解 説

EBSDによる摩擦攪拌接合部のミクロ組織解析

Microstructure Analysis of Friction-stir Weld by Electron Back-Scatter Diffraction

 東北大学 名誉教授
 粉川博之

 (現:上海交通大学 講席教授)
 Hiroyuki Kokawa

し はじめに

溶接・接合部は、一般に急熱急冷の熱サイクルにより場所 的時間的に異なる熱履歴を経るため不均質な材料組織分布 を有する。材料特性は組織に密接に関係することから、組織 分布に伴って特性も場所によって異なり、溶接・接合部の材 料組織と分布を把握することはその特性を制御する観点で も重要である。一方、アーク溶接はもとよりレーザ溶接や摩 擦攪拌接合など溶接・接合プロセスの進歩も著しく、それぞ れミクロ組織の特徴や分布も多岐にわたる。近年の組織解析 技術の発達により、溶接・接合部からも、高定量性、高分解 能、広範囲、その場の組織情報が得られつつあり、把握の難 しかった溶接・接合部のミクロ組織と分布もより詳細に明 らかになってきている。ここでは、発達普及の著しいEBSD (Electron Back-Scatter Diffraction)を用いた組織解析技術 の摩擦攪拌接合部への適用例について紹介する。

2.1 背景と目的

摩擦攪拌接合 (Friction Stir Welding; FSW) は、非消耗の 接合ツールと呼ばれる棒状の工具を高速で回転させながら被 接合材と接触させ、材料との摩擦熱を利用して接合する固相 接合プロセスである¹⁶⁾。溶融・凝固に伴う欠陥発生がなく、 接合ひずみが小さいなどさまざまな利点を有するため、1991 年開発の直後からアルミニウム合金を用いた輸送機器を中心 にさまざまな産業分野で目覚しい実用化と発展を遂げてい る。FSW過程では、その接合原理から、局所領域に摩擦熱と 塑性ひずみが導入されるため、接合部は極めて不均一な組織 分布を示す。接合部の諸特性は、この不均一な組織分布に支 配されるため、FSW 過程での組織形成機構を知ることは基 礎的にも実用上も極めて重要である。

EBSD法はバルク状試料の広範囲な領域から高精度な結晶

東北大学 教授	佐藤	裕
	Yutaka S.	Sato

方位情報を得る手法であり、FSW のような局所的な熱加工 履歴によってもたらされる不均一組織分布の解析に極めて有 効である。ここでは、FSW によって得られる組織的特徴のう ち、「攪拌部における微細な等軸再結晶粒の形成」および「局 所的なミクロ集合組織形成」を EBSD 法を用いて調べた結果 について紹介する^{7.8}。

2.2 FSWの接合原理と特徴

FSWの原理を図1²⁰に模式的に示す。接合ツールは径の大 きいショルダ部と先端のプローブ部からなる。接合ツールは プローブのみが材料に押入れられ、接合すべき突合せ面に 沿って移動させる。このとき、被接合材料を裏当て板で拘束 し、固相の状態を維持しながら、回転ツールが引き起こす塑 性流動によって接合を行う。

FSW を行った試験片の接合方向に垂直な断面写真を図 2^{2,9)}に示す。 接合中心には、攪拌部と呼ばれる結晶粒径が数 µm 程度の微細な等軸再結晶粒組織が形成される。攪拌部の 外側には、塑性流動により結晶粒が伸びた形状を持つ熱加工 影響部 (Thermo-Mechanically Affected Zone; TMAZ) が存 在する。その外側には、塑性変形は受けないが、熱影響を受



図1 FSWの原理の模式図²⁾

けている熱影響部 (Heat Affected Zone; HAZ) が見られる。

FSW には、固相接合、接合変形が小さい、難接合材である 高強度アルミニウム合金や鋳造合金の接合も可能、開先の接 合前処理が不要、ヒューム、スパッタ、有害光線の発生がな い、気孔、割れなどの溶融・凝固に起因する欠陥発生がない、 攪拌効果による結晶粒微細化、溶加材が不要、などの特長が あるため、鉄道車両、ロケット燃料タンク、自動車部品、船舶、 橋梁の製造技術として広く利用されるに至っている^{1,2)}。

FSWでは、母材から攪拌部に至る組織変化が極めて急峻で あるとともに、塑性流動に伴う激しい結晶回転を伴うため、 EBSD法による方位解析技術の適用が極めて有効であり、こ れまで数多くの研究報告例¹⁰²⁶⁾がある。

2.3 微細な等軸結晶粒組織の形成機構

攪拌部には、転位密度の低い微細な等軸結晶粒組織が形成 される。この組織的特徴から、微細な等軸粒はFSW中に導入 される摩擦熱と塑性流動に起因した再結晶によって形成され ると言われている¹⁾。しかし、母材組織が微細な等軸結晶粒組



