摩擦攪拌接合法による純チタンと AZ31 マグネシウム合金との接合性

青沼 昌幸*・津村 卓也**・中田 一博**

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 57, No. 3 (2007), pp. 112-118

Weldability of pure titanium and AZ31 magnesium alloy by friction stir welding

Masayuki AONUMA*, Takuya TSUMURA** and Kazuhiro NAKATA**

Pure titanium and AZ31B magnesium alloy sheets were butt joined by friction stir welding method (FSW) with different joining parameters by tool rotating speed and changing probe position from the joint interface. Al-rich titanium layer with under $2\mu\text{m}$ in thickness was formed at a joint interface in pure titanium side in the following FSW conditions (travel speed: 300 mm/min, tool rotating speed: 1500 rpm, probe position: 1.2 mm into titanium). Near the joint interface, the grain of titanium was deformed by both heat effect and stirring force, and vickers hardness of titanium increased to 200 HV 0.05 in comparison with base metal hardness 150 HV 0.05 because of work hardening. However AZ31B showed no obvious hardness change. Tensile strength of the joint increased with changing the probe position into the titanium side and the maximum strength 156 MPa was obtained at probe position of 1.2 mm into titanium side. Fracture occurred in the stir zone of AZ31B.

(Received August 28, 2006 Accepted November 11, 2006)

Keywords: dissimilar metal joining, friction stir welding, pure titanium, AZ31B magnesium alloy

1. 緒 言

近年、構造材料の軽量化を目的として自動車、航空機などの材料置換が検討され、従来の鉄鋼およびアルミニウム合金に代わる材料として、チタン合金およびマグネシウム合金に代表される軽量高強度金属材料の実用化が進んでいる。AZ31, AZ91などに代表されるマグネシウム合金は比強度に優れ、またチタン合金は比強度および耐食性に優れることから、マグネシウム合金とチタン合金の異材接合構造が可能となれば軽量化に対する利点となる。しかしこれらを溶融接合法によって接合する場合、チタン合金の融点がマグネシウム合金の沸点以上であることや、溶融部が二相分離することなどから溶接ビードが形成されず接合が困難である。そのため、チタン合金とマグネシウム合金との接合に関する研究は抵抗溶接法や摩擦圧接法によるもの¹⁾²⁾が報告されている程度で、詳細な報告がほとんど見られないのが現状である。

摩擦攪拌接合法は高速回転する接合ツールを被接合材の突合せ部に押し当て、ツール先端のプローブを挿入することによる摩擦熱での温度上昇と、プローブによる被接合金属の塑性流動による攪拌作用によって接合する方法である³⁾。現状では接合プローブの強度の関係上、主にアルミニウム合金およびマグネシウム合金などの塑性変形能の優れた軽合金に適用されているが⁴⁾、チタン合金や鉄鋼材料についても適用が検討されている⁵⁾⁶⁾。またこの接合法は溶融凝固過程を伴わないことから、これまで溶融接合法では困難とされていた異

種金属材料接合への適用が検討されている⁷⁾。本研究では摩擦攪拌接合法 (FSW) を用いて比強度に優れた材料である工業用純チタンと AZ31B マグネシウム合金とを接合して、組織、硬さおよび静的強度を評価し、接合性について考察を行った。

2. 実験方法

2.1 接合方法

供試材には JIS2 種の市販工業用純チタン (以下 Ti と表記) 圧延材および AZ31B マグネシウム合金押出材 (以下 AZ31B と表記) を用いた。Table 1 に供試材の化学組成および機械的性質を、そして Fig. 1 に FSW による突合せ接合の模式図を示す。また、Table 2 に接合条件を示す。接合ツールは SKD61 製とし、ショルダ径 15 mm, プローブ径 4 mm の M ねじ付プローブを用いた。供試材の板厚は AZ31B を 2.5 mm とし、同じ厚さの Ti を突合せて接合を行った。接合ツールのプローブ長は板厚よりも 0.1 mm 短い 2.4 mm とした。開先は機械加工により平滑に研削し、接合前にアセトン脱脂を行った。渡辺ら⁸⁾⁹⁾ および福本ら¹⁰⁾ は鉄鋼とアルミニウム合金の固相接合において、鉄鋼側へのプローブの押込み量を制御することによって、プローブの摩滅を避けつつ、健全な突合せ継手の作製が可能となることを報告している。本研究では Ti の攪拌による接合プローブの折損および摩滅を避けるため、突合せ面とプローブの外周が接する状態でのプローブ位置を 0 と定義し、Ti 側を + としてプローブ位置を変化させ

