

マルチスケール力学特性評価アプローチを用いた 異種材料接合界面破壊機構の解明

大阪大学 大学院工学研究科

助教 松田 朋己

(2022 年度 奨励研究助成 (若手研究者枠) AF-2022035-C2)

キーワード：界面反応層，異種材料接合，力学特性評価

1. 研究の目的と背景

カーボン排出量削減を目指した製品軽量化のため、異種材料接合によるマルチマテリアル構造化に関する研究が進められてきた。特に、鋼とアルミニウム合金の組み合わせを代表とする金属間化合物(IMC)形成型の異種金属接合では、両材料の拡散に伴って接合界面に形成されるIMC層に関連した界面破壊によって、マクロ接合体の機械的特性が支配されていることが知られている。特に、接合プロセスまたは接合後における保持環境に由来する入熱により金属間化合物は成長し、その厚さの増大に伴って界面強度が低下することが報告してきた。このIMC層成長に伴う破壊要因として、IMCの結晶方位の配向、IMC層内部でのき裂・欠陥形成、層成長によるき裂進展経路の限定などが提示されている^{1,2)}。このようなIMC形成型異種材料接合部において、十分な継手強度を獲得するため、従来の大部分の研究は、接合プロセス制御に基づいて金属間化合物層を含む中間層をナノスケール化するためのアプローチを検討してきている。

IMCに由来する脆性的瞬時破壊に関する課題解決に向けて、著者は異種材料接合界面部における局所力学特性に着眼した。一般にIMCは金属と比べて硬く、連続的き裂進展が生じない条件下の微小スケールでは高強度金属よりも高強度を示すという特長的な力学特性を発現することが明らかにされている³⁾。加えて、界面剥離破壊が生じる薄板間の異種材料スポット接合部では、通常、厚いIMC層を有し、その層内部での界面脆性破壊が生じる継手であっても、軟質な金属母材(アルミニウム合金)の板厚の減少に伴って界面破壊からプラグ破断へと破壊形態が推移することが明らかとなっている⁴⁾。すなわち、金属間化合物の局部特性および界面から母材への変形・破壊挙動制御の両立によって、脆性的界面破壊の抑制を実現できるものと推定される。

そこで本研究では、自動車において主に適用される鋼/アルミニウム合金スポット接合(摩擦搅拌点接合)における界面剥離モード破壊を対象に、マイクロスケール凹凸構造を有したIMC層による界面破壊挙動改変を実証する。異種材料接合部への凹凸構造付与は、金属/樹脂接合・接着を代表として、接合界面へのアンカー効果発現または接合面積増大に伴う機械的特性の改善に関する研究が多く報告されている。しかしながら、脆弱なIMC層が存在する異

種材料界面におけるマイクロ構造の影響は研究対象となっていない。この破壊誘導挙動を明らかにするため、本研究では一般的なマクロスケール剥離破壊評価に加え、電子顕微鏡内での破壊挙動的観測が可能なマイクロスケール剥離試験アプローチを新たに実施した。

2. 実験方法

2・1 供試材料および接合方法

接合対象となる供試材料として、A6061アルミニウム合金ならびに合金化亜鉛めっき鋼を用いた。各供試材の板厚はそれぞれ1.6 mm, 1.2 mmである。合金化亜鉛めっき鋼とアルミニウム合金における固相異種材料接合では、めっき層のFe-Zn系IMC層中のZnとAlの置換反応によりAl-Fe系IMCが形成されることがわかっている。そこで本研究では、ファイバーレーザ照射により、予めめっき層にマイクロ溝加工を形成し、このめっき層を反応させることで溝形状を有する界面層を形成した。表1に用いたレーザの加工条件を示す。後述の通り、接合には摩擦搅拌点接合法を用いたため、溝加工を200 μm間隔の螺旋状に施した。溝加工を施した鋼板を下側、アルミニウム板を上側として、摩擦搅拌点接合法によって異種材料接合を行った。接合に用いたツールおよびピンの径はそれぞれ12 mm, 3.0 mmであった。摩擦搅拌点接合では、回転速度3000 rpm、荷重4000 Nとしてアルミニウム側からツールを挿入した。一般に、ツール挿入量が増大すると、母材残厚の減少に伴って継手の破壊モードは界面破断からプラグ破断へと推移する。本研究では、界面形態制御による破壊挙動の改変を狙いとしたため、ツール挿入量をパラメータ(1.0-1.3 mm)とした破壊形態評価を行うことにより、界面破断を呈する接合条件を選定した。

