

SAVE12AD溶接継手のクリープ破断強度と金属組織

Creep Rupture Strength and Microstructures of SAVE12AD Welded Joint

浜 口 友 彰*	岡 田 浩 一	平 田 弘 征
Tomoaki HAMAGUCHI	Hirokazu OKADA	Hiroyuki HIRATA
栗 原 伸 之 佑	仙 波 潤 之	吉 澤 満
Shinnosuke KURIHARA	Hiroyuki SEMBA	Mitsuru YOSHIZAWA

抄 録

近年、温室効果ガス削減を目的とした火力発電所の高効率化が求められている。SAVE12AD は従来の高 Cr フェライト系耐熱鋼と比較し、母材、および溶接継手のクリープ強度を高めた耐熱鋼であり、新たな火力発電所ボイラ用材料として期待されている。SAVE12AD 溶接継手のクリープ破断試験の結果、高温かつ低応力の試験において母材に対する強度低下が認められたものの、従来鋼と比較して強度低下が抑制されていることが確認された。また、溶接熱サイクル再現試験後の金属組織観察の結果、 A_{C3} 変態点直上において旧オーステナイト粒界に細かい結晶粒が確認されたが、従来鋼のような細粒組織はなく、これが強度低下抑制に寄与すると推察された。

Abstract

The new ferritic heat-resistant steel SAVE12AD has been developed for large diameter and heavy wall thickness pipes and forgings of fossil-fired power boilers. The long-term creep rupture strength of welded joint showed smaller degradation than that of conventional ferritic steels. No fine grain area was observed in the microstructure after the simulating weld heat-affected zone at just above A_{C3} transformation temperature, although there were fine grains along prior austenite grain boundaries.

1. 緒 言

近年、CO₂ 排出量削減のために、石炭火力発電所の高温・高圧化による発電効率の向上が求められている¹⁾。ASME Gr.91 鋼や Gr.92 鋼に代表される高 Cr フェライト系耐熱鋼は、オーステナイト鋼や Ni 基合金に比較して線膨張係数が低く安価であるため、主に石炭火力発電所における大径かつ厚肉の蒸気配管として使用されてきた。SAVE12AD はこれら従来鋼と比較し、母材、溶接継手の両方のクリープ破断強度を高めた材料であり、発電所の高効率化に貢献できる新たな耐熱鋼として期待されている²⁾。

SAVE12AD の合金設計指針を表 1 に示す。SAVE12AD は、11Cr フェライト系耐熱鋼である SAVE12 (0.1C-11Cr-3W-3Co-V-Nb-Ta-Nd-N, mass%) を改良した材料である³⁾。マルテンサイト素地の高強度化、デルタフェライトの生成抑制を目的として 3 mass% の Co³⁾、固溶強化と Fe₂W 型 Laves 相による析出強化を目的として 3 mass% の W、クリープ破断

延性の向上を目的として 0.03 mass% の Nd⁴⁾ をそれぞれ添加している。また、MX 型炭窒化物の熱的不安定性により長時間側で起こる MX から Z 相への相変態がクリープ強度低下を誘因すること⁵⁾、さらに、長時間使用中に起こる M₂₃C₆ の粗大化とその粒子間距離の増大に伴うラスマルテンサイト組織の回復が、長時間クリープ破断強度の著しい低下を引き起こすことから⁶⁻⁹⁾、Cr 量を 9 mass% とした。B は、界面に析出する M₂₃C₆ の粗大化を抑制し、ラス組織の回復を抑制して長時間クリープ強度の維持に寄与することから¹⁰⁻¹²⁾、0.01 mass% 添加している。

一方、溶接継手に関しては、従来の高 Cr フェライト系耐熱鋼の溶接継手において、母材の平均クリープ破断強度に対する著しい強度低下が問題となっている¹³⁾。強度低下を起こす溶接継手の破壊形態は、いずれも溶接熱影響部 (Heat-Affected-Zone, 以下 HAZ と表記) の細粒組織で起こる Type IV 破壊である。高 Cr フェライト系耐熱鋼における Type IV 破壊の原因は、細粒組織に加え、残留応力緩和の

* 鉄鋼研究所 鋼管研究部 主任研究員 兵庫県尼崎市扶桑町 1-8 〒 660-0891

ために実施する溶接後熱処理 (Post Weld Heat Treatment, 以下 PWHT と表記) やクリープ変形中に、旧オーステナイト粒界やマルテンサイト組織の各界面に十分な析出物が存在しないこと^{14,15)}など諸説が提案されている。

