

# 高強度 Mg 合金の摩擦攪拌接合特性

## Friction Stir Weldability of High Strength Mg Alloy

山本尚嗣\*・廖 金孫\*・中田一博\*\*

Naotsugu YAMAMOTO, Jinsun LIAO and Kazuhiro NAKATA

**Key Words:** Friction Stir Welding, High Strength Mg Alloy, Mechanical Properties, Texture, Fine Grain.

### 1. はじめに

1991年に英国の溶接研究所において開発された摩擦攪拌接合 (Friction Stir Welding: 以下 FSW) は、近年新しい接合法として注目を集め、航空宇宙産業、自動車、船舶、車両など多くの分野においてその実用化に向けての基礎研究および応用研究が活発に行われており、アルミニウム合金 (以下 Al 合金) においてはすでに実用化されている。マグネシウム合金 (以下 Mg 合金) に関しても研究がなされており、AZ31Mg 合金継手<sup>1,2)</sup>、AZ61Mg 合金継手<sup>3,4)</sup>、AZ91Mg 合金継手<sup>5,6)</sup>、難燃性 Mg 合金<sup>7)</sup> および耐熱 Mg 合金継手<sup>8)</sup> に関する報告があり、継手強度は母材引張強度の約 80 ~ 100% と報告されている。しかしながら、既存の Mg 合金は、Al 合金に比べて静的強度が低いなど優位性が低いため、その応用範囲が制約されていた。そこで、近年 Mg 合金を高強靱性化するために、ECAP (Equal-Channel Angular Pressing)<sup>9,10)</sup> や RCP (Roll Compaction Process)<sup>11)</sup> 等の強加工法による結晶粒の微細化が検討され、高強度 Al 合金を超える強度を有する微細結晶粒を持つ Mg 合金が開発されている。しかしこれらの合金の溶接・接合性に関する報告は極めて少ない。

そこで著者らは、これまでに強加工法の一つである RCP 法によって得られた高強度 Mg 合金の同種材および Al 合金との異材の接合に FSW を適用し、得られた継手の組織と機械的性質に及ぼす接合条件の影響を検討すると共に、継手強度の支配因子についても検討してきた。ここでは得られた結果の概要を紹介する。

### 2. 高強度 Mg 合金の突合せ接合特性

#### 2.1 接合継手の作製および評価法

供試材料は、RCP 法によって得られた高強度 Al-Zn 系 Mg 合金 AZ31 (以下 RCPAZ31) と高強度 Mg-Zn-Al-Ca-La 系 Mg 合金 (以下 RCPZAXE) および市販の押出し Al-Zn

**Table 1** Chemical compositions of magnesium alloys used

Alloy	Chemical compositions (mass%)										T.S. (MPa)	El. (%)
	Si	Mn	Cu	Zn	Al	Fe	Ca	La	Ni	Mg		
AZ31	0.01	0.41	0.01	1.17	3.00	0.003	0.01	—	0.002	Bal.	236	17.2
RCPAZ31	<0.01	0.35	0.01	0.99	2.96	0.007	0.001	—	—	Bal.	322	12.7
RCPZAXE	—	0.011	0.001	0.96	6.81	0.008	1.0	2.96	0.003	Bal.	367	10.0

**Table 2** Dimensions of tool

Diameter of shoulder (mm)	15
Diameter of probe (mm)	5
Length of probe (mm)	3.9
Material of tool	SKD61

**Table 3** FSW conditions

Tool rotating speed (rpm)	750-1500
Welding speed (mm/min)	250-750
Down force (kN)	7.35-9.8
Angle of tool (°)	3

系 Mg 合金 (以下 AZ31) であり、共に厚さ 4 mm の板材である。化学成分および機械的性質を Table 1 に示す。接合方向は、供試材の押出方向と平行とし、I 型突合せ接合を行った。回転ツール (ネジ有) は、Table 2 に示す寸法形状の熱間工具鋼 (SKD61) 製のものを使用した。接合は、プローブを素材の接合開始位置に挿入し、ショルダが素材に接してから 2 秒間の予熱後 Table 3 に示す接合条件範囲で行った。接合後、継手のミクロ組織観察、硬さ試験、引張試験等を室温で行った。

