

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 27 日現在

機関番号：13201

研究種目：基盤研究(B)

研究期間：2011～2013

課題番号：23360324

研究課題名(和文)単結晶アルミニウムを用いた摩擦関与接合現象の機構解明

研究課題名(英文)Research on the mechanism of friction based welding using single crystal aluminum

研究代表者

柴柳 敏哉 (Shibayanagi, Toshiya)

富山大学・大学院理工学研究部(工学)・教授

研究者番号：10187411

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 14,700,000円、(間接経費) 4,410,000円

研究成果の概要(和文)：摩擦攪拌スポット接合ならびに摩擦圧接における金属塑性流動を材料組織学的に調査した。摩擦攪拌スポット接合の実験ではアルミニウム単結晶を試験片として用い、圧縮変形成分の存在を突き止めた。次に摩擦攪拌スポット接合の塑性流動を透明流体にて可視化する実験を行ない、PIV解析によりひずみ場が場所により異なることを明らかにした。摩擦圧接実験ではアルミニウム合金を用いて塑性流動によるフローラインを観察し、圧縮ならびにせん断変形を見出した。計算機シミュレーションにより接合中の温度分布ならびに温度履歴を精密に推定し、不均一な温度分布がもたらす変形モードの多様性について解析の指針を確定した。

研究成果の概要(英文)：Friction Stir Spot Welding (FSSW) and Friction Welding (FW) have been investigated in terms of metal flow based on materials science. FSSW experiments adopted single crystal pure aluminum sheets clearly showed there were two distinct deformation modes such as compression and shear. Additionally, the deformation modes varied depending on the locations in the specimen. Visualization of metal flow during FSSW found a similar shape of flowing regions and the PIV analysis on the video-taped images revealed complex strain fields around the tool, such as shear, tension and compression. FW of aluminum alloy revealed both compression and shear deformation, which affected the resulting joint microstructure. The numerical simulation of temperature distribution yielded a heterogeneous distribution of temperature around the joint interface, which was concluded to cause the diversity of deformation mode in the welding process based on the friction phenomenon.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・材料加工熱処理

キーワード：単結晶 アルミニウム 摩擦攪拌スポット接合 摩擦圧接 可視化 数値シミュレーション 温度分布

1. 研究開始当初の背景

金属同士を接触させた場合、接触界面は酸化物や表面汚染物質に覆われた原子レベルでは激しい凹凸のある二つの表面が出合っている状態となる。接合はこのような接触界面状態を金属結合が成立した「原子レベルで稠密な界面」に変化させる材料学的な操作を意味する。摩擦現象を利用する接合（摩擦接合）とは固体表面間の相対的な運動により生ずる機械的なエネルギーによる酸化物被膜の破碎と新生面金属同士の接触を固相状態で実現し、さらに付加的な金属塑性流動による機械混合・密着度の向上過程を経て「接合界面」を創り出す接合方法である理解できる。

接合という加工法の本質は界面創製過程ならびにそれに付随して進行する界面組織形成過程である。摩擦現象が関与した接合の場合、摩擦発熱を利用した金属の塑性変形を積極的に接合過程で利用するため、その基調過程は材料科学的には「高温変形」挙動としてとらえることができる。

摩擦接合における塑性流動には多様性があり、その結果として接合材中の場所により変形機構が異なることを我々は提案し実証研究を続けてきた。変形機構の多様性は接合部組織の材料組織学的多様性の根源的な理由としてのみならず、接合中に生ずる欠陥形成挙動にも重大な影響を及ぼすので、摩擦接合における変形機構を接合方法・条件、接合工具形状ならびに材料特性との関連で正確に理解することが摩擦接合の深化と新展開の鍵となる。

単結晶はその結晶方位、変形方法と変形量に敏感に応じて結晶方位を変化させる。この性質を利用して接合中の応力場：変形機構を接合材のそれぞれの場所における方位変化から推定することができる。単結晶をリトマス試験紙のように利用して変形機構の多様性を調べるといふ考え方である。また、透明物質を利用した塑性流動の可視化実験と組み合わせることで立体的な変形機構の描像を得ることができる。

