極低温用 40% Ni 系溶接金属に関する研究(第1報)*

—高温割れにおよぼす化学成分の影響—

西 武史** 斎藤昭治** 中野武人** 堀井行彦**

Study on the 40% Ni type Weld Metal for
Cryogenic Application (Part 1)*

—Effect of Chemical Composition on Hot Cracking Sensitivity—

by Takeshi Nishi**, Shoji Saito**, Taketo Nakano** and Yukihiro Horii**

In this report, an investigation was carried out to determine the effect of chemical composition on the hot crack sensitivity of 40 % Ni-6 % Mn-10 % Cr type weld metal for welding 9 % Ni steel. The hot crack occurred in 40 % Ni type weld metal can be classified as solidification cracking.

Experimental results on coated electrodes are summarized as follows: Sulfur and silicon were found to have a highly detrimental effect when the sulfur content was increased from 0.01 % to 0.02 % and the silicon content was raised from 0.2 % to 0.8 %. Phosphorus was found to have a detrimental effect similar to, but not as severe as, that of sulfur when the phosphorus content was raised from 0.01 % to 0.02 %.

According to the test results on experimental MIG wires which phosphorus contents were kept at low level, the occurrence of hot crack in weld beads proper was highly dependent on the contents of sulfur and silicon. Molybdenum had beneficial effect on the hot cracking sensitivity when its content was increased from 2 % to 9 %. Therefore, it is possible to add molybdenum as the alloying element for strengthening 40 % Ni type weld metal.

It can be considered that the harmful effect of silicon and sulfur was attributed to a high degree of microsegregation which was confirmed, using ion microprobe mass analyzer, on the longitudinal fractured surface in the center of weld metal.

1. 緒 言

LNG貯槽など9% Ni 鋼の溶接には依然として70% Ni 系溶接材料が実用されている。従って低価格、省資源を目的とした低 Ni 系溶接材料開発のニーズは強く、多くの研究があるが、それらは大別して次の二つの方向¹⁾で推進されている。

(1) 完全オーステナイト組織において、Ni にかわるオーステナイト形成元素を利用し、低 Ni 化をはかる。

(2) フェライト組織である9% Ni 共金系溶接金属の極低温における靱性を向上させる。

本研究は完全オーステナイト組織を基盤とする(1)の立場をとり、吉村ら²⁾の研究した37Ni-6Mn-10Cr系溶接金属の特性、即ちNi鋼母材にマッチした熱膨脹係数、優れた切欠靱性に着目し、この成分系を基本とした40% Ni系ガスシールドアーク溶接ワイヤを開発したも

のである。

完全オーステナイト系溶接金属の基本問題は、第一に高温割れである。一般に高温割れは凝固割れと延性低下割れに区分されるが、40% Ni系のようにマトリックスが単相で凝固する場合には凝固割れが主役であり、従ってマイクロ偏析を生成し、あるいは助長する成分の影響が大きいと考えられる。第一報ではこのような観点から、凝固過程で偏析しあるいは偏析を助長する成分として、S, P, Si, C³⁾に着目し、37Ni-6Mn-10Cr系溶接金属の高温割れ感受性におよぼすこれら成分の影響を明らかにした。また高Ni溶接金属の強度向上に有効であり、高温割れを低減するといわれているMo³⁾の影響についても実験した。以下に実験結果をとりまとめた。

2. 実験方法

先ず成分調整の容易な被覆アーク溶接棒を試作し、C型治具拘束突合せ溶接割れ試験およびTigamajig割れ試験^{4,5)}により、高温割れ感受性におよぼすC, Si, P, Sの影響を求めた。ついでその結果にもとづきMIG溶

*原稿受付 昭和53年11月10日(昭和49年および昭和50年 秋季全国大会にて発表)

**正 員 新日本製鉄(株)製品技術研究所 Member, Products R & D Laboratories Nippon Steel Corp.

接ワイヤを試作し, C型治具拘束突合せ溶接割れ試験により Si, S, Mo の影響について実験した. また高温割れ破面近傍の成分偏析調査を行い, 割れ試験結果の裏付けとした.

2.1 供試材料

供試溶接ワイヤの化学成分を Table 1 に示す. N-4 は被覆アーク溶接棒用心線で, 被覆剤 (低水素系) より C, Si, P, S を調整した. N-40 は試作 MIG 溶接ワイヤの成分範囲を示す. 基本成分として C, Mn, Ni, Cr 含有量は一定とした. P については高温割れ感受性にはほとんど影響しない低い含有量 ($\leq 0.010\%$, 被覆棒による実験結果参照) におさえられた. N-15 は高温割れ感受性の高い MIG 溶接ワイヤ, N-37C は低い MIG 溶接ワイヤで, それぞれ割れ破面の偏析調査に用いた.

