

令和 6 年 6 月 6 日現在

機関番号：14401

研究種目：若手研究

研究期間：2021～2023

課題番号：21K14438

研究課題名(和文) 摩擦攪拌ツール元素の強制固溶に基づく表層組織/残留応力の同時制御

研究課題名(英文) Simultaneous control of surface microstructure and residual stress using solid solution of tool elements during friction stir processing

研究代表者

山本 啓 (Yamamoto, Hajime)

大阪大学・接合科学研究所・助教

研究者番号：00842577

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,500,000円

研究成果の概要(和文)：WCツールの摩耗を伴った摩擦攪拌プロセス(FSP)を低炭素鋼板に施工し、その攪拌部表面における残留応力生成機構を調査した。ツール構成元素が固溶した攪拌部表層では、マルテンサイト(‘ α' ’)主体の組織が観察された。攪拌部表面に生成される残留応力はツール構成元素の固溶量とそれに起因する‘ α' ’変態開始温度(M_s 点)に依存していた。 M_s 点の低下とともに室温付近で‘ α' ’変態による膨張が生じるため、残留応力は引張から圧縮へと遷移し、約150℃の M_s 点において最大の圧縮残留応力を示した。 M_s 点が150℃以下になると、室温において‘ α' ’変態が未完了となることで膨張量が不足し、再び引張残留応力を生じることが示唆された。

研究成果の学術的意義や社会的意義

FSPによる疲労強度改善の事例として、き裂発生起点となる欠陥や粗大析出物の除去を目的とした鋳造合金や積層造形部材への適用は多数みられるが、ツール摩耗による元素供給を利用した改善は本研究が初である。当該プロセスでは基板表面への元素添加と焼入れが同時に施されるため、炭素量や合金元素の少ない加工性を重視した軟鋼に対しても、部分的に疲労特性を強化でき、構造設計上の材料選択における自由度の大幅な向上に貢献できると考えている。

研究成果の概要(英文)：Friction stir processing (FSP) with the WC tool wear was conducted on the low-carbon steel plate to elucidate the mechanism of compressive residual stress applied to the FSPed steel surface, alloyed with the tool constituent elements. The alloyed topmost layers in the stir zone consisted of martensite structures with small amount of retained austenite grains. The residual stresses applied to the stir zone surface depended on the alloying contents and the related martensite start temperature (M_s). The compressive residual stresses can be maximized at the M_s of about 150 °C due to the martensitic transformation expansion near room temperature. Further decreasing M_s below about 150 °C resulted in applying tensile residual stresses and increasing volume fraction of retained austenite. This suggests that martensitic transformation expansion near room temperature is insufficient for applying compressive residual stress.

研究分野：溶接・接合冶金学

キーワード：摩擦攪拌プロセス 残留応力 表面合金化 残留オーステナイト 超硬合金 摩耗 マルテンサイト

1. 研究開始当初の背景

摩擦攪拌接合(Friction stir welding: FSW)は、高速回転させたツールと呼ばれる棒状工具を金属材料表面に圧入す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。その攪拌部は、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、その特徴を表面改質に応用した摩擦攪拌プロセス(Friction stir processing: FSP)[1]は、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から始まった FSW/FSP は、ツールの材料特性や形状の改良によって、現在では鉄鋼のような高強度材料にまで適用範囲を拡大している。一方、高強度材料の FSW/FSP 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。その改善に向け、多くの研究者が"摩耗しにくいツール"の開発に注力しているのに対し、本研究代表者はこれまでに FSP 中のツール摩耗を被施工材側への元素供給手法として逆活用した新規技術の開発に取り組んできた[2]。具体的には、WC-Ni 系超硬合金ツールを用いた低炭素鋼への FSP において、摩耗によりツール先端で分解した W や C が鋼側に残存・固溶し、攪拌部表面の著しい硬度上昇と圧縮残留応力の生成に関与することを見出している。これはツール摩耗のない通常の FSP では見られない現象であり、当該制御指針の確立により疲労特性の向上に有効な両効果を局所的かつ同時に達成する革新的な表面処理プロセスへと発展できる可能性が示唆された。

