

オーステナイト系ステンレス鋼の 高品質・高速度摩擦攪拌接合

石川 武*・藤井 英俊*²・玄地 一夫*・岩木 俊一*・松岡 茂樹*・野城 清*²

High Quality-High Speed Friction Stir Welding of 304 Austenitic Stainless Steel

Takeshi ISHIKAWA, Hidetoshi FUJII, Kazuo GENCHI, Shunichi IWAKI, Shigeki MATSUOKA and Kiyoshi NOGI

Synopsis : Although several studies on the friction stir welding of high temperature materials have recently been reported, their practical use has not yet occurred due to some problems to be solved such as decreases in the corrosion resistance and joint efficiency during a high-speed joining. In this study, the effect of the welding speed on the joint efficiency was investigated in detail. As a result, it has been clarified that at a rotational speed of 600 rpm, the friction stir welding of 304 austenitic stainless steel is possible up to the joining speed of 1200 mm/min, and the tensile strength of the joint exceeds that of the parent material up to the joining speed of 1150 mm/min. In addition, the corrosion resistance is significantly improved at the higher welding speeds. No rust was observed during the salt spray testing of the 1000 mm/min joint. Thus, an increase in the welding speed can improve productivity and the product quality by decreasing corroded region. These results are expected to extend to an actual application to products by further improving the technology.

Key words: tensile strength; high-speed friction stir welding; joint efficiency; hardness distribution; macro structure; micro structure; corrosion resistance.

1. はじめに

摩擦攪拌接合(FSW)は1991年に英国のTWIで発明・開発された新しい接合技術であり、接合ツールと被接合材料との間の摩擦熱を利用した固相接合法である¹⁾。

この接合方法では、接合時の最高到達温度が被接合材料の融点以下であり、溶融溶接の最高到達温度と比較して極めて低いのが特徴である。そのため、結晶粒の微細化による高強度化や低ひずみなどのいくつかの利点を有する。したがって特に、アルミニウム合金のような低融点材料において実用化がすすみ、今日までに、自動車、鉄道車両、船舶や航空機などの胴体構造などに適用されている²⁻⁶⁾。

一方、高融点材料のFSWには、高い接合温度に耐え得るための適切な接合ツールの材質の開発が必要である⁷⁾。最近のツール材料には多結晶立方晶窒化ほう素(PCBN)⁸⁾やW合金^{9,10)}および超硬合金¹¹⁾などの高融点の金属材料が用いられており、高融点材料のMo¹²⁾、Ti^{13,14)}、IF鋼¹⁵⁾や炭素鋼¹⁶⁻¹⁹⁾などをFSWで接合した研究報告が行われている。ステンレス鋼のFSWに関してもいくつかの報告²⁰⁻²⁹⁾がある。しかし、これらの研究は主にSUS304鋼接合部の腐食特性²⁰⁻²²⁾であるか、微細組織および機械的特性に関する報告²³⁻²⁷⁾であり、接合強度に及ぼす接合条件の影響はわず

しか報告^{28,29)}されていない。

そこで本研究では、接合速度を変化させることにより入熱を変化させ、様々な接合条件下でSUS304鋼のFSWを行うことにより、条件の最適化を図り、高速度で接合することと同時にその継手の強度および耐食性を安定して向上させることを目標とした。

2. 実験方法

供試材はSUS304鋼を使用し、板厚1.5 mm、長さ160 mm、幅35 mmの平板とした。SUS304鋼母材の化学的成分と機械的特性をTable 1に示す。接合面は機械加工した後、アセトンで脱脂した。

FSWは荷重制御方式の装置を使って上記供試材を突合せて接合した。接合ツールは移動方向の後方に3度傾けた。接合ツールは水冷式の冷却ホルダーに装着し、材料の酸化防止のために30 l/minのアルゴンガスをシールドガスとして使用した。

接合ツールはセラミックス材料で、プローブ形状はネジ加工のない円柱状でも十分に接合可能である³⁰⁾ことが知られており、本実験ではツール寿命を延ばすためにテーパ形状のプローブを使用した。接合ツールの形状および寸法を

平成20年4月21日受付 平成20年6月2日受理 (Received on Apr. 21, 2008; Accepted on June 2, 2008)

* 東急車輛製造(株) (Tokyu Car Corporation, 3-1 Ohkawa Kanazawa-ku Yokohama 236-0043)

* 2 大阪大学接合科学研究所 (Joining and Welding Research Institute, Osaka University)

Table 1. Chemical composition and mechanical properties of 304 stainless steel.

