

微細結晶粒を持つ Mg-Al-Zn 系 Mg 合金の 摩擦攪拌接合継手強度に及ぼすツール形状の影響

山本 尚嗣¹ 廖 金孫¹ 中田 一博²

¹株式会社栗本鐵工所技術開発本部

²大阪大学接合科学研究所

J. Japan Inst. Metals, Vol. 75, No. 2 (2011), pp. 91-96

© 2011 The Japan Institute of Metals

Effect of Tool Shape on Friction Stir Welded Joint Strength of Fine-Grained Mg-Al-Zn Magnesium Alloy

Naotsugu Yamamoto¹, Jinsun Liao¹ and Kazuhiro Nakata²

¹Technology Development Headquarters, Kurimoto Ltd., Osaka 559-0021

²Joining and Welding Research Institute, Osaka University, Osaka 567-0047

Friction stir welding was applied to join a fine-grained high tensile strength AZ31 alloy and a commercially extruded AZ31 alloy, and the effect of tool shape on the joint strength of the two magnesium alloys was investigated. For the commercially extruded AZ31 alloy with mean grain size of ca. 11 μm , the tool shape has almost no influence on the joint strength; for the fine-grained AZ31 alloy with mean grain size of ca. 1.9 μm , however, the joint strength was strongly influenced by the tool shape. The joint strength of the fine-grained AZ31 alloy increases with the ratio of shoulder diameter to probe diameter. It is found that the texture in the stir zone changes with the tool shape, which is one of the predominant factors controlling the joint strength of the fine-grained AZ31 alloy.

(Received September 16, 2010; Accepted October 14, 2010)

Keywords: Mg-Al-Zn magnesium alloy, friction stir welding, mechanical properties, texture, fine grain, electron backscatter diffraction (EBSD)

1. 緒 言

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、AZ31合金^{1,2)}、AZ61合金^{3,4)}、AZ91合金^{5,6)}、難燃性Mg合金⁷⁾、耐熱Mg合金継手⁸⁾および微細結晶粒を有する高強度Mg合金^{9,10)}に関するものがあり、継手強度は母材引張強度の約80~100%と報告されている。また、これらの報告の中で、Mg合金のFSW継手強度の低下要因の一つとして攪拌部に形成される集合組織が挙げられている。特に、母材組織の結晶粒径が小さく攪拌部に形成される動的再結晶組織が母材と同程度もしくは大きくなる場合、継手強度に対する集合組織の影響は顕著になると考えられる(押出材や鋳物など母材の結晶粒径が数十 μm 以上の場合、攪拌部の組織は動的再結晶により微細化されるため接合部の強度が向上していると考えられる)。しかしながら、微細結晶粒を持つMg合金のFSW

継手の接合部に形成される集合組織と継手強度との関係を系統的に調査した報告は見受けられない。そこで、本研究では、強加工法の一つであるRCP(Roll Compaction Process)^{11,12)}により結晶粒が微細化された高強度Mg-Al-Zn系AZ31合金(以下RCPAZ31)およびAZ31押出材(以下AZ31)に様々な形状のツールを用いてFSWを適用し、得られた継手の組織と機械的性質の関係を調査した。

2. 実験方法

供試材はRCPAZ31合金およびAZ31である。試験片の形状は幅75mm×長さ250mm×厚さ2mmである。その化学組成をTable 1に示す。接合方向は、供試材の押出方向に平行とし、I型突合せ接合を行った。また、接合面は、接合直前にエメリー紙(#800)で磨いた後、アセトン脱脂を行った。

回転ツールの形状および接合条件をTable 2に示す。回転ツールは焼入工具鋼(SKD61)製でネジ有のものを使用した。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 2に示す接合条件により行った。

接合部外観検査ならびにマクロおよびミクロ組織観察によ

Table 1 Chemical compositions of specimens used.

Alloy	Chemical compositions (mass%)							
	Si	Mn	Cu	Zn	Al	Fe	Ni	Mg
AZ31								
RCPAZ31	≤0.10	0.2~1.0	≤0.05	0.6~1.4	2.5~3.5	≤0.005	≤0.005	Bal.

Table 2 Tool dimensions and FSW conditions.

