

JAERI-Research

97-032



Ni-Cr-W系超耐熱合金試作溶接継手の
大気中クリープ破断特性
(共同研究)

1997年5月

倉田有司・斎藤貞一郎*・辻 宏和・高津玉男*・新藤雅美・中島 甫

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

本レポートは、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、日本原子力研究所研究情報部研究情報課（〒319-11 茨城県那珂郡東海村）あて、お申し越しください。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。

This report is issued irregularly.

Inquiries about availability of the reports should be addressed to Research Information Division, Department of Intellectual Resources, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-11, Japan.

© Japan Atomic Energy Research Institute, 1997

編集兼発行 日本原子力研究所

印 刷 原子力資料サービス

Ni-Cr-W系超耐熱合金試作溶接継手の大気中クリープ破断特性

日本原子力研究所東海研究所材料研究部

倉田 有司・斎藤貞一郎*・辻 宏和・高津 玉男*
新藤 雅美+・中島 甫

(1997年4月1日受理)

Ni-Cr-W系超耐熱合金を実用化する上で、残された課題である溶接用溶加材を開発するため、試作溶接継手のクリープ破断特性の評価を行った。溶接割れ感受性の高いNi-Cr-W系超耐熱合金に対して、微量添加元素の量を調整して溶接割れ感受性を低下させ、手動TIG溶接による3種類の溶接継手F, P5, P6を試作した。この試作溶接継手を対象に、大気中における900, 1000, 1050°Cのクリープ破断特性を調べ、以下の結論を得た。

- 1) 溶接継手F, P5, P6のクリープ破断時間は、母材（結晶粒度ASTM No.2で1000°C, 10万時間のクリープ破断強度10.8MPa）と同程度あるいは母材よりわずかに短く、高温で使用する溶接継手としては、かなり優れたクリープ破断強度を示す。
- 2) 溶接継手の破断位置は900°Cでは母材、1000°C, 1050°Cと高温になるに従い、溶接金属となる。溶接金属で破断した場合、破断絞りは小さくなる。
- 3) 母材で破断した場合、結晶粒界にボイド、クラックが形成し、溶接金属で破断した場合、溶接金属の結晶粒界にボイド、クラックが形成する。

Ni-Cr-W系超耐熱合金は溶接割れ感受性が高く、溶接性の優れた溶加材の開発が困難な合金であるが、ここで示した実験結果より、試作溶接継手は、かなりよい特性を示すことがわかった。今後、溶接割れ感受性に及ぼす微量添加元素の影響の定量化、自動TIG溶接用の溶接ワイヤーの開発、それを用いた溶接継手のクリープ特性の評価を行い、溶接性、クリープ特性、耐食性、熱間加工性に優れたNi-Cr-W系超耐熱合金用の溶加材を開発していく予定である。

本報は、日本ウェルディングロッド㈱との共同研究の成果である。

東海研究所：〒319-11 茨城県那珂郡東海村白方白根2-4

+ 企画室

* 日本ウェルディングロッド㈱

Creep Rupture Properties of Trial Welded Joints of
a Ni-Cr-W Superalloy in Air Environment

Yuji KURATA, Teiichiro SAITO*, Hirokazu TSUJI
Tamao TAKATSU*, Masami SHINDO⁺ and Hajime NAKAJIMA

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

(Received April 1, 1997)

The item to be solved in order to put the Ni-Cr-W superalloy to practical use is development of filler metal. Therefore, creep properties of trial welded joints were estimated. Filler metals whose susceptibility to cracking in the weldments was lowered by adjusting minor alloying elements, were melted. Three kinds of trial welded joints F, P5 and P6 were prepared by means of manual TIG(Tungsten Inert Gas) welding. Creep rupture properties in air environment were investigated at 900, 1000 and 1050°C for the trial welded joints. The results obtained were as follows:

- (1) Creep rupture time for trial welded joints F, P5 and P6 is almost as the same as or a little shorter than that for the base metal of Ni-Cr-W superalloy with grain size of ASTM No.2 and creep rupture strength of 10.8MPa for a 1×10^5 h life at 1000°C. Creep rupture strength of the trial welded joints is fairly good as welded joints used at high temperatures.
- (2) Rupture location is the base metal at 900°C and it becomes the welded metal at 1000 and 1050°C. Reduction of area is small in case rupture occurs at the weld metal.
- (3) Voids and cracks form at grain boundaries in the case of rupture at the base metal. They also form at grain boundaries of the weld metal in the case of rupture at the weld metal.

This research report is the result of the joint study with Nippon Welding Rod Co.Ltd.

+ Office of Planning

* Nippon Welding Rod Co. Ltd

目 次

1. 緒 言	1
2. 実験方法	2
2.1 供試材料	2
2.2 クリープ試験	3
3. 実験結果及び考察	3
3.1 クリープ試験結果	3
3.2 クリープ破断材の組織観察	4
4. 今後の課題	5
5. 結 言	6
謝 辞	6
参考文献	7

Contents

1. Introduction	1
2. Experimental Procedure	2
2.1 Material	2
2.2 Creep Test	3
3. Results and Discussion	3
3.1 Creep Test Results	3
3.2 Microstructure Observation of Ruptured Specimens	4
4. Future Works	5
5. Conclusions	6
Acknowledgements	6
References	7

Since susceptibility to cracking in the weldments of a Ni-Cr-W superalloy was very high, development of filler metal with good weldability was difficult. However, it was found that trial welded joints prepared using the filler metals with good weldability have fairly good creep properties. Research for development of the filler metal with excellent weldability, creep properties, corrosion resistance and hot workability will be performed in focusing quantitative estimation of effect of minor alloying elements on susceptibility to cracking in the weldments, preparation of filler wires for automatic TIG welding and estimation of creep properties for the welded joints by automatic TIG welding.

Keywords: Ni-Cr-W Alloy, Creep, Welded Joints, TIG Welding, Cracking in Weldments, Filler Metal, Weldability, Minor Alloying Element, Creep Rupture Strength, HTGR

1. 緒 言

高温ガス炉(HTGR: High Temperature Gas-cooled Reactor)は、1000°Cに近い高温の熱を取り出し、高熱効率が達成できること、固有の安全性が高いこと等の優れた特徴を取り出した原子炉である。我が国の高温ガス炉開発においては、これまでの研究成果を基に、原子炉出口冷却材温度950°Cを目指とした高温工学試験研究炉(HTTR: High Temperature Engineering Test Reactor)を建設することが決定され、日本原子力研究所、大洗研究所において建設が進められている[1,2]。HTTRは、高温ガス炉技術の基盤の大洗研究所において建設が進められている。HTTRでは、中間熱交換器等の高温部構造用材料として、ハステロイXの原子炉用改良合金であるハステロイXRを用いている。

核熱エネルギーの有効利用、高熱効率の達成という観点からは、原子炉出口冷却材温度がより高温であるほど、その効果は高いが、950°Cを上回る超高温で金属材料を使用するためには、新しい合金の開発が必要である。また、高温ガス炉の実用化を考えた場合、原子炉出口冷却材温度が950°Cであっても、ハステロイXRより長寿命の超耐熱合金の開発が望まれている。日本原子力研究所では、高温ガス炉技術の高度化を図るために、原子炉出口冷却材温度が1000°CのHTGRでの使用を目指した新合金の開発を、高温ガス炉研究委員会・超耐熱合金専門部会(部会長:(株)超高温材料研究センター技術顧問、東京工業大学名誉教授、田中良平氏)に諮りつつ進めてきた[1~5]。この合金の開発にあたっては、通商産業省工業技術院の大型プロジェクト(工技院大プロ)「高温還元ガス利用による直接製鉄技術の研究開発計画」[6,7]で得られた高温強度の高いNi-Cr-W系合金に関する知見を参考にし、高温での耐久性関連の諸特性が優れた新合金の開発を目指して、一連の試験研究を実施してきた。

この超耐熱合金を開発するに当たって設定した主要な目標性能は以下のとおりである。

- (1)1000°Cで 1×10^5 時間のクリープ破断強さが9.8MPa以上(工技院大プロ第2期以降の目標相当)。
 - (2)高温ガス炉の1次冷却材近似ヘリウムガス中において1000°Cで 1×10^5 時間加熱後も粒界侵食や内部酸化が少ないと(ハステロイXR相当以上)。
 - (3)原子炉の熱交換器用伝熱管(外径30mm、厚さ4~5mm、長さ7m以上)の加工が可能であること。
 - (4)熱交換器の製作に必要な2次加工及び溶接施工が可能であること。
- これらの諸要求を均衡よく満たした合金を開発するため、合金の溶解、高温クリープや腐食などの一連の試験研究を実施し[3~5]、Ni,Cr,W組成比、微量元素の添加

量を検討し、最適化学組成を決定した[4,5,8]。さらに、この最適化学組成の合金を工業規模(2000kg)で溶製し、熱交換器用伝熱管の加工[9]を行うとともに、耐久性評価試験を実施し、1000°Cで 1×10^5 時間のクリープ破断強さを評価した[10]。

このNi-Cr-W系超耐熱合金を実用化する上で残された課題は、信頼性の高い高温溶接構造物を製作するための溶加材の開発である。これまでに、基礎的な溶接性試験を通して、Ni-Cr-W系超耐熱合金は溶接割れ感受性が高い合金であり、微量成分のわずかな相違などが、溶接割れ感受性に大きな影響を及ぼすことが報告されている[11,12,13]。本研究は、微量添加元素の調整により、溶接割れ感受性を低下させた3種のNi-Cr-W系超耐熱合金を溶製し、その合金を用いて手動TIG溶接により溶接継手を試作し、大気中クリープ試験を実施して、そ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、原子炉出口冷却材温度1000°Cの高温ガス炉での使用を目指した材料あるいは現在HTTRで使用されているハステロイXRより長寿命の材料として開発されているNi-Cr-W系超耐熱合金の試作溶接継手である。Ni-Cr-W系超耐熱合金は溶接割れ感受性が高い合金であったため、溶接割れ感受性に影響を及ぼすと考えられる合金中の種々の微量元素の量をコントロールした合金を溶製し、溶接性試験を実施した。溶接性試験では、手動TIG溶接を用いて、ビードオンプレート溶接試験、FISCO試験、肉盛溶接試験、溶接継手の曲げ試験などを実施した。ここでは、これらの溶接性試験で、溶接割れ感受性が低かったF, P5, P6の3種の合金を溶加材として使用することとした。Table 1に溶接継手の試作に用いられた合金の組み合わせとその最終熱処理を示す。溶接継手Fは、母材に大規模溶製のA合金、溶加材にF合金、溶接継手P5では母材、溶加材ともP5合金を用い、溶接継手P6では母材、溶加材ともP6合金を用いた。

