小形パンチ試験法を用いたオーステナイト系ステンレス鋼 JN1の溶接部および熱処理材の極低温破壊評価*

権 一 賢^{*1}, 劉 世 程^{*2}, Maribel L. SAUCEDO^{*3}
橋 田 俊 之^{*4}, 高 橋 秀 明^{*5}

Determination of Cryogenic Fracture Characteristics of Austenitic Stainless Steel JN1 Welded Joint and Heat-Treated Materials by Means of Small Punch Testing Method

Il-Hyun KWON, Shi-Cheng LIU, Maribel L. SAUCEDO,
Toshiyuki HASHIDA and Hideaki TAKAHASHI

Fracture characteristics of a TIG welded joint and heat treated materials of JN1, which is an austenitic stainless steel recently developed for use as a cryogenic structural material, were evaluated by the small punch (SP) testing method using miniaturized specimens at 77 K and 4 K. The area under the load-displacement curve up to the maximum load was defined as the SP energy to evaluate the fracture characteristics of the materials in SP tests. Fracture surfaces were also observed using a scanning electron microscope. Solution-treated JN1 steel showed ductile fracture behavior with a high SP energy value even at 4 K, and serrations were observed in the load displacement curve at 4 K. In the weld metal and fusion line specimens of the TIG welded joint, serrations also occurred at 4 K, but the fusion line specimens showed lower SP energy values than weld metal and solution-treated JN1 steel at 77 K and 4 K. In addition, the fusion line specimens showed pop-in behavior at 4 K, that is, cracks approximately 0.1-1 mm long were induced by pop-in in the vicinity of the fusion line at the early stage of loading. JN1 materials heat treated under the conditions of 650°C 5 h and 700°C 1h showed similar fracture characteristics to those of the fusion line specimens at 77 K and 4 K except for the cracks induced by pop-in. With increasing temperature and time of heat treatment, SP energy decreased significantly, and the fracture surface showed a transition from ductile dimple to brittle intergranular cracking. It is shown that the SP testing method is useful for evaluating the fracture behaviors of microscopic regions such as the fusion lines of welds at cryogenic temperatures.

Key Words: Material Testing, Ductile Fracture, Brittle Fracture, JN1 Austenitic Steel, TIG Welded Joint, Cryogenic Small Punch (SP) Test, Fusion Line, Serrations, SP Energy

1. 緒 言

核融合炉超伝導マグネット構造物は大型溶接構造物であり、極低温において強大な電磁力の作用を受ける。このため、溶接部材の極低温での健全性の確保が要求される⁽¹⁾。最近核融合炉超伝導マグネット構造材料として極低温で優れた機械的性質をもつオーステナイト系ステンレス鋼 JN1 鍛造材およびその溶接技術が開発されているが、溶接部材における極低温での破壊挙動の解明が必要となっている。この新しく開発された材料である JN1 材に関する今までの研究は母材と溶接材に関するもので⁽²⁾⁽³⁾、融合線近傍あるいは熱影響部(HAZ部)に関する検討は今後の検討課題になっている。

溶接部材の破壊評価においても、破壊靱性値が重要な評価パラメータとなる。しかしながら、極低温における破壊靱性試験法はまだ確立されていない。また、HAZ部は極めて狭い領域であり、既存の破壊靱性試験法⁽⁴⁾ではき裂が進展するとき裂がHAZ部から偏向し、正確な値を得ることが困難であることが指摘されている⁽⁵⁾。このため、HAZ部の破壊靱性の評価は溶接時の熱履歴を踏まえ、その組織を再現した均一な模擬熱処理材を用いて実施されることもある⁽⁶⁾。

一方、原子炉構造材料の照射損傷を小さい試験片により評価するために小形パンチ(Small Punch, 以下SPと略す)試験法⁽⁷⁾が開発されている。SP試験法は、これまで金属材料の脆性-延性遷移温度の評価⁽⁸⁾⁽⁹⁾、破壊靱性の推定⁽¹⁰⁾および経年劣化度の評価⁽¹¹⁾などに用いられ、加えて多種の構造材料の破壊評価に適用されている。さらに、複雑な組織を有する溶接HAZ部の破壊靱性評価への適用も試みられている⁽¹²⁾。したがって、大型超伝導マグネット構造部材の溶接部材に関しても、溶接熱による融合線近傍の機械的特性の変化、

