

船舶用ガスパイプラインのステンレス鋼接合技術の開発

広島大学 先進理工系科学研究科
助教 崔 正原

1. はじめに

液化天然ガス(LNG)パイプラインの安全性向上と CO₂ 排出量削減に向けて、材料の極低温破壊靱性向上が重要となっている。現行の溶接方法としては、アーク溶接が代表的に使用されており、アーク溶接特有の高入熱量により継手部分の結晶粒で粗粒化が発生する 1)。一方、近年様々な産業分野で適用例が増えている固相接合法を用いた場合、低入熱接合法であることに起因して継手部分に微細化された結晶粒を形成させることができると著者らは考えた。しかしながら、微細化された結晶粒を持つ継手の衝撃吸収エネルギーなど機械的特性の調査は僅少である。そのため著者らは極低温接合が可能な固相接合法である、線形摩擦接合法 (Linear Friction Welding: LFW) に注目した。LFW の主な接合パラメータとしては、印加圧力、周波数、振幅の 3 つが挙げられ、特に印加圧力の増加に伴ってピーク接合温度が低下することが報告されている 2)。そこで本研究では継手への影響が最も支配的である印加圧力条件に注目したうえ、条件を適宜変更しながら SUS 継手を作製し、それらの衝撃特性および微細組織の調査により、継手強化メカニズムの解明を実施した。

2. 実験方法

2.1. 供試材

供試材として、SUS304 鋼を使用した。供試材の寸法は全て $5\text{ mm}^T \times 20\text{ mm}^W \times 65\text{ mm}^L$ であり、接合面は $5\text{ mm} \times 20\text{ mm}$ である。各供試材とも冷間圧延状態であり、接合面はフライス盤で加工を施し実験に供試した。

2.2. 接合条件

線形摩擦接合の条件は、印加圧力を 100 MPa、および 250 MPa と 350 MPa とし、周波数を 25 Hz、振幅を 2mm で一定とした。また、本接合では寄り代制御を利用し、設定した寄り代が 3 mm であるため、接合中に両試験片が変形して軸方向に 3mm 短くなった時点で振動を停止し始め、自動で接合を完了した。

2.3. 機械的性質評価

継手の機械的性質については、ビッカース硬さ試験および接合中心部でのシャルピー衝撃試験による調査を行った。なお、衝撃試験時の温度条件は室温である 25°C、液化天然ガスの温度である -163°C、およびその中間の温度である -75°C である。衝撃試験片については、接合部のバリをフライス加工、手研磨によって除去した後、ワイヤ放電加工機にて Fig. 1 に示す形状に加工する工程を経て作製した。

2.4. 継手微細組織観察

各条件の接合により得られた継手接合部分をワイヤ放電加工機にてサンプリングを行った。その後、継手断面をエメリー紙#80 から#4000 まで湿式研磨後、70%過塩素酸溶液と酢酸を 1:9 で混合させた混合液を用いた上、電圧 20V を負荷し、15 秒間の電解研磨を実施した。得られた試料から接合部の組織を評価するために電子後方散乱回析法 (Electron Backscatter Diffraction: EBSD) および透過型電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscope: TEM) を用いて結晶粒径、低角粒界および結晶方位差分布を含む接合界面の詳細な調査を実施した。なお、TEM 試料については集束イオンビーム (Focused Ion Beam: FIB) を用いて加工を行った。また、衝撃試験後の詳細な破断面観察を目的として、破断試験片を走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope: SEM) による詳細な微細組織の観察を実施した。

