参 考 文 献

- 1) 仲田, 黄, 他: 「レーザ光・狭帯域干渉フィルタ併用法による溶接線・溶融池情報の検出に関する基礎的検討」溶接学会論文集, Vol.6 (1988), 123
- 2) 荒田, 井上: 「溶接自動制御系におけるパターン計測と処理へのコンピュータの応用」溶接学会誌, Vol.46 (1977), 129
- 3) 井上: 「溶接プロセスのオンライン検出のための画像処理(第1報)ー簡易型二値化画像処理装置の応用ー」溶接学会誌, Vol.49(1980), 609
- 4) 井上, 柴田, 他: 「横向往ローギャップ溶接の自動制御(第3報)ー画像処理による各種情報の検出, 測定方法ー」溶接学会誌, Vol.49 (1980), 867
- 5) 井上, 中村: 「デジタル画像処理による溶接線の検出」第83回溶接法ー第64回アーク物理合同委員会資料, (1981)

14Mn 鋼溶接熱影響部の粒界液化機構*

ー非磁性鋼の溶接 (第4報)ー

舟本孝雄**, 加藤光雄**, 志田朝彦**, 小倉 慧**, 喜多久直**, 中崎隆光**

Mechanism of Grain Boundary Liquation in Weld Heat-Affected Zone of 14% Mn Steel*

ーWelding of Non Magnetic Steel (Report 4)ー

by Takao Funamoto**, Mitsuo Kato**, Tomohiko Shida**, Satoshi Kokura**, Hisanao Kita** and Takamitsu Nakazaki**

In this report, mechanism of grain boundary liquation was investigated by high temperature microscope.

The results indicated that (1) temperature of grain boundary liquation by increasing heating rate was lower than solidus temperature (2) grain boundary liquation was closely related to melting of inclusion.

Key Words: Non magnetic steel, High manganese steel, Electron beam welding, Grain boundary liquation, High temperature microscope, Inclusion

1. 緒 言

筆者らは前報^{1,2)}までに 14 Mn 鋼の電子ビーム溶接性及び 14 Mn 鋼電子ビーム溶接部に発生する割れの冶金の検討を行なった結果を報告した。

適正な溶接条件の選定により良好な電子ビーム溶接ができるが, 溶接条件が不適正でビード形状が野球バット形の溶込み形状となる場合やビード幅が過大となる場合に熱影響部割れが発生すること, 熱影響部割れは粒界液化に起因して発生する割れであること, 粒界液化部では, 母材に比べ S が著しく偏析しており, 粒界液化が低融点硫化物の溶融に起因して発生すると推定されること等を述べた。しかし粒界液化と液化を誘起する低融点硫化物の生成機構などについては, 未検討であった。本報では, 粒界液化機構を明らかにするため, 試験片に熱サイクルを与え, 加熱過程で発生する粒界液化を高顕微鏡により直接観察した結果について報告する。

粒界液化の高顕微鏡による直接観察例としては, 高張力鋼³⁾, SUS 304, SUS 310⁴⁾等について行なわれた報告がある。これらの報告では粒界がマトリックスに比べ優先的に溶ける現象を, 加熱過程における粒界移動によって不純物が sweep up され粒界偏析が起こることによ

るとしているが, 14 Mn 鋼の粒界液化現象の観察結果は未だ報告されていない。そこで筆者らは, 14 Mn 鋼試験片に溶接熱影響部が受ける急速加熱サイクルを与え, その加熱過程で粒界と介在物がどのような挙動を示すかを直接観察した。

2. 実験方法

2.1 供試材

Table 1 は, 供試 14 Mn 鋼の化学組成を示す。Mn を主成分としてオーステナイトの安定化, 0.2% 耐力の向上を目的として C を約 0.6%, 電子ビーム溶接性をそこなわない範囲で N を約 200 ppm とし, O は 30 ppm

Table 1 Chemical composition (wt.%)

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	N	O	A.S. T ₁
14Mn steel	0.57	0.28	14.10	0.021	0.004	2.10	2.08	0.021	0.003	< 0.01

Fig. 1 Location of test specimen for observation of grain boundary liquation and dimension of test specimen (unit: mm)

*原稿受付 昭和62年10月23日 昭和62年度秋季全国大会で発表

**正 員 朝日製作所 Member, Hitachi Ltd.

と低く抑えた圧延鋼板である。

また割れ発生要因となる P, S は極力低く抑えられている。

Fig. 1 は、試験片の採取方法及び試験片形状を示す。板厚 90 mm の圧延材から板厚 12 mm の部材を切出し、さらに板厚 2 mm の試験片に加工した。また試験片中央部には、2 R の切欠きを設けた。なお、鋼板はすべて as-rolled 材である。

