

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

Weater Spill

### 昭和51年4月



2

# 溶接熱影響部の結晶粒粗大化に関する基礎的研究

### 昭和51年4月

## 大重広明

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	8.1 恒温	加熱過程における結晶粒成長式	5
	1. 2	8.2 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	
	·	一理論	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	
		一実験	的検討	41
	2.6	結	書	4 3
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	.l フェ	ライト・パーライト組織の場合	47
	: 3, <b>3</b>	.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

次

目

,		
		a - 14
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	5 7
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	6 7
4.	8.1 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
弗 5 草	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 は見いにす。	
	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	9 5
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	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. !	.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	٦
		結晶粒成長式の応用	115
	6.1	緒 言	115
	6.2	80ならびに100 $Kg/m_n$ 級高張力鋼のオーステナイト結晶粒	
		度と <sub>v</sub> T <sub>r s</sub> 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	100Kg/mst 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<sup>1),2)</sup> 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  $D^{-1}$  (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ぞ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<sup>3)</sup>。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<sup>4)</sup>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<sup>6)</sup>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<sup>7)~9)</sup>。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<sup>10)~13</sup>。

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<sup>14),15)</sup>, 応力腐食割れ感受性が増大すること<sup>16)</sup>などが報告されている。

HAZ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HAZ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<sup>17),18)</sup>。このために,近年析出粒子を利用してHAZ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。

いっぽう, HAZ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Inconel718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HAZの結晶粒粗大化をおさえるとHAZの高温割れは発生しにくくなるという報告がある<sup>21),22)</sup>。また最近問題となっている応力除去焼なまし割れにもHAZ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<sup>23)</sup>。

とのように, HAZ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, HAZ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 HAZ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, HAZ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, HAZの結晶粒成 長の定量化は, HAZ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, HAZ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。HAZ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HAZにお ける熱サイクルを溶接熱サイクルと称する。

Bastien ら<sup>24)</sup>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。

-2-

$$P = \left(\frac{1}{T} - \frac{2.3 \ 0 \ 3R}{\Delta H} \log \frac{t}{t_0}\right)^{-1}$$

ただし、T:絶対温度、 $\triangle H$ :結晶粒成長のための活性化エネルギ、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'ev<sup>25)</sup>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、熱サイクルの微少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。

と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

-3-

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ぞれを用いて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/mâ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/mâ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。

-4-

#### 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ぞ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,と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 いは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)<sup>26)</sup>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 ネルギ差を $\triangle F$ ,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を $\triangle F_A$ 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。

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

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

↓: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

とこで,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と,( 1.1)式における△Fは次のようになる<sup>28)</sup>。

 $\Delta F = 2 \sigma V \neq \rho \qquad (1.2)$ 

ただし, σ:単位面積あたりの粒界エネルギ

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、 $\Delta S_A$ :活性化エントロピ)とおき<sup>27)</sup>,さ らに $\Delta F$  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。

 $v = \frac{e k \lambda}{hR} \cdot \frac{2 \sigma V}{\rho} \cdot \exp\left(\Delta S_{A} / R\right) \cdot \exp\left(-Q_{G} / RT\right) \quad (1.3)$ 

ただし, e:自然対数の底

ここで、粒界エネルギロ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。

$$v = \frac{K}{\rho} \cdot \exp\left(-Q_{\rm G} / RT\right) \tag{1.4}$$

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。

-6-

$$\frac{dD}{dt} = \frac{K'}{D} \cdot \exp\left(-Q_{\rm G}/RT\right) \tag{1.5}$$

非常に高純度の帯溶融金属において(1.5)式が成り立つととは実験的に確か められている<sup>29),30)</sup>。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。

$$D^2 - D_0^2 = K'' t \cdot \exp(-Q_{\rm G} / RT)$$
 (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 れにおいて(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。

 $D^{a} - D_{0}^{a} = k_{0} t \cdot \exp(-Q / RT) \qquad (1.7)$ 

(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A1-Cu合金を240~451°C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1h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 temperature and grain size time and grain size at lh

Fig. 1.1 Isothermal grain growth of Al-400 at ppm Cu alloy<sup>31)</sup> の場合, Fig. 1.1 (a)の直線の傾きから(1.7)式におけるα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-4A1 ならびにTi-5A1-2.5 Sn 合金を恒温加熱した場合の結晶粒度の測定例である。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。

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<sup>33)</sup>、黄銅<sup>34)</sup>、Cu -Si合金<sup>35)</sup>、炭素鋼<sup>36)</sup>、マレージン



ってい Fig. 1.2 Relation between t.exp (-Q/kT) and grain size during isothermal heating in Ti-5Al-2. , Cu 5Sn and Ti-4Al alloys<sup>32</sup>) -ジング鋼<sup>37)</sup>など,ほとんどの実用材料において

-8-

(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 微少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<sup>38)</sup>,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

とのようにして,各ステップにおける 結晶粒の成長を順次計算するととができ る。すなわち, Fig. 1.3 Schematic thermal cycle for calculation of grain growth

$$T = T_{1} \qquad D_{1}^{a} - D_{0}^{a} = k_{0} \qquad \triangle t_{1} \cdot \exp(-Q \nearrow RT_{1})$$

$$T = T_{2} \qquad D_{2}^{a} - D_{1}^{a} = k_{0} \qquad \triangle t_{2} \cdot \exp(-Q \nearrow RT_{2})$$

$$\vdots \qquad \vdots \qquad \vdots$$

$$T = T_{i-1} \qquad D_{i-1}^{a} - D_{i-2}^{a} = k_{0} \qquad \triangle t_{i-1} \cdot \exp(-Q \nearrow RT_{i-1})$$

<u>.</u>

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,

$$D_{i-1}^{a} - D_{0}^{a} = k_{0} \frac{\sum_{l=1}^{i-1}}{\sum_{l=1}} \Delta t_{l} \cdot \exp(-Q / RT_{l}) \quad (1.8)$$

 $\Delta t_l$ 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 $\Delta t$ ( $\Delta t_l$ )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 $\Delta t_1$ を一定( $\Delta t$ )とすると(1.9)式になる。

$$D_{i-1}^{a} - D_{0}^{a} = k_{0} \quad \triangle t \quad \frac{i-1}{\sum_{l=1}^{s}} \exp(-Q / RT_{l}) \quad (1.9)$$

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 らかなように、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。

۲	D	1	7a_r_		$D_{0}$		a
$\lfloor \{k_0\}$	$\sum_{l} \Delta t_{l} \cdot \exp(-Q)$	$(RT_l)^{1/c}$	$- \zeta_{i}$	$k_0 \frac{\sum \Delta t}{l}$	•exp(-	$Q \neq RT_l^{}$	a
					+ 1	(110	)

