ケベック大学高等工科大学（カナダ）　研修報告書
組成制御オーステナイト系ステンレス鋼の延性低下割れ感受性評価

先進理工系科学研究科　機械工学プログラム　上所　可菜子

1. はじめに

2025 年 7 月 29 日から同年 9 月 2 日の間，カナダのケベック大学高等工科大学において研究を行った．以下に結果を報告する．

2．研修/共同研究課題の決定

本研究室では異なる化学組成および凝固モードのオーステナイト系ステンレス鋼を作製し，高温引張試験を行うことで高温延性曲線を導出し，高温割れの 1 つである延性低下割れの割れ感受性評価を行った．

一方でカナダのケベック大学高等工科大学(ETS)の LOPFA(先端製造プロセス最適化研究室)では金属材料の表面処理や材料特性評価などの研究が盛んに行われており，最新の分析機器を多く所持している．そこで本研究室で実施することが難しい金属組織の詳細な観察を行うことで割れが発生しやすい結晶粒形状や組織の特徴などを調査し，高温引張試験の結果と結び付けることでより高精度かつ詳細な延性低下割れ感受性評価を行うことを目的とした．

3．研修/共同研究スケジュール

7 月 29 日　出国
7 月 30 日～9 月 2 日　研究
9 月 3 日　帰国

4．研修先/共同研究派遣先の概要

大学名：École de technologie supérieure
所在地：カナダ ケベック州 モントリオール
指導教員：Prof. Philippe Bocher

5．研修/共同研究の内容

5.1 研究背景

オーステナイト系ステンレス鋼は優れた耐食性，耐熱性を有しており，様々な分野での需要が高まっている．一方で溶接時に延性低下割れが発生しやすいというデメリットがある．延性低下割れとは溶接時の液膜が関与しない固相領域で発生し，延性が低下した粒界が開口することで生じる．割れ発生の原因としては P や S などの不純物元素の偏析や粒界析出物などが挙げられる．加えて，凝固モードや化学組成なども割れ感受性に大きく影響を与えると報告されている．オーステナイト系ステンレス鋼は火力発電プラントなどの厳しい環境下でも利用されるため，小さな割れの発生が大きな問題になる可能性がある．そのため延性低下割れ発生予測および防止のために化学組成とそれに伴う組織および凝固モードが延性低下割れ感受性に与える影響を調査することが非常に重要となる．

5.2 研究目的

本研究では Ni 当量，Cr 当量をコントロールした組成制御オーステナイト系ステンレス鋼を用いてその場観察高温引張試験を行うことで，化学組成や凝固モードが延性低下割れ感受性に与える影響を調査することを目的とした．また引張前後の評価部の組織観察を行うことで，組織と割れ感受性の影響についても調査を行った．

5.2.1 可視化技術を併用したその場観察高温引張試験

本研究では Ni 当量，Cr 当量をコントロールした試験片を用いて，可視化技術を併用したその場観察高温引張試験を行うことで化学組成や凝固モードの異なる材料の延性低下割れ感受性評価を行った．試験の概略図を Fig.5.2.1 に示す．本試験では試験片の評価部を局所的に加熱しつつ引張試験を実施し，その過程をカメラで撮影することでその場観察を行う．加えて取得した映像を解析することで，試験片評価部における局所ひずみを定量的に計測することが可能である．

加熱には高周波加熱器を用い，評価部の温度を均一に保持しながら加熱する．また引張試験ではひずみ負荷速度を制御することで，多層溶接時の熱ひずみ条件を再現しつつ割れを発生させることができる．さらに評価部にビッカース圧痕を付与し，その挙動をカメラで撮影した映像を解析することで，隣接する圧痕間距離の変化からひずみ履歴を取得する．これにより一般的な高温引張試験におけるクロスヘッド変位などのマクロなひずみ計測に比べ，より局所的かつ高精度なひずみ測定が可能となる．

本試験では，ひずみ履歴の取得に加えて，試験温度の導出と割れの有無の確認を行う．試験温度は，評価部裏面に取り付けた熱電対から得られる温度履歴の平均値を用いて導出する．割れの有無については，試験後に走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて各ビッカース痕間を観察することで判定する．その結果を基に，縦軸にひずみ，横軸に試験温度をとり，各痕間の割れ有無に対応したひずみ値をプロットする．さらに各温度で割れが発生した最小ひずみ値（最低延性値）を結ぶことで，Fig.5.2.2 のような高温延性曲線を導出する．本研究では，この試験手法を用いて，Ni 当量および Cr 当量を変化させた試験片の延性低下割れ感受性の評価を行った．

