

鉄鋼材料における摩擦攪拌加工中のツール摩耗を利用した 表面合金化技術の開発

大阪大学 接合科学研究所
助教 山本 啓

(2020 年度 奨励研究助成 (若手研究者枠) AF-2020032-C2)

キーワード：摩擦攪拌プロセス，ツール摩耗，超硬合金，低炭素鋼，表面合金化，固溶，加工誘起変態

1. 緒言

金属材料を接合する手法のひとつとして、摩擦攪拌接合 (Friction stir welding: FSW)¹⁾がある。FSW は、高速回転させたツールと呼ばれる棒状工具を表面に押し付けることで生じる摩擦熱と塑性変形を利用した固相接合法である。その接合部は、動的再結晶によって超微細粒組織となるため、場合によっては母材よりも高い強度を示す。またその特徴を生かし、表面改質のために応用した摩擦攪拌プロセス (Friction stir processing: FSP)²⁾は、所望の局所領域に対して組織の微細化・均質化が可能な他に類のない技術として知られている。

軟質なアルミニウム合金の施工から始まった FSW/P は、ツールに超硬合金や各種セラミックスなどの高温特性に優れた材料を採用することによって、現在では鉄鋼材料のような高強度金属にまで適用範囲を拡大している²⁻⁶⁾。しかしながら、鉄鋼材料の FSW/P において、ツールの摩耗は依然として不可避な問題であり、良好な加工品質を維持するうえで大きな障害となっている。一方、本研究にて着目するのは、このときに鋼中に分散されるツール構成元素の存在である。多くの研究者が“摩耗しないツール”の開発に注力するばかりで、摩耗したツール材と鋼材との間で生じる組織変化に着目した研究は国内外ともにほとんどない。その数少ない研究事例⁷⁾では、FSW 中に PCBN 製ツールから供給された B がステンレス鋼基地との反応によって Cr ホウ化物の形成に寄与し、鋼中固溶 Cr 濃度の低下による耐食性の劣化が懸念されるというネガティブな結果を報告している。しかしながら、著しい塑性変形と元素添加が同時に起こる本現象は、局所領域へのメカニカルアロイングとして捉えることができ、ツール材と鋼材の組合せによっては、材料特性改善のためのポジティブな結果へと転換できる可能性を秘めている。本研究では、低炭素鋼板の FSP において超硬合金ツールの構成元素の供給が組織形成に及ぼす影響を解明し、鋼表面の機械的性質向上に資する新しい局所的元素添加・合金化手法を提案することを目的とした。

2. 実験方法

供試材には、低炭素鋼板 SM490A を使用した。FSP ツールは WC-Ni 系超硬合金製で、先端は直径 15 mm のフラット型を採用した。鋼板表面に対し、ツール回転速度

1000 rpm、移動速度 100 mm/min、挿入深さ 0.8 mm、後退側傾斜角 3 deg. (著しいツール摩耗を生じる高入熱条件) で FSP を施工した。

攪拌部表層におけるツール元素の存在状態と組織形成への影響を調査するため、鏡面研磨した試料断面に対し、電子線マイクロアナライザ (Electron probe microanalyzer: EPMA) による元素分析や電子線後方散乱回折 (Electron backscatter diffraction: EBSD) 法による相同定・結晶方位解析を行った。

ツール元素の供給による機械的性質への影響を調査するため、小型試験片を用いた引張試験を実施した。引張方向が FSP 方向に対して垂直方向となるように、厚さ 0.1 mm の試験片を攪拌部表層から採取した (詳細は後述)。引張試験は、室温にてひずみ速度 2.5×10^{-4} /s で行った。また、引張試験時のひずみの導入に伴う残留オーステナイト (γ) への影響を調査するため、微小部 X 線回折 (Micro X-ray diffraction: μ -XRD) 装置による残留 γ 体積率の定量測定を逐次行った。X 線源には Co を採用し、出力 35 kV 及び 80 mA にて発生させた X 線を直径 0.8 mm のコリメータを通して、試験片平行部表面の各測定点に 75 min ずつ照射し、回折角 23.3~116.7 deg. の範囲の X 線強度を 2 次元検出器にて観測した。これにより得られたピーク強度から、ASTM E975-13 規格⁸⁾に基づいて残留 γ 体積率を計算した。

