

アルミ合金／鉄鋼材料摩擦攪拌接合材の実用化

研究代表者 京都工芸繊維大学大学院 准教授 森田辰郎

1. 緒 言

化石燃料の高騰や環境問題を重要視する社会的背景から、近年、自動車産業ではアルミ合金の使用を通じて車体を軽量化し、エネルギー効率の向上と同時に温室効果ガスの排出量を低減させるための努力が積極的になされている。特に、安全性の向上や各種電子機器の搭載にともなう自動車の重量増加が顕著となっており、少なくともこの増加分を車体の軽量化等により相殺する必要があるが生じている。しかしながら、一部の高級車ではルーフやエンジン等にアルミ合金が使用されつつあるものの、大衆車における同合金の使用は極めて限定的である。その理由は、アルミ合金を多用することで燃料費等のランニングコストを抑制可能である一方、製品価格が著しく上昇することにある。

過渡的な対策として、アルミ合金と従来材である鉄鋼材料との併用が現実的であると言える。しかしながら、そのためには両材の接合技術の確立や、接合材の冷間加工性および電食等に係る課題を解決する必要がある。例えば、両材を拡散接合した場合には界面に弱い金属間化合物が生成するため、接合強度を実用上十分な水準とすることが困難である⁽¹⁾。また異種金属接合材では、イオン化傾向の相違により不可避的に発生する電食問題についても十分に対応する必要がある。

以上のことから、本研究では

1. 金属間化合物の生成を回避可能な接合技術として摩擦攪拌接合(以後、FSW)⁽²⁾に注目し、同方法によって接合したアルミ合金と鉄鋼材料から構成される材料(以後、FSW 材)およびその再時効材について、界面近傍の性状を詳細かつ系統的に調べるとともに機械的性質を比較し、実用化に向けて基礎的知見を蓄積する。
2. チタン粒子を用いた微粒子衝突(以後、Ti-FPB)処理⁽³⁾を通じ、FSW 材の表面から Ti 元素を拡散させることにより、異種金属接合材で重要となる電食問題の解決を図る。

ことを主目的として遂行された。具体的には、次に述べる各種検討を行った。

被接合材としては、アルミ合金板材(A6061-T6)および自動車用圧延鋼板(SPCC-D)を用いた。両材から成る FSW 材およびその再時効材について、接合部の性状を調べるために断面上で様相観察、硬さ分布測定および元素分布測定を行った。また、EBSD 分析を通じて FSW 材の接合部の組織形態に関する検討を行うとともに、X 線回折により接合界面における金属間化合物の生成の有無を詳細に調べた。加えて、FSW 材の静的強度に及ぼす再時効処理の効果について検討した。さらに、FSW 接合材に Ti-FPB 処理を施した際の、Ti の拡散状態や圧縮残留応力の発生状態を調べた後、353 K に保持された 5 %塩水中で浸漬試験を行い、上記の表面改質の効果について調べた。

2. 供試材および実験方法

2.1 供試材および接合条件 Table 1 および Table 2 に, 本研究で用いたアルミ合金 A6061-T6 (以後, A6061) および自動車用圧延鋼板 SPCC-D (以後, SPCC) の化学成分をそれぞれ示す. また Fig.1 に, FSW の概略図を接合条件とともにまとめて示す.

FSW は中央に突起(ピン)がある加工ツール(Fig.1(b))を回転させながら材料の間を通過させ(Fig.1(a)), 摩擦熱により軟化した材料を攪拌して接合する方法である. 本研究では, 予備実験に基づいて適切と判断された Fig.1 に示す条件(ツールの回転速度, 回転方向, 移動速度, 形状, 押し込み位置, 傾斜角度)で A6061 材と SPCC 材の接合を行った. しかしながら, FSW 時の入熱にともない A6061 側の時効処理の効果が損なわれると推測されたことから, FSW 材を 453 K (180°C), 18 ks (5 h) の条件で再度, 時効した材料 (以後, FSW 時効材) を合わせて作製し, 同処理の効果についても検討を行った.

Fig.2 に, 各試験片の形状をまとめて示す. Fig.2(a)に示す引張試験片については, 試験部

Table 1 Chemical composition of A6061-T6 alloy (mass%).

Fe	Cu	Mn	Cr	Si	Mg	Zn	Ti	Al
0.41	0.26	0.03	0.23	0.56	1.00	0.02	0.03	Bal.

Table 2 Chemical composition of SPCC-D steel (mass%).

C	P	S	Si	Mn	Fe
0.05	0.009	0.006	0.01	0.23	Bal.

