

J A E R I - M

93-163

工業規模で溶製したNi-Cr-W系超耐熱合金の溶接性

1993年9月

辻 宏和・斎藤貞一郎^{*}・高津 玉男^{*}・中島 甫

日本原子力研究所
Japan Atomic Energy Research Institute

JAERI-M レポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。
入手の問合せは、日本原子力研究所技術情報部情報資料課（〒319-11 茨城県那珂郡東海村）あて、お申しこしください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-11 茨城県那珂郡東海村日本原子力研究所内）で複写による実費頒布をおこなっております。

JAERI-M reports are issued irregularly.
Inquiries about availability of the reports should be addressed to Information Division Department of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokaimura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-11, Japan.

©Japan Atomic Energy Research Institute, 1993

編集兼発行 日本原子力研究所
印 刷 いばらき印刷株

工業規模で溶製したNi-Cr-W系超耐熱合金の溶接性

日本原子力研究所東海研究所材料研究部
辻 宏和・斎藤貞一郎*・高津 玉男*・中島 南

(1993年8月3日受理)

将来の原子炉出口冷却材温度1000°C級の高温ガス炉の開発に備えて、その高温構造用部材としてNi-Cr-W系の新合金の開発に取り組み、既に最適と考えられる化学組成の提案を行った。この新合金を構造材料として実用化することを目指して、工業規模(2トン)での溶製を行い、その特性評価試験の一環として、溶接性について調べた。材料には2種類の熱処理(固溶化熱処理及び再固溶化熱処理)を施し、母材と溶加材は常に同一材料同士の組み合わせで用いた。得られた結果は以下のとおりである。

- (1) 固溶化熱処理材の溶接性は概ね良好であり、実用上際だって不都合という点は無い。
- (2) 再固溶化熱処理材の溶接性は固溶化熱処理材のそれよりもやや劣り、溶接継手の型曲げ試験では、判定基準を満足しない。

本報で評価対象とした工業規模溶製材とほぼ同一化学組成を有する合金の溶接性が著しく悪かったという前報の結果と本報の結果を総合的に判断すると、本研究で対象としているNi-18~19 mass%Cr-20~22mass%W合金の溶接性は必ずしも良くないことから、この合金の溶接施工を安定して行えるようにするために、微量成分や熱処理条件の許容範囲を明確にすることが重要であると結論づけられると同時に、溶加材の微量成分の調整や熱処理条件の最適化により、高温溶接構造物としての信頼性を確保できる見通しを得たともいえる。今後、微量成分や熱処理条件と溶接性の関係に関する知見をさらに蓄積することにより、本研究で対象としているNi-18~19 mass%Cr-20~22mass%W合金の溶接施工を安定して行えるようにし、高温溶接構造物としての信頼性を確保できるように、技術開発を進めていく予定である。

Weldability of Ni-Cr-W Superalloy Manufactured on Industrial Scale

Hirokazu TSUJI, Teiichiro SAITO^{*}, Tamao TAKATSU^{*} and Hajime NAKAJIMA

Department of Materials Science and Engineering
Tokai Research Establishment
Japan Atomic Energy Research Institute
Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received August 3, 1993)

Research and development have been carried out on the new Ni-Cr-W superalloy as a structural material for process heating high-temperature gas-cooled reactors with coolant outlet temperatures of around 1000°C, and the optimum chemical composition has already been proposed. With a view to putting the newly developed Ni-Cr-W superalloy to a practical use, the proposed alloy was manufactured on an industrial scale, i.e., two tons. As a part of evaluation tests of the industrial scale material, weldability was examined in two kinds of heat treatment conditions, i.e., solution treatment and re-solution treatment conditions. The results of the present study can be summarized as follows:

- (1) Weldability of the solution treated material is fair, and no great trouble is expected in practical welding.
- (2) Weldability of the re-solution treated material is slightly inferior to that of the solution treated one, and the guide bend tests for the butt welded joint show unsatisfactory results.

Judging from the fact that the alloy whose chemical composition was almost equivalent to that of the material in the present study showed unsatisfactory weldability in the previous study, the weldability of Ni-Cr-W superalloys is not so good. The results of this study suggest that it is important to clarify the acceptable conditions concerning the levels of minor alloying elements and the heat treatment for the alloys

* NIPPON WELDING ROD Co., Ltd.

in order to make the weldability of the alloys stable and that there is much prospect of a success of securing the reliability of the structures with weldments applying the technique of minor alloying element adjustment and optimizing the heat treatment condition. As the future plans, basic data on the weldability of Ni-Cr-W superalloys will be accumulated furthermore, and research and development will be carried out with a view to securing the reliability of the structures with weldments.

Keywords: Superalloy, Ni-Cr-W Alloy, Alloy Development, HTGR, Welding, Weldability, Filler Metal, Crack in Weldment

目 次

1. 緒 言	1
2. 実験方法	2
2.1 供試材料	2
2.2 実験手順	2
3. 実験結果及び考察	3
3.1 染色浸透探傷試験	3
3.2 フィスコ試験	4
3.3 溶接継手の型曲げ試験	4
3.4 金属組織	5
3.5 硬さ試験	5
3.6 化学組成及び元素分析	5
4. まとめ	7
謝 辞	8
参考文献	9

Contents

1. Introduction	1
2. Experimental Methods	2
2.1 Materials	2
2.2 Experimental Procedures	2
3. Results and Discussion	3
3.1 Liquid Penetrant Tests	3
3.2 FISCO Tests	4
3.3 Guide Bend Tests of Welded Joint	4
3.4 Metallographic Features	5
3.5 Hardness Tests	5
3.6 Chemical Compositions and Characteristic X-ray Images	5
4. Summary	7
Acknowledgments	8
References	9

1 . 緒 言

我が国の高温ガス炉 (High-Temperature Gas-Cooled Reactor, HTGR) 開発においては、原子炉出口冷却材温度950°Cの高温工学試験研究炉 (High-Temperature Engineering Test Reactor, HTTR) を最初に建設することが計画され、既に日本原子力研究所大洗研究所においてその建設が開始されている⁽¹⁾⁻⁽⁵⁾。このHTTRの高温構造用部材としては、ハステロイXの原子炉用改良合金であるハステロイXR⁽⁶⁾⁽⁷⁾を使用することが予定されており⁽¹⁾⁻⁽⁵⁾⁽⁸⁾⁻⁽¹²⁾、現在までにこの合金の総合確性試験が日本原子力研究所、材料応用工学研究室を中心として実施されてきた⁽¹⁾⁻⁽⁵⁾⁽⁹⁾⁽¹²⁾。

核熱エネルギーの有効利用という観点からは、原子炉出口冷却材温度がより高温であるほどカスケード的な利用範囲が広がることになるが、950°Cを上回る超高温部でハステロイXRを使用することは、この合金の特性から好ましくないという結論が、上記の総合確性試験の比較的初期の段階で得られた⁽¹²⁾。

そのため、日本原子力研究所では将来の原子炉出口冷却材温度1000°C級のHTGRの開発に備えてハステロイXRとは別の新合金の開発にも取り組んできた⁽¹⁾⁻⁽⁵⁾⁽⁹⁾⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾。この新合金の開発に当たって、昭和48年度から昭和55年度まで実施された通商産業省工業技術院の大型プロジェクト「高温還元ガス利用による直接製鉄技術の研究開発」で得られた結果⁽¹⁵⁾から、基本的にはNi-Cr-W系の合金を採用することとし、高温での耐久性関連の諸特性の均衡がとれた合金を目指して、一連の試験研究を行い⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾、既にその最適化学組成範囲を見出した⁽¹⁴⁾⁽¹⁶⁾。

この新合金を構造材料として実用化することを目指して、工業規模(2トン)での溶製を行い、その特性評価試験を進めている。また、この新合金を構造材料として実用化するために残された課題の1つに、高温溶接構造物としての健全性ないしは信頼性の確保が挙げられる⁽¹⁴⁾。既に、120kg規模で試作した合金を用いて、Ni-Cr-W系の新合金の溶接性に関する検討を行い、この系の合金の溶接割れ感受性は極めて高いこと、わずかな化学組成の相違や熱処理条件の相違がこの系の合金の溶接割れ感受性に大きな影響を及ぼすこと等を報告した⁽¹⁷⁾。本報は、上述の工業規模で溶製したNi-Cr-W系合金を供試材料として、この系の合金の溶接性に関する基礎的知見をさらに蓄積することを目的として実施した一連の試験の結果をまとめたものである。

2. 実験方法

2.1 供試材料

供試材料は工業規模（2トン）で溶製したNi-Cr-W系合金であり、その化学組成をTable 1に示す。この表に示すように、この合金は、Ni-18~19mass%Cr-20~22mass%Wの基本組成に対して、C含有量を0.03mass%以下とし、Zrを0.02mass%，Yを0.008~0.009mass%，Bを0.006mass%添加し、さらに、前報⁽¹⁷⁾で、この系の合金の溶接割れ感受性低減に有効であることが分かったTiを0.06~0.07mass%添加したものである。この合金を熱間鍛造後熱間圧延で厚さ15mmの板とし、Table 2に示す2種類の熱処理を施した。“1215°C，1時間→水冷”の熱処理を施した材料を固溶化熱処理材，“1215°C，1時間→水冷+1225°C，1時間→水冷”の熱処理を施した材料を再固溶化熱処理材と呼ぶこととする。Photo. 1に、各々の材料の金属組織写真を示す。固溶化熱処理材の結晶粒度はASTM No. 3~4，再固溶化熱処理材のそれはASTM No. 2程度である。Photo. 1から分かるように、固溶化熱処理材では、少量の未固溶相（主として α_2 -W相）が観察されるが、再固溶化熱処理材では、そのような未固溶相はごく微量にとどまっている。ここで行った溶接性に関する一連の試験では、この厚さ15mmの板を母材として使用するとともに、この板から3mm×3mm×250mmの角棒を採取し、溶加材として用いた。

2.2 実験手順

上に述べたように準備した2種類の材料で、同一材料同士を母材と溶加材の組み合わせとして、C形ジグ拘束突き合わせ溶接割れ試験（以下フィスコ試験^{*}と称す。）並びに手動TIGによる4層肉盛り溶接、ビード・オン・プレート溶接（溶加材有りの場合及

*前報⁽¹⁷⁾では、フィスコ割れ試験と称していたが、JIS Z 3155⁽¹⁸⁾が平成5年2月1日に改正され、この試験に相当する英語表記が、“FISCO Cracking Test”から“FISCO Test”に改められたことを考慮し、本報では英語表記から“Cracking”を削除するとともに、日本語表記から「割れ」を削除した。

び無しの場合) 及び突き合わせ溶接を行った。各々の溶接条件をTable 3～Table 5に、フィスコ試験及び突き合わせ溶接における開先形状をFig. 1及びFig. 2にそれぞれ示す。

溶接性を評価するために検討した項目は、染色浸透探傷試験で検出される割れの状況、フィスコ試験結果、溶接部及びその近傍のミクロ金属組織・硬さ及び溶接継手の型曲げ試験結果である。

染色浸透探傷試験は、肉盛り溶接、ビード・オン・プレート溶接(溶加材有りの場合及び無しの場合) 及び突き合わせ溶接の各々の溶接部において行った。フィスコ試験は、JIS Z 3155⁽¹⁸⁾に記載されている方法に準じて行った。ミクロ金属組織は、固溶化熱処理材の場合には肉盛り溶接部断面から採取した試料を、再固溶化熱処理材の場合には突き合わせ溶接部断面から採取した試料を用いて、10vol%シュウ酸を電解液とするエッチングを行った後、光学顕微鏡で調べた。硬さ測定に供した試料は、ミクロ金属組織を観察した試料と同一のものであり、荷重を4.9N、測定ピッチを0.5mmとした。溶接継手の型曲げ試験は、JIS Z 3122⁽¹⁹⁾に記載されている方法に準じて、Fig. 3～Fig. 5に示す試験片を用いて行った。

3. 実験結果及び考察

3.1 染色浸透探傷試験

Photo. 2に、固溶化熱処理材の肉盛り溶接表面の染色浸透探傷試験結果を、前報⁽¹⁷⁾の結果と併せて示す。これらの写真から分かるように、前報⁽¹⁷⁾で、この系の合金の肉盛り溶接で著しい高温割れが発生したのとは異なり、本報で評価対象としている工業規模溶製材では、割れの発生は認められなかった。

Photo. 3に、固溶化熱処理材及び再固溶化熱処理材のビード・オン・プレート溶接部における染色浸透探傷試験結果を示す。これらの写真から分かるように、前報⁽¹⁷⁾で、この系の合金のビード・オン・プレート溶接で著しい高温割れが発生したのとは異なり、本報で評価対象としている工業規模溶製材では、微細な割れがクレータに発生するのみであった。また、固溶化熱処理材と再固溶化熱処理材の間に、溶接割れ感受性の差は認められない。

び無しの場合) 及び突き合わせ溶接を行った。各々の溶接条件をTable 3～Table 5に、フィスコ試験及び突き合わせ溶接における開先形状をFig. 1及びFig. 2にそれぞれ示す。

溶接性を評価するために検討した項目は、染色浸透探傷試験で検出される割れの状況、フィスコ試験結果、溶接部及びその近傍のミクロ金属組織・硬さ及び溶接継手の型曲げ試験結果である。

染色浸透探傷試験は、肉盛り溶接、ビード・オン・プレート溶接(溶加材有りの場合及び無しの場合) 及び突き合わせ溶接の各々の溶接部において行った。フィスコ試験は、JIS Z 3155⁽¹⁸⁾に記載されている方法に準じて行った。ミクロ金属組織は、固溶化熱処理材の場合には肉盛り溶接部断面から採取した試料を、再固溶化熱処理材の場合には突き合わせ溶接部断面から採取した試料を用いて、10vol%シュウ酸を電解液とするエッチングを行った後、光学顕微鏡で調べた。硬さ測定に供した試料は、ミクロ金属組織を観察した試料と同一のものであり、荷重を4.9N、測定ピッチを0.5mmとした。溶接継手の型曲げ試験は、JIS Z 3122⁽¹⁹⁾に記載されている方法に準じて、Fig. 3～Fig. 5に示す試験片を用いて行った。

