

## 2. 25Cr-1Mo鋼HAZ のクリープ変形中における組織変化

光原, 昌寿  
九州大学総合理工学府物質理工学専攻

寺田, 大将  
九州大学総合理工学府物質理工学専攻

池田, 賢一  
九州大学総合理工学府融合創造理工学部門

吉田, 冬樹  
九州大学総合理工学府融合創造理工学部門

他

<https://doi.org/10.15017/14555>

---

出版情報 : 九州大学大学院総合理工学報告. 28 (1), pp.9-15, 2006-06. 九州大学大学院総合理工学府  
バージョン :  
権利関係 :

## 2.25Cr-1Mo 鋼 HAZ のクリープ変形中における組織変化

光原昌寿\*1†・寺田大将\*2・池田賢一\*3  
吉田冬樹\*4・中島英治\*3・早川弘之\*5

(平成18年5月1日 受理)

### Microstructural Change of Welded Joints in 2.25Cr-1Mo Steel during Creep Deformation

Masatoshi MITSUHARA, Daisuke TERADA, Ken-ichi IKEDA,  
Fuyuki YOSHIDA, Hideharu NAKASHIMA and Hiroyuki HAYAKAWA

†E-mail of corresponding author: [mitsuhr@mm.kyushu-u.ac.jp](mailto:mitsuhr@mm.kyushu-u.ac.jp)

Microstructural change of welded joints in 2.25Cr-1Mo steel during a creep deformation was observed with focusing attention on the crystal orientation and the growth of voids. Orientation Imaging Microscopy was used to analyse the crystal orientation. From results, it was revealed that the plastic deformation intensively occurred in the heat affected zone (HAZ) at early stage of accelerated creep region. Generations of void were observed in HAZ of a creep interrupted sample whose test time was 70% of a rupture time. Therefore, it is suggested that the concentration of voids bought about the plastic deformation in HAZ. Voids were generated at prior austenite boundaries in the coarse grained HAZ. In the fine grained HAZ, they were generated at the triple junction of grain boundary. Therefore, the growth and coupling of voids were comparatively easy in the coarse grained HAZ.

**Key words:** HAZ, 2.25Cr-1Mo steel, OIM, Crystal orientation, prior austenite boundary

### 1. 結 言

溶接熱によって形成された溶接熱影響部(Heat Affected Zone : HAZ)を含む溶接継ぎ手は、長時間使用された高温機器で非常に多くのクリープ損傷が報告されている部分であるため<sup>1)2)</sup>、クリープ損傷の評価を行う上で、溶接熱による材料の組織状態の変化を考慮に入れることは非常に重要である。しかしながら、溶接継ぎ手は、溶接時の熱影響の度合いが異なる多種の組織を有しており<sup>3)</sup>、そのクリープ損傷評価を困難なものにしている。

一般に、溶接継ぎ手における損傷形態は、Fig.1に示すように、亀裂の発生する場所によってType I からType IVまでの4種類に分類される。Type I は溶金部に発生した損傷、Type II は溶金部からHAZに進展した損傷、Type IIIはHAZ粗粒域に発生した損傷、Type IVはHAZ細粒域に発生した損傷である。これらの損傷タイプの

中で、実際に長時間使用された老朽化プラントにおいて、主要な損傷の形態はType IIIとType IVである。つまり老朽化プラントにおいて、その寿命評価の際に注目すべき組織はHAZ粗粒域とHAZ細粒域であるといえる。これまで、Type IIIやType IV破壊の起因となるボイドの成長過程や、その破壊挙動は多くの研究がなされてきた<sup>4)</sup>。しかしながら、前述したように、HAZの組織は複雑であるため、クリープ変形中の組織変化を詳細に解析し、その変化とボイドの形成について考察を

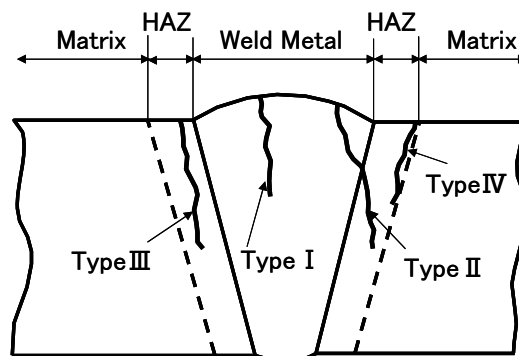


Fig. 1 Schematic view of welded joint and crack types

\*1 物質理工学専攻博士課程

\*2 物質理工学専攻博士課程 (現在 大阪大学大学院工学研究科)

