



Title	固相接合を前提とした高P耐候性鋼の開発指針と固相接合技術の適用性
Author(s)	川久保, 拓海
Citation	大阪大学, 2023, 博士論文
Version Type	VoR
URL	<a href="https://doi.org/10.18910/91930">https://doi.org/10.18910/91930</a>
rights	
Note	

*The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA*

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

博士学位論文

固相接合を前提とした高 P 耐候性鋼の開発指針  
と固相接合技術の適用性

川久保 拓海

2023 年 1 月

大阪大学大学院工学研究科

マテリアル生産科学専攻



# 目次

第 1 章 序論 .....	1
1.1 本研究の目的 .....	1
1.2 本論文の構成 .....	3
第 1 章の参考文献 .....	5
第 2 章 研究背景 .....	7
2.1 緒言 .....	7
2.2 耐候性鋼 .....	7
2.2.1 耐候性鋼の適用状況 .....	7
2.2.2 耐候性鋼の耐食性に及ぼす合金元素の影響 .....	8
2.3 鉄鋼材料の溶接性および靱性に及ぼす P の影響 .....	14
2.3.1 溶接性に及ぼす P の影響 .....	14
2.3.2 靱性に及ぼす P の影響 .....	16
2.4 固相接合 .....	21
2.4.1 摩擦攪拌接合 .....	21
2.4.2 線形摩擦接合 .....	24
2.5 結言 .....	26
第 2 章の参考文献 .....	27
第 3 章 摩擦攪拌接合した耐候性鋼の微視組織および機械的特性に及ぼす C, P 量の影響 .....	32
3.1 緒言 .....	32
3.2 実験方法 .....	32
3.2.1 供試材 .....	32
3.2.2 摩擦攪拌接合装置と接合条件 .....	33
3.2.3 微視組織の評価 .....	36

3.2.4 機械的特性の評価 .....	37
3.3 実験結果.....	39
3.3.1 断面マクロ組織と微視組織 .....	39
3.3.2 硬さ分布および引張特性 .....	43
3.3.3 靱性 .....	46
3.4 考察.....	51
3.4.1 母材の P のミクロ偏析に及ぼす C 量の影響 .....	51
3.4.2 引張特性に及ぼす P の影響.....	54
3.4.3 上部棚エネルギーに及ぼす P の影響.....	57
3.5 結言.....	59
第 3 章の参考文献.....	60
 <b>第 4 章 摩擦攪拌接合した耐候性鋼における P の粒界偏析と母材および攪拌部の靱性</b> .....	<b>61</b>
4.1 緒言.....	61
4.2 実験方法.....	61
4.2.1 供試材 .....	61
4.2.2 摩擦攪拌接合条件と熱処理条件 .....	62
4.2.3 微視組織観察 .....	63
4.2.4 靱性の評価 .....	64
4.2.5 粒界偏析濃度の測定 .....	64
4.3 実験結果.....	65
4.3.1 微視組織 .....	65
4.3.2 靱性 .....	67
4.3.3 粒界偏析 .....	70
4.4 考察.....	74
4.4.1 FSW 冷却中の C, P の粒界偏析に及ぼす結晶粒径の影響 .....	74

4.4.2 靱性に及ぼす P の粒界偏析の影響 .....	79
4.5 結言 .....	83
第 4 章の参考文献 .....	84
<b>第 5 章 高 P 耐候性鋼の線形摩擦接合</b> .....	<b>85</b>
5.1 緒言 .....	85
5.2 実験方法 .....	85
5.2.1 供試材 .....	85
5.2.2 線形摩擦接合装置 .....	87
5.2.3 接合条件 .....	88
5.2.4 断面組織観察 .....	90
5.3 実験結果および考察 .....	91
5.3.1 薄板（3.2 mm 厚）の線形摩擦接合 .....	91
5.3.1.1 温度制御 .....	91
5.3.1.2 薄板（3.2 mm 厚）の線形摩擦接合体の健全性とミクロ組織 .....	93
5.3.1.3 A <sub>1</sub> 点以下の接合と欠陥抑制の両立 .....	97
5.3.2 厚板（12 mm 厚）の線形摩擦接合 .....	109
5.4 結言 .....	114
第 5 章の参考文献 .....	115
<b>第 6 章 線形摩擦接合継手の残留応力</b> .....	<b>116</b>
6.1 緒言 .....	116
6.2 実験方法 .....	116
6.2.1 供試材と接合条件 .....	116
6.2.2 中性子回折測定 .....	117
6.2.3 データ解析 .....	120
6.3 実験結果と考察 .....	122

6.3.1 残留応力 .....	122
6.3.2 半値全幅 .....	127
6.3.3 LFW で形成される残留応力の成因と制御について .....	129
6.4 結言 .....	132
第 6 章の参考文献 .....	133
 第 7 章 総括 .....	 134
 研究業績 .....	 137
 謝辞 .....	 142

# 第 1 章 序論

## 1.1 本研究の目的

環境問題，貧困，紛争，人権問題，感染症など，人類は数多くの課題に直面している．このままでは人類が安定してこの世界で暮らし続けることが困難になるかもしれないという心配から，持続可能な開発目標（SDGs: Sustainable Development Goals）が 2015 年の国連サミットで採択された<sup>[1]</sup>．SDGs の 17 のゴールの中の「11. 住み続けられるまちづくりを」では，「都市と人間の居住地を包摂的，安全，強靱かつ持続可能にする」というテーマが掲げられている．都市や居住地等を構成するインフラ構造物には，鉄鋼材料が主要な材料として使用されており，持続可能な社会に貢献する鉄鋼材料の新たな開発が期待される．

我が国のインフラ構造物は高度成長期に集中的に建造されたものが多く，今後インフラ構造物は高齢化する．建設後 50 年後以上経過した橋梁の割合は 2018 年時点では 25%であったが，2028 年には 50%になると見積もられている<sup>[2]</sup>．したがって既存の橋梁を効果的に補修しながら運用していくことや，より長寿命な新しい橋梁の設計を検討していく必要がある．

橋梁等のインフラ構造物の長寿命化には，鋼材の腐食を防ぐことが重要であり，その点で耐候性鋼は有効である．耐候性鋼は，大気中の乾湿の繰り返しにより表面に緻密なさび層を形成し大気中で高い耐食性を有することから，SDGs から見ても重要な鋼材である．耐候性鋼の耐食性は，Cu, Cr, Ni, P 等の合金元素量の増加に伴い向上し，その中でも P は少量の添加で飛躍的に耐食性を向上すると報告されている<sup>[3-7]</sup>．しかし，P が多く含まれると，溶接時に割れ等の欠陥が生じるリスクが高まることから，橋梁等の溶接構造物に使用される耐候性鋼（JIS G 3114：溶接構造用耐候性熱間圧延鋼材 SMA490, SMA570）において，P の添加は 0.035 wt%以下まで制限されている<sup>[8]</sup>．

一方で，固相接合を利用すれば，P 添加により生じる溶接性の問題を払しょくできると考えられる．固相接合には，摩擦攪拌接合（FSW: Friction Stir Welding），



線形摩擦接合（LFW : Linear Friction Welding）、摩擦圧接（FW : Friction Welding）等がある。従来の溶融溶接（アーク溶接，レーザー溶接，電子ビーム溶接，プラズマアーク溶接等）では，被溶接材を融点以上に加熱し，溶融・凝固を利用して接合する。一方，上記の固相接合では，被溶接材が摩擦熱により加熱され，高温での材料流動を利用することで，融点に達する前に固相状態で接合される。したがって，溶融溶接の凝固時に生じる溶接割れや欠陥を防ぐことができる。そのため，固相接合は，**P** や **S** を多く含有した古い鋼材<sup>[9]</sup>から作られた橋梁の補修にも有効であると期待される。

以上より，固相接合を前提とすると，これまで溶接性を考慮した元素の制約から解放され，新しい材料設計が可能となる。溶接性を低下させるとしてこれまで **C, Si, Al, P, S** 等の元素が制限されてきたが，その中でも **P** は耐候性の向上に有効である。また，**P** は母材強度の向上に有効であること<sup>[10, 11]</sup>や，靱性を低下させること<sup>[12-14]</sup>などが報告されているが，実際に **P** を活用した合金設計はこれまで行われていないことから，**P** 添加の利点や課題については不明な点が多い。

本研究では固相接合を前提として **P** を活用した新しい耐候性鋼の開発のための基礎的な知見を得ることを目的とした。耐候性については，過去の論文において元素量との関係について研究が行われており<sup>[15-17]</sup>，また現在でも Tsuchiya ら<sup>[18]</sup>により精力的に研究が推進されている。本研究では，母材および固相接合体の微視組織や機械的特性，および接合体の健全性に着目した。

## 1.2 本論文の構成

本論文の構成を Fig. 1.1 に示す．本論文は 7 章から構成されている．

第 1 章は序論であり，本論文の研究目的について述べる．第 2 章は研究背景であり，耐候性鋼，溶接性，靱性に及ぼす P の影響，固相接合について概説する．

第 3, 4 章では，摩擦攪拌接合を前提とした高 P 耐候性鋼の開発に向けて，P が微視組織および機械的特性に及ぼす影響について調査した結果について述べる．第 3 章では，P に加えて，組織制御や強度向上に有効である C にも着目し，高 P 耐候性鋼の接合性，微視組織および機械的特性に及ぼす C, P 量の影響について議論する．第 4 章では，高 P 耐候性鋼における母材および FSW 接合部の P の粒界偏析の実態と粒界偏析が靱性に及ぼす影響について，結晶粒微細化に着目して議論する．

第 5, 6 章では，橋梁等の大型構造物への適用を見据えて，厚板の接合に有利である線形摩擦接合を利用した耐候性鋼の接合について述べる．第 5 章では，耐候性鋼の線形摩擦接合における接合温度の低温化について，材料強度および板厚の影響を考慮して議論する．第 6 章では，板厚 12 mm の厚板の線形摩擦接合継手の残留応力について中性子回折測定により得られた結果を示し，熔融溶接との相違点について議論する．

第 7 章では，本研究で得られた成果について総括する．

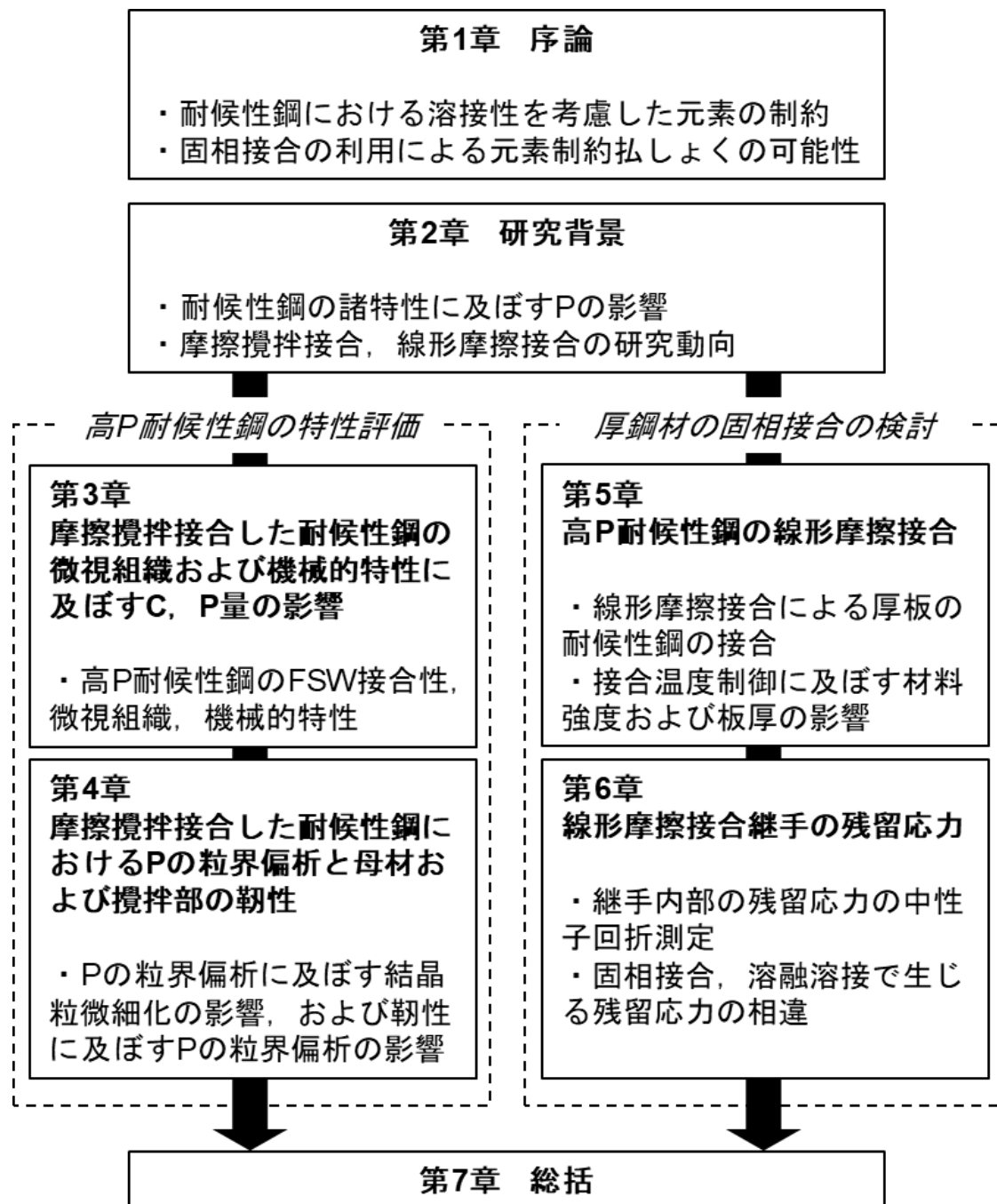


Fig. 1-1 Flow of this study.

## 第 1 章の参考文献

- [1] 外務省, 国際協力局, 地球規模課題総括課: 持続可能な開発目標 (SDGs) 達成に向けて日本が果たす役割,  
<https://www.mofa.go.jp/mofaj/gaiko/oda/sdgs/about/index.html>, (accessed 2022-10-13).
- [2] 国土交通省, 関東地方整備局:老朽化対策の取り組み,  
[https://www.ktr.mlit.go.jp/road/shihon/road\\_shihon00000063.html](https://www.ktr.mlit.go.jp/road/shihon/road_shihon00000063.html), (accessed 2022-10-13).
- [3] G. P. Zhou, Z. Y. Liu, Y. Q. Qiu and G. D. Wang: *Materials and Design*, **30** (2009), 4342.
- [4] H. Kihira, S. Ito and T. Murata: *Corros. Sci.*, **31** (1990), 383.
- [5] M. Stratmann, K. Bohnenkamp and T. Ramchandran: *Corros. Sci.*, **27**(1987), 905.
- [6] M. Cohen and K. Hashimoto: *J. Electrochem. Soc.*, **121** (1974), 42.
- [7] W. Liu, J. Liu, and H. Pan: *J. Alloy. Compd.*, **834** (2020), 155095.
- [8] JIS G 3114: 2016, Hot-rolled atmospheric corrosion resisting steels for welded structure.
- [9] M. Ikeda, K. Kita, M. Kimura and T. Nalayama: *Steel Construction Engineering*, **19** (2012), 107.
- [10] W. A. Spitzig: *Metall. Trans.*, **3** (1972), 1183.
- [11] K. Sakata, K. Okuda and O. Furukimi: *Tetsu-to-Hagané*, **84** (1998), 566.
- [12] H. Kimura: *Tetsu-to-Hagané*, **179** (1993), N754.
- [13] K. Sano and J. Kudo: *Tetsu-to-Hagané*, **69** (1983), S1248.
- [14] R. Dimg, A. Islam, S. Wu and J. Knott: *Mat. Sci. Tech.*, **21** (2005), 467.
- [15] T. Hosaka, T. Kusunoki and J. Kato: *Bridge Found. Eng.*, **36** (2002), 31.
- [16] H. Kihira: *J. Jpn. Weld. Soc.*, **76** (2007), 38.
- [17] C. Miki, A. Ichikawa, M. Ugai, M. Takemura, T. Nakamura, H. Kihira: *Proceedings of JSCE*, **738** (2003), 271.

- [18] H. Tsuchiya, K. Hatsuda, T. Kawakubo, K. Ushioda, H. Fujii, M. Yamashita, S. Fujimoto: *Tetsu-to-Hagané*, **108** (2022), 937.

## 第 2 章 研究背景

### 2.1 緒言

本章では、まず、耐候性鋼の適用状況と、耐候性に及ぼす合金元素の影響に関する従来研究を整理する。次に、耐候性を向上する効果が報告されている P が、溶接性および靱性に及ぼす影響について既知の知見について述べる。最後に、P 添加の問題を克服できると期待される固相接合である摩擦攪拌接合および線形摩擦接合について、鉄鋼材料を対象とした研究を中心に整理する。

### 2.2 耐候性鋼

#### 2.2.1 耐候性鋼の適用状況

耐候性鋼は 1933 年に U.S.Steel 社によりはじめて開発された<sup>[1]</sup>。この鋼が誕生した背景には、20 世紀になって必要性を増した橋梁や車両の軽量化の要求にこたえる高張力鋼のニーズや、高張力化に伴う薄肉化において重要となる耐食性向上のニーズがあった。日本では 1950 年代から 1960 年代にかけて米国からの CORTEN 鋼の技術導入や自国での開発によって耐候性鋼が市販されるようになった。現在日本の耐候性鋼材需要の約 75%が橋梁用途であり<sup>[2]</sup>、Fig. 2-1 に耐候性鋼橋梁の建設量の推移を示す<sup>[3]</sup>。全橋梁における耐候性鋼の比率は直近 10 年間は減少傾向ではあるものの、耐候性鋼の誕生から 2008 年にかけて 30%以上にまで増大した。現在、耐候性鋼は JIS 規格により、P 含有量を低く抑え溶接性を付与した溶接構造用耐候性熱間圧延鋼材（SMA: JIS G 3114）<sup>[4]</sup>と高い耐候性を特徴とする高 P の非溶接の高耐候性圧延鋼材（SPA: JIS G 3125）<sup>[5]</sup>に大別されている。これら二つの代表的な鋼材の化学組成と引張特性を Tables 2-1, 2-2 に示す。

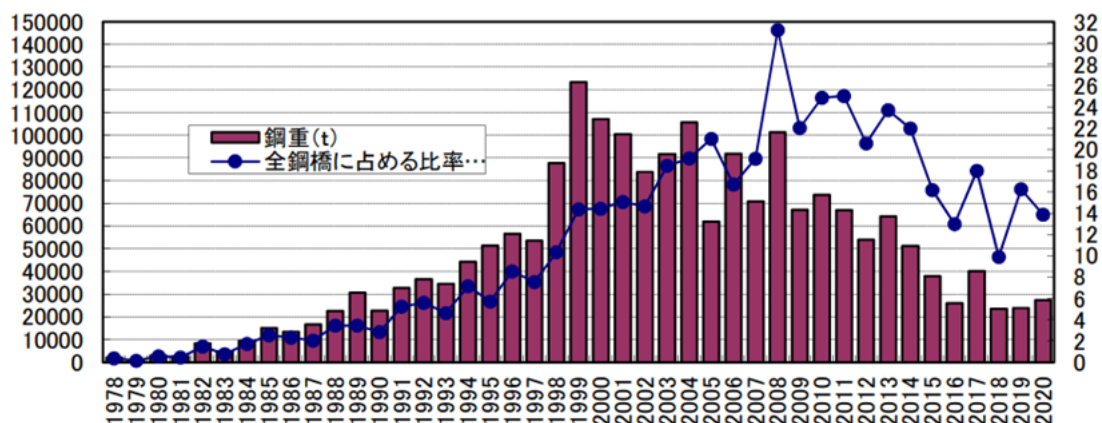


Fig. 2-1 Construction volume of weathering steel bridges<sup>[3]</sup>.

Table 2-1 Typical chemical composition of the weathering steels. (wt%)

Steels	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr
SMA490AW	0.12	0.22	1.14	0.010	0.003	0.31	0.09	0.46
SPA-H	0.08	0.44	0.39	0.087	0.003	0.27	0.17	0.64

Table 2-2 Typical mechanical properties of the weathering steels.

Steels	Yield strength [MPa]	Tensile strength [MPa]	Elongation [%]
SMA490AW	447	554	25
SPA-H	382	521	25

## 2.2.2 耐候性鋼の耐食性に及ぼす合金元素の影響

耐候性鋼が大気中で高い耐食性を示すのは、大気中での使用中に表面に形成される保護性の高い安定さび層が、さらなる腐食の進行を抑制するからである。Fig. 2-2 に日本製鉄株式会社が市販する耐候性鋼である COR-TEN 490（JIS SMA 相当）および COR-TEN O（JIS SPA 相当）と他の構造用鋼における腐食量と暴露年数の関係を示す<sup>[6]</sup>。耐候性鋼は数年を経過すれば腐食速度が減少し始め、10 年以上の期間で安定さび層が形成し、極めて低い腐食速度となる。最終的に形成されるさび層は有効元素の濃縮した緻密な安定さび層であり、黒褐色系の落ち

着いた色調である．一方，SS400 のような普通鋼の場合には，10 年経過しても腐食速度の低減は少ないことが Fig. 2-2 からも見取れる．

以上のような耐候性鋼の安定さび層は，有効な合金元素の添加によってもたらされる．耐候性の向上に有効な元素として Cu, P, Cr, Ni などが挙げられる．Hosaka ら<sup>[6]</sup>は，Fig. 2-3 に示すように溶接構造用鋼材の成分 (0.05C-0.25Si-1.35Mn) をベースに，耐候性を向上させる元素である Cu, P, Cr, Ni の各元素を単独に添加した鋼材の暴露試験片を，模擬海浜大気環境で 1 年間暴露した結果を報告した．各元素の添加量の増加に伴い，板厚減少量が少なくなり耐候性が向上することがわかる．各元素が耐候性の向上に寄与するメカニズムについては，これまで多くの研究が行われており，以下のように整理される．

耐候性鋼の開発のきっかけとなった Cu 添加の効果については，1900 年代から盛んに研究されており，多くのことが明らかとなっている<sup>[8-15]</sup>．Cu 添加の効果として，さび粒子を細かく成長させ大気中酸素の鋼表面への拡散を抑制する効果<sup>[9]</sup>，さびの導電性を低下させる効果<sup>[10]</sup>，金属 Cu が鋼表面に濃化する効果<sup>[10]</sup>，錆の結晶性を低下させ緻密な構造とする効果<sup>[11-14]</sup>，鋼の均一溶解と初期さび生成反応を促進する効果<sup>[15]</sup>等が指摘されている．

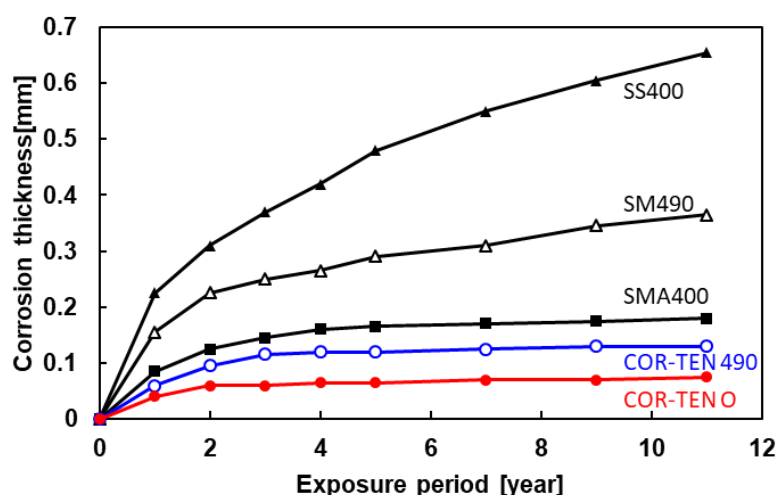


Fig. 2-2 Relationship between corrosion thickness and exposure period in the weathering steels and the other structural steels<sup>[6]</sup>.



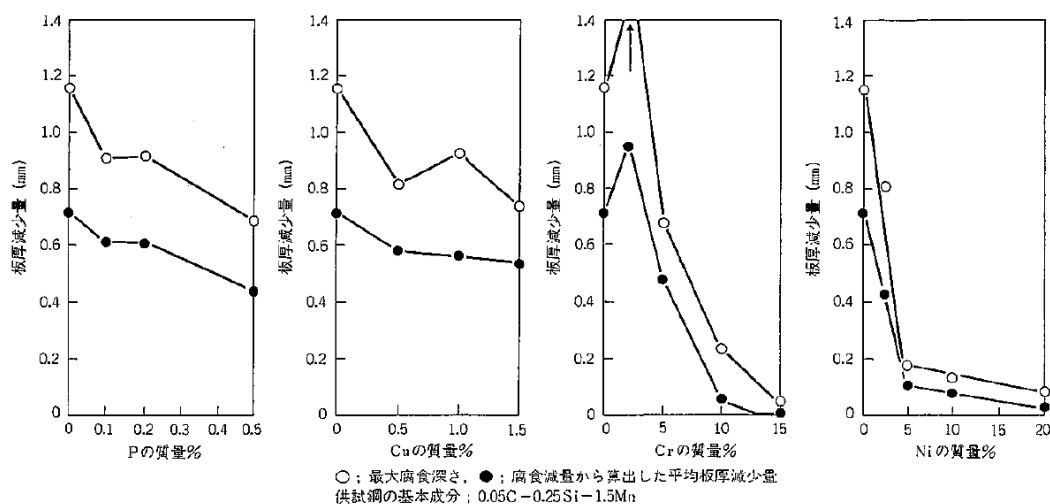


Fig. 2-3 Effect of alloying element contents on thickness reduction due to corrosion when exposed to a coastal atmosphere for one year<sup>[7]</sup>.

P はさび粒子の微細化および非晶質化を促進することにより耐候性を向上させることが報告されている<sup>[16-20]</sup>. Zhou ら<sup>[16]</sup>は、母材中の P 含有量の増加に伴い、さび層がより均質かつ緻密になることを報告した. 加えて、さび層と母材の界面に P の濃縮が認められたことを示し、この P の濃縮が侵食性イオンや水分の侵入を抑制し、耐候性を向上させる要因であると推察した. Kihira ら<sup>[17]</sup>は、19 年間大気暴露された耐候性鋼のさび層を分析し、結晶質の FeOOH の外層と非晶質酸化鉄の内層の間に P が存在する薄い中間層が存在し、この層が緻密なさび層の形成に寄与すると報告した. また、Liu ら<sup>[20]</sup>は濃化した P が酸化して  $\text{PO}_4^{3-}$  となり、腐食抑制剤として作用している可能性を指摘した.

Cr の効果について、山下ら<sup>[21]</sup>は Cr がさび層の内側のみに濃化することにより、保護性の高い緻密なさび層の形成に寄与すると報告した. さび層中の  $\text{Cr}^{3+}$  が  $\text{O}^{2-}$  と配位し、ゲーサイト ( $\alpha\text{-FeOOH}$ ) 構造中の  $\text{FeO}_3(\text{OH})_3$  の八面体が配列したネットワーク内の空孔サイトの二重鎖に配置され、保護性能の向上につながると説明した.

Ni の効果について、Kimura ら<sup>[22]</sup>は、 $\text{Fe}(\text{O},\text{OH})_6$  ネットワーク中の  $\text{Fe}_2\text{NiO}_4$  がさびのイオン交換性をアニオン選択性からカチオン選択性に変化させることを報告した。さび層がカチオン選択性であると、飛来した塩分が地鉄近傍に近づくことを防止できるため、海浜環境を想定して Ni を活用した耐候性鋼も開発されている<sup>[23]</sup>。

以上のように、各元素が耐候性に及ぼす影響についてそれぞれ明らかになってきており、合金成分から耐候性の評価をするためのいくつかの指標が提案されている。ASTM は、米国内で実施した暴露試験結果を回帰分析して式(2-1)に示す Weathering Index (WI) を提案している<sup>[24]</sup>。

$$\begin{aligned} WI = & 26.1 [\text{Cu}] + 3.88 [\text{Ni}] + 1.20 [\text{Cr}] + 1.49 [\text{Si}] + 17.28[\text{P}] \\ & - 7.29[\text{Cu}][\text{Ni}] - 9.10[\text{Ni}][\text{P}] - 33.39[\text{Cu}]^2 \end{aligned} \quad (2-1)$$

ここで、 $[\text{Cu}]$ ,  $[\text{Ni}]$ ,  $[\text{Cr}]$ ,  $[\text{Si}]$ ,  $[\text{P}]$ ,  $[\text{Cu}]$  はそれぞれの元素の添加量 (wt%) である。しかし、WI は米国での結果を基に決定された指標であるため、日本で使用される耐候性鋼にそのまま適用すると問題が生じることが報告されている<sup>[25]</sup>。三木ら<sup>[26]</sup>は、全国 41 橋の暴露試験結果を用いて式(2-1)を検証し、新たに式(2-2)に示す V 値を提案した。

$$V = \frac{1}{U} \quad (0.9 \leq V \leq 2.5) \quad (2-2)$$

$$U = u(\text{C}) \cdot u(\text{Si}) \cdot u(\text{Mn}) \cdot u(\text{P}) \cdot u(\text{S}) \cdot u(\text{Cu}) \cdot u(\text{Ni}) \cdot u(\text{Mo}) \cdot u(\text{Ti}) \quad (2-3)$$

$$u(\text{C}) = 1.0 - 0.16 [\text{C}] \quad 0 \leq [\text{C}] < 1.5 \quad (2-4)$$

$$u(\text{Mn}) = 1.04 - 0.016 [\text{Mn}] \quad 0.1 \leq [\text{Mn}] < 10 \quad (2-5)$$

$$u(\text{P}) = 1.0 - 0.5 [\text{P}] \quad 0 \leq [\text{P}] < 0.15 \quad (2-6)$$

$$u(S) = 1.0 + 1.9 [S] \quad 0 \leq [S] < 0.03 \quad (2-7)$$

$$u(Cu) = 1.0 - 0.1 [Cu] \quad 0 \leq [Cu] < 1.1 \quad (2-8)$$

$$u(Ni) = 1.0 - 0.12 [Ni] \quad 0 \leq [Ni] < 5 \quad (2-9)$$

$$u(Mo) = 1.0 - 0.3 [Mo] \quad 0 \leq [Mo] < 0.6 \quad (2-10)$$

$$u(Ti) = 1.0 - 1.7 [P] \quad 0 \leq [Ti] < 0.12 \quad (2-11)$$

ここで，[C], [Mn], [P], [S], [Cu], [Ni], [Mo], [Ti]はそれぞれ元素の添加量（wt%）である．以上のように耐候性に寄与する合金元素の活用にあたっては，強度，靱性，溶接性そしてコストを考慮した上で合金設計を行う必要がある．

一方で，上記の耐候性に有効な元素の中には Mn, Cu, Ni, Mo, Ti など高価な希少元素が多い．希少元素の使用量の急激な増加や資源ナショナリズムは，Fig. 2-4 に示すように合金用金属価格の異常な高騰や変動を招き，産業に大きな影響を及ぼす可能性がある<sup>[27]</sup>．資源は有限であり，人類の持続的発展のためには，希少元素を豊富でユビキタス（ありきたり）な元素に代替する必要がある．このような背景から，耐候性の向上に有効で豊富に存在する元素である P を活用した合金設計が求められる．加えて，我が国の鉄鉱石資源の主要な輸入先である豪州産の鉄鉱石は，P の濃度が上昇（+0.051%の上昇，上昇率 42%）した劣質な鉄鉱石への変化が予測されており<sup>[28]</sup>，溶銑予備処理段階や製鋼段階での脱 P 工程の負荷増加が懸念されていることから，P を活用することには大きな意義がある．

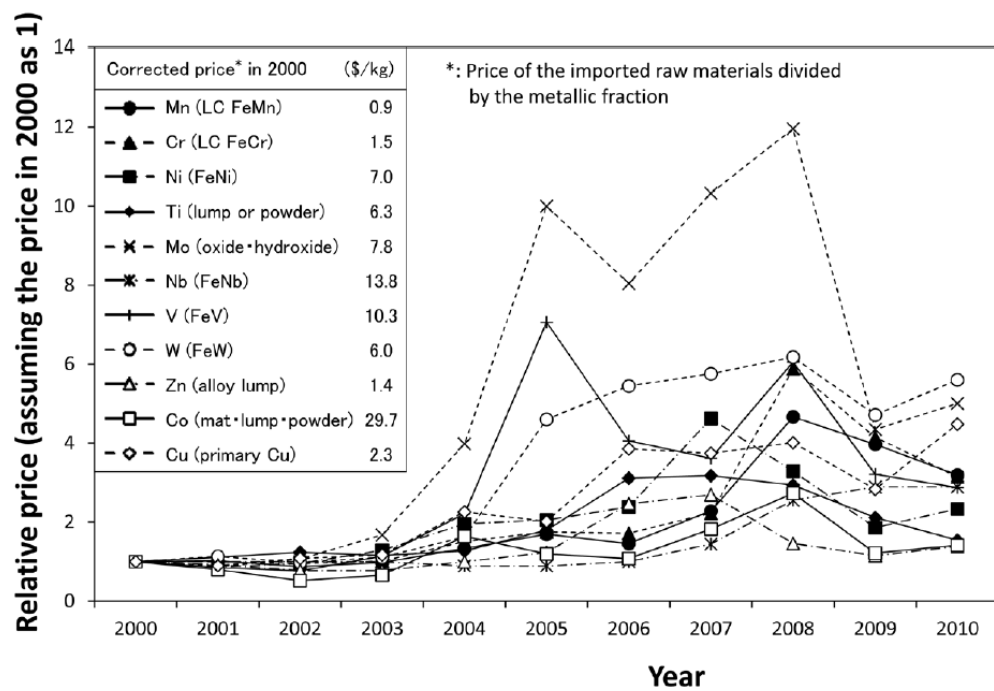


Fig. 2-4 Change in relative price of rare metals with year<sup>[27]</sup>.

## 2.3 鉄鋼材料の溶接性および靱性に及ぼす P の影響

### 2.3.1 溶接性に及ぼす P の影響

鉄鋼材料の溶接において、P の含有量が多くなると溶接割れが発生する可能性が高まる。溶接割れは、凝固温度あるいはそれにほぼ近い高温域で発生する高温割れと約 300°C以下の温度に冷却された後に発生する低温割れに大別されるが、P が主として影響を及ぼすのは高温割れである。

高温割れは、溶接金属あるいは溶接熱影響部（HAZ: heat affected zone）が高温で延性の乏しい状態の時、結晶粒界が収縮応力に耐えきれず分離開口することにより生じる<sup>[29-30]</sup>。高温割れの発生に關与する低延性温度域は 2 種類あり、Fig. 2-5 に模式図<sup>[30]</sup>を示す。液相線温度と固相線温度の間の固液共存領域では、一般的に極めて延性が低くなる。この温度範囲のことを凝固脆性温度領域（BTR : brittleness temperature range）と呼ぶ。また、材料によっては、さらに低温になるにつれて再び再結晶温度範囲で延性が低下する場合があります、この温度範囲のことを延性低下温度領域（DTR : ductility-dip temperature range）と呼ぶ。

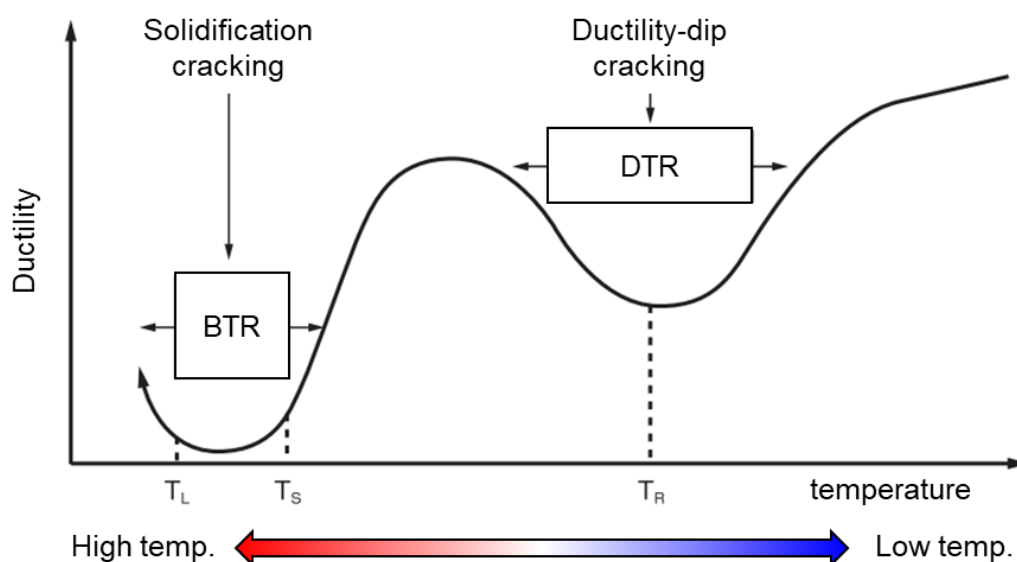


Fig. 2-5 Schematic illustration of the low ductility range associated with hot cracking<sup>[30]</sup>.

高温割れには、BTR に起因する凝固割れと DTR に起因する延性低下割れがある。一部のステンレス鋼において、P が粒界脆化を引き起こし延性低下割れの感受性を高めることが報告されている<sup>[31]</sup>が、P は主に凝固割れ感受性を高める。Fe-P 二元系の P の分配係数は 1 以下で小さい値であるため、P は凝固末期のデンドライト樹間および最終凝固する溶接ビード中央に濃化し、最終凝固域の固相線温度を低下させ、凝固割れ感受性を高める。

Matsuda<sup>[32]</sup>は、炭素鋼および低合金鋼のアーケ溶接において、C 量が 0.16 wt% 以下（包晶点）の材料では、割れの主原因は S でありこの場合 Mn の添加により割れを防止できるが、C 量が 0.16 wt% 以上の材料では、Mn の添加だけでは防止できず、P を制限する必要があると報告した。例えば、SAE4340 鋼（0.4%C）では、割れをなくすためには P、S とともに 0.017 wt% 以下で  $(S+P) < 0.025 \text{ wt\%}$  であることが必要であると報告されている<sup>[32]</sup>。また、炭素鋼および Cr-Mo 鋼の電子ビーム溶接性において、母材の炭素量が 0.35 wt% 以下の場合、 $(P+S)$  量を 0.03 wt% 以下に制御すれば割れの発生を防止できることが報告されている<sup>[33]</sup>。

P を活用した耐候性鋼については、凝固割れが発生しやすく、溶接施工条件等を最適することが必要であると報告されている<sup>[34]</sup>。したがって、溶接を想定した JIS SMA 材の P 量は 0.035 wt% 以下に制限されている<sup>[4]</sup>。しかし、Fig. 2-3 では少なくとも 0.5 wt% までは P 量の増加により耐候性が向上することが示されており、既存の耐候性鋼では P 添加による耐候性向上のポテンシャルを十分活用できていないといえる。P を活用して耐候性を向上するためには、溶接性の問題を解消する必要がある。

### 2.3.2 靱性に及ぼす P の影響

P は鉄鋼材料の靱性を低下させることが一般的によく知られている。耐候性鋼は橋梁等の大型構造物に適用されることが多く、靱性の低下は大事故につながる恐れがある。したがって耐候性の向上のために P を活用するためには、靱性を低下させないことが重要となる。

耐候性鋼のような bcc 金属は、ある温度以下になると急激に脆くなる性質を持っており、この温度のことを延性脆性遷移温度 (DBTT: ductile-brittle transition temperature) という。DBTT 以上の温度では延性破壊、DBTT 以下の温度では脆性破壊が起こるが、脆性破壊は衝撃吸収エネルギーが低いことに加えて瞬時にき裂が進展するため非常に危険である。そのため、DBTT が使用温度以下であることが求められる<sup>[35]</sup>。

延性脆性遷移のメカニズムについて、Fig. 2-6 に説明図を示す<sup>[35]</sup>。図中には 2 本の曲線があり、それぞれ降伏応力と脆性破壊応力（へき開破壊応力または粒界破壊応力）の温度依存性を示している。

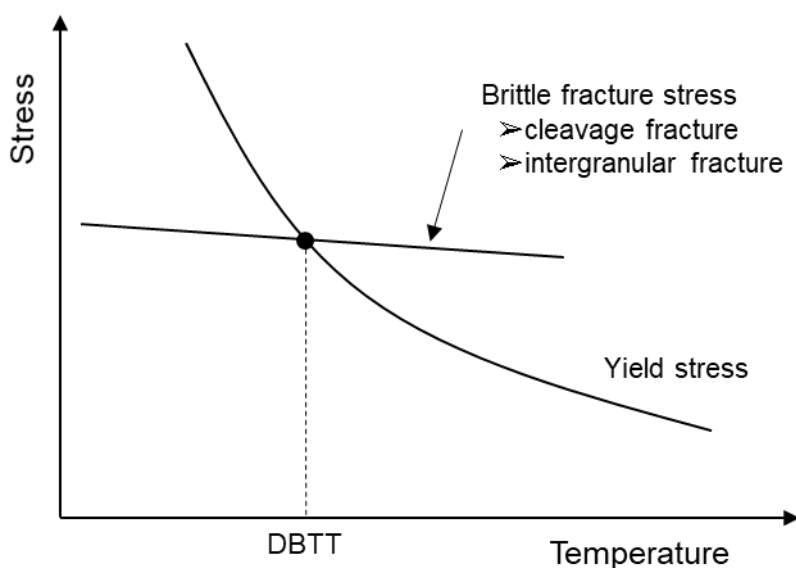


Fig. 2-6 Schematic illustration showing DBTT (ductile-brittle transition temperature)<sup>[35]</sup>.

bcc 金属では降伏応力の温度依存性が大きく、降伏応力は低温で急激に大きくなる。一方で脆性破壊応力は比較的に温度依存性が小さい。2つの曲線の交点より高温側ではすべり変形が、また低温側ではすべり変形の前に脆性破壊が生じることになり、交点の温度が DBTT となる。したがって、靱性を向上する、すなわち DBTT を低温側にシフトさせるためには、降伏応力を下げるか、脆性破壊応力を上げる必要がある。しかし、降伏応力を下げることは強度の低下に直結するため、強度を維持したままで靱性を向上させるためには脆性破壊応力を上昇させることが重要になる。脆性破壊応力は、結晶粒の粗大化、および不純物元素の粒界偏析により低下すると考えられている<sup>[35]</sup>。したがって、脆性破壊応力を上げるには、結晶粒の微細化や不純物元素の低減が重要となる。

P は粒界偏析により脆性破壊応力を低下させ、靱性を低下させることが多く報告されている。Kimura ら<sup>[36]</sup>は高純度鉄に P を添加してシャルピー試験を行い、P の添加が 0.07%以上では粒界破壊が起こり、P 濃度の増加にともない DBTT が上昇することを報告した (Fig. 2-7)。加えて、オージェ電子分光により粒界破面の P 濃度を求めることにより Fig. 2-8 に示すように、DBTT は P の粒界濃度に比例して増加することを示した。高純度鋼以外についても、P の粒界濃度と相関して靱性が低下することが報告されている<sup>[37, 38]</sup>。

一方で、粒界偏析した C が、粒界偏析した P による粒界破壊を抑制することが報告されている<sup>[39-42]</sup>。Suzuki ら<sup>[42]</sup>は、その理由として、サイトコンペティション効果 (P 原子と C 原子が共通の場所に偏析すると仮定した場合、C が偏析するとその分 P の偏析が減る現象) に加えて、C の粒界偏析自体が粒界結合力を増加して粒界脆化を抑制することが考えられると推察した。また、B も C と同様に P による粒界破壊を抑制する効果があることが報告されている<sup>[36, 43, 44]</sup>。



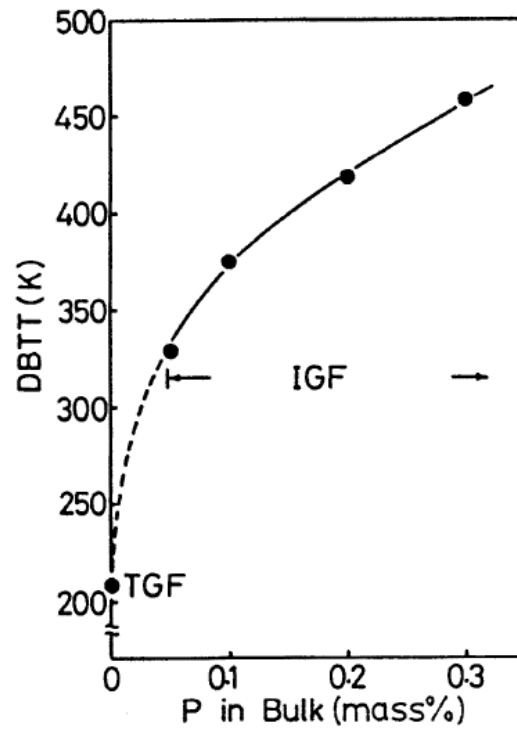


Fig. 2-7 Change in DBTT with the P concentration in the bulk of Fe-P alloys. Specimen were quenched from 1073K. TGF; Transgranular fracture, IGF; Intergranular fracture<sup>[36]</sup>.

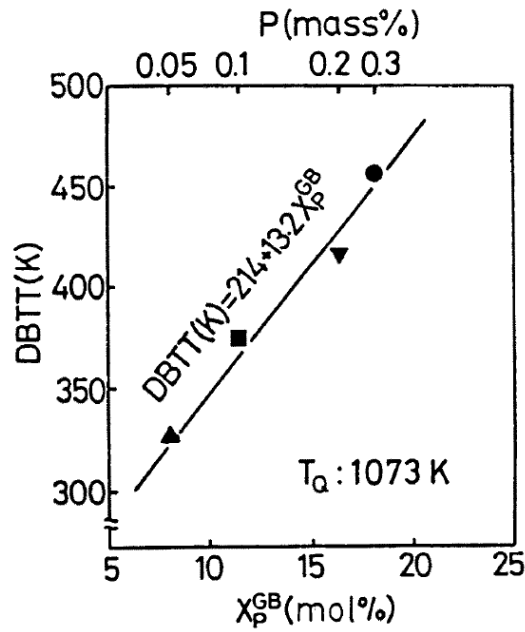


Fig. 2-8 DBTT as a function of the concentration of P at grain boundaries,  $X_p^{GB}$ , in Fe-P alloys quenched from 1073K<sup>[36]</sup>.

