

摩擦攪拌接合した半溶融成形アルミニウム合金継手の引張特性

金属材料科 岩澤 秀 鈴木洋光 大竹正寿*
株式会社浅沼技研 上久保佳則 高橋正詞 杉浦泰夫

Tensile properties of thixocast aluminum alloy joints fabricated by friction stir welding

IWASAWA Shigeru, SUZUKI Hiromitsu, OTAKE Masatoshi, KAMIKUBO Yoshinori,
TAKAHASHI Masashi and SUGIURA Yasuo

This study focused on investigating the effects of friction stir welding (FSW) conditions and Pre- and Post-T5 heat treatments on the tensile properties of thixocast Al-7% Si-0.5% Mg-1% Cu alloy joints fabricated using FSW. The tensile strength and elongation of an as-FSWed joint were 272 MPa and 8%, respectively. Pre-T5 slightly increased the tensile properties, but the effect of welding speed was small. Post-T5 resulted in a noticeable improvement in tensile strength of as-FSWed joints, especially at high welding speed. The tensile strength and elongation reached 295 MPa and 6% respectively for the Post-T5 FSWed joint to which $185^{\circ}\text{C} \times 2.5\text{h}$ was applied with more than 5.0 mm/s of welding speed. These tensile properties of FSWed joints depend mainly on the HAZ characteristics. Therefore, in order to enhance the mechanical properties of FSWed joints, suppressing softening of the HAZ by controlling the coarsening of precipitates through reducing heat input from FSW process and increasing the hardness of the HAZ by Post-T5 were considered to be of great importance.

keywords : Friction stir welding, Semi-solid process, Aluminum alloy casting, T5 treatment, Tensile properties

半溶融成形法で製造したAl-7%Si-0.5%Mg-1%Cu合金を用いた摩擦攪拌接合(FSW)継手の引張特性に及ぼす接合条件及びT5処理(接合前の熱処理:Pre-T5及び接合後の熱処理:Post-T5)の影響を調べた。熱処理を行わない継手(F材)の引張強さ及び伸びは、それぞれ272MPa及び8%であり、Pre-T5は引張特性をわずかに増加させたが、接合速度の影響は小さかった。Post-T5は、FSW継手の引張特性を大きく向上させ、特に速い接合速度で顕著であった。接合速度5.0mm/s以上、 $185^{\circ}\text{C} \times 2.5\text{h}$ のPost-T5を施したFSW継手の引張強さ及び伸びは、それぞれ295MPa並びに6%に達した。また、FSW継手の引張特性は、摩擦熱の影響により軟化する熱影響部(HAZ)の性状に大きく依存することが明らかになった。従って、FSW継手の機械的性質を向上させるためには、HAZの軟化を抑えるためFSWプロセスから導入される入熱を小さくし析出相の粗大化を抑止すること、及びPost-T5によりHAZの硬さを増加させることが重要であると結論づけた。

キーワード：摩擦攪拌接合、半溶融成形法、アルミニウム鋳造合金、T5熱処理、引張特性

1 はじめに

溶融接合とは異なり、固相状態で接合する摩擦攪拌接合(FSW: Friction Stir Welding)は、ダイカスト及び鋳造材に有効な接合技術として、

最近多く研究されている^{1,2)}。著者らは、高強度・高延性継手の製造を目的として、Al-7%Si-0.5% Mg-1%Cu合金(%)はmass%を示す)半溶融成形材を用いたFSW継手を作製し、組織及び引張特性

* 現工業技術研究所 食品科

を調べた³⁾。その結果、鋳造のまま(F)材及びT6処理を施した継手の引張強さと伸びは、それぞれ246MPa、5.2%並びに253MPa、5.3%となり、既存の普通鋳造材やダイカスト材の継手に比べて高い継手強度が得られた。

一般に継手の破断は硬さの最も低い領域で生じるため、FSWでは熱影響部(HAZ:Heat Affected Zone)で破壊することが多い^{3,4)}。HAZは、時効析出型のアルミニウム合金では、接合中の入熱により、溶質元素の再固溶よりも析出相の粗大化により、過時効状態となって硬さが大きく低下することが知られる^{4,5)}。このことは、継手のHAZの硬さの軟化を抑制、または接合後の硬さを向上させることで、継手強度の向上が期待できることを示している。

