鋼溶接熱影響部の結晶粒微細化に及ぼす Ti 及び N の複合添加の影響*

迎 静雄** 加藤光昭** 西尾一政**

Effect of Duplex Addition of Ti and N on Grain Refinement in Weld Heat Affected Zone of Steels*

by Shizuo Mukae**, Mitsuaki Katoh** and Kazumasa Nishio**

Suppressive effects of Ti and N to the austenite grain growth in weld heat affected zone of steels were investigated from a standpoint of the time exponent, n and the activation energy for boundary migration, Q in isothermal grain growth test. The results obtained are as follows. 1) Austenite grain growth of steels added together both Ti and N can be expressed by Beck's equation. 2) Value of n is remarkably influenced by the quantity of a insoluble Ti (or N) and independent of a soluble Ti (or N). 3) Value of Q is increased considerably in duplex addition compared with separate addition of Ti and N. In this case an extent of the effect of a soluble Ti (or N) to Q is a greater than a insoluble Ti (or N). 4) Grain size of austenite isothermally heated can be estimated using coefficient of austenite grain growth which is decided by quantity of Ti and N added in steels.

1. 結 言

軟鋼あるいは高張力鋼の大入熱溶接におけるボンド靱性改善の一方法として, γ 粒の微細化が考えられる。さらに, HAZ 粗粒域の γ 粒の微細化は SR 割れ感受性の低減あるいはそれと接してエピタキシャルに成長する溶接金属の結晶粒の微細化にも著効のあることが認められている^{1,2)}。

鋼の γ 粒成長に対する合金元素添加の影響に関しては従来から多くの研究があるが, 最高加熱温度が 1,400℃ に達する溶接熱影響部粗粒域の γ 粒成長抑制の観点からの検討はきわめて少ない。すなわち, 金沢ら³⁾ による TiN 粒子の分散および著者らの Zr, Ti および Nb の炭窒化物分散による γ 粒成長抑制効果についての報告があるにすぎない^{2,4)}。

一般に, 結晶粒成長試験として等温加熱法が用いられ, その際の結晶粒成長は, $D = k_0 t^n \exp(-Q/RT)$ で示されることはよく知られており, 時間指数 n , 結晶粒成長の見掛けの活性化エネルギー Q , ならびに定数 k_0 に依存する。Alberry ら⁵⁾ および井川ら⁶⁾ は溶接熱サイクルも断続的な短時間等温加熱から構成されると見做し, 溶接熱影響部の γ 粒の大きさは近似的に, 前述の結晶粒成長式を適用して推定できることを報告している。

本研究は含 Ti 鋼の溶接熱影響部粗粒域に対応した過熱温度域における γ 粒成長におよぼす N 添加の効果について, 等温加熱法による γ 粒成長試験を行ない, 主として結晶粒成長式中の n 値および Q 値の観点から検討を加えたものである。

2. 使用材料および実験方法

本研究に用いた材料の化学組成を Table 1 に示す。材料の溶製方法, 熱処理方法 および試験後の形状は前報^{2,4)} と同様である。

Table 1 Chemical compositions of materials used (wt%)

	C	Si	Mn	P	S	Ti	N
A-1	0.16	0.04	0.68	0.014	0.02	0.010	0.0066
A-2	0.16	0.04	0.68	0.013	0.02	0.010	0.0116
A-3	0.18	0.04	0.69	0.015	0.02	0.010	0.0167
A-4	0.16	0.04	0.69	0.013	0.02	0.008	0.0226
B-1	0.18	0.04	0.67	0.014	0.02	0.020	0.0057
B-2	0.17	0.04	0.67	0.013	0.02	0.029	0.0102
B-3	0.16	0.04	0.68	0.013	0.02	0.034	0.0136
B-4	0.17	0.04	0.67	0.015	0.02	0.029	0.0209
C-1	0.18	0.04	0.69	0.014	0.02	0.040	0.0046
C-2	0.16	0.04	0.67	0.013	0.02	0.051	0.0102
C-3	0.16	0.04	0.67	0.013	0.02	0.047	0.0135
C-4	0.17	0.04	0.68	0.014	0.02	0.052	0.0230

