specification of conventional turbine generator and low pressure rotor forging by using laboratory heat materials and 0.28%C-0.25%Mn-4%Ni-1.75%Cr-0.4%Mo-0.12%V high purity steel was selected for the candidate material. Double tempering heat treatment of 550°C and 580°C was also developed for increasing the yielding ratio of 0.02% yielding stress to tensile strength to meet the requirements of mechanical properties. According to those laboratory studies, one trial rotor forging with the same diameter as production ones was successfully produced.

Key words : Ni-Cr-Mo-V steel; double temper; toughness; rotor forging; residual γ ; yield ratio; heat treatment.

1. 緒言

日本国内の限られた電源立地点の最大限活用と石炭火力の経済性追求の観点から、国内最大容量の 1000 MW タンデム型火力発電機の開発を行った^{1,2)}。ここでは、ロータサイズの大大型化に伴い 1000 N/mm²以上の引張強度が要求されたが、併せて従来材並みの靱性が要求された。

従来並みの靱性を確保するためには、組成の最適化と共に引張強さを極力仕様強度下限まで低くすることが有効であるが、この場合 0.02% 耐力の仕様割れをきたす可能性がある。この対策として、組成に加えてプロセス面からも降伏比を高くする検討を行うこととした。

なお、開発に際しては、可能な限り既の実績のある Ni 量 4% 以下の NiCrMoV 鋼 (ASTM A469/470) の中で組成および製造方法の最適化を図り要求特性を満たすことが求め

られた。このため、実機ロータの実績調査を行い、まず従来材料のポテンシャルを把握した後、実験室レベルの基礎試験を行い、その結果を元に材料組成および製造方法の開発を行った。また、この結果を元に試作ロータの製作を行い検証を行ったので、その結果を報告する。

2. 合金開発の開発目標および考え方

本ロータの開発目標を Table 1 に示す。大容量化に伴い、強度上の安全尤度を従来機並みに保つとの考え方の基に、引張強さ 1000 N/mm² 以上、0.02% 耐力 800 N/mm² 以上の強度規定を設定した。この開発目標を達成するに当たっての基本的な考え方は、まず、大型発電機用のロータ軸材であることから、十分に実績のある NiCrMoV 鋼の組成範囲内で組成および製造方法の最適化を図ることにより目標特性

Table 1. Design requirements for mechanical properties of rotor forging (center core).

	1000MW turbine generator rotor forging	700MW turbine generator rotor forging
Tensile strength (N/mm ²)	1000 min.	820 min.
0.02% yield stress (N/mm ²)	800 min.	700 min.
Elongation (%)	15 min.	15 min.
Reduction of area (%)	35 min.	35 min.
50% FATT (°C)	-5 max.	-5 max.
Flux density (T) (at 100,000 AT/m)	2.12	2.12

平成 14 年 10 月 16 日受付 平成 15 年 2 月 5 日受理 (Received on Oct. 16, 2002; Accepted on Feb. 5, 2003)

* (株) 東芝 電力・産業システム技術開発センター (Power & Industrial Systems R&D Center, Toshiba Corp., 2-4 Suehiro-cho Tsurumi-ku Yokohama 230-0045)

* 2 (株) 東芝 京浜事業所 (Keihin Product Operations, Toshiba Corp.)

* 3 (株) 日本製鋼所室蘭製作所 (Muroran Plant, The Japan Steel Works Ltd.)

Table 2. Chemical compositions of the Ni-Cr-Mo-V steel studied (mass %).