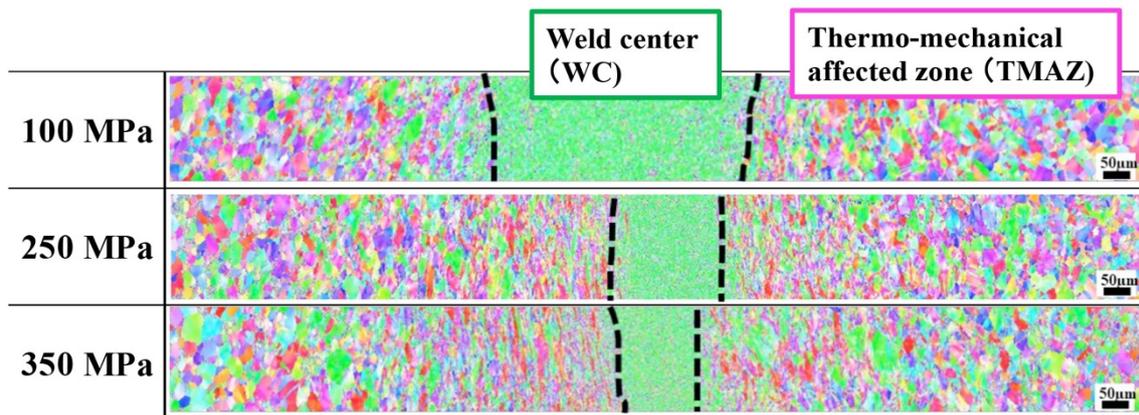
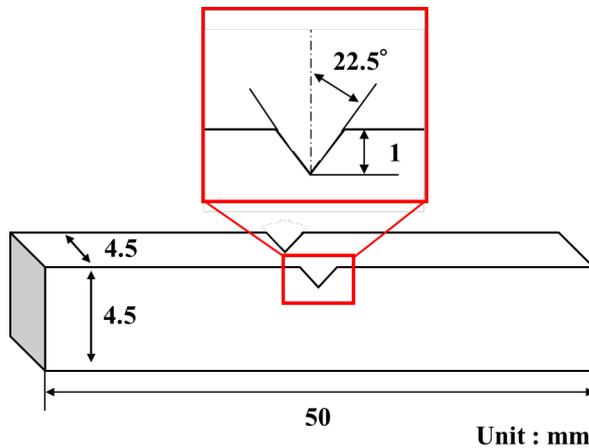


Fig. 2. 異なる印加圧力で得られた継手のマクロ組織

3. 実験結果及び考察

3.1. 印加圧力による結晶粒径への影響

Fig. 2 に異なる印加圧力で得られた継手のマクロ組織を示す。印加圧力 100 MPa、250 MPa、350 MPa の条件で接合を行った結果、全ての条件で継手の作製に成功し、目に見える接合欠陥は確認されなかった。LFW された継手は、接合中心部と変形領域が形成される。LFW 中に高温で大きなひずみが導入するため接合中心部では動的再結晶が発生する。変形領域では、動的再結晶が発生しないが、摩擦熱とひずみの影響が与えられ、塑性変形が発生される。

得られた SUS304 継手の接合中心部 EBSD 観察結果および TEM 観察結果を Fig. 3 に示す。Fig. 3 の上図は結晶方位分布を示す IPF map (Inverse Pole Figure map)、Fig. 3 の下図は TEM による組織画像である。以下に得られた知見を示す。上図 IPF map および下部 TEM 組織画像から、印加圧力の上昇に伴って結晶粒径が微細化されたことが分かる。印加圧力 100 MPa での継手接合中心部では平均 $3.08\mu\text{m}$ の結晶粒が形成しており、印加圧力 250 MPa と 350 MPa での継手接合中心部ではそれぞれ平均 $1.21\mu\text{m}$ と $0.83\mu\text{m}$ の結晶粒が形成していることが分かり、100 MPa から 350 MPa までの印加圧力増加に伴って、晶粒径が半分程度まで微細化された。これは前述の通り、LFW 特有の性質として、印加圧力の上昇に伴って接合ピーク温度が低下する 2) ため、より高印加圧力接合である 250 MPa 継手では、低い接合温度に起因して結晶粒の成長が抑制されたことで、結晶粒径が微細化されたと考えられる。