* 東京都立産業技術研究センター (〒115-8586 東京都北区西が丘 3-13-10)。Tokyo Metropolitan Industrial Technology Research Institute (13-10 Nishigaoka 3chome, Kita-ku, Tokyo 115-8586)。

** 大阪大学接合科学研究所 (茨木市)。Joining & Welding Research Institute, Osaka University (Ibaraki-shi, Osaka)。

Table 1 Chemical composition and mechanical properties of base metals

AZ31B	Chemical composition, mass%					
	Al	Zn	Mn	Fe	Si	Mg
	3.00	0.88	0.58	0.018	0.015	Bal.
	Tensile strength		Elongation		Vickers hardness	
	239 MPa		13%		53 HV	

Pure Ti	Chemical composition, mass%					
	C	H	O	N	Fe	Ti
	0.006	0.002	0.057	0.003	0.045	Bal.
	Tensile strength		Elongation		Vickers hardness	
	409 MPa		41%		150 HV

Fig. 1 Schematic illustration and welding conditions of friction stir welding.

て^{*1} 接合を試みた。摩擦攪拌接合装置は荷重制御式であり、本研究では荷重を一定とし、ツール回転数およびプローブ位置を変化させて接合を行った。

2.2 接合部の解析

接合後、接合部の外観検査およびX線透過試験を行った。その後、接合部断面をSiC紙およびダイヤモンドパフによって研磨し、AZ31Bについては5%硝酸アルコール、Tiについては0.5% ぶつ化水素酸水溶液によってエッチングを施し、それぞれ組織観察を行った。また、走査型電子顕微鏡 (SEM) およびエネルギー分散型X線分光分析器 (EDS) によって分

^{*1} 施工段階で正確なプローブ位置を把握するのが困難であったため、接合後にプローブを抜いた穴の位置を接合中のプローブの位置として計測した。

Table 2 Friction stir welding conditions

Tool size	Shoulder diameter, mm	
	Probe diameter, mm	
	Probe length, mm	
Tool rotation speed, rpm		15
Travel speed, mm/min		4
Tool loading force, kN		2.4
Weld length, mm		750 to 1500
		300
		9.8
		120

Fig. 2 Schematic illustration of a transverse tensile test specimen of FSW joint. **Fig. 3** Surface appearances of FSW joint at a probe position +0.7 or +0.8.

析を行い、接合部の元素分布状態について解析した。接合部の硬さは接合線に垂直方向の断面 (横断面) の板厚中央部において、マイクロビッカース硬さ試験機によって、荷重 0.49 N として計測した。また静的強度評価として **Fig. 2** に示す試験片を用い、クロスヘッドスピードを 2 mm/min として引張試験を行った。試験片の表面は接合のままとし、接合線に対して垂直になるように試験片を採取した。破断後、試験片の破断面について、SEM および EDS による観察および分析を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 接合継手作製に及ぼす接合パラメータの影響

ツールの回転方向と進行方向が一致する側 (前進側, Advancing side, A. S.) とツールの回転方向と進行方向が一致しない側 (後退側, Retreating side, R. S.) で接合中の塑性流動現象が異なるため¹¹⁾、試験片配置による接合性の違いについて検討を行った。**Fig. 3** に試験片配置を変え、プローブ位置を 0.7~0.8 mm として接合を行った際のビード外観を、そして **Fig. 4** に X 線分析顕微鏡による透過 X 線像を示す。炭素鋼とアルミニウム合金を摩擦攪拌接合法によって接合した場合、プローブの周囲を塑性流動しているアルミニウム合金が炭素鋼の開先面に押し付けられ、凝着することによって接合がなされると報告されている^{8),9)}。このことから、強度の高い Ti を前進側とした図中 (a) の配置では、プローブによって Ti の開先面が削り取られて表面が活性化した後、後方側

Fig. 4 Radiographic photographs of FSW joint at a probe position +0.7 or +0.8.