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	others	0.2%proof strength (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)
SUS304	0.05	0.45	1.03	0.003	0.002	7.02	17.83	—	331	758	63

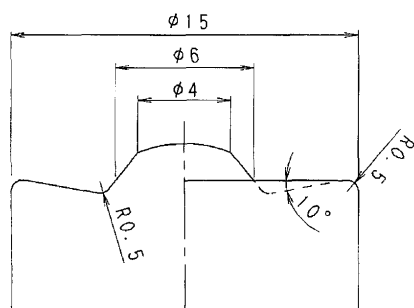


Fig. 1. Designated of welding tool.

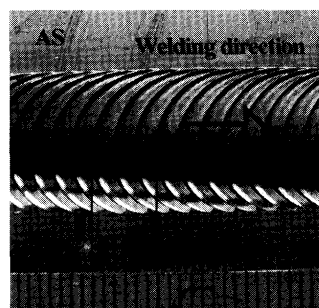


Fig. 2. Appearance of a joint obtained at welding speed of 1200 mm/min.

Fig. 1に示す。接合ツールの回転は時計回りで回転速度は600 rpmとした。入熱を制御するためにショルダ径15 mmのツールを使用してツール押込み荷重を最大5 tonまで、接合速度を60 mm/minから1200 mm/minまで変化させた。

FSW継手の特性は外観検査、引張試験、塩水噴霧試験、硬さ試験、断面マクロ観察およびミクロ組織観察で評価した。同じ継手から、接合方向に垂直に3本の引張試験片を採取して引張試験を実施した。引張試験片の接合部は仕上げ加工をせずにリップルやフラッシュなどはそのまま引張試験を行った。引張試験はJIS G 4304により試験片平行部のひずみ増加率が40%になる10 mm/minの引張速度で室温にて実施した。塩水噴霧試験は5%の塩化ナトリウム水溶液を噴霧した雰囲気中を35°Cに1000時間保持して実施した。継手部のビッカース硬さ分布は、接合方向に垂直な断面で行い、表上面から0.5 mmおよび裏下面から0.5 mmの位置を攪拌部（以下SZという）、熱影響部および母材にまたがって、2.94 Nの荷重を10秒保持する方法で測定した。断面マクロ観察およびミクロ観察は接合方向に垂直な断面をアルミナ研磨剤で研磨後、10%シュウ酸溶液で腐食して光学顕微鏡で行った。

3. 結果と考察

3・1 継手の強度

接合速度60 mm/minから1200 mm/minまですべての速度でSUS304鋼のFSWに成功した。Fig. 2は接合速度1200 mm/minの高速でFSWした外観の表面を示す。外観上欠陥がなく、良好な継手が得られていることがわかる。また、表面リップルの間隔は、ツールが一回転する間に移動する距離に相当し、接合速度をツールの回転速度で割った値と等しい^{31,32)}。

例えば、Fig. 2の接合速度1200 mm/minでは回転速度

600 rpmでツールが一回転する間にツールが進む距離である2 mmが表面リップルの間隔と一致することが観察できる。なお、表面にわずかな酸化がみとめられるが、シールドガスを吹きつける範囲を広げることや流量を調節することにより容易に防ぐことが可能である。このような高速度の接合はAl合金では達成されているものの³¹⁾、著者の知る限りでは、鉄鋼材料では初めてである。

Fig. 3に継手の引張強さによらず接合速度の影響を示す。すべての接合速度で安定した継手が得られていることがわかる。特に、接合速度600 mm/minから1150 mm/minまでではすべての引張試験片が母材部から破断したことから、接合部の継手効率は100%であり、接合部は母材の強度を超えたといえる。Fig. 4に1000 mm/minで接合した継手の引張試験後の外観を示す。この範囲においては、後述のように、キッシングボンド等の欠陥もまったく観察されない。また、接合速度1200 mm/minにおいても、継手効率80%を超える接合部が得られた。オーステナイト系ステンレス鋼をこの接合速度範囲の摩擦攪拌接合で母材破断した例はこれまで報告されていない。420 mm/min以下および1200 mm/minでは引張試験片の破断位置はSZであった。