本研究では、継手の高強度化を目的として、継手の引張特性に及ぼす(1)接合条件及び(2)T5処理の影響について調べた。(1)では、接合速度を速めてHAZへの入熱を低くし、析出物の粗大化を抑制させる、(2)では、T5処理によりHAZの硬さを向上させることを意図した。

2 方法

2.1 供試材及び摩擦攪拌接合(FSW)

FSWの供試材には、Al-7%Si-0.5%Mg-1%Cu合金板材(長さ120mm×幅50mm×厚さ5mm)の半溶融成形したまま材(以下、F材)及びT5材を用いた。最適なT5条件を検討するため時効硬化曲線を作成し、母材硬さの異なるT5条件として、T5A:185°C×4.5時間(硬さ100HRB)、T5B:185°C×2.5時間(硬さ90HRB)及びT5C:160°C×2.5時間(硬さ78HRB)を決定した。なお、T5材について、接合前にT5処理した試料をPre-T5、F材を接合した後T5処理した試料をPost-T5とし、T5条件の種類を表す場合、T5の後にA、B、Cを追記した。図1にT5処理条件及び試料の概略を示す。引張特性に及ぼす接合条件の影響を調べるために、接合ツールの回転速度 ω を1400及び2000rpm、接合速度vを2.5、5.0及び7.5mm/sに変化させた試料を用意した。なお接合方法及びツール形状は既報と同様とした³⁾。

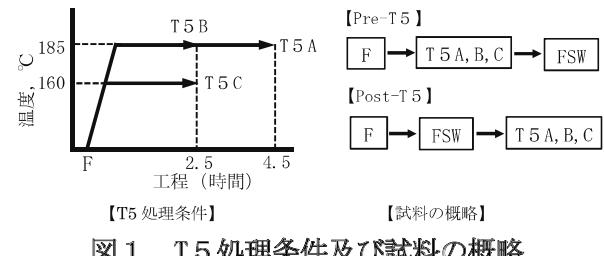


図1 T5処理条件及び試料の概略

2.2 組織及び機械的性質の評価

接合後の継手の外観観察に加えて、接合方向と垂直断面のマクロ組織観察では改良タッカーハイ液(塩酸10%:硝酸10%:フッ酸5%:蒸留水75%)、ミクロ組織観察は、鏡面研磨後、0.5%HF水溶液を用いて組織を現出させ、光学顕微鏡DMi 8 C(ライカナインクロシステムズ(株)製)及び走査型電子顕微鏡SU3900(株)日立ハイテク製)を用いて撮影した。金属間化合物相の分布はエネルギー分散型X線分析装置Aztec Live(オクスフォード・インスツルメンタル(株)製)を用いて調べた。継手の硬さ分布はマイクロビックカース硬度計HMV-G20ST(株)島津製作所製)を用いて、接合断面の板厚中央部の硬さを測定した。引張試験は、接合部が引張方向と垂直になるように切出したダンベル形状の引張試験片を用いた。引張試験片の主要寸法は、平行部長さ40mm、平行部幅6mm、厚さ4.5mm、肩部半径10mmとし、接合材両面を0.25mmずつ機械加工し、試験片表面を#400耐水ペーパーで研磨した。引張試験は、オートグラフAG-25TA(株)島津製作所製)を用いて、室温、引張速度0.017mm/sの条件で行った。

3 結果および考察

3.1 外観及び組織

接合プロファイルの外観写真を図2に示す。ASはツール回転方向と接合方向が同じで、RSはその逆を示している。 ω が1400rpmでは、vが2.5~7.5mm/sの範囲で接合不良は認められず、健全に接合することができた(図2(a)、(b)及び(c))。