P による粒界脆化は、焼戻し熱処理が施され P の粒界濃度が高い鋼材<sup>[45-47]</sup>や C 量が極めて少ない鋼材<sup>[36]</sup>では問題となるが、耐候性鋼のようなフェライト・パーライト組織からなるような鋼材では報告がなく、問題とならないと予想される。しかし、P の粒界脆化に関する研究はほとんどの場合、少量のみの P を含有した鋼材を用いて行われており、本研究で対象とする 0.1 wt%以上の P 添加でも同様であるとは限らない。加えて、P は固溶強化能が高く<sup>[48, 49]</sup>、降伏応力を上昇させることによる靱性の低下（へき開破壊の促進）も懸念される。また、Yamanaka ら<sup>[50]</sup>は連続鋳造材の中心部に形成される P の偏析が靱性を低下させることを報告しており、凝固起因の P のマクロ偏析、ミクロ偏析が靱性を低下させる可能性もある。以上を考慮すると、0.1 wt%以上の P を含有した高 P 耐候性鋼を開発した場合に P が靱性に及ぼす影響については不明であると考えられる。

靱性を向上する方法として、結晶粒の微細化が挙げられる<sup>[51-55]</sup>。結晶粒の微細化は材料の降伏応力を上昇させるが、Fig. 2-9 に模式的に示すように、それ以上に脆性破壊応力を上昇させるため、結果として DBTT を低温側にシフトさせると考えられている。Heo ら<sup>[56]</sup>は、脆性破壊応力に関して、へき開破壊応力、および粒界破壊応力ともに、ホール・ペッチの関係に基づいて結晶粒の微細化により増加することを計算により導出した。この計算では、合金元素の粒界偏析濃度は結晶粒径によらず一定と仮定されている。しかし、合金元素の粒界偏析濃度は結晶粒径の影響を受けると考えられる。Ishida<sup>[57]</sup>は、熱力学計算を行い、結晶粒の微細化により粒界偏析濃度が低下することを示し、Zhao ら<sup>[58]</sup>は、IF 鋼と 2.25Cr-1Mo 鋼において P の粒界偏析濃度が結晶粒の微細化に伴い低下することを実験的に明らかにした。しかし、これらが靱性に及ぼす影響の詳細については明らかになっていない。

以上より、P を活用した新しい耐候性鋼の開発のためには、靱性に及ぼす P の影響を明らかにするとともに、P による靱性低下に対する結晶粒微細化の有効性について明らかにする必要がある。

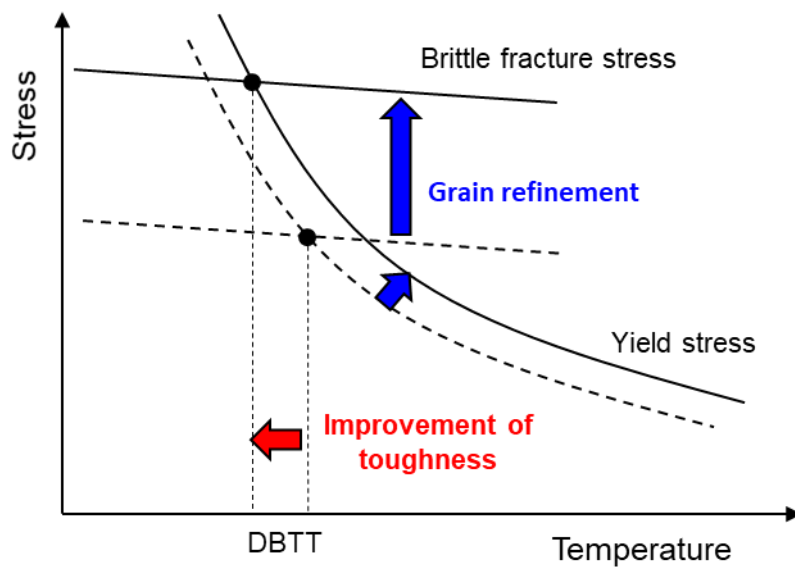


Fig. 2-9 Schematic illustration showing effect of grain refinement on DBTT (ductile-brittle transition temperature).

## 2.4 固相接合

### 2.4.1 摩擦攪拌接合

摩擦攪拌接合（FSW：Friction Stir welding）は1991年にイギリスのTWI（The Welding Institute）で開発された、金属の融点以下の温度で接合する固相接合プロセスである<sup>[59]</sup>。この接合プロセスでは、径の大きいショルダーと径の小さいプローブから構成される円柱状のツールと呼ばれる工具を用いる。Fig. 2-10に示すようにツールを回転させながら荷重をかけて接合材に挿入し、ショルダーが材料に接触する深さまで挿入した状態でツールを接合方向に移動させることにより接合する。ツールの回転作用と接合材との相対移動によって生じた摩擦熱および加工発熱と塑性流動現象により接合が達成される。

接合部の断面組織の概略図を Fig. 2-11 に示す。接合部は、攪拌の影響を受け再結晶した攪拌部（SZ: stir zone）、塑性変形により伸長した結晶粒を有する熱加工影響部（TMAZ: thermo-mechanically affected zone）および熱の影響のみを受けた熱影響部（HAZ）から構成される。一般の溶融溶接では、溶接部への入熱が大きく結晶粒が粗大化するため溶接部の靱性が低下する問題がある。しかし、摩擦攪拌接合では、低入熱でなおかつ接合中に動的再結晶が起こることから、むしろ接合部の組織は微細になり強度と靱性が同時に向上する場合もある<sup>[60, 61]</sup>。このように、接合部の機械的特性が優れる点は摩擦攪拌接合の大きな特徴である。

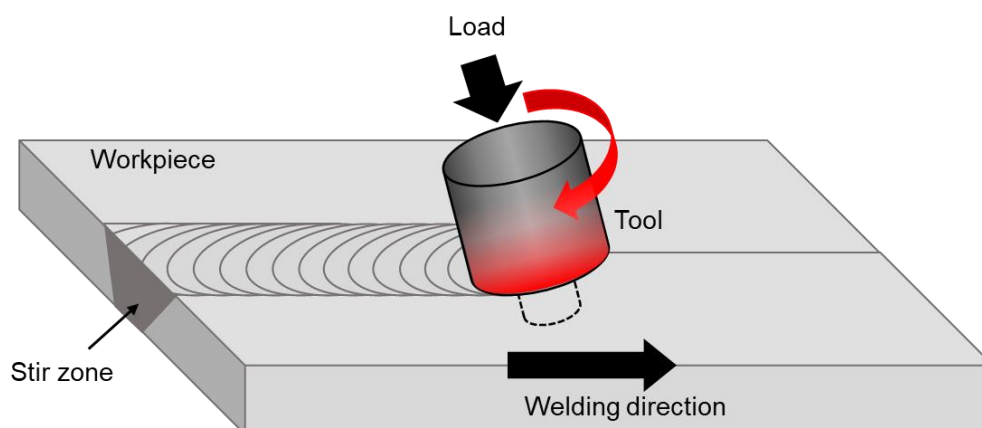


Fig. 2-10 Schematic illustration of friction stir welding.

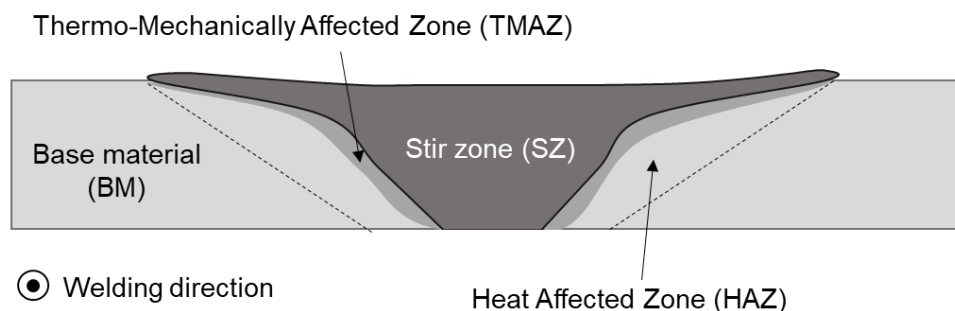


Fig. 2-11 Schematic illustration of cross-sectional structure of FSW.

上記以外にも、摩擦攪拌接合には、変形が少ない、長距離の接合が可能、気孔や割れが発生しにくいなどの多数の利点がある<sup>[62]</sup>。特に溶融溶接が困難で摩擦攪拌接合の優位性が大きいアルミニウム合金においては、鉄道車両<sup>[63]</sup>、土木建造物<sup>[64]</sup>、航空機<sup>[65]</sup>、自動車<sup>[66]</sup>など幅広い分野で摩擦攪拌接合が実適用されている。

一方で、鉄鋼材料の摩擦攪拌接合の実用化は未だ極めて限定的である。主な原因は、鉄鋼材料が高強度および高融点であるため、ツールへの負荷が大きくなることにある。アルミニウム合金では工具鋼製のツールが使用できるが、鉄鋼材料においてはセラミックス系の pcBN (polycrystalline cubic boron nitride) 製のツールや超硬合金製のツールが使用される。これらのツールは比較的高価であり、板厚の増加に伴いツールの摩耗や寿命が問題となる。最近では、高強度、長寿命のツールの開発<sup>[67, 68]</sup>や厚板への適用検討<sup>[69, 70]</sup>などが精力的に進められており、実用化に向けて大きく前進している。

鉄鋼材料に摩擦攪拌接合を適用することにより得られる大きな利点として、合金設計における溶接性を考慮した制限を緩和できることが挙げられる。鉄鋼材料において C や P などの特定の合金元素の量が多い場合には溶接割れが発生することが問題であるが、摩擦攪拌接合では固相接合であることから凝固に起因する溶接割れが発生しないことが期待される。Fujii ら<sup>[71]</sup>は、Fig. 2-12 の状態

図に示すような C 量の異なる鋼材に対して FSW を行い、溶接が困難である中炭素鋼でも摩擦攪拌接合により無欠陥の接合が可能であることを報告した。また、Cui ら<sup>[72]</sup>は高炭素鋼 S70 C の摩擦攪拌接合に成功し、回転速度の減少および接合速度の増加により接合温度を低温化でき、回転速度 200 rpm、接合速度 400 mm/min の条件では接合温度が  $A_1$  点以下となることを報告した。Chung ら<sup>[73]</sup>は、高炭素鋼 AISI-1080 の FSW を行い、 $A_1$  点以下の温度での接合に成功した。 $A_1$  点以下の温度で得られた接合部の衝撃吸収エネルギーは、 $A_1$  点以上の接合部に比べて約 3 倍であり、マルテンサイトの形成を防ぐことにより接合部の靱性の低下を抑制できることを報告した。

以上のように、熔融溶接が困難な中高炭素鋼は、摩擦攪拌接合を適用すると接合可能であり、加えて接合温度を制御することにより接合部の靱性低下も抑制できることが明らかになっている。一方で、C と同様に熔融溶接性を低下させる P を含有した材料の FSW の研究については未だ報告されていない。P は 2.1 節で述べたように耐候性を著しく向上する元素であるため、P が添加された鋼材の摩擦攪拌接合に関する研究には大きく価値があると考えられる。

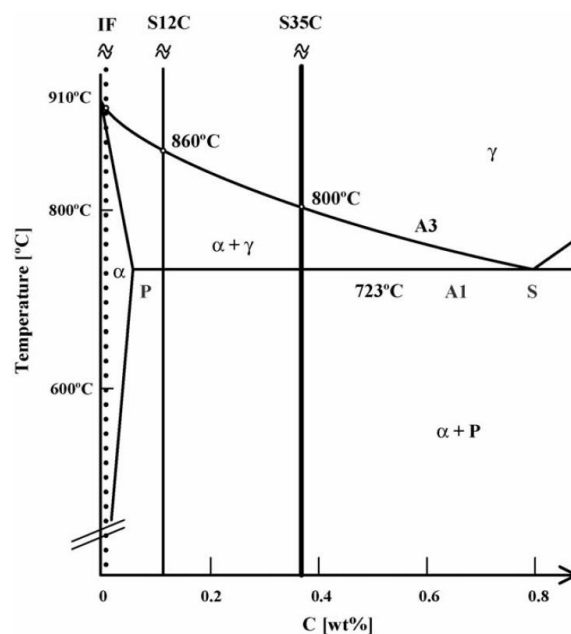


Fig. 2-12 Schematic illustration of the different carbon steels in the phase diagram<sup>[71]</sup>.

## 2.4.2 線形摩擦接合

線形摩擦接合（LFW: Linear Friction Welding）は、Fig. 2-13 に示すように被接合材を互いに押し付け、片方の被接合材を接合界面に沿って線形運動させて、擦りあわせた際に生じる摩擦熱を熱源とした固相接合法である。その接合プロセスは4つの過程、「接触過程 (contact phase)」、「昇温過程 (temperature rising phase)」、「変形過程 (deformation phase)」、「冷却過程 (cooling phase)」からなり、変形過程においてバリが排出され新生面同士が接触することにより接合される<sup>[74-76]</sup>。この接合技術の歴史は古く、1929年に初めて特許が出願され<sup>[77]</sup>、1969年に装置に関する特許が権利化された<sup>[78]</sup>。

LFWはFSWと比較するとツールを用いない点に特徴がある。2.3節で記述したように、FSWではツールが高価であることや摩耗することが問題となる場合があるが、LFWではその問題を払しょくできる。また、突き合せ可能であれば継手形状によらず接合可能であることも大きな特徴である。同様にツールレスの固相接合法として摩擦圧接があるが、摩擦圧接では断面形状が円柱や円筒である部材しか対象にできない。一方でLFWはバルク材、板材の接合が可能であり、最近ではピラーなどの自動車部材を対象とした「コの字」の断面形状をもつ部材の接合が可能であることも報告されている<sup>[79]</sup>。

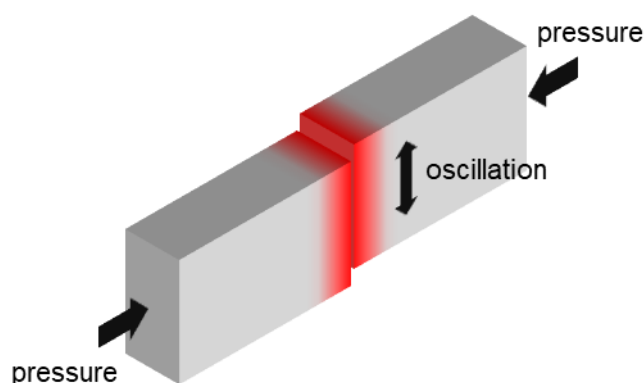


Fig. 2-13 Schematic illustration of linear friction welding.

LFW は、1980 年代初期に英国溶接研究所 (TWI) で LFW 装置が開発されてから、主に航空機材料である Ti, Ni 合金を中心に開発が進められてきた<sup>[74, 80-82]</sup>。現在航空機エンジンのファンや圧縮機に採用されているブリス (brisk) は翼 (blade) とディスク (disk) が一体となっているが<sup>[83, 84]</sup>、LFW を使用するとブリスの修復が可能となることや、現状の機械加工による製造から固相接合に変革することが可能となり材料費や製造時間の抜本的な節約・短縮ができると期待されている<sup>[85, 86]</sup>。

鉄鋼材料の LFW については、Ti 合金と比較するとその数は少ないものの、炭素鋼<sup>[87-91]</sup>、高強度鋼<sup>[92]</sup>、ステンレス鋼<sup>[93]</sup>などの研究報告がある。Aoki ら<sup>[90]</sup>は、中炭素鋼の LFW における接合条件と接合温度の関係を調査し、印加圧力の増加に伴い接合温度が低下することを発見した。加えて印加圧力 300 MPa の条件では  $A_1$  点以下の温度で接合可能で、接合部ではマルテンサイト変態が生じないため微細なフェライトとセメンタイトからなる組織が形成されることを報告した。Kuroiwa ら<sup>[91]</sup>は、同じく中炭素鋼の LFW を行い、Fig. 2-14 に示すように材料の引張最高強度 (UTS) の温度依存性と接合温度に相関があることを示した。すなわち、接合温度は界面の材料の強度が印加圧力以下となる温度で決定されるため、印加圧力を調節することにより接合温度を制御できることを説明した。

以上のように、LFW は FSW と同様に  $A_1$  点以下の低温で鉄鋼材料を接合できる方法であり、加えて FSW で問題となるツールを必要としないという利点を有する。耐候性鋼は橋梁等の大型構造物に適用されるため、10mm 以上の厚板の接合が求められることを考慮すると、ツールレスである点は大きな利点となる。しかし、鉄鋼材料の低温での LFW の研究は板厚 5mm 以下の薄板を対象としており、厚板を対象とした例はない。



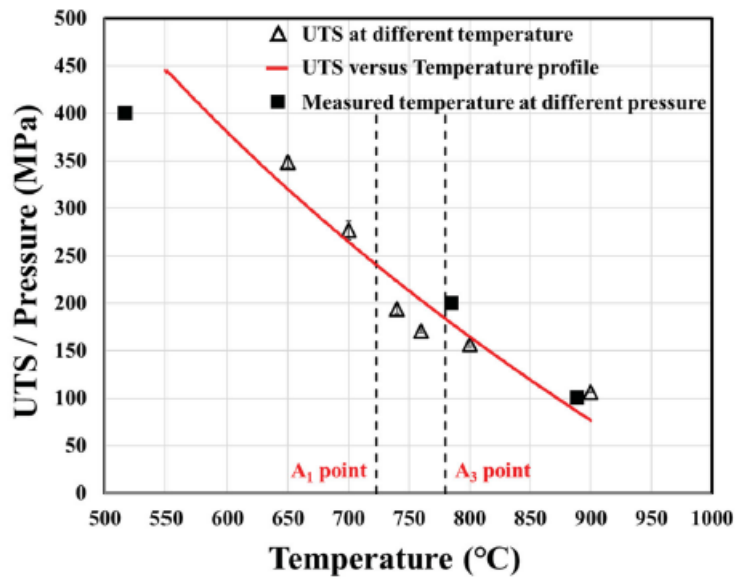


Fig. 2-14 Relationship between temperature dependence of UTS of BM and measured welding temperature at different applied pressures<sup>[91]</sup>.

## 2.5 結言

本章では，耐候性鋼の耐食性，鉄鋼材料の溶接性および靱性に及ぼす  $P$  の影響，摩擦攪拌接合および線形摩擦接合等の固相接合に関する既知の知見を整理した． $P$  は耐候性鋼の耐候性を向上させるが，溶接性および靱性を低下させる． $P$  を活用した新しい耐候性鋼の開発のためには，固相接合を適用することを前提とした上で，靱性に及ぼす  $P$  の影響を明らかにする必要がある．一方で，耐候性鋼は橋梁等の大型構造物に適用されるため，10mm 以上の厚板の接合が求められることを考慮すると，ツールレスで接合可能な線形摩擦接合を用いた耐候性鋼の接合についても調査する必要がある．

## 第 2 章の参考文献

- [1] 松島巖: 低合金耐食鋼—開発、発展、そして研究, 地人書館, 東京, (1995), 20.
- [2] Y. Fujii, M. Tanaka, H. Kihira and K. Matsuoka: *Nippon Steel Tech. Rep.*, **387** (2007), 53.
- [3] 一般社団法人 日本橋梁建設協会, 製作小委員会 耐候性鋼橋梁部会: 耐候性鋼橋実績資料集 第 27 版 (2020 年度受注まで) ,  
<https://www.jasbc.or.jp/technique/works/>, (accessed 2022-10-13).
- [4] JIS G 3114: 2016, Hot-rolled atmospheric corrosion resisting steels for welded structure.
- [5] JIS G 3125: 2015, Superior atmospheric corrosion resisting rolled steels.
- [6] 日本製鉄株式会社: COR-TEN®カタログ,  
<https://www.nipponsteel.com/product/plate/list/04.html>, (accessed 2022-10-13)
- [7] T. Hosaka, T. Kusunoki and J. Kato: *Bridge Found. Eng.*, **36** (2002), 31.
- [8] S. Misawa, M. Yamashita and H. Nagano: *Materia Jpn.*, **35** (1996), 783.
- [9] G. Naueur, P. Strecha, N. Brinda-Konopik and G. Liptay: *J. Therm. Anal.*, **30** (1985), 813.
- [10] J. T. Keiser, C. W. Brown and R. H. Heidersbach: *J. Electrochem. Soc.*, **129** (1982), 2686.
- [11] D. Thierry, D. Persson, C. Leygraf, N. Boucherit and A. Hugot-le Goff: *Corros. Sci.*, **32** (1991), 273.
- [12] J. Diinnwald and A. Otto: *Corros. Sci.*, **29** (1989), 1167.
- [13] J. T. Keiser and C. W. Brown: *Corros. Sci.*, **23** (1983), 251.
- [14] C. D. Stockbridge, P. B. Sewell and M. Cohen: *J. Electrochem. Soc.*, **108** (1961), 928.
- [15] T. Misawa, K. Hashimoto and S. Shimodaira: *Corrosion Engineering*, **23** (1974), 17.

- [16] G. P. Zhou, Z. Y. Liu, Y. Q. Qiu and G. D. Wang: *Materials and Design*, **30** (2009), 4342.
- [17] H. Kihira, S. Ito and T. Murata: *Corros. Sci.*, **31** (1990), 383.
- [18] M. Stratmann, K. Bohnenkamp and T. Ramchandran: *Corros. Sci.*, **27**(1987), 905.
- [19] M. Cohen and K. Hashimoto: *J. Electrochem. Soc.*, **121** (1974), 42.
- [20] W. Liu, J. Liu, and H. Pan: *J. Alloy. Compd.*, **834** (2020), 155095.
- [21] M. Yamashita, T. Shimizu, H. Konishi, J. Mizuki and H. Uchida: *Corros. Sci.*, **45** (2003), 381.
- [22] M. Kimura, H. Kihira, N. Ohta, M. Hashimoto and T. Senuma: *Corros. Sci.*, **47** (2005), 2499.
- [23] H. Kihira. S. Ito. S. Mizoguchi, T. Murata, A. Usami and K. Tanabe: *Zairyo-to-Kankyo*, **49** (2000), 30.
- [24] ASTM International: Estimating the atmospheric corrosion resistance of low alloy steel, ASTM G101, (1995).
- [25] H. Kihira: *J. Jpn. Weld. Soc.*, **76** (2007), 38.
- [26] C. Miki, A. Ichikawa, M. Ugai, M. Takemura, T. Nakamura and H. Kihira: *Proceedings of JSCE*, **738** (2003), 271.
- [27] K. Ushioda, M. Yoshimura, H. Kaidoh and K. Kimura: *Tetsu-to-Hagané*, **100** (2014), 716.
- [28] K. Saito: *Nippon Seitetsu giho*, **413** (2019), 15.
- [29] K. Shinozaki: *J. Jpn. Weld. Soc.*, **71** (2002), 455.
- [30] K. Hosoi and N. Hara: *J. Jpn. Weld. Soc.*, **78** (2008), 555.
- [31] K. Saida, K. Hata, Y. Nishijima, H. Ogiwara, K. Nishimoto, K. Kikuchi and J. Nakayama: *Q. J. Jpn Weld. Soc.*, **29** (2011), 187.
- [32] F. Matsuda: *J. Jpn. Weld. Soc.*, **36** (1967), 973.
- [33] F. Matsuda, H. Kita, T. Nakazaki, Y. Akutsu, T. Uehara and T. Shida: *Q. J. Jpn Weld. Soc.*, **4** (1986), 79.

- [34] 佐野正春, 今岡進, 小山毅, 松井仁志: 溶接学会全国大会講演概要, **61** (1997), 22.
- [35] 牧正志: 鉄鋼の組織制御 その原理と方法, 内田老鶴圃, 東京, (2015), 108.
- [36] H. Kimura: *Tetsu-to-Hagané*, **179** (1993), N754.
- [37] K. Sano and J. Kudo: *Tetsu-to-Hagané*, **69** (1983), S1248.
- [38] R. Dimg, A. Islam, S. Wu and J. Knott: *Mat. Sci. Tech.*, **21** (2005), 467.
- [39] H. Erhart and H. J. Grabke: *Met. Sci.*, **15** (1981), 401.
- [40] S. Suzuki, M. Obata, K. Abiko and H. Kimura: *Scr. Metall.*, **17** (1983), 1325.
- [41] K. Abiko, S. Suzuki and H. Kimura: *Trans. Jpn. Inst. Met*, **23** (1982), 43.
- [42] S. Suzuki, M. Obata, K. Abiko and H. Kimura: *Tetsu-to-Hagané*, **70** (1984), 2262.
- [43] M. Hahimoto, Y. Ishida, S. Wakayama, R. Yamamoto, M. Doyama and T. Fujiwara: *Acta Metall.*, **32** (1984), 13.
- [44] T. Inoue and Y. Namba: *Tetsu-to-Hagané*, **77** (1991), 2155.
- [45] H. Mimura: *Tetsu-to-Hagané*, **57** (1971), 2273.
- [46] S. Fukui and N. Uehara: *Tetsu-to-Hagané*, **64** (1978), 841.
- [47] K. Yamanaka and Y. Ohmori: *Tetsu-to-Hagané*, **64** (1978), 1162.
- [48] W. A. Spitzig: *Metall. Trans.*, **3** (1972), 1183.
- [49] K. Sakata, K. Okuda and O. Furukimi: *Tetsu-to-Hagané*, **84** (1998), 566.
- [50] K. Yamanaka: *Tetsu-to-Hagané*, **66** (1980), 1367.
- [51] S. Takaki, K. Kawasaki and Y. Kimura: *J. Mater. Process. Technol.*, **117** (2001), 359.
- [52] T. Hanamura, T. Yamashita, O. Umezawa, S. Torizuka and K. Nagai: *J. Adv. Sci.*, **13** (2001), 179.
- [53] A. Ohmori, S. Torizuka and K. Nagai: *Tetsu-to-Hagané*, **89** (2003), 765.
- [54] N. Tsuji, S. Okuno, Y. Koizumi and Y. Minamino: *Mater. Trans.*, **45** (2004), 2272.
- [55] Y. Kimura, T. Inoue, F. Yin and K. Tsuzaki: *SCIENCE*, **320** (2008), 1057.
- [56] N. H. Heo, Y. -U. Heo, S. K. Kwon, N. J. Kim, S. -J. Kim and H. -C. Lee: *Met. Mater. Int.*, **24** (2018), 281.

- [57] K. Ishida: *J. Alloys Compd.*, **235** (1996), 244.
- [58] Y. Zhao, S. Song, H. Si and K. Wang: *Metals*, **7** (2017), 470.
- [59] W. M. Thomas, E. D. Nicholas, J. C. Needhan, M. G. Murch, P. Temple-Smith and C. J. Dawes: International Patent Application No. PCT/GB92/02203.
- [60] Y. S. Sato, Y. Urata, H. Kokawa, K. Ikeda and M. Enomoto: *Scr. Mater.*, **45-1** (2001), 109.
- [61] N. Saito, I. Shigematsu, T. Komaya, T. Tamaki, G. Yamauchi and M. Nakamura: *J. Mater. Sci. Lett.*, **20** (2001), 1913.
- [62] H. Fujii: *J. Jpn. Weld. Soc.*, **77** (2008), 731.
- [63] H. Mori, M. Noda and T. Tominaga: *J. Jpn. Inst. Light Met.*, **57** (2007), 506.
- [64] H. Takehisa: *J. Jpn. Inst. Light Met.*, **56** (2006), 178.
- [65] K. Nara: *J. Jpn. Weld. Soc.*, **82** (2013), 177.
- [66] K. Ohoshi and H. Fujii: *Materia Jpn.*, **12** (2014), 603.
- [67] T. Miyazawa, Y. Iwamoto, T. Maruko and H. Fujii: *Q. J. Jpn. Weld. Soc.*, **29** (2011), 24.
- [68] S. Shibuya, Y. Kaneno, M. Yoshida and T. Takasugi: *Acta Mater.*, **54** (2006), 861.
- [69] M. Matsushita, Y. Kitani and R. Ikeda: *JFE giho*, **34** (2014), 84.
- [70] Y. Sun, H. Fujii and Y. Morisada: *J. Manuf. Proc.*, **50** (2020) 319.
- [71] H. Fujii, L. Cui, N. Tsuji, M. Maeda, K. Nakata and K. Nogi: *Mater. Sci. Eng. A*, **429** (2006), 50.
- [72] L. Cui, H. Fujii, N. Tsuji and K. Nogi: *Scr. Mater.*, **56** (2007), 637.
- [73] Y. D. Chung, H. Fujii, R. Ueji and N. Tsuji: *Scr. Mater.*, **63** (2010), 223.
- [74] A. Vairis and M. Frost: *Wear*, **217** (1998), 117.
- [75] L. Wenya, A. Vairis, M. Preuss, T. Ma: *Int. Mater. Rev.*, **61** (2016), 71.
- [76] Y. Aoki and H. Fujii: *J. Jpn. Weld. Soc.*, **88** (2019), 188.
- [77] W. Richter, Germany patent DE477084, (1929).
- [78] R. Maurya and J. Kauzlarich, UK patent GB1161800 A, (1969).

- [79] H. Fujii: *J. Jpn. Weld. Soc.*, **89** (2020), 425.
- [80] P. Wanjara and M. Jahazi: *Metall. Mater. Trans. A*, **36A** (2005), 2149.
- [81] J. Romero, M. M. Attallah, M. Preuss, M. Karadge and S. E. Bray: *Acta Mater.*, **57** (2009), 5582.
- [82] C. Mary and M. Jahazi: *Adv. Mater. Res.*, **15-17** (2007), 357.
- [83] M. M. Shtrikman: *Weld. Int.*, **24** (2010), 563.
- [84] A. M. M. Garcia: *Advances in Gas Turbine Technology*, (2011), 411.
- [85] K. T. Slattery, The Boeing Company: Structure assemblies and preforms therefor formed by linear friction welding, US Patent 7225967B2, published 5 June 2007.
- [86] A. C. Addison: Linear friction welding information for production engineering, TWI Industrial Member Report Summary 961/2010, TWI, Granta Park, UK, 2010.
- [87] U. U. Ofem, P. A. Colegrove, A. Addison & M. J. Russell: *Sci. Technol. Weld. Join.*, **15** (2010), 479.
- [88] T. J. Ma, W. Y. Li, Q. Z. Xu, Y. Zhang, J. L. Li, S. Q. Yang and H. L. Liao: *Adv. Eng. Mater.*, **9** (2007), 703.
- [89] W. Y. Li, T. J. Ma, S. Q. Yang, Q. Z. Xu, Y. Zhang, J. L. Li, H. L. Liao: *Mater. Lett.*, **62** (2008), 293.
- [90] Y. Aoki, R. Kuroiwa, H. Fujii, G. Murayama and M. Yasuyama: *Tetsu-to-Hagané*, **103** (2017), 422.
- [91] R. Kuroiwa, H. Liu, Y. Aoki, S. Yoon, H. Fujii, G. Murayama and M. Yasuyama: *Sci. Technol. Weld. Join.*, **25** (2020), 1.
- [92] P.S. Effertz, F. Fuchs, N. Enzinger: *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, **92** (2017), 2479.
- [93] I. Bhamji, M. Preuss, P. L. Threadgill, R. J. Moat, A. C. Addison and M. J. Peel: *Mater. Sci. Eng. A*, **528** (2010), 680.

## 第 3 章 摩擦攪拌接合した耐候性鋼の微視組織および機械的特性に及ぼす C, P 量の影響

### 3.1 緒言

本章では、溶融溶接困難である P 量 (0.1~0.3 wt%) を含有する高 P 耐候性鋼に対して摩擦攪拌接合を行い、その接合性と継手の微視組織および機械的特性を調査した。P と同じく溶接性を低下させるが組織制御および強度向上に効果のある C も含め、C 量を 0.1~0.5 wt%, P 量 0.1~0.3 wt% で変化させた鋼材を作製し、その FSW 継手の各特性に及ぼす C, P 量の影響について調べた。なお、作製した高 P 耐候性鋼の耐食性については Tsuchiya<sup>[1]</sup>らにより調査され、作製した高 P 耐候性鋼はいずれも既存の耐候性鋼 SMA 490 と比較して高い耐食性を示し、P 量を 0.1 wt% から 0.3 wt% に増加することにより耐食性はさらに向上することがわかっている。加えて、FSW された接合部は安定なゲーサイト ( $\alpha$ -FeOOH) の割合が大きくなり、母材より優れた耐食性を示すことも明らかになった。したがって、本章で扱う高 P 耐候性鋼が耐食性に優れ、その接合部における耐食性は摩擦攪拌接合によって P 濃度が均質化するため低下することなくむしろ向上することも解明されている。本章では、母材および摩擦攪拌接合攪拌部の強度や靱性に及ぼす C, P 量の影響を明らかにし、既存の耐候性鋼に比べて強度、靱性を低下させず耐候性を向上できるような高 P 耐候性鋼の開発指針を得ることを目的とした。

### 3.2 実験方法

#### 3.2.1 供試材

Table 3-1 に示すような組成範囲で変化させた試料のインゴットを真空溶解により作製した。作製したインゴットに対して、1000°C で厚さ 5 mm まで熱間圧延を行い室温まで空冷した。その鋼板を再加熱し、1000°C で 15 min 保持した後、

Table 3-1 Chemical composition and transformation points of the steels used in this study. (wt%)

Steels	Chemical composition [wt%]							Transformation point [°C]	
	C	Si	Mn	P	S	Cu	Al	A <sub>1</sub> point	A <sub>3</sub> point
0.1C-0.1P	0.098	0.01	0.20	0.10	0.005	0.50	0.011	716	879
0.1C-0.2P	0.097	0.01	0.20	0.19	0.005	0.50	0.010	718	906
0.1C-0.3P	0.095	0.01	0.20	0.28	0.005	0.51	0.010	720	940
0.3C-0.1P	0.28	0.01	0.20	0.10	0.004	0.51	0.013	716	820
0.3C-0.2P	0.30	0.01	0.20	0.21	0.004	0.51	0.016	720	836
0.3C-0.3P	0.30	0.01	0.20	0.31	0.004	0.50	0.015	723	859
0.5C-0.3P	0.49	0.01	0.20	0.27	0.005	0.49	0.011	723	799

空冷の熱処理を施した。その後、試料表面を厚さ 3 mm まで両面研削した。最終的なプレートの形状は長さ 320 mm，幅 150 mm，厚さ 3 mm である。

### 3.2.2 摩擦攪拌接合装置と接合条件

摩擦攪拌接合には，Fig. 3-1 に示す光陽産業株式会社製の摩擦攪拌接合装置（FSW-JWRI-3 型）を用いた。本装置は接合中の雰囲気を制御するためアルゴンシールドガスをツールの周辺部に流すことが可能であり，本研究ではアルゴンシールドガスの流量を 20 L/min とした。ツールの挿入位置の制御方法として荷重制御を用い，接合方法はスターインプレートとした。Fig. 3-2 に試料の設置の概略図を示す。押え治具とエアクランプを用いて上下左右から押し付けることにより固定した。

ツールは，鉄鋼材料の FSW において実績のあるタングステンカーバイド (WC) を主体とした超合金製ツール（サンアロイ工業株式会社）を使用した。ツールの形状は Fig. 3-3 に示すように，プローブにはネジ加工を施さず，ショルダー径は 15 mm，プローブ径は 6 mm，プローブ長さは 2.9 mm とした。

バックプレートには，Fig. 3-4 に示すような 2 種のプレートを組み合わせたものを使用した。接合部直下には窒化ケイ素製の 150×35×20 mm の角材を用いた。バックプレートとして窒化ケイ素を選定した理由として，高温強度が高いこ



とから接合時の高荷重に対応でき、蓄熱性が高いため接合部の温度を比較的均一にできることが挙げられる。窒化ケイ素製の角材、被溶接材料ならびに押さえ治具を支えるために、L字型のSS400製のプレートを用いた。

接合条件として、接合温度がそれぞれ  $A_3$  点以上（回転速度: 300 rpm, 接合速度: 150 mm/min）と  $A_1$  点以下（回転速度: 80 rpm, 接合速度: 150 mm/min）となるように2種類の条件を用いた。Fig. 3-5に既存の耐候性鋼（JIS SMA490AW）を用いて測定した、各接合条件における接合部の温度履歴を示す。 $A_3$  点以上の条件では接合中に熱電対が攪拌部に巻き込まれ、途中からの温度を測定できなかったが、少なくとも  $951^{\circ}\text{C}$  を超えたことがわかる。

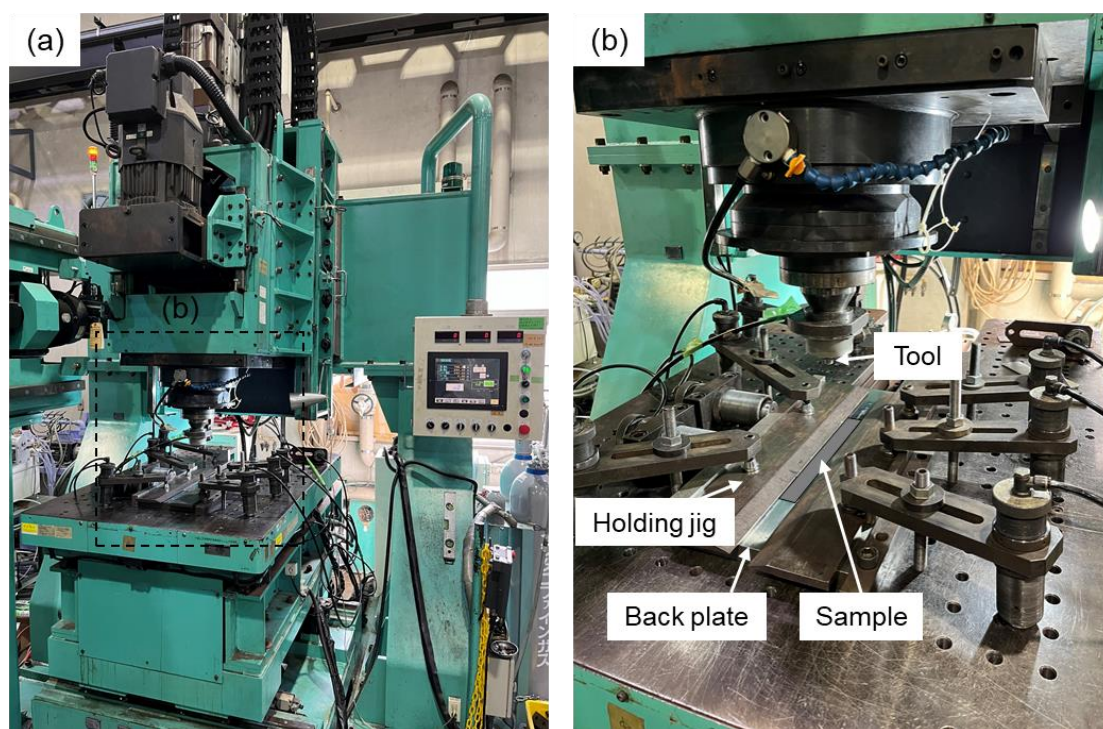


Fig. 3-1 Photograph of (a) the entire friction stir welding equipment and (b) the working part used in this study.

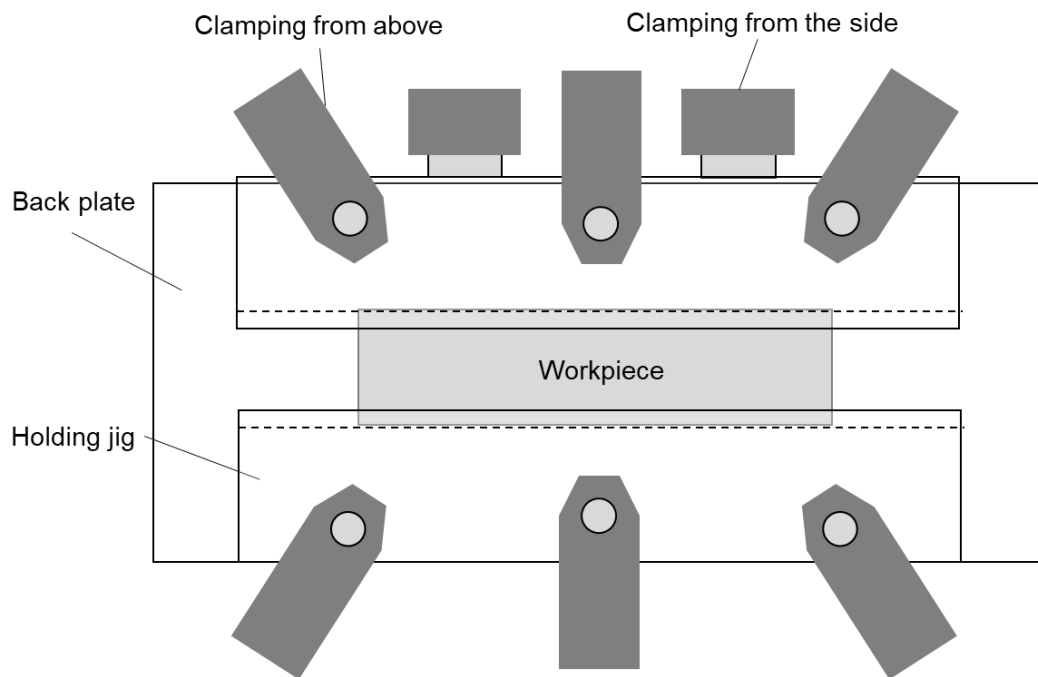


Fig. 3-2 Schematic illustration of workpiece held for FSW

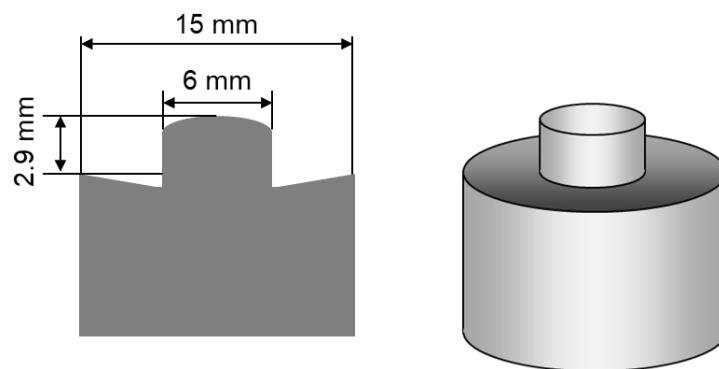


Fig. 3-3 Schematic illustration of FSW tool.

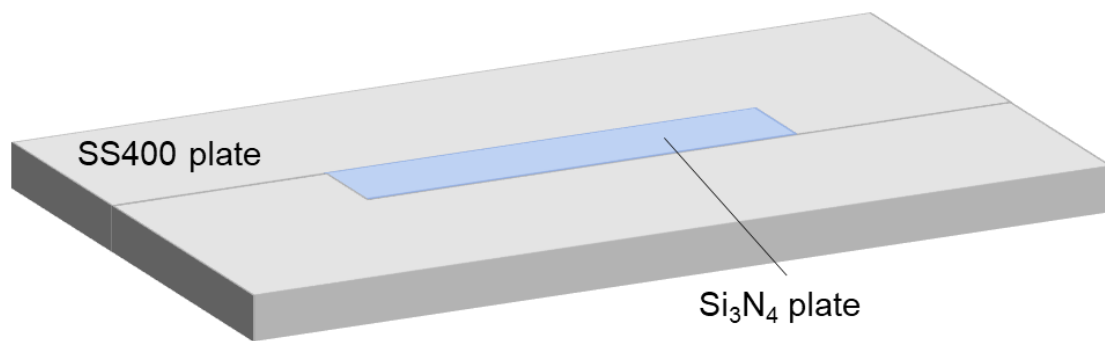


Fig. 3-4 Schematic illustration of back plate.

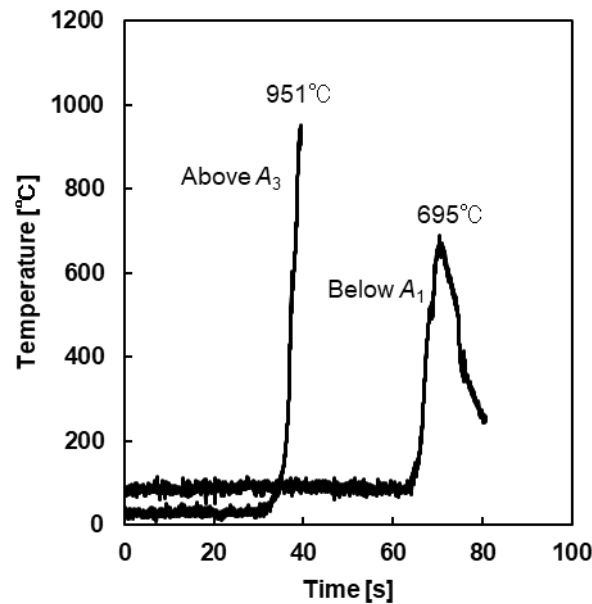


Fig. 3-5 Heat cycles obtained by thermocouples located on the bottom surface at the centerline for SMA490AW.

