

# Ni 基合金溶接金属／低合金鋼異材溶接部近傍での SCC 進展・停留挙動

SCC propagation and cessation behavior near the fusion boundary of dissimilar weld joint with Ni-based weld metal and low alloy steel

東北大学 大学院工学研究科 石澤 允 Makoto ISHIZAWA Student Member  
東北大学 大学院工学研究科 阿部 博志 Hiroshi ABE Member  
東北大学 大学院工学研究科 渡辺 豊 Yutaka WATANABE Member

The purpose of this study is to investigate the following items focused on the microstructure near the fusion boundary of dissimilar weld joint with Ni-based weld metal and low alloy steel; (1) Microstructural characteristics near the fusion boundary, (2) Dominant factor that makes crack retardation near the fusion boundary. Main conclusions can be summarized as follows; (1) From the results of CBB tests, it has been understood that the low alloy steel has no SCC susceptibility and that there is a difference in oxidation behavior between high and low sulfur containing low alloy steel, (2) In Alloy182/LAS sample, most of crack tips were located at the fusion boundary. It has been thought that crack become less active when crack reach at fusion boundary, (3) It has been suggested that the dominant factor of crack retardation is low SCC susceptibility of low alloy steel in high temperature water.

**Keywords:** Stress Corrosion Cracking (SCC), Dissimilar Weld, Ni-Based Weld Metal, Low Alloy Steel

## 1. 緒言

軽水炉内にて、Ni 基合金やオーステナイトステンレス鋼製部と、低合金鋼(LAS)製原子炉圧力容器を接合するための溶加材には Ni 基合金溶接金属が用いられているが、近年、沸騰水型軽水炉(BWR)・加圧水型軽水炉(PWR)双方にて Ni 基合金溶接箇所における応力腐食割れ(SCC)の発生が複数の原子炉で報告されている。ここで、下部シュラウドサポート部で製造時の溶接により発生した残留応力が比較的高い状態で残ったために、溶存酸素を含んだ高温水の環境下で SCC を発生した、敦賀発電所 1 号機 BWR を例に挙げる。下部シュラウドサポートと原子炉圧力容器側の溶接部に発生したき裂(228 箇所)は、Ni 基合金の取付け溶接金属内および Ni 基合金肉盛溶接内を進展するが、LAS 肉盛溶接内には達していなかった[1]。

これまでに Ni 基合金溶接金属、LAS 各々の SCC 挙動に関する多数の研究が行われている。しかし、Ni 基合金溶接金属/LAS 溶接材の SCC 挙動にはあまり注目されず、その研究機関も限られていた[2][3]。Ni 基合

金溶接金属/LAS 溶接部でき裂が確認されて以来、SCC 感受性を有する溶接金属にて発生するき裂が、LAS 側へと容易に進展するのか、溶融境界にて停留するのか、その際の停留に関与する因子(材料・応力・環境)は何か、という点について関心が高まっている。また、現状ではき裂は原子炉圧力容器内には達していないと報告されているが、原子力発電プラントの高経年化に伴い、き裂が溶融境界を越えて LAS 内に進展する可能性を評価する上で、き裂が LAS 内に進展するための臨界条件を明らかにしておくことが重要であると考えられる。

一般的な溶接部における組織の模式図を Fig. 1 に示す[4]。溶融境界を挟んだ溶接金属側には、母材は溶融するが溶加材による溶着金属成分とは混じり合わず、母材成分のまま凝固する unmixed zone が存在する。一方母材側には、結晶粒が粗大化し粒界で局部溶融した partially melted zone が存在する。異材継手における unmixed zone ならびに partially melted zone は、成分が希釈率に応じて多岐にわたる dilution zone と比較して注目されておらず不明な点が多い。これらは一般的な溶接部に共通に存在する組織であり、種々の材料系の溶接継手について SCC 進展・停留挙動との関係を明らかにする意義は大きい。そこで Ni 基合金溶接金属／低合金鋼溶融境界近傍の微視組織に着眼し、(1)溶融境界

連絡先：石澤 允、〒980-8579 宮城県仙台市青葉区荒巻字青葉 6-6-01-2、東北大学 大学院工学研究科 量子エネルギー工学専攻、電話：022-795-7911、  
e-mail : makoto.ishizawa@rbm.qse.tohoku.ac.jp

近傍(partially melted zone + unmixed zone)の組織的特徴、(2)溶接境界近傍におけるき裂進展・停留挙動、を明らかにすることを目的とするものである。

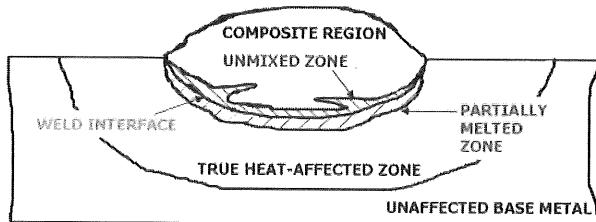


Fig. 1 Structural feature near fusion boundary.

