

7075 アルミニウム合金の組織および機械的特性に及ぼす  
マルチパス FSP 施工条件の影響

平成 26 年 3 月

松田 裕

# 博士学位論文

7075 アルミニウム合金の組織および機械的特性に及ぼす  
マルチパス FSP 施工条件の影響

平成 26 年 3 月

茨城大学大学院理工学研究科

物質科学専攻

松田 裕

## 学位論文の要旨

近年、環境保護の観点から、二酸化炭素排出量の削減や化石燃料使用量の抑制等、省エネルギー化が推進されてきている。この情勢の中輸送機器の分野においては、筐体の軽量化を実現するために、従来使用されている鉄鋼材料よりも軽量なアルミニウム合金を適用する動きが見られる。しかし鉄鋼材料と同程度の強度を有する高強度アルミニウム合金は一般的に、鉄鋼材料よりも塑性加工性に乏しく、成形等に掛かる費用が高くなるという課題を抱えている。そのため、高強度アルミニウム合金の更なる普及を促すためには、当該合金の塑性加工性を向上させる必要がある。この手法の一つとして、超塑性と呼ばれる、材料が巨大な延性を示す現象を応用した成形技術に期待が寄せられている。この超塑性を発現させるためには材料組織が等軸・微細であることが要求される。等軸・微細組織を得るための手法として最近、強ひずみ加工法(Sever Plastic Deformation: SPD)と呼ばれる、元の形状から材料を変形させずに、材料組織の微細化を達成できる手法が注目されている。このSPD法の一つである摩擦攪拌プロセス法(Friction Stir Processing: FSP)は他の手法と比較して、①材料の一部を選択的に処理したり広い領域に処理を施したりすることが可能であるため、処理範囲を選ばない、②処理可能な材料の寸法が大きく取れる等の長所を有している。FSPを用いて広い範囲の組織制御を行う場合、適切な施工間隔にてパスを複数回施す(マルチパスFSP: Multipass FSP: MP-FSP)必要がある。このMP-FSPについて現在、処理に伴う機械的特性の変化や攪拌部の材料組織に関する報告はある程度なされているものの、各パス間の材料組織、特に、パスを重ねる際の施工間隔や施工方向の違いが材料組織に及ぼす影響については、いまだに詳細な報告はなされていない。

そこで本研究では、主に各パス間の材料組織に着目し、MP-FSPを施す際の施工間隔や施工方向を変化させた場合に、巨視的および微視的な組織形態にどのような違いが生じるかについて調査した。また、上述の組織変化が機械的特性に及ぼす影響についても調査した。

第1章では、超塑性と組織制御法についてまとめた後に、MP-FSPおよびFSPの応用元であるFSWについて、現在までに進められている調査・研究等について紹介した。そして、いまだに解決されていない諸問題等について言及したうえで、本研究の目的等を述べた。

第2章で、高強度アルミニウム合金として知られている7075アルミニウム合金のT6材およびO材に対しMP-FSPを施す(以降、MP-FSP材と記載)ことで、材料組織がどのように変化するのかについて調査した。その結果、FSP施工間隔がFSPツールのピン直径よりも大きくなると、各パスの間に、FSPにより攪拌された組織(Stir Zone: SZ)や熱機械的影響部(Thermo-Mechanical Affected Zone: TMAZ)とは異なる組織を有する領域(Pass Boundary Zone: PBZ)が明瞭に形成されること、SZは等軸・微細な組織であるのに対し、PBZは粗大な結晶粒と微細な結晶粒の混粒組織であること、およびPBZに存在する粗大な

結晶粒中には多数の亜結晶粒が含まれていることを明らかにした。このPBZに含まれる粗大結晶粒中に亜結晶粒が存在することについて、PBZはSZと比較して、MP-FSPにより導入されるひずみおよび熱量が少なく、一部では再結晶に至らなかったことが要因であると推測した。また、FSPを全て同じ向きで施行した場合と、1回のパスごとに施工の向きを180°回転させた場合とで、前者においてはPBZが全て同じ形状および幅を有するのに対し、後者においては形状および幅が異なる2種類のPBZが交互に現れることを見出した。さらに、T6材、O材ともに、PBZの硬度はSZと母材の中間程度となることを示した。

第3章では、上記MP-FSP材による組織変化が機械的特性に及ぼす影響について、室温および高温引張試験により調査した。室温引張試験からは、MP-FSPにより、T6材の強度は低下し、O材の強度は上昇することを見出した。また、高温引張試験からは、母材と比較してMP-FSP材の伸び量が、いずれの調質の場合も約10倍増加することがわかった。この高温引張試験時の変形機構について、SZにおいては粒界すべりを主とするものであるのに対し、PBZにおいては粒界すべりと粒内変形が混在した変形機構であると考えられることから、MP-FSP材において超塑性を一様に発現させるためにはPBZが存在しないことが望ましいこと等の推論を述べた。

第4章では、MP-FSP材中にPBZを形成させないようにFSP施工間隔を設定しても、FSP施工中にツールがずれてしまうという問題があることに着目し、FSP施工中のツールのずれ量とFSP施工条件の相関関係について調査した。その結果、母材強度が低いほど、FSP施工中のずれ量が大きくなる傾向にあること、ツールのずれ量がFSPを施工する際のツール回転数とツール送り速度の比 ( $N/v$  比) に比例する可能性があることを示した。

第5章では、第2章から第4章にて得られた実験結果および考察等をまとめ、本研究にて得られた知見等は摩擦攪拌プロセスを用いた広範囲の組織制御を実施するうえで、これまで詳細な報告のなされていなかった各パス間の組織について言及したこと、特に、パスを重ねる間隔がピン直径よりも大きくなると、各パス間に攪拌部とは異なる組織が明瞭に形成されることを新たに見出したこと、当該組織は攪拌部とは機械的特性、特に超塑性発現条件が異なることを明らかにしたこと等を述べた。また、摩擦攪拌プロセスを広範囲にわたって施工する際の材料組織と機械的特性の変化については、組織制御だけでなく、材料表面組織の複合化や材料内部欠陥の除去等に摩擦攪拌プロセスを適用する際にも活用可能であり、また、ツールのずれ量とFSP施工条件に関する知見については、摩擦攪拌プロセスの応用元である摩擦攪拌接合においても非常に有益な知見となること等も述べた。

これらより本研究にて得られた知見等は、高強度アルミニウム合金の更なる普及に寄与するものであるとともに、超塑性成形、摩擦攪拌プロセスおよび摩擦攪拌接合の今後の発展に大きく貢献するものであると考えられることから、工学的・社会的に有用なものであると判断する。

## Abstract

In recent years, energy conservation is demanded by the concern for the exhaustion of energy resources. Also, global warming and other environmental problems are being expanded. Therefore, it is underway to apply high strength aluminum alloy for weight reduction of structural material in transportation machines. However, high strength aluminum alloys have a drawback of high shaping cost because of their poor plasticity. Hence, it is necessary to improve the poor plastic formability to enhance the spread of the high strength aluminum alloys, by applying superplasticity, etc. Fine-equiaxed microstructure is demanded to realize appear the superplasticity. Recently, Sever Plastic Deformation (SPD) method by which the fine-equiaxed microstructure can be obtained without shape size change is highlighted. Friction Stir Processing (FSP) is one of the methods of SPD and has advantages: ( i ) it is possible to process between selected local area to large area, ( ii ) large size of the work materials can be processed. When we carry out the microstructure controlling for large area with FSP, it is necessary to apply the multi pass process (Multipass-FSP: MP-FSP) by appropriate processing interval. Although some results on the microstructure and mechanical properties of the MP-FSP-ed materials have been reported, there is no report on the microstructure and mechanical properties in the area between the passed. In this study, I investigated the effects of processing interval and processing direction on the microstructure and mechanical properties the area between the passes.

Firstly, I described the introduction to this study in Chapter 1. After superplasticity, microstructure control, and related researches dealing with MP-FSP and FSW (origin of FSP) were reviewed, I described the purpose of this study, mentioning on several unsolved problems.

In Chapter 2, The change in the microstructure caused by MP-FSP was investigated on a 7075 aluminum alloy with T6 and O tempers. From microstructural observation, I discovered a new zone

which has different microstructure from stir zone (SZ) and from thermo-mechanical affected zone (TMAZ), and was formed between the passes when the processing interval exceeded the pin diameter. I named this new zone PBZ (pass boundary zone). The PBZ was composed of two types of (fine-equiaxed and coarse-elongated) grains, the latter of which contain many sub-grains. These sub-grains were conjectured to be formed by incomplete recrystallization which was caused by deficiency of strain and friction heat in PBZ introduced by MP-FSP. I found that the shape of PBZ was changed by the direction of processing : unidirection (all passes were applied in the same direction) and alternate direction (processing direction was rotated by 180 degrees each pass). Moreover, hardness in PBZ became a value between those of SZ and base metal both in T6 and O tempers.

In Chapter 3, effects of microstructure change on mechanical properties were investigated at room and high temperatures. At room temperature, strength was decreased in T6 and increased in O temper by MP-FSP. At high temperature, elongation was increased to about 10 times of that of base metal both in T6 and O tempers. It was considered that predominant mechanism of high temperature deformation was grain boundary sliding in SZ while a mixture of grain boundary sliding and grain interior deformation in PBZ. From this consideration, the absence of PBZ was thought to be desirable in MP-FSP-ed material to apply superplasticity.

Even if we set appropriate processing interval to form no PBZ, PBZ may not successfully disappear because the tool of FSP displaces during processing. Hence, in Chapter 4, relationship between amount of displacement caused during FSP and processing conditions was studied. The amount of displacement tended to increase with decreasing strength of base metal and possibility with decreasing ratio of tool rotation speed to translational speed.

Results and discussion, as well as the new findings, obtained in chapters from 2 to 4 were

summarized in Chapter 5. It was concluded that the knowledge obtained in this study was from engineering and social points of view because the knowledge contributes further spread of high strength aluminum alloy and to future conducted developments of materials in relation to superplastic deformation, friction stir processing and friction stir welding

## 目次

第1章 序論	1
1. 緒言	1
1.1 アルミニウム合金	1
1.1.1 アルミニウム	1
1.1.2 アルミニウム合金	1
1.2 超塑性	4
1.2.1 超塑性の原理	5
1.2.2 最近の超塑性	7
1.3 組織制御法	8
1.3.1 従来の組織制御法	8
1.3.2 強ひずみ加工法 (Severe Plastic Deformation: SPD)	9
(1) 繰り返し重ね接合圧延法 (Accumulative Roll Bonding: ARB)	9
(2) 等径角度付き押出法 (Equal Channel Angular Pressing: ECAP)	10
(3) 高圧ねじり法 (High Pressure Torsion: HPT)	10
(4) 摩擦攪拌プロセス法 (Friction Stir Processing: FSP)	11
(a) 摩擦攪拌接合法 (Friction Stir Welding: FSW)	11
(b) 摩擦攪拌プロセス法 (Friction Stir Processing: FSP)	13
(c) 結晶粒微細化法としての FSP	13
(d) 組織改質法としての FSP	15
(e) 材料表面性状の改質・複合法法としての FSP	15
1.4 組織制御のまとめおよび本研究の目的	15
参考文献	32
第2章 7075 アルミニウム合金の組織および硬さに及ぼすマルチパス摩擦攪拌 プロセス施工条件の影響	36
2.1 緒言	36
2.2 供試材および実験条件	36
2.3 実験結果および考察	37
2.4 結言	40
参考文献	48
第3章 マルチパス摩擦攪拌プロセス施工条件が及ぼす 7075 アルミニウム 合金の機械的特性への影響	49
3.1 緒言	49
3.2 供試材および実験条件	49
3.3 実験結果	50



3.4 結言	53
参考文献	59
第4章 FSP 中のツールのずれ量に及ぼす各種 FSP 条件の影響	60
4.1 諸言	60
4.2 実験方法	61
4.3 実験結果および考察	61
4.4 結言	62
参考文献	67
第5章 総括	68
謝辞	71

## 第1章 序論

### 1. 緒言

#### 1.1 アルミニウム合金

##### 1.1.1 アルミニウム

アルミニウムの特徴として、軽量であることがよく挙げられる。アルミニウムの比重は約  $2.7[\text{Mg/m}^3]$ <sup>[1.1]</sup> (=約  $2.7[\text{g/cm}^3]$ ) であり、鉄 (約  $7.6\sim 7.9[\text{g/cm}^3]$ <sup>[1.2]</sup>) の約三分の一程度である<sup>[1.2], [1.3]</sup>。そのため輸送機器の分野等においては、後述のとおりアルミニウムを合金化する等により強度を向上させ、それら材料を機器筐体に適用することで、強度は変わらないまま輸送機器の軽量化を達成し、二酸化炭素排出量の削減等を実現しようとする動きが見られる。アルミニウムは活性な材料であり、その表面は通常、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  等の酸化皮膜で覆われている。アルミニウムが高い耐食性を示すのは、この酸化皮膜によるところが大きい。しかしこの酸化皮膜は融点が高く、アルミニウムの溶接性を悪くする一因となっている。

アルミニウム自身の強度や耐摩耗性は、輸送機器分野において従来から使用されている鉄鋼材料に劣る。そのためアルミニウムは合金化した後、加工強化や析出強化、固溶強化および複合化等により材料強度を高めてから使用されるのが一般的である。

##### 1.1.2 アルミニウム合金

一口にアルミニウム合金と言っても、強度を高めたものや鍛造性を向上させたもの等、用途に応じて様々な合金が開発されている。またそれぞれの材料は、鑄造まま、展伸ままで使用する非熱処理型と、熱処理を付与することで各種機械的特性を向上させた熱処理型とに大別される。アルミニウム合金の用途や種類の一例として、アルミニウム合金の用途別出荷割合<sup>[1.4]</sup>を Fig. 1.1 に、アルミニウム合金鑄造材と展伸材等の分類<sup>[1.3]</sup>を Table 1.1 に、アルミニウムと他の工業用材料の諸特性の比較<sup>[1.2]</sup>を Table 1.2 に、それぞれ示した。Fig. 1.1 から、アルミニウム合金の中で最も出荷量が多いのは輸送分野で 41.0%、次いで建築分野と容器包装分野がそれぞれ 13.9%と 11.1%であることがわかる。また同図において「他」として括られている分野の中には、スポーツ用品や調理器具、化学プラント等の分野が含まれている。ここで、各分野においてどのような種類のアルミニウム合金が使用されているかについて、Table 1.1 と併せて見ることにする。まず、用途別出荷量の最も多い輸送機器分野においては、自動車エンジンルーム内の熱交換器から電車・航空機等の筐体構造材まで幅広く適用されており、使用されるアルミニウム合金も多種多様である。一方、建築分野や容器包装分野においては、使用される合金系がある程度決まっている。建築分野では主にサッシやシャッター、容器包装分野においては缶や箔を製造するためにアルミニウム合金が採用され、前者においては押出性に優れる Al-Si 系合金が、後者には 1000 系、3000 系および 5000 系合金が、しばしば使用されている。また Fig. 1.1 中「他」に含まれる分野の中で、例えばスポーツ用品分野においては比強度の高い 2000 系や 7000 系合金が、調理器具には鑄造材等が、化学プラント分野においては耐食性に優れる 5000 系合金等が採用さ

れている。これらアルミニウム合金の中で、本研究においては後述のとおり、実用アルミニウム合金の中でも比強度の高い 7075 アルミニウム合金を使用している。そのため当該合金系（7000 系合金）の諸特性について簡単にではあるが、以下に記述する。

まず Al-Zn-Mg 系（7000 系）アルミニウム合金はその名の通り、アルミニウム合金に Zn および Mg 合金を添加した合金である。Zn および Mg 量が増加すると共に強度が向上する<sup>[1.3]</sup>。Zn や Mg 等を添加することにより 7000 系合金の強度は、600N/mm<sup>2</sup>程度（S45C（機械構造用炭素鋼鋼材）と同程度）まで上昇する<sup>[1.5]</sup>。本系合金は溶接性や耐食性を向上させた Al-Zn-Mg 系中強度合金と、7075 アルミニウム合金のように強度を追及した Al-Zn-Mg-Cu 系高強度合金に大別される。またこれらそれぞれにおいて鋳造材と展伸材が存在する<sup>[1.2]</sup>。鋳造材は軽量かつ複雑形状を有する製品を生産することが可能である一方、粗大結晶粒の生成、材料凝固時に生じる添加元素の不均一分布および引け巣等鋳造時欠陥等の発生が懸念される。そのため例えば、スポーツ・アウトドア用品や調理器具等、強度をあまり要せず、かつ、軽量・複雑形状が要求されるような製品等に使用される。本鋳造材は鋳造ままで使用されることもあるが、上述のとおり鋳造時に欠陥等が生じることが懸念されるため、必要に応じて均質化処理や溶体化処理等の熱処理を付与する場合がある。他方展伸材は通常、①溶解・鋳造→②均質化処理→③熱間加工→(③' 焼鈍→③'') 冷間加工→④溶体化処理→⑤焼入れ→⑥時効の工程を経て製造される<sup>[1.6]</sup>。ここで、各工程における作業内容について、簡単にではあるが説明することとする。まず始めに、①ボーキサイトから精錬したアルミニウムを溶解した溶湯に Zn, Mg 等を添加し、バルク材を鋳造する。この際、最終凝固部に晶出第二相（以降、晶出相と略記）が偏析したり、引け巣等鋳造時欠陥が発生したりする可能性がある。これら偏析や欠陥等を解消するために、②鋳造したアルミニウムを昇温することで原子拡散を促し、鋳造材の均質化を図る。この後、所定の寸法まで鍛造加工を実施することになるが、バルク材の寸法は大きいので、③まずは圧下率が高くても材料に掛かる負荷が比較的小さい熱間加工を施す。その後、必要に応じて③' 焼鈍を適宜実施した後、③'' 表面性状が良く、寸法精度の高い<sup>[1.7]</sup>冷間加工にて仕上げ加工を行う。所定の寸法まで加工が終わった後、④溶体化温度（475℃程度）まで昇温して Zn, Mg 等の元素を母材中に固溶させ、⑤その状態で急冷することで焼入れを行い、過飽和固溶状態とする。この状態とした後、⑥用途ごとに適した熱処理を付与されることで、所望の機械的特性を有したアルミニウム合金が製造される。

ところで、先にも述べたとおり本系合金は熱処理型合金に分類される。そのため熱処理を付与する過程で析出する第二相粒子については、様々な研究がなされている。ここでは、主溶質元素である Zn, Mg および Cu と、再結晶の抑制を目的として添加される Cr, Zr および Mn が及ぼす影響について、伊藤ら<sup>[1.6]</sup>の報告を交えながら、上述した①～⑥の工程に沿って説明することとする。まず①の鋳造時において、合金元素や不純物元素のミクロ偏析を生じ、一般に Cr や Zr などは初晶部に固溶状態で濃化されるが、主溶質元素である Zn, Mg および Cu は最終凝固部において高濃度となり、晶出相を形成する<sup>[1.6]</sup>。続く②の均質化

処理において、主溶質元素の晶出相の大部分は固溶するが、バルク材凝固時に強制固溶された **Cr**, **Zr** および **Mn** 等は分散相(dispersoids)として析出する<sup>[1.6]</sup>。これら析出物は寸法が  $0.01 \sim 0.5 \mu\text{m}$  と小さく、加工→溶体化処理の間に生じる再結晶や再結晶粒の粗大化を抑制する<sup>[1.6]</sup>。これら分散相の再結晶抑制効果は、分散相の分布密度が高いほど高くなるとの報告がある<sup>[1.6], [1.8]</sup>。また、分散相の析出密度と均質化条件については **Cr**, **Mn** および **Zr** いずれについても、均質化温度に達するまでの昇温速度が遅いほど、高密度となることが知られている<sup>[1.6], [1.9]~[1.11]</sup>。例えば **Cr** においては、昇温速度が遅い場合はほぼ全面に **Cr** 系化合物が分布するのに対し、急速昇温の場合は最終凝固部近傍にわずかに析出相が見られるだけであるとの報告がなされている<sup>[1.6], [1.9]</sup>。この理由として、昇温速度が遅い場合は、過飽和度の高い低温域で、核生成するのに十分な時間保持されることのほか、当該 **Cr** 系化合物相は昇温途中で析出する  $\eta$  (**MgZn<sub>2</sub>**)相<sup>[1.6], [1.12]</sup>をサイトとして不均一析出するためであること<sup>[1.8]</sup>が分かっている。また **Zr** 系分散相についても同様に、不均一析出するとの考えが出されている<sup>[1.6], [1.13]</sup>。**Mn** 系分散相においては、**Al-Mg<sub>2</sub>Si-Mn** 合金<sup>[1.6], [1.14]</sup>や **Al-Cu-Mn** 合金<sup>[1.6], [1.15], [1.16]</sup>ではそれぞれ **Mg<sub>2</sub>Si** 相や  $\theta'$  (**Al<sub>2</sub>Cu**)<sup>[1.6], [1.17]</sup>相上に不均一析出するとの報告がなされているが、**Al-Zn-Mg-Mn** 合金においては、先に述べたような不均一析出について、これまで見られたとの報告はなされていない。なお上述のように昇温速度を遅くしても、鋳塊中においては遷移元素の局所的濃度は不均一であるため、最終的には無析出帯(PFZ)<sup>[1.18]</sup>が形成されてしまう。そしてこの PFZ は、溶体化処理時には再結晶の核生成サイトになりやすい<sup>[1.19], [1.20]</sup>。この均質化に続いて行われる③の熱間加工や③'の冷間加工では、一般的に再結晶に関係する加工度、加工温度、加工速度<sup>[1.21]</sup>等のほか、主溶質元素がどのような状態で存在しているか(寸法、分布状態等)も、溶体化処理時における再結晶においては重要である。 $0.75 \sim 1 \mu\text{m}$  以上の粗大な  $\eta$  相を多数生じさせ、その状態で加工を行うと、 $\eta$  相と母相との界面が核生成サイトとなり、結果的に微細な再結晶組織が得られる<sup>[1.6], [1.22]~[1.25]</sup>との報告がなされている。次に実施する④の溶体化処理は、主溶質元素を母材中に固溶させる処理であるが、この処理中に生じる回復・再結晶組織は、合金の靱性や耐 SCC 性などに大きく影響を与える。構造用アルミニウム合金の靱性向上の手段や溶接構造用 **Al-Zn-Mg** 系合金の耐 SCC 性の向上手段については、他の文献<sup>[1.6], [1.21]</sup>を参照されたい。また実用の高強度合金においては、主溶質が固溶しきれずに、**S** 相<sup>[1.27]</sup>等の粗大相が残ってしまうことがある。溶体化温度を高くすれば先述の粗大相は固溶・消滅する<sup>[1.28]</sup>ものの、再結晶率が高くなったり、再結晶粒の成長を生じやすくなる<sup>[1.21], [1.29]</sup>、融液を生じる危険性が高くなる等が懸念される。また、溶体化処理温度まで昇温する際の昇温速度も、回復・再結晶組織に与える影響は大きいことに注意する必要がある。とくに粗大  $\eta$  相を生じさせた場合は、昇温速度が速くなるほど再結晶粒微細化の効果は大となる<sup>[1.6], [1.24], [1.28], [1.30], [1.31]</sup>との報告がなされている。つぎに、再結晶を抑制するために添加される遷移元素 (**Cr**, **Mn**, **Zr**) の違いについてであるが、まず **Mn** は、分散相の分布が他の 2 つに比べて低密・粗大となる<sup>[1.6], [1.32], [1.33]</sup>。そのため、再結晶を抑制する効果が小さく、また、靱性にも悪影響を

及ぼす可能性があることから、高強度合金に対し Mn はあまり添加されない<sup>[1.6]</sup>ようである。また Cr と Zr の差については、焼入れ感受性において明瞭に見られるが、再結晶組織においても多少の差がある。470℃程度の溶体化処理においては、Zr を添加した方が再結晶率が低くなる傾向にあり<sup>[1.6], [1.29]</sup>、これは分散相の再結晶抑制効果 (Zener drag)<sup>[1.6], [1.18], [1.21]</sup>の差ではなく、回復過程の違いに基づくものであるとの見解がある<sup>[1.6], [1.20], [1.29]</sup>。

上記溶体化処理まで終えた Al-Zn-Mg 系合金の強度は先にも述べたとおり、600N/mm<sup>2</sup>程度 (S45C (機械構造用炭素鋼鋼材) と同程度) まで上昇する<sup>[1.5]</sup>。そのため上述のとおり、輸送機器分野等への適用が進められている。しかしこれら中・高強度アルミニウム合金は従来の鉄鋼材料と比較して、塑性加工性に劣るという欠点がある。アルミニウム合金の更なる普及を促すためには、曲げ加工性やプレス成型性等の塑性加工性を向上させることが課題とされており、例えば自動車産業等輸送機器分野等において、中・高強度アルミニウム合金の塑性加工性 (成形性) の向上について研究が行われている<sup>[1.34]</sup>。これら研究の中でしばしば、超塑性現象を応用した塑性加工法について、報告がなされている。

## 1.2 超塑性

超塑性は 1945 年、Al-Zn 共析合金の高温引張試験中における異常延性を発見し、報告した Bochvar と Sviderskaia<sup>[1.35]</sup>と、それらの現象を集中的に研究したソ連の一群の研究者達によって導入された<sup>[1.36]</sup>とされている。しかし超塑性の特徴である異常延性現象については 1934 年、英国の C.E.Pearson<sup>[1.36], [1.37]</sup>によって既になされていたとの報告もなされている。この超塑性とは一般的に、高温・低ひずみ速度の条件下において、等軸・微細粒組織を有する多結晶材料が巨大な延性を示す現象のことを指す。通常の金属材料を引張ると、降伏点 (もしくは 0.2%耐力) 付近で試験片に局部的なくびれ (ネッキング) が生じ、最終的に破断に至る。その際の伸び率は概ね数十%程度で、100%は超えない<sup>[1.38]</sup>。これに対し超塑性によって得られる伸び率は、ネッキング無しに数百~数千%にも到達する<sup>[1.36], [1.38]~[1.41]</sup>。微細粒組織を得るためには多結晶材料の組織制御 (結晶粒微細化) を行う必要があり、この手法としては再結晶<sup>[1.42], [1.43]</sup>や同素変態<sup>[1.43]</sup>が用いられる。しかしアルミニウム等相変態が生じない金属材料においては一般的に、再結晶超塑性が適用される。本研究においてはアルミニウム合金について議論しているため、以降においては再結晶による超塑性のことを、単に超塑性と記載する。先にも述べたとおり、中・高強度アルミニウム合金は鉄鋼材料と比較してくびれ強度が低い (材料中に一度くびれが生じると、その部分において変形が集中的に進んでいく)。これが、中・高強度アルミニウム合金の塑性加工が乏しいと言われる理由である。そのためこの超塑性は、当該アルミニウム合金の塑性加工性を改善するのに非常に有効な手法である。しかし通常の工業的生産速度はおおよそ  $10^{-1} \sim 10^2 \text{ s}^{-1}$  程度であるのに対し、超塑性加工速度はおおよそ  $10^{-4} \sim 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  程度である<sup>[1.36], [1.41]</sup>。そのため大量生産を視野に入れた加工法として利用するためには加工速度を上げる必要がある。また超塑性成形は一般的に、融点の絶対温度の半分以上の温度で行われる<sup>[1.36]</sup>ため、成形に必要と

