The University of Osaka
Institutional Knowledge Archive

Title	摩擦撹拌接合法による鉄鋼材料と工業用純チタンおよび黄銅の異材重ね接合機構の解明と継手強度特性に関する研究
Author(s)	高, 業飛
Citation	大阪大学, 2015, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://doi.org/10.18910/52165
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

https://ir.library.osaka-u.ac.jp/

The University of Osaka

博士学位論文

摩擦撹拌接合法による鉄鋼材料と工業用純チタンおよび黄銅の異材重ね接合機構の解明と継手強度特性に関する研究

高　業飛

2015 年 1 月

大阪大学大学院工学研究科

目次

第1章　　緒論…… 1
1.1 研究背景…… 1
1.1.1 異種金属の接合…… 1
1.1.2 鉄鋼材料とチタンの異材接合…… 3
1.1.2.1 背景…… 3
1.1.2.2 鉄鋼材料…… 3
1.1.2.3 チタン…… 5
1.1.2.4 鉄鋼材料とチタンの異材接合に関するこれまでの研究および問題点…… 7
1.1.3 鉄鋼材料と黄銅の異材接合…… 9
1.1.3.1 背景…… 9
1.1.3.2 銅および銅合金…… 10
1.1.3.3 鉄鋼材料と黄銅の異材接合に関するこれまでの研究および問題点…… 10
1.1.4 溶接・接合法…… 12
1.1.4.1 溶接・接合法の分類…… 12
1.1.4.2 摩擦攪拌接合…… 13
1.1.4.3 FSW による異材接合…… 15
1.2 本研究の目的…… 16
1.3 本論文の構成…… 16

第2章　　FSW による CP-Ti と SPCC との異材重ね接合の検討…… 24
2.1 緒言…… 24
2.2 実験方法…… 24
2.2.1 接合装置および接合方法…… 24
2.2.2 供試材料…… 26
2.2.3 接合部外観および形成組織の観察方法…… 28
2.2.4 硬さ試験法…… 29
2.2.5 継手引張せん断試験方法…… 29
2.3 実験結果および考察…… 31
2.3.1 適正接合条件域…… 31
2.3.2 接合部形成に及ぼす接合速度お影響…… 33
2.3.3 接合部形成に及ぼす回転速度の影響…… 36
2.3.4 接合部形成に及ぼすツールプローブ長さの影響…… 38

2.3.5 FSW による CP-Ti と SPCC の重ね異材接合部の微細構造と接合機構……..... 42
2.3.6 接合部強度に及ぼす FSW 接合パラメータの影響..... 50
2.4 結言……..... 55

第3章　FSW による CP-Ti とステンレスとの異材重ね接合の検討…..... 58
3.1 緒言……..... 58
3.2 実験方法……..... 58
3.3 実験結果および考察……..... 61
3.3.1 CP-Ti と SPCC および SUS304 との異材重ね継手の適正条件域の比較……..... 61
3.3.2 CP-Ti と SUS304 の重ね接合界面微細構造と接合機構…..... 64
3.3.3 接合強度に及ぼす接合界面構造の影響……..... 72
3.3.3.1 継手引張せん断強度……..... 72
3.3.3.2 継手ピール強度……..... 74
3.4 結言……..... 78

第4章　FSW による 64 黄銅と S25C との異材重ね接合の検討..... 81
4.1 緒言..... 81
4.2 実験方法..... 81
4.3 実験結果および考察..... 85
4.3.1 適正接合条件域..... 85
4.3.2 接合部形成に及ぼす接合速度の影響..... 88
4.3.3 接合部形成に及ぼすツール形状の影響..... 93
4.3.4 64 黄銅と S25C の重ね接合界面の微細構造と接合機構..... 101
4.4 結言..... 107

第5章　FSW による高力黄銅と S25C との異材重ね接合の検討..... 110
5.1 緒言..... 110
5.2 実験方法..... 110
5.3 実験結果および考察..... 112
5.3.1 適正接合条件域..... 112
5.3.2 接合部形成に及ぼすツール形状の影響..... 116
5.3.3 FSW による高力黄銅と S25C の重ね接合界面微細構造と接合機構……118
5.4 結言……123

第6章　　結論……125

謝辞……130

研究業績……132

第1章　　緒論

1.1　研究背景

1.1.1 異種金属の接合

電子機器，精密機械，自動車など諸産業の急速な発展とともに材料の多様化と高機能化が進み，なかでも，特性の異なった異種材料を合理的に組合せて接合された部材の需要が拡大している．Fig. 1.1 に，NEDO 調査研究「異材溶接技術の基礎研究」(平成 12～13 年度)における異材接合に関するアンケート結果の将来的に必要と考えられる異材継手の組合せを示す [1]．求められる異種材料の組合せは，異種金属の組合せが最も多く，次で金属／セラミック，金属／プラスチックの順になっている．これらの組合せにおける異材接合の需要の大きさと重要性が窺える．

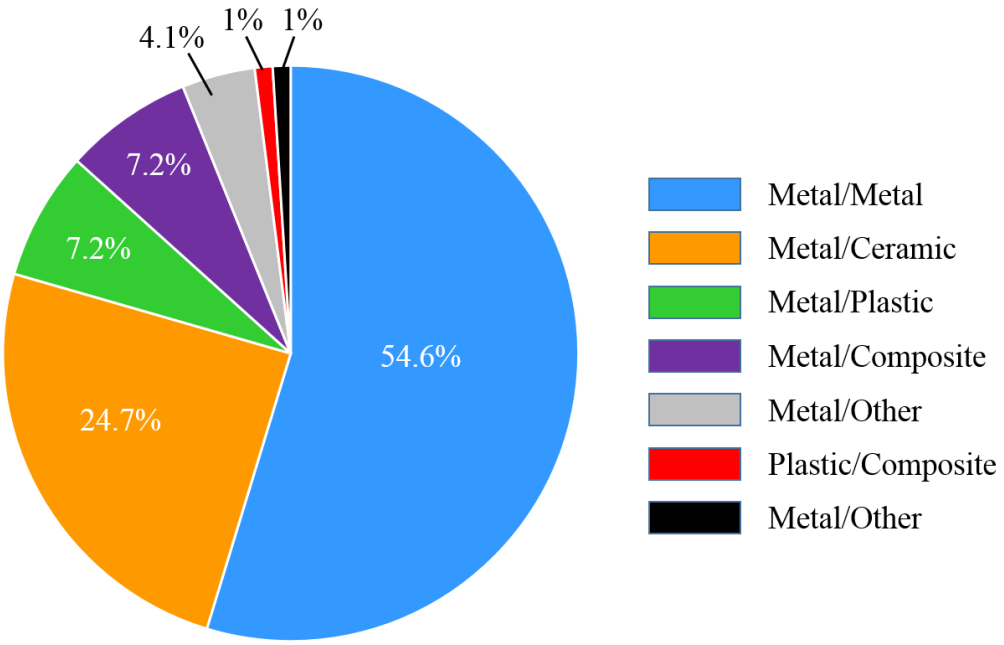


Fig. 1.1 Demanded dissimilar material joints in the future[1].

金属材料はその種類により融点，密度，機械特性，化学特性などにおいて，それぞれ異なる性質すなわち機能を有している．近年，金属製品の高機能化，軽量化，コストの低減のために，適材適所でそれぞれの金属の機能を組合せる設計が行われている．そのため，異種金属の接合は必要不可欠である．例えば，最も広く用いられている構造材料である鉄鋼材料を基本とすると，軽量化のためのアルミニウム，耐食性向上のためのチタン，導電性のための銅，摺動性のための黄銅などとの異材接合がある．Table 1.1 より，最も需要が多いと考えられている異種金属の組合せは，鉄(SUS を含む)／アルミニウムが全体の 27.9%を占め，次いで鉄(SUS を含む) ／銅，鉄(SUS を含む)／チタンの順であった．非鉄金属同士ではアルミニウム／銅が多い [1]．このうち，鉄鋼材料とアルミニウムの接合はこれまでに多くの研究が行なわれてきている．しかし，鉄鋼材料とチタン，銅および黄銅などとの異種金属の接合(以下，異材接合)に関する研究は少ない．本研究では鉄鋼材料とチタンおよび銅合金との接合に注目した．その理由については，それぞれ 1.1.2 および 1.1.3 に述べる．

Table 1.1 Demanded dissimilar metal joints in the future[1].

Dissimilar metal joint		%	Dissimilar metal joint		%
Iron	Iron/Al	20.2	Al	Al/Cu	5.8
	Iron/Fe	5.8		Al/Mg	2.9
	Iron/Ti	3.8		Al/AL	1.9
	Iron/SUS	2.9		Al/Ti	1.9
	Iron/Cu	2.9		Al/other	5.8
	Iron/Mg	1.0	Ti	Ti/Ti	1.0
	Iron/other	5.8		Ti/other	2.9
SUS	SUS/Al	7.7	Cu	Cu/Cu	1.0
	SUS/Cu	3.8		Cu/other	6.7
	SUS/Ti	1.9	other	other/other	7.7
	SUS/SUS	1.0			
	SUS/other	5.8			

1.1.2 鉄鋼材料とチタンの異材接合

1.1.2.1 背景

チタンは高い比強度とステンレス鋼にも勝る耐食性および耐熱性を有しており，その特徴からチタン合金は主として航空機材料，なかでもエンジン部品に主に用いられる．同分野では耐熱性とともに軽量化が性能上必須の要件であり，高速機動性という性能第一の軍用機は当然のことながら，低環境負荷と経済性が重視される民間航空機においては燃費向上が最重要課題となっており，これらを満たす材料としてチタン合金が用いられる．また，チタンの優れた耐食性を活かした産業用途も多い．まず，火力および原子力発電設備の蒸気復水器やその管板(純チタン)，タービン翼(チタン合金)が挙げられる．つぎに，テレフタル酸プラントなどの各種石油化学プラントにも多くのチタンが使用されている．さらには，海水淡水化プラントの熱交換器として薄肉チタン溶接管を適用する事例もある [2)]．最近では，海洋構造物の海水にさらされる支柱部分への適用が行われている．しかし，このように優れた性質があるチタンは製錬，加工が難しく，高価な金属であるため，必要な部位にのみチタンを用い，その周辺には比較的安価な鉄鋼材料を用いることが要求されている．このような適材適所に材料を用いるためには，鉄鋼材料とチタンの異材接合技術が不可欠である．

1.1.2.2 鉄鋼材料

鉄鋼材料は基本的には Fe と C の合金であり，金属学的には C 含有量の少ない方から順に鉄(iron)，鋼(steel)，および銑鉄(pig iron)に分けられる [3)]．C 含有量が非常に少ない鉄を特に純鉄(pure iron)と呼ぶ．通常の製造工程で作られた鉄鋼材料の大部分は，C のほかに，Si, Mn, N などを含んでおり，さらに目的に応じて，Ni, Cr をはじめとして Mo, W, Ti, Nb, V, B など，多くの合金元素が添加される．そのほか，P, S などの有害な不純物元素も含まれている．これらの元素の添加方法，製造方法，熱処理

方法などによって多様な機械的性質，物理的性質および化学的性質を有する様々な形状の鉄鋼製品が製造されており，日本工業規格(JIS)によって規格化されているものだけでも数百種類の製品がある．これらの鉄鋼製品は現代社会の種々の分野で広く使用されている．また，鉄鋼材料には様々な名称がつけられ，種々の方法で分類されている．本研究では構造用材料として一般的に使用されている SPCC(一般冷延鋼板)および SUS304(オーステナイト系ステンレス鋼)を使用した．それぞれの特徴は次のようになる．

一般冷延鋼板:冷間圧延した板状の鉄鋼製品が冷間圧延鋼板(冷延鋼板:cold rolled steel sheet)である．冷間圧延鋼は大きく分けると JIS 規格により定義される一般冷延鋼板とその他の特殊冷延鋼板とに分けられ，一般冷延鋼板の分類の一部として SPCC-SB と SPCC-SD がある．SPCC とは通常の冷延鋼であり，最も一般的なものである．さらに冷間圧延鋼の表面の処理の仕方によって細かく分けられ，SB はブライト加工，SD はダル加工が施されている．用途としてはブライト加工の冷間圧延鋼はめっき用，ダル加工の冷間圧延鋼は塗装用に利用されている．また，表面加工の記号の前につけられている S という文字は，調質の度合いを示している．調質とは適当な機械的性質を得るために鉄鋼の組織を微細化することで，構造用鋼の場合には焼き入れと焼き戻しを一緒にして調質という．この場合の S は標準調質という意味である [4-5].

ステンレス鋼:約 12%以上の Cr を添加した Fe-Cr 合金は，室温，大気中でほとんど腐食が進行しない．この合金系では Cr 量が増加するにつれて，不働態化電位や臨界不働態化電流密度が低下する．すなわち，Cr 量が多い合金では弱い酸化雰囲気でも不働態化し，不働態域での耐食性に秀れている．このように，約 12%以上の Cr を含み，表面がアノード分極に対し比較的安定な鉄鋼材料をステンレス鋼と呼び，用途に応じて多くの鋼種が開発されている [6].

オーステナイト系ステンレス鋼: オーステナイト系ステンレス鋼

(austenitic stainless steel)の基本成分は，Fe-18%Cr-8mass%Ni-C (0. 08 mass%以下)であり，主要な相がオーステナイトであることが特徴である．代表的鋼種は SUS304 である．オーステナイト相に室温で塑性変形を加えると加工誘起マルテンサイトを生じる．このマルテンサイトが生じ始める温度を M_d 点といい，M_d 点は M_s 点より高温に存在している．また，SUS304 の M_d 点は約 100℃である．SUS304 鋼を 600～800℃に加熱すると $M_{23}C_6$(M=Fe, Cr, Mo)が粒界に析出し，粒界近傍の Cr 濃度が低下して，粒界腐食が生じる [7)].

1.1.2.3 チタン

チタンは，原子番号 22 の元素で，IUPAC 形式の周期律表では第 4 族元素に属する元素であり，金属光沢を呈する遷移元素である．第 4 族元素にはチタン以外にジルコニウム，ハフニウムが含まれる．共通した特徴は，融点が高く，常温において表面に酸化皮膜の不動態を形成することから腐食に対して高い抵抗力を有することである．結晶構造は，常温では最密六方晶(HCP)である α 相，また，同素変態温度(880 ℃)以上では体心立方晶(BCC)である β 相が安定相となる [8)].

Table 1.2 に純チタンの性質を他の汎用金属と比較して示す [8)]．注目すべきチタンの物理的性質は，次のようになる．すなわち，熱膨張係数がステンレス鋼 SUS304 の約 50%およびアルミニウムの約 25%と小さく，温度の変化に対する寸法や形状変化が小さい．熱伝導率はステンレス鋼 SUS304 と同程度であり，アルミニウムやマグネシウム合金に比べると 30%以下と著しく小さい．またヤング率は鉄鋼材料の約 50%と小さく，このためたわみやすい性質がある．

Table 1.2 Properties of typical commercially-used metals and alloys[8].

Material	Density (10^3・kg・m^{-3})	Melting temperature (K)	Coefficient of expansion (10^{-6}・K^{-1})	Thermal conductivity (W・m^{-1}・K^{-1})	Specific heat (J・kg^{-1}・K^{-1})	Young's modulus (GPa)
CP-Ti	4.51	1941	8.4	17	519	106.3
SPCC	7.9	1803	12	63	460	205.8
SUS304	7.9	1673~1723	17	16	502	199.9
Aluminium	2.7	933	23	64.9	917	70.6
Mg alloy	1.8	903	25	159	1004	44.8
Copper	8.9	1356	17	385	385	107.8

一般的に用いられる純チタンは工業用純チタンと呼ばれ，不純物元素として主に O, Fe, C, N, H が含まれている．工業用純チタンは，その JIS 規格を Table 1.3 に示すように 4 種類に分類されている [8].

Table 1.3 JIS of commercially pure Ti[8].

Grade	Chemical composition (mass%)						Tensile strength (MPa)	Proof stress (MPa)	Elongation (%)
	Ti	C	H	O	N	Fe			
Grade 1	Bal.	0.08	0.013	0.15	0.03	0.2	270~410	≥165	≥27
Grade 2	Bal.	0.08	0.013	0.2	0.03	0.25	340~510	≥215	≥23
Grade 3	Bal.	0.08	0.013	0.3	0.05	0.3	480~620	≥345	≥18
Grade 4	Bal.	0.08	0.013	0.4	0.05	0.5	550~750	≥485	≥15

工業用純チタンの中で，強度はあまり必要とせず，良好な延性，成形性および良好な耐食性を必要とする用途では，酸素量および鉄量を極力抑えた JIS 1 種が用いられる．JIS 2 種および JIS 3 種は，一般に広く用いられており，中程度の強度を持ち，かつ高延性を示す．主要な用途は，航空機機体枠材料やエンジンシュラウドのようなエンジン部材である．また，海洋構造物および化学工業用機器の構造材としても用いられている．特に強度を重視する部材では JIS 4 種が使われている．酸

素含有量を高めるために溶解時に TiO_2 を添加するなどの工夫がなされている．本研究では汎用性の高い JIS 2 種材を使用した．

1.1.2.4 鉄鋼材料とチタンの異材接合に関するこれまでの研究および問題点

チタンは活性金属のため，従来の溶融溶接では，大気中の酸素(O_2)，窒素(N_2)，水素(H_2)を吸収して，溶融部および高温にさらされる熱影響部において脆い組織が形成されやすくなる．さらに，Fig. 1.2 は Ti-Fe の平衡状態図 [9]を示すが，チタンと鉄鋼材料の溶融異材溶接においては，脆い金属間化合物である TiFe および $TiFe_2$ が形成されることや，熱膨張係数の大きな差から割れが発生しやすいという問題を抱えている．また，オーステナイト系ステンレス鋼では Cr 添加量が多いため，600～800℃に加熱すると σ 相が析出し，著しく靭性や延性が低下することが知られている．σ 相は Fe と Cr の金属間化合物(CrFe)で，その中に Mo, W, Si, Nb, Ti 等の元素が固溶したものである．このうち，Ti はシグマ相の析出を促進するため，チタンとステンレス鋼の溶融溶接では大きな問題になる [10]．

こうした問題を解決するためにチタンと鉄鋼材料の接合についてはこれまでに多くの研究報告が行われている [11-32]．従来接合技術を用いたものとしては，大面積の板状部材を得ることを目的とした，爆発圧接 [24-26]や圧延によるクラッド鋼，あるいは抵抗シーム溶接によるクラッティング法などの接合技術と，異材接合部品を得ることを目的とした，電子ビーム溶接 [11-12]，レーザ溶接 [13-16]，拡散接合 [17-23]，摩擦圧接 [27-29]等による直接接合法等がある．

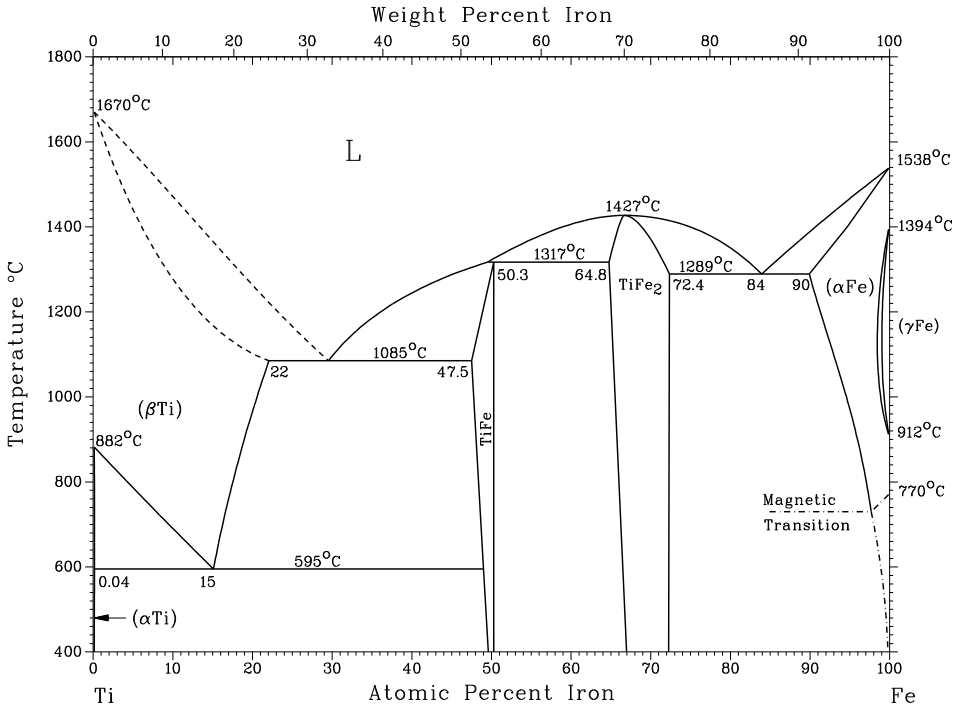


Fig. 1.2 Ti-Fe binary alloy phase diagram[9].

例えば, Wang ら [12]は, 中間層として銅箔を用いてチタン合金(TA15)とステンレス鋼との電子ビーム接合を行った. 最初にチタン合金と銅を溶接し, 次に銅とステンレス鋼を溶接することで溶融欠陥を避けられると報告している. しかし, この方法では脆弱な金属間化合物の生成を低減できず, 溶接時の熱応力による割れの問題があった. 平賀ら[16]は, YAG レーザを用いて純チタンとステンレス鋼 SUS304 との重ね溶接を行った. SUS304 よりも純チタンにレーザビームを照射した場合の方が, 広い溶接条件範囲で溶接が可能で, 最大せん断強度も高いことを報告している. Akbari. Mousavi ら [24]は, 純チタンとステンレス鋼 SUS304 の接合に爆着接合法を用い, 爆発による圧力が界面の性状と組織に与える影響を考察し, 低圧力の条件では金属間化合物の生成を抑制できることを報告している.

実用的には，チタンクラッド鋼として，熱間圧延法，爆発圧接法および爆着圧延法が実用化されている．しかし，これらの方法では部材形状の制約やプロセスコストが高いこと，爆発物を使用するためその使用に大きな制約がある．このため，チタンと鋼の板材を直接接合できる簡便な接合技術の開発が強く望まれている．

1.1.3 鉄鋼材料と黄銅の異材接合

1.1.3.1 背景

建設機械には多くの油圧機器が用いられており，油圧機器の性能は建設機械の性能に直結することから建設機械メーカーは油圧機器の開発，改善にこれまで取り組んできた．油圧機器は油を媒体として動力を伝達し負荷を駆動する装置であり，比較的小型の油圧ポンプで大きな力を出すことができる，出力や速度の調整が容易である，機器内部の摩耗が少ない，高温や労働環境の悪いところでの使用ができるなどの長所がある．油圧機器はその動作上，金属同士がこすれ合う部分(摺動部分)が多数存在し，金属の摩耗を防ぐために摩擦係数の低い材料である摺動材料が多く使用されている．

このような摺動材料として，これまではその摺動特性の高さから鉛含有青銅が多く用いられていた．しかし近年 EU における化学物質とその安全な使用・取扱・用途に関する REACH 規制(Registration, Evaluation, Authorization and Restriction of Chemicals)に対応するために製品中の鉛フリー化が求められている．そこで油圧機器中に使用されている鉛含有青銅の代替材料として，黄銅の適用が考えられている．今後は機械構造用部材の表面の耐摩耗や耐食性など性能を向上するために，鉄鋼材料と黄銅の異材接合技術は必要不可欠である．実用化の観点から，本研究では機械構造用炭素鋼 S25C と市販の 64 黄銅および高力黄銅との異材接合に注目した．

1.1.3.2 銅および銅合金

銅は fcc(面心立方格子)の結晶構造を持っており，密度は 8.89g/cm^3(20 ℃)，液相線および固相線温度はそれぞれ 1083 ℃および 1065 ℃である．銅は高い変形能を有し，常温での加工が非常に容易である．また常温塑性加工での硬化速度が低い特徴を持っている．常温で加工した銅材の強度は焼きなましによって急速に低下するが，加工度の高いものほど軟化する温度が低くなる．焼きなましによる結晶粒度は約 600 ℃を超えると急速に増大し，機械的性質が低下する傾向にある．銅の強度は温度の増加に伴って次第に減少するが，延性は約 550 ℃程度まで低下し，それ以上になるとまた増大する．したがって，高温加工は 750 ℃から 850 ℃の温度範囲で行うのが望ましいとされている．銅は水素脆性があり，高温含水素気中で銅を使用するときは，酸素含有量を低くした燐脱酸銅や無酸素銅を使用する必要がある．また，銅は大気および水に対しては良好な耐食性を有する．一般に自然水の場合，保護皮膜が形成されやすく，耐食性は非常に高い．ただし，軟水で CO_2 および酸素の溶残量が多くなると耐食性はかなり悪くなる．これは炭酸が生成され，保護皮膜の生成が阻止されるためである [33)].

黄銅は銅に亜鉛を添加した合金であり，30%～40%と多量の亜鉛を含む．亜鉛添加量とともに合金の比重は 40%Zn の 8.39 までほぼ直線的に低下し，地金価格が銅の約 1/2 と安価なこともあって，体積単価を下げ，同時に強度が増加する．Cu-Zn 系合金は伸銅品生産量の約 1/2 を占める．20%Zn までは銅の色に近く丹銅と呼ばれる [33)].

1.1.3.3 鉄鋼材料と黄銅の異材接合に関するこれまでの研究および問題点

鉄鋼材料と銅の異種金属の溶接，特に鋼と銅との組合せにおいては溶接割れが問題となりやすい．鉄と銅は Fig. 1.3 の Cu-Fe 平衡状態図 [9)] に示すように相互の固溶限が小さい 2 相分離型の状態図を示し，かつ

融点差が極めて大きいために，溶融溶接では，凝固時に結晶粒界に低融点の銅融液が残留し，凝固割れを発生しやすくなる[34)].

異材接合として，アルミニウム青銅やキュプロニッケルなどの鉄鋼への肉盛溶接が実用化されている．炭素鋼に肉盛した場合，これら銅合金の溶接金属中に混入した鉄は凝固とともに析出し，機械的性質や耐食性を劣化させたり[33)]，また，その一方，溶接金属が母材熱影響部粒界に侵入して，粒界液化割れを引き起こすなどの問題を有している．

さらに，鉄鋼材料と黄銅との接合において，大きな問題は黄銅中の亜鉛の蒸発である．黄銅は銅に亜鉛を添加した合金であり，30％～40％と多量の亜鉛を含む．黄銅の溶融溶接ではアーク等の熱源により融点以上に加熱して溶融する必要があるが，Cu-40%Zn 黄銅(以下 64 黄銅)の融点が約 900 ℃であるのに対して，亜鉛の沸点は 907 ℃と 64 黄銅の融点に近い温度である．このため黄銅の肉盛溶接では溶接中に黄銅中の亜鉛が優先的に蒸発し，亜鉛量が著しく減少し，継手の特性が劣化することになる．

こうした問題を解決するため，固相接合法が検討されてきた．例えば，Luo らは摩擦圧接法(friction welding)を用いて黄銅と高炭素鋼の接合が可能できることを報告した[34-35)]. Kimura らも摩擦圧接を利用して，黄銅と低炭素鋼を接合し，接合後熱処理の効果を検討した[36)]．しかし，摩擦圧接法では，継手形状が母材の少なくとも一方を円形断面にし回転体にしなくてはならないという制約があった[37)].

以上のような問題点のために，鉄鋼材料と黄銅との実用的な異材接合は鋳造法や機械的締結法に限定されているのが現状である．

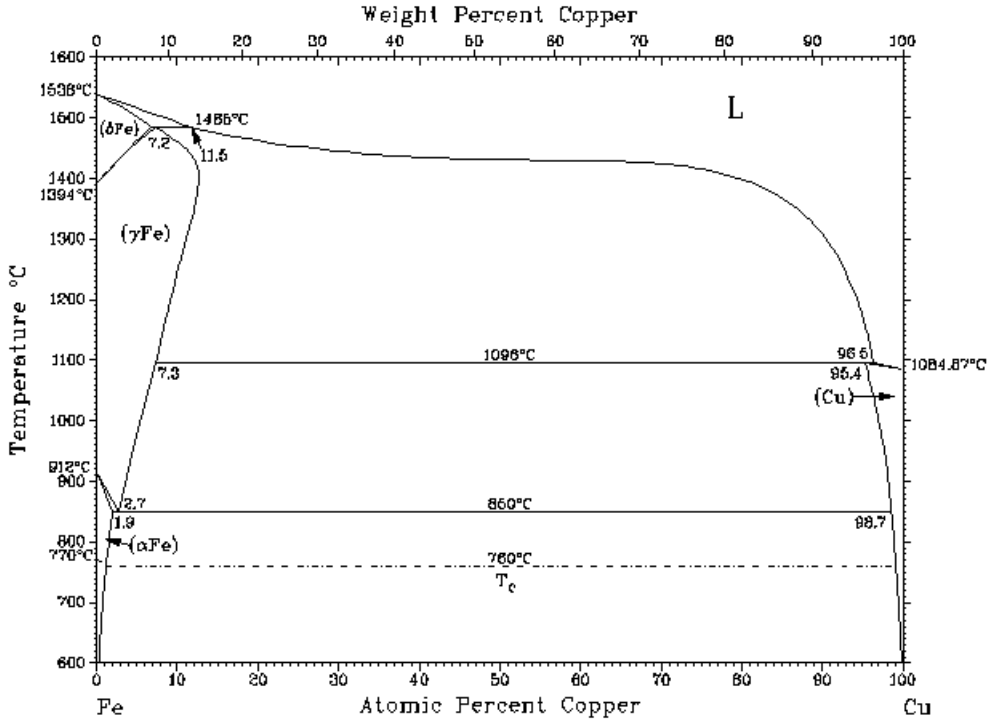


Fig. 1.3 Cu-Fe binary alloy phase diagram[9].

1.1.4 溶接・接合法

1.1.4.1 溶接・接合法の分類

溶接・接合法は Fig. 1.4 に示すように，溶融溶接法，ろう付法，固相接合法，機械的締結法に大別される．さらにそれぞれが幾つもの特徴あるプロセスに分類されている [38]．異材接合の観点において，チタンと鉄の組合せのように金属間化合物を形成しやすい組合せでは，溶融溶接は困難であり，固相接合や機械的締結法が有効と考えられている [39]．

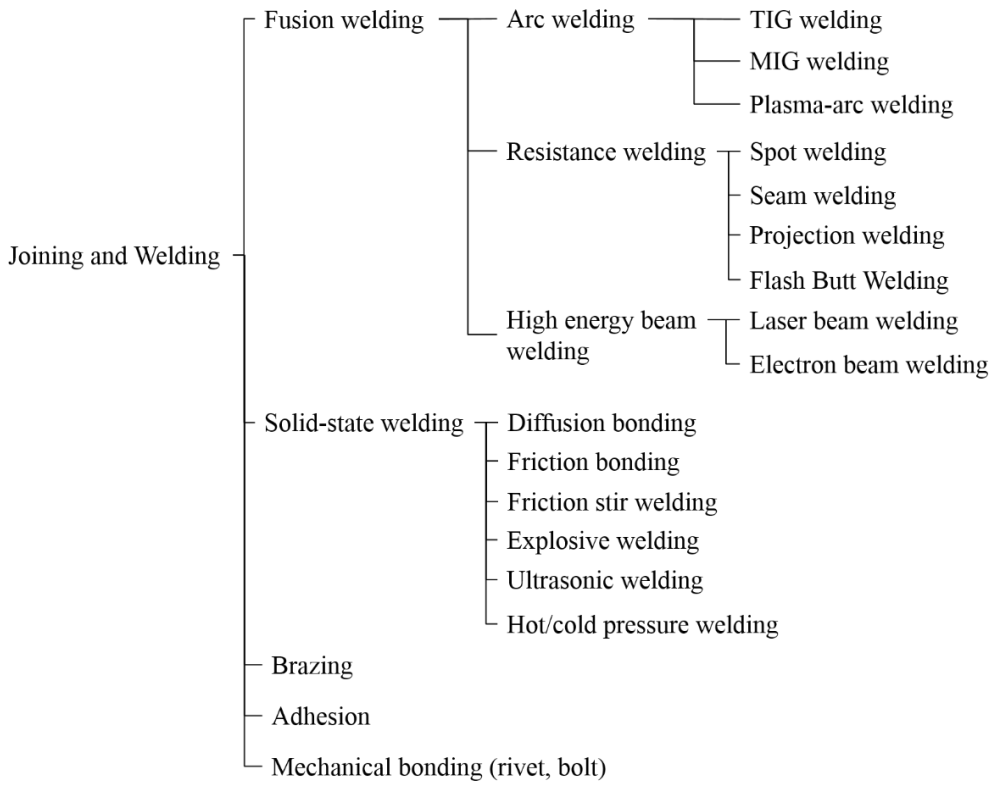


Fig. 1.4 The classification of Joining and welding[38].

1.1.4.2 摩擦撹拌接合

以上の本研究の背景に関する検討結果に基づき，本研究では接合法として，固相接合であり，かつ異材接合への適用性が高いとされている摩擦撹拌接合に注目した.

代表的な固相接合法である摩擦撹拌接合(Friction stir welding: 以下FSW と略)は 1991 年にイギリスの溶接研究所(The welding institute: TWI と略)で考案されたものである [40]. このプロセスは合金の固相線温度以下で接合が行われるので，酸化皮膜の巻き込みや溶接変形などによる従来の溶融溶接の問題点を一挙に解決できる可能性をもつ接合方法として注目されてきた [41]. FSW の特長としては従来のアーク溶接に比べて溶接変形がきわめて小さいため，製品品質の向上が期待でき，溶接後の変形修正作業のコストも削減できること，溶加材が不要で省電力であることから省コスト省エネルギーであること，熟練が不要で自動

化，ロボット化が容易であることなどが挙げられる．また，アーク，ヒュームおよび粉塵が発生しないことから作業環境の面でも優れている[42]．現在では鉄道車両，船舶，航空機器などに適用され，自動車，半導体機器などへの適用拡大が検討されている接合法である[43]．

このプロセスの基本原理は Fig. 1.5 に模式的に示すように，接合する 2 枚の板の突合せ部をショルダ(Shoulder)およびプローブ(Probe)からなる特殊ツール(Tool)を回転させながらプローブを接合しようとする材料の突合界面に押し込む過程でショルダ及びプローブと材料の間で摩擦熱が発生し，その摩擦熱によって材料が軟化した状態で，回転ツールもしくは材料を接合線に沿って移動させることにより接合が行われる．すなわち, FSW はツールが通過する部分での変形抵抗が低下した材料の塑性流動を利用して突合せ面を混合撹拌し，ツール後方の流動部で塑性流動していた材料が熱伝導により急速冷却されて接合部を形成する．また，接合進行方向(Welding direction：以下 WD)とツール回転方向が一致する側が前進側(Advancing side : 以下 AS), WD とツール回転方向が逆の側が後退側(Retreating side : 以下 RS)と呼ばれている．また，接合の際に接合部材の強固な拘束，回転ツールの形状及び角度，ツールの回転速度，接合速度などが FSW プロセスの重要な条件因子[44-45]である．それぞれの条件は合金の種類，板厚，接合形状により異なるが，一般的に押出成型加工しやすい材料ほど接合条件の許容度が広いとされている[46]．Fig. 1.6 は代表的な FSW 接合部領域の断面模式図である[47]．FSW 接合部は A の母材(Base Metal：以下 BM), B の熱影響部(Heat Affected Zone : 以下 HAZ), C の熱加工影響部(Thermo-Mechanical Affected Zone：以下 TMAZ), D の撹拌部(Stir Zone：以下 SZ)により構成されている．SZ はプローブが通過する場所にあり，動的再結晶により微細な等軸結晶粒が生成される．TMAZ は SZ の外側に存在し，ツールの回転方向に引きずられるような塑性変形組織が生成される．

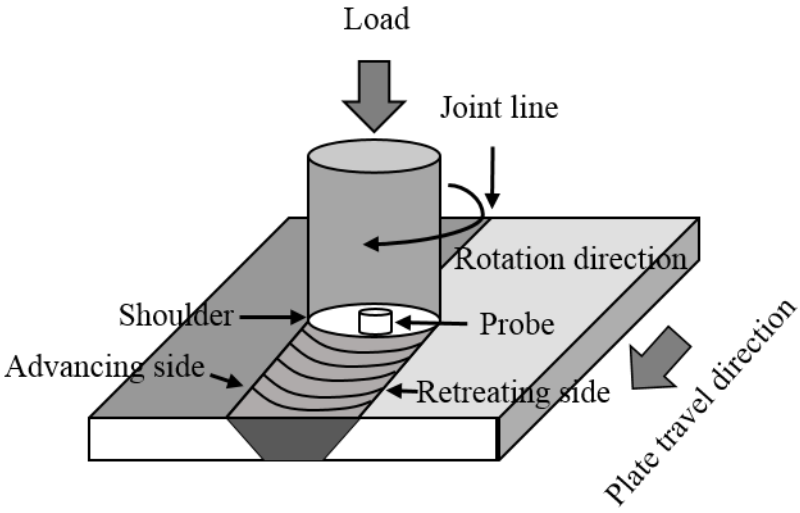


Fig. 1.5　Schematic illustration of Friction Stir Welding.

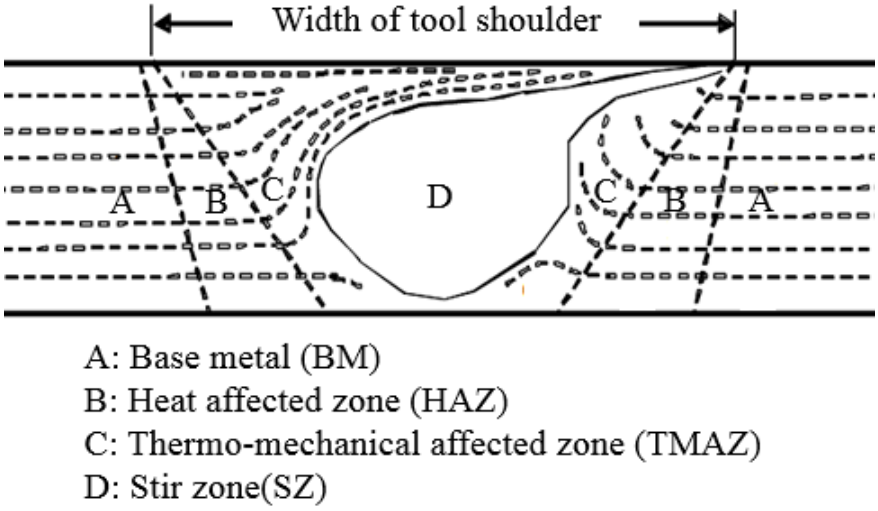


Fig. 1.6 Schematic illustration of the microstructural regions in a FSW joint[47)].