2. 研究の目的

本研究では、FSP 中のツール摩耗によって鋼側へ強制固溶されたツール構成元素が攪拌部表層の組織形成及び残留応力分布に与える影響とその機構を解明し、鉄鋼材料の高疲労強度化を実現する新規表面処理プロセスとしての基盤を構築することを目的とした。

3. 研究の方法

低炭素鋼板 SM490A の表面に対し、ツール回転速度を 600~1000 rpm の範囲で変化させ、移動速度 100 mm/min、挿入深さ 0.8 mm、後退側傾斜角 3°一定のもと FSP を施工した。ツールは WC-Ni 系超硬合金製で、先端形状が直径 15 mm のフラット型を採用した。

攪拌部表層におけるツール構成元素の分布状態とその組織形成への影響を調査するため、FSP 後の鋼板断面に対し、電子線マイクロアナライザ(Electron probe microanalyzer: EPMA)による元素分析と、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。

FSP 後の鋼板表面に対し、微小部 X 線回折装置を用いて $\sin^2\psi$ 法により残留応力を測定した。 ψ は 45~90°の範囲を 5°間隔で変化させ、直径 0.8 mm のコリメータを通過した Co-K α 線を各 2 min 照射し、二次元検出器で測定された $\{2\ 2\ 0\}\alpha$ -Fe 回折ピークを用いた。また同一の測定点に対し、回折角 23.3~116.7°の範囲を 75 min 測定して得られた各回折ピークの積分強度に基づき、残留オーステナイト(γ)の体積分率を計算した。

4. 研究成果

攪拌部に供給されたツール構成元素の存在を調査するため、EPMA によりそれらの濃度分布を測定した。代表としてツールの主要元素である W の濃度マップを Fig. 1 に示す。攪拌部は Figs. 1(a)-(c)の破線上の領域で観察され、その深さはツール回転速度の増加とともにわずかに増加した。攪拌部表面の全幅にわたって W の濃化層が観察され、ツール回転速度 1000 rpm では最大の厚さと濃度を示した(Fig. 1(f))。また、C や Ni などの他のツール構成元素についても W と同じ位置に濃化していた。