2.2 高温顕微鏡観察及び加熱方法

Fig. 2 は、高温顕微鏡炉内への試験片の装着状況及び加熱方法を示す。実験は、まず試験片の片面（観察面）にバフ研磨を施したのち、炉内に試験片を装着した。その後炉内を約 2.7×10^{-2} Pa の真空中に排気した後アルゴンガスを導入して 50~80 Pa のアルゴン雰囲気とした。

試験片の加熱は、交流直接通電方式で行なった。熱電対は、PR 熱電対を用い試験片中央部の観察面の裏面に溶着した。温度は、パイロメータによる測定及び電磁オシロに記録し測定した。加熱速度は、2 K/s, 5 K/s, 80-K/s 及び 180 K/s で行ない加熱過程での介在物と粒界の挙動を観察すると共に粒界液化開始温度 (TGL₁) を求めた。

Fig. 2 High temperature microscope used for observation of grain boundary liquation during heating

Fig. 3 Schematic view of two heat cycle

電子ビーム溶接の場合、溶接熱影響部の加熱速度は、500~1000 K/s⁹⁾ といわれているが、本実験の最高加熱速度は、本装置の限界である 180 K/s である。なお、熱分析により 14 Mn 鋼の液相線及び固相線温度を測定した。この時の加熱速度は 1 K/s である。

次に 14 Mn 鋼中の介在物と粒界液化との関連を調べる一実験として 2 サイクル加熱実験を行なった。Fig. 3 に加熱サイクルを示す。加熱速度はいずれも 80 K/s である。第 1 熱サイクルの加熱ピーク温度 (T₁) は、粒界移動開始温度以上の 1323 K, 1173 K 及び 1073 K とし室温まで冷却した後第 2 サイクルの加熱での粒界液化開始温度 (TGL₂) を測定した。以上の実験は第 1 熱サイクルで、介在物の組成変化を与えた後、第 2 熱サイクル加熱過程で粒界液化開始温度を測定する方法である。すなわち、介在物の粒界液化への影響を検討するために行なう実験である。

粒界液化開始温度の判定は、前述した種々の加熱速度の加熱過程を顕微鏡 (100 倍) で観察し、粒界液化が起ると同時に加熱を止め、冷却後電磁オシロに記録された温度を求める方法をとった。粒界及び介在物の液化の有無は、加熱中及び冷却後のマイクロ組織変化によって判定した。さらに走査型電子顕微鏡による組織観察から液化の状況を確認した。

また以上の実験から得られる知見を基に電子ビーム溶接熱影響部のマイクロ組織を再度観察し対応付けを行なった。

14 Mn 鋼中の介在物の分析には、エネルギー分散形 X 線分析装置 (以下 EDX 分析と呼ぶ) を、粒界液化部とマトリックスの元素濃度は、波長分散形 X 線分析装置 (以下 WDX 分析と呼ぶ) を用いポイントカウント法で測定箇所を 5 点測定し平均値で示した。

3. 実験結果とその考察

Fig. 4 は、粒界液化開始温度に及ぼす加熱速度の影響を示す。粒界液化開始温度 (TGL₁) は、加熱速度が 5 K/s までは低下するが、5 K/s から 180 K/s まで、1343 K から 1373 K の範囲でほぼ一定である。180 K/s では、粒界液化開始温度の平均値と固相線温度を比較すると 257 K 固相線温度より粒界液化開始温度は低い。

Fig. 5 は、加熱過程で観察される介在物液化と粒界液化を示す高温顕微鏡写真である。加熱速度は、5 K/s の

Fig. 4 Effect of heating rate on temperature of grain boundary liquation

Fig. 5 The behavior of melting of inclusion and grain boundary liquation during heating (Heating rate: 5 K/s)

Fig. 6 Schematic view of grain boundary liquation process during heating

場合である。まず約 1073 K から粒界移動が始まり、次に高温顕微鏡写真で示すように局部溶融が 1358 K で起る。さらに温度が上昇すると局部溶融部の溶滴の粒界浸入が起こり、1373 K に至ると高温顕微鏡写真に見られるように粒界が液化する。すなわち粒界液化開始温度は、1373 K である。局部溶融部は、加熱前の組織との対応から介在物の液化によって生じたものと推定される。