表1 レーザ照射条件

波長 (nm)	パワー (W)	パルス幅 (ns)	周波数 (kHz)	走査速度 (m/s)
1064	20	120	60	1.0

2・2 評価方法

継手のマクロ強度評価には、十字引張試験を実施した。十字引張試験における変異速度は1.0 mm/minであった。また、十字引張試験中の破壊挙動を調べるため、除荷試験

も併せて行っている。破壊形態評価および断面組織観察には、エネルギー分散型X線分光分析(EDX)装置が付属した走査型電子顕微鏡(SEM)観察を行った。

上述のマクロ特性評価に加えて、形成溝に由来する局所破壊挙動評価を行うため、SEM内マイクロ剥離試験を構築・実施した。図1に集束イオンビームを用いて接合部より採取したマイクロ剥離試験片のSEM観察像を示す。十字引張試験で生ずる剥離破壊を模擬するため、切欠きを導入した試験片に対する単軸引張を行うことで、切欠き先端からの剥離破壊を誘起し、その過程をその場観察することにより破壊に及ぼすマイクロ構造の影響を評価した。



図1 マイクロ剥離試験に用いた試験片形状

3. 実験結果

3・1 接合条件選定および界面構造制御

はじめに、界面破壊を生じる継手を作製するため、ツール挿入長を変化させた際の破壊形態を調べた。図2に摩擦搅拌点接合におけるツール挿入量と十字引張強度および破壊形態の関係を示す。ツール挿入量が小さい場合には界面破断を呈するのに対し、ツール挿入量の増大に伴って、継手強度の変化は認められないものの、破壊形態は界面破断からプラグ破断へと変化することがわかった。これは、ツール挿入量の増大に伴ってアルミニウム残厚が小さくなつたためであると考えられる。本研究では、界面破断を示す継手に界面構造を付与することによる破壊形態制御を狙っている。そこで以降では、界面破断を示したツール挿入量1.2 mmの接合条件に絞って検討を行った。

図3にレーザ照射による界面構造形成過程を示す。はじめに、図3(a)に、ファイバーレーザ照射後の鋼表面の断面観察結果を示す。ファイバーレーザ照射によって鋼表面に存在するめっき層の一部除去することで、めっき層に凹凸形状を形成した。図3(b)に、加工済鋼とアルミニウムを用いて摩擦搅拌点接合を行って作製した継手の断面観察結果を示す。(a)に示した接合前形状と同様の溝が形成されることが認められた。これは前述の通り、融点の高いFe-Zn系IMC層を有する鋼とアルミニウムの異種固相接合では、当該IMC層の溶融が困難であるために、IMC層の摩耗的除去がない場合においては、置換による界面反応層形成がなされたためであると考えられる。

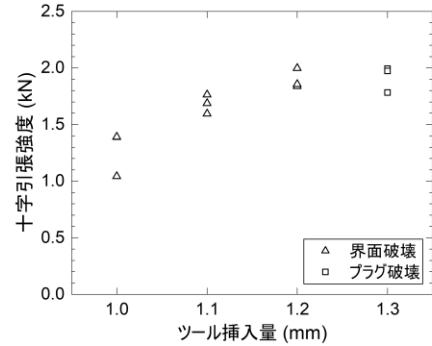


図2 摩擦搅拌点接合におけるツール挿入量と
十字引張強度および破壊形態の関係

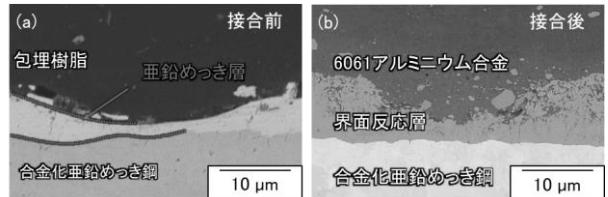


図3 レーザ照射による界面構造形成方法。
(a) レーザ加工後の鋼断面組織. (b) 継手断面組織.

