

# 接合部の評価技術に関する研究

## —Ni基超合金の接合部の評価—

宮川 和幸・斎藤 修・大柴 勝彦・三柴 隆\*

### Study on Method of Estimation about Welded Portion

#### —Estimation about Welded Portion of the Ni-base Superalloy—

Wako MIYAGAWA, Osamu SAITOH, Katsuhiko OSHIBA and Takashi Mishiba

#### 要 約

溶接ペローズに用いられるNi基超合金ハステロイC-22について、レーザー溶接条件が接合部の特性に及ぼす影響を明らかにし、溶接ペローズを製作する上での最適溶接条件を得る目的で種々の測定を行った。その結果、YAGレーザー溶接のパルス周波数およびパルス幅が溶け込み深さに大きく影響を与えることがわかった。また、ハステロイC-22は極めて良好なレーザー溶接性を有しており、適正な溶接条件の選定により優れた継手特性が得られることがわかった。

#### 1. 緒 言

ペローズとは、可動する部品同士を気密性を保ちながら締結する部品であり、真空機器・分析機器等に幅広く利用されている。大別すると、成形ペローズと溶接ペローズに分類することができ、用途に応じて使い分けられている。今回検討したのは半導体製造装置向けの溶接ペローズであり、塩素系・臭素系の雰囲気中で長いストロークを上下動し、内圧は大気圧で外側は真空であるという非常に過酷な条件で使用される。この条件に対し、通常溶接ペローズに用いられているSUS304は耐久性に問題があり使用できない。今回は耐熱・耐食性に優れたNi基超合金ハステロイC-22で溶接ペローズを製作することとしたが、溶接条件と接合部の特性との関連は不明である。そこで、本研究はNi基超合金ハステロイC-22について、レーザー溶接条件が接合部の特性に及ぼす影響を明らかにし、溶接ペローズを製作する上での最適溶接条件を得ることを目的とし実験を行った。

シストガスをヘッド周辺から供給して溶接を行った。なお溶接操作はArガスを満たしたチャンバ内部で行っている。

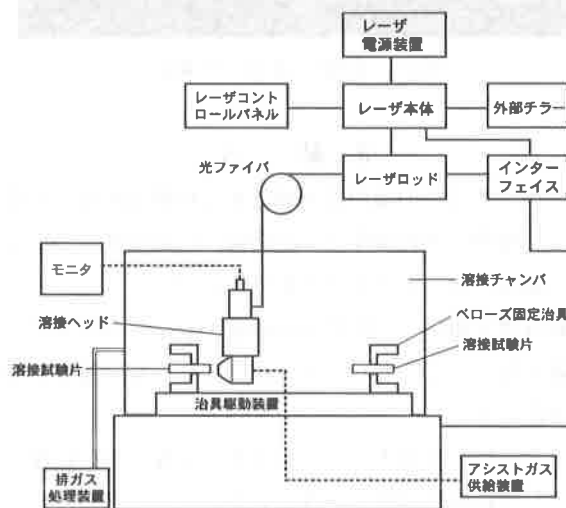


図1 YAGレーザー溶接装置の概要

#### 2. 実験方法

##### 2-1 溶接試験片の作成

実験に用いたYAGレーザー溶接装置の概要を図1に示す。試験片は厚さ0.45mmのハステロイC-22板をペローズ素材形状に成型し、2枚の成型板を図1に示す位置で治具に取り付け、横向き溶接で試験片を作成した。溶接部の概要図を図2に示す。溶接ヘッドは溶接線に対し斜めに保持し、ア

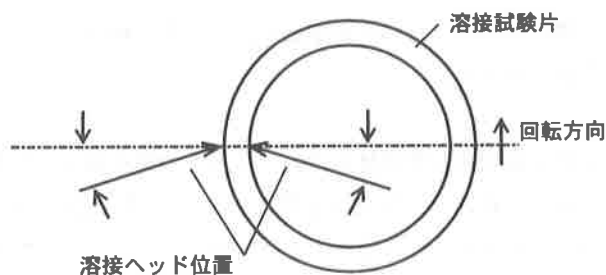


図2 溶接部概要図

\* 株式会社ミラプロ

## 2-2 溶接部マクロ試験方法

溶接条件が溶接部の溶け込み形状に及ぼす影響を明らかにするため、溶接部のマクロ試験を行った。各溶接条件で作成した試験片の中央部を、溶接線に直角方向に切断し、切断面をエメリー紙で研磨した後、アルミナによるバフ研磨を行い、10% 蔞酸水溶液中で溶接部溶け込み形状が明確になるまで電解エッチングを行った。