No.	Nomenclature	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Cu	Mo	V	Al	As	Sn	Sb	Remarks
1	4Ni-.24C-.25Mn-HP	0.25	0.03	0.26	0.0027	0.0018	3.94	1.73	0.01	0.41	0.12	<.005	0.003	0.003	0.0013	
2	5Ni-.24C-.25Mn-HP	0.25	0.03	0.26	0.0025	0.0017	5.00	1.78	0.01	0.40	0.12	<.005	0.003	0.003	0.0012	
3	4Ni-.28C-.25Mn-HP	0.29	0.03	0.25	0.0025	0.0024	3.95	1.76	0.02	0.41	0.12	<.005	0.003	0.003	0.0015	
4	4Ni-.24C-.02Mn-HP	0.24	0.03	0.02	0.0025	0.0020	4.00	1.76	0.02	0.42	0.12	<.005	0.003	0.003	0.0013	
5	4Ni-.28C-.02Mn-HP	0.28	0.03	0.02	0.0025	0.0018	3.98	1.76	0.02	0.42	0.12	<.005	0.003	0.003	0.0014	
6	5Ni-.28C-.02Mn-HP	0.28	0.03	0.02	0.0024	0.0018	4.93	1.78	0.01	0.41	0.12	<.005	0.003	0.003	0.0018	
7	3.5Ni-.24C-.25Mn-CP	0.24	0.04	0.26	0.0060	0.0070	3.55	1.66	0.08	0.41	0.12	<.005	0.007	0.007	0.0020	
8	5Ni-.24C-.25Mn-CP	0.23	0.03	0.25	0.0041	0.0050	5.09	1.04	0.02	0.45	0.11	<.005	0.003	0.004	0.0007	Rotor forging

Notes : HP : High-purity, CP : Conventional-purity

を確保すること、加えて、実機ロータの中心孔部を模擬したシミュレーション試験材および最終的には実寸サイズの試作ロータを製作し検証することとし、以下に述べる各種試験および検証試験を行った。

3. 実験方法

基礎試験は、真空誘導溶解にて50kgのインゴットを作り、1200°Cに加熱し鍛造比3.6で鍛造し試験材を作成した。評価に供した試験材の化学組成をTable 2に示す。従来ロータの最強材料であるNiCrMoV鋼をベースに、ロータ材の組成規格範囲内で、Ni, C, Mn および P, As, Sb, Sn 等の不純物量に着目し、変化させた7鋼種を作成し、5NiCrMoV鋼ロータ軸端材と共に以下の試験に供した。

試験材に施した熱処理方法をFig. 1に示す。調質の熱処理は、840°Cで5hの γ 化熱処理の後、ロータ中心孔部の冷却速度を模擬し、160°C/hの冷却速度にて焼入れした後、570~580°Cで14~49hの焼戻し熱処理を行った。また、ここでは2段焼戻しの検討も行っており、第1段の焼戻し条件としては、550°C 15h、第2段としては580°Cで15~30hの時効熱処理を施した。

機械試験は、鍛造方向に直角方向から採取した引張およびシャルピー衝撃試験片を用いて行った。組織観察は、シャルピー試験後試験片の端部を用いて光学顕微鏡にて行うと共に、抽出レプリカによる透過電顕観察により、炭化物の析出状態の観察も行った。

4. 実験結果および考察

4.1 従来実績に基づく高強度化の可能性の検討

Fig. 2に、これまでのNiCrMoV鋼ロータ材の製造実績を示す。ここでは蒸気タービン低圧ロータとそのSi, Mn および不純物元素であるP, S, As, Sn, Sb等を極低レベルに抑えた高純度ロータ材^{2,4)}を含め検討し、以下の結論を得た。

①実績的に今回の仕様を満たす強度レベルのロータ材がデータバンドの上限領域で存在するが、従来の発電機ロータ材並みの靱性(FATT)は必ずしも確保できていない。

②高強度のロータ材ほど焼戻し温度が低く、また、成分

Fig. 1. Heat treatment of the Ni-Cr-Mo-V steel studied.

Fig. 2. Relationship between tensile strength and 50% FATT in turbine generator and steam turbine low pressure rotor forgings and a trial rotor forging.

規格範囲内でCおよびNiの含有量は高い。

③この図で高純度3.5NiCrMoV鋼は900N/mm²級のロータ材で、強度に対しての靱性が最も優れており、FATTが約30°C改善されている。本鋼種は、400°C前後の焼戻し脆化温度域で運転される低圧ロータ材として開発されたものであるが、高純度化により靱性が著しく向上している。発電機ロータは、運転温度はさらに低いものの、良好な強度と靱性のバランスを得る意味で高純度化の効果が大きいことが示唆される。

以上のことにより、従来のロータ組成の規格範囲内で要求特性を満たせる可能性があること、その施策として、Ni, Cの添加量および焼戻し温度の適正化と高純度化が有効であることが明らかとなった。これより、これらの検討を行うと共に、Mnの極低化の効果についても、その必要性を

Fig. 3. Effect of Ni, C, Mn and impurities on tensile strength, 0.02% yield stress and 50% FATT of 50 kg small laboratory heat Ni-Cr-Mo-V steels studied.