2. 研究の目的

本研究では、「摩擦現象が関与する接合において接合ツール周囲での高温塑性流動とその影響を反映した界面組織形成過程の体系的な理解」を主題とし、摩擦攪拌スポット接合ならびに摩擦圧接における温度、応力、ひずみ速度の測定、接合材の結晶方位分布を中心とした組織解析を単結晶アルミニウムを用いて実施し、さらに塑性流動可視化実験による知見も取り入れて接合中の塑性流動・変形機構を基軸とした考察を展開して、これまでに報告されてきている現象論的な実験事実に対して科学的根拠を与え、よって摩擦関与接合技術精密化の礎とし、さらに信頼性の高い新接合法開拓の突破口を開くことを到達目標とする。

3. 研究の方法

3.1 単結晶アルミニウムの作製

種結晶の初期方位は Cube 方位（それぞれの面が {100} 面）である。育成用試料および種結晶の表面を研磨した後（単結晶育成時の研磨にはすべて Al₂O₃ 研磨紙を用いた）、王水にて溶接する個所を腐食し、種結晶（単結晶）と育成用試料を TIG 溶接により溶接し種結晶と一体化した育成用試料を得た。TIG 溶接の条件は 100A 電極-80% 電極+20%、交流アーク、シールドガスにはアルゴンガスを用い電極角度は 60°、電極突き出し長さは 3mm である。溶加棒には直径 1.5mm の 4N アルミニウムワイヤーを用いた。溶加棒も同様に研磨と王水による腐食を施した。次に育成用試料の溶接部に欠陥がなくなるまで研磨を施し、王水で結晶粒が見えるまで腐食し乾燥させた。

乾燥後、試料をるつぼの中心に入れ、その周りに酸化アルミ粉（和光特級）を充填した。

るつぼを垂直に炉内にセットし、炉の温度を設定温度 750°C に向けて上げ始めた。750°C で 1 時間保持することにより種結晶の半分より上側は熔融状態になっている。その後 30mm/h の速度で炉を上昇させ単結晶側から凝固させ単結晶を育成した。

3.2 摩擦攪拌スポット接合実験

本実験では大阪大学接合科学研究所に設置されている FSW 実験機（日立エンジニアリング SHK207-899）を用いた。この装置はツール圧入速度、ツール圧入量および圧入時間が自動制御不可能なため、圧入量は本体付属のマイクロメーターの指示値を目視確認しながら手動でハンドルを回し圧入していき、圧入時間はストップウォッチで測定した。また圧入時間はツールが目標の圧入深さに達してから引き抜き始めるまでの時間とした。初期ツール先端位置の決定には試料表面とツール先端部が 0.1mm になるようにすきまゲージを用いた。接合用ツールは SKD61 製である。

試料固定方法は S45C 製のバックングプレートに 20×20 の穴があいた板厚 4mm の A1050 製ホルダーとトップカバーを取り付けそれらを容器とともに実験装置に取り付けた。供試材として 4N 単結晶アルミニウムを用いる。4N アルミニウムは再結晶温度が約 180°C と低く、接合終了後の冷却過程において組織が変化することが予想されるため、接合直後に水をかける急冷を行い冷却過程における組織変化の抑制を試みた。実験条件は接合過程による変形モードの変化をみるため、シオルダが試料に触れずプローブのみが進入された状態（目標圧入量 2.0mm）、シオルダが試料に接触した瞬間の状態（目標圧入量 2.3mm）ならびにシオルダが試料に圧入され所定の深さに到達後 2s 保持した状態（目標圧入量 2.5mm）の 3

段階それぞれについて回転数 1500rpm にて行った。

また、ツールの急停止が可能な広島大学の実験装置を用いた。実験装置は、三菱重工業製位置制御方式の縦型マシニングセンター(MPA-V45)のワークの部分にツールを取り付けたものであり、回転数、回転時間、圧入速度および位置の制御が可能である。

