

Al/Cu 大氣中拡散液化接合におよぼす 初期表面粗さの影響

平成 18 年 度

三重大学大学院工学研究科
博士前期課程 機械工学専攻

中 嶋 純 也

平成 18 年度 修士論文

Al/Cu 大気中拡散液化接合におよぼす 初期表面粗さの影響



三重大学大学院工学研究科
博士前期課程 機械工学専攻
中嶋 純也

目次

第 1 章	緒言	．．． 1
第 2 章	実験方法	．．． 3
2-1	供試材	．．． 3
2-2	試験片	．．． 3
2-2-1	試験片形状	．．． 3
2-2-2	初期表面粗さ	．．． 3
2-3	接合装置	．．． 3
2-3-1	接合装置概要	．．． 4
2-3-2	試験片の温度分布	．．． 4
2-4	拡散液化接合法	．．． 4
2-5	接合温度の決定	．．． 5
2-6	試験片設置方法	．．． 5
2-7	接合実験手順	．．． 5
2-7-1	Al/Cu 接合実験	．．． 5
2-7-2	Al/Cu 接合プロセス検討実験	．．． 6
2-8	接合実験条件	．．． 6
第 3 章	Al/Cu 接合プロセスの検討	．．． 7
3-1	Al/Cu 温度、変形履歴	．．． 7
3-2	SEM 画像・EPMA 解析による接合プロセスの検討	．．． 7
3-2-1	Al/Cu 接合過程	．．． 8
3-2-2	接合部で観察される組織	．．． 9
3-2-3	酸化膜生成過程	．．． 9
3-2-4	酸化膜分断過程	．．． 10
第 4 章	Al/Cu 接合実験結果	．．． 12

4-1	接合温度の影響	・・・12
4-2	初期表面粗さの影響	・・・12
4-3	試験片設置方向の影響	・・・13
4-4	最適初期表面粗さおよび接合面設置方向	・・・14
第 5 章	接合開始時間における初期表面粗さの影響についての検討	・・・15
5-1	試験片変形履歴による検討	・・・15
	変形履歴 3 段階における変位速度、保持時間の影響	
5-1-1	第 1 段階	・・・15
5-1-2	第 2 段階	・・・15
5-1-3	第 3 段階	・・・16
5-2	試験片設置方向の変位速度への影響	・・・16
5-3	EPMA 分析による接合断面、酸化膜厚さ検討	・・・17
第 6 章	考察	・・・19
第 7 章	結言	・・・21

第1章 緒言

主要な非鉄金属であるアルミニウムは、比強度が高いこと、耐食性、電気伝導性および熱伝導性が優れていることから、年々その適用分野は広がりつつある 1)。現在、アルミニウムの接合法に関して、ろう付け 2)、拡散接合 3)、摩擦圧接 4)、摩擦攪拌接合 5)などの研究がすすめられている。アルミニウムの接合に関しては、表面に生成された酸化膜が大きな影響をおよぼすことが知られている 6)7)。上述の接合法では真空・不活性ガス雰囲気による酸化膜の生成の抑制や機械的・化学的な酸化膜除去がその接合プロセスに含まれている。そのために、これらの方法では製品形状やその適用範囲が制限される。これまでに特別な酸化膜除去行わない低清浄度表面を用いた接合については明らかにされていない。

純銅は純アルミニウムとくらべて高い電気伝導性および熱伝導性を有するために電気導線や熱交換器などに広く使われている。銅製品の一部を純アルミニウムに置き換えた場合効率としては若干低下するものの、製品の軽量化に寄与できるものと考えられ、リサイクル性の観点からも様々な用途への適用拡大が進められている。

拡散液化接合とは、反応拡散により接合界面が液化する過程を利用した接合法である。著者らはこの方法を用いて、Al/Cu 異材接合を大気中低接合圧力によって実施できることを示した。しかしアルミニウムの接合において最も大きな問題は中間層に存在している金属間化合物と前述で記したようにアルミニウム表面に生成される酸化膜である。特に酸化膜は接合過程における接合面における原子移動の妨げとなることがよく知られている。さらに化学的にも安定であり、加熱を行うことで逐次成長する。よってこの酸化膜破壊の有無がアルミニウム接合における重要なポイントとなる。実験雰囲気中の酸素濃度を低下させることにより酸化膜被膜の成長を抑制することが可能だが、本研究では前述したように低清浄度表面を有するアルミニウムと銅の異材接合を検討するため大気中での実験を行うこととした。

本接合報では静的に接合面を加圧させるため、摺動による意図的な酸化膜破壊は期待できない。そのため、本接合プロセスにおいて酸化膜破壊および新生

面の生成を可能にさせる要因としては①金属と酸化膜との熱膨張差、②接合面における微少な塑性変形があげられる。特に後者においては初期接合面の表面形状（粗さ）による微少接触部における局所加圧力および表面積の変化が大きな影響を与えるものか考えられる。そこで本研究では Al/Cu 大気中拡散接合におよぼす初期表面粗さの影響を検討した。

第2章 実験方法

2-1 供試材

接合材として純アルミニウム A1070、純銅 C1020 を用いた。それらの化学組成を Table2-1 に示す。

2-2 試験片

2-2-1 試験片形状

Fig.2-1 に示すように試験片形状として純アルミニウム A1070、純銅 C1020 をそれぞれ直径 6mm、長さ 60mm の寸法のものを用いた。接合面の初期表面状態を変化させるため #180, #400, #2000 の耐水研磨紙による研磨、またはバフ研磨後、接合面および接合面近傍の接合表面をアセトンによる脱脂・洗浄を行った。

Al/Cu 接合プロセス検討実験で使用した試験片を Fig2-2 に示す。観察用試験片の採取を簡便にするために、アルミニウム試験片および銅試験片の長さはそれぞれ 10mm とし、両試験片側にそれぞれ同材の補助試験片を用い、#2000 の耐水研磨紙で研磨し、その後はアセトンによる脱脂・洗浄を行った。

2-2-2 試験片初期表面粗さ

試験片の接合面を水平な面に仕上げるために Fig.2-3 に示す鉄のブロックに固定し研磨をおこなった。研磨は同一方向に行う。Table2-2 に本実験で使用した研磨紙による初期表面粗さを示す。測定範囲は試験片中心から $\pm 1\text{mm}$ である。Fig.2-4 から Fig2-5 に粗さ曲線を示す。研磨方法によって Rzjis（十点平均粗さ）で約 $0.2\mu\text{m} \sim 1.7\mu\text{m}$ の範囲で変化させることができ、アルミニウムと銅の粗さを比較するとアルミニウムの方が粗くなっていた。

2-3 接合装置

2-3-1 接合装置概要

本実験で使用した接合装置の概略図を、Fig.2-6 に示す。試験片を固定治具に挿入し、

用いアルミニウム試験片側部に設置した熱電対 1、錘の上部に設置した変位センサーから接合実験における温度履歴、変位履歴を記録した。電気抵抗炉の概略図を Fig.2-7 に示す。試験片は上部にアルミニウム、下部に銅を設置する。熱電対 1 より試験片の温度をパソコンに表示させ、熱電対 2 により温度を制御する。

2-3-2 試験片の温度分布

加熱中の試験片の温度分布を、接合試験片と同寸法のアルミニウム丸棒($\phi 6, l=140\text{mm}$)を用いて測定を行った。熱電対を用いて、加熱温度 913K に到達後 900s 経過した時点の温度分布を、試験片中心から 5mm 間隔で両側 30mm の範囲で測定した。

測定結果を Fig.2-8 に示す。いずれにおいても、試験片中心から両側 15mm の範囲で温度が等しいことがわかった。

2-4 拡散液化接合法

Al-Cu 系平衡状態図における共晶温度以上アルミニウムの融点以下の温度域で接合実験を実施した場合、固相 Al/Cu 界面近傍では反応(多相)拡散により液化が生じた後拡散を利用し等温凝固させて接合する拡散接合法である。

拡散最初期において Al 側界面近傍に生じる相変化を下記に述べる。Fig.2-9 に反応拡散により Al 側界面に生じる Cu 濃度(at%)分布と Al-Cu 系平衡状態図(Al 側図)との関係を示す。接合温度を T_1 とした接合実験(Fig.2-9(a))では Al への Cu の拡散が始まると、界面近傍には Cu 濃度 $a \sim b$ の組成を有する α 相が生じる。拡散が進行し Cu 濃度が α 相の固溶限(b 濃度)を超えると、L 相が生じることになり、接合界面での液化が開始する。拡散の進行により、Cu 濃度が e を超えた箇所では、 θ 相(Al_2Cu ; $e \sim f$ 濃度)が生成される。液相拡散接合では、接合時間の進行とともに接合部の等温凝固および均質化が進行するのであるが、Al/Cu 突合わせ接合部では接合部近傍において両元素が豊富に存在するため、液相を生成するための反応拡散が継続して起きており、試験片全長にわたって等温凝固および均質化を完了させるためには、極薄のインサートメタルを用いた液相拡散接合法にくらべて、さらに長時間加熱が必要となる。そのため、本実験条件では等温凝固および均質化は完了しなかった。この点において、本実験結果はインサートメタルを用いた液相拡散接合を行った場合と異なる。

なお、接合温度を 873K 以上の T_2 とした場合には、Cu 濃度分布は Fig.2-9(b)のようにな

り、液化に至る過程は接合温度 T_1 の場合と同じであるが、Cu 濃度が濃度 g を超えた領域では η_2 相(AlCu)が生じる。そのため、この実験条件で観察される θ 相は冷却中の凝固によって生成されるものと推察できる。

また、Cu 試験片にも同様に反応拡散が生じるので、一般的に拡散接合部で観察される金属間化合物相 が本接合部においても生成されるものと推察される。

2-5 接合温度の決定

Al/Cu 接合では、原子の拡散によって、接合面付近の融点の低下から溶融させなければならない。Fig.2-10 の Al-Cu 二元系状態図から、821K から 933K までの温度範囲で溶融することがわかる。しかし、温度が高くなるほど液相と固相の共存領域が小さく、溶融部の溶け落ち等が予想される。また、温度が低すぎると接合に長い時間がかかると思われる。そこで、液相と固相の共存領域が大きい 893K 以下で接合を行うと良いと考えられる。よって Al/Cu 接合の接合温度は、853K、863K、873K、883K および 893K で行うことにした。

接合プロセスの検討時の実験は温度が低すぎると接合に長い時間を要する。そこで、液相と固相の共存領域が大きい 903K 以下で接合を行うとよいと考えられる。よって 903K で行うことにした。

2-6 試験片設置方法

Al/Cu 接合におよぼす初期表面粗さの影響を調べるために接合面を、2-2-2 に述べた方法で、同一方向に傷が無くなるまで研磨した。Fig.2-11、Fig.2-12 に示すように研磨傷が平行に接触する方法（平行設置）と個々の界面の研磨傷が垂直に接触する方法（交差設置）を用いて、試験片設置方法による相違を検討した。

2-7 接合実験手順

Al/Cu 接合実験及び Al/Cu 接合プロセス検討実験の手順を以下に示す。

2-7-1 Al/Cu 接合実験

- ① 被接合材の接合面を研磨し、アセトンによる脱脂・洗浄を行う。
- ② 同一方向に研磨した研磨傷が交差または平行になるように試験片を設置する。
- ③ 治具にセットした状態で、熱電対を接合面から上に 5mm の位置に針金を巻き付けて取り付ける。

取り付ける。

- ④ 電気抵抗炉の中心と熱電対が同じ位置になるように、電気抵抗炉をセットし加熱する。
加熱時間は 0s～900s の間で実験を行う。

2-7-2 Al/Cu 接合プロセス検討実験

- ① 被接合材の接合面を #2000 のエメリー研磨紙で全面平らになるまで研磨し、アセトンによる脱脂・洗浄を行う。
- ② 治具にセットした状態で、熱電対を接合面から上に 5mm の位置に針金を巻き付けて取り付ける。
- ③ 電気抵抗炉の中心と熱電対が同じ位置になるように、電気抵抗炉をセットする。
- ④ 設定した変位量だけ変位した後、試験片を取り出す。

2-8 接合実験条件

本実験の接合条件を以下に示す。

Al/Cu 接合プロセスの検討

接合温度・・・903K

接合荷重・・・0.7MPa

酸素濃度・・・21vol%（大気）

研磨紙の種類・・・#2000

変位量・・・0mm、0.5mm、1mm、2mm、3mm、4mm、5mm、6mm

Al/Cu 接合

接合温度・・・853K、863K、873K、883K、893K

接合時間・・・0 s ～900 s

接合初期圧力・・・0.7Mpa

酸素濃度・・・21vol%（大気）

試験片設置方法・・・平行設置、交差設置

研磨紙の種類及び研磨方法・・・#180、#400、#2000 の耐水研磨による湿式研磨、バフ研磨

第 3 章 Al/Cu 接合プロセスの検討

3-1 Al/Cu 温度、変形履歴

接合温度 903K における大気中接合実験中の温度、変位履歴の一例を Fig.3-1 に示す。接合温度に到達するまでは、加熱による試験片および固定治具の体膨張が混在するが、接合温度に到達した後は試験片の変位量のみを示すようになる。

接合温度において試験片の変位量はある時間保持された後、収縮方向の変位を示す。この変位は、クリープ変形および液化により高温強度の低下した箇所が接合加重により変形することで生じる。この変形は試験片移動を制御することにより、抑制できることが可能であると確認しているが、本研究では最も簡便な方法である定荷重下での接合実験を目的としているため、接合実験中の試験片変形量制御は行わなかった。

3-2 SEM 画像・EPMA 解析による接合プロセスの検討

本実験では SEM 画像を用いて、接合界面付近の顕微鏡組織観察を以下の手順で行った。

- ① 銅粉樹脂に埋め込んだ試験片をエメリー研磨紙(#80～#2000)で研磨し、その後バフ研磨し鏡面仕上げをする。
- ② SEM 画像により観察する。

同時に EPMA (electron probe microanalysis) を使用してさらに細部における接合に起因する事柄を調べた。EPMA とは試料に細く絞った電子線を照射し、照射された部分から発生する特性 X 線の波長から原子の種類を決定し、特性 X 線の強度から原子の存在量とその分布を測定する装置である。

Al/Cu 接合において、接合界面付近でどのような組成の金属間化合物が生成されたのか調べるため Fig.3-2 に示すように変位量を制御し各段階の接合断面を観察した。変位量は 0mm、1mm、2mm、3mm、4mm、5mm および 6mm の試験片を観察した。試験片の接合条件は接合温度 903K、接合荷重 0.7MPa、酸素

濃度 21vol% (大気) である。また接合開始に必要な条件である酸化膜破壊を観察するために、変位量 500 μm 以内であった試験片の接合断面観察をおこなった。

3-2-1 Al/Cu 接合過程

撮影した位置を Fig.3-3 に示し、顕微鏡組織および定量分析結果を Fig.3-4 から Fig.3-10 に示す。

室温では、変位量 0mm においてアルミニウム試験片部に銅原子がドーム状に拡散していることが確認でき、その相は $L + \alpha$ 相である。酸化膜分断後、銅のアルミニウム中の拡散係数が大きいためにアルミニウム試験片部に顕著に銅が拡散していることが分かる。同様に銅試験片部にアルミニウムが拡散しているはずだが、この段階でのアルミニウムの観察は困難であった。

変位量が 1mm に到達すると、銅試験片部にアルミニウム原子が拡散していることが容易に観察できる。界面付近に存在している相は L 、 θ および η_2 相である。拡散は進行しているがこの段階で銅とアルミニウムの界面は 100% 接合していない。

変位量が 2mm に到達すると、アルミニウム原子が銅試験片部の界面方向に広がって拡散し、銅とアルミニウムは 100% の接合面積を呈している。緩やかな速度で降下していたが、アルミニウムが銅試験片部の界面方向全体に拡散したために拡散経路が増えアルミニウム、銅原子の相互拡散がさらに進行するため降下する量が急激に増加すると考えられる。この時に観察される生成相は L 、 θ および η_2 相である。

変位量が 3mm、4mm および 5mm では変位量が変化しても相の種類は変化しない。接合時間が十分長くなった場合、接合部からの液相の排出が顕著になる。また液相が排出されているので、抵抗がすくないため短い時間で急激に圧縮方向に変化を生じる。

変位量が 6mm に到達すると、アルミニウム側付近に存在していた樹枝状組織を確認することができない。これは金属間化合物の両端にわずかに樹枝状組織が残っていることが確認できることから、接合温度では中間相は強度の無い液相であったため変位量の増加に伴い接合荷重によって押し出された。

3-2-2 接合部で観察される組織

接合部に観察される組織を Fig.3-11 に示す。また、各相の EPMA 点分析測定値の代表例を下表に示す。各相および同定には、この EPMA 分析結果を用いた。なお、測定値のばらつきは、平行状態図から特に θ および η_2 相では大きくなることが予想されるが、最大で $\pm 3\text{at}\%$ 程度であった。(a)図はアルミニウム側に観察される α および L (共晶) 相領域である。 α 相の樹枝状晶は、一次および二次アームが観察されるが、それらは個々に分断されている。これは凝固中における液相/樹枝状晶境界での溶質拡散により、いったん凝固した α 相の一部が再溶解したためだと考えられる。(b)図で示した接合部銅側では、L 相、 θ 相および η_2 相が観察される。 θ 相は接合温度 903K での接合後、全量が冷却凝固により生じたものである。 η_2 相直近では θ 相は単層を形成する。液化部中心に近づくに従って、各箇所における冷却速度の影響により種々の結晶形状を示す。なお、 η_2 相は θ 相に比べ非常に薄いため、この観察倍率では明瞭に観察できない。(a)、(b)図を通覧すると、 α 相および θ 相はそれぞれの液化中心部に近づくに従って減少することから、両相の生成率は液相の溶質濃度分布に依存するものと考えられる。(c)図、(b)図中心部に観察された θ 相を拡大観察したものである。全体的にセル状晶のように観察されるが、一部では冷却中に α 相と同様に溶質拡散により分離したと思われる二次アームが観察される。(d)図は、接合部銅側を拡大観察したものである。同図に示すように、 η_2 相が θ 相と銅との間に生成される。

3-2-3 酸化膜生成過程

Fig.3-12 から Fig.3-15 にアルミニウム側、銅側に生成される酸化膜を示す。酸化膜を観察するために Fig3-12、Fig3-15 の示す画像は銅とアルミニウムの試験片を突き合わせ加熱を行った。また Fig3-14 は銅のみを加熱し酸化膜を生成させた。また Al_2O_3 相は大変薄いため分析が困難なので Fig3-14 に示すように Al_2O_3 の粉末を鉄上に付着させ分析した。

Fig3-12 にアルミニウム側の試験片を示す。試験片の中心付近部に白色(D)の銅の酸化膜が付着しその周辺に黒色(C)のアルミニウムの酸化膜が生成されていた。(C)、(D)部は拡散が進行している箇所がアルミニウム側の試験片に付

着したと思われる。(A)、(B)部では銅のアルミニウム側への拡散、またはアルミニウムの酸化の進行は確認できなかった。加熱時間を延長した場合、酸化が進行し Fig3-13 に示すような Al_2O_3 相がアルミニウム側に生成されると思われる。これらの結果より銅とアルミニウムの拡散が進行することにより原子間の移動が活性かされ界面に存在している酸素が取り込まれ酸化膜が生成されやすいと思われる

Fig3-14 に銅のみを加熱した面を示す。試験片の表面のほぼ全体を占める赤褐色部 ((A)、(B)) は Cu_2O であると思われる。外周部には僅かに CuO の酸化膜を観察することができた。加熱温度を上昇させると Fig3-15 の (C)、(D) に示すように銅表面の酸化が進行し黒色の CuO の酸化膜が生成されると思われる。(A)、(B)部は赤褐色であったため拡散が進行していた部分だと思われる。しかし拡散箇所はアルミニウム側に付着したために拡散層の最下層であったと思われるその層は銅が組成の全体を占めていた。これらの結果より、銅は加熱することにより Cu_2O の酸化膜が生成され時間の延長とともに CuO の酸化膜が生成される。また銅の酸化膜はアルミニウムの酸化膜に比べ生成され易いことが分かった。

3-2-4 酸化膜分断過程

Fig.3-16 に $500\mu\text{m}$ 以下の界面の写真を示す。本接合法は 0.70MPa の接合圧力を界面にかけているが、他の固相接合法で用いられるものと比較すると小さいため、接触している接合界面の隙間から酸素が流入し加熱中も接合界面に常時、高温酸化膜が生成されていると考えられる。従って接合最初期過程では酸化膜が接合過程のプロセスで影響因子となる。

界面酸化膜分断過程の SEM 観察、EPMA 分析結果を Fig3-3 に示す。拡散の進行時間の最も短い(a)図は拡散進行前界面に酸化膜が形成されていること分かる。(b)図は界面の酸化膜が分断され Al 原子が拡散し、 αCu 相が生成していることが分かる。(c)図では拡散経路より Al 原子の拡散が進行し αCu 相に加え、 θ 相が生成していた。拡散の進行時間の最も長い(d)図ではさらに拡散量が増え αCu 相、 θ 相の面積が増大していることがわかる。この酸化膜分断はアルミニウム、銅およびアルミニウム酸化膜の熱膨張係数の差によって引き起こされる

それぞれ 26.5、18.3 および $8.8 \times 10^{-6}/\text{K}$ 程度と予想される。文献値より分かるようにアルミニウム酸化膜は銅、アルミニウムに比べると小さい。この熱膨張差と接合応力により、酸化膜の薄い箇所より拡散経路が形成されると考えられる。

第4章 Al/Cu 接合実験結果

4-1 接合温度の影響

Fig.4-1～Fig.4-7 に全引張試験結果を示す。図中の■、▲、△、□、○は 853K、863K、873K、883K および 893K である。グラフにおいて表面粗さおよび試験片設置方法に関わらず、接合温度の増加にともない最高強度に到達する時間は短縮された。しかしながら、全条件において、加熱温度 863K 以下では、本実験で設定した加熱時間内において引張試験に供するに十分な接合体を得ることが出来なかった。最高強度は全条件において、ほぼ 1000～1500N(公称応力：35～53MPa)が得られた。この値は拡散接合法によって得られたものとはほぼ同じである。全図を通覧してみると、実験条件により最高強度は増減するが、これは実験時間間隔が大きかったために、ある条件において最高強度を示す最適な試験片を得られなかったことが推測され、本接合法によって得ることができる最高強度は 1500N(53MPa)程度と考えられる。最高強度に到達した後、いずれの場合においても強度が低下した。これは、加熱時間の延長により脆弱な金属間化合物である Al_2Cu および AlCu 相が接合部内で成長したためと考えられる。なわち、本接合法における最適接合時間は、接合開始初期近辺にあることがわかった。固相／固相拡散を用いる拡散接合法に要する接合時間は、1～数時間程度である。これに比べ拡散速度の大きい固相／液相拡散を利用する本接合法では、最適接合時間は数分程度であり、同等の接合強度を得るための接合時間を大幅に短縮できることが明らかになった。

全図を通覧することにより、接合開始時期では接合強度は 500N 以上の値を示した。本実験結果により、接合開始時期を求めるにあたっては、この時間を用いた。なお、この値は接合面における拡散開始時期とは異なる。これより短時間の加熱においてもアルミニウムの拡散により生じた銀色領域が銅試験片表面に観察された。このときの拡散領域は微小で、冷却中の熱収縮による負荷により破断し

てしまったものと考えられる。

4-2 初期表面粗さの影響

前述の実験結果 Fig.4-1～Fig.4-7 を、接合結果における初期表面粗さの影響を検討するためにまとめ直したものを、Fig.4-8～Fig.4-13 に示す。全図を通覧すると、おおよそ初期表面粗さが大きくなるにつれて、最高強度が得られる接合時間が短縮されることがわかった。ただし、最短の接合時間は本実験範囲で最も初期表面粗さが大きい #180 研磨紙による試験片 (R_z : 約 $10\mu\text{m}$) ではなく、#400 研磨紙による試験片 (R_z : 約 $5\mu\text{m}$) によって得られた。各接合温度での接合開始時間を比較したものを Fig.4-14～Fig.4-16 に示す。この場合も、接合時間と同様の傾向を示した。表面粗さが大きい場合、接合面における接触部が微小点接触となり、局所的接合圧力が増大することにより、接合面における拡散に必要な酸化膜破壊が短時間でおきたものと考えられる。なお、表面粗さが小さい場合には、表面に多数の凹凸が存在すること、もしくは平坦な表面形状による密閉効果により、接合が開始する接合面内部への酸素の流入が軽減され、加熱中の酸化膜生成を抑制効果により接合時間短縮に寄与するものと期待したが、本接合法においてはその効果は小さいことが分かった。

4-3 接合面設置方向の影響

接合開始時間におよぼす各研磨条件における接合面設置方向の影響を比較した結果を、Fig.4-17～Fig.4-21 に示す。グラフにおいて●は交差設置を示し、○は平行設置を示し、バフ研磨は▼で表されている。なお、バフ研磨に関しては、本研究を通して設置方向の検討は行わなかった。表面粗さの大きい #180 および #400 研磨紙を用いた研磨により作製された試験片 (R_z : 約 $5\sim 10\mu\text{m}$) では、研磨傷を平行に設置した場合よりも、交差させて設置した場合の方が、接合開始時間を短縮できることがわかった。これは、研磨傷を交差設置す

ることにより、接合面表面の山と山が点接触し、平行設置に比べて接触部における局所的接合圧力が大きくなり、試験片表面の圧縮変形が促進され、本接合法の可否に重要な酸化膜分断が短時間でおきたものと考えられる。しかしながら、初期表面粗さの小さい#2000研磨紙(R_z : 約 $1\sim 2\mu\text{m}$)による試験結果では、粗さが大きい場合と比べて明瞭な設置方向の影響は認められなかった。この場合、交差設置においても接合面では多点接触となり、局所的接合圧力増加による酸化膜分断促進効果が小さいためと思われる。

4-4 最適初期表面粗さおよび接合面設置方向

本接合法における最適初期表面粗さは、#400研磨紙によって得られる十点平均粗さで約 $5\mu\text{m}$ であった。また、交差設置が接合時間を短縮させることがわかった。これらの接合面の相対的幾何学形状は、接合面に存在する酸化膜分断を促進するものと考えられる。

第 5 章 接合開始時間における初期表面粗さの影響についての検討

5-1 試験片変形履歴による検討

Fig.5-1 に大気中接合実験中における変形履歴の模式図を示す。接合実験を開始してからの変形履歴のかたむきから変位履歴を 3 分割することにし、それぞれの段階での変位速度 (V_I 、 V_{II} 、 V_{III}) および保持時間 (T_I 、 T_{II} 、 T_{III}) を 3 段階に分類することができる。

5-1-1 第 1 段階

第 1 段階では Fig.5-2 の(a)、(b)に示すようにこの段階では拡散が進行しているが、拡散経路小さく接合面積が 100% に至っていないために試験片外周は小躁状態で液化による圧縮方向の変形は生じていないため、変形は緩やかな速度で進行していると考えられる。そのため、本段階での変形はクリープ変形によるもので、その変形量も極僅かであった。

第 1 段階の変位速度、保持時間を Fig.5-3 から Fig.5-6 に示す。この段階では接合温度の上昇に伴い変位速度は速くなり、速度の増大に反比例し保持時間は短くなっている。銅に比べアルミニウムは軟化しやすいため変位の大部分がアルミニウム側母材部で生じているものと考えられる。また初期表面粗さで変位速度を比較したとき #180、#400 の初期表面粗さが大きい場合に変位速度が増加した。接合温度 893K の条件では #400 の研磨紙で接合面を研磨した場合が他の条件と比較したとき約 10 倍速くなった。これは初期表面が粗い場合、温度上昇に伴い試験片が軟化し、そのとき微小接触部に高負荷がかかるため試験片が早い速度で圧縮方向に変形したと考えられる。

第一段階において変位速度が大きい方が短い時間で界面の密着域が拡大し酸化膜破壊に要する時間は短縮されると思われる。このようなことから初期表面の粗さの粗い #180 および #400 接合時間が短縮できたものと考えられる。

5-1-2 第 2 段階

第 2 段階では Fig.5-2 の(c)に示すように変形量が増加し界面密着域が更に拡大し接合面積がほぼ 100% 近くになる。その結果試験片外周部に到達した液相

が排出され始める。よってこの段階での変位はクリープ変形と界面の液化の排出をもたらされると考えられる。

Fig.5-7 から Fig.5-10 に第 2 段階の変位速度、保持時間示す。第 2 段階において第 1 段階同様に変位速度は表面粗さの粗い方が速かった。初期表面粗さの粗い #180 と #400 の変位速度を比較したとき交差設置、893K 条件の場合にのみ #180 の研磨紙を用いた試験片の変位速度が大きくなったが、それ以外の条件では #400 の研磨紙で表面研磨した変位速度のほうが大きかった。また第 2 段階は第 1 段階に比べ変位速度は約 10 倍大きくなっていた。これは界面に存在する液相が排出され始めたため速度は増大したと考えられる。またこの段階で酸化膜破壊が急速に進行するため、最も接合開始時間に影響をおよぼす段階だと思われる。したがって、変位速度の最も速い #400 の条件は接合時間短縮に有利だと考えられる。

5-1-3 第 3 段階

第 3 段階は Fig.5-2 の(d)に示すようにもとの界面が完全に消失し拡散の進行が促進される。そのため変位履歴に示されるように接合部に生じた液相が全外周において排出され急激に圧縮方向に他の段階に比べて急激な変位を示す。

Fig5-11 から Fig.5-14 に第 3 段階の変位速度、保持時間を示す。第 1 段階、第 2 段階と比較すると変位速度が増大し、全ての温度条件で保持時間は 200s 以下の短い値だった。第 3 段階では強度の無い液相が接合部に多に存在しており、その液相に接合圧力による負荷がかかり急激に排出されているからだと思われる。

酸化膜破壊の進行している第 3 段階は接合開始時間および最適接合時間に大きな影響を及ぼさないものと考えられる。

5-2 試験片設置方向の変位速度への影響

Fig.5-15 から Fig.5-17 に平行設置と交差設置の変位速度を比較したグラフを示す。図中の点線は両設置法による変位速度が等しい場合の関係を示す。第 1 段階、第 2 段階では点線より上側にプロットが集中していることより試験片を交差に設置したほうが変位速度は大きくなることが分かったが、#2000 は点線

付近に位置され、平行設置と交差設置の変位速度に顕著な違いは見られなかった。これは、初期表面粗さ同様に試験片を交差に設置することにより高負荷のかかる箇所が増大するために変位速度は大きくなったと考えられる。また、#2000 の研磨紙を用いた場合は表面粗さが小さく、結果として接触面積が広くなり平行設置と交差設置は接触部で同じ様に負荷がかかったため変位速度の違いは確認できなかったと思われる。第3段階ではプロット的位置にばらつきがみられる。これは第3段階では界面の液相が顕著に排出されているため試験片の設置方向は変位速度に影響をおよぼさないことを示唆している。

5-3 SEM 画像、EPMA 分析による接合断面、酸化膜厚さ検討

3-4 と同様の手順で接合界面付近の顕微鏡組織観察を行い、EPMA (electron probe microanalysis) を使用して断面図より酸化膜を観察した。

Fig.5-18 から Fig.5-24 に 6mm 圧縮方向に変位した接合断面図の顕微鏡組織を示す。初期表面粗さの試験片の設置方向に関係なくすべての接合界面で酸化膜を観察することができた。また断面の中間相は $L + \theta$ 相または L 相を示した。ここで L 相とは共晶温度直上で存在した相のことであり、観察を行った室温では共晶組織 ($\alpha + \theta$) である。

Fig.5-25 から Fig.5-31 に酸化膜の拡大写真を示し、観察された酸化膜の化学組成の代表値を下表に示す。初期表面粗さが細かいほど、平坦な酸化膜を観察することができた。接合表面をバフ研磨処理した酸化膜は平らになっていることがこのことを顕著にしている。この結果より初期表面が酸化膜形成に大きな影響を及ぼすことが分かる。

接合界面の酸化膜の厚さは、Fig.5-32 に示すように平行設置に比べ交差設置の方が薄くなっていた。これらの結果からも酸化膜が薄くなる交差設置は酸化膜が破れやすく接合開始時間が短縮できることが考えられる。接合開始時間の短縮に有利だと思われる #180、#400 の研磨紙を使用した接合断面を比較したとき #400 の研磨紙を使用した場合、酸化膜の厚さは薄くなっていた。その結果、最も接合開始時間を短縮できたと思われる。また #2000 の研磨紙を用いた場合、試験片の設置方向は酸化膜厚さに影響をおよぼさずほぼ同じ厚さだった。#2000 の研磨紙で表面研磨した条件では試験片の設置方向を変化せた場合でも

酸化膜厚さは顕著に変化しなかった。粗さが小さい場合では試験片の設置方向は酸化膜厚さに大きく影響をおよぼさないことを示している。

第6章 考察

Al/Cu 大気中液化接合によって、#180、#400、#2000、バフ研磨を用い接合面の初期表面粗さを変化させた場合、Fig.4-20 から Fig.4-21 に示すように 893K、883K、873K の場合 #400 の研磨紙で表面研磨を行った場合が、最も接合開始時間および最適接合時間を短縮できることが分かった。

接合面周辺の切断面顕微鏡写真を用いて、界面の表面粗さ変形の変化を検討した。表面粗さはアルミニウム、銅が固相である領域で十点平均粗さを求めた。Fig.6-1 から Fig.6-11 に示すように、初期表面粗さの変化、試験片設置方向に関係なく温度上昇に伴い表面粗さは初期表面に比べ粗さが大きくなった。このことは接触している領域で銅がアルミニウム側にくい込み表面が粗くなったと考えられる。加熱時間の延長に伴い表面粗さは小さくなり、その後拡散が開始していた。時間の延長とともに熱膨張による試験片の半径方向の広がりと同時に、銅試験片の軟化により接触部が平滑化したと考えられる。また、試験片の中心または拡散領域付近は粗さが小さいが、外周部は粗さが大きくなっていた。反応拡散の領域は両試験片が密着し接合負荷がかかり、表面粗さが小さくなったと思われる。外周部に隙間が多く存在していたために、変位量の増加に伴い界面に空孔となり、粗さが大きくなった箇所と拡散経路は試験片中心付近より形成されているため、外周部は中心部に比べて粗さの大きい状態の箇所が存在していたと思われる。

初期表面粗さは接合強度、接合後の生成層には影響をおよぼしていなかった。従って、酸化膜が破壊して両試験片の新生面が接触してから界面が消失するまでの表面形状の変化が、接合開始時間に影響を及ぼすと思われる。試験片の変位履歴に対する初期表面粗さの影響を検討したとき、#400 の研磨紙が接合開始時間を短縮可能であった要因は第 1 段階と第 2 段階の変位速度の大きさが挙げられる。Fig.5-3、Fig.5-4 と Fig.5-7、Fig.5-8 に示すように初期表面粗さが大きい場合、特に #400 の研磨紙を使用した表面粗さの場合に界面の接触面積が大きく、また面が十分に粗いため変位速度は速くなると予想される。その結果、短い時間で界面全体が密着したため、接合面の酸素との接触時間が短縮され、Fig.5-32 に示すように #180 の研磨紙に比べ酸化膜成長が抑制され、接合開始に

必要条件である酸化膜が熱膨張差と接合応力により破壊され易く、短い時間で接合したと考えられる。＃2000、バフ研磨を用いたときの酸化膜の厚さは＃180、＃400のものに比べて薄かった。これは、界面を接触させたとき界面の隙間が少なかったためだと考えられる。しかし、表面粗さが小さいために変形に時間を要し、変位速度が小さくなった。その結果、酸化膜破壊における接合面接触部の変形の寄与が小さく、粗い場合に比べて接合開始までに長時間を要したと思われる。

試験片設置方向の平行設置と交差設置を比較すると、交差設置のほうが短時間の接合が可能である。試験片を交差設置することにより微少点接触部に高負荷がかかり、Fig.5-15 から Fig.5-17 に示すように変位速度が交差設置に比べ速くなる。また、試験片の研磨傷が均一に垂直に接触しているため、隙間が減少し加熱中、試験片中心部への酸素流入量が平行設置に比べ減少し、酸化膜成長が抑制された。その結果、Fig5-32 に示すように交差設置のほうが酸化膜の厚さが薄くなったと考えられる。この結果より、酸化膜破壊が容易となり接合開始時間が短縮できたと考えられる。

第7章 結言

(1) 接合プロセス

Al/Cu の接合は、酸化膜の熱膨張差(アルミニウム： $26.5 \times 10^{-6}/K$ 、銅： $18.3 \times 10^{-6}/K$ 、アルミニウム：酸化膜 $8.8 \times 10^{-6}/K$)、接合圧力により薄くなった箇所より拡散経路が形成されその後、Al への Cu の拡散が進行する。接合部で観察された主な生成相は α 相(Al)、共晶($\alpha + \theta$)、 θ および η_2 相であった。

- (2) 接合可能な接合条件では初期表面の粗さ、試験片の設置方向に関係なく 1000～1500N の接合強度を得ることができた。
- (3) 初期表面粗さ試験片設置方向に関係なく、接合温度 856K と 866K では本実験条件内では接合は困難であった。
- (4) 初期表面粗さを変化させた場合、#400(Rzjis:5 μ m)の研磨紙を用いて接合面を研磨することにより接合開始時間を最も短縮することができた。
- (5) 試験片の設置方向を変化させた場合、試験片を交差に設置したほうが接合開始時間を短縮できた。
- (6) 接合が促進される初期表面粗さが大きい場合(#180、#400)、接合プロセスの変位履歴において初期段階の変位速度が大きくなる。
- (7) 表面粗さは温度上昇に伴い粗さが大きくなるが、加熱時間の延長により試験片中心部の拡散領域付近より粗さは小さくなり、その後接合が開始する。

参考文献

- 1) 熊谷正樹：アルミニウム合金接合技術の最近の動向
住友軽金属技報 43-1(2002) 139-147
- 2) 芽本隆司他：Al-Ge-Cu 基ろうを用いた 2017 アルミニウム合金の真空ろう付
溶接学会論文集 14-1(1996) 63-68
- 3) 有本雅敏他：無酸素銅と純アルミニウムとの摩擦圧接
溶接学会論文集 9-u(1991) 3-9
- 4) 小谷啓子他：Al-x 2 元合金 (x=Mg,Si,Mn,Zn,Cu) の接合界面の形成相と接合
強さ 溶接学会論文集 18-4(2000) 580-589
- 5) 福田哲夫他：摩擦かくはん溶接 (FSW) 技術
溶接学会誌 69-7(2000) 560-576
- 6) 土橋修他：拡散溶接部の密着部での酸化皮膜の挙動
溶接学会論文集 4-1(1986) 53-59
- 7) 川瀬寛他：アルミニウム真空ろう付性に及ぼす酸化皮膜厚さの影響
軽金属溶接 18-4(1980) 149-156
- 8) 川上 博士 他：液化をともなう大気中 Al/Cu 異材接合の接合過程
溶接学会論文集 第 25 巻 第 1 号 (2007) 51-58
- 9) 土橋修他：拡散溶接部の密着部での酸化皮膜の挙動
溶接学会論文集 4-1(1986) 53-59
- 10) A.S.Zuruzi : Effect of roughness on the diffusion bonding of Al alloy 6061
In air
Materials Science and Engineering A270(1999) 244-248
- 11) 大橋修：アルミニウムの拡散接合
軽金属溶接 Vol.39 (1998) No.3 105-110
- 12) 圓城敏男：拡散溶接の接合初期過程における接合表面粗さの影響
溶接学会誌 第 51 巻 (1982) 第 12 号 60-67

謝 辞

本研究に際し、終始懇切なご指導をいただきました、三重大学工学部鈴木実平教授に深く感謝いたします。また、実験の計画と実施、論文作成にあたり懇切なご指導を頂きました、川上博士助教授に深く感謝いたします。

また、本論文中の検討に用いたデータは三重大学工学部平成 18 年度卒業の藤本建君との共同研究によるものです。ここに記して深く感謝致します。

本研究を遂行するにあたって多大なご協力を頂きました材料機能設計研究室の諸氏に心より感謝いたします。

**Table.2-1 Chemical compositions of A1070 ,
C1020 (mass%).**

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	V	Al
A1070	0.04	0.23	—	—	—	—	—	—	—	99.73
C1020	—	—	99.9	—	—	—	—	—	—	—

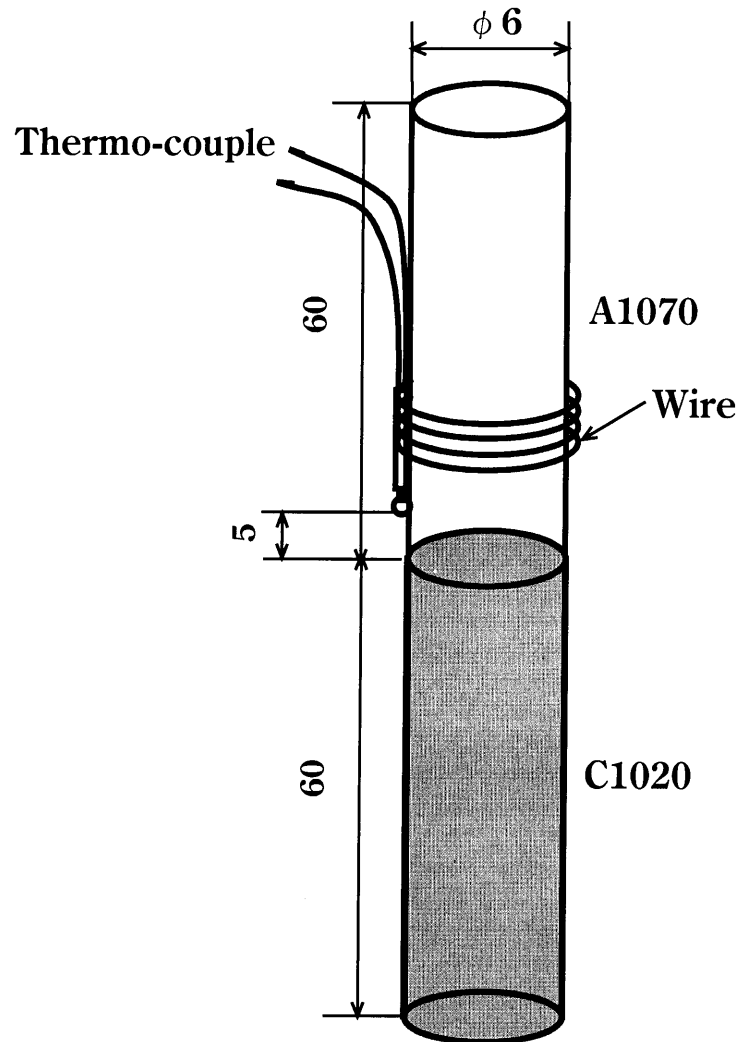


Fig.2-1 Shape of test specimen made of A1070 and C1020 and measurment point of temperature by thermo couple.

