ミニチュア溶接金属および大形溶接継手試験片による 316FR 溶接金属のクリープ特性の評価[†]

本 郷 宏 通^{*} 山 崎 政 義^{*} 渡 部 隆^{*}
田 淵 正 明^{*} 田 辺 龍 彦^{**} 門 馬 義 雄^{***}

Evaluation for Creep Properties of 316FR Weld Metal with Miniature Weld Metal and Full-Thickness Welded Joint Specimens

by

Hiromichi HONGO^{*}, Masayoshi YAMAZAKI^{*}, Takashi WATANABE^{*}, Masaaki TABUCHI^{*},
Tatsuhiko TANABE^{**} and Yoshio MONMA^{***}

In order to examine the distribution of creep properties in a 316FR weld metal, a narrow gap welded joint was prepared from 50mm thick 316FR steel plates by gas tungsten arc welding (GTAW) process using type 316 filler wire, and constant-load creep rupture tests were conducted at 823K in air using full thickness large welded joint specimens and pure weld metal miniature specimens. The latter specimens were taken parallel to the weld line of 316FR weld metal in the welded joint. Specimen sampling locations were the plate surface, the 1/4 and the 1/2 plate thickness positions from the surface. By interrupting the creep test for the full thickness welded joint specimen, we observed the change in creep strain distribution in the weld metal in the thickness direction of the plate. The last layer of weld metal showed considerably larger creep strain than the central layers of the weld metal. Further, the creep strength of weld center is larger than that of the top of the weld. The cause of this difference in the creep strength in the weld metal is that due to large thermal expansion coefficient and small thermal conductivity of austenitic stainless steel strain introduced through thermal histories was larger in the central part than in the vicinity of the surface of the welded joint. Hardness variation in the weld metal and the results of transmission electron microscopic examination revealing dislocation configuration support this speculation. From the results above, it is concluded that the creep properties of weld metal in multi-pass, multi-layer welded joints strongly depend on the location of specimen sampling.

Key words : Creep properties, Weld metal, Welded joint, 316FR, Stainless steel

1 緒 言

高速炉などに使用される高温構造材料の溶接部では、溶接施工の際に材料の融点以上あるいはそれに近い加熱が加えられるために、硬化やぜい化などの材質変化、溶接残留応力、溶接変形などが生じる。このため、溶接部は母材とは異なる特性となり、継手の強度特性はその影響を大きく受ける。多層盛溶接した 308 溶接金属においては、溶接施行時に受ける熱履歴が積層により異なるため、微細炭化物などの析出挙動および転位密度が積層位置により異なることが明らかにされている。¹⁾このように転位下部組織が積層により異なった場合その材料特性も各層で異なるであろう。一方、一般にオーステナイト系ステンレス鋼溶接継手は溶接後熱処理を行わないため、溶接金属部内の転位下部組織が各層で異なったまま使用される。このため、試験片のサイズや採取方法、採取位置に依存して溶接金属の材料特性評価の結果が当然異なってくるであろう。そこで、溶接継手の高温特性評価を

精度良く行うには、溶接金属部の試験片採取位置の違いによる高温特性データの変動を把握する必要がある。しかし、従来溶接継手および溶接金属の高温特性評価は、主として板厚の 1/4 もしくは 1/2 の位置から切り出した JIS Z 2271 (金属材料のクリープおよびクリープ破断試験法)²⁾に準じたクリープ試験片で行われており、^{3), 4)}溶接金属の転位下部組織の違いを考慮して行われていない。

そこで本研究は、高速炉用に開発された低炭素・中窒素型 316 溶接継手における溶接金属部の高温強度特性の不均質性を明らかにすることを目的として、全積層を含んだ大形溶接継手試験片のひずみ分布を実測するとともに、ミニチュア試験片を用いて溶接金属の局所的な高温強度特性の変動について検討した。

