

摩擦攪拌プロセスの攪拌効果と温度履歴を利用  
した熱処理型アルミニウム合金鋳物の改質

山梨大学大学院  
医学工学総合教育部  
博士課程学位論文

2014年09月

猿渡 直洋



# 目次

第 1 章 緒論 .....	1
1.1 研究背景 .....	1
1.1.1 アルミニウムの概略 .....	1
1.1.2 AC4CH アルミニウム合金鑄造材 .....	3
1.1.3 AC4CH 合金に対するミクロ組織改良の現状と問題点 .....	7
1.1.4 摩擦攪拌プロセス .....	11
1.1.4.1 摩擦攪拌プロセスの概要 .....	11
1.1.4.2 摩擦攪拌プロセスを用いた従来の研究 .....	13
1.2 研究目的および論文の構成 .....	15
参考文献 .....	19
第 2 章 急速昇温を伴う高温短時間溶体化処理が材料特性に及ぼす影響 .....	23
2.1 緒言 .....	23
2.1.1 高周波誘導加熱 .....	23
2.1.2 研究目的 .....	24
2.2 実験試料および方法 .....	25
2.3 試験片の加熱状況 .....	36
2.4 急速昇温を伴う溶体化処理が材料特性に及ぼす影響 .....	41
2.4.1 溶体化温度の影響 .....	41
2.4.2 溶体化時間の影響 .....	47
2.4.3 昇温速度の影響 .....	50
2.5 高温短時間溶体化処理が材料特性に及ぼす影響 .....	53
2.5.1 ミクロ組織 .....	53
2.5.1.1 金属間化合物 .....	53
2.5.1.2 初晶 $\alpha$ -Al 相中の Mg および Si 濃度 .....	58
2.5.1.3 金属間化合物の大きさが消失および状態変化に及ぼす影響 .....	61
2.5.1.4 共晶 Si 粒子 .....	65
2.5.2 機械的性質とミクロ組織の相互関係 .....	66
2.5.2.1 引張特性と硬さ .....	66
2.5.2.2 Mg および Si 濃度が機械的性質に及ぼす影響 .....	68

2.5.2.3 共晶 Si 粒子の形態変化が延性に及ぼす影響.....	71
2.6 昇温速度が共晶 Si 粒子形態に及ぼす影響 .....	74
2.6.1 共晶 Si 粒子の形態変化 .....	74
2.6.2 昇温速度が引張特性に及ぼす影響 .....	88
2.7 結言 .....	95
2.8 補足 .....	98
補足 1 溶体化処理後の室温放置時における導電率変化.....	98
参考文献 .....	99
<b>第 3 章 共晶 Si 粒子の分散状態が材料特性に及ぼす影響 .....</b>	<b>102</b>
3.1 緒言 .....	102
3.1.1 研究目的 .....	102
3.2 実験試料および方法 .....	102
3.3 実験結果および考察.....	107
3.3.1 ECAP 加工に伴うミクロ組織変化 .....	107
3.3.2 共晶 Si 粒子の分散状態の定量評価 .....	111
3.3.3 共晶 Si 粒子の分散状態が引張特性に及ぼす影響.....	121
3.4 結言 .....	135
3.5 補足 .....	136
補足 1 ECAP 加工が共晶 Si 粒子形態に及ぼす影響.....	136
参考文献 .....	143
<b>第 4 章 摩擦攪拌プロセス時の摩擦による温度履歴が材料特性に及ぼす影響 ..</b>	<b>144</b>
4.1 緒言 .....	144
4.1.1 研究目的 .....	144
4.2 FSP 装置の製作および予備検討 .....	144
4.2.1 FSP 装置の製作 .....	145
4.2.2 FSP 装置の構成および仕様 .....	146
4.2.3 温度履歴付与状況の調査 .....	150
4.2.3.1 実験試料および方法 .....	150
4.2.3.2 実験結果および考察.....	153
4.2.4 冷却状況の調査 .....	169
4.2.4.1 実験試料および方法 .....	169

4.2.4.2 実験結果および考察.....	171
4.2.5 小活 .....	177
4.3 FSP 時の温度履歴が材料特性に及ぼす影響.....	178
4.3.1 実験試料および方法 .....	178
4.3.2 実験結果および考察 .....	179
4.3.2.1 温度履歴.....	179
4.3.2.2 ミクロ組織および機械的性質.....	182
4.3.3 小活 .....	190
4.4 今後の課題と展望.....	191
4.5 結言 .....	192
参考文献 .....	194
<b>第 5 章 結論 .....</b>	<b>195</b>
<b>謝辞 .....</b>	<b>202</b>
<b>研究業績.....</b>	<b>203</b>

# 第 1 章 緒論

## 1.1 研究背景

### 1.1.1 アルミニウムの概略

アルミニウムは工業的な利用が始まって 100 年余りと、金属材料の中では比較的新しい材料であるが、以下に示すような優れた特徴<sup>1)2)</sup>を有するため、今日では幅広い分野で利用されている。

- 軽量

密度が鉄や銅の 1/3 程度であり、航空機、船舶、車両などの輸送分野や建築、土木の分野において軽量化に役立っている。

- 強度

銅、マグネシウム、マンガン、ケイ素、亜鉛などを添加し合金化したり、圧延などの加工や熱処理を施したりすることで強度を向上させることが可能である。例えば、超々ジュラルミン(Al-Zn-Mg-Cu 系)では鋼材に匹敵する強度を有する。

- 耐食性

大気中で酸化皮膜を表面に形成し自己防衛するため、優れた耐食性を有する。耐食性をさらに高め、強度を兼ね備えたアルミニウム合金は建築、自動車、船舶、海洋開発の分野に利用されている。

- 加工性

展延性に富み、板、箔、棒、管、線形材などの種々の形状の製品を容易に製造することが可能である。鋳造などの熔融成形加工や切削などの除去加工も比較的容易である。

- 電気伝導性

銅の約 60%の導電率を有するため、同じ重量の銅と比較して約 2 倍の電流を通すことが可能である。そのため、高電圧の送電線などの導電体として広く使われており、今後は自動車のワイヤーハーネスへの適用拡大が期待されている。

- 熱伝導性

アルミニウムの熱伝導率は鉄の約 3 倍であり、熱伝導性に優れる。そのため、熱交換器、エンジン部品、冷暖房装置などに多用されている。

- 非磁性

電磁気の磁場にほとんど影響されず磁気を帯びることがないため、パラボラアンテナや舟の磁気コンパスなどの計測機器、電子医療機器、メカトロニクス機器などに利用される。

- 無毒性

人体に対する毒性がなく食品類との反応もないため、食品包装容器や家庭用器物に適する。

- リサイクル性

使用後のアルミニウム製品を再融解することで、地金を再生することが可能である。再生地金を製造する際に必要なエネルギーは新地金を精錬する場合と比較して僅か3%程度であり、経済的な材料である。

アルミニウムを工業利用する場合、機械的、物理・化学的といった諸性質を確保するために合金化することが一般的である。アルミニウム合金は鋳物、ダイカストなどの鋳造材と板、棒、管などの展伸材に大別される。さらに、鋳造材および展伸材には、熱処理を施して強度を確保する熱処理型合金と、鋳造まま、もしくは圧延、押出し、引抜きなどの熱間および冷間加工によって強度を確保する非熱処理型に分けられる。

前述のような優れた特徴を有するアルミニウム合金は、温暖化や大気汚染などの地球環境問題の対策において極めて重要な金属材料である。温暖化や大気汚染の原因の一端とされているCO<sub>2</sub>の排出量の約2割は、自動車、航空機、船舶および鉄道などの運輸部門から排出される(2011年時点)<sup>3)</sup>。運輸部門の中でも特に自動車からの排出量が最も多く、運輸部門の約9割を占めている(2011年時点)<sup>4)</sup>。そのため、自動車からの排気ガスの削減が昨今の課題となっている。自動車の排気ガス削減、つまりは自動車の燃費向上に対しては車両の軽量化が有効であり<sup>5)</sup>、重い鉄鋼材料から軽量で比較的強度も高いアルミニウム合金への置換が進められている。

自動車に使用されるアルミニウム合金の約8割は、鋳物やダイカストなどの鋳造材である<sup>6)</sup>。アルミニウム合金鋳物は、①複雑形状の製品を高い寸法精度で一体成形することが可能、②多品種少量生産から大量生産まで対応が可能、③競合する材料・工法と比較してコストパフォーマンスが高い、④強度が比較的高く熱伝導性に優れることなど工業的および材料特性的に優れた利点が多い<sup>6)~8)</sup>。これらの利点から、これまでは自動車のエンジン関係部品やホイールなどに使用されてきた。また最近では、鋳造技術の改善によりガス欠陥などの鋳造欠陥を低減することで、サブフレーム、サスペンションアームやストラットハウジングなどの強度を必要とする車体部品および足回り部品に対するアルミニウム合金鋳物の適用が実現され始めている<sup>9)~11)</sup>。

以上から、自動車におけるアルミニウム合金鋳造材の用途は拡大傾向にあり、今後はアルミニウム合金鋳造材の更なる高機能化、つまり強度や延性などの機械的性質の改善が要求されると考えられる。

### 1.1.2 AC4CH アルミニウム合金鑄造材

AC4CH アルミニウム合金鑄造材(以降, AC4CH 合金と略す)は, 溶湯の流動性や鑄型充填性などの鑄造特性に優れた Al-Si 系合金に少量の Mg を添加したうえ, Fe 含有量を厳しく制限した合金である. 表 1.1 に JIS で規定される AC4CH 合金の化学組成を示す. Mg 添加により時効析出挙動が発現するため, 熱処理により  $Mg_2Si$  の中間相を析出させることで強度が向上する. さらに Fe 含有量を厳しく制限しているため, Fe 系金属間化合物の晶出量が抑制されることで優れた延性, 靱性が確保される. これらの特徴から, AC4CH 合金はエンジン関係部品やホイール, ステアリングナックルなどの自動車の保安部材として大量に用いられており<sup>9),12)</sup>, 今後も自動車部品に対する用途拡大が期待される合金である.

前述のように, アルミニウム合金鑄造材の用途拡大を目指す場合, 機械的性質の改善が必須であると考えられる. 一般的に, 材料の機械的性質はマイクロ組織構造に支配される. 図 1.1 に AC4CH 合金 (JIS 舟金型, 重力鑄造)のマイクロ組織を示す. AC4CH 合金のマイクロ組織は主に, デンドライト状の初晶  $\alpha$ -Al 相(Al)とその間隙をネットワーク状に取り囲む共晶部から構成される. 共晶部は, 共晶  $\alpha$ -Al 相(Al)と共晶 Si 粒子から構成される. また, Fe 系化合物や  $Mg_2Si$  相などといった金属間化合物も存在する. 以下に, AC4CH 合金のマイクロ組織と機械的性質との相互関係に関して簡潔にまとめる.

#### 鑄造欠陥(数 $\mu m$ ~ 数百 $\mu m$ オーダー)

鑄造においては, ①凝固収縮に起因した引け巣, ②溶湯中に溶解していた水素が凝固に伴う溶解度の減少により気泡として鑄物中に発生するガス欠陥, および③溶湯が大気と触れることで生じる酸化皮膜を代表とする介在物などの鑄造欠陥が発生する. これらの鑄造欠陥は製品に外力が加わった際に破壊の起点となりやすいため, 延性や破壊靱性, 疲労強度に対して悪影響を及ぼすことが確かめられている<sup>13)~22)</sup>.

#### 共晶 Si 粒子(数 $\mu m$ ~ 数十 $\mu m$ オーダー)

Al-Si<sub>2</sub> 元系合金は, 557°Cにおいて 12.6(mass%, 以降特に記述が無い限りは, 原子濃度は mass% で表す)に共晶点を持つ共晶系である. アルミニウムに対する Si の最大固溶量は 1.65% (577°C)であるため<sup>23)</sup>, 添加された Si のほとんどは共晶 Si 粒子として晶出する. 晶出した共晶 Si 粒子の形態(大きさや形状)や分散状態は延性や破壊靱性, 疲労強度に対して大きく影響する<sup>24)~29)</sup>. アルミニウム合金鑄造材では, 変形に伴い Si 粒子の破壊あるいは母相(Al)と Si 粒子の界面における剥離に起因してボイドの核が生成され, それらのボイドが成長・合体することで破壊が進展することがよく知られて



いる<sup>30)</sup>。特に、粗大でいびつな形状を有する Si 粒子は、アルミニウム母相の変形に対して変形しきれず応力集中を生じやすく破壊の起点となりやすい。そのため、Si 粒子を微細かつ球状に晶出させる手段として、凝固時の冷却速度<sup>31)</sup>や、Na, Sr や Sb などの添加による改良処理<sup>32)33)</sup>が検討された。また上述した破壊の進展機構から、Si 粒子が密集する共晶部では変形時にボイドが多く発生するため破壊の進展が助長されると考えられる。破壊の進展を抑制するためには、Si 粒子を組織中に均一分散させることが効果的であると推察される。

#### デンドライトアームスペーシング(～数十 μm オーダー)

AC4CH 合金では、アルミニウム固溶体が初晶 α-Al 相としてデンドライト状に晶出する。デンドライトの 2 次枝間隔(Dendrite Arm Spacing, 以降, DASII と称す)は casting 時の冷却速度の $-1/3$  乗に比例して減少する<sup>12)</sup>。DASII が小さい場合では、伸び、衝撃強さ、耐力、引張強さ、疲労強度が向上する<sup>12),31)</sup>。

#### Fe 系金属間化合物(数 μm～数十 μm オーダー)

アルミニウムにおける Fe の最大固溶量は 0.03～0.05%(655℃)であるため<sup>34)</sup>、合金中に存在する Fe のほとんどは金属間化合物を形成する<sup>35)</sup>。Fe 系金属間化合物は、その組成にもよるが板状、塊状やチャイニーズスクリプト状などの形状を有し、共晶 Si 粒子と同様に変形時に破壊の起点となるため、延性や衝撃強さを低下させる原因となる<sup>36)</sup>。

#### 析出物(数 nm～数百 nm オーダー)

前述のように、AC4CH 合金は熱処理型合金であり次項で述べる熱処理を施すことにより、アルミニウム母相(初晶および共晶 α-Al 相)中に Mg<sub>2</sub>Si の中間相(β<sup>''</sup>)が析出する。この析出物は転位の移動に対して障害となるため、析出物をアルミニウム母相中に微細かつ高密度に析出させることで、硬さや耐力などの強度が向上する。

以上にまとめたマイクロ組織と機械的性質の関係性から、AC4CH 合金の機械的性質を向上させるためには、**図 1.2** に模式的に示すようなマイクロ組織の改良が有効であると考えられる。延性や破壊靱性、疲労強度を向上させるために引け巣やガス欠陥および介在物などの casting 欠陥を低減することが要求される。同様に、変形時に応力集中を生じ易い共晶 Si 粒子や Fe 系金属間化合物を微細かつ球状に改良し、組織中に均一分散させることが望ましいと考えられる。さらに、アルミニウム母相の強度を向上させるために、微細な析出物を高密度に析出させることが望まれる。

表 1.1 AC4CH 合金の化学組成 (mass%)

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ni	Ti	Pb	Sn	Cr	Al
JIS AC4CH	6.5- 7.5	- 0.2	- 0.1	- 0.1	0.25- 0.45	- 0.1	- 0.05	- 0.2	- 0.05	- 0.05	- 0.05	bal.

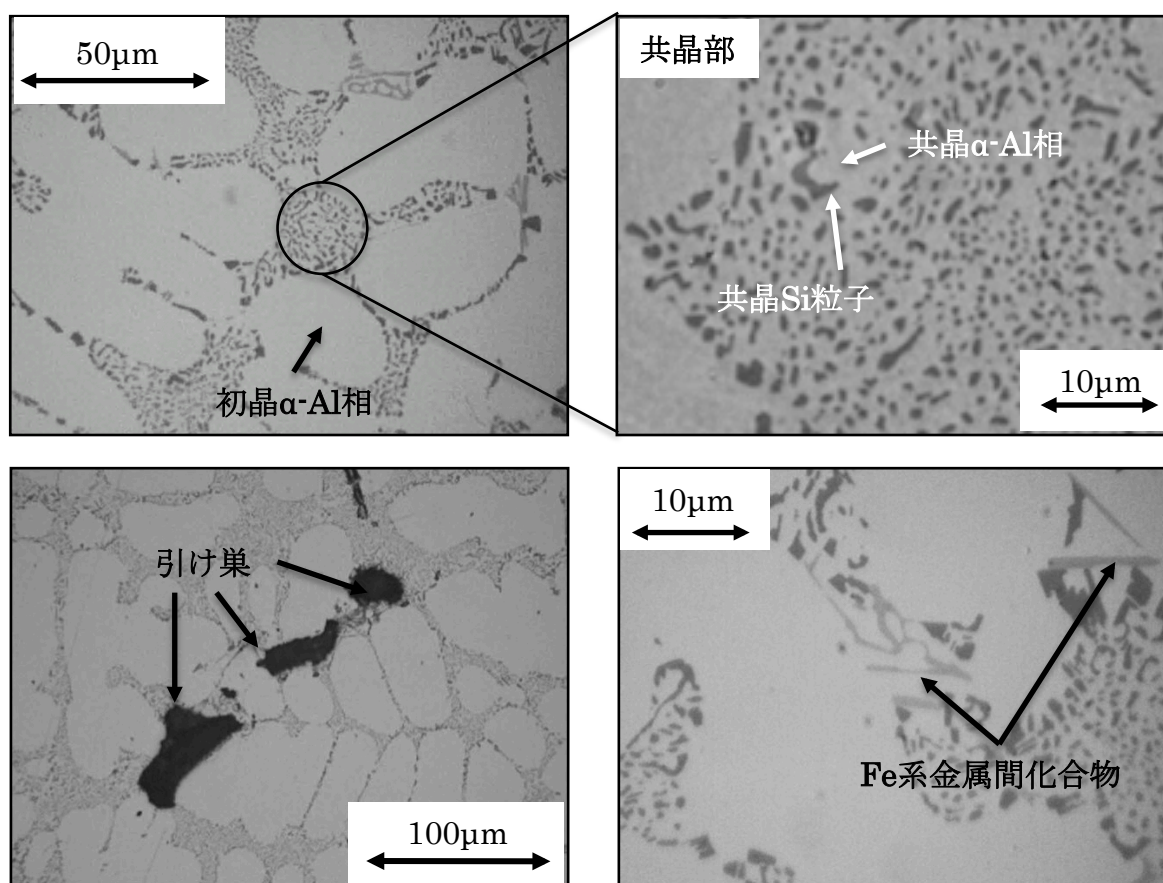


図 1.1 AC4CH 合金のマイクロ組織

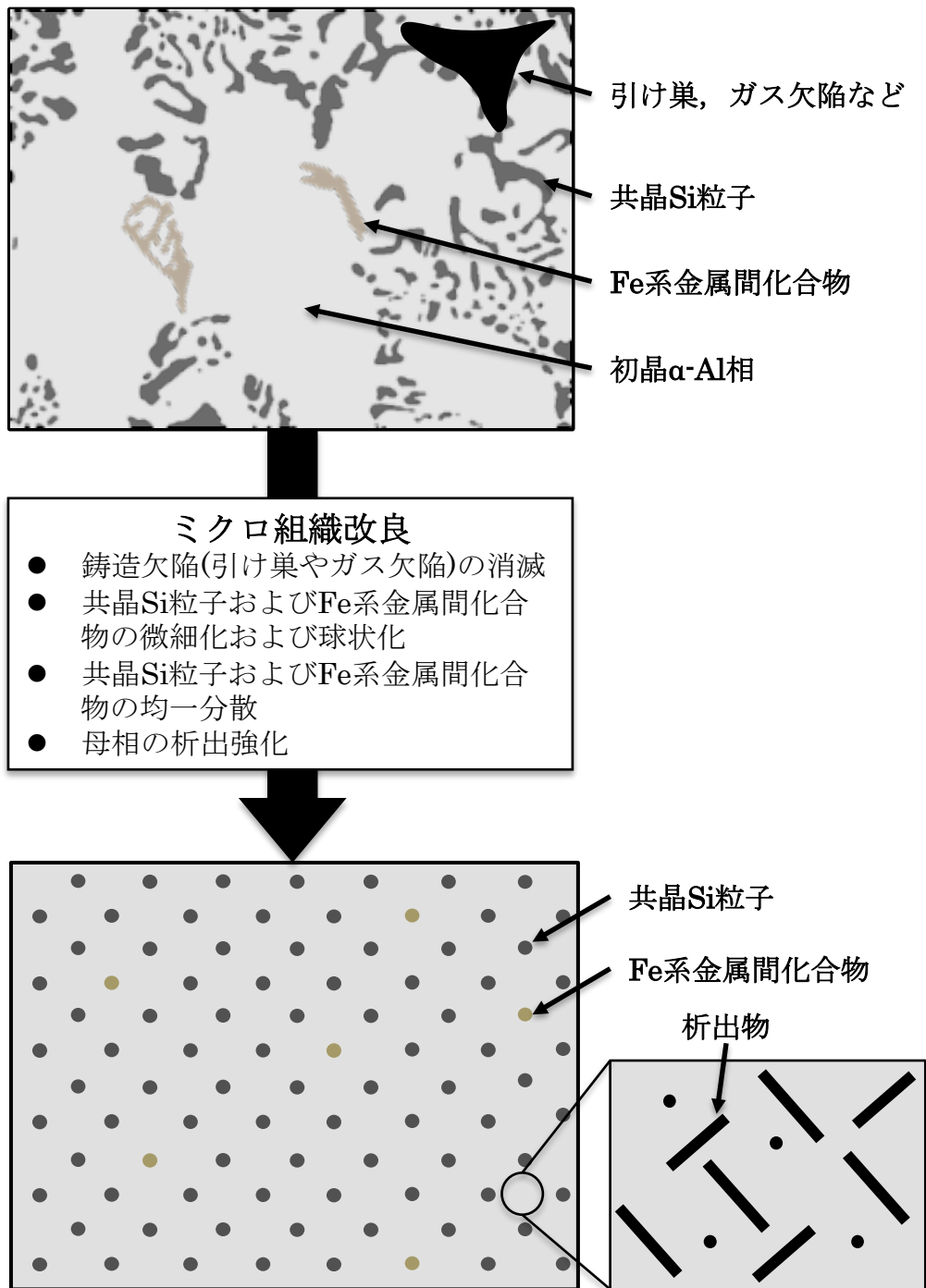


図 1.2 AC4CH 合金における理想的なマイクロ組織状態

### 1.1.3 AC4CH 合金に対するマイクロ組織改良の現状と問題点

マイクロ組織改良の手法としては、古くから鑄造方法の改善、具体的には、高真空ダイカスト法や高圧鑄造法(溶湯鍛造法、スクイズキャスト法)、半熔融・半凝固鑄造法(セミソリッドダイカスト法)などの特殊ダイカスト法が検討されている<sup>37),38)</sup>。これらの特殊ダイカスト法では、従来の重力鑄造法やダイカスト法に発現するガス欠陥および引け巣の低減やマイクロ組織の微細化が実現され、機械的性質の改善に対して有効であることが確かめられている<sup>39)~44)</sup>。

一方最近では、鑄造後の後処理によるマイクロ組織改良、具体的には、熱処理条件の検討や強ひずみ加工の適用など多面的なアプローチが行われている。以下にその概要を述べる。

#### ● 熱処理

始めに、AC4CH 合金の熱処理に関して簡潔に説明する。AC4CH 合金は添加元素として Mg と Si が存在するため、Al-Mg<sub>2</sub>Si の擬 2 元系合金と考えることができる。図 1.3 に Al-Mg<sub>2</sub>Si の擬 2 元系平衡状態図を示す。母相の α-Al に対する Mg<sub>2</sub>Si の最大固溶度は共晶温度の 595℃において 1.85%であり、Mg<sub>2</sub>Si の固溶度は温度の低下とともに急激に減少して、室温付近ではほぼゼロとなる。この溶解度の変化に起因して、優れた時効硬化性を示す。一般的に AC4CH 合金では、図 1.4 に示す工程で熱処理(T6)が施される。溶体化処理では、溶質元素(Mg および Si)を母相(Al)中に均一に固溶させることや共晶 Si 粒子の球状化を目的として、固相線温度より低く溶解度曲線以上の温度領域で適当な時間保持を行う。その後、室温において過飽和固溶体を得るための急冷(焼入れ)を経て、適当な温度で保持する時効処理において過飽和に固溶した Mg および Si を Mg<sub>2</sub>Si の金属間化合物の中間相(β'')として析出させる。この中間相が転位の移動を妨げる役割を担うために強度や延性が上昇する。

以上に述べた熱処理において、極めて重要となる工程は溶体化処理である。溶体化処理において溶質元素を母相に十分に拡散・固溶させたほど、後に時効処理を施した際の析出量が増加するため強度の向上において有効となる。一般的に、AC4CH 合金の溶体化処理は 535℃で数時間の保持が実施される<sup>12)</sup>。一方、上記温度よりも高温で溶体化処理を施した場合では、元素の拡散が活発になるため、添加元素の固溶を促進させることが可能である。しかしながら、拡散の活発化は共晶 Si 粒子の粗大化をもたらす。粗大化した共晶 Si 粒子は変形時に破壊の起点になり易いため、延性や靱性低下の原因となる。このように固相線温度直下の高温領域における溶体化処理は、固溶の促進という点からは効果的であるが、延性や靱性の観点からは有効でないというトレードオフの関係が示される。このトレードオフの関係を改善するために検討されている方法が高温短時間溶体化処理<sup>45)~50)</sup>である。高温短時間溶体化処理では、高温で溶体化処理を施すことにより母相中の添加元素の固溶を促進するとともに、溶体化時間を短縮することにより共晶 Si 粒子の粗大化を抑制することが可能である。加えて

溶体化処理時間の短縮が図れることから、効率化といった点でも効果的である。

高温短時間溶体化処理を実現するには、熱処理装置の温度制御性が重要となり、具体的には、処理時間を短縮するための急速昇温や高温領域における優れた温度安定性が要求される。一般的に溶体化処理には電気炉が用いられるが、高温短時間溶体化処理に関する研究では、電気炉と比較して急速な昇温が可能である塩浴炉や流動層炉を用いて研究が行われた。Zhang ら<sup>47)</sup>は A356 合金 (JIS:AC4CH に相当) について、塩浴炉を用いた急速昇温 (室温から 505°C に至るまでの正味時間が 30s) 並びに短時間の溶体化処理を施した際のミクロ組織と機械的性質を調べている。それによると、550°C で 30min 溶体化処理を施した場合、同温度で 6h の処理を施した試料の 95% 程度の最大引張強さが得られると報告している。また、入之内ら<sup>49)</sup>は AC4CH 合金について、流動層炉を用いて溶体化温度が Al-Si-Mg の三元共晶温度近傍の 560°C、溶体化時間が 30min の条件下において溶体化処理を施した場合、大気炉を用いて溶体化温度が 540°C、溶体化時間が 300min の溶体化処理を施した場合に対して、強度が約 16% 向上したと報告している。

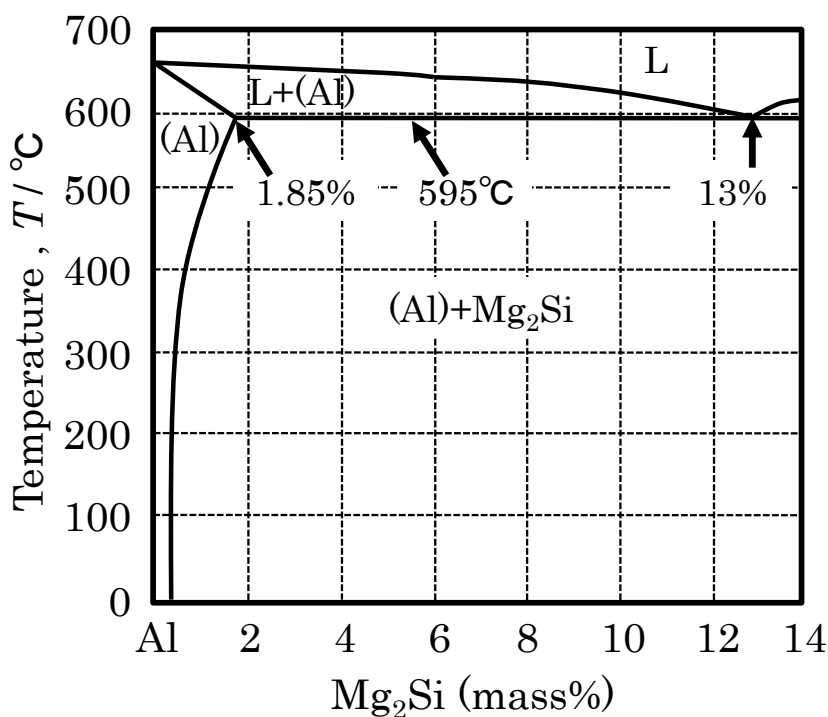


図 1.3 Al-Mg<sub>2</sub>Si 擬 2 元系状態図

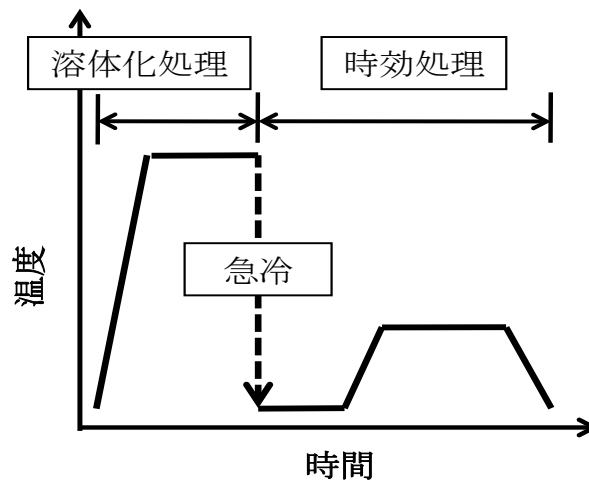


図 1.4 AC4CH 合金の熱処理工程

- 強ひずみ加工

ECAP(Equal-Channel Angular Pressing, 以降, ECAP と略す)<sup>51)</sup>や ARB(Accumulative Roll-Bonding, 以降, ARB と略す)<sup>52)</sup>および摩擦攪拌プロセス(Friction Stir Processing, 以降, FSP と略す)<sup>53)</sup>などの強ひずみ加工を用いた巨大ひずみの導入により, 溶解・凝固に起因した鑄造組織を改良し機械的性質を改善する試みが行われている. 以下に, それぞれの加工の特徴とアルミニウム合金鑄造材に関する研究例を簡潔に述べる.

#### ECAP(Equal-Channel Angular Pressing)

ECAP 加工とは, 図 1.5 に示すように同じ寸法を有し金型中で交差する溝に材料を押し出し, 角度のついた部分で材料にせん断変形を与えるもので, 加工前後で材料の断面形状が変化しないため原理的には押し出す回数に制約がなく, バルク状態で巨大な加工ひずみを導入できる強ひずみ加工法である<sup>54),55)</sup>. ECAP 加工では, ①巨大ひずみの導入による加工硬化に起因した強度の向上が可能である. また, ②動的あるいは静的回復・再結晶と組み合わせることによりサブミクロンレベルの超微細粒組織が達成されるため延性が著しく改善される. アルミニウム合金鑄造材に対して ECAP 加工を施した場合では, せん断変形により粗大なデンドライト状の  $\alpha$ -Al 相や Si 粒子が破壊され微細化することや引け巣およびガス欠陥などの鑄造欠陥の消滅に起因して引張強さや延性が向上することが報告されている<sup>56),57)</sup>. AC4CH 合金に関しては, ECAP 加工に伴うせん断変形に起因した共晶 Si 粒子の均一分散により, 耐力や破断伸びなどの引張特性が向上することが報告されている<sup>58)</sup>.

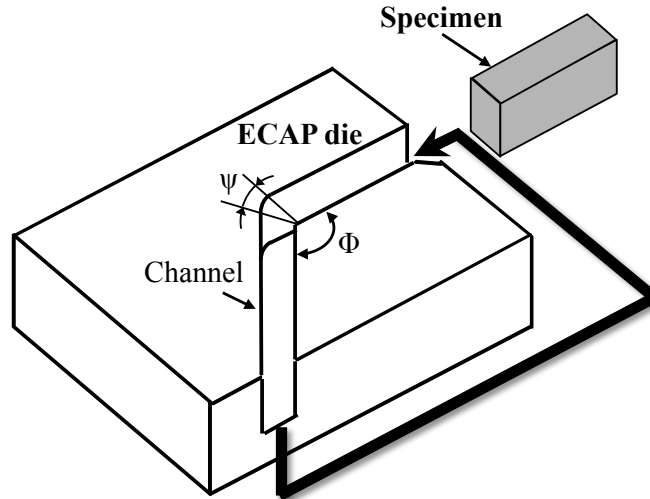


図 1.5 ECAP の概略図

### ARB(Accumulative Roll-Bonding)

ARB とは，図 1.6 に示すように板材を重ね合わせ接合圧延し，その後切断した板材をさらに重ね合わせて接合圧延を繰り返すことで巨大な加工ひずみを導入し超微細粒組織を達成する方法である<sup>52)</sup>。Jamaati ら<sup>59)</sup>は，半凝固ダイカスト法により作製した A356 合金に対して ARB を適用し，ARB サイクル数がマイクロ組織と機械的性質に及ぼす影響を調べた。その結果，ARB サイクル数の増大に伴い共晶 Si 粒子の微細球状化および均一分散が進展することに起因して，引張強さや延性が向上すること報告されている。

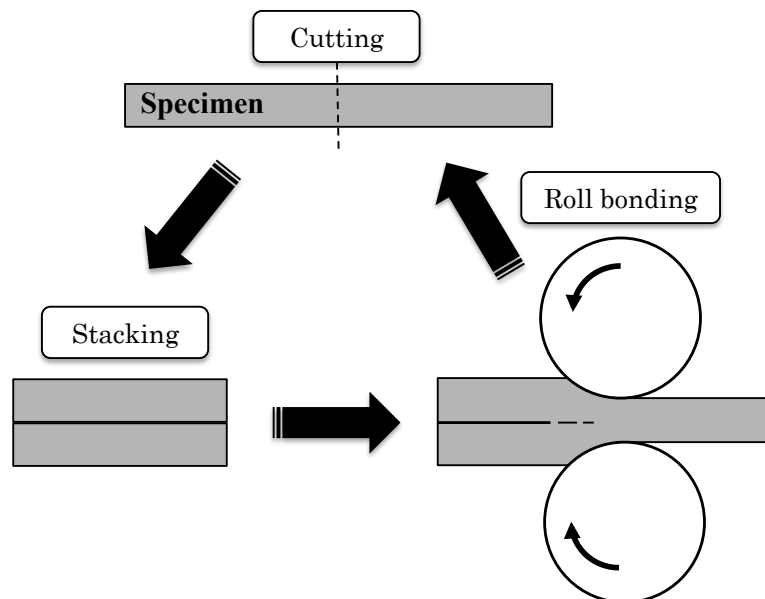


図 1.6 ARB の概略図

## FSP(Friction Stir Processing)

FSP に関しては次節にて詳しく述べる。

以上に述べたように、鋳造後の後処理、具体的には、熱処理条件の検討や強ひずみ加工の適用などによるマイクロ組織改良の有用性が確かめられており、従来の溶体化温度と比較して 15~25℃程度高温で実施する高温溶体化処理では、数十分程度の短い保持時間で優れた機械的性質が得られることが確かめられている。しかしながら、機械的性質の向上に寄与すると考えられる溶体化処理中に生じるマイクロ組織変化、具体的には、溶質元素の拡散・固溶挙動などを詳細に調べた研究例は少ない<sup>47)</sup>。また、ECAP や ARB および後述する FSP などの強ひずみ加工を AC4CH 合金に適用した場合、巨大なひずみの導入により溶解・凝固に起因した鋳造組織の改良、具体的には①引け巣などの空隙の改善、②初晶  $\alpha$ -Al 相や共晶 Si 粒子の微細化および③共晶 Si 粒子の均一分散が達成され、これらの相乗効果により機械的性質、特に引張特性が改善されることが明らかとなっている。上記①および②が機械的性質及ぼす影響に関しては、多くの研究者が詳細に調べておりある程度の定量的な知見が得られている<sup>17)・28)・31)</sup>。そのため、強ひずみ加工に伴う上記①および②が機械的性質を向上させる要因として作用することは明白と判断される。一方上記③に関しては、共晶 Si 粒子の分散状態と機械的性質の相互関係を定量的に評価した報告はほとんど無く、共晶 Si 粒子の分散状態が機械的性質に及ぼす影響に関しては不明瞭である。そのため、共晶 Si 粒子の分散状態と機械的性質の相互関係を精査することは、強ひずみ加工の適用によるアルミニウム合金鋳造材の鋳造組織改良の有用性に関して重要な知見を与えるると推察される。

### 1.1.4 摩擦攪拌プロセス

#### 1.1.4.1 摩擦攪拌プロセスの概要

摩擦攪拌プロセス(Friction Stir Processing, 以降、FSP と略す)<sup>53)</sup>とは、1991年に英国の TWI(The Welding Institute of the United Kingdom)が開発した摩擦攪拌接合(Friction Stir Welding, 以降、FSW と略す)<sup>60)</sup>を材料のマイクロ組織制御方法として応用したものである。図 1.7 に FSP(もしくは FSW)の概要および一般的な工程を示す。FSP では、回転するツールを供試材に押し当てることで、摩擦熱により軟化した供試材をツール先端に設けたプローブおよびツールのショルダー部で攪拌し、攪拌に伴う塑性流動によりマイクロ組織を微細化および均一化することが可能である。一般的に行われる FSP の工程としては、始めに、回転するツール(先端のプローブ)を供試材に押し当て、摩擦熱により供試材を軟化させる(図 1.7-1)。つづいて、軟化した供試材にプローブを挿入する(図 1.7-2)。その後、攪拌領域を拡大するために、ツールを供試材に対して水平移動させる(図 1.7-3)。最後に、供



試材からプローブを引き抜く(図 1.7-4). 図 1.8 には FSP(もしくは FSW)を施した際に得られる断面組織を模式的に示している. プローブやツールショルダー部により組織が攪拌される部分は攪拌部(Stir Zone)と呼ばれ, 攪拌に伴う塑性流動と温度上昇により低転位密度で結晶粒径が数  $\mu\text{m}$  以下かつ等軸の再結晶組織となる. 攪拌部の外側では, 結晶粒が伸長した状態の熱加工影響部(Thermo Mechanically Affected Zone : TMAZ)が存在する. さらにその外側には, 塑性変形は生じないが摩擦熱の影響を受けた熱影響部(Heat Affected Zone : HAZ)が存在する<sup>61)</sup>. さらに FSP では, ①固相状態でのマイクロ組織制御が可能, ②局所的なマイクロ組織制御が可能および③容易かつ安価に実施が可能といった特徴を有する.

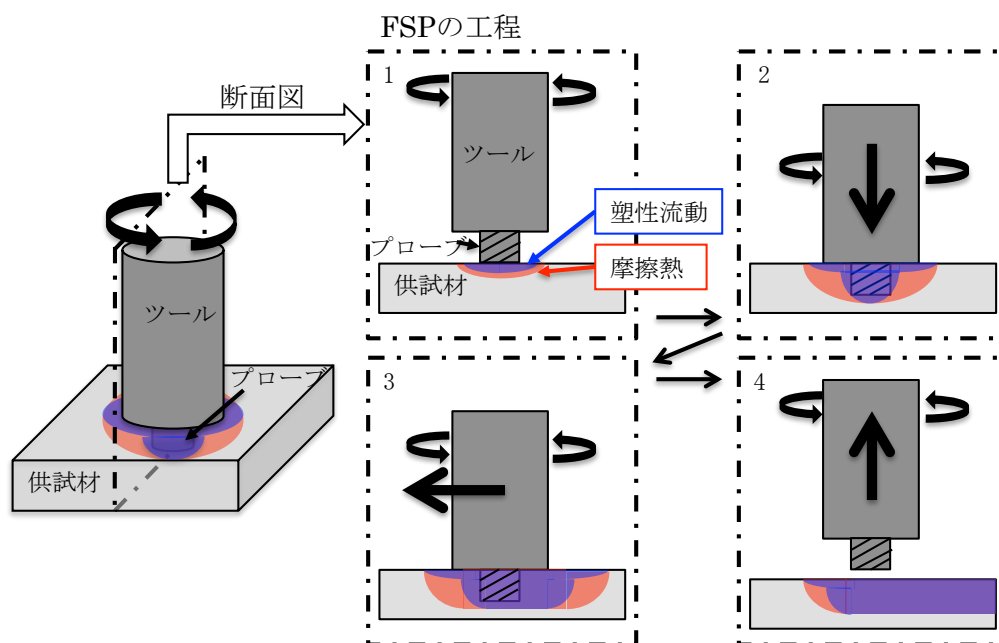


図 1.7 FSP の概略図

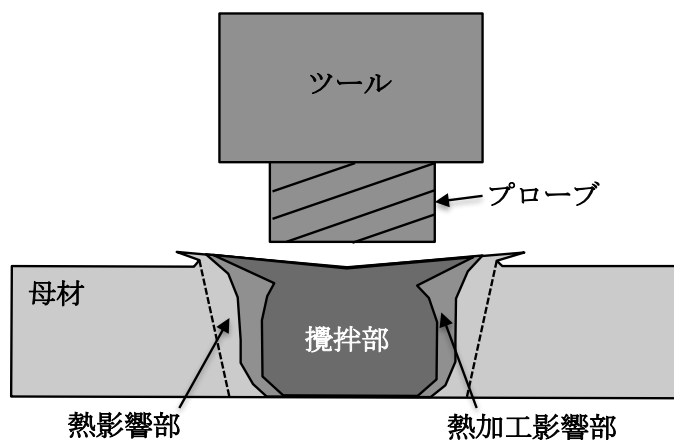


図 1.8 FSP(or FSW)を施した際の断面組織の模式図

#### 1.1.4.2 摩擦攪拌プロセスを用いた従来の研究

FSP は優れたマイクロ組織改良が可能であるため、アルミニウム合金を中心とした金属材料に対して、超塑性の付与や複合表面の生成、アルミニウム合金と金属基複合材料の均質化および鋳造材の組織改質などを達成する手法として適用されている<sup>62)</sup>。

アルミニウム合金鋳造材に対する FSP の研究例を図 1.9 に示す。自動車用エンジン部品に多用される Al-Cu-Si 系の AC2B 合金や Al-Si-Mg 系の AC4C 合金、ダイカスト用合金である Al-Si-Cu 系の ADC12 合金などに関して適用した研究もあるが<sup>63)~68)</sup>、エンジン部品、ホイールや足回り部品などの自動車の保安部材として多用される AC4CH 合金(A356 合金)に関する報告が多い。以下に、AC4CH 合金(A356 合金)に関する研究例を簡潔にまとめる。Sharma ら<sup>69)</sup>は、FSP を施した試料の疲労挙動を調べており、FSP によりガス欠陥や引け巣などの空隙が消滅することや共晶 Si 粒子の微細化および均一分散が達成されることに起因して、疲労限度が鋳放し材と比較して 80%以上も改善されることを明らかにした。Ma ら<sup>70)</sup>は、FSP を施した試料が高温において超塑性を発現することを報告している。またその報告では、攪拌部では初晶  $\alpha$ -Al 相のデンドライト形状は破壊され、動的再結晶により結晶粒径が 3 $\mu$ m 以下まで微細化されるという興味深い結果も得られている。Santella ら<sup>71)</sup>は、FSP を施した試料の引張特性を調べており、FSP に伴うマイクロ組織の微細化および均一化に起因して引張強さや破断伸びが著しく改善されることを明らかにした。Ma ら<sup>72)</sup>および植松ら<sup>73)</sup>は、FSP 後の熱処理(T6 処理)の影響に関して検討した。それらの報告では、共晶 Si 粒子の分散状態に対する熱処理の影響は小さいものの、熱処理に伴い Al 母相や Si 粒子の粗大化が生じることが示された。このことから、組織の粗大化を極力低減するような FSP 後の熱処理条件の確立が課題とされた。また、FSP により得られる組織状態は FSP 条件に大きく左右されることから、ツール回転速度や送り速度などの FSP パラメータの検討<sup>74)</sup>や、ツールおよびプローブの形状に関する検討<sup>74)</sup>、さらには FSP を複数パス施すマルチパス FSP に関する検討<sup>75)</sup>などが行われた。

以上に述べた従来の研究をまとめると、アルミニウム合金鋳造材に対して FSP を適用した研究では、攪拌に伴う塑性流動に起因したマイクロ組織改良により機械的性質の向上を目指した研究が多く、①ガス欠陥や引け巣の消滅、②共晶 Si 粒子および他の第 2 相粒子の微細化並びに均一分散および③デンドライト状の初晶  $\alpha$ -Al 相の消滅ならびに動的再結晶による微細化が実現され、これらマイクロ組織改良の効果により機械的性質の改善が達成されるようである。一方、展伸材の熱処理型アルミニウム合金に対して FSP もしくは FSW を施した場合、摩擦熱に起因した固溶・析出状態の変化が機械的性質を左右する傾向がある<sup>76)~84)</sup>。例えば、Y.S.Sato<sup>77)</sup>らは A6063 合金(Al-Mg-Si 系)の T5 処理材に対して FSW を施した試料の硬さを調べており、接合部周辺(攪拌部)では結晶粒が微細化するものの摩擦熱による温度上昇に伴い析出物の再固溶が生じて、母材と比較して硬さが低下すること報告している。つまり FSP 時の摩擦熱による温度上昇は、溶質原子の拡散・固溶が活発化する程度の高温とな

る状況が示唆される。このことに関連して、展伸材の熱処理型アルミニウム合金では FSP(FSW)と熱処理の組合せに関する検討<sup>85)</sup>や FSP 後の溶体化処理に伴う組織変化に関する検討<sup>86)</sup>が詳細に行われた。一方、前述のように鋳造材においても FSP(FSW)と熱処理の組合せに関する検討は実施されたが、組織の粗大化を極力低減するような FSP 後の熱処理条件の確立が課題とされている。以上の状況を勘案すると、FSP 時の摩擦熱による温度上昇に起因した溶質原子の拡散・固溶状態を制御することが可能であれば、機械的性質の向上や工程の効率化(熱処理工程の削減)の点で有益であると考えられる。つまり、FSP 時の摩擦熱を溶体化処理として利用することで、塑性流動による組織改良(具体的には上記①、②および③)が達成できると同時に、組織を粗大化させることなく溶質原子を Al 母相中に拡散・固溶させることが可能になるため、FSP 後に熱処理を施す場合と比較して機械的性質の飛躍的な改善が期待される。

Year Alloy	2000	2005	2010
AC2B	篠田ら <sup>63)</sup> →FSPパラメーター		
AC4C		篠田ら <sup>64)</sup> →FSPパラメーター, 入熱量 河合ら <sup>65)</sup> →ツール形状	田川ら <sup>68)</sup> →引張特性
AC4CH (A356)		Sharmaら <sup>69)</sup> →疲労挙動 Maら <sup>70)</sup> →超塑性	植松ら <sup>73)</sup> →後熱処理, 疲労挙動
		Santellaら <sup>71)</sup> →引張特性, 疲労挙動 Maら <sup>72)</sup> →後熱処理, ミクロ組織 Maら <sup>74)</sup> →FSPパラメーター, ツール形状 Maら <sup>75)</sup> →マルチパスFSP	
A319		Santellaら <sup>71)</sup> →引張特性, 疲労挙動	
ADC12		金ら <sup>66)</sup> →マルチパスFSP Nakataら <sup>67)</sup> →マルチパスFSP	

図 1.9 アルミニウム合金鋳造材に対する FSP の研究例

## 1.2 研究目的および論文の構成

本研究では、代表的な熱処理型アルミニウム合金鋳造材である AC4CH 合金を研究対象に選び、FSP 時の摩擦による温度履歴を制御し溶体化処理として利用することで、攪拌に伴う塑性流動に起因した組織制御の効果と摩擦熱による溶体化処理の効果を同時並行的に得ることにより機械的性質の飛躍的な向上の達成を最終目標に掲げた。

図 1.10 に本研究の概要ならびに論文の構成を示す。本研究を遂行するために以下のような検討項目ならびにそれに対応する課題を考えた。始めに、「溶体化処理の効果」と「組織制御の効果」に関する模擬試験を検討した。「溶体化処理の効果」では、FSP 時に発生する摩擦熱による温度履歴(急速昇温、高温、短時間)が溶体化処理として利用可能か否かの検証を課題として挙げた。「組織制御の効果」では、共晶 Si 粒子の分散状態と機械的性質、特に延性との相互関係の定量評価を課題として挙げた。その後、攪拌による「組織制御の効果」と摩擦熱による「溶体化処理の効果」を同時並行的に取得するための FSP 手法の考案およびその FSP 手法を実現する FSP 装置の製作を課題とした。さらに、製作した FSP 装置を用いて FSP を実施し、摩擦による温度履歴や塑性流動による組織制御が材料特性に及ぼす影響の調査を課題とした。

以上に述べた検討項目ならびに課題に対して、本論文では 2 種類の模擬試験、FSP 装置の製作および FSP 時の摩擦による温度履歴が材料特性に及ぼす影響の調査を行った結果をまとめた。第 2 章では、FSP 時の摩擦熱を溶体化処理として利用するに当たり、AC4CH 合金に対する急速昇温を伴う高温短時間溶体化処理に関して検討した。FSP 時に発生する摩擦熱は急速に昇温(数十～数百 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ )しかつ固相線直下の高温領域に達する状況が想定される<sup>87)</sup>。加えて、FSP ではその原理から長時間処理を施した場合、供試材の摩耗が懸念される。供試材の摩耗を極力低減するためには、処理時間を極力短縮することが望まれる。つまり、FSP 時に発生する摩擦熱を溶体化処理として利用するためには、①極めて大きい昇温速度(数十～数百 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ )、②固相線直下の高温、③極めて短い保持時間という限定的な温度履歴において溶体化処理の効果が得られるかを検証する必要があると考えられる。前述のように、急速昇温を伴う高温短時間溶体化処理に関しては、塩浴炉や流動層炉を用いた研究が実施されたが、FSP 時に発生する摩擦熱は塩浴炉や流動層炉により実現される昇温速度よりも大きいと推測される。そこで、塩浴炉や流動層炉よりも大きな昇温速度が実現可能であることに加えて、極めて短い時間においても良好な温度制御が可能といった優れた特徴を有する高周波誘導加熱装置を用いて、FSP 時の摩擦熱による温度履歴を模擬した。高周波誘導加熱装置を用いて急速昇温を伴う高温短時間溶体化処理を施した際のマイクロ組織や機械的性質の精査を通じて溶体化処理の効果が得られる温度履歴を検討し、FSP 時の摩擦による温度履歴の指標を構築することを目標とした。第 2 章第 3 節では、高周波誘導加熱装置を用いた AC4CH 合金の加熱状況を確認した。この検討を行った理由は、バルク状

のアルミニウム合金鋳造材を誘導加熱装置で加熱した報告例が少ないためであり、加熱コイルや試験片の形状ならびに供給電力の調整に関する試験片の昇温状況や温度分布をあらかじめ検討する必要があると考えたからである。第2章第4節では、高周波誘導加熱装置特有の他の熱処理装置では実現が困難である大きな昇温速度を伴う溶体化処理が材料特性に及ぼす影響の概要把握を目的とした。具体的には、大きな昇温速度下において溶体化温度や溶体化時間がマイクロ組織および機械的性質に及ぼす影響を調べた。さらに、高周波誘導加熱装置の優れた温度制御性を利用して、昇温速度を広範囲に変化させた際のマイクロ組織および機械的性質の調査を通じて、急速昇温の効果を検証した。第2章第5節では、前節までの検討結果を踏まえて、急速昇温を伴う固相線直下の高温領域における分単位の保持という極めて限定的な高温短時間溶体化処理を施した際のマイクロ組織および機械的性質、特に、溶体化処理に伴う Mg や Si の存在状態の変化や共晶 Si 粒子の形態変化と引張特性との相互関係に関して精査し、溶体化処理の効果が得られる温度履歴を模索した。第2章第6節では、急速昇温がマイクロ組織、特に共晶 Si 粒子の形態変化に及ぼす影響をさらに詳しく調べるために、加熱コイルならびに試験片形状を変更して前節までより大きな昇温速度を実現し、その昇温速度が溶体化処理中の共晶 Si 粒子形態に及ぼす影響に関して検討した。

第3章では、FSPに伴う組織制御の効果に関して検討するために、共晶 Si 粒子の分散状態が AC4CH 合金の材料特性に及ぼす影響を調べた。前述したように、AC4CH 合金に対して強ひずみ加工を適用した場合、巨大ひずみの導入により溶解・凝固に起因した鋳造組織の改良、具体的には①引け巣などの空隙の改善、②初晶  $\alpha$ -Al 相や共晶 Si 粒子の微細化および③共晶 Si 粒子の均一分散が達成され、これらの相乗効果により機械的性質、特に引張特性が改善されることが明らかとなっている。しかし、上記③に関しては、共晶 Si 粒子の分散状態と機械的性質の相互関係を定量的に評価した報告はほとんど無く、共晶 Si 粒子の分散状態が機械的性質に及ぼす影響に関しては更なる検討が望まれる。そのため、共晶 Si 粒子の分散状態と機械的性質の相互関係を精査することは、FSP 時の組織制御の効果を評価する上で重要な知見を与えるものと推察される。そこで本章では、始めに共晶 Si 粒子の分散状態の定量評価方法を検討した。具体的には、ECAP 加工を用いて共晶 Si 粒子の分散状態を変化させた試料を作製し、面積格子を用いた共晶 Si 粒子の分散状態の定量化を試みた。その後、定量化した共晶 Si 粒子の分散状態と引張特性との相互関係に関して検討を加えた。

第4章では、FSP 時の摩擦による温度履歴が材料特性に及ぼす影響を調べた。始めに、攪拌による組織制御の効果と摩擦熱による溶体化処理の効果を同時並行的に取得するための FSP 手法を考案し、それを実現する FSP 装置を製作した。具体的には、①ツールの移動機構は設けない、②主に攪拌を行うプローブがツールから出入りする機構を備えた装置の実現を目指した。ツールの移動を伴わない FSP では組織制御領域が狭い範囲に限定されるが、鋳物のねじ部や他部品との結合部など局所的に強度が必要な箇所に対しては、本 FSP の適用が有効であると考えられる。本研究では、上述のような

箇所に対する局所的な改質を当面の目標として設定した。次に、製作した FSP 装置を用いて、FSP を実施した際の摩擦による温度履歴の付与状況の確認した。加えて、FSP に伴うマイクロ組織変化や機械的性質の調査を通じて、FSP に伴うマイクロ組織や機械的性質の変化に関する基礎データを収集した(4.2 節)。その後、FSP 時の温度履歴を様々に変化させた際のマイクロ組織、特に Mg や Si の存在状態や機械的性質を調べることで、FSP 時の摩擦による温度履歴を溶体化処理として利用可能か否かを検討した(4.3 節)。また最後に、本研究を通じて明らかとなった課題や今後の展望に関して述べた(4.4 節)。

本研究が完成した際には、熱処理型アルミニウム合金鋳物のネジ部や他部品との締結部および摺動部などに本 FSP を適用することで、局所的に改質を施すことが可能であり、アルミニウム合金鋳物の用途拡大ならびに部材の薄肉化に伴う軽量化などが期待できると考えている。

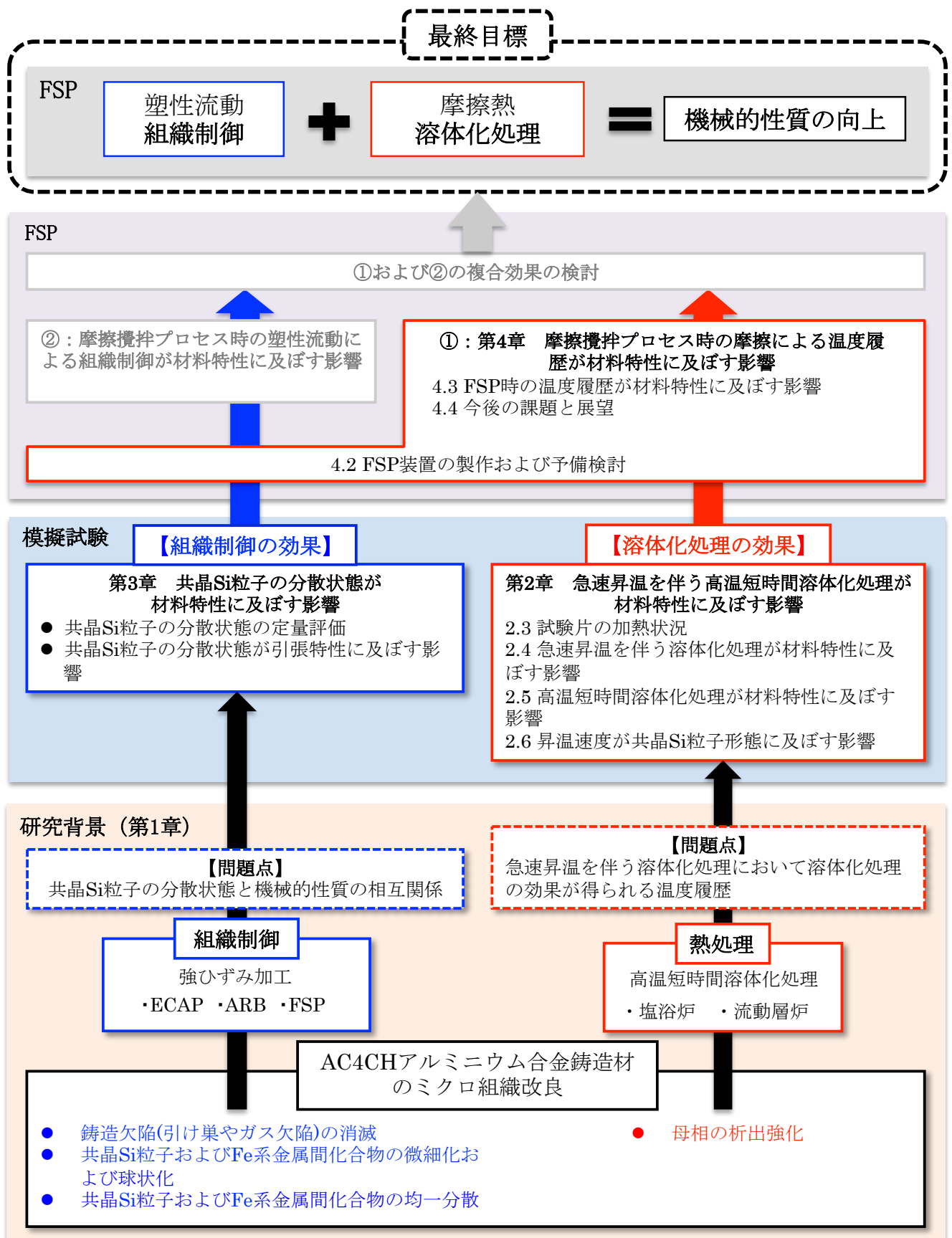


図1.10 研究概要と論文構成

## 参考文献

- 1) 一般社団法人日本アルミニウム協会 :  
<http://www.aluminum.or.jp/basic/aluminumtoha/fset1.html>, (2013年9月現在).
- 2) 一般社団法人アルミニウム協会 編 : アルミニウムハンドブック 第6版 (アルミニウム協会)  
(2001), pp.2.
- 3) 国土交通省ホームページ :  
[http://www.mlit.go.jp/sogoseisaku/environment/sosei\\_environment\\_tk\\_000006.html](http://www.mlit.go.jp/sogoseisaku/environment/sosei_environment_tk_000006.html), (2013年9月現在).
- 4) 国土交通省ホームページ :  
[http://www.mlit.go.jp/sogoseisaku/environment/sosei\\_environment\\_tk\\_000007.html](http://www.mlit.go.jp/sogoseisaku/environment/sosei_environment_tk_000007.html), (2013年9月現在).
- 5) 国土交通省ホームページ : <http://www.mlit.go.jp/common/000989167.pdf>, (2013年9月現在).
- 6) 大宮 良信, 佐野豊和, 箕浦忠行 : R&D 神戸製鋼技報, Vol.57, No.2 (2007), pp.2-7.
- 7) 堀川宏 : 軽金属, Vol.58, No.6 (2008), pp.259-273.
- 8) 社団法人軽金属学会 編 : 「自動車軽量化のための生産技術」, pp.59.
- 9) 神戸洋史 : 軽金属, Vol.57, No.7 (2007), pp.331-333.
- 10) 川内伸郎 : 軽金属, Vol.57, No.7 (2007), pp.334-335.
- 11) 金指研, 田代政巳, 鈴木信男, 松本茂, 勝倉誠人, 板倉浩二 : 軽金属, Vol.59, No.3 (2009), pp.148-153.
- 12) 北岡山治 : 軽金属, Vol.61, No.9 (2011), pp.485-503.
- 13) 原田雅行, 鈴木敏夫, 福井泉 : 鋳物, Vol.55, No.12 (1983), pp.742-750.
- 14) 堀田昇次, 猿木勝司, 浅野高司, 中村元志 : 軽金属, Vol.39, No.3 (1989), pp.203-209.
- 15) C.H.Caceres, B.I.Sellong : Mater. Sci. Eng., A220 (1996), pp.109-116.
- 16) 姜孝京, 宮原広郁, 大城桂作 : 鋳造工学, Vol.70, No.4 (1998), pp.254-259.
- 17) A.M.Gokhale, G.R.Patel : Mater. Chara., Vol.54, (2005), pp.13-20.
- 18) J.A.Francis, G.M.Delphine Cantin : Mater. Sci. Eng., A407 (2005), pp.322-329.
- 19) A.M.Gokhale, G.R.Patel : Scr. Mater., Vol.52, (2005), pp.237-241.
- 20) G.Ran, J.Zhou, Q.G.Wang : J. Alloys Compo., 421 (2006), pp.80-86.
- 21) C.D.Lee : Mater. Sci. Eng., A464 (2007), pp.249-254.
- 22) 前博行, X.Teng, Y.Bai, T.Wierzicki : 材料, Vol.57, No.9 (2008), pp.913-920.
- 23) 軽金属学会 40周年記念事業実行委員 編 : アルミニウムの組織と性質 (軽金属学会) (1991),  
pp.231.



