

## 研究論文

## シンクロトロン光による摩擦攪拌点接合部の微細構造評価

柴田佳孝\*1、中西裕紀\*2、野本豊和\*3、杉本貴紀\*4、徳田宙瑛\*5、清水彰子\*6

Evaluation of Microstructure of Friction Stir Spot Welds  
by Synchrotron RadiationYoshitaka SHIBATA\*1, Yuuki NAKANISHI\*2, Toyokazu NOMOTO\*3,  
Takanori SUGIMOTO\*4, Hiroaki TOKUDA\*5 and Akiko SHIMIZU\*6

Research Support Department\*1~4, Industrial Research Center\*5\*6

アルミニウム(Al)合金の接合技術の一つとして摩擦攪拌点接合が注目され、既にいくつかの分野において実用化されている。しかしながら、摩擦攪拌点接合の接合メカニズムについては十分に把握されていない。本研究では摩擦攪拌点接合部における微細構造の評価を実施した。析出強化型の Al-Zn-Mg-Cu 系合金(A7075-T651)材同士を接合した試料断面について評価を実施し、母材(Al)の状態変化及び攪拌部近傍における析出物(MgZn<sub>2</sub>)の状態変化を調べた。

## 1. はじめに

環境負荷低減を目的とした輸送機器の燃費向上が求められている中、部材を軽量化するためアルミニウム(Al)合金の使用量が増加している。輸送機器の接合部には溶接が広く用いられているが、Al 合金の抵抗溶接では大容量の設備や作業環境などの課題も多く、施工関係者にとって大きな問題となっている。このような Al 合金の抵抗溶接時の問題を解決できる接合技術の一つとして摩擦攪拌点接合(Friction Stir Spot Welding;以下 FSSW)が注目されている<sup>1)</sup>。FSSW は比較的簡易な加工機で容易に接合が可能であるため、世界的に研究開発が盛んに行われ、多数の自動車部品等で実用化されつつある。

しかしながら、FSSW の接合メカニズムについては未だ十分な知見の蓄積がなされておらず、接合部の信頼性向上や高品質化に向けての課題となっている。そこで本研究では機械特性に影響を与える要因を探るため、FSSW 接合部における微細構造評価としてシンクロトロン光による X 線回折(XRD)の測定及び X 線吸収微細構造(XAFS)の測定を実施した。

## 2. 実験方法

## 2.1 分析試料

析出強化型 Al 合金である Al-Zn-Mg-Cu 系合金(A7075-T651)について評価した。

3 mm 厚の同種の合金材を重ね、FSSW によって接合した試料を作製した。接合ツールの形状は長さ 3 mm、

直径 5 mm のプローブを有するショルダ直径 10 mm の逆テーパ形で、材質は高速度工具鋼(SKH56)である。

ツール回転数 900~2400 min<sup>-1</sup>、挿入深さ 3.0~5.0 mm、所定の深さ挿入後の停留時間 3 s として、5 軸摩擦攪拌接合装置(東海テクノ製)を用いて試料を作製した。万能試験機(島津製作所製 AG-100KNIS)を用いてせん断試験(引張速度 5 mm min<sup>-1</sup>)を行い、接合部強度を評価したところ、ツール回転数 1320 min<sup>-1</sup>、ツール挿入深さ 4.5 mm の条件でせん断荷重が最も大きかった。そこで本条件で接合した試料を分析対象とした。

## 2.2 実験室系装置による分析

FSSW により接合した試料について、接合部中央を板幅方向に切断して断面観察用に研磨試料を作製し、ピッカース硬さ試験機(明石製作所製 MVK-G3)を用いて、上板と下板の接合前の界面位置に沿って断面硬さ試験(HV0.1)を行った。

マイクロ組織の評価として、上記研磨試料をエッチングし、金属顕微鏡(カールツァイスマイクロスコーピー製 Axio Observer D1m)により観察した。その後再研磨、アルゴンイオンミリング処理(日立ハイテクノロジーズ製 IM4000)を行ってから、断面硬さ試験と同じ位置について電子線後方散乱回折(SEM-EBSD)の測定(日立ハイテクノロジーズ製 SU-70+オックスフォード・インストルメンツ製 Nordlys-Max)を実施した。