	AZ31			RCPAZ31		
	Diameter of shoulder (mm)	15	20	16	15	20
Diameter of probe (mm)	5	4	4	5	5	4
Length of probe (mm)	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8	1.8
Material of tool	SKD61	SKD61	SKD61	SKD61	SKD61	SKD61
Down force (kN)	4.9, 7.35	5.88, 7.35	4.9, 7.35	4.9, 7.35	5.88, 7.35	5.88, 7.35
Tool rotating speed (rpm)	1250					
Welding speed (mm/min)	250~600					
Angle of tool	3°					

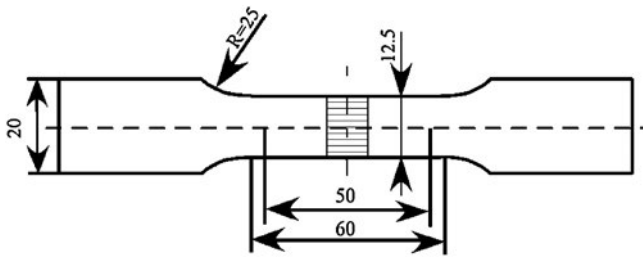


Fig. 1 Dimensions of test pieces for the tensile test.

り接合部のキッシングボンドおよび割れ等の欠陥発生の評価を行った。マクロおよびミクロ組織観察は、研磨後、腐食液ピクリン酸(ピクリン酸:4.2 g, 酢酸:10 mL, 蒸留水:10 mL, エタノール:70 mL)を用いて行った。接合部の硬さ試験はマイクロビッカース硬さ計により荷重0.49 N(保持時間15 s)で行った。接合部等の結晶粒径は、市販画像処理ソフト(Image Pro)を用いて測定した。

FSW 継手の機械的性質を評価するために、Fig. 1 に示す寸法形状に加工した引張試験片(表裏を平滑になるまで研削)を用いて引張試験を行った。試験温度は室温で、引張速度(治具の移動速度)は、 8.33×10^{-3} mm/s である。

また、継手の機械的性質と結晶方位との関係を検討するために、電子後方散乱回折(EBSD)法により、継手の結晶方位を調査した。EBSD 法にて分析を行うために TSL 社製の SEM(JSL-6400)を用いた。EBSD 分析用試験片は、エメリー紙 2000 番まで研磨した後、メタノール:925 mL, ブタノール:60 mL, 過塩素酸:15 mL の混合液(253 K)を用いて電解研磨することにより、鏡面仕上げを行った。

3. 実験結果および考察

ショルダ径 15 mm-プローブ径 5 mm(以後 $\phi 15$ -M5 と表記)、ショルダ径 20 mm-プローブ径 5 mm(以後 $\phi 20$ -M5 と

表記)およびショルダ径 20 mm-プローブ径 4 mm(以後 $\phi 20$ -M4 と表記)のツールを用いて、ツールの回転速度を一定とし、接合速度を変化させて得られた RCPAZ31 継手の接合部外観写真を Fig. 2 に示す。ツールの形状および接合速度によらず、FSW の特徴であるショルダ径とほぼ一致した円弧状の様子が接合開始点から終端部まで連続的に観察され、接合面が滑らかな欠陥のない良好な継手が得られた。Fig. 3 に、 $\phi 15$ -M5、ショルダ径 16 mm-プローブ径 4 mm(以後 $\phi 16$ -M4 と表記)および $\phi 20$ -M4 のツールを用いて、ツールの回転速度を一定とし、接合速度を変化させて得られた AZ31 継手の接合部外観写真を示す。RCPAZ31 継手と同様に、ツールの形状および接合速度によらず、接合面が滑らかな欠陥のない良好な継手が得られた。