#### 2.2 接合部の特性

良好な接合継手の外観を Fig. 1 に示しているが、いずれ

\* 株式会社栗本鐵工所 (〒 559-0021 大阪府大阪市住之江区柴谷 2-8-45)

KURIMOTO, LTD. (2-8-45 Shibatani, Suminoe, Osaka, Osaka, 559-0021 Japan)

\*\* 大阪大学接合科学研究所 (〒 567-0047 大阪府茨木市美穂ヶ丘 11-1)

Joining and Welding Research Institute, Osaka University (11-1 Mihogaoka, Ibaraki, Osaka, 567-0047 Japan)

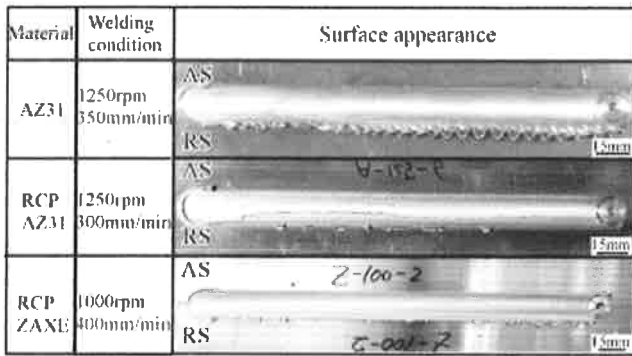


Fig. 1 General appearances of friction stir welds

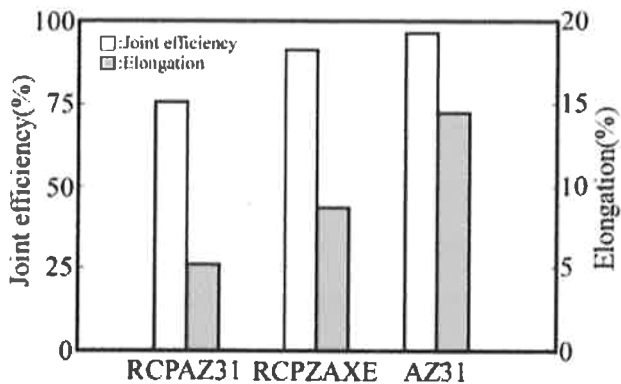


Fig. 2 Transverse tensile properties of the FSW joints

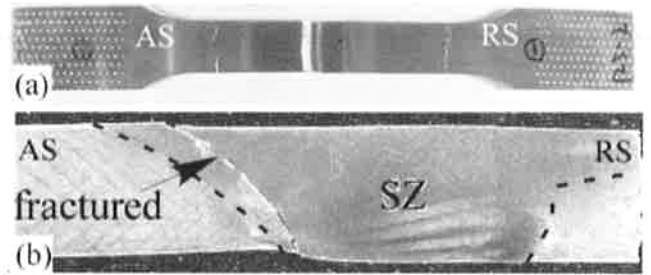


Fig. 3 General and cross-section of tensile test specimen after tensile test

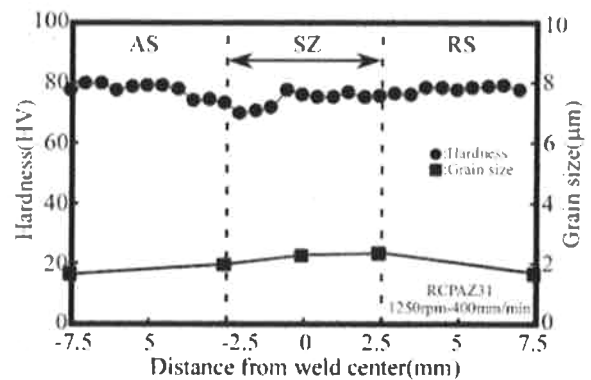


Fig. 4 Hardness and grain size distributions of FSW joint

の材料においても適正条件の場合には、FSW の特徴であるショルダ径とほぼ一致した円弧状の模様が接合開始点から終端部まで連続的に観察され、接合部表面が滑らかな欠陥のない良好な継手を得られた。適正条件より接合速度が速い場合には、欠陥が観察され、継手の表面には、大きな凸凹が観察された。これは、入熱が小さく塑性流動が十分に起こらなかったために発生したと考えられる。欠陥発生への接合条件の影響については、既報<sup>12,13)</sup>で詳細に示している。

