9Cr–1Mo–V–Nb 鋼溶接継手の長時間クリープにおける Type IV破壊と微細組織

渡部 隆*・山崎 政義*・本郷 宏通*・田淵 正明*・田辺 龍彦*

Relationship between Type IV Fracture and Microstructure on 9Cr–1Mo–V–Nb Steel Welded Joint
Creep-ruptured after Long Term

Takashi WATANABE, Masayoshi YAMAZAKI, Hiromichi HONGO, Masaaki TABUCHI and Tatsuhiko TANABE

Synopsis : The long-term creep rupture testing was conducted on 9Cr–1Mo–V–Nb steel welded joint to obtain its creep rupture properties and microstructural changes during creep. From these data the relation between the microstructural change and the initiation and propagation of a creep crack was examined. Creep rupture tests were done at three temperatures of 823K, 873K, and 923K, under the stress ranges of 160–230 MPa, 80–130 MPa, and 40–80 MPa, respectively. In order to investigate the stress and strain distribution of the welded joint specimen that showed the type IV fracture in the low loading stress range at 873K and 923K, finite element method (FEM) analysis was carried out using the creep data of simulated HAZ specimen. The analysis revealed that the stress triaxiality is higher in the fine grained HAZ region adjacent to the base metal than in the other parts. The analysis combined with the experimental results suggests that creep crack would initiate at the fine grained HAZ region adjacent to the base metal at the location of transition in groove angle in the welded joint and would propagate toward the upper part of the V groove along the V groove in the region.

Key words: 9Cr–1Mo–V–Nb steel; welded joint; microstructural; type IV fracture; HAZ; FEM analysis.

1. 緒言

高温構造物の設計における母材の許容応力はASMEコードに準じて、高温側では主にクリープ強さ、またはクリープ破断強さから定められている¹⁾。そのため、フェライト系耐熱鋼の母材については今までに歴大なクリープ破断データが蓄積され、寿命・余寿命予測に関する評価研究が行われてきている^{2–9)}。しかし、フェライト系耐熱鋼部材を使用した高温構造物では長期間の稼働により材質劣化が進行し、その破壊の多くは溶接部で生じている。

近年、フェライト系耐熱鋼において長期間使用された高温構造物の溶接部の熱影響部(HAZ: Heat Affected Zone)細粒域に生じるクリープき裂(Type IV破壊)が問題となり、その機構解明の研究が活発に行われてきている。これら多くの研究では、局所的に形成されているHAZからの試験片の直接採取が困難であるため、HAZにおける材質劣化、クリープ損傷およびクリープ強度特性の把握には、HAZを模擬した再現HAZ材による検討が行われてきた^{10–14)}。また、実溶接部から切り出した溶接継手試験片についてのクリープ破断特性を調べた研究も行われてきた。これらの研究では、溶接継手試験片のクリープ破壊は低応力側においてType IVになることが明らかにされている^{15–19)}。しかし、Type IV破壊が生じる溶接継手のクリープき裂の発生

部位について調べた研究はない。

本研究では9Cr–1Mo–V–Nb鋼溶接継手試験片について長時間クリープ破断試験を行い、クリープ破断特性および微細組織変化を調べた。クリープ中に生じる溶接継手試験片の微細組織変化とクリープき裂の発生・進展との関連を検討した。さらに、溶接継手試験片について有限要素法解析を試みた。

2. 供試継手の製作および溶接継手試験片の採取方法

供試材は、板厚 25 mm の 9Cr–1Mo–V–Nb 鋼板 (NRIM/CDS/No. 43: ASME SA-387/SA-387M Grade 91) を使用した²⁰⁾。供試継手を得るために、この鋼板をガスタングステンアーク溶接法(GTAW: Gas Tungsten Arc Welding)で溶接した。その際ワイヤとしてTGS-9CBを使用した。母材および溶接金属の化学成分をTable 1に、溶接施工条件および積層順序をTable 2にそれぞれ示す。Table 2の左側に示す

Table 1. Chemical compositions of base metal and weld metal. (mass%)

Material	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	V	Nb	N
Base metal	0.08	0.34	0.49	0.005	0.004	8.34	0.89	0.23	0.07	0.059
Weld metal	0.08	0.20	0.99	0.004	0.004	9.21	0.94	0.18	0.04	0.012

Table 2. Procedure of gas tungsten arc welding.

Groove	V
	Wire	TGS-9CB
	Welding current (Amp.)	200
	Arc voltage (Volt.)	11
	Welding speed (cm/min)	10
	Preheating (K)	427-471
	Interpass tmp. (K)	427-471
	PWHT (K)	1016 x 8.5h

Fig. 1. Cross-sectional view of the welded joint.

