# 微細粒子によるHAZ細粒高靭化技術 HTUFF® "の開発

Super High HAZ Toughness Technology with Fine Microstructure Imparted by Fine Particles

児島明彦\*(1) Akihiko KOJIMA 星野学\*(5) Manabu HOSHINO 清 瀬 明 人\*(2) Akihito KIYOSE 中 島 隆 雄\*(6) Takao NAKASHIMA 植森龍治\*(3) Ryuji UEMORI 石田浩司\*(7) Koji ISHIDA

皆 川 昌 紀\*(4) Masanori MINAGAWA 安 井 洋 二\*(8) Hirotsugu YASUI

## 抄 録

490~590MPa級厚鋼板における大入熱溶接化,高強度厚手化,高靭性化の要求に対して,良好なHAZ靭性を達成することを目的に,従来技術の限界を超える新しいHAZ細粒高靭化技術' HTUFF® 'を開発した。本技術は,溶融線近傍HAZの 粒成長を強力に抑制することを狙って,高温での熱的安定性に優れた酸化物や硫化物を鋼中に微細分散させ,顕著な 細粒化を通じてHAZ組織を微細化するものである。本技術の重要な点は,MgやCaを鋼中に適正に含有させることで,数10nm~数100nmの酸化物や硫化物を密に分散させる方法を工業的に確立したことにある。建築,造船,海洋構造物,ラインパイプなどに使用される厚鋼板に本技術を適用することにより,溶接鋼構造物の安全性・信頼性を確保する上で不可欠な溶接部靭性の向上が可能である。

#### **Abstract**

In order to produce high HAZ toughness steel plates with tensile strength of 490MPa or 590MPa class, the innovative technology for HAZ microstructure refinement, HTUFF®, has been developed. Fine dispersion of oxides and/or sulfides in steel has been tried to retard  $\gamma$  grain growth in the HAZ near a weld fusion line. It has been discovered that very small oxides and/or sulfides with sizes of several 10nm to several 100nm can be dispersed in steel by the appropriate addition of Mg and/or Ca into steel. Utilizing these fine particles containing Mg or Ca, the strong pinning technology to retard  $\gamma$  grain growth in a HAZ has been commercially established. Based on the concept of HTUFF providing excellent HAZ toughness, high-performance structural steel plates have been mass-produced.

# 1. 緒 言

近年,安全性向上,環境保護,エネルギー節約,資源開発環境の過酷化などの社会的要請から,溶接鋼構造物に対して信頼性向上,大型化,軽量化などが求められている。このような要請に対して,溶接鋼構造物として汎用的に用いられる引張強度が490~590MPa級の厚鋼板において,さらなる高靭性化,厚手化,高強度化などが重要な開発課題となっている。同時に,鋼構造物の建造コスト低減の観点から,大入熱溶接を用いた高能率な溶接施工の利用が増えている。このような背景から,大入熱溶接化,高強度厚手化,高靭性化の要求に対応した,溶接熱影響部(Heat Affected Zone: HAZ)の靭性に優れた厚鋼板の開発が強く求められている。

従来,HAZ靭性を高めた厚鋼板として,TiNによるピン止め効果を利用したTiN鋼が広く実用化されている<sup>1)</sup>。また,各種の析出物や酸化物をフェライト変態核として利用した粒内変態鋼も開発されている<sup>2,3)</sup>。しかしながら,強度,板厚,溶接入熱量,HAZ靭性の要求