1.1.4.3 FSW による異材接合

これまでに異材接合に対する FSW の検討が行われており，組合せとしてアルミニウム合金/鉄鋼材料[48)]，アルミニウム合金/銅[49)]，アルミニウム合金/純チタン[50)]などが報告されている．本研究の主題に対しては，Fazel-Najafabadi らは純チタンと SUS304 の異材接合を行った[30-31)]．ツールの接合速度および回転速度の調整によって良好な継手を得られた．一方，Liao らは純チタンと SPCC の接合界面構造を考察した[32)]．しかし，

FSW パラメーターがチタンと鉄鋼材料の異材接合継手の微細組織に与える影響および接合機構に関する詳細な報告はこれら以外にはない．さらに銅合金と鉄鋼材料の FSW による異材接合に関する研究報告も見当たらない．

1.2 本研究の目的

本研究では，異材接合の組合せとして，工業的に重要な異材継手の組合せであり，かつ金属間化合物を形成しやすい代表的なものである鉄鋼材料とチタンおよび化合物を形成しない代表的なものである鉄鋼材料と銅合金との異材接合をとりあげた．固相接合である FSW を用いて，その接合特性に関する研究を行い，接合条件と接合継手強度や形成組織との関係を明らかにするとともに．さらに接合継手界面の微細構造の解析を行い，それぞれの異材組合せにおいて良好な接合継手が得られる接合界面構造を明らかにするものである．

1.3 本論文の構成

本論文は第 1 章から第 6 章で構成されており，その内容の要約は以下のとおりである．

第 1 章は緒論であり，本研究の背景，目的および本論文の構成について述べている．

第 2 章では，市販の純チタンと SPCC との FSW 重ね接合を行い，接合パラメータとして接合速度および回転速度の条件を取り上げ，その適正接合範囲および継手に与える影響を検討する．また，実験用ツールのプローブの長さが接合界面の組織形態に及ぼす影響について検討し，純チタンと SPCC の重ね異材接合部の微細構造と接合機構を明らかにする．

第 3 章では，合金元素として Ni と Cr を含むオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 を選択し，純チタンとの FSW 重ね接合を行い，合金元

素(Ni, Cr)が継手の適正接合範囲，微細構造および接合形態に及ぼす影響を明らかにする．

第 4 章では，市販の 64 黄銅と炭素鋼 S25C との FSW 重ね接合を行い，その接合特性を検討する．接合パラメータとして特に接合速度に注目し，接合速度が継手特性に及ぼす影響を検討すると

ともに，ツール形状の影響を明らかにするためにプローブ径とショルダ径の比率と継手微細組織および接合界面形態との関係を検討し，64 黄銅と S25C との異材接合機構を明らかにする．

第 5 章では，鉄鋼材料と黄銅との異材継手の検討結果をもとに，実用化の観点から 64 黄銅に代って高力黄銅を用いて，S25C との FSW 重ね接合を行い，接合条件範囲，合金元素の影響および接合界面微細組織を検討し，その接合機構を明らかにする．

第 6 章では，本研究で得られた成果について総括を行っている．

これらをフローチャートとして Fig. 1.6 に示す．

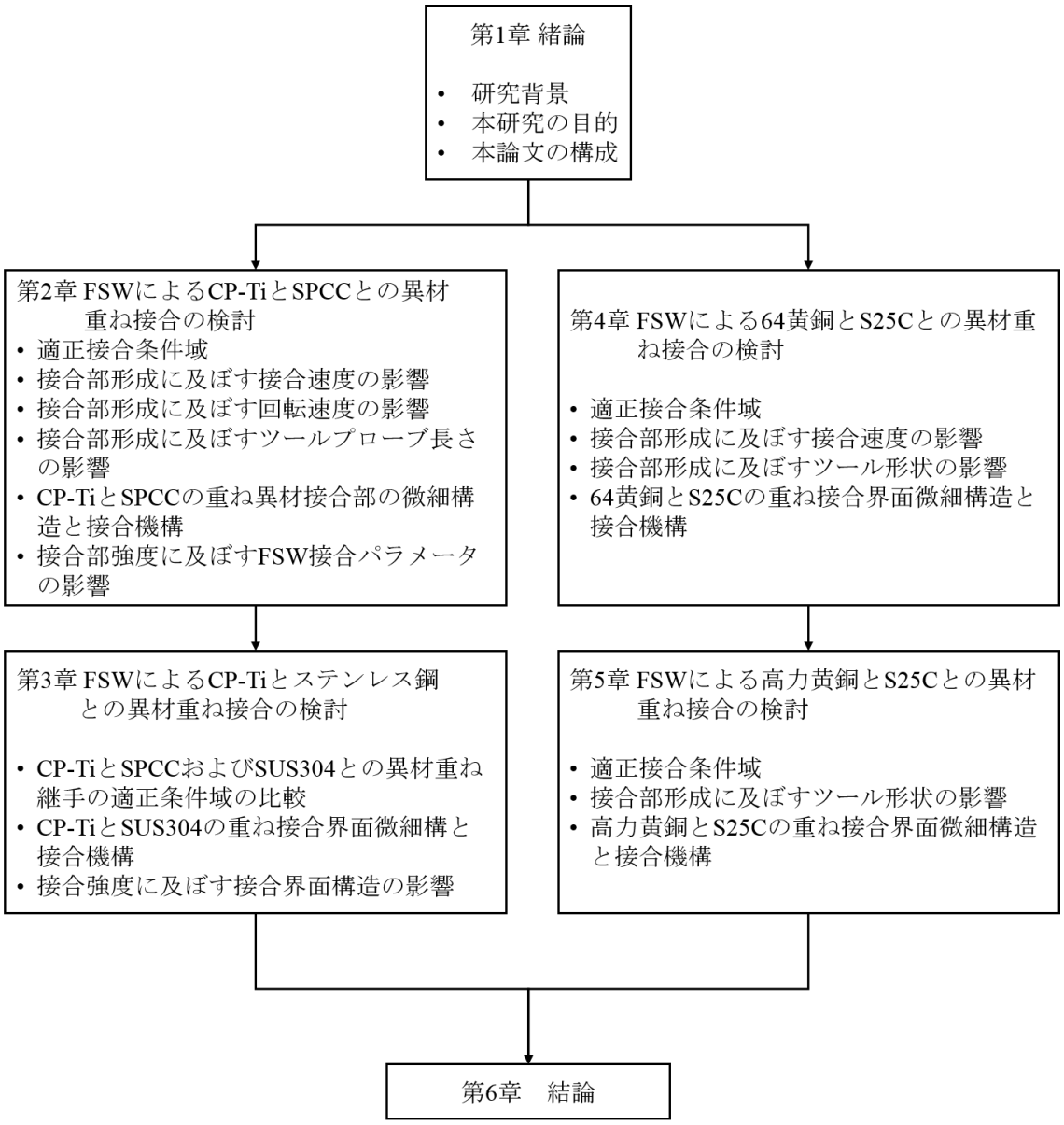


Fig. 1.6 Flow chart of this study.

参考文献

1) 中田一博, “溶接技術”, vol.2 (2002) 64-68.

2) 日本塑性加工学会, “チタンの基礎と加工”, vol.41 (2008) 163-182.

3) 谷野満, 鈴木茂, “鉄鋼材料の科学:鉄に凝縮されたテクノロジー”, 内田老鶴圃 (2013).

4) 日本規則協会, “JIS ハンドブック 1 鉄鋼”, (2002).

5) 川崎獺雄, “鉄鋼材料の基礎”, 内田老鶴圃 (1971).

6) 橋本政哲, “ステンレス”, 工業調査会 (2007).

7) 村上陽太郎, 亀井 清, 山根 壽己, 長村 光造, “金属材料学”, 朝倉書店 (2004).

8) 日本チタン協会, “チタン”, 丸善出版 (2012).

9) T.B.Massalski, H.Okamoto, P.R.Subramanian and L.Kacprzak, “Binary Alloy Phase Diagrams Second Edition”, ASM International, Materials Park, Ohio (1990) CD-ROM.

10) 矢島悦次朗, 市川理衛, 古沢浩一, 宮崎亨, 小坂井孝生, 西野洋一, “若い技術者のための機械・金属材料”, 丸善出版（2011).

11) B.G.Zhang, T.Wang, X.H.Duan, G.Q.Chen and J.C.Feng, “Temperature and stress fields in electron beam welded Ti-15-3 alloy to 304 stainless steel joint with copper interlayer sheet”, Transactions of Non-Ferrous Metals Society of China, vol.22 (2012) 398-403.

12) T.Wang, B.G.Zhang, G.Q.Chen, J.C.Feng and Q.Tang, “Electron beam welding of Ti-15-3 titanium alloy to 304 stainless with copper interlayer sheet”, Transactions of Non-Ferrous Metals Society of China, vol.20 (2010) 1829-1834.

13) B.Shanmugarajan and G.Padmanabham, “Fusion welding studies using laser on Ti-SS dissimilar combination”, Optics and Lasers in Engineering, vol.50 (2012) 1621–1627.

14) M.Gao, S.W.Mei, Z.M.Wang, X.Y.Li and X.Y.Zeng, “Characterisation of laser welded dissimilar Ti/steel joint using Mg interlayer”, Science and Technology of Welding and Joining, vol.17 (2012) 269-276.

15) I.Tomashchuk, P.Sallamand, H.Andrzejewski and D.Grevey, “The formation of intermetallics in dissimilar Ti6Al4V/copper/AISI 316 L electron beam and Nd:YAG laser joints”, Intermetallics, vol.19 (2011) 1466-1473.

16) 平賀仁，深津憲一，小川公咲，中山満，武藤睦治, “Nd: YAG レーザによる純チタンとステンレス鋼の溶接”, 溶接学会論文集, vol.19 (2001) 717-726.

17) S.Kundu and S.Chatterjee, “Interface microstructure and strength properties of diffusion bonded joints of titanium-Al interlayer-18Cr-8Ni stainless steel”, Materials Science and Engineering A, vol.527 (2010) 2714-2719.

18) A.Elrefaey and W.Tillmann, “Correlation between microstructure, mechanical properties, and brazing temperature of steel to titanium joint”, Journal of Alloys and Compounds, vol.487 (2009) 639–645.

19) A.Elrefaey and W.Tillmann, “Solid state diffusion bonding of titanium to steel using a copper base alloy as interlayer”, Journal of Materials Processing Technology, vol.209 (2009) 2746-2752.

20) P.He, X.YUE and J.H.Zhang, “Hot pressing diffusion bonding of a titanium alloy to a stainless steel with an aluminum alloy interlayer”, Materials Science and Engineering A, vol.486 (2008) 171-176.

21) M.Ghosh and S.Chatterjee, “Effect of interface microstructure on the bond strength of the diffusion welded joints between titanium and stainless steel”, Materials Characterization, vol.54 (2005) 327 -337.

22) M.Ghosh, S.Das, PS.Banarjeea and S.Chatterjee, “Influence of interface microstructure on the strength of the transition joint between Ti-6Al-4V

and stainless steel", Metallurgical and Materials Transactions a, vol.36 (2005) 1891-1899.

23) S.Kundu and M.Ghosh, "Diffusion bonding of commercially pure titanium to 304 stainless steel using copper interlayer", Materials Science and Engineering A, vol.407 (2005) 154-160.

24) S.A.A.Akbari.Mousavi and S.P.Frarhadi, "Experimental investigation of explosive welding of co-titanium / AISI 304 stainless steel", Materials and Design, vol.30 (2009) 459-468.

25) N.Kahraman, B.Gulenc and F.Findik, "Joining of titanium/stainless steel by explosive welding and effect on interface", Journal of Materials Processing Technology, vol.169 (2005) 127–133.

26) U.K.Mudali, B.M.A.Rao, K.Shanmugam, R.Natarajan and B.Raj, "Corrosion and microstructural aspects of dissimilar joints of titanium and type 304L stainless steel", Journal of Nuclear Materials, vol.321 (2003) 40-48.

27) S.A.A.Akbarimousavi and M.GohariKia, "Investigations on the mechanical properties and microstructure of dissimilar cp-titanium and AISI 316L austenitic stainless steel continuous friction welds", Materials and Design, vol.32 (2011) 3066-3075.

28) H.C.Dey, M.Ashfaq, A.K.Bhaduri and K.P.Rao, "Joining of titanium to 304L stainless steel by friction welding", Journal of Materials Processing Technology, vol.209 (2009) 5862-70.

29) W.B.Lee and S.B.Jung, "Effect of microstructure on mechanical properties of friction-welded joints between Ti and AISI 321 stainless steel", Materials Transactions, vol.45 (2004) 2805-2811.

30) M.Fazel-Najafabadi, S.F.Kashani-Bozorg and A.Zarei-Hanzaki, "Joining of CP-Ti to 304 stainless steel using friction stir welding technique", Materials & Design, vol.31 (2010) 4800-4807.

31) M.Fazel-Najafabadi, S.F.Kashani-Bozorg and A.Zarei-Hanzaki, “Dissimilar lap joining of 304 stainless steel to CP-Ti employing friction stir welding”, Materials & Design, vol.32 (2010) 1824-1832.
32) J.Liao, N.Yamamoto, H.Liu and K.Nakata, “Microstructure at friction stir lap joint interface of pure titanium and steel”, Materials Letters, vol.64 (2010) 2317-2320.
33) 一般社団法人日本伸銅協会, “銅・銅合金”, 丸善出版 (2012).
34) J.Luo, X.M.Wang, D.J.Liu, F.Li and J.F.Xiang, “Inertia Radial Friction Welding Joint of Large Size H90 Brass/D60 Steel Dissimilar Metals”, Materials and Manufacturing Processes, vol.27 (2012) 930-935.
35) J.Luo, J.F.Xiang, D.J.Liu, F.Li and K.L.Xue, “Radial friction welding interface between brass and high carbon steel”, Journal of Materials Processing Technology, vol.212 (2012) 385-392.
36) M.Kimura, M.Kusaka, K.Kaizu, A.Fuji, “Effect of post-weld heat treatment on joint properties of friction welded joint between brass and low carbon steel”, Science and Technology of Welding and Joining, vol.15 (2010) 590-596.
37) 摩擦圧接協会, “摩擦接合技術”, 日刊工業新聞社 (2006).
38) 溶接学会, “溶接・接合便覧”, 丸善出版 (2003).
39) 青沼昌幸,中田一博, “摩擦撹拌接合法による異種金属接合”, Journal of the JSTP, vol.53 (2012) 869-873.
40) W.M.Thomas, E.D.Nicholas, J.C.Needhan, M.G.Murch, P. Temple-Smith and C.J. Dawes, International Patent Application PCT/GB92/02203 and GB Patent Application 9125978.8, UK Patent Office, London, December 6,1991.
41) 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, vol.69 (2000) 565-571.
42) 岡村久宣, 青田欣也, 青野泰久, “摩擦撹拌作用を利用した異種金属

の摩擦拡散接合”, 溶接学会全国大会講演概要, vol.71 (2002) 442-443.
43) 溶接学会,“摩擦撹拌接合 FSW のすべて”,産報出版 (2006).
44) C.J.Daws and W.M.Thomas, “Development of improved tool design for friction stir welding of aluminum”, 1st International Symposium on friction stir welding, (1999) CD-ROM.
45) 篠田剛, 柴田大輔, “アルミニウム合金の friction stir welding 現象”, 溶接学会全国大会講演概要, vol.67(2000) 64-65.
46) 福田哲夫, “摩擦撹拌溶接（FSW）技術”, 溶接学会誌, vol.69 (2000) 6-10.
47) 篠田剛, “新接合法, Friction Stir Welding に関する最近の開発状況”, 溶接学会誌, vol.67(1998) 6-10.
48) T.Watanabe, M.Takayama, A.Yanagisawa, “Joining of aluminum alloy to steel by friction stir welding”, Journal of Materials Processing Technology, vol.178 (2006) 342-349.
49) A.Abdollah-Zadeh, T.Saeid, B.Sazgari, “Microstructural and mechanical properties of friction stir welded aluminum/copper lap joints”, Journal of Alloys and Compounds, vol.460 (2008) 535-538.
50) Y.C.Chen, K.Nakata, “Microstructural characterization and mechanical properties in friction stir welding of aluminum and titanium dissimilar alloys”, Materials and Design, vol.30 (2009) 467-474.

第2章 FSW による CP-Ti と SPCC との異材重ね接合の検討

2.1 緒言

本章では，第 1 章で述べたように金属間化合物を形成しやすい代表的な異材組合せとして，工業用純チタン(CP-Ti)と一般冷延鋼板(SPCC)の異材接合に注目し，FSW 重ね接合特性を明らかにすることを目的とした．荷重制御式の FSW 装置を用いて，異材継手の接合特性に影響を及ぼす接合パラメータとして，主にツール回転速度および接合速度，また，ツールのプローブ長さを取り上げ，接合継手の形成状態，接合界面における金属間化合物などの組織構造を検討した．そして，接合欠陥の発生しない適正接合条件を明らかにするとともに，継手引張せん断試験を行い，良好な継手強度が得られる接合界面微細構造を明らかにし，CP-Ti と SPCC の FSW による異材接合機構を検討した．

2.2 実験方法

2.2.1 接合装置および接合方法

Fig. 2.1 に本研究で用いた摩擦撹拌接合装置(型式 FSW-JWRI-1)の外観を示す．装置本体の構成は，「スピンドル Z 軸部」および「テーブル部」に大きく分かれている．テーブル部は X 軸および Y 軸で構成されており，各軸とも AC サーボモータによって駆動する．また接合の加圧力（ツール押込荷重）はエアシリンダにて一定に制御できる．FSW はツールを装着後，テーブル部に軟鋼の裏当金を置き，その上に材料を置いてクランプで固定する．

供試材の表面をアセトンで脱脂したのちに，裏当金上で CP-Ti を上板および SPCC を下板として重ね合わせて，クランプにより裏当金に固定した．次に，ツールを時計まわりに回転させながらプローブを CP-Ti 表面から重ね合わせ面に向けて挿入し，一定時間の保持後に，ツールが

赤熱した状態(トルクが一定になった状態)を確認したのちにツールの移動を開始し，設定した一定の接合速度で摩擦撹拌接合を行なった．なお後述するようにチタンの酸化を防止するためにアルゴンガスを流した．Fig. 2.2 には FSW 接合中の写真を示す．

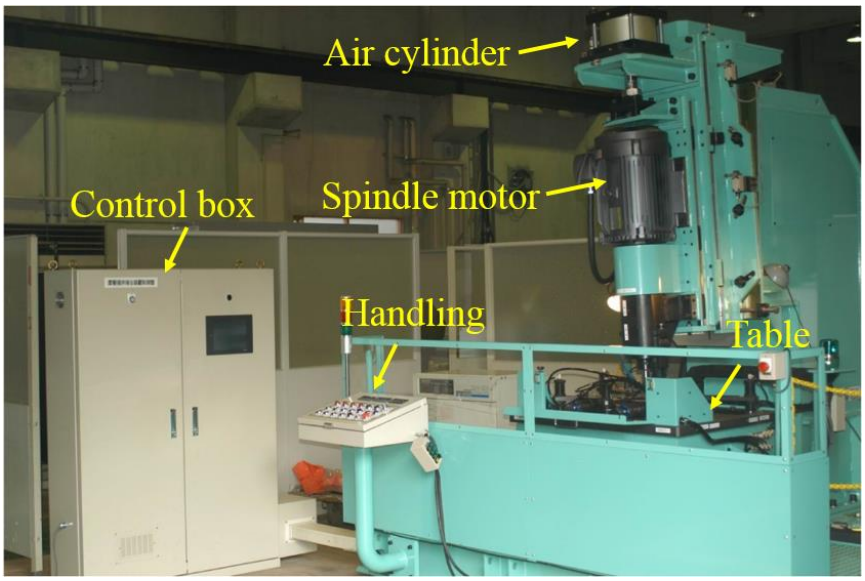


Fig. 2.1 Overall appearance of FSW machine (JWRI-1).

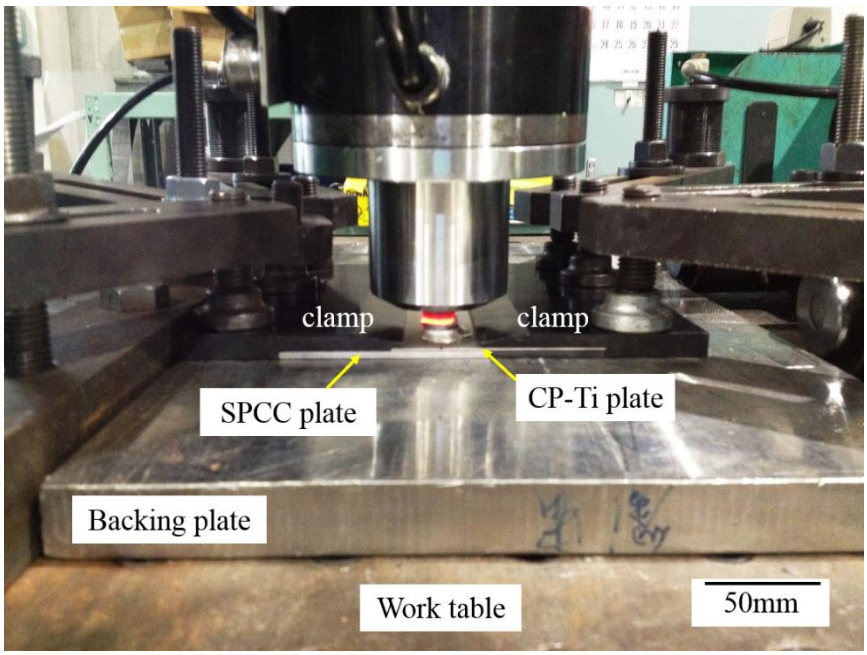


Fig. 2.2 Overall appearance of CP-Ti/SPCC dissimilar lap joint during FSW.

2.2.2 供試材料

本研究で供試材として用いた工業用純チタン CP-Ti (JIS 2 種) および一般冷延鋼板 SPCC の化学組成を Table 2.1 に示す．これらは板材であり，その寸法は，CP-Ti が 200 mm(L)×85 mm(W)×1 mm(T)，SPCC が 200 mm(L)×85 mm(W)×3.2 mm(T)である．接合時に用いた供試材の重ね継手の配置を Fig. 2.3 に示す．

Table 2.1 Chemical compositions of CP-Ti and SPCC (mass%).

Element mass.%	C	Si	Mn	P	S	H	O	N	Fe	Ti
CP-Ti	0.01	-	-	-	-	0.001	0.09	0.00	0.03	Balance
SPCC	0.04	0.01	0.18	0.01	0.01	-	-	-	Balance	-

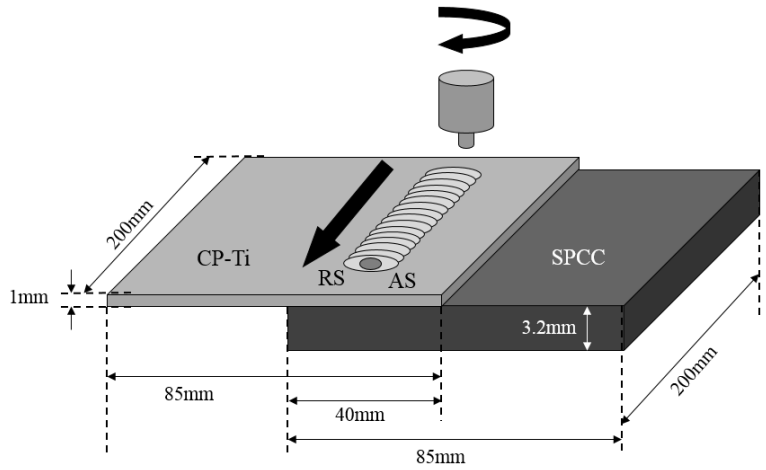


Fig. 2.3 Schematic diagram of the arrangement of a dissimilar CP-Ti/SPCC lap joint.

本研究で用いたツールの外観写真を Fig. 2.4 に示す．超硬合金(WC-Co)製のツールを用いた．ツールのプローブ径は 6 mm，ショルダ径は 15 mm である．一般に突合せ継手の摩擦撹拌接合では板厚よりも若干プローブ長の短いツールを用いるが，本実験ではさらに板厚と同等なプローブ長さのものと板厚よりもプローブ長さが長いものも使用した．

すなわち，上板である CP-Ti の板厚さ 1.0 mm に対して，プローブ長は 0.9, 1.0 および 1.1 mm とした．これはプローブ長さが接合特性に及ぼす影響を検討するためである．

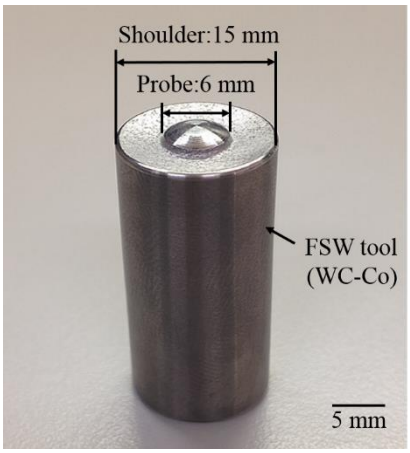


Fig. 2.4 Appearance of FSW tool and its dimension.

接合条件は Table 2.2 に示す．接合速度，ツール回転速度および荷重はいくつかの条件で接合を行い，その影響を検討した．これらはそれぞれ入熱量に大きい影響を与えることが知られており，接合の可否や接合性に影響を与えると考えられる．なお，接合中はツールホルダの温度上昇を防止するためにツールホルダ内部に冷却水を循環させ，さらにツールおよび試料表面の酸化を防止するためにアルゴンガス雰囲気中で行なった．またアルゴンガス流量は 25 L/min とした．

Table 2.2 FSW conditions used.

FSW parameters	
Welding speed (mm/min)	50, 75, 100, 125, 150
Rotation speed (rpm)	250, 300, 350, 450
Load (kN)	7.35, 9.8
Tilt angle (°)	3

2.2.3 接合部外観および形成組織の観察方法

まず，接合部の外観検査を行い，継手の欠陥の有無を調べた．外観検査では，接合部表面状態やバリの生成状況を確認し，欠陥の発生傾向について調べた．

次に，接合部の形成組織を評価するために，接合方向に垂直な横断面のマクロ組織およびミクロ組織観察を行った．放電加工機により組織観察用試験片を切り出し，熱硬化性樹脂に埋め込みを行った．これらの試験片を湿式エメリー紙 400 番から 4000 番による湿式研磨後，粒度 3 μm と 1 μm ダイヤモンドペーストを用いてバフ研磨を行い，鏡面に仕上げた．また，研磨は自動研磨装置を用いて，円盤回転速度 150 rpm，荷重 5 N，研磨時間を 180～600 s で行った．その後，CP-Ti および SPCC はフッ酸($HF:HNO_3:H_2O=3:3:50$)で腐食した．腐食後，エタノールで超音波洗浄を行い，その後，光学顕微鏡(Optical microscopy:以下 OM)および走査型電子顕微鏡(Scanning electron microscope: 以下 SEM)(型式: VE-8800)によって組織観察を行った．OM 観察では低倍率(100 倍～500 倍)で接合部全体のマクロ組織観察を行い，SEM 観察では，高倍率(500 倍～3000 倍)にて CP-Ti の微細組織の変化，接合界面構造およびボイド欠陥の有無などに注目して観察を行うとともに，エネルギー分散型 X 線分光装置(Energy dispersive x-ray spectroscopy: 以下 EDX)を用いて元素分析の分析を行った．

さらに，日本電子株式会社製透過型電子顕微鏡(Transmission electron microscope 以下:TEM)(型式: JEM-4000EX)を用いて加速電圧 200kV で接合部界面の微細構造解析を行った．なお，接合界面の TEM 観察用薄膜試験片の作製は，以下の手順で行った．まず，接合部組織観察用の試験片を上記と同じ手順により湿式エメリー紙 4000 番まで湿式研磨した．次に収束イオンビーム加工観察装置(型式：FB-2000S)を用いて，加速電圧 30 kV，引出し電圧 8.2 kV，引出し電流 3.2 μA の条件で，まず観察箇所(接合界面)を含む幅 20 μm，厚さ 5 μm，高さ 15 μm の試料片をサンプ

リングし，銅メッシュに固定した．銅メッシュに固定した状態で，観察領域が厚さ 100 nm になるまで加工した．観察は電子照射による試料の損傷を防ぐため，加速電圧 200 kV で行った．観察用に用いた試験片ホルダーは 2 軸傾斜型である．接合界面の反応層の構成相等の同定は，制限視野電子線回析(Selected area electron diffraction: 以下 SAD)法により，ある結晶から得られた電子線回析像の指数付けを行い，界面に形成された金属間化合物の相同定を行った．また元素分析は TEM に付属する EDX により行った．試験片ホルダーがベリリウム製であるため，周期律表において原子番号 5 番(B)以降の元素について EDX 分析が可能である．EDX 分析のビーム径は観察試験片上において約 1 nm である．

2.2.4 硬さ試験法

接合部の硬さは，マイクロビッカース硬さ試験機を用いて，接合界面から接合部中心の板厚方向に測定した．Fig. 2.5 に，その測定位置の概略図を示す．測定条件は，圧子荷重を 0.98 N，負荷時間を 15 s とし，0.2 mm 間隔で硬さ分布を測定した．

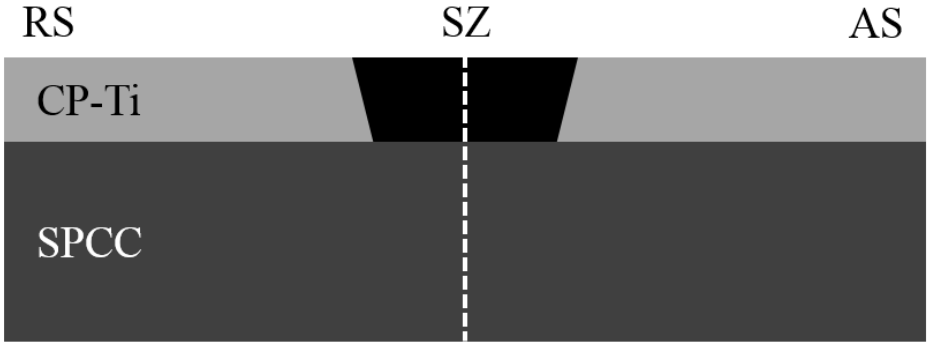


Fig. 2.5 Schematic drawing of location of micro-hardness measurement.

2.2.5 継手引張せん断試験方法

FSW 接合で得られた重ね接合継手の機械的性質を評価するために，Instron 万能試験機用いて，室温にて引張せん断試験を行った．Fig. 2.6 に引張試験片の形状及び接合継手からの試験片採取位置を示す．Fig.

2.7 に示すように接合線に対して垂直方向に 3 本の引張せん断試験片を幅 12 mm で採取した．また，引張方向と接合界面を平行にするために純チタンおよび SPCC にはそれぞれ相手材を貼り付け，厚さを等しくして試験を行った．試験時の引張速度は 1.0 mm/min とした．また試験片形状の関係から，引張特性として破断までの最大荷重を評価した．さらに，引張試験後の破断試料に対して，破断位置の調査及び SEM による破面観察を行った．

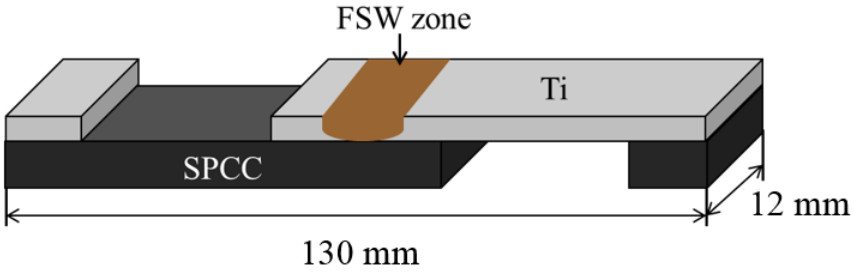


Fig. 2.6 Preparation and setup of the test piece for tensile shear strength test.

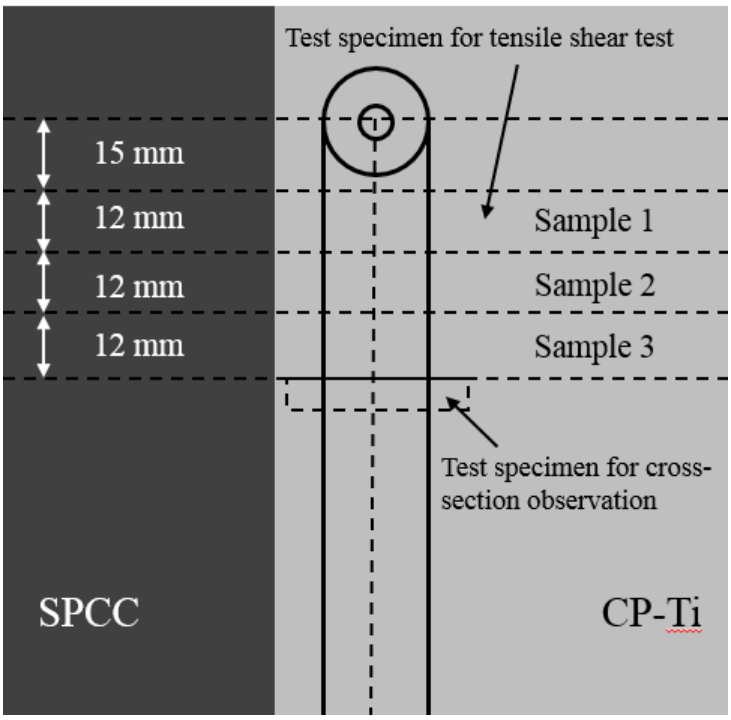


Fig. 2.7 Dimension and cutting positions of the specimens for tensile shear test and cross-section observation in FSW lap joint.

2.3 実験結果および考察

2.3.1 適正接合条件域

CP-Ti/SPCC 接合継手形成に及ぼす接合条件の影響を検討するために，WC-Co 製でプローブ長さ 1.0 mm のツールを用いて，荷重 9.8 kN 一定として，ツール回転速度および接合速度を変化させて接合を行った．得られた結果を Fig. 2.8 に示す．

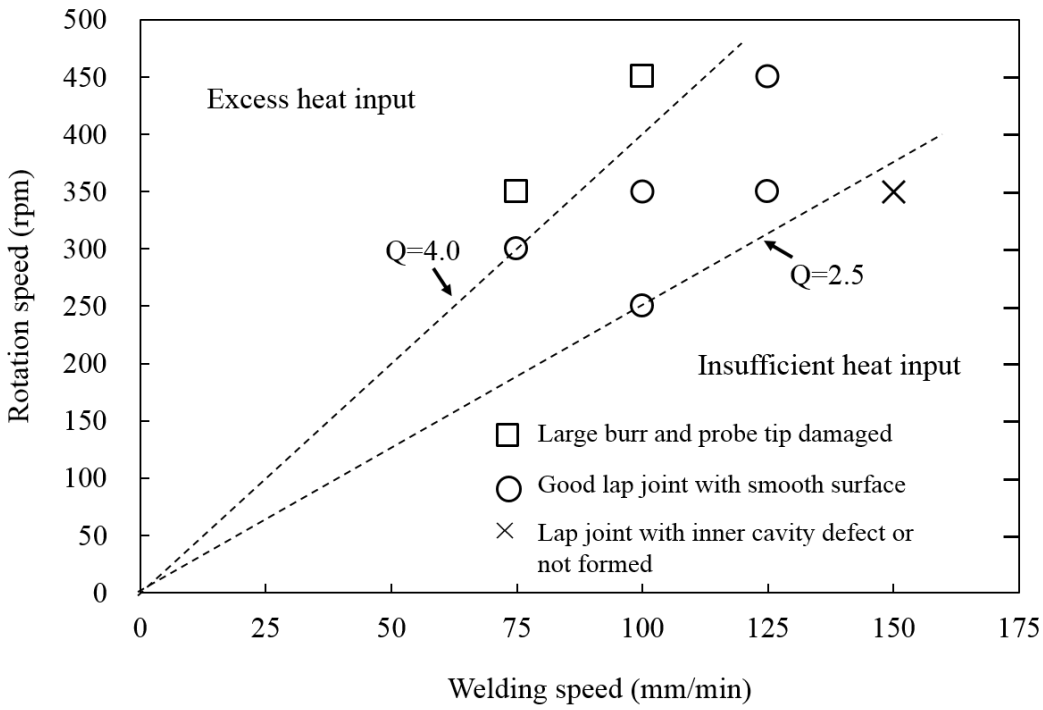


Fig. 2.8 Combined effect of tool rotation speed and welding speed on weldability of CP-Ti/SPCC lap joint by FSW at a tool force of 9.8 kN.

FSW において被接合材料に投入される熱量 q は(2-1)式[1)]のように表されている．この入熱量 q を接合速度 V で割ることにより，FSW 時の単位接合長さあたりの入熱量 q_{in} は(2-2)式で表される．

$$q = \frac{4}{3} \cdot \pi^2 \cdot \mu \cdot P \cdot R \cdot D^3 \tag{2-1}$$

$$q_{in} = \frac{q}{V} = (\frac{4}{3} \cdot \pi^2 \cdot \mu \cdot P \cdot D^3) \cdot \frac{R}{V} \tag{2-2}$$

μ:摩擦係数, *P*:ショルダ部分にかかる圧力(N/m^2), *R*:ツール回転速度(rpm), *V*:接合速度(mm/min), *D*:ショルダ部の表面半径(m).

この式から一般に FSW ではツール回転速度 *R* (rpm)と接合速度 *V* (mm/min)の比である *Q*=*R*/*V* と FSW による入熱量 q_{in} は比例することから, 単位接合長さあたり FSW 入熱量を評価するパラメータとして, この *Q* がしばしば用いられる [1].

ツール荷重 9.8 kN において良好な重ね接合継手が得られる条件範囲は Fig. 2.8 に示すように *Q*=2.5 から *Q*=4.0 の間の領域であった. この条件範囲よりも *Q* が小さく入熱量の少ない条件では入熱不足により接合界面に空孔の形成あるいは接合不可となった. また, 入熱過多の条件では, Ti が接合中にツールに凝着し, サンプル表面に溝状欠陥が発生した. ツールの接合実験前後の外観写真を Fig. 2.9 に示す. 同様の現象は, 他の研究において報告されている [2].

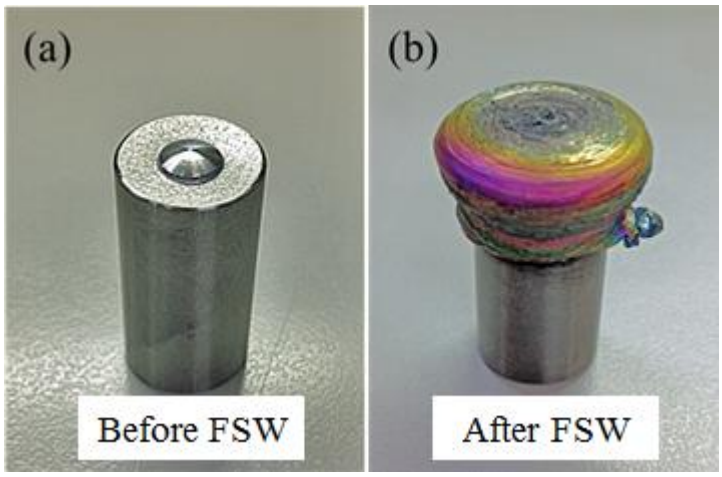


Fig. 2.9 Appearances of FSW tool with excess heat input condition (450 rpm, 100 mm/min), (a) before and (b) after FSW.

Fig. 2.10 は適正接合条件(350 rpm および 100 mm/min)で接合した継手の断面微細組織を示す．(a)は継手の断面マクロ写真を示す．(b)は CP-Ti の撹拌部(stirred zone, SZ)であり，結晶粒径は一般的な FSW と同様に母材部(d)に比べて大幅に微細化されている．また，CP-Ti/SPCC の接合界面(c)はほぼ平滑面であり，CP-Ti と SPCC とが相互に撹拌され，混合した現象は認められなかった．接合界面付近の SPCC の結晶粒径は母材部(e)よりも少し大きくなる傾向にあった．それは FSW 過程中の熱影響によると考えられる．

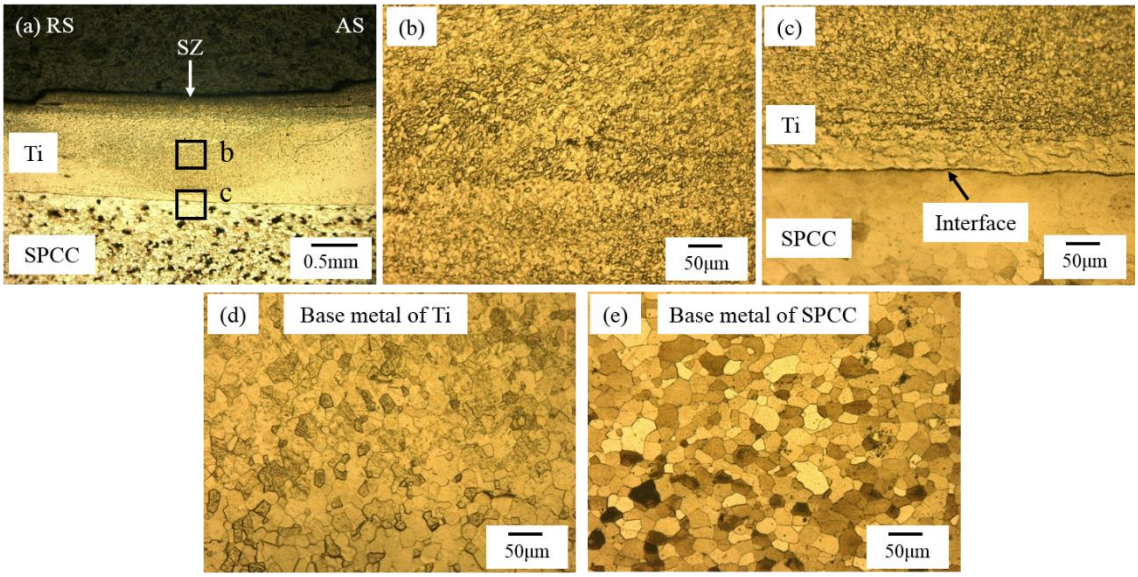


Fig. 2.10 Microstructures in the cross-section of the lap joint of CP-Ti and SPCC at FSW condition of 100 mm/min, 350 rpm and 9.8 kN.

2.3.2 接合部形成に及ぼす接合速度の影響

Fig. 2.11 にプローブ長さ 1.0 mm のツールを用いて，荷重 9.8 kN およびツール回転速度 350 rpm 一定の条件で，接合速度 100, 125 および 150 mm/min と変化させた時の接合継手外観を示す．接合速度 100 および 125 mm/min では小さいバリが RS 側に認められたが，接合速度の増加に伴い，接合部の表面は平滑になり，いずれも良好な接合継手外観を呈した．

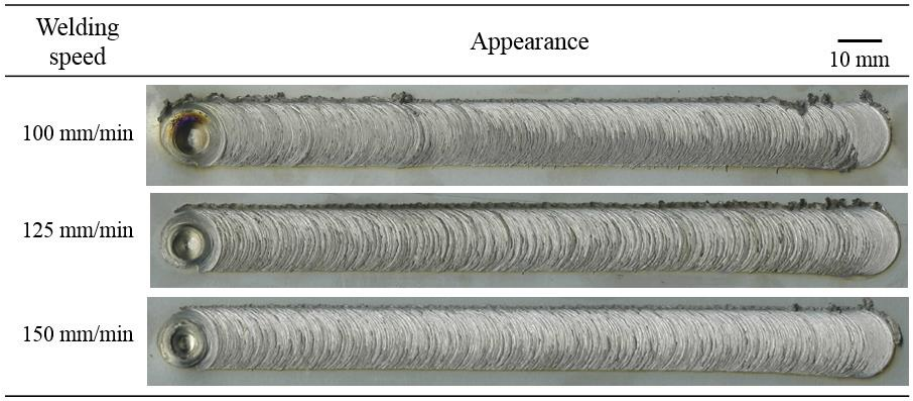


Fig. 2.11 Appearance of the joints with different welding speeds of 100, 125 and 150 mm/min of 350 rpm and load 9.8 kN.