* 原稿受付 1996年5月7日。

^{*1} 東北大学工学部(〒980 仙台市青葉区荒巻字青葉)。

^{*2} 大連鉄道学院 [現: 東北大学工学部]。

^{*3} ESIQIE IPN, Mexico, D. F. Mexico

^{*4} 正員, 東北大学工学部。

^{*5} (故)正員, 東北大学工学部。

Table 1 Chemical compositions of forged JN1 plate and weld metal of TIG welded joint [wt.%]

Material	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Al	N	Mo	Nb
Forged plate	0.040	0.97	3.88	0.022	0.001	15.07	24.32	0.023	0.32	-	-
Weld metal I-625	0.035	0.14	0.05	0.008	< 0.001	Bal.	21.6	-	0.029	9.0	3.55
Weld metal I-625M	0.008	0.10	0.15	0.001	0.0004	Bal.	22.4	-	0.15	8.50	-

Table 2 Mechanical properties of forged JN1 plate and weld metal of TIG welded joint at 4 K

Material	σ_y (MPa)	σ_{UTS} (MPa)	Elongation (%)	Reduction of Area (%)	J_{IC} (kJ/m ²)	K_{IC} (MPa ^{1/2})
Forged plate	1363	1752	31	42	235*	218*
Weld metal	855	1280	-	-	-	-

Here, σ_y and σ_{UTS} are yield strength and ultimate strength, respectively.

*: Data of rolled plate with a thickness of 100 mm.

Fig. 1 Sampling location of SP specimens extracted from TIG welded joint of JN1

融合線での融着性の評価を含めて SP 試験法を適用することは有効であるものと考えられる。また、溶接に伴う熱履歴による材質劣化の基礎的知見を把握するため、種々の温度、時間での熱処理(鋭敏化)による材質変化を解明することも必要であると考えられる。

以上の見地から本研究では、オーステナイト系ステンレス鋼 JN1 鍛造材の溶体化材および TIG 溶接部に対して、室温(293 K)、液体窒素温度(77 K)および液体ヘリウム温度(4 K)で SP 試験を行い、機械的特性の評価に関する検討を行った。また、熱処理による材質変化の基礎的知見を得るために、JN1 鍛造材の溶体化材をさらに温度と時間を変化させた数種の条件で熱処理し、熱処理に伴う機械的特性の変化についても評価を行った。

2. 供試材料および実験方法

2.1 供試材料および試験片 本実験に供した材料は JN1 鍛造材の溶体化処理材とその溶接部である。溶体化材は板厚 250 mm の鍛造材を 1075°C まで加熱し、12 分保持後に水冷したものである。また、溶接部は板厚 200 mm の溶体化材に TIG 溶接を施したものであり、溶接材としてはインコネル I-625 合金およびこれを改良した I-625 M 合金が使用されている。JN1 鍛造材と溶接材の成分組成および 4 K での機械特性をそれぞれ表 1 と表 2 に示す。また、熱処理材は

(1) loading unit, (2) load cell, (3) load cell adapter, (4) LVDT, (5) load column, (6),(12) pull rod, (7) puncher and dies for SP test, (8) liquid helium transfer tube, (9) liquid helium dewar, (10) liquid nitrogen dewar, (11) load plate, (13) upper crosshead, (14) lower crosshead, (15) base frame, (16) electrical feed-through, (17) vacuum valve, (18) styrofoam(exploded polystyrene plastic), (19) radiation shield plates.

Fig. 2 Cryostat for SP test apparatus

溶体化材をさらに 1 時間あるいは 5 時間、650–800°C の範囲内の温度条件で時効処理したものである。

図 1 に JN1 溶接部から SP 試験片を採取した位置を示す。いずれの SP 試験片も L 方向に沿って採取し、表面を鏡面に仕上げし、10×10×0.5 mm 寸法の板状試験片を作製した。特に、融合線を含み採取した試験片(以下融合線試験片と略す)では、融合線が試験片の中心になるように加工し、実験に供した。

2.2 実験方法 図 2 に室温から液体ヘリウム温度までの SP 試験のために開発された実験装置を示

す。クライオスタットは内筒と外筒により構成され、内筒に液体ヘリウムを注入するためにロッド、フレーム、ジグなどは、熱伝導率が低く低温での強度が高いチタン合金が使用されている。SP 試験用ジグの模式図を図 3 に示す。上・中・下部ダイスから構成され、それらは四つの締付けボルトにより締結される。それぞれの締付けボルトはトルクレンチを用いて、0.5 N・m のトルクで締付けられた。

4 K の場合、SP 試験はクライオスタット内で行った。試験片を SP 試験ジグにセットした後、内筒一杯に液体窒素を注入した状態で約 10 分予冷した。その後、内筒の液体窒素を抜き、外筒に液体窒素を注入してから、内筒に液体ヘリウムをトランスファチューブを通して注入し、約 10 分液体ヘリウム中で冷却してから SP 試験を行った。試験中、つねに試験片が液体ヘリウム中漬するように液体ヘリウムが連続供給され

