

高温高強度フェライト鋼溶接金属のクリープ脆化に関する研究

Creep Embrittlement of High Strength Heat Resistant Ferritic Steel Weld Metal

技術本部 西村宣彦^{*1} 尾崎政司^{*2}
松本辰喜^{*2}

火力発電機器は高効率化のための高温化が図られており、高温部品材料として従来材よりも高温強度の優れたフェライト鋼が鋭意開発、実用化されている。本研究では、実用上極めて重要であるにもかかわらずこれまであまり検討されなかった、高温高強度フェライト鋼の溶接金属のクリープ脆化挙動について検討した。10種以上の溶接金属のクリープ破断試験によって溶接金属は母材よりもクリープ脆化しやすいことを明らかにし、微視組織調査及びミニチュアクリープ破断試験によって溶接金属のクリープ脆化の要因及び抑制法を検討した。

A great deal of effort has been made to raise the operating temperature of fission power plants in order to obtain higher efficiency. Extensive research has yielded several ferritic heat-resistant steels greatly superior to existing ferritic steels in their high temperature properties, especially in creep rupture strength. Though various papers have reported the high temperature strength of base metals, the creep ductility of welds has been hardly recognized. In this study, the susceptibility of creep embrittlement is examined for one of the high strength heat resistant ferritic steel weld metals. A series of creep rupture tests, conducted on the weld metals containing various amounts of trace elements, reveals lower creep ductility of the weld metal than the base metal. The mechanism of creep embrittlement and methods to prevent it are discussed from the results of the microstructural examination and the miniature creep tests.

1. 緒 言

電力事業においては、地球環境問題及び電力事業の自由化等の背景から発電設備の高効率化及び低コスト化が重要な課題である。そこで、火力発電プラントにおいては蒸気条件の高温、高压化が図られており、従来材よりも高温強度及び耐食性の優れた9~12%Cr高強度フェライト鋼の開発研究が活発に行われている⁽¹⁾。

これらの耐熱鋼においてクリープ破断特性は最も重要な特性の一つであるが、一般に金属材料においてはクリープ破断強度が高くなるとクリープ破断延性が低下し、クリープ亀裂伝ば速度が速くなる現象が知られている。この現象はクリープ脆化と呼ばれ、高温機器部材の信頼性確保において抑制すべき極めて重要な因子である⁽²⁾。

新しく開発された9~12%Cr高強度フェライト鋼はクリープ脆化抑制のために不純物含有量を低下させる等の配慮がなされている。その結果、これらの耐熱鋼は従来材と同程度以上のクリープ破断延性を有するが、その溶接金属に対してはほとんど検討例は報告されていない。そこで、本研究では9~12%Cr高強度フェライト鋼のクリープ脆化特性を把握し、クリープ脆化要因を明らかにして、その防止法について検討した。

2. 実験方法

2.1 供試材

供試材の基本化学成分範囲を表1に示す。供試材の化学成分は、超々臨界圧蒸気タービン車室材として当社で開発した9~12%Cr高強度フェライト鋼MJC12の共金系被覆アーク溶接金属の成分範囲である。同車室材を母合金として試作した溶接棒のほか、類似組成のボイラ材料として既に実用化しているMod.9Cr-

表1 供試材の化学成分範囲

Chemical composition range of test materials wt %

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo
0.06	0.19	0.31	0.005	0.001	0	0.15	8.16	0.67
~0.17	~0.42	~1.49	~0.027	~0.017	~0.08	~0.92	~9.33	~1.07
V	Al	Nb	Sn	As	Sb	N		
0.122	0.003	0.005	0.007	0.003	0.0003	0.0082		
~0.206	~0.018	~0.056	~0.025	~0.007	~0.002	~0.478		

表2 供試材の溶接施工条件

Welding conditions

溶接棒乾燥条件	300~350 °C × 1 h
予熱温度	200~230 °C
層間温度	<280 °C
溶接速度	180~200 mm/min
溶接電流	180~210 A
溶接電圧	21~23 V
積層法	ストレートシングルビード
直後熱	溶接 → 150 °C → 550~650 °C × 10 min (バーナ加熱) → 空冷
溶接後熱処理	720 °C × 10 h 後炉冷