3. 実験結果・考察

FSP による攪拌部表層へのツール元素分布と組織形態との対応を調査するため、断面に対して EPMA と EBSD を行った。代表として EPMA-W 濃度マップと、同視野内にて得られた EBSD-逆極点図 (Inverse pole figure: IPF) マップならびに相 (Phase) マップを図 1 に示す。図 1(a) における白破線は、組織形態に起因するコントラストから見積もられた攪拌部の範囲を示している。その表層では厚さ 100 μ m 前後のツール元素が濃化した領域が観察され、表面に向かうにつれて高濃度となった (図 1(b))。攪拌部表面における XRD 結果からは、 α -Fe と γ -Fe のパターンのみが観察されており、FSP によって鋼側に供給されたツール元素は、鋼中に固溶していると考えられる。図 1(c) の EBSD-IPF マップでは、下部のツール元素が存在しない領域において、粗大なラスマルテンサイト (α) が観察されたのに対し、ツール元素が固溶した領域では、結晶粒径が

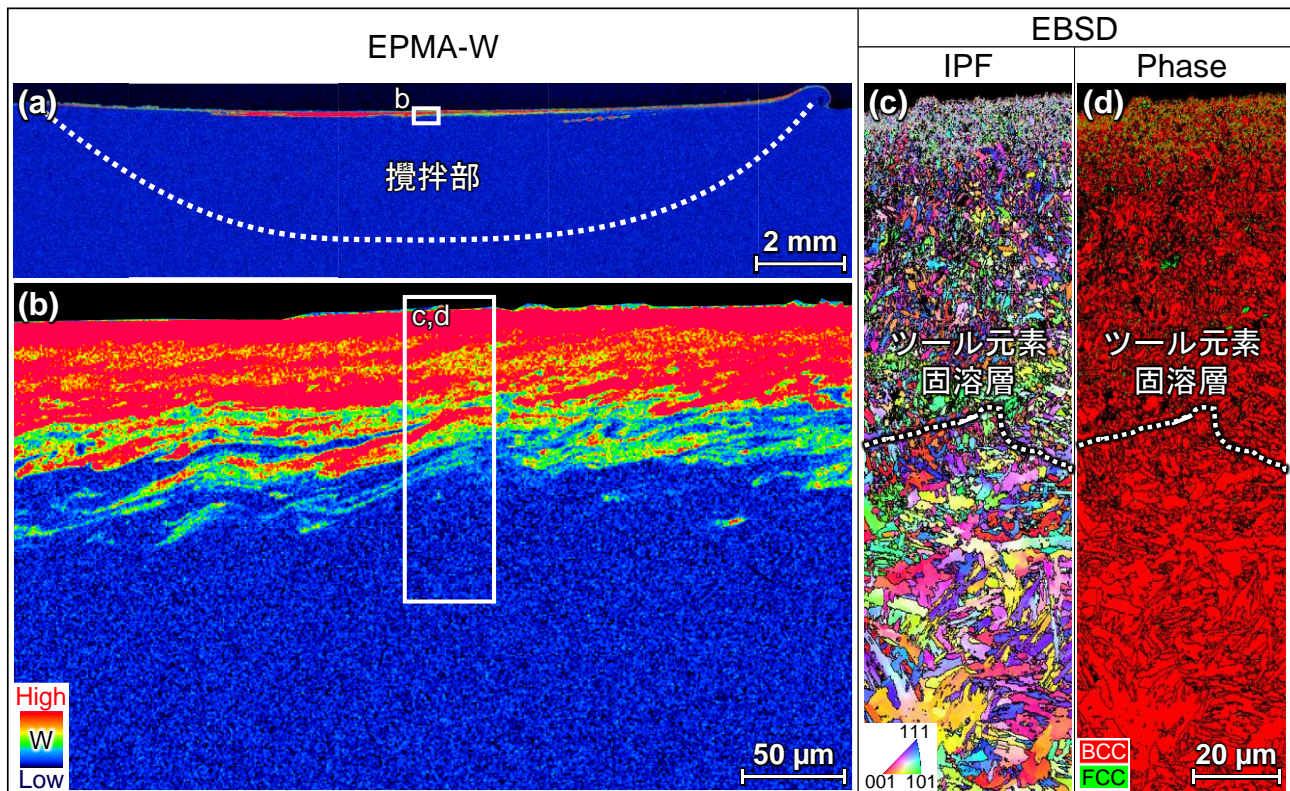


図 1 攪拌部断面の(a)EPMA-W 濃度マップ(全体)と(b)その中央部表層における拡大像。b 内のツール元素固溶層にて取得した(c), (d)EBSD-IPF, -Phase マップ。