レベルが高度化しつつある昨今では,従来鋼を用いても十分なHAZ 靭性が得られない場合があり,さらに高度なHAZ靭性向上技術の確立が望まれていた。

新日本製鐵(株)はこのようなニーズに対して,新しいHAZ細粒高 靭化技術' HTUFF'(エイチタフ): Super High HAZ Toughness Technology with Fine Microstructure Imparted by Fine Particles 'を開発することに成功した。本技術は,熱的に安定な酸化物や硫化物の微細粒子を鋼中に分散させ,単純なTINとは異なる新しいタイプの粒子を活用してHAZ組織を顕著に微細化する技術である<sup>4-7)</sup>。HTUFFを適用した厚鋼板は,大入熱溶接化,高強度厚手化,高靭性化の要求に対応した,良好なHAZ靭性を具備する新しい高性能厚鋼板である<sup>8-13)</sup>。本稿では,大入熱溶接化への対応を例にHTUFFの概略を説明し,次いで,工場製造材の実継手におけるHTUFFの有効性を示した。なお,本特集号ではHTUFFを適用した例として,建築,造船,海洋構造物,ラインパイプの各分野における開発鋼を紹介している。

<sup>\*(1)</sup> 鉄鋼研究所 鋼材第二研究部 主任研究員 千葉県富津市新富20-1 〒293-8511 TEL:(0439)80-2221

<sup>\*(2)</sup> 環境・プロセス研究開発センター 製鋼研究開発部 主任研究員

<sup>\*(3)</sup> 君津技術研究部 主幹研究員 工博

<sup>\*(4)</sup> 大分技術研究部 主任研究員

<sup>\*(5)</sup> 名古屋技術研究部 主任研究員

<sup>\*(6)</sup> 君津製鉄所 製鋼部 マネジャー

<sup>\*(7)</sup> 大分製鉄所 生産管理部 マネジャー

<sup>\*(8)</sup> 名古屋製鉄所 厚板工場 マネジャー

# 2. HAZ靭性向上の考え方

#### 2.1 大入熱溶接HAZ靭性の支配要因

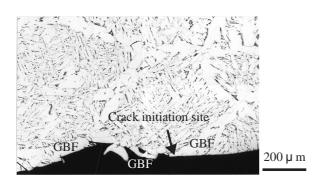
大入熱溶接を適用した490~590MPa級鋼の溶融線近傍HAZは, 1400 以上の高温に長時間にわたって加熱されることでオーステナ )粒が著しく成長し,これに変態温度域での小さな冷却速度 の影響が加わってHAZ組織が粗大化し,靭性が低下する。多くの場 合,粗大な 粒の粒界から粗大な粒界フェライト(Grain Boundary Ferrite: GBF) かフェライトサイドプレート(Ferrite Side Plate: FSP) が生成する。しかも,冷却速度が小さくなるほどGBFやFSPの発達 は著しくなる。490~590MPa級鋼に大入熱溶接を適用した場合に は,このような粗大組織の生成を避けることは難しい。

図1に490MPa級鋼エレクトロガス溶接継手の溶融線近傍HAZに おける脆性破壊発生点近傍のミクロ組織を示す。長径が数100 µmの 粗大なGBFが破壊の発生点となり,同時に破壊の伝播経路となって いる。これは,大入熱溶接によってGBFが粗大化したことに加え, 軟質組織であるGBFに衝撃ひずみが集中し, 脆性破壊が誘発された ものと考えられる14)。一方,粗大なFSPが生成する場合も靭性に対 して同様の有害性が確認されている。

以上から, 粒界から生成する粗大な変態組織が大入熱溶接HAZ 靭性を支配する重要な要因である。

## 2.2 大入熱溶接HAZ靭性に及ぼす 粒径の影響

上述した粗大なGBFやFSPの形態は,変態サイトである 粒界の 分布状態,つまり, 粒径の影響を受けると考えられる15)。そこ で, 粒径を三段階に制御することでGBFやFSPの形態を変化させ て靭性を調べた。ここでは、溶接入熱量が10kJ/mmのサブマージ アーク溶接(Submerged Arc Welding: SAW)と70kJ/mmのエレクトロ スラグ溶接 Electroslag Welding: ESW)を模擬した490MPa級鋼の再



490MPa級鋼のエレクトロガス溶接継手の溶融線近傍HAZにお ける脆性破壊発生点近傍のミクロ組織

Microstructure near crack initiation site in HAZ near weld fusion line of electrogas arc welded joint of 490MPa class steel

