

機関番号：14401

研究種目：若手研究 (B)

研究期間：2009～2010

課題番号：21760585

研究課題名 (和文) 界面ナノ構造解析と特性評価に基づく高信頼性アルミニウム/鋼異材接合プロセスの構築

研究課題名 (英文) Establishment of high reliable bonding process in aluminum alloy/steel dissimilar joining based on analysis of interfacial nanostructure and its characteristic evaluation

研究代表者

小椋 智 (OGURA TOMO)

大阪大学・工学研究科・助教

研究者番号：90505984

研究成果の概要 (和文)：

アルミニウム合金/鋼異材接合部の界面ナノ構造解析と局部特性評価による高信頼性接合プロセスを構築するとともに、これを自動車車体接合へ適用した。接合界面反応層の形成機構の解明し、合金元素をコントロールすることで制御法を確立した。界面反応層の物性値評価ならびに微小引張試験を行うことで微小領域での継手特性評価と変形破壊挙動を基礎的に解明した。得られた知見を実用的な接合法に適用してAl合金母材部で破断する良好な接合界面を得た。

研究成果の概要 (英文)：

High reliable bonding process in aluminum alloy/steel dissimilar joining based on analysis of interfacial nanostructure and its characteristic evaluation has established, and the application of the obtained knowledge to the conventional bonding method for automobile was performed. The formation mechanism of interfacial reaction layers has clarified and the improved method has established by controlling alloying elements. Joint property in micrometer scale was evaluated and its deformation behavior was basically identified using nanoindentation measurement and micro-tensile test. The application of the obtained results to the conventional bonding method has given the suitable interface which fracture occurs in aluminum matrix.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	2,200,000	660,000	2,860,000
2010年度	1,300,000	390,000	1,690,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,500,000	1,050,000	4,550,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・材料加工

キーワード：溶接，接合，組織制御

1. 研究開始当初の背景

接合プロセスは、構造物を構築する上で必要不可欠な行程であり、個々の部品を接合して最終製品にする際には主として異なる金属同士の接合が行われる。特に、車体の軽量化かつ衝突安全性の向上が求められる自動車産業では、鋼を軽量化アルミニウム合金と接合するハイブリッド構造により車体の軽量化を達成し、ならびに信頼性の高い接合技術を確立することが必要とされている。しかし、アルミニウムと鉄は融点や熱伝導率などの物理的性質が大きく異なるため、その接合は容易ではない。接合時には金属間化合物等の脆弱な界面反応層が接合界面に層状に厚く形成されるため界面強度は、母材よりも低くなる。

自動車車体に適用される溶接・接合プロセスは、従来の抵抗スポット溶接法から熱ひずみの影響が少ないレーザ溶接法やエネルギー消費の少ないフリクションスポット接合法など多様になってきているが、いずれの手法においても通常、継手強度は界面組織に大きく依存するため、界面反応層の脆弱性のために接合部において十分な強度を得ることが困難なのが現状である。そのため、接合継手の高強度化ならびに高信頼性の確立には界面組織制御が重要となり、界面組織形成機構の解明ならびに高信頼性の接合プロセスの開発が急務である。より高信頼性の接合プロセスを確立するには、界面反応層や金属間化合物さらには元素偏析といった種々のナノレベルの組織因子の構造について系統的かつ詳細な研究を行うことが必要である。今日までにおいて、ナノレベルでの解析手法をアルミニウム合金／鋼異材接合界面に適用した例はないため、その適用により今まで未解明だった界面構造やその物性値を詳細に把握することが期待できる。

2. 研究の目的

(1) 全体目的

本研究では、2年間の研究機関でアルミニウム合金／鋼異材接合部の界面ナノ構造の原子レベル解析ならびに界面ナノ構造が局所的な継手特性に及ぼす影響を基礎的に解明し、自動車車体接合へ適用するための最適な界面ナノ構造を有する高信頼性接合プロセスを構築することを全体の研究目的とする。

(2) 研究の達成目標

接合手法に依らず、マイクロオーダーの金属間化合物が接合界面に形成されると継手の強度特性の著しい劣化を招く。そのため、継手強度劣化の軽減を図るためには、問題となる金属間化合物等の界面反応層の成長過程や内部構造を系統的に検討する必要がある。