B.熱影響部 (HAZ)

C.熱加工影響部 (TMAZ): サブグレインを有する加工組織

D.攪拌部 (Stir Zone): 微細再結晶粒組織

図2 2024AI 合金 FSW 部の断面(a) と組織分類(b)^{2,9)}

織へ遷移する過程は詳細に理解されていなかったことから、 EBSD法を用いた結晶粒組織の形成機構解析が行われてきた。

Prangnellらは、2195アルミニウム合金のFSW過程におけ るミクロ組織形成機構をEBSD法で解析した¹⁰⁾。FSWでは、 回転ツールによって固相攪拌された組織が、後の冷却過程で 静的粒成長することから、冷却の影響を極力減らして固相攪 **拌過程での組織変化を明瞭化するため、ストップアクション** 法が用いられている。ストップアクション法は、FSWの途 中でツール回転を強制停止すると同時に冷媒にて被接合材 を急冷する手法である¹⁰⁻¹²⁾。ストップアクション法で得られ た2195Al合金FSW部のツール前方部から得られたEBSD結 晶方位マップから、ツールの接近に伴って導入ひずみと温度 が上昇し、母材組織が微細粒組織へ変化する様子が観察され た。まずツール前方の母材の粗大な結晶粒内に変形バンドが 導入され、母材結晶粒が横に引き伸ばされ、さらには結晶粒 内に小角度粒界が導入される。さらにツールに近づくと、横 に引き伸ばされた母材結晶粒が小角度粒界によって分断され ることが示されている。小角度粒界は、攪拌後の冷却過程で 静的な焼鈍しの影響により大角度粒界へ遷移することから、 微細な等軸結晶粒の形成は連続再結晶により特徴付けられる ことが報告¹⁰⁾された。

ストップアクション法の他にも、FSW部の母材部から攪 拌部に至る広範囲な領域のEBSD解析を行うことにより、結 晶粒組織形成機構を検討することができる。例えばMironov らはFSW部の母材部~攪拌部に至る領域から結晶方位マッ プを得て、微細粒の形成機構を議論している¹³⁻¹⁷⁾。図3³に 純鉄FSW部の接合方向に垂直な断面マクロ写真を示すが、 接合中心部に欠陥のない攪拌部が形成されている。図4 (a) は、図3に示した断面マクロの攪拌部中央に対してEBSD解



図3 純鉄FSW部の断面マクロ写真¹³⁾



図4 純鉄 FSW 部の EBSD 結晶粒界マップ (a) (左) と逆極点図 (b) (右)¹³⁾

析して得られた結晶粒界マップであり、図4 (b) は同一領域 の逆極点図マップである。結晶粒界マップにおいて、黒線は 方位差15°を超える大角度粒界、赤線は方位差2~15°の小角 度粒界を示している。また、逆極点図マップはマップ垂直方 向に対する結晶方位により色付けしており、図5¹³⁾の右下に 示した逆極点図を参照している。攪拌部中央には、小角度粒 界を多く含む結晶粒の中に、微細で等軸的な結晶粒が形成さ れている。結晶粒界マップから、小角度粒界で囲まれた領域 (亜結晶粒)の形態とサイズは大角度粒界で囲まれた微細な 等軸粒と近いことがわかる。また、逆極点図マップにおいて、 多くの結晶粒は同色で色づけされていることから、攪拌部中 央は強い集合組織を有していることがわかる。攪拌部内にお いては、中央に限らず強い集合組織が形成されており、接合 ツール回転による単純せん断変形の痕跡と見られる。図5は 後退側(図3の断面マクロにおける左側)の攪拌部から母材 部にかけての組織変化を逆極点図マップで示したものであ る。ここで、黒線は方位差15°以上の大角度粒界、白線は方 位差2~15°の小角度粒界を示している。図5の左側に見える 母材組織は等軸的な粗大粒を呈し、結晶粒内に下部組織を含 まないが、攪拌部に近づくにつれて、結晶粒内への小角度粒 界の導入、初期粗大粒の伸長、小角度粒界による伸長粒の分 断、等軸的な微細結晶粒の形成と遷移している。この組織変 化は結晶粒のサブディビジョンに代表される連続再結晶の特 徴を持つ。すなわち、母材には粗大な等軸結晶粒組織が存在 しているが、攪拌部に近づくにつれて、母材の粗大な結晶粒 組織は引き伸ばされるとともに、結晶粒内に多数の小角度粒 界が導入される様子が観察される。引き伸ばされた結晶粒内 の小角度粒界が結晶粒を分断し、攪拌部に近づくほど小角度 粒界が大角度粒界へと遷移していることから、2195アルミニ ウム合金と同様、連続再結晶が支配的であると述べられてい 3¹³⁾。

