# 摩擦撹拌溶接 - 材料組織の特徴 -

# 東北大学大学院工学研究科 粉川博之、佐藤 裕

# **Microstructural Characteristics of Friction Stir Welding**

by Hiroyuki Kokawa and Yutaka S. Sato

キーワード:摩擦撹拌、ミクロ組織、機械的性質

Keywords: friction stir welding, microstructure, mechanical property

#### 緒言 1.

摩擦撹拌溶接(FSW)は、1991年に英国の TWI(The Welding Institute)によって開発された 固相接合法である<sup>1-4)</sup>。Fig.1にその接合過程を 模式的に示すが、回転ツールによる生じる摩 擦熱と塑性流動によって被接合材を撹拌する ことで接合される。この接合方法は、溶融溶 接での問題点の多くを解決できる可能性を有 しており、これまで主にAI合金の製品への適 用例が報告5-7)されており、接合プロセスに関 する研究が広く行われてきた。しかし、接合 部の諸特性を大きく支配する材料組織学的な 基礎的知見についてはまだ比較的研究報告が 少ないが、最近になっていくつかの系統的な 研究が報告されはじめた。ここでは、AI合金 を中心にFSWの材料組織的特徴<sup>39)</sup>を紹介する。



2. 溶接部の分類と結晶粒組織

Fig.1 Schematic illustration of FSW process.

摩擦撹拌溶接部の断面形状は大きく2つに分類される。1つはFig.2(a)4)に示すようなナゲット 状(オニオンリング状)であり、もう1つは(b)<sup>8)</sup>に示すようなワインカップ状である。ナゲット 状の接合部は2024Al<sup>4</sup>, 7075Al<sup>3,9-11</sup>, 5083Al<sup>12,13</sup>のように高強度で、押出し性の悪いAl合金に多く 見られる。断面形状は、接合条件によっても変化する可能性があるが、この違いが生じる理由は 未だ明らかになっていない。



Fig.2 Cross-sections of FSWed Al alloys.<sup>4,8)</sup>

Fig.3 Microstructural regions in an FSW but joint.<sup>4)</sup>

摩擦撹拌溶接部は回転ツールによる摩擦熱と塑性流動の影響を受け、その材料組織は例えば Fig.3のようにA,B,C,Dの領域に分類される<sup>4)</sup>。Aは母材部、Bは熱影響部(HAZ)、Cは加工熱影響部 (TMAZ)、Dは撹拌部(Stir Zone)である。撹拌部には微細な等軸粒が、TMAZには大きく変形を受 けた結晶粒が見られる。TEM及びOIM解析結果から、撹拌部及びTMAZはそれぞれ再結晶及び回 復の組織的特徴を有している。撹拌部の粒径は1~20μmであり、粒内の転位密度は低い。撹拌部 の再結晶粒は摩擦熱と塑性流動による動的再結晶によると言われている<sup>16-22)</sup>。動的再結晶組織は、 回転ツールの通過後に若干の熱影響を受けるため、転位密度の少ない組織を示すと考えられる。 接合条件によって最高加熱温度が変化した場合、冷却過程の熱影響による静的な粒成長挙動に違 いが生じ、最終的な結晶粒径が変化する。Liら<sup>20)</sup>は、2024Alと6061Alの異種Al合金摩擦撹拌接合 を接合ツールの回転数を変化させた結果、高回転数で最高加熱温度が上昇し、結晶粒径が大きく

溶接学会全国大会講演概要 第71集(2002-10)

なると報告している。さらに、Benavidesら<sup>21)</sup>は、-30℃に冷却した2024Al合金をFSWすると、冷却しない場合に比べて、最高加熱温度が絶対温度で2/3になり、結晶粒径が1/10以下になると報告している。また、高温で比較的安定なAl<sub>3</sub>Zrや微細分散物の存在も粒界を効果的にピンニングするため、これらを含む材料の接合部では、微細結晶粒を呈しやすい<sup>23)</sup>。