Fig. 2. Sampling of test specimen from the welded joint.

積層順序に従って、1~39パス、15層の多層盛り溶接を行った。その後、1016K×8.5hの溶接後熱処理(PWHT: Post Weld Heat Treatment)を行った。溶接継手のマクロ写真をFig. 1に示す。X線で調べた結果、欠陥のない供試継手であった。供試継手材から溶接線に直角な方向から、溶接金属部が試験片平行部の中央になるように幅：5 mm，厚さ：17.5 mm，標点距離：100 mmの平板継手試験片を採取した。平板継手試験片の採取位置をFig. 2に示す。

3. 実験方法

クリープ破断試験は823K，873Kおよび923Kの3温度で行い，応力はそれぞれ160~230 MPa，80~130 MPa，40~80 MPaの範囲で行った。試験前の未使用材（以後，溶接まま材と表記する）および破断材について，光学顕微鏡，走査型電子顕微鏡(SEM)および透過型電子顕微鏡(TEM)を用いて組織観察を行った。硬さ測定はマイクロピッカース

Fig. 3. Stress vs. rupture time curves for the welded joint and base metal.

硬さ試験機を用いて，試験片破断面の反対側HAZから溶融線を基準に測定間隔：0.3 mm，荷重：4.9 N，保持時間：30 sで行った。溶接継手のFEM解析にはMCS Marc2002を用いた。

4. 実験結果および考察

4.1 溶接継手試験片のクリープ破断特性と破断位置の関係

継手試験片の応力-破断時間曲線を母材試験片²⁰⁾の結果と併せてFig. 3に示す。また，図中のW MおよびHAZは継手試験片の破断位置を示す。継手試験片のクリープ破断強度は，いずれの温度においても母材試験片に比べて低い。継手試験片の破断位置は，823Kでは破断材すべてが溶接金属部である。873Kにおいては，高応力短時間側では溶接金属部で破断する。しかし，破断時間が4000 hを越えるとHAZ破断となる。さらに，試験温度が50 K高い923Kになると破断時間が1000 h未満では溶接金属部破断であるが，7000 hを越える破断時間ではHAZ破断へと移行している。また，823Kの破断材，873Kおよび923Kの高応力短時間側の破断材において溶接金属部破断した原因は，本供試継手に用いられた溶接材料は母材に比べ，クリープ強度が低かったためと考えた。以上のことから，今回得られた温度・応力範囲内における溶接継手試験片の破断位置は823Kの試験結果を除けば高応力短時間側での溶接金属部破断から低応力長時間側でのHAZ破断に移行することがわかった。

各試験温度において最も長時間で破断した継手試験片の外観写真をFig. 4に示す。823K，160 MPa，13748.5 h破断材(a)では溶接金属部で破断している。873K，80 MPa，12414.8 h破断材(b)ではHAZで脆性的に破断している。試験温度が最も高い923K，40 MPa，7687.7 h破断材(c)では溶接金属部が大きく変形している。しかし，873K破断材

Fig. 4. General views of the creep fractured of welded joint specimens.

と同様 HAZ で破断している。なお、HAZ 破断材はすべて Type IV 破壊であった。

4・2 Type IV 破壊した溶接継手の硬さ分布およびクリープボイドの発生位置

Type IV 破壊した溶接継手および溶接まま材の硬さ分布を Fig. 5 に示す。溶接まま材は溶接金属部において約 230 HV の値を示す。溶接金属に隣接した HAZ から母材に隣接した HAZ に近づくにつれ、硬さは約 250 HV から約 200 HV へと低下した後、母材部の硬さ約 210 HV となる。Type IV 破壊した溶接継手の硬さ分布はいずれの温度・応力条件においても溶接まま材と同様の傾向を示す。873K, 100 MPa, 4271.2h 破断材は、母材に隣接した HAZ 近傍において硬さの最小値 177 HV を示す。80 MPa, 12414.8h 破断材は 4271.2h 破断材同様、母材に隣接した HAZ 近傍において硬さの最小値 163 HV を示す。試験温度が最も高い 923K, 40 MPa, 7687.7h 破断材においても母材に隣接した HAZ 近傍で硬さの最小値 175 HV を示す。このように、Type IV 破壊した溶接継手の硬さ分布は母材に隣接した HAZ 近傍で硬さの最小値を示すことがわかった。