- 24) 小松登, 中村元志, 山本善章: 軽金属, Vol.19, No.9 (1969), pp.398-408.
- 25) 小林紘二郎, 新宮秀夫, 尾崎良平: 軽金属, Vol.20, No.5 (1970), pp.247-255.
- 26) 加藤鋭次, 小林俊郎: 軽金属, Vol.30, No.3 (1980), pp.147-153.
- 27) 小林俊郎, 新家光雄, 山岡充昌, 原田俊宏, M.F.HAFIZ: 軽金属, Vol.43, No.9 (1993), pp.472-477.
- 28) 西戸誠志, Q.Lihe, 戸田裕之, 小林俊郎, 新家光雄, 赤堀俊和: 軽金属, Vol.55, No.2 (2005), pp.75-81.
- 29) 外山和宏, 松浦清隆, 大野宗一, 佐藤大樹, 中山昌紀: 軽金属, Vol.60, No.1 (2010), pp.7-11.
- 30) 小林俊郎, 新家光雄: 軽金属, Vol.41, No.6 (1991), pp.398-405.
- 31) 鎌土重晴, 佃誠, 徳富一郎, 広瀬喜興: 軽金属, Vol.37, No.4 (1987), pp.268-275.
- 32) 安達充: 軽金属, Vol.34, No.6 (1984), pp.361-373.
- 33) 河野紀雄, 佐久間孝, 渡辺久藤, 室町繁雄: 軽金属, Vol.37, No.2 (1987), pp.146-152.
- 34) 軽金属学会 40 周年記念事業実行委員 編: アルミニウムの組織と性質 (軽金属学会) (1991), pp.341.
- 35) 武田修三, 六崎賢亮: 鐵と鋼, No.5 (1940), pp.1-27.
- 36) 齊藤学, 高木航, 吉田誠: 鑄造工学, Vol.83, No.1 (2011), pp.47-57.
- 37) 西直美: 鑄造工学, Vol.76, No.4 (2004), pp.266-271.
- 38) 社団法人アルミニウム協会 編: アルミニウムハンドブック 第 6 版 (アルミニウム協会) (2001), pp.200.
- 39) 公益社団法人日本鑄造工学会 関東支部ホームページ  
<http://www.j-imono.com/column/daredemo/22.html> (2013 年 9 月現在).
- 40) 坂元哲夫, 吉良慶二, 神戸洋史: 鑄造工学, Vol.76, No.4 (2004), pp.283-288.
- 41) 安達充, 和久芳春, 岩井英樹, 西正, 吉田淳: 軽金属, Vol.39, No.7 (1989), pp.487-493.
- 42) C.Park, S.Kim, Y.Kwon, Y.Lee, J.Lee: Mater. Sci. Eng. A391 (2005), pp.86-94.
- 43) 熊井真次, 小林慶: 軽金属, Vol.56, No.1 (2006), pp.21-27.
- 44) S.Tahamtan, M.A.Golozar, F.Karimzadeh, B.Niroumand: Mater. Chara., Vol.59(2008), pp.223-228.
- 45) 大西脩嗣, 鷹合徹也, 中山栄浩, 大森雅弘: 軽金属, Vol.45, No.8 (1995), pp.447-452.
- 46) 大西脩嗣, 鷹合徹也, 中山栄浩, 大森雅弘: 鑄造工学, Vol.68, No.10 (1996), pp.891-897.
- 47) D.L.Zhang, L.H.Zheng, D.H.StJohn: J.Light Metals 2, (2002), pp.27-36.
- 48) S.K.Chaudhury, L.Wang, D.Apelian: AFS Transactions, (2004), pp.289-304.
- 49) 入之内豊, 戸田裕之, 酒井崇之, 小林俊郎, 王磊: 軽金属, Vol.55, No.4 (2005), pp.159-163.
- 50) Y.Harada, S.Tamura, S.Kumai: Mater. Trans., Vol.52, No.5 (2011), pp.848-855.

- 51) V.M.Segal, V.I.Reznikov, A.E.Drobyshevskiy, V.I.Kopylov : Russian Metallurgy-Metally, Vol.1, (1981), pp.115-119.
- 52) Y.Saito, H.Utsunomiya, N.Tsuji, T.Sakai : Acta Mater., Vol.47, (1999), pp.579-583.
- 53) R.S.Mishra, M.W.Mahoney, S.X.McFadden, N.A.Mara, A.K.Mukherjee: Scripta Mater., Vol.42, (2000), pp.163-168.
- 54) 堀田善次, 古川稔, Terence G. Langdon, 根本實 : まてりあ, Vol.37, No.9 (1998), pp.767-774.
- 55) R.Z.Valiev, Y.Estrin, Z.Horita, T.G.Langdon, M.J.Zehetbauer, Y.T.Zhu : JOM, Vol.58, No.4 (2006), pp.33-39.
- 56) A.Ma, N.Saito, M.Takagi, Y.Nishida, H.Iwata, K.Suzuki, I.Shigematsu, A.Watazu : Mater. Sic. Eng. A395 (2005), pp.70-76.
- 57) I.gutierrez-Urrutia , M.A.Munoz-Morris , D.G.Morris : Acta Mater. , Vol.55 , (2007) , pp.1319-1330.
- 58) Y.Nakayama, T.Miyazaki : Mater. Trans., Vol.52, No.11 (2011), pp.2045-2051.
- 59) R.Jamaati, S.Amirkhanlou, M.R.Toroghinejad, B.Niroumand : Mater. Sci. Eng. A528 (2001), pp.2495-2501.
- 60) 社団法人溶接学会 編 : 摩擦攪拌接合-FSW のすべて- , (産報出版), (2006), pp.12.
- 61) 社団法人溶接学会 編 : 摩擦攪拌接合-FSW のすべて- , (産報出版), (2006), pp.15.
- 62) R.S.Mishra, Z.Y.Ma : Mater. Sci. Eng. R50 (2005), pp.1-78.
- 63) 篠田剛, 李錦旗, 吉沢亮 : 軽金属, Vol.49, No.12 (1999), pp.607-612.
- 64) 篠田剛, 河合美佳 : 軽金属, Vol.53, No.1 (2003), pp.15-19.
- 65) 河合美佳, 篠田剛 : 軽金属, Vol.53, No.10 (2003), pp.405-409.
- 66) 金永坤, 藤井英俊, 津村拓也, 駒崎徹, 中田一博 : 鑄造工学, Vol.78, No.9 (2006), pp.451-456.
- 67) K.Nakata, Y.G.Kim, H.Fujii, T.Tsumura, T.Komazaki : Mater. Sci. Eng., A437 , (2006) , pp.274-280.
- 68) 田川哲哉, 井川憲, 桂木陽平, 篠田剛, 南二三吉 : 溶接学会論文集, Vol.30, No.2 (2012), pp.180-187.
- 69) S.R.Sharma, Z.Y.Ma, R.S.Mishra : Scripta Mater., Vol.51, (2004), pp.237-241.
- 70) Z.Y.Ma, R.S.Mishra, M.W.Mahoney : Scripta Mater., Vol.50, (2004), pp.931-935.
- 71) M.L.Santella, T.Engstrom, D.Storjohann, T.Y.Pan : Scripta Mater., Vol.53, (2005), pp.201-206.
- 72) Z.Y.Ma, S.R.Sharma, R.S.Mishra : Mater. Sci. Eng. A433, (2006), pp.269-278.
- 73) 植松美彦, 戸梶恵郎, 戸崎康成, 柴田英明, 藤原和馬, 村山富幸 : 材料, Vol.58, No.1 (2009), pp.69-75.

- 74) Z.Y.Ma, S.R.Sharma, R.S.Mishra : Metal. Mater. Trans. A, Vol.37A, (2006), pp.3323-3336.
- 75) Z.Y.Ma, S.R.Sharma, R.S.Mishra : Scripta Mater., Vol.54, (2006), pp.1623-1626.
- 76) L.E.Murr, G.Liu, J.C.McClure : J. Mater. Sci., (1998), pp.1243-1251.
- 77) Y.S.Sato, H.Kokawa, M.Enomoto, S.Jogan : Metal. Mater. Trans. A, Vol.30A, (1999), pp.2429-2437.
- 78) Y.S.Sato, H.Kokawa, M.Enomoto, S.Jogan, T.Hashimoto : Metal. Mater. Trans. A, Vol.30A, (1999), pp.3125-3130.
- 79) K.V.Jata, K.K.Sankaran, J.J.Ruschau : Metal. Mater. Trans. A, Vol.31A, (2000), pp.2181-2192.
- 80) B.Heinz, B.Skrotzki : Metal. Mater. Trans. B, Vol.33B, (2002), pp.489-498.
- 81) J.-Q.Su, T.W.Nelson, R.Mishra, M.Mahoney : Acta Mater., Vol.51, (2003), pp.713-729.
- 82) R.W.Fonda, J.F.Bingert : Metal. Mater. Trans. A, Vol.35A, (2004), pp.1487-1499.
- 83) 藤本光生, 古賀信次, 安倍奈津実, 佐藤裕, 粉川博之 : 溶接学会論文集, Vol.25, No.4(2007), pp.553-559.
- 84) 伊藤勉, 雲暁勇, A.Goloborodko, 本橋嘉信, 伊藤吾郎, 平野聡, 稲垣正壽 : 軽金属, Vol.60, No.6 (2010), pp.275-281.
- 85) 田中直, 熊谷正樹, 八太秀周, 吉田英雄 : 軽金属, Vol.56, No.3 (2006), pp.162-165.
- 86) Kh.A.A.Hassan, A.F.Norman, D.A.Price, P.B.Prangnell : Acta Mater., Vol.51, (2003), pp.1923-1936.
- 87) 例えば, 一般社団法人軽金属学会 編:研究部会報告書「摩擦攪拌プロセスによる接合と表面改質」, (一般社団法人軽金属学会), No.58, (2012), pp.57-61.

## 第2章 急速昇温を伴う高温短時間溶体化処理が材料特性に及ぼす影響

### 2.1 緒言

本研究では、FSP時の摩擦による温度履歴を積極的に制御し溶体化処理として利用することで、攪拌に伴う塑性流動に起因した組織制御と摩擦熱による溶体化処理の複合効果により機械的性質の飛躍的な向上を目指した。この一連の研究において、本章ではFSP時の摩擦熱を溶体化処理として利用するに当たり、高周波誘導加熱装置によりFSP時の摩擦熱を模擬した急速昇温を伴う高温短時間溶体化処理がマイクロ組織や機械的性質に及ぼす影響を体系的に精査した。この調査を通じて、溶体化処理の効果が得られる温度履歴に関して検討した。

#### 2.1.1 高周波誘導加熱

第1章で述べたように、従来の溶体化温度(535°C)と比較して15~25°C程度高温で実施する溶体化処理では、数十分程度の短い保持時間で優れた機械的性質が得られることが確かめられており、高温短時間溶体化処理の有用性が報告されている<sup>1)~4)</sup>。これらの報告では、高温短時間の加熱を高精度で実現するために塩浴炉や流動層炉が用いられた。一般的に熱処理は、電気炉を用いて行われるが、電気炉は温度制御性に劣ることから、熱処理時間を短縮するために急速に昇温した場合ではオーバーヒートが懸念される。一方塩浴炉や流動層炉では、熱媒体にNaOHやシリカおよびアルミナなどの粉粒体を用いて熱伝達性を向上させることで、電気炉では実現困難な速度での急速昇温が安定して実現される。しかしながら、塩浴炉や流動層炉で実現される急速昇温においては、**図 2.1.1**に模式的に示すように室温付近の低温領域では非常に速い昇温速度が得られるが、高温領域では、熱媒体と被加熱体の温度差が小さくなることに起因して、昇温速度が著しく低下する。一方FSP時に発生する摩擦熱は、室温付近の低温領域から固相線直下の高温領域に至るまで一貫した速度での急速昇温が想定される<sup>5)</sup>。そこで、FSP時の摩擦熱と類似の急速昇温ならびに高温短時間保持を実現する熱処理装置として高周波誘導加熱装置に着目した。

誘導加熱は、加熱コイルに交流電流を流すことにより加熱コイル中または加熱コイル近傍に設置した被加熱体に交番磁束が生じ、渦電流を誘起させることで被加熱体を自己発熱させる加熱方法である。誘導加熱は、急速昇温が可能、温度制御性に優れる、非接触で加熱が可能、局所加熱が可能、加熱効率が非常に高い、環境負荷が小さいなどの優れた特徴を持つ。そのため、工業分野では単純な加熱のみならず溶解、焼入れ、焼き戻し、ろう付けおよび焼きばめなどに利用される。また、近年では加熱効率が非常に高い点や環境負荷が小さい点に着目

され、IH クッキングヒーターや炊飯器などの調理器具にも利用されている。

誘導加熱は電気比抵抗が大きく磁性を有する鉄鋼材料の加熱に用いられることが多い。アルミニウム合金については、薄板材やバルク材に対して検討されたがその報告例は少ない<sup>6)~8)</sup>。その原因としては、①アルミニウム合金は電気比抵抗が小さく非磁性であること、②加熱コイルが形成する磁界の影響を受けるため、熱電対による温度測定が困難であることが挙げられる。これらを改善するため、先の研究<sup>9)</sup>において以下の検討がされた。①については、既存の誘導加熱装置における40~400kHzという周波数に対して、2000kHzの高周波を発生可能な高周波誘導加熱装置を用いることで、表皮効果を高め、バルク材の急速昇温を可能にした。②については、放射温度計の適用および試料の黒体化による放射率の安定化により被加熱体の温度を高い精度で測定可能とした。以上の経緯から、高周波誘導加熱装置を用いたアルミニウム合金バルク材の安定的な急速昇温を実現した。

前述した高周波誘導加熱装置の優れた特徴から、電気炉や塩浴炉、流動層炉などの他の熱処理装置では実現が困難とされる低温領域から高温領域にかけて一貫した速度での急速昇温および固相線温度近傍の高温領域における優れた温度安定性が得られるため、FSP時に発生する摩擦熱の温度履歴に類似した温度履歴の付与が実現可能と考えられる。

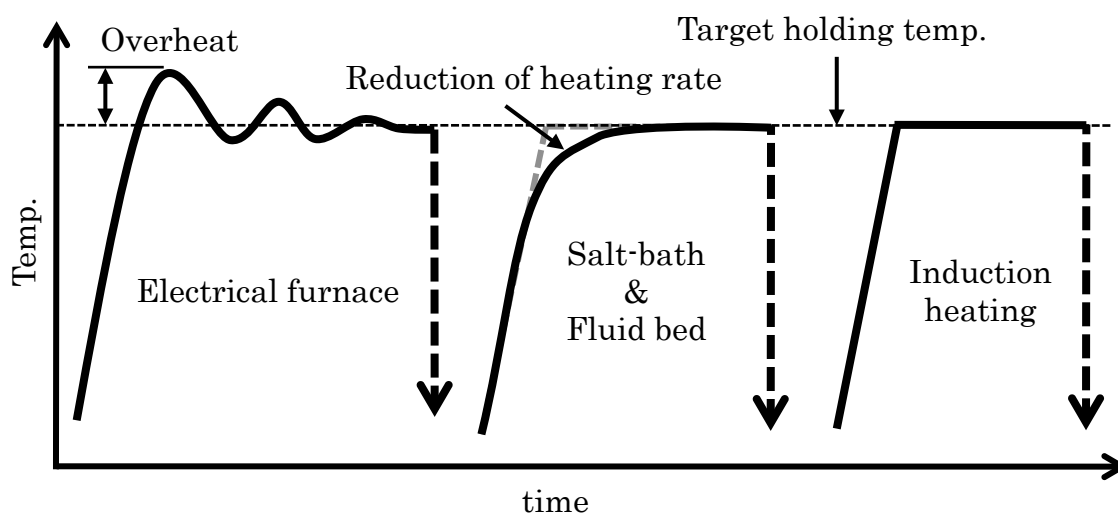


図 2.1.1 各種熱処理装置の昇温状況を示した模式図

## 2.1.2 研究目的

FSP時の摩擦熱を溶体化処理として利用するに当たり、FSP時に発生すると想定される摩擦熱の温度履歴(急速昇温、固相線直下の高温、分単位の短時間の保持)を高周波誘導加熱装置を用いて模擬した。高周波誘導加熱装置による急速昇温を伴う高温短時間溶体化処理を施した際のマイクロ組織や機械的性質の体系的

な精査を通じて、溶体化処理の効果の把握ならびにその効果が得られる温度履歴を模索した。

2.3 節では、高周波誘導加熱装置をアルミニウム合金鋳造材の加熱に適用するに当たり、試験片の加熱状況を調べた。加熱状況を調べた理由は、バルク状のアルミニウム合金鋳造材を誘導加熱装置で加熱した報告例が少ないためであり、加熱コイルや試験片の形状ならびに供給電力の調整に関する試験片の昇温状況や温度分布をあらかじめ検討する必要があると考えたからである。2.4 節では、高周波誘導加熱装置特有の他の熱処理装置では実現が困難である大きな昇温速度を伴う溶体化処理が材料特性に及ぼす影響の概要把握を目的とした。具体的には、大きな昇温速度下において溶体化温度や溶体化時間がマイクロ組織および機械的性質に及ぼす影響を調べた。さらに、高周波誘導加熱装置の優れた温度制御性を利用して、昇温速度を広範囲に変化させた際のマイクロ組織および機械的性質の調査を通じて、急速昇温の効果を検証した。2.5 節では、前節までの検討結果を踏まえて、急速昇温を伴う固相線直下の高温領域における分単位の保持という極めて限定的な高温短時間溶体化処理を施した際のマイクロ組織および機械的性質、特に、溶体化処理に伴う Mg や Si の存在状態の変化や共晶 Si 粒子の形態変化と引張特性との相互関係に関して精査し、溶体化処理の効果が得られる温度履歴を模索した。2.6 節では、急速昇温を伴う高温短時間溶体化処理における共晶 Si 粒子の形態変化に関して調べた。Chaudhury ら<sup>10)</sup>は AC4CH 合金と比較すると Mg 添加量が多い D357 合金に対して、流動層炉を用いて急速昇温を伴う溶体化処理を施した際のマイクロ組織変化と機械的性質に関して調べている。その報告では、急速昇温を伴う溶体化処理を施した場合、共晶 Si 粒子が①Al 母相と共晶 Si 粒子の線膨張率の差異に起因した熱応力により破壊・分断すること、②昇温速度が遅い場合と比較すると高温保持過程の早期に粗大化ならびに球状化する傾向があることが確認されている。つまり、溶体化処理時の昇温速度は高温保持中における共晶 Si 粒子の形態変化に著しく影響するものと考えられる。前述のように、アルミニウム合金鋳造材では、共晶 Si 粒子の形態は機械的性質に対して大きく影響するため、高周波誘導加熱装置を用いた急速昇温が共晶 Si 粒子の形態に及ぼす影響を精査することは、高温短時間溶体化処理の有用性を議論する上で有益な知見を与えるものとする。

## 2.2 実験試料および方法

### ● 実験試料

実験試料は、公益社団法人日本鋳造工学会軽合金研究部会から提供された AC4CH 合金(JIS 舟金型鋳造材)を使用した。鋳造に先立ち、Ar ガスによる脱ガス処理が施された。同時に Sr 添加により共晶 Si 粒子の改良処理が施された。溶湯および金型温度をそれぞれ約 700℃および約 150℃に調節して、大気中で注湯してインゴットを得た。その化学組成の分析結果(平均値)を表 2.2.1 に示す。

2.3, 2.4 および 2.5 節では、図 2.2.1 に示すようにインゴットから 10mm×10mm×50mm の角柱状試験片を機械切削により採取して、高周波誘導加熱装置による加熱を施した。なお 2.3, 2.4 節および 2.5 節では、

主にインゴットの下部から採取した試験片(図中の c,d に相当)を実験に用いた。インゴットの上部から採取した試験片(図中の a,b に相当)は 2.5 節の一部の実験(2.5.1.1)に使用したが、詳細は後述する。2.6 節では、加熱時の昇温速度を高めるために、図 2.2.2 に示すように直径が 10mm、高さが 5mm の円柱状試験片を採取して、高周波誘導加熱装置による加熱を施した。

表 2.2.1 AC4CH 合金の化学組成 (mass%)

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ni	Ti	Pb	Sn	Cr	Sr(ppm)	Al
Sample	6.9	0.12	<0.01	<0.01	0.37	0.01	<0.01	0.13	<0.01	<0.01	<0.01	48	bal.

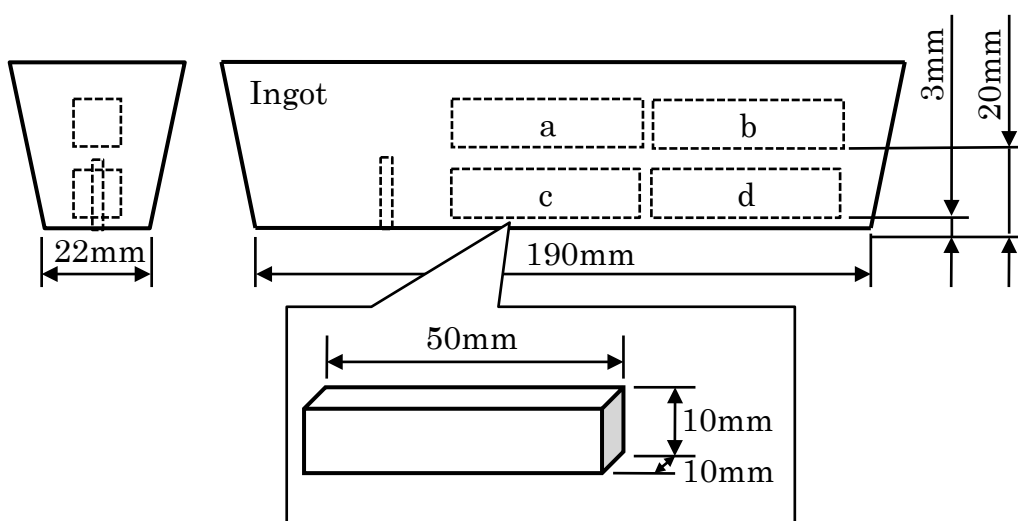


図 2.2.1 角柱状試験片採取に関する概略図

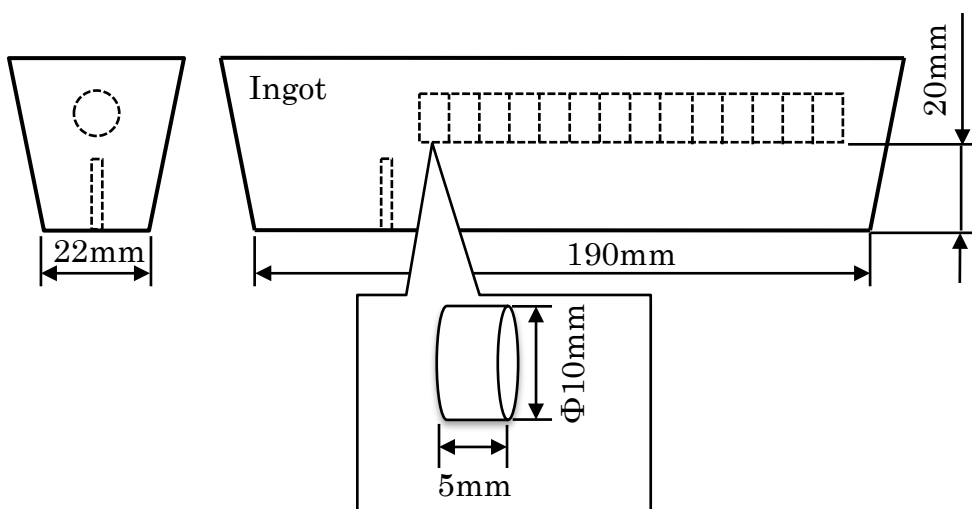


図 2.2.2 円柱状試験片採取に関する概略図

### ● 高周波誘導加熱装置

本研究では、ワイエス電子工業株式会社が開発した高周波誘導加熱装置を用いた。図 2.2.3 に高周波誘導加熱装置の概要、表 2.2.2 に装置の構成および表 2.2.3 に発振装置の仕様をそれぞれ示す。本装置では 2MHz という極めて高い発振周波数に起因して、アルミニウム合金の急速加熱が実現可能である。

図 2.2.4 に加熱コイル近傍の拡大図(矩形の加熱コイルの場合)を示す。本研究では、図 2.2.5 に示す矩形および円形の 2 種類の加熱コイル(銅製)を使用した(図中の加熱コイルは、試験片への通電を防ぐために絶縁テープを巻いている)。2.3, 2.4 および 2.5 節では、角柱状試験片を加熱するために矩形の加熱コイルを使用した。2.6 節では円柱状試験片を加熱するために円形の加熱コイルを使用した。加熱中は試験片上部中央の表面温度を放射温度計により逐次測定すると同時に、測定温度に応じて加熱コイルへの電力供給源を調整した。放射温度計の仕様を表 2.2.4 に示す。放射温度計による温度の測定精度を高めるために、試験片の温度測定面に対して黒体スプレーの塗布による黒体化を施した。加熱コイルの下には温度を約 20℃に保持した水が循環する水槽が設置されており、溶体化処理された試料は直ちに水槽に落とされ、急冷された(図 2.2.4 参照)。

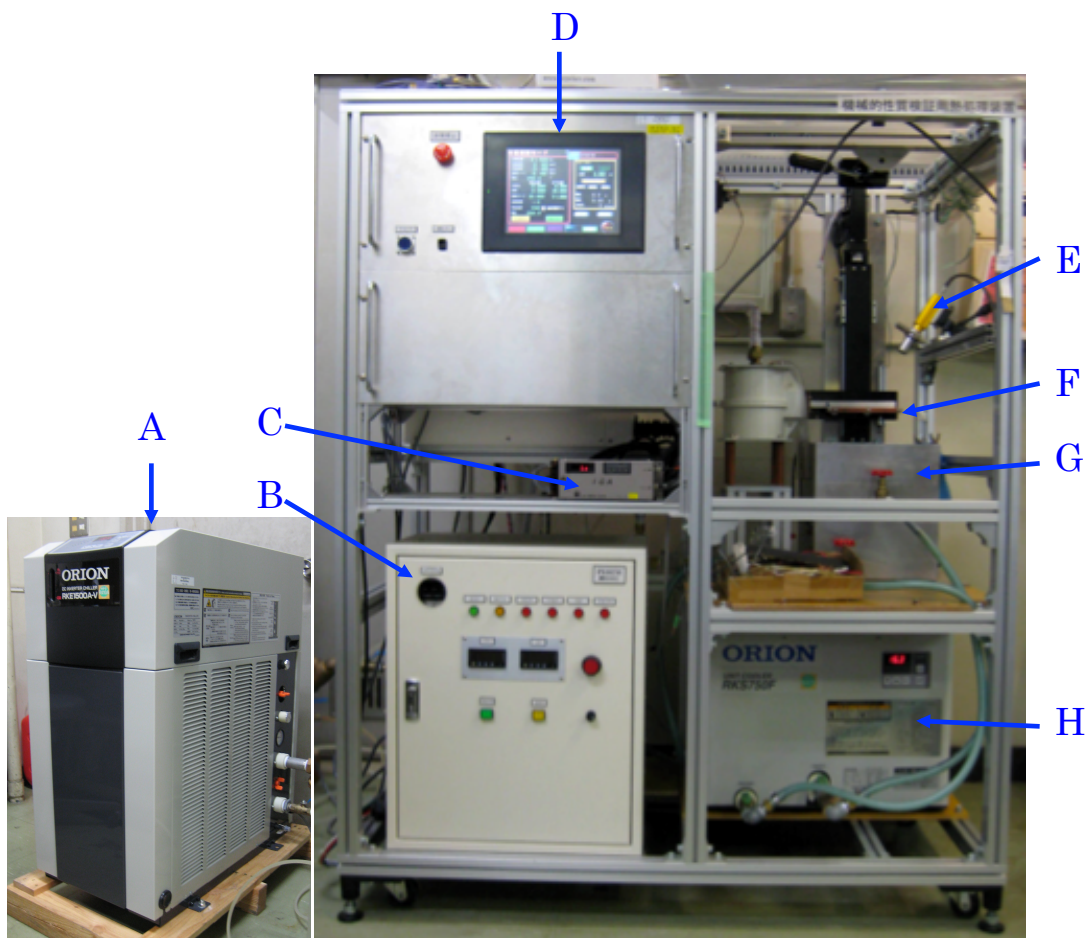


図 2.2.3 高周波誘導加熱装置



表 2.2.2 高周波誘導加熱装置の構成

部分	名称	備考
A	循環式液体冷却装置	ORION 社製 (RKE1500A-V)
B	発振装置	ワイエス電子工業製
C	デジタルメーターリレー	レック株式会社製 (IGA C-E1)
D	コントロールパネル	ワイエス電子工業製
E	放射温度計センサーヘッド	レック株式会社製 (SH-7A-64)
F	加熱コイル	ワイエス電子工業製
G	水槽	
H	UNIT COOLER	ORION 社製 (RKS750S)

表 2.2.3 発振装置の仕様

項目	仕様
発振方式	自励式
発振周波数(Hz)	2M
出力(W)	10k

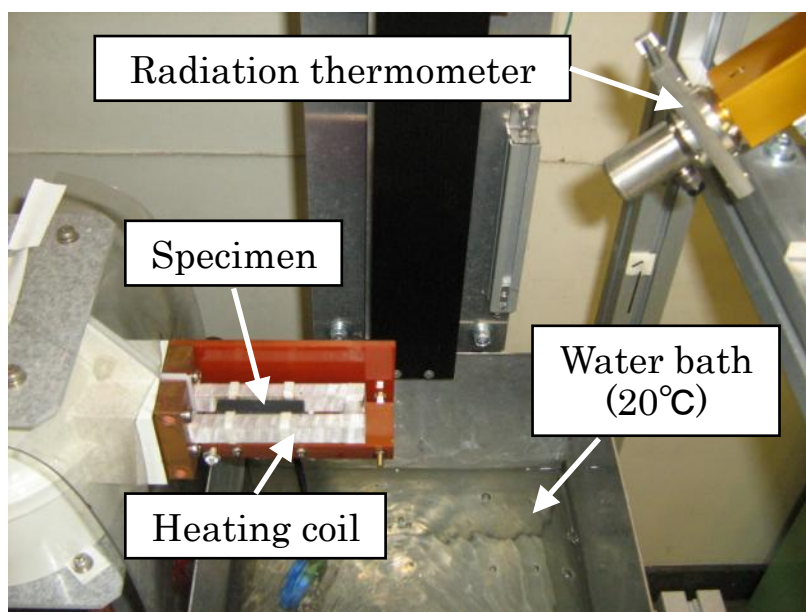


図 2.2.4 加熱コイル近傍の拡大図(矩形の加熱コイルの場合)

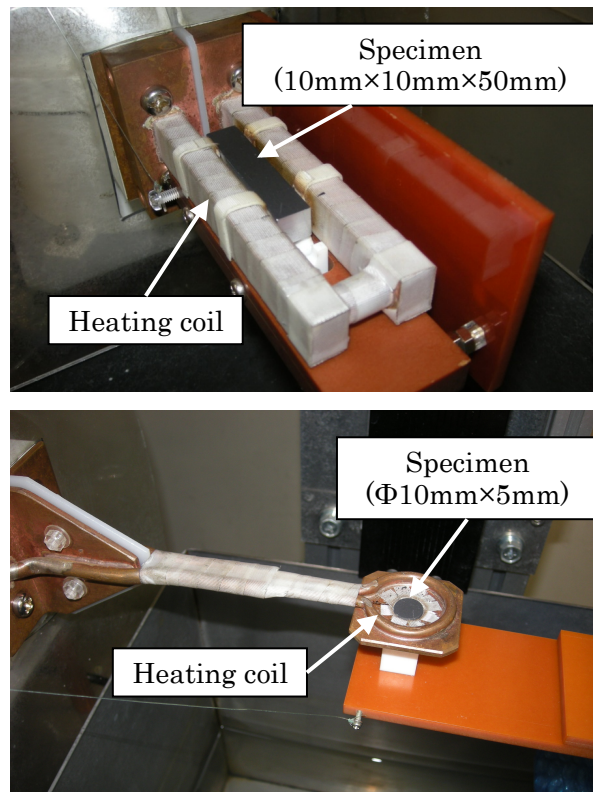


図 2.2.5 加熱コイル(上：矩形加熱コイル，下：円形加熱コイル)

表 2.2.4 放射温度計の仕様

項目	仕様
形式	IGA C-E1
測定可能温度範囲 (°C)	250~2000
測定波長 (μm)	1.6
検出素子	InGaAs

## ● 熱処理条件

2.4 節では、高周波誘導加熱装置により実現される急速昇温下における溶体化温度、溶体化時間および昇温速度の影響、さらには高温短時間溶体化処理が材料特性に及ぼす影響を調査するため、**図 2.2.6** に示した条件で加熱を施した。急速昇温下における溶体化温度の影響を調査した 2.4.1 項では、実験に用いた高周波誘導加熱装置において、角柱状試験片を加熱した際に実現される最大の昇温速度(約 40.0°C/s)下において溶体化温度を 450°C から 570°C に設定した。溶体化時間は 0min、すなわち目標の溶体化温度に到達後、直ちに 20°C の水中で急冷した。急冷後は、室温において 48 時間放置した状態、いわゆる T4 状態においてマイクロ組織観察や硬さ試験および圧縮試験などの各種実験を実施した。AC4CH では溶体化処理後に人工時効処理を施した状態(T6 状態)での使用が一般的であるが、本研究では溶体化処理後のマイクロ組織変化を明瞭に捉えるため、人工時効を施さない T4 状態において各種評価を行った。同様の理由で以下の 2.4.2 項, 2.4.3 項, 2.5 節および 2.6 節においても T4 状態において各種評価を行った。急速昇温下における溶体化時間の影響を調査した 2.4.2 項では、約 40.0°C/s の昇温速度で室温から 560°C まで急速昇温し、同温度での溶体化時間を 0, 3, 10 および 30min の 4 条件に設定した。なお、2.4.2 項では高周波誘導加熱装置による急速昇温を伴う溶体化処理の比較対象として、電気炉を用いて 560°C まで約 30min で昇温させ、溶体化時間が 0min および 30min の溶体化処理を施した試料も用意した。昇温速度の影響を調査した 2.4.3 項では、溶体化温度を 560°C、溶体化時間を 3min に固定して、昇温速度を約 40.0, 4.0, 0.4°C/s の 3 条件に設定した。

高温短時間溶体化処理が材料特性に及ぼす影響を調べた 2.5 節では**図 2.2.7** に示したように、インゴットの下部から採取した試験片(**図 2.2.1** 中の c,d に相当)に対しては、約 40.0°C/s の昇温速度下において溶体化温度を 560°C に固定して、溶体化時間を 0min から 30min の範囲内で変化させ、その後は約 20°C の水中で急冷した。また、2.5.1.1 では Mg を含む金属間化合物の消失および状態変化に及ぼす金属間化合物の大きさの影響を調べるために、インゴットの上部から採取した試験片(**図 2.2.1** 中の a,b に相当)に対して、40.0°C/s で 560°C まで急速昇温した後、0min から 7min まで 1min 間隔の保持を行い、その後は約 20°C の水中で急冷した。高温短時間溶体化処理の比較対象とするために、電気炉を用いて一般的な溶体化処理(溶体化温度が 535°C、溶体化時間が 8h)を施した試料も用意した。

急速昇温に伴う共晶 Si 粒子の形態変化に関して調べた 2.6 節では、**図 2.2.8** に示すように、90.0°C/s と 0.9°C/s の 2 種類の昇温速度で室温から 560°C まで昇温した。昇温後は 0,3,10 および 30min の 4 条件で保持を行い、その後は約 20°C の水中で急冷した。

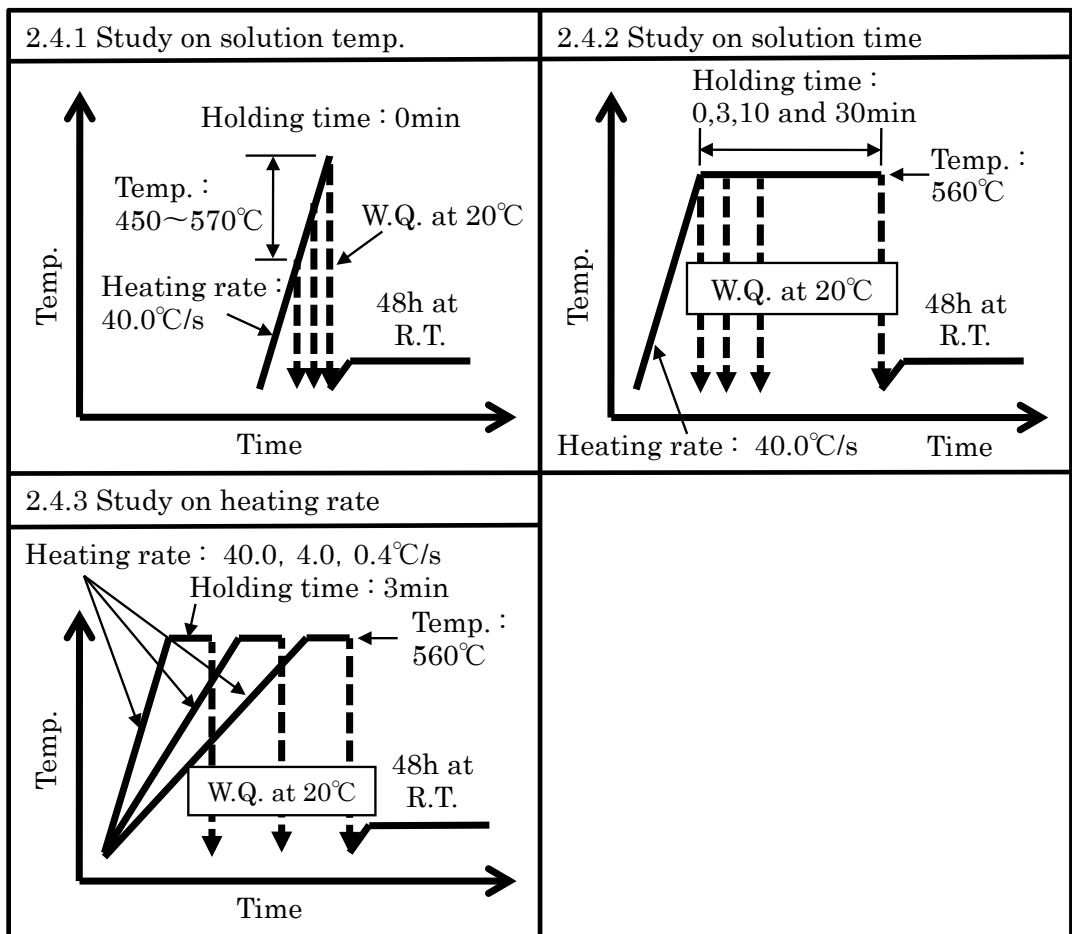


図 2.2.6 2.4 節における熱処理条件

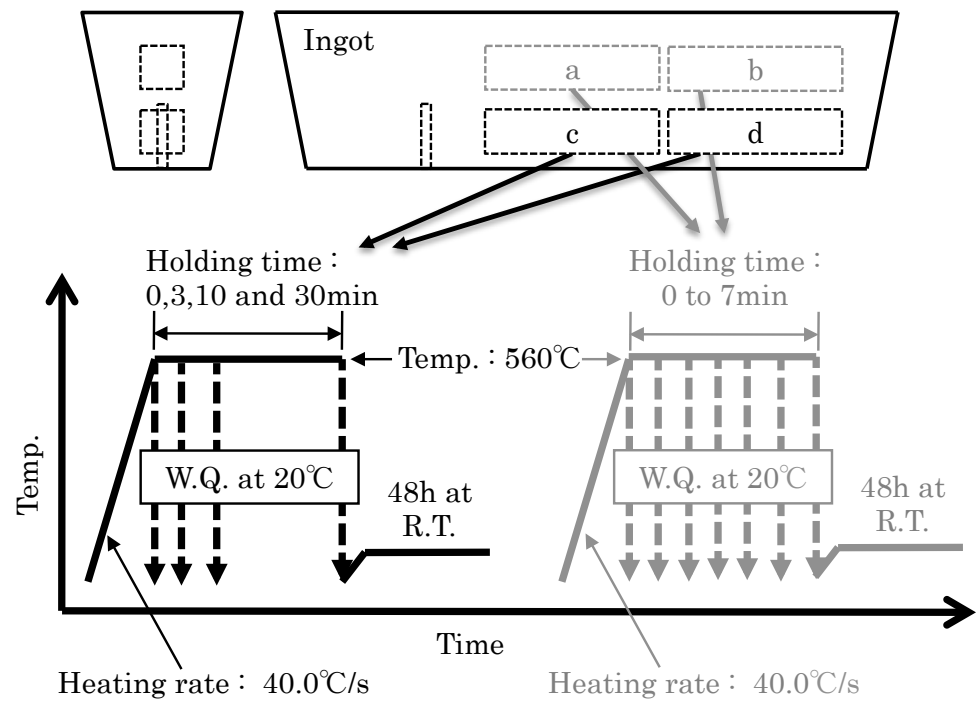


図 2.2.7 2.5 節における熱処理条件

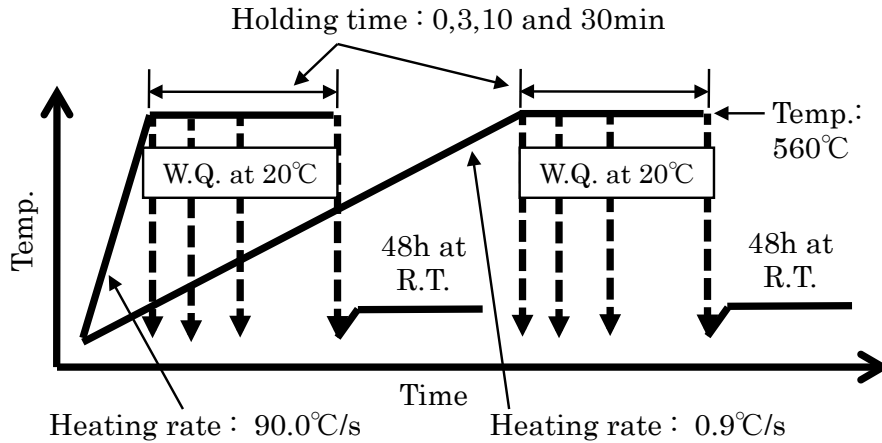


図 2.2.8 2.6 節における熱処理条件

● ミクロ組織観察

光学顕微鏡

溶体化処理に伴うミクロ組織変化，具体的には，共晶 Si 粒子や金属間化合物などの第 2 相粒子の大きさや形状および存在状態を評価するため，光学顕微鏡(Optical Microscope, 図中では，OM と記す)によりミクロ組織観察を行った．観察画像は，光学顕微鏡の接眼レンズ部分に設置したホーザン株式会社製の USB カメラ(L-830)にて撮影した．試料は埋込み型(直径：約 25mm，高さ：約 25mm の円柱状)に収まるように適当な寸法に切出した後，冷間樹脂に埋込み機械研磨を行った．機械研磨の行程を表 2.2.5 に示す．

表 2.2.5 機械研磨工程

行程順序	ディスク	研磨剤	備考
1	耐水研磨紙 #120	なし	リファインテック株式会社製
2	耐水研磨紙 #800	なし	リファインテック株式会社製
3	耐水研磨紙 #1200	なし	リファインテック株式会社製
4	耐水研磨紙 #2400	なし	丸本ストルアス株式会社製
5	MD-Dur	DP-Spray (3μm) DP-ループリカント	丸本ストルアス株式会社製
6	MD-Chem	OP-U 懸濁液	丸本ストルアス株式会社製

電子線マイクロアナライザー

第2相粒子の組成や初晶  $\alpha$ -Al 相中の Mg および Si 濃度を評価するために、電子線マイクロアナライザー (Electron Probe Micro Analyzer, 以降、EPMA と記す)を用いた組成分析を行った。装置は日本電子製の JXA-8200M を使用した。EPMA 測定では、定量分析と面分析の2種類の分析を行った。初晶  $\alpha$ -Al 相中の Mg および Si 量や第2相粒子の組成の測定には定量分析を適用した。溶体化処理に伴う第2相粒子の存在状態および Mg および Si の固溶過程の検討には面分析を適用した。表 2.2.6 および表 2.2.7 に定量分析および面分析の測定条件を示す。定量分析ならびに面分析では、予備検討の結果を踏まえて測定元素を Al, Si, Mg および Fe の4元素に設定した。EPMA 測定用の試料は光学顕微鏡観察と同様に冷間樹脂に埋込み、機械研磨を施した。EPMA 測定に先立ち、試料はアセトンを用いて洗浄し、試料に付着した汚れからのガスの発生を防止した。

表 2.2.6 定量分析の測定条件

元素条件	分析元素	Al	Si	Mg	Fe
	標準試料	純Al	純Si	純Mg	純Fe
	分光結晶	CH-1:TAP	CH-4:PETJ	CH-2:TAP	CH-5:LIFH
電子光学条件	加速電圧 (kV)	20			
	電流量 (A)	$3.0 \times 10^{-8}$			
	ビーム径 ( $\mu\text{m}$ )	0 or 2			

表 2.2.7 面分析の測定条件

元素条件	分析元素	Al	Si	Mg	Fe
	標準試料	純Al	純Si	純Mg	純Fe
	分光結晶	CH-1:TAP	CH-4:PETJ	CH-2:TAP	CH-5:LIFH
電子光学条件	加速電圧 (kV)		20		
	電流量 (A)		$2.5 \times 10^{-7}$		
	ビーム径 ( $\mu\text{m}$ )	ステージスキャン	1		
		ビームスキャン	0		
	測定範囲 ( $\mu\text{m}$ )	ステージスキャン	256×256		
		ビームスキャン	60×60		

## 走査型電子顕微鏡

引張試験後の破断面および共晶 Si 粒子の立体形状を観察するために走査型電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope, 以降, SEM と記す)を用いた観察を行った。装置は日立ハイテク製の S-4500 を使用した。表 2.2.8 に SEM 観察の条件を示す。

表 2.2.8 SEM の観察条件

条件	数値
加速電圧 (kV)	15
Working Distance (mm)	15
エミッション電流量 (μA)	8~10

### ● 画像解析

共晶 Si 粒子の大きさや形状を定量的に評価するため、画像解析ソフトを用いた統計的な評価を行った。画像解析ソフトには Scion Image を用いた。光学顕微鏡により撮影した画像に対して共晶 Si 粒子の断面積、長軸長さおよび短軸長さおよび粒子の重心間距離を測定した。なお、撮影画像中に観察される金属間化合物や研磨の際に生じたキズなどは、ノイズと判断して除去した。断面積の測定に関しては、しきい値を  $0.0443\mu\text{m}^2$ (4 pixel) に設定して、それ以下の粒子は評価の対象外とした。得られた長軸長さおよび短軸長さから(長軸長さ/短軸長さ)を算出して、アスペクト比として評価した。断面積やアスペクト比に関するヒストグラムを作成して、溶体化処理に伴う共晶 Si 粒子の形態変化を評価した。

### ● 導電率測定

導電率の測定を通じて、溶体化処理に伴う固溶・析出状態を推定した。装置は日本ホッキング株式会社製のデジタル導電率計 AutoSigma2000 を使用した。

### ● ビッカース硬さ試験

溶体化処理に伴う硬さの変化を調査するためにビッカース硬さを測定した。装置は株式会社明石製作所のマイクロビッカース硬度計を使用した。対面角が  $136^\circ$  のダイヤモンド四角錐圧子を用いて、押し込み荷重が  $1.96\text{N}$  (200gf)、保持時間が 15s の条件下で試料に圧痕を付与し、その対角線長さを測定した。2つの対角線長さの平均値を以下の式に代入することでビッカース硬さを算出した。

$$HV = \frac{2P \sin 68^\circ}{d^2 \times 1000} = 1.8544 \times \frac{P}{d^2} \quad [\text{kg/mm}^2]$$

$P$  [kg]は押し込み荷重， $d$  [mm]は対角線長さの平均値である．また，2.5節では，有限会社丸眞熱処理工業にて微小硬度計(FUTURE-TECH, FM-ARS 900)を使用させていただき，押し込み荷重を 0.049N(5gf)，保持時間を 15s に設定して初晶  $\alpha$ -Al 相のみの硬さを測定した．

● 圧縮試験

2.4 節では機械的性質を評価するために圧縮試験を行った．圧縮試験は株式会社島津製作所製のオートグラフ AG50kNG を用いて実施した．試験片の採取位置および形状を図 2.2.9 に示す．圧縮試験片は JIS による明確な規定が存在しないため，予備試験を実施した上で，圧縮荷重に対して局所変形を生じない試験片寸法(直径：5mm，標点間距離：6mm の円柱状)を決定した．圧縮試験片は 48 h の室温放置中に旋盤を用いて製作した．1 個の角柱状試験片から圧縮試験片を 2 個採取した．初期ひずみ速度が  $1.4 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ ，試験温度が 30℃の条件下で圧縮試験を実施して，0.2%耐力を算出した．試験片をより均一に変形させるために，潤滑剤として  $\text{MoS}_2$  を試験片の両端面に薄く塗布した．

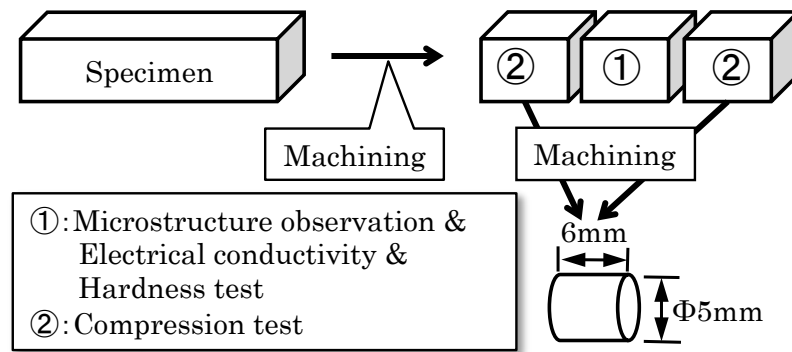


図 2.2.9 圧縮試験片の採取位置および寸法

● 引張試験

2.5 節ならびに 2.6 節では，引張試験を実施して引張特性(0.2%耐力，引張強さ，破断伸び)を調べた．装置は圧縮試験と同様のオートグラフ AG50kNG を用いた．試験片の採取位置および形状を図 2.2.10 および図 2.2.11 に示す．2.5 節では，角柱状試験片から JIS7 号に相当する板状の引張試験片(厚さ：2mm，標点間の幅：3mm，標点間距離：9.8mm)を 48 h の室温放置中にフライス盤を用いて製作した．1 本の角柱状試験片から 2 本の引張試験片を採取した．初期ひずみ速度が  $8.5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ ，試験温度が 30℃の条件下で引張試験を実施して，0.2%耐力，引張強さおよび伸びを算出した．2.6 節では，円柱状試験片から碇状の微小引張試験片(標点間の厚さ：1mm，幅：1mm，標点間距離：4mm)を 48 h の室温放置中にワイヤー放電加工機を用いて製作した．1 個の円柱状試験片から 3 個の微小引張試験片を採取した．初期ひずみ速度が  $2.1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ ，



試験温度が 30°C の条件下で引張試験を実施して、0.2%耐力、引張強さおよび破断伸びを算出した。

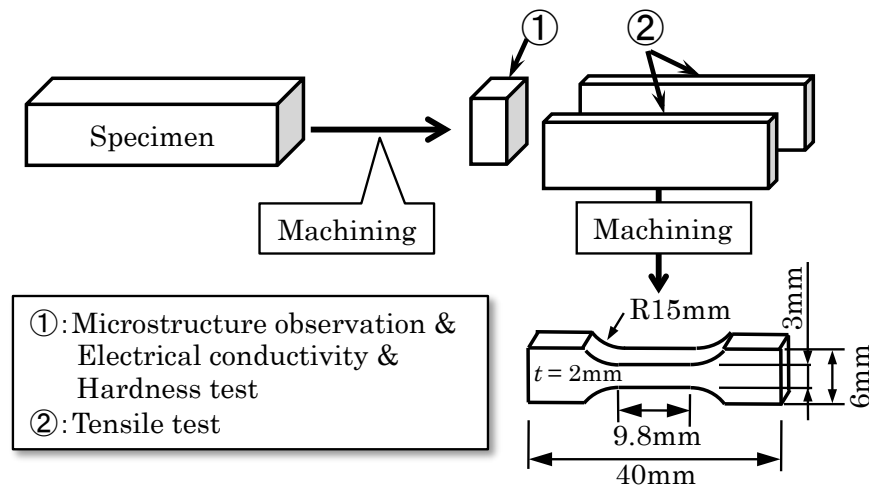


図 2.2.10 引張試験片の採取位置および寸法(角柱状試験片)

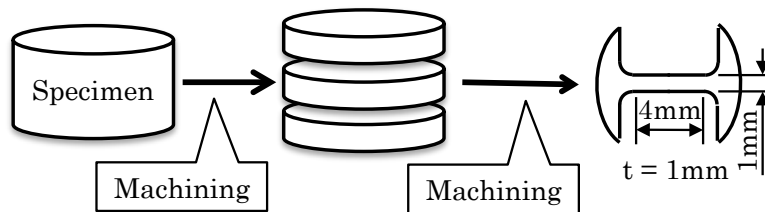


図 2.2.11 引張試験片の採取位置および寸法(円柱状試験片)

## 2.3 試験片の加熱状況

本節では、高周波誘導加熱装置をアルミニウム合金鋳造材の加熱に適用するに当たり、試験片の加熱状況を調べた。

高周波誘導加熱装置ではその加熱原理から、加熱コイルと試験片の相対位置に起因して試験片中に温度分布を生じることが懸念される。そこで、大きな温度分布を生じ易いと予想される試験片の長手方向と幅方向における温度分布を熱電対を用いて調べた。前述のように、熱電対を用いた温度測定では、加熱コイルにより形成される磁束の影響を受けるため、温度を正確に測定することが困難である。図 2.3.1 に、加熱中(室温から 520°C まで)の試験片温度を熱電対および放射温度計を用いて測定した際の温度履歴を示す。ここでは、図 2.3.1(a)に示すように試験片の中央に熱電対 (K-type, シース外径 : 0.5mm) を設置(深さ : 5mm)し、

温度を測定した。同時に熱電対近傍の試験片表面温度を放射温度計により測定した。なお図では、250℃以下の温度を外挿線で示しているが、これは本研究で用いた放射温度計の測定温度の下限が250℃であることによる。熱電対による温度測定が正常であれば、加熱開始と同時に単調な温度上昇が測定される。しかし、**図 2.3.1(b)**から明らかなように、加熱開始、つまり加熱コイルへの電力供給と同時に熱電対による測定値は急激に低下した。これは、加熱コイルによる磁界の形成に起因するノイズであると考えられる。その後熱電対の示す値は放射温度計による測定値と同等の傾きを示しながら単調に上昇するが、加熱終了と同時に急激に上昇した。この急激な上昇は、磁界の消滅に起因する現象と考えられる。また、磁界が消滅した後では熱電対と放射温度計の測定値がほぼ一致することから、放射温度計による温度測定の妥当性が示されている。以上の結果を踏まえて、本節では溶体化処理温度に相当する高温（560℃）まで試験片を昇温させた時点で加熱コイルへの電力の供給を断ち、磁束が消滅した直後の熱電対の値を抽出した。

最初に長手方向について述べる。**図 2.3.2(a)**に示すように試験片の長手方向に10mm間隔で5本の熱電対(K-type, シース外径:0.5mm)を設置して、試験片の温度分布を測定した。矩形の加熱コイルでは、平行部と比較して端部の磁束が高くなることが予想されるため、試験片端部の過熱が懸念される。そこで、加熱コイル端部と試験片端部との距離 $L$ (**図 2.3.2(a)**参照)が長手方向の温度分布に及ぼす影響を調べた。測定結果を**図 2.3.2(b)**に示すが、図では各測定位置における温度を試験片中心部(ch3)の温度に対する差分( $T_{\text{chn}} - T_{\text{ch3}}$ )で示した。熱電対の接触不良に起因すると思われる著しい温度低下が一部( $L=30\text{mm}$ のch4)で確認されるが、他の測定結果はいずれも再現性のあるデータと考えられる。加熱コイル端部と試験片端部との距離 $L$ の増大に伴いch5の温度は単調に低下した。この温度低下は加熱コイル端部における高い磁束に関連する現象と考えられる。図から明らかなように、 $L=26\text{mm}$ の場合に長手方向における温度差は最小となり、その値は約4℃であった。そこで、 $L=26\text{mm}$ の位置で幅方向の温度分布について調査を行った。ここでは、**図 2.3.3(a)**に示すように、5本の熱電対を2mm間隔で試験片の幅方向に設置した。測定結果の一例を**図 2.3.3(b)**に示す。図から明らかなように、中心部(ch3)と比較すると、試験片の両側面(ch1とch5)の温度がやや高くなる傾向が確認された。また、5回の測定を通じて、ほぼ同一の温度分布が確認されることから、その再現性も良好であると判断された。誘導加熱では加熱コイルに対向する試験片表層が発熱し(表皮効果)、試験片中心部は表層からの熱伝導により加熱されるため、上記のような温度分布を生じたと考えられる。いずれにしても試験片の幅方向の温度差は最大でも約4℃と小さいことが確認された。

長手方向および幅方向における温度分布の検討結果から、加熱コイルに対して適正な位置( $L=26\text{mm}$ )に試験片を設置すると、極端に大きな温度分布を生じないことが確認された。この結果から、中心部(ch3近傍)における表面温度の測定結果に基づいて、溶体化温度や時間に関する以下の検討を進めても支障がないと判断した。なお、以下では、放射温度計による試験片上面中央部の表面温度の測定結果に基づいて種々の検討を実施したが、放射温度計による温度測定の妥当性については、放射率の影響を調べた先の研究により、検証済みである<sup>9)</sup>。

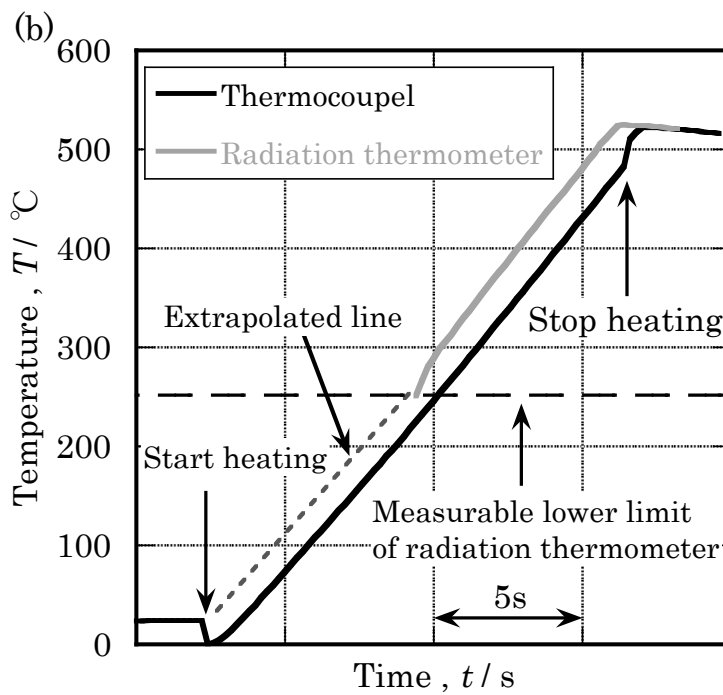
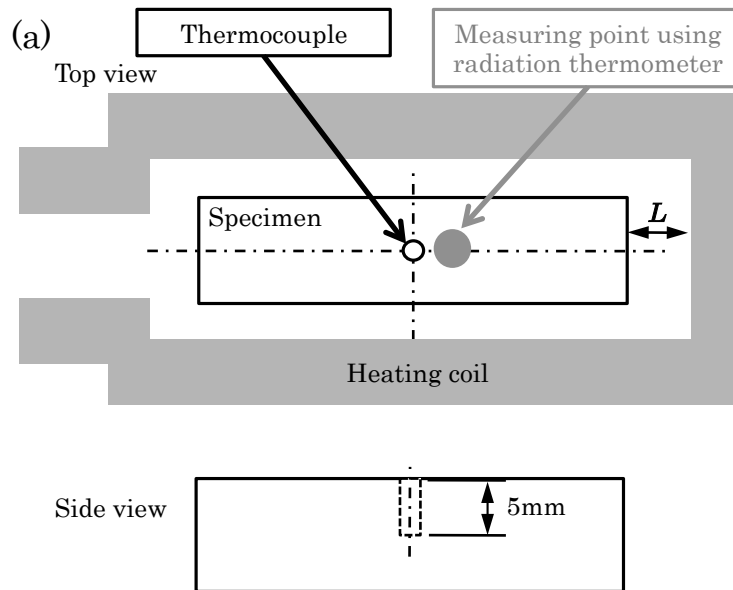