### 3.2.3 微視組織の評価

接合部の微視組織を評価するために、Fig. 3-6 に示すように、接合方向に対して垂直な断面を放電加工により切り出した。表面の研磨は、エメリー紙#400-4000を用いて湿式研磨を行った後、ダイヤモンドペースト（DP）スプレー1  $\mu\text{m}$  とエタノールを用いてバフ研磨を行い、最後に 1.5% ナイタル液を用いて常温で約 30 s 間エッチングした。エッチングした断面に対して、走査型電子顕微鏡（SEM: scanning electron microscope, JEOL JSM-7001FA）を用いて微視組織を評価し、電子線マイクロアナライザ（EPMA: electron probe micro analyzer）を用いて P の分布を評価した。Fig. 3-7 に観察位置の概略図を示す。母材（BM: base material）の観察位置は、TD（transverse direction）には接合部中心から 10 mm 以上離れており、RD（rolling direction）には中心の位置とした。ここで、接合方向は RD である。攪拌部（SZ: stir zone）の観察位置は、TD, RD とともに中心の位置とした。測定条件は、加速電圧を 15 kV、照射電流を 15 A とした。

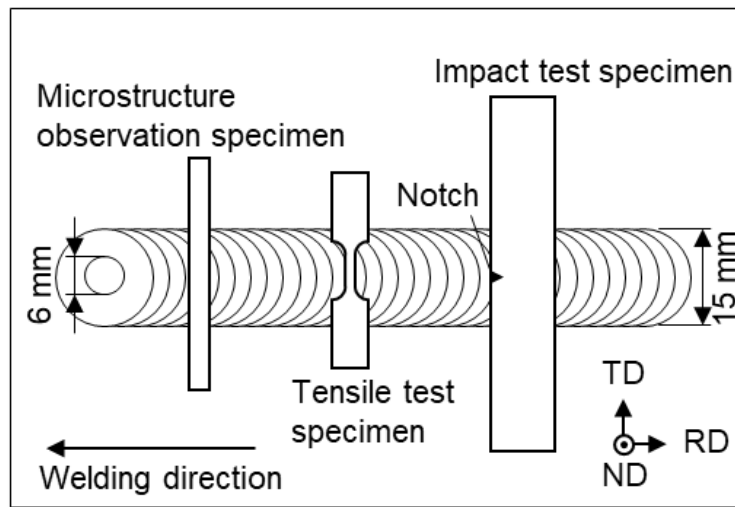


Fig. 3-6 Schematic of FSW joint, and sampling positions for the microstructure observation, tensile test and Charpy impact test.

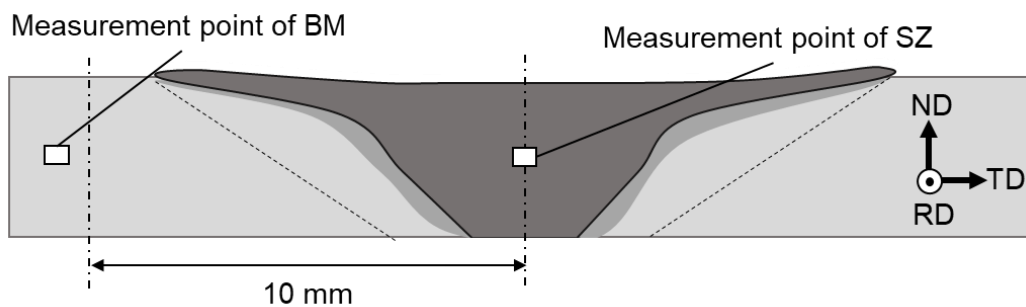


Fig. 3-7 Schematic illustration of measurement points for SEM and EPMA analysis.

### 3.2.4 機械的特性の評価

接合断面の硬さ分布の評価のため、ビッカース硬度計（フューチュアテック，FM-300）を用いた．微視組織観察に使用した試料を用いて，Fig. 3-8 に示す測定点に対して行った．RD に対して中心の位置で，TD に平行に 0.5 mm の間隔で計 65 点測定した．測定条件は，荷重を 300 gf，保持時間を 15 s とした．

BM および SZ のそれぞれの機械的特性を評価するために，引張試験とシャルピー衝撃試験を行った．各試験の試験片の形状を Fig. 3-9 (a), (b)に示す．引張試験は，平行部長さ 5 mm，幅 1.5 mm，厚さ 1.5 mm の小型試験片を，平行部の方

向が RD（接合方向）と垂直となるように採取して行った．ひずみ速度は  $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  とした．ひずみ測定には DIC（digital image correlation）法を用いて，初期の評点間距離 4.5 mm の引張変形中の変化から公称ひずみを評価した．

シャルピー衝撃試験は，Fig. 3-8 (b)に示す V ノッチ（接合方向に平行）の厚さ 2.5 mm のサブサイズ試験片（JIS Z 2242）を用いて， $-120 \sim 160^\circ\text{C}$  の試験温度で，各温度について 3 本の試験を行った．攪拌部を評価するための試験片は，Fig. 3-9 に示すように，ノッチが接合部の中心となるように採取した．

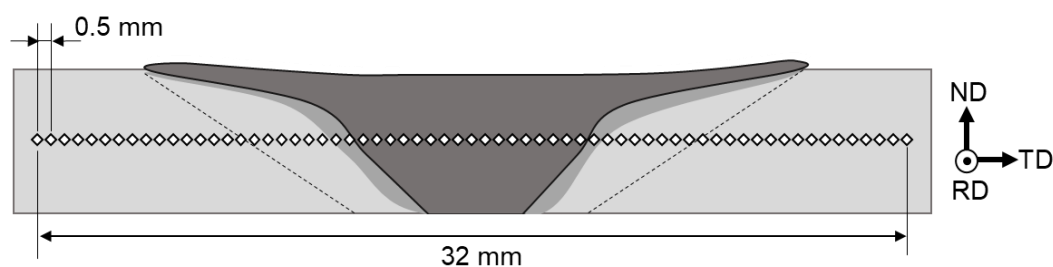


Fig. 3-8 Schematic illustration of the measurement points for Vickers hardness test.

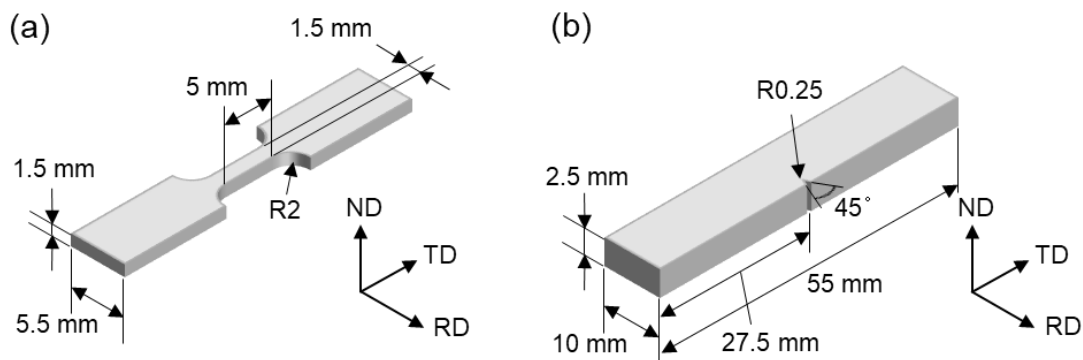


Fig. 3-9 Schematic illustration of the measurement points for SEM and EPMA analysis.

### 3.3 実験結果

#### 3.3.1 断面マクロ組織と微視組織

Table 3-1 に示した 0.1C-0.1P, 0.1C-0.3P, 0.5C-0.3P の, 各接合条件における断面マクロ写真を Fig. 3-10 に示す. 各試料, 各条件ともに, マクロ写真から判断する限り欠陥は認められない. 溶融溶接では, 拘束が厳しい場合には 0.7 wt%C では P 量が 0.095 wt%を超えると割れが生じ, 0.34 wt%C では 0.01 wt%P でも割れが生じることが報告されている<sup>[2]</sup>. 一方, 固相接合の FSW では, 今回の試験範囲の全成分の鋼において, 割れを生じなかったものと判断される.

Fig. 3-11 に 0.1C-0.1P, 0.1C-0.3P, 0.5C-0.3P の母材 (BM) と攪拌部 (SZ) の中心における微視組織を示す. 母材は, いずれの試料もフェライトとパーライトからなる組織が形成された.  $A_3$  点以上の攪拌部 (SZ above  $A_3$ ) では, 0.1C-0.1P と 0.1C-0.3P においてはフェライトとベイナイトからなる組織が形成された. 0.5C-0.3P においては, フェライトとパーライトとマルテンサイトからなる組織が形成された. パーライトが大部分を占めており, フェライト量は母材に比べて減少した.  $A_1$  点以下の攪拌部 (SZ below  $A_1$ ) では, いずれの試料においても微細なフェライトとセメンタイトから成る組織が形成された.

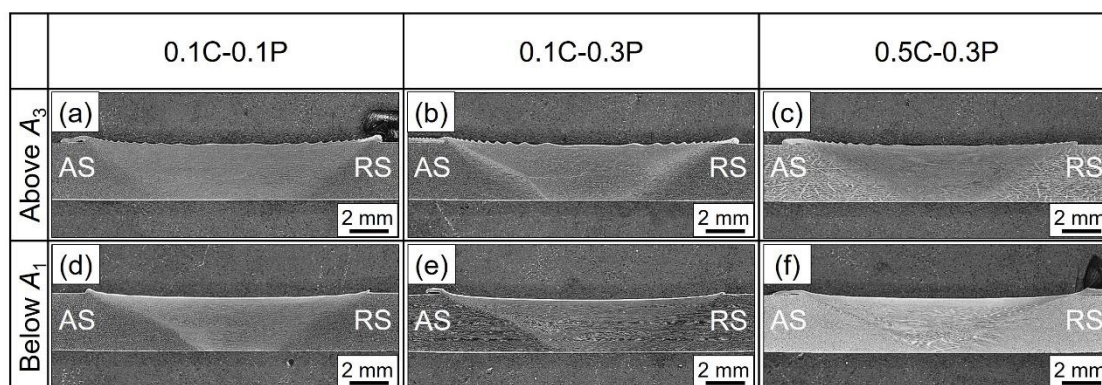


Fig. 3-10 Photographs showing the cross section of FSWed joints of 0.1C-0.1P, 0.1C-0.3P and 0.5C-0.3P steels under the two different FSW conditions.



0.1C-0.1P と 0.1C-0.3P の  $A_3$  点以上の攪拌部では、ベイナイト量およびそのサイズは P 量の増加に伴い減少している。一般に、P はフェライト形成元素であり、 $A_3$  点を上昇させ、フェライトの生成を容易にする<sup>[3,4]</sup>。したがって、P 量の増加に伴い、FSW 後の冷却中のフェライト変態が促進されると推察される。さらに、2 章でも述べたように P は粒界に偏析するため、ソリュート・ドラッグ効果<sup>[5]</sup>により FSW 中のオーステナイト粒径が微細化すると考えられ、この効果によってもフェライト変態が促進されると予想される。これらの P のフェライト変態促進効果により、ベイナイトやマルテンサイトなどの低温変態生成物を生成する未変態オーステナイト量が P 量の増加で減少したと推察した。一方では、P は焼入れ性を高める元素としても知られている<sup>[6]</sup>。以上のことを総合的に考慮すると、P 量の増加により低温変態生成物の量が減少したのは、P による  $A_3$  点を上昇させる効果およびオーステナイト粒径を微細化する効果が、P 量増加による焼入れ性を増加させる効果を上回ったためと推察した。

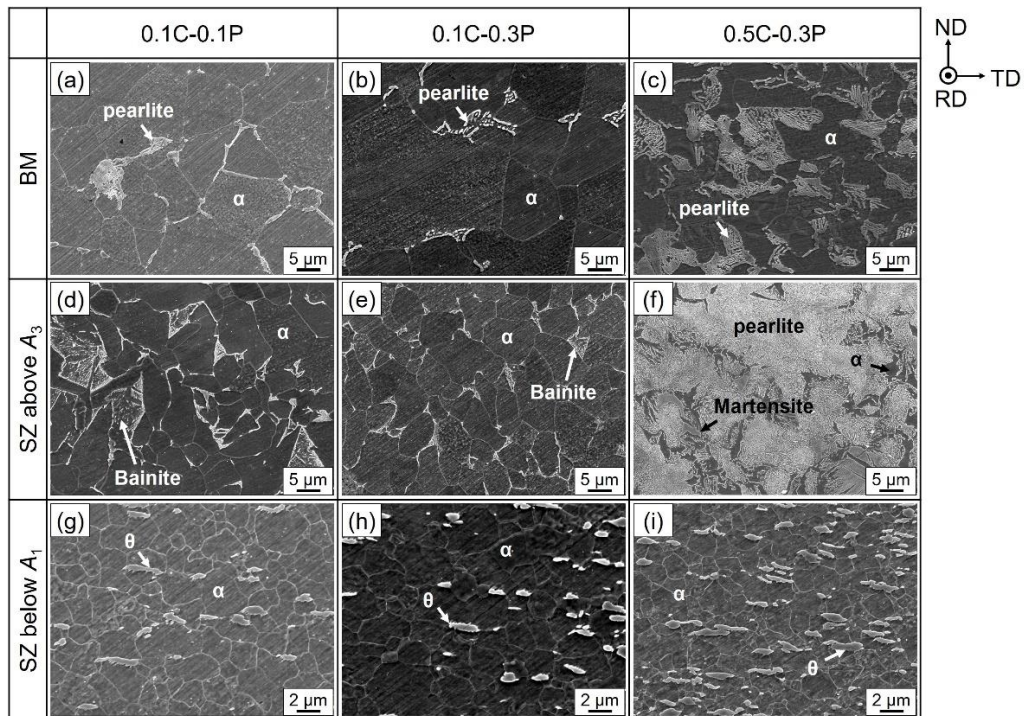


Fig. 3-11 SEM images showing the microstructures of (a)-(c) BMs and (d)-(i) SZs under above  $A_3$  and below  $A_1$  conditions of 0.1C-0.1P, 0.1C-0.3P and 0.5C-0.3P steels.  $\alpha$ : ferrite.  $\theta$ : cementite. BM: base material. SZ: stir zone.

Fig. 3-12 に 0.1C-0.1P, 0.1C-0.3P, 0.5C-0.3P の母材と撹拌部の中心における, P の分布を EPMA マップで示す. 各試料の母材 (Fig. 3-12 (a)-(c)) では, P 濃度の分布が板面法線方向 (ND: normal direction) と垂直に層状に変化していることがみてとれる. Fig. 3-12 (a), (b)から, P 添加量の増加に伴い, 偏析部および未偏析部の P 濃度がともに高くなったことがわかる. また, Fig. 3-12 (b), (c)から C 量の増加に伴い, 偏析部と未偏析部の濃度差がさらに増加し, P の偏析は顕著になったことがわかる. 一方で, Fig. 3-12 (d), (e)に 0.1C-0.3P の撹拌部の P 分布を示すが,  $A_1$  点以下の撹拌部では母材と同程度の偏析が残っているのに対し,  $A_3$  点以上の撹拌部では P 分布が比較的均質化したことが認められる. Fig. 3-13 に P 量が 0.3 wt% で C 量の異なる試料 (0.1C-0.3P, 0.3C-0.3P, 0.5C-0.3P) の母材および撹拌部の P 偏析部における P 濃度を示す. 母材, 撹拌部ともに C 量の増加に伴い P 偏析部の濃度は増加した. また,  $A_3$  点以上の撹拌部における P 偏析部の濃度は, いずれの試料においても母材,  $A_1$  点以下の撹拌部に比べて低くなった. これらの点については 3.4.1 項で考察する.

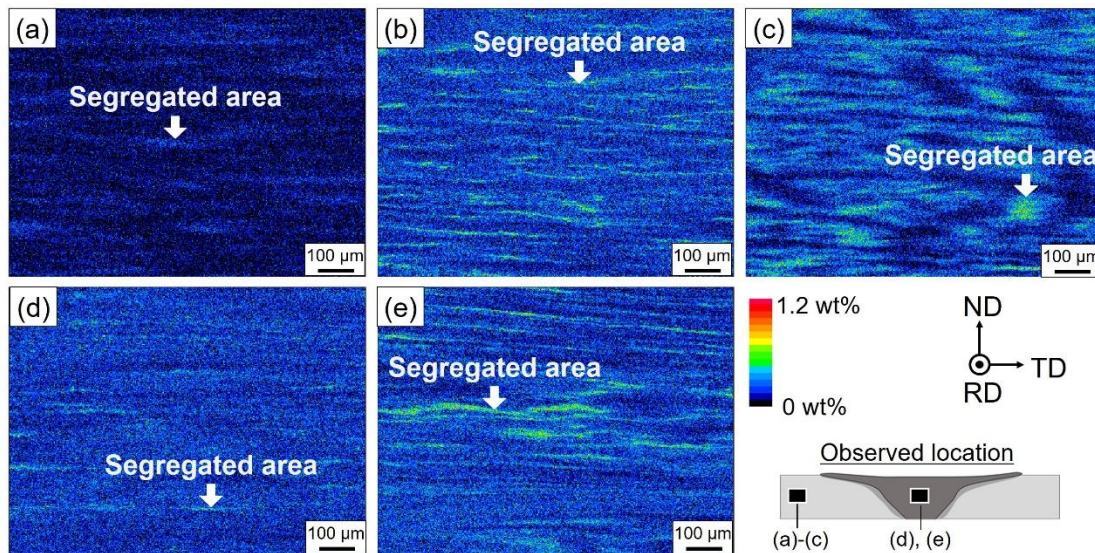


Fig. 3-12 EPMA mappings showing P distribution of (a) BM of 0.1C-0.1P steel, (b) BM of 0.1C-0.3P steel, (c) BM of 0.5C-0.3P steel, (d) SZ FSWed above  $A_3$  of 0.1C-0.3P steel and (e) SZ FSWed below  $A_1$  of 0.1C-0.3P steel.



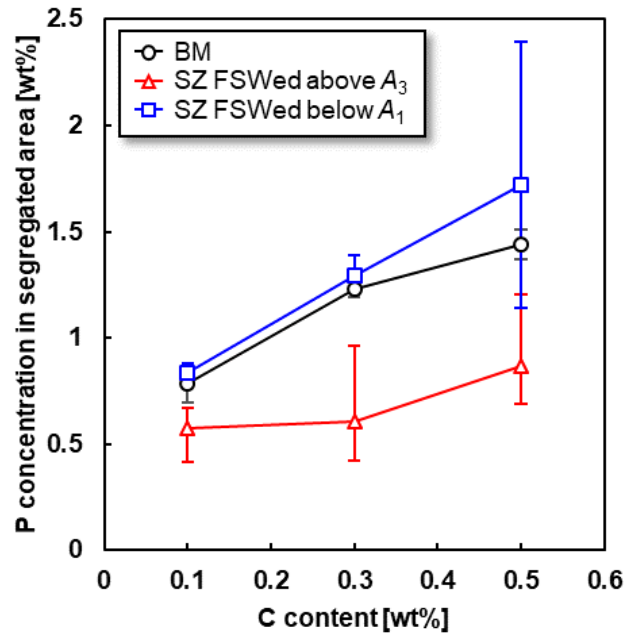


Fig. 3-13 P concentration in segregated area of BM and SZs of the steels with P content of 0.3 wt% and different C content (0.1C-0.3P, 0.3C-0.3P and 0.5C-0.3P steels).

### 3.3.2 硬さ分布および引張特性

C, P 量の異なる各試料の FSW 継手の断面における硬さ分布を Fig. 3-14 に示す。A<sub>3</sub> 点以上 (Fig. 3-14(a)), A<sub>1</sub> 点以下 (Fig. 3-14 (b)) のどちらの条件においても軟化部がないことがわかる。

Fig. 3-15 に C, P 量の異なる各試料の母材と攪拌部における公称応力-公称ひずみ曲線を示す。Fig. 3-15 (a)に示す母材については、いずれの試料も不連続降伏を示した。Fig. 3-15 (b)に示す A<sub>3</sub> 点以上の攪拌部については、0.1C 材は母材と同様に不連続降伏を示したが、C 量の増加により、降伏点伸びが減少し、連続的な降伏にシフトした。これは C 量の増加により、ベイナイトやマルテンサイト等の低温変態生成物の量が増加し、フェライトとこれら低温変態生成物の界面近傍において可動転位が増加したことによると推察される。Fig. 3-15 (c)に示す A<sub>1</sub> 点以下の攪拌部については、共通して降伏点降下をした後降伏点伸びを示し、その後はほとんど加工硬化せずに破断した。これは、細粒材の特徴を反映していると考えられる<sup>[7]</sup>。

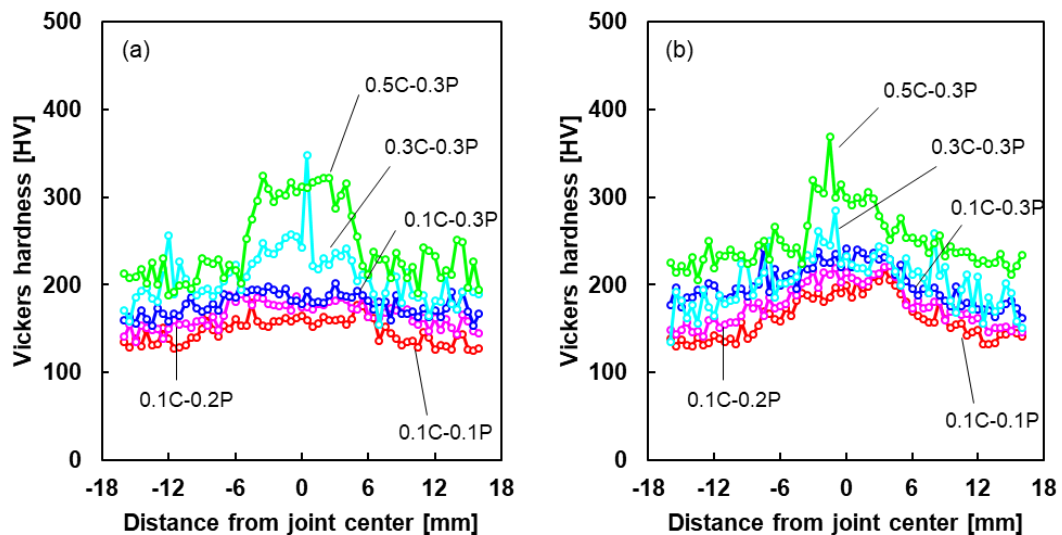


Fig. 3-14 Vickers hardness distribution in the cross sections of the joints FSWed (a) above A<sub>3</sub> and (b) below A<sub>1</sub>.

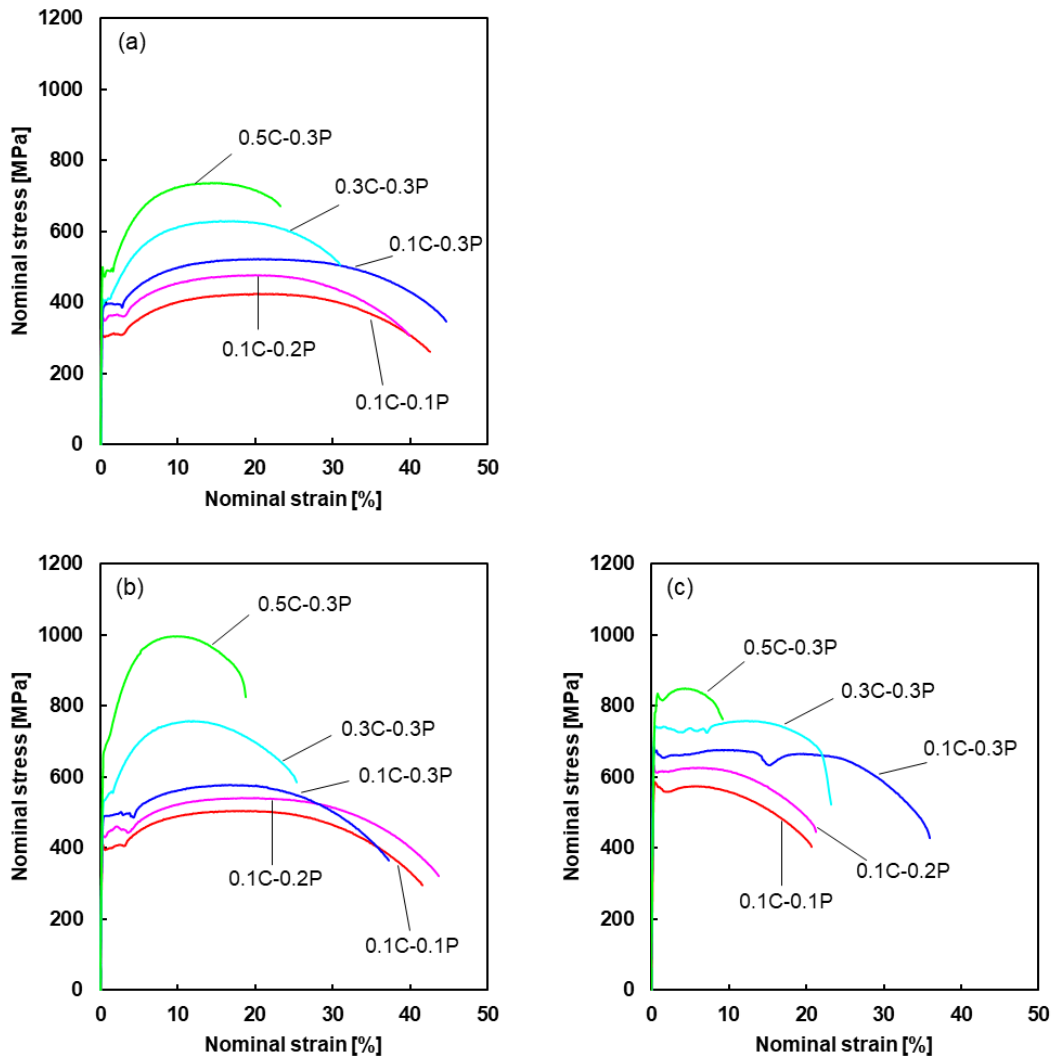


Fig. 3-15 Nominal stress – nominal strain curves of (a) BM, (b) SZ FSWed above  $A_3$  and (c) SZ FSWed below  $A_1$  of 0.1C-0.1P, 0.1C-0.2P, 0.1C-0.3P, 0.3C-0.3P and 0.5C-0.3P steels.

強度と伸びのバランスに及ぼす C 量, P 量の影響について述べる. 0.1C-0.3P, 0.3C-0.3P, 0.5C-0.3P を比較すると, 母材, 攪拌部材 ( $A_3$  点以上,  $A_1$  点以下) に関わらず, C 量の増加に伴い高強度化し, 伸びが低下する (Fig. 3-16 (a), (c)). これは, よく知られている傾向である. 一方, 0.1C-0.1P, 0.1C-0.2P, 0.1C-0.3P を比較すると, 母材, 攪拌部材 ( $A_3$  点以上,  $A_1$  点以下) を問わず, P 量の増加は強

度を上昇させるが、伸びの大きな低下はなく、ほぼ伸びを維持したり、むしろ向上させる場合もあり、強度と伸びを両立させることは特筆される (Fig. 3-16 (b), (d)). これについては、3.4.2 項で考察する。

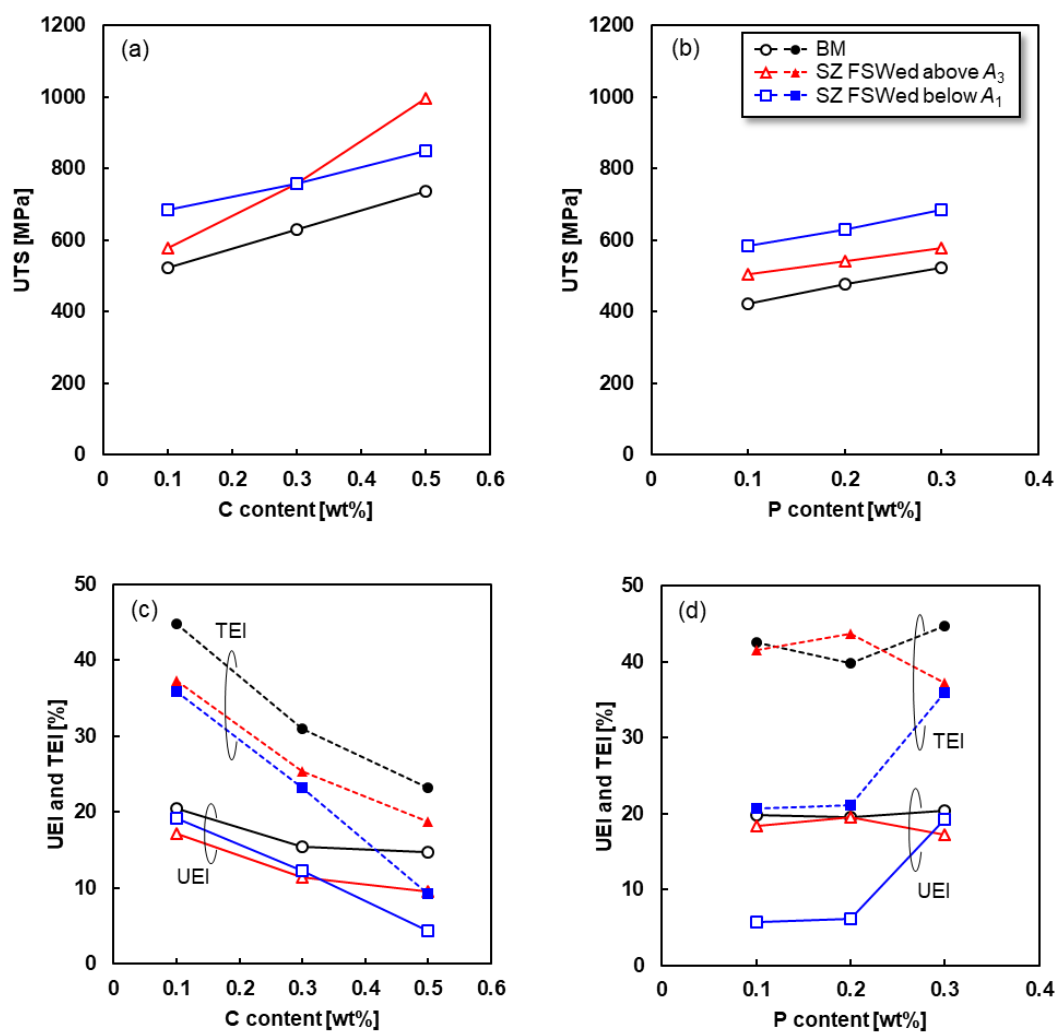


Fig. 3-16 Effects of (a), (c) P and (b), (d) C on ultimate tensile strength (UTS), uniform elongation (UEI) and total elongation (TEI) of BMs and SZs.

### 3.3.3 靱性

Fig. 3-17 に 0.1C-0.1P, 0.1C-0.2P, 0.1C-0.3P, 0.3C-0.1P, 0.3C-0.2P, 0.3C-0.3P の母材と撹拌部に対して行った, 0 °Cでの衝撃試験の結果を示す. Fig. 3-17 (a)に 0.3P 材 (0.1C-0.3P, 0.3C-0.3P, 0.5C-0.3P) の母材および撹拌部の衝撃吸収エネルギーと C 量の関係を示す. また, Fig. 3-17 (b)に 0.1C 材 (0.1C-0.1P, 0.1C-0.2P, 0.1C-0.3P) の母材と撹拌部の衝撃吸収エネルギーと P 量の関係を示す. 母材, 撹拌部ともに C 量, P 量の増加に伴い衝撃吸収エネルギーが低下した. 一方で, いずれの材料についても, 撹拌部の衝撃エネルギーは母材よりも高い値を示した. また, 0.1C 材では  $A_3$  点以上の撹拌部の方が,  $A_1$  点以下の撹拌部よりも高い衝撃吸収エネルギーを示した. なお, これらの衝撃吸収エネルギーは延性破壊であれば上部棚エネルギーを示すことになるが, 脆性破壊が含まれていれば延性脆性遷移領域の衝撃吸収エネルギーまたは下部棚エネルギーを示すことになる. したがって, 得られた衝撃吸収エネルギーの解釈を深めるためには, 破壊形態を考慮する必要がある.

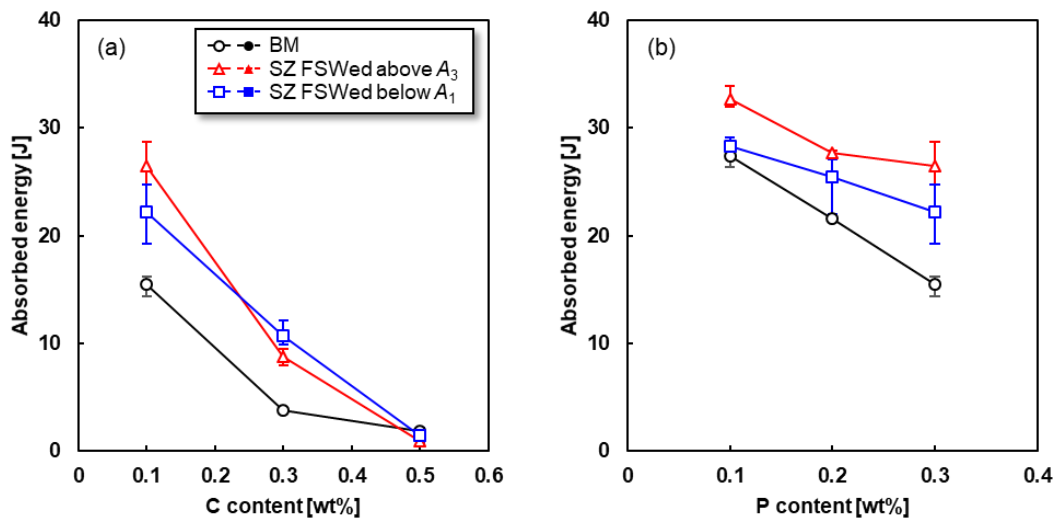


Fig. 3-17 The absorbed energies of the impact tests at 0 °C; (a) effect of C on the absorbed energies of 0.1C-0.3P, 0.3C-0.3P and 0.5C-0.3P samples. (b) effect of P on the absorbed energies of 0.1C-0.1P, 0.1C-0.2P and 0.1C-0.3P samples.

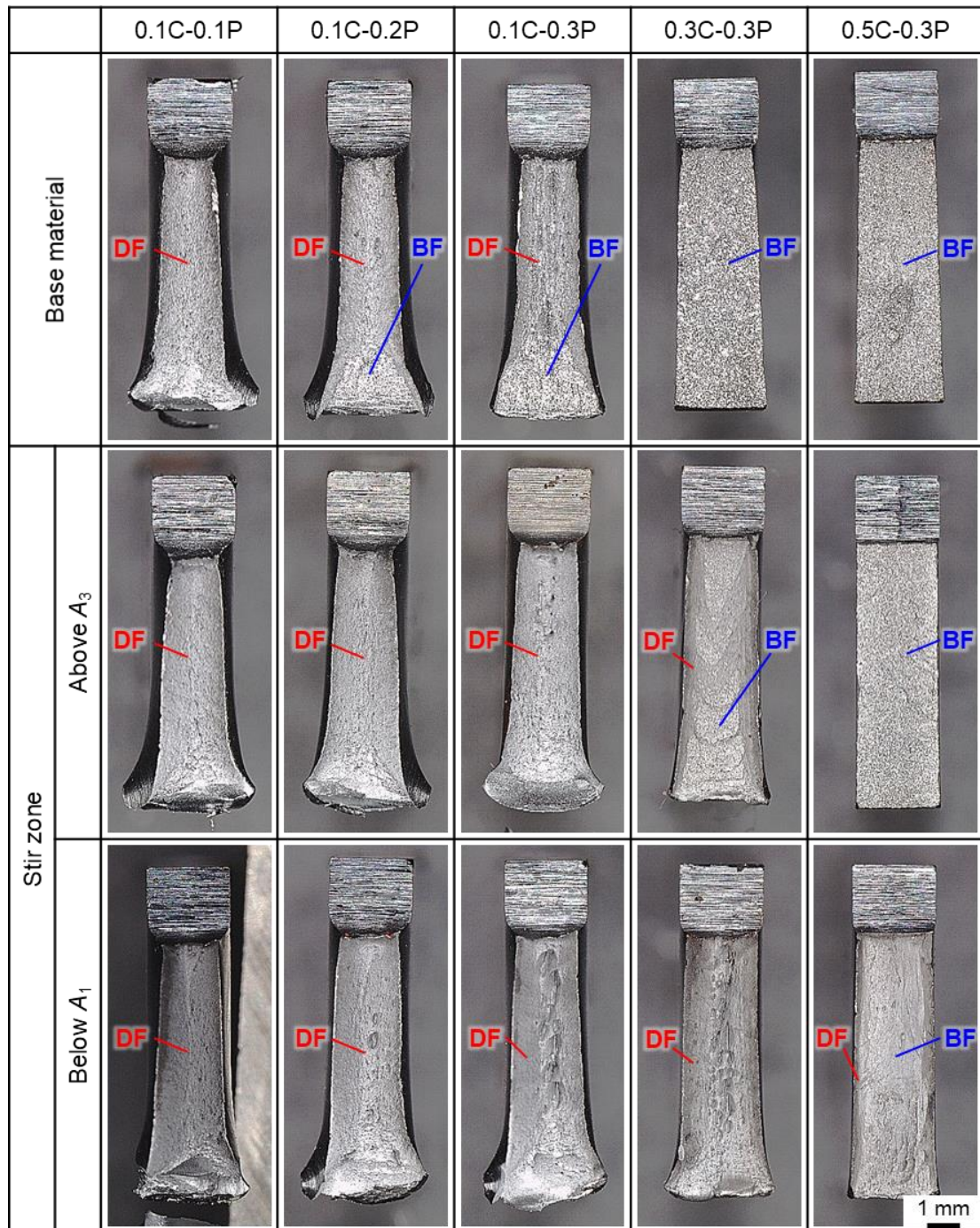


Fig. 3-18 The fracture surfaces of the impact tests at 0 °C of 0.1C-0.1P, 0.1C-0.2P, 0.1C-0.3P, 0.3C-0.3P and 0.5C-0.3P samples. DF: ductile fracture. BF: brittle fracture.

Fig. 3-18 に、0.1C-0.1P、0.1C-0.2P、0.1C-0.3P、0.3C-0.3P、0.5C-0.3P を用いて 0°Cで行われた衝撃試験で得られた破面を示す。母材については、0.1C-0.1P のみが全面延性破面を示し、0.1C-0.2P および 0.1C-0.3P は延性破面と脆性破面が混合

した破面，0.3C-0.3P および 0.5C-0.3P は全面脆性破面を示した．P 量，C 量の増加に伴い DBTT が高温側にシフトしたことがわかる． $A_3$  点以上の攪拌部では，0.1C-0.1P，0.1C-0.2P および 0.1C-0.3P は全面延性破面，0.3C-0.3P は延性破面と脆性破面が混合した破面，0.5C-0.3P は全面脆性破面を示し，0.1C 材に限ると P 量が 0.3 wt% 添加されていても延性破壊することがわかった． $A_1$  点以下の攪拌部では，0.1C-0.1P，0.1C-0.2P，0.1C-0.3P および 0.3C-0.3P が全面延性破面を示し，0.5C-0.3P のみが延性破面と脆性破面が混合した破面を示した． $A_1$  点以下の攪拌部では， $A_3$  点以上の攪拌部では部分的に脆性破壊を呈した 0.3C-0.3P も全面的に延性破壊することがわかった．

各試料の母材と攪拌部の破壊形態について，C 量と P 量で整理したグラフを Fig. 3-19 に示す．延性破面と脆性破面が混合した試料については脆性破面率を併せて示している．Fig. 3-19 (a) に示す母材については，全面的に延性破壊する試料は 0.1C-0.1P のみである．したがって，通常の圧延，熱処理により作られるフェライト・パーライト組織からなる母材において，靱性を維持したまま C 量，P 量を増加するには 0.1 wt%C-0.1 wt%P が限界であるといえる．一方で Fig. 3-19 (b), (c) に示す攪拌部において，全面的に延性破壊する組成範囲は拡大し，P を 0.3 wt% 含有する高 P 耐候性鋼においても，微細組織制御により高い靱性を維持することが可能であることがわかった．

Fig. 3-20 (a) に C，P 量の異なる 3 試料の母材の衝撃吸収エネルギーの温度依存性を示す．C，P 量の増加に伴い DBTT は高温側にシフトし，上部棚エネルギーは低下した．2 章で述べたように，材料の降伏応力が脆性破壊応力よりも低い場合に延性破壊，高い場合に脆性破壊が起こり，その交点が DBTT であると考えられている．C，P 量の増加により顕著な結晶粒径の変化や粒界脆化は起こっていないことから，C，P 量の増加により DBTT が高温側にシフトした主な要因は降伏応力の増加であると推察される．C 量の増加により上部棚エネルギーが低下したことについては，パーライト量の増加に伴い材料の延性が低下したことが原因と考えられる<sup>[8]</sup>．一方で，P の添加が上部棚エネルギーに及ぼす影響につ



いては、P の凝固偏析を考慮して 3.4.4 項で議論する。

Fig. 3-20 (b)に 0.1C-0.3P の母材および攪拌部の衝撃吸収エネルギーの温度依存性を示す。攪拌部の DBTT は母材よりも低温側にシフトし、 $A_1$  点以下の攪拌部の DBTT の方が  $A_3$  点以上の攪拌部よりもより低温である。これは主に結晶粒の微細化に起因すると推察される。

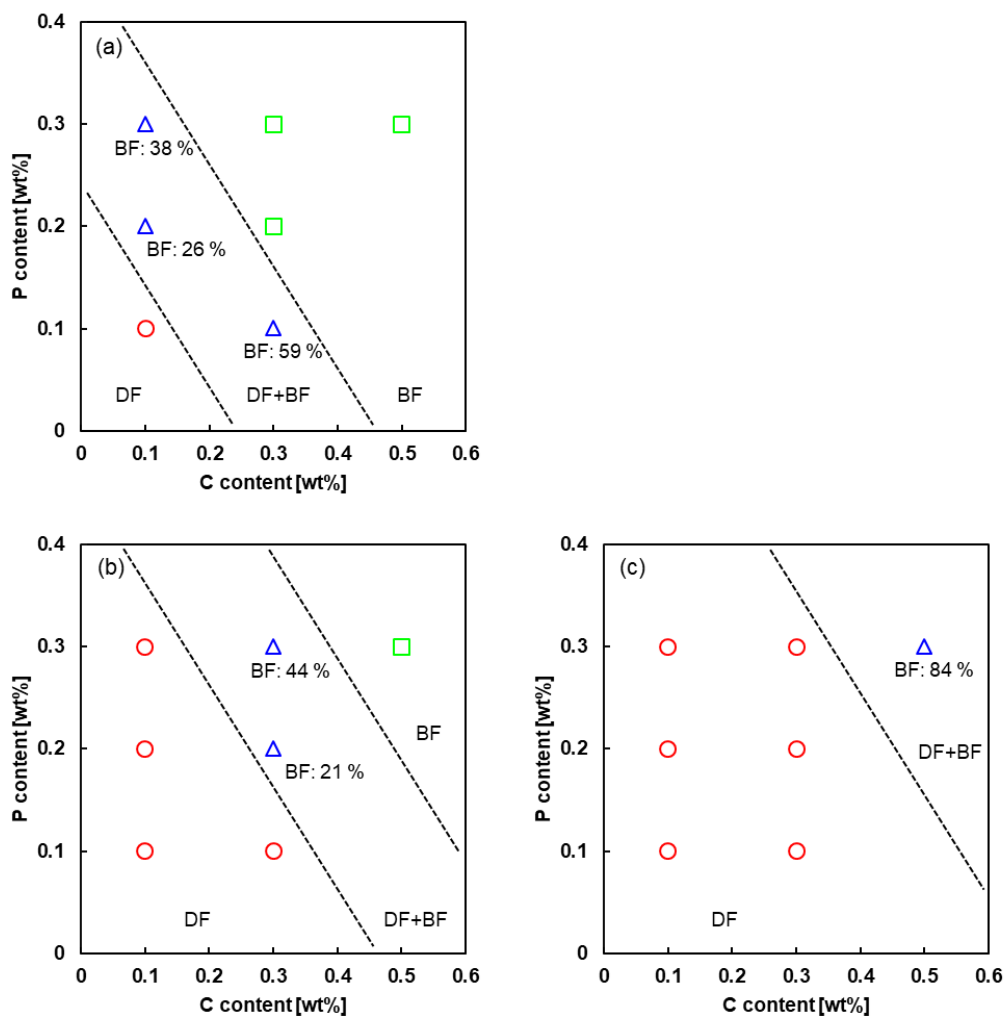


Fig. 3-19 Effects of C and P contents on the fracture mode of the impact tests at 0 °C of (a) BMs, (b) SZs FSWed above  $A_3$  and (c) SZs FSWed below  $A_1$ . DF: ductile fracture. BF: brittle fracture. The number (%) in DF+BF region indicates the area fraction of brittle fracture surface.



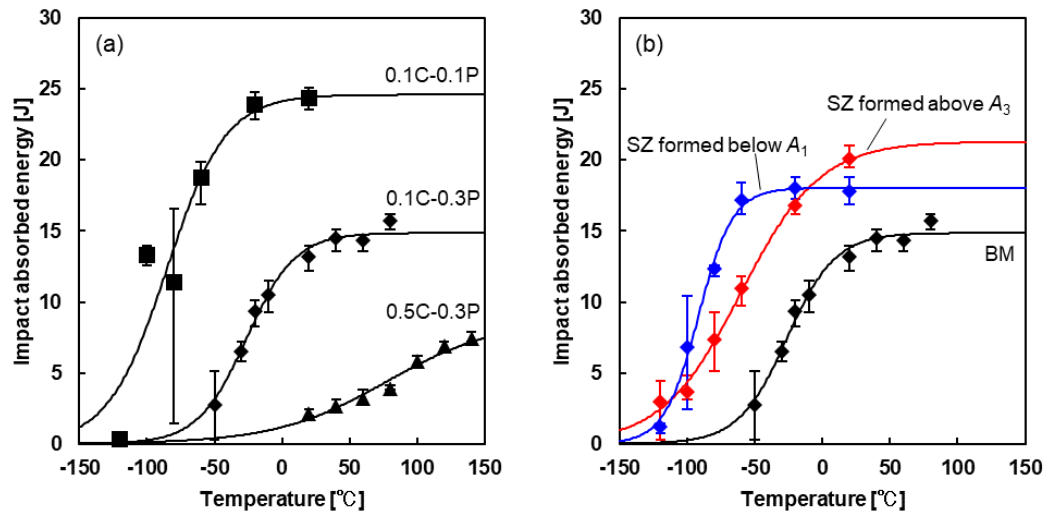


Fig. 3-20 Temperature dependence of the absorbed impact energies of (a) BMs of 0.1C-0.1P, 0.1C-0.3P and 0.5C-0.3P steels, and that of (b) BM and SZs of 0.1C-0.3P steel.

