

---

# ウォータールー大学（カナダ） 研修報告書

## ステンレス鋼における凝固割れに関する研究

先進理工系科学研究科 機械工学プログラム 有馬建是

### 1. はじめに

2022年7月25日から8月8日の間、カナダのウォータールー大学において研究を行った。その報告を以下に示す。

### 2. 共同研究課題の決定

本研究では、溶接時の凝固割れおよび凝固現象についての基礎的な研究を行っている。広島大学では光学顕微鏡、高速度カメラ、レーザー熱源を組み合わせ、熔融地後端部の凝固現象、融液の残留現象を高速度、高倍率で直接観察システムの開発を行っている。本システムを用いることで、溶接中に残留融液が減少する様子を定量的に評価し、また異なる溶接条件、供試材料における凝固現象の変化を観察することを検討している。そこでウォータールー大学では、溶接中の組織を急冷凝固させた試験片や凝固割れ破面を持参し、CAMJ の高精度な分析装置を用いて分析を行い、その場観察画像と合わせて、溶接中に残留融液が残存している領域をより明らかにする取り組みを行った。

### 3. 共同研究のスケジュール

7月25日 出国

7月26日～8月7日 研究

8月8日 帰国

### 4. 共同研究派遣先の概要

大学名：University of Waterloo

所在地：カナダ オンタリオ州

指導教員：Prof. Adrian Gerlich

### 5. 共同研究内容

#### 5.1 概要

ステンレス鋼は優れた耐食性を持ち、各種産業用機械から発電用プラントなど広く使用されている。特にオーステナイト系ステンレス鋼は高温強度、靱性にも優れており、ステンレス鋼の中でも最も広く用いられている。しかし、オーステナイト系ステンレス鋼の溶接時には施工中に発生する高温割れが問題になり、高温割れの中で非常によく見られるものに凝固割れがある。本研究では特にオーステナイト系ステンレス鋼を対象に、溶接中の凝固現象を高倍率で直接観察する取り組みを行っている。デジタル技術、光学技術などの発展により、溶接中の各種現象をその場観察することが近年可能になってきている。本研究では、光学顕微鏡、高速度カメラおよびレーザー熱源を組み合わせた溶接凝固現象の高倍率その場観察システムを開発し、熔融地後端部の凝固現象、融液の残留挙動、割れ発生現象などの高速度・高倍率での直接観察を検討している。(Fig.1,2)

上記の取り組みと並行し、材料の割れ感受性を評価するトランスバレストレイン試験や、溶接中に液体スズを用いることで凝固途中の組織をフリーズさせる実験を行っている。本試験により得られた割れ破面や急冷凝固組織は溶接中の凝固現象について議論するうえで重要な証拠となる。本学では OM、SEM を用いてこれらの観察を行っているが、高倍率での高精度な観察やマイクロな領域の成分分析を行えていない。そこで今回の海外共同研究では、上記の試験片を持参し、ウォータールー大学の装置を使用させていただき高精度な分析を行った。