\*3 融合創造理工学部門

\*4 融合創造理工学部門 (現在 株式会社中山製鋼所)

\*5 九州電力株式会社総合研究所 (現在 九電産業株式会社)

行った例は少ないのが現状である。

発電プラントの配管系材料として用いられている低合金鋼や9Cr-1Mo鋼におけるHAZはラスマルテンサイト組織( $\alpha'$ )を有している<sup>5)</sup>。ラスマルテンサイト組織は、方位差のほとんどないラス粒が集まってブロックを形成し、同じ晶癖面を有するブロックが集まってパケットを形成している組織である。マルテンサイト変態は無拡散せん断変態という特徴から、マルテンサイトは変態前のオーステナイト( $\gamma$ )に対して特有の結晶方位関係を持っている。マルテンサイト変態におけるオーステナイトとマルテンサイトの代表的な結晶方位関係として、Kurdjumov - Sacksの関係<sup>6)</sup>が挙げられる。すなわち、 $\{111\} \gamma // \{011\} \alpha'$ 、 $\langle 110 \rangle \gamma // \langle 111 \rangle \alpha'$ である。この方位関係を用いると、マルテンサイト中のブロック境界とパケット境界における結晶方位関係は、Table 1に示す23通りに整理することができる。Table 1において、ある1つのバリエーションV1に対するブロック境界は、同一晶癖面を有するV2~V6との境界であり、パケット境界に関しては、晶癖面が異なるバリエーションV7~V24との境界となる。つまり、マルテンサイト組織は、結晶学的には、非常に特徴の掴みやすい組織であるといえる。

本研究では、クリープ試験時間の異なる各試料について、方位像顕微鏡観察(OIM: Orientation Imaging

Microscope)から得られた結晶方位情報を比較することで、母相、溶金部およびHAZにおけるクリープ変形に伴う組織変化を詳細に調べた。また、同時にボイドの成長過程を観察することにより、組織変化とボイド形成の関係と、試料のクリープ破壊機構について考察を行った。

## 2. 実験方法

試料は、SnやAsなどの不純物を多く含んだ2.25Cr-1Mo鋼と不純物の少ない2.25Cr-1Mo鋼を溶接したものを用いた。これは実機において、古くなった部分を切り出し新しいものを溶接することを想定して実験を行うためである。試料に用いた2.25Cr-1Mo鋼の化学組成をTable 2に示す。

試料は、素材を熱間鍛造し、950℃で0.5時間焼きならし後空冷した後、740℃で0.5時間焼きもどし後空冷して、切削加工を施した。溶接は、開先形状をX開先とし、外面側パスは溶接入熱量31000J、内面側パスは溶接入熱量20000Jで行った。溶接後、705℃で1.5時間保持した。クリープ試験は625℃、58.8Mpaの条件で行い、その破断時間は2224.5時間であった。クリープ変形中の組織変化を観察するため、2種類のクリープ試験中断材を用意した。中断時間は、破断材の破断時間に対してそれぞれ70%と90%の時間クリープ試験を

Table 1 Orientation relationship of block and packet boundaries according to K-S Orientation relationship

	Rotation Angle	Common Axis			K-S Orientation Relationship	
		d1	d2	d3		
V 1	-	-	-	-	$[110] \gamma // [111] \alpha$	Block
V 2	60.000	1	-1	1	$[110] \gamma // [111] \alpha$	
V 3	60.000	0	-1	-1	$[011] \gamma // [111] \alpha$	
V 4	10.528	0	1	1	$[011] \gamma // [111] \alpha$	
V 5	60.000	0	1	1	$[101] \gamma // [111] \alpha$	
V 6	49.471	0	-1	-1	$[101] \gamma // [111] \alpha$	
V 7	49.471	-1	1	-1	$[110] \gamma // [111] \alpha$	Packet
V 8	10.529	1	-1	1	$[110] \gamma // [111] \alpha$	
V 9	50.510	-3	-1	3	$[101] \gamma // [111] \alpha$	
V 10	50.510	-3	2	-2	$[101] \gamma // [111] \alpha$	
V 11	14.879	3	-1	0	$[011] \gamma // [111] \alpha$	
V 12	57.212	-1	-2	-2	$[011] \gamma // [111] \alpha$	
V 13	14.879	1	3	0	$[101] \gamma // [111] \alpha$	Packet
V 14	50.510	-2	-2	3	$[101] \gamma // [111] \alpha$	
V 15	57.212	-3	1	-3	$[011] \gamma // [111] \alpha$	
V 16	20.605	2	2	1	$[011] \gamma // [111] \alpha$	
V 17	51.729	-2	-1	2	$[110] \gamma // [111] \alpha$	
V 18	47.113	-2	1	-2	$[110] \gamma // [111] \alpha$	
V 19	50.510	-1	-3	-3	$[011] \gamma // [111] \alpha$	Packet
V 20	57.212	1	-2	2	$[011] \gamma // [111] \alpha$	
V 21	20.605	3	0	1	$[110] \gamma // [111] \alpha$	
V 22	47.113	-1	-2	-2	$[110] \gamma // [111] \alpha$	
V 23	57.212	-1	3	3	$[101] \gamma // [111] \alpha$	
V 24	21.058	2	1	0	$[101] \gamma // [111] \alpha$	