マクロ試験画像は、図3に示す溶け込み形状に注目して溶接部の断面形状の計測を行った。また、パルス印加に伴う溶け込み深さへの影響を調べるため、パルス周波数の異なる試験片を溶接線方向に切断し、同様の方法でエッチングを行ったのち溶け込み状況の差を調べた。更に、溶接ビードの表面形態を、ビデオマイクロスコープを用いて観察した。

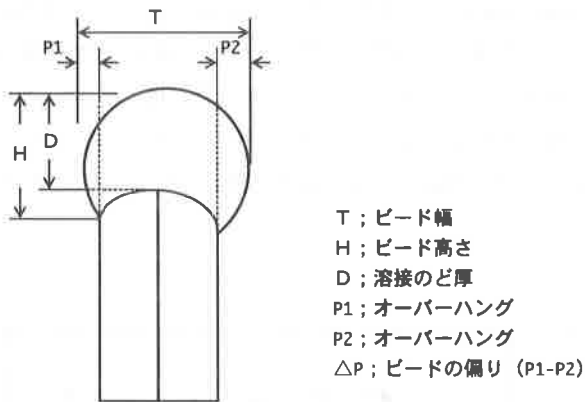


図3 ビード形状測定方法

## 2-3 溶接部の硬さ試験方法

溶接に伴う溶融凝固現象で、溶接金属部、熱影響部の硬さが変化する可能性がある。そこで、溶接入熱の異なる試験片に対し、溶接金属部から母材部領域までの硬さ分布を測定した。硬さ測定試験片は、レーザのパルス出力条件を一定とし、50~300mm/minの間で溶接速度を変えて入熱を変化させている。また、溶接電流16A、溶接速度150mm/minの条件でTIG溶接を行った試験片も比較試験片として硬さ測定を行った。硬さ測定にはマイクロピッカース硬度計を用い、負荷荷重0.49N、荷重負荷時間30秒の条件で図4に示す領域の硬さを測定した。

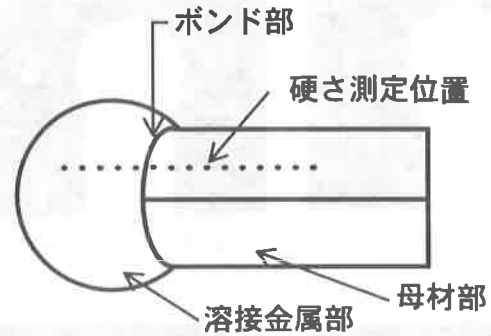


図4 マイクロピッカース硬さ測定位置

## 2-4 溶接部の金属組織試験方法

溶接時のレーザエネルギーにより、溶接部の母材は溶融凝固する。金属材料は溶融凝固により鑄造組織を呈するようになり、母材領域の圧延組織とは異なる金属組織へと変化する。鑄造組織は、一般に樹枝状晶(デンドライト)を生成することが知られており、この領域ではマイクロ偏析(成分の偏り)を起し易く、耐食性等の化学的性質や引っ張り強さ、硬さ等の機械的特性に影響を及ぼす可能性<sup>2)</sup>がある。そこで、溶接工程に伴う金属組織の変化を調べるため、溶接金属部、熱影響部及び母材部の金属組織を走査電子顕微鏡、電子プローブマイクロアナライザ(EPMA: JXA-840A)を用いて検討した。また、溶接後にビード表面に部分的変色部が現れることがあることから、この領域のEPMA分析を行い発生原因について検討を行った。

