

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 19 日現在

機関番号：14401

研究種目：基盤研究(A)

研究期間：2011～2013

課題番号：23246127

研究課題名(和文)溶接部形成過程でのナノオキサイドメタラジの確立

研究課題名(英文)Oxide utilization technology for microstructure evolution in weld metal

研究代表者

小溝 裕一(Komizo, Yuichi)

大阪大学・接合科学研究所・教授

研究者番号：60379104

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 36,000,000円、(間接経費) 10,800,000円

研究成果の概要(和文)：溶接金属組織の微細化過程を、最先端のその場観察技術等を利用して明確化することにより、優れた性質をもった材料を開発する指導原理を提案し、高強度溶接構造物の製造技術研究に寄与する。溶接熱サイクルに沿って、溶湯、凝固、固相変態をそれぞれ解析対象として、粒子凝集・分散挙動の可視化、溶融池シミュレーションモデルの開発、凝固組織中の粒子分散挙動解析、固相変態機構の解明等に取り組み、組織形成過程を系統的に研究・総括することで、ナノオキサイドメタラジ技術を確立した。

研究成果の概要(英文)：The microstructure evolution in weld metal was clarified by the in-situ observation techniques and the guiding principles was proposed to develop a material having excellent properties and contribute to the production technology research of high strength welded structure. The nano-oxide utilization technology was established by summarizing the results systematically along the welding thermal cycle, as analyzed each molten metal, solidification, solid-phase transformation, visualization of particle aggregation and dispersion behavior, the development of the molten pool simulation model, and elucidation of the solid-phase transformation mechanism.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・材料加工・処理

キーワード：溶接 組織制御 オキサイドメタラジ 微細粒

1. 研究開始当初の背景

本来不純物であった酸化物を活用することにより、高温における粒の成長をいわゆるピン止め効果で抑制し、また微細組織核生成の機会を供給することによって、微細な鉄鋼材料組織を形成する技術はオキサイドメタラジとして知られている。微細組織化はホールペッチの法則にしたがって、強度の向上をもたらす。さらに、組織微細化は亀裂進展の障害が増大することを意味し、それにより靱性の向上をもたらす。そのため原理的には組織サイズを微細にすればするほど機械的性質を向上するはずであるが、いまだかつてオキサイドメタラジによって微細化過程を追求した研究例はなかった。

2. 研究の目的

溶接金属組織の微細化過程を、最先端のその場観察技術等を利用して明確化することにより、優れた性質をもった材料を開発する指導原理を提案し、高強度溶接構造物の製造技術研究に寄与する。溶接熱サイクルに沿って、溶湯、凝固、固相変態をそれぞれ解析対象として、粒子凝集・分散挙動の可視化、溶融池シミュレーションモデルの開発、凝固組織中の粒子分散挙動解析、固相変態機構の解明等に取り組み、組織形成過程を系統的に研究・総括することで、ナノオキサイドメタラジ技術を確立する。

3. 研究の方法

溶接熱サイクルに沿って、溶湯、凝固、固相変態をそれぞれ解析対象として、粒子凝集・分散挙動の可視化、溶融池シミュレーションモデルの開発、凝固組織中の粒子分散挙動解析、固相変態機構の解明等に取り組み、組織形成過程を系統的に研究・総括することで、ナノオキサイドメタラジ技術を確立する。

4. 研究成果

本来不純物とされるナノサイズの酸化物を添加した際の溶接金属組織の微細化過程を、最先端のその場観察技術等を利用して明確化することにより、レアアース等の資源に頼らずに優れた性質をもった材料を開発する指導原理を提案し、高強度溶接構造物の製造技術研究に寄与するのが本研究の目的である。

平成 23 年度は、まず透過型三次元可視化システムを用いて溶湯中のナノ粒子の分散挙動可視化を試みた。しかし、粒子が微細すぎて本装置では観察分解能が不足であることが判明した。そこで、溶接中に溶融池を凍結し、凍結された溶融池から FIB により薄膜を作製し、ナノ粒子の凝集・分散状態を解析した。

平成 24 年度は、レーザ溶融池のその場観察を行い、介在物の浮上による消滅、介在物同士の衝突による凝集機構を考察した。介在物の浮上速度、溶接プロセスによる乱流、フ