Fig. 2 に各材料の継手における最も高い継手効率およびその際の伸びを示す。RCPAZ31 では、ツールの回転速度が 1250 rpm で、接合速度が 300 mm/min (以後、1250 rpm - 300 mm/min) の時、引張強度が約 243 MPa であり、継手効率は約 75 % であった。AZ31 および RCPZAXE の継手効率は、それぞれ約 96 % (1250 rpm - 350 mm/min) および約 91 % (1000 rpm - 400 mm/min) であったことから、RCPAZ31 は高強度の継手を得るのが困難な材料であると考えられる。Fig. 3 に一例として RCPAZ31 継手の引張試験後の試験片外観および断面マクロ組織写真を示しているが、材料の種類および接合条件に関わらずほとんどの継手において Advancing side (AS) で破断しており、主に熱加工影響部

(THAZ) と攪拌部 (SZ) との境界付近で破断する傾向であった。以後、各材料の継手強度の支配因子について述べる。

RCPAZ31 継手で比較的高い継手効率 (約 74 %) が得られた継手 (1250 rpm - 400 mm/min) の板厚中央部の硬さ分布と結晶粒径の測定結果を Fig. 4 に示す。各部の硬さには若干のバラツキが見受けられるが、SZ では母材部 (HV80) と比較すると HV10 程度軟化した。また、継手の硬さ分布には接合条件による明瞭な差異は認められなかった。硬さの変化要因として、結晶粒サイズが考えられる。Hall-Petch の式によれば、結晶粒径が小さくなるほど硬さは増加する。そこで、継手各部の結晶粒径を測定した結果、硬さが母材に比べて軟化している SZ では、結晶粒径が母材に比べてわずかに ( $\sim 0.5 \mu\text{m}$ ) 大きくなっている。この SZ の結晶粒の成長による軟化が継手効率低下の一要因と考えられる。しかし、母材に比べて結晶粒径は若干粗大化している程度で硬さもそれほど低下していなかったのに対して、継手効率は  $\sim 75\%$  程度であった。このことから、継手の引張強度は結晶粒径以外の因子にも依存していると考えられる。その他の要因として、Park ら<sup>4)</sup> が集合組織の影響を挙げている。そこで、比較的高い継手効率を得られた継手 (1250 rpm - 400 mm/min) と母材部において、OIM により結晶方

