

# 高張力鋼溶接金属部における水素割れ挙動の解析

新居浜工業高等専門学校 真中俊明

## 1. 緒言

社会インフラ、建設機械等の産業分野における構造物の大型化に伴い、用いられる鋼材の厚板化・高張力化が進みつつある。溶接は大型構造物の製造に必須であるが、鋼材が高強度になるにつれて溶接部で水素に起因した割れ、いわゆる低温割れが生じる危険性が高まってしまうことが知られている<sup>1)</sup>。図 1 に引張強さ 950MPa 級の高張力鋼溶接部に生じた低温割れを示す。巨視的には溶接金属部に割れが生じており、破面様相は粒界割れを呈している。低温割れを生じさせる要因としては、(1) 鋼材の強度レベル（炭素当量、ミクロ組織等）、(2) 引張残留応力、(3) 溶接時に侵入した拡散性水素量が知られており、それぞれに対する対策がこれまでに検討されてきた。工業的には、溶接施工前に母材を予熱してやり、溶接施工後に室温までの冷却速度を遅くしてやることで、侵入した水素を溶接部から放出させる手法が低温割れ防止のために取られている。鋼材が高強度になるにつれて、より少ない拡散性水素量でも低温割れの危険性が高まる。そのため、低温割れを防止するような高温予熱処理のための熱管理には多大な労力を要しコストアップを招く。さらに溶接施工環境の悪化も生じるため、これに替わる防止策の開発が求められている。

低温割れは溶接部に侵入した水素による脆化現象（水素脆化）であるため、その防止策を開発するためには、まず材料中での水素の挙動を明らかにしておくことが有効と考えられる。鉄鋼材料の水素挙動に関する研究は、これまでに多数の知見が蓄えられており、いくつかの水素脆化機構も提案されているが、まだ統一的な理解には至っていない<sup>2)</sup>。溶接分野で、これまでに展開されてきた材料中の水素挙動を調べた研究は、拡散性水素量と割れ発生の関係について報告したものが多く、材料中での微視的な水素の存在状態やミクロ組織と割れとの関係をより詳細に調べる必要があるように思われる。

そこで本研究では、950MPa 級高張力鋼溶接金属部における水素の存在状態を昇温脱離分析（TDA）法や水素の可視化手法である銀デコレーション法を用いて調査し、溶接金属部における水素の挙動に関する知見を得ることを目的とした。具体的には、陰極電解法により試料に水素をチャージし、銀デコレーション法を用いて水素の放出位置を観察し、水素の放出に対する応力負荷の影響を調べた。

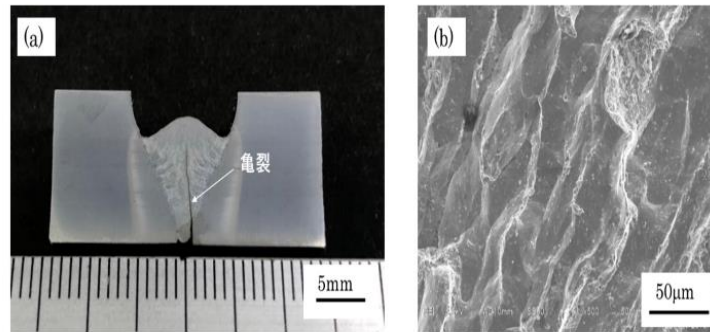


図1 950MPa級高張力鋼溶接金属部における低温割れ. (a)：マクロ像, (b)：破面.

## 2. 実験方法

本研究では、高張力鋼溶接金属中の水素挙動を調べることを目的とするため、肉盛溶接によって試験片を作製した。図2に示すように厚さ11mmの炭素鋼材と厚さ12mmの950MPa級高張力鋼（WEL-TEN950E）を仮付け溶接した後、高張力鋼上に市販の線径1.2mmのソリッドワイヤ（YM-100A）を用いて、5層18パスの肉盛溶接を行った。シールドガスはAr+20%CO<sub>2</sub>を用いた。溶接金属中の水素量は、JIS Z3118に基づいてガスクロマトグラフィーにより測定し、1.1 mL/100gであった。