著しく微細化されていた。また、そのツール元素固溶層では、図 1(c)の EBSD-Phase マップに示すように、微細な FCC 相(緑色)の存在が観察された。したがって、母材組織であるフェライト+パーライト組織は、FSP 中に γ 単相へと変態し、その状態でツール元素を固溶した後、冷却過程にて α' 変態したと考えられる。残留 γ は α' 変態が室温において未完了となった領域であり、ツール元素固溶層では多量の残留 γ が生じていた。

ツール元素固溶層における残留 γ 量の増大は、鋼中の化学組成に依存する α' 変態開始温度(M_s 点)の低下に起因すると考えられる。そこで、EPMA により得られた各元素濃度を基に、以下に示す Payson らの経験式⁹⁾を用いて M_s 点の分布を求めた。

$M_s(^{\circ}\text{C}) = 449 - 317\text{C} - 11\text{Si} - 33\text{Mn} - 28\text{Cr} - 17\text{Ni} - 11\text{W}$
 元素記号は、それぞれの元素の濃度(mass%)を表している。また、同一箇所における残留 γ 体積率と微細組織の平均結晶粒径を、図 1(c), (d)の EBSD の視野内から抽出した。表面からの深さ方向におけるそれらの分布を図 2 に示す。表面に近づくにつれて、W と C を主とするツール元素濃度が増加するため、その最表面での M_s 点は母材よりも最大で 200°C 程度低下していた(図 2(a))。また、同様に表面に近づくにつれて残留 γ 体積率も増大しており(図 2(b))、 M_s 点の低下に伴って α' 変態が未完了となった領域が増大したことが示唆された。加えて、図 2(c)に示すように、ツール元素固溶層内の微細組織は、ツール元素無添加の通常の

攪拌部よりも著しく微細化しており、固溶量増大に伴う粒成長の抑制による影響と考えられる。

ツール元素固溶層から小型試験片を取得し、引張試験によるひずみ付与が残留 γ に及ぼす影響を調査した。攪拌部表層から採取したツール元素固溶層を含む FSP まま試験片に加えて、比較としてその直下の表面から深さ 0.2 mm の位置にて取得した、ツール元素の固溶していない攪拌部内部の試験片と、ツール元素固溶層を含む試験片をサブゼロ処理により残留 γ 体積率を低減させた試験片、及び本試験の信頼性を確認するために基準となる母材試験片の計 4 種類を用意した。それぞれ「固溶層あり」、「固溶層なし」、「固溶層あり+サブゼロ処理」、「母材」試験片と呼称する。これら 4 種の試験片の応力-ひずみ曲線を図 3 に示す。図中には、引張試験前に測定した試験片平行部の中央における残留 γ 体積率を記載した。「母材」試験片の引張強さ約 550 MPa は、SM490A 鋼板の引張強さ規格 490 MPa に近い値であり、薄く細い平行部を有する試験片を用いた本試験が妥当なものであるといえる。一方、それ以外の 3 種の試験片では、総じて降伏応力と引張強さが著しく増加し、伸びが減少していた。これらの試験片は FSP 後の攪拌部から取得したものであり、結晶粒微細化と α' 変態による強化が要因と考えられる。これらの試験片の中で、「固溶層なし」試験片では降伏応力や引張強さは最低となり、伸びは最大を示した。一方、「固溶層あり」及び「固溶層あり+サブゼロ処理」試験片の引張強さはともに最大を示し、