---

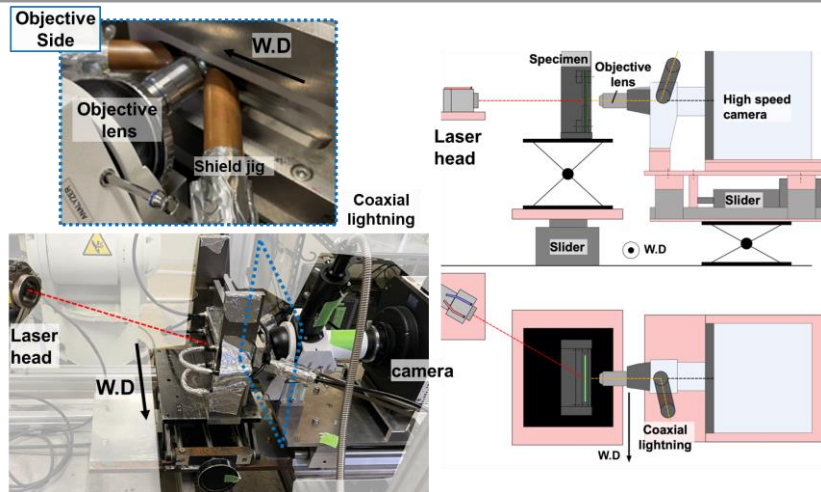


Fig 1 Schematics of the in-situ observation system

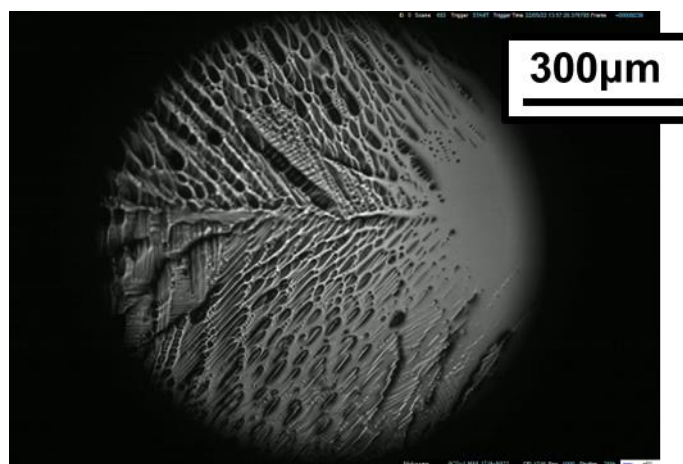


Fig 2 Image of high magnification in-situ observation

## 5.2 実施項目

### 5.2.1 トランスバレストレイン試験片の割れ破面観察

本項目では、トランスバレストレイン試験を実施し、SEMにより割れ破面の観察を行うことで割れ発生時に液が多く残存していた領域と、凝固末期であった領域との破面形態の変化に着目した。実験詳細については5.3.1に示す。また、実験にはSUS310Sを供試している。

### 5.2.2 急凝固組織のBTR温度領域における成分分析

本項目では派遣先研究室の所有している高精度なEDXを用いて、広島大学で作成した液体Snによる急凝固組織の成分分析を行った。実験、分析の詳細については5.3.2に示す。5.2.1と同様、SUS310Sを供試している。

### 5.3 実験条件

#### 5.3.1 トランスバレストレイン試験片の割れ破面観察

Fig.3 にトランスバレストレイン試験の模式図および実験条件を示す。本試験機はヨークと曲げブロックにより構成される。試験片端部分から溶接を行い、熔融池が試験片中央部に達すると溶接を終了し、それと同時にヨークを瞬間的に落下させることで、溶接金属表面に強制的な曲げひずみを付加させている。熱源にはファイバーレーザーを用いており、デフォーカスを 50mm とりスポットを 3mm 程度として TIG と同等の熱源としている。曲げひずみの値は  $t/2(R+t)$  の値が 3% ほどで割れ長さの値が飽和することが知られており、今回は 3.3% となるように条件を決定した。

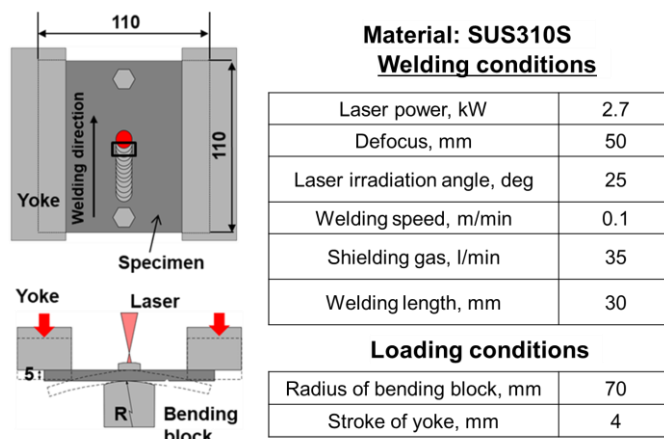


Fig. 3 Schematics and experimental conditions

#### 5.3.2 急凝固組織の BTR 温度領域における成分分析

Fig.4 に液体 Sn を用いた急冷実験の外観と実験条件を示す。本実験における溶接条件は、Fig.1,2 で示した高倍率その場観察の際の条件と同じものとしている。また、Fig.5 に高速度カメラによる撮影画像および実験後のビード外観を示す。右側から熔融池後方に向かって液体 Sn を流しており、熔融池に液体 Sn が覆いかぶさった瞬間に溶接を終了している。Fig.6 は実験後研磨、電解腐食を行った試験片に対して OM 観察を行った画像である。BTR 温度領域内で形態が変化している様子が確認できる。