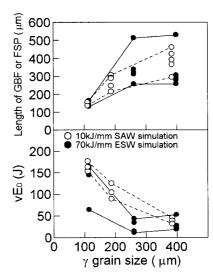
現HAZを調査した。図2に 粒径が約100 μ mと約400 μ mの場合に おけるSAW相当の再現HAZ組織を示す。再現HAZ組織の観察面に おける3.6mm2の範囲においてGBFとFSPの長径を大きい順に5つ測 定し、局部的に存在する粗大な組織のサイズを評価した。

図3に再現HAZの粗大組織サイズと靭性に及ぼす 粒径の影響を 粒径の減少に伴って粗大なGBFやFSPの長径が減少し,こ 示す。 れに連動して靭性が向上している。ただし, ESW相当の再現HAZで は , 粒径が400 µ m程度から250 µ m程度まで減少してもGBFやFSP の長径はそれほど減少しないため、必ずしも靭性は向上していな い。従って,靭性向上のためには,GBFやFSPが実質的に微細化す る程度まで 粒を小さくする必要がある。

以上から、 粒の細粒化によって 粒界から生成する変態組織を 微細化することが大入熱溶接HAZ靭性の向上に有効である。

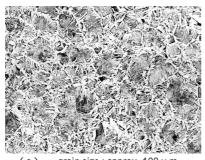
#### 2.3 HAZ組織制御の考え方

図4にHTUFFにおけるHAZ組織制御の考え方を模式的に示す。こ の図では,加熱時のHAZにおける 粒の分布状況と,その中の一つ の 粒について冷却後の変態組織を表している。(a)のTiN鋼は,溶 融線近傍で 粒成長を抑制することが難しく,粗大化した 粒の粒 界から粗大なGBFやFSPが生成する。(b)の粒内変態鋼は, 粒内に 粒内変態フェライト(IGF)が生成することで, 粒界からの変態組 織の発達を抑制する効果がある。これら従来技術に対して,(С)の HTUFF鋼は,溶融線近傍の 粒成長を強力に抑制して極限的な 細

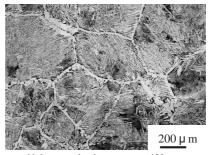


大入熱溶接を模擬した490MPa級鋼の再現HAZにおける粗大組 織サイズと靭性に及ぼす 粒径の影響

Influence of grain size on toughness and coarse microstructure size in simulated HAZ of 490MPa class steel corresponding to high heat input welding



grain size: approx. 100 u m



grain size: approx. 400 µ m (b)

図 2 10kJ/mmのSAWを模擬した490MPa級鋼の再現HAZ組織 Simulated HAZ microstructure of 490MPa class steel corresponding to SAW with 10kJ/mm

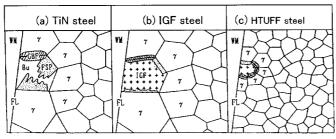


図4 HTUFFにおけるHAZ組織制御の考え方 Concept of HAZ microstructure control in HTUFF

粒化を目指したものであり、その効果によって 粒界から生成する 変態組織の微細化がはかられる。これがHTUFFの基本概念である。

#### 3. HAZ組織微細化技術 HTUFF "の開発

#### 3.1 粒成長抑制の考え方

一般に,結晶粒成長におけるピン止め効果はZenerの式(1)として表される<sup>16-18)</sup>。

$$R = (4/3) \cdot (r/f)$$
 (1)

ここで,R:結晶粒の半径,r:第二相粒子の半径,f:第二相粒子の体積率である。式(1)に基づくと,結晶粒成長を抑制するためにはr/fを小さくすることが基本的な考え方となる。HTUFFが対象とするのは溶融線近傍のHAZであるから,例えば1400 のような高温での第二相粒子の分散状態が重要である。従来鋼で広く用いられているTiNは,このような高温で長時間にわたって加熱されるとその大部分が固溶してfが減少し,溶け残った粒子は成長してrが増加するため,r/fが大きくなってピン止め力が低下する。