## 2. 研究内容及び成果

### 2. 1 溶融境界近傍における組織的特徴 2. 1. 1. 供試材

供試材は Ni 基合金溶接金属／LAS の異材溶接試料を用いた。Ni 基合金溶接金属は Alloy182 を用い、化学組成を Table 1 に示す。LAS は圧力容器用調質型マンガンモリブデンニッケル鋼を用いた。一般に、LAS の S 含有量の増加に伴い SCC 感受性が増大することが知られている[5]。そこで、S 元素含有量が 0.001 wt% のもの(以下、LS 材と表記)と 0.006 wt% のもの(以下、MS 材と表記)の 2 種類を用いることとした。LS 材ならびに MS 材の化学組成を Table 2、Table 3 にそれぞれ示す。溶接条件については各 LS・MS 供試材ごとに、それぞれ溶接層数が 1 層の単層溶接(SB)および 3 層の多層溶接(MB)を作製した。これら 2 種類の溶接条件を施した理由として、溶融境界近傍に伝わる入熱量・方向の差異により、溶融境界近傍の組織変化およびこれによる SCC 感受性の変化などに影響を及ぼす可能性があるためである。また、溶接時に導入された残留応力を緩和するという目的で、溶接後熱処理(PWHT)を 615°C で 25 時間施した。

Table 1 Chemistry composition of Alloy182 weld metal (wt%).

C	Si	Mn	P	S	Cu	Fe	Ni	Cr	Nb	Ta	Co	Ti
0.033	0.54	5.70	0.011	0.006	0.01	6.98	69.95	13.85	1.60	0.10	0.01	0.60

Table 2 Chemistry composition of LAS base material (LS) (wt%).

C	Si	Mn	P	S	Ni	Mo	Fe
0.18	0.24	1.44	0.005	0.001	0.67	0.54	Bal.

Table 3 Chemistry composition of LAS base material (MS) (wt%).

C	Si	Mn	P	S	Ni	Mo	Fe
0.20	0.24	1.42	0.001	0.006	0.64	0.54	Bal.

### 2. 1. 2. 光学顕微鏡による溶融境界近傍の組織観察

溶融境界近傍の組織的特徴をミリ～マイクロメートルスケールで明らかにするため、光学顕微鏡を用いて組織観察を行った。観察用試験片の採取部位を Fig. 2 に示す。溶接試料を溶接方向に対してそれぞれ垂直・平行に切断した。LAS 側には 5% ナイタルエッティング、Alloy182 側には 10% シュウ酸電解エッティングを行った[6][7][8]。

Fig. 3 に垂直方向に切断し、5% ナイタルエッティング、10% シュウ酸電解エッティングを施した MS 材 MB 部の光学顕微鏡観察写真を示す。LS・MS 材、各 SB・MB 部および垂直・平行方向切断した試験片の溶融境界近傍の組織には顕著な差異は見られなかった。

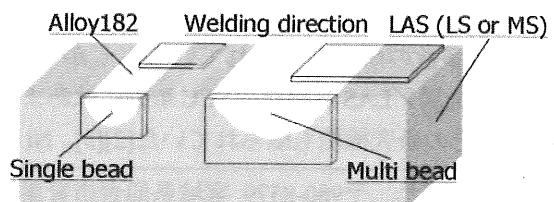


Fig. 2 Extraction part of specimen for observation.

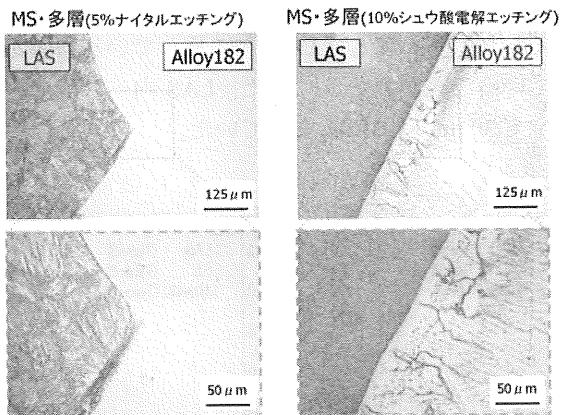


Fig. 3 Optical micrograph of MS material (Multi-bead section cut in perpendicular to the bead).