3. 実験結果及び考察

3.1 染色浸透探傷試験

Photo. 2に、固溶化熱処理材の肉盛り溶接表面の染色浸透探傷試験結果を、前報⁽¹⁷⁾の結果と併せて示す。これらの写真から分かるように、前報⁽¹⁷⁾で、この系の合金の肉盛り溶接で著しい高温割れが発生したのとは異なり、本報で評価対象としている工業規模溶製材では、割れの発生は認められなかった。

Photo. 3に、固溶化熱処理材及び再固溶化熱処理材のビード・オン・プレート溶接部における染色浸透探傷試験結果を示す。これらの写真から分かるように、前報⁽¹⁷⁾で、この系の合金のビード・オン・プレート溶接で著しい高温割れが発生したのとは異なり、本報で評価対象としている工業規模溶製材では、微細な割れがクレータに発生するのみであった。また、固溶化熱処理材と再固溶化熱処理材の間に、溶接割れ感受性の差は認められない。

Photo. 4に、再固溶化熱処理材の突き合わせ溶接部の染色浸透探傷試験結果を、前報⁽¹⁷⁾の結果と併せて示す。これらの写真から分かるように、前報⁽¹⁷⁾で、この系の合金の突き合わせ溶接で著しい高温割れが発生したのとは異なり、本報で評価対象としている工業規模溶製材では、割れの発生は認められなかった。

3.2 フィスコ試験

Table 6にフィスコ試験結果を、Photo. 5にフィスコ試験後のビード外観をそれぞれ示す。固溶化熱処理材における全割れ率は5.8%，再固溶化熱処理材における全割れ率は10.7～13.0%であり、いずれの場合も発生した割れは、クレータ割れにとどまり、ビード割れは発生しなかった。再固溶化熱処理材における全割れ率は、316Lステンレス鋼での結果⁽²⁰⁾よりもやや低いものであり、クレータ処理を行えば、実用上問題のない程度のものといえる。固溶化熱処理材の溶接割れ感受性は、再固溶化熱処理材よりもさらに低いといえる。

なお、前報⁽¹⁷⁾では、この系の合金のフィスコ試験における全割れ率は80%を超えており、それと比較すると、本報で対象としている工業規模溶製材の溶接割れ感受性が著しく低いものとなっているといえる。

3.3 溶接継手の型曲げ試験

Table 7～Table 9に表曲げ、裏曲げ及び側曲げ試験結果を、Photo. 6～Photo. 8に各々の型曲げ試験後の試験片外観をそれぞれ示す。Table 7～Table 9から分かるように、固溶化熱処理材においては、表曲げ試験の一部で、総理府令第74号第13条別表第8に示されている判定基準のうちの合計割れ長さのみが、わずかに基準値を超えているものの、その他のものは全て判定基準を満足しており、溶接性は概ね良好であるといえる。これに対して、再固溶化熱処理材においては、いずれの場合も多くのミクロ割れが発生し、総理府令第74号第13条別表第8に示されている判定基準を満足せず、極端な場合には、表曲げ試験で180度曲がることなく、溶接金属部で破断したものもあった。

3.4 金属組織

光学顕微鏡を用いて、固溶化熱処理材の肉盛り溶接部断面及び再固溶化熱処理材の突き合わせ溶接部断面の組織観察を行った。その典型例をPhoto. 9及びPhoto. 10に示す。Photo. 10(a)及び(b)に示すように、再固溶化熱処理材では溶接金属及び溶融境界近傍の母材の結晶粒界に高温割れが発生していた。これに対して、固溶化熱処理材の場合には、そのような割れも、粒界液化現象を示す組織も観察されなかった。この金属組織の観察結果は、フィスコ試験や溶接継手の型曲げ試験において、再固溶化熱処理材よりも固溶化熱処理材の方が耐溶接割れ性が優れていたことを裏付けている。

3.5 硬さ試験

Table 10及びFig. 6に、固溶化熱処理材の肉盛り溶接部断面及び再固溶化熱処理材の突き合わせ溶接部断面における硬さ試験結果を示す。再固溶化熱処理により、硬さはわずかに低下している。固溶化熱処理材の肉盛り溶接部断面においてはHV240～HV280、再固溶化熱処理材の突き合わせ溶接部断面においてはHV220～HV260であり、これらの値は、材料製造者から報告されている固溶化熱処理材のHV217（荷重：2.94N）、再固溶化熱処理材のHV211（荷重：2.94N）よりもかなり高い値となっている。これは、溶接金属の積層による塑性ひずみの累積に起因しているものと思われる。

3.6 化学組成及び元素分析

上に述べた肉盛り溶接表面の染色浸透探傷試験結果、ビード・オン・プレート溶接部における染色浸透探傷試験結果、突き合わせ溶接部の染色浸透探傷試験結果及びフィスコ試験結果では、いずれも前報⁽¹⁷⁾の供試材料と比較して、本報で評価対象としている工業規模溶製材の溶接割れ感受性は著しく低いものとなっていた。また、フィスコ試験結果、溶接継手の型曲げ試験結果及び溶接部断面の組織観察結果は、いずれも再固溶化熱処理材よりも固溶化熱処理材の方が耐溶接割れ性が優れていることを示していた。こうした相違を生じた原因を究明するための知見の蓄積を図る目的で、以下に示すことを行った。

- ①固溶化熱処理材（母材）を対象としたMgの分析。
- ②再固溶化熱処理材（母材）を対象としたY, B, N及びOの分析。
- ③溶接金属を対象としたN, O等の分析
- ④溶接金属を対象とした電子線マイクロアナライザ（Electron Probe Microanalyzer, EPMA）によるCu, Sn等の線分析。

①～③の結果をTable 11に示す。Table 11には、Table 1に示した値及び前報⁽¹⁷⁾の供試材料（母材及び溶加材は共通）の値も併せて示した。また、④の結果をPhoto. 11及びPhoto. 12に示す。

他のニッケル基合金で、Ti, Al, Mg等の適量添加は、脱酸、脱硫の効果などによって高温割れを減少させるという報告がある⁽²¹⁾ことから、材料製造者からの報告（Table 1）に記載されていないMgの分析を行った。前報⁽¹⁷⁾の供試材料においても、本報で対象としている工業規模溶製材においても、Mgは意図して添加するということは行っていないが、Table 11から分かるように、本報で対象としている工業規模溶製材におけるMg含有量は0.004mass%となっており、耐溶接割れ性の相違を生じた一因であるという可能性がある。

再固溶化熱処理材については、熱処理によって含有量の変動の可能性があると考えられるY, B, N及びOの分析を行った。Table 11から分かるように、再固溶化熱処理によって、Y及びBの含有量に変化は無いが、N含有量は0.0020mass%，O含有量は0.0014mass%とやや増加している。固溶化熱処理材よりも再固溶化熱処理材の方が溶接割れ感受性が高い理由として、再固溶化熱処理材の方が粗粒であるために結晶粒界密度が低く、高温割れを引き起こす成分の濃度が高まりやすいことのほかに、こうしたガス成分の増加も関与している可能性がある。

TIG溶接施工によって、供試材料（母材及び溶加材は共通）と溶接金属の間で含有量の差が生じる可能性があると思われた溶接金属中のN, O等の分析を行った。分析用試料は、固溶化熱処理の場合には肉盛り溶接部から採取し、再固溶化熱処理材の場合には突き合わせ溶接部から採取した。Table 11から分かるように、溶接金属では、N及びOの含有量がわずかに増加し、逆にAl及びMgの含有量が減少している。TiとBの含有量は、供試材料と溶接金属の間で差が無い。

前報⁽¹⁷⁾の供試材料のうちのHeat 1は、本報で評価対象としている工業規模溶製材と目標とした化学組成が同一であったにもかかわらず、溶接割れ感受性に大きな差があつ

た。これらの材料の化学組成を比較すると、上に述べたように、本報で評価対象としている工業規模溶製材ではMg含有量が0.004mass%となっているということのほかに、Si, Mn, Fe及びNbの含有量が前報⁽¹⁷⁾のHeat 1よりも多いということも指摘できる。

本報で対象としている工業規模溶製材の溶接割れ感受性が低かったことや再固溶化熱処理材よりも固溶化熱処理材の方が耐溶接割れ性が優れていたことの原因が、Table 11で分析の対象としている成分以外の元素にあるという可能性もあることから、溶接部断面でEPMAによる数種類の元素の線分析を行った。分析用試料は、組織観察及び硬さ測定に供したものと同一で、固溶化熱処理の場合には肉盛り溶接部から採取したもの、再固溶化熱処理材の場合には突き合わせ溶接部から採取したものである。分析対象とした元素は、溶接割れ感受性に影響を及ぼす可能性があると考えられるCu, Sn, S, W, Y, N, O, Pb及びAsである。その結果を示したPhoto. 11及びPhoto. 12から分かるように、どの元素についても濃度変化を生じている部分は観察されない。すなわち、ここで、行ったEPMAによる数種類の元素の線分析の結果からは、耐溶接割れ性にとって有効な元素や有害な元素の抽出はできなかった。

4.まとめ

将来の原子炉出口冷却材温度1000°C級の高温ガス炉の開発に備えて、その高温構造用部材としてNi-Cr-W系の新合金の開発に取り組み、既に最適と考えられる化学組成の提案を行った。この新合金を構造材料として実用化することを目指して、工業規模(2トン)での溶製を行い、その特性評価試験の一環として、溶接性について調べた。材料には2種類の熱処理(固溶化熱処理及び再固溶化熱処理)を施し、母材と溶加材は常に同一材料同士の組み合わせで用いた。得られた結果は以下のとおりである。

- (1) 固溶化熱処理材の溶接性は概ね良好であり、実用上際立つ不都合という点は無い。
- (2) 再固溶化熱処理材の溶接性は固溶化熱処理材のそれよりもやや劣り、溶接継手の型曲げ試験では、判定基準を満足しない。

なお、本報で評価対象とした工業規模溶製材と前報⁽¹⁷⁾の供試材料のうちのHeat 1は、目標とした化学組成は同一であったにもかかわらず、溶接割れ感受性に大きな差があつ

た。これらの材料の化学組成を比較すると、上に述べたように、本報で評価対象としている工業規模溶製材ではMg含有量が0.004mass%となっているということのほかに、Si, Mn, Fe及びNbの含有量が前報⁽¹⁷⁾のHeat 1よりも多いということも指摘できる。

本報で対象としている工業規模溶製材の溶接割れ感受性が低かったことや再固溶化熱処理材よりも固溶化熱処理材の方が耐溶接割れ性が優れていたことの原因が、Table 11で分析の対象としている成分以外の元素にあるという可能性もあることから、溶接部断面でEPMAによる数種類の元素の線分析を行った。分析用試料は、組織観察及び硬さ測定に供したものと同一で、固溶化熱処理の場合には肉盛り溶接部から採取したもの、再固溶化熱処理材の場合には突き合わせ溶接部から採取したものである。分析対象とした元素は、溶接割れ感受性に影響を及ぼす可能性があると考えられるCu, Sn, S, W, Y, N, O, Pb及びAsである。その結果を示したPhoto. 11及びPhoto. 12から分かるように、どの元素についても濃度変化を生じている部分は観察されない。すなわち、ここで、行ったEPMAによる数種類の元素の線分析の結果からは、耐溶接割れ性にとって有効な元素や有害な元素の抽出はできなかった。

4.まとめ

将来の原子炉出口冷却材温度1000°C級の高温ガス炉の開発に備えて、その高温構造用部材としてNi-Cr-W系の新合金の開発に取り組み、既に最適と考えられる化学組成の提案を行った。この新合金を構造材料として実用化することを目指して、工業規模(2トン)での溶製を行い、その特性評価試験の一環として、溶接性について調べた。材料には2種類の熱処理(固溶化熱処理及び再固溶化熱処理)を施し、母材と溶加材は常に同一材料同士の組み合わせで用いた。得られた結果は以下のとおりである。

- (1) 固溶化熱処理材の溶接性は概ね良好であり、実用上際立つ不都合という点は無い。
- (2) 再固溶化熱処理材の溶接性は固溶化熱処理材のそれよりもやや劣り、溶接継手の型曲げ試験では、判定基準を満足しない。

なお、本報で評価対象とした工業規模溶製材と前報⁽¹⁷⁾の供試材料のうちのHeat 1は、目標とした化学組成は同一であったにもかかわらず、溶接割れ感受性に大きな差があつ

したことから、両合金の化学組成の差を詳細に検討してみた。その結果、本報で評価対象とした工業規模溶製材におけるMg, Si, Mn, Fe及びNbの含有量が前報⁽¹⁷⁾のHeat 1よりも多いということが分かった。前報⁽¹⁷⁾と本報の結果を総合的に判断すると、本研究で対象としているNi-18~19mass%Cr-20~22mass%W合金の溶接性は必ずしも良くないことから、この合金の溶接施工を安定して行えるようにするためには、微量成分や熱処理条件の許容範囲を明確にすることが重要であると結論づけられると同時に、溶加材の微量成分の調整や熱処理条件の最適化により、高温溶接構造物としての信頼性を確保できる見通しを得たともいえる。今後、微量成分や熱処理条件と溶接性の関係に関する知見をさらに蓄積することにより、本研究で対象としているNi-18~19mass%Cr-20~22mass%W合金の溶接施工を安定して行えるようにし、高温溶接構造物としての信頼性を確保できるように、技術開発を進めていく予定である。

謝　　否辛

本研究の遂行に当たり、日本ウェルディング・ロッド株式会社開発本部長鬼塚義美氏、同社技術研究所長大前堯氏及び日本原子力研究所東海研究所副所長近藤達男氏のご支援を頂いた。また、大同特殊鋼株式会社研究開発本部特殊鋼研究所長磯部晋氏及び同社新分野事業部レアメタルグループ渡辺貞幸氏には、材料の溶製に御協力をいただいた。ここに深く感謝の意を表します。

したことから、両合金の化学組成の差を詳細に検討してみた。その結果、本報で評価対象とした工業規模溶製材におけるMg, Si, Mn, Fe及びNbの含有量が前報⁽¹⁷⁾のHeat 1よりも多いということが分かった。前報⁽¹⁷⁾と本報の結果を総合的に判断すると、本研究で対象としているNi-18~19mass%Cr-20~22mass%W合金の溶接性は必ずしも良くないことから、この合金の溶接施工を安定して行えるようにするためには、微量成分や熱処理条件の許容範囲を明確にすることが重要であると結論づけられると同時に、溶加材の微量成分の調整や熱処理条件の最適化により、高温溶接構造物としての信頼性を確保できる見通しを得たともいえる。今後、微量成分や熱処理条件と溶接性の関係に関する知見をさらに蓄積することにより、本研究で対象としているNi-18~19mass%Cr-20~22mass%W合金の溶接施工を安定して行えるようにし、高温溶接構造物としての信頼性を確保できるように、技術開発を進めていく予定である。

