

論文・解説

14

アルミニウム／樹脂異種材料点接合の強度特性に及ぼす 表面処理の影響

Effect of Surface Treatment on Strength Properties of Aluminum/CFRTP Spot Joining

田中 耕二郎^{*1} 小川 裕樹^{*2}
Kojiro Tanaka Yuki Ogawa

要約

自動車車体のマルチマテリアル化を実現するため、摩擦攪拌点接合を応用してアルミニウムと樹脂を接合する研究を進めている。本報では強度特性に及ぼすアルミニウム表面処理の影響をせん断引張試験、疲労試験、恒温恒湿試験、冷熱衝撃試験を行い調査した。化学結合力向上及びアンカー効果付与を主目的としたアルミニウム表面処理2種について比較評価を実施した結果、2種ともに無処理材と比較して強度特性や信頼性は向上し、バラツキも低減する傾向を示した。樹脂母材由来の接着性は材料によりさまざまであるが、本接合技術を使用する場合はアルミニウム表面処理と組み合わせて使用することでロバスト性の向上が可能である。

Summary

In order to realize multi-material body, we are conducting researches on joining of aluminum and carbon fiber reinforced thermoplastic resin by using friction stir spot welding. In this report, the effects of aluminum surface treatment on strength properties were investigated by conducting shear tensile strength tests, fatigue tests, constant temperature and humidity tests, and thermal shock tests. As a result of comparative evaluation of two types of aluminum surface treatment for the purpose of improving chemical bond strength and giving anchor effect, both types showed a tendency to improve strength properties and reliability, and reduce variation, compared to the non-treatment material. Although the adhesiveness derived from the resin matrix components varies depending on the material, it is possible to improve robustness by using it in combination with aluminum surface treatment when using this joining process.

Key words : Materials, Aluminum alloy, Polymer material, Joining, Weight reduction

1. はじめに

1.1 背景

世界各国の厳しいCO₂排出量規制や電動化への対応を目的に、自動車車体の軽量化の要求は年々高まっている。軽量化を実現するための手段の一つに車体のマルチマテリアル化がある。鋼板車体をベースにアルミニウム、樹脂材料など異なる材料をそれぞれの特性を活かしながら適材適所に使用することで、車体に求められる性能の確保やコストとの両立を図りながら軽量化することが可能となる。車体をマルチマテリアル化する際の課題として、熱ひずみの抑制やガルバニック腐食防止などに加えて重要となるのが異種材料接合技術の確立である。自動車への量産適用を考慮した接合技術の開発において、可能な

限りリベットなどの副資材を使用しないことやロボットによる自動化が可能であることなど、製造コストや生産性を含めて検討する必要がある。

1.2 摩擦攪拌点接合の金属／樹脂接合への応用

異種材料の組合せの中で、今後自動車への採用増加が見込まれるアルミニウムと熱可塑性繊維強化樹脂の接合では、手法の一つとして摩擦熱を利用した研究が進められている⁽¹⁾⁻⁽³⁾。マツダではこれまでアルミニウム同士やアルミニウム／鋼板の組合せにおいて、プローブ付きの回転ツールを使用した摩擦攪拌点接合技術（Friction Stir Spot Welding, FSSW）を実用化してきた（Fig. 1）。この技術を応用し、回転ツールをアルミニウム側に押し当て重ね合わせた相手側の樹脂を溶融させる溶着法がアルミニウム／樹

*1 技術研究所
Technical Research Center

*2 広島大学
Hiroshima University

脂の摩擦熱による点接合技術である。樹脂中に含まれる官能基とアルミニウム表面の酸素リッチ層との化学結合など、いくつかのメカニズムにより接合されると推測されており、直接接合することにより副資材が不要になることや製造ラインに適用しやすいメリットがある (Fig. 2)。