なるエネルギーや手間分のコストが掛かってしまうこと、等軸・微細粒組織を得るために、組織制御を施す分のコストも上積みされること等も、超塑性加工法が大量生産加工法として利用されない要因であるとして挙げられる。そのためこれまでに超塑性が適用されてきたのは、宇宙航空産業製品の他、例えば、ゴルフクラブや腕時計等の部品<sup>[1.39]</sup>等の高価かつ付加価値の高いものが主であった。今後、超塑性成形をさらに普及させていくためには、超塑性発現条件をいかにして低温・高ひずみ速度側にスライドさせられるか、等軸・微細粒組織をいかにして容易に得られるようにするか、等軸・微細粒以外の組織を有する材料においていかにして超塑性を発現させられるか等が鍵となってくる。最近ではアルミニウム合金等先端材料において、1000%程度の超塑性伸び値が  $10\text{-}300\text{s}^{-1}$  という非常に大きな変形速度域で得られたとの報告<sup>[1.41], [1.44]</sup>もなされており、超塑性の更なる普及が望まれるところである。これらを含め、超塑性全般については現在も、国際会議等において議論がなされている。最近では2012年、フランスにおいて ICSAM2012(International Conference on Superplasticity in Advanced Materials)が開催されている。

この超塑性の研究・発展について、Backofen の残した業績無しに語ることはできない<sup>[1.45]~[1.48]</sup>。Backofen は Zn-Al 共析合金の超塑性現象について詳しく検討し、次式で表される有名な超塑性流動応力の現象論的基礎式を提案した<sup>[1.36], [1.45]</sup>。

$$\sigma = K \dot{\epsilon}^m \quad [1.36], [1.45]$$

ここで、 $\sigma$ 、 $\dot{\epsilon}$ 、 $K$  および  $m$  はそれぞれ、変形応力、ひずみ速度、定数およびひずみ速度感受性指数を指す<sup>[1.36]</sup>。特に  $m$  値は超塑性流動の安定性に大きな影響を持つことが種々の超塑性合金について明らかにされており、

$$m = \partial \log \sigma / \partial \log \dot{\epsilon} \quad [1.36], [1.45]$$

で表される ( $\log$  は自然対数  $\ln$  のことである)。上式群において超塑性を示す  $m$  の値として、約 0.5 程度が目安とされている<sup>[1.36], [1.41]</sup>。この流動応力のひずみ速度依存性の典型例は Fig. 1.2<sup>[1.36]</sup>に示した概要図のような S 字型曲線になり、 $m$  値の大きさにより 3 領域に分類することができる。この依存性は、ほとんどの超塑性材料に共通した特徴であり、大きな  $m$  値の得られる中間のひずみ速度域が超塑性領域である<sup>[1.36]</sup>。

この超塑性の原理としては様々なモデルが挙げられている。次節にて、これらモデルについて、様々な解説を交えながら説明することとする。

### 1.2.1 超塑性の原理

超塑性現象をマクロに観察すると先述のとおり、等軸・微細粒組織を有する多結晶材料が巨大な延性を示す現象として捉えることができる。この要因についてはこれまでの数多

くの研究から、等軸・微細な多結晶材料において結晶粒界すべりが連続的に生じているためであることが分かっている。しかし粒界すべりが連続して生じるためには、多結晶材料が常に等軸・微細粒組織を維持し続けなければならない、さらに、粒界すべりによって粒界や粒界三重点等に生じる空隙や重なり合いが解消される必要がある。多結晶材料の塑性変形は一般的に、すべり変形やクリープ変形によりなされる。超塑性変形中の空隙や重なり合いを解消するためにこれらすべり変形等が生じた場合、多結晶体は等軸・微細粒組織を保てなくなる。そのため粒界すべりを連続して発生させるには、すべり変形等とは異なる、何かしらの調節機構が働くことが必要不可欠となる。この調節機構についてこれまでに様々な研究がなされ、数多くのモデルが提唱されてきた。これらを大別すると、(A) 拡散を伴う粒界すべりモデル、(B) 転位の運動を伴う粒界すべりモデルおよび(C) 複数の調整機構モデルを組み合わせたモデルにわけることができる。これらモデルについて、文献<sup>[1.36]</sup>等を交えながら、概要を簡潔に説明する。

まず(A)の代表例として、Ashby と Verrall が提案したモデルが挙げられる<sup>[1.36], [1.49]</sup>。当該モデルにおける変形の基本現象の概要は Fig. 1.3 に示したとおりである。このモデルにおいては、隣接粒同子の変化を 4 個の結晶粒を基本単位として考えており、基本単位の最初の変形量は 55%であるものの、隣接粒子の交換の繰り返しにより 1000%程度の全変形量を得ることが可能とされている。また各結晶粒は相互に粒界すべりを起こすものの、当該すべりは拡散クリープ、すなわち粒内拡散(Nabarro-Herring クリープ)または粒界拡散(Coble クリープ)による物質移動によって整合される、とも考えられている。本モデルのように、拡散によって粒界の整合が行なわれる場合、Fig. 1.4 に示すように単純な粒内拡散または粒界拡散の場合と比較して拡散径路の距離がかなり短いという利点があり、そのひずみ速度は 7 倍程度に達する<sup>[1.36], [1.49]</sup>。(B)の代表例としては Ball と Hutchison<sup>[1.36], [1.50]</sup>、Mukherjee<sup>[1.36], [1.51]</sup>が提案した、粒内での転位の運動によるすべり変形モデルが挙げられる。これらモデルの基本的な考え方はいずれも、粒界すべりが生じることでその先端に転位が堆積(pile-up)し、当該転位の先頭が連続的に粒界へ上昇し、消滅することで、粒界すべりが継続して生じるようになる、というものである<sup>[1.36]</sup>。そのため当該モデルにおけるひずみ速度は、転位の上昇運動に律速されるものと考えられている。Ball らと Mukherjee のモデルの違いは Fig. 1.5 に示したとおり、粒内転位の生成についての考え方についてである。Ball ら<sup>[1.50]</sup>は Fig. 1.5(a)に示したとおり、結晶粒群が集団で粒界すべりすることによって、他方 Mukherjee<sup>[1.51]</sup>は Fig. 1.5(b)に示したとおり、単独の結晶粒で、粒内転位の生成が起こると考えている。いずれのモデルにおいても、超塑性のメカニズムについてよく説明されているが、粒内転位の集積について、実際には観察されていない。これらに対し Gifkins は、Fig. 1.6<sup>[1.36], [1.52]</sup>に示したような、粒界転位の運動を考慮したモデルを提案している。このモデルでは Fig. 1.6 の概要図<sup>[1.36], [1.52]</sup>のとおり、粒界に上昇した転位は粒界三重点に集積し、その後当該転位は粒内転位となって粒界のごく近傍を移動するようになる。これにより、超塑性における調節機構として不可欠である結晶粒回転が、容易に生じるようになる。こ

これらの転位は消滅したり、新しい粒界転位に再変化したりすることができる。また、本モデルにおいては転位運動が粒界のごく近傍に限定されるため、粒内転位が観察されないことも矛盾しない。これらは Fig. 1.7 に示したとおり、転位運動が生じる粒界のごく近傍がマントル、その内部がコアと、それぞれ名づけられている<sup>[1.52], [1.53]</sup>。上述のとおり超塑性に付随する調節機構についてはいくつものモデルが挙げられてきた。しかしこれら調節機構が単独で働くだけでは、超塑性現象について説明しきれない。そのためこれら調節機構は単独で働くのではなく、(C)のように複数の調節機構が組み合わさるとしたモデルが提案されるようになった。この代表例として、Gifkins の提案したモデルが挙げられる<sup>[1.54]</sup>。Gifkins は Ashby と Verrall のモデルにおける、遷移過程中の結晶粒形状の変化の非合理性や、幾何学的に三次元的な考えが必要であることを考慮し、Fig. 1.8 に示したようなモデルを提案した<sup>[1.36], [1.54]</sup>。このモデルは 4 個の結晶粒を基本単位として考えている。これら基本単位の結晶粒群において粒界すべりが生じた際、その中央に空隙が生じる。粒界すべりが進むにつれて当該空隙は成長するものの、やがて一段上もしくは下の層から別の結晶粒が突出することで、当該空隙を充填する。最初の 4 個の結晶粒と新しい突出粒との粒界三重点は、先に示したコアーマントルモデルのとおり調整される。また Gifkins は、Fig. 1.9 に示したような総合的な調節機構モデル<sup>[1.55]</sup>も提案している。このモデルの概要は、粒界すべりに対して Fig. 1.9 中に示したように、複数の異なる調節機構が材料内の各所において働き、当該部分における粒界すべり変形の進行状態に最も適した調節機構が、1 つないし複数働くことで、応力集中が緩和される、というものである<sup>[1.36], [1.55]</sup>。これら各種モデルにおいて、超塑性流動応力と各種定数を定めた超塑性状態方程式が提案されている。これら式については、Kashyap<sup>[1.56]</sup>らがまとめたものを東<sup>[1.36]</sup>が要領よくまとめているので、詳細については当該文献<sup>[1.36]</sup>を参照されたい。

### 1.2.2 最近の超塑性

上述のとおり超塑性は一般的に、高温・低ひずみ速度の条件下において生じる現象であるが、最近ではアルミニウム合金等先端材料において、1000%程度の超塑性伸び値が  $10 \sim 300 \text{ s}^{-1}$  という非常に大きな変形速度域で得られたとの報告<sup>[1.41], [1.44]</sup>もなされている。このように一般的な工業製品加工速度 ( $10^{-1} \sim 10^2 \text{ s}^{-1}$ ) 程度のひずみ速度にて発現する超塑性は高速超塑性と呼ばれ、この高速超塑性を用いた成形技術が普及すれば、アルミニウム合金の塑性加工性改善、ひいてはアルミニウム合金のさらなる普及の一助になるものと考えられる。

また最近では、ブロー成形に超塑性技術を応用するといった手法等も検討されている。例えば古河スカイ株式会社 (現: 株式会社 UACJ) が開発した ALNOVI-U<sup>[1.57]</sup>においては、 $470^\circ$ 、 $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  の条件下にて、200%程度の伸びを得られたとの報告がなされている。この結果は、超塑性の新たな可能性の一つとして捉えることができる。超塑性については今後、これまでに培われてきた超塑性に関する数多の知見を結集し、それらを他の手法・分野



等に応用することで、新たな成形・加工プロセス技術等を開発していく、といった応用方法に期待が寄せられるところである。

### 1.3 組織制御法

組織制御として例えば、圧延材製造時における熱処理過程や結晶粒微細化等が挙げられる。前者については先にも述べたとおり、強度特性に係る **Zn**, **Mg** および **Cu** のほか、再結晶粒粗大化の抑制等のために添加される **Cr** 等の働きをいかにして制御するかが鍵となる。他方後者については材料製造段階ではなく、作製した圧延材等に対し、さらなる結晶粒の微細化を促すことに主眼が置かれている。先に述べた超塑性は一般的に、等軸・微細粒組織において発現する。そのため、超塑性を考えるうえで組織制御、特に結晶粒の微細化について考慮することは必須である。そこで次節では、後者の結晶粒微細について、簡単に述べることにする。

#### 1.3.1 従来の組織制御法

組織制御法について本章では、結晶粒微細化に主眼を置いて説明する。鉄鋼材料等温度によって相が変化する金属材料においては、相変態（同素変態）を用いた結晶粒微細化法が用いられることがある。しかしアルミニウム合金には相変態がない。そのためアルミニウム合金における組織制御法として、**Cr** 化合物等の分散による結晶粒粗大化の抑制（既述）のほか、加工を行うと同時に等軸微細結晶粒を得ることが可能となる、いわゆる中間加工熱処理（Interval Thermo-Mechanical Treatment: ITMT）法が挙げられる。この ITMT 法は開発された当初、7000 系の高強度アルミニウム合金の靱性向上を目的とした等方的再結晶粒組織の調製に主眼が置かれ<sup>[1.31]</sup>、ISML 法<sup>[1.31], [1.58]</sup>や FA 法<sup>[1.31], [1.59]</sup>などが厚板製造法として報告された。その一方で Wert ら<sup>[1.31], [1.60]</sup>により報告された薄板用の中間加工熱処理法(以後 RI 法と記載)において、7475 合金板に微細再結晶粒組織を付与して超塑性が得られることが示された<sup>[1.31], [1.61]</sup>。この 7475 合金板は、超塑性を利用した航空機構体の軽量一体化工法の開発に用いられた。RI 法の概要は、400℃での過時効処理後に急冷し、部分的に溶体化され時効硬化した板に強度の圧延を施す、というものであるが、その際に圧延性を得るため約 200℃での温間圧延が必要である等、量産が困難な手法である<sup>[1.31]</sup>。また RI 法で得られる結晶粒径は最小約 10  $\mu\text{m}$  程度と、超塑性材としてはやや大きく、超塑性に最適なひずみ速度は  $10^{-4}\text{s}^{-1}$  台であるとも報告されている<sup>[1.31], [1.61]</sup>。

上記からわかるとおり、本手法は板材を製造することが前提の組織制御法である。しかし等軸・微細粒に組織制御された板材を使用しても、製品を作る間に経ることとなる様々な工程において、伸長した粗大結晶粒に変形していくことがあること、前述のとおり、中・高強度アルミニウム合金は塑性加工性が鉄鋼材料よりも低く、成形性を向上させることが要求される場合もあること等から、板材製造後の組織制御法についても別途考慮する必要がある。この組織制御法として最近、強ひずみ加工法、あるいは巨大ひずみ加工法と呼ば

れる手法が注目されている<sup>[1.62], [1.63]</sup>. 当該手法について, 次節にて簡単に述べることにする.

### 1.3.2 強ひずみ加工法 (Sever Plastic Deformation: SPD)

近年, バルク材の形状を変形させずに材料中に多量のひずみを導入し, 結晶粒微細化を達成する手法が注目されている. 本手法は強ひずみ加工法 (Sever Plastic Deformation: SPD) と呼ばれ, 導入されるひずみ量は一般的に, 対数相当ひずみ量が 4~5 以上と言われている<sup>[1.63]</sup>. SPD により材料の平均結晶粒径がサブミクロンもしくはナノオーダーまで微細化されるとの報告があり<sup>[1.64]</sup>, 従来の TMT 法等と比較して, 得られる結晶粒は微細である. 最近では極微細結晶粒を有する金属材料における機械的特性の挙動に関する研究が, 精力的に行われている<sup>[1.63], [1.65], [1.66]</sup>. 特に, 材料の結晶粒径が細くなるほど材料強度が高くなるという Hall-Petch の法則 が成り立つのかについて, 関心が高まっている<sup>[1.64], [1.67]~[1.70]</sup>. また, ナノオーダーまで微細化された材料における, 第二相粒子の析出による強度の向上についても議論がなされている<sup>[1.71]</sup>. 析出強化は本来, 結晶粒の中にナノオーダーの第二相粒子を析出させることで, 結晶粒中にひずみを導入し, このひずみにより強度を上昇させる, というものである. しかし結晶粒自体がナノオーダーまで微細化された場合, 結晶粒中に第二相が析出することではなく, 結晶粒界上に析出することとなる. 析出強化による強度への寄与分は通常, 結晶粒内析出物>結晶粒界析出物であり, 従来の析出強化ほどは強度上昇しないと考えられる. しかし結晶粒界における析出物がもたらす強度への寄与分は少なからずあり, 例えば堀田らは, 各種アルミニウム合金を超微細化した後, 第二相粒子を析出させることで, 強度が上昇したとの報告がなされている<sup>[1.71]</sup>.

これら SPD として挙げられる組織制御法としては, 繰り返し重ね圧延法 (Accumulative Roll Bonding: ARB)<sup>[1.72], [1.73]</sup>, 等径角度付き押出法 (Equal Channel Angular Pressing: ECAP)<sup>[1.72], [1.74]</sup>, 高圧ねじり法 (High Pressure Torsion: HPT)<sup>[1.72], [1.75]</sup>, 摩擦攪拌プロセス法 (Friction Stir Processing: FSP)<sup>[1.76]~[1.79]</sup>等が挙げられる. これら手法の概要について, 以下に述べることにする.

#### (1) 繰り返し重ね接合圧延法 (Accumulative Roll Bonding: ARB)

繰り返し重ね接合圧延法 (Accumulative Roll Bonding: ARB)<sup>[1.72], [1.73]</sup>は Fig. 1.10 に示したように, 圧延→切断→板接合側表面のブラッシング→板の重ね合わせ→圧延の工程 (パス) を繰り返し施す手法である. ARB を行うにあたり板接合面表面をブラッシングするのは, 表面仕上りを粗くすることで摩擦抵抗を高め, 圧延時に板同士が離れないようにするためである. また圧延を繰り返し施すにあたり, 結晶粒が一方向に伸長していくことを防ぐために, 各パスごとに圧延方向を変化させる必要がある. ARB によって導入されるおける相当ひずみ量  $\varepsilon_N$  は次式<sup>[1.72], [1.80]</sup>で表される.

$$\varepsilon_N = (2/\sqrt{3})N \ln(t_i/t_f) \quad [1.72], [1.80]$$

ここで、上式中の  $N$ 、 $t_i$  および  $t_f$  はそれぞれ、パス回数、圧延前板厚および圧延後板厚を示している。ARB では通常厚さは半分にすることから  $t_i/t_f=2$  と表すことができ、1 パスあたりの相当ひずみは約 0.8、 $N$  パス後の相当ひずみ量は約  $0.8N$  となる [1.72]。

このように圧延（パス）を繰り返し材料に付与し、材料中に大量のひずみを蓄積することで、結晶粒径がナノオーダーまで微細化されるとの報告がなされている [1.72]。

本手法には、圧延機的能力が許す限り、バルク材寸法を大きく取れる、特殊な工具等は必要とせず、一般的な圧延機さえ有していれば施工可能であることから、改めて設備投資をする必要がない等の長所がある。しかし一方で、被施工材の形状は圧延による結晶粒微細化という特性上、加工可能な形状が板材のみに限られてしまうという短所がある。この他にも、ARB による圧延接合部においては剥離等が生じないように留意しなければならない、各パスごとに生じるバリや割れ部分等を毎回処理しなければならない等の課題がある。

## (2) 等径角度付き押出法(Equal Channel Angular Pressing: ECAP)

等径角度付き押出法(Equal Channel Angular Pressing: ECAP) [1.72], [1.74]の施工概念図を Fig. 1.11 に示した。本手法を適用することで結晶粒は、ナノオーダーまで微細化される。例えば堀田 [1.72]は低炭素鋼に ECAP を施し、200nm 程度の結晶粒径を得たと報告している。本手法 1 パスあたりの相当ひずみ量  $\varepsilon_N$  は次式 [1.72], [1.81]のとおりに表される。

$$\varepsilon_N = (N/\sqrt{3})[2 \cot\{(\Phi/2) + (\Psi/2)\} + \Psi \operatorname{cosec}\{(\Phi/2) + (\Psi/2)\}] \quad [1.70], [1.72]$$

ここで、 $N$  はパス回数、 $\Phi$ 、 $\Psi$  はそれぞれ Fig. 1.11 中に記載された角度の値である。

本手法においても ARB と同様、各パスごとに材料の流動方向を変化させる必要がある。しかし入口形状を任意に変化させることが可能であるため、本手法は ARB よりも施工可能な形状は多い。また、1 パスで大量のひずみを導入できるが、その分 ECAP 施工中の材料破損が生じることがある。この ECAP については、極微細粒が得られるというメリットがあるものの、いかにして連続的にプロセスを重ねるか、材料破損を生じることなく施工できる材料寸法をいかにして大きくできるか等、実用化にあたり乗り越えるべき課題は多い。

## (3) 高圧ねじり法(High Pressure Torsion: HPT)

HPT 法 [1.72], [1.75]の施工概念図を Fig. 1.12 に示したが、当該手法はその名のとおりに、材料に圧力を掛けながらねじり、これによりひずみを材料に付与する手法である。最近、HPT 法に関する報告が急増している。その主な要因としては、一度の施工で大量のひずみを材

料中に付与できることが挙げられる．HPT を施すことで材料中に導入される相当ひずみ量は、次式<sup>[1.72], [1.82]</sup>にて表される．

$$\varepsilon_{\theta} = (\theta r / t) \sqrt{3} \quad [1.72], [1.82]$$

ここで、 $\theta$ 、 $r$  および  $t$  はそれぞれ、Fig. 1.13<sup>[1.72]</sup>中に示したとおりである．しかし HPT はその施工方法の特性上、材料の半径方向へのひずみの分布にバラツキが出てしまい、また、材料中心付近ではほとんどひずみが導入されない．そこで田添らは最近、板材に対して高圧付与が可能な高圧すべり加工(High Pressure Sliding: HPS)なるものを開発した<sup>[1.83]</sup>．これにより、200～300nm 程度の結晶粒が得られたとの報告がなされている<sup>[1.83]</sup>．

#### (4) 摩擦攪拌プロセス法(Friction Stir Processing: FSP)

摩擦攪拌プロセス法(Friction Stir Processing: FSP)は Mishra<sup>[1.77], [1.78]</sup>によって開発された、摩擦攪拌接合法と呼ばれる固相接合法の応用技術である．そのためまずは、摩擦攪拌接合法について、簡単に説明することとする．

##### (a) 摩擦攪拌接合法(Friction Stir Welding: FSW)

アルミニウムおよびアルミニウム合金を溶融溶接する場合、留意する点が多く<sup>[1.84]</sup>、溶接するには相応の技術やコストが要求される．アルミニウム合金の適用分野を広げるにあたり、溶接・接合性の改善は重要な課題である．これを鑑みるに、英国の溶接研究所 (The Welding Institute: TWI) が 1991 年に開発した摩擦攪拌接合 (Friction Stir Welding: FSW)<sup>[1.85]</sup>は、アルミニウム合金をはじめとする軽金属合金の接合において、非常に画期的なものであった．この FSW の特徴を Table 1.3 に示したが、この中でも特筆すべき事項としては、材料を溶融させずに、固相のまま接合できることである．FSW の施工概念図を Fig. 1.14 に示したが、当該手法は接合用ツールを回転させながら、材料の接合線に挿入し、当該接合線に沿ってツールを移動させることで摩擦熱と塑性流動を生じさせ、これらにより接合する手法である．この接合用ツールは、材料攪拌用のピン (プローブとも呼ばれている)、および攪拌された材料の流出を防止するためのショルダーから構成される．また、このショルダーは、摩擦熱をより多く加えるという役目も果たしている．この FSW を施工する際、FSW ツールの施工位置直下には、FSW により発生する荷重に材料が負けることのないようにすることのほか、接合部に溜まる熱量を調整するための裏当て板が設置される．この裏当て板は、例えば攪拌部に熱を溜めておく必要がある場合は裏当て板には熱伝導率の小さいもの (鉄鋼材料等) を、攪拌部の熱を速やかに逃がす必要がある場合は裏当て板には熱伝導率の大きいもの (セラミックス等<sup>[1.86]</sup>) を選択する等、用途に応じて選ぶことができる．なお、アルミニウムを FSW にて接合する場合は、特殊な条件等でない限り、安価な鉄

鋼材料で十分対応できる。また、接合部を冷却するための手法は裏当て板の変更だけではなく、例えば株式会社日立製作所は、水中で FSW を実施し、良好な接合継手が得られたと報告している<sup>[1.87]</sup>。他にも、一般的な溶融溶接と同じくシールドガスを吹き付けながら FSW を施工する方法もあり、これは主に、鉄鋼材料等融点の高い材料における FSW においてよく見受けられる。また、裏当て板との接着を防ぐこと等を目的とし、FSW を施工する際には、ツールが板下端から 0.1~0.2mm 程度浮くよう、ピン長さおよびツール押し込み量が設定されるのが一般的である。

この FSW を用いて製造された輸送機器として、例えば鉄道車両が挙げられる。鉄道車両分野においても、筐体の構造材を従来のステンレス材料から軽量なアルミニウム合金へと変更することで、鉄道車両の製造、運用、メンテナンスおよび解体に掛かるエネルギー消費量を 8~10% 程度削減することができるとの試算がなされている<sup>[1.88]</sup>。また、従来の溶融溶接法と比較して、接合線周辺の変形、余盛等がほとんど無く、仕上げ面が非常に優れていることも、FSW が採用された要因の一つとして挙げられるであろう。また最近では、鉄鋼材料への FSW の適用についても研究がなされている<sup>[1.89]</sup>。しかし鉄鋼材料はアルミニウム合金と比較して高強度、高融点であり、これら材料に対して FSW を適用するためには、ツール材質を高強度かつ耐熱性に優れたものとしなければならない。そのためツール材質としてはタングステンや PCBN 等が使用されることとなり、ツール材料費が高価となってしまう。また、融点付近まで昇温された鉄鋼材料においては、表面の酸化に注意する必要がある。従来の溶融溶接と同じく冷却ガスやシールドガスを吹き付けながら接合しなければならないこと、高強度材料に FSW を施す場合、機械各部に掛かる圧力や荷重等も大きくなるため、当該材料専用の FSW 装置を導入することを要求されること等も考慮しなければならないものと考えられる。これら現状、ならびに従来の溶融溶接法と当該材料との相性等を勘案するに、鉄鋼材料において FSW を普及させるにあたり、克服すべき課題は多いと言える。

ところで、この FSW を用いた施工方法としてはその特性上、板同士の突合せ接合もしくは重ね接合が主なものである。また、板下端から 0.1~0.2mm 程度ツールを浮かしているため、平板に対し片側からのみ FSW を施工すると、キッシングボンドと呼ばれる未接合部が形成されてしまうことがある。このキッシングボンドを解消するために、反対方向からの FSW を実施する等の措置が取られることがある。また、従来の FSW ツールではその構造上、すみ肉溶接は施工できなかった。しかし最近、これら FSW の短所を補うような、新しい FSW 施工方法が提案された。例えば朴らは、キッシングボンドが形成されてしまうという短所について、Fig. 1.15 に示したような FSW を施工することで、一回の FSW で両側から FSW が施工可能となるような手法を提案した<sup>[1.90]</sup>。また、これまでの FSW では幾何学的に不可能とされたいたすみ肉溶接について、Fig. 1.16 に示すようなショルダーを採用することで、すみ肉溶接を可能になるとの提案がなされた<sup>[1.91], [1.92]</sup>。これら手法について更に研究が進み、実用化までこぎつければ、FSW が使用される場面が更に多くなるものと考

えられる。このほか、両面からの接合による 100mm 厚を超えるアルミニウム合金板の FSW<sup>[1.93], [1.94]</sup>や、アルミ箔同士の接合<sup>[1.93]</sup>等、様々な接合に対する FSW の適用について、研究が進められている。

#### (b) 摩擦攪拌プロセス法(Friction Stir Processing: FSP)

先述のとおり、摩擦攪拌プロセス法(Friction Stir Processing: FSP)は、FSW を応用した組織制御法である。この FSP は元々、FSW 継手部の組織が等軸・微細粒となることに着目したものである。この FSP のメリットとしては、他の SPD 法と比較して施工後の形状がバルク材に近く、また施工可能な寸法も大きく取れること、局所的な処理から広範囲の処理まで行うことが可能であり、施工範囲を自由に選べること、曲面的な処理が可能<sup>[1.95]</sup>であり、製品製造後における付加価値の付与が可能であること等が挙げられる。また他の SPD 法においても言えることではあるが、結晶粒を微細化することで室温における機械的特性の向上、高温における超塑性の発現等が期待される。また最近では、傾斜機能を有する材料の製造等や組織改質、材料表面性状の改質・複合化等への応用が期待されている。

#### (c) 結晶粒微細化法としての FSP

先にも述べたとおり FSP は元々、FSW 継手部組織が等軸・微細粒となることに着目し、結晶粒微細化法として考案されたものである。ここでは FSP (FSW) による結晶粒微細化がどのようにして生じるのか、簡単に説明することとする。

まず FSP による結晶粒微細化は、FSP ツールが回転しながら材料中を移動することで、ピンによる材料の攪拌によりひずみが導入された後、ピンおよびショルダーの回転により摩擦熱が導入されることで、材料が動的な再結晶を生じ、結晶粒が微細化する、というものである。この際導入される摩擦熱は、下式にて算出される<sup>[1.96]</sup>。

$$Q = \frac{4}{3} \pi^2 \mu P N R^3$$

[1.96]