*原稿受付 昭和53年12月4日 (昭和53年秋季全国大会にて発表)

**正 員 九州工業大学 Member, Kyushu Institute of Technology

γ 粒成長抑制に対する含 Ti 鋼の N 添加の効果について基礎的研究を行なう目的で、 γ 域における等温加熱試験を行なった。加熱温度は1300, 1350および1400℃の3水準、そして加熱保持時間は3, 10, 20, 30, および50秒の5水準とした。各加熱温度に所定時間保持後の冷却は噴水による急冷を行なった。 γ 粒の大きさの測定は、試験片表面を研磨後、腐食(ピクリン酸飽和水活液:ピクリン酸飽和アルコール溶液=1:1)し光学顕微鏡下にて Jeffries 法により行なった。

3. 実験結果および考察

3.1 時間指数, n 値におよぼす Ti ならびに N の影響

Fig. 1 に Ti を 0.01~0.05% 添加した鋼の1400℃における等温加熱試験結果を示す。いずれの場合も、Beckら²⁾によって最初に確立された純金属および固溶体合金の結晶粒成長の時間則、

$$D = kt^n \quad \dots\dots\dots (1)$$

が成立することが認められる。Fig. 1 中に示された直線の勾配が時間指数, n の値を示し、それらの n 値は前報^{2,4)}の含 Zr 鋼, 含 Ti 鋼および含 Nb 鋼 (N 含有量はいずれも約 30 ppm であった) の場合と同様、温度依存性を示すが、1400℃における n 値に対する N 含有量の影響を Fig. 2 に示した。

N 含有量の n 値におよぼす影響は、Ti 含有量によって若干異った挙動を示し、0.01% Ti の場合は 200 ppm まで広い範囲の N 含有量に亘って N 量の顕著な効果が認められる。0.03% および 0.05% Ti については、 n 値は 80~100 ppm までの N 量の増加により著しく減少するが、それ以上の N 量では N の効果は次第に飽和の傾向を辿り、 n 値の低下にほとんど寄与しなくなる。

Ti 量の n 値におよぼす影響は N 量の効果と類似しており、Fig. 3 に示すように 30 ppm の低 N 量の鋼においては、Ti 量の広い範囲に亘って Ti 量の増加とともに n 値は低下する。N 量が 60 ppm 以上になると、0.03% Ti までは、 n 値は Ti の影響を強く受けるが、0.03% 以上に Ti を増加しても n 値の低下は期待できない。

3.2 粒界移動の見掛けの活性化エネルギー, Q におよぼす Ti 量および N 量の影響

前節に示した結晶粒成長の時間則の式 (1) を時間 t により微分すると

$$dD/dt = nK^{1/n}(1/D)^{1/n-1} \quad \dots\dots\dots (2)$$

となる。一方、式 (2) は粒界の比表面自由エネルギー, γ を用いて次式で表わされる。

$$dD/dt = K'(\gamma/D)^{1/n-1} \quad \dots\dots\dots (3)$$

Rath and Hu⁸⁾ によれば、 $nK^{1/n}$ は粒界移動の易動度を

(a)

(b)

(c)

Fig. 1 Effect of time and N content on austenite grain size at isothermal grain growth test

Fig. 2 Effect of N content on time exponent, n

Fig. 3 Effect of Ti content (or Nb content) on time exponent, n

示し, 一般に, Arrhenius type の式で表わされる. すなわち

$$nK^{1/n} = M = M_0 \exp(-Q/RT) \quad \dots\dots\dots (4)$$

γ 粒の成長が単一な熱活性化過程で行なわれるならば, $\ln(nK^{1/n})$ と $1/T$ との間には直線関係が認められる. Ti-N 鋼についても, 従来, 著者らが行ってきた含 Zr 鋼および含 Nb 鋼同様, $\ln(nK^{1/n})$ と $1/T$ との間には, いずれの Ti および N 量についても直線関係が存在した. それらの直線の勾配から求めた γ 粒成長の見掛けの活性化エネルギー, Q を Fig. 4 に示す.

