



Table 1 Chemical compositions of steel plates used.

Material	Thickness mm	Chemical compositions (mass%)													Ceq	Pcm
		C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	V	Nb	Al	B		
HT80-A	60	0.12	0.23	0.93	0.006	0.002	0.19	1.22	0.48	0.45	0.03	-	0.066	0.0007	0.53	0.26
HT80-B	25	0.10	0.27	0.92	0.009	0.002	0.20	0.98	0.47	0.27	0.04	-	0.052	0.0012	0.45	0.23
HT100-B	38	0.11	0.11	0.86	0.004	0.001	0.03	1.57	0.54	0.56	0.073	-	0.053	0.0011	0.55	0.26

CrO<sub>3</sub>+14 ml H<sub>2</sub>O 溶液で電解腐食することによって作成した。

使用した装置は、加速電圧200 kV の EDX-STEM(日本電子製, JEM-2000-FX-II) 及び加速電圧125 kV の HU-12A(日立製作所製)である。

本報では、Gleeble 1500 試験機で再現溶接熱サイクルのみを加えた試験片に生成した M-A 組織に対し、主として内部構造を調べた。また、再現溶接熱サイクルを加えた試験片に容量90 MJ のエレマ炉を使用して所定の温度で保持することにより溶接後熱処理(PWHT)を行い、PWHT 後の M-A 組織の特性も調べた。

再現溶接熱サイクルは、CGHAZ に相当する最高加熱温度(T<sub>p</sub>)を1623 Kとし、保持時間(t<sub>h</sub>)は6 sとした。1073から773 Kまでの冷却時間(Δt<sub>8/5</sub>)は、主として200 sとした。M-A 組織の組成分析には、EPMA を使用し、ZAF 法を用いて定量化した。EPMA の有効ビーム径(2~3 μm)を考慮して、大きなサイズの M-A 組織を分析対象とした。使用した装置は JEOL SUPERPROBE JXA8600(日本電子製)であり、加速電圧は20 kV、試料電流は26 nA とした。M-A 組織の硬さは、超微小ピッカース硬度計(明石製作所製, MVK-G3)を使用して3個以上の M-A 組織を測定し、その平均値とした。測定荷重は、9.8×10<sup>-3</sup> N とした。

### 3. 実験結果及び考察

#### 3.1 島状マルテンサイトの内部組織

##### 3.1.1 島状マルテンサイトにおけるセメントタイト

HT80-B 中の再現 CGHAZ よりレプリカ上に抽出された M-A 組織と考えられる部分の TEM による明視野像を Fig. 1 (a) に示す。Fig. 1 (b) は、同じ視野をフェライトの{110}面からの回折線及びセメントタイトの{210}面からの回折線を用いて観察した暗視野像である。Fig. 1 の明視野像より、M-A 内組織部には、デンドライト状及びその枝に相当するとみられる微細な針状の形態を呈したセメントタイトと考えられる析出物が認められる。Fig. 1 の析出物からの電子線回折図形を Fig. 2 に、また、その解析結果を Table 2 に示す。Table 2 より、これらの析出物はセメントタイトと考えられる。

Fig. 1 に示されたこのデンドライト状のセメントタイトは Pitsch と Schrader<sup>2)</sup> によって、ラスマルテンサイトの分解の初期段階に析出すると述べられているものと同様の形態を呈している。一方、針状のセメントタイトは、低合金高張力鋼の焼戻しマルテンサイト中の針状炭化物と大きさ(長さ約100 nm)及び形状が類似している。したがって、形態的に見て、これらのデンドライト状及び針状のセメントタイトは、M-A 組織中のラスマルテンサイトが自己焼戻しすることによって析出したものと考えられる。

一方、M-A 組織内部には、これらのセメントタイトとは形態が異なったやや粗大な棒状のセメントタイトと考えられる析出物も観察された。その一例として、HT80-A の

