(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号

特許第5900922号
(P5900922)

(45)発行日　平成28年4月6日(2016.4.6)　(24)登録日　平成28年3月18日(2016.3.18)

(51)Int.Cl.		F I		
C21D 8/00	(2006.01)	C21D	8/00	A
B23K 20/12	(2006.01)	C21D	8/00	D
C22C 38/00	(2006.01)	B23K	20/12	310
C22C 38/26	(2006.01)	C22C	38/00	302Z
C22C 38/44	(2006.01)	C22C	38/26	

請求項の数 1　(全 20 頁)　最終頁に続く

(21)出願番号　特願2012-57986(P2012-57986)
(22)出願日　平成24年3月14日(2012.3.14)
(65)公開番号　特開2013-189692(P2013-189692A)
(43)公開日　平成25年9月26日(2013.9.26)
審査請求日　平成26年12月8日(2014.12.8)

(73)特許権者　504176911
国立大学法人大阪大学
大阪府吹田市山田丘１番１号
(74)代理人　100088155
弁理士　長谷川　芳樹
(74)代理人　100113435
弁理士　黒木　義樹
(74)代理人　100133064
弁理士　大野　新
(72)発明者　藤井　英俊
大阪府吹田市山田丘１番１号　国立大学法人大阪大学内
(72)発明者　森貞　好昭
大阪府吹田市山田丘１番１号　国立大学法人大阪大学内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】鉄鋼材の製造方法

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
鉄鋼材の母材をオーステナイトが出現する温度であるA_{C1}点以上に加熱する加熱工程と、
前記母材の組織全面がマルテンサイトとなる温度であるM_f点が前記鉄鋼材が使用される温度未満に低下すると推定される量のひずみを前記母材に導入するひずみ導入工程と、
連続冷却変態線図（ＣＣＴ線図）上の前記母材にマルテンサイトが生成される領域に冷却曲線を外挿した線が交わると推定される冷却速度により、前記加熱工程及び前記ひずみ導入工程が施された前記母材を前記M_f点より高い温度に冷却する冷却工程と、
前記冷却工程が施された前記母材の組織を検査する検査工程と、
を含み、
前記検査工程において前記母材の組織にオーステナイトが残留しておらず、マルテンサイトが生成していることが判明したときは、次に前記鉄鋼材を製造する際に、前記ひずみ導入工程における前記母材に導入するひずみの量の増加、及び前記母材へのオーステナイト安定化元素の添加量の増加の少なくともいずれかを行い、
前記検査工程において前記母材の組織にオーステナイトが残留しておらず、フェライト及びパーライトのいずれかが生成していることが判明したときは、次に前記鉄鋼材を製造する際に、前記冷却工程における前記冷却速度の増加及び前記母材への拡散変態を抑制する元素の添加量の増加の少なくともいずれかを行い、
前記加熱工程及び前記ひずみ導入工程では、前記母材に棒状の回転ツールの先端部を当

接させながら前記回転ツールを回転させることにより、前記母材の加熱及び前記母材へのひずみの導入を行い、
前記冷却工程では、前記母材に前記回転ツールの前記先端部を当接させながら前記回転ツールを回転させた状態で前記回転ツールの前記先端部を移動させること、及び前記回転ツールの前記先端部を前記母材から離すことの少なくともいずれかにより、前記母材の冷却を行う、鉄鋼材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【０００１】

本発明は、鉄鋼材の製造方法に関し、特に、鉄鋼材の母材に処理を施すことによって強度と延性とを高めた鉄鋼材を製造する鉄鋼材の製造方法に関する。

【背景技術】

【０００２】

摩擦攪拌接合（ＦＳＷ：Friction Stir Welding）は、継手特性を始めとして種々の優れた特性を有し、アルミニウム合金に対しては、開発されてまもなく各種産業分野で適用されている。一方、構造材料の多くを占める鉄鋼材料の摩擦攪拌接合に関しても、近年盛んに研究が行われている。研究段階では下記の非特許文献１～３に摩擦攪拌接合によって炭素鋼の接合を行うことが報告されている。

【先行技術文献】

【非特許文献】

【０００３】

【非特許文献１】ダブリュ・エム・トーマス（W.M.Thomas）、他２名、「科学・技術・溶接・接合４」（Sci. Technol. Weld. Join.4）、１９９９年、p.365-372

【非特許文献２】ティー・ジェイ・リナート（T.J.Lienert）、他３名、「接合ジャーナル８２」（Weld.J.82）、２００３年、1s-9s

【非特許文献３】エイ・ピィー・レイノルズ（A.P.Reynolds）、他３名、「科学・技術・溶接・接合８」（Sci. Technol. Weld. Join.8）、２００３年、p.455-460特表平７－５０５０９０号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【０００４】

ここで、鉄鋼材料は組成および組織等によって機械的特性の向上が図られているが、高強度と高延性を両立させることは極めて困難である。鉄鋼材料の摩擦攪拌継手においても強度と延性の向上は実用的には極めて重要なファクターであり、自動車を始めとする種々の産業界から切望されている。さらに、摩擦攪拌接合以外の圧延および鍛造等の処理においても、鉄鋼材料の強度向上と延性向上とを両立させることは重要な課題である。

【０００５】

本発明は上記課題に鑑みてなされたものであり、高強度を有しながらも高延性を有する鉄鋼材を製造することが可能な鉄鋼材の製造方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【０００６】

本発明は、鉄鋼材の母材をオーステナイトが出現する温度であるA_{C1}点以上に加熱する加熱工程と、母材の組織全面がマルテンサイトとなる温度であるM_f点が鉄鋼材が使用される温度未満に低下すると推定される量のひずみを母材に導入するひずみ導入工程と、連続冷却変態線図（ＣＣＴ線図）上の母材にマルテンサイトが生成される領域に冷却曲線を外挿した線が交わると推定される冷却速度により、加熱工程及びひずみ導入工程が施された母材をM_f点より高い温度に冷却する冷却工程とを含む鉄鋼材の製造方法である。

【０００７】

この構成によれば、加熱工程では、鉄鋼材の母材をオーステナイトが出現する温度であるA_{C1}点以上に加熱する。これにより、母材にオーステナイトを出現させることができ

る。ひずみ導入工程では、母材の組織全面がマルテンサイトとなる温度であるM_f点が鉄鋼材が使用される温度未満に低下すると推定される量のひずみを母材に導入する。このため、室温等の鉄鋼材が使用される温度に鉄鋼材が冷却された際に鉄鋼材の組織全面がマルテンサイトとなることを防止することができる。母材にひずみを導入すると、フェライト又はパーライトが生成される領域も拡大する。しかし、冷却工程では、鉄鋼材の母材が連続して冷却された際の相変態を時間及び温度の座標平面上に表した連続冷却変態線図（ＣＣＴ線図：Continuous Cooling Transformation diagram）のマルテンサイトが生成される領域に母材の時間に対する温度の関数を表す線である冷却曲線を外挿した線が交わると推定される冷却速度により、加熱工程及びひずみ導入工程が施された母材をM_f点より高い温度に冷却する。このため、製造された鉄鋼材の組織には使用される温度においてオーステナイトが残留する。オーステナイトが残留した鉄鋼材に外部応力が印加された場合、ひずみを受けたオーステナイトが硬質なマルテンサイトに変態し、ひずみを受けた部分の強度が向上する。その結果、この部分の変形が抑制され、相対的に低強度である未変態のオーステナイトの部分に変態が伝搬するＴＲＩＰ効果が生じる。このため、高強度を有しながらも高延性を有する鉄鋼材を製造することができる。