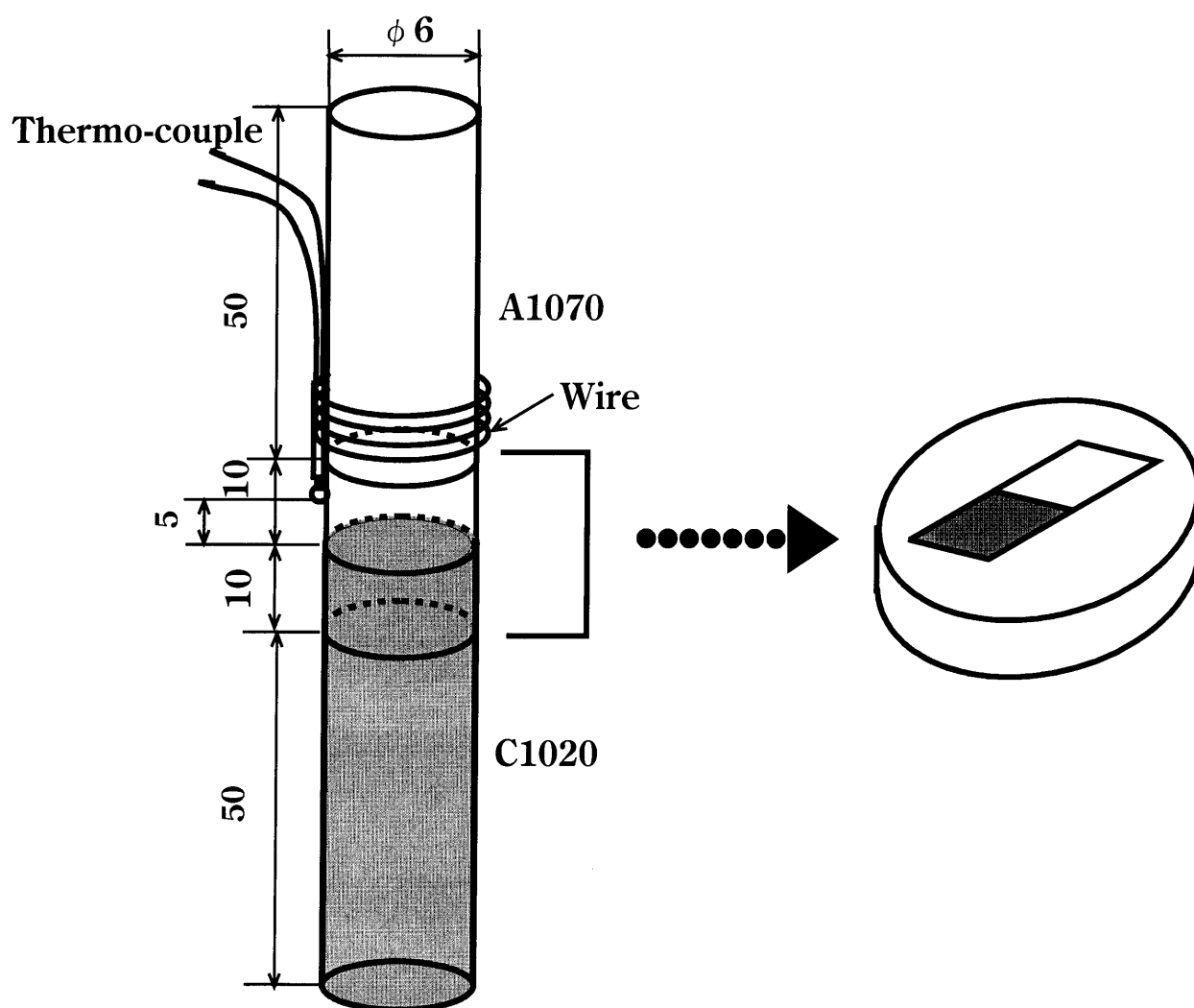


Fig.2-2 Shape of test specimen made of A1070 and C1020 for observation of bonding process.

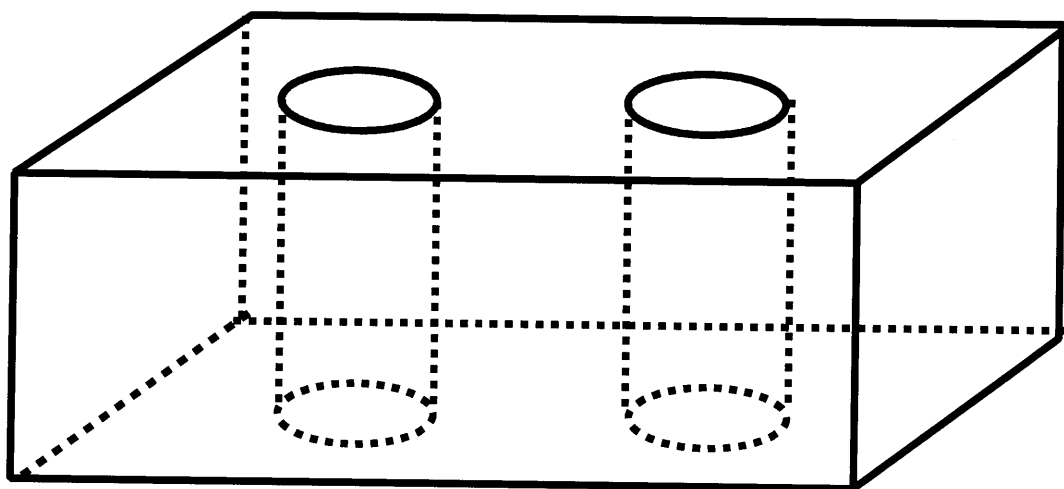


Fig.2-3 Jig for fix the specimens during polishing.

**Table.2-2 Surface roughness A1070,
C1020 by each polishing(μ m).**

A1070	#180	#400	#2000	Buff polish
Ra	1.689	0.751	0.340	0.179
Rz	15.22	7.128	2.478	1.644
Rzjis	10.45	5.091	1.856	1.138

C1020	#180	#400	#2000	Buff polish
Ra	1.597	0.631	0.138	0.102
Rz	13.91	6.248	1.166	0.595
Rzjis	10.28	4.760	0.823	0.336

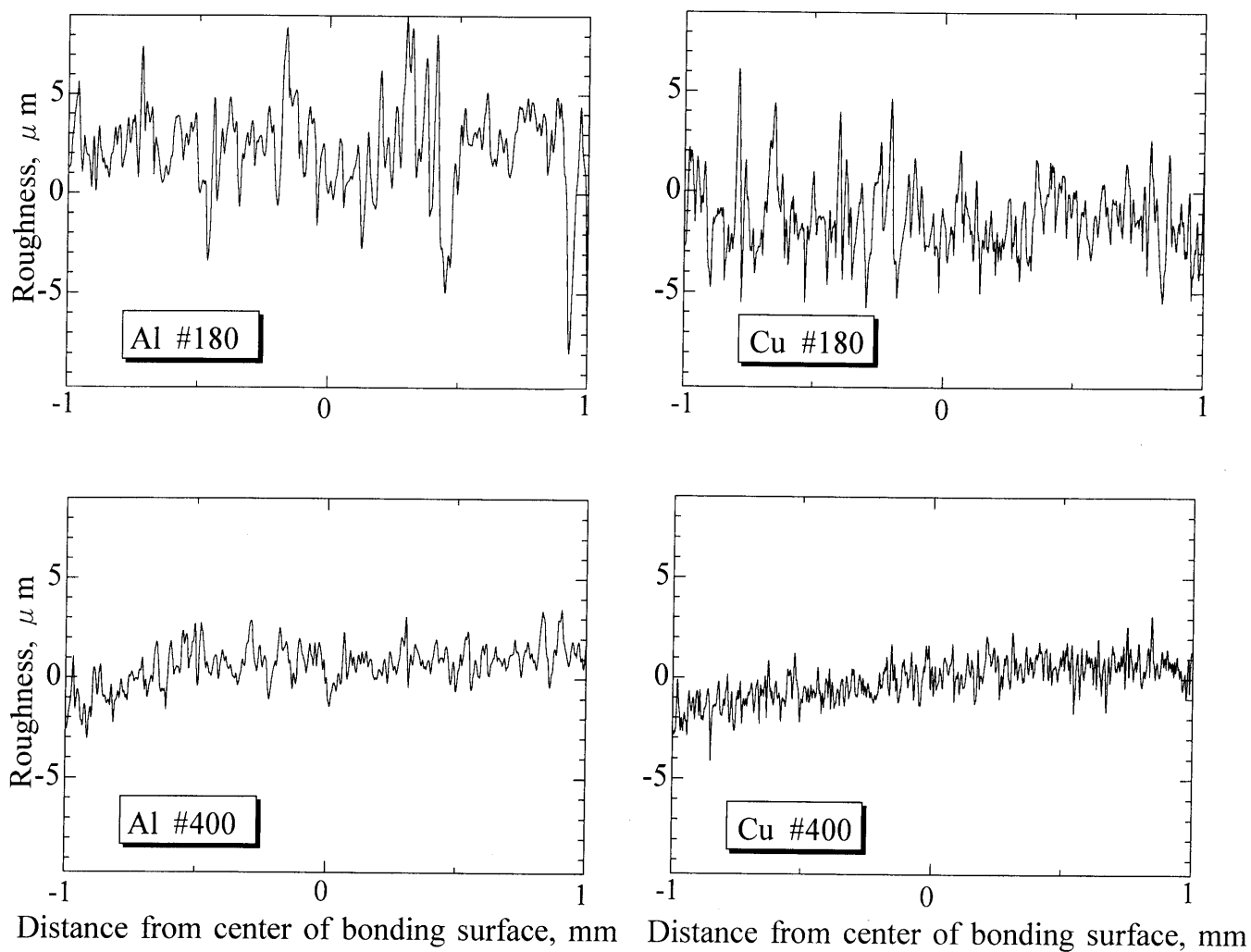


Fig.2-4 Change of surface roughness by each polishing.

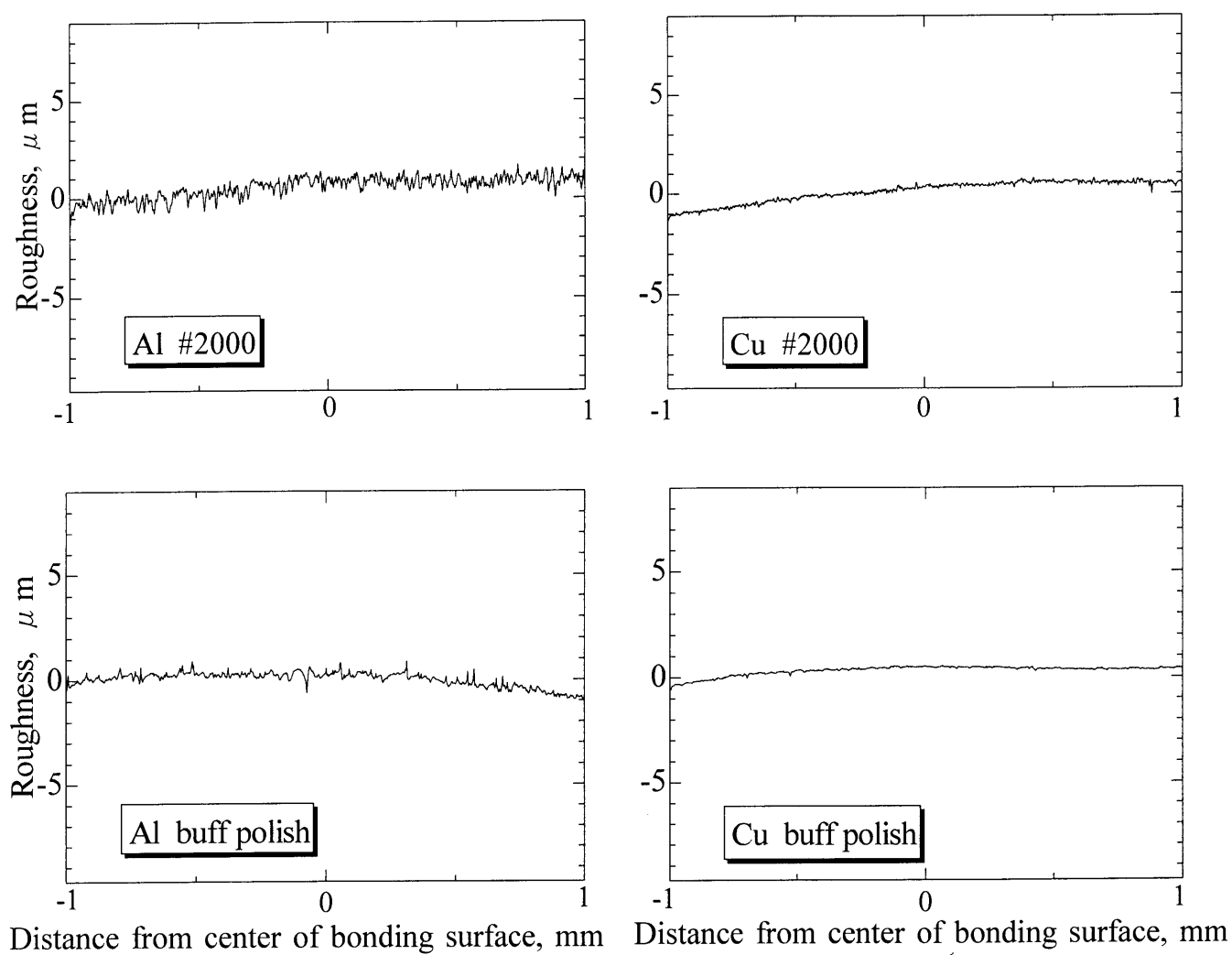


Fig.2-5 Change of surface roughness by each polishing.

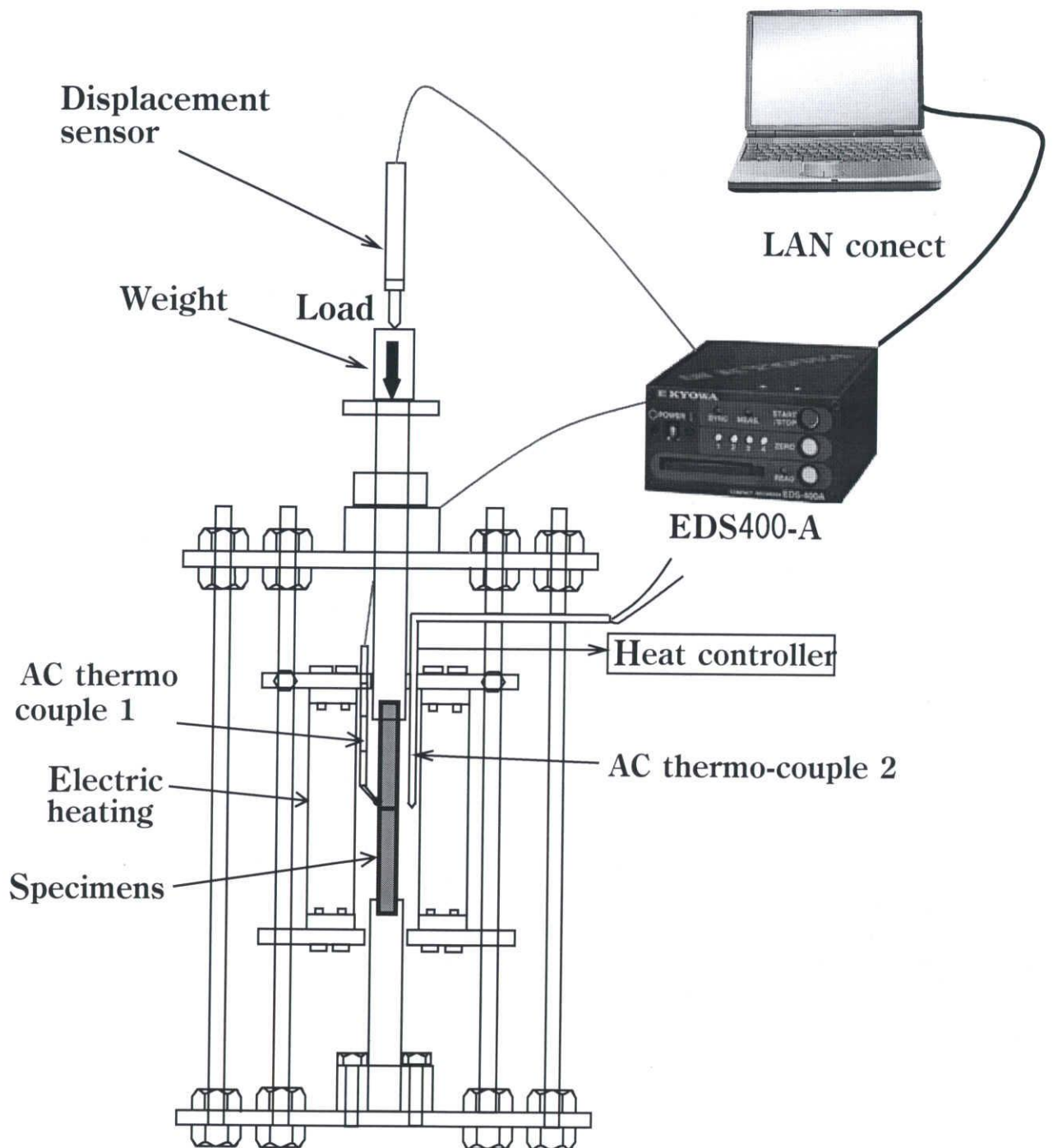


Fig.2-6 The equipment of bonding.

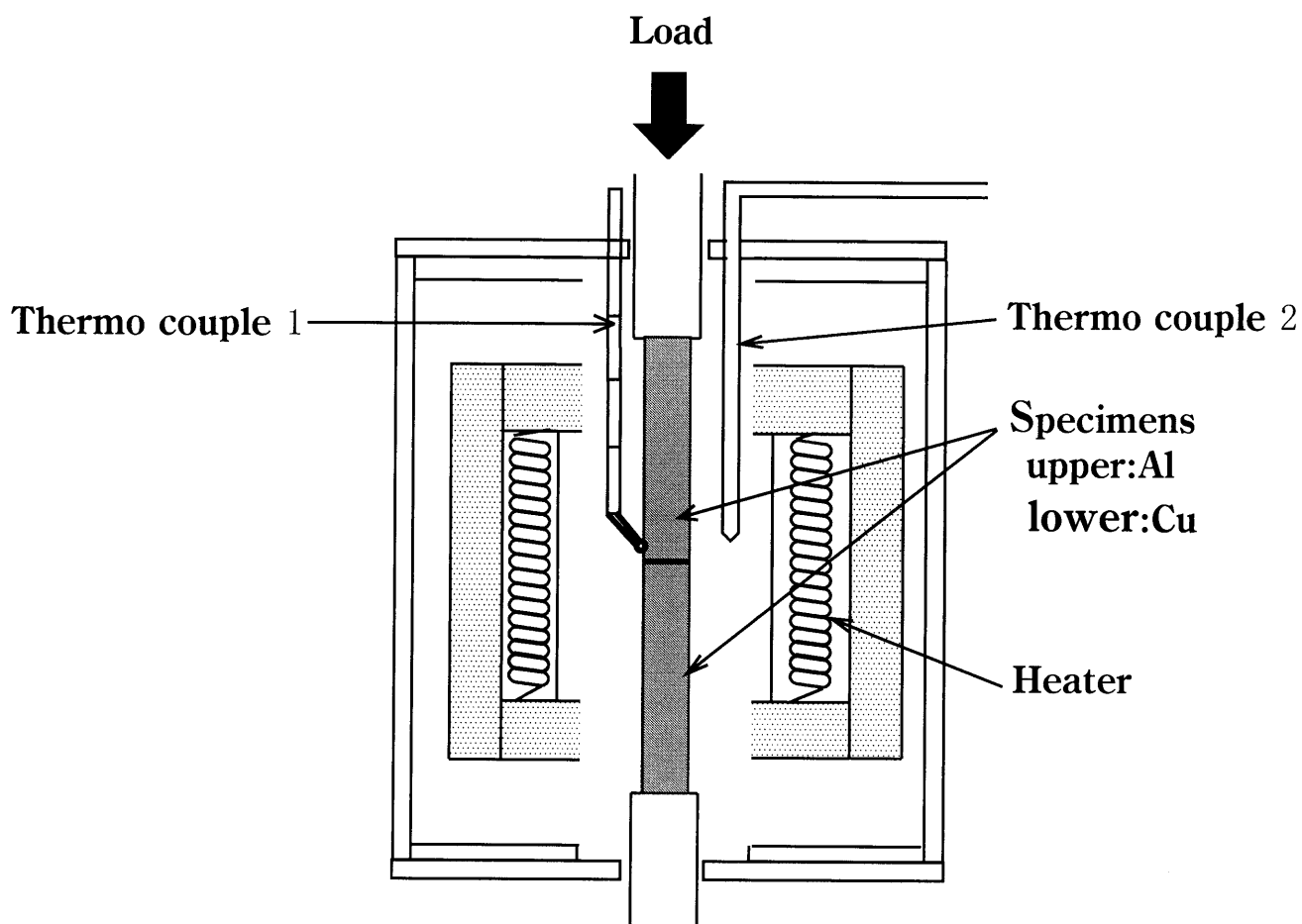


Fig.2-7 Schematic diagram of apparants with open type electric furnace.

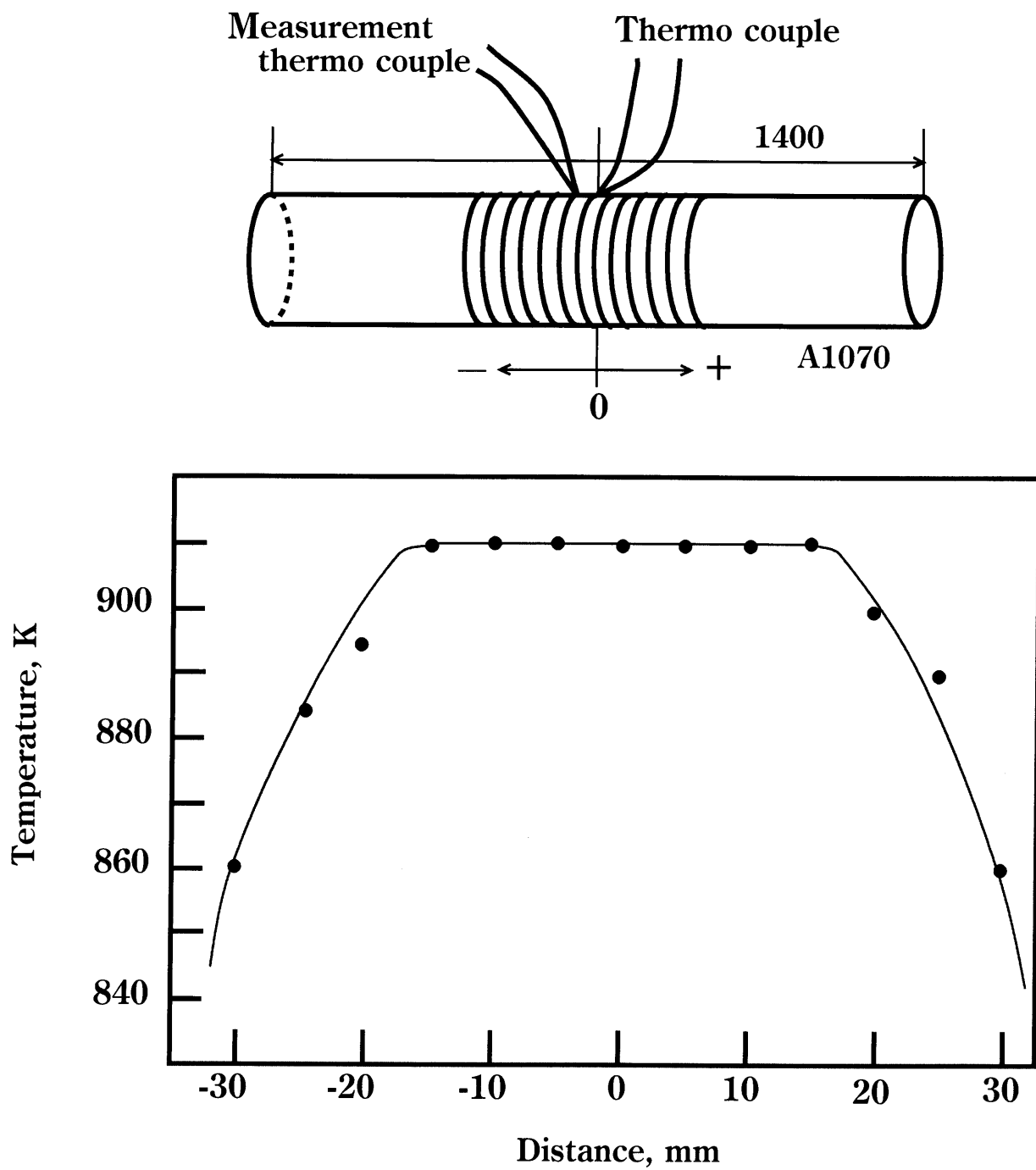


Fig.2-8 Temperature distribution at 21vol%O.

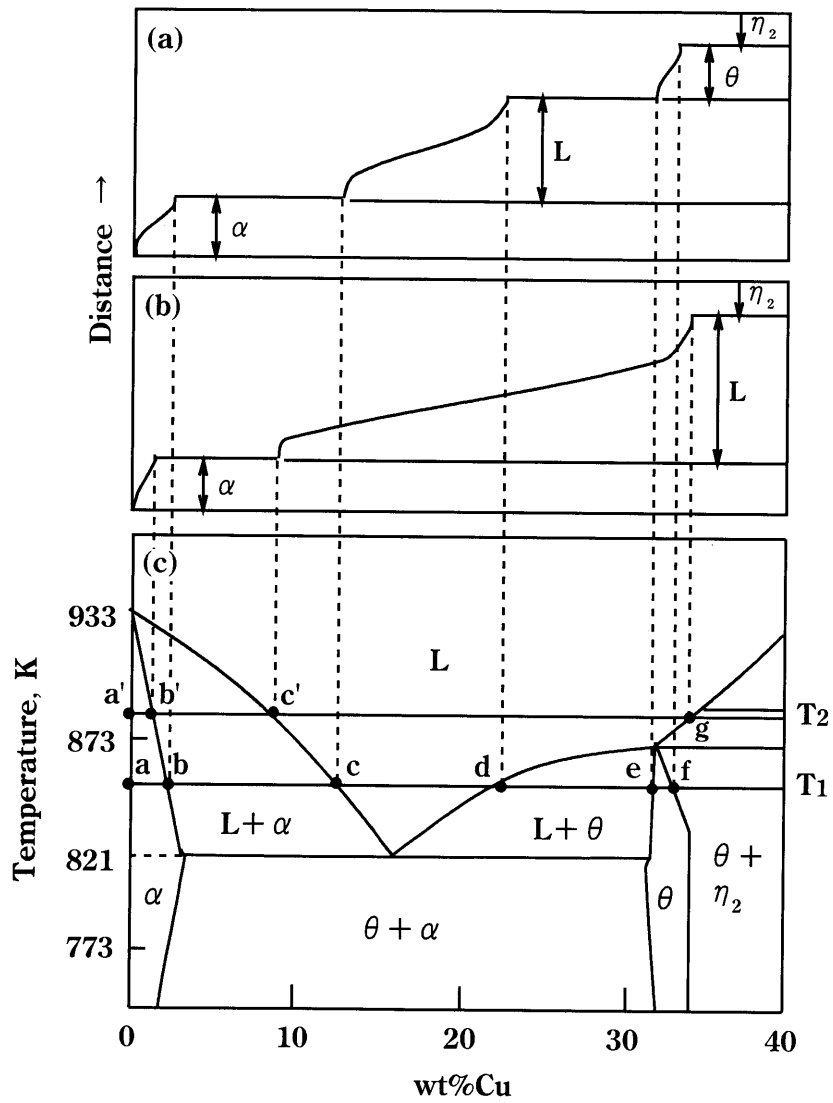


Fig.2-9 Schematic Cu concentration distribution in Al and Al side of Al-Cu equilibrium diagram.

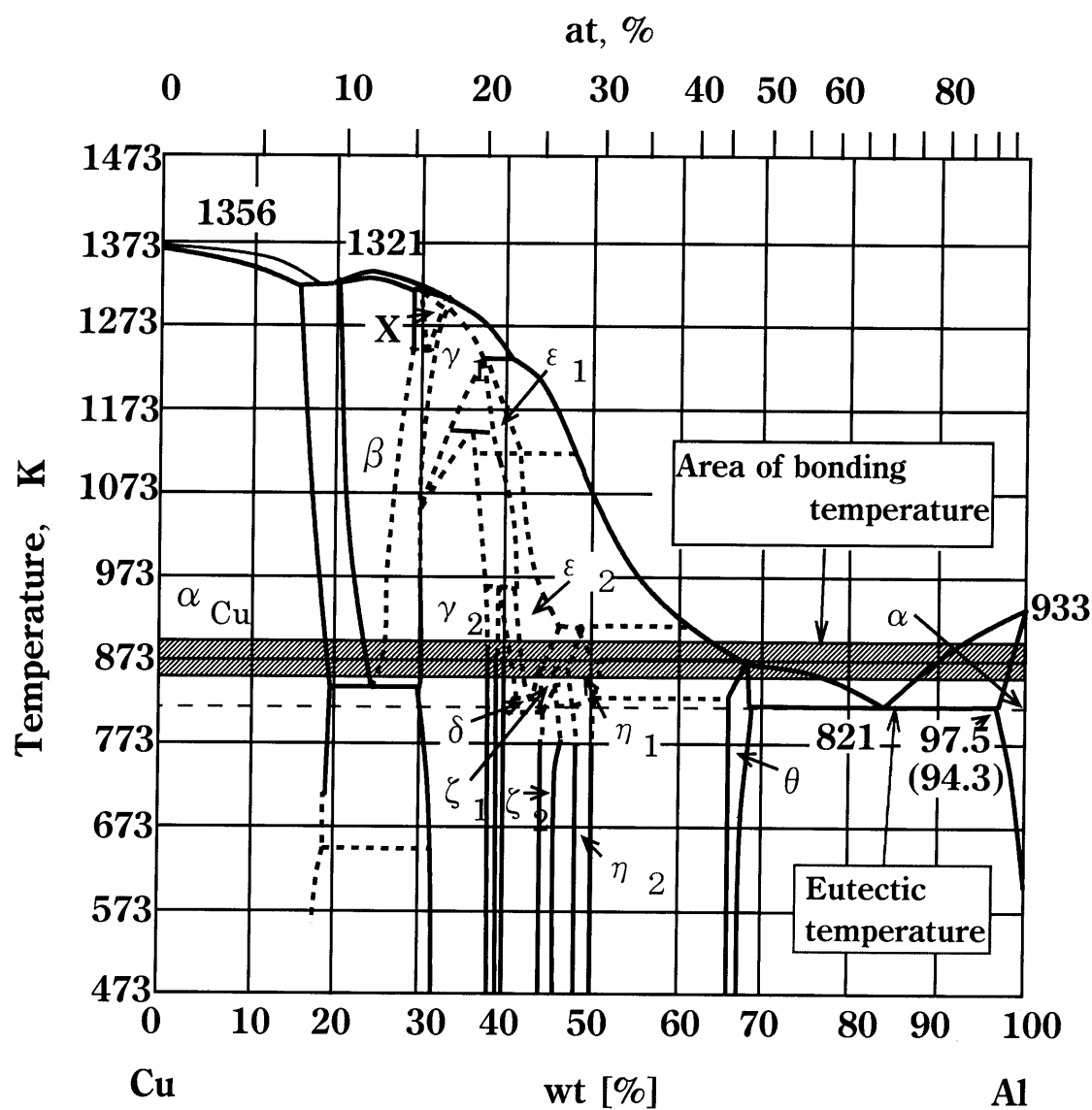


Fig.2-10 Al-Cu phase diagram.

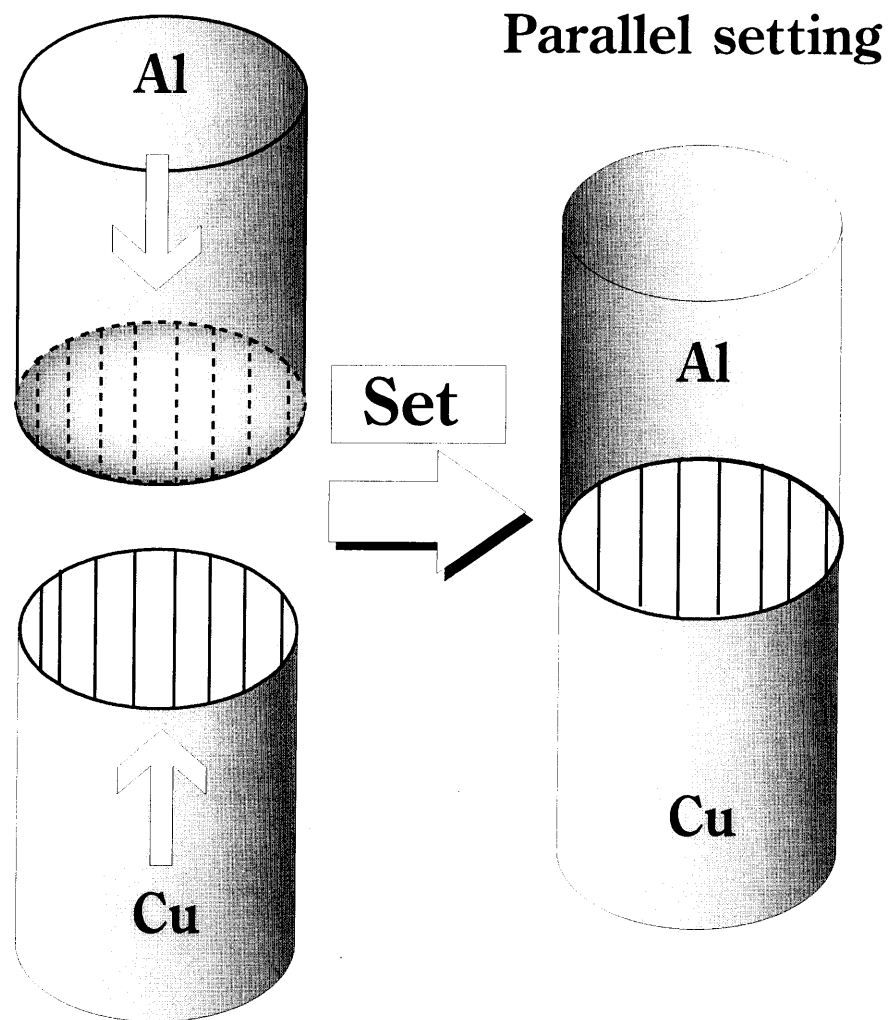


Fig.2-11 Schematic diagram of parallel setting arranged parallel polishing line.

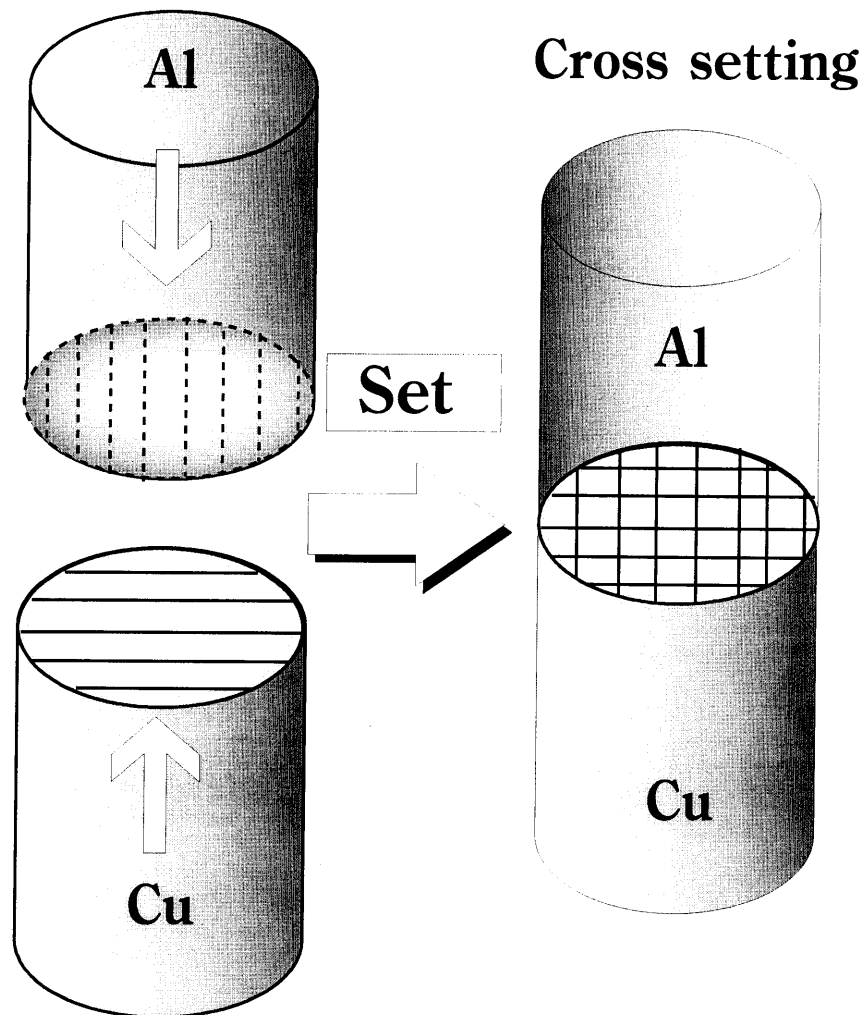


Fig.2-12 Schematic diagram of cross setting arranged cross polishing line.

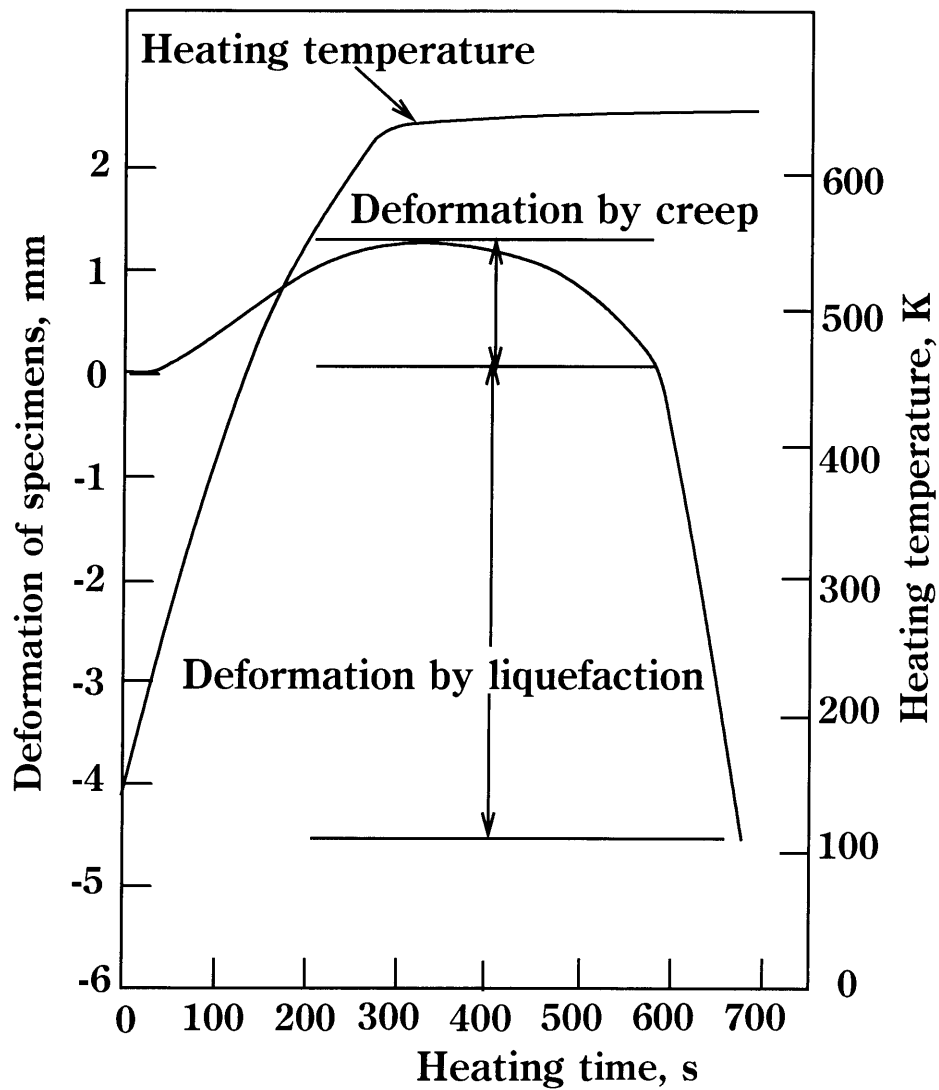


Fig.3-1 Schematic diagram of the histories for the temperature and the displacement of specimen during this bonding process.

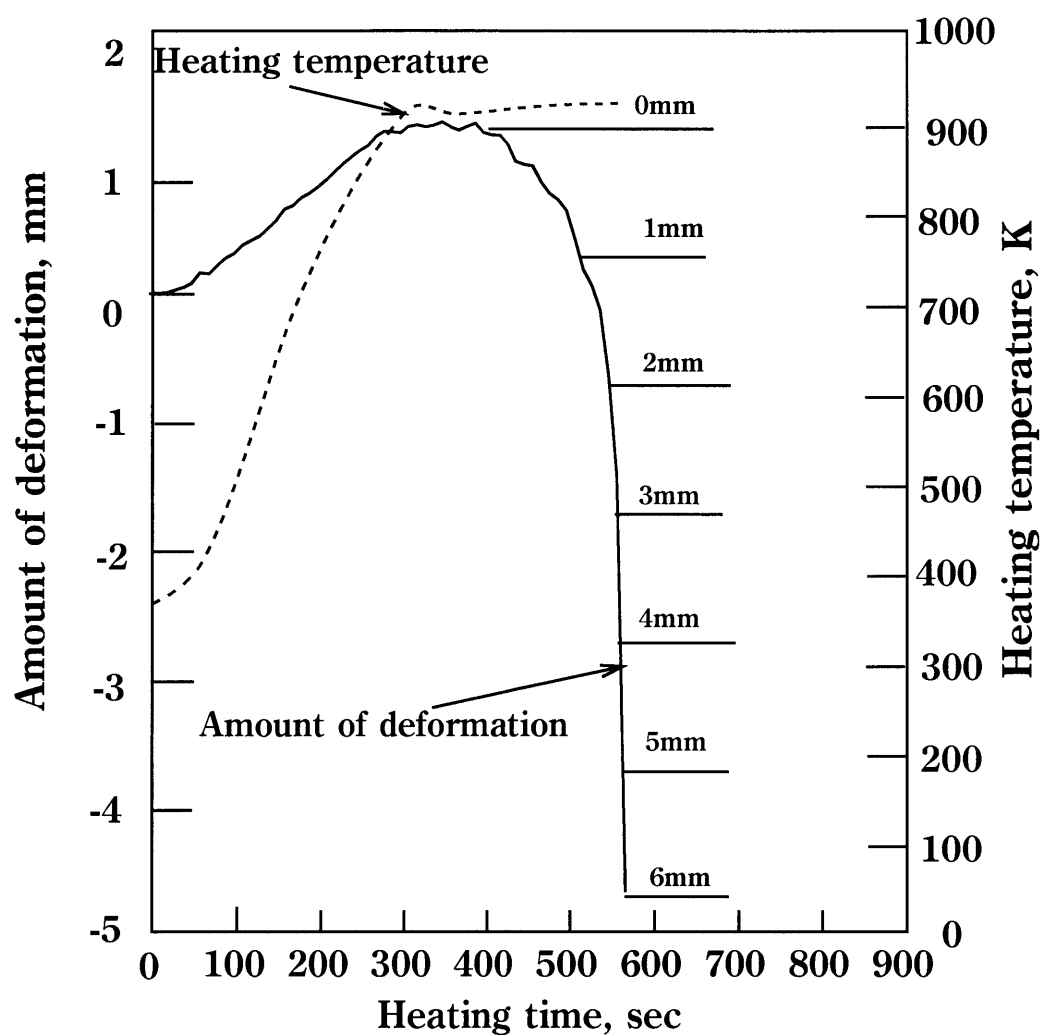


Fig.3-2 The example of histories of heating temperature and deformation of specimen at 903K, 0.7MPa.