## 3. 結果及び考察

### 3-1 溶接部マクロ試験結果

図5は、レーザのパルス周波数、パルス幅、パルス高さをそれぞれ30Hz、15ms、22%に固定し、溶接速度のみを変化させた時のビード断面形状のマクロ写真を示す。この時のレーザ出力は、350W一定であるが、溶接速度の上昇とともに溶接部へ単位時間あたりの入熱は減少している。

図6は、マクロ写真を基に計測したビード断面形状の測定結果である。溶接速度の上昇につれ、ビード幅(T)及びビード高さ(H)は低下し溶融領域は縮小化してくる。ビード幅(T)は、溶接速度450mm/min以上で低下傾向が鈍るが、これはビード幅がほぼ母材幅まで低下したことに対応している。一方、ビード高さ(H)及び溶接のど厚(D)は、溶接速度とともに単調に低下しており、特に溶接のど厚(D)は、溶接速度400mm/min以上では母材板厚である0.45mmより低い値まで低下している。

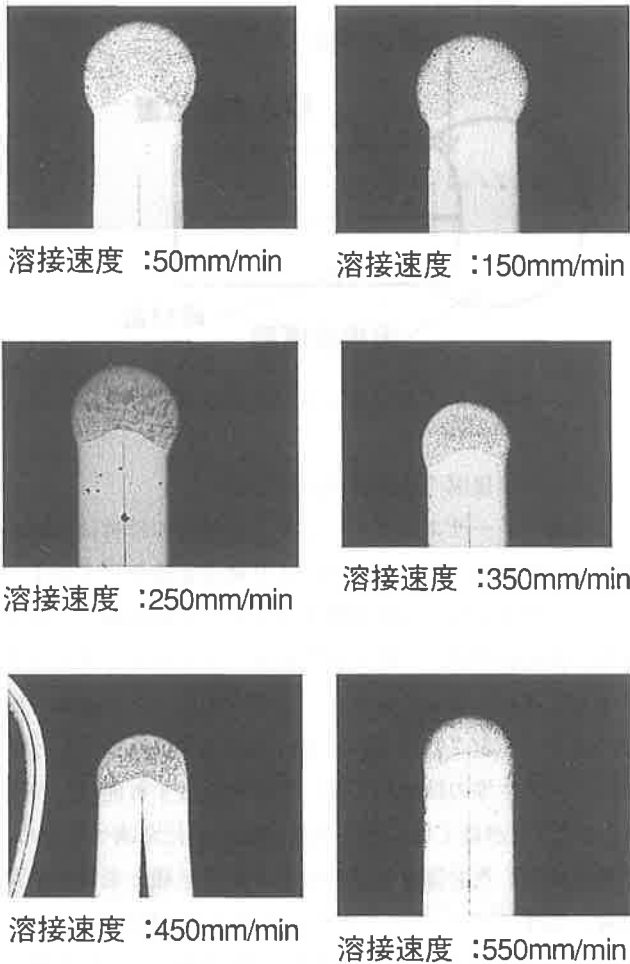


図5 溶接部のマクロ試験結果

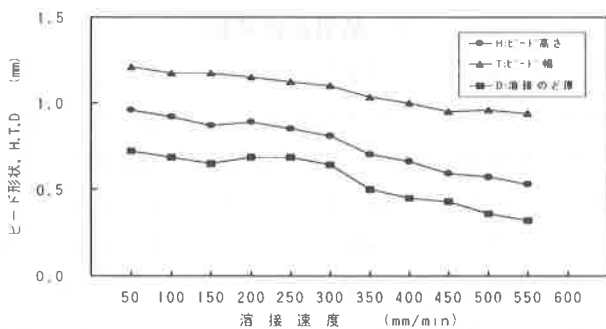


図6 溶接部溶け込み形状に及ぼす溶接速度の影響

溶接部の静的強度は、溶接のど厚に依存することが一般に知られており、この値は溶接部の強度計算<sup>3)</sup>にも用いられている。溶接金属部の強度が母材並の特性を有すると仮定しても、溶接部が母材以上の静的強度を有するためには、溶接のど厚は母材板厚以上が必要となる。この観点から図6の実験結果を考えると、上記のレーザ出力条件では溶接速度は少なくとも400mm/min以下に抑えるべきである。