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 ~ 1 0 であり, 1 0 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 ~ 1 0 の場合について, (1. 1 0 )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<sub>0</sub>,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に近くなってくる。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 size 熱速度mの直線的な熱サイクルを一定 therm の微少温度間隔 $\Delta T_c$ により分割する。すなわち,





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 $\Delta t$ 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,....)に相当する。

このような関係ならびに(1.1.1)) 式の関係を(1.9)式に代入すると ビーク温度が $T_m = T_0 + n \triangle T_c$ の 熱サイクル後の結晶粒度Dは(1.12

Fig. 1.5 Schematic thermal cycle )式で表わされる。 for calculation of grain growth (Heating rate varied)

-12-

$$D^{a} - D_{0}^{a} = k_{0} \frac{\Delta T_{c}}{m} \frac{n \overline{\Sigma}^{1}}{l=0} \exp(-Q / R(T_{0} + l \Delta T_{c})) \quad (1.12)$$

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

$$D^{a} - D_{0}^{a} = k_{0} \frac{\Delta T_{c}}{m} \sum_{l} \exp(-Q / RT_{l}) \qquad (1.13)$$

(1.12)式において、 $\Delta T_c$ は加熱速度にかかわらず一定としているのでピ - 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 $\frac{n-1}{\Sigma} \exp(-Q/R(T_0+l) \Delta T_c))$ のみである。Fig. 1.6は $RT_m/Q \ge \frac{n-1}{\Sigma} \exp(-Q/R(T_0+l\Delta T_c))$ 

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<sub>m</sub>の増大とともに

n-1  $\Sigma$  exp $(-Q/R(T_0+l \triangle T_c))$ 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<sub>0</sub><sup>a</sup> 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

-13-

$$\left(\frac{D}{D_0}\right)^a = \frac{k_0 \triangle T_c}{m D_0^a} \left( \frac{\Sigma}{l} \exp\left(-Q / R T_l\right) \right) + 1 \qquad (1.14)$$

Fig. 1.7は(1.14)式の 関係を a が 2 ~ 1 0 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  $\sum exp(-Q/RT_l)$ 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 は初期粒度ならびにピーク温 度を一定とした場合の加熱速 度mの変化を示している。



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Do 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。

$$D^{a} = \frac{k_{0} \triangle T_{c}}{m} \sum_{l} \exp\left(-Q / RT_{l}\right) \qquad (1.15)$$

すなわち、この場合には同一ピーク温度において $D \propto 1 \neq a \sqrt{m}$  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 $1/\sqrt{4}\sqrt{2} = 0.841$ 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れの和になる。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  $\sum_{l} \Delta t_{l} \cdot \exp(-Q/RT_{l})$ である同一熟サイクル 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。

 $D_n^a = n k_0 \quad \sum_l \triangle t_l \cdot \exp\left(-Q / RT_l\right) \qquad (1.1 \ 6)$ 

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。

 $\frac{\sum n}{\left\{k_0 \sum_{l} \Delta t_l \cdot \exp\left(-Q / RT_l\right)\right\}^{\frac{1}{a}}} = n^{\frac{1}{a}}$ 

(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1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
記載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
の腹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

-15-

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。

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

$$\left(\frac{dD}{dt}\right)_{T=T_{i}} = \frac{k_{0}}{a} \left\{\frac{k_{0} \Delta T_{c}}{m} \quad \frac{i \tilde{\Sigma}^{1}}{l} \exp\left(-Q / RT_{l}\right) + D_{0}^{a} \right\}^{\frac{1-a}{a}} \exp\left(-Q / RT_{i}\right)$$

$$\left(1 \quad 1 \quad 9 \quad \right)$$

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。

$$\left(\frac{dD}{dt}\right)_{T=T_{i}} = \frac{k_{0}}{a} \left\{\frac{k_{0} \triangle T_{c}}{m} \quad i \overline{\Sigma}^{1}_{l} \exp\left(-Q \nearrow RT_{l}\right)\right\}^{\frac{1-a}{a}} \exp\left(-Q \nearrow RT_{i}\right)$$

$$(1.20)$$

(1.20)式において、一定温度で考えると、右辺中の $\Delta T_{c}$   $\sum_{l}^{i-1} exp$ ( $-Q/RT_{l}$ )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。

-16-

$$\frac{d D}{d t} \propto m^{\frac{a-1}{a}}$$

#### (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. 数值計算例

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α, k<sub>0</sub> 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 Winegard<sup>29)</sup>のデータを引用

Material	Purity(wt%)	a	$k_0 (mm^a/min)$	Q(Kcal/g-atom)
Sn	99. 999	2	$7.2 \times 10^{2}$	6.0
Ni	99. 52	4	9.514×10 <sup>10</sup>	90.1
Al	99.18	15	3.195×10 <sup>-3</sup>	78.3

Table 1.1 Purity and values for constants in grain growth equation

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



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

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。

ビ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」の値が大きいために、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 んど影響をうけず、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

-19-

A1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. 1.1 5~1.1.7 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 ピーク温度に達した時点



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



Fig. 1.15 Effect of cooling Fig. 1.16 Effect of cooling rate rate on grain size on grain size during during cooling cooling cooling cycle in Ni cycle in Sn

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,ビ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. 1.7 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



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

-21-

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 ひにピーク温度の加熱サイクルを 繰り返えし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. 1.21 Effect of multithermal cycle on grain size during thermal cycle in Sn



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



Fig. 1.2 2 Effect of multi-thermal cycle on grain size during thermal cycle in Ni



Fig. 1.23 cycle on grain size during thermal cycle in Al





Fig. 1.24 Effect of initial Fig. 1.25 Effect of initial grain size on grain grain size on grain growth rate during growth rate during heating cycle in Sn heating cycle in Ni

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

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 Effect of multi-thermal 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

-23-

くするにしたがい初期粒度が熱サイ 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) う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. 1.27 Effect of heating rate on grain growth rate during heating cycle in Sn

-24-



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

-25-

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、そのおのおのの微少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ぞ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。

 $D^{a} - D_{0}^{a} = k_{0} \frac{2}{l} \Delta t_{l} \cdot \exp(-Q / RT_{l}) \qquad (1.8)$ 

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  $D \propto 1 / a \int_m c$  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  $D_n \propto \frac{a}{\sqrt{n}}$  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  $\propto m^{(a-1)/a}$  たる関係がある。

(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章にな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。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 :5mm, Cu:8mm, Al:5mm)を2mm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1h保

-28-

Table 2.1 Chemical compositions of materials used(wt%)

Commercial	-purity	nickel
------------	---------	--------

C	Si	Mn	S	Fe	Ni
0.005	0.05	023	0.002	0.17	99.52

Deoxidized copper

P	S	C	Cu
0.033	0.002	0.001	9995

Commercial-purity aluminum

Cu	Si	Mn	Mg	Zn	Cr	Fe	Ti	Al
0.03	0.1.4	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 0.03mm であった。