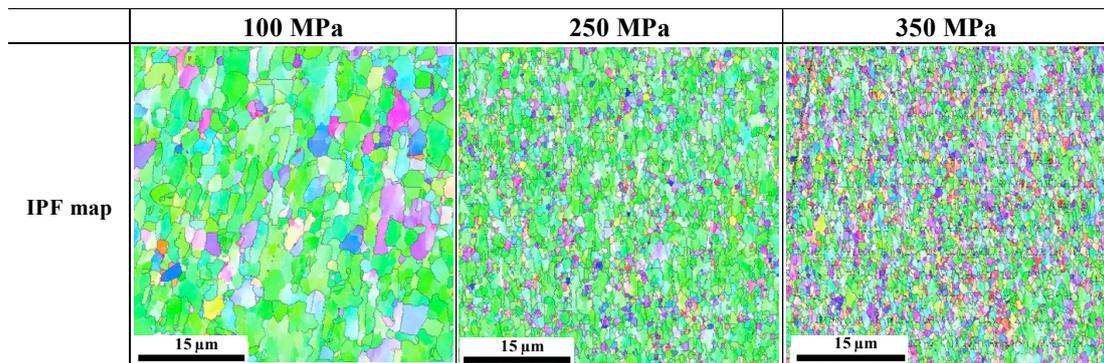


Fig. 3. 接合中心部の微細組織

3.2. 印加圧力による TMAZ での転位密度への影響

印加圧力 100 MPa および 250 MPa で得られた SUS304 継手の変形領域 (TMAZ) の EBSD 観察と TEM 観察結果を Fig. 4 に示す。Fig. 4 上図は IPF map、Fig. 4 下図はひずみ分布を示す KAM map (Kernel Average Misorientation map) と TEM による組織画像である。以下に、得られた知見を示す。KAM map から、印加圧力の上昇に伴って接合部のひずみ量が増加していることがわかる。このときのひずみとは隣接する結晶粒との方位差を表しており、ひずみ量が多い、つまり結晶方位差が大きいということは観察された材料内で転位密度が高まっていることを示す。したがって、TEM 画像からも確認できるように、250 MPa の高印加圧力では転位密度が高まっていることを意味している。LFW 接合部に転位密度が発生する原因としては、LFW 中のプロセスにより、高い加圧力で大きな塑性変形が発生したことに起因すると考えられる。そのため、より高