Table 2は溶接継手の試作に用いられたA, F, P5, P6合金の化学組成を示している。大規模溶製のA合金に比べ、F合金はMn, Si, Y, Al, Mgなどの含有量が低め、Pがやや高めである。P5合金では、B, Al, Mgなどの含有量が低めであり、P6合金では、Zr, Y, B, Mgなどの含有量が低めである。Fig. 1に溶接継手作製のための突き合わせ溶接の開先形状と積層方法を示す。手動TIG溶接により溶接を行い、溶加材には、熱間鍛造、熱間圧延により厚さ15mmに加工した板より、機械加工で切り出した3mm x 3mm x 約230mmの角棒を使用した。手動TIG溶接の溶接条件をTable3に示す。このようにして製作した溶接継手板より、Fig.2に示したような位置から直径6mm、標点間距離30mm

量を検討し、最適化学組成を決定した[4,5,8]。さらに、この最適化学組成の合金を工業規模(2000kg)で溶製し、熱交換器用伝熱管の加工[9]を行うとともに、耐久性評価試験を実施し、1000°Cで 1×10^5 時間のクリープ破断強さを評価した[10]。

このNi-Cr-W系超耐熱合金を実用化する上で残された課題は、信頼性の高い高温溶接構造物を製作するための溶加材の開発である。これまでに、基礎的な溶接性試験を通して、Ni-Cr-W系超耐熱合金は溶接割れ感受性が高い合金であり、微量成分のわずかな相違などが、溶接割れ感受性に大きな影響を及ぼすことが報告されている[11,12,13]。本研究は、微量添加元素の調整により、溶接割れ感受性を低下させた3種のNi-Cr-W系超耐熱合金を溶製し、その合金を用いて手動TIG溶接により溶接継手を試作し、大気中クリープ試験を実施して、そ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、原子炉出口冷却材温度1000°Cの高温ガス炉での使用を目指した材料あるいは現在HTTRで使用されているハステロイXRより長寿命の材料として開発されているNi-Cr-W系超耐熱合金の試作溶接継手である。Ni-Cr-W系超耐熱合金は溶接割れ感受性が高い合金であったため、溶接割れ感受性に影響を及ぼすと考えられる合金中の種々の微量元素の量をコントロールした合金を溶製し、溶接性試験を実施した。溶接性試験では、手動TIG溶接を用いて、ビードオンプレート溶接試験、FISCO試験、肉盛溶接試験、溶接継手の曲げ試験などを実施した。ここでは、これらの溶接性試験で、溶接割れ感受性が低かったF, P5, P6の3種の合金を溶加材として使用することとした。Table 1に溶接継手の試作に用いられた合金の組み合わせとその最終熱処理を示す。溶接継手Fは、母材に大規模溶製のA合金、溶加材にF合金、溶接継手P5では母材、溶加材ともP5合金を用い、溶接継手P6では母材、溶加材ともP6合金を用いた。

Table 2は溶接継手の試作に用いられたA, F, P5, P6合金の化学組成を示している。大規模溶製のA合金に比べ、F合金はMn, Si, Y, Al, Mgなどの含有量が低め、Pがやや高めである。P5合金では、B, Al, Mgなどの含有量が低めであり、P6合金では、Zr, Y, B, Mgなどの含有量が低めである。Fig. 1に溶接継手作製のための突き合わせ溶接の開先形状と積層方法を示す。手動TIG溶接により溶接を行い、溶加材には、熱間鍛造、熱間圧延により厚さ15mmに加工した板より、機械加工で切り出した3mm x 3mm x 約230mmの角棒を使用した。手動TIG溶接の溶接条件をTable3に示す。このようにして製作した溶接継手板より、Fig.2に示したような位置から直径6mm、標点間距離30mm

の丸棒型クリープ試験片を採取した。

2.2 クリープ試験

クリープ試験として、900、1000、1050°C、大気中で、定荷重クリープ試験を実施した。クリープ破断試験だけでなく、途中のクリープ変形量を測定するクリープ変形試験も一部実施した。溶接継手Fに対するクリープ試験数が最も多く、溶接継手P5, P6に対するクリープ試験数は少ない試験マトリクスとなった。なお、900及び1000°Cの試験は、科学技術庁、金属材料技術研究所への委託試験、1050°Cでの試験は東京工業大学への委託試験として実施した。

また、クリープ試験後の試験片について、光学顕微鏡による金属組織観察を実施した。

3. 実験結果及び考察

3.1 クリープ試験結果

Table 4、5、6に、それぞれ溶接継手F、P5、P6のクリープ試験結果をまとめて示す。Fig. 3は溶接継手F、P5、P6のクリープ破断時間と応力の関係を、母材に対する応力-破断時間曲線とともに示している。ここで、母材に対する応力-破断時間曲線としては、結晶粒度がASTM No.2の棒材に対する曲線を用いた。この結晶粒度、ASTM No.2の棒材は、1250°Cで1時間加熱後、水冷の熱処理を施してあり、1000°C、10万時間のクリープ破断強度が10.8MPaと評価された材料である[10]。Fig. 3に示されたように、溶接継手Fは、900°Cと1000°Cの短時間側では母材と同程度の破断時間を示しているが、1000°Cの長時間側及び1050°Cでは、母材に比べ、破断時間はやや短くなっている。また、溶接継手Fの破断位置は、Table 4に示されているように、1050°C、19.6MPaを除いて母材であった。溶接継手P5及びP6の破断時間は、溶接継手Fに比べてやや長く、1050°Cでは、母材の破断時間に近づいている。Table 5及び6に示されているように、溶接継手P5の破断位置は、1000°C、19.6MPa及び1050°Cで溶接金属であり、溶接継手P6の破断位置は1050°Cで溶接金属であった。

Fig. 4に溶接継手F、P5、P6の破断伸びと破断時間のプロットを、Fig. 5に破断絞りと破断時間のプロットを示す。Fig. 5及びTable 4～6の結果より、溶接金属で破断した試験片の破断絞りが非常に小さくなっていることがわかる。

Fig. 6～9に溶接継手FとP5に対するクリープ曲線を示す。ここに示したクリープ曲線の範囲では、母材に対して1000°Cの10000時間を越えるようなクリープ曲線で認められた加速クリープの後でクリープ速度が減少し、クリープ破断時間が長くなる異常クリープ挙動[10]を示す曲線は認められない。

の丸棒型クリープ試験片を採取した。

2.2 クリープ試験

クリープ試験として、900、1000、1050°C、大気中で、定荷重クリープ試験を実施した。クリープ破断試験だけでなく、途中のクリープ変形量を測定するクリープ変形試験も一部実施した。溶接継手Fに対するクリープ試験数が最も多く、溶接継手P5, P6に対するクリープ試験数は少ない試験マトリクスとなった。なお、900及び1000°Cの試験は、科学技術庁、金属材料技術研究所への委託試験、1050°Cでの試験は東京工業大学への委託試験として実施した。

また、クリープ試験後の試験片について、光学顕微鏡による金属組織観察を実施した。

3. 実験結果及び考察

3.1 クリープ試験結果

Table 4、5、6に、それぞれ溶接継手F、P5、P6のクリープ試験結果をまとめて示す。Fig. 3は溶接継手F、P5、P6のクリープ破断時間と応力の関係を、母材に対する応力-破断時間曲線とともに示している。ここで、母材に対する応力-破断時間曲線としては、結晶粒度がASTM No.2の棒材に対する曲線を用いた。この結晶粒度、ASTM No.2の棒材は、1250°Cで1時間加熱後、水冷の熱処理を施しており、1000°C、10万時間のクリープ破断強度が10.8MPaと評価された材料である[10]。Fig. 3に示されたように、溶接継手Fは、900°Cと1000°Cの短時間側では母材と同程度の破断時間を示しているが、1000°Cの長時間側及び1050°Cでは、母材に比べ、破断時間はやや短くなっている。また、溶接継手Fの破断位置は、Table 4に示されているように、1050°C、19.6MPaを除いて母材であった。溶接継手P5及びP6の破断時間は、溶接継手Fに比べてやや長く、1050°Cでは、母材の破断時間に近づいている。Table 5及び6に示されているように、溶接継手P5の破断位置は、1000°C、19.6MPa及び1050°Cで溶接金属であり、溶接継手P6の破断位置は1050°Cで溶接金属であった。

Fig. 4に溶接継手F、P5、P6の破断伸びと破断時間のプロットを、Fig. 5に破断絞りと破断時間のプロットを示す。Fig. 5及びTable 4～6の結果より、溶接金属で破断した試験片の破断絞りが非常に小さくなっていることがわかる。

Fig. 6～9に溶接継手FとP5に対するクリープ曲線を示す。ここに示したクリープ曲線の範囲では、母材に対して1000°Cの10000時間を越えるようなクリープ曲線で認められた加速クリープの後でクリープ速度が減少し、クリープ破断時間が長くなる異常クリープ挙動[10]を示す曲線は認められない。

Ni-Cr-W系超耐熱合金は溶接割れ感受性が非常に高く、溶接施工が困難な材料であるが、微量添加元素の調整を行い、溶接割れ感受性を下げた試作合金を用いたこの実験結果では、試作溶接継手のクリープ破断寿命は母材に比べそれほど劣化しなかった。溶接継手Fの破断時間は、溶接継手P5、P6に比べ、やや短く、破断伸びについても、1050°C、14.7MPaのデータを除くと、溶接継手Fは、溶接継手P5、P6と同程度であった。Table 2に示したように、溶加材F、P5、P6では、微量元素Mn、Si、Zr、Y、B、Al、Mg、Nbなどの含有量がわずかに異なっており、それがクリープ特性に影響を及ぼすことも考えられる。現在の実験結果から各微量元素のクリープ特性に及ぼす影響を判断することは難しいが、次のことが注目される。溶加材Fは、溶加材P5及びP6に比べ、Udimet 500のような超耐熱合金[14]でクリープ破断強度や破断延性の改良に有効とされたBの量を高めてある。しかしながら、ここで示したように、Ni-Cr-W系超耐熱合金の溶接継手では、クリープ破断強度や破断延性に及ぼすBの効果はそれほど大きくないといえる。今後、溶接割れ感受性とクリープ特性のバランスをとる上で、Zr、Nbなどの影響を検討する必要がある。