アルミニウム合金はステンレス鋼と比較して熱伝導率が高いため、ツールとの摩擦熱が被接合材の広い範囲に伝わるとともに、高温耐力が小さいために塑性流動が容易である。したがって、攪拌領域が広くなり、攪拌部の形状は台形型となる。しかし、後述するように、ステンレス鋼は熱伝導率が低く、特に本研究のように高速度で接合する場合は入熱がより少なくなるため、攪拌領域が狭くなる。このように、高温耐力が大きい高融点材料を摩擦攪拌接合する場合は塑性流動が生じにくいいため、アルミニウム合金と同じ形状・寸法の被接合材料を、同じ形状・寸法の接合ツールで接合しても健全な継手は得られない。本報ではプロー

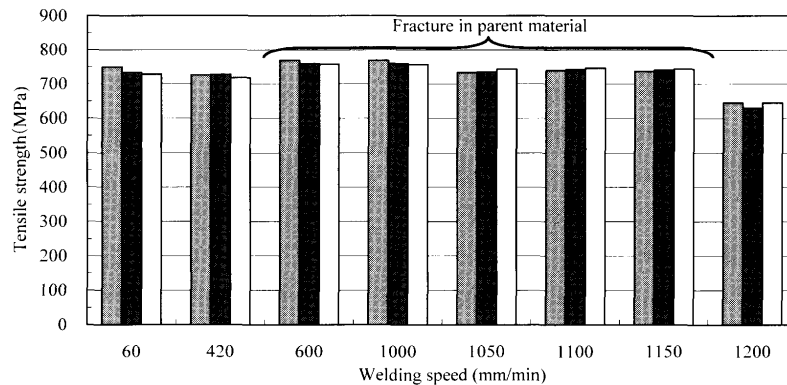


Fig. 3. Tensile strength of 304 stainless steel joints.

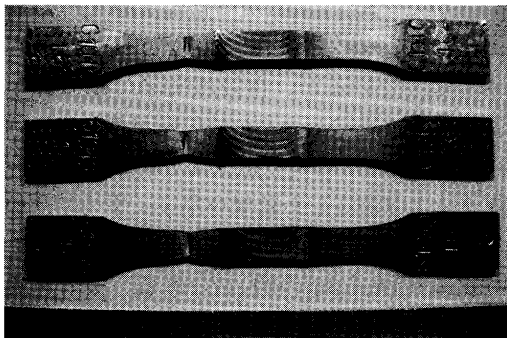
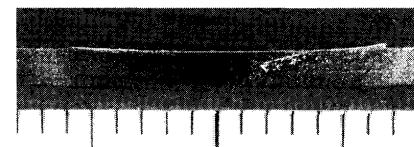
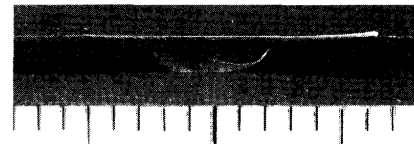


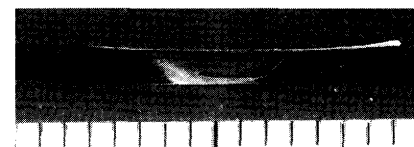
Fig. 4. Appearance of 1000 mm/min joints after tensile tests.



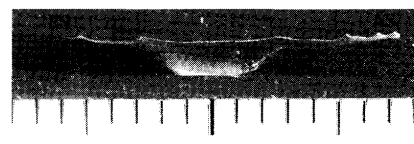
(a) 60mm/min



(b) 600mm/min



(c) 1000mm/min



(d) 1200mm/min

Fig. 5. Cross sections of 304 stainless steel joints welded at different welding speeds.

ブの形状を軽合金材料用の接合ツールよりも大きくして撹拌領域を広げることにより、SZ下部の前進側（Advancing Side, 以下ASという）に発生する不完全部を消失することが可能となった。

一方、ツール回転速度600 rpmに対しては、420 mm/min以下の接合速度では、入熱が過剰で撹拌部の温度が上昇し過ぎ、母材よりは小さいものの結晶粒が粗大化し、母材との強度差が小さくなる。この場合、SZの強度は母材の強度を上回るが、ツールの傾きによってSZの板厚は母材よりわずかに小さくなるためSZで破断する。以上より、本研究の場合には、ツール回転速度が600 rpmで接合速度1150 mm/minの時が、欠陥の発生しない条件で最も入熱が少なく、最適な接合条件であることがわかった。