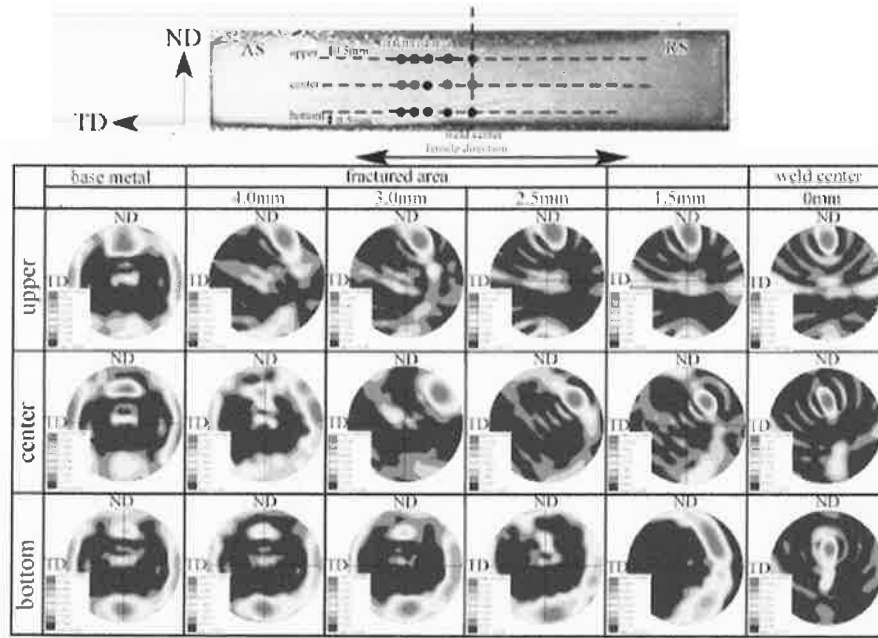


Fig. 5 {0002} pole figures in weld center, fracture region and base metal by OIM

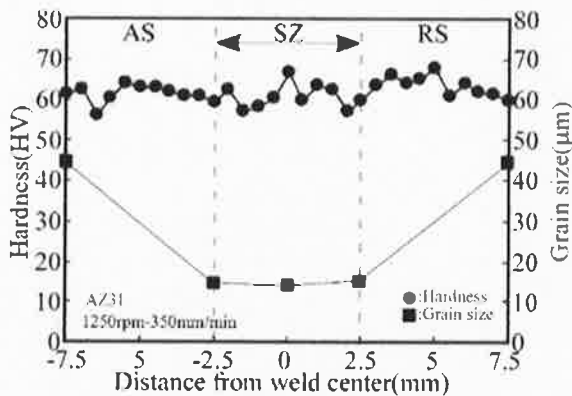


Fig. 6 Hardness and grain size distributions of FSW joint

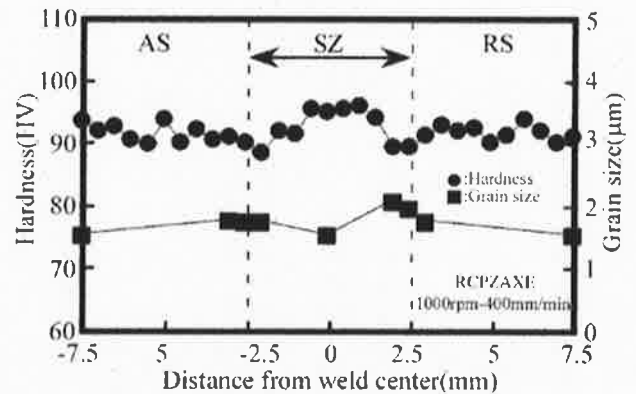


Fig. 7 Hardness and grain size distributions of FSW joint

位の調査を行った。Fig. 5に、各部位 (Fig.5のマクロ写真中の●の領域)と母材で得られた{0002}面の極点図を示す。ここで、NDは板面の法線方向であり、TDはそれに垂直な方向(板幅方向)である。母材では上部、中心部および下部のいずれの箇所においても、主に{0002}面が供試材表面と平行する集合組織が形成されている。つまり、{0002}面は引張方向に平行である。破断した領域では、上部および下部では母材と同様に{0002}面は供試材表面と平行するが、中心部においては、引張方向とおおよそ45°をなす。一般的に、引張荷重の分解せん断応力は、引張方向と45°をなすときに最大となる。すなわち、破断した領域では、すべり面である{0002}面が引張方向と45°に近い角をなしており、その他の領域に比べて容易に降伏したと考えられる。そのために、引張時の塑性変形が局部的に発生

し、継手の引張強度が減少した(すなわち継手効率が低下)と考えられる。継手強度への結晶方位の影響は、AZ31<sup>14)</sup>およびAZ61<sup>4)</sup>のFSW継手でも報告されている。このような集合組織は、AZ31およびRCPZAXE<sup>13)</sup>でも観察されたが、継手効率は高かった。その理由について簡単に説明する。Fig. 6にAZ31継手で最も高い継手効率が得られた継手(1250 rpm - 350 mm/min)の板厚中央部の硬さ分布と結晶粒径の測定結果を示しているが、攪拌部では結晶粒径が母材に比べるとかなり微細化していることが分かる。この微細化による強化が集合組織の影響を小さくし、高い継手効率が得られたと考えられる。次にRCPZAXEの継手効率が最も高い継手(1000 rpm - 400 mm/min)の板厚中央部の硬さ分布と結晶粒径の測定結果をFig. 7に示す。攪拌部では、結晶粒径が母材に比べて若干粗大化しているが硬さは