Type IV 破壊の抑制には、界面に偏析し界面エネルギーを低下させ、溶接施工中の拡散型オーステナイト逆変態を抑制する B の添加による細粒組織の形成抑制が有効とされている^{12,15,16-18)}。この B の効果を得るためには、高温で熱的に安定に析出する BN の析出を抑制する必要があるため、N 量を 0.01 mass% としている¹⁹⁾。N 量を 0.01 mass% に調整することは、上記の Z 相の生成に伴う MX の析出強化能低下の抑制にも有効である。また、B は過剰な添加により溶接性を低下させるため、母材と溶接継手の両方の高いクリープ破断強度の維持に加え、良好な溶接性を確保する観点からも 0.01 mass% を添加量の狙い値とした。

以上の合金設計指針に基づき、SAVE12AD の化学組成

の範囲を表 2 とした。表 2 の化学組成範囲で製造した SAVE12AD の大径管、小径管、および試験板材の 600℃ および 650℃ のクリープ破断試験結果を図 1 に示す。図中には、これらの破断データを Larson-Miller 法により回帰した平均強度線、および 95% 信頼下限線を実線および破線それぞれ合わせて示す。長時間側の回帰精度を高めるため回帰には 500 時間以上で破断したデータのみを使用した。SAVE12AD は、すでに米国機械学会 (ASME: The American Society of Mechanical Engineers) の規格に Code Case 2839 として登録されており、SAVE12AD の母材の 600℃ における許容応力は、Gr.91 鋼の約 1.5 倍、Gr.92 鋼の約 1.2 倍である。

本報では、これまでに得られた SAVE12AD 溶接継手の長時間クリープ破断特性と金属組織をまとめた結果を示す。

表 1 SAVE12AD の合金設計指針
Alloy design concept of SAVE12AD

Elements	Objectives	Improvements
9Cr	• Long-term creep strength	Creep strength of base metal
3W	• Laves phase precipitation strengthening • Solution strengthening	
0.01B	• Suppression of $M_{23}C_6$ coarsening on G.B.	
0.01N	• Suppression of Z-phase	
(low-N)	• BN precipitation	
0.03Nd	Suppression of S segregation	Creep ductility
3Co	Stability of martensite	Toughness
0.01B	Suppression of fine grain in HAZ	Creep strength of welded joint

表 2 SAVE12AD の化学組成範囲 (mass%)
Chemical composition ranges of SAVE12AD (mass%)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	W	Co	V	Nb+Ta	Nd	B	Sol. Al	N	O
0.05/ 0.10	0.05/ 0.50	0.20/ 0.70	≤0.020	≤0.008	8.50/ 9.50	≤0.20	2.5/ 3.5	2.5/ 3.5	0.15/ 0.30	0.05/ 0.12	0.010/ 0.060	0.007/ 0.015	≤0.030	0.005/ 0.015	≤0.0050

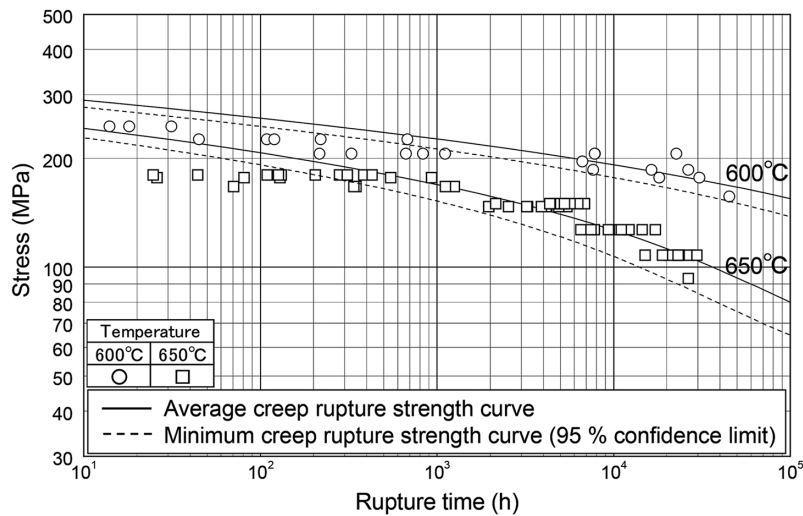


図 1 SAVE12AD 母材のクリープ破断強度
Creep rupture strength of SAVE12AD base metal

表3 溶接材料の化学組成分析値 (mass%)
Chemical compositions of weld metals (mass%)

Weld metal	C	Si	Mn	P	S	Co	Ni	Cr	Mo	W	V	Nb	Ti	N
ER90S-G	0.07	0.31	0.78	0.003	0.003	0.98	0.46	10.04	0.34	1.46	0.21	0.036	—	0.04
ERNiCr-3	0.03	0.19	2.99	0.003	0.002	—	75.00	18.40	—	—	—	2.70	0.39	—