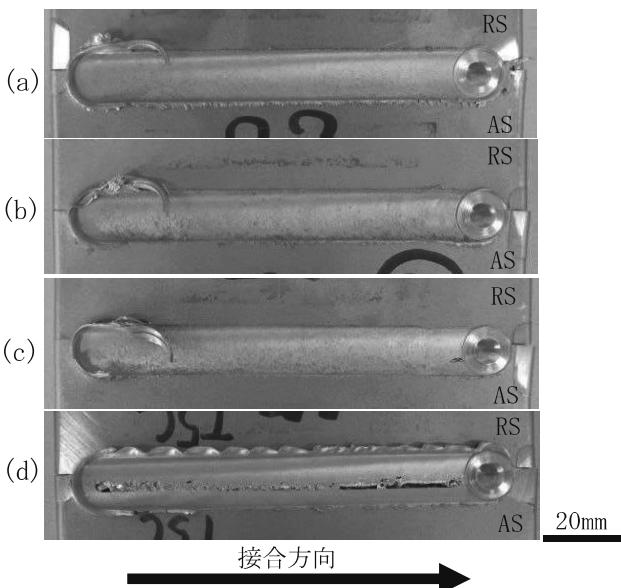


図2 接合プロファイルの外観写真

(a) $v: 2.5\text{mm/s}$, $\omega: 1400\text{rpm}$, (b) $v: 5.0\text{mm/s}$, $\omega: 1400\text{rpm}$
(c) $v: 7.5\text{mm/s}$, $\omega: 1400\text{rpm}$, (d) $v: 7.5\text{mm/s}$, $\omega: 2000\text{rpm}$

一方、 $\omega=2000\text{rpm}$ では、バリが大きく発生し、接合面に沿って未接合領域が生じた（図2 (d)）。これは、ツール回転速度が速すぎると、ツールのショルダー部と供試材の接触面で発生する入熱が過剰となることにより、供試材が著しく軟化し、塑性流動が容易になったためと考えられる⁶⁾。未接合領域は、空洞となっており、バリに消費された材料が接合中補填されなかつたためと考えている。したがって、以後の試験では、 v を1400rpmとした。

図3には、供試材（F材）のミクロ組織を示す。半溶融成形材特有の粒状 α -Al相とそれらを取り囲む共晶領域（ α -Al+Si相）から構成される。共晶領域では、共晶Si相が微細な珊瑚状として晶出している（図3右BSE：反射電子像）。

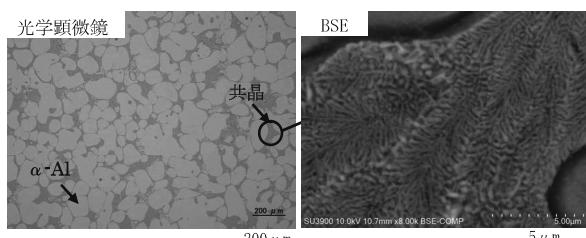


図3 供試材（F材）のミクロ組織

接合方向に垂直な接合断面のマクロ組織を図4に示す。いずれも摩擦攪拌接合特有のオニオンリング状の攪拌領域が見られ、図中の簡略図のように母材組織（BM: Base Metal）（図3参照）とは大きく異なる強攪拌を受けた攪拌部（SZ: Stir Zone）、その外側で塑性変形の痕跡を残す熱加工影響部（TMAZ: Thermo-Mechanically Affected Zone）及び熱影響部（HAZ）の3つの領域に区分けできた^{5,7)}。ASとRSでは、接合部中心に対して非対称で、RSは、TMAZ領域が広く、SZとの境界が不明瞭であった。これは、RSに比べてASでは、攪拌による入熱及び剪断力が大きいために材料の塑性流動が容易になったためと思われる^{7,8)}。また、接合速度が速くなると、攪拌領域（SZ+TMAZ）が幾分狭くなり、SZのRSに不均一組織が見られた⁸⁾。これは、接合速度が速いほど、攪拌領域の攪拌時間が短くなることで、十分な攪拌作用が得られなかつたためと思われる。

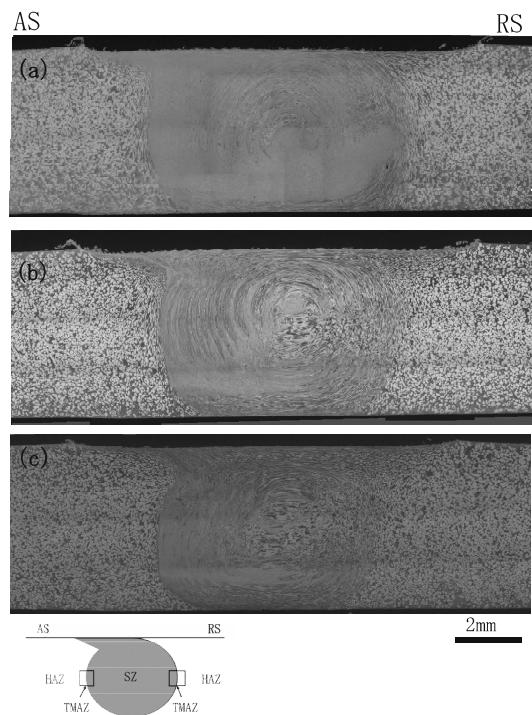


図4 接合断面のマクロ組織
(a) $v: 2.5\text{mm/s}$, (b) $v: 5.0\text{mm/s}$, (c) $v: 7.5\text{mm/s}$

