



Title	溶接熱影響部の結晶粒粗大化に関する基礎的研究
Author(s)	大重, 広明
Citation	大阪大学, 1976, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://hdl.handle.net/11094/23441
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

溶接熱影響部の結晶粒粗
大化に関する基礎的研究

昭和 5 1 年 4 月

大 重 広 明

溶接熱影響部の結晶粒粗 大化に関する基礎的研究

昭和 5 1 年 4 月

大 重 広 明

目 次

緒 論	1
第 1 章 熱サイクル過程における結晶粒成長式の誘導とその基本的特性	5
1.1 緒 言	5
1.2 熱サイクル過程における結晶粒成長式の誘導	5
1.2.1 恒温加熱過程における結晶粒成長式	5
1.2.2 熱サイクル過程における結晶粒成長式	9
1.3 熱サイクル過程における結晶粒成長の基本的特性 — 理論的検討 —	10
1.4 数値計算例	17
1.5 結 言	25
第 2 章 熱サイクル過程における結晶粒成長式の妥当性の検討	28
2.1 緒 言	28
2.2 供試材料ならびに実験方法	28
2.3 結晶粒成長式における材料定数値の決定	30
2.4 結晶粒成長式の妥当性の検討	36
2.5 熱サイクル過程における結晶粒成長の基本的特性 — 実験的検討 —	41
2.6 結 言	48
第 3 章 熱サイクル過程における結晶粒成長式の鋼のオーステナイト 結晶粒成長への適用	45
3.1 緒 言	45
3.2 供試材料ならびに実験方法	45
3.3 急速加熱時のオーステナイト結晶粒の生成	46
3.3.1 フェライト・パーライト組織の場合	47
3.3.2 マルテンサイトならびに焼もどしマルテンサイト組織の場合	52

3.4	熱サイクル過程におけるオーステナイト結晶粒成長の計算	57
3.4.1	結晶粒成長式における材料定数値の決定	57
3.4.2	熱サイクル過程における結晶粒成長の計算	60
3.5	結 言	64
第4章	溶接熱伝導式を用いた2次元ビード溶接熱影響部の結晶粒度の計算	67
4.1	緒 言	67
4.2	供試材料ならびに実験方法	67
4.2.1	供試材料	67
4.2.2	実験方法	68
4.3	計算方法の検討	72
4.4	実測結晶粒度との比較	76
4.5	溶接入熱と溶接熱影響部の結晶粒度分布との関係式の誘導	81
4.6	結 言	91
第5章	熱サイクル過程における結晶粒成長式による溶接熱影響部の結晶粒粗大化現象の究明	94
5.1	緒 言	94
5.2	供試材料ならびに実験方法	94
5.3	結晶粒成長式の溶接熱影響部への適用の妥当性の検討	95
5.4	溶接熱影響部の結晶粒度に及ぼす初期粒度ならびに溶接入熱の影響	101
5.4.1	初期粒度の影響	101
5.4.2	溶接入熱の影響	104
5.5	溶接熱サイクル過程における結晶粒成長の特性	106
5.5.1	結晶粒成長過程の特性	106
5.5.2	結晶粒成長速度の特性	110
5.6	結 言	112

第 6 章	高張力鋼溶接熱影響部のじん性改善のための溶接条件選定への 結晶粒成長式の応用	115
6.1	緒 言	115
6.2	80 ならびに 100 Kg/mm ² 級高張力鋼のオーステナイト結晶粒 度と $v T_{rs}$ との関係	115
6.2.1	供試材料ならびに実験方法	116
6.2.2	実験結果	117
6.3	電子ビーム溶接熱影響部における結晶粒成長現象への結晶粒 成長式の適用	120
6.4	100 Kg/mm ² 級高張力鋼溶接熱影響部のじん性改善のための 電子ビーム溶接条件の選定	125
6.5	結 言	129
結 論		131
謝 辞		134
参 考 文 献		135
本論文に関連した発表論文		140

金属材料を溶融溶接した場合、溶接熱影響部（以後 H A Z と記す）において結晶粒の成長が生じる。とくに、溶融線近傍においては溶融温度直下の高温に加熱されるため結晶粒の成長はいちじるしく、いわゆる粗粒域が形成される。

いっぽう、結晶粒の大きさが材料の種々の性質に大きな影響を及ぼすことは古くから知られている。そのうちでも、よく知られているのはフェライトの引張り強さに関する Hall-Petch の関係式^{1),2)}である。これは、フェライトの引張り降伏強さならびにへき開強さは結晶粒が大きくなるほど減少し、これらの強さと $D^{-\frac{1}{2}}$ （ D ：フェライト結晶粒の直径）との間には直線関係が成り立つとするものである。

オーステナイト結晶粒が大きければそれが変態して生成されるフェライト結晶粒も大きいので、オーステナイト結晶粒の大きさもまた引張り強さに影響を及ぼす³⁾。また、面心立方格子の材料においても、たとえば黄銅の引張り強さは結晶粒が大きくなるにしたがい低下するという報告⁴⁾がある。

延性も結晶粒の粗大化とともに低下するといわれている^{1),5)}。

じん性に関しても、フェライトにおけるせん移温度は $D^{-\frac{1}{2}}$ の減少（すなわち結晶粒の粗大化）とともに直線的に上昇するという Petch の関係⁶⁾があり、このような現象は多くの実験により確かめられている^{7)~9)}。また、鋼のマルテンサイトあるいはベイナイト組織においても、もとのオーステナイト結晶粒の粗大化とともにじん性は悪くなるといわれている^{10)~13)}。

このほか、結晶粒が大きくなると疲れ強さが低下する場合があること^{14),15)}、応力腐食割れ感受性が增大すること¹⁶⁾などが報告されている。

H A Z における結晶粒度も上記のような諸性質に影響を及ぼしているものと考えられるが、そのなかでも粗粒化によるじん性の低下が最大の問題である。

とくに、最近では高張力鋼 H A Z の溶融線近傍におけるじん性の低下（ボンドぜい化と呼ばれている）が重要な問題となっている。これには種々の要因が影響しているが、オーステナイト結晶粒の粗大化が大きな要因の一つであるといわれている^{17),18)}。このために、近年析出粒子を利用して H A Z の粗粒化をおさえようとする試みも種々行なわれている^{19),20)}。

いっぽう，H A Z の溶接割れに結晶粒の粗大化が関係していることも考えられる。たとえば，ニッケル基耐熱合金である Inconel 718 において，母材の結晶粒を細かくしたり，電子ビーム溶接法を用いて H A Z の結晶粒粗大化をおさえると H A Z の高温割れは発生しにくくなるという報告がある^{21), 22)}。また最近問題となっている応力除去焼なまし割れにも H A Z のオーステナイト結晶粒度が影響しているといわれている²³⁾。

このように，H A Z における結晶粒の粗大化は溶接割れにもある程度の影響を及ぼすものと考えられるが，じん性に及ぼす影響はきわめて顕著である。

このようなことから，H A Z の結晶粒成長が定量的に計算できれば，材料をある溶接条件で溶接したときの H A Z の粗大化によるじん性劣化の度合いやじん性劣化が生じる領域などが推測できる。いっぽう，使用材料を指定した場合，H A Z のじん性劣化をある限度内におさえるに必要な溶接方法あるいは溶接条件の決定に有用であると考えられる。また，材料面からは，H A Z の結晶粒成長の定量化は，H A Z の粗粒化によるじん性劣化をある限度内におさえるにはどのような材料定数値を持った材料を用いればよいかを決定する際に有用である。

このように，H A Z における結晶粒の成長を定量化することは実用上きわめて有用であると考えられる。

ところで，恒温加熱時の結晶粒成長は熱処理条件に関連して古くから研究が行なわれてきている。しかしながら，熱サイクル過程における結晶粒成長に関しては従来ほとんど検討がなされていない。H A Z においても現象的に結晶粒が粗大化するといわれているだけで，溶接の熱影響による結晶粒成長を基礎的かつ定量的に取り扱った例はほとんどない。

なお，本研究においては，時間とともに温度が変化する場合の熱サイクルを単に熱サイクルと称して恒温加熱と区別している。また，溶接時の H A Z における熱サイクルを溶接熱サイクルと称する。

Bastien ら²⁴⁾は基本的には結晶粒成長も拡散現象であるとして，Fick の法則から求められる時間と温度に関する次のようなパラメータにより熱サイクル過程における結晶粒度も決まるとしている。

$$P = \left(\frac{1}{T} - \frac{2.303R}{\Delta H} \log \frac{t}{t_0} \right)^{-1}$$

ただし、 T ：絶対温度、 ΔH ：結晶粒成長のための活性化エネルギー、 R ：ガス定数、 t ：時間、 t_0 ：単位時間（パラメータ P は温度として表わされ、これは時間 t_0 保持の恒温加熱温度に相当する）

しかしながら、このようなパラメータを用いると熱サイクル過程の結晶粒度を直接求めることができず、かえって不便である。また、この研究においては具体的な溶接熱サイクル過程の結晶粒成長については検討がなされていない。

また、Astaf'ev²⁵⁾らは二、三の溶接熱サイクル過程における鋼のオーステナイト結晶粒の成長過程を実験的に調べているが、定量的な取り扱いの一般化はなされていない。

このようなことから、本研究においてはHAZにおける結晶粒成長を基礎的、定量的かつ系統的に取り扱うことにした。本研究ではその手段として、従来から用いられている恒温加熱時の結晶粒成長式から熱サイクル過程における結晶粒成長式を導き、これを用いて熱サイクル過程の結晶粒成長を計算する方法を用いることにした。すなわち、熱サイクルの微小時間において恒温加熱時の結晶粒成長式が成り立っているとして、それを積み重ねていく方法である。

このような結晶粒成長式をもとにしてHAZの結晶粒成長を計算する方法の利点は次のようである。まず、結晶粒成長式ならびに溶接熱サイクルがわかれば、この方法により広範囲の材料ならびに溶接条件におけるHAZの結晶粒度を比較的簡単に求めることができる。また、溶接熱伝導式により溶接熱サイクルが計算できれば、さらに簡単にHAZの結晶粒度を計算できる可能性がある。つぎに、この方法は溶接熱サイクルにしたがって順次結晶粒度を計算していくので、溶接熱サイクル時の結晶粒の成長過程を明らかにすることができる。また、このような方法の妥当性ならびに具体的な適用方法が明らかになれば、従来あまり定量的に取り扱われなかった溶接冶金現象を定量化するための方向を示すことになり、学問的にも寄与するところがあると考えられる。

本論文の構成と内容は次のようである。

第1章においては、本論文で基本式として用いる熱サイクル過程の結晶粒成長式を従来用いられている恒温加熱時の結晶粒成長式をもとにして誘導してい

る。ついで、これを用いて熱サイクル過程の結晶粒成長の一般的な基本的特性を明らかにするとともに、二、三の材料における数値計算例も示している。

第2章では、変態のない非鉄金属を用い、熱サイクル過程の結晶粒成長式の適用の妥当性ならびに適用限界を実験的に検討している。さらに、第1章で数値計算により理論的に検討した熱サイクル過程の結晶粒成長の基本的特性が成立することを実験的に確認している。

第3章においては、実用上もっとも重要であると考えられる鋼のオーステナイト結晶粒成長に対して熱サイクル過程における結晶粒成長式を適用している。このような場合は熱サイクルの加熱時におけるオーステナイト結晶粒の生成が問題となるので、この点について検討を行ない、その結果を用いて熱サイクル過程のオーステナイト結晶粒の成長も計算しうることを明らかにしている。

第4章においては、2次元ビードのHAZの結晶粒度計算に対する溶接熱伝導式の利用について検討を行なっている。その結果、溶接熱伝導式と結晶粒成長式とを組み合わせることによりHAZの結晶粒度はほぼ計算できることを示すとともに、簡便なHAZの結晶粒度分布の計算式を導きそれを用いてHAZの結晶粒度の検討を行なっている。

第5章においては熱サイクル過程における結晶粒成長式が溶接熱サイクル過程の結晶粒成長過程にも適用できることを確かめ、HAZの結晶粒粗大化現象を結晶粒成長式を用いて検討している。まず、工業用純ニッケルならびに鋼のHAZの結晶粒度は熱サイクル過程の結晶粒成長式を用いて計算できることを明らかにしている。ついで、初期粒度ならびに溶接入熱がHAZの結晶粒度に及ぼす基本的な影響について検討している。さらに、溶接熱サイクル時の結晶粒の成長過程ならびに成長速度の特性を明らかにしている。

第6章においては、第5章までに得られた成果の応用の一例として、オーステナイト結晶粒度の微細化により高張力鋼のHAZのじん性を改善するための溶接条件の選定について結晶粒成長式を用いて検討している。すなわち、80ならびに100Kg/mm²級高張力鋼の二、三の変態組織についてじん性の向上が期待できるオーステナイト結晶粒度の範囲を求めている。ついで、第4章で求めたHAZの結晶粒度分布式を電子ビーム溶接に適用し、100Kg/mm²級高張力鋼について、HAZのじん性を改善するための電子ビーム溶接条件を明らかにしている。

第1章 熱サイクル過程における結晶粒成長式の誘導とその基本的特性

1.1 緒言

緒論で述べたように，本研究においてはH A Zの結晶粒粗大化現象を基礎的に追求するために，溶接熱サイクル過程の結晶粒の成長を定量的に表現するという方法を用いる。このためには，熱サイクル過程の結晶粒成長式を誘導する必要がある。

従来から，恒温加熱時における結晶粒成長に関しては種々の実験，検討がなされ，恒温加熱時の結晶粒成長式が求められている。熱サイクル過程の結晶粒成長現象も恒温加熱時のそれと基本的には差異がないものと考えられるので，本研究においては恒温加熱時の結果を基礎にして考えることにした。

本章においては，まず恒温加熱時の結晶粒成長式から熱サイクル過程の結晶粒成長式を導いた。ついで，この熱サイクル過程の結晶粒成長式を用いて熱サイクル過程の結晶粒成長の基本的な特性について検討し，二，三の材料について数値計算例を示した。

1.2 熱サイクル過程における結晶粒成長式の誘導

1.2.1 恒温加熱過程における結晶粒成長式

結晶粒の成長が結晶粒界の移動により生じることは高温顕微鏡観察などによりかなり以前からよく知られている。結晶粒界の移動に対する理論的な取り扱い従来種々なされてきているが，その基本過程は結晶粒界を横切る個々の原子の移動であるという説 (Single process theory)²⁶⁾ が一般に受け入れられている。

この場合，結晶粒界をはさむ両側の結晶におけるグラム原子あたりの自由エネルギー差を ΔF ，原子が片側の結晶から他の側に移動するためのグラム原子あたりの活性化自由エネルギーを ΔF_A とすると，結晶粒界を横切る原子の流れの差から結晶粒界の移動速度は v は(1.1)式で表わされる²⁷⁾。

$$v = (kT/h) \lambda \exp(-\Delta F_A/RT) (1 - \exp(-\Delta F/RT)) \quad (1.1)$$

ただし, k : ボルツマン定数

h : プランク定数

R : ガス定数

T : 絶対温度

λ : 一つの原子が片方の結晶粒から他方へ移ったときに局部的に結晶粒界が動く距離

ここで, 再結晶後の結晶粒成長においては, 結晶粒界移動は結晶粒界エネルギーによって駆動される。この場合, 結晶粒界を球面の一部であるとする, (1.1)式における ΔF は次のようになる²⁸⁾。

$$\Delta F = 2 \sigma V / \rho \quad (1.2)$$

ただし, σ : 単位面積あたりの粒界エネルギー

V : グラム原子あたりの体積

ρ : 粒界曲率半径

そこで, (1.2)式を(1.1)式に代入し, $\Delta F_A = Q_G - T \Delta S_A - RT$ (Q_G : 測定される活性化エネルギー, ΔS_A : 活性化エントロピー)とおき²⁷⁾, さらに ΔF は通常 RT にくらべて小さいので $1 - \exp(-\Delta F/RT) \simeq \Delta F/RT$ とおくと, 結晶粒界の移動速度は(1.3)式で表わされる。

$$v = \frac{e k \lambda}{h R} \cdot \frac{2 \sigma V}{\rho} \cdot \exp(\Delta S_A/R) \cdot \exp(-Q_G/RT) \quad (1.3)$$

ただし, e : 自然対数の底

ここで, 粒界エネルギー σ が温度により変化しないと仮定すると(1.3)式は(1.4)式の形に書きかえることができる。

$$v = \frac{K}{\rho} \cdot \exp(-Q_G/RT) \quad (1.4)$$

ただし, K : 温度に依存しない定数

多結晶体の結晶粒成長の場合には, $D \propto \rho$, $dD/dt \propto v$ (D : 平均結晶粒径)なる仮定をすると(1.4)式は(1.5)式のようになる。なお, 本研究においては, 以下平均結晶粒径を結晶粒度(Grain size)と呼称する。

$$\frac{dD}{dt} = \frac{K'}{D} \cdot \exp(-Q_G/RT) \quad (1.5)$$

非常に高純度の帯溶融金属において(1.5)式が成り立つことは実験的に確かめられている^{29), 30)}。すなわち，上記の仮定は成り立っているものと考えられる。(1.5)式より恒温加熱時の結晶粒成長式(1.6)式が求められる。

$$D^2 - D_0^2 = K'' t \cdot \exp(-Q_G/RT) \quad (1.6)$$

ただし， K'' ：温度に依存しない定数

t ：加熱時間

D_0 ： $t = 0$ における結晶粒度

しかしながら，上述のように，(1.5)式あるいは(1.6)式に示す理論式は非常に高純度の純金属の場合にのみ成り立つ。溶質原子が存在する場合には，溶質原子と結晶粒界との相互作用が存在し，実用材にはこのほかに微細な析出物や介在物の影響もあると考えられる。

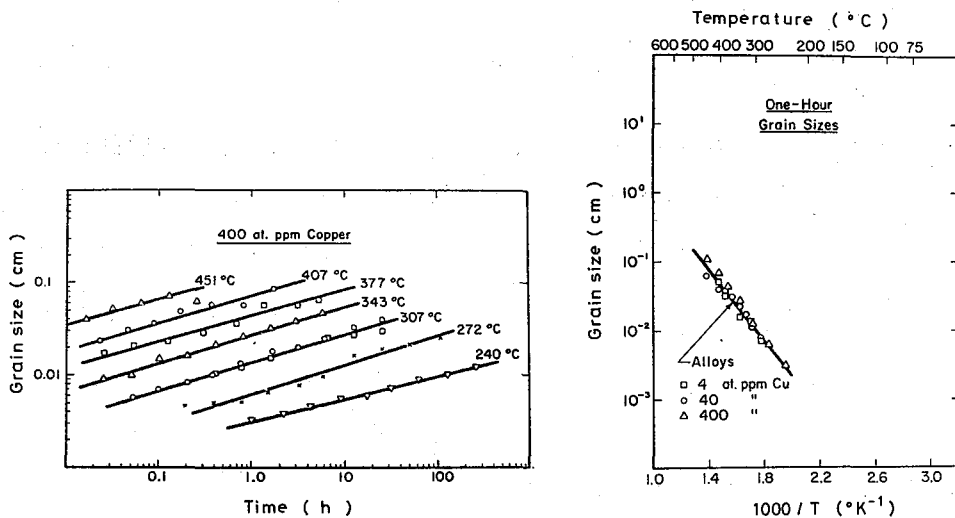
このように，実用材ならびに溶質原子が存在する材料では，非常に多くの材料において(1.6)式における $D^2 - D_0^2$ が $D^a - D_0^a$ ($a > 2$)におきかわった形の実験式，すなわち(1.7)式の成立することがよく知られている^{31)~37)}。

$$D^a - D_0^a = k_0 t \cdot \exp(-Q/RT) \quad (1.7)$$

(1.7)式中の a ， k_0 ならびに Q の値は材料により変化するので，結晶粒成長に関する材料定数であると考えることができる。 Q は結晶粒成長のためのみかけの活性化エネルギーである。

一般のほとんどの材料において恒温加熱時の結晶粒成長式は(1.7)式の形で求められている。たとえば，Fig. 1.1 (a)はAl-Cu合金を240～451℃で恒温加熱したときの加熱時間の対数と結晶粒度の対数との関係，Fig. 1.1 (b)は絶対温度の逆数と各温度で1 h保持したときの結晶粒度の対数との関係である³¹⁾。

Fig. 1.1 (a)において，加熱温度にかかわらず一定の傾きをもった直線関係があること，ならびにFig. 1.1 (b)においても直線関係があることから実験された温度範囲では(1.7)式が成り立っていることがわかる。なお，こ



(a) Relation between heating time and grain size at 1h
(b) Relation between reciprocal temperature and grain size at 1h

Fig. 1.1 Isothermal grain growth of Al-400 at ppm Cu alloy³¹⁾

の場合, Fig. 1.1 (a) の直線の傾きから (1.7) 式における a の値を求めると約 3.3 である。

Fig. 1.2 はチタン合金の例として, Ti-4Al ならびに Ti-5Al-2.5Sn 合金を恒温加熱した場合の結晶粒度の測定例である³²⁾。Fig. 1.2 においては $t \cdot \exp(-Q/kT)$ と結晶粒度との関係を対数目盛りでプロットしてあるが, 各合金において, 加熱温度にかかわらず一定の直線関係があることから, 明らかに (1.7) 式が成り立っている。この場合は, 図中にも示しているように (1.7) 式における a の値は 3 である。

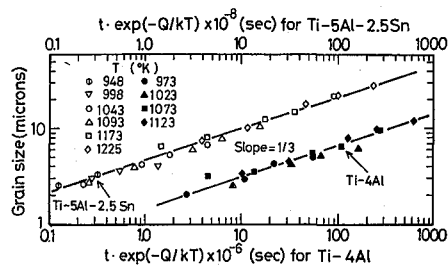


Fig. 1.2 Relation between $t \cdot \exp(-Q/kT)$ and grain size during isothermal heating in Ti-5Al-2.5Sn and Ti-4Al alloys³²⁾

以上に (1.7) 式が成り立っている例を示したが, このほかにもたとえば, 純ニッケル³³⁾, 黄銅³⁴⁾, Cu-5Sn and Ti-4Al alloys³²⁾ -Si合金³⁵⁾, 炭素鋼³⁶⁾, マレージング鋼³⁷⁾ など, ほとんどの実用材料において

(1.7)式の成立することが確かめられている。

本研究においては実用材の結晶粒成長現象の検討を目的としているので、以上のような実験事実より(1.7)式を基本式として用いることにした。

1.2.2 熱サイクル過程における結晶粒成長式

本項においては、恒温加熱時における結晶粒成長式(1.7)式を用いて熱サイクル過程における結晶粒成長式を求めた。このためには、熱サイクル過程の微小時間において恒温加熱時の結晶粒成長式が成り立つとして、それを積み重ねていく方法を用いた。

このような方法は従来熱サイクル過程における再結晶過程に用いられたことがあるが³⁸⁾、結晶粒成長過程に用いられた例はみあたらない。

いま、Fig. 1.3の実線で示すような熱サイクルを考える。この熱サイクルを図中に破線で示すような階段状熱サイクルに分割し、そのおのおののステップにおいて(1.7)式を適用する。

たとえば、AB間において(1.7)式を適用すると、

$$D_1^a - D_0^a = k_0 \Delta t_1 \cdot \exp(-Q/RT_1)$$

ただし、 D_0 : A点における結晶粒度

D_1 : B点、すなわちB'点における結晶粒度

このようにして、各ステップにおける結晶粒の成長を順次計算することができる。すなわち、

$$T = T_1 \quad D_1^a - D_0^a = k_0 \Delta t_1 \cdot \exp(-Q/RT_1)$$

$$T = T_2 \quad D_2^a - D_1^a = k_0 \Delta t_2 \cdot \exp(-Q/RT_2)$$

$$\vdots$$

$$T = T_{i-1} \quad D_{i-1}^a - D_{i-2}^a = k_0 \Delta t_{i-1} \cdot \exp(-Q/RT_{i-1})$$

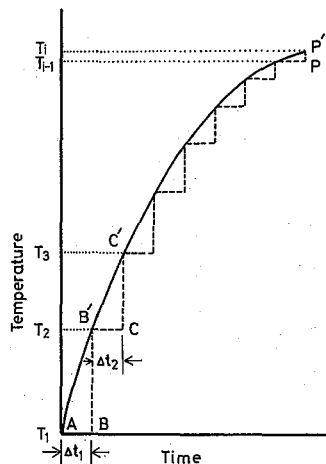


Fig. 1.3 Schematic thermal cycle for calculation of grain growth

これらの両辺をそれぞれ加え合わせると Fig. 1.3 の P 点における結晶粒度 D_{i-1} が求められる。すなわち、

$$D_{i-1}^a - D_0^a = k_0 \sum_{l=1}^{i-1} \Delta t_l \cdot \exp(-Q/RT_l) \quad (1.8)$$

Δt_l をじゅう分に小さくとれば、 D_{i-1} は熱サイクル過程において温度 T_i に達した P' 点における結晶粒度を与えると考えられる。

以上は加熱過程において考えたが、冷却過程においても同様の取り扱いができる。加熱・冷却過程を含め、加熱開始から l 番目の Δt (Δt_l) 後の時間に対応する温度を T_l と考えると (1.8) 式は加熱および冷却過程を含めた熱サイクル過程の結晶粒度を表わす。

(1.8) 式において Δt_l を一定 (Δt) とすると (1.9) 式になる。

$$D_{i-1}^a - D_0^a = k_0 \Delta t \sum_{l=1}^{i-1} \exp(-Q/RT_l) \quad (1.9)$$

本研究においては、以後 (1.8) 式あるいは (1.9) 式を用いて熱サイクル過程の結晶粒の成長を検討する。なお、(1.8) 式あるいは (1.9) 式を熱サイクル過程における結晶粒成長式と称し、恒温加熱過程における結晶粒成長式 (1.7) 式と区別する。

(1.8) 式において、 a 、 k_0 ならびに Q の値は結晶粒成長に関する定数であり、材料により定まる量である。(1.8) 式によると、材料が与えられれば熱サイクル後の結晶粒度は初期粒度 D_0 ならびに $\sum_l \Delta t_l \cdot \exp(-Q/RT_l)$ の値によって定まる。ここで、 $\sum_l \Delta t_l \cdot \exp(-Q/RT_l)$ の値は温度により定まる $\exp(-Q/RT)$ の値を熱サイクル時の時間経過にしたがって加え合わせていった値であり、熱サイクルにより変化するのでこれを以下「熱サイクル項」と名づける。

1.3 熱サイクル過程における結晶粒成長の基本的特性

— 理論的検討 —

(1.8) 式の妥当性については第 2 章において検討を行なうが、ここでは、この式が熱サイクル過程の結晶粒成長を表現しているものとして、その基本的特性を明らかにした。この場合、材料定数による影響を一般化するために、で

きるだけ無次元表示することにより一般的な特性を明確にすることを試みた。
具体的な数値計算は次節において行なう。

熱サイクル過程における結晶粒成長式 (1.8) 式あるいは (1.9) 式から明らかのように，熱サイクル過程の結晶粒度は初期粒度 D_0 ならびに「熱サイクル項」 $\sum_l \Delta t_l \cdot \exp(-Q/RT_l)$ のかねあいにより決定される。以下，現象を明確にするために，初期粒度の影響ならびに「熱サイクル項」の値を決定する因子の影響にわけて検討を行なった。

まず，初期粒度の影響をみるために (1.8) 式を次のように無次元化する。

$$\left[\frac{D}{\{k_0 \sum_l \Delta t_l \cdot \exp(-Q/RT_l)\}^{1/a}} \right]^a = \left[\frac{D_0}{\{k_0 \sum_l \Delta t_l \cdot \exp(-Q/RT_l)\}^{1/a}} \right]^a + 1 \quad (1.10)$$

ここで， $\{k_0 \sum_l \Delta t_l \cdot \exp(-Q/RT_l)\}^{1/a}$ は (1.8) 式からわかるように $D_0 = 0$ と仮定した場合の熱サイクル後の結晶粒度を表わしている。したがって，(1.10) 式の左辺における $D / \{k_0 \sum_l \Delta t_l \cdot \exp(-Q/RT_l)\}^{1/a}$ は初期粒度 D_0 の材料に熱サイクルを与えた場合の結晶粒度 (D) が，初期粒度が零であると仮定して同じ熱サイクルを与えた場合の結晶粒度の何倍になるかを示している。よって，この値が初期粒度の影響を一般的に表わしているものとして f と記す。

結晶粒成長式における a の値は，例外もあるが，ほとんどの実用材料において 2～10 であり，10 よりじゃつかん大きくなっても結晶粒成長の特性にはあまり変化がない。このようなことから， a が 2～10 の場合について，(1.10) 式の関係を初期粒度ならびに「熱サイクル項」と f との関係として Fig. 1.4 に示す。

Fig. 1.4 からわかるように， f の値は初期粒度と「熱サイクル項」の値のかねあいで決まるが，いま「熱サイクル項」を一定として考えると，Fig. 1.4 の横軸は初期粒度の変化を表わしている。

初期粒度が大きくなると f の値は破線で示した対角線に近づいてくる。この対角線は (1.10) 式からわかるように $D = D_0$ ，すなわち，熱サイクル過程において結晶粒が成長しない場合を表わしている。よって，上記のことは初期粒度を大きくしていくと熱サイクル過程における結晶粒の成長量が減少してい

くことを示している。

いっぽう、初期粒度を小さくしていくと f の値は1に近くなっていく。このことは、 D_0 を小さくしていくと熱サイクル後の結晶粒の微細化に対する初期粒度の効果が減少していくことを示している。

つぎに、「熱サイクル項」に影響を及ぼすピーク温度、加熱・冷却速度ならびに多重熱サイクルについて検討した。この場合、基本的な現象をみるために直線的な熱サイクルについて検討を行なうことにした。

いま、Fig. 1.5 に示すように、加熱速度 m の直線的な熱サイクルを一定の微小温度間隔 ΔT_c により分割する。すなわち、

$$m = \Delta T_c / \Delta t$$

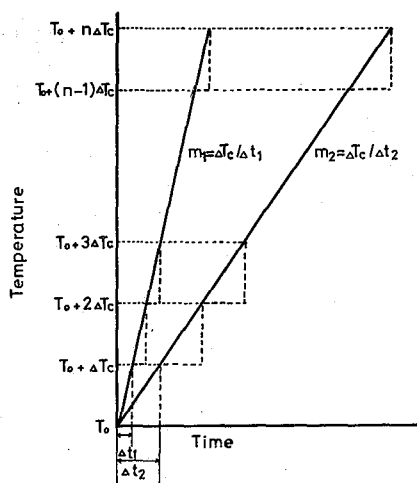


Fig. 1.5 Schematic thermal cycle) 式で表わされる。

for calculation of grain growth (Heating rate varied)

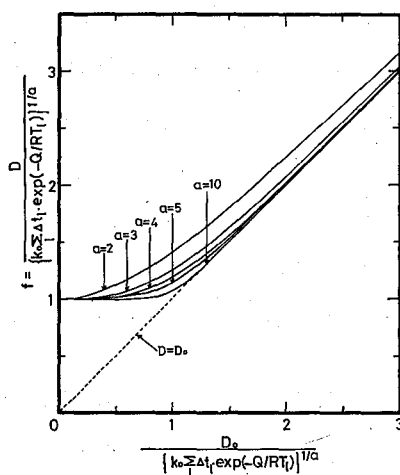


Fig. 1.4 General expression of the effect of initial grain size on grain size after thermal cycle

$$(1.11)$$

この場合、Fig. 1.5 に示すように加熱速度の変化は Δt の変化となる。また、熱サイクル過程における結晶粒成長式(1.8)式あるいは(1.9)式における T_l はFig. 1.5 からわかるように $T_l = T_0 + l\Delta T_c$ ($l: 1, 2, \dots$)に相当する。

このような関係ならびに(1.11)式の関係を(1.9)式に代入するとピーク温度が $T_m = T_0 + n\Delta T_c$ の熱サイクル後の結晶粒度 D は(1.12

$$D^a - D_0^a = k_0 \frac{\Delta T_c}{m} \sum_{l=0}^{n-1} \exp(-Q/R(T_0 + l\Delta T_c)) \quad (1.12)$$

あるいは、 $\sum_{l=0}^{n-1} \exp(-Q/R(T_0 + l\Delta T_c))$ を一般的に $\sum_l \exp(-Q/RT_l)$ で表わすと (1.13) 式になる。

$$D^a - D_0^a = k_0 \frac{\Delta T_c}{m} \sum_l \exp(-Q/RT_l) \quad (1.13)$$

(1.12) 式において、 ΔT_c は加熱速度にかかわらず一定としているのでピーク温度が一定であれば、 $\sum_{l=0}^{n-1} \exp(-Q/R(T_0 + l\Delta T_c))$ の値も加熱速度にかかわらず一定である。

(1.12) 式を用いてピーク温度が結晶粒度に及ぼす影響を考える。(1.12) 式の右辺においてピーク温度により変化するのは $\sum_{l=0}^{n-1} \exp(-Q/R(T_0 + l\Delta T_c))$ のみである。Fig. 1.6 は RT_m/Q と $\sum_{l=0}^{n-1} \exp(-Q/R(T_0 + l\Delta T_c))$

との関係を表わしている。Fig. 1.6 において R/Q の値を一定にして考えると、ピーク温度 T_m の増大とともに

$\sum_{l=0}^{n-1} \exp(-Q/R(T_0 + l\Delta T_c))$ の値は指数関数的に増大している。このことから、ピーク温度は結晶粒度に非常に大きな影響を及ぼすと考えられる。

つぎに、加熱・冷却速度が結晶粒度に及ぼす影響について考える。(1.13) 式を無次元量で表わすために両辺を D_0^a で割ると (1.14) 式になる。

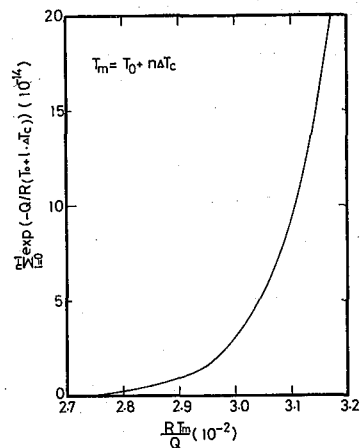


Fig. 1.6 General expression of the effect of peak temperature on grain size during thermal cycle

$$\left(\frac{D}{D_0}\right)^a = \frac{k_0 \Delta T_c}{m D_0^a} \left[\frac{\Sigma}{l} \exp(-Q/RT_l) \right] + 1 \quad (1.14)$$

Fig. 1.7 は (1.14) 式の関係を a が 2 ~ 10 の場合について、右辺第 1 項の逆数と左辺中の D/D_0 との関係として示したものである。前述のように、(1.14) 式における $\frac{\Sigma}{l} \exp(-Q/RT_l)$ の値はピーク温度により定まり加熱速度により変化しない量であるので、Fig. 1.7 の横軸

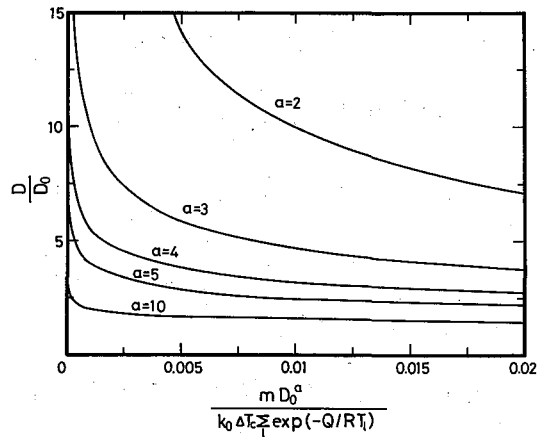


Fig. 1.7 General expression of the effect of heating and cooling rate on grain size during thermal cycle

Fig. 1.7 によると、結晶粒度は加熱速度が増大すると双曲線状に小さくなる。すなわち、加熱速度が増大するにつれて加熱速度が結晶粒度に及ぼす影響は少なくなってくる。

なお、冷却速度が結晶粒度に及ぼす影響も上記の加熱速度の影響と同じように考えることができ、(1.14) 式、すなわち Fig. 1.7 における m を冷却速度とすればよい。ただし、この場合は (1.14) 式、すなわち Fig. 1.7 における D_0 の値としては冷却開始時における結晶粒度をとる必要がある。

なお、Fig. 1.4 に示したように、初期粒度が小さい場合、あるいは「熱サイクル項」の値が大きい場合には初期粒度が結晶粒度に及ぼす影響は無視できる。このような場合には (1.14) 式は (1.15) 式になる。

$$D^a = \frac{k_0 \Delta T_c}{m} \frac{\Sigma}{l} \exp(-Q/RT_l) \quad (1.15)$$

すなわち、この場合には同一ピーク温度において $D \propto 1/\sqrt[a]{m}$ なる関係が成り立つ。たとえば、加熱速度が 2 倍になれば、同一ピーク温度における結晶

粒度は $a = 2$ のときには $1/\sqrt{2} = 0.707$ 倍, $a = 4$ のときには $1/\sqrt[4]{2} = 0.841$ 倍などとなる。

つぎに, 多重熱サイクルの場合には, (1.8) 式あるいは (1.9) 式における「熱サイクル項」が各熱サイクルにおけるその和になる。したがって, 多重熱サイクルを与える順序が変化しても「熱サイクル項」の値の和は同一になるので, 最終的な結晶粒度は同一になる。

とくに, 前述のように初期粒度の影響が無視できる場合, 1 回の加熱・冷却による「熱サイクル項」が $\sum_l \Delta t_l \cdot \exp(-Q/RT_l)$ である同一熱サイクルが n 回与えられた場合の結晶粒度は (1.8) 式の「熱サイクル項」を n 倍することにより, (1.16) 式で表わされる。

$$D_n^a = n k_0 \sum_l \Delta t_l \cdot \exp(-Q/RT_l) \quad (1.16)$$

ただし, D_n : n 回の熱サイクル後の結晶粒度

(1.16) 式を (1.17) 式のように変形する。

$$\frac{D_n}{\{k_0 \sum_l \Delta t_l \cdot \exp(-Q/RT_l)\}^{1/a}} = n^{1/a} \quad (1.17)$$

(1.17) 式の関係を

Fig. 1.8 に示す。(1.17) 式の左辺, すなわち Fig. 1.8 の縦軸の分母の値は 1 回の熱サイクルを与えた後の結晶粒度であるので, 縦軸の値は n 回の熱サイクルを与えた後の結晶粒度が 1 回の熱サイクルを与えた後の結晶粒度の何倍になるかを示す量である。Fig.