恒温加熱実験は、 $2 \times 5 \times 5_{ma}$ 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、2×5×5mm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。

試片の研摩ならびに結晶粒現出には次の研摩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溶液で電解研摩ならびに電解 腐食を行なった。Cuは50%リン酸水溶液で電解研摩ならびに電解腐食を行 なった。A1の場合はエチルアルコール9:過塩素酸1溶液で電解研摩し、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30mmの円の中にある

-39-

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 $n = 2^{N+3}$ ( $n:1_{md}$ 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。

きず, 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 06 間軸,結晶粒度軸ともに対数目感にし てプロットしたおしたものである。こ れによると,保持時間の対数と結晶粒 Fig. 2.2









-30-
度の対数との間にほぼ直線関係 がある。

Fig. 2.3 のプロットでは初 期粒度(D<sub>0</sub>)の影響が考慮さ れていない。しかし、D。にく らべてDがじゅう分に大きな場 合はD。の影響はほとんど無視 しうると考えられる。よって,  $Fig. 2.3 において、<math>D_0$ 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- D₀⁴ 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。 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) Fig. 2.4 式が成り立っている。

 $D^4 - D_0^4 = k t$  (2.1)



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





(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 min を選び, Fig. 2.4の縦軸の値( $D_{t=10}$ )<sup>4</sup> - ( $D_0$ )<sup>4</sup> (ただし, $D_{t=10}$ : t = 10 min における結晶粒度)を絶対温度の逆数に対してプロッ

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。

 $k = k_0 \cdot \exp\left(-Q / RT\right)$ 

(2, 2)

とれら(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



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)

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。 っぎに,(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。

と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 ギの値は体拡散のための活性化エネルギ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。

$$D^{4} - D_{0}^{4} = 9.514 \times 10^{10} \quad \sum_{l} \Delta t_{l} \cdot \exp(-45400 / T_{l}) \quad (2.3)$$

Table 2.2 Values for constants in isothermal grain growth equation (1.7) obtained in this study and activation energy for diffusion

Material	a* 1	$k_{0}^{*1}$	$Q^{*1}$	$Q_L^{*2}$	$Q_B^{*3}$
		(mm <sup>a</sup> /min)	(Kcal/g-atom)	(Kcal/g-atom)	(Kcal/g-atom)
Ni	4	$9.514 \times 10^{10}$	90.1	$66.8^{*4}$	26.6*4
Cu	4	$1.610 \times 10^{14}$	82.0	474 <sup>* 5</sup>	27.0 <sup>*5</sup>
Al	15	3.195×10 <sup>-3</sup>	783	$34.0^{*4}$	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,  $\Delta t$ :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

なける縦軸の値(logD) 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





-33-

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  $t = 1 0 \min$ 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。

 $D_{1}^{4} - D_{0}^{4} = 1.6 \ 1 \ 0 \times 1 \ 0^{14}$ 

 $\sum_{l} \Delta t_{l} \cdot \exp\left(-4.1300 / T_{l}\right)$ 

(2.4)

-34



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

(ただし、単位はD,  $D_0$ :mm,  $\Delta t$ :min, T: °K)

つぎに, Fig. 2.9はA1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。A1の場合は非常に結晶粒の成

長が緩慢であるが、 $\log t \ge \log D$ 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。

つぎに、Cuの場合と同様に k<sub>0</sub> 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 してブロットした結果を Fig. 2.1 0 に示す。

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A1の体拡散のための活性化 エネルギ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、A1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。

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



Fig. 2.9 Isothermal grain growth in Al (Loglog plot)



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

$$\frac{\Sigma}{l} \triangle t_{l} \cdot \exp(-39400 / T_{l}) \qquad (2.5)$$

(ただし,単位はD, $D_0$ :mm, $\Delta t$ :min,T: °K)

---3 5---

## 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. 2.11はNiの基準材(D<sub>0</sub> = 0.03mm)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 $\Delta t$  の値を変化させて 計算した結果である。これによ ると、 $\Delta t$  の値は 1/4 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 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 $\Delta t$  は 1/8 sec にとって計算を行た 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. 2.12に示す。Fig. 2.12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. 2.12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. 2.13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. 2.13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. 2.13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. 2.13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. 2.14はA1の基準材に図中に示すようた熱サイクル与えた

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. 2.14中の曲線は(2. 5)式による計算結果



によると, 熱サイクル 過程の結晶粒の成長量 はかなり少ないが,実 測値と計算値とはかな りよく一致している。

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

である。 Fig. 2.1 4 Fig. 2.12 Comparison of measured grain size with grain size calculated using grain growth equation during heating and cooling cycle in Ni



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



Fig. 2.13 Comparison of mea-sured 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を代表に選んで検 討を行たった。

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っ

-38-

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<sup>34)</sup>。

Fig. 2.15はNiについて、板 厚を変化させた試片を1150°C で恒温加熱した場合の10gtと 10gD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、その後は低 とんど成長しなくなっている。な か、Fig. 2.15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、と の場合には結晶粒度が0.8 mm に なってもなか直線的に成長して 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 ma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。



Fig. 2.14 Comparison of measured grain size with grain size calculated using grain growtn equation during heating cycle in Al



Fig. 2.15 Effects of specimen thickness and purity of nickel on grain growth during isothermal heating

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とのような 制約は考慮しなくてもよいと考えられる。

Fig. 2.15に示したように、本実験においては板厚を1~8mm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

---39---

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 Effect of melting during thermal cycle on grain size in Ni

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,Burke<sup>41)</sup>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 あろうと述べている。

とのように、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. 2.1 2 や Fig. 2.1 3 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。

-40-

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



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

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。

-41-

まず,初期粒度の影響をみるために,Niの受入れ材(5mm厚)を2mm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0.03~0.26mm 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. 2.1 8 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. 2.1 8 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。



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

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。

-42-

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,ビーク 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。

8.6 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

-43-

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



Fig.	$2.2\ 1$	Effect	5 of	mul	ti-
		therma	al cy	7Cle	on
		grain	size	e in	Ni

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 °C/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。

# 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 20 C ならびに 35 C 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/m<sup>2</sup> 級

Mark	C	Si	Mn	Р	S	Cu	Ni	Cr	Мо	V	В
200	0.20	024		0.002	0.009						
350	0.34	0.15	0:74	0.016	0.024	0.07	0.05	0.0 5			
HT 60	0.15	0.32	1.34	0.0 2 1	0.006	0.04	0.013	0.01		0.0 57	
HT:80	0.10	0.25	0.87	0.004	0.003	023	1.04	0.51	0.37	0.03	0001
HT100	0.12	0.47	118	0.015	0.009	0.15	0.95	0.5 9	0.36	0.05	