3.2 クリープ破断材の組織観察

Photo.1 に溶接継手Fの900°C、44.1MPaでのクリープ破断後の組織写真を示す。破断位置は、母材であり、Photo.1 (a)は破断部、(b)はボンド部、(c)は溶接金属部である。母材の結晶粒界にクラックの形成が認められる。ボンド部や溶接金属部にはボイド、クラックの形成は認められなかった。Photo. 2も母材で破断した溶接継手Fの1000°C、19.6MPaでのクリープ破断後の組織写真である。母材部の結晶粒界にはボイド、クラックが認められるが、溶接金属部にはそれらは認められなかった。Photo.1 (c)及び2(c)の溶接金属では、溶接時に形成した凝固組織がまだかなり残っていて、母材とは異なった組織を呈している。Photo.3 に溶接継手Fの1050°C、19.6MPaでのクリープ破断後の組織写真を示す。破断位置は、溶接金属であり、Photo.3 (a)は破断部、(b)はボンド部、(c)は母材部である。溶接金属部の破断面は平滑であり、鋭いクラックが認められる。Photo.3(a)では、凝固組織が不明瞭となり、1050°Cのクリープ試験中に、溶接時に形成した柱状晶の粒界移動や再結晶、析出物の粗大化、再配列が起こったことを示している。

Photo. 4は母材で破断した溶接継手P5の1000°C、29.4MPaでのクリープ破断後の組織写真である。Photo.4(a)は破断部(母材)、(b)はボンド部、(c)は溶接金属部である。破断部に近い母材では、結晶粒界にクラック、ボイドが認められるが、ボンド部や溶接金属部にはそれらは認められなかった。Photo. 5は溶接金属で破断した溶接継手P5の1000°C、19.6MPaでのクリープ破断後の組織写真である。Photo.5(a)は破断部(溶接金属)、(b)は破断面から少し離れた溶接金属部、(c)はボンド部である。破断部近傍の溶接金属部だけでなく、ボンド部に近い溶接金属部や母材部にもクラック、ボイドが認められる。

ドが観察される。溶接継手Fの場合と同様に、Photo.5(a),(b)では、クリープ試験中に、溶接金属の結晶粒の粒界移動や析出物の粒界上への再配列が起こっている。溶接金属におけるボイド、クラックはこのような結晶粒界に形成している。溶接継手F,P5,P6とも、クリープ試験温度が1000℃、1050℃と高温になるに従い、溶接金属で破断するようになり、破断絞りは小さくなる。溶接金属破断の場合、粒界移動や粒界析出物の粗大化により平滑となった溶接金属の粒界にボイド、クラックが形成、成長することが、破断絞りを小さくしていると考えられる。

4. 今後の課題

Ni-Cr-W系超耐熱合金は溶接割れ感受性が高い合金であり、これまでに、20ヒートを越える溶加材を溶製して、基礎的な溶接性試験を実施してきた。それらの試験を通して、溶接割れ感受性に及ぼす微量添加元素の影響が明らかになってきている[11～13]。本研究においては、微量添加元素の量を調整し、溶接割れ感受性を低下させた3種類の溶加材を対象に、手動TIG溶接により溶接継手F, P5, P6を試作し、クリープ破断特性を検討した。その結果、試作溶接継手F,P5, P6のクリープ破断時間は、母材(結晶粒度ASTM No.2で1000℃、10万時間のクリープ破断強度10.8MPa)と同程度あるいはそれよりわずかに短く、高温で使用する溶接継手としては、かなり優れたクリープ破断強度を示すことがわかった。本研究においては、溶加材として板材から機械加工で切り出した3mm x 3mm x 約230mmの角棒を用い、手動TIG溶接により製作した溶接継手を使用したが、実際の溶接構造物の製作にあたっては、多くの場合、自動TIG溶接が用いられる。そのため、自動TIG溶接用のφ1.2mmの溶接用ワイヤーの製作及びそれを用いた溶接継手のクリープ特性の評価をする必要がある。また、Ni-Cr-W系超耐熱合金の溶接割れ感受性に及ぼす微量添加元素の影響については、Zr, B, Yなどが溶接割れ感受性を高める元素であることが明らかになってきている。これらの溶加材中の微量元素とクリープ特性の関係を調べることも必要である。今後、溶接割れ感受性に及ぼす微量添加元素の影響を定量化し、さらに、溶接性、クリープ特性、耐食性、熱間加工性に優れたNi-Cr-W系超耐熱合金用の溶加材を開発していく必要がある。

ドが観察される。溶接継手Fの場合と同様に、Photo.5(a),(b)では、クリープ試験中に、溶接金属の結晶粒の粒界移動や析出物の粒界上への再配列が起こっている。溶接金属におけるボイド、クラックはこのような結晶粒界に形成している。溶接継手F,P5,P6とも、クリープ試験温度が1000℃、1050℃と高温になるに従い、溶接金属で破断するようになり、破断絞りは小さくなる。溶接金属破断の場合、粒界移動や粒界析出物の粗大化により平滑となった溶接金属の粒界にボイド、クラックが形成、成長することが、破断絞りを小さくしていると考えられる。

4. 今後の課題

Ni-Cr-W系超耐熱合金は溶接割れ感受性が高い合金であり、これまでに、20ヒートを越える溶加材を溶製して、基礎的な溶接性試験を実施してきた。それらの試験を通して、溶接割れ感受性に及ぼす微量添加元素の影響が明らかになってきている[11～13]。本研究においては、微量添加元素の量を調整し、溶接割れ感受性を低下させた3種類の溶加材を対象に、手動TIG溶接により溶接継手F, P5, P6を試作し、クリープ破断特性を検討した。その結果、試作溶接継手F,P5, P6のクリープ破断時間は、母材(結晶粒度ASTM No.2で1000℃、10万時間のクリープ破断強度10.8MPa)と同程度あるいはそれよりわずかに短く、高温で使用する溶接継手としては、かなり優れたクリープ破断強度を示すことがわかった。本研究においては、溶加材として板材から機械加工で切り出した3mm x 3mm x 約230mmの角棒を用い、手動TIG溶接により製作した溶接継手を使用したが、実際の溶接構造物の製作にあたっては、多くの場合、自動TIG溶接が用いられる。そのため、自動TIG溶接用のφ1.2mmの溶接用ワイヤーの製作及びそれを用いた溶接継手のクリープ特性の評価をする必要がある。また、Ni-Cr-W系超耐熱合金の溶接割れ感受性に及ぼす微量添加元素の影響については、Zr, B, Yなどが溶接割れ感受性を高める元素であることが明らかになってきている。これらの溶加材中の微量元素とクリープ特性の関係を調べることも必要である。今後、溶接割れ感受性に及ぼす微量添加元素の影響を定量化し、さらに、溶接性、クリープ特性、耐食性、熱間加工性に優れたNi-Cr-W系超耐熱合金用の溶加材を開発していく必要がある。

5. 結 言

Ni-Cr-W系超耐熱合金の微量添加元素の量を調整して溶接割れ感受性の低い溶加材を溶製し、手動TIG溶接による3種類の溶接継手F, P5, P6を試作した。この試作溶接継手を対象に、大気中における900、1000、1050℃のクリープ破断特性を調べ、以下の結論を得た。

- 1) 溶接継手Fは、900℃と1000℃の短時間側では母材(結晶粒度ASTM No.2で1000℃、10万時間のクリープ破断強度10.8MPa)と同程度の破断時間を示すが、1000℃の長時間側及び1050℃では、母材に比べ、溶接継手Fの破断時間はやや短い。
- 2) 溶接継手P5及びP6の破断時間は、溶接継手Fに比べてやや長く、1050℃では、母材の破断時間に近づく。
- 3) 溶接継手の破断位置は900℃では母材、1000℃、1050℃と高温になるに従い、溶接金属となる。溶接金属で破断した場合、破断絞りは小さくなる。
- 4) 母材で破断した場合、結晶粒界にボイド、クラックが形成し、溶接金属で破断した場合、粒界移動などにより平滑になった溶接金属の結晶粒界にボイド、クラックが形成する。

Ni-Cr-W系超耐熱合金は溶接割れ感受性が高く、溶接性の優れた溶加材の開発が困難な合金であるが、ここで示した実験結果より、微量添加元素の量を調整し、溶接割れ感受性を下げた溶加材を用いて製作した溶接継手のクリープ破断時間は母材よりわずかに短いだけで、かなりよい特性を示すことがわかった。今後、溶接割れ感受性に及ぼす微量添加元素の影響をさらに定量化し、自動TIG溶接用の溶接ワイヤーを用いた溶接継手のクリープ特性の評価して、溶接性、クリープ特性、耐食性、熱間加工性に優れたNi-Cr-W系超耐熱合金用の溶加材を開発していく必要がある。

謝 辞

本研究のNi-Cr-W系超耐熱合金の開発に当たっては、高温ガス炉研究委員会・超耐熱合金専門部会の専門委員各位には有益な御討論をいただいた。委託試験として、本合金のクリープ試験を実施していただいた、東京工業大学工学部、菊池實名譽教授、松尾孝教授、金属材料技術研究所環境性能研究部、馬場栄治氏に感謝いたします。また、クリープ破断材の組織観察及びデータ処理にご協力いただいた材料応用工学研究室、鈴木富男氏並びに北智士氏に感謝する。

5. 結 言

Ni-Cr-W系超耐熱合金の微量添加元素の量を調整して溶接割れ感受性の低い溶加材を溶製し、手動TIG溶接による3種類の溶接継手F, P5, P6を試作した。この試作溶接継手を対象に、大気中における900、1000、1050℃のクリープ破断特性を調べ、以下の結論を得た。