Fig. 4 に様々な形状のツールを用い、ツールの回転速度を一定とし、接合速度を変化させて得られた RCPAZ31 継手の引張試験結果を示す。ツール形状により継手効率(継手引張強度/母材強度(315 MPa)×100)は大きく異なり、ショルダ径が大きく、プローブ径が小さいほど継手効率は上昇する傾向であった。 $\phi 20$ -M4 のツールで接合速度が 600 mm/min の場合は、引張試験片の接合部下部に未接合部が残存したために図中に示していない。この未接合部は、接合速度の増加とともに入熱量が減少し攪拌領域が接合部下部まで到達しなかったことと、本研究では板厚 2 mm に対してプローブ長 1.8 mm と短めに設定したためであると考えられる。また、接合速度がこれより遅い継手でも一部未接合部が観察されたことから、プローブ長は 1.8 mm 以上が適していると考えられる。最も高い継手効率が得られる条件は、 $\phi 20$ -M4 のツールで、1250 rpm-400 mm/min で、約 90% (引張強度が約 284 MPa)であった。破断はいずれも SZ と TMAZ 境界近傍(継手中央部からおおよそ 2~4 mm の位置)であった。以上のように、本研究での条件範囲では、微細結晶粒を持つ RCPAZ31 の FSW 継手の引張強度はツールの形状により大きく異なることが明らかとなった。一方、Fig. 5 に様々な形

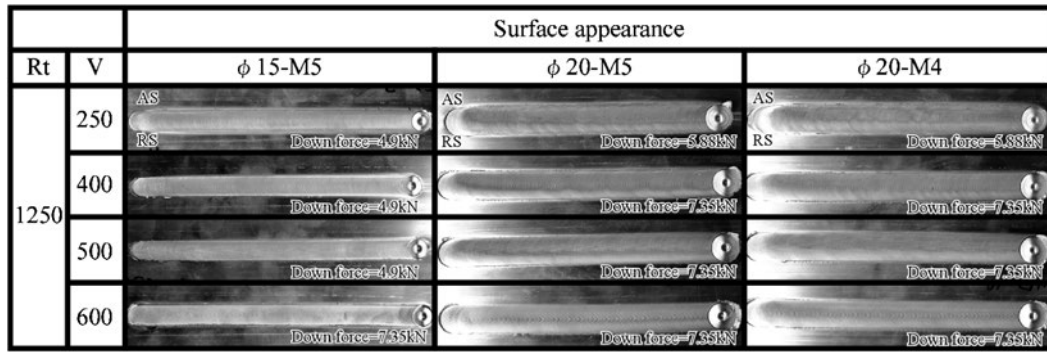


Fig. 2 Surface appearances of RCPAZ31 friction stir welds.

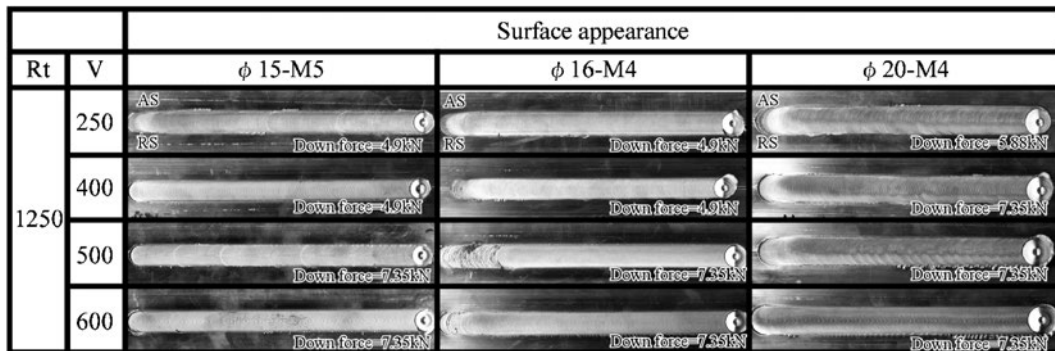


Fig. 3 Surface appearances of AZ31 friction stir welds.

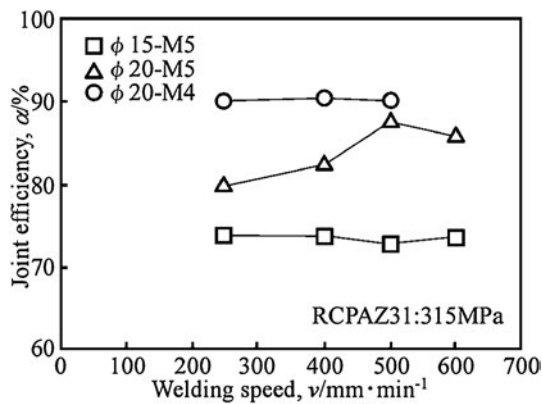


Fig. 4 Effects of welding speed and tool shape on joint efficiency of the RCPAZ31 joint.

