- 3) I. Tatsukawa and I. Oda: "Residual Stress Measurements on Explosive Stainless Clad Steel", Trans. JWS, 2-2 (1971), 26
- 4) 立川, 小田: "爆着フェライト系ステンレスクラッド鋼の残留応力と微視的組織". 圧力技術, 14 (1976) 120
- 5) 日本材料学会編: "X線応力測定法". 1966, 養賢堂
- 6) M.G. Moore and W.P. Evans: "Mathematical Correction for Stress in Removed Layer in X-ray Diffraction Residual Stress Analysis", SAE Trans., 66 (1958), 340
- 7) 日本金属学会編: "金属データブック". (1974) 106, 丸善

耐熱合金 A286 ならびにハステロイ X の拡散接合*

田村 博** 恩沢 忠男** 鈴村 暁男***

Diffusion Welding of High Temperature Alloy A286 and Hastelloy X*

by Hiroshi Tamura**, Tadao Onzawa**, and Akio Suzumura***

The diffusion-welding characteristics of γ' precipitation-hardened nickel-iron alloy A286 and solid-solution-strengthened nickel-base alloy Hastelloy X have been studied by microscopy, electron probe microanalysis, tensile tests, and stress-rupture tests.

In diffusion welding of A286 without any interlayer metals some titanium compounds were formed at the weld interface, which caused very poor joint properties. However, the formation of these compounds were fairly prevented by welding with a nickel foil interlayer at above the solvus temperature of γ' and η precipitates.

The diffusion heat treatment to promote the joint homogenization remarkably improved the joint properties, and diffusion welds of A286 and Hastelloy X with nickel foil interlayers were made which exhibited 80~100 % joint efficiency in 815°C stress-rupture tests.

An alloy interlayer having similar compositions to those of the base metal sometimes reduced the weldability.

1. 緒 言

近来, 耐熱合金においても拡散接合が有効な接合法であることが認識され, 一部の耐熱合金では満足できる接合結果が得られている。しかし, とくに析出強化型耐熱合金の場合, 高温クリープ強さが問題とされるにもかかわらず母材なみの強さをもつ接合部を得ることが難しく, さらに研究が望まれている。ところが, 継手のクリープ強さまで論じた研究は国内ではこれまでほとんどなく, 外国に数例見られるだけである¹⁻²⁾。

本報では, Al, Ti による γ' 相析出強化型耐熱合金として鉄基の A286, Mo 固溶強化型耐熱合金としてニッケル基のハステロイ X を選び, それぞれの材料を拡散

接合して, その直接接合性ならびにインサートメタルを用いた場合の接合性を, 金属組織および常温での機械的性質さらに高温での応力-破断試験結果により検討した。また耐熱合金は一般に熱処理により強度を高めるが, その熱処理が接合部に及ぼす影響についても検討を加えた。

2. 供試材ならびに実験方法

供試材は母材として A286 とハステロイ X を用い, インサートメタルにはニッケルおよびインコネル 600 の厚さ 5 μm の箔を用いた。接合試片の形状は直径 9 mm, 長さ 50 mm の丸棒とした。Table 1 に供試材の化学組成を示す。

接合は, 接合面をエメリー紙で1500番まで研磨し, トリクレンおよびアセトンにて洗浄後直ちに試片を接合装置内に装填し, 5×10^{-5} torr の真空中において高周波

*原稿受付 昭和52年10月18日 (昭和51年度春季全国大会にて発表)

**正 員 東京工業大学 Member, Tokyo Institute of Technology

***学 生 員 東京工業大学大学院 Student Member, Tokyo Institute of Technology g.c.

Table 1 Chemical Compositions of the Specimens

		(wt %)											
		C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	W	V	Co	Al	Ti	Fe
Base Metal	A286	.06	.70	1.12	24.6	14.8	1.28	—	.29	—	.27	2.0	Bal.
	Hastelloy X	.10	.34	.38	Bal.	21.8	8.62	.50	—	1.60	—	—	18.4
Insert metal	Inconel 600	.10	.30	.30	Bal.	15.0	—	—	—	—	—	—	8.0
	Ni	—	—	—	99.9	—	—	—	—	—	—	—	—

Table 2 Welding Conditions

Welding Temperature (°C)	700	800	900	1000	1100	1200
Welding Pressure (kg/mm ²)	30	15	2.0	1.2	0.8	0.5

Table 3 Post Weld Heat Treatment

Joint	Mark	P. W. H. T.
A286	A-1	980°C, 2hours Oil Quenching +715°C, 16hours Air Cooling
	A-2	1200°C, 2hours O. Q. +715°C, 16hours A. C.
Hastelloy X	H-1	1180°C, 20minutes Water Quenching
	H-2	1180°C, 2hours W. Q.