Fig.4はECAPにより微細粒強化した1050Al 材をFSWした場合の接合部の硬度分布<sup>34)</sup>を 示す。GTA溶接やレーザ溶接部が大きく軟化 するのに対して、FSW部は硬度低下が極めて 小さい。これは撹拌部に微細粒組織が形成さ れるためであり、FSWは微細粒強化材の接合 法としても期待される。結晶粒径や転位密度 は、1000系や5000系などの固溶強化型Al合金 接合部の機械的特性に影響を及ぼすと考え られる。5083Al合金O材の硬度分布は撹拌部 付近で若干高いもののほとんど均一であり、 引張強度も母材程度である<sup>4)</sup>。また、この微 細結晶粒が超塑性を発現することを示した 報告<sup>11)</sup>もある。



Fig.4 Hardness in FSW joint of ECAP 1050Al.<sup>34)</sup>





Fig.6 TEM structure in 6063Al FSW.

# 3. 析出物の挙動

FSW部の組織を支配する因子として摩擦熱と塑性流動が挙げられる。摩擦熱は、析出強化型AI 合金の析出物の挙動に大きな影響を及ぼす。Fig.5に、6063AI合金FSW部の硬度分布<sup>8)</sup>を示す。FSW 部の硬度は、著しく低下している。このような硬度低下は、析出強化型AI合金のFSW部に見られ る一般的な傾向である。Fig.5のBM(母材硬度領域),LOW(硬度低下領域),MIN(最小硬度領 域),SOF(0)(軟化域)領域におけるTEM写真をFig.6に示す。BM領域には、多量の微細な針状 析出物と少量の棒状析出物(β')が存在している。LOW領域では、針状析出物の減少とβ'の増加 が見られた。MIN領域になると、少量のβ'が観察されるのみになり、SOF(0)領域では、析出物は 見られない。この無析出領域は、接合中心から8.5mm程度まで広がっていた。6063AI合金の場合、 Fig.6で示されている微細な針状析出物が強度特性に大きく影響し<sup>24-28)</sup>、Fig.5の硬度分布も針状析 出物の量によって説明できる。SOF(0)領域を含む軟化領域は、撹拌部のみでなく母材組織領域ま で広がっていることから、FSW中の析出現象は、塑性流動の直接的影響なく、ほとんど摩擦熱の 影響によるものと考えられる。そこで、FSWと同様の擬似熱サイクルを最高加熱温度を変えて母 材に与えTEM観察しFig.4と比較した結果、BM,LOW,MIN,SOF(0)の各領域が受けた最高加熱温 度は、それぞれ約200℃以下,300℃,350℃,400℃以上と推察される。このような析出物分布の 違いを、6063AI合金中に存在しうる析出物の熱的安定性と、接合熱サイクルが急熱・急冷プロセスであることを考慮しながら検討した。温度上昇に伴って、針状析出物が減少し、さらには溶解するが、針状析出物の溶解温度以下では、針状析出物のβ'への成長(LOW領域)、溶解温度以上では、針状析出物の溶解(MIN領域とSOF(0)領域, SOF(0)領域ではβ'も溶解している)が起こっていると考えられる。その他の析出強化型AI合金FSW部の析出物分布に関する報告は、7075Al<sup>10)</sup>, 6061Al<sup>16,18)</sup>に関するものなどがあり、強化析出物等は異なるが定性的な傾向は6063AIの場合と同様である。

FSW後熱処理による組織変化について、7050Al<sup>23)</sup>や6063Al<sup>30)</sup>合金などの報告がある。6063Al のFSW部を175℃で時効した場合の硬度分布変化をFig.5に示す。FSW部の軟化部は時効時間とと もに硬度が上昇し、12h時効後にはFSW部全体が母材硬度以上になるが、硬度分布は均一ではな く、FSWままのLOW領域(Fig.3)付近の硬度が最小となる。Fig.6のFSW後時効に伴うTEM組織変 化に見られるように、時効にともない微細析出物が再析出するが、LOW領域ではFSW時の過時 効による析出物の粗大化のため再析出量が少ないことが硬度が低い理由と考えられる。