## 2.3 シンクロトロン光による分析

A7075-T651 の母相である Al と、主たる析出物である MgZn<sub>2</sub> に注目して分析を行った。分析試料は実験室

\*1 共同研究支援部 シンクロトロン光活用推進室 \*2 共同研究支援部 シンクロトロン光活用推進室 (現計測分析室)  
\*3 共同研究支援部 シンクロトロン光活用推進室 (現あいちシンクロトロン光センター) \*4 共同研究支援部 計測分析室  
\*5 産業技術センター 金属材料室 (現総合技術支援・人材育成室) \*6 産業技術センター 金属材料室 (現共同研究支援部 計測分析室)

系装置による分析と同じ研磨試料を使用した。比較として未加工試料についても同様に試料調製を行い、分析を行った。

XRD 測定は、あいしシンクロトロン光センターの BL8S1 で実施した。使用した X 線のエネルギーはおよそ 14 keV(波長 0.0862 nm)、ビームサイズは 0.5×0.5 mm、検出器には PILATUS 100K を用いた。測定位置は硬さ試験を行った範囲の中から、ツールと接触していた面を 0.0 mm として、0.0, 0.5, 2.0, 3.5, 5.5 mm の 5 点を選択した。

XAFS 測定は、あいしシンクロトロン光センターの BL1N2 で Mg-K 吸収端について、ビームサイズ 2×1 mm、部分蛍光収量法で測定を実施した。測定位置は硬さ試験を行った範囲の中から 0.0, 5.0 mm の 2 点を選択した。

また、BL5S1 で Zn-K 吸収端の XAFS 測定を実施した。ビームサイズ 0.5×0.5 mm、部分蛍光収量法で測定を実施した。測定位置は硬さ試験を行った範囲の中から 1.0, 6.0 mm の 2 点を選択した。

### 3. 実験結果及び考察

#### 3.1 金属顕微鏡観察

金属顕微鏡観察結果を図 1 に示す。

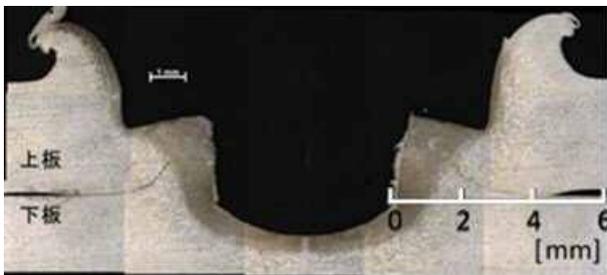


図 1 接合試料断面の金属顕微鏡観察結果

ツールと接触した面(0.0 mm)から約 1.0 mm までの FSSW によって攪拌されたと考えられる領域(攪拌部)が明確に確認できた。攪拌部ではそれ以外の領域とは異なる変化が起きていると考えられる。なお、図中の白線(0~6 mm)は、以降の各種測定における位置を示すものである。

#### 3.2 硬さ測定

断面硬さ試験を行った結果を図 2 に示す。

測定した全範囲において未加工試料の硬さを下回っていた。0~2 mm、5~6 mm の領域で相対的に硬さが大きく、下に凸の傾向が見られた。

析出強化型 Al 合金である A7075-T651 は熱処理により微細な MgZn<sub>2</sub> が析出し機械物性の強化に寄与してい

ることが知られている<sup>2)</sup>。全体的に硬さが大きく低下していることから、この析出物 MgZn<sub>2</sub> の状態が変化しているのではないかと考えられる。

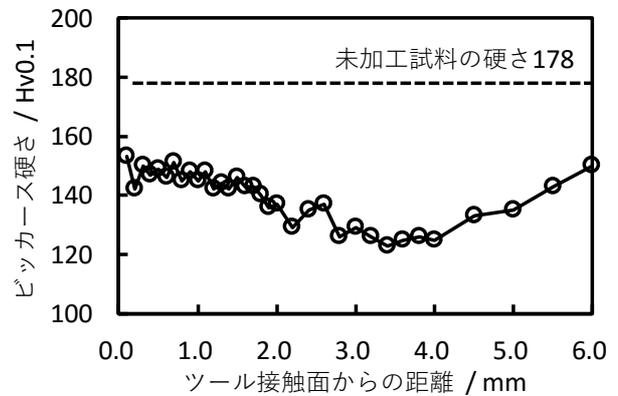


図 2 接合試料断面の硬さ試験結果

#### 3.3 SEM-EBSD 測定

ツールと接触していた面(0.0 mm)から 0.5 mm までの領域及び 3.0 mm から 3.5 mm までの領域についての SEM-EBSD 測定結果をそれぞれ図 3、4 に示す。なお、図 1 の金属顕微鏡写真において、横方向を X 方向、縦方向を Y 方向、紙面に垂直な方向を Z 方向とした。