【０００８】

この場合、冷却工程が施された母材の組織を検査する検査工程をさらに含み、検査工程において母材の組織にオーステナイトが残留しておらず、マルテンサイトが生成していることが判明したときは、次に鉄鋼材を製造する際に、ひずみ導入工程における母材に導入するひずみの量の増加、及び母材へのオーステナイト安定化元素の添加量の増加の少なくともいずれかを行い、検査工程において母材の組織にオーステナイトが残留しておらず、フェライト及びパーライトのいずれかが生成していることが判明したときは、次に鉄鋼材を製造する際に、冷却工程における冷却速度の増加及び母材への拡散変態を抑制する元素の添加量の増加の少なくともいずれかを行うことが好適である。

【０００９】

この構成によれば、冷却工程が施された母材の組織を検査する検査工程をさらに含む。検査工程において母材の組織にオーステナイトが残留しておらず、マルテンサイトが生成していることが判明したときは、鉄鋼材が使用される温度に対して十分にM_f点が低下していないことが推定される。そこで、次に鉄鋼材を製造する際に、ひずみ導入工程における母材に導入するひずみの量の増加、及び母材へのＣ、Ｍｎ、Ｎｉ、Ｃｒ及びＭｏ等のオーステナイト安定化元素の添加量の増加の少なくともいずれかが行われる。これにより、鉄鋼材が使用される温度に対して十分にM_f点を低下させて、オーステナイトを残留させることができる。また、検査工程において母材の組織にオーステナイトが残留しておらず、フェライト及びパーライトのいずれかが生成していることが判明したときは、ＣＴＴ線図におけるフェライト又はパーライトが生成される領域を回避するためには、冷却速度が低過ぎるか、フェライト又はパーライトが生成される領域が拡大し過ぎていることが推定される。そこで、次に鉄鋼材を製造する際に、冷却工程における冷却速度の増加及びＭｏ、Ｗ、Ｖ及びＴａ等のＦｅよりも原子半径の大きい元素等の拡散変態を阻害する元素の添加量の増加の少なくともいずれかが行われる。これにより、ＣＣＴ線図上におけるフェライト又はパーライトが生成される領域を回避して、オーステナイトを残留させることができる。

【００１０】

また、加熱工程及びひずみ導入工程では、母材に棒状の回転ツールの先端部を当接させながら回転ツールを回転させることにより、母材の加熱及び母材へのひずみの導入を行い、冷却工程では、母材に回転ツールの先端部を当接させながら回転ツールを回転させた状態で回転ツールの先端部を移動させること、及び回転ツールの先端部を母材から離すことの少なくともいずれかにより、母材の冷却を行うことが好適である。

【００１１】

この構成によれば、加熱工程及びひずみ導入工程では、母材に棒状の回転ツールの先端部を当接させながら回転ツールを回転させることにより、母材の加熱及び母材へのひずみ

の導入を行ない、冷却工程では、母材に回転ツールの先端部を当接させながら回転ツールを回転させた状態で回転ツールの先端部を移動させること、及び回転ツールの先端部を母材から離すことの少なくともいずれかにより、母材の冷却を行う。このような摩擦攪拌接合の技術を利用することにより、一つの処理で加熱工程、ひずみ導入工程及び冷却工程を行うことが可能となる。また、摩擦攪拌接合の技術を利用することにより、母材を局所的に加熱すること、及び母材に局所的にひずみを導入することが容易となる。また、この構成によれば、回転ツールの先端部の移動速度や、回転ツールの回転数を調節することにより、冷却速度を制御することが容易となる。

【発明の効果】

【００１２】

本発明の鉄鋼材の製造方法によれば、高強度を有しながらも高延性を有する鉄鋼材を製造することが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【００１３】

【図１】実施形態の鉄鋼材の製造方法における摩擦攪拌接合の態様を示す斜視図である。

【図２】図１の回転ツールの斜視図である。

【図３】実施形態の鉄鋼材の工程を示すフローチャートである。

【図４】鉄鋼材１の状態図である。

【図５】鉄鋼材２のＣＣＴ図である。

【図６】鉄鋼材においてひずみが導入されることにより、ＣＣＴ図においてパーライトが生成される領域とマルテンサイトが生成される領域とが変動する作用を示す図である。

【図７】Zener-Hollomon因子とＭｓ点との関係を示すグラフ図である。

【図８】Ｍｏの添加によりパーライトが生成される領域が変動する作用を示す図である。

【図９】実施形態の鉄鋼材の製造方法における摩擦攪拌接合の別の態様を示す斜視図である。

【図１０】実験例１における鉄鋼材１の化学的組成を示す表である。

【図１１】（ａ）～（ｄ）は実験例１における鉄鋼材１の攪拌部のフェーズマップを示し、それぞれ回転速度１００ｒｐｍ、２００ｒｐｍ、３００ｒｐｍ及び４００ｒｐｍでの攪拌部のフェーズマップを示す。