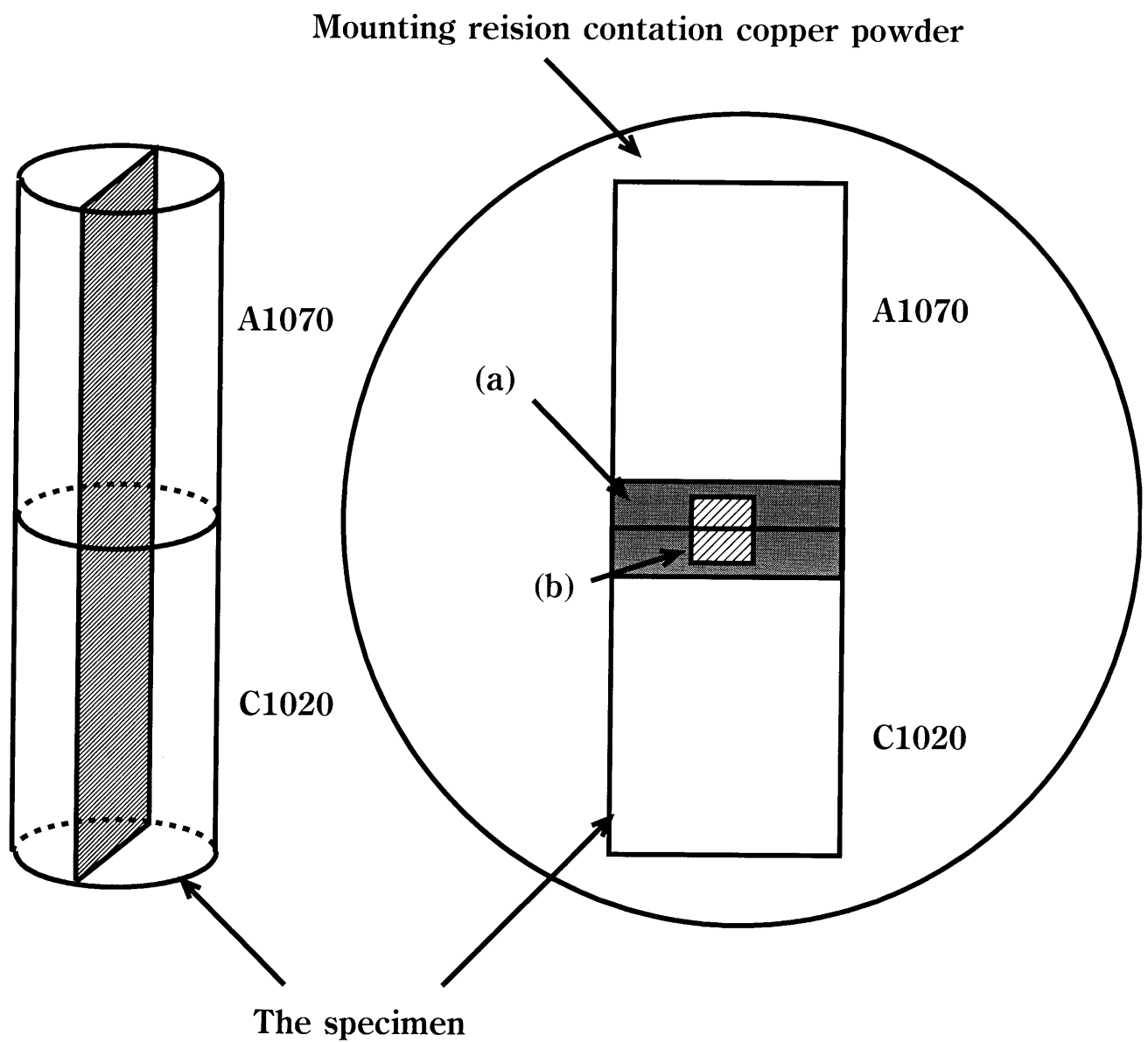
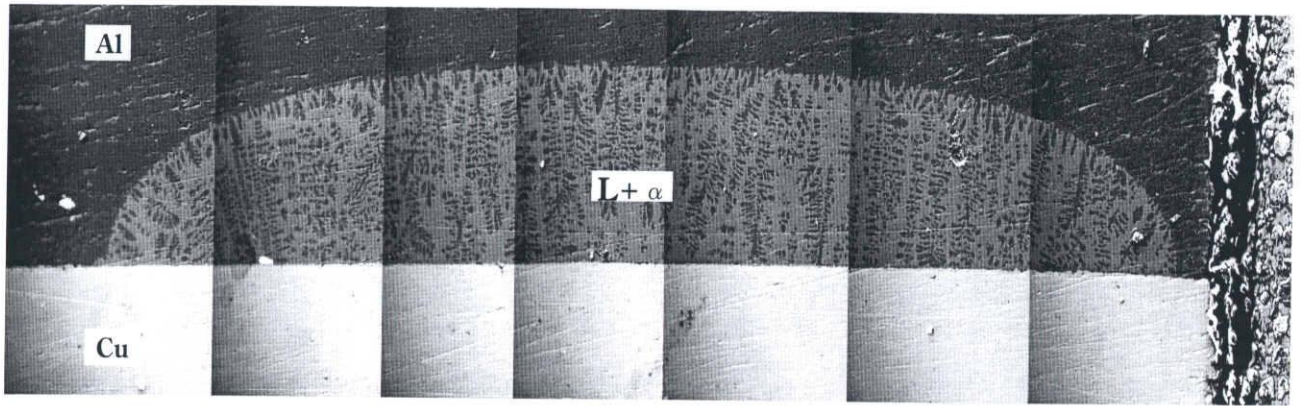
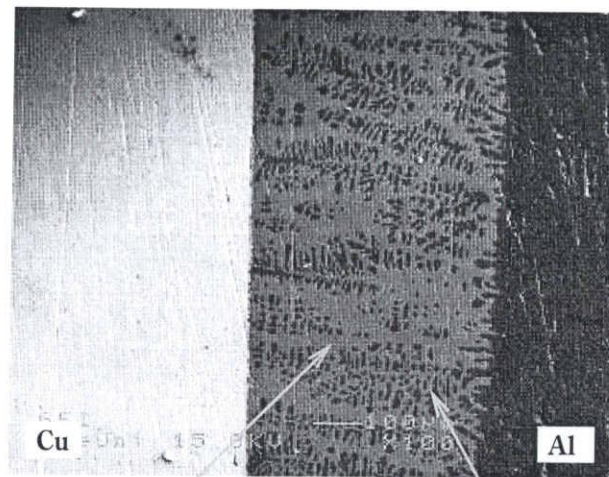


Fig.3-3 The area in the specimen where photo microstructure is taken.



(a)

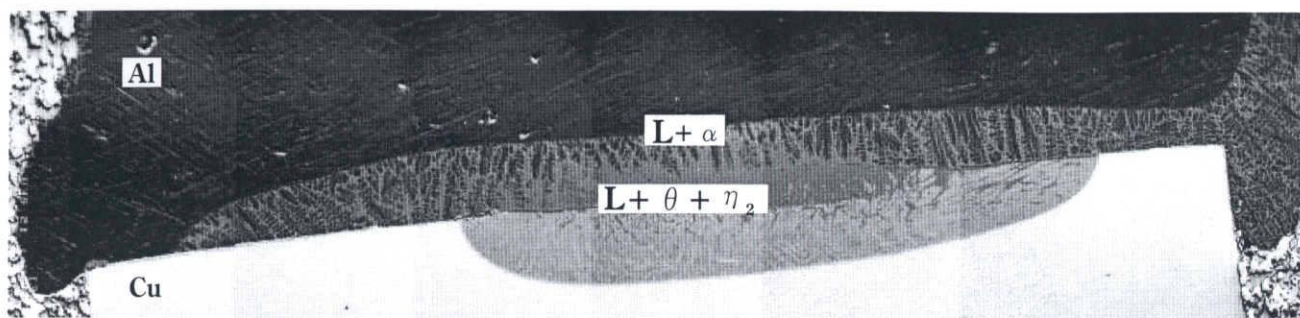


gray layer
Al=82.3at%
Cu=17.7at%

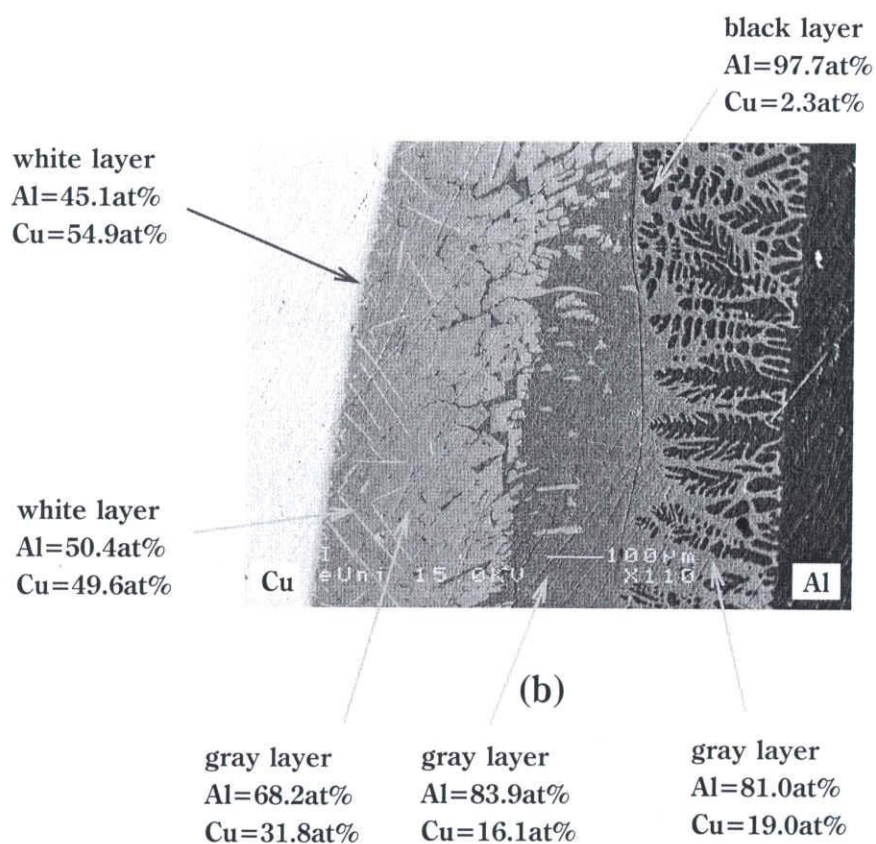
(b)

black layer
Al=97.5at%
Cu=2.5at%

Fig.3-4 Microstructure of specimen;
heating temperature=903K,
volume fraction of oxygen=21vol%,
bonding pressure=0.70MPa,
amount of deformation=0mm.

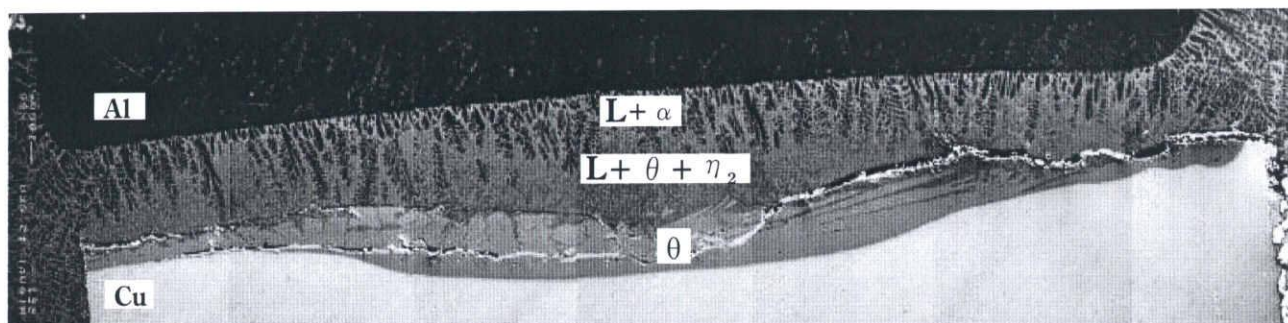


(a)



(b)

**Fig.3-5 Microstructure of specimen;
heating temperature=903K,
volume fraction of oxygen=21vol%,
bonding pressure=0.70MPa,
amount of deformation=1mm.**

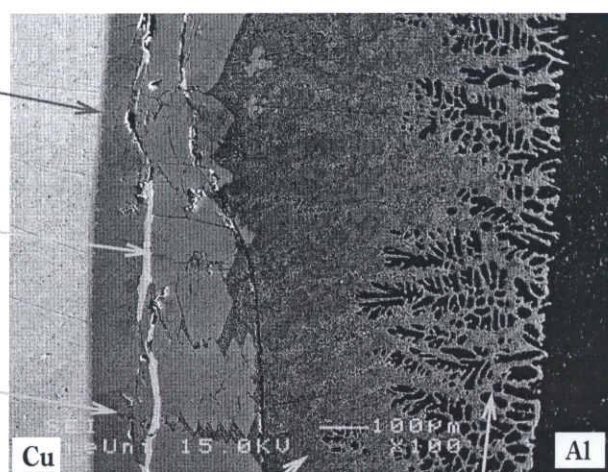


(a)

white layer
Al=40.8at%
Cu=59.2at%

white layer
Al=0.24at%
Cu=99.8at%

gray layer
Al=67.5at%
Cu=32.5at%

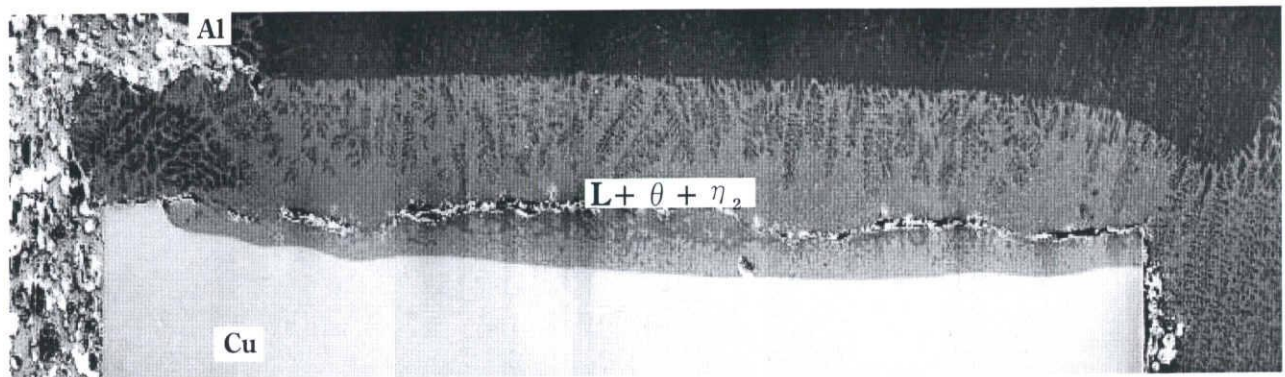


gray layer
Al=81.9at%
Cu=18.1at%

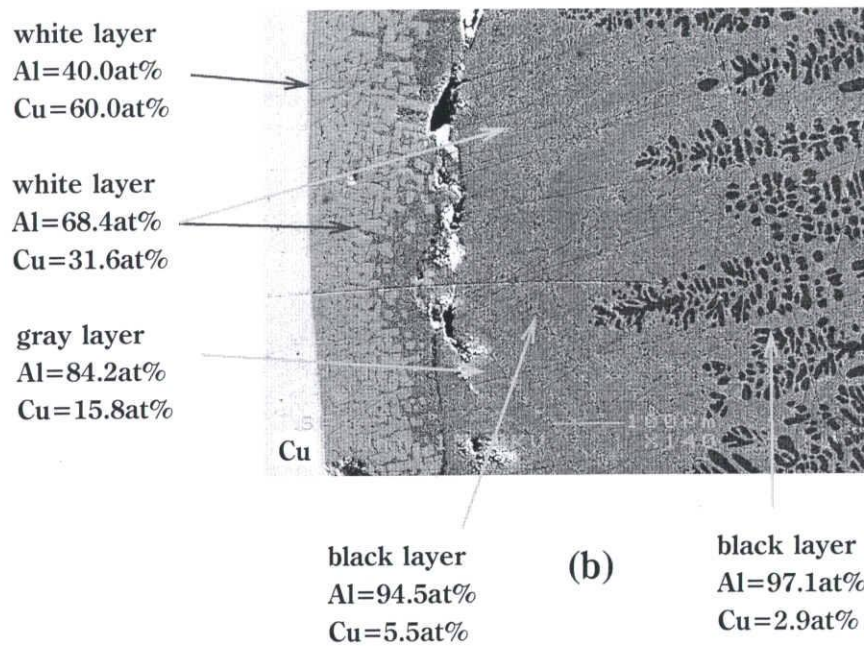
(b)

black layer
Al=97.6at%
Cu=2.4at%

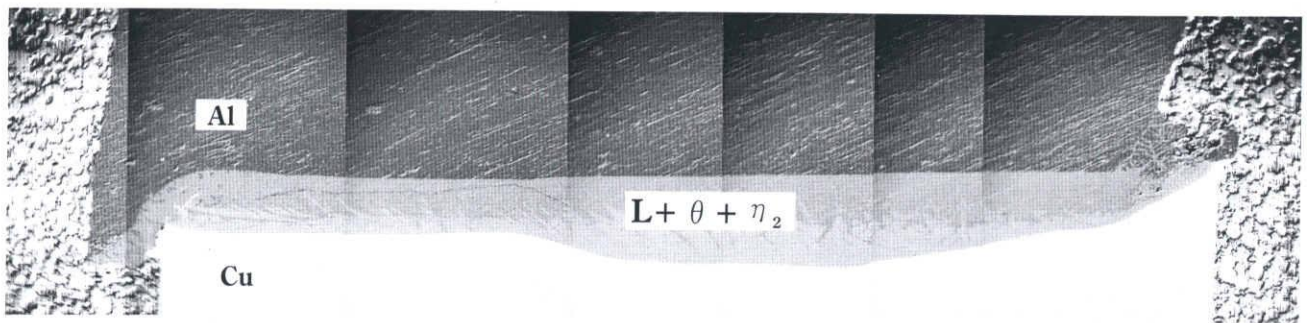
**Fig.3-6 Microstructure of specimen;
heating temperature=903K,
volume fraction of oxygen=21vol%,
bonding pressure=0.70MPa,
amount of defomation=2mm.**



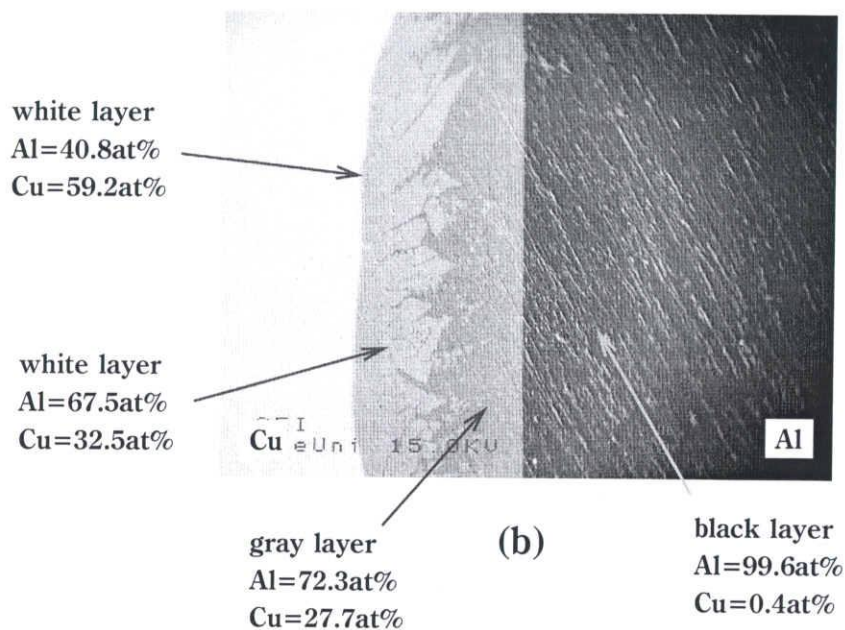
(a)



**Fig.3-7 Microstructure of specimen;
heating temperature=903K,
volume fraction of oxygen=21vol%,
bonding pressure=0.70MPa,
amount of deformation=3mm.**

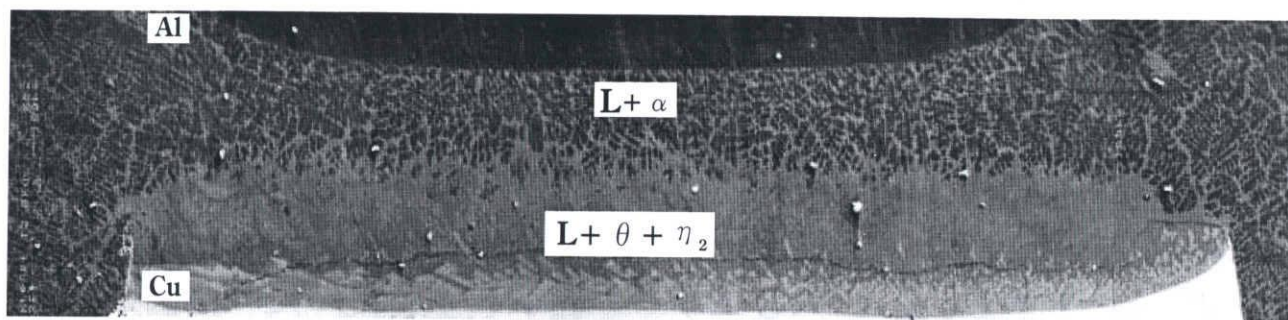


(a)

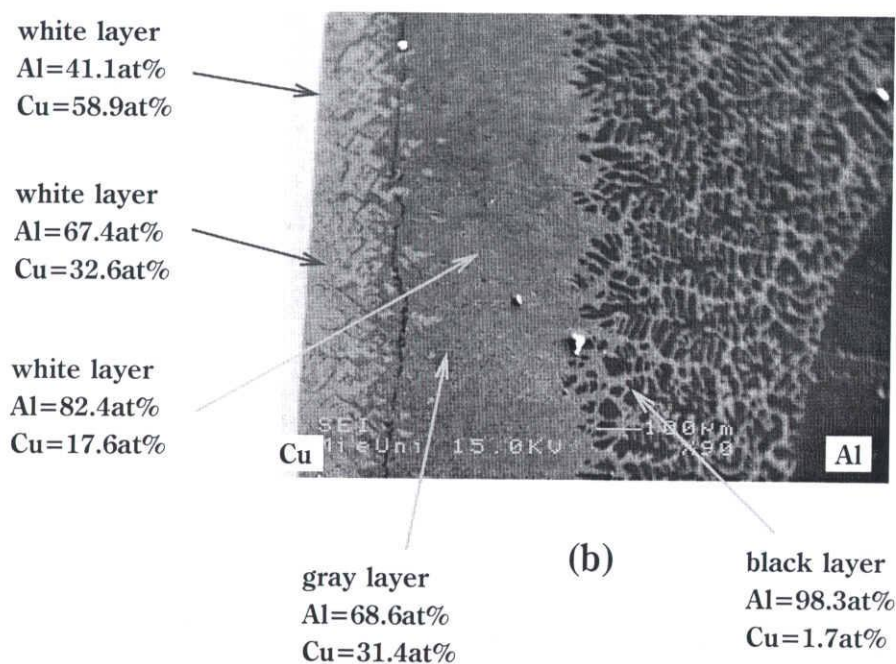


(b)

**Fig.3-10 Microstructure of specimen;
heating temperature=903K,
volume fraction of oxygen=21vol%,
bonding pressure=0.70MPa,
amount of deformation=6mm.**

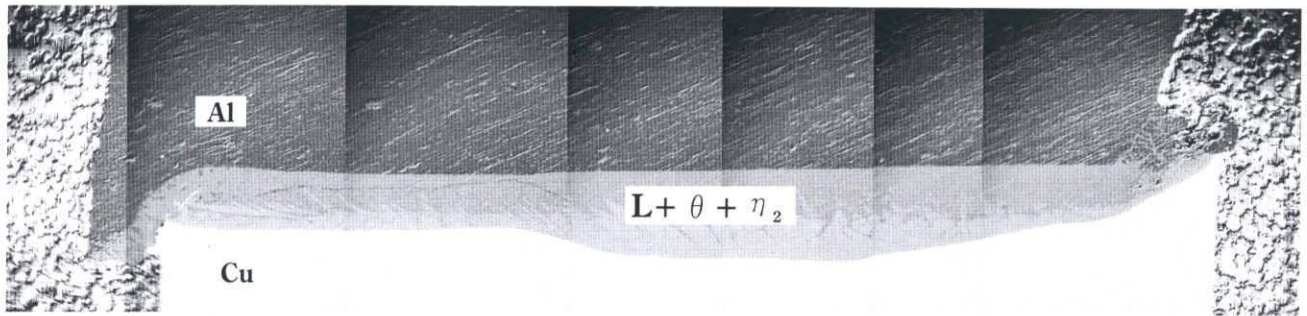


(a)

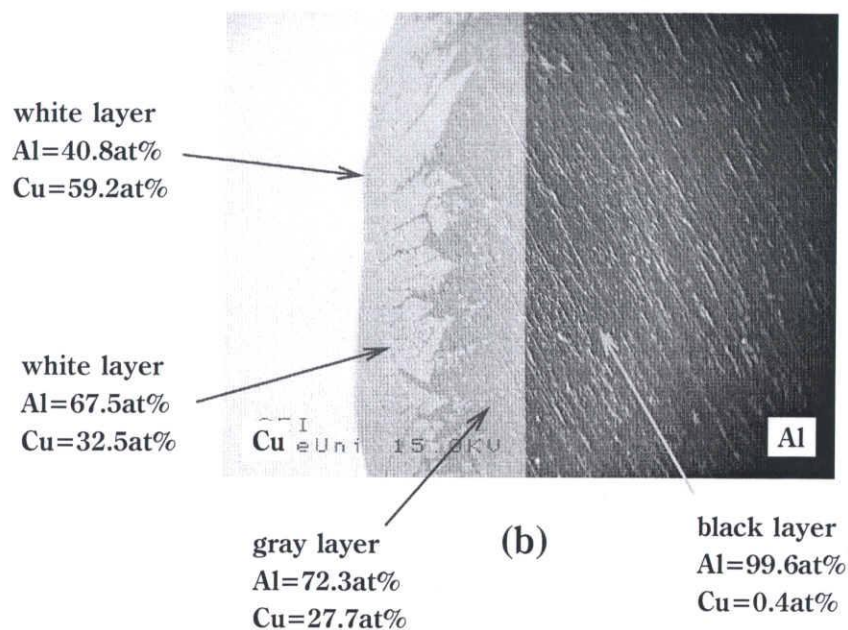


(b)

Fig.3-9 Microstructure of specimen;
heating temperature=903K,
volume fraction of oxygen=21vol%,
bonding pressure=0.70MPa,
amount of deformation=5mm.

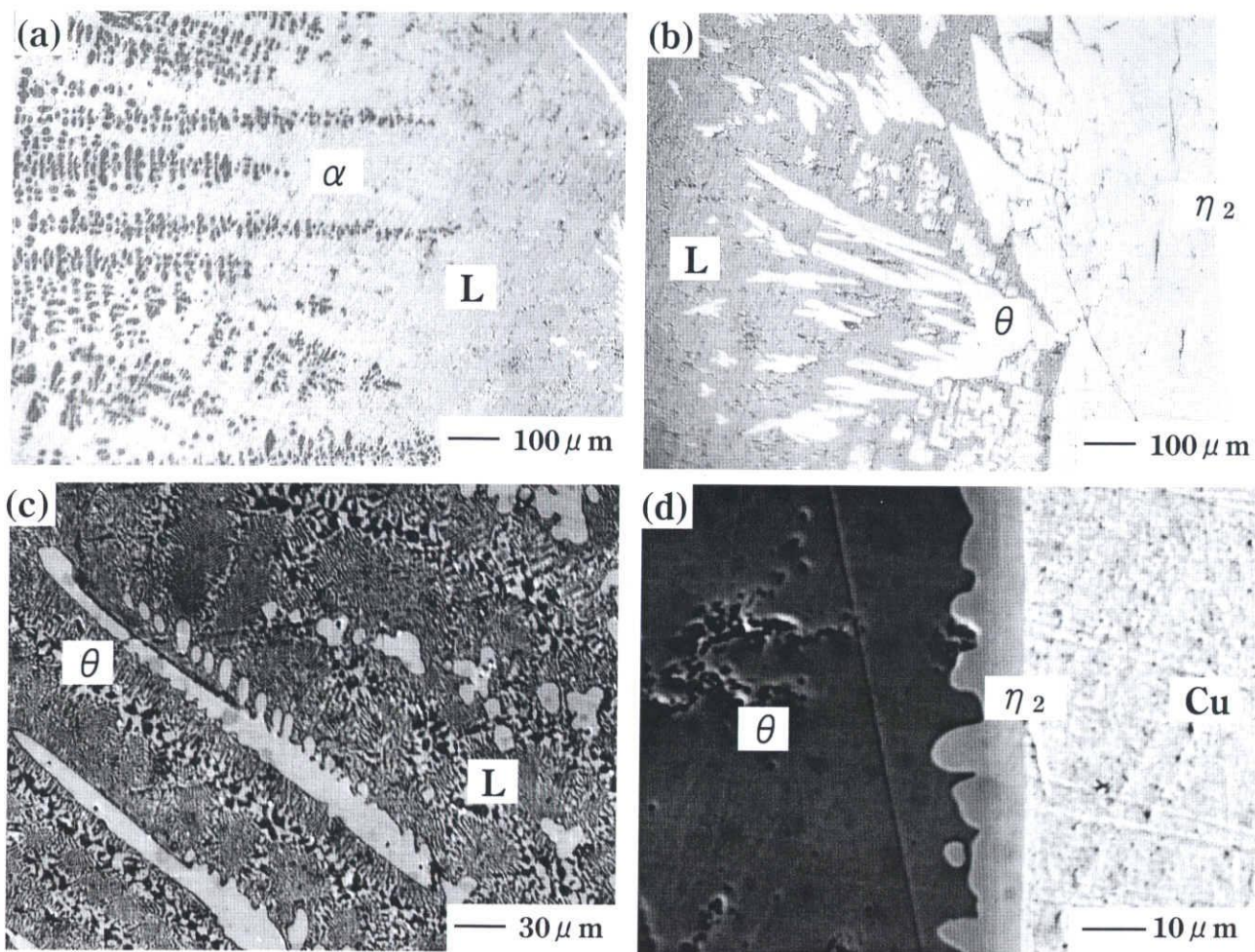


(a)



(b)

**Fig.3-10 Microstructure of specimen;
heating temperature=903K,
volume fraction of oxygen=21vol%,
bonding pressure=0.70MPa,
amount of deformation=6mm.**



phase	Al	Cu (at%)
α	97.2	2.8
L(macro)	82.6	17.4

phase	Al	Cu (at%)
θ	66.3	33.7
η_2	45.1	54.9

Fig.3-11 Four major microstructure observed in Al/Cu bond.

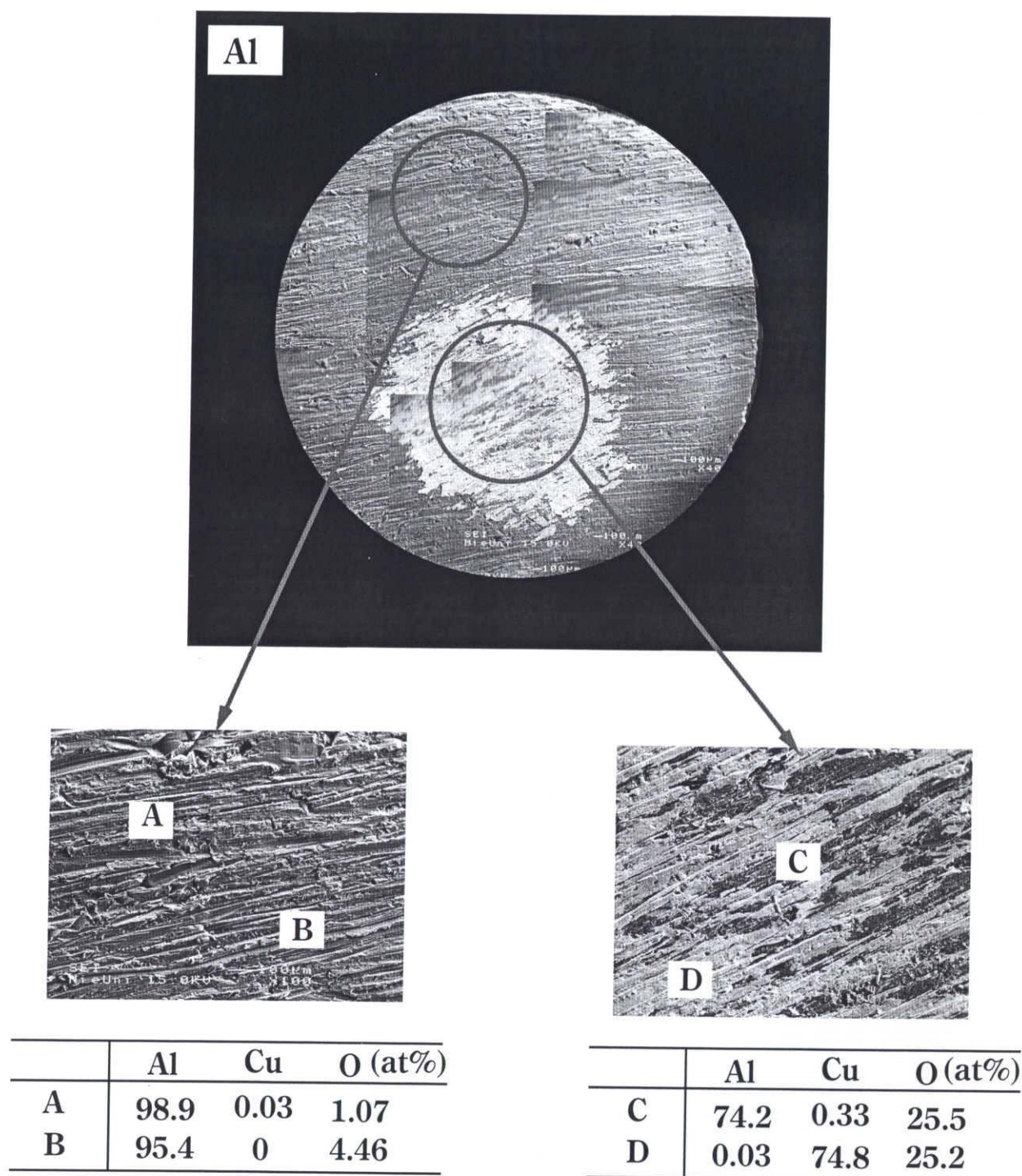
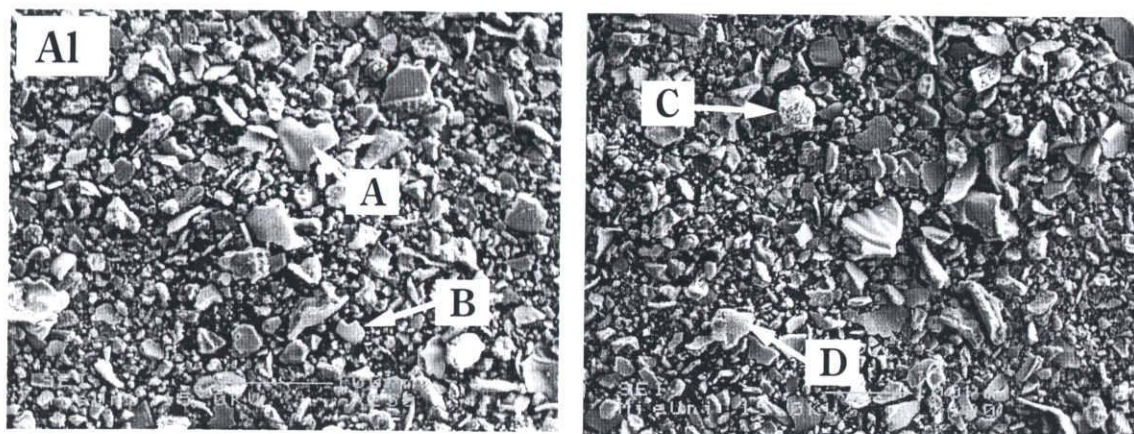


Fig.3-12 SEM observation and EPMA analysis for oxide;heating temperature =893K, fracture surface=Al side.



	Al	Cu	O (at%)
A	41.7	0	58.3
B	38.2	0	61.8

	Al	Cu	O (at%)
C	40.9	0	59.1
D	41.3	0	58.7

Fig.3-13 SEM observation and EPMA analysis for oxide;heating temperature =893K, surface=Al.

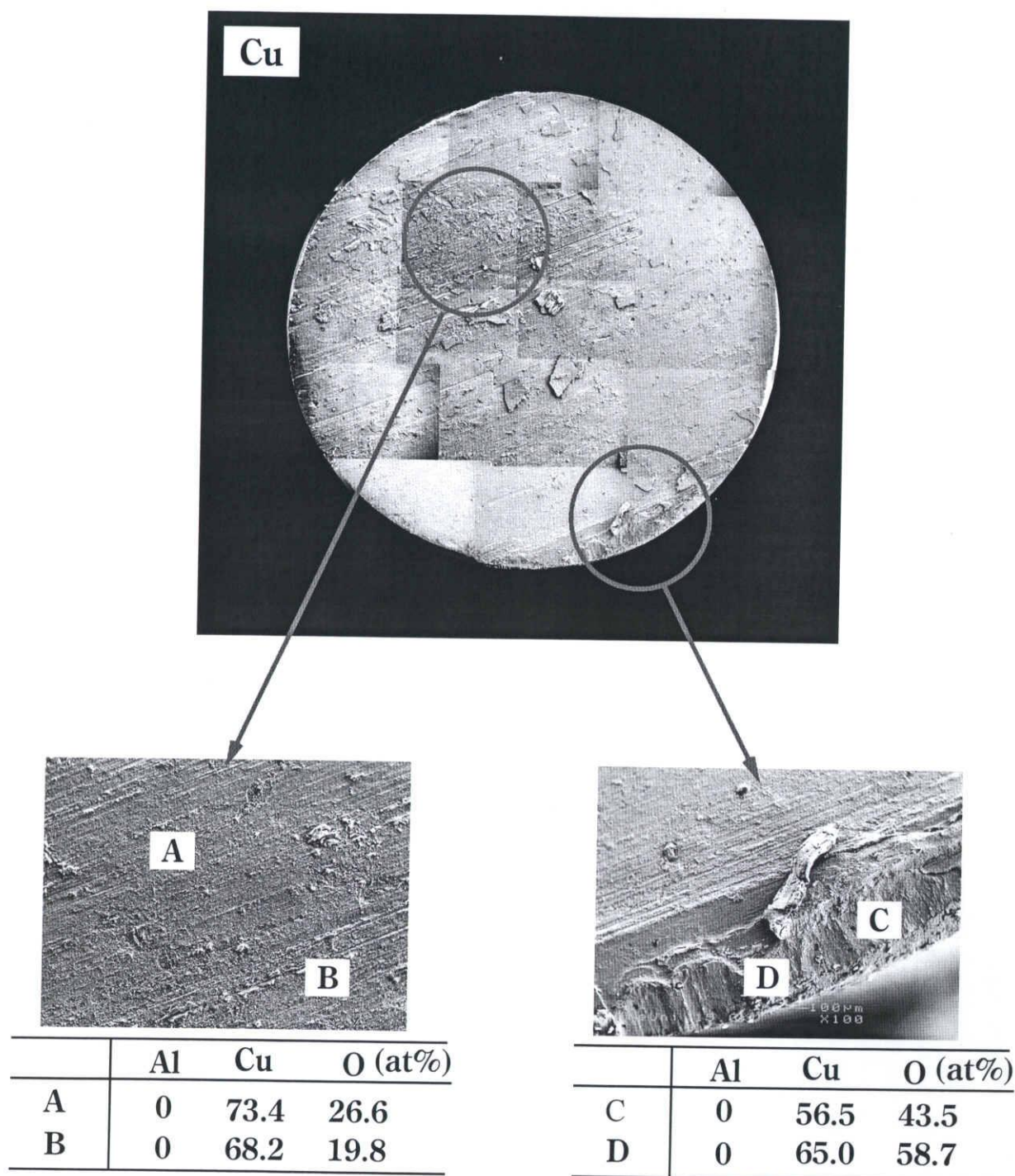


Fig.3-14 SEM observation and EPMA analysis for oxide;heating temperature =873K, surface=Cu.

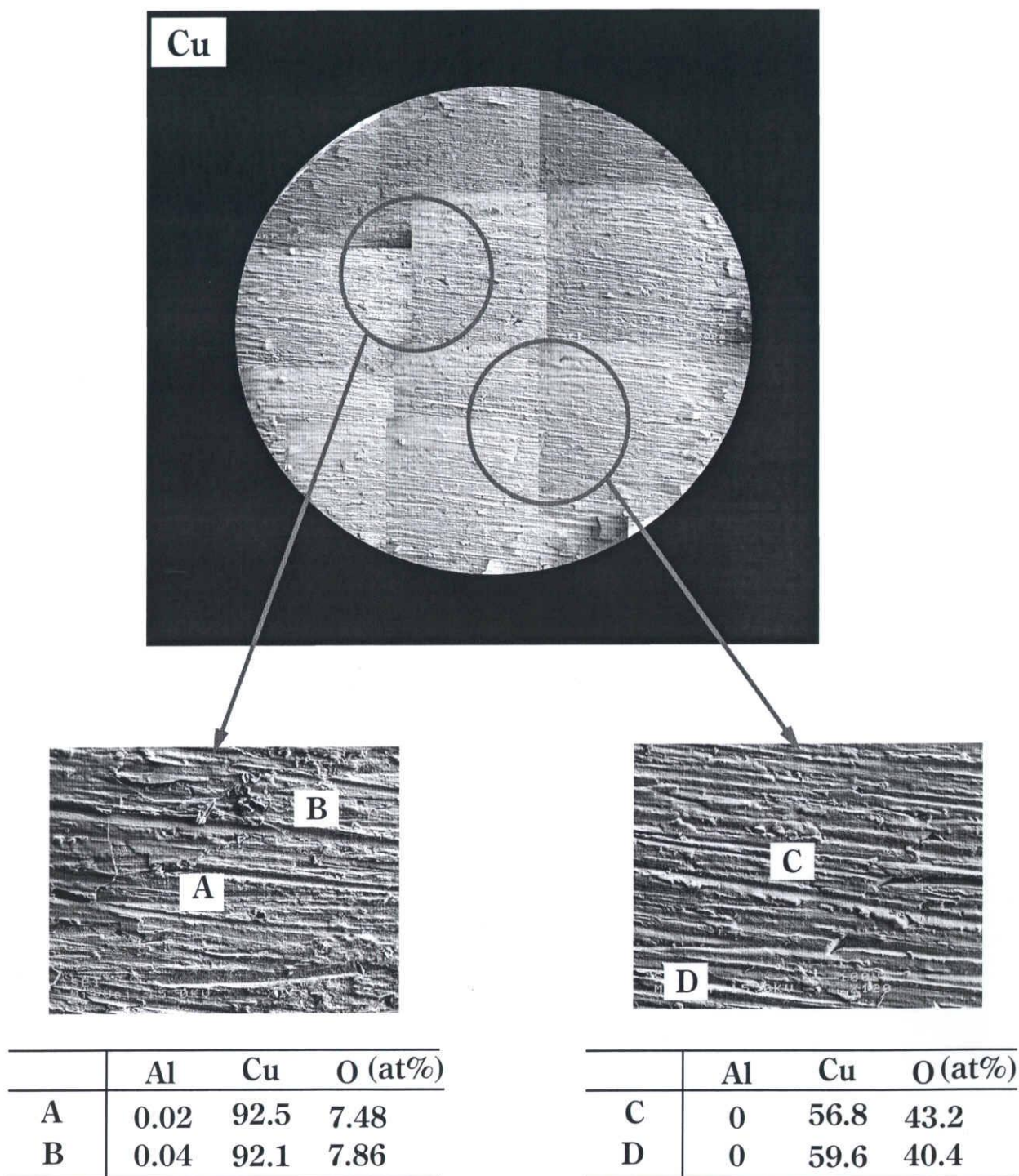


Fig.3-15 SEM observation and EPMA analysis for oxide;heating temperature =893K, fracture surface=Cu side.