3・2 接合部の組織観察

摩擦撹拌接合部の状況を断面マクロ観察、ミクロ組織観察および硬さ試験により調査した。Fig. 5に種々の接合速度における代表的な接合部の断面マクロ観察写真を示す。(a)の60 mm/minでは入熱が過剰であるため、母材の粒径より小さいもののSZの結晶粒が成長したために、SZの領域と母材部との境界が識別困難になっている。また、この条件では、欠陥は確認できないが腐食されやすい領域がSZのASに現出している。SUS鋼のFSW継手部の耐食性はParkら^{20,21)}によって詳細に検討されている。腐食されやすい領域はPCBNツールを使用した時と同様に本実験の撹拌

部でもみられた。Parkらの報告²²⁾によるとこの領域の粒界や粒内には微細な析出物が認められ、この析出物は内部に多数の積層欠陥を含むシグマ相であると同定されている。ただし、母材の板厚が2 mmのように薄い場合は冷却速度が大きいためシグマ相は確認されなかったとしている。通常のシグマ相の析出はFSW実施時よりも長い時間を要するが、FSWではASでの動的再結晶組織に起因したクロムの粒界ならびに粒内拡散が促進され、ごく短時間の間にシグマ相が析出すると推察されている²¹⁾。また、本実験の母材が1.5 mmと薄板にもかかわらず腐食領域が確認された原因は、60 mm/minと極めて接合速度が小さいことから、最高到達温度がParkらの実験よりも高いためと考えられる。(b)の600 mm/minでは母材と撹拌部の境界領域がみと

められ、ASのバリから攪拌部内へ伸びる帯状の層が観察される。(c)の1000 mm/minでは欠陥もみられず良好な攪拌領域がみとめられた。腐食されやすい帯状の層が占める面積も(a)と比較して減少している。この帯状の層は上記の腐食領域に相当し、接合速度が大きくなるほどその領域範囲が減少していることがわかる。これに伴って接合速度が大きくなるほど接合部の耐腐食性も向上する。Fig. 6に180 mm/minの低速度および1000 mm/minの高速度で接合した2種類の試験片を1000時間の塩水噴霧試験を行った後の写真を示す。接合速度180 mm/minでは多量の錆の発生がみられるが1000 mm/minの高速度接合では錆の発生を防ぐことができた。高速度接合が耐食性に有効であることが分かる。

一方、Fig. 5 (d)の1200 mm/minではASに入熱不足によ

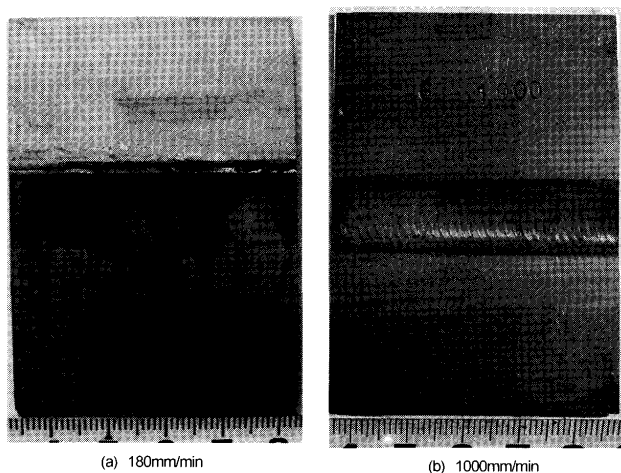


Fig. 6. Corrosion test results by salt spray test.

る、トンネル状の欠陥が散見された。このため、Fig. 3に示したように、引張試験では強度が低下し攪拌部で破断した。

Fig. 7に種々の接合速度におけるSZのマイクロ組織写真を示す。接合速度60 mm/minのように接合速度が極端に遅い場合は(b)にみられるように、過剰な入熱に伴う粒成長が生じた不均一な組織となっている。(c), (d)の600 mm/minおよび1000 mm/minでは結晶粒が微細化され等軸的な動的再結晶粒組織が観察でき、溶融溶接部に見られるような不均一な凝固組織は見られない。その結晶粒の大きさは(a)の母材と比較して減少し、母材よりも強度が上昇する要因となっている。引張試験の結果においても破断位置が母材であることから、SZの強度が母材部を超えており、得られた組織と矛盾しない。(e)の1200 mm/minではさらに結晶粒は小さくなっているが、攪拌部に(f)に示すような入熱不足による攪拌不足やトンネル状欠陥がみとめられる³²⁾。