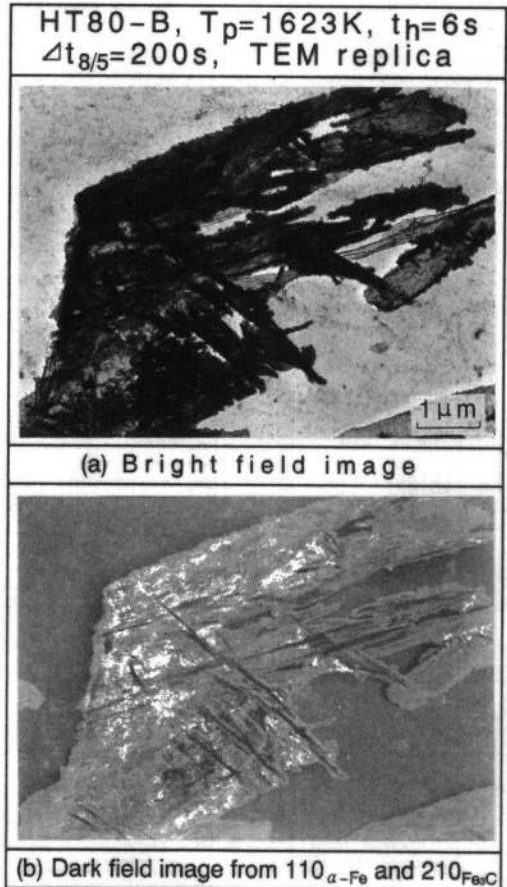


Fig. 1 Bright and dark field images of M-A constituent in a HT80-B weld HAZ by TEM (extracted carbon replica).

単層溶接熱サイクル過程で生成した M-A 組織において観察されたものを Fig. 3 に示す。この棒状セメントタイトと考えられる析出物は、M-A 組織とフェライトマトリックスの境界、残留オーステナイトの内部又は残留オーステナイトとマルテンサイトの境界に多く析出していた。またこの棒状セメントタイトと考えられる析出物は、前述した針状セメントタイトよりも比較的粗大で、Pickering<sup>3)</sup> が示した比較的高い温度でオーステナイトから直接析出し、ラスフェライト間に析出する棒状セメントタイトとほぼ同じ形態を呈している。また、Habracken と Economopoulos<sup>4)</sup> や著者の一人<sup>5)</sup> も、高い温度ではセメントタイトがオーステナイトから直接析出することを示している。したがって、M-A 組織内部のやや粗大な棒状セメントタイトと考えられる析出物は、その形態から、M-A 組織の形成過程において C が著しく濃化されてオーステナイトから直接析出して形成されたセメントタイト

HT80-B,  $T_p=1623\text{K}$ ,  $t_h=6\text{s}$ ,  $\Delta t_{8/5}=200\text{s}$   
Electron diffraction patterns

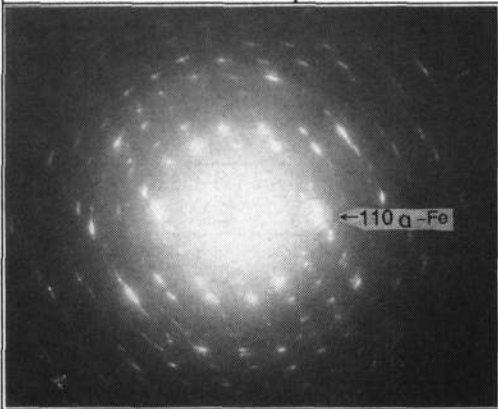


Fig. 2 Electron diffraction patterns from extracted cementite.

Table 2 The evaluation of diffraction patterns from Fig. 1.

No.	INTENSITY	d (nm)	Fe <sub>3</sub> C		α-Fe	
			d (nm)	hkl	d (nm)	hkl
1	spots	0.254	0.254	020		
2	spots	0.238	0.238	112		
3	—	—	0.226	200		
4	spots	0.216	0.220	120		
5	spots	0.210	0.206	210		
6	—	—	0.202	022		
7	spots	0.202			0.2026	110
8	spots	0.201	0.201	103		
9	spots	0.193	0.197	211		
10	spots	0.185	0.187	113		
11	—	—	0.185	122		
12	spots	0.173	0.176	212		
13	spots	0.168	0.168	004		

と考えられる。

### 3.1.2 島状マルテンサイトにおけるマルテンサイト

Fig. 4 は、HT80-B の電顕薄膜試片の TEM 観察において認められた塊状 M-A と考えられる組織を示しているが、マルテンサイト\*<sup>1)</sup> 及び残留  $\gamma$  と考えられる組織並びにセメントタイトと考えられる析出物が混在しており、マルテンサイトと考えられる組織には内部双晶も認められた。セメントタイトと考えられる析出物は、残留  $\gamma$  と  $\alpha$  マトリックスと考えられる組織の境界に析出している。Fig. 5 は、Fig. 4 に示した塊状 M-A のマルテンサイトと考えられる組織の電子線回折結果を示す。Fig. 5 には  $\gamma$