上記の実験と同様に急冷を行い、さらに、接合中の試料の温度が低く変形抵抗が高いことによる変形モードの寄与の仕方の違いを比較するため水中での実験も行った。急冷および水中実験での水温は 1°C であるが水中実験では循環器を用いていないため数°C 温度が上昇している。実験条件はすべてショルダが試料に 0.1mm 圧入した後 2s 間保持しツールの回転を急停止した。接合ツールは A ツールを用い、圧入速度は 25mm/s で一定とし、回転数は 500rpm、1000rpm、2000rpm でそれぞれの条件で急冷および水中実験を行った。

3.3 接合材の組織解析

単結晶材の腐食は腐食液にフッ酸水溶液(フッ化水素 5cc、蒸留水 95cc)を採用し、100s 間の腐食処理を施した。腐食処理後、水洗しエチルアルコールで置換してブローで試料表面を乾燥させ、真空デシケターに入れてロータリーポンプで 30 分間真空引きを行い、試料表面に残存しているフッ化水素ガスを除去した。

接合後の組織は、主として光学顕微鏡観察に供したが、方位解析のためには SEM-EBSD 法を採用した。用いた機種は日本電子製の JSM-6400 である。方位解析には TSL ソリューションズの OIM ver. 5.0 を主として用いた。

3.4 摩擦攪拌スポット接合の塑性流動現象の可視化

本実験では、金属の降伏応力に相当する粘性の閾値を有する透明流体を選定し、その流体を用いた流動現象の可視化を試みた。候補流体のうち、麦芽糖水溶液とゼラチン水溶液が最終候補として残った。麦芽糖水溶液は粘性の温度依存性が高いため、本来はニュートン流体ではあるが、模擬接合実験時に流体内に温度勾配を与えることで実際の接合時の試料内温度分布とそれに起因した塑性流動を模擬することを試みた。

得られたビデオ映像を粒子画像速度計測法(PIV 法)を用いた画像解析に供し、流体の速度分布を定量的に評価し、単結晶アルミニウムの接合実験で得られた知見と相互比較することで摩擦攪拌スポット接合の塑性流動に対する理解を深めることを試みた。

3.5 摩擦圧接

アルミニウム合金の丸棒を用いて、摩擦圧接における塑性流動とそれに関連する材料

現象を金属組織学的に検討した。供試材料は Al-Cu-Mg 合金 2024-T3 である。

摩擦圧接機には、本研究費にて導入した FF-002V-D はブレーキ式摩擦圧接機を用いた。摩擦過程とアプセット過程移行タイミングは主軸ブレーキ停止後と摩擦過程終了と同時、任意のタイミングの 3 つの項目を選択する事が可能である。摩擦面の位置入力には位置検出を用い、摩擦過程の制御方式は任意の値による時間制御である。

単位時間当たりの入熱量の異なる場合の摩擦寄代の長短による試料外観及び接合面の観察を行った。直径 5mm の試料を用いて、突き出し長さは 7.5mm と 15mm 或いはそれ以上である。直径 3.0mm に関しては、突き出し部の長さは 4.2mm である。

実験では、アプセット圧力は 5 つの値、アプセット時間は 2 つの値を用いた。アプセット過程は接合面の状態との密接な関係がある事が確認された。45, 60MPa の低いアプセット圧力ではアプセット寄代も少なく欠陥が確認されたが、80, 100, 140MPa の大きなアプセット圧力では寄代は大きいものとなり、上記の様な欠陥は見られなかった。

接合材の断面組織を光学顕微鏡ならびに走査電子顕微鏡にて観察し、主として接合時の材料流動(フローライン)に着目した解析を行なった。

3.5 摩擦圧接時の試料内温度分布の数値シミュレーション

2次元熱伝導方程式を基礎式として、実際の試料寸法ならびに材料物性(ステンレス鋼の熱物性を採用)を基礎情報として、接合時の温度分布ならびに温度履歴を計算するプログラムを自作した。差分法による陰解法を行なったがその時のモデル図を図 1 に示す。