今回は、Fig.6 に示すような溶接時の凝固方向に対して、複数の地点における成分元素の偏析に着目し、成分分析を行った。

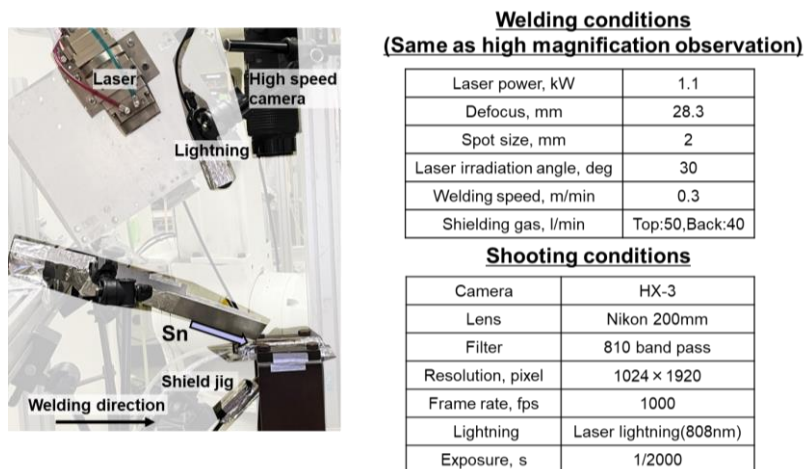


Fig. 4 Experimental appearances and conditions

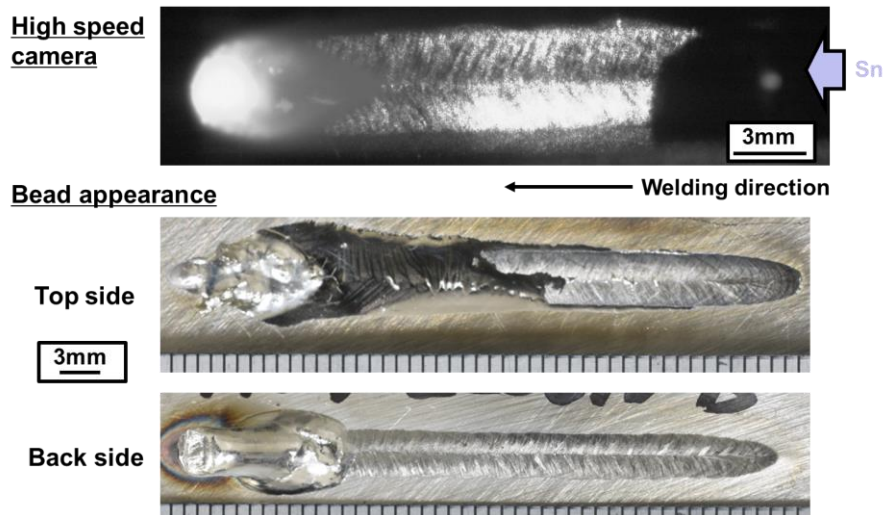


Fig. 5 Experimental results

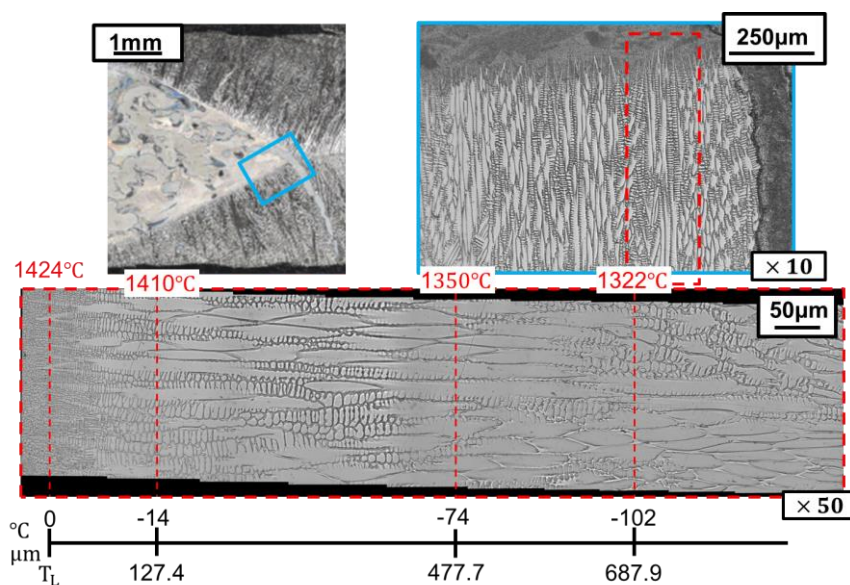


Fig. 6 OM images

## 5.4 実験結果および考察

### 5.4.1 トランスバレストレイン試験片の割れ破面観察

Fig.7 に一ド表面を広域に観察した画像を示す。今回は図中の赤い枠で示した割れ破面を高倍率で観察した。なお、破面を開口させることなくそのまま観察できると判断し、実験後の破面の観察している。Fig.8 に高倍率で破面を観察した画像を示す。割れ破面の長さはおおよそ  $700\mu\text{m}$  ほどであり、破面の形態は液が多くあったと考えられる高温側（左側）から凝固末期である低温側（右側）にかけて段階的に変化している。赤枠で示す領域（液相境界から  $41\mu\text{m}$  ほど）では、破面は丸みを帯びまた凹凸が見られ、まだ液が多くあったと思われる。次に黄色枠で示す領域（液相境界から