【図１２】実験例１における母材及びそれぞれの回転速度の平行部の幅が５ｍｍである試料の引張強度を示すグラフ図である。

【図１３】実験例１における母材及びそれぞれの回転速度の平行部の幅が５ｍｍである試料の伸びを示すグラフ図である。

【図１４】実験例１における母材、回転速度１００ｒｐｍでの試料及び回転速度３００ｒｐｍでの試料の公称応力‐公称塑性ひずみ曲線を示すグラフ図である。

【図１５】実験例２における鉄鋼材２及び鉄鋼材３の化学的組成を示す表である。

【図１６】実験例２における鉄鋼材２の母材のＥＢＳＤ相分布像を示す図である。

【図１７】実験例２における鉄鋼材２の回転速度４００ｒｐｍ－接合速度１００ｍｍ／ｍｉｎでの攪拌部のＥＢＳＤ相分布像を示す図である。

【図１８】実験例２における鉄鋼材２の回転速度４００ｒｐｍ－接合速度４００ｍｍ／ｍｉｎでの攪拌部のＥＢＳＤ相分布像を示す図である。

【図１９】実験例２における鉄鋼材２の母材及び回転速度４００ｒｐｍ－接合速度４００ｍｍ／ｍｉｎでの公称応力‐公称ひずみ曲線を示すグラフ図である。

【図２０】実験例２における鉄鋼材３の母材のｆｃｃ方位マップを示す図である。

【図２１】実験例２における鉄鋼材３の回転速度２００ｒｐｍ－接合速度４００ｍｍ／ｍｉｎでの母材のｆｃｃ方位マップを示す図である。

【図２２】実験例２における鉄鋼材３の回転速度３００ｒｐｍ－接合速度４００ｍｍ／ｍｉｎでの母材のｆｃｃ方位マップを示す図である。

【図２３】実験例２における鉄鋼材３の回転速度４００ｒｐｍ－接合速度４００ｍｍ／ｍｉｎでの母材のｆｃｃ方位マップを示す図である。

【図２４】実験例３における鉄鋼材４の化学的組成を示す表である。
【図２５】実験例３における異なる回転速度での攪拌部のＸＲＤパターンを示すグラフ図である。
【発明を実施するための形態】
【００１４】
以下、図面を参照して、本発明の実施形態に係る鉄鋼材の製造方法の実施形態について詳細に説明する。本実施形態では、摩擦攪拌接合の技術を利用して強度と延性とを高めた鉄鋼材を製造する。まず、簡単に摩擦攪拌接合について説明する。
【００１５】
図１に示すように、摩擦攪拌接合では、板状の鉄鋼材の母材１ａ，１ｂの端部同士を突き合せて攪拌部２０を形成し、母材１ａ，１ｂを接合する。母材１ａ，１ｂの攪拌部２０上に、回転ツール１００の先端のプローブ１０２を当接させつつ、後述する所定の条件により回転させ、さらに攪拌部２０の長手方向に沿って回転ツール１００を後述する所定の条件により移動させることにより、攪拌部２０に強度と延性とを高めた鉄鋼材を製造する。この場合、攪拌部２０の長手方向に沿って２回以上、回転ツール１００を通過させるようにしても良い。
【００１６】
母材１ａ，１ｂは、例えば、フェライト鋼、Ｃｒ－Ｍｏ鋼及び高炭素鋼を用いることができる。母材１ａ，１ｂの攪拌部２０上には、状況に応じて添加材１０を充填することができる。添加材１０としては、紛状又は粒状としたＣ、Ｍｎ、Ｎｉ、Ｃｒ、Ｍｏ、Ｗ、Ｖ及びＴａ等を用いることができる。また、添加材１０としては、板状や薄いシート状としたＣ、Ｍｎ、Ｎｉ、Ｃｒ、Ｍｏ、Ｗ、Ｖ及びＴａ等が攪拌部２０上あるいは攪拌部２０上以外の母材１ａ，１ｂの表面に配置されていても良い。あるいは、添加材１０は攪拌部２０に限られず、母材１ａ，１ｂの全体の組成に添加されていても良い。
【００１７】
後述するように、本実施形態では攪拌部２０の冷却速度が重要となるため、攪拌部２０の上面又は下面に、冷却された冷媒を循環させることにより攪拌部２０を外部から強制的に冷却する冷却手段が配置されていても良い。この場合の冷却手段としては、例えば、液体CO_2、液体窒素及び水等を攪拌部２０に供給することものとできる。
【００１８】
本実施形態では、図２に示すような回転ツール１００を用意する。回転ツール１００は、略円筒状をなし、先端のショルダー１０１より小径の略円柱状のプローブ１０２を備えている。回転ツール１００の材質は、例えば、日本工業規格に規格されているＳＫＤ６１鋼等の工具鋼や、タングステンカーバイト（ＷＣ）を主成分とする超硬合金、またはSi_3N_4等のセラミックスからなるものとすることができる。
【００１９】
以下、上記の摩擦攪拌接合の技術を利用した鉄鋼材の製造方法について説明する。図３に示すように、母材１ａ，１ｂの攪拌部２０上に回転ツール１００の先端のプローブ１０２を当接させながら回転させることにより、母材１ａ，１ｂの攪拌部２０が、オーステナイトが出現する温度であるA_{C1}点以上に加熱される（Ｓ１０１）。図４の鉄鋼材１の状態図に示すように、鉄鋼材１等の鉄鋼材は、A_{C1}点以上の温度に加熱されると図中のγに示す領域においてオーステナイトが出現する。例えば、鉄鋼材１では、A_{C1}点は８４０℃となる。鉄鋼材の組織にオーステナイトを残留させることにより、後述するように高強度を有しながらも高延性を有する鉄鋼材とすることができる。なお、鉄鋼材の組成ごとのA_{C1}点は下式（１）により求めることができる。また、摩擦攪拌処理時における攪拌部２０への入熱量Ｑは下式（２）により求めることができる。

【数１】

$$A_{C1}[℃]=723-10.7Mn[mass\%]-16.9Ni[mass\%]+29.1Si[mass\%]$$
$$+16.9Cr[mass\%]+290As[mass\%]+6.38W[mass\%] \quad \cdots(1)$$

【数２】

$$Q=4/3\pi^2\mu PNR^3\cdot 1/t\cdot 1/v \quad \cdots(2)$$

μ:摩擦係数，P:攪拌部の圧力，

N:回転ツールの回転速度，

R:ショルダーの直径，t:攪拌部の板厚，

v:回転ツールの移動速度

【００２０】

しかしながら、図５の鉄鋼材２の連続して冷却された際の相変態を時間及び温度の座標平面上に表したＣＣＴ図（Continuous Cooling Transformation diagram：連続冷却変態線図）に示すように、A_{C1}点を超える温度から室温近くまで鉄鋼材が冷却されると、オーステナイトからマルテンサイトや、オーステナイトからフェライト又はパーライトへの変態が生じる。図５に示すように、速い冷却速度の冷却曲線Ｃｒ１～Ｃｒ３によりマルテンサイトが出現する温度であるM_s点未満に冷却された鉄鋼材では、図中のＭの領域に示すように、オーステナイトから靭性が劣るマルテンサイトへの変態が生じる。また、遅い冷却速度の冷却曲線Ｃｒ４～Ｃｒ８によりフェライトが出現する温度であるF_s点や、パーライトが出現する温度であるP_s点よりも低い温度に冷却された鉄鋼材では、図中のＦやＰの領域に示すように、オーステナイトからフェライトやパーライトへの変態が生じる。そのため、一般に加熱処理後に室温まで冷却された鉄鋼材の組織にはオーステナイトは残留していない。なお、鉄鋼材の組成ごとのM_s点は下式（３）により求めることができる。

【数３】

$$M_S[℃]=539-423C[mass\%]-30.4Mn[mass\%]-17.7Ni[mass\%]$$
$$-12.1Cr[mass\%]-7.5Mo[mass\%] \quad \cdots(3)$$

【００２１】

そこで本実施形態では、図３に示すように、母材１ａ，１ｂの組織全面がマルテンサイトとなる温度であるM_f点が、鉄鋼材が使用される温度未満に低下すると推定される量のひずみが母材１ａ，１ｂの攪拌部２０に導入されることにより、母材１ａ，１ｂの攪拌部２０の組織にオーステナイトが残留する（Ｓ１０２）。図６に示すように、母材１ａ，１ｂの攪拌部２０にひずみが導入されると、マルテンサイトが出現する温度であるM_s点が低下する。M_s点の低下に伴い、M_s点よりも低い温度であり母材１ａ，１ｂの組織全面がマルテンサイトとなる温度である不図示のM_f点も低下する。ひずみ量が十分に大きい場合は、M_f点及びM_s点の両方とも、室温（２０℃）よりも低い温度に低下する。これにより、鉄鋼材が使用される温度が室温であっても、母材１ａ，１ｂの組織にオーステナ

イトを残留させることが可能となる。なお、本実施形態では、M_f点を鉄鋼材が使用される温度未満に低下させることにより鉄鋼材が使用される温度でオーステナイトを残留させることが可能であるが、鉄鋼材の組織全面にオーステナイトを残留させるために、M_s点を鉄鋼材が使用される温度未満に低下させることがより好ましい。

【００２２】

本実施形態では、母材１ａ，１ｂの攪拌部２０へのひずみの導入は、母材１ａ，１ｂの攪拌部２０上に回転ツール１００の先端のプローブ１０２を当接させながら回転させることにより、A_{C1}点以上への加熱と同時に一処理で行うことができる。このような摩擦攪拌接合の技術を利用して導入されるひずみの量は、下式（４）により求めることができる。なお下式（４）において、εはひずみ（下式中ではεを時間で微分した単位時間当たりのひずみの導入量であるひずみ速度）であり、R_mは回転ツール１００の回転速度の１／２の値であり、r_eは攪拌部２０の有効（平均）半径であり、L_eは攪拌部２０の有効（平均）深さである。これらの値は、回転ツール１００の回転速度、ショルダー１０１の直径、プローブ１０２の直径及びプローブ１０２の長さを調整することにより制御することができる。

【数４】

$$\dot{\varepsilon} = \frac{R_m \cdot 2\pi r_e}{L_e} \quad \cdots(4)$$

【００２３】

しかしながら、ひずみの導入によるM_f点及びM_s点を低下させる効果は母材１ａ，１ｂの温度が高くなるほど低下する。そこで、下式（５）に示すように温度による補償をかけたZener-Hollomon因子Ｚが、ひずみの導入によるM_f点及びM_s点を低下させる効果を算出するために用いられる。図７に示すように、Zener-Hollomon因子Ｚの自然対数の減少に伴ってM_s点は低下することが判る。なお、下式（５）において、Ｒは１ｍｏｌの気体定数であり、T_Cは、鉄のキュリー温度である。

【数５】

$$Z = \dot{\varepsilon}\exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad \cdots(5)$$

$$Q : 241kj \cdot mol^{-1}\left(T > T_C\right), 254kj \cdot mol^{-1}\left(T < T_C\right)$$