1.8 によると, 熱サイクルの回数による結晶粒度の増加の度合いは熱サイクルの

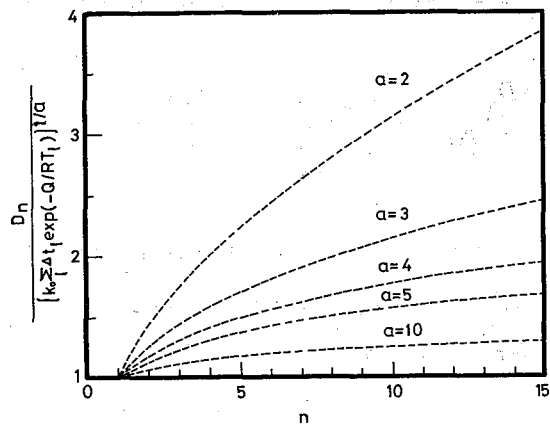


Fig. 1.8 General expression of the effect of multi-thermal cycle on grain size during thermal cycle

回数が増加するにつれて減少してくることがわかる。

つぎに、結晶粒成長式を用いることにより熱サイクル過程の結晶粒成長速度を求めることができる。

まず、恒温加熱過程の結晶粒成長式 (1.7) 式より恒温加熱過程における結晶粒成長速度を求めると (1.18) 式になる。

$$\frac{dD}{dt} = \frac{k_0}{a} D^{1-a} \cdot \exp(-Q/RT) \quad (1.18)$$

すなわち、基本的には、結晶粒成長速度はその時点での結晶粒度 D の $1-a$ 乗ならびにその時点における温度による項 $\exp(-Q/RT)$ に比例する。 $a > 2$ であるので $1-a$ はマイナスとなり、結晶粒が小さいほど成長速度が大きく、また温度が高いほど成長速度は大きくなる。

熱サイクル過程においても基本的にはまったく同様であり、ある時点における結晶粒度ならびにその時の温度により (1.18) にしたがって成長速度が定まる。

ここでは、とくに結晶粒成長速度に及ぼす加熱・冷却速度の影響について考える。加熱・冷却速度が変化した場合の結晶粒度は (1.13) 式により表わされるので、これを (1.18) 式に代入すると、加熱・冷却速度 (m) と熱サイクル過程の温度 T_i における結晶粒成長速度との関係式 (1.19) 式が得られる。

$$\left(\frac{dD}{dt}\right)_{T=T_i} = \frac{k_0}{a} \left\{ \frac{k_0 \Delta T_c}{m} \sum_{l=1}^{i-1} \exp(-Q/RT_l) + D_0^a \right\}^{\frac{1-a}{a}} \exp(-Q/RT_i) \quad (1.19)$$

加熱過程を考え、 $D_0 = 0$ と仮定すれば (1.19) 式は (1.20) 式になる。

$$\left(\frac{dD}{dt}\right)_{T=T_i} = \frac{k_0}{a} \left\{ \frac{k_0 \Delta T_c}{m} \sum_{l=1}^{i-1} \exp(-Q/RT_l) \right\}^{\frac{1-a}{a}} \exp(-Q/RT_i) \quad (1.20)$$

(1.20) 式において、一定温度で考えると、右辺中の $\Delta T_c \sum_{l=1}^{i-1} \exp(-Q/RT_l)$ ならびに $\exp(-Q/RT_i)$ の値は一定となるので (1.21) 式の関係が成り立つ。

$$\frac{dD}{dt} \propto m^{\frac{a-1}{a}} \quad (1.21)$$

すなわち，熱サイクルのある一定温度における結晶粒成長速度は加熱速度の $(a-1)/a$ 乗に比例する。たとえば，加熱速度が2倍になれば，結晶粒成長速度は a が2の場合は1.41倍， a が4の場合は1.68倍などとなる。

1.4. 数値計算例

前節においては，結晶粒成長式を変形して熱サイクル過程の結晶粒成長の基本的特性を明らかにした。本節では熱サイクル過程における結晶粒成長をさらに具体的に明白にするため，二，三の材料についての数値計算例を示す。

結晶粒成長式(1.8)式における材料定数は a ， k_0 ならびに Q であるが，前節において図示したように， a の値により熱サイクル過程の結晶粒成長の特性はかなり変化する。よって，数値計算を行なうにあたっては a の値の異なる材料を選定した。

選定した材料は，高純度の帯溶融スズ，工業用純ニッケルならびに工業用純アルミニウムである(以後，これらをそれぞれ Sn, Ni, Al と記す)。このうち，Sn における a の値は2であり，(1.6)式で示した理論値に合致するものである。Ni の a の値は4で，実用材料ではかなり一般的な値である。また，Al の a の値は15とかなり大きく，結晶粒成長が生じにくい材料である。

これらの材料の純度と結晶粒成長式における材料定数値とを Table 1.1 に示す。なお，Sn における定数値は Holmes and Winegard²⁹⁾ のデータを引用

Table 1.1 Purity and values for constants in grain growth equation

Material	Purity(wt%)	a	k_0 (mm^a/min)	Q (Kcal/g-atom)
Sn	99.999	2	72×10^2	60
Ni	99.52	4	9.514×10^{10}	90.1
Al	99.18	15	3.195×10^{-3}	78.3

したものであり，Ni ならびに Al における値は本研究において求めたものである(詳細は第2章)。

簡単のために，計算はすべて直線的な加熱・冷却熱サイクルについて，初期

粒度ならびに熱サイクル条件を変化させて行なった。

まず、初期粒度と熱サイクル後の結晶粒度との関係を、それぞれの材料について Figs. 1.9 ~ 1.11 に示す。

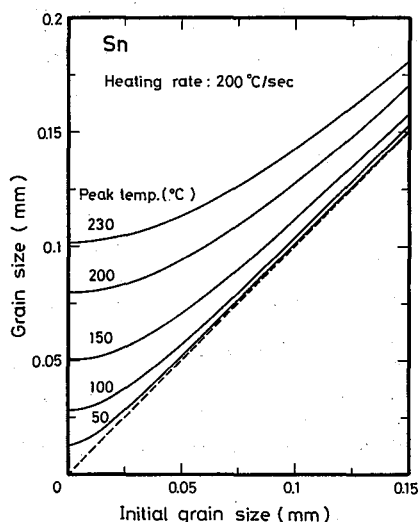


Fig. 1.9 Effect of initial grain size on grain size during heating cycle in Sn

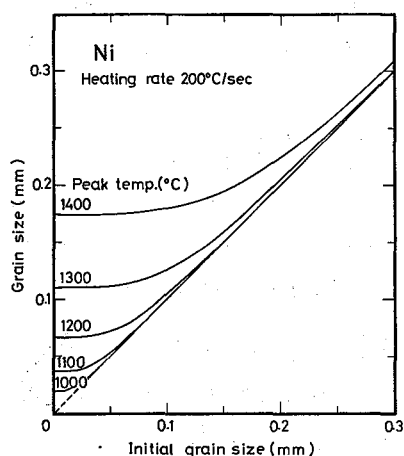


Fig. 1.10 Effect of initial grain size on grain size during heating cycle in Ni

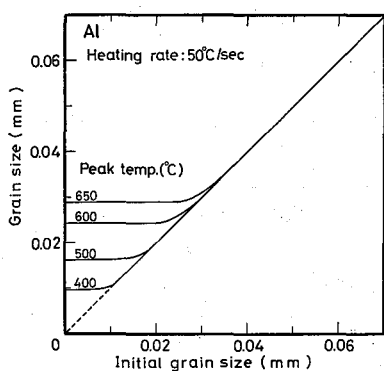


Fig. 1.11 Effect of initial grain size on grain size during heating cycle in Al

この場合は加熱速度を一定としてピーク温度を変化させている。いずれの場合にも Fig. 1.4 に示した基本的特性を示している。すなわち、初期粒度が小さくなると結晶粒度はほぼ一定値をとるようになってくるのに対し、初期粒度が大きくなってくると熱サイクル過程における結晶粒成長量は減少して、図中に破線で示した対角線（熱サイクル過程で結晶粒が成長しないことを示す）に近づいている。

ピーク温度が上昇するにつれて、熱サイクル後の結晶粒度が初期粒度によってほとんど影響されない範囲が大きくなっている。これはピーク温度が高いほど「熱サイクル項」の値が大きいため、同一初期粒度においても Fig. 1.4 における横軸の値が左方に移行することによる。したがって、ここではピーク温度を変化させた計算例を示したが、熱サイクルの加熱・冷却速度が遅くなっても「熱サイクル項」の値が大きくなるので、これと同様の結果が得られる。

つぎに、加熱速度と結晶粒度との関係の計算例を Figs. 1.12~1.14 に示す。先に Figs. 1.9~1.11 で示したように、初期粒度が小さい範囲では熱サイクル後の結晶粒度は初期粒度によりほとんど影響を受けず、初期粒度が零であるとした場合の値にほぼ等しい。よって、Figs. 1.12~1.14 ではそのような場合を想定して、 $D_0 = 0$ と仮定して計算を行なっている。

これらの結果も Fig. 1.7 に示したような特性、すなわち、加熱速度の増加とともに結晶粒度が双曲線状に減少し、やがては結晶粒度が加熱速度によりほとんど影響されなくなるという基本的特性を示している。とくに、

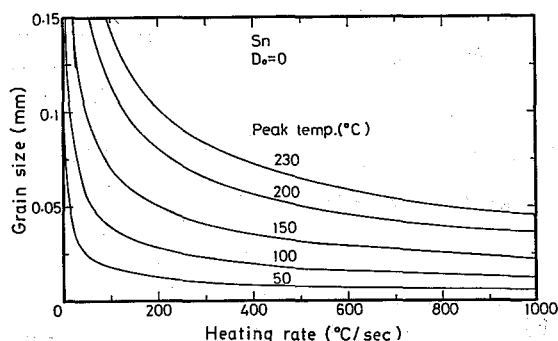


Fig. 1.12 Effect of heating rate on grain size during heating cycle in Sn

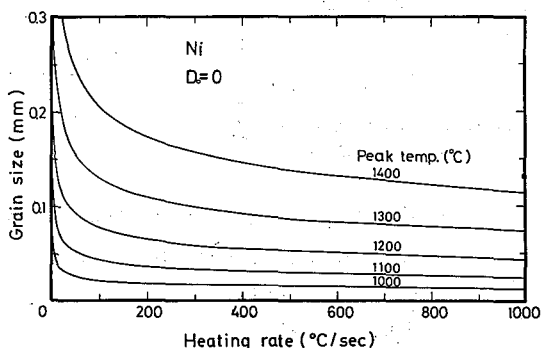


Fig. 1.13 Effect of heating rate on grain size during heating cycle in Ni

Al のように a の値が大きい場合には加熱速度が結晶粒度に及ぼす影響は小さい。

Figs. 1.15~1.1.7 はそれぞれの材料についてピーク温度からの冷却速度と結晶粒度との関係の計算例である。この場合は、初期粒度、すなわち

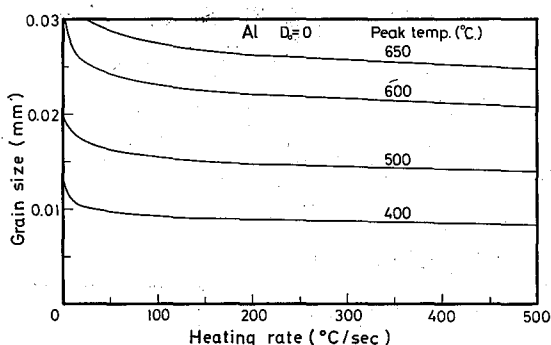


Fig. 1.14 Effect of heating rate on grain size during heating cycle in Al

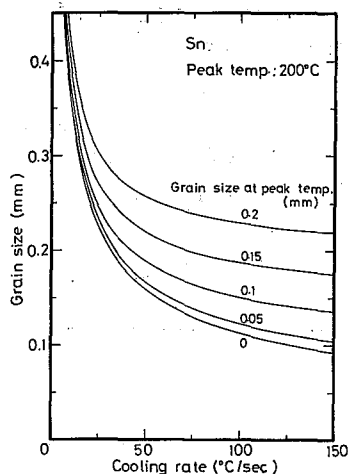


Fig. 1.15 Effect of cooling rate on grain size during cooling cycle in Sn

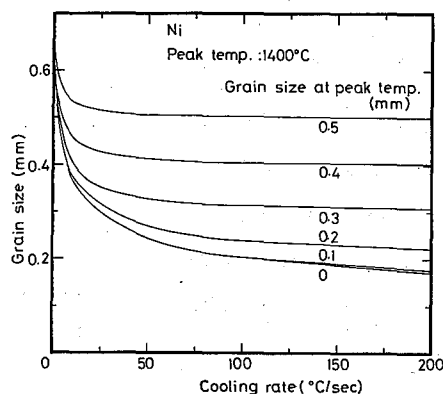


Fig. 1.16 Effect of cooling rate on grain size during cooling cycle in Ni

での結晶粒度を考慮しなければならないので、その値を種々変化させた場合の計算結果を示している。なお、比較のために、ピーク温度における結晶粒度が零であると仮定した場合の結果も示している。

冷却速度を変化させた場合も加熱速度を変化させた場合と同様、基本的には

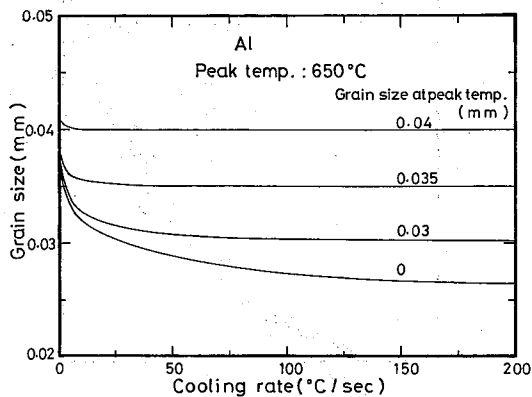


Fig. 1.17 Effect of cooling rate on grain size during cooling cycle in Al

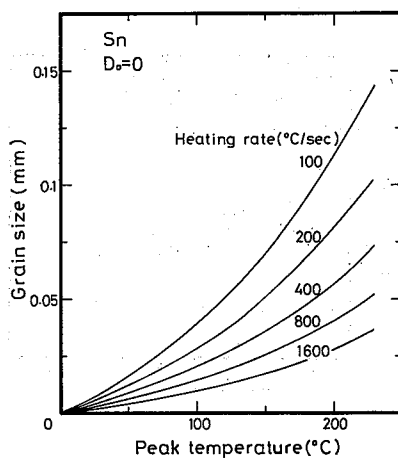


Fig. 1.18 Effect of peak temperature on grain size during heating cycle in Sn

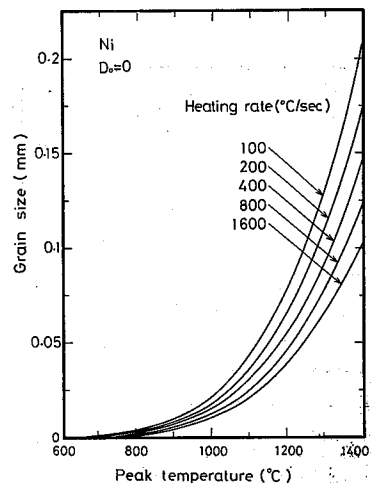


Fig. 1.19 Effect of peak temperature on grain size during heating cycle in Ni

Fig. 1.7 に示した特性があらわれている。しかし、ピーク温度における結晶粒度が大きくなるにしたがい冷却速度による影響の度合いは小さくなる。

つぎに、ピーク温度の影響をみるため、加熱速度を変化させた場合のピーク温度と結晶粒度との関係の計算結果例を Figs. 1.18 ~ 1.20 に示す。この場合も初期粒度は零と仮定して計

算を行なっている。Fig. 1.6 の基本的特性から推測できるように、温度上昇とともに結晶粒度は急激に大きくなっている。

Figs. 1.21~1.23 は、それぞれ図中に記している加熱速度ならびにピーク温度の加熱サイクルを繰り返えて与えた場合の熱サイクルの回数と結晶粒度との関係を示す。この場合も、Fig. 1.8 に示した多重熱サイクルの基本的特性があらわれている。

熱サイクル過程における結晶粒成長速度の計算例を Figs. 1.24~

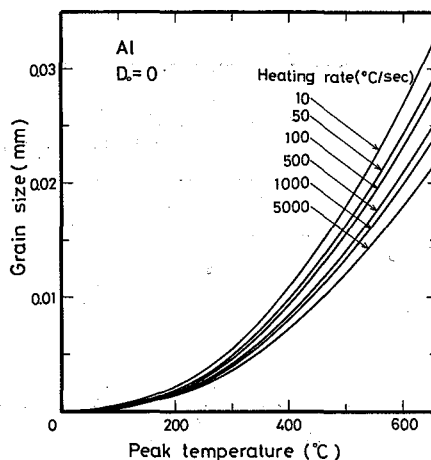


Fig. 1.20 Effect of peak temperature on grain size during heating cycle in Al

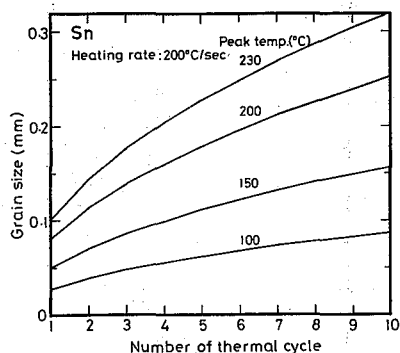


Fig. 1.21 Effect of multi-thermal cycle on grain size during thermal cycle in Sn

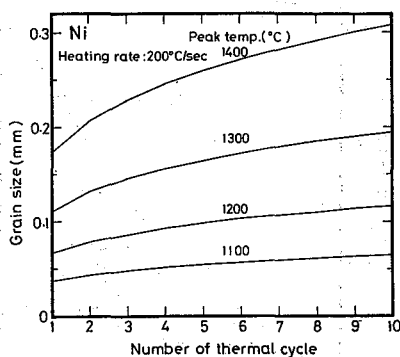


Fig. 1.22 Effect of multi-thermal cycle on grain size during thermal cycle in Ni

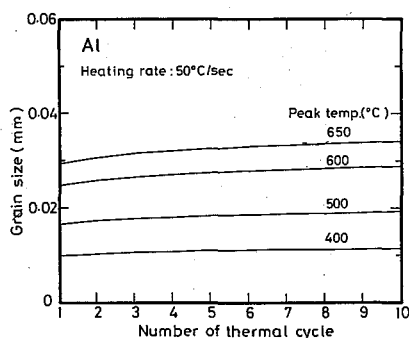


Fig. 1.23 Effect of multi-thermal cycle on grain size during thermal cycle in Al

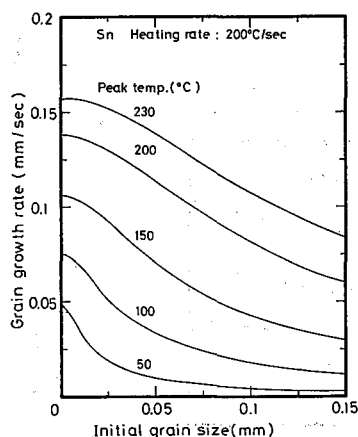


Fig. 1.24 Effect of initial grain size on grain growth rate during heating cycle in Sn

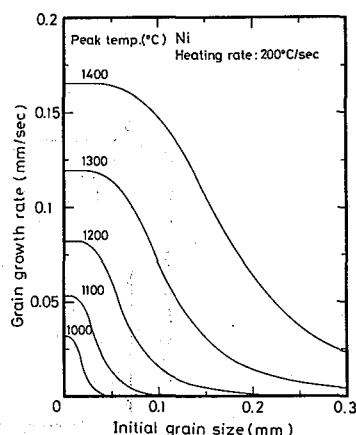


Fig. 1.25 Effect of initial grain size on grain growth rate during heating cycle in Ni

1.29に示す。

Figs.1.24~1.26 は初期粒度と結晶粒成長速度との関係である。これらの図においては、一定の加熱速度で図中に示すそれぞれのピーク温度まで加熱した時点における結晶粒成長速度を(1.19)式により計算した結果を示している。初期粒度が小さくなるにつれ結晶粒成長速度は増大している。これは、初期粒度が小さいほど熱サイクル過程における結晶粒度が小さ

いために、結晶粒成長のための駆動力が大きくなることによるものである。初期粒度がさらに小さくなると、結晶粒成長速度の増大はゆるやかになり、やがてはほぼ一定値をとるようになる。これは、前述したように、初期粒度を小さ

くするにしたいが初期粒度が熱サイクル過程の結晶粒度に及ぼす影響が少なくなってくることによるもので、Figs 1.9～1.11 に対応するものである。

Figs. 1.27～1.29 は初期粒度が零であると仮定した場合の加熱速度と結晶粒成長速度との関係を(1.20)式により計算した例である。加熱速度が大きくなるにともない、結晶粒成長速度は前節で述べたように $m^{(a-1)/a}$ (m : 加熱速度) にしたがって増大している。

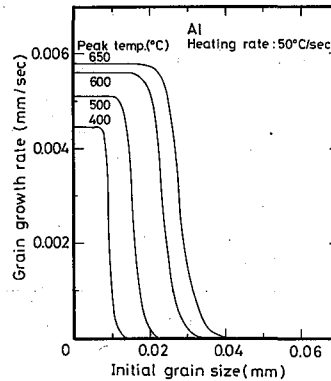


Fig. 1.26 Effect of initial grain size on grain growth rate during heating cycle in Al

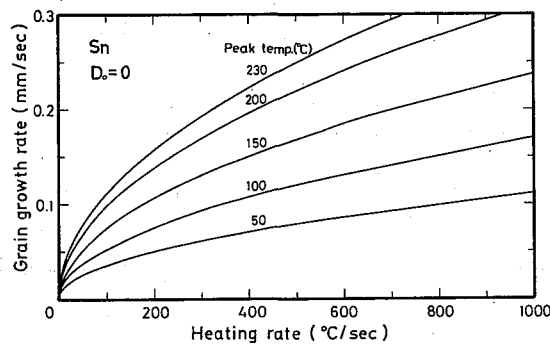


Fig. 1.27 Effect of heating rate on grain growth rate during heating cycle in Sn

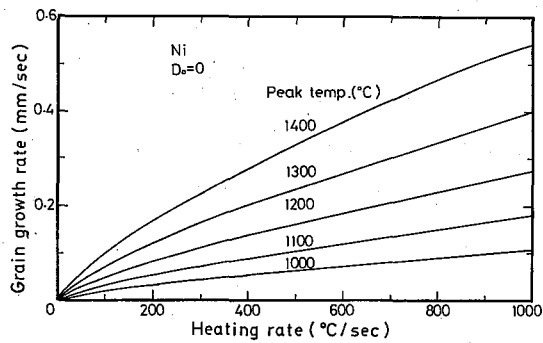


Fig. 1.28 Effect of heating rate on grain growth rate during heating cycle in Ni

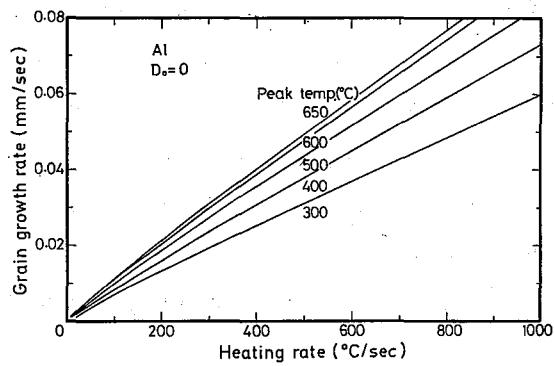


Fig. 1.29 Effect of heating rate on grain growth rate during heating cycle in Al

1.5 結 言

本章においては、熱サイクル過程の結晶粒成長を定量的に解析するための基礎事項として、まず従来からの恒温加熱過程の結晶粒成長式をもとにして熱サイクル過程における結晶粒成長式を誘導した。

ついで、熱サイクル過程における結晶粒成長式を用いて熱サイクル過程の結

晶粒成長の基本的諸特性を明らかにし、さらに二、三の材料について種々の熱サイクル過程の結晶粒成長を数値計算することにより、これらの諸特性を具体的に示した。

本章で得られたおもな結果を要約すると次のようである。

- (1) 熱サイクルを階段状熱サイクルに細分し、そのおのおのの微小時間において恒温加熱過程における結晶粒成長式を適用してそれを積み重ねていく方法により、(1.8)式で示す熱サイクル過程における結晶粒成長式を誘導した。

$$D^a - D_0^a = k_0 \sum_l \Delta t_l \cdot \exp(-Q/RT_l) \quad (1.8)$$

ここで、材料が与えられた場合、 $\sum_l \Delta t_l \cdot \exp(-Q/RT_l)$ の値は熱サイクルにより決まるので、これを「熱サイクル項」と名づけた。

- (2) 結晶粒成長式を用いることにより、直線的な熱サイクル過程における結晶粒成長現象に対して次のような一般的な特性を明らかにした。

a) 「熱サイクル項」を一定とした場合、初期粒度が大きくなると熱サイクル過程の結晶粒成長量は減少する。いっぽう、初期粒度を小さくしていくと、初期粒度が熱サイクル後の結晶粒度に及ぼす影響は減少していく。すなわち、初期粒度を小さくしていくと、結晶粒の微細化に対する効果は減少してくる。(Fig. 1.4)

b) 熱サイクルのピーク温度は結晶粒度に非常に大きな影響を及ぼす。(Fig. 1.6)

c) 同一ピーク温度までの加熱速度あるいは同一ピーク温度からの冷却速度の増大とともに結晶粒度は双曲線状に減少する。(Fig. 1.7) とくに、初期粒度の影響が無視できる場合、結晶粒度と加熱速度(m)との間には $D \propto 1/\sqrt[m]{m}$ なる関係がある。

d) 多重熱サイクルの場合は「熱サイクル項」の値がおのおのの熱サイクルの「熱サイクル項」の和であると考えればよい。とくに、初期粒度の影響が無視できる場合、同一熱サイクルを与える回数 n と結晶粒度 D_n との間には $D_n \propto \sqrt[n]{n}$ なる関係がある。(Fig. 1.8)

e) 熱サイクル過程における結晶粒成長式をもとにした(1.19)式により

熱サイクル過程の結晶粒成長速度が求められる。とくに、一定温度まで加熱した場合の加熱速度 m と結晶粒成長速度 dD/dt との間には dD/dt

$\propto m^{(a-1)/a}$ なる関係がある。

- (3) 熱サイクル時の結晶粒成長を具体的に明らかにするために、高純度の帯溶融スズ、工業用純ニッケルならびに工業用純アルミニウムについて、種々の初期粒度ならびに熱サイクル条件における結晶粒度ならびに結晶粒成長速度を数値計算したいくつかの例を示した。

第2章 熱サイクル過程における結晶粒成長式の 妥当性の検討

2.1 緒 言

第1章においては熱サイクル過程における結晶粒成長式を誘導し，これにより熱サイクル過程の結晶粒成長が計算しうるものとして種々の基本的特性を明らかにした。恒温加熱過程における現象を用い熱サイクル過程の現象を計算できるということは，従来かなりゆっくり加熱した場合の再結晶現象について確かめられた例がある³⁸⁾。しかし，結晶粒成長に関して確認された例はなく，とくに，溶接熱サイクルのように速い温度変化をする場合にはたしてこのような取り扱いができるかどうかは不明である。

よって，本章においては，溶接熱サイクル程度の速い熱サイクル過程において第1章で導いた熱サイクル過程における結晶粒成長式により結晶粒成長を計算することの妥当性を，取り扱いが比較的簡単である変態のない実用非鉄金属を用いて実験的に確かめた。

実験に用いた材料は工業用純ニッケル，工業用純銅ならびに工業用純アルミニウム（以後，それぞれNi，CuならびにAlと記す）である。

第1章で述べたように，結晶粒成長式には材料定数が含まれているので，まず，上記の材料の結晶粒成長式中の材料定数値を実験により求めた。

ついで，熱サイクル実験により求めた実測結晶粒度と結晶粒成長式を用いた計算結果とを比較することにより，結晶粒成長式の熱サイクル過程への適用の妥当性ならびに限界を確かめた。

また，第1章で明らかにした熱サイクル過程の結晶粒成長の基本的特性を実験により確認した。

2.2 供試材料ならびに実験方法

実験に供したNi，CuならびにAlの化学組成をTable 2.1に示す。

できるだけ結晶粒度の小さな基準材を作製するため，受入れ材（板厚は，Ni：5 mm，Cu：8 mm，Al：5 mm）を2 mm厚まで冷間圧延し，それぞれの材料の再結晶温度（Ni：600 °C，Cu：400 °C，Al：350 °C）で1 h保

Table 2.1 Chemical compositions of materials used(wt%)

Commercial-purity nickel

C	Si	Mn	S	Fe	Ni
0.005	0.05	0.23	0.002	0.17	99.52

Deoxidized copper

P	S	C	Cu
0.033	0.002	0.001	99.95

Commercial-purity aluminum

Cu	Si	Mn	Mg	Zn	Cr	Fe	Ti	Al
0.03	0.14	0.03	0.01	0.02	0.01	0.60	0.01	99.18

持した。このようにして作製した基準材の結晶粒度は、それぞれほぼ $0.03\text{ }\mu\text{m}$ であった。

恒温加熱実験は、 $2 \times 5 \times 5\text{ mm}$ の小試片をアルゴン雰囲気のエレマ炉中で加熱することにより行なった。

熱サイクルは、 $2 \times 5 \times 5\text{ mm}$ の小試片を高周波誘導加熱装置により所定の温度まで加熱後、コイルの内側より水を噴射させることにより常温まで冷却し、あたえた。試片の温度は試片にパーカッション溶接した熱電対により測定した。

試片の研磨ならびに結晶粒現出には次の研磨液ならびに腐食液を用いた。すなわち、Ni の場合は無水酢酸 10 : 過塩素酸 1 溶液で電解研磨ならびに電解腐食を行なった。Cu は 50% リン酸水溶液で電解研磨ならびに電解腐食を行なった。Al の場合はエチルアルコール 9 : 過塩素酸 1 溶液で電解研磨し、2 ~ 3% 弗酸水溶液で腐食した。

結晶粒の測定にはいわゆる linear intercept 法を用いた。すなわち、倍率 30 ~ 200 倍の顕微鏡組織上に直線を多数ひき、これらの直線と結晶粒界との交点の数を数えることにより平均の切片長を求めた。測定した切片数は一つの試料につき 100 ~ 200 個である。

Fig. 2.1 にこのようにして求めた平均の linear intercept と平均結晶粒径ならびに学振のオーステナイト結晶粒度番号との関係を示す。ここで、平均結晶粒径は倍率 30 ~ 200 倍の顕微鏡組織上の半径 $30\text{ }\mu\text{m}$ の円の中にある

結晶粒数を数え、結晶粒断面を円形と仮定してその平均の直径を計算したものである。結晶粒度番号は $n = 2^{N+3}$ (n : 1 mm^2 あたりの結晶粒の数, N : 結晶粒度番号)により求めたものである。

Fig. 2.1の結果より、平均の linear intercept は平均結晶粒径とほぼ直線関係にあることがわかる。よって、本研究においては測定した平均の linear intercept により結晶粒度を表わすことにする。

2.3 結晶粒成長式における材料定数値の決定

Fig. 2.2はNiの基準材を700~1200°Cにおいて恒温加熱した場合の加熱時間と結晶粒度との関係を示す。Fig. 2.2によると、加熱温度が上昇するにしたがって結晶粒の成長は急激になり、この現象が熱活性化過程であることが推定できる。

まず、Fig. 2.2の結果が本研究で基本式として用いようとしている(1.7)式の形になっているかどうかを確かめた。

Fig. 2.3はFig. 2.2の結果を時間軸、結晶粒度軸ともに対数目盛にしてプロットしたものである。こ

れによると、保持時間の対数と結晶粒

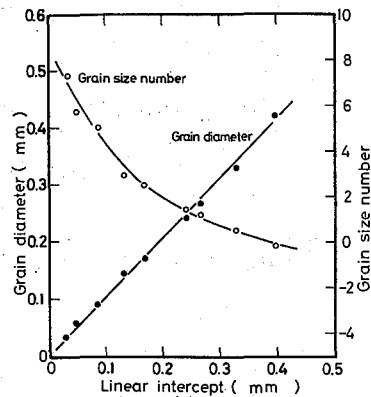


Fig. 2.1 Relation among linear intercept, grain diameter and grain size number measured in Ni

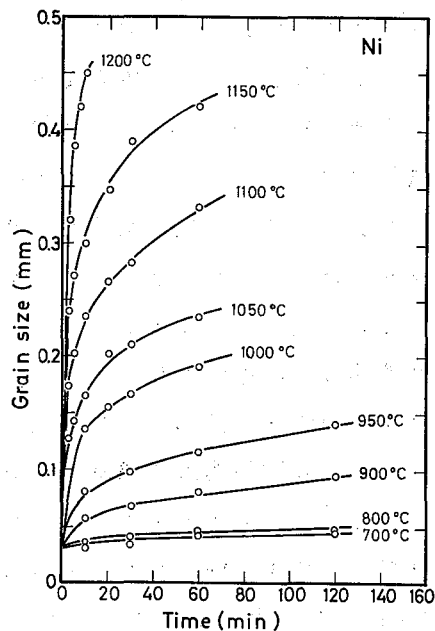


Fig. 2.2 Isothermal grain growth in Ni

度の対数との間にはほぼ直線関係がある。

Fig. 2.3 のプロットでは初期粒度 (D_0) の影響が考慮されていない。しかし、 D_0 にくらべて D がじゅう分に大きな場合は D_0 の影響はほとんど無視しうると考えられる。よって、Fig. 2.3 において、 D_0 の影響が少ないと考えられる高温部における直線の傾きが 0.25 であることから、(1.7) 式における a の値が $1/0.25 = 4$ であるとして、 $D^4 - D_0^4$ の対数を保持時間の対数に対してプロットした結果を Fig. 2.4 に示す。なお、この場合 D_0 の値は試片がほぼそれぞれの温度に達した時点における結晶粒度の測定結果を用いている。

Fig. 2.4 によると、 $\log(D^4 - D_0^4)$ と $\log t$ との間にはほぼ傾きが 1 の直線関係がある。このことから、本材料においては (2.1) 式が成り立っている。

$$D^4 - D_0^4 = kt \quad (2.1)$$

(2.1) 式中の k の値の温度依存性を調べるためには任意の一定時間における左辺の値の温度依存性を調べればよい。よって、いま一定時間として $t = 10 \text{ min}$ を選び、Fig. 2.4 の縦軸の値 ($D_{t=10}$)⁴ - (D_0)⁴ (ただし、 $D_{t=10}$: $t = 10 \text{ min}$ における結晶粒度) を絶対温度の逆数に対してプロッ

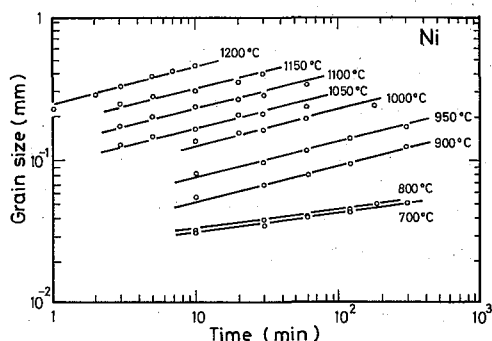


Fig. 2.3 Isothermal grain growth in Ni (Log-log plot)

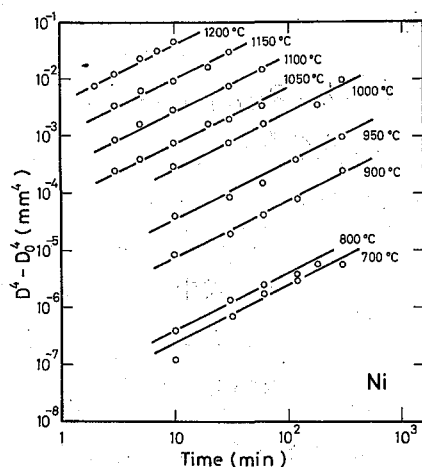


Fig. 2.4 Isothermal grain growth in Ni (Relation between $\log t$ and $\log (D^4 - D_0^4)$)

トした結果を Fig. 2.5 に示す。
Fig. 2.5 をみると、800 °C
以上においてはほぼ傾きが一定
の直線関係がある。このことか
ら、第1章で述べたように結晶
粒成長のためのみかけの活性化
エネルギーを Q とすると、(2.1
) 式中の k と温度との間には (2.2) 式の関係が成り立っている
ものと考えられる。

$$k = k_0 \cdot \exp(-Q/RT) \quad (2.2)$$

これら (2.1) 式ならびに (2.2) 式で示される結果より、本材料においては恒温加熱過程に

おける結晶粒成長式は (1.7) 式の形で表わすことができると結論できる。

つぎに、(1.7) 式中の材料定数値を求める。(1.7) 式中には材料定数として a 、 k_0 ならびに Q が含まれているが、このうち a の値は前述のように Fig. 2.4 から求められる。 k_0 ならびに Q の値は Fig. 2.5 から求めることができる。すなわち、Fig. 2.5 の直線の傾きから Q の値、縦軸との切片から k_0 の値を求めることができる。

このようにして求めた各定数値を Table 2.2 に示す。Table 2.2 中には、参考のために Ni の体拡散ならびに粒界拡散のための活性化エネルギーの値³⁹⁾、⁴⁰⁾も併示している。本実験で求めた結晶粒成長のためのみかけの活性化エネルギーの値は体拡散のための活性化エネルギーより大きな値をとっている。

これらの材料定数値を (1.8) 式に代入することにより、本材料の熱サイクル過程における結晶粒成長式は (2.3) 式で表わされる。

$$D^4 - D_0^4 = 9.514 \times 10^{10} \sum_l \Delta t_l \cdot \exp(-45400/T_l) \quad (2.3)$$

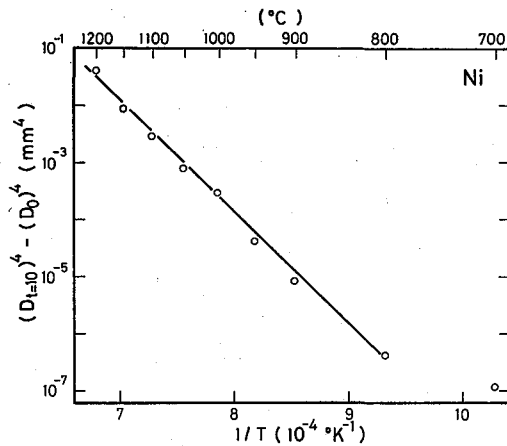


Fig. 2.5 Relation between $1/T$ and $(D_{t=10})^4 - (D_0)^4$ in Ni
($D_{t=10}$: Grain size at 10 min during isothermal heating)

Table 2.2 Values for constants in isothermal grain growth equation (17) obtained in this study and activation energy for diffusion

Material	a^{*1}	k_0^{*1} (mm^a/min)	Q^{*1} (Kcal/g-atom)	Q_L^{*2} (Kcal/g-atom)	Q_B^{*3} (Kcal/g-atom)
Ni	4	9.514×10^{10}	90.1	66.8^{*4}	266^{*4}
Cu	4	1.610×10^{14}	82.0	47.4^{*5}	27.0^{*5}
Al	15	3.195×10^{-3}	78.3	34.0^{*4}	16.0^{*4}

*1 Obtained in this study

*2 Activation energy for lattice self-diffusion

*3 Activation energy for grain boundary self-diffusion

*4 From reference(39)

*5 From reference(40)

(ただし, 単位は D, D_0 : mm, Δt : min, T : °K)

初期粒度の影響がないものとすれば, Fig. 2.3 からも材料定数値を求めることができる。すなわち, a の値は Fig. 2.3 の高温部における直線の傾きから求められる。また, Fig. 2.3 において, 900°C 以上の $t = 10$ min における縦軸の値 ($\log D$) を絶対温度の逆数に対してプロットした結果を Fig. 2.6 に示す。この場合も一定の傾きの直線関係があり, この直線からも k_0 ならびに Q の値を求めることができる。

このようにして求めた a , k_0 ならびに Q の値は前述のように Fig. 2.4 ならびに Fig. 2.5 を用いて求めた値とほぼ同一であった。したがって, このような方法によっても結晶粒成長式における材料定数値を求めることができる。

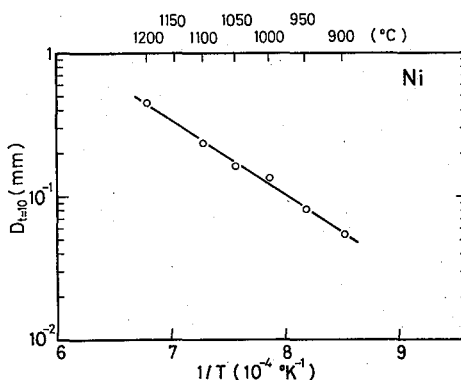


Fig. 2.6 Relation between $1/T$ and $D_{t=10}$ in Ni ($D_{t=10}$: Grain size at 10 min during isothermal heating)

