



Friction Stir Welding of Fe–15Mn–10Cr–8Ni–4Si Seismic Damping Alloy

Tomoya NAGIRA^{1)*} , Terumi NAKAMURA¹⁾ , Takahiro SAWAGUCHI¹⁾ , Masakazu MORI²⁾ ,
Yoshiaki MORISADA³⁾ and Hidetoshi FUJII³⁾

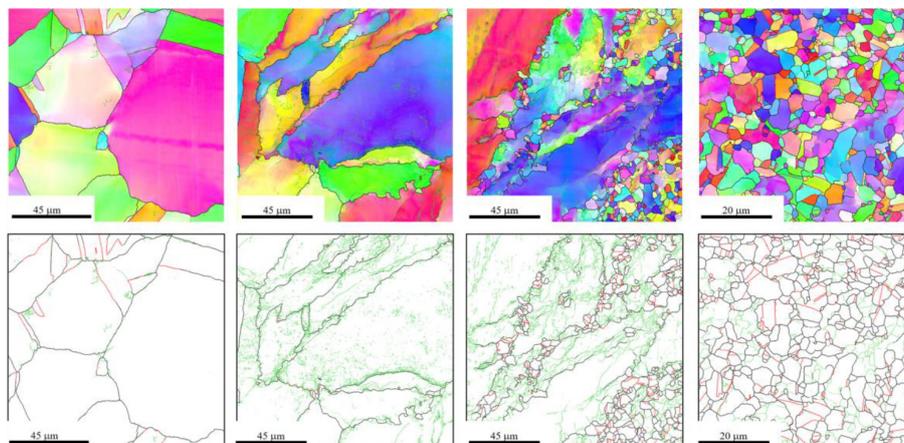
1) National Institute for Materials Science

2) Ryukoku University

3) The University of Osaka

Abstract: Friction stir welding (FSW) was applied to a 10 mm-thick plate for the Fe–15Mn–10Cr–8Ni–4Si seismic damping alloy. A sound FSW joint was obtained successfully without macro-defects such as groove-like defects and tunnel holes. However, small pores with diameters of 1–5 μm were formed owing to the wear of the FSW tool during the FSW. The decrease in the heat input suppressed the tool wear. Consequently, the distribution of small pores was limited to the border of the stir zone at the advancing side under smaller heat input conditions. The stir zone of the FSW specimen produced at 125 rpm showed a higher tensile strength of 759 MPa owing to the grain refinement and the high elongation of 50% compared with the base metal. In addition, the stir zone exhibited a remarkable fatigue life of 9,723 cycles. This was higher than that of the base metal (8,908 cycles). Grain refinement occurred by discontinuous dynamic recrystallization (DDRX) *via* high-angle boundary bulging and direct nucleation in the high-dislocation area. The increase in the heat input suppressed the DDRX owing to the promotion of dynamic recovery.

Keywords: friction stir welding; Fe–Mn–Si alloy; seismic damping alloy; microstructural evolution.



Received November 25, 2024; Accepted December 10, 2024; Advance online published December 18, 2024; Published December 15, 2025; Originally published in ISIJ Int., Vol.63, 2023, No.12, pp.2056-2065 <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2023-305>

* Corresponding author. E-mail: NAGIRA.Tomoya@nims.go.jp, Address: National Institute for Materials Science, 1-2-1 Sengen Tsukuba Ibaraki 305-0047



© 2025 The Iron and Steel Institute of Japan. This is an open access article under the terms of the Creative Commons Attribution-NonCommercial-NoDerivatives license (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

Fe-15Mn-10Cr-8Ni-4Si 制振ダンパー合金の
摩擦攪拌接合柳樂 知也^{1)*} · 中村 照美¹⁾ · 澤口 孝宏¹⁾ · 森 正和²⁾ · 森貞 好昭³⁾ · 藤井 英俊³⁾

Friction Stir Welding of Fe-15Mn-10Cr-8Ni-4Si Seismic Damping Alloy

Tomoya NAGIRA, Terumi NAKAMURA, Takahiro SAWAGUCHI, Masakazu MORI, Yoshiaki MORISADA and Hidetoshi FUJII

1. 緒言

近年、Fe-15Mn-10Cr-8Ni-4Si合金は、従来の鋼と比較して優れた疲労寿命を有するため、地震時に振動エネルギーを吸収する制振ダンパー用の合金として利用されている¹⁾。この優れた疲労寿命は、繰り返し引張/圧縮変形下で γ -オーステナイトから ϵ -マルテンサイトへの可逆的な相変態に由来する²⁾。Fe-15Mn-10Cr-8Ni-4Si合金は、せん断パネル型の制振ダンパーの芯材として初めて日本のビルに採用された。この芯材は、内側と外側の補強板と接合されているが、ボルト締結されている³⁾。これは、Fe-15Mn-10Cr-8Ni-4Si合金はオーステナイトモードで凝固するため、凝固割れ感受性が高いためである^{4,5)}。今後、制振ダンパーへの適用を拡大するためには、Fe-15Mn-10Cr-8Ni-4Si合金板の溶接技術を開発することによって、生産性を向上させ、コストを削減する必要がある。Nakamuraら⁶⁾は、溶接材料を開発して凝固割れのないFe-15Mn-10Cr-8Ni-4Si合金の隅肉溶接継手を作製した。しかしながら、溶接継手の溶接部の疲労寿命は、2,560サイクルに留まっており、母材(BM)の約9,000サイクルと比較して著しく低下した。これは溶接金属部において、長さ方向で平均700 μm 、幅方向で平均180 μm の柱状オーステナイト粒から成る粗大な組織に起因しており、平均90 μm の等軸粒から成る母材の微細組織とは異なっていた。さらに、引張試験後の破断面において部分的にデンドライト形態が観察されており、引張強度と伸びの低下を引き起こした。

摩擦攪拌接合(FSW)は、従来の熔融溶接よりも優れた利点を有した有望な固相接合技術である⁷⁻⁹⁾。例えば、FSW

は凝固割れや溶接変形を防止できる。さらに、溶接部の結晶粒微細化効果により、強度や靱性などの機械的特性が向上する可能性がある。アルミニウム合金の場合、FSWは自動車や鉄道など多くの産業分野で広く適用されている^{10,11)}。近年、溶接条件の最適化とFSWツールの開発により、鋼のFSWが行われている^{3,12-18)}。さらに、厚さ10 mm以上の厚鋼板のFSWに関する研究が、産業利用のためにいくつか報告されている¹⁹⁻²¹⁾。Matsushitaらは、多結晶立方晶窒化ホウ素(pcBN)ツールを使用して12 mm厚の鋼板のFSWを行った¹⁹⁾。Dindaらは、12.7 mm厚の高強度鋼に対してFSWの適用の可能性を検討した²⁰⁾。Sunらは、40 mm厚の低炭素鋼板を両面FSWで接合した²¹⁾。Fe-15Mn-10Cr-8Ni-4Si合金においても制振ダンパーへの応用のために10 mmを超える厚さの合金板にFSWを適用できる可能性がある。

FSW中には比較的高温下で著しい変形を伴い微細組織が形成されるため、その発達過程を観察することは困難である。そこで、急冷FSW²²⁾、ツールストップアクション法^{16,23)}、およびマーカ挿入法^{16,24,25)}など、いくつかの技術が開発されている。我々の過去の研究において、急冷FSW中にツールストップアクション法とマーカ挿入法を組み合わせ、FSW中の材料流動の経路に沿って微細組織の発達過程を精密に調査した²⁶⁻³⁰⁾。これにより、Al³¹⁾、Cu^{27,29)}、Cu-30Zn^{26,29)}、およびAg^{28,30)}などのFCC金属において、ショルダ影響部での動的再結晶や焼鈍双晶などの結晶粒微細化機構を明らかにした。オーステナイト鋼については、FSW中の動的再結晶の観点から微細組織の発達に関するいくつかの研究が報告されている¹⁵⁻¹⁸⁾。しかしながら、オーステナイト鋼のショルダ影響部における材料流動の経路に沿っ

原著論文: ISIJ Int., Vol.63 (2023), No.12, pp.2056-2065 <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2023-305>

2024年11月25日受付 2024年12月10日受理 2024年12月18日早期公開 2025年12月15日発行 (Received November 25, 2024; Accepted December 10, 2024; Advance online published December 18, 2024; Published December 15, 2025; Originally published in ISIJ Int., Vol.63, 2023, No.12, pp.2056-2065)

1) 物質・材料研究機構 (National Institute for Materials Science)

2) 龍谷大学 (Ryukoku University)

3) 大阪大学 (The University of Osaka)

* Corresponding author. E-mail: NAGIRA.Tomoya@nims.go.jp, Address: National Institute for Materials Science, 1-2-1 Sengen Tsukuba Ibaraki 305-0047

© 2025 The Iron and Steel Institute of Japan. This is an open access article under the terms of the Creative Commons Attribution-NonCommercial-NoDerivatives license (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/deed.ja>).