- 1)溶接継手Fは、900℃と1000℃の短時間側では母材(結晶粒度ASTM No.2で1000℃、10万時間のクリープ破断強度10.8MPa)と同程度の破断時間を示すが、1000℃の長時間側及び1050℃では、母材に比べ、溶接継手Fの破断時間はやや短い。
- 2)溶接継手P5及びP6の破断時間は、溶接継手Fに比べてやや長く、1050℃では、母材の破断時間に近づく。
- 3)溶接継手の破断位置は900℃では母材、1000℃、1050℃と高温になるに従い、溶接金属となる。溶接金属で破断した場合、破断絞りは小さくなる。
- 4)母材で破断した場合、結晶粒界にボイド、クラックが形成し、溶接金属で破断した場合、粒界移動などにより平滑になった溶接金属の結晶粒界にボイド、クラックが形成する。

Ni-Cr-W系超耐熱合金は溶接割れ感受性が高く、溶接性の優れた溶加材の開発が困難な合金であるが、ここで示した実験結果より、微量添加元素の量を調整し、溶接割れ感受性を下げた溶加材を用いて製作した溶接継手のクリープ破断時間は母材よりわずかに短いだけで、かなりよい特性を示すことがわかった。今後、溶接割れ感受性に及ぼす微量添加元素の影響をさらに定量化し、自動TIG溶接用の溶接ワイヤーを用いた溶接継手のクリープ特性の評価して、溶接性、クリープ特性、耐食性、熱間加工性に優れたNi-Cr-W系超耐熱合金用の溶加材を開発していく必要がある。

謝 辞

本研究のNi-Cr-W系超耐熱合金の開発に当たっては、高温ガス炉研究委員会・超耐熱合金専門部会の専門委員各位には有益な御討論をいただいた。委託試験として、本合金のクリープ試験を実施していただいた、東京工業大学工学部、菊池實名誉教授、松尾孝教授、金属材料技術研究所環境性能研究部、馬場栄治氏に感謝いたします。また、クリープ破断材の組織観察及びデータ処理にご協力いただいた材料応用工学研究室、鈴木富男氏並びに北智士氏に感謝する。

参考文献

- [1] 日本原子力研究所：高温工学試験研究の現状(1996)
- [2] Japan Atomic Energy Research Institute : Present Status of HTGR Research & Development (1996)
- [3] 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 (1989)
- [4] 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 (1992)
- [5] H.Tsuji, H.Nakajima and T.Kondo : Proc. of Int. Conf. on Materials for Advanced Power Engineering, Liege/Belgium, p.939-948 (1994)
- [6] 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)
- [7] 田中良平、松尾 孝：鉄と鋼、68(1982)226
- [8] T.Kondo, H.Nakajima, M.Shindo, H.Tsuji, R.Tanaka, S.Isobe, S.Ohta and R.Watanabe : United States Patent No. 5141704 (1992)
- [9] 辻 宏和、大橋雅夫、竹村誠洋、中島 甫：日本原子力研究所レポート JAERI-M 92-148 (1992)
- [10] 倉田有司、辻 宏和、新藤雅美、中島 甫：日本原子力研究所レポート JAERI-Research 96-052 (1996)
- [11] 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 (1993)
- [12] 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 93-163 (1993)
- [13] Y.Kurata, T.Saito, H.Tsuji, T.Takatsu, M.Shindo and H.Nakajima : 日本原子力研究所レポート JAERI-Conf 96-010 (1996)353
- [14] R.F.Decker and J.W.Freeman : Trans. Met. Soc AIME, 218(1960)277

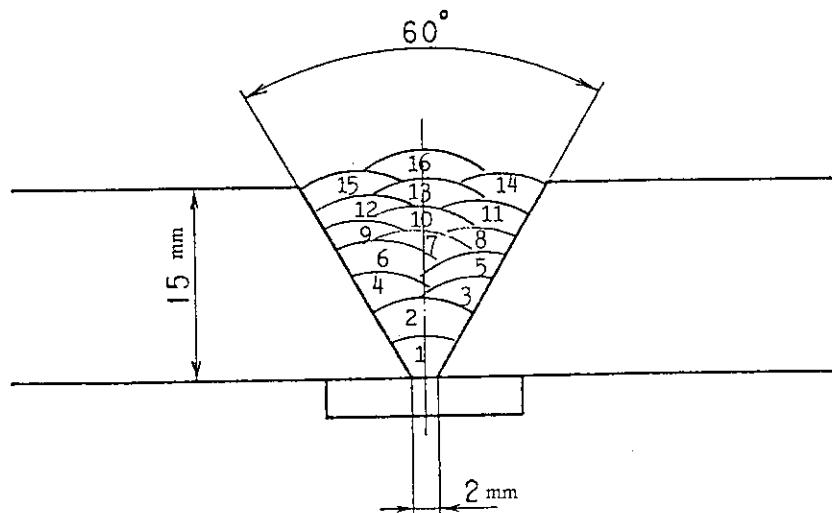


Fig. 1 Groove geometry and build-up sequence for welded joint.

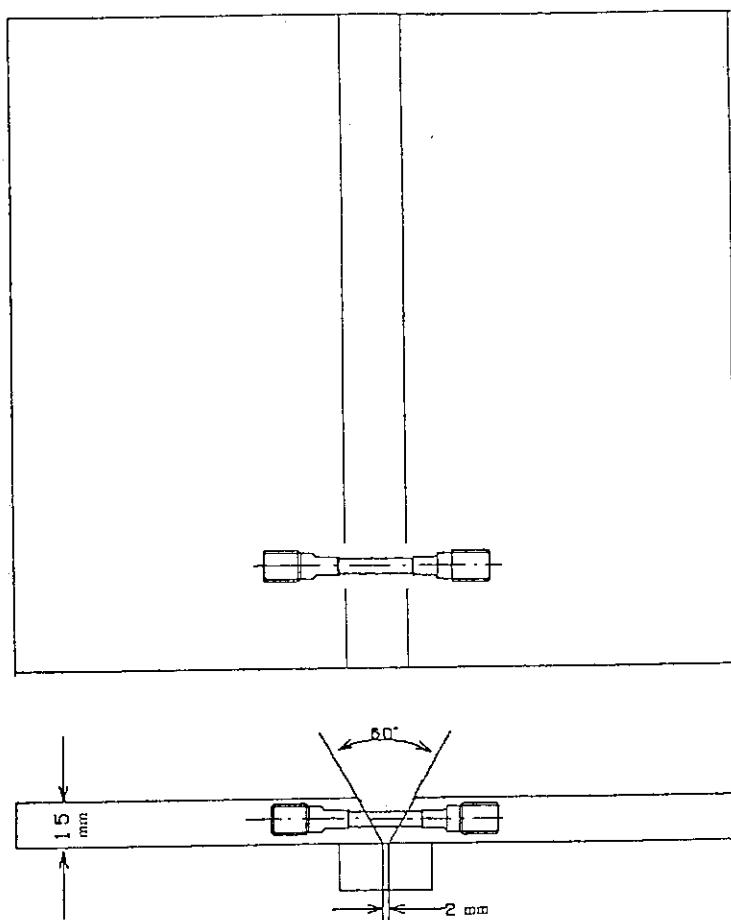


Fig. 2 Sampling location of welded joint specimens.

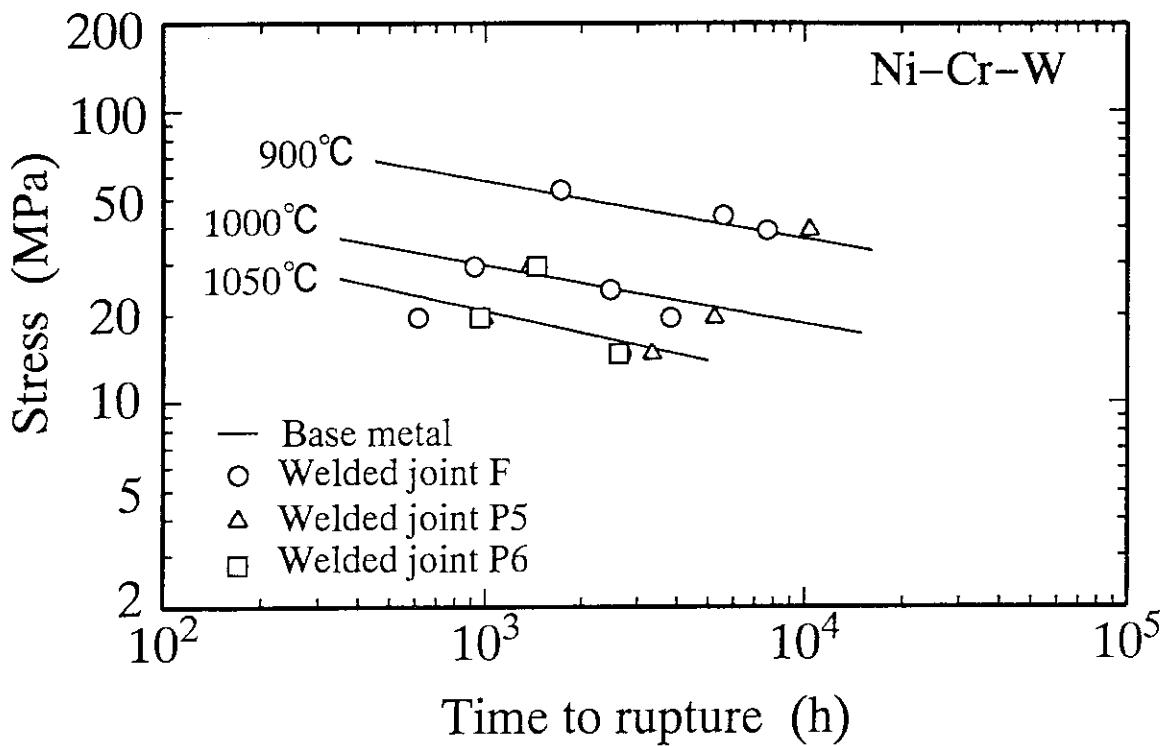


Fig. 3 Stress versus time to rupture of trial welded joints F, P5 and P6 in comparison with that of base metal(grain size:ASTM No.2) .