HTUFFが目指したピン止め強化の考え方は,まず第一に,1400のような高温で固溶や成長が生じにくい熱的に安定な第二相粒子を採用することである。第二に,このような第二相粒子を鋼中に微細かつ均一に分散させることである。HTUFFの開発では,このような考え方のもとで,高温での第二相粒子の分散状態を表すr/fを小さくすることを技術課題とした。ただしこの場合,破壊起点となるような粗大な第二相粒子の増加は避けなければならない。

# 3.2 新しいピン止め粒子の創出

HTUFFの開発では、熱的に安定な第二相粒子として酸化物や硫化物に着眼した。そして、OやSと親和力の強いMgやCaに注目し、これらの元素を鋼中に適正に含有させることで酸化物や硫化物を鋼中に微細分散させることを狙った。その結果、図5に例示するような新しいタイプのピン止め粒子を鋼中に微細かつ均一に分散させることに成功した。このとき、OとSの鋼中含有量は従来鋼と同等であり、破壊起点となるような粗大な酸化物や硫化物が増えることはない。

図5に示されたHTUFF鋼のピン止め粒子は,MgやCaを含有する数10nm~数100nmの酸化物や硫化物である。これらの微細粒子は1400 から水冷された鋼に観察されたことから,1400 の状態で固溶せずに残存していた粒子である。従来鋼の酸化物や硫化物は数

e control in HTUFF

Oxide containing Mg

Oxide containing Ca

Sulfide containing Mg

50nm

WM : Weld metal

: Fusion line

: Austenite

GBF: Grain boundary ferrite
FSP: Ferrite side plate
IGF: Intragranular ferrite
Bu: Upper bainite

FL

γ

TiN

50nm

図 5 HTUFF鋼のピン止め粒子の例 Examples of pinning particles in HTUFF steel

200nm

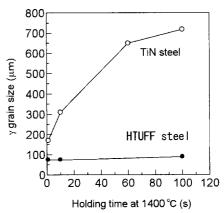


図 6 溶融線近傍HAZを模擬したHTUFF鋼とTiN鋼の 粒成長挙動の 比較

Comparison of grain growth behavior between HTUFF steel and TiN steel simulating HAZ near weld fusion line

μmの大きさであるから,これらの新しいピン止め粒子は従来の 1/100~1/10程度の大きさに微細化されており,鋼中に密に分散していることを特徴としている。つまり,高温での酸化物や硫化物の分散状態を表す r / f が従来鋼よりも格段に小さくなっていることを意味している。図 6 にHTUFF鋼とTiN鋼の 粒成長挙動を比較した例を示す。HTUFF鋼は溶融線近傍HAZを模擬した1400 で1~100s保持しても 粒がほとんど成長せず,従来は実現できなかった極めて強力なピン止め効果を発揮することがわかる。

#### 3.3 工場製造材の実継手におけるHTUFF効果

建築向け590MPa級鋼を例に,工場製造材の実継手における HTUFFの効果を説明する。表1に開発鋼の化学成分と板厚を示す。

表 1 建築向け590MPa級開発鋼の化学成分と板厚 Chemical composition and thickness of developed 590MPa steel plates for box columns

Chemical composition( mass % )									Thickness
С	Si	Mn	Р	S	Others	HTUFF	Ceq	Pcm	( mm )
0.10	0.16	1.56	0.006	0.002	Cu,Ni,Nb,V,Ti	treated	0.39	0.23	60, 80

Ceq=C+Si/24+Mn/6+Ni/40+Cr/5+Mo/4+V/14 Pcm =C+Si/30+( Mn+Cu+Cr )/20+Ni/60+Mo/15+V/10+5B

# 表 2 建築向け590MPa級開発鋼の溶接条件 Welding condition of developed 590MPa steel plates for box columns

-	Welding method	Welding pass	Welding heat input	Joint geometry	Skin plate	Diaphragm
	ESW	Single pass	87kJ/mm	T joint	80mm	60mm