上式からわかるとおり、摩擦熱の量はツールのショルダー径が大きくなるほど多くなる。また、FSP 施工条件のうち、回転数が多くなるほど、もしくはツール移動速度が遅くなるほど、導入される摩擦熱の量は多くなる。FSP 施工条件の目安としてしばしば、ツールの回転数と送り速度の比 (N/v 比) を見ることがある。この N/v 比が同じであれば、FSP によって導入される摩擦熱は一定であると見なされる。しかしこの N/v 比はあくまでも摩擦熱についての目安であり、導入されるひずみ量が必ずしも一定となるわけではないことに注意しなければならない。導入されるひずみ量はツールの回転数が多いほど、ツール送り速度が速いほど多くなることは感覚的に理解できる。そのため、導入されるひずみ量が多いにもかかわらず、摩擦熱が少なければ入熱不足に、逆に、導入されるひずみ量が少

ないにもかかわらず、摩擦熱が多ければ過時効組織となり、いずれも FSW(FSP)施工適正条件からは外れてしまう。特に 7000 系合金は Fig. 1.17 に示したとおり、他系合金と比較して FSP(FSW)施工適正条件の幅が小さい<sup>[1.97]</sup>。これについて、本系合金は他系合金と比較して強度が高く、攪拌することがより困難であること、添加される溶質元素の質量比が合計で約 10%近くあり、攪拌後の組織形成に何かしらの影響を与えていること等が関係しているものと推測される。

さて、FSP の微細化メカニズムについては上記のとおり、ひずみが付与されている最中に微細化が生じる、いわゆる動的再結晶であると言われている<sup>[1.77]</sup>。しかし FSP における結晶粒微細化を動的再結晶と呼ぶことをよしとしないとする報告もいくつかなされている。例えば柴柳らは、FSP によって微細化された領域として観察しているのは、あくまでもピン周辺での攪拌等が終わり、その後、ピン周辺から剥がれていった組織であるため、微細化がどの段階で生じたかは不明であるとしている<sup>[1.98]</sup>。また、SPD における微細結晶粒形成過程は、加工組織の形成過程であること、再結晶という現象（特にその核生成過程）は、独立した不連続な過程ではなく、回復段階から連続した現象であると考えられること等から、動的とも再結晶とも呼称することはふさわしくないものとする考え<sup>[1.63]</sup>等も挙げられている。これらのほかにも、FSP(FSW)中の塑性流動等についてはいまだ不明確な部分があり、これらについてはまだまだ検討していく必要がある。

この結晶粒微細化法としての FSP を用いて広範囲の処理を施すにあたり、ピン直径を一般的な値に設定し、複数回パスを施す手法と、ピン直径を一般的な値よりも大きくして、1 パスのみ施す手法が考えられる。ここで、一般的なピン直径の値とは、被 FSP 施工材料の板厚の 2 倍程度を指す<sup>[1.96]</sup>。処理効率だけ考えれば、後者の方が優れているように見受けられる。しかしピン直径を大きくすると、上述のとおり導入される摩擦熱が多くなる。導入される摩擦熱については特に、厚板材の FSW において議論されており、いかにピン直径を小さくするかについて検討がなされている。また、ピン直径が一般的な値ではない、すなわちツールが汎用的な形状を成していない場合、材料の流動モデルが一般的な形状のものとは異なるようになることが考えられることから、ピン直径とピン長さの比率を変化させるたびに、FSW 中における材料の流動モデルや良好な攪拌組織を得るための条件等を検討する必要がある、非効率的であると言える。さらに、ピン直径が大きいツールを使用する場合、大口径ツールを挟むことができ、かつ、ピン直径が増加した分の荷重に耐えることのできる FSW 装置を新たに用意する必要がある。これらを勘案すると、広範囲に FSP を施すにあたり、ピン直径を大きくすることで対応することは、非常に困難なものであると考えられる。そのため広範囲の FSW については、汎用的な形状のツールを用いて複数回パスを施すことが実用的であると考えられる。

なお、FSP の本格的な実用化にあたっては上述の諸問題のほか、FSW(FSP)組織においてしばしば生じる異常粒成長についても留意しなければならない<sup>[1.99]</sup>。

#### (d) 組織改質法としての FSP

組織の改質としてはまず、鑄造欠陥の除去が挙げられる。FSP を用いた鑄造時欠陥の除去について報告<sup>[1.76],[1.100]</sup>がされており、FSP により鑄造時欠陥が解消され、均一な組織が得られることがわかっている。この他にも最近、材料のポーラス化についても研究がなされている。ポーラス材は圧延材と比較して軽量であるほか、衝撃吸収性にも優れる。そのためポーラス材は自動車等輸送機器分野への適用が期待されている。このポーラス材を製造するために FSP を採用し、当該ポーラス材を製造することができたとの報告がなされている<sup>[1.101]</sup>。

#### (e) 材料表面性状の改質・複合法としての FSP

例えば鉄鋼材料において、クラッド鋼というものがある。これは材料の表面に耐食性、耐摩耗性等に優れた材料（ステンレス鋼材）を、材料内面には安価な材料（炭素鋼材）を用いることで、材料のコスト削減と表面性状の向上を目的とした材料のことである。この考えはアルミニウム合金にも存在し、例えば高強度 7075 アルミニウム合金を中材に、耐食性に優れる 7072 アルミニウム合金を側材にすることで、強度と耐食性の両立を図るものもある<sup>[1.6]</sup>。しかしこれらクラッド材は一般的に、板材として製造される。そのため既に製造されてしまった製品や、局所的な表面性状の向上等については金属溶射等の方法を取らなければならないが、溶着金属との熱膨張係数の違い等により、当該溶射金属が剥離してしまうことがある。これについて FSP を用いることで、問題解決の一助とならないかと検討したのが、材料表面性状の改質・複合法としての FSP である。これについて、例えば森貞らは、アルミニウム合金の表面にフラーレン粉末を塗布し、当該箇所に FSP を施すことで、アルミニウム合金の表面性状の改質・複合化を実現したと報告している<sup>[1.102]</sup>。本手法以外にはまだ研究報告はほとんどなされていないが、本研究が確立されることで、建築分野や調理器具分野、スポーツ分野等におけるアルミニウム合金製品への付加価値の付与も可能になるのではないかと考えられる。

### 1.4 組織制御法のまとめと本研究の目的

近年、環境問題等の深刻化等に伴い、各分野において省エネルギーが求められている。これについて輸送機器の分野においては燃料費削減等の観点から、機器筐体を使用する材料を従来の鉄鋼材料から比重の小さいアルミニウム合金にすることで、機器の軽量化を図る動きが見受けられる。このアルミニウム合金には鉄鋼材料と同等程度の強度が求められるため、比強度の高い合金が選ばれている。例えば航空機の翼等には、実用アルミニウム合金中でもかなり高強度である 7000 系合金等が用いられている。しかし上述のとおり中・高強度アルミニウム合金は鉄鋼材料と比較してくびれ強度が低く、曲げ加工や絞り加工等の塑性加工性に劣る。当該アルミニウム合金をさらに普及させるためには塑性加工性を改善する必要があり、その手法の一つとしてネッキング無しに数百～数千%程度の伸びが得ら



れる超塑性成形法が挙げられる。この超塑性を発現させるためには材料中の結晶粒を数  $\mu\text{m}$  程度まで微細化する必要がある。結晶粒微細化法としては種々のものがあり、従来の ITMT 法等のように板材成型時の組織制御のほか、製品製造時における組織制御を行うことが出来る SPD 法がある。この SPD 法の中で、FSP は施工後の形状がバルク材に近く、また処理可能な寸法を大きく取れること、局所的な処理から広範囲の処理まで行うことが可能であり、施工範囲を自由に選べること、曲面的な処理が可能であり、製品製造後における付加価値の付与が可能であること等のメリットを有する。

この FSP を用いて板材の広範囲の組織制御を行う際、複数回のパス(マルチパス FSP)を施すことになる。このマルチパス FSP を施工した材料について、施工領域全体の機械的特性について論じている報告はいくつか見受けられる<sup>[1.103]~[1.106]</sup>ものの、材料組織、特に各パス間における組織に関する報告はほとんどなされていない。

そこで本研究では、組織制御法としての SPD の中でマルチパス FSP に注目し、各パス間における組織について詳しく検討することにした。まず、当該組織を光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡 (SEM) により観察した後、EDX および EBSD 解析を行った。またそれら組織が機械的性質や超塑性の発現に対しにどのような影響を及ぼすのかについて調査するために、ビッカース硬さ試験、室温引張試験および高温引張試験を行った。そしてこれら実験結果を踏まえたうえで、FSP(FSW)中にしばしば問題となる、FSP 施工中のツールのずれについて、ツールのずれ量と各種 FSP 施工条件との相関関係についても検討した。

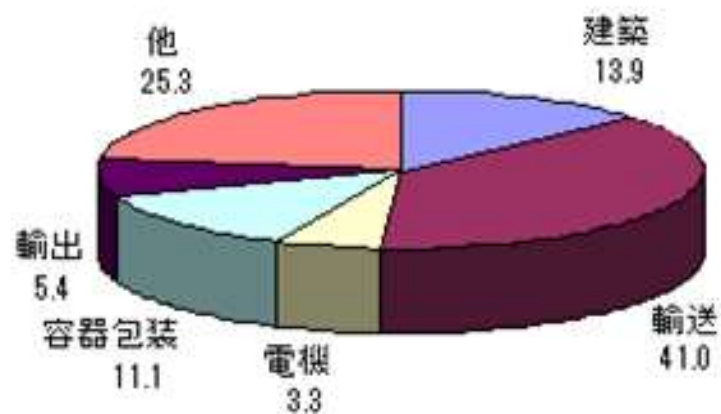


Fig. 1.1 アルミニウム合金の用途別出荷割合（2012 年）<sup>[1.4]</sup>.

Table 1.1 アルミニウム合金鋳造材と展伸材等の分類<sup>[1.3]</sup>.

展伸材	非熱処理型合金	純アルミニウム（1000 系）
		Al-Mn 系合金（3000 系）
		Al-Si 系合金（4000 系）
		Al-Mg 系合金（5000 系）
	熱処理型合金	Al-Cu-Mg 系合金（2000 系）
		Al-Mg-Si 系合金（6000 系）
		Al-Zn-Mg 系合金（7000 系）
鋳造材	非熱処理型合金	Al-Si 系合金
		Al-Mg 系合金
	熱処理型合金	Al-Cu-Si 系合金
		Al-Cu-Mg-Si 系合金
		Al-Mg-Si 系合金

Table 1.2 アルミニウムと他の工業用材料の諸特性の比較<sup>[1,2]</sup> (アルミニウムハンドブック<sup>[1,2]</sup>より転載).

材 料	引張強さ (N/mm <sup>2</sup> )	耐 力 (N/mm <sup>2</sup> )	伸 び (%)	せん断強さ (N/mm <sup>2</sup> )	縦弾性係数 (kN/mm <sup>2</sup> )	比 重	溶 融 点 (°C)	導電率 (IACS%)	熱伝導度 (20°C) W/m・°C	熱膨張係数 (20°C) (10 <sup>-6</sup> /°C)
ベークライト板	65	—	2	69	6.9	1.33	(軟化点) 160	—	0.3	25.2
ポリエチレン	12 ~31	—	20 ~100	11.6	0.55 ~1.03	0.92 ~0.96	(軟化点) 42	—	0.46 ~0.54	10~18
ポリ塩化ビニル	35 ~62	—	2~4	—	2.11 ~4.12	1.38 ~1.45	(軟化点) 60~80	—	0.1 ~0.5	50~185
木 材 (硬 質)	69	—	1.5	9.8	10.98	0.67	—	—	0.2	6.3
マグネシウム	鍛造品	302	220	14	140	44.6	510~621	13	80	25.9
	鋳造品	258	96	10	137	44.6	404~599	12	70	26.7
亜鉛	ダイカスト	275	178	5	213	—	—	27	110	27.4
銅	硬 質	343	309	6	192	117	1065~1082	100	390	16.8
	熱間圧延材	233	69	45	158	117	1065~1082	100	390	16.8
黄銅 (35%Zn)	硬 質	522	309	7	295	103	904~935	26	120	18.4
	軟 質	309	86	50	227	103	904~935	26	120	18.4
青銅 (5%Sn)	硬 質	556	515	10	—	110	954~1049	18	80	17.8
	軟 質	323	515	64	—	110	954~1049	18	80	17.8
モネル (Ni70-Cu30)	硬 質	755	686	8	597	178	1299~1349	3.6	30	14.0
	軟 質	549	240	40	316	178	1299~1349	3.6	30	14.0
鉄	鋳 物	206	172	0.5	302	96	1093~1316	2	50	10.1
	板	350	213	21	288	192	約1530	16	70	11.7
鋼	鋳 物	515	288	24	412	206	1466~1510	11	50	11.7
	熱間圧延材	412	261	30	309	192	1466~1510	12	60	11.7
ステンレス鋼	軟 質	618	275	55	460	199	1427~1471	2.4	20	17.3
	硬 質	1059	858	15	769	199	1427~1471	2.1	20	17.3
工業用 純チタニウム	軟 質	392	275	42	245	106.4	1660	3.1	17	8.9
アルミニウム	1200-H18	166	152	5	89	68.0	646~657	57	220	23.6
	7075-T6	566	496	11	338	70.7	476~638	33	130	23.6

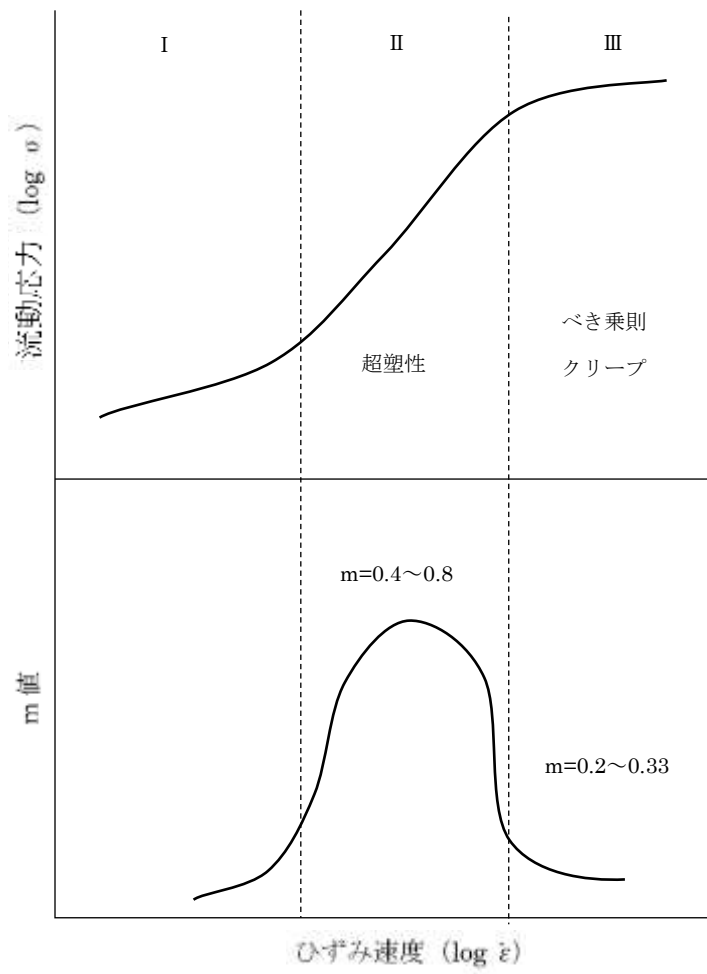


Fig. 1.2 流動応力,  $m$  値のひずみ速度依存性を示す概要図<sup>[1.36]</sup>.

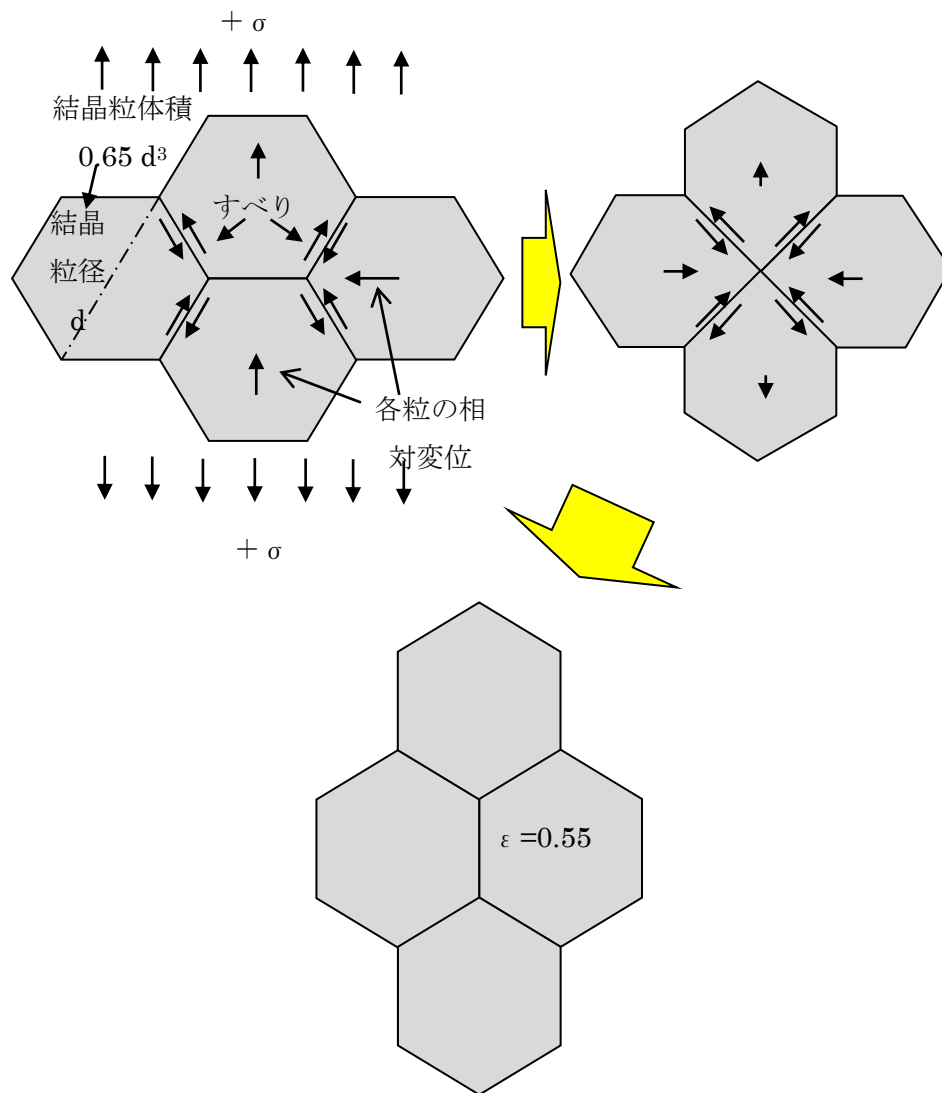
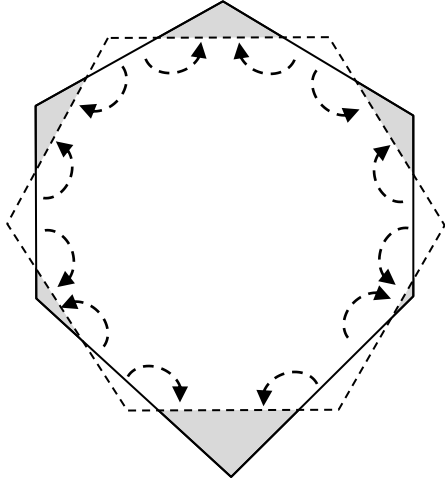


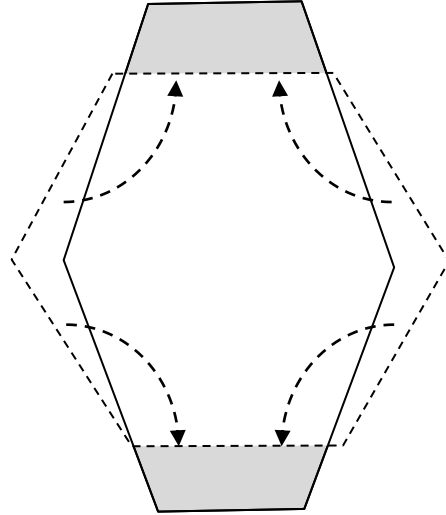
Fig. 1.3 Ashby と Verrall が提案したモデルにおける，隣接関係の交換による変形の基本現象<sup>[1.36], [1.49]</sup>の概念図．結晶粒は粒界ですべり，整合のためのひずみを受ける．4 個の粒のグループの最終的なひずみは 55%であるが，各粒の形は変わらない<sup>[1.36], [1.49]</sup>．

(a)



$\varepsilon=0.275$  に対応する状態  
単位ひずみあたりの移送体質 $\approx 0.14 d^3$ , 拡散の平均行程 $\approx 0.28 d$

(b)



$\varepsilon=0.275$  に対応する状態  
単位ひずみあたりの移送体質 $\approx d^3$ , 拡散の平均行程 $\approx 0.43 d$

Fig. 1.4 拡散によって移送される物質の量<sup>[1.36] , [1.49]</sup>の概念図. (a)隣接関係を交換する過程における緩和のためのひずみ. (b)Nabarro-Herring 型の準均質変形のためのひずみ.

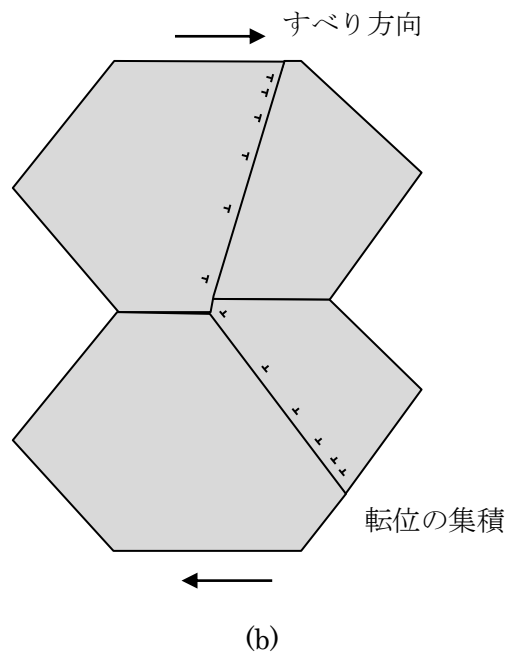
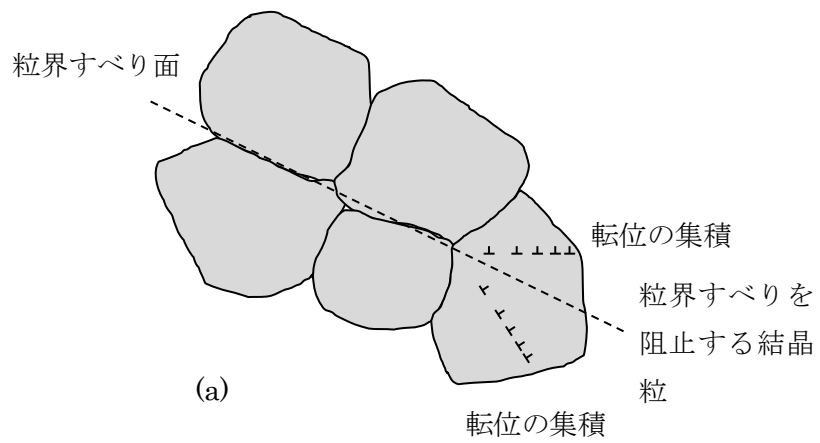


Fig. 1.5 転位集積モデルの概念図. (a)Ball と Hutchinson のモデル<sup>[1.36], [1.50]</sup>の概念図.  
(b)Mukherjee のモデル<sup>[1.36], [1.51]</sup>の概念図.

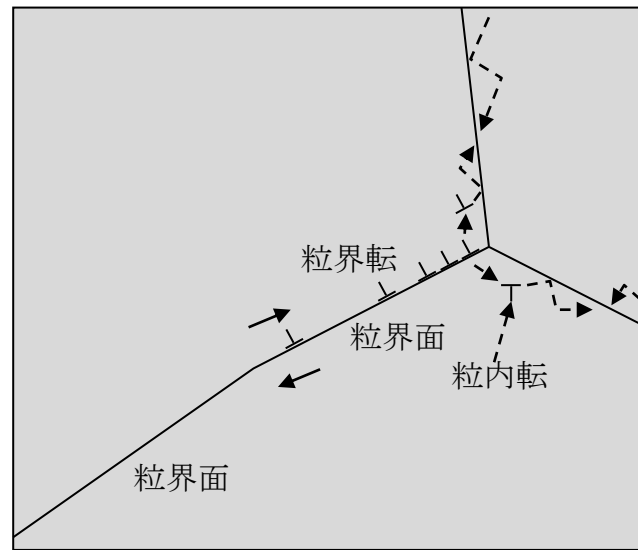


Fig. 1.6 粒界すべりの Gifkins モデル[1.36], [1.52]の概念図.

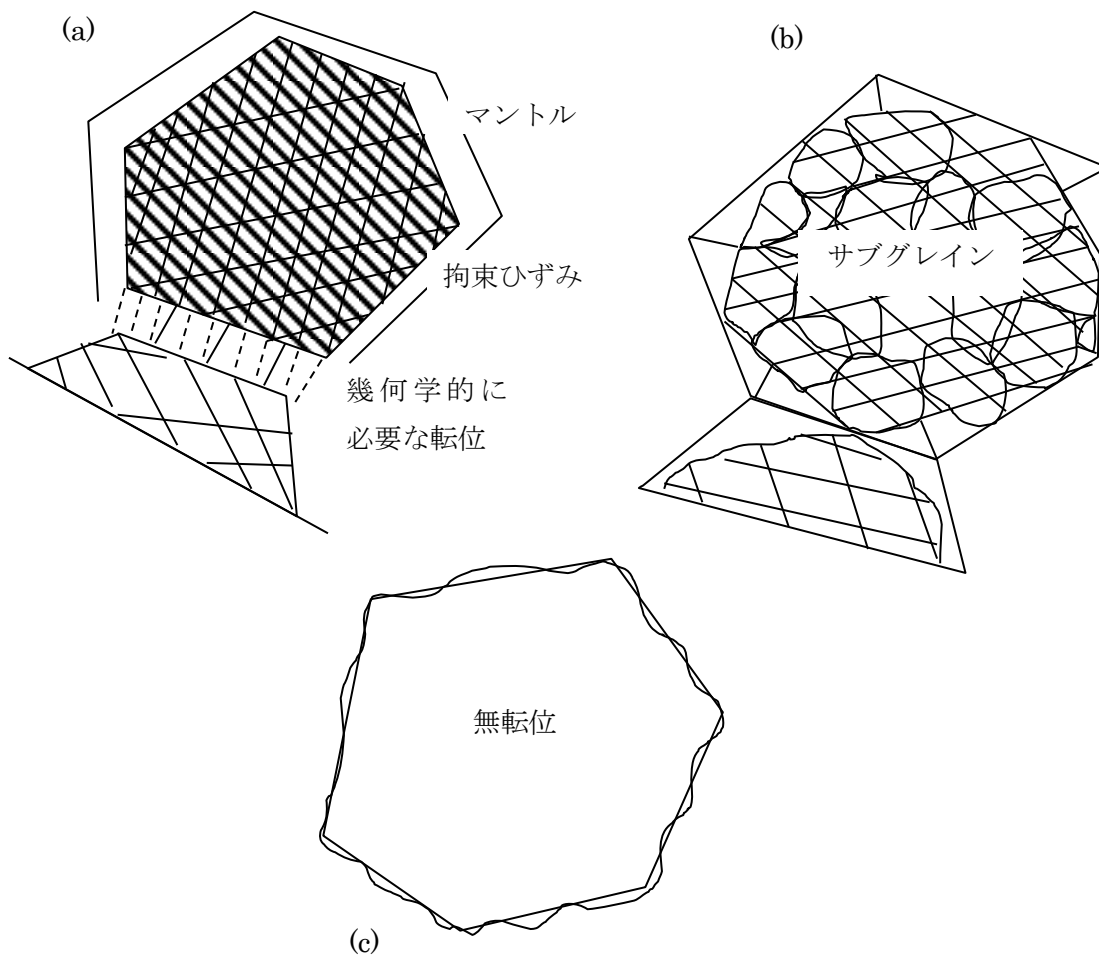


Fig. 1.7 粒界すべりに関するコアとマントルモデル[1.52], [1.53]の概念図.