Table 3.1 Chemical compositions of steels used (wt%)

### -45-

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、20Cならびに35C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2×5×5mm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(0.3mm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、従来種々のデータが得られている<sup>43),44)</sup>。加熱過程のオーテス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<sup>45),46)</sup>、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200なら びに350、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°C/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

35 C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°C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°C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0.02mm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Tf 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 °C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 °C)において 炭素濃度はほぼ均一とたっている。この場合のオーステナイト初期粒度は約 0.013 maである。

-47-



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



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

Photos. 3.3 たらびに 3.4は200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な場 合, Photo, 3.4 は微細な 場合を示している。

とれらの場合も,変態過 程は前記の350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 ことはかたり困難であると 考えられる。

しかし, もとのフェライ ト・パーライト組織が繊細 Photo 33 Microstructures of 20 C quen-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



ىر50 Ferrite grain size: 0.13mm

ched from various temperatures during rapid heating (270 ° sec)(Pre-heat treatment: Normalized, Etchant: Nital)

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



\_ 50 J

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°Cまで加熱し た場合にほぼ均一た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

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

Material	3	5C		20C	
Initial ferrite grain size(mm)	0.01	0.04	0.017	0.03	0.1 3
T <sub>f</sub> (℃)	~950	~1050	~1000	~1000	>1240
Austenite grain size at T <sub>f</sub> (mm)	0.013	0.0.2	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るしく粗大な場合(フェライト結晶粒度が約0.13mm)を除いて約0.013~0.02

なや、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°C/min および 2°C/ sec)の場合に観察された結果<sup>45)</sup> 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(0.0 2 mm) ならびに大きい場合(0.3 8 mm)の組織変化の例を示す。

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



ىر200 ا

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AsならびにAf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 0.3 8 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

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。すたわち,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,0.02mmのものに



Fig. 3.1 Dilatation curves of HT100 during rapid heating (270 °C/sec)



Fig. 3.2 Effect of prior austenite grain size on starting and finishing temperature of austenite transformation during rapid heating (270 °C/sec) in HT100

-54-

ついて検討する。 Fig. 3.2 に示したように、As ならびにAf 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°C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ビ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0.3.8 mmとかなり大きい場合でも、10000°C 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<sup>45),46)</sup>,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(Tf) 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0.4 mm程度より 小さければ1000 °C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Tf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



, ע50

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 増大の割合いが小さく、もとの オーステナイト結晶粒度が 0.38mm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

 8.1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 Tf during
 rapid heating (270 °C/
 sec) in HT100 (Tf:
 Temperature at which
 initial homogeneous
 austenite grain
 is formed)



Fig. 3.4 Effect of prior austenite grain size on austenite grain size at Tf during rapid heating (270 °C/sec) in HT100

--57--

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 °C 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 e of austenite in HT60



Fig. 3.7 Isothermal grain Fig. 3.8 Isothermal grain growth growth of austenite of austenite in HT100 in HT80

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ォース 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 = 1 0 sec におけ る縦軸の値 $D_{t=10s}^{4} - D_{0}^{4}$  (ただ) し,  $D_{t=10s}$ : t = 10 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,



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

(1,7)

 $D^{a} - D_{0}^{a} = k_{0} t \cdot \exp(-Q \angle RT)$ 

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、

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

-59-

 $D^{4} - D_{0}^{4} = 9.269 \times 10^{15} \sum_{l} \triangle t_{l} \cdot \exp(-63900/T_{l})$  (3.1) (ただし、単位はD、D<sub>0</sub>:mm、△t: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<sub>0</sub>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

![](_page_65_Figure_6.jpeg)

![](_page_65_Figure_7.jpeg)

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

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, HT80 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, の値 として熱サイクル過程の実

![](_page_66_Figure_3.jpeg)

![](_page_66_Figure_4.jpeg)

![](_page_66_Figure_5.jpeg)

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

-61-

験より求めたオーステナイト初期 粒度をとり,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。

しかしたがら,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

![](_page_67_Figure_2.jpeg)

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

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 たらびに20 h 焼もどしたものを用いてい る。

Fig. 3.15の曲線 A, B. CならびにE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

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. 14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 (0.3.5mm)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. 3.15 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。

![](_page_68_Figure_2.jpeg)

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

![](_page_68_Figure_4.jpeg)

Fig. 3.15 Austenite grain growth calculated on heating cycle (Initial condition for calculation varied)

なお, Figs. 3.11ならびに 3.12を Fig. 3.15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。

-63-

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0.0 4 mmま で,低炭素鋼ではフェライトの結晶粒度が0.0 3 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0.05mm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、じゃっかんの誤差を認めるならば、1000~1100°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として計算を行たったが,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。極端を場合,0°Cから計算を行た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 いたのとほぼ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°C/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0.013~0.02mm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0.13mm)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たるので、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。

 $D^4 - D_0^4 = 9.269 \times 10^{15}$   $\sum_l \triangle t_l \cdot \exp(-63900/T_l)(3.1)$ (ただし、単位はD、D<sub>0</sub>:mm、 △t:min、T:°K)

$$-65-$$

- (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 °C以上においてほとんど誤 差は生じない。

and the second second

-66-

and the second state of th
## 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,HT69,HT89,HT100 であ る。

Niは受入れ材(5mm厚)を2mm厚に冷間圧延した後,600°Cで1h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0.03mmである。

鋼は、板厚12あるいは25mm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12mm 厚の受入れ材を2mm厚に熱間圧延した後、焼入れ、焼もどし(900°C,30min,
 水冷+600°C、3h)したものを用いた。

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、25mm厚の35C,HT60,HT80 ならびにHT 100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

Mark	Arc current(I) (A)	Arc voltage(E) (V)	Welding speed(V) (cm/min)	60EI/V (KJ/cm)
A	190	1 3.5	1 5.7	9.8
В	190	1 3.5	5.5	2 8.0

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

DCSP, Electrode dia. : 2.4mm, Argon shielding gas flow rate : 10 1/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 なうことにした。

4.2.2 実験方法



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

TIC 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

-68-

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 たらびにHT 80 に対するTIG 溶 接条件をTable 4.2 ならびに



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 2 mmの 板をギャップ 2 mmの I 開先で,板裏



Fig.	4.2	Expe	rime	ntal	method
		for	TIG	arc	welding
		(Scł	iemat	ic)	

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)
А	160	1 4.0	1 5.6	8.6
B	190	1 4.5	1 5.2	1 0.9

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	1 3 0	1 2.5	1 5.5	6.3
В	1  5  0	1 4.0	1 4.3	8.8