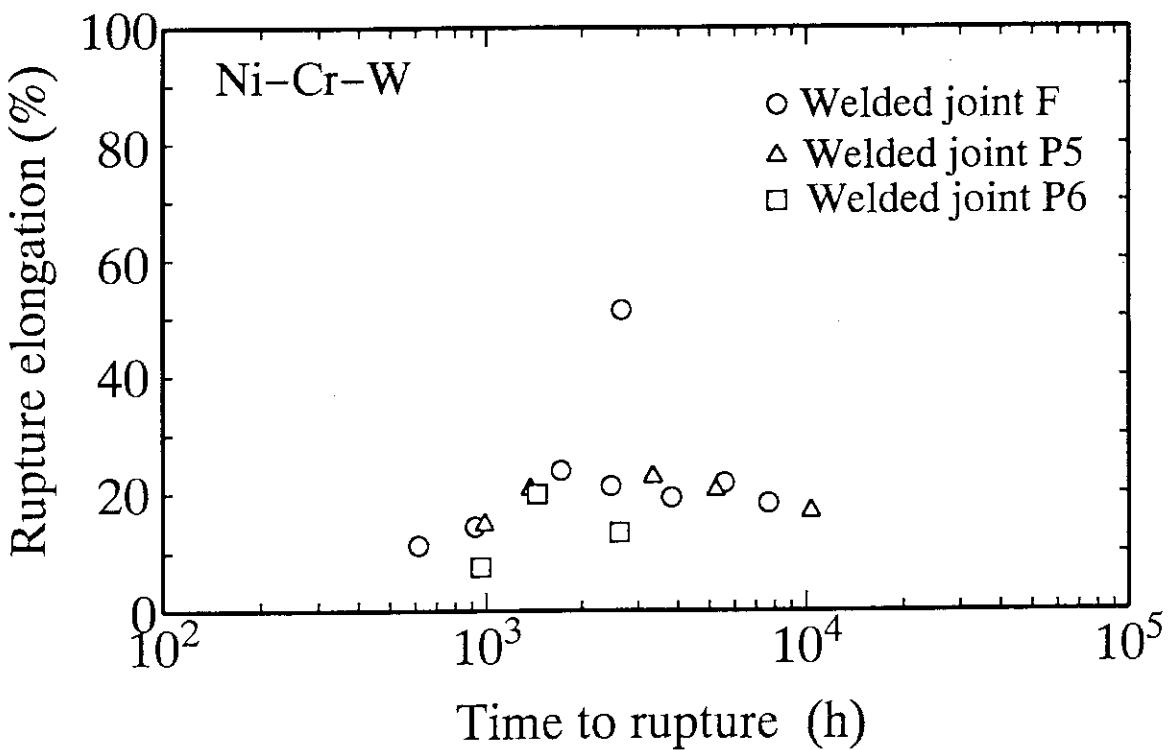


Fig. 4 Rupture elongation versus time to rupture of trial welded joints F, P5 and P6.

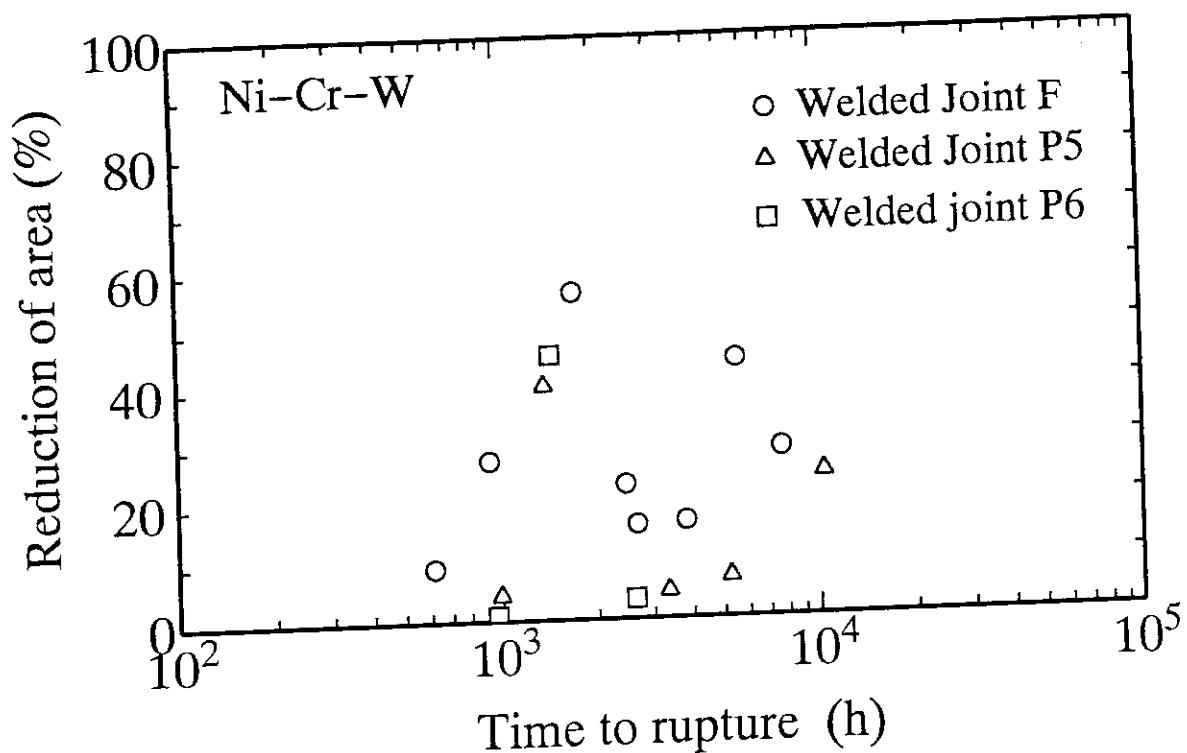


Fig. 5 Reduction of area versus time to rupture of trial welded joints F, P5 and P6.

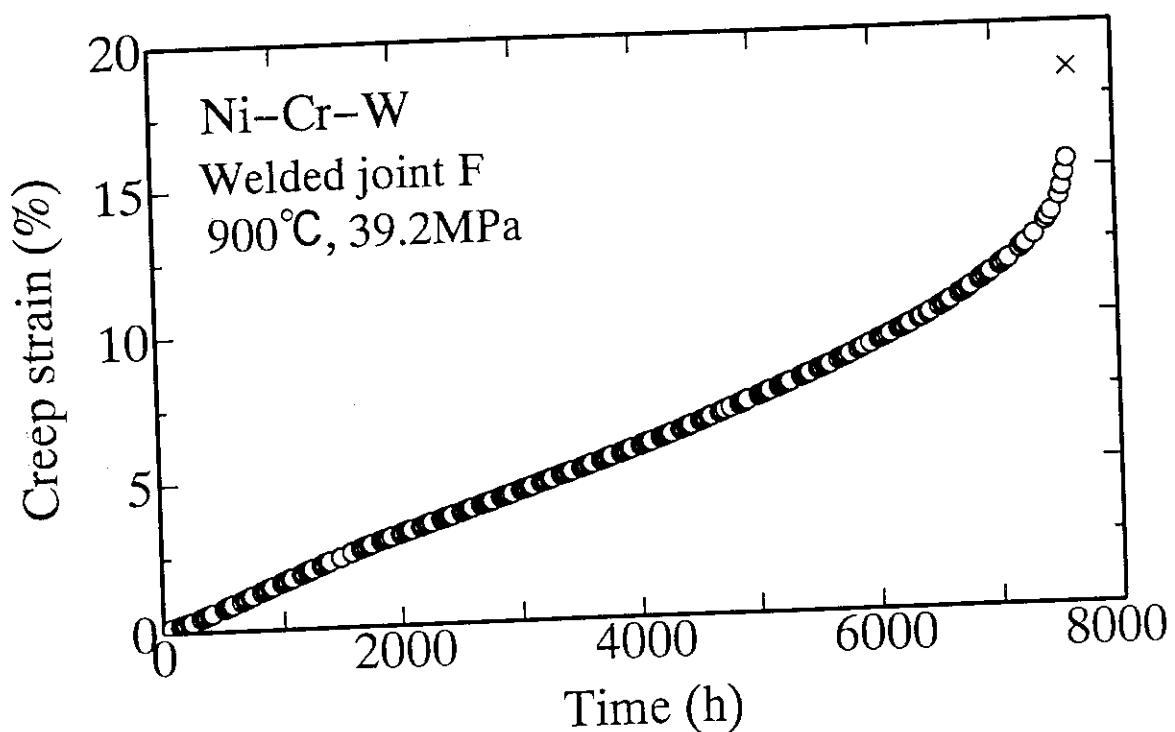


Fig. 6 Creep curve at 900°C under 39.2MPa in air for trial welded joint F.

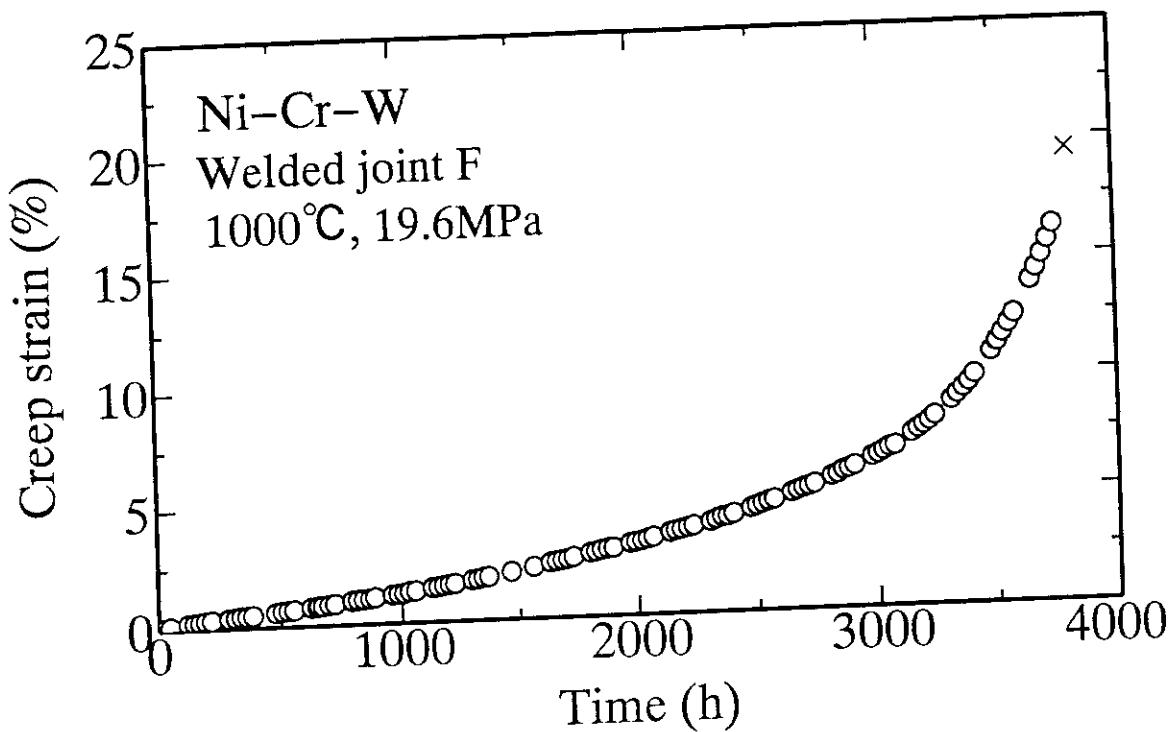


Fig. 7 Creep curve at 1000°C under 19.6MPa in air for trial welded joint F.

