

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 30 年 6 月 13 日現在

機関番号：14401

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2015～2017

課題番号：15K18223

研究課題名(和文) オーステナイト系金属材料の異材溶接における凝固組織制御と継手特性向上

研究課題名(英文) Improvement of weld solidification cracking susceptibility and the properties of dissimilar welds using austenitic metals

研究代表者

門井 浩太 (Kota, Kadoi)

大阪大学・接合科学研究所・准教授

研究者番号：40454029

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,100,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、オーステナイト系金属材料を用いた異材溶接時の凝固組織制御を検討し、これを基に凝固割れ感受性、耐食性などの諸特性を予測・向上可能な手法の構築を目的とした。オーステナイト単相となる化学組成領域では、溶接時の凝固形態や凝固割れ感受性は、合金元素として含有するNbの影響が大きく、これらの元素の含有量によって割れ感受性が高くなるCr当量やNi当量の値が決定される。また、凝固現象の数値解析によって、割れ感受性の傾向予測が可能であることが示唆された。また、溶接部の耐食性は、MoやCrを多く含有するほど、耐粒界腐食特性や耐孔食性が良好であった。

研究成果の概要(英文)：Microstructural evolution during dissimilar welding using austenitic metals was investigated. Besides, the properties of the weld metals such as the weld solidification cracking susceptibility, the corrosion resistance and so on, were studied. Containing niobium strongly influenced on the solidification sequence and the solidification cracking susceptibility. The tendency of the cracking susceptibility was dependent on the type of alloying element owing to the change of the partitioning behavior. The calculation of the solidification sequence can predict the tendency of the cracking susceptibility. Molybdenum and chromium can improve the resistances of intergranular corrosion and pitting corrosion in the weld metals.

研究分野：材料加工および組織制御関連

キーワード：溶接・接合 高温割れ 凝固割れ 凝固工学 異材溶接

様式 C-19、F-19-1、Z-19、CK-19(共通)

1. 研究開始当初の背景

ステンレス鋼やNi基合金等のオーステナイト系金属材料の諸特性は、マイクロ組織に大きく依存するため、化学組成、熱処理、加工等の条件を適切にすることで製造されている。これらの材料を用いた機械構造物の製造には、溶接接合が必要不可欠となるが、溶接部やその近傍のマイクロ組織は、溶接特有の急速な加熱・冷却に依存し、材料製造時とは異なった形態、特性を示す。一方、オーステナイト系金属材料は、溶接中に高温割れ、特に凝固割れが発生しやすい。近年構造物の高性能化に伴う材料の多様化、適材適所化により化学組成が大きく離れた材料との異種材料溶接（以下異材溶接）の適用拡大によって、溶接継手部の特性劣化や溶接凝固割れ感受性の低下が懸念されている。

これらの材料の溶接時の凝固組織予測には、従来よりシェフラーの組織図が用いられ、選択した材料や希釈率から求めた化学組成を基に生成相の種類や量など溶接後の組織が推定されてきた。一方、凝固割れ感受性や耐食性等の諸特性は、凝固中の相選択や、 δ フェライト生成量、PやS等の微量元素の含有量等に強く影響を受けるとされている。加えて、オーステナイト単相領域やその付近は、高温割れ感受性が高くなる危険領域とされているため、この領域での溶接施工はしばしば避けられてきた。

優れた特性を有するオーステナイト系金属材料の適用や異材溶接箇所は、より一層拡大すると考えられるため、高温割れ危険領域での溶接施工は避けることはできない。そのため、化学組成の変化が凝固現象に及ぼす影響を詳細に理解し、マイクロ組織形態の遷移傾向や凝固割れ感受性、溶接継手特性の優劣を把握し、これを基に割れ発生防止や各特性の向上は極めて重要となる。

2. 研究の目的

本研究では、オーステナイト系金属材料を用いた異材溶接時の凝固組織制御技術ならびに予測手法を確立し、これを基に凝固割れ感受性、耐熱性や耐食性などの諸特性を予測および向上可能な手法を構築することを目的とする。以下の点について検討を行う。