Fig. 5 に観察した結果の一部を示したが、Fig. 6 は加熱過程で観察された組織変化を模式的に示す。移動する結晶粒界と介在物液化部が会合し介在物の溶滴が粒界に浸入する。次に粒界浸入によって介在物形成元素である S 等が粒界に偏析し粒界部の融点がマトリックスより低下する。したがって温度がさらに上ると粒界部がマトリックスより先に溶ける。すなわち粒界液化が起ると推定されるが詳細は後述する。

次に元素偏析を調べるため粒界液化部の元素濃度を測定した。

Fig. 7 は、Mn, S 及び C 元素についてポイントカウント法 (WDX 分析) で粒界部とマトリックスの元素濃度を調べ比較した結果である。加熱速度 80 K/s の場合を一例として示す。Mn, S 及び C は、マトリックスに比べ粒界部で濃度が高い。5 K/s, 180 K/s の場合も傾向は、

Fig. 7 X-ray point analysis of grain boundary liquation region and matrix

同じである。Ni, Cr 等の他の元素については、偏析の有無を確認することはできなかった。しかし Mn, S, C が粒界部で多く検出されること、Fig. 6 及び Fig. 7 の結

果を併せ考えると粒界液化が介在物液化と密接な関係にあることが分る。介在物の構成元素については、後で述べる。

次に粒界液化に与える介在物液化の影響を調べるため 2 サイクル加熱実験を行なった。粒界液化開始温度以下に一度加熱し介在物の組成変化等を与えた後、再度加熱し粒界液化開始温度への影響を調べた。前者の加熱を第 1 熱サイクル、後者を第 2 熱サイクルと呼ぶ。Fig. 8 は、粒界液化開始温度に及ぼす第 1 熱サイクルのピーク温度の影響を示す。加熱速度は、両熱サイクルとも $K/80/s$ である。

第 1 熱サイクルを与えない場合は、粒界液化開始温度は、 1343 K (Fig. 4 に示す TGL_1 の低い値) であるが、一度 1323 K まで加熱 (第 1 熱サイクル) 後、再度加熱 (第 2 熱サイクル) し粒界液化開始温度 (TGL_2) を調べると約 1573 K となる。

粒界液化開始温度は、約 230 K 上昇する。しかし第 1 熱サイクルのピーク温度が 1173 K 以下の場合は、第 1 熱サイクルを与えない場合とほとんど変らない。 1073 K , 1173 K では、粒界移動が起っても介在物の組成変化^{5,7)} が少ないため、再加熱時の粒界液化開始温度は、第 1 熱サイクルを与えない場合の粒界液化開始温度と差がないものと考えられる。

しかし 1323 K まで加熱した場合は、後述するように (Fe, Mn) S 系介在物とマトリックスとの共晶反応⁷⁾ (三元共晶: 1261 K) によって介在物とマトリックス界面で溶融拡散⁶⁾ が起り介在物の組成変化をもたらすこと、また介在物組成によっては完全に溶融する⁷⁾ 可能性もあること等により再加熱時の粒界液化に介在物液化が寄与できないため粒界液化開始温度は上昇するものと考えられる。第 1 熱サイクル過程で、粒界移動と介在物液化に伴う溶滴の粒界浸入が起っても第 2 熱サイクル過程で再び粒界移動が起ること、再加熱により元素拡散が進行すると考えられることなどにより第 1 熱サイクルを与えない場合の粒界液化開始温度では、粒界液化は、起らないものと考えられる。

以上の見解をさらに確認するため、供試鋼に溶体化処理を施した後、Fig. 1 に示す高温顕微鏡観察用試験片に加工して粒界液化開始温度を測定した。溶体化処理温度は 1323 K で、時間は 3.6 ks である。溶体化温度から水冷した。

加熱速度 15 K/s での粒界液化開始温度を測定すると 1558 K となった。粒界液化に伴う熱影響部割れ¹²⁾ を防止する一つの方法として溶体化処理を行なえばよいことを示している。

以上から介在物の液化が粒界液化をひきおこす重要な要因であると考えられる。粒界液化発生のメカニズムは、加熱過程での粒界移動と液化した介在物との相互作用によって粒界液化が固相線温度より低い温度で優先的に起こる。すなわち液化した介在物 [後述するが Fe-Mn-S (C) 硫化物] の溶滴が粒界に浸入すると粒界が Fe, Mn, S 等によって富化されるため粒界部の融点が降下し低温度で優先的に溶けることになると推定される。