た正確な結晶粒微細化機構は解明されていない。

本研究では、10 mm厚のFe-15Mn-10Cr-8Ni-4Si合金板に対して、低入熱および高入熱条件下でFSWを実施した。BMとFSW継手の攪拌部との引張および低サイクル疲労特性の違いを調査した。また、急冷FSW、ツールストップアクション法、マーカー挿入法を組み合わせ、結晶粒微細化機構を明らかにし、入熱量が微細組織の発達に及ぼす影響を調査した。

2. 実験方法

2.1 材料および厚板の摩擦攪拌接合

公称組成Fe-15Mn-10Cr-8Ni-4SiのインゴットをAr雰囲気下で誘導加熱炉にて作製した。そのインゴットを熱間鍛造し、板状にロール圧延した。最終的に1273 Kで1時間熱処理を行い、水中急冷を行った。試験片は長さ210 mm、幅100 mm、厚さ10 mmの板に切断した。Table 1にFe-15Mn-10Cr-8Ni-4Si合金の化学成分を示す。C量は赤外吸収法で測定した。NおよびO量は、不活性ガス融解-赤外吸収法で測定した。残りの元素量は、誘導結合プラズマ発光分光法によって測定した。

10 mm厚のFe-15Mn-10Cr-8Ni-4Si合金板のFSWはスターインプレートにて行い、接合性に及ぼす入熱量の影響を調べるために、125, 150, 200, 500 rpmの4つのツール回転速度を選択した。ツールの移動速度は10 mm/minに固定した。また、直径25 mmのスクロールショルダおよび長さ10 mmのスクロールプローブから成るpcBN回転ツールを使用した。FSW装置は変位制御モードで操作した。垂直方向に対して5 tの一定の荷重を印加した。接合性を調査するために光学顕微鏡 (OM) および電界放出形走査電子顕微鏡 (FE-SEM) を使用した。電子後方散乱回折 (EBSD) 用の試験片は、

Table 1. Chemical composition of Fe-15Mn-10Cr-8Ni-4Si alloy (mass%).

C	Si	Mn	Cr	Ni	Al	N	O	Fe
0.02	3.90	15.14	10.00	7.98	0.02	0.0053	0.0016	Bal.

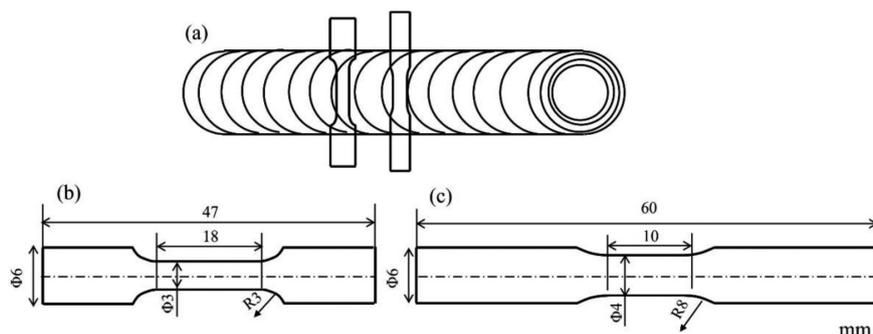


Fig. 1. (a) Schematic of tensile and low-cycle fatigue specimens. Dimensions of (b) tensile and (c) low-cycle fatigue specimens.

87.5%リン酸溶液中において約0°C (氷浴) で電位1.5 Vの条件下で電気化学的にエッチング処理をした。エネルギー分散型X線分光法 (EDS) は、攪拌部内の粒子の元素分析をするために使用した。低サイクル疲労試験前後の微細組織は、EBSDを使用して評価した。結晶粒子径は、EBSDマップにおける各粒子の円相当径として計算した。結晶粒界は、低角粒界 (LAB, $2^\circ < \theta < 15^\circ$), 高角粒界 (HAB, $\theta > 15^\circ$), および $<111>/60^\circ$ (軸/角度) によって決定されるΣ3双晶粒界 (TB) に分類した。

2.2 引張および低サイクル疲労試験

Fig.1に引張および低サイクル疲労試験片の模式図を示す。全ての試験片は溶接方向に対して垂直に切断し、Fig.1 (a) に示すように、平行部はFSW継手の攪拌部のみである。試験片は厚さ方向に対して中央部から切り出した。引張および低サイクル疲労試験片の寸法をそれぞれ Figs.1 (b) および1 (c) に示す。引張試験は、Instron 5982を使用し、室温にてひずみ速度0.5%/sで実施した。低サイクル疲労試験は、MTS 370を使用し、室温にてひずみ速度0.4%/sおよび三角波形の条件で実施した。総ひずみ振幅は1%である。引張試験および低サイクル疲労試験は、再現性を確認するためにそれぞれ2回および3回繰り返した。

2.3 FSW中の組織形成

Fig.2にFSW中の微細組織の発達過程を調査するための

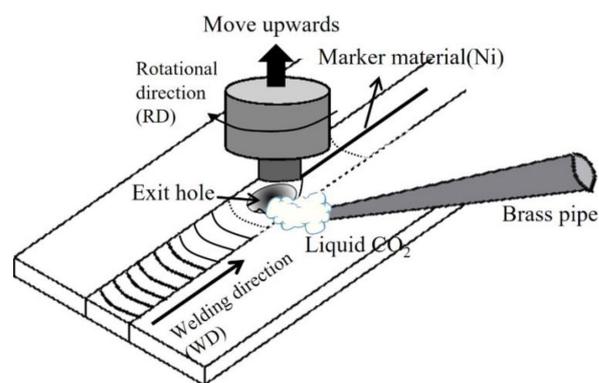


Fig. 2. Schematic of experimental setup for examining the microstructural evolution during FSW. (Online version in color.)

実験装置の模式図を示す。FSWは、急冷FSW、ツールストップアクション法、およびマーカー挿入法を組み合わせることで実施した。急冷FSWでは、接合過程の微細組織を凍結させるために真鍮製のパイプを使用して液体CO₂を溶接部の新生面に噴射した。ツールストップアクション法では、液体CO₂を噴射しながらFSWツールを接合中に直ちに引き抜いた。キーホール周辺の微細組織を完全に凍結させ、FSWの冷却段階での粒成長を抑制した。マーカー挿入法では、厚さ0.5 mmのNi箔のマーカー材料を試験片の接合面に挿入した。材料流動の経路はマーカー材料を追跡することによって確認した。NiはFe-15Mn-10Cr-8Ni-4Si合金の構成元素であり、状態図において全ての加工温度範囲で金属間化合物は形成しない⁴⁾。

液体CO₂を用いて微細組織を十分に急冷するために、薄いFe-15Mn-10Cr-8Ni-4Si合金板を使用した。板の寸法は長さ100 mm、幅100 mm、厚さ2 mmである。直径12 mmの平面ショルダと、直径4 mmおよび長さ1.8 mmの円筒形プローブを備えたタングステンカーバイド製のFSWツールを用いた。突合せ接合は、ツールの移動速度150 mm/minで実施した。FSWツールは、垂直方向に対して3°の傾斜角度で固定した。FSW装置は変位制御モードで操作し、貫通深さ1.8 mmを一定に保った。微細組織の発達過程に対する入熱量の影響を調査するために、400 rpmと600 rpmの2つのツール回転速度を使用した。入熱条件は、ピーク温度を融点 T_m (約1631 K)⁵⁾で割った比として定義される。FSW中のピーク温度は、試験片の底部中心に配置されたK型熱電対を使用して測定した。入熱条件は、ツール回転速度400 rpmで0.50 T_m 、600 rpmで0.55 T_m である。