次に、Type IV 破壊した溶接継手についてクリープボイドの発生位置を調べるため SEM 観察を行った。873K, 80 MPa, 12414.8h 破断材の溶接部における各部位での SEM 組織を Fig. 6 に示す。また、図中の数値は硬さの値を示す。硬さが 220 HV の溶接金属部(a)の組織は急冷凝固からなる柱状晶組織が観察される。また、硬さが 217 HV の溶接金属に隣接した HAZ 近傍(b)は細粒および粗粒が観察される混粒組織である。通常、フェライト系耐熱鋼における溶接金属部近傍の HAZ は粗粒組織のみが観察されるはずである。しかし、本供試継手の溶接金属に隣接した HAZ 近傍(b)では明確な粗粒域だけの組織は観察されな

Fig. 5. Hardness variations in the base metal (BM), heat-affected zone (HAZ) and weld metal (WM).

かった。この原因は、本研究で用いた溶接継手の溶接積層数が板厚 25 mm に対し 15 層 39 パスの多パス溶接を施したことにより、前パスで形成された粗粒組織が次パスによって Ac₃ 近傍の変態点温度に曝されたために粗粒域だけの組織は観察されず混粒組織になったものと考えた。硬さが 163 HV と最小値を示した母材に隣接した HAZ 近傍(c)では細粒組織であり、またクリープボイドも観察される。硬さが 184 HV の HAZ に隣接した母材部(d)および 203 HV の HAZ から離れた母材部(Fig. 6-(e))では焼戻しマルテンサイトの組織が観察される。また、クリープボイドは硬さが最小値を示した、母材に隣接した HAZ 近傍で多数観察された。さらに、他の Type IV 破壊した溶接継手試験片についても調べた結果、同様の観察結果が得られた。

4・3 Type IV 破壊した溶接継手の微細組織

溶接まま材および 873K, 80 MPa, 12414.8h で Type IV 破

Fig. 6. Microstructure of the type IV fractured specimen of the welded joint.

Fig. 7. Transmission electron micrographs of the as-welded specimen and type IV fractured specimen of the welded joint.

壊した溶接継手の薄膜組織を Fig. 7 に示す。溶接まま材は溶接金属部(a)において非常に高い転位密度が観察される。溶接金属部に隣接した HAZ 近傍(b)の転位密度は母材に隣接した HAZ 近傍(c)に比べ高い。母材に隣接した HAZ 近傍(c)では、マルテンサイト組織は観察されない。母材部(d)では微細なマルテンサイト組織および転位密度の高い組織が観察される。それに対し、Type IV 破壊した溶接継手では溶接金属部(e)の転位密度は溶接まま材の溶接金属部(a)に比べ低下している。溶接金属部に隣接した HAZ 近傍(f)および母材に隣接した HAZ 近傍(g)においても、溶接

まま材の溶接金属部に隣接した HAZ 近傍(b)および母材に隣接した HAZ 近傍(c)に比べ転位密度が著しく低下している。母材に隣接した HAZ 近傍(g)では炭化物の粗大化が顕著であり、回復が最も進んでいる。そして、母材部(h)では溶接まま材の母材部(d)に比べ明確なマルテンサイト組織が観察されなくなり転位密度も低下している。さらに、旧オーステナイト粒界近傍ではサブグレインの形成が観察される。

以上の観察結果から、873K、80MPa、12414.8h で Type IV 破壊した溶接継手の微細組織は溶接金属部、溶接金属

Fig. 8. Profile and optical microstructures of the type IV fractured specimen of the welded joint.

に隣接したHAZ近傍および母材部に比べ、母材に隣接したHAZ近傍において転位密度が著しく低下していることがわかった。

4・4 溶接継手におけるクリープき裂の進展およびFEM解析

長期間稼働した高温構造物内に生じたクリープ損傷を把握することは、構造物の寿命・余寿命を知る上で重要である。寿命・余寿命を推定する1つの手法としては、レプリカ法による組織観察が知られている。しかし、レプリカ法は、構造物の表面における組織状況の判断しかできない。このことは、クリープき裂が構造物の表面に発生していれば検出できるが、重大事の証拠が常に表面検査で明らかになるとは限らない。本節では、クリープ変形中に生じた溶接継手のクリープき裂の発生・進展が試験片の表裏面か内部であるかを調べるため、マクロ組織観察およびFEM解析を行った。