Table 2 Chemical compositions of parent materials and weld metal (wt%)

	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo
High impurity cast	0.08	0.28	0.48	0.012	0.012	0.16	0.18	2.14	0.92
Low impurity cast	0.11	0.23	0.47	0.014	0.004	0.03	0.07	2.07	0.93
Weld metal	0.05	0.38	0.86	0.01	0.004	0.08	0.06	2.11	1.03
	V	Sn	As	Sb	Ti	Nb	N	Al	O
High impurity cast	0.009	0.013	0.025	0.002	0.001	0.001	0.0104	0.001	0.0046
Low impurity cast	0.013	0.003	0.003	0.001	0.001	0.001	0.0079	0.001	0.0021
Weld metal	0.008	0.002	0.003	0.001	0.001	0.001	0.0088	0.001	0.083

行った後とした。本文中では、これら2つの試料を、それぞれ70%中断材、90%中断材と表記する。

組織観察用の試料は、試料表面を#200~3000のSiCエメリー紙により湿式研磨した後、アルミナ懸濁液を用いたバフ研磨により鏡面に仕上げた。その後、2%ナイトル液(硝酸2%、エタノール98%)により粒界エッチングを行い、電解放出型走査電子顕微鏡 (FE-SEM) 観察に供した。

方位像顕微鏡観察用試料は、鏡面加工を施した後、表面の加工ひずみを取り除くため、コロイダルシリカ (Type : SBT,CS1-16)を用いてバフ研磨した。

### 3. 結果と考察

#### 3.1 クリブ変形に伴う結晶方位関係の変化

クリブ試験の結果、試料は不純物を多く含む側のHAZで破断した。以下に示す結果は不純物を多く含む2.25Cr-1Mo鋼の観察結果である。Fig.2に、70%中断材のOIM観察結果を示す。(a)母相、(b)溶金部、(c)HAZ粗粒域および(d)HAZ細粒域である。ここで、方位像とは観察面法線方向にどのような方位が向いているかを、ステレオ三角形で示した色にしたがって色付けしたものである。また、図中には結晶粒間の方位差が $15^\circ$ 以上の部分を粒界として黒線で描いている。Fig.2(c)(d)より、HAZはその溶接熱の影響により、組織が大きく異なることがわかる。母相(a)はフェライト+パーライトの2相混合の組織を有しているが、溶金部(b)とHAZ粗粒域(c)では全面がマルテンサイト組織を有している。HAZ細粒域(d)は、溶接時に状態図における $A_3$ 線直上まで熱された部分であり、旧オーステナイト粒径が非常に小さい。したがって、旧オーステナイト粒内が単一バリエーションで構成される場合が多く、明瞭なブロック境界やパケット境界が観察されない。Fig.3に破断材におけるOIM観察結果を示す。Fig.2と同様、(a)母相、(b)溶金部、(c)HAZ粗粒域および(d)HAZ細粒域である。Fig.3(c)(d)中の矢印はスキャン領域内に存在したボイドの位置を示したものである。HAZ粗粒域においては、ボイドは応力方向と垂直方向に位置する旧 $\gamma$ 粒界に並ぶように発生していることがわかる。また、HAZ細粒域では、主に粒界三重点がボイド発生

