

(論文)

耐遅れ破壊特性に優れた1600MPa級高強度ボルト用鋼

Improved Delayed Fracture Resistance in 1600MPa Class Ultra-high-strength Bolt Steel



並村裕一*
Yuichi Namimura



藤田 学*
Manabu Fujita



茨木信彦*
Nobuhiko Ibaraki



隠岐保博*
Yasuhiro Oki

Demands for high strengthening of the bolts used in automobiles, civil engineering and construction, and industrial equipment, are strong. However, as the tensile strength in such bolts increases, they become more susceptible to delayed fractures. Conventional quenched and tempered low alloy steels are susceptible to delayed fractures when their tensile strength exceeds 1 200MPa. Experiments in this study showed that cold-drawn pearlite steels with a tensile strength of 1 600MPa had delayed fracture properties that were as good as a SCM435 steel with a tensile strength of 1 200MPa.

まえがき = ボルトは自動車用, 土木・建築用, 産業機械用などさまざまな分野で使用されており, 非常に重要な締結部品である。使用される場所や目的, ボルト強度, 締付け方法などは多種多様であり, 各必要特性に応じて材料が選定されている。鋼種は, 炭素鋼や合金鋼などの広範囲の中から選択される。

ボルトを高強度化し, ボルトのサイズダウンを図ったり使用本数を低減したいというニーズは以前から高かった。しかしボルトの高強度化に際し, どうしても克服しなければならない課題がある。それは遅れ破壊 (Delayed fracture) という問題である¹⁾²⁾。この遅れ破壊とは, 締付けられていたボルトがある時突然脆性的に破壊する現象であり, ボルト強度が高いほどその発生の危険性は高い。例えば図1のように, 焼入れ焼戻し処理した通常の低合金鋼では, 引張強さが1 200MPa以上になると遅れ破壊感受性が高くなることが知られている¹⁾²⁾。

そこで著者らは, 1 600MPa以上の高強度域においても耐遅れ破壊性に優れている冷間伸線加工されたパーライト組織^{3)~8)}に注目した。本報告では, 1 600MPa級高強度ボルト用鋼の耐遅れ破壊特性改善の考え方について述べ, さらに, 実際に冷間伸線加工されたパーライト鋼を用いて作製したボルトと従来ボルトとの耐遅れ破壊性を比較した結果について述べる。

1. 耐遅れ破壊性改善の考え方

遅れ破壊の起点は, 旧オーステナイト結晶粒界といわれている¹⁾。SCM435などの一般の低合金鋼を用いて1 200MPa以上の高強度化を図るには, 焼戻し温度を下げる必要があり, 図2(a)に示すように, 旧オーステナイト結晶粒界に板状のセメントライトが析出する^{9)~12)}。

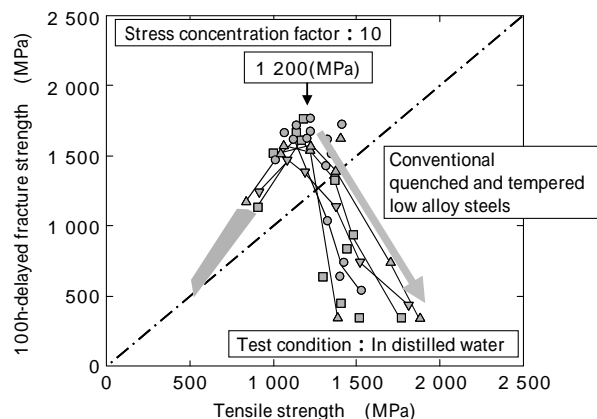


図1 耐遅れ破壊強さと引張強さの関係¹⁾²⁾

Fig. 1 Effect of tensile strength on delayed fracture strength¹⁾²⁾

この板状セメントライトが粒界強度を低下させ, 遅れ破壊特性を大きく劣化させる原因のひとつと考えられている^{9)~12)}。

現在, 1 200MPa以上でも耐遅れ破壊性を確保できる高強度ボルト用鋼が開発され, 一部実用化されている^{13)~16)}。それらは焼入れ焼戻しを前提として, 図2(b)のようなマイクロ組織 (高温焼戻し型マルテンサイト鋼) を狙い, 以下のような手段で耐遅れ破壊性の改善を図っている。