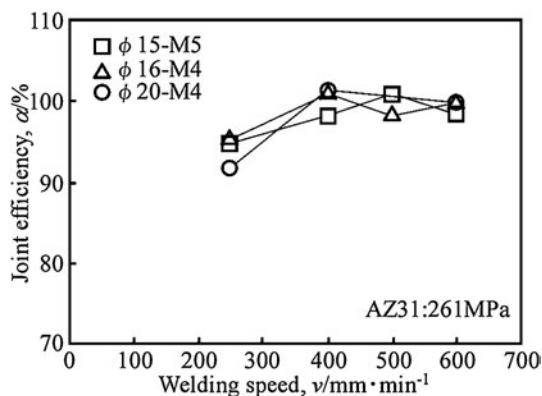


Fig. 5 Effects of welding speed and tool shape on joint efficiency of the AZ31 joint.

状のツールを用い、ツールの回転速度を一定とし、接合速度を変化させて得られた AZ31 継手の引張試験結果を示しているが、ツール形状および接合速度による継手効率の変化はほとんど見られなかった。φ20-M4 のツールで接合速度が 500 mm/min の場合は、引張試験片の接合部下部に未接合部が残存したために図中に示していない。これは、上述した RCPAZ31 の場合と同じ要因であると考えられるため、プローブ長は 1.8 mm 以上が適していると考えられる。引張強度はいずれの条件においても、母材強度 (261 MPa) と同程度であり、継手効率は 90~100% であった。破断はいずれも SZ と TMAZ 境界近傍 (継手中央部からおおよそ 2~4 mm の位置) であった。以上のように、本研究での条件範囲では、AZ31 押出材の FSW 継手の引張強度においては、ツール形状の影響をほとんど受けないことが明らかとなった。

RCPAZ31 において、高強度継手が得られた φ20-M4 と低強度継手しか得られなかった φ15-M5 の接合速度が 250 mm/min および 600 mm/min の条件で得られた継手の接合部断面の硬さ分布および各部で測定した平均結晶粒径を Fig. 6 (a)~(d) に示す。いずれの条件においても、各部の硬さには若干のバラツキが見受けられるが、攪拌部 (Stir Zone, 以下 SZ) では母材部と比較すると若干軟化しており、その軟化した領域では結晶粒は粗大化していた。また、ツール形状による硬さ分布の差異は認められなかったが、SZ の平均結晶粒径は、接合速度の減少 (入熱量の増加) とともに、大きくなる傾向であった。ツール形状によって、接合部の平均結晶粒径はほとんど変化していないにも関わらず、継手強度には大きな差があるのは、結晶粒径以外の強度の支