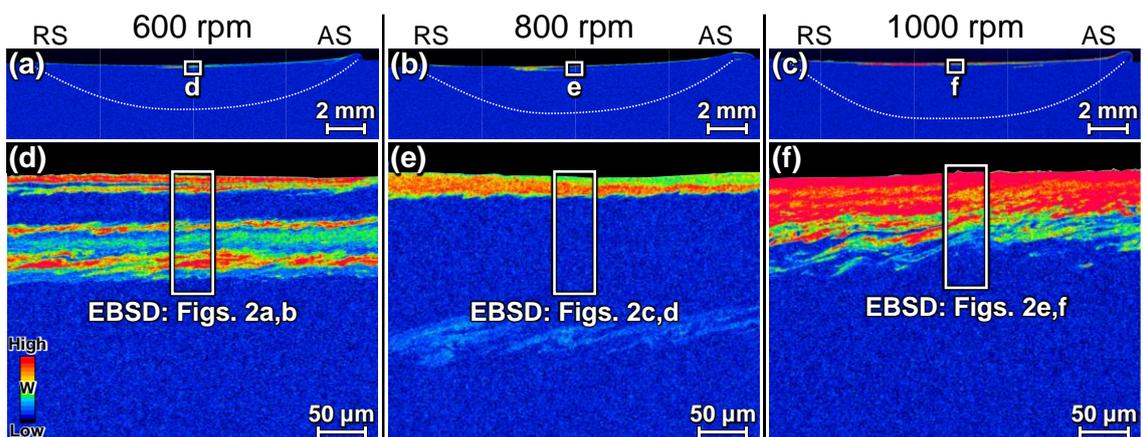


Fig. 1 ツール回転速度(a),(d)600, (b),(e)800, (c),(f)1000 rpm における攪拌部の EPMA-W 濃度マップ。

攪拌部の組織形成に及ぼすツール構成元素の影響を調査するため、Figs. 1(d)-(f)の白枠内の領域に対しEBSD測定を行った。そのEBSD-逆極点図(Inverse pole figure: IPF)及び相マップをFig. 2に示す。白破線で示した領域はEPMAにより確認されたツール構成元素濃化層である。いずれのFSP条件においても攪拌部全域においてラスマルテンサイト(α)を主体とした組織が観察されたことから、FSP前のフェライト-パーライト組織はFSP中の温度上昇により完全に γ 相に変態するとともに、ツール先端から供給されたWやC等の元素を固溶した後に、冷却過程で α に変態したと考えられる。また、ツール構成元素濃化層の α ラス幅はそれ以外の領域よりも明らかに小さく、ツール構成元素が粒成長を抑制したことが示唆された。また、その層内ではFCC相(緑色部)、すなわち残留 γ がより多く存在していることがEBSD-相マップより観察され、ツール回転速度1000 rpmで最大の体積分率を示した(Fig. 2(f))。

ツール回転速度に依存したツール構成元素供給濃度と組織形成の差異が残留応力に及ぼす影響を明らかにするため、まずFSP後の鋼板表面の残留応力を $\sin^2\psi$ 法により測定した。FSP方向に対して平行及び直角方向における残留応力分布をFig. 3に示す。母材部には均一な圧縮残留応力が分布する一方、攪拌部表面(灰色部)では応力方向に関係なくいずれのツール回転速度においても不均一な残留応力分布を示した。攪拌部内は引張と圧縮の残留応力が混在しており、そのばらつきのは大きさはツール回転速度1000 rpmにおいてより大きくなった。

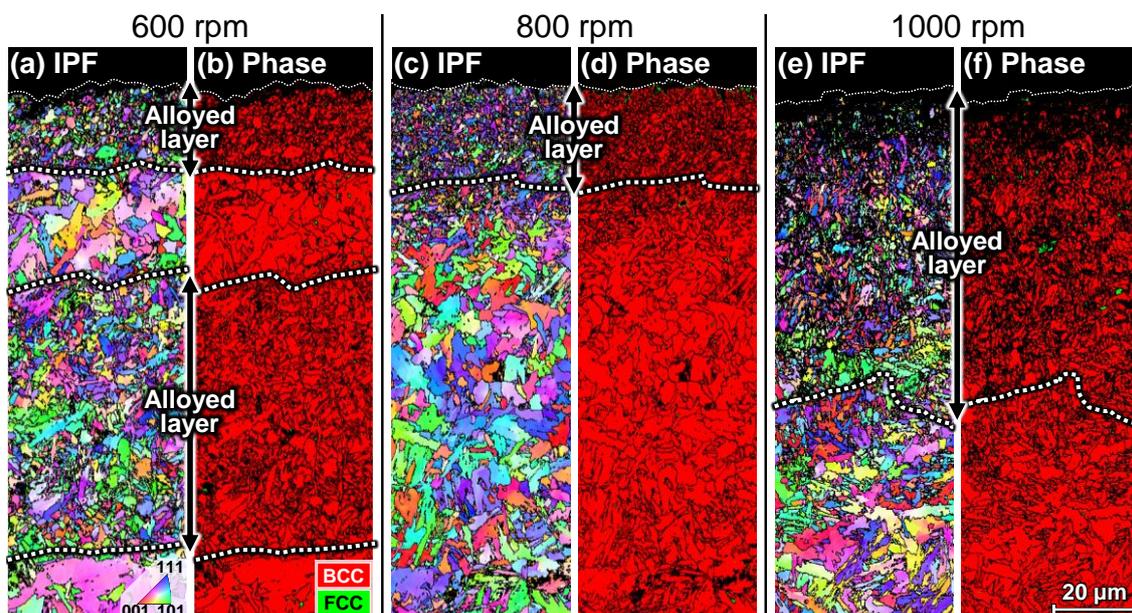


Fig. 2 ツール回転速度(a),(b)600, (c),(d)800, (e),(f)1000 rpmにおける攪拌部表層のEBSD-IPF、-相マップ。それぞれFigs. 1(d)-(f)中の白枠内から取得。