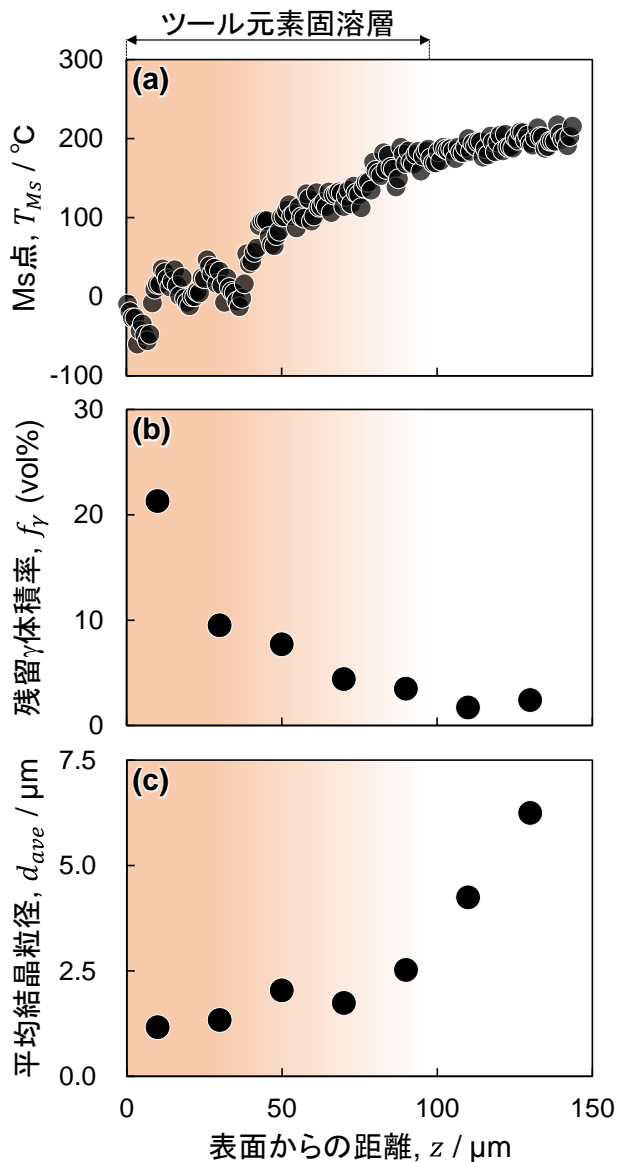


図 2 (a)EPMA 結果から見積もられる Ms 点と EBSD 結果から抽出した(b)残留 γ 体積率及び(c)平均結晶粒径の表面からの深さ方向における分布。

ツール元素による固溶硬化を生じていると考えられる。しかし、サブゼロ処理を施していない「固溶層あり」試験片の伸びは、「固溶層あり+サブゼロ処理」試験片よりも大きくなっていた。これらの結果から、両試験片では固溶硬化の程度が同等であるものの、伸びの増加は残留 γ 体積率の違いによるものと考えられる。「固溶層あり+サブゼロ処理」試験片では、サブゼロ処理にて残留 γ 体積率がおよそ 6.2 vol%減少しており、「固溶層あり」試験片ではこの体積率差分の残留 γ が伸びの増加に寄与したと考えられる。

変形に伴う残留 γ の変化を定量的に評価するために、「固溶層あり」試験片にひずみを段階的に付与し、平行部における局部ひずみと残留 γ 体積率の変化を追跡した。図 4 に示すように、試料平行部中央とそれを中心につかみ部方向にそれぞれ 1 mm ずつ離れた場所の合計 3 点(赤印)にて局