試験片は、ショルダ影響部²⁴⁾の領域に相当する表面から0.5 mmの位置で研磨し、光学顕微鏡 (OM) 観察および

EBSD測定に使用した。機械研磨後、EBSD用の試験片は電解研磨でエッチングした。EBSD測定は、材料流動の経路に相当するNi箔のマーカー材料に沿って実施した。

3. 結果および考察

3・1 厚板のFSW

Fig.3に高入熱条件 (500 rpm) と低入熱条件 (125 rpm-200 rpm) における10 mm厚のFSW試験片の外観写真を示す。高入熱条件下のFSW試験片 (Fig.3 (a)) のバリの量は、低入熱条件下 (Figs.3 (b) および3 (d)) よりも多かったが、いずれの試験片にもマクロな欠陥は観察されなかった。500, 200, 150, 125 rpmで作製したFSW試験片の横断面の光学顕微鏡写真をそれぞれFigs.4 (a), 4 (b), 4 (c), および4 (d) に示す。Fig.4 (a) に示すように、攪拌部内のマクロ組織は、高入熱による過剰な材料流動を示唆しており、その結果、前進側 (AS) と後退側 (RS) の両方に大量のバリが形成された。しかしながら、攪拌部にはマクロな欠陥は観察されなかった。一方、低入熱 (125 rpm-200 rpm) は適切な材料流動を引き起こし、バリの量を減少させ、攪拌部は逆円錐状の理想的な形態⁷⁻⁹⁾であった。また、溝状やトンネル状の欠陥は観察されなかった。

Fig.5 (a) に500 rpmで作製したFSW試験片の攪拌部の微細組織を示す。白と黒矢印で示すように、攪拌部全体に渡り僅かな白色粒子と多くのポアが分布していた。大半のポア内には白色粒子が含まれていた。ポアの拡大図をFig.5 (b) に示す。直径1-5 μm のポアが攪拌部で観察された。Figs.5 (c), 5 (d), 5 (e), 5 (f), および5 (g) にそれぞれFe, C, Si, B, およびNのEDSマッピングを示す。EDS分析の結果、ポア内の粒子は研磨剤に由来するSiや炭化物など

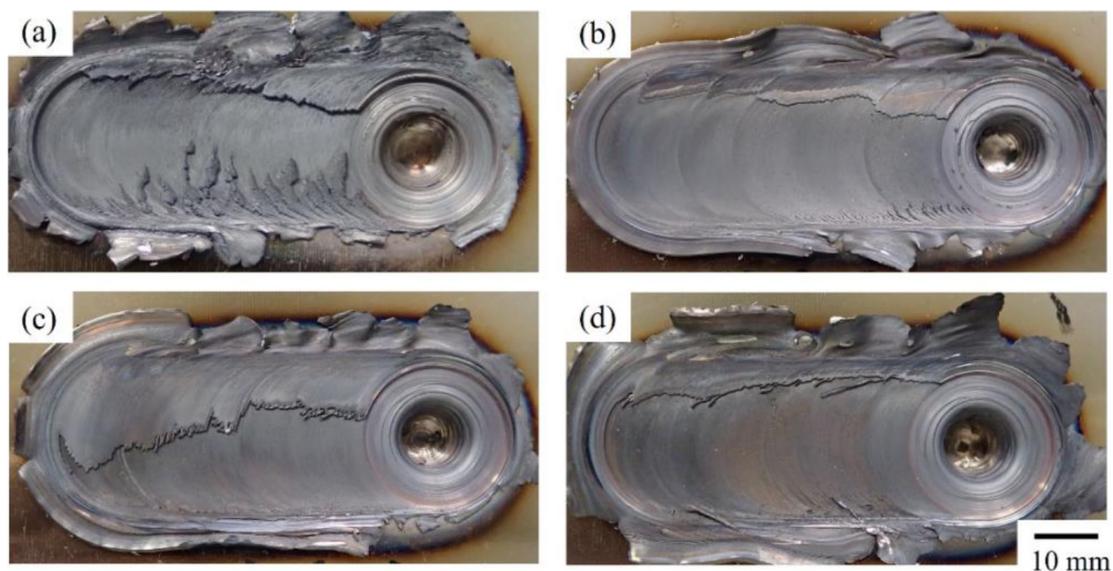


Fig. 3. Photographs of the appearance of the FSW specimens produced at (a) 500 rpm, (b) 200 rpm, (c) 150 rpm, and (d) 125 rpm. (Online version in color.)

の金属間化合物ではないことが明らかとなった。したがって、これらの粒子は、pcBNツールの摩耗によって生じたBNであると特定した。これらの結果は、BN粒子がSEM観察のための試料研磨中に脱落して微細なポアを形成したことを示唆している。Sunらは、40 mm厚の低炭素鋼のFSW試験片でpcBNツールの摩耗が発生したと報告した²¹⁾。彼らは、BN粒子が主に攪拌部の境界に沿って分布していることを示したが、機械的特性に影響を与えなかった。本研究では、高入熱条件下の試験片は、攪拌部内の高密度に分布したBN粒子の影響で、低サイクル疲労試験中に直ちに破断した。機械的特性の測定のための試料研磨中に形成された直径1-5 μm のいくつかのポアが破壊の起点になったと考えられる。すなわち、攪拌部内のBN粒子の混入は、機械的特性に著しい影響を与えた。

低入熱条件 (125 rpm-200 rpm) でのFSW試験片の微細組織の観察では、攪拌部内のポアは著しく減少した。

Figs.4 (b), 4 (c), および4 (d)の白い点線で囲まれた部分は、pcBNツールの摩耗によって形成した微細なポアが主に分布した領域を示している。微細なポアが分布した領域は、ツールの回転速度が低下するにつれて減少した。したがって、入熱量の減少はツールの摩耗を抑制した。BN粒子は主にASの攪拌部境界と底部に分布していた。Morisadaら³²⁾は、直径300 μm の微小な球状タングステン粒子をX線イメージングによって追跡することによってFSW中の材料流動を可視化した。彼らは、このトレーサー粒子がプローブの周囲を回転し、遠心力によって攪拌部の外側まで徐々に移動することを示した。これらの結果によれば、BN粒子はFSW中にプローブの周りを回転しながら攪拌部の境界に移動した。さらに、プローブ周辺の温度分布は非対称であることがよく知られている。欠陥のない接合条件下では、ASの温度分布はRSよりも高くなる³³⁾。実際、後述するがASの結晶粒子径はRSよりも大きかった。すなわち、高温

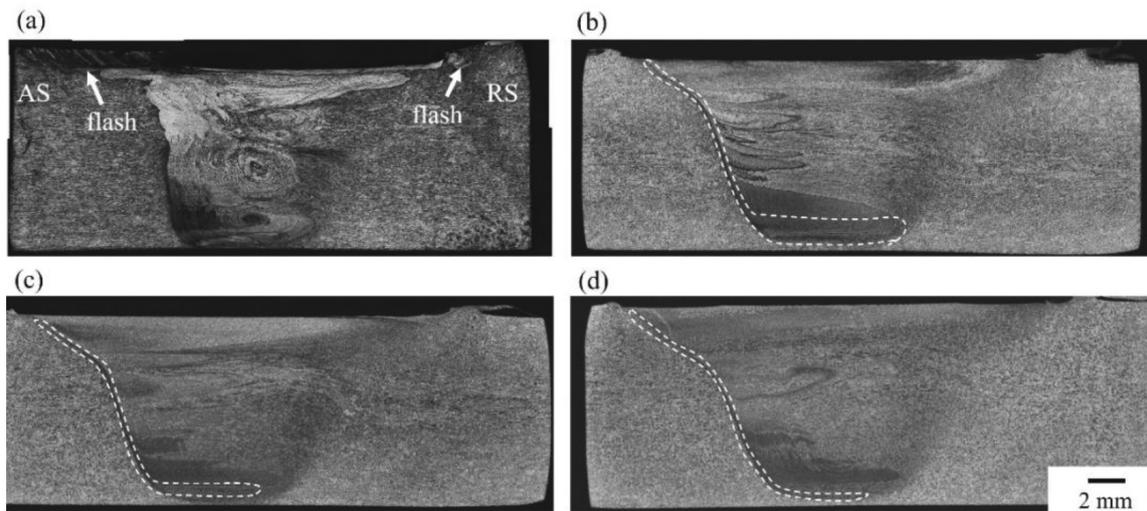


Fig. 4. Optical micrographs of the cross-section of the FSW specimens produced at (a) 500 rpm, (b) 200 rpm, (c) 150 rpm, and (d) 125 rpm.