含め検討を行うこととした。

4・2 Ni, C, Mn, 不純物元素の強度・韌性に及ぼす影響

従来ロータ材の組成規格範囲内で高強度・高韌性化の可能性が得られたことから、ここでは、Ni, C, Mn および不純物元素に着目し組成の最適化検討を行った。

Fig. 3 に Ni, C, Mn の引張強さ、耐力、および 50% 衝撃破面遷移温度 (FATT) に及ぼす影響を示す。ここでは、Ni を除いて ASTM A469/470 の規格⁵⁾ 範囲内におけるこれらの影響を調べている。Fig. 3(a) に、C, Mn 量を一定とし、Ni の効果を示したが、Ni 量が増すにつれて強度は増し、また、FATT は低温側に移行する傾向が認められた。ここでは、S, P, As, Sn, Sb 等の不純物量を極低レベルに下げた高純度鋼と従来純度の材料の比較も行ったが、高純度化の強度への影響は顕著でないが、FATT には顕著な効果が認められ、約 30℃ の改善が認められていた。

Fig. 3(b) に Ni および Mn 量を一定にした高純度鋼における C の効果を示す。0.28% 以下の組成規格範囲内では、強度に及ぼす効果は顕著ではないが、FATT には顕著な効果を示し、0.28% の上限まで増加させることにより、Mn 量にかかわらず約 30~50℃ の改善が認められた。

Fig. 3(c) に、Ni, C 量を一定にした高純度鋼における Mn の効果を示す。従来ロータ材の実績範囲内における Mn 量と極低レベルでの Mn 量の比較では、その強度面での差は認められなかったが、FATT には顕著な改善が認められた。Mn の添加による焼入れ性の改善による効果と考えられる。

これらの結果より、ASTM A469/470 の組成範囲内においては、4Ni-0.28C-0.25Mn-HP (No. 3) が強度と韌性のバランスが最も優れていた。なお、大型ロータの場合、焼戻し処理および応力除去焼鈍後の冷却時の脆化を考慮する必要があることから、同組成で Mn 量を極低化した 4Ni-0.28C-0.02Mn-HP (No. 5) も併せて検討を行った。

Fig. 4. Effect of tempering condition on tensile strength, yield stress and FATT.

4・3 焼入れ・焼戻し条件の強度・韌性に及ぼす影響

900℃ で 5 h の焼鈍後 840℃ で 5 h 保持した後ロータ中心孔を模擬した冷却速度にて冷却し、その後、580℃ で 14~49 h の焼戻しを行った 4Ni-0.28C-0.02Mn-HP (No. 5) および 4Ni-0.28C-0.25Mn-HP (No. 3) の上記 2 鋼種の結果を、Fig. 4 に示す。ここでは、高 Mn と低 Mn の両合金において同様の検討を行っているが、焼戻し時間を短くするほど耐力および引張強さは増加し、FATT は高くなる傾向が認められた。また、Fig. 5 に示すように降伏比は焼戻し時間および鋼種に関係なくほぼ一定であり約 0.75 であった。Fig. 5 に横軸強度、縦軸 FATT で整理した結果も降伏比と共に示す。両材料とも、要求特性を満たすことができたが、0.02% 耐力は引張強さに比較し要求仕様に対しての尤度は低く、特に、低 Mn 材においては、耐力が要求仕様ぎりぎりの値を示していた。

4・4 焼入れ・焼戻し条件の降伏比に及ぼす影響

降伏比は、素材の変態組織と焼戻しによる析出、転位密度など塑性変形を支配する多くの因子の影響を受ける。特に、0.02% 耐力は、弾性域からのわずかな塑性変形で決定

Fig. 5. Relationship between 50% FATT and 0.02% yield stress, tensile strength and yielding ratio in the candidate 0.25% and 0.02%Mn-4%Ni-0.28%C high purity steels.