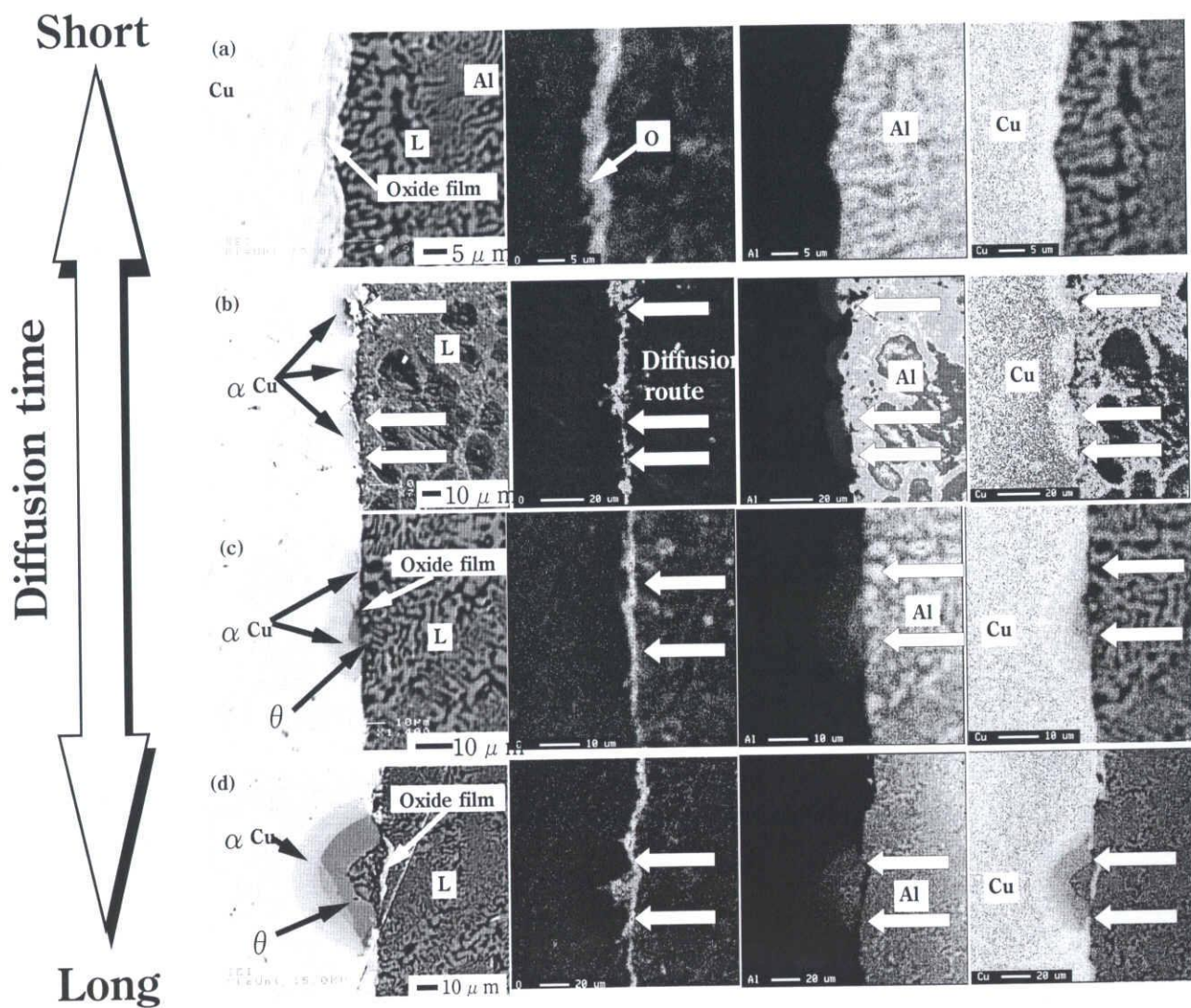
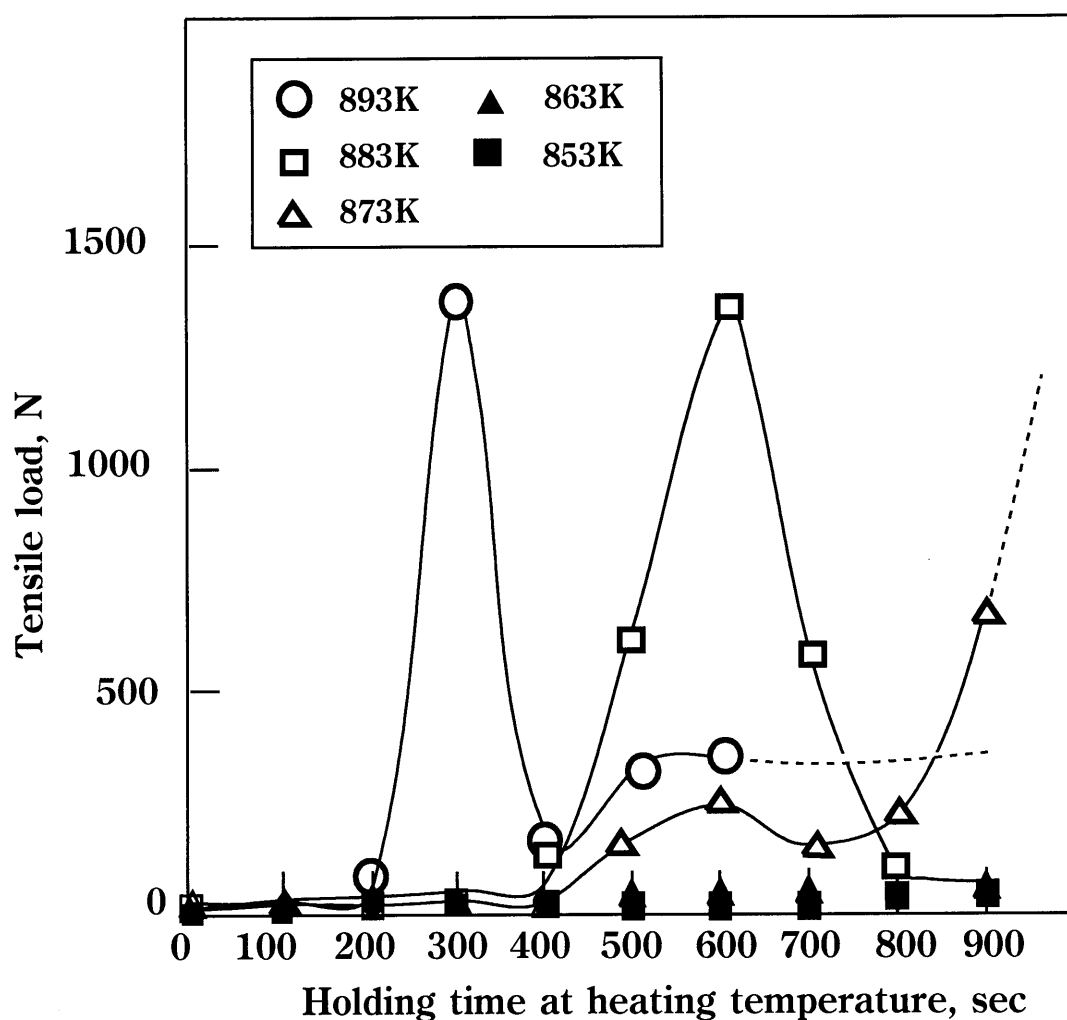
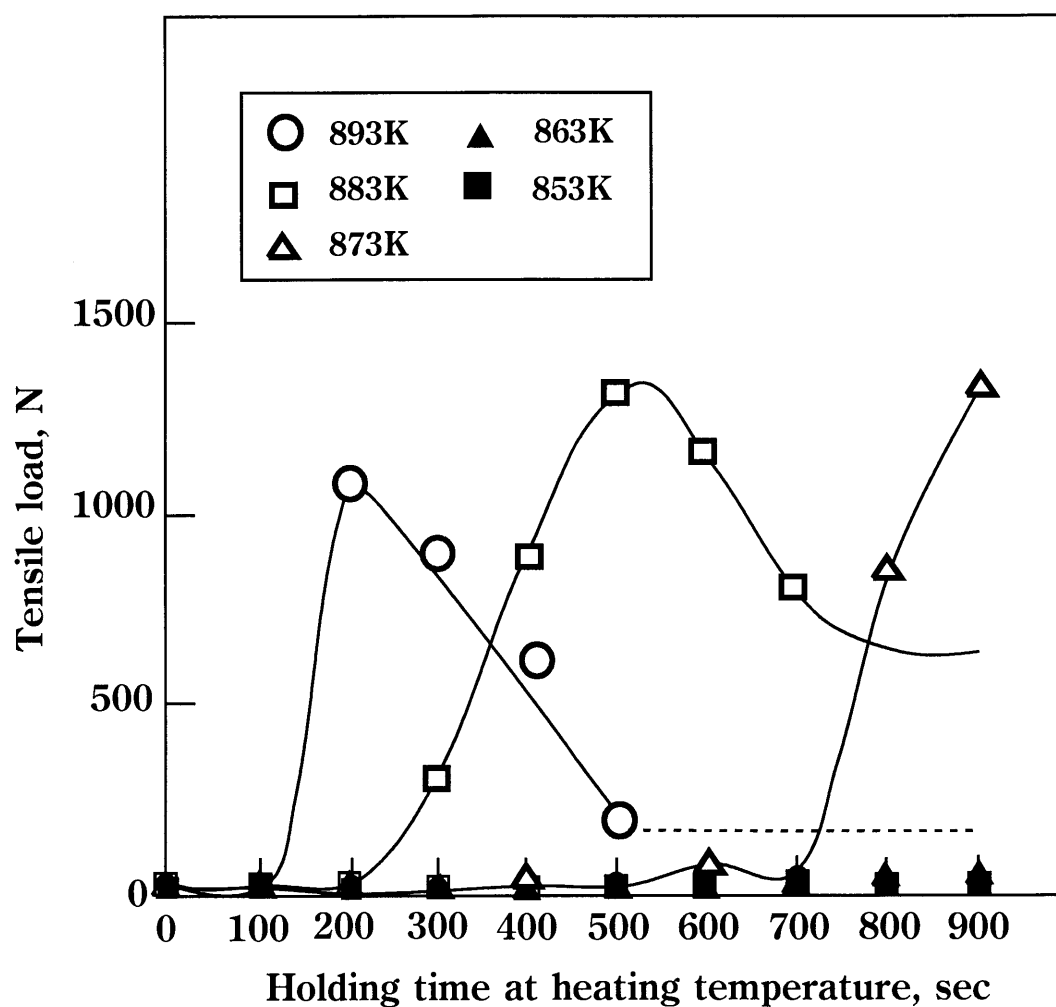


Fig.3-16 Observation for the diffusion route by separation of thick Al and Cu oxide film from each metal face.



**Fig.4-1 Effect of heating temperature on tensile load of A1070/C1020 joints;
kind of abrasive paper= #180,
setting method=parallel setting.**



**Fig.4-2 Effect of heating temperature on tensile load of A1070/C1020 joints;
kind of abrasive paper= #180,
setting method=cross setting.**

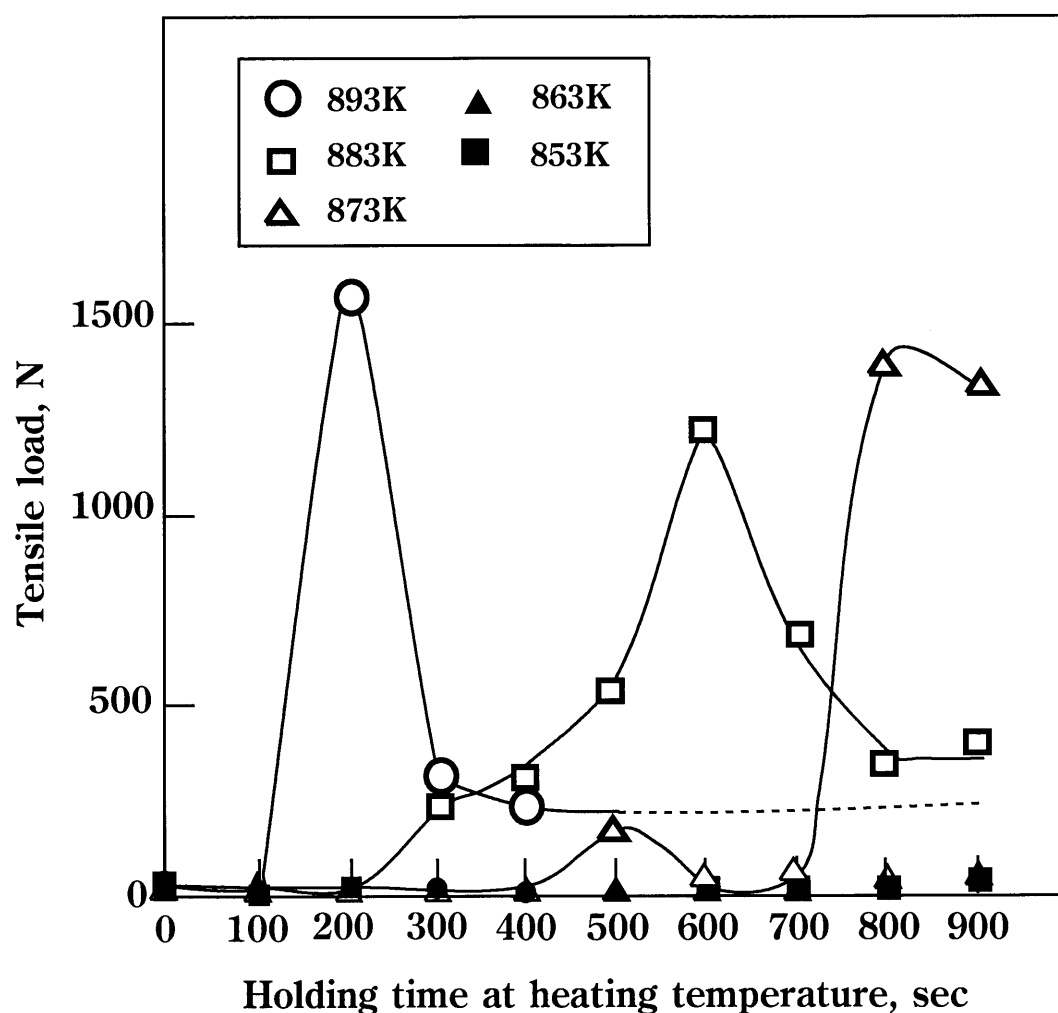


Fig.4-3 Effect of heating temperature on tensile load of A1070/C1020 joints; kind of abrasive paper= #400, setting method=parallel setting.

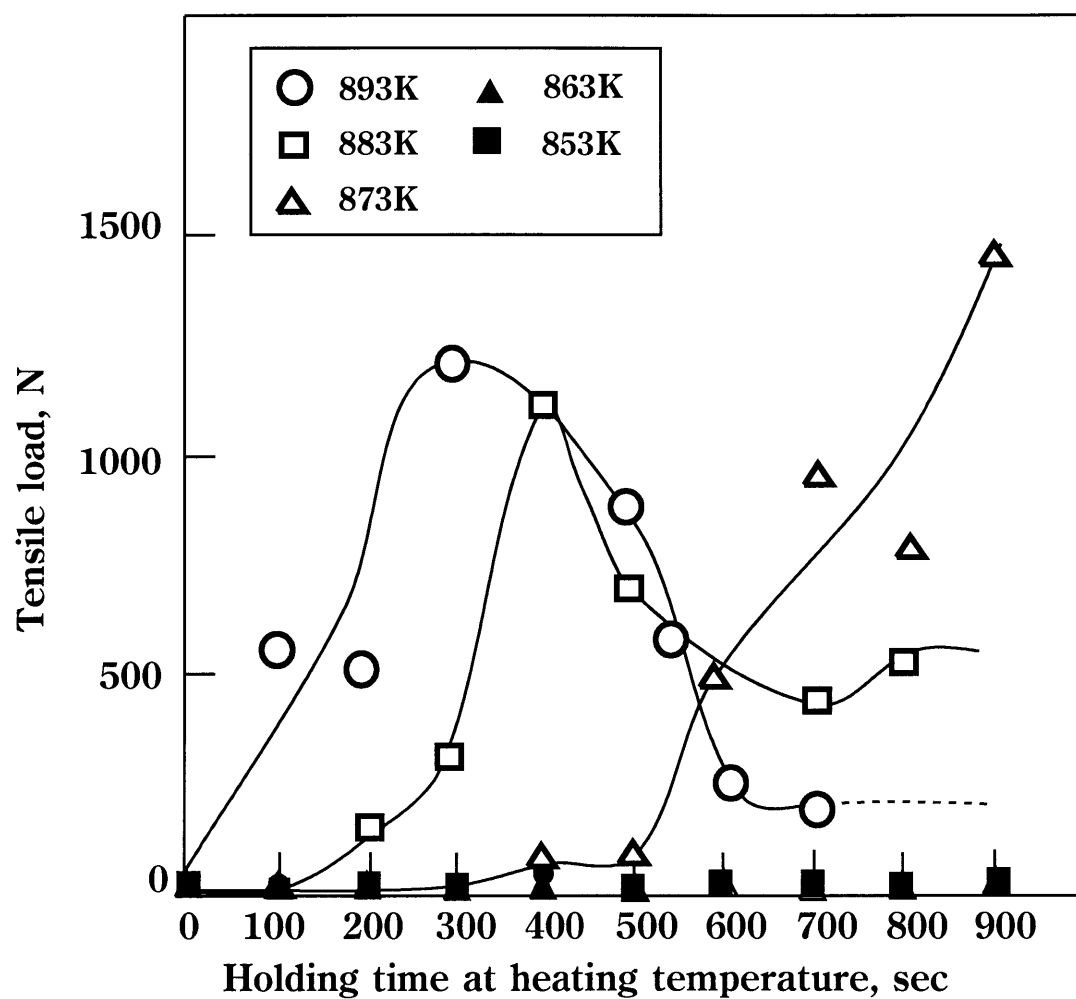
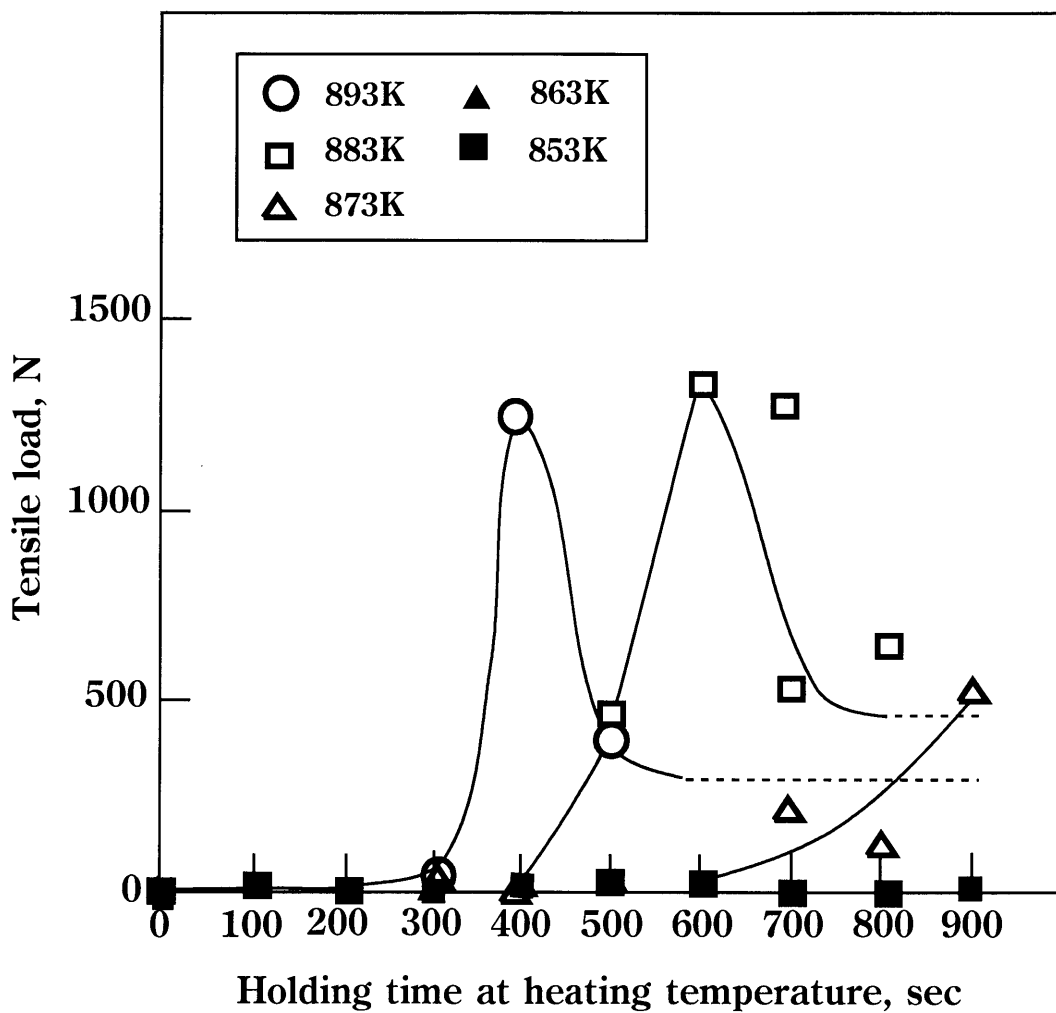


Fig.4-4 Effect of heating temperature on tensile load of A1070/C1020 joints; kind of abrasive paper= #400, setting method=cross setting.



**Fig.4-5 Effect of heating temperature on tensile load of A1070/C1020 joints;
kind of abrasive paper= #2000,
setting method=parallel setting.**

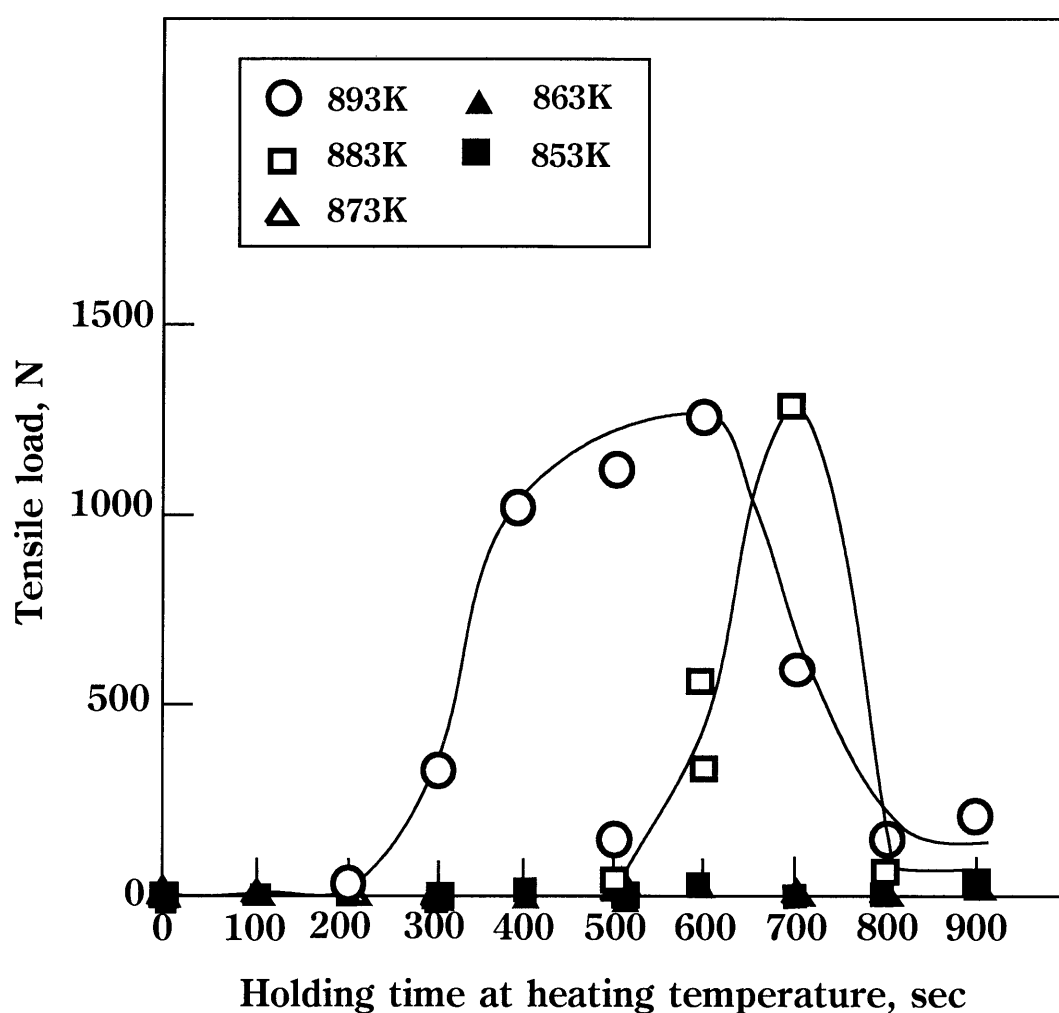


Fig.4-6 Effect of heating temperature on tensile load of A1070/C1020 joints; kind of abrasive paper= #2000, setting method=cross setting.

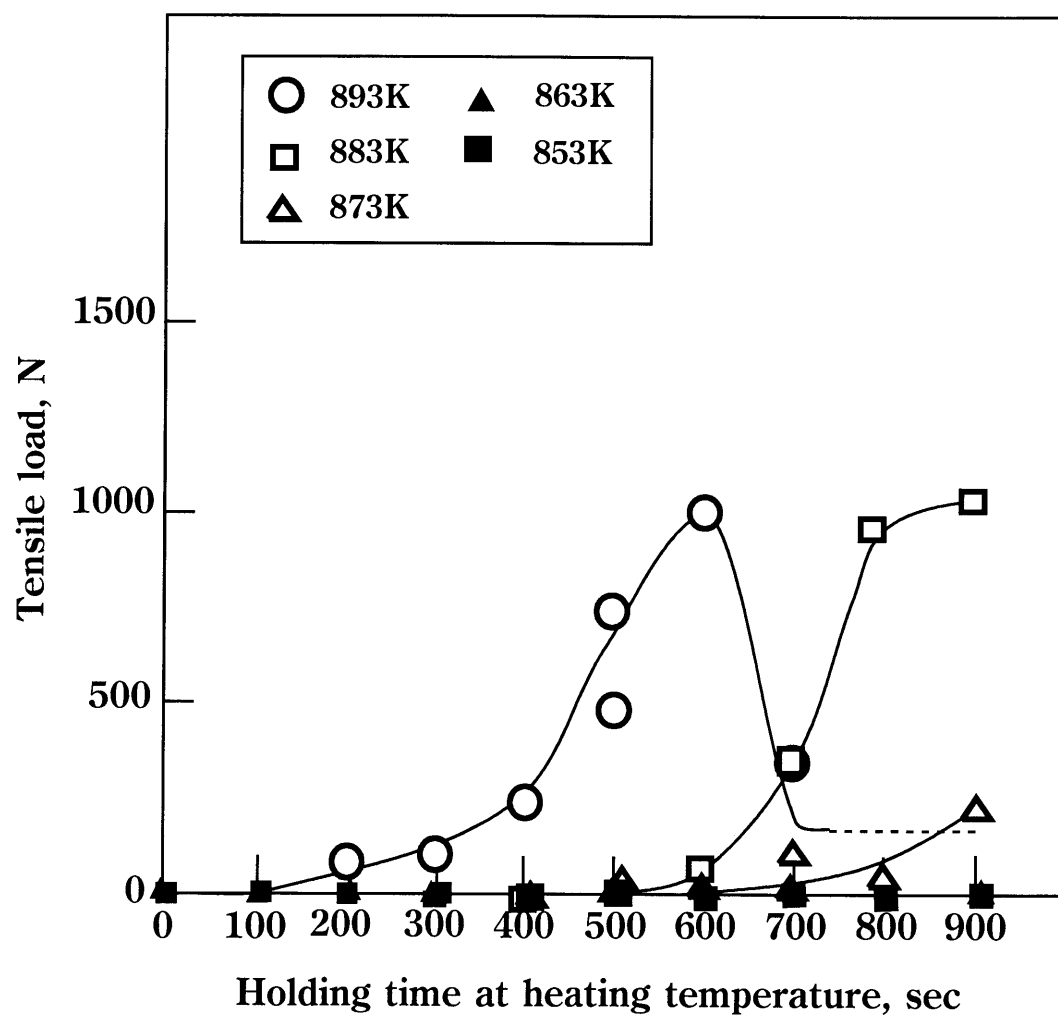


Fig.4-7 Effect of heating temperature on tensile load of A1070/C1020 joints; polishing method=buff polish.

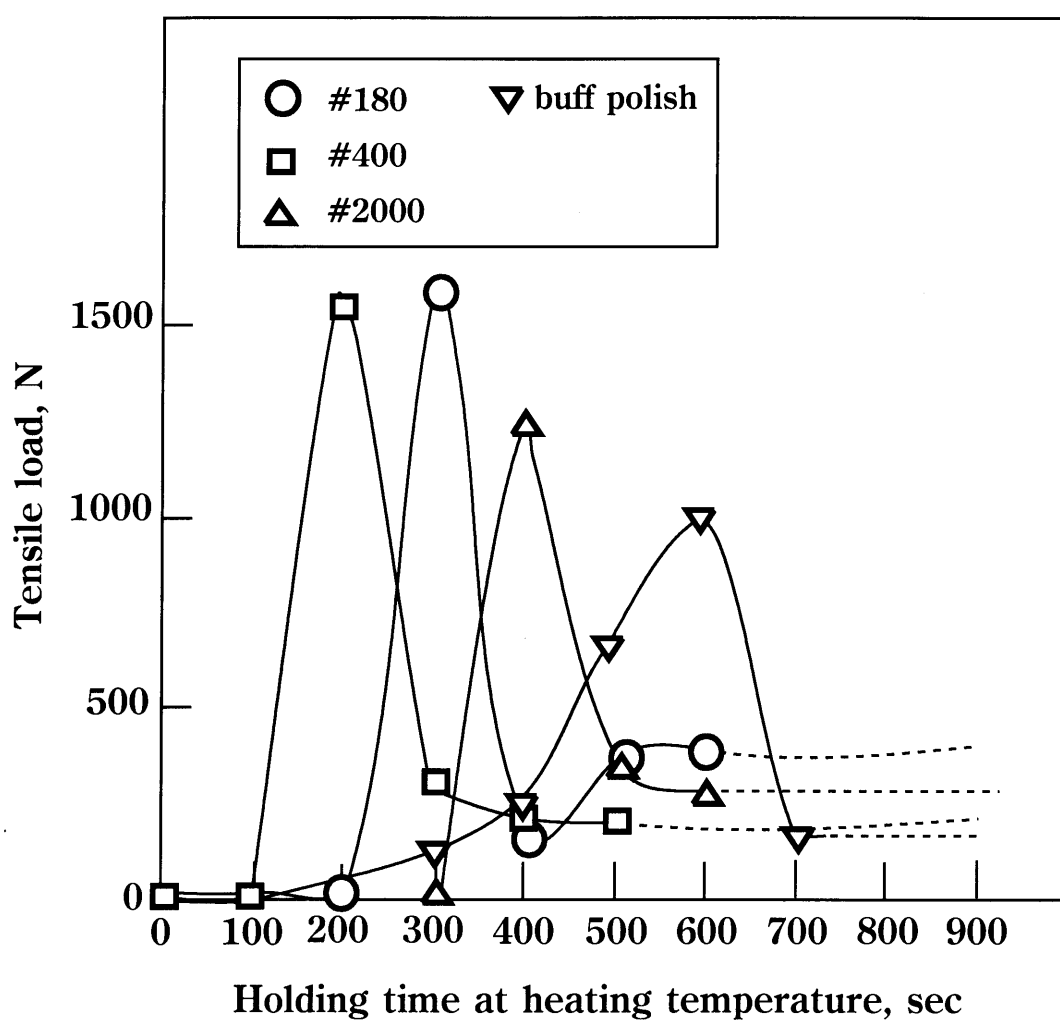


Fig.4-8 Effect of polishing method on tensile load of A1070/C1020 joints; heating temperature=893K, setting method=parallel setting.

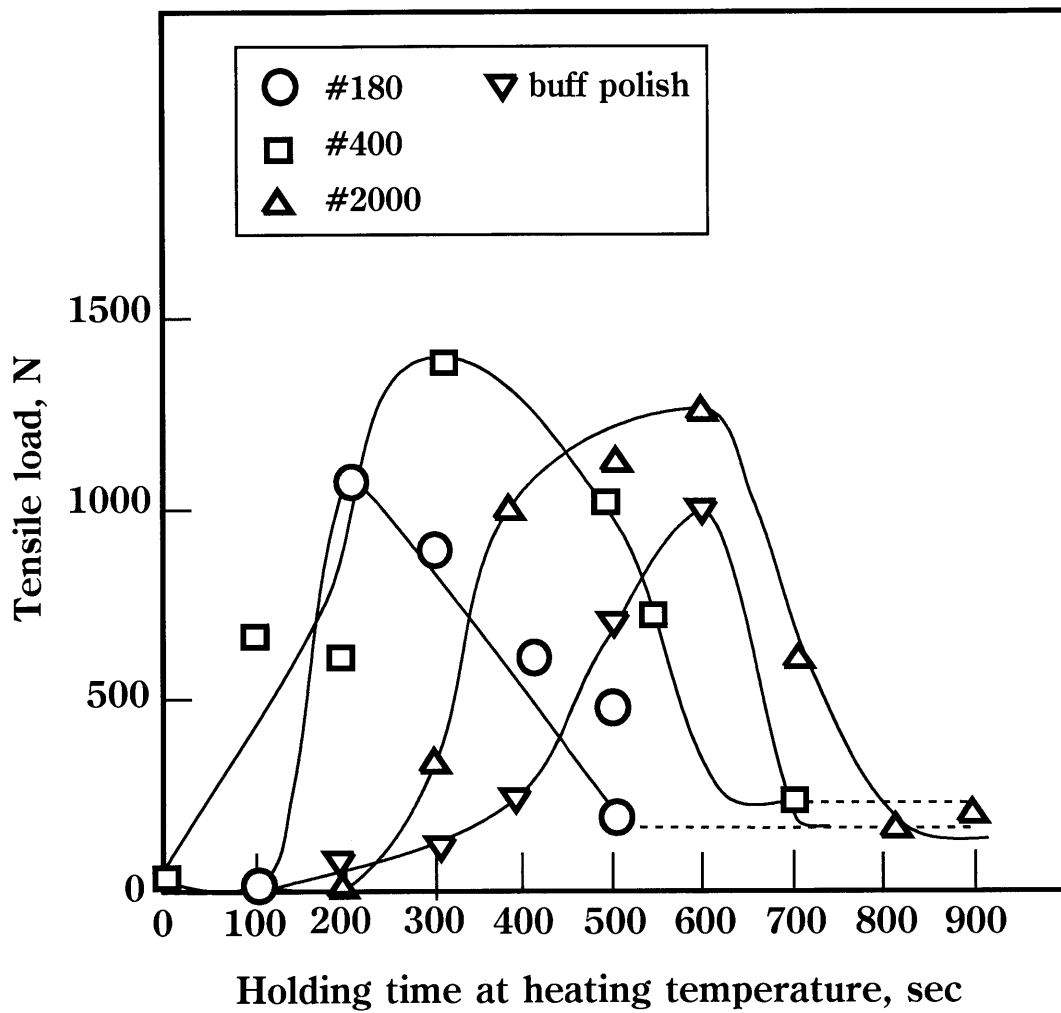


Fig.4-9 Effect of polishing method on tensile load of A1070/C1020 joints; heating temperature=893K, setting method=corss setting.

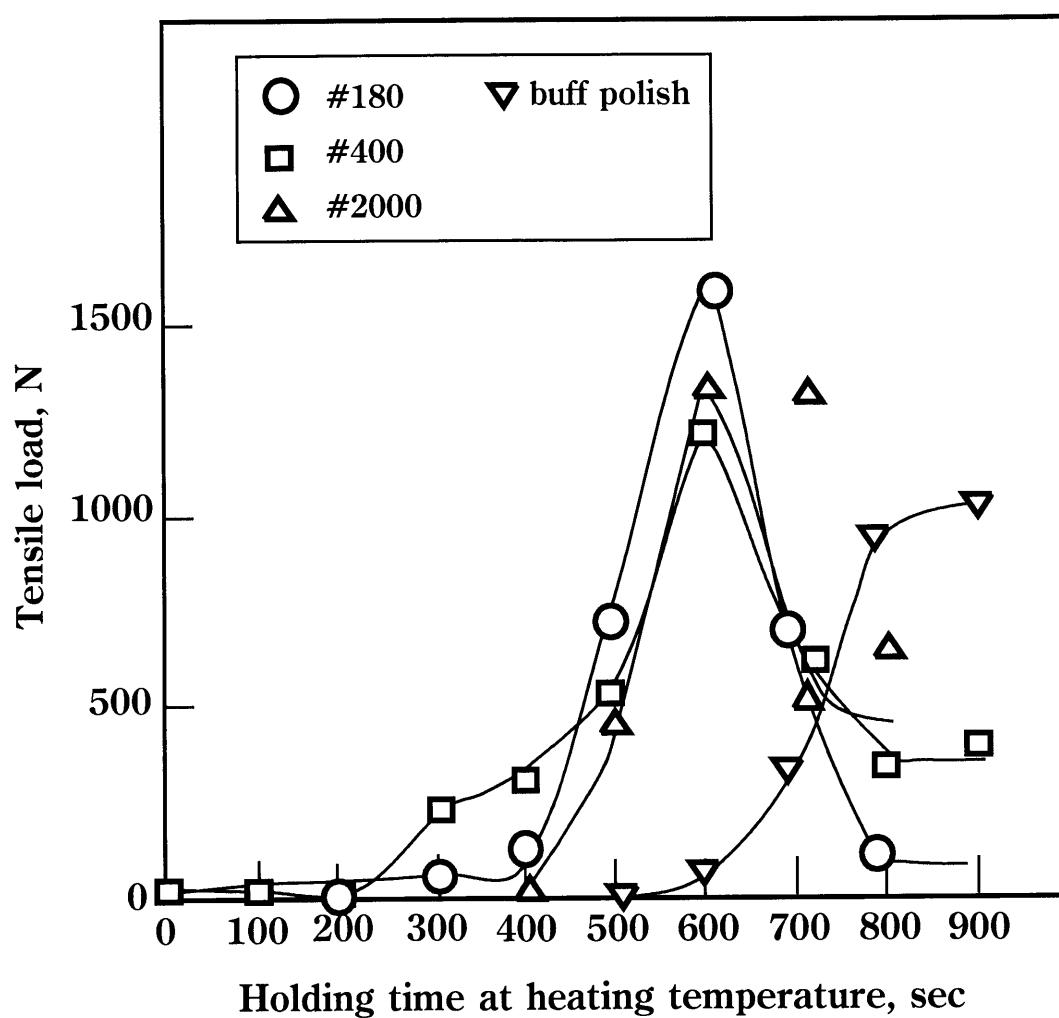


Fig.4-10 Effect of polishing method on tensile load of A1070/C1020 joints; heating temperature=883K, setting method=parallel setting.

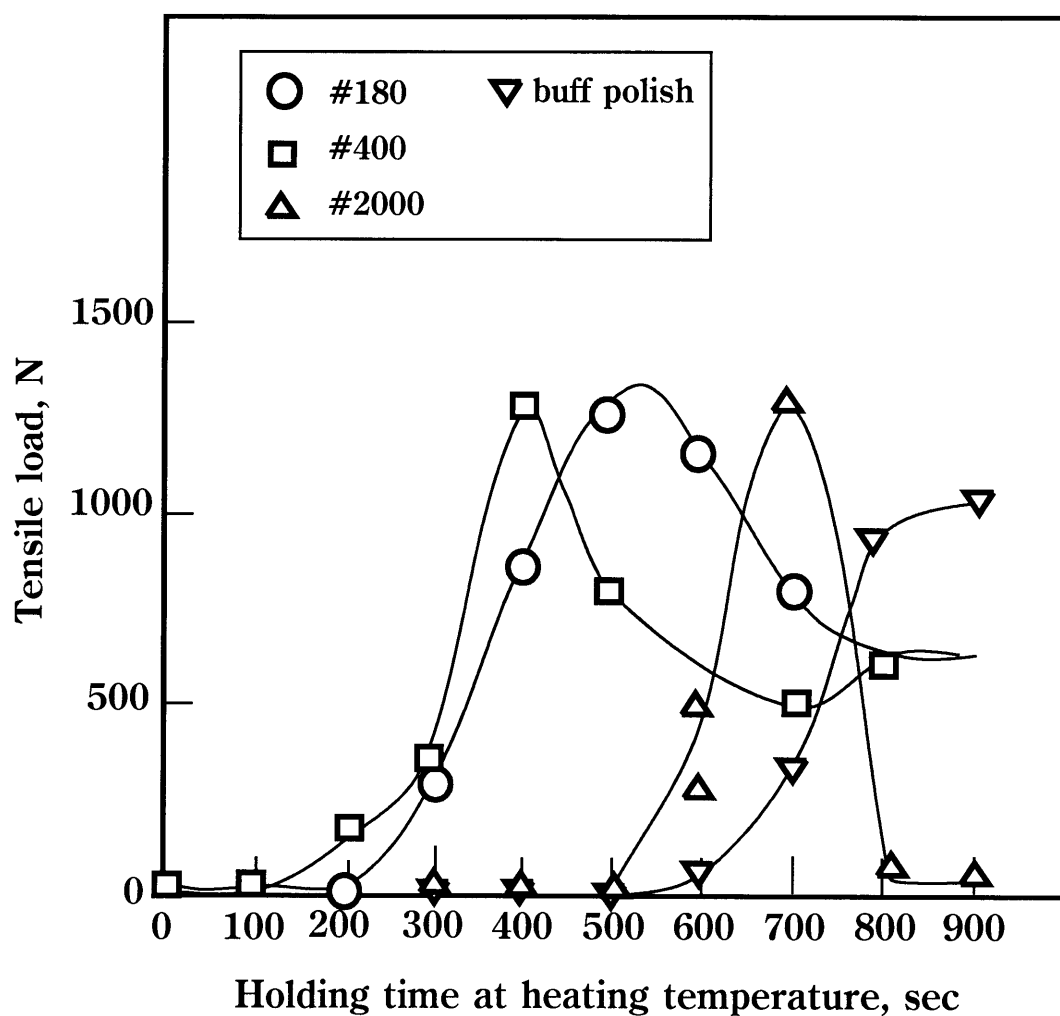


Fig.4-11 Effect of polishing method on tensile load of A1070/C1020 joints; heating temperature=883K, setting method=cross setting.

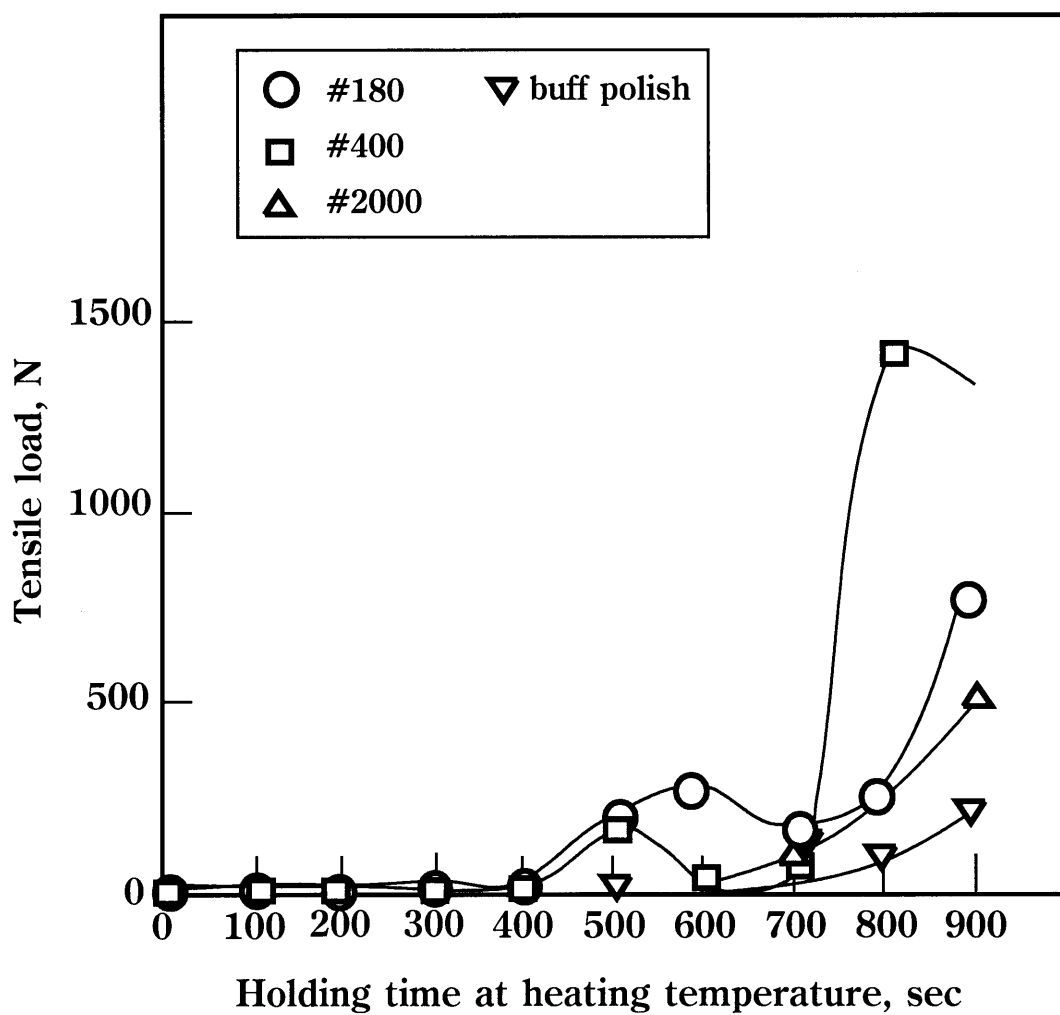


Fig.4-12 Effect of polishing method on tensile load of A1070/C1020 joints; heating temperature=873K, setting method=parallel setting.

