

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 9 日現在

機関番号：14401

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2012～2014

課題番号：24760599

研究課題名(和文) 摩擦プロセスと微小領域強度試験法を併用した異種金属接合の新規界面構造制御法の確立

研究課題名(英文) Establishment of interface-controlled bonding process of dissimilar materials with natural oxide films by the combination of friction process and micro-tensile test.

研究代表者

小椋 智 (OGURA, TOMO)

大阪大学・工学(系)研究科(研究院)・助教

研究者番号：90505984

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,600,000円

研究成果の概要(和文)：摩擦プロセスと微小領域強度試験法を併用し、酸化皮膜を有する異種金属接合を確立した。アルミニウム合金/鋼摩擦攪拌接合材を用いて、金属間化合物を界面にナノメートルサイズで形成させることで母材破断を有する良好な継手を得られた。この接合は、攪拌されたAl合金が混合組織に流動し、ツールと試料の摩擦熱により非常に薄い金属間化合物を形成して達成していることが分かった。微小引張試験後の試料の界面部観察により、Al合金部の結晶粒は引張試験後でも等軸粒で界面はほとんど変形しないことが示された。また、接合後適切な時効熱処理を行うことで、継手の引張強度を上げることが可能であることがわかった。

研究成果の概要(英文)：Bonding process of dissimilar materials with natural oxide films has established by the combination of friction process and micro-tensile test. A sound joint that fractured at the base metal was obtained through the interfacial reaction layer of intermetallic compounds (IMCs) with nano-order thickness in aluminum alloy/steel dissimilar friction stir welding. The joining between these materials was achieved through a continuous flow of the stirred aluminum alloy into the mixed layers and the resultant growth of the ultrafine IMCs due to the heat induced by the friction between the tool and the specimen. Equiaxed aluminum grains were observed at the interface of the specimen after it was fractured, indicating that the interface deformed only slightly during the micro-tensile test. It is found that tensile strength of the joint enables to increase by suitable age-hardening.

研究分野：溶接・接合

キーワード：異種金属接合 組織制御

## 1. 研究開始当初の背景

最終製品を生産する過程では個々の部品を接合して最終製品にする。その際に主として異なる金属同士の接合、すなわち異種金属接合が行われるため、異種金属の接合技術開発はものづくりには欠かせないものとなっている。その際に、ほとんどの金属は表面に自然酸化皮膜を有しており、それが接合界面での金属結合を阻害するため、自然酸化皮膜を有する異種金属接合においては熱エネルギーや機械的攪拌を加えることで自然酸化皮膜を効果的に除去する必要がある。また、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ー溶接法やエネルギー消費の少ない摩擦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。特に、接合プロセスにおいて熱的因子以外に界面での塑性流動（摩擦）が加わることで接合現象が大きく変化し、界面構造の形成と機械的特性に及ぼす影響も異なるため、摩擦プロセスを用いた接合での統一した新しい界面評価・制御手法の確立が求められている。また、接合部は熱影響部、攪拌部、未接合部等の種々の異なる金属組織を有している。それらの強度特性は互いに大きく異なるため、各部位の強度特性を把握することが不可欠である。しかし、接合部の寸法が非常に小さいことからそれぞれの強度評価試験を個別に実施するための標準寸法試験片（直径数 mm の丸棒試験片など）を採取するのは通常の強度試験評価法では不可能であるのが現状であり、問題となっている。

## 2. 研究の目的

本研究では摩擦プロセスと微小領域強度試験法を併用し、酸化皮膜を有する異種金属接合の新しい界面構造制御法を確立することを目的とする。摩擦プロセスで形成される界面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ため、本研究では接合界面ナノ構造の形成メカニズムをナノレベル組織解析により明らかにする。そして、個々の界面ナノ構造が及ぼす局所的な継手特性を微小領域強度試験法を用いて解明することで、接合部全体において界面強度が母材強度を上回る高信頼性異材金属接合プロセスを構築する。