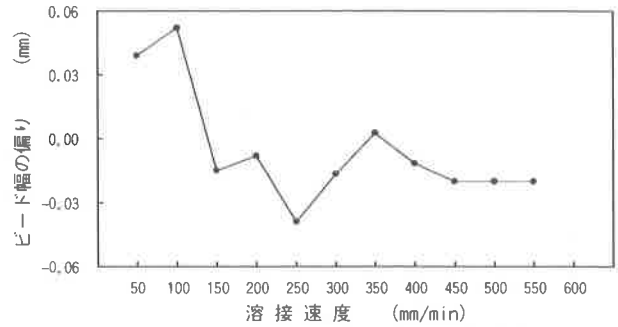


図7 ビード幅の偏りと溶接速度の関係

図7は、溶接ビードの横方向の偏りを計測した結果である。溶接速度の低速側で、0.05mm程度の偏りを示すが、その後の変位は低下している。

図8は、溶接速度、溶接出力及びパルス高さをそれぞれ200mm/min、350W及び22%に固定し、パルス周波数、パルス幅を変えて溶接した場合のビード断面形状の測定結果である。ビード幅 (T)、ビード高さ (H) 及び溶接のど厚 (D) の変化はほとんど認められず、溶け込み形状に及ぼすパルス周波数・パルス幅の影響は少ないものと考えられる。

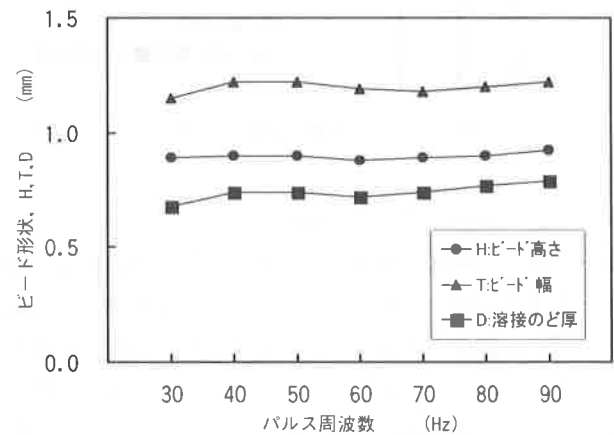


図8 溶接部溶け込み形状に及ぼすパルス周波数の影響

図9は図8に示した試験片のビード表面の観察結果である。パルス周波数の増加に伴い、ビード表面の波のピッチは低下しており、パルス周波数に対応してビード表面の波が形成されるものと考えられる。図10は、溶接速度、パルス高さ、レーザ出力をそれぞれ300mm/min、22%、350Wに固定し、パルス周波数とパルス幅を変えて溶接した試験片の溶接線方向のマクロ試験結果である。パルス周波数の低い試験片では、溶接線方向の溶け込み深さに多少変動が認められるが、パルス周波数の増加とともに溶け込み深さの変動は減少している。マクロ写真上から判断する

と、レーザー照射間隔が30Hzの試験片では、溶け込み深さは最大で12%程度の変化を示している。このことから、パルス周波数はビード表面形態とともに溶接線方向の溶け込み深さにも影響を及ぼし、均一な溶け込み深さを得るためにはパルス周波数が高い溶接条件が望ましいものと考えられる。しかし、パルス周波数の増加はレーザー発生装置の寿命低下をもたらすことから、必要以上の高周波パルスの印加は生産コストを高めることになる。このことを考慮して製造メーカーでは30Hz程度のパルスを印加した溶接条件を検討しているが、この場合溶け込み深さの変動を考慮してのど厚不足にならない溶接条件を選定すべきである。