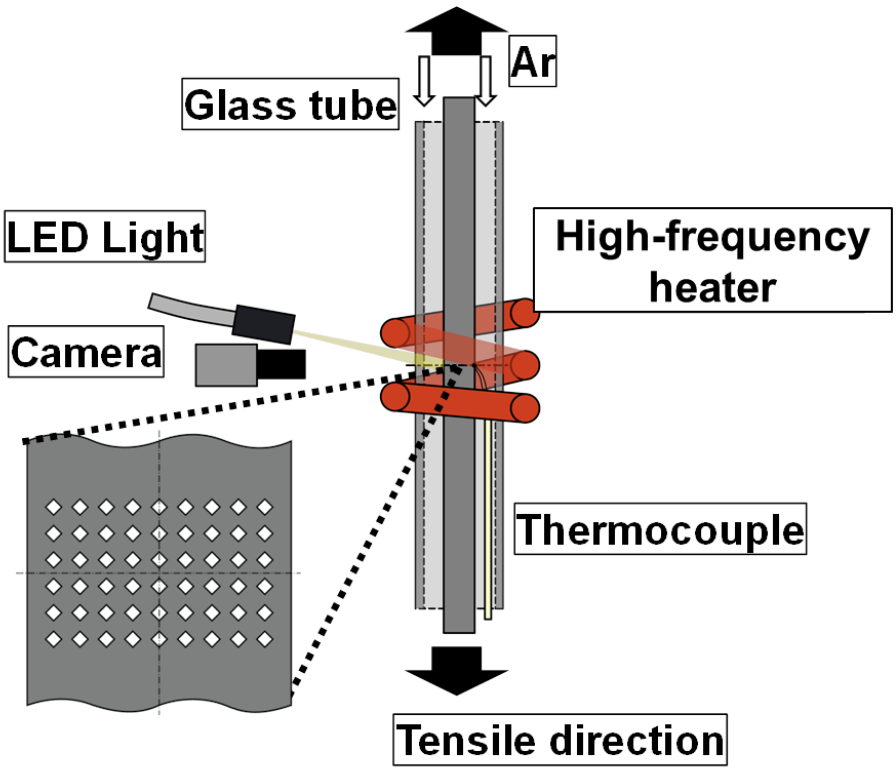


Fig.5.2.1 Schematic illustration of high temperature tensile

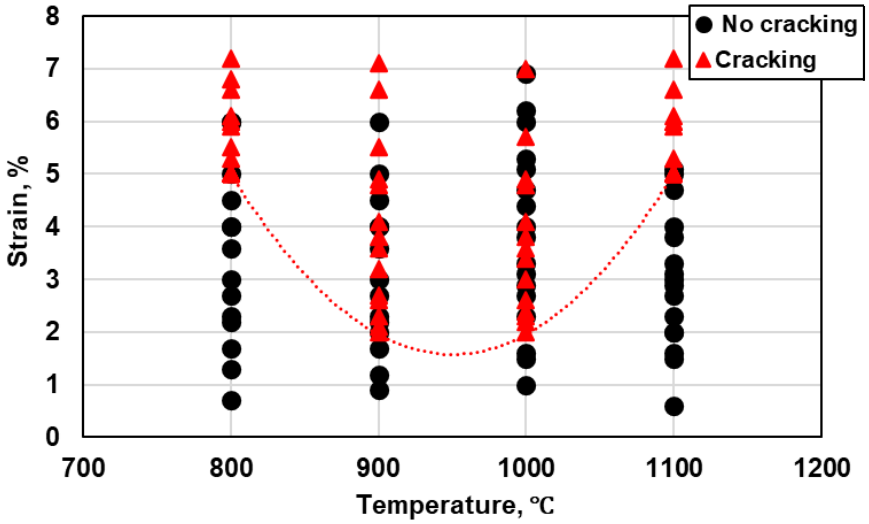


Fig.5.2.2 High temperature ductility curve.

5.3 供試材料

溶接金属作製に使用した和親の化学組成を Table5.3.1 に示す．また,シェフラー線図を用いて，使用ワイヤの組成を縦軸 Ni 当量，横軸 Cr 当量の座標上にプロットした結果を Fig.5.3.2 に示す．なお Ni 当量，Cr 当量は以下の式で求めている．

$$\text{Ni eq} = \%\text{Ni} + 30\times\%\text{C} + 0.5\times\%\text{M} \quad (2.1.1)$$

$$\text{Cr eq} = \%\text{Cr} + \%\text{Mo} + 1.5\times\%\text{Si} + 0.5\times\%\text{Nb} \quad (2.1.2)$$

本研究では溶接金属の組成を制御するために, 2 種類のワイヤの送給比を調整し，溶接金属の組成を 2 本のワイヤを結ぶ直線上で変化させた．これにより，Ni 当量，Cr 当量および凝固モードをコントロールした溶接金属を作製することが可能である．各組において, Ni および Cr の含有量が異なり，それ以外の元素はほぼ同量である．溶接金属の作製条件として，送給比を 1:1, 2:1, 1:2 の 3 種類設定し，合計 3 種類の溶接金属を作製した．

Table.5.3.1 Wire chemical composition

Wire	Chemical composition, %										
	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Fe	Nb	N
1-A	0.02	0.38	1.55	0.016	0.007	0.01	16.61	13.41	67.85	0.001	0.011
1-B	0.02	0.38	1.55	0.017	0.008	0.01	6.59	23.4	67.89	0.001	0.011