Fig.6 TEM in post FSW aged 6063Al.<sup>30)</sup>

Fig.5 Hardness during post FSW aging of 6063Al. <sup>30)</sup>

#### 4. 引張特性

断した。

6063AlのFSW部の引張特性の例<sup>35)</sup>をFig.7に示す。 MPa) 引張試験片は、Fig.7(a)のように平行部が溶接方向に strength ( 垂直で母材部を含んでおり、(b), (c), (d)はそれぞれ引 張強さ、0.2%耐力、伸びを示す。FSW部の結果の他、 Ultimate 比較のため、母材、FSW後時効、FSW後溶体化+時効 した場合の結果もあわせて示してある。母材に比べ た引張特性は、FSWままではいずれも低いが、FSW 後時効およびFSW後溶体化+時効すると引張強さお (MPa) よび耐力は同等以上に回復している。破断場所はい strength ずれも最小硬度部から生じており、均一な硬度分布 を示した Yield 100 FSW 後 溶 体化+時 42 効試験片 (a) N で は 8 Taylor 因 Elongation (%) 子が低い stir zone 領域で破

Fig.7 Tensile properties of FSW 6063AL.<sup>35)</sup>



t:3 mm

### 5. 塑性流動

**FSW**中の塑性流動に関する研究としては、トレーサーもしくはマーカーの移動を観察する方法<sup>31,32)</sup>と、ミクロ的な集合組織の解析による方法が報告されている。

トレーサーもしくはマーカーを用いた方法は、Colligan<sup>31)</sup>とReynolds<sup>32)</sup>によって行われている。 ColliganはAl板に埋め込んだ鉄球がFSW後にどのように分布するかをX線で調べた結果、回転ピ ンのAdvancing side(ツールの回転方向と進行方向が一致する側)にある鉄球はFSW時にピンの回 転方向に沿って移動し、最終的にAdvancing sideまで達するものもあるが、Retreating side(ツール の回転方向と進行方向が逆になる側)では、ピンの回転の影響を受けず、単に後ろに押し出され るだけであった。しかし、板の上部のツールショルダーの影響を受けやすいところでは、chaotic な塑性流動により鉄球がランダムに分布する傾向にあることを示した。また、Reynoldsは2195Al 合金中に埋め込んだ5454Al合金のマーカーの移動によって塑性流動挙動を観察している。接合後 のマーカーは、接合ツールの回転により大きく曲げられ、Advancing side側の塑性流動は、ツー ルの回転方向の逆方向に向かって起こっていると結論づけており、両者に結果に少し相違がある。

ー方ミクロ的な集合組織の解析による手法<sup>33,38</sup>は、EBSPを用いた結晶方位マッピングによる OIM観察<sup>14,15)</sup>が利用されている。塑性流動は、一般の塑性変形と同様にすべり変形によって生じ、 すべり変形は、最大分解せん断応力を持つ結晶方向(AI合金の場合、{111}<110>)に優先的に起 こるため、ミクロ的な集合組織を解析すれば、どのような方向に材料が流れたかを把握すること ができる。Fig.8は、接合中心部をOIMによって結晶方位解析した結果を{111}極点図として示し たものである。極点図中心(接合方向)近くに{111}の集積と、横方向には<110>の集積が認めら れる。すなわち、Fig.9に模式的に示すようなミクロ集合組織が接合ピンの後方に形成されている ことから、材料はピン表面に沿ったせん断力によって、回転方向に平行に塑性流動が生じている ことがわかる。接合中心から横方向への{111}極点図の分布をFig.10に示すが、せん断集合組織が 接合ピンの周りにも生成していることからも、接合ピンの回転に沿った塑性流動が示唆される。 ここで、接合中心部では、再結晶粒を呈しているにも関わらず、明瞭なせん断加工集合組織を示 すという結果は、再結晶粒の生成が動的再結晶によって生じていることを裏付けるものと推察さ れる。FSW後773K-10sの熱処理を行ったところ、撹拌部の集合組織が<111>まわりの40度回転を 示し、動的から静的再結晶への特徴的な変化を示したことから、このFSWの撹拌部は動的再結晶 による組織であると判断される。



Fig.8 Pole figure of stir zone center in 6063Al.<sup>33)</sup>



Fig.9 Micro-texture formation by rotating pin.<sup>33)</sup>





# 6. おわりに

摩擦撹拌溶接部の材料組織に関する研究はまだ少なく、撹拌部の微細結晶粒形成のメカニズム や表面酸化物の挙動など、不明な点がかなり残されている。これらは、接合部の諸特性に影響を 及ぼす可能性がある。接合部の材料科学的調査をもとに、接合現象やミクロ組織形成メカニズム を解明することにより、接合プロセスの最適化や新しい領域への進展などさまざまな可能性が拓 けるものと期待される。