Fig. 5 Thermal cycles of titanium at 1 mm from joint interface.

から塑性流動した AZ31B が押し付けられると推測される。(a) の配置でプローブによって Ti を切削しつつ接合を行った場合には、ツール回転数 1000rpm を超える条件でプローブの折損や発火が生じやすく、1500rpm とした場合では発火によって施工が不可能であった。一方、Ti を後退側とした (b) の配置では 1250rpm 以下で AZ31B に溝状欠陥の発生が認められることがあったが、1500rpm まで回転数を増加しても継手の作製が可能であった。

Fig. 5 に接合界面 Ti 側での温度測定結果を示す。突合せ面から 1mm の位置において、Ti 側底面の温度を CA 熱電対によって測定し、被接合材の配置による最高到達温度の違いについて検討を行った。回転数を 1000rpm と固定した場合、接合部近傍 Ti 側底面の最高到達温度が (a) の配置で 605K、そして (b) の配置で 562K となった。このことから Ti を前進側とした場合に Ti の温度上昇が顕著となるうえ、プローブと Ti との接触部の温度も (b) の配置時と比較してより高い状態となっていると推測される。また、後退側はプローブの回転方向と接合方向が逆となることから、せん断力が働くために¹²⁾ プローブおよびショルダとの摩擦によって AZ31B の細かい切削粉が排出されやすく、AZ31B の切削粉に発火しやすい状態であると推測される。これらの理由から、(a) の配置における接合可能な条件範囲が (b) の配置と比較して低回転側となったと考えられ、(a) の配置で回転数を増加した場合には温度が上昇して発火する可能性が高いものと推測

Fig. 6 Microstructures of titanium at joint interface (probe position: 0.8 mm, tool rotation speed: 1250rpm, travel speed: 300mm/min).

される。(b) の配置の場合は前進側の AZ31B で温度上昇が促されて AZ31B の塑性流動が生じやすく、Ti 側での温度上昇が (a) の配置と比べて抑制されていることから、AZ31B を塑性流動させる際に (a) の配置と比較して発火しにくいと考えられる。Fig. 6 に接合界面 Ti 側の光学顕微鏡組織写真を示す。撮影位置は板厚方向のほぼ中央である。接合界面近傍の Ti は結晶粒が変形しており、変形した領域の幅は (a) の配置で 100μm、そして (b) の配置で 20~50μm であった。また (a) の配置では Ti 側にカップ状の組織変化領域が認められ、この領域はショルダによる摩擦熱によって熱影響を受けて軟化したうえ、攪拌力の影響を受けた領域であると考えられる。しかし温度は Ti の再結晶温度まで上昇しておらず、塑性流動は生じずに塑性変形のみを生じたものと考えられる。(b) の配置では (a) で見られたような組織変化領域は確認されず、接合界面での Ti 変形領域幅も (a) の半以下となった。本研究では発火が生じにくく、ビード作製が容易であった配置 (前進側 AZ31B, 後退側 Ti) として、回転数とプローブ位置などの接合条件を変えて継手を作製し、接合性について検討を行った。

3.2 接合部組織

Fig. 7 に接合速度 300mm/min の条件でプローブ位置およびツール回転数を変化させて作製した継手の外観写真および透過 X 線像を示す。いずれの接合条件においても滑らかな接合部外観は得られず、後退側である Ti の表面がツールのショルダ部との摩擦熱によって塑性変形し、AZ31B 表面を覆っているのが認められた。X 線透過試験の結果、ツール回転数 1250rpm、プローブ位置 0.5mm では図中に示したように接合前半部で接合表面と内部に欠陥が認められたが、ツール回転数を 1500rpm と増加し、プローブ位置を 0.8mm および 1.2mm とした場合では欠陥は認められず、継手の作製が可能であった。

Fig. 8 に継手断面の SEM 像を示す。接合部断面ではショルダ通過部直下と底面に Ti が認められ、AZ31B の攪拌部にはプローブによって切削されたと考えられる Ti の破片が分散分布していた。またツール回転数の増加およびプローブ位置の増加に伴い、これら Ti 片の量は増加する傾向が認められた。特に板底面に近い部分で Ti 片が多く認められており、これらはプローブ先端による切削後に十分攪拌されないまま留まっている Ti と考えられる。Fig. 9 に接合界面近傍 Ti 側の

Fig. 7 Surface appearances and radiographic photographs of titanium (R. S.) and AZ31B (A. S.) joints at different probe positions (travel speed 300 mm/min).