の起点になっていることがわかる。一方、70%中断材と破断材の方位像を比較して、クリーブ変形中の際立った組織変化は観察されなかった。

次にOIM観察によって得られたデータをもとに、70%中断材、90%中断材および破断材について粒界解析を行い、比較した結果をFig.4に示す。Table1に示したように、多くのブロック境界では、隣り合う結晶粒が $60^\circ$ の回転関係を有している。したがって、マルテンサイト組織中で隣り合う結晶粒の回転角分布は $60^\circ$ にピークを持つ。また、ベイナイト組織は結晶学的にはマルテンサイト組織と類似しているため、同様に $60^\circ$ にピークを持つ。HAZ細粒域のような不完全なマルテンサイト組織の場合、 $60^\circ$ に際立ったピークを持つことはないが、ランダム分布の場合と比べると、 $60^\circ$ 付近の頻度は高くなる傾向がある。Fig.4を見ると、70%中断材と90%中断材においては、各部とも回転角 $60^\circ$ においてピークが表れていることがわかる。また、母材と溶金部では、破断材においても、 $60^\circ$ のピークは保たれたままであることがわかる。一方、HAZ粗粒域とHAZ細粒域においては、その回転角頻度分布に大きな変化が見られ、 $60^\circ$ 付近のピークは低下している。このように、方位像では変化を判別できなかった場合でも、その粒界性格を解析し、比較することによって、組織変化を詳細に検討することが可能であることが分かる。結晶方位関係の変化が起こる要因として、結晶粒の再結晶による組織のランダム化や組織の塑性変形などが考えられるが、方位像を見る限り、HAZ粗粒域、HAZ細粒域ともに再結晶粒のような結晶粒は確認されないことから、これらの結晶学的組織変化の主因は塑性変形によるものであると推測される。つまり母相と溶金部においては、破断するまで大きな塑性変形はなく、HAZのみ破断直前に大きく塑性変形したと考えられる。このような不均一な変形から、HAZにおいてボイドの集中的な発生が起こっていることが予想される。