謝　　否辛

本研究の遂行に当たり、日本ウェルディング・ロッド株式会社開発本部長鬼塚義美氏、同社技術研究所長大前堯氏及び日本原子力研究所東海研究所副所長近藤達男氏のご支援を頂いた。また、大同特殊鋼株式会社研究開発本部特殊鋼研究所長磯部晋氏及び同社新分野事業部レアメタルグループ渡辺貞幸氏には、材料の溶製に御協力をいただいた。ここに深く感謝の意を表します。

参考文献

- (1) 日本原子力研究所：高温工学試験研究の現状(1991)
- (2) Japan Atomic Energy Research Institute : Present Status of HTGR Research & Development (August 1992)
- (3) 高温ガス炉研究会実行委員会(編) : 日本原子力研究所レポート JAERI-M 90-078 (May 1990)
- (4) 高温ガス炉研究会実行委員会(編) : 日本原子力研究所レポート JAERI-M 92-090 (July 1992)
- (5) (Ed.) Executive Committee of The 2nd JAERI Symposium on HTGR Technologies : Proc. 2nd Symp. on HTGR Technologies, Oarai / Japan, Japan Atomic Energy Research Institute Research Report JAERI-M 92-215(January 1993)
- (6) T. Kondo, M. Shindo, T. Ohmura, N. Yonezawa, A. Kawagoe and T. Kojima : United States Patent No.712760 (1976)
- (7) M. Shindo and T. Kondo : Proc. Conf. on Gas-Cooled Reactors Today, Bristol / UK, 1982 (British Nuclear Energy Society) Vol. 2, p.179
- (8) 大洗研究所高温工学試験研究炉設計室, 東海研究所燃料・材料工学部, 東海研究所
高温工学部 : 日本原子力研究所レポート JAERI-M 89-005(February 1989)
- (9) H. Tsuji, H. Nakajima and T. Kondo : Proc. of a Specialists Meeting on High Temperature Metallic Materials for Gas-Cooled Reactors, Cracow / Poland, 1989 (IAEA) p.81
- (10) K. Hada, I. Nishiguchi, Y. Muto and H. Tsuji : Nuclear Engineering and Design, 132(1991)p.1
- (11) 羽田一彦, 元木保男, 馬場 治 : 日本原子力研究所レポート JAERI-M 90-148 (September 1990)
- (12) 日本原子力研究所 : 多目的高温ガス炉耐熱金属材料検討ワーキンググループ報告書 (1981)
- (13) 高温ガス炉研究委員会超耐熱合金専門部会 : 日本原子力研究所レポート JAERI-M 88-270(January 1989)

- (14) 高温ガス炉研究委員会超耐熱合金専門部会：日本原子力研究所レポート JAERI-M 92-137(September 1992)
- (15) 通商産業省工業技術院原子力製鉄技術研究組合：高温還元ガス利用による直接製鉄技術の研究開発－総合報告書－(1981)
- (16) T. Kondo, H. Nakajima, M. Shindo, H. Tsuji, R. Tanaka, S. Isobe, S. Ohta and R. Watanabe : United States Patent No.5141704 (1992)
- (17) 辻 宏和, 斎藤貞一郎, 高津玉男, 中島 甫：日本原子力研究所レポート JAERI-M 93-150(July 1993)
- (18) 日本工業規格 JIS Z 3155 C形ジグ拘束突合せ溶接割れ試験方法 (1993)
- (19) 日本工業規格 JIS Z 3122 突合せ溶接継手の曲げ試験方法 (1990)
- (20) 日本溶接協会溶接棒部会技術委員会：JWES-WM-8501 溶接の研究 No.24 (1985)
- (21) W.F. Savage, E.F. Nippes and G.M. Goodwin : Welding Journal, 56(1977)No.8, p. 245s

Table 1 Chemical composition of material tested (mass%).

	C	Si	Mn	P	S	Cr	W	Ti	Zr	Y	B	Co	Al	N	O	Fe	Nb	Ni
T	0.029	0.06	0.02	0.003	0.001	18.75	21.79	0.07	0.02	0.008	0.006	0.02	0.04	0.0012	0.0007	0.09	0.02	Bal.
B	0.028	0.06	0.02	0.003	0.001	18.70	21.83	0.06	0.02	0.009	0.006	0.02	0.04	0.0013	0.0008	0.08	0.02	Bal.

T : Top side of the ingot
 B : Bottom side of the ingot

Table 2 Heat treatment conditions.

Solution treatment	at 1215°C for 1h → WQ
Re-solution treatment	at 1215°C for 1h → WQ + at 1225°C for 1h → WQ

Table 3 Welding condition for FISCO test.
(gas tungsten arc welding)

Welding current	Arc voltage	Ar flow rate		Diameter of tungsten electrode	Travel speed
		Torch	Back shield		
130 A	12 V	15 l/min	10 l/min	3.2 mm	60-80 mm/min

Table 4 Condition of overlaying and butt welding.
(gas tungsten arc welding)

Welding current	Arc voltage	Ar flow rate	Diameter of tungsten electrode	Travel speed	Interpass temperature
					°C
130 A	12 V	15 l/min	3.2 mm	80-100 mm/min	< 150 °C

Table 5 Bead-on-plate GTAW (gas tungsten arc welding) conditions.

Welding current	Arc voltage	Ar flow rate	Diameter of tungsten electrode	Travel speed
With filler metal	100 A	11-13 V		
	150 A	13-15 V	15 l/min	3.2 mm 90-160 mm/min
	200 A	15-17 V		
Without filler metal	100 A	11-13 V		
	150 A	13-15 V	15 l/min	3.2 mm 80-200 mm/min
	200 A	15-17 V		

Table 6 Result of FISCO tests.

		Weld bead No.	1	2	3	4	Total	Crack ratio
at 1215°C for 1h → WQ	Welding time	49 s	39 s	32 s	29 s	149 s	—	—
	Length of weld	45.6 mm	43.5 mm	42.25 mm	42.45 mm	173.8 mm	—	—
	Length of crack in start point	0 mm	0 mm	0 mm	0 mm	0 mm	—	—
	Length of crack in crater	4.65 mm	3.3 mm	2.1 mm	0 mm	10.05 mm	—	—
	Length of crack in bead	0 mm	0 mm	0 mm	0 mm	0 mm	—	—
	Total crack length	4.65 mm	3.3 mm	2.1 mm	0 mm	10.05 mm	5.8 %	—
	Welding time	35 s	34.8 s	36.5 s	37.5 s	143.8 s	—	—
	Length of weld	46.35 mm	44.15 mm	40.70 mm	44.25 mm	175.45 mm	—	—
	Length of crack in start point	0 mm	0 mm	0 mm	0 mm	0 mm	—	—
	Length of crack in crater	6.55 mm	6.40 mm	5.05 mm	4.85 mm	22.85 mm	—	—
at 1215°C for 1h → WQ +	Length of crack in bead	0 mm	0 mm	0 mm	0 mm	0 mm	—	—
	Total crack length	6.55 mm	6.4 mm	5.05 mm	4.85 mm	22.85 mm	13.0 %	—
	Welding time	33 s	35 s	37 s	34.8 s	139.8 s	—	—
	Length of weld	40.35 mm	46.0 mm	44.4 mm	41.45 mm	172.2 mm	—	—
	Length of crack in start point	0 mm	0 mm	0 mm	0 mm	0 mm	—	—
at 1225°C for 1h → WQ	Length of crack in crater	3.3 mm	5.0 mm	5.65 mm	4.5 mm	18.45 mm	—	—
	Length of crack in bead	0 mm	0 mm	0 mm	0 mm	0 mm	—	—
	Total crack length	3.3 mm	5.0 mm	5.65 mm	4.5 mm	18.45 mm	10.7 %	—

Table 7 Result of face bend tests.

Face bend test			
Heat treatment	Test No.	Crack length (mm) × Number	Judgment*
at 1215°C for 1h → WQ	1	0.5×1	Good
	2	1.5×1	
		1.0×5	
		0.7×2	No good
		0.5×2	
at 1215°C for 1h → WQ + at 1225°C for 1h → WQ	1	9.0×1	
		5.0×1	
		2.0×2	No good
		1.8×1	
		1.2×1	
	2	Fractured	No good

* Criteria : Maximum crack length \leq 3mmSummation of crack length \leq 7mmNumber of cracks \leq 10

Table 8 Result of root bend tests.

Root bend test			
Heat treatment	Test No.	Crack length (mm) × Number	Judgment*
at 1215°C for 1h → WQ	1	No defect	Good
	2	No defect	Good
at 1215°C for 1h → WQ + at 1225°C for 1h → WQ	1	2.5×1 1.3×1 1.0×1 0.7×1 0.5×3 0.3×3 0.2×4	No good
	2	3.7×1 2.0×1 1.0×1 0.7×1 0.4×1	No good

* Criteria : Maximum crack length \leq 3mm

Summation of crack length \leq 7mm

Number of cracks \leq 10

Table 9 Result of side bend tests.

Side bend test			
Heat treatment	Test No.	Crack length (mm) × Number	Judgment*
at 1215°C for 1h → WQ	1	0.8×1	Good
	2	No defect	Good
at 1215°C for 1h → WQ + at 1225°C for 1h → WQ	1	5.0×1	
		4.8×1	
		3.5×1	
		3.3×1	
		2.0×1	No good
	2	1.5×1	
		1.2×2	
		1.0×1	
		0.8×1	
		3.0×1	
	2	1.0×3	
		0.7×2	
		0.6×1	No good
		0.5×3	
		0.3×1	
		0.2×2	

* Criteria : Maximum crack length \leq 3mmSummation of crack length \leq 7mmNumber of cracks \leq 10

Table 10 Comparison of Vickers hardness between solution treated and re-solution treated materials.

Distance from bond (mm)	Vickers hardness (Load : 4.9N)	
	at 1215°C for 1h → WQ	at 1215°C for 1h → WQ + at 1225°C for 1h → WQ
Weld metal	-4.5	253
	-4.0	278
	-3.5	273
	-3.0	277
	-2.5	260
	-2.0	235
	-1.5	249
	-1.0	261
	-0.5	260
	0	245
Base metal	0.5	278
	1.0	239
	1.5	273
	2.0	280
	2.5	258
	3.0	270
	3.5	259
	4.0	235
	4.5	—
	5.0	—

Table 11 Chemical compositions of base and weld metals (mass%).

	C	Si	Mn	P	S	Cr	W	Ti	Zr	Y	B	N	O	Co	Al	Fe	Nb	Mg	Ni
Solution treated	Base metal T	0.029	0.06	0.02	0.003	0.001	18.75	21.79	0.07	0.02	0.008	0.006	0.0012	0.0007	0.02	0.04	0.09	0.02	Bal.
	Base metal B	0.028	0.06	0.02	0.003	0.001	18.70	21.83	0.06	0.02	0.009	0.006	0.0013	0.0008	0.02	0.04	0.08	0.02	Bal.
	Base metal a																0.11	0.033	0.004
	Weld metal a																<0.001		
Re-solution Base metal a																			
Heat 1 (previous study)	Base metal M	0.03	<0.01	0.01	0.003	0.001	18.3	21.2	0.08	0.03	0.007	0.004	<0.001	<0.001	0.02	0.03	0.02	<0.01	Bal.
	Base metal b	0.028	0.006	<0.01	0.002	0.0006	18.53	21.7	0.073	0.029	0.008	0.0039	0.0015	0.0038	<0.01	0.023	0.022	<0.01	<0.001
	Weld metal a																		
	Weld metal b																	<0.001	
Heat 2 (previous study)	Base metal M	0.04	<0.01	0.01	0.003	<0.001	18.5	21.4	<0.01	0.03	0.009	0.005	<0.001	0.002	0.02	0.02	0.01	<0.01	Bal.
	Base metal b	0.038	0.008	<0.01	0.001	<0.0005	18.53	21.0	0.003	0.028	0.006	0.0053	0.0012	0.0042	<0.01	0.023	0.013	<0.01	<0.001
	Weld metal a																		
	Weld metal b																		

T : Reported values for the top side of the ingot by the manufacturer

B : Reported values for the bottom side of the ingot by the manufacturer

a : Analyzed values in the present study

M : Reported values by the manufacturer

b : Analyzed values in the previous study

The filler metals are the same materials as the base metals.

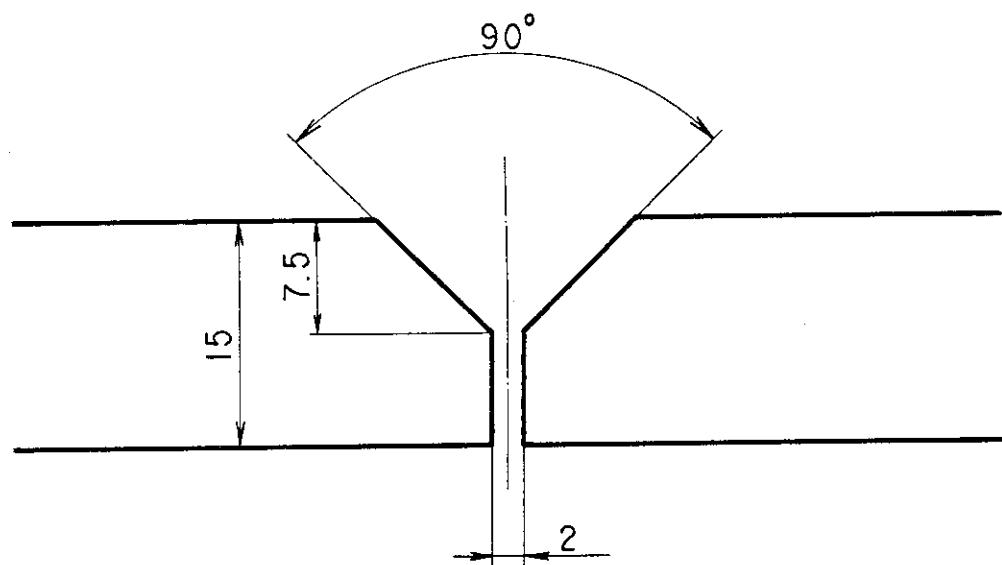


Fig. 1 Groove geometry for FISCO test (mm).