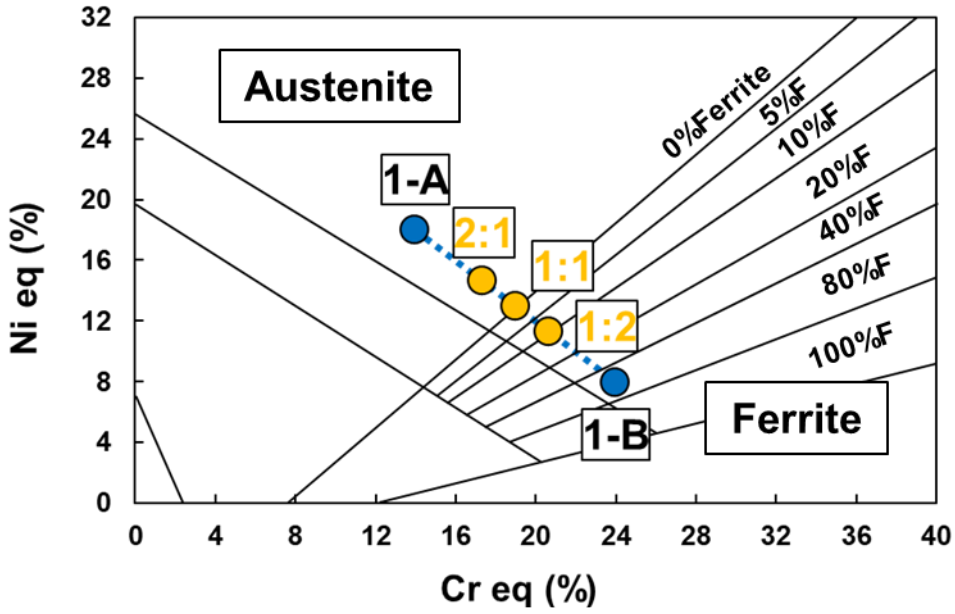


Table.5.3.1 Wire chemical composition

5.4 実験方法

可視化技術を併用したその場観察高温引張試験の実験外観および実験条件をそれぞれ Fig.5.4.1, Table5.4.1 に示す．本試験では，試験温度は試験片評価部の裏面に取り付けた R 型熱電対を用いて測定した．また，局所ひずみの履歴は試験片表面に圧痕したビッカース痕を撮影し，試験動画のビッカース痕間隔の距離の変化を二次元解析ソフト Dipp-Motion を用いて解析することで求めている．この時 Dipp-Motion はビッカース痕の輝度情報から追跡を行うが，その際にピクセル分のブレが発生し，ひずみ履歴にばらつきが生じてしまう．このばらつきを解消するために，0.5 秒間のひずみ値の移動平均を導出しひずみ履歴に採用した．なお撮影時の露光の調整や LED 照明を用いることでビッカース痕とそれ以外の明暗をはっきりさせ，明瞭に映るように工夫している．各評価部の試験ひずみは引張終了 1 秒後までのひずみ値から移動平均を算出し，その最大値を試験ひずみとした．これは引張終了後も熱膨張などによりひずみ値が増加するからである．また昇温条件を一定とし，高温に保つ時間も近くするため，昇温から 60 秒後に引張を開始している．

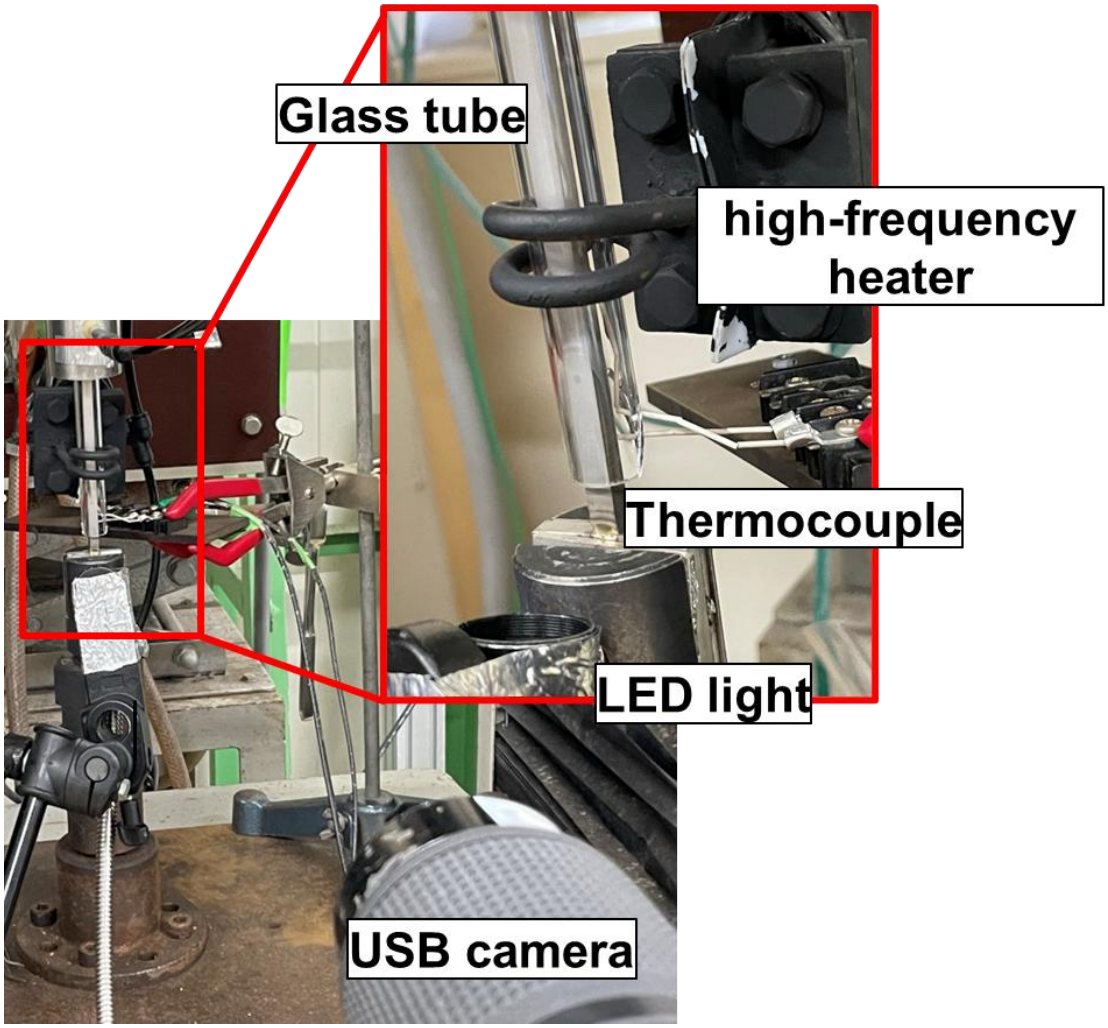


Fig.5.4.1 Experimental appearance if high temperature tensile test.