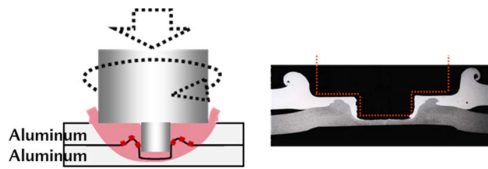


Fig. 1 Aluminum/Aluminum Joining by FSSW

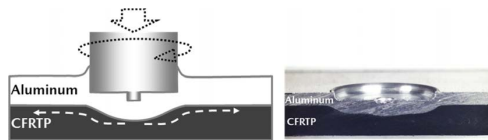


Fig. 2 Aluminum/CFRTP Joining by FSSW

アルミニウムと樹脂の間の接合強度は、各素材の成分や表面状態、また、周囲の環境を含めた接合の条件によって決まり、それらを適正に制御することで実用強度を得ることができる。また、素材へのさまざまな表面処理と組み合わせることで強度特性を向上させることが可能である。

本報では、接合部の強度特性や耐久信頼性の向上を目的とし、アルミニウム側に施す表面処理の効果を調査するとともに適用の可能性を検討した。

2. 実験方法

2.1 評価材料

アルミニウム (以下アルミ) には板厚 1.2mm の A5052-H34 材を使用した。酸洗材を基準材とし、表面処理はアルミの接着性改善を目的に開発されたポリオレフィン系有機被膜処理と樹枝状陽極酸化処理の 2 種類について比較評価を実施した。樹脂材料にはポリプロピレン (PP) に 40wt% の不連続炭素繊維を混合し、板厚 3.0mm に射出成形した材料を使用した。本材料を以下、CF-PP と表記する。PP 自体は官能基を持たずアルミと直接的な接着性を有さない。それに対し、今回使用した CF-PP は繊維の混合工程を含む材料製造時にアルミ表面と反応する官能基を含む成分が添加され、マトリックスとして溶着時の接着性が改善されたものとなっている。アルミと CF-PP の仕様詳細を Table 1 に示す。

Table 1 Material Properties

Material	TS(MPa)	EL(%)	E(GPa)	Remarks
A5052-H34(1.2t)	250	9	70	<ul style="list-style-type: none"> •Non treatment •Organic coating •Anodization treatment
CF-PP(3.0t) CF:40wt% φ7μm L2~3mm	100	0.6	17	Melting point:166℃ Decomposition temperature:280℃

今回評価したアルミ表面処理 2 種について、強度向上メカニズムの概要を次に示す。

(1) 有機被膜処理 (Organic Coating)

今回使用した CF-PP には官能基が含まれており、化学結合を主としたアルミ表面との接着力をもつ。この化学結合による接着力の向上を目的とするのが有機被膜処理である。本報では膜厚 2μm 相当のポリオレフィン系有機被膜処理材を評価した。接合界面に配置された有機被膜はツール/アルミ間の摩擦熱により熔融し、同様に熔融した CF-PP 表面と相溶する形で異種材料間は接合される (Fig. 3)。構造上はアルミ/CF-PP 間に接合強度を高める接着剤を介する形で接合されており、使用する場合は有機被膜種を樹脂母材種に合わせて選択することが重要となる。有機被膜と樹脂材料が適正に相溶しなければ有機被膜/樹脂間の十分な接合強度が得られず、結果、この表面処理により反対に接合強度を低下させる場合もある。

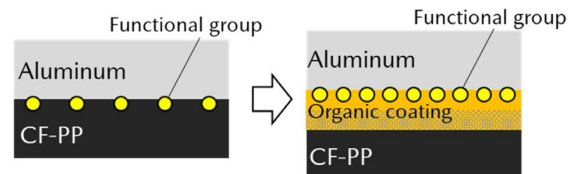


Fig. 3 Organic Coating

(2) 樹枝状陽極酸化 (Anodization Treatment)

陽極酸化は孔径約 30nm の微細な空孔をもつ処理層をアルミ表面に形成し、その層内に熔融樹脂が侵入することで主としてアンカー効果により強度を向上させる手法である。また、表面積が増えることで元々の接着性を高める効果も得られる。陽極酸化アルミの表面及び接合断面の写真と断面模式図を Fig. 4 に示す。