不純物のP, Sを極力減らすとともに, P, Sの粒界偏析を促すMnを減らすことにより, 旧オーステナイト結晶粒界の強化を図る¹⁷⁾。

Ti, Nb, Vなどの添加により旧オーステナイト結晶粒を微細化し, 粒界強化を図るとともに鋼材の靱延性を向上させる。

析出硬化型の元素であるMo, V, Tiなどを添加し, 高温焼戻し処理を行うことにより, 微細な炭窒化物を析

* 鉄鋼部門 神戸製鉄所 糸鋼開発部

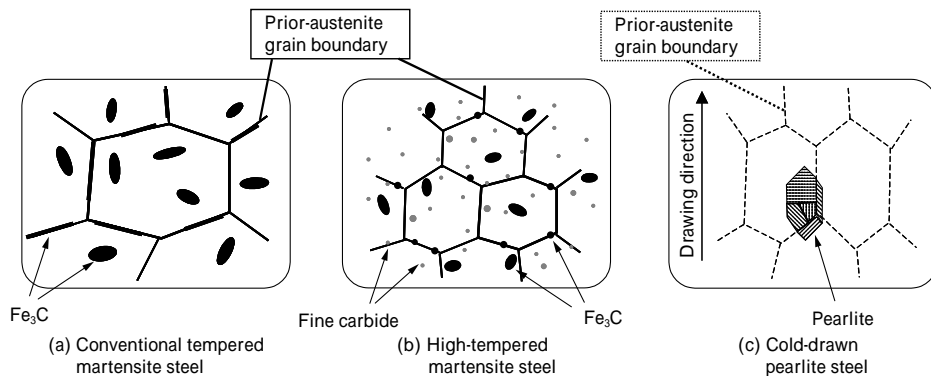


図2 (a) 通常焼戻しマルテンサイト鋼のマイクロ組織模式図, (b) 高温焼戻し型マルテンサイト鋼のマイクロ組織模式図, (c) 冷間伸線加工されたパーライト鋼のマイクロ組織模式図

Fig. 2 (a) Schematic illustration for microstructure of conventional tempered martensite steel
(b) Schematic illustration for microstructure of high-tempered martensite steel
(c) Schematic illustration for microstructure of cold-drawn pearlite steel

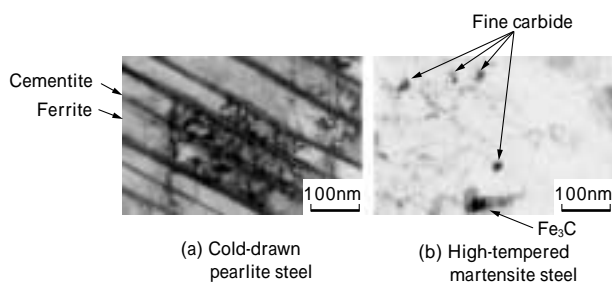


写真1 TEM 組織写真
Photo 1 TEM micrograph

出させ、更に旧オーステナイト粒界のフィルム状セメンタイト析出を防止し、粒界強度の低下を抑制する。

しかしこの高温焼戻し型マルテンサイト鋼においても、遅れ破壊発生の起点となる旧オーステナイト結晶粒界は存在する。従って強度レベル、環境条件によっては、遅れ破壊の発生を完全に避けることは困難と考えられる。

そこで、今回設定した引張強さ 1 600MPa を超える領域では、さらに耐遅れ破壊特性を改善する必要があり、焼戻しマルテンサイト鋼に替るマイクロ組織として、冷間伸線加工されたパーライト組織(以下、パーライト鋼線)に注目した。

図2(c)に示すように、パーライト組織では旧オーステナイト結晶粒界が組織変態時に残存することなく、遅れ破壊の起点になり得ない。しかも水素トラップ能力の観点においても、高温焼戻しマルテンサイト鋼よりも優れている。写真1(a)に示すように、パーライト鋼線はフェライトとセメンタイトの層状組織であり、伸線加工によりフェライト中に転位が付与される。写真1(b)に示すような高温焼戻し型マルテンサイト鋼においても、