化学組成を系統的に変化させ、溶接中の凝固現象を実験と数値解析によって、異材溶接時の化学組成の変化が凝固・組織形成現象に及ぼす影響を詳細に検討する。また、凝固割れ感受性評価試験や耐食性試験等を実施し、組織形態と継手特性との関係を検討する。加えて、溶接後の化学組成から凝固割れ感受性や諸特性が評価可能な定量的指標を簡便に予測可能な手法を検討する。

3. 研究の方法

(1) 試験片作製方法

シェフラーの組織図のオーステナイト単相領域での化学組成、特に Cr_{eq} 、 Ni_{eq} 、Nb を変

化させた試験片を作製した。供試材料として母材にはシェフラー組織図上で化学組成位置がほぼ中央となる SUS 304L ならびに SUS347 鋼板を、添加ワイヤには、計 8 種類の Ni 基合金およびステンレス鋼製ワイヤを用いた。試験片評価部の母材希釈率を変化させるため、母材開先形状を変化させた。試験片作製には、母材希釈ならびに添加ワイヤの溶着量を制御可能なホットワイヤ・レーザ溶接法を適用した。溶接熱源にはファイバーレーザならびに半導体レーザを用いた。母材と添加ワイヤ、母材開先形状、溶接条件の選択により、様々な化学組成を有する試験片を作製した。断面マクロ組織からの母材希釈率の導出ならびに EPMA による元素分析により、評価部の化学組成を求めた。

(2) 凝固・組織形成特性評価

ビードオンプレート溶接を実施し、液体 Sn 急冷による凝固凍結組織と室温組織を観察した。デンドライトや残留液相、晶出・析出物の形態を光学顕微鏡や SEM, EDX, EBSD 等を用いた組織解析によって評価した。また、凝固過程の数値解析も合わせて実施した。

(3) 凝固割れ感受性評価

凝固割れ感受性評価には、レーザ・トランスバレストレイン試験を実施した。溶接熱源にはファイバーレーザを用いた。負荷ひずみは、割れの発生・進展に十分な 4.3 %とした。また、試験片表面鉛直方向に高速度ビデオカメラを設置し、割れ感受性評価時の凝固収縮の影響を避けるため、曲げひずみ負荷時の溶融池の挙動を観察した。本溶接条件では、板厚の約半分の溶け込み深さであり、トランスバレストレイン試験の溶接金属は試験片作製時の溶接金属（ホットワイヤ・レーザ溶接金属）に包含される。試験後は、試験片表面を SEM により観察し、溶融境界からの法線方向の割れ長さを測定した。

続いて、凝固脆性温度領域（以下 BTR）を導出するため、応答速度の高い浸漬型光ファイバー温度計を溶融池後端部に直接投入することにより温度履歴を計測した。割れ数、総割れ長さ、最大割れ長さ、BTR により割れ感受性を評価した。

(4) 継手特性評価

耐食性評価は、粒界腐食試験、孔食電位測定とし、JIS G 0580 ステンレス鋼の電気化学的再活性化率測定および JIS G 0577 ステンレス鋼の孔食電位測定方法を参考に実施した。

粒界腐食試験（EPR 試験）では硫酸-チオシアン酸カリウム溶液を、孔食電位測定試験では 3.5 % 塩化ナトリウム溶液を試験溶液として用い、溶液温度は 30 ± 1 °C とした。試験片は、試験面 1 面のみが露出するよう樹脂に包埋し、試験面表面を #600 耐水研磨紙によって仕上げた。対極には白金電極、参照電極には銀-塩化銀電極を用いた。

粒界腐食試験では、腐食電位で5分間放置した後電位掃引速度 100 mV/min で+0.3 V vs.SSE に達するまでアノード分極し、到達後直ちに逆方向に電位掃引し再活性化後、再びアノード電流が零となる電位を終点とした。一方、孔食電位測定試験では、腐食電位で10分間放置した後、電位掃引速度 20 mV/min で 1000 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ に達するまでアノード分極した。

4. 研究成果

作製した全ての試験片の化学組成をプロットしたシェフラー組織図を図1に示す。種々の添加ワイヤ、開先形状を用いることによって、オーステナイト単相となる化学組成領域に広範囲に分布した化学組成を有する試験片が得られている。