い印加圧力で接合を行った場合、より大きな塑性変形が発生するため、転位密度が高まったと考えられる。

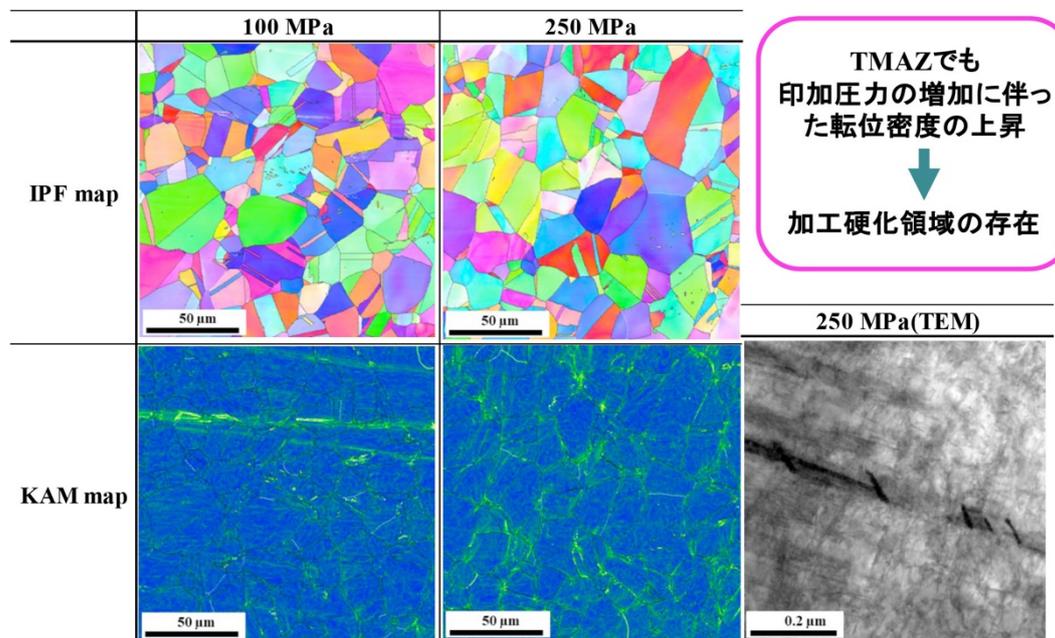


Fig. 4. 変形領域の微細組織

3.3. 継手の機械的性質

Fig. 5 に異なる印加圧力で得られた継手のビッカース硬度分布の結果を示す。各印加圧力の条件で接合部全体の軟化を抑制することに成功した。これは、LFW が他接合方法と比較して非常に低入熱で接合できることに起因する結果であると考えられる。印加圧力の増加に伴って、結晶粒径が減少すると共に粒内で形成されている低角粒界や、転位密度が増加するため、接合中心部の硬さの値が高くなるのが確認されている。硬さ分布を界面から 5 mm 離れている領域まで測定されており、これらの領域まで、印加圧力が高くなることによって硬さの値が高くなることから、TMAZ 領域は、広がっていることがわかった。

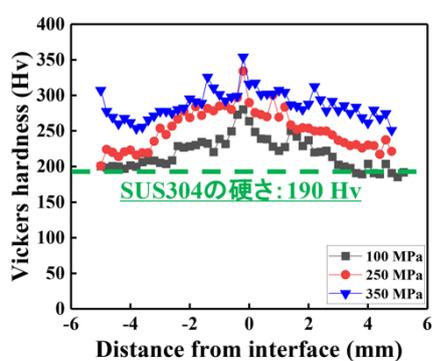


Fig. 5. 硬さ分布

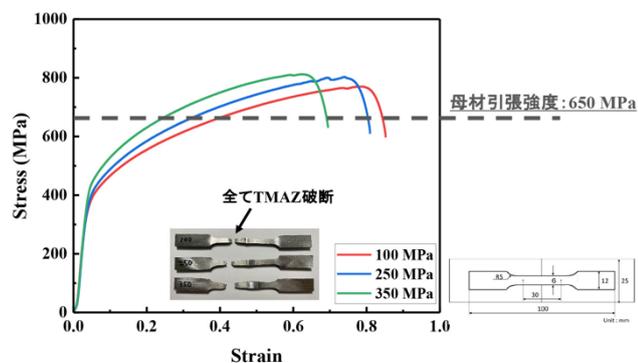


Fig. 6. 応力-ひずみ曲線

また、各継手の機械的性質を評価するために、引張試験を行い応力ひずみ曲線の結果を Fig. 6 に示す。印加圧力の増加に伴って、継手の引張強度と降伏強度が高くなることが確認され、破断伸びが低下することがわかった。これらの結果は、印加圧力が高いほど接合温度が低下され、接合領域の硬さの値が増加する。このような結果により、継手強度は、増加するが、材料が伸びにくくなっていると考えられる。また、全ての引張試験片が TMAZ 領域で破断しており、そのため、LFW された SUS304 継手の引張特性の結果は、転位密度の影響が最も支配的であることが示唆されている。

3.4. 継手の衝撃特性

Fig. 7 に各継手と母材のシャルピー衝撃試験により得た衝撃吸収エネルギーおよび試験時の荷重変位曲線を示す。印加圧力の低い 100 MPa 継手の方が印加圧力のより高い 250 MPa 継手に比べ、衝撃吸収エネルギーが高くなる結果が得られた。また、測定温度が低いほど衝撃吸収エネルギーが低くなるのが確認されている。これらの結果は主に結晶粒界と転位密度によるものと考えられる。