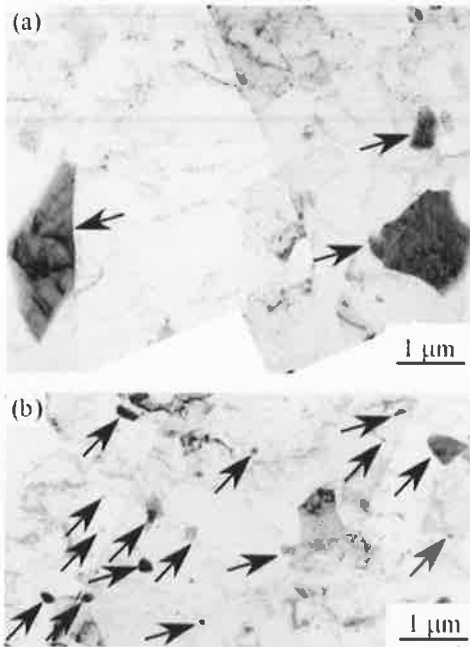


Fig. 8 TEM micrographs: (a) base metal and (b) SZ

若干増加している。その要因として、金属間化合物の密度や分布の影響が考えられる。そこで、母材部と 1000 rpm - 400 mm/min の条件で作製した継手の SZ 中央部の組織を TEM により観察した。母材中には、Fig. 8(a) に示すように、1 μm 以上の大きな金属間化合物が観察されており、電子線回折像<sup>13)</sup>より La<sub>3</sub>Al<sub>11</sub> および LaAl<sub>3</sub> と同定された。一方、Fig. 8(b) に示すように、SZ での金属間化合物は、摩擦攪拌によって母材部に比べて微細化して、粒状のものが数多く分散しているのが認められる。このように、SZ 中央部では数十 nm サイズの非常に微細な金属間化合物が、数多く分散しているために、若干硬度が上がったと考えられる。また、母材中の金属間化合物が攪拌部で微細化分散する現象は、難燃性 Mg 合金 AMX602 の摩擦攪拌接合においても観察されている<sup>15)</sup>。この接合部の強化が集合組織の影響を低下させ、高い継手効率が得られたと考えられる。

最後に、他の材料に比べて継手効率が低い RCPAZ31 において継手効率の向上について検討した結果について述べる。継手効率の低下の原因は、すべり面である {0002} 面が引張方向と 45° に近い角をなした集合組織の形成であるから、この集合組織を変えることができれば継手効率はあがると考えられる。そもそも集合組織は攪拌による塑性流動により形成されているので、ツールの形状を変え塑性流動を変えれば {0002} 面の方向は変化すると考えられる。そこで、ツール形状による集合組織制御を検討したところ、本研究材においてはショルダ径とプローブ径の比が大きいほど引張強度を低下させる要因となる引張方向と 45° をなす集合組織が形成されない傾向が見られ、高い継手効率

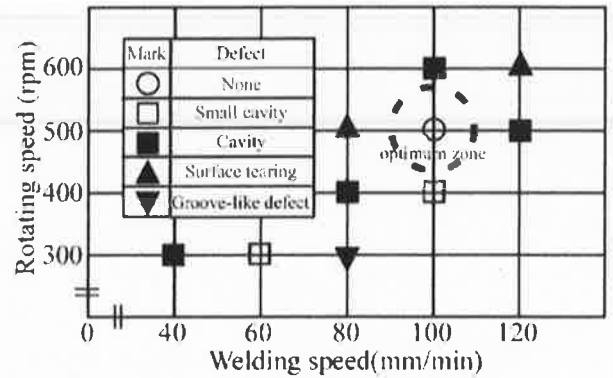


Fig. 9 Effect of welding speed and tool rotating speed on the friction-stir weldability

(ショルダ径 20 mm - プローブ径 4 mm のツールを用いた場合に、最大 85 %) が得られることが明らかになった。また、板厚 2 mm の市販の押し出し AZ31 および RCPAZ31 で継手性能に対するツール形状の影響について詳細な検討<sup>16)</sup>を行っているので参照していただければ幸いである。