Fig. 8は873K, 80MPa, 12414.8hでType IV破壊した継手試験片のマクロ写真および光学顕微鏡組織を併せて示す。マクロ写真に示す試験片破断面の反対側HAZのクリープき裂は板幅・板厚の内部に発生している。また、クリープき裂の発生位置は板厚上部(a)、中央部(b)および下部(c)に観察されるように、母材部とHAZの境界から400~500μmの母材に隣接したHAZ細粒域である。このクリープき裂の発生位置は先に4・2節Fig. 5で記述した硬さ分布において最小値を示した位置とほぼ一致していた。さらに、クリープき裂の開口の幅は板厚の下部(c)から中央部(b)、上部(a)に向かって狭くなっている。このことは、クリープき裂が板厚の下部から上部に向かって進展していることを示唆しているものと考ええる。

次に、クリープき裂の発生の起点を調べるため、溶接金属、HAZおよび母材それぞれの機械的性質およびクリープ特性を用いたFEMによる3次元弾性クリープ解析を行った。本溶接継手試験片のHAZでは4・2節Fig. 6で記述したように明確な粗粒域は観察されず、混粒域および細粒域が観察された。また、クリープき裂の発生位置は母材に隣接したHAZ細粒域であることから、HAZに関しては細粒域のみを考慮し、混粒域は溶接金属部に含めて扱った。クリープ構成式は式(1)に示すNorton則を用いた。

$$\dot{\epsilon} = A \sigma^n \quad \text{..... (1)}$$

ここで、 $\dot{\epsilon}$ は最小クリープ速度、 A は材料定数、 σ は応力、 n は応力指数である。また、応力多軸度は式(2)によって計算した。

$$\text{Triaxiality Factor} = (\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3) / \sigma^* \quad \text{..... (2)}$$

ここで、 σ_1 , σ_2 , σ_3 は主応力、 σ^* はMisesの相当応力である。

HAZのクリープ特性はHAZ再現材熱処理を施し、試験片全体をHAZ組織としたクリープ試験から求められる。本研究では、溶接金属および細粒HAZ再現材のクリープ特性が得られていないため、Eggelerら²¹⁾の文献値を引用し定数 A , n を求めた。また、母材のクリープ特性についてはNRIM/CDS/No. 43²⁰⁾の最小クリープ速度 $\dot{\epsilon}$ を使用し、材料定数 A および応力指数 n を求めた。FEM解析に用いた873Kにおけるそれぞれの材料定数をTable 3に示す。また、ポアソン比は0.3とした。解析対象は溶接金属中央部に対して対称なので、Fig. 9に示す1/2モデルとした。

Fig.10に873K, 80MPa, 解析時間12000hにおける溶接

部の応力多軸度の分布を示す。なお、試験片の表裏面にクリープき裂が観察されなかったため、Fig.10には試験片の板幅(5mm)の中心部(2.5mm)の計算結果のみを示した。溶接部の応力多軸度は開先の屈曲部のHAZ、上部のHAZおよび下部のHAZの順に高いことがわかる。また、いずれのHAZ内部においても母材に隣接したHAZ近傍において多軸度が高いことがわかる。多くのモデルで、多軸クリープでのボイドの発生・成長には静水圧応力の影響があると考えられている。今回の解析結果はそれを裏付けており、Fig. 8のボイドやき裂の観察結果と応力多軸度の分布は良く一致した。

以上の観察および解析結果から、Type IV破壊した溶接継手試験片のクリープき裂の発生および進展方向を模式図

Table 3. Creep properties of Norton's rule used for the FEM analysis.

	E (GPa)	A (MPa ⁿ h) ⁻¹	n
WM ※1	109	7.20×10^{-25}	8.6
HAZ (soft zone) ※1	109	4.53×10^{-21}	7.8
BM ※2	109	4.91×10^{-29}	11.1

※ 1 : Eggeler, G. et al. ²¹⁾

※ 2 : NIRM/CDS/No.43 ²⁰⁾

Fig. 9. 3D FE mesh of welded joint specimen.

Fig. 10. The distribution of the stress triaxiality for welded joint.

としてFig.11に示す。溶接継手試験片のクリープき裂は試験片内部の開先の屈曲部における母材に隣接したHAZ細粒域に発生し、V開先の上部に進展していくものと考えた。

5. 結言

本研究では9Cr-1Mo-V-Nb鋼溶接継手試験片について長時間クリープ破断試験を行い、クリープ破断特性および微細組織を調べ、溶接継手試験片のクリープ中に生じる微細組織変化とクリープき裂の発生・進展との関連を検討した。

得られた結果は以下の通りである。

(1) 溶接継手試験片のクリープ破断強度はいずれの試験温度においても母材試験片に比べて低く、破断位置は823Kの試験結果を除けば、低応力長時間側になると溶接金属部破断からHAZ破断に移行することがわかった。また、HAZ破断材の破壊形態は母材に隣接したHAZ細粒域でクリープき裂が生じるType IV破壊であることがわかった。

Fig. 11. Schematic of the crack growth of type IV fractured specimen of welded joint.

