

平成 22 年 6 月 11 日現在

研究種目：若手スタートアップ
 研究期間：2008～2009
 課題番号：20860019
 研究課題名（和文） 高窒素含有 Ni フリーオーステナイト系ステンレス鋼の高強度摩擦攪拌接合継手の作製
 研究課題名（英文） Developing of friction stir welding process of high nitrogen containing stainless steel
 研究代表者
 宮野 泰征 (MIYANO YASUYUKI)
 秋田大学・教育文化学部・講師
 研究者番号：60466589

研究成果の概要（和文）：

高窒素鋼（High nitrogen containing stainless steel : HNS）は機械的特性に優れた材料であるが、接合時の入熱によるブローホール、窒化物生成による、強度・靱性値の低下が指摘されている。本研究は、固相接合の新しい様式で、低入熱での接合が可能な、摩擦攪拌接合（Friction stir welding : FSW）を適用し、良好な接合継手を得ることを目的として研究を行った。1mass%窒素含有オーステナイト系ステンレス鋼に対し、いくつかの接合条件で摩擦攪拌接合を実施し、得られた継手を対象に、接合部組織観察、硬さ分布測定、および引張試験を実施しその継手特性を評価し、機械的特性に優れる高窒素鋼摩擦攪拌接合継手を作製するための条件を導出した。

研究成果の概要（英文）：

Butt welding of high nitrogen-containing austenitic stainless steels (HNS) plates was successfully performed using a load-controlled FSW machine. In order to assess the range of the optimum FSW conditions, several welding parameter were adopted. Full-penetrated and defect-free butt welded joints were successfully produced. The stir zone showed a higher Vickers hardness than the base metal. The yield strength and the tensile strength of the welds exceeded those of the base metal. The relationship of mechanical properties of joints and effect of heat input, experimentally acquired peak heat temperature, was examined. The grain size in the stir zone and the phase constituents in the stir zone center were analyzed by OIM (Orientation Imaging Microscopy).

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
20年度	1,330,000	399,000	1,729,000
21年度	1,200,000	360,000	1,560,000
年度			
年度			
年度			
総計	2,530,000	759,000	3,289,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料加工・処理

キーワード：高窒素鋼、摩擦攪拌接合、Niフリー、継手、クロム窒化物

1. 研究開始当初の背景

高窒素鋼 (High nitrogen containing stainless steel: HNS)は機械的特性に優れた材料であるが、熔融溶接時の熱影響により、ブローホールの発生、窒化物 (Cr₂N) の析出、および窒素の放出 (脱窒) が起こるやすいことが知られている。これにより、機械的特性の低下や耐孔食性、耐腐食性の低下が起こるため、溶接が非常に難しい材料としての一面をもっている。このような背景から、固相接合を適用した接合方法の開発が検討されている。近年、比較的新しい固相接合方法として鉄鋼材料への適用が検討されている、攪拌摩擦接合 (Friction Stir Welding: FSW) の適用の可能性についても検討例が報告されているが、実際の継手作製にはいたっていない。

2. 研究の目的

高窒素鋼は、優れた機械的強度、耐食性を有し、次世代構造材としての実用が望まれる材料の一つである。しかし、高窒素鋼は、接合時の熱サイクルで (特に熔融溶接において)、気泡、析出物の発生が起こりやすく、信頼性の高い接合部の実現が課題となっている。本研究では、熔融をとまなわない接合技術 (固相接合) の中で、近年目覚ましい発展を遂げている摩擦攪拌接合の高窒素鋼への適用を検討し、高窒素鋼接合部の継手特性評価と接合条件の最適化を行い、機械的特性に優れる摩擦攪拌接合継手を作製する。

3. 研究の方法

従来の技術では、摩擦接合時の入熱の影響による、溶接欠陥の発生を回避できていない。また、強靱な高窒素鋼に対し、これに耐えうる接合ツールの開発も望まれている。現在、高強度とされる PCBN (多結晶立方晶窒化ホウ素) でさえも、その強度は十分に補償されていない。本研究では、PCBN に変わる安価で強靱な接合ツールとして超鋼系接合ツールの適用の可能性を検討し、入熱量の制御を目的各接合条件 (接合速度、ツールの回転速度、荷重を任意に変化) を設定し、各条件における継手特性を評価する。初年度は、厚さ 1~2 mm 程度の薄板高窒素鋼を対象に、信頼性の高い健全な接合継手作成の可能性を目指す。

① PCBN に代わる超鋼系接合ツールの適用可能性の検討

摩擦攪拌接合時のツールの回転速度と、荷

重を制御することで、超鋼系接合ツールの発熱量を適正な状態に維持し、強靱な高窒素鋼に対しても適用の可能性があるかについて検討する。また、適用が可能であった場合のツールの耐久性についても検討する。さらに、高窒素鋼の摩擦攪拌接合に有利な接合ツールの先端形状および直径についての知見を獲得する。