2. 供試材および実験方法

外径 38.1mm, 厚さ 8.8mm の小径管に, 溶接材料 AWS A5.28 ER90S-G および AWS A5.14 ERNiCr-3 を用い自動ティグ溶接した後, 740℃, 30 分の PWHT を施した溶接継手を作製した(表 3, 4 および図 2)。得られた溶接継手から試験片平行部の中央に溶融線が位置するように, 平行部の直径が 6mm, 長さ 30mm のクリープ試験片を採取した。クリープ試験は 600℃ および 650℃ で 78.5MPa ~ 215.7MPa で実施した。クリープ試験後の試験片の金属組織を, 光学顕微鏡および透過型電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscopy, 以下 TEM と表記) により観察した。

また, HAZ の金属組織を基礎的に評価するために, A_{C1} 変態点および A_{C3} 変態点がそれぞれ 800℃ および 896℃ である外径 45mm, 肉厚 8.5mm の小径管から, 外径 7mm, 長さ 12mm の棒状試験片を採取し, 加工フォーマスタ試験機により, 保持温度 750℃, 850℃, 890℃, 910℃, 950℃, 1050℃, および 1350℃ で 1 秒間保持後, ヘリウムガスで急冷する溶接熱サイクル再現試験に供した。再現試験の熱履歴を図 3 に示す。再現試験後, SEM-EBSD (Scanning Electron Microscope-Electron Back Scatter Diffraction Patterns) 法により金属組織を観察した。

3. 評価結果および考察

3.1 SAVE12AD 溶接継手のクリープ破断強度

SAVE12AD の溶接継手のクリープ破断試験結果を, 母材の試験結果と併せて図 4 に示す。破断点付近に記載の WM, BM, FL および HAZ は破断亀裂の位置を示し, それぞれ溶接金属, 母材, 溶融線および溶接熱影響部を示す。20000 時間より短時間で破断した溶接継手は, いずれも母材の下限線より長寿命であり, 溶接金属の種類によるクリープ破断強度の顕著な差異はなかった。破断亀裂の位置は使用した溶接金属により傾向が異なり, ER90S-G を使用した溶接継手の破断形態は溶接金属で破断する Type I, または溶接金属から HAZ にわたり破断する Type II であり, ERNiCr-3 を使用した溶接継手は, 母材, または溶融線において破断した。

溶接金属によって破断亀裂の位置が異なる理由は, 母材である SAVE12AD と溶接金属のクリープ破断強度の差異に起因するものと推察される。すなわち, ER90S-G は SAVE12AD よりもクリープ破断強度が低いため溶接金属で破断し, ERNiCr-3 はクリープ破断強度が高いため母材, または

表4 溶接施工条件
Welding conditions

Welding process	Automatic GTAW
Pass sequences	1-8
Current (A)	100-130
Voltage (V)	13-14
Traveling speed (mm/s)	1.67
Heat input (kJ/mm)	0.8-1.1
Shielding gas	Pure Ar
Preheating	N/A
PWHT	740℃ for 30 min.

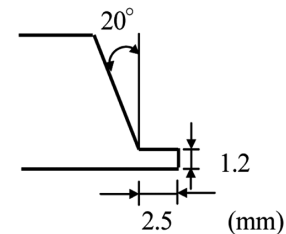


図2 溶接継手開先形状
Bevel configuration of welded joint

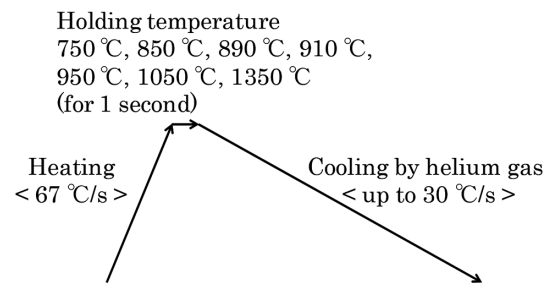


図3 溶接熱サイクル再現試験の熱履歴
Simulating weld thermal cycles

溶融線近傍で破断すると推察される。一方, 20000 時間を超える低応力のクリープ試験では, いずれの溶接金属を用いた溶接継手のクリープ破断寿命も母材の下限線を下回った。いずれの温度においても溶接金属の違いによるクリープ破断強度の顕著な差異はなく, 概ね HAZ を含む位置で破断した。

従来鋼の母材に対する溶接継手のクリープ破断強度の低下は, 例えば Gr.92 鋼であれば, 600℃ で 10000 時間前後, 650℃ で 1000 時間前後から生じる¹³⁾。しかし SAVE12AD 溶接継手のクリープ破断試験は, その結果から, 低応力側で母材に対し低下するが, 低下の開始時間は従来鋼の溶接継手に比較してより長時間側から開始した。さらに, 母材のクリープ破断強度に対する溶接継手の強度低下の度合いは, 従来鋼に比較して小さかった。