## 3. 研究の方法

### (1) 供試材

アルミニウム合金には実用されている熱処理型の 6000 系 (Al-Mg-Si 系) 合金ならびに

非熱処理型の 3000 系 (Al-Mn 系) 合金を、鋼にはステンレス鋼板を基本合金とする。

### (2) 接合方法

最高到達温度が被接合金属の融点以下で接合できる摩擦攪拌接合法 (FSW: Friction Stir Welding) を用いる。アプセット圧力、ブレーキ時間を固定し、摩擦圧力 (MPa)、摩擦時間 (t)、回転数 (N) を変化させることで入熱量および加工量を変化させ、界面反応層の形成・成長過程を観察できる試料を作製する。

### (3) 接合界面における原子の拡散挙動と界面反応層形成・成長挙動の解明

FSW での接合過程で形成される界面部を透過電顕 (TEM) 走査電顕 (SEM) での観察および EDX にて組成分析により検討する。入熱量、加工量を変化させることにより、得られる界面反応層の熱的および塑性的安定性を詳細に把握する。これらから界面部での溶質原子の拡散挙動、界面反応層の形成・成長挙動を把握すると共に、酸化皮膜の除去過程を把握する。

### (4) 微小領域での継手特性評価とその場観察による変形挙動の動的解析

FSW により得られた接合断面の種々の個所より放電加工機にて切り出し加工を行い、微小領域引張試験片 (平行部: 1.5mm, 厚さ: 0.3mm) を作製する。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により応力 - ひずみ曲線を定量的に得られるように構成している。継手の変形挙動をその場で動的に観察し、接合部での破断の起点箇所と同定ならびに変形挙動を解明する。

## 4. 研究成果

### (1) 接合断面組織とマクロ継手強度

図 1(a) に継手の腐食後のマクロ写真を示す。供試材料として Al 合金に A3003、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接合した。なお、ツール回転数 900rpm、接合速度 5mm/s、前進角 1.5° である。Al 合金の SZ と SUS304 との界面付近においてオニオンリングが確認され、Al 合金が強く攪拌されているのがわかる。図 1(b) に接合方向と垂直に切り出した試料の引張試験後の破断組織を示す。Al 合金母材部と界面部の混合破断であることがわかった。また、接合部中央部ならびに A.S. 側にて主に母材破断していることも認められた。接合部の強度は 60MPa 程度であり、接合部からかなり離れた A3003 母材部で切り出した試料 (120MPa) よりも小さかった。