Fig. 8 Macrostructures of SEM images in cross section of FSW joints of different probe positions.

光学顕微鏡組織を示す。接合界面での Ti はプローブによる熱影響と攪拌力の影響により結晶粒が変形していた。変形した領域は板の底面付近で幅が最も広く、図中 (b) の位置では $20\mu\text{m}$ から $30\mu\text{m}$ であるのに対し、最も広い (c) の位置では $60\mu\text{m}$ から $80\mu\text{m}$ 程度となった。また攪拌部中に存在している Ti 片についても、塑性変形によるものと考えられる微細な縞模様が認められた。

Fig. 10 にツール回転数 1500rpm, 接合速度 300mm/min で接合した突合せ継手における AZ31B 側の断面組織を示す。(a) に示す攪拌部の結晶粒は動的再結晶現象によって母材部分と比較して微細化し、(d) に示す AZ31B 母材の結晶粒径が $20\sim 30\mu\text{m}$ 以上であるのに対し、 $10\mu\text{m}$ 以下の結晶粒が多く認められた。また (b) に示す熱影響と機械的影響を同時

Fig. 9 Microstructures of cross sections of FSW joints in titanium side (probe position: 1.2mm, tool rotation speed: 1500rpm, travel speed: 300 mm/min).

Fig. 10 Microstructures of cross sections of FSW joints in AZ31B side (probe position: 1.2mm, tool rotation speed: 1500rpm, travel speed: 300 mm/min), (a) stir zone, (b) TMAZ, (c) HAZ, (d) base metal.

に受けた部分 (TMAZ) と (c) に示す熱影響のみを受けた熱影響部 (HAZ) が確認され、TMAZ では結晶粒径にはばらつきが認められたが粒径 $15\mu\text{m}$ 以下の結晶粒が認められた。(c) に示す熱影響部でも (d) に示す AZ31B 母材の結晶粒径と比較して微細な結晶粒が増加しており、これらの組織は AZ31 合金の摩擦攪拌接合による形成組織の特徴と一致した¹³⁾。

3.3 接合界面における合金元素の反応

Fig. 11 にツール回転数 1250rpm, 接合速度 300mm/min で接合した突合せ継手断面の元素線分析結果を示す。接合界面では Ti 側に厚さが約 $2\mu\text{m}$ の Al に富んだ中間層が存在しており、この層は接合界面全体で認められた^{*2)}。また、攪拌部

*2) 接合界面から $2\mu\text{m}$ 以上離れた Ti 側でもチャート上では Al の検出が認められるが、接合部から 10mm 以上離れた Ti 母材を分析した際にも非常に低いレベルで Al が検出されたことから、これらはバックグラウンドノイズが含まれていると考えられる。

Fig. 11 Line analysis results by EDS near joint interface of titanium and AZ31B at probe position 1.2mm (tool rotation speed: 1500rpm, travel speed: 300mm/min); SEM (a), element distributions of Ti, Mg and Al (b).

Fig. 12 SEM images and elemental maps near joint interfaces of titanium and AZ31B (probe position: 1.2mm, tool rotation speed: 1500rpm, travel speed: 300mm/min).

の AZ31B では接合界面近傍約 $5\mu\text{m}$ の範囲で AZ31B 母材と比較して Al 量の減少が認められた。Ti と Mg は二相分離型の状態図を示し、相互溶解度はほとんどないために¹⁴⁾、本接合法のような条件下では Ti と Mg 間での相互拡散はほとんど生じないと考えられる。AZ31B の合金元素である Al は室温において Mg 中に固溶しているが、燃焼合成反応に見られるように Al と Ti とは反応性に優れている¹⁵⁾ ことから、接合界面では AZ31B に含まれている Al が Ti と選択的に反応して中間層を生成しているものと考えられる。Fig. 12 に、ツール回転数 1500rpm、接合速度 300mm/min で接合した突合せ継手断面の元素面分析結果を示す。AZ31B に含まれる Al の一

Fig. 13 Optical photographs of cross section near joint interface (probe position: 1.2mm, tool rotation speed: 1500 rpm, travel speed: 300 mm/min).