Table5.4.1 High temperature tensile test

(a) Test condition.

Temperature, ℃	800 ~ 1100
Cross head speed, mm/min	3
Thermocouple type	R-type
Diameter, mm	0.3
Lighting	LED
Shielding gas, L/min	Ar, 20

(b) Shooting condition.

Camera	USB camera
Lens	Micro-Nikkor 200 mm
Aperture	7
Filter	825 short-pass filter
Flame rate, fps	30
Brightness	240
Gain, dB	0
Resolution, pixel	1280 x 960

5.5 実験結果

以下に可視化技術を併用したその場観察高温引張試験の試験結果の 1 部とその際の EBSD 分析結果を示す.

5.5.1 Wire1，送給比 1:2，試験温度 1000℃，ストローク 1.0mm の試験結果

Fig.5.1.1，Fig.5.1.2 にひずみ履歴，温度履歴を示す．本試験を行うことでひずみ履歴および温度履歴を高精度に取得できていることがわかる．ひずみ履歴が黄色く塗りつぶされている評価領域で割れが発生した．また試験後の試験片評価部について, SEM を用いた割れ観察を実施した. Fig. 5.1.3 および Fig.5.1.4 に，試験片評価部の全体像および拡大像をそれぞれ示す．割れが発生した拡大像は全体像の赤く囲んだ範囲であり，割れが発生しなかった拡大像は全体像の青く囲んだ範囲である．

加えて Fig,5.1.5，Fig.5.1.6 に本試験片の試験前と試験後の EBSD 結果を示す．試験前の組織と比べ，試験後は 1 部延性低下割れ感受性に大きく影響を与えると思われる結晶粒の微細化が確認された．このとき微細化した結晶粒の平均粒径は 17.87μm，微細化していない結晶粒の平均粒径は 35.76μm であることが分かった．