Fig. 4 Effect of Ti and N contents on activation energy for boundary migration, Q

極低 N 含有鋼 (N: 約 30 ppm) を除き, Q 値は Ti = 0.01% において極大値を示す. また, 同一 Ti 量に対して Q 値は N 量の増加により次第に増大する傾向を示す.

3.3 添加 Ti および N の存在形態と n 値および Q 値の関係

前節までに述べたとおり, 添加された Ti および N は

結晶粒成長を支配する n 値および Q 値に影響をおよぼすことが明らかとなった. しかしながら, 鋼中での Ti および N は固溶された状態あるいは未固溶の状態の両形態を形成しているものと考えられる. そこで, そのいずれの状態が n 値あるいは Q 値に対する影響因子として考えられるかについて検討した.

Ti は強い窒化物形成元素であり, N との共存下では TiN を形成しているものと考えられる. いま, 各試験片を 1400°C, 10 秒間保持後水冷したものにつき析出物の電解抽出を行ない, その抽出残渣の X 線回折を行なった結果, Fig. 5 に示すように TiC のごく弱い回折線のほかは全て TiN であり, 1400°C の過熱温度域で試験片中に存在する析出物はほとんど TiN であるものとして以後の論議を進めた.

Fig. 6 は抽出残渣中の Ti 量を分析し, それを未固溶 Ti 量 (Insol. Ti) として添加 N 量との関係を示したものである. Fig. 5 には未固溶 N 量 (Insol. N) と添加 N 量との関係も同時に示した. 未固溶 N 量は次式により求まる.

$$\text{Insol. N} = \text{Insol. Ti} / 3.42 \quad \dots\dots\dots (5)$$

Fig. 7 に結晶粒成長の時間指数, n 値におよぼす Insol. N の影響を示す. 図中の括弧内の数字は固溶 N 量 (Sol. N) を ppm 単位で示す. Fig. 7 から明らかなように, n 値は Ti 量にかかわらず Insol. N 量 (あるいは Insol. Ti 量) に依存し, 固溶 N にはほとんど無関係で

Fig. 5 X-ray diffraction pattern of residue extracted electrolytically

Fig. 6 Effect of N added in materials on quantity of insoluble Ti (or quantity of insoluble N)

Fig. 7 Effect of insoluble N on time exponent, n Fig. 8 Effect of soluble N on activation energy for boundary migration, Q

Fig. 9 Relationship between soluble N and N content added in materials

ある。

次に、粒界移動の見掛けの活性化エネルギー、 Q 値におよぼす固溶 N 量の影響を Fig. 8 に示す。固溶 N 量は次式により求めた。

$$\text{Sol. N} = \text{Total N} - \text{Insol. Ti} / 3.42 \quad \dots\dots\dots (6)$$

Fig. 8 中の括弧内の数字は未固溶 N 量を示す。Fig. 8 より Q 値は固溶 N 量および未固溶 N 量のいずれの増

加によっても増大する傾向が認められるが、その影響の度合いは固溶 N 量の方が大きいようである。

Fig. 9 に固溶 N 量と添加 N 量との関係を示す。Ti 添加量の増加とともに固溶 N 量は減少し、0.01% Ti において最も固溶 N 量は多く、このことは前節の Fig. 4 において示した Ti 量が 0.01% において Q 量が極大値を示すことと対応しているものと考えられる。極低 N 含有材 (N : 約 30 ppm) においては、0.01% Ti 含有において 10 ppm 以下のごく微量の固溶 N の存在が考えられるが、0.01% 以上の Ti 添加では固溶 N は存在せず、したがって Fig. 4 に Q 値の極大値をつくらぬものと考えられる。

3.4 1400°C における γ 粒成長におよぼす Ti および N の影響

Fig. 10 に 1400°C における等温加熱による γ 粒成長におよぼす Ti 含有量の影響を示す。白抜きのプロットは 1400°C に 20 秒保持したとき、また黒抜きのプロットは 10 秒保持した場合の γ 粒径を示す。 γ 粒径におよぼす Ti 量の影響は n 値に対する Ti 量の効果と類似であり、低 N 量領域では Ti 量の増加とともに γ 粒径は減少する。 N 量が増加すると Ti のごく少量添加 (0.01~0.02%) で著しく γ 粒成長は抑制され、さらに N 量を増加して 100 ppm 以上になると Ti 量の影響はほとんど認められなくなる。