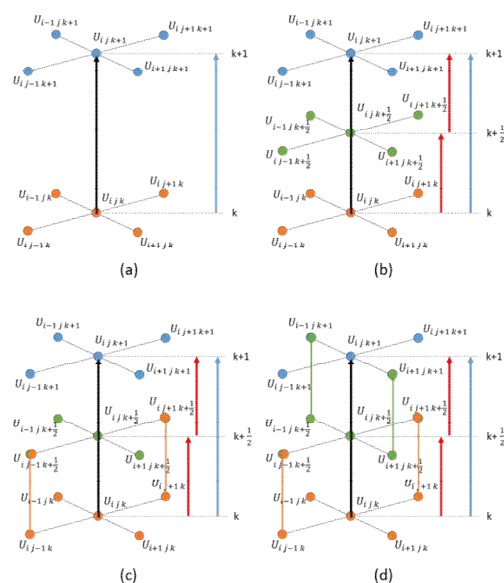


図 1 ADI 法を用いた二次元陰解法での差分模型

4. 研究成果

4. 1 単結晶アルミニウムの摩擦攪拌スポット接合

図2に接合材の方位解析結果の一例を示す。ツール回転数 1500rpm、目標圧入量 2.3mm、目標圧入時間 0s のショルダが試料に接触後直ちにツールを引き上げた状態の SZ 近傍の結晶方位解析結果である。Fig. 2.10(E)から(D)では ND を軸に数度回転し、(D)から (C)では RD を軸に数度回転していた。

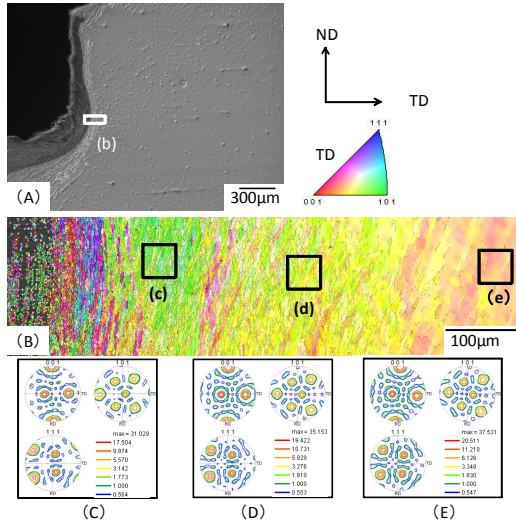


図2 単結晶アルミニウムの摩擦攪拌スポット接合材の EBSD 方位解析結果

この方位解析結果に見られるように、接合中の塑性流動により母材部の方位が変化することが明瞭に理解できる。すなわち、圧縮安定方位である (110) 面が塑性流動を起こしている領域 (SZ) に対して平行に存在しており、この事実からは摩擦攪拌領域の発達によりもたらされる圧縮応力場が母材部では支配的な変形成分であるということが導き出される。従来言われているようなせん断変形だけで摩擦攪拌接合を一義的に理解してはいけないということである。