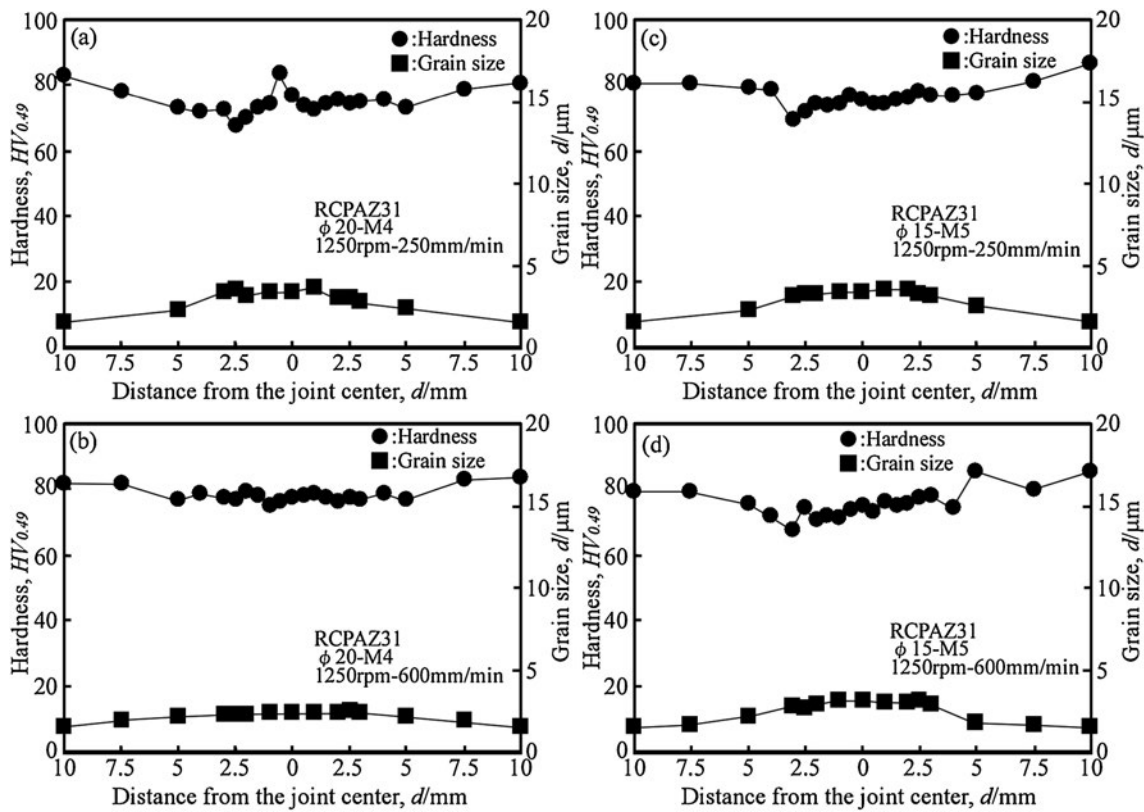


Fig. 6 Hardness and grain size distributions at RCPAZ31 joints: (a) φ20-M4, 1250 rpm-250 mm/min, (b) φ20-M4, 1250 rpm-600 mm/min, (c) φ15-M5, 1250 rpm-250 mm/min and (d) φ15-M5, 1250 rpm-600 mm/min.