ンデルワールス引力は変化させることができない物性値であるが、界面の濡れ性は添加元素によって左右される値であり、介在物を微細に分散させるためにはこれらの影響を理解する必要があると考えられた。また、レーザ顕微鏡を用いた微細粒アシキュラフェライト生成挙動の観察は計画通り進展した。さらに、介在物と微細粒アシキュラフェライト間の結晶方位関係を検討し、界面エネルギーの効果を考察した。

平成 25 年度は大型放射光施設 (SPring-8) からの高輝度単色 X 線を利用して、試験片に対し上面及び側面からファイバーレーザーを照射し、形成した溶融池内部対流挙動の直接観察により過渡特性を評価した。さらに溶融凝固から固相変態にいたるマイクロ組織変化をレーザ顕微鏡により観察し、組織形成メカニズムを提案した。これらの成果を国内および国際会議で発表するとともに学術論文として発表した。

4-1. 各過程で得られた結果

(1) 溶融池流動のその場観察

大型放射光施設 (SPring-8) からの高強度 X 線を利用した溶融池の高時間・空間分解能観察が可能な装置開発を行ない、溶融池内現象をリアルタイムで定量評価した。

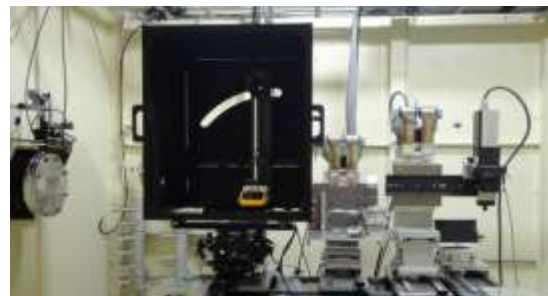


図 1 放射光施設での実験セットアップ

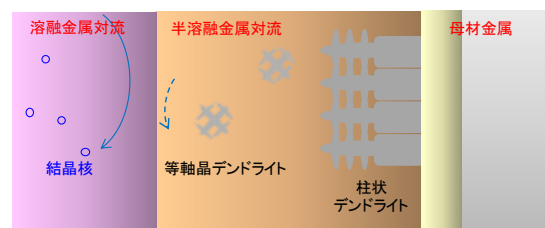


図 2 溶融池内の動き

高強度 X 線とトレーサー粒子を用いた溶融池の可視化手法は、従来では観察が難しかった固液界面の挙動と湯流れを同時にリアルタイムで観察することができ、溶接欠陥を抑制するレーザー照射条件の選定や、溶融池内の現象把握に有効であることを確認した。加えて、サーモグラフィによる温度測定により、溶融池内現象を温度と関連付けて評価した。こうした評価は、複雑な熱サイクルを受ける溶接部の現象をその他の影響因子と関連付ける上で非常に有効であることが判明した。実験と対比して、数値シミュレーションを用

いた熔融池内流動場の評価法を開発した。介在物の浮上速度、溶接プロセスによる乱流、ファンデルワールス引力は変化させることができない物性値であるが、界面の濡れ性は添加元素によって左右される値であり、介在物を微細に分散させるためにはこれらの影響を理解する必要があると考えられた。