4. 2 透明作動流体による摩擦攪拌スポット接合の流動解析

図3に透明作動流体(麦芽糖水溶液)を用いた摩擦攪拌スポット接合における流動観察結果の一例を示す。また比較のために単結



図3 透明作動流体を用いた摩擦攪拌スポット接合の流動観察結果

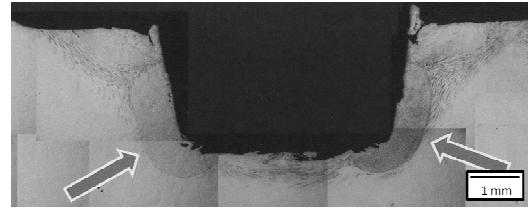


図4 単結晶アルミニウムの摩擦攪拌スポット接合時の断面マクロ組織。矢印は摩擦攪拌領域を示す。

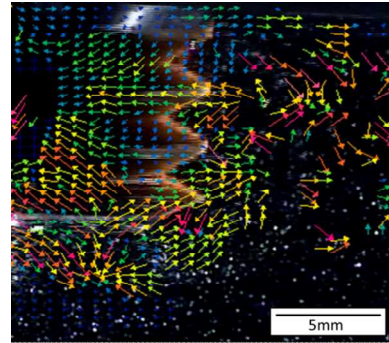


図5 PIV 解析結果

晶アルミニウムを用いた摩擦攪拌スポット接合材の断面マクロ組織を図4に示す。

これら二つの図を比較すると、両者の酷似が容易に理解できる。この事実、本研究で用いた透明作動流体が金属材料での摩擦角半スポット接合の塑性流動を可視化できることを意味し、さらに流動解析の定量化が金属材料での研究では得られない情報を与える可能性を示唆する。

図5は図3で示した流動画像(実際にはビデオ映像)をPIV解析に供した結果の一例を示した。この図より、相対的な速度差を判定して特徴的な流動領域として「せん断」「引張」「圧縮」の三種類を抽出した結果を図6に示す。

この図より、せん断領域が攪拌領域とその周囲との間に存在することがわかる。この知見は、従来報告されている「せん断変形が主

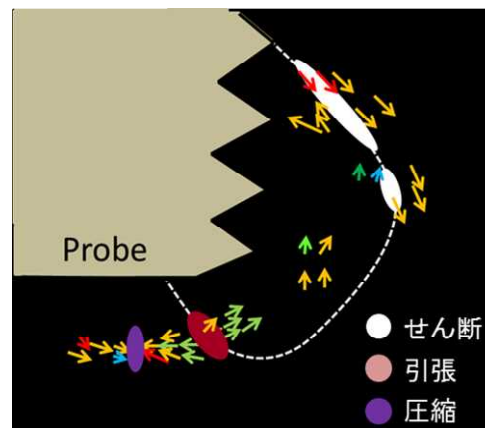


図6 速度場推定図

体となる接合機構」を支持する。

この他に、単結晶アルミニウムでの実験・解析結果から導き出された「圧縮変形」領域が存在することも示されている。さらに、引張変形領域の存在は示唆に富み、接合欠陥形成が塑性流動と密接に関係していることを強く意味する。

4. 3 アルミニウム合金の摩擦圧接

図7に2024-T3アルミニウム合金丸棒の摩擦圧接材の外観ならびに断面マクロ組織を示す。

この結果より、接合面においては均一な組織が得られておらず、素材表面から中心向かって1/4程度の位置において変色層（軟化層）の厚みが最大になるという特徴的な接合部組織を呈することがわかった。

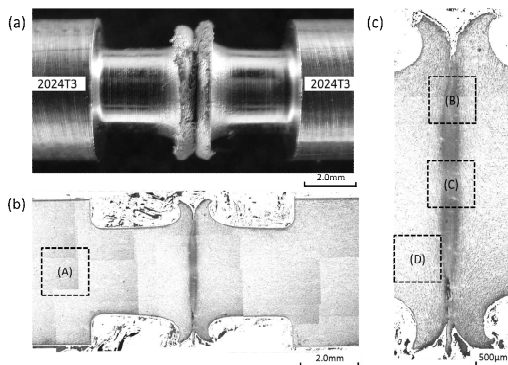


Fig. 3.1.1.2 The outward appearance and the whole structure of $\mu=60\text{MPa}$ joint.

図7 摩擦圧接材の外観ならびに断面マクロ組織（光学顕微鏡増）

また、フローラインの観察結果より、接合時に加えられる圧縮力により結晶がせん断変形を強く受ける領域が存在することがわかった。すなわち、この接合法では、主たる変形モードが圧縮であることに加えて、せん断変形モードも部位によっては支配的であることが実験事実として示された。

4. 4 摩擦圧接時の試料内温度分布の数値シミュレーション

図8に計算結果の一例を示す。

上図より、接触面では、系最高温度に達する地点が二か所ある。また、試料中心部の温度が低く、外周部にかけて温度が上昇している。しかしながら、外周部が最高温度にはならない。その原因として、空気中へ熱を放出しているためと考えられる。外周部が熱を放出するため、外周部よりも内側の地点が最高温度に達する。また、試料底部では、顕著な温度変化が見られない。これは、SUS304の熱伝導度が良くないために、接触面からの熱が試料底部まで伝わらなかったと考えられる。