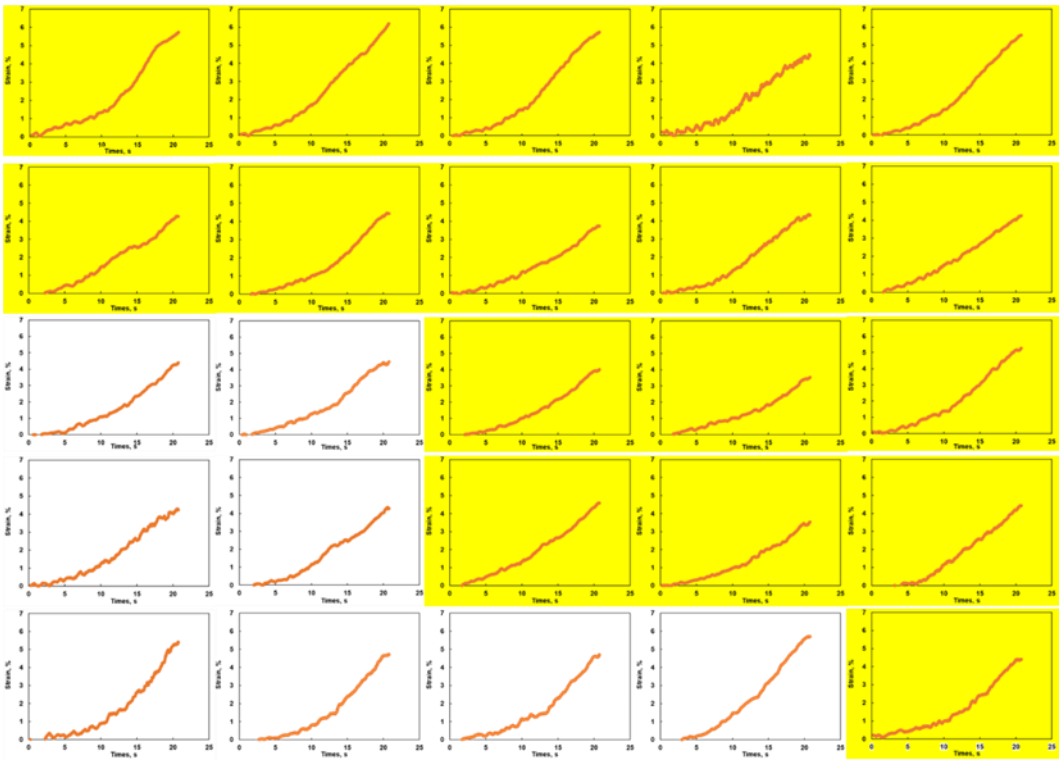


Fig.5.5.1 Strain history

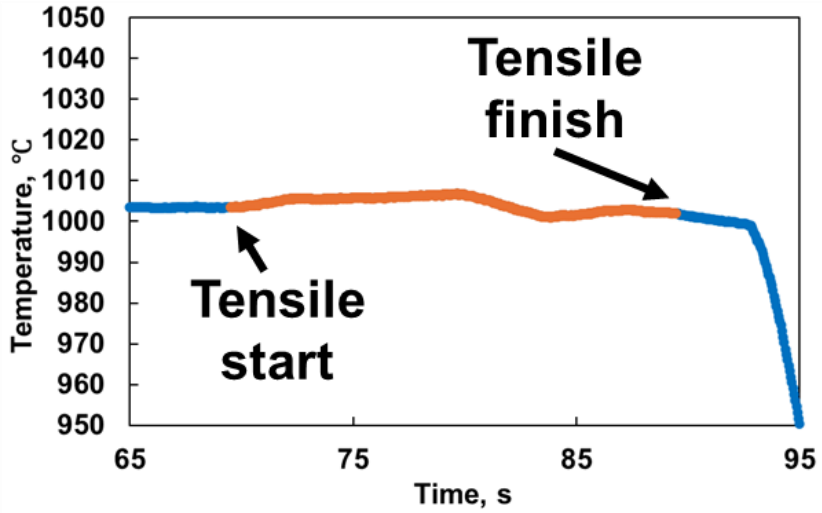
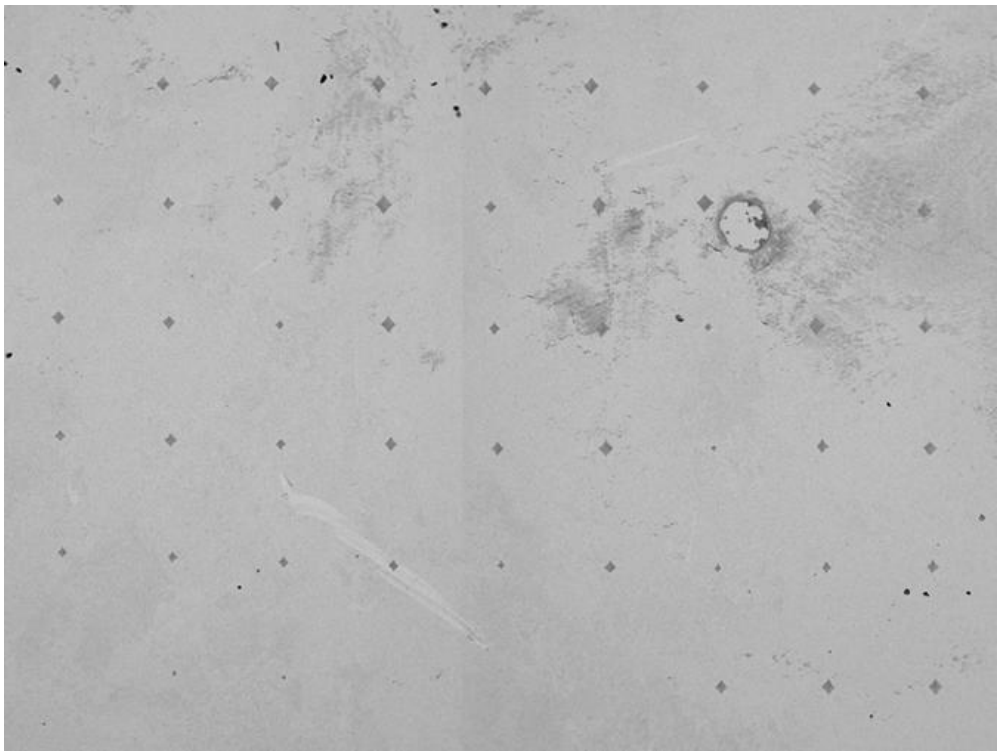
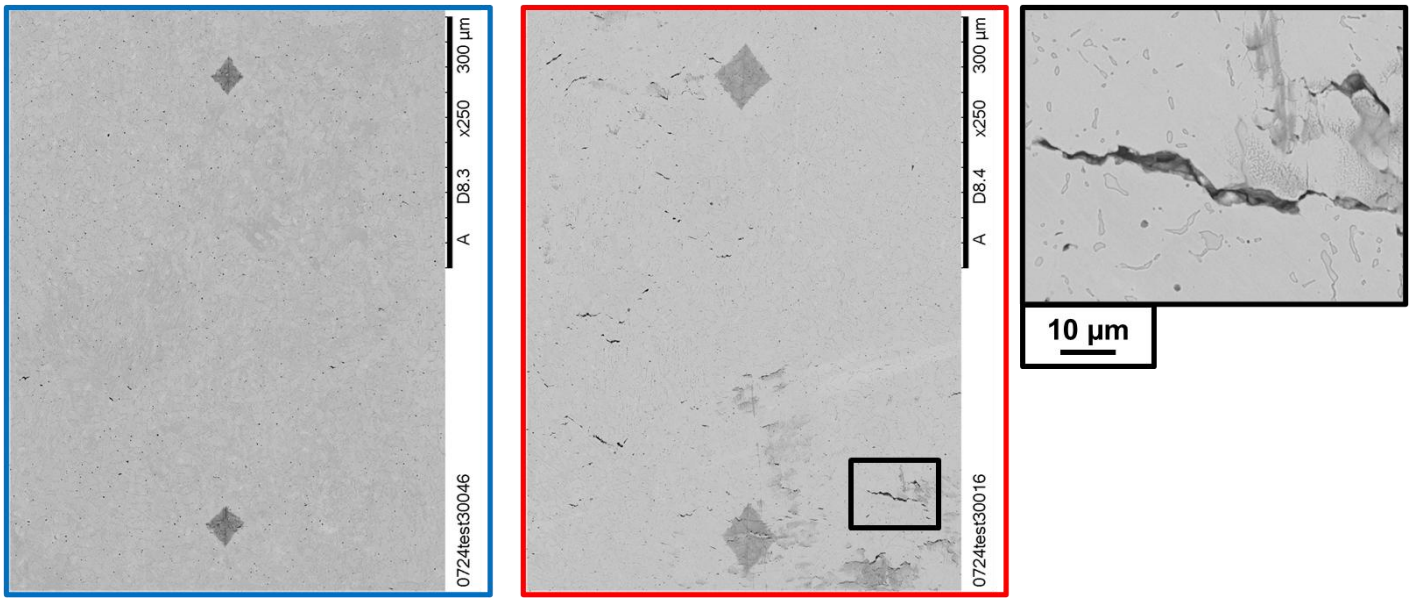