DCSP. Electrode dia. : 24 mm, 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 T I G 溶接の場合 と同様の考慮をして選定した。 H T 8 0 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±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)
А	900	4 0	5 4.5	3 9.6
В	900	4 0	41.4	5 2.2
C	900	4 0	3 0.0	7 2.0
D	900	4 0	2 4.0	9 0.0

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 ビクリン酸腐食(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、 庭ぼ結晶粒成長が完了する温度とAr3との間の温度(1100~900°C)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たいと考えられる。

水冷処理を行たった試験板のビード横断面をビ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: 90.0 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<sup>47)</sup>。

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

ただし、 $\theta$  :温度(°C)

 $\theta_{0}$ :初期温度(°C)

λ :熱伝導率(cal/cm·sec·℃)

k :温度拡散率(cm²/sec)

x :溶接線方向の距離(m)

$$r$$
 :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(cal/cm sec)

-72-

η :熱効率

Ko :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。

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

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。

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

ただし, c :比熱( cal/g・℃)

ρ :密度(g/cm)

q :単位面積あたりの電気エネルギ(cal/cm)

(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 $t_0$ から微少時間 $\Delta t$ 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。

$$D^{a} - D_{0}^{a} = k_{0} \triangle t \frac{i}{n=0}^{2} \exp\left(-\frac{Q}{R} \cdot \frac{1}{f(t_{0} + n \triangle t) + 2.73}\right)$$
(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 Wells<sup>48)</sup>による近似式を用いた。

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

ただし,  $\theta_m$ : 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。

$$\theta_m = \frac{1}{\sqrt{2 \pi e}} \cdot \frac{\eta q}{c \rho} \cdot \frac{1}{y}$$
$$= 0.2 4 2 \cdot \frac{\eta q}{c \rho} \cdot \frac{1}{y}$$

(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。

$$\frac{\left[\theta m\right]_{I}}{\left[\theta m\right]_{M}} = 1 - \frac{\sqrt{2\pi e} - 4}{\left(\eta q'' / v\right) / \left(c \rho \theta_{mp} l\right) + \sqrt{2\pi e}} \qquad (4.7)$$
ただし.  $\left[\theta_{m}\right]_{I}$ : 瞬間平面熱源を用いた場合のピーク温度(°C)  
 $\left[\theta_{m}\right]_{M}$ : 移動線熱源を用いた場合のピーク温度(°C)  
 $\theta_{mp}$ : 溶融温度(°C)  
 $l$ : 溶融線からの距離(m)

(4.7)式の関係を Fig. 4.4 に示す。 Fig. 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 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



HAZ のオーステナイト結晶粒度 Fig. 4.4 Ratio of peak temperature in HAZ calculated using instantaneous plane heat source to that calculated using moving line heat source

こで(4.7)式を用い  $\begin{bmatrix} \theta_m \end{bmatrix} I / \begin{bmatrix} \theta_m \end{bmatrix}_M > 0.99$ の条件を求めると( $\eta q'' /$ v)/l>20,800 (cal/om/sec)  $bac(coblocalfond)^{\circ}C$ .  $\theta_{mp}$ としてHT80において測定した1410 °Cを使用)。よって、本研究に

-74-

おいてはと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 ビ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,  $\rho = 8.90$ ,  $\lambda = 0.1 4 4$ , k = 0.1 2 3<sup>49)</sup> たる値<sup>1</sup>, HT80の場合は c = 0.2,  $\rho = 8.0$ ,  $\lambda =$ 0.12, k = 0.075 callerable値 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 まり差がない。

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

-75-

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 執 サイクルの 差が H A Z の 結晶 粒 度 に 及 ぼ す 影響を み る ため . 移動 線 執 源 な らび に 瞬間 平 面 執 源 を 用 い て 計算 し た H A Z の 結晶 粒 度 を 比較 し て F i g. 4.9 な らび に F i g. 4.10 に 示 す 。 F i g. 4.9 な らび に F i g.4.10に よ る と 溶 接 速 度 が 0.2 cm / sec 以 上 で あ る と H A Z の 結晶 粒 度 は 移動線 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たっ た。

4.4 実測結晶粒度との比較

(4.3)式におけるりは 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



-76-

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に 対する溶融金属から熱伝 導によって失なわれるエ ネルギの割合を用いる必 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 n で表 わす),溶接入熱に乗じ ることにした。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 たく,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. 4.10 Austenite grain size in HAZ calculated using instantaneous plane heat source and moving line heat source in steel

-77-

よる誤差をすべて包含して いるものである。

Fig. 4.1 1は 2mm厚の Ni板をTable 4.2のA たらびに 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, ガ = 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 1 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 η' = 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たり 近い値となる。

Fig. 4.1 2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 n'



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)

-78-

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
件でサブマージアーク溶接
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  $\eta'$  の値 を 使用してTI G 溶接ならびにサ ブマージア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 4.1 6 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のサプ マージア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 行たっている。Figs・4.15







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

-79-

ならびに4.16によると前述 の方法で求めたかの値を用い 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の高温加熱域のビーク 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 ( n')の値をまとめてTable 4.5 に示す。







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)

-80-

Material	Plate thickness(mm)	Welding method	60EI/V (KJ/cm)	η'
Ni	2	TIG	8.6	0.50
Ni	2	TIG	10.9	0.50
HT80	2	TIG	6.3	0.65
HT80	2	TIG	8.8	0.65
HT80	12	Submerged arc	39.6	0.85
HT80	12	Submerged arc	522	0.85
HT80	12	Submerged arc	72.0	0.85
HT80	12	Submerged arc	90.0	0.85

Table 4.5 Values for  $\eta'$  obtained in this study

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。

ことでも,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。

$$D^{a} - D_{0}^{a} = k_{0} \frac{\Sigma}{l} \bigtriangleup t_{l} \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT_{l}}\right) \qquad (1.8)$$

(1.8)式において、熱サイクルの変化によって変化する量 $\sum_{l} \Delta t_l$  exp (-Q/RT<sub>l</sub>)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

-81-

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、かのかのの溶接 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



Fig. 4.17 Relation between  $1/T_{\rm m}$ and log  $\sum_{l} \triangle t_{l} \exp(-Q)$  $/RT_{l}$ ) in Ni(Calculated using heat conduction equation,  $T_{\rm m}$ : Peak temperature)

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。

$$\log \frac{S}{l} \Delta t_{l} \cdot \exp(-Q / RT_{l}) = \log A - \frac{B}{T_{m}}$$
(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 $1.83 \times 10^4$ (° $K^{-1}$ )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。

$$\ln \frac{\Sigma}{l} \bigtriangleup t_l \cdot \exp\left(-Q / RT_l\right) = \ln A' - \frac{B'}{RT_m}$$
(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、

$$D^{a} - D_{0}^{a} = k_{0} t \cdot \exp(-Q / RT)$$
 (1.7)

前述の(18)式と(17)式とを比較して明らかなように、熱サイクル時

における「熱サイクル項」に相当する量は恒温加熱時においてはt・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。

$$\ln \left\{ t \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \right\} = \ln t - \frac{Q}{RT} \qquad (4.10)$$

(4.9)式を(4.10)式と対応させると、ピーク温度がT<sub>m</sub>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,

-83-

 $\log A = \log E + F \log \eta' q$ 

(4.11)

ただし、E, F: 定数

Fig. 4.18 よりEの値は 1.660×  $1 \overline{0}^{10}$  ( $cm^4$  min/cal<sup>2</sup>). 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。

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





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。

$$\log \frac{\Sigma}{l} \triangle t_l \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT_l}\right) = \log E + F \log \eta' q - \frac{B}{T_m}$$
(4.1.3.)