2 供試材および実験方法

2・1 供試継手

母材として 1323K で 1h の溶体化処理を行った板厚 50 mm の低炭素・中窒素型 316 鋼 (316FR)⁵⁾を用いた。溶

[†] 原稿受理 平成 15 年 6 月 16 日 Received June 16, 2003

^{*} 正 会 員 物質・材料研究機構 〒305-0047 つくば市千現, National Inst. for Materials Sci., Sengen, Tsukuba, 305-0047

^{**} 物質・材料研究機構 〒305-0047 つくば市千現, National Inst. for Materials Sci., Sengen, Tsukuba, 305-0047

^{***} 正 会 員 高知工科大学工学部物質・環境システム工学科 〒782-8502 高知県香美郡土佐山田町, Dept. of Environmental Sys. Eng., Kouchi Univ. of Tech., Kami-gun, Kouchi, 782-8502

Table I. Chemical composition of base metal and welding wire (mass%).

Material	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	N
316FR base metal	0.009	0.58	0.84	0.026	0.002	11.13	16.89	2.25	0.07
Mod.316 wire	0.012	0.36	1.30	0.022	0.003	11.10	18.33	2.30	0.121

接ワイヤは低炭素・中窒素型 316 系⁶⁾(Mod.316 wire) のものを使用した。母材および溶接ワイヤの化学組成を Table I に示す。これらの母材および溶接材料を用いてガスタングステンアーク溶接 (GTAW) で狭開先の突合せ溶接継手を製作して供試継手とした。オーステナイト系ステンレス鋼は熱伝導率が小さく、熱膨張率が大きいため、溶接施工時の溶接熱により収縮や角変形しやすい。溶接施工では、これらの変形を抑制するため、母材を拘束治具により拘束して、パス間温度を 423K 以下とし、24 層 30 パスで両面溶接を行った。溶接施工条件を Table II に示す。溶接継手の開先形状およびマクロ組織を Fig. 1 に示す。溶接継手は溶接金属の幅が表面で約 20mm、板厚中央で約 5mm の欠陥のない良好な溶接部であった。

2・2 クリープ試験片

2・2・1 大形溶接継手試験片 全積層を含んだ溶接継手試験片における溶接金属部のクリープ変形挙動を調べるため、余盛を削除して厚さ 48mm にした溶接継手から、大形溶接継手試験片 (WJ) を Fig. 2 に示す位置から採取した。WJ は全積層を含んだ厚さ 48mm、幅 10mm、平行部 180mm の平板試験片である。なお、WJ のクリープ試験を中断・除荷した後、試験片表面のひずみ分布を測定するため、試験片の全積層が観察できる面にピッチ

100 μ m の一次格子を食刻した。

2・2・2 溶接金属試験片 溶接金属部の局所のクリープ特性を取得するためには出来るだけ小さな形状の試験片が望まれる。この点について、山内らはミニチュア試験片 (直径 2mm、平行部長さ 5mm) を用いて 316FR 溶接金属の高温低サイクル疲労試験を 823K で行い、通常の試験片と同じ結果が得られることを確認している。⁷⁾ また、角屋らは火力プラント部材から採取した直径 2mm、平行部 10mm のミニチュア試験片のクリープ試験を、酸化の影響を防いだ Ar 雰囲気中で行えば、大気中の標準寸法試験片と同等に評価できることを明らかにしている。⁸⁾ そこで、狭開先形状の溶接金属部のできるだけ狭い領域の高温強度特性を把握するため、溶接金属部から直径 2mm、平行部の長さ 10mm のミニチュア試験片を採取することとした (Fig. 3)。Fig. 4 に示すように、溶接金属部の表面近傍、板厚の 1/4 および 1/2 の位置から WMF、WM1/4 および WM1/2 のミニチュア試験片を溶接線方向に採取した。また、一般的に溶接金属のクリープ特性評価は、板厚の 1/4 もしくは 1/2 の位置から溶接線方向に直径 6mm、標点距離 30mm の JIS Z 2271 に準じた試験片を採取して行われている。そこで、板厚の 1/4 の位置から同サイズの溶接金属試験片 WM を溶接線方向に採取した。