図 2.3.1 熱電対による温度測定状況

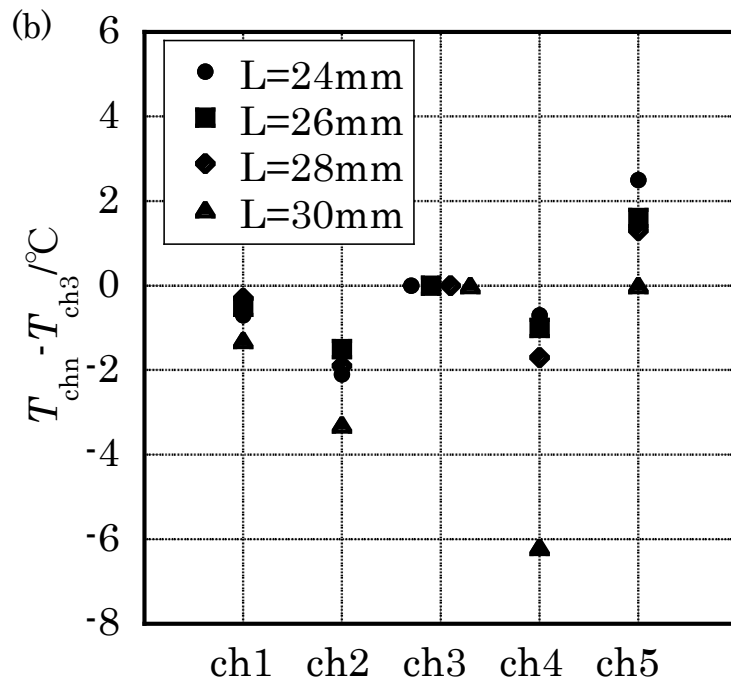
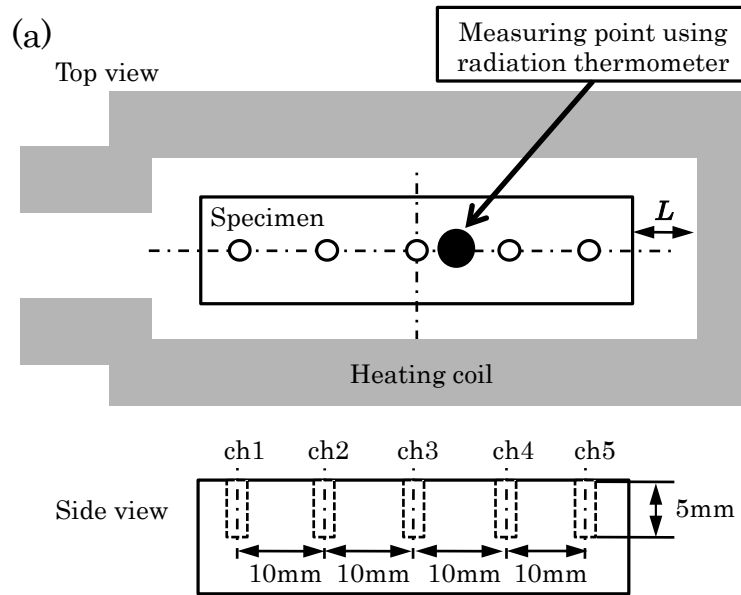


図 2.3.2 試験片長手方向の温度分布

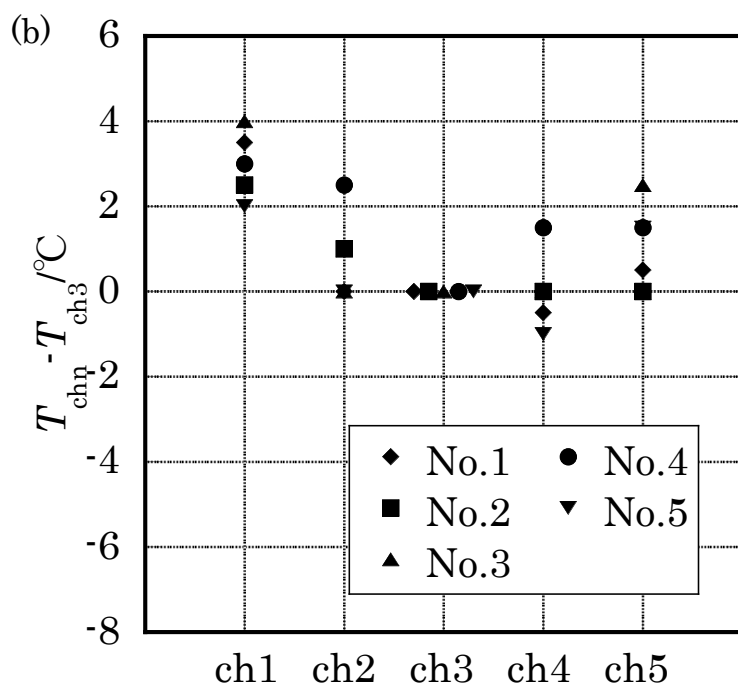
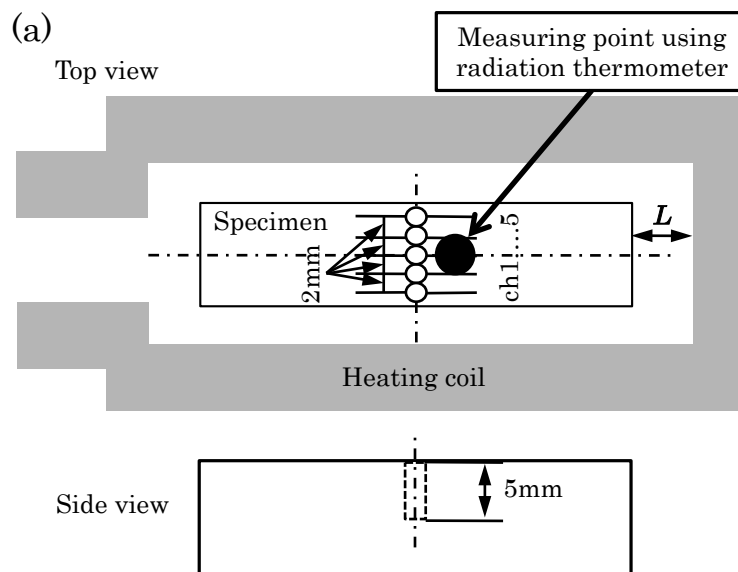


図 2.3.3 試験片長手方向の温度分布

## 2.4 急速昇温を伴う溶体化処理が材料特性に及ぼす影響

本節では、高周波誘導加熱装置特有の他の熱処理装置では実現が困難である大きな昇温速度を伴う溶体化処理が材料特性に及ぼす影響の概要把握を目的とした。具体的には、約 40°C/s という大きな昇温速度下において溶体化温度や溶体化時間がマイクロ組織および機械的性質に及ぼす影響を調べた。さらに、高周波誘導加熱装置の優れた温度制御性を利用して、昇温速度を広範囲(0.4~40°C/s)に変化させた際のマイクロ組織および機械的性質の調査を通じて、急速昇温の効果を検証した。

### 2.4.1 溶体化温度の影響

ここでは、高周波誘導加熱装置を用いて急速昇温を施した状況下において、溶体化温度がマイクロ組織や機械的性質に及ぼす影響を調べた。

始めに、高温溶体化処理では加熱温度の上限に相当する固相線温度を把握する必要があると考えた。そこで、最初に試料の固相線温度を示差走査熱量計を用いて測定した。測定結果を図 2.4.1 に示す。測定時の昇温速度は 5, 10, 20 および 30°C/min の 4 条件で、試料質量は 10mg である。全ての昇温速度において、Al-Si 系の二元系共晶温度に相当する固相線温度は約 570°Cであった。また、いずれの昇温速度でも、560°Cから 565°C付近において僅かな吸熱反応が確認されたが、この吸熱反応は、Al-Mg<sub>2</sub>Si-Si の三元系共晶温度に相当する吸熱反応と推測される<sup>1)</sup>。以上の結果から、本項では、溶体化温度を 450°Cから 570°Cの範囲内に設定した。

高周波誘導加熱装置による加熱時の温度履歴を図 2.4.2 に示す。図では、250°C以下の温度を外挿線で示しているが、これは本研究で用いた放射温度計の測定温度の下限が 250°Cであることによる。なお、図 2.4.2 では 250°C以上における昇温状況を明示するために、各データは X 軸に対してオフセット表示している。そのため、この図から Y 軸切片を直接的に求めることはできないが、全ての条件において、外挿線が室温付近で Y 軸と交わることを確認している。図から明らかなように、250°Cから 560°C付近の高温領域までほぼ直線的な昇温が実現されている。この際、昇温速度は約 40.0°C/s と大きく、また、昇温状況の再現性も良好であった。前述のように、250°C以下の外挿線の Y 軸切片は、いずれも室温付近であったことを確認していることから、直線的な昇温は室温付近の低温領域から実現されている状況が示唆される。参考までに、室温から 450°Cおよび 560°Cへの温度上昇に要した時間は、それぞれ、11s および 14s 程度であった。一方、560°C以上では図 2.4.2(b)中に矢印で示すように昇温速度が低下したが、これは後述するように局所融解の発生に伴う現象と考えられる。

図 2.4.3 に各温度で溶体化処理を施した試料のマイクロ組織を示す。いずれの溶体化温度においてもデントライト状の初晶  $\alpha$ -Al 相と共晶 Si 粒子および共晶  $\alpha$ -Al 相から構成されるネットワーク状の共晶組織が確認

され、450°Cから570°Cの溶体化温度に対する明瞭な差異は見受けられない。しかし、**図 2.4.3 (h)**に例示するように、溶体化温度が570°Cの場合には、加熱コイルに対向する側面および試料の四隅において、加熱時の局所融解とその後の冷却に伴う凝固収縮により形成されたと考えられる痕跡(粗大な空隙)が認められた。先に**図 2.4.2(b)**で示した560°C以上で観察された温度上昇の遅滞は、試験片各部に生じたこのような局所融解に起因する現象と考えられる。上述のように、初晶 $\alpha$ -Al相などには溶体化温度の影響がみられないが、共晶Si粒子の大きさや形状は溶体化温度に関連して変化することが予想される。そこで、各温度で溶体化処理を施した際の共晶Si粒子を観察したところ、**図 2.4.4**に示す結果が得られた。画像から判断する限りでは、溶体化温度の差異に起因する共晶Si粒子の大きさや形状の差異は確認されない。共晶Si粒子の大きさや形状をさらに詳細に調べるために、**図 2.4.4**に示したような画像を用いて画像解析により共晶Si粒子の断面積とアスペクト比を統計的に求めたところ、**図 2.4.5**に示す結果が得られた。図に示した断面積とアスペクト比の平均値にはやや大きな変動が認められるものの、溶体化温度の上昇に伴う有意差は確認されず、鑄放し材と比較してもほぼ同等な値であると解釈された。急速昇温に加え、目標温度に到達した時点で急冷する溶体化処理では、高温領域における滞留時間が極端に制限されるために、共晶Si粒子の形状変化や成長が抑制されたものと推測される。**図 2.4.6**に導電率、ビッカース硬さおよび0.2%耐力と溶体化温度の関係を示す。500°C以上の溶体化温度では、温度上昇に伴い導電率は低下することから溶体化温度の上昇に伴い初晶ならびに共晶 $\alpha$ -Al相中におけるMgやSiの固容量が増加したと推測される。ビッカース硬さは溶体化温度の上昇に伴い増大し、固相線温度に相当する570°Cで最大となるが、500°C以下で鑄放し材に対して低い値を示した。500°C以下の溶体化温度で硬さが低下する現象は、鑄造後の室温放置(自然時効)に伴い生成されたクラスタやG.P.ゾーンなどが短時間の加熱で消失するいわゆる復元に関連する<sup>12)</sup>と考えられる。520°C以上での硬さの増加は、導電率の変化からも推測されるように、MgやSiの固容量の増加に伴う固溶強化に起因すると考えているが、自然時効に伴うクラスタの形成も少なからず硬さの増加に関与していると推測される。0.2%耐力でも硬さと類似の変化が確認されるが、耐力の増加傾向が明瞭となる溶体化温度は540°Cまで上昇した。

以上の結果から、溶体化温度に達した直後に急冷する溶体化処理では、共晶Si粒子に明瞭な変化は認められないものの、溶体化温度の上昇に伴う固容量の増大に関連して硬さや耐力が増大することが明らかとなった。なお、硬さと耐力は固相線温度に相当する570°Cで最大となるものの、**図 2.4.3 (h)**で例示したように、570°Cでは局所融解が発生することから、以下に述べる溶体化時間や昇温速度の検討では560°Cを溶体化温度として採用した。

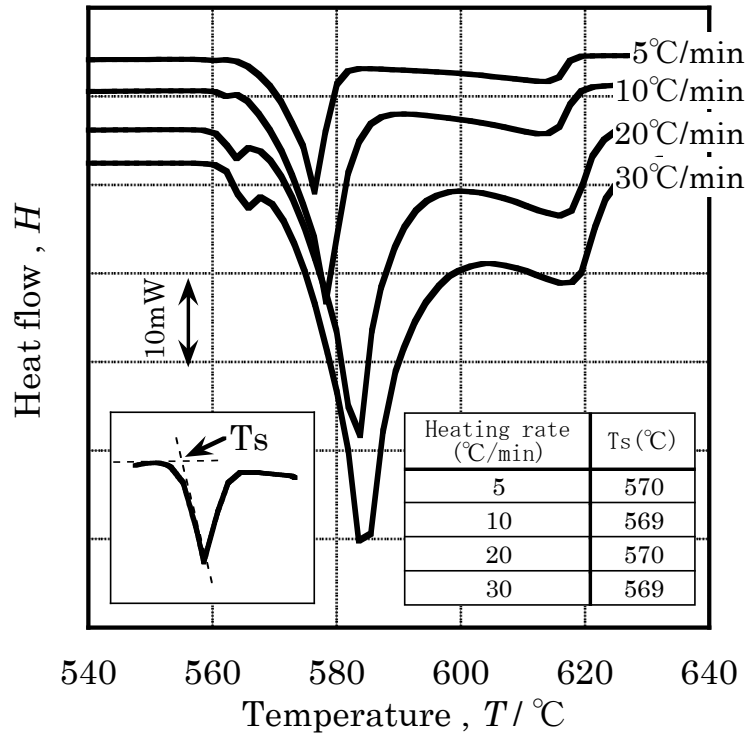


図 2.4.1 示差走査熱分析の結果

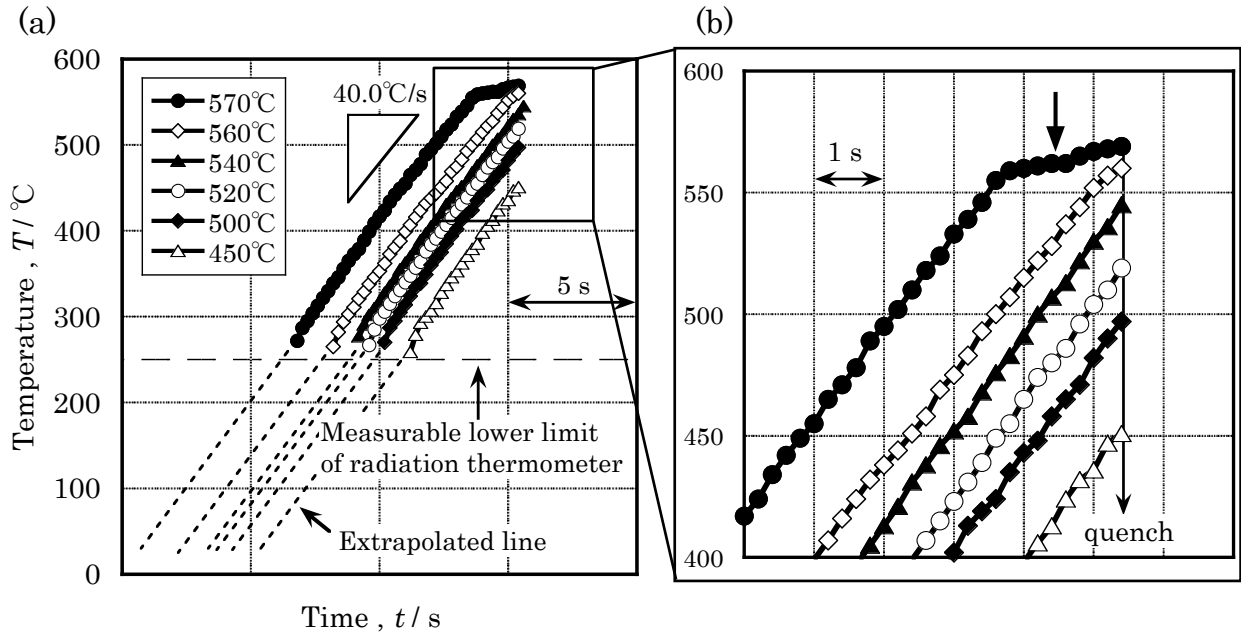


図 2.4.2 温度履歴



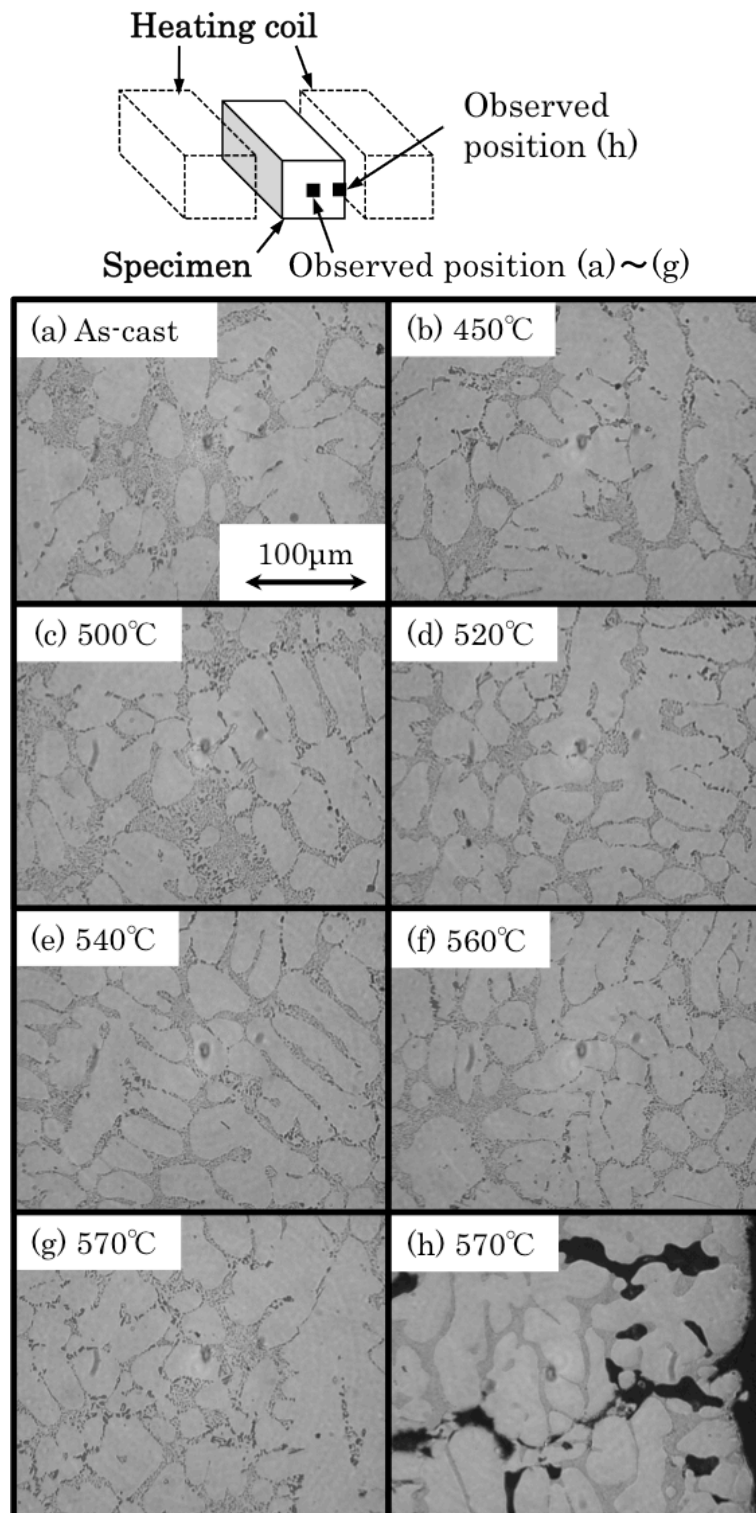


図 2.4.3 溶体化温度がマイクロ組織に及ぼす影響

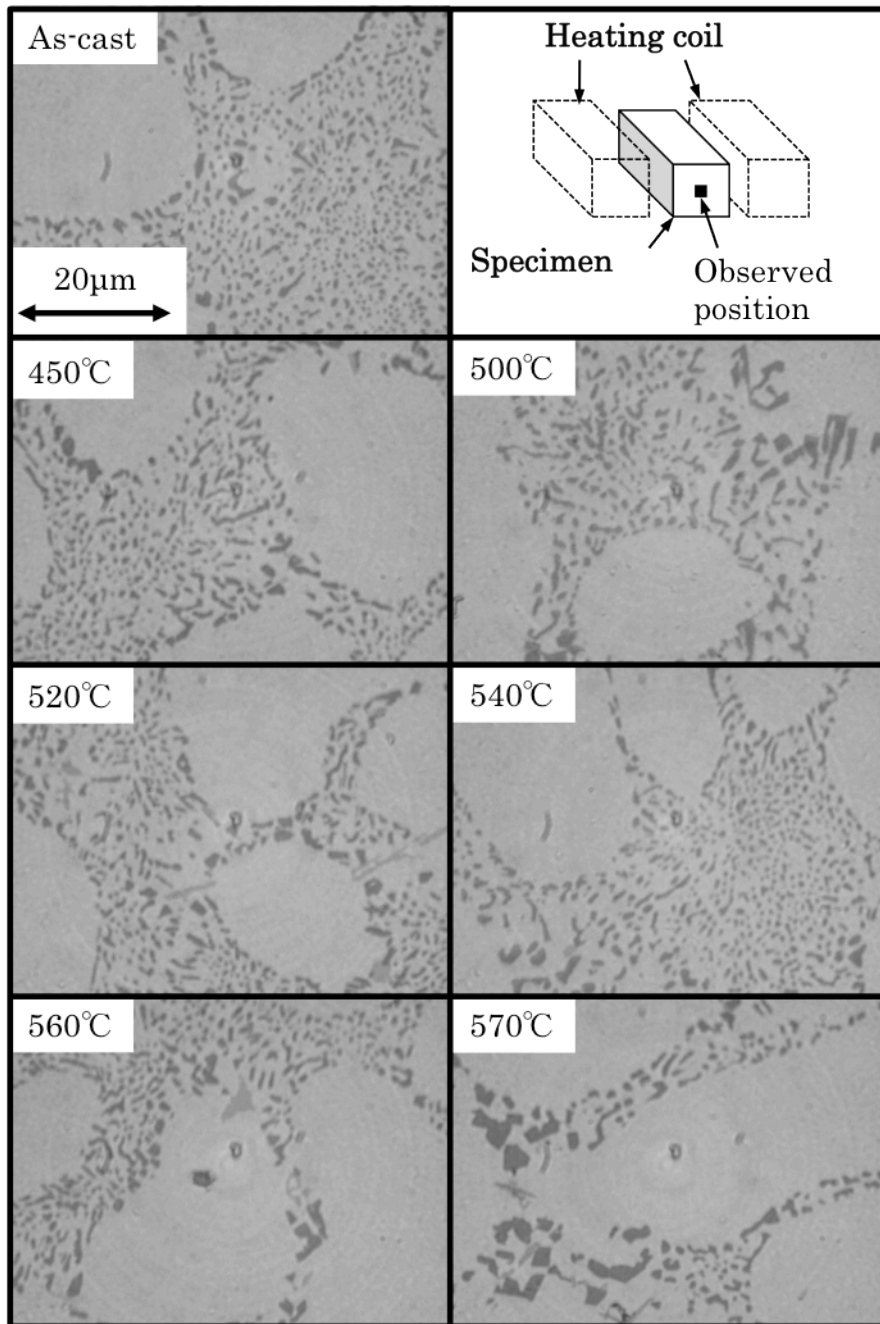


図 2.4.4 溶体化温度が共晶 Si 粒子に及ぼす影響

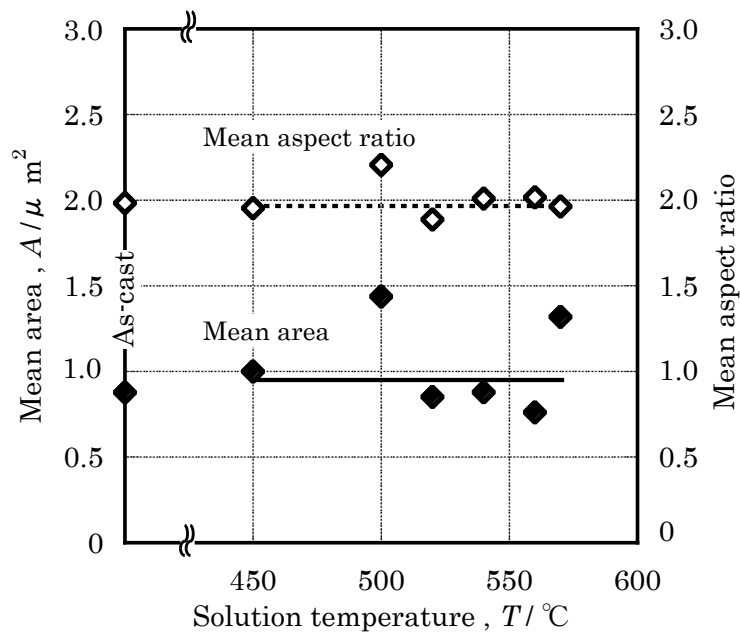


図 2.4.5 溶体化温度が共晶 Si 粒子の平均断面積と平均アスペクト比に及ぼす影響

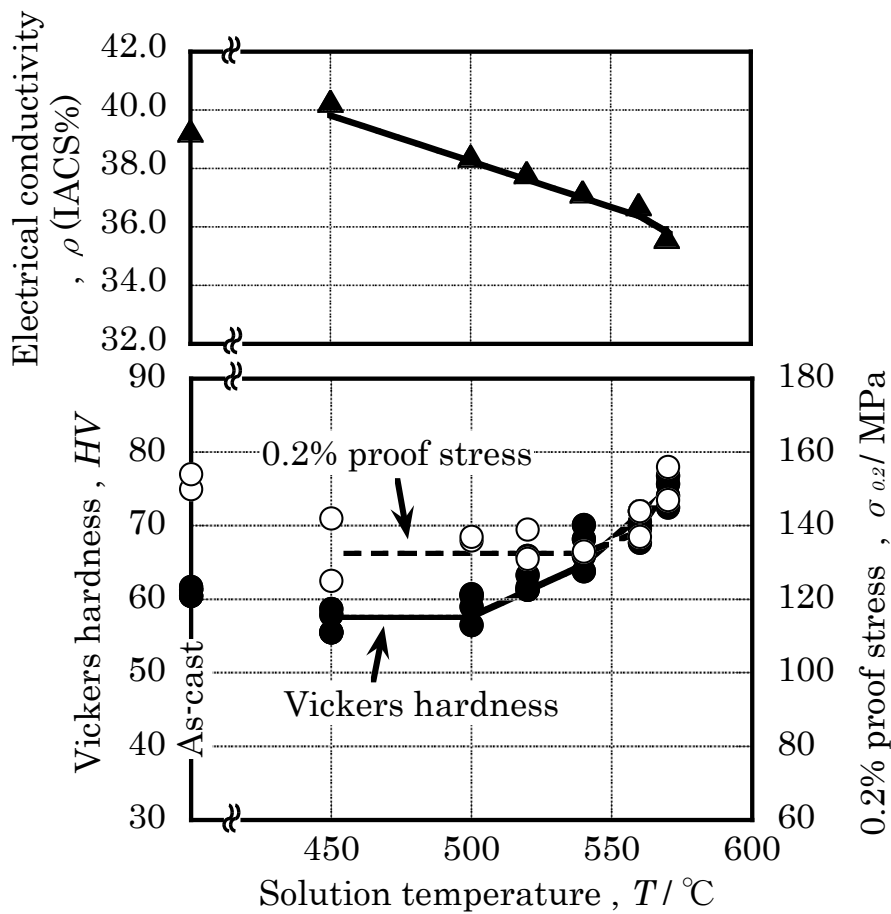


図 2.4.6 溶体化温度が導電率、硬さおよび耐力に及ぼす影響

## 2.4.2 溶体化時間の影響

前項の検討結果を参照して、40.0°C/s に達する昇温速度で固相線直下の 560°C まで急速昇温した後に、保持時間を分単位で変化させた場合について、マイクロ組織と機械的性質の関係を調べた。

温度履歴を図 2.4.7 に示す。40.0°C/s に相当する大きな昇温速度で加熱された結果、約 13s で室温から 560°C まで昇温することが可能であり、また、昇温から保持へ移行する際に顕著なオーバーヒートを生じない(約 1°C)ことが明らかとなった。さらに、560°C での保持過程における温度変動は最大でも 4°C 程度であり、安定した温度制御が実現されている。

図 2.4.8 は各溶体化時間における共晶 Si 粒子を示したものであるが、僅か数分の溶体化時間の差異に対しても共晶 Si 粒子の大きさや形状が鋭敏に変化していることが理解できる。そこで、共晶 Si 粒子の断面積とアスペクト比を画像解析により統計的に整理したところ、図 2.4.9 に示す結果が得られた。溶体化時間に対する平均断面積の変化から明らかなように、共晶 Si 粒子は時間の延長に伴い単調に粗大化した。僅か 3min および 10min の溶体化時間でも、0min の平均断面積と比較すると、それぞれ 193% および 264% まで粗大化する状況が明瞭に確認できる。他方、アスペクト比は 3min の溶体化時間で低下し、共晶 Si 粒子が球状化する傾向を示したが、3min 以降の溶体化時間ではほぼ一定であり球状化が飽和する状況が示唆された。共晶 Si 粒子の球状化においては、Al と Si の界面エネルギーを駆動力として Si 原子の拡散が生じる。小林らは<sup>13)</sup>、Al マトリックスと Si 粒子の界面を Si 原子が拡散する場合は、拡散速度が大きく拡散距離が短いことに起因して、溶体化処理の初期においてはこの機構による Si 原子の移動が支配的であるとしている。このことから、共晶 Si 粒子の形状は短時間の溶体化処理において変化し易いと推測される。一方、共晶 Si 粒子の粗大化に際しては、Al マトリックスと Si 粒子の界面における Si 原子の拡散と比較して、拡散速度が小さい Si 粒子内の Si 原子の拡散や Al マトリックス内の Si 原子の拡散の影響が大きいため、長時間の溶体化処理を要すると推測される。つまり、図 2.4.9 に示された、3min 以前の溶体化処理時間におけるアスペクト比の明瞭な変化と、溶体化時間の延長に伴い継続される粗大化傾向は、小林らの主張に合致するマイクロ組織変化と解釈される。図 2.4.10 に導電率、ビッカース硬さおよび 0.2% 耐力と溶体化時間の関係を示す。導電率は、3min の溶体化時間まで低下傾向を示すが、3min 以降は飽和することから、Mg や Si の固溶量は 3min 以降の溶体化時間で飽和すると推測される。溶体化時間に対する導電率の変化に対応して、硬さと耐力は 3min の溶体化時間までは明瞭に増大するが、3min 以降はほぼ飽和する傾向を示した。導電率と関連する硬さや耐力の変化は、初晶ならびに共晶  $\alpha$ -Al 相における固溶強化に起因する現象と考えられる。一方、図 2.4.9 で示したように、共晶 Si 粒子は溶体化時間の延長に伴い単調に粗大化することから、硬さや耐力に及ぼす共晶 Si 粒子の大きさの影響は小さいと考えられる。

以上の検討を通じて、3min 以下という著しく短い溶体化時間におけるマイクロ組織や機械的性質の変化を明瞭に捉えることができた。急速昇温(40.0°C/s)、オーバーヒートの抑制(約 1°C)および保持過程における良

好な温度安定性(約 4°C)という特徴的な温度履歴を高周波誘導加熱装置の適用により実現できたことが、短時間の溶体化処理に伴う微妙なマイクロ組織変化や機械的性質の変化を検出できた主な理由と考えている。

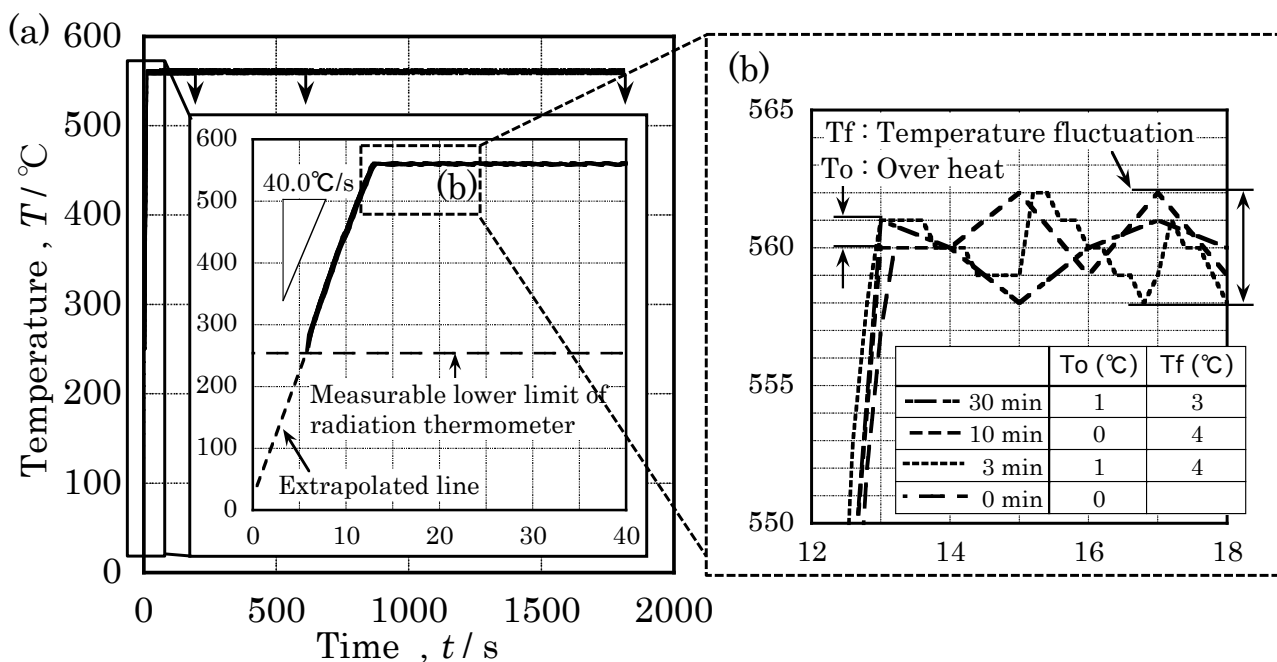


図 2.4.7 溶体化処理時の温度履歴

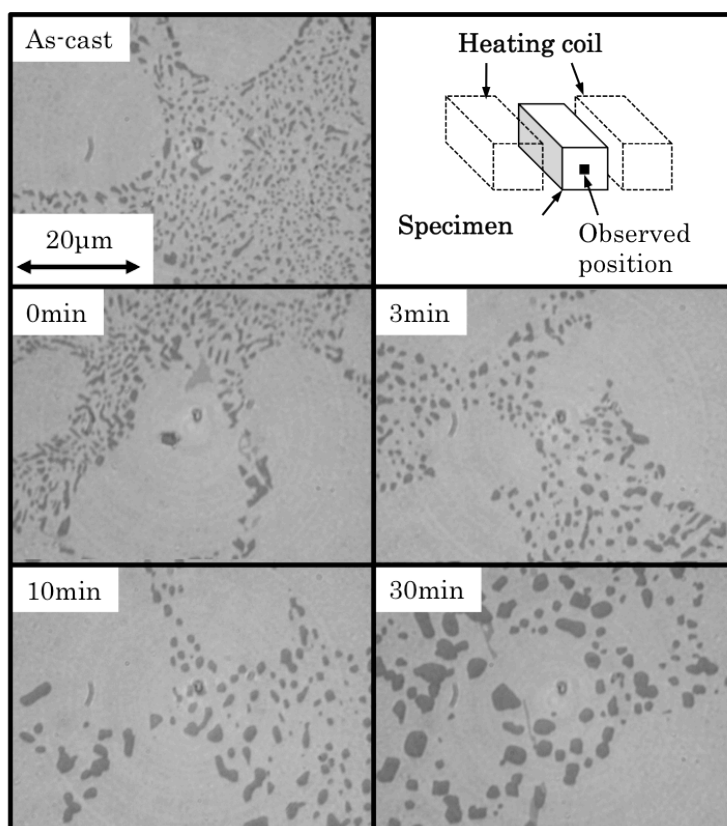


図 2.4.8 溶体化時間が共晶 Si 粒子に及ぼす影響

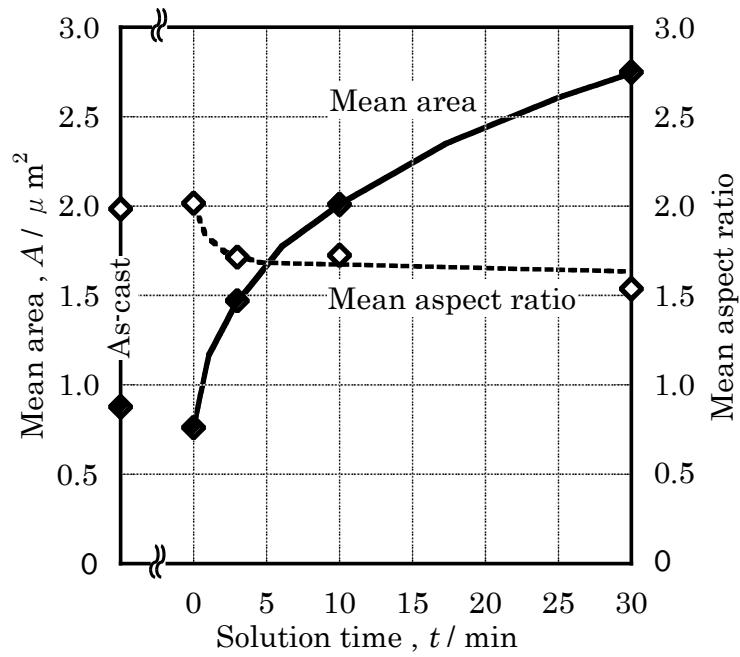


図 2.4.9 溶体化時間が共晶 Si 粒子の平均断面積および平均アスペクト比に及ぼす影響

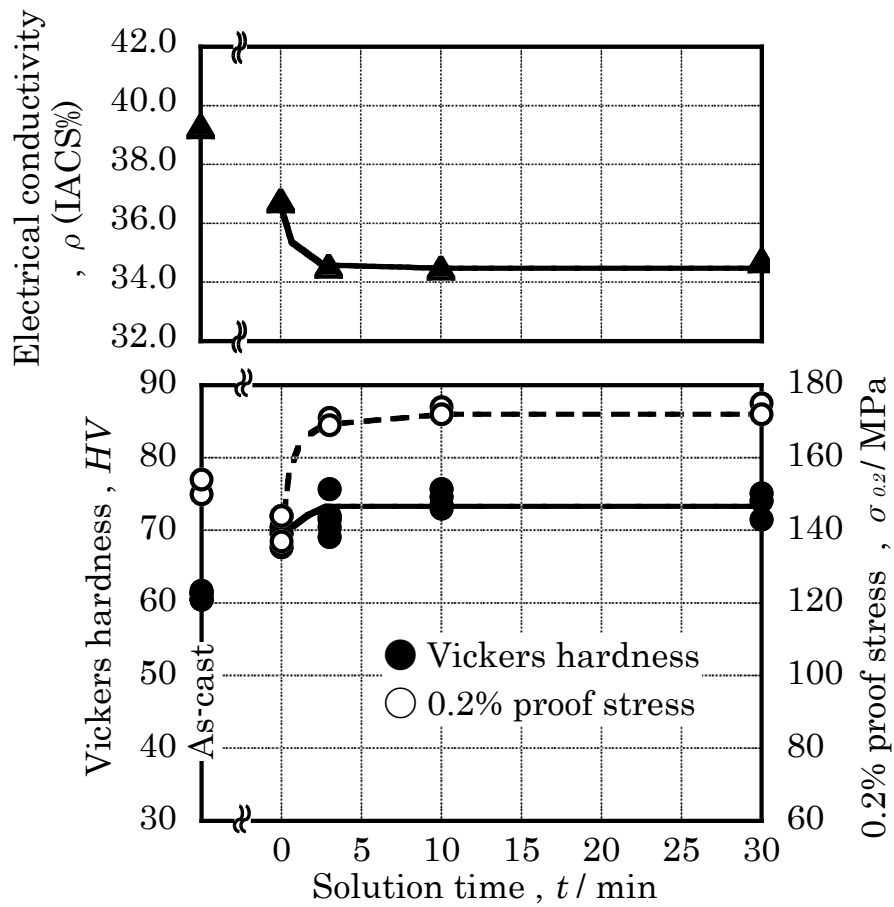


図 2.4.10 溶体化時間が導電率、硬さおよび耐力に及ぼす影響

### 2.4.3 昇温速度の影響

以上の検討では、40.0°C/s で急速昇温した状況下における溶体化温度と時間の影響を調べたが、以下の検討では、高周波誘導加熱装置の優れた温度制御性を利用して、昇温速度を広範囲かつ正確に変化させた場合におけるマイクロ組織と機械的性質を調べた。ここでは、溶体化温度を固相線直下の 560°C、溶体化時間をマイクロ組織や機械的性質が飽和傾向を示す 3min に設定し、昇温速度を 40.0°C/s、4.0°C/s および 0.4°C/s の 3 水準で変化させた場合について、実験を実施した。

各昇温速度で加熱した試料の温度履歴を図 2.4.11 に示す。いずれの昇温速度においても、低温領域から目標の溶体化温度である 560°C に至るまでほぼ直線的な昇温が実現されており、昇温から保持への移行ならびに保持過程の温度変動も良好であることが確認された。

図 2.4.12 に各昇温速度における共晶 Si 粒子の様子を示す。いずれの昇温速度で溶体化処理を施した試料においても、鑄放し状態と比較して共晶 Si 粒子の粗大化が確認された。特に昇温速度が 4.0°C/s および 0.4°C/s の試料では、比較的粗大な Si 粒子が多数認められた。図 2.4.13 に画像解析から求めた共晶 Si 粒子の断面積とアスペクト比の平均値を示す。いずれの昇温速度でもアスペクト比はほぼ一定であることから昇温速度に関連する有意差は認められないが、断面積は最大の昇温速度である 40.0°C/s で、他の昇温速度と比較して明らかに小さな値を示した。図 2.4.9 で示したように、560°C の溶体化温度では、3min の保持時間でアスペクト比の変化が飽和する。そのため、昇温速度が小さくなり、Si 原子の拡散が活発となる高温領域における滞留時間が実質的に延長されても、アスペクト比は明瞭な変化を示さないと考えられる。他方、断面積に関しては、昇温速度の低下に伴い、Si 原子の拡散が活発となる高温領域における滞留時間が実質的に延長されることで、単調に粗大化すると予想される。昇温速度が 40.0°C/s において、共晶 Si 粒子の断面積が最小(約 1.5 $\mu\text{m}^2$ )を示したのは、このような高温領域における滞留時間の低減に起因する現象と考えられる。しかし、4.0°C/s と 0.4°C/s はほぼ同等の値を示したことから、この点に関してはさらに詳細に検討を加える必要があると考えている。図 2.4.14 に導電率、ビッカース硬さおよび 0.2% 耐力と昇温速度の関係を示す。導電率は、いずれの昇温速度においてもほぼ一定であるが、硬さと耐力は昇温速度の増大に伴い僅かに減少する傾向を示した。しかし、その差異は軽微で 0.4°C/s と 40.0°C/s を比較しても硬さは 5%、耐力は 3% 程度であった。

以上の結果から、導電率、硬さおよび耐力に対する昇温速度の影響は軽微であることが示された。一方、共晶 Si 粒子の大きさに及ぼす影響は顕著であった。具体的には、昇温速度が 40.0°C/s における共晶 Si 粒子の断面積(約 1.5 $\mu\text{m}^2$ )に対して、4.0°C/s では約 168%、0.4°C/s では約 149% の粗大化傾向が示された。

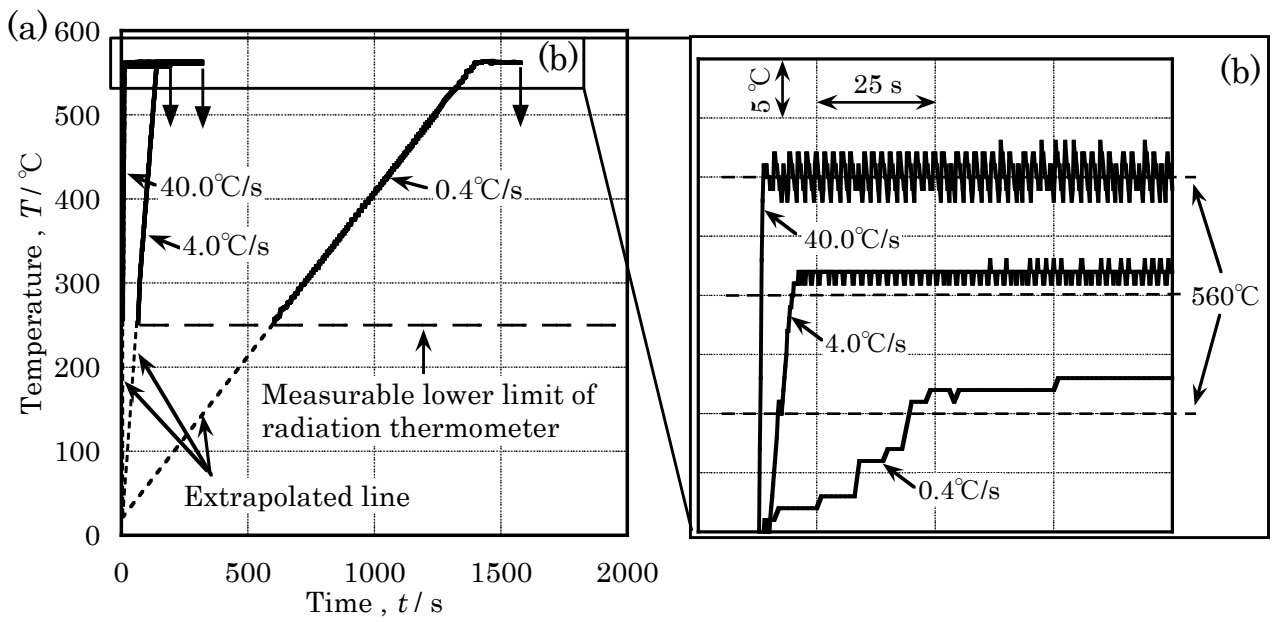


図 2.4.11 溶体化処理時の温度履歴

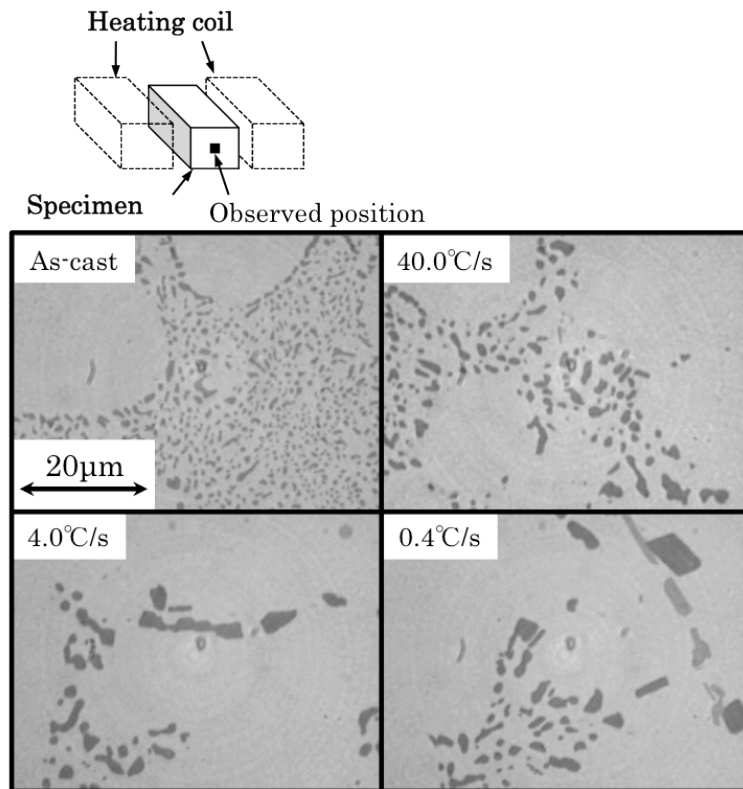


図 2.4.12 昇温速度が共晶 Si 粒子に及ぼす影響



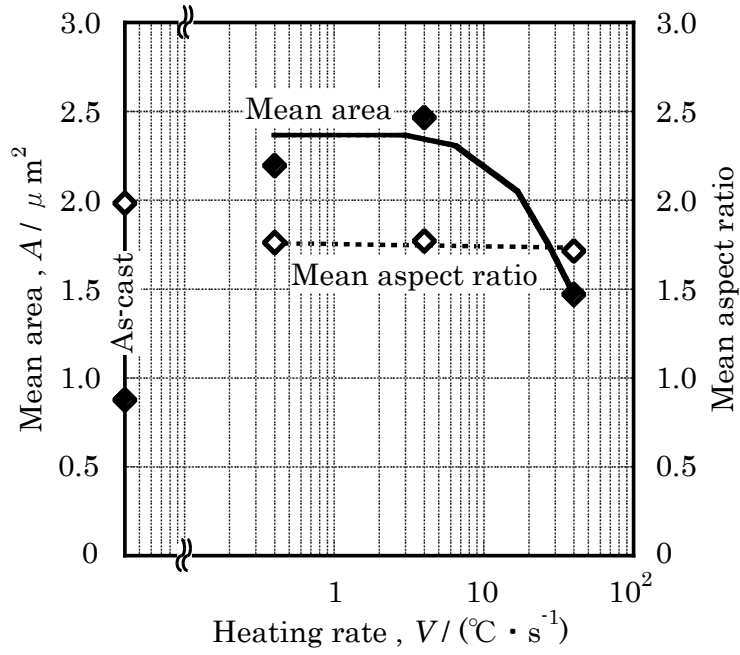


図 2.4.13 昇温速度が共晶 Si 粒子の平均断面積および平均アスペクト比に及ぼす影響

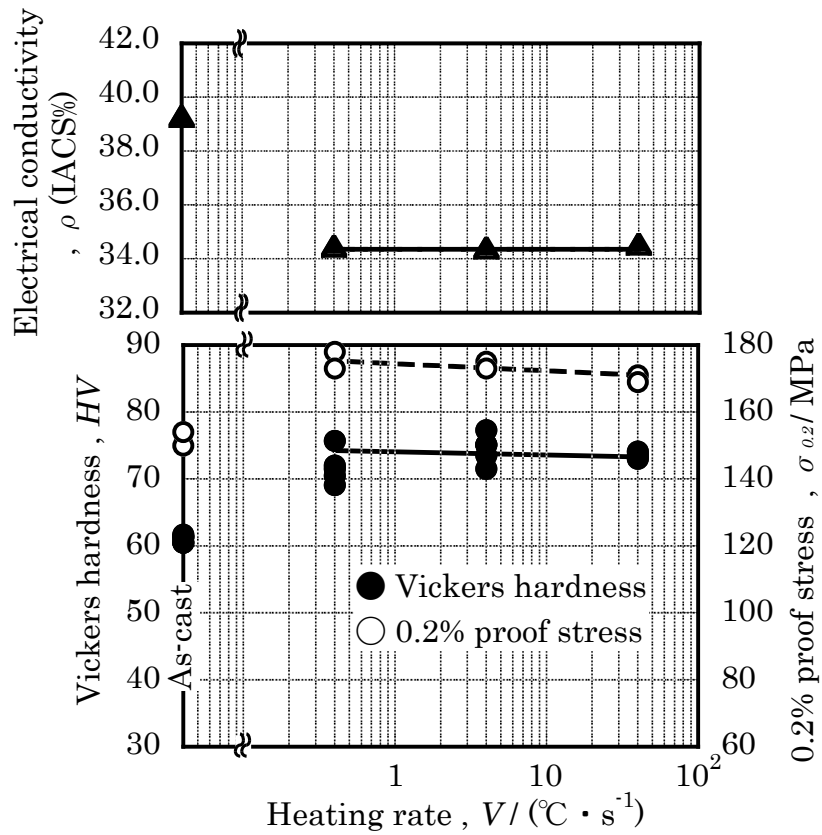


図 2.4.14 昇温速度が導電率、硬さおよび耐力に及ぼす影響

## 2.5 高温短時間溶体化処理が材料特性に及ぼす影響

本節では、前節における検討結果を踏まえ、急速昇温を伴う固相線直下の高温領域における分単位の保持という極めて限定的な高温短時間溶体化処理を施した際のマイクロ組織および機械的性質の精査を通じて、溶体化処理の効果が得られる温度履歴を模索した。具体的には、溶体化処理に伴うマイクロ組織変化の中でも、機械的性質に対する寄与度が大きいと考えられる Mg や Si の存在状態の変化や共晶 Si 粒子の形態変化を調べた。同時に、それらのマイクロ組織変化が硬さや引張特性などの機械的性質に及ぼす影響を検討した。

### 2.5.1 ミクロ組織

#### 2.5.1.1 金属間化合物

溶体化処理に伴う Mg および Si の存在状態の変化を議論するためには、鑄放し状態におけるマイクロ組織を詳細に把握する必要があると考えられた。そのため、光学顕微鏡ならびに EPMA による面分析を通じて、鑄放し状態における Mg および Si の存在状態を調べた。結果を図 2.5.1 に示す。ここでは、面分析に先立ち特徴的な第 2 相について定性分析を実施した際に検出された Al, Fe, Mg および Si の 4 元素に関して面分析を行った。Al の分析結果によると、光学顕微鏡でデンドライト状に観察される組織は初晶  $\alpha$ -Al 相に対応することが理解できる。他方、初晶  $\alpha$ -Al 相の間隙に相当する共晶部において Si 濃度が高いことから、Si は共晶 Si 粒子として存在すると解釈できる。Si と比較すると、Mg や Fe は共晶部の一部に局在化する傾向が強く、また、両者が共存していることが特徴的である。この状況から、両者が化合物を形成していることが示唆されるので、Mg と Fe が共存している領域について詳細に分析したところ、図 2.5.2 に示す結果が得られた。図 2.5.2(a)に示す光学顕微鏡でチャイニーズスク립ト状に観察される第 2 相には、Al, Fe, Mg および Si の 4 元素が共存することから、Al-Fe-Mg-Si 系の金属間化合物であると考えられる。図 2.5.2(b)に示す光学顕微鏡で板状に観察される第 2 相からも、上記の 4 元素が検出されることから、図 2.5.2(a)と同様に、Al-Fe-Mg-Si 系の金属間化合物と同定される。一方、図 2.5.2(c)に示した光学顕微鏡で観察されるやや黒色の強い第 2 相からは Mg と Si のみが検出されるため、粗大な  $Mg_2Si$  相と考えられる。このように、幾何学的な形状ならびに構成元素に基づいて第 2 相を分類すると、Mg を含む 2 種類の Fe 系金属間化合物と  $Mg_2Si$  相の合計 3 種類が鑄放し状態に存在することが確認された。

図 2.5.3 に各時間で溶体化処理を施した試料の面分析結果(Mg と Fe の分布状態)を示す。昇温直後に水中へ急冷する溶体化処理(IH:0min)では、鑄放し状態と同様に共晶部の一部に Mg および Fe が局在化している様子が確認された。一方、溶体化時間が 3min 以上では、Fe の局在化傾向に変化は認められないが、Mg の局在化は認められなくなった。なお、電気炉処理材(EF)では、軽微な Mg の局在化が確認されるが、これは溶体化温度が高周波誘導加熱処理材(560°C)と比較して 25°C低いことに起因する現象と考えられる。Mg の

局在化の解消と前述の3種類の金属間化合物の存在状態との対応関係を調べるために、光学顕微鏡を用いて詳しく観察したところ、**図 2.5.4** に示す状況が明らかとなった。前述のように、鑄放し状態ではチャイニーズスクリプト状および板状の Fe 系金属間化合物に加えて、数密度は極めて小さいが粗大な  $Mg_2Si$  相が確認された。溶体化時間が 0min の場合、鑄放し状態と同様に、チャイニーズスクリプト状および板状の2種類の Fe 系金属間化合物は確認されるが、 $Mg_2Si$  相は確認できなかった。一方、溶体化時間が 3min 以上の試料では、チャイニーズスクリプト状の Fe 系金属間化合物は消失し、板状の Fe 系金属間化合物のみが確認された。この板状の Fe 系金属間化合物は、面分析結果(**図 2.5.3**)から判断されるように Mg を含まない Al-Fe-Si 系の金属間化合物であると推測される。ところで、電気炉を用いて 560°C まで緩やかに加熱(昇温時間: 30min)し、直後に急冷した試料を別途作成し同様の組織観察を行ったところ、板状の Fe 系金属間化合物のみが確認され、チャイニーズスクリプト状のものは存在しない状況を確認している。すなわち、高周波誘導加熱装置による急速昇温に加えて温度制御性の良い短時間の加熱により、電気炉による加熱では捉えることが困難な Fe 系金属間化合物の消失過程を克明に確認することができた。

数分単位の溶体化処理で明瞭な状態変化を生じた Fe 系金属間化合物に関して、EPMA による定量分析を行った。鑄放し状態で確認されたチャイニーズスクリプト状および板状の Fe 系金属間化合物ならびに 30min の溶体化処理を施した試料で確認された板状の Fe 系金属間化合物について、10 個ずつ分析した際の平均値を**表 2.5.1** に示す。鑄放し状態で確認されたチャイニーズスクリプト状および板状の Fe 系金属間化合物では、Al 量が最も多く、次いで Mg, Si, Fe の順であり、両 Fe 系金属間化合物の組成に明瞭な差異は確認されなかった。一方、溶体化処理を 30min 実施した試料に確認された板状の Fe 系金属間化合物は、Mg を含まない Al-Fe-Si 系の金属間化合物であることが確認された。鑄造用アルミニウム合金に晶出する Fe 系金属間化合物に関しては沢山の報告がある<sup>14)~16)</sup>。その中でも、AC4CH 合金もしくは同等の組成を有する A356 合金に晶出する Fe 系金属間化合物に関して、熊井ら<sup>17)</sup>はレオキャスト材およびスクイズキャスト材にチャイニーズスクリプト状の  $\alpha$ -AlFeSi( $Al_8Fe_2Si$ )と粗大板状の  $\beta$ -AlFeSi ( $Al_5FeSi$ )が観察されるとしている。その他にも、Mg を含む  $\pi$ -AlFeMgSi ( $Al_8FeMg_3Si_6$ )<sup>18),19)</sup>もしくは  $Al_9FeMg_3Si_5$ <sup>20),21)</sup>、以降、 $\pi$ 相と記す)が報告されている。 $\pi$ 相の形状は様々で、チャイニーズスクリプト状<sup>22),23)</sup>および針状<sup>24)</sup>が報告されている。以上の報告を参照すると、本供試材の鑄放し状態に存在するチャイニーズスクリプト状および板状の Fe 系金属間化合物は  $\pi$ 相と推測される。なお、**表 2.5.1** には、Closset ら<sup>18)</sup>および Gustafsson ら<sup>19)</sup>が報告する  $\pi$ 相( $Al_8FeMg_3Si_6$ )の組成も併記している。これらを比較すると、本供試材で確認される Fe 系金属間化合物の定量分析結果は既報の  $\pi$ 相の組成と若干異なる。これは Fe 系金属間化合物が微細であることに起因して、EPMA の分析時の電子ビームが Fe 系金属間化合物以外にも照射されて、周囲の元素情報が混入したためと考えている。ところで、Closset ら<sup>18)</sup>は Fe と Mg の添加量が比較的少ない試料 (0.16%Fe-0.45%Mg)では、溶体化処理中に  $\pi$ 相は完全に消失すると報告している。さらに、 $\pi$ 相は溶体化処理により Mg を含まない  $\beta$ -AlFeSi に状態変化を生じるとの報告もある<sup>22),23)</sup>。これらの報告は、本供試材で確認された Fe 系金属間化