と考えられる。よって、次に示すCuならびにAlの場合にはこのような方法を用いた。

Cuの基準材を500~800°Cで恒温加熱したときの加熱時間と結晶粒度との関係をFig. 2.7に示す。500ならびに550°Cにおいては結晶粒成長は不規則であるが、600°C以上においては $\log t$ と $\log D$ との間には一定の傾きを持った直線関係が成立している。Fig. 2.7の600°C以上における直線の傾きから恒温加熱過程の結晶粒成長式(1.7)式における a の値は4と求められる。

前に述べたように、ここでは初期粒度の影響を無視して k_0 ならびに Q の値を求めるために、Fig. 2.7の一定時間 $t = 10$ minにおける結晶粒度の対数 $\log D_{t=10}$ を絶対温度の逆数に対してプロットした結果をFig. 2.8に示す。

Fig. 2.8より求めた k_0 ならびに Q の値は前出のTable 2.2に示している。この場合も Q の値は体拡散のための活性化エネルギーの値よりもさらに大きな値となっている。

このようにして求めた材料定数値を(1.8)式に代入して、Cuの熱サイクル過程における結晶粒成長式は次のように求められる。

$$D^4 - D_0^4 = 1.610 \times 10^{14}$$

$$\frac{E}{l} \Delta t_l \cdot \exp(-4.1300/T_l) \quad (2.4)$$

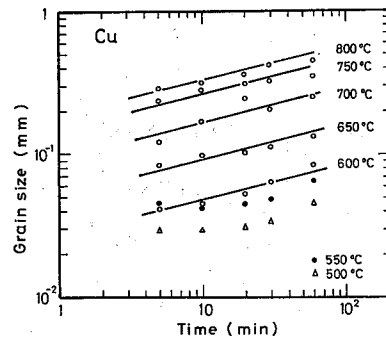


Fig. 2.7 Isothermal grain growth in Cu (Log-log plot)

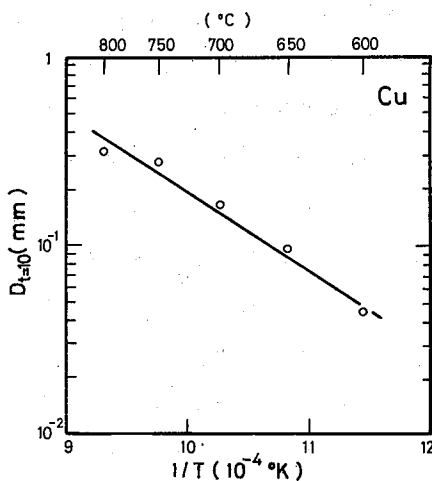


Fig. 2.8 Relation between $1/T$ and $D_{t=10}$ in Cu ($D_{t=10}$: Grain size at 10 min during isothermal heating)

(ただし, 単位は D, D_0 : mm, Δt : min, T : °K)

つぎに, Fig. 2.9はAlの基準材を450~630 °Cの温度範囲で恒温加熱したときの加熱時間と結晶粒度との関係を対数目盛でプロットした結果である。Alの場合は非常に結晶粒の成長が緩慢であるが, $\log t$ と $\log D$ との間にはほぼ直線関係が成り立っている。Fig. 2.9の直線の傾きより(1.7)式における a の値を求めると15という非常に大きな値となる。

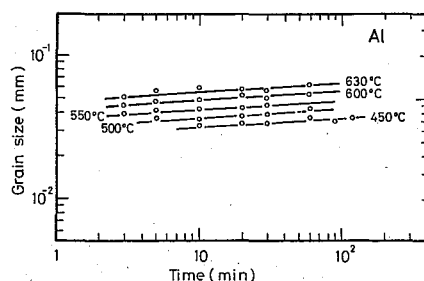


Fig. 2.9 Isothermal grain growth in Al (Log-log plot)

つぎに, Cuの場合と同様に k_0 ならびに Q の値を求めるため, Fig. 2.9の一定時間10 minにおける結晶粒度の対数を絶対温度の逆数に対してプロットした結果をFig. 2.10に示す。

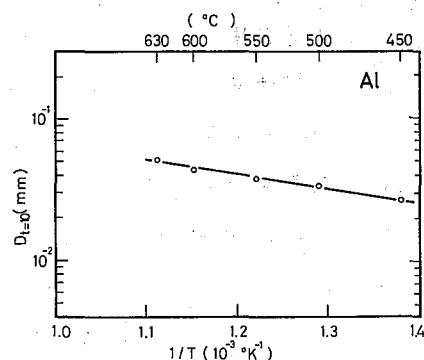


Fig. 2.10 Relation between $1/T$ and $D_{t=10}$ in Al ($D_{t=10}$: Grain size at 10 min during isothermal heating)

Fig. 2.10より求めた k_0 ならびに Q の値は前出のTable 2.2に示している。この場合も, 求めた Q の値はAlの体拡散のための活性化エネルギーよりもさらに大きな値をとっている。

このようにして求めた材料定数値を(1.8)式に代入すると, Alの熱サイクル過程における結晶粒成長式が(2.5)式のように求められる。

$$D^{15} - D_0^{15} = 3.195 \times 10^{-3}$$

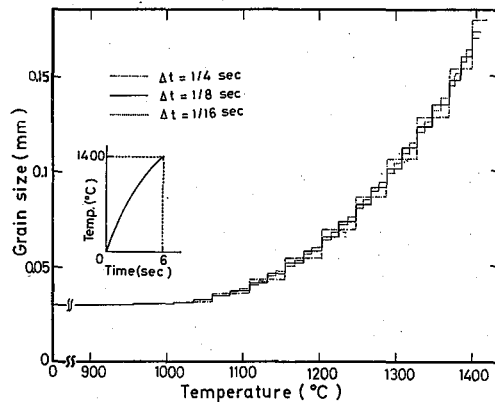
$$\sum_l \Delta t_l \cdot \exp(-39400/T_l) \quad (2.5)$$

(ただし, 単位は D, D_0 : mm, Δt : min, T : °K)

2.4 結晶粒成長式の妥当性の検討

基準材に溶接熱サイクルを想定した種々の条件の熱サイクルを与えたときの結晶粒度を測定し、これを前節で求めた材料定数値を用いた結晶粒成長式による計算値と比較することにより結晶粒成長式の妥当性を検討した。

Fig. 2.1 1 は Ni の基準材 ($D_0 = 0.03 \text{ mm}$) に図中に示す熱サイクルを与えた場合の結晶粒成長を (2.3) 式中の Δt の値を変化させて計算した結果である。これによると、 Δt の値は $1/4 \text{ sec}$ 程度でも結晶粒成長の傾向は大体においてわかり、 $1/8 \text{ sec}$ にするとほぼじゅう分であると考えられる。よって、以後 Δt は $1/8 \text{ sec}$ にとって計算を行なうことにし、結晶粒の成長は計算点をむすんだ曲線で表わす。



Ni の基準材を用い、図中に示す加熱・冷却サイクルを与え、熱サイクル過程の種々の温度から水冷したときの結晶粒度の測定結果を Fig. 2.1 2 に示す。

Fig. 2.1 1 Calculated value for grain growth during heating cycle in Ni (The value for Δt varied)

Fig. 2.1 2 中の曲線は与えた熱サイクルにしたがって (2.3) 式により結晶粒度を計算した結果である。Fig. 2.1 2 によると、結晶粒度の実測値と計算値とはかなりよく一致している。

Fig. 2.1 2 の A ~ E 点に対応する顕微鏡組織を Photo. 2.1 に示す。

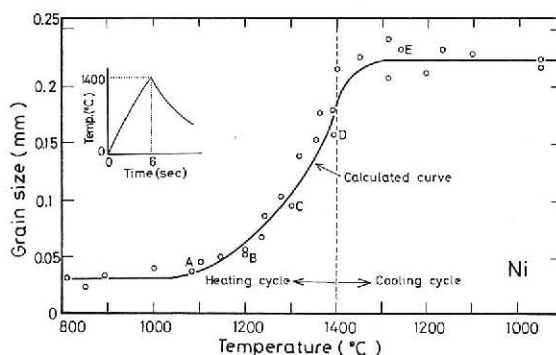
Fig. 2.1 3 は Cu の基準材に図中に示した加熱サイクルを与え、種々の温度から水冷したときの結晶粒度を測定した結果である。Fig. 2.1 3 中の曲線は与えた熱サイクルにしたがい、(2.4) 式により結晶粒度を計算した結果である。Fig. 2.1 3 によると実測値と計算値とはかなりよく一致している。

Fig. 2.1 3 の A ~ E 点に対応する顕微鏡組織を Photo. 2.2 に示す。

ついで、Fig. 2.1 4 は Al の基準材に図中に示すような熱サイクル与えた

ときの同様の結果である。本材料の場合は結晶粒の成長がかなり緩慢であるので、現象を明確にするため比較的ゆるやかな熱サイクルを与えている。Fig. 2.1 4 中の曲線は (2. 5) 式による計算結果

である。Fig. 2.1 4 Fig. 2.1 2 Comparison of measured grain size with grain size calculated using grain growth equation during heating and cooling cycle in Ni



以上の結果より、熱サイクル過程における結晶粒成長式により熱サイクル過程の結晶粒成長を計算できることが明らかになった。

しかし、結晶粒成長式を用いて熱サイクル過程の結晶粒成長を計算する場合、結晶粒成長式の適用限界を明確にしておく必要がある。前節で明らかにしたように、本章で用いているいずれの材料においても恒温加熱過程の結晶粒成長式が成り立ち、熱サイクル過程におけ

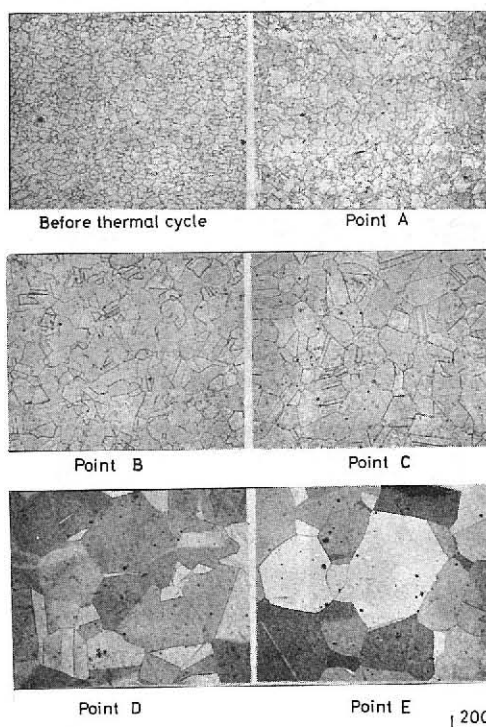


Photo. 2.1 Microstructures of Ni quenched from various temperatures during thermal cycle

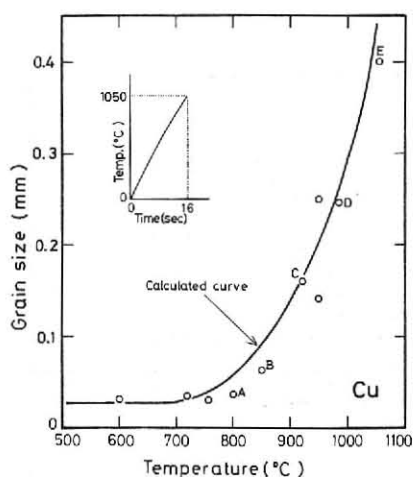


Fig. 2.13 Comparison of measured grain size with grain size calculated using grain growth equation during heating cycle in Cu

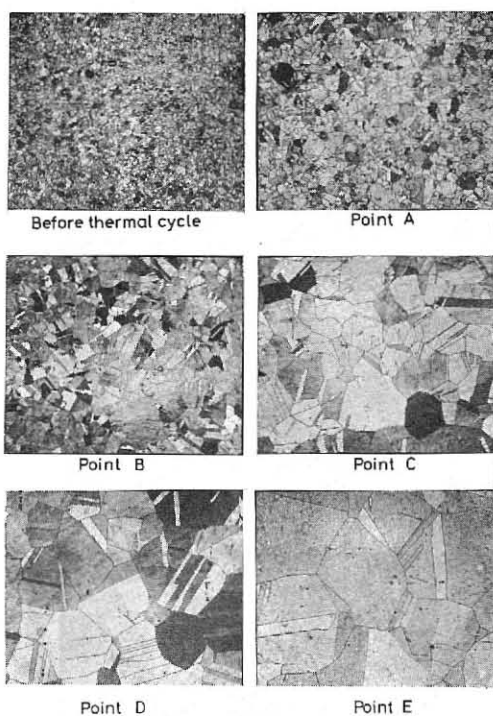


Photo. 2.2 Microstructures of Cu quenched from various temperatures during thermal cycle

る現象も基本的にはいずれの材料においても同様であると考えられるので、ここではNiを代表を選んで検討を行なった。

結晶粒成長式の適用は主として次の三つの要因により制約をうけると考えられる。

- (a) 結晶粒の大きさの限界
- (b) 結晶粒成長式が適用できる温度範囲
- (c) 熱サイクルの加熱・冷却速度による限界

そこで、これらの要因について検討を行なった。要因(a)については、従来から不純物あるいは介在物によ

2004

て結晶粒には材料により定まる限界の大きさがあるといわれ、また試験片の厚さにより結晶粒の成長限界が存在するともいわれている³⁴⁾。

Fig. 2.1 5はNiについて、板厚を変化させた試片を1150℃で恒温加熱した場合の $\log t$ と $\log D$ との関係を測定した結果である。いずれの板厚の場合にも結晶粒度は約0.5 mmまでは直線的に大きくなっているが、その後はほとんど成長しなくなっている。なお、Fig. 2.1 5中の破線は真空溶製した高純度のニッケル（純度99.97%）を同じ温度で加熱した場合の結果を示しているが、この場合には結晶粒度が0.8 mmになってもなお直線的に成長している。

このように、材料の純度によって限界の結晶粒度が存在し、実験に供したNiの場合はそれが約0.5 mmであると考えられる。したがって、結晶粒度が限界の結晶粒度に近づいた場合には結晶粒成長式の適用は困難である。

逆にいえば、恒温加熱時の結晶粒成長に直線性がある範囲であればこのような制約は考慮しなくてもよいと考えられる。

Fig. 2.1 5に示したように、本実験においては板厚を1～8 mmの間で変化させても結晶粒度にはほとんど差が認められなかった。よって、この範囲では

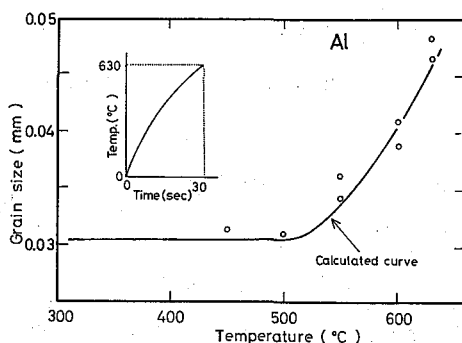


Fig. 2.1 4 Comparison of measured grain size with grain size calculated using grain growth equation during heating cycle in Al

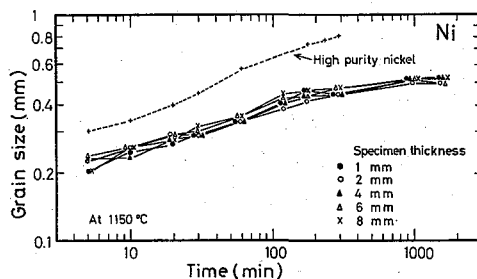


Fig. 2.1 5 Effects of specimen thickness and purity of nickel on grain growth during isothermal heating

板厚を問題にする必要はないと考えられる。

つぎに、要因(b)の、結晶粒成長式が適用できる温度範囲について検討した。

Fig. 2.16はNiに、図中に示したように試片が溶融しはじめて温度上昇が停止する温度までの熱サイク

ルを与えたときの結晶粒度の

測定結果を示したものである。

図中の黒丸で示した値は組織

観察ならびに熱サイクルより

試片の一部が溶融していると

判断される場合の結晶粒度の

測定値である。図中の曲線は

与えた熱サイクルにしたがっ

て結晶粒が成長するものとし

て、結晶粒度を計算した結果

である。

Fig. 2.16によると、試

片が溶融しはじめるまでは計算値と実測値とはよく一致している。しかし、試

片が溶融しはじめると計算上は結晶粒がさらに増大していくのに対し、実際に

は結晶粒はまったく成長しなくなっている。この原因に関し、Burke⁴¹⁾は、

もし結晶粒界に溶融が生じれば結晶粒界の両側の曲率半径が同符号になり得る

ので、結晶粒界移動のための駆動力がいちじるしく減少することによるもので

であろうと述べている。

このように、熱サイクルの高温部においては、試片の一部が溶融すると結晶

粒成長式の適用はかなり困難になるが、それまでの温度域では結晶粒成長式の

適用は可能である。

また、低温部において、Fig. 2.5やFig. 2.7から明らかなように、結晶

粒成長式が成り立たない場合がある。したがって、このような温度域において

は結晶粒成長式の適用は困難である。しかし、Fig. 2.12やFig. 2.13な

どから明らかなように、このような低温域では熱サイクル過程で結晶粒はほと

んど成長しないので、この点はあまり問題にする必要がないと考えられる。

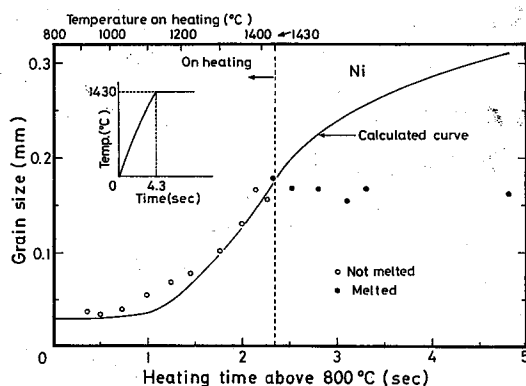


Fig. 2.16 Effect of melting during thermal cycle on grain size in Ni

つぎに、要因(c)の熱サイクルの加熱・冷却速度による限界について検討した。Fig. 2.17は、Niを図中に示すような約350ならびに600°C/secの加熱速度で1400°Cまでの種々の温度まで加熱し、水冷したときの結晶粒度の測定結果である。図中の曲線は計算結果であるが、加熱サイクル過程のすべての温度域で実測値とかなりよく一致している。このようなことから、少なくとも600°C/sec程度の加熱・冷却速度の熱サイクル過程においても結晶粒成長式の適用がほぼ可能であると考えられる。

熱サイクルの加熱・冷却速度の遅い領域では現象は恒温加熱過程に近づくので、恒温加熱における結晶粒成長をもとにした熱サイクル過程における結晶粒成長式の適用はさらに正確になるであろう。

以上の結果から、上記のような適用限界内では、第1章で示した(1.8)式の熱サイクル過程の結晶粒成長への適用は可能であると結論できる。

2.5 熱サイクル過程における結晶粒成長の基本的特性

— 実験的検討 —

前節において、熱サイクル過程の結晶粒成長は結晶粒成長式により計算できることが明らかになった。したがって、第1章において、上記の計算が可能であるものとして導いた熱サイクル過程の結晶粒成長の基本的特性は成り立つものと考えられる。本節においてはこのことを実験的に確かめることにした。

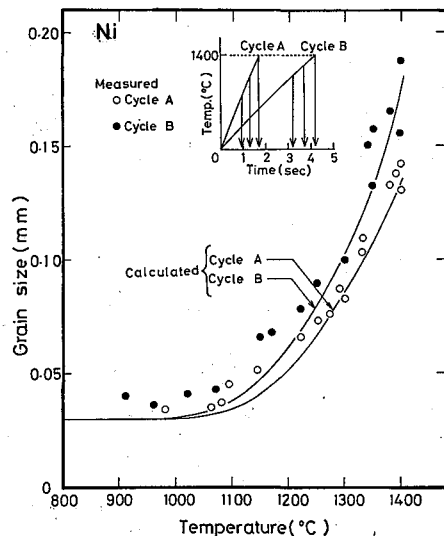


Fig. 2.17 Comparison of measured grain size with grain size calculated using grain growth equation, in case of rapid heating cycle in Ni

まず、初期粒度の影響をみるために、Ni の受入れ材 (5 mm 厚) を 2 mm 厚に冷間圧延した後、種々の温度で加熱することにより結晶粒度が 0.03~0.26 mm の試片を作製した。このような試片に図中に示す加熱サイクルを与え、途中種々の温度から水冷したときの結晶粒度の測定値を初期粒度に対してプロットした結果を Fig. 2.18 に示す。図中には参考のため、結晶粒成長式による計算結果も記入している。

Fig. 2.18 によると、実験結果は第 1 章の Fig. 1.4 に示した初期粒度と熱サイクル過程における結晶粒度との関係の基本的特性を示している。ただし、Fig. 1.4 では横軸は「熱サイクル項」の値を一定とした場合の初期粒度を表わしているが、Fig. 2.18 においては熱サイクルのピーク温度を変化させることにより「熱サイクル項」の値を変化させている。

つぎに、ピーク温度、加熱・冷却速度ならびに多重熱サイクルと結晶粒度との関係について検討した。

前節に示した Figs. 2.12, 2.13, 2.14 ならびに 2.17 はピーク温度と結晶粒度との関係を示しているが、これらの実験結果は、第 1 章に述べたように、ピーク温度の上昇とともに結晶粒は急激に増大するという基本的特性を示している。

Ni の基準材を約 150~600 °C/sec の加熱速度で直線的に 1400 °C まで加熱したときの結晶粒度の測定値を加熱速度に対してプロットした結果を Fig. 2.19 に示す。同様に、Ni の基準材を 1400 °C まで約 5 sec で直線的に加熱した後、直線的に冷却したときの結晶粒度の測定値を冷却速度に対してプロットした結果を Fig. 2.20 に示す。冷却速度は約 15~150 °C/sec に変化させている。

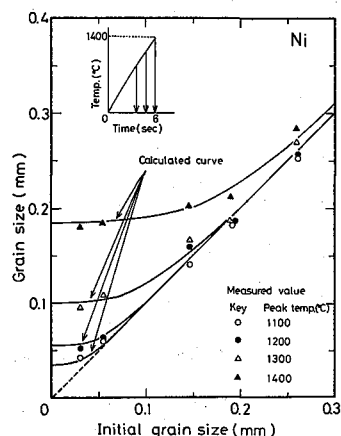


Fig. 2.18 Effect of initial grain size on grain size during thermal cycle in Ni

Figs. 2.19 ならびに 2.20 に示した実験結果も第 1 章の Fig. 1.7 に示した熱サイクルの加熱・冷却速度と結晶粒度との関係の基本的特性を示している。

Fig. 2.21 は多重熱サイクルの影響をみるために、Ni の基準材に図中に示す加熱・冷却サイクルを繰り返し与えたときの結晶粒度の測定結果を示す。この場合も、第 1 章の Fig. 1.8 に示した基本的特性があらわれている。

以上の実験結果より、第 1 章に示した初期粒度、ピーク温度、加熱・冷却速度ならびに多重熱サイクルと結晶粒度との関係の基本的特性の成り立つことが確認された。

2.6 結 言

本章においては、工業用純ニッケル、銅ならびにアルミニウムを用い、第 1 章において誘導した結晶粒成長式の妥当性ならびに熱サイクル過程における結晶粒成長の基本的特性が成り立つことを実験により確認した。

得られたおもな結果は次のようである。

- (1) 恒温加熱過程における結晶粒成長の実験より結晶粒成長式における材料定

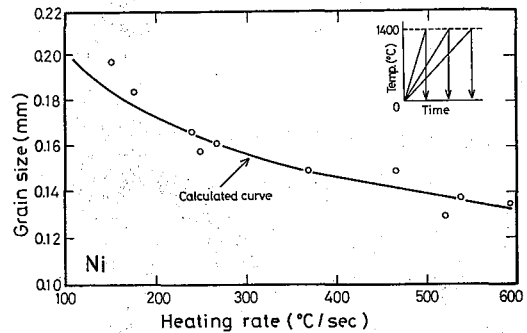


Fig. 2.19 Effect of heating rate on grain size in Ni

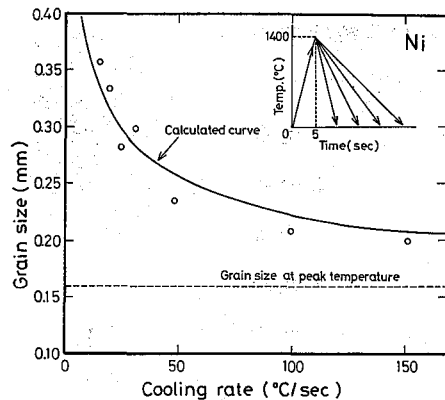


Fig. 2.20 Effect of cooling rate from 1400 °C on grain size in Ni

数値を求めることができる。求めた工業用純ニッケル，純銅ならびに純アルミニウムの材料定数値は Table 2.2 に示している。

- (2) 結晶粒成長式の適用限界は次のとおりであり，この限界内では結晶粒度が計算できることを実験により確かめた。

- a) 恒温加熱過程における結晶粒成長式が成り立つ結晶粒度の範囲

材料の純度などにより定まる限界の結晶粒度が存在するので，結晶粒度はこの限界以下でなければならない。

- b) 結晶粒成長式が成り立つ温度範囲

高温側では，試片の一部が溶融しはじめると結晶粒はほとんど成長しなくなるので，結晶粒成長式が成り立たない。低温側においても結晶粒成長式が成り立たない範囲が存在するが，この範囲では熱サイクル過程に結晶粒はほとんど成長しないので，実際上はあまり考慮しなくてもよい。

- c) 熱サイクルの加熱・冷却速度の範囲

加熱・冷却速度があまり速いと，恒温加熱過程における結晶粒成長式をもとにした熱サイクル過程の結晶粒成長式は成り立たなくなる可能性があるが，少なくとも $600\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ までの速度範囲では成り立つことを実験的に確認した。

- (3) 第1章で求めた初期粒度，ピーク温度，加熱・冷却速度ならびに多重熱サイクルと熱サイクル過程における結晶粒度との関係の基本的特性が成り立つことを実験により確認した。

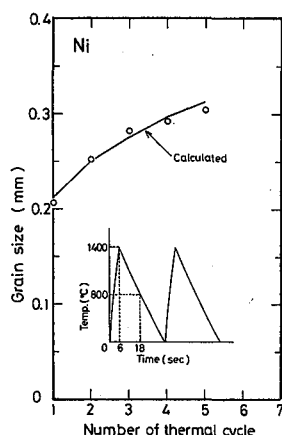


Fig. 2.21 Effect of multi-thermal cycle on grain size in Ni

第3章 熱サイクル過程における結晶粒成長式の 鋼のオーステナイト結晶粒成長への適用

3.1 緒 言

第2章においては，第1章で求めた熱サイクル過程における結晶粒成長式を用いて熱サイクル過程の結晶粒の成長が計算できることを変態のない非鉄金属を用いて実験的に明らかにした。

実用上は，鋼のHAZにおけるオーステナイト結晶粒の粗大化がじん性劣化の点などからもっとも問題になると考えられる。また，第2章においては変態のない材料について取り扱ったが，変態のある材料においても適用できれば，結晶粒成長式の適用範囲はさらに拡大されるものと考えられる。

以上のような観点から，本章においては結晶粒成長式を熱サイクル過程における鋼のオーステナイト結晶粒の成長に適用した。

まず，オーステナイト結晶粒の成長に及ぼす加熱時の変態の影響を明確にするため，急速加熱時におけるオーステナイト結晶粒の生成状況について検討した。

ついで，オーステナイト結晶粒成長式の材料定数値を実験により決定し，これを用いて熱サイクル過程の結晶粒成長を計算することの妥当性を検討した。

3.2 供試材料ならびに実験方法

実験に供した鋼の化学組成を Table 3.1 に示す。すなわち，炭素鋼としては0.2%炭素鋼ならびに0.35%炭素鋼（以後，それぞれ20Cならびに35Cと呼称する），高張力鋼としては代表的な60，80ならびに100 Kg/mm² 級

Table 3.1 Chemical compositions of steels used (wt%)

Mark	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	V	B
20C	0.20	0.24	—	0.002	0.009	—	—	—	—	—	—
35C	0.34	0.15	0.74	0.016	0.024	0.07	0.05	0.05	—	—	—
HT 60	0.15	0.32	1.34	0.021	0.006	0.04	0.013	0.01	—	0.057	—
HT 80	0.10	0.25	0.87	0.004	0.003	0.23	1.04	0.51	0.37	0.03	0.001
HT100	0.12	0.47	1.18	0.015	0.009	0.15	0.95	0.59	0.36	0.05	—

の低合金鋼（以後、それぞれHT60、HT80ならびにHT100と呼称する）を選んだ。これらの受入れ材の熱処理状態は、20℃ならびに35℃は焼ならし状態、HT60、HT80ならびにHT100は焼入れ、焼もどし状態である。

熱サイクルならびに恒温加熱実験は $2 \times 5 \times 5 \text{ mm}$ の小試片を高周波誘導加熱することにより行ない、所定の温度あるいは時間に達すると、コイルの内側より水を噴射させて水冷した。試片の温度は、試片にパーカッション溶接した熱電対（ 0.3 mm 径）により測定した。

結晶粒の現出は表面活性剤（主成分はラウリルベンゼンスルホン酸ナトリウム）を0.2%添加したピクリン酸飽和水溶液⁴²⁾を用いてもとのオーステナイト結晶粒界を優先的に腐食させることにより行なった。以下、この方法をピクリン酸腐食と略称する。

3.3 急速加熱時のオーステナイト結晶粒の生成

急速加熱時のオーステナイト変態温度に関しては、従来種々のデータ^{43), 44)}が得られている。加熱過程のオーステナイト結晶粒の生成に関しても、近年結晶粒微細化の目的で検討がなされているが^{45), 46)}、これらは比較的ゆっくりした熱サイクル過程におけるものであり、溶接熱サイクルを想定した急速加熱過程における検討はほとんどなされていない。

よって、本節においては、急速加熱時のオーステナイト結晶粒生成に関して実験、検討を行なった。

急速加熱時のオーステナイト結晶粒の生成過程には前処理状態が影響を及ぼすものと考えられる。よって、ここでは前処理状態としてはフェライト・パーライト組織、マルテンサイト組織ならびに焼もどしマルテンサイト組織の3種類を選定し、フェライト・パーライト組織についてはその粒度を変化させ、他の組織についてはもとのオーステナイト結晶粒度を変化させた場合について検討を行なった。用いた材料はフェライト・パーライト組織としては20℃ならびに35℃、マルテンサイトならびに焼もどしマルテンサイト組織としてはHT100である。

加熱速度が約 $270^\circ\text{C}/\text{sec}$ の加熱サイクルを与え、種々の温度において水冷して組織観察を行ない、一部加熱過程における熱膨張測定を行なった。溶接

熱サイクルにおける加熱速度は溶接条件によって変化するが、上記の加熱速度は溶接熱サイクルにおける平均的な加熱速度として選んだものである。

3.3.1 フェライト・パーライト組織の場合

350の加熱時の組織変化の例をPhotos. 3.1ならびに3.2に示す。Photo. 3.1はフェライト・パーライト組織が粗大である場合、Photo. 3.2は微細な場合である。Photos. 3.1ならびに3.2では、ナイタルで腐食した組織と、試料の同一箇所をオーステナイト結晶粒界を明瞭にするためにピクリン酸腐食した組織とを対応させて示している。

フェライト・パーライト組織においては、パーライト部分からオーステナイト変態が始まる。Photo. 3.1をみると、加熱途中の870℃では、オーステナイト化したもとのパーライト域（試片は水冷しているので、オーステナイトに変態した部分はマルテンサイトになっている）は微細なオーステナイト結晶粒に分割されている。このことは、パーライト組織の内部あるいはパーライトとフェライトとの境界からオーステナイト結晶粒が核生成したことを示すと考えられる。さらに昇温すると、もとのフェライト部もオーステナイトになり、オーステナイト中の炭素濃度の均一化が進む。Photo. 3.1によると、1050℃に加熱すると、炭素濃度はまだやや不均一であるが、ほぼ整粒のオーステナイト結晶粒が形成されている。この場合のオーステナイト結晶粒度は約0.02 mmである。以後、上記のように、加熱時にほぼ整粒のオーステナイト結晶粒が形成される温度を T_f と記し、このときのオーステナイト結晶粒をオーステナイト初期粒、その粒度をオーステナイト初期粒度と呼称する。

Photo. 3.1によると、1110℃まで加熱するとオーステナイト中の炭素濃度は均一となり、オーステナイト結晶粒もじやっかん成長している。

Photo. 3.2に示した、もとのフェライト・パーライト組織が微細な場合も上記Photo. 3.1の場合と同様にしてオーステナイト結晶粒が形成される。ただし、このようにフェライト・パーライト組織が微細な場合はオーステナイト中で炭素濃度が均一になるための炭素の拡散距離は短かくてもよいので、フェライト・パーライト組織が粗大である場合よりも低温（～960℃）において炭素濃度はほぼ均一となっている。この場合のオーステナイト初期粒度は約0.013 mmである。

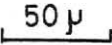
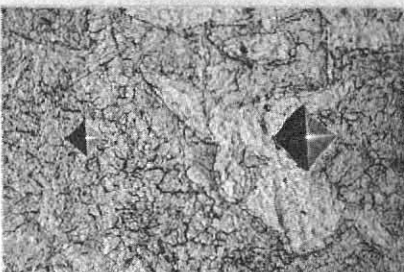
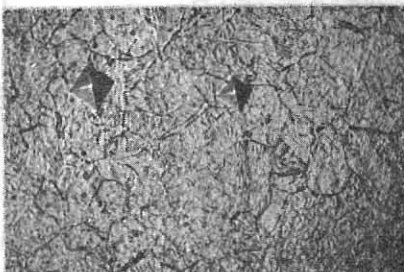
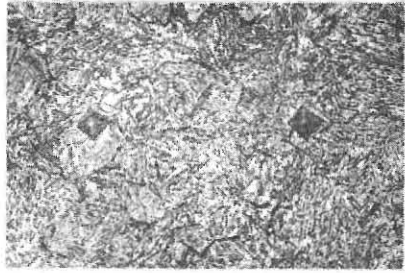
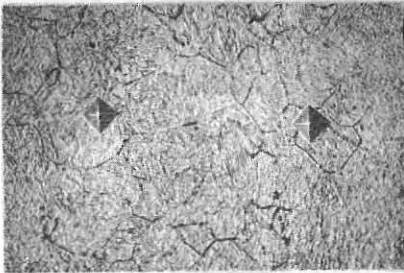
Initial condition		Ferrite grain size : 0.04 mm 
870°C on heating		
1050°C on heating		
1110°C on heating		
Etchant : Nital		Etchant : Picric acid aqueous solution + Surface active agent

Photo. 3.1 Microstructures of 35C quenched from various temperatures during rapid heating (270 °C/sec) (Pre-heat treatment : Normalized)

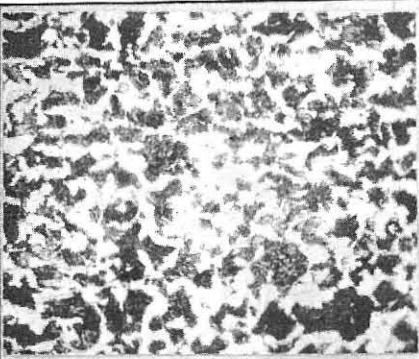
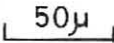
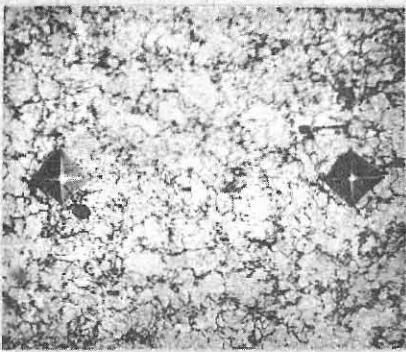
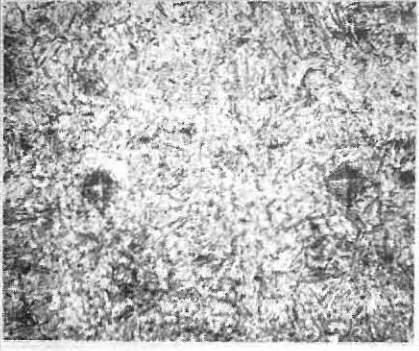
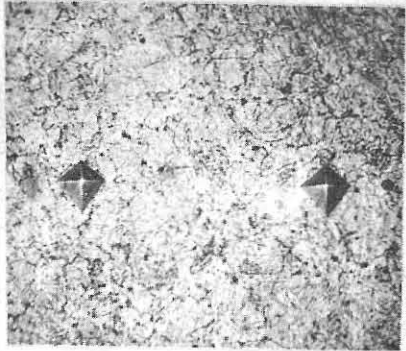
Initial condition		Ferrite grain size : 0.01 mm 	
855°C on heating			
960°C on heating			
	Etchant : Nital	Etchant : Picric acid aqueous solution + Surface active agent	

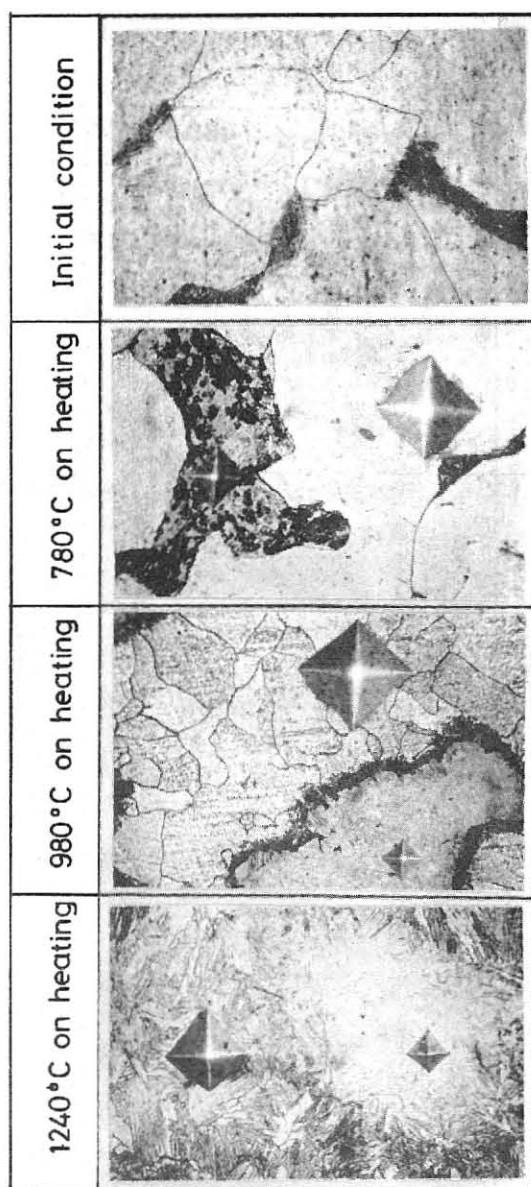
Photo. 3.2 Microstructures of 35C quenched from various temperatures during rapid heating (270°C/sec) (Pre-heat treatment: Normalized)

Photos. 3.3 ならびに 3.4 は 20°C における組織変化の例である。Photo. 3.3 はもとのフェライト・パーライト組織が粗大の場合、Photo. 3.4 は微細な場合を示している。

これらの場合も、変態過程は前記の 350°C の場合と同様であるが、Photo. 3.3 に示したように、もとのフェライト・パーライト組織が粗大である場合にはオーステナイト中で炭素濃度が均一化するための炭素の拡散距離はさらに長いので 1240°C まで加熱してもまだ炭素濃度は不均一である。よって、このような場合には結晶粒成長式によって結晶粒の成長を計算することはかなり困難であると考えられる。