(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 $\theta_{mn}$ (°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。

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

(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。

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

$$B ( 0.2 4 2 \eta' q + c \rho \theta_{mp} l )$$

 $0.2\,42\,\eta'q(\theta_{mp}+273)+273c\rho\theta_{mp}l$ 

(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。

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

(4.16)

- ただし、H = 0.242B
  - $I = B c \rho \theta_{mp}$
  - $J = 0.242 (\theta_{mp} + 273)$
  - $L = 273 c \rho \theta_{mp}$

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 $\rho$ ,前述のように熱サイクル実験 より求めた溶融温度 $\theta_{mp}$ (=1430 °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/cn),溶融線からの距離をl'(mn)で表わし,整理すると(4.17)式にな る。

$$\log (D^{4} - D_{0}^{4}) = -65.96 + 2\log \eta' q' + \frac{1.442 \times 10^{14}}{(l'/\eta' q') + 2604 \times 10^{34}}$$

(4.17)

ただし、q' = 60EI/Vh(J/cm<sup>2</sup>)(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たらびに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 下記のようであった。

$$E = 2.754 \times 10^{-10}$$
 (cm<sup>4</sup>

min/cal<sup>2</sup>)

F = 2

 $B = 2.65 \times 10^{4} (°K^{-1})$ 

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<sub>0</sub> 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。

と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 ようである。









-86-

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

	$1.291 \times 10^{-1}$
	+ $\frac{1}{(l'/\eta'q')+1.587\times10^{3}}$
	(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°C から計算を行たって いるので、(4.18)式中の $D_0$ は 0°C 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°C 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。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. 4.2 3 のようになる。







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

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

-87-

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。

$$\log D = -23.16 + \frac{1}{2} \log \eta' q'$$

$$+\frac{3.227\times10^{-2}}{(l'/\eta'q')+1587\times10^{-3}}$$



(4.19) Fig. 4.23 Relation between heat
 かなように、
 HAZの結
 式、(4.18
 Relation between heat
 input and distribution
 of austenite grain
 size in HAZ of steels
 used

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<sub>0</sub>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。

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

ただし, D<sub>m</sub>: 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<sub>0</sub>=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,

$$\begin{array}{cccc} (4.13) 式 & b & \sum \Delta t_l \cdot \exp\left(-Q / RT_l\right) \propto \left(\eta' q'\right)^2 \\ (3.1) 式 & b & D_m^4 \propto \sum \Delta t_l \cdot \exp\left(-Q / RT_l\right) \\ \psi & \zeta \kappa & D_m \propto \sqrt{\eta' q'} \end{array}$$

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、(420)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アー 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 開で成り立っている。

とのように, 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。



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

つぎにHAZの結晶粒度分布について検討した。いき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。

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

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。

--89--

$$l' = \eta' q' \left( \frac{6.454 \times 10^{-2}}{2\log D + 46.32 - \log \eta' q'} - 1.587 \times 10^{-3} \right) \quad (4.22)$$

二,三の結晶粒度について

(422)式の関係を Fig.4.26 に示す。

上記の Fig. 4.25 ならび に Fig. 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。

以上に示したように, 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HT 80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にないても, 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, 数伝導に関す る定数もほぼ同一であると考 えられること, たらびに溶融 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)

-90-

ぼ(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  $2 \chi$ 元ビードの HAZ の 結晶粒度分布式を用いる際の換 算係数( $\eta'$ )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43~55KJ/cm<sup>2</sup>,鋼のTIG溶接では32~44KJ/cm<sup>2</sup>, 鋼のサブマージアーク溶接では44~75KJ/cm<sup>2</sup>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(<~ 12cm/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%(加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,取り扱いはすべて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12cm/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) 適当を換算係数を電気エネルギ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/ma 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 測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

-91-

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。このようなお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]

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

[供試鋼のオーステナイト結晶粒の場合]

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

(4.18)

*l*:溶融線からの距離(mm)

״′:換算係数

(4.18)式におけるD<sub>0</sub>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<sub>0</sub>を零とおいた(4.19)式を用いることができる。

$$\log D = -2 \ 3.1 \ 6 + \frac{1}{2} \ \log \eta' \ q' \ + \frac{3.2 \ 2 \ 7 \times 1 \ 0^{-2}}{(l' / \eta' \ q') + 1.5 \ 8 \ 7 \times 1 \ 0^{-3}}$$

(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。

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

-92-

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(4.21)式あるいは(4.22)式(すなわち, Fig. 4.25あるいはFig. 4.26)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60EI/Vhの値が43~55KJ/cm<sup>2</sup>,鋼のTIG 溶接では32~
   44KJ/cm<sup>2</sup>,鋼のサブマージアーク溶接では44~75KJ/cm<sup>2</sup> 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12m/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(温度匂配)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たった。

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。

-94-

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次元的TIG 溶接,HT 80 においては、 同じく2mm厚の板の2次元的TIG 溶接ならびに12mm厚の板の2次元的サプ 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。

Mark	Arc current(I) (A)	Arc voltage(E) (V)	Welding speed(V) (cm/min)	60EI/V (KJ/cm)
A	110	1 2.0	1 6.2	4.9
В	160	1 4.0	1 5.6	8.6
С	190	1 4.5	1 5.2	1 0.9

Table 5.1 TIG arc welding conditions for commercialpurity nickel (Thickness : 2 mm)

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

溶接入熱としては4.9,8.6ならびに10.9KJ/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、ぞれ 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までの間において 行たっている。

Figs・5.3, 5.4ならび に5.5をみると、実測値と 計算値とはかたりよく一致している。



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

2mm 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. 5.3 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)

-97-

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	1 2.5	1 5.5	4.3
B	130	1 2.5	1 5.5	6.3
Q	150	1 4.0	1 4.3	8.8