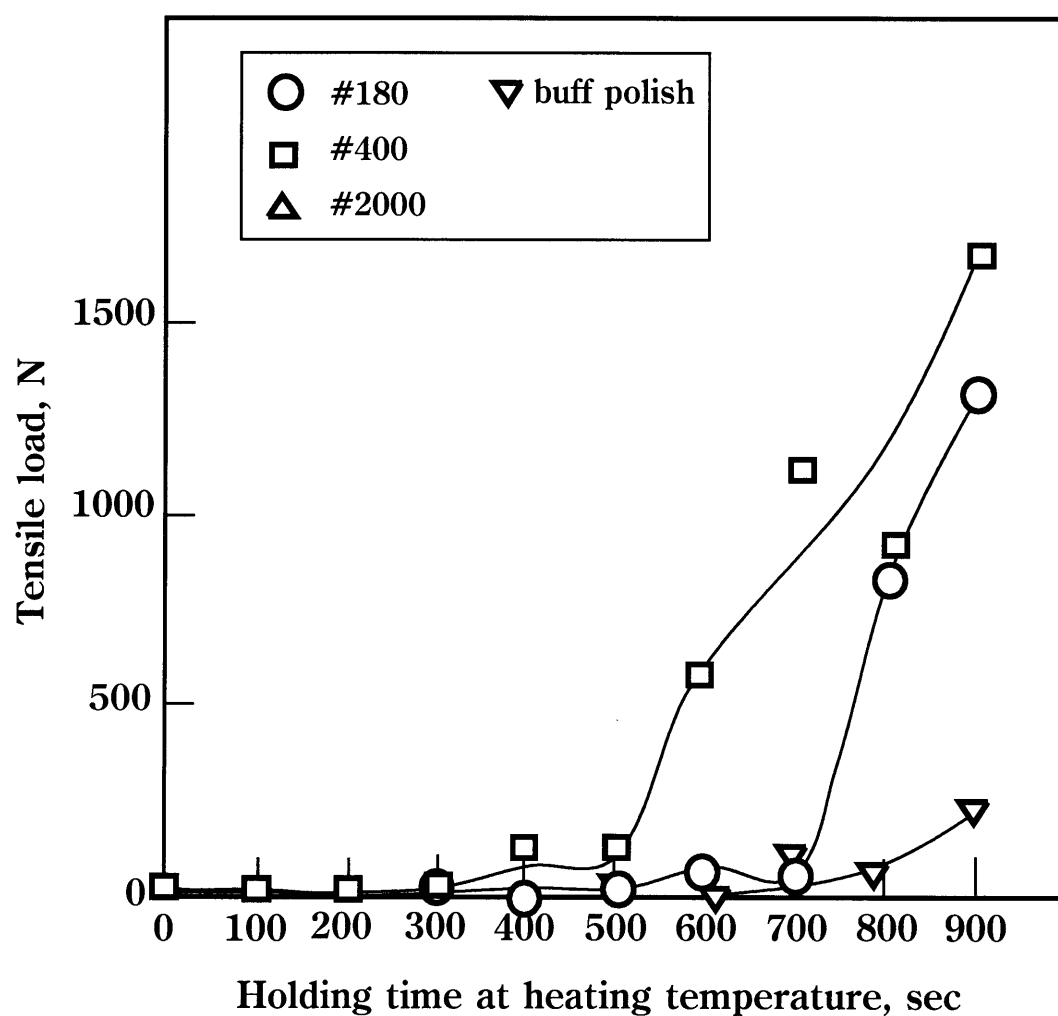


Fig.4-13 Effect of polishing method on tensile load of A1070/C1020 joints; heating temperature=873K, setting method=cross setting.

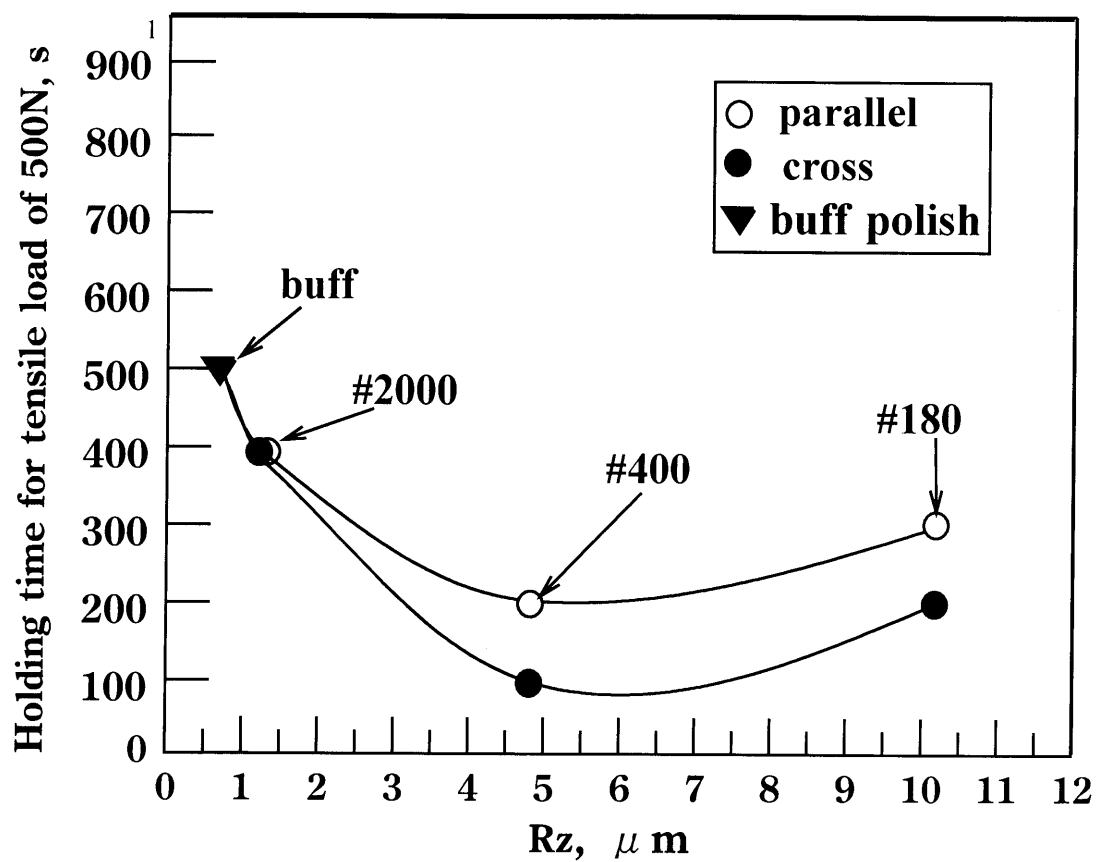


Fig.4-14 Effect of initial surface roughness on start time;heating temperature=893K.

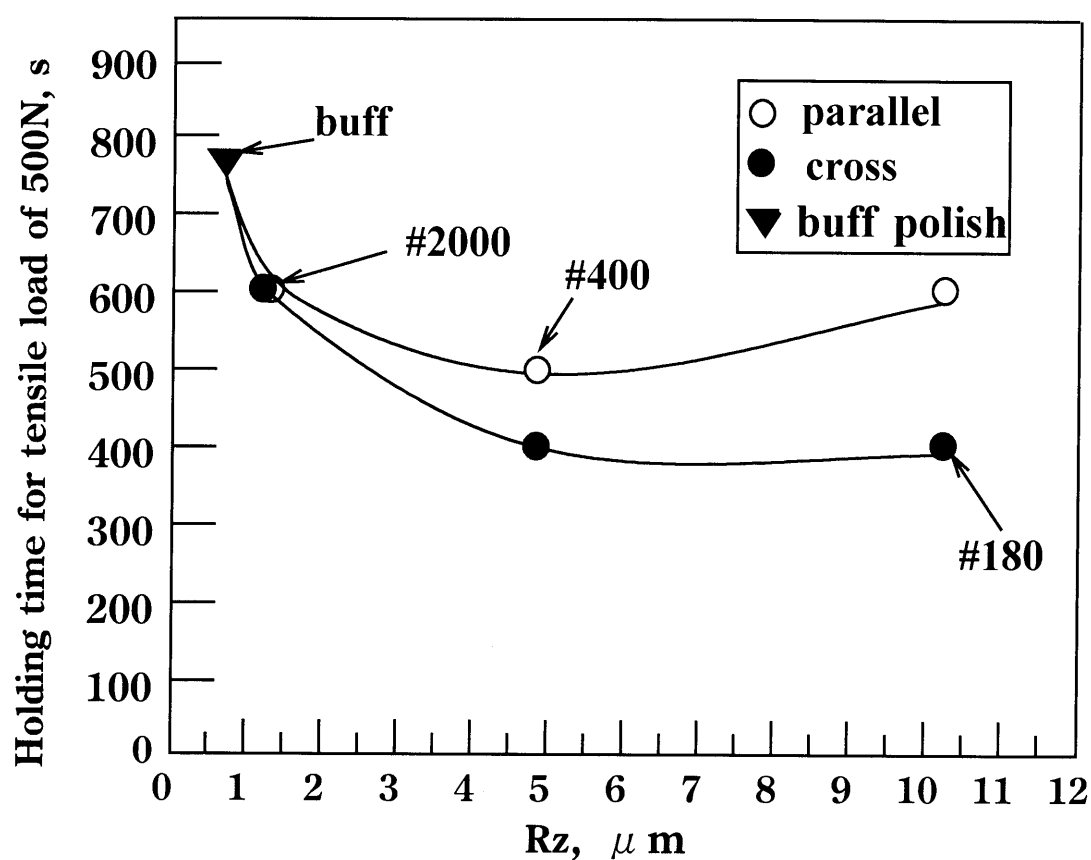


Fig.4-15 Effect of initial surface roughness on start time;heating temperature=883K.

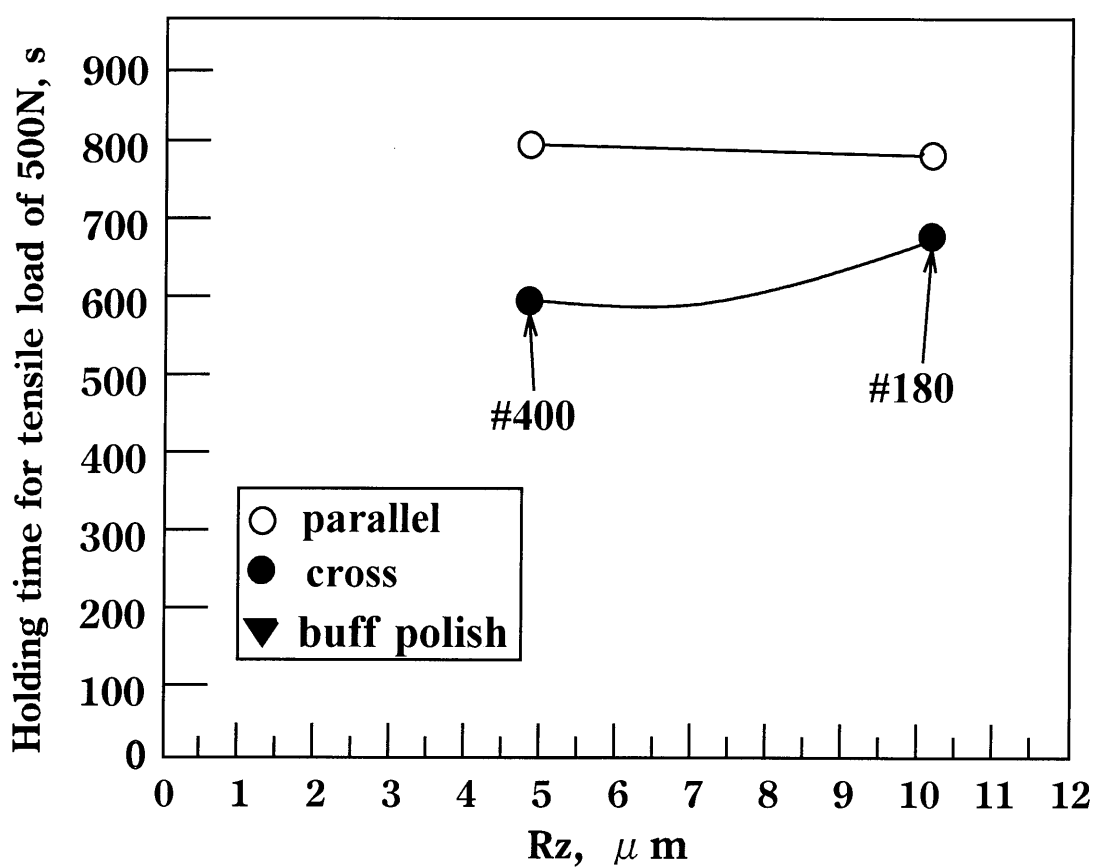


Fig.4-16 Effect of initial surface roughness on start time;heating temperature=873K.

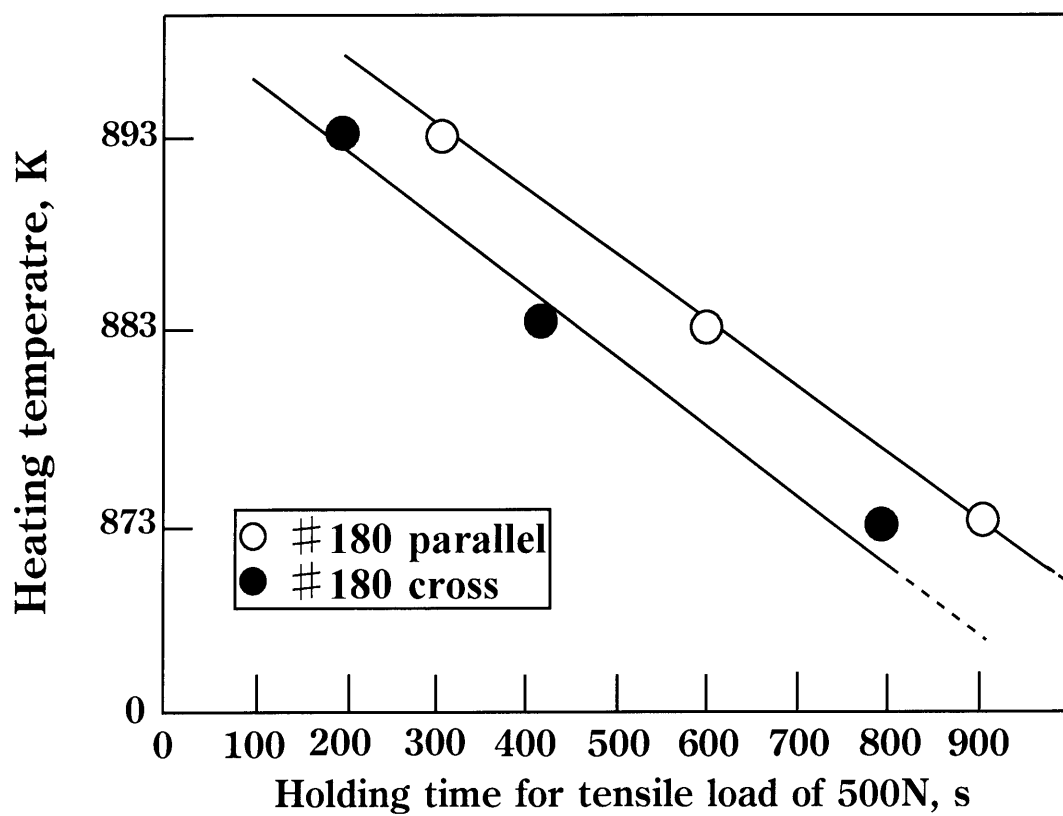


Fig.4-17 Comparison between parallel setting and cross setting on start time of bonding; kind of abrasive paper=#180.

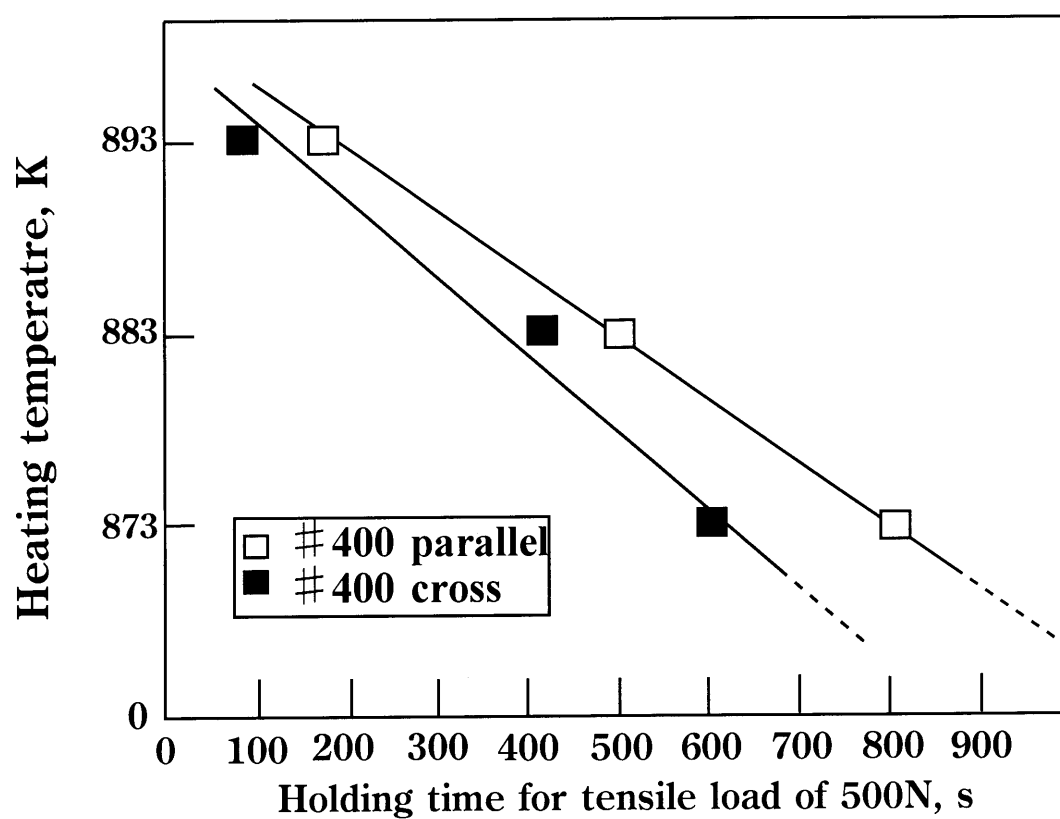


Fig.4-18 Comparison between parallel setting and cross setting on start time of bonding; kind of abrasive paper=#400.

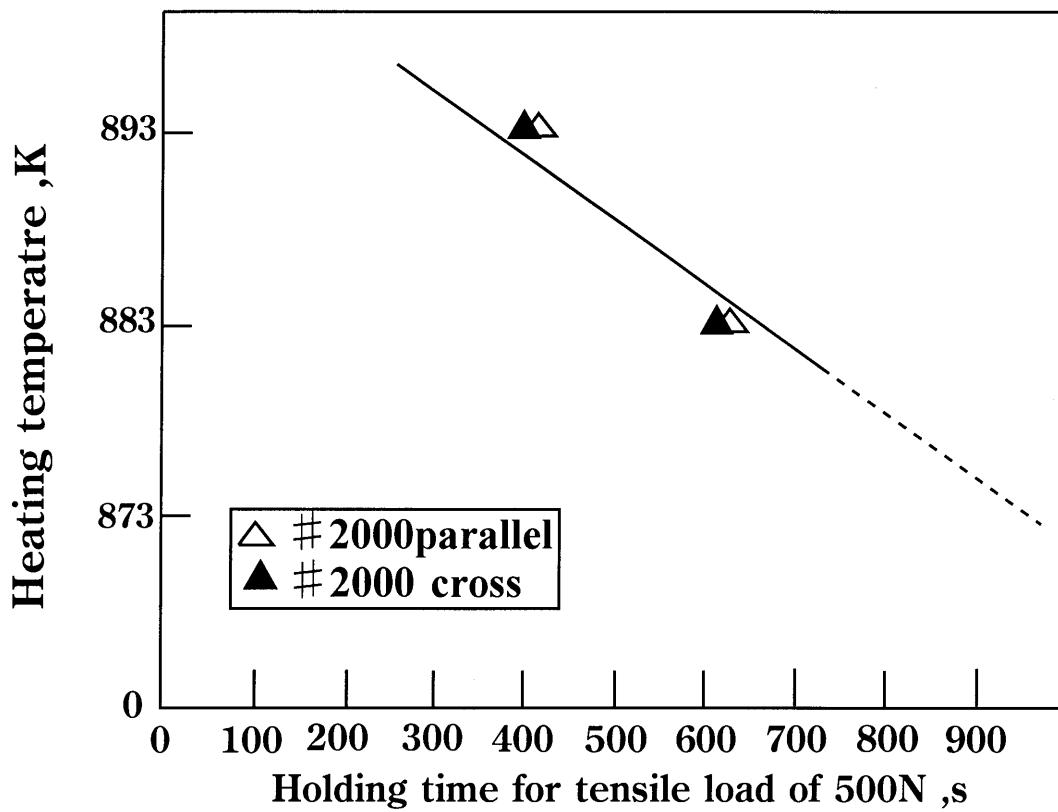


Fig.4-19 Comparison between parallel setting and cross setting on start time of bonding; kind of abrasive paper=#2000.

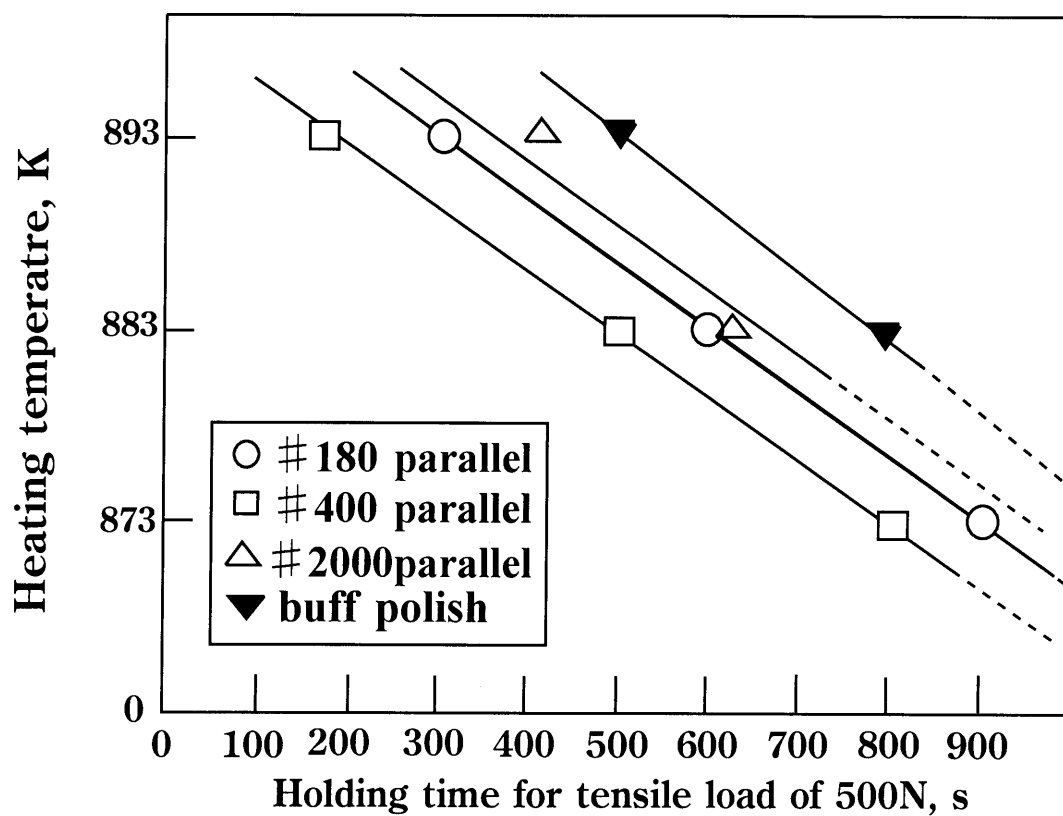


Fig.4-20 Comparison of each initial surface roughness on start time of bonding; setting method=parallel setting.

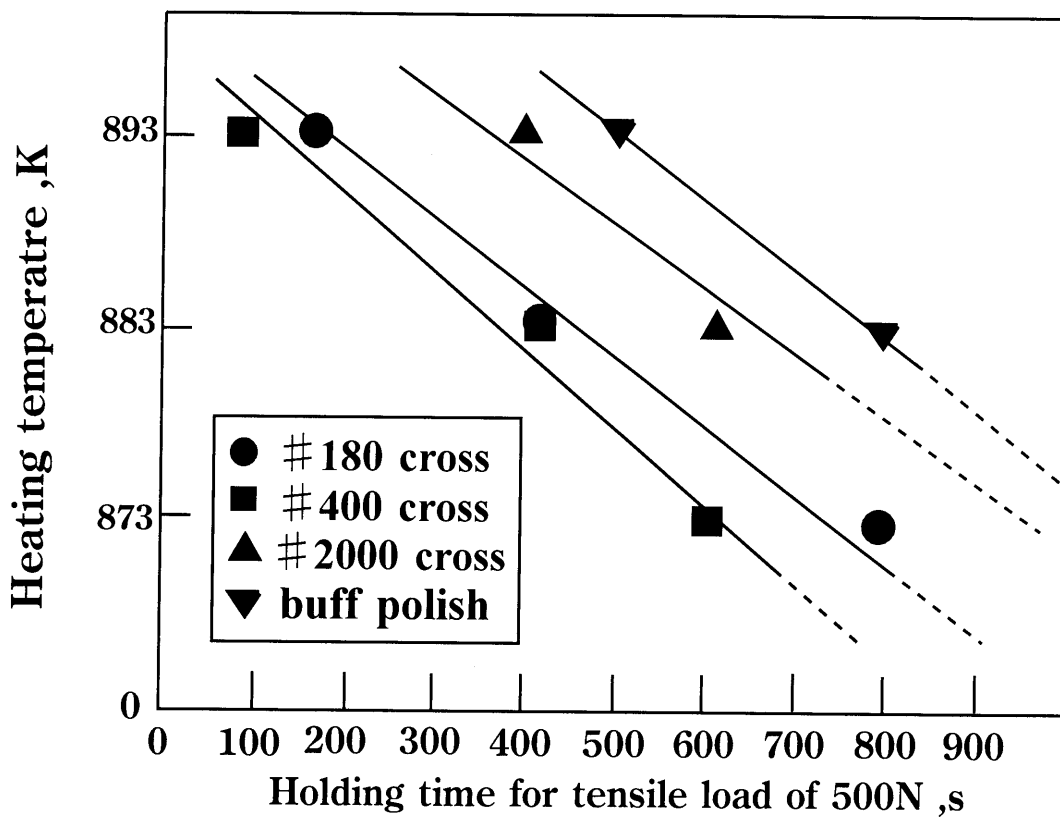


Fig.4-21 Comparison of each initial surface roughness on start time of bonding; setting method=cross setting.

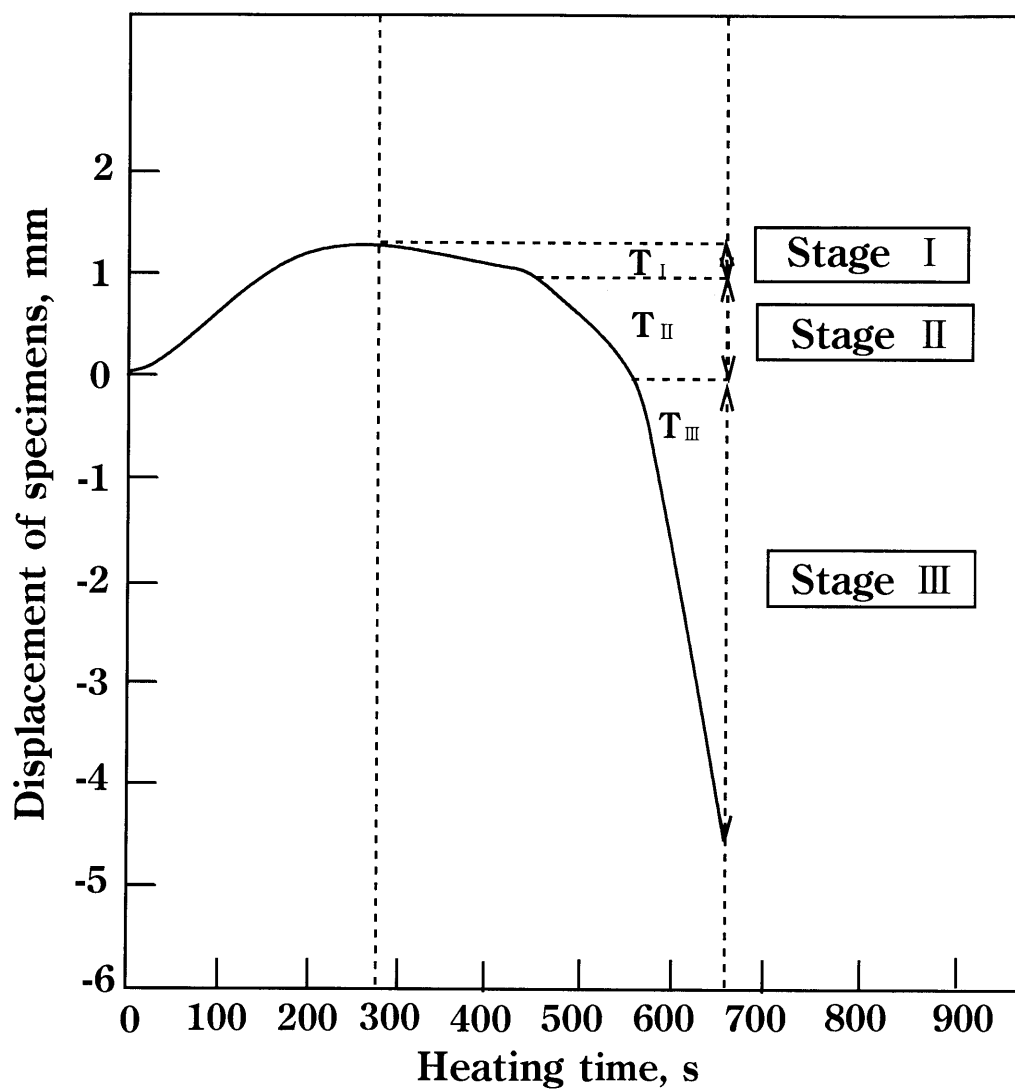


Fig.5-1 Schematic diagram of rate and time at each period in deformation history during experiment.

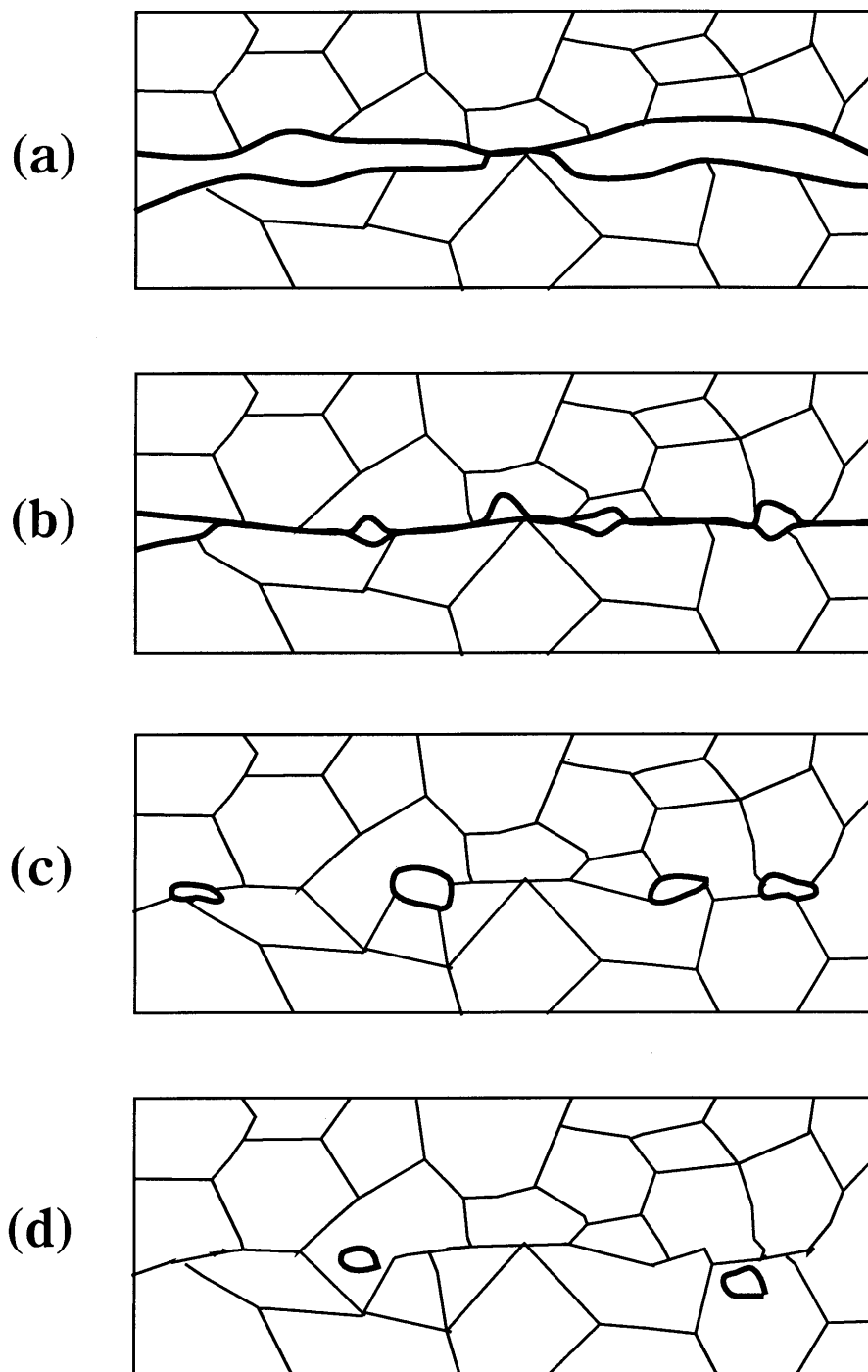


Fig5-2 Increase process of bonding area on original.

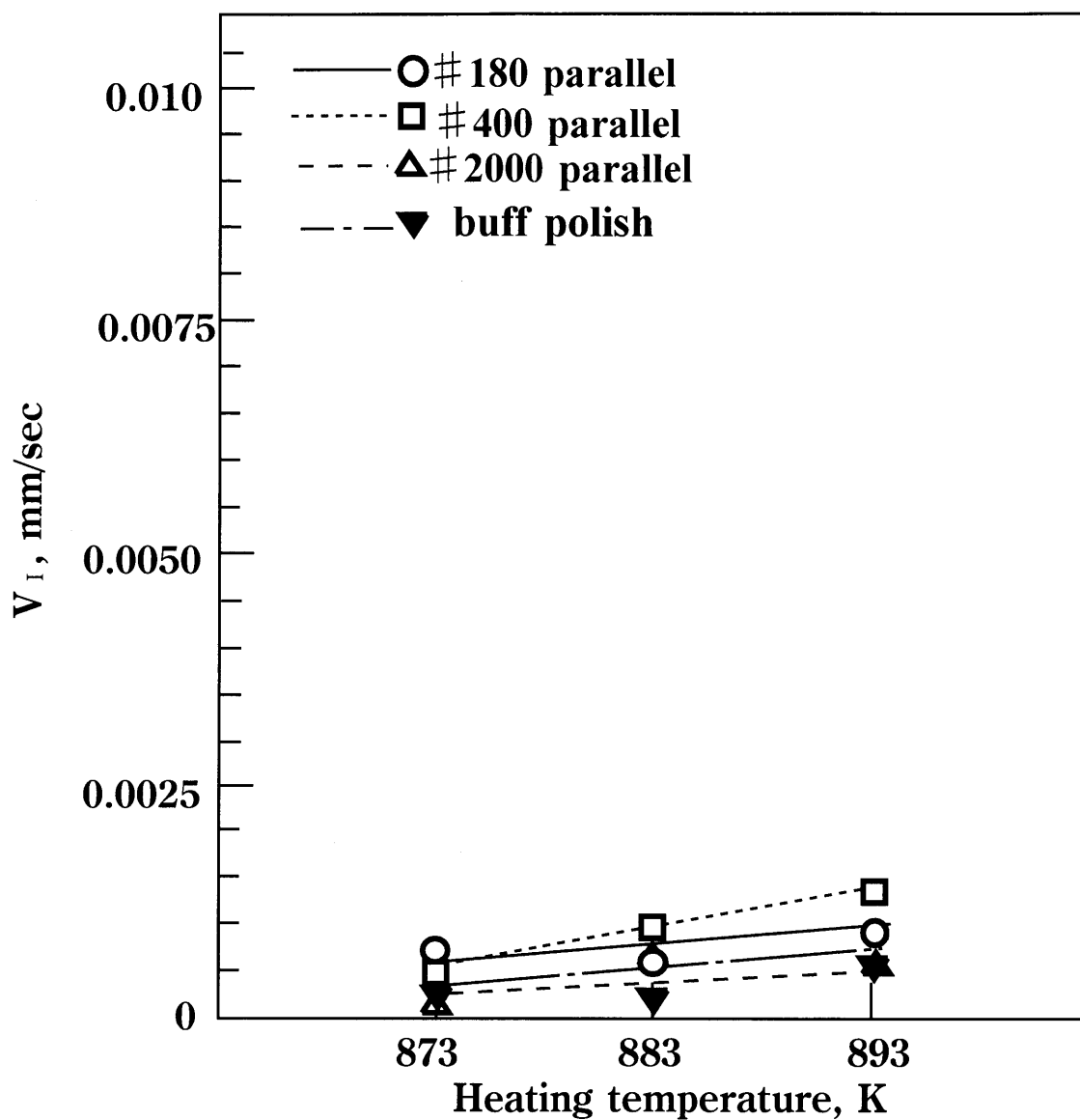


Fig.5-3 Relation between deformation rate V_I at stage I, V_I and heating temperature; setting method=parallel setting.

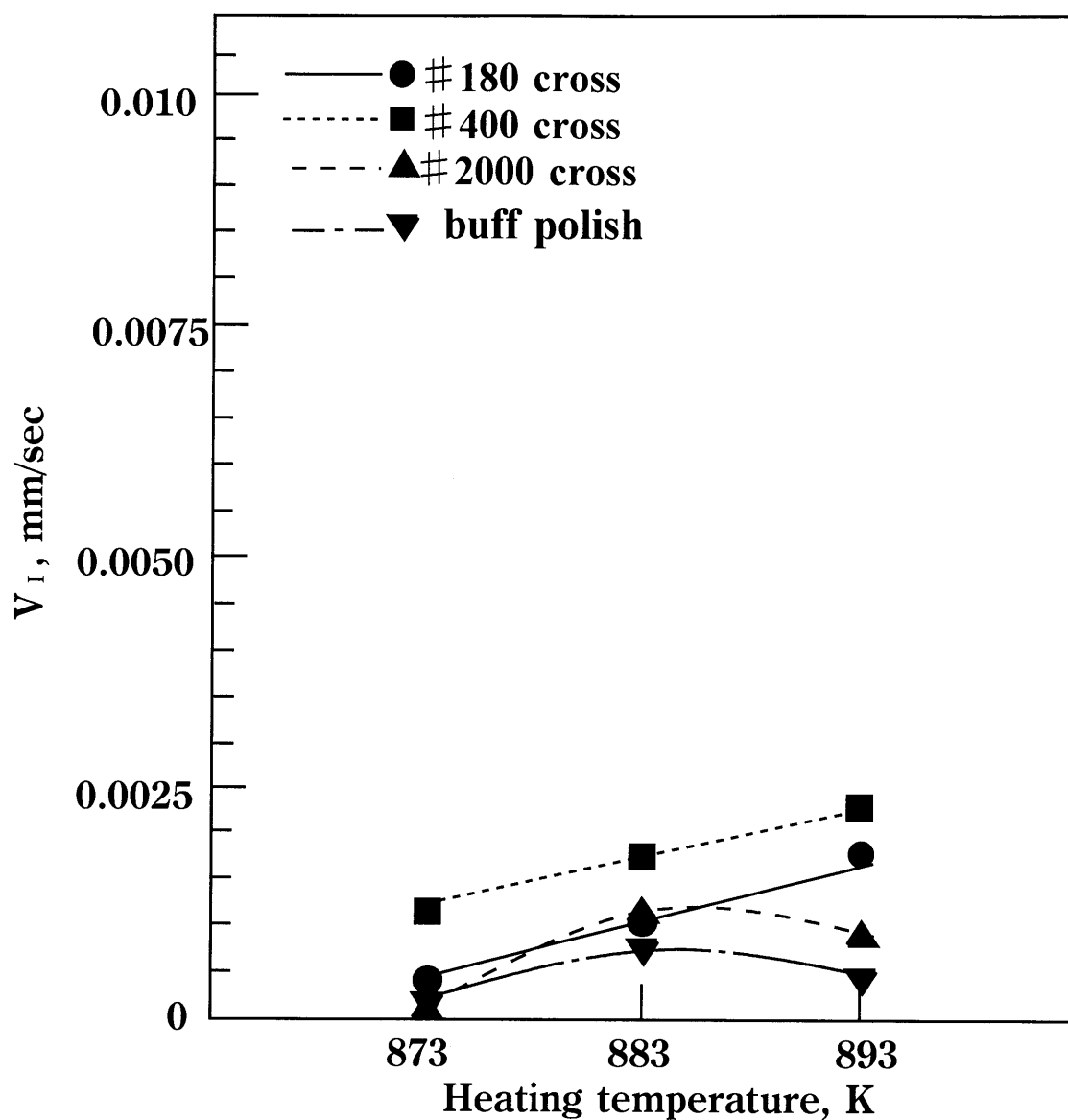


Fig.5-4 Relation between deformation rate V_I at stage I, V_I and heating temperature; setting method=cross setting.

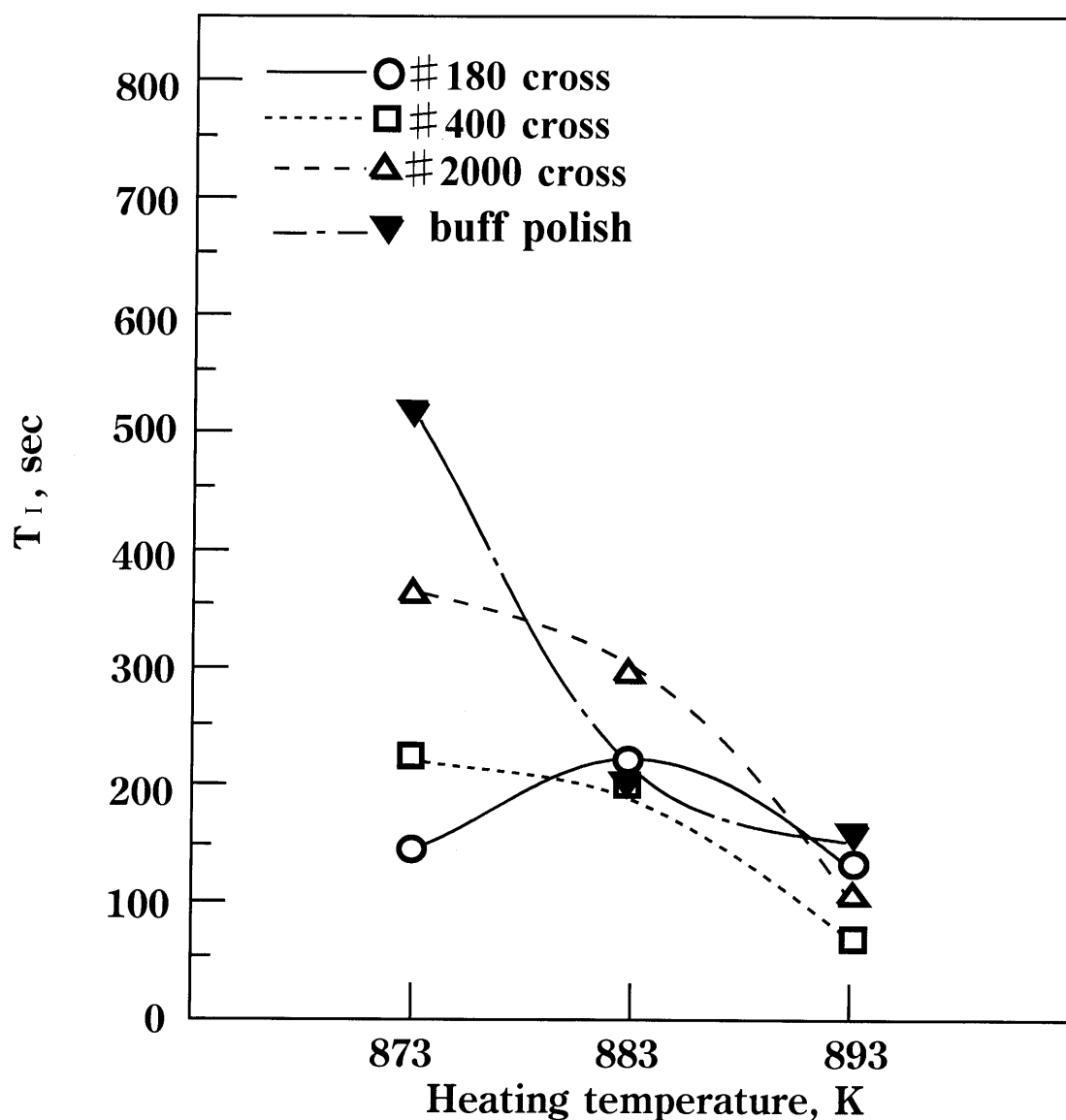


Fig.5-5 Relation between deformation time T_I at stage I, T_I and heating temperature; setting method=parallel setting.