### 3.4 考察

#### 3.4.1 母材の P のミクロ偏析に及ぼす C 量の影響

Fig. 3-10 から，本研究で作製した P 量が 0.1 wt%以上の高 P 鋼では，母材，攪拌部ともに P のミクロ偏析が存在することがわかった．Fig. 3-21 に 0.5C-0.3P の母材における微視組織と P 分布の関係を示す．Fig. 3-21 (a)に示す SEM 像においては，フェライトとパーライトが存在するが，これらの組織とは無関係に P が偏析している様子がわかる．P は強力なフェライト安定化元素であるので，P の偏析が熱間圧延やその後の熱処理における組織形成の過程で形成されたとすると，フェライトに優先的に存在するはずである．したがって，この P の偏析はインゴット作製時の凝固において生じた凝固偏析と推察される．

次に，3.3.1 項で述べたように，C 量の増加により P の偏析が顕著となった理由について考察する．Ueshima ら<sup>[9]</sup>は，炭素鋼の凝固偏析に及ぼす合金元素の影響を調査し，0.05～0.25 wt%C において，C 量を増加すると  $\delta \rightarrow \gamma$  変態開始温度が上昇し，P の偏析濃度が増加することを報告した．本項では，凝固偏析に及ぼす C 量の影響についてより広い成分範囲について明らかにするため，Thermo-Calc により平衡状態図を作成して検討した．Fig. 3-22 に Thermo-Calc により作成した Fe(0.01Si-0.2Mn-0.3P-0.005S-0.5Cu-0.01Al)-C の平衡状態図を示す．この状態図から，限りなく長い時間をかけて凝固した場合には，C 量が 0.07～0.17 wt%と 0.17～0.51 wt%の鋼では凝固モードが異なることがわかる．すなわち，0.07～0.17 wt%C 鋼では，液相の状態から温度が低下すると，まずは  $\delta$ -フェライトが晶出し，その後オーステナイトが形成され，フェライト+オーステナイトの 2 相状態となり凝固が完了する．一方，0.17～0.51 wt%C 鋼では，フェライトが晶出後，フェライトと液相の界面で形成されたオーステナイトがフェライトが存在しなくなるまで成長し，最終的にオーステナイトと液相の 2 相状態で凝固する．凝固時の P のミクロ偏析は，固相に固溶しにくい P が残存した液相に濃化することにより形成される．P はオーステナイトよりフェライトへの方が固溶しやすいため，凝固の最終段階でフェライトが存在する 0.07～0.17 wt%C 鋼の方が

0.17~0.51 wt%C 鋼と比べて P の偏析が小さくなる．また，凝固時の固相がフェライトであるかオーステナイトであるかの問題とは別に，C 量が増加すると凝固温度が低下することも P の分配を促進すると考えられる．以上の理由から，Figs. 3-12, 3-13 において，0.1C-0.3P における P の偏析濃度と比較して，C 量が増加した 0.5C-0.3P の偏析濃度は大きくなったと考えられる．

また，Figs. 3-12, 3-13 に示すように，P のマイクロ偏析が存在する母材を FSW した場合， $A_3$  点以上の温度では攪拌部における P のマイクロ偏析が軽減するが， $A_1$  点以下では P の偏析濃度がほとんど変化しないことがわかった．接合温度が  $A_3$  以上の場合，接合中に材料流動を伴いながら，オーステナイト単相の約 950°C まで温度が上昇する．最高到達温度付近においては，高温であることにより P の拡散速度が増加し，その上材料流動により導入されるひずみによりさらに拡散が促進されて P の分布が均質化したと考えられる．一方で， $A_1$  点以下では，最高到達温度は約 700°C である．フェライト中の拡散係数<sup>[10]</sup>およびオーステナイト中の拡散係数<sup>[11]</sup>から，700°C（フェライト）と 950°C（オーステナイト）の拡散距離  $\sqrt{Dt}$  を計算すると，700°C における拡散距離は，950°C と比較して約 10 分の 1 と算出され， $A_1$  点以下の接合温度では接合中の P の拡散による均質化効果は比較的小さくなったと考えられる．冷却中に P がフェライトとオーステナイトに再分配する量は極めて限定的であるため，FSW ではより高い温度で接合することにより，母材に存在する P のマイクロ偏析を軽減することができることが示唆された．

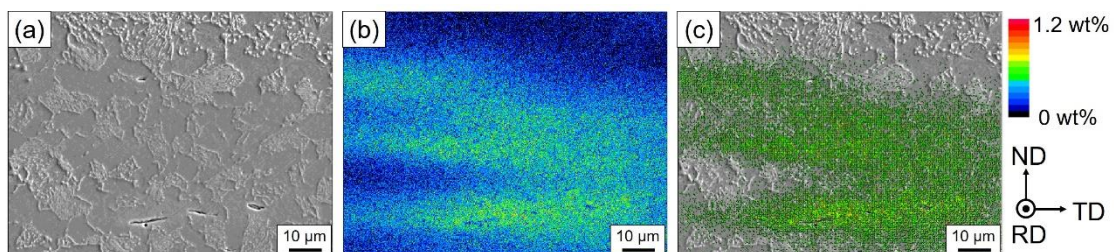


Fig. 3-21 (a) SEM image, (b) EPMA map of P distribution of the same area of (a), and (c) SEM image superimposed with P segregated area defined as green in the BM of 0.5C-0.3P steel.

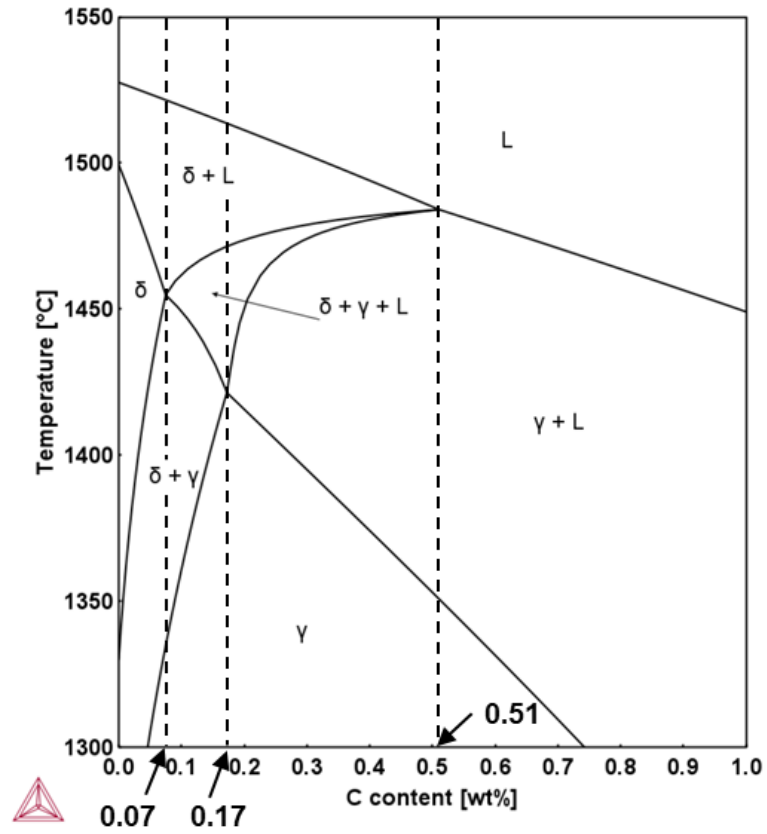


Fig. 3-22 Fe(0.01Si-0.2Mn-0.3P-0.005S-0.5Cu-0.01Al)-C pseudo-binary calculated phase diagram, using the Thermo-Calc. TCFE9.

### 3.4.2 引張特性に及ぼす P の影響

Figs. 3-15, 3-16 に示したように, P の添加量を増加すると強度が増加する一方で, 均一伸びはほぼ維持される傾向にあることが示された. 均一伸びについて, 母材と  $A_3$  点以上の攪拌部では, P 量が増加してもほとんど変化せず維持されたが,  $A_1$  点以下の攪拌部では 0.3 wt%P のみ, 0.1, 0.2 wt%と比較して 3 倍以上に増加した.  $A_1$  点以下の攪拌部の 0.3 wt%P では塑性変形初期に非常に大きな降伏点伸びが起こっており, このことが均一伸びの増加の主要因と考えられ, これは  $A_1$  点以下の FSW における強加工により形成された微細粒組織特有の現象であると推察される.

Fig. 3-23 に 0.1C-0.1P および 0.1C-0.3P の母材と  $A_3$  点以上の攪拌部の真応力-真ひずみ曲線と加工硬化率を示す. 図から明らかなように, 母材,  $A_3$  点以上の攪拌部ともに, 0.1C-0.3P の方が 0.1C-0.1P よりも高い加工硬化を示し, 加工硬化率も実際に高い値を示した. 特に変形後期において, 0.1C-0.3P の高い加工硬化率が維持されたことが, P 量を増加しても延性が維持されたことに大きく寄与したと考えられる.

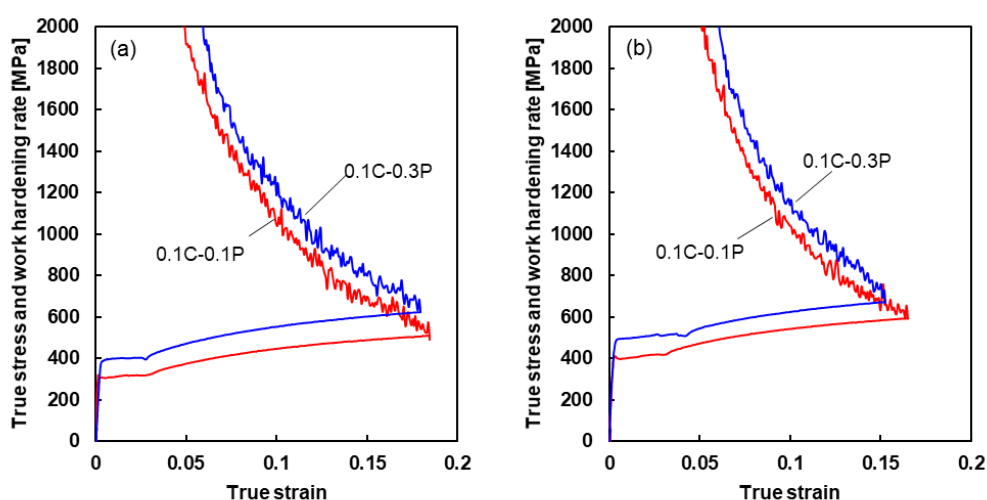


Fig. 3-23 True stress – true strain curves and work hardening rates of (a) BM, (b) SZ FSWed above  $A_3$  of 0.1C-0.1P and 0.1C-0.3P steels.

以上の結果から、P 量の増加により均一伸びが向上することが示唆される。P の添加量が延性に及ぼす影響については、いくつか報告されている<sup>[12-14]</sup>。Katoh ら<sup>[12]</sup>は Ti 添加極低炭素鋼において、0.1 wt%P の添加により全伸びが約 10%低下することを報告しており、P 量の増加により全伸びが低下することについては他にも報告されている<sup>[13, 14]</sup>。一方で、Kim ら<sup>[14]</sup>は、P 量を変化させた (0, 0.05, 0.1 wt%) 低放射化フェライト鋼の引張試験における強度、伸びの各データを整理し、P 量の増加により強度は上昇するが全伸びは低下し、均一伸びは増加することを示した。したがって、全伸びに関しては P 量の増加により低下することがよく知られているが、均一伸びに関する議論はほとんどなく、本研究と Kim らの結果からは、P 量の増加により均一伸びが向上すると推察される。

次に、P 量の増加により均一伸びが向上した理由について考察する。P は周期表で隣に位置する Si と同様に、フェライト鋼の加工硬化を増加する効果があると予想される。一般に、均一伸びは加工硬化率の増加により向上すると考えられており、加工硬化の支配因子の一つとして積層欠陥エネルギーが挙げられる。積層欠陥エネルギーが低いと加工硬化が大きくなることから、鉄鋼材料においては積層欠陥エネルギーの小さいオーステナイト系ステンレス鋼においてよく議論される。一方で、フェライト鋼は積層欠陥エネルギーが高いため、積層欠陥エネルギーに基づいた定量的な検討例は少ないが、Si の影響についてはいくつか報告されており<sup>[16, 17]</sup>、Si を添加すると交差すべりが抑制され、加工硬化が増加すると考えられている。Takeuchi ら<sup>[16]</sup>は、Fe-Si 単結晶を用いた精密な引張試験から、本合金では純 Fe と異なりすべり系が固執されることを報告した。また、Ushioda ら<sup>[17]</sup>は、Fe-Si 鋼に対して繰り返し曲げ試験を行い、Si を 1 wt%添加すると、転位構造がセル構造からベイン構造に変化し、疲労特性が向上することを報告した。すなわち、Si の添加によりらせん転位の交差すべりが抑制され、転位の回復が妨げられたと考察された。実際に、引張試験においても Si 添加による加工硬化の上昇が認められている。本研究で用いた P 量の多い 0.1C-0.3P が変形後期まで高い加工硬化率を維持した傾向は、上述した Si 添加の加工硬化を

増す効果と類似しているように見える．周期表で Si の隣に位置する P は，Si と同様に交差すべりを抑制し，加工硬化を増加させた可能性を推察した．

### 3.4.3 上部棚エネルギーに及ぼす P の影響

Fig. 3-20 (a)において、P 量の増加により上部棚エネルギーが低下したが、その原因については不明である。P 量の増加が上部棚エネルギーに及ぼす影響についてより詳細に調査するために、0.1C-0.3P 母材を用いて 20 °C で衝撃試験を行い、試験片の破面を観察した。Fig. 3-24 (a)に観察した破面の全体図を示す。破面は、初期に破断したノッチに近い部分は延性破面を示し、後期に破断した部分はへき開破面を示す。延性破壊を示した部分の断面（ND-TD 断面）に対して SEM と EPMA を用いて、破面と P の分布を観察した。Fig. 3-24 (b), (d), (f)には Fig. 3-10 と同様に ND に垂直な層状に形成された P の偏析部が認められる。Fig. 3-24 (d)-(g)には破面付近の試料内部にボイドが形成されていることが認められ、ボイドは全て P の偏析部付近に存在した。ボイドの発生個所をより厳密に観察すると、ボイドは P 偏析部の内部ではなく、P 偏析部と未偏析部の境界に形成されたことがわかる。P はフェライトへの高い固溶強化能を有するので、P 偏析部は未偏析部に比べて硬く転位の運動が阻害されるため、偏析部と未偏析部の境界で転位が蓄積されボイドが形成されたと推察される。以上より、P の偏析部が、延性破壊を支配するボイドの起点となっていることが明らかとなった。また、Fig. 3-24 (e), (g)では、破面の大部分は延性破面であるが、一部へき開破面も存在しており、その破面の内部には P が偏析していることが見て取れる。したがって、P の偏析部は延性破壊のボイドの起点となるだけでなく、部分的にへき開破壊を生じさせることがわかった。また、結晶粒界破壊は認められていないので、Fig. 3-20 (a)において、P 量の増加により上部棚エネルギーが低下した主要因は、P のミクロ偏析であると推察される。上部棚エネルギーに及ぼす他の影響因子としてセメンタイトやマルテンサイト等の硬質第 2 相が考えられる。しかし、P 量の増加によるセメンタイトの形態の変化は認められず、マルテンサイトは特に 0.1C 鋼では極少量しか存在しないことから、その影響は小さいと考える。また、Fig. 3-20 (b)においては、 $A_3$  点以上の攪拌部が、 $A_1$  点以下の攪拌部に比べて高い上部棚エネルギーを示した。 $A_3$  点以上の高温での FSW では  $A_1$  点以下の低温の FSW



に比べて P の分布が均質化されることは 3.4.1 項で議論しており、 $A_3$  点以上の FSW による P の均質化が上部棚エネルギーを向上させたと推察される。

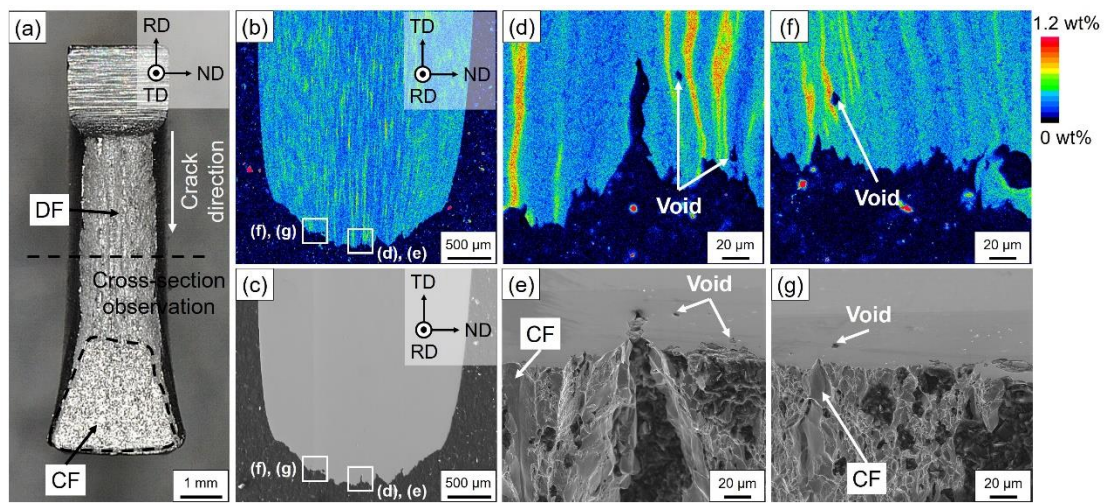


Fig. 3-24 (a) Photograph showing the fracture surface of the impact tested specimen at 20 °C for the BM of 0.1C-0.3P steel. (b) EPMA mapping showing P distribution and (c) SEM image showing the cross-section of the specimen shown in (a). (d), (f) EPMA mappings showing P distribution and (e), (g) SEM images including the fracture surfaces of the parts shown in (b) and (c). CF: cleavage fracture. DF: ductile fracture.

### 3.5 結言

C, P 量を変化させた耐候性鋼に対して最高到達温度が  $A_3$  点以上または  $A_1$  点以下となる条件で FSW を行い, その母材と継手の微視組織や機械的特性に及ぼす C および P 量の影響を調査し, 以下の知見を得た.

- (1) 0.1 wt%P 以上の高 P 鋼では, 母材において鑄造時の凝固偏析に起因する P の偏析部が存在し, その偏析部の濃度は P 量の増加に伴い増加し, C 量の増加によっても増加した. また, P の偏析部を有する鋼材を  $A_3$  点以上の温度で FSW すると, P の偏析が軽減された.
- (2) 母材と攪拌部 ( $A_3$  点以上) の引張試験において, P 量の増加により強度は増加するが均一伸びは低下せず維持されることがわかった. P 量増加により加工硬化率が増加しており, これは P がフェライトにおける交差すべりを抑制させたことによると推察した.
- (3) 0°Cでの母材のシャルピー衝撃試験において, 0.1 wt%C-0.1 wt%P では延性破壊したが, それ以上の C, P 量では脆性破壊が部分的または全面的に起こった. 一方で結晶粒微細化した攪拌部においては, 接合条件に関わらず 0.1 wt%-0.3 wt%P においても延性破壊をした. したがって, P 量を増加しても靱性を維持するには結晶粒微細化を活用することが有効であるといえる.
- (4) 母材のシャルピー衝撃試験において, P 量の増加により上部棚エネルギーが低下した. 破面の断面観察により, P の偏析部と未偏析部の境界でボイドが形成されることが明らかとなり, P の偏析が上部棚エネルギーの低下の主要因と推察した. 一方で,  $A_3$  点以上の温度で FSW された攪拌部では P の偏析が軽減されており, その結果上部棚エネルギーが向上したと推察した.

### 第 3 章の参考文献

- [1] H. Tsuchiya, K. Hatsuda, T. Kawakubo, K. Ushioda, H. Fujii, M. Yamashita and S. Fujimoto: *Tetsu-to-Hagané*, **108** (2022), 937.
- [2] K. Tamaki, H. Kawakami and J. Suzuki: *Q. J. Jpn. Weld. Soc.*, **20** (2002), 266.
- [3] K. W. Andrews: *J. Iron Steel Inst.*, **203** (1965), 721.
- [4] K. Sato, Y. Kokabu and K. Matsukura: *Tetsu-to-Hagané*, **58** (1972), S486.
- [5] K. Lücke and K. Detert: *Acta Metall.*, **5** (1957), 628.
- [6] I. Tanaka, H. Izumi and S. Isa: *Tekkou Zairyogaku (Metallurgy of Steels)*, Asakura Publishing, Tokyo, (1981).
- [7] N. Li, Z. Liu, G. Zhou, X. Liu and G. Wang: *Int. J. Miner. Metall. Mater.*, **17**(2010), 417.
- [8] J. A. Rinebolt and W. J. Harris Jr.: *Trans. Am. Soc. Met.*, **43** (1951), 1175.
- [9] Y. Ueshima, N. Komatsu, S. Mizoguchi and H. Kajioka: *Tetsu-to-Hagané*, **73** (1987), 1551.
- [10] G. Luckman, R. A. Didio, and W. R. Graham: *Metall. Trans. A*, **12A** (1981), 253.
- [11] H. Oikawa: *Tetsu-to-Hagané*, **68** (1982), 1489.
- [12] H. Katoh, H. Takeuchi, N. Takahashi and M. Abe: *Proc Symp on Technology of Continuously Annealed Cold-Rolled Sheet Steel*, ed by R. Pradhan, AIME, (1984), 37.
- [13] Y. Furuya, S. Matsuoka, S. Shimakura, T. Hanamura and S. Torizuka: *Scr. Mater.*, **52** (2005), 1163.
- [14] G. Sahoo and R. Balasubramaniam: *Scr. Mater.*, **56** (2007), 117.
- [15] B-J. Kim, R. Kasada, A. Kimura and H. Tanigawa: *J. Nucl. Mater.*, **417** (2011), 135.
- [16] S. Takeuchi, E. Furubayashi and T. Taoka: *Acta Mater.*, **15** (1967), 1179.
- [17] K. Ushioda, S. Goto, Y. Komatsu, A. Hoshino and S. Takebayashi: *ISIJ Int.*, **49** (2009), 312.

## 第 4 章 摩擦攪拌接合した耐候性鋼における P の粒界偏析と母材および攪拌部の靱性

### 4.1 緒言

2 章で述べたように、P の粒界偏析が鉄鋼材料の靱性を低下させることについては良く知られているが、フェライト・パーライト組織を有し、C の粒界偏析も同時に起こる耐候性鋼において P による粒界脆化が起こるかどうか不明である。また、3 章では、攪拌部の DBTT (ductile brittle transition temperature) は母材に比べて低温側にシフトしたことを報告した。その主要因を結晶粒の微細化と推察したが、母材 (BM) と攪拌部 (SZ) の靱性に対して P の粒界偏析が及ぼした影響については議論できていない。

そこで、本章では、P を 0.3 wt% 含有する高 P 耐候性鋼の母材と攪拌部における P の粒界偏析について、3 次元アトムプローブ分析を用いて調査した。また、母材、攪拌部について、熱処理を行い意図的に P の粒界濃度を増加した試料も作製し、P の粒界偏析と靱性の関係を調査した。

### 4.2 実験方法

#### 4.2.1 供試材

Table 1 に示す化学組成のインゴットを、高周波真空誘導炉を用いて溶解した。インゴットを 1200°C、3 h の条件で溶質元素の均質化処理を施した後、1000°C で繰り返し熱間圧延を行い、板厚 3.5~4.0 mm のプレートに加工した。作製したプレートに 1000°C×10 min、空冷のノルマ（焼きならし）処理を施し、表面のスケールと脱炭層を除去するため板厚 3 mm となるまで鋼板の表裏面をフライス研削した。最終的なプレートの形状は長さ約 200 mm、幅約 40 mm、厚さ 3 mm である。

Table 4-1 Chemical composition of the 0.1C-0.3P steel used in this study. (wt%)

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Al
0.10	0.51	0.10	0.27	<0.001	0.49	0.01	0.40	0.02

#### 4.2.2 摩擦攪拌接合条件と熱処理条件

作製したプレートに対して、Fig. 3-3 に示すショルダー径 15 mm、プローブ径 6 mm、プローブ長 2.9 mm の超硬製ツールを用いて摩擦攪拌接合した。摩擦攪拌接合装置は第 3 章と同様の光陽産業株式会社製の摩擦攪拌接合装置（FSW-JWRI-3 型）を用い、アルゴンガスや裏板も同様の条件とした。また、接合方向は試料の圧延方向と平行とした。接合条件は、接合温度が  $A_3$  点以上の温度（回転速度 400 rpm, 溶接速度 150 mm/min）と  $A_1$  点以下の温度（回転速度 80 rpm, 溶接速度 150 mm/min）となる 2 条件とした。Fig. 4-1 に既存の耐候性鋼（JIS SMA490AW）を用いて測定した、各接合条件における接合部の温度履歴を示す。温度測定には直径 1 mm の K 熱電対を用いて、接合部の裏面の温度を測定した。回転速度を変化させることにより、狙い通りの接合温度（ $A_3$  点以上,  $A_1$  点以下）で接合できていることが確認できる。

作製した継手の一部から母材部および攪拌部を切り出し、P を粒界に意図的に偏析させるために、500°C, 24 h, 空冷の追加の偏析熱処理を行った。

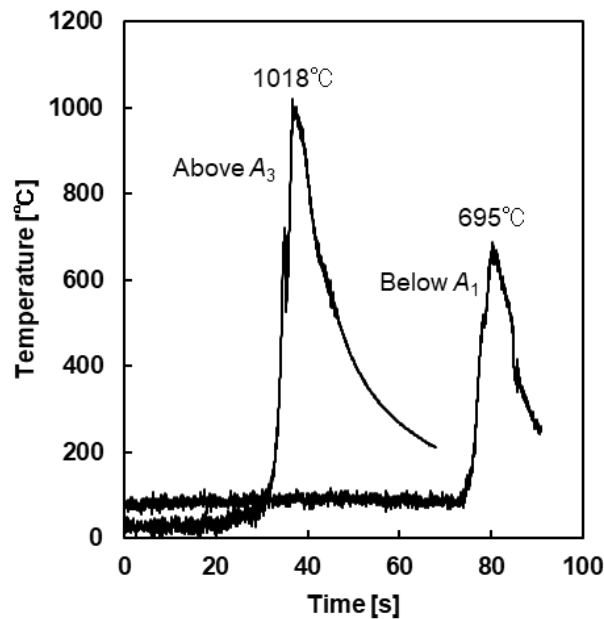


Fig. 4-1 Heat cycles obtained by thermocouples located on the bottom surface at the centerline for SMA490AW.

#### 4.2.3 微視組織観察

母材と攪拌部の微視組織を、電子線後方散乱回折（EBSD: electron backscatter diffraction, EDAX-TSL, Hikari）を備えた走査型電子顕微鏡（SEM: scanning electron microscope, JEOL JSM-7001FA）、および透過型電子顕微鏡（TEM: transmission electron microscope, JEOL 2011F）を用いて観察した。SEM 観察用の試料は 3.2.3 項と同様の手法で準備した。EBSD 観察用の試料は、エメリー紙#400-4000 を用いて湿式研磨を行った後、10%過塩素酸と 90%氷酢酸からなる溶液を用いて、15 V で電解研磨して準備した。TEM 観察用の試料は、集束イオンビーム（FIB: focused ion beam, HitachiFB-2000S）を用いて、攪拌部の中心部から薄膜試料を切り出して準備した。結晶粒径は EBSD を使用して測定した。

#### 4.2.4 靱性の評価

衝撃試験には、微小シャルピー試験機（Tanaka, MI20T-D05KJ type）を使用した。試験片は、Fig. 4-2 に示すように長さ 20 mm、幅 1 mm、厚さ 1 mm で、深さ 0.2 mm、曲率半径 0.08 mm のノッチを有する V ノッチ試験片に衝撃荷重を与えた。攪拌部の試験片は、ノッチが接合部中心部となるように切り出した。また、破断した試験片に対し、SEM を用いて破面観察を行った。加えて、一部の試料に対しては、EBSD を用いて破面の断面の観察を起こった。試料は、試験片の厚さが 0.5 mm になるまで機械研磨した後、OPS 懸濁液でバフ研磨して準備した。

#### 4.2.5 粒界偏析濃度の測定

各条件で得られた攪拌部、およびそれらの攪拌部に偏析熱処理を施した試料における、粒界の各元素の濃度分布を、3 次元アトムプローブ分析（3DAPT: 3 dimensional atom probe tomography）を用いて測定した。分析に使用した針状の試料は、FIB（Helios450）を使用して攪拌部中心の大角粒界（粒界偏析に及ぼす粒界性格の影響を考慮）から切り出して準備した。分析条件については、試験温度 20 K、パルスエネルギー 20 pJ、波長 335 nm、パルス繰り返し数 500 kHz、検出率 0.001~0.002 counts/pulse とした。

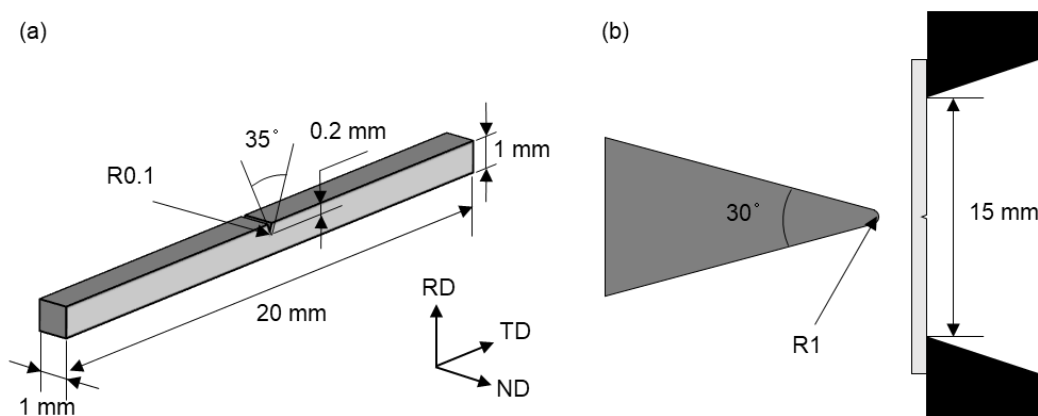


Fig. 4-2 Schematic illustration of (a) specimen shape and (b) the impact test geometry and blade shape.

### 4.3 実験結果

#### 4.3.1 微視組織

Fig. 4-3 (a)-(c)に偏析熱処理前の母材と攪拌部の SEM 像を示す. Fig. 4-3 (a)に示す母材の組織は、フェライトとパーライトからなる組織である. Fig. 4-3 (b)に示す  $A_3$  点以上の攪拌部では、フェライト、パーライト、マルテンサイト (Fig. 4-3 (g)) からなる組織が形成され、Fig. 4-3 (c)に示す  $A_1$  点以下の攪拌部では、微細なフェライトとセメンタイトからなる組織が形成された. また、母材のフェライトの結晶粒径が  $17.8 \mu\text{m}$  であるのに対して、 $A_3$  点以上の攪拌部では  $7.8 \mu\text{m}$ 、 $A_1$  点以下の攪拌部では  $2.2 \mu\text{m}$  であり、攪拌部では FSW によりフェライト粒が微細化した.

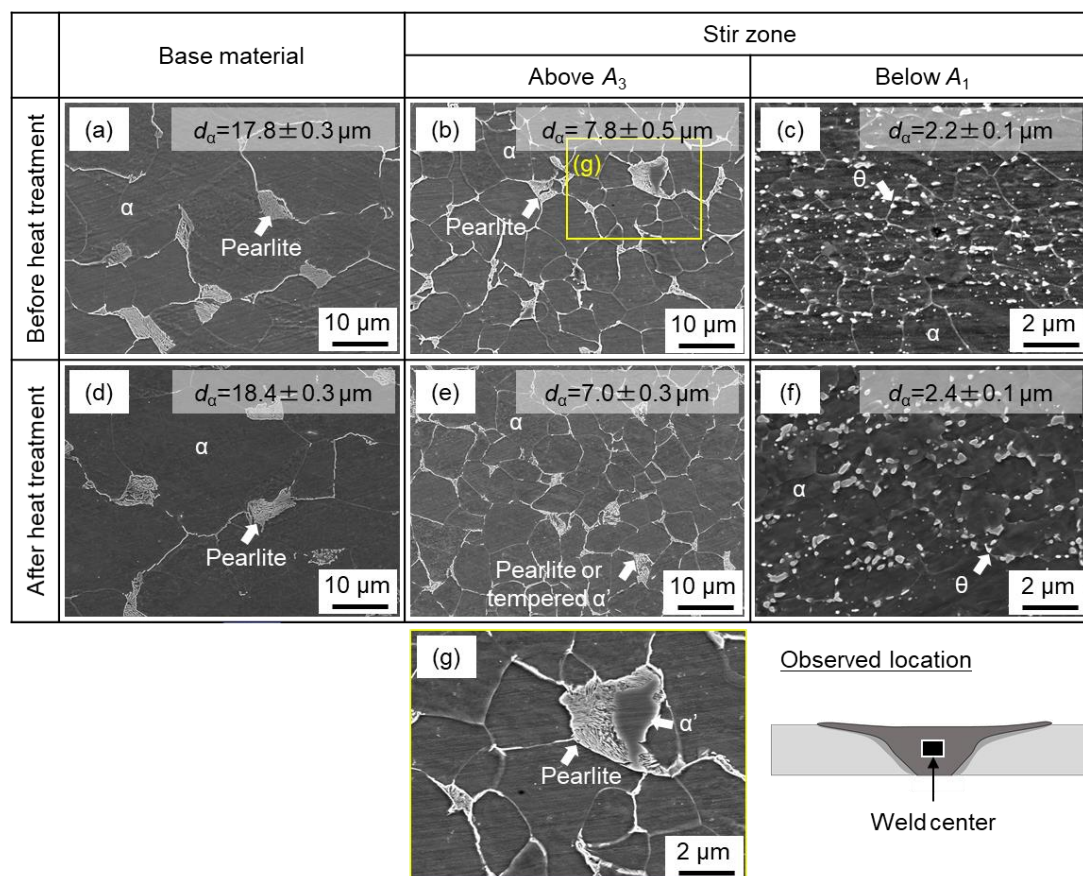


Fig. 4-3 SEM images of the microstructures of the BMs and SZs (a)-(c) before and (d)-(f) after the additional heat treatment for P segregation. (g) Enlarged SEM image of the area surrounded by the rectangle in (b).  $d_\alpha$ : mean ferrite grain diameter.  $\theta$ : cementite.



特に  $A_1$  点以下の攪拌部のフェライト粒は極めて微細であり，これは FSW 中に大きな塑性ひずみが導入されて動的再結晶したことに起因すると考えられる．一方， $A_3$  点以上の攪拌部では動的再結晶したオーステナイト粒が冷却中に変態して形成された組織を有すると考える．

Fig. 4-3 (d)-(f)に，偏析熱処理後の母材と攪拌部の SEM 像を示す．この偏析熱処理の目的は，フェライト粒径，相構成，第 2 相の量やサイズ等が同程度で，P の粒界濃度のみが異なる試料を作製し，靱性に及ぼす P の粒界偏析の影響を調査することである．Fig. 4-3 の偏析熱処理前と偏析熱処理後の組織の比較から，母材，攪拌部ともに，フェライト粒径やパーライト，セメンタイトのサイズが偏析熱処理によりほとんど変化していないことがわかる．偏析熱処理により唯一変化したのは， $A_3$  点以上の攪拌部の偏析熱処理前に存在していたマルテンサイトが偏析熱処理により焼戻しされたことであるが，元々のマルテンサイト量が少量であることから靱性に及ぼす影響は小さいと考えられる．以上のように，偏析熱処理による組織の変化を極力抑えることができ，これは熱処理温度を  $500^{\circ}\text{C}$  という比較的低温に設定したためであると推察される．

### 4.3.2 靱性

Fig. 4-4 に微小衝撃試験で得られた各試料の衝撃吸収エネルギーの温度依存性を示す．本研究で用いる微小試験片は，3 章に記した実験で使用した JIS 規格の試験片と比べて小さく，衝撃吸収エネルギーや延性脆性遷移温度は試験片の大きさの影響を受ける<sup>[1,2]</sup>ため，絶対値そのものを得られた靱性値として扱うことはできない．本研究では，試験片サイズの影響が比較的小さいと考えられる，完全に脆性破壊する温度域と延性－脆性遷移温度域の境界の温度を DBTT と定義し，本研究の中で相対比較して用いた．

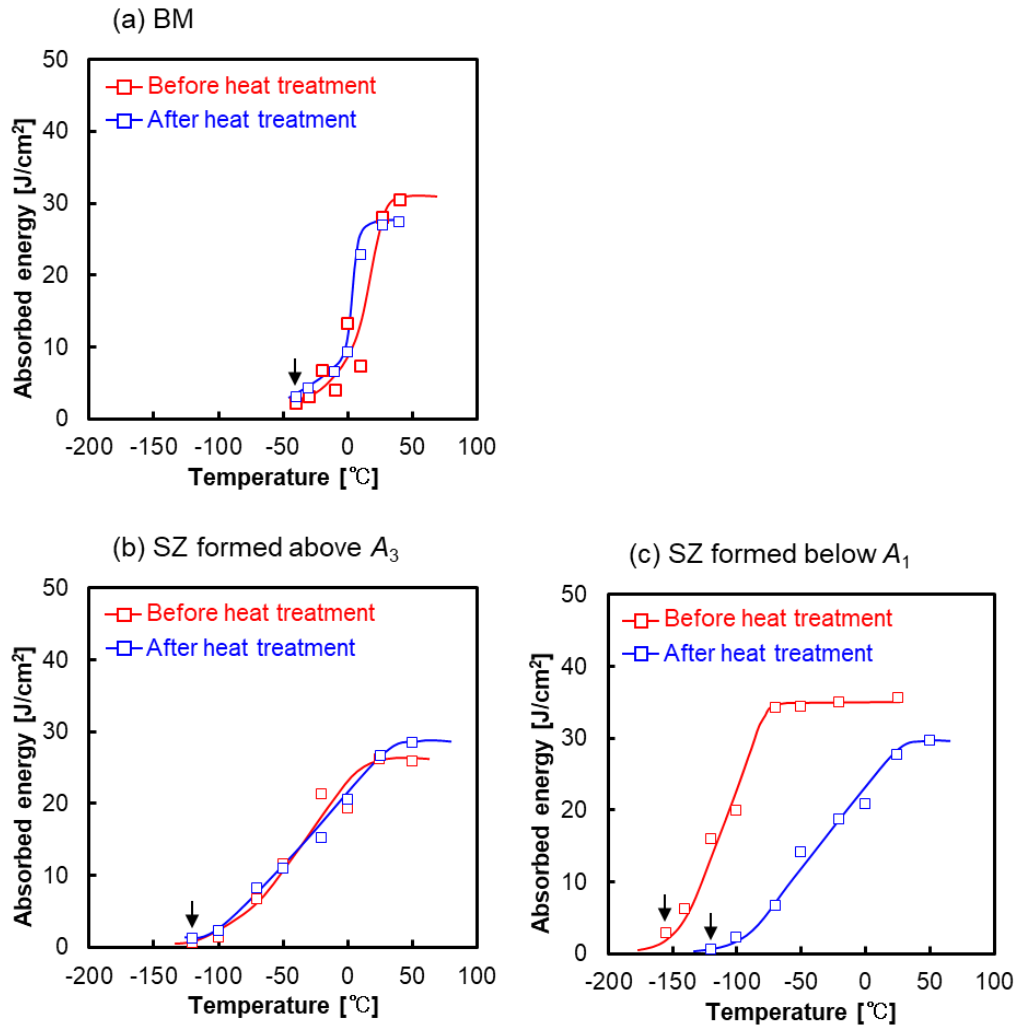


Fig. 4-4 Temperature dependence of the absorbed impact energies of the BM and SZs before and after the additional heat treatment for P segregation.

偏析熱処理前の母材と攪拌部の DBTT を比較すると，母材の DBTT が最も高温で， $A_3$  点以上の攪拌部， $A_1$  点以下の攪拌部の順に DBTT が低温側にシフトした．最も結晶粒が微細な  $A_1$  点以下の攪拌部で DBTT は最も低温になった．次に，偏析熱処理後の母材と攪拌部の延性脆性遷移挙動は，母材と  $A_3$  点以上の攪拌部の試料では偏析熱処理前の挙動とほとんど一致した．一方で， $A_1$  点以下の攪拌部の試料の延性脆性遷移曲線は，偏析熱処理すると偏析熱処理前と比較して大きく高温側，低エネルギー側にシフトした．すなわち，母材および  $A_3$  点以上の攪拌部では偏析熱処理による靱性の変化はないが， $A_1$  点以下の攪拌部では偏析熱処理により靱性が低下した．

Fig. 4-5 に各試料の DBTT 直下の温度 (Fig. 4-4 の矢印) の試験片の破面を示す．偏析熱処理前の試料については，母材 (Fig. 4-5 (a)) と  $A_3$  点以上の攪拌部 (Fig. 4-5 (b)) では全面へき開破面が認められ， $A_1$  点以下の攪拌部 (Fig. 4-5 (c)) ではへき開破面と粒界破面が混在した破面 (粒界破面率 18 %) が認められた．

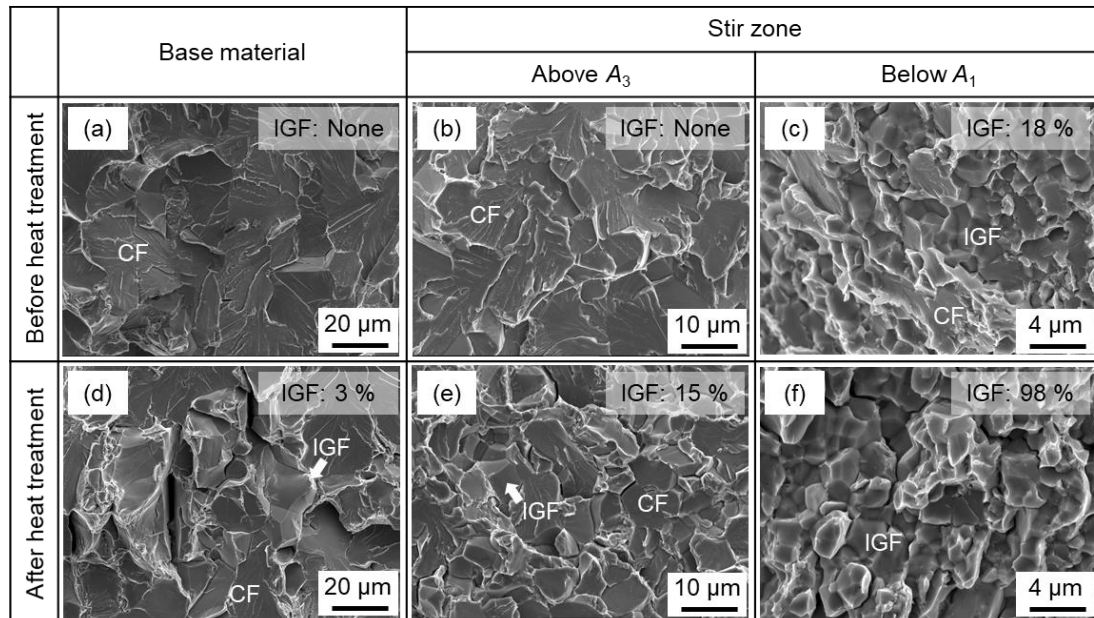


Fig. 4-5 SEM images showing the brittle fracture surfaces of the BM and SZs at temperatures just below the DBTT (denoted by arrows in Fig. 4-4): (a)-(c) before and (d)-(f) after the additional heat treatment. CF: Cleavage fracture. IGF: Intergranular fracture.

偏析熱処理後の試料については、母材 (Fig. 4-5 (d)) と  $A_3$  点以上の攪拌部 (Fig. 4-5 (e)) ではへき開破面と粒界破面が混在した破面 (母材の粒界破面率 3 %,  $A_3$  点以上の攪拌部の粒界破面率 15 %) が認められ,  $A_1$  点以下の攪拌部 (Fig. 4-5 (f)) ではほとんど全面粒界破面で構成された破面 (粒界破面率 98 %) が認められた. 偏析熱処理による破壊形態の変化は, P の粒界濃度の増加に起因すると考えられ, 詳細については 4.3.3 項, 4.4.1 項で議論する.