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

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

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 H A Z に かける オーステナイト結晶粒度の 測定 値と熱サイクル過程に かける結 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  $\Delta t = 0.1$  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





に かいて 明らかにしたように、本章で 用いた前処理状態に かいては、加熱途中の 800 °C に かける結晶 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 か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

--99--

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	4 0	4 1.4	5 2.2
В	900	4 0	2 4.0	9 0.0

ドを得やすいので,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 /omと2 段階に変 化させた。

御定した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 溶接なよ び鋼のTIG 溶接ならびに サブマージアーク溶接の実 用の溶接入熱範囲において、 HAZ の結晶粒度は熟サイ



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 Fig. 5.11 Distributions of austenite 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。



grain size in HAZ of submerged arc welded HT80 (Comparison of measured value with the value calculated using grain growth equation)

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 たの

初期粒度の影響 5.4.1

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 0.0 3, 0.1 0, 0.1 4 ならびに 0.2 2 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

-101-



Fig. 5.12 Effect of initial grain size ongrain 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 にないては、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、一般的にいえば、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

-102-
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。

とのことから, 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 考えられる。

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<sub>0</sub>の値を代入すると(5.2)式が
 得られる。

$$\frac{D_0^{4^{4}}}{\sum_{l} \Delta t_l \cdot \exp(-Q/RT_l)} < 4.415 \times 10^{10}$$
 (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<sup>-14</sup> (min)である。 との値を(5.2)式に代入すること により、f < 1.1となるための条件  $dD_0 < 0.23$ 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0.23mm以下の場合はすべて 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(< 0.2 2 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  $\sum_{l} \triangle t_{l}$ exp $(-Q / RT_{l})$  in HAZ of TIG arc welded Ni

$$-103-$$

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. 5.1 5 は、Niを 4.9 なら びに1 0.9 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. 5.1 5 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

-104-

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うける。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で,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 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、ビーク温度分布の 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

-105-

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件

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~~ 0.0 3mmとし、加熱途中の800°Cから冷却途中の800°C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

Ni

1400

-106-

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1000~1100 °C以上になると温度上昇とともに急激に成長し,とくに ビ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ビ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 H T 8 0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た一般的な焼入 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 0.0 5 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 °C で結晶粒



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

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°Cにおけるオーステナイト結晶粒度を0.015

-107-

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°C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 5.2 2 に示す。これらの図 においては、横軸は溶接熱サイク ルのビ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 ( $\theta$ : Temperature during weld thermal cycle,  $\theta_{\rm m}$ :Peak temperature,  $D_0$ :Initial grain size,  $D_{\rm f}$ : Final grain size )

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

-108-

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ビ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 6 0 ~ 8 0 % 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. 5.2 3 Relative amount of grain growth during weld thermal cycles in HAZ of TIG arc welded HT80

-109 -

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、との場合も前記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 5.2 5 は 2 mm 厚の N i をそれぞれ 4.9 ならびに 10.9 KJ/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 $\Delta t$  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、溶熱熱サ イクル過程の温度 $T_i$ にお ける結晶粒度と湿度 $T_{i-1}$ 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

-110-

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, ビ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α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。

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

( 5.3 )



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

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ねあいに 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<sup>3</sup>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

-111-

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. 5.2 4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、2mm厚の HT80を溶接入熱6.3KJ/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



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

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。

## 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

-112-

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。







(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80Kg/md 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くる。

-113-

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。

-114-

## 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HAZ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HAZ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HAZの性質を予測したり、これとは逆にHAZ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,最近は高張力鋼のHAZ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<sup>17),18)</sup> 、 オーステナイト結晶粒度に着目した場合,HAZ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HAZ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100Kg/má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, HAZ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HAZ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/m<sup>2</sup> 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

実験に供した材料は第3章のTable 3.1 に示したHT80ならびにHT 100である。

HT80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15min保持後水冷ならびに470°Cの 鉛浴中に投入して15min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、上部ペ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 ペイナイト+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0.05~0.8mm に変 化させた。

HT100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HT80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ESSO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(COD) 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COD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<sup>51)</sup>。

-116-

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<sup>52)、53)</sup>。

このように、 $_{v}T_{rs}$ が破壊じん性と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 $V / _{v} + v$ ・ルビ試験を行ない、オース テナイト結晶粒度と $_{v}T_{rs}$ との関係を求めた。

シャルビ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 マノッチを入れたJIS4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 HT80ならびにHT100の

焼入れ材, Photo. 6.2 ならび
に Photo. 6.3 はそれぞれHT
8 0 の 4 3 0.°C ならびに 4 7 0
°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 ないては針状のフェライトの 間に微細な炭化物のほかに島状



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<sup>54)</sup>。

HT80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 $0.05 \sim 0.8$  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 $_vT_{rs}$ 

-117--

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  $0.1 \sim 0.3 \text{ mm}$ 以上になると  $v^T rs$  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  $v^T rs$  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0.05~0.8mm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0.1mm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0.05mmに なるとじん性はかなり良好

になると考えられる。



(a) HT80



<u>,50ч</u> (b) НТІОО

 $v^{T}rs$ の低下はいちじる Photo. 6.1 Microstructures of brine しく、もとのオーステナイ quenched steels (Prior austenite grain size: ト結晶粒度が約 0.0 5 mmに 0.05 mmに Stehant:Nital)

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。

-118-









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 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 CO2 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 以トで あり 55), プラズマアーク溶 接においても同様である56)

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2~6KJ/cm であり<sup>57)</sup>,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4.5KJ/cm 以下に対応 する溶融幅を推定すると約2.3mm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

-120-

あると考えられる。

C

D

E

50

50

50

とのようなことから、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<sup>58)</sup>の値は1.0 たらびに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

(Thickness: 25mm)						
Mark	Accelerating voltage (E) (KV)	Beam curront(I) (mA)	Welding speed(V) (cm/min)	60EI/V (KJ/cm)	Penetration depth (h <sub>W</sub> ) (cm)	60EI/Vh <sub>W</sub> (KJ/cm <sup>2</sup> )
A	50	70	20	1 0.5	0.9	$1\ 1.7$
В	5 0	8 0	3 0	8.0	1.0	8.0

60

120

240

6.0

5.0

4.4

1.7

21

2.0

120

200

3 5 0

3.5

2.4

2.2

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



Photo 6.4 Microstructure of HAZ of electron beam welded HT100 (50KV, 80mA, 30cm/min.60EL/Vhw:80KJ/cm<sup>2</sup>, 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, 60EL/Vhw:35KJ/cm<sup>2</sup>, 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/Vhw:2.2KJ/cm<sup>2</sup>, 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HAZのオーステナイト結晶粒度分布の測定結果を示す。との場合, 溶け込 みの中央付近でほぼ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。

