アルミニウム合金摩擦攪拌接合部の酸化物の挙動及び その機械的特性に及ぼす影響*

岡村 久宣**, 青田 欣也**, 坂本 征彦**, 江角 昌邦***, 池内 建二****

Behavior of Oxide during Friction Stir Welding of Aluminum Alloy and Its Influence on Mechanical Properties*

by OKAMURA Hisanori**, AOTA Kinya**, SAKAMOTO Masahiko**, EZUMI Masakuni***
and IKEUCHI Kenji****

In the stirred zone of friction-stir welds of an aluminum alloy 6N01 plate (formed through extrusion), a zigzag bond line was observed after etching by an aqueous solution of 10% NaOH, when the revolution pitch (tool traveling speed/rotation rate) was greater than a critical value. SEM and TEM observations revealed that the bond line consisted mainly of particular inclusions 0.01-0.2 μm in size. The inclusion was identified as complex oxide involving Al, Mg, and Si based on EDX analyses. The inclusion can be considered to originate from the oxide film that was formed on the plate surface during the extrusion process, since its amount was reduced significantly by removing the as-extruded surface layer through mechanical cutting or grinding. The presence of the bond line had no significant influence on the tensile strength or fatigue strength of the joint, since it was fractured in the heat-affected zone in the tensile and fatigue tests.

Key Words: Aluminum alloy, Friction Stir Welding, Oxide, Rotation pitch, Rotation tool, Tensile strength, Fatigue strength

1. 結 言

摩擦攪拌接合法 (Friction Stir Welding) は、特にアルミニウム合金の溶接において、従来のアーク溶接などの熔融溶接や拡散接合には無い多くのメリットが期待されている。このため、FSW 法がイギリスの TWI (The Welding Institute) で1991年に開発されて以来¹⁻³⁾、わずか7~9年の間にすでに鉄道車両、航空機、船舶などに適用されている⁴⁻¹¹⁾。今後も自動車、半導体、民生機器などの多くの分野での適用化が予想される。今後、FSW 法が多くの産業分野に適用されるに当たって、特に FSW の場合は、従来の熔融溶接法とその接合機構が全く異なるため、接合機構並びに接合部の諸特性を十分に解明しておくことが大切である。ところが、FSW の場合は開発されて以来まだ10年たらずと短いこともあって、接合部の金属学的及び機械的特性についての報告は少ない¹²⁻¹⁴⁾。例えば、アーク溶接の場合は、溶接材表面の酸化膜の大部分は溶接部の表面に浮上してスラグとなり、また、一部は分解してガス状となって気泡ま

たは外部に放出され、溶接部に及ぼす悪影響は少ないことが明らかになっている。一方、FSW の場合は回転ツールと接合材との回転摩擦熱と塑性流動によってアルミニウム合金をその融点以下で接合するため、接合材表面の酸化膜は接合部内に巻き込まれて接合部に残存することが予測される。しかし、現在までのところ、FSW 部の酸化膜についての報告は少ない。

本報告では FSW における酸化物の形態、分布、成長機構並びに機械的特性に及ぼすその影響についての検討結果を報告する。

2. 実 験 方 法

2.1 接合材料

実験に用いたアルミニウム合金は (以下、アルミ合金と省略) は JIS 規格の 6N01 (T5) 材である。Table 1 に 6N01 アルミ合金の化学組成及び引張り強さをまとめて示す。接合材の寸法は押出し成型された厚さ 4 mm、幅100 mm、長さ500 mm である。接合方法はこれを2枚突合せて接合する I 型の突合わせ接合である。なお、接合材表面は全く処理しない押出し成型のまま接合した。

2.2 接合方法

Fig. 1 に FSW 法による接合方法の概要を示す。接合に

*原稿受付 平成12年10月27日

**正 員 ㈱日立製作所日立研究所 Member, Hitachi, Ltd. Hitachi Research Laboratory

***正 員 ㈱日立製作所 Member, Hitachi, Ltd. Power & Industrial Systems

****正 員 大阪大学接合科学研究所 Member, Joining and Welding Research Institute, Osaka University

用いた回転ツールはショルダ径が15 mm、ピン径が6 mm、ピン長さ3.8 mm からの工具鋼である。なお、FSW における酸化物の攪拌と分布並びに欠陥の発生傾向は、その接合機構から回転ピッチ (接合速度/ツールの回転数) つまり、

Fig. 1 Schematic illustration of FSW.