参考文献

- 1) C. J. Dawes: An introduction to friction stir welding and its development, Welding & Metal Fabrication, 63(1995), 13-16.
- 2) C. J. Dawes, W. M. Thomas: Friction stir process welds aluminum alloys, Weld. J., 75-3(1996), 41-45.
- 3) E. D. Nicholas: Developments in the friction stir welding of metals, Proc. ICAA-6, Toyohashi, Japan, 1(1998), pp. 139-151.
- C. J. Dawes: Seam welding aluminium sheet and plate, using the friction stir process, Proc. 6th Int. Sympo. of JWS, JWS, Nagoya, Japan, (1996), 711-717.
- 5) M. R. Johnsen: Friction stir welding takes off at Boeing, Weld. J., 78-2(1999), 35-39.
- 6) 岡村久宣: 摩擦撹拌接合(FSW)の特徴と日本における適用状況, 溶接学会誌, 69-7(2000), 565-571.
- 7) S. Kallee, D. Richardson, I. Henderson: Friction stir welding of a high speed ocean viewer vessel, Schweissen & Schneiden, 49(1997), 904-909(E178-180).
- 8) Y. S. Sato, H. Kokawa, M. Enomoto, S. Jogan: Microstructural evolution of 6063 aluminum during friction stir welding, Metall. Mater. Trans. A, 30A-9(1999), 2429-2437.
- 9) C. G. Rhodes, M. W. Mahoney, W. H. Bingel, R. A. Spurling, C. C. Bampton: Effects of friction stir welding on microstructure of 7075 aluminum, Scripta Mater., 36-1(1997), 69-75.
- M. W. Mahoney, C. G. Rhodes, J. G. Flintoff, R. A. Spurling, W. H. Bingel: Properties of friction-stir-welded 7075 T651 aluminum, Metall. Mater. Trans. A, 29A-7(1998), 1955-1964.
- 11) R. S. Mishra, M. W. Mahoney, S. X. McFadden, N. A. Mara, A. K. Mukherjee: High strain superplasticity in a friction stir processed 7075 Al alloy, Scripta Mater., 42-2(2000), 163-168.
- H. Larsson, L. Karlsson, L.-E. Svensson: Characteristics of friction stir welds in AA 5083 and AA 6082 Aluminium, Proc. ICAA-6, Toyohashi, Japan, 3(1998), 1471-11476.
- 13) L. Karlsson, L.-E. Svensson, H. Larsson: Characteristics of friction stir welded aluminum alloys, Proc. The 5th Intern. Conference on trends in welding research, Atlanta, GA, (1999), 574-579.
- 14) 佐藤裕, 粉川博之: EBSP の自動解析と結晶方位マッピング, 溶接学会誌, 68-8(1999), 16-20.
- 15) 粉川博之,佐藤裕: EBSP(Electron Backscattering Pattern)による表面・界面の解析技術 -結晶方位の自動解析と結晶方位マップ-,材料科学, 35-3(1998), 149-154.
- 16) G. Liu, L. E. Murr, C-S. Niou, J. C. McClure, F. R. Vega: Microstructural aspects of the friction stir welding of 6061-T6 aluminum, Scripta Mater., 37-3(1997), 355-361.
- L. E. Murr, G. Liu, J. C. McClure: Dynamic recrystallization in friction-stir welding of aluminium alloy 1100, J. Mater. Sci. Lett., 16-22(1997), 1801-1803.
- 18) L. E. Murr, G. Liu, J. C. McClure: A TEM study of precipitation and related microstructures in friction-stir-welded 6061 aluminium, J. Mater. Sci., 33-5(1998), 1243-51.
- 19) O. V. Flores, C. Kennedy, L. E. Murr, D. Brown S. Pappu, B. M. Nowak, J. C. McClure: Microstructural issues in a friction-stir-welded aluminium alloy, Scripta Mater., 38-5(1998), 703-708.
- 20) Y. Li, L. E. Murr, J. C. McClure: Flow visualization and residual microstructures associated with the friction-stir welding of 2024 aluminum to 6061 aluminum, Mater. Sci. Eng. A, 271(1999), 213-223.
- S. Benavides, Y. Li, L. E. Murr, D. Brown, J. C. McClure: Low-temperature friction-stir welding of 2024 aluminum, Scripta Mater., 41-8(1999), 809-815.
- 22) K. V. Jata, S. L. Semiatin: Continuous dynamic recrystallization during friction stir welding of high strength aluminum alloys, Scripta Mater., 43-8(2000), 743-749.
- 23) K. V. Jata, K. K. Sankaran, J. J. Ruschau: Friction-stir welding effects on microstructure and fatigue of aluminum alloy 7050-T7451, Metall. Mater. Trans. A, 31A-9(2000), 2181-92.
- 24) D. L. Zhang, L. Zheng: The quench sensitivity of cast Al-7 wt pct Si-0.4 wt pct Mg alloy, Metall. Mater. Trans. A, 27A-12(1996), 3983-3991.