Fig. 8は接合速度に対する攪拌部中央部分の平均結晶粒径を切片法により測定した結果を示す。平均結晶粒径が接合速度1200 mm/minの時に12 μm で最小となり、これは母材の平均結晶粒径36 μm の約1/3である。接合速度が大き

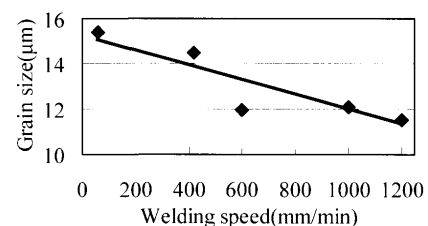


Fig. 8. Effect of FSW speed on grain size.

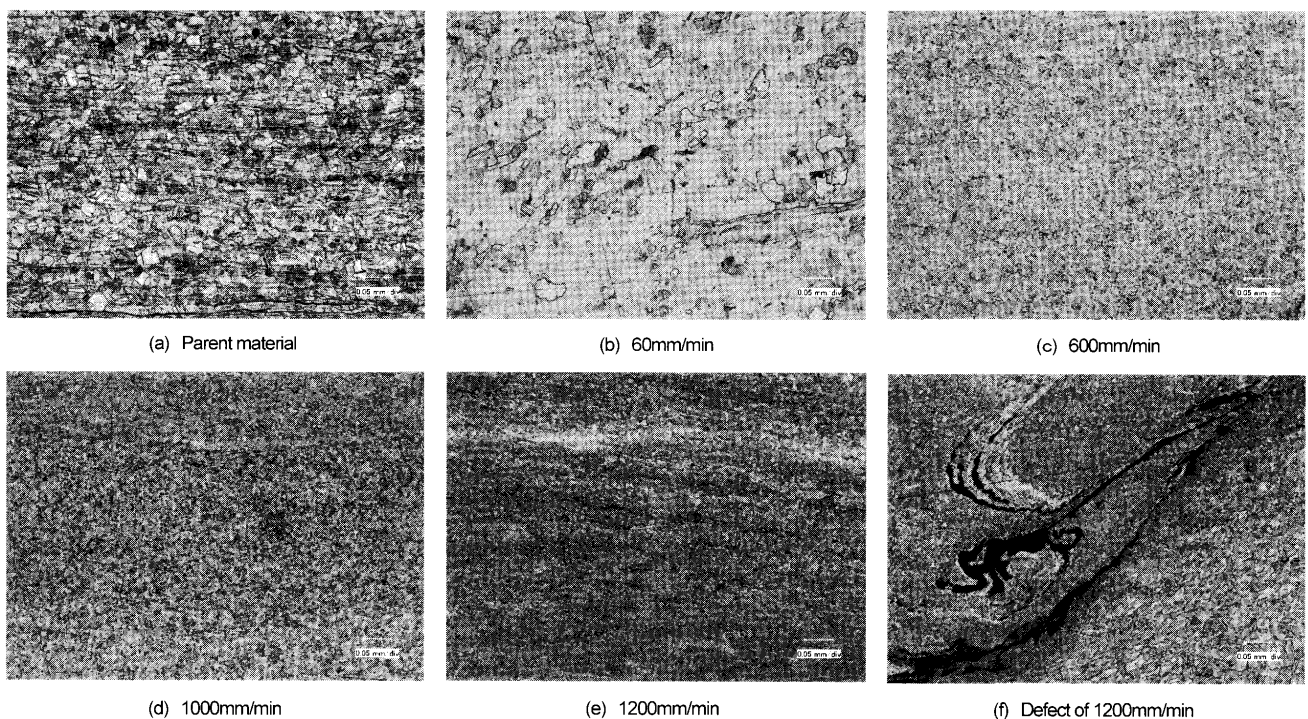


Fig. 7. Microstructures of 304 stainless steel stir zone formed at different welding speeds.

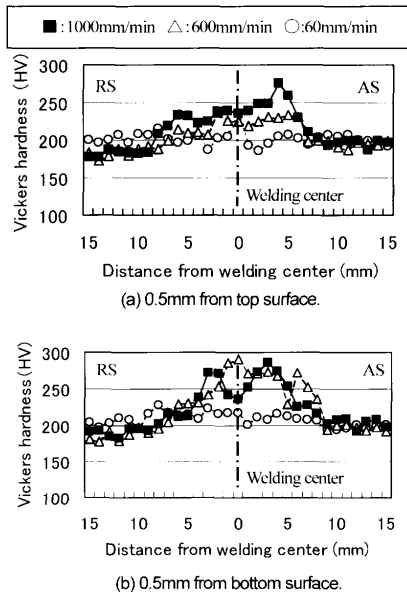


Fig. 9. Hardness distribution at different FSW speeds.