Etching for observation of oxide layer :
10% NaOH solution

Fig. 2 Observed section of oxide layer in FSW.

Table 1 Chemical composition and tensile properties of 6N01 (T5) aluminum alloy used.

Chemical composition (mass%)								Tensile test results (MPa)		
Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	σ_B	σ_Y	Elongation (%)
0.60 (0.4~0.9)	0.21 (<0.35)	0.30 (<0.36)	0.04 (<0.50)	0.8 (0.4~0.8)	0.04 (<0.30)	0.05 (<0.25)	0.02 (<0.10)	290 (>245)	250 (>205)	14 (>8)

Fig. 3 Dimension and location of mechanical test specimens.

回転ツール1回転当りの移動距離に大きく影響される¹⁵⁾。このため、接合速度は10 mm/s一定にして、回転ピッチ(接合速度/回転数)を0.1~1.0 mm/rまで変化して接合した。

2.3 接合部の評価方法

2.3.1 酸化物の観察及び分析

Fig. 2に酸化物の観察方法の概要を示す。接合部の酸化物の形態及び分布は、接合部の横及び水平断面を研磨後、10%NaOH水溶液でエッチングして光学顕微鏡で観察した。さらに、酸化物のミクロ的観察はSEM及びTEMにより、さらに元素分析はEDXにより行った。

2.3.2 機械的特性

接合部の機械的特性に及ぼす酸化物の影響は、接合部の引張り試験及び曲げ疲労試験により評価した。Fig. 3に引張り及び曲げ疲労試験片の採取方法と試験片の形状を示す。引張り試験片はFig. 3の(a)に示すように、接合進行方向に対して直角方向の他に(b)に示すように接合進行方向からも採取した。なお、接合部の表面の凹凸並びに裏面の未接合部の影響を除去するため、いずれの試験片も接合部の表面と裏面を各0.25 mm機械加工して試験片の厚さを3.5 mmとした。

3. 実験結果

3.1 FSW部の酸化物の観察

3.1.1 光学顕微鏡による観察

Fig. 4はFSW部の横断面及び水平断面を10%のNaOH水溶液でエッチング後の光学顕微鏡観察による代表的なマクロ観察例を示す。アルミ合金の種類または接合条件によっても異なるが、(a)の横断面において白い曲線的な帯状の線が、一方、(b)の水平断面においては白い帯状の線が接合方向に沿って周期的かつ連続的に観察される。

Fig. 5はFig. 4(a)の横断面において白い帯状の線の部分を光学顕微鏡でさらに拡大して観察したミクロ観察例である。Fig. 4で白い帯状に観察された線は、Fig. 5のミクロ観察では黒い帯状の線に観察される。以上の観察結果の詳細は、第4章で述べるが、これは次のような理由によるものである。アルミナ系の酸化物は組織観察のためのエッチング水溶液(10%NaOH)のような強アルカリ溶液中ではマトリックスに比べて優先的にエッチング(溶解)されるため、その部分が局部的に凹み状になる。つまり、光学顕微鏡による観察では、優先的にエッチング(溶解)された酸化物の痕跡(凹み)を観察することになり、反射光の関係でマクロ観察では白く、また、ミクロ観察では黒い線状に観察される。このため、一見、線状の欠陥のように観察されるが、従来のアーク溶接部に見られる割れや気泡のよう

Fig. 4 Optical macroscopic observation of oxide.

な欠陥ではない。

3.1.2 SEM 観察及び状態分析

Fig. 6 に Fig. 5 の光学顕微鏡観察で黒く帯状に観察された酸化物の痕跡 (凹み) 部分の SEM 観察及び EDX 分析結果を示す。SEM 観察でもエッチング前の酸化物の観察は困難であるが、エッチング後は、Fig. 6 に示すように酸化物の痕跡は粒状のものが凹状に観察される。

EDX 分析の結果、酸化物の痕跡部分(C)はマトリックス部(B)と同様に Al 以外の元素は何も検出されない。これはエッチングによって酸化物が溶解されて無くなった酸化物の痕跡部分を分析しているためと推察される。なお、酸化物の痕跡である(C)部の凹みの中は大部分は平滑であるが、

Fig. 5 Optical microscopic observation of oxide.