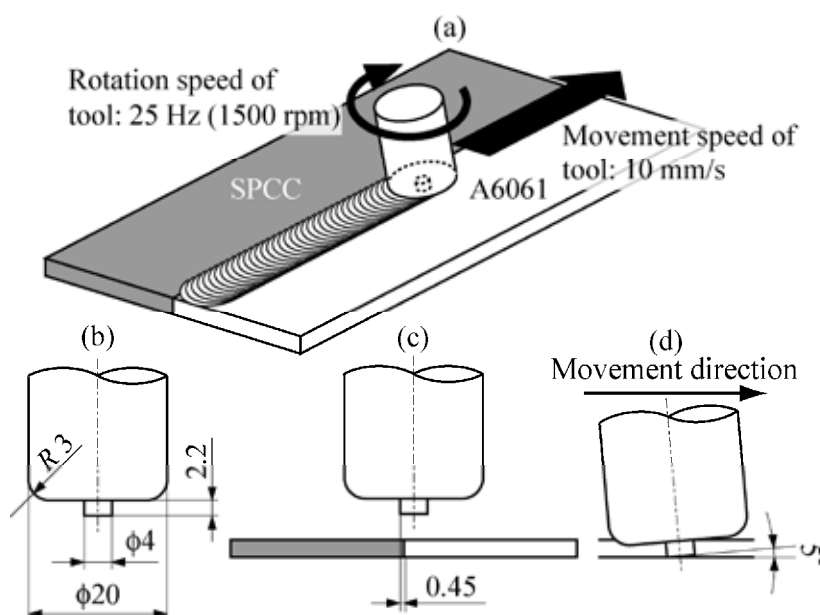


Fig.1 (a) Schematic illustration of FSW and movement conditions of the tool, (b) configuration of tool, (c) inserting position, (d) inclined angle.

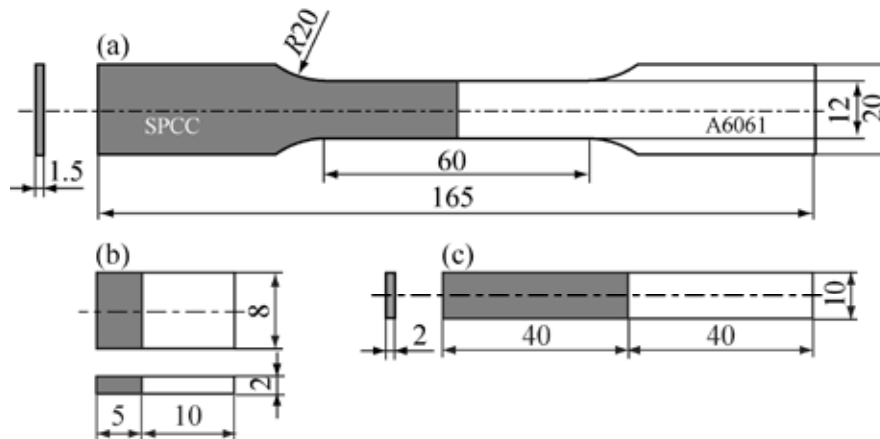


Fig. 2 Configurations of the specimens (mm) for: (a) tensile test, (b) observation and analyses on the welded position, (c) immersion test in salt water.

をエメリ研磨(#100~2000)およびバフ研磨(#3000, 10000)により鏡面状に仕上げた。Fig.2(b)に示す接合部の詳細観察および各種分析に用いた試験片については、試験部である断面を上記の方法で鏡面状に仕上げた。Fig.2(c)に示す試験片は、X線残留応力測定および塩水浸漬試験等に用いた試験片であり、これについては表面仕上げを行わず、後述するTi-FPB処理のみを施した。

2.2 接合部性状および機械的性質 上記FSW材の接合部について、巨視的様相の観察を行った。また、同材の断面上で加工ツール通過部(幅4mm)の両側2mmまでの範囲(厚さ方向中央)において、2mm間隔でEBSD分析を行い、各部の微視組織に関する検討を行った。その際、EBSDデータのクリーニングは行わず、CI値0.1を閾値として結果の整理を行った。

次に、FSW材および同時効材の断面上で、上記と同じ加工ツール通過部の両側2mmまでの範囲について、走査型電子顕微鏡(以後、SEM)により接合部の様相を観察するとともに、EDS分析を通じてAlおよびFeの面分布を調べた。同領域については、マイクロビッカース硬さ計を用いて試験力0.98N(0.1kgf)の下で硬さ分布を調べた。硬さの測定位置は縦横500 μ m間隔としたが、表面近くの硬さ測定については表面から50 μ m内側の位置とした。また、A6061均質材、FSW材および同時効材について引張試験を行った。同試験には変位制御型試験機を用い、変位速度は17 μ m/sとした。

特に興味を持たれる界面近傍においては、FSW材および同時効材の断面上でEDS分析によりAl、FeおよびOの分布を詳細に調べた。また、接合界面における金属間化合物の生成の有無等を調べるため、2次元検出器を用いて以下のX線回折を行った。

まず、Alのみのピークが認められる回折角 $2\theta=38\sim39$ degで、SPCC側からA6061側へ段階的に測定位置を移動させ、測定されたAlのピーク値が、Alのみが存在する領域で測定されたピーク値の半分まで低下した場所を界面位置と判断した。その後、接合界面上および界面からA6061側およびSPCC側へそれぞれ0.5および1mm離れた位置(厚さ方向中央)で