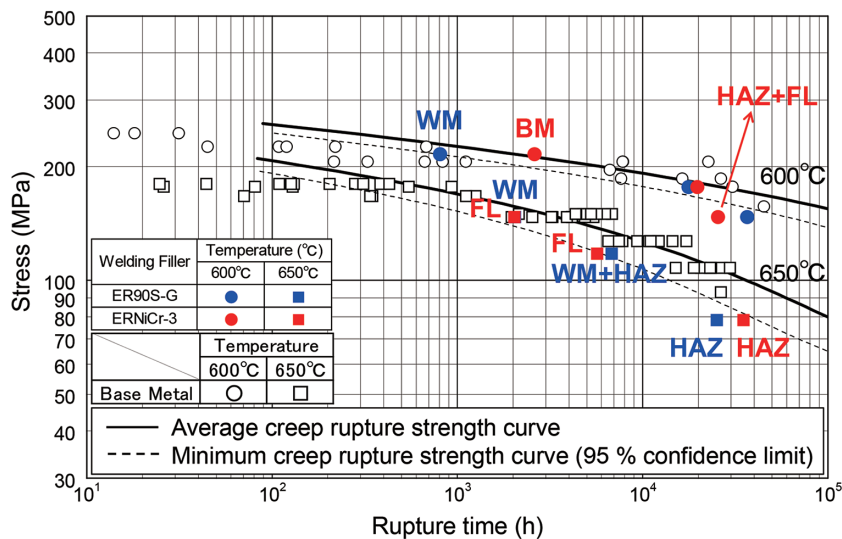


図4 SAVE12ADの母材および溶接継手のクリープ破断強度
Creep rupture strength of SAVE12AD base metal and welded joints

3.2 SAVE12AD 溶接継手のクリープ破断後の金属組織

前節で、SAVE12ADの溶接継手のクリープ破断強度の低下が、従来鋼の溶接継手に比較して軽減されることを示した。ここでは、クリープ破断試験後の金属組織を観察した結果を示す。

供試材は、600°C、147MPaのクリープ試験において25582時間で破断したクリープ試験片とした。平行部断面の光学顕微鏡観察組織を図5(a)～(e)に示す。破断亀裂は、銅管外面側のHAZから銅管内面側の溶融線にかけて存在していた。HAZの金属組織を詳細に観察するべく、亀裂側から溶接金属を挟み反対側の試験片平行部における金属組織を観察した。溶融線近傍では、ポイドや亀裂などの欠陥は観察されなかった。一方、溶融線より約1mm離れたHAZでは、溶融線に対して概ね平行な方向に連なる数10μmのポイドが観察された。母材と同等と考えられる溶融線より5mm離れた領域では、典型的なラスマルテンサイト組織が観察された。

金属組織をより詳細に観察するために、クリープ破断試験片平行部の母材より薄膜を採取し、その金属組織をTEMにより観察した。観察した明視野像を図6に示す。母材の長時間クリープ破断試験後の金属組織と同様に²⁰⁾、溶接継手の母材においてもラスマルテンサイト組織が維持されていることが確認された。また、旧オーステナイト粒界、ラス、およびブロックの界面には80nm前後の $M_{23}C_6$ が観察され、25000時間を超える長時間のクリープ変形後においても、従来鋼で観察されるような $M_{23}C_6$ の顕著な粗大化⁷⁻⁹⁾は確認されなかった。

次に、HAZの金属組織を確認するために、溶融線より約1mm離れたHAZから集束イオンビーム(FIB: Focused Ion Beam)法により薄膜を採取しTEMでその金属組織を観察した。TEM観察、およびエネルギー分散型X線分析(Energy Dispersive X-ray Spectrometry, 以下EDSと表記)

による析出物の元素分析結果を図7に示す。ラスマルテンサイト組織が維持されていた母材と比較し、回復、再結晶が著しく進行した等軸晶が観察された。また、EDSによる析出物の分析結果から、Point 1～Point 3の100nm前後の粒内析出物は $M_{23}C_6$ 、Point 4およびPoint 5の数100nmの界面析出物はLaves相であると同定された。また、MXは焼戻し材で確認されており²⁰⁾、クリープ変形中にも存在すると考えられるが、本分析の範囲内では確認されなかった。

このように、溶融線より約1mm離れたHAZでは、析出物の顕著な粗大化は認められないものの、著しいサブグレイン組織が確認され、この領域がSAVE12AD溶接継手において最もクリープ強度が低い領域と推察された。