(A)部の痕跡部分には異物が残存しているように観察される。この A 部を EDX 分析した結果、Al 以外に Mg, Si, O が検出された。この結果から、この A 部にはエッチングによって溶解された酸化膜が残存していたものと推察される。これらの結果から、接合部に残存している酸化物は、これら Al, Mg, Si, O が関与しているものと推察される。

次にこれを確認するため、エッチングによって凹み状になっている酸化物の痕跡部分を再度、軽く研磨してまだエッチングされない部分またはエッチングの程度が小さい酸化物の痕跡部分を詳細に調査した。Fig. 7 にその結果を示す。エッチングによって凹み状になっている(a)部の酸化物の痕跡部分には大きさが $10\mu\text{m}$ 程度の白い粒状の物質が観察される。この粒状の物質は EDX 分析結果から Si であることがわかった。一方、まだエッチングの程度が小さいと推察される(b)の部は Al の他に Si, Mg, O が検出された。この結果から、エッチングされない部分は Al, Si, Mg, O が関与した酸化物が残存していることが推定される。なお、この酸化物は Si の周囲に形成されていることが特徴である。次にこの酸化物の形態をさらに確認するため、高倍率の TEM 観察及び EDX 分析を行った。

3.1.3 TEM 観察及び状態分析

前節で述べたように、酸化物はエッチング水溶液 (10% NaOH) で優先的に溶解されてなくなるため、その痕跡部分を観察しても酸化物は観察できない。このため、酸化物を高倍率の TEM 観察するためには酸化物が存在している位置を予め明らかにしておく必要がある。このため、エッチングによって観察される酸化物の痕跡部分に硬さ計で圧

Fig. 6 SEM image and EDX analysis of oxide (1).

Fig. 7 SEM image and EDX analysis of oxide (2).

Fig. 8 TEM image and EDX analysis of oxide.

痕を付けておき、次のこの部分の酸化物の痕跡がなくなるまで機械的に研磨してTEM観察用の試料とした。この試料をアルゴンイオンエッチングによって研磨して酸化物をTEM観察した。

Fig. 8に酸化物のTEM観察結果を示すが、大きさが 0.01μ 程度の黒い粒子状の物質の他に $0.2\mu\text{m}$ 程度の黒い粒状の物質が観察される。この $0.2\mu\text{m}$ 程度の粒状の部分

をEDX分析の結果、Fig. 8に示すようにAl以外にSi, Mg, Oが検出された。この結果からもFig. 8の粒状の物質はこれらAl, Mg, Si, Oが関与した酸化膜と推察される。なお、Fig. 8に観察される大きさが $0.01\mu\text{m}$ 程度の小さい粒子状の物質も酸化物と推察される。これら粒子状の酸化物は連続的ではなく、分散していることが特徴である。この酸化物のX線ならびに電子線回折などによる状態分析形

についての詳細は次報で述べる。

以上述べたように、FSW 部の酸化物は連続的ではないがエッチングによってその周囲も優先的に溶解され、光学顕微鏡ではその痕跡を観察するため、連続的な線状に観察されるものと推察される。

3.2 接合条件と酸化物の分布状態との関係

FSW の場合、ツールの回転作用による摩擦熱と塑性流動現象を応用した接合機構であるため、ツールの回転ピッチ、つまり、1 回転当りのピッチ (接合速度/回転数) が接合部の摩擦攪拌の程度に大きく影響することが考えられる。従って、酸化物の攪拌及び分布状態もこの回転ピッチに影響されることが考えられる。そこで、回転ピッチと酸化物の攪拌及び分布状態との関係について検討した。

Fig. 9 に接合速度 (10 mm/s) が一定の場合の接合部横断面における各回転ピッチと酸化物の分布状態との関係を示す。回転ピッチが 0.15 mm/r と小さい場合は酸化物はリング状に観察され、細かく攪拌している傾向にある。一方、回転ピッチが 0.5 mm/r と大きい場合は接合表面から裏面までほぼ連続して観察され、前者に比べて攪拌は少なく線状に凝集している傾向にある。ただし、この定量的な相関性の把握は困難であるが、回転ピッチが 0.2 mm/r 以下では Fig. 9 の (a) の、回転ピッチが 0.3 mm/r 以上では Fig. 9 の (b) の分布状態になる傾向である。なお、回転ピッチと酸化物の分布及び攪拌状態との相関性の考察は第 4 章で述べる。

3.3 接合部の機械的特性に及ぼす酸化物の影響

前章で述べたように酸化物の分布及び攪拌状態の定量的な評価は困難であるが、回転ピッチが小さい程、酸化物はより細く分散されている傾向がある。従って、回転ピッチと機械的特性との関係を検討することにより、酸化物の影響が明らかになることが推察できるため、以下、回転ピッチと機械的特性との関係について検討した。

3.3.1 引張り強度に及ぼす影響

Fig. 10 に回転ピッチと接合部の引張り強度との関係を

Fig. 10 Effect of revolutionary pitch on tenile Properties (Right angle to the joining direction).