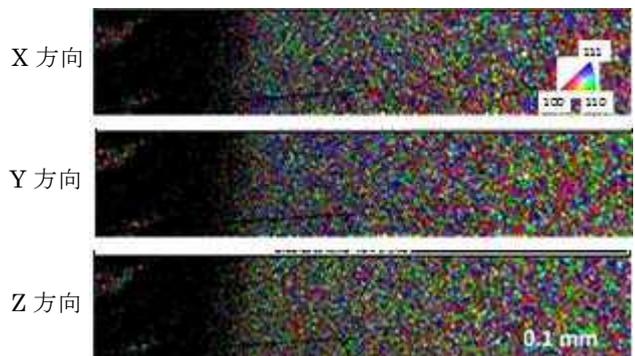


図 3 接合試料断面の SEM-EBSD 測定結果 (0.0~0.5 mm 領域:攪拌部)

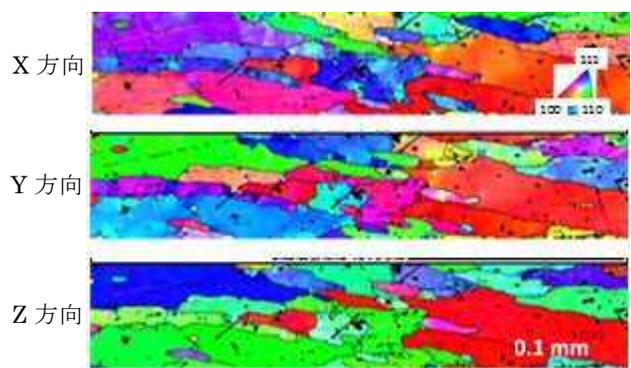


図 4 接合試料断面の SEM-EBSD 測定結果 (3.0~3.5 mm 領域)

図4と比べ図3の領域では結晶粒が微細化していることが確認できた。すなわち、図1において明確に確認された攪拌部では、結晶粒が微細化していたことが分かった。さらに図3の領域の中でもツールと接触していた面から0.2 mm程度までの領域では、さらに結晶粒が微細化していることが確認できた。

一方、全領域において結晶面の特定方向への配向は見られなかった。

### 3.4 シンクロトロン光によるXRD測定

得られた二次元回折パターンを図5に示す。

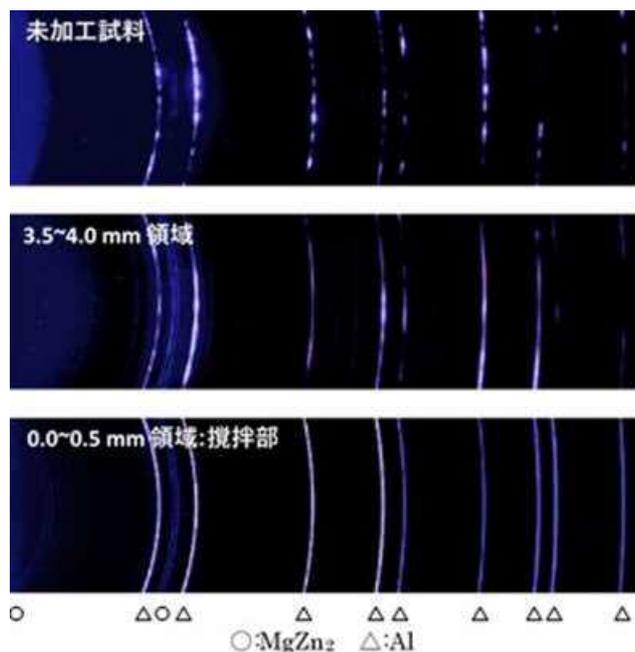


図5 試料断面の二次元回折パターン

得られた回折パターンから Al 由来の回折パターン及び強度は非常に小さいが MgZn<sub>2</sub> 由来の回折パターンを確認した。

未加工試料の回折パターンはスポットが連なったように観測された。3.5~4.0 mm 領域の回折パターンは濃淡のある曲線のように観測された。0.0~0.5 mm 領域(攪拌部)の回折パターンは濃淡のない均一な曲線として観測された。