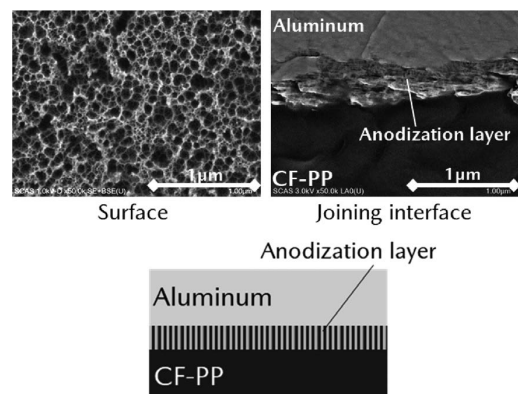


Fig. 4 Anodization Treatment

2.2 接合条件・試験片形状

接合にはツールの挿入方向の位置を制御可能な位置制御式摩擦攪拌点接合装置を使用し、径 2.0mm 高さ 0.35mm の先端プローブをもつホルダー径 10mm の回転ツールにより継手を作製した。今回設定した接合条件

のツール回転数、挿入速度及び挿入量について Table 2 にまとめる。

試験片形状はせん断強度及び耐久信頼性評価用は 30mm×100mm で重ね代長手 30mm、疲労試験用は 50mm×105mm で重ね代長手 40mm とし、それぞれ重ね部中央を Table2 の条件で接合した。

Parameter	Condition
Tool diameter	10mm
Rotation speed	3000rpm
Insertion speed	6.0mm/min
Insertion depth	1.0mm

2.3 評価方法

表面処理の効果を調査するために今回実施した試験方法の詳細を以下に示す。

(1) せん断強度試験

せん断引張時の試験速度は 10mm/min とし、専用の引張治具を使用し試験を実施した。この治具は負荷を純せん断で加えると同時に、接合界面近傍以外での樹脂母材破断を防止するためのものである。

(2) 疲労試験

荷重比 0.05 の部分片振り条件にてせん断引張疲労試験を実施した。試験回数は 10⁷ 回を上限とし、破断に至るまでの荷重別試験繰り返し数を調査した。また、併せて疲労試験前後の接合界面の状態についても断面及び破面観察を実施し、表面処理の影響を調査した。

(3) 耐久信頼性試験

自動車の使用環境を想定し、一定の高温高湿条件で保持する恒温恒湿試験、及び低温⇄高温の環境を繰り返し与える冷熱衝撃試験の 2 種類の耐久信頼性試験を実施した。試験片は室温放置で安定化させた後、せん断強度試験による比較を行った。2 種類の耐久信頼性試験の試験条件を Table 3 に示す。

Table 3 Endurance and Reliability Test Condition

Test	Condition
High temperature /High humidity	85°C/85%RH(672h)
Thermal shock	-40°C-0.5h 100°C-0.5h (500cyc)

3. 実験結果及び考察

3.1 せん断強度試験結果

アルミ表面処理材 2 種を含む計 3 種のアルミを使用した場合のせん断強度の比較を Fig. 5 に示す (n=3)。表面

処理がない場合と比較して、どちらの表面処理においても 1.5kN 以上強度が向上した。

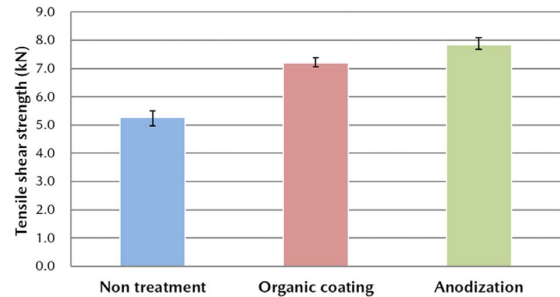


Fig. 5 Tensile Shear Strength

3.2 疲労試験結果

せん断引張疲労試験結果を Fig. 6 に示す。疲労限が約 2kN の基準材に対し、表面処理したアルミを使用すると静的強度と同様に疲労特性は向上し、破断回数のバラツキも低減する傾向を示した。また、その効果は陽極酸化処理の方が若干高い。

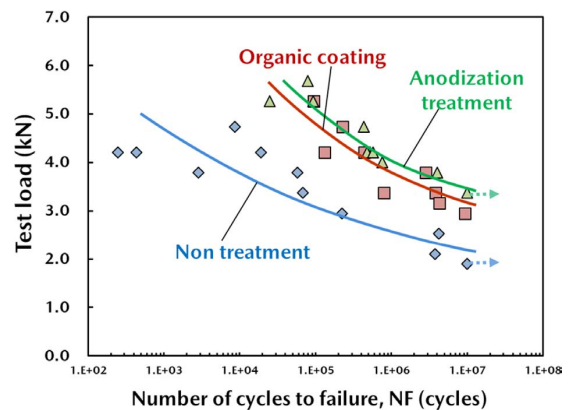


Fig. 6 Fatigue Property Curve (Test Load)