2・3 クリープ試験および短時間高温引張試験

WMF、WM1/4 および WM1/2 の短時間高温引張試験を 5% ひずみまで 0.005%/sec、それ以降は 0.125%/sec の引張速度で行った。また、ひずみは標点距離約 9mm の押し当て式の伸び計を使用して求めた。WJ のクリープ試験は二重レバー式の最大荷重容量 490kN の大型クリープ試験機を用いて行った。WMF、および WM1/2 のクリープ試験は、最大荷重容量 1.47kN の直荷重型のミニ

Table II. Procedure of gas tungsten arc welding.

Side	Layer	Number of passes	Current (A)	Voltage (V)	Speed (cm/min)
Front	13	3	160/220	9~10	10
	11~12	1	200/250	10~11	
	6~10	1	220/270		
	3~5	1	235/280		
	2	1	220/275		
	1	1	190/240	9~10	8
Back	1~9	1	220/270	10~11	10
	10~11	1	200/250		
	12	1	160/200	9~10	
	13	3	140/175	8~10

Fig. 1. Double U groove and macrostructure of 316FR welded joint.

Fig. 2. Sampling location of full-thickness welded joint specimen.

Fig. 3. Geometry of miniature specimen.

Fig. 4. Sampling location of weld metal specimen.

チュアクリープ試験機を用いて行った。なお、ミニチュア試験片 (WMF, WM1/2) のクリープひずみはコネクタに伸び計を取り付けて、コネクタ間の変位を測定することにより求めた。これらのクリープ試験および短時間高温引張試験は温度 823K の条件で行った。

2・4 組織観察および硬さ測定

組織観察は、光学顕微鏡 (OM)、走査型電子顕微鏡 (SEM) および透過型電子顕微鏡 (TEM) を用いて行った。OM および SEM 観察は、試料表面を鏡面研磨後、硝酸 (60%) : 1, 塩酸 (36%) : 0.4, 蒸留水 : 1 の割合の腐食液を使用して化学腐食した試料について行った。TEM 組織観察用に薄膜および抽出レプリカを作製した。硬さ測定は、ビッカース硬度計を用いて、試験荷重 49N で行った。

3 実験結果および考察

3・1 溶接金属部の組織 (as welded)

本供試継手の溶接金属部における板厚方向の硬さ変化を調べた。溶接金属部の板厚方向の硬さ変化を Fig. 5 に示す。硬さは表面近傍で約 180HV と最も小さく、板厚中央に近付くにつれて大きくなり、初期に積層した板厚中央で約 270HV と最も大きい。溶接まま材の溶接金属部で最も硬さが小さかった表面近傍および最も硬さが大きかった板厚中央の TEM 組織を Fig. 6 に示す。表面近傍の積層 (Fig. 6 (a)) は最初に溶接した板厚中央の積層 (Fig. 6 (b)) よりも転位が少ない。また、溶接熱サイクルを最も多く受けている板厚中央部から抽出レプリカを採取して TEM による組織観察を行ったが、析出物は観察されなかった。先に、財前らは 308 系溶接金属の組織に及ぼす溶接熱サイクルの影響を調べ、溶接熱サイクルを多く受けたパスでは、微細な炭化物が析出することを報告している。¹⁾しかし、本溶接継手に用いた母材および溶接材料は、炭化物の析出を抑制するため炭素量を少なくしている。このため、溶接熱サイクルを多く受けた板厚中央の積層においても析出物は観察されなかったものと考えている。従って、316FR 鋼の多層溶接継手の溶接金属部において溶接熱履歴の違いにより、硬さが板厚中央で最も大きく、表面近傍で小さくなったのは、308 系の溶接金属とは異なり、析出挙動の違いではなく、各積層ごとに導入される転位量が異なるためであるといえる。

3・2 溶接金属部の試験片採取位置の違いによる短時間高温引張特性の変化

溶接金属部内で硬さが最も小さかった表面近傍から採取した試験片 WMF と最も硬さが大きかった板厚中央部

Fig. 5. Hardness distribution in the weld metal.