Fig. 9 Opticalscopic observation of oxide at various revolutionary pitch.

Fig. 11 Fractured surface after tensile test (Revolutional pitch: 1.0 mm/r).

示す。Fig. 10 の引張り試験片は、Fig. 3 の(a)に示した接合進行方向に対して直角方向から採取したものである。なお、Fig. 10 には前節で述べたような酸化物の攪拌状態も示している。また、6N01 (T5) 材の母材及び MIG 溶接部の強度も比較して示している。Fig. 10 に示すように、回転ピッチが0.24~0.8 mm/r の間の引張り強さは230MPaでMIG 溶接部 (205MPa) 以上でかつ、破断位置も全て酸化物の観察されない熱影響部である。また、耐力、伸びとも回転ピッチが0.24~0.8 mm/r の間でほぼ一定である。

一方、回転ピッチが0.1 mm/r 及び1.0 mm/r では引張り強さ、耐力、伸びに低下が見られ、破断位置も酸化物が生成している摩擦攪拌部である。これは回転ピッチが0.1 mm/r の場合は摩擦攪拌が過剰のため、また、1.0 mm/r の場合は摩擦攪拌不足のため、接合部に欠陥が発生するためである。なお、回転ピッチと欠陥発生との関係についての詳細は後報で述べるが、通常はこのような回転ピッチでは接合しない。

Fig. 11 に回転ピッチが1.0 mm/r の場合の引張り試験後の破断状態を示す。Fig. 11 に示すように、接合部の裏面近傍に周期的に欠陥が発生している。引張り強度の低下はこの欠陥が主原因と推察され、酸化膜の悪影響は見られない。なお、FSW 部及び MIG 溶接部の引張り強さは母材に比べて低下しているが、これは接合材の6N01 (T5) が熱処理による析出強化材のため、加熱温度が300℃以上でMg₂Siの粗大化と溶解が生じるためである¹⁶⁾。

Fig. 12 は Fig. 3 の(b)に示した接合進行方向の接合部から採取した引張り試験片の回転ピッチと引張り強度との関係を示す。この場合も回転ピッチが0.24~0.8 mm/r の間で引張り強さは230MPaでMIG 溶接部の引張り強さ (205 MPa) 以上である。なお、この場合の伸びは33%で Fig. 10 の直角方向から採取した引張り試験片の伸び (9%) 及び母材の伸び (14%) に比べて極めて高い。これは引張り試

Fig. 12 Effect of revolutional pitch on tensile properties (Parallel to the joining direction).

験片が母材に比べて強度が低下している接合部だけから採取しているためと考えられる。

以上の結果から、欠陥が発生しない通常の接合条件範囲であれば引張り強度に及ぼす酸化物の悪影響は全く見られないことが確認された。

3.2 疲労強度に及ぼす影響

Fig. 13 に各回転ピッチと接合部の曲げ疲労強度との関係を示す。なお、Fig. 13 の疲労強度は疲労試験サイクル数が10E+6サイクルにおける疲労強度である。また、Fig. 13 には6N01 (T5) 材の母材及び MIG 溶接部の強度も比較として示す。Fig. 13 に示すように回転ピッチが0.24~0.6 mm/r における疲労強度は145 MPaで母材 (160 MPa) に比べて低いMIG 溶接部 (130 MPa) 以上で、破断位置も酸化膜に参与しない熱影響部である。なお、疲労強度が母材に比べて低い原因は第3.4.1節と同様である。

一方、回転ピッチが0.8 mm/r 以上の場合に疲労強度の低下が見られ、破断位置も酸化膜が生成している摩擦攪拌

部である。Fig. 14 に回転ピッチが0.6 mm/r 及び1.0 mm/r の場合の疲労試験後の破断位置と破断状況を示す。いずれの接合部にも酸化物の痕跡が見られるが、回転ピッチが0.6 mm/r の場合は酸化物が観察されない熱影響部から、一方、回転ピッチが1.0 mm/r の場合は摩擦攪拌部からの破断である。回転ピッチが1.0 mm/r の場合は、第3.4.1節と同様に回転ピッチが大きいため、攪拌不足が生じ、接合