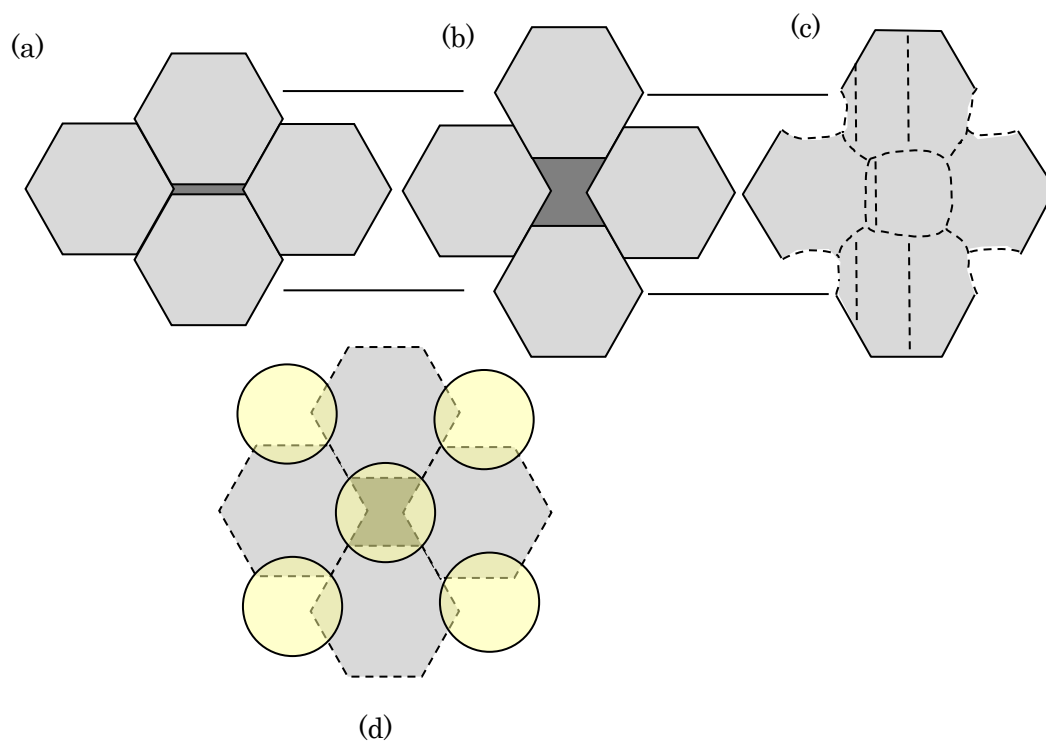
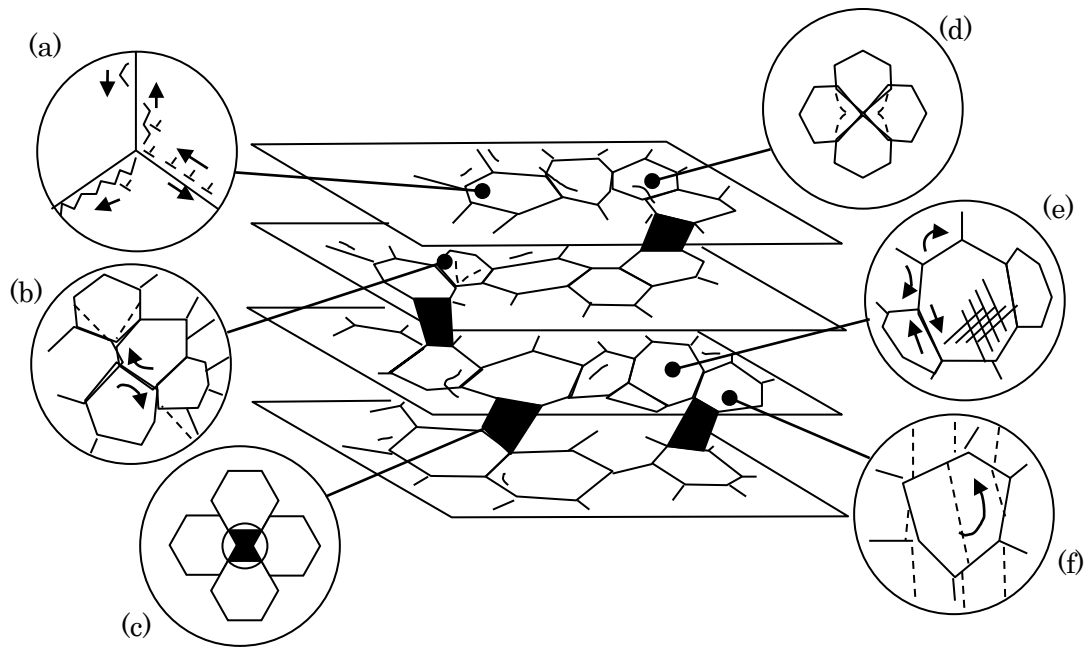


Fig. 1.8 Gifkins の粒突出モデル<sup>[1.36], [1.54]</sup>の概念図. (a)空隙の出現. (b)空隙の成長と突出による充満. (c)整合性の回復(マントル機構). (d)同様の現象が 5 ケ所で生じる.



- (a) 粒の突出
- (b) Fridel クリープ
- (c) マントル内での上昇とすべり
- (d) 位置交換
- (e) 大きな粒や軟相での局部的すべり
- (f) 粒回転

Fig. 1.9 Gifkins の総合的な調節機構モデル[1.36], [1.55]の概念図.

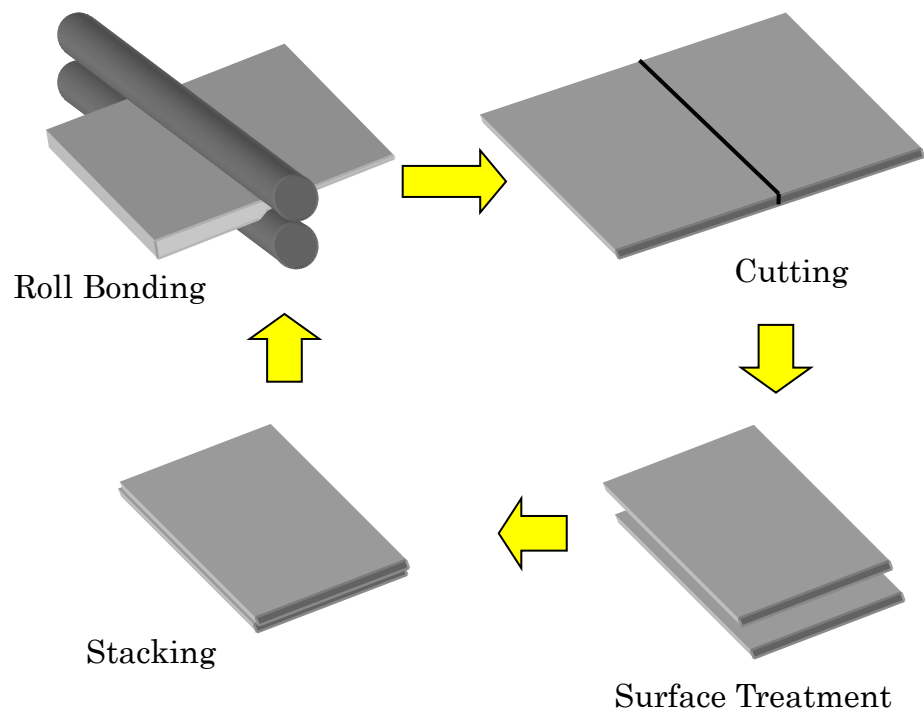


Fig. 1.10 繰り返し重ね接合圧延法 (Accumulative Roll Bonding: ARB) [1.72], [1.73]の施工概念図.

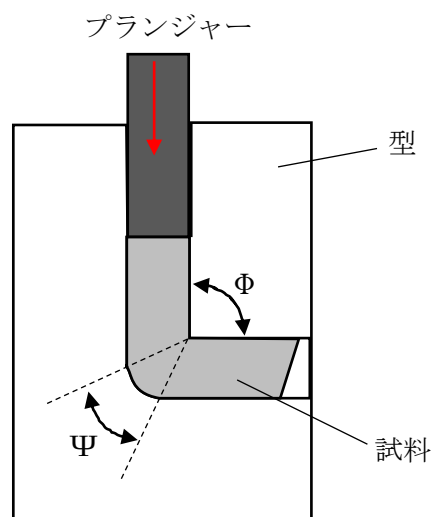


Fig. 1.11 等径角度付き押出法 (Equal Channel Angular Pressing: ECAP) [1.72], [1.81]の施工概念図.

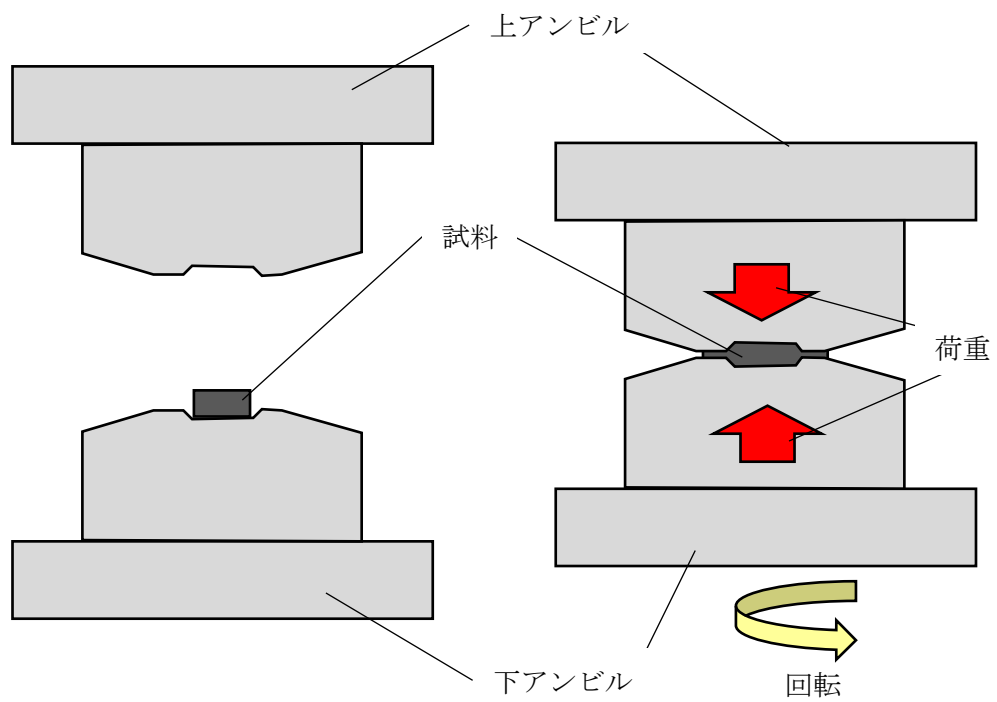


Fig. 1.12 高圧ねじり法(High Pressure Torsion: HPT) [1.72], [1.85]の施工概念図.

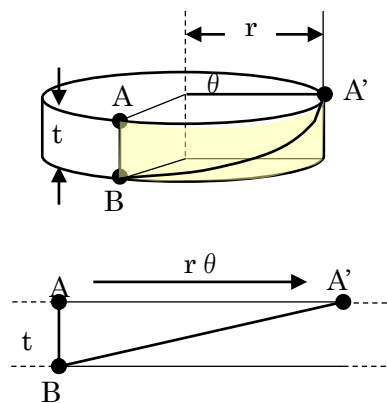


Fig. 1.13 HPT によって導入される相当ひずみ量の計算式中の  $\theta$  ,  $r$  および  $t$  [1.72], [1.82]を示す概念図.

Table 1.3 FSW の特徴の一例.

特徴	
長所	短所
<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 接合に伴う材料の変形が無いもしくは極めて小さい</li> <li>・ 接合雰囲気はシールドガスが不要</li> <li>・ 接合中にヒュームの発生が無く、また、赤外線・紫外線等有害光線も発しない</li> <li>・ 高速接合が可能</li> <li>・ 気孔・割れ等溶融溶接で発生しやすい欠陥等は発生しない</li> <li>・ 継手部組織は等軸・微細</li> <li>・ 接合に要するエネルギー効率が高い</li> <li>・ 特別な技術者等が不要</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・ 接合部終端にピン穴が残る</li> <li>・ 接合部材の目違い，ギャップの制御が要求される</li> <li>・ 裏面に摩擦圧力に耐えるバックアップ材が必要となる</li> </ul>

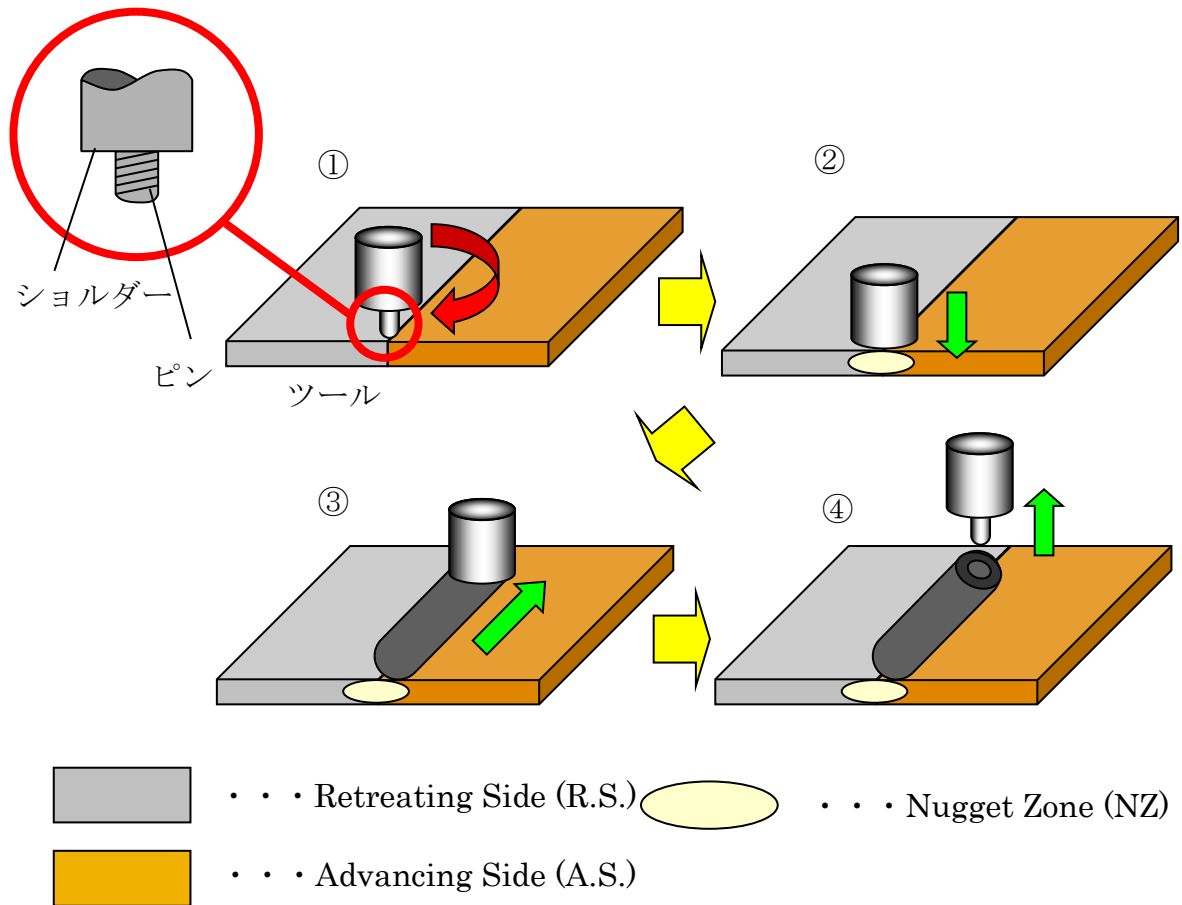


Fig. 1.14 FSW の施工概念図

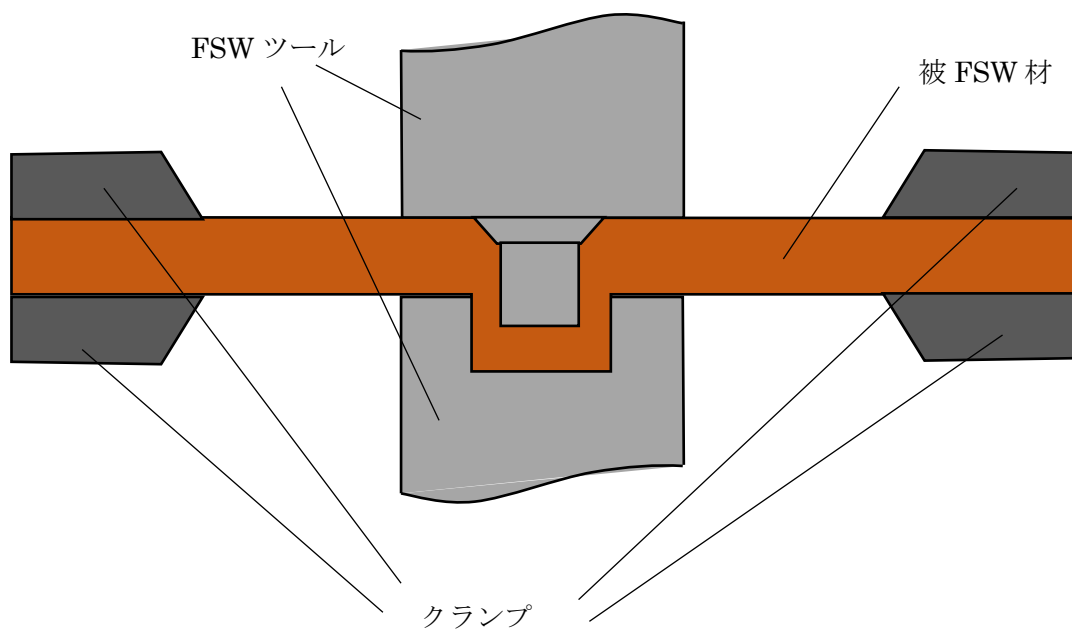


Fig. 1.15 竜巻 FSW<sup>[1.90]</sup>の施工概念図.

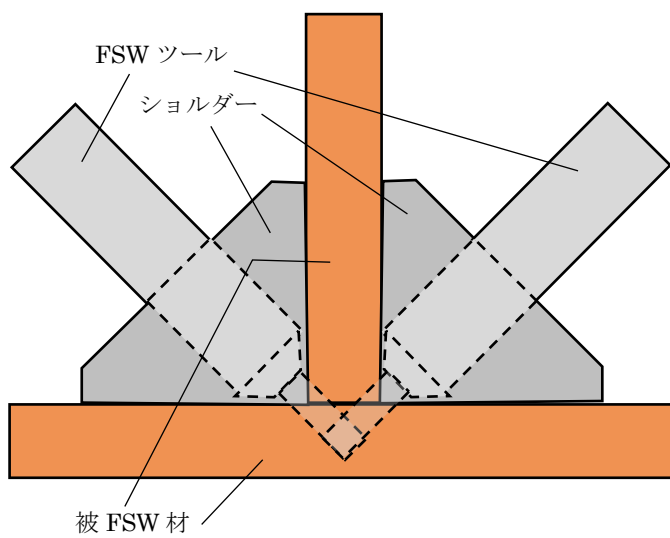


Fig. 1.16 すみ肉 FSW<sup>[1.91]</sup>の施工概念図.

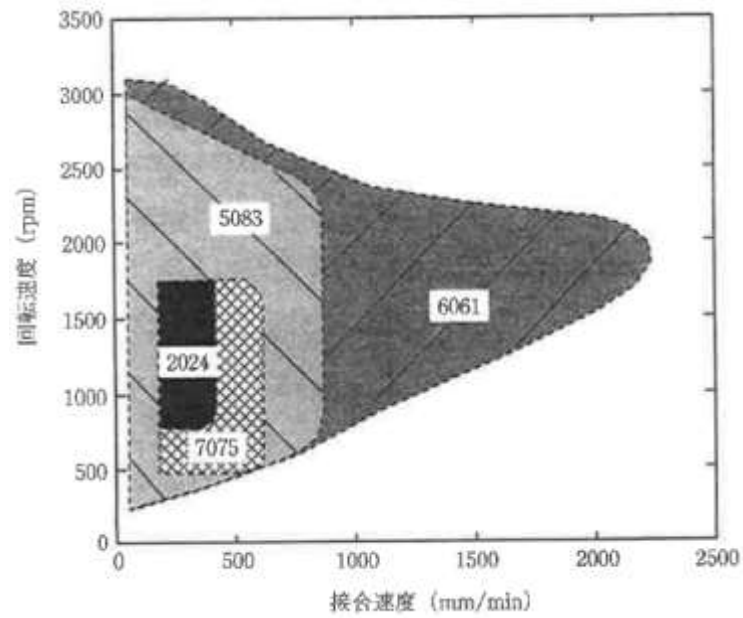


Fig. 1.17 各種アルミニウム合金における FSW 適正接合範囲<sup>[1.97]</sup> (溶接学会がまとめたものの<sup>[1.97]</sup>を転載).



## 参考文献

- 1.1 一般社団法人アルミニウム協会編：アルミニウムデータハンドブック第6版, P.26.
- 1.2 一般社団法人アルミニウム協会編：アルミニウムデータハンドブック第6版, P.28.
- 1.3 一般社団法人アルミニウム協会編：アルミニウムデータハンドブック第6版, P.2.
- 1.4 一般社団法人アルミニウム協会ホームページより引用（2012年度の日本のアルミ用途別構成）
- 1.5 一般社団法人アルミニウム協会編：アルミニウムデータハンドブック第6版, P.31.
- 1.6 伊藤 吾朗, 江藤 武比古, 宮木 美光, 菅野 幹宏：軽金属, 38(1988), 818-839.
- 1.7 一般社団法人アルミニウム協会編：アルミニウムデータハンドブック第6版, P.184
- 1.8 例えば, 伊藤 邦夫：軽金属, 31 (1981), 497.
- 1.9 馬場 義雄, 高島 章：軽金属, 24 (1974), 216.
- 1.10 H. Westengen, O. Reiso and L. Auran: Aluminium, 56 (1980), 768.
- 1.11 鈴木 壽, 齊藤 洋：軽金属, 36 (1986), 3.
- 1.12 L. Tarschisch, A. T. Titov and F. K. Garjanov: Phys. Z. Sowjetunion, 5 (1934), 503.
- 1.13 L. Auran, H. Westengen and O. Reiso: Recrystallization and Grain Growth of Multi-Phase and Particle Containing Materials (Ed. by N. Hansen et al.), Riso National Laboratory, (1980), 275.
- 1.14 H. Hirasawa: Scripta Met., 9 (1975), 955.
- 1.15 菅野 幹宏, 鈴木 壽, 叶野 治：軽金属, 30(1980), 684.
- 1.16 鈴木 壽, 伊藤 吾朗, 小山 克己：軽金属, 34(1984), 227.
- 1.17 A. J. Bradley and P. Jones: J. Inst. Metals, 51(1933), 131.
- 1.18 例えば, 堀 茂徳, 北川 広明, 榎谷 知樹, 竹原 晃：軽金属, 27 (1977), 129.
- 1.19 鈴木 壽, 菅野 幹宏, 齊藤 洋：軽金属, 33(1983), 729.
- 1.20 鈴木 壽, 菅野 幹宏, 齊藤 洋：軽金属, 36(1986), 22.
- 1.21 例えば, R. W. Cahn: Physical Metallurgy, North-Holland Publishing Co., (1983), 1595.
- 1.22 J. A. Wert; N. E. Paton, C. H. Hamilton and M.W. Mahoney: Met. Trans., 12A (1981), 1267.
- 1.23 村山 洋之介, 小原 和夫, 志村 宗昭：高強度・高靱性アルミニウム合金の諸性質, (軽金属学会研究部会報告書, No. 13), 軽金属学会, (1985), 61.
- 1.24 小林 保夫:同上, 68.
- 1.25 鈴木 壽, 菅野 幹宏, 齊藤 洋：軽金属, 33(1983), 683.
- 1.26 宮木 美光：アルミニウム材料の基礎と工業技術(村上陽太郎他編), 軽金属協会, (1985), 292.