図3、4から分かるように攪拌部から離れた領域では結晶粒が粗大であるのに対し、攪拌部は結晶粒が微細化され、方位がランダムであった。このため攪拌部ではデバイ・シェラー環のようなパターンとなったと考えられる。

Al 由来の回折パターン及び MgZn<sub>2</sub> 由来の回折パターンから Halder-Wagner 法によって結晶子サイズを算出した結果を図6、7に示す。

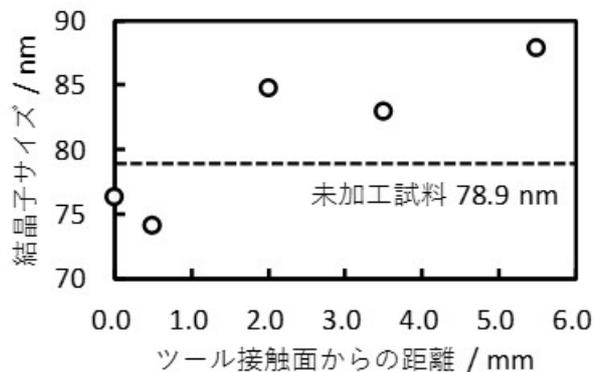


図6 回折パターンから算出した Al 結晶子サイズ

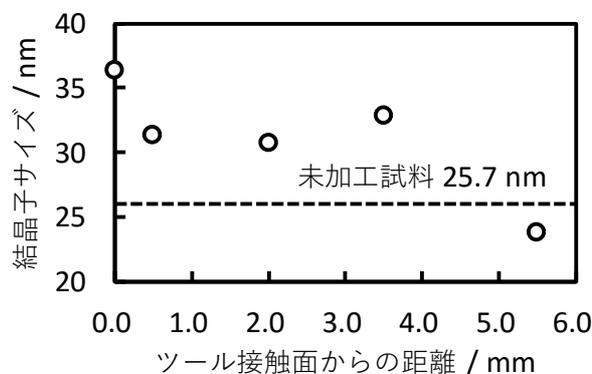


図7 回折パターンから算出した MgZn<sub>2</sub> 結晶子サイズ

Al 由来の回折パターンではツール接触面から0.5 mmまでの領域で結晶子サイズが未加工試料に比べ小さくなったことを確認した。この結果は SEM-EBSD 測定で見られた結晶粒の微細化傾向と同様であり、結晶子サイズについても攪拌部において微細化していたことがわかった。結晶粒の微細化が物性を向上させるホールペッチの関係式に従い、攪拌部近傍で硬さが向上していたものと考えられる。

一方でツール接触面から2.0 mm以上離れた領域では未加工試料よりも結晶子サイズが大きくなっていった。この領域は攪拌部から離れた領域であるため、FSSW を行った際の熱によって粗大化されたのではないかと考えられる。

MgZn<sub>2</sub> 由来の回折パターンではツール接触面から3.5 mmまでの領域で未加工試料に比べ結晶子サイズが大きくなったことを確認した。一方でツール接触面から5.5 mmの領域では MgZn<sub>2</sub> の結晶子サイズは粗大化していなかった。

MgZn<sub>2</sub> は Al の中でわずかな割合でしか存在しておらず、ツール接触面に近いほど FSSW の熱の影響が大き

いこと、ツール接触面に近いほど FSSW の攪拌による  $MgZn_2$  同士の会合が起きやすいことから、ツール接触面に近いほど  $MgZn_2$  の粗大化が起りやすいため、離れた領域では粗大化していなかったのではないかと考えられる。

### 3.5 シンクロトン光による XAFS 測定

Zn-K 吸収端の X 線吸収端近傍構造(X-ray Absorption Near Edge Structure: XANES)スペクトルを図 8 に、Mg-K 吸収端の XANES スペクトルを図 9 に示す。