\*本論文では、M-A 中に観察されるマルテンサイトをラスマルテンサイトと板状マルテンサイトの 2 種類に分類し、内部双晶と考えられる縞模様認められるものを板状マルテンサイトとし、高密度の転位が認められるものをラスマルテンサイトと判断した。

HT80-A,  $T_p=1623\text{K}$ ,  $t_h=6\text{s}$ ,  $\Delta t_{8/5}=200\text{s}$   
TEM replica

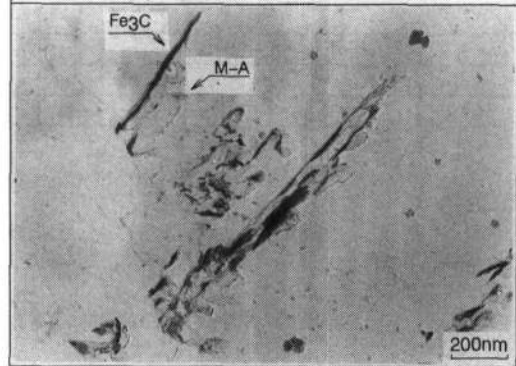


Fig. 3 Coarser cementite observed with TEM in a M-A constituent in a HT80-A weld HAZ (extracted carbon replica).

HT80-B,  $T_p=1623\text{K}$ ,  $t_h=6\text{s}$ ,  $\Delta t_{8/5}=200\text{s}$   
TEM thin foil

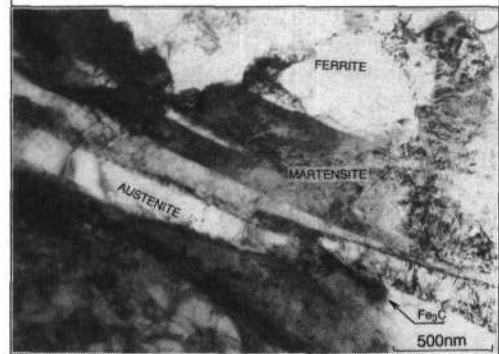


Fig. 4 Massive M-A constituent observed with TEM showing lath martensite, retained austenite and cementite.

HT80-B,  $T_p=1623\text{K}$ ,  $t_h=6\text{s}$ ,  $\Delta t_{8/5}=200\text{s}$   
Electron diffraction patterns

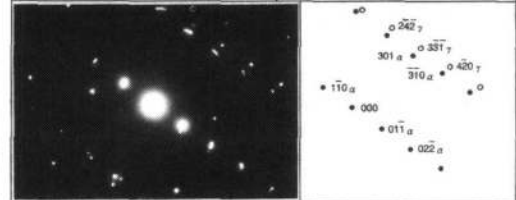


Fig. 5 Electron diffraction patterns of martensite and austenite.

の回折斑点も同時に同定されている。このマルテンサイトと  $\gamma$  の回折図形の相対的な位置関係より、Kurdjumov と Sachs の関係がほぼ成立すると推測される。

Fig. 6 にも HT80-B の塊状 M-A と考えられる組織を示す。Fig. 6 には、高密度の転位を含むラスマルテンサイト及び残留オーステナイトと考えられる組織が M-A 組織中に観察された。また、残留オーステナイトの端部には、その存在位置及び形態から判断して、オーステナイトから析出したとみられる棒状のセメントタイトと考えられる析出物が存在している。

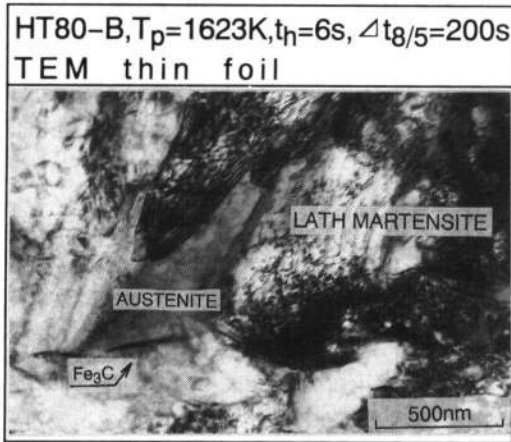


Fig. 6 Massive M-A constituent observed with TEM showing lath martensite, retained austenite and cementite.