- 1.27 大塚 良達, 菊池 茂幸: 軽金属, 35(1985), 140.
- 1.28 鈴木 壽, 菅野 幹宏, 齊藤 洋: 軽金属, 33(1983), 257.
- 1.29 鈴木 壽, 菅野 幹宏, 齊藤 洋: 軽金属, 34(1984), 630.
- 1.30 C. C. Bampton, J. A. Wert and M. W. Mahoney: Met. Trans., 13A (1982), 193.
- 1.31 小林 保夫, 後藤 博己, 竹内 庸: 軽金属, 36(1986), 36.
- 1.32 馬場 義雄: 日本金属学会誌, 31 (1967), 910.
- 1.33 D. S. Thompson, B. S. Subramanya and S. A. Levy: Met. Trans., 2 (1971), 1149.
- 1.34 野口 修: Furukawa-Sky Review, 3(2007), 1-6.
- 1.35 A. A. Bochvar, 7. A. Sviderskaia: Izv. AkadNauk SSSR, Otdel Tekh Nauk, 9 (1945), 821.
- 1.36 東 健司: 紛体工学会誌, 25(1988), 528-536.
- 1.37 C. E. Pearson: J. Inst. Metals 54 (1934), 111.
- 1.38 井口信洋: 軽金属, 21(1971), 613-624.
- 1.39 本橋 嘉信, 伊藤 吾朗: 機械の研究, 53(2001), 1115-1126.
- 1.40 大塚 正久, 堀内 良: 軽金属, 27(1977), 85-101.
- 1.41 東 健司: まてりあ, 34(1995).1002-1009.
- 1.42 東 健司: 軽金属, 39(1989).751-764.
- 1.43 東 健司: 材料, 38(1989).373-383.
- 1.44 K. Higashi: Mater. Sci. Eng., A166 (1993), 109.
- 1.45 Backofen, W.A., I.R. Turner and D.H. Avery: Trans. ASM, 57, 980 (1964).
- 1.46 Avery, D.H. and W.A. Backofen: ibid., 58, 551(1965).
- 1.47 Holt, D.L. and W.A. Backofen: ibid., 59, 755(1966).
- 1.48 Zehr, S.W. and W.A. Backofen: ibid., 61, 300(1968).
- 1.49 Ashby, M.F. and R.A. Verrall: Acta Met., 21, 149(1973).
- 1.50 Ball, A. and M. M. Huchison: Met, Sci, J., 3, 1(1969).
- 1.51 Mukherjee. A.K.: Mat. Sci. Eng., 8, 83 (1971).
- 1.52 Gifkins, R.C.: Met. Trans., 1A, 1225 (1976).
- 1.53 本橋 嘉信: 茨城大学工学部平成元年度公開講座テキスト「熱処理と材料加工」(1989).
- 1.54 Gifkins, R.C.: J. Mat, Sc., 13, 1926 (1978).
- 1.55 Gifkins, R.C.: "Superplastic Forming of Structural Alloys, (Paton, N.E. and C.H. Hamilton, Ed.)", Met. Soc. of AIME (1982).
- 1.56 Kashyap, B.P. and A.K. Mukherjee: "Superplasticity, (Baudalet, B. and M. Suery, Ed.)", Centre National De La Recherche Scientifique (1985).
- 1.57 Furukawa-Sky Review, 7(2011), 30-31.
- 1.58 E. Di Russo, M. Conserva, M. Bratti and F. Gatto: Mat. Sci. and Eng., 14 (1974),

- 23.
- 1.59 J. Waldman, H. Sulinski and H. Markus: Met. Trans., 5 (1974), 573.
- 1.60 J. A. Wert, N. E. Paton, C. H. Hamilton and M. W. Mahoney: Met. Trans., 12A (1981), 1267.
- 1.61 N. E. Paton, C. H. Hamilton, J. Wert and M. Mahoney: J. of Metals, 34 (1982), 21.
- 1.62 堀田 善治 : 軽金属, 60(2010), 134-141.
- 1.63 辻 伸泰 : 軽金属, 62(2012) , 392-397.
- 1.64 大石 敬一郎, 金子 賢治, 堀田 善治 : まてりあ, 41 (2002), 422-426.
- 1.65 Severe Plastic Deformation: Towards Bulk Production of Nanostructured Materials, edited by B.S. Altan, I. Miskioglu, G. Purcek, R.R. Mulyukov and R. Artan, NOVA Science Publishers, New York, (2006) ..
- 1.66 Nanostructured Metals and Alloys—Processing, Microstructure, Mechanical Properties and Applications, edited by S. H. Whang, Woodhead Publishing, Cambridge, (2011) .
- 1.67 M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, R. Z. Valley and T. G. Langdon: Acta Mater. , 44 (1996), 4619.
- 1.68 K. Lu and M. L. Sui: Scripta Metall. Mater. , 28 (1993), 1465.
- 1.69 J. R. Weertman: Mater. Sci. Eng., A166 (1993), \_161.
- 1.70 高木 節雄, 木村 勇次: 日本金属学会セミナー・テキスト, 結晶粒微細化への新アプローチ,(2000) . 61.
- 1.71 堀田 善治, 廣澤 渉一, 松田 健二, 寺田 大将 : 軽金属, 62 (2012), 398-405.
- 1.72 堀田 善治 : 鉄と鋼, 94 (2008), 599-607.
- 1.73 R.Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T.G. Langdon, M.J. Zehetbauer and Y.T. Zhu: JOM, 58, (2006), No. 4, 33.
- 1.74 P.W. Bridgman: Studies in Large Plastic Flow and Fracture, McGraw-Hill, New York, NY, (1952).
- 1.75 Y. Saito, N. Tsuji, H. Utsunomiya, T. Sakai and R.G. Hong: Scri. Mater., 39 (1998), 1221.
- 1.76 斎藤 尚文, 重松 一典 : 軽金属, 57 (2007), 492-498.
- 1.77 本橋 嘉信 : 塑性と加工, 50(2009), 162-166.
- 1.78 Mishra, R.S., Mahoney, M.W., Mcfdden, S.X, Mara, N.A. & Mukherjee, A.K.: Scripta Mater., 42(2000), 163-168.
- 1.79 Mishra, R.S., & Mahoney, M.W.: Mater. Sci. Forum, 357-359(2001), 507-512.
- 1.80 N. Tsuji: Severe Plastic Deformation, Nova Science Publishers, Inc., (2005), 543.
- 1.81 Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto and T.G. Langdon: Scri. Mater., 35

- (1996), 143.
- 1.82 F.Wetscher, A.Vorhauer, R.Stock and R.Pippan: Mater. Sci. Eng. A, A387-389 (2004), 809.
  - 1.83 田添 聖誠, 堀田 善治: 軽金属, 62(2012), 454-458.
  - 1.84 岡田 俊哉: Furukawa-Sky Review, 4(2008), 18-26.
  - 1.85 W. M. Thomas, E. D. Nicholas, J. C. Needham, M. G. Murch, P.Templesmith and C. J. Dawes: International Patent Application No.PCT/GB92/02203.
  - 1.86 森 久史, 辻村 太郎, 石塚 弘道, 石川 武: 鉄道総研報告, 26(2012), 51-56.
  - 1.87 株式会社日立製作所ニュースリリース(1999).
  - 1.88 鈴木 康文: 軽金属, 60 (2010) , 565-570.
  - 1.89 藤井 英俊: 軽金属, 57 (2007) , 499-505.
  - 1.90 朴 勝煥, 平野 聡, 加賀 慎一, 小野瀬 満, 富永 憲明, 芳村 泰嗣: 溶接学会全国大会講演概要 90, 156-157, 2012-03-15.
  - 1.91 藤井 英俊: Journal of the Vacuum Society of Japan, 55 (2012), 481-486.
  - 1.92 J. Martin: Welding Technology, 59 (2011) 54.
  - 1.93 高山 善匡, 小杉 洋介, 加藤 一, 渡部 英男: 軽金属溶接, 50 (2012) , 177-182.
  - 1.94 A. Sullivan, C. Derry, J. D. Robson, I. Horsfall, P. B. Prangnell: Mater. Sci. Eng. A, 528 (2011) 3409-3422.
  - 1.95 大川裕蔵, 杉井春夫, 谷口正志, 丸谷洋二: 溶接学会全国大会講演概要, 79(2006), 64-65.
  - 1.96 溶接学会編: 摩擦攪拌接合—FSW のすべて(2006).
  - 1.97 溶接学会編: 摩擦攪拌接合—FSW のすべて(2006). P.18.
  - 1.98 軽金属学会編: 集合組織の制御とその形成機構, (2011), 55-72.
  - 1.99 柴柳 敏哉, 前田 将克, 奈賀 正明: 軽金属, 56 (2006), 347-353.
  - 1.100 S.R.Sharma, Z.Y.Ma and R.S.Mishra: ibid., 51 (2004) , 237-241.
  - 1.101 宇都宮 登雄, 高橋 和也, 半谷 禎彦, 河野 成博, 桑水流 理, 吉川 暢宏: 軽金属, 60 (2010), 590-595.
  - 1.102 森貞 好昭, 藤井 英俊 : 軽金属, 57 (2007), 524-528.
  - 1.103 L.B. Johannes and R.S. Mishra: Materials Science and Engineering: A, 464(2007), 255-260.
  - 1.104 J. Gandra, R.M. Miranda and P. Vilaça: Materials Science and Engineering: A, 528(2011), 5592-5599.
  - 1.105 Z.Y. Ma, S.R. Sharma and R.S. Mishra: Scripta Materialia, 54(2006), 1623-1626.
  - 1.106 金 永坤, 藤井 英俊, 津村 卓也, 駒崎 徹, 中田 一博: 溶接学会全国大会講演概要, (2006), 52-53.

## 第 2 章 7075 アルミニウム合金の組織および硬さに及ぼすマルチパス摩擦攪拌プロセス 施工条件の影響※

### 2.1 緒言

第 1 章においても述べたとおり, 強ひずみ加工法の一つである摩擦攪拌プロセス(Friction Stir Processing: FSP)は, 摩擦攪拌接合(Friction Stir Welding: FSW)の応用技術である<sup>[2.1]</sup>. FSW とは, 1991 年に英国溶接研究所(The Welding Institute: TWI)が開発した固相接合法であり, 継手部は等軸・微細な組織となることが知られている<sup>[2.2]</sup>. この特徴を組織制御法として応用したのが FSP である. FSP を施すことで, 結晶粒が微細化され, 超塑性が発現することが報告されている<sup>[2.3],[2.4]</sup>. 板材の広い領域にわたって微細粒組織を得るには, FSP を複数回施すこと(マルチパス FSP: Multi Pass FSP: MP-FSP)が必要となる. MP-FSP を施すことで, 例えば, Johannes ら<sup>[2.5]</sup>は, 7075 アルミニウム合金において超塑性が発現したと報告している. また, Gandra ら<sup>[2.6]</sup>は, 曲げ強度は上昇するが靱性は低下することや, ツールの進行方向と回転方向が一致する側(Advancing Side: AS)を母材に接するようにパスを重ねた場合と, その反対側(Retreating Side: RS)が母材に接するようにパスを重ねた場合を比較すると, 前者は表面仕上がりが良くなること, 後者は攪拌領域の板厚方向幅のばらつきが小さいことを見出している. 他にも, Ma<sup>[2.7]</sup>らおよび金ら<sup>[2.8]</sup>は, それぞれ Al-Si 系合金ダイキャスト材および ADC12 合金に MP-FSP を施し, 機械的特性が向上することを報告している. このように, MP-FSP による機械的特性の変化や攪拌部の材料組織に関する報告がなされている一方で, 各パス間の材料組織, 特に, パスを重ねる際の施工間隔や施工方向が材料組織に及ぼす影響については, いまだに詳細な報告はなされていない.

そこで本研究では, 主に各パス間の材料組織に着目し, MP-FSP を施す際の施工間隔や施工方向を変えた場合に, 巨視的および微視的な組織形態や硬さ分布にどのような違いが生じるかを調査した.

### 2.2 供試材および実験条件

供試材には, 航空機用構造材として用いられている 7075 アルミニウム合金の T6 材, および参考のための O 材を用いた. 供試材の化学組成は Table 2.1 に示すとおりであり, 溶体化処理後 393K で 24h の人工時効により T6 材とし, その後さらに 683K で 3h の焼きなましにより O 材とした各供試材の初期組織は T6 材, O 材ともにパンケーキ状であり, L, LT, ST 各方向の結晶粒度(平均切片長)は, T6 材でそれぞれ 116, 97, 9.2 $\mu\text{m}$ , O 材でそれぞれ 491, 102, 48 $\mu\text{m}$  であった. 今回, 供試材に施す FSP パス回数を 4 回としたが, FSP の施工間隔( $d_{FSP}$ )および施工方向を変えることによる材料組織の変化を把握するために,

=====

※ 投稿論文より引用(軽金属, 63 (2013), 2-7.)

Fig. 2.1 に示すように FSP を同一方向と交互方向に、Table 2.2 に示す条件で施した各材料について調査した。以下では、1 回目～4 回目の各パスを P1～P4 と略記する。これら MP-FSP を施した各試料は、自然時効が進まないように、施工後 4h 以内に冷凍庫にて保管した。そして MP-FSP を施した材料の組織を光学顕微鏡、SEM、EDX および EBSD により評価した。さらに、局所的組織や機械的特性を簡便に評価するために、ビッカース硬さ試験を行った。

## 2.3 実験結果および考察

Fig. 2.2 には、7075 アルミニウム合金に単パスの FSW を施した時の巨視組織<sup>[2.9]</sup>を再掲した。従来の FSW や FSP に関する報告と同様に、攪拌領域(Stir Zone: SZ)、熱機械的影響部(Thermo-Mechanical Affected Zone: TMAZ)、熱影響部(Heat Affected Zone: HAZ)および母材部(Base Metal: BM)が観察される。本研究で単パス FSP の組織は観察していないが、Fig. 2.2 と同様になっているものと推察される。Fig. 2.3 には、MP-FSP を施した材料の巨視的組織の例として、 $d_{FSP}=8.0\text{mm}$  で一定とした T6 材の同一方向、O 材の同一および交互方向に施した場合の組織を示す。これより、T6 材、O 材ともに、また、同一方向、交互方向ともに、P1～P3 の SZ が次のパスの攪拌に巻き込まれて形状が変化すること、各パスの境界部に SZ や TMAZ とは異なる組織を有する領域(Pass Boundary Zone: PBZ)が形成されることが分かる。この PBZ は位置的に TMAZ が重なり合って形成された組織である。Fig. 2.3(b)と Fig. 2.3(c)を比較することにより、MP-FSP の施工方向の違いにより、PBZ の形状や幅に違いが生じることが分かる。これについては、FSP や FSW 施工部が、左右非対称な組織となること<sup>[2.10]</sup>が影響していると考えられる。また、FSP 施工方向を  $x$ 、被施工板材の板面内で施工方向に垂直な方向を  $y$ 、板面の法線方向を  $z$  方向とすると、FSP を施す際、 $y$  方向 (AS 側) にツールがずれる<sup>[2.11],[2.12]</sup>ことも要因として挙げられる。このずれが生じるのは、主に Fig. 2.4 に示すようにツール前方側に材料から受ける垂直抗力  $F_N$  が働くために、そこでの摩擦力  $F_F$  が、後方側での摩擦力  $F_R$  よりも大きくなることによると考えられる。このずれのため、AS 同士が重なる PBZ は幅が狭くなり、RS 同士が重なり合う PBZ は幅が広がると推察される。これらの他にも、FSP 時における材料吸込口が AS 側に偏在していること<sup>[2.13]</sup>、FSP 施工部は AS 側に引きずられるような組織となること<sup>[2.10]</sup>なども、FSP 施工方向によって PBZ の形状や幅が異なることに関係していると推測された。

次に PBZ と SZ のそれぞれ中央部について SEM 観察を行い、結果の例を Fig. 2.5 に示した。これより SZ は析出物がほとんど存在しない等軸・微細組織であるのに対し、PBZ は伸張した組織となることが分かる。SZ の平均結晶粒径を全施工条件、各パスについて測定した結果。いずれの場合も  $4\sim 5\mu\text{m}$  と極めて微細であり、一度 SZ に形成された微細粒組織は、隣のパス施工によって影響を受けないことが分かった。測定結果の例を T6 材の同一方向について Fig. 2.6 に示す。他方 Fig. 2.5 の PBZ において結晶粒径の寸法や形状以外の特徴を見ると、いずれの調質・領域にも粒状の第二相 (G) が見られる。O 材では T6 材と

異なり、G 以外に粒界上に多数の細長い第二相 (E) が見られる。これら 2 つの型の第二相の拡大図と EDX 分析結果を Fig. 2.7 に示した。これより粒状の第二相(G)には Al, Fe, および Cu が、細長い第二相(E)には Al, Zn, Mg, および Cu が含まれることが分かる。7075 アルミニウム合金において形成される第二相に関する研究結果<sup>[2.14]</sup>から、G は凝固時に晶出する  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  化合物、E は  $\text{MgZn}_2(\eta)$  に Cu が固溶した相 (以下では  $\eta$  相と記す) と推定される。ここで O 材の PBZ にのみ  $\eta$  相が見られたことについて考察する。SZ の最高到達温度は 723K 付近まで上昇するとの報告がなされている<sup>[2.15],[2.16]</sup>。これより SZ では最高到達温度が高いために、母材の調質にかかわらず、一旦再溶体化されるため、 $\eta$  相は Fig. 2.5, Fig. 2.7 程度の倍率では見られなくなる。一方、PBZ(ピン中心から 4~5mm)では到達最高温度が約 673K 程度と推測される<sup>[2.15],[2.16]</sup>。これは、溶体化温度よりも低く  $\eta$  相の粗大化を生じる温度である。しかし PBZ の温度がそのような温度になるのは数秒間程度<sup>[2.16]</sup>と考えられるため、Fig. 2.5, Fig. 2.7 程度の倍率で見られる程度の第二相はほぼそのまま残ると思われる。すなわち、T6 材では溶体化処理後の人工時効により生じる微細析出物がわずかに成長するのみのため、Fig. 2.5, Fig. 2.7 程度の倍率では変化が見られず、一方 O 材では焼きなまし時に生じた粗大な  $\eta$  相が残存することになる。このようにして Fig. 2.5 に示される組織差が生じたと判断される。もちろん PBZ でも SZ に近い部分では到達最高温度が SZ に近いくらい高くなると推察されるので、そのような場所では  $\eta$  相がほとんど見られなくなるものと思われる。

SZ と PBZ について EBSD 解析を行ない、得られた粒界マップおよび結晶方位差分布をそれぞれ Fig. 2.8 および Fig. 2.9 に示した。SZ は SEM 観察から判断されたように等軸・微細な組織であることが確認できる。一方 PBZ では、SEM では伸張した形状を有する粗大な結晶粒と微細な結晶粒の混粒組織であったが、Fig. 2.8 より粗大な結晶粒中に、亜結晶粒が多数含まれていることが注目される。これら亜結晶粒が SEM では現出されなかったと推察されるが、このように亜結晶粒が存在するのは、PBZ は SZ と比較して導入されるひずみおよび熱量が少なく、一部では再結晶に至らなかったことが要因であると推測された。これは TMAZ にも同様のことが言えるが、PBZ が先述のとおり粗大粒と微細粒の混在した組織であるのに対し、TMAZ は SZ に沿って伸長した組織である<sup>[2.9],[2.17]</sup>。また、PBZ が前のパスと次のパスの TMAZ 同士が重なり合った組織であることを考慮すると、PBZ は TMAZ よりも導入されるひずみおよび入熱量が多いと考えられる。そのため、PBZ は TMAZ よりも未再結晶領域が少ないと推測された。

上述の MP-FSP による材料組織の変化を微視的かつ簡便・定量的にとらえる目的で、ビッカース硬さ試験を行い、結果を Fig. 2.10 に示した。また、比較のために、単パスの FSW による硬さ変化<sup>[2.9]</sup>を Fig. 2.11 に再掲した。これらより、MP-FSP により単パスの FSW と同様に、T6 材では SZ の硬さが低下し、O 材では SZ の硬さが上昇することが確認される。伊藤ら<sup>[2.9]</sup>は、SZ の硬さに対する各種因子の寄与について詳しく解析し、結晶粒微細化強化、固溶強化、析出強化および加工強化などが大きく寄与することを報告しているが、ここで

はこれら因子の寄与については触れないことにする。また、SZ は再溶体化されるため、硬さは母材の調質にかかわらずほぼ一定( $Hvs$ )であった。一方、SZ と PBZ の硬さを比較すると、T6 材では PBZ の方が高く、O 材では PBZ の方が低くなることが明らかとなった。この結果は、Fig. 2.11 に示す単パスの FSP における SZ と TMAZ の硬さ変化におおむね一致する。これは、PBZ は TMAZ が重なり合った組織であり、PBZ と TMAZ が類似の加工熱履歴を受けるためと推測された。また、Fig. 2.10 における最終パス(P4)の SZ は一様な硬さ分布になり、一方 P1~P3 の SZ の中心付近は硬さが低下する傾向にある。これについて、後から施工する FSP によって発生する摩擦熱が影響していると考え、その考察を Fig. 2.12 に示した。P1 施工直後の SZ は Fig. 2.12(a)のように、一様な硬さ分布であると考えられる[2.9]。本稿の実験条件として、 $d_{FSP}$ はピン直径  $6\text{mm} \pm 1 \sim 2\text{mm}$  としているため、ピンをこの分移動させて次のパス(P2)を施工すると、摩擦熱によって Fig. 2.12(b)のような硬さ低下が生じると考えられる。この際の熱影響は P1 側と P3 側の両側に生じるが、P3 側では、摩擦熱が導入された領域に P3 が施工されるため、SZ は一様な硬さ分布となる。同様に考えると、最終パス以外は SZ の中心付近の硬さが低下することが理解できる。次に、Fig. 2.10 の 4 パス目周辺の硬さに注目する。4 パス目の摩擦熱により、3 パス目の SZ と、その反対側、すなわち HAZ において硬さ低下が生じることが観察される。しかし両者を比較すると、前者の方が硬さの低下幅が小さいことがわかる。これについて、前者については溶体化された組織に摩擦熱が加えられるため、過時効があまり進まなかったのに対し、後者は T6 組織に摩擦熱が加えられたため、過時効が進んだものと考えられた。なお、HAZ 付近(ピン中心から約  $8 \sim 10\text{mm}$ )は FSP 中に  $573\text{K}$  前後まで到達するものと推測された[2.15],[2.16]。また、摩擦熱を受けた SZ の硬さは、Fig. 2.12(c)に示すように、SZ と HAZ の中間程度になると推測された。これは、Fig. 2.10 の結果におおむね一致する。ところで、Fig. 2.10 において SZ の硬さが  $P1 < P2 < P3 < P4$  となる傾向にあり、その程度は  $d_{FSP}$ が小さいほど顕著となることが分かる。これは、前に施工されたパスほどその後に施されるパスから受ける熱履歴が多くなり、その分硬さも低下することが要因であると判断された。

単パスでは、硬さが母材  $T6 > \text{施工後 SZ} > \text{母材 O}$  となることが知られているが、PBZ の硬さは、SZ と異なり母材調質の影響を大きく受け、T6 材では前記 SZ に比べて高く、O 材では SZ よりも低い。結果的に、硬さは  $T6 \text{ 母材} > T6 \text{ 材 PBZ} > \text{SZ} > \text{O 材 PBZ} > \text{O 母材}$  の順となっている。これは、PBZ(単パスの場合は TMAZ の SZ に近い側)では、発熱量が SZ よりも小さくかつ SZ よりも急冷される(母材に近い)ためと推測された。すなわち、母材調質が T6 の場合は施工前の析出物が微細なため再溶体化され、その後の冷却速度が SZ よりも速いために、SZ よりも固溶量がわずかに増え硬さが高くなる。これに対して O 母材の場合は、施工前に母材に存在する析出相が粗大なため、発生熱量が少ない PBZ では完全には固溶しきれず、SZ(ほぼ完全に固溶)と O 母材の中間の硬さになる。そのために T6 材と O 材の PBZ で硬さに差が生じたと推察された。

さて、上述のようにこの MP-FSP により低下した T6 材の硬さを上昇させるために熱処



理(Additional Artificial Aging : AAA)を付与し、その結果を Fig. 2.10 に▲印で示した。この際、AAA の条件は 393K, 24h とした。Fig. 2.10 から HAZ 以外の硬さは上昇することが分かる。これは、ほぼ完全に溶体化されている最終パスの SZ と、2 パス目以降の短時間の入熱により、過時効・亜時効となった他の領域（析出の過飽和度がまだ残っている）において、亜時効が進行したり、微細な析出物が新たに生じたりしたためと判断された。また、AAA により母材の硬さも増加したのは、本研究で用いた T6 材が実際にはやや亜時効であったためと推察される。これに対して HAZ では、T6(人工時効後)の状態に入熱が加わり過時効状態となり、他の箇所より母相中の過飽和度が残っていないために、硬さが増加しなかったと考えられる。

## 2.4 結言

7075 アルミニウム合金に対し、様々な条件で MP-FSP を施した材料について組織観察およびビッカース硬さ試験を行い、以下の結言を得た。

- (1) MP-FSP を施すことで、各パスの間に PBZ (Pass Boundary Zone) が形成された。PBZ は TMAZ が重なり合って形成される組織であり、粗大な結晶粒と微細な結晶粒の混粒組織であること、粗大な結晶粒中に亜結晶粒が多数含まれることが分かった。
- (2) FSP の施工方向が異なることで、SZ には大きな違いは見られないのに対し、PBZ は形状や幅が変化した。この要因として、FSP 施工部は左右非対称な組織であること、FSP 施工時にツールが施工方向に対し垂直な方向にずれることなどが考えられた。
- (3) ビッカース硬さは T6 材では SZ よりも PBZ が高く、O 材では SZ の方が PBZ よりも高くなることを見出した。

Table 2.1 7075 アルミニウム合金の化学組成 (mass%)

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
0.07	0.23	1.50	0.04	2.49	0.20	5.58	0.05	Bal.

Table 2.2 各種 MP-FSP 施工条件

Specimen	T6, O
Tool Configuration	Pin diameter: 6 mm, Pin length: 2.8 mm, Shoulder diameter: 14 mm
Processing Condition	Tool inclination: $3^\circ$ , Tool rotation speed ( $N$ ): 1000 min <sup>-1</sup> Tool translational speed ( $v$ ): 200 mm·min <sup>-1</sup>
Processing Direction	Unidirection, Alternate direction
Processing Interval ( $d_{FSP}$ )	5.0, 6.0, 7.0, 8.0 mm

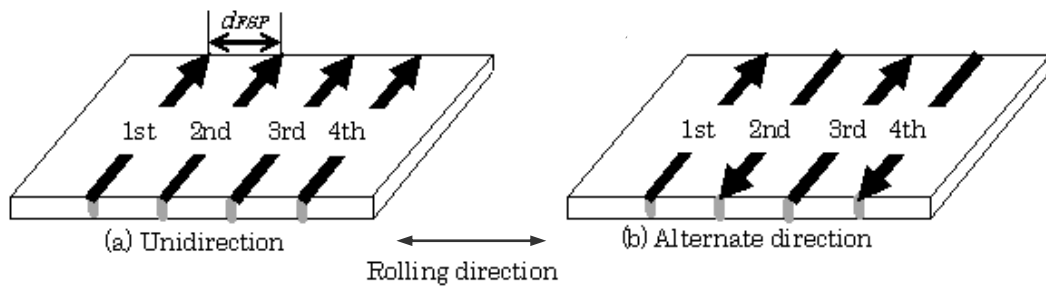


Fig. 2.1 MP-FSP 施工方向

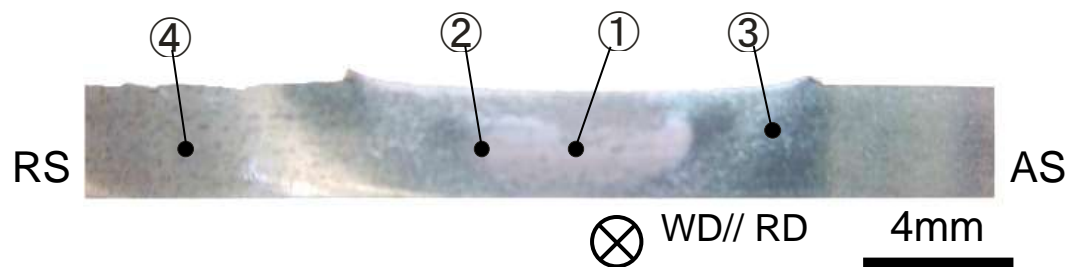


Fig. 2.2 7075 アルミニウム合金における FSW 継手部断面組織<sup>[2.8]</sup>, ① SZ 中心, ② SZ / TMAZ 境界部, ③ TMAZ / HAZ 境界部, ④ BM.

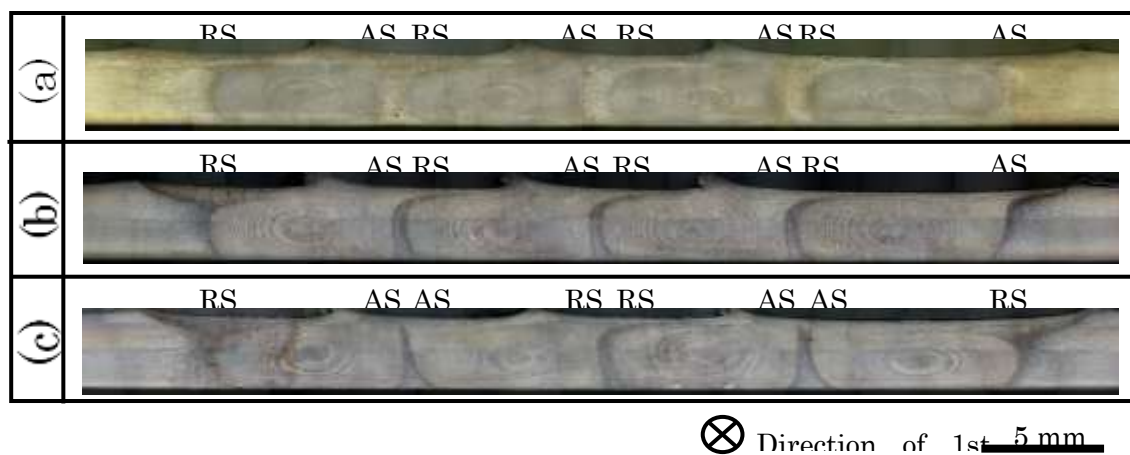


Fig. 2.3 MP-FSP 材断面組織 ( $d_{FSP} = 8.0\text{mm}$ ) , (a) T6, Unidirection ; (b) O, Unidirection ; (c) O, Alternate direction.