### 4.3.3 粒界偏析

4.3.2 項で記述したように、攪拌部の衝撃試験における破壊形態は接合温度により変化した。加えて母材、攪拌部ともに、偏析熱処理により粒界破壊が促進された。そこで本項では、各接合温度で得られた攪拌部の偏析熱処理前後の試料それぞれについて 3DAPT による分析を行い、P の粒界偏析を解析した結果を示す。

Fig. 4-6 に偏析処理前の攪拌部の各試料における大角粒界を含む近傍の P と C の元素マップと濃度プロファイルを示す。各元素の粒界濃度を正確に測定するため、粒界が観察面に対して垂直なるように回転して解析した。いずれの試料においても、C と P が粒界に偏析していることがみてとれる。

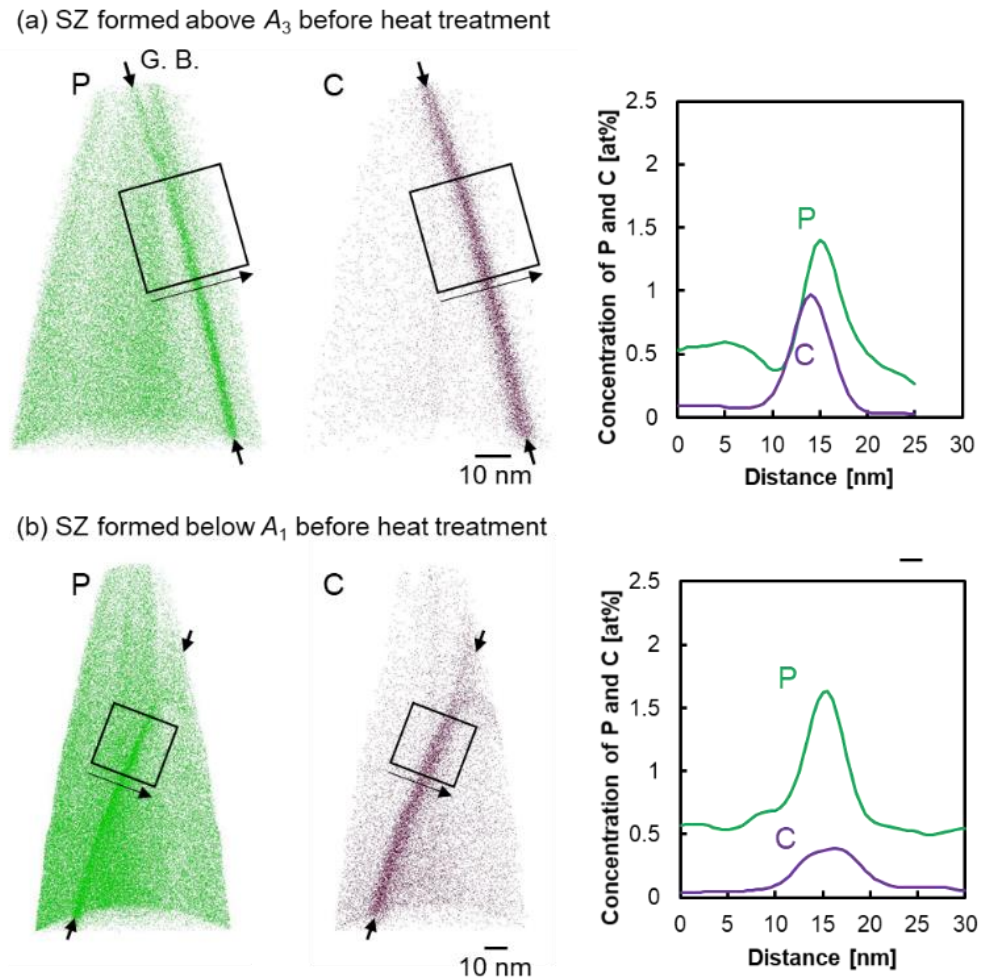
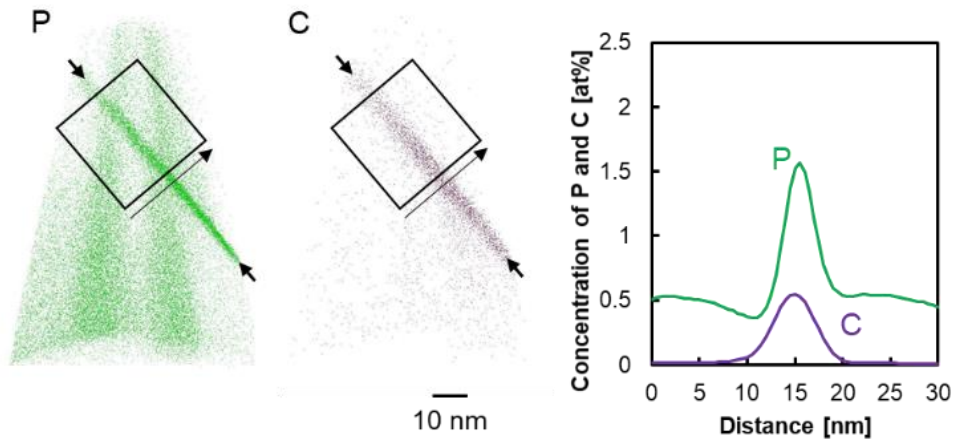


Fig. 4-6 Typical elemental maps and concentration profiles of P and C near high-angle grain boundaries in the SZs formed above  $A_3$  and below  $A_1$ : (a) SZ formed above  $A_3$  before heat treatment and (b) SZ formed below  $A_1$  before heat treatment.

(c) SZ formed above  $A_3$  after heat treatment



(d) SZ formed below  $A_1$  after heat treatment

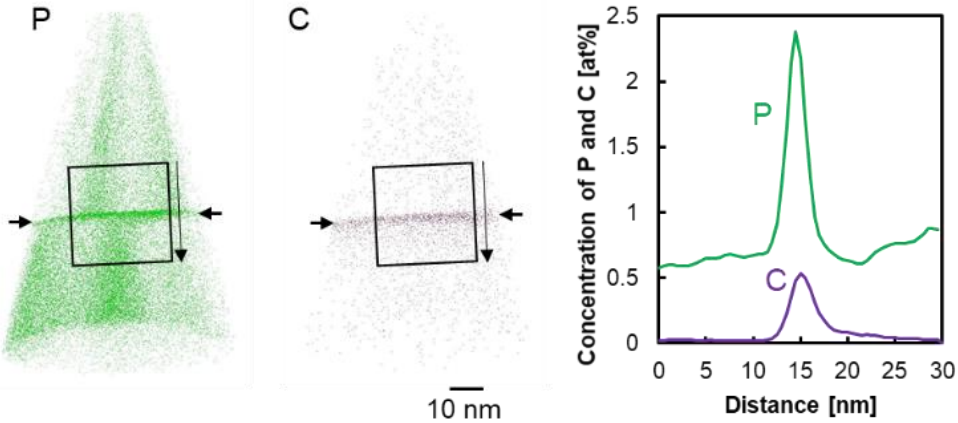


Fig. 4-6 Typical elemental maps and concentration profiles of P and C near high-angle grain boundaries in the SZs formed above  $A_3$  and below  $A_1$ : (c) SZ formed above  $A_3$  after heat treatment and (d) SZ formed below  $A_1$  after heat treatment.

まず Fig. 4-6 (a), (b)に示す偏析熱処理前の  $A_3$  点以上の攪拌部と  $A_1$  点以下の攪拌部の結果を比較すると、 $A_3$  点以上の攪拌部の P のピーク濃度は  $A_1$  点以下の攪拌部と比較して低く、反対に  $A_3$  点以上の攪拌部の C のピーク濃度は  $A_1$  点以下の攪拌部と比較して高いことがわかる。Fig. 4-6 (c), (d)に偏析熱処理後の  $A_3$  点以上の攪拌部と  $A_1$  点以下の攪拌部の結果を示す。偏析熱処理前後の結果を比較すると、偏析熱処理後においても偏析熱処理前と同様に P のピーク濃度は  $A_1$  点以下の攪拌部の方が高く、C のピーク濃度は  $A_3$  点以上の攪拌部の方が高いことがわ

かった．さらに，Fig. 4-7 には，偏析熱処理前後での粒界 P 濃度 (Fig. 4-7(a)) と粒界 C 濃度 (Fig. 4-7(b)) の変化を示す．これらの図から明らかなように，偏析熱処理により粒界 P 濃度は増加し，粒界 C 濃度は低下したが，詳細な定量的な評価については以下に述べる．

一般的に，3DAPT で検出される粒界偏析幅は本来の幅よりも広がっていると予想されるため，以下の方法で各元素の定量的な粒界濃度を注意深く評価した．まず，各試料について 2 つまたは 3 つの試料で解析を行い，Fig. 4-7 には測定誤差範囲も示している．また，粒界濃度の計算については，粒界における単位面積当たりの過剰原子数 (interfacial excess) を定義し<sup>[3]</sup>，粒界の厚さを 0.6 nm と仮定して行った．Fig. 4-7 (a) に示す P の粒界濃度について，偏析熱処理前では  $A_3$  点以上の攪拌部は 4.1 at%， $A_1$  点以下の攪拌部は 7.3 at% を示し， $A_1$  点以下の攪拌部の方が高い値を示した．また，偏析熱処理後では， $A_3$  点以上の攪拌部は 6.6 at%， $A_1$  点以下の攪拌部は 9.6 at% を示し，どちらも偏析熱処理により約 2.5 at% 増加した．一方で，Fig. 4-7 (b) に示す C の粒界濃度について，偏析熱処理前では  $A_3$  以上の攪拌部は 5.4 at% を示したのに対し， $A_1$  点以下の攪拌部は 3.2 at% を示し， $A_3$  点以上の攪拌部の方が高い値を示した．また，偏析熱処理後では， $A_3$  以上の攪拌部は 3.6 at% を， $A_1$  点以下の攪拌部は 2.5 at% を示し，どちらも偏析熱処理により低下した．以上より，粒界 P 濃度は  $A_1$  点以下の攪拌部において高く，偏析熱処理によりさらに増加し，粒界 C 濃度は  $A_3$  点以上の攪拌部において高く，偏析熱処理により低下するという対照的な結果が得られた．

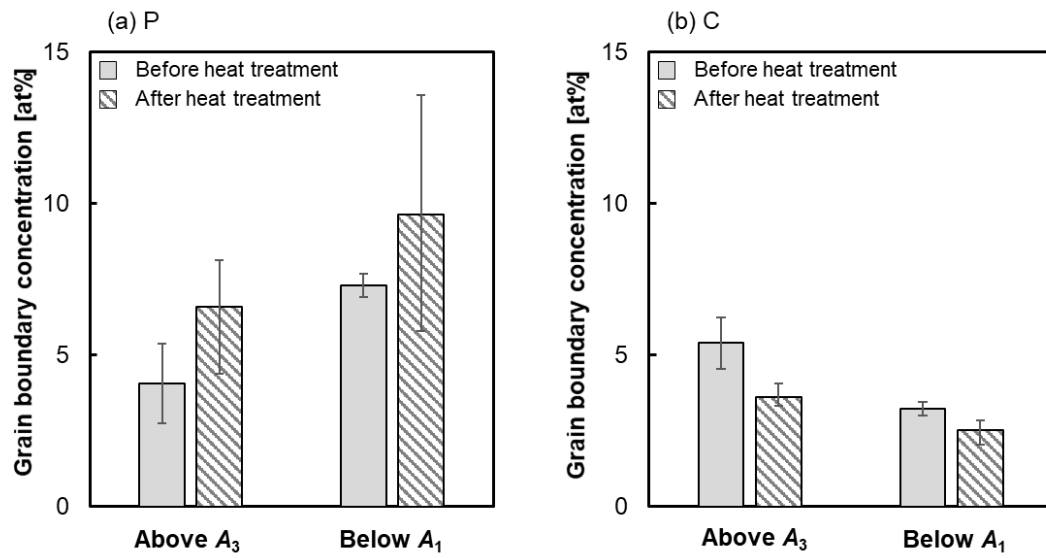


Fig. 4-7 Grain boundary concentration of (a) P and (b) C in the SZs of FSWed joints before and after the additional heat treatment for P segregation.



## 4.4 考察

### 4.4.1 FSW 冷却中の C, P の粒界偏析に及ぼす結晶粒径の影響

Fig. 4-5 (b), (c)に示したように、偏析熱処理前の  $A_3$  点以上の攪拌部の DBTT 直下の温度での破壊形態は全面的にへき開破壊であったが、 $A_1$  点以下の攪拌部はへき開破壊に加えて粒界破壊も同時に起こっていた。 $A_1$  点以下の攪拌部で粒界破壊が起こったのは、Figs. 4-6, 4-7 で示したように、 $A_1$  点以下の攪拌部における粒界 P 濃度が  $A_3$  点以上の攪拌部と比較して高いことに起因すると考えられる。結晶粒の微細化は溶質の粒界偏析量を低減させることが報告されており<sup>[4,5]</sup>、それに従うとフェライト粒が極めて微細な  $A_1$  点以下の攪拌部では粒界 P 濃度が低くなると予想されるが、その反対の結果が得られたことになる。したがって、FSW 後の非常に短い冷却時間中に発生した粒界偏析は、従来の理解とは異なる可能性がある。

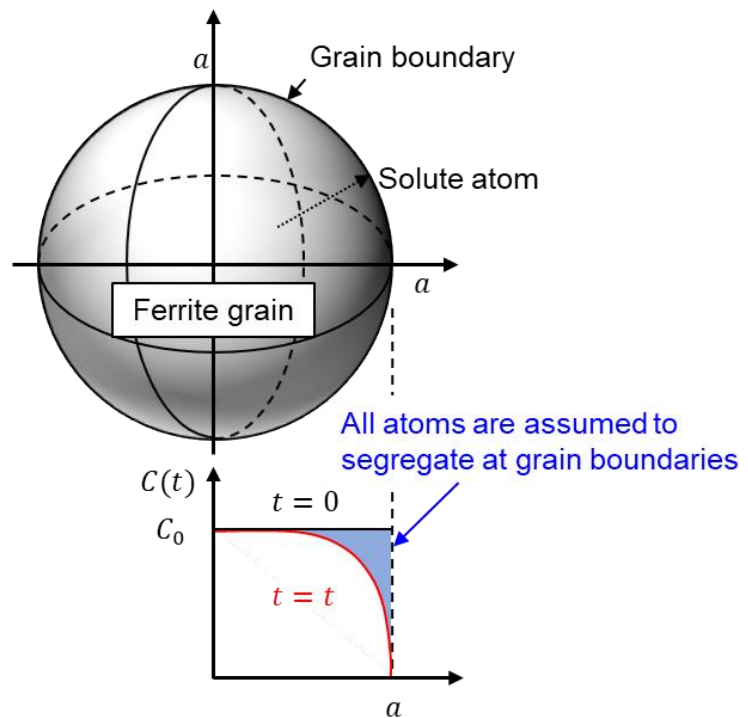


Fig. 4-8 Schematic of a model of the early stage of grain boundary segregation based on the diffusion equation assuming grain boundaries are sink sites for segregated elements.

これまでの粒界偏析に関する研究は主に平衡状態に関して行われてきたが、FSW 中に発生する粒界偏析は、短時間の非平衡状態を考える必要がある。しかし、非平衡状態の粒界偏析における速度論に関して、結晶粒径が及ぼす影響についてはこれまでほとんど議論されていない。本項では粒界偏析の初期段階における結晶粒径の影響について、計算により検討した。この議論は本来粒界偏析の駆動力として偏析エネルギーを使用すべきであるが、簡単のために、粒界を溶質の無限のシンクサイトと仮定し、拡散方程式を使用して検討した。

Koyama ら<sup>[6]</sup>は、低炭素鋼の冷却中における固溶 C 濃度の変化の定式化について検討した。彼らは、Fig. 4-8 に示すように、結晶粒が半径  $a$  の球であり、結晶粒界は固溶 C の無限のシンクサイトであると仮定し、Fick の拡散方程式を使用して冷却中の C の粒界へのシンク量を計算した。時間の経過に伴い、粒界近傍の C が粒界に拡散して粒界近傍で粒内よりも固溶 C 濃度が低くなるような濃度分布に変化する。結晶粒内の平均固溶 C 濃度  $\bar{C}(t)$  は次のように記述される。

$$\bar{C}(t) - S = \frac{6C_0}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \left[ \frac{1}{n^2} \exp \left\{ - \left( \frac{n\pi}{a} \right)^2 Dt \right\} \right] \quad (4-1)$$

ここで、 $C_0$  は初期固溶 C 濃度、 $S$  はセメンタイトの固溶限、 $D$  は拡散係数である。このモデルが P などの粒界偏析元素にも適用できると仮定し、粒界に拡散した全ての原子が粒界偏析に寄与し、粒界では析出物を形成しないとすると、粒界偏析した溶質原子の濃度  $x(t)$  は式(4-1)を用いて、式(4-2)のように表せる。

$$x(t) = \frac{2a}{3t_h} (C_0 - C(t)) \quad (4-2)$$

ここで、 $t_h$  は粒界の厚さである。この式から得られる粒界濃度と結晶粒径の関係について Fig. 4-9 に示す。

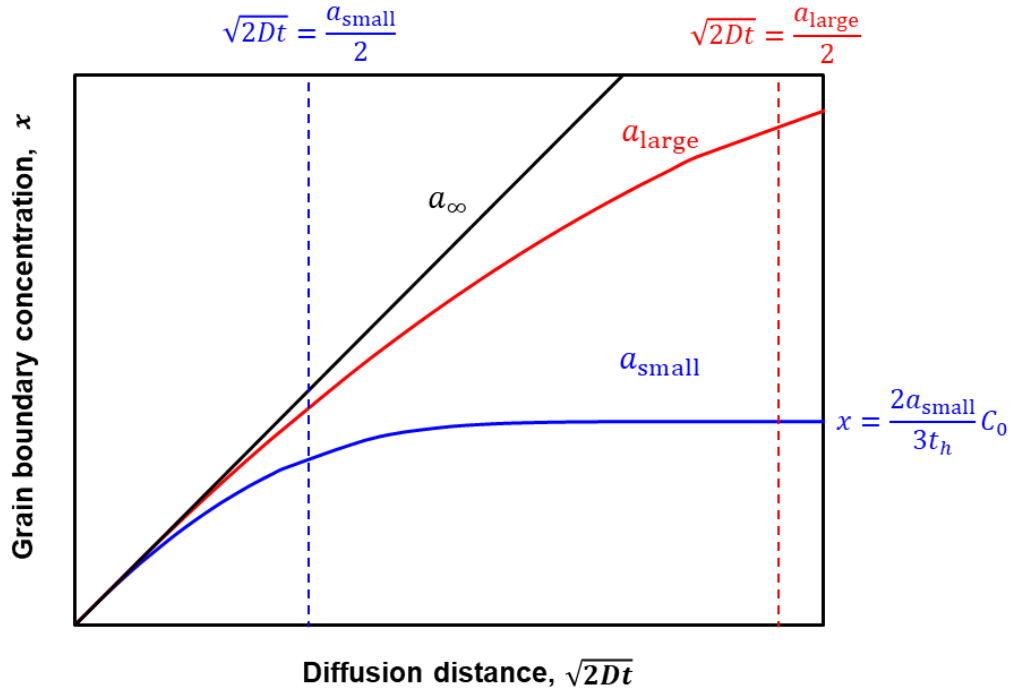


Fig. 4-9 Effect of grain size on the relationship between grain boundary concentration and diffusion distance derived from Eqs. (4-1) and (4-2).  $a_{small}$ ,  $a_{large}$ , and  $a_\infty$  represent relatively small, relatively large, and infinitely large grain radii, respectively.

縦軸を粒界濃度，横軸を拡散距離（時間の関数）として表した．また，結晶粒半径が無限に大きい場合（ $a_\infty$ ），結晶粒半径が比較的大きい場合（ $a_{large}$ ），結晶粒半径が比較的小さい場合（ $a_{small}$ ）の3パターンの曲線を模式的に示した．まず拡散距離が結晶粒半径に比べて十分小さい場合には，粒界濃度は結晶粒半径に関わらず，拡散距離に対して同じ勾配で増加する．一方で，拡散距離が結晶粒半径に対して無視できないほど大きくなると，粒界濃度は結晶粒半径によって違いが出るようになり，結晶粒半径が大きいほど粒界濃度は高くなる．これは，従来の平衡偏析量に関する知見と一致する．拡散距離が結晶粒半径に対して十分小さい場合に粒界偏析濃度が結晶粒径の影響を受けないのは，粒界を平面として近似できるからと考えられる．

次に，FSW 後の冷却中の P，C の拡散距離について考察する．Fig. 4-1 に示す温度履歴によると，接合部の温度は最高到達温度に達してから約 20 s で 200°C

まで低下し、その間に各原子は粒界に偏析することになる。温度履歴を用いて、各温度での拡散距離 ( $2\sqrt{Dt}$ ) を積分して冷却中の各原子の拡散距離を計算した。各原子の格子拡散係数<sup>[7, 8]</sup>には以下の値を用いた<sup>[6, 7]</sup>。

$$D_P = 8.0 \times 10^1 \exp\left(-\frac{314000}{8.314T}\right) \quad [\text{m}^2/\text{s}] \quad (4-3)$$

$$D_C = 2.0 \times 10^{-6} \exp\left(-\frac{84140}{8.314T}\right) \quad [\text{m}^2/\text{s}] \quad (4-4)$$

$A_1$  点以下の FSW の冷却中の P の拡散距離は約  $0.07 \mu\text{m}$  と推定され、フェライト粒径に比べて十分小さいといえる。したがって、Fig. 4-9 に示した粒界濃度と拡散距離の関係から、 $A_1$  点以下の FSW の冷却中の P の粒界偏析は結晶粒径に依存しないといえる。一方で、 $A_1$  点以下の FSW の冷却中の C の拡散距離は約  $60 \mu\text{m}$  と推定された。この距離は、 $A_3$  点以上の攪拌部および  $A_1$  点以下の攪拌部中のフェライト粒径と比較してもかなり大きい。したがって、C は十分に拡散できるため、C の粒界偏析は FSW の冷却中の短時間においてもほとんど平衡状態に達したと考えられる。Figs. 4-6, 4-7 では、C の粒界濃度は  $A_3$  点以上の攪拌部の方が  $A_1$  点以下の攪拌部より高く、結晶粒径の増加に伴い粒界濃度が増加する傾向が示された。この傾向は、既に報告された平衡状態における粒界偏析に及ぼす結晶粒径の影響<sup>[4, 5]</sup>と一致する。

反対に、Figs. 4-6, 4-7 に示すように、 $A_1$  点以下の攪拌部における P の粒界濃度は  $A_3$  点以上の攪拌部と比較して高い。これは、粒界に偏析した C が P の偏析を妨げるサイトコンペティション効果<sup>[9-12]</sup>に起因すると考えられる。すなわち、 $A_3$  点以上の攪拌部は粒界 C 濃度が高いため粒界 P 濃度が低くなったと推察した。

$A_1$  点以下の攪拌部における粒界 P 濃度が高くなった他の要因として、FSW 中の動的再結晶で形成された格子欠陥による P の高速拡散の可能性も考えられる。高温での激しい塑性変形が粒界偏析を誘発することが報告されている<sup>[13-15]</sup>。Sauvage ら<sup>[15]</sup>は、可動転位や移動する粒界が溶質を引きずり、高速拡散経路とし

て機能して溶質の拡散速度を高め、またひずみで誘起された原子空孔も拡散を助長すると説明している。攪拌部の転位と空孔の量は、接合温度により次のように変化すると予想される。 $A_3$ 点以上のFSWでは冷却時に拡散変態が起こるため、形成される転位密度は極めて低くなる。これに対して、 $A_1$ 点以下のFSWでは、接合中に変態は起こらず、動的再結晶のみが起こるため、比較的高密度の転位が形成される。Fig. 4-10に $A_3$ 点以上の攪拌部と $A_1$ 点以下の攪拌部のTEM像を示す。Fig. 4-10 (a), (c)に示す $A_3$ 点以上の攪拌部では、転位密度は低いことが認められる。一方で、Fig. 4-11 (b), (d)に示す $A_1$ 点以下の攪拌部では多くの転位が観察され、これはフェライトの動的再結晶に起因すると考えられる。転位にP等の元素が偏析した様子を3DAPTにより観察した例も報告されているが<sup>[16]</sup>、Fig. 4-6(b), (d)に示す $A_1$ 点以下の攪拌部における3DAPTのPの元素マップでは、転位へのPの偏析は認められなかった。

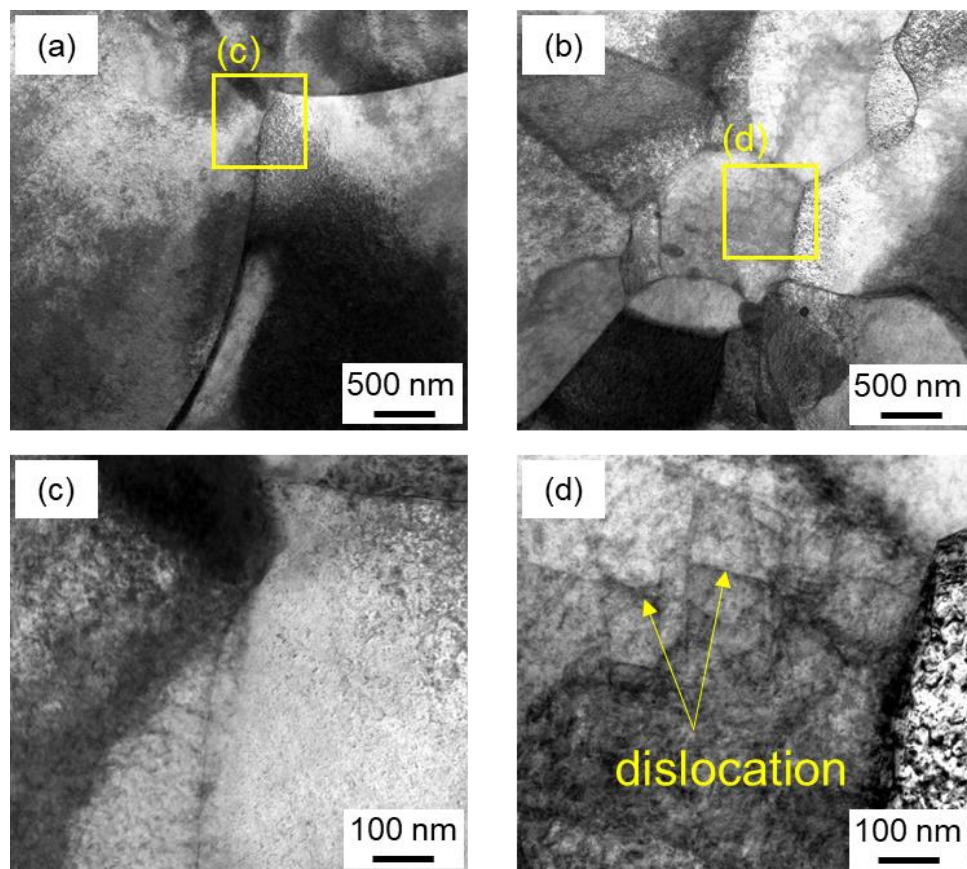


Fig. 4-10 Bright-field TEM images of the as-FSWed SZs formed (a) above  $A_3$  and (b) below  $A_1$ . (c) and (d) are magnified images of (a) and (b), respectively.

#### 4.4.2 靱性に及ぼす P の粒界偏析の影響

一般に、P の粒界濃度に比例して DBTT は上昇し、靱性が低下する。ただし、この関係は粒界破壊が発生した場合にのみ成立する。へき開破壊のみが発生する場合には、粒界の破壊強度はへき開破壊強度より大きいので、破壊には寄与しない。この場合、P の粒界偏析は靱性に影響を及ぼさず、むしろ固溶 P や結晶粒径がへき開破壊の支配因子となる。したがって、P の粒界偏析は、P の粒界濃度があるしきい値を超えた時に初めて靱性に影響を及ぼすと予想される。

Fig. 4-11 に、偏析熱処理前後の各条件の攪拌部の衝撃試験と 3DAPT 分析で得られた粒界破面率と粒界 P 濃度の関係を示す。Ding ら<sup>[17]</sup>は、2.25%Cr-1%Mo 鋼において P の粒界濃度の増加に伴い粒界破面率が直線的に増加することを報告している。Fig. 4-11 のグラフはプロット点が限られているものの、Ding らの報告と同様に直線的な関係とみることができる。この直線によると、粒界 P 濃度が約 6 at% で粒界破壊が生じはじめ、約 10 at% で全面的に粒界破壊することになる。Hashimoto ら<sup>[18]</sup>は、第一原理計算を行い、P が粒界で Fe<sub>9</sub>P クラスターを形成し、クラスターを取り囲む Fe-Fe の結合を弱めることを報告した。全面的に粒界破壊が起こり始める粒界 P 濃度 10 at% はクラスターにおける P 濃度と一致することから、粒界全体にクラスターが形成されると粒界破壊が全面的に起こるようになるかと推察される。ただし、Fig. 4-11 の結果には C の粒界偏析の影響も含まれていることに注意が必要である。C は P の粒界偏析を抑制するだけでなく、粒界の結合力自体を向上することも報告されているからである<sup>[19]</sup>。

Fig. 4-12 に本章の全試料の DBTT とフェライト粒径の関係を示す。粒界破面率が 20 % 未満の試料では、フェライト粒径 ( $d$ ) が小さくなる（すなわち、 $d^{1/2}$  が増加する）のに伴い、DBTT は低温側に直線的にシフトした。すなわちホール・ペッチの関係を満たしていることから、粒界破面率が 20 % 未満では、P の粒界偏析が靱性に及ぼす影響は小さく、靱性の支配因子は結晶粒径であるといえる。Ding ら<sup>[17]</sup>は、粒界破面率が 20 % 以下の試料では、P の粒界偏析が靱性を低下させないことを報告しており、今回の結果と一致する。A<sub>3</sub> 点以上の攪拌部に偏析

熱処理を施すと、粒界 P 濃度は 4.1 at% から 6.6 at% に増加したことにより粒界破面率は 0 % から 15 % に増加したが、DBTT にほとんど変化はなかった。むしろ偏析熱処理により DBTT がわずかに低温側にシフトしたのは、マルテンサイトの焼戻しの影響の可能性がある。一方で、 $A_1$  点以下の攪拌部に偏析熱処理を施すと、粒界 P 濃度は 7.3 at% から 9.6 at% に増加したことにより粒界破面率が 18 % から 98 % に著しく増加し、その結果 DBTT が大幅に上昇した。したがって、粒界破面率 20 % 以上の場合は、P の粒界偏析が靱性を低下させることが示された。

Fig. 4. 11 から粒界破面率が 20 % となるのは粒界 P 濃度が約 7 at% (3.9 wt%) の場合であることがわかる。したがって、P の粒界濃度を約 7 at% 以下に抑えることができれば、高 P 鋼においても粒界脆化は起きず、結晶粒の微細化により靱性を向上させることができると結論付けられる。

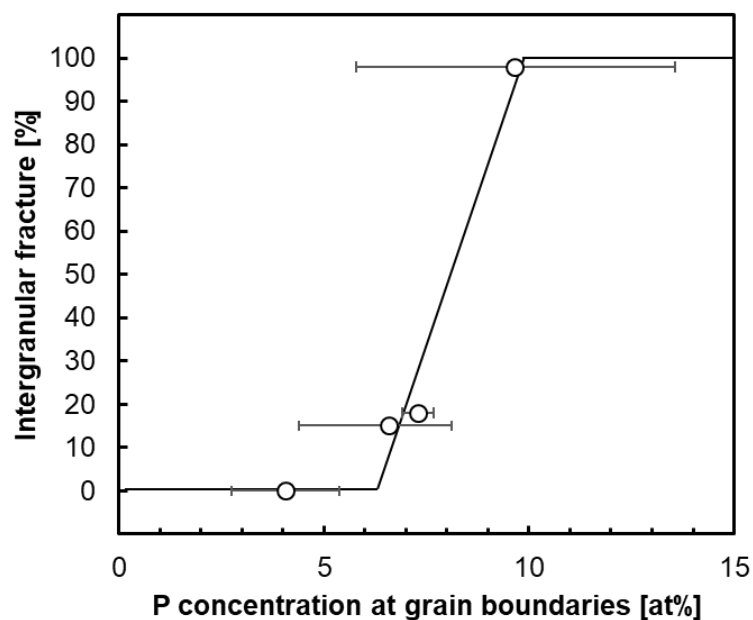


Fig. 4-11 Relationship between the P concentration at grain boundaries and intergranular fracture ratio in the SZs.

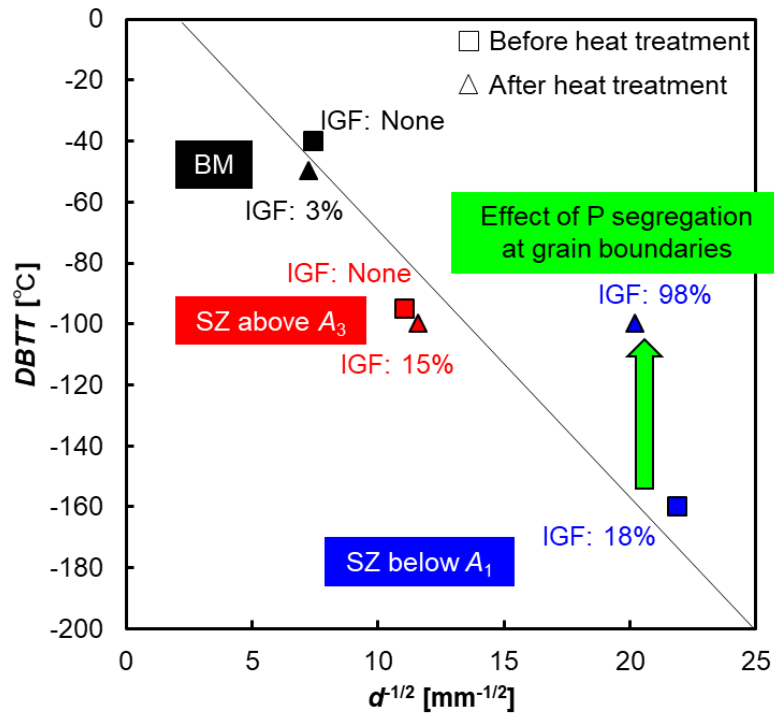


Fig. 4-12 Relationship between the DBTT and  $d^{1/2}$ , where  $d$  is the grain diameter of ferrite in the BMs and SZs of FSWed joints before and after the additional P segregation heat treatment.

粒界破面率が 20 % 以下の場合に P の粒界偏析が靱性にほとんど影響を及ぼさない理由を調べるために、一部の試料の脆性破面の断面を観察した。観察した試料には、偏析熱処理前の  $A_3$  点以上の攪拌部（粒界破面率: 0 %）、偏析熱処理後の  $A_3$  点以上の攪拌部（粒界破面率: 15 %）、偏析熱処理後の  $A_1$  点以下の攪拌部（粒界破面率: 98 %）の粒界破面率がそれぞれ異なる 3 試料を選んだ。Fig. 4-13 に破面断面の IPF マップと SEM 像を示す。IPF マップには破面近傍の結晶粒について、 $\{100\}$  へき開面をトレースして示した。Fig. 4-13 (a), (d) に偏析熱処理前の  $A_3$  点以上の攪拌部では、粒界破壊を伴わずへき開破壊が発生し、 $\{100\}$  面に沿ってき裂が進展している様子が明瞭に確認できる。一方で、Fig. 4-13 (c), (f) に示す偏析熱処理後の  $A_1$  点以下の攪拌部では、ほとんど粒界破壊のみが発生し、粒界に沿ってき裂が進展した。このき裂の進展方向は  $\{100\}$  へき開面とは無関係であることがわかる。Fig. 4-13 (b), (e) に示す偏析熱処理後の  $A_3$  点以上の攪拌部では、



へき開破面が主であるが粒界破面が点在している様子が SEM 像からみてとれる. IPF マップを見ると, き裂は $\{100\}$ へき開面に沿って進行しており, 粒界破壊が起きた粒についてもその方向に進展している. したがって, 粒界破壊の割合が小さい場合, 粒界破壊した結晶粒の周囲の結晶粒はへき開破壊を示すため, き裂の進展にはへき開破壊が支配的な影響を及ぼすと考えられる. 一方, 粒界破壊の割合がそれ以上になった場合は, 隣接する粒子が粒界破壊する確率が高くなり, 粒界破壊がき裂の進展に及ぼす影響は無視できなくなると考えられ, その粒界破面率のしきい値が 20 %であると推察した.

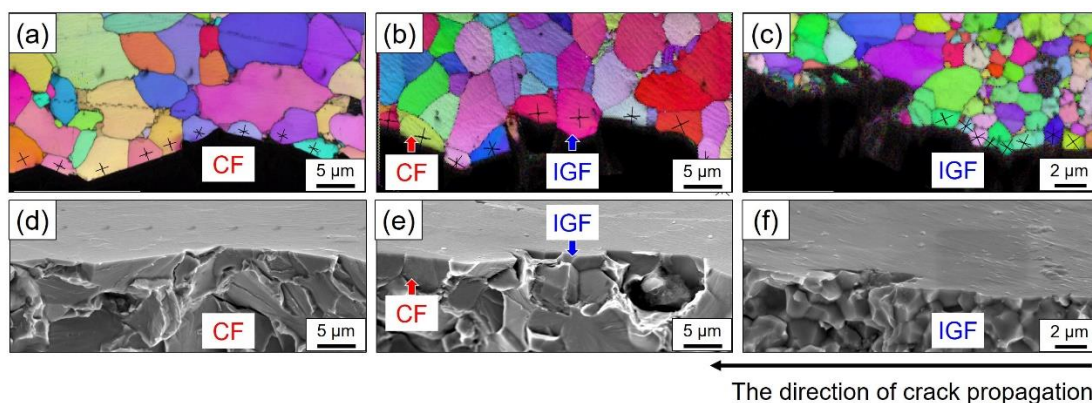


Fig. 4-13 (a)-(c) IPF maps and (d)-(f) SEM images of the cross sections of the fractured surfaces shown in Fig. 4-5. (a), (d) SZ in joint FSWed above  $A_3$ ; (b), (e) SZ in joint FSWed above  $A_3$  after the segregation heat treatment; and (c), (f) SZ in joint FSWed below  $A_1$  after the segregation heat treatment. The symbol + represents  $\{100\}$  cleavage planes.

## 4.5 結言

P を 0.3 wt%含有する高 P 耐候性鋼の FSW 継手の母材および攪拌部の粒界偏析と靱性との関係を、熱処理によって意図的に偏析させることにより調査し、以下の知見が得られた。

- (1)  $A_1$  点以下の攪拌部の粒界 P 濃度は  $A_3$  点以上の攪拌部と比較して高く、反対に粒界 C 濃度は  $A_3$  点以上の攪拌部と比較して低かった。
- (2) 結晶粒界を溶質原子の無限のシンクサイトであると仮定し、拡散方程式を用いて、非平衡状態における粒界偏析の速度論について解析した。溶質の拡散距離が結晶粒径に比べて十分小さいような短い時間では、溶質の粒界濃度は結晶粒径に依存しない。一方で、溶質の拡散距離が結晶粒径に比べて無視できない長さになると、溶質の粒界濃度は結晶粒が小さいほど低くなる。
- (3) 上記(2)の結果を基にすると、FSW 後の冷却中、C は急速に拡散するため、C の粒界偏析はほとんど平衡状態に達すると推察され、平衡偏析理論に従って粒界 C 濃度は結晶粒微細化に伴い低下する。一方で、P は非常に短い距離しか拡散できないため、P の粒界偏析は結晶粒径の影響を受けないと予想される。
- (4)  $A_1$  点以下の攪拌部（細粒）の粒界 P 濃度が  $A_3$  点以上の攪拌部（粗粒）より大きい理由としては、 $A_1$  点以下の攪拌部の粒界 C 濃度が比較的 low、サイトコンペティション効果による P の粒界偏析の抑制効果が低いことや、FSW 中の動的再結晶で形成された格子欠陥により P の拡散速度が増加したことが考えられる。
- (5) P の粒界濃度を約 7 at%以下に抑えると、粒界破面率は 20 %以下となり、靱性にほとんど影響を及ぼさないと考えられる。したがって、P を 0.3 wt%含有する高 P 耐候性鋼においても、結晶粒径と粒界偏析を制御すれば優れた靱性を示すことが期待される。

#### 第 4 章の参考文献

- [1] J. Capelle, M. B. Amara, G. Pluvinage and Z. Azari: *Fatigue. Fract. Engng. Mater. Struct.*, **37** (2014), 1367.
- [2] T. Ando, N. Ito, W. Inagaki and N. Nakazato: *Mater. Trans.*, **60** (2019), 865.
- [3] B.W. Krakauer and D.N. Seidman: *Phys. Rev. B*, **48** (1993), 6724.
- [4] K. Ishida: *J. Alloys Compd.*, **235** (1996), 244.
- [5] Y. Zhao, S. Song, H. Si and K. Wang: *Metals*, **7** (2017), 470.
- [6] K. Koyama, Y. Kuroda, H. Katoh and M. Nagumo: *Tetsu-to-Hagané*, **71** (1985), 1497.
- [7] G. Luckman, R. A. Didio and W. R. Graham: *Metall. Trans.*, **12A** (1981), 253.
- [8] C. A. Wert: *Phys. Rev.*, **79** (1950), 601.
- [9] H. Erhart and H. J. Grabke: *Met. Sci.*, **15** (1981), 401.
- [10] S. Suzuki, M. Obata, K. Abiko and H. Kimura: *Scr. Metall.*, **17** (1983), 1325.
- [11] K. Abiko, S. Suzuki and H. Kimura: *Trans. Jpn. Inst. Met.*, **23** (1982), 43.
- [12] S. Suzuki, M. Obata, K. Abiko and H. Kimura: *Tetsu-to-Hagané*, **70** (1984), 2262.
- [13] T. Xu: *J. Mater. Sci.*, **35** (2000), 5621.
- [14] S. H. Song, Q. Zhang and L. Q. Weng: *Mater. Sci. Eng. A*, **473** (2008), 226.
- [15] X. Sauvage, A. Duchaussoy and G. Zaher: *Mater. Trans.*, **60** (2019), 1151.
- [16] J. Takahashi, K. Kawakami, J. Hamada and K. Kimura: *Acta Mater.*, **107** (2016), 415.
- [17] R. Ding, A. Islam, S. Wu and J. Knott: *Mater. Sci. Tech.*, **21** (2005), 467.
- [18] M. Hashimoto, Y. Ishida, S. Wakayama, R. Yamamoto, M. Doyama and T. Fujiwara: *Acta Metall.*, **32** (1984) 1.
- [19] S. Suzuki, M. Obata, K. Abiko and H. Kimura: *Tetsu-to-Hagané*, **70** (1984), 2262.

## 第 5 章 高 P 耐候性鋼の線形摩擦接合

### 5.1 緒言

耐候性鋼は橋梁等のインフラ構造物に使用される鋼材であるため、少なくとも 10 mm 厚以上の厚板の接合が求められる。しかし、摩擦攪拌接合ではツールの耐久性が問題となり厚板の接合が困難である。一方で、線形摩擦接合は材料同士を直接摩擦して接合するのでツールを要さず、厚板の接合が可能であると予想される。しかし、鉄鋼材料の厚板を接合した研究は多くはない。また、Kuroiwa ら<sup>[1]</sup>は 2.6 mm 厚の中炭素鋼 (0.45C) について、印加圧力により接合温度を制御することが可能で、高印加圧力を付与することにより  $A_1$  点以下の温度で接合可能であることを報告した (原理については第 2 章で記述した)。高 P 耐候性鋼において、 $A_1$  点以下の温度で摩擦攪拌接合した攪拌部が優れた靱性を示すことは前章まで述べており、線形摩擦接合でも  $A_1$  点以下の温度で接合できると望ましいと考えられる。しかし、中炭素鋼に比べて耐候性鋼の強度は低く、また流動応力の温度依存性が異なるため、同様に温度制御できるかどうかは不明である。

そこで、本章ではまず薄板 (3.2 mm 厚) の高 P 耐候性鋼について線形摩擦接合を行い、印加圧力による温度制御を行い  $A_1$  点以下の温度で接合可能であるか調査した。次に、厚板 (12 mm 厚) の高 P 耐候性鋼について線形摩擦接合を行い、厚板でも接合可能であるか検討し、印加圧力による温度制御も試みた。

### 5.2 実験方法

#### 5.2.1 供試材

本章では供試材として、高耐候性圧延鋼材 (SPA-H: JIS G 3125) <sup>[2]</sup>を用いた。板厚は 3.2 mm 厚 (薄板) と 12 mm 厚 (厚板) の 2 水準とした。各板厚の試料の化学組成を Table 5-1 に示す。統合型熱力学計算ソフトウェア Thermo-Calc を用いると、SPA-H の変態点は  $A_1$  点が 733°C、 $A_3$  点が 890°Cであると算出された。また、各試料の機械的特性を Table 5-2 に示す。これらのデータは、3.2 mm 厚の

試料では標点間距離を 50 mm とし、12 mm 厚の試料では標点間距離を 200 mm とした引張試験により得られたものである。Fig. 5.1 に SPA-H の強度の温度依存性を示す。これは、3.2 mm 厚の試料を用いて作製した幅 2 mm，厚さ 2 mm，標点間距離 5 mm の引張試験片を用いて，LFW のひずみ速度を想定したひずみ速度  $0.5 \text{ s}^{-1}$  で行った高温引張試験により得られたものである（引張試験機：SHIMADZU Autograph AGS-X 10 kN）。試験温度の制御にはイメージ炉（ULVAC RHL-P610CP）を用いて，大気雰囲気中で使用した。

Table 5-1 Chemical composition of the steels used in this study. (wt%)

Steels	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr
3.2 mm thick sample	0.08	0.44	0.36	0.087	0.005	0.25	0.16	0.64
12 mm thick sample	0.08	0.44	0.39	0.087	0.003	0.27	0.17	0.64

Table 5-2 Mechanical properties of the steels used in this study.

Steels	Yield strength [MPa]	Tensile strength [MPa]	Elongation [%]
3.2 mm thick sample	400	522	37
12 mm thick sample	382	521	25

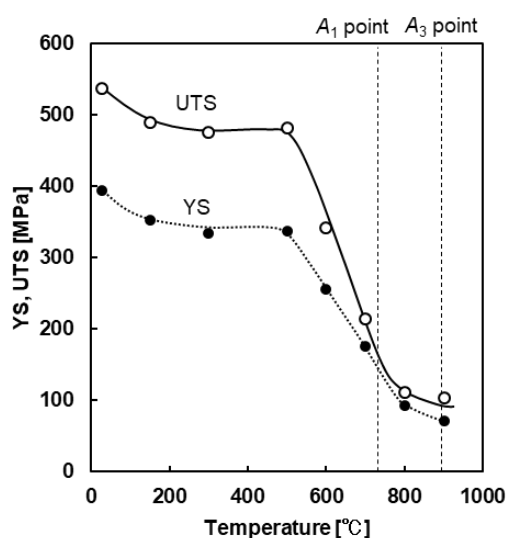


Fig. 5-1 Temperature dependence of YS (yield strength) and UTS (ultimate tensile strength) of SPA-H steel used in this study.