9% Ni 鋼板は ASTM-A 553-70 a (Gr A) を満足するもので, 板厚は 19 mm, 化学成分を Table 2 に示す.

2.2 高温割れ実験要領

C型治具拘束突合せ溶接割れ試験条件を Table 3 に示す. 被覆アーク溶接ではルート間隙を 3 mm, 溶接速度 200 mm/min と割れ率を高める条件とした. MIG 溶接はパルスアーク条件で行ったが, 溶着防止のためルート間隙を 2 mm とし, また試験板 1 枚あたりのビード数を 3 本としてクレータ長さの割合が過大にならないようにした. 被覆アーク溶接では標準通りクレータ割れも含めて割れ率を求めたが, MIG 溶接ではクレータを除外しビード本体の割れ率で評価するようにした. 結果はくりかえし 2 試験板の平均値で表示した.

Tigamajig 割れ試験⁵⁾の条件を Table 4 に示す. この試験は所定の化学成分の薄板試験片の表面中央に固定 TIG アークにより溶融池をつくり, アークを切ると同時に所定の曲率を持ったダイブロックを裏面より押しあてて, 溶融凝固部 (アークスポット) に変形を与える. その時試験片表面に付加される歪量 (ϵ) は試験片の板厚 (t) とダイブロックの曲率半径 (R) によって近似的にきまる ($\epsilon = t/2R$).

試験片は板厚 3 mm で被覆アーク全溶着金属を中央部に含むように作成した. 割れ率は溶融凝固部の割れ総長さを実体顕微鏡で測定し, これを溶融凝固部の面積で

Table 2 Chemical composition of 9% Ni steel used

Plate Thickness (mm)	Chemical Composition (%)					
	C	Si	Mn	P	S	Ni
19	0.08	0.25	0.58	0.007	0.005	8.85

Table 3 Welding conditions of FISCO cracking test

Groove shape	Welding process	Diameter of electrode (mm)	Root gap (mm)	Welding current (Amp)	Welding speed (mm/min)
SMAW	4.0	3	135 (AC)	200
	Pulsed MIG	1.2	2	220 (DCRP)	350

Table 4 Testing condition of Tigamajig weld cracking test

Size of specimen	TIG arc condition				Augmented strain
	Diameter of electrode	Shielded gas	Arc current	Arc time	
3 × 30 × 150 mm	1.6 mm	Ar 20 l/min	Amp 70	5 sec	1 %

除し算定した. 結果は 2 枚の試験片の平均で表示した. 付加歪量は 1% 一定とした.

なお被覆アーク溶接ではステンレス鋼被覆アーク溶接棒 (JIS Z 3221-1976) にもとづく全溶着金属の分析値, MIG 溶接では溶接ワイヤの分析値を用いて結果の整理を行った.

2.3 割れ破面近傍偏析の調査

ビード本体に割れを生じない N-37C ワイヤ, ビード本体割れ率の高い N-15 ワイヤを選び, 割れ破面近傍の成分偏析の調査を EPMA (Electron probe microanalyzer) および IMA⁶⁾ (Ion microprobe mass analyzer) で行った. EPMA による調査はビード横断面における中央の凝固会合部について行った. IMA による調査のためには, C型治具による拘束をはずして溶接し, ビード横断面に切欠を入れ衝撃によって割れ発生予想部分 (凝固の会合部) を調査用破面として露出させた.

Table 1 Chemical compositions of welding wires used

Code No.	Diameter	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Fe	Remark
N-4	4mm	0.14	0.01	1.62	0.005	0.007	39.80	9.86	4.01	Bal	Core wire for SMAW electrode
N-40	1.2	0.16	0.04 0.67	6.5	0.003	0.002 0.017	37	10	1.3 9.8	Bal	Chemical composition range of experimental wires
N-15	1.2	0.15	0.38	6.14	0.008	0.017	36.1	10.1	1.49	Bal	High cracking sensitivity
N-37C	1.2	0.16	0.23	6.50	0.002	0.006	37.2	9.77	6.38	Bal	Low cracking sensitivity

3. 実験結果および考察

3.1 被覆アーク溶接金属の高温割れ感受性におよぼす C, Si, P, S の影響

被覆アーク溶接棒により C, Si, P, S を変化させた場合の C 型治具拘束突合せ溶接割れ試験結果を Fig. 1 に示す。クレタ割れを含めて整理してあり、割れ率30%以下は高温割れがクレタに限られ、ビード本体には発生していないと見なしてよい。