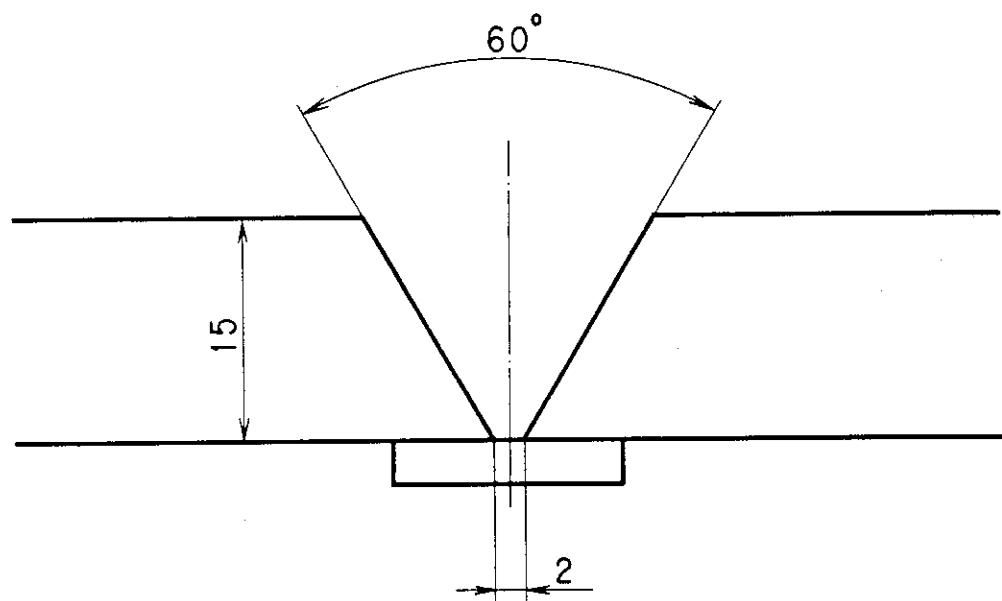


Fig. 2 Groove geometry for butt welding (mm).

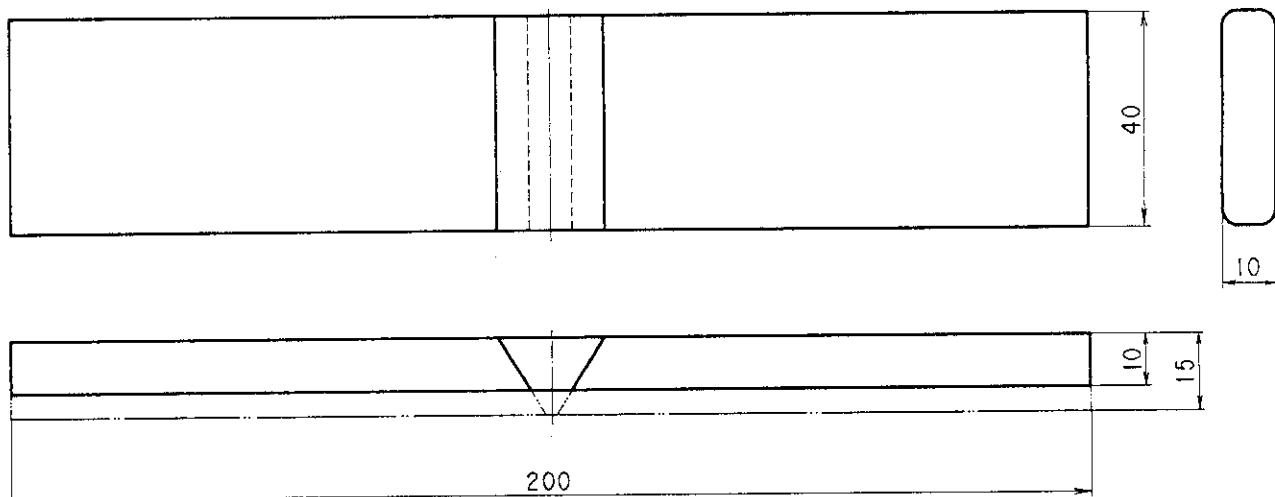


Fig. 3 Geometry of the specimen for face bend test (mm).

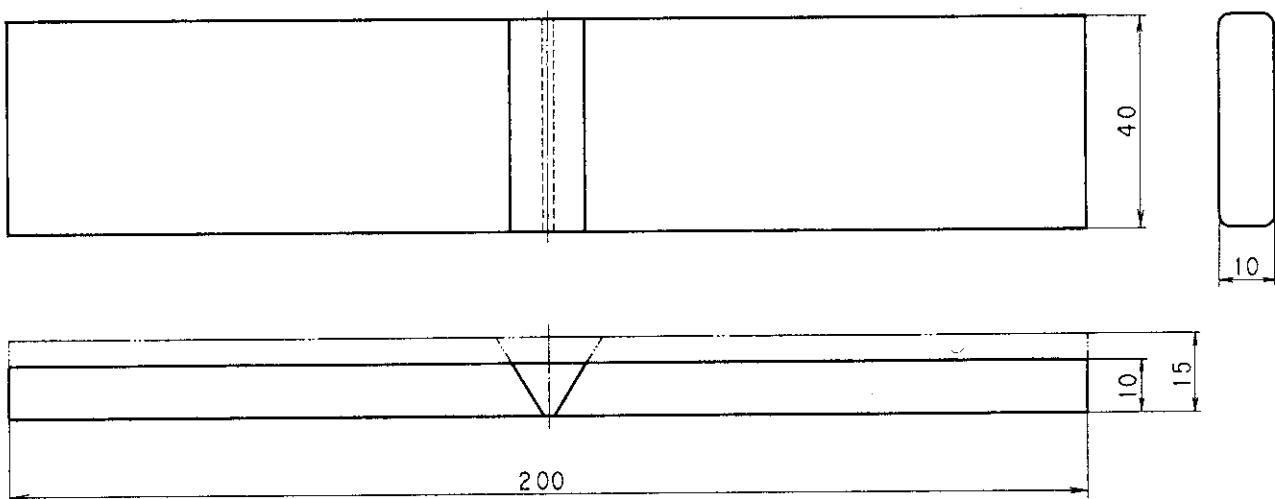


Fig. 4 Geometry of the specimen for root bend test (mm).

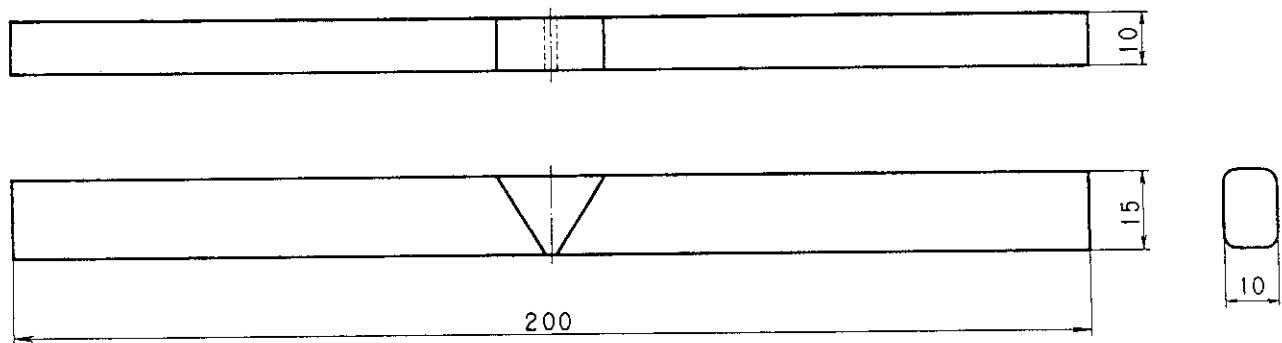


Fig. 5 Geometry of the specimen for side bend test (mm).

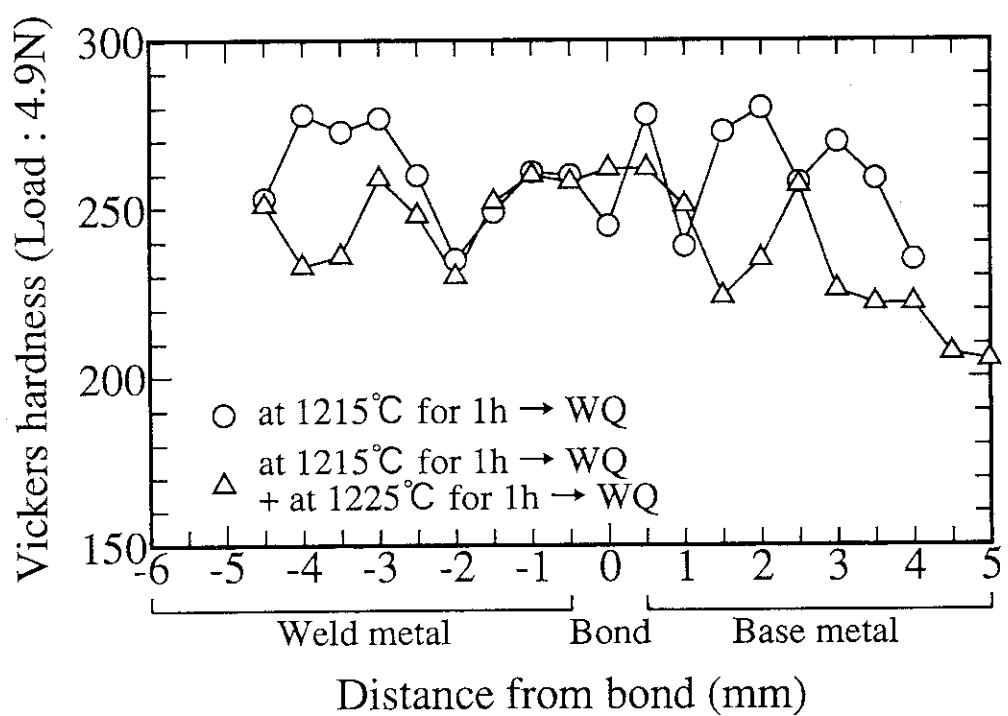
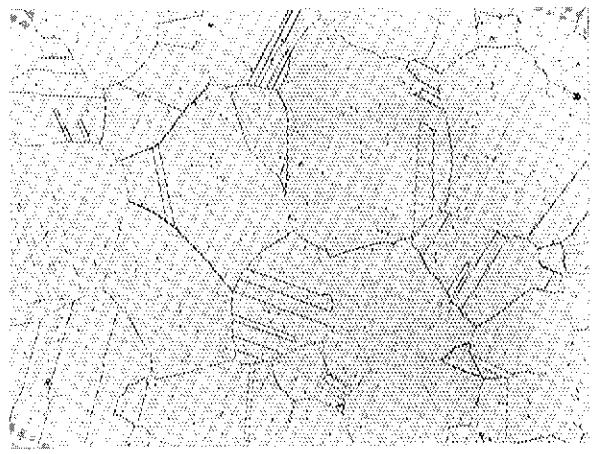


Fig. 6 Comparison of Vickers hardness between solution and re-solution treated materials.



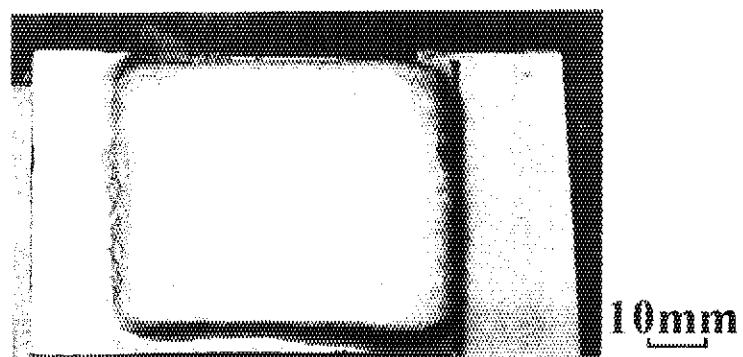
200 μm



at 1215°C for 1h \rightarrow WQ

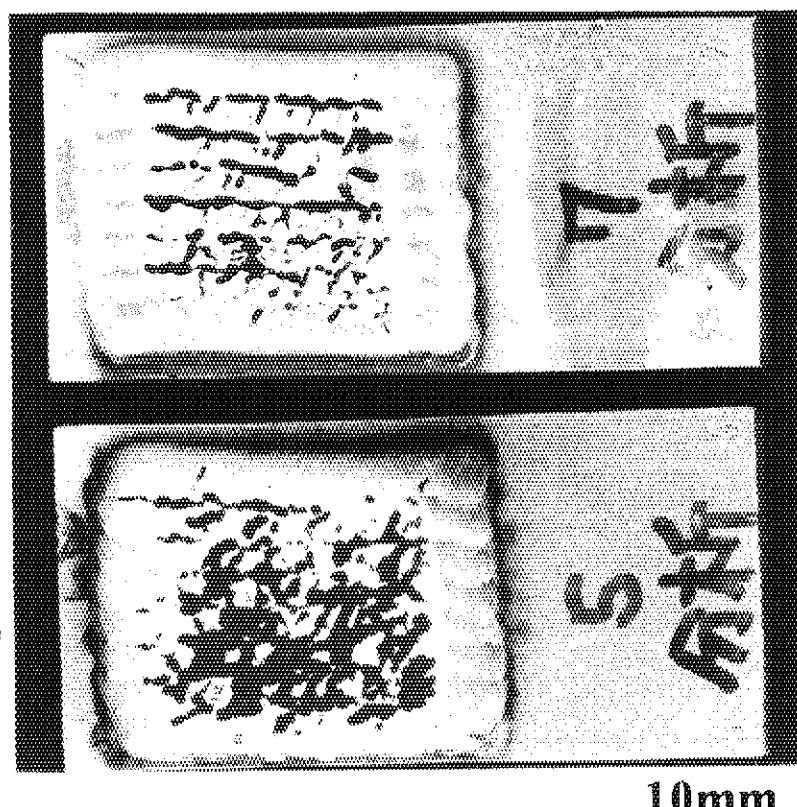
at 1215°C for 1h \rightarrow WQ
+ at 1225°C for 1h \rightarrow WQ

Photo. 1 Microstructures of the materials tested.