3・2 溝形成によるマクロ破壊挙動変化

図4に十字引張試験により得られた荷重変位曲線を示す。十字引張強度の観点では、溝加工を施した継手よりも加工を施していない継手において、より高い強度が得られることが認められた。これは、溝形成領域に残存した亜鉛に由来するものと考えられる。しかしながら、両継手の最大荷重後の荷重低下挙動に着目すると、通常の継手では最大荷重後に即座に荷重低下を示すのに対し、溝加工済継手では、最大荷重後においても少なからず荷重を保持する様子を示した。

最大荷重後の荷重保持要因を探るため、破面に対する組織観察を行った。図5は鋼側破面における端部近傍のSEM/EDX分析結果を示す。SEM観察像に示されるように、破面においても一定間隔で凹凸形状が存在していることが認められた。EDX分析結果より、凸部はアルミニウムが鋼側に付着して形成したものであり、通常の継手で認められるIMC近傍破断とは異なる破壊形態であることがわかった。特に、EDXによるZn分析において、Al内破断領域とZnの重畠は小さいことがわかる。この結果より、Al内破壊はZnの存在に由来して形成された欠陥を要因として生じたものではなく、溝形成に伴うIMC層厚さの不均一性によって生じたものであると推察される。

十字引張試験時の最大荷重後におけるき裂の進展挙動を調べるために、最大荷重後に除荷試験を行い、継手断面組織の観察を行った。その結果を図6に示す。図に示されるように、マイクロ溝を形成した領域近傍のアルミニウム内において、き裂が停滞している様子が観察された。また、

IMC層が薄く形成された領域において、IMC層を進展するき裂がAl/IMC界面へ進展し、局所的な延性破壊を経ながらAl/IMCを進展し、最終的にAl内へ遷移する様子が認められた。

以上のマクロスケールでの継手評価結果より、マイクロ溝加工による不均一IMC層形成によって、脆性的なき裂進展を抑制できることが示唆された。そこで、この抑制機構を調べるために、マイクロ剥離試験を実施した。

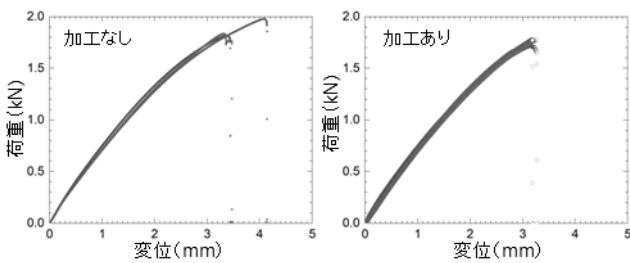


図4 十字引張試験における荷重変位曲線

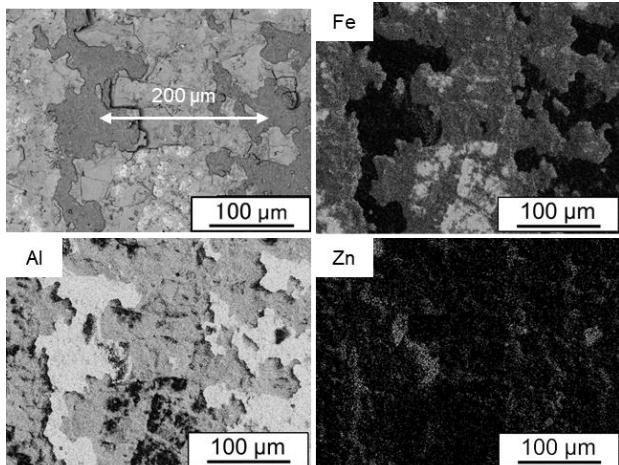


図5 十字引張試験後の鋼側破面SEM観察
およびEDX分析結果

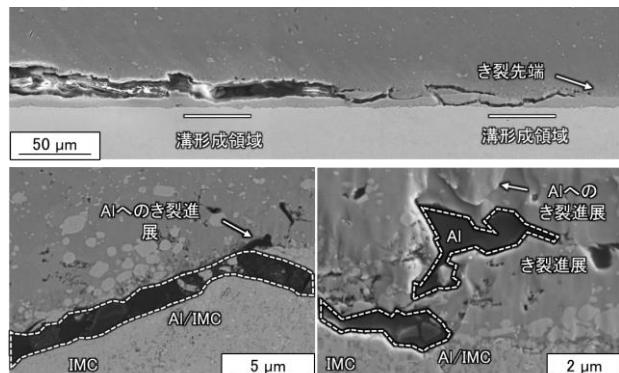


図6 除荷試験によるき裂進展過程観察結果

3・3 マイクロ力学試験による破壊挙動評価

図7にマイクロ剥離試験前後の継手観察結果およびマイクロ剥離試験時の荷重変位曲線を示す。狙い通り、導入切り欠きを起点として界面近傍への剥離破壊を誘起することに成功した。また、荷重変位曲線に示されるように、マイクロ剥離試験時において、き裂が進展する領域の組織に応じて荷重低下や荷重保持する様子が認められた。これはマクロでの破壊形態に一致している。図8に溝形状を有するIMC部において、き裂進展挙動が変化した様子を示す。もともとIMC/AI界面を進展していたき裂が、き裂先端がIMC層部に達した際、そのままIMC層には突入せずにAI内へとき裂が退避した様子が認められた。すなわち、AI/IMC界面を脆的に進展するき裂は局所的にIMC層が