### 5.2.2 線形摩擦接合装置

線形摩擦接合には、ACB 社製の線形摩擦接合装置 LFD15 を用いた。Fig. 5-2 に当該装置の外観写真を示す。Fig. 5-2 (b)の左側の治具が上下に振動し、写真右側の治具が加圧を担う構造となっており、それぞれの治具に試料を設置して使用する。本装置は油圧駆動で、軸方向に最大 150 kN の荷重を付加できる。周波数（frequency）および振幅（amplitude）の出力可能範囲を Fig. 5-3 に示す。周波数は 15～75 Hz、振幅は 0～±4 mm の範囲で設定できる。振動における最大加速度（max acceleration）は  $300 \text{ m/s}^2$ 、最大速度（max speed）は 1 m/s であるため、周波数 40 Hz 以上では、設定できる最大の振幅は周波数によって変化する。最大摩擦時間は最大摩擦速度によって異なるが、4～10.5 s である。

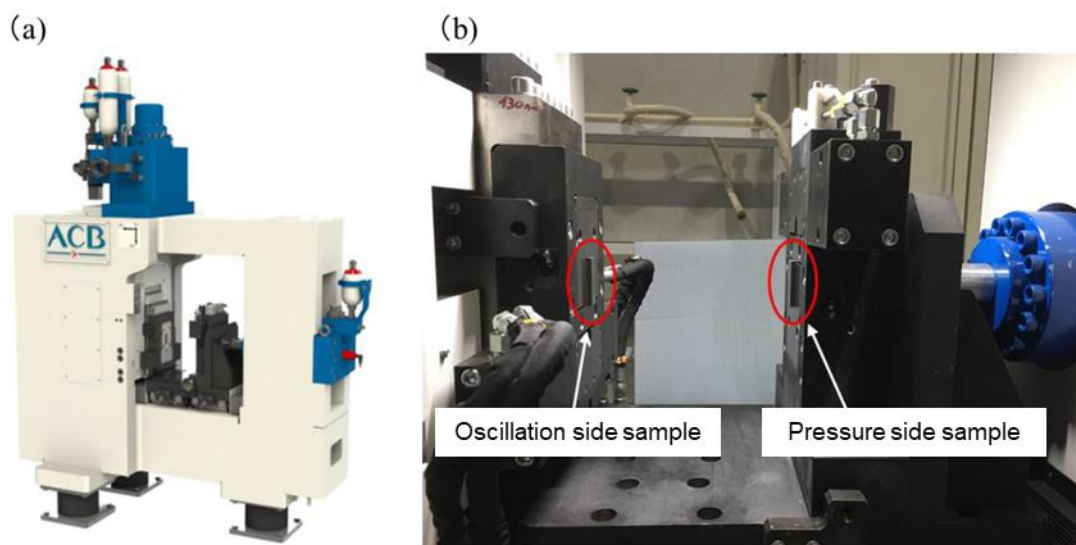


Fig. 5-2 Photographs of (a) the entire linear friction welding equipment and (b) the working part used in this study.

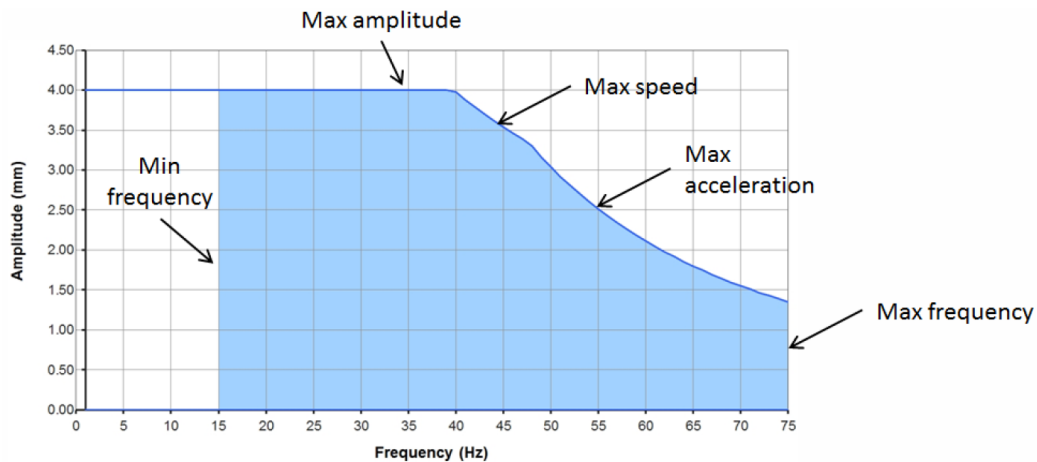


Fig. 5-3 Range of welding condition achievable by the linear friction welding equipment.

### 5.2.3 接合条件

接合前の試料寸法は Fig. 5-4 に示すように幅 30 mm，長さ 63 mm とした．長さ方向の 59 mm 分は固定治具の中に入るので，治具から突き出した部分の長さ（突出し長）は 4 mm となる．試料の圧延方向が加圧方向（LD）と一致するように加工した．TD 面，LD 面の 4 面はフライス研削を施して寸法を調節した．

接合パラメータとして，試料同士を圧縮する応力である印加圧力（applied pressure），振動の周波数（frequency），振幅（amplitude），および初期位置から接合終了までの加圧方向の移動量である寄り代（upset）を変化させて実験を行った．接合終了のトリガーは寄り代であり，設定寄り代に達した時点で接合が終了するプログラムとなっている．詳細な接合条件については，5.3 節で詳述する．

熱画像カメラ（チノー製 CPA-T640）を用いて，接合部の温度測定を行った．測定位置は Fig. 5-5 に示すように ND 面の表面である．フレーム数は 30 f/s，放射率は 0.78 とした．

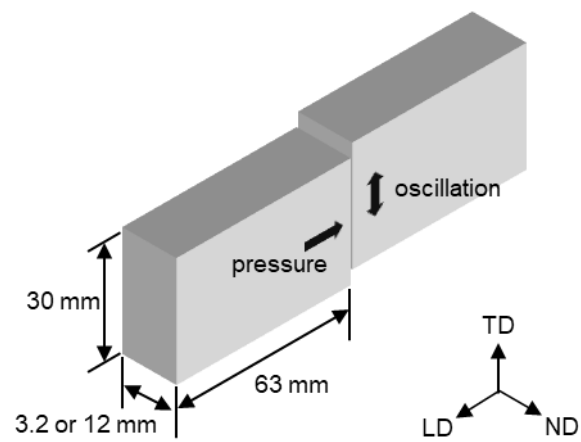


Fig. 5-4 Schematic illustration of sample size for linear friction welding. TD: transvers direction. ND: normal direction. LD: loading direction.

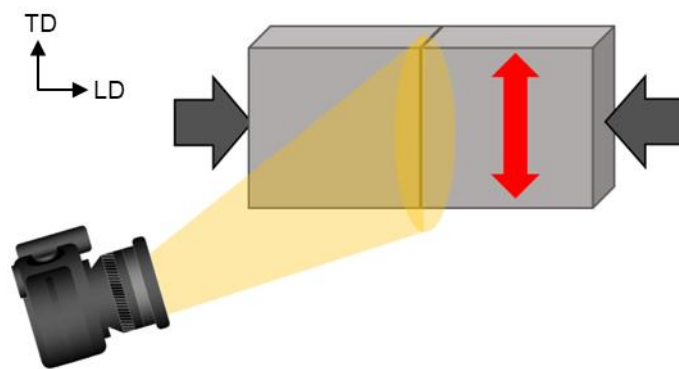


Fig. 5-5 Schematic illustration of temperature measurement.



## 5.2.4 断面組織観察

継手断面の組織観察は、走査型電子顕微鏡（SEM: scanning electron microscope, JEOL JSM-7001FA）を用いて行った。試料は Fig. 5-6 に示すように ND 面の断面を切り出し、板厚中心の面を観察した。観察位置は主に TD の中心部と端部とした。観察面は 3.2.3 項と同様の手法で研磨、エッチングをした。SEM の加速電圧を 15 kV、照射電流を 15 A として観察した。

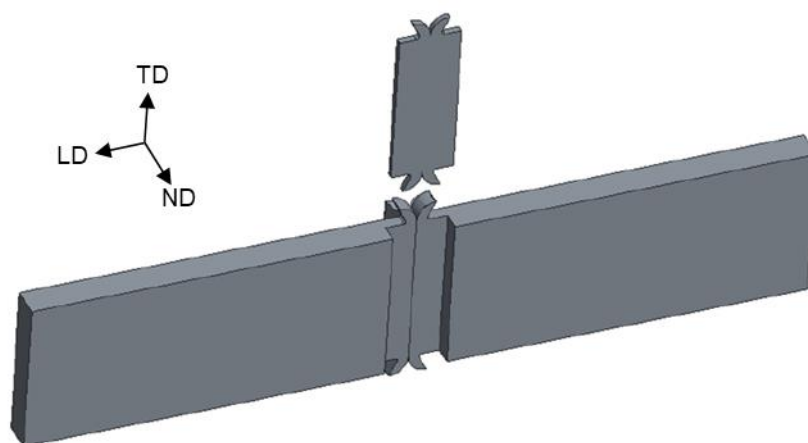


Fig. 5-6 Schematic illustration of sampling for cross sectional microstructure observation by SEM.

## 5.3 実験結果および考察

### 5.3.1 薄板(3.2 mm 厚)の線形摩擦接合

#### 5.3.1.1 温度制御

本項では、3.2 mm 厚の薄板の高 P 耐候性鋼に対して  $A_1$  点以下の接合温度で線形摩擦接合することを目的として、印加圧力による温度制御について検討した。接合条件は Table 5-3 に示すように、振幅、周波数をそれぞれ 1.5 mm, 15 Hz とし、印加圧力を 100~250 MPa で変化させた 4 種類とした。

Fig. 5-7 (a)は各接合条件における接合中の温度履歴であり、振動方向中心部の接合部表面の温度を示している。印加圧力の増加に伴い昇温速度が増加する一方で、最高到達温度が低下したことがわかる。線形摩擦攪拌接合における単位時間当たりの入熱量として、以下の式が提案されている<sup>[3, 4]</sup>。

$$q = \frac{v_t \times \mu F}{A} = 2\pi f a \cos(2\pi f t) \times \mu P \quad (5-1)$$

ここで、 $v_t$ は摩擦速度 (mm/s)、 $\mu$ は摩擦係数、 $F$ は軸方向への印加荷重 (N)、 $A$ は接合面の面積 (mm<sup>2</sup>)、 $f$ は周波数 (Hz)、 $a$ は板幅 (mm)、 $t$ は接合時間 (s)、 $P$ は軸方向への印加圧力 (MPa) である。この式に従うと、単位時間当たりの入熱量は印加圧力に比例するため、印加圧力の増加により昇温速度が増加したことが説明できる。

Table 5-3 Welding condition used in 5.3.1.

Applied pressure [MPa]	Amplitude [mm]	Frequency [Hz]
100	1.5	15
150	1.5	15
200	1.5	15
250	1.5	15

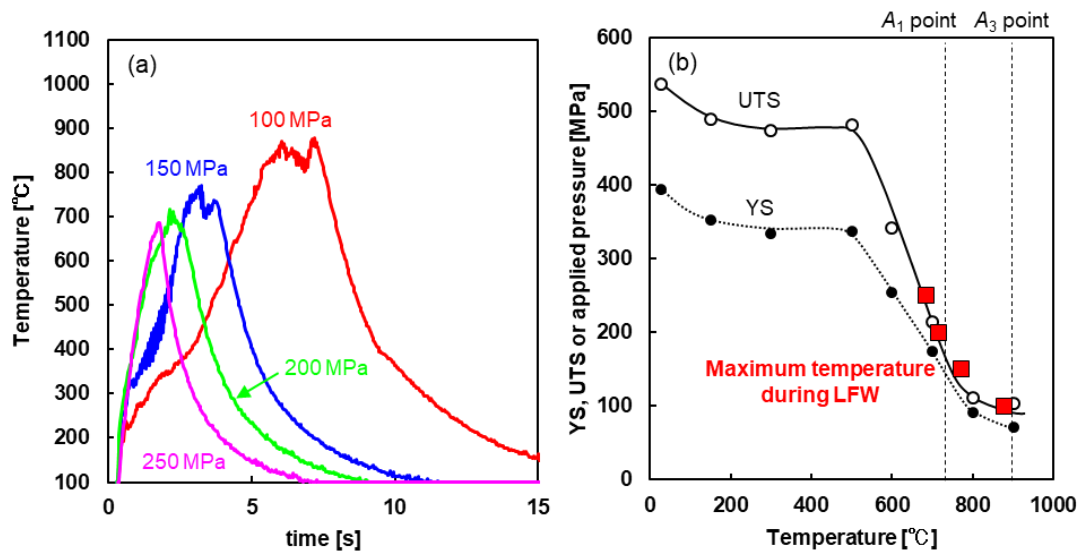


Fig. 5-7 (a) Heat cycles of the joint surface during LFW. (b) Relationship between maximum temperature during LFW under each applied pressure and temperature dependence of YS and UTS of SPA-H steel.

一方で、印加圧力の増加に伴い最高到達温度が低下した。Fig. 5-7 (b)には、縦軸に印加圧力を、横軸には各印加圧力における最高到達温度をプロットした点（赤四角）を、SPA-H 鋼の強度の温度依存性を示すグラフに挿入した。各印加圧力で得られた最高到達温度は UTS の曲線とほとんど一致した。これは、Kuroiwa ら<sup>[1]</sup>により報告された、中炭素鋼 S45C の LFW で得られた実験結果と一致している。Kuroiwa らはその理由について、接合温度は界面の材料の強度が印加圧力を下回る温度で決定されるためと説明した。ここで扱う材料の強度は、バリを排出するための材料変形に必要な応力であるため、厳密には引張試験で得られた UTS ではなく線形摩擦接合の各ステージに応じた変形抵抗が直接的に接合温度に影響を及ぼすと考えられる。UTS は変形抵抗と関連することから、間接的に接合温度とも関連したと推察される。

### 5.3.1.2 薄板(3.2 mm 厚)の線形摩擦接合体の健全性とマイクロ組織

Fig. 5-8 に各印加圧力条件で得られた LFW 継手の断面マクロ写真を示す. Fig. 5-8 (a)-(c)に示すように, 印加圧力 100~200 MPa の条件では欠陥が認められない健全な継手を得られたが, 一方で Fig. 5-8 (d)に示す印加圧力 250 MPa では複数の欠陥が認められた. また, 印加圧力が低いほど, 接合界面において白色を呈した部分の面積が大きくなっていることがわかる. 例えば, 印加圧力 100 MPa ではほぼ界面全体が白色となっているが, 印加圧力 250 MPa では白色の部分は認められない. 試料は研磨の仕上げとしてナイタールエッチングが行われており, ナイタールエッチングではマルテンサイトが白く着色される<sup>[5]</sup>. したがって, この白色を呈した部分はマルテンサイトの存在を示唆しており, 印加圧力 250 MPa ではマルテンサイトが存在しないことを意味する.

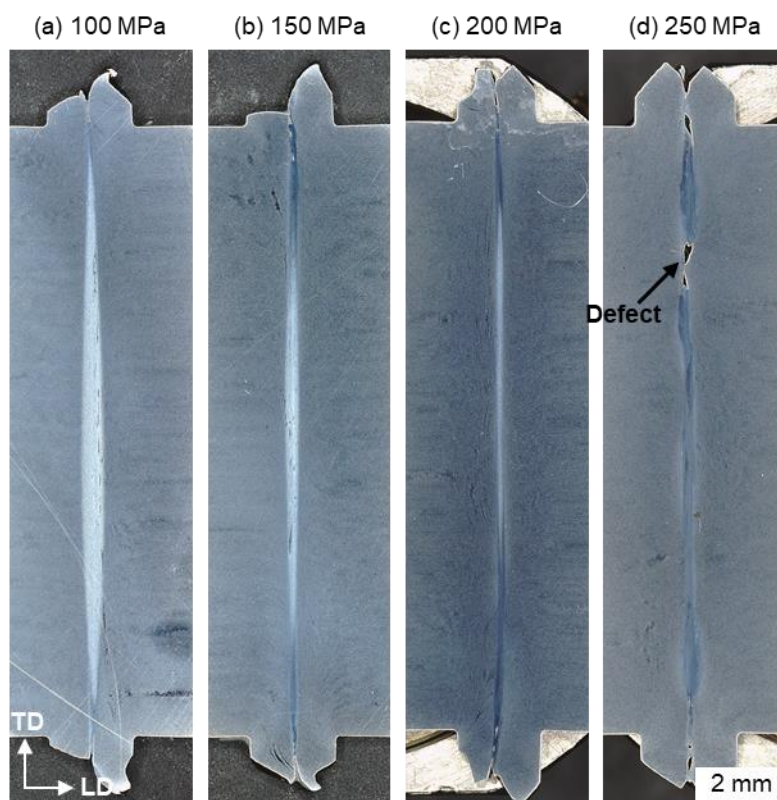


Fig. 5-8 Photographs showing the cross sections of LFWed joints under the applied pressure of (a) 100 MPa, (b) 150 MPa, (c) 200 MPa and (d) 250 MPa.

Fig. 5-9 に各継手断面の振動方向の中心部における微視組織を示す. Fig. 5-9 (a), (b)に示す印加圧力 100, 150 MPa の接合部では, 等軸の微細フェライトとマルテンサイトからなる組織が形成された. これらの組織は, 接合界面が接合中に  $A_1$  点以上の温度に上昇したことにより, 元々母材に存在していたパーライト (および一部のフェライト) がオーステナイトに変態し, 冷却中にオーステナイトがマルテンサイト変態することで形成されたと推察される. Fig. 5-9 (c)に示す印加圧力 200 MPa の接合部では, 等軸の微細フェライト, マルテンサイト, セメンタイトから成る組織が形成された. 観察されたセメンタイトは非常に微細であるが, これは接合中にオーステナイトに変態しなかったパーライトが, 界面の摩擦による強加工で分断されることにより形成されたと推察される. Fig. 5-7 に示す

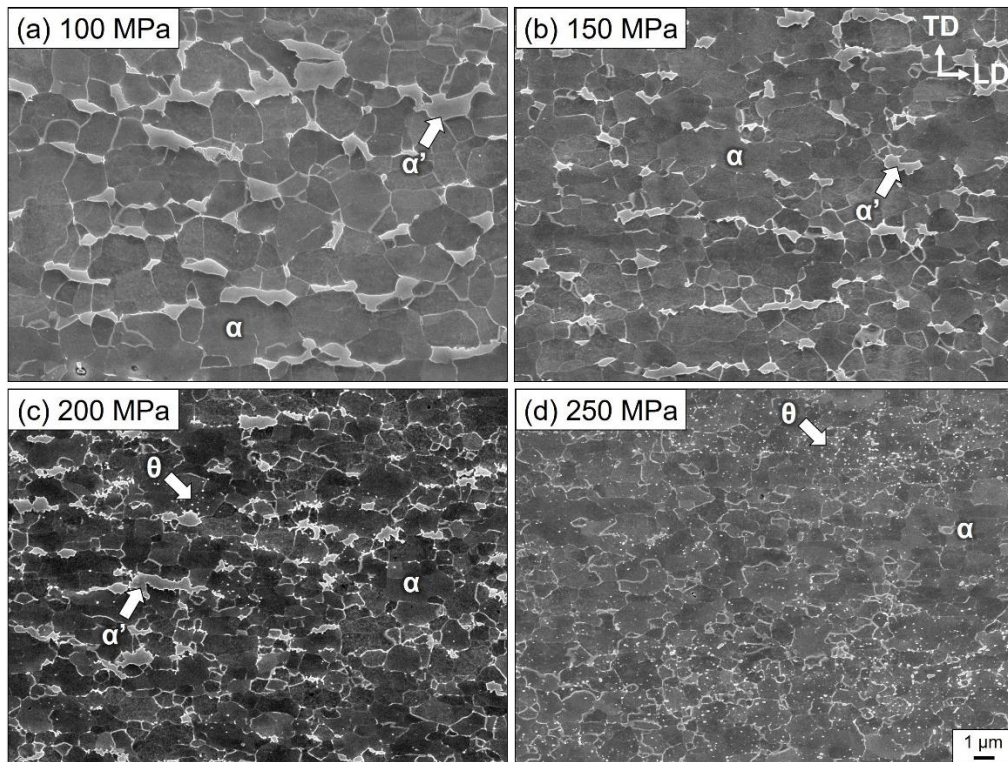


Fig. 5-9 SEM images showing the microstructures in the joint center of the LFWed joints under applied pressure of (a) 100 MPa, (b) 150 MPa, (c) 200 MPa and (d) 250 MPa.  $\alpha$ : ferrite.  $\alpha'$ : martensite.  $\theta$ : cementite.

温度履歴では、この条件の試料表面の最高到達温度は 716°Cで  $A_1$  点以下であることが示されたが、形成された組織からは元々母材に存在していたパーライトは、一部はオーステナイトに変態し（最終的にマルテンサイトを形成し）、残りは変態せず（微細セメンタイトに変化した）ことから、接合中心部の最高到達温度は  $A_1$  点よりわずかに高い温度であったと推察される。一方で、Fig. 5-9 (d)に示す印加圧力 250 MPa の接合部では、フェライトと微細なセメンタイトからなる組織が形成された。この組織は、母材に存在していたパーライトはオーステナイトに変態せず、分断されることによって微細なセメンタイトが形成されたと考えられ、この条件では接合部全体が  $A_1$  点以下の温度で接合されたことがわかる。

Fig. 5-10 に接合部に形成されたフェライトの結晶粒径およびマルテンサイトのサイズ、分率に及ぼす印加圧力の影響についてのグラフを示す。母材のフェライト粒径は 20  $\mu\text{m}$  程度と予想されるので、線形摩擦接合の接合部においては動的再結晶によりフェライトは 4  $\mu\text{m}$  以下と著しく微細化したことがわかる。加えて、フェライト粒径は印加圧力の増加に伴い、微細化する。これは接合温度が低下したことに起因すると考えられる。特に、印加圧力 250 MPa の接合部のフェライト粒径は 2.6  $\mu\text{m}$  であり、これは 4 章で示された  $A_1$  点以下の温度で摩擦攪拌接合された攪拌部のフェライト粒径と同等程度である。摩擦攪拌接合の攪拌部は微細なフェライトから成り、延性脆性遷移温度が低く優れた靱性を示したことから、 $A_1$  点以下で接合された LFW 継手の靱性も優れると期待される。また、マルテンサイトのサイズおよび分率は印加圧力の増加に伴い低い値に変化した。これも接合温度の低下に起因すると考えられ、接合温度が  $A_1$  点を超える場合でも、より低温で接合した方が、継手の靱性を担保するためには有効であるといえる。

以上に示したように、印加圧力 250 MPa は接合部全体で  $A_1$  点以下の温度制御が達成され、強度、靱性の観点で優れた微細組織を有する。しかし、Fig. 5-8 (d)に示すように接合界面には欠陥が生じており、欠陥は破壊の起点となることから欠陥を消滅することが求められる。そこで、次項では、印加圧力 250 MPa に

において欠陥が形成される原因について、接合中に記録されたデータや動画を利用して考察する。

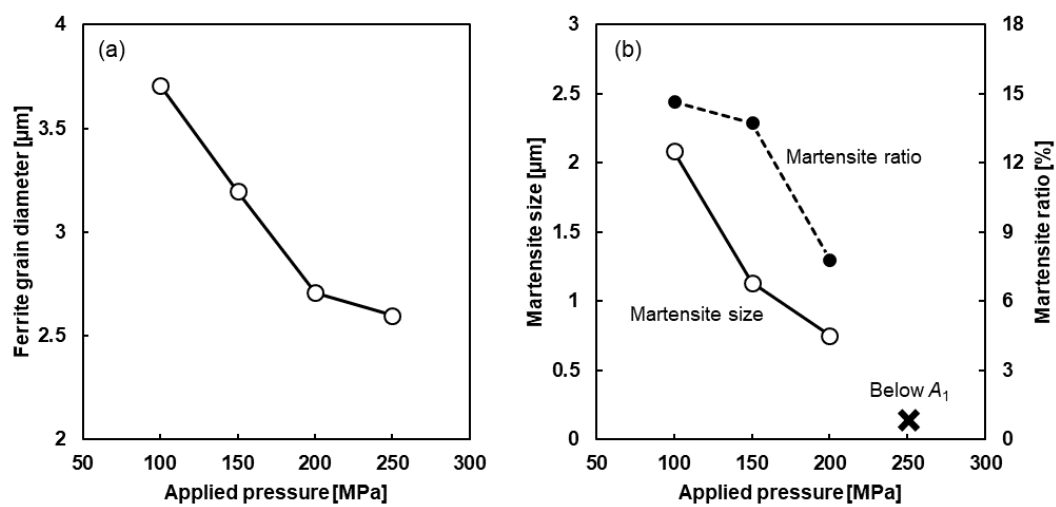


Fig. 5-10 Effect of applied pressure on (a) ferrite grain diameter and (b) size and ratio of martensite present in the joint center of the LFW joints.



### 5.3.1.3 $A_1$ 点以下の接合と欠陥抑制の両立

#### (1) 接合機構について

Figs. 5-11 (a), 5-12 (a)に印加圧力が 100 MPa および 250 MPa の条件で接合した際の寄り代の時間変化と、接合界面中心部および端部の温度の時間変化を示す。また、Figs. 5-11 (b)-(f), 5-12 (b)-(f)にグラフ中に点線で示す各時間における試料の外観写真を示す。以下において、欠陥が生じない印加圧力 100 MPa と欠陥が生じる印加圧力 250 MPa の接合機構について検討し、それぞれの接合機構の相違点について議論することにより、欠陥発生の原因について考察する。

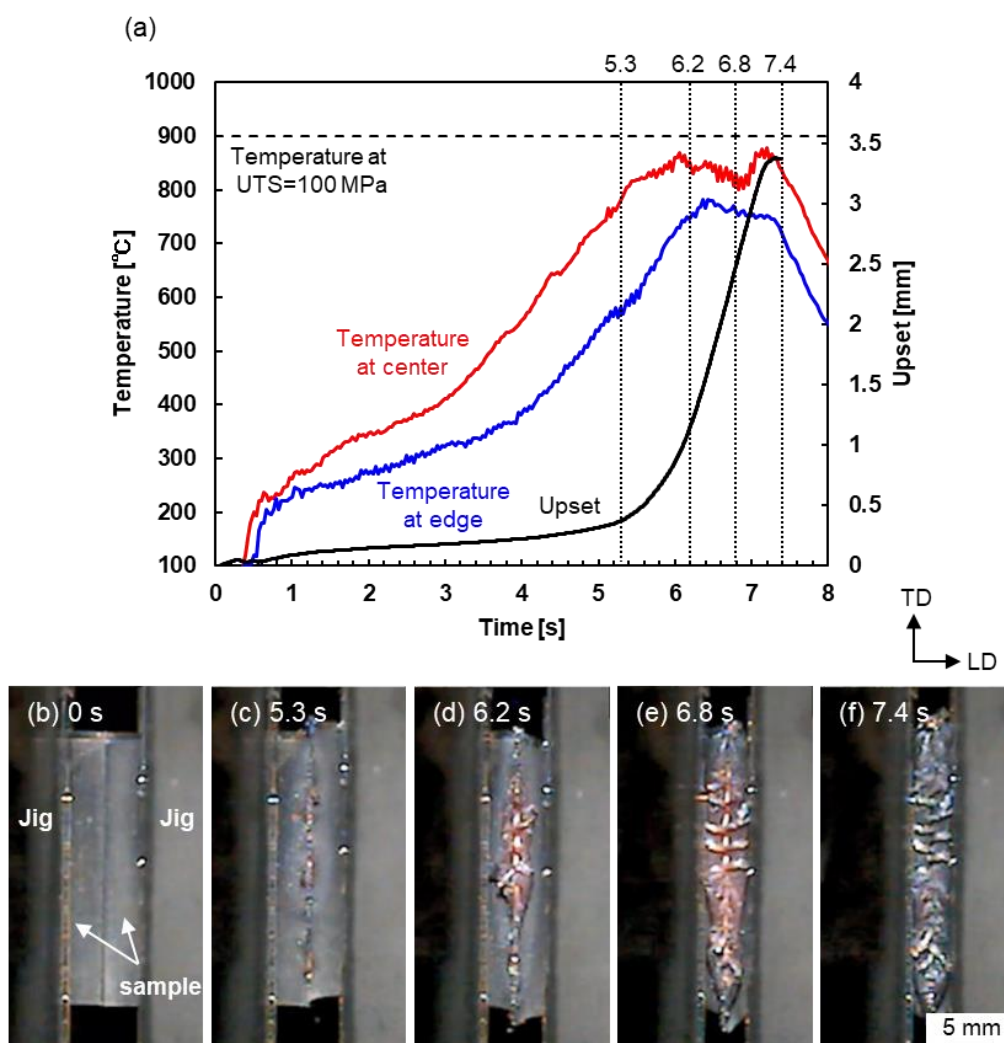


Fig. 5-11 (a) Variation of upset and welding temperature with time at center and edge of TD under applied pressure of 100 MPa and plate thickness of 3.2 mm. (b)-(f) Joint appearance at each time.



まず、Fig. 5-11 から印加圧力 100 MPa の場合の接合機構について考察する。Fig. 5-11 (a)に示されるように、寄り代は接合開始から 5.3 s まで非常に緩やかに増すが、5.3 s 以降は急激に増加してそれが接合終了まで続いた。Fig. 5-11 (c) に示す 5.3 s 時点の外観写真ではほとんどバリが発生していないが、その後 Fig. 5-11 (d)に示すように中心部からバリが排出され始め、さらに進むと Fig. 5-11 (e) に示すように端部も含めた全体からバリが排出された。したがって、開始 5.3 s 以降で寄り代が急激に増加するのは、バリが排出されるからであると説明できる。温度との対応関係については、バリが排出されていない間は界面の温度は徐々に上昇し、中心部でバリが排出され始めたタイミングで中心部の温度上昇がほとんど起こらなくなり、遅れて端部からバリが排出され始めたタイミングで端部の温度上昇も起こらなくなることがわかる。以上より、接合プロセスは、界面の温度が上昇する昇温過程（0～5.3 s）と温度が上昇せずバリが排出されるバリ排出過程（5.3～7.4 s）の 2 つの過程に分けられる。既に述べた印加圧力による温度制御の考え方に従うと、バリ排出過程への移行のタイミングは接合界面の温度が印加圧力＝材料強度となる温度（点線）まで上昇したときであると考えられるが、実際には中心部も端部もその温度には到達しなかった。その原因は、温度測定箇所が表面であるためと推察する。表面は昇温と同時に抜熱も起こるため接合界面中心部と比較すると温度が低くなったが、材料内部の大部分は印加圧力＝材料強度となる温度に達していると考ええる。

次に、Fig. 5-12 から印加圧力 250 MPa の場合の接合機構について考察する。Fig. 5-12 (a)に示されるように、寄り代は開始から 0.7 s までの間に急激に増加し、その後緩やかとなり、そのまま設定寄り代に到達する。全体のプロセスは 2 s 以下と極めて短時間である。Fig. 5-12 (c), (d)をみると、開始から 0.7 s の間に、突出し部の試料が大きく変形していることがわかる。この変形が寄り代の急激な増加に寄与したと考えられる。0.7 s の時点では界面の温度は 300 °C 程度であり、その後界面の温度が上昇しバリが排出される。したがって、印加圧力 250 MPa の接合機構は、上述した昇温過程と排出過程の前に、試料が塑性変形する変形過程

が入った 3 つの過程で構成されると考えられる。以上より，この変形過程が印加圧力 250 MPa における欠陥形成の原因と考えられる。Fig. 5-8 (d)に示す断面写真では接合界面が他の条件に比べて直線的でなく，接合部幅も場所によりムラがある。これは変形過程により界面以外の部分も変形し，界面が平面でなくなり，均等にバリを排出できなかったからと推察される。以上に述べた，印加圧力 100 MPa，250 MPa における接合機構の違いを，Fig. 5-13 に模式的に示した。

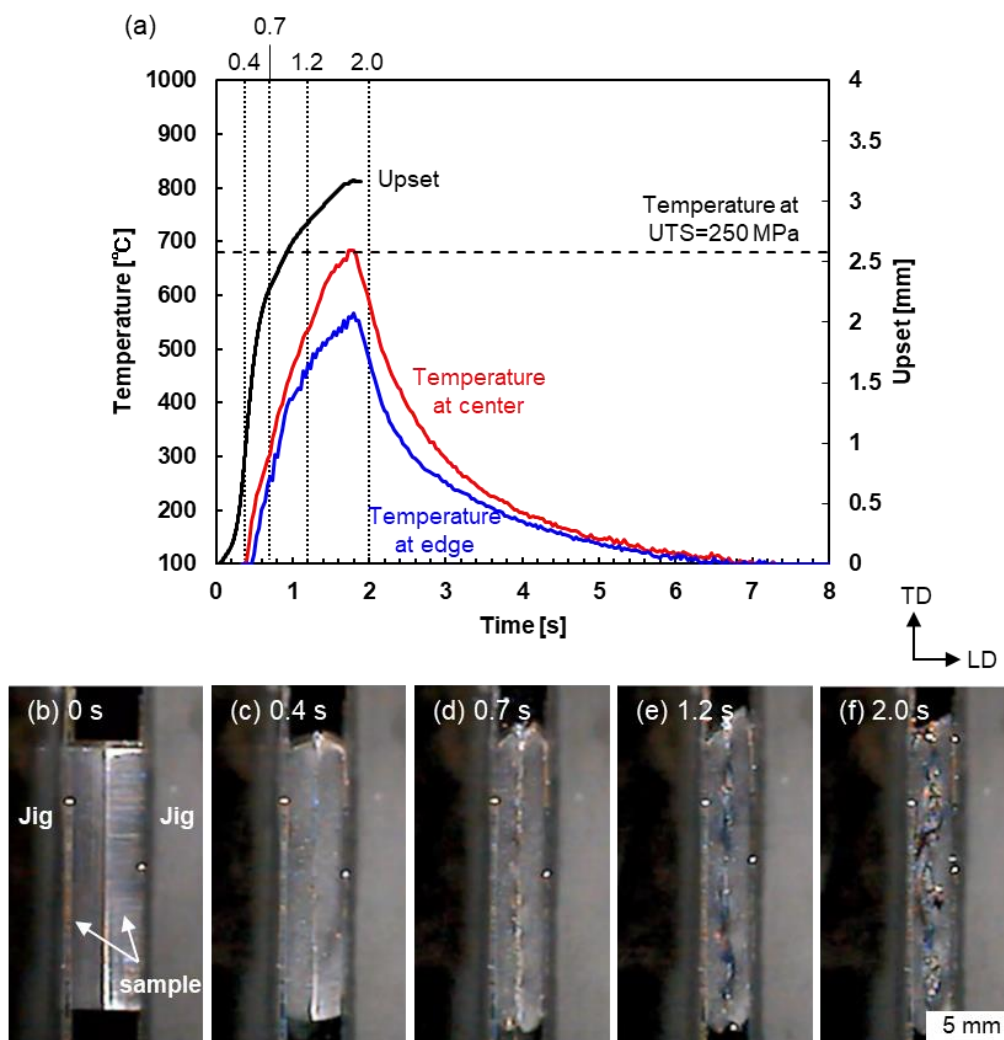


Fig. 5-12 (a) Variation of upset and welding temperature with time at center and edge of TD under applied pressure of 250 MPa and plate thickness of 3.2 mm. (b)-(f) Joint appearance at each time.

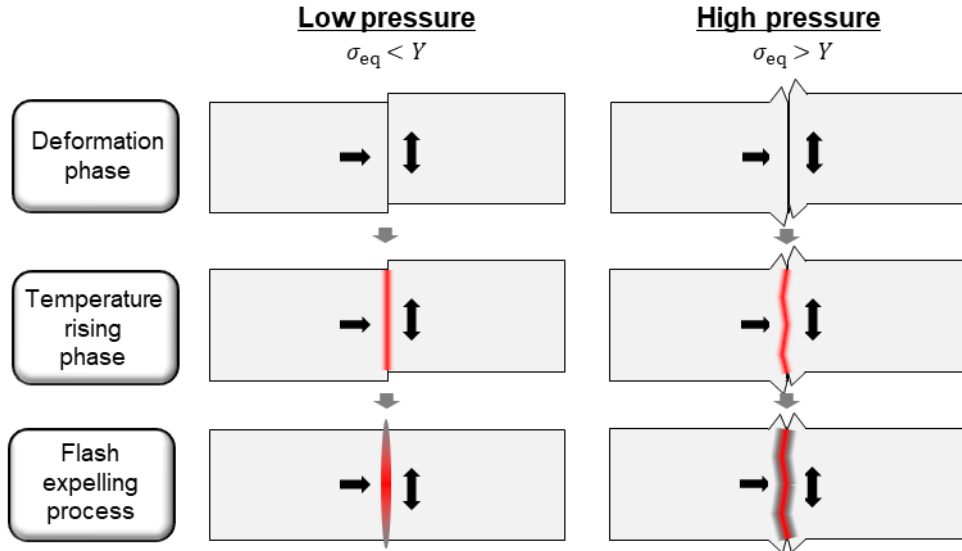


Fig. 5-13 Schematic illustration explaining the difference in welding mechanisms under applied pressure of 100 MPa and 250 MPa.  $\sigma_{eq}$ : equivalent stress.  $Y$ : yield strength.

次に印加圧力 250 MPa で昇温過程の前に変形過程が存在する理由について考察する．印加圧力のみの単軸の応力状態で考えると，本材料の降伏応力は 382 MPa であるので塑性変形は起こりえない．しかし，接合界面にかかる応力は加圧方向の印加圧力と，振動方向の摩擦力があり，多軸応力状態と考えられる．多軸応力状態での応力の大きさは，単軸応力に対する相当量として相当応力として表される．等方性材料の相当応力 $\sigma_{eq}$ は，ミーゼスの降伏条件から以下のように表される<sup>[6]</sup>．

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{1}{2} \left\{ (\sigma_x - \sigma_y)^2 + (\sigma_y - \sigma_z)^2 + (\sigma_z - \sigma_x)^2 + 6(\tau_{xy}^2 + \tau_{yz}^2 + \tau_{zx}^2) \right\}} \quad (5-2)$$

ここで， $\sigma_x$ ， $\sigma_y$ ， $\sigma_z$ は各方向の垂直応力， $\tau_{xy}$ ， $\tau_{yz}$ ， $\tau_{zx}$ は各方向のせん断応力である．

印加圧力を $p$ ，摩擦力を $\tau$ とすると，試料にかかる相当応力 $\sigma_{eq}$ は次の式で示される．

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{1}{2}(2p^2 + 6\tau^2)} = \sqrt{p^2 + 3\tau^2} \quad (5-3)$$

次に摩擦力について考える．摩擦法則として，クーロン摩擦則（ $\tau = \mu p$ ）とせん断摩擦則（ $\tau = mk$ ）がある<sup>[7]</sup>．ここで， $\mu$ ， $m$ は摩擦係数で， $k$ はせん断降伏応力である．一般に，面圧が低い場合はクーロン摩擦則に従うが，塑性変形を伴うような面圧が高い場合にはせん断摩擦則に従う<sup>[8]</sup>．したがって，今回対象とする高印加圧力条件における初期変形過程を検討する場合にはせん断摩擦則を用いる方が適切であると考えられる．せん断摩擦係数 $m$ は，摩擦係数 $\mu$ と表面突起の傾斜角 $\theta$ を用いて，以下の式で表される<sup>[8]</sup>．

$$\begin{aligned} m &= \sqrt{3}\mu(a\mu + b) \\ a &= -0.48\theta^2 + 2.48\theta - 3.82 \\ b &= -1.19\theta + 3.0 \end{aligned} \quad (5-4)$$

ここで $\mu = 0.52$ ， $\theta = 0$  (rad)とすると，せん断摩擦係数 $m$ は 0.91 となる．せん断降伏応力 $k$ は，ミーゼスの降伏応力条件式<sup>[6]</sup>から，引張降伏応力の $1/\sqrt{3}$ 倍であると定義されるので，221 MPa と計算される．以上より，印加圧力 250 MPa の条件のように，突出し部の材料が塑性変形する（せん断摩擦則に従う）ような条件における摩擦力は，せん断摩擦係数 $m$ とせん断降伏応力 $k$ の積から 201 MPa と計算される．得られた摩擦力と印加圧力 250 MPa を式(5-3)に代入すると，相当応力 $\sigma_{eq}$ は 429 MPa と算出され，これは常温での降伏応力以上である．Fig. 5-14 (a)に各印加圧力における相当応力の計算結果を示す．なお，この計算は摩擦力

がせん断摩擦則に従うことを仮定しているため、試料の塑性変形が起こらないような印加圧力には適応できないことに注意が必要である。

次に変形過程から昇温過程に移行するタイミングについて考察する。変形過程において、突出し部の試料は変形するが、それにより界面積は増加する。印加荷重は一定値であるため、界面積の増加に伴い正味の印加圧力は低下する。Fig. 5-12 (a)によると、印加圧力 250 MPa の条件における変形過程の寄り代の増加は約 2 mm であり、体積一定と仮定して幾何学的に計算すると、寄り代 2 mm の時点での界面積は初期の界面積の約 1.7 倍と算出される。したがって、正味の印加圧力は 147 MPa となり、この場合の相当応力 $\sigma_{eq}$ は 379 MPa と計算され、これは降伏応力と同等である。以上の挙動を Fig. 5-14 (b)に模式的に示す。試料の変形が停止するのは、界面積の増加により試料にかかる相当応力が降伏応力を下回ったタイミングであると考えることができる。

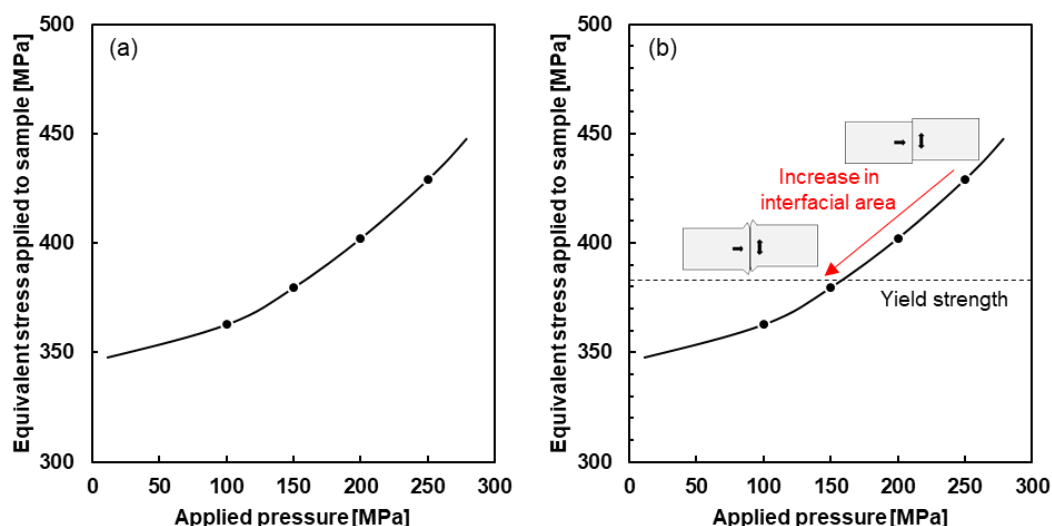


Fig. 5-13 (a) Relationship between applied pressure and equivalent stress assuming that the fictional force follows shear friction law. (b) Explanatory diagram of decrease in equivalent stress with increase in true applied stress when the welded sample undergoes plastic deformation.

最後に、印加圧力による接合機構の変化について得られた知見を整理する。接合中、試料には加圧方向の印加圧力と振動方向の摩擦力がかかり、その力の大きさは相当応力として計算できる。相当応力が降伏応力より低い印加圧力 100 MPa のような条件では、接合過程は昇温過程とバリ排出過程の 2 つの過程で説明できる。一方で、相当応力が降伏応力より高い印加圧力 250 MPa のような条件では、昇温過程の前に試料が塑性変形する変形過程がある。変形過程では接合界面が広がるように突出し部の材料が変形するため、界面積の増加により正味の印加圧力が低下する。正味の印加圧力の低下に伴い、試料にかかる相当応力が低下し、相当応力が降伏応力を下回ったときに変形過程は終了し、昇温過程に移行する。変形過程における変形が大きすぎる場合には、Fig. 5-8 (d)に示すような欠陥が生じ得る。

先行研究<sup>[1]</sup>では、中炭素鋼において  $A_1$  点以下の接合に成功したことが報告されているが、これは中炭素鋼の降伏応力 (435 MPa<sup>[9]</sup>) が元々十分高いからであると推察される。Fig. 5-15 に耐候性鋼と S45C<sup>[10]</sup>を印加圧力 250 MPa の条件で LFW したときの、寄り代の時間変化を示す。耐候性鋼 (SPA-H) における変形過程での寄り代の増加量が約 2 mm であるのに対し、S45C 増加量は 0.5 mm 程度ではるかに少ないことがわかる。したがって、耐候性鋼のような降伏応力が低い鋼材を  $A_1$  点以下の温度で接合することは、通常の方法では困難であると考えられる。

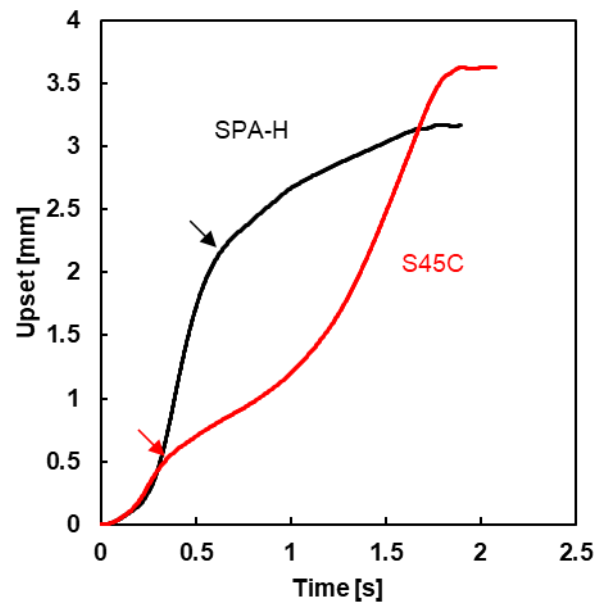


Fig. 5-15 Comparison of variation of upset with time in LFW of SPA-H and S45C under applied pressure of 250 MPa.