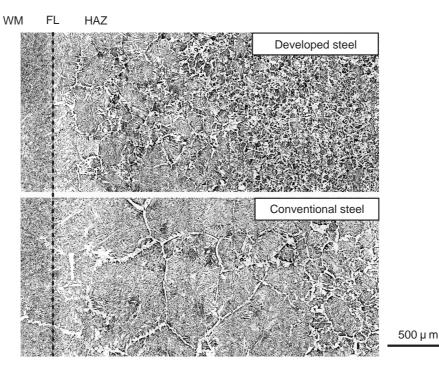


図 7 開発鋼と従来鋼 (TiN鋼) かESW継手におけるHAZ組織の比較 Comparison of HAZ microstructure in ESW joints between developed steel and conventional TiN steel

本鋼材では,工場製造においてMgやCaを鋼中に適正に含有させ, HAZのピン止め強化をはかった。開発鋼を表 2 に示す条件で溶接 し,ボックス柱のダイヤフラム溶接部を模擬した溶接継手を作製し た。比較のために従来鋼(TiN鋼)を同様の条件で溶接した。図7に 開発鋼と従来鋼のESW継手のHAZ組織を比較して示す。開発鋼の 溶融線近傍のHAZ組織は従来鋼に比べて著しく微細化している。こ の結果から,工場製造材の超大入熱溶接継手において,HTUFFによ る 細粒化の効果が明確に確認された。

# 4. 結 言

490~590MPa級厚鋼板における大入熱溶接化,高強度厚手化,高 靭性化の要求に対して,良好なHAZ靭性を達成することを目的に, 新しいHAZ細粒高靭化技術' HTUFF 'を開発した。本技術は,Mgや Caを含有する熱的に安定な酸化物や硫化物を鋼中に微細に分散さ せ,これらの微細粒子によって溶融線近傍HAZの 粒成長を強力に 抑制し,従来にない顕著な 細粒化を通じてHAZ組織を微細化する ものである。本技術を適用した厚鋼板は,建築,造船,海洋構造 物,ラインパイプなどの広い分野で使用され,現在までに28万トン 以上の出荷実績がある。今後,本技術の適用先はますます拡大する と予想される。

## 参照文献

- 1) 金沢正午 ほか:鉄と鋼 61(11) 2589(1975)
- 2) Imagumbai, M. et al.: Proc. Int. Conf. HSLA Steels 85 Beijing, ASM, 1985, p. 557
- 3) Tomita, Y. et al.: ISIJ Int. 34(10), 829(1994)
- 4) 植森龍治 ほか: CAMP-ISIJ .14 ,1174(2001)
- 5) 児島明彦 ほか:溶接構造シンポジウム2002講演論文集 2002 p 327
- 6) 児島明彦 ほか:まてりあ 42(1) 67(2003)
- 7) 児島明彦 ほか: CAMP-ISIJ .16 ,360(2003)
- Kojima, A. et al.: Proc. 20th Int. Conf. Offshore Mechanics and Arctic Engineering, Rio de Janeiro, ASME, MAT-3241, 2001
- 9) 児島明彦 ほか:日本建築学会大会学術講演梗概集 C-1 2001 p .761
- 10) 石田浩司 ほか:溶接学会全国大会講演概要集 .70 2002 p 214
- 11) 皆川昌紀 ほか:溶接構造シンポジウム2002講演論文集 2002 p 331
- Nagai, Y. et al.: Proc. 22th Int. Conf. Offshore Mechanics and Arctic Engineering, Cancun, ASME, 37436, 2003
- Terada, Y. et al.: Proc. 22th Int. Conf. Offshore Mechanics and Arctic Engineering, Cancun, ASME, 37391, 2003
- 14) Tweed, J.H. et al.: Acta metall 35(7), 1401(1987)
- 15) 飴山恵 ほか:鉄と鋼 .74(9) ,1839(1988)
- 16) Zener, C. quoted by Smith, S.: Trans. AIME. 175, 15(1948)
- 17) Nishizawa, T. et al.: Mat. Trans. JIM. 38(11), 950(1997)
- 18) Manohar, P.A. et al.: ISIJ Int 38(9), 913(1998)