セメンタイトや微細な合金系炭化物が析出するが、パーライト鋼の方が水素トラップサイトとなり得るフェライトと、セメンタイトの界面の面積率が多く、またフェライト中にも転位が導入され、より多くの水素をトラップすることができる。

2. 実験方法

2.1 試験ボルトの製造方法

試験材の化学成分を表1に示す。鋼AはJIS-SWRS82Bに0.18%程度Crを添加した鋼種である^{6)~8)}。鋼Bは焼入れ焼戻しにより通常 1 200MPa 級に使用されているSCM435である。

表2に製造工程およびボルト実体の引張強さを、写真2に表2の製造工程により作製し、実験に供したボルト外観写真を示す。ボルトAは、鋼Aを用い、鉛パテティング処理した後、伸線、ボルト成形を行い、200 × 60min のストレスリリーフ処理を行った。ボルト引張強さは 1 645MPa であった。ボルトBは、鋼Bを用い、ボ

表1 試験材の化学成分
Table 1 Chemical compositions of tested steels (mass%)

Steel	Material	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
A	SWRS82B + Cr	0.82	0.23	0.78	0.014	0.005	0.18	-
B	SCM435	0.35	0.18	0.77	0.015	0.015	1.00	0.18



写真2 試験ボルト外観
Photo 2 Appearance of test bolt

表2 製造工程およびボルト強度
Table 2 Manufacturing process of specimen and bolt strength

Bolt	Manufacturing process	Bolt size	Nominal stress area (mm ²)	Tensile strength of bolt product (MPa)
A	Lead patenting Cold-drawing Bolt forming Stress relieving	M9 x P1.25	48.1	1 645
B	Bolt forming Quech and temper			1 252

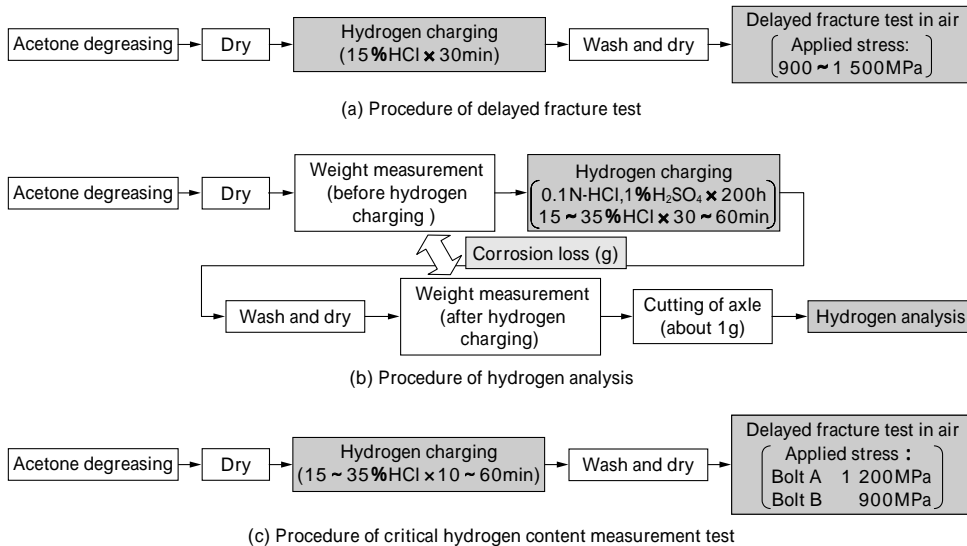


図3 試験および分析手順
Fig. 3 Procedure of test and analysis

ルト成形後に焼入れ焼戻し処理を行ったもので、ボルト強度は1 252MPaであった。またボルトA、Bともに引張試験時の破断位置はねじ部であった。

これらのボルトを用いて、遅れ破壊試験および各環境下における侵入水素量、限界水素量を測定した。

2.2 遅れ破壊試験

耐遅れ破壊特性は、酸大気遅れ破壊試験によって評価した^{18),19)}。図3(a)に示すように、各ボルトをアセトン脱脂した後、乾燥し、15% HCl x 30min 浸漬した。その後、水洗・乾燥し、大気中で応力を負荷させ100時間遅れ破壊試験を行った。