本系合金では、共晶Si相に加えて Mg_2Si 、 Al_2Cu （θ）、 $Al_5Cu_2Mg_8Si_6$ （Q）、 Al -Fe系化合物相（ β -Fe、 π -Fe）が晶出する⁹⁾。θ相及びQ相は、時効析出により母相の強度を向上させるため、本系合

金の強度特性の向上に大きな役割を示す。一方、Al-Fe系化合物相は、T6処理において容易に固溶されず、粗大な化合物相として晶出した場合、合金の伸びを低下させる。したがって、共晶Si相及び金属間化合物相の接合中の形態変化は、継手強度に大きく影響するものと考えられる。組織構成相の形状変化に及ぼす接合速度の影響を調べるために、各部における共晶化合物の形状を比較した。図5にSZの共晶Si相の形状変化を示す。接合時の搅拌作用は、珊瑚状(図3)の共晶Si相を分断し、粒状化させた。 $v=2.5\text{mm/s}$ では、分断・粒状化したSi相は、個々に独立しているのに対して、接合速度が速くなるにつれて微細なSi相が凝集しているように見える。これは、接合速度が速いと、珊瑚状の共晶Si相が完全に分断されず、微細な珊瑚状の痕跡が残存し、接合速度が遅く、搅拌時間が長くなると、共晶Si相の分断が進み、分断した共晶Si相同士の合体及び粒状化が進むためと思われる。

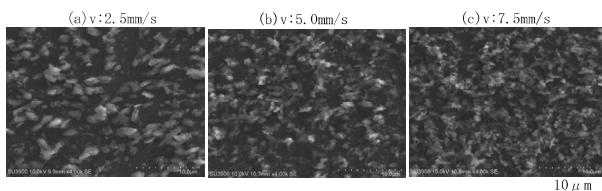


図5 SZの共晶Si相

図6に $v=5.0\text{mm/s}$ で接合したF材の各部の溶質元素の分布を示した。BMでは、共晶領域にCu、Mg及びFeの濃縮が確認され、これらの元素を含む金属間化合物が晶出している。TMAZでは、それらの濃縮が小さく、SZでは、微細なMgの濃縮がみられるものの、Cu及びFeの濃縮はほとんど観察されなかった。このことは、搅拌作用により、金属間化合物相が分断・微細化し、加えて入熱による材料温度の向上により、Cu及びMgの一部が母相内に固溶したためと考えられる。

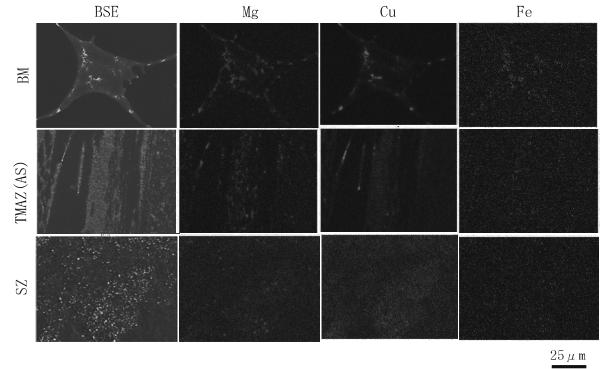


図6 溶質元素の分布

3.2 硬さ分布及び引張特性

図7に接合断面の硬さ分布に及ぼす接合速度の影響を示す。硬さは接合部断面の板厚中央部の接合中心（位置0）からAS及びRS方向に10mmまで測定した。接合中心から約22mm離れたところを母材硬さとした（後述の図8）。いずれの接合速度とも、SZで最も硬さが高く、TMAZからHAZへの移行領域（AS、RSとも5mm付近）で軟化し、それより外側で硬さの回復が見られた。

摩擦搅拌接合では、ツールの回転及び移動により摩擦熱による入熱が発生し、材料温度が急激に上昇し、SZ中央部で最高温度に達する。したがってSZから母材にかけての温度勾配が生じる。この温度勾配により継手各部で時効析出相の再固溶、粗大化が生じ、異なる硬さが生じる要因となる。SZでは、入熱により時効析出相の再溶解及びその後の時効現象による硬さの増大、HAZでは、再溶解するだけの温度に達せず、析出相の粗大化、つまり過時効状態による硬さの低下が生じたと言える。