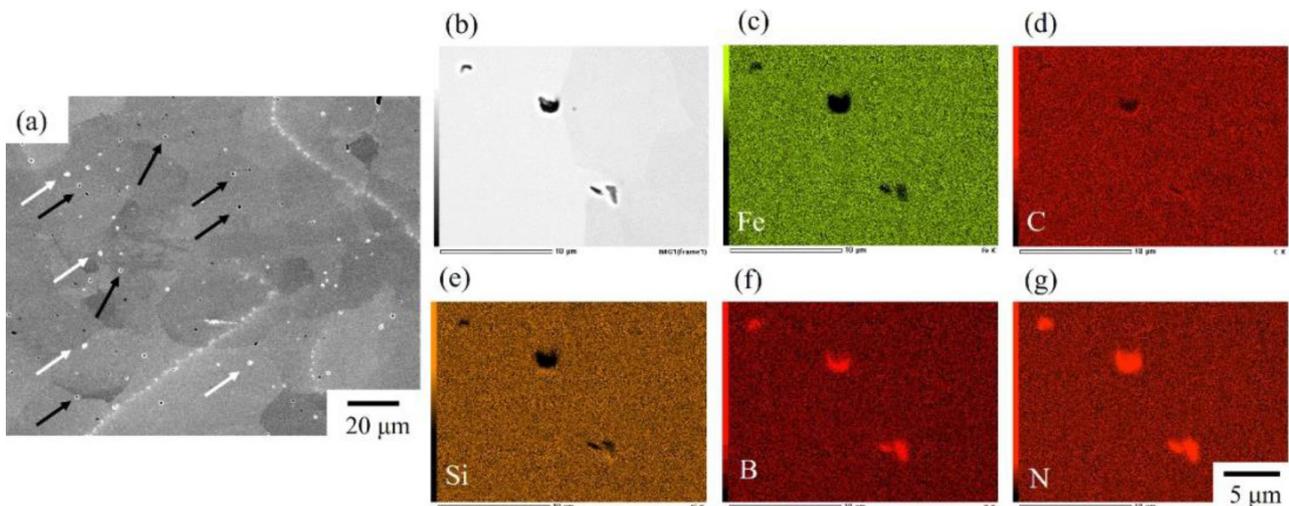


Fig. 5. (a) SEM image of the FSW specimen produced at 500 rpm. The black and white arrows show the particles and pores, respectively. (b-g) EDS mappings to identify tool wear. (Online version in color.)

域では材料流動が促進され、BN粒子がRSよりもASにおいて多く集積したと考えられる。攪拌部内のBN粒子の分布は、過去の研究で報告された結果と類似していた²¹⁾。

BMと125 rpmで作製したFSW試験片の逆極点図 (IPF)、粒界、および相マップをそれぞれFigs.6 (a, d), 6 (b, e), および6 (c, f) に示す。BMは平均結晶粒径82.7 μm の γ 相のみで構成されていた。微細組織はランダムに分布した36.6%の双晶粒界 (TBs) を含んでいた。一般的に低い積層欠陥エネルギーを持つFCC金属は、粒成長や再結晶中に容易に焼鈍双晶を形成する³⁴⁾。この比較的高い双晶粒界の割合は、Fe-15Mn-10Cr-8Ni-4Si合金の低い積層欠陥エネルギー 15.2 mJ/m^2 ⁴⁾に起因している。対照的にFSW試験片では、FSW中の著しい変形が攪拌部での結晶粒微細化を引き起こした。この結果、平均結晶粒径は18.6 μm になった。しかしながら著しい変形にもかかわらず、 γ から ε への相変態は起こらなかった。FSW中のピーク温度は、2・3節で示すように、高入熱条件 (600 rpm) 下で2 mm厚の合金板では約900 Kであった。3・3節で言及するが、10 mm厚の合金板でのFSWのピーク温度は、薄い2mm厚の合金板の温度よりも高かった。オーステナイトからマルテンサイトへの応力誘起変態は、変形温度の上昇によって抑制されることが報告されている^{35,36)}。FSW試験片は、高い変形温度によ

り双晶粒界の割合が27.3%の完全なオーステナイト組織を示した。

攪拌部の粒径分布を調べるために、Fig.6 (g) に示すように、攪拌部の中心を原点 ($x=0, y=0$) とした2次元座標系を定義した。Fig.6 (h) は、攪拌部内の5つの地点での300 \times 300 μm 領域における平均結晶粒径の分布を示している。 x 方向では、AS、中心、およびRSの平均結晶粒径はそれぞれ18.1 μm , 18.6 μm , および17.6 μm であった。この x 方向の粒径分布は、プローブ周囲の非対称の温度分布、すなわちASはRSよりも高温であることを反映していた。 y 方向 (試料の厚み方向) では、上部の平均結晶粒径 (26.8 μm) は下部の平均結晶粒径 (10.3 μm) よりも大きかった。裏当て板による抜熱の効果により、冷却速度が速くなった結果、下部の粒径が減少したと考えられる。

3・2 機械的特性

Table 2にBMと125 rpmで作製したFSW試験片の攪拌部における引張試験と低サイクル疲労試験の結果を示す。BMの0.2%耐力、引張強度、および全伸びは、それぞれ230 MPa, 666 MPa, および70%であった。Fig.6に示すように、攪拌部の引張強度は、結晶粒の微細化によりBMと比較して14%増加した一方で、伸びは28%減少した。FSW試験片の攪拌部は、759 MPaの優れた引張強度と51%の高い延性

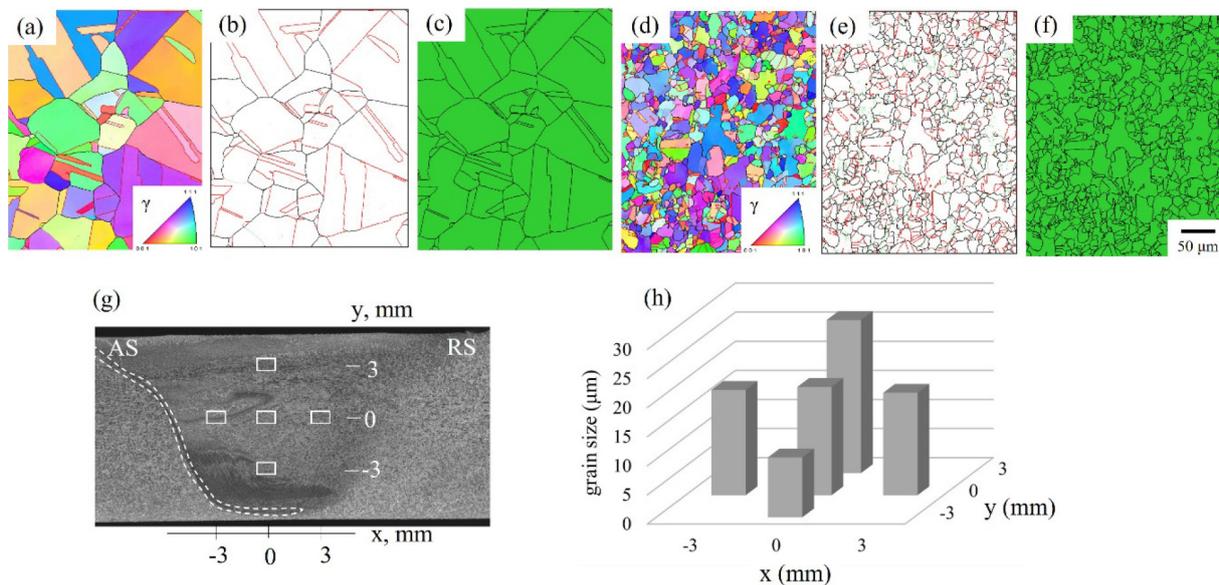


Fig. 6. (a, d) IPF, (b, e) grain boundary, and (c, f) phase maps for the BM and FSW specimen produced at 125 rpm at the central region of the stir zone ($x=0, y=0$). The black, green, and red lines denote the HABs, LABs, and TBs in the grain boundary map, respectively. Green in the phase map denotes the γ -phase. (g) Optical micrographs of the cross-section of FSW specimen. (h) Distribution of grain size in the stir zone. (Online version in color.)

Table 2. Results of tensile and low-cycle fatigue tests for BM and FSW specimens produced at 125 rpm.