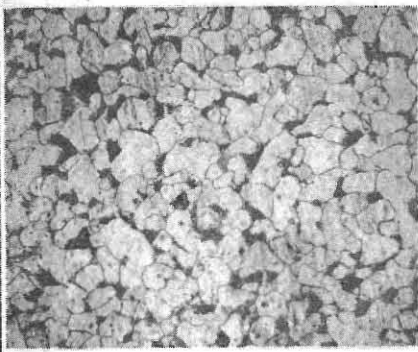
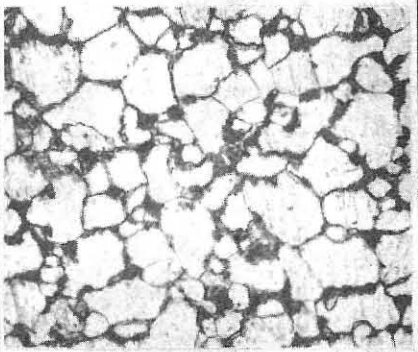
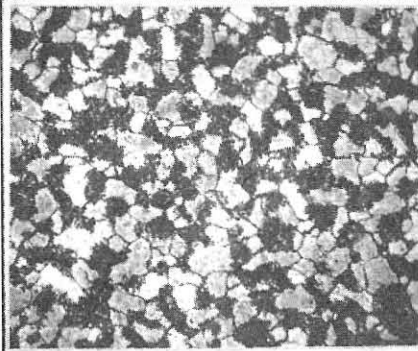
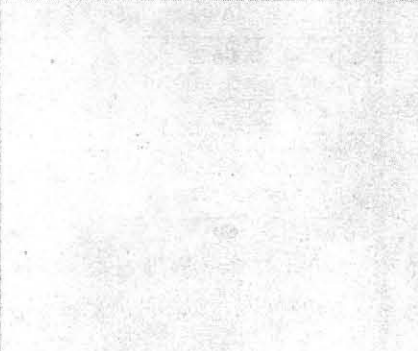
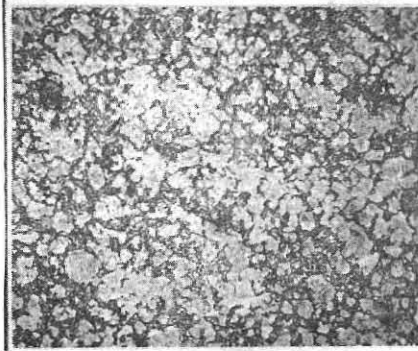
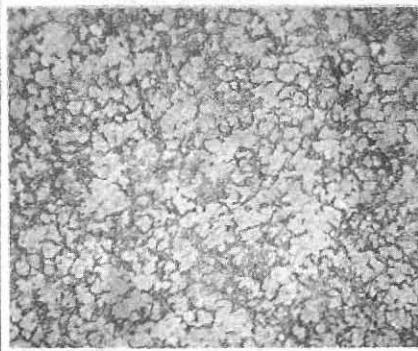
しかし、もとのフェライト・パーライト組織が微細である場合には炭素濃度が均一化するための炭素の拡散距離は短かいので、より

低温でオーステナイト初期粒が形成され则认为られる。Photo. 3.4 の 1010°C まで加熱し、水冷した組織は冷却途中でもとのオーステナイト結晶



Ferrite grain size: 0.13mm 50μ

Photo. 33 Microstructures of 20 C quenched from various temperatures during rapid heating (270 °C/sec) (Pre-heat treatment: Normalized, Etchant: Nital)

Initial condition		
880°C on heating		
1010°C on heating		
	Ferrite grain size : 0.017mm	Ferrite grain size : 0.03mm

50μ

Photo. 3.4 Microstructures of 20C quenched from various temperatures during rapid heating (270 °C/sec)
(Pre-heat treatment: Normalized, Etchant: Nital)

粒界から少量のフェライトあるいは中間段階組織が析出し，残りの部分がマルテンサイトになった組織である。このような組織から，1010℃まで加熱した場合にほぼ均一なオーステナイトが形成されていると考え，オーステナイト初期粒度を推定すると約0.013mmであった。

以上の結果をTable 3.2 にまとめて示す。すなわち，オーステナイト初期粒が形成される温度は炭素濃度が低いほど，またもとのフェライト・パーライト組織が粗大であるほど高温側に移行する。オーステナイト初期粒度は，もとのフェライト・パーライト組織が粗大であるほど大きくなると考えられるが，本実験の範囲では低炭素鋼で，もとのフェライト・パーライト組織がいちじろしく粗大の場合（フェライト結晶粒度が約0.13mm）を除いて約0.013～0.02mmの範囲である。

Table 3.2 Austenite initial grain size and its forming temperature (T_f) during thermal cycle in carbon steels

Material	35C		20C		
Initial ferrite grain size(mm)	0.01	0.04	0.017	0.03	0.13
T_f (°C)	~950	~1050	~1000	~1000	>1240
Austenite grain size at T_f (mm)	0.013	0.02	0.013	0.013	—

ト組織が粗大であるほど高温側に移行する。オーステナイト初期粒度は，もとのフェライト・パーライト組織が粗大であるほど大きくなると考えられるが，本実験の範囲では低炭素鋼で，もとのフェライト・パーライト組織がいちじろしく粗大の場合（フェライト結晶粒度が約0.13mm）を除いて約0.013～0.02mmの範囲である。

なお，ここで求めたようなオーステナイト結晶粒の生成過程は，たとえば，低炭素クロム鋼においてもっと遅い加熱速度（2℃/minおよび2℃/sec）の場合に観察された結果⁴⁵⁾ などとほぼ一致している。

3.3.2 マルテンサイトならびに焼もどしマルテンサイト組織の場合

HT100について，もとのオーステナイト結晶粒度を約0.02～0.8mmに変化させたマルテンサイト組織の試片を作製し，急速加熱サイクルを与え，加熱途中の温度から水冷した。そして，ピクリン酸腐食を行ないオーステナイト結晶粒の生成過程を観察した。

Photo. 3.5にもとのオーステナイト結晶粒度が小さい場合（0.02mm）ならびに大きい場合（0.38mm）の組織変化の例を示す。

Fig. 3.1は270℃/secで加熱したときの熱膨張測定結果，Fig. 3.2

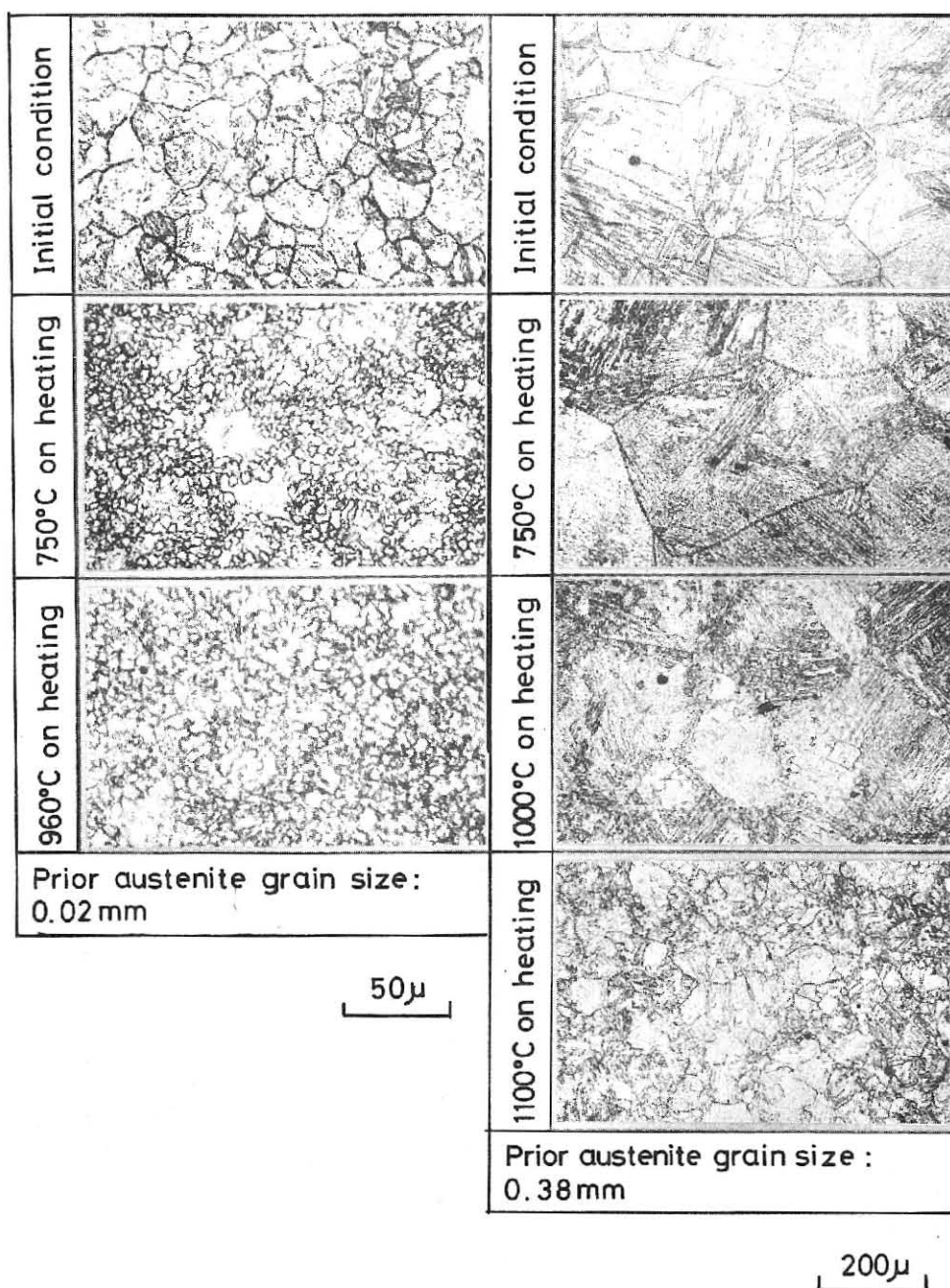


Photo. 3.5 Microstructures of HT100 quenched from various temperatures during rapid heating (270 °C/sec) (Pre-heat treatment: Quenched, Etchant: Saturated aqueous solution of picric acid containing surface active agent)

はこの熱膨張曲線より求めた A_s ならびに A_f 点をもとのオーステナイト結晶粒度に対してプロットした結果である。

いま、もとのオーステナイト結晶粒度が 0.38 mm のものについて、Photo.

3.5 と Fig. 3.1 あるいは Fig. 3.2 とを対応させて考える。加熱過程の約 730°C で、オーステナイト変態はもとのオーステナイト結晶粒界に粒状のオーステナイト結晶粒が生成することにより開始していると考えられる。さらに昇温すると、約 830°C でオーステナイト変態は完了する。Photo. 3.5 によると、さらに 1000°C まで昇温しても、もとのオーステナイト結晶粒界に生成したオーステナイトが少し成長し、もとのオーステナイト結晶粒内では部分的には粒状のオーステナイトが存在しているようであるが、大部分は針状組織を呈

している。さらに 1100°C に加熱されると、もとのオーステナイト結晶粒内の針状組織は再結晶をおこすような形でほぼ均一なオーステナイト結晶粒になっている。すなわち、オーステナイト初期粒が形成される。

つぎに、もとのオーステナイト結晶粒が微細な場合として、 0.02 mm のものに

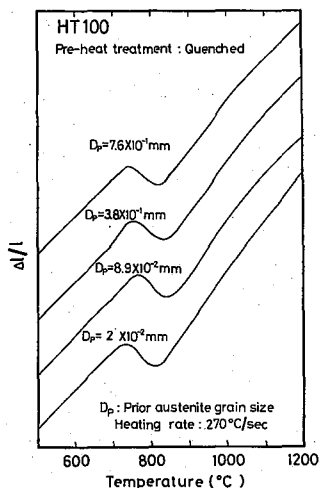


Fig. 3.1 Dilatation curves of HT100 during rapid heating ($270^\circ\text{C}/\text{sec}$)

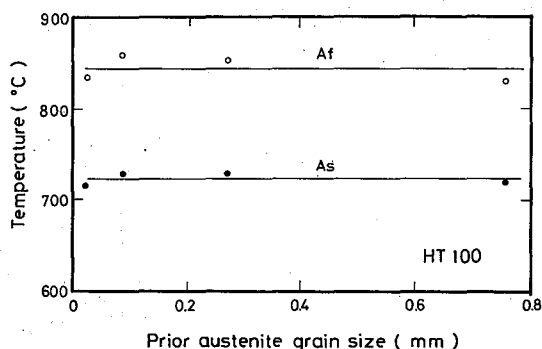


Fig. 3.2 Effect of prior austenite grain size on starting and finishing temperature of austenite transformation during rapid heating ($270^\circ\text{C}/\text{sec}$) in HT100

ついて検討する。Fig. 3.2に示したように、 A_s ならびに A_f 点はもとのオーステナイト結晶粒度によりほとんど影響されず、この場合ももとのオーステナイト結晶粒度が大きい場合とほぼ同一温度である。Photo. 3.5をみると、この場合も主としてもとのオーステナイト結晶粒界から粒状のオーステナイト結晶粒が形成されるが、少し昇温すると、このような粒状オーステナイトがじやっかん成長して相互に衝突することによりオーステナイト初期粒が形成されるようである。

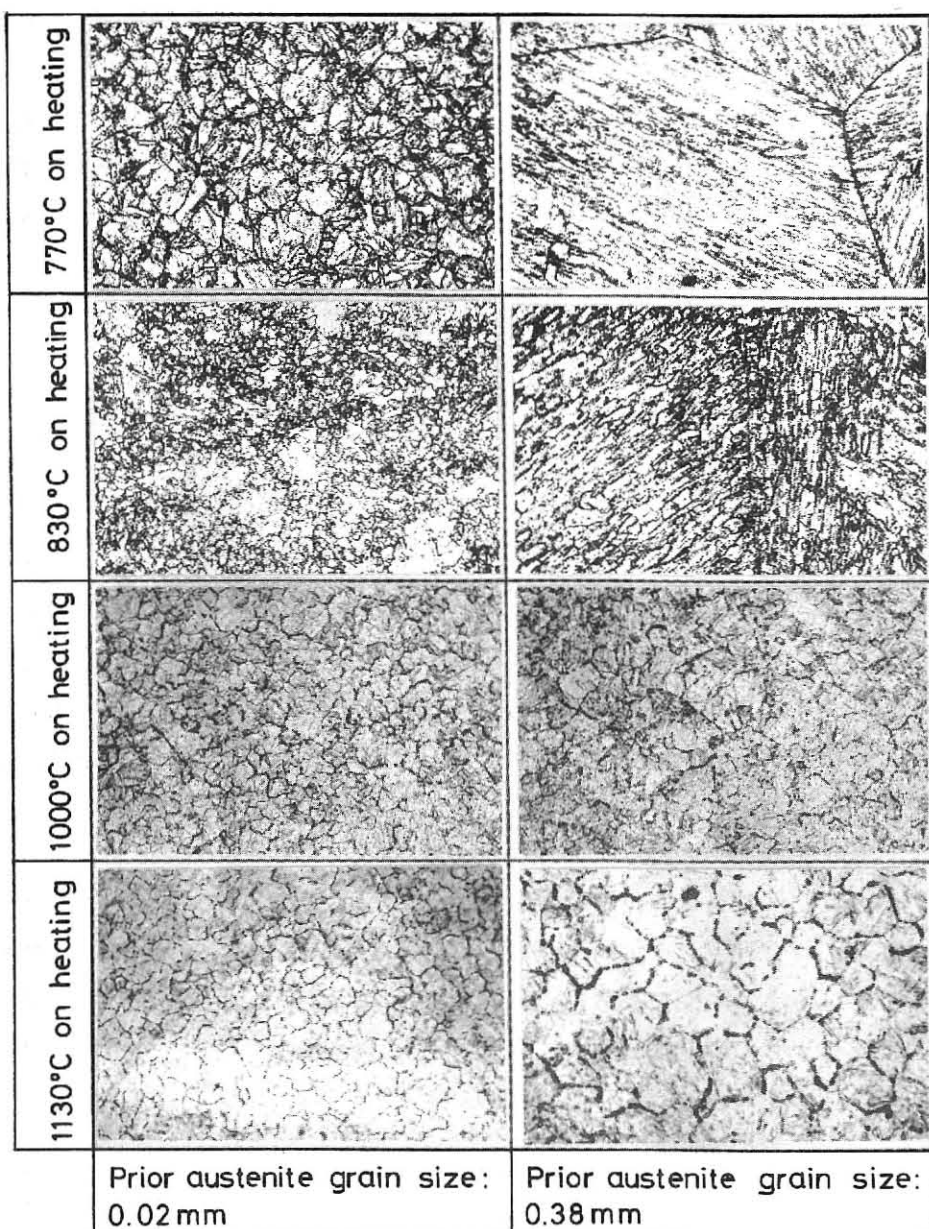
焼もどしマルテンサイトについては、HT100を使用し、もとのオーステナイト結晶粒度を0.02ならびに0.38mmと2段階に変化させたマルテンサイトを600℃で20h焼もどした場合について検討した。

このような試片を急速加熱したときのピクリン酸腐食による組織変化をPhoto. 3.6に示す。この場合には、もとのオーステナイト結晶粒内においても粒状のオーステナイトの生成によりオーステナイト変態が進行し、もとのオーステナイト結晶粒度が0.38mmとかなり大きい場合でも、1000℃においてすでにほぼ均一なオーステナイト初期粒が形成されている。このように、もとのオーステナイト結晶粒が大きくても、オーステナイト初期粒度はマルテンサイト組織の場合(Photo. 3.5)にくらべてかなり微細である。

針状組織(マルテンサイト、ベーナイトならびにそれらの焼もどし組織)の本実験よりおそい加熱過程ならびに恒温保持におけるオーステナイト結晶粒の生成に関しては、従来じやっかんの研究結果が発表されており^{45), 46)}、それらの実験においても本実験で認められたような形態のオーステナイト結晶粒の生成が観察されている。

Fig. 3.3は本実験で得られたオーステナイト初期粒の生成温度(T_f)に及ぼすもとのオーステナイト結晶粒度ならびに焼もどしの有無の影響をまとめたものである。この図から、もとのオーステナイト結晶粒度が0.4mm程度より小さければ1000℃前後でオーステナイト初期粒が形成されることがわかる。

Fig. 3.4は T_f における結晶粒度(すなわち、オーステナイト初期粒度)に及ぼすもとのオーステナイト結晶粒度ならびに焼もどしの有無の影響をまとめたものである。これによると、もとのオーステナイト結晶粒度が大きいとオーステナイト初期粒度も大きくなるが、前述のように、焼もどしを行なったも



50μ

Photo. 3.6 Microstructures of HT100 quenched from various temperatures during rapid heating (270 °C/sec) (Pre-heat treatment: Quenched and tempered at 600 °C for 20h, Etchant: Saturated aqueous solution of picric acid containing surface active agent)

のは行なわないものにくらべて増大の割合が小さく、もとのオーステナイト結晶粒度が 0.38 mm の場合でもかなり小さい。

焼もどしを行なわない場合、もとのオーステナイト結晶粒度が大きくなると、オーステナイト初期粒度はかなり大きくなる。このような場合には、Photo. 3.5 に示したように、加熱途中いったんオーステナイトになった後、それが再結晶するような形でオーステナイト初期粒が形成される。

3.4 熱サイクル過程におけるオーステナイト結晶粒成長の計算

3.4.1 結晶粒成長式における材料定数値の決定

本項においては、Table 3.1 に示した 35C, HT60, HT80 ならびに HT100 におけるオーステナイト結晶粒成長式中の材料定数値を実験により求めた。

鋼の場合、加熱途中の変態がオーステナイト結晶粒の成長に影響を及ぼす可能性があるので、

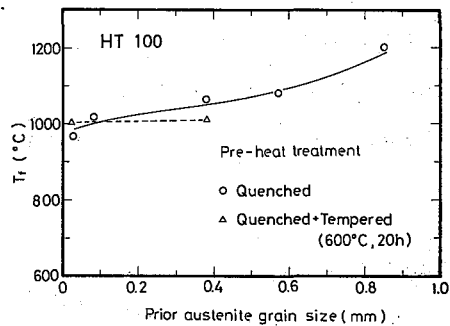


Fig. 3.3 Effect of prior austenite grain size on T_f during rapid heating ($270\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{sec}$) in HT100 (T_f : Temperature at which initial homogeneous austenite grain is formed)

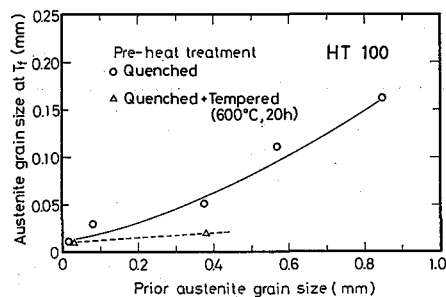


Fig. 3.4 Effect of prior austenite grain size on austenite grain size at T_f during rapid heating ($270\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{sec}$) in HT100

溶接熱サイクルに適用することを目的とする結晶粒成長式中の材料定数値を求めるにあたっては，できるだけ短時間加熱によるデータを用いることが望ましいと考えられる。このことから，高周波誘導加熱装置により1150～1350℃の温度範囲で10～300 sec 加熱の実験を行なった。

Figs. 3.5～3.8はそれぞれ35C，HT60，HT80ならびにHT100を

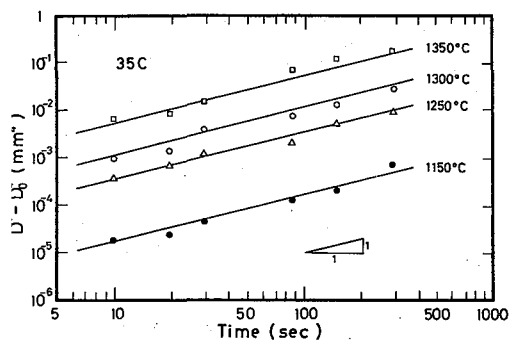


Fig. 3.5 Isothermal grain growth of austenite in 35C

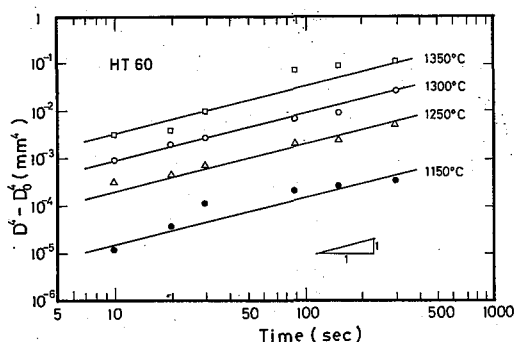


Fig. 3.6 Isothermal grain growth of austenite in HT60

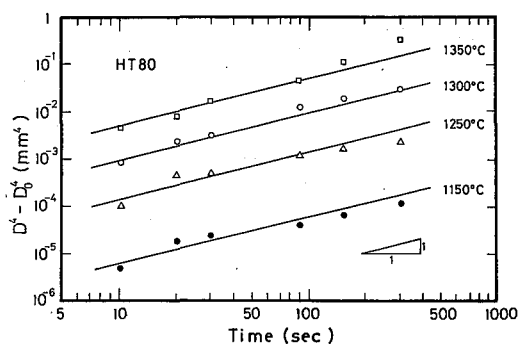


Fig. 3.7 Isothermal grain growth of austenite in HT80

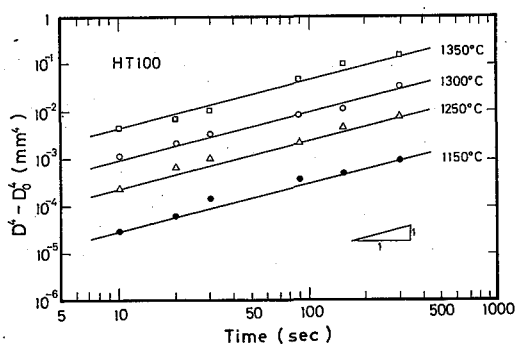


Fig. 3.8 Isothermal grain growth of austenite in HT100

恒温加熱したときの $D^4 - D_0^4$ (D_0 はその温度に達した時点におけるオーステナイト結晶粒度) と加熱時間との関係を対数目盛でプロットした結果である。これらの図によると、おのおのの材料において、実験したすべての温度範囲にわたり傾きが1である直線関係がほぼ成り立っていることがわかる。

Fig. 3.9 は Figs. 3.5 ~ 3.8 の一定時間、 $t = 10 \text{ sec}$ における縦軸の値 $D_{t=10\text{s}}^4 - D_0^4$ (ただし、 $D_{t=10\text{s}} : t = 10 \text{ sec}$ におけるオーステナイト結晶粒度) の対数を絶対温度の逆数に対してプロットした結果である。Fig. 3.9 によると、両者はほぼ一定の傾きの直線関係にある。

以上の結果から、これらの鋼のオーステナイト結晶粒の恒温加熱過程の結晶粒成長式は第2章において求めた変態のない非鉄金属の場合と同じ (1.7) 式の形であることがわかった。すなわち、

$$D^a - D_0^a = k_0 t \cdot \exp(-Q/RT) \quad (1.7)$$

ここで、(1.7) 式における a の値は Figs. 3.5 ~ 3.8 の結果から、すべての供試鋼において4であることがわかる。 Q ならびに k_0 の値は Fig. 3.9 の直線の傾きならびに切片から求めることができる。Fig. 3.9 はすべての供試鋼においてほぼ共通の1本の直線で表わされることから、 k_0 ならびに Q の値も共通の値が求められる。すなわち、

$$k_0 = 9.269 \times 10^{15} \text{ mm}^4/\text{min}, \quad Q = 129000 \text{ cal/g-atom}$$

これらの材料定数値を (1.8) 式に代入すると、供試鋼に共通の熱サイクル過程におけるオーステナイト結晶粒成長式が次のように得られる。

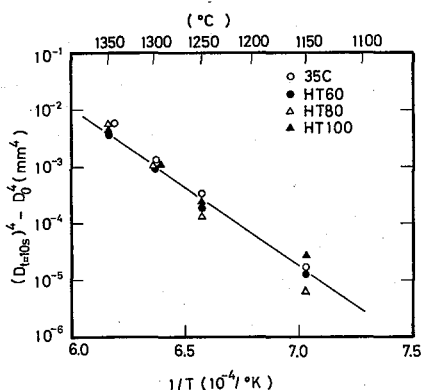


Fig. 3.9 Relation between $1/T$ and $(D_{t=10\text{s}})^4 - (D_0)^4$ in steels used ($D_{t=10\text{s}}$: Austenite grain size at 10 sec during isothermal heating)

$$D^4 - D_0^4 = 9.269 \times 10^{15} \sum_l \Delta t_l \cdot \exp(-63900/T_l) \quad (3.1)$$

(ただし, 単位は D, D_0 : mm, Δt : min, T : °K)

3.4.2 熱サイクル過程における結晶粒成長の計算

まず, 前項で求めた熱サイクル過程におけるオーステナイト結晶粒成長式の妥当性について検討を加えた。

35°Cの焼ならし材(900°C, 1h, 空冷)に図中に示す加熱・冷却サイクルを与え, 途中種々の温度から水冷したときのオーステナイト結晶粒度の測定結果を Fig. 3.10 に示す。

Fig. 3.10 中の曲線は (3.1) 式による計算値である。この場合, 3.3 節で求めたオーステナイト初期粒度を D_0 として, オーステナイト初期粒が形成された温度から計算を始めている。

Fig. 3.10 によると, 実測値と計算値とはよく一致している。

Fig. 3.11 は HT100 において, もとのオーステナイト結晶粒度を変化させたマルテンサイト組織に図

中に示す熱サイクルを与えた場合のオーステナイト結晶粒度の実測値と計算値との比較を示す。計算は, 3.3 節で得られた結果を用いて Fig. 3.10 の場合と同様の方法で行なっている。Fig. 3.11 によると実測値と計算値とはよく一致している。

Fig. 3.12 は同じく HT100 について, もとのオーステナイト結晶粒度を変化させた焼もどしマルテンサイトに図中に示す熱サイクルを与えたときのオ

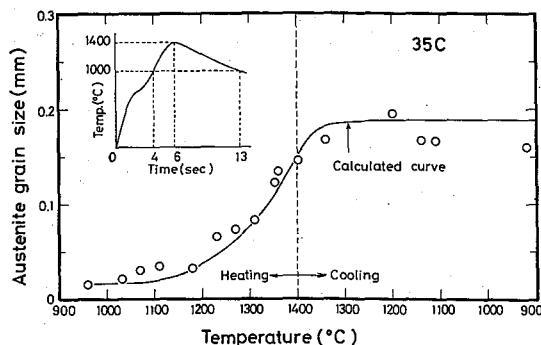


Fig. 3.10 Comparison of measured austenite grain size with austenite grain size calculated using grain growth equation during thermal cycle in 35°C

ーステナイト結晶粒度の実測値と、Figs. 3.10, 3.11と同様の方法による計算値との比較である。Fig. 3.12においても実測値と計算値とはよく一致している。

Fig. 3.13 は、加熱速度が変化しても(3.1)式によりオーステナイト結晶粒度が計算できるかどうかを確かめるために、HT 80の焼入れ、焼もどし材に図中に示すような、加熱速度を速くした熱サイクル(800~1400 °Cの平均加熱速度が240 °C/sec)ならびに遅くした熱サイクル(800~1400 °Cの平均加熱速度が50 °C/sec)を与えた場合のオーステナイト結晶粒度の実測値と(3.1)式による計算値との比較である。Fig. 3.13からわかるように、この程度の範囲で加熱速度が変化しても実測値と計算値とはよく一致する。

以上のように、 D_0 の値として熱サイクル過程の実

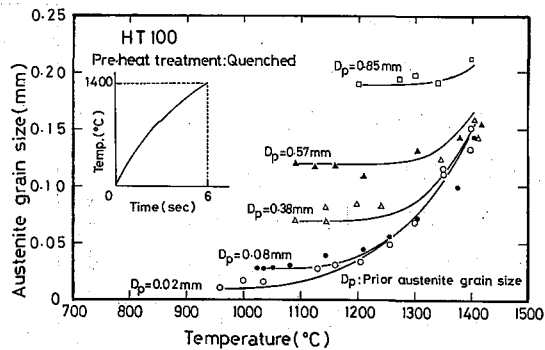


Fig. 3.11 Comparison of measured austenite grain size with austenite grain size calculated using grain growth equation during thermal cycle in HT100

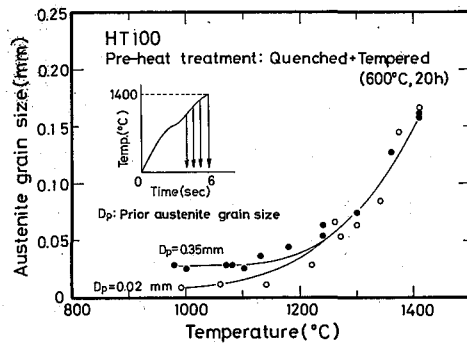


Fig. 3.12 Comparison of measured austenite grain size with austenite grain size calculated using grain growth equation during thermal cycle in HT100

験より求めたオーステナイト初期粒度を取り，オーステナイト初期粒が形成された時点から（3.1）式を用いて計算を行なうと，本項で用いた前処理組織，もとのオーステナイト結晶粒度ならびに加熱速度の範囲内では熱サイクル過程のオーステナイト結晶粒度が計算できることが明らかになった。

しかしながら，たとえば，溶接熱サイクル過程におけるオーステナイト結晶粒の成長を計算する場合の初期条件として，このようにいちいち実験により求めたオーステナイト初期粒度ならびにそれが生成される温度を用いるよりも，もっと簡便な方法で計算を行なうのが望ましい。よって，つぎに（3.1）式を用いる際の初期条件を単純化する方法について検討を行なった。

先に Fig. 3.3 に示したように，本節で用いた熱サイクルにおいては，もとのオーステナイト結晶粒度が約 0.6 mm 以下であれば 1100°C 以下でオーステナイト初期粒が形成されている。よって，同様の熱サイクルを与えた場合の 1100°C におけるオーステナイト結晶粒度を測定した結果を Fig. 3.14 に示す。この場合前処理状態としては焼入れしたもの（マルテンサイト）ならびに焼入れ後， 600°C において 1 h ならびに 20 h 焼もどしたものをを用いている。

Fig. 3.15 の曲線 A，B，C ならびに D はこのような熱サイクルが与えられた場合の， 1100°C に達した時点におけるオーステナイト結晶粒度を種々に変化させて，その後のオーステナイト結晶粒の成長を（3.1）式により計算した結果である。Fig. 3.15 中の曲線 D はオーステナイト変態が完了する温

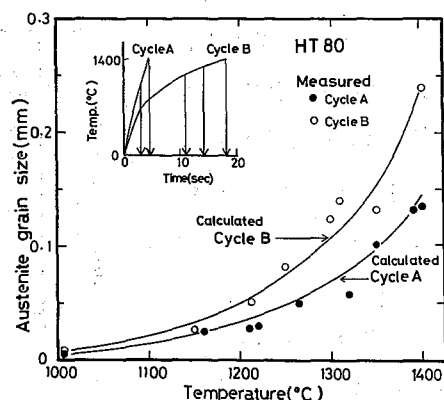


Fig. 3.13 Comparison of measured austenite grain size with austenite grain size calculated using grain growth equation during slow and rapid heating cycle in HT80

度におけるオーステナイト結晶粒度が零であると仮定して、オーステナイト結晶粒の成長を計算した結果である。

Fig. 3.1 5をFig. 3.1 4と対応させると、もとのオーステナイト結晶粒度が大きい (0.35 mm) マルテンサイト組織のものを除いて、オーステナイト結晶粒の成長は Fig. 3.1 5の曲線 B と曲線 E との間の曲線をたどると考えられる。このような範囲の成長曲線と曲線 D の 1100°C 以上における曲線との差はきわめて小さい。このことから 1100°C 以上においては、極端にもとのオーステナイトが大きくない限り、オーステナイト変態した時点のオーステナイト結晶粒度が零であると仮定して (3.1) 式を使用してもあまり誤差は生じないと考えられる。

なお、Figs. 3.1 1 ならびに 3.1 2 を Fig. 3.1 5 と対応させると、もとのオーステナイト結晶粒度が小さい場合には、 1100°C 以下でも 1000°C あたりまではこのような方法でほぼオーステナイト結晶粒度を計算し得るものと考えられる。

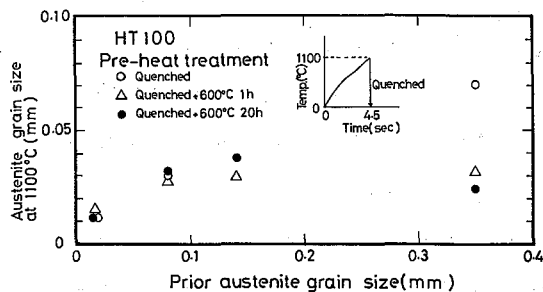


Fig. 3.1 4 Effect of pre-heat treatment on austenite grain size at 1100°C during rapid heating in HT100

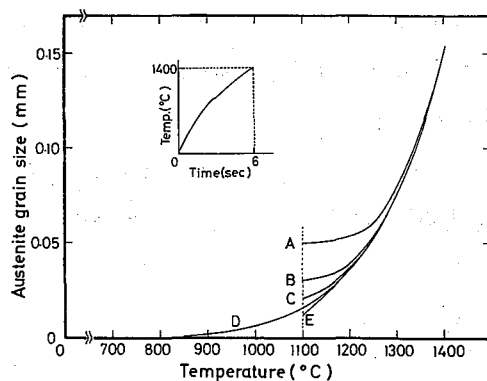


Fig. 3.1 5 Austenite grain growth calculated on heating cycle (Initial condition for calculation varied)

もとの組織がフェライト・パーライト組織の場合も，前節の結果（Table 3.2）から，中炭素鋼の場合はフェライトの結晶粒度が少なくとも 0.04 mm まで，低炭素鋼ではフェライトの結晶粒度が 0.03 mm 程度までにおいては上記と同様の方法でオーステナイト結晶粒度の計算を行なってもあまり誤差は生じないものと考えられる。

第1章で述べたように，「熱サイクル項」の値が大きいほど（すなわち，加熱温度が高いほど，あるいは熱サイクルの加熱・冷却速度が遅いほど）熱サイクル後の結晶粒度に及ぼす初期粒度の影響は小さくなる。したがって，そのような場合には，上記のような仮定による計算の誤差はさらに小さくなる。

実用の焼ならし材のフェライト結晶粒度や調質材のもとのオーステナイト結晶粒度は通常 0.05 mm 程度より小さい場合が多いので，以上の結果より，熱サイクルによって 1100°C 以上に加熱された部分では初期条件としてオーステナイト変態後のオーステナイト結晶粒度を零とおいて（3.1）式により計算を行なってもほとんど誤差は生じないと考えられる。また，じやっかんの誤差を認めるならば， $1000\sim1100^\circ\text{C}$ の温度範囲においても同様の計算ができると考えられる。

この場合，オーステナイト変態の完了する温度は Fig. 3.2 の結果より 850°C として計算を行なったが，この温度が多少変動しても計算結果はほとんど同一である。極端な場合， 0°C から計算を行なっても計算結果はあまり変わらない。

3.5 結 言

本章においては，数種の炭素鋼ならびに高張力鋼を用い，熱サイクル過程におけるオーステナイト結晶粒の成長が第2章で変態のない非鉄金属の場合に用いたのと同様な方法で計算できることを明らかにした。

本章で得られたおもな結果を要約すると次のようである。

- (1) 鋼種ならびに前処理状態を変化させた試片に $270^\circ\text{C}/\text{sec}$ の加熱速度の急熱サイクルを与えた場合，ほぼ整粒のオーステナイト結晶粒（オーステナイト初期粒）の生成過程は次のようであった。

- a) 前処理状態がフェライト・パーライトの場合

オーステナイト変態はパーライト部にオーステナイト結晶粒が核生成することにより始まり、昇温とともに新たなオーステナイト結晶粒の生成、炭素の拡散、オーステナイト結晶粒の成長により変態が進行する。

オーステナイト域においては炭素濃度の均一化が進むが、炭素濃度の低いほど、またもとのフェライト・パーライト組織が粗大なほど均一化のための炭素の拡散距離は大となるので、ほぼ均一なオーステナイト結晶粒が形成される温度は高温側に移行する。

本実験の範囲では、このようにして形成されるオーステナイト初期粒度は約 $0.013 \sim 0.02 \text{ mm}$ であった。しかし、低炭素鋼でしかももとのフェライト・パーライト組織がいちじるしく粗大である場合（フェライト結晶粒度約 0.13 mm ）には 1200°C 以上に加熱しても炭素濃度は均一にならないので、結晶粒成長式によるオーステナイト結晶粒度の計算はかなり困難であると考えられる。

b) 前処理状態がマルテンサイトあるいは焼もどしマルテンサイトの場合

加熱途中に生じるオーステナイト結晶粒には、もとのオーステナイト結晶粒界あるいは粒内から生じる粒状のオーステナイト結晶粒、ならびにもとのオーステナイト結晶粒内に生じる針状のオーステナイトの二つの形態がある。前者の成長のみによって変態が完了する場合は変態完了時にオーステナイト初期粒が形成されているが、後者の形態のオーステナイトはさらに昇温したときに再結晶をするような形でオーステナイト初期粒が形成される。

このような再結晶粒度は前処理状態によって異なるので、オーステナイト初期粒生成温度ならびにその粒度も前処理により異なる。この値は Fig. 3.3, Fig. 3.4 に示したようなものである。