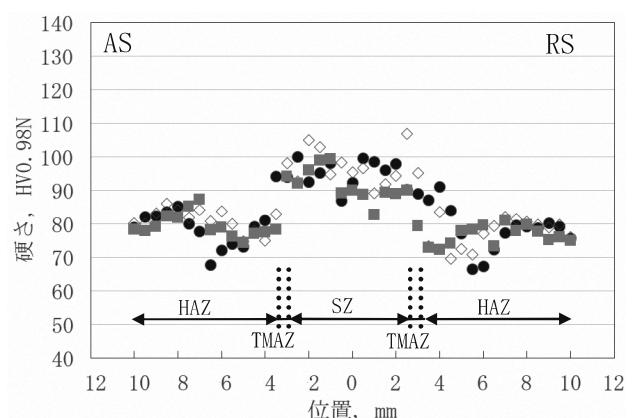


図7 硬さ分布（接合速度の影響）

● 2.5mm/s, ◇ 5.0mm/s, ■ 7.5mm/s.

HAZの硬さは、RSに比べてASの方が高い傾向にあった。HAZの最軟化部の硬さ値は、接合速度が速いほうが高く、また、SZを挟むAS-RS間の最軟化点の距離は短かった。接合中の最高温度は、接合速度が速いほうがツールの滞留時間が短くなるため、低くなり、HAZの温度上昇が、遅い接合速度よりも低くなり、その結果析出相の粗大化がある程度抑制されるため、HAZの硬さ値が高くなり、また、AS及びRSにおける最軟化点の距離が短くなった要因と考えられる⁴⁾。

図8には、接合断面の硬さ分布に及ぼすPost-T5の影響を示す。F材の15~20mm付近では、接合中に発生した摩擦熱による铸造ひずみの緩和及び時効析出初期段階における前駆構造相の溶解と思われる軟化が見られ、HAZで最も低い硬さを示した。Post-T5処理は、F材のHAZ (AS及びRS : 15~20mm付近) の硬さを増加させ、最軟化点の位置もTMAZの直外 (AS、RS : 5 mm付近) に移動させた。ピーク硬さに近い強度が得られるPost-T5処理をした方が、SZ及びHAZの硬さの増加が見られ、TMAZ直外のHAZの硬さも高い傾向にあった。

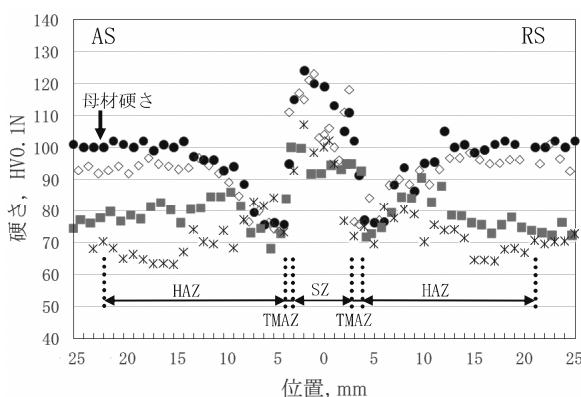


図8 硬さ分布 (Post-T5の影響)
*F、● Post-T5A、◇ Post-T5B、■ Post-T5C。

このPost-T5処理による硬さ分布の変化は、次のように説明できる。F材の最軟化領域 (AS、RSとも15~20mm付近) では、接合中の入熱が小さいため、時効析出がそれほど進展せず、時効硬化に寄与する溶質元素がほぼF材の母材部と同様の過飽和固溶状態であると考えられる。そのためPost-T5後、この領域の硬さは、母材と同程度の時効析出硬化を示したと考えられる。一方、

TMAZ直外のHAZでは、接合により時効析出が進み溶質元素の過飽和度が小さくなつたため、その後熱処理を行っても小さな時効析出硬化しか示さなかつたと思われる。さらに、TMAZ直外のHAZにおいて、Post-T5Aの硬さが最も高いのは、ピーク硬さに近いPost-T5の方が、高い時効析出硬化を示したものと考えられる。

接合速度及びPost-T5を変化させることで、接合部の硬さ分布をコントロールできることが明らかになった。今回行った条件の中では、接合速度が速く、母材硬さが高くなるT5処理を施したPost-T5A材が最も高い硬さのHAZを得ることができた。