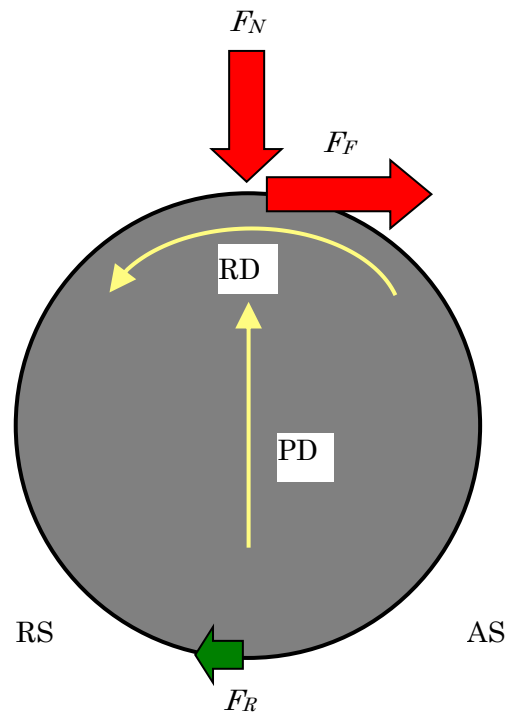


Fig. 2.4 FSP 中のツールに掛かる各種の力

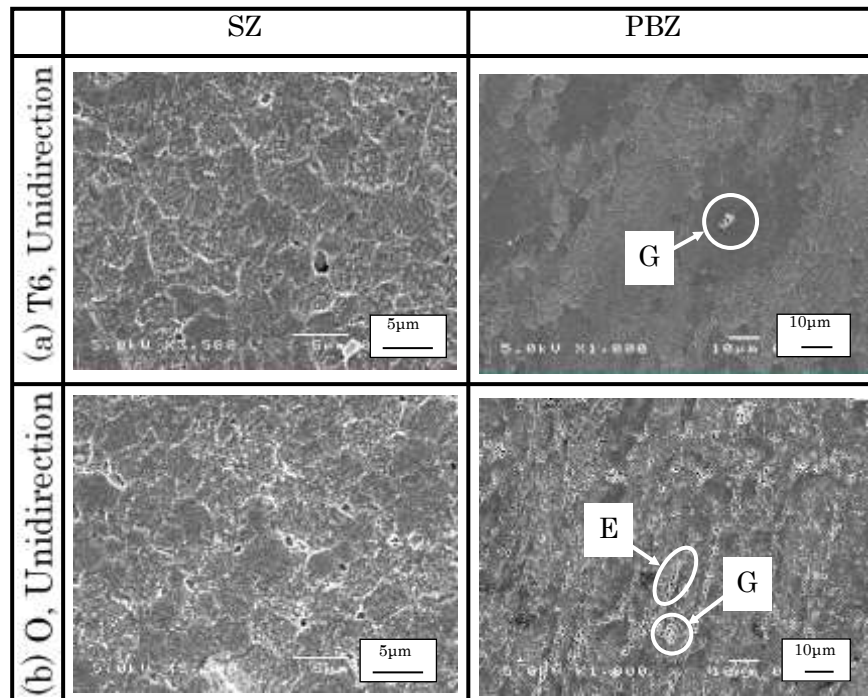


Fig. 2.5 SEM 組織 (SZ および PBZ)

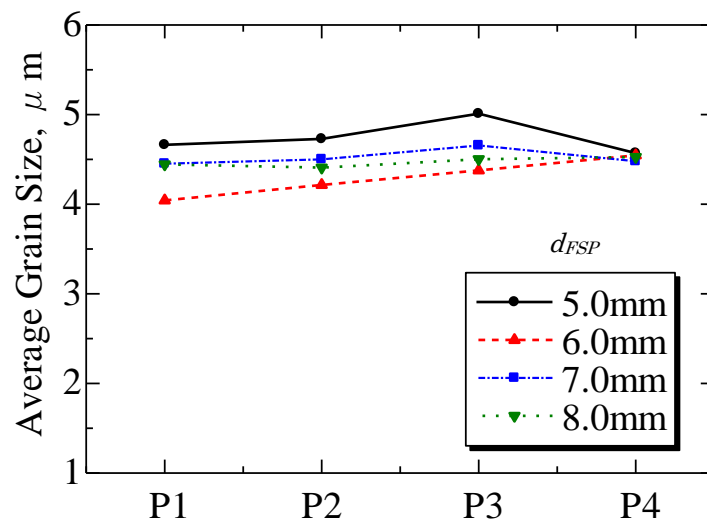


Fig. 2.6 MP-FSP 材 (T6 材) の平均結晶粒径

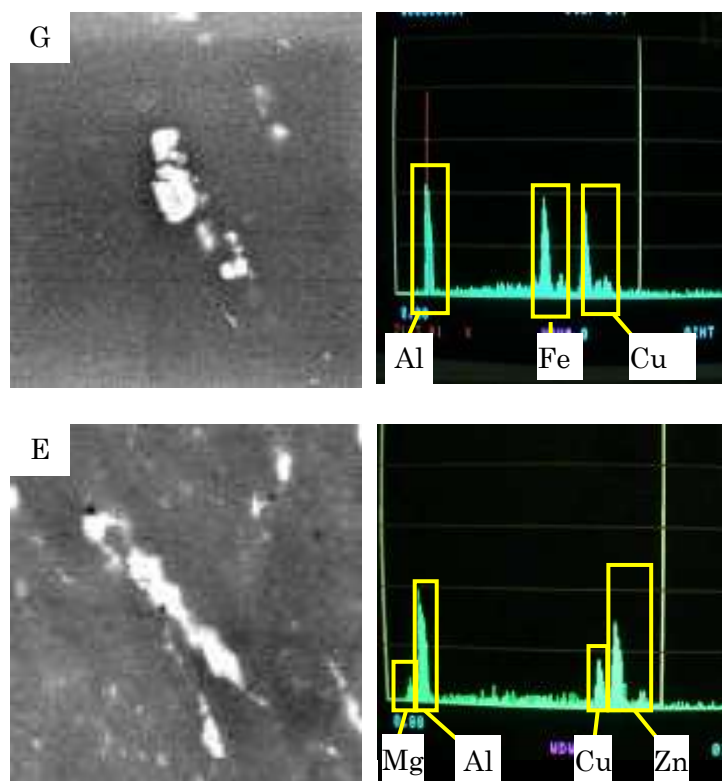


Fig. 2.7 Fig. 2.5に示した析出物のEDX解析結果, G : granular, E : elongated.

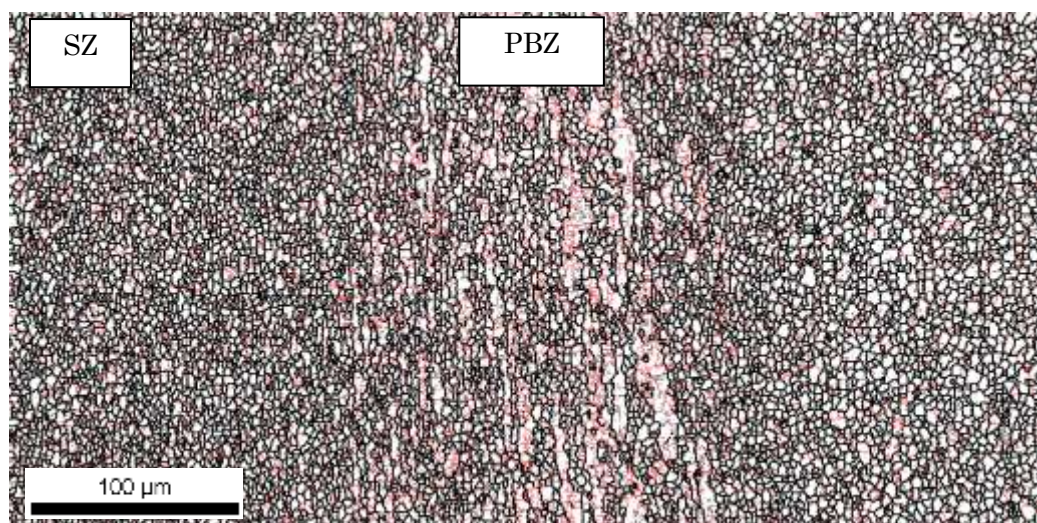


Fig. 2.8 MP-FSP 材 (T6 材,  $d_{FSP}=7.0\text{mm}$ , alternate direction,) の EBSD 解析結果,  $\theta > 15^\circ$ , black(thick),  $15^\circ > \theta > 5^\circ$ , red,  $5^\circ > \theta > 2^\circ$ , black(thin).

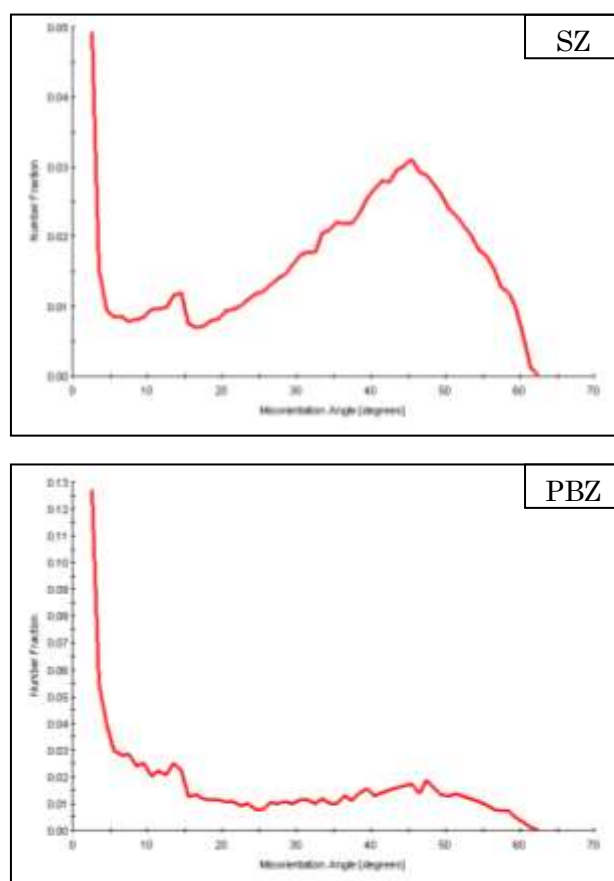


Fig. 2.9 Fig. 2.8 におけるミスオリエンテーションマップ

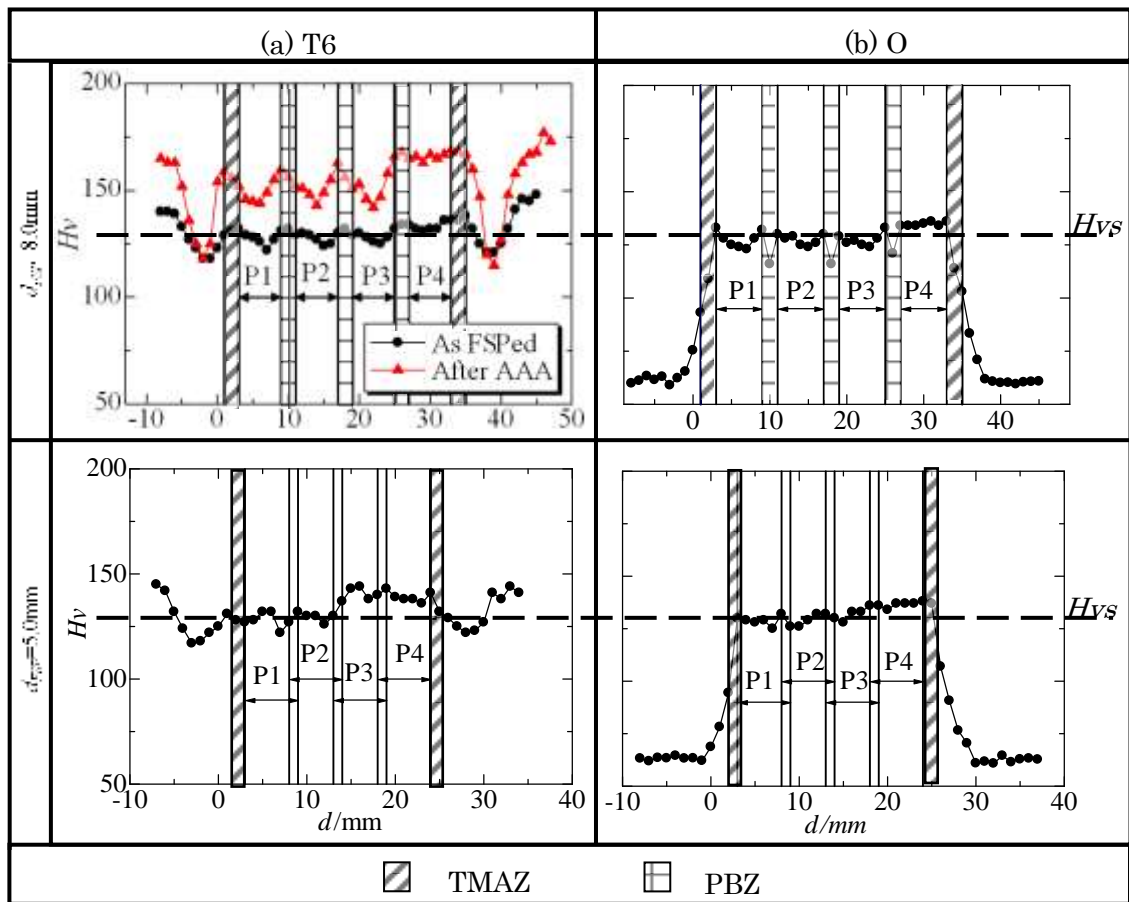


Fig. 2.10 ビッカース硬さ試験結果

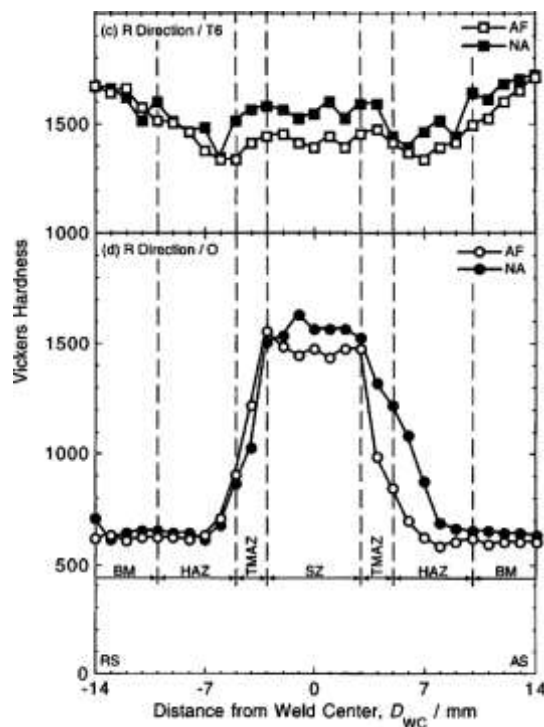


Fig. 2.11 7075 アルミニウム合金に対し FSW(1 パス)を  
施した材料におけるビッカース硬さ試験結果[2.8]

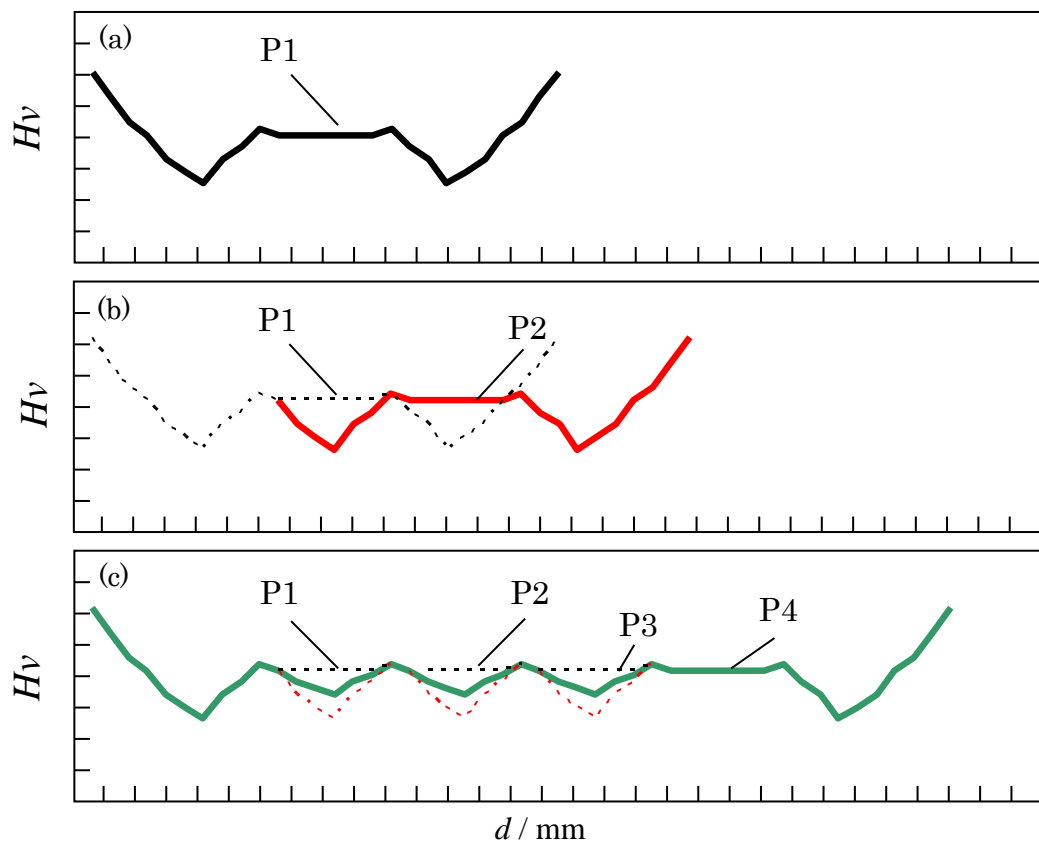


Fig. 2.12 MP-FSP による摩擦熱が及ぼすビッカース硬さへの影響



## 参考文献

- 2.1 斎藤 尚文, 重松 一典 : 軽金属, 57(2007), 492-498.
- 2.2 W. M. Thomas, E. D. Nicholas, J. C. Needham, M. G. Murch, P. Templesmith and C. J. Dawes: International Patent Application No. PCT/GB92/02203.
- 2.3 伊藤 勉, 本橋 嘉信, A. Goloborodko, 平野 聡 : 溶接学会誌, 74(2005), 143-147.
- 2.4 A. Goloborodko, T. Ito, X. Yun, Y. Motohashi and G. Itoh: Materials Transactions, 45(2004), 2503-2508.
- 2.5 L.B. Johannes and R.S. Mishra: Materials Science and Engineering: A, 464(2007), 255-260.
- 2.6 J. Gandra, R.M. Miranda and P. Vilaça: Materials Science and Engineering: A, 528(2011), 5592-5599.
- 2.7 Z.Y. Ma, S.R. Sharma and R.S. Mishra: Scripta Materialia, 54(2006), 1623-1626.
- 2.8 金 永坤, 藤井 英俊, 津村 卓也, 駒崎 徹, 中田 一博 : 溶接学会全国大会講演概要, (2006), 52-53.
- 2.9 伊藤 勉, 雲 暁勇, A. Goloborodko, 本橋 嘉信, 伊藤 吾朗, 平野 聡, 稲垣 正壽 : 軽金属, 60(2010), 275-281.
- 2.10 柴柳 敏哉 : 軽金属, 57(2007), 416-423.
- 2.11 高原 裕典, 辻川 正人, 鄭 盛旭, 大川 裕蔵, 東 健司, 沖 幸男 : 軽金属, 57(2007), 542-548.
- 2.12 溶接学会編 : 摩擦攪拌接合—FSW のすべて—, (2006), 82-83.
- 2.13 軽金属学会編 : 集合組織の制御とその形成機構, (2011), 55-72.
- 2.14 伊藤 吾朗, 江藤 武比古, 宮木 美光, 菅野 幹宏 : 軽金属, 38(1988), 818-839.
- 2.15 溶接学会編 : 摩擦攪拌接合—FSW のすべて—, (2006), 74-79.
- 2.16 時末 光, 篠田 剛 : 軽金属, 49(1999), 258-262.
- 2.17 柴柳 敏哉, 前田 将克, 奈賀 正明 : 軽金属, 56(2006), 347-353.

## 第 3 章 マルチパス摩擦攪拌プロセス施工条件が及ぼす 7075 アルミニウム合金の機械的特性への影響

### 3.1 緒言

第 1 章にて述べたとおり，摩擦攪拌プロセス(Friction Stir Processing: FSP)は，英国の TWI(The Welding Institute)が開発した摩擦攪拌接合(Friction Stir Welding: FSW)<sup>[3.1]</sup>を応用した結晶粒微細化法である<sup>[3.2]</sup>。この FSP を用いて材料の組織制御を広範囲にわたり実施する場合，FSP を複数パス施す (Multipass FSP: MP-FSP 以降，マルチパス FSP と記載) 必要がある。これについては第 2 章において，FSP 施工間隔 ( $d_{FSP}$ ) が FSP 施工ツールのピン径 ( $d_p$ ) よりも大きくなると，各パスの間に攪拌部 (Stir Zone: SZ) とは異なる領域 (Pass Boundary Zone: PBZ) が明瞭に観察されること，SZ の材料組織が等軸・微細粒で構成されるのに対し PBZ は亜結晶粒を内部に含有する伸長した粗大粒と等軸な微細粒との混粒組織であること，T6 材の PBZ においては析出物はほとんど存在しないこと，他方 O 材の PBZ においては結晶粒と同じ方向に伸長した，SEM で観察可能な大きさの析出物が多数存在すること，PBZ の幅や形状は，パスを重ねる方向を AS(Advancing Side, ツールの回転方向と送り方向のベクトルが同じ側) 方向と RS(Retreating Side, AS の反対側) 方向のどちらに重ねていくかのかによって大きく影響を受けること，ビッカース硬度は T6 材で  $BM > PBZ > TMAZ$  (Thermo-Mechanical Affected Zone)  $> SZ > HAZ$  (Heat Affected Zone)，O 材で  $PBZ > TMAZ > SZ > HAZ > BM$  となること，MP-FSP を施された T6 材に適切な時効処理を付与することで，SZ および PBZ の硬度が上昇すること等を見出している<sup>[3.3]</sup>。

本章ではこれら MP-FSP に起因する組織変化が機械的特性に与える影響，特に PBZ が及ぼす機械的特性への影響について調査した。

### 3.2 供試材および実験条件

供試材には，航空機用構造材として用いられている 7075 アルミニウム合金の T6 材，および参考のための O 材を用いた。供試材の化学組成は Table 3.1 に示したとおりであり，溶体化処理後 393K で 24h の人工時効により T6 材とし，その後さらに 683K で 3h の焼きなましにより O 材とした各供試材の初期組織は T6 材，O 材ともにパンケーキ状であり，L, LT, ST 各方向の結晶粒度 (平均切片長) は，T6 材でそれぞれ 116, 97, 9.2 $\mu$ m，O 材でそれぞれ 491, 102, 48 $\mu$ m であった。これら供試材に FSP を 4 パス施した後，自然時効が進まないように施工後 4h 以内に冷凍庫にて保管した。また，MP-FSP の施工条件および施工方法はそれぞれ，Table 3.2 および Fig. 3.1 に示したとおり設定した。

上記手順にて作製した材料から Fig.3.2 に示したとおり，標点距離内には SZ が 2 つ，PBZ が (存在する場合は) 3 つ含まれるように，また，R 部周辺の組織は全て SZ で構成されるように試験片を採取し，室温および高温引張試験を行った。

### 3.3 実験結果

ひずみ速度  $\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  にて室温引張試験を行い、得られた応力-ひずみ線図を Fig. 3.3 に示した。これより、MP-FSP を施すことで、T6 材では強度が低下し、O 材では強度が上昇することがわかる。また、MP-FSP により強度が低下した T6 材に対し、393K, 24h の熱処理(Additional Artificial Aging: AAA)を付与したところ、Fig. 3.3(a)に示したとおり伸びは減少するものの、降伏応力は母材の 8 割程度まで回復した。これらの結果は、以前報告したビッカース硬度試験結果に矛盾しないものである<sup>[3.3]</sup>。これら室温引張試験後の試験片外観の一例を Fig. 3.4 に示したが、SZ で破断した試験片はネッキングを生じた後に破断し、他方 PBZ で破断した試験片はネッキングを生じる前に、PBZ の形状に沿って材料が破断していた。まず T6 材においては先述のとおり、ビッカース硬度は  $\text{SZ} < \text{PBZ}$  である。そのため SZ における破断については、強度の弱い部分において変形が優先的に進んでいったためと理解することができる。しかしビッカース硬度の高い PBZ における破断については、材料強度以外の要因を考える必要がある。ここで MP-FSP 直後の組織を EBSD にて解析した結果の例を Fig. 3.5 に再掲した<sup>[3.3]</sup>が、T6 材、O 材ともに PBZ は SZ と比較して、平均結晶粒径が粗大であった。そのためホール・ペッチの関係からすれば、強度は  $\text{SZ} > \text{PBZ}$  となるはずである。しかし T6 材においてはビッカース硬度が  $\text{PBZ} > \text{SZ}$  である。これについては第 2 章で考察したように、次のパスの熱影響を受け SZ の硬さが低下するためと推測される。PBZ でも硬さの低下は生じるが、次のパスから受ける熱影響は SZ よりも少ないため、硬さの低下が抑制されたと考えられる。また Fig. 3.3 において、MP-FSP を施した T6 材に対し AAA を付与することで、一様伸びの量が少なくなることがわかる。これについて、AAA を付与することで SZ と PBZ の硬さの差が大きくなり、SZ における局部伸びの量が多くなったため、材料全体での一様伸びが生じる前に Fig. 3.4(c)に示したように、SZ で破断したものと推測される。次に O 材においては、ビッカース硬度が  $\text{SZ} > \text{PBZ}$  であった。そのため PBZ における破断については T6 材の SZ と同じく、硬度が低い部分で変形が優先的に進んだと考えられる。通常、アルミニウム合金はくびれ強度が低く、ネッキングを生じた後すぐに破断に至る。そのため本来であれば O 材の場合、変形が PBZ から始まり、当該箇所においてそのままネッキングが進んでいくはずである。しかし今回の条件下においては、ビッカース硬度の低い領域は狭く、硬さ分布はほぼ一様に近い。また、くびれが生じることで、加工硬化が起こる、単軸引張の条件ではなくなる、応力集中が起こるもののその分塑性変形しにくくなる等の現象が生じる。これら要因によりネッキングを生じないまま転位の蓄積が進むことで、一様伸びが大きくなるとともに、変形抵抗が  $\text{SZ} \approx \text{PBZ}$  における変形・破断が生じたのではないかと推察される。これらにより大きな一様伸びを示した後は、PBZ 中に存在する粗大な析出物が及ぼす影響も考慮する必要がある。なお、T6 材、O 材ともに、破断点が SZ の場合や PBZ の場合などばらつきがあり、今回の条件下においては MP-FSP 施工条件と破断点との相関関係を明らかにすることはできなかった。これらについては今後、更なる検討を重ねる必要があるが、引張方向を PBZ 組織の伸長方向と平行に設定する