そこで本研究では原子レベルでの界面組織制御による高信頼性接合プロセスの確立を目指して、2年間の研究期間で以下の事項を明らかにすることを具体的な研究目標とする。

①接合界面反応層の形成機構の解明とその物性値評価

②微小領域での継手特性評価と変形挙動の解明

③自動車車体接合への適用

3. 研究の方法

(1) 供試材

アルミニウム合金には6000系(Al-Mg-Si系)合金を、鋼には冷間圧延鋼板、ステンレス鋼を基本合金とする。それぞれ含有量比率を変化、また添加元素を加えることで、形成する界面反応層をコントロールした。

(2) 接合方法

接合方法は、接合部に凝固割れや気孔などの欠陥が少なく、また熱的要因による金属組織の変化が均質で組織制御が容易な固相拡散接合法を用いた。接合条件は加圧力(2.5MPa)を一定にし、温度(773-883K)および時間(150-1800s)と変化させ、界面反応層の形成・成長過程を観察できる試料を作製した。

(3) 実施項目

①接合界面反応層の形成機構の解明とその物性値評価

本研究では3次元アトムプローブ法、電子顕微鏡観察ならびにEPMA観察を行った。これらから界面における各元素の拡散挙動、反応層の形成・成長挙動ならびに界面原子構造を解明した。また、ナノインデンテーションは押込荷重と変位をナノレベルで実測するため、超微小領域内の強度を測定することができる。この手法を界面領域に適用することで、界面にナノレベルで形成する個々の微細組織因子の強度および剛性率が定量的に評価し、得られた結果より界面を構成する個々の原子集合体の物性関係を明確化した。

②微小領域での継手特性評価と変形破壊挙動の解明

固相拡散接合により得られた接合断面の種々の個所より切り出し加工を行い、超微小引張試験片(平行部:約1.0mm,厚さ:約0.2mm)を作製する。試験片の平行部ならびに厚さはレーザー顕微鏡観察にて定量的に評価した。本研究に用いる微小試験片引張試験機では微小試験片においても本装置付属のロードセルおよびCCDカメラにより応力-ひずみ曲線を定量的に得ることが可能であり、これらから微細界面組織を有する継手の局所的な変形挙動およびその機構を解明した。

③自動車車体接合への適用

①, ②で確立した界面組織制御指針を自動車車体接合へ適用し実用化するために、摩擦攪拌接合法を行った。特に、界面反応層の構造に着目し、両手法による界面反応層の構成元素ならびにそれに伴う微小領域での継手特性評価を検討した。得られた成果を基に、異材接合の高信頼性接合プロセスを確立し、自動車車体接合の実用化への適用を明らかにした。

4. 研究成果

(1) 接合界面反応層の形成機構の解明と微細界面組織の物性評価

①接合界面の原子の拡散挙動

3次元アトムプローブ分析を界面近傍に適用した結果を図1に示す。測定箇所は界面部よりAl合金側に50 μ m離れた箇所である。原子マッピングと定量評価により合金元素として添加したSiならびにCuがそれぞれ約2%, 9%と高い濃度で偏析していることがわかった。そのため、SiならびにCuが界面部に拡散または偏析し、界面反応層の形成に寄与していることが明らかとなった。また、電顕観察ならびにEPMA分析によって、SiやCuを添加した継手においては、添加元素により形成する界面反応層が変化することが認められた。特にCuを添加した継手はAl側の反応層はCuを含むAl-Fe-Si 3元化合物であることが明らかとなった。

②微細界面組織の物性評価

材料を構成する個々の微視組織要素の材料特性を詳細に把握することはマクロ的な機械的特性を理解するのにきわめて重要となる。特に、添加元素により結晶構造が変化した界面反応層は、反応自身の有する物性値も変化することが考えられる。そこで、ナノインデンテーションを用いて界面反応層内部に直接、微小押し込み硬さ試験を行った。測定は母材も含む界面近傍に2 μ m間隔にて格子状に行った。図2にナノインデンテーション試験後の界面のSEM組織の一例を示す。数 μ m厚に形成される反応層内部にナノインデンテーションの三角形圧子が適切に押し込まれていることが確認できる。いずれの試料においても反応層内部は、鋼母材、Al合金母材と比較し、硬さが増加した。面分析結果中の元素濃度と測定点の硬さの関係を評価した結果を図3に示す。Base継手においては、Fe側に形成した Al_5Fe_2 に比べ、Al側に形成した Al_3Fe は硬さが減少した。また、添加元素によりAl側に形成した金属間化合物の硬さに変化が生じた。Cuのみ添加(Cu-added)により硬さの減少がみられなかったが、Siのみの添加(Si-added)により反応層内の硬さはわずかに減少し、さらにSi, Cuともに添加す