(2) 凝固過程のその場観察
高温レーザ顕微鏡を用いて溶鋼からの凝固

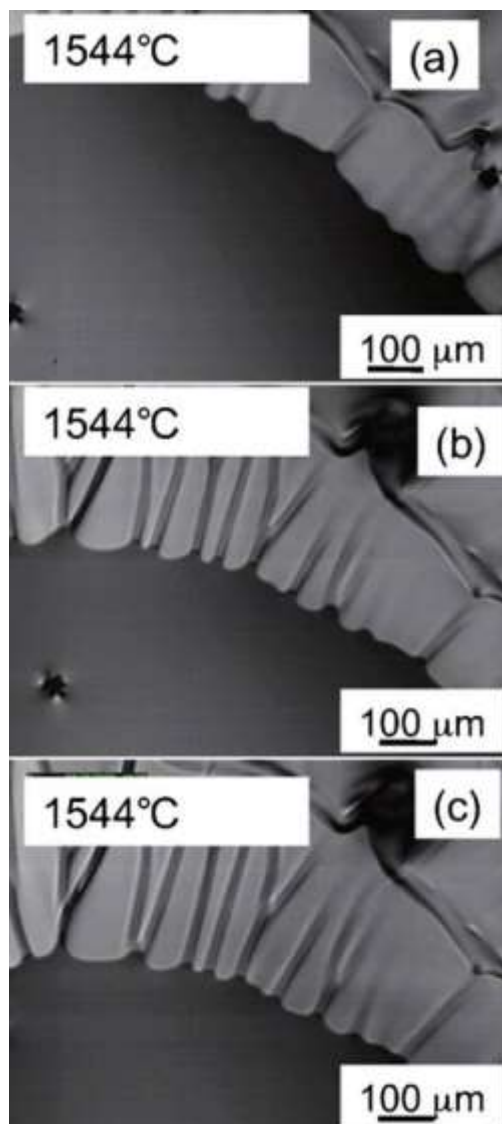


図3 低炭素鋼の凝固過程観察例

過程をその場観察する手法を開発した。新開発手法により熔融池からデルタ相が生成する過程や、デルタ相からオーステナイト相、さらにはフェライト相への変態過程が観察された。また、凝固組織中の粒子分散挙動を解析し、凝固セル組織の成長挙動を議論した。

(3) 固相変態挙動の観察

高温レーザ顕微鏡を用いたその場観察による粒内から不特定多数に核生成する微細なアシキュラーフェライトを動的に観察した。高温レーザ顕微鏡は、変態点以上の γ 域から

変態終了までの相変態挙動を連続的に観察できるその特徴から、粒内の介在物より核生成するアシキュラーフェライトの変態挙動はもちろん、変態が終了した組織から特定の介在物を個別に特定して相解析に供することが出来るため、アシキュラーフェライトの変態挙動を詳細に調べることが出来るという利点がある。

アシキュラーフェライトの形成には Ti を含む酸化物系介在物が有効であった。これら酸化物は複雑な組成を呈していたが、有効な介在物の周囲には Ti の濃化層が確認された。介在物周囲の Ti 濃化層は、SAD パターン解析により B1 型の TiO であると同定された。この TiO は隣接するアシキュラーフェライトと $(001)\text{TiO} // (001)\alpha$ かつ $[100]\text{TiO} // [110]\alpha$ の Baker-Nutting の関係 (B-N 関係) を有しており、これは核生成するアシキュラーフェライトが介在物との一定の結晶方位を持って核生成し得る事を示している。多くのフェライト粒が母相オーステナイト相と K-S の関係を満たして成長するのにに対し、介在物に隣接したいくつかのフェライト粒は生成段階初期で母相オーステナイトと K-S 関係から若干ずれた方位で生成し、その後、徐々に K-S の関係を満たす方向へ方位回転しながら成長していることも確認された。この結果は、アシキュラーフェライトの生成段階において介在物界面に形成されている TiO から B-N の関係を持って生成したフェライトが、入熱が比較的高く冷却速度が低い場合には旧オーステナイトとの K-S 関係を満たすように方位回転しながら成長するが、入熱が低く冷却速度が速い場合には方位回転をせずに成長が停止し、その周囲から K-S の関係を満たすフェライトが新たに形成されることを示唆しており、最終的には同じアシキュラーフェライト組織であっても入熱や冷却速度が異なる場合、その形成過程や成長過程において大きな差があることが示唆される。

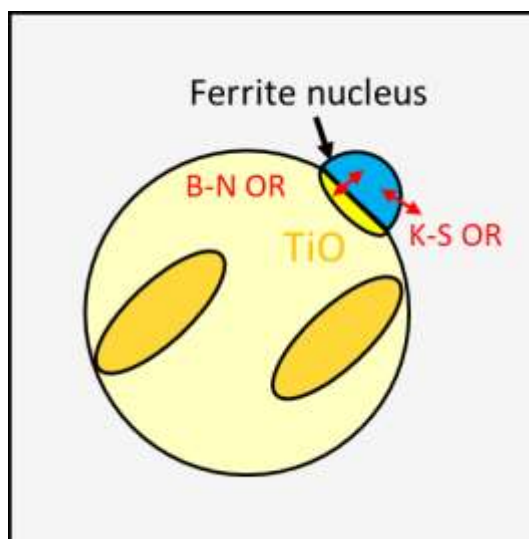


図4 アシキュラーフェライト生成挙動

低合金溶接金属では、強度と靱性の確保のためアシキュラーフェライト組織が広く活用されている。これはアシキュラーフェライトが粒内の微細な介在物から核生成した針状のフェライト (α) で、小粒径かつ大傾角粒界を有するという特徴のためである。このような微細な組織の生成メカニズムを明らかにしようと、新たなその場観察手法を駆使して検討を行った。