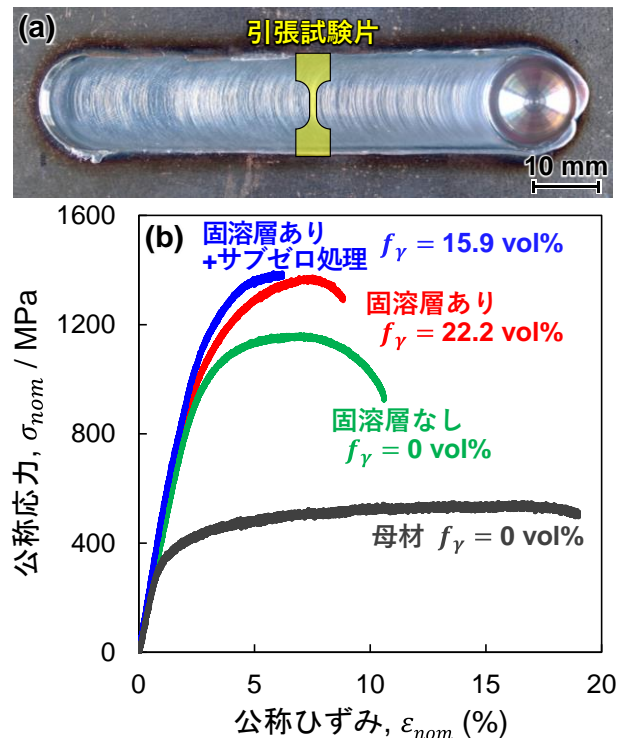


図 3 (a)引張試験片形状とその採取位置. (b) 「固溶層あり」、「固溶層なし」、「固溶層あり+サブゼロ処理」、「母材」試験片の応力-ひずみ曲線。

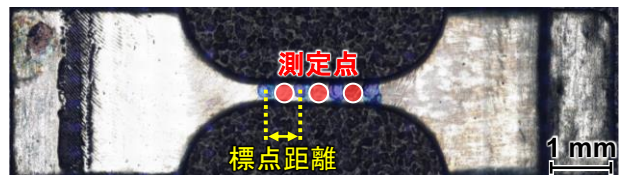


図 4 引張試験片の外観写真の一例。試験途中で局部ひずみと残留 γ 体積率を測定するため、平行部に 4 つの青いマーカーを付与している。

部ひずみと残留 γ 体積率を測定するため、4 つの青いマーカーを付与している。それぞれの測定は、引張試験前、平行部全体の公称ひずみが 3% と 5% のとき、及び試験片破断後に行った。各測定点における残留 γ 体積率の公称ひずみ依存性を図 5 に示す。測定点 3 箇所いずれにおいても、公称ひずみの増加に伴って残留 γ 体積率が減少した。これは、残留 γ が加工誘起 α' 変態を生じたことを示唆している。平行部中心からの距離 $y = -1 \text{ mm}$ と比較して、残留 γ 体積率が試験前から低い $y = 1 \text{ mm}$ では引張変形に伴う残留 γ 体積率の減少量が最も大きく、最終的な破断位置はこの点の近傍となった。また $y = 0, 1 \text{ mm}$ では、破断前の平行部全体の公称ひずみが 5% 時に残留 γ の存在は検出されなかった。残留 γ 体積率が高い $y = -1 \text{ mm}$ ではまだ変形の余地があったと思われるが、 $y = 1 \text{ mm}$ 近傍においてく

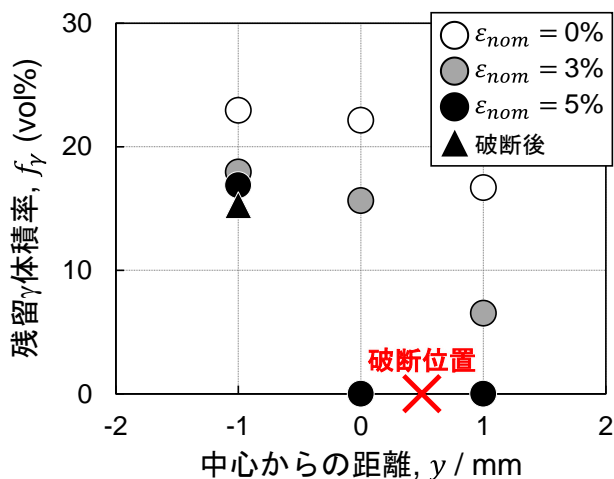


図 5 引張試験片平行部内における残留 γ 体積率の公称ひずみ依存性.