化合物の溶体化処理中の挙動と合致する。以上の検討から、本供試材の鑄放し状態で確認される Mg を含む 2 種類の Fe 系金属間化合物は、 $\pi$  相に相当すると考えている。さらに、3min 以上の溶体化処理により Mg の局在化が解消される状況(図 2.5.3)や、30min の溶体化処理を施した試料に存在する Fe 系金属間化合物が Mg を含有しない状況(表 2.5.1)から、 $\pi$  相は 3min の以上の溶体化処理により  $\beta$ -AlFeSi に状態変化を生じたと考えている。

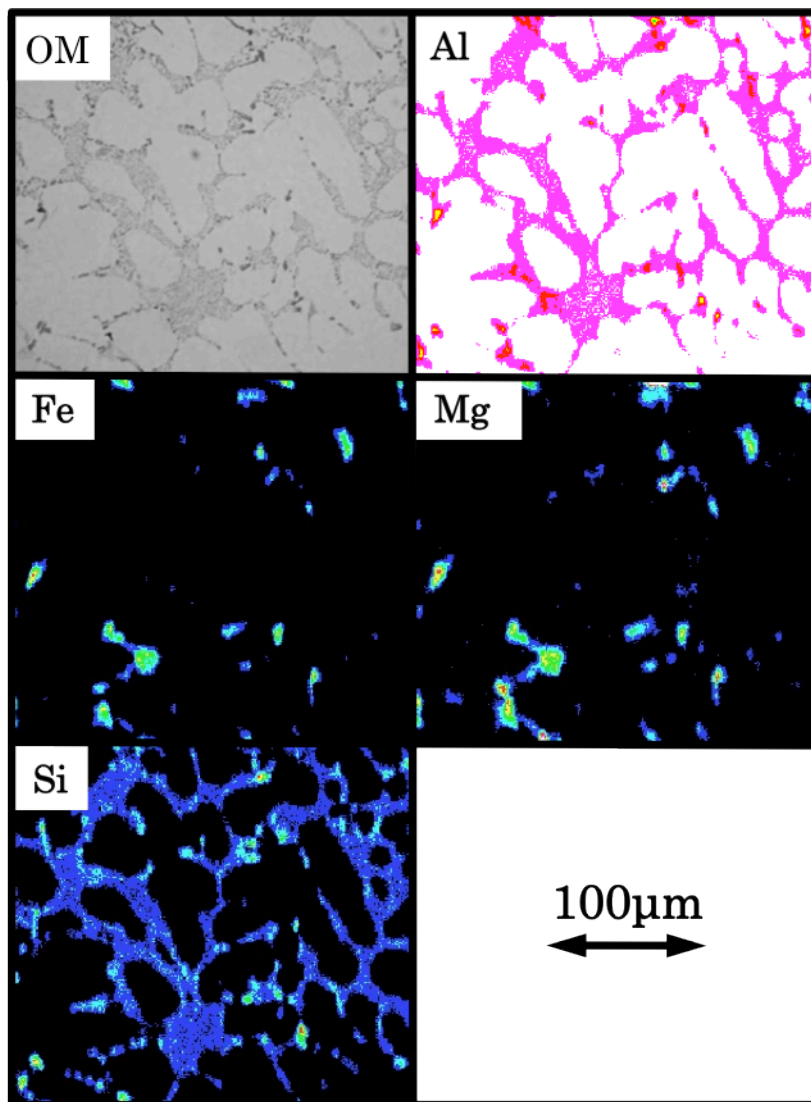


図 2.5.1 鑄放し状態における光学顕微鏡画像と EPMA のマッピング画像

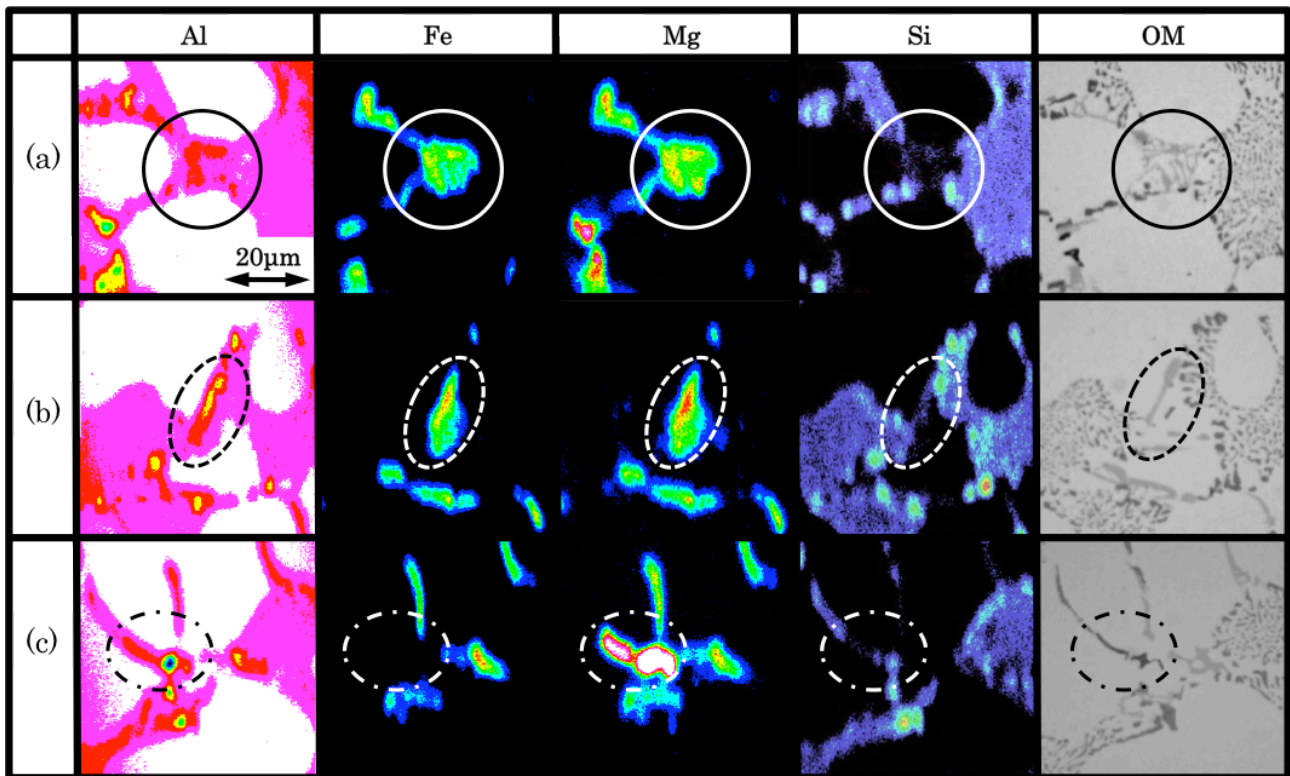


図 2.5.2 鑄放し状態における光学顕微鏡画像と EPMA のマッピング画像. (a) Al-Fe-Mg-Si 系の金属間化合物 (チェーンズクリプト状), (b) Al-Fe-Mg-Si 系の金属間化合物(板状)および (c)Mg<sub>2</sub>Si 相

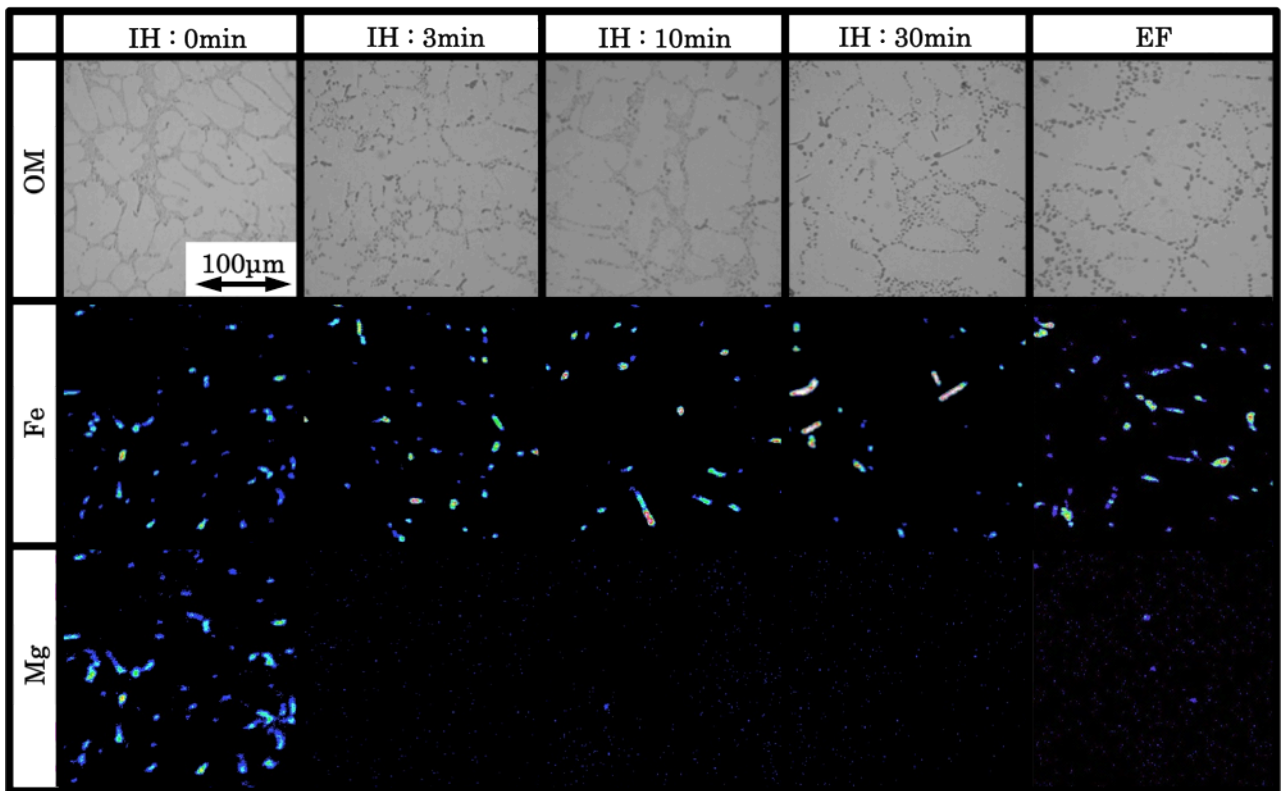


図 2.5.3 溶体化処理材における光学顕微鏡画像と EPMA のマッピング画像

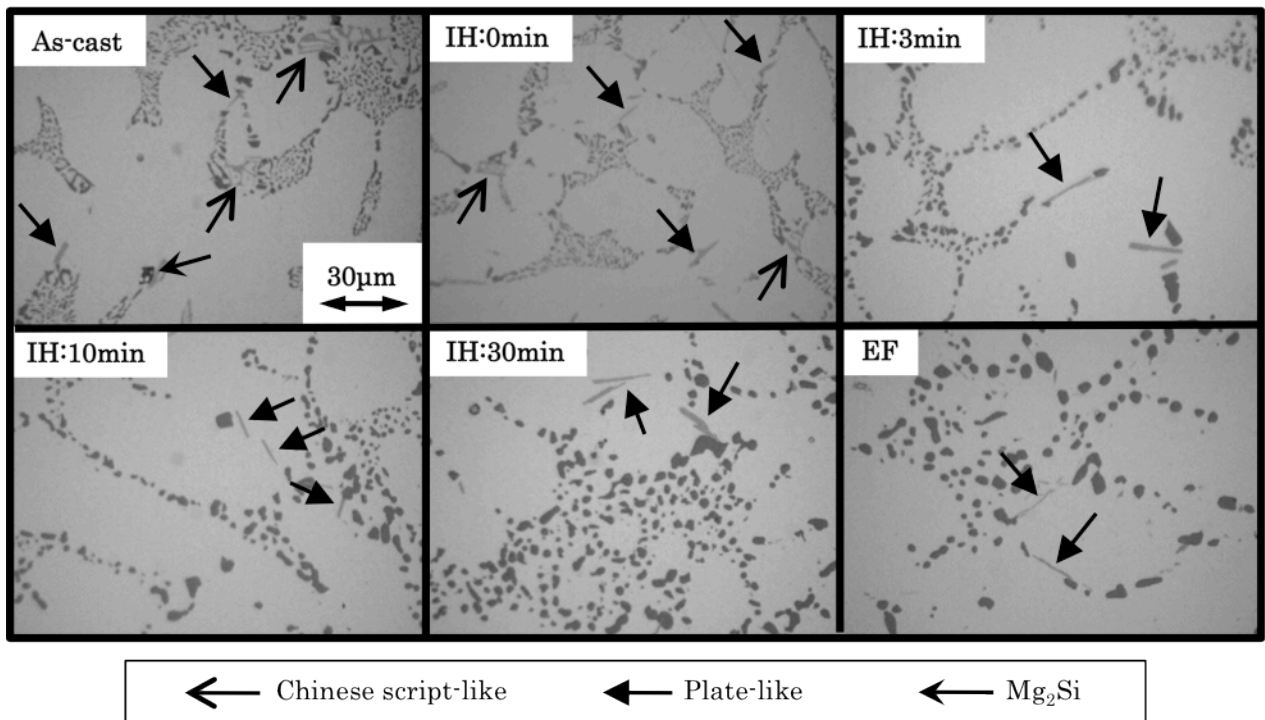


図 2.5.4 溶体化処理が金属間化合物の存在状態に及ぼす影響

表 2.5.1 金属間化合物の化学組成(mass%)

Intermetallic compound	Al	Fe	Mg	Si	Reference
Chinese script-like	72	1	17	10	Present work
Plate-like	65	2	20	13	
Plate-like (Solution treated for 30 min)	89	3	0	8	
$\pi$ -Al <sub>8</sub> FeMg <sub>3</sub> Si <sub>6</sub>	52	10	13	28	B.Closset <sup>18)</sup>
	—	8 to 9	13 to 16	25 to 28	G.Gustafsson <sup>19)</sup>

### 2.5.1.2 初晶 $\alpha$ -Al 相中の Mg および Si 濃度

前述の検討から、鑄放し状態において  $\pi$  相や Mg<sub>2</sub>Si 相に含まれる Mg は、3min という短い溶体化処理にもかかわらず消失することが明らかとなった。つまり、金属間化合物中の Mg は、初晶および共晶  $\alpha$ -Al 相内に拡散し固溶したものと推測される。そこで、溶体化処理に伴う初晶  $\alpha$ -Al 相中の Mg 量を EPMA の定量分析を用いて測定した。また、定量分析に際しては、本合金系の固溶析出挙動を議論する上で重要となる Si に関しても同時に測定した。ここでは、図 2.5.5 に模式的に示すように、平均的な大きさを有する初晶  $\alpha$ -Al 相(短軸長が 20  $\mu$ m から 30  $\mu$ m)を 2 から 3 個横断するように、2  $\mu$ m ピッチで直線状に定量分析を行い、共晶部を除いた初晶  $\alpha$ -Al 相内部の Mg および Si 量を測定した。各条件で溶体化処理を施した試料に対して、上記の定量分析を 3 カ所以上で行い、初晶  $\alpha$ -Al 相内の平均濃度を測定したところ、図 2.5.5 に示す結果が得られた。図中のプロットは平均値を表し、変動幅の上限と下限は標準偏差( $\pm\sigma$ )を示している。最初に Mg 量について述べる。鑄放し状態と溶体化時間が 0min の間には明瞭な差異は確認されないが、0min から 3min への溶体化時間の延長に伴い明瞭に増大して、3min 以降ではほぼ飽和する傾向を示した。飽和した値は 0.37%程度であり、本共試材の Mg 添加量にほぼ一致することから、大部分の Mg が初晶  $\alpha$ -Al 相内に固溶していると考えられる。一方 Si 量は、溶体化時間が 0min において鑄放し状態に対して低い平均値を示すが、標準偏差を勘案すると有意差でないと考えられる。しかし 3min 以降では、Mg と類似の溶体化時間依存性が認められた。なお、Si 量の飽和した値は 1.50%程度であり、Al-Si 2 元系合金における最大固溶度 1.65%(577°C)<sup>25)</sup>と比較してやや低い、これは溶体化温度が 560°Cであったためと考えられる。

以上に述べた、溶体化処理に伴う初晶  $\alpha$ -Al 相中の Mg および Si 量の増大に関して、各元素の供給源の分布状態ならびに拡散・固溶の観点から検討した。始めに、560°Cにおける Al 中の Mg および Si の拡散距離  $x$ [m]を概算した。計算には以下の式を用いた<sup>26)</sup>。

$$x = \sqrt{Dt} \quad \dots (2.1)$$

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad \dots (2.2)$$

ここで、 $D$  [m<sup>2</sup>/s]は拡散係数、 $t$  [s]は時間、 $D_0$  [m<sup>2</sup>/s]は頻度因子、 $Q$  [kJ/mol]は拡散の活性化エネルギー、 $R$ は気体定数(8.3145[J・mol<sup>-1</sup>・K<sup>-1</sup>])、 $T$  [K]は絶対温度である。MgおよびSiの頻度因子 $D_0$ をそれぞれ $1.24 \times 10^{-4}$ および $3.5 \times 10^{-5}$ 、拡散の活性化エネルギー $Q$ を131および124として<sup>27)</sup>、初晶 $\alpha$ -Al相中のMgおよびSi量が飽和した3minの溶体化時間におけるMgおよびSiの拡散距離 $x$ を算出した。その結果、MgおよびSiの拡散距離はそれぞれ11.4 $\mu$ mおよび10.2 $\mu$ m程度であった。まず、Mgに関して検討する。溶体化処理に際してMgの供給源となる $\pi$ 相の分布状態を次のように評価した。102 $\mu$ m $\times$ 136 $\mu$ mのサイズで撮影したマイクロ組織画像に対して、画像処理を施し、画像中に存在する全ての $\pi$ 相の重心位置を求めた。各々の $\pi$ 相の重心位置を中心とする円を描き、102 $\mu$ m $\times$ 136 $\mu$ mの画像を埋め尽くすことができる最小の円の半径を求めた。この半径は、Mgが拡散し均一に固溶するために必要となる最小の拡散距離に相当すると考えられる。なお、この手法ではマイクロ組織画像を撮影する位置に起因して、上述の距離に変動が生じると考えられる。しかし、**図 2.5.1**に示された面分析画像を参照すると、 $\pi$ 相の分布状態に著しい疎密は確認されず比較的均一であることから、変動は小さいものと判断している。任意の位置で撮影した5枚のマイクロ組織画像に対して、上述の拡散距離を算出した際の平均値は66 $\mu$ m程度であった。前述の通り、3minの溶体化時間におけるMgの拡散距離を算出した結果は約11.4 $\mu$ mであり、Mgの均一固溶に必要な拡散距離の平均値(約66 $\mu$ m)に対して17%程度である。つまり、 $\pi$ 相からMgが放射状に拡散・固溶すると単純に考えた場合、3minの溶体化時間では、 $\pi$ 相近傍の初晶 $\alpha$ -Al相中のMg量は増大するものの、 $\pi$ 相から離れた位置では固溶が十分に進展しない状況が示唆される。しかし、**図 2.5.5**に示されたように、標準偏差を考慮しても、溶体化時間が3minにおける初晶 $\alpha$ -Al相中のMg量は鑄放し状態に対して有意に増大している。両者の拡散距離が相違した主な理由としては、共晶部からのMgの拡散が考えられる。後述のように、鑄放し状態では凝固偏析に起因して初晶 $\alpha$ -Al相よりも共晶部のMg濃度が高い状況が考えられ、溶体化処理に伴う初晶 $\alpha$ -Al相へのMgの拡散・固溶には共晶部におけるMg濃度が重要な役割を果たすと推察される。特に共晶部には共晶Si粒子と共晶 $\alpha$ -Al相との界面が多量に存在するため、初晶 $\alpha$ -Al相内部と比較してMgの拡散速度は速いと考えられる<sup>28)</sup>。これらの状況を踏まえて、 $\pi$ 相を供給源とし、共晶部を介して初晶 $\alpha$ -Al相内部へ至るMgの拡散挙動を**図 2.5.6**のように整理した。鑄放し状態(**図 2.5.6 (a)**)では、Mgは $\pi$ 相に高濃度で、共晶部には初晶 $\alpha$ -Al相内部よりも高い濃度で存在している。溶体化処理の初期段階(**図 2.5.6 (b)**)、本実験では昇温直後から溶体化時間が3min未満の範囲)では、 $\pi$ 相に存在した高濃度のMgは共晶部へ優先的に拡散し、共晶部に存在したMgは初晶 $\alpha$ -Al相の中心部へ向かうように拡散する。溶体化時間が延長されると(**図 2.5.6 (c)**)、本実験では溶体化時間が3min以上)、チェーンズスクリプト状の $\pi$ 相は消滅し、板状の $\pi$ 相は $\beta$ -AlFeSiへと状態変化する過程でMgが放出されるとともに、初晶および共晶 $\alpha$ -Al相中のMg濃度の均



一化が進展する．このように考えれば，短軸長が  $20\mu\text{m}$  程度の初晶  $\alpha\text{-Al}$  相内の Mg 量は，3min の溶体化時間において十分に増加し得ると考えられる．一方，Si は  $\pi$  相からの拡散・固溶も考えられるが，共晶部に多量かつネットワーク状に分布している共晶 Si 粒子の方が供給源として支配的であると考えている．以上の検討から，図 2.5.5 で示された初晶  $\alpha\text{-Al}$  相内部の Mg および Si 量の変化は，各元素の供給源の分布状態ならびに拡散距離の観点から説明が可能であると思われる．なお，本供試材では  $\text{Mg}_2\text{Si}$  相は  $\pi$  相と比較して晶出量が極めて少量であったため，今回は検討の対象外としたが， $\text{Mg}_2\text{Si}$  相からも少なからず Mg ならびに Si を初晶  $\alpha\text{-Al}$  相へと供給していると考えている．

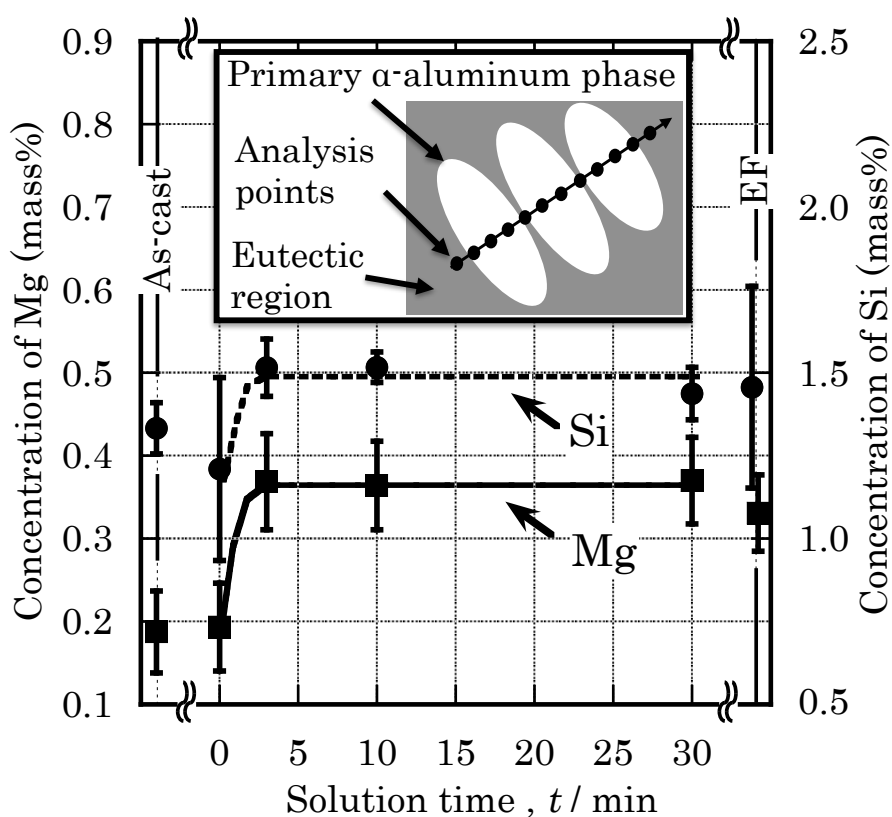


図 2.5.5 溶体化処理が初晶  $\alpha\text{-Al}$  相中の Mg および Si 濃度に及ぼす影響

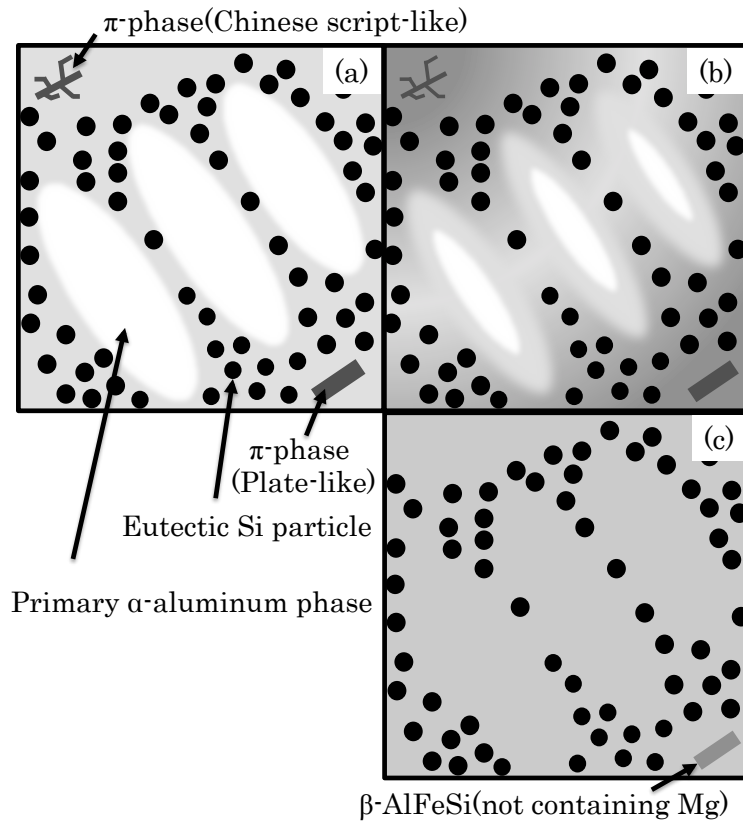


図 2.5.6 溶体化処理に伴う Mg の拡散挙動を示した概略図。(a) 鑄放し状態, (b) 溶体化処理の初期段階および(c) 最終段階

### 2.5.1.3 金属間化合物の大きさが消失および状態変化に及ぼす影響

前述のように、溶体化処理に伴う初晶  $\alpha$ -Al 相内部の Mg 量の増大は、 $\pi$ 相の消失あるいは  $\beta$ -AlFeSi への状態変化と密接な関係を有する。そのため、 $\pi$ 相の大きさがその消失や状態変化さらには Mg の固溶状態に及ぼす影響は重大な関心事となる。そこで、この点に関する理解を深めるために次のような実験を行った。具体的には、冷却速度が小さく  $\pi$ 相の粗大化が期待されるインゴット上段から採取した試験片(図 2.2.7 の試験片 a,b)を用いて、溶体化処理に伴う  $\pi$ 相の消失あるいは  $\beta$ -AlFeSi への状態変化の状況を調べた。インゴットの下段および上段から採取した試験片(以降、インゴット上段および下段の試験片をそれぞれ試験片 a,b および試験片 c,d と称す)におけるマイクロ組織および各構成相の比較を図 2.5.7 および表 2.5.2 に示す。試験片 c,d における  $\pi$ 相の平均断面積を基準とすると、試験片 a,b ではチャイニーズスク립ト状および板状で、それぞれ 3.2 倍および 1.8 倍程度粗大であった。この組織の差異は、凝固時の冷却速度の差異に起因する現象と考えられる。図 2.5.8 に試験片 a,b の鑄放し状態および溶体化時間が 1,3,5 および 7min における  $\pi$ 相とその近傍の面分析結果を示す。鑄放し状態では、試験片 c,d と同様に、 $\pi$ 相に高濃度で Mg が存在

する状況が示された。また、先の記述を裏付けるように、初晶  $\alpha$ -Al 相内部と比較すると共晶部において Mg 濃度が高い状況が確認された。溶体化時間が 1min の試料では、粗大な  $\pi$  相の Mg 濃度が高い状況が継続して観察されるものの、図中の矢印で示したように Mg を含まない Fe 系金属間化合物( $\beta$ -AlFeSi)も存在するようになった。3min の溶体化処理では、粗大な  $\pi$  相には依然として高濃度で Mg が存在するが、 $\pi$  相近傍の初晶および共晶  $\alpha$ -Al 相の Mg 濃度の増加が確認された。溶体化時間が 5min 以上では、ほとんどの  $\pi$  相から Mg は消失して、初晶および共晶  $\alpha$ -Al 相の Mg 濃度が均一化する状況が観察された。上述の結果では、 $\pi$  相の形状に関して言及しなかったが、チャイニーズスクリプト状と板状の  $\pi$  相の状態変化は、前述の試験片 c,d で観察された状況と同様であった。すなわち、溶体化時間の延長に伴い、チャイニーズスクリプト状の  $\pi$  相は消滅して、板状の  $\pi$  相からは Mg が消失し、 $\beta$ -AlFeSi に状態変化した。しかしながら、この消滅あるいは状態変化が生じる溶体化時間は試験片 c,d の場合と異なっており、その状況をまとめると図 2.5.9 のようであった。前述の通り、試験片 c,d ではチャイニーズスクリプト状の  $\pi$  相の消滅ならびに板状の  $\pi$  相から Mg が消失するために必要な溶体化時間は約 3min であった。一方、チャイニーズスクリプト状および板状の  $\pi$  相の平均断面積がそれぞれ 3.2 倍および 1.8 倍程度粗大な試験片 a,b に関しては、チャイニーズスクリプト状の  $\pi$  相が消失するために必要な溶体化時間は約 7min であり、板状の  $\pi$  相から Mg が消失したのは約 5min であった。ところで、図 2.5.8 に示したように、7min の溶体化処理材では極めて少量であるものの Mg が残存する状況が確認された。残存部位には Fe はほとんど含まれないが、Si が存在することを確認しており、 $Mg_2Si$  相であると判断している。本実験では溶体化処理温度を 560°C に設定したが、Al-Si- $Mg_2Si$  の 3 元系共晶温度が 559°C である状況を勘案すると<sup>11)</sup>、 casting時に晶出した  $Mg_2Si$  相が 560°C での加熱により融解し、その後の急冷に伴い残存したものと推測している。

表 2.5.2 試験片の採取位置がマイクロ組織に及ぼす影響

		Specimen	
		c,d	a,b
DAS II ( $\mu\text{m}$ )		21.7	33.9
Mean area ( $\mu\text{m}^2$ )	$\pi$ - phase (Chinese script-like)	26.0	82.4
	$\pi$ - phase (Plate-like)	16.4	25.6
	Eutectic Si particle	0.9	3.6

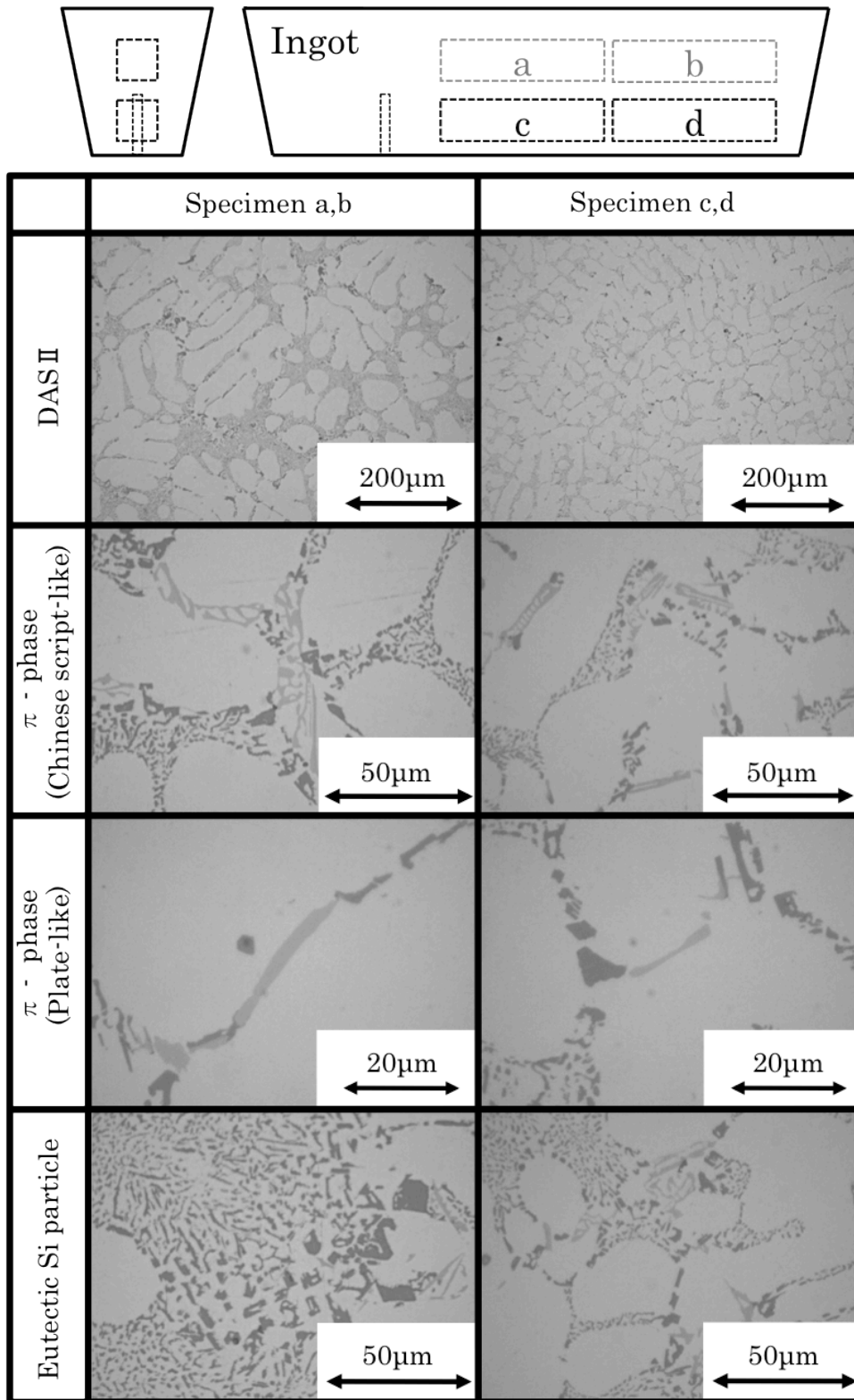


図 2.5.7 試験片採取位置の差異がマイクロ組織に及ぼす影響

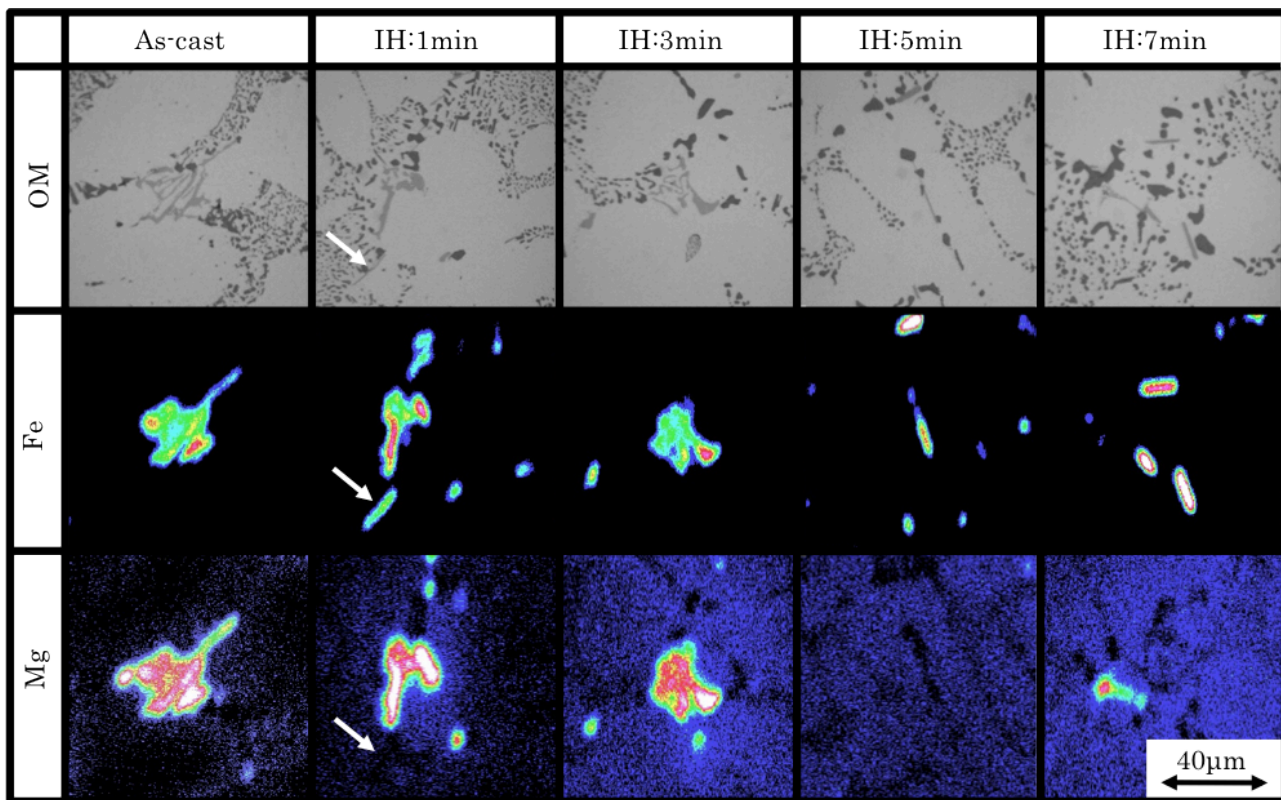


図 2.5.8 溶体化処理が  $\pi$  相に及ぼす影響を示した EPMA のマッピング画像と光学顕微鏡画像

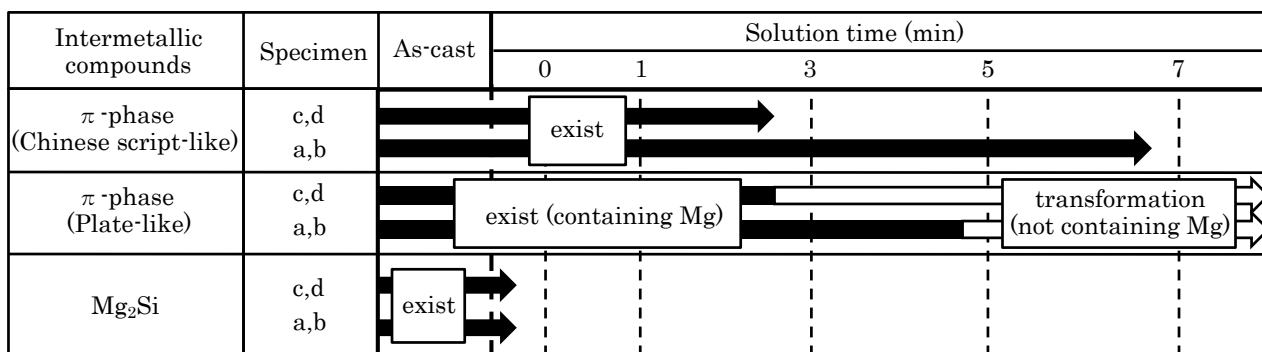


図 2.5.9 溶体化時間が金属間化合物の存在状態に及ぼす影響

#### 2.5.1.4 共晶 Si 粒子

図 2.5.10 に各条件で溶体化処理を施した試料のマイクロ組織(試験片 c,d)を示す。溶体化処理を施した試料では、分単位の溶体化時間の延長に対しても共晶 Si 粒子が明瞭に粗大化及び球状化する状況が確認された。マイクロ組織画像に対して、画像処理を施し、共晶 Si 粒子の平均断面積、平均アスペクト比(長軸長さ/短軸長さ)及び平均粒子間距離を評価した結果を図 2.5.11 に示す。なお、平均粒子間距離とは任意の粒子に対して 1 から 5 番目までに近接する粒子の重心間距離の平均値として定義したが、その根拠については次項において詳しく述べる。平均断面積は溶体化時間が 0min の試料では鑄放し状態と比較して明瞭な差異は確認されないものの、3min 以上では溶体化時間の延長に伴い単調に増加する傾向を示した。平均断面積の変化と同様に平均粒子間距離も時間経過に伴い増大する傾向が確認された。図 2.5.5 に示したように、溶体化時間が 3min 以上では母相中の Si 濃度がほぼ飽和している状況を勘案すると、この時間範囲では、オストワルド成長に準じた共晶 Si 粒子の粗大化が進展していると考えられる。オストワルド成長に伴う微細粒子の消滅及び粗大粒子の成長が、上述の粒子間距離の増大をもたらしたと考えられる。一方、平均アスペクト比に関しては、3min の溶体化時間にかけて低下し、共晶 Si 粒子の球状化が短時間の内に急激に進展する状況が伺えるものの、3min 以降は飽和する傾向を示した。

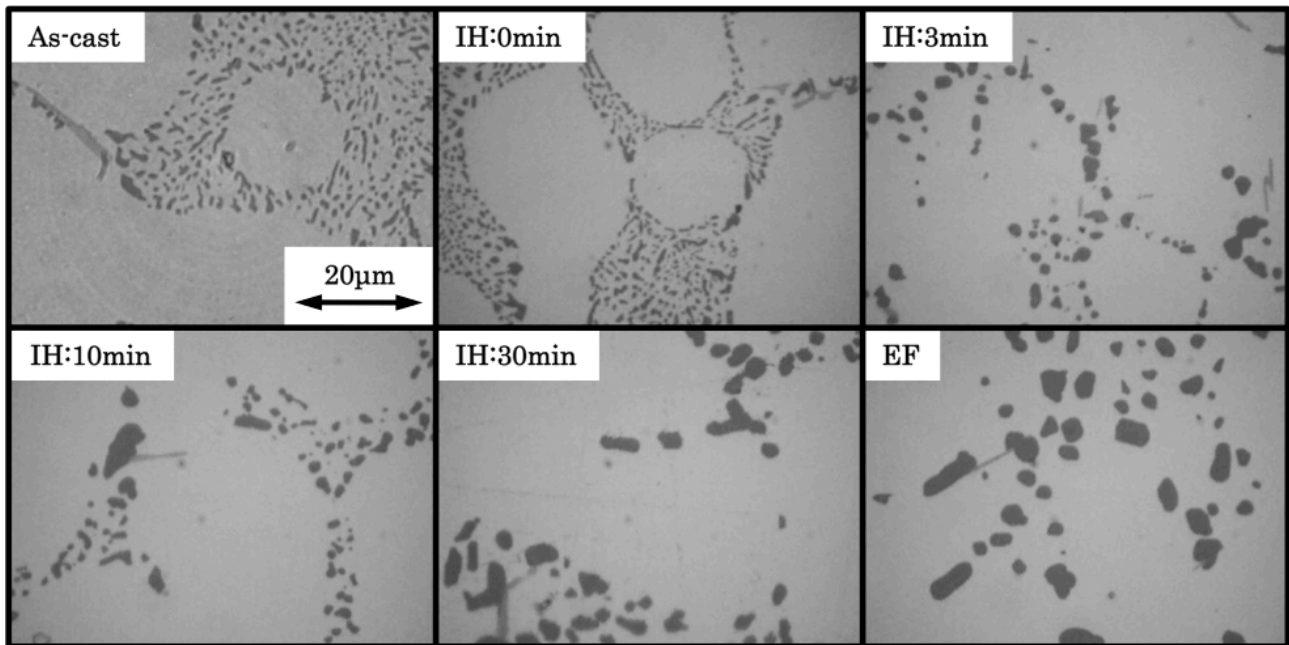


図 2.5.10 溶体化時間がマイクロ組織に及ぼす影響

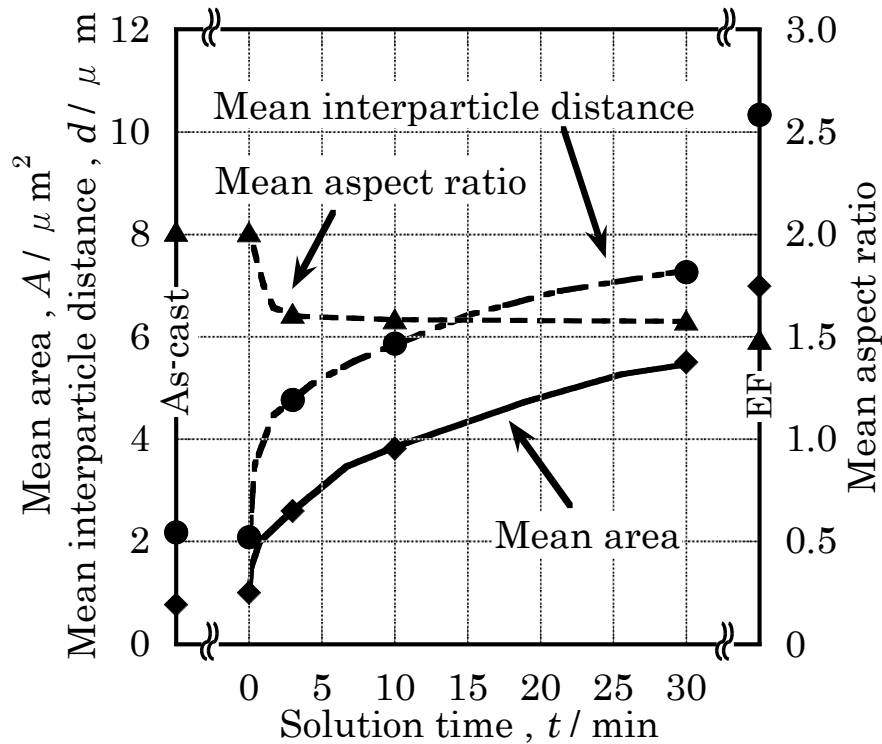


図 2.5.11 溶体化時間が共晶 Si 粒子の平均断面積，平均アスペクト比および平均粒子間距離に及ぼす影響

## 2.5.2 機械的性質とマイクロ組織の相互関係

急速昇温を伴う固相線直下の高温領域における分単位の保持という極めて限定的な高温短時間溶体化処理を施した際の機械的性質を，引張試験ならびに硬さ試験により評価した．同時に，マイクロ組織変化と機械的性質の相互関係に関して考察を加えた．

### 2.5.2.1 引張特性と硬さ

各条件で溶体化処理を施した試料の 0.2%耐力，破断伸び及び初晶  $\alpha$ -Al 相の硬さを図 2.5.12 に示す．なお，初晶  $\alpha$ -Al 相の硬さは，10 点測定した際の上下 2 点を除いた 8 点の平均値であり，変動幅は算出に用いた 8 点の上限と下限をそれぞれ示している．初晶  $\alpha$ -Al 相の硬さと 0.2%耐力は，鑄放し状態と溶体化時間が 0min の試料の間に明瞭な差異は確認されないが，溶体化時間が 3min の試料では鑄放し状態と比較して硬さは 21%，0.2%耐力は 23%程度増大した．3min 以降の溶体化時間では硬さ，耐力ともに飽和傾向を示し

た。一方、破断伸びは、3min の溶体化時間で有意に増大する点は硬さや耐力と同様であるが、3min 以降の溶体化時間においても緩やかな増大傾向を示す点が特徴的である。詳細は後述するが、この破断伸びの増大は、共晶 Si 粒子の粒子間距離の増大に起因すると考えられる。また、誘導加熱装置を用いて 560°C で 3min の溶体化処理を施した場合には、電気炉処理材(図中の EF、溶体化温度が 535°C、溶体化時間が 480min)に匹敵する機械的性質が得られていることが確認された。

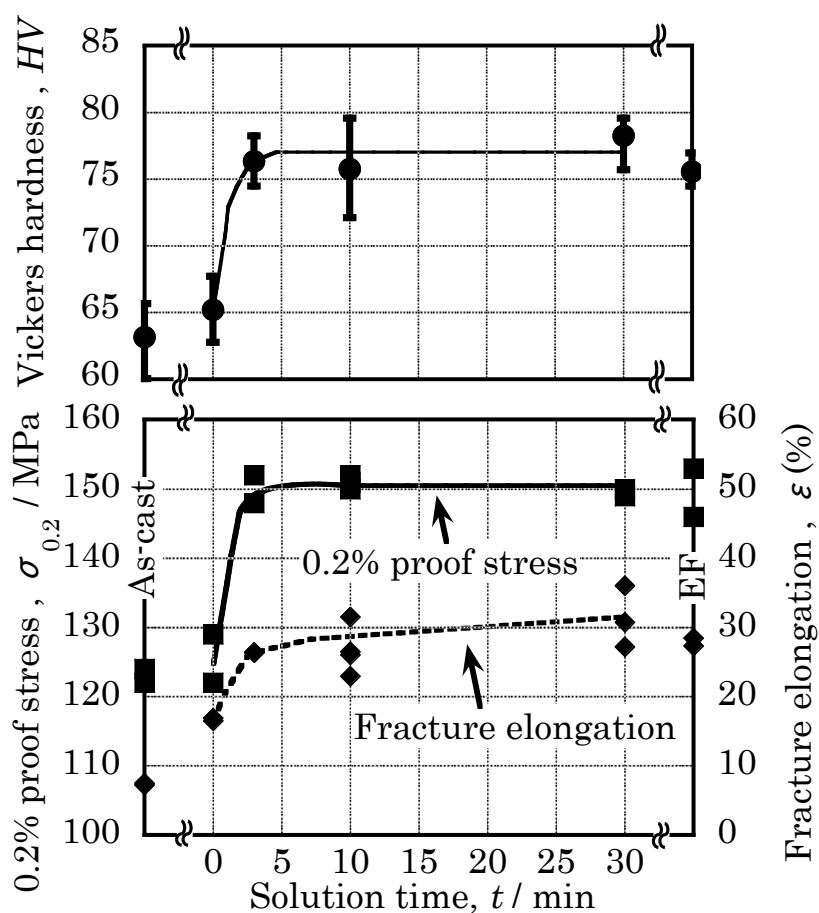


図 2.5.12 溶体化時間が耐力，伸びおよび硬さに及ぼす影響



### 2.5.2.2 Mg および Si 濃度が機械的性質に及ぼす影響

図 2.5.12 に示された初晶  $\alpha$ -Al 相の硬さ及び 0.2%耐力などの強度の変化は、溶体化処理に伴う Mg 及び Si の固溶強化に起因する現象と推測される。この点を確認するため、図 2.5.5 に示した初晶  $\alpha$ -Al 相内部の Mg 及び Si 濃度と 0.2%耐力(平均値)との対応関係を調べた。結果を図 2.5.13 に示す。図から明らかなように、3min 以上の溶体化処理を施した試料及び電気炉処理材は、初晶  $\alpha$ -Al 相内部の Mg 及び Si 濃度の増大に伴い耐力が増加する状況が示された。つまり、溶体化時間が 3min にかけての耐力の増大には、初晶  $\alpha$ -Al 相内部の Mg 及び Si 濃度の増大が大きく関与すると思われるので、以下では固溶強化の観点から検討を加える。

東<sup>29)</sup>は、Cottrell<sup>30)</sup>及び Friedel<sup>31)</sup>が提案する理論式に対して、第一原理計算で得られたミスフィットひずみを適用することで、固溶強化量を計算する手法を提唱している。そこでは、多結晶体の固溶強化における降伏強度の増分  $\Delta\sigma$  は次の式により見積もられる。

$$\Delta\sigma = \frac{3^{3/4}}{2} \left( \frac{1+\nu}{1-\nu} \right)^{3/2} M\mu|\varepsilon|^{3/2} \sqrt{c} \cdots (2.3)$$

ここで、 $\nu$  はポアソン比(アルミニウムでは 0.347<sup>32)</sup>)、 $M$  はテイラー因子(3.06<sup>29)</sup>)、 $\mu$  は剛性率(アルミニウムでは 26.5[GPa]<sup>32)</sup>)、 $\varepsilon$  はミスフィットひずみ[%]、 $c$  は合金濃度[at.%]である。(1)式の合金濃度  $c$  を、鑄放し状態と溶体化時間が 3min の間における初晶  $\alpha$ -Al 相内部の Mg 及び Si 量の差分(増加量)として、それぞれの元素の固溶に伴う降伏強度の増分(Mg :  $\Delta\sigma_{Mg}$ , Si :  $\Delta\sigma_{Si}$ )を算出した。図 2.5.5 に示した、鑄放し状態と溶体化時間が 3min の間における初晶  $\alpha$ -Al 相内部の Mg 及び Si 濃度の増加量を原子割合に換算するとそれぞれ 0.20[at.%]及び 0.16[at.%]となる。さらに、Al 母相に Mg 及び Si 原子単体が固溶した際のミスフィットひずみはそれぞれ 0.96[%]及び 0.6[%]<sup>33)</sup>とした。その場合、降伏強度の増分は、 $\Delta\sigma_{Mg}$  及び  $\Delta\sigma_{Si}$  のそれぞれについて 12[MPa]及び 5[MPa]程度となり、単純に合算すると約 17[MPa]となる。図 2.5.12 に示されたように、鑄放し材と溶体化時間が 3min の間における 0.2%耐力の増大量は 27[MPa]程度であり、(1)式を用いた計算結果と比較すると引張試験により得られた実測値の方が 60%程度高い値を示した。上記の固溶強化量の計算には、図 2.5.5 で示した鑄放し材と 3min の溶体化処理材における Mg 及び Si 濃度の平均値を使用した。一方、Mg 及び Si 濃度の変動幅(標準偏差)を考慮して、固溶強化量の差分が最大である状況に関しても同様の評価を行ったが、実測値の方が高い耐力を示すことを確認しており、計算値と実測値には有意な差異が生じていると判断している。なお、東<sup>29)</sup>によると上式を用いて計算した固溶強化量の理論値と実験値は良く一致するとしているが、固溶量が低濃度側においては、理論値は過大評価されるようにも捉えられる。つまり、本研究で実施した固溶強化量の計算値は過大評価されている可能性がある。

以上から、3min の溶体化処理材における強度増加には、初晶  $\alpha$ -Al 相内部の Mg 及び Si 濃度の増大以外のマイクロ組織変化も関与すると推察された。そのマイクロ組織変化としては、急冷後の室温放置時におけるクラスタの形成が考えられる。上記の計算に利用したミスフィットひずみは、Al 母相に溶質原子単体が固溶し

た際における最近接位置の Al 溶媒原子の理想格子位置からのずれとして定義されている。つまり、(1)式では溶質原子単体が固溶強化に及ぼす影響を検討したものと言える。一方、Al-Mg-Si 系合金では、急冷後、室温付近の温度領域において Si 過剰クラスタなどが形成されることが良く知られている<sup>34)</sup>。加えて、佃ら<sup>35)</sup>は、同一の Mg<sub>2</sub>Si 添加量の展伸材と比較すると Al-7%Si-Mg 合金鑄造材では多量の Si が含まれているので、室温放置時にクラスタが形成しやすく、またクラスタ形成は硬さや耐力を増加させると報告している。本実験では、急冷後、48 時間の室温放置を経た後に硬さ及び引張試験を実施した。別途試料を用意して、溶体化処理後の室温放置時における試料の導電率変化を時系列で測定した結果、急冷直後(約 5min)から約 3,000min(50 時間)にかけて導電率が 3%程度緩やかに低下することを確認している(補足資料 2.8 参照)。クラスタの形成は電気比抵抗の上昇、言い換えれば導電率の低下をもたらす<sup>36)</sup>ことから、本供試材においても室温放置中にクラスタの形成が生じたと判断される。このクラスタ形成が上述の計算結果と引張試験の実測値との間に差異を生じた原因と考えている。なお、鑄放し材と溶体化処理を施した試料とでは、初晶  $\alpha$ -Al 相中の Mg 及び Si 濃度や原子空孔濃度の差異に起因して、自然時効に伴うクラスタの形成状況(大きさや数密度)が異なると考えられる。現時点では、鑄放し材と溶体化処理を施した試料についてクラスタの形成状況を定量評価していないが、クラスタの形成状況の差異も耐力の実測値に対してある程度関与していると考えている。

初晶  $\alpha$ -Al 相内部の Mg 及び Si 濃度が転位構造に及ぼす影響を調べるため、引張試験中の加工硬化指数( $n$  値)に関して検討した。図 2.5.14 には引張試験中における真ひずみと  $n$  値との関係を示した。 $n$  値を算出した塑性ひずみの範囲は、各試験片の均一変形領域内であるが、初期及び末期については各々約 1%を除外している。鑄放し状態と溶体化時間が 0min の試料では、ひずみ量に関わらず  $n$  値はほぼ一定の値を示すが、溶体化時間が 3min 以上の試料及び電気炉処理材では、ひずみ量の増大に伴い  $n$  値が増大、つまり加工硬化能が向上する状況が確認された。ひずみ量の増大に伴う  $n$  値の増大は転位密度の増大を意味すると考えられる<sup>37)</sup>。一般的にアルミニウムは、積層欠陥エネルギーが大きく交差すべりを生じやすいとされている<sup>38)</sup>。交差すべりが生じると転位が互いに消滅しやすいために、ひずみの増大に伴う転位密度の増大は抑制されると考えられる。Al-Mg 2 元系合金の展伸材においては、母相中の Mg 固溶濃度の増加により積層欠陥エネルギーが低下し、交差すべりが困難となるため加工硬化能が向上するとの報告もある<sup>39)</sup>。溶体化時間が 3min 以上の試料及び電気炉処理材では、 $\alpha$ -Al 相中の Mg 及び Si 濃度の増加に伴う積層欠陥エネルギーの低下に起因して、交差すべりが抑制され転位密度の増大が促進されたために、加工硬化能がひずみとともに増大したと考えられる。

以上の検討から、図 2.5.12 に示された溶体化処理に伴う初晶  $\alpha$ -Al 相の硬さや耐力の増大は、Mg や Si 原子の固溶強化並びに自然時効に伴うクラスタ形成に起因すると考えられる。また、Mg や Si 原子の固溶はひずみの増加に伴う転位構造の変化をもたらす加工硬化能を向上させることが示唆された。

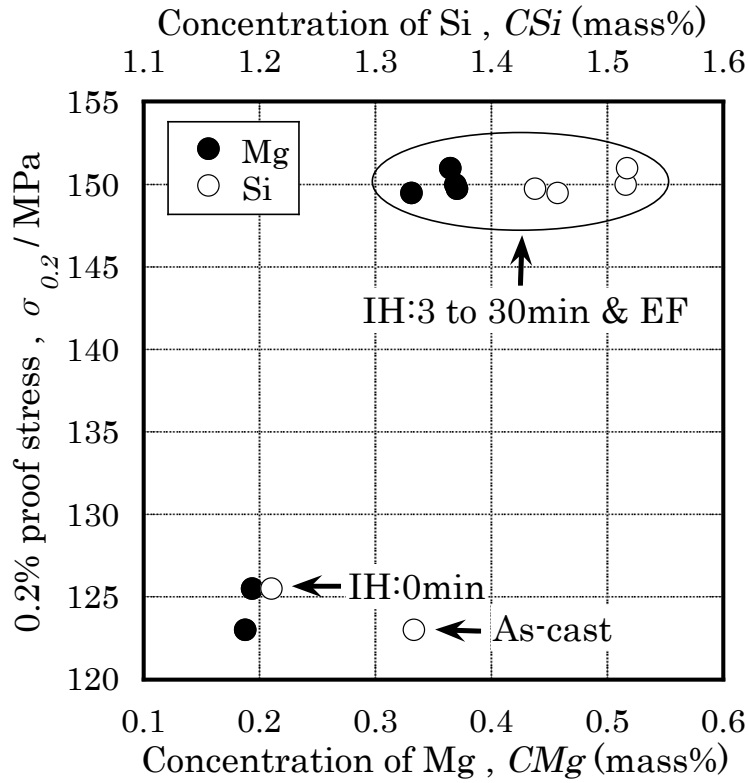


図 2.5.13 初晶  $\alpha$ -Al 相中の Mg および Si 濃度が耐力に及ぼす影響

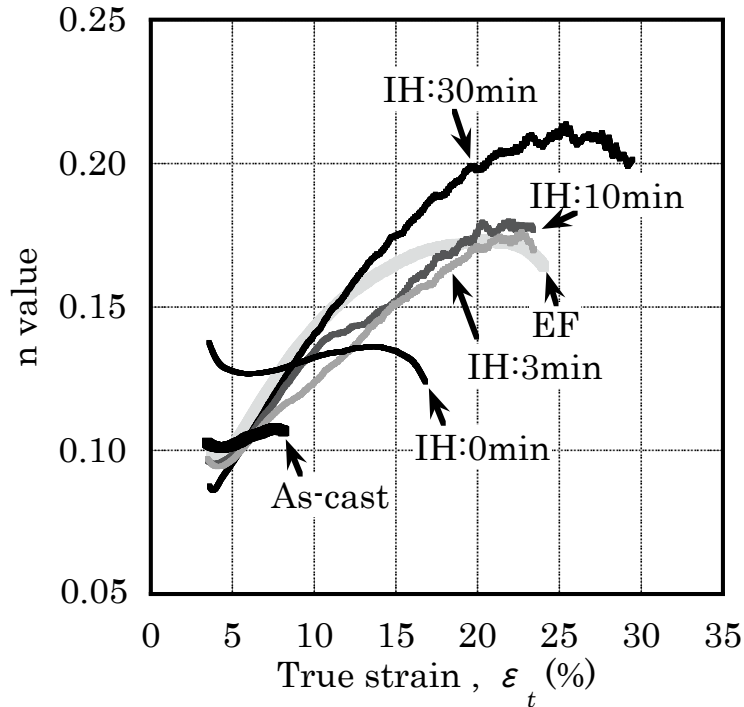


図 2.5.14 溶体化時間が引張試験中の n 値に及ぼす影響

### 2.5.2.3 共晶 Si 粒子の形態変化が延性に及ぼす影響

前述のように、アルミニウム合金鑄造材の延性に対する影響因子としては、ガス気孔や引け巣、介在物などの鑄造欠陥、DAS、Fe 系金属間化合物、母相の強度及び Si 粒子などが挙げられる<sup>40)</sup>。本供試材のミクロ組織観察では、引張試験片を採取した部位に粗大な引け巣もしくはガス状欠陥や介在物はほとんど確認されなかった。また、鑄放し状態においてアルキメデス法を用いて試料の見かけ密度を測定した結果は 2.68[Mg/m<sup>3</sup>]程度であり、一般的な AC4CH 合金の密度<sup>41)</sup>と一致した。このことから、本供試材では上述の鑄造欠陥が延性に及ぼす影響は軽微と判断した。加えて、舟金型鑄造材から引張試験片を採取する位置を統一しているため、各試験片の DAS の大きさに著しい差異は無いものと考えている。さらに、Fe 含有量が軽量(0.12%)であり Fe 系金属間化合物が少量である状況から、Fe 系金属間化合物がき裂の発生や伝ばに及ぼす影響は小さいと考えられた<sup>42)</sup>。以上の理由から、溶体化処理に伴う破断伸びの変化は主に共晶 Si 粒子の存在状態や母相の強度に左右されるものと推測された。そこで、共晶 Si 粒子の形状や分布及び母相の強度に着目し、破断伸びとの相互関係を検討した。

共晶 Si 粒子の球状化は変形に際して応力集中の緩和をもたらすため<sup>43)</sup>、3min の溶体化時間に至る破断伸びの明瞭な増大は、共晶 Si 粒子の球状化に起因すると推測される。また、溶体化時間が 3min にかけては母相中の Mg や Si の固溶が均一化する状況が考えられ、固溶の均一化に伴う母相における応力集中の緩和も破断伸びを増大させる要因と成り得ると推察される。一方、3min 以降の溶体化時間においては破断伸びの緩やかな増大が確認された。この時間範囲では母相の強度増加が飽和する状況から、破断伸びの向上は共晶 Si 粒子の平均粒子間距離の増大に伴い高延性を示す  $\alpha$ -Al 相の寄与度が増大することに起因すると考えられた。そこで、共晶 Si 粒子の平均粒子間距離と破断伸びとの相互関係を検討するために、引張試験後の試料の破断面を SEM で観察したところ、**図 2.5.15** に示す結果が得られた。溶体化時間が 3min 以上の試料と電気炉処理材では、延性破壊に伴うディンプルの形成が破断面の広範囲に確認された。また、溶体化時間の延長に伴いディンプルが粗大化する傾向が確認された。アルミニウム合金鑄造材では、Si 粒子自体の破壊あるいは母相と Si 粒子の界面における剥離に起因してボイドの核が生成され、それらのボイドが成長・合体することで破壊が進展することがよく知られている<sup>40)</sup>。最近では、引張試験のその場観察を高分解能 X 線 CT 撮像により行うことで、材料製造時に形成された水素マイクロポアが外部負荷の増大に伴い成長・合体して破壊が進展するという新たな知見も得られている<sup>44),45)</sup>。また、それらの水素マイクロポアのほとんどは、材料内の粒子界面に生成することも明らかとなっている<sup>46)</sup>。以上から、Si 粒子の破壊や界面での剥離に起因するボイドや水素マイクロポアが成長・合体した結果がディンプルを形成すると考えれば、ボイドや水素マイクロポアの核となり得る共晶 Si 粒子の間隔とディンプルの大きさの間には密接な関係が存在すると考えられる。この点を明らかにするために、破断面に観察されるディンプルの径と共晶 Si 粒子の粒子間距離の対応関係を検討した。始めに、共晶 Si 粒子の粒子間距離の算出に関して説明する。ここでは、ディンプルの形成過程を、次のようにいくつかの条件を仮定して簡易的に考える。**図 2.5.16** に示すように、試験片には

引張試験前の段階で、いくらかの水素マイクロポアが共晶 Si 粒子と母相の界面に発生していると仮定する(図 2.5.16 (a)). 試験片に対して引張荷重を負荷し、塑性変形領域に進展した時点から水素マイクロポアが徐々に成長し始め(図 2.5.16 (b)), さらに変形が進み、最大荷重付近において共晶 Si 粒子の破壊に起因するボイドが生成し始める<sup>45)</sup>(図 2.5.16 (c)). なおここでは、共晶 Si 粒子と母相との界面での剥離は生じないものと仮定する<sup>24)</sup>. さらに負荷荷重が増大すると、成長した水素マイクロポアと Si 粒子の破壊により生じたボイドは、近接するそれらと合体して粗大なき裂となり破壊に至る(図 2.5.16 (d)). このような機構で破壊した試料の破断面を観察すれば、破断面はディンプル状を呈すると考えられる. 図 2.5.16 では平面的に説明したが、実際の破壊は 3 次元的に生じている. そこで、破断面に存在するディンプルを注意深く観察したところ、1 つのディンプルはおよそ 5 から 6 個のディンプルと接していることが確認された. つまり、任意の共晶 Si 粒子から発生したマイクロポアもしくはボイドは、その後の成長過程において 5 から 6 番目までに近接する共晶 Si 粒子から発生したそれらと合体する中で破断面を形成したと考えられる. 以上の検討から、ディンプル径と共晶 Si 粒子間隔との対応関係を検討する際の共晶 Si 粒子の粒子間距離を、任意の共晶 Si 粒子に対して 1 から 5 番目までに近接する粒子の重心間距離の平均値として算出することとした. 次に、結晶粒径を測定する手法としてよく知られる切片法<sup>47)</sup>を用いて、図 2.5.15 に示した破断面の SEM 画像をもとにディンプル径を算出した. 計算には以下の式を用いた.

$$D = \frac{L}{n_L} \cdot \cdot \cdot (2.4)$$

ここで、 $D$  は平均ディンプル径[ $\mu\text{m}$ ],  $L$  は画像に引いた直線の長さ[ $\mu\text{m}$ ],  $n_L$  は直線を横切ったディンプルの個数である. 以上の方法で算出した平均ディンプル径と共晶 Si 粒子の平均粒子間距離との関係を図 2.5.17 に示す. 図から明らかなように、溶体化時間の延長に伴い平均ディンプル径( $D$ )と共晶 Si 粒子の平均粒子間距離は増大する傾向を示すが、両者を比較すると、平均ディンプル径の方が小さい値を示す. 切片法では、直線が必ずしも測定対象物(本研究ではディンプルに相当)の中心を横切らないことに起因して測定対象物は過小評価されると考えられており、(2)式の  $D$  を補正して評価する方法が提唱されている<sup>47)</sup>. 例えば、Hensler ら<sup>48)</sup>が提唱するように測定対象物を球形と仮定した場合、上述の補正係数は 1.62 とされている. この補正係数を用いて平均ディンプル径  $D_c(D_c=1.62D)$  を算出した結果も図 2.5.17 に併記したが、補正前( $D$ )と比較して補正後( $D_c$ )の方が平均粒子間距離と符合した.