C³⁾ は高温割れ感受性を高める成分であるが、各種実験結果からは適正範囲のあることも考えられる。今回の実験成分範囲では、C 含有量0.20%近くまでは割れ率の急激な増加はない。従って40% Ni 系溶接金属の適正 C 含有量は、強度確保のため0.15%とさだめ以後の実験では一定とした。

Si の有害性については、 γ 相の粒界に silicate film を生成し割れを助長すると言われており、Fig. 1 の結果でも、Si 含有量0.2%をこえるあたりから割れ率は急激に増加している。

P と S³⁾ については、Fe および Ni とそれぞれ低融点の共晶を生成し、これらの液相が凝固の最終段階で粒界に偏析するものとして、凝固割れの主要原因と考えられている。P と S どちらがより有害であるかについては、 α 相 γ 相を通じて種々検討されているが、いまだ確定した考察は見当たらないようである^{3,7)}。一方40% Ni 系溶接金属のような完全 γ 相においては、 α 相よりも P, S の最大溶解度が減少するところから、凝固の残液中に濃縮されて P, S の悪影響は強くでるものと考えられる^{3,7,8)}。Fig. 1 の結果からも、両元素とも0.01%をこえるあたりから割れ率を急激に高めている。そして両元素の影響を比較すると、Sの方がPよりも有害であると見ることが出来る。

Tigamajig 割れ試験における Si, P, S の影響を Fig. 2 に示す。C 含有量は0.11~0.16%と高温割れ感受性に影響しない範囲にある。Si 含有量の増加と共に高温割れ感受性は増加する。S と P の影響であるが、含有量0.01%以上においてPよりもSの方がより高温割れ感受性を高めることが示されている。これら Tigamajig 割れ試験の結果は、C 型治具拘束突合せ溶接割れ試験の結果と全く同一の傾向を示していると言える。

3.2 MIG 溶接金属の高温割れ感受性におよぼす Si, S, Mo の影響

有害元素 Si と S, および割れ感受性を低減すると言われている Mo⁹⁾ について実験した。なおPについては0.010% 以下になるよう溶接ワイヤを試作したので、系統的な実験は行っていない。

Fig. 1 Effect of carbon, silicon, sulfur and phosphorus on hot cracking sensitivity of shielded metal arc weld metal by FISCO cracking test

Fig. 2 Effect of silicon, sulfur and phosphorus on hot cracking sensitivity of shielded metal arc weld metal by Tigamajig weld cracking test

Fig. 3 Effect of silicon on hot cracking sensitivity of MIG weld metal by FISCO cracking test

C 型治具拘束突合せ溶接割れ試験による Si の影響を Fig. 3 に示す。Si が0.3%をこえるとビード本体にも割れが発生しはじめ、Si 量の増加と共に割れ率は増加する。ただしその影響は Mo 含有量によって異なり、1.5% Mo の場合、約0.4%の Si 量で80%近い高い割れ率を示すが、6% Mo の場合には0.4% Si でもビー

ド本体割れは発生していない。Sの影響を Fig. 4 に示す。S量が0.007%になるとビード本体に割れを発生しはじめ、S量の増加と共に割れ率は急激に増加し、0.010%をこえるとほとんどビード全長にわたり高温割れを生ずるようになる。

Fig. 5 は Si および S 両元素の影響をあわせて整理したものである。Si および S は高温割れの発生に強く寄与しており、それらの含有量が多いと割れを助長するが、Si と S の合計含有量が低くければ、ビード本体に高温割れを発生しない割れ不発生域が存在することがわかる。高温割れ感受性について、溶接ワイヤの Si と S の含有量にこのような関係があることは、40% Ni 系 MIG

Fig. 4 Effect of sulfur on hot cracking sensitivity of MIG weld metal by FISCO cracking test

Fig. 5 Effect of sulfur and silicon on hot cracking of MIG weld metal

Fig. 6 Effect of molybdenum on hot cracking sensitivity of MIG weld metal by FISCO cracking test

溶接ワイヤの成分設計上好都合である。即ち全姿勢溶接におけるビード形成上、ワイヤの Si は 0.2~0.25% が適量であるが、これに対応して S 量を割れ不発生域内に調整することにより、高温割れ感受性の十分低い MIG 溶接ワイヤを製造できるからである。

Mo の影響を Fig. 6 に示す。割れ発生域にある溶接ワイヤでも Mo 含有量が 3% をこえると割れ率は急激に減少する。しかしビード本体割れは皆無とはならず、スタート部に若干の割れを発生する場合がある。一方割れ不発生域に Si, S 含有量があれば、Mo 含有量を高めてもビード本体に高温割れは発生しないことが確認された。即ち、40% Ni 系溶接金属において、強度向上に有効な元素として Mo を添加しても高温割れを助長することはなく、溶接ワイヤの成分設計上好都合である。