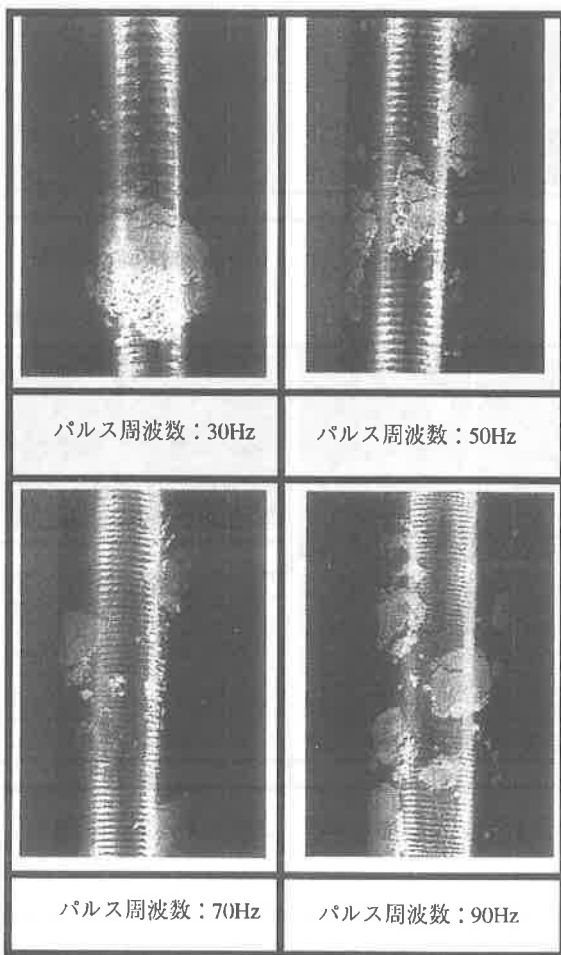


図9 溶接条件とビード表面に形成される波の形態

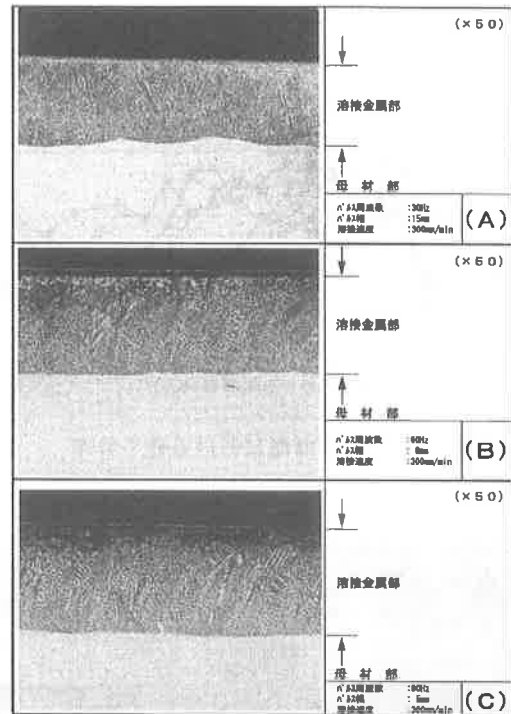


図10 溶接線方向マクロ試験結果

### 3-2 溶接部硬さ試験及び組織試験結果

図11は、各条件で溶接した試験片の断面における硬さ試験結果を示す。ボンド部及びその近傍の硬さは、母材部より若干上昇しており、溶接部から母材側に向かうにつれてHv230程度の母材硬さに収束する傾向を示している。溶接金属側においてはボンド部より0.3mm付近から硬さが増加し、母材側においては、溶接速度が200mm/min、250mm/min、300mm/minではボンド部から0.6mm程度まで硬化しているが、50mm/minにおいてはボンド部より1mm以上の領域まで硬化している。YAGレーザー溶接とTIG溶接で入熱量を比較するのは適当ではないが、溶接条件から本実験条件におけるTIG溶接の入熱量はYAGレーザー溶接よりも大きいことが推定される。溶接速度が200mm/min、250mm/min、300mm/minの場合母材と硬化部の硬さの差はビッカース硬さで約20程度であるが、入熱が大きい溶接速度50mm/minとTIG溶接の場合その差はビッカース硬さで約30となり硬度の差が増大している。

図12は溶接部近傍の組織試験結果を示す。溶接金属部にはデンドライト組織が認められるが、溶接速度が遅くなり入熱量が時間的に大きくなるのに伴い、デンドライトが成長しているのが認められた。更にTIG溶接の場合は母材側の結晶が他と比較して大きくなっており、冷却速度が遅くなっているものと考えられる。これは、YAGレーザー溶接とTIG溶接では同一の溶接装置を使用していないことから、入熱量が大きい上に溶接治具等が異なることによる冷却速度の低下が原因であると思われる。