160  $\mu\text{m}$  ほど) では、丸みはなくなり、凹凸も徐々に小さくなっている。緑色枠で示す領域 (液相境界から 415  $\mu\text{m}$  ほど) では、凹凸が残っている領域からさらにフラットな形態に変化している様子が確認できる。さらに低温側の青色枠で示す領域 (液相境界から 606  $\mu\text{m}$  ほど) まで、フラットな面が続いている。この結果から、BTR 温度領域のかなり高音域 (100  $\mu\text{m}$  ほど) までで、液の量はかなり減少し、さらに 400  $\mu\text{m}$  の領域にかけ徐々に液が減少していき、さらに低温域になると液はほとんど残っていないのではないかと考えられる。さらに今後、トランスバレストレイン試験時の温度計測を行うことで、BTR 温度領域における液相率の変化についても検討することができるのではないかと考えている。

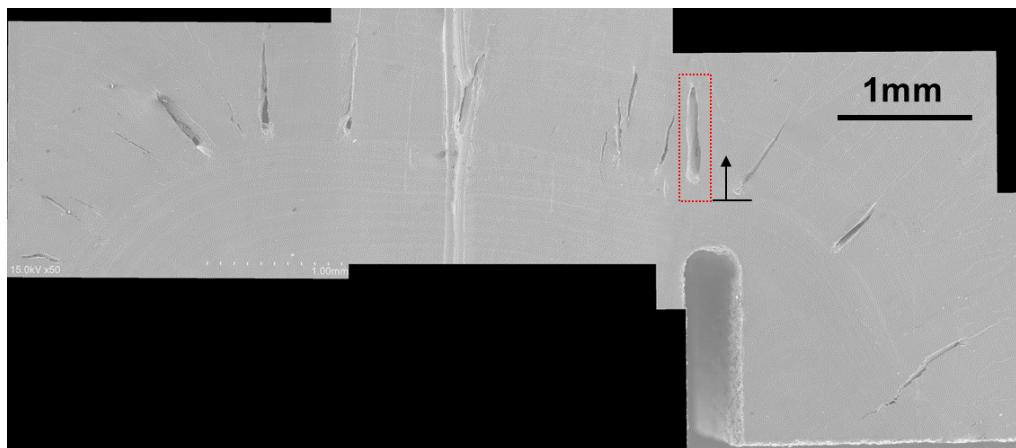


Fig. 7 Wide-area observation of bead surface (SEM)