部は Al-Mn 系金属間化合物として AZ31B 母材中に分散しており、元素面分析によって、この金属間化合物が摩擦攪拌によって潰されて Ti へ凝着する際に Ti と反応を生じていると考えられる部分が接合界面に点在しているのが確認された。その周辺では Ti と Al との金属間化合物も確認されたが、接合界面全体に占める面積がわずかであるうえ、厚さが $3\mu\text{m}$ 未満と薄いことから、継手の機械的性質へ与える影響は少ないものと推測される。

TiAl 系金属間化合物は硬さが高く、分析で認められた中間層全体が金属間化合物である場合には、ダイヤモンドバフ研磨を行った際に AZ31B および Ti との間に硬さ差による段差が生じると想定される。Fig. 13 に長時間研磨を行った接合界面の光学顕微鏡写真を示すが、光学顕微鏡観察によっては接合界面に明らかな異相や凹凸は観察されなかった。これらのことから分析によって確認された中間層は、Ti 中に AZ31B 中の Al が拡散して生成した固溶体为主であると考えられる。

以上の結果から、接合過程は次のように考えられる。すなわち、プローブによる攪拌時に接合界面の Ti を切削していることから、プローブの通過直後の Ti は活性な状態となり、活性となった Ti に対して Mg が凝着するとともに、AZ31B 中に含まれる Al が Ti 中へ固溶した層を厚さ $2\mu\text{m}$ 以下で生成して接合がなされている。

3.4 接合部の硬さ分布

Fig. 14 に継手断面のマクロビッカース硬さ分布を示す。Ti 側においては、母材の硬さである 150HV0.05 と比較して、結晶粒の変形が認められた接合界面近傍、および攪拌部中の Ti 片部分で硬さが上昇し、最高で約 200HV0.05 を示した。硬さが上昇した領域は接合界面から $50\mu\text{m}$ 程度であり、組織観察で認められた塑性変形に伴う結晶粒変形領域の幅とほぼ一致し、接合界面の元素線分析および面分析で確認された中間層の幅 ($2\sim 3\mu\text{m}$) よりも広がった。このことから、接合界面での硬さの上昇は Al の固溶や金属間化合物によるものではなく、プローブによる Ti 結晶粒の塑性変形による硬化と考えられる。一方 AZ31B 側では、攪拌部、TMAZ、HAZ および AZ31B 母材ともに明確な硬さの変化は見られず、またプローブ位置変化による硬さの変化も認められなかった。AZ31B 側攪拌部の組織は Fig. 10 に示したように必ずしも均一な粒径の

再結晶組織ではなく、平均結晶粒径も $16\mu\text{m}$ 程度であり、母材の平均結晶粒径 $29\mu\text{m}$ よりも微細になっているが、いわゆるホール・ペッチ則に従った顕著な硬さの上昇には至らなかったと考えられる。加藤らも AZ31 の摩擦攪拌接合での攪拌部では結晶粒微細化にもかかわらず硬さ分布には大きな変化が認められなかったと報告している¹⁶⁾。

3.5 引張試験および破断面観察

継手の引張試験を行った結果を Fig. 15 に示す。プローブ位置の増加によって接合強度の増加が認められ、ツール回転数 1500rpm、プローブ位置 1.2mm の条件では最大強度 156 MPaを示し、AZ31B 母材と比較して 65% となった。Fig. 16 に突合せ継手の引張試験後の破断面 SEM 像と元素面分析結果を示す。(a) のツール回転数 1250 rpm、プローブ位置 0.5mm の破断面では Ti と AZ31B の接合界面で破断しており、

Fig. 15 Ultimate tensile strengths of FSW joints of titanium and AZ31B (travel speed: 300 mm/min).

Fig. 14 Microvickers hardness profiles on cross sections of FSW joints (travel speed: 300 mm/min), (a) probe position: 0.5 mm (tool rotation speed: 1250 rpm), (b) probe position 0.8 mm (tool rotation speed: 1500 rpm), (c) probe position 1.2 mm (tool rotation speed: 1500 rpm).