## (2) 接合前の予圧の影響

5.3.1 項において、印加圧力 250 MPa では  $A_1$  点以下の温度制御には成功したが、接合界面には複数の欠陥が生じたことを示した。欠陥形成の原因は、印加圧力の増加により試料にかかる相当応力が降伏応力以上となり、界面が昇温する前に大きな塑性変形が生じたことであると推察した。変形を防ぐためには相当応力が降伏応力以下となる印加圧力に設定する必要がある。しかし、印加圧力を低下すると Fig. 5-7 に示したように接合温度は上昇し  $A_1$  点を超える。そこで、試料の降伏応力自体を向上させることを目指した。

試料の降伏応力を向上させる方法として、加工硬化を利用した。具体的には、試料を接合前の状態にセットし、振動させずに 500 MPa を印加し、2 秒間保持した後除荷した。以下、このプロセスを予圧 (preload) と表記する。その後、Table 5-3 に示す印加圧力 250 MPa の条件で接合した。この手法は LFW プロセスの一連の流れの中で行うことができ、他の装置を使うなどの手間を要さず試料の降伏強度を向上できる点で有望であると考える。

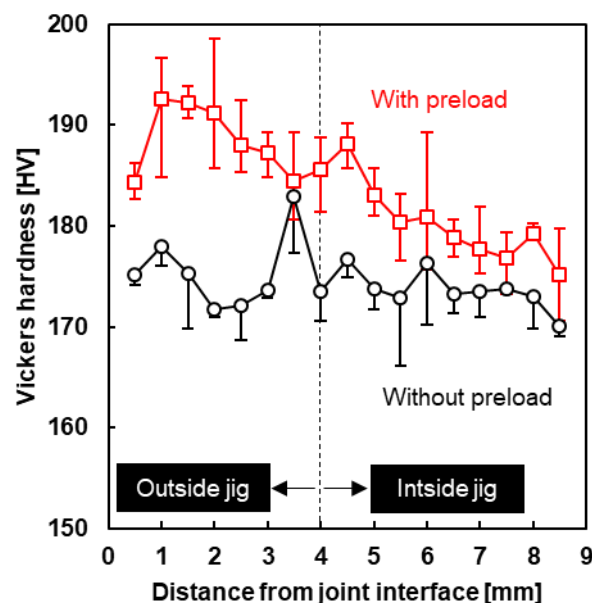


Fig. 5-16 Vickers hardness distribution in LD in the cross sections of the samples before joining with and without preload.



Fig. 5-16 に予圧前後の試料の硬さ分布を示す．板厚方向の中心部から切り出した断面に対して，振動方向中心部の硬さの加圧方向の分布を測定した．予圧なしの試料は，当然ではあるが加圧方向に硬さは一定で，約 175 HV の硬さ値を示した．一方で，予圧ありの試料では，特に表面から 4 mm までの突出し部において硬さが増加し，約 190 HV の硬さ値を示した．したがって，予圧により硬さ値では約 15 HV の強度上昇が認められた．

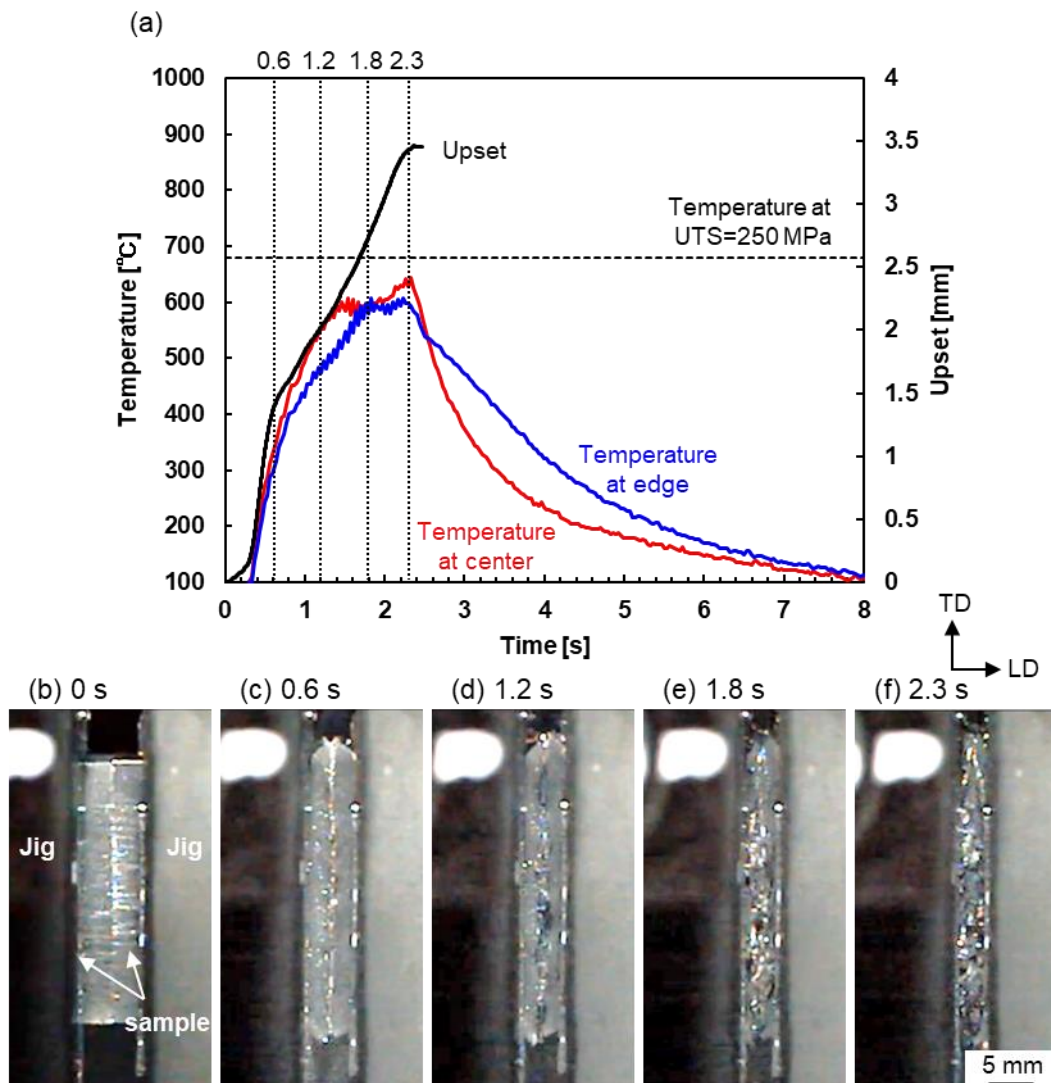


Fig. 5-17 (a) Variation of upset and welding temperature with time at center and edge of TD under applied pressure of 250 MPa and plate thickness of 3.2 mm with preload. (b)-(f) Joint appearance at each time.

Fig. 5-17 (a)に予圧を行った試料を印加圧力 250 MPa で LFW した際の、寄り代と表面温度の時間変化を示す。また、Fig. 5-17 (b)-(f)に各時間における接合部の外観写真を示す。接合開始から 0.6 s までに寄り代が急激に増加し、外観写真からこの間に突出し部が変形したことがわかる。0.6 s 時点での接合部の表面温度は約 300°Cである。0.6 s 以降は寄り代の増加は緩やかになり、外観写真からこの間に界面の昇温とバリの排出が起こったことがわかった。

Fig. 5-18 に予圧を行った試料と行っていない試料を接合した際の寄り代の時間変化を示す。どちらの試料も開始から約 0.6 s までに突出し部の塑性変形が起こっている。しかし、予圧ありでは塑性変形により増加した寄り代は約 1.4 mm で、予圧なしに比べて大幅に減少した。したがって、予圧により変形過程における変形量を軽減できたといえる。

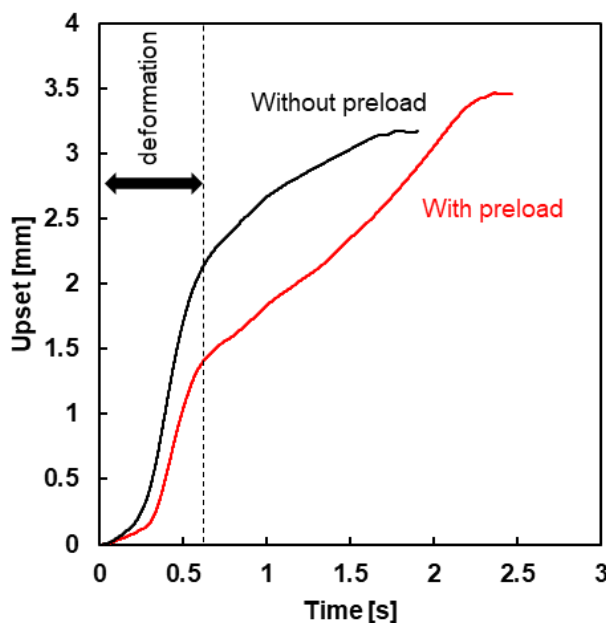


Fig. 5-18 Effect of preload on variation of upset with time under applied pressure of 250 MPa.

Fig. 5-19 (a), (b)に予圧していない試料と予圧した試料の継手断面写真を示す。予圧した継手においては欠陥が認められなかった。加えて、予圧した継手の接合界面は比較的直線的で、接合部幅は場所によるムラが少ないことがわかる。これは、予圧により界面の昇温の前の変形量が抑えられたことに起因すると推察される。Fig. 5-19 (c)に予圧した継手の接合部中心部の微視組織を示す。フェライトと微細なセメンタイトからなる組織が形成されており、 $A_1$  点以下の温度制御にも成功したといえる。

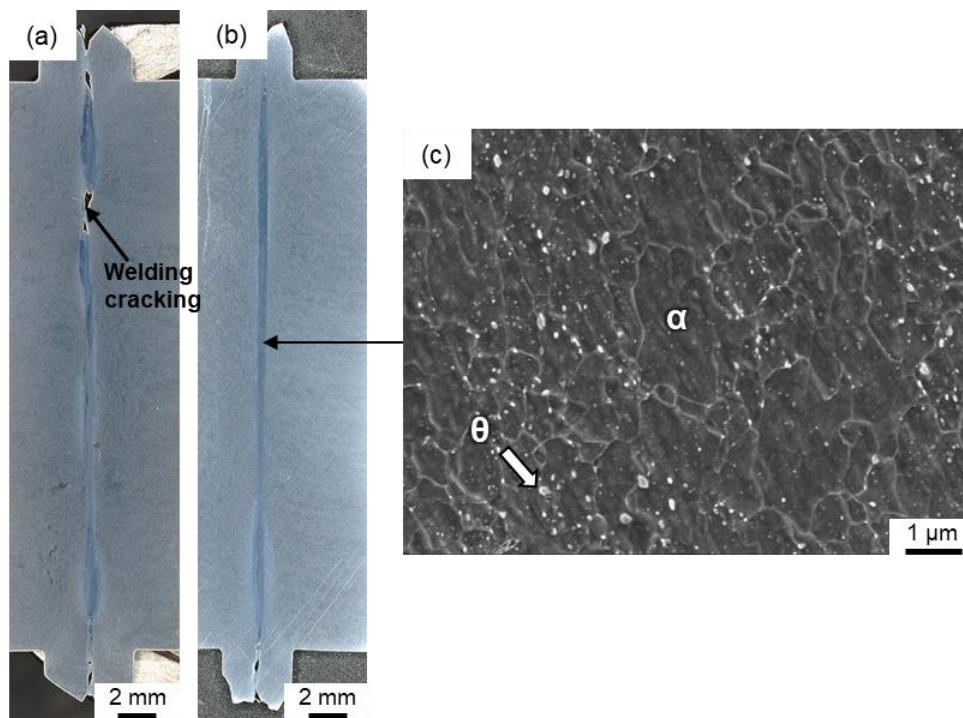


Fig. 5-19 Photographs showing the cross sections of LFWed joints under the applied pressure of 250 MPa (a) without preload and (b) with preload. (c) SEM images showing the microstructures in the joint center shown in (b).

### 5.3.2 厚板(12 mm 厚)の線形摩擦接合

本項では、他の固相接合法では接合が困難であると予想される板厚 12 mm の厚板の SPA-H 鋼に対して、LFW を用いて接合することを目的とした。また、5.3.1 項においては、板厚 3.2 mm の薄板の SPA-H 鋼を用いて印加圧力により接合温度を制御できることを示した。本項では、板厚 12 mm の試料においても印加圧力による温度制御が可能であるか検討した。

試料は、Tables 5-1, 5-2 に化学組成と機械的特性を示した 12 mm 厚の SPA-H 鋼である。接合条件は Table 5-3 に示す印加圧力 250 MPa の条件とした。また、5.3.1.3 項の(2)で議論した予圧については、本項の接合では行わなかった。

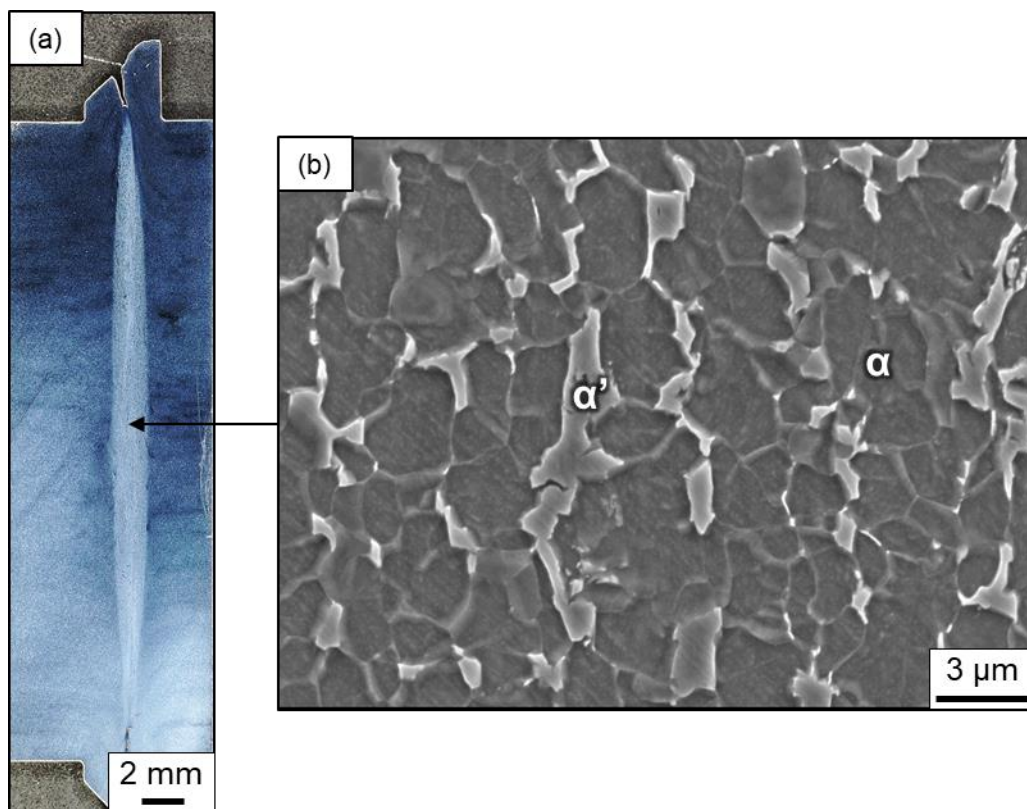


Fig. 5-20 (a) Photographs showing the cross sections of LFWed joints under the applied pressure of 250 MPa and plate thickness of 12 mm. (b) SEM images showing the microstructures in the joint center shown in (c).

Fig. 5-20 に得られた継手の断面写真と接合中心部における微視組織を示す。Fig. 5-20 (a)に示す断面写真からは欠陥は認められない。したがって、LFW を用いれば板厚によらず固相接合可能であるといえる。Fig. 5-20 (b)に示す接合中心部における微視組織はフェライトとマルテンサイトから構成されている。マルテンサイトが形成されていることから、接合温度は  $A_1$  点以上であったことが示唆される。

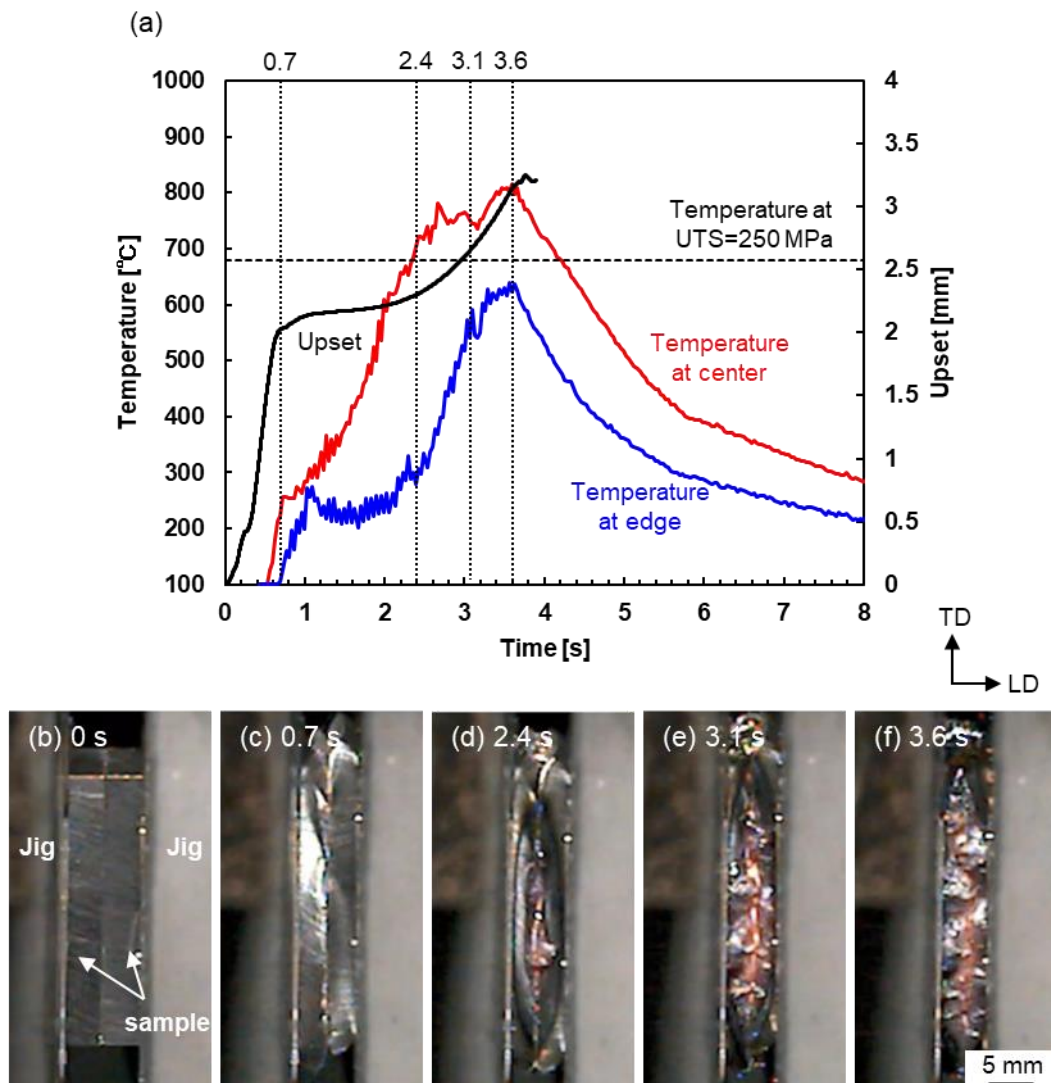


Fig. 5-21 (a) Variation of upset and welding temperature with time at center and edge of TD under applied pressure of 250 MPa and plate thickness of 12 mm. (b)-(f) Joint appearance at each time.



Fig. 5-21 に寄り代と接合部の表面温度の時間変化と特定の時間における外観写真を示す。接合開始から 0.7 s までの間に寄り代は急激に増加し、0.7 s 時点での接合温度は中心部で 250°C, 端部では 100°C 程度で、ほとんど昇温していない。外観写真から、この間に突出し部の塑性変形が起こったことがわかる。0.7~2.4 s では寄り代の増加はほとんど起こらなかった。また、端部の温度はほとんど上昇しなかったが、中心部の温度が印加圧力=材料強度がとなる 680°C 付近まで上昇した。2.4 s 時点での外観写真では中心部のみでバリが排出され始めていることがわかる。2.4~3.1 s では端部の温度が急激に増加した。3.1 s 時点での外観写真では端部においてもバリが排出され始めていることがわかる。また、この間に寄り代は再び増加し始めた。3.1 s 以降にさらに接合界面全体からバリが排出され、接合が完了した。

Fig. 5-22 (a)に薄板および厚板における寄り代の時間変化を比較したグラフを示す。開始から 0.7 s までにどちらも急激に寄り代が増加しており、その増加量はどちらも約 2 mm で同等であることがわかる。したがって、試料にかかる相当応力が降伏応力を超えることにより発生する塑性変形は、板厚によらず同様といえる。一方で、0.7 s 以降の寄り代の増加挙動は板厚によって大きく異なる。

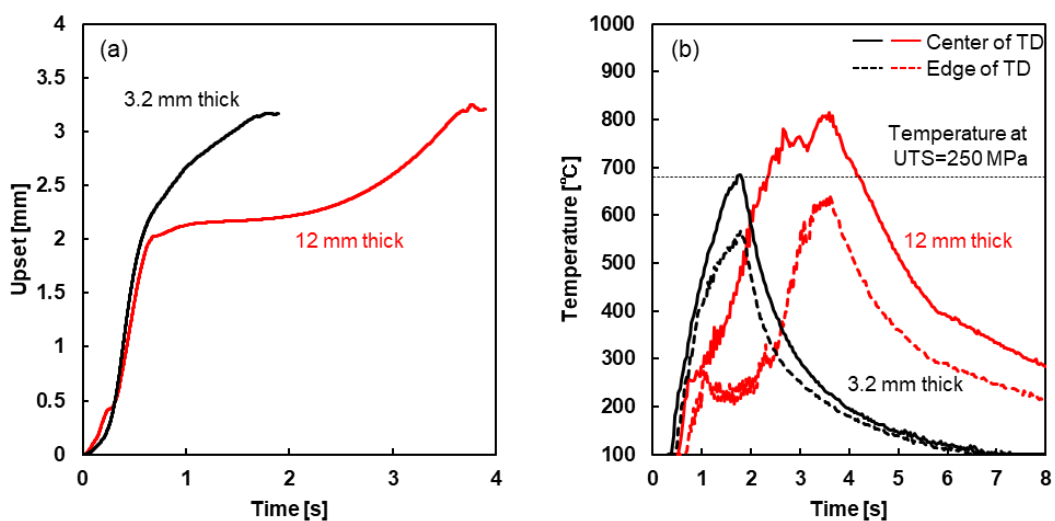


Fig. 5-22 Effect of plate thickness on variation of (a) upset and (b) welding temperature with time at center and edge of TD under applied pressure of 250 MPa.

3.2 mm 厚では接合終了まで緩やかに増加し続けるのに対して、12 mm 厚では、2.4 s までは寄り代の増加は起こらず停滞し、2.4 s から再び増加し、始め接合終了まで緩やかに増加し続けた。この 0.7~2.4 s の間の停滞が、厚板の LFW の特徴であると考えられる。

Fig. 5-22 (b)に、薄板および厚板における接合温度の時間変化を比較したグラフを示す。3.2 mm 厚では、400°C付近まで中心部と端部はほとんど同じ温度で昇温し、その後中心部の方が温度が高くなり、中心部の温度が印加圧力=材料強度となる温度に到達したところで接合が終了している。端部の温度が印加圧力=材料強度の温度より低くてもバリが排出されたのは、バリ排出時の端部にかかる圧力が印加圧力の設定値より高くなったからであると考えられる。すなわち、中心部の温度が高い、すなわち強度が低くなっているため、加圧方向にかけられた荷重を強度の高い端部が多く担うことにより、端部にかかる圧力が増加したと推察される。12 mm 厚では、約 250°Cまでは中心部、端部はほぼ同じ温度で昇温するが、それ以降は端部の温度が停滞し、中心部と端部で温度差ができる。中心部の温度が印加圧力=材料強度となる温度に到達しても、その時点では端部はまだ約 250°Cにとどまており、界面全体からバリを排出することができない。その後、端部の温度がバリが排出できる温度に上昇するまでの間、中心部の温度は上昇し続けた。以上より、12 mm 厚の厚板では、振動方向の中心部と端部に温度差ができるため、中心部の接合温度は印加圧力=材料強度の温度よりも高くなりやすいといえる。

中心部と端部に温度差ができるのは、接合界面において、中心部と表面部の間に温度差があるからであると考えられる。Fig. 5-23 に薄板と厚板の接合界面における温度分布のイメージ図を示す。試料表面では抜熱が生じ、加えて振動方向の端部は振動の特性上接触していない時間があるため発熱量が少ないと考えられる。したがって、イメージ図に示すように、接合界面には中心部から表面にかけて温度が低下していく温度分布ができると推察される。3.2 mm 厚では板厚が薄いためその温度の不均一性が顕著でなく、わずかに温度が低い部分があつて

も、上述のように設定値以上の圧力がかかることにより低温で変形できる．その結果，印加圧力=材料強度の温度で接合できたと考えられる．一方で，12 mm 厚では接合界面の温度の不均一性が顕著となるため，振動方向の中心部と端部で大きな温度差が生じ，中心部の温度は印加圧力=材料強度の温度以上まで上昇したと推察される．したがって，厚板に対して印加圧力による温度制御を適用し  $A_1$  点以下の低温接合を達成するためには，接合界面の温度を均一にする何らかの工夫が必要であると考えられる．なお，耐候性鋼の  $A_3$  点以上での線形摩擦接合体の作製には成功している．

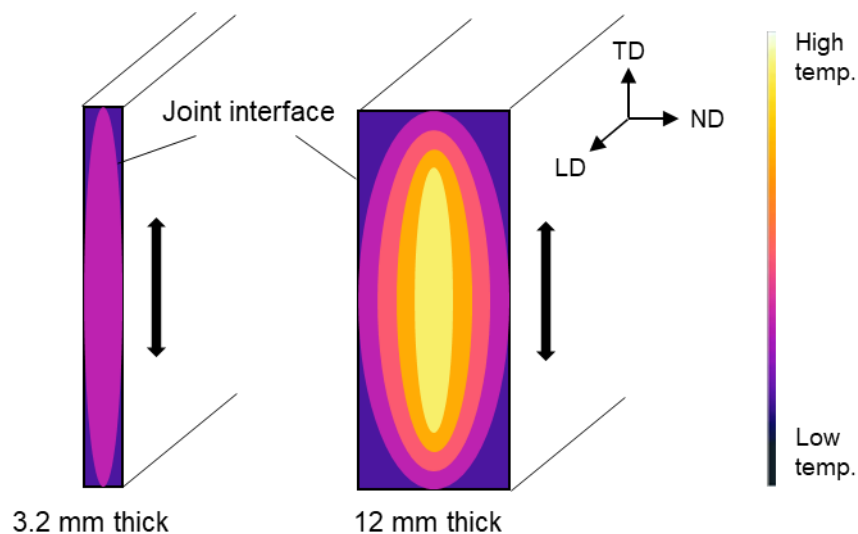


Fig. 5-23 Schematic illustration showing effect of plate thickness on temperature distribution in the interface of joint.



## 5.4 結言

本章では、薄板（3.2 mm 厚）と厚板（12mm 厚）の高 P 耐候性鋼（SPA-H: JIS G 3125）に線形摩擦接合を行い、当該試料における印加圧力による温度制御の有効性および厚板の線形摩擦接合性について検討し、以下の知見が得られた。

- (1) 3.2 mm 厚の薄板の耐候性鋼の線形摩擦接合において、印加圧力による接合温度の変化は材料強度の温度依存性と一致しており、耐候性鋼においても印加圧力による温度制御が可能である。
- (2) 比較的強度の低い耐候性鋼においては、高い印加圧力を付与すると、接合界面が昇温する前に試料の突出し部が大きく塑性変形し欠陥が発生しやすくなる。SPA-H 鋼では印加圧力 250 MPa では、 $A_1$  点以下の温度での接合が困難であり、欠陥が発生する。
- (3) 高い印加圧力を付与すると試料の突出し部で大きな塑性変形が生じるのは、印加圧力と摩擦力からなる相当応力が材料の降伏応力を超えるからである。突出し部の塑性変形に伴い接合界面は広がり、それにより試料にかかる印加圧力は初期設定値より低下するが、それに伴い低下した相当応力が降伏応力を下回ったときに変形は停止する。
- (4) 接合前に材料の降伏応力以上の圧力で予圧すると、試料が加工硬化して突出し部の塑性変形を軽減することができる。SPA-H 鋼では、500 MPa で予圧して印加圧力 250 MPa で接合すると、 $A_1$  点以下の温度で欠陥のない継手が作製できた。
- (5) 12 mm 厚の厚板の耐候性鋼の線形摩擦接合では、接合温度は材料強度の温度依存性から予想される温度よりも高くなる。接合界面では中心部では温度が高く、表面部では温度が低い温度分布が形成されており、厚板ではその温度の不均一性が顕著となることから、中心部の温度が上昇すると推察した。その結果、 $A_1$  点以下の温度での線形摩擦接合は困難と考えられる。一方、 $A_3$  点以上では健全な接合体が得られた。

## 第 5 章の参考文献

- [1] R. Kuroiwa, H. Liu, Y. Aoki, S. Yoon, H. Fujii, G. Murayama and M. Yasuyama: *Sci. Technol. Weld. Join.*, **25** (2020), 1.
- [2] JIS G 3125: 2015, Superior atmospheric corrosion resisting rolled steels.
- [3] W. Li, A. Vairis, M. Preuss, T. J. Ma: *Int. Mater. Rev.*, **61** (2016), 71.
- [4] I. Bhamji, M. Preuss, P. L. Threadgill and A. C. Addison: *Mater. Sci. Tech.*, **27** (2011), 2.
- [5] G. Miyamoto and T. Furuhashi: *Bull. Iron steel inst. Jpn.*, **21** (2016), 645.
- [6] 日本塑性加工学会: 例題で学ぶはじめての塑性力学, 森北出版, 東京, (2009).
- [7] N. Bay and T. Wanheim: *Wear*, **38** (1976), 201.
- [8] Z.G. Wang, Y. Yoshikawa, T. Suzuki, K. Osakada: *Annals. of the CIRP*, **63-1** (2014), 277.
- [9] 黒岩良祐: 中炭素鋼の線形摩擦接合, 修士論文, 大阪大学, (2016).
- [10] JIS G 4051: 2016, Carbon steels for machine structural.

## 第 6 章 線形摩擦接合継手の残留応力

### 6.1 緒言

耐候性鋼は橋梁等のインフラ構造物に使用されることから、接合部に高い疲労特性が要求される。疲労特性の影響因子として、材料強度、継手の形状、残留応力などが挙げられる。その中でも、残留応力は接合方法およびその条件と密接に関係するため、新規接合方法である線形摩擦接合で作製した継手の残留応力を把握することは非常に重要である。しかし、線形摩擦接合における残留応力の研究は Ti 合金に関するもの<sup>[1-3]</sup>がほとんどで、その他 Al 合金<sup>[4]</sup>や Ni 合金<sup>[5]</sup>に関して少数の報告もあるが、鉄鋼材料に関する報告<sup>[6]</sup>は X 線回折法を用いて試料表面の残留応力を測定した報告のみである。耐候性鋼は 10 mm 以上の厚板で使用されるが、表面の測定のみでは残留応力の発生挙動や分布について不明な点が多い。そこで本研究では、厚鋼板の内部の残留応力を非破壊で測定可能な中性子回折法を利用して、耐候性鋼（12 mm 厚）の線形摩擦接合継手の表面および内部の残留応力分布を調査した。

### 6.2 実験方法

#### 6.2.1 供試材と接合条件

供試材として、板厚 12 mm の高耐候性圧延鋼材（SPA-H: JIS G 3125）<sup>[7]</sup>を用いた。この鋼材の特性等の情報は 5.2.1 項に示したとおりである。ACB 社製の線形摩擦接合装置 LFD15（5.2.2 項）を用いて接合した。試料の形状は Fig. 5-3 に示す通りで、接合条件は Table 6-1 に示すように印加圧力 100, 250 MPa で行った。温度測定は、5.2.4 項に示す方法で行った。Fig. 6-1 に温度測定結果を示す。

Table 6-1 Linear friction welding condition used in Chapter 6

Applied pressure [MPa]	Amplitude [mm]	Frequency [Hz]
100	1.5	15
250	1.5	15

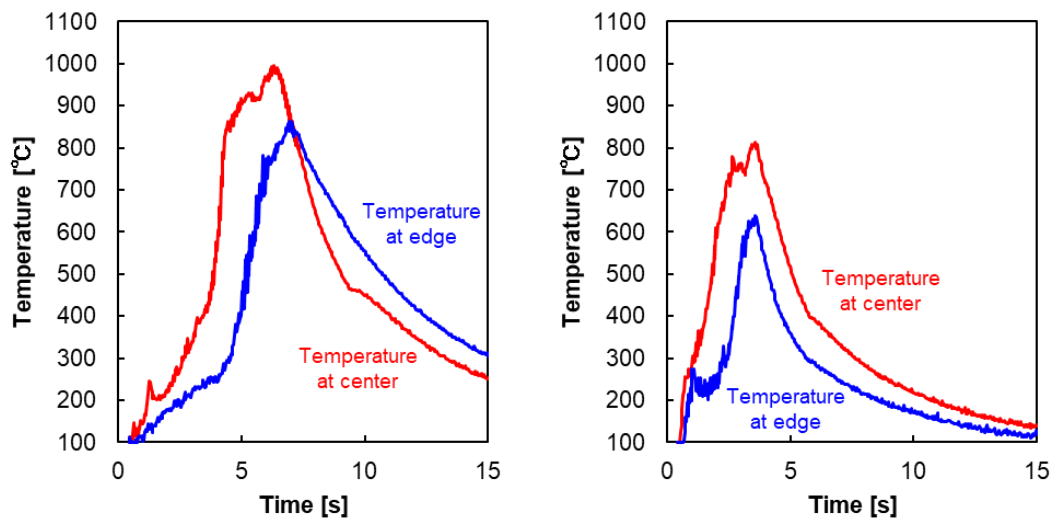


Fig. 6-1 Heat cycles of the joints at surface during LFW under applied pressure of (a) 100 MPa and (b) 250 MPa.

## 6.2.2 中性子回折測定

中性子回折マッピング測定は大強度陽子加速器施設 J-PARC (Japan-Proton Accelerator Research Complex) 内の物質・生命科学実験棟 MLF の BL-19 に設置された飛行時間型工学材料回折装置「匠 (TAKUMI)」を用いて実施した。マッピング測定は Fig. 6-2 に示す測定位置に関する模式図中の各位置に対して実施した。接合線直角方向 (Fig. 6-2 (a)) と接合線平行方向 (Fig. 6-2 (b)) の残留応力分布を測定した。なお、接合中の試料の加圧方向を LD (Loading direction)、板幅方向 (振動方向) を TD (Transvers direction)、板厚方向と平行な方向を ND (Normal direction) と定義する。接合線直角方向の残留応力分布の測定では、振

動方向の端部 (TD2: 端部から 2 mm), 中心部 (TD15: 端部から 15 mm), 板厚方向の表層部 (ND2: 表層から 2 mm), 中心部 (ND6: 表層から 6 mm) のそれぞれ 4 種類の位置で測定した. 接合線平行方向の残留応力分布の測定では, 接合界面の板厚方向の中心部において測定した. 各測定点の測定時間は回折ピークの強度が十分となるように 7.5~10 min の間の任意の値とした. Fig. 6-3 に装置と試料の配置に関する模式図を示す. 匠では, 入射中性子ビームに対して 90 度回折した中性子を検出している. つまり, 入射中性子ビームに対して  $\pm 45$  度傾いた方向を向いている各格子面の間隔を計測している. 一度の測定で 2 方向の回折パターンを得ることができる特徴がある. そのため, 3 方向の残留応力を求めるには, 異なる 2 種類のレイアウトで試料を配置する必要がある. Fig. 6-3 (a) のレイアウトでは TD 方向と ND 方向の, Fig. 6.3 (b) のレイアウトでは LD 方向と ND 方向の格子面間隔をそれぞれ取得した. 入射ビームのサイズはスリットにより 2 mm 幅  $\times$  2 mm 高さとし, 2 mm 幅のラジアルコリメータ 1 対を使用することで, 中性子回折のゲージ体積 (測定領域) を 2 mm  $\times$  2 mm  $\times$  2 mm とした. Fig. 6.4 に実際に試料を設置したときの装置の写真を示す. なお, 実際には図中に示すような装置により, 複数のゴニオメーターを使用して試料を正確な位置に調整した. 中性子回折実験中の中性子ビーム強度は 800 kW であった.

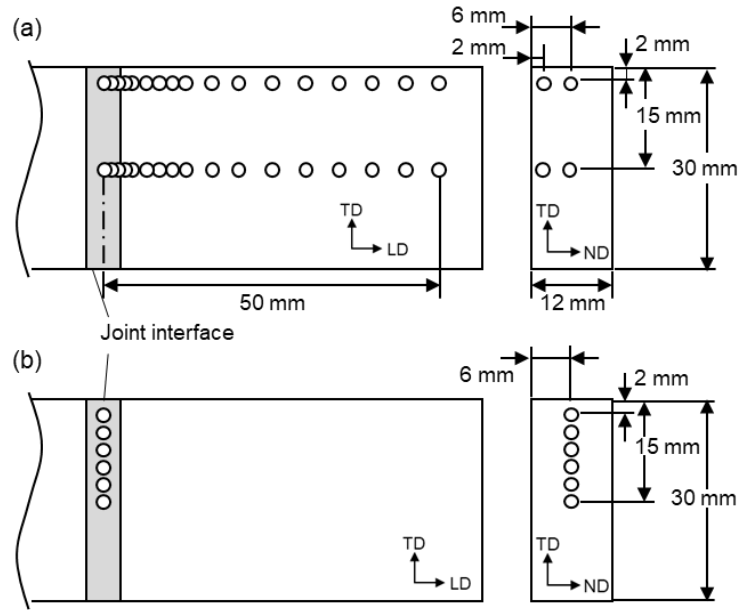


Fig. 6-2 Schematic illustration of mapping measurement points along (a) LD and (b) TD.

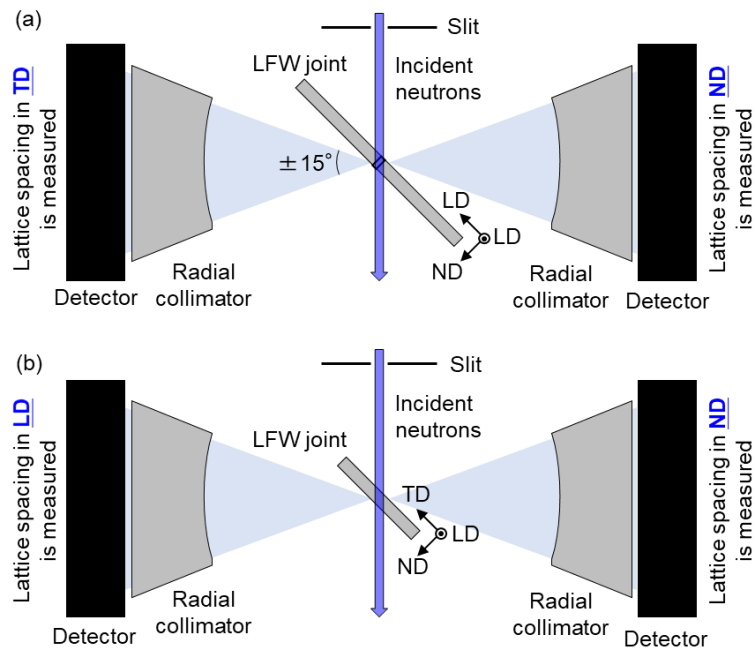


Fig. 6-3 Schematic illustrations of the experimental setups in TAKUMI instrument. (a) The joint is aligned to measure with scattering vectors parallel to the LD and ND. (b) The joint is aligned to measure with scattering vectors parallel to the TD and ND.

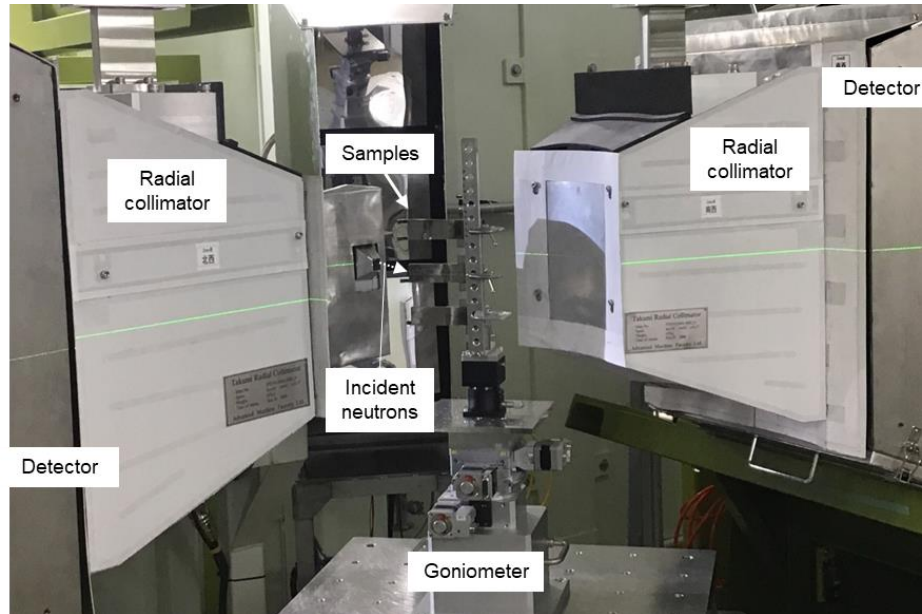


Fig. 6-4 Photograph of the neutron diffraction measurement equipment with samples to be measured.

### 6.2.3 データ解析

中性子回折測定により得られた各解析点におけるデータの解析には、Rietveld 解析ソフトウェア“Z-Rietveld”<sup>[8]</sup>を使用した。平均格子面間隔 $d$ はマルチピーク フィットティング法により算出した。得られた平均格子面間隔を用いて式(6-1)より格子ひずみ $\varepsilon_{ii}$ を導出できる。

$$\varepsilon_{ii} = \frac{d - d_0}{d_0} \quad (ii = 11, 22, 33) \quad (6-1)$$

ここで、 $d_0$ は残留応力がない状態の基準格子面間隔である。また、11 は LD、22 は TD、33 は ND と平行な向きをそれぞれ表している。基準格子面間隔の測定には $d_0$ クーポンを適用した。 $d_0$ クーポンは母材の板材から 2 mm 角の試料をワイヤカット放電加工機により切り出し、それらを接着剤で張り合わせて 6 mm 角として作製した。得られた 3 方向の格子ひずみを用いることで、11, 22, 33 の各

方向の残留応力は以下の式で求められる．

$$\sigma_{ii} = \frac{E}{1+\nu} \left[ \varepsilon_{ii} + \frac{\nu}{1-2\nu} (\varepsilon_{11} + \varepsilon_{22} + \varepsilon_{33}) \right] \quad (ii = 11, 22, 33) \quad (6-2)$$

ここで、 $E$ は回折弾性係数、 $\nu$ はポアソン比である．本研究では弾性定数は当方的と仮定し、 $E$ は 206 GPa、 $\nu$ は 0.3 とした<sup>[9]</sup>．

任意の  $hkl$  結晶粒群の回折ピークの半値全幅 (FWHM: full width at half maximum) は、Z-Rietveld を用いたシングルピークフィッティングにより算出した．なお、FWHM の値は LD, TD, ND から得られた 3 方向の平均値である．また、異なる  $hkl$  結晶粒群間の FWHM を比較するために、各ピークの格子面間隔で除することと規格化した．



## 6.3 実験結果と考察

### 6.3.1 残留応力

Fig. 6-5 に印加圧力 100 MPa と 250 MPa の条件で接合した LFW 継手における、3 方向の残留応力の接合線直角方向の分布を示す。Fig. 6-5 (a), (c), (e) に示す印加圧力 100 MPa と Fig. 6-5 (b), (d), (f) に示す印加圧力 250 MPa で得られた継手における接合線垂直方向の残留応力はほとんど一致した。次に各方向の残留応力の分布について記述する。Fig. 6-5 (a), (b) に示す振動方向の応力について、接合界面では振動方向、板厚方向のいずれの位置についても引張の応力が示された。特に振動方向、板厚方向の中心部 (TD15-ND6) では 600 MPa を超える高い値が示された。Fig. 6-5 (c), (d) に示す加圧方向の応力について、接合界面では TD15-ND6 で約 500 MPa の引張の応力が示され、振動方向の中心部、板厚方向の表層部 (TD15-ND2) ではわずかに引張の応力が示され、振動方向の端部の 2 つの位置では圧縮の応力が示された。Fig. 6-5 (e), (f) に示す板厚方向の残留応力では、接合界面のいずれの位置も引張傾向の応力が示された。TD15-ND6 で最も値が大きく約 250 MPa の応力値が示されたが、振動方向、加圧方向の応力に比べて絶対値として小さい。また、いずれの方向の応力も接合界面から約 20 mm 以上離れると残留応力はほとんど 0 に近づいている。

Fig. 6-6 に印加圧力 100 MPa と 250 MPa の条件で接合した LFW 継手における、3 方向の残留応力の接合線平行方向の分布を示す。参考として板厚方向の表層部 (ND2) の結果も示しているが、プロット点の多い板厚方向の中心部 (ND6) の残留応力分布に着目した結果について記述する。Fig. 6-6 (a), (b) に示す振動方向の応力について、振動方向の中心部で最も応力が大きくなり、端部に近くなるにつれて応力値が小さくなる分布が示された。端部に近い部分の残留応力と端部からの距離には直線的な相関があり、端部では応力がほとんど 0 になると推定される。Fig. 6-6 (c), (d) に示す加圧方向の残留応力についても、振動方向の中心部で最も応力が大きくなった。一方で、印加圧力により分布傾向が異なる。

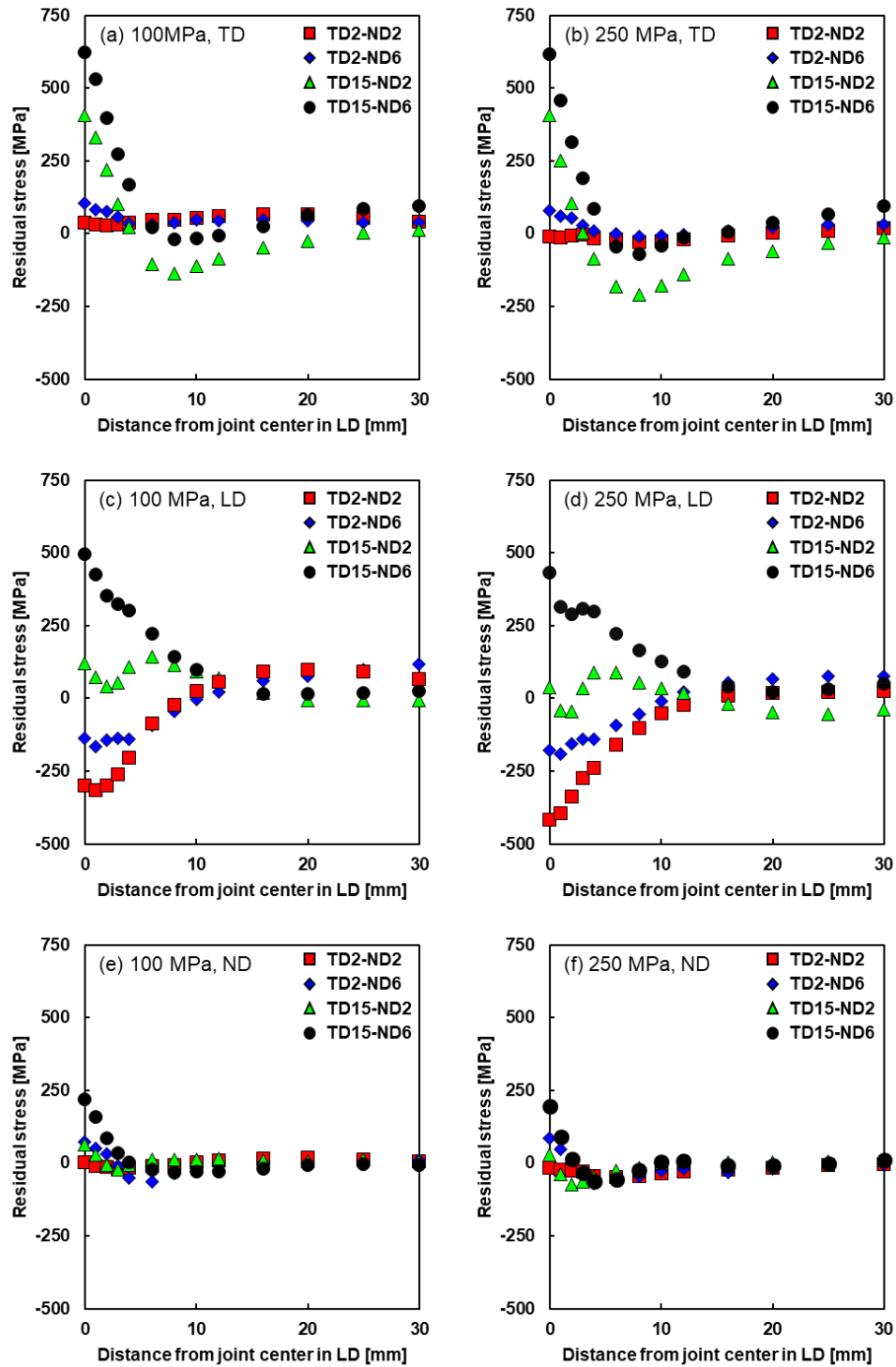


Fig. 6-5 Residual stress distributions as a function of distance from weld center along LD for the three principal directions (TD, LD, ND) of two LFWed joints: applied pressure of (a), (c), (e) 100 MPa and (b), (d), (f) 250 MPa.

