HAZ 割れ感受性に及ぼす結晶粒径の影響*

—Inconel 718 鋳造合金の溶接性に関する研究 (第2報)—

西本 和俊**, 禹 仁秀***, 田中 勝之****, 白井 誠*****

Effect of Grain Size on HAZ Cracking Susceptibility

—Study on weldability of Cast Alloy 718 (Report 2)—

by Kazutoshi NISHIMOTO**, Insu WOO***, Katsuyuki TANAKA**** and Makoto SHIRAI*****

The purpose of the present study was to investigate the effect of grain size on HAZ cracking susceptibility of cast alloy 718. Three kinds of base metals with three different levels of grain size were used. HAZ cracking susceptibility has been evaluated by using Spot-Varestraint test at four different strain levels. It was found that HAZ cracking susceptibility was dependent on the grain size. The length of HAZ cracking decreased with decreasing the grain size. According to Isothermal Liqaution test, smaller grain size reduced the ratio of grain boundary liquation. Microscopic observation revealed that the percentage of Laves cluster on the grain boundary was decreased with decreasing the grain size. On the basis of these results, the improvement of HAZ cracking susceptibility by smaller grain size was considered to be attributed to the reduction of Laves cluster on grain boundary.

Key Words: Grain size, HAZ cracking susceptibility, Cast alloy 718, Spot-Varestraint test, Isothermal Liqaution test, Laves cluster

1. 緒 言

前報¹⁾において、Inconel 718 鋳造合金では、HAZ における液化割れの発生が問題となることを示し、HAZ 割れは、Laves cluster の組成的液化に伴う粒界液化が主たる原因であることを明らかにした。

この結果に基づくと、HAZ 割れ感受性を改善するためには、基本的には Laves cluster の組成的液化に起因した粒界液化を低減させる方策が必要となる。このためには、母材の粒界に存在する Laves cluster の量を減少させることが有効であると考えられる。

粒界の Laves cluster の生成量は、合金の化学組成、結晶粒および熱処理などにより、変化する。Inconel 718 鋳造合金における HAZ 割れの改善を行うためには、割れ感受性に及ぼすこれらの要因の影響を明らかにする必要がある。

これらの要因のうち、結晶粒径と HAZ 割れ感受性との関連性は、主として鍛造合金に対して研究が行われてきた。すなわち、Thompson ら²⁾、Lucas ら³⁾ および Robinson ら⁴⁾ は、Inconel 718 鍛造合金の割れ感受性が結晶粒微細化により改善されることを示した。しかしながら、Inconel 718 鋳造合金の HAZ 割れ感受性と結晶粒径に関する定量的研究は比較的少なく、その改善機構などについても未だ未解明な点が多い。

そこで、本報では、HAZ 割れの改善に関する基礎的知見を得ることを目的とし、結晶粒径が異なる Inconel 718 鋳造合金に対し、スポットバレストレイン試験および等温液化試験を行い、HAZ 割れ感受性に及ぼす結晶粒径の影響を調査した。この結果に基づき、結晶粒微細化による HAZ 割れ感受性の改善機構について考察を行った。

2. 供試材料および実験方法

2.1 供試材料

本研究に使用した供試材料は結晶粒径が異なる Inconel 718 鋳造合金の鋳放し材 (100¹×50^w×5^t) である。この合金の化学組成を Table 1 に示す。各試験片の結晶粒は鋳造時、鋳込み温度の差により 3 水準に変化させた合金を製作した。各供試材料の結晶粒径を Table 2 に示す。

*原稿受付 平成11年1月26日 平成9年度秋季全国大会で発表

**正 員 大阪大学大学院工学研究科生産科学専攻 Member, Graduate school, Osaka university

***学 生 員 大阪大学大学院工学研究科生産科学専攻 Student Member, Graduate school, Osaka university

****正 員 新明和工業(株) Member, SinMaywa Industries, Ltd.

*****正 員 宇宙開発事業団 Member, National Space Development Agency of Japan

Table 1 Chemical composition of cast alloy 718 (mass%).