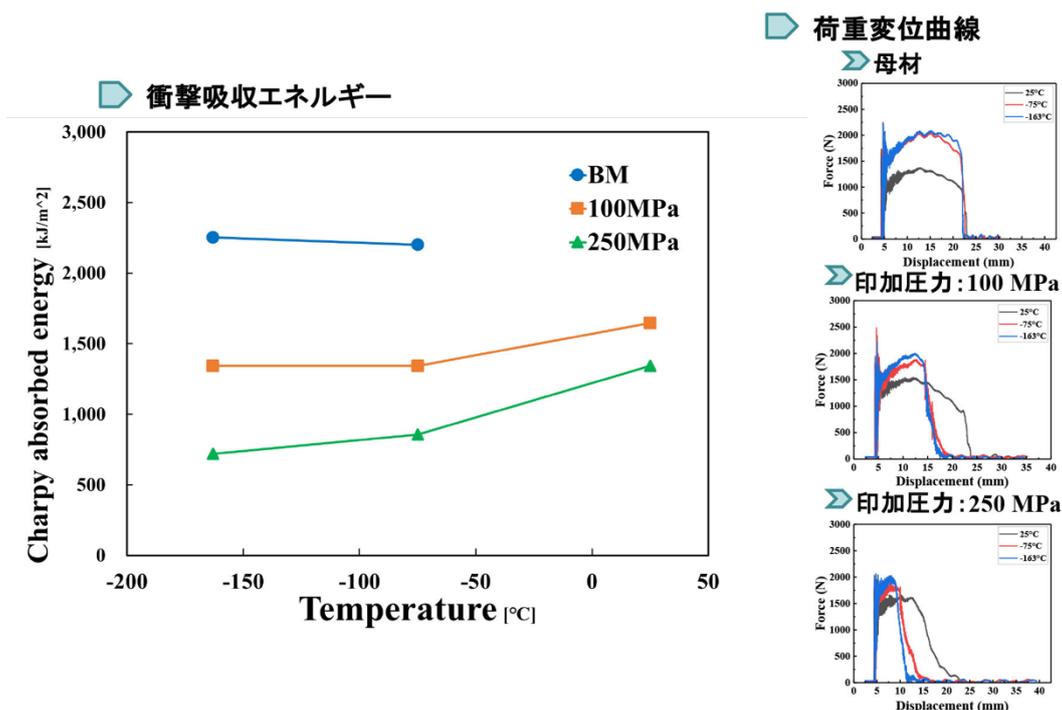


Fig. 7. 継手の衝撃特性と吸収エネルギー

異なる印加圧力で得られた継手の吸収エネルギーの結果についてさらに調査するために、各継手における破断面を SEM で観察しており、それらの結果を Fig. 8 に示す。ほとんどの破断面で延性破壊よりへき開破壊が発生していることが見られている。これらの結果によって、破断の伝播は主に粒界よりも粒内に沿って発生していることが予測されている。この場合、破断時の吸収エネルギーの結果において、結晶粒界よりも転位密度の影響がより支配的だったと考えら

れる。これらの結果により、250MPaと比較して100MPaでの高い吸収エネルギーの結果は、接合領域でのより低い電位密度によるものと推測される。

一方で、より高い印加圧力である250MPaで得られた継手では、測定温度関係なく、全ての領域でへき開破壊が発生しているが、より低い印加圧力である100MPaでは、測定温度-75°Cで青い点線で示している領域でディンプルが観察され延性破壊が発生していることがわかった。100MPa、-75°Cにおいて、より高い吸収エネルギーは、このような延性破壊の発生が寄与されたと考える。延性破壊領域の場合には粒内だけでなく粒界破壊も発生すると考えられ、衝撃負荷時の破断が金属内の結晶粒径に沿って発生するため、印加圧力が低く結晶粒径が大きい100MPa継手では破断が大きな結晶粒を迂回し、衝撃吸収エネルギーが高くなったと考えられる。