ここでは、ステンレス鋼の熱物性を用いた数値計算を行なった。得られた結果を見ると、接合中の温度分布は半径方向なら

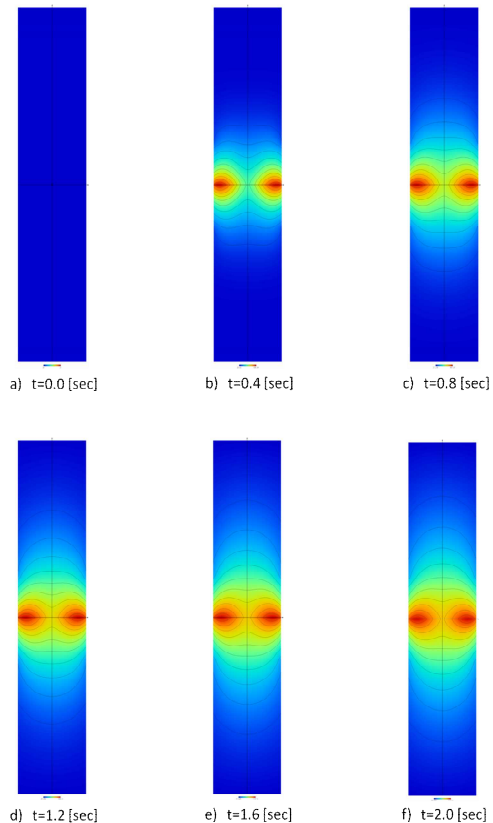


図8 摩擦圧接時の試料内温度分布の数値シミュレーション結果

びに軸方向で一定では無く、摩擦発熱ならびに大気との接触による冷却の相反する二つの効果の競合結果として実際の温度分布ならびに温度履歴が決められることがわかる。

すなわち、試料内の温度分布は最大発熱が期待される試料表面で最大値を取るのでは無く、表面から少し中に入ったところが最も高い温度を経験することになる。

このことは、摩擦接合が金属の高温変形を基調として接合過程を理解する立場においては、複雑な変形状態が試料内で生じていることを意味する。

最大発熱位置、すなわち、最も変形抵抗の小さい領域が存在することは明確に示されているが、これは試料の直径によって変化しうるとは容易に理解できる。したがって、試料サイズによっては均一な変形モードである場合と異なる変形モードが明確に分離されて存在する場合とに分けられる。

この観点から摩擦圧接の組織形成過程を精密に議論した研究は過去において非常に乏しく、今後の研究対象として十分に認識されるべきである。

以上の研究成果を総括すると、摩擦攪拌接合ならびに摩擦圧接のそれぞれにおいて、熱源は工具と材料の間での摩擦熱であるが、この摩擦熱を得て高温になった金属の塑性変形挙動が複数の変形モードの混在による

ことが本研究で明らかになった。

特に、新たに開発した可視化技術は摩擦攪拌接合の精密化にとって有用な情報（塑性流動モード）を得ることに有効であり、科学的根拠に立脚した接合工具形状設計や接合条件の最適化への見通しの良い道筋をつけることに大きく貢献するものである。