により加熱し、油圧により所定の圧力を加えておこなった。圧力は各温度での接合変形率がほぼ一定（約3%）となるように定めた。これを Table 2 に示す。

接合した試片は、接合したままあるいは熱処理を施した後に、常温引張試験ならびに高温における応力-破断試験をおこなうとともに、接合部の組織観察ならびにX線マイクロアナライザによる元素分析、破面観察などをおこなった。熱処理は一般におこなわれている固溶熱処理および析出熱処理をもとに、さらにインサートメタルの拡散を促進させるための拡散熱処理を加えて各材料につき2通りの方法を定めた。これを Table 3 に示す。

3. 実験結果ならびに考察

3.1 接合性におよぼすインサートメタルの効果

直接接合とインサートメタルを用いた場合の接合を比較する一方、インサートメタルとして工業用純ニッケルと、ハステロイX母材に類似した組成をもつインコネル600箔を用い比較した。

3.1.1 A286 継手におけるインサートメタルの効果

Fig. 1 は A286 を各温度で1時間接合後 Table 3 中の A-1 の熱処理を施したのち、引張試験した結果である。直接接合では接合温度 1200°C でも引張強さは母材の約70%にすぎず、絞りもほとんど0%に近い。したがって A286 の直接接合性は非常に悪いことがわかる。これに対しニッケル箔あるいはインコネル600箔をインサートメタルに用いて接合すると接合性は大幅に改善さ

Fig. 1 Effects of welding temperature and of the use of an interlayer on mechanical properties of A286 joint after heat treatment of A-1 shown in Table 3.

れ、1200°Cで接合した継手はどちらを用いた場合でも母材破断している。

Fig. 2(a) は 1000°Cで直接接合したままの A286 の組織ならびに XMA による元素分析結果である。母材中では結晶粒の粗大化に伴って粒界が移動しているのに対し、接合界面は直線状のまま残っている。XMA の分析によると接合界面には Ti が富化し、その化合物が

Fig. 2 As-welded microstructure and electron probe microanalysis of A286 joint welded at 1000°C, 1 hour (a) without an interlayer (b) with a 5 μm nickel interlayer (×400)

接合界面における粒界移動を阻止している。このチタン化合物の形成は A286 母材中のチタンと接合面上に残留していた炭素、窒素あるいは酸素などの汚染物質との反応によると考えられ、接合前に接合面を完全に清浄にすることの困難さがうかがえる。なおこのチタン化合物は破面の X 線回折によっては同定できなかったが、Duvall らの研究²⁾によると Ti (C, N) あるいは NiTiO_3 と思われる。Fig. 2(b) はインサートメタルとしてニッケル箔を用いた場合であるが、箔と母材の界面に存在する介在物は Fig. 2(a) に比べて大幅に減少している。なお Fig. 2(b) ではチタンが接合界面部で部分的に濃度の低いところから高いところへ拡散を起こしているが、これは箔-母材界面の汚染物質とチタンの反応によるものではなく、ニッケル、鉄、クロムなどの濃度分布に起因するものである。すなわち拡散は常に化学ポテンシャルの勾配に従って起こるため、多元系では濃度勾配に逆らって拡散が進行する場合が生じる。このような拡散は一般に up-hill diffusion と呼ばれている³⁾。

引張試験ではこれらの継手はどちらも接合面で破断したが、継手強さはニッケル箔を用いたものの方がはるかに大きかった。Fig. 3 はこれらの継手の破面写真である。直接接合による試片の破面にはエメリー紙による研磨の跡が残っているのに対し、ニッケル箔を用いたものにはそれらは見られず、箔によって接合面の密着化が促進されたことを示している。

3.1.2 ハステロイ X 継手におけるインサートメタルの効果

Fig. 4 はハステロイ X を各温度で 1 時間接合し、熱

Fig. 3 Scanning electron fractographs of the same joints as in Fig. 2 (×400)

Fig. 4 Effects of welding temperature and of the use of an interlayer on mechanical properties of Hastelloy X joint without P.W.H.T.