3.3 高温割れ破面近傍のマイクロ偏析について

割れ発生域にあるワイヤ (N-15) と割れ不発生域にあるワイヤ (N-37C) をえらび、高温割れ破面近傍のマイクロ偏析を調査した。C 型治具拘束突合せ溶接割れ試験における N-15 ワイヤの高温割れ破面 (ビード縦方向) の SEM 像を Photo. 1 に示す。先ずビード本体の割れはセル状樹枝状晶がそのまま露出した破面で、明らかに高温域の凝固割れの形態を呈している。一方クレータ破面は、等軸ないしはセル状樹枝状晶が露出しているが最終凝固位置であるため凝固収縮による高温割れと言うことができる。

高温割れを生じた部分は凝固組織がそのまま破面に認められることから、隣接している結晶粒間の結合が妨げられ割れになったわけであるが、その要因としては次の二つが考えられる。(1) 粒界に低融点化合物が生成し結晶粒の結合を妨げた。(2) 凝固収縮によって空隙が生じ、その空隙を液相が充填できなかった。クレータ割れは最終凝固部で液相の供給がないこと、ならびに低 Si, 低 S の N-37C ワイヤでも割れていることから (2) が主要因と考えられる。従って粒界のマイクロ偏析を低減する

Photo. 1 Scanning electron micrographs of fracture surfaces of MIG weld metal (N-15 wire)

よう不純物元素量を低めても、凝固収縮による空隙の発生は避けられないので、40% Ni 系溶接ワイヤの成分設計上からのクレータ割れ防止は困難と考えられる。一方ビード本体の割れについては、N-15 ワイヤの Si, S 含有量の高いことから (1) の粒界マイクロ偏析が主要因と考えられる。

ビード中央の凝固会合部の縦方向破面について IMA による元素分析を行った結果を Fig. 7 に示す。分析成分は両ワイヤ間で含有量の異なる Si と S、およびベースとしての Fe とした。N-15 ワイヤの結果でわかるように、高温割れを生ずるビードの中央縦方向破面には Si と S が濃化していることが確認できた。高温割れを生じない N-37C ワイヤにおいては、Si, S と同様の傾向はほとんど認められない。

ビード横断面中央の凝固会合部について行った EPMA 線分析結果を Fig. 8 に示す。割れ発生域にある N-15 ワイヤのビードには Si, S の偏析の大きいことがわかる。

Fig. 7 Concentration of silicon and sulfur in the fractured surface of MIG weld metal

Fig. 8 Distribution of silicon, sulfur, phosphorus in the center of weld metal

なお P 含有量は、N-15 ワイヤが 0.008%, N-37C ワイヤでは 0.002% であるが、偏析は両者ともそれほど大きくなく、また大差のない結果である。

EPMA による線分析結果は、凝固組織に対応した成分偏析を示すものであるが、IMA による分析はその測定精度が Å オーダであること⁶⁾ から、高温割れ破面に存在するであろうマイクロ偏析に直接対応できるものと考えられる。今回の IMA による破面の直接分析から、高温割れ感受性が高い場合には、ビード中央の凝固会合部 (高温割れ発生予想部分) に深さ 100 Å 程度の Si, S のマイクロ偏析の存在が確認された。即ち Si および S の粒界偏析が高温割れの発生原因であることが、間接的に証明できたと考えよう。

4. 結 論

40% Ni 系溶接金属の高温割れ感受性におよぼす化学成分の影響について実験し、次の結論を得た。

1) 高温割れはビード中央の凝固の会合部に発生し、その破面にはセル状樹枝状晶が露出しており、凝固割れの形態を示している。

2) Si, P, S は高温割れ感受性を著しく高める。Si が 0.3% をこえると、P, S が 0.01% をこえると、いずれも高温割れ率の増加が顕著である。P と S を比較すると、割れ率への寄与は S の方が大きいとの結果が得られた。C は 0.2% 以上で割れ率を高めるが、その程度はあまり大きくない。

3) Si と S 量が多く高温割れを生ずる場合に、Mo 量を増すとビード本体割れ率は著しく減少するが零にはならない。逆に Si と S 量が少く高温割れが発生しない場合に、Mo を添加しても新たに高温割れを生ずることはない。

4) P 量を 0.010% 以下とした MIG 溶接ワイヤにおいて、Si が約 0.5% 以下の範囲では、Si の増加にともなって S を 0.013% から 0.002% 程度まで減少させれば、ビード本体に高温割れ発生のないことがわかった。