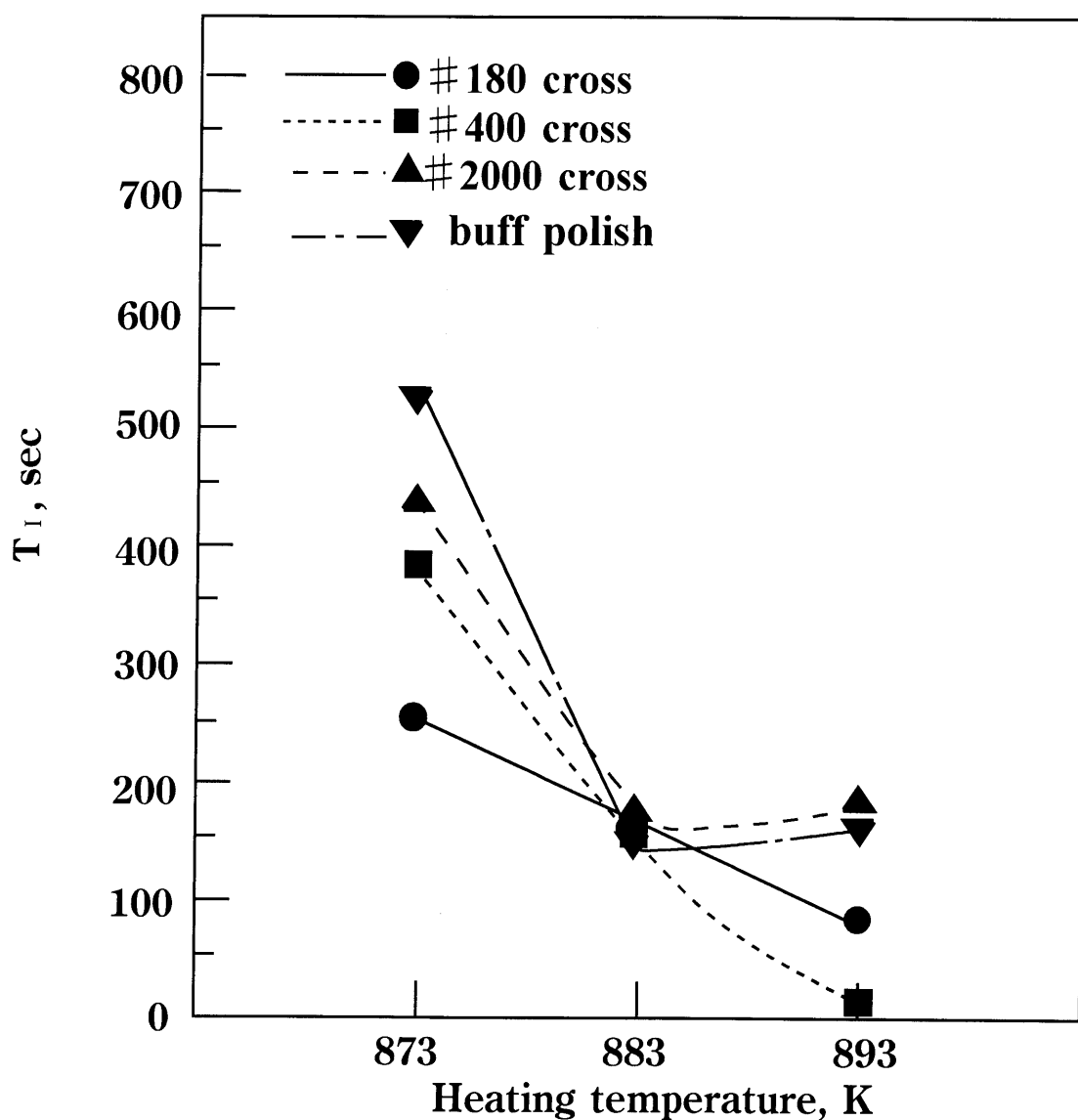


Fig.5-6 Relation between deformation time T_I at stage I, T_I and heating temperature; setting method=cross setting.

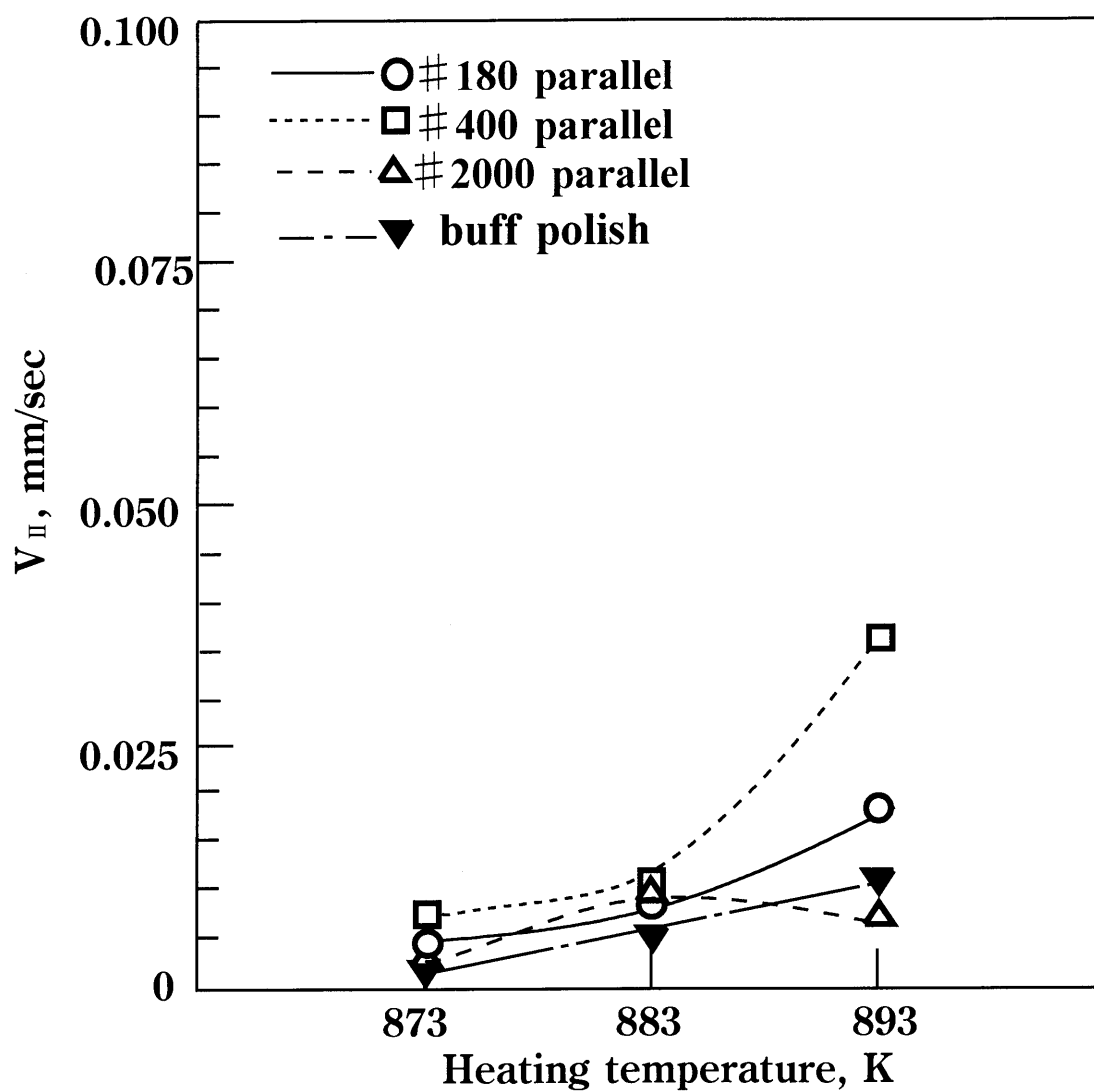


Fig.5-7 Relation between deformation rate V_{II} at stage II, V_{II} , and heating temperature; setting method=parallel setting.

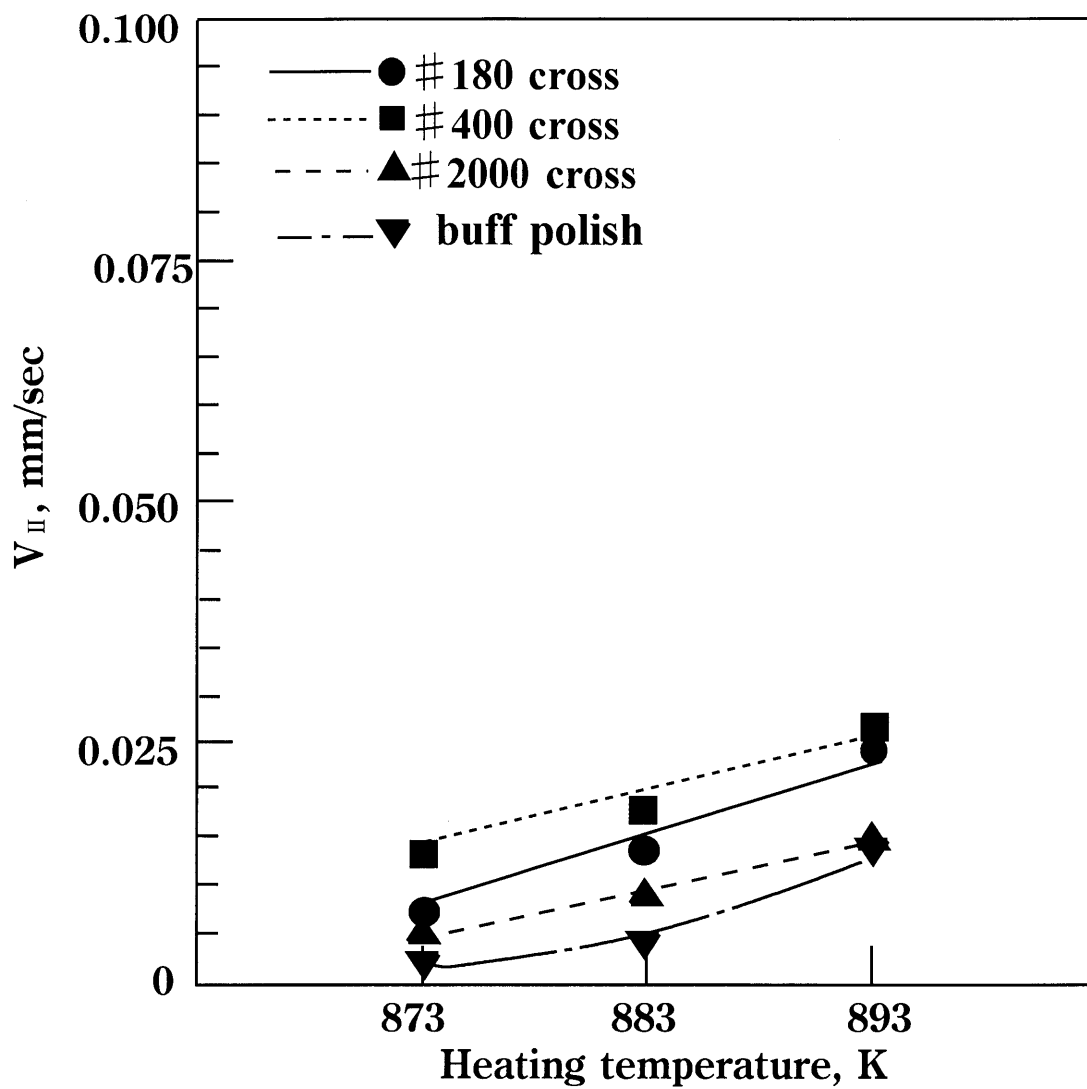


Fig.5-8 Relation between deformation rate V_{II} at stage II, V_{II} , and heating temperature; setting method=cross setting.

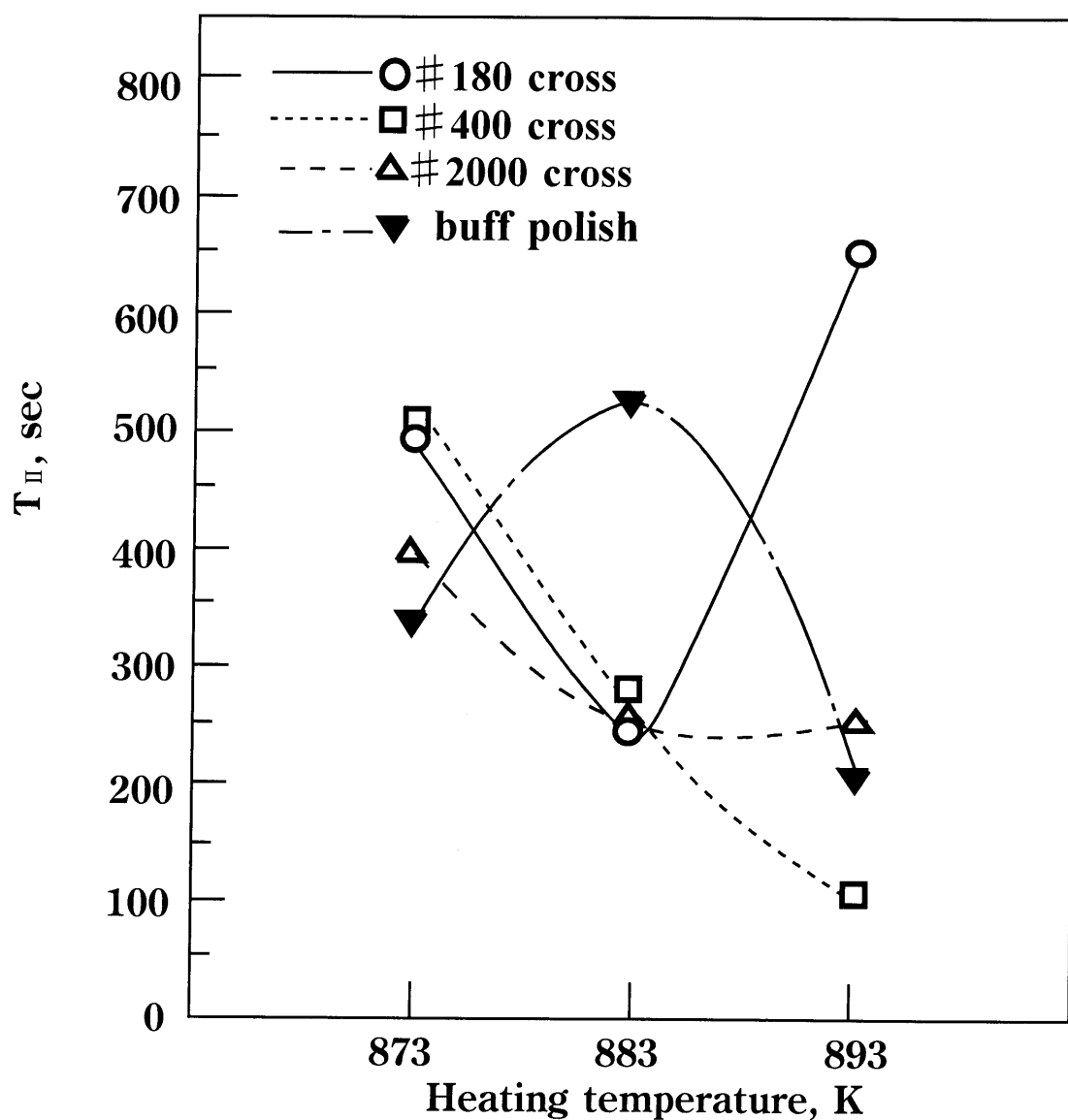


Fig.5-9 Relation between deformation time T_{II} at stage II, T_{II} , and heating temperature; setting method=parallel setting.

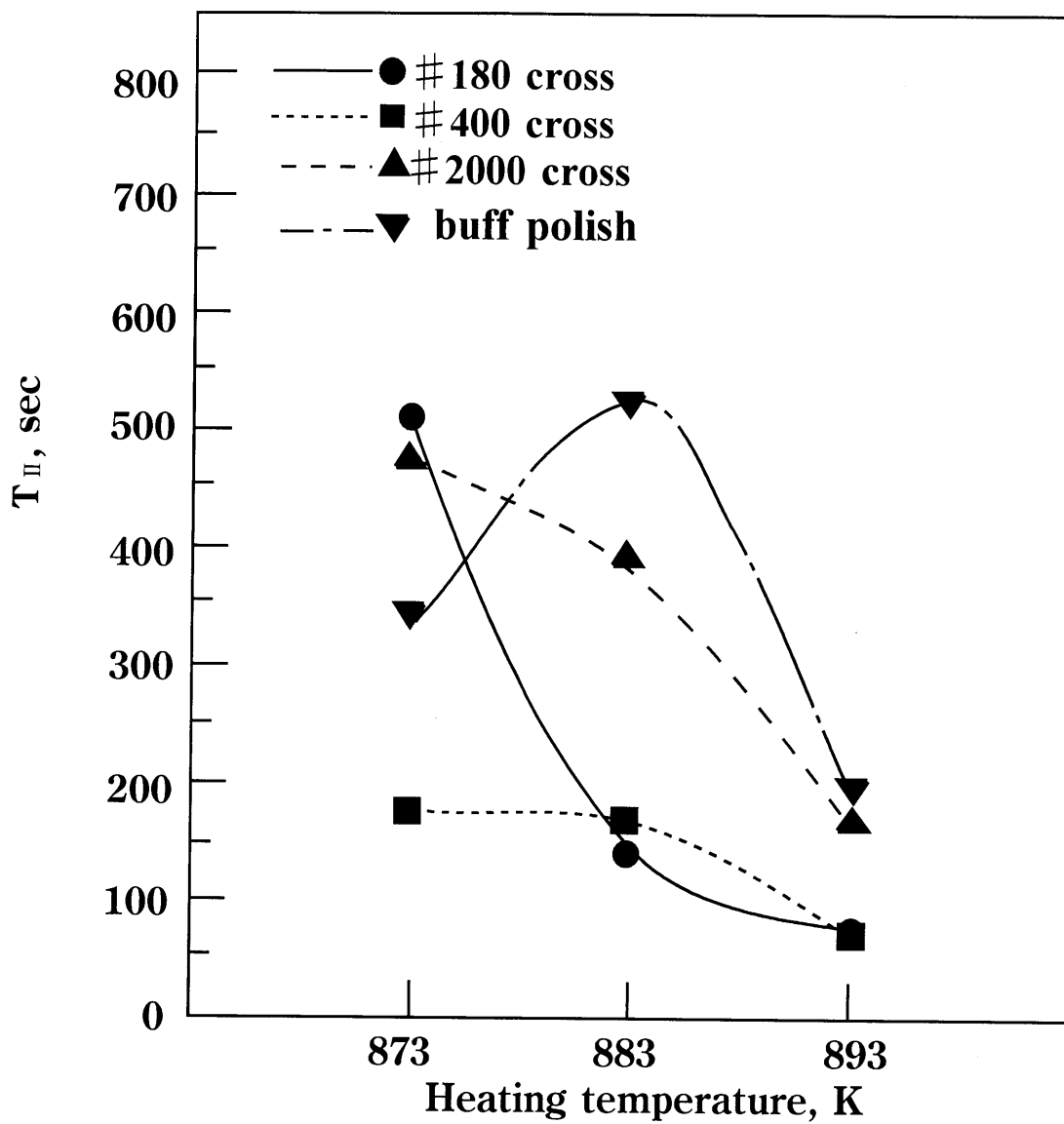


Fig.5-10 Relation between deformation time T_{II} at stage II, T_{II} , and heating temperature; setting method=cross setting.

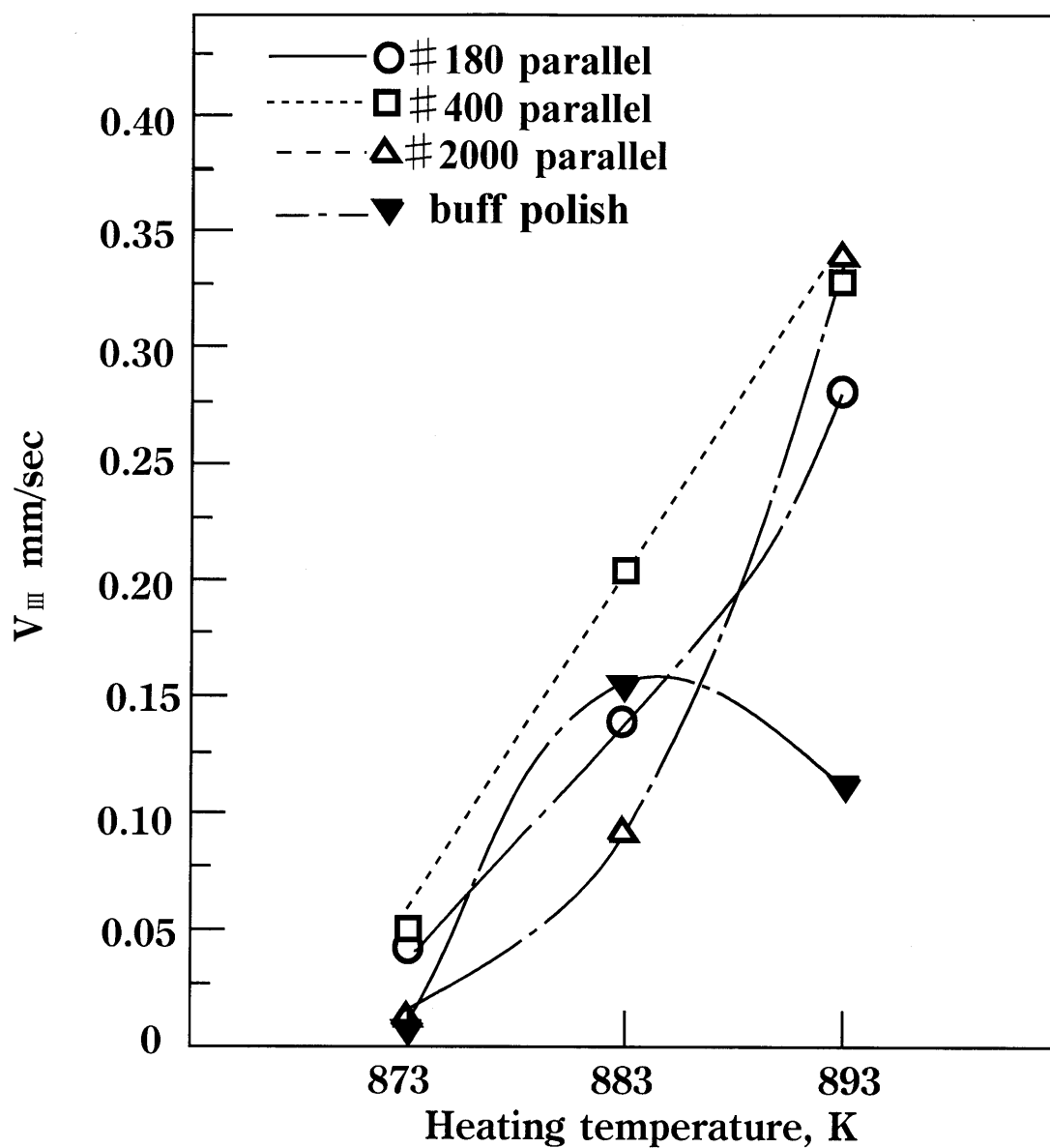


Fig.5-11 Relation between deformation rate V_{III} at stage III, V_{III} and heating temperature; setting method=parallel setting.

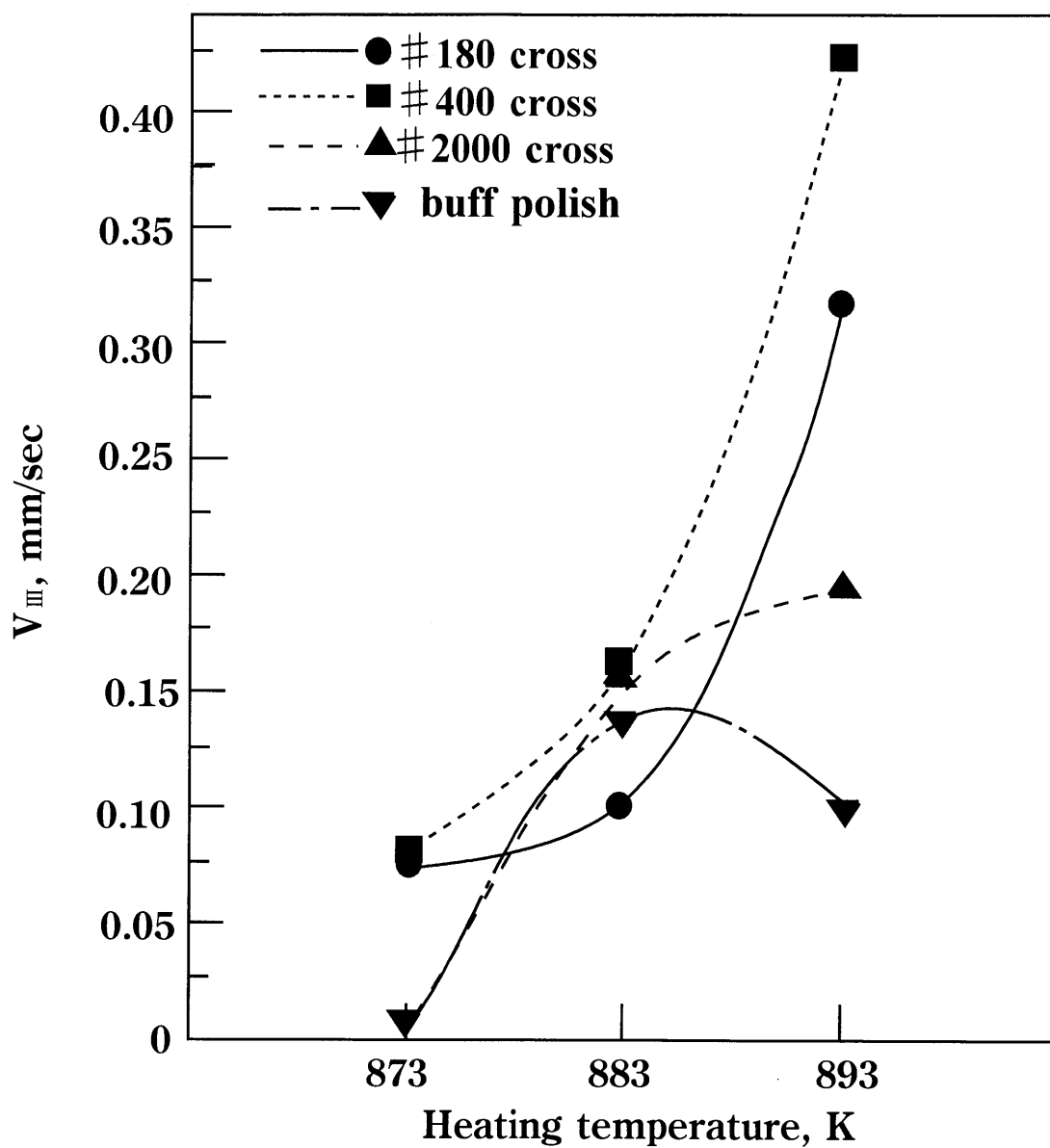


Fig.5-12 Relation between deformation rate V_{III} at stage III, V_{III} and heating temperature; setting method=cross setting.

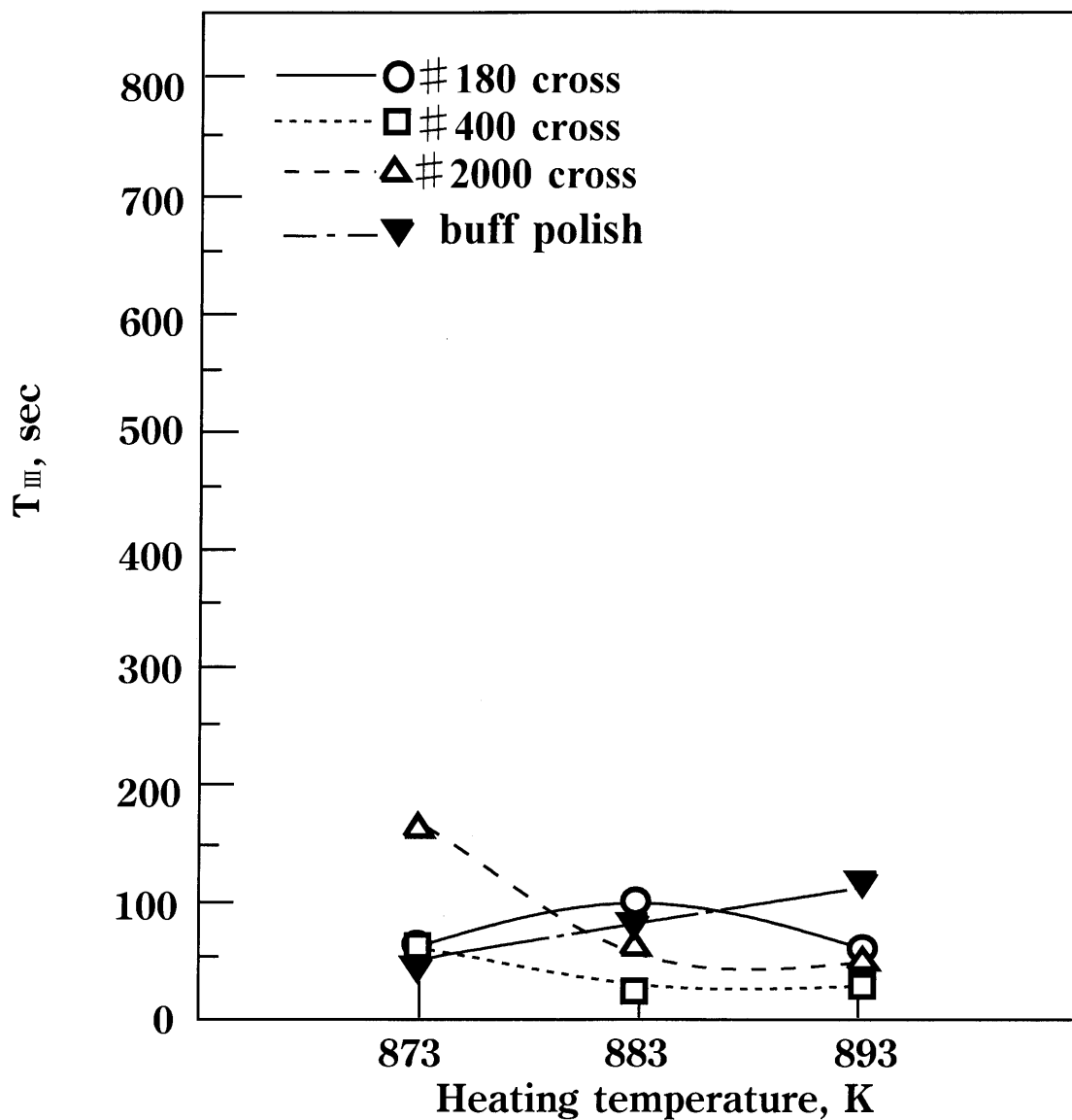


Fig.5-13 Relation between deformation time T_{III} at stage III, T_{III} and heating temperature; setting method=parallel setting.

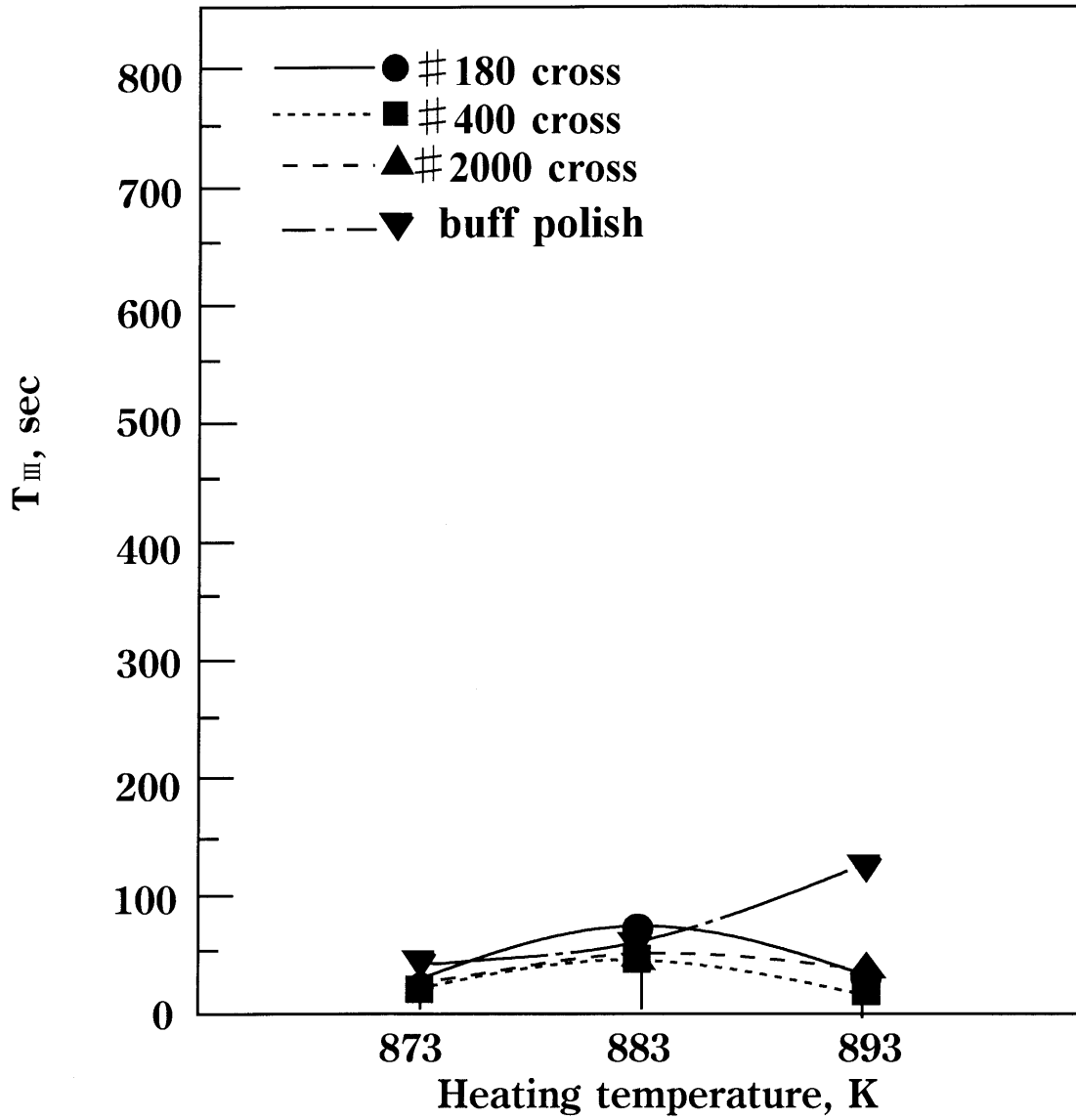


Fig.5-14 Relation between deformation time T_{III} at stage III, T_{III} and heating temperature; setting method=cross setting.

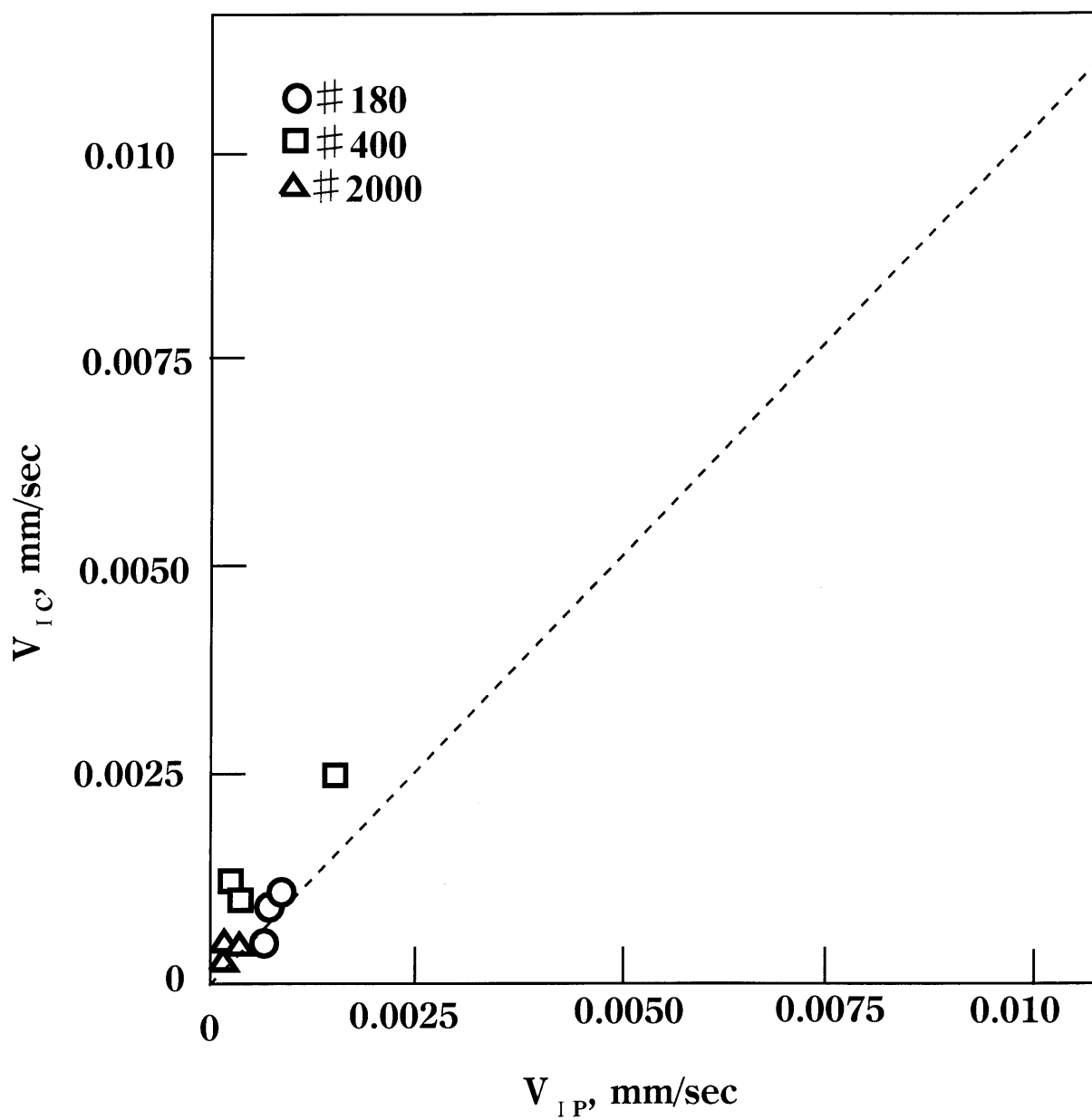


Fig.5-15 Comparison of V_{IP} and V_{IC} .

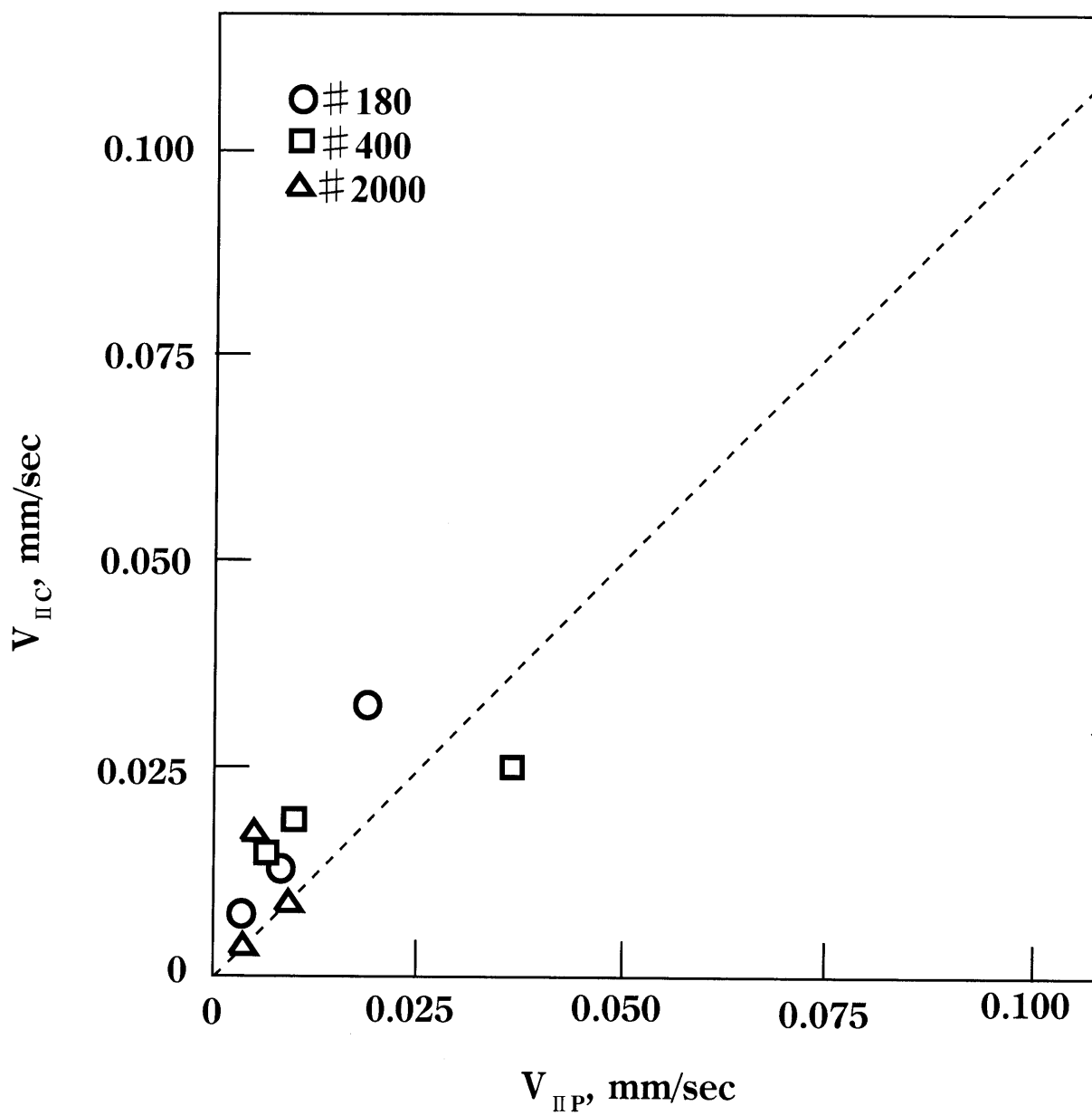


Fig.5-16 Comparison of $V_{II P}$ and $V_{II C}$.