Material	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Cu	Mo	Al	Ti	B	Fe	Co	Ta	Ti+Al	Nb+Ta
Inconel 718	0.05	<0.01	<0.01	0.001	0.002	51.98	19.28	<0.01	3.02	0.50	0.77	0.003	17.81	<0.01	0.05	1.27	5.24

Table 2 Grain size of base metal.

Alloy	Mark	Grain size (mm)
As cast	A	2.798
	B	1.622
	C	0.468

2.2 スポットバレストレイン試験

HAZ 割れ感受性を評価するためにスポットバレストレイン試験を行った。試験に際して、Fig. 1 に示すように $100 \times 50 \times 5$ の試験片を曲げ治具の上に固定した。その後、試験片中央部に TIG により静止したアークを点弧し、約 25 s 経過後、2 個のヨークを同時に急激に落下させて、HAZ に割れを発生させるようにした。付加ひずみ量は、0.49, 0.98, 1.9, 2.9% の 4 段階に変化させた。溶接条件は溶接電流 60 A, アーク電圧 10 V である。試験後、光学顕微鏡を用い、試験片の表面部について割れ発生状況を調査した。

2.3 HAZ 温度分布の測定方法

スポットバレストレイン試験によって得られた割れ発生範囲を温度に換算するために HAZ の温度分布を以下のようにして測定した。まず、Fig. 2 に示すように試験片の裏面より 1.5 mm 径で深さ 4.5 mm のドリル穴を約 0.5 mm 間隔であけ、その底に白金-白金ロジウム ($0.3 \text{ mm } \phi$) 熱電対をパーカッション溶接した。この試験片上にスポットバレストレイン試験と同条件で溶接を行い、HAZ の温度分布を測定した。その後、熔融境界線から熱電対の溶着部までの距離を測定し、熔融境界線からの距離とした。

2.4 粒界液化率の測定方法

HAZ に見られる粒界液化現象を再現するため、以下に示す等温液化試験を行った。まず、各供試材料より作製した $5 \text{ mm}^1 \times 5 \text{ mm}^w \times 5 \text{ mm}^t$ の試験片を高周波誘導加熱装置により Ar 雰囲気中で、各ピーク温度まで 50 K/s の加熱速度で急速加熱した後、その温度で約 5 sec 保持し、水冷により急冷する熱サイクルを付加した。その後、試験片中央部の断面について SEM を用いた観察に供した。粒界液化率は 1000 倍の倍率で観察した任意の 10 視野で Fig. 3 に示すように結晶粒界の総長さ (ΣL_g) と粒界上の液化部分の総

Fig. 1 Schematic illustration of Spot-Varestraint test. **Fig. 2** Specimen for measuring distribution of temperature in HAZ.

L_i : length of grain boundary liquation

L_g : length of grain boundary

Liquation ratio (%) = $\frac{\Sigma L_i}{\Sigma L_g} \times 100$

Fig. 3 Schematic illustration of grain boundary liquation and definition of liquation ratio on grain boundary.

長さ(ΣL_l)を測定して次式により評価した

$$\text{粒界液化率(\%)} = (\Sigma L_l / \Sigma L_g) \times 100$$

2.5 単位体積当たりの粒界面積の測定方法

各供試材料における単位体積当たりの粒界面積は以下のようにして求めた。まず、各供試材の中央部より切断した $20\text{ mm}^l \times 20\text{ mm}^w \times 5\text{ mm}^t$ の試験片の表面および断面部について、光学顕微鏡を用いて結晶粒の長径および短径を調査した。その後、各試験片の結晶粒を六角柱と仮定し、単位体積当たりの粒界面積を求めた。

3. スポットバレストレイン試験結果

3.1 HAZ 割れの組織学的検討

スポットバレストレイン試験より、割れ感受性を正確に評価するためには、アーク消弧と試験片にひずみの付加のタイミングが重要となる。本研究では、アーク消弧スイッチと付加ひずみレバーとの間隔を可変とし、アーク消弧と同時にひずみが付加されるように調整した。

