研究論文

SUS304L型 ステンレス鋼溶接熱影響部
の透過電子顕微鏡観察*

桑 名 武**, 粉 川 博 之**

Transmission Electron Microscope Observations of
SUS304L Stainless Steel Heat Affected Zone*

by Takeshi Kuwana** and Hiroyuki Kokawa**

The micro-structure distribution of SUS304L stainless steel heat affected zone was investigated by transmission electron microscopy. The results are as follows:

- (1) Small ferrite phases were observed at sub-boundaries near the fusion boundary in the coarse grained region by transmission electron microscopy, which were not recognized by optical microscopy.
- (2) The degree of recovery in the dislocation structure became lower in the heat affected zone with the distance from the fusion boundary.
- (3) No grain boundary precipitations were observed in the grain boundary etched region by transmission electron microscopy.
- (4) The Vickers hardness distribution can be explained by the distribution of grain size and dislocation density.

1. 緒 言

溶接部の微視的組織は場所によって非常に異なり、諸性質もそれに敏感に依存する。そこで著者らは前報¹⁾で SUS 304 L 型ステンレス鋼溶接部の溶接金属についての微視的組織分布を透過電子顕微鏡を用いて調べ、フェライトの形態、分布等が場所によってかなり異なることを報告した。本報では同材料溶接部のうち熱影響部の透過電子顕微鏡観察について報告する。熱影響部の組織は溶接金属とは異なり溶接前の材料の組織と密接な関係を有すると考えられることから、本報は熱影響部各部の微視的組織の分布及び未溶接母材との比較検討を目的として行なわれた。

2. 実験方法

前報¹⁾と同じ SUS 304 L 型ステンレス鋼の試片 (90 × 150 × 10.5 mm) を、溶接電流: 200 A, アーク電圧: 17 V, アーク長: 10 mm, 溶接走行速度: 18 cm/min で

アルゴン被包 (18 l/min) TIG 溶接 (溶加材なし) を行った。その後、溶接線に垂直な断面を電解エッチングし、光学顕微鏡観察、マイクロビッカース硬度測定を行った後、Fig. 1 に示すように前報¹⁾と同様の手法で透過電顕用薄膜試料の作製を行った。透過電顕観察は JE M 200 B 型を用い加速電圧 200 kV で行った。なお、光学顕微鏡観察、電顕観察及び硬度測定において互いに場所的対応がつくよう十分注意を払った。更に透過電顕観察に用いた薄膜試料を電解エッチング後光学顕微鏡観察を行い、電顕組織と光学顕微鏡組織とを直接比較した。

3. 実験結果及び考察

3.1 透過電子顕微鏡観察

Fig. 2 は TIG 溶接したビード断面の模式図で、透過電顕 (TEM) 観察を行った場所を番号で示した。ビード断面の光学顕微鏡組織は大きく 4 つの領域に区分することができる。それらは Fig. 2 に示すように、溶接金属 (A)、熱影響部粗粒域 (B)、熱影響部粒界腐食域 (C)、母材原質部 (D) の 4 つの領域である。溶接金属については溶接条件は異なるが前報¹⁾で詳しく述べたので、以下ではその他の領域について言及する。

*原稿受付 昭和57年1月21日 (昭和55年度秋季全国大会にて発表)

**正 員 東北大学工学部 Member, Faculty of Engineering
Tohoku University

Fig. 1 Experimental procedures and the schematic illustrations

Fig. 2 Schematic illustration of the cross section

Fig. 3 に未溶接母材の組織を示す。(a) は光学顕微鏡組織で、(b) は透過電顕用薄膜試料を電解エッチングして光学顕微鏡観察したものである。(b) の中央の黒く見える円形の領域はジェット式電解研摩法によってできた穴であり、薄膜試料のうち穴の周辺の膜厚の薄い領域が透過電顕の観察視野である。(a)、(b) いずれも多数の双晶が観察される。(b) の試料を透過電顕観察した組織が(c)である。多くの転位が方向性をもって配置しているように見える。(d) は(c)の組織の中央部から得られた制限視野回折パターンである。(d) からオーステナイトのすべり面である $\{111\}$ 面のトレースを求めたところ、(c)で見られる転位線の伸びている方向が $\{111\}$ 面トレースとはほぼ一致することがわかった。このような

傾向は観察された未溶接母材中の転位組織すべてに見られた。なお、未溶接母材中にはフェライトは全く観察されなかった。また、本研究に使用した母材は市販のままですぐに熱処理、加工等は与えていない。