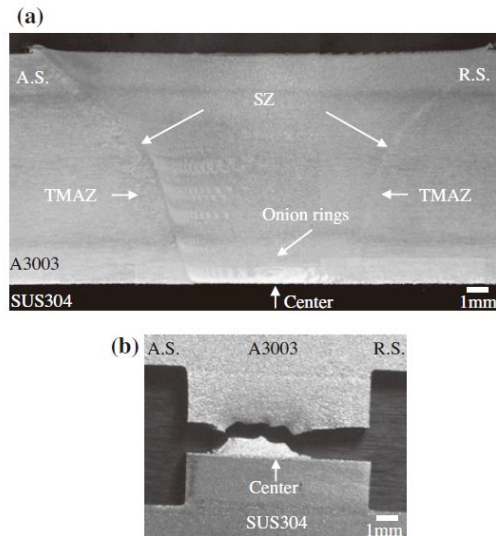


図1 A3003/SUS304重ねFSW継手の(a)断面組織と接合方向と(b)垂直に切り出した試料の引張試験後の破断組織。

(2) 接合界面形成プロセス

母材破断した接合部中央における界面組織を図2に示す。接合界面において100nm程度の非常に薄い金属間化合物(IMC: Inter Metallic Compound)が観察された。組成分析よりIMCは $Al_{13}Fe_4$ であることがわかった。このようにナノメートルサイズの界面反応層が形成される接合界面の強度はAl合金よりも強度が高く、Al合金母材破断に至ることがわかる。次に、接合界面形成プロセスを検討するために、接合ツールの引抜き穴の外周部である領域に対してTEM観察を行った。図3(a)にTEM観察によって得られた明視野像を示す。接合ツールの引抜き穴は図中の右上に位置し、接合ツールは図の左下から右上へと移動している。接合ツールの通過時にはその表層にIMCとステンレス鋼の微細粒からなる混合組織が存在することが確認された(図3(b))。Al合金がプローブのねじによる攪拌やショルダーからの押厚によって塑性流動しながら界面へと強く押しつけられ、ステンレス鋼と混ざり合うようにして混合組織が形成する。その後、プローブが通過し終わる直前よりAl合金がプローブの下に潜り込むようにしながら接合ツールによって生じた穴を充填し、それと同時にナノメートルサイズの非常に薄いIMCを形成してステンレス鋼との接合が達成していることが分かった。

(3) 微小引張試験による継手の変形挙動

継手の変形挙動を詳細に調べるために、微小引張試験を行った。図4はA6061/SUS304の重ねFSW継手の接合部中央から小型な微小試験片を切り出し、微小引張試験を行った後

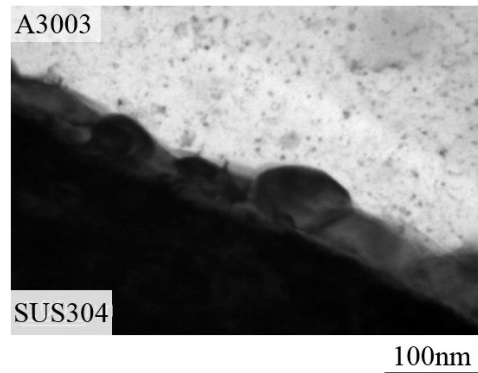


図2 A3003/SUS304重ねFSW継手の接合部中央領域のTEM組織。

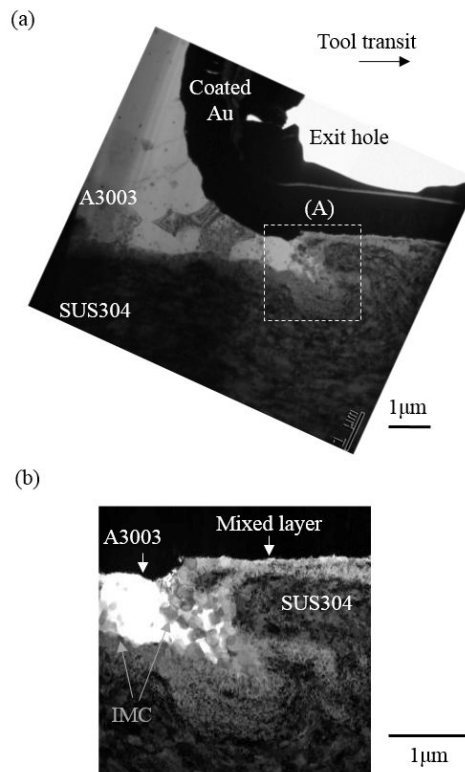


図3(a) A3003/SUS304重ねFSW継手の接合ツールの引抜き穴の外周部のTEM組織と(b)(a)の(A)の拡大図。

の試験片とその接合界面部のTEM組織である。なお破断はAl合金部にて破断している。通常、引張試験において平行部は均一・不均一変形によりひずみが生じる。しかし、図4(a)より接合界面部は明瞭なひずみ組織は観察されなかった。図4(b)の白い点線はAl合金の結晶粒を示している。ここで結晶粒が引張方向に変形せずに、ほぼ等軸のままであることがわかる。つまり、接合界面強度がAl合金母材強度より高く、変形において接合界面部がほぼ変形せずに非常に安定であることがわかる。