Fig. 6. Transmission electron microstructure in the as-welded condition.

- (a) near-surface region
- (b) mid-thickness position

から採取した WM1/2 の応力-ひずみ曲線を Fig. 7 に示す。板厚中央部から採取した WM1/2 は表面近傍から採取した WMF よりも引張強さは大きい、破断伸びは約 10% 少ない。また、WM1/2 の一様伸びは約 3% で WMF よりも約 15% 少ない。WMF, WM1/4 および WM1/2 の短時間高温引張特性を Fig. 8 に示す。0.2% 耐力は試験片採取位置により異なり WMF, WM1/4 および WM1/2 の順に大きくなる。WM1/2 の引張強さは WMF および WM1/4 よりも大きい。しかし、一様伸びが WMF と WM1/2 で大きく異なっていたことから、試験片の引張

強さを真応力で比較すると、いずれの試験片も約 500 MPa 程度で大きな差はなかった。以上のように、試験片採取位置の違いにより 0.2% 耐力、一様伸びおよび破断延性が異なることが明らかとなった。なお、いずれの試験片においても短時間高温引張試験から求めたヤング率は約 140 GPa で同じであった。

3・3 クリープ破断挙動

溶接金属試験片 WMF, WM1/2 および WM の応力と破断時間の関係を大形溶接継手試験片 WJ の結果と併せて Fig. 9 に示す。大形溶接継手試験片のクリープ破断位置は高応力短時間側では母材部であるが、低応力長時間側では溶接金属部に移行する。溶接金属のクリープ強度は表面近傍から採取した試験片 WMF, 板厚の 1/4 から採取した試験片 WM1/4, 板厚の中央部より採取した試験片 WM1/2 の順に大きくなり、WM1/2 の一万時間クリープ破断強度は WMF よりも約 60 MPa 大きい。また、板厚の 1/4 の位置から採取した試験片は、いずれの応力においても表面近傍および板厚中央から採取した試験片の中間のクリープ破断時間を示す。溶接金属試験片 WMF および WM1/2 の応力と最小クリープ速度の関係を Fig. 10 に示す。直線の傾き (応力指数 n 値) には顕著な差は見られないが、いずれの応力においても WMF の最小クリー

プ速度は、WM1/2 よりも速く、294 MPa で二けた以上異なる。このように、溶接金属部の表面近傍から採取した試験片と板厚中央部から採取した試験片のクリープ特性は大きく異なり、中央部から採取した試験片の方が表面近傍から採取した試験片よりもクリープ強度が大きいことが明らかとなった。

3・4 大形溶接継手試験における溶接金属部のクリープ特性

高温特性が連続的に異なる溶接金属を含んだ大形溶接継手試験片における溶接金属部のクリープ変形挙動を調べるため、294 MPa で大形溶接継手試験片のクリープ中断試験を行った。7 000 および 18 000 h でクリープ試験を中断・除荷した後、溶接金属部の荷重軸方向のひずみ変化を測定した結果を Fig. 11 に示す。7 000 h では板厚中央のひずみが 2% 以下であるが、表裏面近傍では約 5 ~ 7% になる。また、破断末期の 18 000 h では、板厚中央のひずみは 7 000 h とあまり変わらないが、表裏面近傍では 15 ~ 20% と大きくなっている。このことから、大形溶接継手試験片の溶接金属部では不均一なクリープ変形挙動を示し、クリープ速度は板厚中央で最も遅く、表裏面近傍で最も速いことがわかる。クリープ破断材の溶接金属部表面近傍および板厚中央部の SEM 組織を Fig. 12 に示す。いずれの位置においても、 γ 相内に少し凹に腐食

Fig. 7. Stress-strain curves from tensile test.