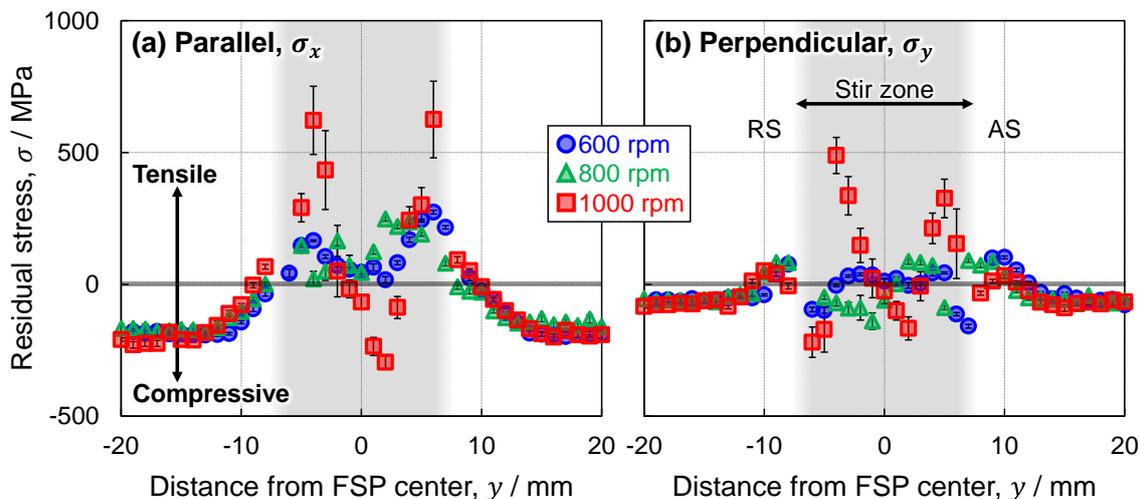


Fig. 3 FSP後の鋼板表面におけるX線残留応力分布: FSP方向に対して(a)平行, (b)垂直方向。灰色部: 攪拌部表面。

通常のFSW/FSPにおいて形成される攪拌部表面には、主に冷却時の熱収縮に起因する引張残留応力が生じることが知られているが[3-5]、本研究において局所的にみられた圧縮残留応力は α' 変態時に生じる膨張が関与していると考えられる。Fig. 3で示した攪拌部での不均一な残留応力分布は、Fig. 1で観察されたようなツール構成元素の不均一な濃度分布に関係している可能性がある。そこで、攪拌部における残留応力変化の要因を明らかにするため、各残留応力測定点における α' 変態開始温度(M_s 点)を化学組成から見積もった[6]。化学組成は、残留応力測定線に沿って鋼板を切断し、その断面から各残留応力測定点の約10~20 μm 下をEPMAにより定量分析することで得た。また、鋼板切断前には各残留応力測定点に対し、残留 γ の体積分率を α 相と γ 相の複数の回折ピークを用いて測定した。FSP方向に対して平行及び直角方向における残留応力及び残留 γ の体積分率を M_s 点で整理した結果をFig. 4に示す。各図の左から右への変化は M_s 点の低下、すなわちツール構成元素の供給濃度の増加を表している。FSP方向に対していずれの方向の残留応力においても、比較的 M_s 点の高い領域では引張残留応力を示したが、 M_s 点の低下とともに引張残留応力は減少し、圧縮残留応力へと遷移した。その最大の圧縮残留応力は M_s 点が約150 $^{\circ}\text{C}$ において観察され、それ以下に低下した場合には圧縮残留応力は減少し、再び引張残留応力へと遷移した。この約150 $^{\circ}\text{C}$ の M_s 点を境界とした変化は残留 γ の体積分率にも見られ、 M_s 点が約150 $^{\circ}\text{C}$ 以上の領域では残留 γ の体積分率は10 vol%前後では安定していたが、150 $^{\circ}\text{C}$ 以下となるツール回転速度1000 rpmの条件においては M_s 点の低下に伴って増大した。ツール回転速度1000 rpmにおける残留 γ の増加は、EBSD結果(Fig. 2(f))と一致している。