### 3. 高強度 Mg 合金と Al 合金の突合せ接合特性

#### 3.1 接合継手の作製および評価法

供試材は板厚 4 mm の RCPAZ31 と Al-Mg 系 5083 合金 (A5083) である。接合方向は、供試材の押し出し方向と平行とし、Advancing side (AS) に A5083 を、Retreating side (RS) に RCPAZ31 を配置して、I 型突合せ接合を行った。荷重およびツールの傾斜角を一定とし、ツールの回転速度、接合速度およびプローブの挿入位置 (突合せ部中央をオフセット 0 mm とし、AS に 0.5 mm 間隔) を変化させた (RS の Mg 側にオフセットした場合、良好な継手を得られなかったため詳細に検討していない)。接合条件等の詳細は、著者らの既報を参照願う<sup>17,18)</sup>。接合後、継手のミクロ組織観察、接合界面の微細組織観察および引張試験等を室温で行った。

#### 3.2 接合部の特性

接合性に及ぼすツールの回転速度および接合速度の影響を Fig. 9 に示す (オフセットなし)。発生した欠陥は 2 種類に大別できる。その 1 つは、600 rpm - 120 mm/min および 500 rpm - 80 mm/min の条件で見られた表面に細い線状の割れが生じるものである (図中の▲)。この欠陥の発生条件には、線状の割れが生じなかった他の条件に比べて、大入熱であることが挙げられる。入熱量が過剰である場合には、ツール直下の表面において試料の温度が Mg-Al の共晶温度である 710 K 以上に上昇したために共晶反応が起り、割れが生じたと推定される。もう 1 つの欠陥は、300 rpm - 80 mm/min の場合に見られた大きな溝状の欠陥である (図中の▼)。こちらは先に述べたものとは逆に、入熱が小さく塑性流動が十分に起こらなかったために発生したと考えられ

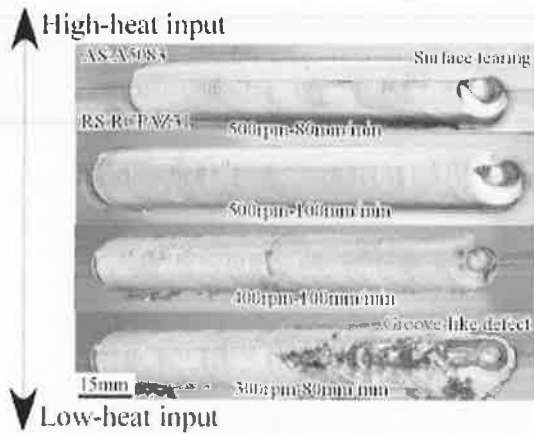


Fig.10 Heat-input dependent change of FSW appearance

Travel speed (mm/min)	Rotation speed (rpm)	Offset (mm)	Surface appearance 20 mm	Cross-section 4 mm
100	450	0.5	AS: Al alloy RS: Mg alloy	AS
		1.0		
		1.5		

Fig.11 General appearances and cross-sections of friction stir welds

る。入熱量による外観の変化を Fig. 10 に示している。また、接合速度 80 mm/min 一定でツール回転速度 300 ~ 500 rpm の 3 条件を比較すると、ツール回転速度の変化量がわずか 200 rpm の中に、入熱過剰の場合の欠陥から入熱不足の場合の欠陥までが現れていることがわかる。このことから、適正接合条件範囲は非常に狭く、正確な入熱量の制御が必要であると考えられる。

次に、異材接合部形成におよぼすプローブの挿入位置の影響について検討した。接合速度とツール回転速度をオフセットなしで得られた適正条件範囲の 450 rpm - 100 mm/min と一定とし、AS の Al 側にオフセットした場合に得られた継手の外観写真および断面写真を Fig. 11 に示す。オフセットが 0.5 および 1.0 mm の条件では、図中の白矢印で示す箇所に空洞欠陥 (Fig. 9 で cavity に分類される欠陥) の存在が認められたが、非常に微小であり、観察箇所によっては存在しなかった。オフセットが 1.5 mm 以上の条件では、欠陥は粗大化する傾向であった。これは、Al 合金の方が発熱量が多いことから<sup>19)</sup>、より Al 合金側にプローブを挿入することで入熱量が増えバリの発生量が増加したことにより欠陥が発生したと考えられる。また、オフセットを一定とし接合速度とツール回転速度を変化させた場合、オフセットなしの場合と同様にわずかな条件の変化で大きな