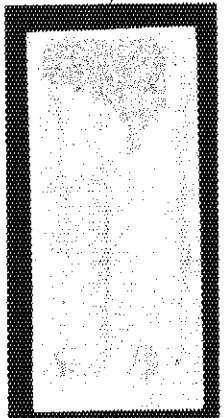
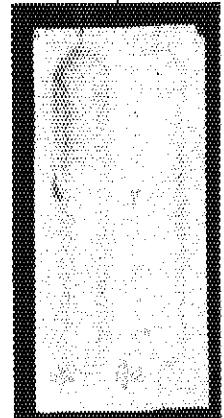
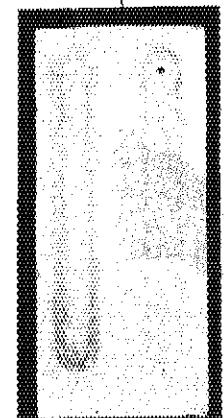
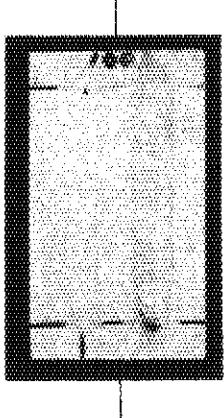
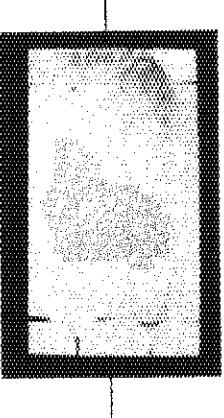
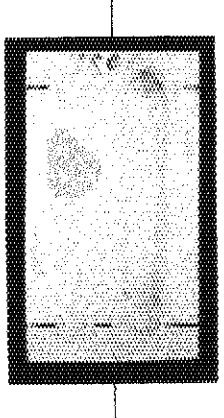


**Solution treated material
(present study)**

**Heat 1
(previous study)**



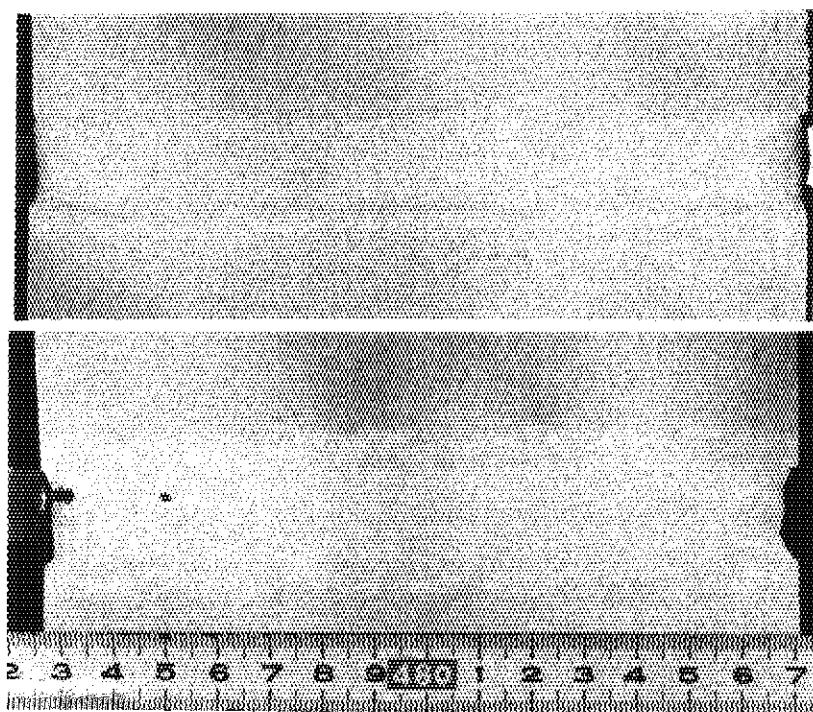
**Photo. 2 Result of liquid penetrant tests for the specimens
after overlaying.**

		Welding current	
		100 A	150 A
at 1215°C for 1h → WQ	With filler metal		
	Without filler metal		
at 1215°C for 1h → WQ + at 1225°C for 1h → WQ	With filler metal		

10mm

Photo. 3 Result of liquid penetrant tests for the specimens after head-on-plate welding.

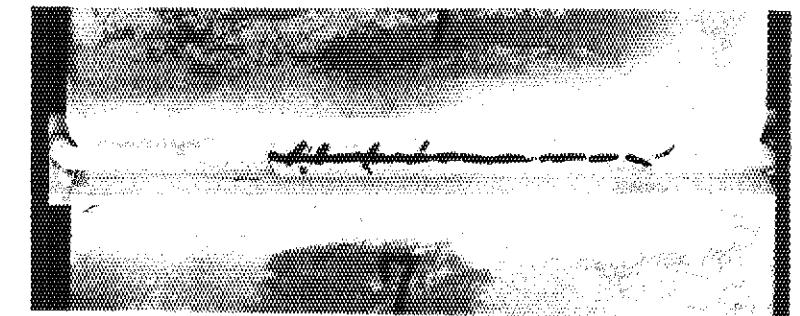
Test
No.1



Test
No.2

Re-solution treated material 10mm
(present study)

Heat 1
(previous study)



Heat 2
(previous study)



10mm

Photo. 4 Result of liquid penetrant tests for the specimens
after butt welding.

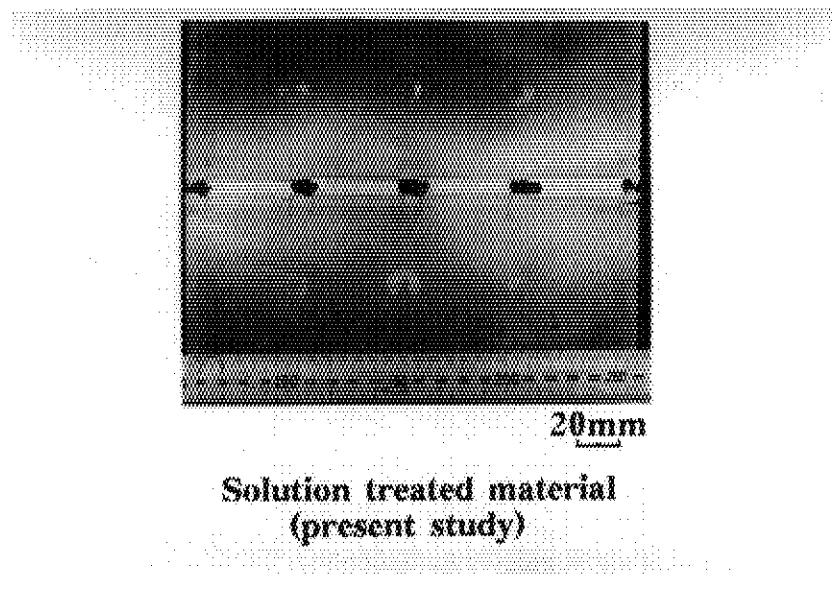
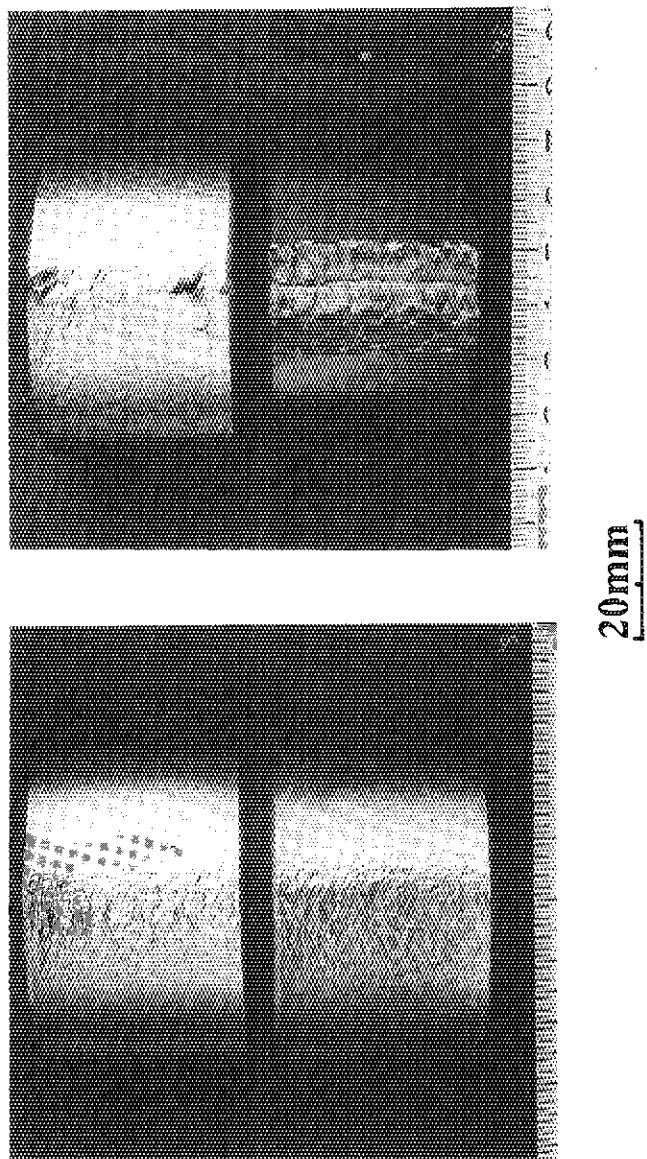
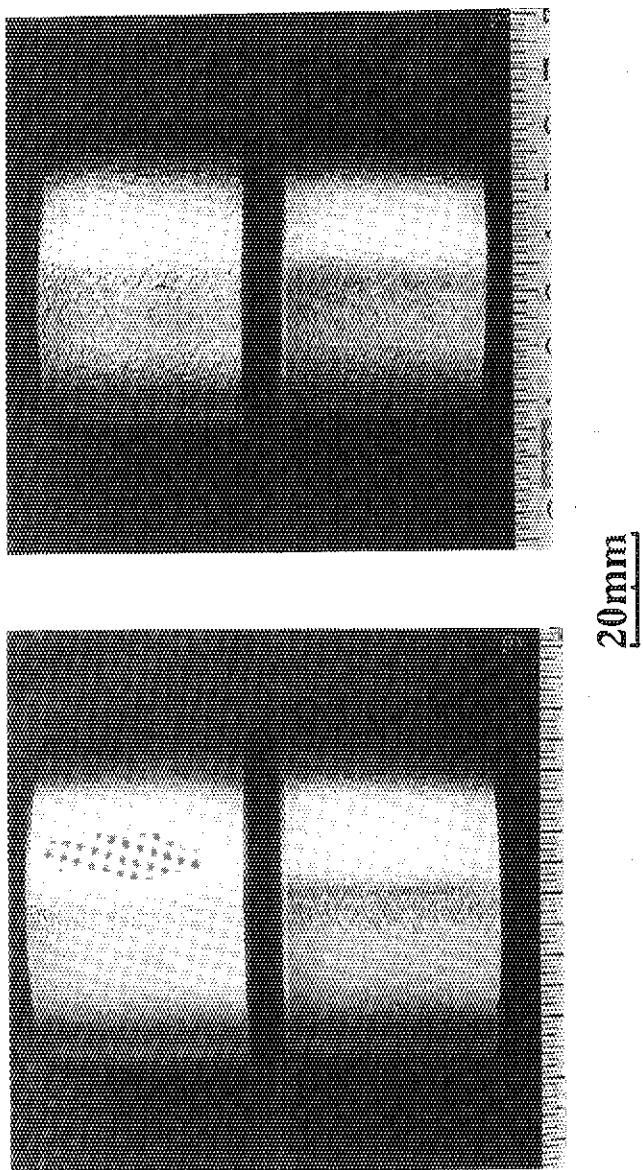


Photo. 5 Appearance of the specimens
after FISCO tests.



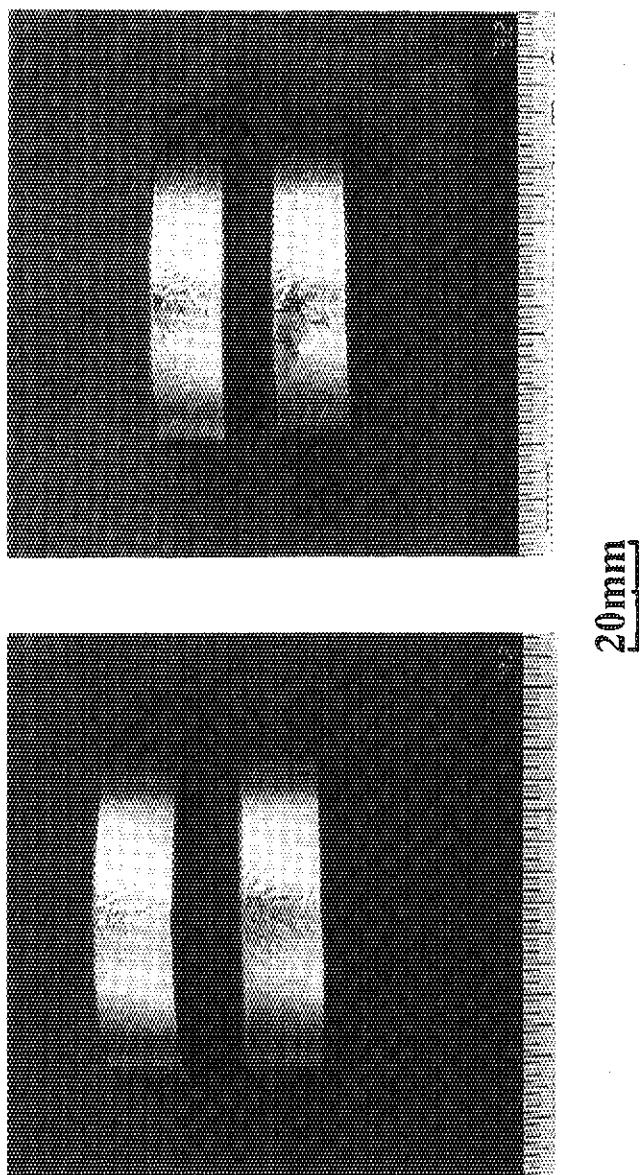
at 1215°C for 1h \rightarrow WQ
at 1215°C for 1h \rightarrow WQ
+ at 1225°C for 1h \rightarrow WQ

Photo. 6 Appearance of the specimens after face bend tests.



at 1215°C for 1h → WQ at 1215°C for 1h → WQ
+ at 1225°C for 1h → WQ

Photo. 7 Appearance of the specimens after root bend tests.



at 1215°C for 1h \rightarrow WQ at 1215°C for 1h \rightarrow WQ
+ at 1225°C for 1h \rightarrow WQ

Photo. 8 Appearance of the specimens after side bend tests.