Fig. 2.12 はこれらの CP-Ti/SPCC 重ね FSW 継手断面の OM および SEM によるマクロおよびミクロ組織を示す．いずれの接合速度においても CP-Ti の SZ は，母材組織に比べて結晶粒径が微細化しており，TMAZ および HAZ は明確には確認できなかった．接合界面は全体として平滑であり，CP-Ti と SPCC の混合組織は認められなかった．接合速度 100 mm/min では接合界面にわずかな波状模様が認められたが，接合速度の増加とともに，界面はより平滑となり，直線的になった．接合速度 150 mm/min では RS 側の接合界面に空孔欠陥が認められた．その原因は FSW 過程中の接合界面付近における入熱量が不足し，CP-Ti の塑性流動が不十分になったためと考えられる．また，いずれの接合速度においても，接合界面には SEM 観察結果からは金属間化合物層の存在は認められなかった．

次に，Fig. 2.13 は同様に接合速度 100, 125 および 150 mm/min の条件で接合した CP-Ti/SPCC 重ね FSW 継手断面中心部の硬さ分布を示す．CP-Ti の SZ 部分の硬さは CP-Ti の母材硬さより高くなった．これはよく知られているように FSW 中の動的再結晶による結晶粒微細化のためである [3)]．また，接合界面においては，著しく硬化した部分は存在しな

かった．これは Fig. 2.12 において金属間化合物層が認められなかったミクロ組織観察結果と一致する．

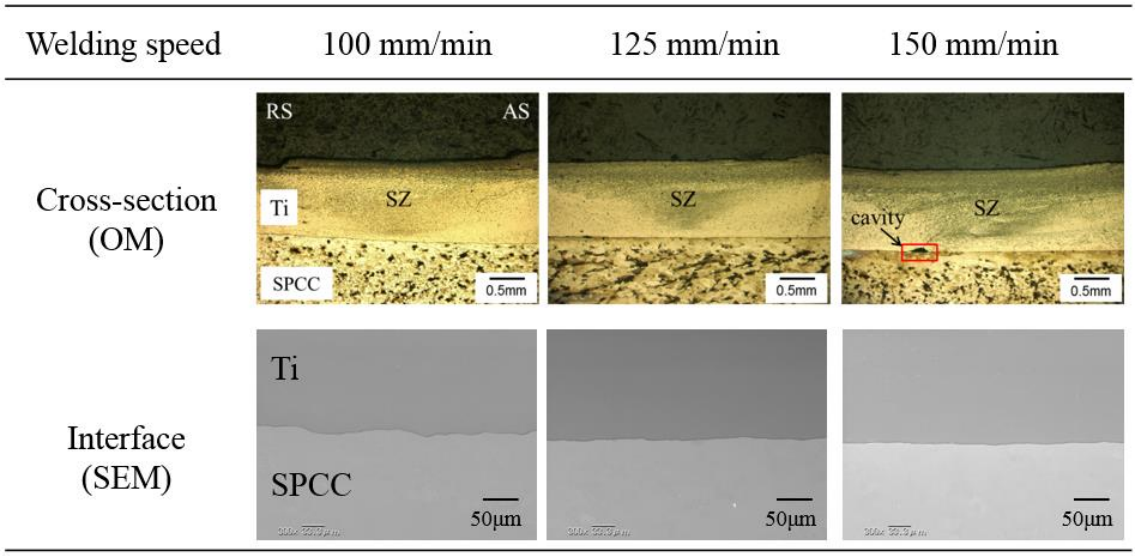


Fig. 2.12 Cross-sections and interfaces of the joints with different welding speeds of 100, 125 and 150 mm/min at constant welding parameters of 350 rpm and load 9.8 kN.

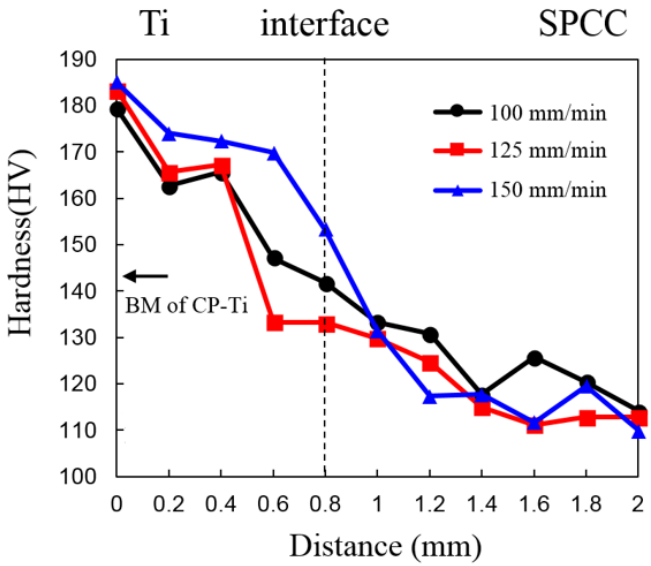


Fig. 2.13 Microhardness profiles in the cross-section of the joint from SZ of CP-Ti to SPCC side with different welding speeds of 100, 125 and 150 mm/min at constant welding parameters of 350 rpm and load 9.8 kN.

2.3.3 接合部形成に及ぼす回転速度の影響

Fig. 2.14 に，プローブ長さ 1.0 mm，荷重 9.8 kN および接合速度 100 mm/min 一定条件における接合部外観に及ぼす回転速度(250, 350 および 450 rpm)の影響を示す．回転速度 250 および 350 rpm では比較的平滑でバリの少ない良好な接合部外観を呈した．回転速度の増加に伴い，接合部の表面は粗くなる傾向を示し，450 rpm では Fig. 2.9 に示したように CP-Ti がツール表面に凝着し，継手表面には溝状欠陥が発生した．

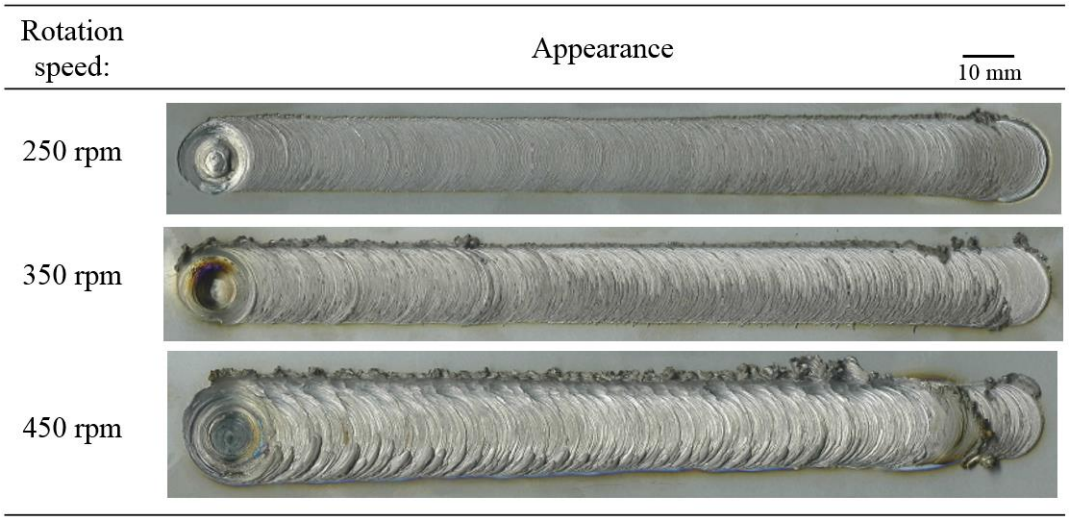


Fig. 2.14 Appearances of the lap joints of CP-Ti and SPCC with different rotation speeds of 250, 350 and 450 rpm at constant welding parameters of 100 mm/min and load 9.8 kN.

Fig. 2.15 に CP-Ti/SPCC の重ね FSW 継手断面の OM および SEM によるマクロおよびミクロ組織に及ぼす回転速度(250, 350 および 450 rpm)の影響を示す．回転速度 450 rpm では CP-Ti がツール表面に凝着して，もぎ取られたために，溝状欠陥を呈した．回転速度 250 および 350 rpm では接合界面は波状模様を有する平滑界面を呈したが，入熱の大きい回転速度 450 rpm では CP-Ti と SPCC が撹拌混合された組織となった．なおこの条件では溝状欠陥のために継手は形成されなかった．

Fig. 2.16 にそれぞれ回転速度 250 および 450 rpm で得られた 2 種類の代表的な接合界面形態である平滑界面および混合組織界面に対する EDX 分析による Ti および Fe の面分析結果を示す．平滑な接合界面(Fig. 2.16-a-1)では, Ti と Fe の拡散層や混合層は確認されなかった．一方，撹拌混合界面(Fig. 2.16-b-1)では, CP-Ti がツールプローブにより機械的に撹拌されて, SPCC 中に混合されたと考えられる分布を示しており, CP-Ti と SPCC は層状混合組織として存在していることが明らかになった．

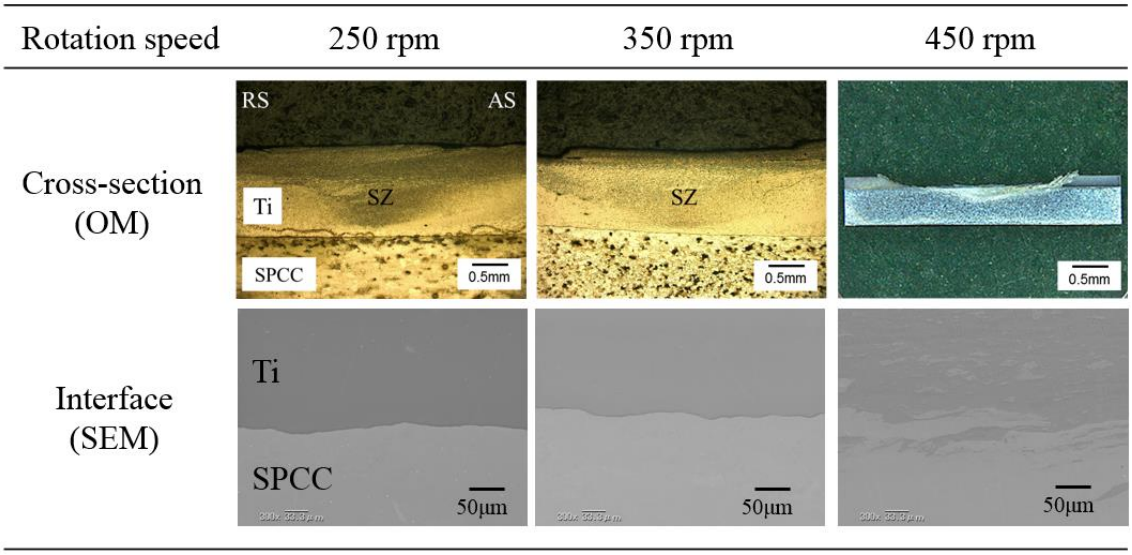


Fig. 2.15 Cross-sections and interfaces of the joints with different rotation speeds of 250, 350 and 450 rpm at constant welding parameters of 100 mm/min and load 9.8 kN.

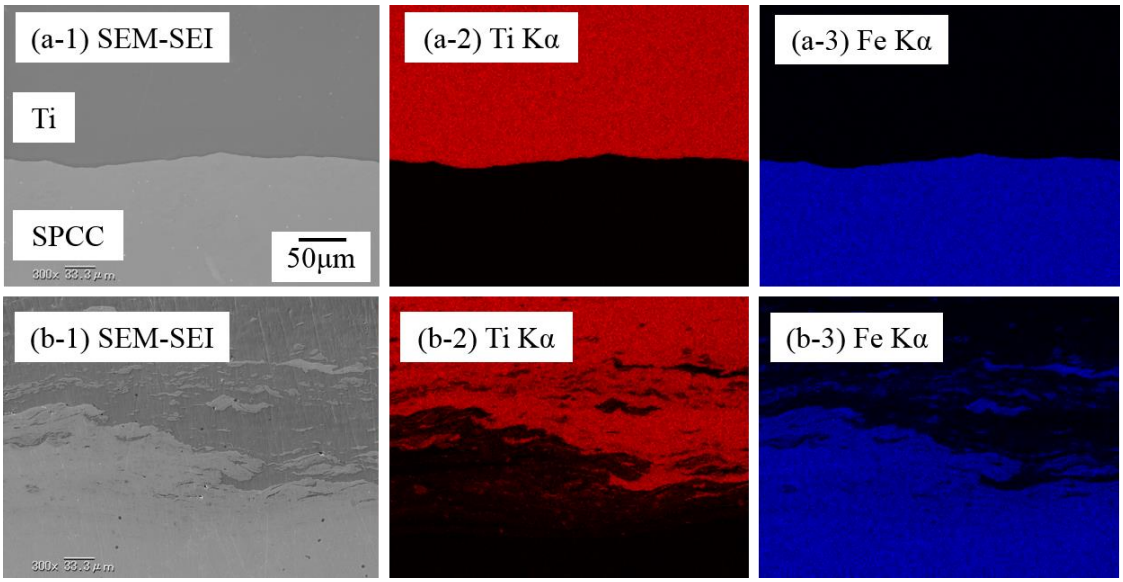


Fig. 2.16 SEI (a-1, b-1) and element distributions of Ti (a-2, b-2) and Fe (a-3, b-3) at the two kinds of typical interfaces of CP-Ti/SPCC lap joint with different rotation speeds of 250 and 450 rpm at constant welding parameters of 100 mm/min and load 9.8 kN.

Fig. 2.17 に CP-Ti/SPCC の重ね FSW 継手断面中心部の硬さ分布に及ぼす回転速度(250 および 350 rpm)の影響を示す. CP-Ti の SZ の硬さは結晶粒微細化により, CP-Ti の母材硬さよりも高くなった. また, いずれも平滑接合界面であり, 接合界面において, 著しい硬化層は認められなかった.

2.3.4 接合部形成に及ぼすツールプローブ長さの影響

ここまではツールプローブ長さは 1.0 mm 一定としたが, プローブ長さは重ね継手では下板との接触状況により接合界面構造に大きな影響を及ぼすと考えられる.

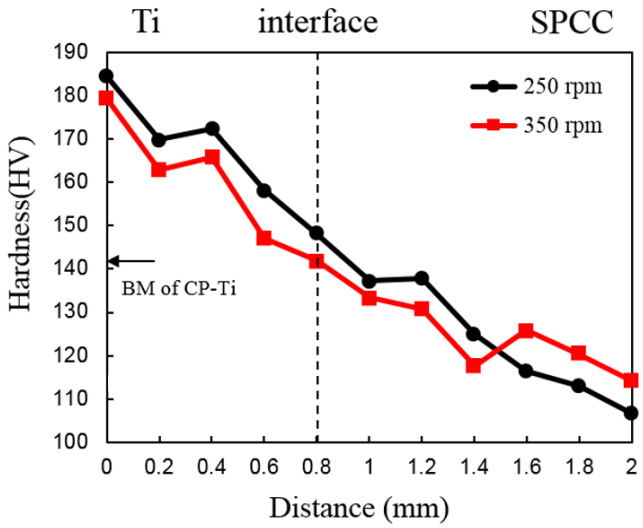


Fig. 2.17 Microhardness profiles in the cross-section of the joint from SZ of Ti to SPCC side with different rotation speeds of 250 and 350 rpm at the constant welding parameters of 100 mm/min and 9.8 kN.

Fig. 2.18 に荷重 9.8 kN, ツール接合速度 100 mm/min および回転速度 350 rpm 一定条件下における接合部外観に及ぼすプローブ長さ (0.9, 1.0 および 1.1 mm) の影響を示す. プローブ長さ 0.9 および 1.0 mm で接合した継手は滑らかな表面でバリの少ない良好な接合外観を呈する. プローブの長さ 1.1 mm で接合した継手では, バリが RS 側に存在し, プローブ長さの増加に伴い, 接合部表面は粗くなる傾向にあった.

Fig. 2.19 に接合部断面の OM および SEM によるマクロおよびミクロ組織に及ぼすプローブ長さ (0.9, 1.0 および 1.1 mm) の影響を示す. プローブ長さ 0.9 mm では RS 側の接合界面に空孔欠陥が認められた. プローブ長さが短かったために, FSW 過程中に接合界面付近の CP-Ti の塑性流動が不十分になったためと考えられる. しかし, プローブ長さの増加により, 界面の波状模様は顕著となり, プローブ先端と SPCC との接触が増加したことが分かる.なおここで用いた接合条件ではプローブは下板の SPCC 中へ挿入されなかったために, CP-Ti と SPCC が撹拌混合された, Fig. 2.15 で示したような接合界面は形成されなかった.

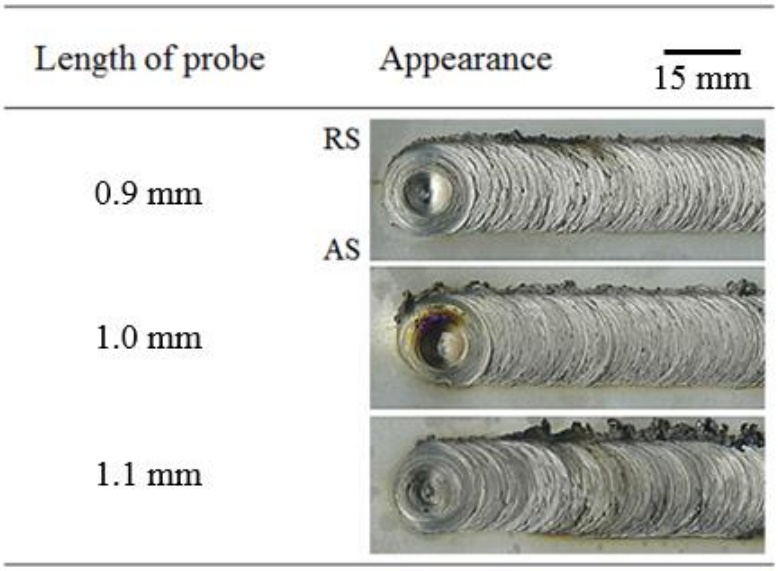


Fig. 2.18 Appearances of the lap joints of CP-Ti and SPCC with different probe lengths of 0.9, 1.0 and 1.1 mm at the same welding parameters of 100 mm/min, 350 rpm and load 9.8 kN.

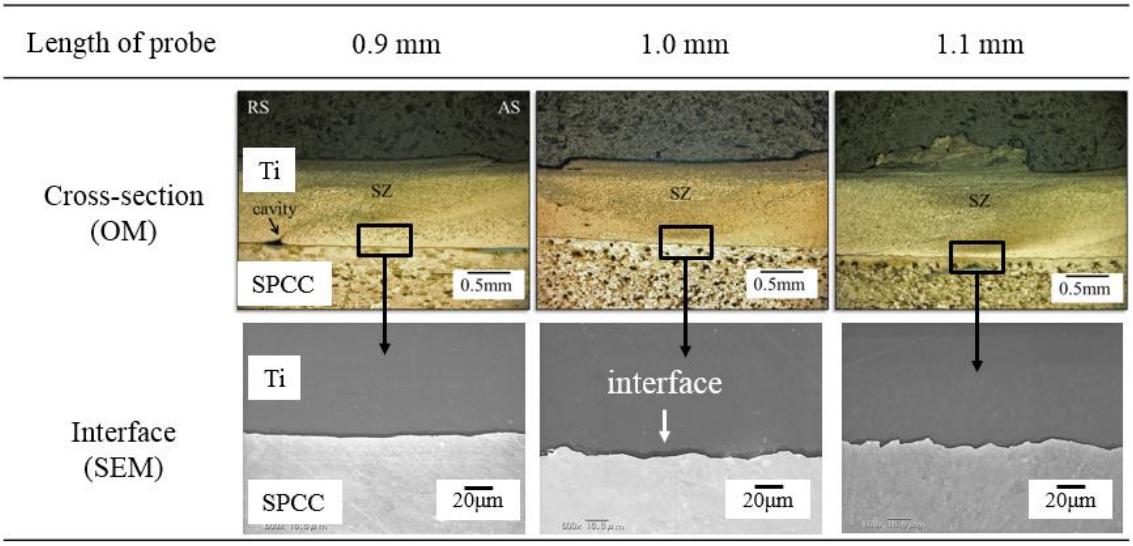


Fig. 2.19 Cross-sections and interfaces of the joints with different probe lengths of 0.9, 1.0 and 1.1 mm at the same welding parameters of 100 mm/min, 350 rpm and load 9.8 kN.

次に Fig. 2.20 に CP-Ti/SPCC の重ね FSW 継手断面中心部の硬さ分布に及ぼすプローブの長さ(0.9, 1.0 および 1.1 mm)の影響を示す. CP-Ti の SZ の硬さはすでに述べたように結晶粒微細化により CP-Ti の母材の硬さより高くなった. また, プローブ長さ 0.9 mm から 1.0 mm への増加にともない, プローブ先端と SPCC 表面との接触が強くなり, 界面での摩擦発熱量の増加に伴い, SZ の結晶粒径が増加して, 硬さが低下したと考えられる. 一方, プローブ長さ 1.1 mm では, CP-Ti の板厚 1.0 mm よりも長いため, プローブ先端が SPCC 中に挿入されない条件(例えばツール荷重が小さい場合)では, ツールのショルダ部分と CP-Ti 表面との接触面積が減少し, その結果, 入熱量の減少をもたらすために結晶粒径は小さくなり, 硬さは増加したと考えられる. なお, これらの条件では接合界面において, 著しい硬化部は認められなかった.

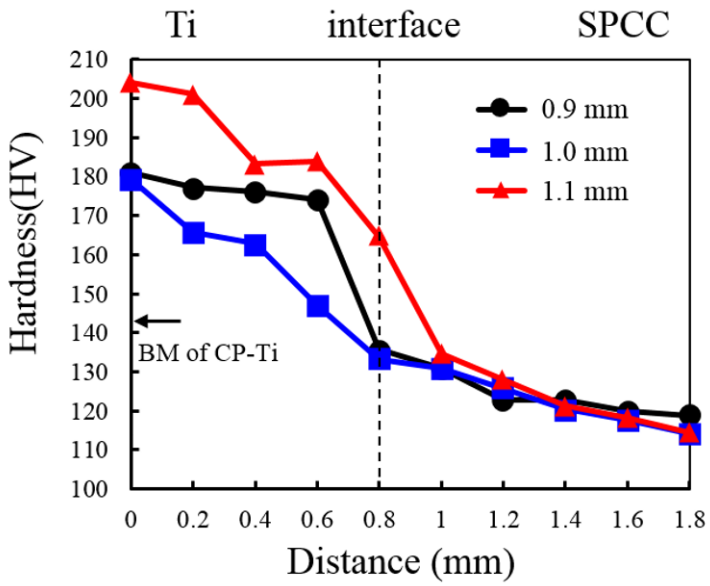


Fig. 2.20 Microhardness profiles in the cross-section of the joint from SZ of Ti to SPCC side with different probe lengths of 0.9, 1.0 and 1.1 mm at the same welding parameters of 100 mm/min, 350 rpm and load 9.8 kN.

2.3.5 FSW による CP-Ti と SPCC の重ね異材接合部の微細構造と接合機構

これまでに得られた FSW による CP-Ti/SPCC 重ね継手の接合界面形態は，両材料が混合されない平滑界面と撹拌混合された界面の 2 種類に分類されることが明らかになった．しかし，ツール荷重 9.8 kN 一定の条件では，撹拌混合界面を有する継手では，溝状欠陥の発生のため良好な表面状態を有する継手は得られなかった．そこで，新たに荷重を変化させて，良好な表面状態を有する継手が形成される接合条件の設定を行った．

Fig. 2.21 に新た設定した荷重 7.35 kN，接合速度 50 mm/min，回転速度 400 rpm，プローブ長さ 0.9 mm および 1.0 mm の接合条件で接合した 2 種類の代表的な接合界面を有する CP-Ti/SPCC の重ね継手断面の OM および SEM によるマクロおよびミクロ組織観察結果を示す．プローブ長さ 0.9 mm で接合した継手の接合界面は平滑な界面であり(OM)，プローブ先端と SPCC 表面との接触により形成されたと考えられる波状模様が観察された．一方，プローブ長さ 1.0 mm で接合した継手の接合界面では黒く腐食された CP-Ti と SPCC の混合組織が存在した(OM)．この混合組織は FSW 過程中にプローブ先端が SPCC の表面層に挿入されて，撹拌され，CP-Ti と SPCC が相互に積層して形成された層状組織であった(SEM)．Fig. 2.15 で示したツール荷重 9.8 kN の条件では，混合組織を呈する接合界面では良好な継手が得られなかったが，ツール荷重 7.35 kN の条件では，接合速度と回転速度との適正化を行うことにより，プローブ長さ 1.0 mm において良好な継手が得られた．なお，プローブ長さ 0.8 mm では，SPCC 表面とプローブ先端との接触が不十分となり継手は形成されず，また 1.1 mm では入熱量過多となり，CP-Ti とツールとの凝着が発生し，Fig. 2.15 と同様の溝状欠陥が形成された．

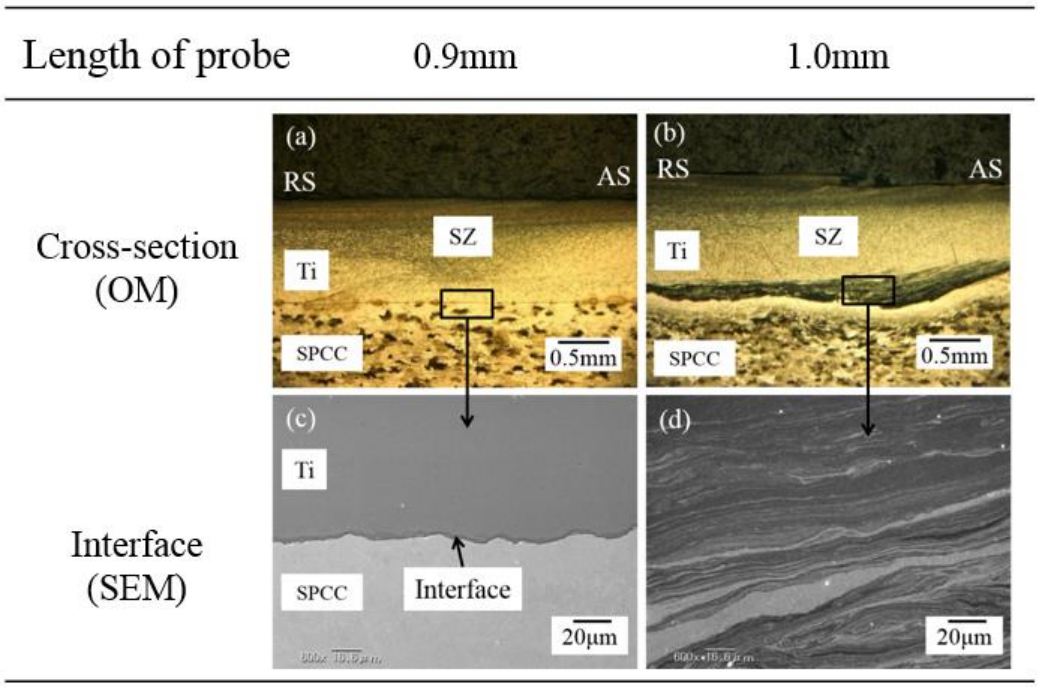


Fig. 2.21 Cross-sections and interfaces of the joints with different probe lengths of 0.9 and 1.0 mm at the same welding parameters of 50 mm/min, 400 rpm and load 7.35 kN.

Fig. 2.22 に 2 種類の代表的な接合界面の中心部の硬さ分布を示す．すでに述べた結果と同様に結晶粒の微細化により，いずれの CP-Ti の SZ の硬さも CP-Ti 母材の硬さより高くなった．また，プローブ長さ 0.9 mm で接合した平滑接合界面においては硬化層は認められなかった．一方，プローブ長さ 1.0 mm での混合組織接合界面においては，著しく硬化した層が存在し，金属間化合物の存在が示唆された．

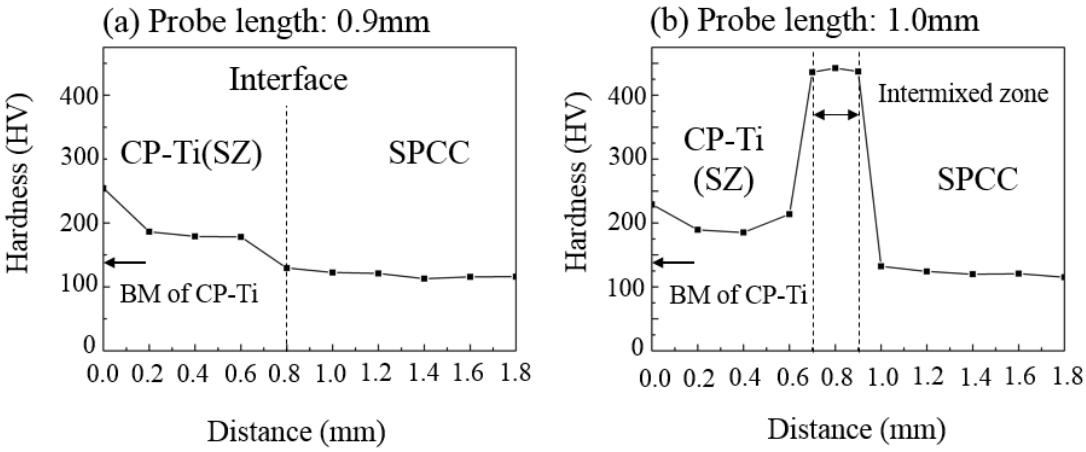


Fig. 2.22 Typical hardness profiles on the cross section of the lap joint welded with different probe lengths of (a) 0.9 mm and (b) 1.0 mm at constant welding parameters of 50 mm/min, 400 rpm and load 7.35 kN.

これらの接合界面の形成メカニズムを考察するため, TEM による詳細な観察を行った.

まず平滑界面組織の同定を行った. Fig. 2.23 (a)に平滑接合界面の SEM 写真を示す. FIB による Fig. 2.23 (a)中の赤い部分を取り出して, TEM でその接合界面を観察した. 接合界面の TEM 写真を Fig. 2.23 (b)に示す. Table 2.3 は Fig. 2.23 (b)中の a, b および c 部の EDX による点分析結果を示す. この結果より, CP-Ti と SPCC の接合界面は a 部と b 部の間であることが確認された. さらに, 接合界面では(b)中の黄色線で囲んだ領域(c)の高倍率写真に示すように約 100 nm の白い反応層が観察された. Fig. 2.23 (d)と(e)はそれぞれ同じ部分の Ti と Fe の EDX 元素面分析結果を示す. (f)さらに(e)の一部黄色で囲んだ領域の拡大面分析結果である. これらの面分析結果より白い反応層は Ti および少量の Fe よりなることが確認された.

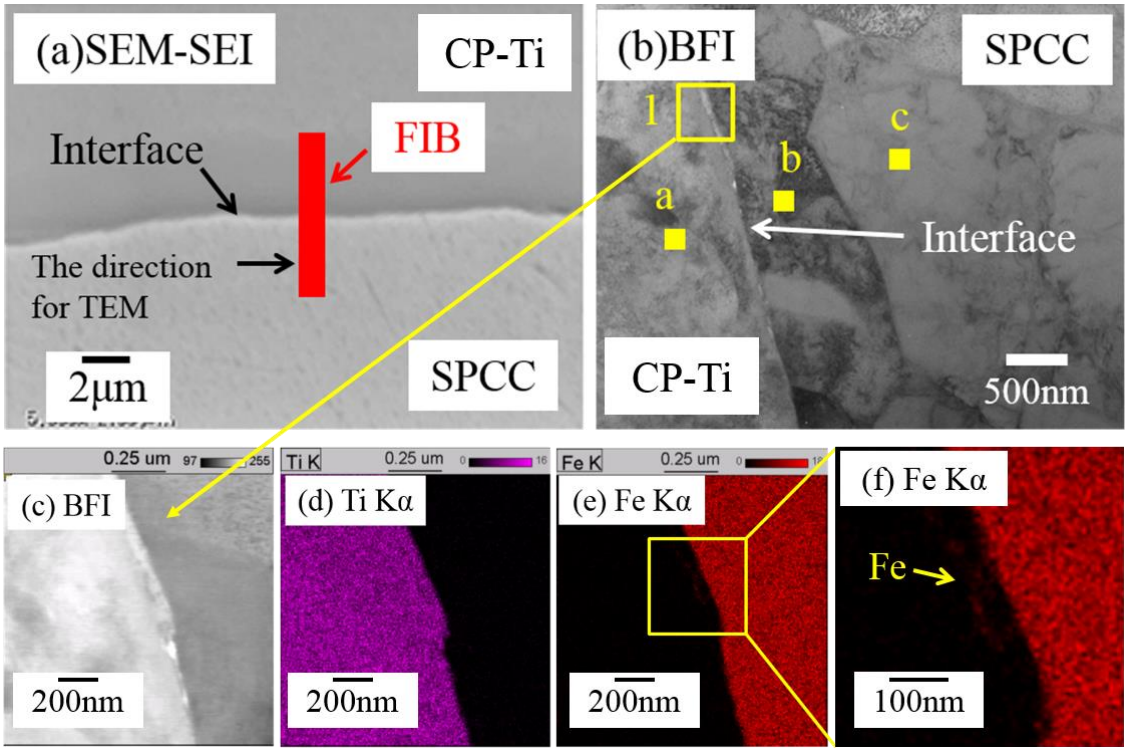


Fig. 2.23 Distribution of element of the flat interface, (a) SEM micrograph of the flat interface, (b) TEM bright field image of the interface, (c) the higher magnified TEM bright field image, and (d) Ti and (e) Fe elements area mappings in (c), (f) higher magnified Fe area mapping in (e).

Table 2.3 Elemental analysis results at the positions a, b and c in Fig. 2.26 (b)

Position	Element (at.%)		Phase
	Ti	Fe	
a	97.8	2.2	α-Ti
b	1.8	98.3	α-Fe
c	1.4	98.6	α-Fe

Fig. 2.24 は接合界面における白い反応層部分の TEM 高倍率写真を示す．また(b), (c)および(d)それぞれ(b), (c)および(d)部分における制限視

野電子線回析法により得られた電子線回析像を示す．これより(c)および(d)部分はそれぞれ CP-Ti と SPCC 母材である α-Ti と α-Fe と同定される．その間の白い反応層は β-Ti と金属間化合物 FeTi よりなることが同定された．

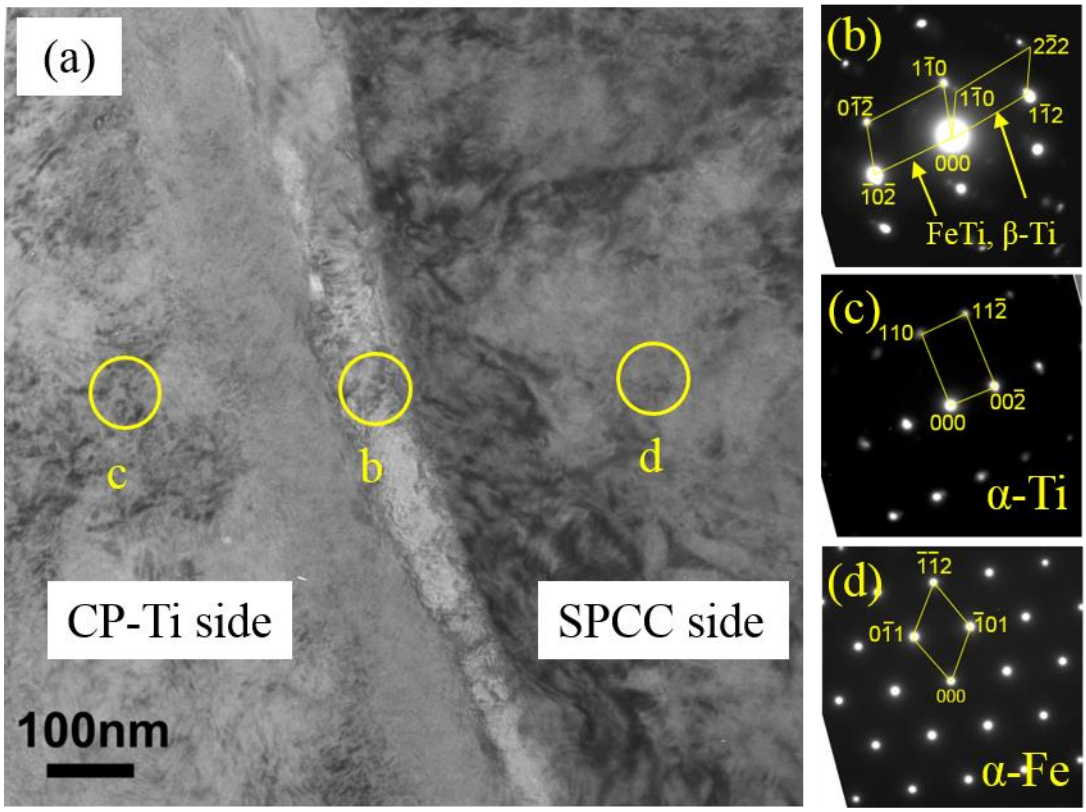


Fig. 2.24 TEM bright field image of the non-intermixed interface. (a) TEM bright field image of non-intermixed interface (b) selected area diffraction pattern of the position b, (c) selected area diffraction pattern of the position c, (d) selected area diffraction pattern of the Region d.

次に，Fig. 2.25 に混合層状組織を有する界面の TEM による高倍率組織観察(a)とその EDX 面分析による Ti と Fe の元素分布をそれぞれ(b)および(c)に示す．この結果より混合層状組織のミクロ構造は Fe-rich 相と Ti-rich 相が相互に積層された構成になっていることが明らかになった．

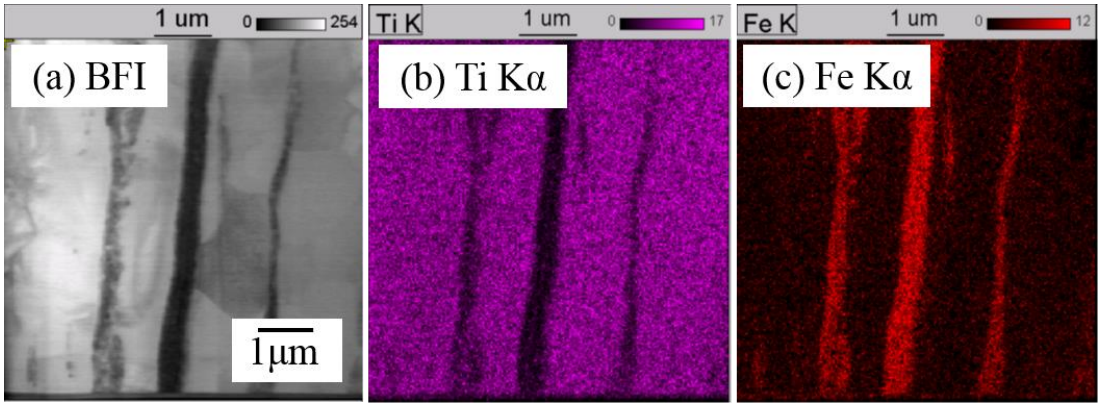


Fig. 2.25 Distribution of element of the intermixed interface, (a) TEM bright field image of the intermixed interface, and element distributions of Ti (b) and (c) Fe lay EDX area mapping.

Fig. 2.26 (a) に混合層状組織を有する接合界面の TEM 写真を示す. さらに, Fig. 2.26 (b)および(c)は(a)中の 1 と 2 で示した暗い層状部分の拡大 TEM 写真である. また, (d)から(g)はそれぞれ(a)中の 1 から 4 の部分に対応する SAD 法による電子線回析像を示す. 混合層状組織中の幅の広い帯状の Ti-rich 層は β-Ti 相であり, 細い層状の Fe-rich 層は β-Ti もしくは金属間化合物である FeTi と Fe_2Ti からなることが明らかになった.

以上の結果より, CP-TiとSPCCの接合界面構造は, 平滑および混合層状接合界面のいずれの形態においても, β-Ti相とTi-Fe金属間化合物相が混在した界面構造組織からなっていることが明らかになった. Ti-Feの平衡状態図(Fig. 1.2)にも示したように, α-Ti は1155 Kにおいてβ-Tiに変態する. したがって, β-Tiが接合界面に存在する現象は, FSW過程中に接合界面の温度が1155 K以上に加熱されたことを示している. FSWでは冷却速度が速いために非平衡相が形成しやすい特徴があり[4,5], さらにFeはβ-Ti相の安定元素である. これらのことから FSW中に拡散したFeを固溶したβ-Ti相が, 接合後も室温で安定的に存在したと考えられる[6].

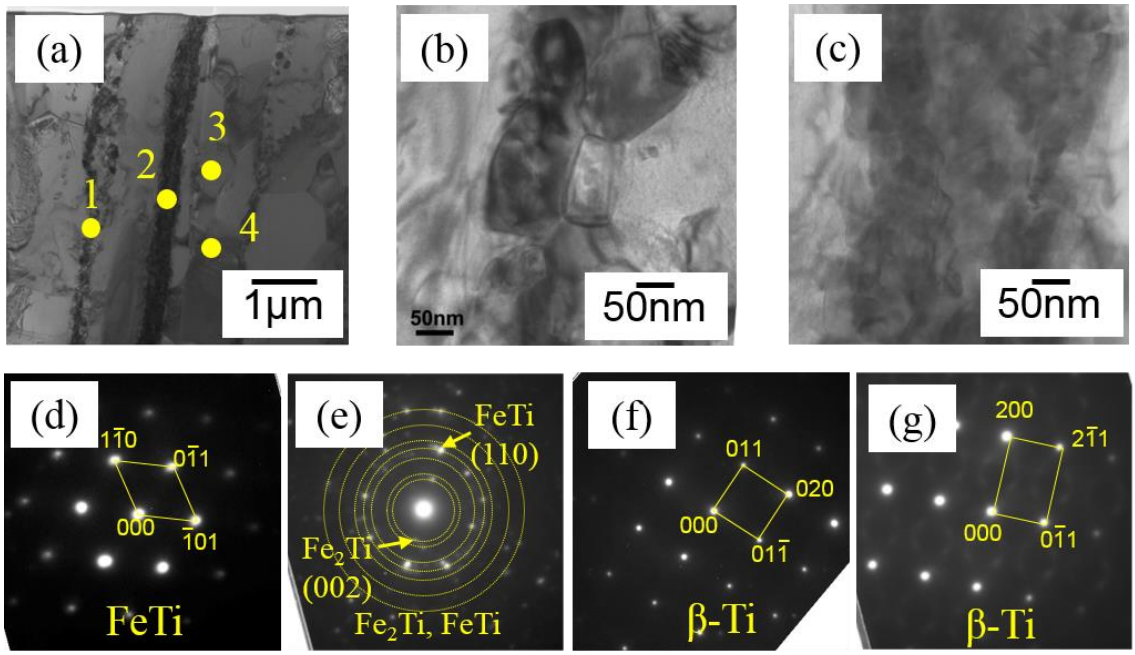


Fig. 2.26 TEM bright field image of the intermixed interface (a) and higher magnification images of (b) position 1 and (c) position 2; Selected area diffraction patterns of positions 1 to 4 in (a) are shown in (d) to (g), respectively.