3.3 溶接熱サイクル再現試験後の金属組織

前節で、SAVE12AD溶接継手において溶融線より約1mm離れたHAZが、最もクリープ強度が低い領域と推察した。ここでは、SAVE12ADのHAZの金属組織を詳細に調査する目的で実施した溶接熱サイクル再現試験後の金属組織観察結果を示す。

各温度の溶接熱サイクル再現試験後の結晶方位マップを図8に示す。 A_{C1} 変態点よりも低温の750°Cでは、典型的なラスマルテンサイト組織が観察された。 A_{C1} 変態点と A_{C3} 変態点の中間の温度である850°Cでは、概ね750°Cと同様にラスマルテンサイト組織が観察された。 A_{C3} 変態点に近い2相域の890°Cでは、ラスマルテンサイトを主体とするものの、旧オーステナイト粒界や、粒内のブロックやパケットの境界から1μm前後の結晶粒の生成が確認された。従来鋼のHAZで細粒組織が顕著に観察される A_{C3} 変態点直上の910°Cでは、ほぼすべての旧オーステナイト粒界上に1μm前後の結晶粒が確認された。しかしながら、従来鋼で観察される細粒組織²¹⁻²³⁾は観察されなかった。950°Cから1050°Cでは、温度の上昇に伴い、細かい結晶粒

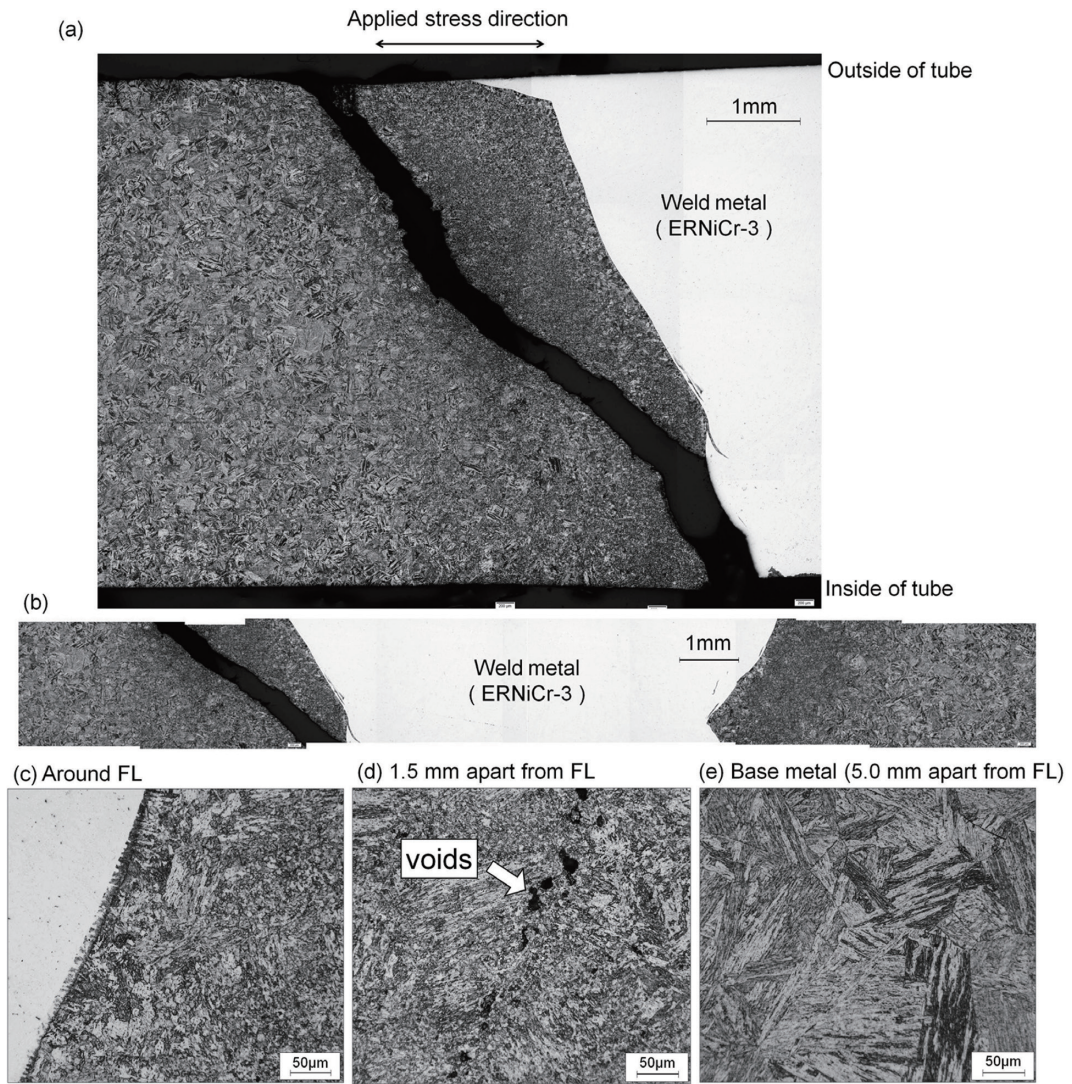


図5 溶接継手のクリーブ破断試験後試験片平行部の断面光学顕微鏡観察組織
Optical micrographs of SAVE12AD welded joint tube after creep testing