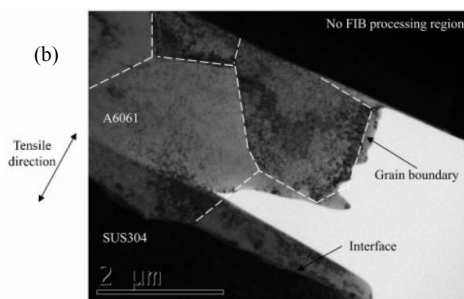
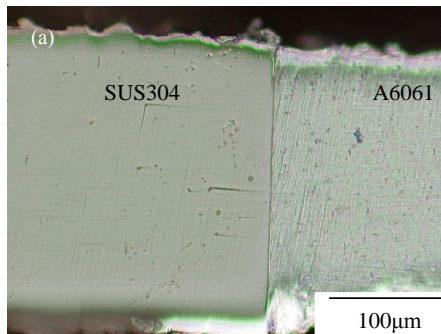


図4 A6061/SUS304 重ね FSW 継手の(a)微小領域引張試験後の試験片の接合界面組織と(b)その TEM 組織。

#### (4) 接合界面部の熱的安定性

接合継手は接合後に使用環境下においては、熱影響を受けることがある。そこで本研究においても接合継手の熱的安定性を調べた。図5に A6061/SUS304 重ね FSW 継手の熱処理後の引張強度を示す。433K, 1.2ks ならびに 723K, 1.8ks 熱処理はそれぞれ、時効硬化ならびに界面の拡散反応が生じた熱処理である。時効硬化処理により、継手強度は増加した。また破断は Al 合金部で起こり、母材破断を維持することがわかった。そのため、接合後の継手

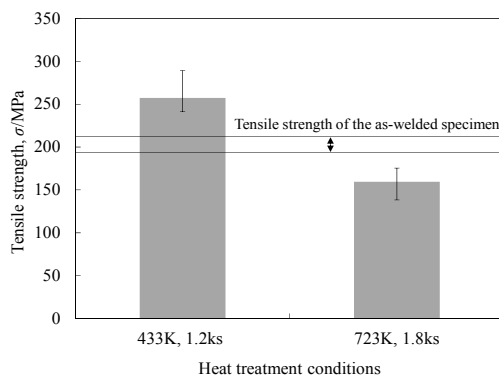


図5 A6061/SUS304 重ね FSW 継手の(a)433K, 1.2ks ならびに 723K, 1.8ks 後の引張強度

を時効熱処理を行うことで、Al 合金部に析出物を形成させ、軟化した Al 合金母材を高強度することが可能であり、さらに界面強度は Al 合金部よりも高いことが明らかとなった。また、界面の拡散反応を起こした熱処理においても、破断は Al 合金部で生じた。そのため、本継手は、723K, 1.8ks の熱処理での耐熱性を有することがわかった。

#### 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4件)

Taichi Nishida, Tomo Ogura, Hidehito Nishida, Mitsuo Fujimoto, Makoto Takahashi and Akio Hirose, Formation of interfacial microstructure in a friction stir welded lap joint between aluminum alloy and stainless steel, *Science and Technology of Welding and Joining*, 19, 7, pp.609-616 (2014). (査読有)

doi: 10.1179/1362171814Y.0000000232

Tomo Ogura, Taichi Nishida, Makoto Takahashi, Hidehito Nishida, Mitsuo Fujimoto and Akio Hirose, Interfacial Reaction during Dissimilar Friction Stir Lap Welding of Aluminum Alloy to Stainless Steel, *Materials Science Forum*, 794-796, pp.389-394 (2014). (査読有)

doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.794-796.389

Tomo Ogura, Taichi Nishida, Hidehito Nishida, Mitsuo Fujimoto and Akio Hirose, Microscale Evaluation of Mechanical Properties and the Interfacial Microstructures of Friction Stir Welded Aluminum Alloy/Stainless Steel Dissimilar Lap Joints, *Materials Science Forum*, 783-786, pp.2786-2791 (2014). (査読有)

doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.783-786.2786

[学会発表](計12件)