びれを伴った不均一変形(応力集中)となり、破断に至ったと考えられる。

上記の各測定点において得られた結果から計算した引張変形に伴う残留 γ 体積率の減少量を、局部ひずみにて整理した結果を図 6 に示す。この結果から、より大きなひずみが生じた領域では、そのひずみ増加に伴って残留 γ 体積率の減少量が増加することが明らかとなった。したがって、残留 γ を多く含むツール元素固溶層では、残留 γ が加工誘起 α' 変態することでひずみが緩和され、高い延性を示したと考えられる。

4. 結言

本研究では、低炭素鋼板 SM490A において WC-Ni 系超硬合金ツールの摩耗を伴った FSP が、攪拌部表層の組織形成と機械的性質に及ぼす影響を調査した。

攪拌部表層に供給されたツール元素は鋼中に固溶し、著しい結晶粒微細化とともに、残留 γ の生成に寄与した。そのツール元素固溶層の引張強さは、通常の攪拌部と比較してツール元素の固溶強化によって高い引張強さを示した。また、サブゼロ処理によって残留 γ 体積率を低減させたものと比較して、引張強さは同程度でありながら大きな伸びを示した。引張試験時のひずみ増加とともに残留 γ 体積率が減少していたことから、残留 γ の加工誘起 α' 変態に起因するひずみ緩和により高延性化することが示唆された。

以上のように、本プロセスにおけるツール構成元素添加は、従来技術にはない局所領域の固相合金化プロセスとなり得ることを実証した。本研究にて得た知見を活かし、鋼種とその用途に応じたツール材や FSP 条件を最適化することで、鉄鋼材料表面の更なる高強度化・高機能化に資する技術へと発展できるものと考えている。

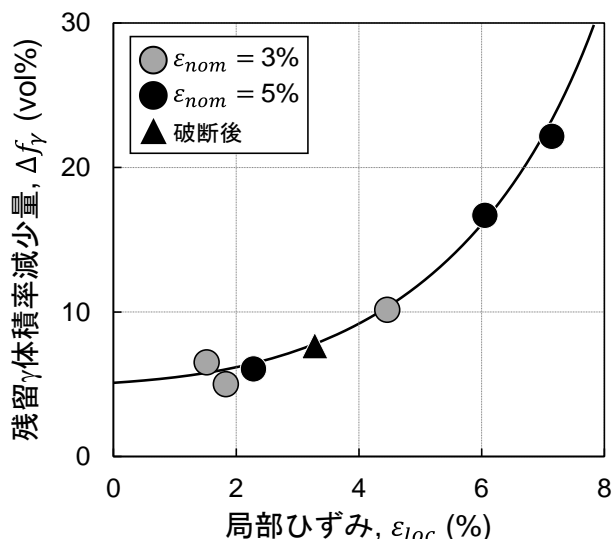


図 6 引張変形過程における残留 γ 体積率の減少量と局部ひずみの関係.

謝 辞

本研究の遂行にあたり、公益財団法人 天田財団より 2020 年度奨励研究助成(若手研究者枠)AF-2020032-C2 を受けた。ここに記して謝意を表する。

参考文献

- 1) R.S. Mishra, Z.Y. Ma: Materials Science and Engineering R, 50 (2005) 1-78.
- 2) W.M. Thomas, P.L. Threadgill, E.D. Nicholas: Science and Technology of Welding and Joining, 4 (1999) 365-372.
- 3) A.P. Reynolds, W. Tang, T. Gnaupel-Herold, H. Prask: Scripta Materialia, 48 (2003) 1289-1294.
- 4) Y.S. Sato, T.W. Nelson, C.J. Sterling, R.J. Steel, C.-O. Pettersson: Materials Science and Engineering A, 397 (2005) 376-384.
- 5) H. Fujii, L. Cui, N. Tsuji, M. Maeda, K. Nakata, K. Nogi: Materials Science and Engineering A, 429 (2006) 50-57.
- 6) L. Cui, H. Fujii, N. Tsuji, K. Nogi: Scripta Materialia, 56 (2007) 637-640.
- 7) S.H.C. Park, Y.S. Sato, H. Kokawa, K. Okamoto, S. Hirano, M. Inagaki: Metallurgical and Materials Transactions A, 40 (2009) 625-636.
- 8) Standard Practice for X-Ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation, American Society for Testing and Materials, E975-13 (2013).
- 9) P. Payson, C. H. Savage: Transactions American Society for Metals, 33 (1944) 261-280.