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1件）

混合感温液晶法における色温度較正法, 山根岳志, 谷口拓弥, 吉田正道, 柴柳敏哉, 化学工学論文集, Vol.39-4(2013), pp.1-7

〔学会発表〕（計13件）

国内

- (1) 透明作動流体による摩擦攪拌スポット接合における塑性流動の可視化;永栄一喜、柴柳敏哉、渡邊裕一、山根岳志、吉田正道, 一般社団法人溶接学会 平成 25 年度秋季全国大会, 平成 25 年 9 月 2 日~4 日, 岡山理科大学
- (2) 二重拡散成層対流に伴う不安定現象に関する PIV 解析; 山根岳志, 磯部晴菜, 吉田正道, 柴柳敏哉, スマートプロセス学会春季総合学術講演会, 平成 25 年 5 月 22 日, 大阪大学荒田記念館
- (3) 感温液晶 PIV を用いた二重拡散境界面の構造解析; 山根岳志, 磯部晴菜, 谷口拓弥, 吉田正道, 柴柳敏哉, 化学工学会第 78 年会, 平成 25 年 3 月 17 日~19 日, 大阪大学豊中キャンパス (大阪府豊中市)
- (4) 混合感温液晶法における色温度較正法; 谷口拓弥, 山根岳志, 吉田正道, 柴柳敏哉, スマートプロセス学会 秋季総合学術講演会, 平成 24 年 11 月 14 日, 大阪大学荒田記念館
- (5) ポリエチレンの摩擦攪拌スポット接合挙動; 平 博仁, 青木秀憲, 柴柳敏哉, 溶接学会 平成 24 年度秋季全国大会, 平成 24 年 9 月 28 日, 奈良商工会議所 (奈良市)
- (5) 摩擦攪拌接合における塑性流動; 柴柳敏哉, 第 90 回軽金属シンポジウム「軽金属材料の摩擦攪拌接合 (FSW)」一般社団法人軽金属学会主催, 平成 24 年 9 月 14 日, 日本大学理工学部駿河台キャンパス
- (7) アルミニウムの先進プロセッシング-摩擦攪拌接合とレーザー局所熱処理-; 柴柳敏哉, 軽金属学会北陸支部 平成 24 年度春期講演会 (招待講演), 平成 24 年 6 月 15 日, 富山大学工学部大会議室
- (8) 2 種の感温液晶を用いた温度場計測; 谷口拓弥, 山根岳志, 吉田正道, 第 49 回日本伝熱シンポジウム, 平成 24 年 5 月 30 日-6 月 1 日, 富山国際会議場他, シンポジウム講演論文集 Vol.I+II B131

国外

- (1) Visualization of Metal Flow in Friction Stir Spot Welding with Particle Image

Velocimetry (PIV); T.Yamane, H.Watanabe, K.Nagae, T.Shibayanagi and M.Yoshida, International Joint Symposium on Joining and Welding (IJS-JW2013), Hotel Hankyu Expo, Osaka, Japan, 6-8 November, 2013

- (2) Metal Flow in Friction Stir Spot Welding and its Visualization Utilizing Particle Image Velocimetry; T.Yamane, K.Nagae, H.Watanabe, T.Shibayanagi and M.Yoshida, 8th International Conference on the Physical Properties and Application of Advanced Materials (ICPMAT2013), Shandong University Academic Center (Weihai Campus), Weihai, P.R.China, 13-17 August, 2013
- (3) Visualization of Metal Flow in Friction Stir Spot Welding using Translucent Materials; T.Yamane, K.Nagae, H.Watanabe, T.Shibayanagi and M.Yoshida, Visual-JW 2012, Hotel Hankyu Expo, Osaka, Japan, 28-30 November 2012
- (4) Double-diffusive convection during crystal growth in a supersaturated solution; T. Yamane, M. Yoshida and T. Shibayanagi, Visual-JW 2012, Hotel Hankyu Expo, Osaka, Japan, 28-30 November 2012
- (5) Metal Flow and High Temperature Deformation during Friction Stir Spot Welding of Pure Aluminum; Toshiya Shibayanagi and Takeshi Yamane, 7th International Conference on the Physical Properties and Application of Advanced MATerials(ICPMAT2012), Trondheim, Norway 17-20 June 2012

6. 研究組織

(1) 研究代表者

柴柳 敏哉 (SHIBAYANAGI TOSHIYA)
富山大学・工学部・材料機能工学科・教授
研究者番号: 10187411

(2) 研究分担者

高橋 誠 (TAKAHASHI MAKOTO)
大阪大学・接合科学研究所・講師
研究者番号: 10294133