1Mo鋼の溶接棒及び不純物の含有量の影響を把握するために試作した溶接棒、合計12種類の溶接棒を用いて製作された溶接金属を供試材とした。

表2に供試材の溶接施工条件を示す。すべての供試材は線径4~5 mmの被覆アーク溶接棒を用いて溶接施工し、溶接施工条件は同様とした。なお、溶接条件を系統的に変化させたTIG溶接金属のクリープ脆化特性についても検討しているが、その結果は別途報告する。

*1長崎研究所材料・溶接研究室 工博

*2長崎研究所第一実験課

母材は類似する化学成分を有するMod. 9Cr-1Mo鋼圧延材(板厚22 mm)であり、溶接金属のみから溶接線に垂直にクリープ破断試験片が採取できるように突合させ継手を試作した。また、母材の溶融による溶接金属の成分変化を最小限にするために、突合させ溶接に先立って母材の開先面には供試溶接棒でバターリング溶接を施した。溶接後にはすべて同様の条件で応力除去焼純相当の熱処理を行った。

さらに、一部の供試材については溶接金属のクリープ脆化に及ぼす熱処理の影響を確認するために、溶接後焼きならし焼き戻し処理を行った。以後この熱処理を再熱処理と呼ぶ。

2.2 実験方法

上述した全供試溶接継手の溶接金属について、不純物成分を含む化学成分分析を行った。

また、標点間内がすべて溶接金属となるように溶接線に沿って垂直に、平滑及び切欠クリープ破断試験片(標点間距離25 mm)を採取した。クリープ破断試験は本鋼においてクリープ破断延性が最も低下する600 °Cで実施した。さらに、本供試材は多層溶接であるため、上層溶接ビード施工時の溶接熱によって溶接後変態温度以上に再加熱される再熱域と、以下にしか加熱されない原質域から成る。そこで、組織の差によるクリープ脆化特性の差を明らかにするために、標点間が各組織のみから成るミニチュアクリープ破断試験片(直径2 mm、標点間距離10 mm)を作製して、アルゴン雰囲気中でクリープ破断試験を実施した。図1にミニチュアクリープ破断試験片採取要領を示す。

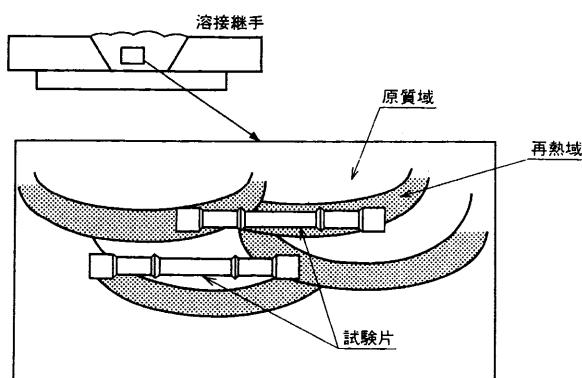


図1 ミニチュアクリープ破断試験片採取要領 溶接金属の原質域及び再熱域からのミニチュアサイズのクリープ破断試験片の採取位置を示す模式図。
Sampling position of miniature creep test specimens

また、破断後のクリープ破断試験片について、光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡及び透過型電子顕微鏡による組織調査を行った。さらに、走査型オージェ電子分光分析装置による不純物元素の偏析挙動調査を行った。

3. 実験結果及び考察

3.1 溶接金属のクリープ破断特性

図2に供試材のクリープ破断試験結果の例として、最もクリープ脆化していた鉄鋼車室材の大気溶解材を母合金とした溶接棒により試作した溶接金属のクリープ破断特性を示す。図中の切欠試験片の応力は切欠底断面の断面積での正味断面応力である。高応力側では切欠材のクリープ破断強度は平滑材を若干上回っているが、低応力側では切欠材の方がクリープ破断強度が低下して、切欠弱化傾向を示している。また、平滑材の破断伸び及び破断絞り