スポットバレストレイン試験により得られた溶接部の割れ発生状況を Fig. 4 に示す。溶接割れは溶接金属部内では

認められず、全て HAZ で発生している。これらの HAZ 割れは溶融境界線に対して垂直な方向の母材の結晶粒界に沿って伝播している様子がうかがえる。また、割れによって開口した部分の溶融境界線近傍では、融液が侵入して割れの一部が塞がれる、いわゆるヒーリング現象が発生しているのが認められる。

HAZ 割れの特徴をより詳細に調査するため、割れ破面解析を行った。Fig. 5 は C 材の HAZ 割れについて SEM を用いて破面観察を行った結果である。Fig. 5(a) は割れ破面全体を示すマクロ写真である。割れ破面は全体的に粒界破面状であるが、その表面は滑らかな曲面となっていることがわかる。また、Fig. 5(a) に示す HAZ 割れ発生部の高温側の A 部分および低温側の B 部分を拡大したものをそれぞれ Fig. 5(b) および Fig. 5(c) に示す。割れ破面のいずれの部分の表面も、細い起伏を持って、滑らかな様相となっている。これらの様相から、本合金の HAZ 割れ発生時には粒界に薄い液膜が存在していたものと推察される。

以上のことより、スポットバレストレイン試験により発生した HAZ における割れは前報¹⁾で示した実際の溶接部で発生するものと同様な液化割れであることが明らかとなった。

Fig. 4 HAZ cracks observed in Spot-Varestraint test.

(a) Crack surface in lower magnification

(b) Higher magnification of A in (a)

(c) Higher magnification of B in (a)

Fig. 5 Fractograph of HAZ crack obtained in Spot-Varestraint test.

- (a) Crack surface in lower magnification
 (b) Higher magnification of A in (a)
 (c) Higher magnification of B in (a)

3.2 HAZ 割れ感受性の定量的評価

スポットバレストレイン試験により得られた各試験片の HAZ 割れについて、総割れ長さおよび最大割れ長さを調査し、結晶粒径との関係で整理した結果を Fig. 6 に示す。いずれの材料においても、結晶粒径が小さくなるに従って、総割れ長さおよび最大割れ長さ共に減少する傾向が見られる。この傾向は特に付加ひずみ 2.9% の場合でより顕著である。

次に、HAZ 割れ感受性に及ぼす結晶粒径の影響をより明確にするため、割れ発生温度範囲による評価を行った。割れ発生温度を決定するためには、HAZ の温度分布曲線を求める必要がある。HAZ の温度分布曲線は、実測値を理論計算曲線で補間する方法により以下の要領で求めた。熱伝導に関する理論より、瞬間点熱源によるまわりの最高到達温度の近似式は次式のように与えられている⁵⁾。

$$T_m = \theta_m - \theta_0 = \frac{q}{c\rho} \cdot \left(\frac{3}{2\pi e} \right)^{\frac{3}{2}} \cdot \frac{1}{r^3} \quad (1)$$

ただし、 T_m ：最高到達温度、 θ_m ：温度、 θ_0 ：初期温度、 q ：板の原点へ入る入熱、 c ：比熱、 ρ ：密度、 r ：熱源からの距離

ここで、熱源からの距離 r を、熱源から溶融境界線までの距離 r_0 および溶融境界線から母材側へ向けての距離 L を用いて表すと、(1)式は(2)式のように表される。

$$T_m = \theta_m - \theta_0 = \frac{q}{c\rho} \cdot \left(\frac{3}{2\pi e} \right)^{\frac{3}{2}} \cdot \frac{1}{(r_0 + L)^3} \quad (2)$$

(2)式を用い、 $L=0$ のとき、 $T_m = T_L$ (T_L ：溶融境界線温度) なる条件で、 q および r_0 をパラメータとして各地点での実測値に適合するように曲線を最小二乗法を用いて回帰させ、これを温度分布曲線とした。

HAZ の各地点における温度は 2.3 節で述べた方法で実測した。溶融境界線の温度 T_L は、前報¹⁾で得られたビードオンプレート溶接部の溶融境界線の温度である 1643 K を用いた。実測で得られた各地点の熱サイクルおよび溶融境界線の温度 $T_L = 1643$ K を式(2)に代入し、 q および r_0 をパラメータとして最適となる曲線を最小二乗法によって求

Fig. 6 Relationship between grain size and HAZ cracking susceptibility.