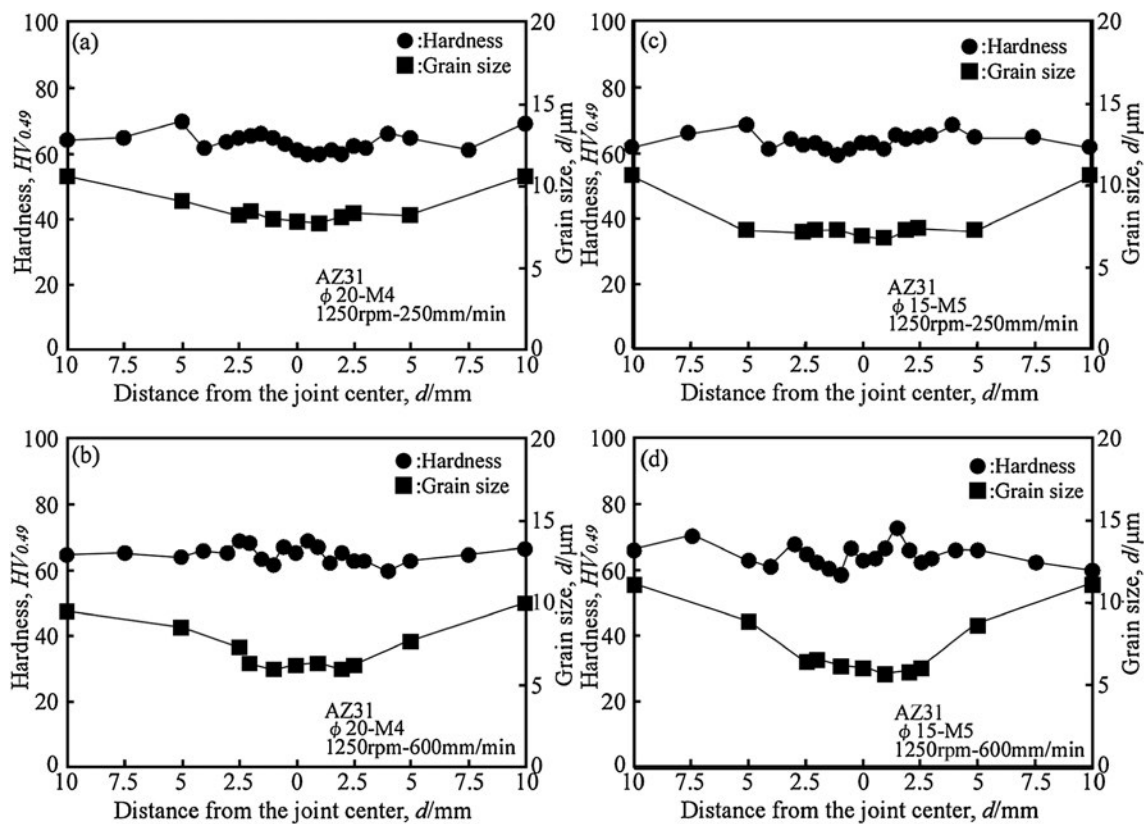


Fig. 7 Hardness and grain size distributions at AZ31 joints: (a) φ20-M4, 1250 rpm-250 mm/min, (b) φ20-M4, 1250 rpm-600 mm/min, (c) φ15-M5, 1250 rpm-250 mm/min and (d) φ15-M5, 1250 rpm-600 mm/min.

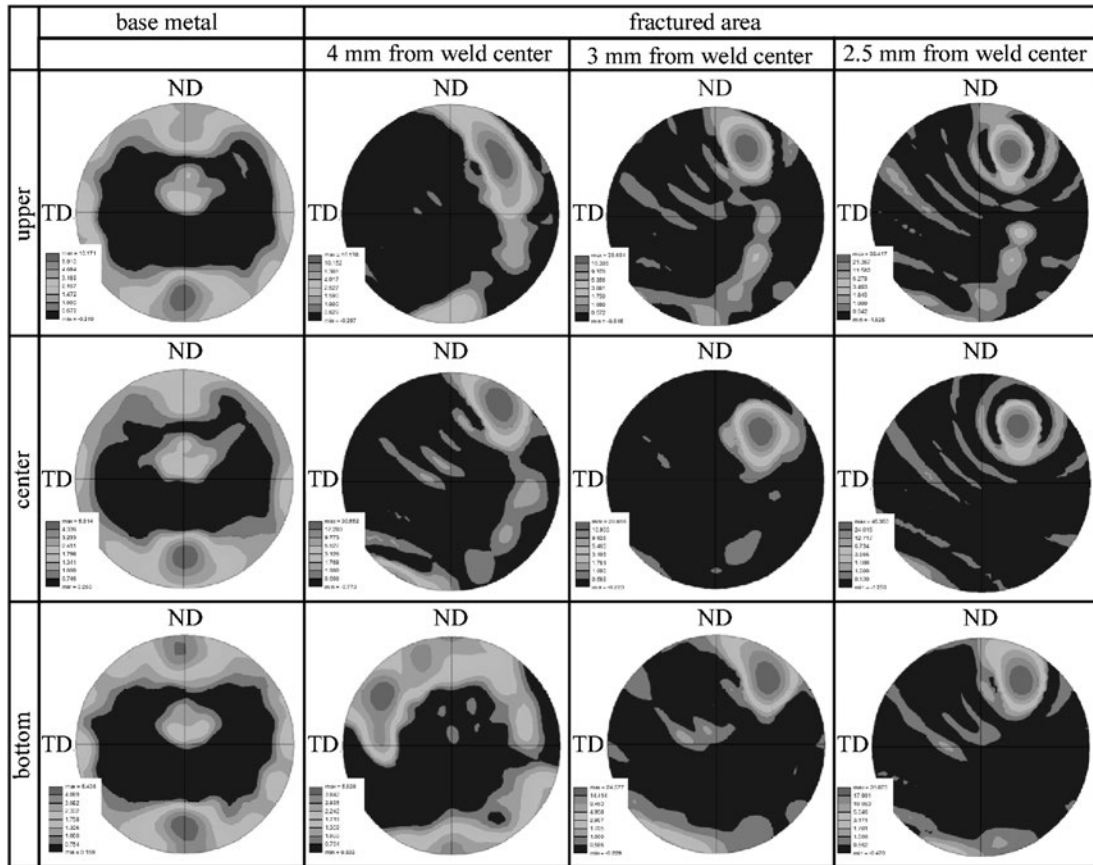


Fig. 8 (0002) pole figures obtained by OIM at the base metal and fracture region of RCPAZ31 joint under welding conditions of $\phi 15$ -M5 and 1250 rpm-250 mm/min.