くなるほど結晶粒径が小さくなることわかる。本実験での $12\mu\text{m}$ という結晶粒の大きさは、他のステンレス鋼摩擦撹拌接合で報告されてきた結晶粒の大きさと同等である^{20,26)}が、この結晶粒径の大きさは、これまで報告されてきたAl合金や炭素鋼^{9,11)}と比較すると極めて大きい。一方、オーステナイト系ステンレス鋼は積層欠陥エネルギーが低いことから回復が起こりにくく、積層欠陥の大きいAl合金やbccの炭素鋼より、結晶粒が微細化されてもよいはずである。これに関しては、今後の詳細な検討が必要であるが、SUS304鋼は熱伝導率が低いため、接合後の冷却速度が小さく、高温に比較的長時間保持されたため、結晶粒が大きくなったものと推察される。

3.3 撹拌部の硬さ分布

Fig. 9に代表的な接合速度に対する接合継手部の硬さ分布を示す。60 mm/minの接合速度においては、(a)表面から0.5 mmの位置ではショルダからの入熱が影響し粒成長が起こったために母材の硬さと同等で、接合速度による変化はわずかである。一方、(b)裏面から0.5 mmの位置では表面から0.5 mmと比べてわずかながら硬度が高く、到達温度が低いことがわかる。しかしながら、60 mm/minでは断面マクロ観察結果からも分かるように、継手の裏面まで入熱が行き渡り十分に粒成長が起こったため、硬さは表面や母材と大きな差がない。一方、600 mm/min以上の接合速度の裏面近傍では表面と比べて接合時の温度が低いと考えられ入熱は減少し、プローブの撹拌による転位密度の上昇の影響と結晶粒の微細化がSZの硬さを高くしている。

4. 結言

代表的なオーステナイト系ステンレス鋼である SUS304

鋼を用いて摩擦撹拌接合を行い、継手の機械的特性に及ぼす接合速度の影響を調査した。その結果、得られた結論は以下のとおりである。

(1) 60～1200 mm/minの接合速度でオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304の摩擦撹拌接合が可能である。鉄鋼材料の摩擦撹拌接合で、1000 mm/min以上の接合速度で成功したのは初めてである。

(2) 本研究の条件下では、接合速度1150 mm/min以下で摩擦撹拌接合した継手は欠陥がまったく無く、その継手効率は100%を得ることができる。600 mm/min以下の遅い接合速度では、撹拌部に腐食しやすい帯状の層が生成するが、接合速度が大きくなるほどその領域範囲が減少する。したがって、接合速度の向上は、耐腐食性の向上に有効である。