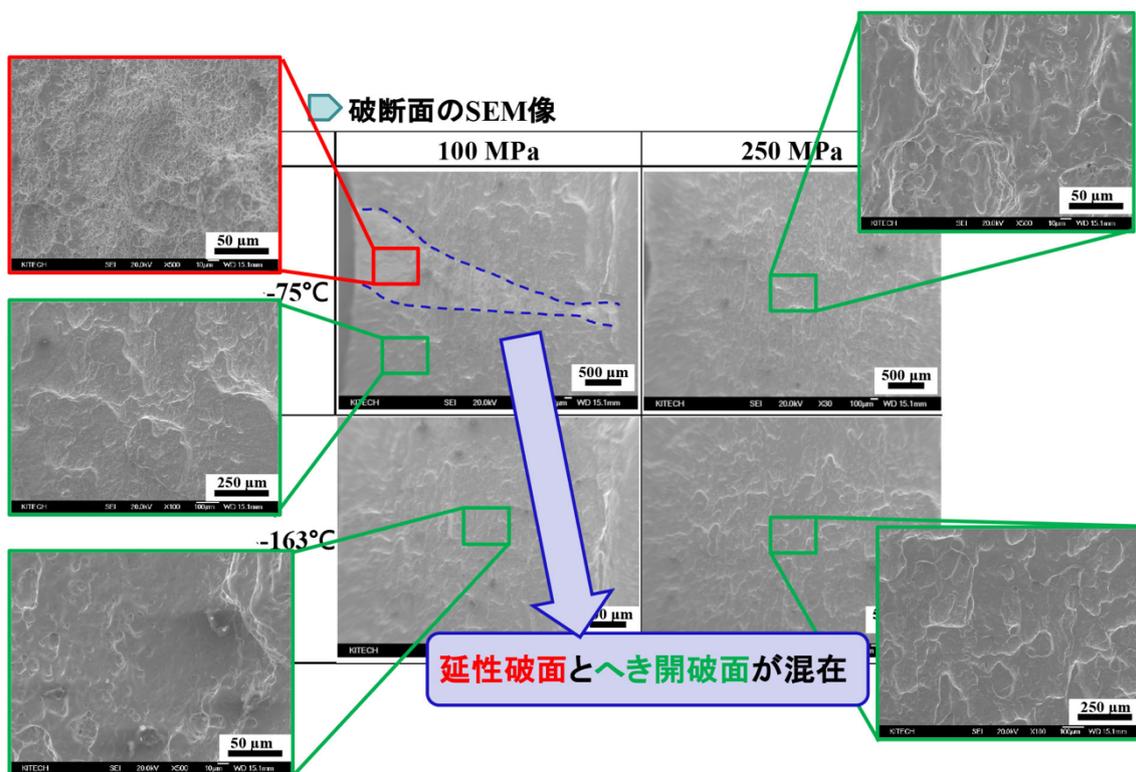


Fig. 8. 衝撃試験片の破断面

4. まとめ

本研究では、LFWを用いてSUS304合金の接合を行い、得られた継手の微細組織、硬さ分布、引張特性と衝撃特性を調査し、それらの結果に及ぼす印加圧力の影響を調査することにより、微細組織、機械的性質、衝撃特性の相関関係を解明した。得られた結果は、以下の通りである。

- (1) 接合時の印加圧力が增加することで、接合温度が低下すると共に導入されるひずみ量が増加するため、継手における結晶粒が微細化され、転位密度が増加した。
- (2) 接合時の印加圧力が增加することで、加工硬化領域が大きく形成するため、引張強度が増加した。引張試験片の破断位置は全てTMAZであるため、継手強度の増加は転位密度や、低角粒界の密度が高くなったためであると考えられる。

- (3) 印加圧力の減少に伴って転位密度が低くなることに起因して、より転位密度の低い 100 MPa で得られた継手の方が高い吸収エネルギーを示した。

参考文献

- 1) J.H. Kim, S.W. Choi, D.H. Park, J.M. Lee, Charpy impact properties of stainless steel weldment in liquefied natural gas pipelines: Effect of low temperatures, *Materials and Design* 65 (2015) 914–922.
- 2) R. Kuroiwa, H. Liu, Y. Aoki, S. Yoon, H. Fujii, G. Murayama, M. Yasuyama, Microstructure control of medium carbon steel joints by low-temperature linear friction welding, *Science and Technology of Welding and Joining* 25 (2020) 1-9.