平滑接合界面(Fig. 2.21 a)では，界面に形成したβ-TiとFeTiからなる複合化合物層が非常に薄い(約100 nm)ために，硬さ試験では硬い金属間化合物の存在は検出されなかったと考えられる．

ここで隣接するβ-Ti相とα-Fe相との間で元素相互拡散現象が発生する．ここで，拡散係数Dは，

$$D = D_0 exp(\frac{-Q}{RT}) \tag{2-3}$$

で表示される．R は気体定数 8. 314 J·K^{-1}mol^{-1}, T(K)は温度である．また，α-Fe 相中への Ti, α-Ti 相および β-Ti 相への Fe の振動数項 D_0 および活性化エネルギーQ を Table 2.4 に示す [7]. (2-3)式より拡散温度を 1155 K

として算出した拡散係数を Table 2.4 に示す. Table 2.4 より β-Ti への Fe の拡散係数は α-Fe への Ti の拡散係数よりはるかに大きいことが分かる.

Table 2.4 Diffusion coefficients of Ti and Fe in α-Fe, α-Ti and β-Ti at 1155K.

Matrix	Diffuse element	D ($m^2.s^{-1}$)	D_0 ($m^2.s^{-1}$)	Q ($KJ.mol^{-1}$)
α-Fe	Ti	1.07×10^{-14}	6.8×10^{-3}	261
α-Ti	Fe	1.27×10^{-13}	1.2×10^{-8}	110
β-Ti	Fe	1.60×10^{-12}	8.0×10^{-7}	126

平滑接合界面の形成機構は, 次のように考えられる. まず, 高温に加熱された界面部分において, α-Tiがβ-Tiに変態し, プローブ先端とSPCC表面部分の接触によって, SPCC側からFeがβ-Ti中に拡散して, 固溶する. そして冷却過程において, 析出して, β-TiとFeTiからなる界面組織が形成されたと考えられる.

一方, 撹拌混合された層状組織を有する接合界面はマクロ的にはFig. 2.21 (b)に示したように約300 μmの厚さにわたっており, 平滑界面よりも著しく厚くなっている. その混合組織の形成機構は次のように考えられる. まず, プローブの先端がSPCCの表面に挿入され, 撹拌の効果によりSPCCが層状組織としてCP-Ti中に巻き込まれ, 層状混合組織が形成される. このとき, α-Tiは加熱によりβ-Tiに変態する. そして帯状のβ-Ti相に薄層のα-Fe相がはさまれたサンドイッチ構造を形成する. 個々のβ-Ti相/α-Fe相の界面反応は平滑界面の場合と同様と考えられる. 混合層状組織では, 入熱量が増加しているために拡散が促進され, α-Fe相界面でFe_2TiもしくはFeTi が形成されることも考えられるが, 確認できなかった.

2.3.6 接合部強度に及ぼす FSW 接合パラメータの影響

Fig. 2.27 に CP-Ti/SPCC 重ね FSW 接合継手の引張せん断強度に及ぼす接合速度の影響を示す．接合速度 100 mm/min で接合した継手は CP-Ti 母材部破断を示したが，これ以上の接合速度では接合界面破断を呈し，接合速度の増加に伴い，継手破断強度は低下した．

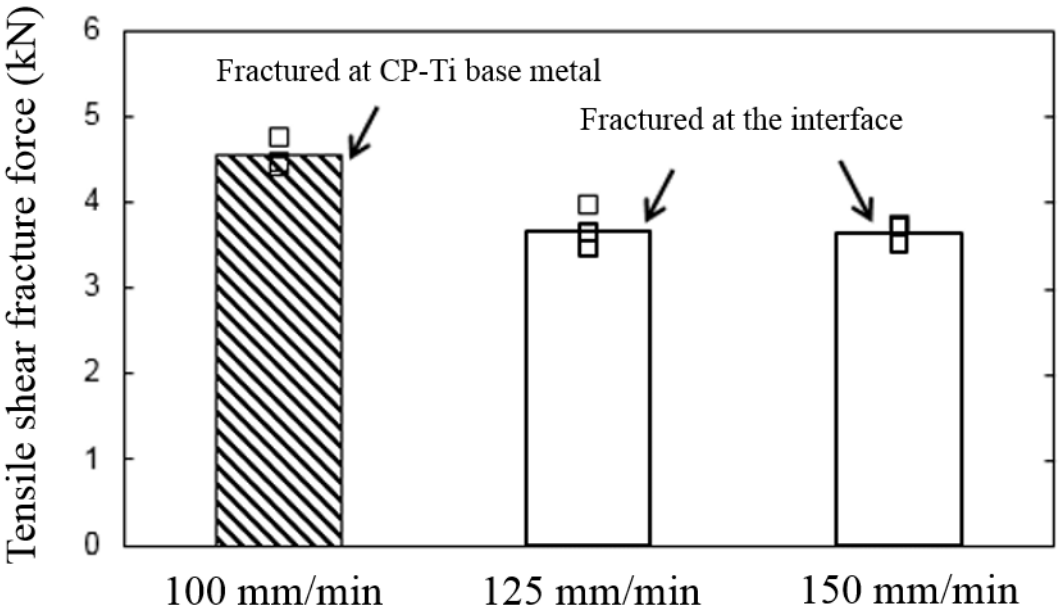


Fig. 2.27 Tensile shear fracture force of the lap joints of CP-Ti and SPCC with different welding speeds of 100, 125 and 150 mm/min at constant welding parameters of 350 rpm and load 9.8 kN.

次に，Fig. 2.28 に CP-Ti/SPCC 重ね FSW 接合継手の引張せん断強度に及ぼす回転速度の影響を示す．回転速度 350 rpm で接合した継手では CP-Ti 母材部破断を示したが，入熱量が減少した 250 rpm では引張強度は低下し，接合界面破断を呈した．

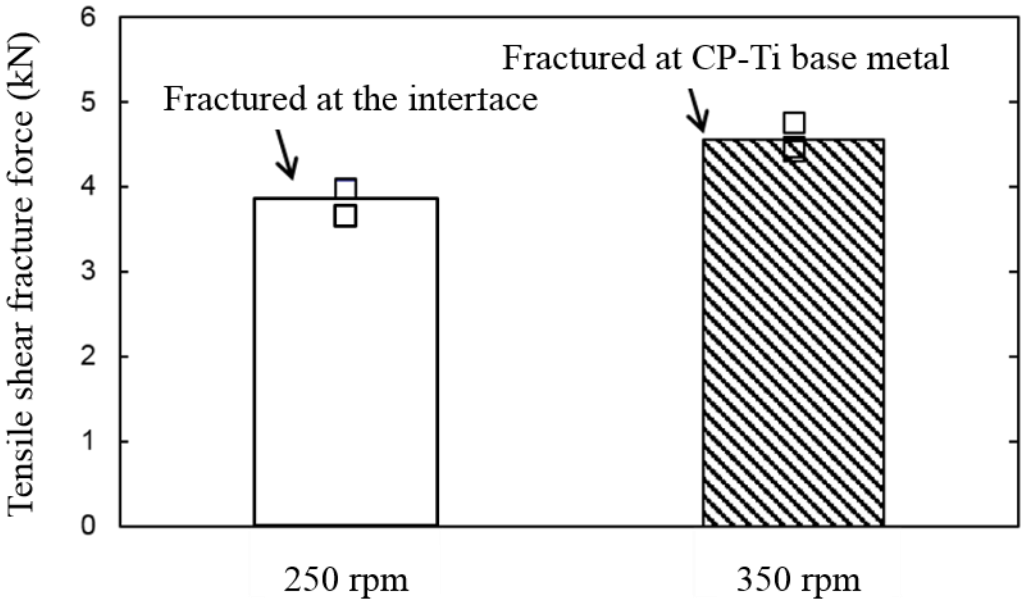


Fig. 2.28 Tensile shear fracture force of the lap joints of CP-Ti and SPCC with different rotation speeds of 250 and 350 rpm at constant welding parameters of 100 mm/min and load 9.8 kN.

Fig. 2.29(a)および(b)に CP-Ti/SPCC 重ね FSW 接合継手の引張せん断破断荷重に及ぼすプローブ長さの影響および引張試験の試験片外観写真を示す．プローブ長さ 0.9 mm では，接合界面破断を示したが，プローブ長さ 1.0 および 1.1 mm では CP-Ti 母材破断を呈した．なおプローブ長さ 0.9 mm における界面破断は接合界面に存在する空孔欠陥が原因と考えられる．

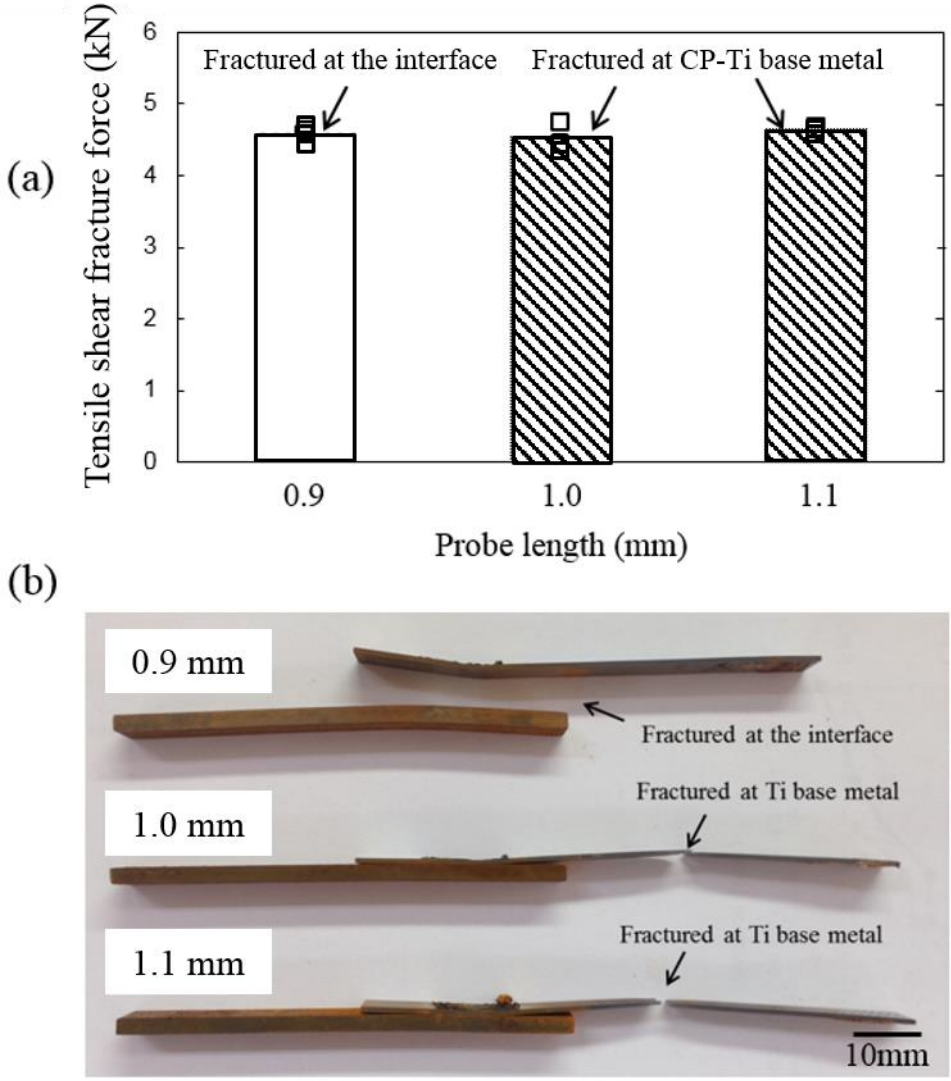


Fig. 2.29 (a) Tensile shear fracture force and (b) side view appearances of the lap joints of CP-Ti and SPCC with different probe lengths of 0.9, 1.0 and 1.1 mm at the same welding parameters of 100 mm/min, 350 rpm and load 9.8 kN.

Fig. 2.30 に接合界面破断を呈したプローブ長さ 0.9 mm で接合した継手の引張せん断試験後の破断面の SEM 写真を示す. CP-Ti 側の破断面からトンネル状空洞欠陥が観察され, このために界面から破断したと考えられる.

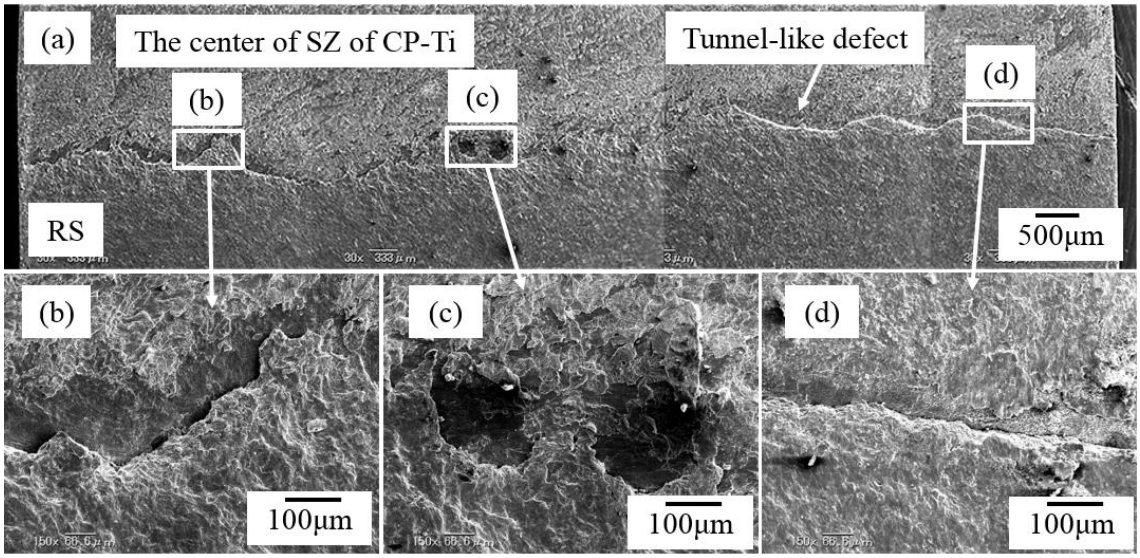


Fig. 2.30 Fracture surfaces of CP-Ti side of the tensile shear test sample welded with probe length of 0.9 mm.

Fig. 2.31 および Fig. 2.32 に新たに設定した接合条件である荷重 7.35 kN，ツール接合速度 50 mm/min，回転速度 400 rpm，プローブの長さ 0.9 mm および 1.0 mm の接合条件で接合した 2 種類の代表的な CP-Ti/SPCC の重ね FSW 継手のの引張せん断試験結果および試験後の試片外観写真をそれぞれ示す．いずれの継手も CP-Ti 母材で破断し，母材と同様の引張強度が得られた．また，母材強度に比べて，継手強度低下もなかったことから FSW による熱影響による著しい劣化は生じていないことが確認された．すなわち，CP-Ti と SPCC の異材接合継手が十分な接合強度を有することが明らかになった．なお，金属間化合物として FeTi，もしくは Fe_2Ti が形成しているにもかかわらず良好な継手強度を示した理由として，平滑界面ではこれらの金属間化合物が β-Ti と共存して，極薄い層状に形成されていたこと，また，混合層状界面では全体としての界面層厚さは約 300 μm と厚いにもかかわらず，金属間化合物は β-Ti と共存した薄い層状であり，かつ比較的厚い帯状の β-Ti とサンドイッチ構造を構成しているためと考えられる．

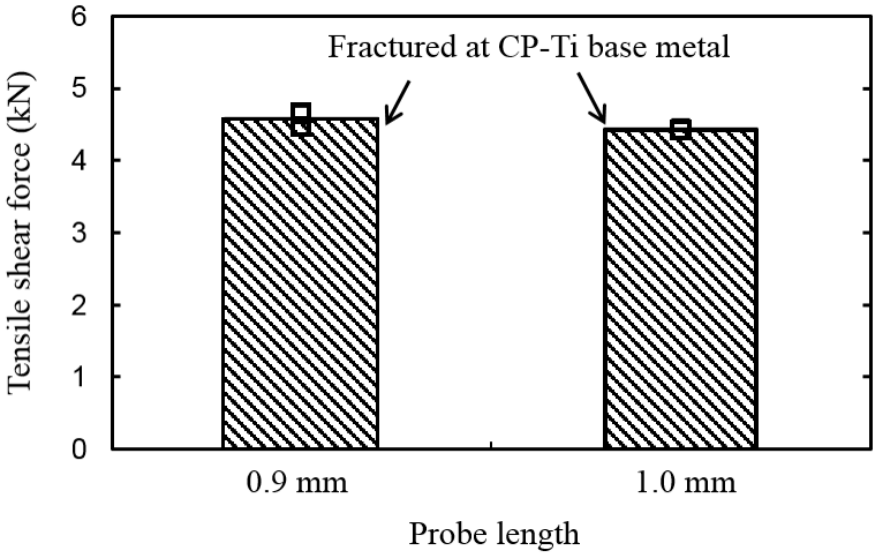


Fig. 2.31 Tensile shear force of the lap joints of CP-Ti and SPCC with constant welding parameter but different probe lengths.

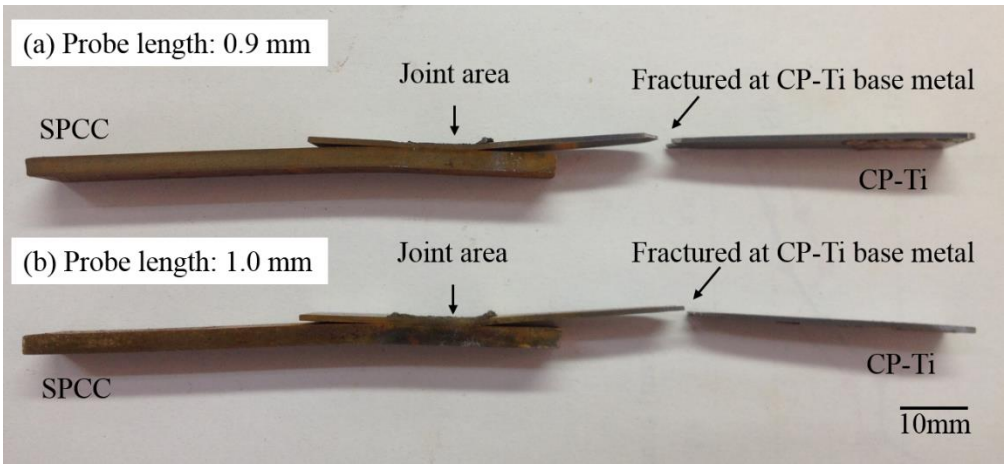


Fig. 2.32 Side view appearances of the lap joints welded with different probe lengths, showing the fracture location after shear tensile test.

2. 4 結言

板厚1.0 mmのCP-Tiと板厚3.2 mmのSPCCを摩擦撹拌接合法によって接合し，重ね継手形成，接合界面微細組織および継手強度に及ぼす接合条件の影響を検討するとともに，その接合の機構について検討した結果，以下の結論を得た．

(1) 適正な接合条件ではCP-Tiを上板として，SPCCを下板としてFSWを用いた重ね接合は可能であり，滑らかな表面を有する接合部で，かつ継手引張試験においてCP-Ti母材破断を呈する良好な継手が得られた．

(2) 接合速度および回転速度により，FSW中の入熱量は制御され，入熱不足の条件ではCP-TiとSPCCの重ね継手は形成されず，また，入熱過多の条件ではCP-Tiがツールに凝着して，表面に溝状欠陥を発生した．

(3) 接合速度の増加および回転速度の減少に伴い，FSW過程中の入熱量が減少し，継手破断強度は低下した．

(4) 一定接合条件下では，プローブ長さの増加に伴い，プローブ先端と下板SPCCの表面との接触が増加し，過度の接触では接合部表面に溝状欠陥を発生した．逆にプローブ長さが不足する場合は，継手が形成されないが，或いは形成されてもFSW過程中に接合界面付近のCP-Tiの塑性流動が不十分となり，接合界面にトンネル状欠陥が発生した．

(5) FSWによるCP-Ti/SPCC重ね継手の接合界面形態は，両者が混合されない平滑界面と撹拌混合された界面の2種類に分類された．いずれの継手もCP-Ti母材で破断し，母材と同等の引張強度が得られた．

(6) 金属間化合物としてFeTi，もしくはFe_2Tiが形成しているにもかかわらず良好な継手強度を示した理由として，平滑界面ではこれらの金

属間化合物がβ-Tiと共存して，極薄い層状に形成されていたこと，また，混合層状界面では全体としての界面層厚さは約300 μmと厚いにもかかわらず，金属間化合物はβ-Tiと共存した薄い層状であり，かつ比較的厚い帯状のβ-Tiとサンドイッチ構造を構成している．

参考文献

1) 溶接学会, “摩擦撹拌接合 FSW のすべて”, 産報出版 (2006).
2) J.Liao, N.Yamamoto, H.Liu and K.Nakata, “Microstructure at friction stir lap joint interface of pure titanium and steel”, Materials Letters, vol.64 (2010) 2317-2320.
3) H. Fujii, Y.F.Sun, H.Kato, K.Nakata, “Investigation of welding parameter dependent microstructure and mechanical properties in friction stir welded pure Ti joints”, Materials Science and Engineering A, vol.527 (2010) 3386-3391.
4) J.Liao, N.Yamamoto, K.Nakata, “Effect of Dispersed Intermetallic Particles on Microstructural Evolution in the Friction Stir Weld of a Fine-Grained Magnesium Alloy”, Metallurgical and Materials Transactions A, vol.40 (2009) 2212-2219.
5) A.Kostka, R.S.Coelho, J.DosSantos, A.R.Pyzalla, “Microstructure of friction stir welding of aluminium alloy to magnesium alloy”, Scripta Materialia, vol.60 (2009) 953-956.
6) J.Syarif, E.Kurniawan, Z.Sajuri, M.Z.Omar, “Influence of Iron on Phase Stability and Corrosion Resistance of Ti-15%Cr Alloy”, Sains Malaysiana, vol.42 (2013) 1775-1780.
7) 鈴木信夫, “金属データブック”, 丸善出版 (1995) 21-25.

第3章 FSW による CP-Ti とステンレス鋼との異材重ね接合の検討

3.1 緒言

本章では，第 1 章で述べたように,工業的に重要な応用が期待される異材組合せであるが，その一方で金属間化合物を形成しやすく，異材接合が難しい組合せとして，工業用純チタン(CP-Ti)と鉄鋼材料との異材接合に注目し，その FSW 重ね接合特性を明らかにすることを目的としている．第 2 章では，まず CP-Ti と単純な炭素鋼である SPCC との異材組合せについて検討した．本章では，鉄鋼材料として耐食性及び耐熱性に優れたステンレス鋼であるオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 を取り上げ，接合欠陥の発生しない適正接合条件を明らかにするとともに，継手引張せん断試験を行い，良好な継手強度が得られる接合界面微細構造を明らかにし，鋼材料中の添加元素が工業用純チタンと鉄鋼材料との異材継手の接合特性に及ぼす影響を明らかにした．

3.2 実験方法

第 2 章で述べた摩擦撹拌接合装置(型式 FSW-JWRI-1, Fig. 2.1)を用いて, FSW 異材重ね接合を行った. FSW 接合条件および継手の形成組織や機械的性質の評価方法は第 2 章と同様である．供試材として用いた工業用純チタン CP-Ti (JIS 2 種)および鉄鋼材料として用いた一般冷延鋼板 SPCC, オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 の化学組成を Table 3.1 に示す．SPCC はステンレス鋼との比較材として用いた．CP-Ti および鉄鋼材料の機能特性は第 1 章で述べた．これらはいずれも板材であり，その寸法は，CP-Ti では 200 mm(L)×85 mm(W)×1 mm(T), 並びに SPCC および SUS304 では 200 mm(L)×85 mm(W)×3.2 mm(T)である．接合時に用いた供試材の配置および寸法を Fig. 3.1 に示す．用いたツールは第 2 章で述べた超硬合金(WC-Co)製である．ツールのプローブ径は 6

mm, ショルダ径は 15 mm およびプローブ長さは 1.0 mm である.

Table 3.1 Chemical compositions of CP-Ti, SPCC and SUS304 (mass%).

Element mass.%	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	H	O	N	Fe	Ti
CP-Ti	0.01	-	-	-	-	-	-	0.001	0.09	-	0.03	Balance
SPCC	0.04	0.01	0.18	0.01	0.01	-	-	-	-	-	Balance	-
SUS304	0.06	0.53	0.98	0.032	0.005	8.09	18.28	-	-	-	Balance	-

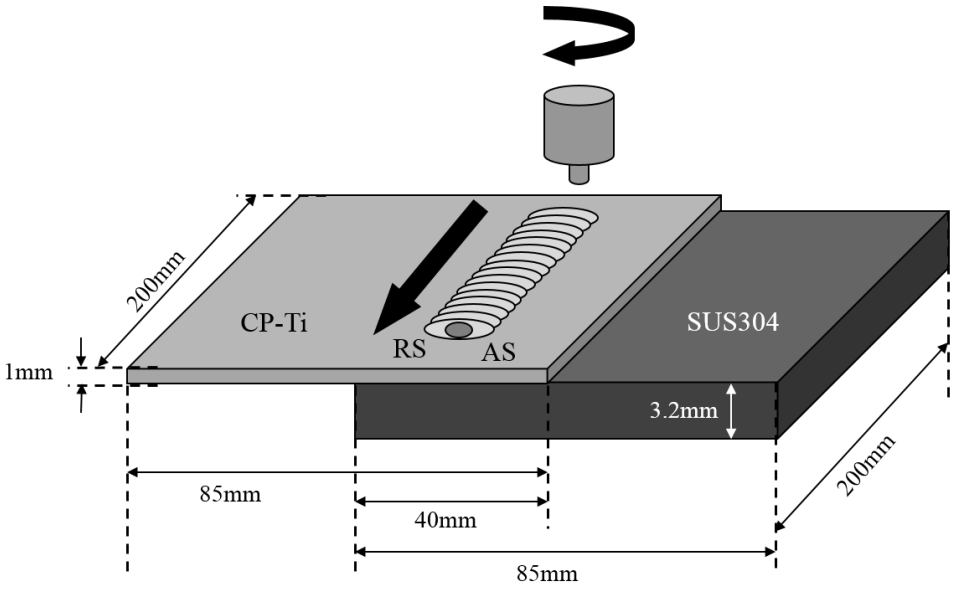


Fig. 3.1 Schematic diagram of the shape and dimension of a dissimilar CP-Ti/SUS304 lap joints.

接合条件は Table 3.2 に示す. 接合速度,ツール回転速度およびツール荷重は, 第 2 章の結果および事前の予備検討結果により, その適正接合条件範囲を決定した. 接合中はツールおよびツールホルダの過熱を防止するためにツールホルダ内部に冷却水を循環させ, さらにツールおよび接合部表面の酸化を防止するためにアルゴンガス気流中で行なった. またアルゴンガスの流量は 25 L/min とした.

Table 3.2 FSW conditions used.

FSW parameters	
Welding speed (mm/min)	25, 50, 75, 100, 125, 150
Rotation speed (rpm)	150, 250, 300, 350, 450
Load (kN)	9.8
Tilt angle (°)	3

接合継手強度は, 2.2.5 と同様に引張せん断試験により行い，引張試験後の破断試料に対して，破断位置の調査及び SEM による破面観察を行った.

また，接合面に対して垂直方向の接合強度を検討するためにピール試験を行った．試験は，引張せん断試験と同様のインストロン型引張試験機を用いて，クロスヘッドスピード 1 mm/min で行った．ピール試験片は，引張試験片と同様に各継手試料から幅 12 mm および長さ 130 mm となるように接合方向に対して垂直に各 3 本の試験片を切り出した．その後，Fig. 3.2 に示すように試験片の CP-Ti 母材部を 90 度に折り曲げ加工し，試験に供した．ピール試験後の破断面について，破断位置および SEM による破面観察を行った.

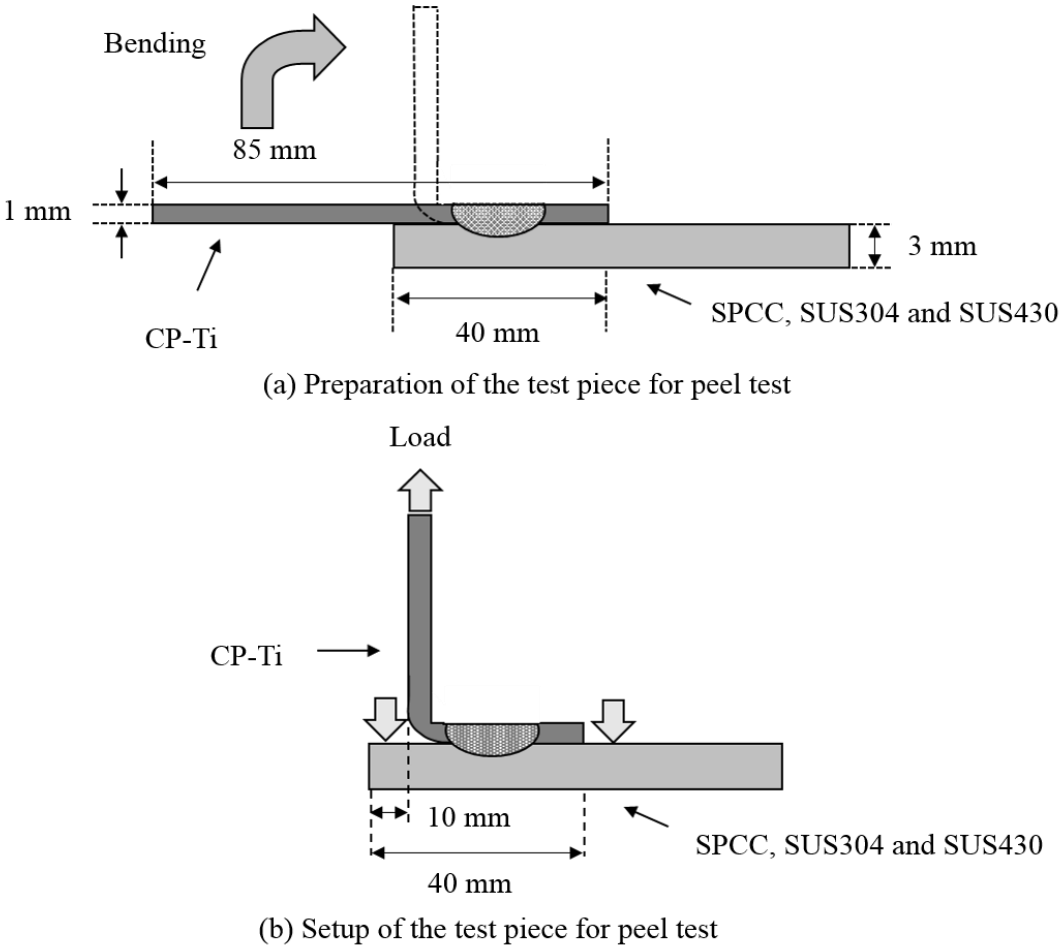


Fig. 3.2 (a) Preparation and (b) Setup of the test piece for peel test.

3.3 実験結果および考察

3.3.1 CP-Ti と SPCC および SUS304 との異材重ね継手の適正条件域の比較

本節では，接合継手形成に及ぼす接合条件の影響を検討するために，まず，各材料組合せに対して適正接合条件を求めた. WC-Co 製でプローブ長さ 1.0 mm のツールを用いて，ツール荷重 9.8 kN 一定として,回転速度および接合速度をそれぞれ変化させた．得られた結果を Fig. 3.3 に示す．なお, SPCC については第 2 章の結果を再掲している．ステンレス鋼との組合せにおいても継手形成は 3 つの形態に分類された．すなわち，入熱不足による接合界面の空孔や未接合部の形成および接合継

手形成不可のものと，入熱過多の条件では Ti が接合中にツールに凝着し，また接合部表面では溝状欠陥の発生が認められた． 適正条件では滑らかな表面を有する接合部が得られた．

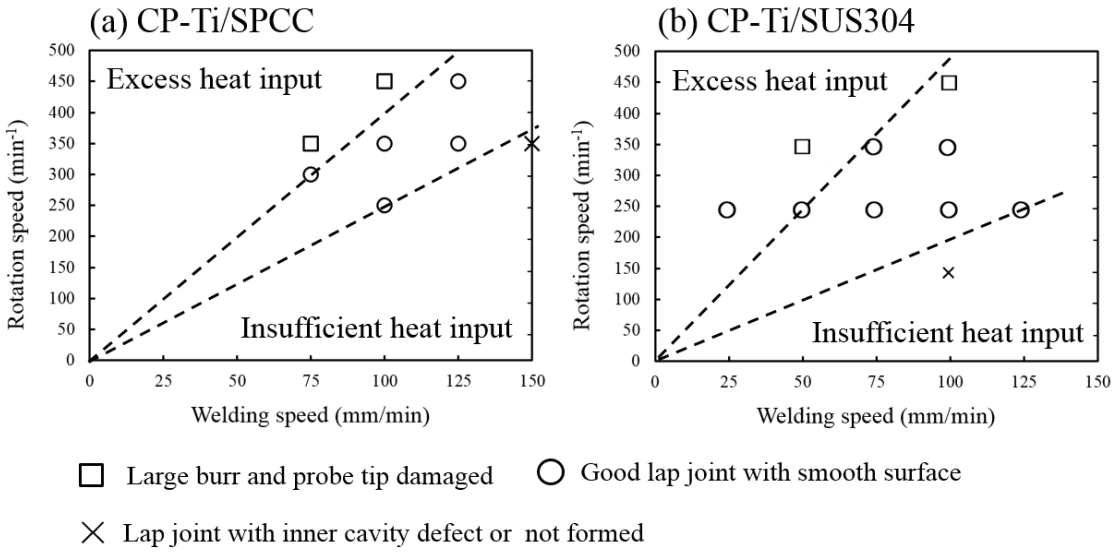


Fig. 3.3 Combination effect of welding speed and rotation speed on the lap joint formation of CP-Ti/SPCC and SUS304 at constant tool load of 9.8 kN.

適正接合条件範囲はおおむね入熱パラメータ R/V で表わすことができ，破線で示すように CP-Ti/SUS304 は SPCC の場合よりも広くなった．いずれの異材組合せにおいても入熱過多となる接合条件境界はほぼ同じであった．しかし入熱不足となる境界は，SUS304 は SPCC より低入熱側に移行しており，このために適正条件範囲は若干拡大した．このように入熱過多の境界線が材料組合せによらずほぼ同じなのは，上板の CP-Ti のツールへの凝着に関係しているためであり，下板の影響は小さいためと考えられる．一方，接合継手が形成されるかどうかの条件に関しては，一定のツール荷重で押しつけられているプローブ先端が下板である鋼板表面に十分に接触するかどうかに依存していると考えられ，このため鋼板の強度と温度上昇に関係する鋼板の熱伝導度が関

係していると考えられる．SPCC および SUS304 の熱伝導率(室温で測定したデータ)は 0.1178 および 0.038(cal/s・cm・℃)であり，合金量の増加とともに低下し，SUS304 は SPCC よりも小さい値であるので，接合界面における熱が逃げ難しいためだと考えられる．

Fig. 3.4 および Fig. 3.5 に，ツール回転速度 350 rpm および接合速度 100 mm/min 一定の条件で，下板の鉄鋼材料を変化させた時の接合継手外観および断面ミクロ組織をそれぞれ示す．いずれもバリのない滑らかな接合部表面外観を呈した．

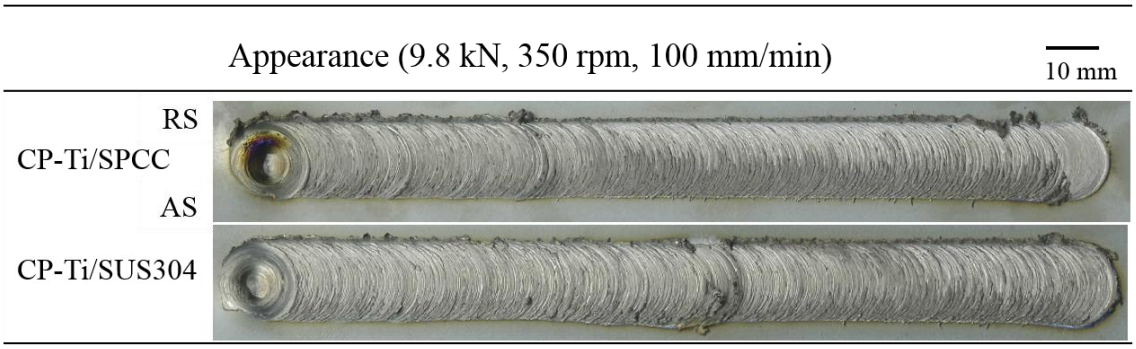


Fig. 3.4 Appearances of the lap joints of CP-Ti/SPCC and SUS304 with 350 rpm and 100 mm/min.

CP-Ti と SPCC および SUS304 との継手ではいずれも平滑な接合界面が得られた．すでに述べたように合金元素の添加量が多いものほど熱伝導率は小さくなる傾向にあり，同一接合条件では CP-Ti と SUS304 との接合界面温度は CP-Ti と SPCC との接合界面温度により高いと思う．CP-Ti と SUS304 との継手が平滑な接合界面が得た理由は合金元素の増加に伴い,鉄鋼材料の硬さも増加し,プローブが SUS304 に挿入できなかったと考えられる．

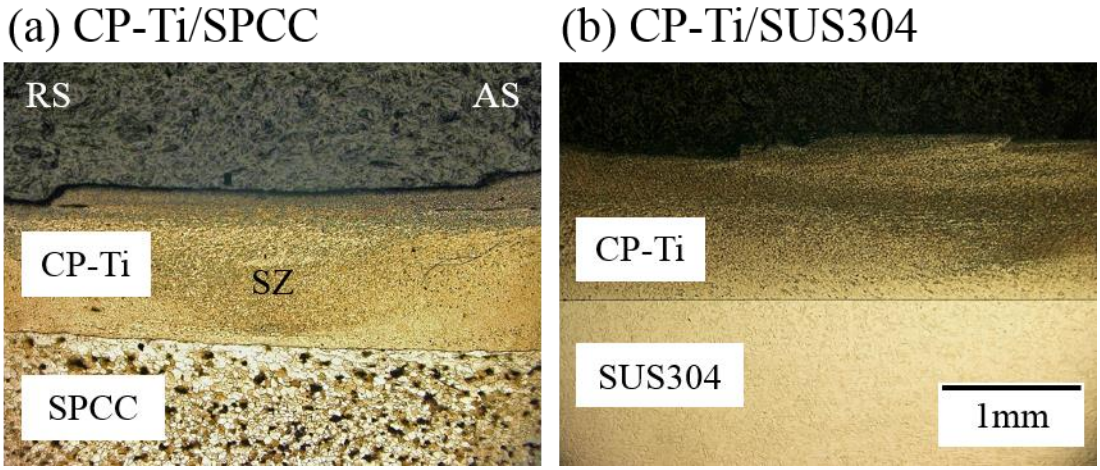


Fig. 3.5 Cross-sections of the joints of CP-Ti/SPCC and SUS304 with with 350 rpm and 100 mm/min.

3.3.2 CP-Ti と SUS304 の重ね接合界面微細構造と接合機構

Fig. 3.6 にツール回転速度 250 rpm, 適正接合速度 25, 50, 75 および 100 mm/min の適正接合条件で接合した CP-Ti/SUS304 の重ね継手断面のマクロ組織を示す. いずれの継手も良好な表面状態が得られたものである. 接合速度 50, 75 および 100 mm/min で接合した継手の接合界面は平滑界面である.一方, より低い接合速度の 25 mm/min で接合した継手の接合界面では褐色に腐食された CP-Ti と SUS304 の撹拌混合組織が存在した. この混合組織は第 2 章で述べたように FSW 過程中にプローブ先端が SUS304 の表面層に挿入されて, 撹拌され, CP-Ti と SUS304 が相互に積層して形成された層状組織と考えられる.