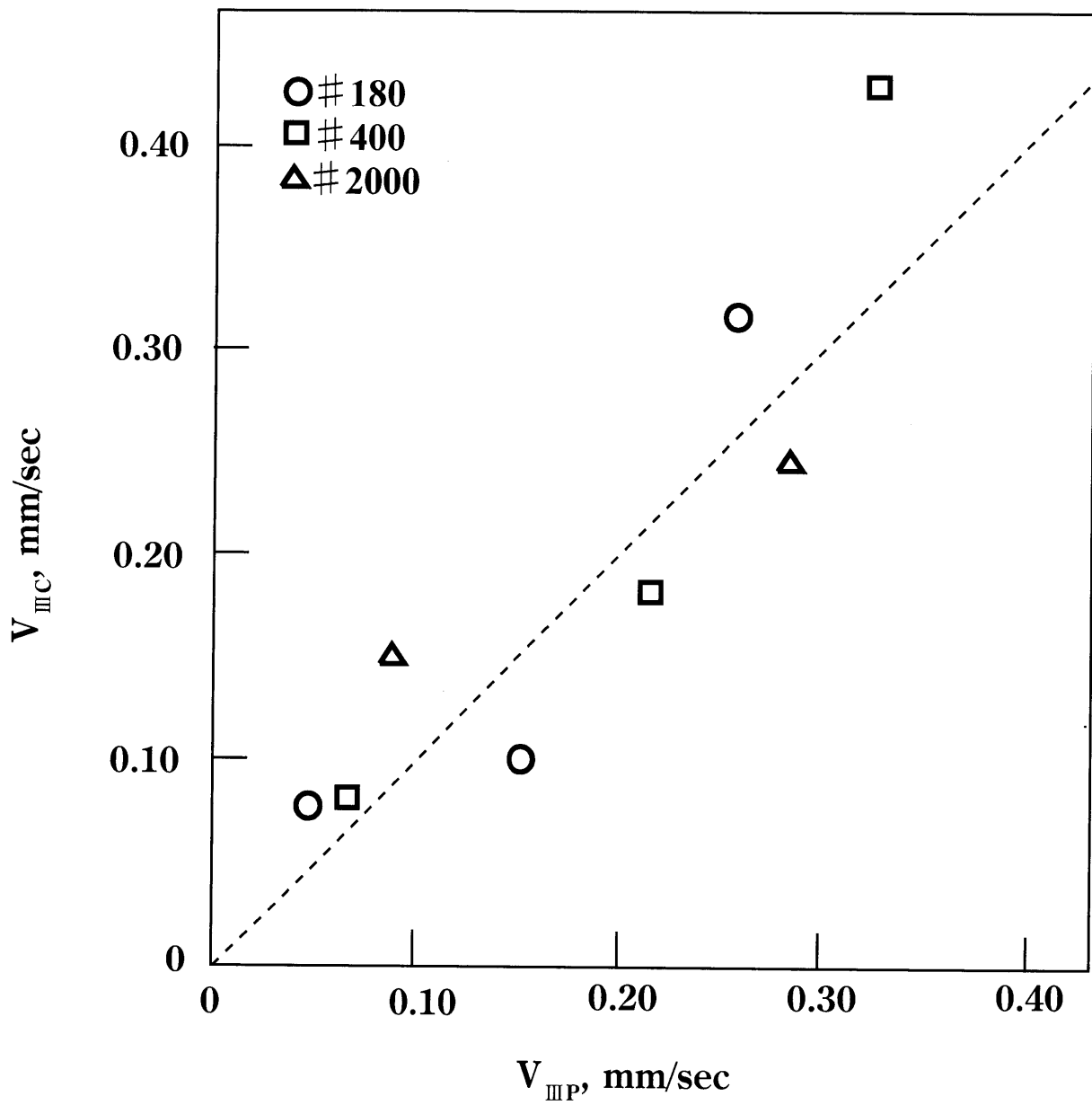
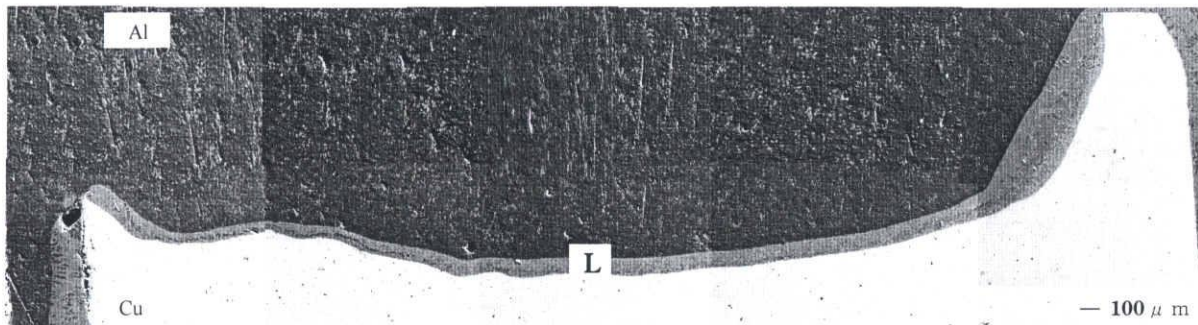
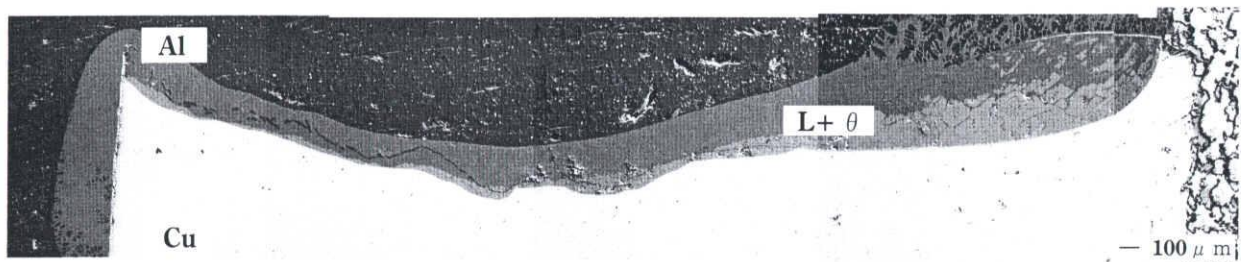


Fig.5-17 Comparison of V_{IIIp} and V_{IIIc} .



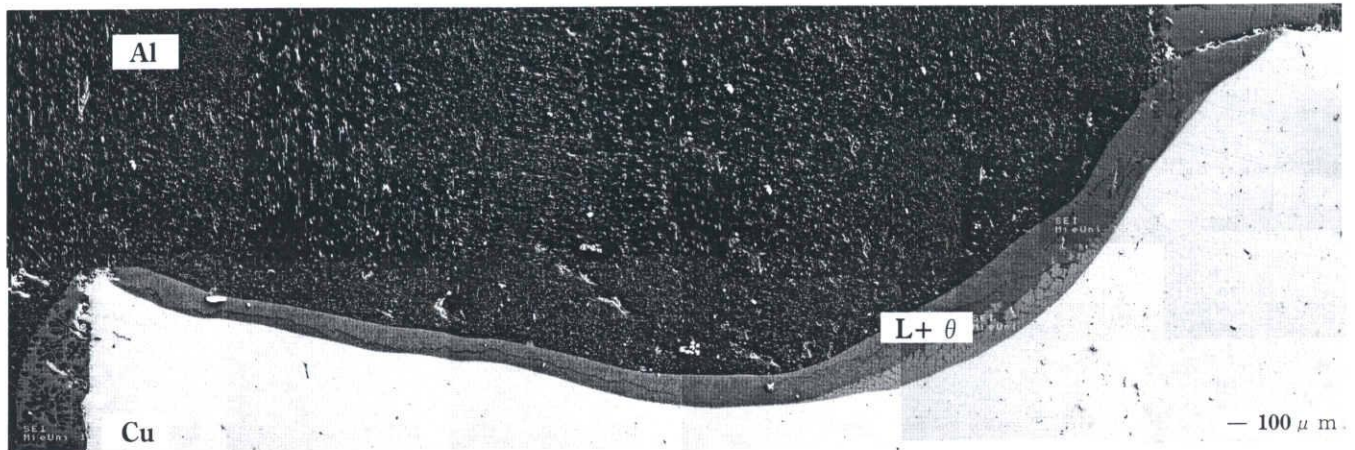
phase	Al	Cu	O (at%)
L	78.5	21.1	0.26

**Fig.5-18 Microstructure of specimen;
heating temperature=893K,
amount of deformation=6mm,
kind of abrasive paper=#180,
setting method=parallel setting.**



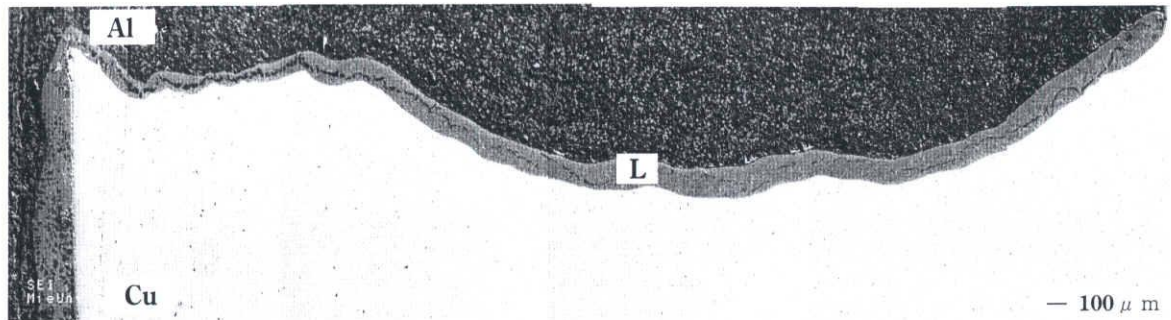
phase	Al	Cu	O (at%)
L	83.1	16.0	0.90
θ	68.9	31.1	0

**Fig.5-19 Microstructure of specimen;
heating temperature=893K,
amount of deformation=6mm,
kind of abrasive paper=#180,
setting method=cross setting.**



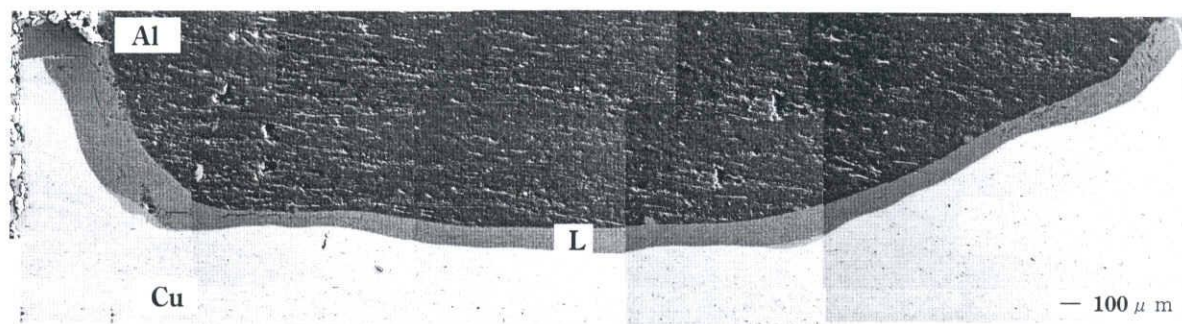
phase	Al	Cu	O (at%)
L	82.7	17.3	0
θ	68.8	31.2	0

Fig.5-20 Microstructure of specimen;
 heating temperature=893K,
 amount of deformation=6mm,
 kind of abrasive paper=#400,
 setting method=parallel setting.



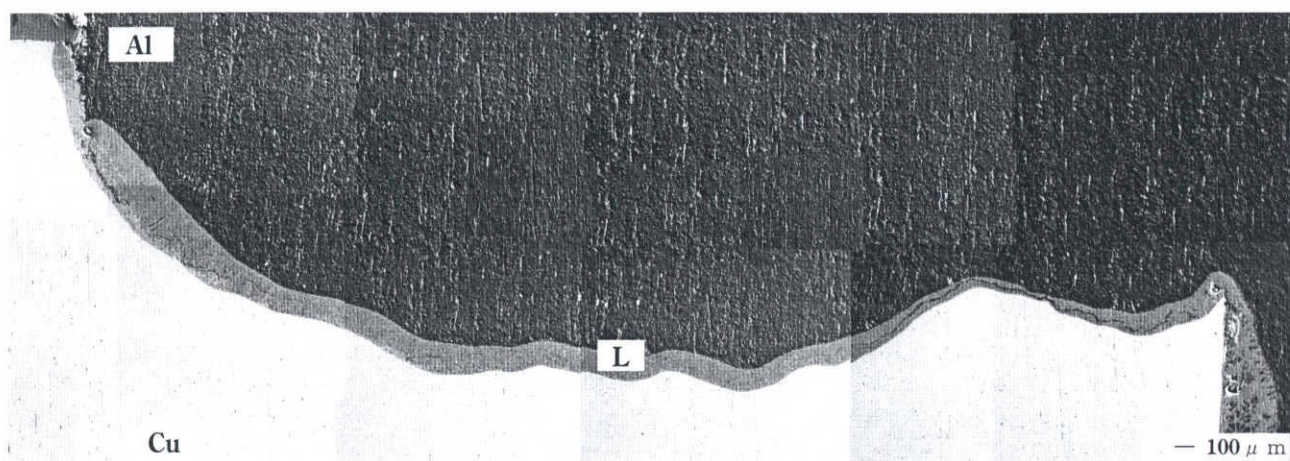
phase	Al	Cu	O (at%)
L	83.2	16.8	0

**Fig.5-21 Microstructure of specimen;
heating temperature=893K,
amount of deformation=6mm,
kind of abrasive paper=#400,
setting method=cross setting.**



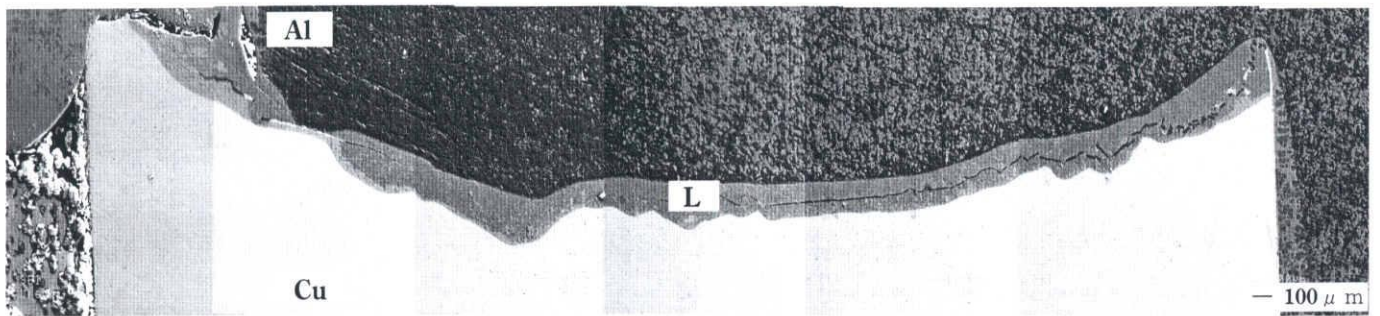
phase	Al	Cu	O (at%)
L	81.6	16.9	1.5

Fig.5-22 Microstructure of specimen;
heating temperature=893K,
amount of deformation=6mm,
kind of abrasive paper=#2000,
setting method=parallel setting.



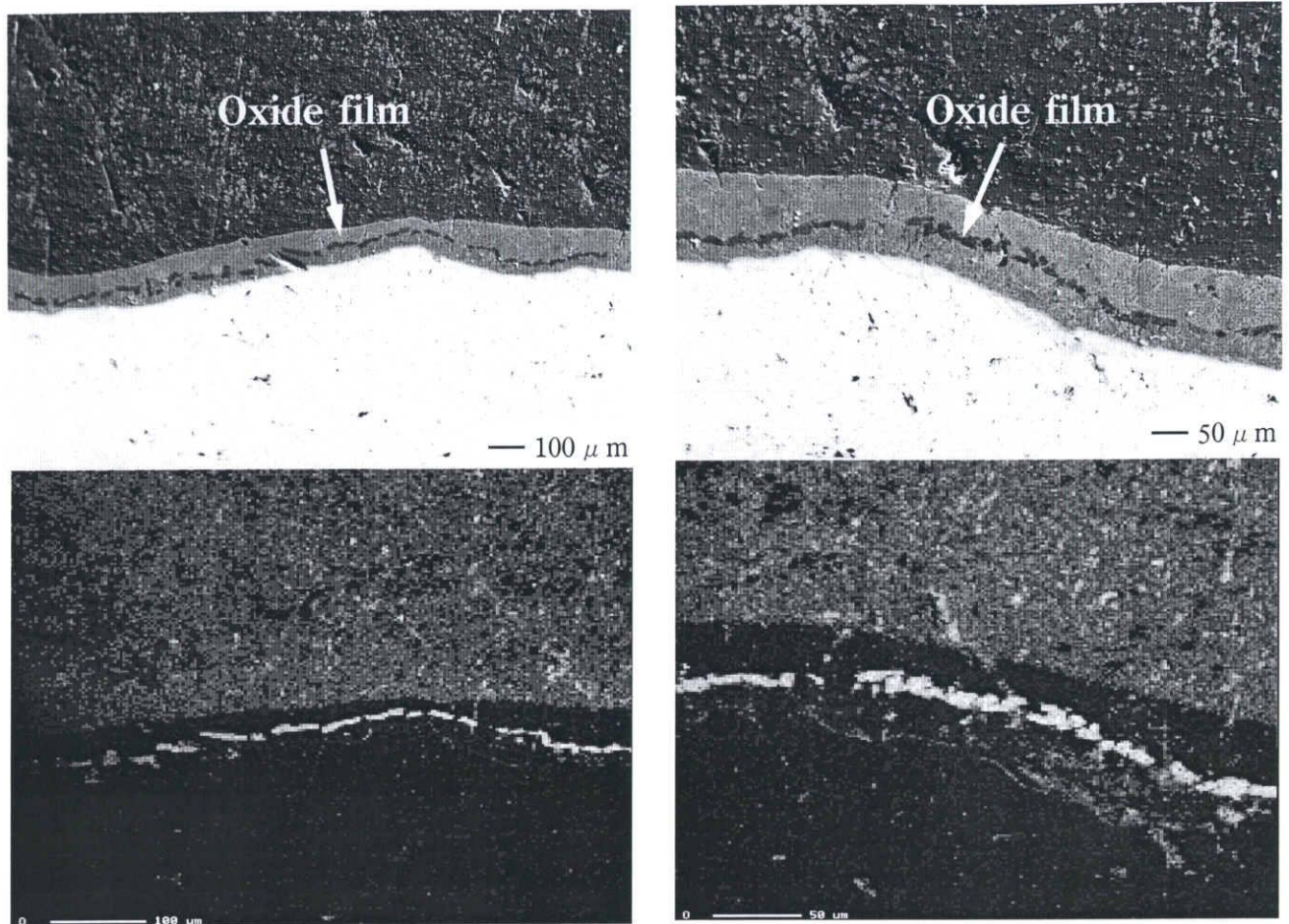
phase	Al	Cu	O (at%)
L	84.2	15.8	0

Fig.5-23 Microstructure of specimen;
heating temperature=893K,
amount of deformation=6mm,
kind of abrasive paper=#2000,
setting method=cross setting.



phase	Al	Cu	O (at%)
L	82.0	18.0	0

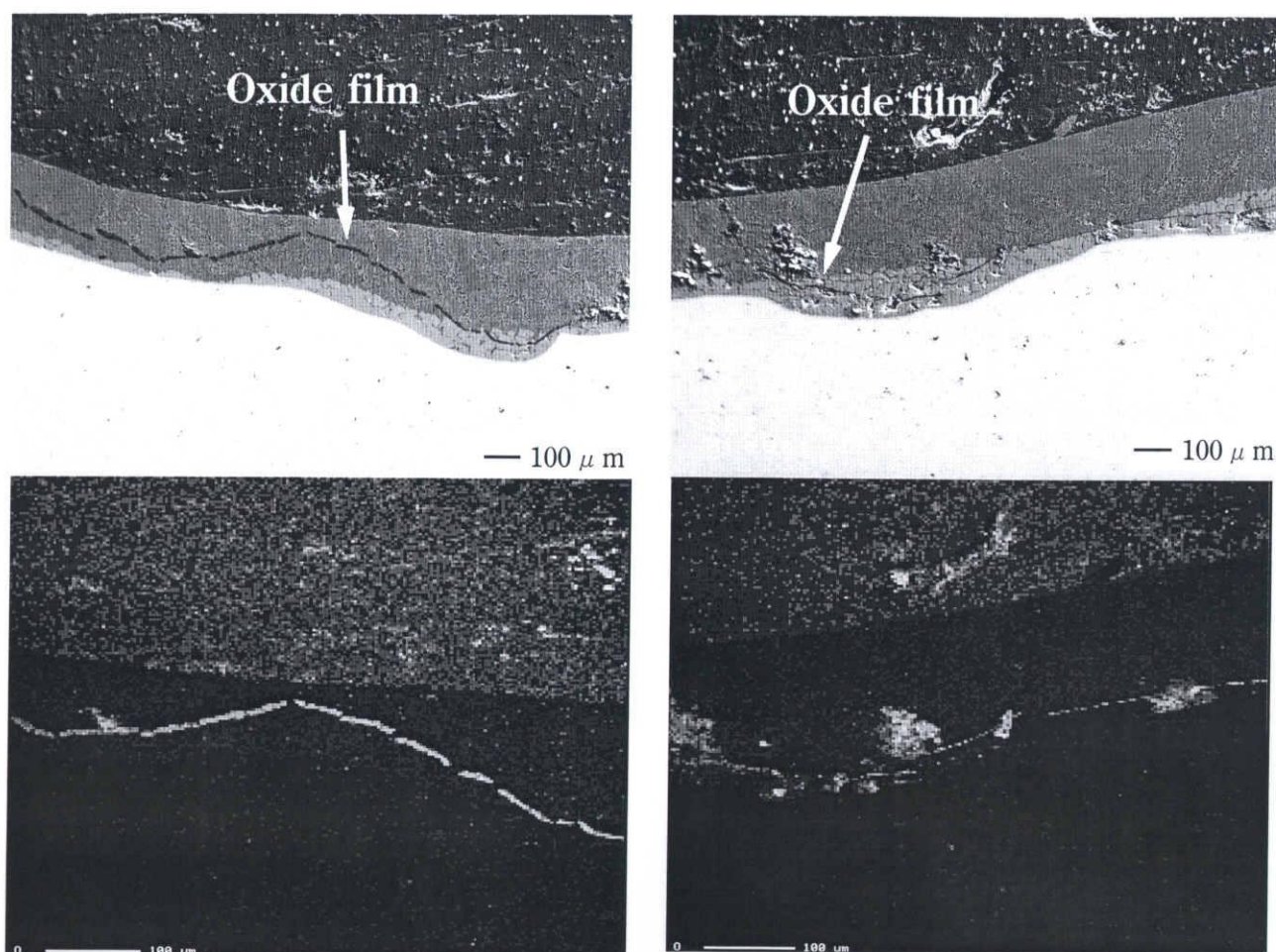
**Fig.5-24 Microstructure of specimen;
heating temperature=893K,
amount of deformation=6mm,
polishing method=buff polish.**



Average thickness of oxide film = $9.93 \mu\text{m}$

	Al	Cu	O (at%)
composition of oxide film	41.8	7.3	50.9

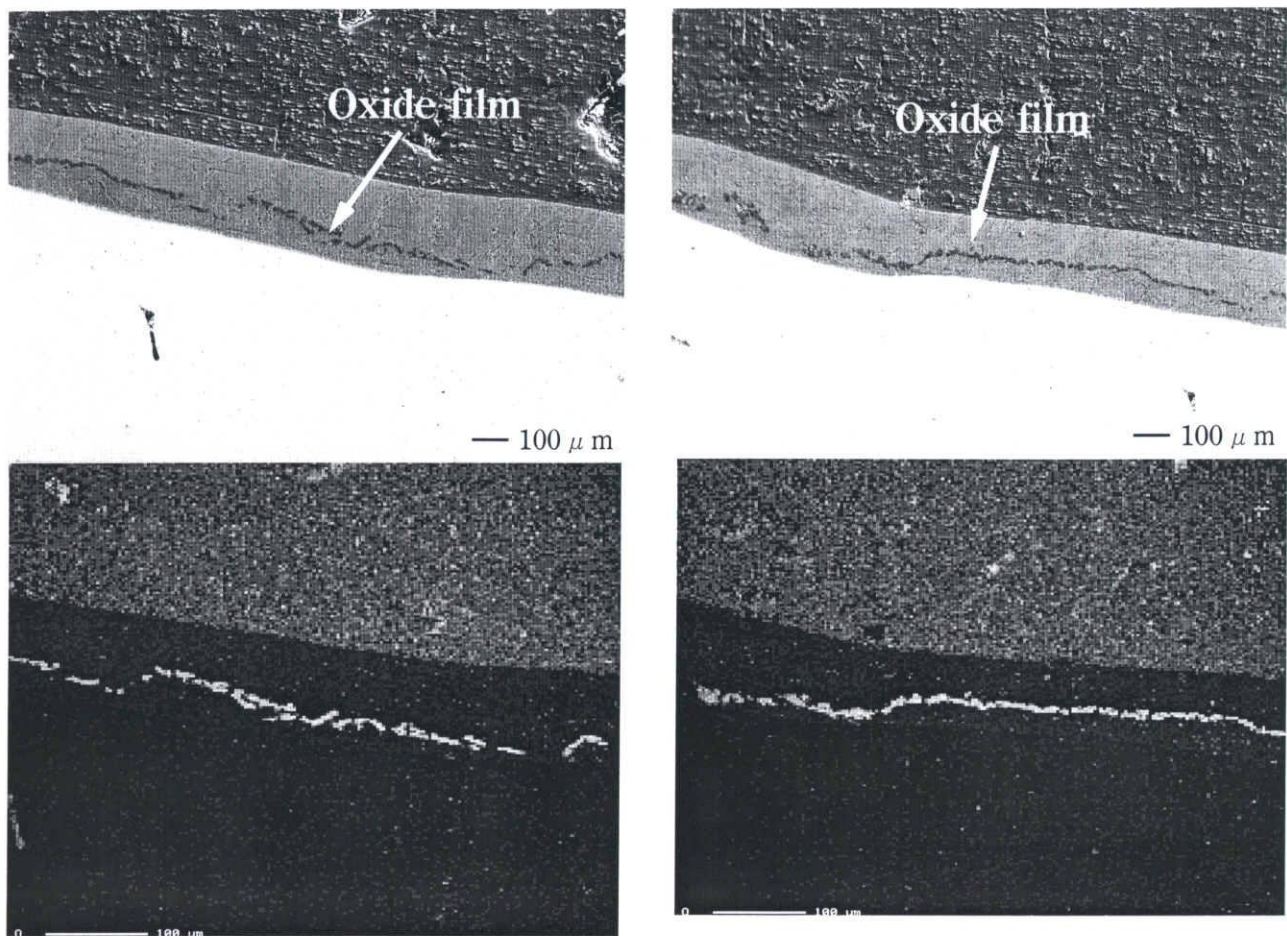
Fig.5-25 SEM observation and EPMA analysis for oxide film;
 heating temperature = 893K,
 kind of abrasive paper = #180,
 setting method = parallel setting.



Average thickness of oxide film = $6.02 \mu\text{m}$

	Al	Cu	O (at%)
composition of oxide film	49.9	4.2	45.8

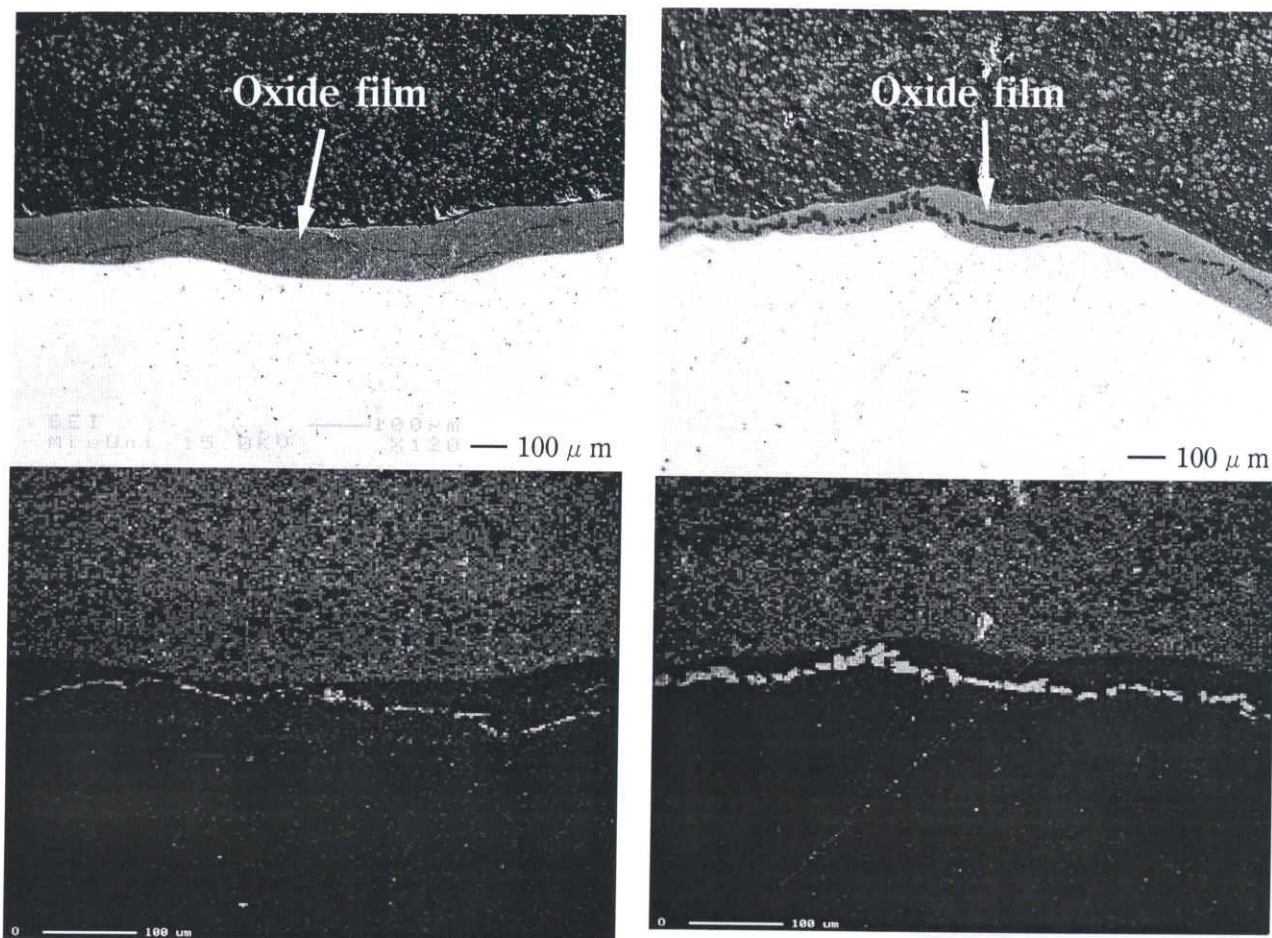
Fig.5-26 SEM observation and EPMA analysis for oxide film;
 heating temperature = 893K,
 kind of abrasive paper = #180,
 setting method = cross setting.



Average thickness of oxide film = $7.96 \mu\text{m}$

	Al	Cu	O (at%)
composition of oxide film	40.6	5.5	53.9

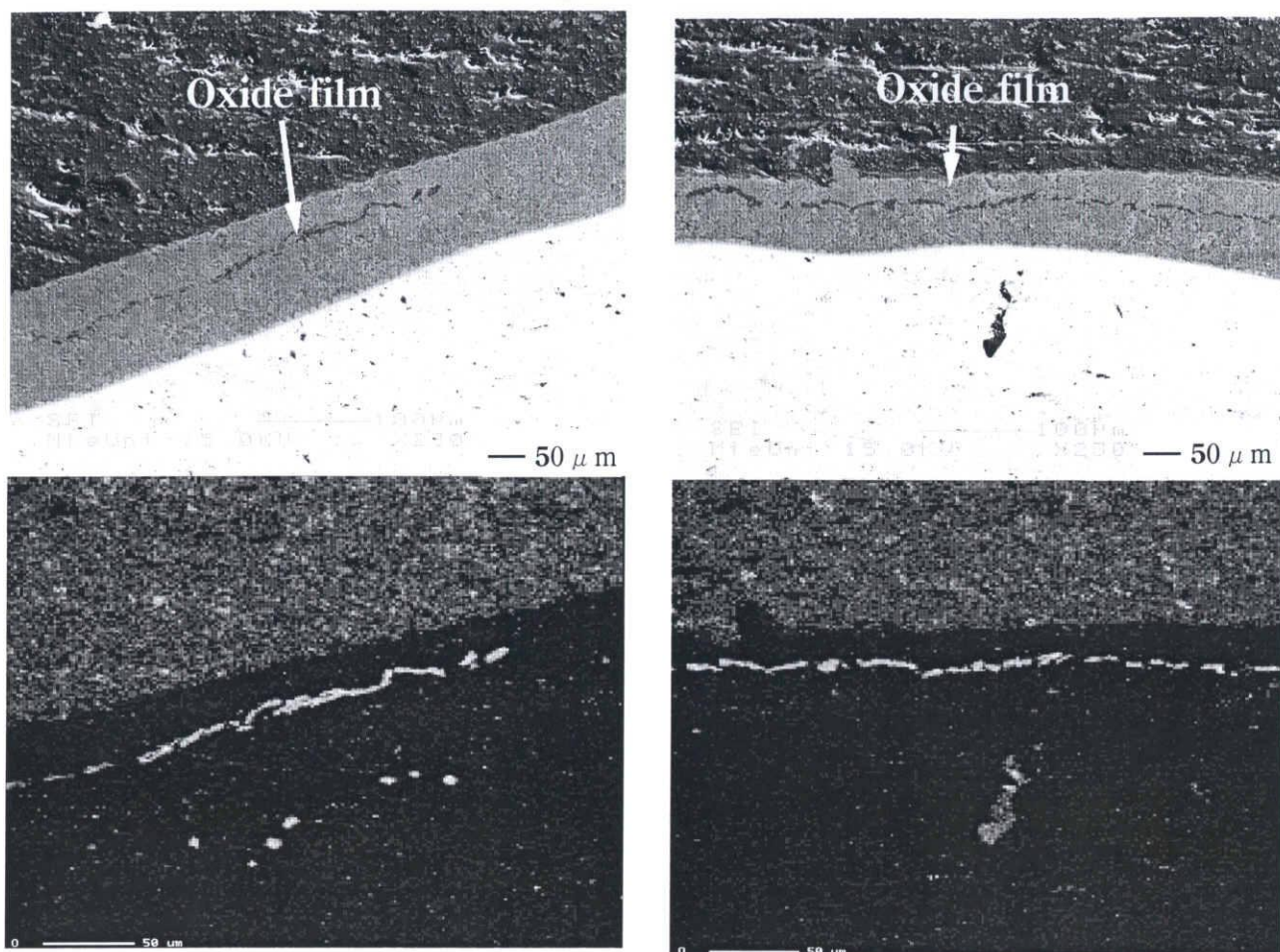
**Fig.5-27 SEM observation EPMA analysis for oxide film;
heating temperature=893K,
kind of abrasive paper=#400,
setting method=parallel setting.**



Average thickness of oxide film = $4.95 \mu\text{m}$

	Al	Cu	O (at%)
composition of oxide film	44.3	6.4	49.3

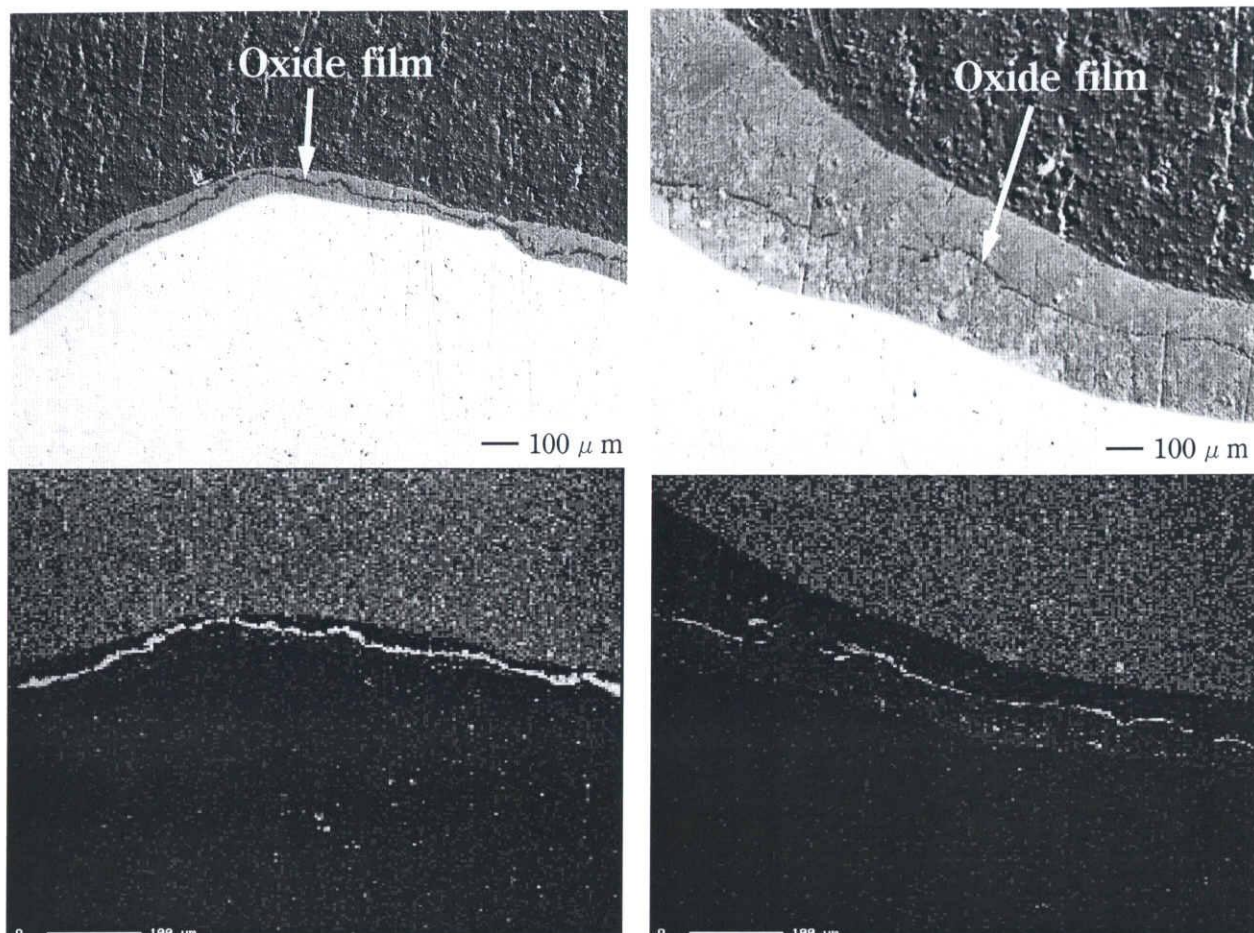
**Fig.5-28 SEM observation EPMA analysis for oxide film;
heating temperature = 893K,
kind of abrasive paper = #400,
setting method = cross setting.**



Average thickness of oxide film = $4.56 \mu\text{m}$

	Al	Cu	O (at%)
composition of oxide film	48.2	6.1	50.6

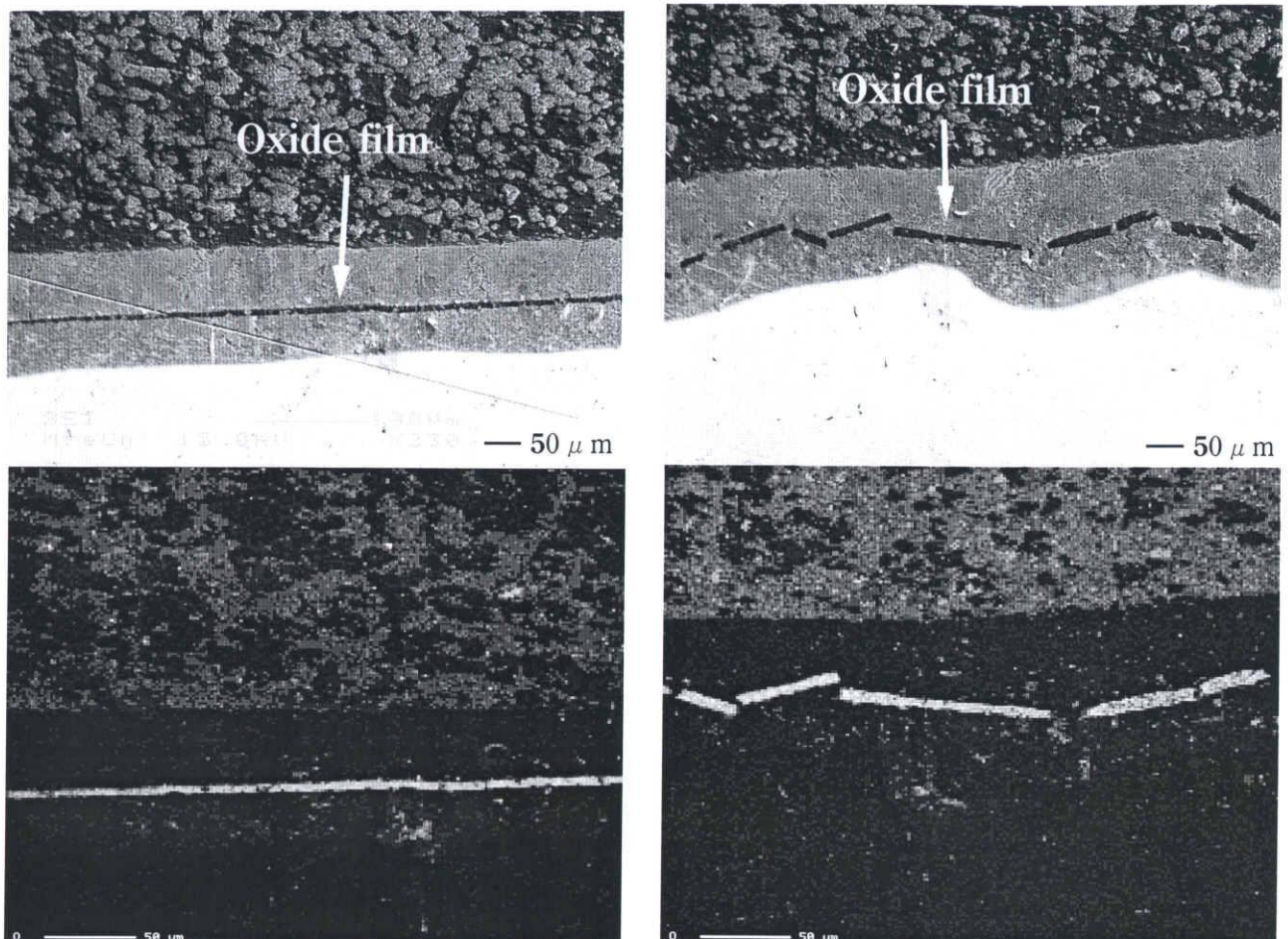
Fig.5-29 SEM observation EPMA analysis for oxide film;
 heating temperature = 893K,
 kind of abrasive paper = #2000,
 setting method = parallel setting.



Average thickness of oxide film = $4.73 \mu\text{m}$

	Al	Cu	O (at%)
composition of oxide film	42.2	3.3	54.5

Fig.5-30 SEM observation and EPMA analysis for oxide film;
 heating temperature = 893K,
 kind of abrasive paper = #2000,
 setting method = cross setting.



Average thickness of oxide film = $6.60 \mu\text{m}$

	Al	Cu	O (at%)
composition of oxide film	47.8	3.5	48.7

Fig.5-31 SEM observation and EPMA analysis for oxide film;
heating temperature = 893K,
polishing method = buff polish.

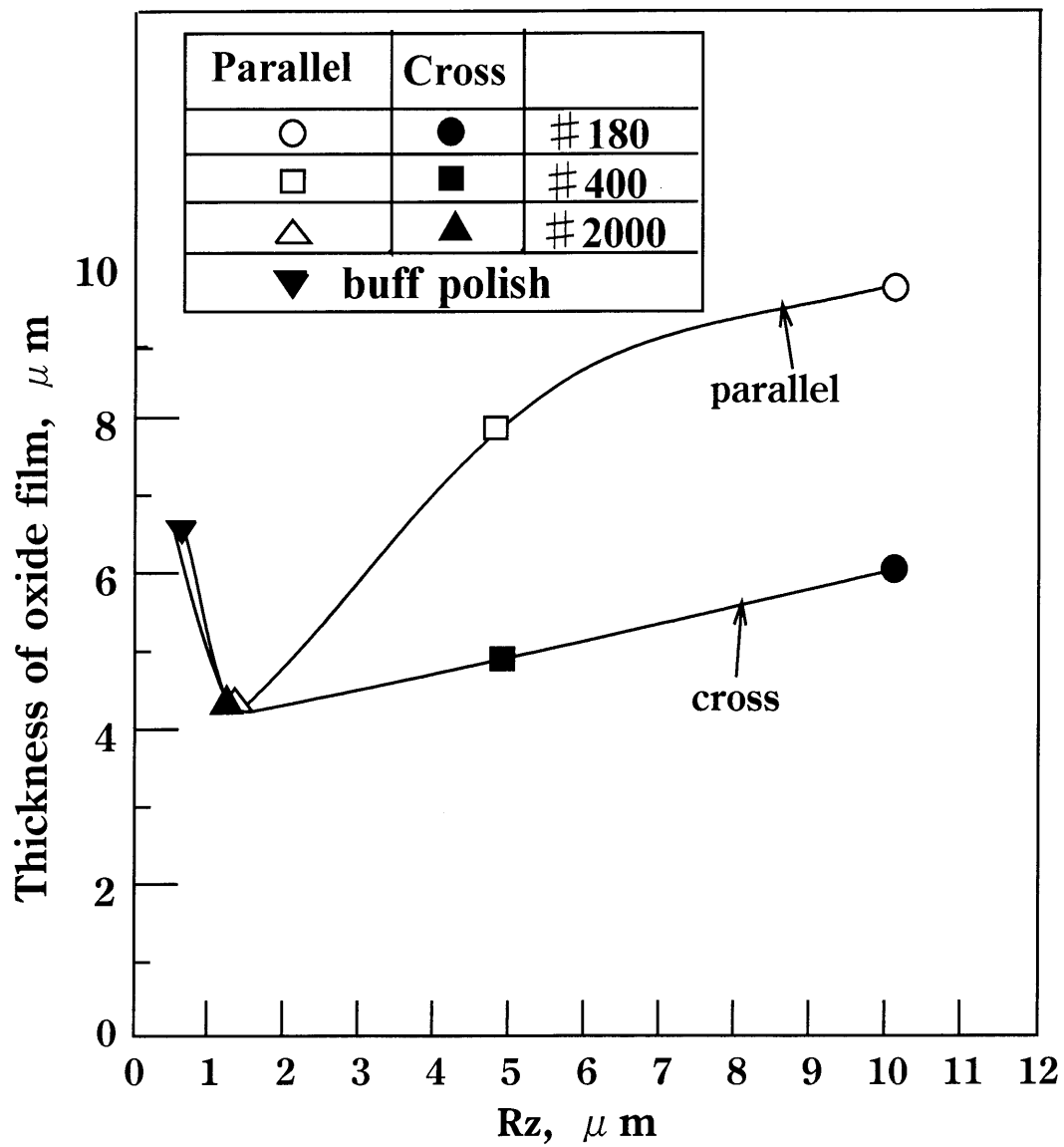


Fig.5-32 Comparison of thickness of oxide film;heating temperature=893K.