部に欠陥が発生しやすくなっているためと考える。なお、引張り試験において回転ピッチが0.8 mm/r の場合でも引張り強度の低下が見られなかった原因は、疲労試験に比べて強度に及ぼす欠陥の感受性が小さいためと考える。

4. 実験結果の考察

4.1 酸化物の溶解特性

第3.1節で述べたように、FSW 部の断面を組織観察用の代表的なエッチング液 (10%NaOH 水溶液) でエッチング後、光学顕微鏡のマクロ観察では白い、ミクロ観察では黒い線状に、SEM 観察では凹み状の欠陥のように観察されるが、これは次の理由によるものである。

Fig. 15 に各アルミニウム系酸化物の水溶液中への溶解度に及ぼす pH の影響を示す¹⁷⁾。各酸化物の溶解度は pH に大きく依存し、酸性でもアルカリ性でもその溶解度は極端に増加する。ここで、本実験で用いたエッチング溶液 (10%NaOH) の pH は約14である。このため、このエッチング溶液における酸化物の溶解度はマトリックスに比べて極めて大きいことが推測できる。

Fig. 16 に10%NaOH 水溶液中における各エッチング時

Fig. 13 Effect of revolutionary pitch on bend fatigue endurance strength.

HAZ : Heat affected zone

Revolutional pitch (mm/r)	Rupture position	Rupture position in cross section 1.5mm
0.6	HAZ	
1.0	Stirred zone	

Fig. 14 Rupture position after bend fatigue test.

Fig. 15 Effect of PH on solubility of aluminum oxide at 20°C.

Fig. 16 Optical microscopic observation of oxide at various etching times.

間と酸化膜の観察状態を示す。Fig. 16は接合部の横断面である。エッチング時間が0つまり、エッチング前は酸化膜の痕跡は全く観察されないが、エッチング時間の増加に伴って、その痕跡は顕著に観察されるようになる。つまり、エッチング時間の増加に伴って溶解される幅と深さがマト

リックスのそれに比べて増加してその痕跡は順次、連続的になる。このため、第3.1節で述べたように、FSW部の酸化膜物はマトリックスに比べて優先的に溶解されるため、エッチング後の観察ではこの溶解された酸化物の痕跡（凹み）を観察することになる。従って、光学顕微鏡では光の反射量の関係で黒い（または白い）帯状の欠陥のように観察される。また、SEM観察でも凹み状の欠陥のように観察されるが欠陥ではない。なお、電解エッチング法でも検討したが、酸化物の痕跡は全く観察されなかった。

4.2 接合材の表面状態と酸化物の分布状態との関係

酸化物の成長機構を解明するため接合材の表面状態と酸化物の成長状態との関係について検討した結果、次のような事が明らかになった。

(1) 接合材の突合せ表面をブラッシングで機械切削して表面の酸化膜を除去して接合した場合はエッチング時間が同じでも酸化物の痕跡は Fig. 4～5 に比べて極端に減少する。

(2) 接合材の突合せ表面の酸化膜は除去せず、接合材の表面と裏面の酸化膜を(1)と同様の方法で除去しても酸化物の痕跡状態は Fig. 4～5 と大きく変わらない。つまり、接合材表面と裏面の酸化膜の影響は少ない。

(3) 突合せ面が無いビードオン接合の場合は酸化物の痕跡はほとんど観察されない。

以上の結果から、FSW部の酸化物は接合材の突合せ表面に存在する酸化膜の有無と大きな関係があることがわかった。

4.3 酸化物の形態、攪拌、分布状態及び成長機構

前述の第4.3.で記載したように接合材の突合せ表面の酸化膜がFSW部内の酸化物の痕跡に大きく影響することがわかった。しかし、酸化物の分析結果ではAl他にMg, Si, Oが検出されている。なお、その後の検討では、6N01材の母材にも Fig. 7と同様の酸化物の痕跡とSiが検出されている¹⁸⁾。これらの結果からFSW部に観察される酸化物は突合せ表面に存在している既存の酸化膜(α - Al_2O_3)だけではなく、次のような理由により新たな酸化物が生じていることも考えられる。