	0.2% yield stress (MPa)	Tensile strength (MPa)	Total elongation (%)	Number of cycles to fatigue fracture, Nf (cycles)
BM	230	666	70	8908
FSW specimen	347	759	51	9723

を示した。

Figs.7 (a) および7 (b) に、BMとFSW試験片の攪拌部における初期サイクル/半サイクルの応力-ひずみヒステリシスループおよび低サイクル疲労試験中の繰り返し硬化曲線をそれぞれ示す。Table 2に示すように、BMとFSW試験片の攪拌部の疲労破断までのサイクル数は、それぞれ8,908サイクルと9,723サイクルであった。溶融溶接⁶⁾とは対照的にFSWによる結晶粒の微細化によって、BMと比べてより長い疲労寿命を持つ攪拌部を得ることができた。Fig.7 (a) に示すように、低サイクル疲労試験中、両試験片ともに応力-ひずみヒステリシスループの形状はほとんど変化しなかった。これは、 γ -オーステナイトから ϵ -マルテンサイトへの変態³⁶⁾が繰り返し荷重の下で可逆的に起こったことを示している。FSW試験片の場合、Fig.7 (b) に示すように初期のピーク応力は約400 MPaであり、その後、破断まで徐々に増加した。低サイクル疲労試験後の125 rpm

で作製したFSW試験片のIPF、粒界、相マップを、それぞれFigs.8 (a)、8 (b)、および8 (c) に示す。 γ 相と ϵ 相の割合はそれぞれ18.6%と81.4%であり、 α' -マルテンサイトは形成しなかった。Fig.7 (b) に示すように初期サイクルでの硬化は、 ϵ -マルテンサイトの割合の増加が要因である。続いて繰り返し変形中の転位の蓄積がさらなる硬化を引き起こした³⁶⁾。繰り返し変態中に16.8 μm の小さな ϵ -マルテンサイトの核形成と γ -オーステナイトの微細化(8.2 μm)により、平均結晶粒径は18.6 μm から15.2 μm へと僅かに減少した。さらに、繰り返し変形によって理想的な双晶関係が失われたため、双晶粒界は27.3%から0.8%へと著しく減少した。

一般的に、FSW試験片の微細組織は、攪拌部、熱加工影響部(TMAZ)、および熱影響部(HAZ)から構成される^{8,37)}。TMAZは塑性変形と熱サイクルの両方を受けるが、HAZは熱サイクルのみを受ける。それぞれの領域は、粒径、粒径分布、転位密度、残留応力などの異なる特性を示す。その

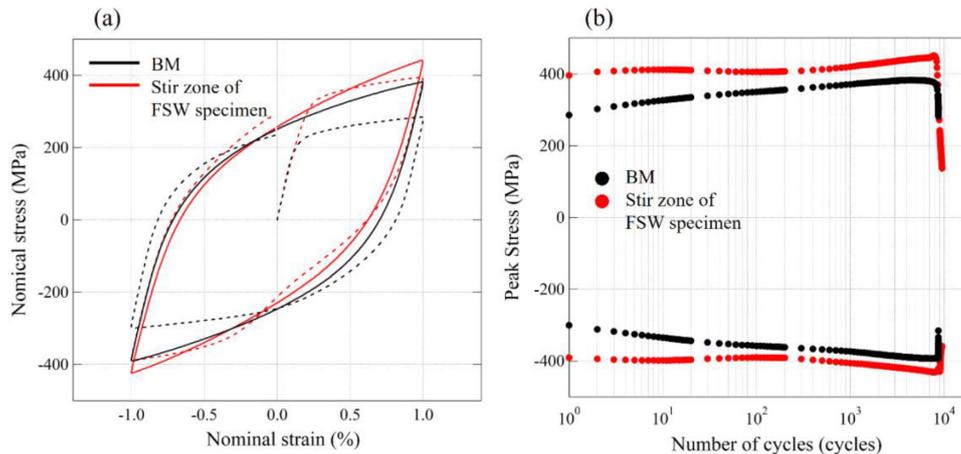


Fig. 7. (a) Stress-strain hysteresis loops for the BM and stir zone of the FSW specimen. The dashed and solid lines denote one and half-life cycles, respectively. (b) Cyclic hardening curves during low-cycle fatigue test for the BM and stir zone of the FSW specimen. (Online version in color.)

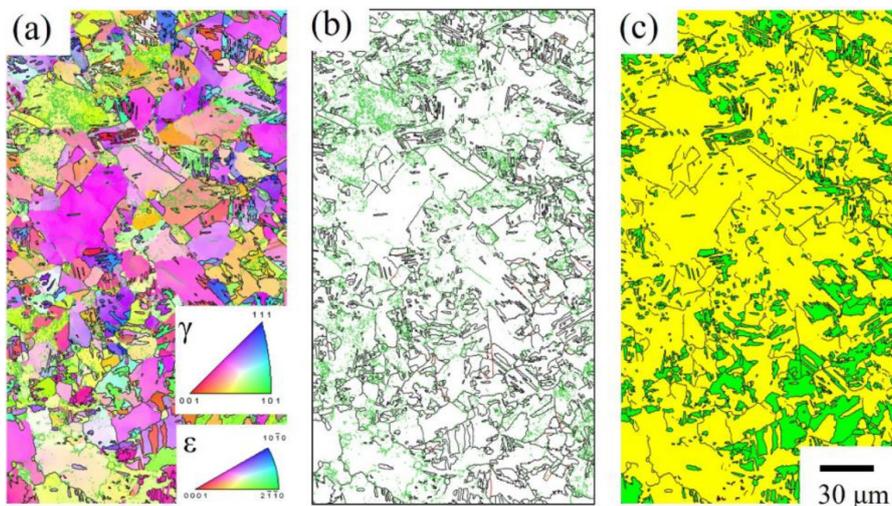


Fig. 8. (a) IPF, (b) grain boundary, and (c) phase maps for FSW specimen produced at 125 rpm after the low-cycle fatigue test. The black, green, and red lines denote the HABs, LABs, and TBs in the grain boundary map, respectively. Green and yellow in the phase map denote the γ -phase and ϵ -phase, respectively. (Online version in color.)

ため、TMAZとHAZが攪拌部と同様にFSW接合部の機械的特性に影響を及ぼす可能性があると考えられる。これらの点については今後の課題である。

3・3 結晶粒微細化機構

Fig.9に低入熱条件 ($0.5 T_m$) 下での2 mm厚のFSW試験片における水平面の光学顕微鏡写真を示す。原点はキーホール中心、x方向は溶接方向に対して逆方向として定義した。マーカー材料 (Ni箔) はキーホールの周囲に分布し、RSに向かって連続的に変形した。類似したマーカー材料のパターンは、Al⁽¹⁾, Cu^(27,29), Cu-30Zn^(26,29), およびAg^(28,30)などの様々な金属に対して、ツールストップアクション法とマーカー挿入法を使用した急冷FSWにおいて観察された。微細組織はEBSD分析により、材料流動のパターンに一致する変形したマーカー材料に沿って調査した。低入熱条件 ($0.5 T_m$) の $-6 < x < 4$ におけるIPFおよび粒界

マップを、それぞれFigs.10 (a-h) および 10 (i-p) に示す。Figs.11 (a), 11 (b), および11 (c) に、それぞれ粒径, LAB

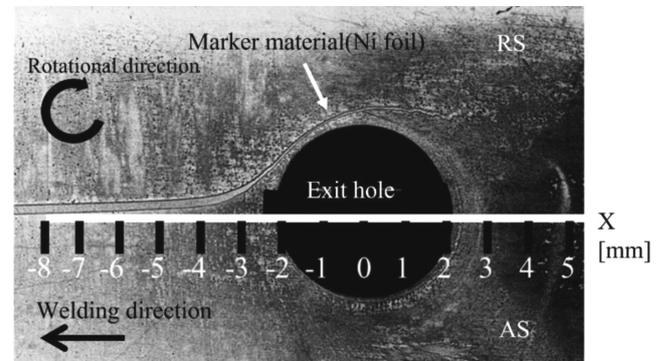


Fig. 9. Optical micrograph of the horizontal plane of the FSW specimen under the low heat input condition ($0.5 T_m$). (Online version in color.)