X線回折を行った。その際、CuK α 線(管球電圧 40 kV, 電流 30 mA)を用い、ビーム径 200 μm , 測定刻み 0.05 deg, 走査速度 2 deg/min, 回折角 $2\theta=35\sim 85$ deg の条件を用いた。

2.3 Ti-FPB 処理および塩水浸漬試験 電食問題の解決を目指して、FSW 材に Ti-FPB 処理を施した材料を準備した。FPB 処理は、圧縮空気を用いて高速度まで加速した微粒子を被処理材に衝突させる表面改質法であり、金属材料表面の加工硬化およびナノ結晶化や圧縮残留応力の付与が可能である⁽⁴⁾。また、微粒子の運動エネルギーが塑性変形を通じて熱エネルギーに変換されて表面温度が急速に上昇するため、Ti 微粒子を用いれば被処理材の表面に Ti を拡散させることが可能である⁽³⁾。

本研究では、最大直径 250 μm の Ti 微粒子を 0.6 MPa の圧縮空気加速し、FSW 材(Fig.2 (c))の表面および側面に衝突させた材料(以後、Ti-FPB 材)を作製した。FSW 材、同時効材および上記の Ti-FPB 材については X 線残留応力測定を行った。測定にはビーム径 1 mm の CrK α 線(管球電圧 40 kV, 電流 30 mA)を用い、加工ツール挿入面と反対側の面上で、接合界面からアルミ合金および鉄鋼材料側へ 0.5, 1, 3, 6, 9 mm の位置で測定を行った。その際、 ϕ 角は 10, 20, 30, 35, 45 deg, 測定時間は 40 s, 遥動は ± 3 deg とした。A6061 側では回折角 156.7 deg ((222)面), 線吸収係数 411.9 cm^{-1} , 応力定数-92.4MPa/deg を用い、SPCC 側では回折角 156.4 deg ((211)面), 線吸収係数 850.4 cm^{-1} , 応力定数-317.9MPa/deg を用いた。

さらに、Ti の分布状態を調べるため、FSW 材および Ti-FPB 材の表面上で EDS 分析を行った。また、恒温槽により 353 K (80 $^{\circ}\text{C}$) に保持した 5 % 塩水中に両材を 14 日間浸漬した後、表面性状の観察および Ti に関する EDS 分析を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 接合部の性状と時効処理の効果 Fig.3 に、FSW 材の接合部を加工ツール挿入面、裏面および側面から観察した結果を示す。Fig.4 には、同材の断面上で観察した接合部の様相を各部の EBSD 分析の結果とともにまとめて示す。Fig.5 には、FSW 材および同時効材の断面上で観察した接合部の様相、硬さ分布、Al および Fe の分布をそれぞれ示す。Table 3 には、FSW 材および同時効材の機械的性質を比較材である A6061 均質材の結果と合わせて示す。以下では、まず FSW 材に関する説明を行う。

加工ツール挿入面(Fig.3(a))にはツールの肩部が移動した痕跡が認められ、また裏面(Fig.3(b))には加工ツール先端のピンが通過した領域が認められた。同図では、加工ツールが通過した領域の凹凸がツール挿入面および裏面ともに比較的大きいように見えるが、実際には Fig.4 内に示す断面様相から理解されるように凹凸は小さかった。また、断面上で観察したところ、裏面の近くで SPCC 側から A6061 側へ接合界面が湾曲している様子が認められた。このことは、加工ツールを傾斜させたことに関係すると考えられる。さらに、SPCC 材の小片が A6061 側へ混入している様子が認められたものの、空孔等の接合欠陥は少なく、また加工ツール先端のピンが通過した領域の組織が極度に微細化しているなど(Fig.4)、接合部は良好な様相を呈していた。

一方、接合前の A6061 材の硬さは 110 Hv (Fig.5 中、紺色に対応)であったが、Fig.5(a)の 2 段目に示す硬さ分布から理解されるように、FSW 材の A6061 側の硬さは明らかに低下していた。また、このような硬さの低下が生じた領域は、加工ツールが通過した領域を超えて広がっていた。

先に述べたように接合部の組織が微細化していたにもかかわらず、このように硬さの低下が生じたことは、接合時の入熱による時効処理の効果が損なわれたためと考えられる。

これに対し、接合前の SPCC 材の硬さは 140 Hv (同図中、水色に対応)であったが、FSW 材の SPCC 側ではそれ以上の硬さに達した領域が界面近傍に認められた。このような SPCC 側の硬さの上昇原因としては、接合時の塑性変形と温度上昇によるひずみ硬化が考えられる。