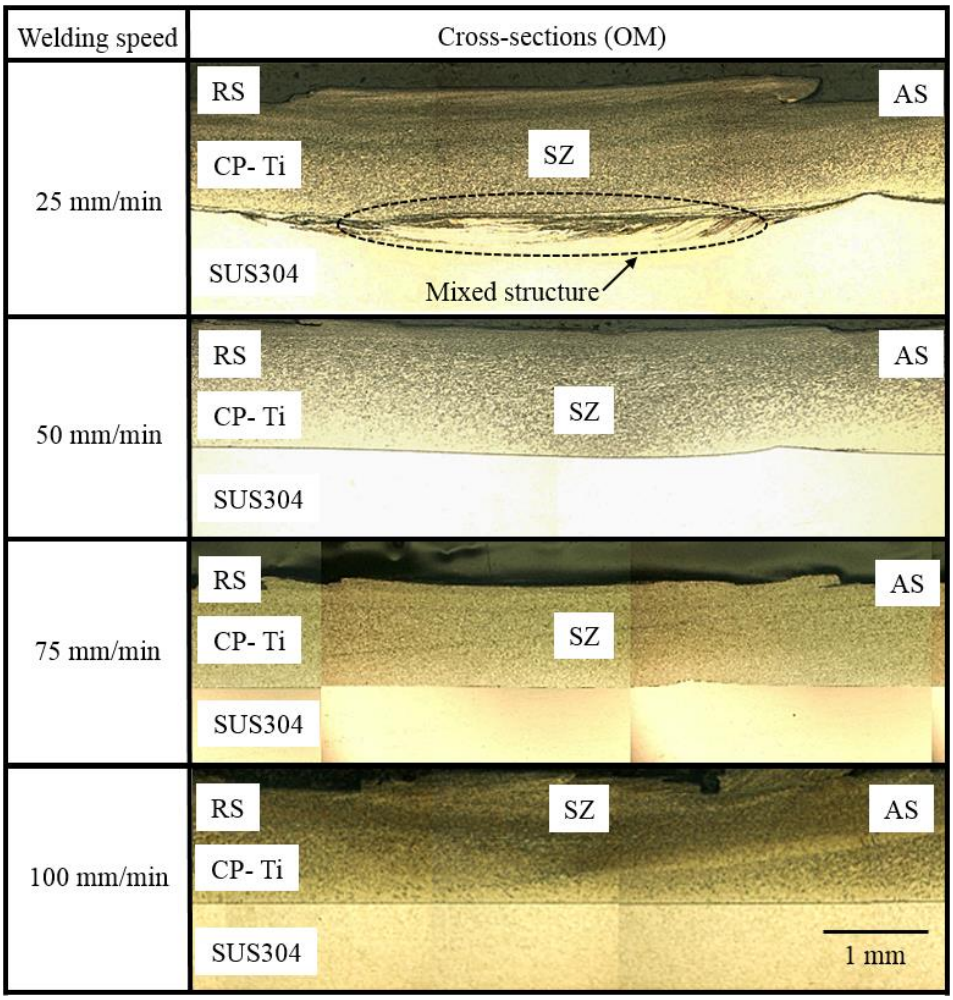


Fig. 3.6 Cross-sections and interfaces of the CP-Ti/SUS304 dissimilar joints with different welding speeds of 25, 50, 75 and 100 mm/min at constant welding parameters of 250 rpm and load 9.8 kN.

これらの接合界面の形成機構を考察するため, TEM による詳細な観察を行った.

まず接合速度 50 mm/min で形成された平滑界面組織の同定を行った. その結果を Fig. 3.7 から Fig. 3.10 に示す. Fig. 3.7 は界面反応層全体を含む, 比較的低倍率で観察した STEM による明視野像(BFI)および EDX 元素分布である. TEM 観察により界面には厚さ約 300 nm の反応層の形成が認められた.

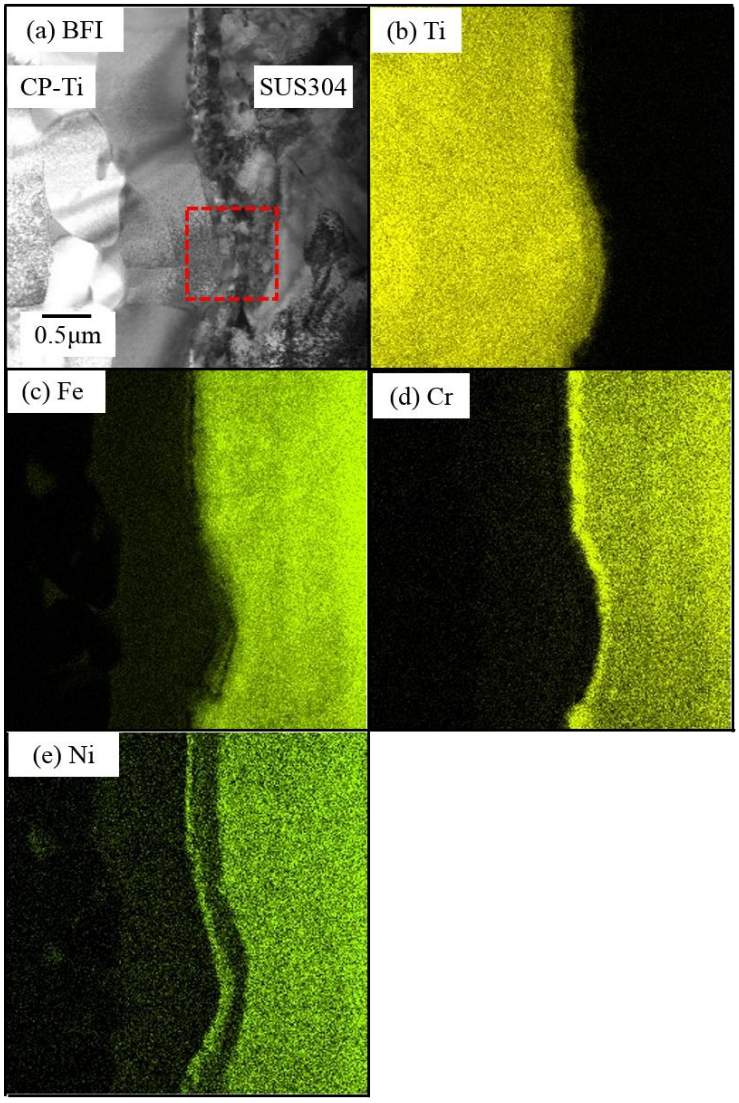


Fig. 3.7 (a) TEM bright field image (BFI) and element distributions of (b) Ti, (c)Fe, (d)Cr and (e)Ni at the interface of CP-Ti / SUS304 lap FSW joint at load of 9.8 kN, tool rotation speed of 250 rpm and welding speed of 50 mm/min.

Fig. 3.8 は Fig. 3.7 中の界面反応層を含む赤色破線領域について高倍率観察を行った結果である．図の左側が CP-Ti, 右側が SUS304 である．この界面反応層にはそれぞれ構成元素の異なる 4 つの界面反応層が認められた．EDX 元素面分析の結果より，界面反応層は CP-Ti 側から，(Ⅰ)Ti に SUS304 の主合金元素である Fe, Cr および Ni が拡散し，固溶

した領域(Position 1), (Ⅱ)Ti および Ni が濃化した領域(Position 2), (Ⅲ)Ti および Fe が濃化した領域(Position 3), (Ⅳ)Fe および Cr が濃化した領域(Position 4)に分類された．なお, (Ⅴ)は SUS304 の母材領域(Position 5)である．

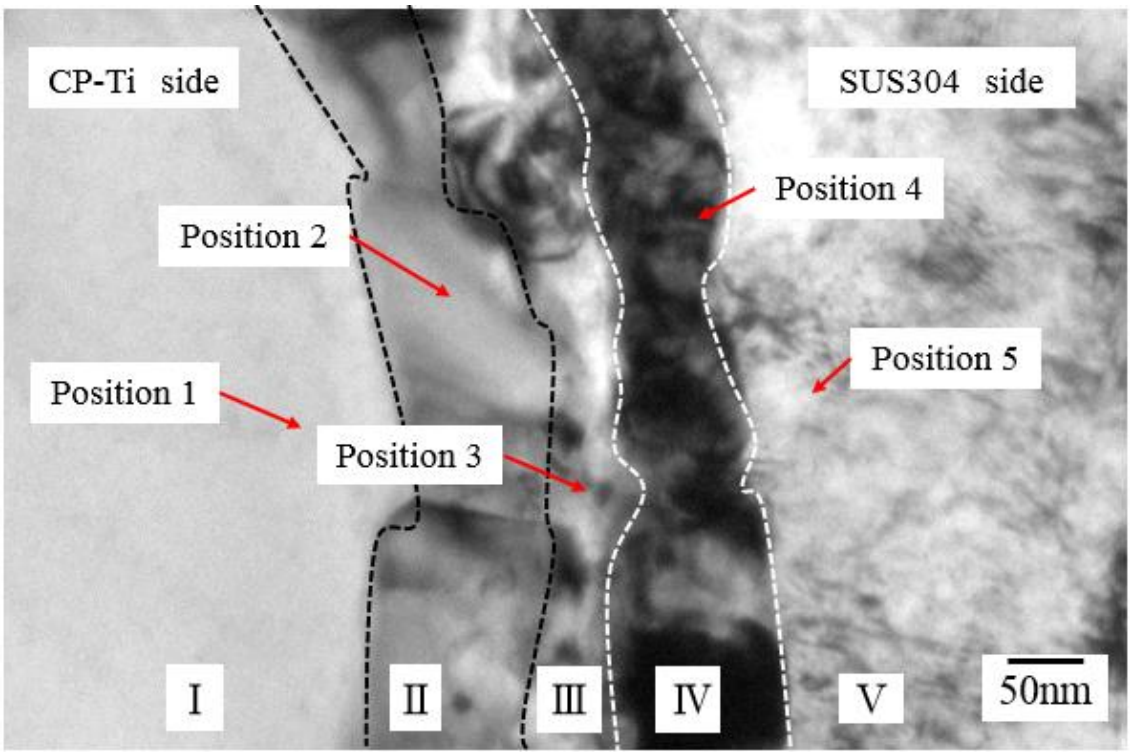


Fig. 3.8 BFI at the interface of CP-Ti / SUS304 lap FSW joint at load of 9.8kN, tool rotation speed of 250 rpm and welding speed of 50 mm/min, corresponding to the area shown in the red broken line in Fig. 3.7(a).

次に, Fig. 3.9 に, Fig. 3.8 中の Position 1 から Position 5 において, 制限視野電子線回折(SAD)による相同定を行った結果を示す．いずれの領域においても, JCPDS カードに記載されている物質として指数付が可能であり, 上述の元素分析の結果と合わせて同定した結果を, Fig. 3.10 にまとめて示す．その結果, 界面反応層は CP-Ti 側から β-Ti 相, Ti_2Ni 相, TiFe 相および $TiFe_2$ 相の混合, σ-CrFe 相からなる複層構造と同定された．

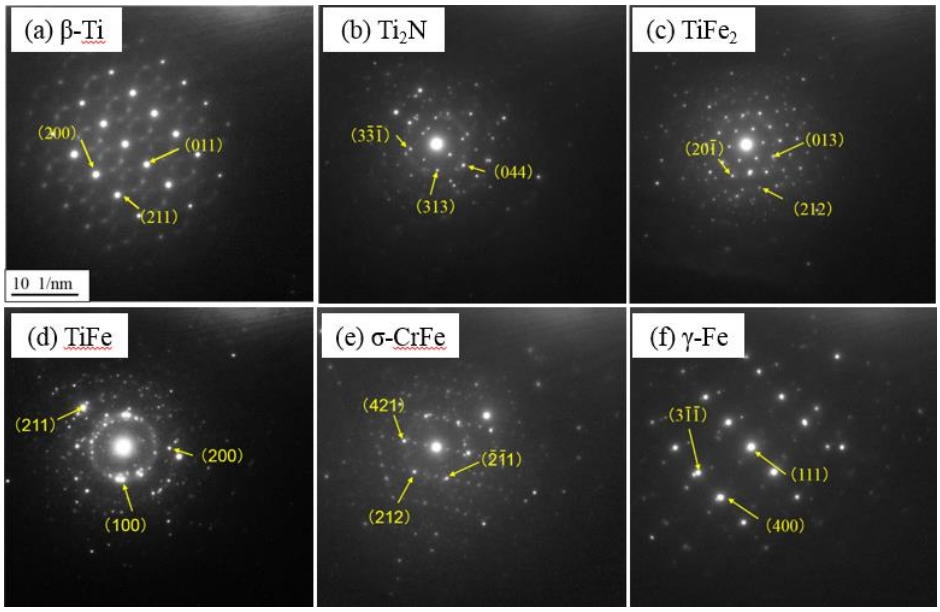


Fig. 3.9 Selected area diffraction pattern of positions 1-5; (a) position1:β-Ti, (b) position 2:Ti_2N, (c) position 3:$TiFe_2$, (d) position 3:TiFe, (e) position 4: σ-CrFe, (f) position 5: γ-Fe.

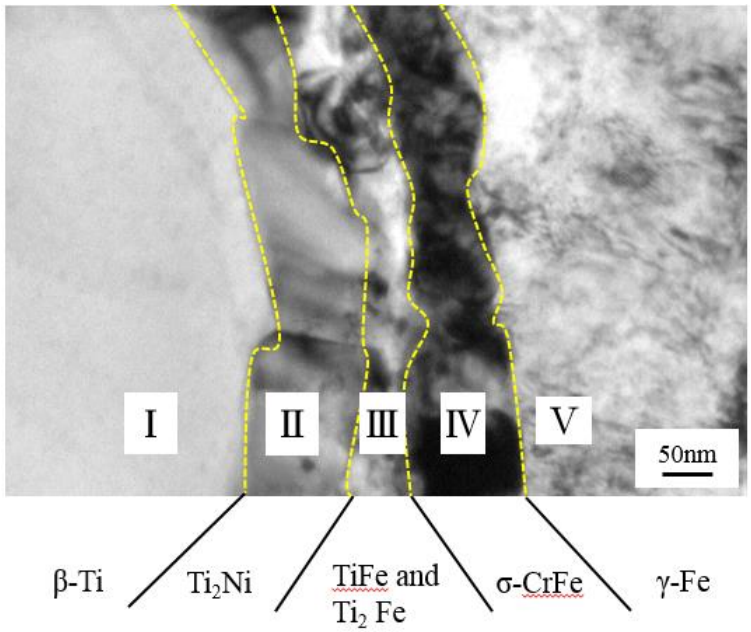


Fig. 3.10 Identified pheses at the interface of CP-Ti / SUS304 FSW lap joint with tool load of 9.8 kN,tool rotation speed of 250 rpm and welding speed of 50 mm/min.

次に，このような複層構造からなる界面反応層の形成機構について，SUS304 への Ti の拡散および CP-Ti への Fe, Cr および Ni の拡散に基づいに検討した. γ-Fe 中の Ti，α-Ti 中への Fe，および β-Ti への Fe，Cr および Ni のそれぞれの振動数項 D_0 および活性化エネルギー Q を Table 3.3 に示す. なお SUS304 中の Ti の拡散データに関しては γ-Fe 中の Ti 拡散に関する数値を用いた.

拡散係数 D は，

$$D = D_0 \exp(\frac{-Q}{RT}) \tag{3-1}$$

より算出した．ここで R は気体定数 8.314 $J \cdot K^{-1} mol^{-1}$，T(K)は温度である．(3-1)式より拡散係数 D は温度依存性を示すため，接合部の温度が必要である．このため，温度 T には K 型熱伝対を用いて CP-Ti と SUS304 の界面で測定した最高到達温度である 1258 K を用いた．なお，直接的に接合界面の温度を計測することは困難なため，測定点は可能な限り界面に近い所とした．それぞれ算出した拡散係数を Table. 3.3 に示す．また 1258 K では Fig. 3.11 に示す状態図より CP-Ti 母材は β-Ti になると考えられる. Table 3.3 より β-Ti への Fe，Cr および Ni の拡散係数は γ-Fe への Ti の拡散係数よりはるかに大きいため(3～4 桁)，界面反応層の成長の際は，主として CP-Ti 側に Fe，Cr および Ni が拡散したと考えられる．Fe，Cr および Ni の β-Ti への拡散係数は $D_{Ni} > D_{Fe} > D_{Cr}$ であった．特に，Cr は Ni および Fe に比べ拡散係数が小さい値であった．ここで平均拡散距離 x は，$x^2 \propto D \cdot t$ であるため，FSW 中 CP-Ti への元素の拡散距離は $x_{Ni} > x_{Fe} > x_{Cr}$ と考えられる．これは Fig. 3.7 の EDX による元素面分析結果にも一致する.

Table 3.3 Diffusion coefficient of Ti, Fe, Cr and Ni in γ-Fe, α-Ti and β-Ti at 1258 K.

Matrix	Diffuse element	D /$m^2 \cdot s^{-1}$	D_0 /$m^2 \cdot s^{-1}$	Q /$kJ \cdot mol^{-1}$
γ-Fe	Ti	5.61×10^{-16}	1.50×10^{-5}	251
α-Ti	Fe	3.23×10^{-13}	1.20×10^{-8}	110
β-Ti	Fe	4.66×10^{-12}	8.00×10^{-7}	126
β-Ti	Cr	3.26×10^{-13}	7.40×10^{-7}	153
β-Ti	Ni	5.58×10^{-12}	1.70×10^{-6}	132

また，Fig. 3.11 (a), (b), (c)および(d)にそれぞれ Ti-Fe，Ti-Cr，Ti-Ni および Fe-Cr 平衡状態図を示すが [2)]，これらから Fig. 3.10 で示した生成物はいずれも平衡状態図に記されている安定な化合物であることが確認された．

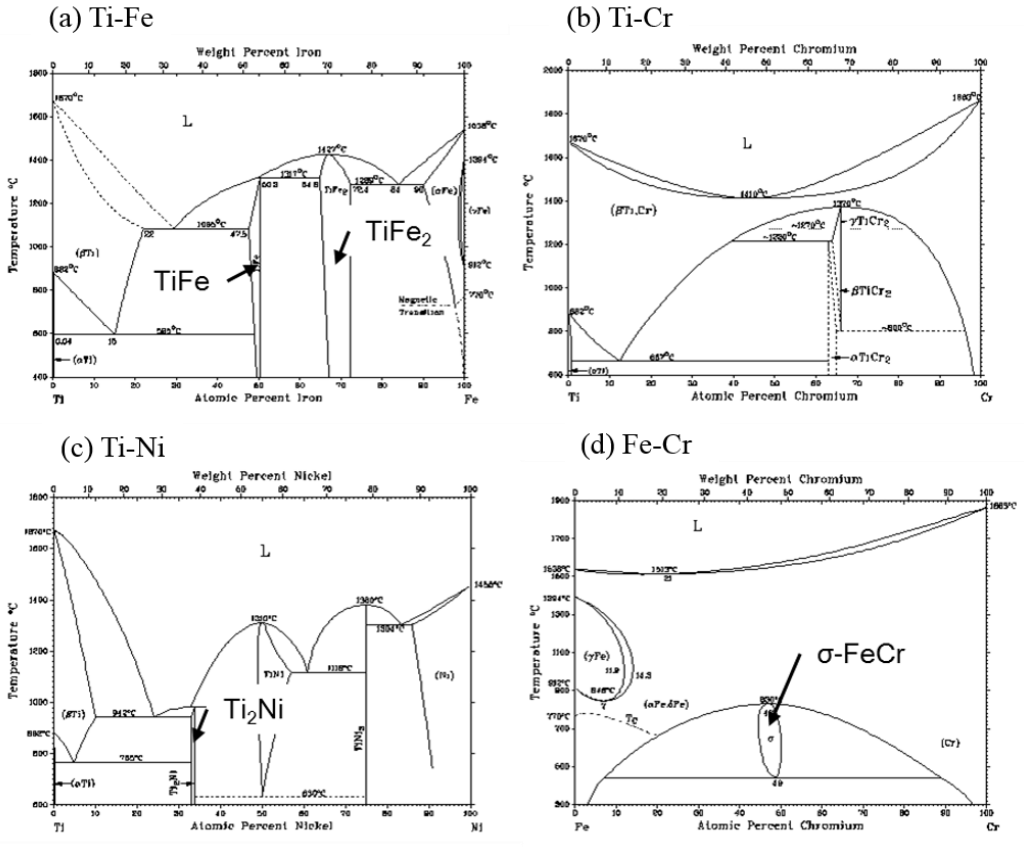


Fig. 3.11 Binary alloy phase diagrams of (a) Ti-Fe, (b) Ti-Cr, (c) Ti-Ni and (d) Fe-Cr systems.

次に, Fig. 3.12 は接合速度が低速度の 25 mm/min で形成された撹拌混合層状組織を有する界面において代表的な 1 つの層に注目して行った TEM・EDX 面分析結果を示す. SUS304 が CP-Ti にはさまれたサンドイッチ構造をとっていることが合金元素の分布から分かる. このような形態は第 2 章で述べた CP-Ti/SPCC 継手と同様である. Fig. 3.12 (a) 中に示す領域 1 および 2 の拡大写真をそれぞれ Fig. 3.13 (a)および(b)に示す. TEM-SAD により Fig. 3.13 中の組織について同定した結果を矢印で表示した. 混合組織は CP-Ti 側から β-Ti, 金属間化合物 Ti_2Ni, TiFe, $TiFe_2$ および σ-CrFe が層状に重なり合っている. また層状の SUS304 相当部分の中心部では γ-Fe が認められ, SUS304 が未反応の状態で残留していると考えられる. このような構造は Fig. 3.10 で示した単純な平滑界面で認められた構造と同じであった. これらの結果より, ツールの撹拌効果によって CP-Ti と SUS304 が薄く何層にも重なり合い, さらに, その場で合金元素が拡散することで多層界面組織が形成されたと考えられる.

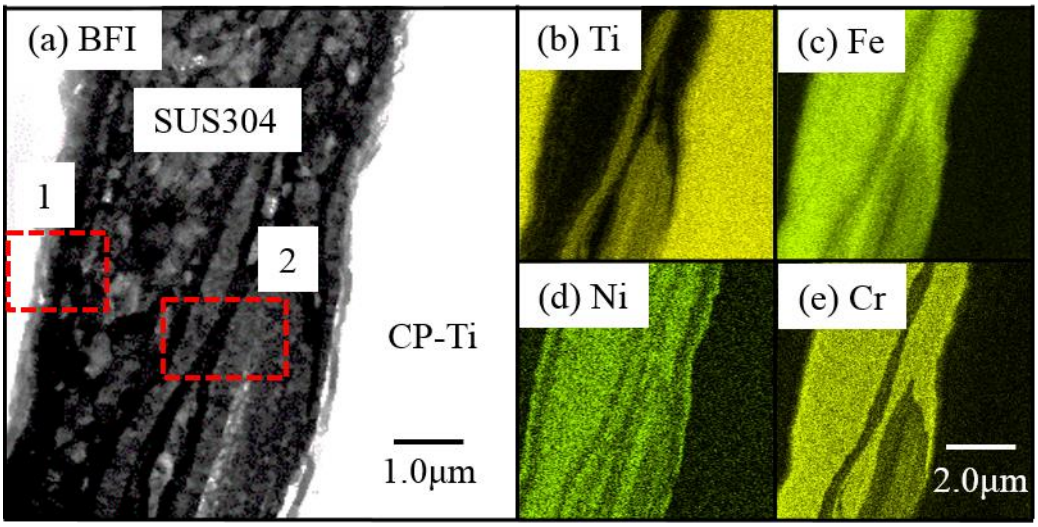


Fig. 3.12(a) TEM bright field image (BFI) and element distributions of (b) Ti, (c) Fe, (d) Ni and (e) Cr at the interface of CP-Ti / SUS304 lap FSW joint at load of 9.8 kN, tool rotation speed of 250 rpm and welding speed of 25 mm/min.

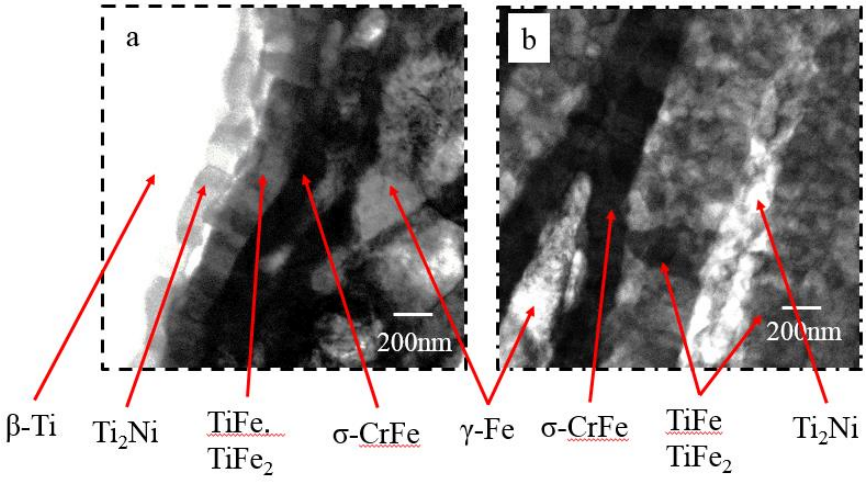


Fig. 3.13 Identified pheses at the interface of CP-Ti / SUS304 FSW lap joint with tool load of 9.8 kN,tool rotation speed of 250 rpm and welding speed of 25 mm/min.

3.3.3 接合強度に及ぼす接合界面構造の影響

3.3.3.1 継手引張せん断強度

Fig. 3.14 にツール回転速度 350 rpm および接合速度 100 mm/min 一定の条件で，下板としての SPCC と SUS304 を用いた継手の引張せん断荷重を示す．界面構造は Fig. 3.5 で示したようにいずれも平滑界面である．いずれの継手も CP-Ti 母材で破断し，母材と同様の引張強度となった．すなわち，適正接合条件で接合された CP-Ti と SUS304 の異材接合継手は十分な接合強度を有することが明らかになった．

Fig. 3.15 に荷重 9.8 kN およびツール回転速度 250 rpm 一定条件下における引張試験により測定した CP-Ti/SUS304 重ね FSW 接合継手の破断強度に及ぼす接合速度の影響を示す．いずれの継手も CP-Ti 母材で破断し，母材と同様の引張強度となった．

これまでの異材継手に関する報告より界面の金属間化合物層の厚さが数 μm より薄い場合には比較的高い継手強度が得られることが知られている．多層構造を示した SUS304 の場合は，第 2 章で述べた CP-Ti/SPCC 継手におけるように β-Ti 層が化合物層とサンドイッチ構造を

形成したことが多層界面が比較的厚い領域を呈するにもかかわらず CP-Ti 母材破断をもたらしたと考えられる.

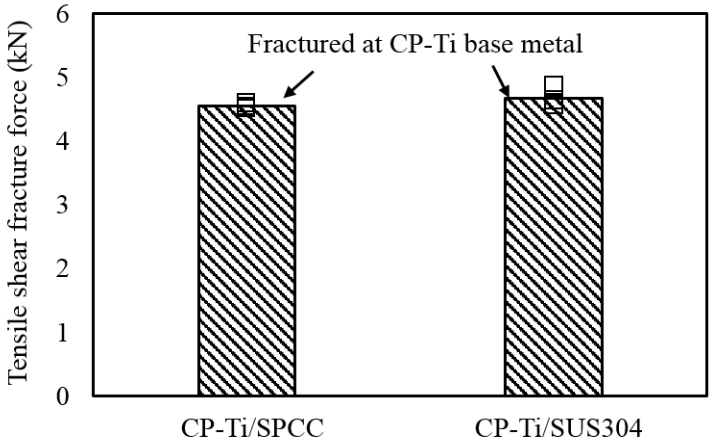


Fig. 3.14 Tensile shear fracture force of the lap joints of CP-Ti/SPCC and SUS304 with FSW parameters of rotation speed 350 rpm, welding speed 100 mm/min and tool load 9.8 kN.

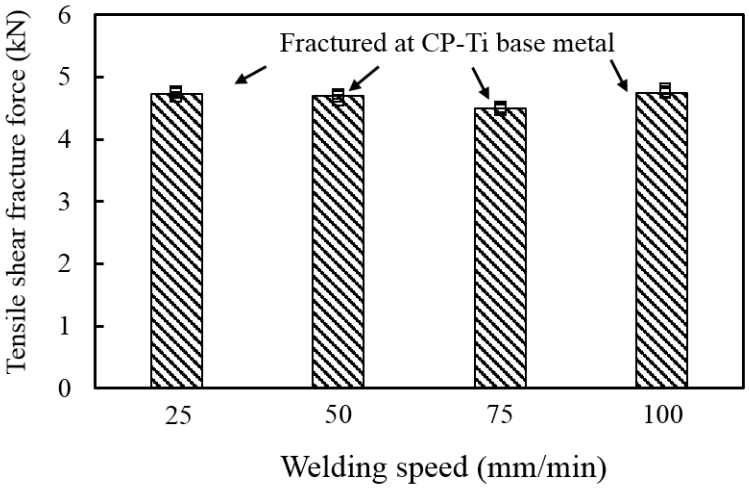


Fig. 3.15 Effect of welding speed on tensile shear fracture force of FSW lap joint of CP-Ti/SUS304 at constant rotation speed of 250 rpm and tool load 9.8 kN.

3.3.4.2 継手ピール強度

Fig. 3.16 荷重 9.8 kN およびツール回転速度 250 rpm 一定条件下におけるピール試験により測定した CP-Ti/SUS304 重ね FSW 接合継手の破断強度に及ぼす接合速度の影響を示す．ピール試験ではいずれの条件でも接合界面で破断した．平滑な界面を有する継手である接合速度 50 mm/min において，最も高い破断強度が得られた．これより接合速度が遅くても，速くてもピール強度は低下した．接合速度が 25 mm/min と遅くなり，撹拌混合組織を有する継手では Fig. 3.13 に示したように，脆弱な金属間化合物層が多層構造で厚く積み重なった界面組織を形成するために，ピール破断強度は低下した．一方，接合速度がより速い場合には，単位長さあたりの入熱量の減少により，接合面積が減少するとともに接合界面での元素拡散が不十分となり，ボイドや未接合部などの欠陥により強度が低下したと考えられる．

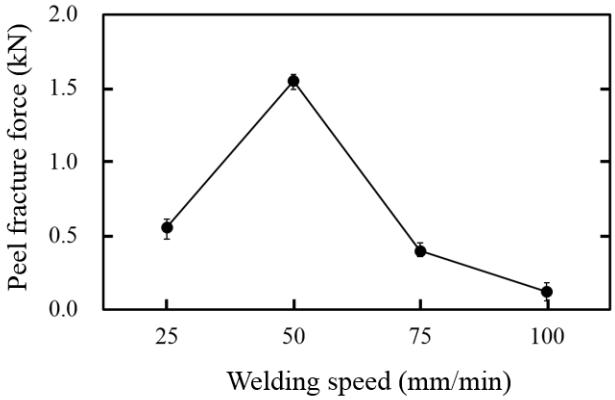


Fig. 3.16 Effect of welding speed on peel fracture force of FSW lap joint of CP-Ti/SUS304 at constant rotation speed of 250 rpm and tool load 9.8 kN.

Fig. 3.17 に最も高いピール破断強度を示した，接合速度 50 mm/min の接合条件で接合した CP-Ti／SUS304 のピール試験後の CP-Ti 側および SUS304 側の剥離面の SEM-EDX による組織観察結果を示す. SUS304 側のプローブ通過部では AS 側および剥離面中心に線状の Ti 濃化領域が

認められ，特に接合中央部では縞状に存在していた．一方 CP-Ti 側で Fe は検出されなかった．

Fig. 3.18 および Fig. 3.19 に Fig. 3.17 の CP-Ti 側の(a)および SUS304 側の(b)で測定した微小部 XRD の結果と，それぞれの母材で測定した結果を併せてを示す．Fig. 3.18 および Fig. 3.19 の図中一番上の回折パターンは低強度領域を拡大した結果である．

まずそれぞれの母材としては，CP-Ti からは α-Ti が，SUS304 からは γ-Fe および α'-Fe(Martensite)が検出された．SUS304 で検出された α'-Fe は SUS304 の製造過程の冷間圧延等で強加工が加わり加工誘起のマルテンサイト変態が生じたためと考えられる．

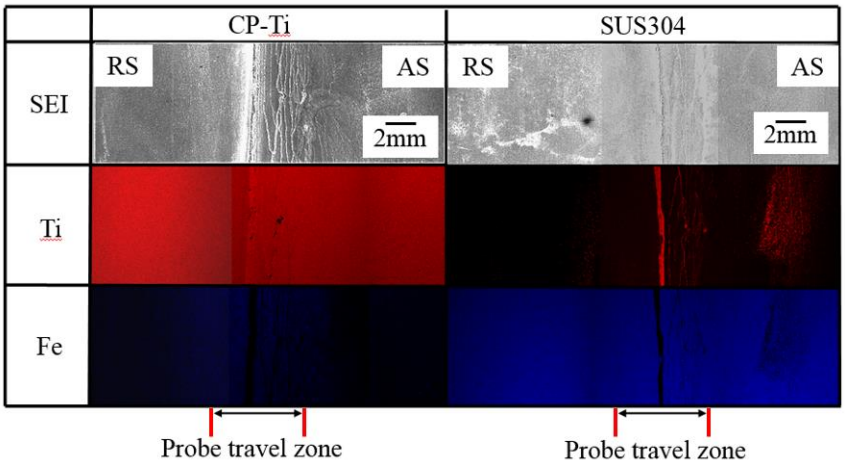


Fig. 3.17 EDX analysis showing alloying elements distribution on the fractured surface of SUS304 and CP-Ti lap joint after peeling test with load 9.8 kN, rotation speed 250 rpm and welding speed 50 mm/min.

ピール試験後の CP-Ti 側の破面では，母材である α-Ti に加え，界面反応層である β-Ti, Ti_2Ni, TiFe および $TiFe_2$ の存在が認められ，SUS304 の母材である γ-Fe 等の存在は認められなかった．SUS304 側の破面では，母材である γ-Fe および α'-Fe に加え，界面反応層である β-Ti, Ti_2Ni, TiFe および $TiFe_2$ の存在が認められた．また CP-Ti の母材の α-Ti の存在も認

められた．これらの結果より，ピール試験による破断は，主として界面反応層で生じ，一部で CP-Ti 母材でも生じていることが示唆された．また，接合界面の微細構造解析では，σ-FeCr もその存在が認められているが，XRD において σ-FeCr は検出されなかった．これは σ-FeCr の厚さが極めて薄く，XRD で検出するのが困難であったことや，他の物質からの回折ピークと重複しており分離を行うのが困難であったためであると考えられる．

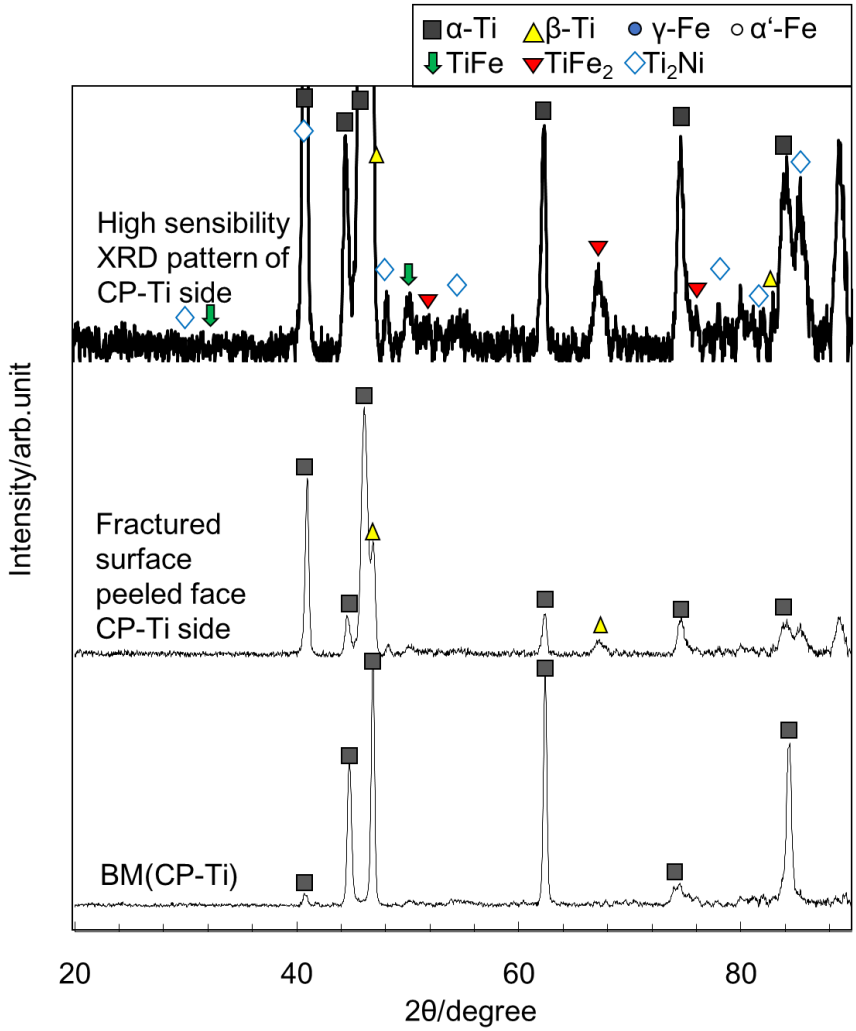


Fig. 3.18 XRD patterns of the fractured surface of CP-Ti after peeling test comparing with CP-Ti base metal, load 9.8 kN, rotation speed 250 rpm and welding speed 50 mm/min.

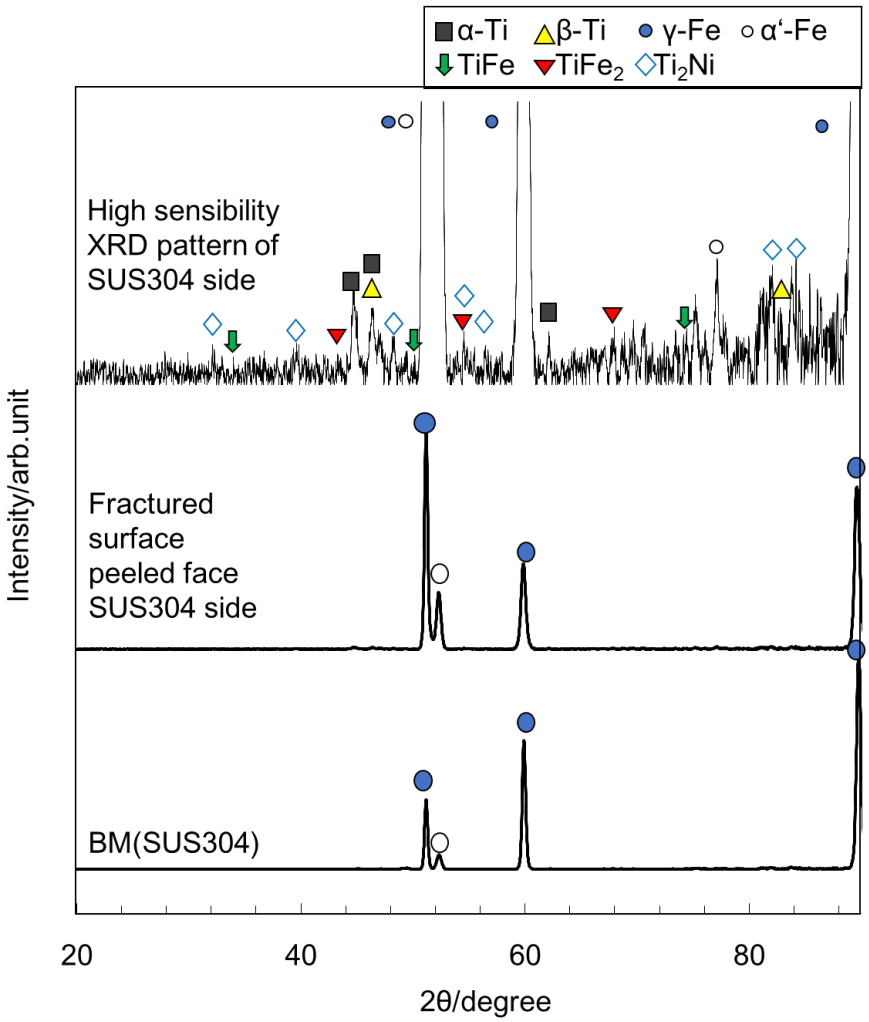


Fig. 3.19 XRD patterns of the fractured surface of SUS304 after peeling test comparing with SUS304 base metal, load 9.8 kN, rotation speed 250 rpm and welding speed 50 mm/min.

3.4 結言

板厚1.0 mmのCP-Tiと板厚3.2 mmオーステナイト系ステンレス鋼SUS304を摩擦撹拌接合法によって接合し,継手形成,接合界面の微細組織および継手強度に及ぼす接合条件の影響を, CP-Tiと炭素鋼SPCCとの継手と比較, 検討するとともに, その接合機構について検討し, 以下の結論を得た.

(1) 適正な接合条件を用いることによりCP-Tiを上板として, オーステナイト系ステンレス鋼SUS304を下板としたFSWによる重ね接合は可能であり, SPCCを下板とした継手の場合と同様にCP-Ti母材破断を示す良好な継手が得られた.

(2) 接合速度および回転速度により, FSW中の入熱量は制御され, 入熱不足の条件では重ね継手は形成されず, また, 入熱過多の条件ではCP-Tiがツールに凝着して,表面に溝状欠陥を発生した.

(3) 合金元素の添加量が多いものほど熱伝導率は小さくなる傾向にあり, 同一接合条件ではCP-TiとSUS304との接合界面温度はCP-TiとSPCCとの接合界面温度により高いと思う. そのため, 熱不足となる境界は, SUS304はSPCCより低入熱側に移行しており,適正条件範囲は若干拡大した.

(4) いずれの接合条件においても CP-Ti/SUS304 接合継手の界面には, 界面反応層が複層構造で存在した. 界面反応層は CP-Ti 側から β-Ti 層, Ti_2Ni 層, TiFe, $TiFe_2$ および σ-CrFe の混合層と認められた.

(5) FSWによるCP-Ti/SUS304重ね継手の接合界面形態は, 両者が混合されない平滑界面と撹拌混合された界面の2種類に分類された. いずれの継手もCP-Ti母材で破断し, 母材と同等の引張強度が得られた.

(6) 荷重9.8 kNおよびツール回転速度250 rpm一定条件下における, 接合速度を変化させ, 接合した継手に対してピール試験を行った結果は

いずれの条件でも接合界面で破断した．平滑な界面を有する継手である接合速度50 mm/minにおいて，最も高い破断強度が得られた．これより接合速度が遅くても，速くてもピール強度は低下した．

(7) ピール試験後の CP-Ti 側の破面では，母材である α-Ti に加え，界面反応層である β-Ti, Ti_2Ni, TiFe および $TiFe_2$ の存在が認められ，SUS304 の母材である γ-Fe 等の存在は認められなかった．SUS304 側の破面では，母材である γ-Fe および α'-Fe に加え，界面反応層である β-Ti, Ti_2Ni, TiFe および $TiFe_2$ の存在が認められた．

参考文献

1) 鈴木信夫, “金属データブック”, 丸善出版 (1995) 21-25.
2) T.B.Massalski, H.Okamoto, P.R.Subramanian and L.Kacprzak, “Binary Alloy Phase Diagrams Second Edition”, ASM International, Materials Park, Ohio (1990) CD-ROM.