2.3 各環境下における侵入水素量の測定

各酸浸漬条件で水素チャージを行い、そのときに侵入する水素量を測定した。

水素分析手順を図3(b)に示す。各ボルトをアセトン脱脂後、乾燥し、重量測定(水素チャージ前)した後、各条件で水素チャージを行った。その後、水洗・乾燥し、再度重量測定(水素チャージ後)し、ボルト軸部から約1g程度を切断し、水素分析を行った。

水素チャージ条件としては、実体ボルトの遅れ破壊試験条件として採用されている0.1N-HCl x 200h 浸漬^{15),20)}、1% H₂SO₄ x 200h 浸漬²⁰⁾、および更に強酸環境の15 ~ 35% HCl x 30 ~ 60min 浸漬した後の水素量を測定した。

水素分析は、日立東京エレクトロン(株)製超高感度ガス分析装置UG-240APNに、試料の昇温機構として真空理工(株)製E410-7101型赤外線イメージ炉を組付けた大気圧イオン化質量分析計(Atmospheric Pressure Ionization Mass Spectrometer)を使用した^{21),22)}。測定には、キャリアガスとして流量800ml/minのArガスを使用し、室温~500℃まで昇温速度:12℃/minで加熱し、30sごとに検出される水素量を測定した。

2.4 限界水素量の測定

図3(c)に示すように、酸大気遅れ破壊試験と同様の手順で、ボルトを水素チャージ後、大気中で所定の応力を負荷する方法により、限界水素量を求めた。このとき水素量(水素チャージ量)を変化させて試験を行い、100

時間で破断しなかった最大のの水素量を限界水素量と定義した。

またこのときの水素チャージ条件は、15 ~ 35% HCl 溶液を使用し、HCl 濃度・浸漬時間を変化させて水素チャージ量を変化させた。応力負荷条件はボルトAの場合1 200MPa(1 600 MPa x 0.75)、ボルトBの場合は900MPa(1 200 MPa x 0.75)とした。

各環境下(水素チャージ後)における水素量が多いボルトは、耐遅れ破壊特性に有害な水素を吸収しやすいことを表し、また限界水素量が高いボルトは、水素に対する抵抗力が高く、耐遅れ破壊性に優れたボルトであることを意味する。

3. 実験結果および考察

3.1 遅れ破壊試験結果

図4に15% HCl x 30min 浸漬したボルトを用いて酸大気遅れ破壊を行った結果を示す。横軸は遅れ破壊時間、縦軸に負荷応力を示す。それぞれ最大負荷応力としてボルト引張強さの約90%の応力(ボルトA:1 500MPa、ボルトB:1 150MPa)を負荷した結果、ボルトA、Bともに5本中1本のみ破断した。ボルトA、Bのボルト引張強さが異なり単純には比較できないが、ボルトAの遅れ