(3) 接合速度が大きいほど、結晶粒は微細化しSZの硬さは上昇する。この硬さ分布の傾向は接合部垂直断面の下方に行くほど顕著である。

本研究の一部は、日本鉄鋼協会鉄鋼研究振興助成の成果である。

文 献

- 1) W.M.Thomas, E.D.Nicholas, J.C.Needham, M.G.Murch, P.Temple Smith and C.J.Dawes (TWI): International Patent Application No. PCT/GB92/02203 and GB Patent Application No. 9125978.9, (1991).
- 2) H.Okamura, K.Aota, Y.Sakamoto, M.Esumi and K.Ikeuti: *Q. J. Jpn. Weld. Soc.*, **19** (2001), No. 3, 446.
- 3) M.Enomoto: *J. Light Met. Weld. Construct.*, **36** (1998), No. 2, 75. (in Japanese)
- 4) M.Kumagai and S.Tanaka: *J. Light Met. Weld. Construct.*, **39** (2001), No. 1, 22. (in Japanese)
- 5) H.Okamura: *J. Jpn. Weld. Soc.*, **69** (2000), No. 7, 565. (in Japanese)
- 6) M.Enomoto: 3rd Int. Symp. Friction Stir Welding, TWI Kobe, Japan, (2001).
- 7) M.Inagaki, S.Hirano, K.Okamoto, T.Odakura and K.Masutomi: *Bull. Iron Steel Inst. Jpn.*, **7** (2002), No. 10, 773.
- 8) M.Collier, R.Steel, T.W.Nelson, C.Sorensen and S.Packer: *Mater. Sci. Forum*, **426** (2003), 3011.
- 9) A.P.Reynolds, W.Tang, M.Posada and J.DeLoach: *Sci. Technol. Weld. Join.*, **8** (2003), No. 6, 455.
- 10) T.J.Lienert, W.L.Stellwag, Jr. B.B.Grimmett and R.W.Warke: *Weld. J.*, **82** (2003), 1-S.
- 11) H.Fujii, L.Cui, N.Tsuji, M.Maeda, K.Nakata and K.Nogi: *Mater. Sci. Eng. A*, **A429** (2006), 50.
- 12) H.Fujii, H.Kato, K.Nakata and K.Nogi: 6th Int. Symp. Friction Stir Welding, (2006).
- 13) A.P.Reynolds, E.Hood and W.Tang: *Scr. Mater.*, **52** (2005), No. 6, 491.
- 14) H.Fujii, H.Kato, K.Nakata and K.Nogi: *Ceram. Trans.*, **198** (2007), 51.
- 15) H.Fujii, R.Uejii, Y.Takada, N.Tsuji, K.Nakata and K.Nogi: *Mater. Trans.*, **47** (2006), 239.
- 16) W.M.Thomas, P.L.Threadgill and E.D.Nicholas: *Sci. Technol. Weld. Join.*, **4** (1999), 365.
- 17) R.Uejii, H.Fujii, L.Cui, A.Nishioka, K.Kunishige and K.Nogi: *Mater. Sci. Eng. A*, **A423** (2006), 324.
- 18) L.Cui, H.Fujii, N.Tsuji, K.Nakata, K.Nogi, R.Ikeda and M.Matsushita: *ISIJ Int.*, **47** (2007), 306.
- 19) L.Cui, H.Fujii, N.Tsuji and K.Nogi: *Scr. Mater.*, **56** (2007), 637.
- 20) S.H.C.Park, Y.S.Sato, H.Kokawa, K.Okamoto, S.Hirano and M.Inagaki: *Scr. Mater.*, **49** (2003), 1175.
- 21) S.H.C.Park, Y.S.Sato, H.Kokawa, K.Okamoto, S.Hirano and M.Inagaki: *Scr. Mater.*, **49** (2003), 1175.

- gaki: *Scr. Mater.*, **51** (2004), 101.
- 22) S.H.C.Park, Y.S.Sato, H.Kokawa, K.Okamoto, S.Hirano and M.Inagaki: *Scr. Technol. Weld. Join.*, **10** (2005), No. 5, 550.
 - 23) Y.S.Sato, T.W.Nelson, C.J.Sterling, R.J.Steel and C.-O.Pettersson: *Mater. Sci. Eng. A*, **A397** (2005), 376.
 - 24) X.K.Zhu and Y.J.Chao: *J. Mater. Process. Technol.*, **146** (2004) 263.
 - 25) J.-H.Cho, D.E.Boyce and P.R.Dawson: *Mater. Sci. Eng. A*, **A398** (2005), 146.
 - 26) A.P.Reynolds, W.Tang, T.Gnaupel-Herold and H.Prask: *Scr. Mater.*, **48** (2003), 1289.
 - 27) C.D.Sorensen, T.W.Nelson and S.M.Packer: 3rd Int. Symp. Friction Stir Welding, TWI Kobe, Japan, (2001).
 - 28) T.Ishikawa, H.Fujii, K.Genchi, C.Ling, S.Matsuoka and K.Nogi: *Q. J. Jpn. Weld. Soc.*, **24** (2006), No. 2, 174.
 - 29) T.Ishikawa, H.Fujii, S.Iwaki, S.Matsuoka and K.Nogi: 6th Int. Symp. Friction Stir Welding, St. Saveur, Qubec, Canada, (2006).
 - 30) H.Fujii, L.Cui, M.Maeda and K.Nogi: *Mater. Sci. Eng. A*, **A419** (2006), 25.
 - 31) H.J.Liu, M.Maeda, H.Fujii and K.Nogi: *J. Mater. Sci. Lett.*, **22** (2003), 41.
 - 32) 摩擦攪拌接合—FSWのすべて—, 社団法人溶接学会編, 産報出版株式会社, 東京, (2006), 246.