図9に引張特性に及ぼすPre-T5及び接合速度の影響を示す。接合前にT5処理しても引張強さは幾分向上し、伸びは僅かに低下しただけだった。また、Pre-T5処理条件や接合速度の大きな影響は見られなかった。図10に引張特性に及ぼすPost-T5及び接合速度の影響を示す。接合後にT5処理することで、引張強さは増加し、一方、伸びは低下した。また、速い接合速度の方が、引張強さに及ぼすPost-T5処理の効果が顕著だった。この中で、接合速度5.0mm/s以上で接合したPost-T5B材の引張強さは約290MPa、伸びは約6%となり、引張強さと伸びのバランスの良い結果が得られた。

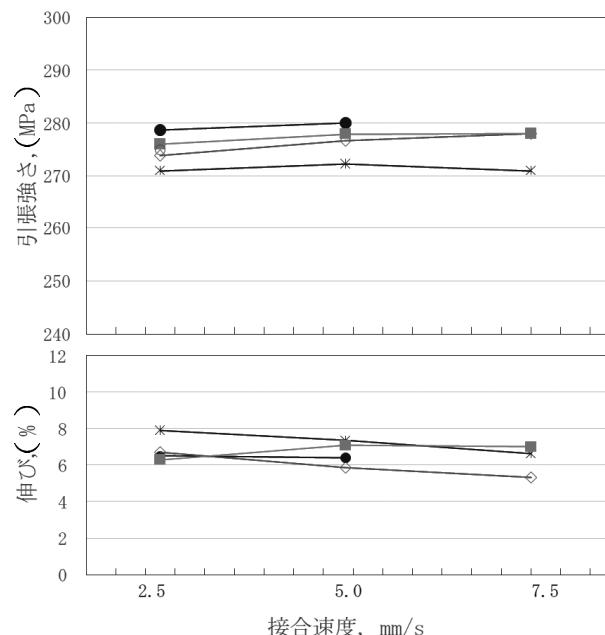


図9 引張試験結果 (Pre-T5処理の影響)
*F、● Pre-T5A、◇ Pre-T5B、■ Pre-T5C。

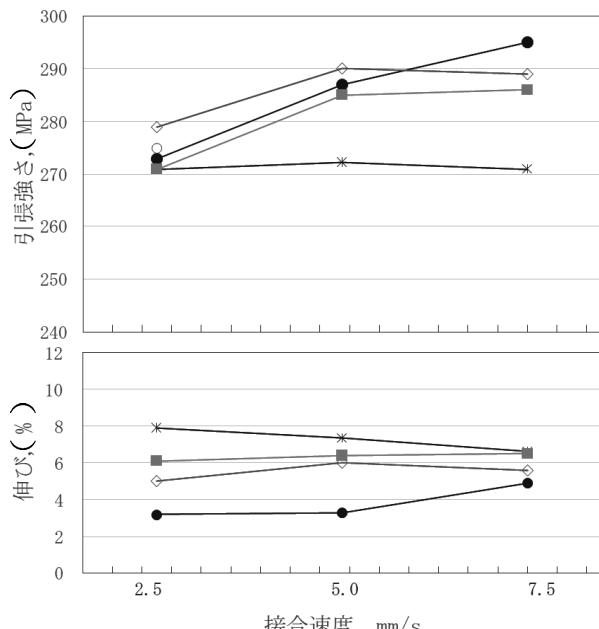


図10 引張試験結果 (Post-T5処理の影響)
*F、● Post-T5A、◇ Post-T5B、■ post-T5C。

引張破断は、F材では、接合中心から15mm程度離れたHAZ、Pre-T5及びPost-T5材はTMAZ直外のHAZで破断した。ASかRSの優位性は無かった。硬さ分布（図7及び8）と対応させると、破断は硬さの最軟化領域にほぼ対応していた。図11に典型的な光学顕微鏡による亀裂伝播プロファイルと破断面のSEM写真を示す。試料は、 $v:5.0\text{ mm/s}$ 、 $\omega:1400\text{ rpm}$ で接合したPost-T5B材である。亀裂は、ほぼ、接合面に対応する試験片上部で発生した。ここはツールのショルダのエッジ部分に対応しているため最も入熱が大きく、軟化が進んだ領域と考えられる⁷⁾。亀裂は主に α -Al相と共にSi相の界面近傍（図11a、b）をSZに向かって約45°の方向で進展した。その後亀裂は試験片下部に向かって進展し、そこではTMAZの伸長した α -Alに沿って、分断・微細化した共晶Si相の界面近傍を進展していた。