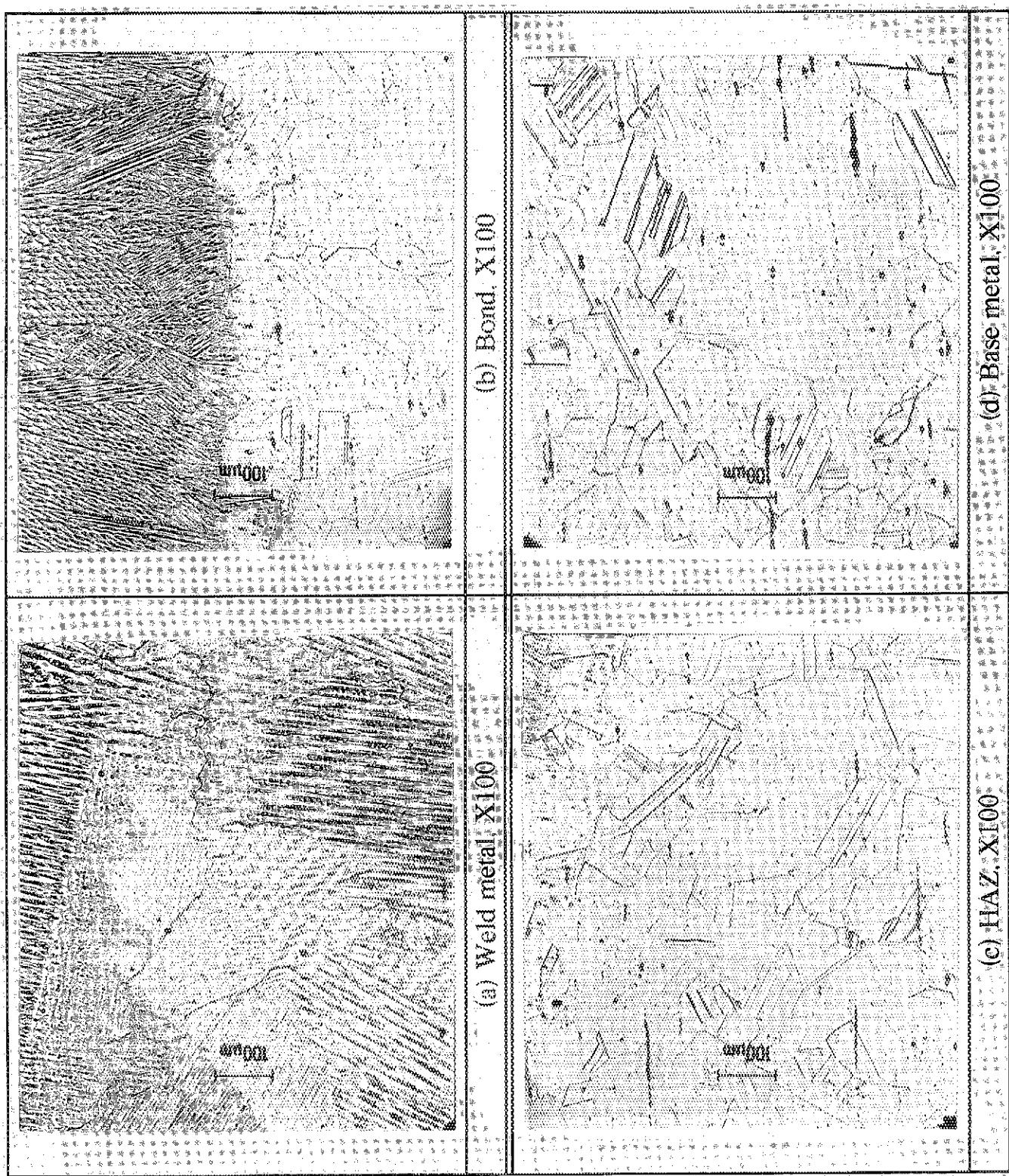


Photo. 9 Optical microstructures of solution treated material.

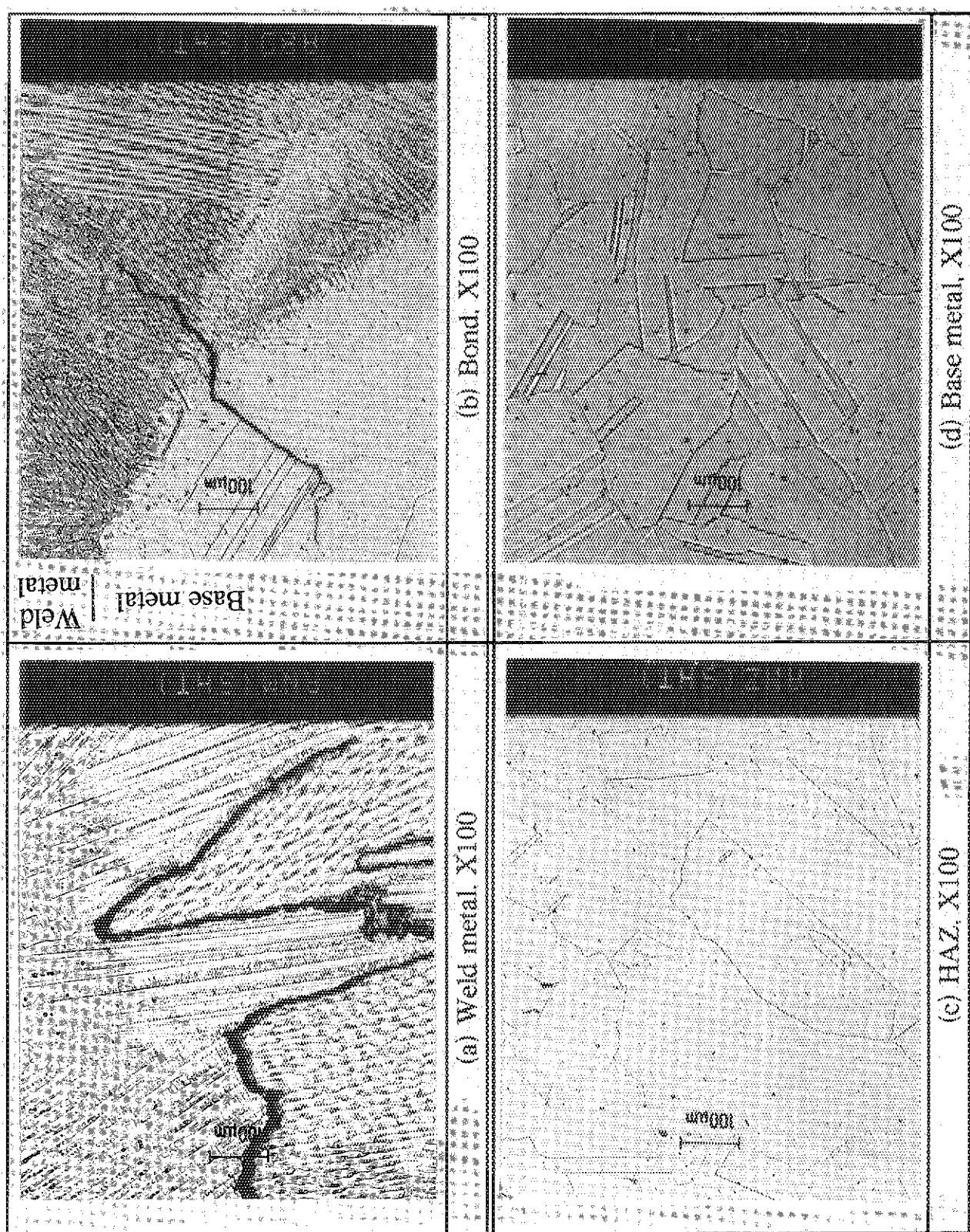


Photo. 10 Optical microstructures of re-solution treated material.

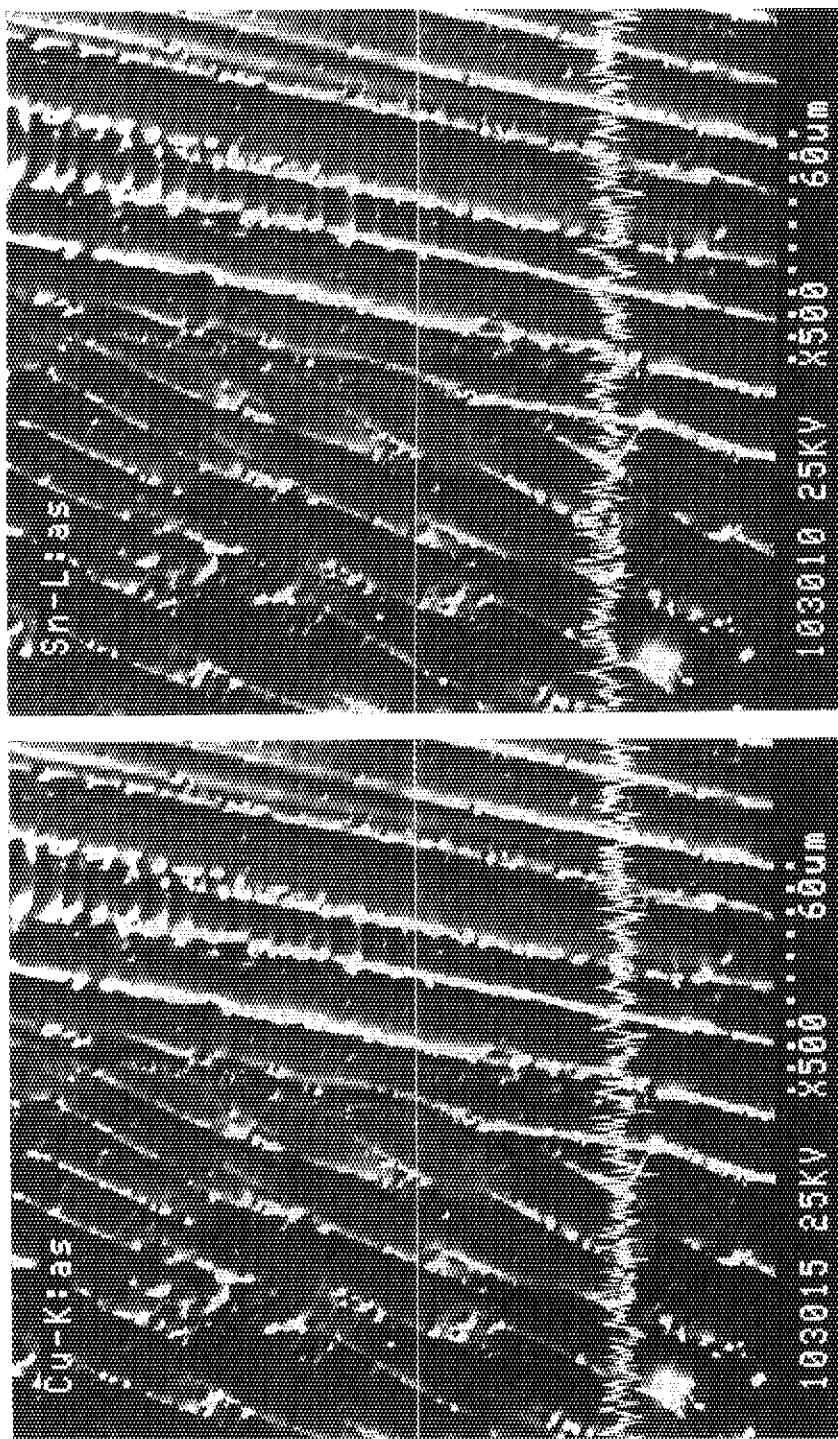


Photo. 11(a) Concentration profiles of Cu and Sn for weld metal of solution treated material.

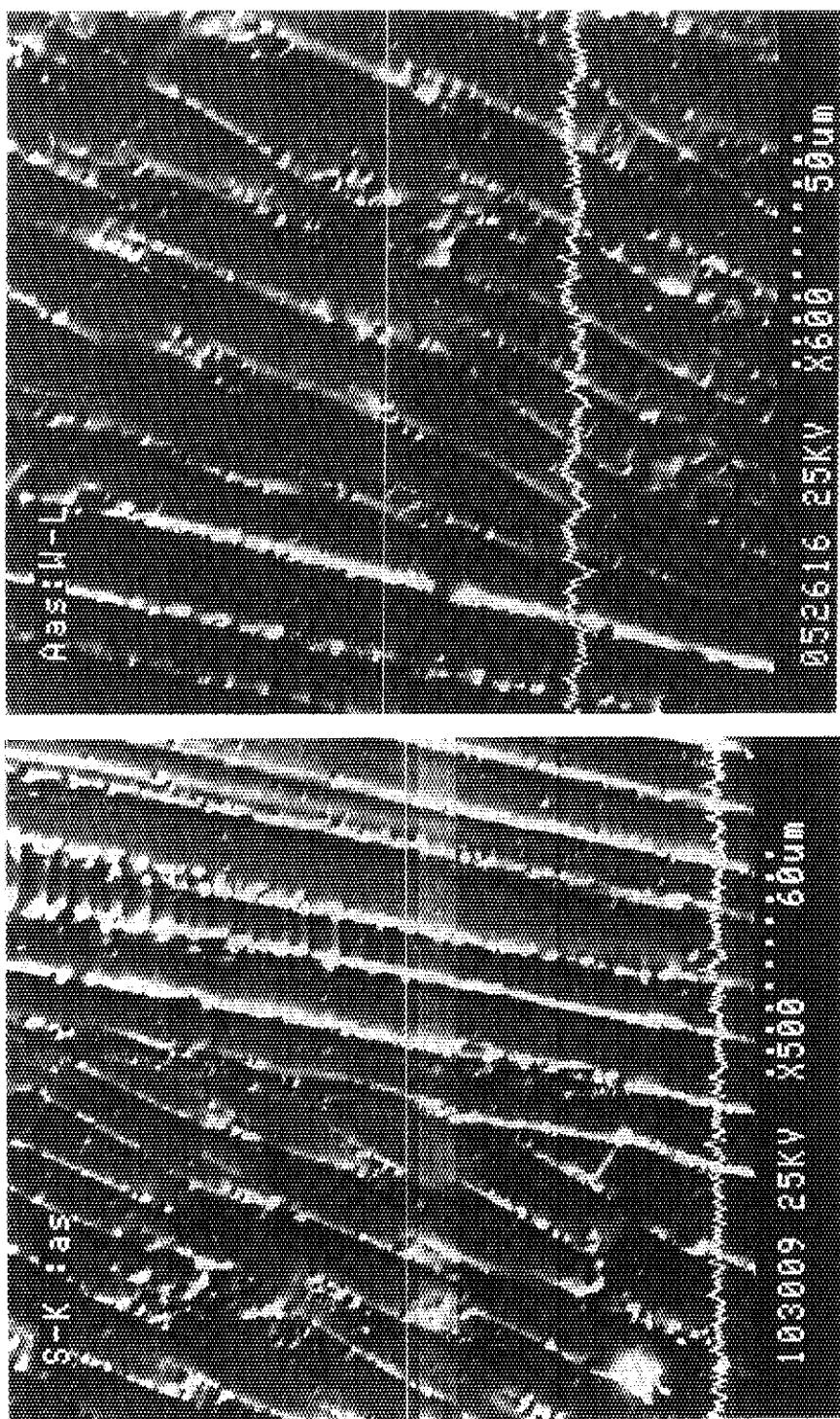


Photo. 11(b) Concentration profiles of S and W for weld metal
of solution treated material.