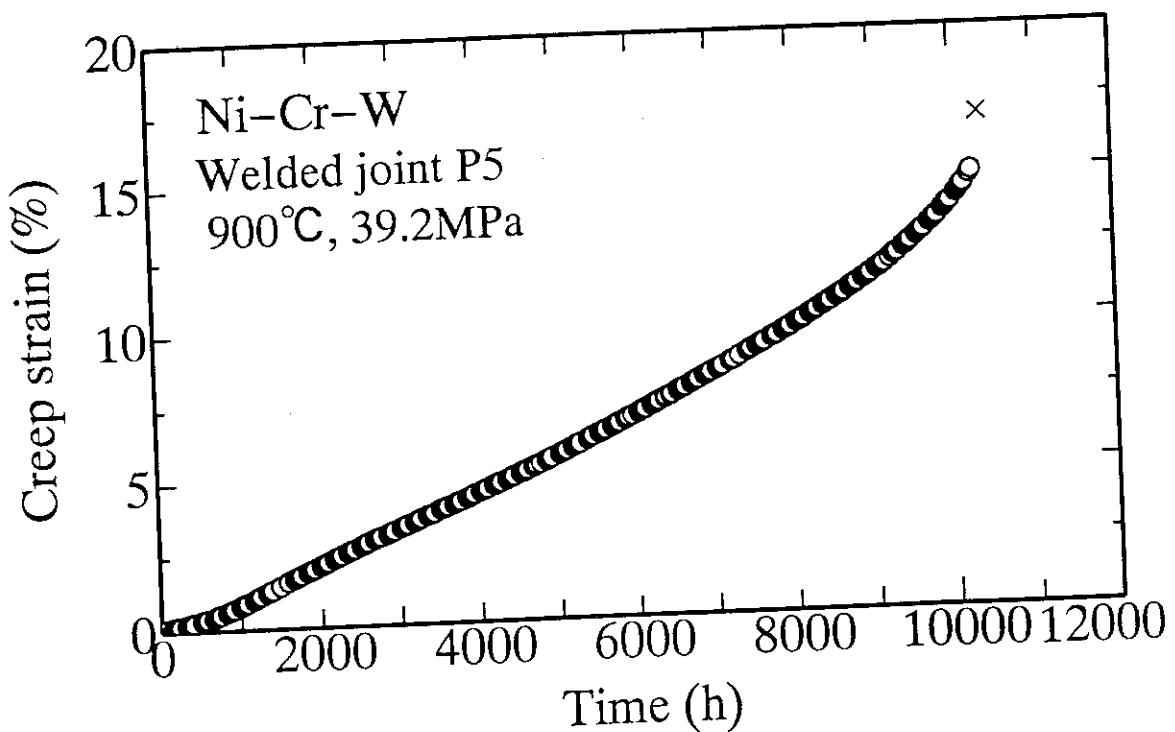


Fig. 8 Creep curve at 900°C under 39.2MPa in air for trial welded joint P5.

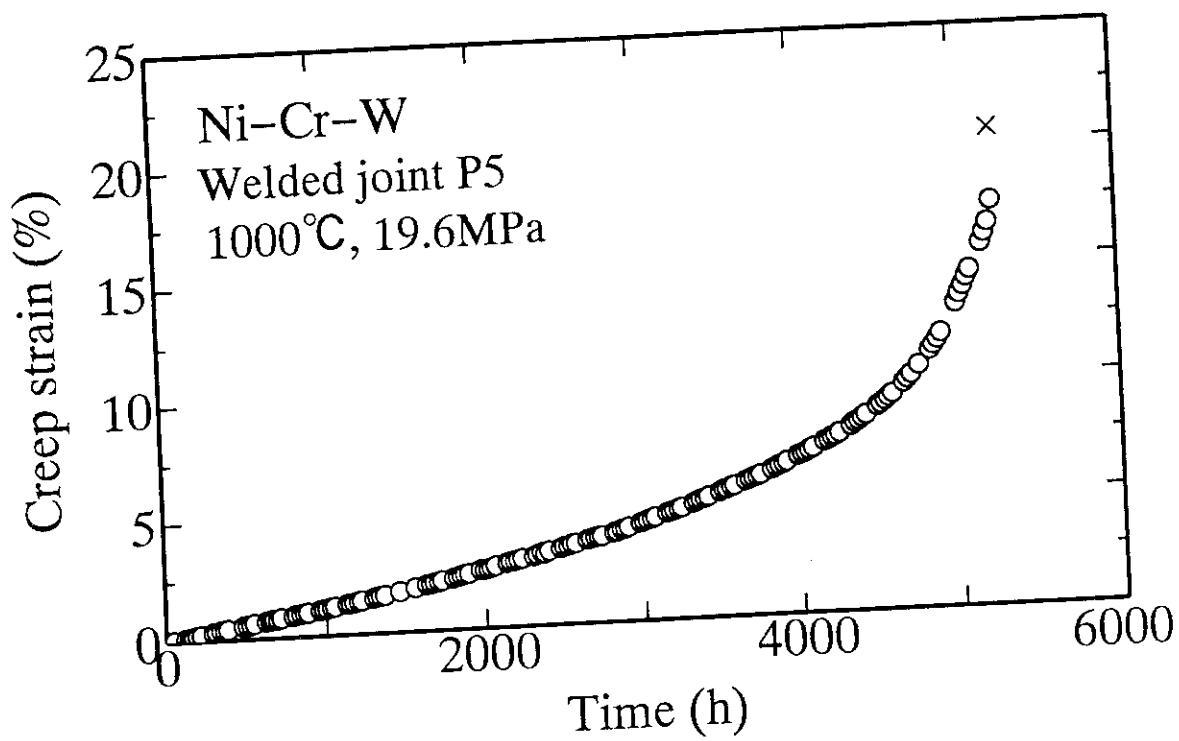


Fig. 9 Creep curve at 1000°C under 19.6MPa in air for trial welded joint P5.

**Table 1 Alloys used for production of welded joints
and their final heat treatment**

Symbol of welded joints	Base metal		Filler metal
F	A	1225°C for 1h, WQ	F 1100°C for 0.5h, WQ
P5	P5	1225°C for 1h, WQ	P5 1225°C for 1h, WQ
P6	P6	1225°C for 1h, WQ	P6 1225°C for 1h, WQ

**Table 2 Chemical composition of Ni-Cr-W alloys used for production of welded joints
(mass%)**

	C	Mn	Si	P	S	Ni	Cr	W	Ti	Zr	Y	B	Al	Mg	Nb
A	0.029	0.02	0.06	0.003	0.001	Bal.	18.75	21.79	0.07	0.02	0.008	0.006	0.04	0.004	0.033
F	0.031	0.01	0.002	0.010	0.001	Bal.	18.56	21.41	0.07	0.02	0.005	0.0045	0.005	<0.001	0.032
P5	0.02	0.03	0.06	0.003	0.001	Bal.	18.5	21.1	0.05	0.02	0.009	0.0016	0.005	0.0020	0.020
P6	0.02	0.03	0.06	0.003	0.001	Bal.	18.4	21.0	0.07	0.01	0.001	0.0012	0.05	0.0012	0.020

Table 3 Condition of manual TIG welding

Shape and size of filler metal (mm)	Diameter of electrode (mm)	Welding current (A)	Arc voltage (V)	Ar flow rate (ℓ / min)	Travel speed (mm / min)
Rectangular rod with a base 3x3 and a length of about 230	3.2	100~200	11~17	10~15	80~200

Table 4 Creep test results for welded joint F

Temperature (°C)	Stress (MPa)	Time to rupture (h)	Rupture elongation (%)	Reduction of area (%)	Steady-state creep rate (%/h)	Rupture location
900	53.9	1712.4	24.0	56.1	---	Base metal
	44.1	5565.7	21.9	44.2	---	Base metal
	39.2	7626.6	18.4	28.7	1.36E-3	Base metal
1000	29.4	922.1	14.4	27.4	---	Base metal
	24.5	2464.0	21.3	23.0	---	Base metal
	19.6	3807.4	19.4	16.6	1.25E-3	Base metal
1050	19.6	613.3	11.3	9.2	7.1E-3	Weld metal
	14.7	2664.2	51.3	16.1	---	Base metal

Table 5 Creep test results for welded joint P5

Temperature (°C)	Stress (MPa)	Time to rupture (h)	Rupture elongation (%)	Reduction of area (%)	Steady-state creep rate (%/h)	Rupture location
900	39.2	10346.5	16.9	24.4	1.17E-3	Base metal
1000	29.4	1373.7	20.8	40.1	---	Base metal
	19.6	5233.0	20.5	6.9	1.27E-3	Weld metal
1050	19.6	986.9	14.8	4.4	6.5E-3	Weld metal
	14.7	3335.1	22.9	4.6	---	Weld metal