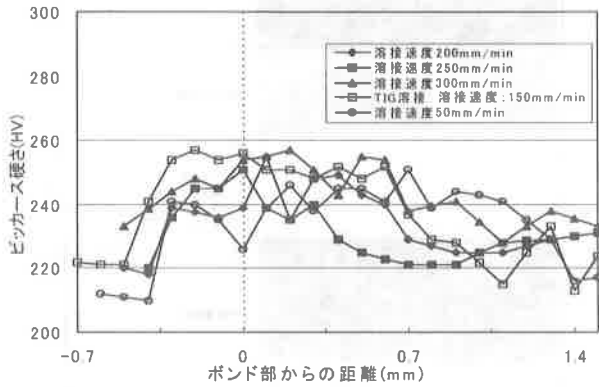
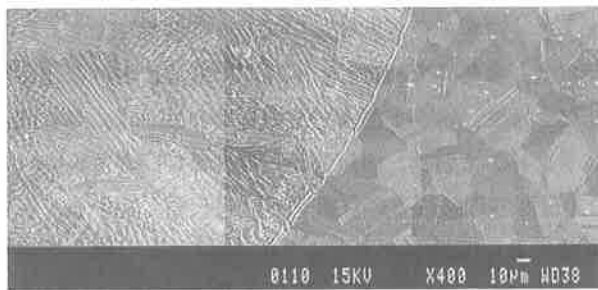


図11 溶接部断面における硬さ分布



溶接速度：200mm/min, 出力 350W



溶接速度：50mm/min, 出力 350W



TIG 溶接, 溶接速度：150mm/min, 溶接電流：16A

図12 溶接部の金属組織の変化

図13は溶接金属部における合金元素の偏析状況を、図14は母材部における合金元素の偏析状況を示す。溶接金属部においては、Ni, Moが若干偏析しているがCrは一様に分布しており偏析は認められない。一方母材部ではNi, Mo, Crのすべてにおいて偏析は認められなかった。以上の結果から、YAGレーザー溶接装置の治具の冷却能は非常に高く、母材部の熱影響は極めて少ないと考えることができる。

YAGレーザー溶接の場合、入熱量の多寡により硬さが変

化するが、母材硬さと比較してみるといずれの場合もその硬さの変化は10%程度であり、広義には熱影響部と考えることもできる。しかし、実際は結晶粒の粗大化を含めた組織の差違や、合金元素の偏析もほとんど認められないことから、現実的にはYAGレーザー溶接の場合、明確な熱影響部は存在しないと考えるのが妥当である。