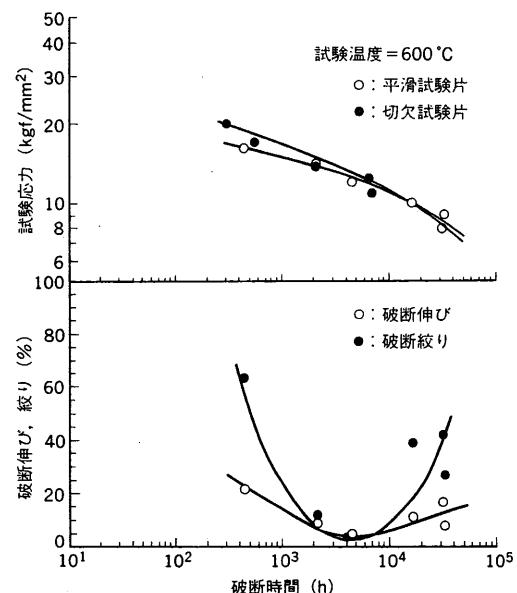


図2 供試材のクリープ破断特性例 溶接金属のうち最もクリープ脆化した試験片のクリープ破断特性。切欠材の強度が平滑材を下回り、破断延性が低い。
Example of stress rupture properties of weld metal

は最低で10%を下回り、極めて破断延性が乏しい。一方、同様の化学成分の鉄鋼母材の切欠材の強度は平滑材を全応力範囲で上回り、破断伸びも30%以上であった。

このように、溶接金属は母材に比べてクリープ脆化の感受性が高い。

3.2 クリープ脆化要因

3.2.1 クリープ破断強度の影響

上述したように、クリープ脆化の特徴は低いクリープ破断延性と切欠弱化であるが、金属組織的にはクリープ破壊が結晶粒内の延性の消耗によらず結晶粒界への亀裂の発生伝ばによる粒界破壊を示すことに対応する。したがって、粒内強度が高いほど、粒内変形が抑制されて相対的に粒界強度が低下してクリープ脆化しやすい可能性がある。そこで、全溶接金属供試材についてクリープ破断強度とクリープ破断絞りとの関係を求めて図3に示す。なお、

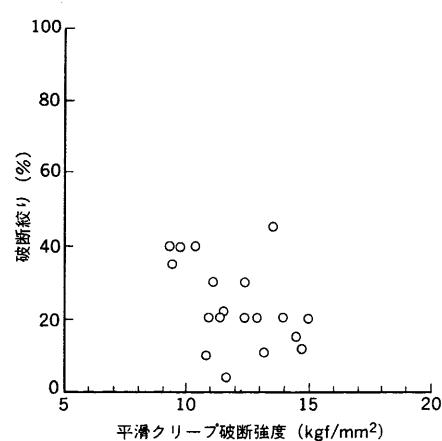


図3 クリープ破断強度とクリープ破断絞りとの関係 クリープ破断強度が高いほど延性が若干低下する傾向にあるが、データバンドは広く顕著ではない。
Relation between stress rupture strength and stress rupture reduction of area