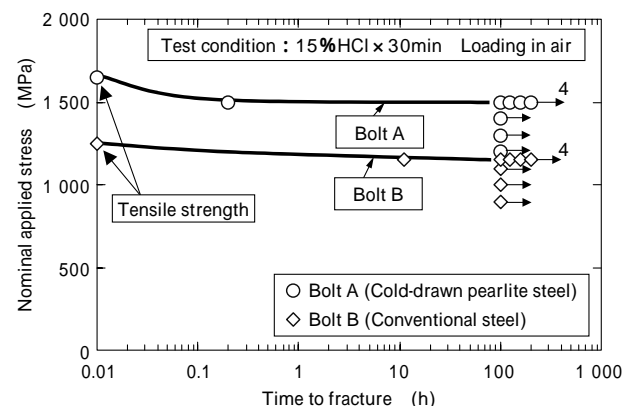


図4 酸大気遅れ破壊試験結果
Fig. 4 Delayed fracture test in acid immersion and atmosphere

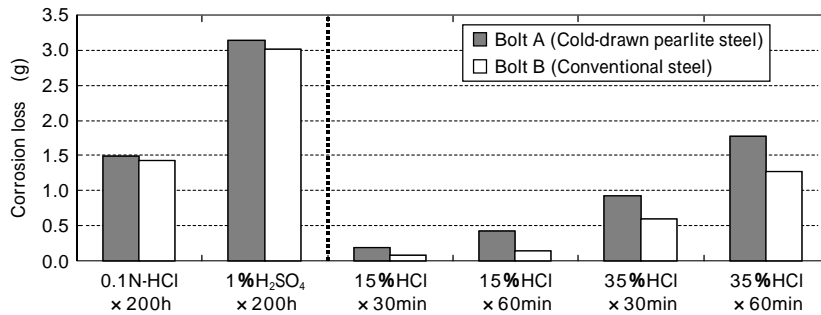


図5 腐食減量
Fig. 5 Corrosion loss

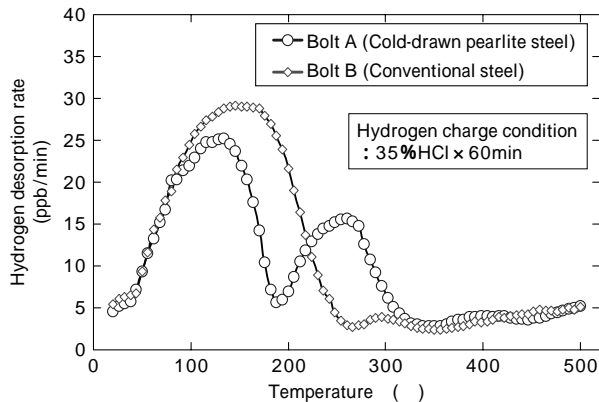


図6 水素放出曲線
Fig. 6 Hydrogen release curves during continuous heating

破壊を起こさない応力はボルトBよりも高い結果となった。つまり、ボルトAは、ボルトBよりも高い遅れ破壊強さを持つことを意味している。

3.2 各環境下における侵入水素量

水素チャージ前後の重量測定より求めた腐食減量の測定結果を図5に示す。1N-HCl × 200h 浸漬、1% H₂SO₄ × 200h 浸漬時の腐食減量は、ボルトA、Bともにほぼ同等の腐食減量であったが、15~35% HCl × 30~60min 浸漬した後の腐食減量は、ボルトAの方がボルトBよりも若干多かった。

水素チャージ条件 35% HCl × 60min 浸漬した後の水素放出曲線を図6に示す。400 以下の水素量はボルトBでは一つのピークの水素量しか検出されなかったのに対し、ボルトAでは、約 200 以下の水素ピーク（第1ピーク）と約 200 ~ 400 温度域で検出される水素ピーク（第2ピーク）に分離し、検出された。

これらの結果は、高井ら^{3)~5)}の報告にある焼戻しマル

テンサイト鋼のPC鋼棒とパーライト鋼線のPC鋼線を用いて得られた実験結果と同じ傾向を示す。パーライト鋼線の第1ピークの水素は、室温でも拡散し遅れ破壊に直接影響を及ぼす水素、第2ピークの水素は、鋼材に比較的強くトラップされていることより遅れ破壊に直接影響を及ぼさない水素と考えられている^{3)~5)}。また高井ら⁴⁾は、強伸線加工した純鉄および共析鋼の回復・再結晶過程の下部組織変化と水素吸蔵特性の関係から、第1ピークの水素は、フェライト中の点欠陥、原子空孔のクラスタの消滅による放出、および転位からの水素の脱離による放出が重複したものの、第2ピークの水素は、セメントタイト中の格子欠陥からの放出水素、あるいはフェライト/セメントタイトの不整合界面からの放出水素である可能性を報告している⁴⁾。

それぞれの酸浸漬条件で水素チャージした後の水素量の測定結果を、図7にまとめる。0.1N-HCl × 200h 浸漬、1% H₂SO₄ × 200h 浸漬では、ボルトBではほとんど検出されず、ボルトAでは第2ピークで約 0.20ppm 検出されたものの第1ピークはほとんど検出されなかった。

15~35% HCl × 30~60min 浸漬した場合は、ボルトAの第2ピークの水素量は約 0.20~0.25ppm となり、更に、ボルトAの第1ピークと第2ピークを合計した量がボルトBの水素量とほぼ同じとなった。

ボルトAでは、侵入した水素を遅れ破壊に影響を及ぼさない第2ピークの水素としてトラップすることにより、遅れ破壊に悪影響を及ぼすと考えられる水素量（第1ピーク）を低減させていると考えられる。