処理なしの場合の引張試験結果である。ハステロイ X 母材中には接合面に残留していると思われる炭素、酸素あるいは窒素と結合して接合界面に固着する介在物を形成するような元素が含まれていないため、A286 に比べると直接接合性は良いが、ニッケル箔を用いることによりさらに接合性が改善されている。しかしハステロイ X 母材と類似した組成をもつインコネル 600 箔の場合には、かえって接合性が低下する現象が見られた。

Fig. 5 はインコネル 600 箔を用いて 1000°C で 1 時間接合し、その後 1180°C で 20 分間熱処理を施したハステロイ X 継手の組織である。ニッケル箔の場合には見られなかった微小な黒いものが多数接合界面に見られ、これが継手強さを低下させていると考えられる。これは空隙か酸化物などの介在物と思われるが、非常に小さいため光学顕微鏡検査や XMA による分析では識別できなかった。ハステロイ X とインコネル 600 の組合わせに

Fig. 5 Microstructure and electron probe microanalysis of Hastelloy X joint welded at 1000°C, 1 hour with a 5μm Inconel 600 interlayer, and treated with P.W.H.T. of H-1 shown in Table 3 (×400)

このようなものが多く見られた原因としては、インコネル 600 の硬さがニッケルよりも高いため接合面に空隙が残しやすい点と、インコネル 600 の組成がハステロイ X 母材と類似しているため元素の濃度勾配が小さくなり拡散量が少なくなつて、介在物が分散しにくくなった点があげられる。

3.2 接合後熱処理の影響

耐熱合金は一般に熱処理を施したのち使用するが、接合後その熱処理が接合部におよぼす影響について調べ、さらに接合部の元素の均一化を促進させるためにおこなつた拡散処理の効果について検討した。

3.2.1 A286 継手に対する接合後熱処理

Fig. 6 はニッケル箔を用いて接合した A286 継手に、A-1 と A-2 の熱処理を施した場合の継手性能を比較したものである。1000°C 以下の温度で接合した場合は A-1 に比べて A-2 の熱処理による継手性能の改善が著しい。

Fig. 7 はニッケル箔を用い 1000°C で 1 時間接合した A286 継手に両者の熱処理を施した場合の接合部の組織および元素分布を比較したものであるが、Fig. 2(b) の接合したままの状態に比べて Fig. 7(a) の A-1 の熱処理はほとんど元素の均一化には寄与せず、むしろニッケル箔中へのチタンの up-hill diffusion を進行させている。これに対し Fig. 7(b) の A-2 の熱処理は元素の均一化に効果があり継手性能の向上にも貢献している。しかしこの程度の熱処理ではまだかなり元素分布に不均一があり、さらにもとのニッケル箔と母材との界面部にチタンが富化し問題を残している。なお (a) に比べて (b) ではチタンの up-hill 現象が緩和されている

Fig. 6 Effects of welding temperature and of post welding heat treatment on mechanical properties of A 286 joint

Fig. 7 Microstructure and electron probe microanalysis of A 286 joint welded at 1000°C, 1 hour with a nickel interlayer (a) after P.W.H.T. of A-1 (b) after P.W.H.T. of A-2 (×400)

が、これはニッケルの濃度勾配の減少に起因している。

3.2.2 ハステロイ X 継手に対する接合後熱処理

Fig. 8 はインサート金属としてニッケル箔を用い、1000°C で 1 時間接合したハステロイ X 継手に対する熱処理の影響を比較したものである。(a) の接合したままの状態に比べて (b) の H-1 の熱処理では接合部の組織がいくらか母材と異なっているが、元素の均一化はかなり促進されている。H-2 の熱処理を施すと (c) に見られるように元素分布もほぼ均一になり、組織的にも接合部と母材とに差が見られなくなっている。他の温度

Fig. 8 Microstructure and electron probe microanalysis of Hastelloy X joint welded at 1000°C, 1 hour with a nickel interlayer (a) as-welded (b) after P.W.H.T. of H-1 (c) after P.W.H.T. of H-2 (× 400)

で接合した継手の場合もほぼ同様であり、ハステロイ X 継手の接合後の熱処理としては H-2 程度の熱処理で良いといえる。なおニッケル箔を用いて 800°C 以上の温度で接合し、H-1 あるいは H-2 の熱処理を施したハステロイ X 継手は、引張試験ですべて母材破断した。

3.3 A286 接合界面におけるチタン化合物の形成と接合条件

Fig. 9(a) はニッケル箔を用いて 800°C で 1 時間接合した A286 継手に A-2 の熱処理を施した場合の接合部の組織と元素分布であり、Fig. 9(b) は 1200°C で接合後 A-1 の熱処理を施した場合である。両者を比較すると元素の拡散状況は類似しているが、組織を見ると 1200°C で接合した場合に比べて 800°C で接合したものはもとのニッケル箔と母材との界面部におけるチタン化合物の形成が著しく増加している。このチタン化合物の形成は 900°C 以下の接合で著しく、1000°C 以上の接合ではかなり減少する傾向が見られた。また Fig. 1 を見ると A286 の接合の場合接合温度 1000°C を境に継手性能に大きな差があることがわかる。継手の破面の X 線回折ではこのチタン化合物が MC タイプのものであるか γ' 相 ($\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$, fcc) や η 相 (Ni_3Ti , hcp) であるか 同定できなかったが、その生成は接合温度と γ' あるいは η の固溶温度との関係に関連づけられる。すなわち A286 における γ' 相および η 相の固溶温度はそれぞれ 855°C と 915°C⁴⁾ であり、これ以下の温度で接合をおこなうと界面部にこれらが析出しやすくなると考えられる。このチタン化合物は熱処理によっても容易に分散せず、また高温度長時間におよぶ熱処理は結晶粒の粗大化など母材に悪影響をおよぼすため、接合時に