次に、FSW 材および同時効材

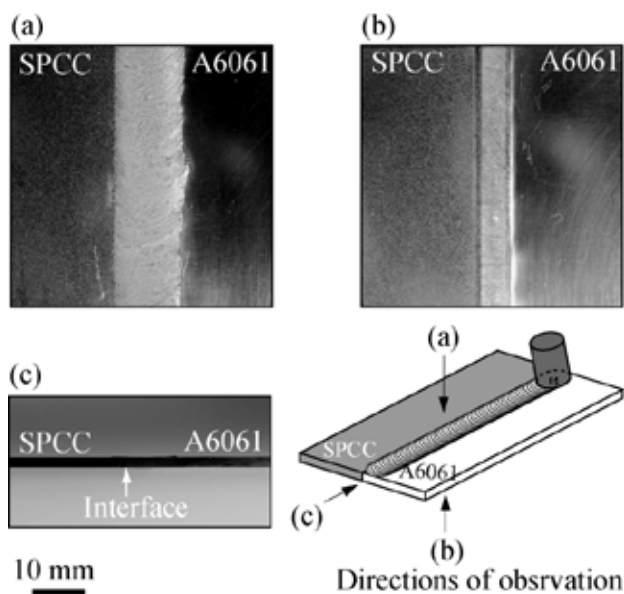


Fig. 3 Macroscopic feature of the welded position of FSW material.

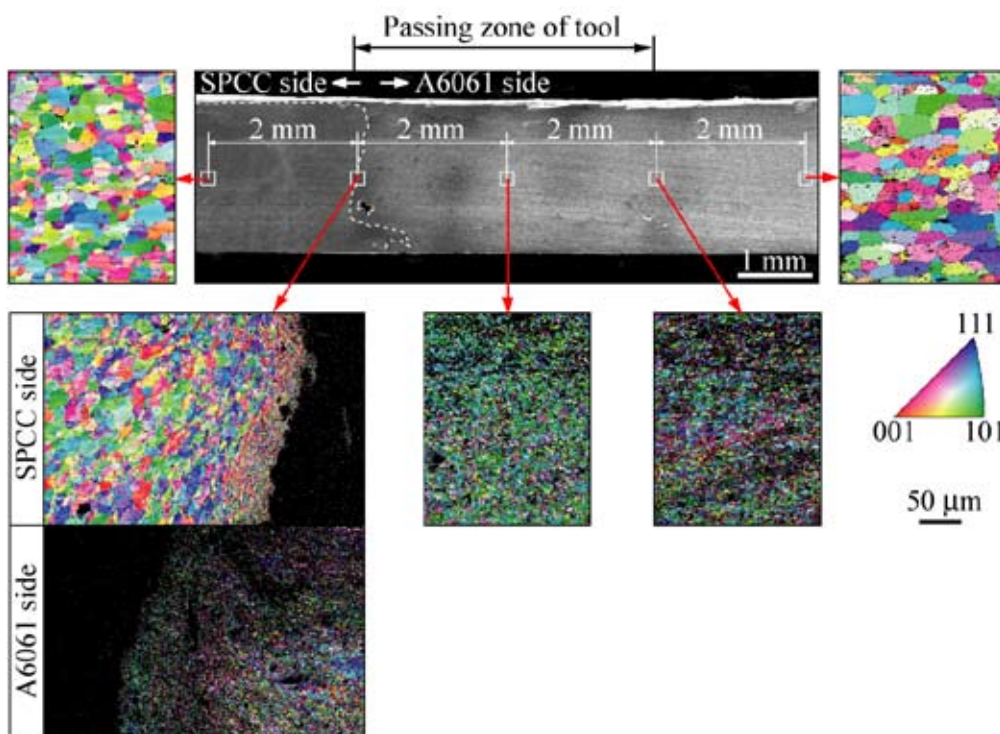


Fig. 4 Feature observed on the cross-section of FSW material and results of EBSD analysis.

の比較を行う。Fig.5 から理解されるように、接合部の様相や元素分布については、両材の間に顕著な相違は認められなかった。しかしながら、両材の硬さ分布を比較すると、時効処理により A6061 側の硬さが全域にわたって接合前と同じ硬さ水準まで回復したことがわかる。また、界面近傍の SPCC 側においては、さらなる硬さの上昇が生じており、先述のひずみ硬化がより進行したと考えられる。

上述の時効処理にともなう硬さの回復は、静的強度の改善上、極めて効果的であった。すなわち、Table 3 に示すように、A6061 均質材の降伏強度および引張強度を基準とすれば、FSW 材ではそれぞれ 79%、83%まで低下していたのに対し、FSW 時効材ではそれぞれ 106%、96