(2) Table 3.1 に示した炭素鋼ならびに高張力鋼について求めた材料定数値を用いると、熱サイクル過程のオーステナイト結晶粒成長式はすべて (3.1) 式により表わされる。

$$D^4 - D_0^4 = 9.269 \times 10^{15} \sum_l \Delta t_l \cdot \exp(-63900/T_l) \quad (3.1)$$

(ただし、単位は D, D_0 : mm, Δt : min, T : $^\circ\text{K}$)

(3) 初期粒度として先に述べたオーステナイト初期粒度をとり，それが形成される温度から(3.1)式を用いて計算を始めることにより，熱サイクル過程のオーステナイト結晶粒の成長は計算できる。

(4) この場合，通常の焼ならしおよび焼入れ，焼もどし状態であれば，簡単のためにオーステナイト変態完了時のオーステナイト結晶粒度を零と仮定して計算を行なっても熱サイクルの加熱過程の1000℃以上においてほとんど誤差は生じない。

第4章 溶接熱伝導式を用いた2次元ビード溶接 熱影響部の結晶粒度の計算

4.1 緒 言

前章までにおいて熱サイクルがわかればその熱サイクル過程の結晶粒成長は熱サイクル過程における結晶粒成長式により計算できることが明らかになった。

HAZ においては溶接による温度変化，すなわち溶接熱サイクルは溶接熱伝導論を用いることにより推定できると考えられる。

よって，前章までに求めた熱サイクル過程における結晶粒成長式と溶接熱伝導式を組み合わせることにより HAZ の結晶粒度を求めることが可能であると考えられる。

このような観点から，本章においては Ni と鋼とを選び溶接熱伝導式を利用した2次元ビード HAZ の結晶粒度の計算について検討した。

まず，溶接熱伝導式の選択ならびにその適用方法について検討を行なった。ついで，HAZ の結晶粒度分布を溶接熱伝導式を利用した計算値と実測値とにおいて比較した。さらに，溶接熱伝導式を用いて HAZ の結晶粒度分布式の誘導ならびに検討を行なった。

4.2 供試材料ならびに実験方法

4.2.1 供試材料

実験に供した材料は第2章の Table 2.1 に示した工業用純ニッケル (Ni) ならびに第3章の Table 3.1 に示した 35C, HT60, HT80, HT100 である。

Ni は受入れ材 (5 mm 厚) を 2 mm 厚に冷間圧延した後，600 °C で 1 h 加熱して再結晶させた板を基準板とした。基準板の結晶粒度は 0.03 mm である。

鋼は，板厚 12 あるいは 25 mm の受入れ材 (35C は焼ならし材，HT60, 80, 100 は焼入れ，焼もどし材) ならびに HT80 については 12 mm 厚の受入れ材を 2 mm 厚に熱間圧延した後，焼入れ，焼もどし (900 °C, 30 min, 水冷 + 600 °C, 3 h) したものをを用いた。

第3章で明らかにしたように，上記供試鋼においては共通の結晶粒成長式中

の材料定数値を有している。このことから、材料の溶融温度や熱伝導に関する定数がこれらの鋼種間であまり差がなければ、同一溶接条件においてはHAZの結晶粒度も鋼種によりあまり変化しないと考えられる。

このことを確かめるために、2.5 mm厚の35C, HT60, HT80ならびにHT100にTable 4.1に示す条件でTIGアークを走らせた場合のHAZのオー

Table 4.1 TIG arc welding conditions for steels (Thickness : 25 mm)

Mark	Arc current(I) (A)	Arc voltage(E) (V)	Welding speed(V) (cm/min)	60EI/V (KJ/cm)
A	190	13.5	15.7	9.8
B	190	13.5	5.5	28.0

DCSP, Electrode dia. : 2.4mm, Argon shielding gas flow rate : 10 l/min

ステナイト結晶粒度を測定した結果をFig. 4.1に示す。Fig. 4.1をみると、同一溶接条件ではHAZのオーステナイト結晶粒度分布は供試鋼間であまり差がない。

このようなことから、本実験で用いた供試鋼において、HAZのオーステナイト結晶粒成長の特性は同一であると考えられる。よって、以後、前記供試鋼をHT80によって代表させ、実験、検討を行うことにした。

4.2.2 実験方法

TIG溶接の場合の試験板の形状ならびに寸法をFig. 4.2に示す。すなわち、板厚は2 mmとし、試験板の幅は熱サイクルの高温部において板側面から

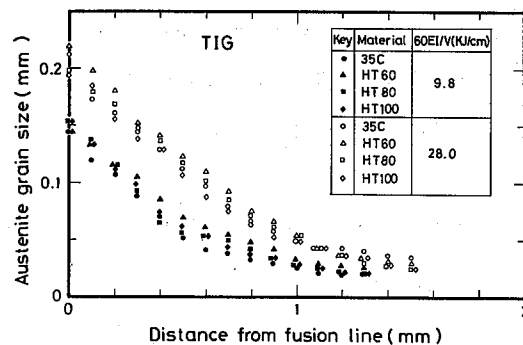


Fig. 4.1 Distributions of austenite grain size in HAZ of TIG arc welded steels (Kind of steels varied)

の熱の反射の影響がほとんどないように選んだ。試験板裏面までほぼ平行に溶け込ませるような条件により溶加材なしでTIGアークを走らせ、じゅう分に準定常状態になっていると思われる位置でピーク温度ならびに結晶粒度の測定を行なった。NiならびにHT80に対するTIG溶接条件をTable 4.2ならびに

Table 4.3に示す。

サブマージアーク溶接の場合の試験板の形状ならびに寸法をFig. 4.3に示す。この場合は厚さ1.2mmの板をギャップ2mmのI開先で、板裏

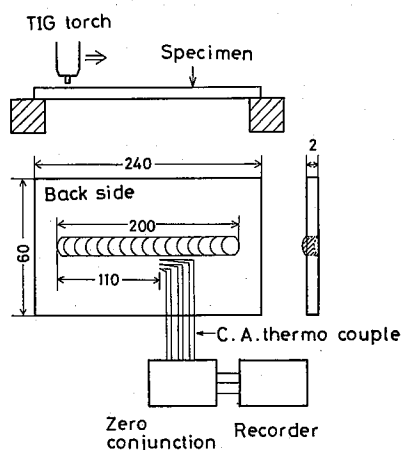


Fig. 4.2 Experimental method for TIG arc welding (Schematic)

Table 4.2 TIG arc welding conditions for commercial-purity nickel (Thickness: 2 mm)

Mark	Arc current(I) (A)	Arc voltage(E) (V)	Welding speed(V) (cm/min)	60EI/V (KJ/cm)
A	160	14.0	15.6	8.6
B	190	14.5	15.2	10.9

DCSP, Electrode dia. : 24mm, Argon shielding gas flow rate : 10 l/min

Table 4.3 TIG arc welding conditions for HT80 (Thickness : 2 mm)

Mark	Arc current(I) (A)	Arc voltage(E) (V)	Welding speed(V) (cm/min)	60EI/V (KJ/cm)
A	130	12.5	15.5	6.3
B	150	14.0	14.3	8.8

DCSP, Electrode dia. : 24mm, Argon shielding gas flow rate : 10 l/min

面までほぼ平行に溶け込むような溶接条件により溶接を行なった。板裏面には片面溶接用裏当て材料を使用した。試験板の大きさやピーク温度ならびに結晶粒度の測定位置は前述のTIG溶接の場合と同様の考慮をして選定した。HT80に対するサブマージアーク溶接条件をTable 4.4に示す。

HAZのピーク温度分布は一定温度で溶融する塗料(以下、感温塗料と呼称する)を用いて測定した。この塗料の溶融温度の誤差は公称 $\pm 1\%$ 以内とされているが、

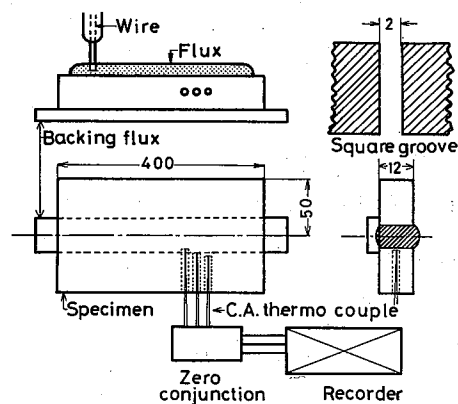


Fig. 4.3 Experimental method for submerged arc welding (Schematic)

Table 4.4 Submerged arc welding conditions for HT80
(Thickness: 12 mm)

Mark	Arc current(I) (A)	Arc voltage(E) (V)	Welding speed(V) (cm/min)	60EI/V (KJ/cm)
A	900	40	54.5	39.6
B	900	40	41.4	52.2
C	900	40	30.0	72.0
D	900	40	24.0	90.0

正確を期するためにあらかじめ感温塗料を塗布した小試片に種々のピーク温度の急熱・急冷熱サイクルを与え、その溶融温度を測定することにより温度補正を行なった。

板裏面にあらかじめ種々の温度で溶融する感温塗料を塗布しておき、TIG溶接ならびにサブマージアーク溶接を行なった。溶接後、溶融線から感温塗料の溶融点までの距離を拡大鏡を使用して測定することによりHAZのピーク温度分布を示めた。

なお，感温塗料によってHAZのピーク温度分布を測定する場合，ビード幅の変動などによりばらつきが生じたので数十点を測定し，その平均をとった。

HAZのオーステナイト結晶粒度は，350においては，もとのオーステナイト結晶粒界に析出した網目状中間段階組織より求めた。高張力鋼においてはピクリン酸腐食（第3章参照）によりもとのオーステナイト結晶粒界を現出させたが，溶接入熱が大きく，溶接後空冷の状態でマルテンサイト組織にならない場合は，溶接後の適当な時期に試験板全体を水冷しマルテンサイト組織にした。水冷の時期としては，溶融線近傍の溶接熱サイクルの冷却過程において，ほぼ結晶粒成長が完了する温度と A_{r3} との間の温度（1100～900℃）に達したときを選んだ。結晶粒成長がほぼ完了する温度については5.4節で明らかにする。このようなことから，水冷処理はオーステナイト結晶粒度にほとんど影響を及ぼしていないと考えられる。

水冷処理を行なった試験板のビード横断面をピクリン酸腐食したときの例として，Table 4.4のDの条件でHT80をサブマージアーク溶接した場合をPhoto. 4.1に示す。Photo. 4.1より明らかなように，ここで用いたようなかなり大入熱の場合においてもこのような方法によりHAZのオーステナイト結晶粒界を現出させることができ，したがって，HAZのオーステナイト結晶粒度分布を実測することができる。

また，Photo. 4.1に示したように，このような材料の溶接部には部分溶融域（Partially-melted zone）が形成される。第2章で述べたように，結

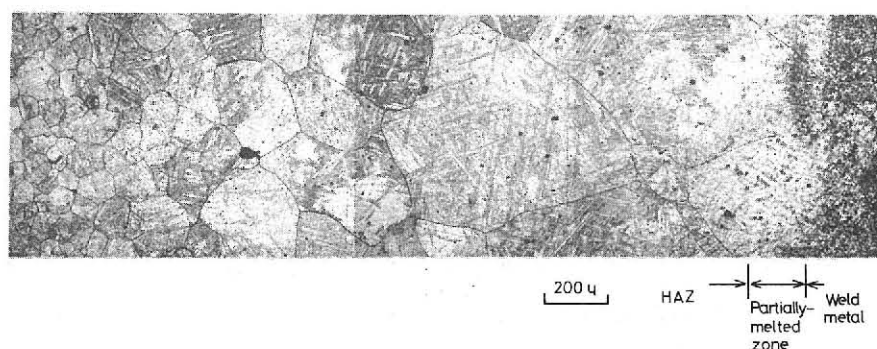


Photo. 4.1 Microstructure of HAZ of submerged arc welded HT80 (Plate thickness: 12mm, 60EI/V: 900 KJ/cm, Etchant: Saturated aqueous solution of picric acid containing surface active agent)

晶粒はその一部，とくに結晶粒界が溶融するとほとんど成長しなくなり，結晶粒成長式の適用ができなくなるので，本研究においては部分溶融域の結晶粒については考えない。よって，本研究では部分溶融域と未溶融 HAZ との境界を溶融線として，これより母材側の結晶粒度について検討を行なった。

HAZ の結晶粒度分布の測定は，熱サイクルを測定した近傍の少なくとも 2 断面（ビードの両側で測定するので 4 箇所）において行ない，その平均値をとった。

4.3 計算方法の検討

溶接における熱伝導の現象はかなり複雑であり，厳密には熱源の寸法・形状，熱伝導率や比熱の温度依存性，材料表面からの熱損失，溶融潜熱などを考慮しなければならない。しかし，本章においては HAZ の結晶粒度をできるだけ簡単な式で表現するという目的から，上記のような要因は考慮しないで検討を行なうことにした。

さらに，移動熱源を用いるよりも瞬間熱源を利用して計算するほうが計算式が単純になる。よって，まず HAZ の結晶粒度を移動熱源を使って計算した場合と瞬間熱源を使って計算した場合について比較した。

移動線熱源の場合，準定常状態では，熱源位置を座標原点とし，熱源移動方向を一 x 方向にとると温度分布は (4.1) 式で与えられる⁴⁷⁾。

$$\theta - \theta_0 = \frac{\eta q''}{2\pi\lambda} \cdot \exp\left(\frac{v x}{2k}\right) \cdot K_0\left(\frac{v r}{2k}\right) \quad (4.1)$$

ただし， θ : 温度 (°C)

θ_0 : 初期温度 (°C)

λ : 熱伝導率 (cal/cm·sec·°C)

k : 温度拡散率 (cm²/sec)

x : 溶接線方向の距離 (cm)

r : 熱源位置からの距離 ($= \sqrt{x^2 + y^2}$) (cm)

y : 溶接線と直角方向の距離 (cm)

v : 熱源移動速度 (cm/sec)

q'' : 単位板厚，単位時間あたりの電気エネルギー (cal/cm·sec)

η : 熱効率

K_0 : ベッセル関数

この場合、溶接線方向ならびに板厚方向と直角方向の距離 y における熱サイクルは (4.1) 式における x を vt とおくことにより (4.2) 式で表わせる。

$$\theta - \theta_0 = \frac{\eta q''}{2\pi\lambda} \cdot \exp\left(\frac{v^2 t}{2k}\right) \cdot K_0\left(\frac{v\sqrt{v^2 t^2 + y^2}}{2k}\right) \quad (4.2)$$

いっぽう、瞬間平面熱源を仮定した場合、同様の位置における熱サイクルは (4.3) 式で表わせる。

$$\theta - \theta_0 = \frac{\eta q}{2\sqrt{\pi k t} \cdot c \rho} \cdot \exp\left(-\frac{y^2}{4kt}\right) \quad (4.3)$$

ただし、 c : 比熱 (cal/g · °C)

ρ : 密度 (g/cm³)

q : 単位面積あたりの電気エネルギー (cal/cm²)

(4.2) 式ならびに (4.3) 式のように熱サイクルが $\theta = f(t)$ の形で与えられた場合、第1章で示した熱サイクル過程における結晶粒成長式 (1.9) 式にこれをあてはめ任意の時間 t_0 から微小時間 Δt きざみに計算を行なうと、次式により熱サイクル後の結晶粒度 D が求められる。

$$D^a - D_0^a = k_0 \Delta t \sum_{n=0}^i \exp\left(-\frac{Q}{R} \cdot \frac{1}{f(t_0 + n\Delta t) + 273}\right) \quad (4.4)$$

HAZ の結晶粒度にはピーク温度が大きな影響を及ぼすと考えられる。よって、まず HAZ のピーク温度分布を移動熱源を用いた場合と瞬間熱源を用いた場合とにおいて比較した。移動熱源に対しては簡単のため (4.5) 式に示す Wells⁴⁸⁾ による近似式を用いた。

$$\eta q'' = 8\lambda\theta_m \left(\frac{1}{5} + \frac{vy}{2k}\right) \quad (4.5)$$

ただし、 θ_m : ピーク温度 (°C)

いっぽう、瞬間平面熱源を用いた場合のピーク温度分布は (4.6) 式で与えられる。

$$\begin{aligned}\theta_m &= \frac{1}{\sqrt{2\pi e}} \cdot \frac{\eta q}{c\rho} \cdot \frac{1}{y} \\ &= 0.242 \cdot \frac{\eta q}{c\rho} \cdot \frac{1}{y}\end{aligned}\quad (4.6)$$

(4.5)式ならびに(4.6)式より移動線熱源ならびに瞬間平面熱源を用いた場合の溶融線から l (cm) 離れた位置におけるピーク温度を求めてその比を求めると(4.7)式になる。

$$\frac{[\theta_m]_I}{[\theta_m]_M} = 1 - \frac{\sqrt{2\pi e} - 4}{(\eta q''/v)/(c\rho\theta_{mp}l) + \sqrt{2\pi e}} \quad (4.7)$$

ただし, $[\theta_m]_I$: 瞬間平面熱源を用いた場合のピーク温度 ($^{\circ}\text{C}$)

$[\theta_m]_M$: 移動線熱源を用いた場合のピーク温度 ($^{\circ}\text{C}$)

θ_{mp} : 溶融温度 ($^{\circ}\text{C}$)

l : 溶融線からの距離 (cm)

(4.7)式の関係を図 4.4 に示す。図 4.4 からわかるように溶接入熱が大きいほど、溶融線からの距離が小さいほど瞬間平面熱源を用いることによる誤差は小さくなる。

たとえば HT80 において(4.2)式ならびに(4.4)式を用いて HAZ のオーステナイト結晶粒度を計算した結果によると、オーステナイト結晶粒度の誤差を 5% 以内にするにはピーク温度の誤差を約 1% 以下にする必要がある。そ

こで(4.7)式を用い $[\theta_m]_I/[\theta_m]_M > 0.99$ の条件を求めると $(\eta q''/v)/l > 20,800$ ($\text{cal}/\text{cm}^2 \cdot \text{sec}$) となる ($c\rho$ として $0.16 \text{ cal}/\text{cm}^3 \cdot ^{\circ}\text{C}$, θ_{mp} として HT80 において測定した 1410°C を使用)。よって、本研究に

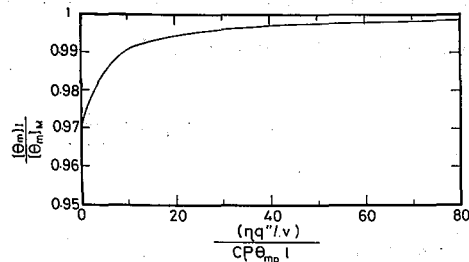


Fig. 4.4 Ratio of peak temperature in HAZ calculated using instantaneous plane heat source to that calculated using moving line heat source

においてはこのような範囲において実験，検討を行なった。Ni に関しても同様である。

Fig. 4.5 ならびに Fig. 4.6 はそれぞれ Ni ならびに HT80 について HAZ のピーク温度分布を単位溶接長あたりの溶接入熱を一定にして移動線熱源ならびに瞬間平面熱源を用いて計算した例である。なお，計算にあたっては Ni の場合は $c = 0.132$ ， $\rho = 8.90$ ， $\lambda = 0.144$ ， $k = 0.123$ なる値⁴⁹⁾，HT80 の場合は $c = 0.2$ ， $\rho = 8.0$ ， $\lambda = 0.12$ ， $k = 0.075$ なる値⁵⁰⁾を用いている。Fig. 4.5 ならびに Fig. 4.6 をみると，前述のように HAZ のピーク温度分布は瞬間平面熱源を用いた場合と移動線熱源を用いた場合とであり差がない。

Fig. 4.7 ならびに Fig. 4.8 は同様に Ni ならびに HT80 について単位溶接長あたりの溶接入熱を一定として HAZ の溶接熱サイクルを移動線熱源ならびに瞬間平面熱源を用いて計算した

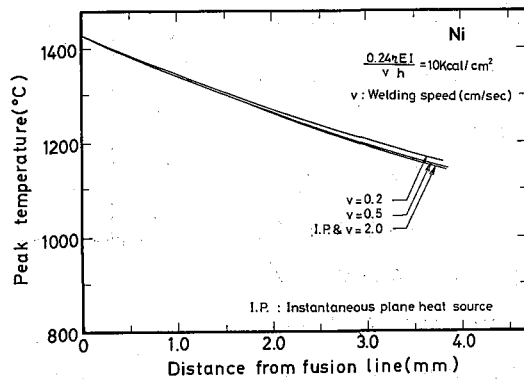


Fig. 4.5 Distributions of peak temperature in HAZ calculated using instantaneous plane heat source and moving line heat source in Ni

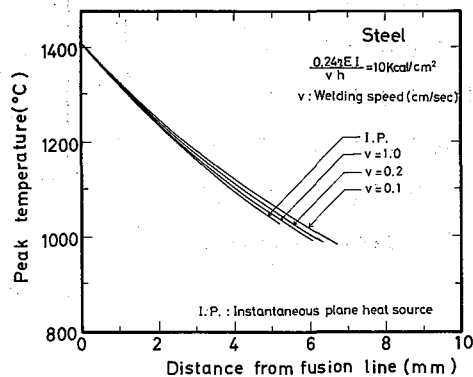


Fig. 4.6 Distributions of peak temperature in HAZ calculated using instantaneous plane heat source and moving line heat source in steel

例である。Fig. 4.7 ならびに Fig. 4.8 によると、単位溶接長あたりの溶接入熱が同一でも溶接速度により溶接熱サイクルの加熱速度が異なる。

このような熱サイクルの差がHAZの結晶粒度に及ぼす影響をみるため、移動線熱源ならびに瞬間平面熱源を用いて計算したHAZの結晶粒度を比較してFig. 4.9 ならびに Fig. 4.10 に示す。Fig. 4.9 ならびに Fig. 4.10 によると溶接速度が0.2 cm/sec以上であるとHAZの結晶粒度は移動線熱源を用いた場合と瞬間平面熱源を用いた場合とでほとんど差がない。

以上のような結果から、以後、式の形が単純になる瞬間平面熱源を用いてHAZの結晶粒度の検討を行なった。

4.4 実測結晶粒度との比較

(4.3)式における η は、いわゆる熱効率であるが、

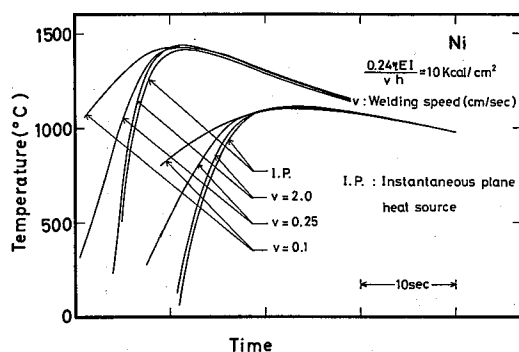


Fig. 4.7 Examples of weld thermal cycles calculated using instantaneous plane heat source and moving line heat source in Ni

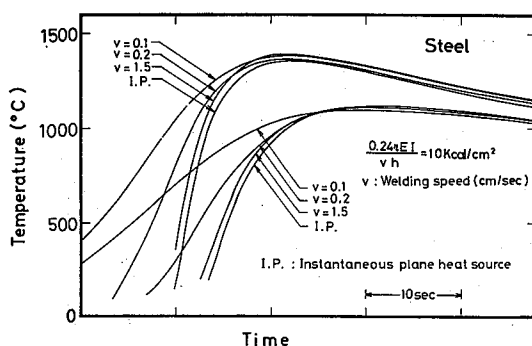


Fig. 4.8 Examples of weld thermal cycles calculated using instantaneous plane heat source and moving line heat source in steel

本研究のように溶融線近傍の現象を取り扱う場合には、この値としては供給された電気エネルギーに対する溶融金属から熱伝導によって失われるエネルギーの割合を用いる必要がある。

結晶粒成長には高温に加熱される領域のピーク温度が非常に大きな影響を及ぼすので、本研究においてはこの割合として高温加熱域においてピーク温度分布が実測したピーク温度分布にもっとも近くなる値を用いることにし、これを換算係数と呼称して(記号 η で表わす)、溶接入熱に乗じることとした。すなわちこのように求めた換算係数は厳密な物理的意味はなく、いわゆるアークの熱効率や本研究で用いている仮定(熱源の形状、寸法、溶融潜熱、物理定数の温度依存性、板表面からの熱損失などを考慮していないことなど)に

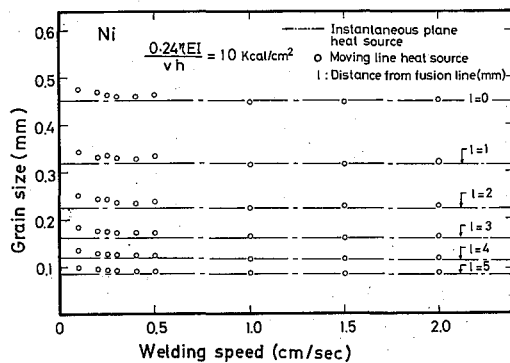


Fig. 4.9 Grain size in HAZ calculated using instantaneous plane heat source and moving line heat source in Ni

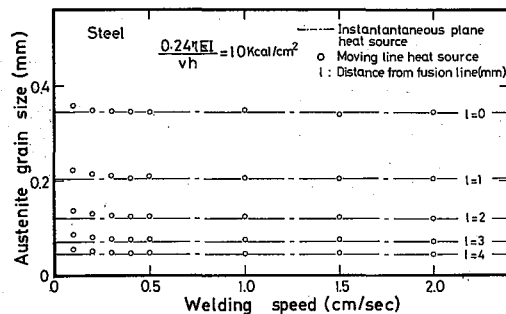


Fig. 4.10 Austenite grain size in HAZ calculated using instantaneous plane heat source and moving line heat source in steel

よる誤差をすべて包含しているものである。

Fig. 4.11は2mm厚のNi板をTable 4.2のAならびにBの溶接条件でTIG溶接したときのピーク温度測定結果である。図中の曲線は瞬間平面熱源におけるピーク温度分布を与える(4.6)式を用い、 $\eta' = 0.50$ としてピーク温度分布を計算し、前述のように溶融線におけるピーク温度が1430°Cであるとしてプロットした結果である。

Fig. 4.11からわかるように、この場合はいずれの溶接入熱においても $\eta' = 0.50$ として計算するとピーク温度は1000°C以上において実測値にかなり近い値となる。

Fig. 4.12は二、三の η' の値を用い、(4.3)式ならびに(4.4)式を用いてHAZの結晶粒度分布を計算した値を実測した結晶粒度分布と比較して示したものである。Fig. 4.12によると、前述のように η'

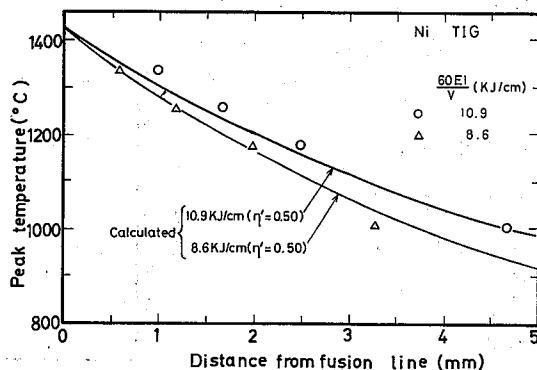


Fig. 4.11 Distributions of peak temperature in HAZ of TIG arc welded Ni (Comparison of measured value with the value calculated using heat conduction equation)

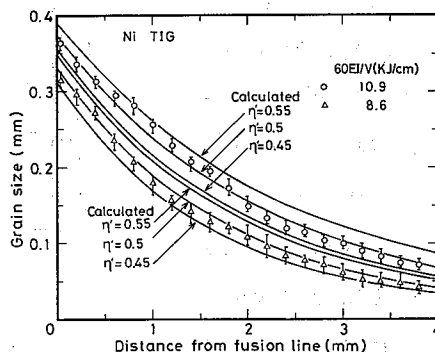


Fig. 4.12 Distributions of grain size in HAZ of TIG arc welded Ni (Comparison of measured value with the value calculated using heat conduction equation)

の値を0.50とした場合の
計算値と実測値とはかなり
よく一致している。

鋼の場合について、Table
4.3のAならびにBの溶接
条件でTIG溶接した場合
ならびにTable 4.4のA、
B、CならびにDの溶接条
件でサブマージーク溶接
した場合のHAZのピーク
温度分布の測定値をNiの
場合と同様、(4.6)式に
よる計算結果と比較してそ
れぞれFigs. 4.13ならび
に4.14に示す。

ついで、二、三の η' の値を
使用してTIG溶接ならびにサ
ブマージーク溶接の場合につ
いてHAZのオーステナイト結
晶粒度を計算した結果を実測値
と対比させてFigs. 4.15なら
びに4.16に示す。Fig. 4.15
のTIG溶接の場合は溶接入熱
6.3ならびに8.8 KJ/cm(板
厚2 mm)、Fig. 4.16のサブ
マージーク溶接の場合は溶接
入熱52.2ならびに90.0 KJ/
cm(板厚12 mm)の場合につ
いて、実測値と計算値との比較を
行なっている。Figs. 4.15

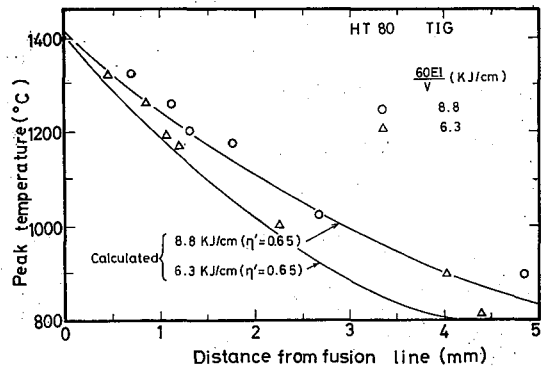


Fig. 4.13 Distributions of peak temperature in HAZ of TIG arc welded HT80 (Comparison of measured value with the value calculated using heat conduction equation)

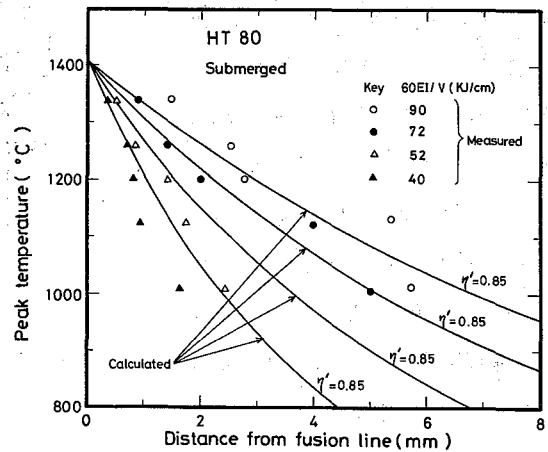


Fig. 4.14 Distributions of peak temperature in HAZ of submerged arc welded HT80 (Comparison of measured value with the value calculated using heat conduction equation)

ならびに 4.16 によると前述の方法で求めた η の値を用いた場合の計算値と実測値とはかなりよく一致している。

このことから、本研究で用いたような方法、すなわち HAZ の高温加熱域のピーク温度分布を実際のピーク温度分布に近づけるようにして換算係数を求め、瞬間平面熱源による熱伝導式 (4.3) 式ならびに結晶粒成長式 (4.4) 式を用いることにより HAZ の結晶粒度分布はほぼ計算しうることがわかった。

なお、実験に用いた溶接速度は TIG 溶接の場合は約 0.25 cm/sec (15 cm/min)、サブマージアーク溶接の場合は約 $0.4 \sim 0.7 \text{ cm/sec}$ ($24 \sim 42 \text{ cm/min}$) であり、Figs. 4.9 あるいは 4.10 から瞬間平面熱源を用いることによる誤差は小さいと考えられる。

本実験で得られた換算係数 (η) の値をまとめて Table 4.5 に示す。

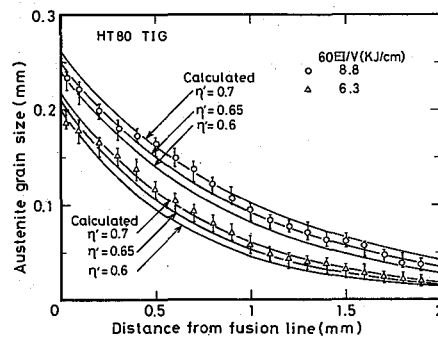


Fig. 4.15 Distributions of austenite grain size in HAZ of TIG arc welded HT80 (Comparison of measured value with the value calculated using heat conduction equation)

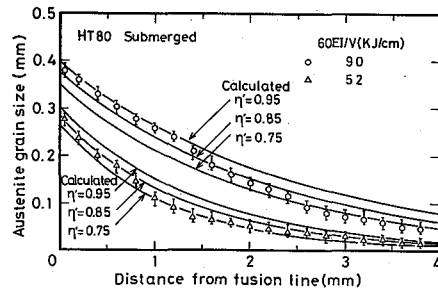


Fig. 4.16 Distributions of austenite grain size in HAZ of submerged arc welded HT80 (Comparison of measured value with the value calculated using heat conduction equation)

Table 4.5 Values for η' obtained in this study

Material	Plate thickness(mm)	Welding method	60EI/V (KJ/cm)	η'
Ni	2	TIG	86	0.50
Ni	2	TIG	109	0.50
HT80	2	TIG	63	0.65
HT80	2	TIG	88	0.65
HT80	12	Submerged arc	396	0.85
HT80	12	Submerged arc	522	0.85
HT80	12	Submerged arc	720	0.85
HT80	12	Submerged arc	900	0.85

4.5 溶接入熱と溶接熱影響部の結晶粒度分布との関係式の誘導

前節において、適当な換算係数を用いれば単純な溶接熱伝導式と結晶粒成長式とを組み合わせることにより、すなわち(4.4)式によりHAZの結晶粒はほぼ計算できることを明らかにした。したがって、結晶粒成長および熱伝導に関する材料定数ならびに溶接入熱が与えられれば、このような方法を用いることによりHAZの結晶粒度は計算できる。

しかし、このような方法で計算を行なう場合にもまだ多少の煩雑さがあるので、本節ではさらに実用上簡便な溶接入熱とHAZの結晶粒度との関係式を導くことを試みた。

ここでも、まずNiについて検討を行ない、ついで鋼のオーステナイト結晶粒についても検討を行なった。

第1章で述べたように、熱サイクル過程における結晶粒成長は(1.8)式により表わすことができる。

$$D^a - D_0^a = k_0 \sum_l \Delta t_l \cdot \exp(-Q/RT_l) \quad (1.8)$$

(1.8)式において、熱サイクルの変化によって変化する量 $\sum_l \Delta t_l \cdot \exp(-Q/RT_l)$ を「熱サイクル項」と名づけた。

そこで、まず溶接入熱ならびに溶接熱サイクルのピーク温度と「熱サイクル

項」の値との関係を求めた。Ni について、瞬間平面熱源を仮定した溶接熱伝導式(4.3)式を用いて計算した溶接熱サイクルに結晶粒成長式を適用して「熱サイクル項」の値を求め、この結果を溶接入熱をパラメータとしてピーク温度の逆数に対してプロットした結果を Fig. 4.17 に示す。Fig.

4.17 によると、おのこの溶接入熱においてピーク温度を絶対温度で表わした値の逆数と「熱サイクル項」の値の対数との間には一

定の傾きの直線関係があることがわかる。すなわち、(4.8)式が成り立つ。

$$\log \sum_l \Delta t_l \cdot \exp(-Q/RT_l) = \log A - \frac{B}{T_m} \quad (4.8)$$

ただし、 T_m : ピーク温度 (°K)

A, B : 定数

(4.8)式におけるBの値は Fig. 4.17 の直線の傾きより 1.83×10^4 (°K⁻¹) と求められた。(4.8)式の形から、このBの値は結晶粒成長式におけるみかけの活性化エネルギーQに関する量であると考えられる。

そこで、(4.8)式を(4.9)式のように書きかえる。

$$\ln \sum_l \Delta t_l \cdot \exp(-Q/RT_l) = \ln A' - \frac{B'}{RT_m} \quad (4.9)$$

ただし、A', B' : 定数

いっぽう、恒温加熱時の結晶粒成長は第1章において示した(1.7)式で表わすことができる。すなわち、温度T (°K)で時間t (min)加熱した場合、

$$D^a - D_0^a = k_0 t \cdot \exp(-Q/RT) \quad (1.7)$$

前述の(1.8)式と(1.7)式とを比較して明らかなように、熱サイクル時

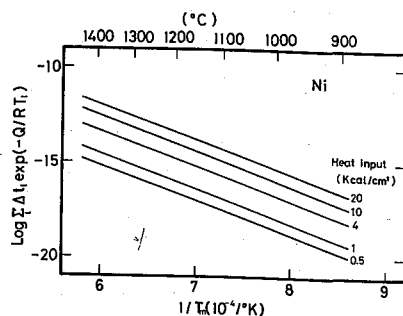


Fig. 4.17 Relation between $1/T_m$ and $\log \sum_l \Delta t_l \exp(-Q/RT_l)$ in Ni (Calculated using heat conduction equation, T_m : Peak temperature)

における「熱サイクル項」に相当する量は恒温加熱時には $t \cdot \exp(-Q/RT)$ である。そこで、この項の自然対数をとると (4.10) 式になる。

$$\ln \{ t \cdot \exp(-Q/RT) \} = \ln t - Q/RT \quad (4.10)$$

(4.9) 式を (4.10) 式と対応させると、ピーク温度が T_m である溶接熱サイクルはそのピーク温度で時間 A' 保持の恒温加熱に相当することがわかる。したがって、(4.9) 式における A' すなわち (4.8) 式における A の値は溶接熱サイクルをそのピーク温度における恒温加熱におきかえた場合の保持時間に関する量である。

Fig. 4.17 からわかるように、一定溶接入熱においては (4.8) 式における A の値、すなわち溶接熱サイクルをそのピーク温度での恒温加熱におきかえた場合の保持時間は熱サイクルのピーク温度にかかわらず一定である。

溶接入熱が変化すれば A の値は当然変化する。そこで、Fig. 4.17 より (4.8) 式における $\log A$ の値を求め、溶接入熱の対数に対してプロットした結果を Fig. 4.18 に示す。Fig. 4.18 をみると、 A の値の対数と溶接入熱の対数との間には直線関係がある。すなわち、

$$\log A = \log E + F \log \eta' q \quad (4.11)$$

ただし、 E, F : 定数

Fig. 4.18 より E の値は $1.660 \times 10^{-10} (cm^4 \text{ min}/cal^2)$ 、 F の値は 2 と求められる。そこで、(4.11) 式を書きかえると (4.12) 式になる。

$$A = E \times (\eta' q)^2 \quad (4.12)$$

前述のように、 A の値は溶接熱サイクルをそのピーク温度における恒温加熱過程におきかえたときの加熱時間に比例する量である。(4.12) 式によると、こ

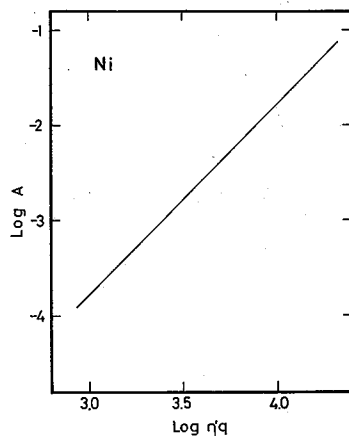


Fig. 4.18 Relation between heat input and $\log A$ in Eq. (4.8) in Ni

れは溶接入熱の 2 乗に比例している。これは、瞬間平面熱源による熱伝導を考えた場合、同一ピーク温度の熱サイクルで比較すると、ある温度に達するまでの時間が溶接入熱の 2 乗に比例するということに関連しているものと考えられる。

(4.11) 式を (4.8) 式に代入すると、「熱サイクル項」の値は結局 (4.13) 式の形で表わせる。

$$\log \frac{\Sigma \Delta t_l}{l} \cdot \exp(-Q/RT_l) = \log E + F \log \eta' q - \frac{B}{T_m} \quad (4.13)$$

(4.13) 式の右辺における E , F ならびに B の値は上記のプロットより求められているので、 T_m を溶接入熱 $\eta' q$ および溶接線からの距離 l の関数で表わせば「熱サイクル項」の値は $\eta' q$ ならびに l の関数として表わすことができる。

瞬間平面熱源においては、ピーク温度は前述の (4.6) 式で表わされる。いま、(4.6) 式において初期温度を 0°C と仮定し、溶融温度を $\theta_{mp} (^\circ\text{C})$ としてピーク温度を絶対温度 (T_m) で表わすと (4.14) 式になる。

$$T_m = \frac{0.242 \theta_{mp} \eta' q}{0.242 \eta' q + c \rho \theta_{mp} l} + 273 \quad (4.14)$$

(4.14) 式を (4.13) 式に代入すると「熱サイクル項」は (4.15) 式のようになる。

$$\log \frac{\Sigma \Delta t_l}{l} \cdot \exp(-Q/RT_l) = \log E + F \log \eta' q - \frac{B(0.242 \eta' q + c \rho \theta_{mp} l)}{0.242 \eta' q (\theta_{mp} + 273) + 273 c \rho \theta_{mp} l} \quad (4.15)$$

(4.15) 式で与えられた「熱サイクル項」を前述の熱サイクル過程における結晶粒成長式に代入すると HAZ における結晶粒度分布式が得られる。これを整理して示すと (4.16) 式になる。

$$\log(D^a - D_0^a) = \log k_0 + \log E + F \log \eta' q' - \frac{H \eta' q' + I l}{J \eta' q' + L l} \quad (4.16)$$

ただし, $H = 0.242 B$

$$I = B c \rho \theta_{mp}$$

$$J = 0.242 (\theta_{mp} + 273)$$

$$L = 273 c \rho \theta_{mp}$$

ここで, 第2章で求めたNiの結晶粒成長に関する材料定数 a および k_0 , 4.3節で用いた熱伝導に関する定数 c および ρ , 前述のように熱サイクル実験より求めた溶融温度 θ_{mp} ($= 1430^\circ\text{C}$)ならびにFigs. 4.17, 4.18より求めた B , E , F の値を(4.16)式に代入し, さらに溶接入熱を $\eta' q'$ (J/cm^2), 溶融線からの距離を l' (mm)で表わし, 整理すると(4.17)式になる。

$$\log(D^4 - D_0^4) = -65.96 + 2 \log \eta' q' + \frac{1.442 \times 10^{-1}}{(l'/\eta' q') + 2604 \times 10^{-3}} \quad (4.17)$$

ただし, $q' = 60EI/Vh$ (J/cm^2) (I : 溶接電流 (A), E : アーク電圧 (V), V : 溶接速度 (cm/min), h : 板厚 (cm))

l' : 溶融線からの距離 (mm)

η' : 換算係数

すなわち, 溶接入熱 ($\eta' q'$) が与えられると, (4.17)式によりHAZの溶融線からの距離と結晶粒度との関係が求められる。

Fig. 4.19は(4.17)式の関係を図示したものであり, さらにFig. 4.20は(4.17)式における $D^4 - D_0^4$ の値と D との関係を種々の初期粒度 (D_0)について計算した結果である。このように, Fig. 4.19とFig. 4.20とを対応させることにより種々の初期粒度ならびに溶接入熱におけるHAZの結晶粒度分布を読みとることができる。

鋼についても, 上記のNiの場合と同様にしてHAZのオーステナイト結晶粒度分布式を求めた。

Fig. 4.21に溶接熱サイクルのピーク温度と「熱サイクル項」の値との

関係, Fig. 4.22 に (4.8) 式における $\log A$ の値と溶接入熱との関係をそれぞれ溶接熱伝導式を用いて計算した結果を示す。Figs. 4.21 ならびに 4.22 よりこの場合も前記 Ni の場合と同様の関係, (4.13) 式が成り立っていることがわかる。そこで, Figs.