- 25) M. H. Jacobs: The structure of the metastable precipitates formed during ageing of an Al-Mg-Si alloy, Phil. Mag., 26(1972), 1-13.
- 26) H. Westengen, N. Ryum: Precipitation reactions in an aluminium 1 wt. % Mg<sub>2</sub>Si alloy, Z. Metallkde., 70-8(1979), 528-535.
- I. Dutta, S. M. Allen: A calorimetric study of precipitation in commercial aluminium alloy 6061, J. Mater. Sci. Lett., 10(1991), 323-26.
- 28) D. H. Bratland, O. Grong, H. Shercliff, O. R. Myhr, S. Tjotta: Modelling of precipitation reactions in industrial processing, Acta Mater., 45-1(1997), 1-22.
- 29) O. Frigaard, B. Bjorneklett, O. Grong, O. T. Midling: process modelling applied to friction stir welding of Al-Mg-Si alloys, Proc. ICAA-6, Toyohashi, Japan, 3(1998), pp. 1477-1482.
- Y. S. Sato, H. Kokawa, M. Enomoto, S. Jogan, T. Hashimoto: Precipitation sequence in friction-stir-weld of 6063 aluminum, Metall. Mater. Trans. A, 30A-12(1999), 3125-3130.
- 31) K. Colligan: Material flow behavior during friction stir welding of aluminum, Weld. J., 78-7(1999), 229s-237s.
- 32) A. P. Reynolds: Visualisation of material flow in autogenous friction stir welds, Sci. Technol. Weld. Join., 5-2(2000), 120-124.
- 33) Y. S. Sato, H. Kokawa, K. Ikeda, M. Enomoto, S. Jogan and T. Hashimoto: Microtexture in the Friction-Stir Weld of an Aluminum Alloy, Metallurgical and Materials Transactions A, 32A-4 (2001), 941-948.
- 34) Y. S. Sato, M. Urata, H. Kokawa, K. Ikeda and M. Enomoto: Retention of fine grained microstructure of equal channel angular pressed aluminum alloy 1050 by friction stir welding, Scripta Materialia, 45-1 (2001), 109-114.
- 35) Y. S. Sato and H. Kokawa: Distribution of Tensile Property and Microstructure in Friction Stir Weld of 6063 Aluminum, Metallurgical and Materials Transactions A, 32A-12 (2001), 3023-3031.
- 36) Y. S. Sato, S. H. C. Park and H. Kokawa: Microstructural Factors Governing Hardness in Friction-Stir-Welds of Solid-Solution-Hardened Al Alloys, Metallurgical and Materials Transactions A, 32A-12 (2001), 3033-3042.
- 37) Y. S. Sato, M. Urata and H. Kokawa: Parameters Controlling Microstructure and Hardness during Friction-Stir Welding of Precipitation-Hardenable Aluminum Alloy 6063, Metallurgical and Materials Transactions A, 33A-3 (2002), 625-635.
- 38) D. P. Field, T. W. Nelson, Y. Hovanki and K. V. Jata: Heterogeneity of Crystallographic Texture in Friction Stir Welds of Aluminum, Metallurgical and Materials Transactions A, 32A-11 (2001), 2869-2877.
- 39) 佐藤裕, 粉川博之: アルミニウム合金摩擦撹拌溶接部のミクロ組織, 軽金属溶接, 30-1(2001), 15-21.