3.3 限界水素量

図8に、ボルトAとBの水素量と遅れ破壊破断時間の関係を示す。ボルトAの水素量は、第1ピークと第2ピ

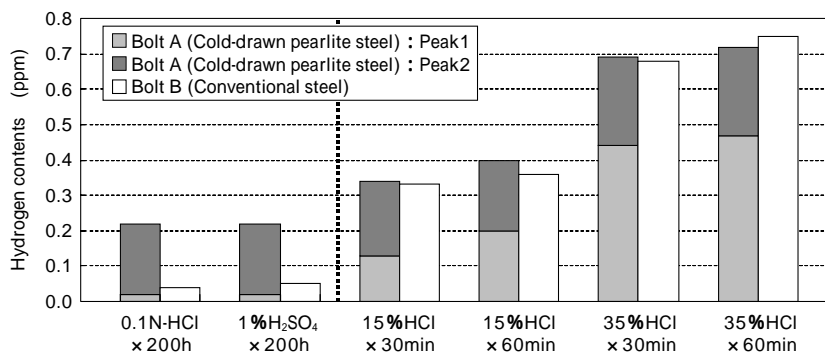


図7 侵入水素量
Fig. 7 Absorbed hydrogen contents

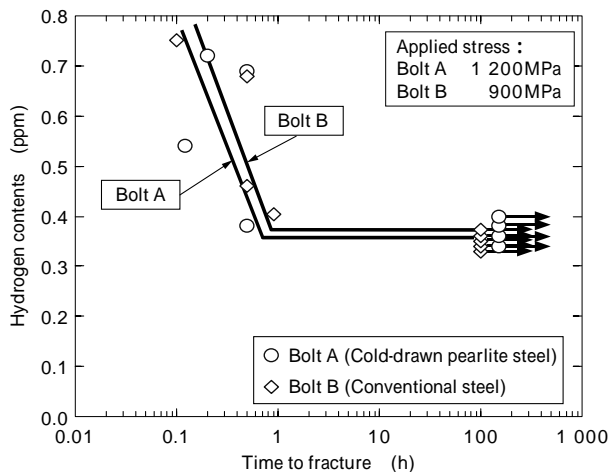


図8 限界水素量
Fig. 8 Critical hydrogen contents

ークの合計量とした。その結果、ボルト A の限界水素量は 0.36ppm, ボルト B のそれは 0.37ppm となった。ボルト A は B に比べ、ボルト強度が高く、更に負荷応力が高いにもかかわらず、1 200MPa 級として使用実績のあるボルト B と同等の限界水素量を示した。更にこの限界水素量の値は、遅れ破壊試験条件として採用されている 0.1N-HCl × 200h 浸漬、1% H_2SO_4 × 200h 浸漬時に侵入した水素量よりも高かった。

写真 3 に遅れ破壊を起こしたボルト A, B の破面写真を示す。ボルト B では粒界破面を呈していたのに対し、ボルト A では若干脆性的な破面ではあるが粒内破壊であった。ボルト B では、旧オーステナイト結晶粒界に水素が集積し、粒界強度が弱められ粒界破壊を起こしたのに対し、ボルト A では冷間伸線加工されたパーライト組織であるため旧オーステナイト結晶粒界が残存せず、粒界破壊が抑制されたと考えられる。

1 600MPa 級のボルト A が、1 200MPa 級のボルト B とほぼ同じ限界水素量を示した理由としては、以下のよう

に考えられる。侵入した水素の一部をトラップ能力の高いサイトで捕捉し無害化することにより、遅れ破壊に悪影響を及ぼす水素量（第 1 ピーク）が低減された。

冷間伸線加工されたパーライト組織であるため旧オーステナイト結晶粒界が残存せず、焼戻しマルテンサイト鋼で起こる粒界破壊が抑制された。

むすび = 耐遅れ破壊特性に優れた 1 600MPa 級高強度ボルト用鋼についてまとめると、次のとおりである。

- 1) 1 600MPa 級の高強度レベルにおいても耐遅れ破壊特性を確保するため、従来の焼戻しマルテンサイト鋼に替り、冷間伸線加工されたパーライト鋼をボルトに適用した。
- 2) 水素チャージ条件を一定 (15% HCl × 30min) にして遅れ破壊試験を行った結果、1 600MPa 級のパーライト鋼線ボルトの遅れ破壊を起こさない応力 (遅れ破壊強さ) は、1 200MPa 級 SCM435 焼戻しマルテ