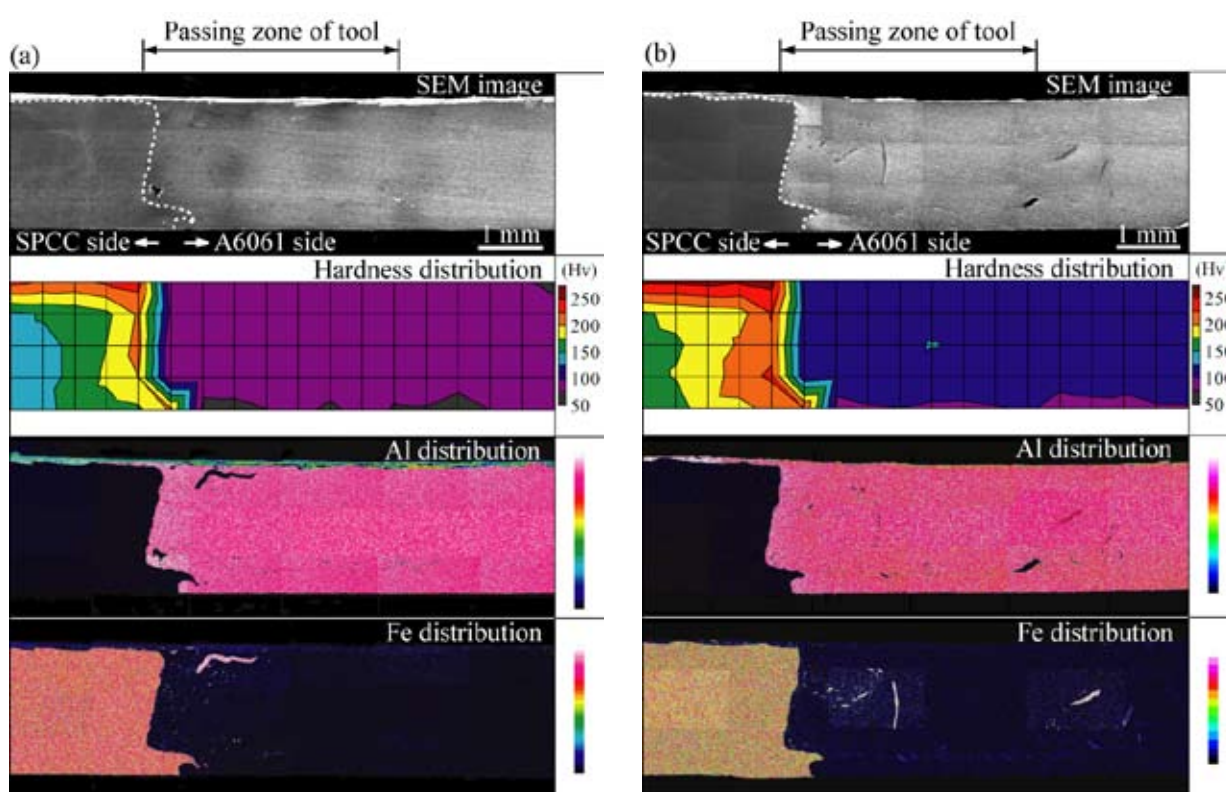


Fig. 5 Feature observed on the cross-section, hardness distribution and Al and Fe distributions: (a) FSW material, (b) aged FSW material.

Table 3 Mechanical properties of each material.

	Young's modulus (GPa)	Yield strength (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)
A6061 uniform material	67	267	308	15
FSW material	68	211	255	5
Aged FSW material	67	282	295	3

%に達していた。これに加えて、FSW 材の破断部は界面近傍の A6061 側であり、また FSW 時効材の破断部は接合部から離れた A6061 側であった。このように、破断が生じた位置が接合界面ではなかったことから、FSW 材および同時効材の接合強度は極めて高いと言える。また、上記のように FSW 時効材の引張強度が A6061 材のそれを上回ったことは、接合部の組織が微細化したことや組織微細化と時効処理の相互作用などが考えられる。

3.2 接合界面の性状 Fig.6 に、FSW 材および同時効材の界面近傍で行った EDS 分析結果をまとめて示す。なお、FSW 材の接合界面の EBSD 分析結果は、すでに Fig.5 にまとめて示してある。