(a) Total crack length
 (b) Maximum crack length

め、これを HAZ の温度分布曲線とした。その結果を(3)式に示す。

$$T_m = \frac{1.14 \times 10^7}{(19.07 + L)^3} \quad (3)$$

(3)式に示す実験式を用いて Fig. 6 に示した各材の最大割れ長さを温度に換算し、付加ひずみとの関係で整理した

Fig. 7 Effect of grain size on crack temperature range.

結果を Fig. 7 に示す。この図より、結晶粒径が減少するに従い、割れ発生温度範囲が減少することがわかる。すなわち、付加ひずみ2.9%において、粗径のA材のHAZ割れ終端部温度が約1425 Kであるのに対して細径のC材は約1481 Kとなっている。さらに Fig. 7 より割れ発生温度範囲を換算すると、A材およびC材のHAZ割れに対しては、それぞれ約218 Kおよび162 Kとなり、結晶粒微細化によりHAZ割れ発生温度範囲は約56 K減少することがわかる。

以上の結果から、Inconel 718 鋳造合金におけるHAZ割れ感受性は、結晶粒を微細化にすることにより改善できることが明らかとなった。

4. 粒界液化現象に及ぼす粒径の影響

前述のごとく、Inconel 718 鋳造合金におけるHAZ割れは、粒界液化現象と密接な関連があるといえる。

そこで、結晶粒微細化により、HAZ割れ感受性が改善される機構を明らかにするため、等温液化試験を用い、各試験片について粒界液化現象を検討した。

Fig. 8 は熱処理前と保持温度1453 K で熱処理した各試験片の組織変化を観察した結果である。いずれの材料においても、等温液化試験後は粒界での白色相の生成量が増加する様子が見られる。前報¹⁾の結果より、粒界液化部の白色相は、共晶状のLaves相 (Fe_2Nb) であることが判明している。また、粒界液化開始後に見られる粒界の白色相は結晶粒径の減少とともに減少する傾向が認められる。

一方、結晶粒径と粒界液化との関係は各保持温度における粒界液化率と結晶粒径との関係を示した Fig. 9 をみる

(a) Before heated

(b) After heated

Fig. 8 SEM structures of cast alloy 718 before and after the isothermal liquation test : (Peak temperature : 1453 K)
(a) Before heated (b) After heated

と、より明確である。図での直線は実測値を最小二乗法により回帰したものである。いずれの保持温度においても、結晶粒が細くなるに従って粒界液化率が減少する。

一方、各合金の粒界液化開始温度 T_{Li} についてみると、最も結晶粒の粗いA材は約1380 K、最も結晶粒の細かいC材は1395 Kであり、細粒材は粗粒材に比べて粒界液化開始温度が約15 K 程度上昇することがわかる。

この事実は、結晶粒微細化による粒界液化率の減少が、単に生成物の量の変化のみならず、粒界の性質にも影響をうけていることを示唆するものといえる。

この結果から、結晶粒微細化により、HAZ 割れ感受性が改善されるのは、粒界液化率の減少および粒界の性質の変化に起因するものと推察される。

5. 考 察

5.1 Laves cluster による粒界析出量に関する考察

前述のごとく、結晶粒微細化により HAZ 割れ感受性が改善されるのは、粒界液化率の減少に起因することによる

Fig. 9 Relationship between grain size and liquation ratio on the grain boundary.
(T_{Li} : Initial liquation temperature of grain boundary)

ことが明らかとなった。本節では、結晶粒微細化により粒界液化率が減少する原因について考察を行う。

前報⁷⁾の結果より、Inconel 718 鋳造合金における粒界液化は、Laves cluster の組成的液化が主たる原因であることが明らかとなっている。そこで、各試験片の表面部の粒界に存在する Laves cluster の粒界占有率を測定した。Laves cluster の粒界占有率は粒界液化率の測定方法と同様な方法で測定した。その結果を Fig. 10 に示す。結晶粒径が小さくなるに従って Laves cluster の粒界占有率が減少する。最も結晶粒の細かい C 材の粒界占有率は約 1.8% であり、最も結晶粒の粗い A 材のそれが約 15% であるのに対して約 13.2% 生成量が少ないことが認められる。