### 3.2 ポイドの形成時期とその成長

Fig.5に70%中断材における(a)溶金部、(b)HAZ粗粒域、(c)HAZ細粒域および(d)母材のFE-SEM像を示す。

母相と溶金部では70%中断時でポイドの発生は確認されなかった。一方、HAZ粗粒域では応力方向と垂直な旧オーステナイト粒界上で、ポイドが連結しており、

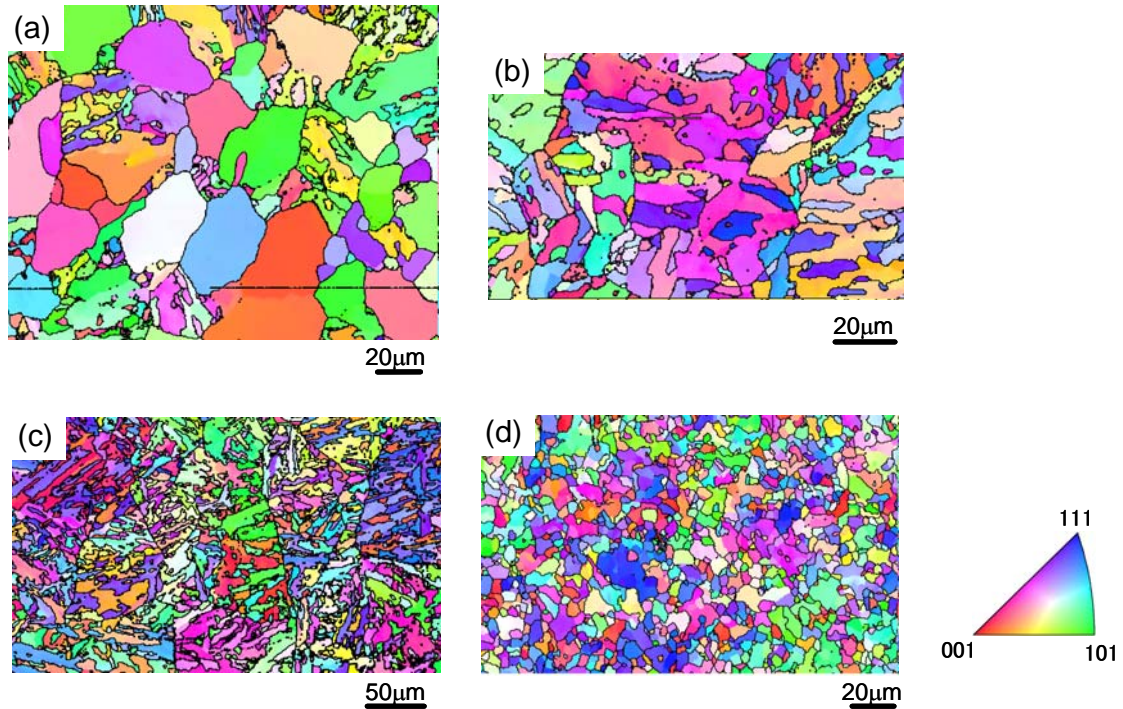


Fig. 2 OIM Images of 70% interrupted sample

(a) Matrix (b) Weld metal (c) Coarse grained HAZ (d) Fine grained HAZ

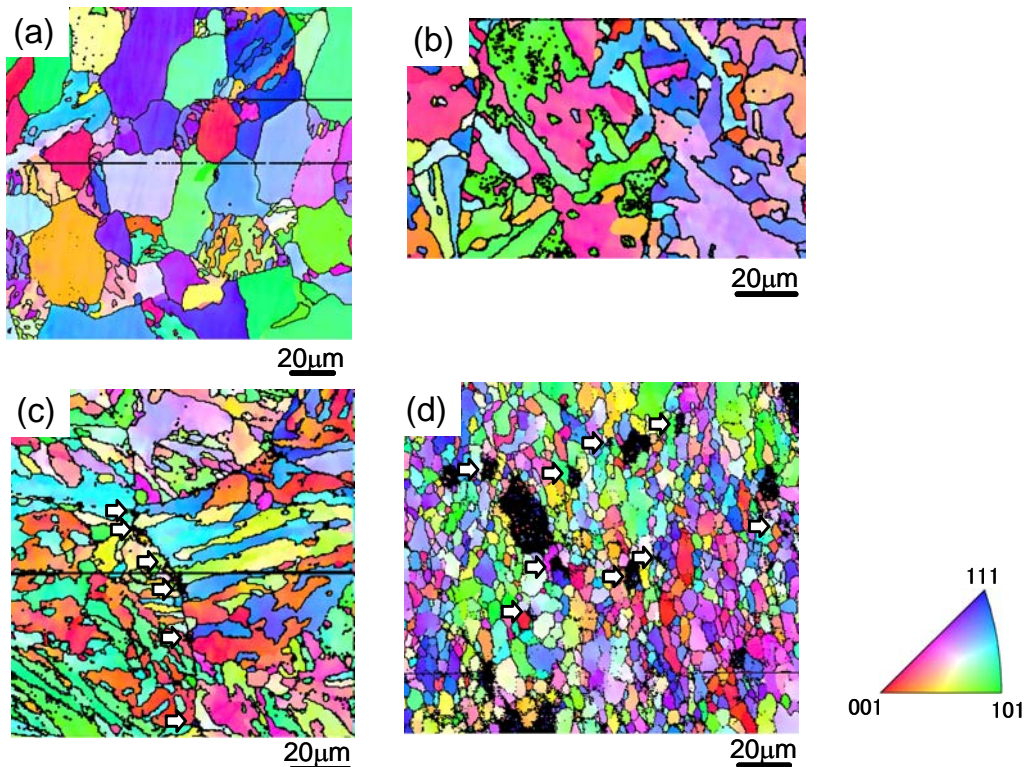


Fig. 3 OIM Images of ruptured sample

(a) Matrix (b) Weld metal (c) Coarse grained HAZ (d) Fine grained HAZ

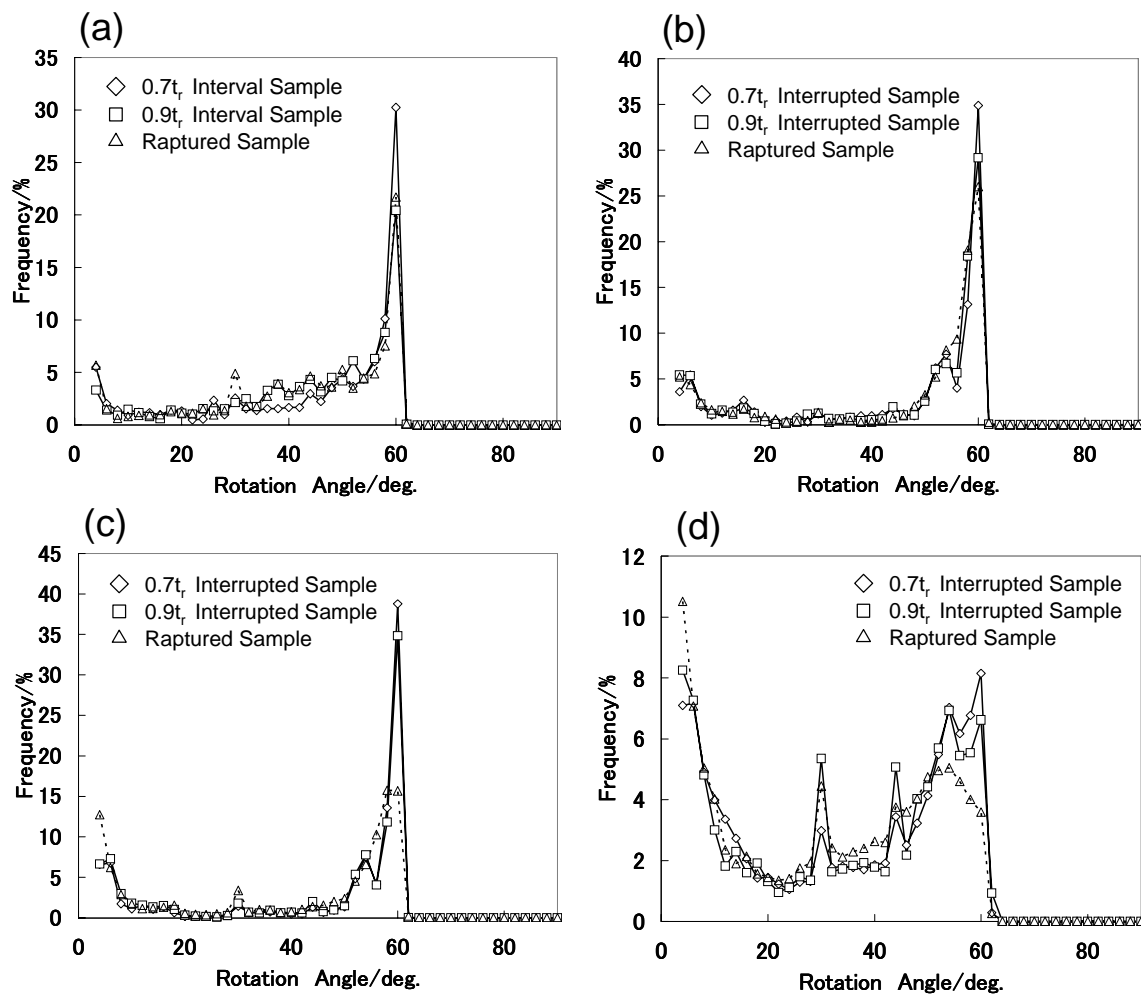


Fig. 4 Distributions of frequency of Rotation Angle at grain boundaries  
 (a) Matrix (b) Weld metal (c) Coarse grained HAZ (d) Fine grained HAZ

