摩擦攪拌接合した 6N01 アルミニウム合金継手の引裂靱性評価*

熊井 真次**・二木 秀幸***・朱 洪****

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 55, No. 10 (2005), pp. 507-512

Tear toughness evaluation of the friction stir weld of 6N01 aluminum alloy*

Shinji KUMAI**, Hideyuki FUTATSUGI*** and Hong ZHU****

Tear toughness tests were performed for a 6 mm thick 6N01-T5 aluminum alloy plate joint by friction stir welding. Tear test specimens were collected in various ways so that the crack propagates through the selected local region of the weld, and by which, the relationship between the crack growth resistance and the local microstructure was examined. Morphology of the load-displacement curve and the obtained unit crack propagation energy (UE_p) were systematically changed reflecting the local microstructural difference in the vicinity of the weld region. As for the as-weld condition, UE_p of the weld region was larger than that of the T5 treated parent plate. For the middle of the weld region consisting of refined equiaxed grain structure (so called "stir zone"), UE_p was larger than the surrounding outer region with a pancake-like grain structure. Specimen surface observation found that fine slip lines appeared when the crack propagated through the stir zone. In contrast, a rough and coarse slip pattern was dominant when the crack propagated through the outer region of the weld zone. The obtained load-displacement curve, UE_p values and change in specimen surface appearance provided a quite reasonable correlation to the local microstructural characteristics in the weld zone.

(Received June 7, 2005)

Keywords: friction stir welding, tear test, microstructure, 6N01 aluminum alloy

1. 緒 言

摩擦攪拌接合法 (Friction Stir Welding, FSW) は、回転する接合ツールによって発生する摩擦熱とそれにより軟化した材料の塑性流動を利用した接合法で、接合時の変形が少なく、継手効率も良好であるため、開発から十数年しか経過していないにもかかわらず、すでに鉄道車両、造船、航空宇宙分野等様々な分野の製品に適用されている¹⁾。摩擦攪拌接合材の接合部ならびにその周辺のマイクロ組織変化は従来の溶融接合の場合と大きく異なっている²⁾。よって、摩擦攪拌接合部のマイクロ組織と力学的特性との関係、特に信頼性、耐久性の指標である破壊靱性や疲労特性と接合部近傍のマイクロ組織の関係について明らかにすることは重要であると考えられる。

さて、アルミニウム合金の靱性評価のための簡便なスクリーニング試験法の一つに引裂試験がある^{3),4)}。引裂試験は主にアルミニウム合金薄板の靱性を評価する方法で、鋭い片側切欠きをもつ板状試験片に引張負荷を与え、その際得られる荷重-変位曲線の面積を測定することにより、き裂発生に要したエネルギーとき裂成長に要したエネルギーを求める。特にき裂成長に要したエネルギーを初期リガメント断面積で除した値は単位き裂成長エネルギー UE_p と呼ばれ、引裂靱性を表す主要なパラメータである。 UE_p は、相対的なものであ

るにせよ材料のき裂成長に対する抵抗を評価するために有用である。

本試験はこれまで、中強度のアルミニウム合金展伸材の靱性評価等に利用されてきたが⁵⁾⁻⁹⁾、著者らはアルミニウム合金鋳物やダイカスト材について引裂靱性評価を行い、引裂試験の荷重-変位曲線形状や UE_p が、わずかなマイクロ組織の変化に敏感で、かつ再現性よく変化することを見出している¹⁰⁾⁻¹²⁾。

そこで、このような引裂試験の長所を活かし、かつ試験片の採取方法を工夫して材料の所定の部分にき裂を成長させることができれば、接合材のき裂成長に対する抵抗と接合部近傍の局所的なマイクロ組織との関係を調べることが可能であると考えた。本研究では、摩擦攪拌接合した 6N01 アルミニウム合金 T5 材について、摩擦攪拌接合まま (As weld 状態) での接合部ならびにその周囲の靱性を引裂試験により評価し、マイクロ組織との対応について検討を行った。