作製した溶接金属から組織観察用試験片、引張試験片、水素チャージ試験片、銀デコレーション用試験片を切り出した。この時、母材希釈を避けるために、溶接金属上部の二層目までから切り出した。組織観察は表面を#2000までの湿式研磨の後に、10%過塩素酸+酢酸溶液中で電解研磨を施して、それから3%ナイトールによるエッチングを行い、走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて観察した。引張試験片は平行部寸法が厚さ1mm、幅3mm、長さ12mmであり、長手方向と溶接方向は直角となるようにした。試験片表面は#800までの機械研磨を施してから、室温にて初期ひずみ速度 $1.39 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ で引張試験に供した。

低温割れは溶接時に侵入した水素によって生じるが、室温で拡散し溶接金属部から放出されるため、肉盛溶接後の試験片採取後には試験片内部には拡散性水素は残っていない。そのため、溶接時に侵入する水素を模擬する目的で試験片への水素チャージを陰極電解法により行った。チャージ溶液として、3%NaCl+3g $\cdot$ L<sup>-1</sup>NH<sub>4</sub>SCNを用いて、電流密度100A $\cdot$ m<sup>-2</sup>、室温で24hチャージを行った。陽極には白金線を使用した。チャージされた水素量を調べるために、TDA測定を行った。図3に示すように試験片を石英管内に挿入し、99.9999%Arガスを50mL $\cdot$ min<sup>-1</sup>の流量で流しながら、昇温速度100°C $\cdot$ h<sup>-1</sup>で室温から300°Cまで加熱し、2min毎に放出された水素を半導体式ガスセンサーにより定量した。水素チャージ終了後からTDA測定までの時間は30minとした。

水素チャージによって試験片中に侵入した水素の微視的な存在位置を調べるために、銀デコレーション法<sup>3)</sup>を用いた。本手法は図4に示すように銀イオンを含む溶液中に試料を浸漬し、試料表面の水素によって還元されることで析出する金属銀粒子の観察から水素分布を可視化する。銀デコレーション用試験片は、幅8mm、長さ23mm、厚さ1mmとして、長手方向が溶接方向と直角となるようにした。#800までの湿式研磨の後に、上述した条件で水素チャージを行った。それから、組織観察と同様の手順で組織を現出した。無応力下で銀デコレーション法を行う場合には、4.3 mM  $K[Ag(CN)_2]$ 水溶液中に室温で30min浸漬し、それからイオン交換水で洗浄し、乾燥させた後に試験片表面をSEMで観察した。また、応力負荷したまま銀デコレーション法を行い、表面での亀裂発生と水素集積（銀粒子の析出）の関係についても調べることを試みた。無応力下の場合と同様に水素チャージおよび組織現出を行い、図4に示すように3点曲げジグに取り付けることで応力を負荷した。負荷応力は引張試験で求めた0.2%耐力相当となるようにした。そして、引張応力面側の最大応力部を上部から光学顕微鏡を用いて観察した。

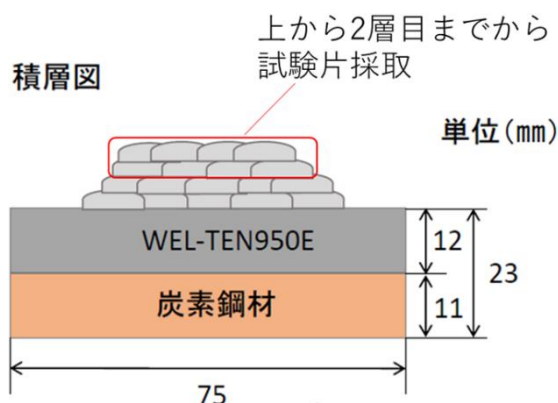


図2 作製した肉盛溶接金属と試験片切り出し位置の模式図.