また、HAZ細粒域では、粒界三重点にボイドの発生が確認できる。このように、HAZでは、早期からボイドの発生が確認され、結晶方位解析結果から予想されたHAZのみに起こる集中的な塑性変形の主因となっていると考えられる。Fig.6に90%中断材のHAZ粗粒域とHAZ細粒域におけるFE-SEM像を示す。HAZ粗粒域では、70%中断材の場合と比べ、ボイドの大きくなり、その数も増加している。また、その発生箇所は、旧オーステナイト粒界のみである。HAZ細粒域では、応力方向に対して $45^\circ$ 方向に細かなボイドが集中して発生していることがわかる。これらのFE-SEMによる観察結果から、HAZ粗粒域におけるボイドの連結は、70%中断材ですでに生じており、HAZ細粒域におけるボイドの連結よりも早い時期から起きていることがわかった。HAZ細粒域では、90%中断材でボイドの連結が観察されたが、ボイドの大きさは小さく、その長さは粗粒域に比べ短い。また、母材と溶金部に関して、FE-SEM観察では、クリープ時間の経過に伴う目立った組織変化やボイドの発生は観察されなかった。

### 3.3 クリープ破壊機構の検討

OIMによる結晶方位解析結果から、HAZ粗粒域とHAZ細粒域において、破断直前に塑性変形が起こっていることが明らかとなった。一方、HAZでのボイドの発生は70%中断時ですでに観察されており、HAZの組織変化がボイド形成に影響しているとは考えられない。ボイドが発生した粒界について、その粒界は特定の結晶方位関係を持っておらず、旧オーステナイト粒界や粒界三重点といった形態に依存することが明らかとなった。また、HAZ粗粒域とHAZ細粒域を比較すると、HAZ粗粒域の方がボイドの成長と連結が起りやすいことがわかった。この要因の一つとしてボイドの形成サイトの問題が考えられる。