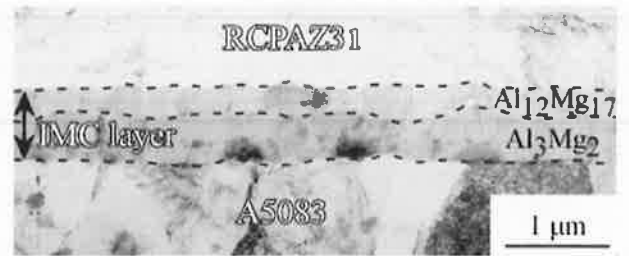


Fig.12 Interfacial layer observed in the RCPAZ31/A5083 joint (offset=0mm)

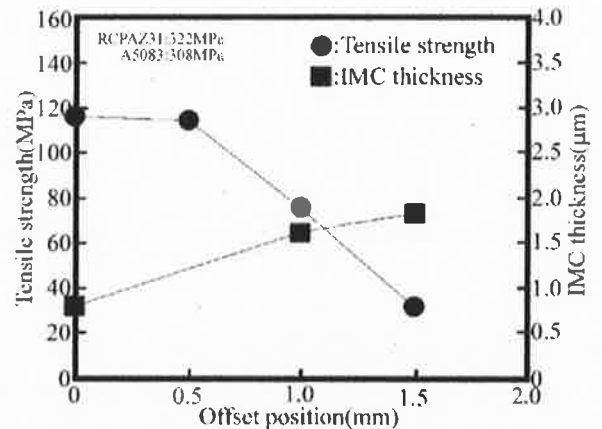


Fig.13 Effect of offset position on tensile strength and IMC thickness

欠陥が生じ、適正接合条件範囲が広がることはなかった。

また、オフセットによる継手の引張強度の変化についても調査した。引張試験を行ったすべての継手は、接合界面部で破断しており、破面に対する X 線回折試験の結果、RCPAZ31 側および A5083 側のいずれの破面上からも Mg と Al を主成分とする金属間化合物  $Al_3Mg_2$  と  $Al_{12}Mg_{17}$  が検出され、金属間化合物層中での破断が示唆された<sup>17,18)</sup>。そこで破面の上部および下部を除いて最も広範囲に観察された破面形態を呈する代表点として、板厚中央付近を選び、界面の TEM 観察を行った。最も引張強度の高かったオフセットなしの条件で得られた継手 (500 rpm - 100 mm/min) の観察結果を Fig. 12 に示す。接合界面には厚さ約 800 nm の金属間化合物層が連続的に形成されていた。この金属間化合物層からは、 $Al_{12}Mg_{17}$  および  $Al_3Mg_2$  が検出された<sup>17,18)</sup>。金属間化合物の形成量としては、 $Al_3Mg_2$  の方が  $Al_{12}Mg_{17}$  より多い傾向であった。これら 2 種類の金属間化合物は、より Mg 濃度の高い  $Al_{12}Mg_{17}$  が RCPAZ31 側に、Al 濃度の高い  $Al_3Mg_2$  が A5083 側に分布していた。これらの結果から、これらの金属間化合物は Mg と Al 原子の拡散により形成されたと考えられる<sup>17,18)</sup>。

Fig. 13 に、オフセット距離と引張強度および金属間化合物層の厚さの関係を示している (母材強度は、RCPAZ31 が

322 MPa、A5083 が 308 MPa である)。オフセット距離の増加と共に引張強度は減少し、逆にオフセット距離の増加と共に金属間化合物層の厚さが増加していた。つまり、先述したようにオフセットにより入熱量が増えたために金属間化合物層の厚さが増加し引張強度が低下したと考えられる。オフセットした場合には、入熱量が変化し引張強度が低下することから、実溶接施工時には、プローブの中心が常に突合せ面に沿って移動するように正確に制御する必要があると考えられる。