Fig.5.5.2 Temperature history


Fig.5.5.3 Evaluation area



(1)No cracking　　(2)Cracking

Fig.5.5.4 SEM image

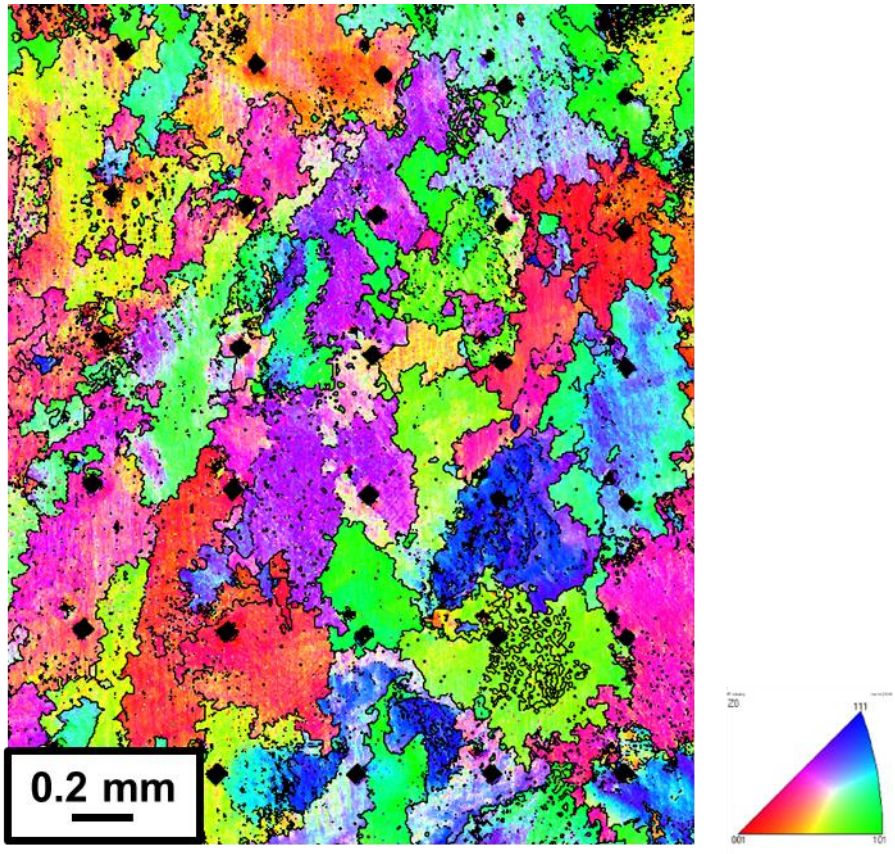


Fig.5.5.5 EBSD image before tensile test

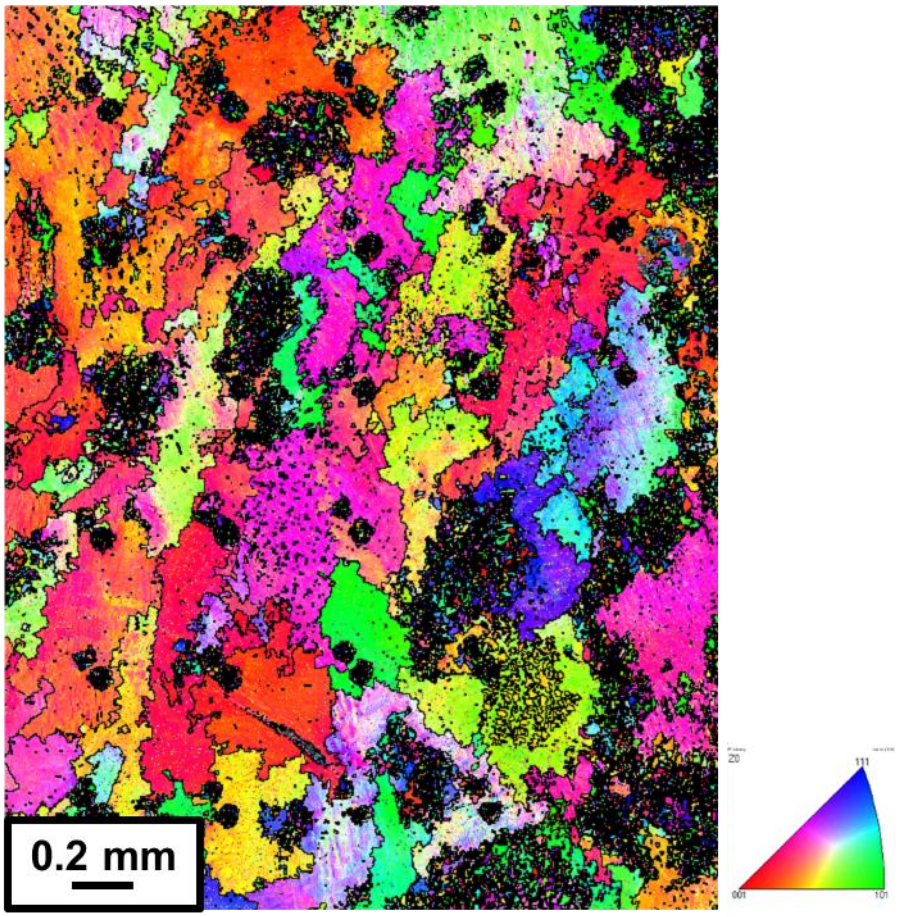
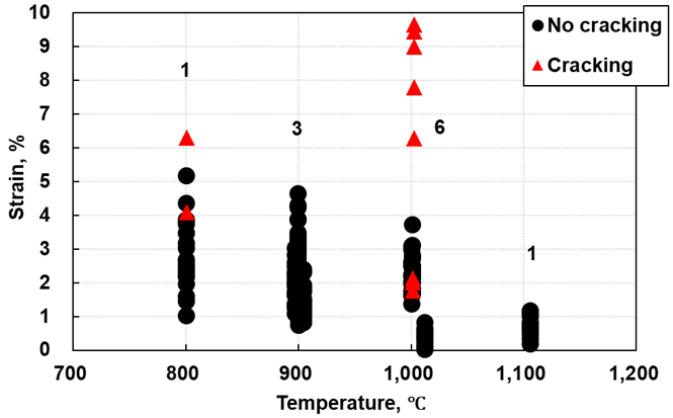