【００２４】

図３に戻り、母材１ａ，１ｂの攪拌部２０が、鉄鋼材が使用される温度に冷却される（Ｓ１０３）。ここで、図６に示すように、母材１ａ，１ｂの攪拌部２０にひずみが導入され、M_f点及びM_s点が低下すると、同時にパーライトが生成される領域も拡大する。図６に示すようなＣＣＴ図上の母材１ａ，１ｂの攪拌部２０にパーライトが生成される領域内で母材１ａ，１ｂの攪拌部２０の冷却が終了すると、母材１ａ，１ｂの攪拌部２０の組織がパーライトになりオーステナイトが残留しない可能性がある。

【００２５】

そこで、本実施形態では、図６に示すように、ＣＣＴ線図上の母材１ａ，１ｂの攪拌部２０のマルテンサイトが生成される領域に母材１ａ，１ｂの攪拌部２０の冷却曲線を外挿した線が交わると推定される冷却速度によって、母材１ａ，１ｂの攪拌部２０は少なくともM_f点より高く、好ましくはM_s点よりも高い温度に冷却される（Ｓ１０３）。これにより、冷却後の母材１ａ，１ｂの攪拌部２０にオーステナイトが残留する。

【００２６】

なお、母材１ａ，１ｂの攪拌部２０の冷却時に母材１ａ，１ｂの攪拌部２０の時間に対する温度の関数を表す線がパーライトが生成される領域に交わったとしても、最終的にパーライトが生成される領域外で冷却が終了すればオーステナイトは残留する。しかし、鉄鋼材の組織全面にオーステナイトを残留させるために、母材１ａ，１ｂの攪拌部２０の冷却時に母材１ａ，１ｂの攪拌部２０の時間に対する温度の関数を表す線がパーライトが生成される領域と交わらないことが、より好ましい。

【００２７】

本実施形態では、母材１ａ，１ｂの攪拌部２０の冷却は、母材１ａ，１ｂの攪拌部２０上に回転ツール１００の先端のプローブ１０２を当接させながら回転させた状態で回転ツール１００の先端を攪拌部２０に沿って移動させることにより、攪拌部２０への加熱とひずみの導入と同時に一処理で行うことができる。回転ツール１００の回転速度又は移動速度（接合速度）を増加させることにより冷却速度を増加させ、回転ツール１００の回転速度又は移動速度（接合速度）を減少させることにより冷却速度を減少させることができる。

【００２８】

次に母材１ａ，１ｂの攪拌部２０の標本を採取し、標本の組織の検査が行われる（Ｓ１０４）。標本の検査は、例えば、ＥＢＳＤ（Electron Back-Scatter Diffraction：電子後方散乱回折）や、ＸＲＤ（X-ray Diffraction：Ｘ線回折）により、行うことができる。検査された標本の組織中にオーステナイトが残留している場合は（Ｓ１０５）、次の鉄鋼材を製造する際に、Ｓ１０２で導入されるひずみ量とＳ１０３での冷却速度の条件である回転ツール１００のショルダー１０１の直径、プローブ１０２の直径、プローブ１０２の長さ、回転速度及び移動速度が維持される（Ｓ１０６）。

【００２９】

検査された標本の組織中にオーステナイトが残留しておらず、マルテンサイトが生成している場合は（Ｓ１０５）、Ｓ１０２においてM_s点及びM_f点が十分に低下していないことが推定される。この場合、次の鉄鋼材を製造する際に、Ｓ１０２において、ひずみ量の増加、及び母材１ａ，１ｂへの添加材１０中のＣ、Ｍｎ、Ｎｉ、Ｃｒ及びＭｏ等のオーステナイト安定化元素の量の増加の少なくともいずれかが行われる（Ｓ１０７）。ひずみ量の増加は、上式（４）（５）のひずみεあるいはZener-Hollomon因子Ｚの増大により実現される。具体的には、回転ツール１００の回転数の増加、ショルダー１０１の直径の増加及びプローブ１０２の直径の増加によって、ひずみ量を増大させることができる。また、摩擦攪拌処理における攪拌部２０の温度を低下させることによっても、ひずみ量を増大させることができる。

【００３０】

また、上式（３）に示したように、M_s点は特にＣの添加量が多いほど低下するため、添加材１０中のＣの量の増加により、M_s点をさらに低下させることが可能となる。M_f点についても同様である。なお、M_s点及びM_f点を低下させる効果は、Ｃの添加量が最も影響が大きいため、添加材１０中のＣの量を制御することにより、M_s点及びM_f点の低下の度合を制御することが好ましい。しかしながら、添加材１０中のＭｎ、Ｎｉ、Ｃｒ及びＭｏのいずれかの量を増大させることによっても、M_s点及びM_f点の低下の度合を増大させることができる。

【００３１】

検査された標本の組織中にオーステナイトが残留しておらず、フェライト又はパーライトが生成している場合は（Ｓ１０５）、Ｓ１０３において冷却速度が低過ぎるか、フェライト又はパーライトが生成される領域が拡大し過ぎているために、図６に示すフェライト又はパーライトが生成される領域で冷却が終了していることが推定される。この場合、次の鉄鋼材を製造する際に、Ｓ１０３において、冷却速度の増加、及び母材１ａ，１ｂへの添加材１０中のＭｏ、Ｗ、Ｖ及びＴａ等のＦｅよりも原子半径が大きい元素等の拡散変態を阻害する元素の量の増加の少なくともいずれかが行われる（Ｓ１０８）。冷却速度の増加は、回転ツール１００の回転速度又は移動速度（接合速度）を増加させることにより実

現される。あるいは、母材１ａ，１ｂの攪拌部２０の上部又は下部に設置された冷却手段による冷却量を増大させることにより実現される。この冷却手段としては、液体CO_2の使用量の増加等により、外部からの強制的な冷却量を増大させることができる。

【００３２】

また、図８に示すように、パーライト又はフェライトが生成される領域は、母材１ａ，１ｂへの添加材１０中のＭｏ、Ｗ、Ｖ及びＴａ等のＦｅよりも原子半径が大きい元素等の拡散変態を阻害する元素の量が多いほど減少する。これは、図６に示すように、攪拌部２０にひずみが導入されると、それに伴いパーライト又はフェライトが生成される領域が増大するが、Ｍｏ、Ｗ、Ｖ及びＴａのようにＦｅよりも大きな原子が添加されていると、拡散変態が阻害され、パーライト又はフェライトが生成される領域が増大する作用が抑えられると考えられる。そのため、添加材１０中のＭｏ、Ｗ、Ｖ及びＴａ等の拡散変態を阻害するＦｅよりも原子半径が大きい元素の量を増加させることにより、同じ冷却速度であっても、フェライト又はパーライトが生成される領域ではなく、オーステナイトが残留する領域で冷却を終了させることができる。

【００３３】

以上のようにして制御された条件により、次の鉄鋼材が製造される（Ｓ１０９）。なお、Ｓ１０５において、オーステナイトが残留している場合であっても、マルテンサイトが生成している場合にはＳ１０７の工程を行い、フェライト又はパーライトが生成している場合にはＳ１０８の工程を行うことにより、次の鉄鋼材の製造において、より多くオーステナイトが残留している鉄鋼材を製造することができる。

【００３４】

本実施形態では、鉄鋼材の母材１ａ，１ｂがオーステナイトが出現する温度であるA_{C1}点以上に加熱される（Ｓ１０１）。これにより、母材１ａ，１ｂにオーステナイトを出現させることができる。母材１ａ，１ｂの組織全面がマルテンサイトとなる温度であるM_f点が室温未満に低下すると推定される量のひずみが母材に導入される（Ｓ１０２）。このため、室温に鉄鋼材が冷却された際に鉄鋼材の組織全面がマルテンサイトとなることを防止することができる。

