1.2mass%N 高窒素ステンレス鋼の摩擦圧接

Friction Welding of 1.2mass%N High Nitrogen Stainless Steel

高木 健一*・川上 洋司**・清水 哲也***・菊地 靖志**・佐藤 嘉洋**

Kenichi TAKAGI, Hiroshi KAWAKAMI, Tetsuya SIMIZU, Yasushi KIKUCHI and Yoshihiro SATO

(Received March 26, 2009)

Recently high nitrogen steels (HNS) are known as advanced materials. Nitrogen alloying gives several beneficial effects on the many properties of steels. However, nitrogen loss unavoidably occurs when HNS is welded with fusion welding process, resulting in the reduction of corrosion resistance as well as mechanical properties. Friction welding is a solid-state joining process, and materials do not melt at the bonding interface. Hence defects associated with melting-solidification phenomena, such as nitrogen loss, weld porosity and weld cracking, do not take place. The objective of the present study is to evaluate the weldability of friction welding of high nitrogen stainless steel contained 1.2mass% nitrogen.

Key Words: Solid-State Joining, Friction Welding, High Nitrogen Steel, Weldability, 1.2mass%N Stainless Steel

1. 緒 言

ステンレス鋼は、多くの分野で幅広く用いられている材料である。しかし、近年は益々厳しい使用環境での需要も高くなり、更なる高性能化が求められている。

このような背景の下で合金元素として窒素を多量に添加した高窒素ステンレス鋼が注目されている。鋼に多量の窒素を添加すると耐局部腐食性は著しく向上し、高温における転位の運動を抑制するためにクリープ強度が向上し、耐酸化性も向上することが報告¹⁾されている。また、窒素は強力なオーステナイト安定化元素であり、鋼中に 1.2mass% 程度の窒素を添加することによりニッケルフリーでオーステナイト単相にすることができる。ニッケルは希少金属であるとともに、アレルギーを引き起こすことも懸念されており、窒素の活用によりニッケル使用の削減も期待される。さらに、窒素添加量の増加とともに強度は高くなるが、ある程度の窒素量までは靱性がほとんど低下しない²⁾という特性を持ち、強度と延性のバランスの良い材料でもある。このように、高窒素ステンレス鋼は機能性および機械的特性の上からもこれまでに無い材料であり、多くの関心を集めている。しかし、窒素はガス成分であり多量に添加することは容易ではない。現在、高窒素ステンレス鋼の製造に

は高圧下で溶解する方法や固相状態でのメカニカルアロイング法が用いられており、製造法や材料特性に関する研究³⁻⁵⁾が活発に行われている。

高窒素ステンレス鋼を構造物材料として使用するためには溶接・接合加工が不可欠である。しかし、この材料を溶接すると溶接金属での窒素量の低下や凝固割れ、ブローホールが懸念され、溶接金属および溶接熱影響部での結晶粒界や結晶粒内への脆弱なクロム窒化物の析出等が指摘されている。特にクロム窒化物の析出は大きな問題であり、クロム窒化物が析出すると常温でも衝撃靱性値が非常に小さくなる場合もある。

溶接によって起こるこれらの問題の多くは、溶接過程で材料が高温に晒されることによって起こるように思われる。この問題を解決するためには、より低温度の接合プロセスを適用することが必要になる。より低温度の接合プロセスとして固相接合法が考えられる。固相接合法は固相状態で接合するために材料の融点以下の温度での接合プロセスである。このため材料を溶かす熔融溶接プロセスに比べ、低い温度での接合が可能になる。固相接合法には拡散接合法、摩擦圧接法および摩擦攪拌溶接法などがあるが、本研究では、摩擦圧接法に注目した。摩擦圧接法は自動車部品の製造等に幅広く利用されている信頼性の高い接合法であ

* 大阪市立大学大学院工学研究科 学生 (〒 558-8585 大阪市住吉区杉本 3-3-138)

Osaka City University (3-3-138 Sugimoto, Sumiyoshi-ku, Osaka 558-8585, Japan)

** 大阪市立大学大学院工学研究科 (〒 558-8585 大阪市住吉区杉本 3-3-138)

Osaka City University (3-3-138 Sugimoto, Sumiyoshi-ku, Osaka 558-8585, Japan)

*** 大同特殊鋼株式会社 (〒 457-8545 名古屋市南区大同町 2-30)

Daido Steel Co.Ltd. (2-30 Daido-cho, Minami-ku, Nagoya, 457-8545, Japan)

り、継手の機械的強度が非常に高く、直接摩擦による摩擦熱を使用するのでエネルギー効率が高く、異種材料の接合も可能であり、溶加剤、フラックス、シールドガス等が不要で、作業効率が高く、再現性の高い接合法である⁶⁾とされている。摩擦圧接法は固相接合法であるが、接合過程ではかなりの高温に晒されることも考えられ、窒化物の析出による機械的特性の低下が起こる可能性も指摘されている。特に窒素量が1.2mass%と高い材料では窒化物の析出が懸念されており、摩擦圧接法を適用した研究例も非常に少ない⁷⁾。