Fig. 3 Puncher and dies for SP tests

た。負荷は、図 2 の上部に示す位置に設置したモータ駆動の負荷装置を用いて、0.1 mm/min のクロスヘッド速度で行った。集中荷重が直径 2.4 mm の鋼球とパンチャを介して、試験片中心に加えられる。特に溶接部融合線試験片の場合、負荷時の鋼球中心と溶接融合線を一致させ、実験を行った。荷重-変位曲線は X-Y プロッタおよびコンピュータを用いて記録した。変位はクロスヘッドに装着した LVDT により測定した値である。各材料の機械特性は破壊発生点までの荷重-変位曲線下の面積を SP エネルギーと定義し、これを用いて評価を行った。一つの実験条件について 2 回ないし 4 回の実験を繰返し行い、それらのデータの平均値を用いた。また、走査形電子顕微鏡 (SEM) を用いて破壊の形態の観察および破面観察を行った。

Fig. 4 Load-displacement curves obtained from JN1 solution treated material (symbolled by JN1 S. T) and welded joint at 77 K and 4 K

Fig. 5 Fracture appearances and fractographs of solution-treated JN1 and weld metal of TIG welded joint at 4 K, showing fracture morphology in (a), (b), and fracture surface in (c), (d)

Fig. 6 Cracks and fractograph in fusion line specimens at 4 K

3. 実験結果および考察

3・1 溶体化材および溶接部の破壊特性 図4は77 Kと4 KのSP試験により得られたJN1溶体化材、溶接材および融合線試験片の荷重-変位曲線を示したものである。図5と図6には4 Kの試験における破壊形態と破面の写真を示す。図5において(a)、(b)には下部ダイス側から観察した破壊の形態を、(c)、(d)にはそれぞれ対応する破面を示している。JN1の溶体化材の場合、試験温度の低下につれて、最大荷重および最大荷重までの変位が減少している。また、4 Kでは、室温と77 Kでは見られないセレーションが最大荷重の約1/2の荷重段階から連続的に観察されている。一方、溶接材の場合には、4 Kでは77 Kと比較すると、最大荷重および最大荷重までの変位が増大している。また、4 Kにおいて、セレーションがより低い荷重の荷重段階から高い頻度で発生している。溶体化材と溶接材においては、図5に例示するように、室温から4 Kまでの温度域において、典型的なディンプル破面を示し、破壊位置は試験片と鋼球の接する円周上で最もひずみが集中する位置で発生している。

融合線試験片においては、溶体化材試験片の荷重-変位曲線の温度依存性とほぼ同様の傾向を示しているが、最大荷重は溶体化材のそれより低くなる。また、4 Kにおいて、図4の矢印で示したように、最大荷重よりも極めて以前の荷重段階で、通常のセレーションと異なるポップインが観察された。ポップイン前後で、荷重-変位曲線は明らかに不連続である。このポップインと破壊プロセスを議論するために、エッチング処理により融合線やその近傍の組織を明らかにした4個の試験片についてSP試験を行い、その結果、2個の試験片について、ポップインが検出された。このポップインが検出された試験片について、ポップインの直後に除荷し、試験片表面を観察した結果、図6(a)、

Fig. 7 Temperature dependence of the SP energy obtained from solution treated JN1 (labelled by JN1 S. T) and welded joint

(b)に示したように、1個の試験片には長さ0.15 mmのき裂が融合線近傍で、他方の試験片には長さ1 mm以上のき裂が融合線に沿って発生していることがわかった。それらの試験片に対してさらに荷重を増大させると、前者の試験片には図5に示す溶体化材、溶接材とほぼ同様な円周状のき裂が進展したが、後者の試験片には融合線に沿ったき裂の進展が観察された。融合線試験片のHAZ部には、ディンプルの領域と、脆性的な粒界破面が混在している[図6(c)]。また、ディンプルの半径に差が見られ、溶接材、溶体化材、融合線試験片の順に小さくなり、融合線試験片において、破壊に伴う塑性変形が最も小さいことがわかる。上述の融合線試験片の特異な破壊挙動から判断すると、SP試験の結果を溶接部の融合線近傍の健全性に反映させることが可能であると推定される。