2. 実験方法

2.1 供試材

供試材は、(株)軽金属学会 摩擦応用接合技術部会より提供された 6N01 合金板状押出材の摩擦攪拌接合材である。供試材の組成を以下に示す。

* 軽金属学会第 107 回秋期大会 (2004 年 11 月) にて一部発表。

** 東京工業大学大学院総合理工学研究科 (〒226-8502 神奈川県横浜市緑区長津田町 4259)。Department of Materials Science and Engineering, Tokyo Institute of Technology (4259 Nagatsuta, Midori-ku, Yokohama-shi, Kanagawa 226-8502). E-mail: kumai@materia.titech.ac.jp

*** 東京工業大学大学院生 (横浜市)。Graduate student, Tokyo Institute of Technology (Yokohama-shi, Kanagawa).

**** 東京工業大学大学院生 (横浜市) [現在: 住友商事(株) (東京都)]。Graduate student, Tokyo Institute of Technology (Present: Sumitomo corporation (Chuo-ku, Tokyo)).

Fig. 1 Macroscopic view of the transverse section of the 6N01-T5 FSW joint.

Fig. 2 Optical micrographs of the anodized microstructure of the 6N01-T5 FSW joint corresponding to the locations a~d in Fig. 1.

Al-0.58%Si-0.44%Mg-0.12%Mn-0.14%Cu-0.17%Fe-0.01%Cr-0.02%Zn-0.02%Ti (mass%)

接合材は、厚さ 6mm、幅 110mm の板状押出材 (T5 材) を長さ 1500mm にわたって突合せ接合して作製した。接合は、直径 20mm のショルダ部と長さ 5.7mm、ショルダ側の直径 8mm、先端部直径 6mm のピン部から構成されている接合ツールを使用し、ツール回転速度：1400rpm、前進角：3°、接合速度：550mm/min の条件で行われた。

2.2 接合材のマクロならびにミクロ組織

実験に先立ち、接合材のマクロならびにミクロ組織観察を行った。接合部断面を鏡面研磨後、ケラー氏液により腐食して得られたマクロ組織を Fig. 1 に示す。図中には接合に用いた接合ツールの断面形状を合わせて示しており、これよりほぼ接合ツールのピン部に対応する領域にいわゆるナゲットが形成されていることがわかる。

Fig. 2 (a)~(d) は Fig. 1 中の a~d 各位置でのミクロ組織である。いずれも結晶粒の寸法や形状の違いを観察する目的で、研磨面を 2% ふっ酸水溶液にて 90s、25V で陽極酸化処理し、偏向顕微鏡観察したものである。(a) は突合せ面より十分離れた位置のミクロ組織である。これは Fig. 3 に示すような押出方向に伸張したパンケーキ型の結晶粒を有する母材の押出方向に垂直な断面の組織に対応する。(b) は突合せ面より約 10mm 離れた位置の厚さ方向中央部の組織であり、(a) と同じ結晶粒組織を呈している。(c) は突合せからの距離が 7mm、板表面からの深さが 1mm の箇所の組織である。ここ

Fig. 3 Microstructure of the extruded 6N01-T5 alloy plate.

Fig. 4 Tear test specimen.

では結晶粒の形状ならびにその配向が母材とは大きく異なっている。このような組織変化は Fig. 1 のマクロ組織からもうかがえる。(d) は接合部中央のミクロ組織であり、非常に微細な等軸粒が観察できる。平均結晶粒寸法は $10\mu\text{m}$ であり、母材の約 1/10 になっている。

2.3 引裂試験

2.3.1 試験片形状ならびに採取方向

引裂試験には、Fig. 4 に示す ASTM B871 で規格化された標準試験片²⁾を使用した。なお試験片の厚さは供試材より 1mm 薄い 5mm とした。これは接合部の縁に発生しているばりを除去するためである。よって試験片加工にあたっては、板の裏面は平面を出すためのわずかな研削にとどめ、ばりが発生している接合ツール挿入側の表面を約 1mm 研削した。