クリープ変形中のHAZ粗粒域におけるボイドの形成サイトは、実験結果より応力方向と垂直な関係にある旧 $\gamma$ 粒界上であることがわかった。また、試料の破断が不純物の多い側で起こったことから、組織内の不純物が破断に関与していることが推論される。粗粒域



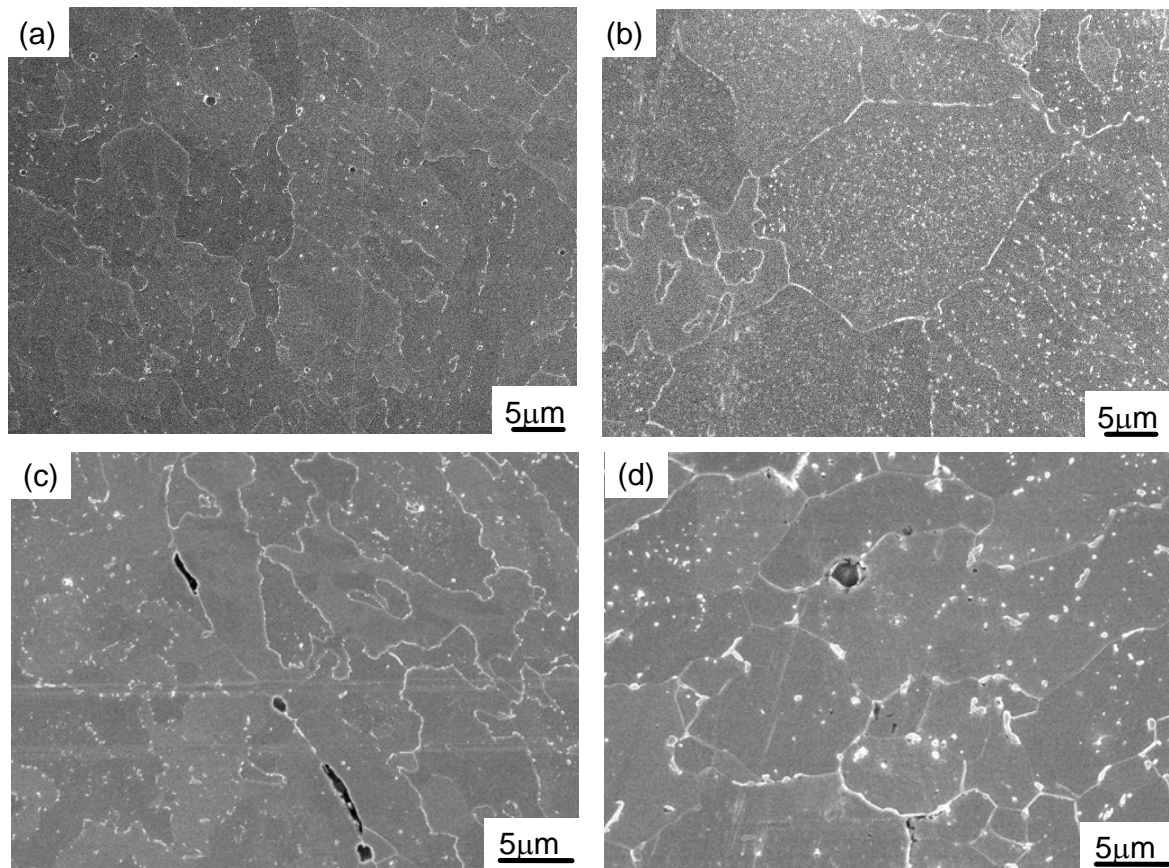


Fig. 5 SEM micrographs of 70% interrupted sample  
 (a) Matrix (b) Weld metal (c) Coarse grained HAZ (d) Fine grained HAZ