Fig. 16 SEM images and MgK α and TiK α maps on fractured surface of joints; (a) probe position: 0.5 mm (tool rotation speed: 1250 rpm, travel speed: 300 mm/min), (b) probe position: 0.8 mm (tool rotation speed: 1500 rpm, travel speed: 300 mm/min).

Fig. 17 SEM images of fractured surfaces of joints (probe position: 1.2mm, tool rotation speed: 1500rpm, travel speed: 300 mm/min).

一部で写真中に矢印で示すような板厚方向に周期的な延性破断面が認められた。延性破断部は他の接合界面と比較して強固に接合されているが、ツール回転数が小さいことによる熱量の不足によって、継手全体としては接合が不十分であったと考えられる。この部分について EDS による元素面分析を行った結果 Mg が検出され、Ti に凝着した AZ31B が破断していることが判明した。一方、(b) に示すツール回転数 1500rpm、プローブ位置 0.8mm の破断面では Ti 側のほぼ全面に AZ31B の破断面が認められた。**Fig. 17** はこれらの拡大写真であるが、破断面は Ti に凝着した AZ31B の延性破断面であった。

4. 結 言

工業用純 Ti と AZ31B 合金とを摩擦攪拌接合法によって接合し、接合条件および継手強度について検討した結果、以下の結論を得た。

(1) Ti 側へプローブ位置をずらし、AZ31B を主に攪拌する

ことで、プローブへの負荷を減らしつつ継手を作製することが可能であった。

(2) ツール回転数、接合速度、プローブ位置などの接合条件を一定として、被接合材の配置のみを変えて接合を行い、突合せ面から 1mm 離れた位置の底面において純 Ti の温度測定を行った結果、純 Ti を前進側とした場合には、後退側とした場合に比して約 40K 温度が高いことが判明した。

(3) 接合界面近傍の Ti 側ではプローブによって Ti の接合面が切削されて新鮮面が露出し、摩擦による局所的な温度上昇により Ti 中に拡散した Al による固溶体層が生成した。

(4) 継手引張試験後の Ti 側破断面には AZ31B が全面に凝着しており、引張強さの小さい接合界面近傍の AZ31B 攪拌部で延性破断した。

参 考 文 献

- 1) F. W. McBEE, Jr., J. Henson and L. R. Benson: Weld. J., **35** (1956), 481-s-487-s.
- 2) 山根秀彰, 富士明良, 遠国英昭: 溶接学会全国大会講演概要, **78** (2006), 178-179.
- 3) C. J. Dawes and W. M. Thomas: Weld. J., **75** (1996), 41-45.
- 4) 佐藤 裕, 粉川博之: 溶接学会誌, **72** (2003), 27-30.
- 5) T. J. Lienert, W. L. Stellwag, Jr., B. B. Grimmer and R. W. Warke: Weld. J., **82** (2003), 1-s-9-s.
- 6) A. J. Ramirez and M. C. Juhas: Materials Science Forum Vols. 426-432 (2003), 2999-3004.
- 7) 平野 聡, 岡本和孝, 土井昌之, 岡村久宣, 稲垣正寿, 青野泰久: 溶接学会論文集, **21** (2003), 539-545.
- 8) 渡辺健彦, 柳沢 敦, 高山博史: 溶接学会論文集, **22** (2004), 141-148.
- 9) 渡辺健彦, 柳沢 敦, 高山博史, 小沼静代: 溶接学会論文集, **23** (2005), 603-607.
- 10) 福本昌宏, 椿 正己, 下田陽一郎, 安井利明, 溶接学会論文集, **22** (2004), 309-314.
- 11) K. Colligan: Weld. J., **78** (1999), 229-s-237-s.
- 12) 中田一博, 居軒征吾, 長野喜隆, 橋本武典, 成願茂利, 牛尾誠夫: 軽金属, **51** (2001), 528-533.
- 13) 有年雅敏: 溶接学会誌, **74** (2005), 152-157.
- 14) Max Hansen: Constitution of binary alloys, McGraw-Hill Book Company, Inc (1958).
- 15) 日比野敦: 日本金属学会誌, **61** (1997), 128-134.
- 16) 加藤数良, 時末 光, 北原孝施: 軽金属溶接, **42** (2004), 130-139.