Nb は凝固割れ感受性に影響を与えることが知られているため、割れ長さや BTR を Nb 含有量に応じて分類し比較した。図2にそれぞれの Nb_{ave}における総割れ長さと BTR をシェフラー組織図で整理した図を示す。総割れ長さは、Nb_{ave} 0%では、Cr_{eq}が16~22, Ni_{eq}が22~30の領域において大きな値を示し、オーステナイト単相領域の辺縁部に向かって低下する傾向が確認できる。Nb_{ave} 0.41%では、Cr_{eq}が19~22, Ni_{eq}が19~27の領域で最も大きな値を示す傾向にあり、いずれの試験片も Nb_{ave} 0%に比して高い値を示す。一方、Nb_{ave} 0.84%では、低 Cr_{eq}の領域の試験片を作製できなかったため、明瞭な分布傾向は認められないが、Nb_{ave} 0%や Nb_{ave} 0.41%に比して大きな総割れ長さを示すことがわかる。BTRは、Nb_{ave} 0%や Nb_{ave} 0.41%では、総割れ長さと同様の分布傾向が確認できる。Nb_{ave} 0.84%では、分布傾向は不明確であるが、最低でも 228 °C と極めて大きな BTR を示す。また、ほぼ同一の Cr_{eq}, Ni_{eq} (Cr_{eq}=23, Ni_{eq}=23 付近)において、Nb_{ave} の増大に伴い大きな BTR を示している。

組織観察を行ったところ、Nb_{ave}にかかわらず主としてオーステナイトデンドライトを呈していた。加えて、Nb_{ave}0.41%や0.84%のNbを含有する試験片では、Nbを主とした炭化物がデンドライト境界に多く生成していた。