Table 6 Creep test results for welded joint P6

Temperature (°C)	Stress (MPa)	Time to rupture (h)	Rupture elongation (%)	Reduction of area (%)	Steady-state creep rate (%/h)	Rupture location
1000	29.4	1444.2	20.0	45.4	---	Base metal
1050	19.6	959.2	7.6	1.0	6.0E-3	Weld metal
	14.7	2619	13.4	3.4	---	Weld metal

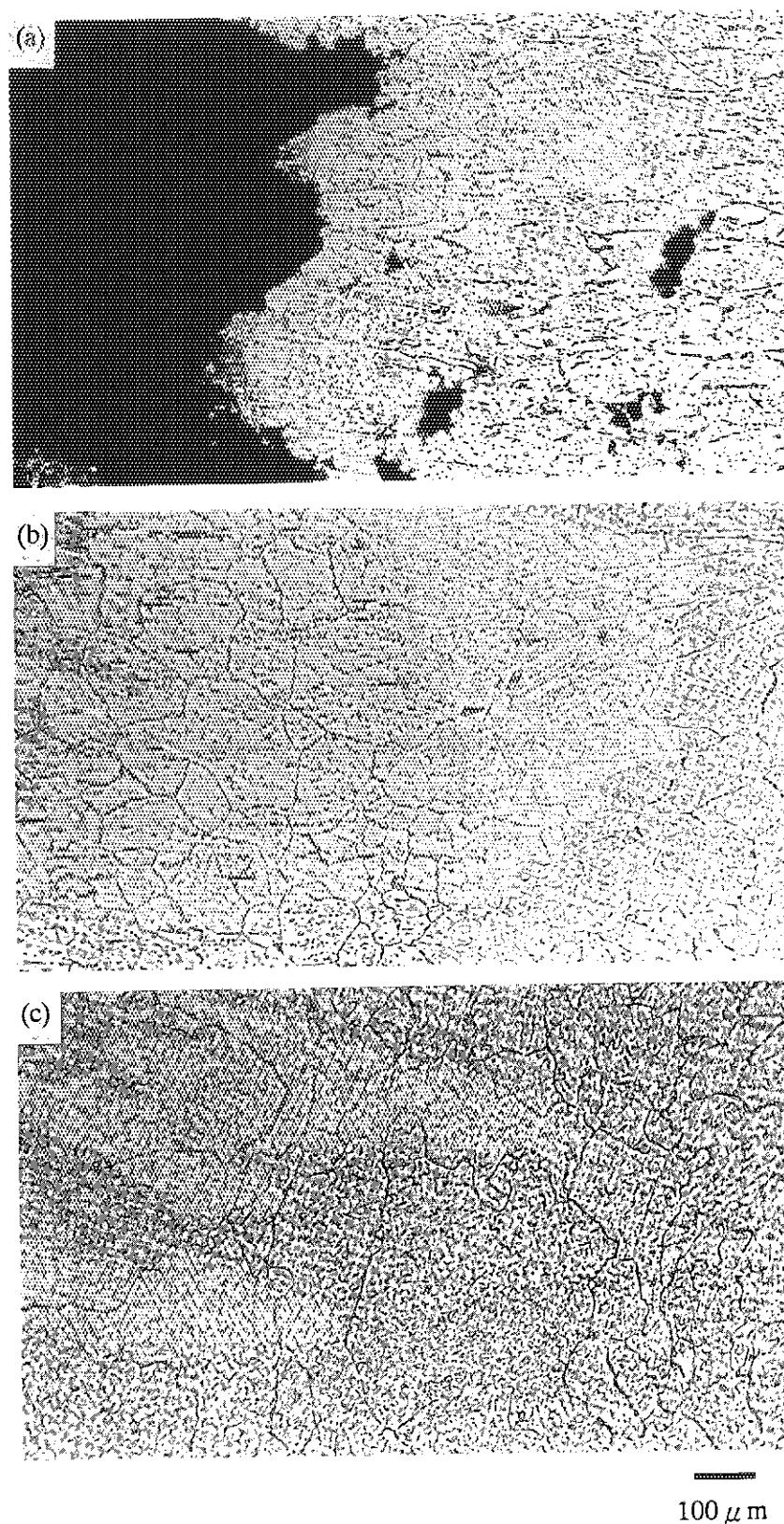


Photo. 1 Optical micrographs of the ruptured specimen of welded joint F. Creep test was carried out at 900°C under 44.1 MPa; (a) ruptured region(base metal), (b) bond region and (c) weld metal region.

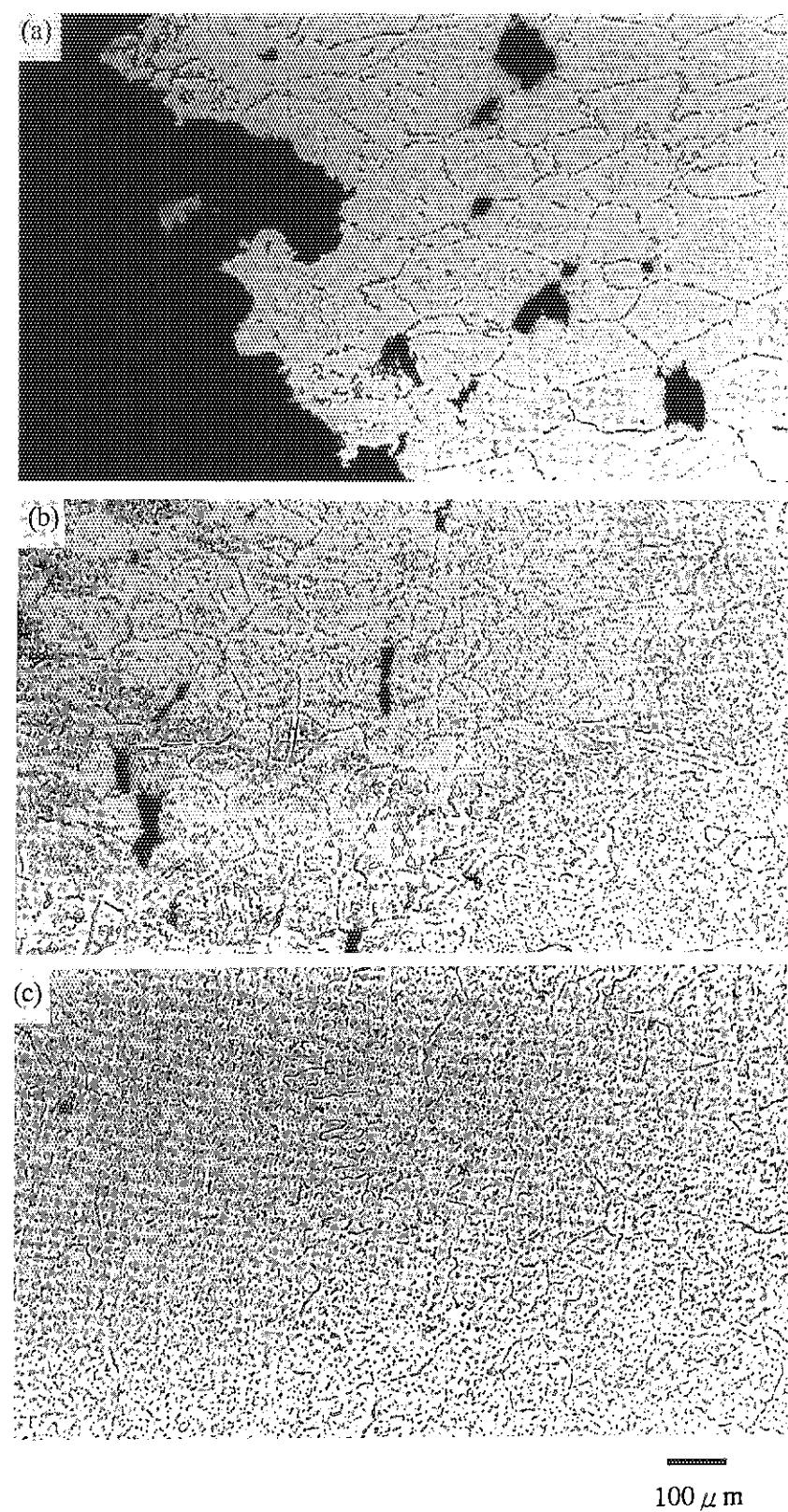


Photo. 2 Optical micrographs of the ruptured specimen of welded joint F. Creep test was carried out at 1000°C under 19.6 MPa; (a) ruptured region(base metal), (b) bond region and (c) weld metal region.