【００３５】

母材１ａ，１ｂにひずみを導入すると、フェライト又はパーライトが生成される領域も拡大する。しかし、鉄鋼材の母材が連続して冷却された際の相変態を時間及び温度の座標平面上に表した連続冷却変態線図（ＣＣＴ線図：Continuous Cooling Transformation diagram）のマルテンサイトが生成される領域に母材１ａ，１ｂの時間に対する温度の関数である冷却曲線を外挿した線が交わると推定される冷却速度により、母材１ａ，１ｂが室温に冷却される（Ｓ１０３）。このため、製造された鉄鋼材の組織には室温においてオーステナイトが残留する。

【００３６】

オーステナイトが残留した鉄鋼材に外部応力が印加された場合、ひずみを受けたオーステナイトが硬質なマルテンサイトに変態し、ひずみを受けた部分の強度が向上する。その結果、この部分の変形が抑制され、相対的に低強度である未変態のオーステナイトの部分に変態が伝搬するＴＲＩＰ効果が生じる。このため、高強度を有しながらも高延性を有する鉄鋼材を製造することができる。

【００３７】

特に本実施形態では、鉄鋼材の全体の化学的組成により高強度及び高延性を有する鉄鋼材とするのではなく、鉄鋼材の母材に対して全体的又は局所的に処理を加えることにより、高強度及び高延性を有する鉄鋼材とすることが可能である。例えば、自動車の構造部材の特定部位においては、衝突時の衝撃に対して、高強度により車体の形状を維持しつつ、高延性により衝撃を吸収し乗員を保護することが必要となる。しかしながら、本実施形態によれば、鉄鋼材の母材の特定部位に局所的な処理を加えて、特定部位のみ高強度及び高延性を持たせることが可能である。このような本実施形態の鉄鋼材を自動車の構造部材に適用した場合は、衝突時の変形中に徐々に強度が上昇するため、衝突時の乗員に対する衝

撃を低減することができる。したがって、本実施形態の処理を施された自動車の構造部材は優れた衝突安全性を示すことが期待できる。そのため、本実施形態の産業上の利用性は極めて高い。

【００３８】

また、本実施形態では、母材１ａ，１ｂの組織を検査する工程をさらに含む（Ｓ１０４）。母材の組織にオーステナイトが残留しておらず、マルテンサイトが生成していることが判明したときは（Ｓ１０５）、室温に対して十分に$Ｍ_{f}$点が低下していないことが推定される。そこで、次に鉄鋼材を製造する際に、Ｓ１０２における母材１ａ，１ｂに導入するひずみの量の増加、及び母材１ａ，１ｂへのＣ、Ｍｎ、Ｎｉ、Ｃｒ及びＭｏ等のオーステナイト安定化元素の添加量の増加の少なくともいずれかが行われる（Ｓ１０７）。これにより、室温に対して十分に$Ｍ_{f}$点を低下させて、オーステナイトを残留させることができる。

【００３９】

また、母材１ａ，１ｂの組織にオーステナイトが残留しておらず、フェライト及びパーライトのいずれかが生成していることが判明したときは（Ｓ１０５）、ＣＣＴ線図上におけるフェライト又はパーライトが生成される領域を回避するためには、冷却速度が低過ぎるか、フェライト又はパーライトが生成される領域が拡大し過ぎていることが推定される。そこで、次に鉄鋼材を製造する際に、Ｓ１０３における冷却速度の増加、及び母材１ａ，１ｂへのＭｏ、Ｗ、Ｖ及びＴａ等のＦｅよりも原子半径が大きい元素等の拡散変態を阻害する元素の添加量の増加の少なくともいずれかが行われる（Ｓ１０８）。これにより、ＣＣＴ線図上におけるフェライト又はパーライトが生成される領域を回避して、オーステナイトを残留させることができる。

【００４０】

また、本実施形態では、母材１ａ，１ｂに棒状の回転ツール１００の先端部を当接させながら回転ツール１００を回転させることにより、母材１ａ，１ｂの加熱及び母材１ａ，１ｂへのひずみの導入を行ない、母材１ａ，１ｂに回転ツール１００の先端部を当接させながら回転ツール１００を回転させた状態で回転ツール１００の先端部を移動させることにより、母材１００の冷却を行う。このような摩擦攪拌接合の技術を利用することにより、一つの処理で加熱、ひずみの導入及び冷却を行うことが可能となる。また、摩擦攪拌接合の技術を利用することにより、母材１ａ，１ｂを局所的に加熱すること、及び母材１ａ，１ｂに局所的にひずみを導入することが容易となる。また、本実施形態では、回転ツール１００の先端部の移動速度や、回転ツール１００の回転数を調節することにより、冷却速度を制御することが容易となる。

【００４１】

なお、本発明は上記実施形態に限定されず、様々な変形態様が可能である。例えば、上記実施形態では、母材１ａ，１ｂに回転ツール１００の先端部を当接させながら回転ツール１００を回転させた状態で回転ツール１００の先端部を移動させることにより、母材１ａ，１ｂ同士を接合し、接合による攪拌部２０に鉄鋼材を生成させる態様を主に説明した。しかし、本発明では、母材１ａ，１ｂに回転ツール１００の先端部を当接させながら回転ツール１００を回転させた状態で回転ツール１００の先端部を単数あるいは複数の部位で停止させるスポット型の摩擦攪拌接合の技術により、攪拌部２０に鉄鋼材を生成させても良い。この場合、母材１ａ，１ｂの冷却は、回転ツール１００の先端部を母材１ａ，１ｂから離すことにより行うことができる。冷却速度の制御は、回転ツール１００の引き抜き速度及び回転速度等を調節することにより行うことができる。

【００４２】

あるいは、図９に示すように、板状の母材１ａ，１ｂを重ね合わせ、その間に粉状又は粒状の添加材１０を充填するか、板状又はシート状の添加材１０を配置して攪拌部２０とし、回転ツール１００を母材１ａに当接させつつ回転させ、母材１ａ上を移動させることにより、攪拌部２０を攪拌する重ね合わせ接合に類似した態様で摩擦攪拌処理を行っても良い。この場合も、回転ツール１００の移動を伴わないスポット型の摩擦攪拌処理とする