Fig.5.5.6 EBSD image after tensile test

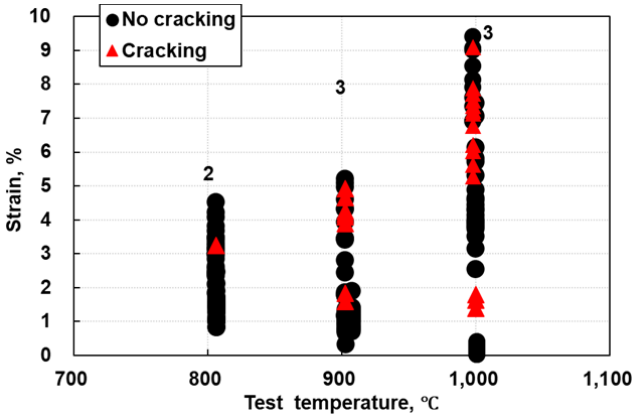
5.6 高温延性曲線の導出

以上の結果を踏まえて縦軸ひずみ，横軸温度のグラフにプロットした結果を Fig.5.6.1 示す．すべての試験片で高精度な最低延性値を導出することができた．また各材料の最低延性値を比較したグラフを Fig.5.6.2 に示す．試験回数が不足しているため，高温延性曲線を導出することはできなかったが，最低延性値の比較からすべての送給比で 1000℃に行くにつれて割れ感受性が高まる可能性があることがわかった．

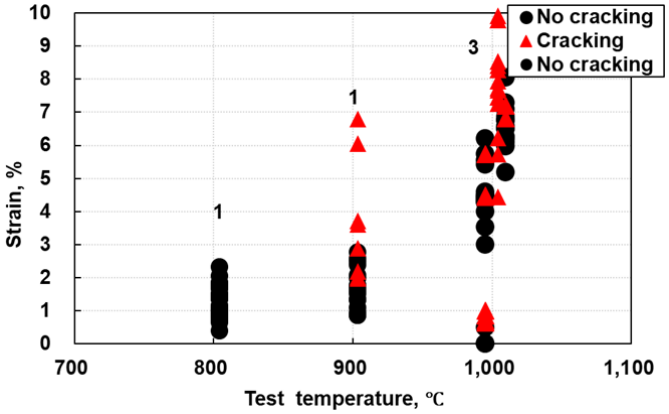
また EBSD 結果から結晶粒の微細化が確認されたため，Fig.5.3.5 のように割れが発生したデータのみを取り扱い，結晶粒の微細化の有無でプロットを区別したところ，結晶粒が比較的大きい方が現段階では割れ感受性が高いことが分かった．この結果から結晶粒の微細化により最低延性値が本来よりも高くなり，化学組成や凝固モード以上に延性低下割れ感受性に大きな影響を与える可能性があることがわかった．