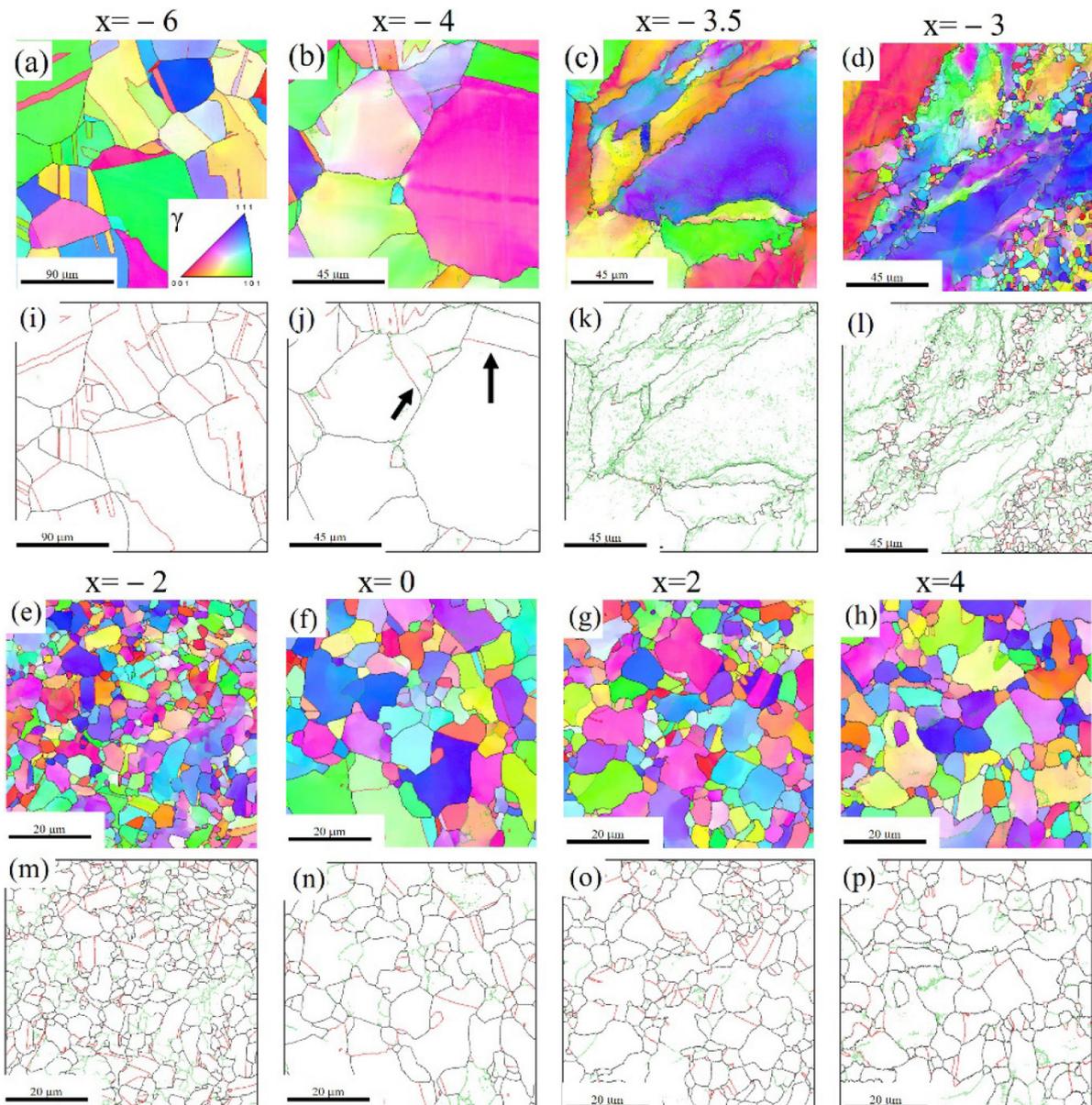


Fig. 10. (a-h) IPF and (i-p) grain boundary maps for FSW specimen in the range of $-6 < x < 4$. (Online version in color.)

の割合、およびTBの割合を示す。比較のために、 $0.55 T_m$ の高入熱条件の結果も合わせて示す。マーカー材料が変形する前の $x = -6$ では、粒径、LABの割合、およびTBの割合はそれぞれ $61.5 \mu\text{m}$ 、 3.3% 、および 56.2% であった。マーカー材料は $x = -5$ で変形を始め、 $x = -3.5$ で著しく変形した。Fig.10 (k) に示すように $x = -3.5$ では、ひずみの影響によりLABの割合が 80.6% に著しく増加し、LABが粒界に沿って顕著に分布していた。さらに大きなひずみの影響により、TBの割合が約 0.6% に著しく減少した。Fig.10 (j) の黒矢印で示すように、多くのTBは双晶関係の消失によりHABに変化した。

$x = -3$ でひずみがさらに増加すると、Figs.10 (d) および10 (l) に示すように、ひずみが蓄積された元の粒界において平均 $4.6 \mu\text{m}$ の小さな結晶粒が多数核生成したため、平均粒径は $41.2 \mu\text{m}$ に著しく減少した。Figs.12 (a) および12 (b) に、それぞれ $x = -3.5$ および $x = -3$ の拡大した粒界マップを示す。Fig.12 (a) の赤矢印で示すように、HABバルジングが元の粒界で頻繁に観察された。高ひずみによって誘起されるHABのバルジングによって不連続動的再結晶(DDRX)が起こることはよく知られている。その結果、Fig.12 (b) に示すように、粒界に沿って多数の微細な結晶粒が核生成したネックレス状の典型的な組織が形

成された。Figs.12 (c) , 12 (d) , および12 (e) に、それぞれ $x = -3$ での拡大したIPFマップ、粒界マップ、およびカーネル平均方位差(KAM)マップを示す。KAMマップは転位密度を示している。Figs.12 (c) – (e) の赤矢印に示すように、DDRXだけでなく高い転位密度を持つ元の結晶粒子内に再結晶粒が直接的に核生成した。HABバルジングによるDDRXと直接的な核生成は、 $\text{Cu}^{27,29}$ 、 $\text{Cu-30Zn}^{26,29}$ 、 $\text{Ag}^{28,30}$ などの低い積層欠陥エネルギーを持つFCC金属におけるFSW中の典型的な結晶粒微細化機構であった。

$x = -2$ ではピーク温度が最大に達し、Figs.10 (e) および10 (m) に示すように、試験片は直径 $4.7 \mu\text{m}$ の微細な結晶粒からなる完全に再結晶した微細組織を示した。熱電対で測定した温度分布によれば、直径 4 mm のプロブ内の温度はほぼピーク温度と同程度であった。動的回復により、LABの割合は 24.8% に著しく減少した。さらに、再結晶が頻繁に発生したために、TBの割合は 15.2% に増加した。 $x > -2$ では、DDRXは起こらず、加熱効果により $x = 0$ で粒径がわずかに $5.9 \mu\text{m}$ に増加した。 $x > 0$ では、焼鈍双晶が頻繁に形成したにもかかわらず、粒径はほぼ一定であった。これは、加熱による粒成長と焼鈍双晶による結晶粒の微細化のバランスによって粒径が決定したことを示唆している。

