

報告番号	※ 甲 第 10633 号
------	---------------

## 主 論 文 の 要 旨

論文題目 低温用ニッケル鋼の変形および破壊に関する研究

氏 名 古谷 仁志

### 論 文 内 容 の 要 旨

LNG タンクの耐破壊性能を確保するためには、低温での優れた脆性破壊発生特性、脆性き裂伝播停止特性、不安定延性き裂伝播阻止特性を考慮する必要がある。このうち、脆性破壊の発生および伝播停止に関しては、残留オーステナイトによる特性改善機構が未だに明らかになっていない。また、不安定延性き裂伝播に関しては、高ニッケル鋼の延性破壊機構についての知見と、不純物元素の影響のうち酸素についての知見が少ない。

そこで本研究では、高ニッケル鋼の耐破壊特性のうち未だ解明されていない上記 2 点の解明に取り組んだ。残留オーステナイトによる韌性改善機構については、対象を韌性のうち脆性破壊の発生特性に絞って検討を行い、残留オーステナイトによって特性が改善する機構を提案した。不安定延性き裂伝播に関しては、シャルピー衝撃吸収エネルギーを指標として酸素の影響を調査して、普通鋼よりも酸素の微小変動が大きな影響を及ぼすことと、その機構を明らかにした。

第 2 章では、本研究の第 1 の目的である残留オーステナイトによる韌性改善機構に関連して、0~12 % ニッケル鋼の変形特性と残留オーステナイトの関係について調査を行い、以下の知見を得た。

(1) 8 % Ni 鋼、12 % Ni 鋼に、焼き入れ、中間熱処理、焼き戻しからなる熱処理を行い、-196 °C の深冷処理後も安定なオーステナイトを生成させた場合でも、-196 °C の塑性変形下ではオーステナイトは不安定であり、わずか 0.1 程度の真ひずみで大半のオーステナイトがマルテンサイトに変態する。

(2) 低温用ニッケル鋼のひずみ硬化挙動は二つに大別される。その一つは、ひずみ硬化が降伏直後に最大を示し、その後ひずみの増大とともに減少するものである。もう一つは、ひずみ硬化が降伏直後に緩やかに増大して最大値に到達し、その後ひずみの増大とともに減少するものである。後者は、-196 °C の深冷処理後も安定なオーステナイトが存在する場合にみられる。この場合、ひずみ硬化は非常に高い値を示し、特に-196 °C でその傾向が顕著である。

- (3) 低温用ニッケル鋼の-196 °Cでのひずみ硬化はニッケル量の増加に伴って増大する。これは、マトリクスに固溶したニッケルの効果に加え、残留オーステナイトの加工誘起変態によるものである。
- (4) ひずみ硬化が降伏直後に緩やかに増大して高い値を示す現象は、残留オーステナイトの加工誘起変態で生成した硬質のマルテンサイトによるものと考えられる。

第3章では、本研究の第1の目的である残留オーステナイトによる韌性改善機構に関する調査を行い、以下の知見を得た。

- (5) 焼き入れ・焼き戻しにより製造した12%ニッケル鋼は、低温ほど高いひずみ硬化を示す。
- (6) 焼き戻し温度を変えて製造した12%ニッケル鋼の変形中のひずみ硬化率の変化は二つに大別される。一つは、ひずみ硬化率が降伏直後に高い値を示し、その後ひずみの増大とともに単調に減少する挙動である。もう一つは、ひずみ硬化率が降伏後のひずみの増大とともに増加して最大値を示した後、緩やかに減少する挙動である。
- (7) ひずみの付与により残留オーステナイトがマルテンサイトに変態する場合、オーステナイトの安定性に応じて変態が生じるひずみ範囲が変化し、弾性限の低下やひずみ硬化の増大が現れる。
- (8) 韌性良好となる温度で焼き戻した12%ニッケル鋼の場合、塑性変形の初期に残留オーステナイトのマルテンサイト変態が生じ、これに対応して降伏直後にひずみ硬化率の増大がみられ、高いひずみまでこれが維持される。硬質の加工誘起マルテンサイトが第二相として働いたためと考えられる。
- (9) 韌性良好となる温度で焼き戻した12%ニッケル鋼であっても、-196 °Cでは僅か0.1程度のひずみで大半のオーステナイトがマルテンサイト変態する。
- (10) 韌性良好なる温度よりも高温で焼き戻され、相対的に安定性が低い残留オーステナイトを含む12%ニッケル鋼の場合、残留オーステナイトの一部が弾性域で変態し、これにより降伏直後に極めて高いひずみ硬化率が現れるものの、ひずみの増大とともに急減する。