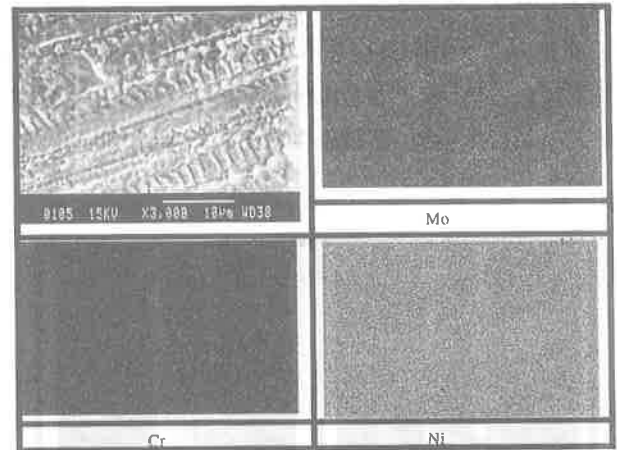


図13 溶接金属部における合金元素の偏析状況

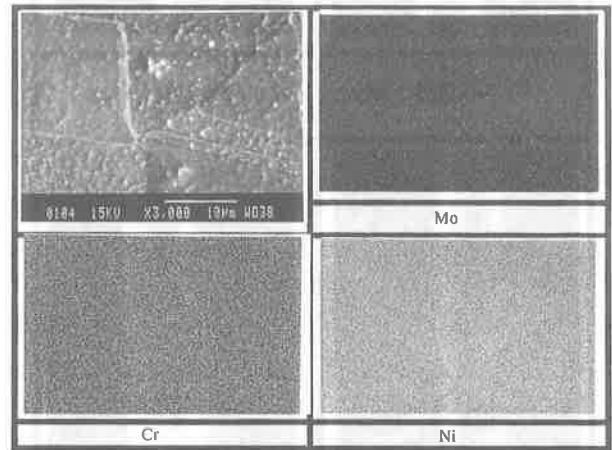


図14 母材部における合金元素の偏析状況

図15はビード表面に現れた変色領域の反射電子像を示す。濃淡の差から数種の元素が分布していることが認められる。表1はビード表面部、灰色変色部および黒色変色部の定量分析結果である。主成分の合金元素以外にMg, Al等の元素が検出されている。この結果を基に、144×144 $\mu$ mの領域を0.36 $\mu$ mピッチで400×400点について各元素の分布を調べた結果が図16である。反射電子像から推定される変色領域と比較すると、変色領域の主成分はO, Al, Mg, Caの4元素である。このうち、Al, Mg, Caの3元素は Hastelloy C-22の合金元素ではない。溶接金属内部ではこの3種の元素は検出されなかったため、レーザーによって熔融された金属のうち比較的軽い元素が熔融金属表面に浮遊し

て表面に析出したものと考えられる。Oについても、Arガスを満たしたチャンバ内でYAGレーザー溶接を行っていることから、Oがチャンバ内に多量に存在する可能性は少ないが、チャンバ内のArガス置換が不十分であったかアシストガスに混入していた可能性が考えられる。しかし、疲労試験において100万回を達成した試料にも変色領域が認められたことから、溶接部の強度等への影響は少ないと思われる。

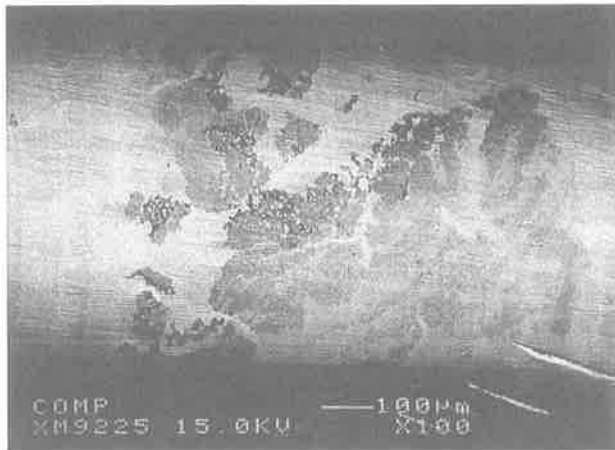


図15 反射電子組成像

表1 ビード表面の定量分析結果

	O	Mg	Al	Si	Cl	Ca	Cr
正常部	0	0	0.263	0	0	0	24.63
灰色変色部	5.657	2.105	3.692	0	0.135	0	22.52
黒色変色部	15.47	5.704	10.55	0.156	0	0.16	17.41

Fe	Ni	V	Mn	Co	Mo	W	Total
3.86	52.34	0.438	0.658	1.388	13.36	3.06	99.999
3.627	48.26	0.394	0	1.126	10.19	2.286	99.999
4.117	34.67	0.313	0	0.969	8.589	1.899	100