本研究では、窒素を1.2mass%含有する高窒素ステンレス鋼に摩擦圧接を適用し、硬度、引張り強度、衝撃靱性などの機械的特性を調べるとともに金属組織を調べ、この材料の接合性について検討し、このような高窒素材料の接合加工に摩擦圧接法が有効であるかどうかを調べることを目的にしている。

2. 実験方法

本研究で使用した高窒素ステンレス鋼の化学成分をTable 1に示す。この材料を1423Kにて3600sの溶体化熱処理後焼入れて作製した。この材料の組織をFig. 1に示す。組織はオーステナイト単相であり、平均粒径は約125 μm であった。試料を直径12 mmの丸棒に機械加工し、摩擦圧接により接合した。摩擦圧接機はブレーキ式摩擦圧接機である。本研究における摩擦圧接のパラメータをTable 2

Table 1 Chemical composition of HNS-2 used (mass%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	N
0.04	0.21	8.02	0.02	0.003	0.2	20.84	3.91	1.20

に示す。接合条件Noが高くなると接合圧力が高くなり接合時の入熱量が大きくなっている。

摩擦圧接により接合した試験片の接合部に対して光学顕微鏡による組織観察、結晶粒径測定、ビッカース硬度試験、引張試験、シャルピー衝撃試験を行った。

組織観察は接合部の切断面を#150から#2000までエメリー紙で順次湿式研磨した後、アルミナ砥粒液を用いたバフ研磨を行い、超音波洗浄で表面油脂を除去した。その後、Glyceresia（硝酸：塩酸：グリセリン＝1：3：2で混合）を用いて20分間のエッチングを施し、光学顕微鏡によって組織観察を行った。接合部の平均結晶粒径はJIS G 0551に基づき光学顕微鏡を用いて測定した。

シャルピー衝撃試験の試験片寸法は5号サブサイズ試験片であり、厚さを5 mmとしたハーフサイズ試験片である。V型ノッチの位置は接合界面とした。Fig. 2に衝撃試験片の形状および寸法を示す。

Fig. 1 Microstructure of base material used.

Table 2 Condition of brake system friction welding

No.	Friction Pressure $P_1(\text{MPa})$	Upset Pressure $P_2(\text{MPa})$	Friction Time $t_1(\text{s})$	Forging Time $t_2(\text{s})$	Rotational Rate $N(\text{rpm})$
1	150	300	7	6	3000
2			12		
3	200	230	7		
4			12		
5	200	300	7		
6			12		
7	250	300	7		
8			12		
9	300	400	7		

3. 実験結果および考察

接合部にブローホールや割れ等の欠陥は観察されなかった。接合部中央付近の組織写真を Fig. 3 に示す。この試験片は No.5 の接合条件により作製したものである。接合界面付近においてある幅を持って結晶粒が微細化しており、黒っぽい領域として観察されることが分かる。接合部全体の観察によっても微細化領域の幅は同様であった。

この微細化領域の平均結晶粒径を JIS G 0551 に基づき求めたところ、接合界面近傍で結晶粒が比較的均等に微細化されている領域での粒径は約 $4.1\ \mu\text{m}$ 、界面から少し離れた様々な大きさの結晶粒が混在する領域での粒径は約 $14.3\ \mu\text{m}$ であり、母材の $125\ \mu\text{m}$ と比べてかなり微細化されていることが分かる。

Fig. 2 Shape and size of Charpy impact test specimen.

ることが分かる。各接合条件による微細化領域の特性を調べるために接合条件毎の平均結晶粒径と微細化範囲の測定結果を Fig. 4 に示す。いずれの場合にも平均結晶粒径は3段階に変化しており、接合界面近傍ほど微細化しているが、微細化の程度は接合条件によらず同程度であることが分かる。しかし、微細化領域の幅は異なっており、No.1 から

Fig. 3 Microstructure of joint part of No.5 condition.

(a)

(b)

(c)

(d)

Fig. 4 Relationship between grain size and distance from bondline.:
(a) $P_1=150\text{MPa}$, $P_2=300\text{MPa}$, (b) $P_1=200\text{MPa}$, $P_2=230\text{MPa}$, (c) $P_1=200\text{MPa}$, $P_2=300\text{MPa}$, and (d) $P_1=300\text{MPa}$, $P_2=400\text{MPa}$.

Fig. 5 Vickers hardness test results for No.5.

Fig. 6 Stress-strain curve of No.5.

No.4 と接合圧力が高くなり入熱量が大きくなるほど微細化領域の幅が大きくなっているが、No.5 から No.8 のように接合圧力が高く入熱量が大きい条件では却って微細化領域の幅が小さくなる傾向があることが分かる。接合圧力が高くなり入熱量が大きくなると、バリの排出量も多くなるために、微細化した領域がアップセット時にバリとして排出されるためであると考えられる。

接合部付近の硬さをビッカース硬度試験機により調べた結果を Fig. 5 に示す。これより接合界面付近においてやや硬度が上昇しており母材部に比べると 50 程度高いことが分かる。しかし、極端な硬化領域や軟化領域等は認められなかった。これは No.5 接合条件の結果であるが、他の接合条件場合にも同様な傾向が認められた。

接合界面近傍では結晶粒が微細化しており、また微細化範囲と硬度上昇範囲が類似することから、硬度の上昇は結晶粒の微細化が主な原因と考えられる。極端に大きな硬度上昇などは測定されなかったことから窒化物形成による影響は少ないものと考えられる。

次に引張試験の結果を Fig. 6 に示す。また、引張試験後の試験片写真を Fig. 7 に示す。これは No.5 の条件の結果であるが他の接合条件の応力-ひずみ線図もほぼ同様で

Fig. 7 Picture of No.5 specimens after tensile test.