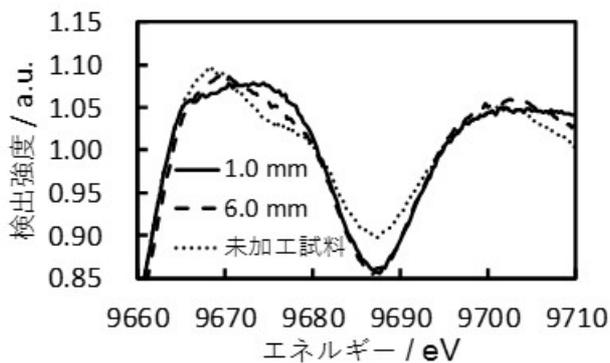


図 8 試料断面の Zn-K 吸収端 XANES スペクトル

図 8 では未加工試料に比べ FSSW により接合した試料は  $MgZn_2$  に由来するピーク(9666 eV)<sup>3)</sup>の強度が低下し、Al-Zn-Mg 化合物に由来するピーク(9673 eV)<sup>3)</sup>の強度が増加したことを確認した。接合した試料の中ではツール接触面に近い 1.0 mm の領域のほうが大きな変化を示した。このスペクトルの変化は析出していた  $MgZn_2$  の一部が Al に固溶したことを表していると考えられる。

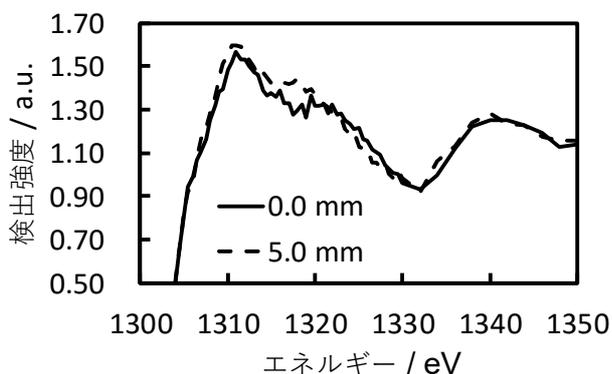


図 9 試料断面の Mg-K 吸収端 XANES スペクトル

図 9 ではツール接触面に最も近接した領域と 5.0 mm 離れた領域のスペクトルについて 1320 eV 付近で差異が見られた。Mg-K 吸収端の XANES スペクトルの先行文献が見つからなかったため定かではないが、Zn 同様に  $MgZn_2$  の一部が Al に固溶したことを表しているのではないかと考えられる。

## 4. 結び

本研究の結果をまとめると以下のとおりである。

- (1) A7075-T651 材同士を FSSW によって接合した試料断面の硬さは未加工試料よりも全体的に低下していることが分かった。
- (2) 攪拌部近傍では結晶粒が微細化し、Al 結晶子サイズも微細化していることが分かった。これが相対的な硬さの向上に寄与しているものと考えられる。
- (3) ツール接触面から 2.0 mm 以上離れた領域での Al 結晶子サイズの粗大化及びツール接触面から 3.5 mm までの領域で  $MgZn_2$  の結晶子サイズが粗大化していることが分かった。FSSW を行った際の熱による影響ではないかと考えられ、これらが硬さ低下に寄与していると考えられる。
- (4)  $MgZn_2$  の化学状態は未加工試料と FSSW による接合試料の部位によって違いがあることが分かった。攪拌部に近づくにつれ  $MgZn_2$  が Al に固溶しているのではないかと考えられ、これも硬さ低下に寄与しているものと考えられる。

## 謝辞

本研究を遂行するにあたり、XRD 測定、XAFS 測定でサポート頂いたあいちシンクロトン光センターの山本様、酒井様、杉山様、村瀬様、廣友様、高濱様に厚くお礼申し上げます。

## 文献

- 1) 社団法人溶接学会：摩擦攪拌接合 FSW のすべて、222(2006)、産報出版
- 2) 矢島悦次郎、市川理衛、古沢浩一、宮崎亨、小坂井孝生、西野洋一：若い技術者のための機械・金属材料 第 2 版、P281(2002)、丸善出版株式会社
- 3) 有賀康博、榎井浩一、西誠治：日本金属学会誌、73(8)、630(2009)