#### 4. おわりに

市販押出 AZ31 および RCP 法によって得られた高強度 AZ31 と ZAXE の摩擦攪拌接合性を検討した結果、市販押出 AZ31 では攪拌部組織の結晶粒微細化により集合組織の影響が小さく母材と同等強度の継手の作製が可能であり、微細結晶粒を持つ高強度 RCPAZ31 では攪拌部に形成される集合組織により強度の低下が大きく、また高強度 RCPZAXE では攪拌部に金属間化合物が微細分散され攪拌部が強化されたことにより集合組織の影響が小さくなり高強度継手の作製が可能であった。今後、様々なマグネシウム合金が開発されると考えられるが、いずれにせよ、Mg 合金 (特に、微細結晶粒を持つもの) の FSW においては、接合条件だけでなくツール形状も十分に検討する必要があると考えられる。

高強度 Mg 合金と Al 合金の摩擦攪拌接合においては、接合界面に形成される金属間化合物層は反応拡散により形成したと考えられる。本研究で欠陥のない継手が得られた接合条件ではその厚さは 1  $\mu\text{m}$  程度となり継手の強度に著しい低下をもたらした。健全な継手を得るのに十分な塑性流動を生じる発熱がある条件で金属間化合物層をさらに薄くするのは非常に困難であると考えられる<sup>17,18)</sup>。故に、より高強度の継手を得るにはツールの形状などを変化させ機械的に嵌合<sup>20)</sup>されるような接合部を形成する必要があると考えられる。

#### 引用文献

- 1) K. Katoh, H. Tokisue and T. Kitahara: *Journal of light metal welding & construction*, 42(2004)130-139.
- 2) W. B. Lee, Y. M. Yeon and S. B. Jung: *Materials Science and Technology*, 19(2003)785-790.
- 3) Seung Hwan C. Park, Yutaka S. Sato and H. Kokawa: *Metallurgical and Materials Transactions A*, 34A(2003)987-994.
- 4) Seung Hwan C. Park, Yutaka S. Sato and H. Kokawa: *Scripta Materialia*, 49(2003)161-166.
- 5) K. Katoh, H. Tokisue and T. Kitahara: *Journal of Japan Institute of Light Metals*, 55(2005)259-264.
- 6) K. Nakata et al: *Journal of Japan Institute of Light Metals*, 51(2001)528-533.
- 7) Masatsugu Fujie et al: *Preprints of the National Meeting of JWS*, 73(2003)54-55.
- 8) K. Katoh and H. Tokisue: *Preprints of the National Meeting of JWS*, 75(2004)14-15.
- 9) Y. Iwahashi, J. T. Wang, Z. Hirota and T. G. Langdon: *Scripta Materialia*, 35(1996)143-146.
- 10) K. Nakashima, Z. Hirota, M. Nemoto and T. G. Langdon: *Acta Mater.*, 46(1997)1589.
- 11) K. Kondoh: *Magnesium Technology 2005*, 77-80.
- 12) J. Liao, N. Yamamoto and K. Nakata: *Metallurgical and Materials Transactions A*, 40A(2009)2212-2219.
- 13) N. Yamamoto, J. Liao and K. Nakata: *Journal of Japan Institute of Metals*, 72 (2008)538-543.
- 14) W. Woo et al.: *Scripta Materialia*, 54(2006)1859-1864.
- 15) M. Aritoshi, N. Saito, I. Shigematu and T. Sakurai: *Welding technology*, 53-4(2005)58-63.
- 16) N. Yamamoto, J. Liao and K. Nakata: *Journal of Japan Institute of Metals*, 75 (2011)91-96.
- 17) N. Yamamoto, J. Liao, S. Watanabe and K. Nakata: *Journal of Japan Institute of Metals*, 73-2 (2009)103-109.
- 18) N. Yamamoto, J. Liao, S. Watanabe and K. Nakata: *Materials transactions*, 50-12 (2009)2833-2838.
- 19) Rudolf Zettler, Antonio Augusto Monarco da Silva, Saulo Rodrigues, Antonio Blanco and Jorge Fernandez dos Santos: *Advanced Engineering Materials*, 5(2006)415-421.
- 20) S. Hirano, K. Okamoto, M. Doi, H. Okamura, M. Inagaki and Y. Aono: *Quarterly Journal of The Japan Welding Society*, 21(2003)539-545.