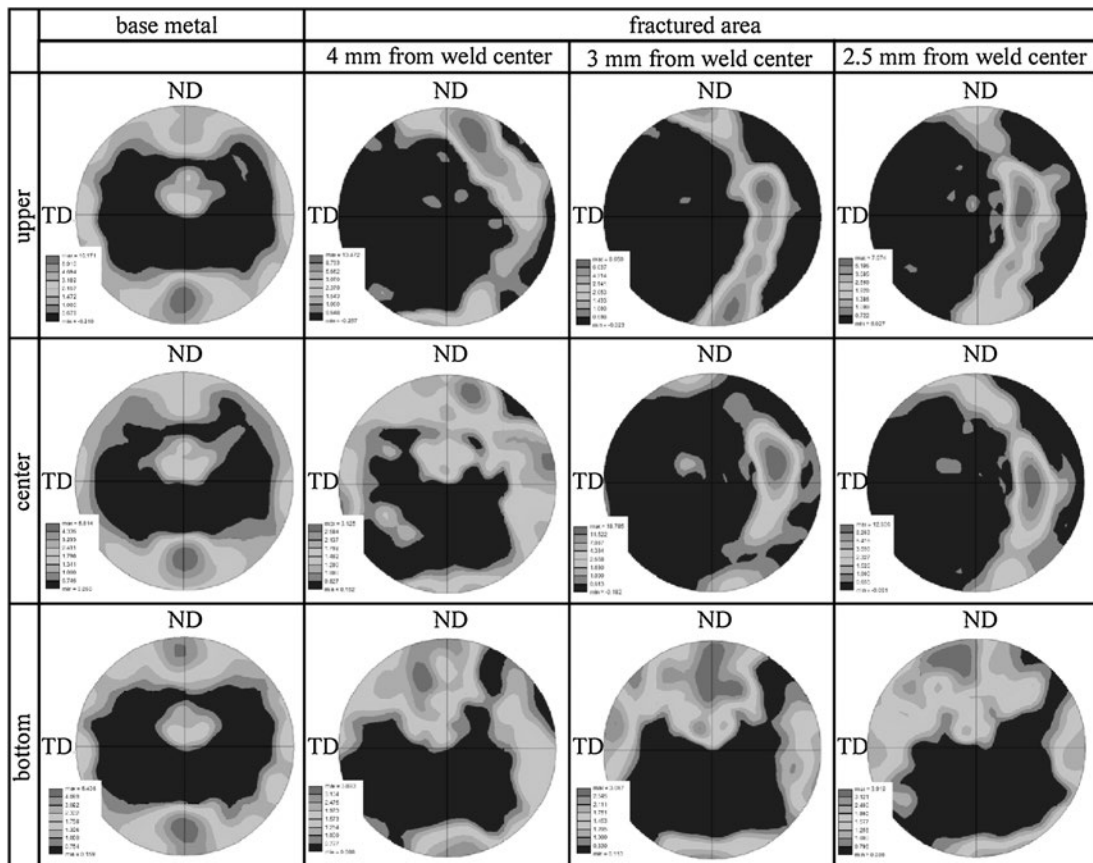


Fig. 9 (0002) pole figures obtained by OIM at the base metal and fracture region of RCPAZ31 joint under welding conditions of $\phi 20$ -M4 and 1250 rpm-250 mm/min.

配因子である集合組織が異なると推察される。次に、AZ31において、 $\phi 20$ -M4 および $\phi 15$ -M5 のツールを用いて、接合速度が 250 mm/min および 600 mm/min の条件で得られた継手の接合部断面の硬さ分布および各部で測定した平均結晶粒径を Fig. 7(a)~(d)に示す。いずれの条件においても、各部の硬さには若干のバラツキが見受けられるが、SZ では母材部と比較すると若干硬化しており、その硬化した領域では結晶粒は微細化していた。また、SZ の組織は、接合速度の減少(入熱量の増加)とともに、若干粗大化する傾向であった。ツール形状および接合条件によらず、継手効率の高い接合継手が得られたのは接合部組織の平均結晶粒径が母材より小さくなり、結晶粒径以外の強度の支配因子である集合組織の影響が小さくなったためと推察される。