ることで((Si+Cu)-added)硬さが顕著に減少した。以上のことより、立方晶系のAl-Fe-Si系金属間化合物にさらにCuを含むことによる硬さの減少、すなわち、反応層の硬くて脆いという脆弱性を抑制することがAl合金/鋼異材接合における継手強度の増加に寄与したものと考えられる。

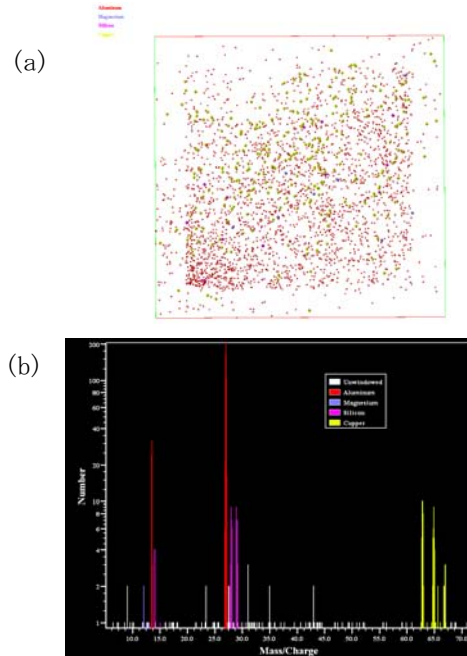


図1 (a) 3次元アトムプローブによる原子マッピングと(b)その定量評価 (Mass profile).

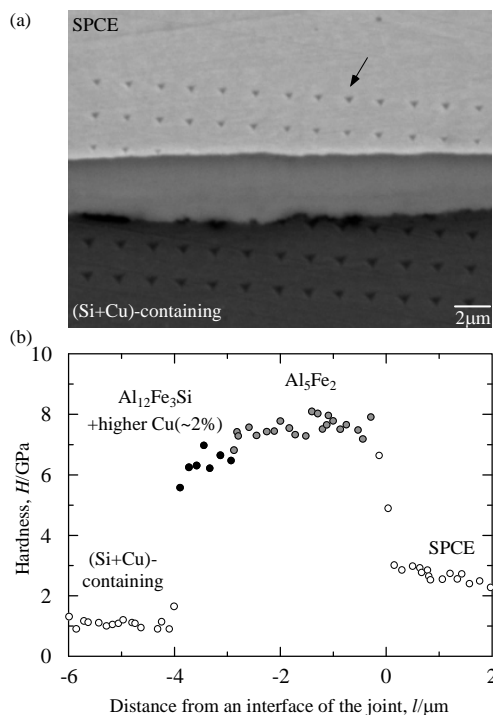


図2 (a)ナノインデンテーション試験後の界面のSEM組織の一例と(b)硬さ結果.