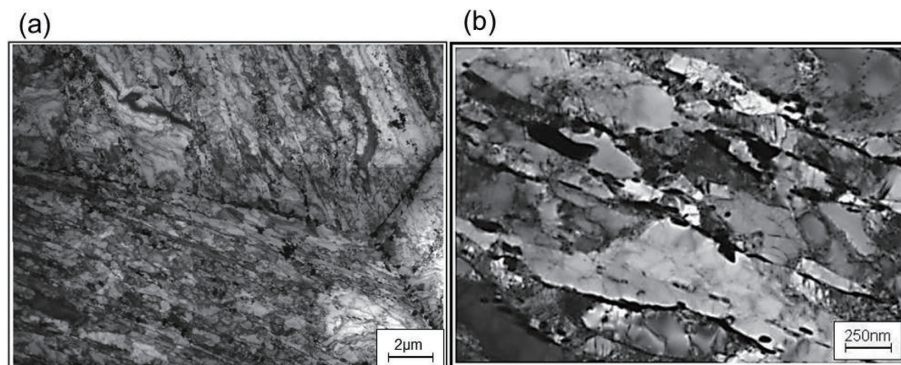


図6 溶接継手のクリーブ破断試験後平行部母材のTEM観察組織
TEM micrographs of base metal of SAVE12AD welded joint tube after creep testing

と比較的粗大な結晶粒が混在した金属組織を呈した。1350℃では、 $30\mu\text{m} \sim 70\mu\text{m}$ の旧オーステナイト粒が確認された。

以上の溶接熱サイクル再現試験結果から、SAVE12ADでは、従来鋼において A_{C3} 変態点直上に加熱される領域で形成する細粒組織が抑制されることが明らかとなった。

方、950℃から1050℃に加熱される領域では、旧オーステナイト粒界や、ラスおよびブロックの境界から生じる結晶粒、および、せん断型逆変態と再結晶により生成すると推察される比較的小さい結晶粒が顕在化した。ところで、焼きならし後に水冷とサブゼロ処理を施し、溶接熱サイクルとPWHTにより旧オーステナイト粒を $10\mu\text{m}$ 程度に、かつ