4.21 ならびに 4.22 より求めた (4.13) 式における E , F ならびに B の値は下記のようにであった。

$$E = 2.754 \times 10^{-10} \text{ (cm}^4 \text{ min/cal}^2 \text{)}$$

$$F = 2$$

$$B = 2.65 \times 10^4 \text{ (}^\circ\text{K}^{-1}\text{)}$$

これらの値, 第3章で求めた結晶粒成長に関する材料定数 a , k_0 の値, 4.3 節で用いた c , ρ の値ならびに熱サイクル実験より求めた供試材 (HT80) の溶融温度 (1410°C) を用いて Ni の場合と同様にして式の変化を行なった。

このようにして導いた HAZ における HT80 のオーステナイト結晶粒度分布式は (4.18) 式のようにである。

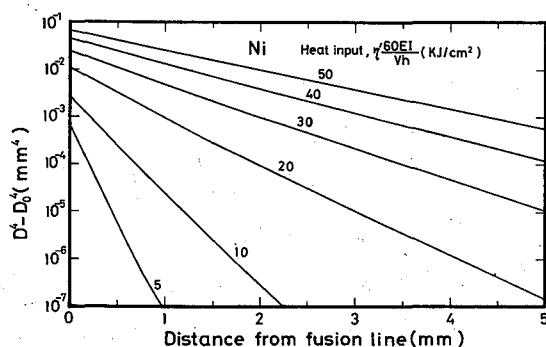


Fig. 4.19 Relation between heat input and distribution of grain size in HAZ of Ni

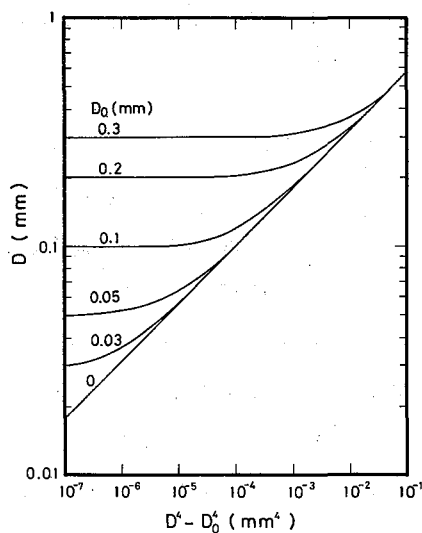


Fig. 4.20 Relation between $D^4 - D_0^4$ and D with various value for D_0

$$\log(D^4 - D_0^4) = -92.64 + 2 \log \eta' q'$$

$$+ \frac{1.291 \times 10^{-1}}{(l'/\eta' q') + 1587 \times 10^{-3}} \quad (4.18)$$

ただし、(4.18)式中の記号は(4.17)式の場合とまったく同様である。

(4.18)式を導くにあたっては溶接熱伝導式により求めた溶接熱サイクルの0℃から計算を行なっている。 (4.18)式中の D_0 は0℃における値をとる必要がある。しかしながら、第3章で述べたように、溶接熱サイクル過程においては0℃から計算を行なっても、加熱過程でオーステナイト初期粒が形成される時点から計算を行なっても、最終的なオーステナイト結晶粒度はほぼ同一となる。よって、実際には(4.18)式における D_0 の値としては加熱過程で形成されるオーステナイト初期粒度を用いればよい。

第3章で述べたように、本章で用いている鋼においては D_0 を0.015mmと考えることができる。よって、 $D_0 = 0.015 \text{ mm}$ とした場合の(4.18)式の関係を図示するとFig. 4.23のようになる。

さらに、第3章で述べたように、溶融線近傍のオーステナイト結晶粒度を求

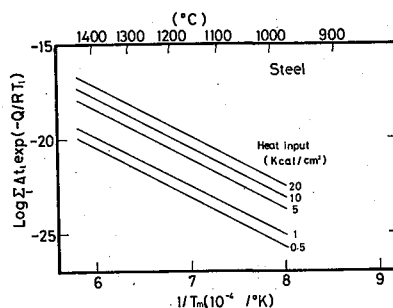


Fig. 4.21 Relation between $1/T_m$ and $\log \sum_l \Delta t_l \exp(-Q/RT_l)$ in steels used (Calculated using heat conduction equation, T_m : Peak temperature)

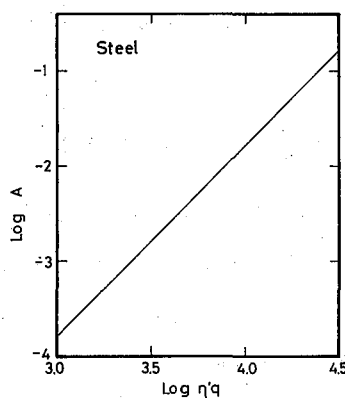


Fig. 4.22 Relation between heat input and $\log A$ in Eq. (4.8) in steels used

める際には D_0 を零と仮定して計算を行なうことができる。この場合には、(4.18)式はさらに簡略な(4.19)式になる。

$$\log D = -23.16 + \frac{1}{2} \log \eta' q' + \frac{3.227 \times 10^{-2}}{(l'/\eta' q') + 1587 \times 10^{-3}} \quad (4.19)$$

式の誘導過程から明らかなように、以上のようにして求めたHAZの結晶粒度分布式(4.17)式、(4.18)式あるいは(4.19)式の右辺の

第2項は時間に関する項、第3項はピーク温度に関する項である。

つぎにHT 80において D_0 の影響が無視できる場合を例にとり、(4.19)式を用いてHAZの結晶粒度分布について検討する。

まず、溶融線上の結晶粒度は(4.19)式において $l' = 0$ とおくことにより次のように求められる。

$$D_m = 1.487 \times 10^{-3} \sqrt{\eta' q'} \quad (4.20)$$

ただし、 D_m : 溶融線上の結晶粒度(mm)

すなわち、結晶粒度は溶接入熱の平方根に比例する。このことは、前述のように「熱サイクル項」の値は同一ピーク温度の溶接熱サイクルにおいては溶接入熱の2乗に比例すること、ならびに結晶粒成長式において $D_0 = 0$ とした場合、結晶粒度が「熱サイクル項」の4乗根に比例することによるものである。すなわち、

$$(4.13) \text{ 式より } \sum_l \Delta t_l \cdot \exp(-Q/RT_l) \propto (\eta' q')^2$$

$$(3.1) \text{ 式より } D_m^4 \propto \sum_l \Delta t_l \cdot \exp(-Q/RT_l)$$

$$\text{ゆえに } D_m \propto \sqrt{\eta' q'}$$

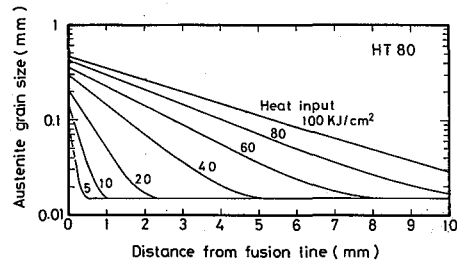


Fig. 4.23 Relation between heat input and distribution of austenite grain size in HAZ of steels used

第6章で述べるように、電子ビーム溶接のように溶接入熱がきわめて小さい場合を除いて、(4.20)式における D_m はHAZの最大の結晶粒度を表わすと考えられる。

Fig. 4.24は(4.20)式の関係を図示したものである。Fig. 4.24にはTIG溶接ならびにサブマージーク溶接において溶融線のごく近傍で測定したHAZの最大の結晶粒度も記している。このような関係も少なくとも結晶粒度を実測した溶接入熱範囲で成り立っている。

このように、HAZの最大結晶粒度は溶接入熱の平方根に比例するので、これを微細化するには溶接入熱を大幅に減少させる必要があるといえる。

つぎにHAZの結晶粒度分布について検討した。いま溶接線上の結晶粒度に対する結晶粒度の比を相対結晶粒度(D^* で表わす)とし、一定相対結晶粒度における溶接入熱と溶接線からの距離との関係を(4.19)式ならびに(4.20)式より求めると(4.21)式になる。

$$l' = \frac{-1.587 \log D^*}{\log D^* + 20.33} \times \eta' q' \quad (4.21)$$

ただし、 $D^* = D/D_m$

すなわち、相対結晶粒度が一定値をとる溶融線からの距離は溶接入熱に比例する。二、三の D^* に対する(4.21)式の関係を図Fig. 4.25に示す。

さらに、(4.19)式を用いてある一定の結晶粒度(D)となる溶融線からの距離と溶接入熱との関係を求めると(4.22)式になる。

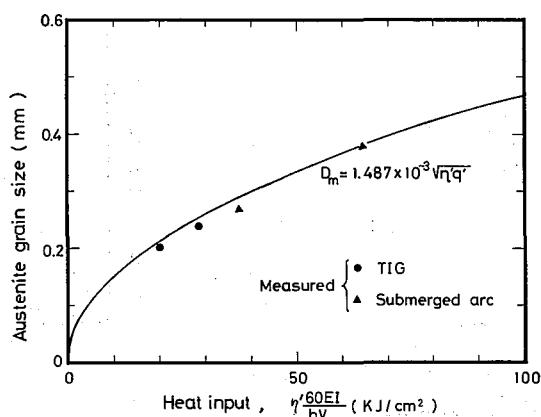


Fig. 4.24 Relation between heat input and austenite grain size at fusion line

$$l' = \eta' q' \left(\frac{6.454 \times 10^{-2}}{2 \log D + 4.632 - \log \eta' q'} - 1.587 \times 10^{-3} \right) \quad (4.22)$$

二、三の結晶粒度について

(4.22)式の関係を図4.26

に示す。

上記の図4.25ならびに図4.26をみると、溶接入熱を減少させることによりHAZの粗粒化域の幅はか

なり減少させることができるといえる。
以上を示したように、HAZの結晶粒度分布式をもとにした(4.20)式によりHAZの最大の結晶粒度、(4.21)式あるいは(4.22)式によりHAZが粗粒化する幅を推定することができる。

なお、これらの場合はHT80について検討した結果である。しかしながら、Table 3.1に示した35C、HT60、ならびにHT100においても、第3章で示したように結晶粒成長に関する定数値がほぼ同一であること、熱伝導に関する定数もほぼ同一であると考えられること、ならびに溶融温度を測定した結果もほぼ同一であったことなどから、ほ

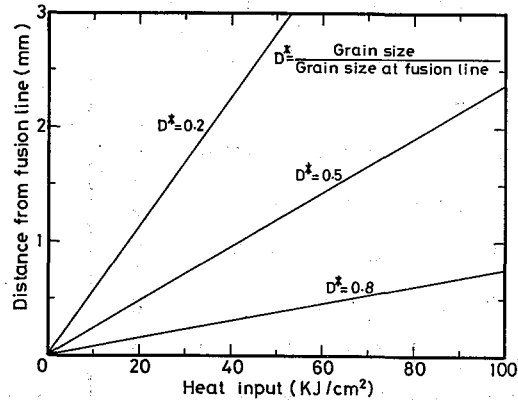


Fig. 4.25 Relation between heat input and distance from fusion line at which the ratio of grain size to the grain size at fusion line is constant (HT80)

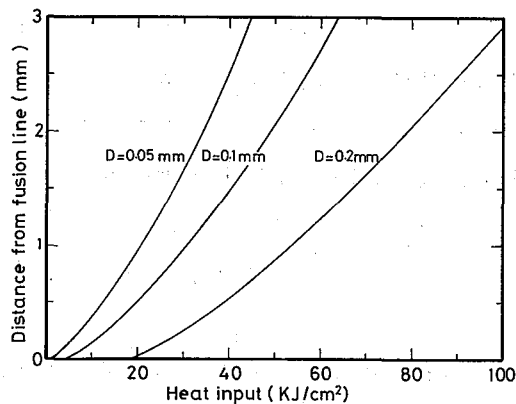


Fig. 4.26 Relation between heat input and distance from fusion line at which grain size is constant (HT80)

ば(4.18)～(4.22)式を用いることが可能であると考えられる。

なお、以上に示した2次元ビードのHAZの結晶粒度分布式を用いる際の換算係数(η')の値としては実験により求めた値を使用すればよい (Table 4.5 参照)。

このような結晶粒度分布式は少なくとも4.4節の実験で確認した範囲、すなわち、換算係数を乗じない単位板厚あたりの溶接入熱 ($60 EI/Vh$) が Ni の TIG 溶接では $43 \sim 55 \text{ KJ/cm}^2$, 鋼の TIG 溶接では $32 \sim 44 \text{ KJ/cm}^2$, 鋼のサブマージアーク溶接では $44 \sim 75 \text{ KJ/cm}^2$ の範囲で適用が可能である。

ただし、本研究では結晶粒度分布式を求めるにあたって瞬間平面熱源を使用しているので、4.3節で示したように、あまり溶接速度が遅くなると ($< \sim 12 \text{ cm/min}$) 誤差が大きくなる。

4.6 結 言

本章においては、工業用純ニッケルならびに 80 Kg/mm^2 級高張力鋼について、まず前章までに熱サイクル過程の結晶粒成長に適用できることを確認した熱サイクル過程における結晶粒成長式と溶接熱伝導式とを組み合わせることにより HAZ の結晶粒度がほぼ計算できることを明らかにした。

ついで、この結果をもとにして、溶接入熱とHAZの結晶粒度分布との関係式を導いた。

なお、取り扱いはずべて2次元ビードについて行なった。得られた結果を要約すると次のようである。

- (1) 溶接速度が約 12 cm/min 以上の場合、瞬間平面熱源を用いて計算した HAZ の結晶粒度は移動線熱源を用いて計算した値とほとんど差がない。
- (2) 適当な換算係数を電気エネルギーに乗じた値を溶接入熱としてHAZの溶接熱サイクルを瞬間平面熱源を用いて計算し、それに結晶粒成長式を組み合わせることにより、HAZの結晶粒度が計算できることを工業用純ニッケルのTIG溶接ならびに 80 Kg/mm^2 級高張力鋼のTIG溶接、さらにはサブマージアーク溶接において確認した。
- (3) この場合、換算係数としてはHAZの高温加熱域でのピーク温度分布が実験したピーク温度分布に近くなるような値を選べばよい。本研究の実験条件

範囲で求めた換算係数は Table 4.5 に示したような値である。

- (4) 溶接熱サイクルにおける結晶粒成長はそのピーク温度の恒温加熱における結晶粒成長におきかえることができる。このような置きかえをした場合の恒温加熱時間は溶接入熱の 2 乗に比例する。
- (5) (4) で述べた関係ならびに溶接熱伝導式から求められる HAZ のピーク温度分布を用いることにより、HAZ の結晶粒度分布式が次のように求められた。
〔工業用純ニッケルの場合〕

$$\log (D^4 - D_0^4) = -65.96 + 2 \log \eta' q' + \frac{1.442 \times 10^{-1}}{(l'/\eta' q') + 2.604 \times 10^{-3}} \quad (4.17)$$

〔供試鋼のオーステナイト結晶粒の場合〕

$$\log (D^4 - D_0^4) = -92.64 + 2 \log \eta' q' + \frac{1.291 \times 10^{-1}}{(l'/\eta' q') + 1.587 \times 10^{-3}} \quad (4.18)$$

ただし、 $q' = 60 E I / V h$ (J/cm) (I : 溶接電流 (A), E : アーク電圧 (V), V : 溶接速度 (cm/min), h : 板厚 (mm))

l' : 溶融線からの距離 (mm)

η' : 換算係数

(4.18) 式における D_0 の値としては加熱過程に形成されるオーステナイト初期粒度を用いればよい。

さらに、溶融線近傍のオーステナイト結晶粒度分布を求める場合には、(4.18) 式における D_0 を零とおいた (4.19) 式を用いることができる。

$$\log D = -23.16 + \frac{1}{2} \log \eta' q' + \frac{3.227 \times 10^{-2}}{(l'/\eta' q') + 1.587 \times 10^{-3}} \quad (4.19)$$

- (6) 供試鋼の溶融線におけるオーステナイト結晶粒度と溶接入熱との間には (4.20) 式の関係がある。

$$D_m = 1.487 \times 10^{-3} \sqrt{\eta' q'} \quad (4.20)$$

すなわち、溶融線におけるオーステナイト結晶粒度は溶接入熱の平方根に比例する。

(7) HAZ の粗粒化域の幅は (4.2 1) 式あるいは (4.2 2) 式 (すなわち、Fig. 4.2 5 あるいは Fig. 4.2 6) を用いることにより推定することができる。

(8) (5) に示した関係式の適用条件範囲は少なくとも工業用純ニッケルの TIG 溶接では $60 EI/Vh$ の値が $43 \sim 55 \text{ KJ/cm}^2$ 、鋼の TIG 溶接では $32 \sim 44 \text{ KJ/cm}^2$ 、鋼のサブマージアーク溶接では $44 \sim 75 \text{ KJ/cm}^2$ である。

この範囲でも、溶接速度がきわめて遅くなると、この関係式を使った場合の誤差は大となるが、溶接速度が少なくとも約 12 cm/min 以上ではじゅう分使用できる。

第5章 熱サイクル過程における結晶粒成長式による 溶接熱影響部の結晶粒粗大化現象の究明

5.1 緒 言

前章において熱サイクル過程の結晶粒成長式と単純な溶接熱伝導式とを組み合わせることによりHAZの結晶粒度分布が計算できることを明らかにした。すなわち、このような方法によって溶接熱サイクル後の結晶粒度はほぼ計算できる。

本章においては結晶粒成長式を溶接熱サイクル過程に適用して積算することにより溶接熱サイクル過程の結晶粒成長を計算することの妥当性を確認するとともにHAZの結晶粒成長の特性についても検討を行なった。

第2, 3章において、熱サイクル過程の結晶粒の成長は結晶粒成長式を用いることにより計算できることを明らかにした。しかし、HAZにおいては、第2, 3章で用いた再現熱サイクルの場合と異なり、温度分布（温度勾配）が存在する。このことから、HAZのある位置における溶接熱サイクルのある時点における結晶粒度はそのまわりの部分の結晶粒度と異なるので、これによる影響をうける可能性も考えられる。

よって、HAZの溶接熱サイクルを実測し、これに結晶粒成長式を適用して計算した値と実測したHAZの結晶粒度とを対応させることにより、HAZへの結晶粒成長式の適用の妥当性を調べた。

ついで、結晶粒成長式を用いてHAZの結晶粒度分布に及ぼす初期粒度ならびに溶接入熱の影響およびHAZにおける結晶粒成長過程の特性について検討を行なった。

実験には変態のない材料の例として工業用純ニッケルを、変態のある材料として鋼を用い、実験の容易さから2次元的なビードについて検討を行なった。

5.2 供試材料ならびに実験方法

実験にはNiならびに鋼を用い、鋼は第4章に述べた理由によりHT80によって代表させた。Niについて初期粒度を変化させる場合は冷間圧延後の加熱温度を変化させた。

TIG溶接の場合の試験板の形状・寸法ならびにHAZの熱サイクル測定法の概略は第4章のFig. 4.2に示したものである。HAZの溶接熱サイクルは板裏面にパーカッション溶接した熱電対(0.2mm径)により測定した。

サブマージアーク溶接の場合の試験板の形状・寸法ならびにHAZの溶接熱サイクル測定法の概略は第4章のFig. 4.3に示したものである。HAZの溶接熱サイクルは板側面よりあけたドリル孔の底にパーカッション溶接した熱電対により測定した。

このようにして熱電対でHAZの溶接熱サイクルを測定する場合、熱電対の位置により測温位置を決めると熱電対の太さの問題もあり、やや正確さを欠くきらいがある。これを補なう意味で感温塗料を用いてHAZのピーク温度分布を測定し、溶接熱サイクルの測定位置を求めた。

5.3 結晶粒成長式の溶接熱影響部への適用の妥当性の検討

HAZの溶接熱サイクルを測定し、この溶接熱サイクルに結晶粒成長式を適用して計算した値と実測の結晶粒度とを比較することにより、結晶粒成長式の溶接熱影響部への適用の妥当性を検討した。

Niにおいては、2mm厚の板の2次元のTIG溶接、HT80においては、同じく2mm厚の板の2次元のTIG溶接ならびに12mm厚の板の2次元のサブマージアーク溶接について実験を行なった。

Niに対するTIG溶接条件をTable 5.1に示す。この場合、溶接速度はほぼ一定にして、溶接電流を変化させることにより溶接入熱を変化させている。

Table 5.1 TIG arc welding conditions for commercial-purity nickel (Thickness : 2 mm)

Mark	Arc current(I) (A)	Arc voltage(E) (V)	Welding speed(V) (cm/min)	60EI/V (KJ/cm)
A	110	12.0	16.2	4.9
B	160	14.0	15.6	8.6
C	190	14.5	15.2	10.9

DCSP, Electrode dia. : 2.4mm, Argon shielding gas flow rate : 10 l/min

溶接入熱としては 4.9, 8.6 ならびに 10.9 KJ/cm を用いた。

それぞれの溶接入熱の場合に HAZ において測定した溶接熱サイクルの例を Fig. 5.1 に、前述のような方法で感温塗料により測定した HAZ のピーク温度分布を Fig. 5.2 に示す。

HAZ の結晶粒度分布の測定結果をそれぞれの溶接入熱の場合について、それぞれ Figs. 5.3, 5.4 ならびに 5.5 中の黒丸で示す。Figs. 5.3 ~ 5.5 中の白丸は結晶粒成長式による計算値である。この場合の計算値は、測定した溶接熱サイクルに第 2 章に示した (2.3) 式を適用して結晶粒度を計算し、Fig. 5.2 より溶融線からの距離を求めてプロットしたものである。なお、溶接熱サイクル過程において、800 °C 以下では結晶粒はほとんど成長しないので、計算は加熱途中の 800 °C から冷却途中の 800 °C までの間に行っている。

Figs. 5.3, 5.4 ならびに 5.5 をみると、実測値と計算値とはかなりよく一致している。

2 mm 厚の HT80 の TIG 溶接に用いた溶接条件を Table 5.2 に示す。この場合も溶接速度はほぼ一定とし、溶接電流を変化させることにより溶接入熱を

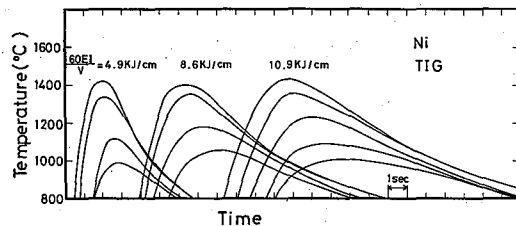


Fig. 5.1 Typical weld thermal cycles measured in HAZ of TIG arc welded Ni

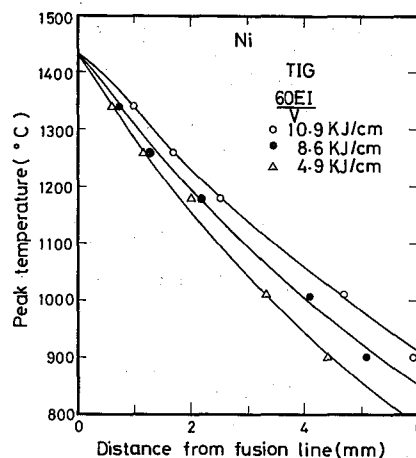


Fig. 5.2 Distributions of peak temperature measured in HAZ of TIG arc welded Ni

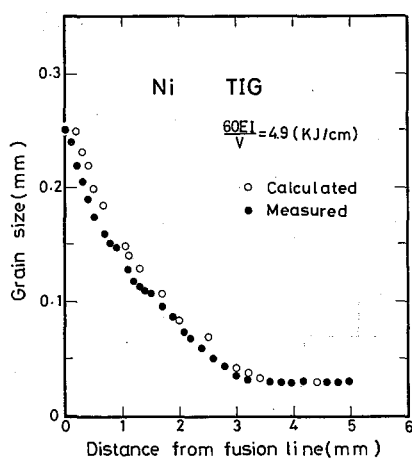


Fig. 5.3 Distribution of grain size in HAZ of TIG arc welded Ni (Comparison of measured value with the value calculated using grain growth equation)

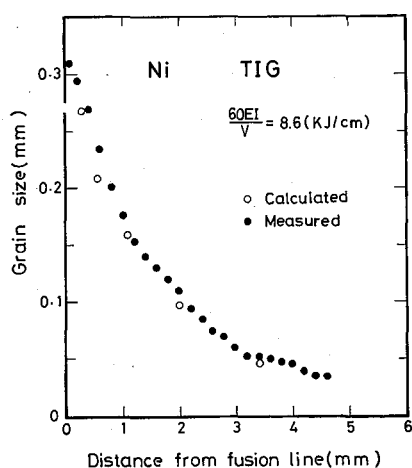


Fig. 5.4 Distribution of grain size in HAZ of TIG arc welded Ni (Comparison of measured value with the value calculated using grain growth equation)

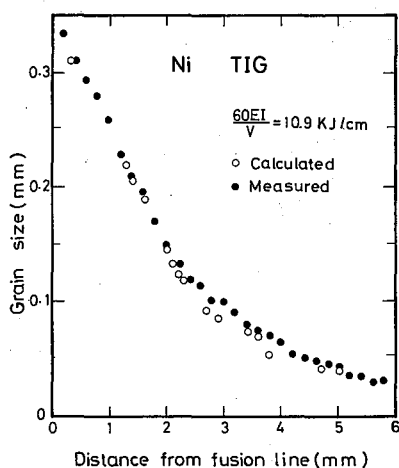


Fig. 5.5 Distribution of grain size in HAZ of TIG arc welded Ni (Comparison of measured value with the value calculated using grain growth equation)

Table 5.2 TIG arc welding conditions for HT80 (Thickness : 2 mm)

Mark	Arc current(I) (A)	Arc voltage(E) (V)	Welding speed(V) (cm/min)	60EI/V (KJ/cm)
A	90	12.5	15.5	4.3
B	130	12.5	15.5	6.3
C	150	14.0	14.3	8.8

DCSP, Electrode dia. : 2.4mm, Argon shielding gas flow rate : 10 l/min

4.3, 6.3 ならびに 8.8 KJ/cm と変化させて, ほぼ 2 次元的な溶け込みを得た。

この場合に測定した溶接熱サイクルの例を Fig. 5.6 に, 感温塗料による HAZ のピーク温度分布の測定結果を Fig. 5.7 に示す。

Fig. 5.8 は HAZ におけるオーステナイト結晶粒度の測定値と熱サイクル過程における結晶粒成長式 (3.1) 式による計算値とを比較して示したものである。この場合も, Fig. 5.6 に示したような溶接熱サイクルを $\Delta t = 0.1 \text{ sec}$ で分割してオーステナイト結晶粒度を計算し, その結果を Fig. 5.7 を用いてプロットしている。第 3 章

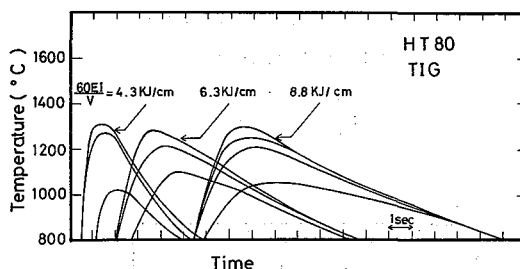


Fig. 5.6 Typical weld thermal cycles measured in HAZ of TIG arc welded HT80

において明らかにしたように, 本章で用いた前処理状態においては, 加熱途中の 800 °C における結晶粒度を零として計算を行なえる。よって, ここでも $D_0 = 0$ とし, 加熱途中の 800 °C から冷却途中の 800 °C の間において計算を行なっている。

Fig. 5.8 によると, それぞれの溶接入熱において計算値と実測値とはよく一致している。

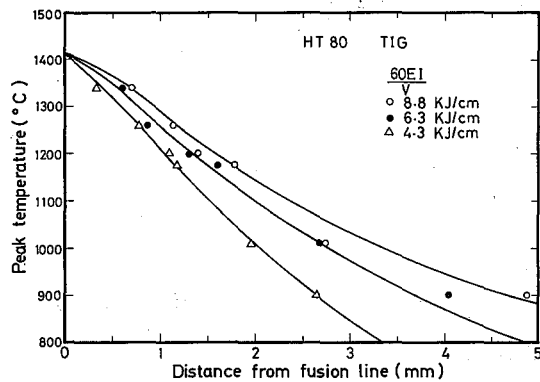


Fig. 5.7 Distributions of peak temperature in HAZ of TIG arc welded HT80

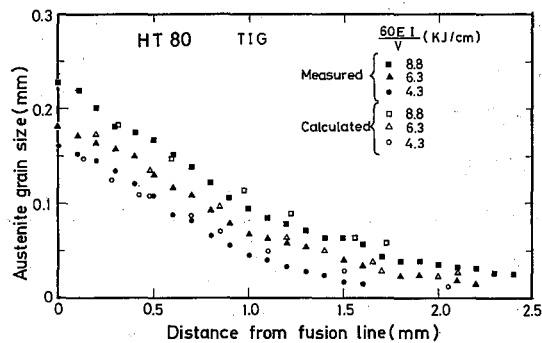


Fig. 5.8 Distributions of austenite grain size in HAZ of TIG arc welded HT80 (Comparison of measured value with the value calculated using grain growth equation)

つぎに、12mm厚のHT80をTable 5.3のAならびにBの溶接条件でサブマージアーク溶接した。この場合、溶接電流を大きくするほうが2次元ビー

Table 5.3 Submerged arc welding conditions for HT80
(Thickness : 12 mm)

Mark	Arc current(I) (A)	Arc voltage(E) (V)	Welding speed(V) (cm/min)	60EI/V (KJ/cm)
A	900	40	41.4	52.2
B	900	40	24.0	90.0

トを得やすいので、電流は900Aとし、溶接速度を変化させることにより溶接入熱を52.2ならびに

90.0 KJ/cmと2段階に変化させた。

測定したHAZの溶接熱サイクルの例をFig. 5.9に、感温塗料によるHAZのピーク温度分布をFig. 5.10に示す。

Fig. 5.11はHAZのオーステナイト結晶粒度分布の測定値と前記TIG溶接の場合と同様の方法による計算値とを比較して示したものである。この場合も実測値と計算値とはかなりよく一致している。

以上に示した実験結果より、NiのTIG溶接および鋼のTIG溶接ならびにサブマージーク溶接の実用の溶接入熱範囲において、HAZの結晶粒度は熱サイ

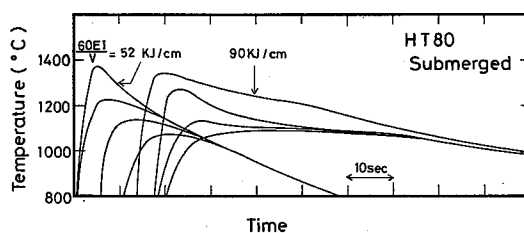


Fig. 5.9 Typical weld thermal cycles measured in HAZ of submerged arc welded HT80

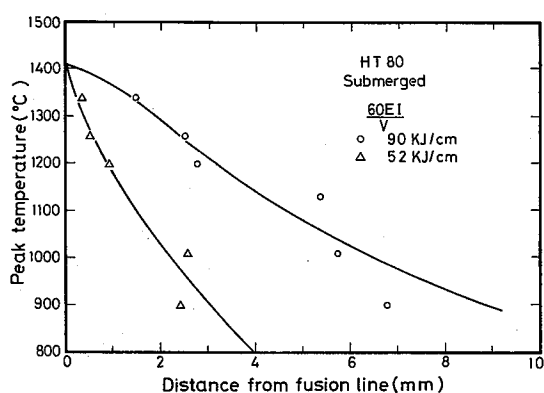


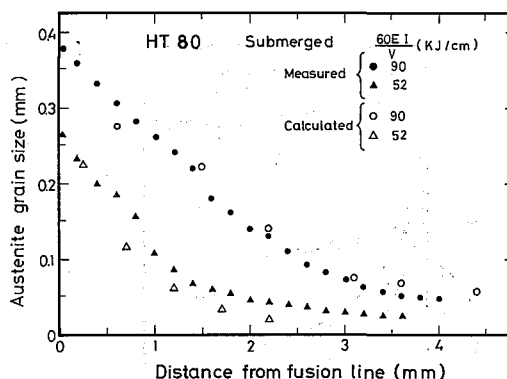
Fig. 5.10 Distributions of peak temperature in HAZ of submerged arc welded HT80

クル過程における結晶粒成長式により計算しうることが明らかとなった。

5.4 溶接熱影響部の結晶粒度に及ぼす初期粒度ならびに溶接入熱の影響

前節において、HAZの結晶粒度は熱サイクル過程における結晶粒成長式を用いて計

算できることが明らかとなった。 Fig. 5.11 Distributions of austenite grain size in HAZ of submerged arc welded HT80 (Comparison of measured value with the value calculated using grain growth equation)



算できることが明らかとなった。 いっぽう、材料が与えられた場合、HAZの結晶粒度は初期粒度ならびに溶接条件によって決定される。

よって、本節においては、熱サイクル過程における結晶粒成長式を用いてHAZの結晶粒度に及ぼす初期粒度ならびに溶接入熱の影響について検討した。

5.4.1 初期粒度の影響

初期粒度がHAZの結晶粒度に及ぼす影響について検討を行なうために、初期粒度を0.03, 0.10, 0.14ならびに0.22 mmと変化させた2 mm厚のNiの試験板にTable 5.1のAならびにCの溶接条件でTIG溶接したときのHAZの結晶粒度分布を測定した結果をFigs. 5.12ならびに5.13に示す。なお、Figs. 5.12ならびに5.13においては、測定した結晶粒度分布を曲線で示している。

Figs. 5.12ならびに5.13中には、前節で測定した溶接熱サイクル (Fig. 5.1) ならびにピーク温度分布 (Fig. 5.2) を用いて結晶粒度を計算した結果も示している。この場合も計算値と実測値とはほぼ一致している。

第1章において示したように、初期粒度が熱サイクル後の結晶粒度に及ぼす

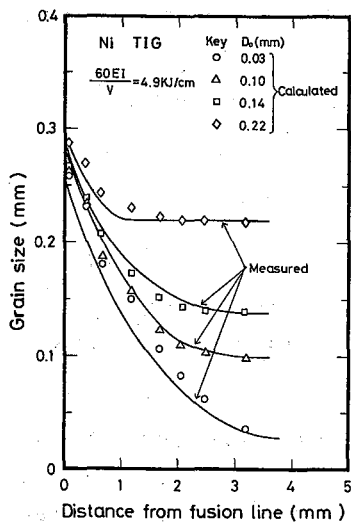


Fig. 5.12 Effect of initial grain size on grain size in HAZ of TIG arc welded Ni

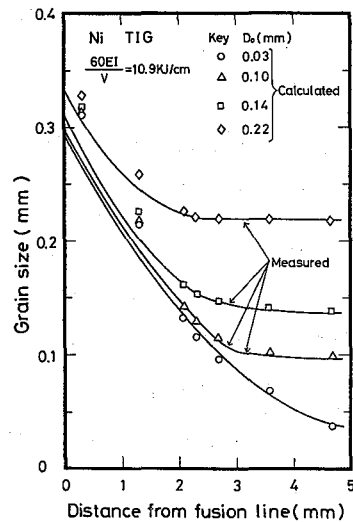


Fig. 5.13 Effect of initial grain size on grain size in HAZ of TIG arc welded Ni

影響の度合いは「熱サイクル項」の値によって変化する。すなわち、「熱サイクル項」の値が大きいほど初期粒度が熱サイクル後の結晶粒度に及ぼす影響は小さくなる。

HAZ においては、同一溶接入熱の場合は溶融線に近づくほど、HAZ の同一位置においては溶接入熱が大きくなるほど、「熱サイクル項」の値は大きくなる。したがって、一般的に言えば、溶接入熱が大きいほど、また溶融線に近づくほど、初期粒度の影響は小さくなる。Figs, 5.12 ならびに 5.13 の結果は定性的ではあるが、このような結果をよく示している。

第 1 章において、Fig. 1.4 に示したように、初期粒度が熱サイクル後の結晶粒度に及ぼす影響を f という値で評価した。すなわち、 f はある初期粒度の材料に熱サイクルを与えたときの結晶粒度と、初期粒度が零であると仮定して同一の熱サイクルを与えたときの結晶粒度との比である。したがって、初期粒度が熱サイクル後の結晶粒度に及ぼす影響は、 f の値が大きいほど大で、 f の

値が小さくなり1に近づくほど小となると考えることができる。

このことから、HAZの溶接熱サイクルが与えられると、 f の値を用いることにより初期粒度がHAZの結晶粒度に及ぼす影響を推定することができると思われる。

たとえば、 f の値が1.1以下になる条件を第1章に示した(1.10)式より求めると(5.1)式になる。

$$\frac{D_0^a}{k_0 \sum_l \Delta t_l \cdot \exp(-Q/RT_l)} + 1 < 1.1^a \quad (5.1)$$

(5.1)式にNiの材料定数 a ならびに k_0 の値を代入すると(5.2)式が得られる。

$$\frac{D_0^{4.5}}{\sum_l \Delta t_l \cdot \exp(-Q/RT_l)} < 4.415 \times 10^{10} \quad (5.2)$$

ところで、HAZにおいて測定した溶接熱サイクルにより計算した「熱サイクル項」の値をFig. 5.14に示す。

Fig. 5.14によると、溶接入熱が小さい場合(4.9 KJ/cm)の溶融線近傍における「熱サイクル項」の値は約 6×10^{-14} (min)である。この値を(5.2)式に代入することにより、 $f < 1.1$ となるための条件は $D_0 < 0.23 \text{ mm}$ と求められる。すなわち、この位置においては、初期粒度が 0.23 mm 以下の場合にはすべて結晶粒度が初期粒度を零と仮定した場合の結晶粒度の1.1倍以下の範囲に入ると推定される。このことは、Fig. 5.12において、本実験で用いた初期粒度の範囲($< 0.22 \text{ mm}$)では溶融線近傍の結晶粒度にはほとんど差がないことと対応している。

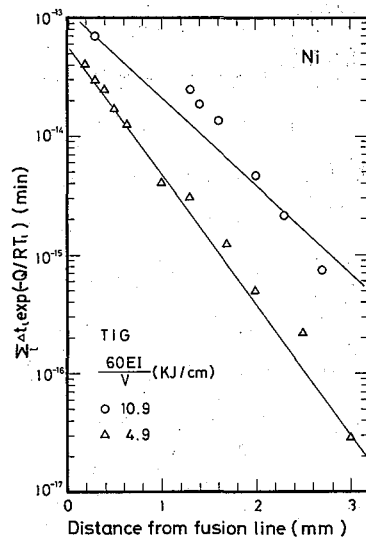


Fig. 5.14 The value for $\sum_l \Delta t_l \exp(-Q/RT_l)$ in HAZ of TIG arc welded Ni

以上より，HAZの結晶粒の微細化に及ぼす初期粒度の効果については，熱サイクル過程における結晶粒成長式により定量的に推定しうることが明らかとなった。

5.4.2 溶接入熱の影響

溶接入熱が大になると，前節の結果にみられるようにHAZの結晶粒度は大きくなる。これは，結晶粒成長が熱活性化過程であることから考えて当然のことである。

このことは，結晶粒成長式からは，溶接入熱が大になるとFig. 5.14に例を示したように「熱サイクル項」の値が大きくなるので結晶粒度が大きくなる，といえる。

第1章で述べたように，「熱サイクル項」の値に影響を及ぼすのはピーク温度ならびに加熱・冷却速度である。よって，ここでは溶接入熱を変化させた場合の両者の影響を検討した。

Fig. 5.15は，Niを4.9ならびに10.9 KJ/cmでTIG溶接したときの溶接熱サイクルのピーク温度と結晶粒度との関係を結晶粒成長式により計算した結果である。Fig. 5.15をみると，いずれの溶接入熱においてもピーク温度の上昇とともに結晶粒度は急激に大きくなっている。このことから，溶接熱サイクル過程においてもピーク温度が結晶粒度に大きな影響を及ぼしていることがわかる。

しかしながら，Fig. 5.15によると，同一ピーク温度においても溶接入熱により結晶粒度に差がある。すなわち，Fig. 5.15における二つの曲線の差が溶接熱サ

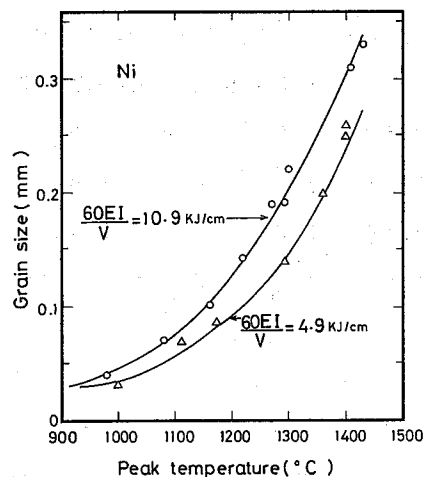


Fig. 5.15 Effect of peak temperature on grain size during weld thermal cycle measured in HAZ of TIG arc welded Ni

イクルの加熱・冷却速度の差の影響を示している。

いっぽう、HAZのピーク温度分布も溶接入熱の影響を受ける。したがって、溶接入熱が変化した場合、HAZの結晶粒度分布は熱サイクルの加熱・冷却速度ならびにピーク温度分布の二つの要因により変化するものと考えられる。

よって、この二つの要因がHAZの結晶粒度分布にどの程度影響を及ぼしているかを推定した結果をFig.