### 2. 1. 3. SEM-EDX による溶融境界近傍の組成分析

Alloy182/LAS 溶融境界近傍について、SEM - EDX による組成分析を行った。SEM - EDX 分析領域および結果を Fig. 4 に示す。LAS では、溶融境界線から LAS 方向へと 25 μm 以上離れた領域で組成がほぼ一定であった。一方 Alloy182 では、溶融境界線より 75~100 μm の位置で、Ni 元素は欠乏、Fe 元素は富化しており、100 μm 以上離れた領域では組成がほぼ一定であった。

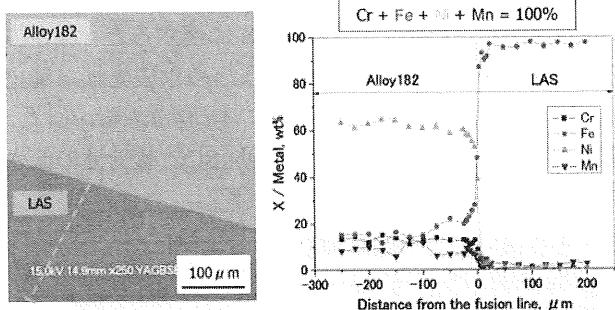


Fig. 4 Result of SEM-EDX line analysis near fusion boundary.

## 2. 2. き裂進展経路と微視組織の関係

### 2. 2. 1. CBB 試験片作製法および試験法

Alloy182/LAS 溶融境界近傍でき裂停留をもたらす要因について考察するため、LAS および Alloy182/LAS 試験片について高温水中 CBB 試験を行い、LAS および Alloy182 の SCC 感受性、ならびに溶融境界近傍の SCC 挙動について評価することとした。CBB 試験とは、板状に切り出した試験片を専用の治具を用いて曲

げることにより約 1% の定ひずみを与え、人工隙間形成材としてグラファイトワールと隙間維持のためのスペーサーを試験片と治具の間に挟み込み、高温水中に保持するものである[9]。

CBB 試験片の採取方向を Fig. 5 に示す。CBB 試験は、Alloy182/LAS 溶接材と LAS 材について行うこととした。Alloy182/LAS 溶接材と LAS 材のそれぞれに LS 材と MS 材を用意したため、計 4 種類の試験片を用いて CBB 試験を行うものとした。4 試験片とも最終的に L35×W8×T2 mm の形状に加工した。

本研究では 2 段 CBB 試験用治具を用いて試験を行った。上記 4 種類の試験片に加え、グラファイトワールとスペーサーも同時に治具に組み付けた。Alloy182/LAS 溶接材は試験片全体が試験液に接液するものの、試験面(引張り応力が付与される面)は Alloy182 のみである。温度/圧力条件は 288°C/10 MPa、また SCC 加速効果を期待して、水質は超高純度水に Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> を 1.0 ppm 添加した。入口側の導電率は約 2.2 μS/cm であった。溶存酸素濃度(DO)は、水質調整タンク内で人工空気をバーリングすることにより、大気飽和相当である 8 ppm とした[10][11]。試験溶液流量は 4.0 g/min、試験時間は 750 時間とした。

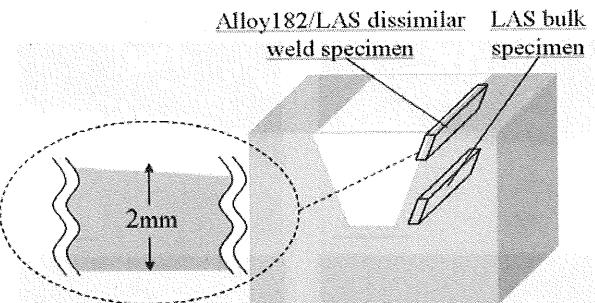


Fig. 5 Extraction direction of the two kinds of CBB specimens.