② 接合外観からの適正な接合条件の選定

いくつかの接合条件 (接合速度、ツールの回転速度、荷重を任意に変化) ごとに摩擦攪拌接合継手を作成し、目視、およびマクロ観察レベルで良好と判断される接合条件の候補を決定する。ビードの損傷や、キッシングホール、溶け込み不足、ブローホール、クロム窒化物の析出が見られる場合については、その原因を検証する。

③ ミクロ観察による溶接欠陥 (ブローホール発生、クロム窒化物の析出) の検証

接合界面の状況、溶け込み量、結晶粒の微細化の様子などにつき、接合条件ごとの系統的なデータを取得する。溶け込み不良、ブローホールの発生や、クロム窒化物の析出等の溶接欠陥の発生がないかにつき注意深く検証する。

④ 摩擦攪拌接合継手の機械的特性評価

ビッカース硬さ試験、引張り試験を実施し、接合条件ごとの継手の信頼性を評価する。これらを総合的に評価することで、薄板の高窒素鋼を接合する際の最適接合条件 (摩擦攪拌接合装置の動作条件) を確立する。

高窒素鋼は高濃度の窒素を侵入型固溶元素として含有する合金である。そのため、溶接等の熱サイクルにより、ブローホールや、クロム窒化物が出現し、接合部の機械的特性が大幅に減少してしまうケースが報告されている。本研究では、接合界面、溶接金属のミクロ組織を詳細に検討しながら、摩擦攪拌接合を高窒素鋼に適用した際の、接合部の信頼性を検証する一方、接合欠陥の生成機構や、クロム窒化物の析出要因について詳細に検討する。

⑤ 熱センサーを使用した接合時入熱量の計測

熱電対を装備した接合系 (熱電対装着用裏板を構築し、摩擦攪拌接合を実施した際の乳熱量を評価する。母材、および接合部の入熱量を溶接条件ごとに評価し、状態図等と比較しながら、クロム窒化物の発生の危険性の有

無を確認する。これより、クロム窒化物の形成に及ぼす熱的因子を明らかにする。また、入熱量の測定値をもとに、接合条件の最適化をはかる。

⑥ 透過型電子顕微鏡を利用した接合部組織ミクロ観察

上記接合外観、前年度の機械的特性試験の結果を参考に、透過型電子顕微鏡により溶接部微細組織を観察し、クロム窒化物の出現の有無を確認する。高窒素鋼に溶接を実施した際のクロム窒化物のサイズは時としてサブミクロンオーダーであることから、観察には透過型電子顕微鏡 (TEM) も使用し、詳細に検討する。クロム窒化物の析出挙動と靱性値につき接合条件ごとに系統的な実験値を取得する。また、入熱量と接合欠陥の生成機構について系統的な実験データを取得する。

⑦ 最適接合条件の決定

以上で述べた、接合外観、引張試験、硬さ試験、断面マクロ観察、断面ミクロ観察の総合的な結果をもとに、最適な接合条件、すなわち接合速度、ツールの回転速度、荷重を決定する。これにより、摩擦攪拌接合を利用した高窒素鋼の接合技術を確立するとともに、高窒素鋼の実用材料としての適用の可能性を大きく向上させる。

4. 研究成果

荷重制御機能を搭載した摩擦攪拌接合装置で、Si₃N₄、WC-Co の接合ツールを使用し、接合外観観察的には健全な 1mass%窒素含有オーステナイト系ステンレス鋼の摩擦攪拌接合継手の作製の可能性について検討した。

1. プローブを有した Si₃N₄ 接合ツールを使用し、回転速度 400rpm、接合速度 200mm/min の条件で摩擦攪拌接合を実施した場合、極めて高い確率で、攪拌部が 2mm の板の裏面に到達し、継手が外観観察的に健全となることを確認した。また、この継手は、ミクロ観察の結果からも、ブローホールのない接合部であることを確認した。

2. 引張試験の結果、摩擦攪拌接合継手の降伏強度は、受入材以上の強度となることが確認された。また、WC ツールによる摩擦攪拌継手では、破断強度および伸びが Si₃N₄ ツールのものよりも大きくなることが確認され、入熱量と機械的特性に相関があることが示唆された。

シールド径 15mm、プローブ径 6mm の Si₃N₄ ツールで、回転速度：400rpm (一定)、接合速度：50, 100, 200 および 300mm/min の接合条件で、板厚 2mm の高窒素鋼に、突合せ下で摩擦攪拌接合を実施し以下のような結果を得た。