接合材のマクロならびにミクロ組織の特徴を踏まえ、本研究では接合材より Fig. 5 に示すような 5 種類のタイプの試験片を採取し、引裂試験に供した。

- ・タイプ A：試験片の切欠き部を接合部中央に配置し、き裂が接合部中央を接合方向に沿って成長するようにしたもの。
- ・タイプ B：切欠き先端が接合部の縁にあり、さらにタイプ A と 90° 回転させた方向に試験片を配置したため、き裂が接合部を横断して成長するもの。
- ・タイプ C：タイプ A と採取方向は同じであるが、切欠き

Fig. 5 Collection method of the tear test specimens from the FSW joint.

- A: A crack propagates through the mid-central region of the weld along the welding and extrusion direction.
 B: A crack propagates across the weld region perpendicular to the welding and extrusion direction.
 C: A crack propagates through the edge of the weld region along the welding and extrusion direction.
 L: A crack propagates along the welding and extrusion direction in the base metal.
 T: A crack propagates perpendicular to the welding and extrusion direction in the base metal.

先端を接合部の縁に配置し、き裂が接合部の縁を接合方向に沿って成長するもの。

- ・タイプ L: 母材 (BM) から採取し、押出方向に沿ってき裂が成長するもの。
- ・タイプ T: 同じく母材 (BM) から採取し、押出方向に垂直方向にき裂が成長するもの。

2.3.2 試験条件

引裂試験はインストロン型試験機を用い、室温、クロスヘッド速度 $8.3 \times 10^{-6} \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ で行った。試験の N 数は、供試材の量的な制約から各タイプの試験片について 3 とした。

荷重はロードセルで測定した。変位は、治具間に装着したクリップゲージ型変位測定器 (東京測器研究所製, RA-5) による荷重線上変位を測定した。またクロスヘッド変位を一定のクロスヘッド速度に試験時間を乗じて求めた。なお、本研究では最終的に荷重-クロスヘッド変位で引裂試験結果を整理した。これは本研究で使用した試料の変形量が非常に大きく、多くの試験で変位が変位測定器の動作範囲を超えたためである。通常、クロスヘッド変位には通常試験機や掴み具の変位も含まれるため、その誤差に対する考慮が必要であるが、本研究ではすべての試験を同じ試験機、同じ掴み具で行っているため、各試料の引裂靱性を直接比較・検討する上で問題はない。

荷重-変位曲線の面積からき裂成長エネルギーを求めた。なお、本試験においてはいずれの試験片も完全には分断せず、塑性ヒンジを形成したため、荷重が 2 kN まで低下した時点で試験を停止し、それまでの荷重データとクロスヘッド変位を用いてき裂成長エネルギーを算出した。

2.4 試験片表面ならびに引裂破面観察

き裂成長に伴い引裂試験片表面に生じた形態変化を、デジタルマイクロスコープ (キーエンス社製, VHX-100) を用いて観察した。引裂破面のマクロ的様相はデジタルカメラで撮影し、マイクロフラクトグラフィは走査型電子顕微鏡 (日本電子製 JSM-5310) を使用し、加速電圧 15 kV で行った。

Fig. 6 Load-displacement curves obtained by tear tests.

3. 実験結果

3.1 荷重-変位曲線

母材から採取したタイプ L および T の試験片ならびに接合部から採取したタイプ A~C について引裂試験を行った。引裂試験の再現性は極めて良好であり、各 3 回の実験においてほとんど同じ荷重-変位曲線が得られた。各試験片の荷重-変位曲線を **Fig. 6** に示す。L と T はほぼ同じ最大荷重を示した。変位は押出方向に垂直にき裂が成長する T の方が平行に成長する L に比べ、約 2 倍大きかった。

C のき裂成長方向は L と同様、押出方向に平行だが、き裂は接合部の縁を成長する。C の最大荷重は L に比べ約 20% 減少した。変位は L より大きく、ほぼ T と同じであった。