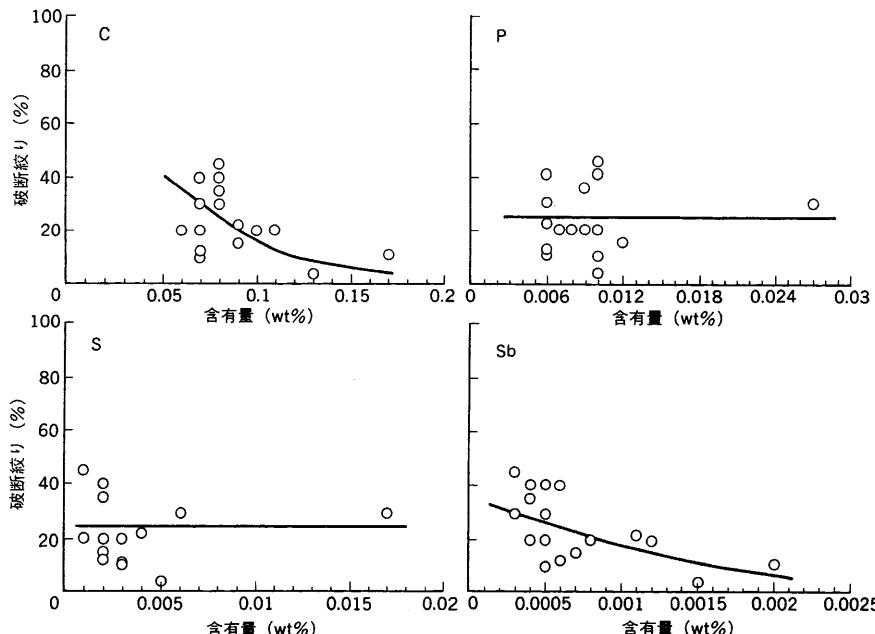


図4 元素含有量とクリープ破断絞りとの関係 CとSbの含有量が増すほど破断延性は低下しているが、P及びSの含有量と破断絞りの間には明確な相関は見られない。
Relation between content of several elements and stress rupture reduction of area

ここで、クリープ破断強度は各供試材の600°C, 5000h破断強度とし、破断絞りはこの条件下での試験片の破断絞りとした。若干クリープ破断強度が高いほど破断絞りは低下する傾向があるが、顕著ではなく、同じ強度であっても破断絞りは数%から40%程度の値を取りうる。したがって、クリープ破断強度はクリープ脆化の強い要因ではないと考えられる。

また、いずれの溶接金属も、クリープ脆化傾向によらず母材と同等以上の十分高いクリープ破断強度を有していた。

3.2.2 不純物含有量の影響

一般に結晶粒界の強度は不純物元素の偏析の有無及び程度に依存する。そこで、各供試材の破断絞りと不純物含有量との関係を調査した。なお、不純物含有量は湿式分析により測定した。図4にC並びに不純物元素としてP、S及びSbの含有量とクリープ破断絞りとの関係を示す。クリープ破断絞りとP及びSの含有量との間には明確な関係は認められないが、CとSbの含有量が増すにつれて破断絞りは低下している。その他の元素についても同様の検討を行ったが、破断絞りとの間に明確な関係が認められた元素は上記の2元素及びSnであり、いずれも含有量が増すにつれてクリープ破断絞りは低下した。また、特にCに対してクリープ破断強度と含有量の関係を調べたが、本研究のC範囲内ではC量とクリープ破断強度の間には強い相関はなかった。

以上の結果から、溶接金属のクリープ脆化には、クリープ破断強度、C及びSb含有量が影響することが明らかになったので、これらとクリープ破断絞りとの関係を重回帰分析によって求めた。なお、重回帰分析においては、クリープ破断絞りと相関のあった不純物としてSb及びSnを取り上げたが、Snの影響はSbのそれの1/10以下であったため、この影響を無視した。その結果、式(1)に示すクリープ脆化指数によって溶接金属のクリープ破断絞りを整理したところ、図5にクリープ脆化指数と破断絞りの関係を示すようにクリープ脆化指数とクリープ破断絞りとの間には明確な関係があった。

$$\text{クリープ脆化指数} = 30C + 12000Sb + 1.5\sigma_s \quad (1)$$

ここで、C、Sb及び σ_s は、それぞれC及びSbの含有量 (wt

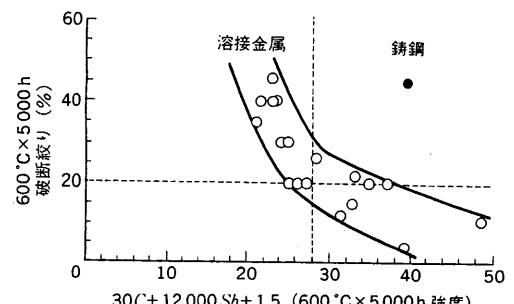


図5 クリープ脆化指数と破断絞りの関係
本研究で提案したクリープ脆化指数は溶接金属のクリープ脆化と良い相関にある。母材と溶接金属はクリープ脆化感受性が異なる。
Relation between creep embrittlement factor and stress rupture reduction of area