第4章　FSW による 64 黄銅と S25C との異材重ね接合の検討

4. 1 緒言

本章では，第 1 章で述べたように金属間化合物を形成し難い代表的な異材組合せとして銅と鉄の組合せに注目し，かつ実用的な観点から油圧機器などの摺動部品として大きなニーズがある 64 黄銅と機械構造用炭素鋼(S25C)との異材接合を選択し，その FSW 重ね接合特性を明らかにすることを目的とした．異材継手の接合特性に影響を及ぼす FSW 接合パラメータとして， 生産性の観点から重要なパラメータである接合速度を主に取り上げて，接合継手の形成状態および接合界面の組織構造に及ぼす影響を検討した．また，実用化のために必要な接合部幅の拡大を目指すために，single pass で接合部幅をできるだけ拡大する方法を検討した．single pass で接合部幅を拡大するためには，プローブ径(probe diameter:PD)を増加する方法が極めて有効と考えられる．しかし，単純な PD の増加だけではなく，PD とショルダー径(shoulder diameter:SD)の比率の最適化も重要である．このため，接合部幅および接合強度に及ぼす PD の影響および PD と SD の比率の影響も検討した．そして，接合欠陥の発生しない適正接合条件を明らかにするとともに，継手引張せん断試験を行い，良好な継手強度が得られる接合界面微細構造を明らかにし，64 黄銅と S25C の FSW による異材重ね接合機構を解析した．

4. 2 実験方法

第 2 章で述べた摩擦撹拌接合装置(型式 FSW-JWRI-1, Fig. 2.1)を用いて，FSW 異材重ね接合実験を行った．FSW 接合実験方法は基本的には第 2 章と同様である．本研究で供試材として用いた市販 64 黄銅および S25C の化学組成を Table 4.1 に示す．これらは板材であり，その寸法は

64 黄銅が 200 mm(L)×100 mm(W)×3 mm (T), また S25C が 200 mm(L)×100 mm(W)×5 mm (T)である．接合時に用いた供試材の配置および寸法を Fig. 4.1 に示す. SD および PD が異なる 5 種類の WC-Co 製ツールを用いた．プローブ長は 2. 9 mm 一定とした．ツール外観写真および径を Fig. 4.2 および Table 4.2 にそれぞれ示す．接合条件は Table 4.3 に示す．接合速度およびツール回転速度はいくつかの条件で接合を行い，その適正接合条件の範囲を検討した.なお重ね継手において，摺動材料である 64 黄銅板は上板とし，基板となる S25C 板は下板とした.

Table 4.1 Chemical compositions of 64 Brass and S25C (mass%).

Alloy	Chemical compositions (mass%)									
	C	Si	P	S	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn
Brass	-	-	-	-	-	-	-	-	61	Rem.
S25C	0.25	0.28	0.02	0.01	0.18	0.52	Rem.	0.07	0.14	-

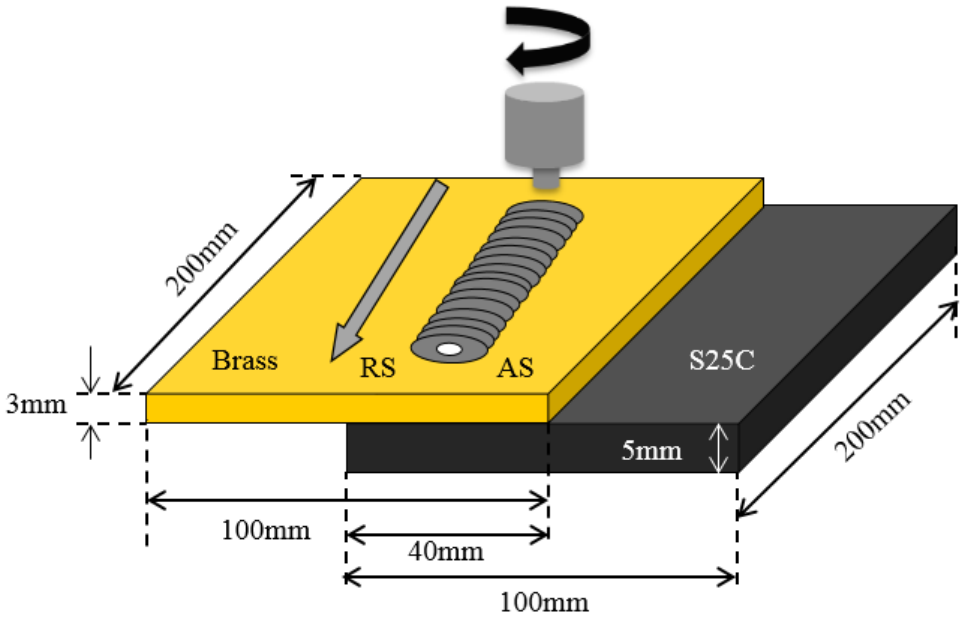


Fig. 4.1 Schematic diagram of the shape and dimension of a dissimilar 64 Brass /S25C lap joint.

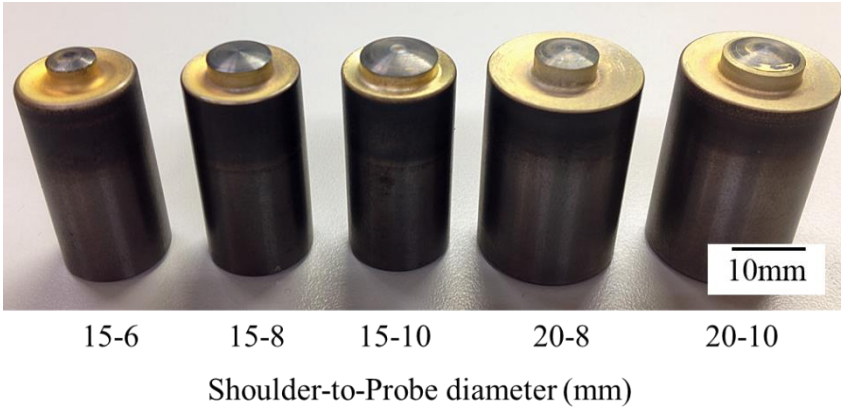


Fig. 4.2 Appearance of five kinds of FSW tools with different conbinations of SD and PD.

Table 4.2 Dimensions of the tools used.

Tool	Shoulder diameter SD (mm)	Probe diameter PD (mm)	Shoulder-to-Probe ratio SD:PD
(1)	15	6	2.5:1
(2)	15	8	1.9:1
(3)	15	10	1.5:1
(4)	20	8	2.5:1
(5)	20	10	2:1

Table 4.3 FSW conditions used.

FSW parameters	
Welding speed (mm/min)	150, 400, 500, 600, 750
Rotation speed (rpm)	1000, 1250, 1500
Load (kN)	9.8
Tilt angle (°)	3

得られた継手に対して接合部の外観検査を行い，接合部表面状態やバリの生成状況および欠陥の発生傾向について評価した．

接合部内部欠陥を調査するために，以下の手順で組織観察用試料を作製した．まず，重ね接合を行った試験片の接合部終端部横断面をマ

イクロカッターで切り出し，これらを熱硬化型樹脂を用いて埋め込みを行った．これらの試験片をエメリー紙#220 から#4000 で研磨後，3～1 μm ダイヤモンドペーストによるバフ研磨により鏡面仕上げを行った．ダイヤモンドバフ研磨は，回転速度 100 rpm， 荷重を 5 N で一定とし，研磨時間は 3 μm では 600 s, 1 μm では 300 s とした．これを光学顕微鏡を用いて観察し，外観検査では検出できない内部欠陥の有無を調べ，その発生傾向を評価した．

継手断面のマクロ組織およびミクロ組織観察を行うための試料は，内部欠陥検査を行うために作製した試料と同様の手法で，試片切出し，樹脂埋め込みおよび研磨を行った．その後，腐食液として塩化第二鉄水溶液(塩化第二鉄：100 g，エタノール：500 cc，塩酸：40 cc)を用いて 5 s 腐食を行い，エタノールで超音波洗浄後，光学顕微鏡，SEM 及び TEM を用いて組織観察を行った．SEM 観察では，接合部のミクロ組織観察を行った(観察用装置は第 2 章と同じ)．また線分法(Line-intercept method) により 3000 倍の SEM 写真中の 64 黄銅の α-phase の粒径を測定した．また，接合界面では EDX を用いて元素分析を行った．TEM 観察による接合部界面の微細構造解析を行い，界面構造を明らかにするとともに接合機構の検討を行った．接合界面の TEM 観察用薄膜試験片の作製および観察方法は第 2 章と同じである．

接合時の最高到達温度を検討するため，シートタイプの K-type 熱電対を用いて温度測定を行った．接合界面付近の温度測定では黄銅と S25C との間に熱電対を挟み込み，温度測定を行った．測定箇所は，接合部中心部から約 3 mm はなれた AS-side 側接合界面である．

接合部の硬さは，マイクロビッカース硬さ試験機を用いて，接合界面から 0.5 mm 黄銅側を界面に平行な方向に測定した．測定条件は,圧子の荷重を 0.1 N，負荷時間を 15 s とし，0.5 mm 間隔で硬さ分布を測定した．

FSW 接合で得られた重ね接合継手の機械的性質を評価するために,イ

ンストロン型試験機用いて室温で引張せん断試験を行った．Fig. 4.3 に引張試験片の形状及び試験片採取位置を示す．Fig. 4.4 に示すように接合線に対して垂直方向に 3 本の引張せん断試験片を幅 15 mm で採取した．また，引張方向と接合界面を平行にするために 64 黄銅および S25C にはそれぞれ相手材を貼り付け，厚さを等しくして試験を行った．試験時の引張速度は 1.0 mm/min とした．また試験片形状の関係から，評価した引張特性は最大破断荷重である．さらに，引張試験後の破断試料に対して，破断位置の調査及び SEM による破面観察を行った．

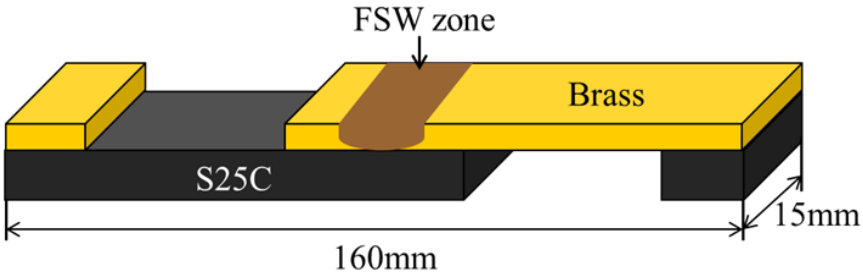


Fig. 4.3 Preparation and setup of the test piece for tensile shear strength test.

4. 3 実験結果および考察

4.3.1 適正接合条件域

64 黄銅/S25C 接合継手形成に及ぼす接合条件の影響を検討するために，SD 15 mm および PD 6 mm のツールを用いて，ツール回転速度および接合速度を変化させて接合を行った．得られた結果を Fig. 4.5 に示す．第 2 章で述べたように，一般に FSW ではツール回転速度 R (rpm)と接合速度 V (mm/min)の比である Q=R/V と FSW による入熱量は比例することから単位接合長さあたりの FSW 入熱量を評価するパラメータとして，この Q がしばしば用いられる．これらの実験条件において良好な重ね接合継手が得られる条件範囲は Q=2. 0 から Q=3. 0 の間の領域であった．この条件範囲よりも Q が小さく入熱量の少ない条件では入熱不足によ

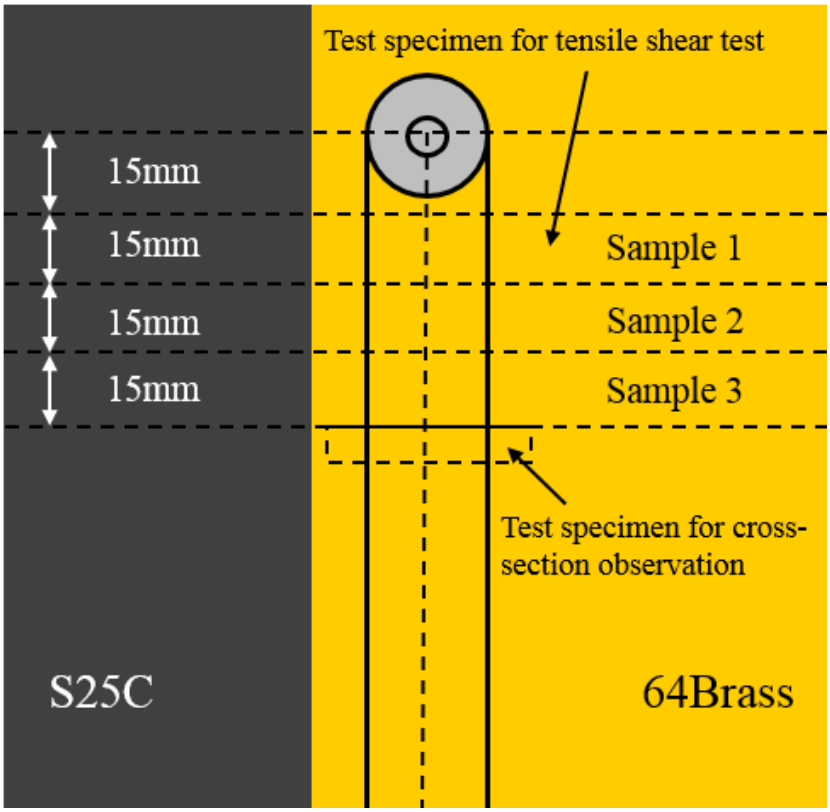


Fig. 4.4 Preparation and cutting position of specimens for tensile shear test and cross-section observation in FSW lap joint.

り接合不可となった．また，入熱過多の条件では 64 黄銅表面の RS 側に大きいバリが発生し，AS 側に溝状欠陥を発生した．なお第 2 章および第 3 章の CP-Ti/SPCC 継手で認められたツールへの凝着現象は認められなかった．

Fig. 4.6 は SD 15 mm および PD 6 mm のツールを用いて，回転速度 1000rpm 一定として，接合速度を変化させて，入熱量過多，適正入熱および入熱不足のそれぞれ代表的な条件で接合した継手の外観写真および断面写真を示す．入熱過多の条件では大きいバリが RS 側に，また表面溝状欠陥が AS 側に認められた．その接合界面において，一部分で S25C がツールプローブにより機械的に 64 黄銅中に巻き込まれていた．しかし，CP-Ti と鉄鋼材料で認められた層状混合組織の存在は認められなかった．また，接合界面にトンネル状欠陥も観察された．適正入熱

条件では滑らかな表面および平滑接合界面を呈した．一方，入熱不足の条件では接合部の表面は滑らかであるが，重ね継手は形成されなかった．

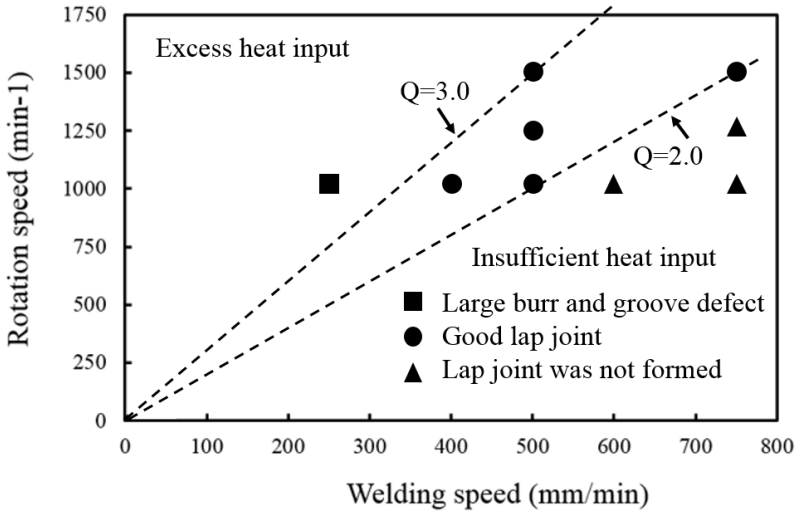


Fig. 4.5 Combined effect of tool rotation speed and welding speed on weldability in FSW 64 Brass/S25C lap joint with a tool of SD 15 mm and PD 6mm.

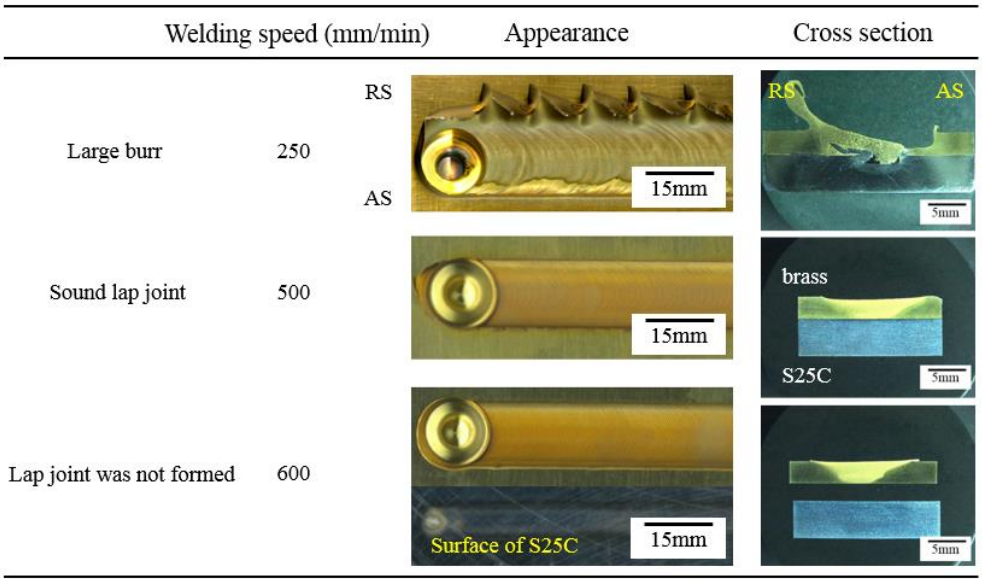


Fig. 4.6 Surface appearances and cross-sections of joints welded with different welding speeds of 250, 500 and 600 mm/min with a tool of SD 15 mm and PD 6 mm.

Fig. 4.7 は適正接合条件(1000 rpm および 500 mm/min)で接合した継手の断面微細組織を示す. (a)は継手断面マクロ写真を示す. SZ 部は wine cup 状特徴であり, 平滑接合界面が観察された. (b), (c)および(d)は SZ 部上部から下部の微細組織であり, 結晶粒径は一般的な FSW と同様に母材部(g)に比べて大幅に微細化されていた [1]. SZ 上部の結晶粒径は非常に小さく, 均一であり, 中部では縞状組織および下部ではオニオンリング(Onion ring)状組織が観察された. AS 側の結晶粒径(e)は RS 側の結晶粒径(f)より小さくなっており, その原因は FSW 中の AS 側の入熱量は RS 側入熱量により少ないためと考えられる [2].

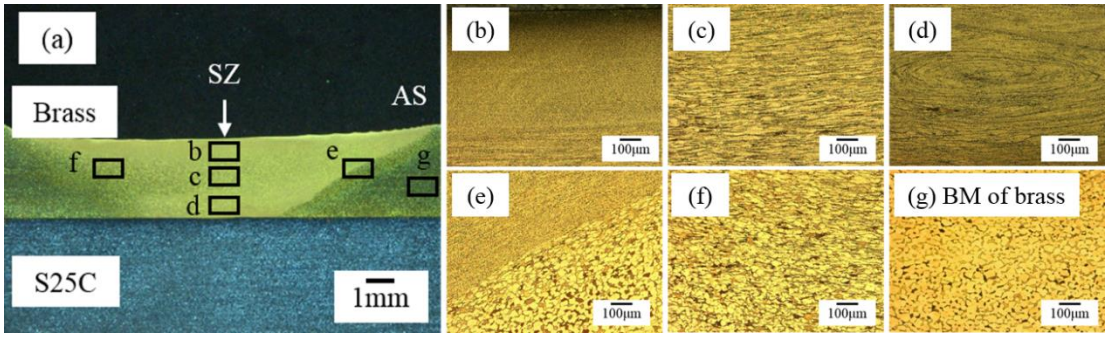


Fig. 4.7 Microstructures of sound joint welded with rotation speed of 1000rpm and welding speed of 500 mm/min with a tool of SD 15 mm and PD 6mm.

4.3.2 接合部形成に及ぼす接合速度の影響

Fig. 4.8 に SD 15 mm および PD 6 mm のツールを用いて, 回転速度 1000 rpm 一定の条件における接合界面の OM および SEM によるマクロおよびミクロ組織に及ぼす接合速度(400, 500 および 600 mm/min)の影響を示す. また SEM 写真上で測定した界面付近の 64 黄銅の α-phase の平均粒径を示す SEM 写真中に白い部分は α-phase, 暗い部分は β-phase である. Fig. 4.6 で述べたように接合速度 600 mm/min では継手は形成できなかったので, 64 黄銅側のみを観察した. いずれの接合速度

においても接合界面は平滑であり，界面反応層は認められなかった．また，接合速度の増加に伴い，α-phase の結晶粒径は減少した．その原因は接合速度の増加に伴い，単位接合長さあたりの入熱量が減少し，加熱温度が低下し，加熱時間が減少して再結晶粒の成長が抑制されためと考えられる．接合速度 600 mm/min では 64 黄銅の界面付近において，縞状組織が観察された．縞状組織は入熱不足ために再結晶が十分に行われせず，いわゆる TMAZ を呈したと考えられる．

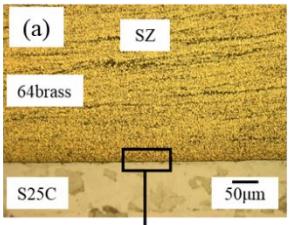
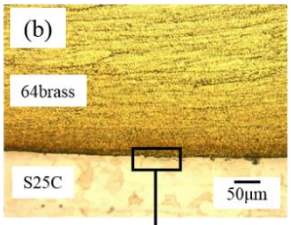
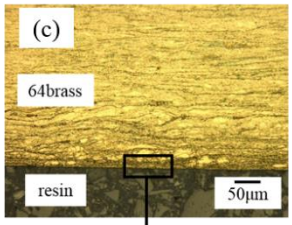
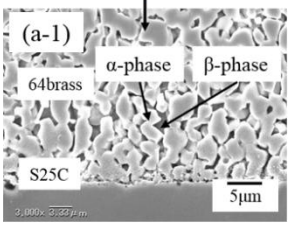
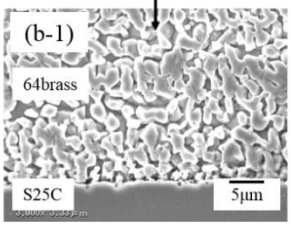
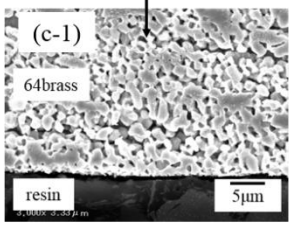
Welding speed	400 mm/min	500 mm/min	600 mm/min
Macrostructure of SZ (OM)			
Microstructure of SZ (SEM)			
Mean grain size of α-phase in SZ (μm)	3.5	2.4	2.0

Fig. 4.8 Microstructures of joint interface welded with different welding speeds of 400, 500 and 600 mm/min.

Fig. 4.9 に 64 黄銅の SZ 部分の硬さに及ぼす接合速度(400, 500 および 600 mm/min)の影響を示す．64 黄銅の SZ 部分の硬さは 64 黄銅の母材硬さより高くなった．また，SZ の硬さは接合速度の増加に伴い，増加した．これはよく知られているように FSW 中の動的再結晶による SZ の結晶粒微細化のためである．結晶粒径と材料の耐力との関係は Hall-Petch 関係であり，式(4.1)で表示される．この関係はまた式(4.2)の硬さと結晶

粒径との関係にも置き換えられる.

$$\sigma_y = \sigma_0 + kd^{-1/2} \tag{4-1}$$

$$H = H_0 + k'd^{-1/2} \tag{4-2}$$

σ_y は降伏応力;H は硬さ;d は平均結晶粒径; $H0$, $\sigma 0$, k and k'は材料により決める定数である [3]. 本研究においても, 64 黄銅の α-phase の平均粒径と硬さの関係は Hall-Petch 関係に合致した. その結果を Fig. 4.10 に示す.

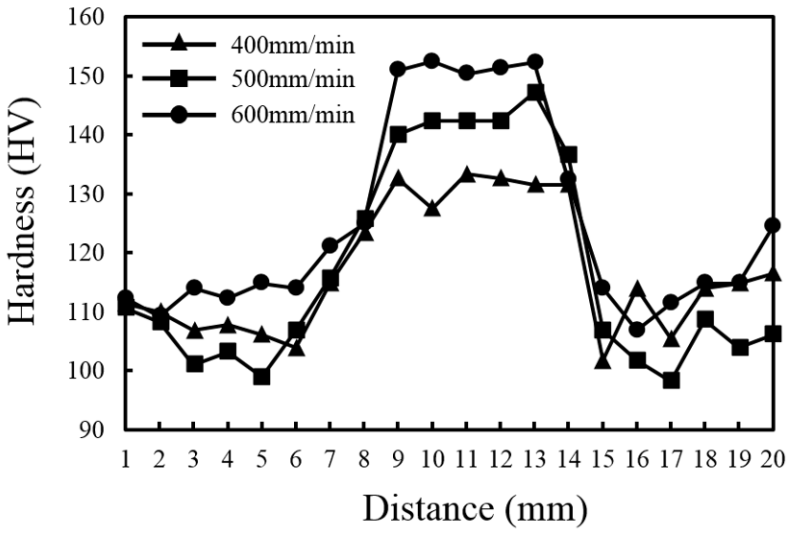


Fig. 4.9 Typical hardness profiles on the cross section of lap joints welded with different welding speeds of 400, 500 and 600 mm/min at constant rotation speed of 1000 rpm.

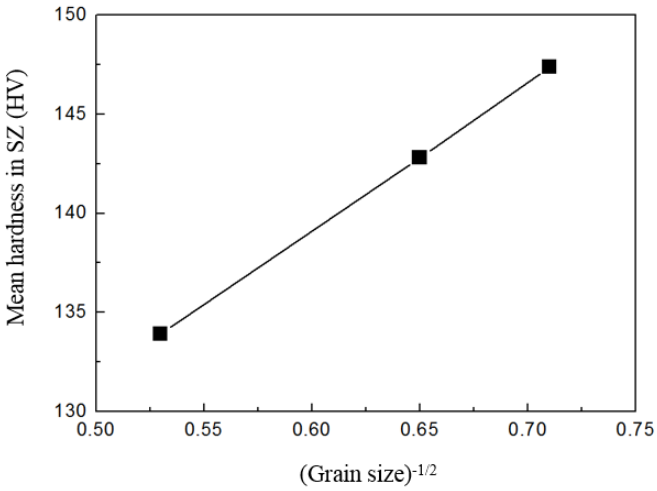


Fig. 4.10 Relationship between mean hardness and (grain size)$^{-1/2}$ of α-phase in the SZ of 64 黄銅.

Fig. 4.11 に 64 黄銅/S25C 重ね FSW 接合継手の引張せん断破断荷重に及ぼす接合速度の影響を示す．いずれの条件でも継手は接合界面で破断した．また，接合速度の増加に伴い，引張せん断破断荷重は低下した．

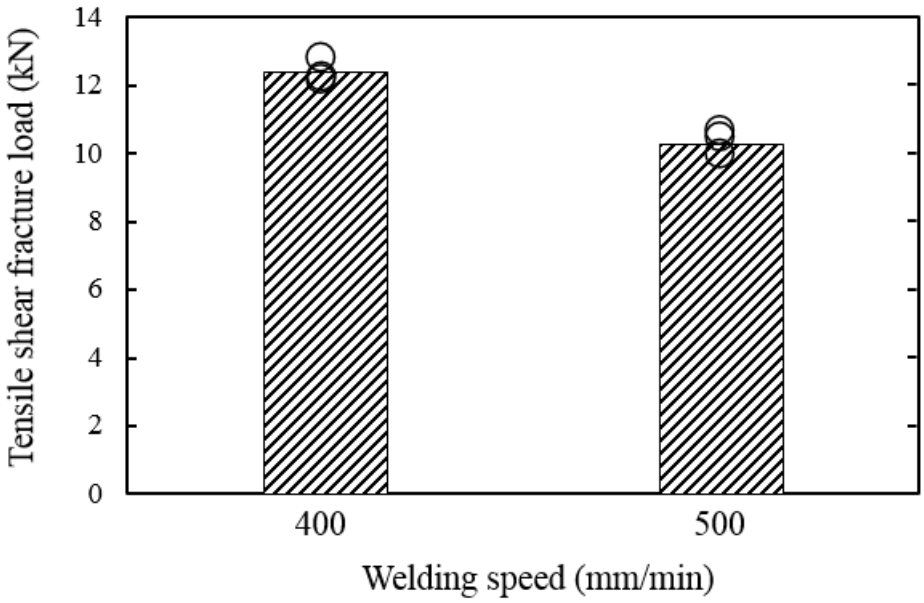


Fig. 4.11 Tensile shear fracture load of the lap joints with different welding speeds of 400 and 500 mm/min at a constant rotation speed of 1000 rpm.

Fig. 4.12 は接合速度 400 mm/min で接合した継手の引張せん断試験後の 64 黄銅側および S25C 側の破断面の外観写真 (OM) および拡大写真 (SEM) である．破断面では, S25C 側表面に 64 黄銅の付着が明らかに観察され，破断は 64 黄銅側接合界面付近から破断したと思われる．64 黄銅の破断面は細かいディンプル状形態を呈し，延性破壊であった．Fig. 4.13 は Fig. 4.12(b)および(c)の EDX 分析結果である．64 黄銅側破断面には Fe は存在していないが, S25C 側破断面には Cu と Zn が同時に認められており, 64 黄銅が均一に存在したことを示している．

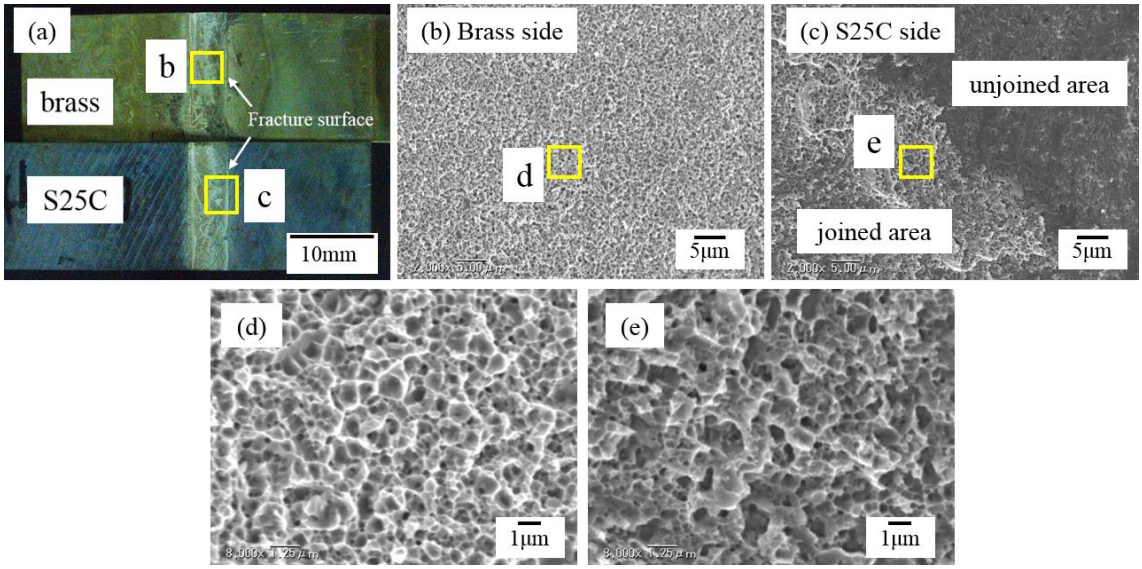


Fig. 4.12 Matching fracture surfaces of the tensile test specimen of 64Brass /S25C lap joint welded with 400 mm/min and 1000 rpm.

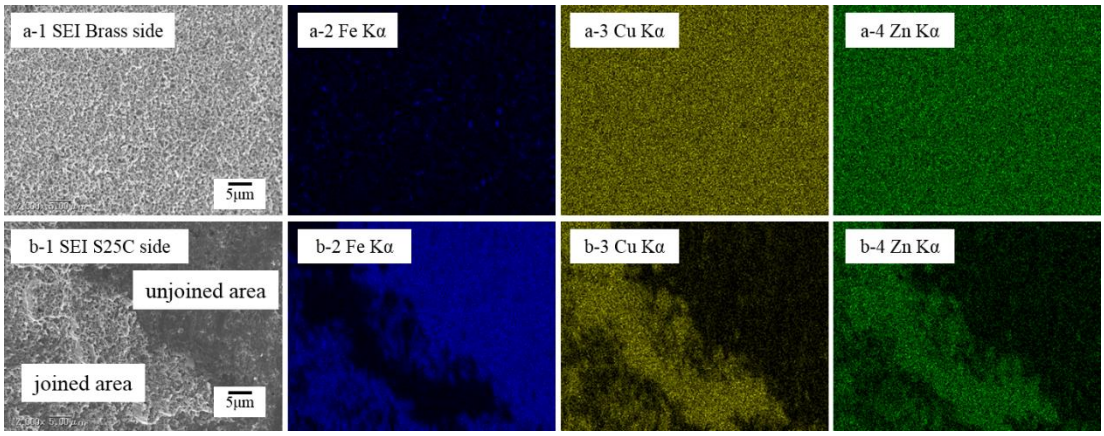


Fig. 4.13 Distributions of elements of the fractured surfaces of the joint with 400 mm/min and 1000 rpm. (a-1) and (b-1):SEM micrograph of the fractured surfaces of brass side and S25C side, (a-2) and (b-2):Fe, (a-3) and (b-3):Cu, and (a-4) and (b-4):Zn area maps.

4.3.3 接合部形成に及ぼすツール形状の影響

重ね継手強度の増加を図るためには，接合界面強度とともに接合面積も重要な因子となる．本節ではこれらの接合特性に及ぼすツール形状の影響について検討した．

Fig. 4.14 は Fig. 4.2 に示した 5 種類のツールを用いて，回転速度 1000 rpm および接合速度 500 mm/min の条件で接合した，継手の外観に及ぼすツール形状の影響を示す．いずれもバリや表面欠陥のないなめらかな接合部表面が得られた．

Fig. 4.15 に 64 黄銅/S25C の重ね FSW 継手断面の OM および SEM によるマクロおよびミクロ組織と界面付近の 64 黄銅の α-Phase の結晶粒径に及ぼすツール形状の影響を示す． いずれのツールでも 64 黄銅と S25C の無欠陥での重ね接合継手が得られた．SD および PD の増加に伴い，接合部幅は増加した．PD の増加により撹拌された 64 黄銅の SZ の面積が増加し，接合部幅は増加した．また，SD の増加に伴い，同一 PD でも SZ が拡大した．これは入熱量の増加により，64 黄銅の塑性流動域が拡大したためと考えられる．また，SD および PD の増加に伴い，接合

界面付近の 64 黄銅の SZ の結晶粒径は増加した．これは SD および PD の増加に伴い, FSW 中の入熱量の増加によると思われる．

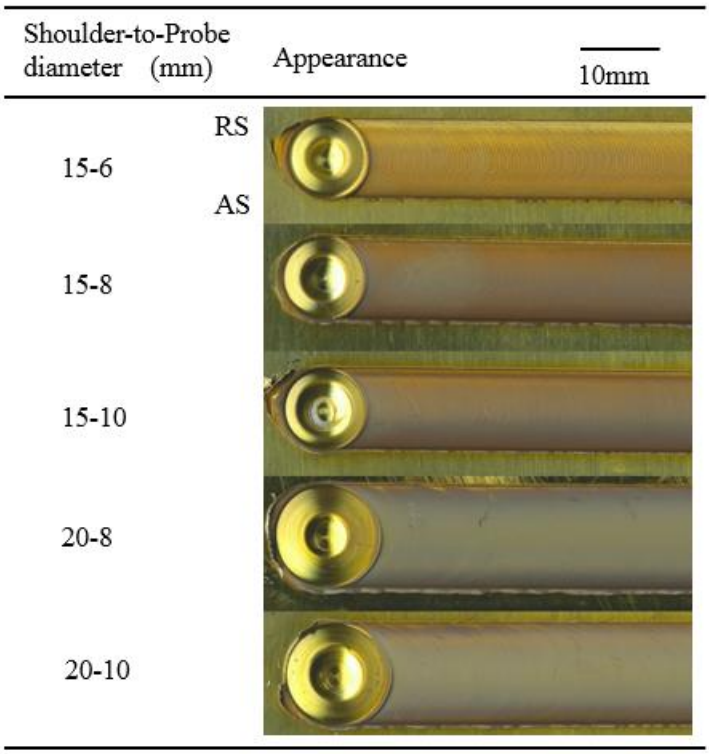


Fig. 4.14 Bead appearances of the joints welded with different tool dimensions of shoulder and probe diameters with 500 mm/min and 1000 rpm.

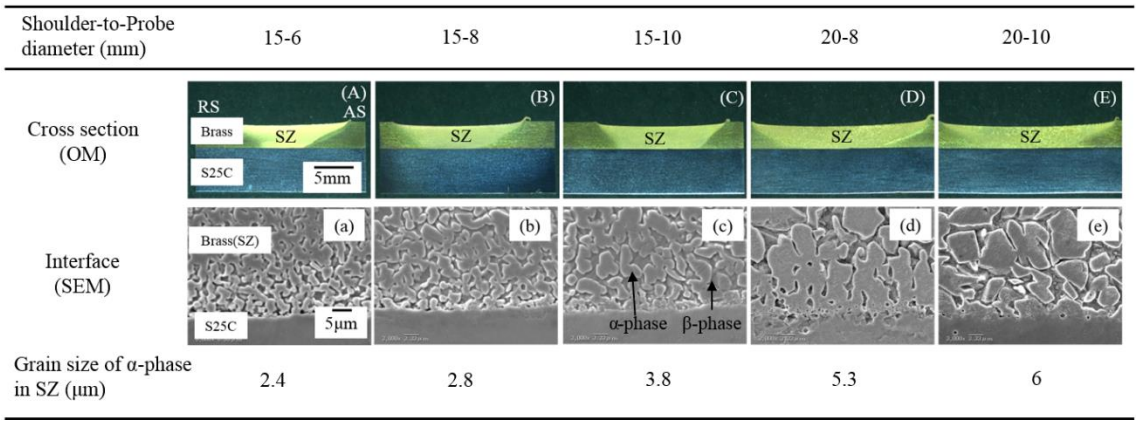


Fig. 4.15 Cross-sections and interface microstructures of the lap joints with different tool dimensions at constant welding parameters of 500 mm/min and 1000 rpm.

PD 10 mmおよびSD 20 mmのツールによって接合した継手界面のEDX面分析結果をFig. 4.16に示す．界面には化合物層は認められなかった．

Fig. 4.17(a)および(b)にPDおよびSDが黄銅の硬さに及ぼす影響を示す．いずれの場合もSZは黄銅母材よりも，硬さが著しく増加した．PDの増加に伴い，SZの硬さは低下した．同様にSDの増加に伴い，SZの硬さは低下した．Fig. 4.18はこれらのSZの平均硬さとFig. 4.15で示したSZのα-phaseの平均結晶粒径の平方根の逆数との関係を示したものである．両者は直接関係にあり，Hall-Petchの関係に合致した．

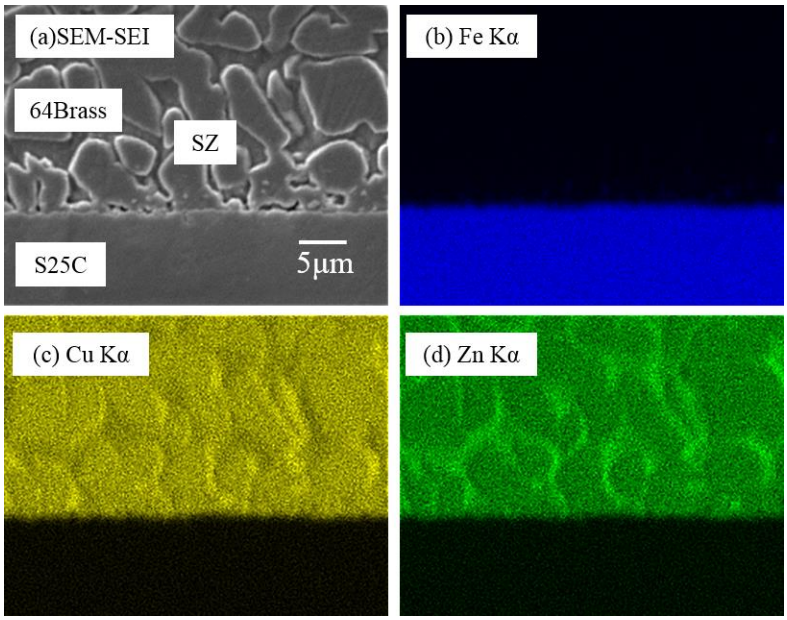


Fig. 4.16 Distributions of element of the interface welded with SD 20 mm and PD 10 mm, (a) SEM micrograph of the interface, (b) Fe, (c) Cu, (d)Zn area maps, respectively.