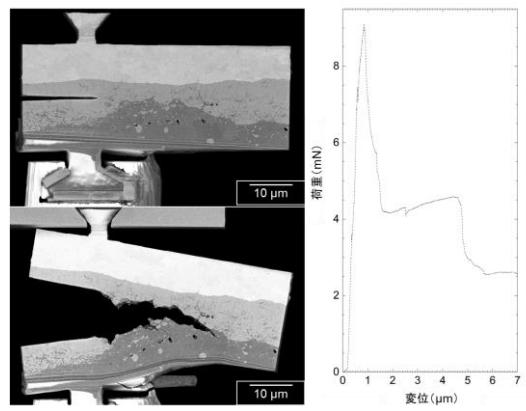


図7 マイクロ剥離試験前後の継手観察結果
および荷重変位曲線

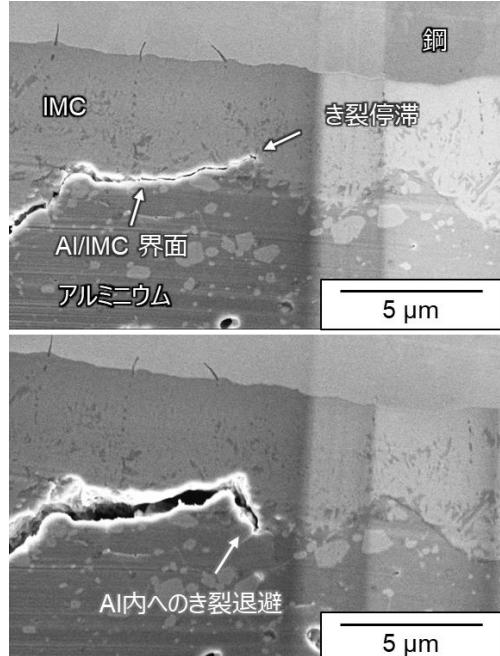


図8 マイクロ剥離試験その場観察によって認められた
界面マイクロ溝に由来するき裂停滞・退避挙動

不均一に形成された領域で停滞することが明らかとなつた。き裂が IMC 層に到達した際、IMC 層と比べて相対的に低強度なアルミニウムの変形が優先され、その結果として延性的にアルミニウム内へとき裂が進展したものと考えられる。すなわち、異種材料接合界面における局所的なき裂進展挙動は、き裂先端に存在する材料種の変形能に依存すると考えられ、本検討のように積極的な界面構造制御によって破壊挙動を改変できるものと考えられる。

4. 結言

本研究では、鋼/アルミニウム合金摩擦攪拌点接合における界面剥離モード破壊を対象に、マルチスケール力学特性評価アプローチを用いることで、マイクロスケール凹凸構造を有した IMC 層による界面破壊挙動改変を行うとともに、その破壊機構を明らかにすることを目的とした。結果として、IMC 層へのマイクロ溝形成により、マクロ継手において、脆性界面でのき裂進展の効果的抑制ならびに高延性的アルミニウム母材側へき裂逸脱を引き起こすことができた。さらに、マイクロ剥離試験を新たに構築し実施した結果、き裂は当初 IMC 層内部を進展するものの、マイクロ溝によって一時的に停止するとともにアルミニウム

側へと逸れた。これは IMC に比べ変形能の高いアルミニウムにおいて変形が誘起されたためであると考えられる。

謝 辞

本研究を遂行するにあたり公益財団法人天田財団より 2022 年度奨励研究助成（若手研究者枠）(AF-2022035-C2) を頂きました。ここに心より感謝の意を表します。

参考文献

- 1) H. Xia, L. Li, C. Tan, J. Yang, H. Li, W. Song, K. Zhang, Q. Wang, N. Ma, Materials & Design 224 (2022) 111320.
- 2) T. Matsuda, T. Ogaki, K. Hayashi, C. Iwamoto, T. Nozawa, M. Ohata, A. Hirose, Materials & Design 213 (2022) 110344.
- 3) T. Matsuda, T. Sano, M. Munekane, M. Ohata, A. Hirose: Scripta Materialia 186 (2020) 196.
- 4) R. Singh, A. Choudhary, N. Arora : Manufacturing Letters 41 (2024) 457.