高入熱条件 ($0.55 T_m$) では、Fig.11 (a) に示すように、ブ

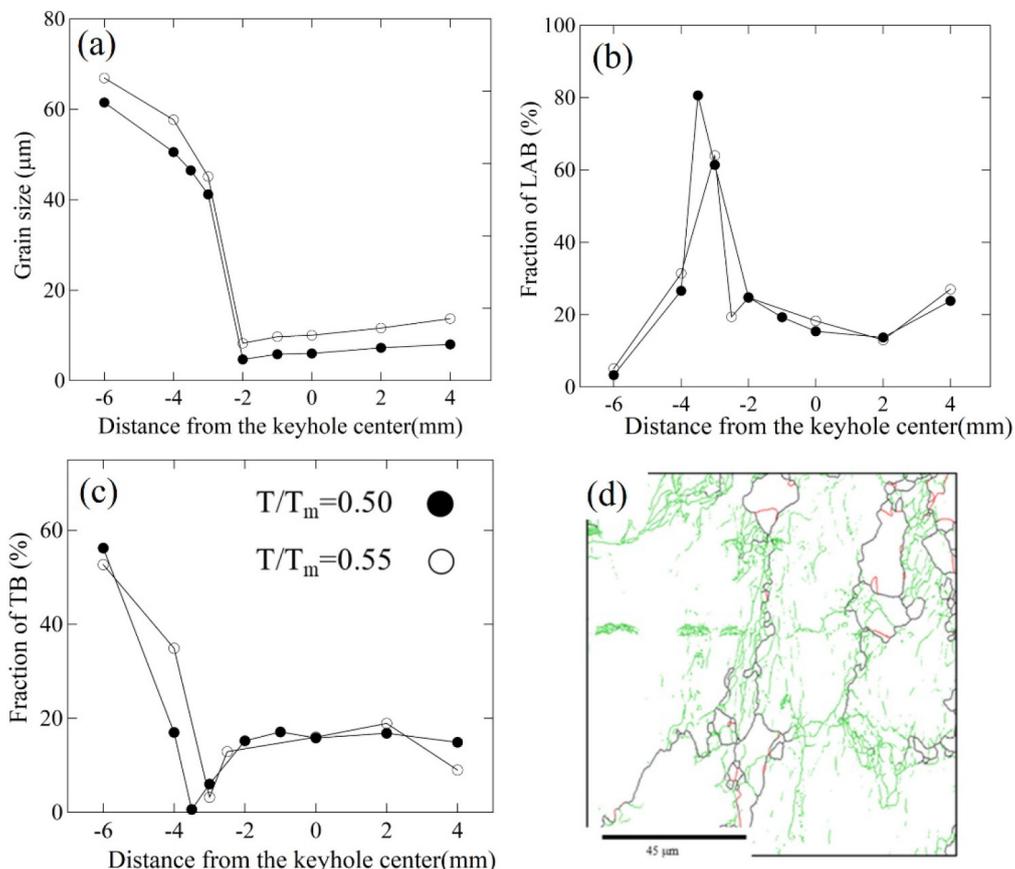


Fig. 11. (a) Grain size, (b) LAB fraction, and (c) TB fraction in the range of $-6 < x < 4$. (d) Magnified grain boundary map for the FSW specimen produced at $0.55 T_m$ at $x = -3$. (Online version in color.)

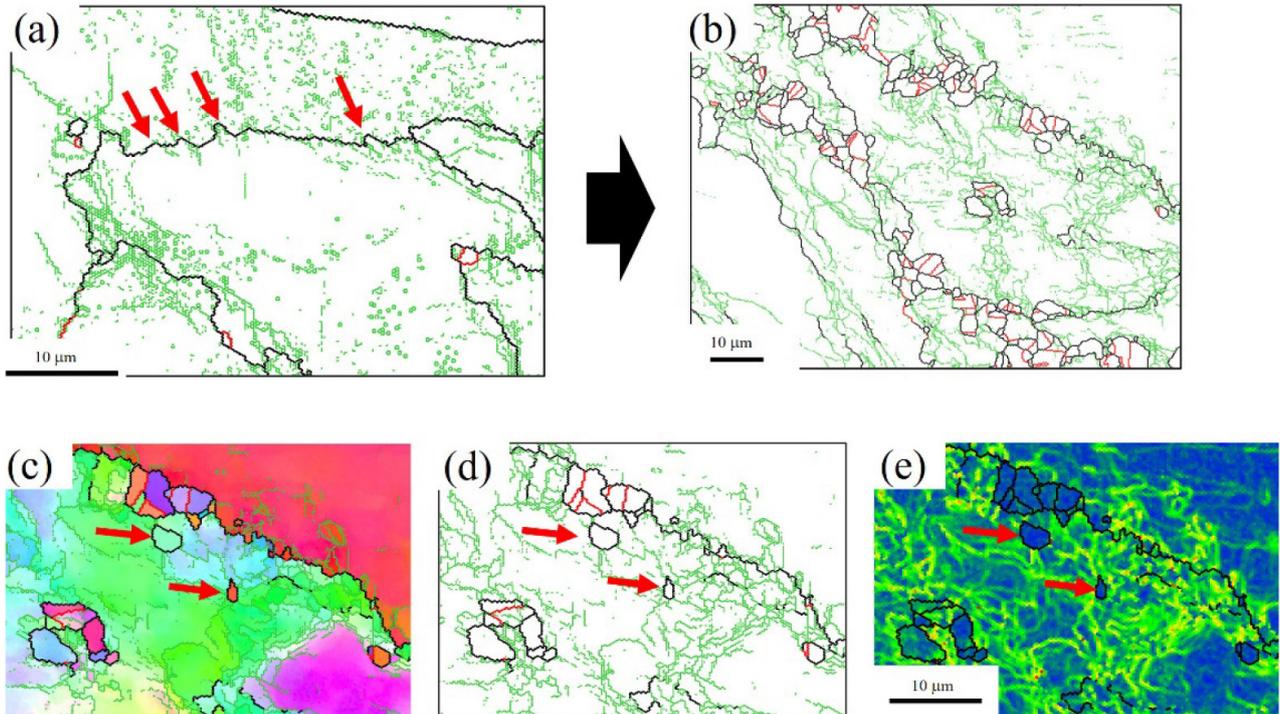


Fig. 12. Magnified grain boundary maps at (a) $x = -3.5$ and (b) -3 . Magnified (c) IPF, (d) grain boundary, and (e) KAM maps at $x = -3$. (Online version in color.)

ローブ直前の $x = -3$ で DDRX の発生によって粒径が僅かに低下した。これは低入熱条件 ($0.50 T_m$) の結果と類似していた。完全な再結晶後の $0.55 T_m$ での粒径は $8.3 \mu\text{m}$ であり、 $x = -2$ での $0.50 T_m$ の粒径 $4.7 \mu\text{m}$ より大きかった。Fig.11 (d) に $x = -3$ での $0.55 T_m$ の拡大した粒界マップを示す。Fig.10 (l) と Fig.11 (d) の比較から、 $0.50 T_m$ では $0.55 T_m$ よりも DDRX が頻繁に発生した。 $0.55 T_m$ および $0.50 T_m$ での再結晶粒の数は、それぞれ $100 \mu\text{m}^2$ あたり 30 個と 110 個であった。入熱量の増加によって動的回復が促進し、DDRX を抑制した。 $x > -2$ では、加熱効果の増大に起因して $0.50 T_m$ と比べて $0.55 T_m$ の試験片は大きな粒径を示した。

FSW 中の入熱量は、回転速度を移動速度で割った比として定義される回転ピッチが減少するに伴い、増加することが報告されている³⁸⁾。10 mm 厚の FSW でのショルダ直径は、2 mm 厚の FSW と比べて 2.08 倍であるため、2 mm 厚の FSW における高入熱条件 (600 rpm) の回転速度は、10 mm 厚の FSW のショルダ直径に相当する 288 rpm の回転速度に対応する。この仮定に基づくと、10 mm 厚の FSW の低入熱条件 (125 rpm) と 2 mm 厚の FSW の高入熱条件における回転ピッチは、それぞれ 0.08 mm/r と 0.52 mm/r となる。したがって、10 mm 厚の FSW 試験片の DDRX の頻度は、動的回復の促進によってさらに低下する可能性がある。我々の過去の研究³⁰⁾ では、低い積層欠陥エネルギーを持つ FCC 金属における FSW 中の結晶粒微細化機構は、静的再結晶温度に対するピーク温度の比に依存することを示した。静的再結晶温度に対するピーク温度の比が約 1.6 を超えると、

高入熱のために主に焼鈍双晶が発生することが報告されている。しかしながら、Fe-15Mn-10Cr-8Ni-4Si 合金の静的再結晶温度の測定例はないため、今後の研究課題である。10 mm 厚の FSW 試験片の微細組織は、頻繁な焼鈍双晶の形成が支配的に起きている可能性がある。

4. 結言

10 mm 厚の Fe-15Mn-10Cr-8Ni-4Si 制振ダンパー合金に対して低入熱および高入熱条件下で FSW が適用可能であることを示した。BM および FSW 試験片の攪拌部において微細組織と引張特性や低サイクル疲労特性などの機械的特性を評価した。また、2 mm 厚の試験片において FSW 中の微細組織の発達過程を急冷 FSW、ツールストップアクション法、マーカー挿入法を組み合わせることで明らかにし、入熱量が微細組織の発達に与える影響を調査した。これらの結果から、以下の結論が得られた。

- (1) 10 mm 厚の試験片に対して pcBN ツールを使用して FSW を実施することができたが、入熱条件に関係なく、攪拌部には直径 $1\text{--}5 \mu\text{m}$ の微小なポアが分布していた。EDS 分析により、攪拌部内の微小なポアは、試料研磨中に FSW 中のツールの摩耗によって分散した BN 粒子の脱落によって形成されたことが明らかとなった。ツールの摩耗は、入熱量の低下 (125 rpm–200 rpm) によって著しく抑制され、微小なポアは主に AS の攪拌部境界に沿って分布していた。