次に、 γ 粒径の対数を N 含有量に対してプロットしたものを Fig. 11 に示す。両者の間には勾配が m_N なる直線関係が認められる。同様の関係は対 Ti 含有量との間にも成立し、その勾配は m_{Ti} で表わされる。これら m_N および m_{Ti} は加熱保持時間にほとんど依存しない。

いま、Ti および N を複合添加した材料の 1400°C での等温加熱後の γ 粒径を、前報¹⁾に従って γ 粒成長抑制を定量的に表わすパラメーター、 P を用いて推定すると次のようになる。

Fig. 10 Effect of Ti and N content on austenite grain size

Fig. 11 Effect of N content on austenite grain size

Fig. 12 Austenite grain size represented by Ti and N content at 1400°C

(a) 1400°C × 3 sec
(b) 1400°C × 10 sec

Ti および N に関してパラメーターはそれぞれ次式で表わされる。

$$P_{Ti} = \exp(-m_{Ti} \cdot X_{Ti}) \quad P_N = \exp(-m_N \cdot X_N) \quad \dots\dots\dots (7)$$

ここで, X_{Ti} , X_N はそれぞれ Ti および N の含有量を示す。また, Ti = 0% および N = 30 ppm なる基本組成

の SS41 鋼が 1400°C に t 秒間加熱されたときの γ 粒径を $D_0(t)$ とすると, Ti および N 量がそれぞれ X_{Ti} および X_N の鋼の γ 粒径は次式で示される。

$$D(X_{Ti}, X_N) = D_0(t) \cdot P_{Ti} \cdot P_N \quad \dots\dots\dots (8)$$

ここで, $D(X_{Ti}, X_N)$ は Ti および N を複合添加した材料を 1400°C に t 時間保持したときの γ 粒径である。1400°C に 3 秒および 10 秒保持したときの γ 粒径を Ti および N 量の 2 軸上に表わすと Fig. 12 のようになる。

以上, Ti および N の γ 粒成長抑制効果について検討してきたが, 両者の役割りは若干相異っているものと考えられる。すなわち, N 添加が効果的なのは, Ti が 0.01% 程度の低 Ti 領域であり, Fig. 4 に示したように N 量の増加により n 値を低下させることもさることながら, γ 粒界移動の見掛けの活性化エネルギー, Q を著しく高めることによるものと考えられる。一方, Ti 添加が γ 粒成長抑制に効果的に寄与するのは, N との共存において不溶解析出物を形成し時間指数 n の値を著しく低下させることによるものと考えられる。

4. 結 論

鋼溶接熱影響部の結晶粒粗大化抑制に対する Ti および N の複合添加の効果を 1350~1400°C における等温加熱成長試験を用いて, 時間指数, n および粒界移動の見掛けの活性化エネルギー, Q の観点から検討し, 次のようないくつかの知見を得た。

- (1) Ti および N を複合添加した軟鋼の γ 粒成長は, Beck の式により表現することができる。
- (2) 時間指数, n は添加 Ti 量および N 量によって影響を受けるが, 未固溶 N (あるいは未固溶 Ti) としての影響が顕著であり, 固溶 N の影響はほとんど認められない。
- (3) γ 粒成長の見掛けの活性エネルギー, Q は Ti および N の単純添加の影響よりも両者が複合添加されたときに著しく増大する。
- (4) 等温加熱試験により成長した γ 粒の大きさは, 添加 Ti 量および N 量を考慮した γ 粒成長抑制指数 P_{Ti} , P_N を用いて推定することができる。

謝辞

本研究は文部省科学研究費の補助を受けて行なわれたものであることを特記する。また, 実験面で終始, 熱心に協力された岩男哲司工学士に対し, 深く感謝いたします。

参 考 文 献

- 1) J.M. Capus, "Austenite grain size and temper brittleness", J. Iron and Steel Inst., Vol. 200 (1962), No. 11, 922-927