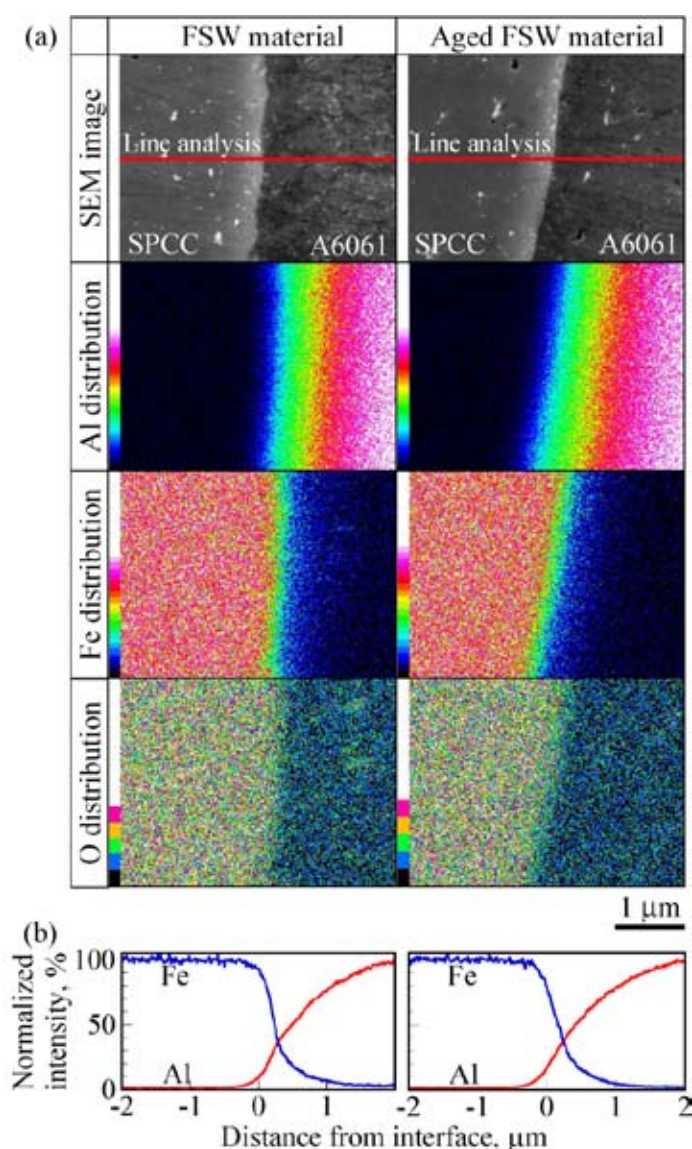


Fig. 6 Results of observation and EDS analysis near the interface: (a) features and distributions of elements, (b) Al and Fe distributions obtained along the red lines shown in the SEM images.

Fig.5 から理解されるように、FSW 材の A6061 側の組織は、接合界面を含めた広い範囲で微細化していた。同時に、界面近傍の SPCC 側の組織も顕著に微細化していた。このような組織の微細化は、接合時の著しい塑性変形と温度上昇により生じた再結晶あるいは動的再結晶の結果であると考えられる。また、Fig.6 から理解されるように、FSW 材および同時効材ともに、接合界面で幅 2 μm にわたり Al および Fe が相互に拡散していた (Fig.6(b))。以上のような界面近傍における組織の微細化や元素の相互拡散が、先に説明した FSW 材の高い接合強度をもたらしたと考えられる。

次に、Fig.7 には界面の位置を特定するために段階的に測定位置を移動させて測定した Al のピークの変化を、FSW 材の場合を代表例として示す。また Fig.8 には、その後に行った X 線回折の結果をまとめて示す。なお、スペースの都合から、

Fig.8 は Fig.9 の後に示した.

Fig.7 に示すように, SPCC 側(図では「Fe side」と記載)から接合界面を超えて A6061 側(「Al side」と記載)へ測定位置を移動させるにつれて, Al のピークが高くなった. 本研究では, 測定された Al のピーク値が, Al のみが存在する領域で測定されたピーク値の半分まで低下した位置を界面の位置と判断し, 次に説明する X 線回折結果の取得を行った.

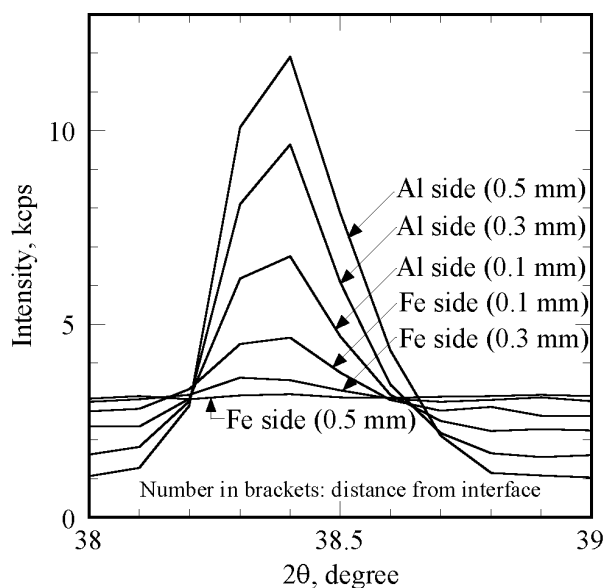


Fig. 7 Change in X-ray diffraction profile of FSW material.

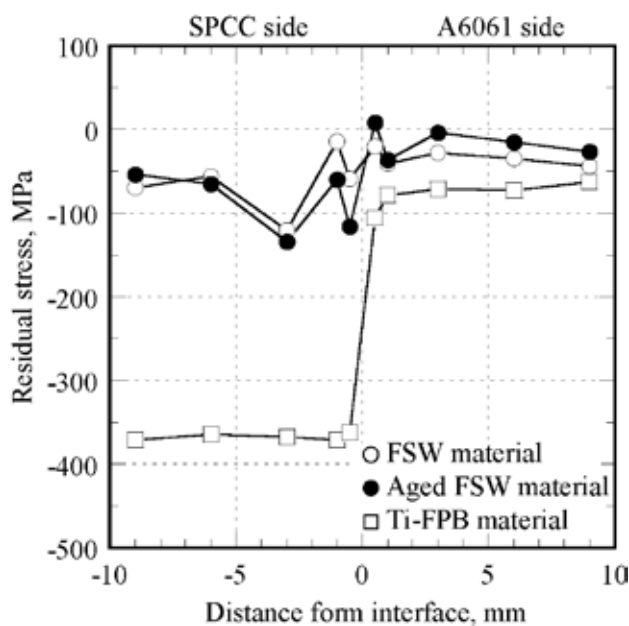


Fig. 9 Results of X-ray residual stress measurement.