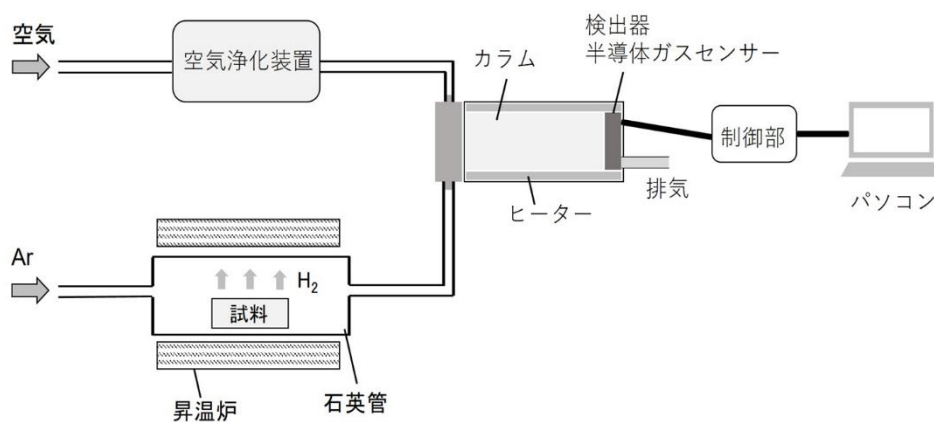


図3 TDA 測定の様式図.

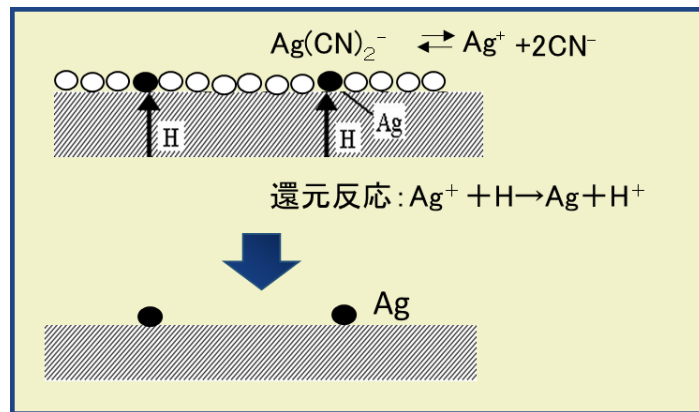


図4 銀デコレーション法の原理模式図.

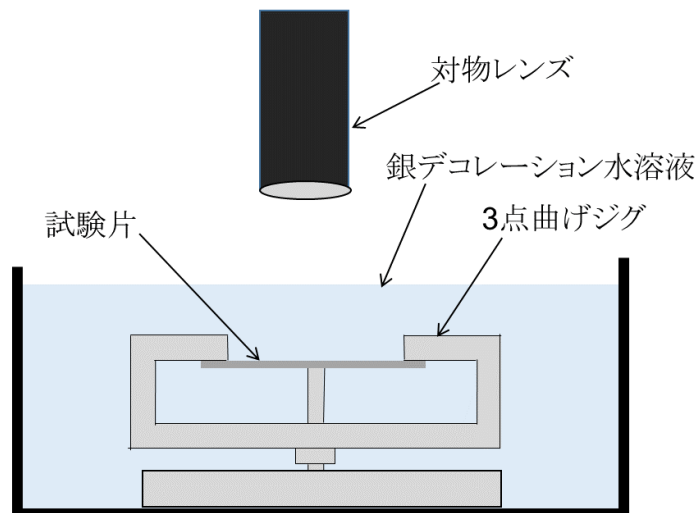


図5 応力負荷しながら銀デコレーション法を行う実験の模式図.

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 溶接金属のマイクロ組織

図6にSEMを用いて観察した溶接金属のマイクロ組織を示す。マルテンサイト組織が観察された。引張試験により得られた機械的特性は、0.2%耐力が1040MPa、引張強さが1158MPaを示し、高強度であることがわかる。