(2) Type IV破壊した溶接継手試験片では、溶接金属部、溶接金属に隣接したHAZ近傍および母材部に比べ、母材に隣接したHAZ近傍において転位密度が著しく低下していることがわかった。

(3) Type IV破壊した溶接継手試験片のクリープき裂は試験片の内部に発生していた。また、クリープき裂の発生位置は母材とHAZの境界から400~500 μm の母材に隣接したHAZ細粒域であった。

(4) 溶接部の応力多軸度は開先の屈曲部のHAZ、上部のHAZおよび下部のHAZの順に高かった。また、いずれのHAZ内部においても母材に隣接したHAZ近傍において応力多軸度が高いことがわかった。この解析結果は観察結果と良く一致した。

(5) 以上の結果から、Type IV破壊した溶接継手試験片のクリープき裂は試験片内部の開先の屈曲部における母材に隣接したHAZ細粒域に発生し、V開先の上部に進展していくものと考えた。

本研究は、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。

文 献

- 1) ASME Boiler and Pressure Vessels, Code Cases Supplement 2, (1998).
- 2) H.Kushima, K.Kimura and F.Abe: *Tetsu-to-Hagané*, **85** (1999), 841.
- 3) K.Suzuki, S.Kumai, H.Kushima, K.Kimura and F.Abe: *Tetsu-to-Hagané*, **86** (2000), 550.
- 4) T.Endo, F.Masuyama and K.S.Park: *Tetsu-to-Hagané*, **88** (2002), 526.
- 5) Y.Kadoya and E.Shimizu: *Tetsu-to-Hagané*, **88** (2002), 539.
- 6) R.Ishii, Y.Tsuda, M.Yamada and K.Kimura: *Tetsu-to-Hagané*, **88** (2002), 36.
- 7) T.Azuma, K.Miki, Y.Tanaka and T.Ishiguro: *Tetsu-to-Hagané*, **89** (2003), 349.
- 8) R.Ishii, Y.Tsuda, K.Fujiyama, K.Kimura and K.Saito: *Tetsu-to-Hagané*, **89** (2003), 699.
- 9) K.Kimura, H.Kushima and F.Abe: *J. Soc. Mater. Sci. Jpn.*, **52** (2003), 57.
- 10) A.Iseda, Y.Sawaragi and K.Yoshikawa: *Tetsu-to-Hagané*, **77** (1991), 582.
- 11) Y.Tsuchida, K.Okamoto and Y.Tokunaga: *J. Jpn. Weld. Soc.*, **13** (1995), 573.
- 12) Y.Tsuchida, Y.Tsuda and Y.Tokunaga: *Tetsu-to-Hagané*, **82** (1996), 526.
- 13) M.Tabuchi, T.Watanabe, K.Kubo, M.Matsui, J.Kinugawa and F.Abe: *Int. J. Pressure Vessels Piping*, **78** (2001), 779.
- 14) M.Matsui, M.Tabuchi, T.Watanabe, K.Kubo and F.Abe: *J. Soc. Mater. Sci. Jpn.*, **52** (2003), 119.
- 15) T.Watanabe, Y.Yamazaki, H.Hongo, K.Kinugawa and Y.Monma: *J. Soc. Mater. Sci. Jpn.*, **45** (1996), 430.
- 16) M.Tabuchi, T.Watanabe, K.Kubo, M.Matsui, J.Kinugawa and F.Abe: *J. Soc. Mater. Sci. Jpn.*, **50** (2001), 116.
- 17) M.Matsui, M.Tabuchi, T.Watanabe, K.Kubo, J.Kinugawa and F.Abe: *ISI Int.*, **41** (2001), 126.
- 18) M.Tabuchi, T.Watanabe, K.Kubo, M.Matsui, J.Kinugawa and F.Abe: *J. Soc. Mater. Sci. Jpn.*, **50** (2001), 116.
- 19) S.K.Albert, M.Matsui, T.Watanabe, H.Hongo, K.Kubo and M.Tabuchi: *Int. J. Pressure Vessels Piping*, **80** (2003), 405.
- 20) NRIM Creep Data Sheet, No. 43, NRIM, Tsukuba, (1996).
- 21) G.Eggeler, A.Romteke, M.Coleman, B.Chew, G.Peter, A.Burblies, J.Hald, C.Jefferey, J.Rantala, M.deWitte and R.Mohrmann: *Int. J. Pressure Vessels Piping*, **60** (1994), 237.