B のき裂成長方向は T と同じく母材の押出方向に垂直であり、き裂は接合部内を横断する。B の荷重-変位曲線は他に比べて平坦で、特に変位 (クロスヘッド変位) が 2~4 mm の間、荷重がほぼ一定となっている。また変位は大きく、T のほぼ 2 倍であった。

き裂が接合部中央のみを成長する A については、最大荷重、変位とも B, C のいずれよりも大きく、特に最大荷重までの変位は倍増した。

3.2 単位き裂成長エネルギー (UE_p)

最大荷重以降の荷重-変位曲線の面積を測定し、これを試験片のリガメント断面積で除して、各試料の単位き裂成長エネルギー、 UE_p を求めた。結果を **Fig. 7** に示す。 UE_p は A, B, C の順で大きく、C は T とほぼ同じであった。L の UE_p は小さく、T の約 20%, A の約 10% であった。

3.3 引裂破面のマクロ的様相とき裂近傍の試験片表面変化

Fig. 8 (a)~(c) は、試験片 A~C のマクロ的破面様相である。なお試験後の引裂試験片の外観の一例も合わせて示した。接合部中央をき裂が成長した試料 A では板厚の減少が認められ、せん断型破壊の様相を呈していた。接合部縁に沿ってき裂が成長する C の破面は、負荷方向に垂直な平坦破壊であった。接合部をき裂が横断する B の破面は切欠き近傍では C に近いが、試験片リガメント中央部では、A の破面と同様、せん断型破壊の特徴を示していた。

Fig. 9 (a)~(c) は、切欠きから発生したき裂が成長することにより生じた試験片表面の変化のマクロ的様相である。A には、いわゆるテアリップが観察され、またき裂近傍の試験片表面は光沢を有していた。しかし、肉眼では光沢のある平

Fig. 7 Unit crack propagation energies, UE_p , calculated from the obtained load-displacement curves.

Fig. 8 Macroscopic view of the tear fractured surface. Crack propagated downward from the notch in the picture. (a) A, (b) B, (c) C

坦な面に見えるこの場所には、後述するように、レーザ顕微鏡を用いてようやく確認ができるような非常に細かい凹凸模様が現れていた。

Cのき裂近傍の試験片表面には、き裂全長にわたり粗い凹凸模様が生じていることが肉眼でも容易に観察できた。Bについては、切欠き近傍ではCと同様の粗い凹凸模様がみられるが、試験片リガメント中央部でこれが幅約6mmの帯状の光沢のある表面様相へと変化する、その後はもとの粗い凹凸模様に戻っていた。

Fig. 10はこの境界部分 (Fig. 9中にマークした箇所) のレーザ顕微鏡像であり、表面トポグラフィの明瞭な変化が観察できる。

3.4 引裂破面のフラクトグラフィ

Fig. 11 (a) は、Aの破面のSEM像である。破面は微細な

Fig. 9 Change in specimen surface morphology in the crack wake. Crack growth direction is from right to left in the picture. A square window in the picture (b) is the observation view of Fig. 10. (a) A, (b) B, (c) C

引裂ディンプルで形成され、ディンプル底には割れたMn, Crを含む第2相粒子が多く観察された。一方、Fig. 11 (b) は、Cの破面であり、Aに比べディンプルが浅く、またディンプル底の第2相粒子に割れは生じていなかった。Bの破面はき裂長さの増加とともにC型からA型へと変化する、さらにC型へと移行した。

4. 考 察

4.1 引裂靱性に及ぼす接合部のマイクロ組織の影響

まず Fig. 5の試験片採取方向と Fig. 1~Fig. 3に示したマイクロ組織より、試験片Lでは、き裂がパンケーキ状の結晶粒の長軸方向に沿って成長するのに対し、Tでは、短軸方向に成長することがわかる。最大荷重はほぼ同じなのに、Lの変位と UE_p が極めて小さいのは、粒界に沿ったき裂成長の容易さによるものと考えられる。

次に試験片A~Cのき裂成長経路とマイクロ組織との関係について検討する。Aでは、き裂は接合部中央、すなわち Fig.