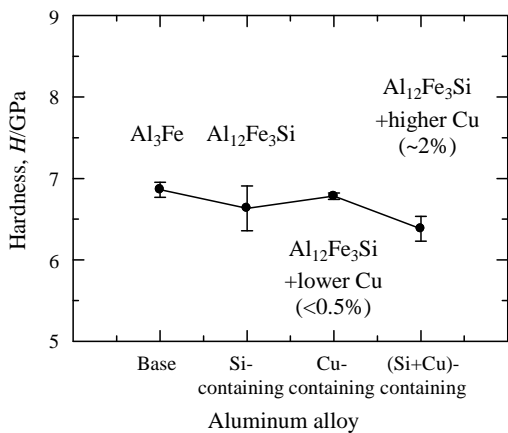


図3 各継手における Al 合金側の反応層内硬さ。

(2) 微小領域での継手特性評価と変形破壊挙動の解明

丸棒引張試験において最も高い継手強度を示した (Si+Cu)-added/SPCE 継手 (773K, 1.5ks) において、微小引張試験を行った。微小引張試験片は丸棒試験片より複数本切り出した。微小引張試験で得られた各試験片の平均反応層厚さと継手強度の関係を図 4 (a) に示す。同じ熱処理においても試験片の切り出し箇所により強度にばらつきがみられ、丸棒試験片と同様に、ある反応層厚さで最高強度を示す傾向が得られた。また強度増加に伴い破断形態は界面破断から界面/母材混合破断へと移行した。このことから、丸棒試験片のようなマクロ的な接合界面では、その内部における機械的性質は大きなばらつきを示すことがわかった。また、界面破断から母材破断へと移行する原因を解明するため、破断の移行が始まった箇所において面分析を行い、図 4 (b) に結果を示す。母材破断への移行は、反応層がみられない箇所から始まっているのが確認され、また面分析結果から Si, Cu の濃化が認められた。このことから、これらの EPMA において反応層が観察できない箇所においても、より高い界面強度が得られており、この界面では化合物を形成せずに接合されているか、あるいは極めて薄い反応層が形成して接合していると推察される。以上のことから、微小引張試験片の破断形態を評価することにより、化合物を形成せずに接合するか、あるいは極めて薄い反応層を形成して接合することで高い界面強度

が得られる可能性が示唆された

(3) 自動車車体への適用

(1), (2) で得られた界面組織制御指針を踏ま

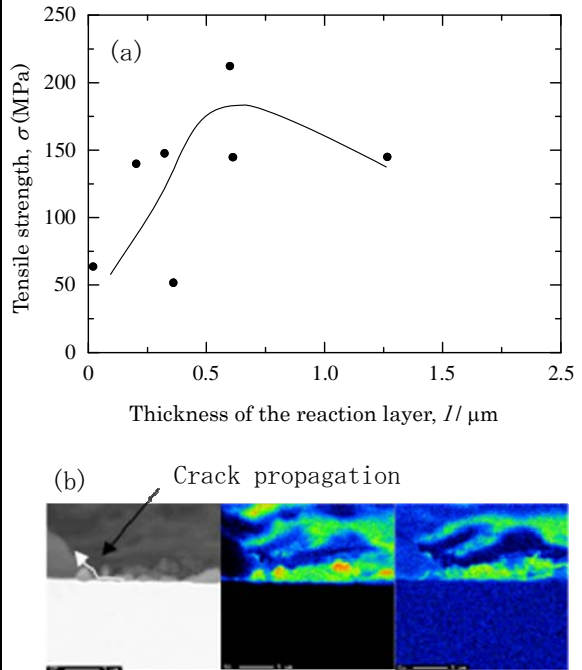


図4 (a) 引張強度と界面反応層の関係と (b) 破断面観察結果 (上側が Al 合金)。

えて、自動車車体接合へ適用した。本研究では摩擦攪拌接合法を行った。供試材料として Al 合金に A6061, ステンレス鋼には SUS304 を用いた。継手はステンレス鋼を下板とした重ね継手として、SKD61 鋼ツールを用いて接合した。下材の SUS304 には深さ 1 mm, 幅 10 mm のグループ加工を施してある。微小領域引張試験は引張速度 $1.0 \mu\text{m/s}$ にて行った。継手の腐食後のマクロ組織観察より、ツールによる Al 合金の攪拌により、グループ内に Al 合金が充填されているのが確認され、また、Advancing side (A.S.) 側から中央部にかけて、オニオンリングが観察された。SUS との界面部では Al 合金の結晶粒が微細化していることも確認された。接合界面部の変形挙動を詳細に検討するために、試験片を界面近傍部より切り出して微小領域引張試験を行った。図 5(a) に微小領域引張試験結果を示す。試験片は A.S. 側で 0.25mm にて切り出したものである。この部位においては、Al 合金母材部と同等またはそれ以上の強度が得られた。また、引張変形の動的観察により、変形は Al 合金母材部内で起こり、破断に至ることがわかった (図 5(b))。さらに、引張試験中に界面部はほとんど変形しないことも動的観察によって認められた。

微小引張試験で得られた応力-歪み曲線より、Al 合金母材部の結果に対して接合部は耐力が小さく、伸びが大きいことであることがわかった。これは、界面付近の Al 合金母材部の強度が攪拌によって軟化したことを意味する。すなわち、接合部においては、軟化した Al 合金母材部で変形が生じ、耐力の低下に伴う伸びの増加によって結果的に Al 合金母材部と同程度の強度を示したと考えられる。しかしながら、この微小領域全体において接合界面強度が軟化した 6000 系 Al 合金母材強度よりも大きいことが明らかとなり、これは通常の固相拡散接合ではほとんど見られないため、FSW の優位性が示されたと言える。