以上の検討から、溶体化時間が 3min に至る破断伸びの顕著な増大は共晶 Si 粒子の球状化及び母相における固溶の均一化に伴う応力集中の緩和に起因し、3min 以降の緩やかな増大は共晶 Si 粒子の粒子間距離の増大に起因すると推測される. また、今回の検討では上述のように 3min 以降の破断伸びの増大に対する影響因子として共晶 Si 粒子の粒子間距離に着目して検討したが、3min 以降では図 2.5.11 に示されるように共晶 Si 粒子の粗大化も確認されている. 共晶 Si 粒子の粗大化は変形の際に破壊の起点となりやすい<sup>43)</sup>ため、延性の低下をもたらすと考えられるが、本実験においては、共晶 Si 粒子が粗大化するにも関わらず延性の

向上が確認された。このことから、本実験では共晶 Si 粒子の大きさよりも粒子間距離の方が延性に対する寄与度が大きいと判断しているが、この点に関しては、今後詳細に検討する必要があると考えている。

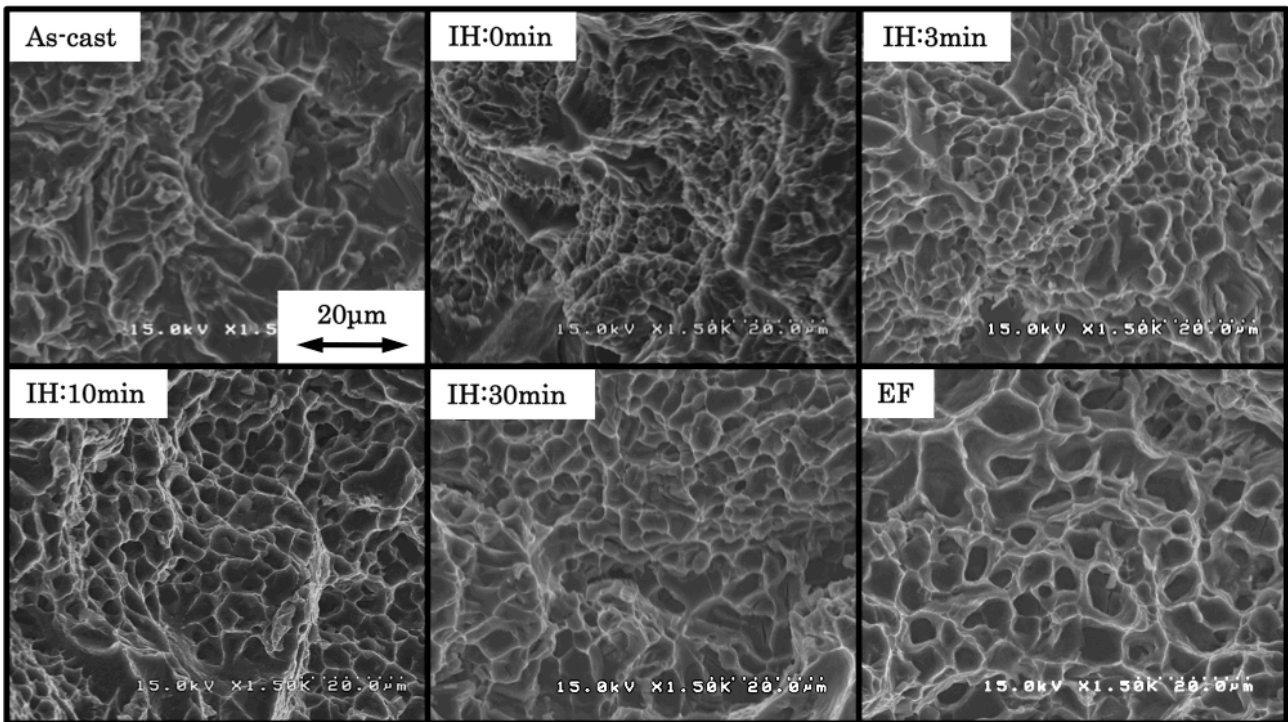


図 2.5.15 各溶体化時間における引張試験後の破断面の様子

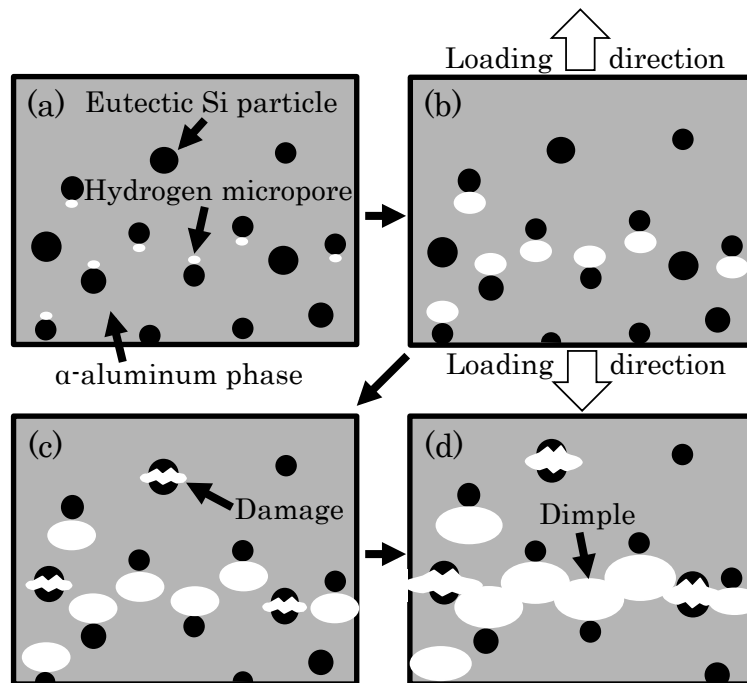


図 2.5.16 引張変形に際するディンプルの形成過程を示した概略図. (a)：荷重負荷前，(b)：水素マイクロポアの成長段階，(c)：共晶 Si 粒子の損傷開始段階，及び(d)：ディンプルの形成段階

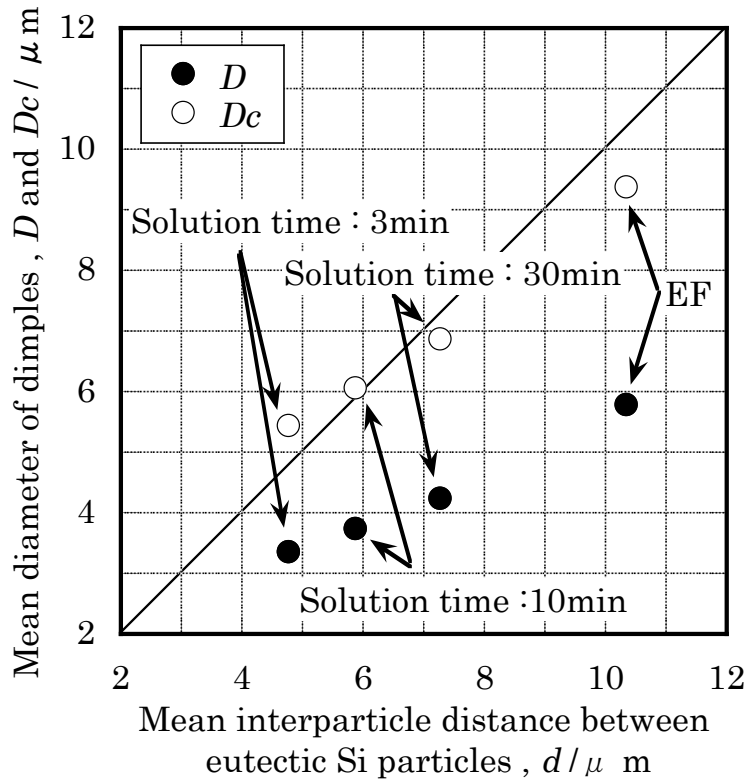


図 2.5.17 ディンプルの平均径と共晶 Si 粒子の平均粒子間距離の関係

## 2.6 昇温速度が共晶 Si 粒子形態に及ぼす影響

2.1.2 項において述べたように急速昇温を伴う溶体化処理を施した場合には、共晶 Si 粒子が①アルミニウム母相と共晶 Si 粒子の線膨張率の差異に起因した熱応力により破壊・分断すること、②昇温速度が遅い場合と比較すると高温保持過程の早期に粗大化ならびに球状化する傾向があることなど、溶体化処理中の共晶 Si 粒子の形態変化に特徴的な挙動が確認されている<sup>10)</sup>。このような特徴的な共晶 Si 粒子の形態変化は、急速昇温を伴う高温短時間溶体化処理に関して検討する本研究においても重要な関心事である。そのため本節では、高周波誘導加熱装置を用いた急速昇温を伴う高温短時間溶体化処理における共晶 Si 粒子の形態変化を光学顕微鏡や SEM を用いて詳細に観察した。加えて、溶体化処理時の昇温速度が引張特性に及ぼす影響を調べた。

### 2.6.1 共晶 Si 粒子の形態変化

高周波誘導加熱装置を用いて、 $90.0^{\circ}\text{C}/\text{s}$ (急速昇温)と  $0.9^{\circ}\text{C}/\text{s}$  の 2 種類の昇温速度で  $560^{\circ}\text{C}$ まで昇温し、その後の 0,3,10 および 30min の 4 条件で保持した際の共晶 Si 粒子の形態変化を観察した。始めに、実験で得られた温度履歴を図 2.6.1 および図 2.6.2 に示す。 $90.0^{\circ}\text{C}/\text{s}$  で昇温した場合(図 2.6.1)では、約 6s で室温から  $560^{\circ}\text{C}$ まで昇温することが可能であった。昇温から保持へ移行する際には、最大で  $7^{\circ}\text{C}$ のオーバーヒートが発生した。保持過程では、いずれのサンプルにおいてもオーバーヒートの収束後からおよそ 20s までは目標の保持温度( $560^{\circ}\text{C}$ )に対して  $1^{\circ}\text{C}$ から  $4^{\circ}\text{C}$ 程度低い温度で推移し、20s 以降では温度が上昇して目標の  $560^{\circ}\text{C}$ で保持された。この保持過程の初期における温度低下は、 $40.0^{\circ}\text{C}/\text{s}$  で昇温した場合には確認されなかった(図 2.4.7 参照)特異な傾向である。保持過程における加熱コイルへの供給電力は一定値に設定していることから、この温度低下は試料の組織変態に関連する現象と考えられる。前述のように、 $40.0^{\circ}\text{C}/\text{s}$  で昇温した場合には、粗大な  $\text{Mg}_2\text{Si}$  相が昇温直後(保持時間: 0min)に消滅することを確認している。一方  $90.0^{\circ}\text{C}/\text{s}$  で昇温した場合は、 $40.0^{\circ}\text{C}/\text{s}$  で昇温した場合と比較して昇温時の高温における滞留時間が短いために、 $\text{Mg}_2\text{Si}$  相の消滅が昇温直後の保持過程に生じたと推測される。 $\text{Mg}_2\text{Si}$  相の消滅、つまり、 $\text{Mg}_2\text{Si}$  相の溶解に伴う吸熱反応が保持過程の初期における温度低下をもたらしたと考えている。 $0.9^{\circ}\text{C}/\text{s}$  で昇温した場合(図 2.6.2)では、室温から  $560^{\circ}\text{C}$ に至るまでに要した時間は約 600s であり、昇温から保持へ移行する際には顕著なオーバーヒートは発生しなかった。保持も安定的に実現されており、温度変動は  $4^{\circ}\text{C}$ 程度( $560^{\circ}\text{C}+1^{\circ}\text{C}$ ,  $-3^{\circ}\text{C}$ )であった。

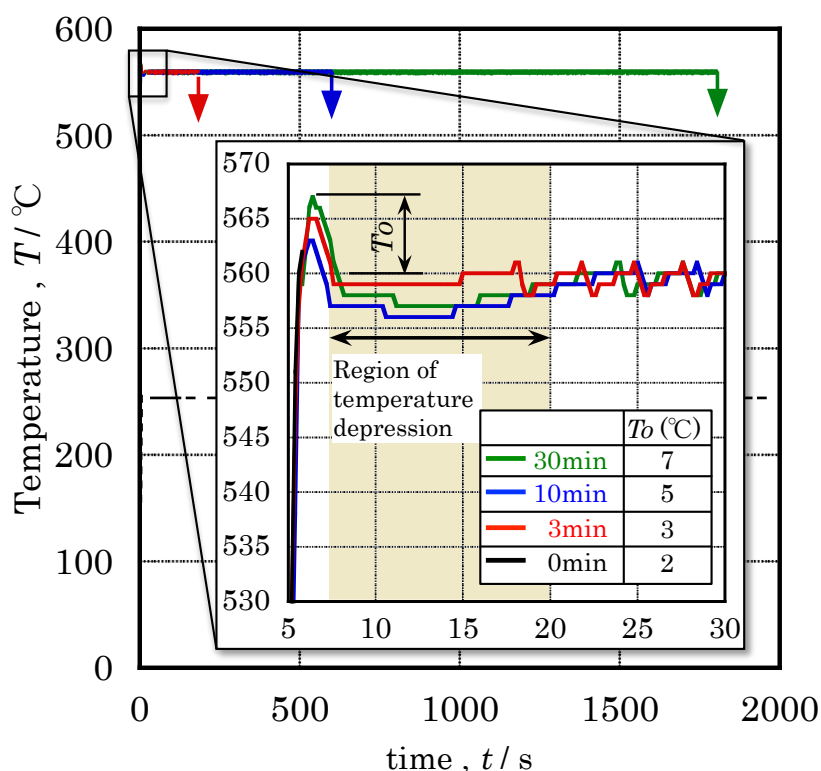


図 2.6.1 温度履歴 ( $90.0^{\circ}\text{C}/\text{s}$ )



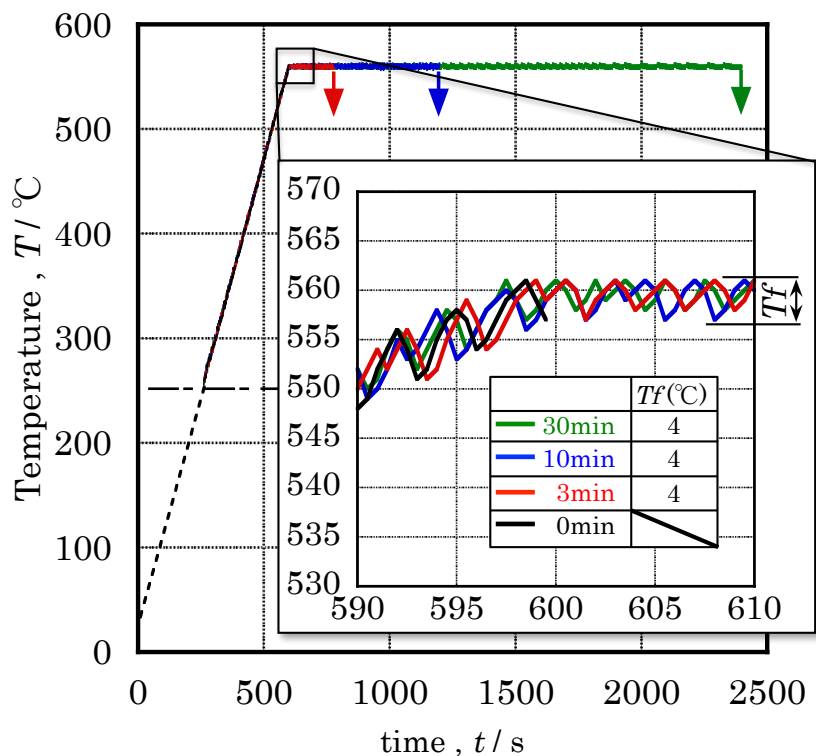


図 2.6.2 温度履歴 (0.9°C/s)

図 2.6.3 に鑄放し材ならびに各昇温速度で 0, 3 および 30min 保持した試料のマイクロ組織を示す. 昇温速度が 90.0°C/s で保持時間が 0min の試料では, 鑄放し状態においていびつな形状を有していた共晶 Si 粒子が微細粒状に変化する状況が確認された. 3min 保持材では, 0min 保持材と比較すると共晶 Si 粒子が粗大化し, 30min 保持材では粗大化および球状化が著しく進展する様子が確認された. 一方 0.9°C/s で昇温した場合では, 鑄放し材と 0min 保持材の共晶 Si 粒子の形態に顕著な差異は確認されないが, 保持時間の延長に伴い粗大化および球状化が進展する様子が示された. また昇温速度で比較すると, 0min 保持材においては, 0.9°C/s で昇温した場合と比較して 90.0°C/s の共晶 Si 粒子は著しく微細粒状である状況が確認できる. 一方 30min 保持材では, 昇温速度に起因した明らかな共晶 Si 粒子形態の差異は確認できない. 光学顕微鏡で撮影した画像をもとに画像処理を行い, 共晶 Si 粒子の平均断面積, 平均アスペクト比(長軸長さ/短軸長さ)および平均粒子間距離を算出した結果を図 2.6.4 に示す. なお, 平均粒子間距離は 2.5.1.4 と同様に, 1 から 5 番目までに近接する粒子の重心間距離の平均値として定義した. 始めに, 平均断面積に関して述べる. 昇温速度が 90.0°C/s における 0min 保持材の平均断面積は, 鑄放し材と比較して約 60%も減少する状況が示された. その後は, 保持時間の延長に伴い断面積が単調に増大する傾向を示し, 3min 保持材では鑄放し材と同等の大きさまで粗大化し, 10min 保持材では鑄放し材と比較すると 30%程度, 30min 保持材では 84%程

度粗大化することが確認された。一方  $0.9^{\circ}\text{C}/\text{s}$  の  $0\text{min}$  保持材の平均断面積は、 $90.0^{\circ}\text{C}/\text{s}$  で昇温した場合と同様に鑄放し材と比較して低下するが、その低下量は  $90.0^{\circ}\text{C}/\text{s}$  の場合よりも小さく 14%程度であった。その後は、保持時間の延長に伴い断面積は単調に増大する傾向を示し、 $3\text{min}$  保持材では鑄放し材と比較すると 13%程度、 $10\text{min}$  保持材では 49%程度増大した。 $30\text{min}$  保持材では 86%程度粗大化した。 $30\text{min}$  保持材の平均断面積は  $90.0^{\circ}\text{C}/\text{s}$  で昇温した場合と同等であった。平均アスペクト比に関しては、 $90.0^{\circ}\text{C}/\text{s}$  では保持時間が  $10\text{min}$  までは減少する傾向を示すが、 $10\text{min}$  以上の保持時間では飽和する傾向を示した。一方、 $0.9^{\circ}\text{C}/\text{s}$  では保持時間が  $30\text{min}$  にかけて緩やかに減少する傾向を示し、 $30\text{min}$  保持材では  $90.0^{\circ}\text{C}/\text{s}$  で昇温した場合と同程度まで減少した。以上の検討から、急速昇温を施した場合では昇温速度が遅い場合と比較すると、高温保持過程の早期における共晶 Si 粒子の粗大化割合が大きいこと、ならびに球状化の進展が速いことが確認され、この挙動は Chaudhury ら<sup>10)</sup>の報告と概ね合致する。 $90.0^{\circ}\text{C}/\text{s}$  における平均粒子間距離は平均断面積と同様に、 $0\text{min}$  保持材において一端減少した後、保持時間の延長に伴い単調に増大する傾向を示した。平均断面積と平均粒子間距離の連動した挙動は次のように説明できる。まず  $0\text{min}$  保持材においては、共晶 Si 粒子が分断(この点に関しては後ほど詳しく考察する)して、それに伴い粒子数の増大が生じたと考える。1つの粒子が複数個の粒子に分裂した場合、平均断面積の低下をもたらすと同時に粒子間距離を減少させると推測される。その後は、保持時間の延長によりオストワルド成長に伴う微細粒子の消滅及び粗大粒子の成長が生じて、粒子間距離が増大したと考えられる。 $0.9^{\circ}\text{C}/\text{s}$  の平均粒子間距離は保持時間の延長に伴い単調に増大する傾向を示し、 $30\text{min}$  保持材では  $90.0^{\circ}\text{C}/\text{s}$  で昇温した場合と同等の値を示した。

以上では共晶 Si 粒子の断面形状を観察したが、共晶 Si 粒子の形態変化をより詳細に観察するために SEM を用いて共晶 Si 粒子形状を立体的に観察した。ここでは、機械研磨により鏡面に仕上げた試験片を試薬①(HCl : 15ml, HF : 10ml および蒸留水 : 90ml)に 55 分間、その後試薬②(HNO<sub>3</sub> : 25ml, 蒸留水 : 75ml)に 4 分間浸し、Al 母相を選択腐食した状態で SEM 観察を行った。図 2.6.5 に鑄放し材ならびに各昇温速度で 0, 3 および 30min 保持した試料の観察結果を示す。始めに、鑄放し材に関して述べる。Al 母相を選択腐食して共晶 Si 粒子を観察した場合では、共晶 Si 粒子は立体的に細長く連結した、いわゆるサンゴ状の形態を有していることが確認された。昇温速度が  $90.0^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 、保持時間が  $0\text{min}$  の試料では、鑄放し材と比較すると共晶 Si 粒子の 2 次枝が短縮されたような形状を示した。これは、後述するように共晶 Si 粒子の 2 次枝の分断に起因する現象と考えられる。粗大な粒子が複数個に分裂する状況のある断面において観察した場合、これらの粒子の平均断面積が低下することは明らかである。つまり、共晶 Si 粒子の分断が断面観察時における平均断面積の低下をもたらしたと考えられる。昇温速度が  $90.0^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 、保持時間が  $3\text{min}$  の試料では、共晶 Si 粒子の 1 次枝と 2 次枝の境界が不明瞭となり、全体的に枝の径が増大する状況が観察された。枝の径が増大した場合、その枝の断面積が増大することは明らかであり、これが共晶 Si 粒子の断面積増大の要因と考えられる。昇温速度が  $90.0^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 、保持時間が  $30\text{min}$  の試料では、Si 粒子の粗大化および球状化が著しく進展した様子が観察された。一方、昇温速度が  $0.9^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 、保持時間が  $0\text{min}$  の試料の共晶 Si 粒子形状は、 $90.0^{\circ}\text{C}$

/s の 3min 保持材と類似しており、1 次枝と 2 次枝の境界が不明瞭となり、全体的に枝の径がやや増大する状況が観察された。昇温速度が 0.9°C/s、保持時間が 3min の試料では、0min 保持材の形状を維持したまま全体的に枝の径が増大する状況が観察された。昇温速度が 0.9°C/s、保持時間が 30min の試料では、Si 粒子は粗大化および球状化が著しく進展した。また 30min 保持材では、共晶 Si 粒子形態に昇温速度に起因した明瞭な差異は確認されなかった。このことから、昇温速度が異なっても高温における保持時間がある程度長時間であれば、共晶 Si 粒子形態(大きさや形状など)は一定値に収束すると推測される。以上のように SEM を用いて共晶 Si 粒子を立体的に観察することにより、光学顕微鏡を用いた断面観察では捉えることができなかった溶体化処理に伴う形態変化を克明に観察することができた。

以下では急速昇温(90.0°C/s)を施した場合に観察された特徴的な挙動である、0min 保持材における共晶 Si 粒子の著しい断面積の減少ならびに、高温保持過程の早期に生じる粗大化および球状化に関して考察する。始めに、0min 保持材における共晶 Si 粒子の顕著な微細化に関して述べる。SEM で観察した場合、昇温速度が 90.0°C/s、0min 保持材では、鑄放し材と比較すると共晶 Si 粒子の 2 次枝が短縮したような形状を示した。2 次枝の短縮は Chaudhury ら<sup>10)</sup>が報告するように、Al 母相と共晶 Si 粒子の線膨張率の差異に起因した熱応力により共晶 Si 粒子の破壊・分断が生じた結果と考えられた。そこで、この点を確認するために昇温過程における共晶 Si 粒子の観察を通じて、Si 粒子が破壊・分断する状況を確認した。具体的には、試料を 90.0°C/s で昇温させて、440°C から 560°C の範囲内で昇温を中断(任意の温度に達した直後に急冷)した。そのときの共晶 Si 粒子を光学顕微鏡および SEM を用いて観察して破壊の痕跡を確認した。鑄放し状態ならびに 90.0°C/s の昇温速度で各温度まで昇温した試料のマイクロ組織画像を図 2.6.6 に示す。鑄放し状態においていびつな形状を有していた共晶 Si 粒子は、温度の上昇に伴い微細粒状化する傾向が確認された。しかしながら、光学顕微鏡画像からは共晶 Si 粒子に破壊・分断が生じた痕跡を発見することはできなかった。また、図 2.6.7 には各温度まで昇温したときの共晶 Si 粒子の平均断面積および平均アスペクト比を示す。500°C では他の温度と比較して平均断面積はやや大きい値を示すが、それ以外の温度では温度の上昇に伴い平均断面積が減少する傾向が確認された。一方平均アスペクト比には、温度に起因した顕著な差異は確認されなかった。図 2.6.8 には、鑄放し状態ならびに各温度まで昇温した試料の共晶 Si 粒子を SEM を用いて観察した結果を示す。鑄放し状態における共晶 Si 粒子は、1 次枝から 2 次枝が長く成長したような形状を有している。一方、急速昇温材の共晶 Si 粒子は鑄放し材と比較すると形状が顕著に変化しており、細長い芋虫状の形状を有していた。特に、560°C では 2 次枝が 1 次枝の根本でネッキングを生じている様子が多数確認された(図 2.6.8(a))。また、図 2.6.9 には 500°C まで昇温した試料において確認された、共晶 Si 粒子が脆性的に破壊した様子を示す。このように脆性的に破壊した共晶 Si 粒子はいずれの温度においても確認されたが、その数密度は極めて小さかった。この状況から、熱応力に起因した破壊による分断が共晶 Si 粒子の 2 次枝の短縮をもたらした主な要因とは考えにくいと判断された。以上の状況から、共晶 Si 粒子の 2 次枝の短縮は、Si 粒子を形成する Si 原子の拡散に起因する現象と考えられる。共晶 Si 粒子の形状変化に関わ

る拡散は、①Si 粒子と Al 母相との界面における拡散(粒界拡散)、②Al 母相中の Si 原子の拡散および③Si 粒子内の Si 原子の拡散の 3 つの機構が考えられる。①の粒界拡散に関しては、拡散経路(粒界)における結晶構造が乱れていることに起因して②および③と比較して急速に拡散が生じると推察される<sup>49)</sup>。②の Al 母相中の Si 原子の拡散に関しては、2.5.1.2 で述べた(2.2)式を用いて 560°Cにおける Al 母相中の Si 原子の拡散係数  $D$  を求めた結果、 $5.8 \times 10^{-13}$  [m<sup>2</sup>/s] 程度と算出された(なお、拡散係数の算出では頻度因子  $D_0$  を  $3.5 \times 10^{-5}$  [m<sup>2</sup>/s]、拡散の活性化エネルギー  $Q$  を 124 [kJ/mol]、気体定数  $R$  を 8.3145 [J · mol<sup>-1</sup> · K<sup>-1</sup>]、絶対温度  $T$  を 833 [K] (560°C)とした)。一方、③の Si 粒子内の Si 原子の拡散に関しては、アルミニウム合金鑄造材に晶出する共晶 Si 粒子内の Si 原子の拡散に関する知見は見当たらないものの、Bracht ら<sup>50)</sup>は安定同位体である <sup>28</sup>Si 層内部における Si 原子の自己拡散の温度依存性に関して調べている。その結果を参照すると、855°Cにおける Si の自己拡散の拡散係数  $D$  は  $2 \sim 5 \times 10^{-15}$  [m<sup>2</sup>/s] 程度と見積もられる。855°Cより低温における Si の自己拡散の拡散係数を調べた例は確認できなかったが、Bracht ら<sup>50)</sup>の結果を単純に低温側まで拡張した場合、560°Cにおける拡散係数  $D$  は  $(0.6 \sim 1.0) \times 10^{-22}$  [m<sup>2</sup>/s] と見積もることができる。この状況を勘案すると、同一温度における③Si 粒子内の Si 原子の拡散は②Al 母相中の Si 原子の拡散と比較して著しく遅いと考えられる。これらの状況を踏まえて昇温中における共晶 Si 粒子の形状変化を考えると、急速昇温(90.0°C/s)を施した場合では、拡散速度が速いとされる Si 粒子と Al 母相との界面における拡散(粒界拡散)が優先的に生じると考えられる。粒界拡散により Si 粒子の 2 次枝にネックングが発生して分断するに至ったと推測され、共晶 Si 粒子の平均断面積の著しい低下をもたらしたと考えられる。一方、昇温速度が小さい 0.9°C/s では、急速昇温を施した場合と比較すると昇温時の高温における滞留時間が長いために粒界拡散に起因したネックングによる Si 粒子の 2 次枝の分断と同時に、粒界拡散と比較して拡散速度が小さい Si 粒子内の Si 原子の拡散や Al 母相内の Si 原子の拡散、つまりオストワルド成長を促すために必要な拡散が生じたと推測される。このように 2 次枝の分断に起因した微細化とオストワルド成長に準じた粗大化が昇温中に同時並行的に生じたために、急速昇温を施した場合と比較して共晶 Si 粒子の平均断面積が大きくなったと考えられる。次に、急速昇温材の高温保持過程の早期における共晶 Si 粒子の粗大化および球状化に関して述べる。高温保持中の共晶 Si 粒子の粗大化はオストワルド成長に準ずるものと考えられる。オストワルド成長の駆動力は、界面エネルギーを減少させること、つまり、粒界面積を減らすことである。急速昇温(90.0°C/s)を施した場合では、昇温速度が小さい場合と比較して、昇温直後(保持時間: 0min)において共晶部に微細な Si 粒子が高密度に存在する。つまり、単位体積当たりの粒界面積が大きいためオストワルド成長の駆動力は大きいと推測される。加えて、粒子間距離も小さいことからオストワルド成長時の Si 原子の拡散距離も短いと考えられる。これらの理由により、急速昇温を施した試料では高温保持過程の早期における粗大化割合が大きくなったと推測される。

以上に述べたような、昇温速度が共晶 Si 粒子の形態変化に及ぼす影響は、**図 2.6.10** に模式的に示すように考えると説明可能と思われる。鑄放し状態における共晶 Si 粒子は、1 次枝から 2 次枝が長く成長したよう

なサンゴ状の形状を有しているが、急速昇温(90.0°C/s)を施した場合では、昇温中において Si 粒子と Al 母相との界面における Si 原子の拡散(粒界拡散)が優先的に生じることで、2次枝にネッキングを生じて分断すると推測される。一方昇温速度が 0.9°C/s の場合では、昇温中に粒界拡散に起因した 2次枝の分断による微細化と Al 母相中の Si 原子の拡散によるオストワルド成長が同時並行的に生じたために、急速昇温を施した場合と比較して共晶 Si 粒子の平均断面積が大きくなったと考えられる。いずれの昇温速度で昇温した場合においても保持時間の延長に伴い、Al 母相中の Si 原子の拡散に起因するオストワルド成長が進展するが、急速昇温を施した場合では昇温直後において共晶 Si 粒子が微細粒状であることに起因して、高温保持過程の初期におけるオストワルド成長の駆動力が大きくなり粗大化が早期に進展したと考えられる。さらに保持時間が延長すると、昇温速度に起因した共晶 Si 粒子の形態の差異は軽微になり、その形態は一定に収束すると推測される。

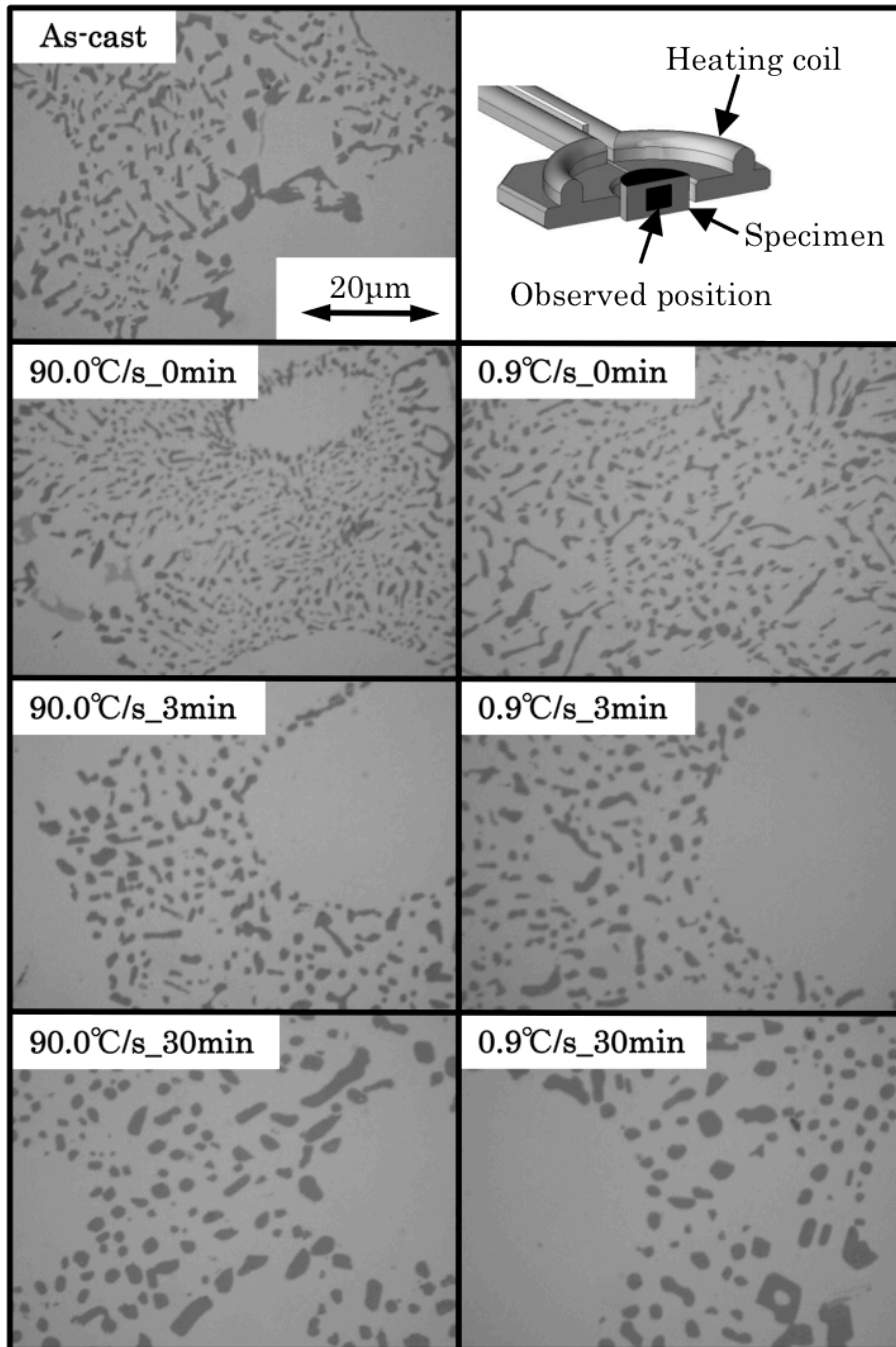


図 2.6.3 溶体化処理時の昇温速度および保持時間が共晶 Si 粒子形態に及ぼす影響(光学顕微鏡画像)

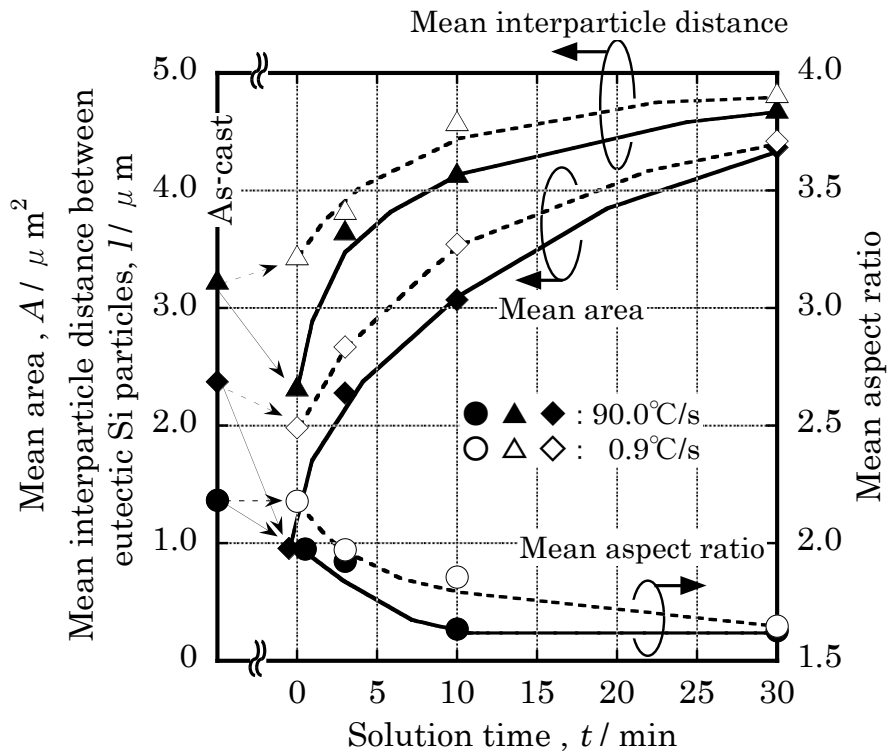


図 2.6.4 溶体化処理時の昇温速度および保持時間が共晶 Si 粒子の平均断面積，平均アスペクト比および平均粒子間距離に及ぼす影響

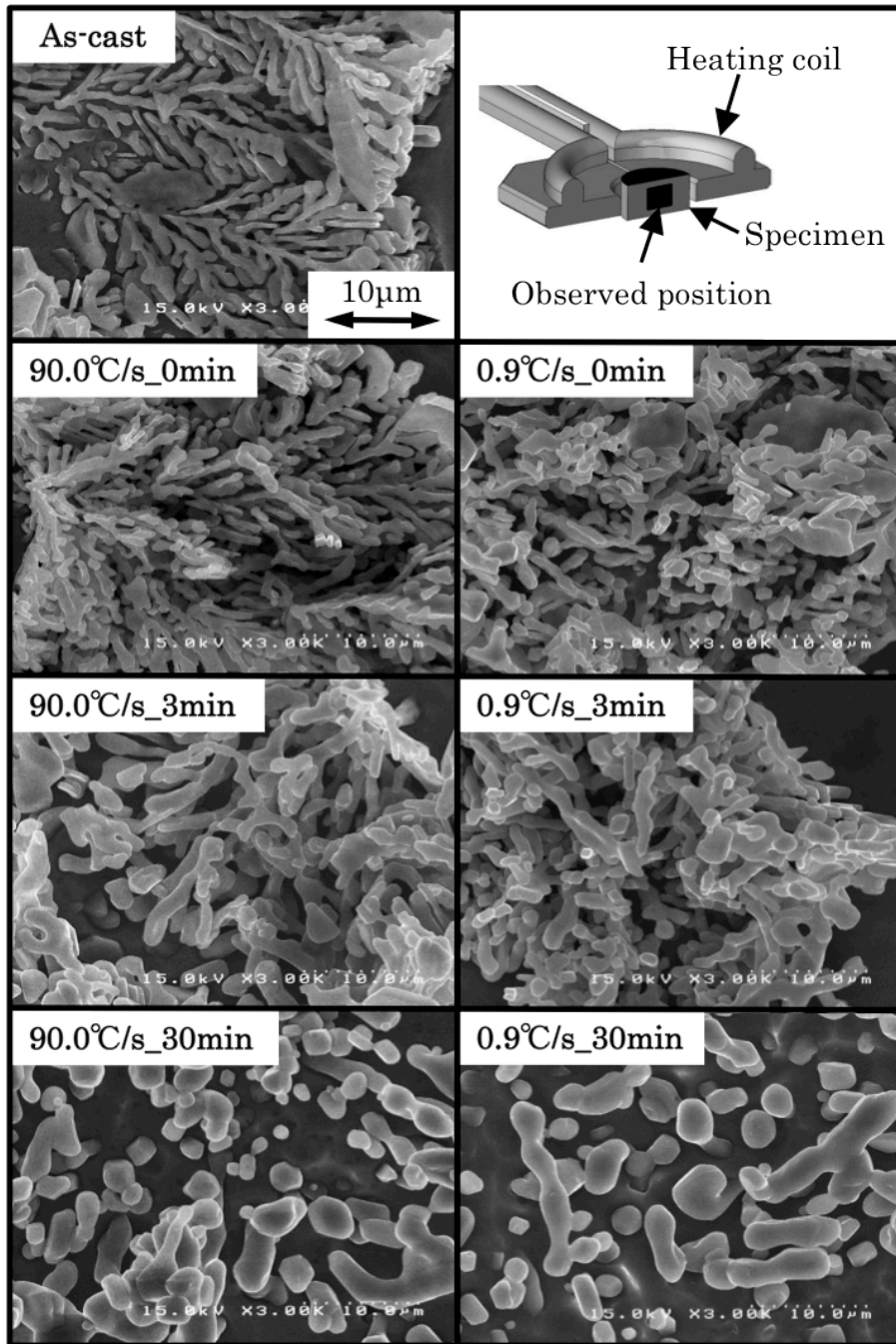


図 2.6.5 溶体化処理時の昇温速度および保持時間が共晶 Si 粒子形態に及ぼす影響(SEM 画像)



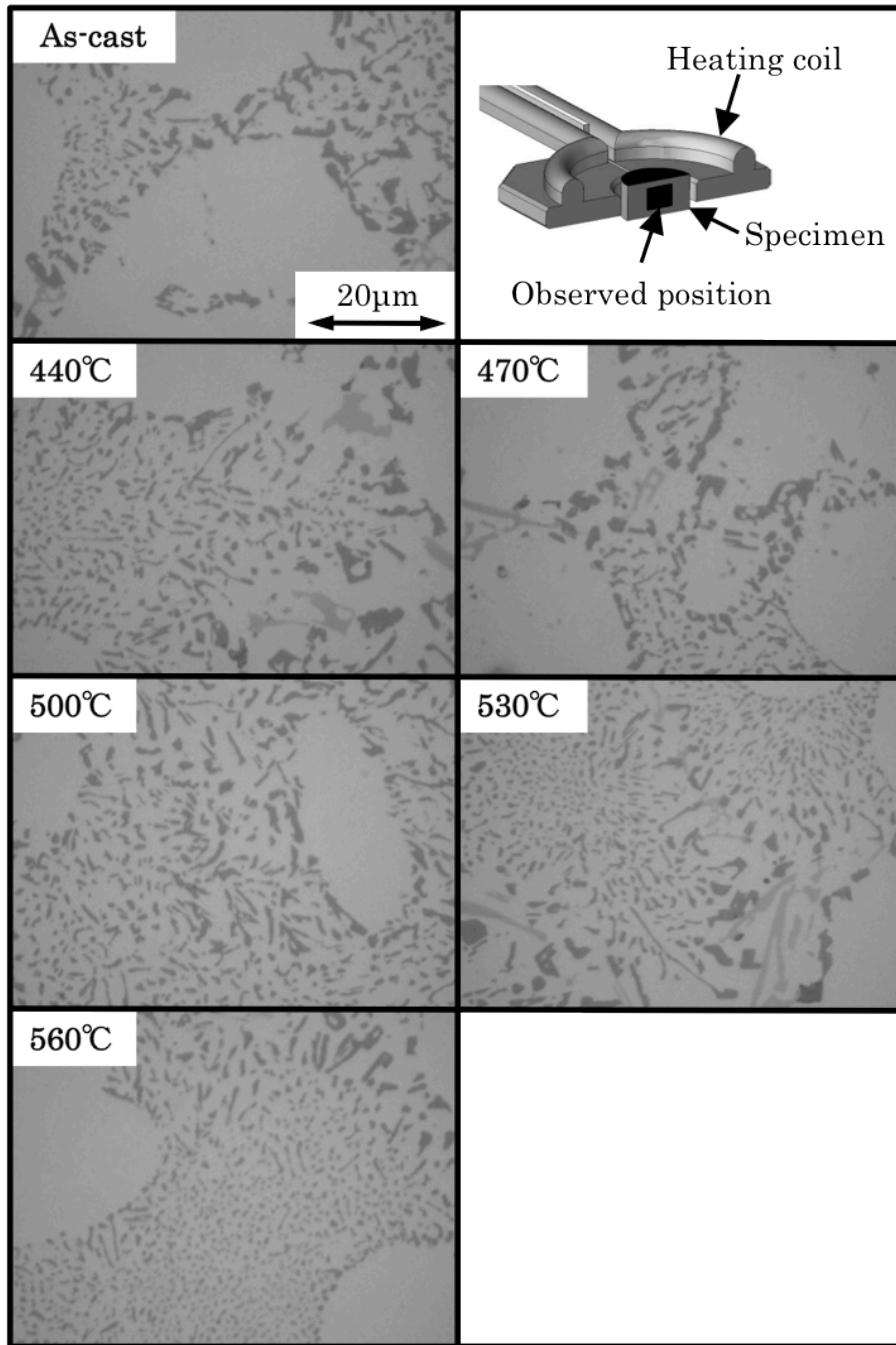


図 2.6.6 昇温過程(90.0°C/s)における共晶 Si 粒子の形態変化(光学顕微鏡画像)

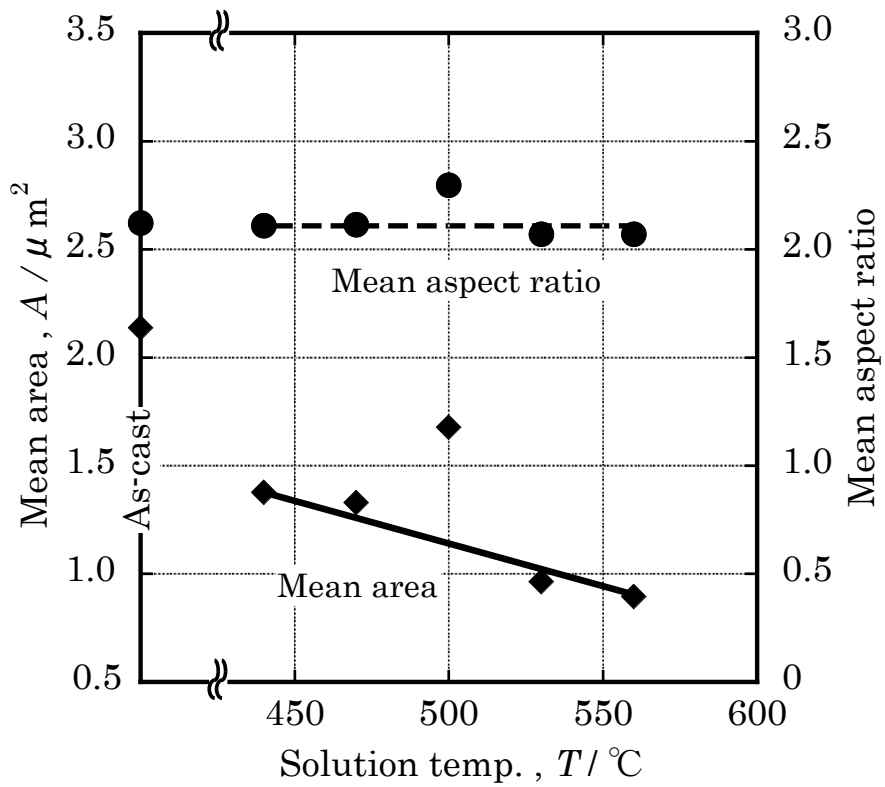


図 2.6.7 昇温過程(90.0°C/s)における共晶 Si 粒子の平均断面積および平均アスペクト比の変化

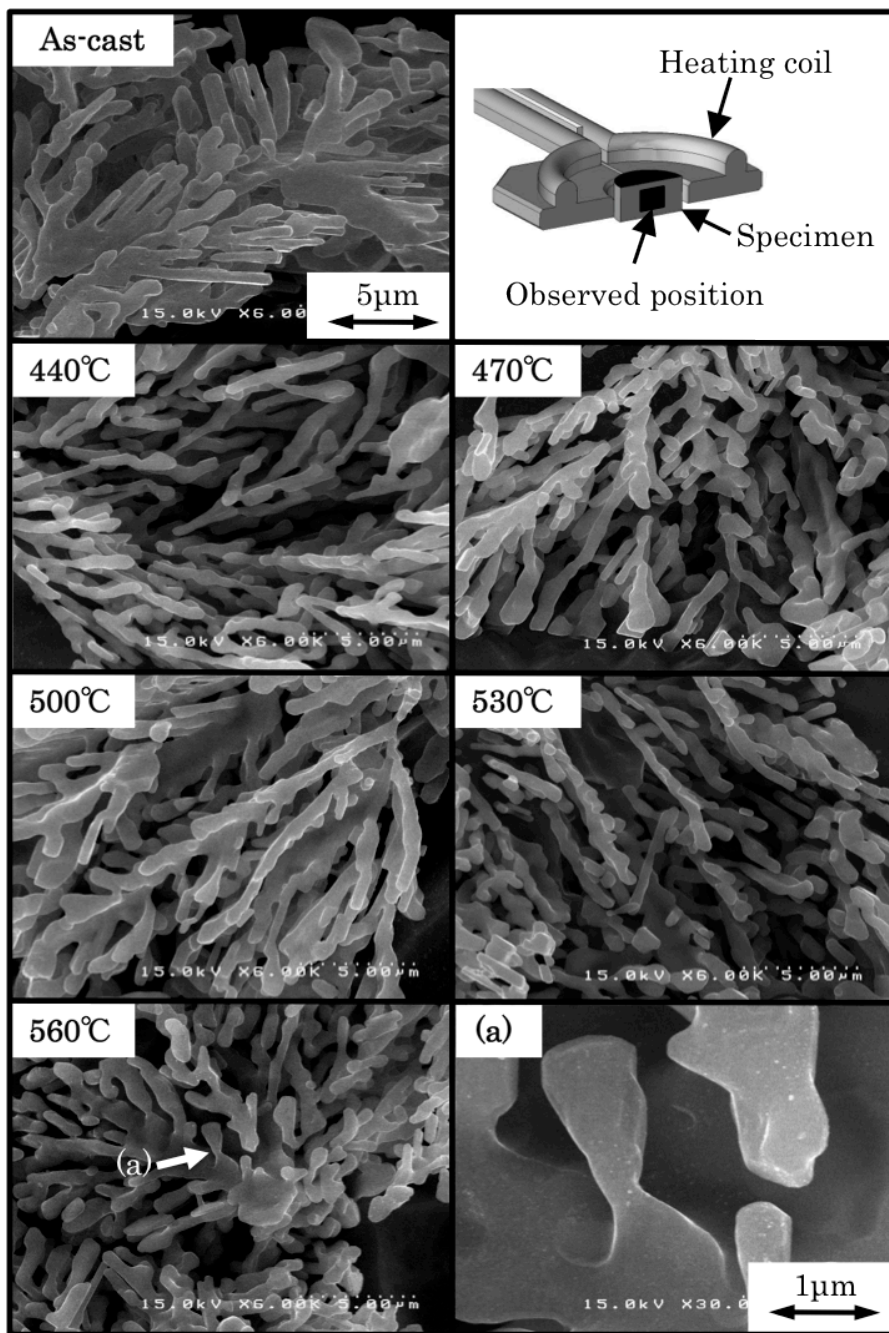


図 2.6.8 昇温過程(90.0°C/s)における共晶 Si 粒子の形態変化(SEM 画像)