- (2) 低入熱条件 (125 rpm) でのFSW試験片は、BMよりも小さい粒径 18.6 μm の結晶粒から成る完全なオーステナイト組織であった。プローブ周囲の温度分布は非対称であるため、ASの粒径はRSよりも大きかった。試験片の下部の粒径は、上部に比べて裏当て板による抜熱が大きいために減少した。
- (3) 低入熱条件でのFSW試験片の攪拌部における結晶粒微細化により、引張強度は759 MPaに増加し、伸びは51%にわずかに減少した。さらに、FSW試験片の攪拌部は、BMの8,908サイクルを上回る9,723サイクルの優れた疲労寿命を示した。
- (4) 高角粒界バルジングによるDDR_Xは、入熱条件に関係なく、プローブ直前のひずみが蓄積された元の粒界に沿って頻繁に観察された。さらに、転位密度の高い領域で直接的な再結晶の核生成が発生した。これらの結晶粒微細化機構は、低い積層欠陥エネルギーを持つFCC金属の共通の特徴である。入熱量の増加によって動的回復が促進され、焼鈍双晶の形成頻度が高くなった。

利益相反に関する宣言

本研究の遂行に関する利益相反がないことを宣言する。

謝辞

本研究の一部は、JSPS 科研費 JP23H0173 の助成を受けて遂行した。

文 献

- 1) I.Nikulin, T.Sawaguchi, A.Kushibe, Y.Inoue, H.Otsuka and K.Tsuzaki: *Int. J. Fatigue*, **88**(2016), 132. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2016.03.021>
- 2) T.Sawaguchi, I.Nikulin, K.Ogawa, K.Sekido, S.Takamori, T.Maruyama, Y.Chiba, A.Kushibe, Y.Inoue and K.Tsuzaki: *Scr. Mater.*, **99**(2015), 49. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2014.11.024>
- 3) Y.Inoue, A.Kushibe, K.Umemura, Y.Mizushima, T.Sawaguchi, T.Nakamura, H.Otsuka and Y.Chiba: *Jpn. Archit. Rev.*, **4**(2021), 76. <https://doi.org/10.1002/2475-8876.12193>
- 4) F.Yoshinaka, T.Sawaguchi, S.Takamori, T.Nakamura, G.Arakane, Y.Inoue, S.Motomura and A.Kushibe: *Scr. Mater.*, **197**(2021), 113815. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2021.113815>
- 5) T.Nagira, T.Nakamura, F.Yoshinaka, T.Sawaguchi, Y.Aoki, M.Kamai, H.Fujii, A.Takeuchi and M.Uesugi: *Scr. Mater.*, **216**(2022), 114743. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2022.114743>
- 6) T.Nakamura and T.Sawaguchi: *J. Struct. Eng. B*, **67**(2021), 633 (in Japanese).
- 7) H.S.Park, T.Kimura, T.Murakami, Y.Nagano, K.Nakata and M.Ushio: *Mater. Sci. Eng. A*, **371**(2004), 160. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.11.030>
- 8) R.S.Mishra and Z.Y.Ma: *Mater. Sci. Eng. R*, **50**(2005), 1. <https://doi.org/10.1016/j.mser.2005.07.001>
- 9) H.Fujii, L.Cui, N.Tsuji, M.Maeda, K.Nakata and K.Nogi: *Mater. Sci. Eng. A*, **429**(2006), 50. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.04.118>
- 10) P.L.Threadgill, A.J.Leonard, H.R.Shercliff and P.J.Withers: *Int. Mater. Rev.*, **54**(2009), 49. <https://doi.org/10.1179/174328009x411136>
- 11) Z.Y.Ma, A.H.Feng, D.L.Chen and J.Shen: *Crit. Rev. Solid State Mater. Sci.*, **43**(2018), 269. <https://doi.org/10.1080/10408436.2017.1358145>
- 12) Y.S.Sato, H.Yamanoi, H.Kokawa and T.Furuhara: *ISIJ Int.*, **48**(2008), 71. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.48.71>
- 13) Y.D.Chung, H.Fujii, R.Uejii and N.Tsuji: *Scr. Mater.*, **63**(2010), 223. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2010.03.060>
- 14) P.Baillie, S.W.Campbell, A.M.Galloway, S.R.Cater and N.A.McPherson: *Sci. Technol. Weld. Join.*, **20**(2015), 585. <https://doi.org/10.1179/1362171815Y.0000000042>
- 15) D.Wang, D.R.Ni, B.L.Xiao, Z.Y.Ma, W.Wang and K.Yang: *Mater. Des.*, **64**(2014), 355. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.07.063>
- 16) F.C.Liu and T.W.Nelson: *Mater. Des.*, **110**(2016), 354. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.07.147>
- 17) H.B.Cui, G.M.Xie, Z.A.Luo, J.Ma, G.D.Wang and R.D.K.Misra: *Mater. Des.*, **106**(2016), 463. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.05.106>
- 18) H.Li, S.Yang, S.Zhang, B.Zhang, Z.Jiang, H.Feng, P.Han and J.Li: *Mater. Des.*, **118**(2017), 207. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.01.034>
- 19) M.Matsushita, Y.Kitani, R.Ikeda, S.Endo and H.Fujii: *ISIJ Int.*, **52**(2012), 1335. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.52.1335>
- 20) G.P.Dinda and A.Ramakrishnan: *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, **103**(2019), 4763. <https://doi.org/10.1007/s00170-019-04003-7>
- 21) Y.Sun, H.Fujii and Y.Morisada: *J. Manuf. Process.*, **50**(2020), 319. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.12.043>
- 22) H.Fujii, Y.D.Chung and Y.F.Sun: *Sci. Technol. Weld. Join.*, **18**(2013), 500. <https://doi.org/10.1179/1362171813Y.0000000128>
- 23) P.B.Prangnell and C.P.Heason: *Acta Mater.*, **53**(2005), 3179. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.03.044>
- 24) X.C.Liu, C.S.Wu and G.K.Padhy: *Scr. Mater.*, **102**(2015), 95. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2015.02.022>
- 25) H.N.B.Schmidt, T.L.Dickerson and J.H.Hattel: *Acta Mater.*, **54**(2006), 1199. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.10.052>
- 26) X.C.Liu, Y.F.Sun, T.Nagira, K.Ushioda and H.Fujii: *J. Mater. Sci.*, **53**(2018), 10423. <https://doi.org/10.1007/s10853-018-2313-5>
- 27) X.C.Liu, Y.F.Sun, T.Nagira, K.Ushioda and H.Fujii: *J. Mater. Sci. Technol.*, **35**(2019), 1412. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2019.01.018>
- 28) T.Nagira, X.C.Liu, K.Ushioda, Y.Iwamoto, G.Ano and H.Fujii: *Sci. Technol. Weld. Join.*, **24**(2019), 644. <https://doi.org/10.1080/13621718.2019.1592931>
- 29) T.Nagira, X.C.Liu, K.Ushioda and H.Fujii: *Sci. Technol. Weld. Join.*, **25**(2020), 669. <https://doi.org/10.1080/13621718.2020.1818032>
- 30) T.Nagira, X.C.Liu, K.Ushioda and H.Fujii: *Sci. Technol. Weld. Join.*, **25**(2020), 198. <https://doi.org/10.1080/13621718.2019.1665859>
- 31) T.Nagira, X.C.Liu, K.Ushioda and H.Fujii: *Materials*, **14**(2021), 3606. <https://doi.org/10.3390/ma14133606>
- 32) Y.Morisada, H.Fujii, Y.Kawahito, K.Nakata and M.Tanaka: *Scr. Mater.*, **65**(2011), 1085. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2011.09.021>
- 33) M.Maeda, H.Liu, H.Fujii and T.Shibayanagi: *Weld. World*, **49**(2005), 69. <https://doi.org/10.1007/BF03266478>
- 34) J.Humphreys, G.S.Rohrer and A.Rollett: *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, 3rd ed., Elsevier, Oxford, (2017). ISBN978-0-080982359
- 35) N.Tsushima, Y.Morimoto, T.Tonan, Y.Shibata, K.Fukaura and R.Uejii: *ISIJ Int.*, **51**(2011), 124. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.51.124>
- 36) T.Sawaguchi, I.Nikulin, K.Ogawa, S.Takamori, F.Yoshinaka, Y.Chiba, H.Otsuka, Y.Inoue and A.Kushibe: *Acta Mater.*, **220**(2021), 117267. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2021.117267>
- 37) G.Çam: *Int. Mater. Rev.*, **56**(2011), 1. <https://doi.org/10.1179/095066010X12777205875750>
- 38) H.J.Liu, H.Fujii, M.Maeda and K.Nogi: *J. Mater. Process. Technol.*, **142**(2003), 692. [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(03\)00806-9](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(03)00806-9)