### 2. 2. 2. CBB 試験による割れ感受性

Alloy182/LAS 溶接材では、LS・MS 材共に Alloy182 にて SCC が発生・進展し、溶融境界近傍にき裂の先端が留まっていた。Alloy182/LAS 溶接材において発生したき裂について、き裂先端位置の観点から 3 種類に分類し、Fig. 6 に示す。具体的には、Type-1：溶融境界まで到達せず、Alloy182 内に留まっているき裂、Type-2：溶融境界直上まで到達し、そこで停留しているき裂、Type-3：先端そのものは溶融境界直上に位置しているが、LAS 内にて球状の酸化物を生成している

き裂、に分類した。

CBB 試験後の LAS 材における断面方向からの観察結果を Fig. 7 に示す。LAS 材では、LS・MS 材共に SCC 発生は確認されなかつたが、LS/MS 材間に酸化挙動に差異が見られた。LS 材では、試験面全域に厚さ数  $\mu\text{m}$  オーダーの酸化皮膜が生成していることが確認された。一方 MS 材では、試験面で一様な酸化皮膜の生成は確認されなかつたものの、深さが約 30~50  $\mu\text{m}$  の局所的な酸化が確認された。

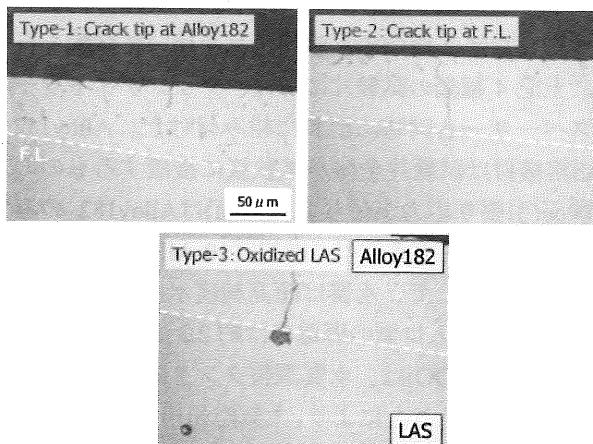


Fig. 6 Three types of SCC cracks found in weld material.

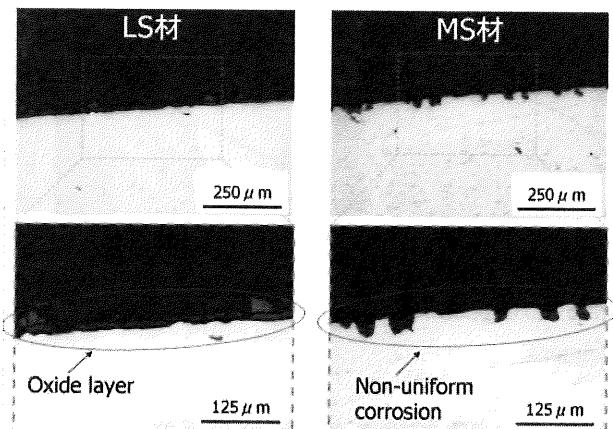


Fig. 7 Surface oxidation characteristics of the LAS materials.

### 2.2.3. き裂先端位置の統計

溶融境界を基準としたき裂先端位置のヒストグラムを Fig. 8 に示す。これはき裂深さが 20  $\mu\text{m}$  以上のものを対象とし、溶融境界線をゼロとして、先端が Alloy182 内に留まっているき裂を負値、酸化が LAS 内に及んでいるき裂を正值として表している。これから、LS・MS

材双方にて、高い割合でき裂先端が溶融境界近傍に位置しており、特に酸化が LAS 内に及んでいるき裂が突出していることがわかる。また、LAS 内への酸化深さは、全て 30  $\mu\text{m}$  以内に収まっていた。

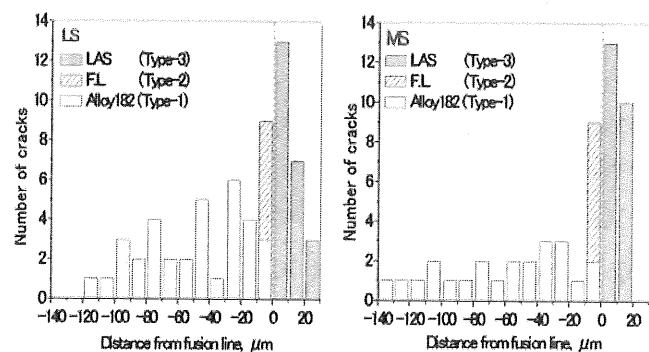


Fig. 8 Histogram of crack tip position.