5.16に示す。Fig. 5.16中の実線はNiを4.9ならびに10.9 KJ/cmでTIG溶接した場合の結晶粒度分布の測定値を示したものである。図中の破線は溶接入熱が4.9 KJ/cmの場合に、各ピーク温度における熱サイクルの形はそのまま、ピーク温度分布のみが溶接入熱10.9 KJ/cmの場合に等しくなったと仮定して、Fig. 5.2に示したピーク温度分布ならびにFig. 5.15を利用して描いたものである。

このような方法によっても、前記の二つの要因の影響を完全に分離することができないが、

Fig. 5.16のAの部分は溶接

入熱が4.9 KJ/cmから10.9 KJ/cmに増加した場合の、ピーク温度分布の変化による結晶粒度の増大分をほぼ表わしていると考えられる。残りのBの部分は熱サイクルの加熱・冷却速度の変化による増大分を表わしている。

Fig. 5.16によると、溶接入熱が増大した場合のHAZの結晶粒度の増大は、溶融線近傍においては主として熱サイクルの加熱・冷却速度の変化に

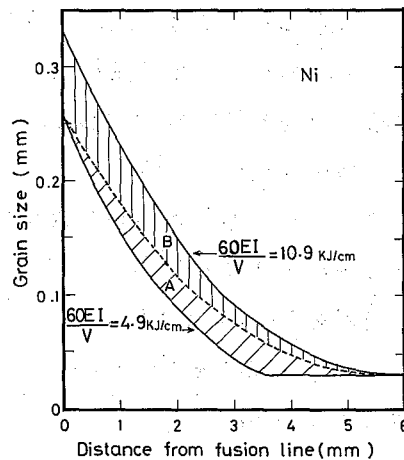


Fig. 5.16 Effect of heat input on the distributions of grain size in HAZ of TIG arc welded Ni (Region A represents the effect of peak temperature and Region B represents the effect of heating and cooling rate)

よって引きおこされることがわかる。溶融線から離れるにしたがい、ピーク温度分布の変化による影響が増大している。

5.5 溶接熱サイクル過程における結晶粒成長の特性

5.3節で明らかにしたように、HAZの結晶粒度は結晶粒成長式を用いて計算することができる。したがって、溶接熱サイクル過程の結晶粒成長過程も結晶粒成長式を用いて計算できるものと考えられる。

よって、本節においては、結晶粒成長式を用いて5.3節において測定した溶接熱サイクルにしたがって結晶粒成長を計算することにより、溶接熱サイクル過程の結晶粒成長の特性を検討した。

5.5.1 結晶粒成長過程の特性

溶接熱サイクル過程の結晶粒成長の例として、2mm厚のNiを溶接入熱4.9ならびに10.9 KJ/cmでTIG溶接したときのHAZ各部における結晶粒成長過程をFigs. 5.17ならびに5.18に示す。この場合、初期粒度を0.03mmとし、加熱途中の800℃から冷却途中の800℃までの間で計算を行なっている。

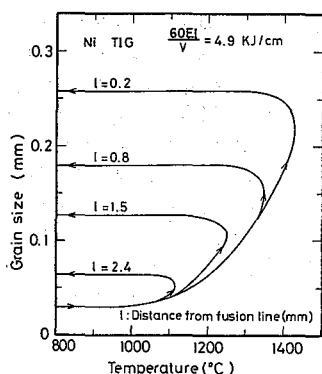


Fig. 5.17 Course of grain growth during weld thermal cycles in HAZ of TIG arc welded Ni

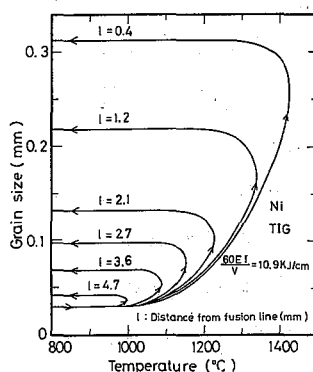


Fig. 5.18 Course of grain growth during weld thermal cycles in HAZ of TIG arc welded Ni

Figs. 5.17ならびに5.18において、結晶粒は温度変化につれて矢印の方向に成長する。Figs. 5.17ならびに5.18をみると、結晶粒は加熱過程の $1000\sim1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上になると温度上昇とともに急激に成長し、とくにピーク温度近傍での成長量は多い。加熱過程の同一温度においては、ピーク温度の低い溶接熱サイクルほど結晶粒は大きくなっている。これは、同一温度までの加熱速度がピーク温度の低い溶接熱サイクルほど遅いことによるものである。

冷却過程においても結晶粒はさらに成長するが、加熱過程にくらべて成長量は少なく、ピーク温度から少し降温すると結晶粒の成長はほぼ完了している。

Fig. 5.17とFig. 5.18とをくらべると、上記のような結晶粒成長の特徴は溶接入熱にかかわらず同一であることがわかる。

Fig. 5.19は初期粒度を変化させた場合について、同一溶接熱サイクル過程における結晶粒成長過程を計算した例である。Fig. 5.19によると、初期粒度が大きいほど結晶粒成長が急激になる温度が高温側にずれ、溶接熱サイクル過程の全成長量は減少している。

Fig. 5.20は 2 mm 厚のHT80を 6.3 KJ/cm の溶接入熱でTIG溶接した場合に測定した溶接熱サイクルについて同様の計算を行なった結果である。

本章で用いているような一般的な焼入れ、焼もどしの前処理状態では、もとのオーステナイト結晶粒度は 0.05 mm 以下である。このような場合には第3章の実験結果(Figs. 3.3, 3.4)より、加熱過程の約 $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ で結晶粒

度が約 0.015 mm のオーステナイト結晶粒が形成される。よって、Fig. 5.20においては加熱過程の $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ におけるオーステナイト結晶粒度を 0.015

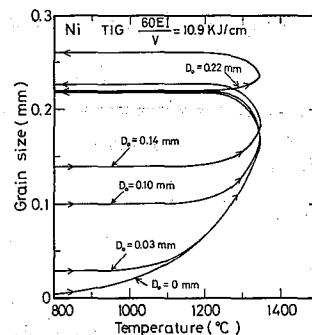


Fig. 5.19 Effect of initial grain size on the course of grain growth during weld thermal cycle in HAZ of TIG arc welded Ni

mmとして計算を行なっている。

Fig. 5.20によると、加熱途中に1000℃に達した時点から後の結晶粒成長過程の特徴は前記Niの場合とまったく同一である。

つぎに、Figs. 5.17および5.18の結果より、溶接熱サイクル過程の各時点における結晶粒の成長量と全成長量との比を求めた。

得られた結果をFigs. 5.21ならびに5.22に示す。これらの図においては、横軸は溶接熱サイクルのピーク温度に対するその溶接熱サイクル過程の各時点における温度の割合、縦軸はその溶接熱サ

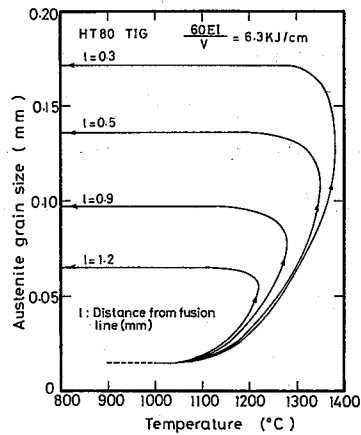


Fig. 5.20 Course of austenite grain growth during weld thermal cycles in HAZ of TIG arc welded HT80

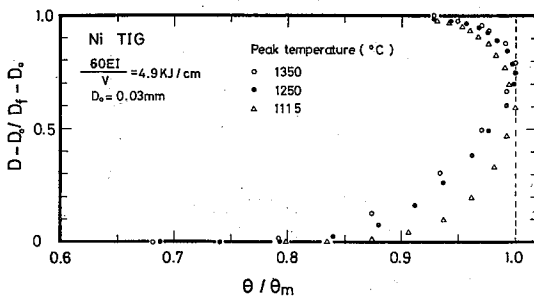


Fig. 5.21 Relative amount of grain growth during weld thermal cycles in HAZ of TIG arc welded Ni (θ : Temperature during weld thermal cycle, θ_m : Peak temperature, D_0 : Initial grain size, D_f : Final grain size)

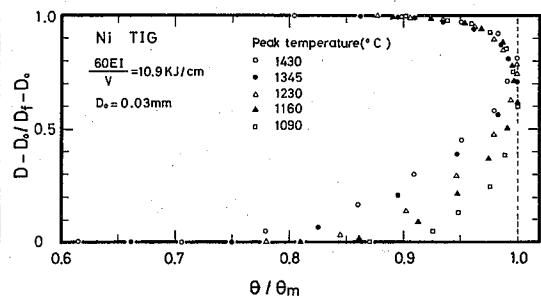


Fig. 5.22 Relative amount of grain growth during weld thermal cycles in HAZ of TIG arc welded Ni

イクル過程における結晶粒の全成長量に対するその時点までの結晶粒の成長量の割合を示している。以後、これらを相対温度ならびに相対成長量と呼称する。

Figs. 5.21 ならびに 5.22 をみると、加熱途中においては、同一相対温度における相対成長量は溶接熱サイクルのピーク温度が高いほど大きい。相対温度が 1，すなわちピーク温度においても、相対成長量は溶接熱サイクルのピーク温度によりわずかに異なるが、本実験の条件範囲内では大体 0.6 ～ 0.8 の範囲に入っている。すなわち、溶接熱サイクルの加熱過程において結晶粒はその溶接熱サイクル過程における全成長量の 60 ～ 80 % の成長をしている。

冷却過程においては残りの 20 ～ 40 % の成長が生じるが、いずれのピーク温度の溶接熱サイクルにおいても、相対温度が 0.9 ～ 0.95 になれば相対成長量はほぼ 1 になっている。すなわち、冷却過程においては、ピーク温度の 90 ～ 95 % の温度にまで降温した時点において結晶粒の成長はほぼ完了している。したがって、このような温度に達した後は結晶粒はほとんど成長しないといえる。

Fig. 5.21 と Fig. 5.22 との比較より、上記のような相対成長量の特性は溶接入熱によりあまり変化しないことがわかる。

初期粒度が大きくなると、先に示した Fig. 5.19 からわかるように、加熱過程の相対成長量は減

少していく。しかし、初期粒度が変化しても、冷却過程において結晶粒成長がほぼ完了する相対温度はほとんど変化しない。

Fig. 5.23 は 2 mm 厚の HT80 を溶接入熱 6.3 KJ/cm で TIG 溶接した場合の同様の

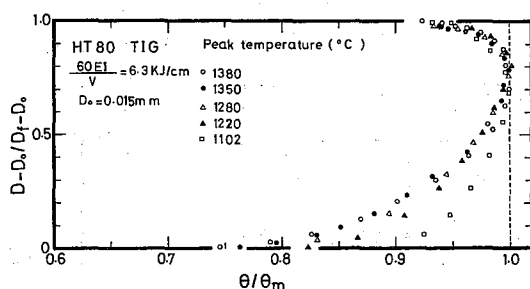


Fig. 5.23 Relative amount of grain growth during weld thermal cycles in HAZ of TIG arc welded HT80

計算結果を示す。この場合には、前述のように、溶接熱サイクルの加熱過程において 1000°C に達したときのオーステナイト結晶粒度を 0.015mm として計算を行なっている。

Fig. 5.23 をみると、この場合も前記Niの場合とほぼ同じ特性を示している。なお、HT80を他の溶接入熱で溶接した場合もほぼ同様の特性を示した。

5.5.2 結晶粒成長速度の特性

HAZにおける結晶粒成長速度は結晶粒界の不純物の偏析状態に影響を及ぼし、ひいては結晶粒界ぜい化現象や溶接割れになんらかの関連を有しているものと考えられる。よって、本項においては結晶粒成長式を用いてHAZにおける結晶粒成長速度について検討を行なった。

Figs. 5.24 ならびに 5.25 は 2mm 厚のNiをそれぞれ 4.9 ならびに 10.9KJ/cm の溶接入熱でTIG溶接した場合に、HAZにおいて測定した溶接熱サイクルにしたがって結晶粒成長速度を計算した結果である。

この場合、5.3節において測定した溶接熱サイクルを Δt によって分割し、結晶粒成長式によって溶接熱サイクル過程の結晶粒度を順次求めていき、溶接熱サイクル過程の温度 T_i における結晶粒度と温度 T_{i-1} における結晶粒度との差を Δt で除した値を温度 T_i における結晶粒成長速度としている。

Figs. 5.24 ならびに 5.25 をみると、いずれの溶

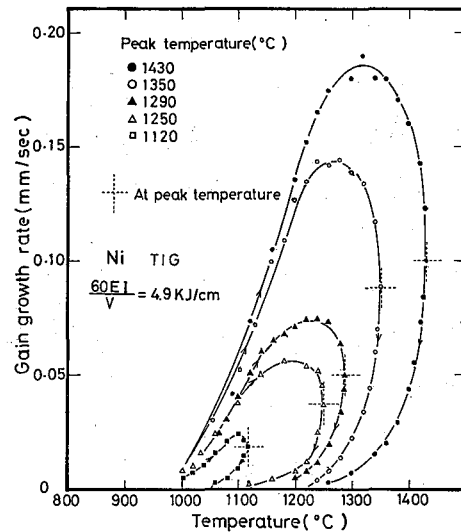


Fig. 5.24 Grain growth rate during weld thermal cycles in HAZ of TIG arc welded Ni

接熱サイクル過程においても、結晶粒成長速度は加熱温度の上昇とともに急激に増大し、ピーク温度の直前において最大値をとり、冷却過程になれば温度の低下とともに急激に減少している。

このような現象は次のように解釈できる。結晶粒成長速度は基本的には第1章において示した(1.18)式により表わすことができる。Niにおける a の値は4であるので、結晶粒成長速度を表わす式は(5.3)式の形になる。

$$\frac{dD}{dt} = \frac{k_0}{4D^3} \cdot \exp(-Q/RT) \quad (5.3)$$

熱サイクル過程において温度 T に達した時点の結晶粒度を D とすると、(5.3)式の左辺は熱サイクル過程のその時点における結晶粒成長速度を表わす。(5.3)式によると、結晶粒成長速度はその時点の温度と結晶粒度のかけあいによって決まる。すなわち、結晶粒成長速度は温度上昇とともに $\exp(-Q/RT)$ に比例して増大し、結晶粒度の増大とともに D^3 に逆比例して減少する。

Figs. 5.24ならびに5.25において、温度上昇とともに結晶粒成長速度が急激に大きくなるのは、前者の増大が大きいためである。しかし、溶接熱サイクル過程においては、ピーク温度に近づくと加熱速度が遅くなり高温に保持される時間が長くなるので結晶粒成長がさらに急激になり、後者の影響が相対的に大きくなる。このようなことから、結晶粒成長速度はピーク温度に達するまでに最大値をとるものと考えられる。

冷却過程になれば、すでに結晶粒度が大きくなっているので、温度低下によ

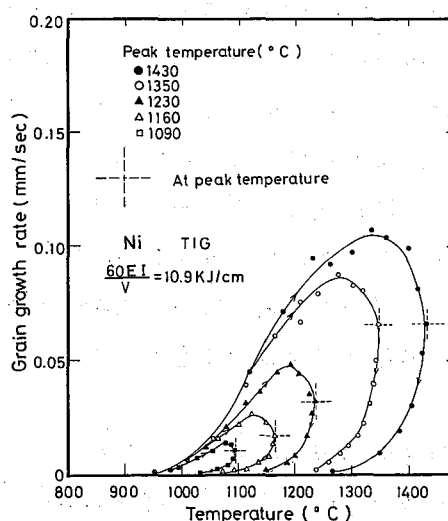


Fig. 5.25 Grain growth rate during weld thermal cycles in HAZ of TIG arc welded Ni

る $\exp(-Q/RT)$ の低下とともに結晶粒成長速度は急激に減少する。

Fig. 5.24 と Fig. 5.25 とをくらべると明らかなように、溶接入熱が大きいほど溶接熱サイクル過程における結晶粒成長速度は小さい。これは、溶接入熱が大きいほど加熱・冷却速度が遅いので、第1章で述べたように、結晶粒成長速度が減少しているものである。

HAZにおける鋼のオーステナイト結晶粒成長速度の例として、2 mm 厚の HT80 を溶接入熱 6.3 KJ/cm で TIG 溶接した場合について、前述の Ni の場合と同様の方法で計算した結果を Fig. 5.26 に示す。この場合も前述の Ni の場合と同様の特性を示している。

初期粒度が溶接熱サイクル過程の結晶粒成長速度に及ぼす影響をみるために、初期粒度を変化させた Ni に同一溶接熱サイクルを与えた場合の結晶粒成長速度を計算した例を Fig. 5.27 に示す。

Fig. 5.27 によると、溶接熱サイクル過程の同一温度において比較すると、初期粒度の小さいほうが結晶粒成長速度が大きい。したがって、熱サイクル過程において、初期粒度の小さな場合の結晶粒度は初期粒度が大きな場合の結晶粒度に追いついていく。そして、より大きな初期粒度の場合の結晶粒度に追いついた後の結晶粒成長速度は両者において同一となる。このような現象も (5.3) 式により容易に解釈することができる。

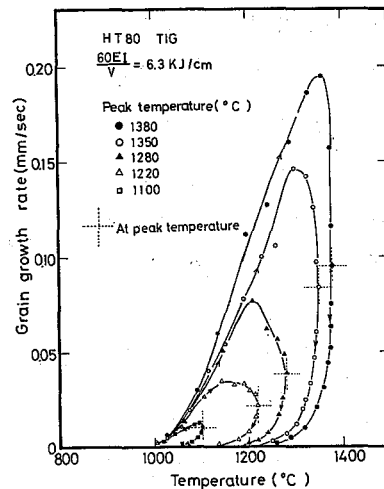


Fig. 5.26 Grain growth rate of austenite during weld thermal cycles in HAZ of TIG arc welded HT80

5.6 結 言

本章においては、前章までに求めた熱サイクル過程における結晶粒成長式の

工業用純ニッケルならびに鋼における HAZ への適用を行なった。すなわち、HAZ の結晶粒度は熱サイクル過程における結晶粒成長式により計算できることを確認した後、熱サイクル過程における結晶粒成長式を用いて HAZ の結晶粒度に及ぼす初期粒度ならびに溶接入熱の影響、さらに溶接熱サイクル過程の結晶粒成長現象の特性を明らかにした。

得られたおもな結果は次のようである。

(1) 変態のない材料として工業用純

ニッケル、変態のある材料として 80 Kg/mm^2 級高張力鋼を選び、前者については TIG 溶接、後者については TIG 溶接ならびにサブマージアーク溶接により一般的な溶接条件で 2 次元ビードをおいた。

この場合に実測した HAZ の溶接熱サイクルに熱サイクル過程における結晶粒成長式を適用して結晶粒度を計算した結果は HAZ において実測した結晶粒度とよく一致した。

このような結果から、HAZ の溶接熱サイクル過程における結晶粒の成長は結晶粒成長式を用いて計算できることが明らかになった。

(2) 初期粒度が HAZ の結晶粒度に及ぼす影響は溶接入熱が大きいほど、また溶融線に近づくほど小さくなる。溶接熱サイクルがわかれば、初期粒度をどのくらいまで微細化すれば HAZ の細粒化に効果があるかは熱サイクル過程における結晶粒成長式を用いることにより推定することができる。

(3) 溶接入熱が大きくなれば HAZ の結晶粒度も大きくなる。溶接入熱は、HAZ のピーク温度分布ならびに熱サイクルの加熱・冷却速度の変化を通じて HAZ の結晶粒度に影響を及ぼすが、HAZ の溶融線近傍においては後者の影響が大きく、溶融線から離れるにしたがい前者の影響が大きくなっていく。

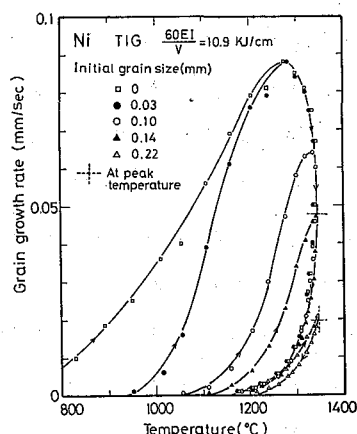


Fig. 5.27 Effect of initial grain size on grain growth rate in HAZ of TIG arc welded Ni

- 4) 溶接熱サイクル過程において、結晶粒成長は温度上昇とともに急激になり、ピーク温度に達した時点において全成長量の60~80%の成長が生じている。冷却過程においては、残りの20~40%の成長が生じるが、ピーク温度の90~95%の温度にまで降温する時点までに結晶粒成長はほぼ完了し、それ以後は結晶粒はほとんど成長しない。

このような特性は溶接入熱により変化しないが、初期粒度が大きくなるにしたがい加熱過程の相対的な成長量は減少する。

- 5) 溶接熱サイクル過程における結晶粒成長速度も温度上昇とともに急激に増大するが、ピーク温度に達する直前に最大値をとり、以後は減少する。冷却過程になれば結晶粒成長速度の減少は急激になる。

溶接入熱が大きくなれば溶接熱サイクルの加熱・冷却速度が遅くなるので、結晶粒成長速度は減少する。

初期粒度が大きくなるにしたがい結晶粒成長速度は減少する。

第6章 高張力鋼溶接熱影響部のじん性改善のための溶接条件選定への結晶粒成長式の応用

6.1 緒 言

前章までにおいて溶接条件とH A Zの結晶粒度との関係を明らかにした。

このような結果より、もし結晶粒度と材料のある性質との関係が明確になっていれば、上記の結果を利用することにより溶接条件とH A Zにおけるそのような性質との関係が明らかになる。すなわち、ある溶接条件で溶接を行なった場合のH A Zの性質を予測したり、これとは逆にH A Zにそのような性質を持たせるための溶接条件を選定する際の有力な手段とすることができると考えられる。

いっぽう、最近の高張力鋼のH A Z粗粒域のじん性の低下がきわめて重大な問題となっている。この問題には種々の要因が影響を及ぼしていると考えられるが、オーステナイト結晶粒度が大きな要因の一つであるといわれている^{17),18)}。

オーステナイト結晶粒度に着目した場合、H A Zの最大のオーステナイト結晶粒度ならびに粗粒化域の幅の両者がじん性に影響を及ぼすと考えられるが、より安全側を考えるならばまず前者を制御する必要がある。

このような観点から、本章では前章までに得られた成果の応用の一例として、高張力鋼のH A Zにおけるオーステナイト結晶粒微細化によりじん性の改善をはかるための溶接条件の選定について、前章までの結果を用いて検討を行なった。

まず、80ならびに100 Kg/mm²級高張力鋼（以下HT80、HT100と呼称する）において、オーステナイト結晶粒度とじん性との関係を求めた。

ついで、H A Zのオーステナイト結晶粒度を微細化するための溶接方法として電子ビーム溶接法をとりあげ、HT100のH A Zにおいてオーステナイト結晶粒の微細化によりじん性の向上をはかるための電子ビーム溶接条件の選定について前章までに得られた成果を用いて検討した。

6.2 80ならびに100 Kg/mm²級高張力鋼のオーステナイト結晶粒度と vT_{rs} との関係

6.2.1 供試材料ならびに実験方法

実験に供した材料は第3章の Table 3.1 に示した HT 80 ならびに HT 100 である。

HT 80 については、組織を変化させるためにオーステナイト化温度から塩水冷、430 °C の鉛浴中に投入して15 min 保持後水冷ならびに470 °C の鉛浴中に投入して15 min 保持後水冷の熱処理を行なった。これらの熱処理はそれぞれ、マルテンサイト組織、上部ベイナイト組織ならびにHAZにおいてしばしば見出され、じん性低下の原因になるといわれている混合組織（上部ベイナイト＋高炭素マルテンサイト）を得るために選定したものである。以後、これらの熱処理を行なったものをそれぞれ、焼入れ材、430 °C 熱処理材ならびに470 °C 熱処理材と称する。それぞれの場合において、オーステナイト化温度を変化させることによりオーステナイト結晶粒度を約0.05～0.8 μm に変化した。

HT 100 については塩水冷した焼入れ材について検討を行なった。この場合も HT 80 と同様の方法により、もとのオーステナイト結晶粒度を変化させた。

最近、破壊じん性の評価は破壊力学ならびに大形試験の発展により、たとえば破壊の発生特性に対しては Deep notch test、伝播特性に対しては二重引張り試験や E S S O 試験による破壊じん性値によりなされるようになってきている。さらに、切欠き尖端部での塑性変形をもとにして亀裂開口変位 (C O D) により破壊の発生に対する評価もなされている。

小形試験としては、破壊の発生に対しては小形 C O D 試験、破壊の伝播停止に対してはプレスノッチシャルピ試験結果がそれぞれ上記の大形試験結果とよい相関を示すといわれている⁵¹⁾。

しかし、従来冶金学的な因子がじん性に及ぼす影響は V ノッチシャルピ試験により調べられていて、多くのデータが蓄積されている。したがって、現在ではこのような V ノッチシャルピ試験結果と上記大形試験結果との相関について種々の検討がなされている。そして、V ノッチシャルピ試験における破面せん移温度 νT_{rs} はほぼ破壊の伝播特性を表わしているとされている⁵¹⁾。いっぽう、破壊の発生特性と V ノッチシャルピ試験結果とは明確な相関はない。しか

し、伸び率などと組み合わせれば、 vT_{rs} は破壊の発生特性ともかなりの相関を示すとされている^{52), 53)}。

このように、 vT_{rs} が破壊じん性ともかなりの相関を示すことならびに実験の容易さを考慮して、本節においてはVノッチシャルピ試験を行ない、オーステナイト結晶粒度と vT_{rs} との関係を求めた。

シャルピ試験は板の圧延方向を試験片長手方向とし、板厚方向に2mm Vノッチを入れたJIS 4号試験片について行なった。

6.2.2 実験結果

各熱処理材の硬さを Fig. 6.1 に、光学顕微鏡組織の例を Photos. 6.1 ~ 6.3 に示す。Photo. 6.1 はオーステナイト結晶粒度がもっとも小さい場合の HT 80 ならびに HT 100 の焼入れ材、Photo. 6.2 ならびに Photo. 6.3 はそれぞれ HT 80 の 430 °C ならびに 470 °C 熱処理材の組織の例である。

Photo. 6.1 によると、焼入れ材の組織はマルテンサイト、Photo. 6.2 ならびに Photo. 6.3 によると、430 °C ならびに 470 °C 熱処理材の組織は上部ペーナイトである。Photo. 6.3 に示した 470 °C 熱処理材においては針状のフェライトの間に微細な炭化物のほかにも島状

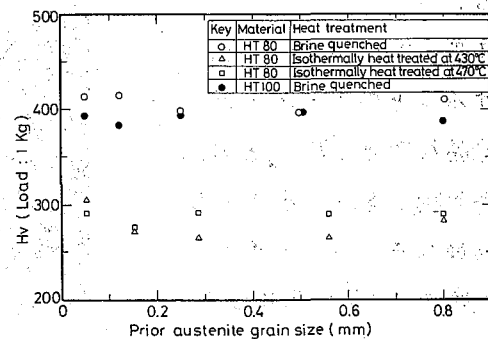


Fig. 6.1 Relation between prior austenite grain size and hardness in HT80 and HT100

の組織が存在している。これは高炭素マルテンサイトで、このような組織はこの種の材料のHAZにおいてしばしば見出されるものである⁵⁴⁾。

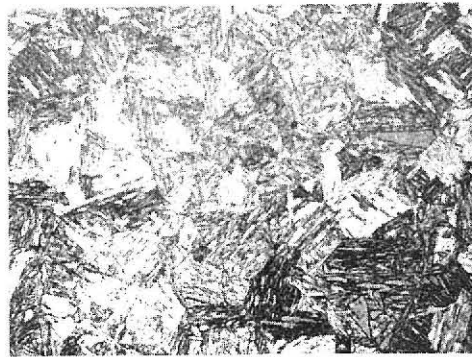
HT 80 のそれぞれの熱処理材について、もとのオーステナイト結晶粒度と vT_{rs} との関係を Fig. 6.2 に示す。Fig. 6.2 によると、焼入れ材ではオーステナイト結晶粒度が 0.05 ~ 0.8 mm の範囲において vT_{rs} にはオーステナイト結晶粒度依存性がみられ、オーステナイト結晶粒度の微細化とともに vT_{rs}

は低下している。430 °C
ならびに470 °C熱処理材
においては、オーステナイ
ト結晶粒度が0.1~0.3 mm
以上になると vT_{rs} のオ
ーステナイト結晶粒度依存
性はみられないが、オース
テナイト結晶粒度がそれ以
下の場合にはオーステナイ
ト結晶粒度の微細化ととも
に vT_{rs} はかなり低下して
いる。

HT100の焼入れ材に
おけるもとのオーステナイ
ト結晶粒度と vT_{rs} との関
係を Fig. 6.3 に示す。こ
の場合もオーステナイト結
晶粒度が0.05~0.8 mmの
範囲において vT_{rs} には
オーステナイト結晶粒度依
存性がある。とくに、もとの
オーステナイト結晶粒度
が約0.1 mm以下における

vT_{rs} の低下はいちじる
しく、もとのオーステナイ
ト結晶粒度が約0.05 mmに
なるとじん性はかなり良好
になると考えられる。

以上の結果より、オーステナイト結晶粒度の微細化によりじん性のかなりの
向上が期待できることが明らかになった。

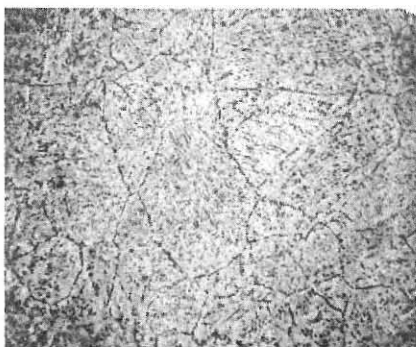


(a) HT80



(b) HT100

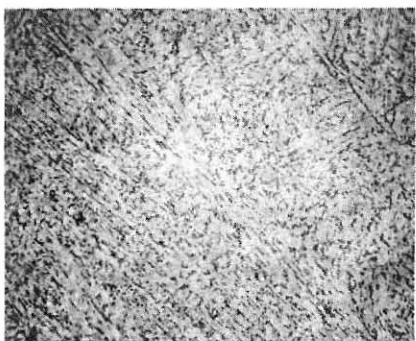
Photo. 6.1 Microstructures of brine
quenched steels (Prior
austenite grain size:
0.05 mm, Etchant: Nital)



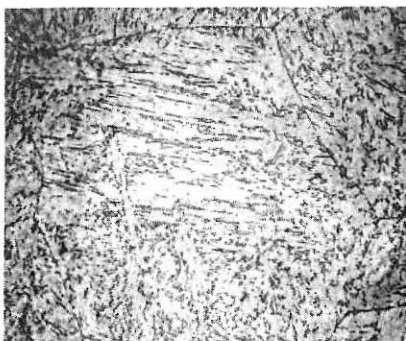
(a) Prior austenite
grain size : 0.05 mm



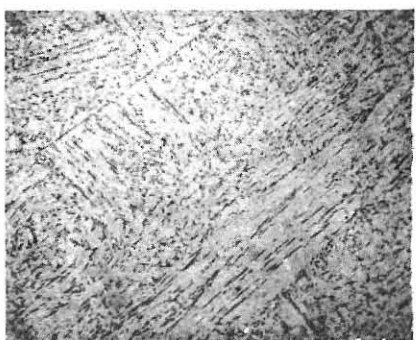
(a) Prior austenite
grain size : 0.05 mm



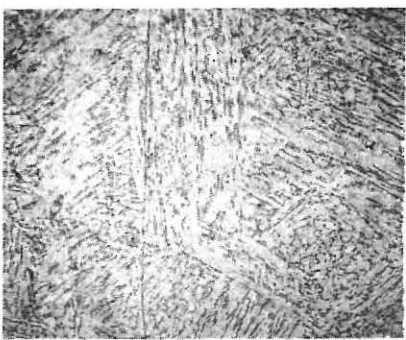
(b) Prior austenite
grain size : 0.15 mm



(b) Prior austenite
grain size : 0.15 mm



[50μ]
(c) Prior austenite
grain size : 0.56 mm



[50μ]
(c) Prior austenite
grain size : 0.56 mm

Photo. 6.2 Microstructures of HT80 isothermally heat treated at 430 °C (Etchant:Picral)

Photo. 6.3 Microstructures of HT80 isothermally heat treated at 470 °C (Etchant:Picral)

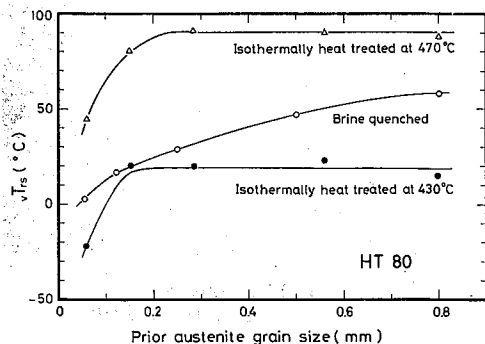


Fig. 6.2 Effect of prior austenite grain size on vT_{rs} in HT80

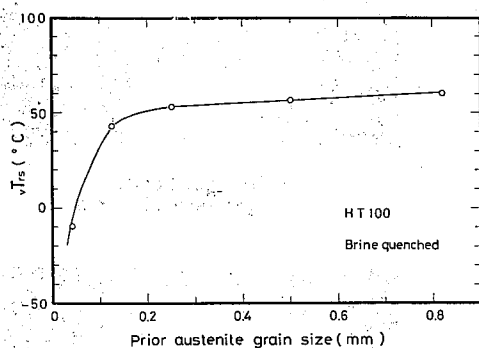


Fig. 6.3 Effect of prior austenite grain size on vT_{rs} in HT100

したがって、熱効率を考慮してもこれらの溶接方法では上記の溶接入熱条件を満足させることはできない。これに対し、電子ビーム溶接では推奨溶接条件は約 $2 \sim 6 \text{ KJ/cm}^2$ であり⁵⁷⁾、上記の溶接条件を満足する可能性がじゅう分ある。

さらに、たとえば瞬間平面熱源を用いて溶接入熱が 4.5 KJ/cm^2 以下に対応する溶融幅を推定すると約 2.3 mm 以下となる。このようなビード幅の2次元ビードは現在のところ電子ビーム溶接以外の溶接方法によって得ることは困難で