Fig. 8. Tensile properties of different locations in the weld metal.

Fig. 9. Comparison of stress-rupture time curves for the weld metal specimens.

Fig. 10. Variation of minimum creep rate with stress.

された δ 相が観察される。また、 δ 相から析出した σ 相が多数認められる。表面近傍では σ 相界面にボイドが多数観察されるが、板厚中央部ではあまり認められなかった。18 457h で溶接金属部破断した WJ の表面近傍および板厚中央部の破面を Fig. 13 に示す。表面近傍ではデンドライトの模様に対応したぜい性破面が確認される (Fig. 13 (a))。これに対して、板厚中央部は延性破面特有のディンプル状の形態である (Fig. 13 (b))。デンドライト状の破面に対応する部分での酸化がディンプル状の破面の部分より進んでいることから、初期にデンドライト状の組織に沿ってき裂が伝ばし、破断の最終段階の急速破断でディンプル状の破面が形成されたものと思われる。これらのことから、大形溶接継手試験片による溶接

Fig. 11. Change in strain distribution in the thickness direction of the welded joint.

Fig. 12. Scanning electron micrographs showing void distribution in the ruptured welded joint specimen ($t_r = 18\,457\text{h}$).
(a) near-surface region
(b) mid-thickness position

金属部の破壊は以下のようにして起るものとする。即ち、表面近傍のクリープ変形量が板厚中央部よりも大きいため、まず、表面近傍の σ 相界面で板厚中央部よりも速くボイドが発生し、次いで、発生したボイドの成長・合体により、き裂が柱状晶界面に沿って成長する。このき裂の成長に伴う板厚中央部での応力増加により最終破断に至る。

3・5 破断した溶接金属試験片の組織観察

表面近傍から採取したミニチュア溶接金属試験片平行部のクリープ破断面の SEM 組織を Fig. 14 に示す。294 MPa, 985h 破断材では、 δ 相内に微細な σ 相、 $\text{Fe}_{63}\text{Mo}_{37}$ および σ 相とは異なる Cr 主体の析出物が観察されるが γ 相内では確認できなかった。また、ボイドは観察されない (Fig. 14 (a))。235MPa, 15 765h, 破断材では δ 相内に粗大な σ 相の析出が認められる。また、 σ 相界面にボイドが僅かに観察されるもののその数は非常に少ない (Fig. 14 (b))。一方、294MPa, 18 457h で破断した大形溶接継手試験片の表面近傍では多数のボイドが観察された (Fig. 12 (a))。先に、J. R. Rice らは多軸の応力状態では単軸の応力状態よりもボイドの成長率が速くなることを報告している。⁹⁾また、藤本らは単軸応力下よりも多軸応力下で早期にボイドが発生し、数を増やすことを報告している。¹⁰⁾本研究の結果もそのことを裏付けている。すなわち、大形溶接継手試験片の溶接金属部表面近傍は板厚中央部と比較してクリープ変形しやすい。また、HAZ は母材や溶接金属よりもクリープしにくい。¹¹⁾さらに、溶接金属部の幅が試験片の厚さと比較して小さいため、大形溶接継手試験片の溶接金属部の表面近傍は模式図 Fig. 15 に示すように、溶接金属部に隣接する HAZ にクリープ

Fig. 13. Scanning electron micrographs showing fracture surface of the welded joint specimen. ($t_r = 18\,457\text{h}$).
(a) near-surface region
(b) mid-thickness position

変形が拘束されて多軸応力状態になる。このことから、単軸応力状態で試験した、溶接金属単体試験片 WMF よりも、応力多軸度が大きい大形溶接継手試験片の溶接金属部表面近傍でクリープボイドが多数観察される結果となった。