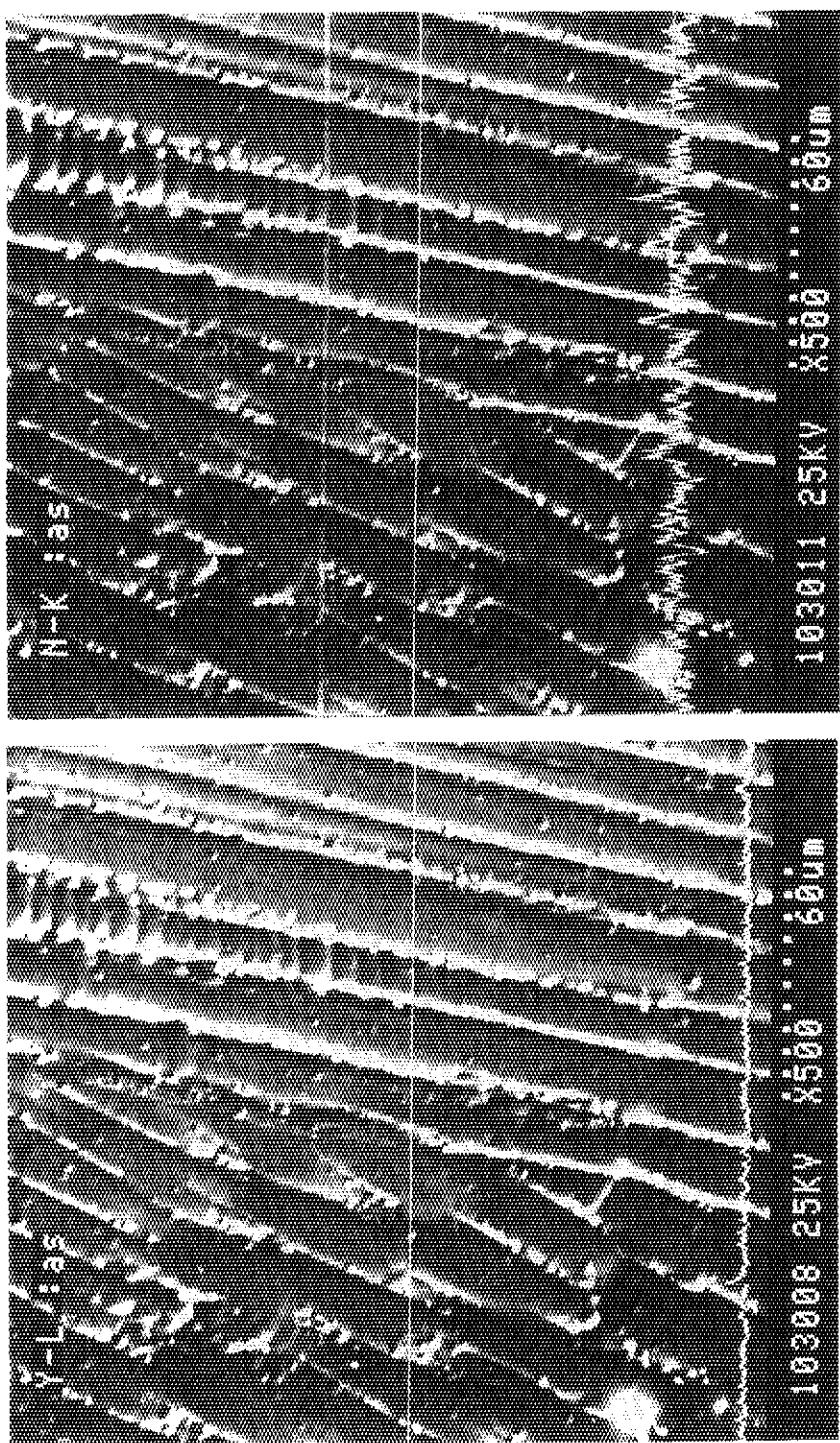


Photo. 11(c) Concentration profiles of Y and N for weld metal
of solution treated material.

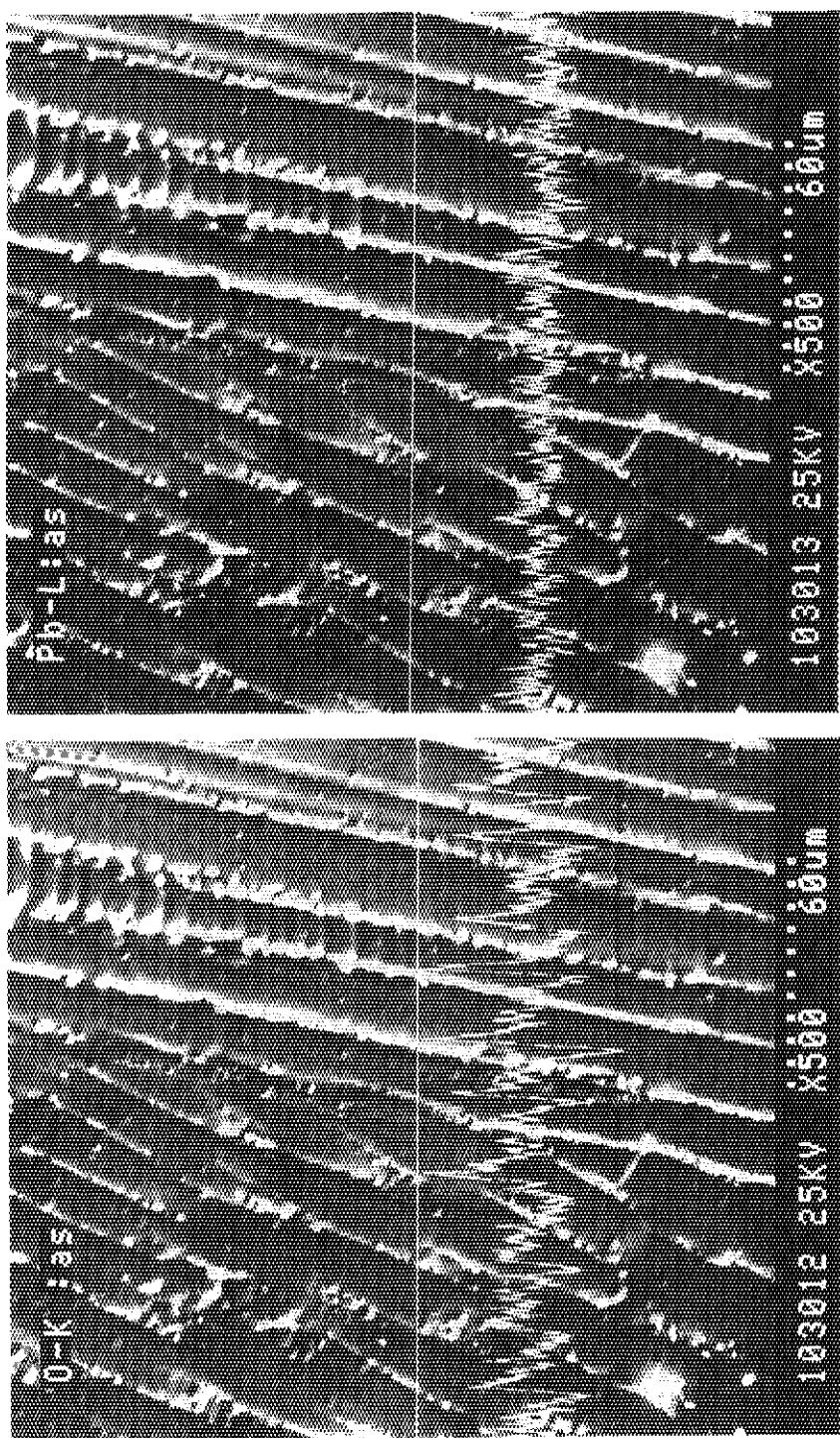


Photo. 11(d) Concentration profiles of O and Pb for weld metal
of solution treated material.

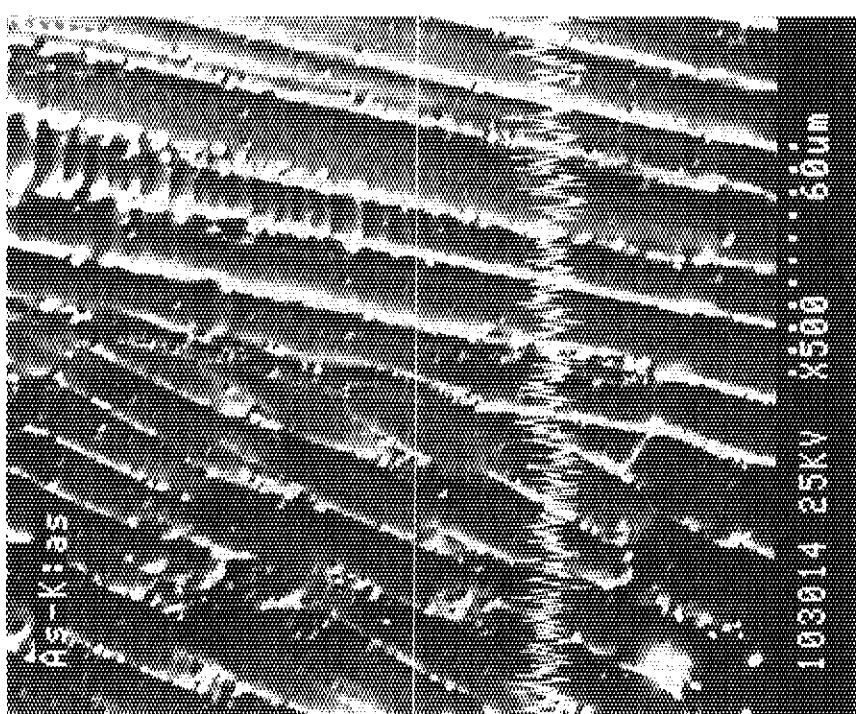


Photo. 11(e) Concentration profile of As for weld metal
of solution treated material.

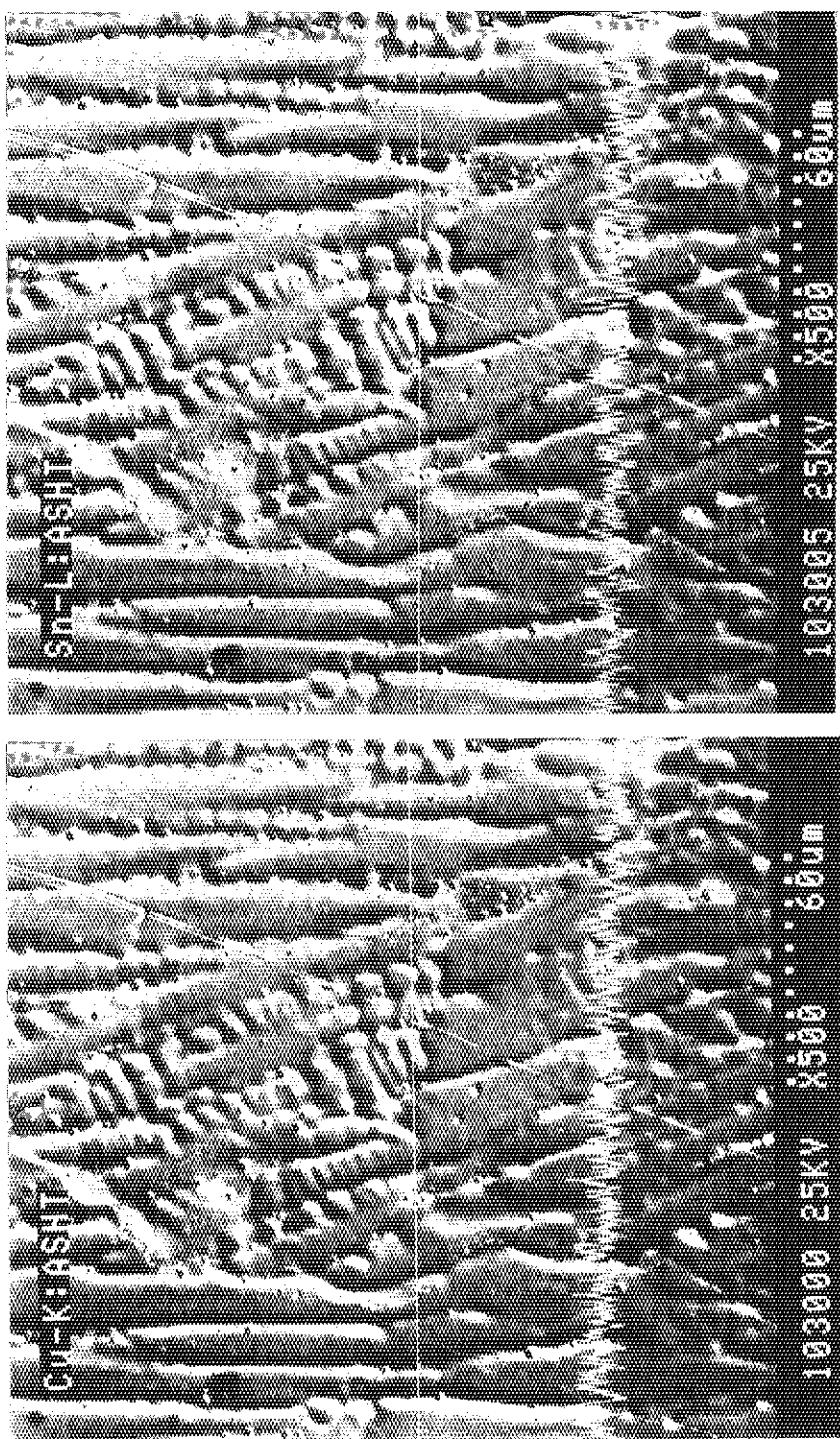


Photo. 12(a) Concentration profiles of Cu and Sn for weld metal of re-solution treated material.