Fig. 10 A magnified image of the specimen surface in the square window in Fig. 9 (b). Abrupt change of the surface topography is clearly shown by laser microscopy.

Fig. 11 SEM micrographs of the tear fracture surface. (a) A, (b) C

2 (d) の微細な等軸結晶粒からなる領域のみを成長する。

本供試材については、伊藤らにより接合部を中心に両側約 50 mm にわたり板厚中央部の詳細なビッカース硬さ測定が行われ、Fig. 12 に示すような硬さ分布が報告され¹³⁾、著者らもこれを確認している。As weld では、Advancing side と Retreating side で硬さ分布は若干異なるが、突合せ面から両側約 15 mm (計 30 mm) の範囲にわたって母材に比べ硬さが低下している。硬さは突合せ面からの距離が 15 mm から 9 mm

Fig. 12 Change in Vickers hardness across the weld region of the 6N01-T5 FSW joint¹³⁾.

の範囲で急激に減少し、ショルダ部直径に相当する突合せ面から両側 10 mm (計 20 mm) の範囲ではほぼ一定となっている。なお、わずかではあるが中央部でやや硬さが大きい。従来の研究により、このような硬さの低下は、摩擦搅拌接合時の入熱による時効析出物の再固溶ならびに激しい塑性流動と温度上昇によりナゲット部で生じる動的再結晶に起因することが明らかになっている。

さて、本研究で用いた厚さ 5 mm の引裂試験片は、厚さ 6 mm の板の接合ツール挿入側の表面を約 1 mm 研削して得られたので、Fig. 1 の板上面から深さ 1 mm は削除されている。

まず、き裂成長経路とマイクロ組織の関係について検討する。試験片 C のき裂は Fig. 2 (b) の結晶粒組織の部分のみを成長している。一方、A でのき裂は接合部中央、すなわち微細等軸粒の部分のみを成長しており、A と C のき裂成長経路の結晶粒組織は大きく異なっている。ただし Fig. 12 からわかるように硬さにはほとんど違いがない。B のき裂は、まず Fig. 2 (c) のほぼ母材と同じ結晶粒組織中を成長し、次に Fig. 2 (d) の微細等軸粒内を通過し、再び Fig. 2 (c) の組織中を成長している。

次に Fig. 6 の荷重-変位曲線とき裂成長経路のマイクロ組織ならびに硬さとの関係について検討する。A, B, C の最大荷重は L, T に比べて大きく低下し、これは接合材の硬さ分布とよく対応している。A, B, C の変位は L, T に比べて大きく増加している。A の変位が最も大きいのは、き裂成長経路の微細等軸粒組織に起因するものと考えられる。L と C では、き裂成長方向 (板の押出方向に平行) は同じであり、また結晶粒組織にも違いは見られないが、C の変位は L の約 2 倍である。この差は時効析出物の再固溶によるマトリックスの軟化を反映したものであろう。B の変位は A と C の中間であるが、これは先に述べたように B のき裂成長経路が Fig. 2 (c) と Fig. 2 (a) の複相組織となっているためである。

4.2 引裂き裂近傍の試験片表面様相に及ぼすマイクロ組織の影響

ここでは、試験片 A~C のき裂近傍の試験片表面様相と結晶粒組織との関係について考察する。

さて、引裂試験を行う前の機械加工のままの試験片表面には見られないが、き裂成長に伴い、き裂周囲の塑性域が試験片表面で識別できるようになる。塑性域内に見られるすべり線やすべり帯、すべりステップ等のすべり模様は、材料内部の塑性変形挙動を反映し、それはマイクロ組織（結晶粒寸法や形状、強化機構にかかわる析出物の種類等）と密接に関係している。よって、試験片表面に現れた凹凸模様の差異は、ここでは結晶粒寸法の差異を反映するものと考えてよい。