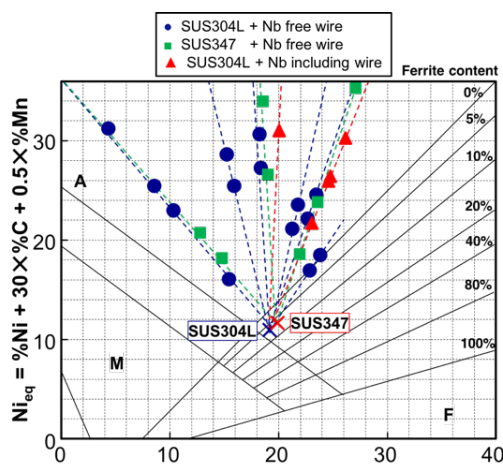


図1 シェフラー組織図中の試験片組成分布

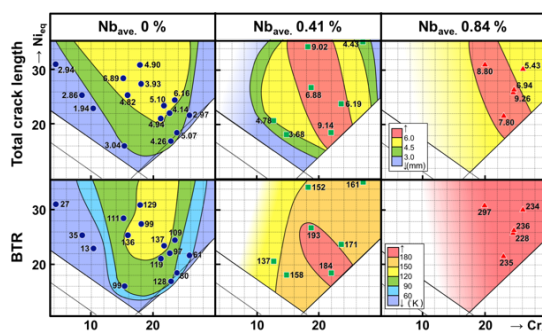


図2 シェフラー組織図中の総割れ長さ、BTRの分布

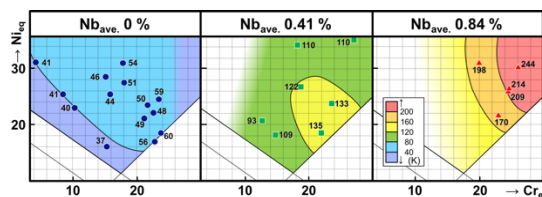


図3 シェフラー組織図中のΔTの分布

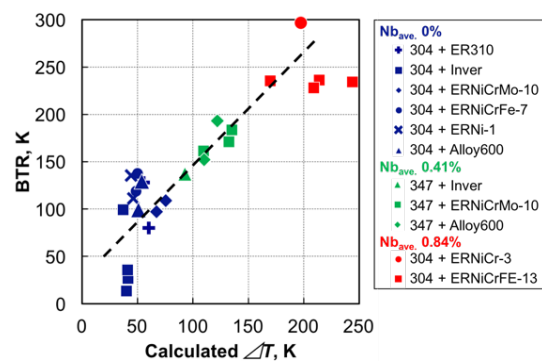


図4 ΔTとBTRの関係

全ての試験片の化学組成に対し、数値解析により凝固温度範囲 ΔT を求めた。得られた ΔT をシェフラー組織図で整理した結果を図3に示す。Nb_{ave} 0%では、Cr_{eq}が16~24, Ni_{eq}が20~32の領域で高い ΔT を示し、辺縁部にかけて低下する。Nb_{ave} 0.41%では Cr_{eq}が20~26, Ni_{eq}が18~24の領域で、Nb_{ave} 0.84%では Cr_{eq}が24~32, Ni_{eq}が24~32の領域で高い値を示し、いずれも Cr_{eq}の低下とともに ΔT が減少する。これらの傾向は、総割れ長さやBTRの場合(図2)と同様である。 ΔT とBTRの関係を図4に示す。 ΔT とBTRには良好な線形関係(相関係数 0.88)が確認できるが、 ΔT はBTRに比して約 50 K 低い値を示す。これは、凝固偏析や第二相の晶出等によるものと考えられる。

以上より、オーステナイト単相領域での凝固割れ感受性は、Nbなどの分配係数の小さい元素の影響が大きく、Nb含有量によって凝固割れ感受性が高い領域は異なる。これは、Cr_{eq}やNi_{eq}の変化に伴う凝固温度範囲やNb等の偏析挙動の変化によるものと考えられる。

凝固形態や割れ感受性に及ぼす化学組成の影響を調査するため、Cr_{eq}, Ni_{eq}を構成するCr, Ni以外の合金元素であるMo, Si, Nb, Mnが凝固温度範囲に ΔT に及ぼす影響を数値解析

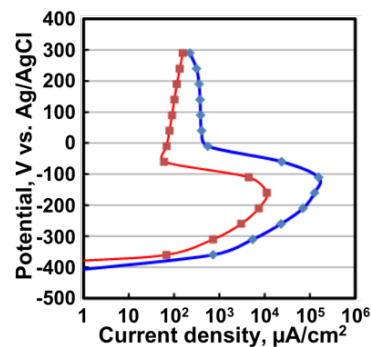
により検討した。1種類の合金元素の影響を調べるため、Fe-Ni-Cr合金にそれぞれの合金元素を1%含有した場合について検討した。NiとCrのみの含有や、MnやMoを含有した場合は、 $Cr_{eq}=20$ 、 $Ni_{eq}=20$ 付近で ΔT が大きくなるが、 ΔT 値は小さく、 Cr_{eq} や Ni_{eq} に伴う領域内での ΔT の変化は小さかった。一方、Siを含有すると、 ΔT は、オーステナイト単相となる化学組成領域の底部($Cr_{eq}=18$ 、 $Ni_{eq}=11$)で最大値を示し、その値も大きくなった。Nb添加の場合では、 $Cr_{eq}=20$ 、 $Ni_{eq}=20$ 付近で ΔT は最大となり、 Cr_{eq} の減少と Ni_{eq} の増加とともに低下する。また、Nbの添加によって、 ΔT 値は他の元素添加の場合に比して大幅に上昇することがわかった。

これらの結果を基に、 ΔT を増大する元素であるNbとSiを複合的に含有した際の影響を調査するため、Nb_{ave.} 0.41%および0.84%の試験片の化学組成でのNbとSiの平均含有量を基に検討した。いずれの場合においても、 ΔT は Cr_{eq} が高く、 Ni_{eq} が低いほど大きな値を示し、 Cr_{eq} の減少とともに低下した。 ΔT はNbやSi含有量の高いNb_{ave.} 0.84%の方が大きかった。NbとSiを複合的に含有した場合は、それぞれの元素が高い ΔT を示す位置(Cr_{eq} と Ni_{eq} の値)と、元素の含有量に応じて、これらが重畳した位置が最大の ΔT を示す位置になる傾向が見出された。また、これらの分布傾向は、図2で示したBTRの分布と同様の傾向であった。以上の結果より、オーステナイト単相の化学組成領域における凝固割れ感受性は、合金元素として含有するNbやSiの影響が大きく、これらの元素の含有量によって割れ感受性が高くなる Cr_{eq} や Ni_{eq} の値が決定されると考えられる。また、図2に示した様に、 ΔT とBTRは相関関係にあることから、割れ感受性分布図や ΔT を算出によって、実施工(例えばステンレス鋼等を用いた異材溶接)での材料選択や溶接条件を選択することで、凝固割れ発生の防止、割れ感受性の低減が可能になると示唆される。