Fig. 9 Effect of welding temperature below or above the solvus temperature of γ' and η precipitates on the microstructure of A286 joint with a nickel interlayer (a) welded at 800°C, 1 hour; P.W.H.T. of A-2 (b) welded at 1200°C, 1 hour; P.W.H.T. of A-1 (× 400)

これらが接合界面に析出しないように、A286 の接合は γ' および η の固溶温度以上でおこなう必要がある。

3.4 応力一破断試験結果

常温引張試験において母材強度に匹敵した継手の中からいくつかを選び応力一破断試験をおこなった。Fig. 10 および Fig. 11 はそれぞれニッケル箔をインサートメタルとして用いて接合した A286 およびハステロイ X 継手の 815°C における応力一破断試験結果である。接合温度が高くまた熱処理温度の高いものあるいは熱処理時間の長いものほど破断寿命が長くなる傾向がある。継手

Fig. 10 815°C stress-rupture test on A286 joint with a nickel interlayer

Fig. 11 815°C stress-rupture test on Hastelloy X joint with a nickel interlayer

効率により評価すると、一部を除きほぼ良好な結果が得られている。しかしどの継手も接合界面で破断が起こり、母材と比べて伸びや絞りがかかなり劣った。Fig.8(c)の Hastelloy X 継手の場合でも応力-破断試験では母材破断しないことから、わずかな元素分布の不均一が応力-破断試験には大きく影響することがわかる。したがって耐熱合金の接合に際しては介在物などの欠陥を防ぐことはもとより、接合部における元素の均一化が非常に重要な因子になるといえる。また元素の均一化という観点

から用いたインコネル 600 箔にも問題があったことや高温度長時間の熱処理が母材に悪影響をおよぼすことなどを考え合わせると、箔を用いた接合にはある程度の限界があると思われる。

4. 結 論

耐熱合金 A286 ならびに Hastelloy X を拡散接合し、インサートメタルの効果および接合後熱処理の影響などを接合部の組織観察、元素分析、引張試験、応力-破断試験などにより検討した結果、次の結論を得た。

(1) A286 を拡散接合するにはインサートメタルとしてニッケル箔を用い、 γ' および γ の固溶温度以上の温度で接合する必要がある。

(2) Hastelloy X に対するインコネル 600 箔のように、母材に類似した組成をもつ合金をインサートメタルとして使用するとかえって接合性が低下する場合がある。

(3) A286, Hastelloy X とも接合後 1200°C 付近で拡散熱処理を施すことにより継手性能は大幅に改善され、常温引張強さは容易に母材なみに達する。

(4) 応力-破断試験で継手効率80%以上の継手が得られた。しかしすべて接合界面で破断しており、母材破断するような継手を得るには接合部における元素のより一層の均一化が必要と思われる。

参 考 文 献

- 1) K.H. Holko et al.: Enhanced Diffusion Welding of TD-NiCr Sheet, W.J. Vol. 51-2 (1972), 81s
- 2) D.S. Duvall et al.: Methods for Diffusion Welding the Superalloy Udimet 700, W.J. Vol. 51-2 (1972), 41s
- 3) 平野: 合金中の拡散(Ⅱ) 金属学会会報, 第7巻, 第1号 (1968), p. 40
- 4) D.R. Muzyka: The Superalloys, Ed. by C.T. Simes and W.C. Hagel, New York, Wiley. (1972), 136

出 版 案 内

「溶接開先標準・解説 (JSS6-1977)」

日本鋼構造協会発行 A 5 版 198頁 定価 3000円 (送料 500円)

日本鋼構造協会標準類として1973年に制定されたものの1977年改定版。

従来のアーク溶接, サブマージアーク溶接にガスシールド半自動溶接を加え, 通常用いられている溶接方法の溶接姿勢, 開先形状, 寸法の標準化を体系付けた。

申込先 榊 鉄 構 社 100 東京都千代田区猿楽町 2-8-10 富士ビル 1

電話 03-924-3641 振替口座 東京 15632