この事実より、結晶粒微細化による粒界液化率の減少は Laves cluster の粒界占有率が減少することによるものと考えられる。すなわち、結晶粒微細化により HAZ 割れ感受性が改善されるのは、Laves cluster の粒界占有率の減少に起因した粒界液化率の減少が主たる原因となることが推察される。結晶粒微細化により Laves cluster の粒界占有率が減少する原因については以下のように考えられる。

一般に、鋳造合金において、生成相の晶出量は、合金の化学組成および凝固時の冷却速度により変化する。本研究に用いた各試験片の化学組成が一定であることから、粒界に存在する Laves cluster の量は凝固時の冷却速度により支配されるものと考えられる。Knorovsky⁶⁾によると、Inconel 718 合金の凝固過程は $L \rightarrow L + \gamma \rightarrow (\gamma + NbC) + L \rightarrow \gamma + L \rightarrow \gamma + \text{Laves}$ の順に凝固が進行し、Laves 相はその最終段階で共晶形成する。従って、冷却速度を増加させることにより製作された結晶粒微細化材は γ -マトリックスと Laves 相の共晶反応時間が短くなるため、Laves cluster の晶出量が減少したものと考えられる。

また、結晶粒微細化により Laves cluster の粒界占有率が減少する他の要因として、単位体積当たりの粒界面積が増加することが挙げられる。すなわち、結晶粒微細化により粒界面積が増加すると、単位粒界表面に存在する Laves

(a) Specimen A

(b) Specimen B

(c) Specimen C

Fig. 11 Grain shapes of Specimens (unit: mm).

Fig. 10 Effect of grain size on the amount of Laves cluster.

Fig. 12 Effect of grain size on the Sv.

cluster が減少し、これに起因して Laves cluster の粒界占有率が減少するものと考えられる。このことをより明確にするため、各試験片における単位体積当たりの粒界面積を2.5節で述べた方法により求めた。まず、各試験片の表面および断面に存在する結晶粒について長径および短径を調査した結果を Fig. 11 に示す。

次に、各試験片の結晶粒径と単位体積当たりの粒界面積との関係を計算により求めた結果を Fig. 12 に示す。これらの図より、A材からC材へと結晶粒径が減少することにより、単位体積当たりの粒界面積が約6倍増加することがわかる。

以上のことより、結晶粒微細化により Laves cluster の粒界占有率が減少するのは、 casting 時の冷却速度の増加および単位体積当たりの粒界面積の増加に起因するものと推察される。

5.2 粒界液化開始温度に関する考察

等温液化試験の結果より、粒界液化開始温度は結晶粒微細化により約15 K 程度上昇することがわかった。Zhu ら⁷⁾は Inconel 718 鋳造合金の凝固過程に対する不純物元素の影響を検討した結果、S, P の量の増加とともに γ -マトリックスと Laves 相の共晶温度が低下することを示した。そこで、前述の粒界液化開始温度の変化の原因を明らかにするため、S, P などの不純物元素の粒界偏析に着目し、その影響について検討を行った。Fig. 13 は熱処理前のA材における Laves cluster および NbC 近傍の SEM 組織および各元素の EPMA 面分析結果である。元素分析結果、不純物元素としては P, S が Laves cluster および NbC 近傍に分布されており、特に Laves cluster 内に集中して存在している。不純物元素に関しては、S の偏析が P より顕著であることが認められる。

次に、Laves cluster 近傍における S の粒界偏析量を測定した。S の定量化には、粒界に存在する Laves cluster の近傍について、20回の点分析を行い、その平均値を S の粒界偏析量とした。その結果を Fig. 14 に示す。結晶粒径が減少するに従って、S の偏析量が減少することがわかる。このことより、結晶粒微細化により、粒界液化開始温度が上昇するのは、Laves cluster 近傍の S の偏析量が減少することによるものと推察される。そこで、以下でその原因について考察する。