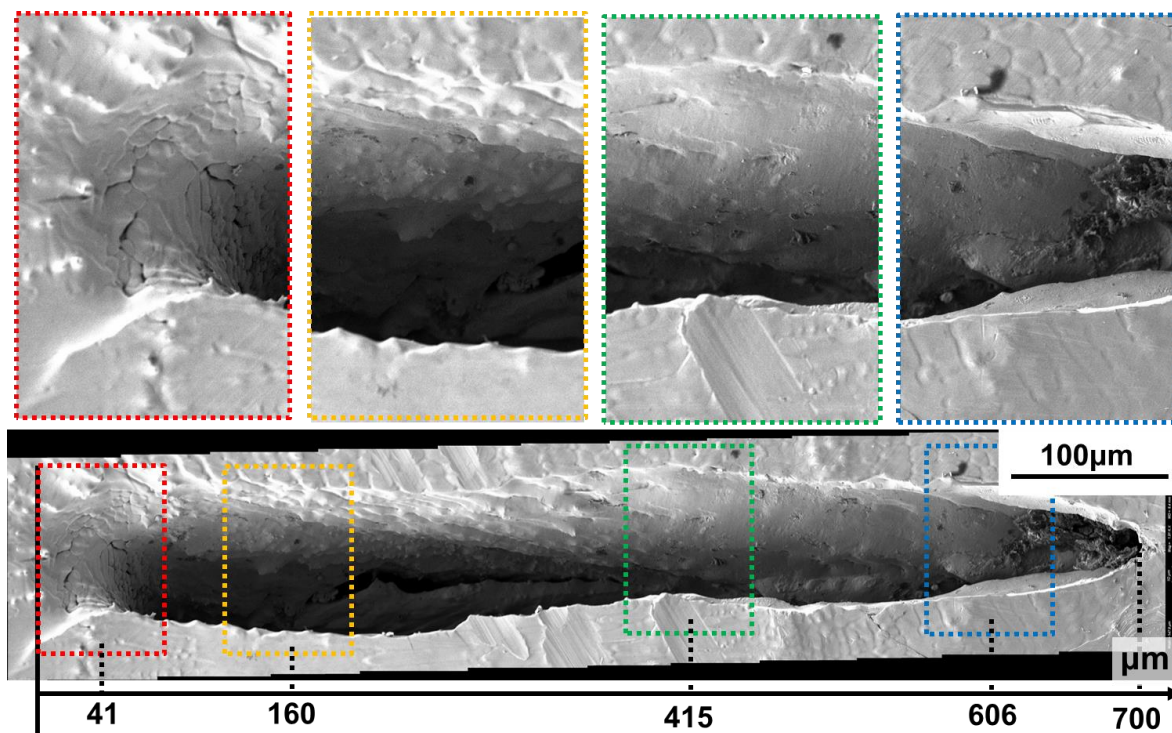


Fig. 8 Detailed observation of fracture surface

### 5.4.2 急凝固組織のBTR 温度領域における成分分析

Fig.9 に SEM により取得した Sn 急凝固組織の画像を示す。今回は、凝固方向に沿って液相境界からの距離が異なる 3 か所の領域において EDX による成分分析を行った。Fig.10~12 にそれぞれの結果を示している。いずれの領域においても dendrite 間において Cr, Si の偏析が確認された。不純物元素として、低融点化合物を形成すると考えられる P, S は非常に微量であることから、今回の分析では検出できなかった。また、各位置において偏析の割合に差がみられるかどうかを確認するために、それぞれの領域において点分析を行い、差をとることで定量的なデータの出力を行った。Fig.13 に各元素における点分析の結果を示す。Cr については凝固末期になるにつれて偏析が進行していることがわかり、Si についても程度は小さいが似た傾向がみられる。一方、P, S については、変化は見られなかった。今後、液相率の変化と合わせて考えるためには、より詳細な領域の観察および P が検出できるような高精度な分析を行っていかねばと考えている。