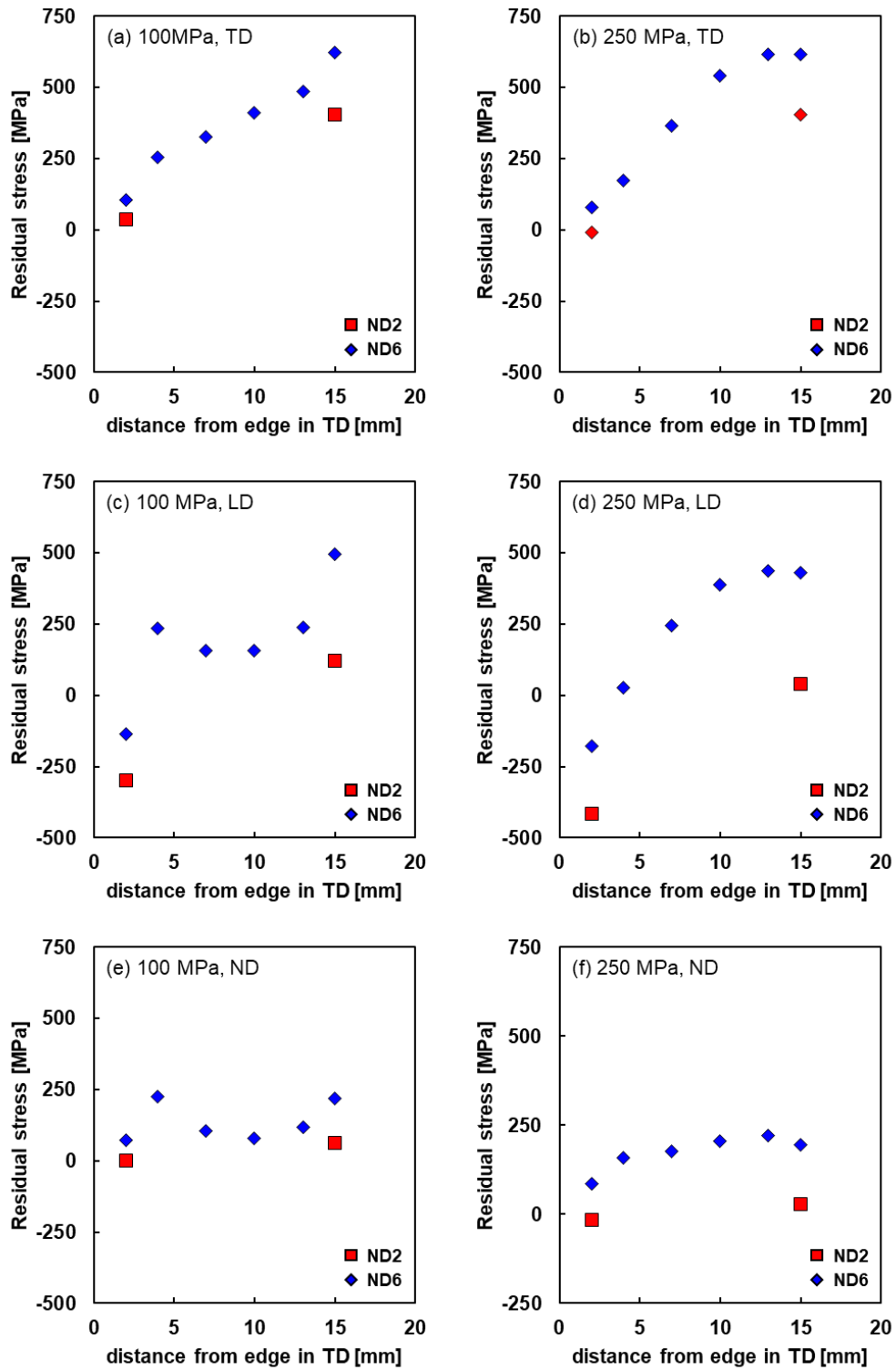


Fig. 6-6 Residual stress distributions as a function of distance from edge along TD for the three principal directions (TD, LD, ND) of two LFWed joints: applied pressure of (a), (c), (e) 100 MPa and (b), (d), (f) 250 MPa.

印加圧力 250 MPa では、振動方向の残留応力 (Fig. 6-7 (a), (b)) と同様に端部付近 (端部から約 10 mm) の応力は端部からの距離と直線的な相関があるが、印加圧力 100 MPa では端部から 4 mm の位置で応力のピークが存在する。Fig. 6-6 (e), (f) に示す加圧方向の残留応力については、絶対値としては小さいものの加圧方向の残留応力と同様の分布傾向が示された。一般的に、熔融溶接では変形しやすい端部では残留応力が 0 に近づいたり (接合線平行方向, 板厚方向の応力), 中心部とバランスを取るように圧縮の残留応力となる (接合線直角方向の応力) ため<sup>[10]</sup>, 印加圧力 250 MPa の結果と同様な残留応力となる。印加圧力 100 MPa の加圧方向および板厚方向の残留応力分布について、端部から 4 mm の位置で応力のピークが存在するのは、FSW 冷却時の温度分布が関係していると推察される。Fig. 6-1 に示す各印加圧力条件の温度履歴を見ると、印加圧力 250 MPa においては常に中心部の方が温度が高いのに対し、印加圧力 100 MPa では接合中は中心部の方が温度が高いが、冷却中は端部の方が温度が高くなっている。表面の温度を測定しているため、材料内部の温度分布については不明ではあるが、端部から 4 mm で高い引張残留応力が形成されたのは、その周辺が完全に冷却されたのが比較的遅いタイミングであったからと推察される。

次に、得られた LFW 継手の残留応力について従来の熔融溶接と比較して検討する。一般的に熔融溶接では、接合線平行方向 (LFW では振動方向) の残留応力は降伏応力相当となるが、接合線直角方向の残留応力は拘束が小さいため降伏応力より小さくなると考えられている<sup>[10]</sup>。例えば、Paradowsk ら<sup>[11]</sup>は、板厚 12 mm の炭素鋼のアーク溶接継手の残留応力を中性子回折法により測定し、接合部における接合線平行方向、接合線垂直方向、板厚方向の残留応力がそれぞれ、約 450 MPa, 約 200 MPa, 約 200 MPa であることを報告した。一方で、LFW 継手ではいずれの印加圧力条件においても、接合中心部の振動方向、加圧方向の残留応力がそれぞれ約 600 MPa, 500 MPa 降伏応力以上の高い値を示した。なお、残留応力は理論的には降伏応力を大きく超えることはあり得ないが、これは 2 軸に高い引張応力がかかっていることに起因すると考えられる。(5.2)式に示した、多

軸応力状態における相当応力を求めるとこれらの応力が降伏応力相当であることがわかる。したがって、線形摩擦接合継手では接合中心部において、振動方向だけでなく加圧方向の残留応力も降伏応力相当となっており、接合中心部の加圧方向（接合線直角方向）の残留応力が溶融溶接と比較して大きいといえる。一方で、接合界面において加圧方向の残留応力の和が 0 になることを考慮すると、接合中心部において高い引張の残留応力が存在することは、接合界面の表面や端部において圧縮の残留応力が大きくなることを意味する。実際に、Fig. 6-5 (c), (d)では、接合界面の振動方向の端部（TD2-ND2, TD2-ND6）では高い圧縮応力が存在していることがわかる。これは、疲労変形中に生じる表面からのき裂発生および進展を抑制する効果があると期待される。

### 6.3.2 半値全幅

Fig. 6-7に印加圧力 100 MPa と 250 MPa の条件で接合した LFW 継手における、半値全幅の接合線直角方向の分布を示す。どちらの印加圧力条件で得られた継手においても、接合界面から約 5 mm の範囲では母材に比べて半値全幅が大きくなる傾向が示された。一方で、接合部近傍の半値幅の分布については印加圧力により傾向が異なり、印加圧力 100 MPa では接合界面から 2~3 mm の位置で極大値を取るのに対して、印加圧力 250 MPa では接合界面で最も大きな値を示した。また、どちらの印加圧力条件についても、接合界面近傍の半値全幅は TD15-ND6 で最も大きくなった。

Fig. 6-8に印加圧力 100 MPa と 250 MPa の条件で接合した LFW 継手における、半値全幅の接合線平行方向の分布を示す。どちらの印加圧力条件においても振動方向の中心部で半値全幅が最も大きくなり、端部に近づくにつれて低下する傾向が示された。

結晶子サイズが小さくなると、結晶子一つ当たりの各格子面の数が減少するので、半値全幅は大きくなる<sup>[12]</sup>。一般的に金属材料の多結晶体試料では、結晶子サイズはサブグレインの大きさと関連している。したがって、材料内部のサブグレインが微細であるほど半値全幅は大きくなると考えられる。そして、サブグレインサイズは結晶粒径および転位密度の影響を受ける。したがって、印加圧力 100 MPa の場合には接合界面から約 5 mm の範囲で母材に比べて半値全幅が大きくなったのは、接合中の加工の影響を受けて転位密度が上昇したためと考えられる。一方で、印加圧力 100 MPa で接合界面において界面から 2~3 mm 離れた位置より半値全幅が小さくなった。これは、接合中の再結晶により転位の少ないフレッシュな結晶粒が形成されたためであると考えられる。印加圧力 250 MPa でも再結晶が生じているが、接合界面における半値全幅の値が印加圧力 100 MPa よりも増大したことは、結晶粒径 3  $\mu\text{m}$  程度の非常に微細な動的再結晶組織が形成され、転位密度も比較的高いことが影響したためであると推察される。

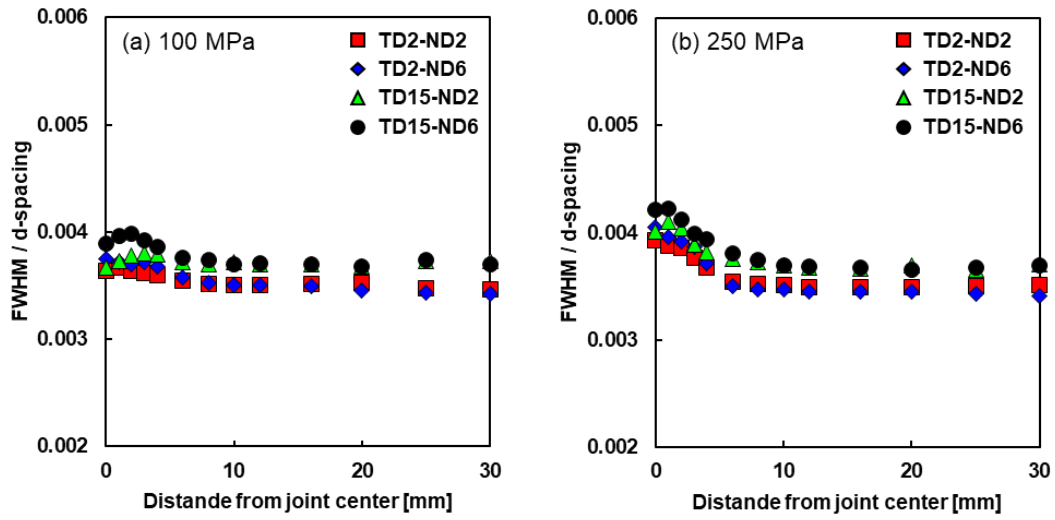


Fig. 6-7 FWHM distribution as a function of distance from weld center along LD for the three principal directions (TD, LD, ND) of two LFWed joints: applied pressure of (a), (c), (e) 100 MPa and (b), (d), (f) 250 MPa.

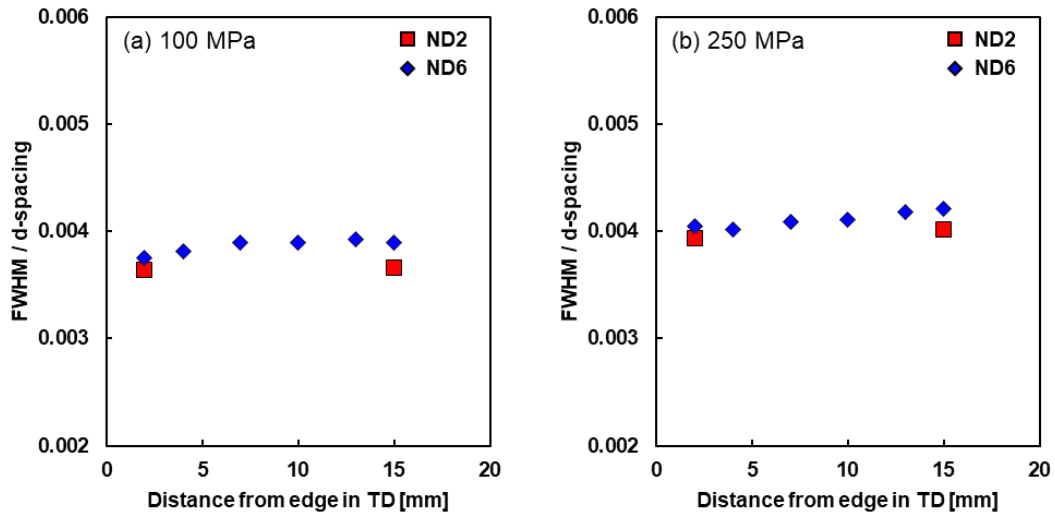


Fig. 6-8 FWHM distribution as a function of distance from edge along TD for the three principal directions (TD, LD, ND) of two LFWed joints: applied pressure of (a), (c), (e) 100 MPa and (b), (d), (f) 250 MPa.

### 6.3.3 LFW で形成される残留応力の成因と制御について

6.3.1 項において、LFW では、接合界面の中心部における振動方向（接合線平行方向）と加圧方向（接合線直角方向）の残留応力がともに降伏応力相当となることを示した。本項ではその成因について考察し、制御方法を検討する。

まず、振動方向の残留応力について、溶融溶接における発生機構に基づき考察する。溶融溶接では、溶接線平行方向の残留応力を考える際に、簡単のため Fig. 6-9 (a)に示すような両端固定棒モデルが使用される<sup>[13]</sup>。溶接部を模擬した中央の棒と母材を模擬した 2 本の棒が両端の剛体で固定されていると仮定し、中央の棒を一様に加熱、冷却した際に生じる熱応力を考える。加熱、冷却した際の熱応力の履歴は Fig. 6-4 (b)で示すヒステリシスで表される。中央の棒を加熱すると膨張しようとするが、母材の棒がそれを抑制するため圧縮応力が生じる。この応力は温度の上昇に伴い増加し (Fig. 6-9 (b)の A→B)、降伏応力に到達するとそれ以上は増加しない。また、降伏応力は温度の上昇と共に低下するため、熱応力は温度の上昇に伴い低下する (Fig. 6-9 (b)の B→D)。次に、Fig. 6-9 (b)の D に到達した時点で冷却が開始するとした場合、冷却に伴い熱膨張が減少するので応力は減少し、やがて引張応力に転じ、引張側で再降伏する (Fig. 6-9 (b)の D→E)。その後、温度の低下と共に降伏応力は上昇するため、熱応力も上昇し、最終的に室温の降伏応力相当の引張の残留応力が残る (Fig. 6-9 (b)の E→F)。したがって、ある温度以上まで上昇すると残留応力は引張の降伏応力に収束するが、その境界の温度が Fig. 6-9 (b)に示される  $T_c$  に相当する。軟鋼を想定した場合、 $T_c$  は 186°Cとなることが報告されている<sup>[13]</sup>。LFW における最高到達温度は溶融溶接に比べてはるかに低い、 $T_c$  よりも高いため、残留応力は溶融溶接と同様に降伏応力相当の大きさになったと説明できる。



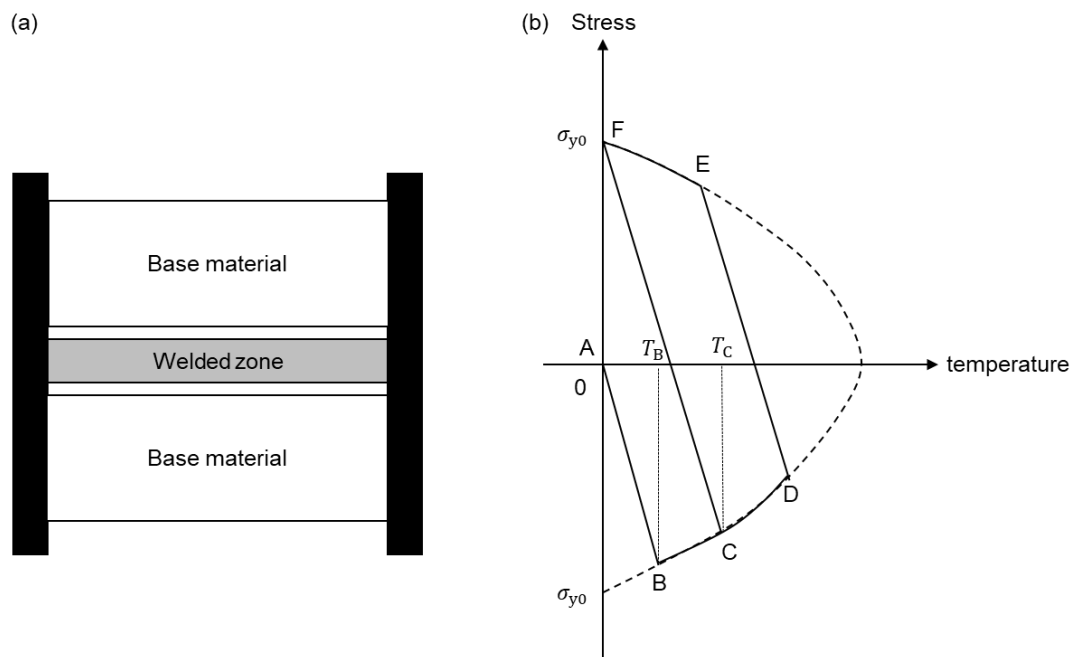


Fig. 6-9 (a) Schematic illustration of both ends fixed bar model for residual stress. (b) Explanatory diagram of change in thermal stress during heating and cooling.  $\sigma_{y0}$ : yield strength at room temperature<sup>[13]</sup>.

次に、加圧方向の残留応力について、溶融溶接と比較して考察する。溶融溶接の場合、既に述べた溶接線平行方向については、母材からの拘束が大きいいため外部からの拘束の影響を受けないが、溶接線垂直方向については拘束が小さいため、発生する残留応力は外部からの拘束状況に依存する。一方、LFW の場合、接合後 2 s 間は、試料には接合中の印加圧力と同量の圧縮応力がかかっており、2 s 後に除荷され拘束のない状態となる。加圧方向の残留応力に寄与する拘束力は、接合部の熱収縮を妨げるような引張の応力であるため、接合完了から 2 s 後まで圧縮応力は引張残留応力の形成には寄与しないと考えられる。それにもかかわらず、LFW 継手の接合中心部において加圧方向に降伏応力相当の高い引張の残留応力が生じたのは、接合中の加工によるひずみ、または接合部幅が非常に狭いこと等が関係していると推察される。この原因についてさらに議論を深め

るためには、有限要素法等の数値解析を用いる必要があり、ここでは推察の範囲にとどめる。

溶融溶接の接合線垂直方向の残留応力は、熱収縮を妨げるような拘束が大きいほど引張の残留応力が大きくなる<sup>[10]</sup>。LFW では、今回の実験では特に制御をしなかったが、冷却中に熱収縮により発生する応力を緩和する圧縮方向に圧力をかけることができる。したがって、LFW では冷却中に印加圧力を制御することにより残留応力を低減できると考えられる。例えば、接合界面では表面や端部が先に冷却し、中心部が最後に冷却すると考えられるが、中心部が冷却する際に既に冷却した表面や端部が拘束として作用すると推察される。その際に接合界面に対して圧縮の印加圧力をかけると、表面や端部が変形でき、中心部は自由に熱収縮でき、中心部の引張の残留応力は減少すると予想される。したがって、LFW では冷却中の印加圧力制御により、接合界面における加圧方向の残留応力を自由に変化させることができると期待される。

## 6.4 結言

本章では、12 mm 厚の高 P 耐候性鋼（SPA-H: JIS G 3125）を印加圧力 100 MPa および 250 MPa の条件で線形摩擦接合した継手に対して中性子回折マッピング測定を行い、継手の残留応力および半値全幅の分布を調査し、以下の知見が得られた。

- (1) 印加圧力条件によらず、接合中心部において振動方向、加圧方向に降伏応力相当の高い引張の残留応力を形成していた。
- (2) 振動方向（接合線平行方向）の残留応力が降伏応力相当となるのは溶融溶接と同様の傾向であるが、加圧方向（接合線直角方向）の残留応力は、溶融溶接の場合より高く、降伏応力相当となる。加圧方向の残留応力は接合界面において和が 0 になるため、接合中心部の高い残留応力は、端部や表面部の圧縮の残留応力につながり、表面からのき裂の発生や進展を抑制する効果があると推察される。
- (3) 接合中心部における振動方向の残留応力が降伏応力相当となることは、溶融溶接で用いられる両端固定棒のモデルで説明できた。一方で、加圧方向の残留応力については、溶融溶接における拘束を考慮した理論では説明できなかったが、LFW では冷却中に拘束を減らす圧縮方向に応力をかけることができるため、冷却中の印加圧力制御により加圧方向の残留応力が制御できると期待される。
- (4) 接合界面から 5 mm の範囲では母材に比べて半値全幅が大きくなることが認められた。これは、接合中の加工により転位密度が上昇したことに起因すると推察される。

## 第 6 章の参考文献

- [1] J. Romero, M, M, Attallah, M. Preuss, M. Karadge and S. E. Bray: *Acta Mater.*, **57** (2009), 5582.
- [2] R. Frankel, M. Preuss, A. Steuwer, P. J. Withers and S. Bray: *Sci. Tech. Adv. Mater.*, **25** (2009), 640.
- [3] C. Bühr, B, Ahmad, P. A. Colegrove, A. R. McAndrew, H. Guo and X. Zhang: *Mater. Des.*, **139** (2018), 222.
- [4] X. Song, M. Xie, F. Hofmann, T. S. Jun, T. Connolley, C. Reinhard, R. C. Atwood, L. Connor, M. Drakopoulos, S. Harding and A. M. Korsunsky: *Mater. Des.*, **50** (2013), 360.
- [5] M. Smith, J. -B. Levesque, L. Bichler, D. Sediako, J. Gholipour and P. Wanjara: *Mater. Sci. Eng. A*, **691** (2017), 168.
- [6] R. Gadallah, S. Tsutsumi, Y. Aoki and H. Fujii: *J. Manuf. Process.*, **64** (2021), 1223.
- [7] JIS G 3125: 2015, Superior atmospheric corrosion resisting rolled steels.
- [8] R. Oishi, M. Yonemura, Y. Nishimaki, S. Torii, A. Hoshikawa, T. Ishigaki, T. Morishima, K. Mori and T. Kamiyama: Rietveld analysis software for J-PARC, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A*, **600** (2009), 94.
- [9] S. Harjo, T. Kawasaki, F. Grazzi, T. Shinohara and M. Tanaka: *Materialia*, **7** (2019), 100377.
- [10] T. Terasaki: *J. Jpn. Weld. Soc.*, **78** (2009), 55.
- [11] A. Paradowska, J. W. H. Price, R. Ibrahim and T. Finlayson: *J. Mater. Process. Technol.*, **164-165** (2005), 1099.
- [12] 中井泉, 泉富士夫: 粉末 X 線解析の実際 第 2 版, 朝倉書店, 東京, (2009), 62.
- [13] R. Kamichika: *J. Jpn. Weld. Soc.*, **59** (1990), 502.

## 第 7 章 総括

本研究では、摩擦攪拌接合や線形摩擦接合等の固相接合を前提とした高 P 耐候性鋼の開発に向けて、高濃度の P 添加が接合性、ミクロ組織および靱性等の機械的特性に及ぼす影響を明らかにした。また、橋梁等のインフラ構造物への固相接合の適用を想定して、ツールレスで接合可能な線形摩擦接合による耐候性鋼の接合性について検討した。線形摩擦接合では 10 mm 以上の厚板の接合が可能であることを確認し、耐候性鋼の線形摩擦接合における温度制御に及ぼす接合条件および板厚の影響を明らかにした。加えて、継手の信頼性を評価するため、中性子回折法を用いて継手内部の残留応力分布について明らかにした。本研究で得られた主たる知見を以下に総括する。

第 1 章では、橋梁等のインフラ構造物の長寿命化の重要性を取り上げ、そのためには耐候性鋼の耐食性を向上することが有効であることを述べた。固相接合を前提として、溶接性の問題から制限されている P を活用することにより、耐候性鋼の耐食性をさらに向上できる可能性について述べ、これらを踏まえた上で本研究の目的および本論文の構成を示した。

第 2 章では、研究背景として、耐候性鋼の耐食性向上における P 活用の重要性を述べた上で、鉄鋼材料の溶接性、靱性における P 活用の課題を整理した。加えて、P の活用を可能とする摩擦攪拌接合および線形摩擦接合の原理、特徴、および適用状況についてまとめた。

第 3 章では、固相接合を前提とした高 P 耐候性鋼の開発に向けて、P に加えて、ミクロ組織制御や強度向上に有効である C にも着目し、高 P 耐候性鋼の接合性、微視組織および機械的特性に及ぼす C、P 量の影響について議論した。C 量を 0.1~0.5 wt%，P 量 0.1~0.3 wt% で変化させた全ての鋼材において、摩擦攪

拌接合により欠陥のない健全な接合体が得られた。また、0°Cでのシャルピー試験において、0.1 wt%C-0.1 wt%P よりも多くの C または P を含有した鋼材の母材では脆性破壊が起こるのに対し、結晶粒微細化した攪拌部では 0.1 wt%-0.3 wt%P においても接合条件に関わらず延性破壊を呈した。このように、P 量を増加しても靱性を維持するためには、結晶粒微細化を活用することが有効であることが明らかとなり、高 P 耐候性鋼の設計指針が得られた。

第 4 章では、高 P 耐候性鋼の母材および摩擦攪拌接合された攪拌部における P の粒界偏析の実態と、粒界偏析が靱性に及ぼす影響について議論した。平衡状態では、粒界偏析が結晶粒微細化により軽減することが報告されているが、 $A_1$  点以下の温度で接合された攪拌部（細粒）の粒界 P 濃度は、 $A_3$  点以上の攪拌部（粗粒）と比較して高いことが明らかとなった。その原因は、摩擦攪拌接合中に発生する粒界偏析は短時間の非平衡状態と考えられるためと推察し、非平衡状態の粒界偏析に及ぼす結晶粒径の影響について計算により検討した。その結果、溶質の拡散距離が結晶粒径に比べて十分小さい短時間では、溶質の粒界濃度は結晶粒径によって影響を受けないが、溶質の拡散距離が結晶粒径に比べて無視できないほどの長時間では、溶質の粒界濃度は結晶粒が小さいほど低くなることがわかった。したがって、P は拡散速度が低いため、摩擦攪拌接合冷却中における P の粒界偏析は結晶粒径に依存しないが、拡散速度が高い C の粒界偏析は接合中に平衡状態に達すると推察されるため、粒界 C 濃度は結晶粒微細化に伴い低下する。 $A_1$  点以下の攪拌部における粒界 P 濃度が比較的高くなった理由として、粒界 C 濃度が比較的低く、サイトコンペティション効果による P の粒界偏析の抑制効果が低いことや、FSW 中の動的再結晶で形成された格子欠陥により P の拡散速度が増加したことが考えられる。また、P の粒界偏析濃度と靱性の関係を整理して、P の粒界濃度を約 7 at%以下に抑えると、P の粒界偏析は靱性に影響を及ぼさないことが明らかにした。

第 5 章では、高 P 耐候性鋼の線形摩擦接合を行い、接合性および温度制御に及ぼす板厚の影響について議論した。3.2 mm 厚の薄板の耐候性鋼に対して、印加圧力により接合温度制御可能であることを確認したが、250 MPa の高い印加圧力条件では欠陥が生じ、 $A_1$  点以下の温度での接合はできなかった。その原因として、印加圧力と界面の摩擦力からなる相当応力が材料の降伏応力を上回ると、界面が昇温する前に突出し部の材料が塑性変形し、欠陥の形成につながると推察した。それに対し、接合前に材料を加工硬化させるために予圧を行うと、塑性変形を軽減でき、 $A_1$  点以下の温度で欠陥のない継手が作製できることを明らかにした。12 mm 厚の厚板の耐候性鋼の線形摩擦接合では、問題なく欠陥のない継手が得られ、ツールを用いない線形摩擦接合では、板厚によらず接合可能であることを確認した。一方で、接合温度は材料強度の温度依存性から予想される温度よりも高くなった。これは接合界面における表面と内部での温度の不均一性に起因した。

第 6 章では、12 mm 厚の厚板の高 P 耐候性鋼で作製した線形摩擦接合継手における残留応力分布を、試料の内部の残留応力を測定可能な中性子回折法を用いて調査した。印加圧力条件によらず、接合中心部では振動方向および加圧方向に降伏応力相当の高い引張の残留応力が形成されたことが明らかとなった。接合中心部における振動方向（接合線平行方向）の残留応力が降伏応力相当となるのは溶融溶接と同様の傾向で、両端固定棒のモデルで説明できた。一方で、接合中心部における加圧方向（接合線直角方向）の残留応力は溶融溶接の場合より高く、降伏応力相当となった。これは、接合界面において加圧方向の残留応力の和が 0 になることを考慮すると、表面や端部においてそれを補うような高い残留圧縮の応力が存在することを意味しており、表面からのき裂の発生や進展を抑制する効果があると推察した。一方で、冷却中の印加圧力を制御すると接合界面における拘束状態を変化させることができるため、線形摩擦接合では、加圧方向の残留応力分布を制御できると期待される。

## 研究業績

### 論文

- [1] 川久保拓海, 柳楽知也, 潮田浩作, 藤井英俊  
「高 P 耐候性鋼の摩擦攪拌接合 ―その接合性, 組織の発達および機械的  
特性―」  
鉄と鋼 Vol. 106 (2020) pp. 892-901
- [2] Takumi Kawakubo, Tomoya Nagira, Kohsaku Ushioda and Hidetoshi Fujii  
“Friction Stir Welding of High Phosphorus Weathering Steel – Weldabilities,  
Microstructural Evolution and Mechanical Properties”  
ISIJ International Vol. 61 (2021) pp. 2150-2158
- [3] Yixum Wang, Seiichiro Tsutsumi, Takumi Kawakubo and Hidetoshi Fujii  
“Microstructure and mechanical properties of weathering mild steel joined  
by friction stir welding”  
Material Science and Engineering A Vol. 823 (2021) 141715
- [4] Yixum Wang, Seiichiro Tsutsumi, Takumi Kawakubo and Hidetoshi Fujii  
“Microstructure and mechanical properties of friction stir welded high phosphorus  
weathering steel”  
Science and Technology of Welding and Joining Vol. 27 (2022) pp. 388-397
- [5] T. Kawakubo, K. Ushioda and H. Fujii.  
“Grain boundary segregation and toughness of friction-stir-welded high-phosphorus  
weathering steel”  
Material Science and Engineering A Vol. 832 (2022) 142350
- [6] Yixum Wang, Seiichiro Tsutsumi, Takumi Kawakubo and Hidetoshi Fujii  
“Fatigue performance of friction stir welded weathering mild steels joined below A<sub>1</sub>  
temperature”  
International Journal of Fatigue Vol.156 (2022) 106667



- [7] Yixum Wang, Seiichiro Tsutsumi, Takumi Kawakubo and Hidetoshi Fujii  
“Fatigue performance of friction stir welded weathering mild steels joined below A<sub>1</sub> temperature”  
Construction and Building Materials Vol.324 (2022) 126682
- [8] Yixum Wang, Seiichiro Tsutsumi, Takumi Kawakubo and Hidetoshi Fujii  
“Microstructure, mechanical properties and fatigue behaviors of linear friction welded weathering steels”  
International Journal of Fatigue Vo.159 (2022) 106829
- [9] Yixum Wang, Seiichiro Tsutsumi, Takumi Kawakubo and Hidetoshi Fujii  
“Fatigue strength and fracture characteristics of linear friction welded joints of weathering mild steel”  
Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures Vol. 45 (2022) pp. 2769-2783
- [10] 川久保拓海, 潮田浩作, 藤井英俊, 加茂孝浩, 横田智之  
「摩擦攪拌接合した耐候性鋼の微細組織と機械的特性に及ぼす C, P の影響」  
鉄と鋼 Vol. 108 (2022) pp. 926-936
- [11] 土谷博昭, 初田和大, 川久保拓海, 潮田浩作, 藤井英俊, 山下正人, 藤本慎司  
「摩擦攪拌接合を施した高リン炭素鋼に形成するさび層の防食性」  
鉄と鋼 Vol. 108 (2022) pp. 937-944

## 学会発表

- [1] 川久保拓海, 柳楽知也, 青木祥宏, 潮田浩作, 藤井英俊  
「摩擦攪拌接合を前提とした高 C, P 添加の耐候性鋼の検討」(ポスター)  
第 177 回日本鉄鋼協会春季講演大会, 東京, 2019 年 3 月
- [2] 川久保拓海, 柳楽知也, 青木祥宏, 潮田浩作, 藤井英俊  
「高 C, P 添加の摩擦攪拌接合用耐候性鋼の検討」  
溶接学会春季全国大会, 東京, 2019 年 4 月
- [3] 川久保拓海, 柳楽知也, 潮田浩作, 藤井英俊  
「摩擦攪拌接合した耐候性鋼の微細組織と力学特性に及ぼす P 添加の影響」  
溶接学会秋季全国大会, 仙台, 2019 年 9 月
- [4] T. Kawakubo, T. Nagira, K. Ushioda and H. Fujii  
“Application of FSW to high carbon and high phosphorus weathering steel”  
FSWP2019, Louvain-la-Neuve, 2019, 9
- [5] 川久保拓海, 柳楽知也, 潮田浩作, 藤井英俊  
「摩擦攪拌接合用の高 P 添加した耐候性鋼の靱性評価」(ポスター)  
第 179 回日本鉄鋼協会春季講演大会, 東京 (大会は中止), 2020 年 3 月
- [6] 川久保拓海, 柳楽知也, 潮田浩作, 藤井英俊  
「摩擦攪拌接合を前提として開発した高 P 添加の耐候性鋼の靱性評価」  
溶接学会春季全国大会, 東京 (大会は中止), 2020 年 4 月
- [7] 川久保拓海, 潮田浩作, 藤井英俊, 加茂孝浩, 北村稔  
「耐候性鋼の摩擦攪拌接合における C および P の影響」  
溶接学会秋季全国大会, オンライン, 2020 年 9 月
- [8] 川久保拓海, 潮田浩作, 藤井英俊, 加茂孝浩, 北村稔  
「摩擦攪拌接合した耐候性鋼の機械的特性に及ぼす C および P の影響」  
第 180 回日本鉄鋼協会秋季講演大会, オンライン, 2020 年 9 月

- [9] 川久保拓海, 潮田浩作, 藤井英俊  
「高 P 鋼の摩擦攪拌接合継手における P の粒界偏析と靱性」  
第 181 回日本鉄鋼協会春季講演大会, オンライン, 2021 年 3 月
- [10] T. Kawakubo, K. Ushioda and H. Fujii  
“Phosphorus segregation and its effect on properties in friction stir welded high phosphorus weathering steel”  
TMS2021, Online, 2021. 3
- [11] 川久保拓海, 潮田浩作, 藤井英俊  
「摩擦攪拌接合した高 P 鋼における P の粒界偏析と凝固偏析」  
溶接学会春季全国大会, オンライン, 2021 年 4 月
- [12] 川久保拓海, 潮田浩作, 藤井英俊, 柳樂知也, 中村照美  
「耐候性厚鋼板の線形摩擦接合」  
溶接学会秋季全国大会, オンライン, 2021 年 9 月
- [13] 川久保拓海, 潮田浩作, 藤井英俊  
「摩擦攪拌接合中の P の粒界偏析に及ぼす結晶粒微細化の影響」  
第 182 回日本鉄鋼協会秋季講演大会, オンライン, 2021 年 9 月
- [14] 初田和大, 土谷博昭, 川久保拓海, 柳樂知也, 藤井英俊, 藤本慎司  
「摩擦攪拌接合を施した高リン炭素鋼に形成するさび層の耐食性」  
第 182 回日本鉄鋼協会秋季講演大会, オンライン, 2021 年 9 月
- [15] 川久保拓海, 潮田浩作, 藤井英俊, 加茂孝浩, 北村稔  
「FSW された耐候性鋼の機械的特性に及ぼす C, P の影響」  
第 183 回日本鉄鋼協会春季講演大会, オンライン, 2022 年 3 月
- [16] Wang Yixun, 堤成一郎, 川久保拓海, 藤井英俊  
「FSW された耐候性鋼の延性および疲労特性」  
第 183 回日本鉄鋼協会春季講演大会, オンライン, 2022 年 3 月

- [17] Wang Yixun, 堤成一郎, 川久保拓海, 藤井英俊  
「LFW された耐候性鋼の延性および疲労特性」  
第 183 回日本鉄鋼協会春季講演大会, オンライン, 2022 年 3 月
- [18] 土谷博昭, 初田和大, 川久保拓海, 潮田浩作, 藤井英俊, 山下正人, 藤本慎司  
「摩擦攪拌接合を施した高リン炭素鋼に大気腐食環境で生成するさび層の構造と耐食性」  
第 183 回日本鉄鋼協会春季講演大会, オンライン, 2022 年 3 月
- [19] 小林雄一郎, 土谷博昭, 川久保拓海, 三浦拓也, 山下享介, 潮田浩作, 藤井英俊, 山下正人, 藤本慎司  
「乾湿繰り返し環境で各種低合金鋼に生成するさび層の耐食性評価」  
第 183 回日本鉄鋼協会春季講演大会, オンライン, 2022 年 3 月
- [20] 川久保拓海, 潮田浩作, 藤井英俊, 柳樂知也, 中村照美  
「線形摩擦接合した耐候性鋼の微細組織と機械的特性に及ぼす接合温度の影響」  
溶接学会春季全国大会, オンライン, 2022 年 4 月
- [21] 川久保拓海, 潮田浩作, 藤井英俊, 柳樂知也, 中村照美, ゴンウー, 川崎卓郎, ハルヨステファヌス  
「耐候性厚鋼板を用いた線形摩擦接合継手の残留応力」  
溶接学会秋季全国大会, 松江, 2022 年 9 月
- [22] 川久保拓海, 潮田浩作, 藤井英俊, 柳樂知也, ハルヨステファヌス  
「線形摩擦接合された耐候性鋼板の残留応力」  
第 184 回日本鉄鋼協会秋季講演大会, 福岡, 2022 年 9 月

## 謝辞

本研究の遂行ならびに本論文の作成にあたり、懇切丁寧なご指導、ご鞭撻を賜り、素晴らしい研究環境をご提供いただきました、大阪大学接合科学研究所 教授 藤井英俊 博士に、深謝の意を表し、心より御礼申し上げます。

本論文の作成にあたり、有益なご助言を賜りました、大阪大学大学院工学研究科 教授 藤本慎司 博士、教授 小泉雄一郎 博士、大阪大学接合科学研究所 教授 三上欣希 博士に、深く感謝し、御礼申し上げます。藤本慎司 博士には下記の日本鉄鋼協会の研究会Ⅱおよび研究プロジェクトにおいても多大なご助言を賜りました。重ねて感謝申し上げます。

本研究の遂行ならびに本論文の作成にあたり、熱心かつ適切なご指導、ご指示を賜りました大阪大学接合科学研究所 特任教授 潮田浩作 博士に深く感謝し、厚く御礼申し上げます。

本研究の遂行にあたり、適切かつ丁寧なご指導、ご指示を賜りました、物質・科学研究機構 柳樂知也 博士、大阪大学接合科学研究所 助教 山下享介 博士に深く感謝し、厚く御礼申し上げます。

研究生活を送るにあたり、公私に渡る丁寧なご指導と多大なるご助力を賜りました、大阪大学接合科学研究所 特任准教授 森貞好昭 博士、特任講師 青木祥宏 博士、助教 三浦拓也 博士、特任研究員 釜井正善 氏に深く感謝し、御礼申し上げます。

本研究は日本鉄鋼協会の研究会Ⅱおよび研究プロジェクトの多大な支援を受けて実施されました。材料の耐食性については大阪大学大学院工学研究科 准教授 土谷博昭 博士に、材料の疲労特性については大阪大学大学院工学研究科 准教授 堤成一郎 博士に、材料の靱性については大阪大学大学院工学研究科 教授 大畑充 博士に有意義なご助言および知見を賜りました。また、日本製鉄 加茂孝浩 氏、JFE スチール 横田智之 博士、北村稔 氏には試料の

提供および有意義なご助言を賜りました。深く感謝し、御礼申し上げます。

中性子回折測定は、J-PARC-MLF の一般課題 (No. 2021B0043) として実施されました。測定の実施にあたり、多大なご支援を賜りました原子力研究開発機構 ハルヨステファヌス 博士、川崎卓郎 博士、ゴンウー 博士に深く感謝し、御礼申し上げます。

実験を遂行するにあたり、装置の使用に関するご支援や技術的なご協力を賜りました、大阪大学接合科学研究所 技術部 植原邦佳 氏、浅野健司 氏、安部由朗 氏、花見眞司 氏、村上猛 氏、大阪大学大学院工学研究科 宮本丈二 氏に深く感謝し、御礼申し上げます。

研究生生活を送るにあたり、学部 4 年次の 1 年間、丁寧なご指導ご鞭撻を賜り、研究の基礎を教えていただきました大阪大学大学院工学研究科 教授 安田弘行 博士、准教授 趙研 博士に深く感謝し、御礼申し上げます。

本研究の遂行にあたり、同じ博士後期課程の学生として苦楽を共にした伍澤西 氏をはじめとして、多大なご援助を頂いた藤井研究室のスタッフや研究員、諸先輩方、同期や後輩達の皆様に深く感謝いたします。また、様々な面でお世話になった大阪大学接合科学研究所、大阪大学工学研究科マテリアル生産科学専攻の関係者に深く感謝いたします。

本研究は、家族の暖かい理解と協力なしには到底成し得なかったものです。最後に、遠方より暖かい励ましを送り続けてくれた両親、弟、祖父母に感謝の意を述べさせていただき、拙文の結びと致します。

2023 年 1 月 川久保拓海