各仕様の疲労試験後の破断面写真と樹脂溶融範囲におけるアルミ側への樹脂附着面積率を Fig. 7 にまとめる。アルミ／樹脂接合の場合、接合中に溶融した樹脂が広がった範囲が接合領域となる。金属同士の接合で通常使用される抵抗スポット溶接など、他の一般的な点接合方法よりも接合径が大きくなるため、せん断強度に有利となる。

各仕様で接合条件及びそれによって決まる入熱量は一定のため溶融した樹脂の広がった範囲は同等であるが、その範囲内の接合状態は仕様ごとに異なっている。CF-PP の板厚内で破断し樹脂がアルミ側へ付着している領域の面積率を画像解析により算出すると、陽極酸化材が 60～65% と最も高く、その強度特性の向上効果を裏付ける結果となった。

続いて、疲労試験中における破壊起点からの亀裂進展の状態を調査するため、破断後のアルミ側破面における

起点付近の樹脂付着状態を観察した (Fig. 8)。破壊の起点は破断に至るまでの途中の試験回数で試験を停止したサンプルの断面を調査し推定したものである。この結果から、表面処理を施すことで亀裂は樹脂内部方向へ進展し、樹脂付着高さが増加していることが分かる。界面強度の向上により亀裂起点の近傍で樹脂の凝集破壊に変化していると考えられ、樹脂の付着高さは陽極酸化処理が最も高くなっていた。

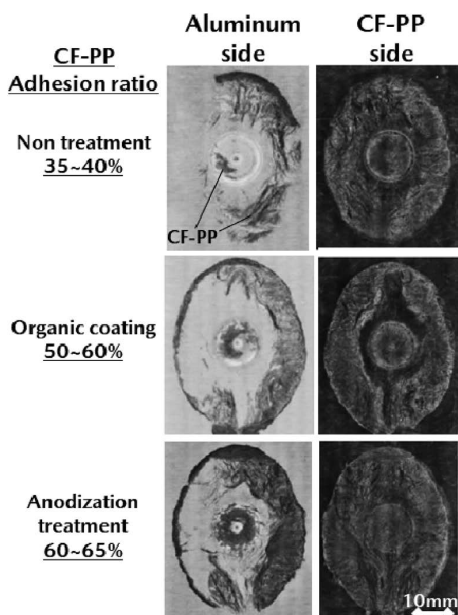


Fig. 7 CF-PP Adhesion Ratio on Aluminum

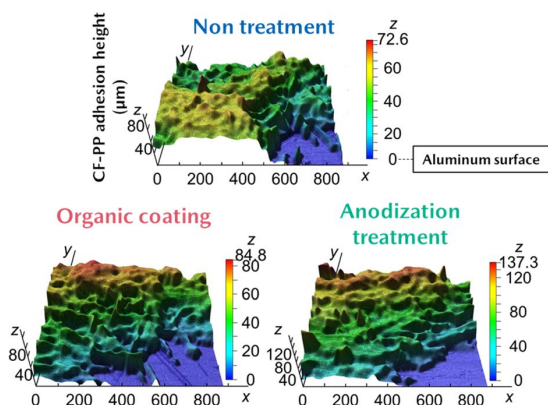


Fig. 8 State of Crack Growth near the Origin

陽極酸化処理したアルミと CF-PP の接合界面近傍について、EDX (エネルギー分散型 X 線分析) による成分ライン分析を行った結果を Fig. 9 に示す。CF-PP の主成分 C がアルミ表面の酸化層内に存在しており、樹脂が浸透していることが分かる。今回使用した CF-PP のような材料の場合、強度向上効果には主となるアンカー効果に加えて、接触面積拡大による樹脂母材成分に起因する接着力の向上も寄与していると考えられる。