Table 3 Charpy impact energy value at 273K (J/cm²).

Base material	241
No.5 sample	47

あった。引張り強度は 1100 MPa 程度であり、伸びは 60% 程度である。これは、Fig. 7 に示すように破断が全て接合部から離れた母材部分で起こっていることから、これは母材の強度を示していると考えられる。即ち、摩擦圧接接合部は全てが母材以上の強度を持つことが分かった。これは接合部での結晶粒微細化により強度が高くなったためであると推察される。

試験温度を 273 K としたシャルピー衝撃試験により得られたシャルピー衝撃値を Table 3 に示す。母材の衝撃値が 241 J/cm² 程度であるのに対して接合部では 47 J/cm² 程度まで低下している。接合部では結晶粒が微細化しており、強度が増加し靱性が低下したものと考えられる。一般の材料においても摩擦圧接接合部では接合部の靱性が低下することが知られており、そのような影響もあるものと推察される。また、窒化物析出の影響も考えられるが、窒化物が析出すると室温における衝撃吸収エネルギー値がほとんど 0 に近くなることから、本実験における摩擦圧接接合部における窒化物析出の可能性は、あまり無かったか有ったとしても限定的な影響であったことが考えられる。

シャルピー衝撃試験後の破断面の SEM 写真を Fig. 8 に示す。Fig. 8(a) は母材の破断面であり、Fig. 8(b) は接合試験片の破断面である。接合試験片は No.5 の接合条件により作製したものである。母材および接合試験片の破面ともに似たような特徴を示しており、延性破壊の特徴であるディンプルは観察されないが完全な脆性破面ともいえず、擬劈開的な破面であることが分かる。また、破面の観察からは析出物は観察されなかったことから、衝撃吸収エネルギー値に及ぼす窒化物析出の影響は限定的であったと考えられる。

このように摩擦圧接による接合では接合部で結晶粒が微細化し硬度が幾分上昇し、延性が低下する傾向を示すが、接合性は概ね良好であることが示された。高窒素ステンレ

(a)

(b)

Fig. 8 FE-SEM images of fracture surface: (a) base material, and (b) joint part of No.5.

ス鋼の接合加工を考えると、摩擦攪拌接合⁸⁾等の他の接合方法の適用も検討されているが課題も多いように思われる。摩擦圧接法は比較的簡便であり、信頼性の高い接合方法であり、高窒素ステンレス鋼の接合法として有効な接合

方法の1つになりうるものと考えられる。

4. 結 論

窒素を1.21mass%含有する高窒素ステンレス鋼に対し摩擦圧接法を適用し接合を行い、接合部の引張り試験、ビッカース硬度試験、シャルピー衝撃試験を行うとともに接合部の組織観察を行い以下の結論を得た。

- (1) 接合部にブローホール、割れ等の接合欠陥は認められない。接合部では結晶粒が微細化する。
- (2) 接合部では硬度が幾分増加する傾向がある。これは主に結晶粒の微細化によるものと考えられる。
- (3) 接合部の引張り強度は、母材と同程度またはそれ以上であると考えられる。
- (4) シャルピー衝撃値は母材に比べ接合部では低下するが、窒化物の析出による影響は限定的であると考えられる。
- (5) 摩擦圧接法は高窒素ステンレス鋼の接合加工に有効な手段の1つになりうるものと考えられる。

引用文献

- 1) Alejandro Toro, Wojciech Z. Misiolek, André Paulo Tschitschin: *Acta Materialia*, 51(2003) 3363-3374.
- 2) H. Hänninen, J. Romu, R. Ilola, J. Tervo, A. Laitinen: *Journal of Materials Processing Technology*, 117(2001)424-430.
- 3) Tae-Ho Lee, Chang-Seok Oh, Chang Gil Lee, Sung-Joon Kim, Setsuo Takaki: *Scripta Materialia*, 50(2004)1325-1328.
- 4) Daniele Baldissin, Livio Battezzati: *Scripta Materialia*, 55(2006) 839-842.
- 5) W.J. Kaluba, T. Kaluba, R. Taillard: *Scripta Materialia*, 41(1999) 1289-1293
- 6) 摩擦圧接協会編: “摩擦接合技術”、日刊工業新聞社、(2006) 11-15.
- 7) Insu Woo, Masatoshi Aritoshi, Yasushi Kikuchi: *ISIJ International*, 42(2002)401-406.
- 8) 藤井英俊: 溶接学会誌、77(2008)731-744.