Fig.8 に示すように, FSW 材および同時効材ともに, 接合界面を境として Al あるいは Fe の回折プロファイルとなっていた. また, 接合界面における金属間化合物の形成の有無を調べるため, 両材ともに回折角 50~60 deg で詳細データを取得(同図中央の図)したが, そのような化合物に由来するピークは認められなかった. このことから, FSW 材の接合界面には接合強度を低下させるぜい弱な金属間化合物は形成されていないか, 形成されていたとしても非常に薄いと考えられる.

3.3 Ti-FPB 処理材の塩水浸漬

Fig.9 に, FSW 材および Ti-FPB 材の加工ツール挿入面と反対の面上 (Fig.3(b)) で接合部を横切る方向に測定した残留応力分布をまとめて示す. なお, 同図には参考のため, FSW 時効材の結果を併せて示してある. Fig.10 には, FSW 材および Ti-FPB 材における塩水浸漬前後の接合部近傍の様相を, Ti の分布とともにまとめて示す.

Fig.9 から理解されるように, FSW 材では SPCC 側で圧縮の残留応力が認められたが, A6061 側ではその値は比較的小であった. Ti-FPB 処理を施した場合, 明らかに SPCC 側および A6061 側ともに圧縮残留応力が付

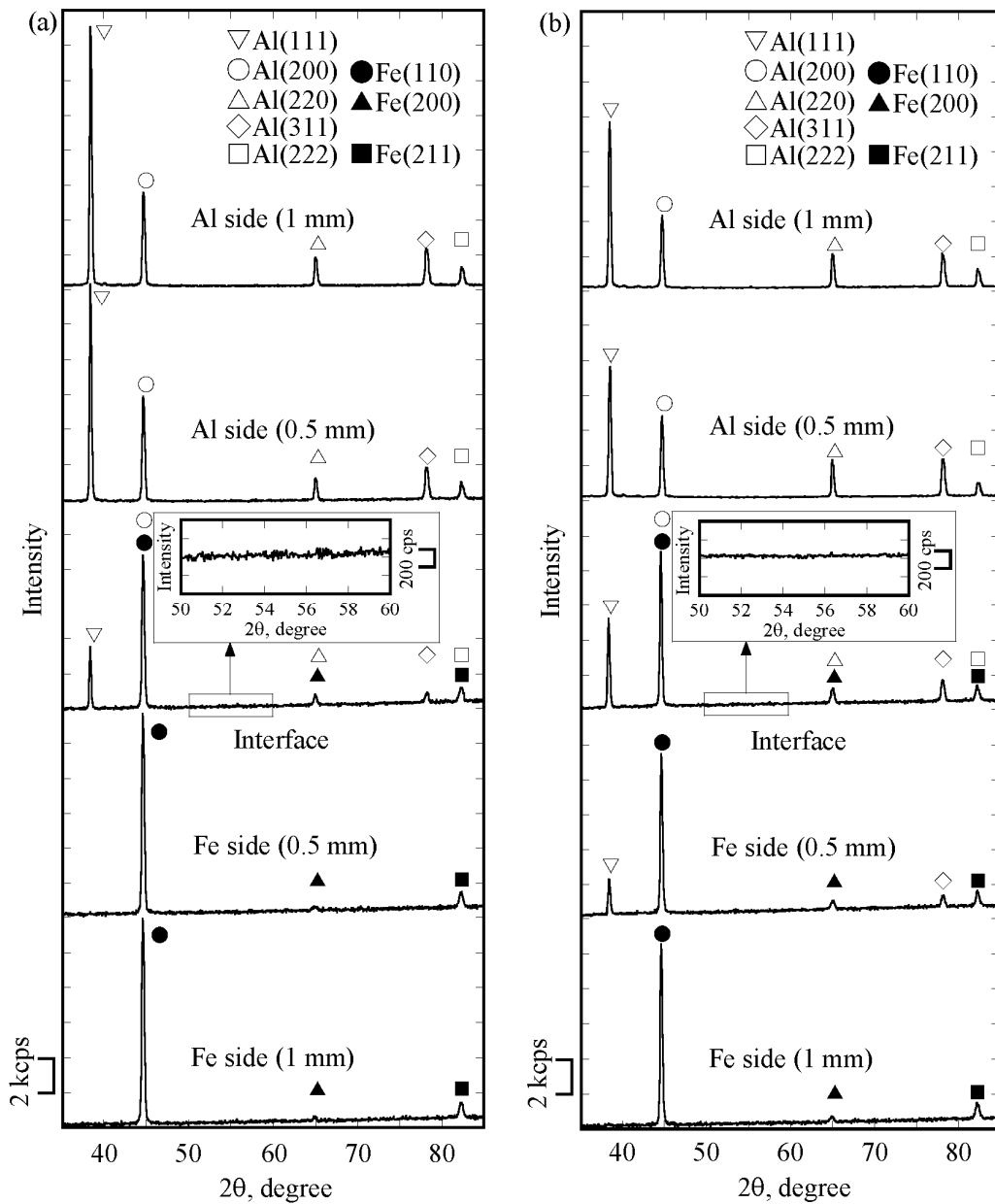


Fig. 8 Change in X-ray diffraction profile: (a) FSW material, (b) aged FSW material.