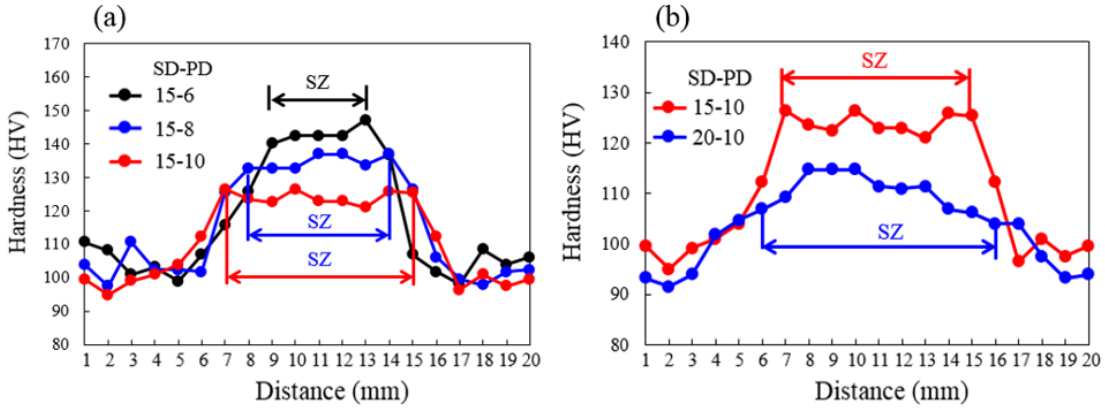


Fig. 4.17 Typical hardness profiles on the cross section of the lap joints welded with different tool dimensions; (a) different PD of 6, 8 and 10 mm at the same SD of 15 mm, (b) different SD of 15 and 20 mm at same PD of 10 mm.

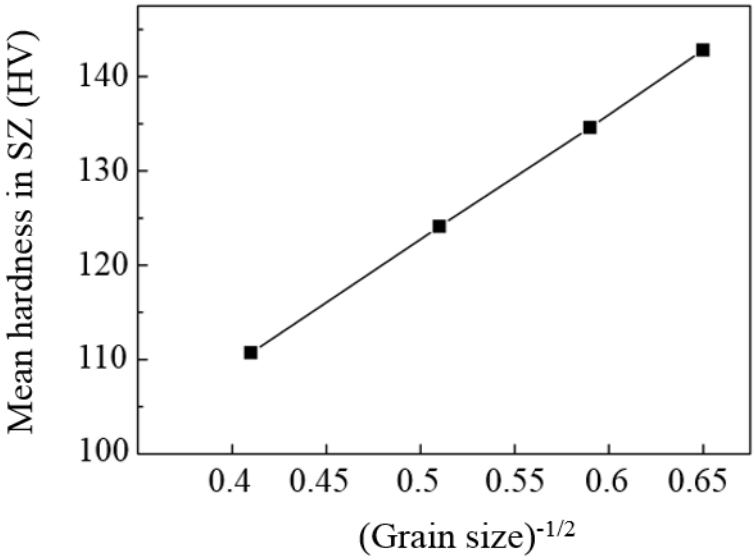


Fig. 4.18 Relationship between the hardness and the (grain size)$^{-1/2}$ of α-phase in the SZ of 64 Brass welded with different tool dimensions.

次に引張せん断試験により破断強度に及ぼすツール形状の形状の影響を評価した．Fig. 4.19は引張せん断試験後の破断面の外観写真およびその写真上で測定した接合部幅を示す．いずれの接合継手も接合界面

で破断した．なお，接合部の接合強度が十分に高い継手では，引張せん断試験中に，板厚5 mmのS25母材の曲げ変形が認められた．破断面には，S25C表面に64黄銅の付着が明らかに観察され，破断は接合部の64黄銅側破断を示した．また，SDおよびPDの増加に伴い，接合部幅が増加した．

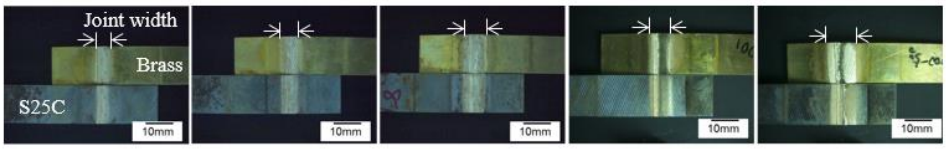
Shoulder-to-Probe diameter (mm)	15-6	15-8	15-10	20-8	20-10
Fracture surface (OM)					
Joint width (mm)	4.9	6.7	8.4	7.5	10

Fig. 4.19 Matching fracture surfaces of 64 Brass/S25C joint after tensile shear test and the measured value of the joint width.

なお，接合部幅は破断面上の黄銅付着幅とした．PDおよびSDが継手引張せん断強度に与える影響をFig. 4.20に示す．SD一定の時ではPDの増加に伴い，接合強度が著しく増加した．しかし，同一PDではSDが大きいほど接合強度は若干低い値を示した．

Fig. 4.21は接合部幅と引張せん断破断荷重との関係を示す．接合部幅の増加とともに継手破断荷重は増加するが，SDによりそれぞれ別々の直線関係を呈した．SDの大きい程接合幅は増加するが，破断荷重は低い値を示しており，継手破断強度には接合部幅の他にも関係する因子があることが分かる．すなわち，Fig. 4.12およびFig. 4.19で述べたように，継手破断部は黄銅SZ部であり，このため接合部幅以外にもこのSZ部の強度が継手破断荷重に関係することになる．SDの増加は，接合部幅の増加に寄与するが，その一方，SD径の増加による入熱量の増加はFig. 4.17で示したように64黄銅のSZ部の硬さの低下，すなわち，強度の低下をもたらす，このために，ツール形状設計においてはSDとPDの両

者のバランスを考慮するする必要性があることが分かる.

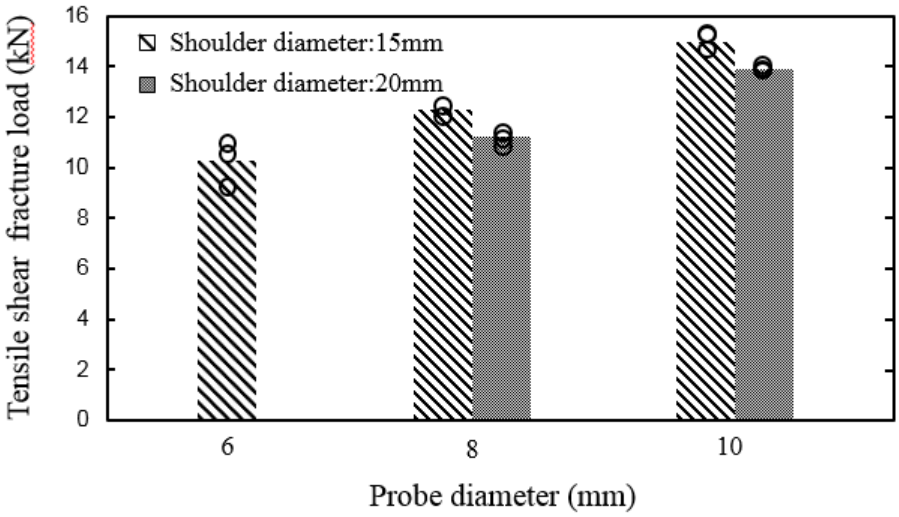


Fig. 4.20 Tensile shear fracture load of the 64 Brass/S25C lap joints with different tool dimensions at constant FSW parameter of 500 mm/min and 1000 rpm.

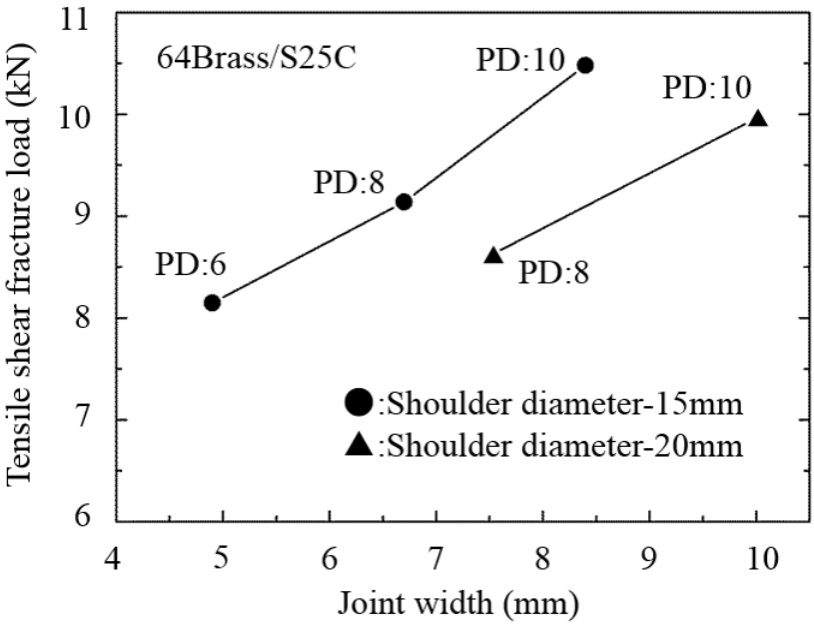


Fig. 4.21 Relationship between the tensile shear fracture load and the joint width with different tool dimensions at constant FSW parameter of 500 mm/min and 1000 rpm.

Fig. 4.19で示した接合部幅および引張せん断用試片幅(15 mm)による接合面積より得た単位接合面積当りの接合強度(MPa)に与えるSDおよびPDの影響をFig. 4.22に示す．SDおよびPDの増加に伴い，継手接合強度は減少した．その理由は破断位置が64黄銅のSZ部であり，さらに入熱量の増加により64黄銅のSZの結晶粒径が増加するために，その強度が低下したためと考えられる．しかし，その値はSZよりも結晶粒が大きく，かつ，硬さも低い64黄銅の母材強度(355-440 MPa)よりは低い値であった．

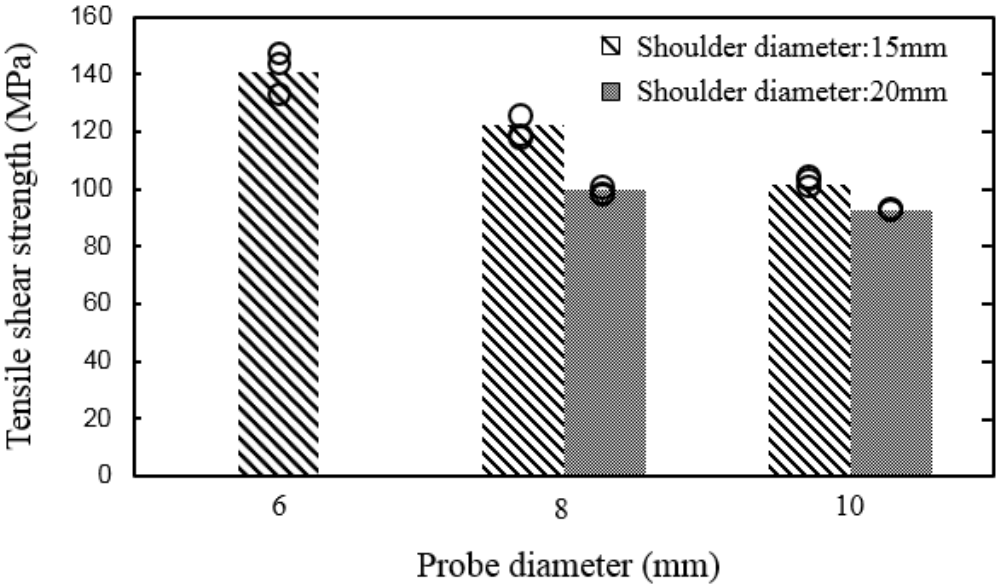


Fig. 4.22 Tensile shear strength of the lap joints of brass and S25C with different tool dimensions at constant FSW parameter of 500 mm/min and 1000 rpm.

Fig. 4.23はPD 10 mm, SD 20 mmのツールによる接合継手の引張せん断試験後の破断面のEDX面分析結果である．黄銅側破断面にはFeは存在していないが，S25C側破断面には黄銅成分であるCuとZnが均一に存在する．Fig. 4.24(a)はS25C側破断面のSEM拡大写真および(b)は(a)中の四角内の黄銅部分の破断面の拡大写真である．破断面の大部分は黄銅

のディンプル形態を呈しており，黄銅部から破断しているが，部分的に基板S25C面が認められ，この部分ではS25C/SZ界面から破断したことがわかった．

このような微視なSZ/S25C界面破断部の存在が，母材強度よりも低下した理由と推察される．後述する接合界面に発生した微小空孔が関係していると考えられる．

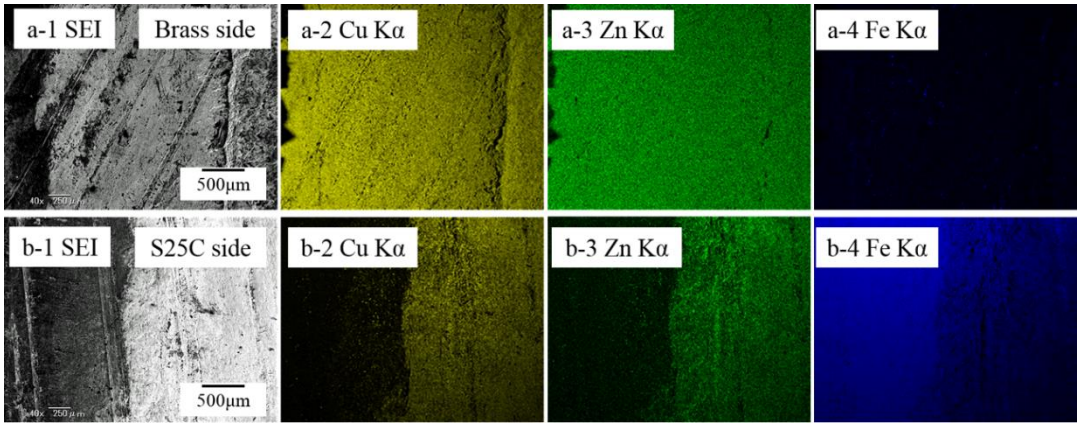


Fig. 4.23 Distribution of elements of the fractured surfaces of the joint welded with SD 15 mm and PD 10 mm; (a-1) and (b-1):SEM micrograph of the fractured surfaces of brass side and S25C side, (a-2) and (b-2):Cu, (a-3) and (b-3):Zn, and (a-4) and (b-4): Fe area maps, respectively.

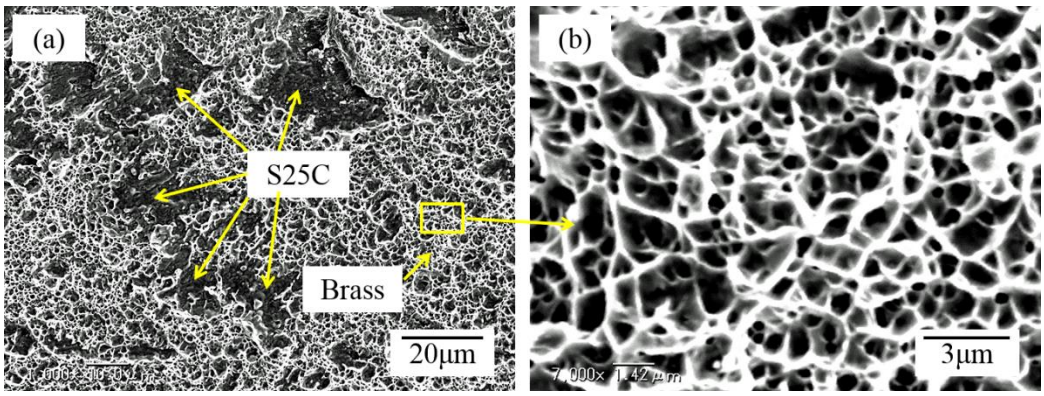


Fig. 4.24 SEM images of the fractured surface on the S25C side of the joint with SD15 mm and PD 10 mm; (a) SEM image and (b) higher magnification showing dimple pattern.

以上の結果により，Fig. 4.25(a)に示すように，継手の接合強度は接合部の幅，SZ の結晶粒径および接合界面の欠陥に関係し，次のようになると考えられる．すなわち，Fig. 4.25(b)に示すように

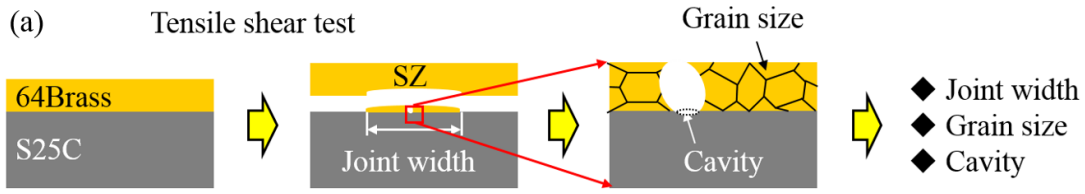
PD を増加させた場合:

接合部幅の増加および欠陥の減少 ＞ 結晶粒径の増加による影響

SD を増加させた場合:

結晶粒径の増加による影響 ＞ 接合部幅の増加および欠陥の減少

したがって，継手の破断荷重は，PD を増加させた場合にのみ増加したことが明らかになった．



(b)

Tool diameter	Joint width (mm)	Interface temperature (K)	Grain size in SZ (μm)	Interface cavity	Hardness in SZ (HV)	Tensile shear fracture load (kN)	Tensile shear strength (MPa)
PD ↑	⇑	↑	↑	⇓	↓	↑	↓
SD ↑	↑	⇑	⇑	↓	⇓	↓	↓

↑ Increase ⇑ Stronger increase ↓ Decrease ⇓ Stronger decrease

Fig. 4.25 Schematic illustration showing the factors affecting the tensile shear strength (a) and the effect of increase of PD and SD for these factors (b).

4.3.4 64 黄銅と S25C の重ね異材接合界面の微細構造と接合機構

これまでに得られた FSW による 64 黄銅/S25C 重ね継手の接合界面形態を解析するため，また，入熱量が接合界面構造に与える影響を考察するために，TEM による接合界面の微細構造解析を行った代表的な継手として回転速度 1000 rpm および接合速度 500 mm/min 一定条件として，SD 15 mm, PD 6 mm および 10 mm の二種類のツールを用いて接合した継手の接合界面を対象として．PD 6 mm は接合部幅が小さく，破断荷

重は低いが，破断強度が高い継手であり，PD 10 mm は接合部幅は広く破断荷重は高いが，破断強度は低い継手である．

Fig. 4.26 (a)に SD 15 mm および PD 6 mm のツールによる接合継手の接合界面 TEM 写真を示す．Fig. 4.26 (b)-(d)はそれぞれ Fig. 4.26 (a)の EDX 元素面分析結果を示す．これらの面分析の結果より，64 黄銅と S25C の接合界面が明確に確認された．S25C 表面層(厚さは約 1μm)はプローブにより撹拌されて，微細化したと考えられる．また粒子状の S25C(矢印で示す)が黄銅中に認められた．これはツールの撹拌効果によって 64 黄銅に混入されたものと考えられる．さらに，接合界面において直径数百 nm の空孔欠陥が観察された．

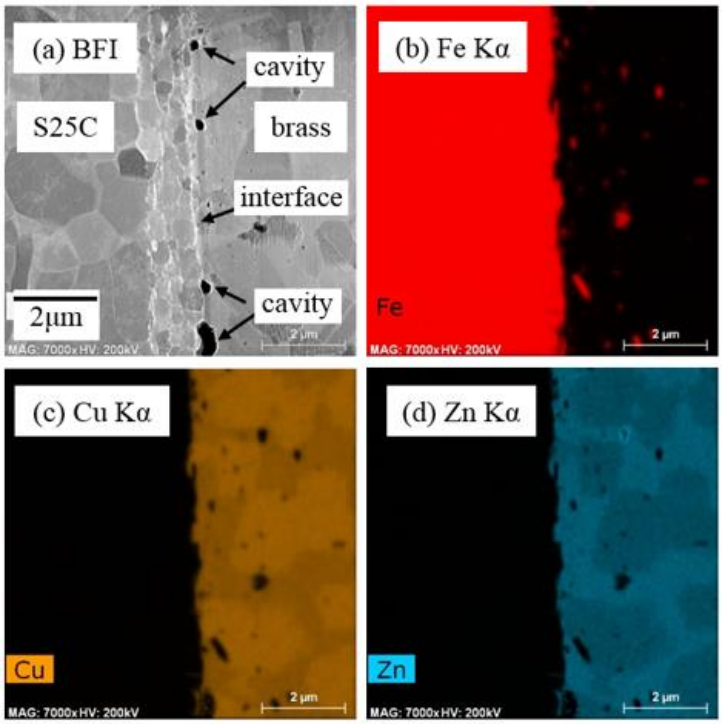


Fig. 4.26 Element mapping at the interface of the joint welded with SD 15mm and PD 6mm. (a) TEM bright field image of the interface, (b) Fe, (c) Cu and (d) Zn area maps, respectively.

次に, Fig. 4.27(a)には PD 10 mm による継手の接合界面の TEM 写真を示す. Fig. 4.27(b)は(a)中の四角部分の接合界面の拡大写真である. Fig. 4.27 (c)-(e) は Fig. 4.27 (a)について EDX 元素面分析結果を示す. S25C 側には PD 6 mm の場合と同様に微細化された組織部分が認められた少量の S25C 粒子が 64 黄銅に混入されていた. しかし, 接合界面における空孔欠陥は認められなかった. また, Fig. 4.26(a)に比べて, Fig. 4.27(a)に示した接合界面付近の 64 黄銅および S25C の結晶粒径は大きくなった. その原因は PD の増加による FSW 中の入熱量の増加に伴い, 接合界面付近の結晶粒径が増加し, また接合界面部分の空孔欠陥も見られなくなったと考えられる.

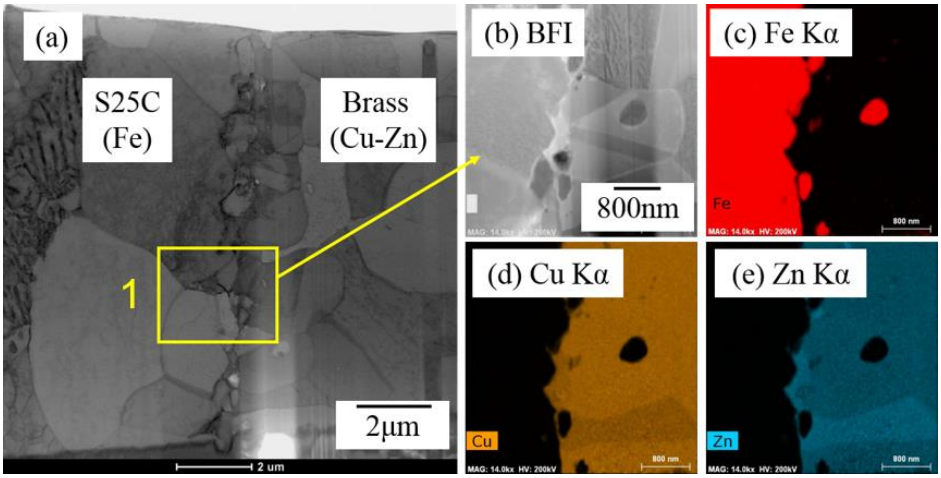


Fig. 4.27 Element mapping at the interface of the joint welded with SD 15 mm and PD 10 mm, (a) TEM bright field image of the interface, (b) the higher magnified TEM bright field image, (c)Fe, (d)Cu, (e)Zn area maps, respectively.

Fig. 4.28 に Fig. 4.27(b)で示した接合界面において, line 1 と 2 の 2 ヶ所で EDX 元素線分析を行った結果を示す. いずれの場所においても 64 黄銅/S25C 接合界面において約 80 nm の Fe, Cu および Zn 元素の相互拡散層が認められた.

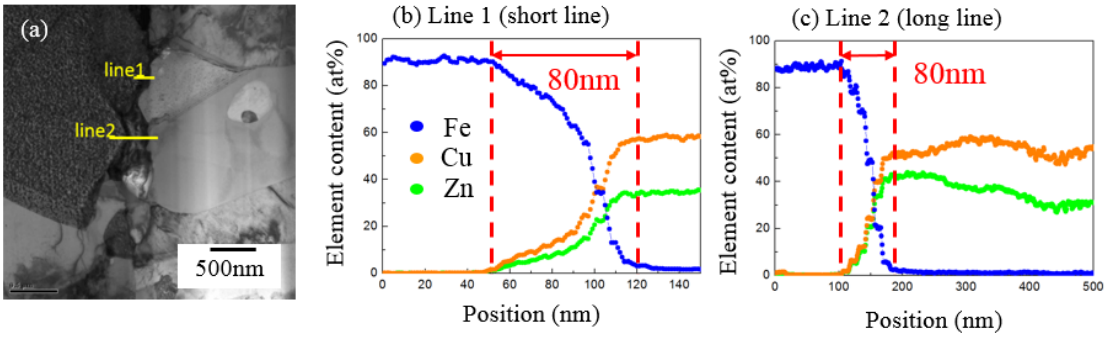


Fig. 4.28 Results of line analysis of Fe, Cu and Zn elements across the interface; (a) TEM bright field image of the interface, and results of line analysis of line 1 (b) and line 2 (c).

Fig. 4.29(a)は接合界面の TEM 高倍率写真であり, (b), (c)および(d)は, それぞれ(a)中における○印(a, b および c)部分における制限視野電子線回析像を示す. (b)および(d)部分はそれぞれ 64 黄銅および S25C 母材であり, α-Brass と α-Fe が同定された. その間の灰色層は β-Brass と同定された. Fig. 4.29 (a) における点 1-5 の EDX 点分析の結果と電子線回折結果より推定した形成相を合わせて Table 4.4 に示す.

以上の結果により, 接合界面には反応相である金属間化合物は認められず, 64 黄銅/S25C の接合機構はお互いの合金主要元素相互拡散層の形成によるものであることが明らかになった.

Fig. 4.30にSD 15 mmおよびPD 10 mmのツールによる接合継手の接合界面温度の時間変化および測定位置を示す. 最高温度は570℃であり, 接合部の温度はこれよりも高いものと推定される.拡散係数Dは,

$$D = D_0 exp(\frac{-Q}{RT}) \qquad (4\text{-}3)$$

で表示される. R は気体定数 8. 314 J·K^{-1}mol^{-1}, T(K)は温度である. また, α-Fe 相中への Cu, Cu への Fe の振動数項 D_0 および活性化エネルギーQ を Table 4.5 に示す [4].

接合部の加熱温度を 1000 K 仮定して算出した拡散係数を Table 4.5 に

示す. Table 4.5 より Cu への Fe の拡散係数は α-Fe への Cu の拡散係数よりはるかに大きく, Cu 中, すなわち黄銅中への Fe の拡散が主に進行したと推察される.

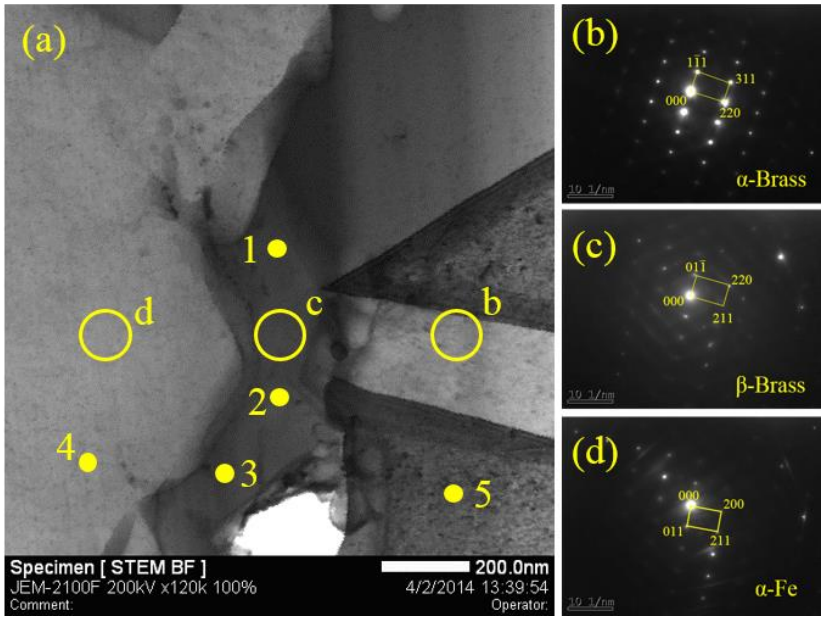


Fig. 4.29 (a) TEM bright field image of the intermixed interface, and the selected area diffraction patterns of positions b, c and d are shown in (b), (c) and (d), respectively.

Table 4.4 Elemental analysis results at the positions No. 1 to No. 5 in Fig. 4.28 (a).

Position	Element (at.%)			Phase
	Fe	Cu	Zn	
1	2.4	54.34	43.26	β-Brass
2	2.26	56.75	40.99	β-Brass
3	2.48	59.96	37.56	β-Brass
4	99.69	0.23	0.08	α-Fe
5	1.52	63.33	35.15	α-Brass

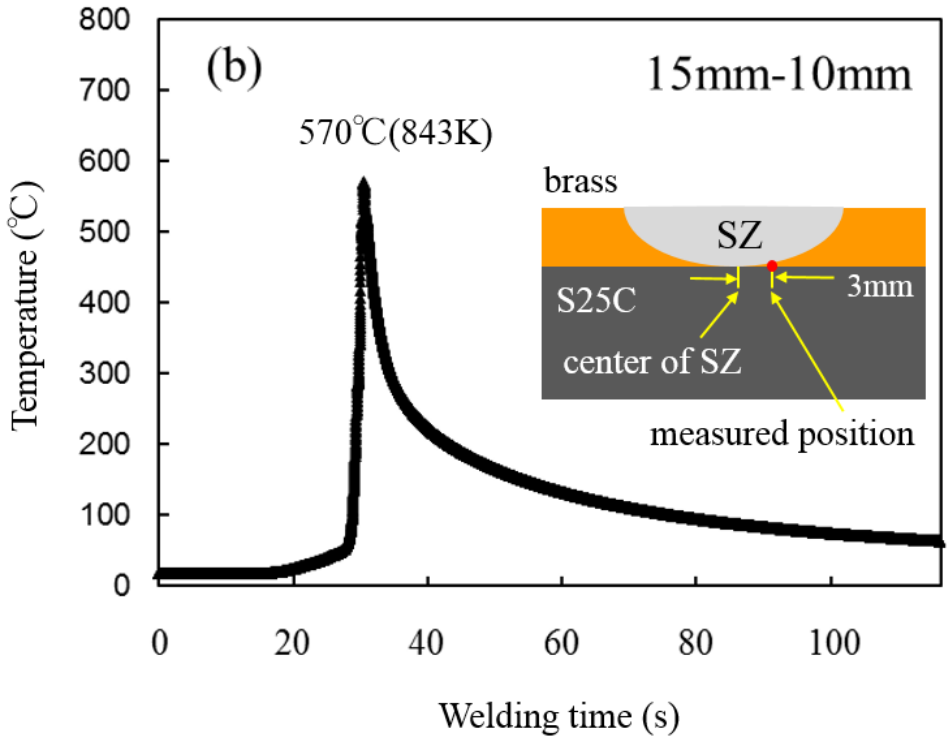


Table 4.30 Temperature measurement position and temperature history of the joint welded with SD 15mm and PD 10 mm at 500 mm/min and 1000 rpm.

Table 4.5 Diffusion coefficients of Cu and Fe in a-Fe and Cu at 1000 K.

Matrix	Diffuse element	D ($m^2.s^{-1}$)	D_0 ($m^2.s^{-1}$)	Q ($KJ.mol^{-1}$)
α-Fe	Cu	8.42×10^{-18}	4.7×10^{-5}	244
Cu	Fe	7.55×10^{-16}	1.01×10^{-4}	213

4. 4 結言

板材3 mmの64黄銅を上板とし，板厚5 mmのS25Cを下板として摩擦撹拌接合法によって重ね接合を行い，継手形成，接合界面の微細組織および継手強度に及ぼす接合条件およびツール形状の影響を検討するとともに，その接合機構について検討した結果，以下の結論を得た．

(1) 滑らかな接合部表面を有し，また接合欠陥のない良好重ね継手は，接合速度とツール回転速度を制御することにより得ることができた．入熱過多の条件では接合部表面に大きなバリの形成や溝状欠陥が形成し，入熱過少の条件では継手は形成されなかった．

(2) プローブ長さを2.9 mm一定とし，SD 15 mmおよび20 mmに対して，PDを6, 8 および10 mmと変化させた5種類のツールを用いて，同一接合条件下で接合欠陥のない良好な接合継手が得られた．接合界面はいずれも平滑界面形態を呈した．

(3) 黄銅側SZの結晶粒径はいずれの条件で母材よりも減少した．また溶接速度の増加とともに減少し，PDおよびSDの増加とともに増加した．

(4) 黄銅側SZの平均硬さはHall-Petch則により，結晶粒径$^{-1/2}$に比例した．

(5) 接合界面には反応相としての金属間化合物は認められず，64黄銅/S25CのFSWによる重ね継手の接合機構はお互いの合金元素の相互拡散層の形成によるものであることが明らかになった．

(6) 継手引張せん断試験結果において，継手破断部はいずれの接合条件においてもマクロ的には継手接合部界面であり，またミクロ的には接合界面近傍の黄銅SZ部であった．またその破面は延性破壊を示すデインプル形状であった．

(7) 継手引張せん断破断荷重は，接合速度の低下，およびPDおよびSDの増加により増加した．これは接合部幅の増加によるものである．

(8) 重ね継手の単位接合面積当りの接合強度はPDおよびSDの増加とと

もに，いずれの場合も減少した．これは破断部である黄銅側SZ部の結晶粒径増加に伴う材料強度の低下によるものである．

参考文献

1) H. S. Park, T. Kimura, T. Murakami, Y. Nagano, K. Nakata and M. Ushio, “Microstructures and mechanical properties of friction stir welds of 60% Cu-40% Zn copper alloy”, Materials Science Engineer A, vol.371 (2004) 160-169.
2) P. Vilaca, L. Quintino and J. dos Santos, “iSTIR-Analytical thermal model for friction stir welding”, Journal of Material processing Technology, vol.169 (2005) 452-465.
3) A. V. Sergueeva, V. V. Stolyarov, R. Z. Valiev and A. K. Mukherjee, “Advanced mechanical properties of pure titanium with ultrafine grained structure”, Scripta Materialia, vol.45 (2001) 747-752.
4) 鈴木信夫, “金属データブック”, 丸善出版 (1995) 21-25.

第 5 章　FSW による高力黄銅と S25C との異材重ね接合の検討

5. 1 緒言

本章では，摺動部材としての銅合金/鉄鋼材料重ね継手材の実用化のための基礎研究として，高力黄銅 [1)]と S25C の FSW 重ね接合特性の検討を行った．検討した接合条件範囲の中から適正接合条件を取り上げ，その条件下で得られた接合部の表面観察，マクロおよびミクロ組織観察，TEM 観察を行い，良好な継手強度が得られる接合界面微細構造を明らかにし，高力黄銅と S25C の FSW による異材接合機構を検討した．

5. 2 実験方法

第 2 章で述べた摩擦撹拌接合装置(型式 FSW-JWRI-1, Fig. 2.1) を用いて，第 2 章と同様に FSW 異材重ね接合実験を行った.供試材として用いた高力黄銅および S25C の化学組成を Table 5.1 に示す．これらは板材であり，その寸法は高力黄銅(圧延材)が 200 mm(L)×100 mm(W)×3 mm(T)および S25C が 200 mm(L)×100 mm(W) ×5 mm (T)である．高力黄銅母材の元素マッピングを Fig. 5.1 に示す．高力黄銅では結晶粒界に Fe, Si, Mn および Ni から成る化合物が認められた．第 4 章の結果から本接合法に適すると考えられる WC-Co ツールを用い，プローブ長は上板である高力黄銅板の板厚よりも 0.1 mm 短い 2.9 mm とした．またプローブ径 15 mm およびプローブ径 6 および 10 mm の 2 種類の WC-Co 製ツールを用いた．また接合時に用いた供試材の配置は第 4 章と同じである．接合条件は Table 5.2 に示す．接合速度およびツール回転速度を変化させて接合実験を行い，その適正接合条件範囲を検討した．

Table 5.1 Chemical compositions of high-strength brass and S25C (mass%).

Alloy	Chemical compositions (mass%)											
	C	Al	Si	P	S	Cr	Mn	Fe	Ni	Cu	Zn	Pb
High-strength brass	-	1.2	1.16	-	-	-	3	0.12	2.05	56.8	Rem.	0.03
S25C	0.25	-	0.28	0.02	0.01	0.18	0.52	Rem.	0.07	0.14	-	-

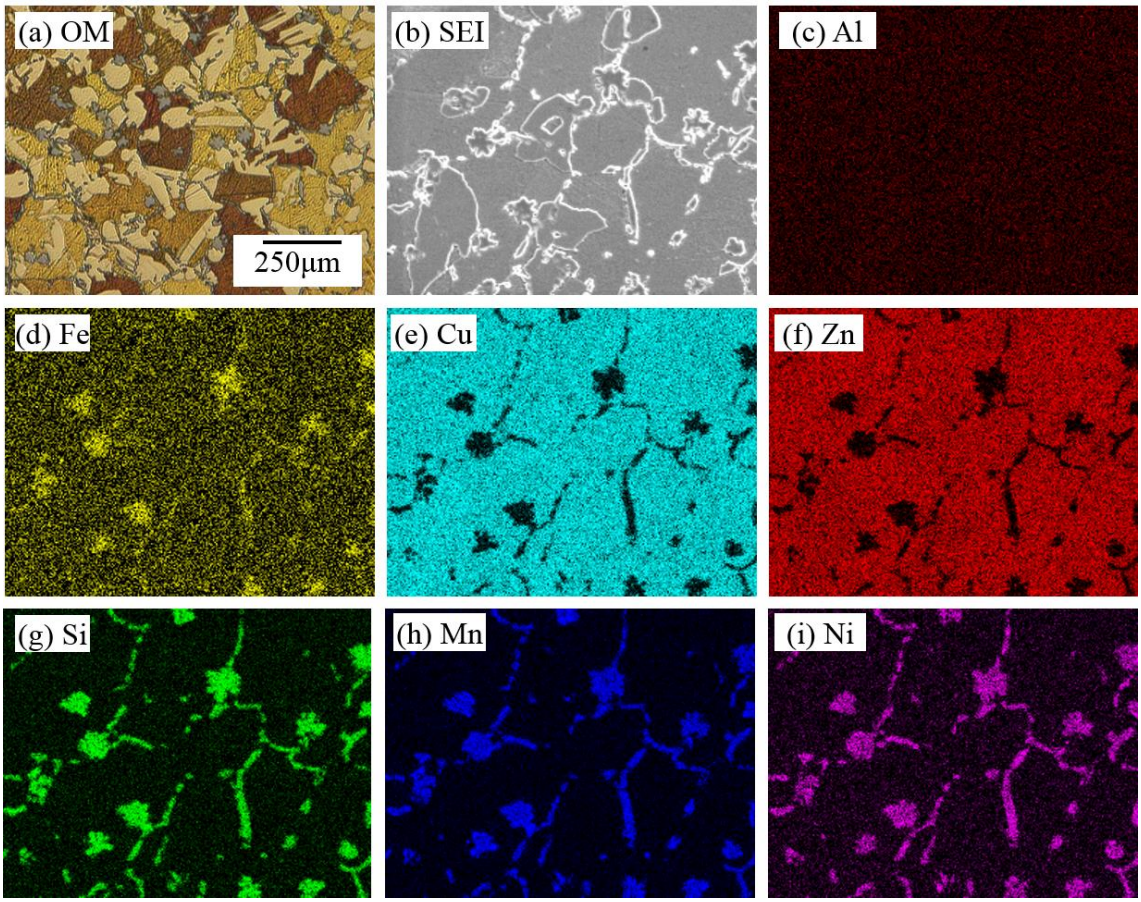


Fig. 5.1 Microstructure and element area distribution of (c)Fe, (d)Cu, (e)Zn, (f)Si, (g)Mn and (h)Ni of high-strength brass.

Table 5.2 FSW conditions used.

FSW parameters	
Welding speed (mm/min)	250, 500, 750
Rotation speed (rpm)	1000, 1250, 1500, 1750
Load (kN)	9.8
Tilt angle (°)	3

接合部の外観検査および継手の断面断面観察方法および観察手順は第 4 章と同じである．接合界面の EDX 元素分析を行うとともに，TEM 観察により接合部界面の微細構造解析および接合機構について検討を行った．接合界面の TEM 観察用薄膜試験片の作製および観察方法は第 2 章と同じである．

FSW 接合による重ね接合継手の機械的性質の評価は，Instron 万能試験機を用いて室温で引張せん断試験により行った．引張試験用試験片形状とサイズ，実験方法および実験後の断面観察方法は第 4 章と同じである．

5.3 実験結果および考察

5.3.1 適正接合条件域

高力黄銅/S25C 接合継手形成に及ぼす接合条件の影響を検討するために，SD 15 mm および PD 6 mm のツールを用いて，ツール回転速度および接合速度を変化させて接合を行った．得られた結果を Fig. 5.2 に示す．すでに述べたように単位接合長さ当りの入熱量パラメータとして，$Q=R/V$ (ただし，ツール回転速度 R (rpm)と接合速度 V (mm/min))を用いて評価すると，これらの実験条件において良好な重ね接合継手が得ら

れる条件範囲は Q=2. 5 から Q=3. 5 の間の領域であった．この条件範囲よりも Q が小さく入熱量の少ない条件では入熱不足により接合不可となった．また，入熱過多の条件では 64 黄銅表面の RS 側に大きいバリが発生した．また，64 黄銅/S25C の異材継手に対して，適正接合条件範囲は Q 値が若干大きい方向に移動した．その理由は高力黄銅は各種合金元素の添加により 64 黄銅より強度および硬さが増加し，塑性流動がし難くなったためと考えられる．

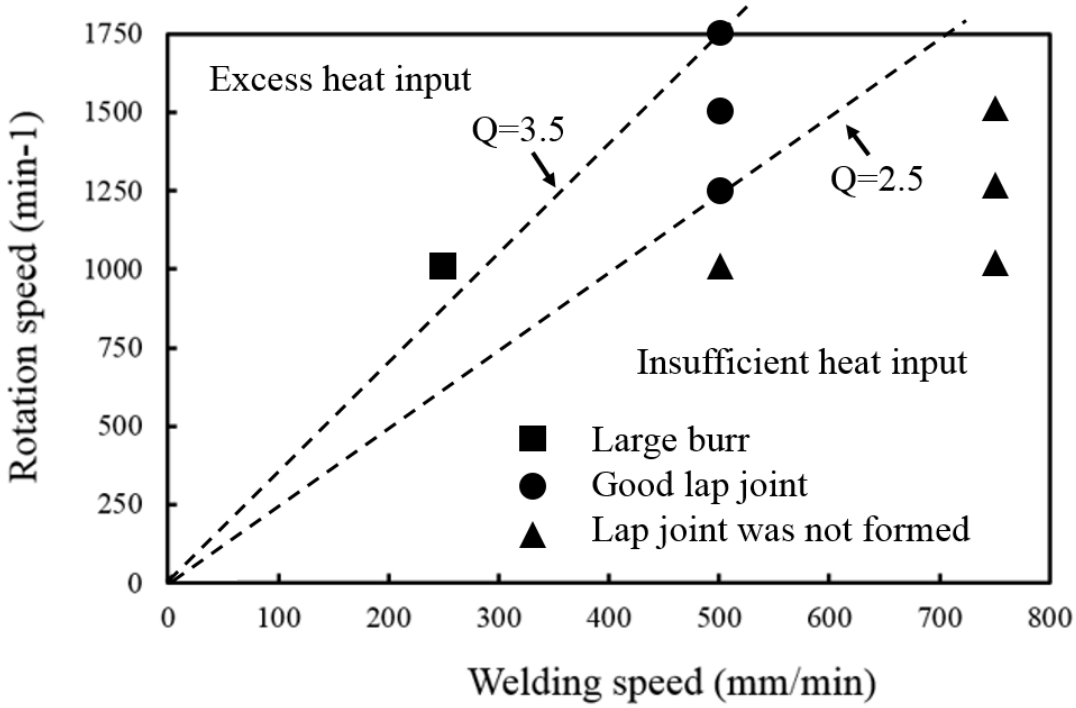


Fig. 5.2 Combined effect of tool rotation speed and welding speed on weldability in FSW high-strength brass/S25C lap joint; SD 15 mm and PD 6mm.