SP試験においての材料の機械的性質の評価はおもにSPエネルギーを用いて行われている⁽⁸⁾⁽⁹⁾⁽¹¹⁾。従来の結果は、融合線を除いた材料において、最大荷重以前には、微視的なき裂や変形集中帯が観察されているが、最大荷重以後の急激な荷重降下は巨視的なき裂と

対応している。本研究も従来の研究と同様に、最大荷重までの荷重-変位曲線下の面積を SP エネルギーと定義した。図 7 は JN1 溶体化材、溶接部の溶接材および融合線試験片の SP エネルギーの温度依存性を示す。溶体化材と融合線試験片の SP エネルギーは 77 K でピークを示し、4 K では低下している。一方、溶接材試験片の SP エネルギーは低温ほど高くなり、4 K まで温度の低下とともに単調に増大している。また、77 K と 4 K のいずれの温度においても融合線試験片の SP エネルギーが最も低く、溶接部において、融合線の機械的性質が最も低いことを示唆している。これは 4 K の試験片の破面観察結果と一致し、SP エネルギーによる溶接部の微細的領域の機械的特性の評価が可能であることがわかる。図 7 には、4 K の融合線試験片に見られたポップイン発生時における SP エ

ネルギーも同時に示している。その時点での SP エネルギーの値は溶体化材の SP エネルギーに対して約 1/4 の極めて低い値であり、溶接部の健全性評価において注目すべき点であると言える。

3・2 熱処理材の破壊特性 3・2 節では、JN1 材料の溶接に伴う熱履歴の影響に関する基本的な知見を取得することを目的として、JN1 溶体化材を 650–800°C の温度範囲で 1 時間あるいは 5 時間熱処理し、293 K から 4 K までの SP 実験により、熱処理に伴う破壊特性の変化を評価し、溶接部の結果との比較を行った。

図 8 は 3 種の熱処理材の 77 K と 4 K の荷重-変位曲線を示す。比較のために、溶接部の融合線試験片の曲線も図 8 に示した。いずれの実験温度においても、熱処理に伴う最大荷重および最大荷重までの変位の低下が見られた。また、4 K のセレーションは、650°C–5 時間および 700°C–1 時間の熱処理材については、溶体化材とほぼ同様に検出されたが、700°C–5 時間と 800°C の熱処理材については、ほとんど検出されなかった。極低温のセレーションはおもに塑性変形に関連する現象であることが指摘されている⁽¹³⁾。本研究の JN1 材料の SP 試験において、セレーションは荷重が約 1.5 kN の負荷段階から発生している。700°C–5 時間と 800°C の熱処理材においてセレーションが検出されなかったのは、これらの熱処理材は延性が低く、上述のセレーションの発生荷重よりも低い荷重の負荷段階で脆性破壊したためであると考えられる。

Fig. 8 Load-displacement curves obtained from heat treated JN1 and fusion line specimens at 77 K and 4 K

(a), (d) 650°C-5h

(b), (e) 700°C-1h

(c), (f) 700°C-5h

Fig. 9 Fracture appearances and fractographs of heat-treated JN1 at 4 K

Table 3 Fractography and fracture appearance of solution treated JN1 and heat treated materials

Test Temp. Materials	293K		77K		4K	
	Fractography	Fracture Appearance	Fractography	Fracture Appearance	Fractography	Fracture Appearance
Solution Treated	D	C	D	C	D	C
650°C-5H	D	C	D + B	C	D + B	C
700°C-1H	D + B	C	D + B	C + R	D + B	C + R
700°C-5H	D + B	C	B	C + R	B	R
750°C-1H	D + B	C	B	C + R	B	R
750°C-5H	D + B	C	B	C + R	B	R
800°C-1H	D + B	C + R	B	C + R	B	R
800°C-5H	D + B	C + R	B	C + R	B	R

Here, D: ductile dimple, B: brittle intergranular, C: circumferential, R: radial

Fig. 10 Temperature dependence of the SP energy obtained from heat treated JN1 materials

図9には4Kの実験温度における熱処理材の破壊形態[(a), (b), (c)図]と破面写真[(d), (e), (f)図]を示す。650°C-5時間および700°C-1時間の熱処理材の場合、比較的大きな塑性変形後に円周状破壊が観察された[図9(a), (b)]。また、破面には両材料ともに延性ディンプルが観察されたが、粒界破面が混在している[図9(d), (e)]。これらに比べ、700°C-5時間の熱処理材の場合、クラックは試験片の中心部で発生し、放射状に進展し、破面は脆性粒界破面である[図9(c), (f)]。SP試験により得られたすべての熱処理材の破面および破壊様相の観察結果を表3に示す。JN1溶体化材は極低温で円周状に延性破壊するが、650-800°Cで1-5時間の熱処理に伴って、破壊形態は放射状、破面は脆性粒界破面に遷移した。