6.3 電子ビーム溶接熱影響部における結晶粒成長現象への結晶粒成長式の適用

前節に示した結果より、オーステナイト結晶粒の微細化によりじん性の向上をはかるためには、オーステナイト結晶粒度を約 0.1 mm 以下にする必要がある。これを第4章で求めた (4.20) 式に適用すると、単位板厚あたりの溶接入熱 (60 EI/Vh) の値を約 4.5 KJ/cm^2 以下にしなければならないことになる。被覆アーク溶接、サブマージアーク溶接、TIG溶接、MIG溶接ならびに CO_2 アーク溶接の片面1層溶接について現在推奨されている溶接入熱は 10 KJ/cm^2 以上であり⁵⁵⁾、プラズマアーク溶接においても同様である⁵⁶⁾。

あると考えられる。

このようなことから、ここでは電子ビーム溶接法をとりあげ、まず第4章で求めた結晶粒度分布式のHAZへの適用について検討を行なった。

板厚25mmのHT100を低電圧形の電子ビーム溶接装置によりTable 6.1に示す溶接条件で電子ビーム溶接を行なった。溶接条件はTable 6.1に示すように、単位溶け込み深さあたりの溶接入熱が変化するように選定した。ビームの焦点距離に対する収束コイルから試験板表面までの距離の比(ビーム活性変数⁵⁸⁾)の値は1.0ならびに1.2と変化させたが、実験結果にはほとんど影響を及ぼさなかった。よって、以後の検討はすべてこの値が1.2の場合について行なった。

Photos. 6.4～6.6にビード横断面をピクリン酸腐食してHAZにおける

Table 6.1 Electron beam welding conditions for HT100
(Thickness: 25mm)

Mark	Accelerating voltage (E) (KV)	Beam current (I) (mA)	Welding speed (V) (cm/min)	$60EI/V$ (KJ/cm)	Penetration depth (h_w) (cm)	$60EI/Vh_w$ (KJ/cm ²)
A	50	70	20	10.5	0.9	11.7
B	50	80	30	8.0	1.0	8.0
C	50	120	60	6.0	1.7	3.5
D	50	200	120	5.0	2.1	2.4
E	50	350	240	4.4	2.0	2.2

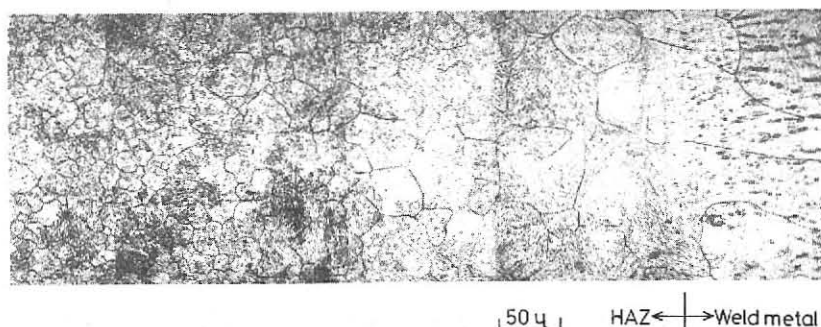


Photo. 6.4 Microstructure of HAZ of electron beam welded HT100
(50KV, 80mA, 30cm/min, $60EI/Vh_w$: 80KJ/cm², Etchant:
Saturated aqueous solution of picric acid containing
surface active agent)

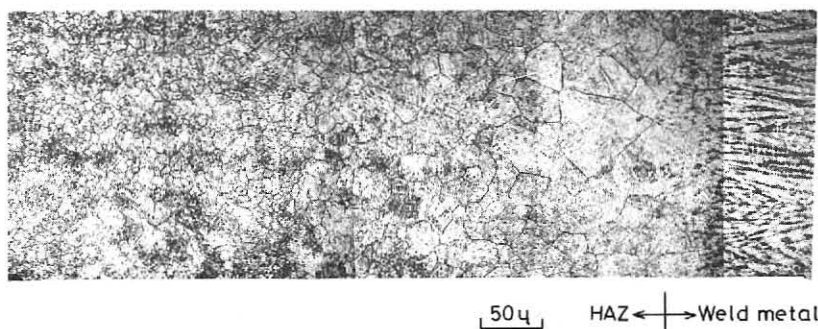


Photo. 6.5 Microstructure of HAZ of electron beam welded HT 100 (50KV, 120mA, 60cm/min, 60EI/Vh_w:35KJ/cm², Etchant: Saturated aqueous solution of picric acid containing surface active agent)

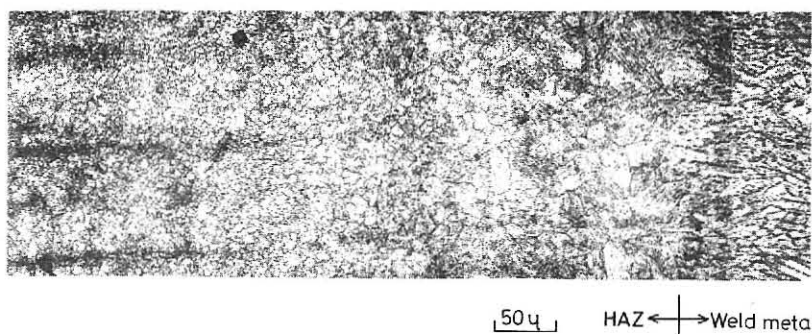


Photo. 6.6 Microstructure of HAZ of electron beam welded HT 100 (50KV, 350mA, 240cm/min, 60EI/Vh_w:2.2KJ/cm², Etchant: Saturated aqueous solution of picric acid containing surface active agent)

もとのオーステナイト結晶粒界を現出させた組織の例を、Figs. 6.4 ~ 6.8 に H A Z のオーステナイト結晶粒度分布の測定結果を示す。この場合、溶け込みの中央付近ではほぼ 2 次元的な熱伝導をしていると考えられる部分において測定を行なっている。

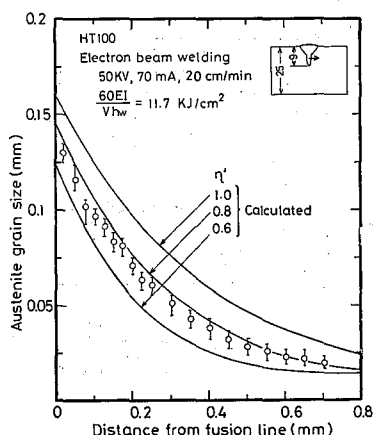


Fig. 6.4 Distribution of austenite grain size in HAZ of electron beam welded HT100

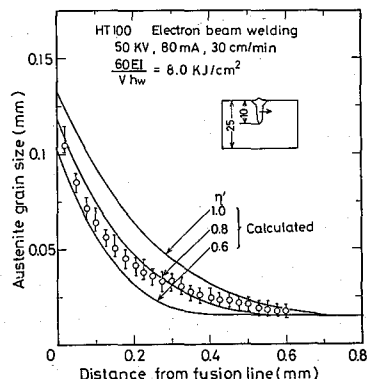


Fig. 6.5 Distribution of austenite grain size in HAZ of electron beam welded HT100

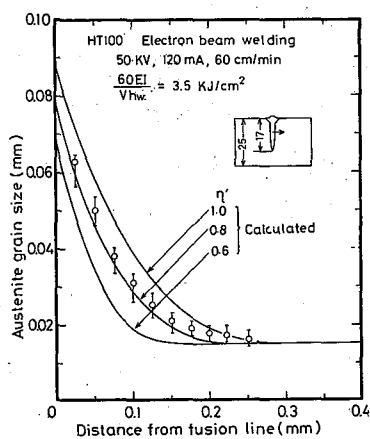


Fig. 6.6 Distribution of austenite grain size in HAZ of electron beam welded HT100

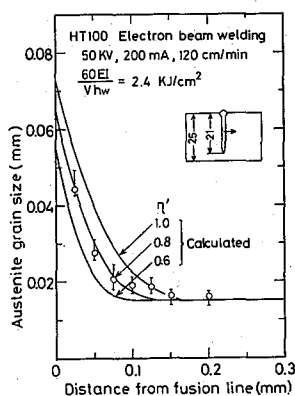


Fig. 6.7 Distribution of austenite grain size in HAZ of electron beam welded HT100

Figs. 6.4 ~ 6.8 にビードの溶け込み形状を図示しているが、このような溶け込み形状の場合には熱伝導はほぼ2次元的であると考えられる⁵⁹⁾。

第4章に示した2次元ビードのHAZのオーステナイト結晶粒度分布式(4.18)式を用いるためには、さらに η' の値が必要である。しかしながら、電子ビーム溶接のようにHAZの幅がきわめて小さい場合には、実験により換算係数 η' の値を求めることはきわめて困難である。よって、ここでは η' に種々の値を仮定して(4.18)式によりHAZのオーステナイト結晶粒度分布を計算し、これらと実測したオーステナイト結晶粒度分布とを比較することにより η' の値を求めることにした。

η' の値を0.6 ~ 1.0の間で変化させて(4.18)式によりHAZのオーステナイト結晶粒度分布を計算した結果をFigs. 6.4 ~ 6.8の曲線で示す。この場合、(4.18)式における q' の値としては単位溶接長あたりの溶接入熱($60EI/V$)を溶け込み深さ(h_w)で割った値($60EI/Vh_w$)を用いている。さらに、第3章の結果より D_0 の値は 0.015 mm として計算を行なっている。

Figs. 6.4 ~ 6.8をみると、いずれの溶接条件の場合にも η' の値を0.8と仮定して計算したオーステナイト結晶粒度分布と実測のオーステナイト結晶粒度分布とはほぼ一致している。このような結果から、電子ビーム溶接のHAZのオーステナイト結晶粒度分布も単位溶接長あたりの溶接入熱を溶け込み深さで割った値を q' とし、 η' を0.8として(4.18)式を用いることによりほぼ計算しうるということが明らかになった。

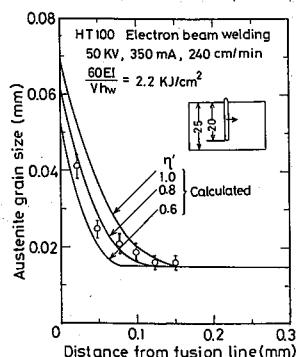


Fig. 6.8 Distribution of austenite grain size in HAZ of electron beam welded HT100

6.4 100 Kg/mm^2 級高張力鋼溶接熱影響部のじん性改善のための電子ビーム溶接条件の選定

電子ビーム溶接法により板の突き合わせ溶接を行なう場合、じゅう分な溶け込みが得られるような溶接条件を選定する必要がある。

しかしながら、電子ビーム溶接においては溶け込み深さを決めるパラメータとして、加速電圧、ビーム電流、溶接速度、ビーム径などがあり、ある一定の溶け込みを得るためにもこれらのパラメータの種々の組み合わせが考えられる。

このようなことから、本節においては結晶粒の微細化によりHAZのじん性を良好にするには、じゅう分な溶け込みを得るための上記パラメータの組み合わせのうちどのような単位溶接長、単位溶け込み深さあたりの溶接入熱になるものを選定すればよいかをHT100を例にとって検討した。

前節に示したHT100の電子ビーム溶接条件のうち、もっとも大きな溶接入熱 ($60\text{ EI/Vh}_w = 11.7\text{ KJ/cm}^2$) ならびにもっとも小さな溶接入熱 ($60\text{ EI/Vh}_w = 2.2\text{ KJ/cm}^2$) で溶接した場合のHAZの組織をPhotos. 6.7ならびに6.8に示す。この場合、溶接線を明らかにするため、まず、軽く

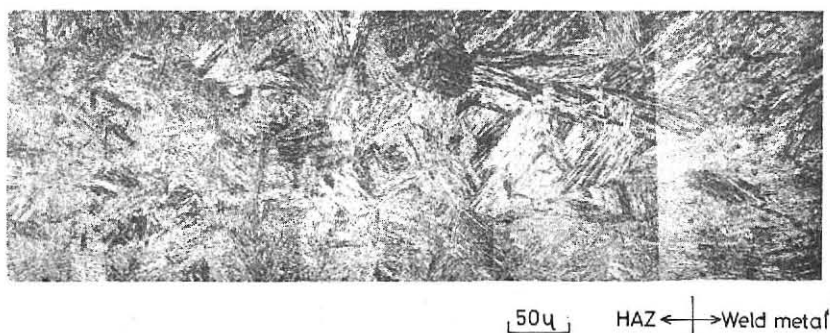
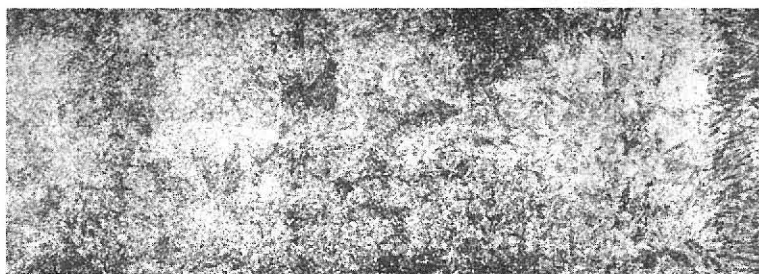


Photo. 6.7 Microstructure of HAZ of electron beam welded HT100 (50KV, 70mA, 20 cm/min, $60\text{ EI/Vh}_w : 11.7\text{ KJ/cm}^2$, Etchant: Nital)

ピクリン酸腐食することにより溶接金属の凝固組織を現出させたのちナイトルによる腐食を行なっている。

これらの溶接条件で電子ビーム溶接を行なった場合の溶接部の硬さ分布を測



50μ HAZ ← Weld metal

Photo. 6.8 Microstructure of HAZ of electron beam welded HT100 (50 KV, 350 mA, 240 cm/min, 60 EI/Vh_w: 2.2 KJ/cm² Etchant: Nital)

定した結果を Figs. 6.9 ならびに 6.10 に示す。

Photos. 6.7 ならびに 6.8 をみると、溶融線近傍の HAZ の組織はマルテンサイトである。さらに、Figs. 6.9 ならびに 6.10 における溶融線近傍の HAZ の硬さと先に Fig. 6.1 に示した HT100 の焼入れ材の硬さとはほぼ同じ値を示している。このようなことから、本実験に用いた溶接入熱の範囲で

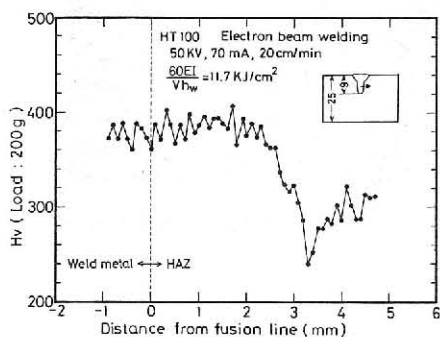


Fig. 6.9 Distribution of hardness in HAZ of electron beam welded HT100

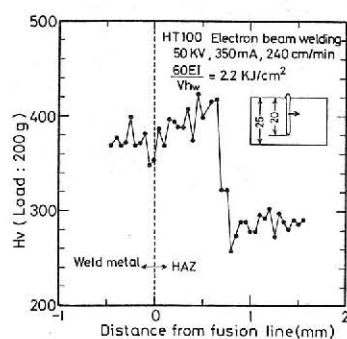


Fig. 6.10 Distribution of hardness in HAZ of electron beam welded HT100

は H A Z のオーステナイト結晶粒度がわかると、Fig. 6.3 に示したオーステナイト結晶粒度と $v T_{rs}$ との関係から H A Z のじん性が推定できると考えられる。

Fig. 6.3 によると、組織がマルテンサイトの場合、もとのオーステナイト結晶粒度が約 0.1 mm 以下において $v T_{rs}$ はいちじるしく低下し、約 0.05 mm にするとじん性はかなり良好であると考えられる。よって、ここでは H A Z の溶融線近傍のオーステナイト結晶粒度を 0.05 mm 以下にするにはどのような単位溶接長、単位溶け込みあたりの溶接入熱になる溶接条件を選ばよいかを結晶粒成長式を用いて検討した。

前節で得られた結果より η' の値を 0.8 として、単位溶接長あたりの溶接入熱を溶け込み深さで割った単位面積あたりの溶接入熱 ($60EI/Vh_w$) と溶融線におけるオーステナイト結晶粒度との関係を (4.18) 式により計算した結果を Fig. 6.11 の実線で示す。この場合も D_0 の値は 0.015 mm として計算を行なっている。

前節の Figs. 6.4 ~ 6.8 においては、H A Z における最大のオーステナイト結晶粒度は溶融線から 0.02 mm 母材側において測定している。よって、(4.18) 式における l' の値を 0.02 mm としてオーステナイト結晶粒度を計算した結果を Fig. 6.11 の破線で示す。Fig. 6.11 の実測値は H A Z における最大のオーステナイト結晶粒度を示したものであるが、これは上記のように l' の値を 0.02 mm として計算した値とほぼ一致し

ている。このようなことから、 l' の値を 0.02 mm とすることにより H A Z における最大のオーステナイト結晶粒度を (4.18) 式により計算できるものと考えられる。

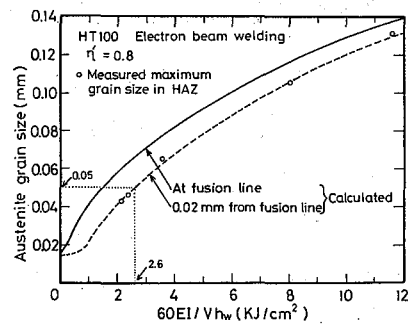


Fig. 6.11 Effect of heat input on austenite grain size near the fusion line in electron beam welded HT100

なお、溶接入熱が大になれば温度勾配が比較的ゆるやかになるので、溶融線上で計算した結晶粒度と溶融線からやや母材側で計算した結晶粒度との差は小さくなる。このような場合には D_0 の影響も無視しうるので、 l' ならびに D_0 を零とおいた (4.20) 式を用いて HAZ における最大のオーステナイト結晶粒を計算できると考えられる。

前述のように、Fig. 6.11 の破線で示す曲線が HAZ における最大のオーステナイト結晶粒度を表わすと考えられる。よって、この曲線から HAZ における最大のオーステナイト結晶粒度を 0.05 mm 以下にするための単位溶け込み深さあたりの溶接入熱を求めると、Fig. 6.11 に示すように $60EI/Vh_w$ の値が 2.6 KJ/cm^2 以下となる。すなわち、HT100 において単位溶け込み深さあたりの溶接入熱をこの値以下にすると、オーステナイト結晶粒度の微細化によって HAZ のじん性がかなり改善できると考えられる。

電子ビーム溶接における溶け込み深さに及ぼす溶接条件の影響に関しては、例えば (6.1) 式の関係が得られている⁶⁰⁾。

$$h_w \propto \frac{EI}{V^{0.3 \sim 0.5}} \times \frac{1}{\phi^{0.6}} \quad (\phi \leq 3\text{ mm}) \quad (6.1)$$

ただし、 h_w : 溶け込み深さ (cm)

E : 加速電圧 (KV)

I : ビーム電流 (mA)

V : 溶接速度 (cm/min)

ϕ : ビーム流径 (mm)

この関係を用いると、溶接条件と単位溶け込み深さあたりの溶接入熱との関係は (6.2) 式になる。

$$\frac{60EI}{Vh_w} \propto \frac{\phi^{0.6}}{V^{0.5 \sim 0.7}} \quad (6.2)$$

(6.2) 式によると、単位溶け込み深さあたりの溶接入熱はビーム電流ならびに加速電圧には影響をうけず、溶接速度の増大ならびにビーム流径の減少とともに小さくなる。このようなことから、単位溶け込み深さあたりの溶接入熱を小さくするためには溶接速度を速くする必要がある。しかしながら溶接速度を速くすると (6.1) 式からわかるように溶け込み深さも小さくなるので、じ

ゆう分な溶け込み深さを得るためには、同時に $E \times I$ の値も大きくしなければならない。

Table 6.1 の D ならびに E の溶接条件はこのように目的に合致するものである。たとえばこのような溶接条件で電子ビーム溶接を行なうと、Table 6.1 に示したように $60 EI/Vh_w$ の値を前述の 2.6 KJ/cm^2 以下におさえることができ、かつかなりの溶け込み深さを得ることができる。

以上の結果より、前章までに得られた成果を用いることにより、HAZ における結晶粒の微細化によりじん性を改善するための溶接条件を求めることができることが明らかとなった。

6.5 結 言

本章においては前章までの結果が、高張力鋼の HAZ のオーステナイト結晶粒微細化によりじん性の向上をはかるための溶接条件の選定に応用できることを明らかにした。

すなわち、80 ならびに 100 Kg/mm^2 級高張力鋼についてじん性のオーステナイト結晶粒度依存性を明らかにし、この結果をもとにして、HT 100 について、オーステナイト結晶粒度の微細化により HAZ のじん性を向上させるための電子ビーム溶接条件を結晶粒成長式を用いて明らかにした。

得られたおもな結果は次のようである。

- (1) 80 ならびに 100 Kg/mm^2 級高張力鋼の焼入れ材（組織はマルテンサイト）についてはもとのオーステナイト結晶粒度が 0.05 mm から 0.8 mm 、 80 Kg/mm^2 級高張力鋼の 430°C ならびに 470°C 熱処理材（組織はベイナイト）についてはもとのオーステナイト結晶粒度が 0.05 mm から $0.1 \sim 0.3 \text{ mm}$ の範囲において、もとのオーステナイト結晶粒の微細化とともに vT_{rs} は低下する。とくに、 100 Kg/mm^2 級高張力鋼の焼入れ材においては、もとのオーステナイト結晶粒度を約 0.1 mm 以下にすると vT_{rs} の低下はいちじるしく、もとのオーステナイト結晶粒度を約 0.05 mm にするとじん性はかなり良好になる。
- (2) 電子ビーム溶接の 2 次元的なビードの HAZ のオーステナイト結晶粒度分布は、第 4 章で求めた (4.18) 式において q' としては溶接入熱を溶け込

み深さで割った値， η' としては 0.8 なる値を用いることによりほぼ計算できる。

- (3) 100 Kg/mm^2 級高張力鋼の電子ビーム溶接において，単位溶け込み深さあたりの溶接入熱 ($60 EI/Vh_w$) を 2.6 KJ/cm^2 以下におさえれば HAZ の最大のオーステナイト結晶粒度を 0.05 mm 以下にすることができることを (2) の結果を用いて明らかにした。

結

論

本研究は溶接熱影響部における結晶粒の粗大化現象を、結晶粒成長式を用いることにより基礎的、定量的かつ系統的に取り扱ったものである。

得られた結論は各章ごとに記しているが、ここでは主要な結論を本文の順序にしたがって要約する。

第1章においては、まず恒温加熱時の結晶粒成長式(1.7)式をもとにして(1.8)式で示される熱サイクル過程の結晶粒成長式を導いた。これは、熱サイクルの微小時間においては恒温加熱時の結晶粒成長式が成り立つとして、積み重ねていくという方法により導かれたものである。ついで、このようにして求めた熱サイクル過程における結晶粒成長式をもとにして熱サイクル過程における結晶粒成長の一般的な基本的特性、すなわち初期粒度、熱サイクルの加熱・冷却速度、ピーク温度、多重熱サイクルなどと結晶粒度ならびに結晶粒成長速度との関係を明らかにした。また、工業用純ニッケル、工業用純アルミニウムならびに高純度スズを用い、これらの特性を数値計算により具体的に示した。

第2章においては、工業用の純ニッケル、純銅ならびに純アルミニウムを用い、第1章で求めた熱サイクル過程の結晶粒成長式の妥当性について実験的に検討した。その結果、材料により定まる限界の結晶粒度以下の結晶粒度の範囲、試料の一部が溶融する温度以下の温度範囲ならびに少なくとも $6.00^{\circ}\text{C}/\text{sec}$ 以下の熱サイクルの加熱・冷却速度の範囲においては熱サイクル過程における結晶粒成長式を用いて熱サイクル過程の結晶粒の成長が計算できることを明らかにした。また、第1章で求めた初期粒度、ピーク温度、加熱・冷却速度ならびに多重熱サイクル条件と熱サイクル過程の結晶粒度との関係の基本的特性が成り立つことを実験的に確かめた。

第3章においては、熱サイクル過程の結晶粒成長式を鋼のオーステナイト結晶粒の成長に適用した。その結果、 0.35% 炭素鋼ならびに $60, 80, 100 \text{ Kg}/\text{mm}^2$ 級の代表的な調質高張力鋼の熱サイクル過程のオーステナイト結晶粒成長は(3.1)式により計算できることを明らかにした。ただし、計算を行なうときの初期条件としては加熱過程に均一オーステナイト結晶粒が生成される温度ならびにそのときのオーステナイト結晶粒度を用いる必要がある。このよう

な温度ならびに結晶粒度は前処理状態によって変化する。しかし、通常の焼ならしならびに焼入れ、焼もどしを行なった場合には、簡単のためにオーステナイト変態が完了する温度（たとえば800～900℃）におけるオーステナイト結晶粒度が零であると仮定して計算を行なっても、加熱過程で1000～1100℃に達した以後においてほとんど誤差は生じない。

第4章においては、熱サイクル過程の結晶粒成長式ならびに溶接熱伝導式を用いた2次元ビードHAZの結晶粒度の計算について検討した。その結果、換算係数を電気エネルギーに乗じた値を溶接入熱として、瞬間平面熱源を仮定した溶接熱伝導式により熱サイクルを計算し、それに結晶粒成長式を組み合わせることによりHAZの結晶粒度が計算できることを、工業用純ニッケルのTIG溶接ならびに80Kg/mm²級高張力鋼のTIG溶接およびサブマージーク溶接において確かめた。なお、この場合に使用する換算係数はHAZの高温加熱域のピーク温度分布を溶接熱伝導式による計算値と実測値とにおいて比較することにより求められるものであり、求めた値は第4章のTable 4.5 に示している。ついで、溶接熱伝導式ならびに結晶粒成長式を用いて工業用純ニッケルならびに80Kg/mm²級高張力鋼の2次元ビードHAZの結晶粒度分布式(4.17)式、(4.18)式を誘導した。これらの式を用いることにより溶接入熱が与えられた場合のHAZの結晶粒度分布を推定することができる。なお、(4.18)式は80Kg/mm²級高張力鋼のみでなく、本研究に使用した他の鋼材、すなわち0.35%炭素鋼、60ならびに100Kg/mm²級高張力鋼にも適用できるものと考えられる。

第5章においては、熱サイクル過程における結晶粒成長式が2次元ビードHAZの溶接熱サイクル過程にも適用できることを確かめ、ついでHAZの結晶粒粗大化現象を結晶粒成長式を用いて明らかにした。すなわち、工業用純ニッケルにおいてはTIG溶接、80Kg/mm²級の高張力鋼においてはTIG溶接ならびにサブマージーク溶接におけるHAZで実測した溶接熱サイクルに熱サイクル過程における結晶粒成長式を適用して計算した結晶粒度と実測した結晶粒度とはよく一致した。つぎに、このような方法により溶接熱サイクル過程における結晶粒の成長過程を検討した結果、次のことが明らかになった。溶接熱サイクル過程においては、結晶粒は加熱過程でその溶接熱サイクルにおける

全成長量の60～80%が成長し、冷却過程においては残りの20～40%が成長する。また、冷却過程においてはピーク温度の90～95%の温度に降温するまでに結晶粒の成長はほぼ完了し、それ以後は結晶粒はほとんど成長しない。結晶粒成長速度はピーク温度に達する直前に最大値をとり、冷却過程に入ると急激に減少する。さらに、結晶粒成長速度は溶接入熱が大きいほど、また初期粒度が大きいほど小さくなる。

第6章においては、第5章までに得られた成果の応用の一例として、高張力鋼のHAZのオーステナイト結晶粒の微細化によりじん性の向上をはかるための溶接条件の選定に結晶粒成長式が利用できることを明らかにした。すなわち、80 Kg/mm² 級高張力鋼のベイナイト組織についてはもとのオーステナイト結晶粒度が0.05 mmから0.1～0.3 mmの範囲、80ならびに100 Kg/mm² 級高張力鋼のマルテンサイト組織については0.05 mmから0.8 mmの範囲において、もとのオーステナイト結晶粒度の微細化とともに vT_{rs} は低下することを明らかにした。とくに、100 Kg/mm² 級高張力鋼のマルテンサイト組織の場合は、もとのオーステナイト結晶粒度が約0.1 mm以下では vT_{rs} の低下はいちじるしく、もとのオーステナイト結晶粒度を約0.05 mmにするとじん性はかなり向上することがわかった。ついで、第4章で求めたHAZの結晶粒度分布式の電子ビーム溶接への適用について検討し、単位溶け込み深さあたりの溶接入熱の値、ならびに η' の値として0.8を用いることにより、(4.18)式によってHAZの結晶粒度分布が計算できることを明らかにした。以上の結果をもとにして、100 Kg/mm² 級高張力鋼においては、単位溶け込み深さあたりの溶接入熱が2.6 KJ/cm² 以下になるような溶接条件で電子ビーム溶接を行なうとHAZにおける最大のオーステナイト結晶粒度が0.05 mm以下になり、じん性をかなり改善できることを明らかにした。

謝

辞

本研究は大阪大学教授井川 博博士の御指導と御教示を賜わって遂行し得たものである。また、本研究を進めるにあたり元大阪大学助教授新 成夫博士ならびに大阪大学助教授中尾嘉邦博士に貴重な御教示を賜わった。

本論文をまとめるにあたり、大阪大学教授菊田米男博士、西口公之博士、荒田吉明博士、稔野宗次博士ならびに堀 茂徳博士より有益な御指示と御討論を賜わった。

さらに、溶接工学教室ならびに溶接工学研究所の諸先生からは有益な御助言と御激励をいただいた。

実験遂行にあたっては多数の卒業生の方々の御協力をいただいた。

また、川崎重工業㈱、日本金属工業㈱ならびに三菱重工業㈱の関係各位から多大の御援助をいただいた。

本論文を終えるにあたり、これらの方々に心から深い謝意を表します。

参 考 文 献

- 1) N. J. Petch; The Cleavage Strength of Polycrystals, JISI, 174-5 (1953), 25-28
- 2) E. O. Hall; The Deformation and Aging of Mild Steel: III Discussion of Results, Proc. Phys. Soc., Ser. B, 64 (1951), 747-753
- 3) R. A. Grange; Strengthening Steel by Austenite Grain Refinement, Trans. ASM, 59 (1966), 26-48
- 4) H. L. Walker et al.; Effect of Grain Size on Tensile Strength, Elongation and Endurance Limit of Deep Drawing Brass, Trans. AIMME, Institute of Metals Division, 180 (1949), 42-51
- 5) 有富敬芳他; 再結晶したモリブデン線の延性におよぼす結晶粒度と炭素含有量の影響, 日本金属学会誌, 35-7 (1971), 662-670
- 6) N. J. Petch; The Ductile-Brittle Transition in the Fracture of α -Iron: I, Phil. Mag., 3 (1958), 1089-1097
- 7) J. M. Hodge et al., The Effect of Ferrite Grain Size on Notch Toughness, Trans. AIMME, 185-3 (1949), 233-240
- 8) J. C. Danko et al.; The Effect of Subboundaries and Carbide Distribution on the Notch Toughness of an Ingot Iron, Trans. ASM, 49 (1957), 189-203
- 9) E. H. Kottcamp et al.; Effect of Microstructure on Notch Toughness-Part IV, W. J., 38-11 (1959), 435_s - 440_s
- 10) D. Hardwick et al.; The toughness of tempered martensite, JISI, 196-11 (1960), 301-308
- 11) B. Cina et al.; Factors affecting the transition

- temperature of forgings used in power-generating equipment, JISI, 193-12 (1959), 329-349
- 12) K. J. Irvine et al. ; The impact properties of low carbon bainitic steels, JISI, 201-6 (1963), 518-531
- 13) 松田昭一他 ; 低合金調質高張力鋼の靱性と有効結晶粒径, Proceeding of the Conference on Toward Improved Ductility and Toughness, Octo., 1971, 51-66
- 14) A. W. Thompson et al. ; The Effect of Grain Size on Fatigue, Acta Meta., 19-7 (1971), 597-606
- 15) 中沢一他 ; 結晶粒の大きさを変えた低炭素平滑および切欠き材の疲れき裂の挙動と疲れ限度, 日本機械学会論文集 (第1部), 40-329 (1974), 9-22
- 16) R. P. M. Proctor et al. ; The Effect of Prior -Austenite Grain Size on the Stress-Corrosion Cracking Susceptibility of AISI 4340 Steel, Trans. ASM, 62 (1969), 989-999
- 17) 邦武立郎他 ; 高張力鋼の溶接熱影響部, 住友金属, 22-1 (1970), 11-21
- 18) 菊田米男他 ; 高張力鋼溶接ボンド部の靱性に関する研究 (第1報), 溶接学会誌, 43-10 (1974), 1047-1054
- 19) 中村素他 ; IN鋼の溶接性試験 (第1報), 溶接学会誌, 33-11 (1964), 989-994
- 20) 金沢正午他 ; 鋼の強化組織の延性靱性 (強度と靱性部会報告書), 日本鉄鋼協会他 (1975), 93-107
- 21) E. G. Thompson ; Hot Cracking Studies of Alloy 718 Weld Heat-Affected Zones, W. J., 48-2 (1969), 70_s - 79_s
- 22) M. J. Lucas et al. ; The Weld Heat-Affected Zone in Nickel Base Alloy 718, W. J., 49-2 (1970), 46_s - 54_s

- 23) 岡田利彦他；SR割れ発生特性，溶接学会全国大会講演概要，第14集
(1974)，26-27
- 24) P. G. Bastien et al. ; Prediction of the structure and
mechanical properties in the heat-affected zone of
high yield weldable steels, Metal Construction and
British Welding Journal, 2-1(1970)，9-14
- 25) A. S. Astaf'ev et al. ; Grain Growth of Steel in the
Zone Adjacent to the Weld, Welding Production, 19-7
(1972)，74-78
- 26) D. Turnbull；Theory of Grain Boundary Migration Rates,
Trans. AIME, 191-8(1951)，661-665
- 27) F.E.Burke et al. ; Progress in Metal Physics, 3(1952)，
244
- 28) P. Feltham；Grain Growth in Metals, Acta Meta., 5-2
(1957)，97-105
- 29) E. L. Holmes et al. ; Grain Growth in Zone-Refined Tin,
Acta Meta., 7-6(1959)，411-414
- 30) G. F. Bolling et al. ; Some Effect of Impurities on
Grain Growth in Zone-Refined Lead, Acta Meta., 6-4
(1958)，288-292
- 31) P. Gordon et al. ; The Effect of Purity on Grain
Growth in Aluminum, Trans. AIME, 233-2(1965)，391-
397
- 32) 田上俊男他；実用 α ， $\alpha + \beta$ Ti合金中の結晶粒成長，日本金属学会誌，
37-5(1973)，535-539
- 33) G. W. Wensch et al. ; Recrystallization and Grain Growth
of Nickel, Trans. ASM, 44(1952)，1186-1199
- 34) J. E. Burke；Some Factors Affecting the Grain Growth in
Metals, Trans. AIMME, Institute of Metals Division,
180(1949)，73-91

- 35) S. Weinig et al.; Grain Growth in Dilute Alloys of Copper, Trans. AIME, 209-7(1957), 843-845
- 36) O. O. Miller; Influence of Austenitizing Time and Temperature on Austenite Grain Size of Steel, Trans. ASM, 43(1951), 260-287
- 37) H. J. Rack et al.; Austenite Grain Growth in 18Ni (350)Maraging Steel, Metallurgical Transactions, 3-4(1972), 1012-1014
- 38) 作井誠太; 鉄鋼の急熱と衝撃, 鉄と鋼, 54-1(1968), 104-132
- 39) P. Gordon et al.; Recrystallization Grain Growth and Textures, ASM(1966), 205-266
- 40) K. T. Aust et al.; Recovery and Recrystallization of Metals, Interscience Publishers(1963), 171-210
- 41) F.E.Burke et al.; Progress in Metal Physics, 3(1952), 268
- 42) G. A. Dreyer et al.; New Etchant Brings Out Grain Boundaries in Martenstic Steels, Metal Progress, 86-1(1964), 116-117
- 43) K. J. Albutt et al.; Effect of heating rate on the elevation of the critical temperatures of low carbon mild steel, JISI, 204-12(1966), 1217-1222
- 44) 大西巖他; 鋼の急速加熱変態におよぼす炭素の影響, 溶接学会全国大会講演概要, 第11集(1972), 94-95
- 45) 木下修司他; オーステナイト結晶粒の生成に関する観察, 鉄と鋼, 59-9(1973), 1261-1272
- 46) 松田昭一; 低炭素低合金鋼の逆変態, 鉄と鋼, 60-2(1974), 226-238
- 47) D. Rosenthal; Mathematical Theory of Heat Distribution During Welding and Cutting, W. J., 20-5(1941), 220_s-234_s

- 48) A. A. Wells; Heat Flow in Welding, W. J., 31-5 (1952),
263_s-267_s
- 49) 松田福久; 溶接冶金学, 日刊工業新聞社(1972), 174
- 50) N. Christensen et al.; Distribution of Temperatures
in Arc Welding, British Welding Journal, 12-2 (1965),
54-75
- 51) 三村宏; 高張力鋼の破壊靱性および冶金的要因について, 鉄と鋼, 58-
13 (1972), 1822-1831
- 52) 越賀房夫; 脆性破壊の問題について, 日本金属学会会報, 5-7 (1966),
451-460
- 53) 伊藤悌二他; 溶接ボンド部表面切欠からの脆性破壊, 日本造船学会論文集,
131 (1972), 335-343
- 54) H. Mimura et al.; On the Toughness and Micro-Structure
in Low Carbon Steels Subjected to Weld Thermal Cycles,
Trans. of the Japan Welding Society, 1-1 (1970), 28-
34
- 55) 木原博; 溶接データブック, 産報 (1964)
- 56) 西口公之; プラズマ溶接, 溶接学会誌, 40-12 (1971), 20-33
- 57) 松田福久; 電子ビーム溶接法における溶接機構の研究 (学位請求論文),
(1964), 151
- 58) 荒田吉明; 電子ビーム熱源の特性とその溶接技術開発に対する展望, 溶接
学会誌, 41-11 (1972), 1338-1349
- 59) 松田福久; 電子ビーム溶接法における溶接機構の研究 (学位請求論文),
(1964), 200-226
- 60) 同上, 103-146

本論文に関連した発表論文

1. 「溶接熱影響部の結晶粒粗大化に関する研究（第1報）」，溶接学会誌，
42-2(1973)，134-145
2. 「溶接熱影響部の結晶粒粗大化に関する研究（第2報）」，溶接学会誌，
42-8(1973)，790-797
3. 「溶接熱影響部の結晶粒粗大化に関する研究（第3報）」，溶接学会誌，
44-2(1975)，161-167
4. "Grain Growth of Commercial-Purity Nickel, Copper and Aluminum during Weld Thermal Cycle", Technology Reports of the Osaka University, 23-1100(1973)，103-114
5. "Quantitative Analysis on Grain Growth of Commercial-Purity Nickel during Various Weld Thermal Cycles", Trans. of the Japan Welding Society, 4-2(1973)，167-173
6. "Grain Growth of Commercial-Purity Nickel in Weld-Heat Affected Zone", Trans. of the Japan Welding Society, 6-1(1975)，17-22
7. 「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，
投稿中
8. 「溶接熱影響部の結晶粒粗大化に関する研究（第5報）」，溶接学会誌，
投稿中
9. 「溶接熱影響部の結晶粒粗大化に関する研究（第6報）」，溶接学会誌，
投稿中
10. 「溶接熱影響部の結晶粒粗大化に関する研究（第7報）」，溶接学会誌，
投稿中