5) Si と S がこのような範囲をこえ高温割れを発生する場合、高温割れ破面に対応するビード中央の凝固会合部の破面には、Si と S のマイクロ濃化偏析が存在することを IMA で確認した。Si と S が少なく高温割れ不発生域にある場合には、このような濃化偏析は認められなかった。この事実からビード本体高温割れの原因は Si, S の粒界における低融点フィロムの生成であると考えた。

6) クレータに生ずる高温割れは凝固収縮による割れであり、Si, S を低めるなどの成分調整のみによってこれを防止することは困難と考えられる。

参 考 文 献

- 1) 堀田, 西: 9% Ni 鋼および5.5% Ni 鋼の溶接, 溶接技術, 22-4 (1974) 26-32
- 2) H. Yoshimura et al: 37 Ni type welding electrode for low temperature steel, Trans. JWS, 1-2 (1970) 72-79
- 3) 田村: オーステナイトステンレス鋼の溶接割れ, 本誌, 41-2 (1972) 26-30
- 4) W.F. Savage et al: Effect of minor elements on the hot-cracking tendencies of Inconel 600, Weld. J., 56-8 (1977) 245-S-253-S
- 5) 西, 本間, 小平: Tigamajig 割れ試験とその適用について, 本誌, 投稿中
- 6) 松本, 佐藤, 鈴木: イオンマイクロナライザーとその鉄鋼材料研究への応用, 鉄と鋼, 60-13 (1974) 1980-1988
- 7) 中川, 松田: 溶接金属の高温割れのパラクトグラフィ, 本誌, 47-8 (1978) 20-25
- 8) 益本, 玉置, 沓名: オーステナイト鋼溶接金属の熱間割れについて, 本誌, 41-11 (1972) 56-64
- 9) 西尾, 大前, 吉田: インコネルの潜弧溶接における高温割れ防止の研究, 第47回溶接冶金研究委員会, WM-405-72

超音波溶接に関する研究 (4)*

—溶接片の形状効果の改善について—

辻 野 次郎丸** 森 栄 司***

Studies on Ultrasonic Welding [Report 4]*

—Improvement of the Weld Strength Fluctuation by Specimens Vibration—

Jiromaru Tsujino** and Eiji Mori***

The weld strength of ultrasonic welding is affected by the vibration characteristics of specimens, and the welding is almost impossible in the case the upper specimen is at anti-resonance condition of longitudinal vibration.

Weldment surface conditions have direct effects on the weld strength, and the adequate inserted materials to the welding surfaces such as grease or certain kind of polymers are very effective to weld successfully.

The purpose of the study is to investigate the effects of the inserted materials on the weld strength fluctuation by specimens vibration and to find out the method effective to improve the weld strength fluctuation by specimens vibration.

The welding equipment with vibration frequency auto-tracking and constant vibration velocity controller is used, and the input high frequency current, input power to welding system and tip vibration amplitude etc. are measured and recorded.

The results obtained are as follows;

- 1) The inserted materials to welding surfaces are effective to improve the weld strength fluctuation by lower specimens longitudinal anti-resonance vibration.
- 2) The upper specimen length effect impossible to weld is not improved by inserted materials.
- 3) Adequate change of welding tip vibration direction is effective to avoid the difficulties caused by upper specimen longitudinal anti-resonance vibration.
- 4) Phase change of reflected wave along the specimens with metal block clamping of upper specimen at the adequate positions etc. is effective to avoid the welding difficulties caused by upper specimen vibration.

1. 緒 言

超音波振動により金属試料を接合する場合に、溶接チップ振動方向が試料の面内方向であるため、溶接片の形

状により溶接部の振動特性が変化し、溶接強度が大きく変動し溶接に難易が生じる (溶接片の形状効果)^{1,2,6,7)}。

筆者らは、また超音波溶接を行なう場合に、溶接試料を清浄にし、溶接面に適当な介在物 (グリース類, ある種の高分子など) を挿入することにより、振動エネルギーが溶接面へ有効に伝達され、同一溶接作業条件でも、溶接強度が大で、安定な溶接ができる効果 (介在物の効果) を見出している^{3,4,8)}。

本研究は、介在物の効果が溶接片の形状効果にどのよ

*原稿受付 和53年2月28日 (昭和52年12月8日 第10回抵抗溶接研究委員会研究討論会にて発表)

**正 員 神奈川大学工学部 Member, Faculty of Engineering, Kanagawa University

*** 東京工業大学精密工学研究所 Research Laboratory of Precision Machinery and Electronics, Tokyo Institute of Technology.