FSWにおける接合材の突合せ表面に存在する酸化膜(α - Al_2O_3)は回転ツールの回転作用によって破壊、分断、攪拌が繰り返され、接合部内に分散される。この過程で既存の酸化膜(α - Al_2O_3)は母材中の元素(Al, Si, Mg)及び析出相(Mg_2Si)さらに大気中の酸素(O_2)を巻き込みながら凝集または反応して新たな酸化物が成長するものと考えられる。この現象の詳細は今後はさらに検討する予定である。

一方、第3.3節での述べたように、回転ピッチによって酸化物の分布及び攪拌状態が異なることがわかったが、これは次のような現象によるものと推察される。Fig. 17に接合進行方向における酸化物の攪拌機構のモデルを示す。接合

突合せ表面に存在する酸化膜は、回転ツールの回転に沿って螺旋状、かつ、リング状に攪拌されているものと推察される¹⁹⁾。つまり、接合する突合せ表面の酸化膜は、回転ツールによって破壊と分断が繰り返され、さらにその酸化物は回転ツールの回転に添って接合部に分散またその一部は凝集するものと推察される。

Fig. 18はFig. 17の接合進行方向に対して直角方向における酸化物の成長と攪拌機構のモデルを示す。ツールの回転方向は接合進行方向に対して左回転である。酸化物の攪拌と分布は次のような機構によるものと推察される。

(1) 接合突合せ表面に存在している既存の酸化膜(α - Al_2O_3)は、回転ツールの回転作用によって分断と破壊並びに攪拌が繰り返される。このとき、接合部の表面近傍(ピンの上部)では、ショルダに押しつけられて下向き方向に成長する。

(2) 接合部の中央付近(ピンの中央部)では、回転ツールの回転に添って上下両方向に成長する。

(3) 接合部の裏面近傍(ピンの先端)では、接合材表面に存在している酸化膜(α - Al_2O_3)も分断と破壊並びに攪拌が繰り返されてピンの回転作用に伴って上方向に成長する。

以上(1)~(3)の攪拌作用によって分断と破壊さらに攪拌が繰り返された接合突合せ表面の酸化膜は、ツールの回転

ピッチによって、Fig. 9に示したような線状またはリング状に分布する。ここで、回転ピッチが小さい($<0.2 \text{ mm/r}$)場合膜はピンの攪拌作用が大きいため、ピンの回転に添ってリング状に攪拌され、比較的細く分散される。一方、回転ピッチが大きい($>0.3 \text{ mm/r}$)場合はピンの攪拌作用が小さいため、リング状にならず線状に分布するものと推察される。

4.4 機械的特性に及ぼす酸化物の影響

第3.4節で述べたように、引張り強さは回転ピッチが $0.2 \sim 0.8 \text{ mm/r}$ 内の中で、また、疲労強度は $0.2 \sim 0.6 \text{ mm/r}$ の間であれば接合部の引張り及び疲労強度はMIG溶接部以上で回転ピッチ、つまり、酸化物の悪影響は全く見られないことが確認された。これは、組織観察用のエッチング液によるエッチング後の酸化物は連続的に観察されるが、実際に接合部に存在している酸化物は図Fig. 8のTEM観察で示したように連続的でなく、細く分散しているためと考えられる。さらに、酸化物は母材の成分であるAl, Mg, Siからなっているため、マトリックスとも金属的に結合されているものと推察される。

5. 結 言

以上、アルミニウム合金(6N01)材FSW部の酸化物の形態、分布、攪拌、成長機構と並びに接合部の機械的強度に及ぼす酸化物の影響について検討し、下記のことが明らかになった。

(1) FSW部の断面を組織観察用のエッチング液(10% NaOH水溶液)後、光学顕微鏡で観察するとマクロ観察では白い、ミクロ観察では黒い線状のものが観察される。また、SEM観察ではこの線状のものは凹み状に観察される。これはFSW部内の酸化物がアルカリ及び酸性溶液中でマトリックスに比べて優先的に溶解(エッチング)されるため、優先的に溶解された痕跡(凹み)を観察するためである。

(2) 回転ピッチが $0.2 \sim 0.6 \text{ mm/r}$ 内の通常の接合条件

Fig. 17 Growth model of oxide during FSW.

Fig. 18 Growth and stringing model of oxide during FSW.