- 2) 迎, 加藤, 西尾, 中山, “Zr による溶接部の結晶微細化効果について”, 溶接学会誌, Vol. 46 (1977), No. 4, 214-220
- 3) 金沢, 中島, 岡本, 金谷, “微細 TiN による溶接ボンド部靱性の改善と大入熱溶接用鋼の開発”, 鉄と鋼, Vol. 61 (1975), No. 11, 2589-2603
- 4) 迎, 加藤, 西尾, 溶接学会誌投稿中
- 5) P.J. Alberry, B. Chew and W.K.C. Jones, “Prior austenite grain growth in heat-affected-zone of a 0.5 Cr-Mo-V steel”, Met. Tech., (1977), No. 6, 317-325
- 6) 井川, 新, 大重, 馬久地, “溶接熱影響部の結晶粒粗大化に関する研究(第4報)”, 溶接学会誌 Vol. 46, (1977), No. 5, 270-278
- 7) P.A. Beck and L.J. Demer, “Effect of composition on grain growth in aluminum-magnesium solid solution”, Trans., AIME, Vol. 180 (1949), 147-162
- 8) H. Hu and B.B. Rath, “On the time exponent in isothermal grain growth”, Met. Trans., Vol. 1 (1970), No. 11, 3181-3184

電子ビーム溶接の欠陥発生および防止に関する研究(第5報)*

——厚鋼板の横向電子ビーム溶接法の検討——

志田朝彦** 岡村久宣** 喜多久直** 坪 洋二**

A Study on Occurrence and Prevention of Defects of Electron Beam Welding (Report 5)*

——A Study on Horizontal Position Electron Beam Welding of Heavy Section Steel Plates——

by Tomohiko Shida**, Hisanori Okamura**, Hisanao Kita** and Yoji Akutsu**

Horizontal position electron beam welding of heavy section 0.17C-steel, 21/4 Cr-1 Mo low alloy steel and 18 Cr-8 Ni steel plates up to 100 mm in thickness was investigated using a 42 kW (60 kV) high vacuum type welding machine.

Penetration characteristics and occurrence and prevention of welding defects were discussed comparing horizontal position welding with flat position welding.

It was concluded that,

I. Partial penetration

- (1) Penetration depths in horizontal position were 15 to 20 % deeper than in flat position.
- (2) Voids occurred, when the penetration depth in horizontal position exceeded 50 mm and no oscillation was applied to the beam.
- (3) Effects of focus position on tendency of occurrence of welding defects and bead shapes in horizontal position were smaller than in flat position.
- (4) Lack of molten metal seemed to cause voids in horizontal position welding.

II. Full penetration

- (1) Occurrence of voids in horizontal position was influenced by value and fluctuation of penetration current, and oscillation conditions of the beam.
- (2) Beam oscillation (X direction, 100 Hz) was effective to prevent void formation in full and partial penetration welding.

1. 緒 言

電子ビーム溶接は、その特徴を生かした高能率溶接法として生産工程に定着しつつある。しかし、板厚 20mm 以上の厚板の溶接生産工程に定着している実用例の報告は比較的少ない。

筆者らは厚鋼板大型構造物に電子ビーム溶接を採用す

るため、電子ビームを垂直上方向から照射する下向溶接部の溶接欠陥発生原因と防止対策について一連の検討を進めてきた¹⁻³⁾。そして、この研究結果をもとに、溶込み深さ 80 mm までの深溶込み電子ビーム溶接を生産工程に定着させている。しかし、今後、さらに深溶込み電子ビーム溶接の適用拡大を計るためには、下向溶接のみならず横向など他の溶接姿勢に対する電子ビーム溶接技術の確立が必要である。最近では横向溶接についての関心も高まり問題点に対する対策が種々検討されつつある

*原稿受付 昭和53年9月1日 (昭和52年度秋季全国大会にて発表)

**正 員 (株)日立製作所 Member, Hitachi, Ltd.