以上の結果から、ツール構成元素供給濃度に依存した圧縮残留応力生成機構について考察する。攪拌部表面の残留応力分布とツール回転速度の関係は明確に表れなかったが(Fig. 3)、各測定点における残留応力をツール構成元素供給濃度に関連する M_s 点で整理すると、それらは比例関係にあった。ツール回転速度が600及び800 rpmの場合には、攪拌部はツール構成元素が低濃度かつ部分的に供給されたため、通常のFSW/FSPと同様に引張残留応力を有する領域が生じたと考えられる。これは、 α' 変態が比較的高温で完了したことで、その膨張量が残された冷却時間における連続的な熱収縮により消失したことを示唆している。これに対し、 M_s 点低下に伴う残留応力の引張から圧縮への遷移は、 α' 変態による膨張が室温付近で生じたことに起因すると考えられる。一方、ツール回転速度1000 rpmにおいて M_s 点が過度に低下すると、室温で α' 変態が完了できずに残留 γ の体積分率が増加し、結果として圧縮残留応力を生じるための α' 変態による膨張量が不十分となったことを示唆している。この約150 $^{\circ}\text{C}$ の M_s 点において圧縮残留応力が最大化する現象は、低変態温度溶接材料を用いた場合と類似している[7, 8]。本研究において、攪拌部に生じる残留応力はツール構成元素供給量を支配するツール回転速度等の入熱量によって制御できるといえ、800~1000 rpmの間のツール回転速度において圧縮残留応力の生成により効果的なツール構成元素供給を実現できると結論付けられる。

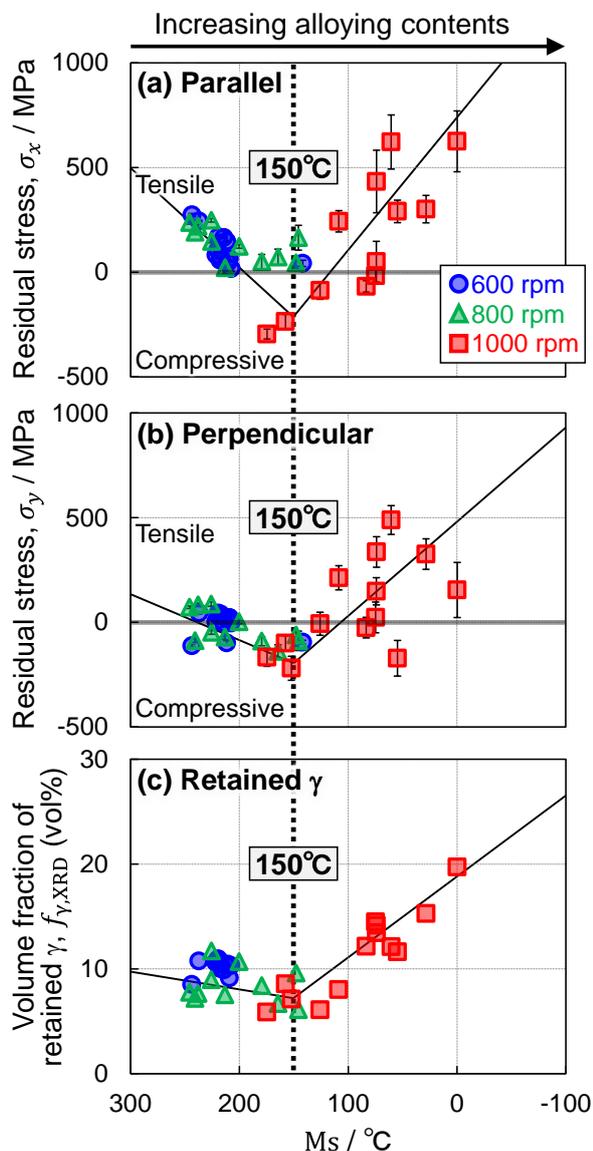


Fig. 4 FSP方向に対して(a)平行、(b)垂直方向の残留応力及び(c)残留オーステナイト体積分率の M_s 点依存性。 M_s 点はEPMAにより測定された化学組成を用いて算出。