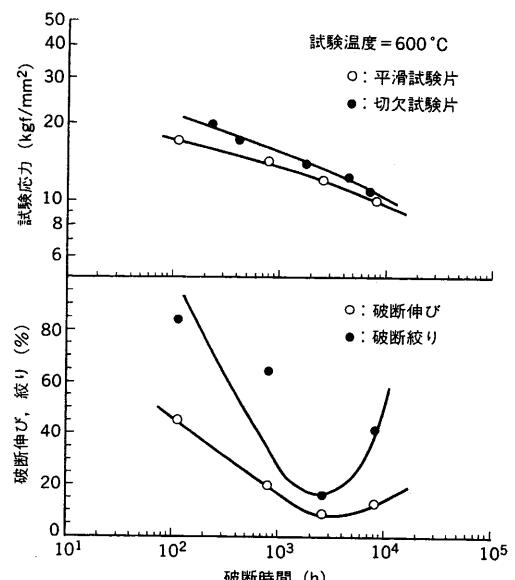


図6 再熱処理材のクリープ破断特性 図2と同じ溶接金属を溶接後再度焼きならし焼き戻しした供試材のクリープ破断特性。切欠弱化及びクリープ破断延性の改善効果は小さい。
Stress rupture properties of re-solution treated weld metal

%) 及び 600°C × 5000h 破断強度である。

3.2.3 热処理の影響

上述した供試材には溶接施工後に応力除去焼純のみしか実施していない。そこで、クリープ脆化特性に及ぼす熱処理の影響を明らかにするために、最もクリープ脆化していた図2に示した供試材について再度母材と同様の焼きならし焼戻し熱処理(再熱処理)を実施した。図6に再熱処理材のクリープ破断試験結果を示す。図2と比較して平滑試験片の強度が若干低下したためにかろうじて切欠弱化は示していないが、最小破断伸びは10%程度であり、鉄鋼母材の最小破断伸び30%と比較すると極めて小さい。したがって、溶接金属のクリープ脆化に及ぼす熱処理の影響は小さく、再熱処理によってもクリープ脆化の大幅な改善は期待できない。

3.2.4 微視組織の影響

図7に図2に示した最もクリープ脆化した供試材のクリープ破断試験片断面の光学顕微鏡組織を示す。粒界亀裂は上層ビードからの熱影響を受けていない原質域の凝固界面のみに生じている。

そこで、原質域と上層ビードの熱影響を受けた再熱域からミニ

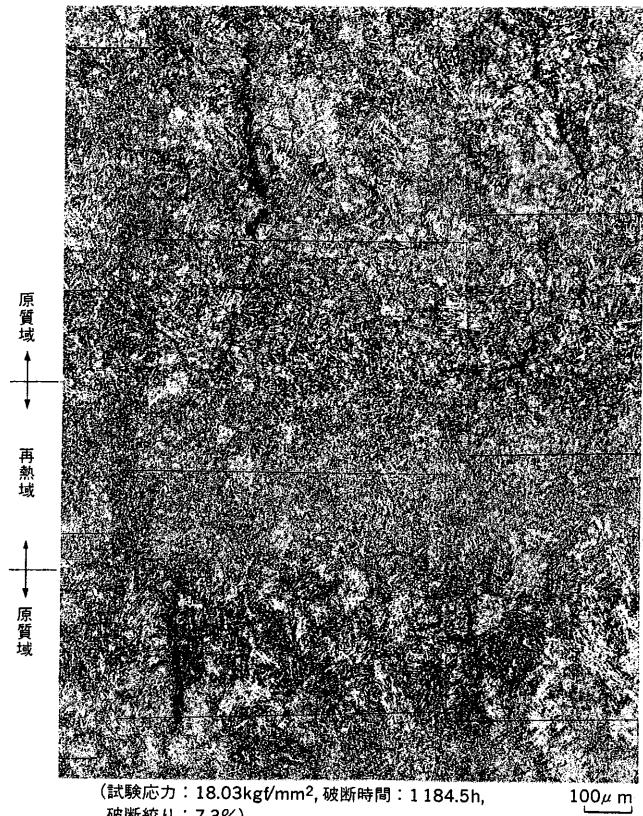


図7 クリープ破断試験片の光学顕微鏡組織 最もクリープ脆化した供試材のクリープ破断試験後の断面の光学顕微鏡組織。原質域の柱状晶境界のみにクリープ亀裂が認められる。
Optical microstructure of ruptured specimen