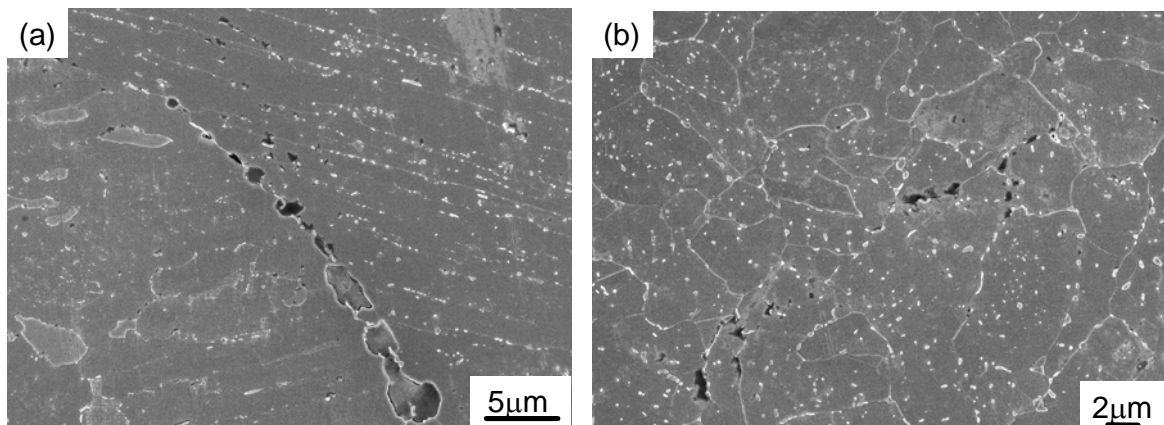


Fig. 6 SEM micrographs of 90% interrupted sample  
 (a) Coarse grained HAZ (b) Fine grained HAZ

の旧オーステナイト粒界は、溶接過程において母相がオーステナイトに相変態した際に形成される粒界であり、マルテンサイト変態時に形成するバケット境界やブロック境界よりも、不純物元素が偏析しやすい。不純物元素の偏析はボイドの発生と成長を活性化させることが報告されている<sup>7)</sup>。したがって、HAZ粗粒域では旧オーステナイト粒界においてボイドが発生しやす

いと考えられる。一方、HAZ細粒域では、ボイドの多くは粒界三重点で観察された。OIMの観察結果からHAZ細粒域は不完全なマルテンサイト組織であり、ほとんどの粒界が旧オーステナイト粒界である。したがって、HAZ細粒域では、ボイドはHAZ粗粒域のようにある特定の場所に偏ることはなく、組織全体に散らばるように形成される。以上の考察から、HAZ粗粒域で

は、ボイドが発生しやすい個所が旧オーステナイト粒界に限定されることから、ボイドの成長が早く、連結しやすいと考えられるが、HAZ細粒域では、ボイドの形成サイトが限定されないため、ボイドの成長や連結が難しくなったものと結論付けられる。

#### 4. 結 言

本研究では、2.25Cr-1Mo鋼溶接継手のクリープ変形に伴う組織変化の挙動を明らかにすることを目的に、2.25Cr-1Mo鋼溶接継手に対して、光学顕微鏡観察、FE-SEM観察およびOIM観察を行った結果、以下の知見を得た。

1. クリープ変形に伴う組織の結晶方位関係の変化を解析した結果、HAZはクリープ破断直前に集中的に塑性変形していた。また、母相と溶金部では破断まで、大きな塑性変形をしていないことが明らかとなった。
2. HAZにおけるボイドの発生は70%中断時ですでに生じており、その成長と連結は、HAZ細粒域よりもHAZ粗粒域の方が早かった。
3. ボイドの形成サイトは、HAZ粗粒域では旧オーステナイト粒界に限定されていた。また、HAZ細粒域では、粒界三重点に多くのボイドの形成が確認された。この形成サイトの違いが、ボイドの成長や連結に影響を及ぼしていると推察される。

#### 謝 辞

本研究は平成14年度に九州電力株式会社との共同研究として実施したものであり、関係者に深く感謝致します。

#### 参 考 文 献

- 1) M.C.Tsai, J.R.Yang : Material Science and Engineering, A340(2003), pp15-32
- 2) 金沢正午, 武田鉄治郎 : 日本金属学会会報, 18(1979),425-431
- 3) R. Viswanathan 著 増山不二光, 丸山公一 訳 : *DAMAGE MECHANISMS and LIFE ASSESSMENT of HIGH-TEMPERATURE COMPONENTS*, 日刊工業新聞社
- 4) 例えば B. Dogan, B. Petrovski : International Journal of Pressure Vessels and Piping, 78(2001), pp795-805
- 5) 小溝裕一 : までりあ,41(2002),263-268
- 6) 高木節雄, 津崎兼彰 著 : 材料組織学, 朝倉書店
- 7) 角屋好邦, 後藤 徹 : 鉄と鋼, 78(1992), pp1601-1608