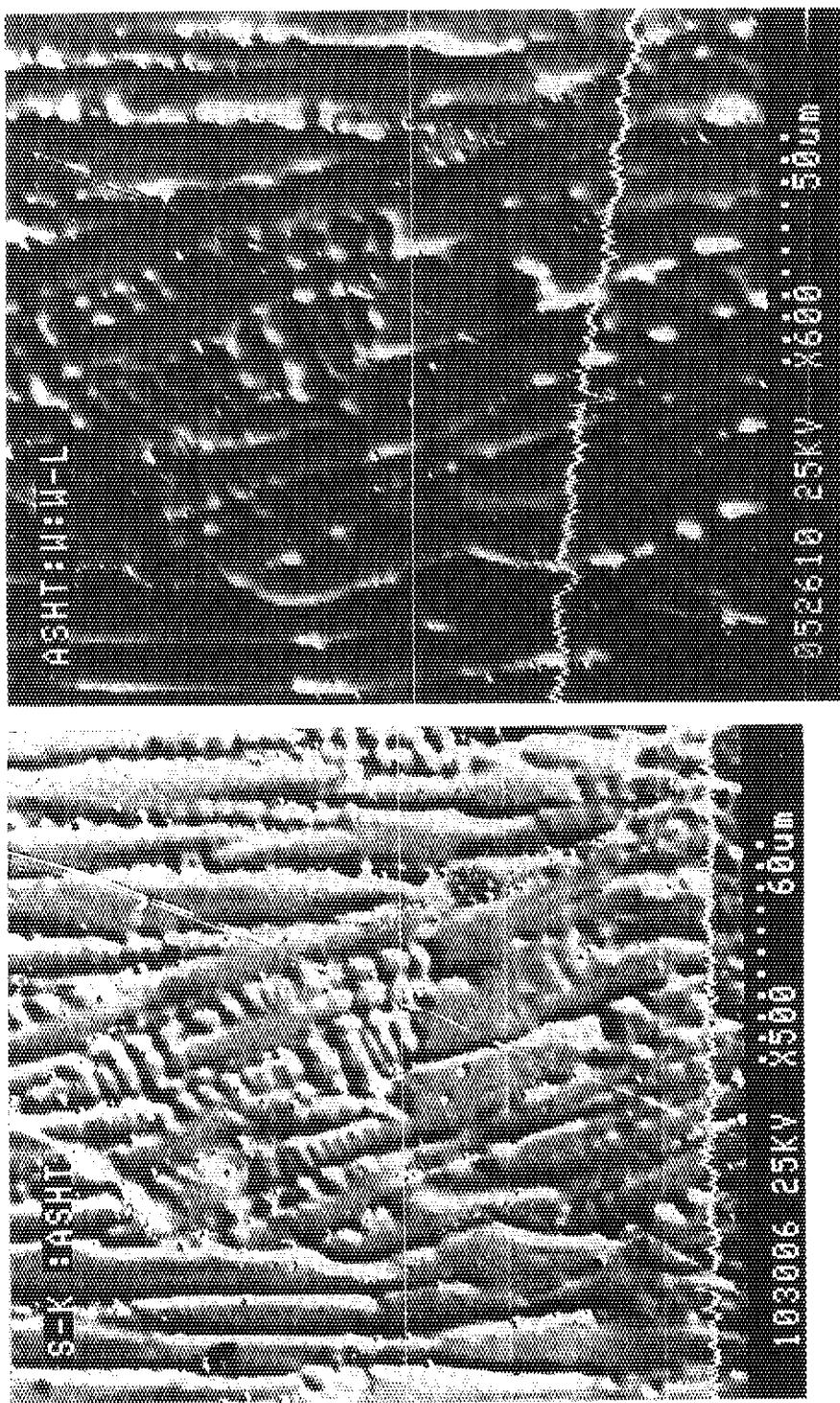


Photo. 12(b) Concentration profiles of S and W for weld metal of re-solution treated material.

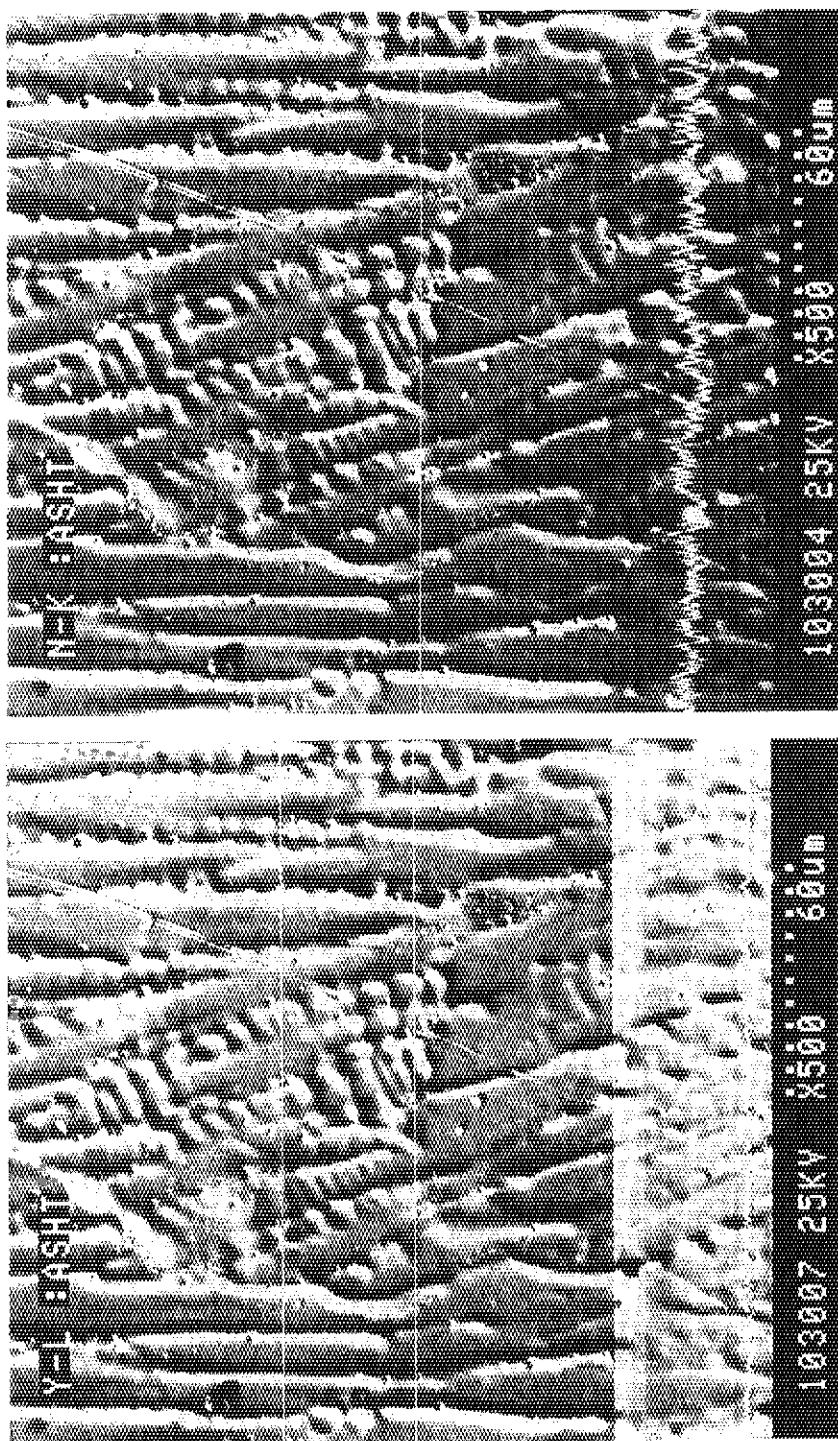


Photo. 12(c) Concentration profiles of Y and N for weld metal of re-solution treated material.

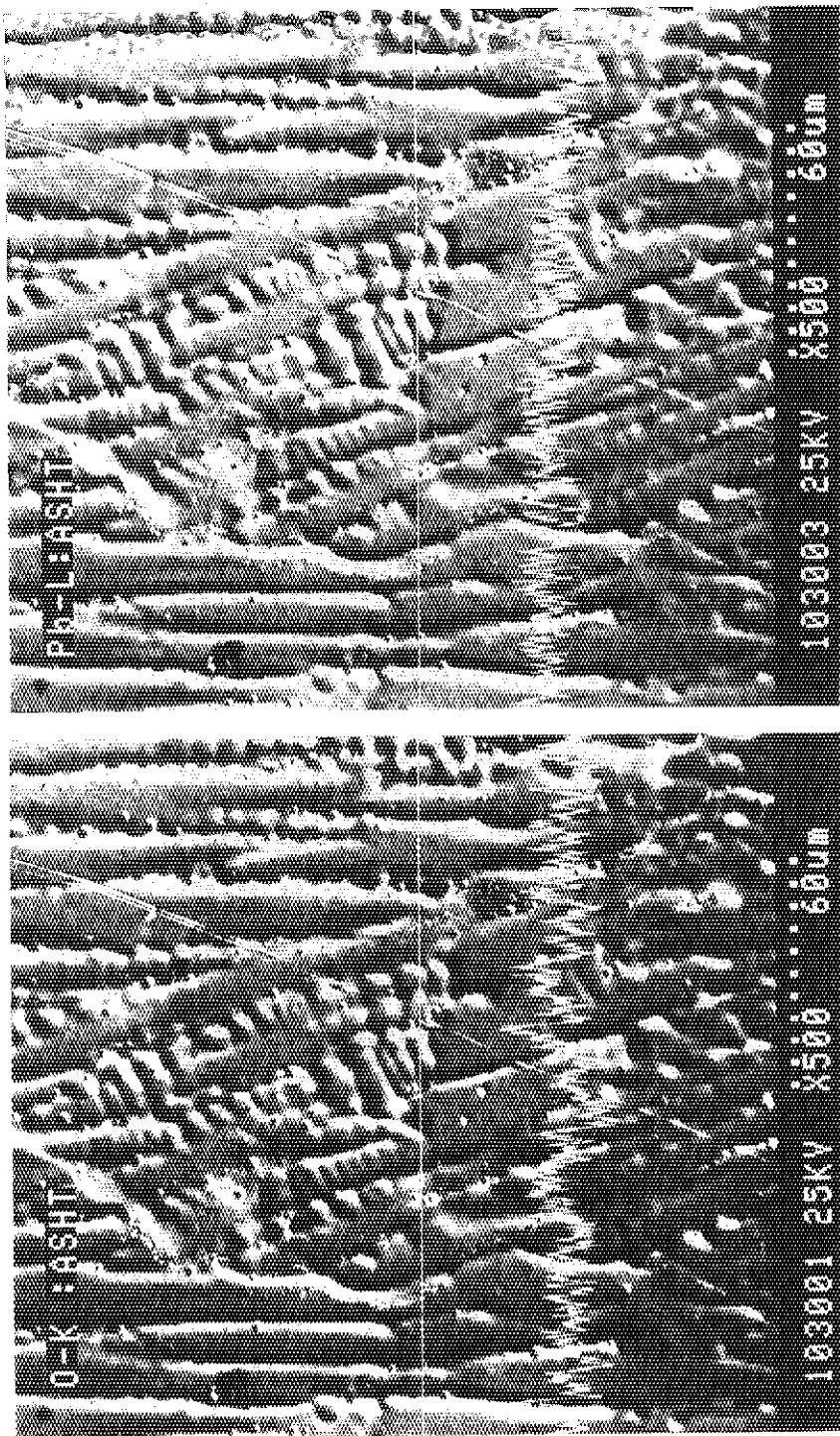


Photo. 12(d) Concentration profiles of O and Pb for weld metal
of re-solution treated material.

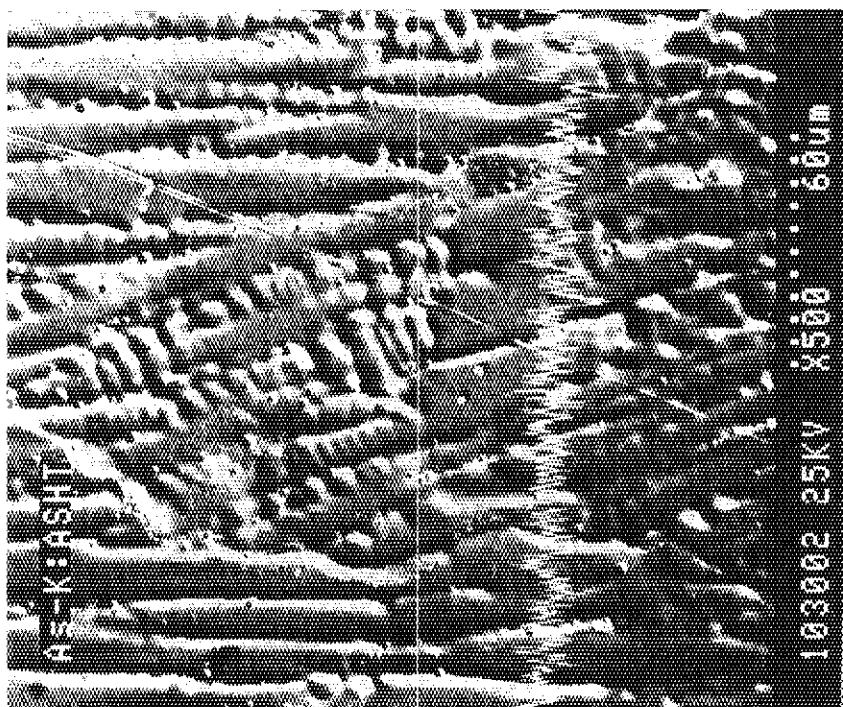


Photo. 12(e) Concentration profile of As for weld metal of re-solution treated material.