<参考文献>

- [1] R.S. Mishra, Z.Y. Ma: Mater. Sci. Eng. R, 50 (2005) pp. 1-78.
- [2] H. Yamamoto, Y. Imagawa, K. Ito, K. Chen, L. Zhang: J. Manuf. Process., 69 (2021) pp. 311-319.
- [3] L.N. Brewer, M.S. Bennett, B.W. Baker, E.A. Payzant, L.M. Sochalski-Kolbus: Mater. Sci. Eng. A, 647 (2015) pp. 313-321.
- [4] J.W. Sowards, T. Gnäupel-Herold, J.D. McColskey, V.F. Pereira, A.J. Ramirez: Mater. Des., 88 (2015)

- pp. 632-642.
- [5] H. Dawson, M. Serrano, S. Cater, P. Wady, T. Pirling, E. Jimenez-Melero: *J. Mater. Process. Technol.* 246 (2017) pp. 305-312.
 - [6] P. Payson, C.H. Savage: *Trans. Am. Soc. Met.* 33 (1944) pp. 261-280.
 - [7] S. Zenitani, N. Hayakawa, J. Yamamoto, K. Hiraoka, Y. Morikage, T. Kubo, K. Yasuda, K. Amano: *Sci. Technol. Weld. Join.* 12 (2007) pp. 516-522.
 - [8] Z. Feng, N. Ma, K. Hiraoka, Y. Komizo, S. Kano, M. Nagami: *Sci. Technol. Weld. Join.* 28 (2023) pp. 305-313.

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計7件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 4件）

1. 発表者名 Hajime Yamamoto, Yudai Imagawa, Yuji Yamamoto, Kazuhiro Ito
2. 発表標題 Surface alloying due to WC tool wear during FSP and its effects on the microstructure and mechanical properties of topmost steel layer
3. 学会等名 TMS 2023 152nd Annual Meeting & Exhibition (国際学会)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 Hajime Yamamoto, Yuji Yamamoto, Kazuhiro Ito, Yoshiki Mikami
2. 発表標題 Addition of compressive residual stress and retained austenite in steel surface layers by friction stir processing with the WC tool
3. 学会等名 The 6th International Symposium on Visualization in Joining & Welding Science through Advanced Measurements and Simulation (Visual-JW 2022) (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 柳 悠輔, 山元優士, 山本 啓, 伊藤和博, 三上欣希
2. 発表標題 WCツール摩擦攪拌プロセスによる鋼表層への圧縮残留応力と残留オーステナイトの付与
3. 学会等名 一般社団法人 溶接学会 2022年度秋季全国大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 山本 啓, 山元優士, 伊藤和博, 三上欣希
2. 発表標題 WCツール摩擦攪拌プロセスにより鋼表層に生じる圧縮残留応力と残留オーステナイト
3. 学会等名 公益社団法人 日本金属学会 2022年秋期(第171回)講演大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 山元優士, 山本 啓, 伊藤和博, 三上欣希
2. 発表標題 摩擦攪拌プロセス施工鋼表層の残留応力とWCツール構成元素固溶量との関係
3. 学会等名 一般社団法人 溶接学会 2021年度秋季全国大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Hajime Yamamoto, Yuji Yamamoto, Kazuhiro Ito, Yoshiki Mikami
2. 発表標題 Adapted to generate compressive residual stress and retained austenite in a steel surface layer by friction stir processing with the WC tool
3. 学会等名 The 76th IIW Annual Assembly and International Conference on Welding and Joining (国際学会)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 Hajime Yamamoto, Yuji Yamamoto, Yudai Imagawa, Kazuhiro Ito, Yoshiki Mikami
2. 発表標題 Alloying of low-carbon steel surface due to friction stir processing with WC tool wear
3. 学会等名 The 3rd Materials Research Meeting (MRM2023) / The 24th IUMRS-International Conference in Asia (IUMRS-ICA2023) (国際学会)
4. 発表年 2023年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8 . 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------