連続再結晶による微細結晶粒の形成は純チタン¹⁴、Ti-6Al-4V合金¹⁵⁾おいても観察されているが、β型チタン合金¹⁶⁾や スーパーオーステナイト系ステンレス鋼¹⁷⁾の場合には、大角 度粒界の波打ちから微細粒が形成する不連続再結晶が支配的 であり、また、マグネシウム合金¹²⁾では連続再結晶と不連続 再結晶が共存すると報告されている。

2.4 ミクロ集合組織解析

FSWの塑性流動は極めて複雑であり、直接観察は難しい。 しかし、一般の金属結晶材料の塑性変形と同様にすべり変形 によって生じ、すべり変形は最稠密面上の最稠密方向に優先 的に起こるため、塑性流動に起因した局所的なミクロ集合組 織分布が生まれる。そのため、ミクロ集合組織分布の解析に より塑性流動挙動を推測することができる¹⁸²⁰。

図6¹⁸⁾は6063アルミニウム合金FSW部の母材部と攪拌部 中央から得られた {111} 極点図を示している。FSWにより 攪拌部には母材と全く異なる方位成分が得られており、これ は典型的な単純せん断集合組織成分と一致することが示され



図6 6063AI合金の母材 (左図) と FSW 部 (右図) のミクロ集合組織 分布¹⁸



図5 純鉄FSW部の母材から攪拌部にわたるEBSDマップ¹³⁾



図7 AZ61Mg合金FSWの母材部(a)と攪拌部中央(b)から得られた (0002)と(1010)極点図部のミクロ集合組織分布²⁰



図8 AZ61Mg合金FSW部の(0001) 底面集合組織分布²⁰⁾

た。さらに、このミクロ集合組織成分はツールのプローブ周 りを囲むように形成されていることから、FSW中の材料は プロープ表面に沿った単純せん断によってツール回転方向に ほぼ平行に流動していた可能性を示唆している。

ミクロ集合組織分布は、hcp構造を有するマグネシウム合 金において、より顕著に表れる。図7²⁰ にAZ61マグネシウ ム合金FSWの母材部と攪拌部中央から得られた (0002) と (1010) 極点図を示す。マグネシウム合金においても、FSW により母材とは全く異なる集合組織が形成されているが、そ の強い異方性に起因して結晶方位の集積度は極めて高くなっ ている。マグネシウム合金の主すべり面である (0001) 底面 が、攪拌部の (0002) 極点図の中央付近に存在し、(0001) 底 面は攪拌部内では図8²⁰ のように楕円球面が重なるように分 布することから、この場合にもFSWの塑性流動を回転ツー ル周りの単純せん断変形によって特徴付けられる。このよう なミクロ集合組織分布が継手特性に影響を及ぼすことがあ る。例えば、AZ61マグネシウム合金FSW部の硬さはほぼ均 質であるにも拘らず、板厚中央部から板状試験片を切り出し



図9 AZ61Mg合金FSW 継手の引張破断部の集合組織²¹⁾



図 10 ストップアクションした AZ31Mg 合金 FSW 部のミク 口集合組織の板厚分布¹²⁾

て継手の横引張試験を行うと、強度・伸びともに母材より低 くなった²¹⁾。そのFSW部のミクロ集合組織を図9²¹⁾に示す が、破断部では底面が引張方向から45度傾いていることから 他の部分に比べて変形し易いことが継手強度劣化につながっ たものと考えられる。しかし、撹拌部のミクロ集合組織分布 は、回転ツールのプローブのみならずショルダにも影響を受 ける。例えば、図10¹²⁾にAZ31マグネシウム合金FSW撹拌部 の逆極点図を接合方向の縦マクロ断面で示すが、撹拌部の板 厚上部はツールショルダの影響を、板厚下部はツールプロー ブの影響を受けたせん断変形によるミクロ集合組織分布を呈 している。ツール形状や接合条件を選択することで、ミクロ 集合組織の分布を制御できる可能性があることが示唆され る。

単純せん断変形の痕跡は、他のアルミニウム合金^{19,22,23)}に 加えて、純鉄¹³、チタンおよびチタン合金^{14-17,2426)}など数多く のFSW部において確認されている。

3 おわりに

鉄鋼材料をはじめとした多結晶材料の諸特性はミクロ組織 と密接な関係を持つ。ミクロ組織情報は材料特性を知るため に必要であり、特性制御に不可欠である。ミクロ組織情報の 質として求められるのは、高精度(高定量性)、微小領域(高 空間分解能)かつ広範囲(広い分布状態)などであるが、化学 組成情報に比べて結晶方位情報に関しては幾分後れを取って いた感がある。しかし、近年のEBSD法の急速かつ目覚まし い発展普及により、結晶方位分布情報と化学組成分布情報を 組み合わせた有効な材料研究や議論が可能になってきた。さ らに、EBSD法の局所的な結晶方位変化を利用した高分解能 かつ高精度なひずみ測定法が提案されてきており^{7,27)}、局所 的なひずみ分布解析も行われてきている。特に、溶接・接合 部のように不均質な材料組織分布が特性分布をもたらす研究 対象には、化学組成と結晶方位の高精度な分布情報の併用が 大いに威力を発揮するものと期待される。