-122-





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. 6.7 Distribution of austenite grain size in HAZ of electron beam welded HT100 Figs.  $6.4 \sim 6.8$  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<sup>59)</sup>。

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7'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の幅がきわめてせ まい場合には,実験により換算係数7' 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7'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



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

とを比較することにより η'の値を求めることにした。

 $\eta'$ 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 (60 EI/V)を溶け込み深さ( $h_w$ )で割った値(60 EI/V $h_w$ )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 $\eta'$ 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、 $\eta'$ を0.8として(4.18)式を用いることによりほ ぼ計算しうることが明らかにたった。

-124-

6.4 100 Kg/ma 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 $EI/Vh_w = 1$ 1.7 KJ/cm)ならびにもっとも小さな溶接入熱( 60 $EI/Vh_w = 2.2$  KJ/cm)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



504 HAZ ->Weld metal

Photo. 6.7 Microstructure of HAZ of electron beam welded HT100 (50KV, 70mA, 20 cm/min, 60 EI/Vhw: 11.7 KJ/cm<sup>2</sup>, 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タル 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



HAZ < >Weld metal 504 J

Photo. 6.8 Microstructure of HAZ of electron beam welded HT100 (50 KV, 350 mA, 240 cm/min, 60 EI/Vhw: 22 KJ/cm<sup>2</sup> 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 Fig. 6.10 Distribution of hardness in HAZ of olectron beam electron beam welded HT100 welded HT100

hardness in HAZ of

-126-

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 $_vT_{rs}$ はいちじるしく低下し、約0.0 5 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HAZの 溶融線近傍のオーステナイト結晶粒度を0.0 5 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べばよいかを結 晶粒成長式を用いて検討した。

前節で得られた結果より  $\eta'$  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(60 $EI/Vh_w$ )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 0.0 15mm として 計算を行たっている。

前節の Figs.  $6.4 \sim 6.8$  にお いては、HAZ 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 の要測値は HAZ 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 0.02mm として計算した値とほぼ一致し



Fig. 6.11 Effect of heat input on austenite grain size near the fusion line in electron beam welded HT100

ている。このようなことから、 1' の値を 0.0 2 mm とすることによりHAZ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。

-127-

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 さくたる。このような場合にはD<sub>0</sub>の影響も無視しうるので、*l*′ならびにD<sub>0</sub> を零とおいた(420)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0.05mm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のじん性がかた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<sup>60)</sup>。

$$h_{w} \propto \frac{EI}{V^{0.3 \sim 0.5}} \times \frac{1}{\phi^{0.6}} \quad (\phi \leq 3 \text{ mm}) \quad (6.1)$$
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)

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。

$$\frac{6\ 0\ E\ I}{V\ h\ m} \propto \frac{\phi\ 0.6}{V\ 0.5\sim0.7} \tag{6.2}$$

(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 ゅう分を溶け込み深さを得るためには,同時にE imes 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な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 6 0  $EI/Vh_w$  の値を前述の 2.6 KJ/cm 以下におさえること ができ、かつかた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 H A Z 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100Kg/ma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、HT100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100Kg/má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0.05mmから0.8mm,80Kg/ má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0.05mmから0.1~0.3mm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 $_{v}T_{rs}$ は低下 する。とくに、100Kg/má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0.1mm以下にすると $_{v}T_{rs}$ 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0.05mm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,  $\eta'$ 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/m 級高張力綱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/m 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。

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 イクルの微少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600°C/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 Kg/mf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

-131-

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°C)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°C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80㎏/加級高張力綱のTIG溶接およびサブマージアーク溶接 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 45 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8034/m2級高張力綱の2次元ビードHAZの結晶粒度分布式(417) 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、( 418 ) 式は80 <sup>K</sup>g/ma 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100%/m 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、80%/md 級の高張力綱においてはTIG溶接 たらびにサブマージアーク溶接における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

-132-

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, 粒度が0.05mmから $0.1 \sim 0.3$ mmの範囲, 80ならびに100  $g/m_{n}$ 級 高張力 鋼のマルテンサイト組織については 0.0 5mm から 0.8mm 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  ${}_{n}T_{rs}$  は低下することを明らか にした。とくに、100 kg/mâ 級 高張力綱の 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0.1mm以下では $T_rs$ 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0.05mm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 $\eta'$ 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/md 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/cm<sup>2</sup>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 0.0 5 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。

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

- 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, <u>64</u> (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, <u>35</u>-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, <u>185-3(1949)</u>, <u>233-240</u>
- 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., <u>38-11(1959)</u>, <u>435</u>, -440
- 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

-135-

temperature of forgings used in power-generating equipment, JISI, <u>193</u>-12(1959), 329-349

- 12) K. J. Irvine et al. , The impact properties of low carbon bainitic steels, JISI, <u>201</u>-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)、<u>40</u>-329(1974)、 9-22
- 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,<u>33-11</u>
   (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., <u>48</u>-2(1969),  $70_{s} - 79_{s}$
- 22) M. J. Lucas et al. ; The Weld Heat-Affected Zone in Nickel Base Alloy 718, W. J., <u>49</u>-2(1970), 46 -54

-136-

- 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,  $\underline{19}-7$  (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,  $\underline{3}(1952)$ , 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.,  $\underline{7}-6(1959)$ , 411-414
- 30) G. F. Bolling et al.; Some Effect of Impurities on Grain Growth in Zone-Refined Lead, Acta Meta., <u>6</u>-4 (1958), 288-292
- 31) P. Gordon et al.; The Effect of Purity on Grain Growth in Aluminum, Trans. AIME, <u>233</u>-2(1965), 391-397
- 32) 田上俊男他;実用α, α+β T<sub>1</sub>合金中の結晶粒成長,日本金属学会誌, <u>37-5(1973),535-539</u>
- 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

-137-

- 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, <u>86-1</u> (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,<u>60</u>-2(1974),226-238
- 47) D. Rosenthal; Mathematical Theory of Heat Distribution During Welding and Cutting, W. J., 20-5(1941),  $220_s - 234_s$

-138-
- 48) A. A. Wells; Heat Flow in Welding, W. J., 31-5 (1952), 263 -267 .
- 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; ブラズマ溶接, 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

## 本論文に関連した発表論文

- 「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
- 「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, <u>42</u>-8(1973),790-797
- 5. 「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, <u>44</u>-2(1975),161-167
- 4. "Grain Growth of Commercial-Purity Nickel, Copper and Aluminum during Weld Thermal Cycle", Technology Reports of the Osaka University, <u>23</u>-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, <u>4</u>-2(1973), 167-173
- 6. "Grain Growth of Commercial-Purity Nickel in Weld-Heat Affected Zone", Trans. of the Japan Welding Society,  $\underline{6}-1(1975)$ , 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

-140-