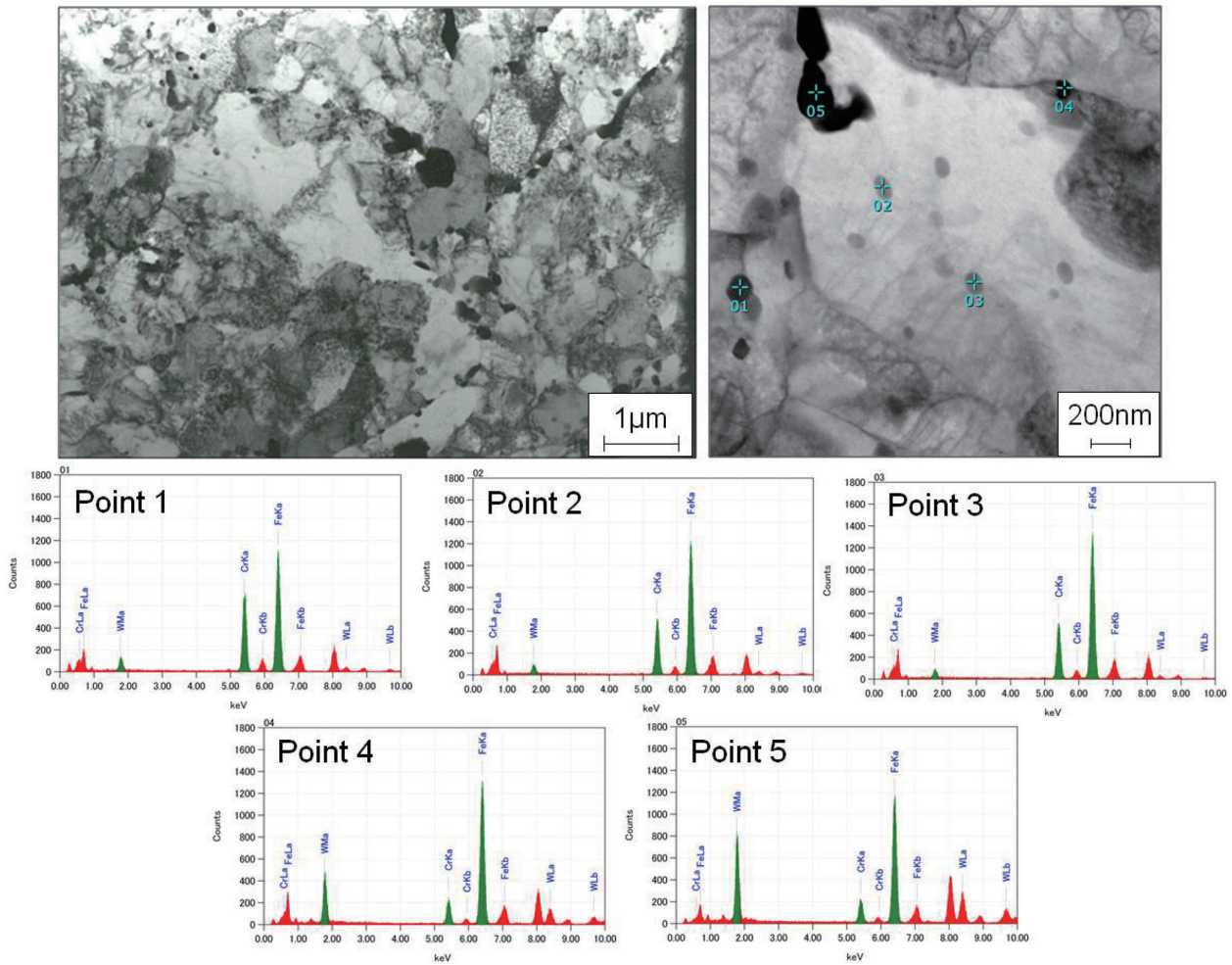


図7 溶接継手のクリープ破断試験後平行部 HAZ の TEM 観察組織および EDS 分析結果
TEM micrographs and EDS analysis results of HAZ of SAVE12AD welded joint tube after creep testing

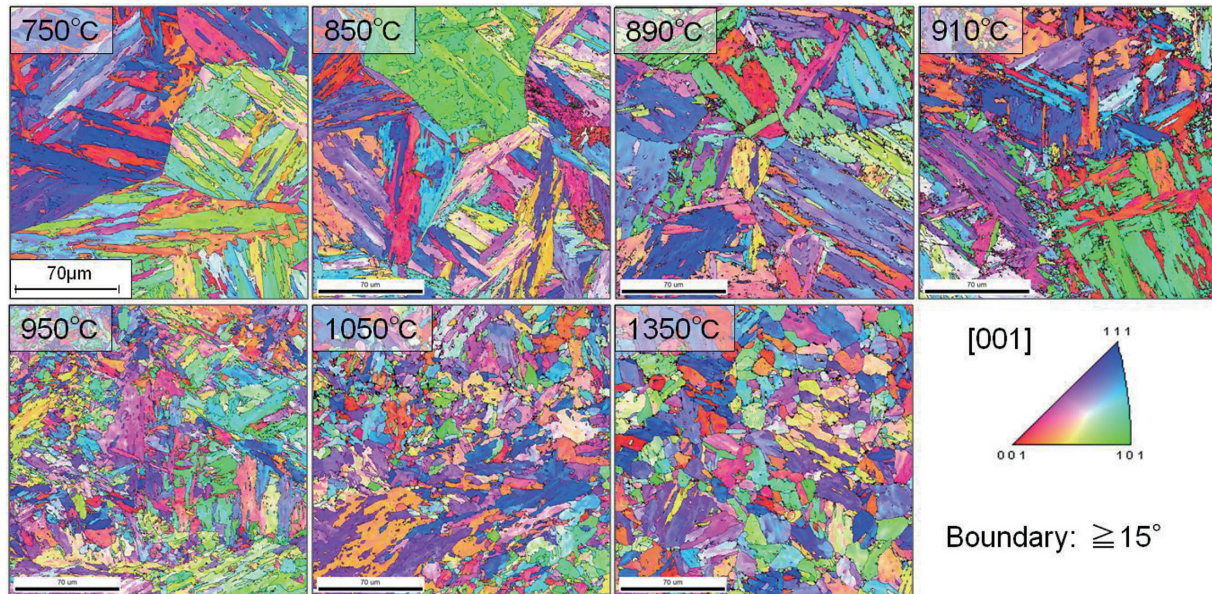


図8 各温度の溶接熱サイクル再現試験後の結晶方位マップ
Orientation mapping after heat cycle simulations of weld