SD 15 mm および PD 6 mm ツールを用いた重ね接合継手の接合部表面および断面マクロ組織観察結果を Fig. 5.3 に示す．

64 黄銅/S25C 継手と同様に接合部表面には，FSW の特徴の 1 つである等間隔の半円状のツールマークが観察され，その間隔は入熱量の増加とともに，減少した．

接合部断面組織観察より，入熱量の増加に伴い，SZ の幅は大きくなるが，上板である重ね材の板厚は薄くなり，バリの発生量は増加した．これは入熱量が大きくなるに伴いプローブと S25C との間に発生する摩擦熱が増加することで，本研究で用いたツール荷重制御方式 FSW では，ツール押込み深さが大きくなるためである．過剰入熱条件では接合部には大きなバリが発生し，また重ね材の板厚も大幅に減少した．さらにツール先端の接触により S25C 界面部が撹拌されていた．

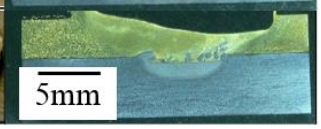
P (kN)	*R* (rpm)	*V* (mm/min)	*Q* (R/V)	Surface appearance	Cross section
9.8	1250	750	1.67		Not jointed
	1250	500	2.5		
	1500	500	3		
	1750	500	3.5		
	1000	250	4		

Fig. 5.3 Surface appearance and cross section of FSW high-strength brass/steel lap joints at different tool rotation speed and welding speed at a tool force 9.8 kN and probe length 2.9 mm using WC-Co tool; SD 15 mm and PD 6 mm.

次に，重ね接合部の代表的な断面ミクロ組織として，適正条件であるツール回転速度 1500 rpm および接合速度 500 mm/min で接合した接合部断面ミクロ組織を Fig. 5. 4 に示す．

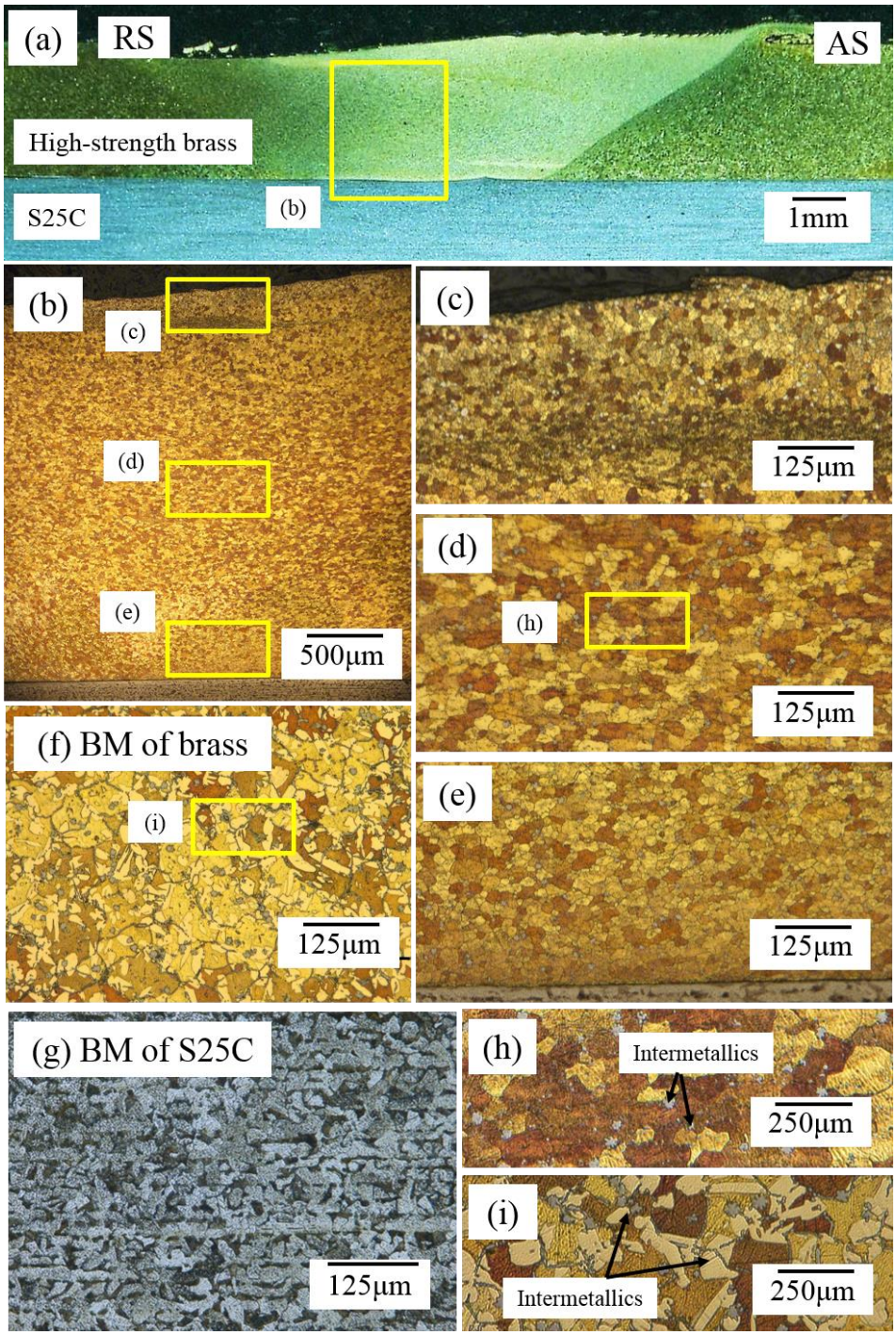


Fig. 5.4 Microstructures in cross section of FSW high-strength brass/steel lap joint at a tool force 9.8 kN, tool rotation speed 1500 rpm, welding speed 500 mm/min, SD 15 mm, PD 6 mm and probe length 2.9 mm using WC-Co tool.

高力黄銅 SZ の結晶粒径は 64 黄銅と同様に母材部に比べて著しく微細化されていた. (b)は(a)中の SZ 部分である黄色の四角範囲の拡大であり，さらに(c), (d)および(e)はそれぞれ図中の SZ 表面部, SZ 中心部および SZ 界面近傍のミクロ組織を示す. SZ 部ではどの領域でも結晶粒が微細化していた．また母材では結晶粒界に析出していた化合物は，接合後は SZ 部では均一に分散されており，またそのサイズは微細化さえっる傾向にあった．継手接合界面の形態は平滑界面であり，S25C と高力黄銅とが撹拌混合された層状組織は認められなかった.

5.3.2 接合部形成に及ぼすツール形状の影響

64黄銅とS25Cの重ね接合の検討結果より，継手破断荷重に対してはPDが大きく，SDが小さいPD 10 mm およびSD 15 mmのツールが良好であった．そこで高力黄銅とS25Cの重ね接合継手に対しても，同じPD 10 mmおよびSD 15 mmのツールを用いて, Fig. 5.2で示して適正接合条件である接合速度500 mm/minおよびツール回転速度1250 rpmの条件で接合した重ね継手の外観写真および断面写真をFig. 5.5に示す．Fig. 5.5 (a)に示すように，PDを6 mmから10 mmに増加しても滑らかな接合部表面が得られた．その継手断面写真をFig. 5.5(b)に示す．接合部幅は約7.2 mmであった．材料内部および接合界面に欠陥は観察されず，高力黄銅とS25Cの無欠陥重ね接合が可能であった.

Fig. 5. 6はプローブ径10 mm，ショルダー径15 mmの同一形状のツールを用いた高力黄銅/S25C継手と64黄銅/S25C継手(第4章で述べたデータ)の接合強度を比較して示す．なお接合条件は，接合速度は500 mm/minと同じ条件であり，回転速度のみ高力黄銅に対しては1250 rpm 64黄銅に対しては1000 rpmである．すなわち，高力黄銅の方が64黄銅よりも入熱量が多い条件である.入熱量の大きい高力黄銅/S25C継手と入熱量が小さい黄銅/S25C継手の接合強度はほぼ同じ値であった.

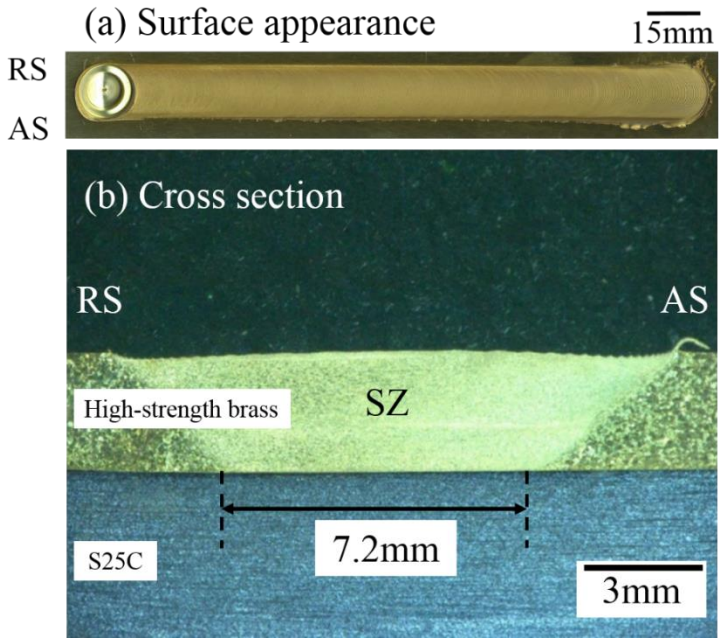


Fig. 5.5 Surface appearances and cross-sections of joints welded with 1250 rpm, 500 mm/min, 9.8 kN and the tool with SD 15 mm, PD 10 mm and probe length 2.9 mm.

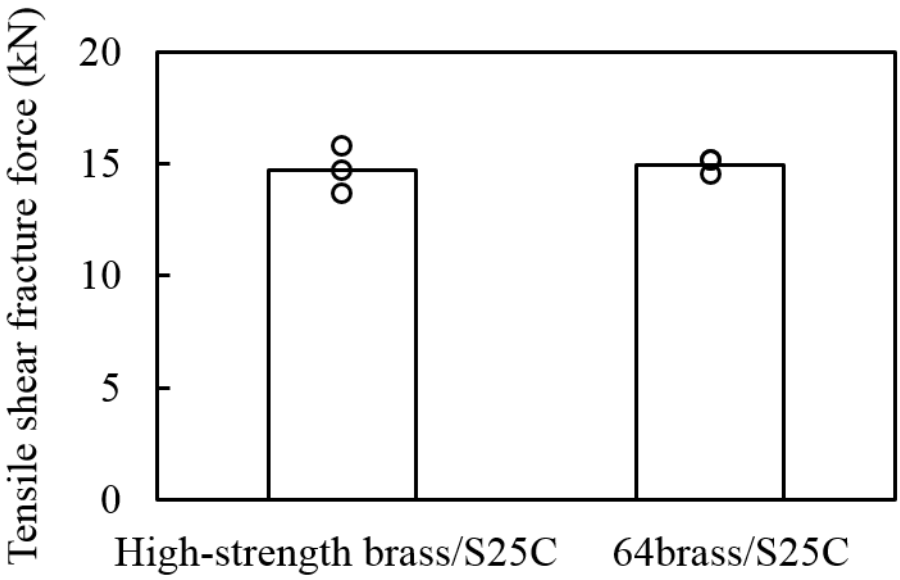


Fig. 5.6 Tensile shear fracture load of the lap joints which welded with same tool with SD 15 mm and PD 10 mm, but different tool rotation speeds of high-strength brass/S25C:1250 rpm; 64Brass/S25C:1000 rpm at a same welding speed of 500 mm/min.

引張せん断試験後の破断面を比較してFig. 5.7(a)および(b)に示す．高力黄銅/S25C継手の破断面(a)において，(b)の64黄銅の場合と同様にS25C表面に高力黄銅が明らかに付着しており，64黄銅/S25C継手と同様に破断は高力黄銅のSZと考えられる．同一サイズのツールを用いて，より大きな入熱量の条件で接合しても，高力黄銅の接合部幅は7.2 mmであり，64黄銅の8.4 mmよりも狭くなった．しかし，高力黄銅の強度は64黄銅よりも高いため，相対的に，64黄銅/S25C継手とほぼ同様な接合強度になったと考えられる．

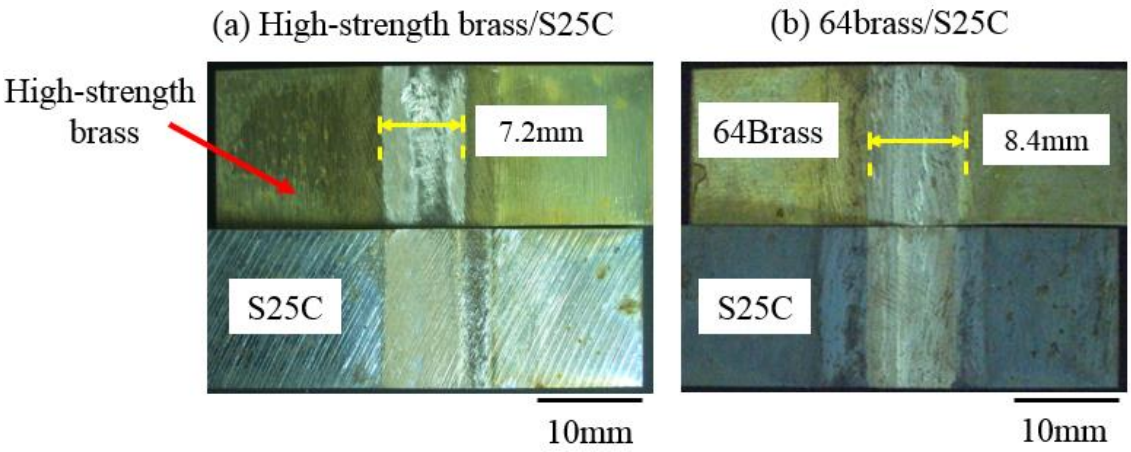


Fig. 5.7 Fracture surfaces of the lap joints which welded with same tool with SD 15 mm and PD 10 mm, but different tool rotation speeds of high-strength brass/S25C:1250 rpm; 64Brass/S25C:1000 rpm at a same welding speed of 500 mm/min.

5. 3. 3 FSWによる高力黄銅とS25Cの重ね異材接合部の微細構造と接合機構

Fig. 5.8(a)に回転速度 1250 rpm および接合速度 500 mm/min, SD 15 mm-PD 10 mm のツールを用いて接合した継手の接合界面の TEM 写真を示す．Fig. 5.8(b)-(i)は Fig. 5.8(a)の EDX 元素面分析結果を示す．これら面分析結果より，高力黄銅と S25C の接合界面が確認された．接合界

面にそって層状に Al, Si および Mn の濃化層が認められた．また接合界面近傍の高力黄銅中に微細な粒状に Si, Mn および Fe 元素の濃化部分が観察された．しかし，この濃化部分は Fig. 5.1 に示した母材におけるものとは異なり, Ni の濃化は観察されなかった．このような接合界面近傍の高力黄銅側に確認された微細な粒状組織は WC-Co プローブと S25C との接触により S25C 界面よりこすり取られた粒子状 Fe が高力黄銅中に巻き込まれて界面近傍に留り，さらに高力黄銅中の合金元素と反応したものであると考えられる．

Fig. 5.8 (a)中の点 1, 2 および 3 部分の拡大写真を Fig. 5.9 に示す．点 1 および 2 は界面近傍の Si, Mn および Fe 粒状濃化部分であり，点 3 は接合界面の Al, Si, Mn 濃化部分である．それぞれの EDX 点分析の結果を Table 5. 3 に示す．いずれも Si を主成分とし，これに Fe, Al, Mn が含まれたものであった．また, Al, Si, Mn および Fe 元素の集中現象を認められた．また, Fig. 5.8(a)中の接合界面における EDX の線分析結果を Fig. 5.10 に示す. Cu, Zn および Fe の相互拡散現象は 64 黄銅/S25C 継手の接合界面と同様であった．Al, Si および Mn の顕著な濃化が認められたことから接合界面は Fe, Al, Si および Mn よりなる化合物層と考えられる．その厚さは 50 から 200 nm と薄いために, CP-Ti/SPCC の場合と同様に化合物層が形成されていたにもかかわらず継手破断荷重は比較的高い値を示したものと推察される．

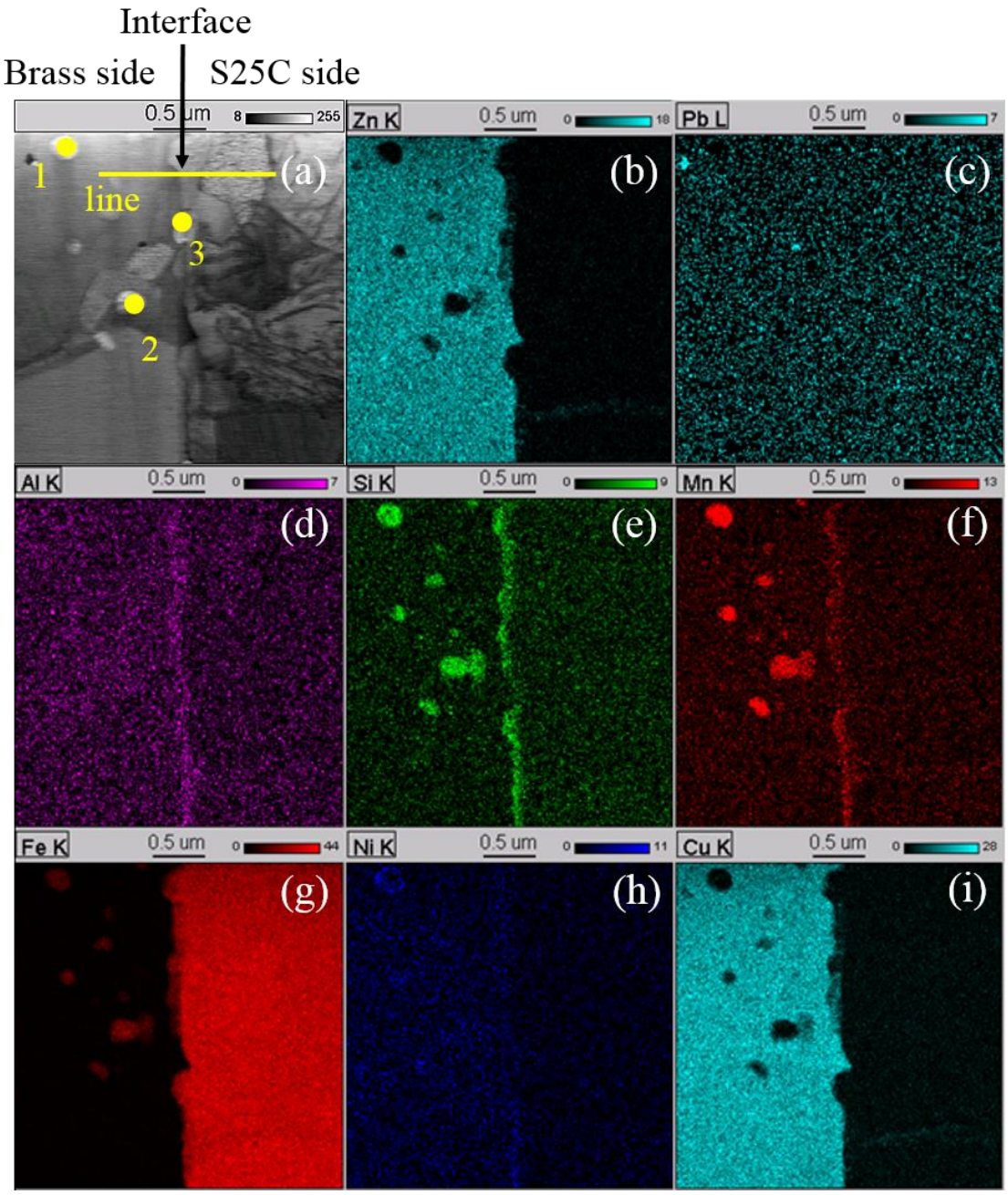


Fig. 5.8 Element mapping at the interface of the joint welded with SD 15mm and PD 10mm, (a) TEM bright field image of the interface, (b) Zn, (c)Pb, (d)Al, (e)Si, (f)Mn, (g)Fe, (h)Ni and (i)Cu, respectively.

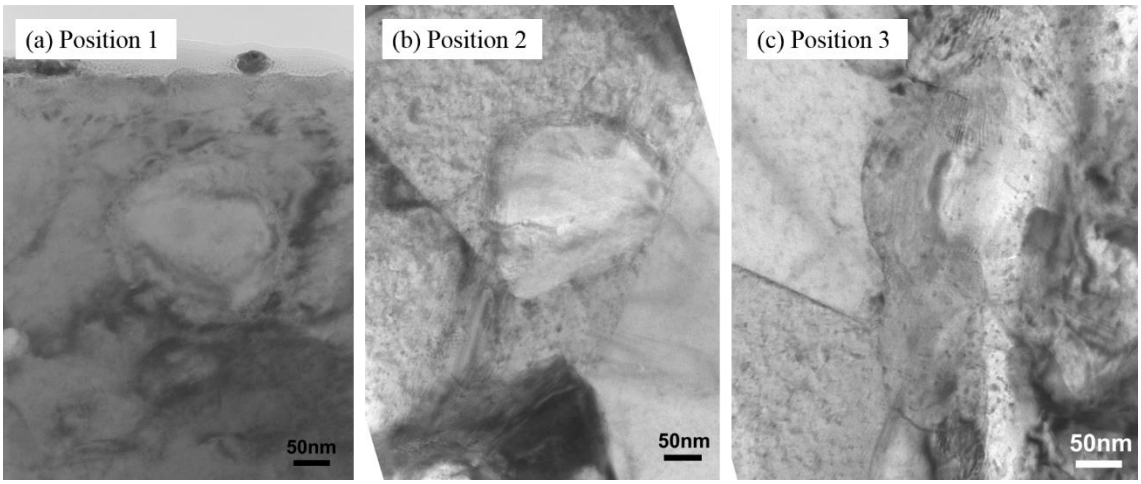


Fig. 5.9 the higher magnified TEM bright field image of point 1-3 in Fig. 5.8 (a).

Table 5.3 Elemental analysis results (at. %) of at the positions from point 1 to point 3 in Fig. 5.8 (j).

point	Al -K	Si -K	Mn -K	Fe -K	Ni -K	Cu -K	Zn -K	Pb -L
1	4.1	71.8	10.3	11.1	0.7	1.9	0.1	0.0
2	8.1	66.6	5.3	16.9	0.8	2.2	0.2	0.0
3	20.6	54.4	1.8	14.1	0.6	6.5	2.0	0.0

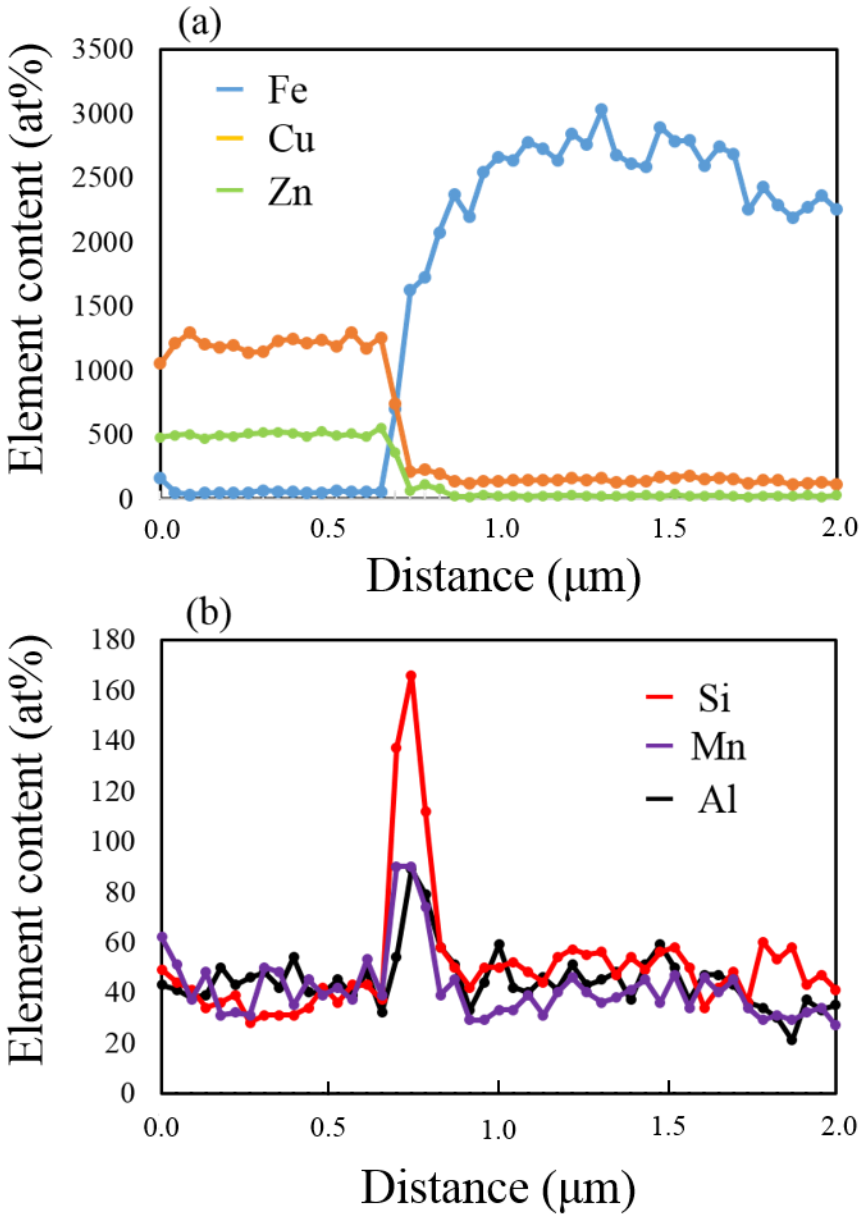


Fig. 5.10 Results of line analysis of element across the interface, (a) the results of Fe, Cu and Zn (b) the results of Si, Mn and Al.

5. 4　結言

板厚3 mmの高力黄銅を上板とし，板厚5 mmのS25Cを下板として摩擦撹拌接合法によって重ね接合を行い，継手形成，接合界面の微細組織および継手強度に及ぼす接合条件およびツール形状の影響を検討するとともに，その接合の機構について検討した結果，以下の結論を得た．

(1) 高力黄銅と S25C の FSW を用いた重ね接合は可能であった．プローブ長 2.9mm の WC-Co ツールを用いた場合，ツール荷重 9.8kN では入熱パラメータ Q が 2.5 から 3.5 の範囲で接合欠陥のない良好な接合継手が得られた．この条件範囲は 64 黄銅よりも全体として高入熱側に移行した．また過剰入熱条件では大きなバリの発生が認められ，一方過少入熱条件では接合継手は得られなかった．

(2) 適正接合条件の接合部断面ミクロ組織観察において，SZ の結晶粒は母材の結晶粒と比べ著しく微細化した．高力黄銅母材では結晶粒界に析出していた化合物は SZ 中では均一に分布した．

(3) TEM および EDX 分析結果により，接合界面には厚さ約 50~200 nm の Fe, Al, Si および Mn で構成される化合物層の形成が認められた．

(4) 継手引張せん断試験において，継手破断はマクロ的には継手接合部で破断し，またミクロ的には接合界面近傍の高力黄銅の SZ 部分で破断した．

参考文献

1) 椙山正孝, “非鉄金属材料”, コロナ社 (1963) 37.

第 6 章　　結論

本研究では，固相接合である FSW を用いて，工業的に重要な異材継手の組合せであり，かつ金属間化合物を形成しやすい代表的なものとして鉄鋼材料とチタンの異材継手を，また 2 相分離型状態図を形成し，化合物を形成しない代表的なものとして鉄鋼材料と銅合金との異材接合をそれぞれとりあげ，その接合特性に関する研究を行い，接合条件と接合継手強度や形成組織との関係を明らかにした.さらに接合継手界面の微細構造の解析を行い，それぞれの異材組合せにおいて良好な接合継手が得られる接合界面構造を明らかにした．本論文で得られた成果は各章ごとに要約しているが，主な結果を下記に総括する．

第 1 章は緒論であり，本研究の背景，目的および本論文の構成について述べている．

第2章では，板厚1.0 mmのCP-Tiと板厚3.2 mmのSPCCを摩擦撹拌接合法によって接合し，重ね継手形成，接合界面微細組織および継手強度に及ぼす接合条件の影響を検討するとともに，その接合の機構について検討した結果，以下の結論を得た．

(1) 適正な接合条件ではCP-Tiを上板として，SPCCを下板としてFSWを用いた重ね接合は可能であり，滑らかな表面を有する接合部で，かつ継手引張試験においてCP-Ti母材破断を呈する良好な継手が得られた．

(2) 接合速度および回転速度により，FSW中の入熱量は制御され，入熱不足の条件ではCP-TiとSPCCの重ね継手は形成されず，また，入熱過多の条件ではCP-Tiがツールに凝着して，表面に溝状欠陥を発生した．

(3) 接合速度の増加および回転速度の減少に伴い，FSW過程中の入熱量

が減少し，継手破断強度は低下した．

(4) 一定接合条件下では，プローブ長さの増加に伴い，プローブ先端と下板SPCCの表面との接触が増加し，過度の接触では接合部表面に溝状欠陥を発生した．逆にプローブ長さが不足する場合は，継手が形成されないが，或いは形成されてもFSW過程中に接合界面付近のCP-Tiの塑性流動が不十分となり，接合界面にトンネル状欠陥が発生した．

(5) FSWによるCP-Ti/SPCC重ね継手の接合界面形態は，両者が混合されない平滑界面と撹拌混合された界面の2種類に分類された．いずれの継手もCP-Ti母材で破断し，母材と同等の引張強度が得られた．

(6) 金属間化合物としてFeTi，もしくはFe_2Tiが形成しているにもかかわらず良好な継手強度を示した理由として，平滑界面ではこれらの金属間化合物がβ-Tiと共存して，極薄い層状に形成されていたこと，また，混合層状界面では全体としての界面層厚さは約300 μmと厚いにもかかわらず，金属間化合物はβ-Tiと共存した薄い層状であり，かつ比較的厚い帯状のβ-Tiとサンドイッチ構造を構成している．

第3章では，板厚1.0 mmのCP-Tiと板厚3.2 mmオーステナイト系ステンレス鋼SUS304を摩擦撹拌接合法によって接合し,継手形成,接合界面の微細組織および継手強度に及ぼす接合条件の影響を，CP-Tiと炭素鋼SPCCとの継手と比較，検討するとともに，その接合機構について検討し，以下の結論を得た．

(1) 適正な接合条件を用いることによりCP-Tiを上板として，オーステナイト系ステンレス鋼SUS304を下板としたFSWによる重ね接合は可能であり，SPCCを下板とした継手の場合と同様にCP-Ti母材破断を示す良好な継手が得られた．

(2) 接合速度および回転速度により，FSW中の入熱量は制御され，入熱不足の条件では重ね継手は形成されず，また，入熱過多の条件では

CP-Tiがツールに凝着して,表面に溝状欠陥を発生した.

(3) 合金元素の添加量が多いものほど熱伝導率は小さくなる傾向にあり，同一接合条件ではCP-TiとSUS304との接合界面温度はCP-TiとSPCCとの接合界面温度により高いと思う．そのため，熱不足となる境界は，SUS304はSPCCより低入熱側に移行しており,適正条件範囲は若干拡大した.

(4) いずれの接合条件においてもCP-Ti/SUS304接合継手の界面には，界面反応層が複層構造で存在した．界面反応層はCP-Ti側からβ-Ti層, Ti_2Ni層, TiFe, $TiFe_2$およびσ-CrFeの混合層と認められた.

(5) FSWによるCP-Ti/SUS304重ね継手の接合界面形態は，両者が混合されない平滑界面と撹拌混合された界面の2種類に分類された．いずれの継手もCP-Ti母材で破断し，母材と同等の引張強度が得られた.

(6) 荷重9.8 kNおよびツール回転速度250 rpm一定条件下における，接合速度を変化させ，接合した継手に対してピール試験を行った結果はいずれの条件でも接合界面で破断した．平滑な界面を有する継手である接合速度50 mm/minにおいて，最も高い破断強度が得られた．これより接合速度が遅くても，速くてもピール強度は低下した.

(8) ピール試験後の CP-Ti 側の破面では，母材である α-Ti に加え，界面反応層である β-Ti, Ti_2Ni, TiFe および $TiFe_2$ の存在が認められ，SUS304 の母材である γ-Fe 等の存在は認められなかった．SUS304 側の破面では，母材である γ-Fe および α'-Fe に加え，界面反応層である β-Ti, Ti_2Ni, TiFe および $TiFe_2$ の存在が認められた.

第4章では，板材3 mmの64黄銅を上板とし，板厚5 mmのS25Cを下板として摩擦撹拌接合法によって重ね接合を行い，継手形成，接合界面の微細組織および継手強度に及ぼす接合条件およびツール形状の影響を検討するとともに，その接合機構について検討した結果，以下の結論を得た.

(1) 滑らかな接合部表面を有し，また接合欠陥のない良好重ね継手は，接合速度とツール回転速度を制御することにより得ることができた． 入熱過多の条件では接合部表面に大きなバリの形成や溝状欠陥が形成し，入熱過少の条件では継手は形成されなかった．

(2) プローブ長さを2.9 mm一定とし，SD 15 mmおよび20 mmに対して，PDを6, 8 および10 mmと変化させた5種類のツールを用いて，同一接合条件下で接合欠陥のない良好な接合継手が得られた．接合界面はいずれも平滑界面形態を呈した．

(3) 黄銅側SZの結晶粒径はいずれの条件で母材よりも減少した．また溶接速度の増加とともに減少し，PDおよびSDの増加とともに増加した．

(4) 黄銅側SZの平均硬さはHall-Petch則により，結晶粒径$^{-1/2}$に比例した．

(5) 接合界面には反応相としての金属間化合物は認められず，64黄銅/S25CのFSWによる重ね継手の接合機構はお互いの合金元素の相互拡散層の形成によるものであることが明らかになった．

(6) 継手引張せん断試験結果において，継手破断部はいずれの接合条件においてもマクロ的には継手接合部界面であり，またミクロ的には接合界面近傍の黄銅SZ部であった．またその破面は延性破壊を示すデインプル形状であった．

(7) 継手引張せん断破断荷重は，接合速度の低下，およびPDおよびSDの増加により増加した．これは接合部幅の増加によるものである．

(8) 重ね継手の単位接合面積当りの接合強度はPDおよびSDの増加とともに，いずれの場合も減少した．これは破断部である黄銅側SZ部の結晶粒径増加に伴う材料強度の低下によるものである．

第5章では，板厚3 mmの高力黄銅を上板とし，板厚5 mmのS25Cを下板として摩擦撹拌接合法によって重ね接合を行い，継手形成，接合界面の微細組織および継手強度に及ぼす接合条件およびツール形状の影

響を検討するとともに，その接合の機構について検討した結果，以下の結論を得た．

(1) 高力黄銅と S25C の FSW を用いた重ね接合は可能であった．プローブ長 2.9mm の WC-Co ツールを用いた場合，ツール荷重 9.8kN では入熱パラメータ Q が 2.5 から 3.5 の範囲で接合欠陥のない良好な接合継手が得られた．この条件範囲は 64 黄銅よりも全体として高入熱側に移行した．また過剰入熱条件では大きなバリの発生および過少入熱条件では接合条件は得られなかった．

(2) 適正接合条件の接合部断面ミクロ組織観察において，SZ の結晶粒は母材の結晶粒と比べ著しく微細化した．高力黄銅母材では結晶粒界に析出していた化合物は SZ 中では均一に分布した．

(3) TEM および EDX 分析結果により，接合界面には厚さ約 50~200 nm の Fe, Al, Si および Mn で構成される化合物層の形成が認められた．

(4) 継手引張せん断試験において，継手破断はマクロ的には継手接合部で破断し，またミクロ的には接合界面近傍の高力黄銅の SZ 部分で破断した．

第 6 章では，本研究で得られた成果について総括を行っている．

謝辞

本研究は平成 24 年 4 月から平成 26 年 12 月末まで大阪大学 接合科学研究所 加工システム研究部門 エネルギープロセス学分野にて行ったものである．本研究を遂行するにあたり，懇切に御指導と御鞭撻を賜った大阪大学 接合科学研究所 教授 中田 一博 博士に心より感謝申し上げます．

また，本論文に貴重な御助言と御教示を賜りました大阪大学 接合科学研究所 教授 藤井 英俊 博士，同教授 伊藤 和博 博士に深く感謝申し上げます．

本研究を遂行するあたり，適切な御助言，御指導を賜りました，大阪大学 接合科学研究所 加工システム研究部門 エネルギープロセス学分野特任 助教 永塚 公彬 博士に心より感謝するとともにお礼申し上げます．

本研究を遂行するにあたり， 試料を提供して頂きました， 株式会社小松製作所 天野 昌春 氏および柴田 良貴 氏に深く感謝するとともにお礼申し上げます．

TEM 解析において，適切なご助言，ご指導を賜りました，大阪大学接合科学研究所 微細構造解析室長 高橋 誠 博士に深く感謝するとともにお礼致します．

大学生活において大変お世話になりました，本研究室秘書 柏原 美佐緒 氏に心より感謝致します．

研究室の良き先輩として，数多くのご指導，御助言を賜りました，大阪大学接合科学研究所特任研究員 劉 峰超 博士に心より感謝致します．

研究室にて，良き後輩として公私にわたってお世話になりました，大阪大学大学院博士前期課程卒業生(現株式会社小松製作所) 松山 敏和 氏，大阪大学大学院博士前期課程 2 年 北川 大喜 氏，田中 宏宜 氏，

大阪大学大学院博士前期課程 1 年 石田 和也 氏，大阪大学 4 年 藤本 貴大 氏，三輪 剛士 氏に深く感謝致します．

最後に，研究の間をさまざまな点で支えてくれた家族に感謝します．

研究業績

原著論文目録

1. Y. Gao, K. Nakata, K. Nagatsuka, F.C. Liu and J. Liao, “Interface microstructural control by probe length adjustment in friction stir welding of titanium and steel lap joint”, Materials and Design, 65 (2015) 17-23.
2. Y. Gao and K. Nakata, “Microstructural characterization and mechanical properties of friction-stir-welded dissimilar lap joint of CP-Ti and steel”, Proceeding of IJSJW2013, November, 6-8, 2013, Osaka, Japan, P259-265.
3. Y. Gao, T. Tsumura and K. Nakata, “Dissimilar welding of titanium alloys to steels”, Transactions of JWRI, 41 (2012) 7-12.
4. K. Ishida, Y. Gao, K. Nagatsuka, M. Takahashi and K. Nakata, “Microstructures and mechanical properties of friction stir welded lap joints of commercially pure titanium and 304 stainless steel”, Journal of Alloys and Compounds, (in press).
5. Y. Gao, K. Nakata, K. Nagatsuka, Y. Shibata and M. Amano, “Achieving high property friction stir welded brass/steel lap joint by optimizing FSW tool dimension”, Journal of Materials Processing Technology, (Initial date submitted in 9/18/2014, revised 1 from 11/27/2014, Date revision due:2/25/2015).
6. Y. Gao, K. Nakata, K. Nagatsuka, Y. Shibata and M. Amano, “Effect of welding speed on the dissimilar lap joint properties of brass and steel by friction stir welding”, Science and Technology of Welding and Joining, (under review, initial date submitted in 11/10/2014).

学会発表

1. 高業飛, 石田和也, 永塚公彬および中田一博, “摩擦撹拌接合によるチタンとステンレス鋼の異材接合に関する研究”, 2014 年度日本溶接学会秋季全国大会, (2014).
2. Y. Gao and K. Nakata, “Microstructural characterization and mechanical properties of friction-stir-welded dissimilar lap joint of CP-Ti and steel”, IJSJW2013, November, 6-8, 2013, Osaka, Japan.