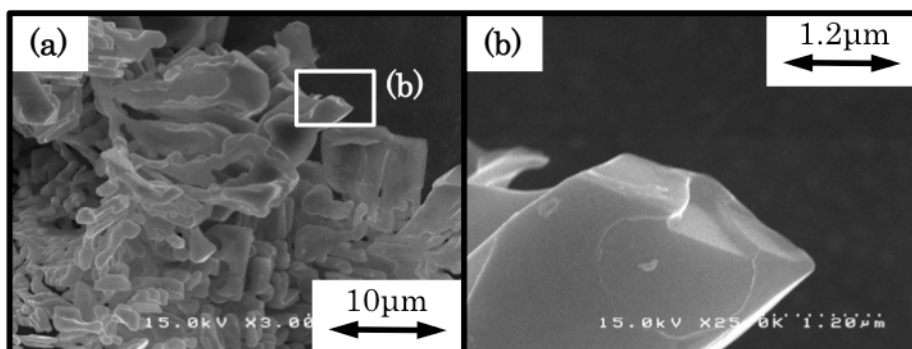


図 2.6.9 破壊した共晶 Si 粒子. (a): マクロ, (b)ミクロ (90.0°C/s\_500°C)

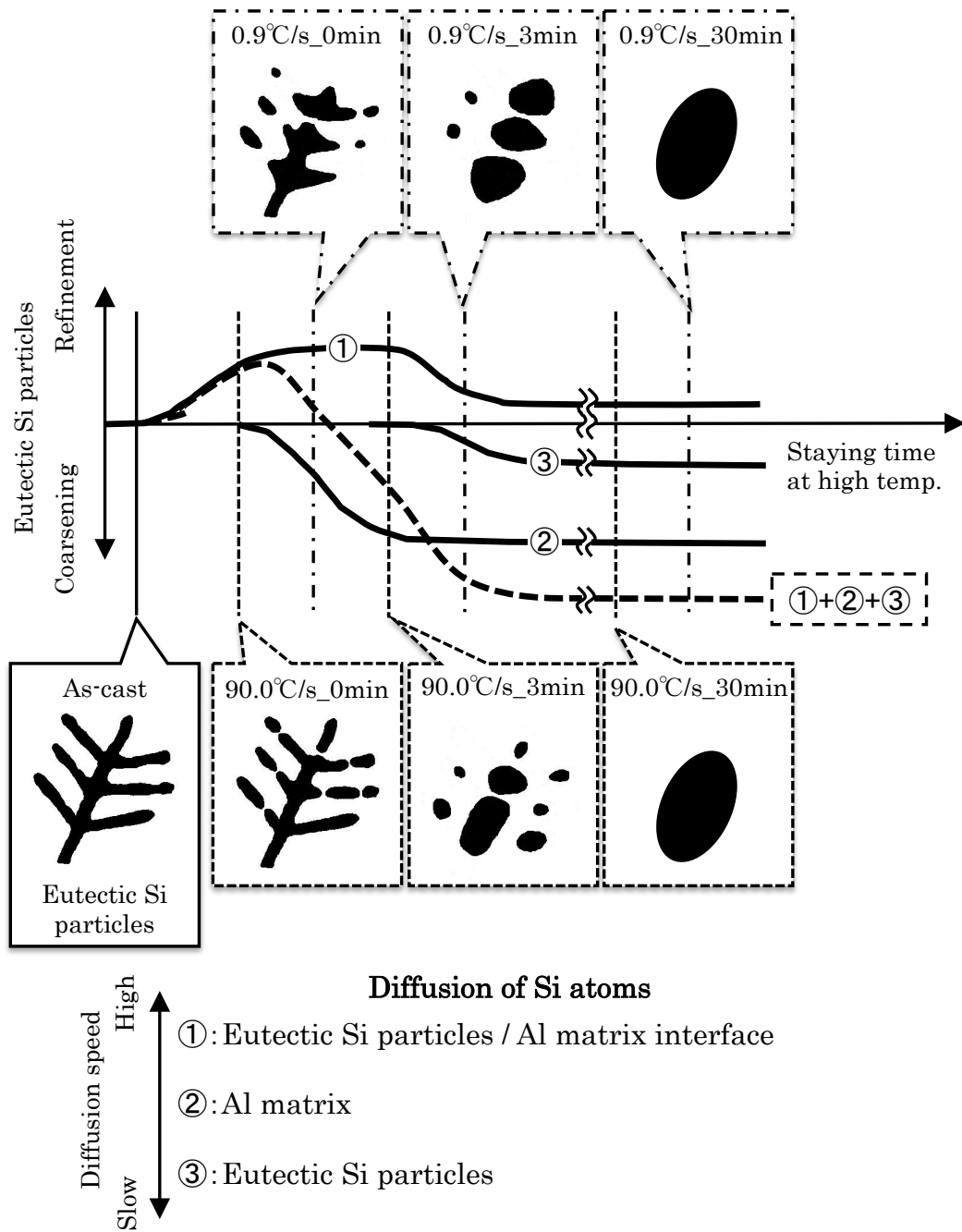


図 2.6.10 昇温速度および保持時間が共晶 Si 粒子の形態変化に及ぼす影響

## 2.6.2 昇温速度が引張特性に及ぼす影響

昇温速度が引張特性に及ぼす影響を調べるために、引張試験を実施した。図 2.6.11 および図 2.6.12 に引張試験により得られた 0.2%耐力、および破断伸びを示す。0.2%耐力は、いずれの昇温速度においても 10min に至るまで増大して 10min 以上では飽和する傾向を示した。10min にかけての 0.2%耐力の増大は、2.5.1 で述べたような金属間化合物の形態変化に起因した Al 母相の溶質原子(Mg および Si)の濃度の増大、つまり、固溶強化に起因する現象と推測される。昇温速度で比較すると、急速昇温を施した場合の方が 0.2%耐力の飽和値が 6%程度高い値を示した。この 0.2%耐力の差異は、固溶量の差異に起因すると考えられた。そこで、各条件で溶体化処理を施した試料の導電率を測定することにより固溶量を推定した。図 2.6.13 に、各条件で溶体化処理を施した試料の導電率を示す。図から明らかなように、いずれの昇温速度においても保持時間が 3min に至るまで、導電率は低下してその後は保持時間の延長に伴い増大する傾向を示した。また 3min 以上では、急速昇温(90.0°C/s)を施した試料の方が昇温速度が小さい試料と比較して低い導電率を示した。このことから、急速昇温を施した試料の方が固溶量が多い状況が示唆される。しかしながら、0min 保持材と 30min 保持材の導電率を比較すると、90.0°C/s では同等、0.9°C/s では 30min 保持材の方が高い導電率を示す状況が確認される。導電率の変化が単純に固溶量の増減のみを表ずると考えた場合では、図 2.6.13 に示した導電率の変化と図 2.6.11 に示した 0.2%耐力の挙動は対応しない。小松ら<sup>51)</sup>は、Al-Si 鑄造合金中の Si 粒子形態は電気比抵抗に対して大きく影響すると報告している。本研究においても、保持時間の延長に伴い共晶 Si 粒子の形態が顕著に変化していることから、共晶 Si 粒子の形態変化が導電率に対して何らかの影響を及ぼすものと推測できる。つまり、図 2.6.13 に示した導電率の変化には固溶量の増減のみならず、共晶 Si 粒子の形態変化も反映されたものと考えられる。導電率の測定から固溶量を推定して図 2.6.11 に示した 0.2%耐力の挙動を説明しようと試みたが、前述した状況を勘案するとそれは困難であると思われた。よって、この点は今後の課題とする。

破断伸び(図 2.6.12)に関しては、平均値を用いて議論すると、①いずれの昇温速度においても保持時間の延長に伴い破断伸びは増大する、②いずれの保持時間においても 90.0°C/s と比較すると 0.9°C/s の方が 6%(3min)から 37%(10min)程度大きな破断伸びを示す傾向は確認されるものの、同条件の試料内での変動が大きく、伸びの値で 10%以上の変動を示す試料も存在した。破断伸びの変動の原因を調べるために、SEM を用いた破断面観察を実施した。結果の一例を図 2.6.14 に示す。破断面の大半は、Al 母相が延性的に破壊した痕跡であるディンプル形状を有しているが、引け巣と思われる粗大な空隙や酸化膜といった鑄造欠陥が破断面上に確認された。また、破断伸びが小さい試料の破断面には、鑄造欠陥が多く観察される傾向が確認された。鑄造欠陥は変形の際に破壊の起点となりやすく、延性の著しい低下をもたらすことは良く知られている<sup>52)~58)</sup>。図 2.6.15 には、破断面上に確認された引け巣や酸化膜などの鑄造欠陥の面積率と破断伸びとの対応関係をまとめた。図から明らかなように、鑄造欠陥の面積率の増大に伴い破断伸びが低下する傾向が

確認できる。以上の検討から、**図 2.6.12** に示された破断伸びの大きな変動は鑄造欠陥に起因する現象と考えられた。鑄造欠陥に起因した破断伸びの変動は存在するものの、それらの影響を極力除外した状況下で共晶 Si 粒子の形態変化と破断伸びの対応関係を調べるために、破断面上のディンプルを観察した。鑄放し材ならびに各昇温速度で 0, 3 および 30min 保持した試料のディンプルの形成状況を**図 2.6.16** に示す。いずれの昇温速度においても、保持時間の延長に伴いディンプルが粗大化する傾向が確認された。**図 2.6.17** には、**図 2.6.4** に示した平均粒子間距離と切片法により求めた平均ディンプル径(詳細は 2.5.2.3 参照)との対応関係を示す。なお、**図 2.6.17** では 2.5.2.3 で述べたようなディンプル径の補正は行っていない。昇温速度が 90.0°C/s の 0min 保持材における平均粒子間距離は鑄放し材と比較して 28%程度小さい値を示すのに対して、ディンプル径は 5%程度しか異なっておらずほぼ同等である。この現象は**図 2.6.18** に模式的に示すように、90.0°C/s の 0min 保持材では、Si 粒子の 2 次枝の分断に起因して粒子間距離は低下したものの、水素マイクロポアや粒子の破壊に起因するボイドといったディンプルの発生源の距離は鑄放し材と同等であったためと考えれば説明可能と思われる。一方、3min 以上の保持を施した試料では、平均粒子間距離と平均ディンプル径は優れた対応関係を示している。このことから、粒子間距離の増大に伴い変形時に延性の大きい Al 母相の寄与度が増大することが考えられ、破断伸びの増大が示唆される。つまり、鑄造欠陥の影響で破断伸びは大きく変動するものの、保持時間の延長に伴う共晶 Si 粒子の粒子間距離の増大に起因して破断伸びは増大するものと推測される。また、いずれの保持時間においても 90.0°C/s で昇温した試料と比較すると 0.9°C/s の方が大きな破断伸びを示すのは、**図 2.6.11** に示されたように強度の差異に起因する現象と考えている。つまり、90.0°C/s で昇温した試料の方が強度が高いために、破断伸びが小さくなったと推察されるが、前述のように 90.0°C/s で昇温した試料の強度が高い理由は明らかとなっておらず、今後の課題とする。

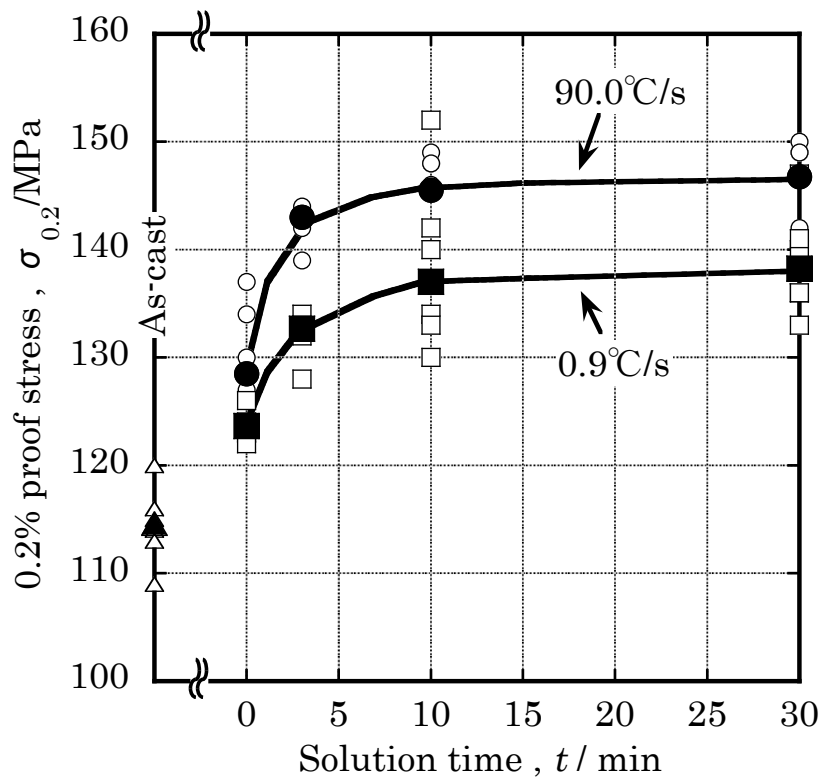


図 2.6.11 昇温速度および保持時間が 0.2%耐力に及ぼす影響

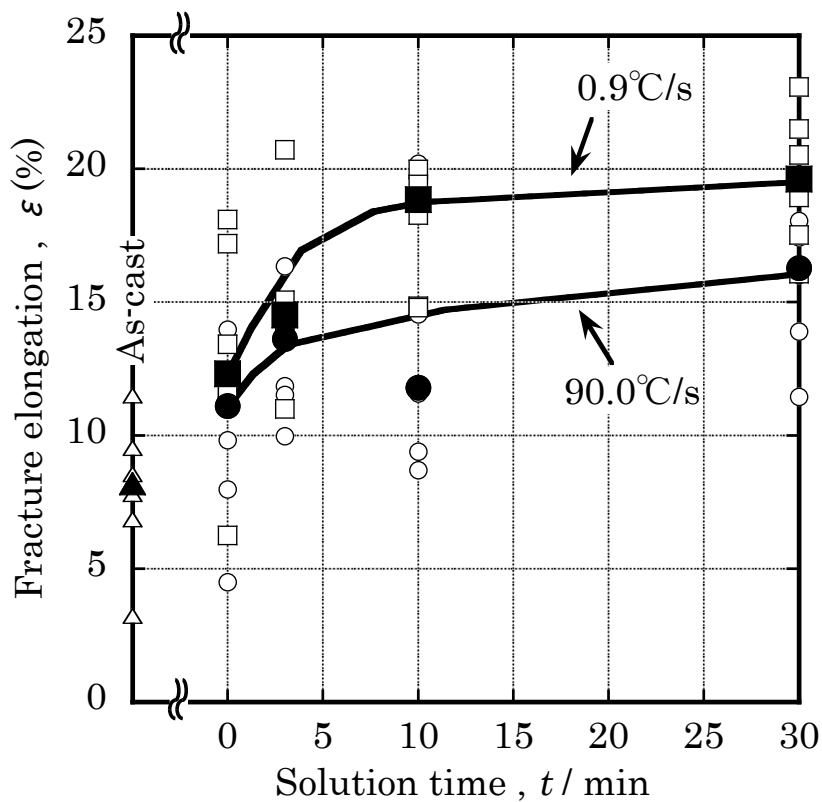


図 2.6.12 昇温速度および保持時間が破断伸びに及ぼす影響

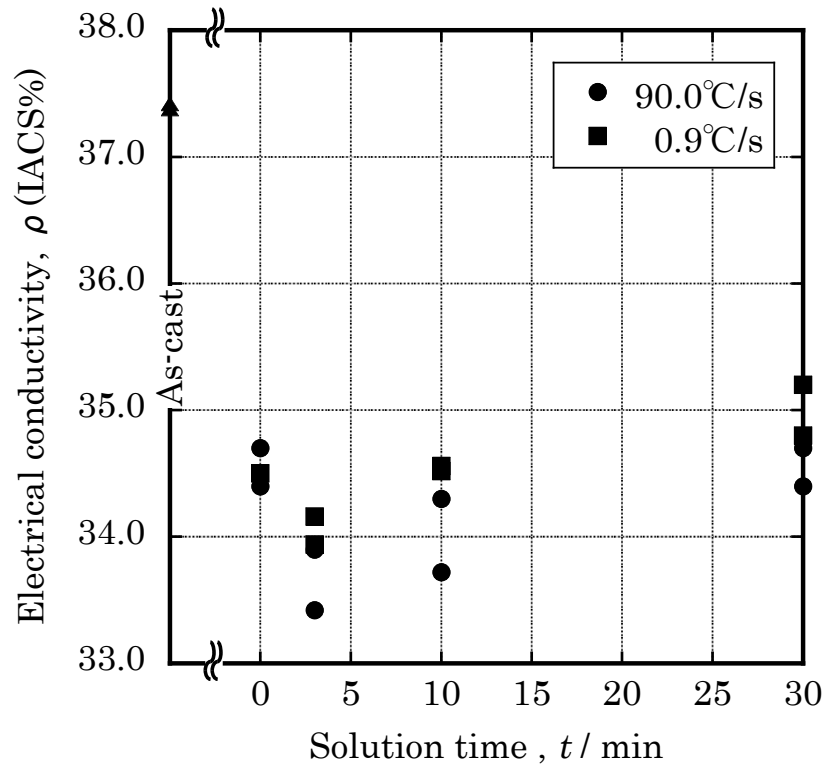


図 2.6.13 昇温速度および保持時間が導電率に及ぼす影響

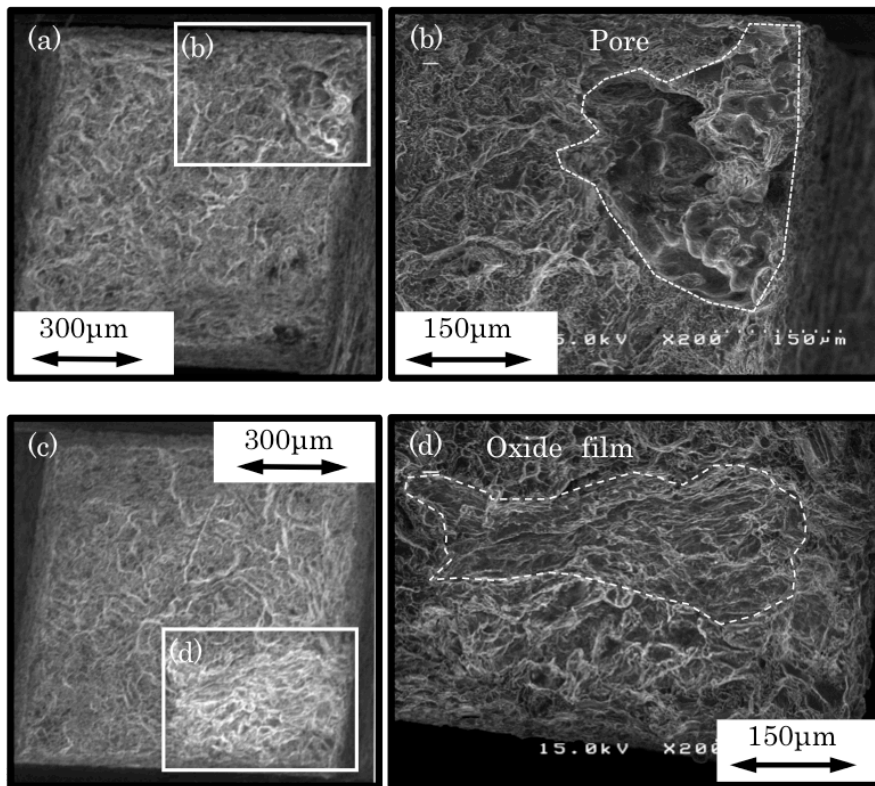


図 2.6.14 破断面の SEM 画像. (a)と(b) 昇温速度 : 90.0°C/s, 保持時間 : 0min, (c)と(d)昇温速度 : 0.9°C/s, 保持時間 : 0min.



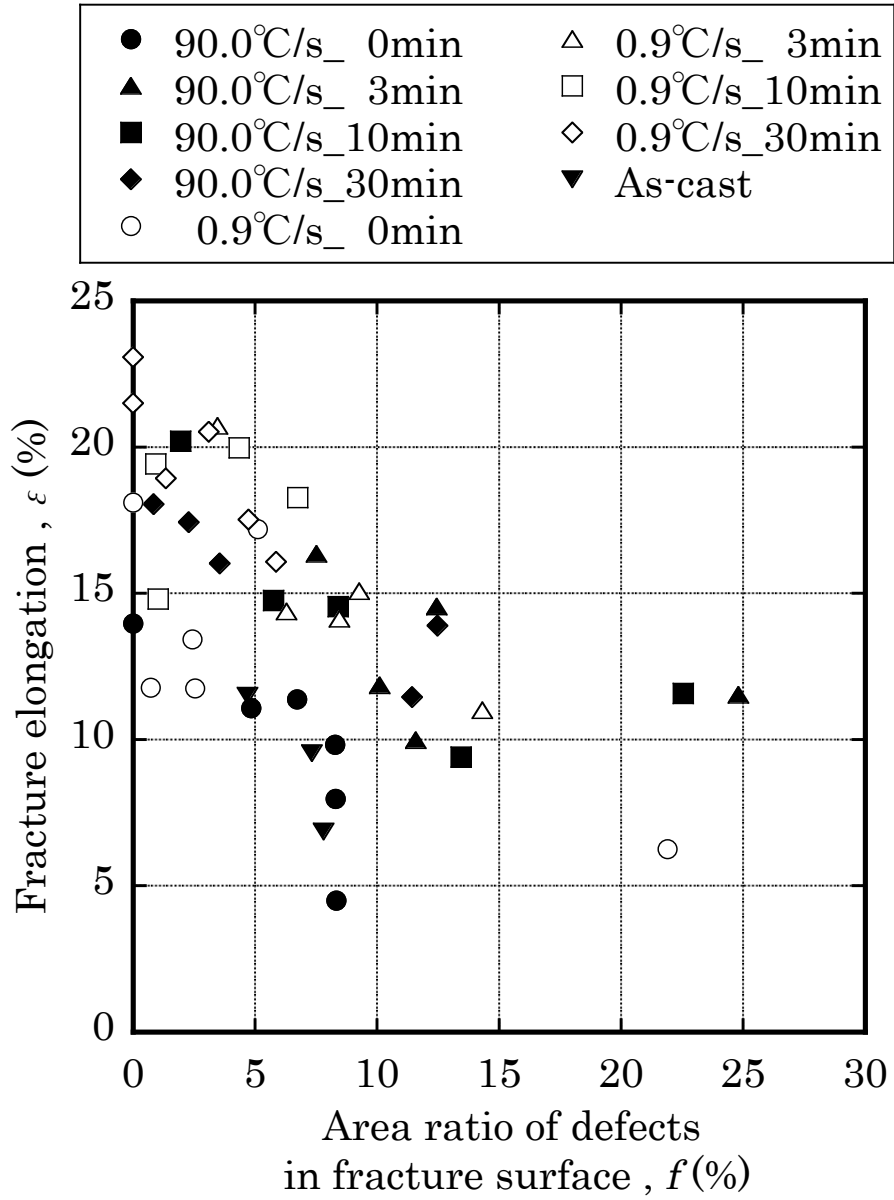


図 2.6.15 破断面上における鑄造欠陥の面積率が破断伸びに及ぼす影響

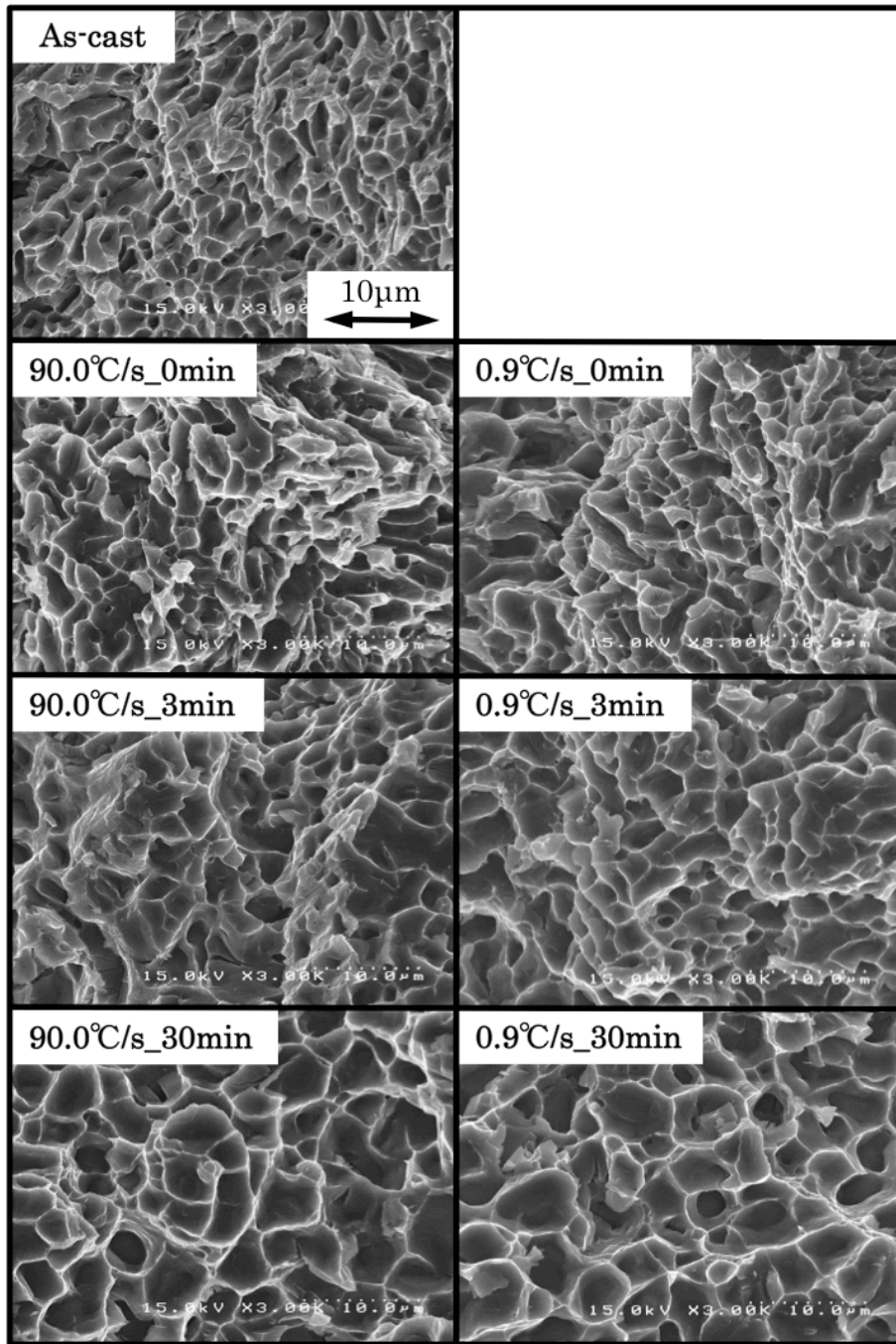


図 2.6.16 各条件で溶体化処理を施した試料のディンプルの形成状況

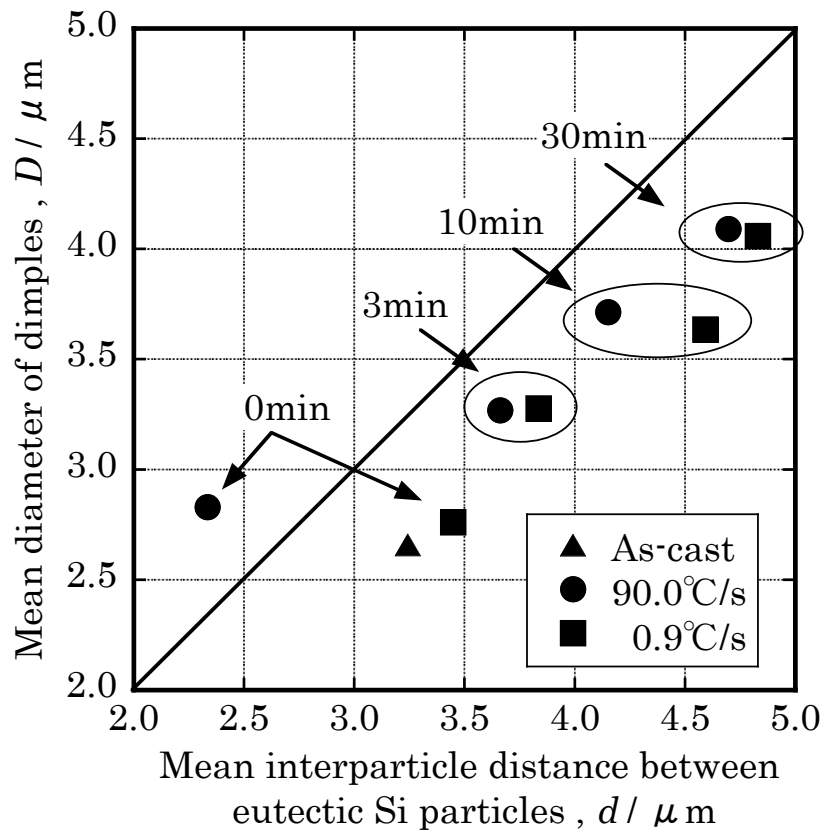


図 2.6.17 平均ディンプル径と平均粒子間距離の対応関係

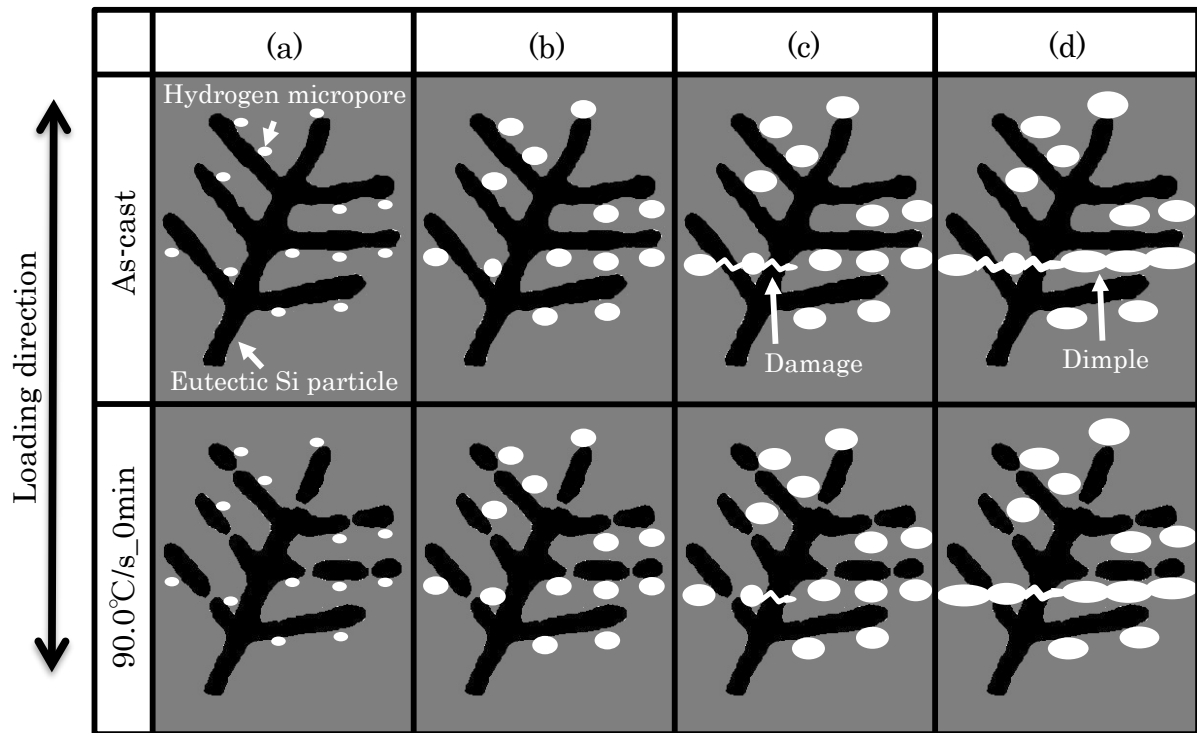


図 2.6.18 鋳放し材と 90.0°C/s\_0min 保持材におけるディンプルの形成過程. (a) : 荷重負荷前, (b) : 水素マイクロポアの成長段階, (c) : 共晶 Si 粒子の損傷開始段階, 及び(d) : ディンプルの形成段階

## 2.7 結言

FSP 時の摩擦熱を溶体化処理として利用するに当たり, FSP 時に発生すると想定される摩擦熱の温度履歴(急速昇温, 固相線直下の高温, 分単位の短時間の保持)を高周波誘導加熱装置を用いて模擬した. 高周波誘導加熱装置による急速昇温を伴う高温短時間溶体化処理を施した際のマイクロ組織や機械的性質の体系的な精査を通じて, 溶体化処理の効果が得られる温度履歴を模索した. その結果, 以下の結論を得た.

1. 高周波誘導加熱装置をアルミニウム合金鋳造材の加熱に適用するに当たり, 試験片の加熱状況を調べた 2.3 節では, 長手方向及び幅方向における温度分布の検討結果から, 加熱コイルに対して適正な位置 ( $L=26\text{mm}$ ) に試験片を設置すると, 極端に大きな温度分布を生じないことが確認された. 具体的には, 長手方向における温度分布は約  $4^{\circ}\text{C}$ , 幅方向は最大でも約  $4^{\circ}\text{C}$  であった.
2. 2.4 節では高周波誘導加熱装置特有の他の熱処理装置では実現が困難である大きな昇温速度( $40.0^{\circ}\text{C/s}$ )を伴う溶体化処理が材料特性に及ぼす影響の概要把握を目的とした. 具体的には, 急速昇温を伴う溶体化処理に

における溶体化温度や時間さらには昇温速度がマイクロ組織および機械的性質などの材料特性に及ぼす影響を調べた。

40.0°C/s に相当する急速昇温に加えて、溶体化温度に達した直後に急冷する溶体化処理では、共晶 Si 粒子の大きさや形状に明瞭な変化は認められないものの、溶体化温度の上昇に伴う固容量の増大に関連して、硬さや耐力は増大することが明らかとなった。

溶体化温度を 560°C に設定した溶体化処理(昇温速度 : 40.0°C/s)では、分単位の時間間隔においても、共晶 Si 粒子の形状や機械的性質の変化を明瞭に捉えることができた。具体的には、3min の溶体化時間で共晶 Si 粒子のアスペクト比は低下、硬さや耐力は増大するが、その後はいずれの値も飽和することを確認した。一方、共晶 Si 粒子の断面積は、溶体化時間の延長に伴い単調に増大することを確認した。

昇温速度は共晶 Si 粒子の大きさに対して著しく影響することが確認された。具体的には、昇温速度が 40.0°C/s において最小値(約 1.5 $\mu\text{m}^2$ )を示すのに対して、4.0°C/s では約 168%、0.4°C/s では約 149%の粗大化傾向が確認された。一方、導電率、硬さ及び耐力に対する昇温速度の影響は小さいことが明らかとなった。

3.2.5 節では、急速昇温(40°C/s)を伴う固相線直下の高温(560°C)における分単位の保持 0min から 30min)という極めて限定的な高温短時間溶体化処理を施した際のマイクロ組織、特に Mg や Si の存在状態や共晶 Si 粒子の形態変化と機械的性質、特に引張特性との相互関係の精査を通じて、溶体化処理の効果が得られる温度履歴を模索した。

鑄放し状態では、チャイニーズスクリプト状及び板状の  $\pi$  相や  $\text{Mg}_2\text{Si}$  相として Mg は存在していたが、急速昇温を伴う短時間の溶体化処理を施した場合、 $\text{Mg}_2\text{Si}$  相は 560°C まで昇温した直後に消失した。他方、チャイニーズスクリプト状の  $\pi$  相は 3min という極めて短い溶体化時間において消失するが、板状の  $\pi$  相は Mg を含まない  $\beta\text{-AlFeSi}$  に状態変化を生じることが明らかとなった。この  $\pi$  相の状態変化に伴い Mg は共晶部へ供給され、共晶部を介した Mg の拡散が初晶  $\alpha$  相内部における Mg の増大を律速すると考えれば、初晶  $\alpha$  相内部の Mg 濃度の増大傾向が 3min の溶体化時間で飽和する状況が説明可能と思われた。 $\pi$  相の粗大化に伴い、 $\pi$  相の消失あるいは  $\beta\text{-AlFeSi}$  への状態変化に必要な溶体化時間は長時間となることが確認できた。

40.0°C/s の昇温速度で 560°C まで加熱した後、3min の溶体化処理を施した試料では、初晶  $\alpha\text{-Al}$  相の硬さ及び 0.2%耐力が鑄放し状態と比較してそれぞれ 21%及び 23%程度増大した。3min 以降では硬さ及び 0.2%耐力は飽和傾向を示し、飽和した値は電気炉処理材(535°C-480min)と同等であった。一方、破断伸びは 3min の溶体化時間にかけて顕著に増大し、その後も緩やかに増大する傾向を示した。30min の溶体化処理を施した試料では電気炉処理材と同等の破断伸びを示した。3min の溶体化時間に至る初晶  $\alpha\text{-Al}$  相内部の Mg 及び Si 濃度の増加と硬さ及び 0.2%耐力の増大には良好な対応関係がみられることから、強度向上の主因は固溶強化であると考えられたが、自然時効に伴うクラスタの形成も少なからず関与すると推測された。また、

$\alpha$ -Al 相に対する Mg や Si 原子の固溶はひずみ増加に伴う転位構造の形成に変化をもたらし、加工硬化能を向上させることが示唆された。共晶 Si 粒子や破断面におけるディンプルの分散状態を調べたところ、3min 以降の溶体化時間における緩やかな破断伸びの増大は共晶 Si 粒子の粒子間距離の増大に起因する現象と考えられた。

以上の検討から、40°C/s の昇温速度で 560°C まで昇温した後、同温度で 3min 程度保持することで、一般的な条件(535°C-480min)で溶体化処理を施した場合と同等の機械的性質が得られることが確認できた。つまり、FSP 時に発生する摩擦熱の温度履歴を 560°C-3min に制御可能であれば、溶体化処理としての効果が得られることが示唆された。

4.2.6 節では、前節までより大きな昇温速度の急速昇温を伴う高温短時間溶体化処理における共晶 Si 粒子の形態変化を光学顕微鏡や SEM を用いて詳細に観察した。加えて、溶体化処理時の昇温速度が引張特性に及ぼす影響を調べた。

90.0°C/s の昇温速度で室温から 560°C まで急速昇温を施した試料では、昇温直後(保持時間：0min)において鑄放し材と比較して共晶 Si 粒子の平均断面積が著しく低下した。SEM を用いた観察により、共晶 Si 粒子の平均断面積の低下は 2 次枝の分断に起因する現象と考えられた。560°C における保持時間の延長に伴い共晶 Si 粒子の平均断面積は単調に増大した。昇温速度が 0.9°C/s の場合では、560°C まで昇温した直後に鑄放し材と比較して共晶 Si 粒子の平均断面積の低下が確認されたが、その低下割合は急速昇温を施した場合と比較して小さかった。一方保持時間が 30min の試料では、昇温速度に起因した共晶 Si 粒子の形態(平均断面積、平均アスペクト比および平均粒子間距離)の明瞭な差異は確認されなかった。また、昇温速度の差異に起因した共晶 Si 粒子の形態変化の挙動は Si 原子の拡散機構の観点から説明可能と思われた。

引張試験を用いて測定した耐力は、いずれの昇温速度においても 10min の保持時間に至るまで増大して 10min 以上では飽和する傾向を示したが、急速昇温(90.0°C/s)を施した場合の方が耐力の飽和値が 6%程度高い値を示した。昇温速度に起因した耐力の差異を検討するために、導電率測定により固容量の推定を試みたが導電率は共晶 Si 粒子の形態変化も反映する状況が示唆されたため、単純に固容量のみの観点からの検討は困難であった。この点は、今後の課題である。破断伸びは、平均値を用いて議論すると、①いずれの昇温速度においても保持時間の延長に伴い破断伸びは増大する、②いずれの保持時間においても 90.0°C/s と比較すると 0.9°C/s の方が大きな破断伸びを示す傾向は確認されるものの、同条件の試料内での変動が大きく、伸びの値で 10%以上の変動を示す試料も存在した。破断面の SEM 観察から、破断伸びの変動は鑄造欠陥に起因する現象と判断された。破断面上のディンプルを観察した結果、いずれの昇温速度においても保持時間の延長に伴い平均ディンプル径が増大する傾向が確認され、その大きさは平均粒子間距離と良好な対応関係を示した。このことから、粒子間距離の増大に伴い変形時に延性の大きい Al 母相の寄与度が増大することが考えられ、破断伸びの増大が示唆された。

## 2.8 補足

### 補足 1 溶体化処理後の室温放置時における導電率変化

電気炉を用いて温度が 560℃，時間が 30min の溶体化処理を施した試料について，室温放置中の導電率を急冷直後から 10000min の範囲内で測定した結果を図 2.8.1 に示す．ここでは，2 つの試料について導電率の測定を実施した．鋳放し材においては両試料とも同等の導電率を示す状況が確認されたが，急冷直後では No.1 の試料と比較して No.2 の試料の方が 0.8 IACS%程度高い導電率を示した．これは，試料採取位置に起因する現象と考えている．両試料ともに図 2.2.1 に示した c, d の位置から試験片を採取したが，凝固偏析の程度が異なっており，No.2 の試料の方が凝固時に溶質元素量が少なかったと考えられる．溶質元素量が少なかったために，加熱後の固溶量が少なく導電率の低下割合が小さかったと推測される．一方，いずれの試料においても急冷の直後から約 3000min にかけて導電率は 3%程度緩やかに低下し，その後は飽和した．この導電率の低下は，Al 母相中におけるクラスタの生成に起因する現象と考えられ<sup>36)</sup>，急冷直後から約 3000min にかけては室温放置中においても微妙なマイクロ組織変化が生じる状況が示唆された．そのため，本研究においては溶体化処理後の室温放置の時間を 2880min(48h)に固定して，急冷後のマイクロ組織変化がほぼ収束した状態でマイクロ組織観察や機械的性質の評価を行った．

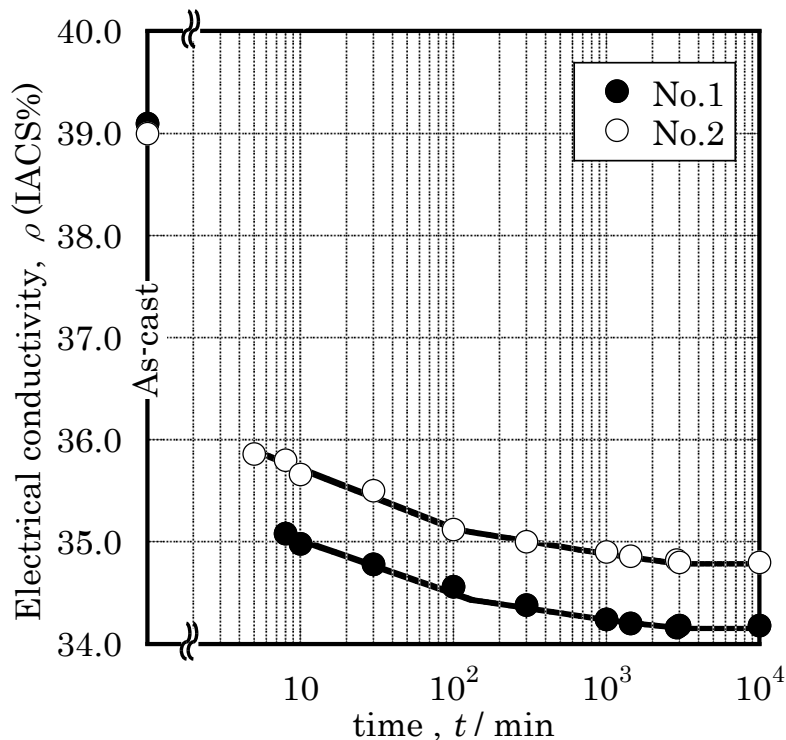


図 2.8.1 溶体化処理後の室温放置時における導電率変化

## 参考文献

- 1) D.L.Zhang, L.H.Zheng, D.H.StJohn : J.Light Metals 2, (2002), pp.27-36.
- 2) S.K.Chaudhury, L.Wang, D.Apelian : AFS Transactions, (2004), pp.289-304.
- 3) 入之内豊, 戸田裕之, 酒井崇之, 小林俊郎, 王磊 : 軽金属, Vol.55, No.4 (2005), pp.159-163.
- 4) Y.Harada, S.Tamura, S.Kumai : Mater. Trans., Vol.52, No.5 (2011), pp.848-855.
- 5) 例えば, 一般社団法人軽金属学会 編 : 研究部会報告書「摩擦攪拌プロセスによる接合と表面改質」, (一般社団法人軽金属学会), No.58(2012), pp.57-61.
- 6) 奥勇, 猪熊正臣, 粟井清 : 軽金属, Vol.40, No.8 (1990), pp.533-537.
- 7) J.C.Choi, H.J.Park, B.M.Kim : J. Mater. Process. Technol., Vol.87, (1999), pp.46-52.
- 8) H.K.Jung, C.G.Kang : J. Mater. Process. Technol., Vol.104, (2000), pp.244-253.
- 9) 商芳ニン : 山梨大学博士論文「高周波誘導加熱装置を用いたアルミニウム合金の熱処理に関する研究」, (2012).
- 10) S.K.Chaudhury, D.Apelian : Metal. Mater. Trans. A, Vol.37A, (2006), pp.763-778.
- 11) ASM : Metals Handbook 8th ed., (1973), ASM, pp.360.
- 12) 中村熙 : 軽金属, Vol.23, No.8 (1973), pp.354-359.
- 13) 小林紘二郎, 新宮秀夫, 尾崎良平 : 軽金属, Vol.20, No.5 (1970), pp.247-255.
- 14) 大日方一司, 小松登 : 日本金属学会誌, Vol.19, (1955), pp.197-201.
- 15) S.G.Shabestari : Mater. Sci. Eng. A, 383 (2004), pp.289-298.
- 16) 齊藤学, 高木航, 吉田誠 : 鑄造工学, Vol.83, No.1 (2011), pp.47-57.
- 17) 熊井真次, 小林慶 : 軽金属, Vol.56, No.1 (2006), pp.21-27.
- 18) B.Closset, J.E.Gruzleski : Metall. Trans. A, Vol.13A, No.6 (1982), pp.945-951.
- 19) G.Gustafsson, T.Thorvaldsson, G.L.Dunlop : Metall. Trans. A, Vol.17A, No.1 (1986), pp.45-52.
- 20) Q.G.Wang, C.J.Davidson : J. Mater. Sci., Vol.36, (2001), pp.739-750.
- 21) R.Krendelsberger, P.Rogl, A.Leithe-Jasper, C.J.Simensen : J. Alloys and Compounds, Vol.264, (1998), pp.236-239.
- 22) A.M.Kliauga, E.A.Vieira, M.Ferrante : Mater. Sci. Eng. A, Vol.480, (2008), pp.5-16.
- 23) J.A.Taylor, D.H.St John, J.Barresi, M.J.Couper : Mater. Sci. Forum, Vols.331-337, (2000), pp.277-282.
- 24) K.Lee, Y.N.Kwon, S.Lee : J. Alloys and Compounds, Vol.461, (2008), pp.532-541.
- 25) 軽金属学会 40 周年記念事業実行委員 編 : アルミニウムの組織と性質, (軽金属学会), (1991), pp.231.
- 26) 小林俊郎, 梶野利彦, 新家光雄 共訳 : ホルンボーゲン 材料, (共立出版), (1989), pp.96.



- 27) 軽金属学会 40 周年記念事業実行委員 編：アルミニウムの組織と性質，(軽金属学会)，(1991)， pp.4.
- 28) 例えば 藤川辰一郎 訳：金属における拡散 (シュプリンガー・フェアラーク東京) (2005) 299
- 29) 東健司：軽金属， Vol.60， No.9 (2010)， pp.458-466.
- 30) A.H.Cottrell：Strength of Solids， (Phys. Soc.， London)， (1948)， pp.30-36.
- 31) J.Friedel：Dislocations， (Pregamon Press， New York)， (1964)， pp.205.
- 32) J.P.Hirth, J.Lothe：Theory of Dislocations second edition， (Wiley， New York)， (1982)， pp.837.
- 33) 東健司：軽金属， Vol.60， No.8 (2010)， pp.411-418.
- 34) 山田健太郎， 里達雄， 神尾彰彦：軽金属， Vol. 51， No.4 (2001)， pp.215-221.
- 35) 佃誠， 小池進， 浅野和彦：軽金属， Vol.28， No.11 (1978)， pp.531-540.
- 36) 菅野幹宏， 鈴木寿， 白石泰久：軽金属， Vol.28， No.11 (1978)， pp.553-557.
- 37) 内田秀俊， 吉田英雄：軽金属， Vol.45， No.4 (1995)， pp.193-197.
- 38) 吉永日出男， 栗下裕明：軽金属， Vol.31， No.5 (1981)， pp.359-368.
- 39) 柳川政洋， 大家正二郎：軽金属， Vol.41， No.2 (1991)， pp.119-125.
- 40) 小林俊郎， 新家光雄：軽金属， Vol.41， No.6 (1991)， pp.398-405.
- 41) 軽金属学会 40 周年記念事業実行委員 編：アルミニウムの組織と性質，(軽金属学会)，(1991)， pp.520.
- 42) 加藤鋭次， 品田与志栄， 村川悟：鋳物， Vol.64， No.8 (1992)， pp.531-536.
- 43) 小林俊郎， 新家光雄， 山岡充昌， 原田俊宏， Mahmoud Fouad HAFIZ：軽金属， Vol.43， No.9 (1993)， pp.472-477.
- 44) 日高達真， 戸田裕之， 小林正和， 上杉健太郎， 小林俊郎：軽金属， Vol.58， No.2 (2008)， pp.58-64.
- 45) H.Toda, H.Ooga, K.Uesugi, M.Kobayashi：Mater. Trans.， Vol.50， No.9 (2009)， pp.2285-2290.
- 46) 小林正和， 戸田裕之， 南恵介， 森豊和， 上杉健太郎， 竹内晃久， 鈴木芳生：軽金属， Vol.59， No.1 (2008)， pp.30-34.
- 47) 高山善匡：軽金属， Vol.44， No.1 (1994)， pp.48-56.
- 48) J.H.Hensler：J. Ins. Metals 96 (1968) 190
- 49) 例えば 藤川辰一郎 訳：金属における拡散，(シュプリンガー・フェアラーク東京)，(2005)， pp.299.
- 50) H.Bracht, E.E.Haller, R.C.Phelps：Phys. Rev. Lett.， Vol.81， No.2 (1998)， pp.393-396.
- 51) 小松伸也， 池田勝彦， 筑田昌宏， 小林紘二郎：軽金属， Vol.41， No.8 (1991)， pp.510-514.
- 52) C.H.Caceres, B.I.Sellong：Mater. Sci. Eng.， A220 (1996)， pp.109-116.
- 53) 姜孝京， 宮原広郁， 大城桂作：鋳造工学， Vol.70， No.4 (1998)， pp.254-259.
- 54) A.M.Gokhale, G.R.Patel：Mater. Chara.， Vol.54， (2005)， pp.13-20.
- 55) J.A.Francis, G.M.Delphine Cantin：Mater. Sci. Eng.， A407 (2005)， pp.322-329.
- 56) A.M.Gokhale, G.R.Patel：Scr. Mater.， Vol.52， (2005)， pp.237-241.

57) C.D.Lee : Mater. Sci. Eng., A464 (2007), pp.249-254.

58) 前博行, X.Teng, Y.Bai, T.Wierzicki : 材料, Vol.57, No.9 (2008), pp.913-920.

## 第 3 章 共晶 Si 粒子の分散状態が材料特性に及ぼす影響

### 3.1 緒言

#### 3.1.1 研究目的

本研究では、FSP 時の摩擦による温度履歴を積極的に制御し溶体化処理として利用することで、攪拌に伴う塑性流動に起因した組織制御と摩擦熱による溶体化処理の複合効果により機械的性質の飛躍的な向上を目指した。この一連の研究において本章では、組織制御の効果を検証する指標を構築するために、共晶 Si 粒子の分散状態と機械的性質、特に引張特性との相互関係を詳細に検討することを目的とした。

第 1 章で述べたように、AC4CH 合金に対して ECAP や ARB などの強ひずみ加工を適用した場合、巨大なひずみの導入により溶解・凝固に起因した鑄造組織の改良、具体的には①引け巣などの空隙の改善、②初晶  $\alpha$ -Al 相や共晶 Si 粒子の微細化および③共晶 Si 粒子の均一分散が達成され、これらの相乗効果により機械的性質、特に引張特性が改善されることが明らかとなっている。しかしながら、共晶 Si 粒子の分散状態を定量的に評価した上で引張特性との相互関係を調べた報告はほとんど無く、共晶 Si 粒子の分散状態が引張特性に及ぼす影響に関しては不明瞭である。そのため、共晶 Si 粒子の分散状態と引張特性の相互関係を精査することは、塑性流動に起因した鑄造組織の組織制御に関して重要な知見を与えるものと推察される。

本章では始めに、共晶 Si 粒子の分散状態の定量評価を試みた。具体的には、ECAP 加工を用いて共晶 Si 粒子の分散状態を変化させた試料を作製し、面積格子を用いた分散状態の定量化を行った。その後引張試験を実施して、定量評価した共晶 Si 粒子の分散状態と引張特性との相互関係に関して検討を加えた。

### 3.2 実験試料および方法

#### ● 実験試料

実験試料は、AC4CH 合金(JIS 舟金型鑄造材)を使用した。鑄造に先立ち、Ar ガスによる脱ガス処理が施された。同時に Sr 添加により共晶 Si 粒子の改良処理が施された。その化学組成の分析結果(平均値)を表 3.2.1 に示す。図 3.2.1 に示すように、インゴットから 15mm×40mm×5mm の板状試験片を採取して、ECAP 加工を施した。

表 3.2.1 AC4CH 合金の化学組成 (mass%)

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	Sr(ppm)	Al
Sample	7.4	0.11	<0.01	0.01	0.34	<0.01	0.12	107	bal.

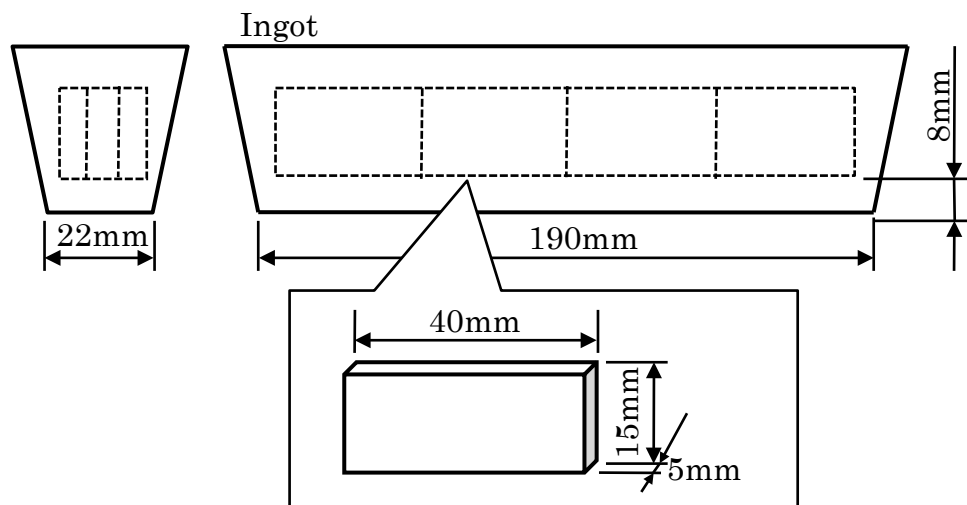


図 3.2.1 試験片採取の概略図

● 熱処理

熱処理工程の概略図を図 3.2.2 に示す。ECAP 加工性を向上させるために、ECAP 加工に先立ち電気炉を用いて温度が 550℃、保持時間が 2 時間(その後、炉冷)の条件下で熱処理を施した。以降、この熱処理を施した試料をスタート材と称す。ECAP 加工ではせん断変形に伴う巨大なひずみの導入に起因して母相の加工硬化が生じるが、本研究では共晶 Si 粒子の分散状態と引張特性の相互関係に着目しているため、母相の強度は ECAP 加工パス数に関わらず一定であることが望ましい。そこで加工硬化の影響を削除するために、ECAP 加工後に温度が 350℃、時間が 30min の焼鈍処理を施した。焼鈍処理後に引張試験および組織観察を実施した。

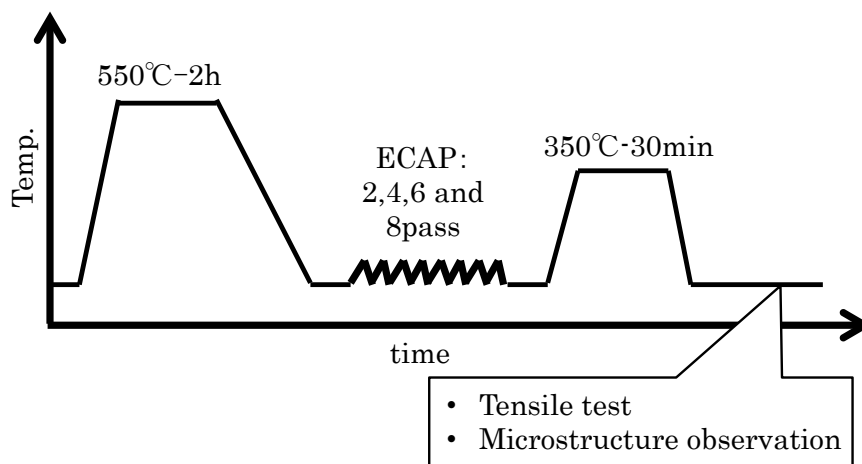


図 3.2.2 熱処理工程の概略図

### ● ECAP 加工

本研究では、ECAP 加工に伴うせん断変形を利用して共晶 Si 粒子の分散状態を様々に変化させた試験片を作成した。ECAP 加工に用いた金型の概略図を図 3.2.3 に示す。本実験では、試験片を通す溝の断面寸法が 5mm×15mm、溝の交差角  $\Phi$  が 120°、溝の交差点近傍の局面部の角度  $\Psi$  が約 16° の金型を用いた。ECAP 加工は室温にて実施した。プレス工程は、金型に対して試験片を回転させない Route A<sup>2)</sup>を採用した。ECAP 加工性を向上させるために、潤滑剤として MoS<sub>2</sub> 含有グリスを試験片と金型の溝に塗布した。加工パス数は、2、4、6 および 8 パスの 4 条件とした。各パス数で ECAP 加工を施した板状試験片を 2 本用意し、一方をマイクロ組織観察に、他方を引張試験に用いた。ちなみに、ECAP 加工により導入されるせん断ひずみの相当ひずみ量  $\epsilon_N$  は次の式から見積もられる<sup>3)</sup>。

$$\epsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left\{ 2 \cot \left( \frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \operatorname{cosec} \left( \frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right\} \cdot \cdot \cdot (3.1)$$

ここで、N は ECAP 加工のパス数、 $\Phi$  は溝の交差角、 $\Psi$  は溝の交差点近傍の局面部の角度である。本研究で実施した ECAP 加工パス数と相当ひずみ量の関係を表 3.2.2 に示す。

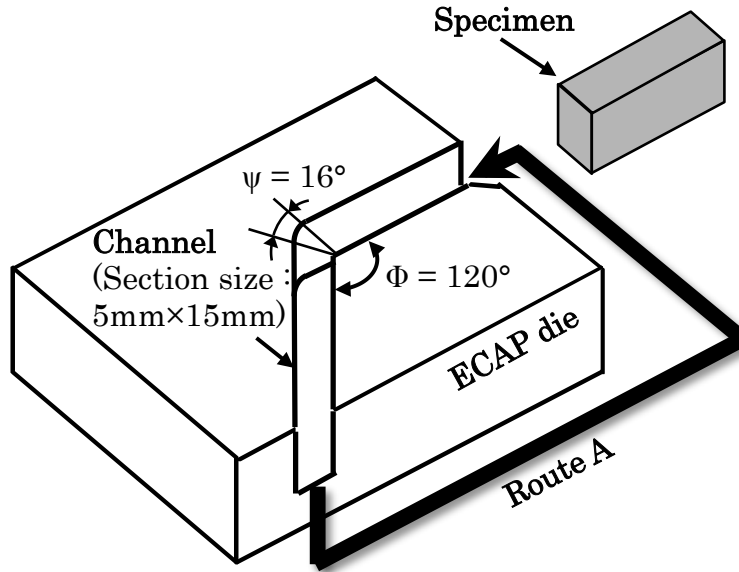


図 3.2.3 ECAP 金型の概略図

表 3.2.2 ECAP 加工パス数と相当ひずみ量の関係

Number of ECAP Pass, $N$	2	4	6	8
Equivalent plastic strain, $\varepsilon_N$	1.28	2.56	3.84	5.12

● ミクロ組織観察

ECAP 加工に伴う共晶 Si 粒子の性状(分散状態, 大きさおよび形状)を評価するために, 光学顕微鏡を用いた組織観察を行った. 観察画像は, 光学顕微鏡の接眼レンズ部分に設置したホーザン株式会社製の USB カメラ(L-830)にて撮影した. 組織画像に対して画像解析ソフト(Scion Image)を用いて画像処理を施し, 共晶 Si 粒子の画像上における重心位置や各々の粒子の断面積および長軸, 短軸長さを測定した. 引張試験後の試験片の破断面を SEM(日立ハイテク製: S-4500)を用いて観察し, 共晶 Si 粒子の分散状態と破断伸びの相互関係に関して検討を加えた.