### 2.2.4. き裂の反射電子像

酸化が LAS 内に及んでいるき裂(Type-3)の反射電子像を Fig. 9 に示す。Alloy182 内にてき裂が溶融境界近傍に近づくに従い、き裂幅が太くなっていることが確認できる。これは dilution zone で、組成が LAS 寄りに遷移することで、粒内の酸化速度が増大したためと考えられるが、依然としてデンドライト界面における酸化速度が桁違いに大きかったため、き裂として進展したものと予想される。しかし LAS に達すると、深さ方向に酸化が局在化する経路を失うためき裂先端が鈍化し、停留すると考えられた。よって本研究結果からは、溶融境界近傍のき裂停留は LAS の SCC 感受性の低さの観点から説明できると判断された。

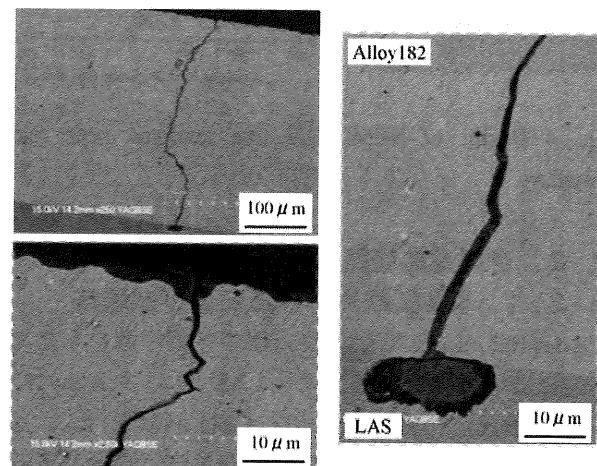


Fig. 9 Back-scattered electron image of a crack, which reached the LAS (MS, Type-3).

### 3. 結言

- (1) CBB 試験結果から LAS 材にて、LS 材では試験面全域に厚さ数  $\mu\text{m}$  オーダーの酸化皮膜が、MS 材では深さが約 30~50  $\mu\text{m}$  の局所的な酸化が確認された。
- (2) Alloy182/LAS 溶接材では Alloy182 側から SCC の発生・進展が確認され、き裂先端は低合金鋼に達すると鈍化し停留した。
- (3) 本研究結果から溶融境界近傍のき裂停留挙動は、低合金鋼の SCC 感受性の観点より説明できると考察した。

### 謝辞

本研究の一部は、BWR 7 電力からの(社)腐食防食協会受託研究の一環として実施されたものである。ここに謝意を表する。

### 参考文献

- [1] 日本原子力発電株式会社：“敦賀発電所 1 号機のシユラウドサポート損傷に係る原因と対策について”，(2000).
- [2] Q.J. Peng, T. Shoji, S. Ritter and H.P. Seifert : Proc. 12<sup>th</sup> Int. Conf. on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors, Snowbird, UT, Aug. 15-18, 2005 TMS, (2005) (CD-ROM).
- [3] H.P. Seifert, S. Ritter, T. Shoji, Q.J. Peng, Y. Takeda, Z.P. Lu: journal of Nuclear Materials, 378, pp. 197-210 (2008).
- [4] W.F. Savage, E.F. Nippes and E.S. Szekeres : Welding J., 55(9), pp.260s-268s, (1976).
- [5] H.P. Seifert, S. Ritter : Journal of Nuclear Materials, 372, pp. 114-131 (2008).
- [6] 材料技術教育研究会編：“組織検査用試料のつくり方—組織の出現—” 大河出版, pp. 83 (2008).
- [7] 加藤正義：エッチングの基礎化学, Vol.38, No.5, pp. 172-179 (1987).
- [8] ギュンター・ペツォー：“金属エッチング技術” アグネ, pp. 66-82 (1977).
- [9] 腐食防食協会：“平成 16 年度軽水炉プラント標準化調査”, 経済産業省委託事業成果報告書, No.JSCE S-0504 (2005).
- [10] 国谷治郎, 管野正義, 正岡功, 佐々木良一 : 防食技術, 32, pp. 649-656 (1983).
- [11] J. Kuniya, I. Masaoka, R. Sasaki, H. Itoh and T. Okazaki : Stress Corrosion Cracking Susceptibility of Low Alloy Steels Used for Reactor Pressure Vessel in High Temperature Oxygenated Water, J. of Pressure Vessel Technology, Vol.107, pp. 430-435 (1985).