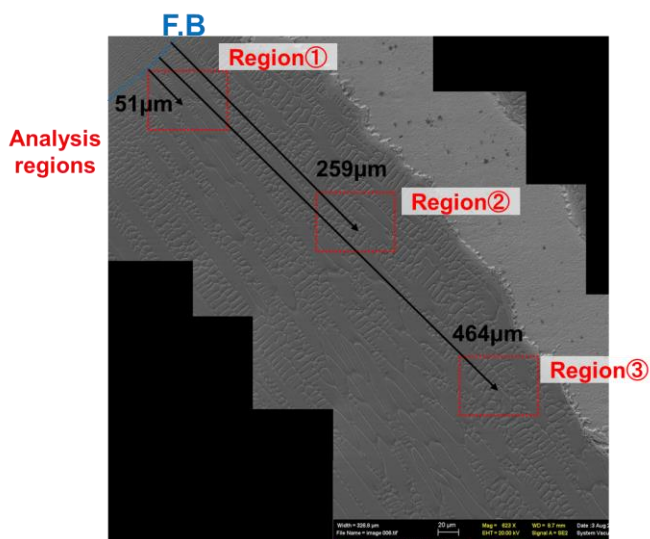


Fig. 9 Analysis of regions

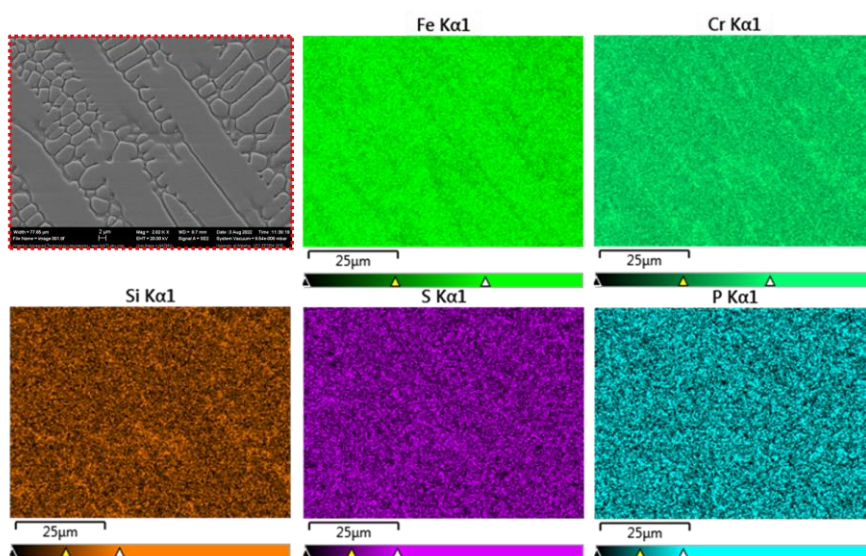


Fig. 10 Elements mappings (Region1)



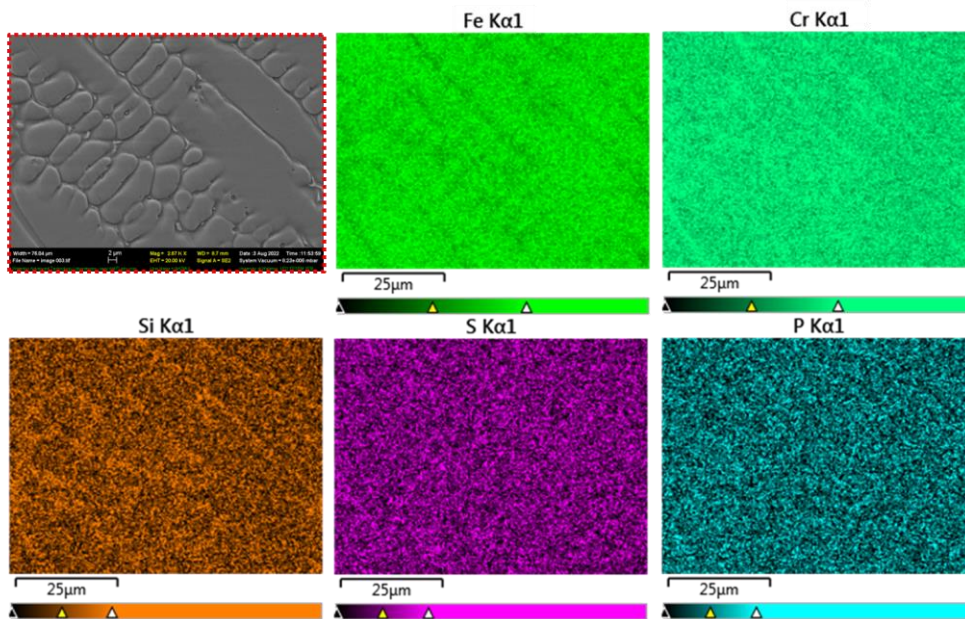
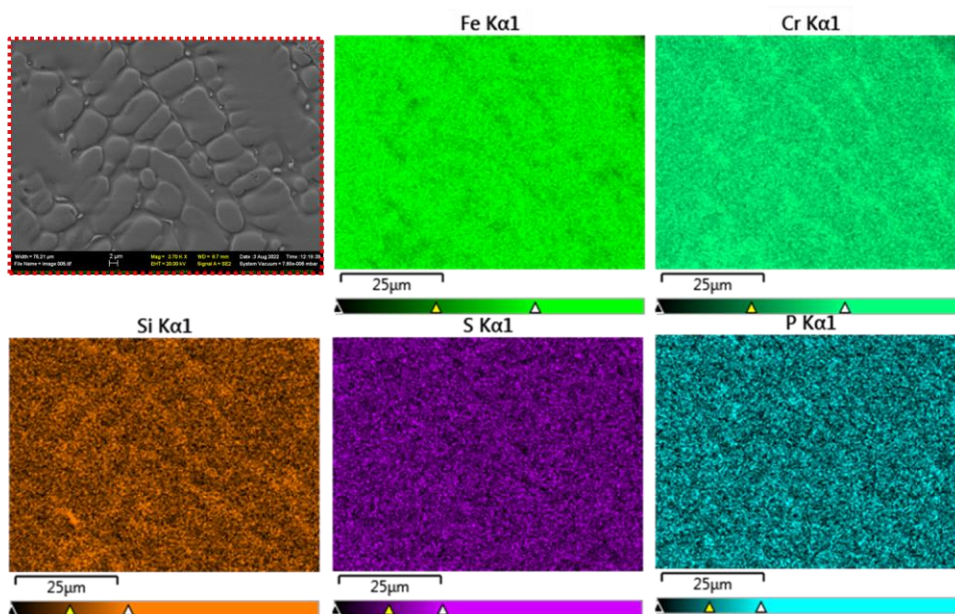