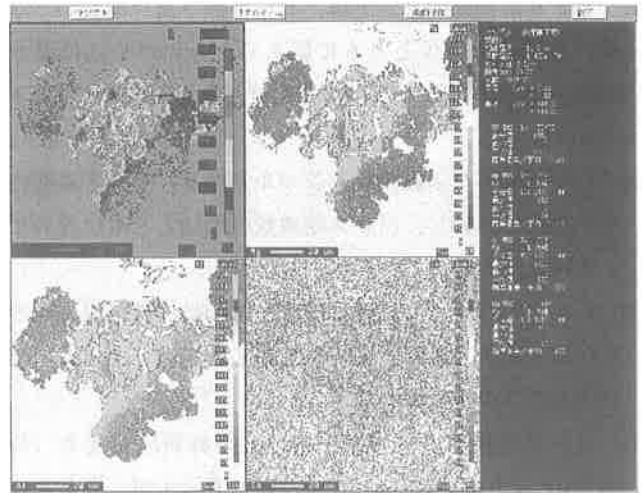


図16 変色領域の元素分布

### 3-3 ハステロイC-22の溶接性評価

金属組織観察から、ハステロイC-22の母材は単相の金属組織を有している。Ni-Cr系及びNi-Mo系状態図によると、Cr及びMoはNiに対し広い固溶限を有しており、56Ni-22Cr-14Moを主成分とするハステロイC-22はNiをCr及びMoで固溶強化<sup>4)</sup>した合金といえる。このため相変態点を有さず、溶接時の急熱急冷に伴い鉄鋼材料が示すような熱影響部の硬化現象を生じない。3-2で述べたように、ボンド部近傍の母材部でわずかに硬さ上昇が認められた。しかしこの領域の組織変化はほとんど認められず、Ni-Cr系状態図から溶接時の加熱に伴うCrNi等の短範囲規則格子の形成に起因する現象と推察される。

一方、ハステロイC-22の線膨張係数は $12.4 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ であり、アルミニウムの $23.6 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ 、SUS304の $17.8 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ に比較して低い値である。このため、溶接時に発生する歪みもアルミニウム合金やオーステナイト系ステンレス鋼より少ないものと推察され、高精度な溶接が可能になるものと考えられる。また、熱伝導率は $10.1\text{W}/\text{m}\cdot^{\circ}\text{C}$ で、SUS304の $16.3\text{W}/\text{m}\cdot^{\circ}\text{C}$ 、アルミニウムの $94.0\text{W}/\text{m}\cdot^{\circ}\text{C}$ より低い値である。このため、投入エネルギーの周辺部への熱拡散も少なく、熱集中性の良い溶接が可能になるものと推察される。溶接部の金属組織解析でも、熱影響部はほとんど認められず良好な接合部の形成を示している。

以上のことからハステロイC-22は極めて良好なレーザー溶接性を有しているものと考えられ、適正な溶接条件の選定により優れた継手特性が得られるものと考えられる。

## 4. 結 言

溶接部のマクロ試験、硬さ試験及び金属組織試験をとおして、ハステロイC-22のレーザー溶接部の特性を検討した。得られた結果は以下のように要約される。

- (1) レーザ溶接部のビード幅、ビード高さ及び溶接のど厚は、入熱量の減少とともに低下し、みかけの入熱量が0.88J/mmで溶接のど厚は母材板厚である0.45mmまで低下する。
- (2) レーザのパルス周波数及びパルス幅は、ビード表面の波の形成に影響し、パルス周波数の増加とともに波のピッチは低下する。
- (3) レーザのパルス周波数及びパルス幅は、溶接線方向の溶け込み深さに影響し、パルス周波数の低下とともに溶け込み深さの変動が増加する。
- (4) レーザ溶接部のボンド近傍は、母材領域の硬さ（約Hv220）より高いHv240~250の硬さを示すが、硬化領域は1mm以下と極めて狭い領域である。
- (5) レーザ溶接部では、ボンドに接する母材領域の組織変化はほとんど認められず、溶接熱影響部は極めて狭いものと推察される。
- (6) 本実験条件において、ハステロイC-22のレーザ溶接速度は、出力350W時には400mm/min以下に抑えるべきである。

#### 参考文献

- 1) (財)日本規格協会：JIS工業用語大辞典（第3版）、(1991)、p1703
- 2) 鈴木春義、田村博：現代溶接技術体系《第1巻》、産報出版、(1970)、P42
- 3) 太田省三郎、妹島五彦：現代溶接技術体系《第4巻》、産報出版、(1970)、P71-91
- 4) Dr.phil.Max Hansen, Dr.ref.nat.Kurt Anderko, Constitution of Binary Alloys second edition, (1985), P541, P968