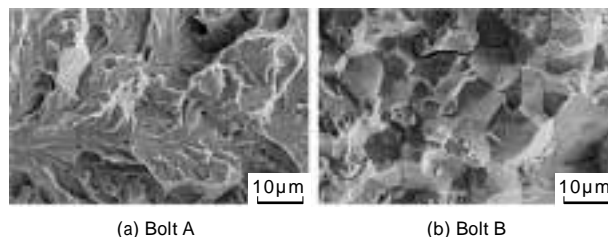


写真 3 遅れ破壊試験後の SEM 破面写真
Photo 3 SEM micrograph of delayed fracture surface

ンサイト鋼ボルトよりも高かった。

- 3) パーライト鋼線ボルトの侵入水素量は、従来の焼戻しマルテンサイト鋼ボルトと比較してほぼ同じであった。ただし、第 1 ピークと第 2 ピークの水素に分離されて検出された。

- 4) 1 600MPa 級のパーライト鋼線ボルトの限界水素量は、1 200MPa 級 SCM435 焼戻しマルテンサイト鋼ボルトのそれとほぼ同等であり、しかも実体ボルトの遅れ破壊試験として採用されている水素チャージ条件で侵入する水素量よりも高かった。

最後に、ボルトサンプルの製造、評価および実用化に際し、多大なご苦勞とご尽力頂いた(株)本田技術研究所、(株)佐賀鉄工所、神鋼鋼線工業(株)の関係者の皆様へ感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 松山晋作: 遅れ破壊 (1989), 日刊工業新聞社.
- 2) 山本俊二ほか: R&D 神戸製鋼技報, Vol.16, No.3 (1968) p.93.
- 3) 高井健一ほか: 鉄と鋼, Vol.81, No.10 (1995) p.1025.
- 4) 高井健一ほか: 日本金属学会誌, Vol.62, No.3 (1998) p.267.
- 5) 高井健一ほか: 日本金属学会誌, Vol.65, No.8 (2000) p.669.
- 6) 高島光男ほか: 日本機械学会第 11 回交通・物流部門大会講演論文集 (2002-12.11 ~ 13. 川崎) p.289.
- 7) M. Takashima et al.: SAE paper 2003-01-1179.
- 8) 高島光男ほか: Honda R&D Technical Review, Vol.15, No.2 (2003) p.183.
- 9) 榎田隆弘ほか: 鉄と鋼, Vol.82, No.4 (1996) p.297.
- 10) 木村利光ほか: 電気製鋼, Vol.65, No.1 (1996) p.31.
- 11) 遊佐覚ほか: CAMP-ISIJ, Vol.12, No.3 (1999) p.565.
- 12) 早川正夫ほか: CAMP-ISIJ, Vol.13, No.3 (2000) p.607.
- 13) T. Seguchi et al.: SAE paper 2003-01-2785.
- 14) 加納秀一ほか: 日野技報, Vol.43, No.11 (1991) p.2.
- 15) 萩原良敏ほか: Honda R&D Technical Review, Vol.4 (1992) p.98.
- 16) 永田匡宏: 日本ねじ研究協会誌, Vol.32, No.2 (2001) p.33.
- 17) 松山晋作: 鉄と鋼, Vol.80, No.9 (1994) p.679.
- 18) T. Hasegawa et al.: Wire J. Int., Vol.25, No.8 (1992) p.49.
- 19) C H 懇談会: 線材とその製品, Vol.33, No.6 (1995) p.22.
- 20) 石田正雄ほか: 自動車技術会学術講演会前刷集 961 (1996-5) p.339.
- 21) 岩田多加志ほか: 遅れ破壊解明の新展開, 日本鉄鋼協会, (1997-1) p.47.
- 22) 湯瀬文雄ほか: R&D 神戸製鋼技報, Vol.50, No.1 (2000) p.65.