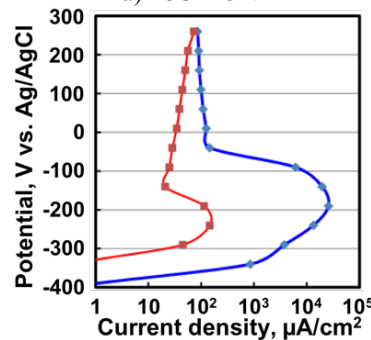
EPR試験で得られた分極曲線の代表例を図5に示す。a)は18Cr-25Ni試験片でEPR値が7.2%、b)は19Cr-23Ni-3.4Mo試験片でEPR値が0.56%であった。このことから、CrおよびMoを多く含有している試料の耐粒界腐食性が著しく向上していることがわかった。CrおよびMoは不働態皮膜を強固に安定化し、耐食性を向上させるという従来の知見通りの結果となった。一方でNiはEPR値に影響を及ぼさない結果となった。この傾向は、いずれの試験片でも確認された。EPR試験後の試験片表面を組織観察したところ、明瞭な溶接凝固組織が観察された。特に、高いEPR値を示した試験片では、他の試料に比べ溶解量が少なく、一方で、低いEPR値を示した試験片では、デンドライトセル内部が優先的に腐食されている傾向が確認された。これは凝固偏析に伴い、デンドライトセル境界においてCr濃

度が上昇し、局所的な腐食挙動が異なると考えられる。

孔食電位測定における代表的なアノード分極曲線を図6に示す。孔食電位は19Cr-3Mo-21Ni試験片で484mV、18Cr-25Ni試験片で310mVであった。孔食電位においてもやはりCrおよびMoの効果が大きく効いていると考えられ、孔食指数Pitting Indexに従う結果となった。



a) 18Cr-25Ni



b) 19Cr-23Ni-3.4Mo

図5 EPR分極曲線

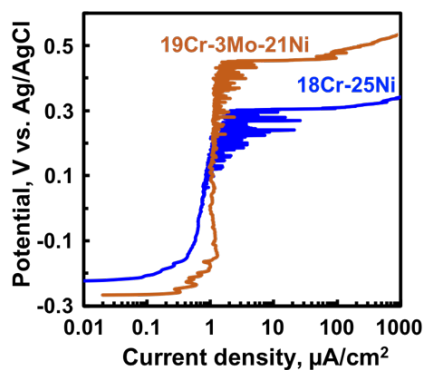


図6 孔食電位測定結果

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文](計1件)

K. Kadoi, K. Shinozaki: Effect of Chemical Composition on Susceptibility to Weld Solidification Cracking in Austenitic Weld Metal, Metallurgical and Materials Transactions A, 査読有, 48巻, 2017年, p. 5860-5869

DOI : 10.1007/s11661-017-4340-2

[学会発表](計5件)

- ① 門井浩太 他, オーステナイト系金属材料の溶接金属の耐食性に及ぼす化学組成の影響, 溶接学会, 2018年, 愛媛
- ② K. Kadoi 他, Solidification Cracking Susceptibility of Austenitic Weld Metal in Schaeffler diagram, IIW 70th Annual Assembly, 2017年, 中国・上海
- ③ K. Kadoi 他, Solidification Cracking Susceptibility for Dissimilar Weld Metal of Austenitic Metals, Thermec 2016, 2016年, オーストリア・グラーツ
- ④ 門井浩太 他, オーステナイト系金属材料の異材溶接金属における凝固割れ感受性に及ぼすNbの影響, 溶接学会平成28年度春季全国大会, 2016年, 大阪
- ⑤ K. Kadoi 他, Effect of Chemical Composition on Solidification Cracking Susceptibility in Austenitic Weld Metals, 10th International Conference on Trends in Welding Research, 2016年, 東京

6. 研究組織

(1) 研究代表者

門井 浩太 (KADOI, Kota)
大阪大学・接合科学研究所・准教授
研究者番号: 40454029

(2) 研究協力者

篠崎 賢二 (SHINOZAKI, Kenji)
広島大学・大学院工学研究院・教授
研究者番号: 70154218