ことで、今回の実験結果とは別の傾向が得られる可能性がある。

次に、MP-FSP を施した材料（以降、MP-FSP 材と記載）の高温下における機械的特性を調査するために、高温引張試験を行うこととした。これに際しまず、適切な試験条件を選定する必要がある。文献<sup>[3.4]～[3.6]</sup>等を見るに、Al-Zn-Mg 系合金や 7075 アルミニウム合金において、試験温度 500℃前後、ひずみ速度  $10^{-4}\text{s}^{-1}$  付近の条件にて、超塑性が生じると報告されている。超塑性は通常、高温・低ひずみ速度の条件下において発現する。また、超塑性の発現に大きく係るパラメータであるひずみ速度感受性指数( $m$  値)<sup>[3.7]</sup>の範囲は  $0.3 \leq m$  と言われており<sup>[3.8], [3.9]</sup>、超塑性材料における超塑性状態での  $m$  値は、0.5 程度になるとの報告もなされている<sup>[3.10]</sup>。最近では様々な手法によって製造された各種アルミニウム合金について、低温・高ひずみ速度における超塑性の研究が進められており、その際のひずみ速度は  $10 \sim 300\text{s}^{-1}$  以上との報告もなされている<sup>[3.10], [3.11]</sup>が、ここでは触れないこととする。しかしこれら超塑性を発現させる場合、標点距離内は全域にわたり一様な等軸・微細粒組織で構成されていることが一般的である。これに対し本研究における MP-FSP 材の組織は前述のとおり、等軸・微細粒と亜結晶粒界を内部に有する伸長した粗大粒が混在している。そのため本材料において、標点距離内で一様な超塑性を生じさせるための条件は、標点距離内が一様に等軸・微細粒の 7075 アルミニウム合金や、シングルパスの FSP を施した場合のものとは異なるものになることが予想されるが、今回は従来と同様、 $m=0.5$  程度となる条件にて高温引張試験を行うこととした。これに先立ち、ひずみ速度と  $m$  値の関係を把握しておく必要がある。そのため文献<sup>[3.4]～[3.6]</sup>等を参考に、試験温度を 773K 一定として  $\dot{\epsilon} = 5 \times 10^{-4} \sim 10^{-1}\text{s}^{-1}$  の範囲にてひずみ速度急変試験<sup>[3.12]</sup>を行い、結果を Fig. 3.6 に示した。Fig. 3.6 から、T6 材、O 材ともに  $\dot{\epsilon} = 5 \times 10^{-3}\text{s}^{-1}$  の時、 $m$  値が 0.5 付近の値を示していると判断できる。そこで試験温度を 773K、ひずみ速度  $\dot{\epsilon} = 5 \times 10^{-3}\text{s}^{-1}$  と設定して高温引張試験を行い、得られた応力-ひずみ線図を Fig. 3.7 に、変形前後の試験片外観を Fig. 3.8 にそれぞれ示した。まず Fig. 3.7 より、MP-FSP を施した材料（以降、MP-FSP 材と記載）は母材と比較して、流動応力が著しく低下するものの、一方で伸び（変形量）が T6 材では約 12 倍、O 材では約 9 倍増加することが読み取れる。また Fig. 3.8 からは、PBZ は SZ よりも変形量が多いこと、T6 材は O 材と比較して PBZ と SZ との変形量の差がより明確であることが観察される。これらより少なくとも SZ においては、T6 材、O 材ともに粒界すべりを主とする（超塑性）変形が生じたと考えられる。またこの結果は、先のひずみ速度急変試験にて得られた  $m$  値は SZ における変形時に得られた値であり、PBZ の変形において  $m$  値を 0.5 程度とするためには、ひずみ速度を変化させる必要があることを示唆していると言える。次に、MP-FSP 材における高温変形機構の更なる調査のために、高温変形直後の試験片表面を SEM にて観察し、得られた結果を Fig. 3.9 に、変形後試験片表面を研磨・エッチングした後、SEM にて観察した結果を Fig. 3.10 にそれぞれ示した。また、Fig. 3.11 には SZ および PBZ における変形前の材料組織（SEM 像<sup>[3.3]</sup>）を再掲した。まず Fig. 3.9 より、T6 材、O 材ともに、結晶粒径に対応した凹凸模様、すなわち粒界すべりが生じた痕

跡が SZ, PBZ のいずれにおいても観察される。しかし PBZ よりも SZ の方が全体的に、当該凹凸模様は長い。ここで、PBZ の変形機構について考察するために、PBZ の全変形量に対する粒内変形の寄与率を計算することとする。これに際しまず、外観寸法の変化量から PBZ の全変形量を求める。PBZ における変形が全て塑性変形によるものと仮定すれば、体積変化は 0 となる。これはすなわち、引張(x)方向、幅(y)方向および厚さ(z)方向ひずみをそれぞれ  $\varepsilon_x$ ,  $\varepsilon_y$  および  $\varepsilon_z$  と表せば、

$$\ln(1+\varepsilon_x)+\ln(1+\varepsilon_y)+\ln(1+\varepsilon_z)=0$$

を満たす必要があると言い換えることができる。今回行った高温引張試験では試験片の各寸法は幅方向、厚さ方向ともに 20%減少していたので、前述の式において  $\varepsilon_y=\varepsilon_z=-0.20$  となり、 $\varepsilon_x$  は 0.56 (56%) と算出される。次に変形前後の結晶粒のアスペクト比の変化量から、粒内変形による変形量を求める。上述のとおり、高温引張変形において幅方向、厚さ方向の変化量はほぼ同程度であったことから、各々の変化量を同じ値になると考えられる。そのため粒内変形のみにより、Fig. 3.11 より得られた変形前のアスペクト比 (1:0.8) から、Fig. 3.10 より得られた変形後のアスペクト比 (1:1.33) に到達するためには、y 方向、z 方向ともに約 15%、圧縮方向に変形する必要がある。これらを上述の計算式に代入すると、x 方向の変形量は 38%と求まる。これらより PBZ 全体の変形量における粒内変形の寄与率は  $38 \div 56 \div 0.68$  (約 68%) と算出される。そのため残り 30%以上の変形分については、粒内変形とは別の機構により補完されなければならない。もっとも、この算出方法には誤差が多く含まれることが指摘されており<sup>[3,13]</sup>、あくまでも目安程度にしかならない。しかしそれを踏まえても、誤差が 30%以上出るとは考えにくい。そのため PBZ においては、粒内変形以外の何かしらの変形機構が働いた考えるべきである。他方 SZ においては、変形後の試験片において巨大伸びが観察され、かつ、変形前後における組織がいずれも等軸・微細であったことから、主たる変形は粒界すべりによって賄われたと考えられる。これらより、SZ, PBZ とともに粒界すべりは生じるものの、粒界すべりに起因する変形量は  $SZ > PBZ$  であると判断される。なお、Fig. 3.10 中にはキャビティのようなものがいくつか見受けられる。これらのうち、赤枠線で囲ったものについては、エッチングの際に析出物が脱落した痕跡である。これ以外の、粒界に沿って形成されているものについては、SZ と PBZ のいずれにおいても、粒界すべりに対して調節機構が追い付かずに発生したキャビティであると推測される。また、Fig. 3.10 と Fig. 3.5 および Fig. 3.11 を比較すると、SZ は変形前後で等軸な組織であること、他方 PBZ は引張方向と垂直方向に伸長していた組織が高温変形に伴い、引張方向と平行方向に伸長した組織に変化したと判断される。これらより、SZ においては粒界すべりが主たる変形機構であるのに対し、PBZ においては粒界すべりと粒内変形の混在した変形機構であると推測した。ここで、PBZ の組織が引張方向に伸長した要因について考える。まず PBZ における変形が本格的に始まるのは、PBZ における流動応力（以降、

$\sigma_{PBZ}$ と記載)とSZにおける流動応力(以降、 $\sigma_{SZ}$ と記載)が同程度以下となる必要がある。高温変形の初期段階においては、平均結晶粒径の細かいSZの方が粒界すべりを生じやすいため、 $\sigma_{SZ} < \sigma_{PBZ}$ となる。そのため、Fig. 3.12に示した20%ひずみを付与した試験片外観からも分かるとおり、変形の初期段階においてはSZにおける変形が優先的に進む。もちろんPBZにも微細結晶粒(亜結晶粒を含む)は存在しているが、これらは周辺に存在する伸長した粗大結晶粒等に粒界すべり等の動きを阻害されるものと推測される。そしてその間に生じる、伸長した粗大結晶粒における回復・粒成長によって、当該微細粒は消失するものと推察される。これらの後、粒界エネルギーが高い(結晶粒径の細かい)SZにおいて、粒界エネルギーをより低い側で安定させるために粒成長が進み、 $\sigma_{SZ} \approx \sigma_{PBZ}$ となることで、PBZにおいても変形が始まる。その後、PBZにおいて変形が生じる際、粗大な結晶粒においては粒界すべりに要する流動応力が高いため、拡散による変形も生じることは十分に考えられる。これら等も、PBZにおける結晶粒が引張方向に伸長した要因の一つとして挙げられるものと推測される。

しかし上記の室温・高温変形プロセスは、あくまでも今回の試験条件下において得られたものである。例えば、Yangら<sup>[3.14]</sup>は、予ひずみ(転位)を与えた7075アルミニウム合金圧延材に対し、結晶粒の伸長方向と平行方向に高温引張を実施することで、動的再結晶を生じ、粒界すべり等が発生することを報告している。伸長した結晶粒中に転位が存在しているという点では、Yangらの用いた材料と本研究で用いたMP-FSP材中のPBZは同じである。ここでFig. 3.5とFig. 3.10を比較すると、伸長した結晶粒の中で一部、前者よりも後者の方が細かく見受けられる箇所がある。そのため、変形前の伸長した粗大結晶粒において少ないながらも、動的再結晶が生じた可能性がある。これらから、変形方向やひずみ速度等の条件を適切に定めることで、SZにおいては粒界すべりを、PBZにおいては動的再結晶の後、粒界すべり等の変形が生じることが期待される。これはすなわち、両者の間で変形量の差がほとんど無い、ほぼ様な(超塑性)変形を実現できる可能性があることを示唆している。

#### 4. 結言

7075アルミニウム合金に対し、様々な条件でMP-FSPを施した材料について室温・高温引張試験を行い、以下の結言を得た。

- (1) 室温引張試験より、T6材では強度が母材よりも低下し、他方O材では強度が母材よりも上昇した。また、MP-FSPを施したT6材に適切な熱処理を付与することで、降伏応力が上昇した。
- (2) 高温引張試験より、BMと比較してMP-FSP材は伸び量が大幅に増加した。また、SZでは粒界すべりが主な変形機構であるのに対し、PBZは粒内変形と粒界すべりの混在した変形機構であると推測した。

Table 3.3.1 7075 アルミニウム合金の化学組成 (mass%)

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
0.07	0.23	1.50	0.04	2.49	0.20	5.58	0.05	Bal.

Table 3.2 各種 MP-FSP 施工条件

Specimen	T6, O
Tool Configuration	Pin diameter: 6 mm, Pin length: 2.8 mm, Shoulder diameter: 14 mm
Processing Condition	Tool inclination: 3°, Tool rotation speed ( $N$ ): 1000 min <sup>-1</sup> Tool translational speed ( $v$ ): 200 mm·min <sup>-1</sup>
Processing Direction	Unidirection, Alternate direction
Processing Interval ( $d_{FSP}$ )	5.0, 6.0, 7.0, 8.0 mm

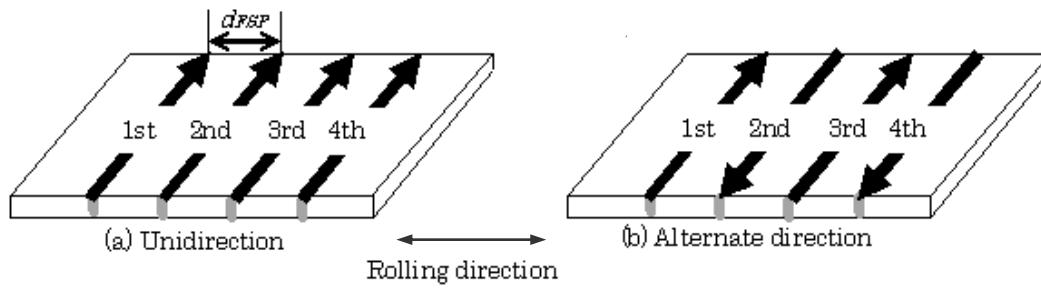


Fig. 3.1 MP-FSP 施工方向

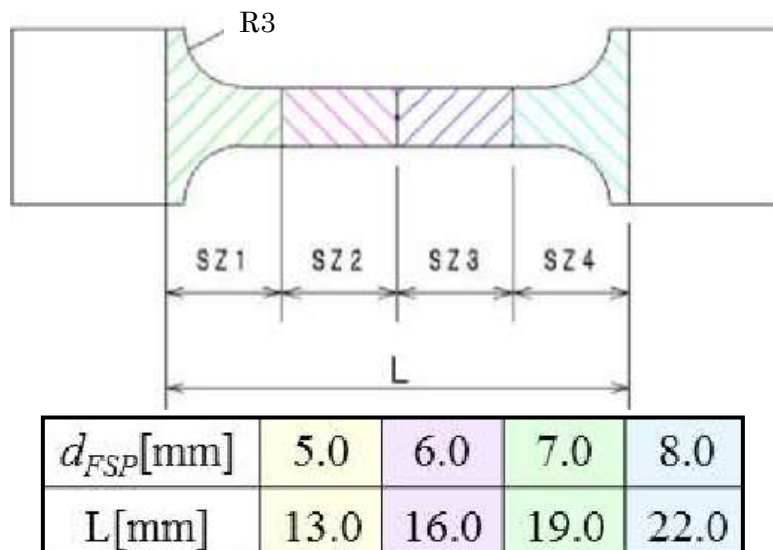


Fig. 3.2 引張試験片寸法

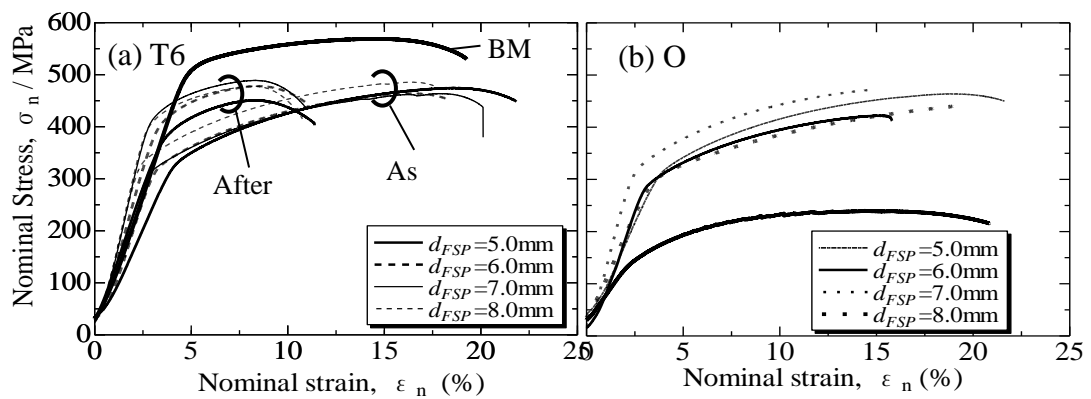


Fig. 3.3 室温引張試験結果

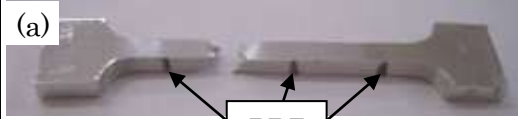
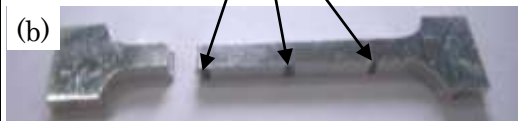

Fracture point	Specimen
SZ	(a) 
PBZ	(b) 
SZ	(c) 

Fig. 3.4 室温引張試験後のMP-FSP材外観 ( $d_{FSP}=8.0\text{mm}$ ), (a) T6材(MP-FSP直後), (b) O材(MP-FSP直後), (c) T6材(MP-FSP後, AAA付与)

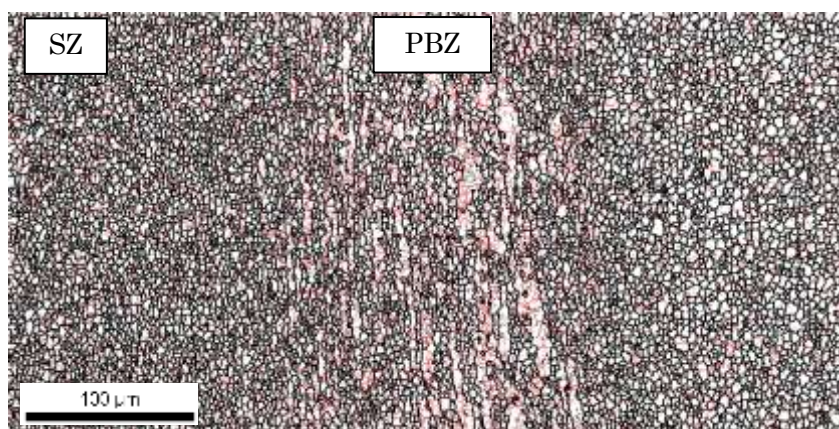


Fig. 3.5 MP-FSP材 (T6材,  $d_{FSP}=7.0\text{mm}$ , alternate direction,) のEBSD解析結果,  $\theta > 15^\circ$ , black(thick),  $15^\circ > \theta > 5^\circ$ , red,  $5^\circ > \theta > 2^\circ$ ,



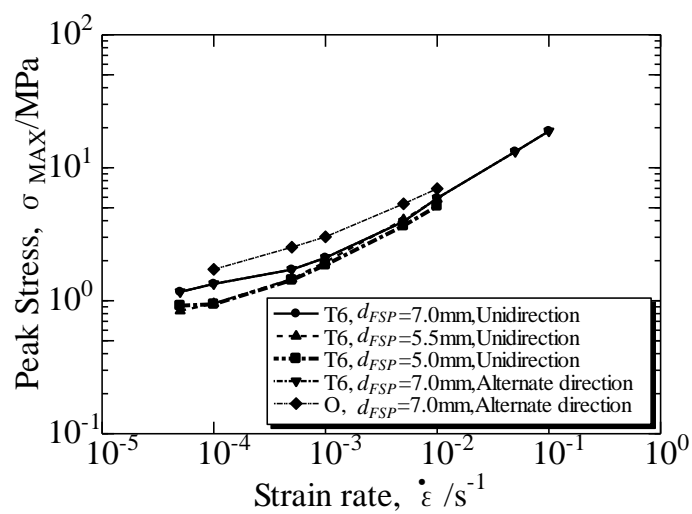


Fig. 3.6 ひずみ速度急変試験結果(773K)

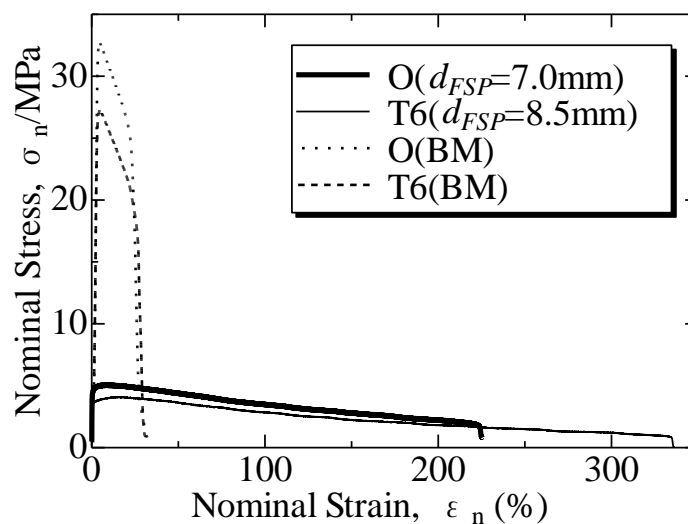


Fig. 3.7 高温引張試験結果(773K)

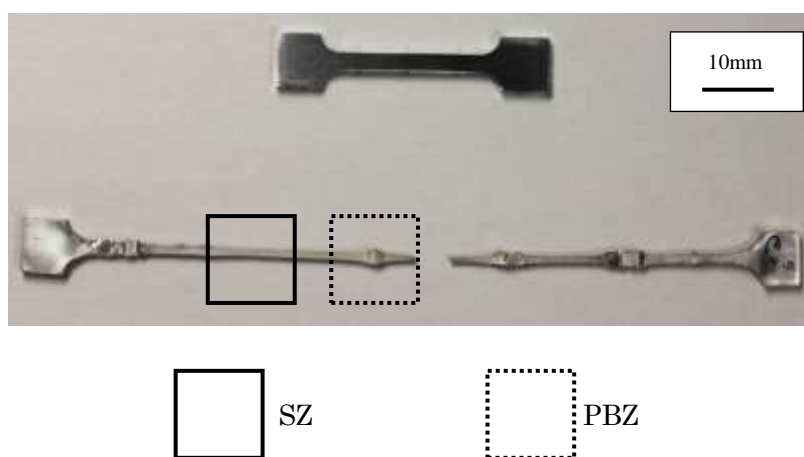


Fig. 3.8 Fig. 3.7 中の MP-FSP 材 (T6 材) の高温引張試験前後の外観

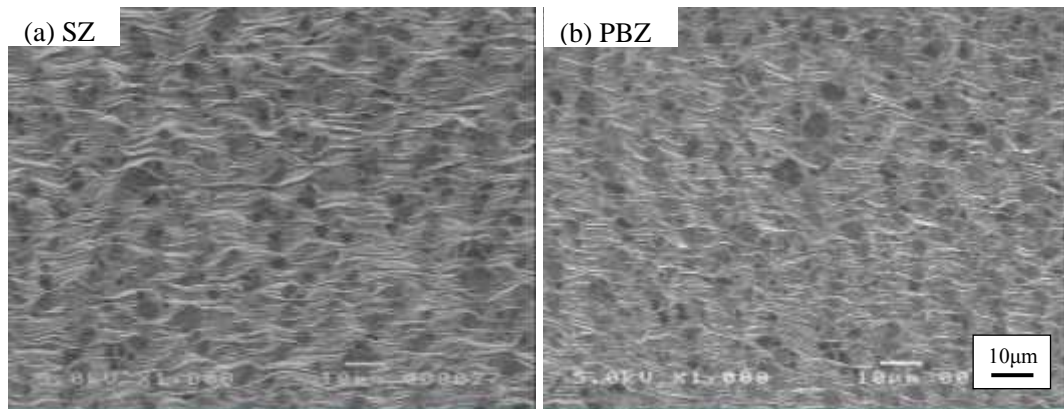


Fig. 3.9 Fig. 3.8 に示した引張試験後試験片の表面を観察した SEM 像

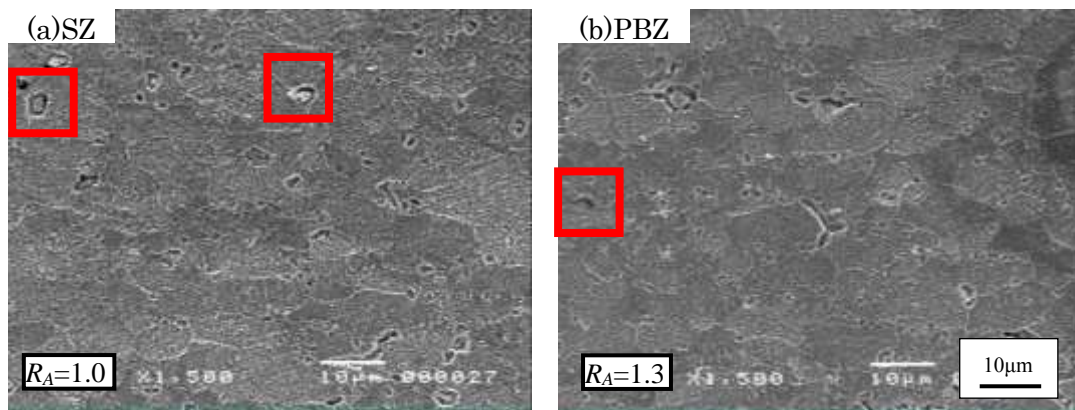


Fig. 3.10 Fig. 3.8 に示した引張試験後試験片の表面を研磨後エッチングし、SEM にて観察した画像

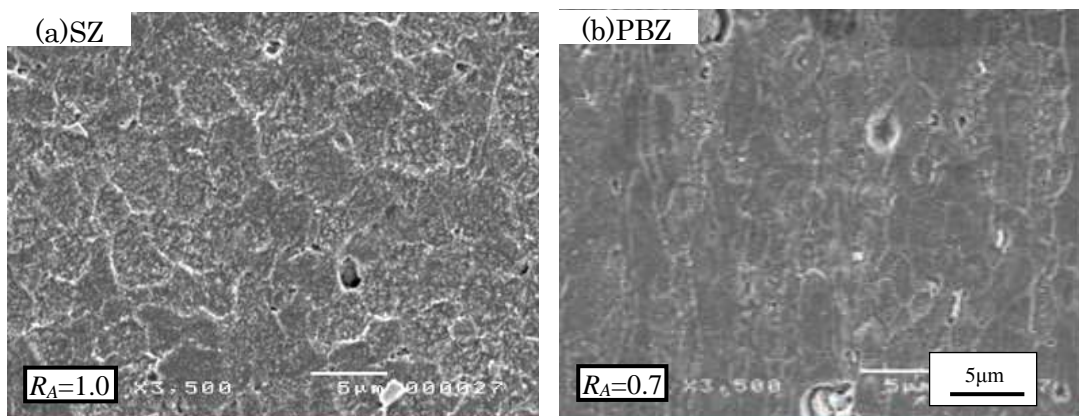


Fig. 3.11 MP-FSP 材の高温引張試験前組織



Fig. 3.12 773K にて 20%のひずみを付与した MP-FSP 材の外観

## 参考文献

- 3.1 W. M. Thomas, E. D. Nicholas, J. C. Needham, M. G. Murch, P. Temple Smith and C. J. Dawes: International Patent Application No. PCT/GB92/02203.
- 3.2 斎藤 尚文, 重松 一典: 軽金属, 57(2007), 492-498.
- 3.3 松田 裕, 伊藤 吾朗, 本橋 嘉信: 軽金属, 63(2013), 2-7.
- 3.4 東 健司: 粉体工学会誌, 25(1988), 673-680.
- 3.5 Kashyap, B.P. and A.K. Mukherjee: ResMechanica, 17, 293 (1986).
- 3.6 松木 賢司: 日本金属学会会報, 26(1987), 263-271.
- 3.7 Backofen, W.A., I.R. Turner and D.H. Avery: Trans. ASM, 57, 980 (1964)
- 3.8 井口 信洋: 軽金属, 32(1982), 421-431.
- 3.9 堀 茂徳: 粉体および粉末冶金, 38(1991), 637-642.
- 3.10 東 健司: まてりあ, 34(1995), 1002-1009.
- 3.11 K. Higashi: Mater. Sci. Eng., A166 (1993), 109.
- 3.12 武藤 侃: 素材物性学雑誌, 11(1998), 29-36.
- 3.13 太田 定雄: 材料, 23(1974), 167-173.
- 3.14 Xuyue Yang, Hiromi Miura and Taku Sakai: Materials Trans., 43(2002), 2400-2407.