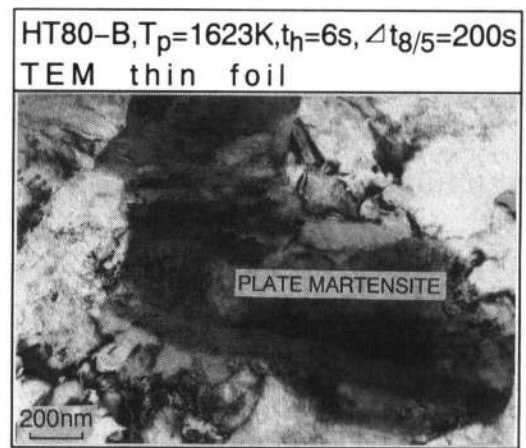


Fig. 8 Massive M-A constituent observed with TEM showing plate martensite.

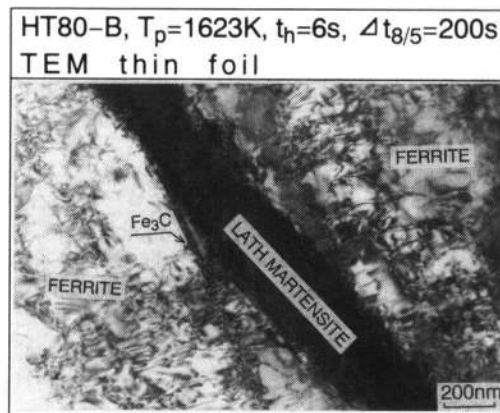


Fig. 7 Elongated M-A observed with TEM showing lath martensite and cementite.

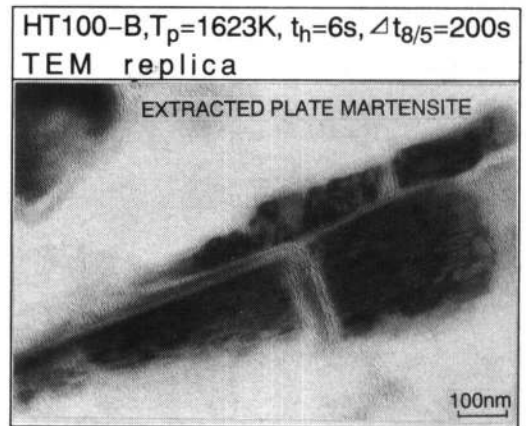


Fig. 9 Massive M-A constituent observed with TEM showing twins inside a plate martensite (extracted carbon replica).

HT80-Bの棒状M-Aを構成するラスマルテンサイトと考えられる組織例をFig.7に示す。このラスマルテンサイトには非常に高い転位密度が認められ、フェライトマトリックスとの境界には棒状のセメンタイトと考えられる析出物が存在していた。そして、周囲のフェライトも転位密度が高いことが認められた。

多くのTEM観察結果から、棒状M-Aを構成するマルテンサイトは多くがラスマルテンサイトで、一方、塊状M-A中には板状マルテンサイトが多く観察された。板状マルテンサイトと考えられる組織の例をFig.8及びFig.9に示す。いずれの塊状M-Aと考えられる組織中においても、残留オーステナイトが電子線回折で同定された。Fig.8はHT80-B中の塊状M-Aと考えられる組織の薄膜試片のTEM写真であり、板状マルテンサイトの内部には、双晶が観察される。Fig.9はHT100-B中のM-A組織が抽出されたと考えられるレプリカのTEM写真である。Fig.9においてもM-A組織内部に双晶が観察される。棒状セメンタイトはマルテンサイトとフェライトマトリックスの境界及びマルテンサイトとオーステナイトの境界並びに残留オーステナイトの内部にのみ観察され、板状マルテンサイトの内部には形態的にも電子線回折においても観察されなかった。

SpeichとLeslie<sup>6)</sup>によって示されたごとく、0.5~0.8 mass% Cの炭素鋼の焼入れ組織には、ラスマルテンサイト、板状マルテンサイト並びに残留オーステナイトが混在する。本研究においても、棒状及び塊状M-Aのいずれにも上記組織が混在して観察された。しかし、その構成比率は、棒状と塊状M-Aとで相違が認められた。