ことができる。
【００４３】
あるいは、母材同士の接合を伴わず、単一の母材１ａの表面に粉状、粒状、板状又はシート状の添加材１０を供給した後に、回転ツール１００を母材１ａに当接させつつ回転させ、母材１ａ上を移動させることにより、攪拌部２０を攪拌することにより、攪拌部２０の組織を改質して攪拌部２０に鉄鋼材を生成させても良い。この場合も、回転ツール１００の移動を伴わないスポット型の摩擦攪拌処理とすることができる。なお、上記の様々な摩擦攪拌接合及び摩擦攪拌処理においては、必要のない場合には添加材１０の配置を省略することができる。
【００４４】
さらに、上記実施態様においては、摩擦攪拌処理を利用することにより、高強度と高延性とを有する鉄鋼材を製造する態様を説明した。しかし、本発明はこれに限定されず、鉄鋼材の母材への加熱、ひずみの導入及び冷却を本発明で規定の条件に合致するように行うことにより、摩擦攪拌処理以外でも高強度と高延性とを有する鉄鋼材を製造することが可能である。例えば、鉄鋼材の母材の加熱は所定の熱源等によっても行うことができる。また、鉄鋼材の母材へのひずみの導入は圧延及び鍛造等の処理によっても行うことができる。また、鉄鋼材の母材の冷却は所定の冷却手段により行うことができる。
【００４５】
（実験例１）
以下、本発明の実験例について説明する。図１０に示す化学的組成を有する鉄鋼材１について、摩擦攪拌接合の技術を利用して接合部に鉄鋼材を生成した。回転ツールとしては、ＷＣの超硬合金ツールを使用した。ネジを有しない円柱状のプローブ及び１０°の凹み傾斜を有するショルダーを特徴とする単純形状のツールを用いた。長さ２００ｍｍ×幅５０ｍｍ×厚さ１．５ｍｍの鉄鋼材１の平板の端部同士を突き合わせ、摩擦攪拌接合により接合した。接合条件は、ショルダーの直径＝１２ｍｍ、プローブの直径＝４ｍｍ、プローブの長さ＝１．３ｍｍ、回転ツールの傾き＝３°とした。回転速度は１００～４００ｒｐｍとし、接合速度は１００ｍｍ／ｍｉｎで一定とした。鉄鋼材１は７５０℃以上にあると急激に軟化しやすくなるため荷重を出来るだけ減少させて接合を行った。接合時は回転ツールおよび攪拌部の酸化防止のためにシールドガスとしてアルゴンガスを３０ｌ／ｍｉｎの流量で使用した。回転ツール及び接合装置の冷却のために水冷のクーリングホルダーを装着した。
【００４６】
攪拌部の検査を行った。図１１（ａ）～（ｄ）のフェーズマップに示すように、鉄鋼材１の母材の組織はフェライト及び焼き戻しマルテンサイトであるが、回転速度の増加に伴って、図中で黒、灰、白の三色中で灰色に示される残留オーステナイトの量が増加しているのが確認できる。
【００４７】
母材及び各回転速度により得られた接合継手について、試験片の平行部の幅を５ｍｍとして引張試験を行った。図１２に示すように、残留オーステナイトの量が多い回転速度３００ｒｐｍ及び４００ｒｐｍの接合継手は、母材（ＢＭ）及び他の回転速度で得られた接合継手に比べて引張強度が増大していることが判る。また、図１３に示すように、残留オーステナイトの量が多い回転速度３００ｒｐｍ及び４００ｒｐｍの接合継手は、引張強度が向上しているにも関わらず、母材（ＢＭ）及び他の回転速度で得られた接合継手に比べて伸びも増大していることが判る。すなわち、図１４に示すように、残留オーステナイトの量が多い回転速度３００ｒｐｍの接合継手は、母材や回転速度１００ｒｐｍの接合継手に比べて強度及び延性の両方が向上したものとなることが判る。
【００４８】
（実験例２）
図１５に示す化学的組成を有する鉄鋼材２及び鉄鋼材３について、摩擦攪拌接合の技術を利用して接合部に鉄鋼材を生成した。接合条件は、ショルダーの直径＝１２ｍｍ、プロ

ーブの直径＝４ｍｍ、プローブの長さ＝１．４ｍｍとした。接合条件としては、回転ツールの回転速度＝２００～４００ｒｐｍ、接合速度＝１００，４００ｍｍ／ｍｉｎ、回転ツールから母材への接合荷重＝１５００～３３００ｋｇ、鉄鋼材２及び鉄鋼材３の板厚＝１．６ｍｍとした。鉄鋼材２については、回転速度４００ｒｐｍで一定とし、接合速度を１００及び４００ｍｍ／ｍｉｎに変化させた。鉄鋼材３については、接合速度を４００ｍｍ／ｍｉｎで一定とし、回転速度を２００，３００及び４００ｒｐｍに変化させた。

【００４９】

接合部をＥＢＳＤにより検査した。図１６に示す鉄鋼材２の母材と、図１７に示す鉄鋼材２の回転速度４００ｒｐｍ－接合速度１００ｍｍ／ｍｉｎの条件での接合部では、図中に灰色で示される残留オーステナイトが少ないことが判る。一方、図１８に示す鉄鋼材２の回転速度４００ｒｐｍ－接合速度４００ｍｍ／ｍｉｎの条件での接合部では、図中に灰色で示される残留オーステナイトが多いことが判る。母材及び各接合速度により得られた接合継手について、引張試験を行った。図１９に示すように、残留オーステナイトの量が多い接合速度４００ｍｍ／ｍｉｎの接合継手は、母材に比べて強度及び延性の両方が向上したものとなることが判る。

【００５０】

また、図２１に示す鉄鋼材３の回転速度４００ｒｐｍ－接合速度１００ｍｍ／ｍｉｎの条件での接合部では、図２０、図２２～２３に示す鉄鋼材３の母材や他の回転速度での接合部に比べて、図中に明るい色で示される残留オーステナイトが多いことが判る。

【００５１】

（実験例３）

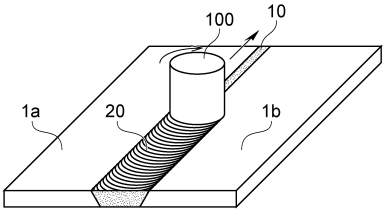
図２４に示す化学的組成を有する鉄鋼材４について、摩擦攪拌接合の技術を利用して接合部に鉄鋼材を生成した。板厚＝２ｍｍ、回転ツールの回転速度＝１００～４００ｒｐｍとし、回転ツールの移動速度は１００ｍｍ／ｍｉｎで一定とした。回転ツールは、超硬合金製であり、ショルダーの直径＝１２ｍｍ、プローブの直径＝４ｍｍ、プローブの長さ＝１．８ｍｍとした。得られた接合部をＸＲＤにより検査した。図２５に示すように、回転速度が増加すると残留オーステナイト（γ）のピークが大きくなっていることが判る。