Fig. 9 に示したように、A のき裂近傍の試験片表面には、き裂全長にわたり非常に細かい凹凸模様が観察された。C のき裂近傍の試験片表面には、やはりき裂全長にわたり粗い凹凸模様が生じていた。一方、B では、切欠き近傍では C と同様の粗い凹凸模様が観察されたが、試験片リガメント中央部の幅約 6mm の範囲では A と同様の細かい凹凸模様がみられ、その後はもとの粗い凹凸模様となっていた。

これらの結果は、A のき裂周囲の結晶粒が微細であることを示しており、したがって B に関しては、き裂成長経路内の幅 6mm の範囲でのみ結晶粒が微細化していることを表している。まさしくこの範囲は Fig. 1 に示したように接合部の中央の接合ツールのピン部が通過した領域であり、接合後の組織が微細等軸粒になっている領域である。

5. 結 言

厚さ 6mm の 6N01 アルミニウム合金 T5 材の摩擦攪拌接合材に対し引裂靱性とマイクロ組織との関係を調べた。試験片の採取方法を工夫し、材料の所定の部分にき裂を成長させることにより、き裂成長に対する抵抗に及ぼす接合部近傍のローカルなマイクロ組織変化の影響について検討を行った。得られた知見を以下に示す。

引裂試験で得られる荷重-変位曲線ならびに単位き裂成長エネルギー、 UE_p によって摩擦攪拌接合部近傍の異なったマイクロ組織をもつ部分をき裂が成長する際の靱性を比較するこ

とができた。

As weld 状態では、母材に比べ接合部の UE_p は増加した。特に接合部の中央部の UE_p は非常に大きく、母材の押出方向の約 10 倍、押出垂直方向の約 2 倍であった。

接合部の中央部と縁部では硬さはほぼ同じであるが、各部分の引裂靱性を比較すると、前者の UE_p は後者に比べ約 2 倍大きかった。これは中央部のマイクロ組織が微細等軸粒組織であるのに対し、縁部では母材と同じパンケーキ状の結晶粒組織を呈しているためであると考えられる。

引裂試験時に見られるき裂近傍の試験片表面様相の変化は、接合部内のマイクロ組織の違いをよく反映していた。

謝 辞

供試材を提供いただいた(株)軽金属学会 摩擦応用接合技術部会ならびに実験に協力いただいた東京工業大学 鈴木健太博士に感謝申し上げます。

参 考 文 献

- 1) 篠田 剛：溶接技術, **10** (2001), 128-131.
- 2) 佐藤 裕, 粉川博之：まてりあ, **42** (2003), 214-220.
- 3) J. G. Kaufman: Fracture Resistance of Aluminum Alloys, the Aluminum Association, ASM International, (2004), 38-74.
- 4) ASTM standard, Designation: B871-96, Standard Test Method for Tear Testing of Aluminum alloy Products, (1996), 602-608.
- 5) 河村 繁, 滝 久男：軽金属, **9** (1974), 399-405.
- 6) 河村 繁, 滝 久男：軽金属, **24** (1974), 406-410.
- 7) 小林俊郎, 新家光雄, 池田浩一：軽金属, **38** (1988), 9-15.
- 8) D. Dumont, A. Deschamps and Y. Brechet: Mater. Sci. and Eng., A356 (2003), 326-336.
- 9) F. Born, J. Besson and A. Pineau: Mater. Sci. and Eng., A380 (2004), 356-364.
- 10) S. W. Han, S. W. Kim and S. Kumai: Fatigue Fract Engng Mater Struct, **27** (2004), 9-17.
- 11) S. Kumai, T. Tanaka, H. Zhu and A. Sato: Mater. Trans., **45** (2004), 1706-1713.
- 12) H. Zhu, S. Kumai, T. Tanaka and A. Sato: Mater. Trans., **45** (2004), 1714-1721.
- 13) X. Yun, T. Ito, Y. Motohashi and A. Goloborodko: Proc. of IIW Pre-Assembly Meeting on FSW in Nagoya, (2004), 179-183.