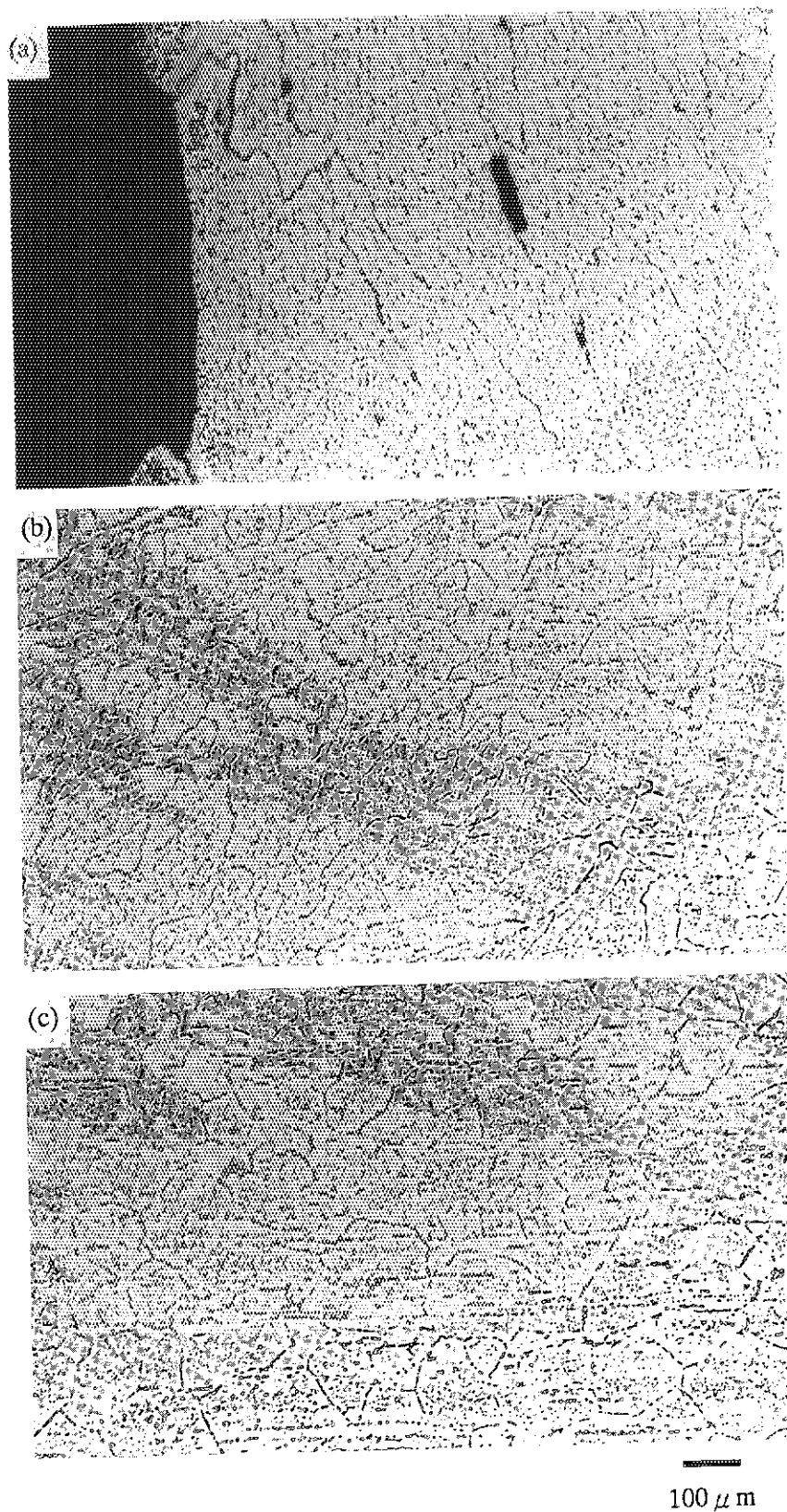


Photo. 3 Optical micrographs of the ruptured specimen of welded joint F. Creep test was carried out at 1050°C under 19.6 MPa; (a) ruptured region(weld metal), (b) bond region and (c) base metal region.

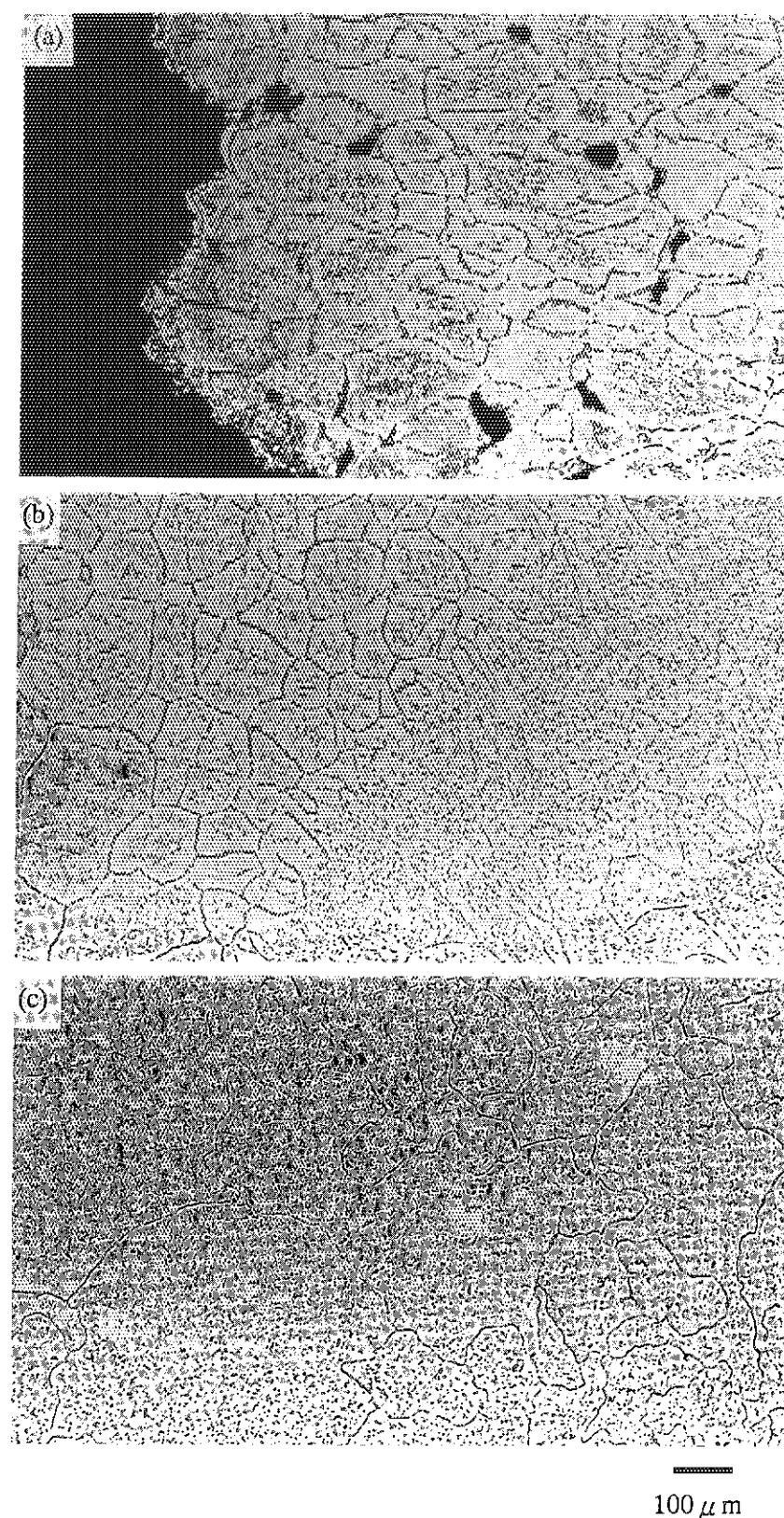


Photo. 4 Optical micrographs of the ruptured specimen of welded joint P5. Creep test was carried out at 1000°C under 29.4 MPa; (a) ruptured region(base metal), (b) bond region and (c) weld metal region.

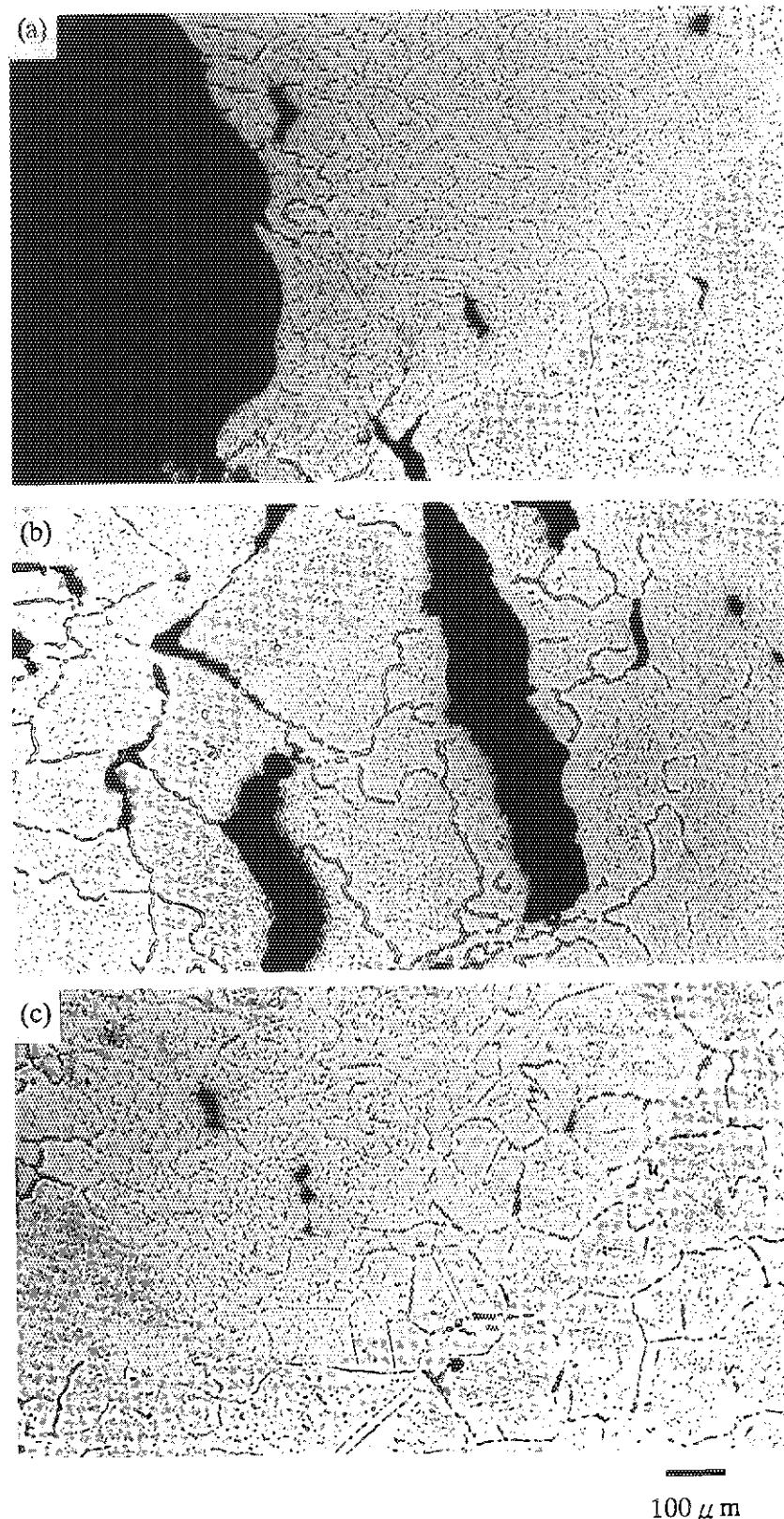


Photo. 5 Optical micrographs of the ruptured specimen of welded joint P5. Creep test was carried out at 1000°C under 19.6 MPa; (a) ruptured region(weld metal), (b) weld metal region and (c) bond region.