Fig. 11 Elements mappings (Region2)

Fig. 12 Elements mappings (Region3)



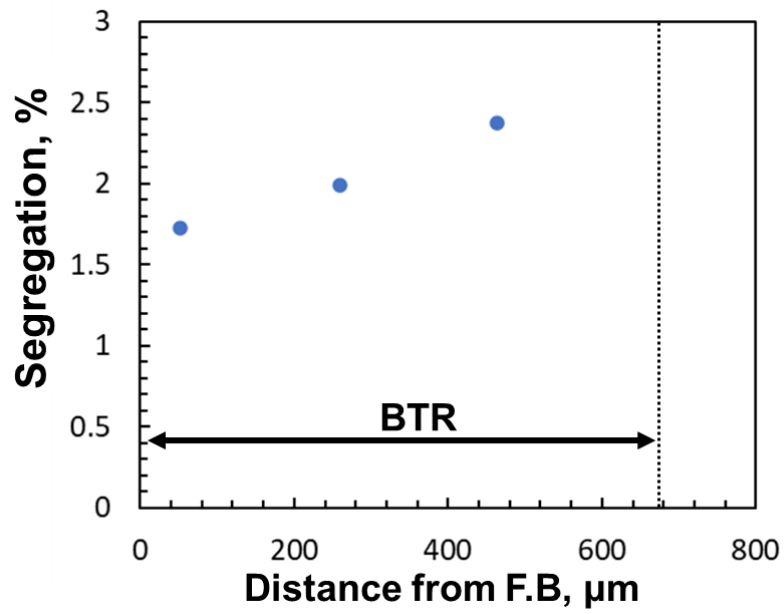


Fig. 12(a) Change of segregation in BTR(Chromium)

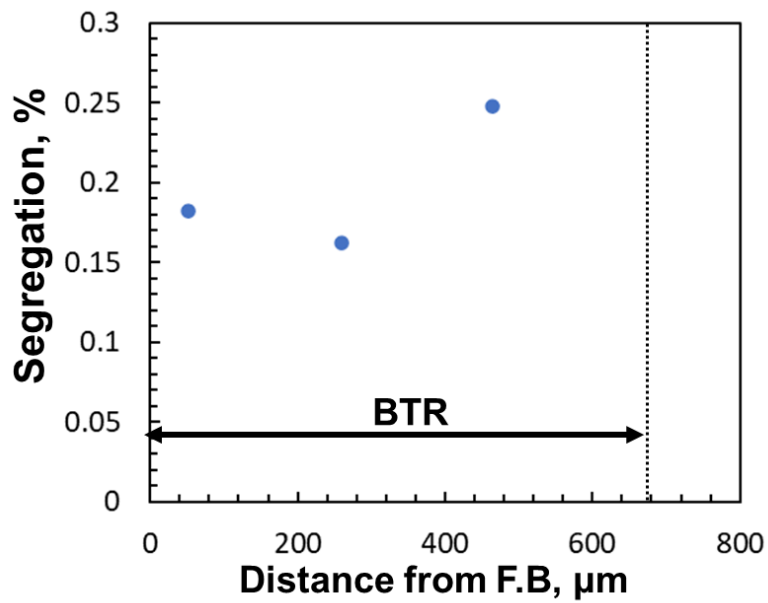


Fig. 12(b) Change of segregation in BTR(Silicon)