されるため、下部組織の影響を大きく受ける。組織因子として、析出物の形態や残留 γ の挙動を検討するために、焼戻し条件に着目し、2段焼戻しによる降伏比の変化について検討した。試験結果を Fig. 6 に示す。ここでは、縦軸耐力、横軸引張強さの図上に試験結果および降伏比を示したが、この実験結果から 0.2%耐力と引張強さの関係では、575°Cの1段焼戻しと 550°Cと 575°Cの2段焼戻しでほとんど差がなかったのに対して、0.02%耐力と引張強さの関係では降伏比で約 0.05 の差異が認められた。これより、0.02%耐力でのみ大きな影響を受けていることから、塑性変形を支配する何らかのミクロ組織の相違に起因していることが考えられる。

この原因として、残留 γ によるものと、炭化物の微細析出によるものとが考えられる。前者は、焼入れ時に未変態のまま残留した γ 相が1回目の焼戻しにより α 相に変態する。1回の焼戻しでは荷重時にこの α 相が優先的に変形するため0.02%耐力は低くなるが、2回の戻しを施すことにより2回目の焼戻しでこの α 相が焼戻され、炭化物の析出により強化される。従って塑性変形に対する抵抗が増し0.02%耐力が上昇するというものである。後者は、1回目の低温焼戻しにより高密度の炭化物が析出し、2回目の焼戻しにより強度に寄与する最適なサイズ（1回の高温焼戻しと同等の炭化物サイズ）まで粗大化させることにより、1回の焼戻しに比較して、高密度に炭化物が分散した組織となり0.02%耐力は上昇するというものである。

以上二つの説を検証するために、Fig. 7 に示す6つの熱処理条件で強度特性の試験を行い評価を行った。結果を同じく Fig. 7 に示す。なお、試験番号が1~4は、焼戻し時間のラーソンミラーパラメータが1段焼戻しと2段焼戻しの場合で同じになるように設定している。試験番号1は1段焼戻しの場合であり、試験番号2は焼入れ後、1回目の焼戻しを 550°C で 15h 行ったもの、試験番号3は、2回の戻しの順序を逆にした結果を示している。試験番号2は1段焼戻しの試験番号1に比較し降伏比は上昇しており、試験

Fig. 6. Effect of double tempering on yielding ratio of the candidate 0.25% and 0.02%Mn-4%Ni-0.28%C high purity steels.

番号3は、試験番号2と同等の降伏比を示した。試験番号4は、焼入れにより室温で残留した γ 相を完全に α 相に変態させるためにサブゼロ処理を施し、その後1段焼戻し処理を施したときの試験結果であり、試験番号1の結果と比較すると引張強さはほぼ等しいものの、0.02%耐力はサブゼロ処理を施したものが約 50 N/mm² 高い。これは、焼入れ時の γ 相が消滅することにより、1段焼戻しでも0.02%耐力が著しく増加することを示している。本試験結果は残留 γ が存在することにより焼戻し後の0.02%耐力が低くなることを示している。また、試験番号3において、2回の焼戻しの順序を逆にしても降伏比に変化が見られないことから、炭化物の微細析出による効果は除外して考えることができ、残留 γ によると考えるのが妥当であると考えられる。

Fig. 7. Effect of tempering conditions on the 0.02% yield stress, tensile strength, and yielding ratio of the candidate 0.25%Mn-4%Ni-0.28%C high purity steel.

Fig. 8. Transmission electron microphotographs of the single and double tempered 4%Ni-0.28%C-0.25%Mn high purity steels.

なお、試験番号6は1回目の焼戻し後の降温を行わずに2回目の焼戻しを行ったものであるが、1回目の焼戻し後に降温を行った試験番号5と比較し0.02%耐力および降伏比とも低くなっている。炭化物の微細析出による場合、試験番号6も5と同等の強度特性が得られるはずであり、このことから1回目の焼戻しにより残留 γ を変態させておくことが0.02%耐力の上昇をもたらしていると考えるのが妥当と考えられる。また、1段焼戻し、2段焼戻し材の光学顕微鏡および炭化物抽出レプリカ観察 (Fig. 8) においても、両熱処理で差異は認められておらず、炭化物の影響が認められない結果となっている。

残留 γ の確認は顕微鏡で視覚的に確認することはできなかったが、X線法により残留 γ を確認した。焼入れ後は室温で約2%の残留 γ が確認されたが、サブゼロ処理後および焼戻し処理後は0%であった。従って、最終的な焼戻し処理の前に残留 γ を消滅させておくことが重要であり、焼入れ後の数%の残留 γ が焼戻し後の降伏比に影響を与える