溶接部の組織には溶接金属を除いてほとんどフェライトは存在しないが、いわゆる部分溶融領域 (partially melted zone)²⁾ では光学顕微鏡でははっきりと大きなフェライトが見られる。また、熱影響部粗粒域でもボンドに近い部分では光学顕微鏡では確認されない小さなフェライトが、TEM で粒界あるいはサブバウンダリー上に観察された。Fig. 4 はボンドにかなり近い部分から切り出した薄膜試料の光学顕微鏡組織 (a) と透過電顕 (TEM) 組織 (b) である。(a) ではフェライトは認められないが、(b) の TEM 組織ではサブバウンダリー上に丸い小さなフェライトが点在するのが見られた。しかしボンドからある程度 (この場合は約 1 mm) 以上離れると TEM 組織中にもフェライトは全く見当らなかった。Fig. 5 と 6 は熱影響部粗粒域の組織である。Fig. 5(a) は Fig. 2 の⑦の光学顕微鏡組織で (b) はそこから切り出した TEM 用薄膜試料の光学顕微鏡組織であり、(c) は (b) の TEM 組織である。(c) からわかるように転位の再配列によるサブバウンダリーがしばしば観察され、再結晶過程に見られるような組織の回復が認められる。サブバウンダリーの形が不安定であったりまた完全に組まれているのは、TIG 溶接による熱サイクルが比較的短時間であるためと思われる。Fig. 6 は Fig. 2 の⑤から切り出した TEM 用薄膜試料の光学顕微鏡組織 (a) とその TEM 組織 (b) である。(a) に見られる多くの双晶は TEM では (b) のように観察され、平行な双晶境界はいずれも FCC の双晶面である $\{111\}$ 面トレースと一致する。

Fig. 7 は熱影響部粒界腐食域である Fig. 2 の⑩の組織であるが、(a) の光学顕微鏡組織に見られるように電解エッチングによって粒界が著しく腐食されている。このような粒界腐食は一般に粒界へのクロム炭化物析出が原因して粒界近傍にクロム欠乏帯が形成されるため³⁾と考えられている。しかし本試料は SUS 304 L 材で、炭素含有量が少なく (0.022 wt%) クロム炭化物の析出はおこり難い材料とされている。(b) は (a) から切り出した TEM 用薄膜試料の光学顕微鏡組織であるが、(a) と同様粒界腐食が現われている。(c) は (b) の TEM 組織であるが、粒界上に炭化物と思われるような析出物は認められない。粒界腐食域のいくつかの粒界について TEM 観察を行ったが、同様に析出物は見当らなかった。そこで (a) に見られる粒界腐食は非常に微細なクロム炭化物かあるいは粒界への不純物偏析に起因するのでは

Fig. 3 Micro-structures of the base metal;
 (a) optical micrograph, (b) optical micrograph of the thin foil specimen,
 (c) transmission electron micrograph of (b) specimen, (d) electron diffraction pattern of (c) region

Fig. 4 Micro-structures near the fusion boundary;
 (a) optical micrograph, (b) transmission electron micrograph

Fig. 5 Micro-structures in the coarse grained region (No. 7 in Fig. 2);
 (a) optical micrograph, (b) optical micrograph of the thin foil specimen,
 (c) transmission electron micrograph

Fig. 6 Micro-structures in the coarse grained region (No. 5 in Fig. 2);
 (a) optical micrograph, (b) transmission electron micrograph

Fig. 7 Micro-structures in the grain boundary etched region (No. 10 in Fig. 2);
(a) optical micrograph (b) optical micrograph of the thin foil specimen,
(c) transmission electron micrograph

ないと思われる。なお、熱影響部粗粒域及び粒界腐食域を通じて一般に個々の転位はわん曲したものが多く無秩序に配置した転位組織を示し、Fig. 3(c)の未溶接母材中に見られたような方向性をもった転位組織は観察されなかった。

Fig. 8 と 9 は熱影響部と母材原質部の境界付近すなわちそれぞれ Fig. 2 の④と⑨から得られた組織である。Fig. 8(a) 及び (b) のように光学顕微鏡で見ていわゆる母材原質部の組織であっても、熱影響部に近いところでは (c) のように TEM でいくらか回復しているような転位組織が観察されることがある。しかし多くは Fig. 9 (b) のように未溶接母材 (Fig. 3(c)) とよく似た方向性をもった転位組織を示し、方位解析の結果これらの転位線も主に $\{111\}$ 面トレース方向に伸びていることがわかった。Fig. 10 は母材原質部すなわち Fig. 2 の⑩の組織であるが、この程度(この場合は約 1.5mm)熱影響から離れるとほとんど未溶接母材と同じような組織になり、やはり $\{111\}$ 面トレース方向に伸びた転位組織を

示す。これらの観察から、転位組織の上では溶接による熱影響を受けるのは粒界腐食域より幾分(この場合は 1mm くらい)外側の領域までと考えられる。

3.2 ビッカース硬度分布

以上の組織観察結果から、結晶粒径及び転位密度の分布を調べ、マイクロビッカース硬度分布と比較検討した。Fig. 11 はビード表面から深さ方向への粒径分布を示す。粒径は熱影響部のボンドに近いところで最も大きく、遠ざかるに従って減少し次第に点線で示した母材の値に近づく傾向を示している。ただし、溶接金属は Fig. 12 に示すようにオーステナイトとフェライトの 2 相になっているためここでは除いたが、その平均フェライト間隔は数 μm であり熱影響部の粒径に比べてかなり小さいものである。Fig. 13 は同じくビード表面から深さ方向への転位密度分布を示す。転位密度測定には比較的高転位密度まで測定が可能な Ham の方法⁴⁾を採用した。その際の膜厚測定には粒界の消費腐蝕及び転位のスリップトレース等を利用した⁵⁾。転位密度は溶接金属と