以上のように、RCPAZ31 継手においてはツール形状によって、継手強度に大きな差があるのは、結晶粒径以外の強度の支配因子である集合組織の影響が異なると考えられるため、低強度継手しか得られなかった $\phi 15$ -M5 と高強度継手が得られた $\phi 20$ -M4 の接合速度が 250 mm/min の場合の継手接合部(引張試験前)の結晶方位を EBSD で調査した。得られた{0002}面の極点図を Fig. 8 および Fig. 9 にそれぞれ示す。 $\phi 15$ -M5 の場合、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、{0002}面は主に ND 方向(押出材板厚方向)を向いた(すなわち、{0002}面が押出材表面と平行する)集合組織を形成している。つまり、{0002}面が引張方向と平行する。破断が生じた領域(接合部中央から 2~4 mm 離れた箇所)では、上部、中部および下部では、引張方向とおおよそ 45° をなす集合組織を形成していた。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、局所的な伸びしか得られなかったために、継手の引張強度が減少したと考えられる。ちなみに、 $\phi 15$ -M5 で接合速度が 250 mm/min の接合条件で得られた AZ31 継手接合部の集合組織分布も、同様の傾向であった。一方、 $\phi 20$ -M4 の場合は、破断が生じた領域(接合部中央から 2~4 mm 離れた箇所)では、下部では{0002}面は主に ND 方向を向いた集合組織を形成しており、上部および中部では、おおよそ TD 方向(押出材の幅方向)を向いた集合組織を形成している。つまり、いずれの箇所においても集合組織の{0002}面は母材と同様に引張方向におおよそ平行か垂直であり、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かったために、高強度の継手が得られたと考えられる。また、以上のような継手強度への結晶方位の影響は、Park ら⁴⁾の AZ61 の FSW 継手で報告されている結果と同様である。このことから、RCPAZ31 の FSW においては、ツール形状による組織制御は可能であり、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良いと考えられ

る。以上のように、微細結晶粒を持つ Mg 合金の 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。

4. 結 言

RCP 工法によって得られた微細結晶粒を持つ RCPAZ31 および AZ31 押出材に 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およびツール形状の影響を検討した結果、以下の結論を得た。

- (1) RCPAZ31 継手の引張強度は、ツール形状により大きく変化するが、AZ31 継手の引張強度は、ツール形状によってほとんど変化しないことが明らかとなった。
- (2) RCPAZ31 での最適接合条件は、ツール形状がショルダ径 20 mm でプローブ径が 4 mm であり、ツールの回転速度が 1250 rpm で接合速度が 250~600 mm/min であった。
- (3) RCPAZ31 継手の攪拌部は平均結晶粒径が母材と比較して若干粗大化しており軟化していた。平均結晶粒径は、接合速度の増加により、わずかであるが小さくなる傾向であった。一方、AZ31 継手の攪拌部は平均結晶粒径が母材と比較して微細化しており硬化していた。平均結晶粒径は、接合速度の増加により、若干小さくなる傾向であった。
- (4) 最適接合条件で得られた接合継手の継手効率は、RCPAZ31 および AZ31 とともに 90%以上であった。RCPAZ31 継手の引張強度は主に攪拌部に形成される集合組織の結晶方位に依存していることが明らかとなった。

本研究に対して有益なご討議を頂きました大阪大学接合科学研究所津村卓也助教に深謝いたします。

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: Mater. Sci. Technol. **19**(2003) 785-790.
- 3) S. H. C. Park, Y. S. Sato and H. Kokawa: Metall. Mater. Trans. A **34**(2003) 987-994.
- 4) S. H. C. Park, Y. S. Sato and H. Kokawa: Scr. Mater. **49**(2003) 161-166.
- 5) K. Katoh, H. Tokisue and T. Kitahara: J. JILM **55**(2005) 259-264.
- 6) K. Nakata, S. Inoki, Y. Nagano, T. Hashimoto, S. Johgan and M. Ushio: J. JILM **51**(2001) 528-533.
- 7) M. Fujie, K. Nakata, M. Ushio, H. Yamaguchi and T. Takeda: 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) N. Yamamoto, J. Liao and K. Nakata: J. Japan Inst. Metals **72**(2008) 538-543.
- 10) J. Liao, N. Yamamoto and K. Nakata: Metall. Mater. Trans. A **40**(2009) 2212-2219.
- 11) K. Kondoh: Magnesium Technology 2005, (2005) pp. 77-80.
- 12) J. Liao, M. Hotta, K. Kaneko and K. Kondoh: Scr. Mater. **61**(2009) 208-211.