ことが確認された。

5. モデルロータによる検証

5.1 製造方法

本実験結果を元に、Table 3 に示した組成の実機と同径で胴長の短い試作ロータを製造し、実験室レベルでの検証結果の検証を行った。ここでは、胴長が実機に対して短いことを除けば、製造条件はすべて実機に合わせて製造を行っている。不純物レベルを極低レベルに確保するために、不純物濃度の低いスクラップ材の厳選、大気電気炉溶解、炉外精錬、真空カーボン脱酸を行い、65トンの鋼塊を製造した。この鋼塊は、据え込み後鍛伸し、鍛造比がいずれの部位においても3以上になるように鍛造した後、熱処理を行った。Fig. 9 に熱処理方法を記したが、ここでは、焼戻し熱処理は、550°Cと575°Cの2段焼戻しを施した後550°Cの応力除去焼鈍を行った。

5.2 試作ロータの材料特性

5.2.1 冶金学的性質

試作ロータの各部位よりサンプリングし分析した結果をFig.10 に示す。ASTM A469/470 の成分規格範囲内であり、目標組成を満足していた。実機から採取した試験片による組織観察は、製品分析と同一位置で行ったが、いずれの部位も正常な組織を呈しており、また、清浄度も、不純物元素の極低化を図ったことにより一般ロータ材の0.01~0.06%に対して、0.008~0.017%と約一桁低い値を示していた。

5.2.2 引張および衝撃性質

Fig.11 に機械試験結果を示す。引張強さ、耐力、伸び、絞りとも規格を満たしており、目標強度を達成していた。

Table 3. Target for the chemical composition of trial rotor forging (mass%).

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	V	As	Sn	Sb
ASTM A469	0.28 max.	0.1 max.	0.60 max.	0.015 max.	0.015 max.	3.25~4.00	1.25~2.00	0.30~0.60	0.05~0.15	—	—	—
Aim	0.27	0.03 max.	0.27	0.004 max.	0.002 max.	3.85	1.75	0.425	0.13	0.005 max.	0.006 max.	0.0015 max.

Fig. 9. Heat treatment of trial rotor forging.

Fig. 10. Ladle and production analyses results of the chemical composition in the trial rotor forging.

また、FATT に関しても規格値のみならず従来ロータ材料の実績レベル並みの $-20 \sim -40^\circ\text{C}$ を確保することができた。

Fig. 2 に今回の試作ロータの試験結果もプロットしているが、予測した高純度材の引張強さ - FATT 線上に本結果は位置しており、当初設計したとおりの特性が得られていた。

6. 結言

(1) 50 kg の小規模溶解材による基礎試験結果、従来の NiCrMoV 鋼ロータ材の規格範囲内では、C, Ni は同一強度レベルでの FATT の改善に効果が有り規格上限までの添加

Fig. 11. Investigation results of mechanical properties in the trial rotor forging.

が、また、Mn も Ni と同様の効果があり 0.25% の含有は強度・靱性の両面で効果が認められた。

(2) 2 段焼戻しの熱処理を行うことにより、0.02% 耐力の引張強さに対する降伏比が改善され、要求仕様の 0.02% 耐力 800 N/mm^2 以上を達成することができた。

(3) 実機と同径短尺のモデルロータを製作し、検証を行った結果、ロータ表層部および中心孔部のいずれの部位においても、小規模溶解材で予測したとおりの目標強度と FATT を達成することができた。

(4) 2 段焼戻し熱処理による降伏比の上昇は、焼入れ時の残留 γ が 1 回目の焼戻しで完全に変態し、2 回目で焼戻され、完全な焼戻し組織になったことによるものと考えられる。

文 献

- 1) M. Tanaka, H. Ito and T. Otaka: *Toshiba Rev.*, **48** (1993), 366.
- 2) R. M. Curran: Preprint of Int. Forgemaster's Meeting, Terni, (1970).
- 3) G. C. Gould: Symp. on Temper Embrittlement in Steel, ASTM STP407, ASTM, Philadelphia, (1968), 59.
- 4) O. Watanabe, Y. Yoshioka and R. C. Schwant: New Materials for Advanced Steam Turbines, TR-100979, Vol. 3 Research Report 1403-15, ed. by G. P. Wozney, EPRI, California, (1992), 1.
- 5) 1999 Annual Book of ASTM Standards, Vol. 01.05, ASTM, Philadelphia, (1999), 59.