すなわち、棒状M-AのマルテンサイトはFig.7に示したごとくラスマルテンサイトと考えられる組織が多いが、塊状M-AにはFig.8及びFig.9に示したごとく板状マルテンサイトと考えられる組織が多く観察された。そして、残留オーステナイトが棒状M-Aよりも塊状M-Aにおいて多く認められた。ただし、塊状M-Aにおいても残留オーステナイトの量はマルテンサイトの量と比較して非常に少なかった。

### 3.1.3 マトリックスの転位密度に及ぼす島状マルテンサイトの影響

HT80-Bの再現CGHAZに生成したM-A組織と考えられる組織とその周囲のTEM写真(電顕薄膜試片)をFig.10に示す。Fig.10の塊状M-Aには、残留オーステナイトと考えられる部分が認められ、残留オーステナイトに接する側のフェライトの転位密度は、マルテンサイトと考えられる組織と接している側のフェライトの転

位密度に比較してかなり低い。他のM-A組織と考えられる組織の周辺でも同様の観察が得られている。M-A組織中のマルテンサイトに接しているフェライトの転位密度の増加は、オーステナイト→マルテンサイト変態時の体積膨張によるものと考えられる。なお、マルテンサイト又はM-A組織周辺のフェライトにおける高密度の転位は、HabrakenとEconomopoulos<sup>4)</sup>、BissとCryderman<sup>7)</sup>及びBalligerとGladman<sup>8)</sup>も観察している。また中尾ら<sup>9)</sup>は、M-A組織が生成するときのマルテンサイト変態時に、周辺に引張の内部応力を発生させ、脆性破壊の発生を容易にさせるとしている。このようなM-A組織内のマルテンサイトによって、周辺のフェライト中に導入された高密度の転位は、M-A組織とフェライトマトリックス境界における割れの発生伝播<sup>10)</sup>の促進に少なからず影響を及ぼしていると考えられる。

3.2 島状マルテンサイトの組成分析

HT80-A, HT80-B及びHT100-Bの再現CGHAZにおける塊状M-A組織中のC, Ni, Cr, Si及びMoのEPMA分析結果を、 $\Delta t_{8/5}$ の関数としてそれぞれFig. 11(a)~(c)に示す。なお、図中のBase metalは、鋼板の化学分析の値を示し、Ferrite matrixは母材のフェライトマ

トリックスのEPMA分析結果を示している。

いずれの鋼種においても、M-A組織内の炭素量は、母材及びマトリックスと比較して非常に高く、また $\Delta t_{8/5}$ と共に増加し1.3~2.2mass%にも達する。M-A組織中のNiも $\Delta t_{8/5}$ の増加とともにわずかに増加する傾向にあるが、Moは逆に加わずかに減少するようである。また、Si, Mn及びCrは明瞭な変化が認められない。

BangaruとSachdev<sup>11)</sup>は、冷却速度が遅くなれば、冷却中の炭素の拡散距離が長くなりM-A組織中に濃縮される炭素量が多くなるため高炭素の双晶マルテンサイトが生成するが、逆に冷却速度が速くなれば低炭素のラスマルテンサイトが生成することを明らかにしている。BangaruとSachdevの結果は、 $\Delta t_{8/5}$ の増加とともに炭素がM-A組織中に濃縮されることを意味しており、Fig. 11の結果と良く一致する。また、BissとCryderman<sup>7)</sup>もM-A組織中にCとMnが濃化することを観察している。

一方、JosefssonとAndren<sup>12)</sup>は、ベイナイト反応にともなう残留オーステナイト中の炭素集中を計算し、ベイナイト反応が終了する約700Kにおいてオーステナイト中の炭素濃度は約2.6mass%に達するとしている。このJosefssonとAndrenの結果並びに本研究の比較的大きい $\Delta t_{8/5}$ を考慮すれば、本研究におけるM-A組織の炭素濃度の測定値1.3~2.2mass%は、妥当な範囲にあると考えられる。

EPMAによるM-A組織の炭素の面分析結果をFig. 12に示す。Fig. 12は $\Delta t_{8/5}$ が500sの再現CGHAZに生成したM-A組織の分析結果であり、供試材料はHT80-Bである。Fig. 12より、M-A組織における炭素の濃化が明瞭に認められる。なお、同時にMn, Cr, Mo及びNiについても面分析を行ったが、これらのM-A組織における顕著な濃化は検出できなかった。

M-A組織の高い炭素濃度は、次項で示すM-A組織の著しい硬さの上昇の原因となり、このような硬質相が島状にマトリックス中に存在することは破壊挙動に大きな影響を及ぼすと考えられる<sup>16)</sup>。