溶接・接合は、固体・液体・気体にさらにプラズマも関与する複雑な事象であり、高温から低温までさまざまな状態を扱うなど条件が複雑に絡み合い、これまで現場の経験則や過去のデータから推測し、論理や数値などで必ずしも明確に説明できない暗黙知によって制御してきた現象も多い。これを明示的・客観的に捉えるため、溶接・接合の現場で起こる事象を物理工学のアプローチからさらに、諸現象の原理原則、本質をモデル化して、現実の課題を解決することが重要であると考えている。高温レーザ顕微鏡や放射光による TRXRD を組み合わせるなど、今後は、複数のキャラクタライゼーション手法を組み合わせ、新たな進歩も必要であると考えている。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 15 件)

1. H. Terasaki, Y. Komizo: Materials Letters, 74(2012), 187-190.
 2. X. F. Zhang, H. Terasaki, Y. Komizo: Philosophical Magazine Letters, 91(2011), 491-497.
 3. 3. D. Zhang, Y. Shintaku, S. Suzuki, Y. Komizo: Journal of Materials Science, 47(2012), 5524-5528.
 4. 4. X.F. Zhang, H. Terasaki, Y. Komizo, Y. Murakami, K. Yasuda: Metallurgical and Materials Transactions A, 43(2012), 5067-5078.
 5. 5. X.F. Zhang, H. Terasaki, Y. Komizo: Scripta Materialia, 67(2012), 201-204.
 6. 6. X.F. Zhang, Y. Komizo: Philosophical Magazine Letters, 93(2013), 9-17.
 7. 7. A. Takada, H. Terasaki, Y. Komizo: Science and Technology of Welding and Joining, 18(2013), 91-97.
 8. 8. X. Yu, S.S. Babu, H. Terasaki, Y. Komizo, Y. Yamamoto, M.L. Santella: Acta Materialia, 61(2013), 2194-2206.
 9. 9. X. F. Zhang, Y. Komizo: Materials Science and Technology, 29(2013), 631-635.
 10. 10. T. Yamada, T. Shoubu, A. Nishimura, Y. Yonemoto, S. Yamashita, T. Muramatsu: J. Laser Micro/Nanoengineering (JLMN) (7(2012), 244-248.
 11. 11. X. F. Zhang, Y. Komizo: Steel Res. Int., 84(2013), 751-760.
 12. 12. X. F. Zhang, Y. Komizo, T. Yokota, K. Yasuda, K. Oi: Mater. Sci. Technol., 29(2013), 1363-1372.
 13. 13. T. Shigeta, A. Takada, H. Terasaki, Y. Komizo: 溶接学会論文集, 31(2013), 178s-182s.
 14. 14. H. Terasaki, Y. Komizo: Metall. Mater. Trans. A, 44(2013), 5289-5293.
 15. 15. H. Terasaki, Y. Shintome, A. Takada, Y. Komizo, K. Moriguchi, Y. Tomio: Metall. Mater. Trans. A, 45(2014), 1-6 online.
- [学会発表] (計 31 件)
1. 高田充志、寺崎秀紀、小溝裕一、村上善明、大井健次、安田功一：第 72 回日本熱処理技術協会講演大会 (2011)
 2. 高田充志、寺崎秀紀、小溝裕一、村上善明、大井健次、安田功一：(社) 溶接学会 平成 23 年度秋季全国大会 (2011)
 3. 高田 充志、寺崎 秀紀、小溝 裕一：(社) 溶接学会 平成 24 年度春季全国大会 (2012)
 4. X. F. Zhang, H. Terasaki, Y. Komizo : IWJC-Korea 2012 (2012)
 5. X. F. Zhang, P. Han, Y. Komizo, M. Sato : IWJC-Korea 2012 (2012)
 6. A. Takada, Y. Komizo, H. Terasaki, T. Yamada : WJC-Korea 2012 (2012)
 7. X. F. Zhang, H. Terasaki, Y. Komizo, T. Yokota, K. Yasuda : ISSS2012 (2012)
 8. Y. Komizo, A. Takada, H. Terasaki, Y. Murakami, K. Ooi, K. Yasuda : 9th International Conference on Trends in Welding Research (招待講演) (2012)
 9. 高田 充志、寺崎 秀紀、小溝 裕一：日本鉄鋼協会 第 164 回秋季講演大会 (2012)
 10. 山田 知典、菖蒲 敬久、矢田浩基、村松 壽晴、小溝 裕一：(一社) 日本原子力学会 2012 年秋の大会 (2012)
 11. A. Takada, H. Terasaki, Y. Kimizo : Visual-JW2012 (2012)
 12. X. Yu, S. S. Babu, M. Santella, Y. Yamamoto, H. Terasaki, Y. Komizo : Visual-JW2012 (2012)
 13. X. F. Zhang, Y. Komizo : Visual-JW2012 (2012)
 14. S. Zhang, H. Terasaki, Y. Komizo : Visual-JW2012 (2012)
 15. X. F. Zhang, H. Terasaki, Y. Komizo : Visual-JW2012 (2012)