チヤ試験片を採取し、クリープ破断試験を行った。その結果を表3に示す。一般に、ミニチヤサイズと通常サイズとでは、同じ供試材であってもミニチヤサイズの方が破断絞りが高くなる傾向がある。したがって、通常試験片とミニチヤ試験片の結果を直接対比することはできないが、同じミニチヤ試験片では原質域は再熱域よりも破断延性が低く、溶接金属のクリープ脆化は原質域の凝固界面の低いクリープ延性によって生じていると考えられる。

一方、破断絞りが20%以上の供試材にはこのような粒界亀裂は認められず、延性的に破壊していた。さらに、高分解能走査型電子顕微鏡及び透過型電子顕微鏡によって粒界近傍を観察した結果、鉄鋼の旧オーステナイト粒界は平たんであり、粗大な炭化物の生成量は少ないがクリープ脆化した供試材の凝固界面には多数の粗大な炭化物が生成していた。

3.3 クリープ脆化機構及び抑制方法

以上の結果から、本鋼の溶接金属が母材よりもクリープ脆化しやすいのは粒界性状の差に起因すると考えられる。すなわち、冷却速度の遅い母材は等軸晶が生成し、粒界の方向はランダムである。さらに凝固時に生じたC、Sb等の偏析は凝固後の冷却時、特に拡散係数がオーステナイトよりも100倍程度速いフェライト組織を示すときに⁽³⁾、拡散によって解消される。一方、溶接金属の凝固界面は冷却速度が速いために柱状晶から成り、粒界面

表3 ミニチヤクリープ破断試験結果
Miniature creep test result

試験片	採取位置	試験温度(°C)	試験応力(kgf/mm ²)	破断時間(h)	破断伸び(%)	破断絞り(%)
ミニチヤ	原質域	600	14.00	1309.1	9.7	58.9
	再熱域		13.86	1525.6	26.6	62.4
通常	原質域+再熱域		14.02	2174.6	8.7	12.2

は応力にほぼ垂直な方向に位置する。さらに、凝固後の冷却速度も速いために凝固時に生じた偏析はほとんど解消されず、クリープポイドの核となる粗大な炭化物がこの領域に多数存在して、さらにその界面エネルギーを低下させるSbが多く偏析するものと考えられる。その結果、同じC及びSb含有量であっても溶接金属の方が粒界近傍の局所的な濃度が高く、クリープ脆化しやすいと考えられる。

以上の結果から、溶接金属に対しては母材よりもC量を低くして、不純物含有量、特にSb含有量を厳しく管理する必要がある。具体的には、図5に示した溶接金属のクリープ脆化係数と破断絞りの関係から、破断絞り20%以上を確保するためには、C=0.06%, Sb<5 ppmとする必要がある。さらに、上述したように溶接金属のクリープ脆化は凝固組織と密接な関係にあるが、凝固組織は溶接条件によって変化する⁽⁴⁾。さらに、微量添加元素による凝固組織の微細化も考えられる。これらの溶接条件及び微量元素添加によるクリープ脆化抑制効果については、別途報告する。

4. 結 言

火力発電プラント高温部材として今後ますます適用拡大が進むと考えられる9~12%Cr高強度フェライト鋼の溶接金属のクリープ脆化について検討し、以下を得た。

- (1) 鋳鋼母材に比べて溶接金属はクリープ脆化しやすく、溶接後の再熱処理によってもクリープ脆化特性改善の効果は十分ではない。
- (2) 溶接金属のクリープ脆化は、C及びSbの含有量と密接な関係があり、これらが多く含まれるほどクリープ脆化しやすい。
- (3) 溶接金属のクリープ脆化は、上層ビードの熱影響を受けない原質域の柱状晶界面におけるクリープ亀裂と密接に関係している。この領域は他に比べて粗大炭化物が多数生成しており、溶接金属は冷却速度が速いため凝固偏析が冷却過程で解消されず、母材よりもクリープ脆化の感受性が高いと考察した。

参 考 文 献

- (1) 増山不二光、日本鉄鋼協会第133回西山記念技術講座(1990) p.89
- (2) Tipler, H. R. and Hopkins, B. F., Metal Science Vol. 10 (1976) p.47
- (3) 申亮ほか、鉄と鋼 Vol.78 (1992) p.275
- (4) Kato, M., Matsuda, F. and Senda, T., Trans. Jpn. Weld. Soc. Vol.3 (1972) p.69