本稿で取り上げたFSWは溶融溶接法の欠点を補える接合 法として認知されており、数多くの実用化例も存在する固相 接合技術であるが、摩擦攪拌中に生じる諸現象に関しては未 知な部分が多い。EBSD法は結晶粒組織形成や塑性流動に関 する知見をもたらすことができ、ミクロ組織や集合組織とそ れらの分布を詳細に解析する際の有効な手法である。今後、 FSW過程で相変態を伴う鉄鋼やチタン・チタン合金の組織 形成機構を理解するとき、EBSD 法はさらに強力な解析手段 として重要な役割を担うものと考える。

参考文献

- 溶接学会編:摩擦搅拌接合 FSW のすべて-, 産報出 版, (2006)
- 2) 佐藤裕, 粉川博之: 溶接学会誌, (2003), 27.
- 3) R.S.Mishra and Z.Y.Ma: Mater. Sci. Eng. R, 50 (2005), 1.
- 4) Friction Stir Welding and Processing, ed. by R.S. Mishra and M.W. Mahoney, ASM International, Materials Park, OH, USA, (2007)
- 5) R. Nandan, T. DebRoy and H. K. D. H. Bhadeshia : Prog, Mater. Sci., 53 (2008), 980.
- 6) Friction stir welding from basics to applications, ed.by D.Lohwasser and Z.Chen, Woodhead Publishing Limited, Cambridge, UK, (2010)
- 7)溶接学会溶接冶金研究委員会編:新版溶接・接合組織写 真集,(2013),701.
- 8) 溶接学会溶接冶金研究委員会編:溶接学会技術資料 No.16「溶接冶金現象のシミュレーションと可視化」, (2016)

- 9) C.J.Dawes : Proc. 6th Intern. Weld. Sympo. of JWS, JWS, Nagoya, (1996), 711.
- P.B. Prangnell and C. P. Heason : Acta Mater., 53 (2005), 3179.
- R.W.Fonda, J.F.Bingert and K.J.Colligan : Scr. Mater., 51 (2004), 243.
- 12) U.F.H.R.Suhuddin, S.Mironov, Y.S.Sato, H.Kokawa and C.-W.Lee : Acta Mater., 57 (2009), 5406.
- S. Mironov, Y.S. Sato and H. Kokawa : Acta Mater., 56 (2008), 2602.
- 14) S. Mironov, Y.S. Sato and H. Kokawa : Acta Mater., 57 (2009), 4519.
- 15) S. Mironov, Y.S. Sato and H. Kokawa : Scr. Mater., 59 (2008), 27.
- 16) S. Mironov, Y. S. Sato and H. Kokawa Mater. Sci. Eng. A, 527 (2010), 7498.
- 17) S.Mironov, Y.S.Sato, H.Kokawa, H.Inoue and S.Tsuge : Acta Mater., 59 (2011), 5472.
- 18) Y.S.Sato, H.Kokawa, K.Ikeda, S.Jogan and T.Hashimoto : Metall. Mater. Trans. A, 32 (2001), 941.
- 19) D.P.Field, T.W.Nelson, Y.Hovanski and K.V.Jata : Metall. Mater. Trans. A, 32 (2001), 2869.
- 20) S.H.C.Park, Y.S.Sato and H.Kokawa : Metall. Mater. Trans. A, 34 (2003), 987.
- 21) S.H.C.Park, Y.S.Sato and H.Kokawa Scr. Mater., 49 (2003), 161.
- 22) R.W.Fonda, K.E.Knipling and J.F.Bingert : Scr. Mater., 58 (2008), 343.
- 23) U.F.H.R.Suhuddin, S.Mironov, Y.S.Sato and H.Kokawa: Mater. Sci. Eng. A, 527 (2010), 1962.
- 24) Y.Zhang, Y.S.Sato, H.Kokawa, S.H.C.Park and S.Hirano : Sci. Technol. Weld. Joining, 15 (2010), 500.
- 25) K. E. Knipling and R. W. Fonda : Scr. Mater., 60 (2009), 1097.
- 26) R. W. Fonda and K. E. Knipling : Acta Mater., 58 (2010), 6452.
- 27) A.J.Wilkinson, D.J.Dingley and G.Meaden : Chapter
 17 in "Electron Backscatter Diffraction in Materials
 Science" (2nd ed.), ed. by A.J. Schwartz, M. Kumar,
 B.L. Adams and D. P. Field, Springer, (2009), 231.

(2018年6月18日受付)