【符号の説明】

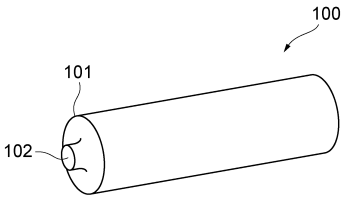
【００５２】

１ａ，１ｂ…母材、１０…添加材、２０…攪拌部、１００…回転ツール、１０１…ショルダー、１０２…プローブ。

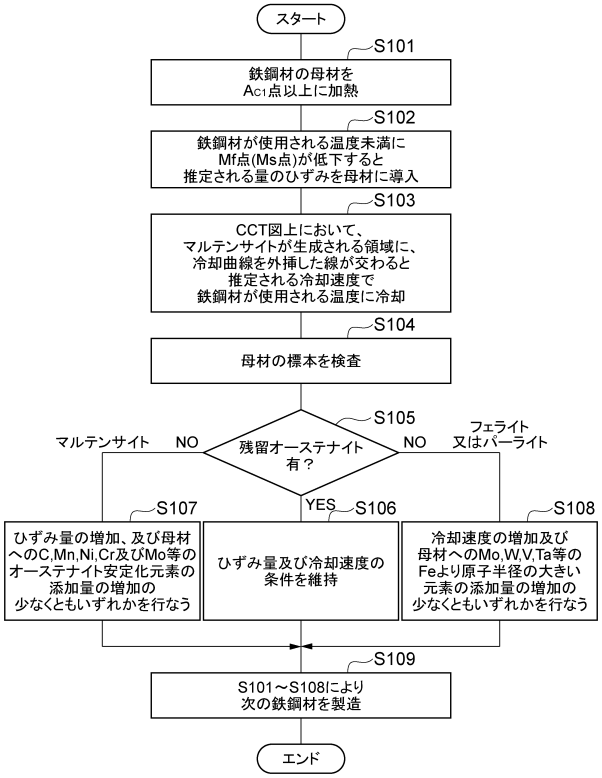
【図１】


100
10
1a
20
1b

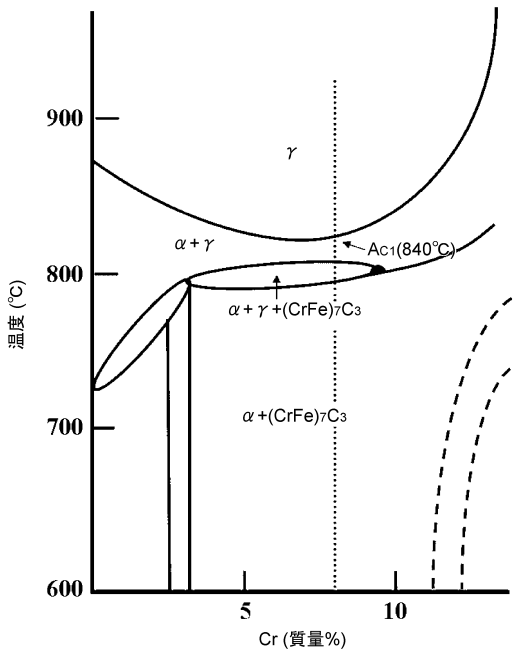
【図２】


100
101
102

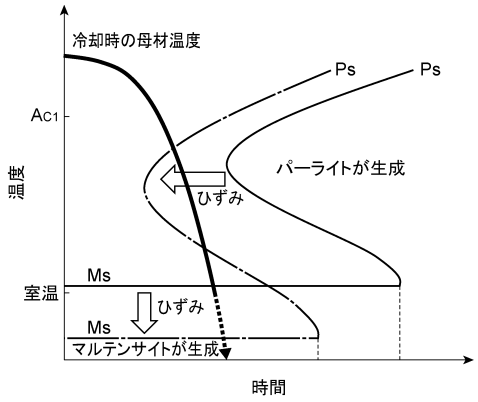
【図３】


スタート
S101
鉄鋼材の母材を
Ac1点以上に加熱
S102
鉄鋼材が使用される温度未満に
Mf点(Ms点)が低下すると
推定される量のひずみを母材に導入
S103
CCT図上において、
マルテンサイトが生成される領域に、
冷却曲線を外挿した線が交わると
推定される冷却速度で
鉄鋼材が使用される温度に冷却
S104
母材の標本を検査
S105
残留オーステナイト
有？
マルテンサイト
NO
NO
フェライト
又はパーライト
YES
S107
ひずみ量の増加、及び母材
へのC,Mn,Ni,Cr及びMo等の
オーステナイト安定化元素の
添加量の増加の
少なくともいずれかを行なう
S106
ひずみ量及び冷却速度の
条件を維持
S108
冷却速度の増加及び
母材へのMo,W,V,Ta等の
Feより原子半径の大きい
元素の添加量の増加の
少なくともいずれかを行なう
S109
S101～S108により
次の鉄鋼材を製造
エンド

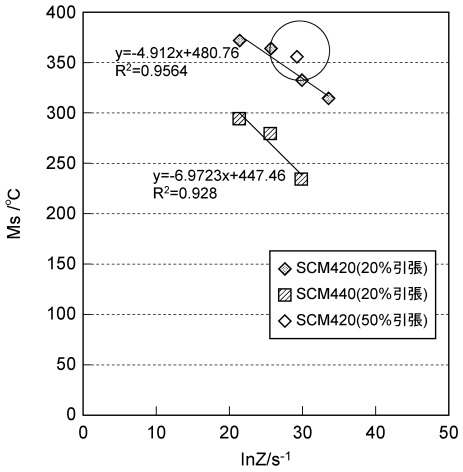
【図４】


900
800
700
600
温度 (℃)
γ
α＋γ
Ac1(840℃)
α＋γ＋(CrFe)7C3
α＋(CrFe)7C3
5
10
Cr (質量%)

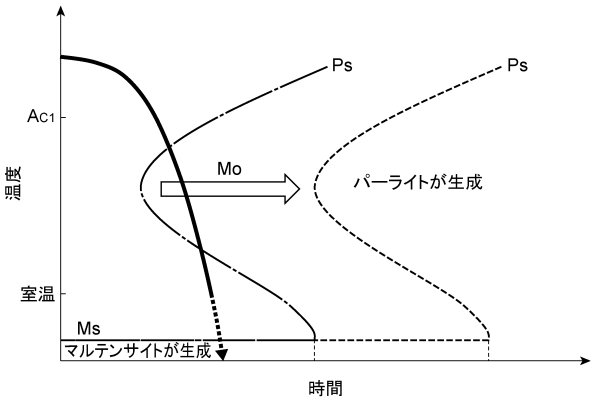
【図６】


冷却時の母材温度
Ps
Ps
AC1
パーライトが生成
温度
ひずみ
Ms
室温
ひずみ
Ms
マルテンサイトが生成
時間

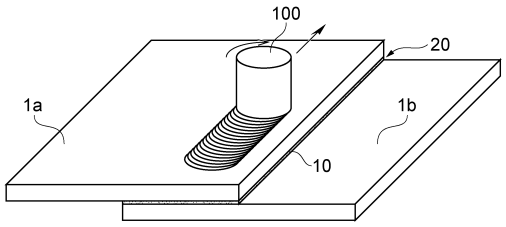
【図７】


y=-4.912x+480.76
R²=0.9564
y=-6.9723x+447.46
R²=0.928
SCM420(20%引張)
SCM440(20%引張)
SCM420(50%引張)
Ms /°C
lnZ/s-1
400
350
300
250
200
150
100
50
0
0
10
20
30
40
50

【図８】


Ps
Ps
AC1
Mo
パーライトが生成
温度
室温
Ms
マルテンサイトが生成
時間

【図９】


100
20
1a
1b
10

【図１０】

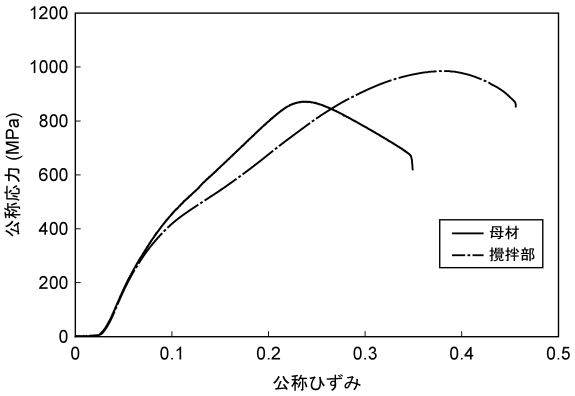
種類	化学的組成 (質量%)				
	C	Cr	W	V	Ta
鉄鋼材1	0.1	8	2	0.2	0.04

【図１５】

	Fe	C	Si	Mn	P	S	Cu	Cr	Mo
鉄鋼材2	残部	0.202	0.237	0.608	0.008	0.000	0.103	1.07	0.16
鉄鋼材3	残部	0.397	0.165	0.674	0.015	0.005	0.151	1.11	0.15

mass%

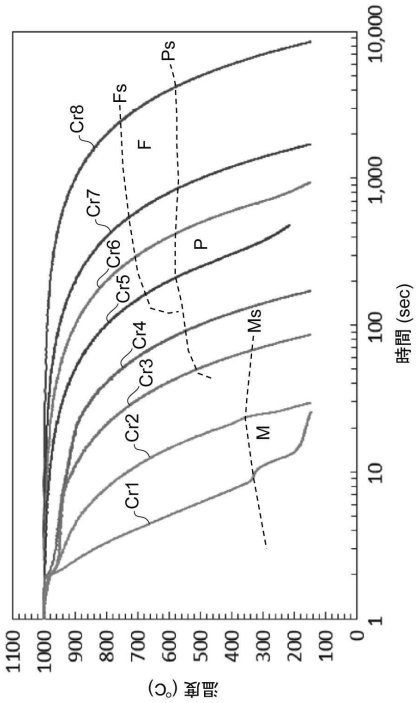
【図１９】



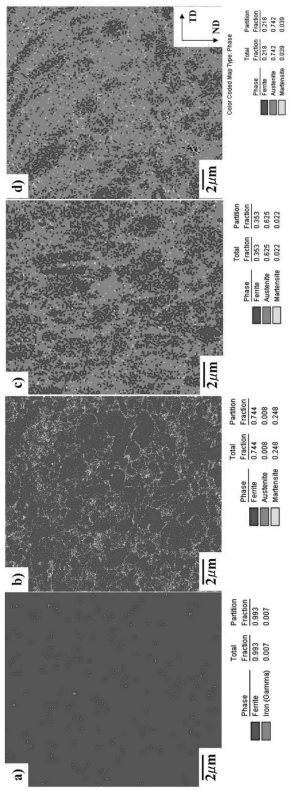
【図２４】

物質	化学的組成 (質量%)								
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Cu	Fe
鉄鋼材4	0.95	0.19	0.42	0.017	0.003	0.147	0.01	0.01	残部