前報¹⁾の結果より、粒界液化開始温度は Laves cluster の組成的液化温度とほぼ一致する。従って、ここでは、粒界液化開始温度を Laves cluster の組成的液化温度と仮定することにする。Fig. 15 に γ と Laves 相の擬2元状態図を示す。ここで、温度 T_E は平衡時の Laves 相の液化開始温度である。平衡時において、Laves cluster の組成的液化は液化開始温度 T_E で Laves cluster 内に含有された Nb が γ -マトリックスに拡散流出することにより、液化が開始する。しかしながら、前節に示したごとく、Laves cluster 近傍に

S が偏析すると、粒界液化開始温度すなわち、Laves cluster の組成的液化開始温度が低温側に移動する。従って、結晶粒が微細化するに伴い Laves cluster 近傍の S の偏析量が減少すると、 γ -マトリックスの融点が増加することにより、 γ と Laves との共晶温度が平衡時の共晶線に近接し、Laves cluster の組成的液化温度が増加したものとすると推察される。

Fig. 13 Elemental scanning images in alloy A (G.S.: 2.798 mm).

Fig. 14 Effect of grain size on the S content in Laves cluster.

Fig. 15 Effect of S on pseudo-binary diagram of γ -Laves.

6. 結 言

HAZ 割れの改善策に関する基礎的知見を得ることを目

的とし、結晶粒が異なる Inconel 718 鋳造合金に対し、スポットバレストレイン試験および等温液化試験を行い、HAZ 割れ感受性に及ぼす結晶粒径の影響を調査した。得られた結果を以下に要約する。

- (1) スポットバレストレイン試験および HAZ 割れ発生温度範囲の検討結果より、結晶粒微細化により HAZ 割れ感受性が改善されることがわかった。
- (2) 結晶粒微細化により HAZ 割れ感受性が改善されるのは、Laves cluster の粒界占有率の低下に起因した粒界液化率の減少が主たる原因となることがわかった。
- (3) Laves cluster の粒界占有率が低下するのは、鋳造時の冷却速度の増加および単位体積当たりの粒界面積の増加に起因するものと推察された。
- (4) 結晶粒微細化による粒界液化開始温度の上昇は、粒界における低融点の S の量が減少することに起因するものと推察された。

謝 辞

本研究の遂行に際して、多大の御援助をいただき宇宙開発事業団に対して深く感謝致します。

参 考 文 献

- 1) 禹 仁秀, 西本和俊, 田中勝之, 白井 誠: "Inconel 718 鋳造合金における HAZ 割れの特徴", 溶接学会論文集 (投稿中)。
- 2) R.G. Thompson, J.J. Cassimus, D.E. Mayo and J.R. Dobbs: "The Relationship Between Grain Size and Microfissuring in Alloy 718", W.J., 64-4 (1985), 91s-96s.
- 3) M.J. Lucas, JR., C.E. Jackson: "The Welded Heat-Affected zone in Nickel Base Alloy 718", W.J., 49-2 (1970), 46s-53s.
- 4) J.L. Robinson and M.H. Scott: "Liquation cracking during the welding of austenitic stainless steels and nickel alloy", Phil. Trans. R. Soc. Lond. A295 (1980), 105-117.
- 5) 佐藤邦彦, 向井喜彦, 豊田政男: 溶接工学, 理工学社 (1979), 38-39.
- 6) G.A. Knorovsky, M.J. Cieslak, T.J. Headley, A.D. Romig, and W.F. Hammett: "A Solidification Diagram", Metall. Trans. A, vol. 20 (1991), 887-902.
- 7) Yaoxiao Zhu, Shunnan Zhang, Tianxiang Zhang, Lanhong Lou, Yiangjie Tong, Xiuzhen Ning, Zhuangqi Hu and Xishan Xie: "Effect of P, S, B and Si on the Solidification Segregation of INCONEL718 Alloy", Superalloys 718, 625, 706 and Various Derivatives, (1994), 89-98.