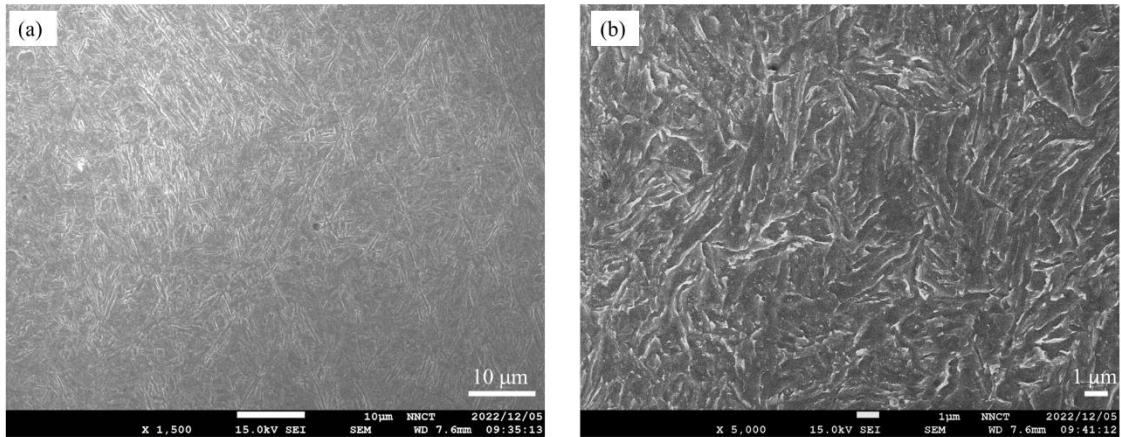


図6 溶接金属のマイクロ組織。(a)：低倍率, (b)：高倍率。

### 3.2 水素放出曲線

図7に水素チャージした溶接金属の水素放出曲線を示す。室温から水素が放出されており、放出のピークは約50°Cにあり、約100°Cまでにほぼすべての水素が放出されており、拡散性の水素としてチャージされていたことがわかる。材料中では格子間に固溶するほか、空孔、転位、粒界にトラップされていたものと考えられる<sup>4)</sup>。室温から300°Cまでに放出された水素の総量は1.26massppm (1.41 mL/100g)であった。これは溶接時に侵入した水素量 (1.1mL/100g) に近い値であった。