## 第4章 FSP 中のツールのずれ量に及ぼす各種 FSP 条件の影響

### 4.1 諸言

第2章においてマルチパス FSP（以降、MP-FSP と記載）の施工間隔( $d_{FSP}$ )が FSP ツールのピン直径よりも大きくなると、各パス間に PBZ(Pass Boundary Zone)が明瞭に形成されること、FSP 施工方向によって PBZ の幅や形状が変化すること等を見出した<sup>[4.1]</sup>。この PBZ の幅や形状が変化する要因の一つとして、FSP 施工中にツールが AS 側にずれてしまうことが推測された。また第3章において、攪拌部 (SZ) においては超塑性が発現するものの、材料中に PBZ が存在することで伸びが不均一になることが観察された。これらより、PBZ が材料中に存在しないことで、一様な材料組織の形成や均一伸びを得られることが期待される。以上から、超塑性変形を用いてアルミニウム合金の塑性加工性を改善するにあたり、材料組織は一様であることが望ましい。そのためには MP-FSP を施工するにあたり、PBZ が形成されない条件を見出す必要がある。これにあたり、エネルギー、時間的コスト削減の観点からすると、FSP の施工化間隔（以降、 $d_{FSP}$ と記載）は PBZ が形成されない限界の間隔( $d_{FSPL}$ )に設定する必要がある。しかし先述のとおり、FSP 施工中にツールが AS 側にずれてしまう問題がある。今、ツールずれ量を  $\alpha$ 、当該  $\alpha$  分を加味した実際のツール移動量を  $d_{FSPA}$ とそれぞれ記述すると、AS 側に  $d_{FSP}$ だけツールを移動してパスを重ねていった場合は、 $d_{FSPA}=d_{FSPL}+\alpha$ 、RS 側に  $d_{FSP}$ だけツールを移動してパスを重ねていった場合は、 $d_{FSPA}=d_{FSPL}-\alpha$ 、ツールが移動することになる。これら各種 MP-FSP の施工方向について、Fig. 4.1 にそれぞれ示したが、この図からわかるとおり、MP-FSP の施工方向としては3種類が考えられる。このうち(a)および(b)のように、FSP 施工方向を全て同じベクトルと設定した場合（以降、同一方向処理と記載）は、どのパスも一様に  $\alpha$  分のずれが生じるため、当該  $\alpha$  分のずれは相殺されることになる。そのため実質的には  $d_{FSPA}=d_{FSPL}$  となり、ツールのずれはあまり問題とならない。しかし(c)のように、1パスごとに FSP 施工方向のベクトルを  $180^\circ$  反転させる場合（以降、交互方向処理と記載）、AS 同士が重なる PBZ においては  $d_{FSPA}=d_{FSPL}-2\alpha$ 、RS 同士が重なる PBZ においては  $d_{FSPA}=d_{FSPL}+2\alpha$  となる。そのため AS 同士が重なる場合については問題ないが、RS 同士が重なる場合については  $2\alpha$  分の幅を持つ PBZ が形成されることになる。ここで、パスを重ねるためにツールを移動する方向を x 軸、FSP 中のツール進行方向を y 軸とし、1パス目の FSP 施工始端を  $y_0$ 、1パス目の FSP 施工終端を  $y_1$  と記載すると、例えばツールを4往復させる場合 ( $y_0 \rightarrow y_1 \rightarrow y_0 \rightarrow y_1 \rightarrow y_0 \rightarrow y_1$ )、同一方向処理では4パスしか行えない ( $y_0 \rightarrow y_1$  の時しかパスが行えない) のに対し、交互方向処理では7パス行 ( $y_0 \rightarrow y_1$ ,  $y_1 \rightarrow y_0$  のいずれにおいてもパスが行える) ことが出来る。この差はパス回数が増えるほど開いていく。そのため単純なパス回数だけで比較すれば、エネルギー・時間的コスト削減の観点からすれば、交互方向処理の方がより優れた手法であると言える。もちろんツールを  $180^\circ$  反転させるごとにツール前傾角を設定しなす必要等があり、必ずしも交互方向処理が優れた手法であるとは断言

できないが、1 パスごとの施工距離が長い場合等においては、ツール前傾角を設定しなおすが、エネルギー、時間的なメリットは大きいものと考えられる。そのため、マルチパス FSP を施すにあたり交互方向処理について議論しないわけにはいかない。しかし当該交互方向処理においては上記のとおり、FSP 中のツールずれ量を考慮する必要がある。先にも述べたとおり交互方向処理においては $-2\alpha \sim +2\alpha$ までツールのずれが生じる。PBZ を形成させないように MP-FSP を実施するためには、このずれ量を予め予測し、その分ツールをずらした上で FSP を施していく必要がある。また、このツールずれ量の問題はマルチパス FSP 固有の問題ではなく、FSW 中においてもしばしば問題となっている。FSW は基本的に突合せ溶接個所に採用される。その突合せ溶接の接合線に沿って FSW が実施されることになるのだが、FSW 中のツールずれ量が大きくなった場合、接合線から大きく外れた場所をツール中心が通過することになり、接合不良を生じてしまうことがある。そのため場合によっては Fig. 4.2 に示すように、目視にて視認できるほどにツールがずれる場合もある[4.2]。これに対し、例えば高原ら[4.3]は、あらかじめツールを RS 側に 1mm 程度ずらしておくことで、良好な FSW 継手が得られたと報告している。しかしこのツールのずれは、ツールの寸法や形状、FSP 施工時の回転数や送り速度、被接合材の母材強度、FSW 装置のアーム剛性、材料の拘束位置および拘束力等によって変化すると考えられる。あと数年もすれば、日本における FSW の特許期間が過ぎ、それに伴い中小企業等において、FSW を採用するところが増えるものと推測される。これに際し、FSW のツールずれ量を定量的に予想できるようになれば、FSW、ひいては FSP のさらなる普及にもつながるものと考えられる。

先に述べた、FSW のツールのずれに関する因子のうち、ツールの寸法や形状、FSW 装置のアーム剛性等については、各企業ごとに使用するものが異なるため、一例を調べただけでツールのずれを定量的に評価することは難しい。しかし被接合材の母材強度、ツール回転数および送り速度については数値で表すことが可能であり、これらについては定量的な評価の実施が比較的容易なものと推測される。

そこで本研究では、FSP(FSW)施工終端部の穴の寸法測定および FSP 施工中の動画撮影により、FSP 施工中のツールずれ量を測定し、ツールずれ量と FSP 被施工材の母材強度、FSP 施工時のツール回転数および送り速度との相関関係を調査した。

## 4.2 実験方法

FSP(FSW)ツールには SKD 材によって製造されたショルダーと、SS 材によって製造された、ねじ切りをしたピンとを組み合わせたものを使用した。これら寸法は、ショルダー径 20mm、ピン径 6mm、ショルダーテーパ角  $3^\circ$ 、ツール前傾角は  $3^\circ$  と設定した。また各種 FSP(FSW)施工条件はそれぞれ、Table 4.1 に示すとおり定めた。供試材には第 2 章および第 3 章にて使用した 7075 アルミニウム合金 T6 材および O 材と同じ圧延材から切り出したものを採用した。

### 4.3 実験結果および考察

ツールが FSP 中にずれずに、ピン穴形状が真円であったと仮定した場合、ツールは Fig. 4.3 中、黒実線で示したような軌跡を描き、ピン穴形状の寸法は  $x$  軸方向（ツール進行方向）の値と  $y$  軸方向（ツール進行方向と垂直方向）の値が等しくなるはずである。しかし FSP 中にツールがずれるため、実際には Fig. 4.3 中、赤点線で示したような軌跡を、ツールが描くことになると考えられる。このずれは、FSP 中にツールが材料から、Fig. 4.4 に示したような力を受けることで生じるものと考えられる。そのため、ツールの移動が終わればツールをずらそうとする力も働かなくなり、Fig. 4.5 に示したとおりピン穴寸法を測定し、 $x$  軸の値と  $y$  軸の値の差分を求めることで、ツールのずれた量が求まるものと推察される。そこで Table 4.1 に記載した各種 FSP(FSW)施工条件下において、ツールがどの程度ずれるのかを評価し、得られた結果を Table 4.2 に示した。Table 4.2 より、T6 材と比較して O 材の方が、ツールのずれ量が多いように見受けられる。しかし、各種 FSP 施工条件とツールのずれ量について、相関関係は見いだせなかった。そこで、より詳細な調査を実施するために、Table 4.2 のうち、良好な表面性状の得られた施工条件を基として FSP 施工条件を再設定し、FSP 施工中の様子を Fig. 4.6 のとおりビデオカメラにて撮影し、ツールのずれ量を直接的に観察することとした。これにより得られた結果は、Table 4.3 に示したとおりである。Table 4.3 においても Table 4.2 と同様に、T6 材と比較して O 材の方が、ツールのずれ量が多いように見受けられる。これはすなわち、FSP 被施工材の母材強度が低いほど、FSP 中のツールのずれが大きくなることを示唆していると言える。これについて、FSP 中にツールに力が加わって AS 側にずれようとした時、母材強度が低いほど、ツールがずれようとする力に対する抵抗力が低いためと推測した。これについて簡単に説明すると、FSP 中のツールのずれは、FSP 中にツールが移動することで生じる、材料からの抗力に起因する摩擦力によって生じるものと考えられる。これからすると母材硬度が高い方が、ツールに掛かる抗力は大きくなり、その分、ツールを移動させようとする摩擦力も大きくなると推測される。しかしアルミニウム合金において、FSP 中のピン近傍の材料温度は  $400^{\circ}\text{C}\sim 500^{\circ}\text{C}$  程度まで上昇するとの報告もなされており<sup>[44]</sup>、当該温度付近における引張強度は高温引張試験結果からもわかるとおり、T6 材も O 材もほぼ同程度の強度であることから、もとの調質の影響をほとんど受けないものと考えられる。そのため、先に述べた摩擦力は、いずれの調質においてもほぼ同程度であると推測される。ここで、FSP 施工条件によっては、目視可能なほどツールがずれる場合があることを考慮すると、ピン近傍 (SZ) から少し離れた領域 (TMAZ $\sim$ HAZ ( $\sim$ BM)) から受ける、ツールの拘束力についても考慮しなければならない。先のビッカース硬さ試験からもわかるとおり、ピン近傍 (SZ) の硬度は T6 材、O 材ともにほぼ同程度であるのに対し、ピンから少し離れた領域 (TMAZ $\sim$ HAZ ( $\sim$ BM)) においては、O 材よりも T6 材の方が硬度が高い。このことから、ツールから少し離れた領域においては、ツールを拘束するための力は O 材よりも T6 材の方が大きくなると考えられる。これにより本研究においては、T6 材よりも O 材の方がずれ量が多くなったものと推

測した。また、Table 4.2 と Table 4.3 とでは、ツールのずれ量に少なからず差が生じている。これについて、Table 4.2 にて求めた値は FSP 施工終端部のピン穴寸法を測定したものであるが、このピン穴においては、ピンが元の位置に戻った後もツールは回転しているため、その間に空隙部分を埋めてしまったこと、ツール自体に前傾角を設けているため、ピンを引き抜く際、ピンと材料が接触してしまったこと等の影響があるためと推測された。また胴が観察においても、FSP 施工条件とツールのずれ量の相関関係について明確にすることはできなかった。若干ながら、 $N=1,000\text{min}^{-1}$ 、 $v=600\text{mm} \cdot \text{min}^{-1}$  の条件（他と比較して  $N/v$  比が大きい）において、ツールのずれ量が少なくなっているようにも見ることで、あるいは  $N/v$  比でツールのずれが整理できる可能性があるのかもしれないが、今回の FSP 条件は非常に狭く限定されており、今回の FSP 条件以外の条件での調査、他の材料における調査、材料拘束方法等を調査・検討したうえで、ツールのずれ量等に関する再現性のさらなる確認等を実施しなければ確かなことは言えないため、ツールのずれ量と FSP 施工条件の関係については今後、別の手法等による評価等も含め、さらなる調査・検討を行わなければならない。また、ショルダー径が小さくなるほど、Fig. 4.4 に示したようなツールをずらそうとする力を受け止める領域が少なくなるため、ショルダー径をさらに小さくし、少しの力でツールがずれるようにすることで、各種 FSP 施工条件とツールずれ量の相関関係を見出しやすくすることが出来る可能性がある。

#### 4.4 結言

7075 アルミニウム合金 T6 材および O 材に対し様々な条件で FSP を施し、ツールのずれ量について調査した結果、以下の結言を得た。

- (1) T6 材よりも O 材の方が若干ながら、ツールのずれ量が大きくなるような傾向が得られた。これについて、母材強度等が T6 材よりも O 材の方が低いこと等が関係しているものと推測した。



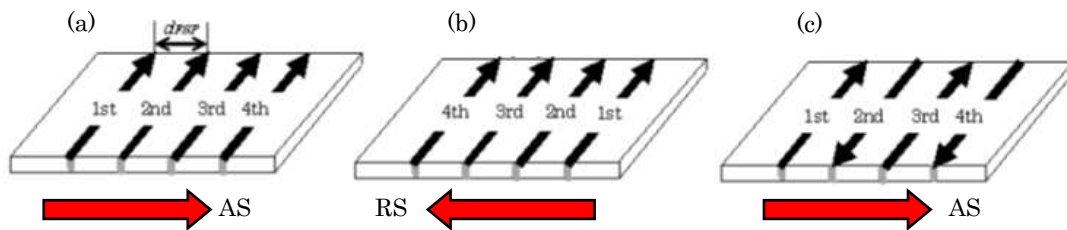


Fig. 4.1 マルチパス FSP の施工方向, (a)同一方向 (AS 側), (b)同一方向 (RS 側), (c)交互方向

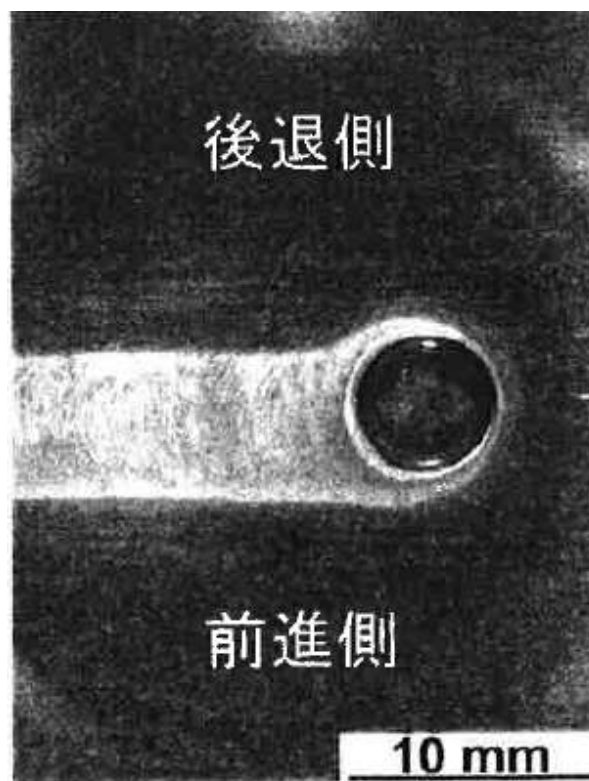


Fig. 4.2 FSW 中のツールのずれの一例<sup>[4.2]</sup> (溶接学会がまとめたもの<sup>[4.2]</sup>を転載)

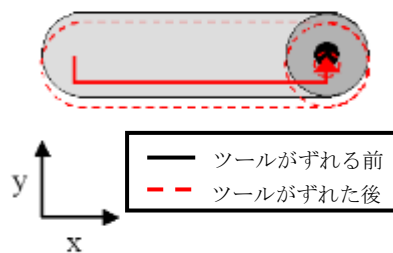


Fig. 4.3 FSW 中にツールがずれた際, ツールが描く軌跡

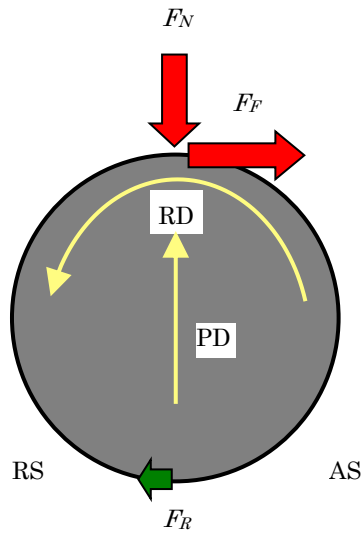


Fig. 4.4 FSP 中のツールに掛かる各種の力

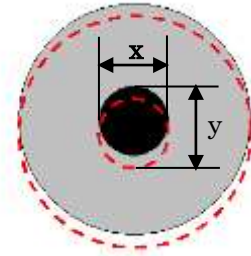


Fig. 4.5 FSW 終端部のピン穴寸法測定方法

Table 4.1 FSW 施工条件

No.	Tool rotation speed, $N$ [ $\text{min}^{-1}$ ]	Tool translational speed, $V$ [ $\text{mm} \cdot \text{min}^{-1}$ ]
①	500	400
②	500	600
③	1,000	800
④	1,000	1,000
⑤	1,500	1,200

Table 4.2 FSW 施工条件とピン穴の寸法および  $y$  方向へのツールずれ量の関係

Temper	Processing Procedure		Size of hole [mm]		Amount of tool shift $d_y$ [mm]
	$N$ [ $\text{min}^{-1}$ ]	$V$ [ $\text{mm} \cdot \text{min}^{-1}$ ]	$x$	$y$	
T6	500	400	5.96	5.94	-0.02
	500	600	6.93	6.92	-0.01
	1,000	800	6.41	6.43	0.02
	1,000	1,000	6.38	6.35	-0.03
	1,500	1,200	6.42	6.42	0.00
○	500	400	6.92	7.00	0.08
	500	600	7.22	7.30	0.08
	1,000	800	6.22	6.30	0.08
	1,000	1,000	6.95	6.96	0.01
	1,500	1,200	6.04	6.11	0.07

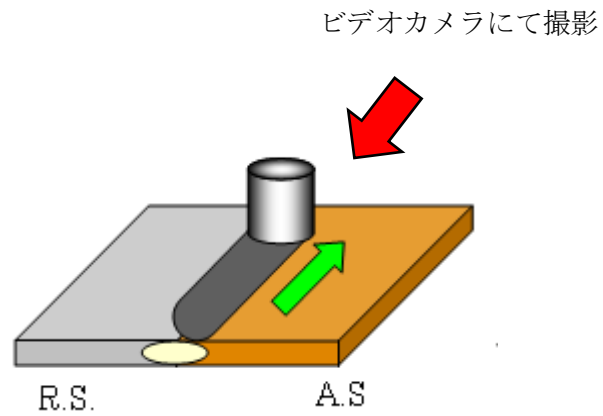


Fig. 4.6 FSP 施工中の動画撮影方法

Table 4.3 FSP 施工中の動画撮影から得られた FSP 施工条件とツールずれ量の関係

ツール回転数 $N [\text{min}^{-1}]$	ツール送り速度 $v [\text{mm} \cdot \text{min}^{-1}]$	ツールずれ量 [mm]	
		T6材	O材
500	600	0.889	1.443
1,000	600	0.577	0.778
1,000	1,200	0.905	1.317

#### 参考文献

- 4.1 松田 裕, 伊藤 吾朗, 本橋 嘉信: 軽金属, 63(2013), 2-7.
- 4.2 溶接学会編: 摩擦攪拌接合—FSW のすべて—, (2006), P.83.
- 4.3 高原 裕典, 辻川 正人, 鄭 盛旭, 大川 裕蔵, 東 健司, 沖 幸男: 軽金属, 57 (2007), 542-548.
- 4.4 岡村 久宣, 青田 欣也, 高井 英夫, 江角 昌邦: 溶接学会誌, 72 (2003), 436-444.

## 第 5 章 総括

上記のとおり広範囲にわたる摩擦攪拌プロセスの施工について検討し、以下の知見等を得た。

第 1 章では、MP-FSP および FSP の応用元である FSW について、現在までに進められている調査・研究等について紹介するとともに、いまだに解決されていない諸問題等について言及したうえで、本研究の目的等を述べた。

第 2 章で、高強度アルミニウム合金として知られている 7075 アルミニウム合金の T6 材および O 材に対し MP-FSP を施す（以降、MP-FSP 材と記載）ことで、材料組織がどのように変化するのかについて調査した。その結果、FSP 施工間隔が FSP ツールのピン直径よりも大きくなると、各パスの間に、FSP により攪拌された組織（Stir Zone: SZ）や熱機械的影響部（Thermo-Mechanical Affected Zone: TMAZ）とは異なる組織を有する領域（Pass Boundary Zone: PBZ）が明瞭に形成されること、SZ は等軸・微細な組織であるのに対し、PBZ は粗大な結晶粒と微細な結晶粒の混粒組織であること、および PBZ に存在する粗大な結晶粒中には多数の亜結晶粒が含まれていることを明らかにした。この PBZ に含まれる粗大結晶粒中に亜結晶粒が存在することについて、PBZ は SZ と比較して、MP-FSP により導入されるひずみおよび熱量が少なく、一部では再結晶に至らなかったことが要因であると推測した。また、FSP を全て同じ向きで施行した場合と、1 回のパスごとに施工の向きを 180° 回転させた場合とで、前者においては PBZ が全て同じ形状および幅を有するのに対し、後者においては形状および幅が異なる 2 種類の PBZ が交互に現れることを見出した。さらに、T6 材、O 材ともに、PBZ の硬度は SZ と母材の中間程度となることを示した。

第 3 章では、上記 MP-FSP 材における組織変化が機械的特性に及ぼす影響について、室温および高温引張試験により調査した。室温引張試験からは、MP-FSP により、T6 材の強度は低下し、O 材の強度は上昇することを見出した。また、高温引張試験からは、母材と比較して MP-FSP 材の伸び量が、T6 材で 12 倍、O 材で 9 倍程度増加することを示した。この高温引張試験時の変形機構について、SZ においては粒界すべりを主とするものであるのに対し、PBZ においては粒界すべりと粒内変形が混在した変形機構であると考えられることから、SZ と PBZ では超塑性発現条件が異なること、MP-FSP 材において超塑性を一様に発現させるためには PBZ が存在しないことが望ましいこと等の推論を述べた。

第 4 章では、MP-FSP 材中に PBZ を形成させないように FSP 施工間隔を設定しても、FSP 施工中にツールがずれてしまうという問題があることに着目し、FSP 施工中のツールのずれ量と FSP 施工条件の相関関係について調査した。その結果、母材強度が低いほど、FSP 施工中のずれ量が大きくなる傾向にあることを示した。

以上の研究にて得られた結果や、これまでになされてきた報告等を踏まえたうえで、今後の FSP の展望を考えると、例えば、鋳造材の改質法として適用が考えられる。また、材料表面の改質・複合化やポーラス材料の製造等にも期待が持てる。これにあたり、FSP ツ

ールの形状が相似であり、かつ、良好な施工条件に設定すれば、攪拌部(SZ)、熱機械影響部(TMAZ)および熱影響部(HAZ)の形状も概ね相似なものとなり、本研究で得られた知見のうち、FSP 施工間隔の違い（パス間距離がピン直径よりも狭い場合、同じ場合および広い場合）が及ぼすPBZの幅等の変化についてと、FSP 施工方向の違い（同一方向処理、交互方向処理）が及ぼすPBZの幅や形状等への影響についてであれば、十分に参考とすることが出来るものと考えられる。また、FSP ツールの形状が相似でなくとも、SZ と PBZ では組織や機械的特性が異なることについては、板厚、ツールの形状や材質、FSP 施工装置および被 FSP 施工材が 7075 アルミニウム合金でない場合であっても、本研究にて得られた知見等が活用できるものと推測される。このほか、超塑性の観点からすれば形成されることが望ましくない PBZ について、7075 アルミニウム合金において使用頻度の高い T6 材においては SZ よりも硬度が高いため、T6 材の PBZ については、何かしらの熱処理もせず FSP を施したままの状態、室温で使うことができるという長所が挙げられることから、PBZ の活用方法についても検討の余地はあるものと考えられる。しかし、FSP ツールを相似とし、導入される摩擦熱の量を計算上同じ（ショルダー径等によって求まるもの）としても、材料中における温度勾配や寸法効果等により、材料の流動やミクロ的な組織までが完全に同じものになるとは必ずしも言い切れない。また、ツールのずれ量についても、ショルダー径のほか、FSP 装置ごとのアームの剛性、材料を拘束する際の力等の変化が、ツールのずれ量にどのような影響を及ぼすのかも調査しなければならない。このほかにも、FSP もしくは FSW を施した材料に対し熱処理の付与等により熱が導入されることで先にも述べたとおり、攪拌部の一部で異常粒成長が生じるとの報告がなされており、FSP の本格的な実用化にあたっては、これら問題に対しいかに対応していけるかが鍵であると言える。いずれにしても、FSP については、基礎的な知見すら乏しいのが現状である。そのため FSP の応用について議論するのであれば、まずは基礎的な知見等を蓄積することが必要不可欠である。

これらを総合すると本研究にて得られた知見等は、摩擦攪拌プロセスを用いた広範囲の組織制御を実施するうえで、これまで詳細な報告のなされていなかった各パス間の組織について言及したこと、特に、パスを重ねる間隔がピン直径よりも大きくなると、各パス間に攪拌部とは異なる組織が明瞭に形成されることを新たに見出したこと、当該組織は攪拌部とは機械的特性、特に超塑性発現条件が異なることを明らかにしたこと等の点において、新規なものであると考えられる。また、摩擦攪拌プロセスを広範囲にわたって施工する際の材料組織と機械的特性の変化については、組織制御だけでなく、材料表面組織の複合化や材料内部欠陥の除去等に摩擦攪拌プロセスを適用する際にも活用可能であると考えられ、また、ツールのずれ量と FSP 施工条件に関する知見については、摩擦攪拌プロセスの応用元である摩擦攪拌接合においても非常に有益な知見となりうるものであるといえる。以上から、本研究にて得られた知見等は、高強度アルミニウム合金の更なる普及に寄与するものであるとともに、超塑性成形、摩擦攪拌プロセスおよび摩擦攪拌接合の今後の発展に貢

献するものであると考えられる。特に広範囲の摩擦攪拌プロセスの観点からすると、今回新たに見出した PBZ に関する知見等は、本研究における各種条件下のみに限らず、被 MP-FSP 施行材料、MP-FSP 施工条件およびツール条件等が変化しても応用可能な部分が多く、今回得られたデータ等は MP-FSP の基礎的知見の蓄積に大きく寄与するものであるといえる。これらより本研究にて得られた知見等は、工学的・社会的に有用なものであると判断する。

## 謝辞

本研究を遂行するにあたり，懇切丁寧なご指導・ご鞭撻を賜りました茨城大学教授 伊藤 吾郎 先生ならびに同大学名誉教授 本橋義信先生に，心よりの感謝を申し上げます．両先生には金属材料，特にアルミニウム合金に関する基礎知識，論文の書き方，研究に対する考え方や心構え，各種学会等における論文の発表方法のほか，社会人としての研究業務への取り組み方等，様々な事案についてご教示賜りました．また，国内，国外を問わず，様々な学会に参加する機会を与えて頂きました．両先生の下で得た知識や経験は，今後の業務における礎になるものと考えます．

また，各種実験を行う際に有益かつ的確なご指導・ご助言を頂きました茨城大学 佐久間隆昭 様，伊藤研究室の皆様，本橋研究室の皆様に深く感謝の意を表します．

最後に，第 2，3 章に記した研究に関しては，株式会社日立製作所日立研究所の朴勝煥博士ならびに平野聡博士に試料を作製して頂き，また，東北大学の佐藤裕准教授ならびにセルゲイ・ミロノフ博士には EBSD 解析にご協力頂きました．また第 4 章に記した研究に関しては，茨城県工業技術センターの行武栄太郎様には FSP 施工装置をお貸しして頂きました．ここに深く感謝の意を述べます．