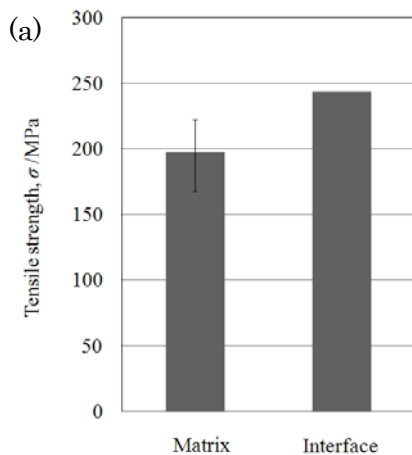


図5 (a)中央部から 0.25mm 離れた界面部の引張試験結果と (b)破断部のマクロ組織 (左側は Al 合金)。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 8 件)

①小椋 智, 上田 佳祐, 齋藤 雄一, 廣瀬明夫, 合金元素を含んだ 6000 系アルミニウム合金/鋼異種金属接合における界面反応

層のナノインデンテーション測定, 軽金属, 2011, 印刷中. (査読有)

②西田 太一, 小椋 智, 藤本 光生, 廣瀬明夫, 亜鉛インサートを用いた 5000 系アルミニウム合金摩擦スタッド接合継手におけるマイクロ組織と機械的特性, 軽金属, 2011, 印刷中. (査読有)

③Tomo Ogura, Keisuke Ueda, Yuichi Saito and Akio Hirose, Nanoindentation Measurement of Interfacial Reaction Layers in 6000 Series Aluminum Alloys and Steel Dissimilar Metal Joints with Alloying Elements, Materials Transactions, 52(2011), 979-984. (査読有)

④ Keisuke Ueda, Tomo Ogura, Shumpei Nishiuchi, Kenji Miyamoto, Toshikazu Nanbu and Akio Hirose, Effects of Zn-based Alloys Coating on Mechanical Properties and Interfacial Microstructures of Steel/Aluminum Alloy Dissimilar Metals Joints Using Resistance Spot Welding, Materials Transactions, 52(2011), 967-973. (査読有)

⑤ Taichi Nishida, Tomo Ogura, Mitsuo Fujimoto and Akio Hirose, Microstructure and Mechanical Properties of 5000 Series Aluminum Stud Joints with Zn Insert Using Friction Welding, Materials Transactions, 52(2011), 960-966. (査読有)

[学会発表] (計 19 件)

①小椋 智, 齋藤 雄一, 西田 英人, 吉田巧, 大道 典子, 藤本 光生, 廣瀬 明夫, A3003/SUS304 摩擦攪拌接合継手における界面組織とその微小領域引張特性, (社) 軽金属学会 第 119 回大会, 2010. 11. 14, 長岡技術科学大学.

②小椋 智, 齋藤 雄一, 西田 英人, 藤本光生, 吉田 巧, 大道 典子, 廣瀬 明夫, A3003/SUS304 摩擦攪拌接合部の界面組織観察とその微小領域特性評価, (社) 日本金属学会 第 147 回大会, 2010. 09. 27, 北海道大学.

③T. Ogura, Y. Saito K. Ueda and A. Hirose, Nano-scale Evaluation of Interfacial Reaction Layers in Aluminum and Steel Dissimilar Metals Joints with Alloying Elements using Nanoindentation Technique, The 12th Inter. Conf. on Aluminum Alloys (ICAA12), 2010. 9. 8, Pacifico Yokohama.

④小椋 智, 上田 佳祐, 齋藤 雄一, 廣瀬

明夫, ナノインデンテーション法によるアルミニウム合金/鋼異材接合材の界面反応層評価, (社) 軽金属学会 第 117 回大会, 2009. 11. 14, 電気通信大学.

⑤T. Ogura, Y. Saito, K. Ueda and A. Hirose, Quantitative Characterization of Interfacial Reaction Layers in Dissimilar Metals Joints of Aluminum Alloys to Steel Using Nanoindentation Technique, Materials Science & Technology 2009 Conference (MS&T09), 2009. 10. 29, David L. Lawrence Convention Center.

⑥小椋 智, 齋藤 雄一, 上田 佳祐, 廣瀬明夫, ナノインデンテーションおよび微小引張試験によるアルミニウム/鋼異材接合材の界面反応層評価, (社) 溶接学会 平成 21 年度秋季大会, 2009. 9. 9, 徳島大学.

6. 研究組織

(1) 研究代表者

小椋 智 (OGURA TOMO)

大阪大学・工学研究科・助教

研究者番号: 90505984