● 引張試験

共晶 Si 粒子の分散状態が引張特性に及ぼす影響を調べるために引張試験を実施した。装置は島津製作所のオートグラフ AG50kNG を用いた。引張試験片の採取位置および形状を図 3.2.4 に示す。ECAP 加工後に焼鈍処理を施した板状試験片から、ワイヤー放電加工により直径が 10mm、高さが 5mm の円柱を 2 個採取した。その円柱から碓状の微小引張試験片(標点間の厚さおよび幅が 1mm、標点間距離が 4mm)を製作した。なお、ひとつの円柱から 4 個の微小引張試験片を採取したが、円柱の上面および下面から採取した試験片を除いた 2 個を引張試験に用いた。微小引張試験片の採取に関しては、ECAP 加工時の押出方向と引張試験時の引張方向が一致するよう配慮した。初期ひずみ速度を  $2.1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$  に設定して室温で引張試験を実施し、0.2%耐力、引張強さ、破断伸び、均一伸びおよび局部伸びを算出した。

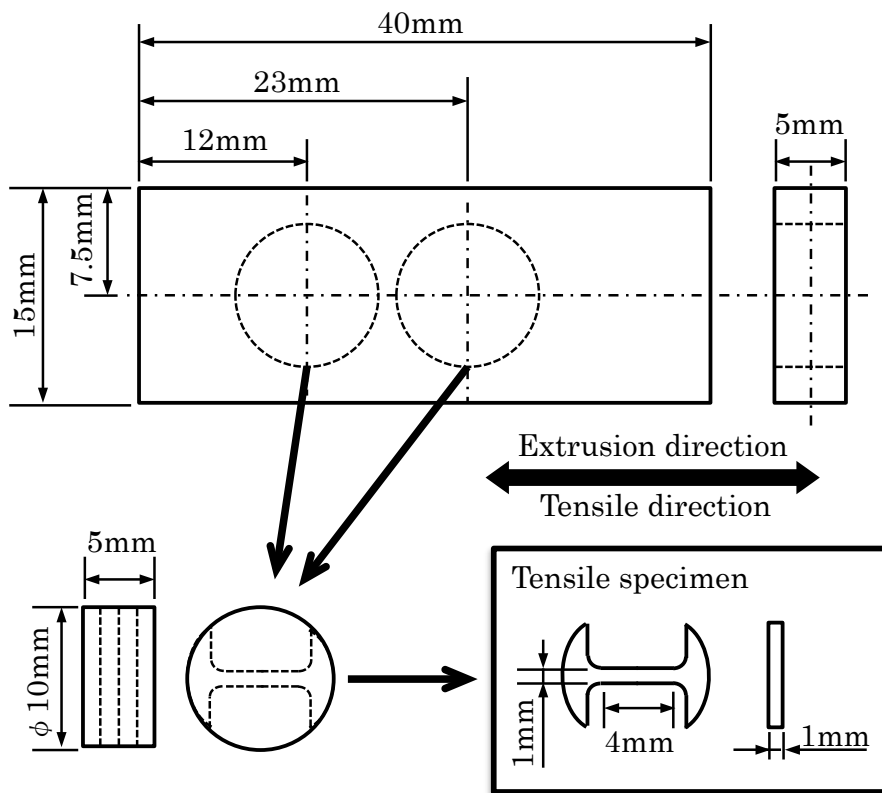


図 3.2.4 引張試験片採取に関する概略図

### 3.3 実験結果および考察

#### 3.3.1 ECAP 加工に伴うマイクロ組織変化

スタート材および ECAP 加工を各パス数実施した試験片のマイクロ組織を図 3.3.1 に示す。なお、マイクロ組織は試験片の各面について観察を行い、図中に模式的に示すように寸法が 5mm×15mm の面を X 面, 5mm×40mm の面を Y 面および 15mm×40mm の面を Z 面と定義した。スタート材では X, Y および Z 面のいずれの面においても、デンドライト状の初晶  $\alpha$ -Al 相とその間隙をネットワーク状に取り囲む共晶部が存在しており、典型的な鑄造組織が確認された。ECAP 加工を 2 パス施した試験片では、X 面は Z 面に対して平行方向に、Y 面では Z 面に対して任意の角度を持つように伸長する様子が確認され、この 2 つの面では初晶  $\alpha$ -Al 相のデンドライト形状は消失した。一方、Z 面は ECAP 加工に起因した顕著な変化は確認されず、スタート材と類似の鑄造組織が確認された。X 面では 2 パス以降に顕著な組織変化は確認されないが、Y 面は ECAP 加工パス数の増加に伴い伸長が進展して共晶 Si 粒子が Z 面に対して任意の角度を持つように直線的に配列する状況が確認された。他方、Z 面は ECAP 加工パスの増大に起因した顕著な変化は確認されず、一貫してスタート材と類似した鑄造組織が確認された。

ECAP 加工におけるせん断変形の導入状況は、マイクロ組織変化を検証する上で重要な関心事であり、詳細に調べられている<sup>2),4)</sup>。Wu ら<sup>4)</sup>は図 3.3.2 に模式的に示すように、異なる色の粘土を積層した縞模様の試験片に対して ECAP 加工(Route A)を施し、縞模様の変化からせん断変形の導入状況を推察した。その結果では、試験片の Y 面を観察した際に ECAP 加工前は押出方向に対して垂直であった縞模様が、ECAP 加工によりせん断変形が導入されることで縞模様は押出方向に対して傾斜するよう観察され、さらに ECAP 加工パス数の増大に伴い押出方向に対する縞模様の傾斜角(図中の  $\theta$ )が小さくなる状況が確認されている。図 3.3.3 には、本研究で実施した ECAP 加工に伴う Y 面のマイクロ組織変化を示す。図から明らかのように、ECAP 加工を施した試料では共晶 Si 粒子が押出方向に対して任意の角度を持って直線的に配列する状況が示された。なお図中には、押出方向に対する共晶 Si 粒子の配列方向の傾き( $\theta$ )を見積もった結果を示している。6 パスに至るまでは ECAP 加工パス数の増大に伴って、押出方向に対する共晶 Si 粒子の配列の傾きは減少するが、6 パス以降では共晶 Si 粒子の配列の傾きはほぼ飽和する傾向を示した。表 3.3.1 には、本研究における ECAP 加工に伴う押出方向に対する共晶 Si 粒子の配列の傾きの変化と、前述した Wu ら<sup>4)</sup>が報告する縞模様の傾きの変化を示したが、6 パスまでは両者は良く一致することが確認できる。このことから、Y 面において共晶 Si 粒子が押出方向に対して任意の角度を持つように直線的に配列する現象は、せん断変形に起因すると推察される。さらに Furukawa ら<sup>2)</sup>は、様々な押出工程により ECAP 加工を施した際のせん断変形の導入状況とそれに伴う試験片(正確には Furukawa ら<sup>2)</sup>は試験片を単位立方体の結晶粒と見なししている)の形状変化を幾何学的な観点から考察しており、有益な知見が与えられている。Furukawa ら<sup>2)</sup>の報



告を参照すると、Route Aにて ECAP 加工が施された場合には、ECAP 加工パス数の増大に伴い X 面では Z 面に対して平行方向に伸長し、Y 面では Wu ら<sup>4)</sup>の報告と同様に押出方向にある角度を持ちながら伸長し、その傾斜角は ECAP パス数の増大に伴い押出方向と平行になるように推移する。一方、Z 面は顕著な変化を示さない。以上に述べた Furukawa ら<sup>2)</sup>が提唱する試験片各面の形状変化は、本研究におけるマイクロ組織変化(図 3.3.1 参照)とほぼ合致する。これらの状況から、図 3.3.1 に示された ECAP 加工に伴うマイクロ組織変化は、せん断変形に起因する現象であることが明らかとなった。

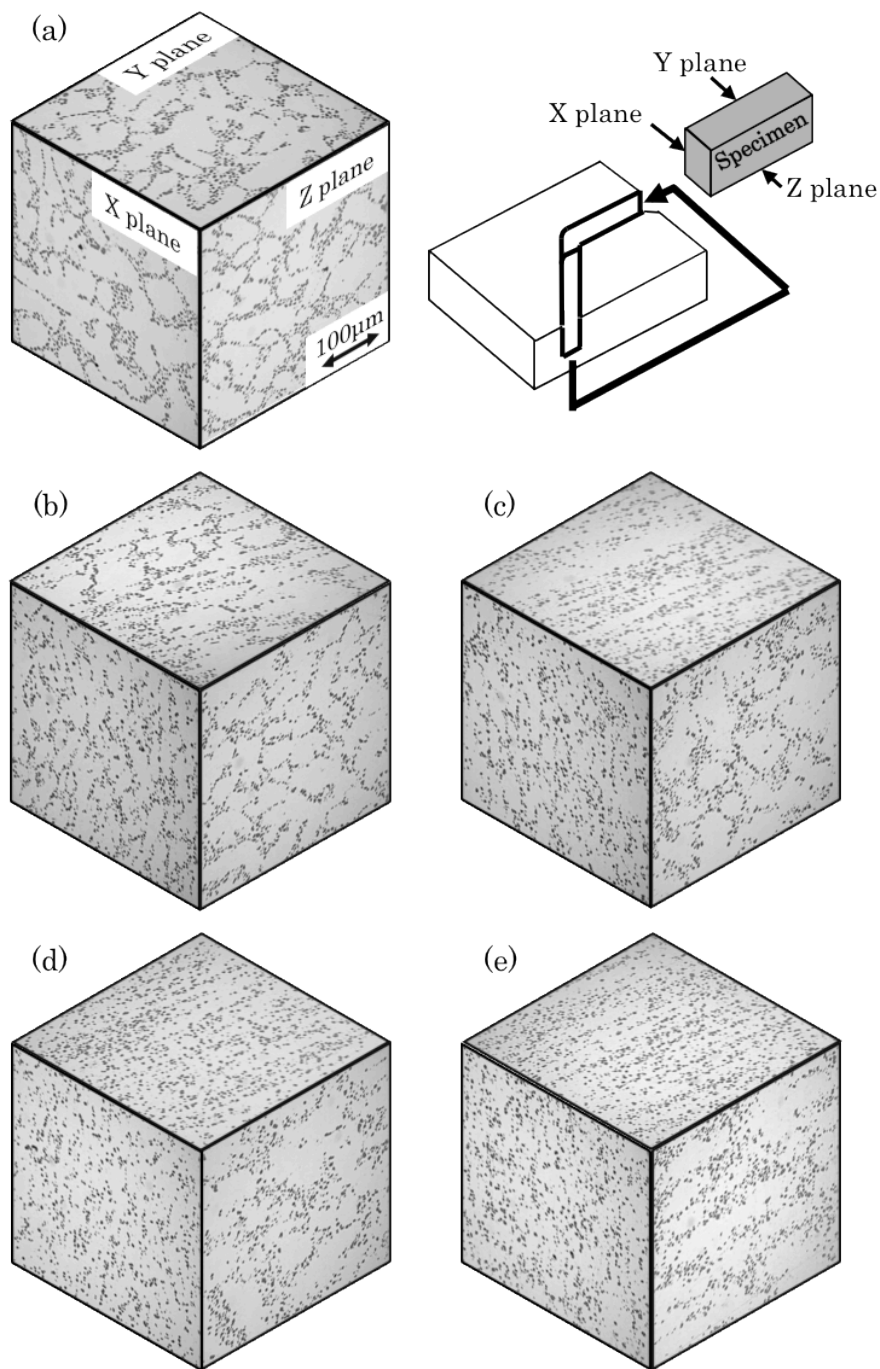


図 3.3.1 ECAP 加工に伴うマイクロ組織変化. (a): スタート材および ECAP 加工材 (b): 2 パス, (c): 4 パス, (d): 6 パス, (e): 8 パス.

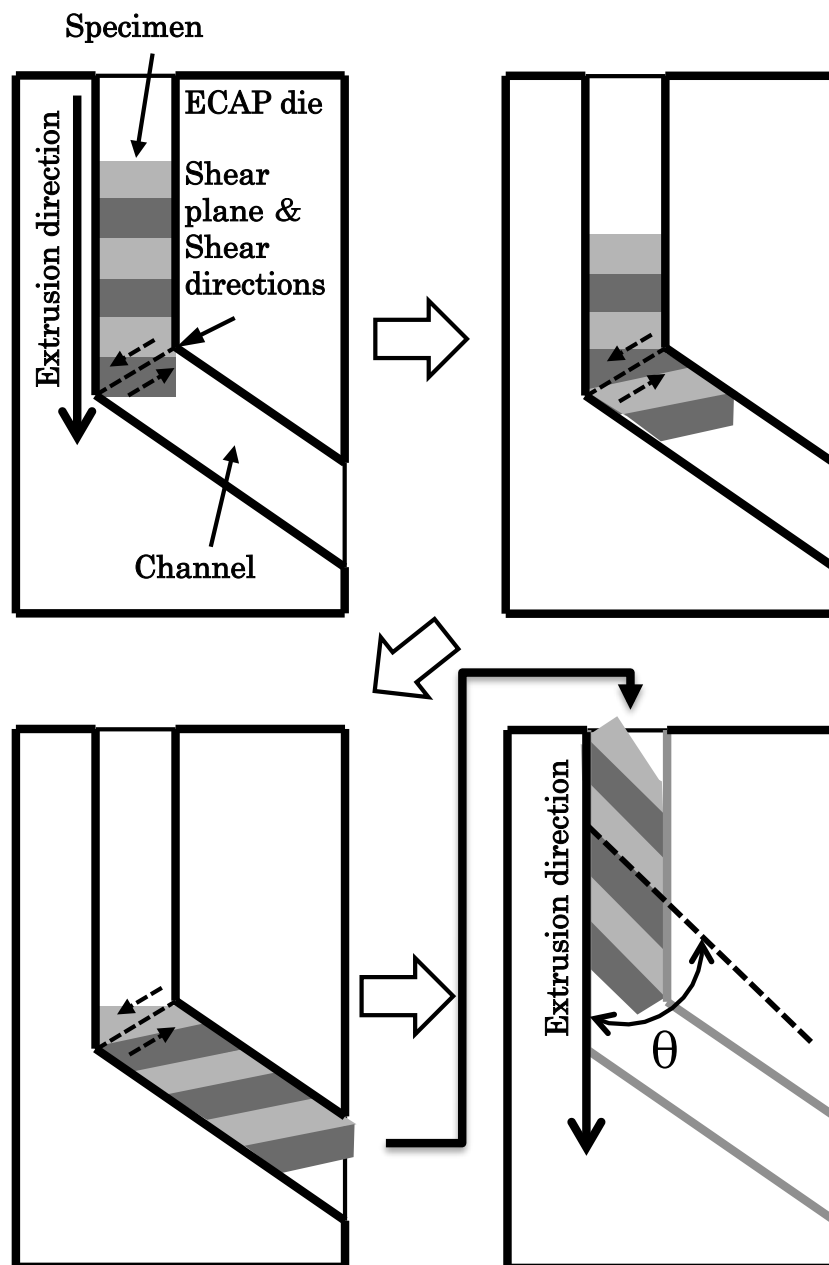


図 3.3.2 Wu ら<sup>4)</sup>が実施した ECAP 加工時のせん断変形の導入状況の検討を説明する模式図

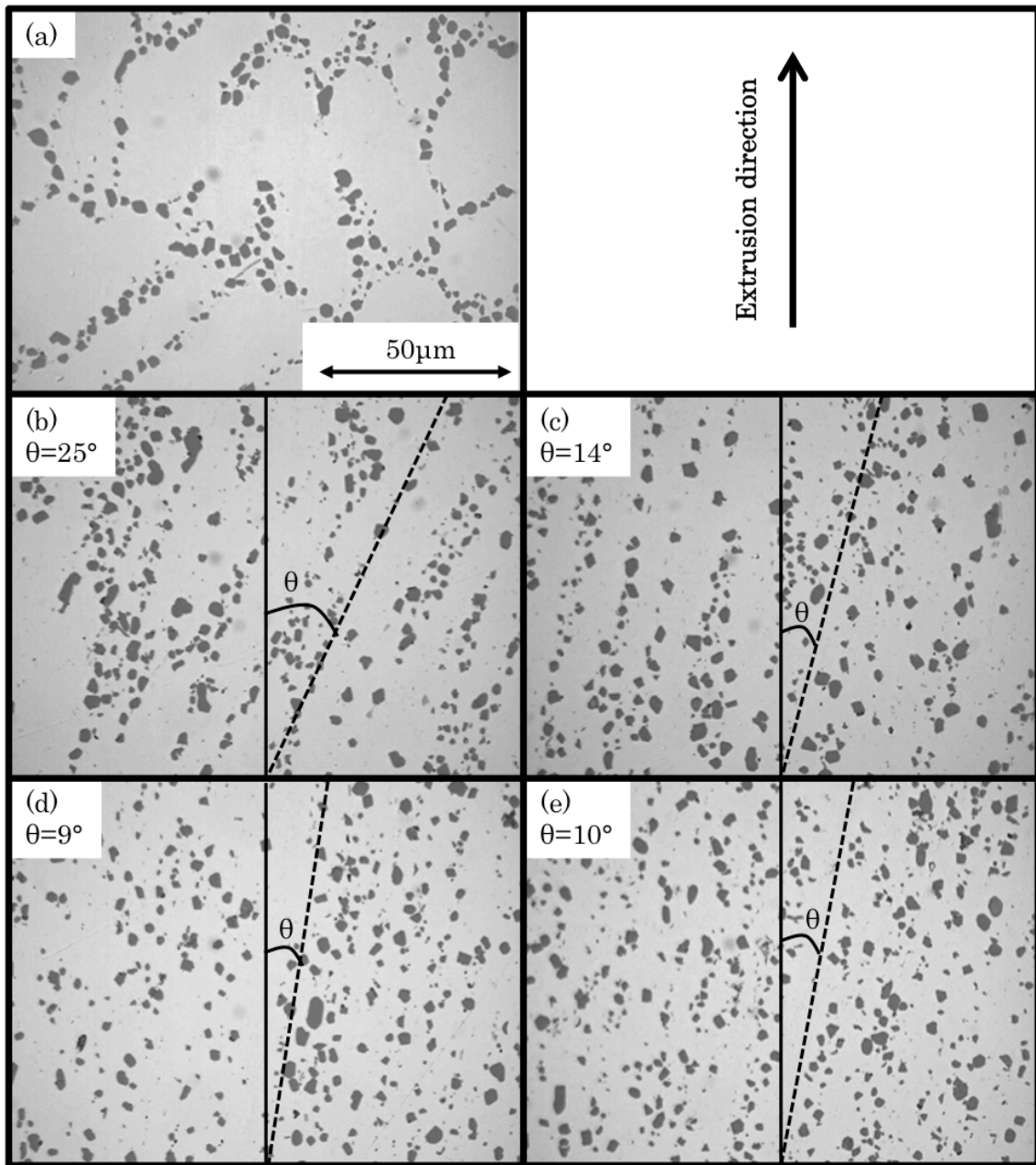


図 3.3.3 ECAP 加工に伴う Y 断面のマイクロ組織変化. (a) : スタート材および ECAP 加工材 (b) : 2 パス, (c) : 4 パス, (d) : 6 パス, (e) : 8 パス.

表 3.3.1 ECAP 加工パス数と Y 面における試験片の傾斜角の関係

Number of ECAP Pass , $N$		0	1	2	3	4	5	6	7	8
Inclination angle , $\theta$ (deg.)	Present works			25		14		9		10
	Y.Wu <i>et al.</i> <sup>4)</sup>	90	40	24	16	13	10	8	7	6

### 3.3.2 共晶 Si 粒子の分布状態の定量評価

ここでは、図 3.3.1 に示されたようなマイクロ組織に関して、共晶 Si 粒子の分散状態を定量的に評価することを試みた。

材料内部に存在する第 2 相粒子の分散状態を評価する方法としては、平均自由距離や最近接粒子間距離などが良く知られている<sup>5)</sup>。平均自由距離  $f$  は組織中に任意の線分を引いたとき、その線分上で隣接する 2 つの粒子間の平均距離として定義され、下式より見積もられる。

$$f = \frac{1 - V_V}{N_L} \dots (3.2)$$

ここで、 $V_V$  は第 2 相粒子の体積割合、 $N_L$  は単位長さの線分と交わる第 2 相粒子の個数である。さらに、第 2 相粒子が全て一定の半径  $r$  を有する場合には、

$$r = \frac{3V_V}{4N_L} \dots (3.3)$$

が成り立つことから、平均自由距離  $f$  は(3.2)式に(3.3)式を代入して、

$$f = \frac{4r(1 - V_V)}{3V_V} \dots (3.4)$$

となる。また、最近接粒子間距離  $\delta$  は次の式より定義される。

$$\delta = \sqrt{\frac{2}{3}} r_m \left\{ \left( \frac{\pi}{V_V} \right)^{1/2} - 2 \right\} \dots (3.5)$$

ここで、 $r_m$  は第 2 相粒子の平均半径である。以上に述べた、慣用される第 2 相粒子の分散状態を評価する平均自由距離や最近接粒子間距離などの特性値は、第 2 相粒子の粒子半径および体積割合によって決定される。そのため、この方法は第 2 相粒子の構成元素の添加量を変化させ、その粒子半径や体積割合が明瞭に変化した場合などに有効であると推察される。一方、本研究のように塑性変形に伴う共晶 Si 粒子の分散状態の変化を評価する場合、塑性変形の導入では共晶 Si 粒子の体積割合に著しい変化は生じないと推察され、平均自由距離や最近接粒子間距離などの特性値は明瞭な変化を示さないと考えられる。つまり、デンドライト状に晶出した初晶  $\alpha$ -Al 相の間隙に共晶 Si 粒子が局所的に存在するような典型的な鑄造組織から、塑性変形により共晶 Si 粒子が組織中に均一に分散するような状態変化を、慣用される平均自由距離や最近接粒子間距離を用いて評価することは困難であると考えられる。

そこで、本研究では上述のような共晶 Si 粒子の分散状態の変化を適切に評価する手法として、面積格子を用いる手法を検討した。その手法の概略を図 3.3.4 に示す。始めに光学顕微鏡を用いて組織画像を撮影し、その画像上に任意の大きさの格子を切り(図中では  $20 \mu\text{m} \times 20 \mu\text{m}$  の格子を示している)各格子内部に存在

する共晶 Si 粒子の数をカウントした(図 3.3.4 では説明の簡略化のために組織画像上に格子を切った様子を  
示したが、実際には撮影した画像に対して画像処理を行い、画像上の共晶 Si 粒子の重心座標を算出して、  
各格子が占有する座標範囲に含まれる共晶 Si 粒子を判別し、その個数をカウントした)。その後、格子内に  
存在する共晶 Si 粒子数とその格子の頻度をヒストグラムにまとめた。このように整理した場合、スタート  
材において確認されるような典型的な鑄造組織では、デンドライト状に晶出した粗大な初晶  $\alpha$ -Al 相に起因  
して共晶 Si 粒子を含まない格子が多く存在すると考えられる。そのためヒストグラムは、格子内に存在す  
る共晶 Si 粒子数の増大に伴いその格子の頻度が減少するような右下がりの形状を示すと想定される。一方、  
共晶 Si 粒子が組織中に比較的均一に分散する場合は、ヒストグラムは格子内に存在する共晶 Si 粒子数が  
任意の値でピークを有するような正規分布を示すと推測される。ここで、ヒストグラムから算術平均( $\mu$  : 格  
子内に存在する共晶 Si 粒子数の平均値)および標準偏差( $\sigma$  : 格子内に存在する共晶 Si 粒子数の変動)を算出  
して標準偏差を算術平均で除した変動係数(Coefficient of Variation, 以降 CV 値と称す)を求めた。以上の  
ように算出した CV 値を共晶 Si 粒子の分散状態を示す特性値として定義した。CV 値が大きい場合は、算  
術平均に対して標準偏差が大きく(つまり、各格子内に存在する共晶 Si 粒子数の平均値に対して格子内に存  
在する共晶 Si 粒子数に変動が大きく)、共晶 Si 粒子の分散状態が不均一であると判断される。逆に CV 値が  
小さい場合は共晶 Si 粒子の分散状態が均一であると判断される。

以上に述べたように共晶 Si 粒子の分散状態を評価する場合、撮影する組織画像の大きさとその画像上に  
設定する格子の大きさのバランスが重要になると考えられる。そのため、この点に関して予備検討を実施し  
た。撮影する組織画像の大きさは、画像処理の際に各々の共晶 Si 粒子の重心座標を適切に算出することが  
可能であり、かつ組織を極力広い範囲で観察できる画像寸法として  $102\ \mu\text{m} \times 136\ \mu\text{m}$  を選択した。つづい  
て、 $102\ \mu\text{m} \times 136\ \mu\text{m}$  の寸法で撮影した画像から共晶 Si 粒子の分散状態を適切に評価する(つまり、スター  
ト材に確認されるようなデンドライト状の初晶  $\alpha$ -Al 相とネットワーク状の共晶部といった共晶 Si 粒子の分  
布の疎密状態と ECAP 加工後における比較的均一な分散状態を判別する)ことが可能な格子の大きさを検討  
した。ここでは、スタート材および ECAP 加工を 8 パス施した試料の X 面に関して、上述した寸法で画像  
を 10 枚撮影し、その画像上に  $10\ \mu\text{m} \times 10\ \mu\text{m}$ 、 $20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$ 、 $30\ \mu\text{m} \times 30\ \mu\text{m}$  および  $40\ \mu\text{m} \times 40\ \mu\text{m}$   
の 4 種類のサイズの格子を切った際の格子内に存在する共晶 Si 粒子数とその格子の頻度をヒストグラムに  
まとめた。結果を図 3.3.5 に示す。スタート材に関しては、格子サイズが  $20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$  以下においてヒ  
ストグラムは格子内に存在する共晶 Si 粒子数の増大に伴いその格子の頻度が減少する状況が示された。つ  
まり、格子サイズが  $20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$  以下の場合では、デンドライト状の初晶  $\alpha$ -Al 相とネットワーク状の共  
晶部といった共晶 Si 粒子の分布の疎密状態が適切に捉えられていると判断される。他方 ECAP 加工を 8 パ  
ス施した試料では、格子サイズが  $20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$  以上においてヒストグラムは格子内に存在する共晶 Si 粒  
子の個数が特定の値にピークを有するような正規分布を示しており、共晶 Si 粒子の分散状態が比較的均一  
であると判断される。以上の検討から、共晶 Si 粒子の分散状態を適切に評価することが可能な格子サイズ

として  $20\mu\text{m}\times 20\mu\text{m}$  を選択した。

以上に述べた手法を用いて、スタート材ならびに各パス数で ECAP 加工を施した試料の共晶 Si 粒子の分散状態を定量評価した。始めに、スタート材および ECAP 加工を 2, 4, 6, 8 パス施した試料の各面における共晶 Si 粒子の分散状態を、光学顕微鏡を用いて観察した様子を **図 3.3.6** および **図 3.3.7** に示す(Y 面に関しては **図 3.3.3** 参照)。X 面(**図 3.3.6**)においては、スタート材では初晶  $\alpha$ -Al 相がデンドライト状に存在する様子が克明に観察されるが、ECAP 加工を 2 パス以上施した試料では初晶  $\alpha$ -Al 相のデンドライト形状は不明瞭となり共晶 Si 粒子が組織中に比較的均一に分散する状況が確認された。同様に Y 面(**図 3.3.3**)においても、スタート材では初晶  $\alpha$ -Al 相がデンドライト状に存在するが、ECAP 加工を 2 パス以上施した試料では初晶  $\alpha$ -Al 相のデンドライト形状は消失して共晶 Si 粒子が比較的均一に分散する状況が確認された。また、ECAP 加工パス数の増大に伴い、微細な共晶 Si 粒子の数密度が増大する傾向が確認された(ECAP 加工に伴う共晶 Si 粒子の大きさおよび形状の変化に関しては **補足 1** で詳述する)。一方 Z 面(**図 3.3.7**)においては、ECAP 加工材のマイクロ組織に明瞭な変化は確認されず、スタート材と同様に共晶 Si 粒子が局所的に密集する様子が観察された。以上に示した画像上に  $20\mu\text{m}\times 20\mu\text{m}$  の格子を切り、格子内に存在する共晶 Si 粒子数とその格子の頻度をヒストグラムにまとめた結果を **図 3.3.8** から **図 3.3.10** に示す。なお **図 3.3.8** から **図 3.3.10** では、上述の整理を各条件に対して 10 枚の組織画像について実施した結果を示している。始めに X 面(**図 3.3.8**)に関して述べる。スタート材では格子内に存在する共晶 Si 粒子数の増大に伴いその格子の頻度が減少しており、ヒストグラムは右下がりの形状を示している。一方 ECAP 加工を施した試料では、ヒストグラムは格子内に存在する共晶 Si 粒子数が特定の値にピークを有するような正規分布を示しており、このことから共晶 Si 粒子の分散状態の均一化が示唆される。Y 面(**図 3.3.9**)においても X 面と同様の傾向が確認されるが、ECAP 加工パス数の増大に伴いヒストグラムの形状がシャープになる様子が確認される。一方 Z 面(**図 3.3.10**)においては、スタート材および ECAP 加工材を通じてヒストグラムは右下がりの傾向を示しており、スタート材と ECAP 加工材の間に共晶 Si 粒子の分散状態の差異は確認できない。以上に示したヒストグラムから、算術平均( $\mu$ )および標準偏差( $\sigma$ )を算出し、標準偏差を算術平均で除した変動係数(CV 値)を求めた結果を **図 3.3.11** に示す。X 面ではスタート材に対して ECAP 加工を 2 パス施した試料において CV 値が約 40%低下し、その後はほぼ飽和する傾向を示した。Y 面においては ECAP 加工パス数の増大に伴って CV 値は単調に低下する傾向が確認され、スタート材と比較すると 8 パスの ECAP 加工を施した試料では CV 値は 56%程度にまで低下した。一方 Z 面に関しては、多少の変動は存在するもののスタート材と ECAP 加工材において CV 値はほぼ一定の値を示した。また、**図 3.3.3**、**図 3.3.6** および **図 3.3.7** に示した組織画像から確認できる共晶 Si 粒子の分散状態の変化と **図 3.3.11** に示した CV 値の変化は良好な対応関係を示している。つまり、本研究で定義した CV 値は視覚的に認識する共晶 Si 粒子の分散状態を数値としての確に表現するものと判断できる。このことから、本研究で実施した共晶 Si 粒子の分散状態の定量評価方法の有用性が確認できたと考えている。

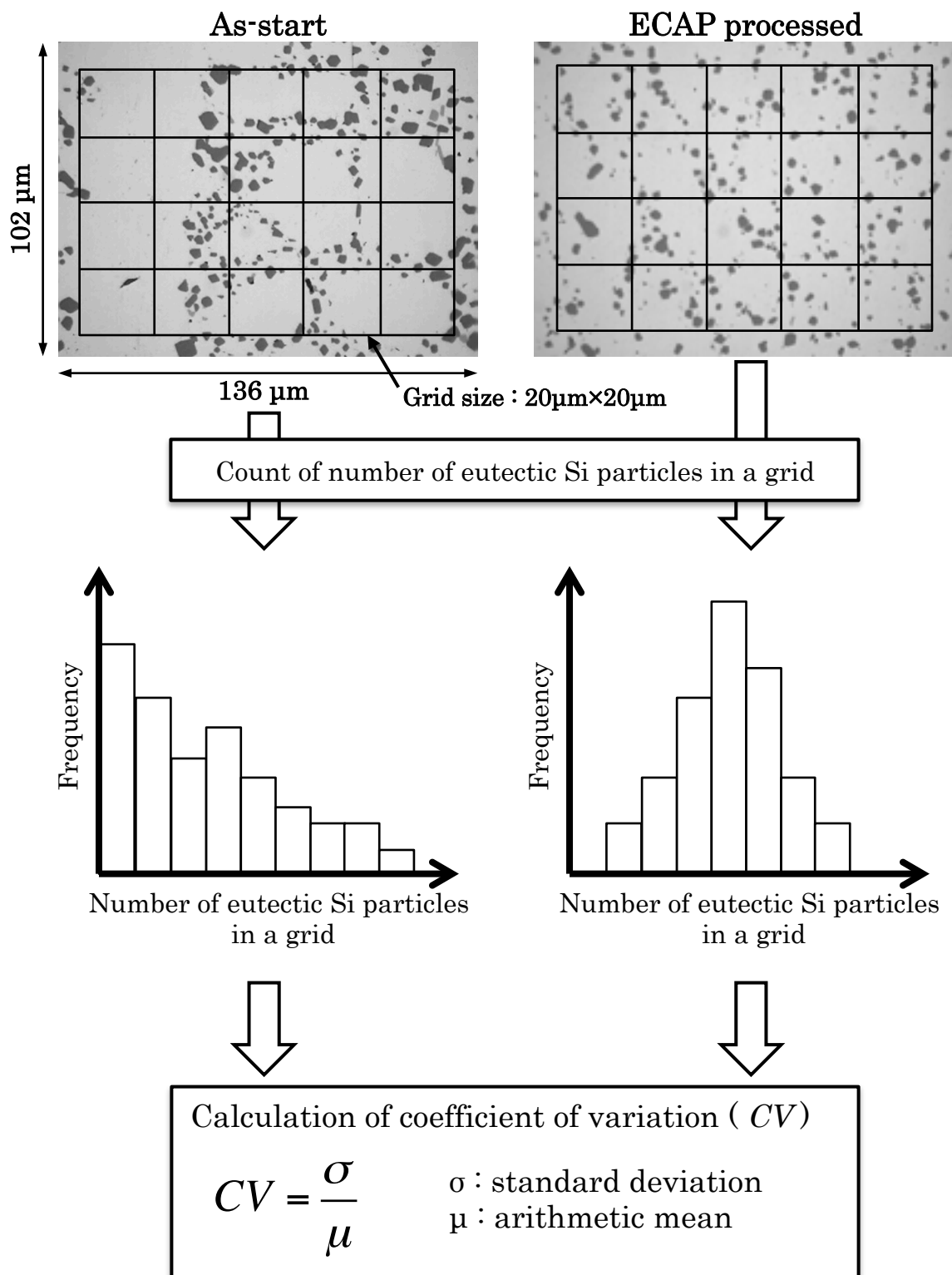


図 3.3.4 共晶 Si 粒子分散状態の定量評価手法の概要

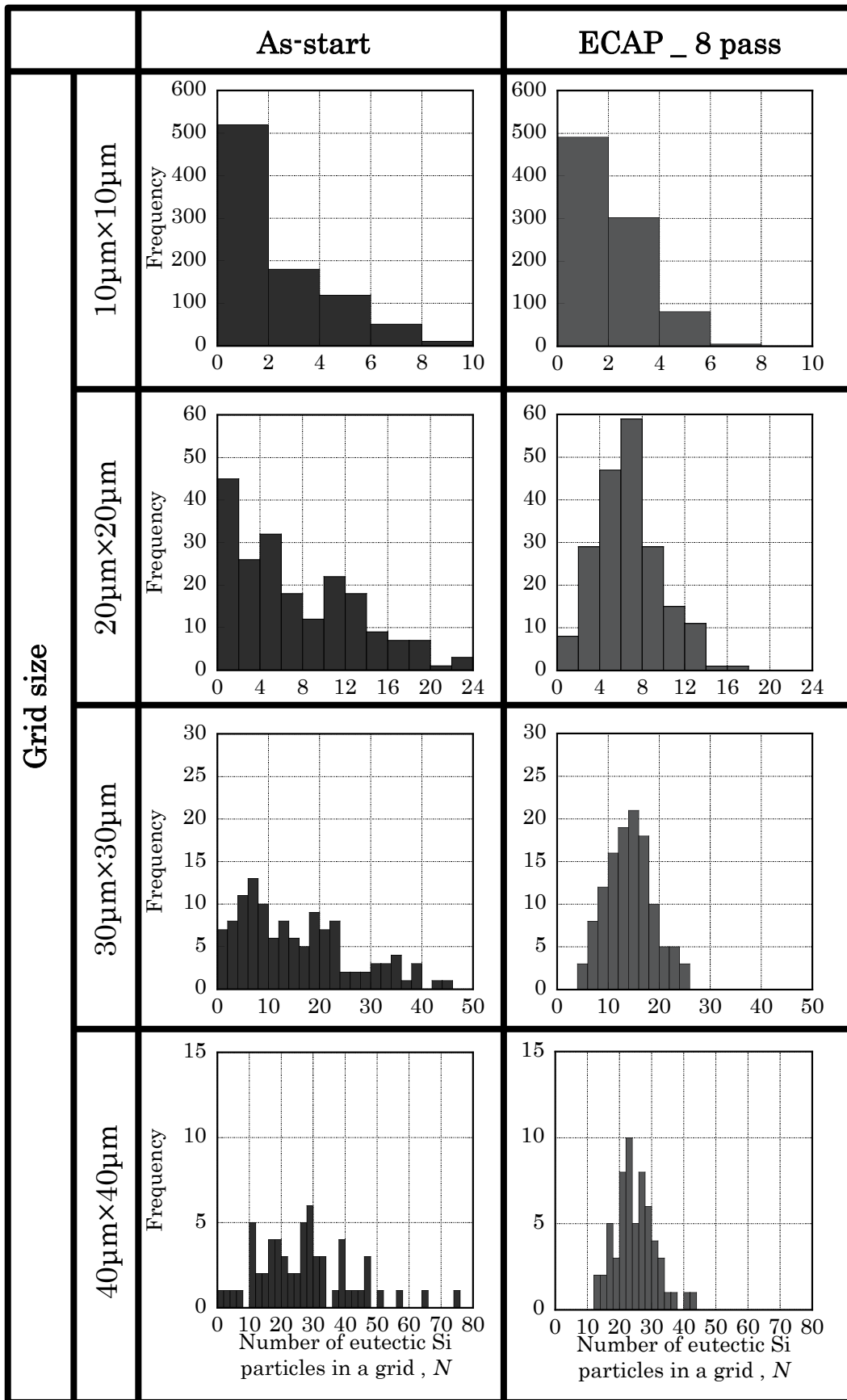


図 3.3.5 共晶 Si 粒子の分散状態の評価結果に及ぼす格子寸法の影響



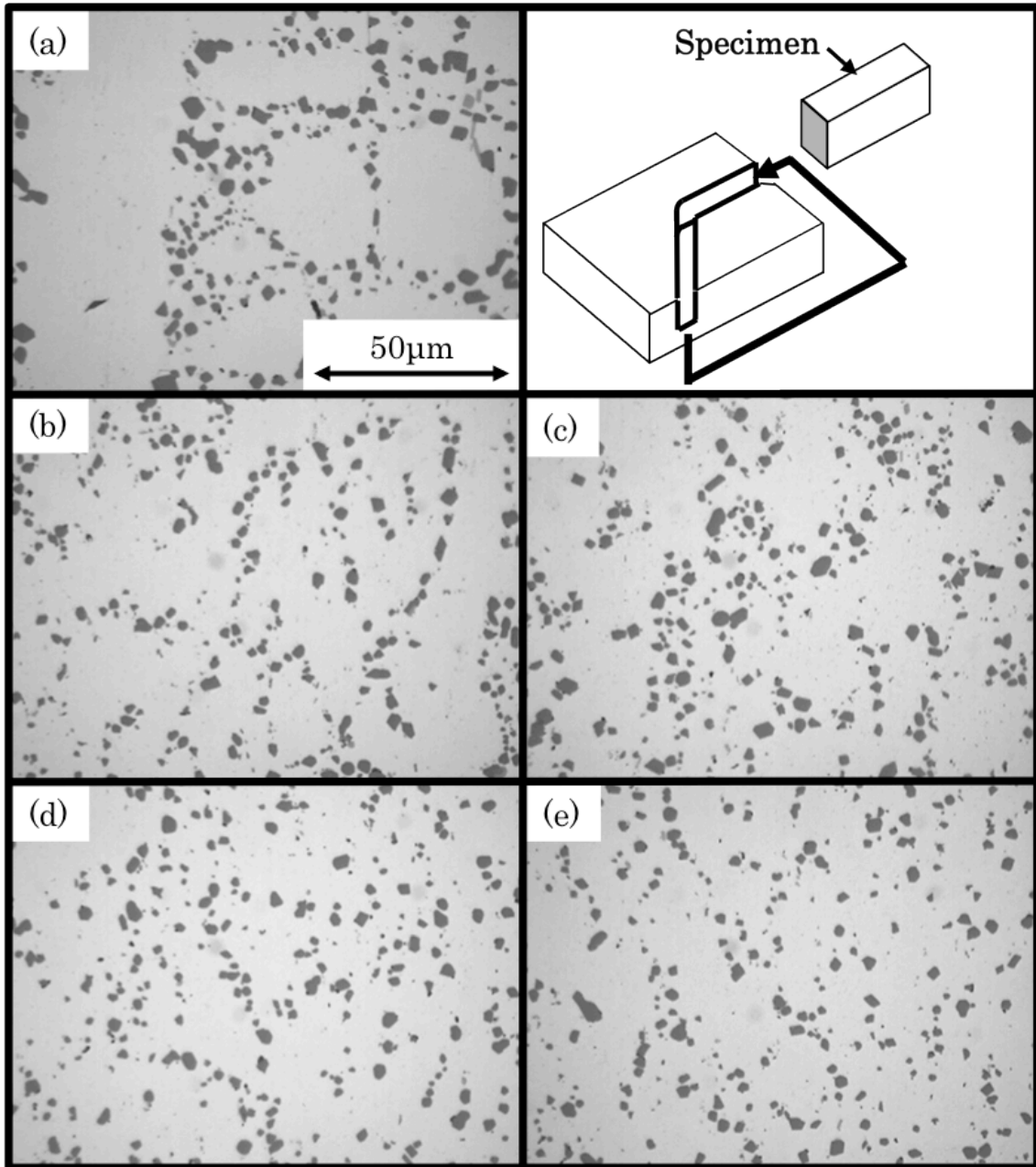


図 3.3.6 ECAP 加工に伴う X 面のマイクロ組織変化. (a) : スタート材および ECAP 加工材 (b) : 2 パス, (c) : 4 パス, (d) : 6 パス, (e) : 8 パス.

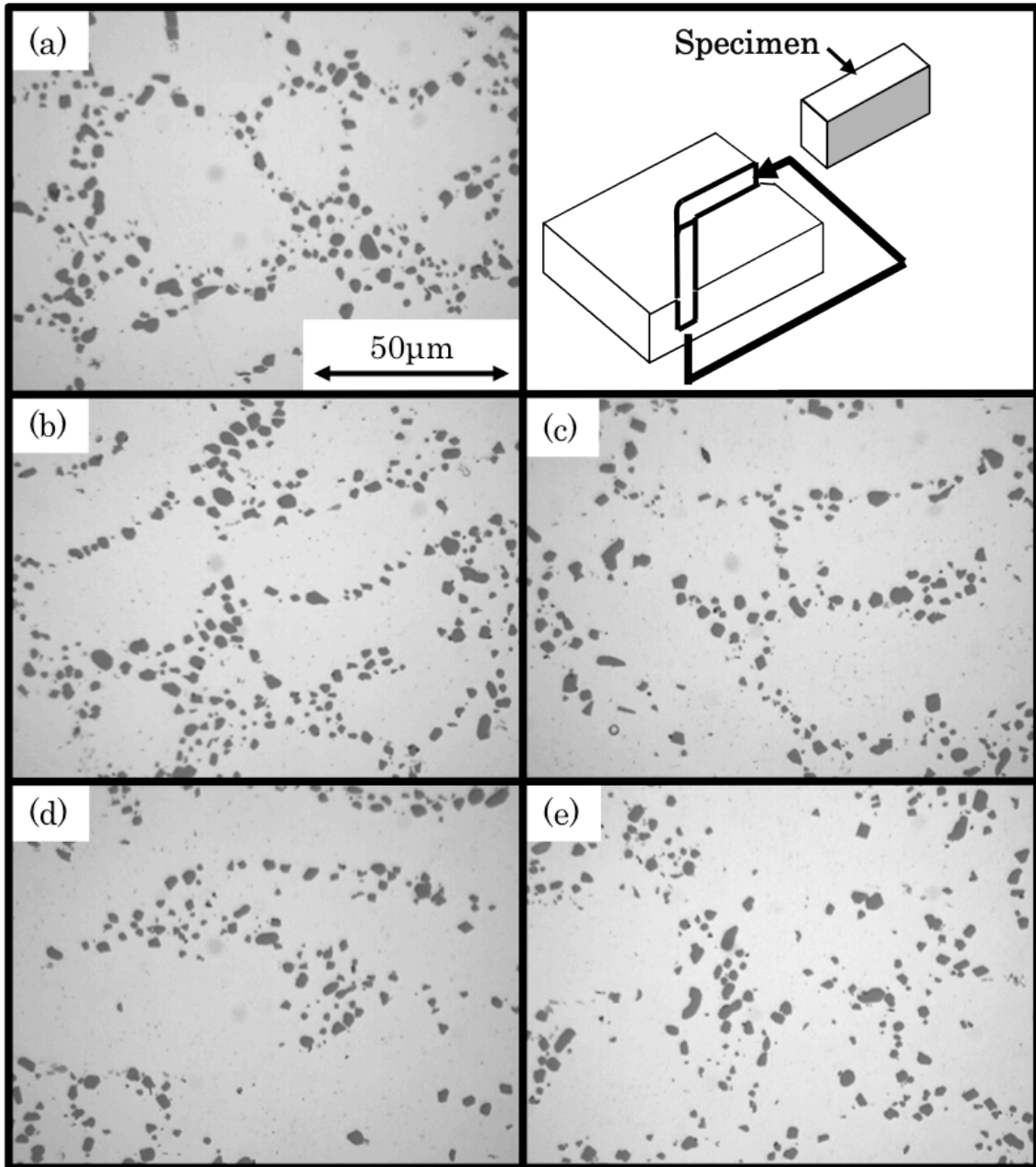


図 3.3.7 ECAP 加工に伴う Z 面のマイクロ組織変化. (a) : スタート材および ECAP 加工材 (b) : 2 パス, (c) : 4 パス, (d) : 6 パス, (e) : 8 パス.

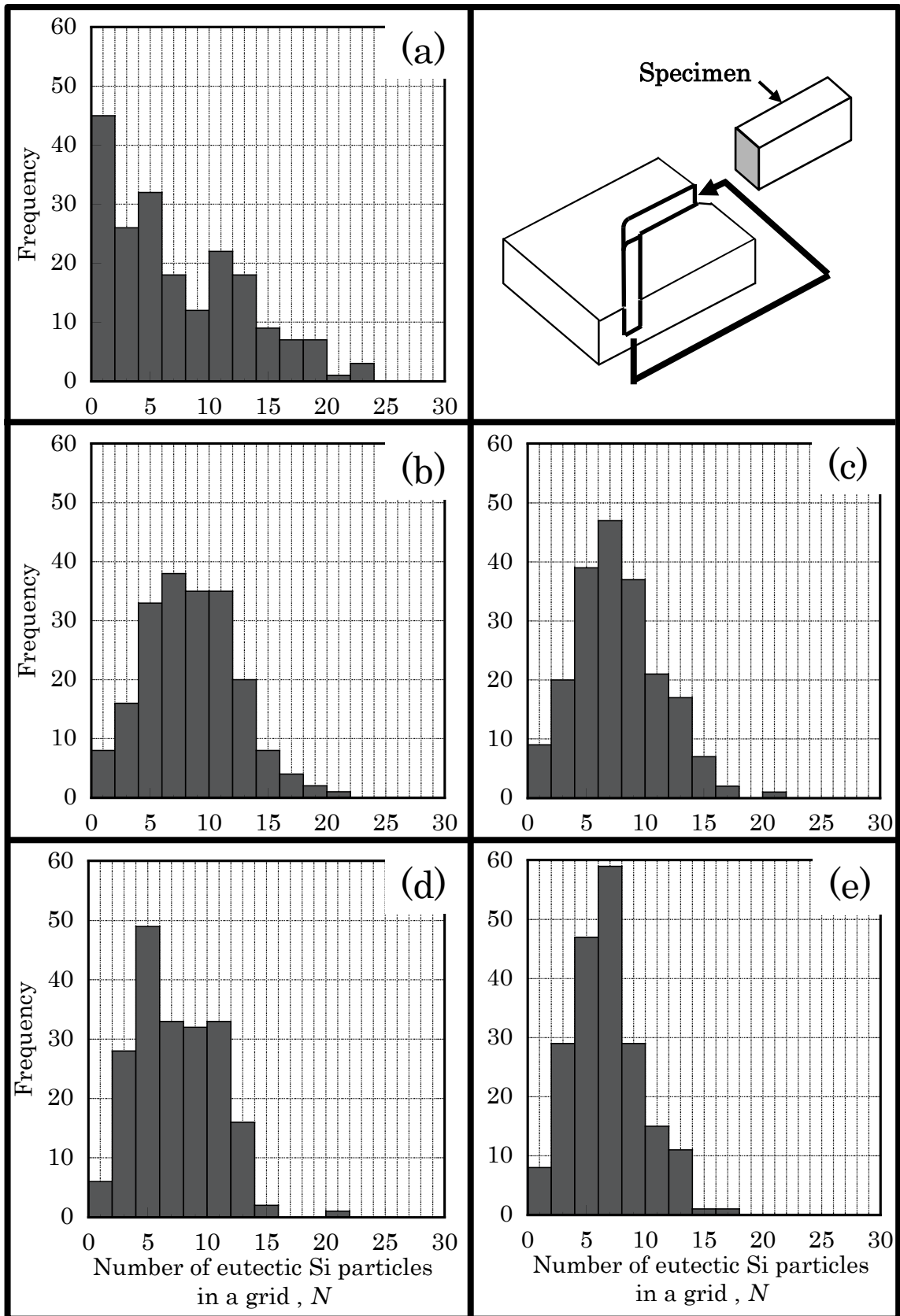


図 3.3.8 X 面における共晶 Si 粒子の分散状態の変化. (a) : スタート材および ECAP 加工材 (b) : 2 パス, (c) : 4 パス, (d) : 6 パス, (e) : 8 パス.

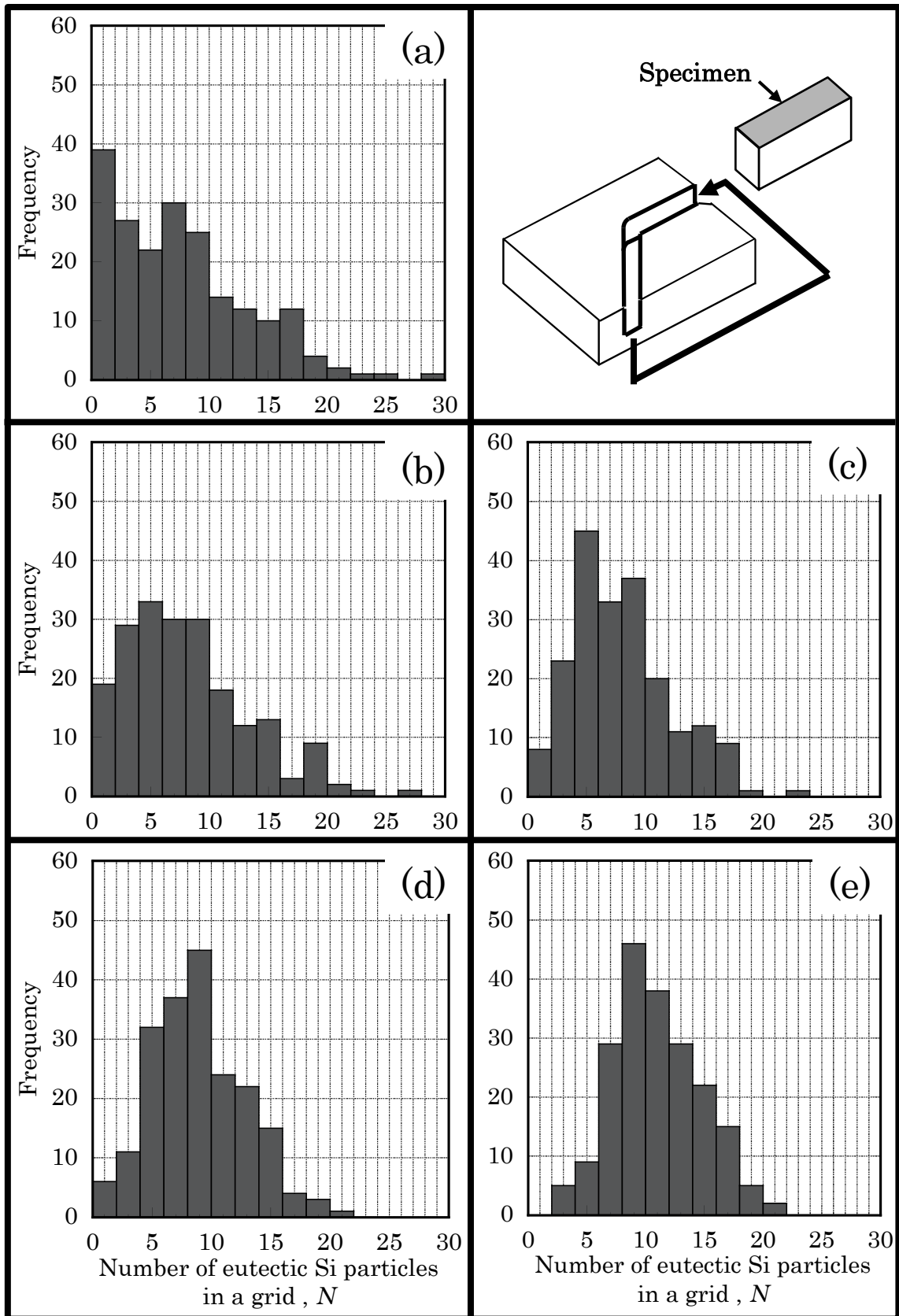


図 3.3.9 Y 面における共晶 Si 粒子の分散状態の変化. (a) : スタート材および ECAP 加工材 (b) : 2 パス, (c) : 4 パス, (d) : 6 パス, (e) : 8 パス.

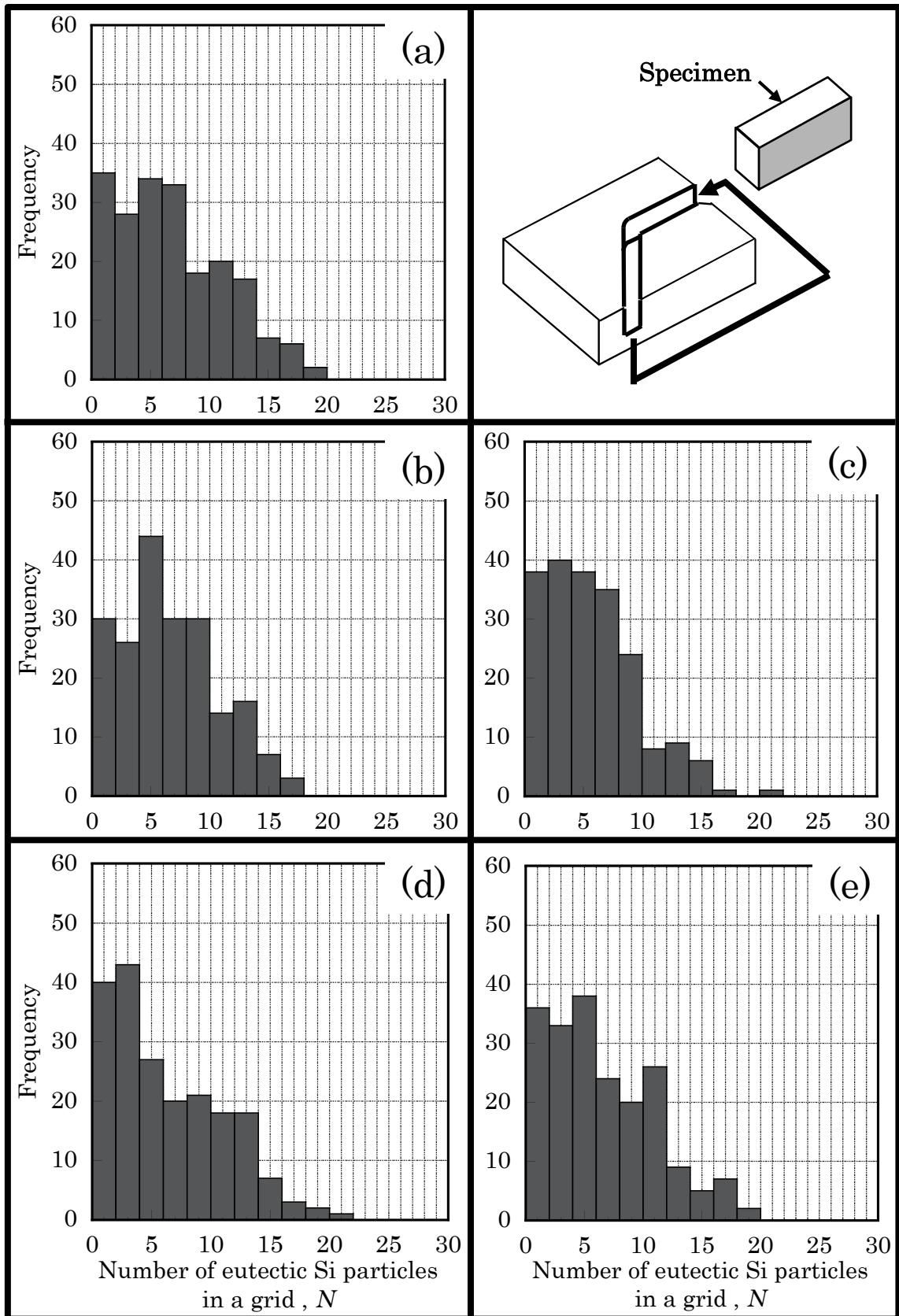


図 3.3.10 Z 面における共晶 Si 粒子の分散状態の変化. (a): スタート材および ECAP 加工材 (b) : 2 パス, (c) : 4 パス, (d) : 6 パス, (e) : 8 パス.