以上のように、溶接継手試験片における溶接金属部と溶接金属部から切り出した単体の溶接金属試験片では、応力状態が異なるためボイドの発生量が異なることが明らかとなった。

4 結 言

低炭素・中窒素型 316 溶接継手における溶接金属部の高温強度特性の不均質性について、全積層を含んだ大形溶接継手試験片およびミニチュア溶接金属試験片を用いて検討した。その結果以下の知見が得られた。

(1) 多層盛溶接では、溶接熱履歴を多く受けた溶接金属部の板厚中央で表面近傍よりも多くの転位が導入され硬化する。

(2) 溶接金属部の表面近傍から採取した試験片の 0.2% 耐力は板厚中央部から採取した試験片よりも小さいが、一様伸びおよび破断延性は表面近傍から採取した試験片の方が大きい。

(3) 溶接金属部の板厚中央部から採取した試験片の一万時間クリープ破断強度は、表面近傍から採取した試験片よりも約 60MPa 大きい。

(4) 溶接金属部の板厚中央部から採取した試験片の最小クリープ速度は表面近傍から採取した試験片よりも二けた程度遅い。

Fig. 14. Scanning electron micrographs showing void distribution in the miniature specimen taken from near-surface region.

(a) 294MPa, $t_r = 985h$

(b) 235MPa, $t_r = 15765h$

Fig. 15. Schematic illustration showing the geometrical change after creep deformation for the full thickness welded joint specimen.

(5) 大形溶接金属試験片における溶接金属部の表面近傍のクリープ変形量およびクリープ変形速度は板厚中央よりも大きい。

(6) 溶接金属部で破断した大形溶接継手試験片では、溶接金属部の表面近傍のクリープ強度が低くクリープ変形量が内部よりも大きいため、表面近傍からき裂が発生し、それが内部に伝ばすることにより、中央部の応力が増加し最終破断に到る。

(7) 大形溶接継手試験片の溶接金属部の表面近傍では熱影響部に変形が拘束されるため、溶接金属単体の試験片よりもボイドが多く発生する。

本研究の一部は、原子力委員会の評価に基づき、文部科学省原子力試験研究費により実施されたものである。

(平成 14 年 12 月 12 日 日本材料学会第 40 回高温強度シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 財前 孝, 青木司郎, 鈴木克巳, 板東誠志郎, 溶接学会誌, **52**, 37 (1983).
- 2) 日本規格協会, 金属材料のクリープおよびクリープ試験方法, JIS Z 2271 (1999).
- 3) NIRM Creep Data Sheet, No.32A (1995).
- 4) T. Nishida, M. Ueta, M. Sukekawa, H. Hirayama and Y. Asada, PVP-262, ASME (1993).
- 5) 中澤崇徳, 安保秀雄, 谷野 満, 小松 肇, 田下正宜, 西田 隆, 鉄と鋼, **75**, 1346 (1989).
- 6) 中澤崇徳, 藤田展弘, 木村英隆, 小松 肇, 高鍋清志, 川口聖一, 鉄と鋼, **80**, 783 (1994).
- 7) 山内雅文, 中島康晴, 大谷知未, 高橋由紀夫, 材料, **49**, 1224 (2000).
- 8) 角屋好邦, 後藤 徹, 伊達新吾, 山内崇賢, 唐戸英幸, 佐田哲朗, 材料, **39**, 1373 (1990).
- 9) J. R. Rice and D. M. Tracey, J. Mech. Phys. Solids, **17**, 201 (1969).
- 10) 藤本正義, 坂根政男, 伊達新吾, 吉田博明, 第 39 回, 高温強度シンポジウム前刷集, **39**, 116 (2001).
- 11) 本郷宏通, 山崎政義, 渡部 隆, 衣川純一, 田辺龍彦, 門馬義雄, 中澤崇徳, 材料, **48**, 116 (1999).