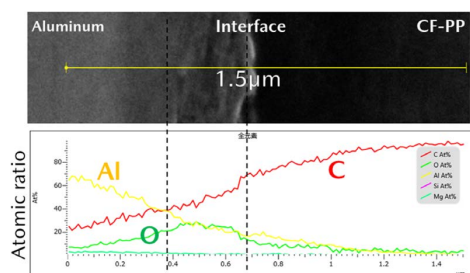


Fig. 9 EDX Line Analysis

3.3 耐久信頼性試験結果

恒温恒湿試験及び冷熱衝撃試験後に調査したせん断強度の比較結果を Fig. 10 にまとめる。本評価では樹脂母材破断を防止する治具を使用していない。そのため、接合界面でなく樹脂母材で破断した継手は破断強度のデータに上矢印のマーキングを付けている。

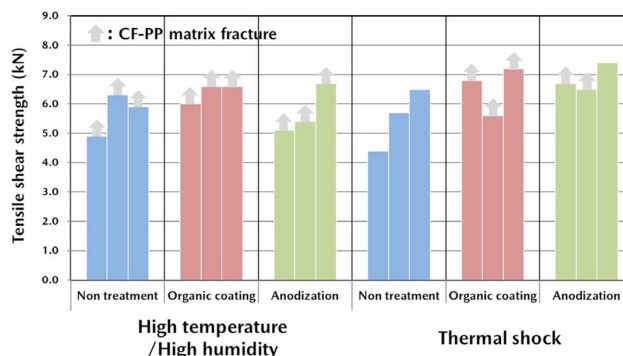


Fig. 10 Endurance and Reliability Test

2種の耐久信頼性試験の結果、基準材においても接合界面の極端な強度低下は生じなかった。多くが樹脂母材破断となっており、アルミ表面処理材を使用することで更に界面破断する継手は減少する傾向にある。樹脂種と表面処理の適切な選択により高い耐久性能を得られることが確認できたとともに、樹脂の母材破断強度のバラツキが大きいことから、今回評価したような環境下では樹脂材料の劣化による物性低下に注意する必要があると言える。

4. まとめ

摩擦熱を利用したアルミ/樹脂異種材料点接合について、その強度特性におよぼすアルミ表面処理の影響をせん断引張試験、せん断引張疲労試験、恒温恒湿試験、冷熱衝撃試験を行い調査した。

ポリオレフィン系有機被膜処理及び樹枝状陽極酸化処理の2種類について比較評価を実施した結果、ともに基準となる酸洗材に対して強度特性や耐久信頼性は向上し、バラツキも低減する傾向を示した。また、その効果は陽極酸化処理の方が若干高い結果となった。樹脂母材自体

に官能基を含み、特別な表面処理なしで要求されるせん断強度特性が得られる板組みの場合でも、ロバスト性向上や今回評価していない剥離強度等も考慮し、アルミ表面処理と組み合わせて使用することがより好ましいと考えられる。

本報で評価したものを含めた種々の表面処理材を自動車へ適用することを想定した場合、材料との相性に加えて、接合の工程まで効果を保持する安定性やコスト、処理施工性も考慮すべき要件となる。生産性やコストの要件を満たすことを前提としながら、使用する材料と適用する部位の要求特性に合わせて適切な表面処理種を選択することが、本接合手法のような金属と樹脂の直接接合では重要となる。

本研究に使用した2種の表面処理材を含むアルミニウム評価材の提供にご協力いただいた(株)UACJ様に謝意を表す。

本成果は国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の委託業務「革新的新構造材料等研究開発」の取り組みで得られた。

参考文献

- (1) 西口勝也, 田中耕二郎, 森田泰博, 杉本幸弘: アルミニウム/CF-PPの摩擦攪拌接合強度に及ぼす接合条件の影響, 軽金属学会第133回秋季大会講演概要, pp.213-214 (2017)
- (2) 永塚公彬, 斧田俊樹, 岡田俊哉, 中田一博: 摩擦重ね接合によるMg添加量の異なる種々のアルミニウム合金/樹脂の直接異材接合, 溶接学会論文集, 32巻, pp.235-241 (2014)
- (3) 岡田俊哉, 内田壮兵, 中田一博: 摩擦重ね接合によるアルミニウム合金と樹脂材料の直接接合特性に及ぼすアルマイト被膜処理の影響, 軽金属溶接, 53巻, pp.298-306 (2015)