以上のメカニズムによって粒界液化が起ると考えられるが、Savage⁶⁾ らによると硫化物液化によって起った粒界液化が原因で、さらに他の粒界の液化を助長すると述べている。すなわち液化した粒界と未液化の粒界が会合

Fig. 8 Effect of peak temperature of first heating on temperature of grain boundary liquation

(a)

(b)

1, 2 Analytic point

Fig. 9 Scanning electron micrographs of melted inclusion after heating and X-ray analysis of inclusion

し粒界液化が未液化粒界にまで及ぶということであり、実際の溶接熱影響部の粒界液化状況から見て、熱影響部すべての粒界液化が硫化物液化によって起るとは考えにくいことから Savage らの見解は支持できるものと考えられる。

次に粒界液化の要因となる介在物液化について述べられる。

3.2 介在物の液化について

Fig. 9 は、14 Mn 鋼の加熱後の介在物の液化状況と介在物の EDX 分析結果を示す。粒界液化開始温度 1343 K (Fig. 4 に示す TGL₁ の低い値) で、加熱速度 80 K/s の場合である。(a)は、粒界液化後まだ完全に介在物が溶けず周辺だけ溶けている場合である。(b)は、ほとんど介在物が溶けてしまって穴となっている場合である。いずれの場合も介在物周辺が円状に溶けた様相を呈する。以下この円状に溶けた様相を呈する組織を円状組織と呼ぶ。(a)では Mn, Fe, S が検出され Fe-Mn-S 系硫化物と推定される。(b)では、一部溶け残った介在物について分析したが、Mn, Fe, S, Ti 及び Al が検出され(a)と同様硫化物と推定されるが Fe-Mn-S 系硫化物に Ti, Al が固溶しているのか、それぞれ独立に Fe-Mn-S, Ti 硫化物または、Ti 酸化物, Al 酸化物として存在しているのかは不明である。Fe 成分の一部は、マトリックスからのものと考えられる。いずれにしても液化した介在物には S が含まれている。

(a)と(b)の介在物では、溶融状態が異っている。(a)は、介在物とマトリックスの共晶反応^{7,8)}によって介在物とマトリックス界面が溶融した場合である。(b)は、

介在物とマトリックスの共晶反応により介在物とマトリックス界面の溶融反応が加熱途上で進み最終的に介在物の大部分が溶けてしまった場合と考えられる⁸⁾。(a)と(b)の介在物組成の違いが介在物液化状況の違いとなって表われたものと推定される。粒界液化が、液化した介在物溶滴の粒界浸入にあると考えると、(b)で示すように大部分が溶けるような介在物の存在が粒界液化をひきおこすためには、必要と考えられるが詳細は不明である。

次に以上の分析結果との対応を調べるため 14 Mn 鋼中の介在物を分析した。

Fig. 10 は、受入れ状態の 14 Mn 鋼を強制破断し、破面上に存在する介在物を分析した結果である。図中で番号が付記された介在物が分析された介在物である。番号は、EDX 分析結果とも対応する。介在物①は、Mn, Fe, S が検出され Fe-Mn-S 系硫化物と推定される。介在物②は、Mn, Fe, S, Ti が検出される。Ti を含む Fe-Mn-S 系硫化物と推定されるが、Ti の状態は不明である。介在物③は、Al, Mn, Fe が検出され酸化物と推定される。その他 Ti 系酸化物と推定される介在物も認められる。液化した介在物に対応するものは①と②の硫化物と考えられる。なお、介在物を WDX 分析すると Fe, Mn, S の他に C が検出されるが介在物①と②のどちらの介在物に相当するのかは不明である。硫化物は、分析結果と Fe-Mn-S 三元状態図⁷⁾から (Fe, Mn)S と推定される。(Fe, Mn)S の融点は、FeS と MnS の組成範囲が不明なため明確でないが 1453 K から 1893 K の間と考えられる。

硫化物液化は、Fig. 4, Fig. 5 及び Fig. 9 から推定す

Fig. 10 Scanning electron micrographs of fractured surface and X-ray analysis of inclusion

ると 80 K/s の場合 1368 K 又は 1343 K 以下で起っているから硫化物の融点に起因する液化ではなく、(Fe, Mn)S とマトリックス (Fe, Mn) の共晶⁷⁾に起因する液化と考えられる。急速加熱のため (Fe, Mn)S 構成元素がマトリックスへ拡散できず加熱前の組成が維持されるため (Fe, Mn)S とマトリックス間の共晶により 1368 K 又は 1343 K 以下の低い温度で液化が起るものと推定される⁸⁾。