16. 16. A. Takada, H. Terasaki, Y. Kimizo: Visual-JW2012 (2012)
17. 17. T. Yamada, T. Shobu, S. Yamashita, A. Nishimura, T. Muramatsu, Y. Komizo: Visual-JW2012 (2012)
18. 18. 仲井 清眞、高橋 文平、中居 啓介、小溝 裕一、濱田 昌彦、小林 千悟: (一社) 日本鉄鋼協会 第165回春季講演大会 (2013)
19. 19. 高田 充志、寺崎 秀紀、小溝 裕一: (一社) 日本鉄鋼協会 第165回春季講演大会 (2013)
20. 20. Y. Komizo, X.F. Zhang: 7th Asia Pacific IIW Int. Congress 2013 (招待講演)、(2013)
21. 21. P. Han, M. Sato, Y. Komizo, X.F. Zhang: 66th Annual Assembly of Int. Inst. Welding, (2013)
22. 22. Y. Komizo: Proc. 5th Int. Conf. Welding Science and Engineering (招待講演)、(2013)
23. 23. Y. Komizo: 3rd EAST-WJ Symposium (招待講演)、(2013)
24. 24. A. Takada, H. Terasaki, Y. Komizo: 3rd EAST-WJ Symposium (2013)
25. 25. Y. Hashiba, T. Nose, Y. Komizo: 3rd EAST-WJ Symposium (2013)
26. 26. 甲木翔、寺崎秀紀、高田充志、小溝裕一、田邊浩久、西畑敏伸、小川和博: (一社) 溶接学会 平成25年度春季全国大会 (2013)
27. 27. 寺崎秀紀、小溝裕一、Xinghua Yu, S.S. Babu: 第10回 SPring-8 産業利用報告会 (2013)
28. 28. 山田知典、寺田隆哉、張朔源、菖蒲敬久、西村昭彦、村松壽晴、小溝裕一: 第79回レーザ加工学会講演会 (2013)
29. 29. 山田知典: 第8回 Spring-8 金属材料評価研究会 (2013)
30. 30. 山田知典: 大阪大学接合科学研究所東京セミナー (2013)
31. 31. 山田知典: レーザ励起 X線源とその応用研究会 (2013)
- 32.

[図書] (計0件)

[産業財産権]

○出願状況 (計0件)

○取得状況 (計0件)

6. 研究組織

(1) 研究代表者: 小溝裕一

(H23, 24, 25 年度)

研究者番号: 60379104

(2) 研究分担者: 寺崎秀紀

(H23 年度)

研究者番号: 20423080

(3) 研究分担者: 田中学

(H23, 24, 25 年度)

研究者番号: 20243272

(4) 研究分担者: 伊藤和博

(H24, 25 年度)

研究者番号: 60303856

(5) 研究分担者: 山田知典

(H24, 25 年度)

研究者番号: 70586271