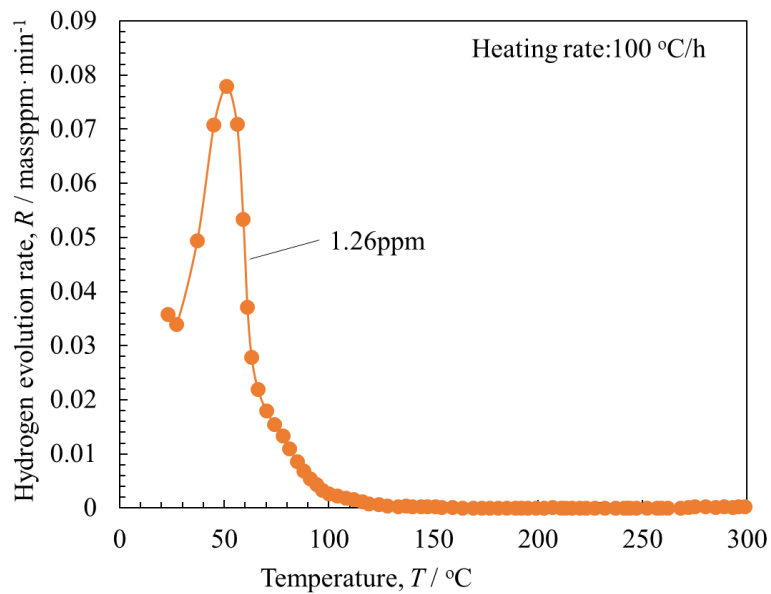


図7 水素チャージした溶接金属の水素放出曲線。

### 3.3 銀デコレーション法を適用した試験片表面の SEM 像

図 8 に水素チャージ後に応力負荷せずに銀デコレーション溶液に 30min 浸漬した試験片の表面 SEM 像を示す。試料表面において、微細な粒子が比較的均一に観察される。これらの粒子のサイズは約 100nm 程度であった。銀デコレーション法の原理から、これらの白色粒子の位置が、水素が放出された位置と対応することになる。無応力下では、特定の金属組織部に水素が集積する傾向は見られなかった。次に、図 5 に示したセットアップで水素チャージ後に耐力相当の応力負荷をしながら銀デコレーション法を行った場合の結果について述べる。水素チャージ後に耐力相当の曲げ応力を負荷した場合には、その後室温で保持しても割れは生じなかった。また、耐力相当の応力負荷をしながら水素チャージをした場合でも割れは生じなかったが、耐力を超えて応力を負荷した場合には最大応力部で亀裂が発生した。本研究では、定変位により応力を負荷したため、塑性変形域まで応力を負荷した場合にその応力やひずみの算出が困難であった。そのため、塑性域まで応力を負荷した場合の割れ発生と水素集積については検討しなかった。図 9 には水素チャージ後に耐力相当の応力を負荷しながら銀デコレーション溶液に 30min 浸漬した試験片の表面 SEM 像を示す。最大応力部にて観察を行っている。この場合も、微細な粒子が比較的均一に観察されるが、その粒子のサイズは無応力の場合と比べて、大きくなっていることがわかる。銀粒子の大きさは放出された水素量と対応するため、応力を負荷した場合の方がより多くの水素が試料表面から放出されたものと考えられる。応力下で放出水素量が増えた要因としては、(1) 応力勾配を駆動力として拡散した<sup>5)</sup>、(2) 微視的な塑性変形により水素が転位に輸送された可能性が考えられる。本研究では、3 点曲げにより応力を負荷したため、最大応力部から離れるにつれて応力は低下していく。水素は最大引張応力場に拡散していくため、応力勾配を駆動力として拡散が生じ、無負荷の場合よりも放出する水素が増えると考えられる。また、供試材はマルテンサイト組織を有しており、転位密度が高いものと推察される。耐力相当の応力負荷であっても、微視的な転位のすべりが生じるものと考えれば、その転位にトラップされていた水素が転位と共に表面まで到達することで、無負荷の場合よりも放出水素量が増えた可能性が考えられる。これらについて、詳しく調べるためには水素拡散のシミュレーションや銀デコレーション法の観察視野において、後方散乱電子回折 (EBSD) 測定を行い、結晶粒内のひずみ分布に関する情報を取得する必要がある、今後の課題としたい。

図 1 に示したように、高張力鋼の溶接時には溶接金属部で割れが生じるが、本研究で行った曲げ応力の負荷では割れの発生に至らなかった。3 点曲げと低温割れ試験では応力集中の程度が異なっており、3 点曲げでは割れの発生に要する臨界の水素集積が達成されなかったためと推察される。今後は、応力ひずみ応答が明確である引張試験を用いて、水素チャージした試験片を銀デコレーション溶液中で変形する、あるいは水素チャージしながら変形し、亀裂発生時に水素チャージ溶液と銀デコレーション