第4章では、本研究の第1の目的である残留オーステナイトによる韌性改善機構に関する調査を行い、以下の知見を得た。

- (11) -196 °Cでは、セメンタイトからのボイド発生が顕著になり、多数のボイドが合体しき裂が起点となって脆性破壊が発生し、吸収エネルギーが低くなる。
- (12) 8%, 12%のNiを含有し、焼入れ、中間熱処理、焼戻しからなる熱処理を行い、-196 °Cで熱的に安定なオーステナイトを生成させた場合であっても、脆性破壊の発生よりかなり早い時期に起点部では残留オーステナイトは加工誘起変態する。
- (13) 残留オーステナイトによって脆性破壊の発生特性が向上する機構について考察し、sink 機構、すなわちセメンタイトの生成抑制と、残留オーステナイトが加工誘起変態した硬質第二相のマルテンサイトによる歪均一化の2つが主因と推定した。

第5章では、本研究の第1の目的である残留オーステナイトによる韌性改善機構に関する調査を行った。高温焼戻しで不安定な残留オーステナイトを含む8%ニッケル鋼の脆性破壊発生原因について調査を行い、以下の知見を得た。

(14) 高温焼戻しを行った8%Ni鋼の-196℃でのシャルピー衝撃試験では、フレッシュマルテンサイトとオーステナイトからなる第二相から早期にボイドが発生する。このボイドが集合体を形成して、脆性破壊の発生起点として作用するため、低韌性となると考えられる。

(15) 高ニッケル鋼の高温焼戻し材は、熱的に安定なオーステナイトが存在するにもかかわらず韌性低下する。この原因として、応力の付与によって早期に残留オーステナイトがマルテンサイト変態して、脆性破壊起点として作用するセメンタイト以外の第二相が生成することが要因と考えられ、さらに高いひずみ硬化が得られないことも影響している可能性がある。

第6章では、本研究の第2の目的である高ニッケル鋼の延性破壊機構に関する調査を行った。比較鋼となる普通鋼を用いて、延性き裂進展抵抗に及ぼすひずみ速度の影響を調べ、以下の結果を得た。

(16) 歪速度の増大により延性き裂進展抵抗は著しく増大する。

(17) 歪速度の増大は多重すべりや交差すべりの発生を抑え、そのため等軸ボイドを主体とする領域が少なくなり、より多くの塑性変形を要する破面形態、すなわち纖維状破面中の伸長ディンプル主体領域やシアーリップが増大することになる。その結果、延性き裂進展に伴う塑性変形量が増加し、延性き裂進展抵抗が増大する。

(18) 多重すべりと交差すべりの減少は一次ボイドに作用するすべり系の種類を制限することになり、ボイドの等方的な成長を抑制する。また、二次ボイドの発生核となりうる多重すべりの交点等も減少することから、二次ボイドの生成頻度も小さくなり、これに起因するボイドの合体過程も抑制する。これらの複雑な効果によって等軸ボイドから伸長ボイド主体のミクロ破面形態に変化したものと考えられる。

第7章では、本研究の第2の目的である高ニッケル鋼の延性破壊機構に関する調査を行った。9ppmから24ppmの微量酸素を含有する9種類の12%Ni鋼のシャルピー衝撃吸収エネルギーを調査した結果、以下の結論を得た。

(19) 酸素量を低減すると、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>系介在物の寸法分布は大きくは変化しないものの、個数密度が減少した。

(20) 15ppm程度の酸素量減少に伴い、-196℃で20J程度、0℃で50J程度シャルピー衝撃吸収エネルギーが増大した。

(21) 報告されている普通鋼の実験結果と比較すると、高ニッケル鋼のシャルピー衝撃吸収エネルギーの変化は普通鋼よりも酸素量に敏感といえる。

(22) 酸素量低減に伴うシャルピー衝撃吸収エネルギーの増大は、主にAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>系介在物の個数密度の変化に起因した、延性き裂進展抵抗の増加に対応している。

(23) 12%ニッケル鋼の延性破面形態は、普通鋼と同様にディンプルを主体とするボイド発生・成長・合体型の破面であった。-196℃では等軸ディンプルを主体とする領域と引き

裂き伸長ディンプルを主体とする領域がみとめられ、0℃では、引き裂き伸長ディンプルを主体とする領域が主にみられた。