与された。特に、SPCC 側で圧縮残留応力は高い値を示した。

Fig.10 に示すように、Ti-FPB 処理にともない表面全域に Ti が拡散し、14 日間の塩水浸漬後にも Ti は残存していた。しかしながら、Ti-FPB 処理により FSW 材の耐食性の改善傾向が認められたものの、A6061 側では Ti 拡散層が突破された局所的な位置で、逆に腐食の進行が加速する様子が認められた。著者らは過去の研究を通じて、アルミ合金および鉄鋼材料それぞれについては、Ti-FPB 処理が耐食性の改善上、有効であることを見出していたが、以上のように Fe が存在する環境下では、Ti-FPB 処理の Al に対する保護効果は限定的であった。

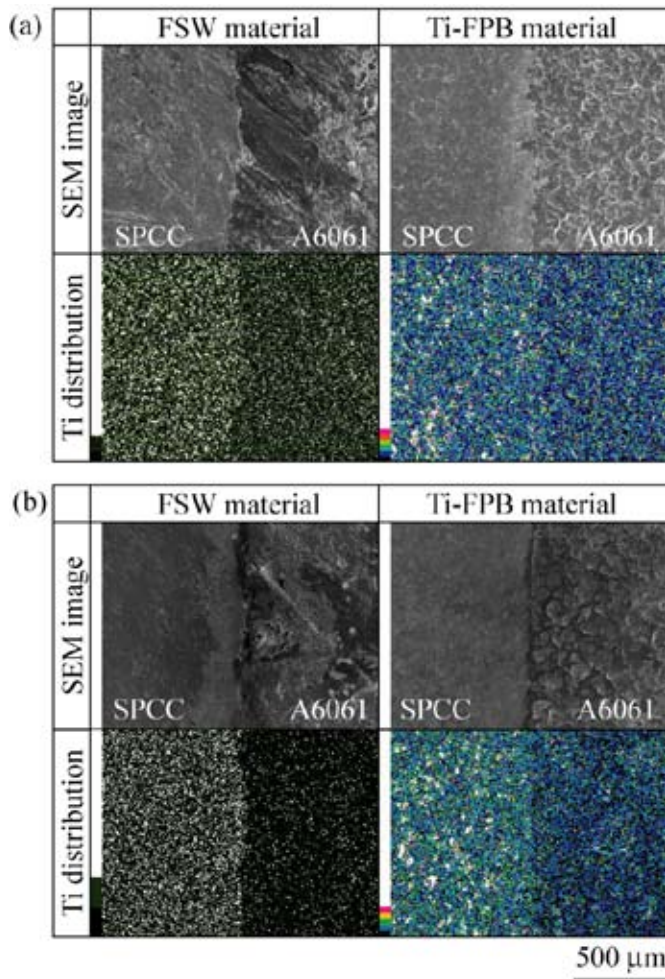


Fig. 10 Feature and Ti distribution: (a) unimmersed, (b) immersed in 5 % salt water at 353 K for 14 days.

た局所的な位置では、逆に腐食の進行が加速する様子が認められ、Fe が存在する環境下では Ti-FPB 処理の保護効果は限定的であった。

謝 辞

本研究は、JFE21 世紀財団技術研究助成(2009 年度)に基づいて遂行された。関係各位に謝意を表します。

参考文献

- (1) M. J. Rathod, M. Kutsuna, *Welding Journal*, Vol. 83, No. 1, pp.16S-26S (2004).
- (2) 森田辰郎・他 3 名, *材料*, Vol. 58, No.4, pp. 317-322 (2009).
- (3) T. Morita, et.al., *Proceedings of ICSP10*, pp. 211-216 (2008).
- (4) 加賀谷忠治, *精密工学会誌*, Vol. 72, No. 9, pp.1067-1070 (2006).

4. 結 言

(1) A6061 材および SPCC 材から構成される FSW 材では、接合部には空孔等の接合欠陥は少なく、また加工ツール先端のピンが通過した領域の組織が極度に微細化しているなど、良好な接合状態を呈していた。

(2) FSW 材の A6061 側の硬さは明らかに低下していた。しかしながら、再度、時効処理を施すことにより硬さは回復し、静的強度は A6061 均質材と同水準に達した。

(3) FSW 材の接合部の組織は微細化し、また接合界面では元素の相互拡散が認められた。さらに、界面には弱い金属間化合物の形成は認められなかった。その結果、FSW により高い接合強度がもたらされたと考えられる。

(4) Ti-FPB 処理にともない表面全域に Ti が拡散し、14 日間の塩水浸漬後にも Ti は残存していた。しかしながら、Ti 拡散層が突破され