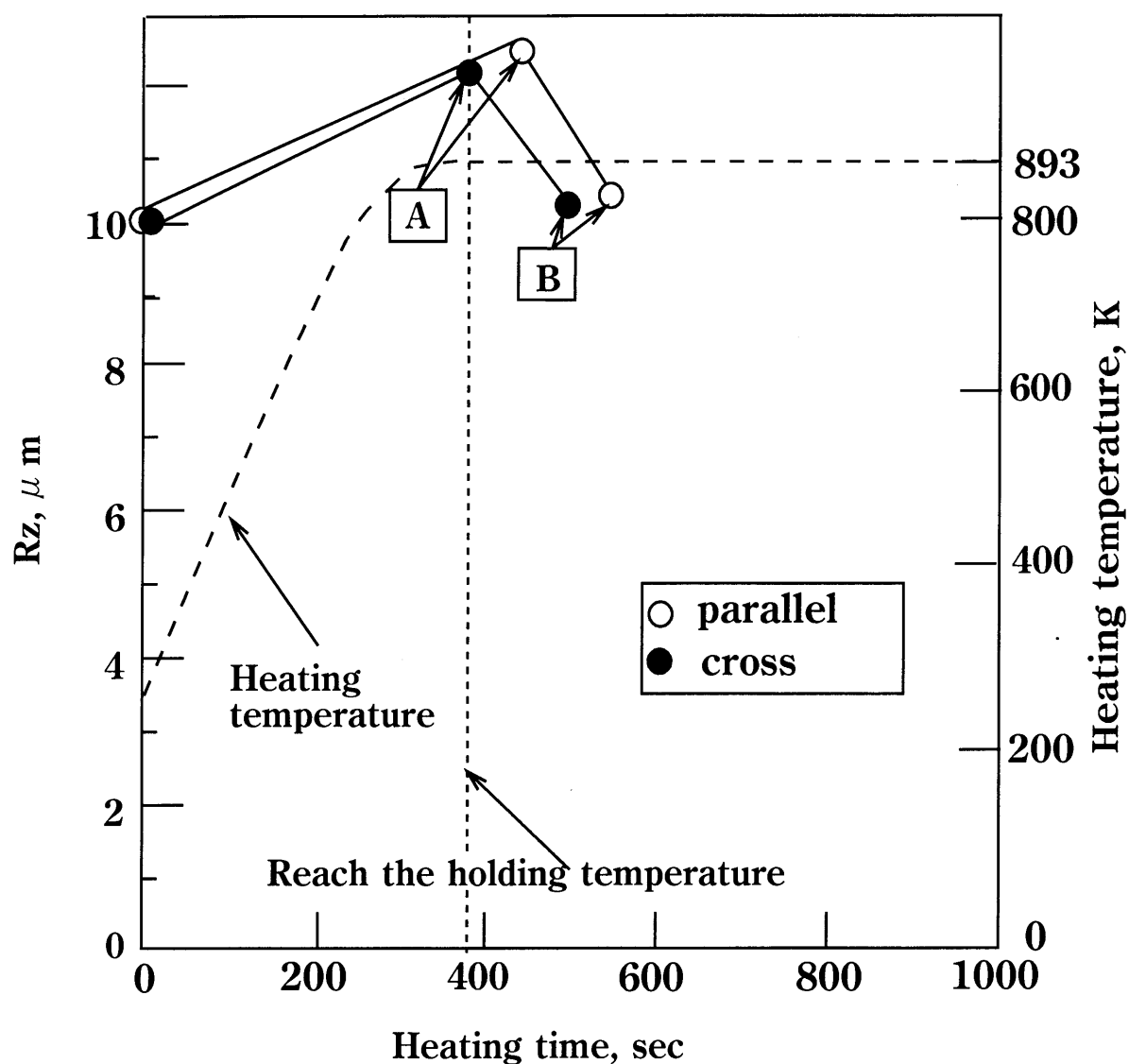
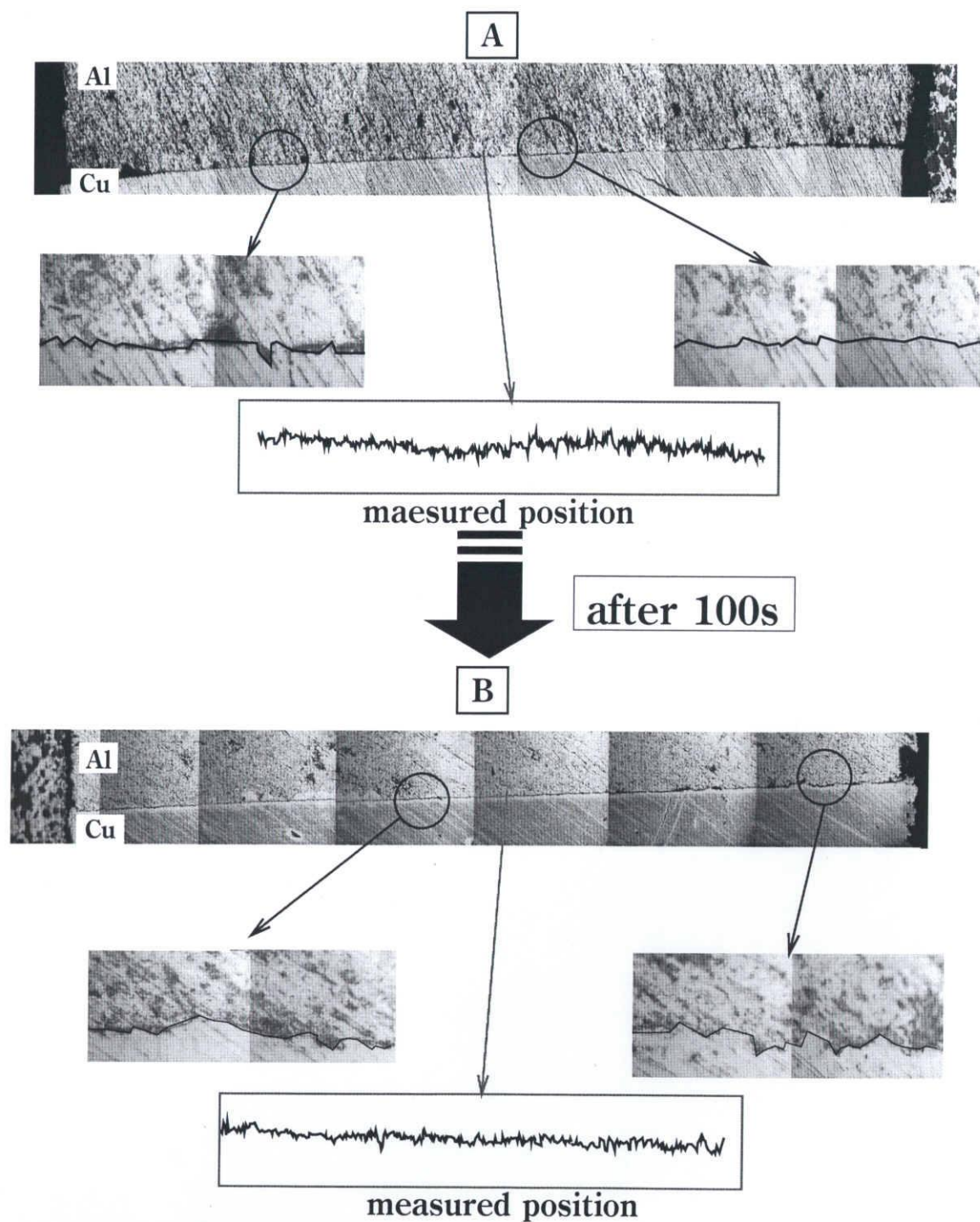


Fig.6-1 Change of surface roughness;
 kind of abrasive paper=#180,
 heating temperature=893K,
 roughness measured by Fig.6-2~Fig.6-3,
 [A] [B] means upper and lower cross
 section, respectively.



**Fig.6-2 Change of surface roughness;
kind of abrasive paper=#180,
setting method=parallel setting,
heating temperature=893K.**

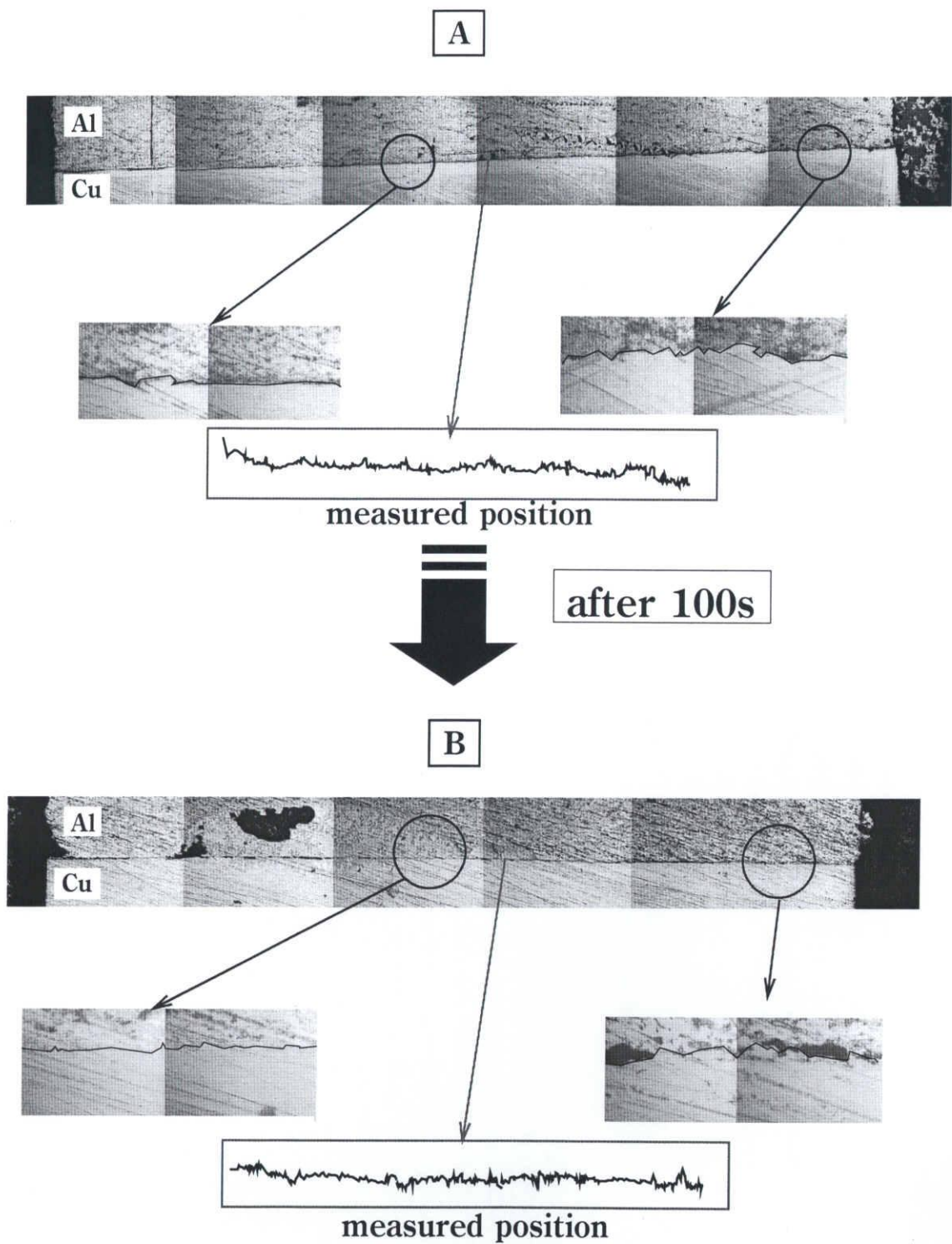


Fig.6-3 Change of surface roughness;
 kind of abrasive paper=#180,
 setting method=cross setting,
 heating temperature=893K.

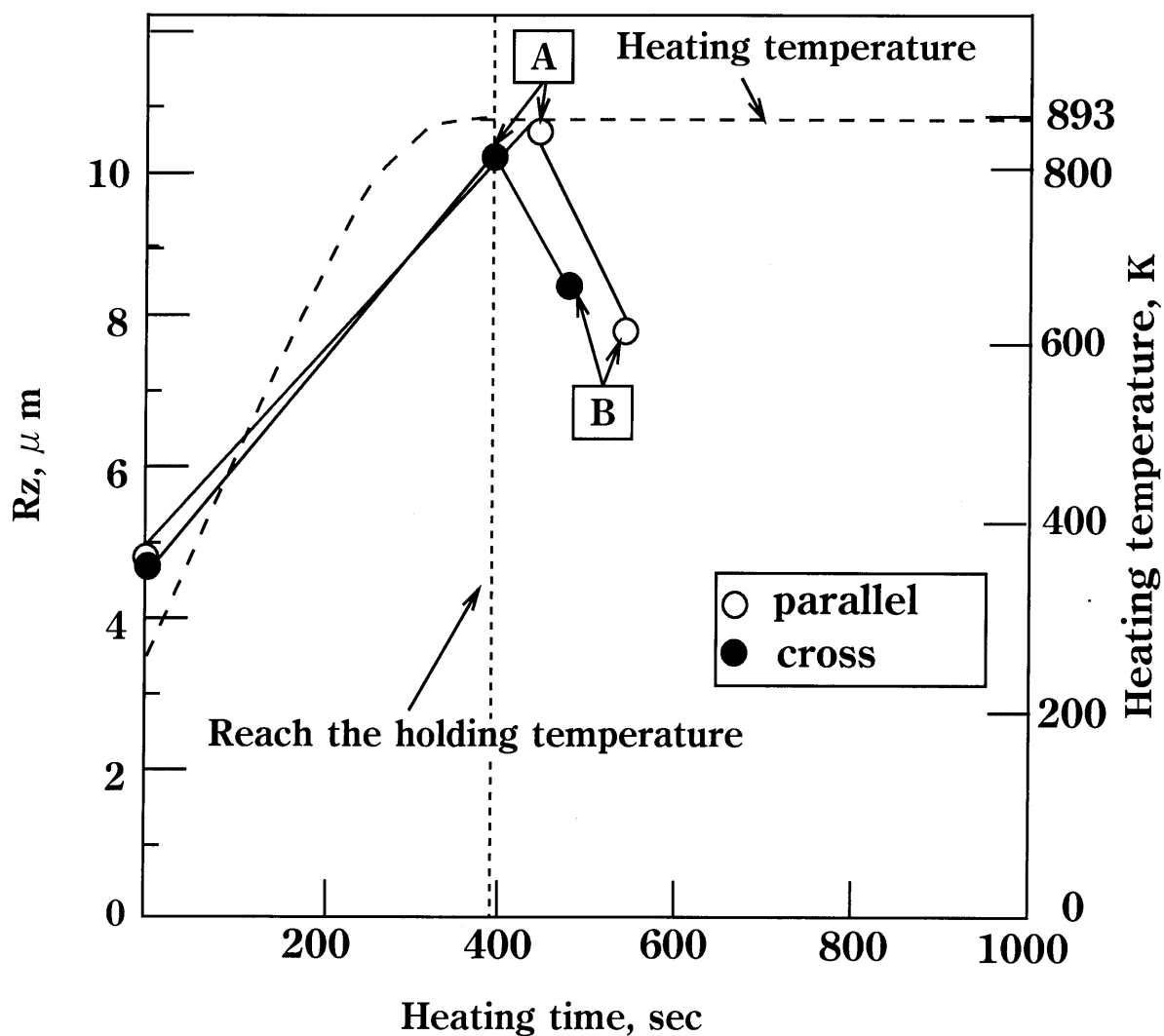


Fig.6-4 Change of surface roghness;
kind of abrasive paper=#400,
heating temperature=893K,
roughness measured by Fig.6-5~Fig.6-6,
[A] [B] means upper and lower cross
section, respectively.

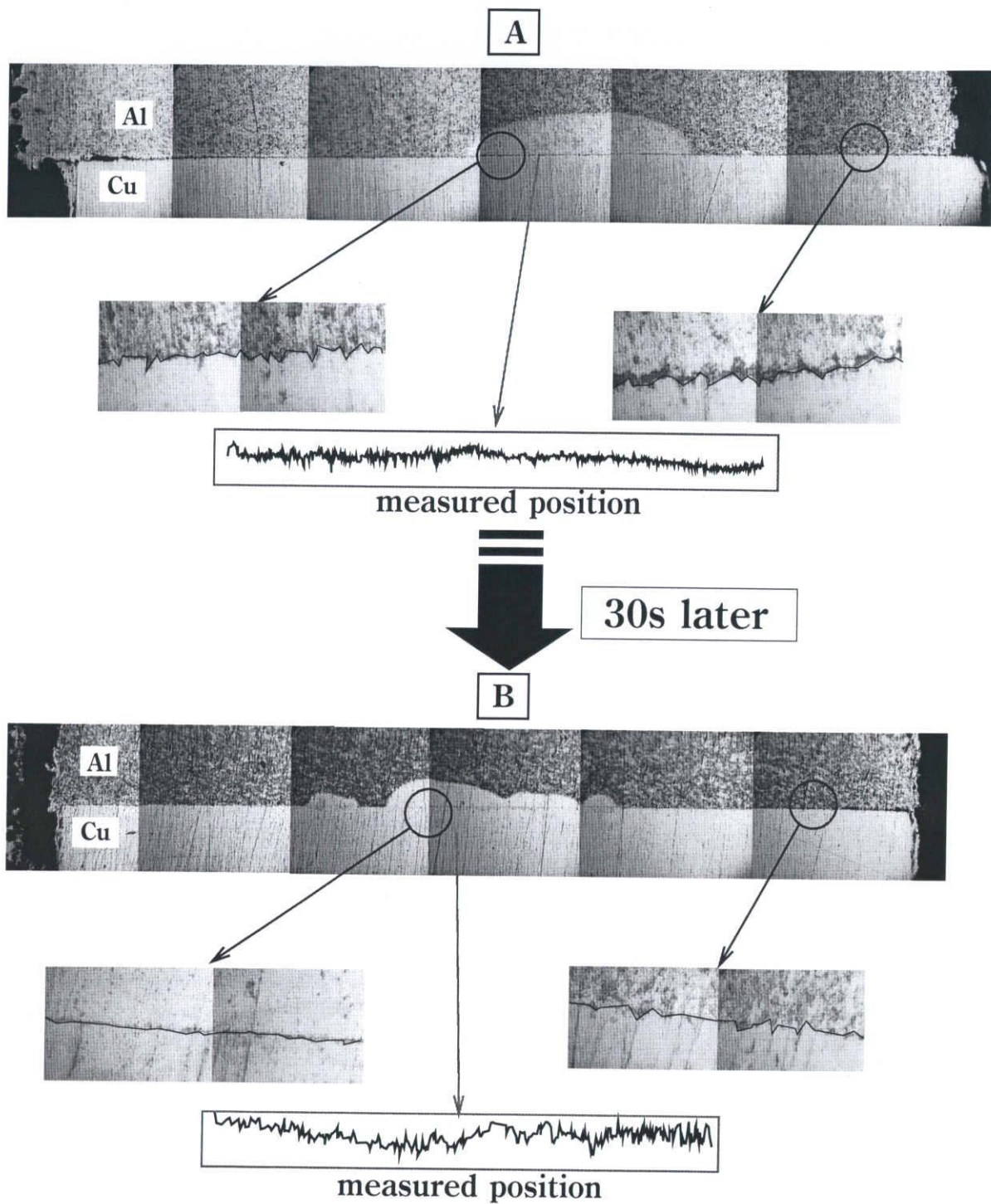


Fig.6-5 Change of surface roughness;
 kind of abrasive paper=#400,
 setting method=parallel setting,
 heating temperature=893K.

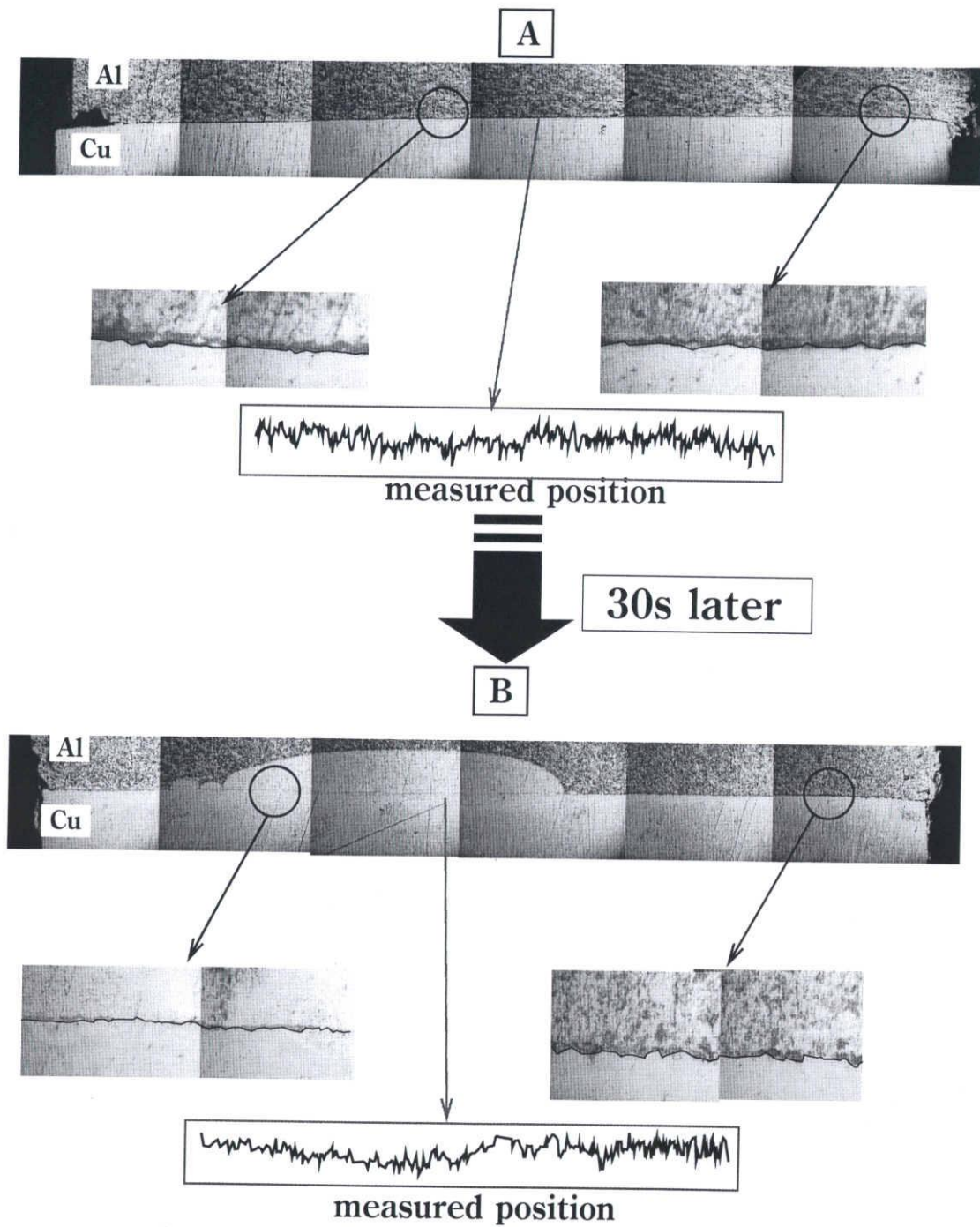


Fig.6-6 Change of surface roughness;
 kind of abrasive paper=#400,
 setting method=cross setting,
 heating temperature=893K.

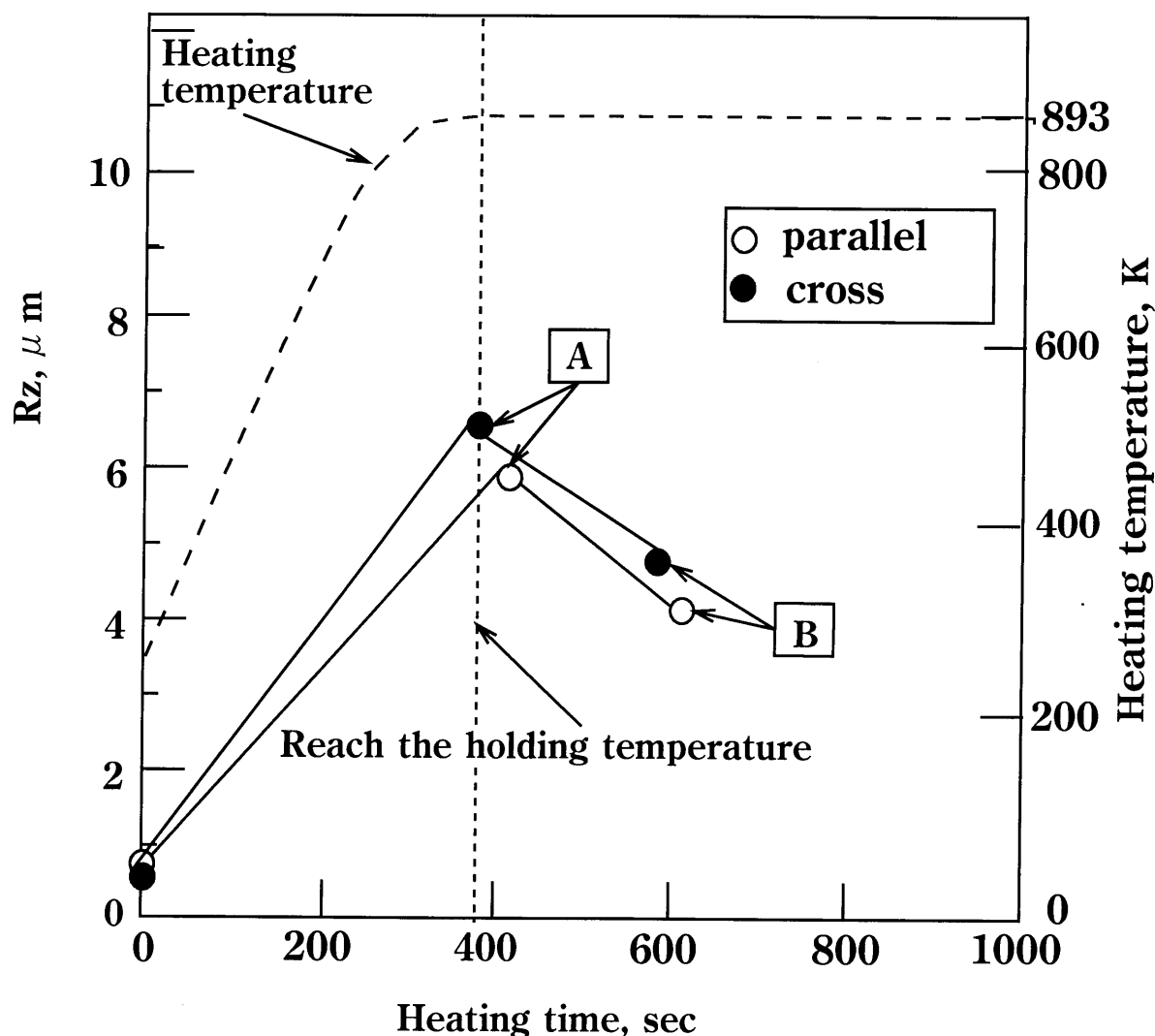


Fig.6-7 Change of surface roughness;
 kind of abrasive paper=#2000,
 heating temperature=893K,
 roughness measured by Fig.6-8~Fig.6-9,
 [A] [B] means upper and lower cross
 section, respectively.

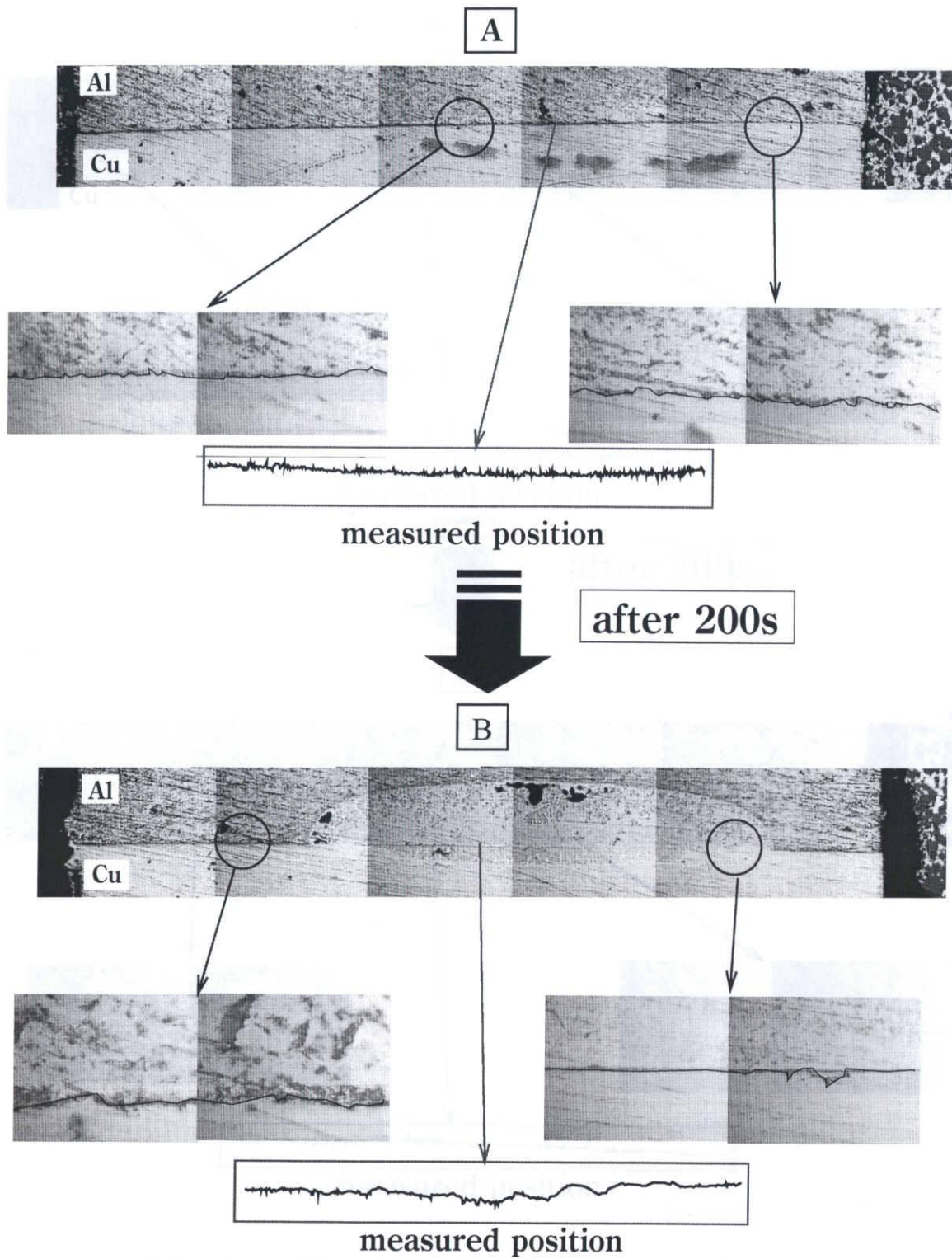
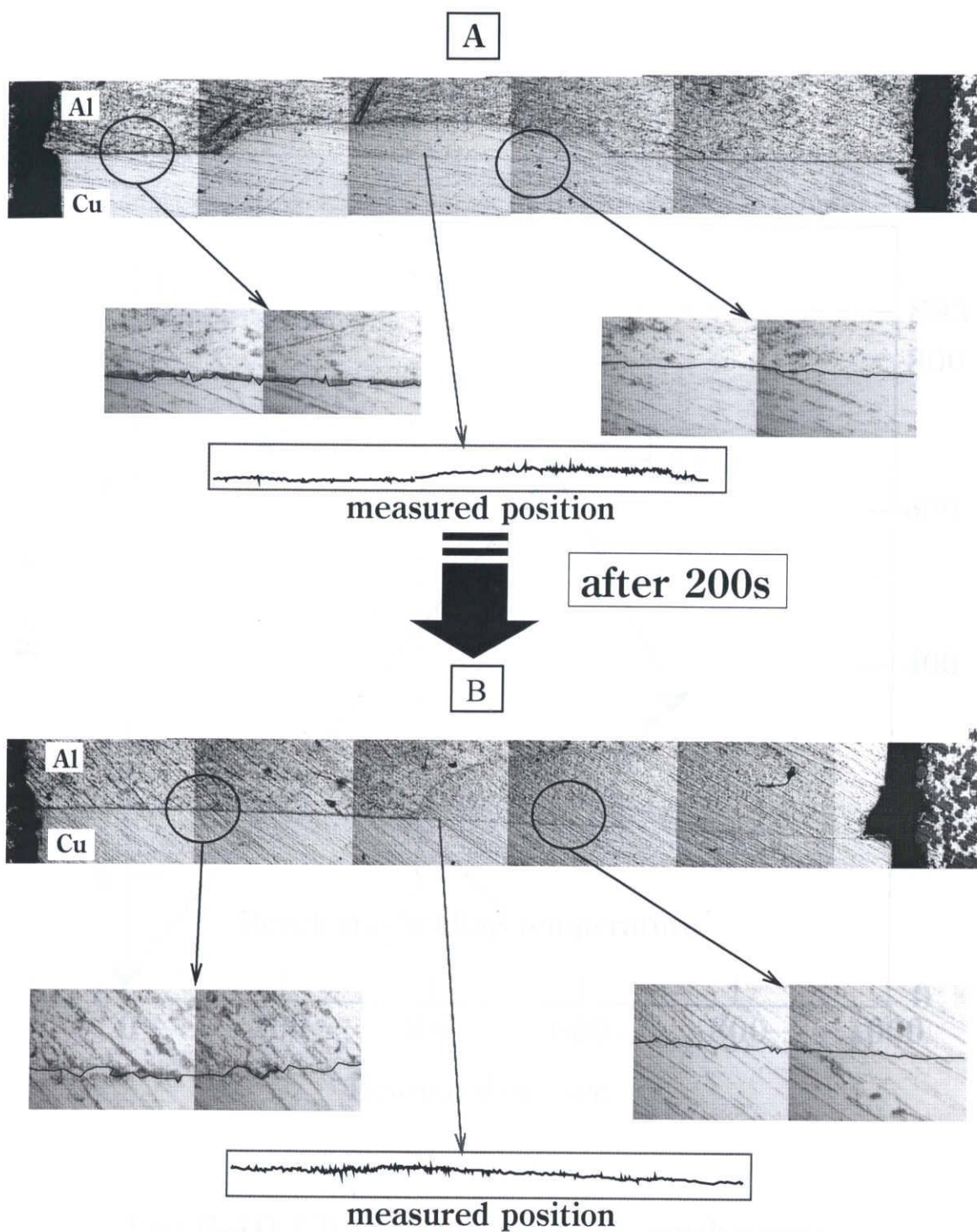


Fig.6-8 Change of surface roughness;
 kind of abrasive paper=#2000,
 setting method=parallel setting,
 heating temperature=893K.



**Fig.6-9 Change of surface roughness;
kind of abrasive paper=#2000,
setting method=cross setting,
heating temperature=893K.**

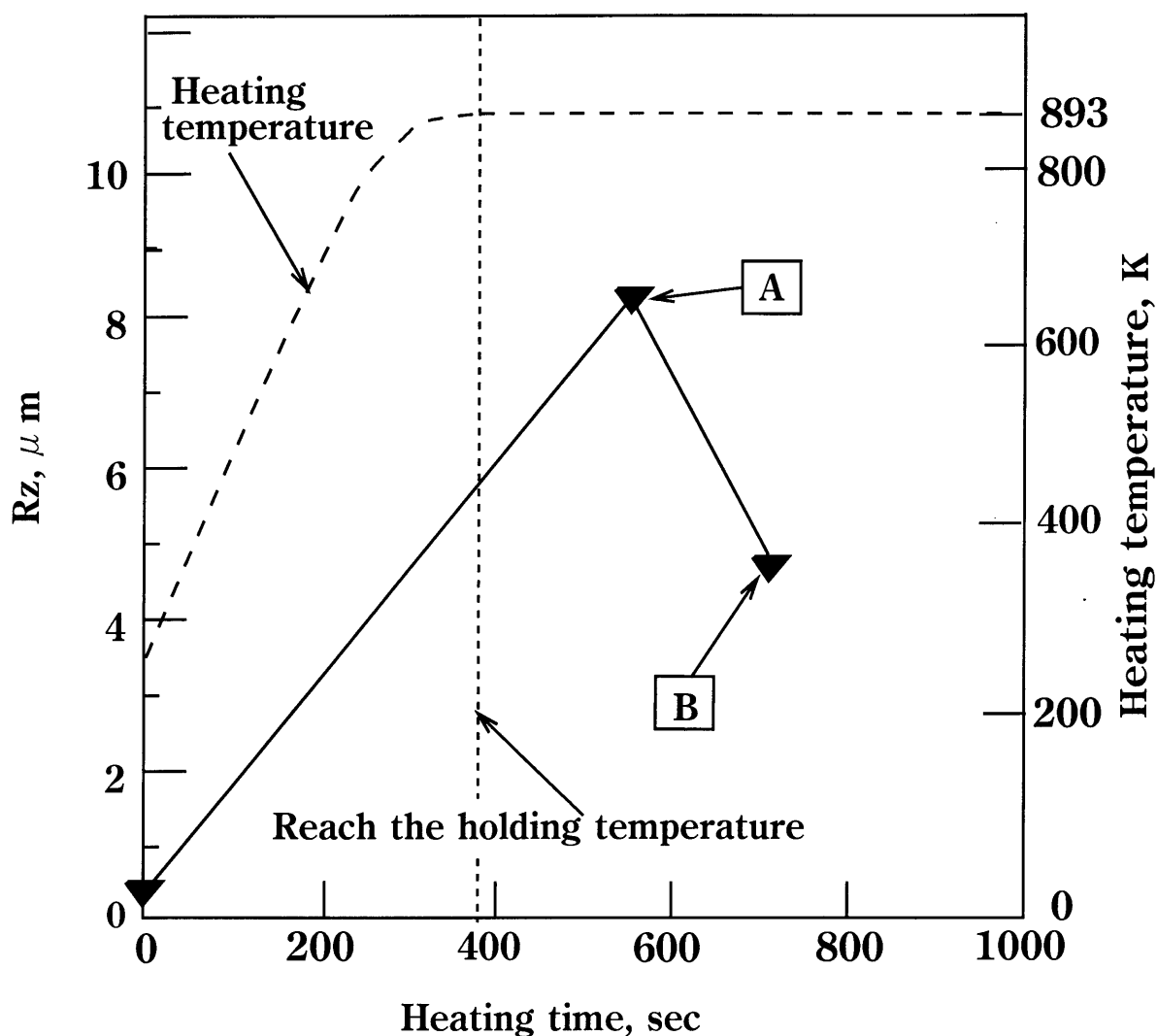


Fig.6-10 Change of surface roughness;
polishing method=buff polish,
heating temperature=893K,
roughness measured by Fig.6-11,
[A] [B] means upper and lower cross
section, respectively.

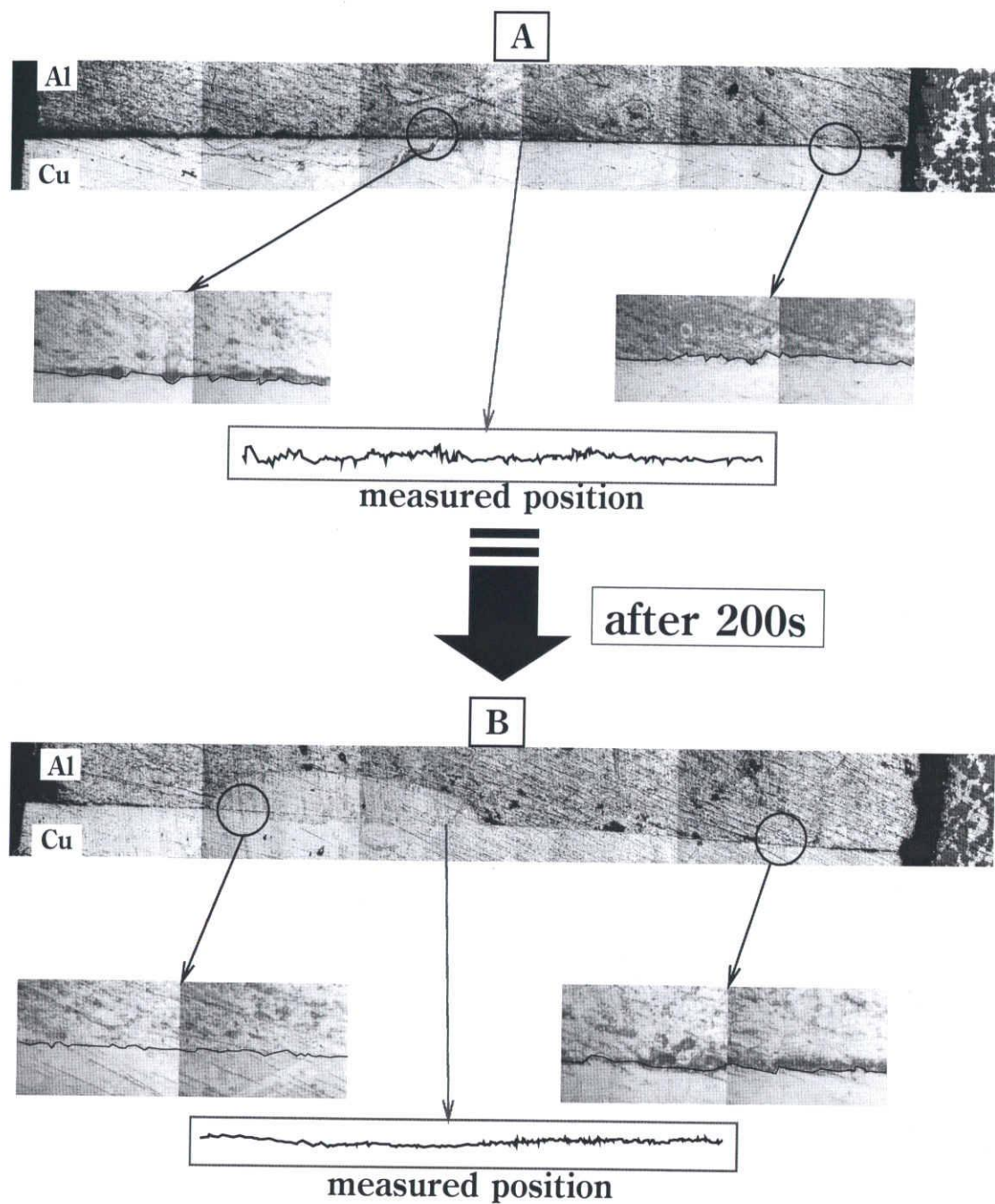


Fig6-11 Change of surface roughness;
 polishing method=buff polish,
 heating temperature=893K.