溶液を入れ替えるなどして、水素による亀裂の発生と水素集積を明確化する実験に取り組む予定である。

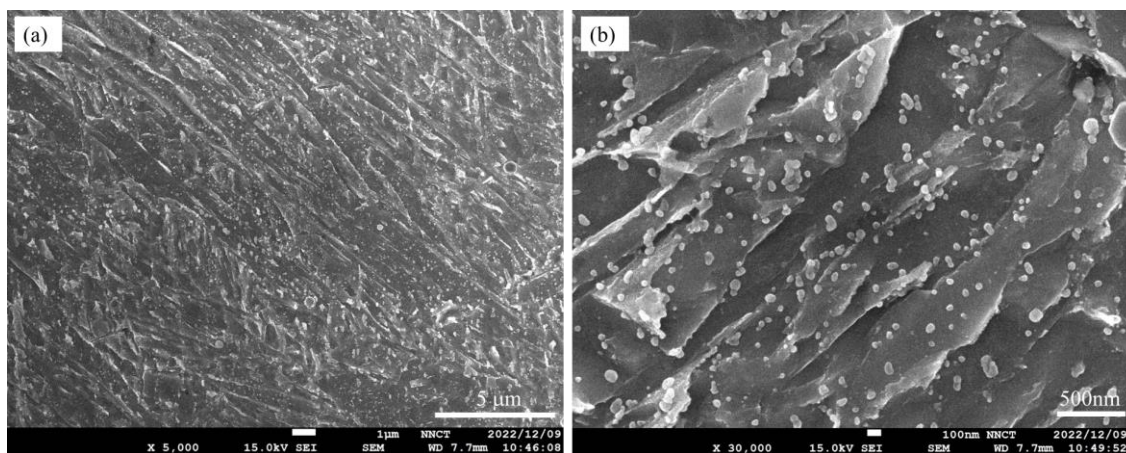


図8 無応力下で銀デコレーション法を適用した高張力鋼溶接金属試験片表面 SEM 像。(a)：低倍率, (b)：高倍率。

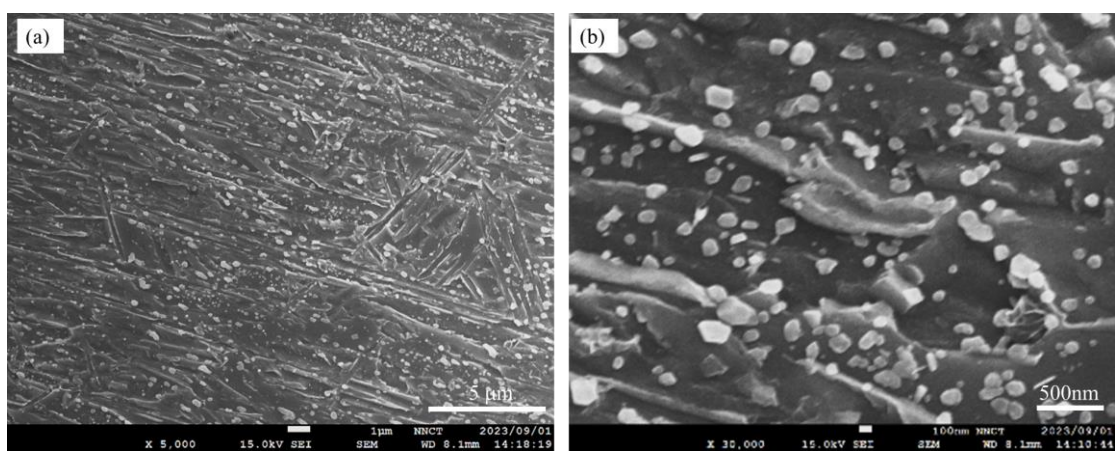


図9 耐力相当の応力を負荷しながら銀デコレーション法を適用した高張力鋼溶接金属試験片表面 SEM 像。(a)：低倍率, (b)：高倍率。

## 4. まとめ

本研究では高張力鋼溶接金属部における水素挙動を昇温脱離分析法と銀デコレーション法を用いて調査し、以下の結果を得た。

(1) 陰極電解法により、溶接時に侵入した水素とほぼ同量の水素をチャージすることができた。チャージされた水素は、TDA 測定において、室温から 100°C までの間にほぼ全て放出され、拡散性水素として存在していた。

(2) 本研究で実施した水素チャージ条件および応力負荷条件（0.2%耐力相当）では、曲げ負荷中に水素脆化亀裂は発生しなかった。

(3) 水素チャージした試験片に銀デコレーション法を適用すると、微細な粒子が観察され、表面から放出された水素分布を可視化することが出来た。応力負荷した状態で銀デコレーション法を適用すると、観察される粒子サイズが大きくなった。

## 謝辞

本研究は公益財団法人大畑財団からの研究助成を受けて実施しました。使用した試験片は四国溶材株式会社にて作製していただきました。ここに記して、感謝いたします。

## 参考文献

- 1) 糟谷 正：溶接学会誌, **82** (2013), 569-593.
- 2) 南雲道彦：水素脆性の基礎, (2008), 内田老鶴圃.
- 3) 秋山英二, 松岡三郎：日本金属学会誌, **77** (2013), 622-626.
- 4) Y. Sugiyama, K. Takai：Acta Materialia, **208** (2021), 116663.
- 5) 長尾彰英, 倉本 繁, 管野幹宏, 白神哲夫：鉄と鋼, **86** (2000), 24-31.