Fig. 8 Micro-structures in the unaffected region (No. 4 in Fig. 2);
(a) optical micrograph, (b) optical micrograph of the thin foil specimen,
(c) transmission electron micrograph

Fig. 9 Micro-structures in the unaffected region (No. 9 in Fig. 2);
(a) optical micrograph, (b) transmission electron micrograph

熱影響部のボンド付近では低い値がそれより遠くなると母材（点線）よりむしろ高い値を示しており、観察範囲内

では母材の値には戻らなかった。この理由としては溶接によるひずみの影響が考えられるが、はっきりとしたこ

Fig. 10 Micro-structures in the unaffected region (No. 13 in Fig. 2);
(a) optical micrograph, (b) optical micrograph of the thin foil specimen,
(c) transmission electron micrograph

Fig. 11 The relationship between the grain size and the distance from the upper surface;
A. the weld metal, B. the coarse grained region, C. the grain boundary etched region, D. the unaffected region

Fig. 12 A typical example of optical micrograph of the weld metal

のマイクロビッカース硬度分布を示す。ばらつきはあるものの、硬度は溶接金属で高く熱影響部に入ると低くなりボンドから遠ざかるに従いゆるやかに上昇する傾向を示し、測定範囲内では母材より幾分高い値をとって

とはわからない。Fig. 14 はビード表面から深さ方向へ

Fig. 13 The relationship between the dislocation density and the distance from the upper surface; A. the weld metal, B. the coarse grained region, C. the grain boundary etched region, D. the unaffected region

Fig. 14 The relationship between the Vickers hardness and the distance from the upper surface; A. the weld metal, B. the coarse grained region, C. the grain boundary etched region, D. the unaffected region

る。この傾向は次のように説明することができる。硬度はその場所の変形応力に依存すると考えられ、変形応力は転位の平均自由行程が小さい程高いと言われている⁶⁾。SUS 304 L 鋼溶接部において転位の平均自由行程を決めるものは、溶接金属では主に δ/γ 界面、熱影響部と母材原質部においては粒界であると考えられる。従って δ/γ 界面あるいは粒界の間隔が小さい程変形応力及び硬度は大きくなる。またあらかじめ粒内に転位が存在する

場合はその密度が高い程加工硬化が早くから生じ変形応力及び硬度は幾分高くなると考えられる。このようなことから、溶接金属ではフェライトとオーステナイトのち密な組織であるため硬度が高く、熱影響部ではオーステナイト単相でしかも粒径が大きいため硬度が下がりボンドから遠ざかるに従って粒径が減少するため Hall-Petch の関係から硬度が徐々に上がるものと考えられる。更に Fig. 13 の転位密度の増加が熱影響部での硬度の上昇を助けるのではないかと思われる。

4. 結 論

光学顕微鏡及び透過電子顕微鏡を用いて SUS 304 L 型ステンレス鋼溶接熱影響部の組織観察を行い次の結果を得た。

- (1) 熱影響部粗粒域のボンドに近い部分で、光学顕微鏡では認められない小さなフェライトが粒界およびサブバウンダリー上に点在しているのが TEM 観察された。
- (2) 転位組織から見て、ボンドに近い程回復した組織を示し、粒界腐食域より幾分外側の領域まで溶接による熱影響が及んでいるものと考えられる。
- (3) 粒界腐食域では粒界へのクロム炭化物析出が予想されたが、TEM 観察では粒界析出物は見当らなかった。
- (4) ビッカース硬度分布は結晶粒径及び転位密度分布から説明することができた。

終りにのぞみ本実験に御協力下さった東北大学本田明技官ならびに相沢祐一工学士に謝意を表します。

参 考 文 献

- 1) 桑名武, 粉川博之; SUS304L 型ステンレス鋼溶接金属の透過電子顕微鏡観察, 溶接学会誌, 51-11 (1982), 933-940.
- 2) W.F. Savage, E.F. Nippes and E.S. Szekeres; A Study of Weld Interface Phenomena in a Low Alloy Steel, Weld. J., 55-9 (1976), 260s-268s.
- 3) 久松敬弘, 小川洋之; ステンレス鋼の局部腐食 (第2部), 鉄と鋼, 63-5 (1977), 25-37.
- 4) R.K. Ham; The Determination of Dislocation Densities in Thin Films, Phil. Mag., Vol. 6 (1961), 1183-1184.
- 5) P.B. Hirsh, A. Howie, R.B. Nicholson, D.W. Pashley and M.J. Whelan; Electron Microscopy of Thin Crystals, Butterworth, London, (1965), p. 415-422.
- 6) H. Fujita and T. Tabata; The Effect of Grain Size and Deformation Sub-Structure on Mechanical Properties of Polycrystalline Aluminum, Acta Met., 21-4 (1973), 355-365.