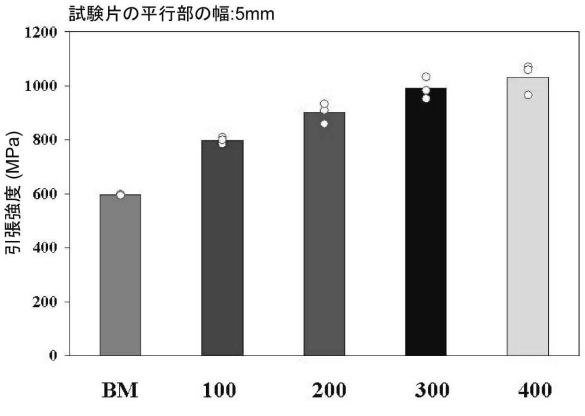
【図５】



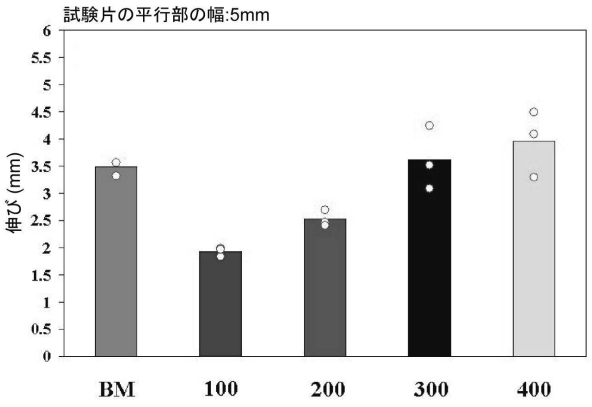
【図１１】



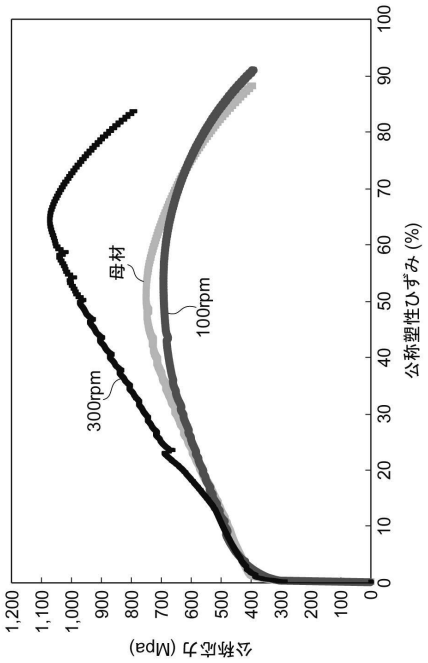
【図１２】



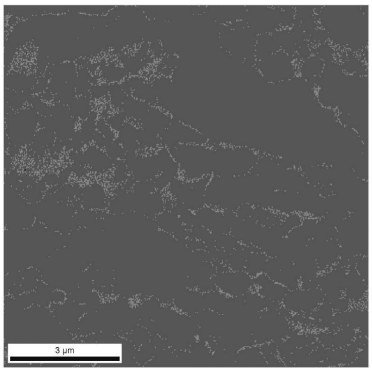
【図１３】



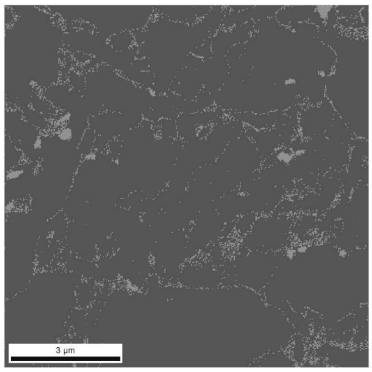
【図１４】



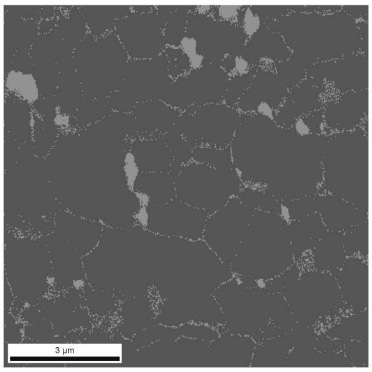
【図１６】



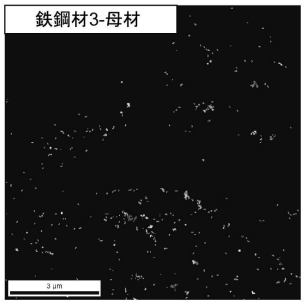
【図１７】



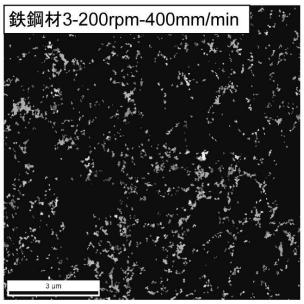
【図１８】



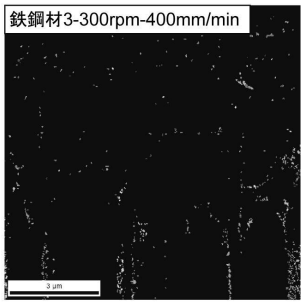
【図２０】



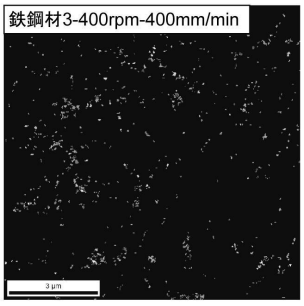
【図２１】



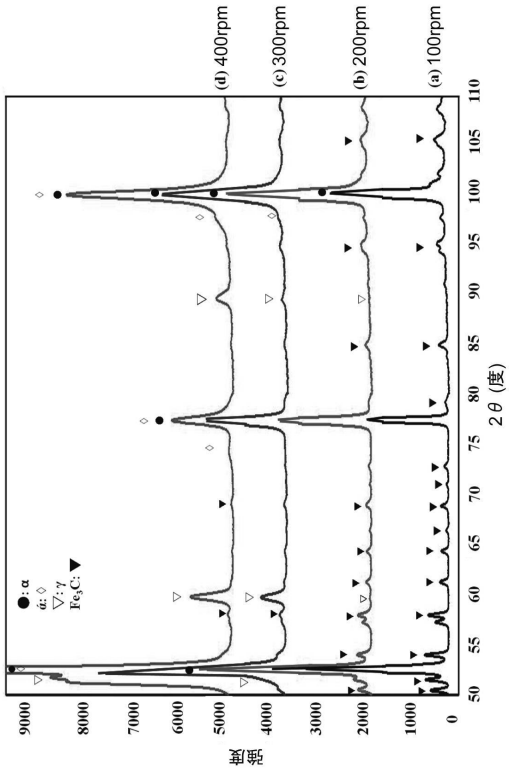
【図２２】



【図２３】



【図２５】


(d) 400rpm
(c) 300rpm
(b) 200rpm
(a) 100rpm
●: α
ā: ◇
▽: γ
Fe3C: ▼
強度
2θ (度)
0
1000
2000
3000
4000
5000
6000
7000
8000
9000
50
55
60
65
70
75
80
85
90
95
100
105
110

フロントページの続き

(51)Int.Cl. FI
C22C 38/00 301Z
C22C 38/44

審査官 田口 裕健

(56)参考文献 国際公開第２０１０／０５９２０１（WO，Ａ２）
特開２００８－０７３６９４（ＪＰ，Ａ）
特開２０１２－０４０５８４（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
Ｃ２１Ｄ ７／００－８／１０
Ｃ２２Ｃ ３８／００
Ｂ２３Ｋ ２０／００－２０／２６