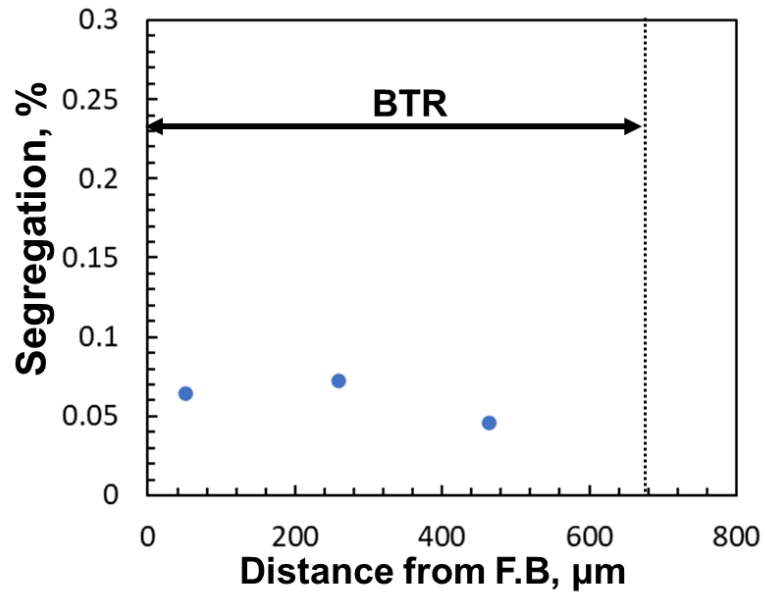


Fig. 12(c) Change of segregation in BTR(Phosphorus)

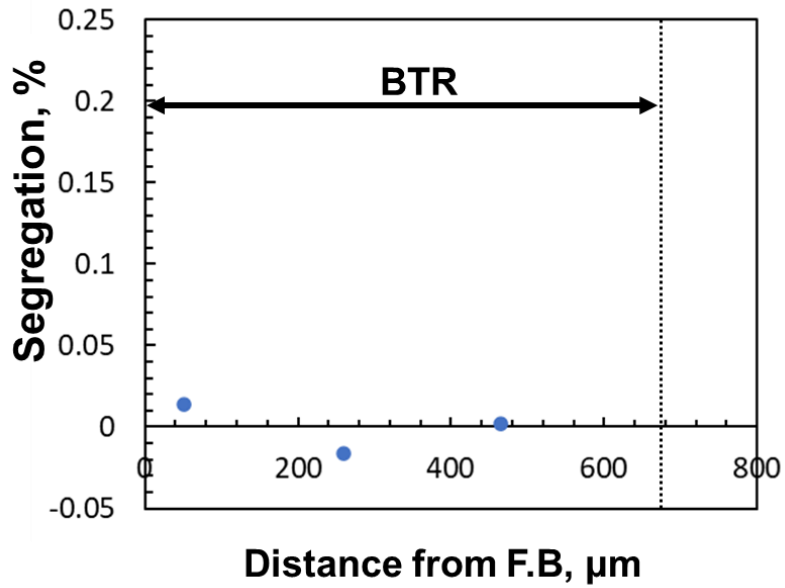


Fig. 12(d) Change of segregation in BTR(Sulfur)

---

## 6. まとめ

今回の海外共同研究において実際に海外の異文化において研究に集中して取り組む経験はこれからの人生においてとても貴重な経験となった。日本において研究を進めていくのとは異なり派遣先ならではの研究の考え方や進め方を体験できたと考えている。さらに、日本での研究に取り組む姿勢に関してもこれまで以上に改善すべき点を発見できる機会となった。特に自分の意見をしっかりと主張すること、他人の意見などを理解するまで何度も確認することなどに関しては自分の研究を行っていく上で協力を得るという点に関しても非常に重要であると感じた。今後ともこの経験を活かしていきたいと思う。

## 7. 謝辞

本研究において熱心なご指導を頂きました Adrian Gerlich 教授、研究面のみならず、現地での生活を助けていただいた CAMJ 研究室の学生の方々に厚くお礼申し上げます。また、このような機会を与えてくださった広島大学接合プロセス工学研究室の山本元道教授、崔正原助教に厚くお礼申し上げます。最後に、海外共同研究をサポートしていただきました実行委員会の諸先生方、工学系総括支援室の皆様に厚くお礼申し上げます。

---