1. 各接合条件で得られた継手の機械的特性を引張試験で評価した結果、

400rpm-100mm/min の条件で得られた継手の降伏強度および伸びが優位であることが確認された。

2. 400rpm-100mm/min の条件で測定された接合温度は、高窒素鋼状態図の FCC 単相域に到達していたものと推察された。一方、EBSD により BCC 相の存在が顕著な 400rpm-300mm/min の条件で測定された接合温度は、BCC 変態域と良い相関を示すことが確認された。また、接合時の測定温度が FCC 単相域にあることが確認された 400rpm-50mm/min では、粒径の微細化の傾向が緩和し、機械的特性の向上も微小であることが確認された。

3. 以上の結果より、接合温度を、高窒素鋼状態図が示す FCC 単相域内に適正に制御することで、機械的特性に優れる高窒素鋼摩擦攪拌接合継手の作製が可能であることが示唆された。

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 0 件)

[学会発表] (計 10 件)

1. 宮野泰征、藤井英俊、孫玉峰、片田康行、家子浩一、神谷修：「高窒素含有オーステナイト系ステンレス鋼を対象とした摩擦攪拌接合技術の開発」第 1 報 平成 20 年度秋季全国大会 (社団法人 日本溶接学会、2008 年 9 月 10 日、福岡)
2. 宮野泰征、藤井英俊、片田康行、神谷修：「1mass%窒素含有オーステナイト系ステンレス鋼の摩擦攪拌接合」第 156 回秋季全国大会 (社団法人 日本鉄鋼協会 2008 年 9 月 24 日、熊本)
3. Yasuyuki Miyano, Osamu Kamiya, Hidetoshi Fujii and Yasuyuki Katada “Joint Properties of High Nitrogen-containing Austenitic Stainless Steel Friction Stir Welds” 8th International Welding Symposium Innovations in Welding and Joining a New Era in Manufacturing, Kyoto,

- JAPAN, (2008. 11. 16, Japan, Kyoto),
4. 家子浩一、宮野泰征、藤井英俊、片田康行、神谷修：「高窒素鋼の摩擦攪拌接合の機械的特性」日本素材物性学会平成21年度会（2009年6月16日、秋田）
 5. Miyano, Y., Fujii, H., Sun, Y., Katada, Y., Ieko, K., and Kamiya, O.(2009): Friction Stir Welding of High Nitrogen-containing Austenitic Stainless Steel, HNS2009 Moscow, Russia, (2009.07.07, Russia, Moscow)
 6. 宮野泰征、藤井英俊、片田康行、黒田秀治、家子浩一、神谷修、加藤勝：「高窒素鋼摩擦攪拌接合継手の機械的特性」溶接学会東北支部第21回溶接・接合研究会（2009年7月17日、秋田）
 7. 宮野泰征、藤井英俊、孫玉峰、片田康行、家子浩一、神谷修：「高窒素含有オーステナイト系ステンレス鋼を対象とした摩擦攪拌接合技術の開発」第2報 高窒素鋼摩擦攪拌接合継手の諸特性に及ぼす入熱量の影響、平成21年度秋季全国大会（社団法人 日本溶接学会 2009年9月8日、徳島）
 8. 宮野泰征、藤井 英俊、孫 玉峰、黒田 秀治、片田 康行、神谷 修：「高窒素鋼摩擦攪拌接合継手の機械的特性 に及ぼす入熱量の影響」第15回秋季全国大会（社団法人 日本鉄鋼協会 2009年9月15日、京都）
 9. Yasuyuki Miyano, Hidetoshi Fujii, Sun Yufeng, Kouichi Ieko, Yasuyuki Katada and Osamu Kamiya: Experimental Studies for The Possible Friction Stir Welding of High Nitrogen-containing Austenitic Stainless Steel, ICMR2009 AKITA, (2009.10.26 Japan, Akita)

10. 山本 雄大、家子 浩一、宮野 泰征、藤井 英俊、片田 康行、神谷 修：高窒素鋼摩擦攪拌接合継手の機械的特性、東北学生会第40回学生員卒業研究発表講演会（2010年3月5日 秋田）

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 1 件)
 名称：摩擦攪拌接合方法、摩擦攪拌接合継手の製造方法、及び摩擦攪拌接合継手
 発明者：宮野泰征、神谷修、藤井英俊
 権利者：秋田大学、藤井英俊
 種類：特願
 番号：2008-211219
 出願年月日：2008年8月19日
 国内外の別：国内

○取得状況 (計0件)

名称：
 発明者：
 権利者：
 種類：
 番号：
 取得年月日：
 国内外の別：

[その他]
 ホームページ等

6. 研究組織
 (1) 研究代表者
 宮野 泰征 (MIYANO YASUYUKI)
 秋田大学・教育文化学部・講師
 研究者番号：60466589

(2) 研究分担者 (なし)

研究者番号：

(3) 連携研究者 (なし)

研究者番号：