以上の結果から、摩擦攪拌接合した継手の強度向上には、破壊の亀裂及び伝播経路になる軟化領域の組織制御が必須であると考えられた。本研究では、接合速度及びPost-T5の影響を検討することで接合中の材料への入熱を抑え、HAZの時効析出相の粗大化をある程度抑制できた。さらに、Post-T5により HAZの時効析出を促進させること

で、継手強度の向上を達成することができた。

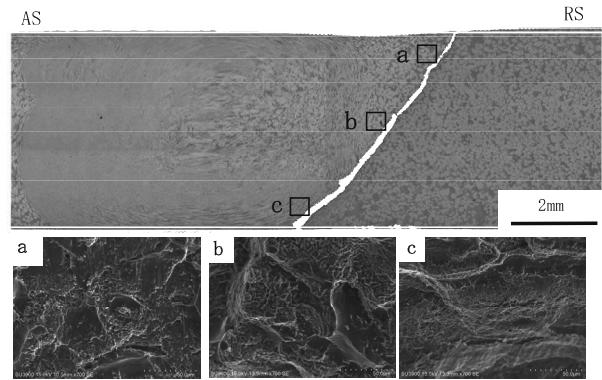


図11 亀裂伝播プロファイル(上)と
破断面のSEM写真(下)

4.まとめ

半溶融成形したAl-7%Si-0.5%Mg-1.0%Cu合金を用いて摩擦攪拌接合した継手の組織、硬さ分布及び引張特性に及ぼす接合条件及びT5熱処理の影響を調べた。

- ツール回転速度1400rpm、接合速度7.5mm/s以下では健全な摩擦攪拌接合継手を作製できたが、回転速度2000rpmでは未接合領域が発生した。
- 接合前の熱処理(Pre-T5)は、F材の引張特性を僅かに向上させただけだった。F材とPre-T5材の引張特性は接合速度にほとんど影響されなかった。
- 接合後の熱処理(Post-T5)は、F材の引張特性を向上させ、接合速度の速い方が顕著だった。接合速度が速い条件の方が、溶質元素が過飽和固溶体として残存するため、Post-T5でHAZの時効析出硬化が進んだためと考えられる。
- 強度と伸びのバランスの良い引張特性は、接合速度5.0mm/s以上で接合し、その後185°C×2.5時間のT5を施したPost-T5B材で得られた。
- 摩擦攪拌接合した継手の強度特性は、HAZの性状をどう制御するかが重要であり、入熱による析出相の粗大化による軟化抑制及び接合後の硬さを回復させる熱処理技術の最適化が必要である。

参考文献

- 1) Hidetoshi Fujii et al. : Estimation of Materials Flow in Stir Zone during Friction Stir Welding by Distribution Measurement of Si Particles. *Mater.Trans.*, 47 (1), 224-232 (2006).
- 2) 篠田剛：摩擦攪拌接合（FSW）技術と製品への適用事例. 軽金属, 64 (5), 196-202 (2014).
- 3) 岩澤秀他：摩擦攪拌接合を適用した半溶融成形アルミニウム合金継手の組織と機械的性質. 静岡県工業技術研究所研究報告, 第15号, 4-9 (2022).
- 4) 田中直他：Al-Cu-Mg-Si系合金の摩擦攪拌接合の継手強度に及ぼす接合速度の影響. 軽金属, 55 (10), 479-482 (2005).
- 5) 佐藤裕：摩擦攪拌（FSW）プロセス. までりあ, 42 (2), 214-220 (2003).
- 6) 鈴木理一他：アルミニウム合金の摩擦攪拌接合における予熱の効果について. 溶接学会論文集, 24 (3), 281-286 (2006).
- 7) Z.Y.Ma et al. : Recent Advances in Friction Stir Welding/Processing of Aluminum Alloys:Microstructural Evolution and Mechanical Properties. *Critical Reviews in Solid State and Materials Science*, Vol. 0 (0), (2017).
- 8) 柴柳敏哉：摩擦攪拌接合の材料組織学的描像. 軽金属, 57 (9), 416-423 (2007).
- 9) 岩澤秀他：半溶融成形したAl-7%Si-0.5%Mg合金の機械的性質に及ぼすCu量の影響. 静岡県工業技術研究所研究報告, 第15号, 10-15 (2022).