(Fe, Mn)S とマトリックスとの共晶は、組成によって異なるため温度範囲で示すと三元共晶温度 1261 K から MnS と Mn の二元共晶温度 1503 K の間に存在すると推定され、前述した 1368 K 又は 1343 K 以下で液化する可能性はある。

しかし加熱速度が遅く硫化物構成元素がマトリックス中へ拡散してしまうか、組成変化^{5,7,8)}し共晶温度が高いものとなれば 1368 K 又は 1343 K 以下の低温での液化は、阻止できることになる。

加熱速度が 2 K/s と遅い場合は、粒界液化開始温度が 1523 K と高いことを考えると硫化物の液化温度も組成変化などにより高くなっているものと推定される。

以上粒界液化発生要因となる介在物液化について述べた。介在物の液化が起ったかどうかは、Fig. 9 に示すように液化が起こると介在物を中心とした円状組織を呈することから実際の電子ビーム溶接熱影響部の粒界液化部

を中心に調査し円状組織の有無を確認した。

Fig. 11 は、その結果である。粒界液化部に隣接する熱影響部に円状組織が認められ、溶接熱影響部の粒界液化は高温顕微鏡による再現実験から推定されるメカニズムによって起ると考えられる。

硫化物の液化によって粒界部が Fe, Mn, S で富化され低融点化し粒界液化が優先的に起るとの考え方から前報²⁾で述べた粒界液化部の S 偏析を説明することができる。

4. 結 言

14 Mn 鋼電子ビーム溶接熱影響部に発生する粒界液化現象を検討するために、高温顕微鏡炉内に試験片を装着し加熱過程での組織変化を観察し次の結論を得た。

(1) 粒界液化開始温度は、加熱速度が増加すると低下するが 5 K/s 以上ではほぼ一定となる。

(2) 粒界液化に優先して介在物が液化する。液化する介在物の主なものは、Fe-Mn-S 系硫化物である。

(3) 粒界液化は、粒界移動、硫化物液化とこれに続く硫化物溶滴の粒界浸入により、粒界部がマトリックスに比べ Fe, Mn, S の富化により低融点化されるために起ると推定される。

(4) 第 1 熱サイクル (ピーク温度 1173 K 以上) を与えると第 2 熱サイクルにおける粒界液化開始温度は、固相線温度にほぼ等しい 1573 K となる。

(5) 加熱速度が速い場合など硫化物が常にマトリックス中に存在すると、マトリックスと硫化物間の共晶によって、硫化物の融点より低い温度で液化が起こると推定される。

参 考 文 献

- 1) 舟本, 志田, 小倉, 喜多, 中崎, 佐藤: 14Mn 鋼の電子ビーム溶接性, 溶接学会論文集, 2-2 (1984) 240-245
- 2) 舟本, 志田, 小倉, 喜多, 中崎, 佐藤: 14Mn 鋼電子ビーム溶接部に発生する割れの治金的検討, 溶接学会論文集, 2-4 (1984) 681-685
- 3) 田村, 渡辺: 高張力鋼溶接熱影響部における粒界液化割れの機構 (第 1 報), 溶接学会誌, 42-10 (1973) 966-977
- 4) 田村, 渡辺: オーステナイトステンレス鋼熱影響部における結晶粒界挙動に関する研究 (第 1 報), 溶接学会誌, 41-9 (1972) 1094-1108
- 5) 松原, 笠松: 熱処理鋼中の安定硫化物, 鉄と鋼, 52-10 (1966) 1709-1711
- 6) W. F. Savage, E. F. Nippes, E. S. Szekeres: A Study of Weld Interface Phenomena in a Low Alloy Steel, Weld. J., 55-9 (1976) 260s-268s
- 7) 伊藤, 米澤, 松原: Fe-Mn-S 系の共晶共役組成, 鉄と鋼, 65-3 (1979) 391-398
- 8) J. J. Pepe, W. F. Savage: Effects of Constitutional Liquidation in 18-Ni Maraging Steel Weldments, Weld. J., 49-9 (1967) 411s-422s
- 9) 大重: 溶接熱影響部の結晶粒粗大化に関する基礎的研究, 学位論文 (大阪大学) (1976)

Fig. 11 Microstructure of electron beam weld joint