(1)A:B = 2:1



(2)A:B = 1:1



(3)A:B = 1:2

Fig.5.6.1 High temperature ductility curve

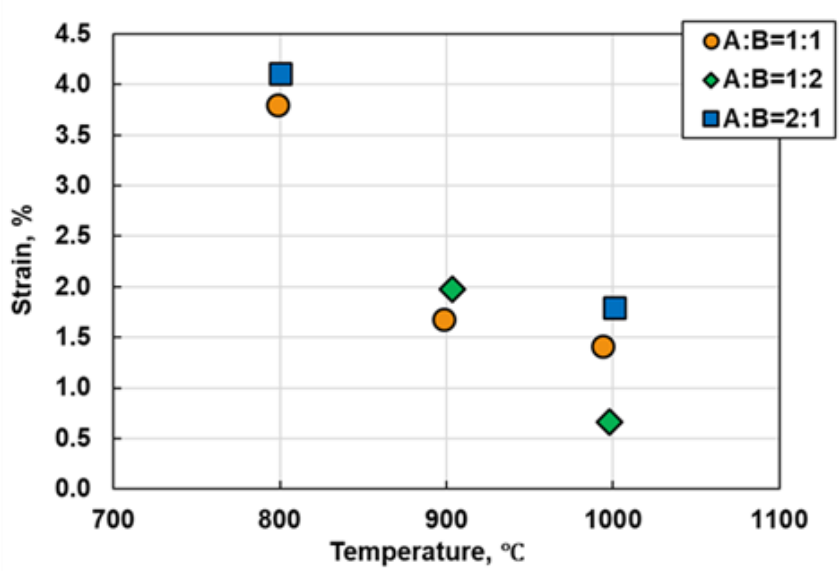
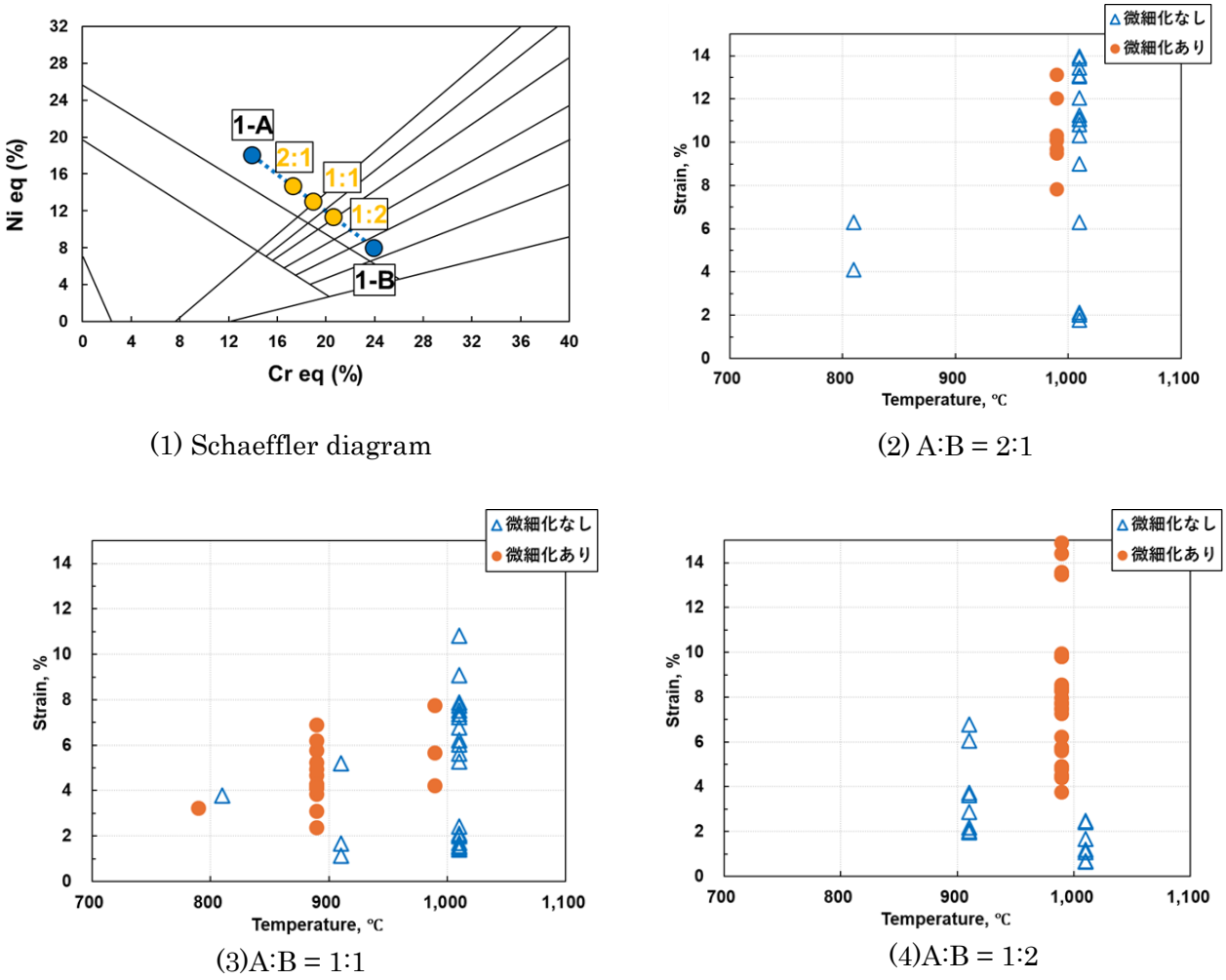


Fig.5.6.2 Compare with minimum ductility



(1) Schaeffler diagram

(2) A:B = 2:1

(3)A:B = 1:1

(4)A:B = 1:2

Fig.5.6.3 Crack Initiation Strain Distinguished by the Presence or Absence of Grain Refinement

6. まとめ

この度の海外共同研究はオーステナイト系ステンレス鋼の延性低下割れ感受性評価を行った．可視化技術を併用したその場観察高温引張試験を行うことで，高精度な最低延性値を取得することができ，1000℃付近で最低延性値が低下することがわかった．今後は試験回数を増やすことで精度を高めるとともに異なる化学組成を持つ材料同士での比較を行っていきたい．また，ETS が所持している高精度な分析機器を利用することで，想定していなかった延性低下割れ感受性に大きな影響を与えると思われる結晶粒の微細化が確認された．そのためこの 1 か月では行うことができなかったが割れが発生した粒界の長さとひずみの関係などを調査することで結晶粒の大きさと割れ感受性についてより深く理解することが期待できる．

7. 謝辞

本研究に際し，終始ご指導を賜りました Philippe Bocher 教授に心より感謝申し上げます．また，研究活動ならびに現地での生活を支えてくださった LOPFA 研究室の皆様に深く御礼申し上げます．さらに，このような貴重な機会をお与えくださいました広島大学接合プロセス工学研究室 山本元道教授に厚く御礼申し上げます．最後に，海外共同研究の推進にご尽力くださった先生方，ならびに工学系総括支援室の皆様に深く感謝申し上げます．