図10には熱処理材と溶接部の融合線試験片のSPエネルギーの温度依存性を比較して示す。熱処理に伴う材質劣化は明らかである。本研究の熱処理温度と時間の範囲内で、高い温度、長時間熱処理ほど、SPエネルギーの低下幅が大きい。また、室温よりも極低温での低下幅が大きい場合がある。例えば、800°C-5時間

の熱処理材のSPエネルギーは、室温においては溶体化処理材の約50%であるが、77Kと4Kにおいては溶体化処理材の10%前後であった。破面観察結果により、この材質劣化は脆性粒界破壊に起因するものであることが明らかになった。熱処理に伴って、粒界に炭化物あるいは窒化物の析出⁽¹⁴⁾が考えられるが、その解明は今後の課題である。

熱処理材と溶接部の融合線試験片のSP試験結果を比較した結果、650°C-5時間および700°C-1時間熱処理材のSP試験の荷重-変位曲線とSPエネルギーは、融合線試験片のそれとほぼ同様で、また、これらの熱処理材の破面は融合線近傍の母材すなわちHAZ部の破面とほぼ同様であることがわかった。したがって、本研究において得られた熱処理による材質変化挙動の結果は、溶接に伴う熱履歴の影響によるJN1材の材質劣化の評価に対して重要な情報を提供できると考えられる。

4. 結 論

オーステナイト系ステンレス鋼JN1鍛造材の溶体化材、熱処理材とTIG溶接部の溶接材および融合線試験片について、室温から液体ヘリウム温度までの各温度において、SP(Small Punch)試験により破壊特性の評価を行い、次のような結果が得られた。

(1) JN1溶体化材とインコネル溶接材は極低温においても延性破壊を示し、高いSPエネルギーを有する。溶接部の融合線試験片においては、最大荷重点で計算したSPエネルギーはJN1溶体化材の約80~85%の値であり、また、ポップインによる融合線近傍のクラックの発生や、融合線上のクラックの発生と進展が観察された。

(2) JN1材は650-800°Cで1-5時間の熱処理に伴って、極低温においては延性破壊から脆性粒界破壊に遷移し、それと同時にSPエネルギーが低下した。また、ポップインによるクラックの発生を除けば、650°C-5時間および700°C-1時間の熱処理材は、融合

線試験片とほぼ同様な破壊挙動と SP エネルギーを示し、その破面は HAZ 部の破面とほぼ同様である。

(3) 微小試験片を用いた SP 試験は極低温構造材の機械材質の温度依存性、熱処理に伴う材質劣化および溶接部の融合線近傍のような微視的領域の破壊特性の評価に有効な方法である。

本研究の一部は、通商産業省工業技術院から(財)大阪科学技術センター附属ニューマテリアルセンターへの委託による「石油代替電源新素材の試験・評価方法の標準化に関する調査研究」極低温材料分科会において実施されたものである。

文 献

- (1) 緒形俊夫, 低温工学, **26**(1991), 18-29.
- (2) Ogawa, T., ほか 3 名, *Welding J.*, (1990), 205 s-212 s.
- (3) 進藤裕英・ほか 5 名, 日本金属学会誌, **59**(1995), 793-798.
- (4) Standard Test for J_{IC} , A Measure of Fracture Toughness E813-89, *Annual Book of ASTM Standards*, 03.01 (1995).
- (5) Banks, E., *Welding J.*, (1974), 299 s-306 s.
- (6) Dolby, R. E. and Knott, J. F., *JISI*, **210** (1972), 857-865.
- (7) *JAERI memo*, (1987), 62.
- (8) Baik, J. M., ほか 2 名, *ASTM STP*, 888 (1986), 92-110, ASTM, Philadelphia, PA.
- (9) Misawa, T., ほか 3 名, *J. Nucl. Mater.*, **150** (1987), 194-202.
- (10) Mao, X., ほか 2 名, *J. Test. Eval.*, **15** (1987), 30-37.
- (11) 時津和博・ほか 5 名, 機論, **57**-544, A(1991), 2911-2915.
- (12) Lyu, D. Y., ほか 5 名, *Proceedings of the IV Conference of Asian Pacific Congress on Strength Evaluation*, **2** (1991), 1482-1487.
- (13) 福島英二・後藤昭, 日本金属学会誌, **39**(1975), 182-187.
- (14) 佐藤雄一・ほか 2 名, 機械学会材料力学部門講演会講演論文集, B(1995-8), 193-194.