(1) 国内学会発表

波多野 遼一, 小椋 智, 西田 英人, 藤本 光生, 廣瀬 明夫, 6000系アルミニウム合金 / SUS304 重ね摩擦攪拌接合における継手特性に及ぼす熱処理の影響, 平成 26 年度秋季全国大会, (一社) 溶接学会, 黒部市宇奈月国際会館「セレネ」, 9月 10-12 日, 2014.

小椋 智, 廣瀬 明夫, 重ね摩擦攪拌接合によるアルミニウム合金と鋼の異種金属接合, 第 26 回溶接・接合研究会 (一社) 溶接学会 東北支部, 溶接学会 若手会員の会, 情報・産業プラザ, 7月 18 日, 2014.

Naoki Fujisawa, Tomo Ogura and Akio Hirose, Nano-scale stress-strain response of metals and alloys by nanoindentation, 第 153 回大会, (公社) 日本金属学会, 金沢大学, 9月 17-19 日, 2013.

小椋 智, 西田 太一, 西田 英人, 藤本 光生, 高橋 誠, 廣瀬 明夫, 摩擦攪拌接合を用いた A3003/SUS304 の重ね継手における接合界面形成プロセスに着目した界面組織観察, 平成 25 年度秋季大会, (一社) 溶接学会, 岡山理科大学, 9月 2-4 日, 2013.

(2) 国際学会発表

Tomo Ogura, Taichi Nishida, Makoto Takahashi, Hidehito Nishida, Mitsuo Fujimoto and Akio Hirose, Interfacial Microstructure and Its Formation Process of a Friction Stir Welded A3003/SUS 304 Lap Joint, Materials Science & Technology 2013 (MS&T13), Palais des congrès de Montreal, Montreal, Quebec, Canada, October 27-31, 2013.

Tomo Ogura, Taichi Nishida, Hidehito Nishida, Mitsuo Fujimoto, Akio Hirose, Microscale Evaluation of Mechanical

Properties and the Interfacial Microstructures in Friction Stir Welded Aluminum alloy/Stainless Steel Lap Joints, International Joint Symposium on Joining and Welding(IJS-JW2013), Hotel Hankyu Expo Park, Osaka, Japan, November, 6-8, 2013.

Tomo Ogura, Taichi Nishida, Hidehito Nishida, Mitsuo Fujimoto, Akio Hirose, Microscale evaluation of mechanical properties and the interfacial microstructures of friction stir welded aluminum alloy/stainless steel dissimilar lap joints, International Conference on PROCESSING & MANUFACTURING OF ADVANCED MATERIALS (THERMEC'2013) RIO HOTEL, Las Vegas, USA, December 2-6, 2013 [Invited talk].

Tomo Ogura, Yuta Komiyama, Hidehito Nishida, Mitsuo Fujimoto, Makoto Takahashi, Akio Hirose, Evaluation of Asymmetry in a Friction Stir Welded Aluminum Alloy/Stainless Steel Lap Joint, Materials Science & Technology 2014 Conference (MS&T14), ACerS et al., Pittsburgh, Pennsylvania, USA, Oct. 12-16, 2014.

T. Ogura, T. Nishida, M. Takahashi, H. Nishida, M. Fujimoto and A. Hirose, Interfacial reaction during dissimilar friction stir lap welding of aluminum alloy to stainless steel, The 14th International Conference on Aluminum Alloys (ICAA14), Trondheim, Norway, June 15-19, 2014.

6. 研究組織

(1) 研究代表者

小椋 智 (OGURA Tomo)  
大阪大学・大学院工学研究科・助教  
研究者番号: 90505984