3.3 島状マルテンサイトの硬さの検討

M-A組織の硬さ測定は、M-A組織の大きさが微小なため非常に困難であり、測定例<sup>13,14)</sup>も少ない。従来の測定例によれば、M-A組織の硬さとして、ColdrenとCryderman<sup>13)</sup>はHv700程度、小溝ら<sup>14)</sup>もHv(19.6×

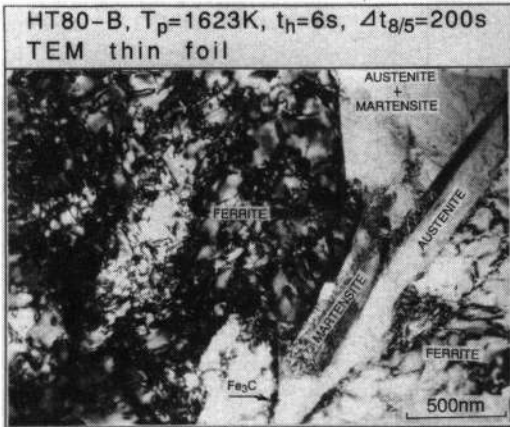


Fig. 10 Massive M-A constituent observed with TEM showing plate martensite, retained austenite and cementite.

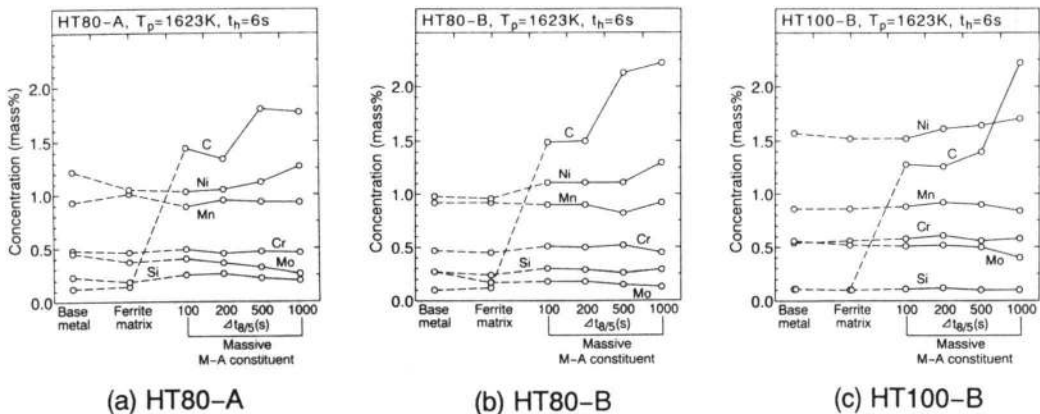


Fig. 11 Change in the composition of massive M-A constituents with  $\Delta t_{8/5}$ . (a) HT80-A, (b) HT80-B and (c) HT100-B.

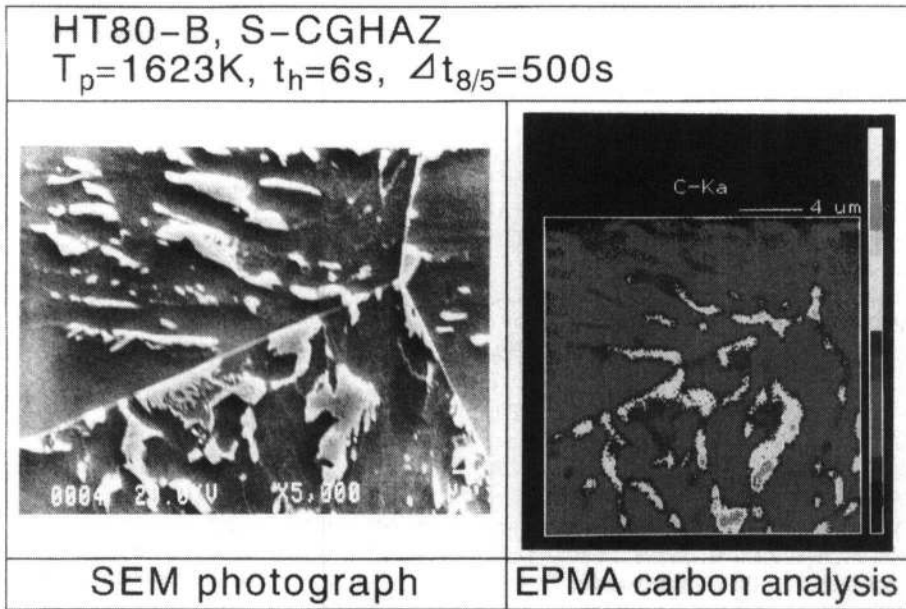


Fig. 12 Distribution of C in M-A constituent of HT80-B subjected thermal cycle of  $\Delta t_{8/5} = 500$  s by EPMA.