であれば、引張り及び疲労強度に及ぼす酸化物の悪影響は全く見られない。

(3) エッチング後の酸化物の痕跡の幅は10~50 μm である。この厚さは一般に報告されているアルミ合金表面の酸化膜 ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) の厚さ (50~100 nm) に比べて極めて広い。

(4) EDX 分析の結果、酸化物の痕跡部からは Al 他に Mg, Si, O が検出された。また、酸化物の痕跡部の中心部分には大きさ10 μm 程度の Si が観察された。

(5) TEM 観察の結果、酸化物と推察されるものは大きさが0.01~0.2 μm 程度の粒子状または粒状で、かつ、分散している状態であった。また、この粒子状のものからも Al, Mg, Si, O が検出された。

(6) 接合材の突合せ表面を機械研磨して酸化膜を除去して接合した場合は、FSW 部内の酸化物は極端に減少する。さらに、突合せ表面のないビードオン接合の場合は接合部に酸化膜はほとんど観察されない。

(7) 上記(3)~(6)の結果から FSW 部内の酸化物は、接合材の突合せ表面の既存の酸化膜 ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, MgO) が回転ツールの回転作用によって破壊、分断、攪拌される過程で母材中の元素 (Al, Si, Mg) または析出相 (Mg_2O) さらに大気中の酸素 (O_2) を巻き込み、新たな酸化物が成長するものと推察される。

(8) 回転ピッチが小さい (<0.2 mm/r) 場合の酸化膜はリングに細く攪拌されている傾向にある。

一方、回転ピッチが大きい (>0.3 mm/r) 場合は連続的な線状に観察され、前者に比べて攪拌が小さい傾向にある。

参 考 文 献

- 1) C.J. Dawes and W.M. Thomas: Friction Stir Joining of Aluminium Alloys; Bulletin, 6 (1995).
- 2) C.J. Dawes and W.M. Thomas: Friction Stir Process Welds Aluminum Alloys; Welding Journal 36-5 (1995).
- 3) 福田：TWI の摩擦攪拌溶接の実際；溶接技術, 7 (1999).
- 4) M.R. Johnsen: Friction Stir Welding Takes off at Boeing; Welding Journal, 36-2 (1999).
- 5) NIKKEI MECHANICAL, 539 (1999).
- 6) 日本経済新聞：1999年10月11日。
- 7) 熊谷正樹, 田中 直：摩擦攪拌接合による大型アルミニウム素材の製作；軽金属学会第94回春期大会講演概要 (1998)。
- 8) 戸取, 岡村：アルミニウム合金の摩擦攪拌接合 (FSW) と鉄道車両への適用；車両技術, 2000年3月 219 (1999)。
- 9) 岡村：アルミ合金の摩擦攪拌接合及び構造物への適用；溶接学会第168回溶接法研究委員会資料, 1999年12月9日, JIW-45-1999。
- 10) 生島, 堀：FSW の鉄道車両への適用とその品質・強度評価；軽構造接合加工研究委員会資料 2000年1月20日。
- 11) 岡村, 青田, 江角：アルミ合金摩擦攪拌接合と構造物への適用；軽金属, 50-4 (2000), 166-172。
- 12) 田中, 谷正：摩擦攪拌接合した6N01 アルミニウムに及ぼす時効処理の影響；軽金属学会, 第95回秋期大会講演概要, (1998)。
- 13) Peter Ditzel John. C. Lppold: Microstructure Evolution During Friction Stir Welding of aluminum Alloy 6061-T6; EWI Summary Report SR9709, 11 (1997), 1-4.
- 14) Philip Threadgill: Friction Stir welds in aluminium alloys -preliminary microstructural assessment Bulletin March/April (1997)。
- 15) 青田, 岡村, 坂本, 江角, 池内：アルミニウム合金摩擦攪拌接合部の金属学的・機械的特性 (第1報)；溶接学会春期全国大会講演概要, 66 (2000)。
- 16) 吉田, 平野, 内田：アルミニウム材料(4)；軽金属溶接, 33-4 (1995)。
- 17) 日刊工業：防食便覧；(1992)。
- 18) 岡村, 青田, 坂本, 江角, 池内：アルミニウム合金摩擦攪拌接合部の酸化膜の挙動 (第1報)；溶接学会春期全国大会講演概要, 68 (2001)。
- 19) T.H. North, G. Bendzsak, C. Smith: Material Properties Relevant to 3-D FSW Modelong; 3rd International Symposium on Friction Stir Welding, Norway 25-28 Novemver (2000)。