粒界やマルテンサイト組織の界面に析出物を析出させた Gr.92 鋼において、母材に対するクリープ強度低下が軽微となることが報告されている¹⁸⁾。これは、Type IV 破壊が、

細粒組織ではなく、各界面上に析出物が存在しないことが主たる原因であることを示唆する結果である。SAVE12AD の場合、1000℃ 近傍に加熱された領域では、細かい結晶粒

が顕在化するものの、PWHT やクリープ変形中に析出する界面析出物は 900℃ 近傍に比較して多く、母材に対する強度低下が従来鋼に比較して軽微となったと推察される。1350℃では、オーステナイト逆変態とデルタフェライトの生成により母材に比較して細かい旧オーステナイト粒を有するが、焼戻し熱処理時に生成した析出物が溶接熱サイクル中に概ね母相に再固溶し、PWHT やクリープ変形中に界面に析出して粒界強化されるため、強度低下はほとんど生じないと推察される。

4. 結 言

本報では、次世代火力発電所ボイラ用材料として期待される SAVE12AD の溶接継手のクリープ破断強度と金属組織のこれまでの調査結果をまとめた。

SAVE12AD 溶接継手のクリープ破断強度は、母材の平均強度に比較し、特に高温かつ低応力の試験において低下するものの、その低下の度合いは従来鋼の母材に対する溶接継手の低下に比較して小さいことが確認された。これは、従来鋼の溶接継手において強度低下の原因となる HAZ の細粒組織の形成が SAVE12AD では抑制されているためと推察された。

参考文献

- 1) 経済産業省：次世代火力発電に係る技術ロードマップ技術参考資料集。2015年7月
- 2) 伊勢田敦朗 ほか：火力原子力発電大会論文集。13, 35 (2017)
- 3) Igarashi, M., Sawaragi, Y.: International Conference on Power Engineering-97. 2, 107 (1997)
- 4) 吉澤 満 ほか：CAMP-ISIJ. 27, 1558 (2003)
- 5) Yoshizawa, M. et al.: Materials Science and Engineering A. 510-511, 162 (2009)
- 6) 橋詰良吉 ほか：鉄と鋼。88 (11), 793 (2002)
- 7) Hassan Ghassemi Armaki, et al.: Materials Science and Engineering A. 527, 6581 (2010)
- 8) Hassan Ghassemi Armaki, et al.: Metallurgical and Materials Transaction A. 42A, 3084 (2011)
- 9) Hassan Ghassemi Armaki, et al.: Materials Science and Engineering A. 532, 373 (2012)
- 10) 高橋紀雄 ほか：鉄と鋼。61 (9), 2263 (1975)
- 11) Horiuchi, T. et al.: ISIJ International. 42, S67 (2002)
- 12) 阿部富士雄：ふえらむ。17 (8), 560 (2012)
- 13) Yaguchi, M. et al.: PVP2012-78393. 2012
- 14) Liu, Y. et al.: Metallurgical and Materials Transaction A. 44A, 4626 (2013)
- 15) 阿部富士雄 ほか：金属。84 (6), 465 (2014)
- 16) Abe, F. et al.: Materials at High Temperatures. 23 (3-4), (2006)
- 17) Shirane, T. et al.: Science and Technology of Welding and Joining. 4 (8), 698 (2009)
- 18) Liu, Y. et al.: Metallurgical and Materials Transaction A. 45A, 1306 (2014)
- 19) Semba, H., Abe, F.: Energy Materials. 1 (4), 238 (2006)
- 20) Hamaguchi, T. et al.: 41st MPA-Seminar Proceeding.
- 21) Matsui, M. et al.: ISIJ International. 41, S126 (2001)
- 22) 長谷川泰士 ほか：鉄と鋼。90 (10), 609 (2004)
- 23) Sakthivel, T. et al.: Materials Science and Engineering A. 591, 111 (2014)



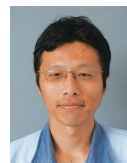
浜口友彰 Tomoaki HAMAGUCHI
鉄鋼研究所 鋼管研究部
主任研究員
兵庫県尼崎市扶桑町1-8 〒660-0891



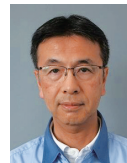
岡田浩一 Hirokazu OKADA
鉄鋼研究所 鋼管研究部
主幹研究員 博士(学術)



平田弘征 Hiroyuki HIRATA
鉄鋼研究所 接合研究部長
博士(工学)



栗原伸之佑 Shinnosuke KURIHARA
鉄鋼研究所 鋼管研究部
主任研究員



仙波潤之 Hiroyuki SEMBA
鉄鋼研究所 鋼管研究部
上席主幹研究員 Ph.D.



吉澤 満 Mitsuru YOSHIZAWA
欧州事務所 主幹
博士(学術)