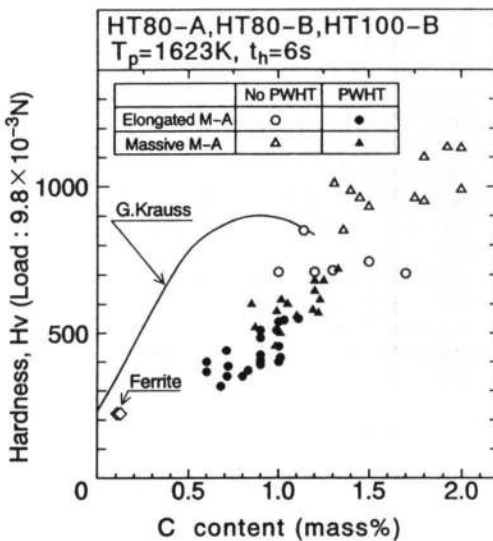


Fig. 13 Relation between Vickers hardness and C content of M-A constituent.

$10^{-3} N$ ) 650~700 の測定値を得ている。

一方、焼入れ状態のマルテンサイトの硬さは、主として炭素量によって決定されるとされている。例えば、Krauss<sup>15)</sup>は、炭素量が0.4%までは炭素量に比例して Hv は直線的に増加し、炭素量が0.4%を超えると残留オーステナイトの存在による影響で硬化の割合は減少することを示した。したがって、M-A 組織の硬さも、M-A 組織に含まれる炭素濃度に大きく影響されると考えられる。

そこで本研究においても、M-A 組織の硬さ測定結果と炭素濃度との関係を調べた。その結果を Fig. 13 に示す。ただし、Fig. 13 には再現 CGHAZ についての結果と

PWHT を行った後の測定結果をまとめて示している。PWHT 温度は、623及び773 K である。なお、Fig. 13 には Krauss の焼入れ状態のマルテンサイトの硬さと炭素量のデータも示している。Fig. 13 より、M-A 組織の硬さと M-A 組織の炭素濃度とは、ほぼ直線関係が成立する。概して、塊状 M-A の硬さ及び炭素濃度は、棒状 M-A のそれらよりもやや大きく、Hv ( $9.8 \times 10^{-3} N$ ) はそれぞれ約1000及び約700、炭素濃度はそれぞれ約1.8及び1.3 mass% である。この値は、小溝ら<sup>14)</sup>の棒状 M-A の測定値とほぼ一致している。

また、Fig. 13 に示すように、PWHT によって、M-A 組織の硬さ及び炭素濃度が低下している。ただし、PWHT 後においても塊状 M-A の硬さ及び炭素濃度は棒状 M-A のそれらよりもやや大きい傾向が見られる。このように、PWHT を行うと、M-A 組織の硬さ及び炭素濃度は、かなり低下するが、フェライトと比較すれば依然としてかなり高い値である。

3.1.2に述べた棒状 M-A と塊状 M-A との内部構造の比較結果によれば、棒状 M-A には炭素量が少ない場合に形成されやすいラスマルテンサイトが多く認められ、また、塊状 M-A には炭素量が大きい場合の板状マルテンサイトが多く認められている。Fig. 13 の棒状 M-A と塊状 M-A の炭素濃度の相違は、M-A 組織の内部構造の検討結果から推測される炭素濃度の相違と一致している。

Fig. 13 より、本研究で得られた M-A 組織の硬さと炭素濃度との関係は、Krauss による焼入れ状態のマルテンサイトについての関係よりも低い硬さを与える。この理由として、焼入れ状態のマルテンサイトと比較して、M-A 組織が遅い冷却速度で生成したために生じる違いが考えられる。すなわち、M-A 組織のほうが多くの残留オーステナイトを含み、またマルテンサイトの自己焼戻しにより進んでいるものと考えられる。

Aihara と Haze<sup>16)</sup>も指摘しているごとく、Fig. 13 に