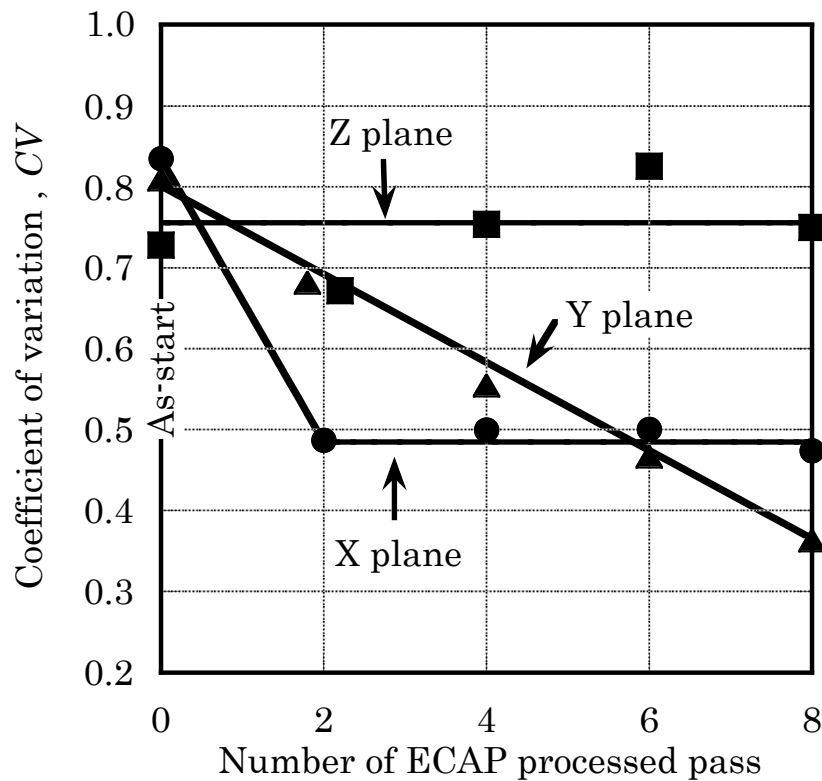


図 3.3.11 ECAP 加工パス数が各面の CV 値に及ぼす影響

### 3.3.3 共晶 Si 粒子の分散状態が引張特性に及ぼす影響

前項で評価した共晶 Si 粒子の分散状態(CV 値)と引張特性の相互関係を調べるために、引張試験を実施した。スタート材ならびに各パス数で ECAP 加工を施した試料の 0.2%耐力および引張強さを図 3.3.12 に示す。ECAP 加工を 6 パス施した試料ではその他の条件と比較してやや高い耐力を示すものの、スタート材と ECAP 加工材の間に耐力の顕著な差異は確認されず、平均値で 78MPa 程度を示した。引張強さも耐力と同様に、スタート材と ECAP 加工を各パス数施した試料の間に顕著な差異は確認されず、平均値で 125MPa 程度を示した。ECAP 加工ではせん断変形に起因して巨大な加工ひずみが導入されるため、加工硬化により母相の強度は増大する。一方本研究では、せん断変形により導入された加工ひずみが ECAP 加工後の焼鈍処理により除去されたために、ECAP 加工材とスタート材が同等の強度(0.2%耐力ならびに引張強さ)を示したと推測される。ちなみに、ECAP 加工後の焼鈍処理前後における試料の硬さの変化を調べた結果を図 3.3.13 に示す。なお硬さ測定は、押し込み荷重が 1.96N (200gf)、保持時間が 15s の条件下で実施しており共晶部を含めた領域の硬さを測定した。ECAP 加工を 2 パス施した試料ではスタート材と比較して硬さが 84%程度増

大しており、その後もパス数の増大に伴い硬さが増大する傾向を示した。6パス以降においてはスタート材の2倍以上の硬さを示した。350℃において30minの焼鈍処理を施した後ではECAP加工材の硬さは著しく低下して、いずれのパス数においてもスタート材と同等の硬さを示した。この結果から、焼鈍処理によりECAP加工に伴う加工ひずみが除去され、ECAP加工の有無さらにはパス数に依らず試料の強度がほぼ一定になることが確認された。なおECAP加工後に焼鈍処理を施した理由は、本研究では共晶Si粒子の分散状態が引張特性に及ぼす影響を検討するために、ECAP加工後の母相の強度を一定に調整する必要があると考えたためである。図3.3.14には、スタート材ならびに各パスでECAP加工を施した試料の均一伸び、局部伸びおよび破断伸びを示した。図から明らかなように、ECAPパス数の増大に伴い均一伸び、局部伸びおよび破断伸びのいずれも増大する傾向が確認され、8パスにおいてはスタート材に対してそれぞれ49%、64%および54%程度増大した。なお、6パスにおいて均一伸びおよび破断伸びが若干低い値を示す状況は、図3.3.12に示されたように耐力が他の条件と比較してやや高かったことに関連する現象と考えている。図3.3.15には引張試験後の試験片の破断面を観察した結果を示している。破断面のほとんどの領域には、延性破壊の痕跡であるディンプルが確認されたが、そのディンプルの大きさにはECAP加工パス数に起因した明瞭な差異は確認されなかった。また図3.3.16に示すように、いくつかのディンプルの底部には破壊した共晶Si粒子らしき物体が確認された。このことから、引張変形に際して共晶Si粒子が破壊の起点として作用した状況が推察され、共晶Si粒子の分散状態と引張特性との間に密接な関係を生じる根拠が伺える。

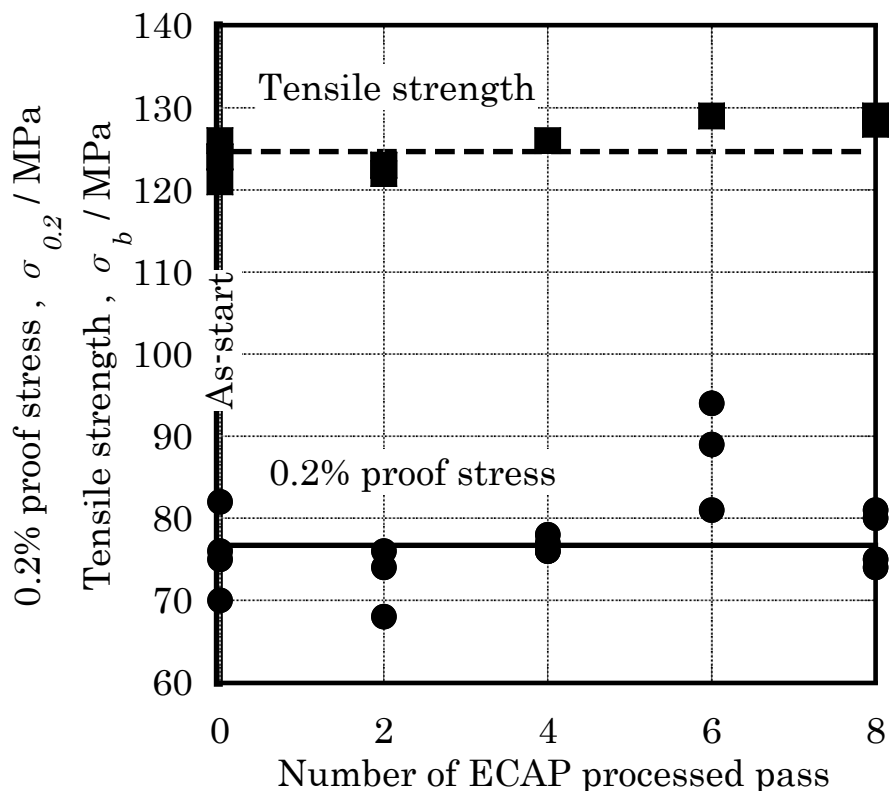


図 3.3.12 ECAP 加工パス数が 0.2%耐力および引張強さに及ぼす影響

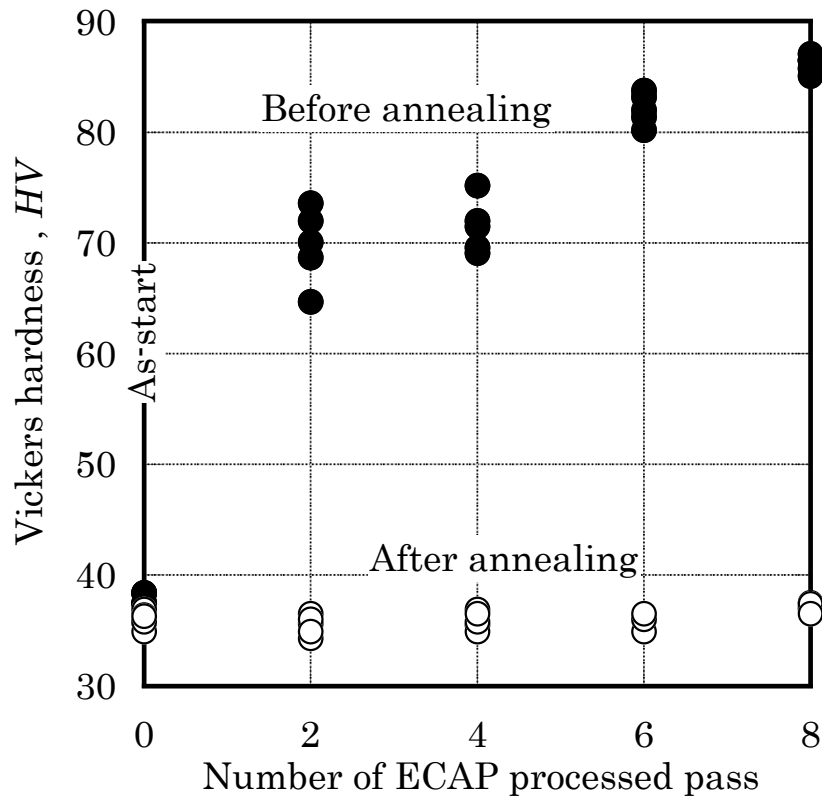


図 3.3.13 焼鈍処理前後における硬さの変化

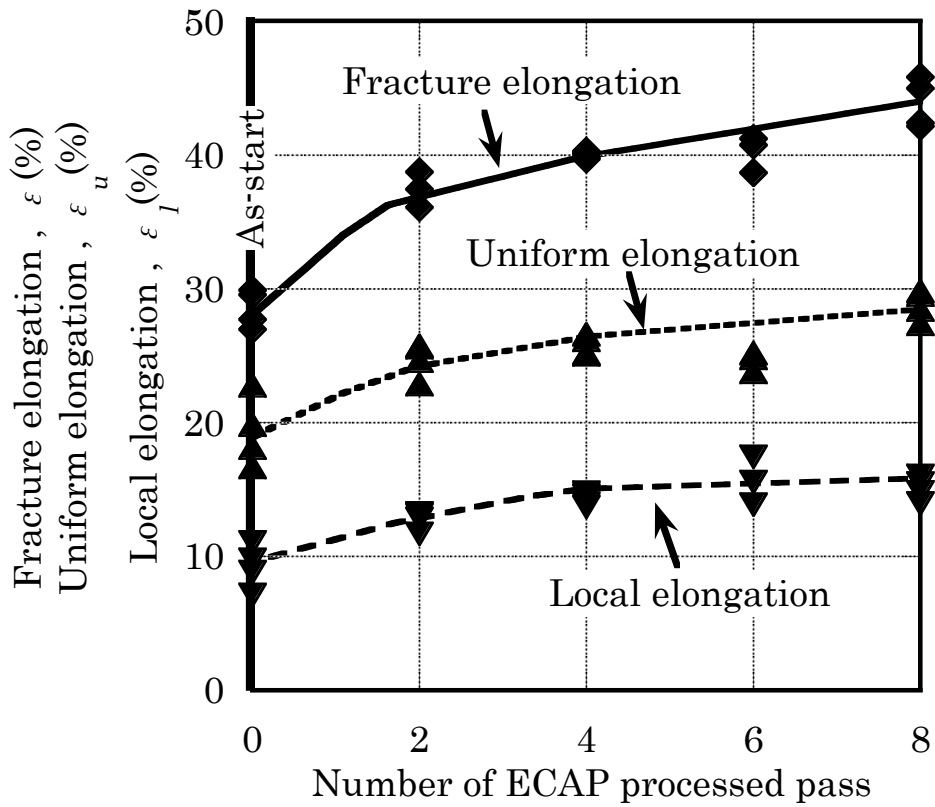


図 3.3.14 ECAP 加工パス数が破断伸び、均一伸びおよび局部伸びに及ぼす影響



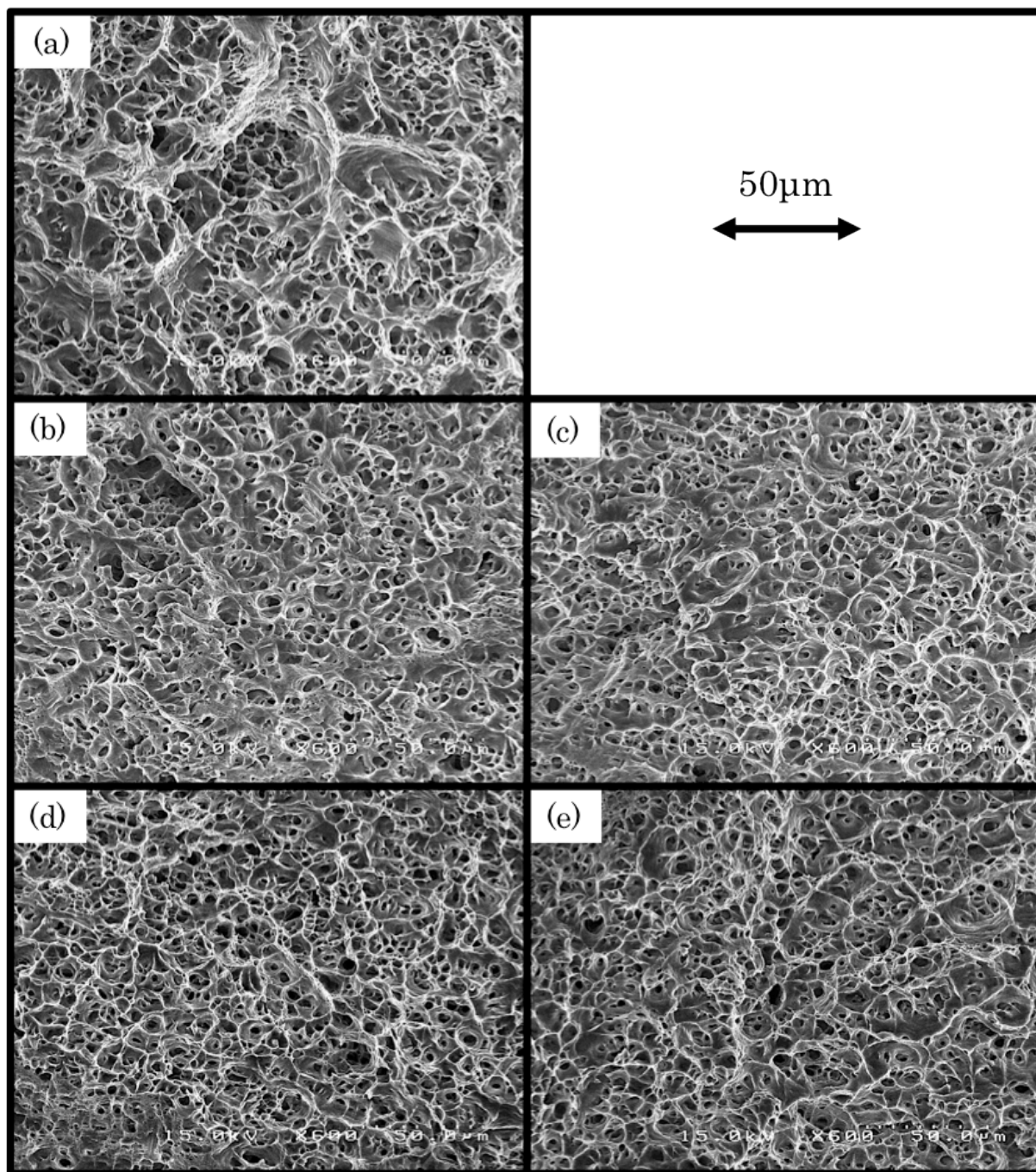


図 3.3.15 引張試験後の破断面の様子. (a) : スタート材および ECAP 加工材 (b) : 2 パス, (c) : 4 パス, (d) : 6 パス, (e) : 8 パス.

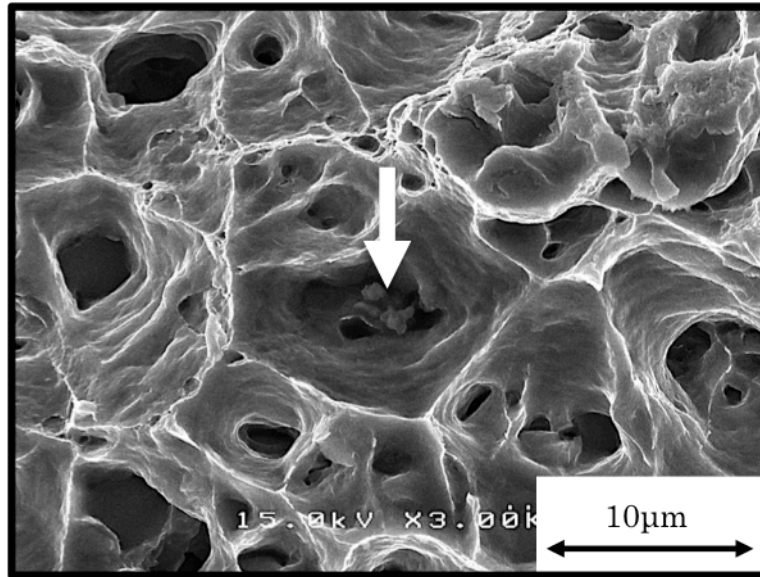


図 3.3.16 ディンプルの底部に確認される破壊した共晶 Si 粒子の様子(ECAP 加工 8 パス材)

以下では、引張特性と共晶 Si 粒子の分散状態の相互関係を検討した。図 3.3.17 から図 3.3.19 には、スタート材ならびに各パス数で ECAP 加工を施した試料における各面の CV 値と引張特性(平均値)の相互関係をまとめた。始めに X 面(図 3.3.17)に関して述べる。本実験では、ECAP 加工時の押出方向と引張試験時の引張方向が一致する条件下で引張試験を実施しており、この条件下では X 面が破断面を形成するため、X 面における共晶 Si 粒子の分散状態が引張特性を支配すると考えられた。しかしながら、スタート材と比較すると ECAP 加工材の CV 値は著しく低下(つまり、共晶 Si 粒子の分散状態が均一化)するものの、ECAP 加工パス数に起因した CV 値の変化は小さくほぼ一定の値を示しており、CV 値と引張特性との間に明瞭な相関性は見出せなかった。他方 Y 面(図 3.3.18)では、スタート材に対して ECAP 加工材の CV 値は顕著に低下し、CV 値の低下に伴って破断伸び、均一伸びおよび局部伸びなどの延性が増大する傾向が確認された。この状況から、両者には強い相関性が存在すると判断される。一方、耐力や引張強さなどの強度の変化は CV 値の変化に対して鈍感であり、CV 値によらずほぼ一定の値を示した。Z 面(図 3.3.19)では、スタート材および ECAP 加工材を通じて CV 値の変化量は小さく、CV 値と引張特性との間に明瞭な相関性は見出せなかった。以上に述べたように、本実験では引張試験の際に破断面を形成する X 面における共晶 Si 粒子の分散状態が引張特性を支配すると考えられたが、実験結果からは引張方向と平行である Y 面における共晶 Si 粒子の分散状態と引張特性、特に伸びとの間に良好な相関性が確認された。この点に関する見解を深めるために、引張試験時の試験片の破壊経路に着目した。図 3.3.20 には引張試験後の試験片を引張方向に対して垂直方向(Y 面および Z 面)から観察した様子を例示している。図から明らかなように、き裂は Y 面および

Z面において直線的に形成されるのではなく、大きく蛇行して形成される様子が確認された。この状況から、引張試験時の破壊は3次元的に進展することが示唆される。つまり、引張特性に及ぼす共晶Si粒子の分散状態の影響を考える場合には、ある特定の断面における分散状態ではなく、試料各面における分散状態、言い換えれば、空間的な分散状態を考慮することが重要であると考えられる。図3.3.21には、スタート材ならびに各パス数でECAP加工を施した試料の各面におけるCV値の平均値 $((CV_x+CV_y+CV_z)/3)$ と引張特性の相互関係を示した。破断伸び、局部伸びおよび均一伸びの変化と試料各面におけるCV値の平均値の変化との間には良好な相関性が示され、CV値の平均値の低下、つまり、共晶Si粒子の空間的な分散状態の均一化に伴い、伸びが増大する傾向が確認された。これは、共晶Si粒子の疎密状態が解消され、引張変形時の応力集中が緩和されたことに起因する現象と考えられる。一方、耐力および引張強さにはCV値の変化に起因する顕著な差異は確認されなかった。以上の結果から、共晶Si粒子の分散状態は延性に対して支配的であり、耐力や引張強さなどの強度は共晶Si粒子の分散状態に大きく左右されないものと考えられる。

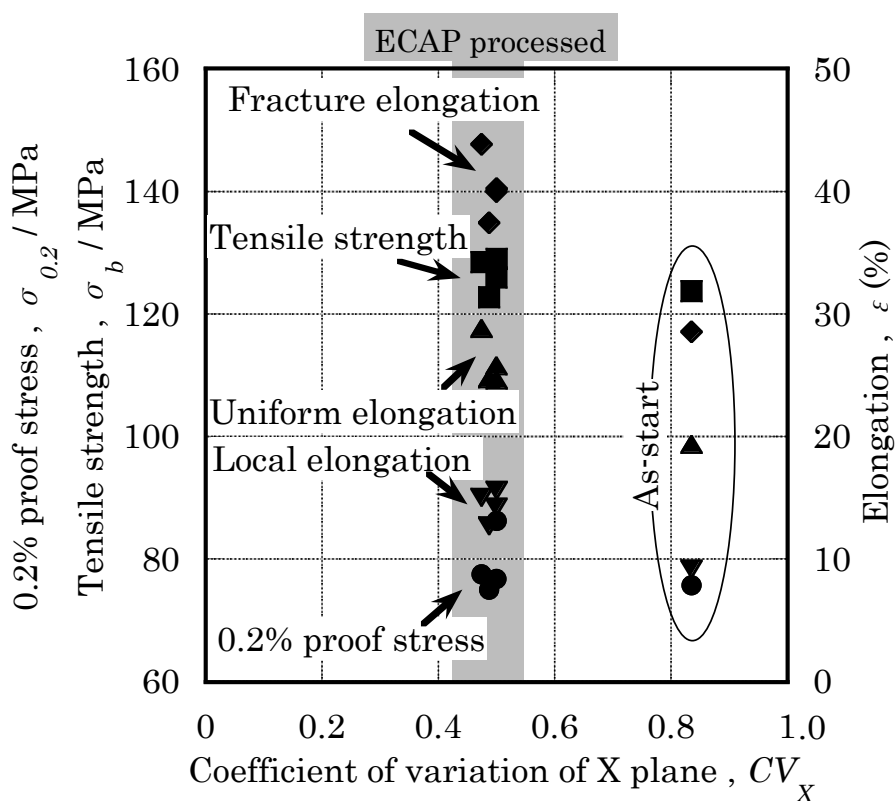


図 3.3.17 X面におけるCV値と引張特性の関係

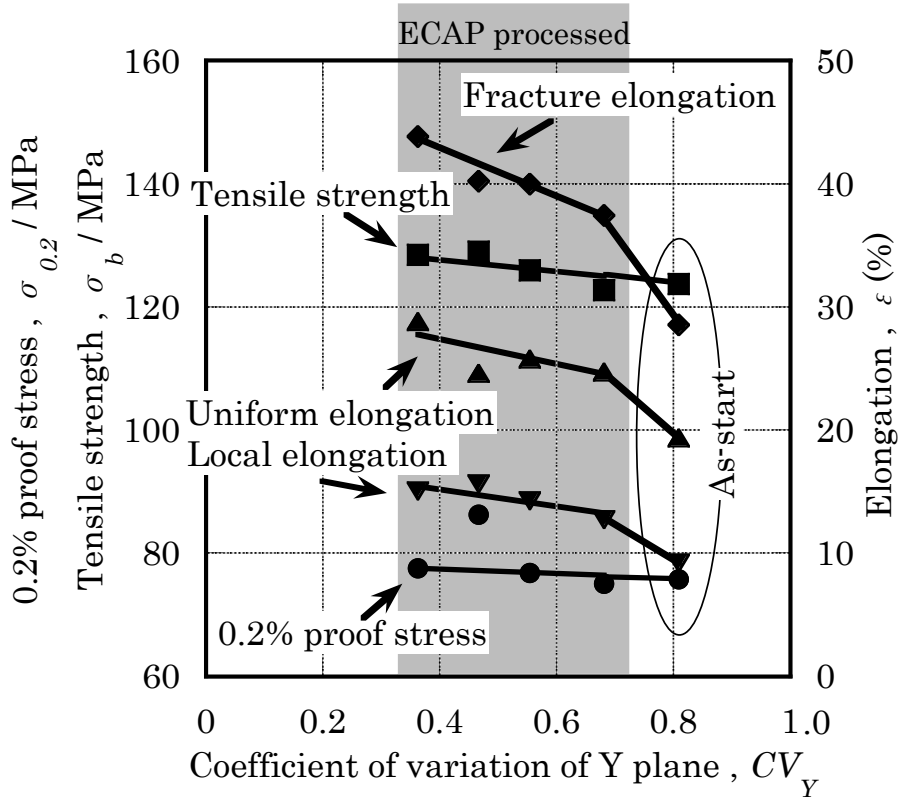


図 3.3.18 Y 面における CV 値と引張特性の関係

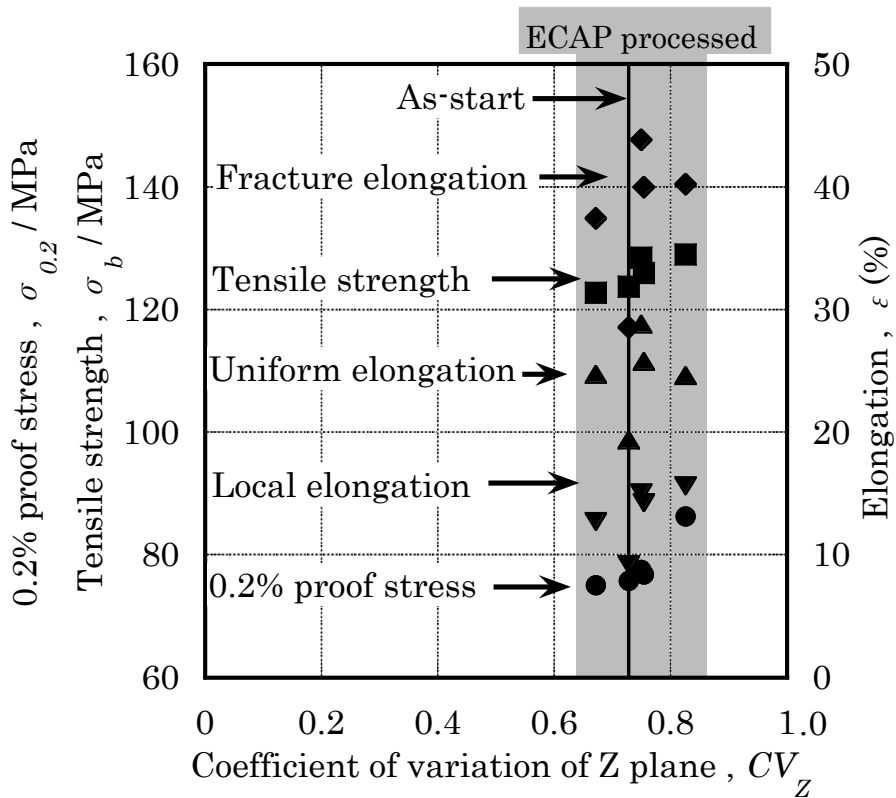


図 3.3.19 Z 面における CV 値と引張特性の関係

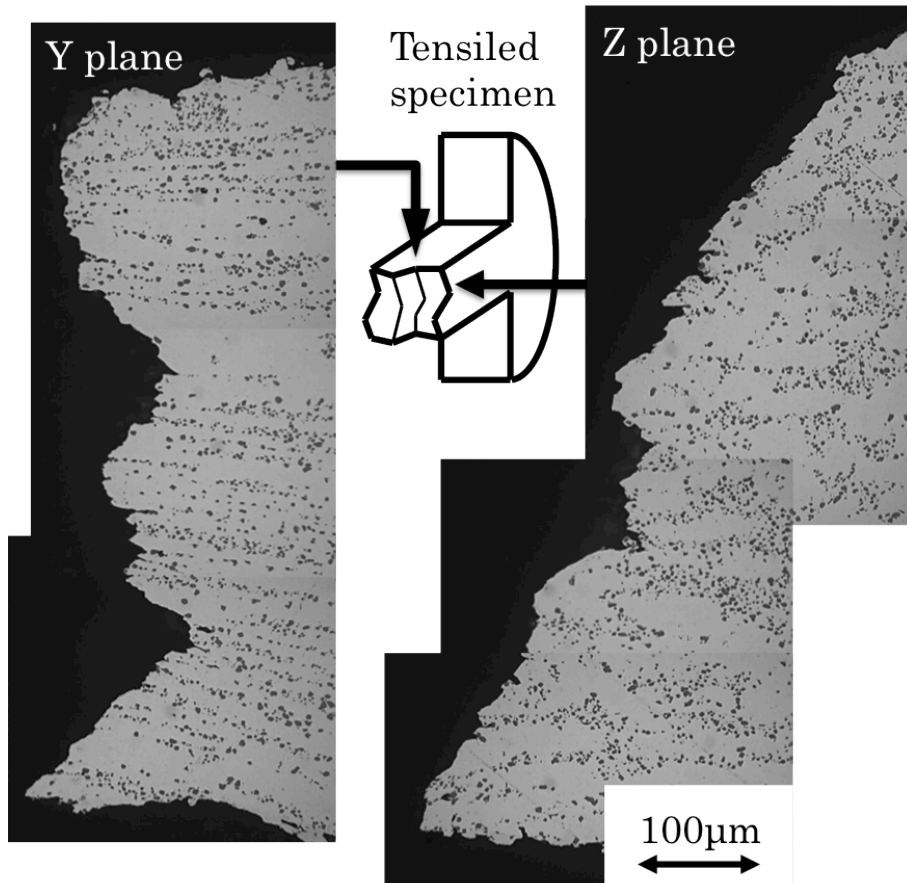


図 3.3.20 引張試験片のき裂の進展状況(ECAP 加工 2 パス材)

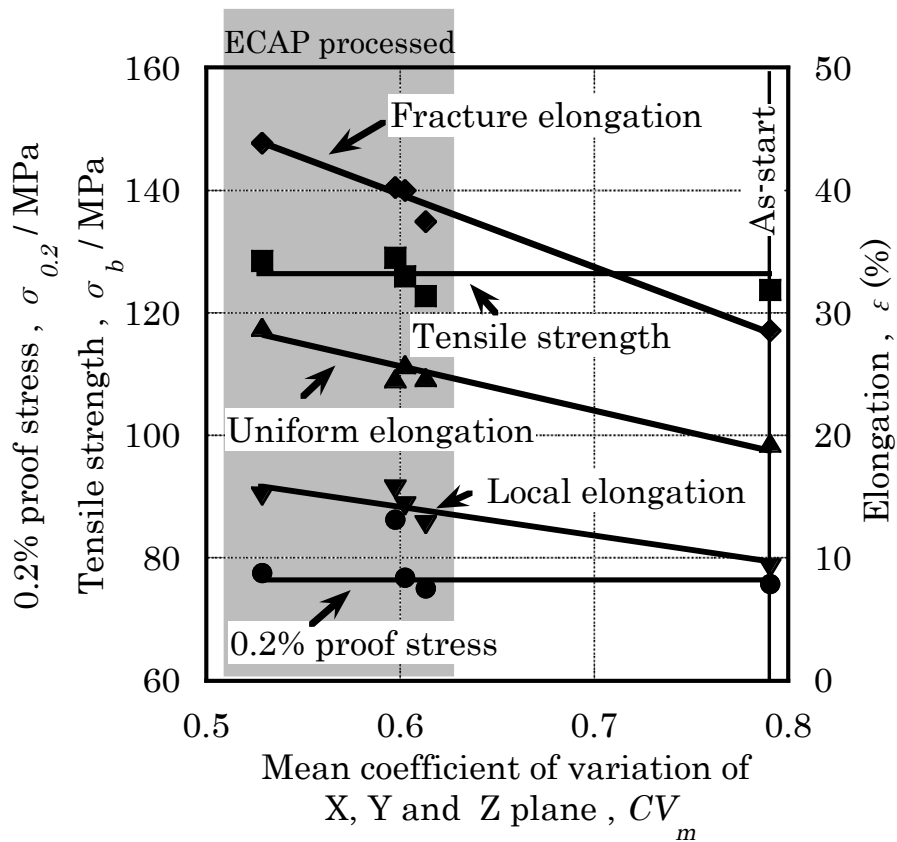


図 3.3.21 各面における CV 値の平均値と引張特性の関係

前述したように、上述の実験では ECAP 加工時の押出方向と引張試験時の引張方向が一致する条件下で引張試験を実施しており、この条件下では X 面における共晶 Si 粒子の分散状態が引張特性を支配すると考えられたが、上述の結果から引張特性に及ぼす共晶 Si 粒子の分散状態を評価するためには、試料各面における分散状態が重要であると示唆された。このような考察の妥当性を検証するために、引張方向を変えて引張試験を実施し、その際の共晶 Si 粒子の分散状態(CV 値)と引張特性との相互関係を検討した。ここでは、**図 3.3.22** に示すように ECAP 加工時の押出方向と引張試験時の引張方向が垂直となる(破断面が Y 面と平行する)条件下で引張試験を実施した(以降、実験 2 と称す)。スタート材ならびに各パス数で ECAP 加工を施した試料に関して、マイクロ組織観察を行い各面における CV 値を算出した結果を**図 3.3.23** に示す。なお、今回実施した ECAP 加工は最大で 6 パスである。X 面では 4 パスまで CV 値は低下し、4 パス以降ではほぼ飽和した。飽和した CV 値は 0.48 程度であり、前述した実験(ECAP 加工時の押出方向と引張試験時の引張方向が一致する条件下で行った実験。以降、実験 1 と称す)の場合とほぼ一致した。Y 面においては、ECAP 加工が 2 パス目において CV 値は著しく低下し、その後も ECAP 加工パス数の増大に伴い緩やかに低下した。一方 Z 面においては、スタート材と各パス数の ECAP 加工を施した試料の間に顕著な差異は確認されなかった。以上に述べたように、今回行った ECAP 加工における各面の CV 値の変化を実験 1(**図 3.3.11 参照**)と比較すると、CV 値の絶対値にはわずかな差異が存在するものの、X 面ではあるパス数まで CV 値は低下してその後飽和する、Y 面では ECAP 加工パス数の増大に伴い CV 値が低下する、Z 面ではスタート材と各パス数の ECAP 加工を施した試料の間に CV 値の顕著な差異は確認されないという各面における CV 値の変化挙動はほぼ一致した。次に、スタート材ならびに各パス数で ECAP 加工施した試料の引張特性を**図 3.3.24** および**図 3.3.25** に示す。なお、**図中**には実験 1 の結果(**図中**では白抜きのプロット)も合わせて示している。始めに、耐力および引張強さ(**図 3.3.24**)に関して述べる。スタート材の耐力および引張強さは、ECAP 加工材および実験 1 におけるスタート材と比較するとやや低い値を示した。この点に関しては、実験 2 のスタート材と実験 1 のスタート材は同一の条件で熱処理を施しているため、耐力および引張強さの差異は試験片を採取したインゴットやその採取位置に起因した個体差などに起因する現象と判断している。一方、ECAP 加工材ではパス数に起因した顕著な差異は確認されず、実験 1 とほぼ同等の耐力および引張強さを示した。伸びに関しては(**図 3.3.25**)、ECAP パス数の増大に伴い均一伸び、局部伸びおよび破断伸びのいずれも増大する傾向を示した。また、スタート材ならびに各パス数で ECAP 加工を施した試料における伸びは、実験 1 とほぼ同等の値を示した。**図 3.3.26** から**図 3.3.28** には、スタート材ならびに各パス数で ECAP 加工を施した試料における各面の CV 値と引張特性(平均値)の相互関係をまとめた。X 面および Y 面に関しては、CV 値の低下に伴い伸び(破断、均一および局部伸び)が増大し、強度(耐力および引張強さ)には CV 値の変化に起因した明瞭な差異は確認されなかった。一方 Z 面では、スタート材と各パス数で ECAP 加工を施した試料において CV 値の変化は小さく、CV 値と引張特性との間に明瞭な相関性は見出せなかった。**図 3.3.29**

には、スタート材ならびに各パス数で ECAP 加工を施した試料の各面における CV 値の平均値と引張特性との相互関係を示した。実験 1 と同様に、破断伸び、局部伸びおよび均一伸びの変化は試料各面における CV 値の平均値と良く対応しており、CV 値の平均値の低下、つまり、共晶 Si 粒子の空間的な分散状態の均一化に伴い、伸びが増大する傾向が確認された。一方、耐力および引張強さには CV 値の変化に起因する顕著な差異は確認されなかった。図 3.3.30 には実験 1 および実験 2 から得られた、各面における CV 値の平均値と引張特性(伸び)との相互関係をまとめた。図から明らかなように、引張方向の差異(実験 1 : ECAP 加工時の押出方向と引張試験時の引張方向が平行、実験 2 : ECAP 加工時の押出方向と引張試験時の引張方向が垂直)に関わらず CV 値の平均値の低下に伴い破断伸び、均一伸びおよび局部伸びは増大する傾向を示し、そのプロットはほぼ一直線上に分布する状況が示された。つまり、CV 値の平均値(共晶 Si 粒子の空間的な分散状態)は破断伸び、均一伸びおよび局部伸びと密接に関係するものと判断される。

以上の検討から、引張特性に及ぼす共晶 Si 粒子の分散状態の影響を考える場合には、試料各面における分散状態、つまり、空間的な分散状態を考慮することが重要であると考えられ、特に、延性(均一伸び、局部伸びおよび破断伸び)と共晶 Si 粒子の分散状態に密接な対応関係が確認された。具体的には、共晶 Si 粒子の空間的な分散状態の均一化(各面における CV 値の平均値の低下)に伴い、延性が向上する状況が確認できた。これは、共晶 Si 粒子の分散状態の均一化に伴い、引張変形時の応力集中が緩和されたことに起因する現象と考えられる。一方、耐力や引張強さなどの強度に対する共晶 Si 粒子の分散状態の影響は小さいと考えられた。また、今回の検討では共晶 Si 粒子の分散状態のみに着目して引張特性との相互関係を検討したが、ECAP 加工に伴うせん断変形は引け巣やガス欠陥など空隙の消滅や共晶 Si 粒子の大きさおよび形状の変化(補足 1 参照)をもたらすと推察される。空隙や共晶 Si 粒子の大きさおよび形状は引張特性を左右する影響因子と考えられるため、これらと共晶 Si 粒子の分散状態の引張特性に対する寄与度の検証が今後の課題と言える。

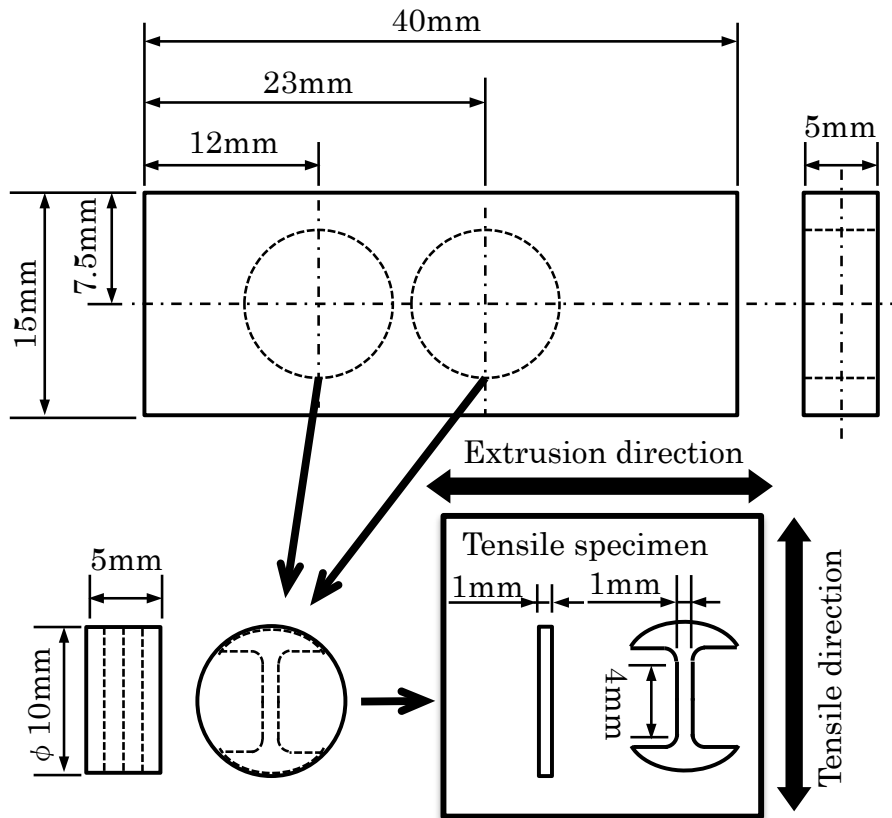


図 3.3.22 実験 2 における引張試験片採取に関する概略図

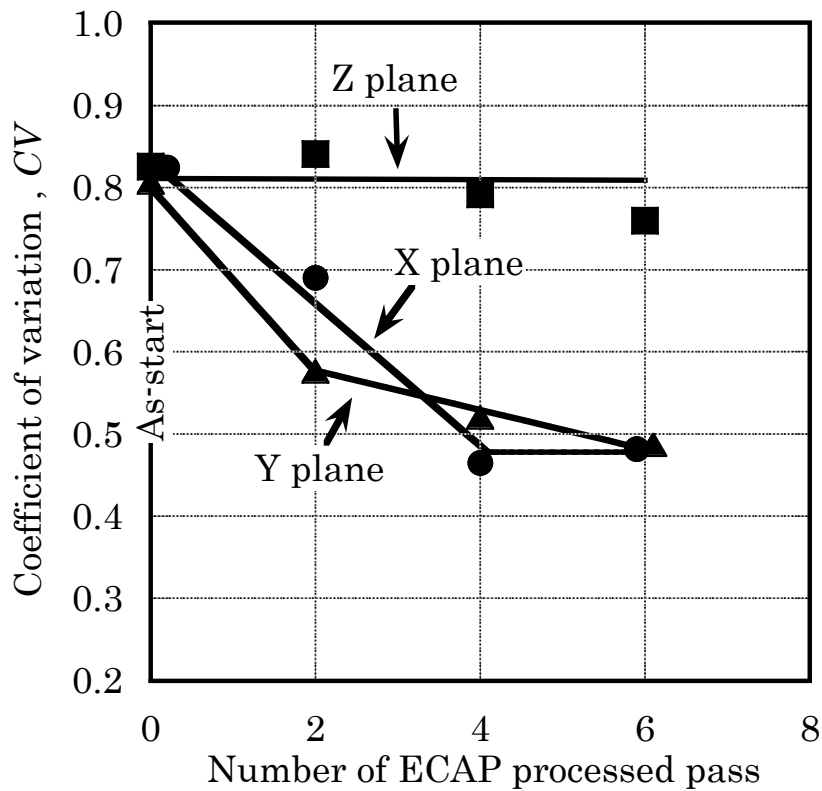


図 3.3.23 ECAP 加工パス数が各面の CV 値に及ぼす影響(実験 2)



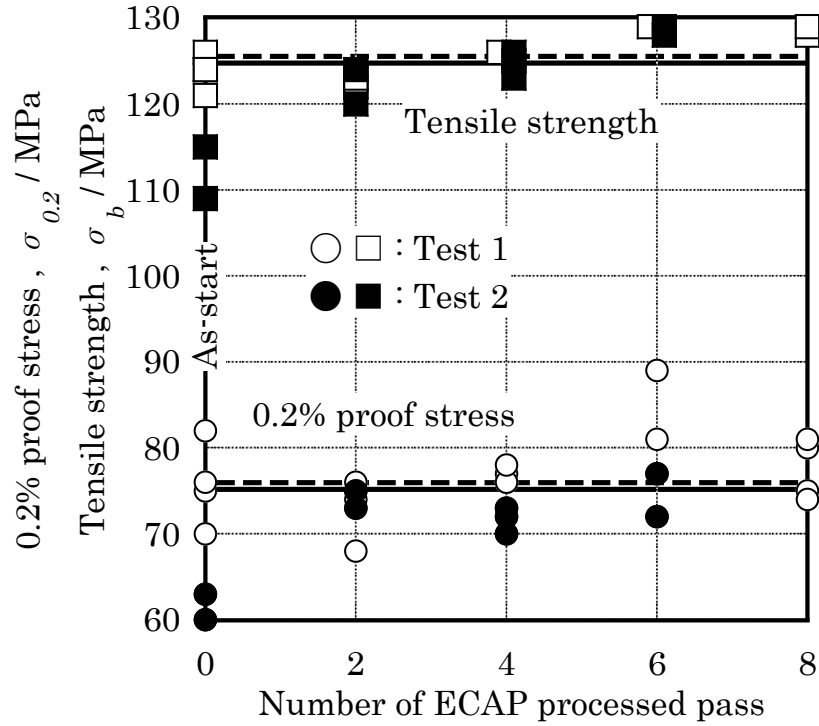


図 3.3.24 ECAP 加工パス数が 0.2%耐力および引張強さに及ぼす影響

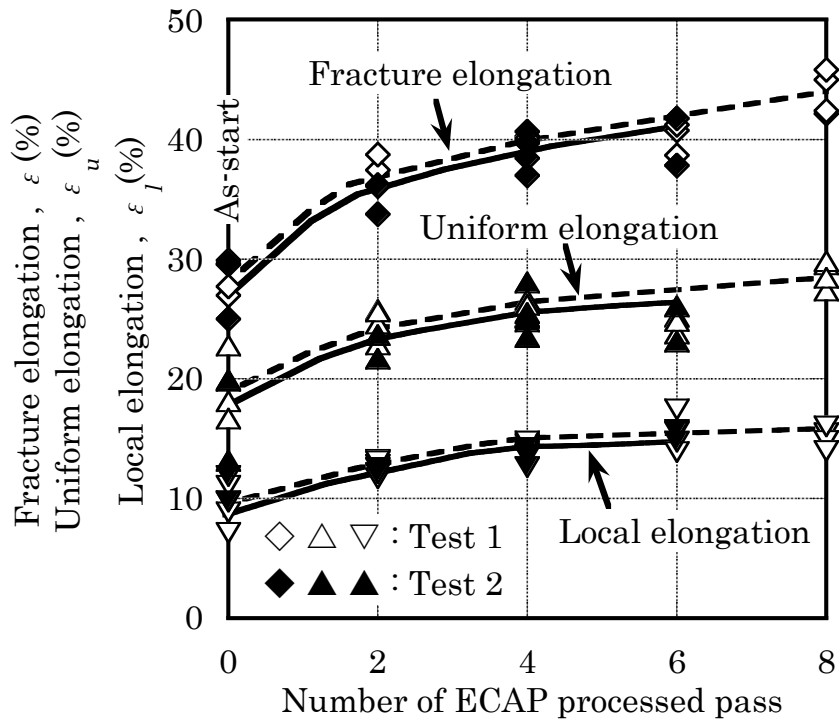


図 3.3.25 ECAP 加工パス数が破断伸び, 均一伸びおよび局部伸びに及ぼす影響

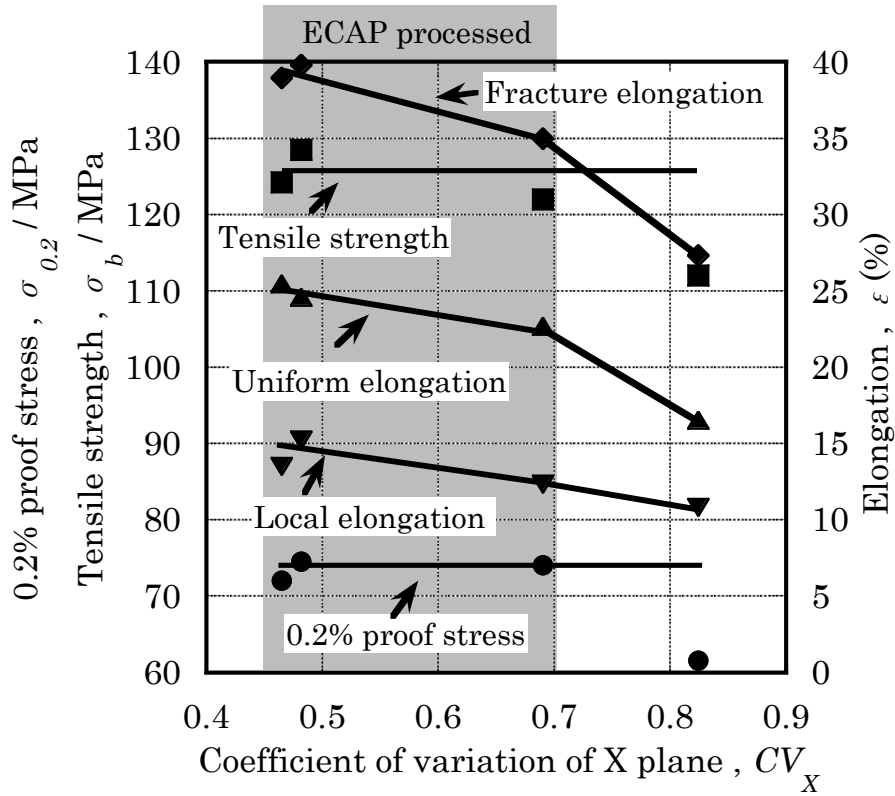


図 3.3.26 X 面における CV 値と引張特性の関係(実験 2)

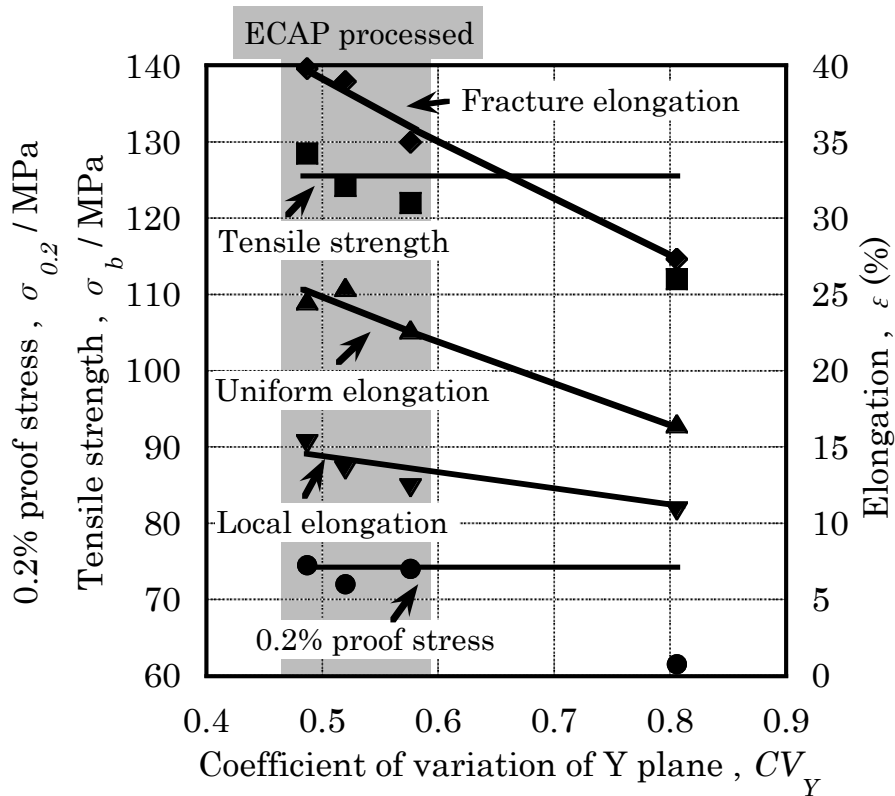


図 3.3.27 Y 面における CV 値と引張特性の関係(実験 2)

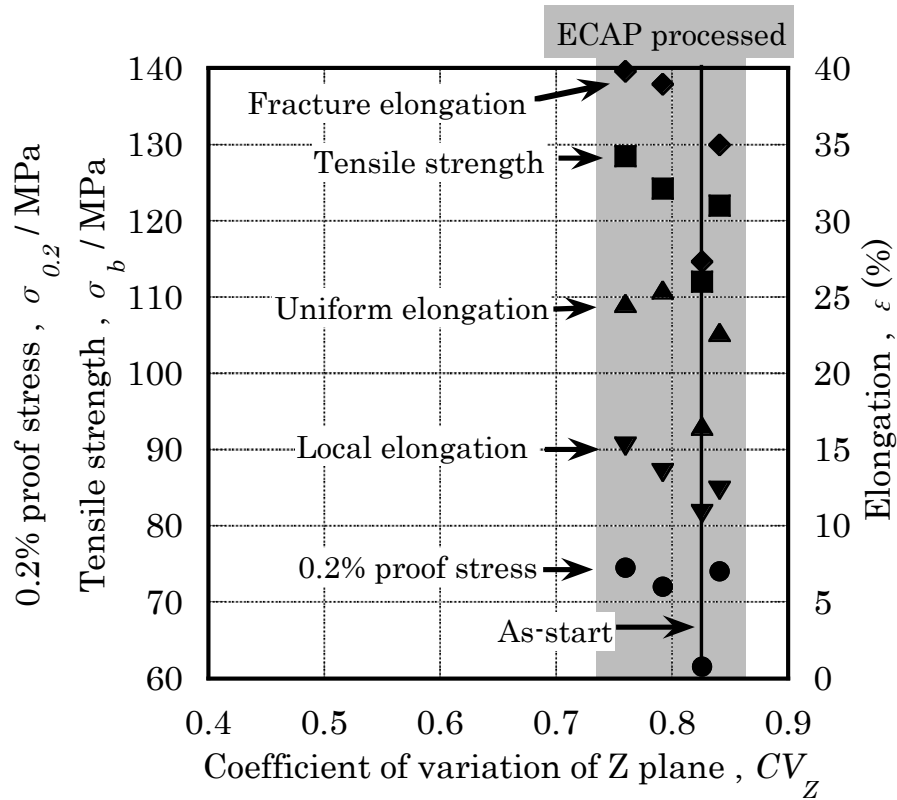


図 3.3.28 Z 面における CV 値と引張特性の関係(実験 2)

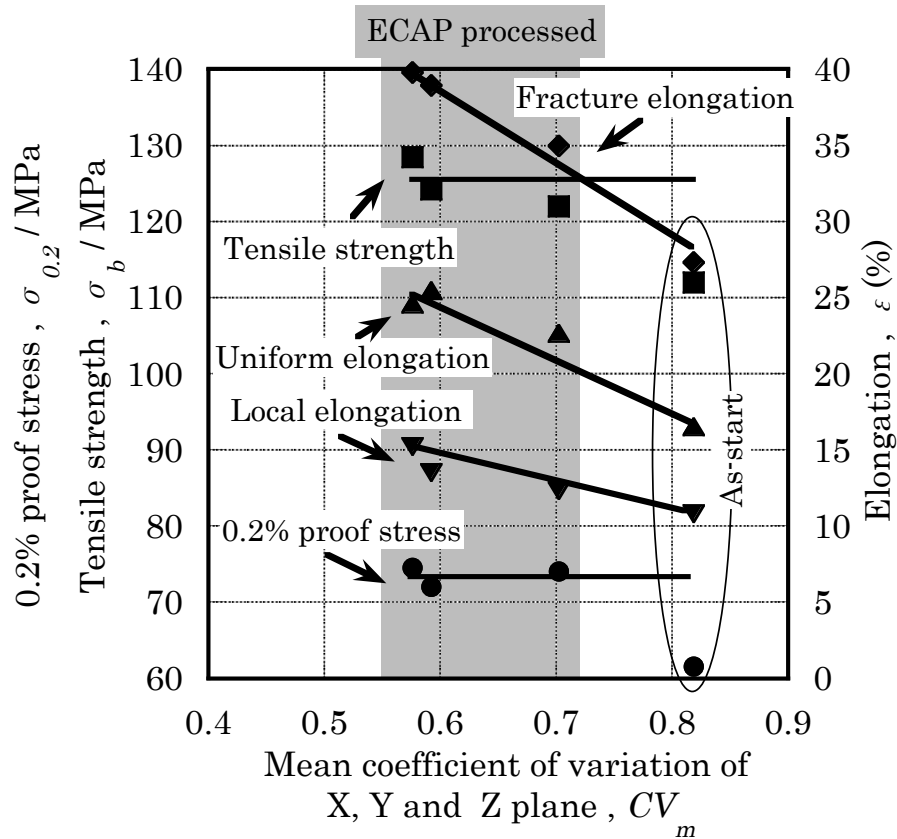


図 3.3.29 各面における CV 値の平均値と引張特性の関係(実験 2)

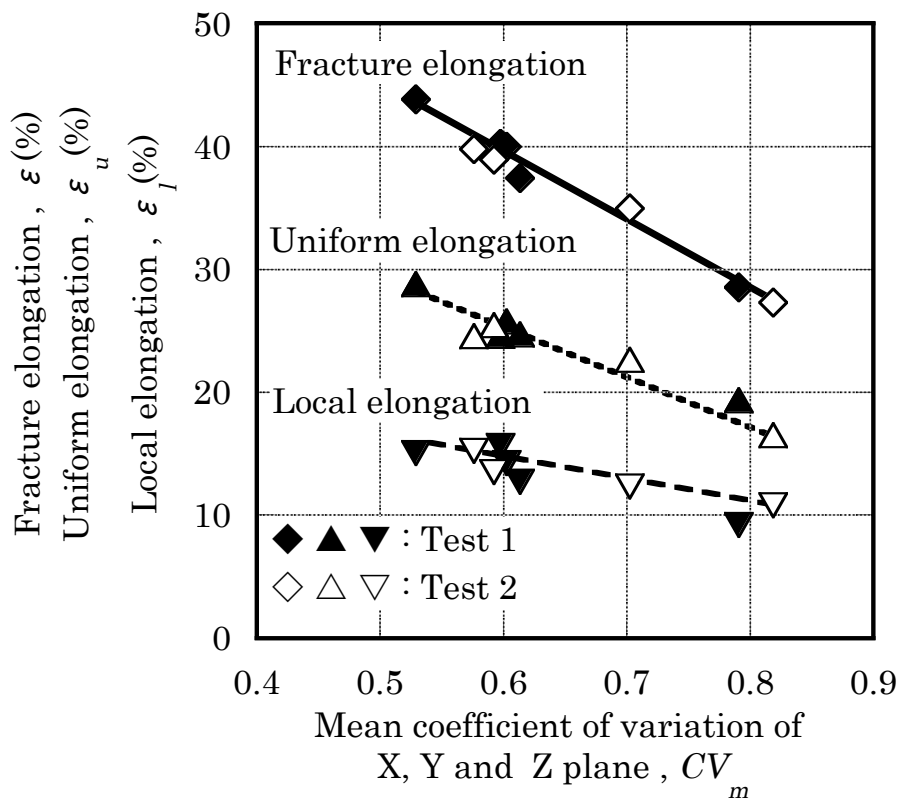


図 3.3.30 実験 1 および実験 2 における各面の CV 値の平均値と均一伸び，局部伸びおよび破断伸びの関係

### 3.4 結言

本章では，FSP 時の組織制御の効果を検証する指標を構築するために，共晶 Si 粒子の分散状態と機械的性質，特に引張特性との相互関係を詳細に検討することを目的とした．始めに，共晶 Si 粒子の分散状態の定量評価方法を確立するために，ECAP 加工を用いて様々な共晶 Si 粒子の分散状態を有する試料を作製し，面積格子を用いた分散状態の定量評価を試みた．その後，定量化した共晶 Si 粒子の分散状態と引張特性との相互関係に関して検討を加えた．結果を以下に示す．

1. スタート材のマイクロ組織を観察した結果では，デンドライト状の初晶  $\alpha$ -Al 相とその間隙をネットワーク状に取り囲む共晶部が存在しており典型的な鑄造組織が確認された．一方 ECAP 加工(Route A)を施した試験片では，2 パスにおいて X 面は Z 面に対して平行方向に，Y 面は Z 面に対して任意の角度を持つように

組織が伸長する様子が確認され、この 2 つの面では初晶  $\alpha$ -Al 相のデンドライト形状は消失した。他方、Z 面には顕著な変化は確認されず、スタート材と同様の鑄造組織が確認された。これらの組織変化は、ECAP 加工に伴うせん断変形の導入状況と試験片の形状変化を検討した既報とほぼ一致することから、ECAP 加工時のせん断変形に起因する現象と考えられた。

2. 本研究では、組織画像上に格子を切り、格子の中に存在する共晶 Si 粒子の個数とその格子の頻度をヒストグラムにまとめた際の CV 値を共晶 Si 粒子の分散状態を示す特性値として定義した。スタート材ならびに ECAP 加工材における試験片各面の CV 値の変化は、組織画像から確認できる共晶 Si 粒子の分散状態の変化と良好な対応関係を示した。このことから、本研究で定義した CV 値は視覚的に認識する共晶 Si 粒子の分散状態を数値としての的確に表現するものと判断され、有用な共晶 Si 粒子の分散状態の定量評価方法を確立したと考えている。

3. 共晶 Si 粒子の分散状態を示す特性値である CV 値と引張特性の相互関係を調べた。その結果、共晶 Si 粒子の空間的な分散状態の均一化(試験片各面における CV 値の平均値の低下)に伴い、延性(均一伸び、局部伸びおよび破断伸び)が向上することが確かめられた。これは、共晶 Si 粒子の疎密状態が解消され、引張変形時の応力集中が緩和されたことに起因する現象と考えられた。一方、CV 値の変化に対する強度(0.2%耐力および引張強さ)の明瞭な差異は確認されないことから、共晶 Si 粒子の分散状態が強度に及ぼす影響は小さいと考えられた。また、今回の検討では共晶 Si 粒子の分散状態のみに着目して引張特性との相互関係を検討したが、ECAP 加工に伴う引け巣やガス欠陥など空隙の消滅や共晶 Si 粒子の大きさおよび形状の変化も引張特性を左右する影響因子と考えられるため、これらと共晶 Si 粒子の分散状態の引張特性に対する寄与度を検証することが今後の課題と考えられた。

## 3.5 補足

### 補足 1 ECAP 加工が共晶 Si 粒子形態に及ぼす影響

3.3.2 項で述べたように、ECAP 加工では共晶 Si 粒子の分散状態のみならず、粒子の形態(大きさや形状)に対しても影響を及ぼす状況が確認された。この点を確認するために、本項では ECAP 加工に伴う共晶 Si 粒子の大きさや形状の変化を調べた。

スタート材ならびに各パス数で ECAP 加工を施した試料の各面における共晶 Si 粒子の平均断面積および平均アスペクト比を図 3.5.1 に示す。試験片のいずれの面においても、スタート材ならびに各パス数で

ECAP 加工を施した試料の平均アスペクト比は同等であり、ECAP 加工に起因した顕著な差異は確認されなかった。一方平均断面積は、試験片のいずれの面においても、ECAP 加工パス数の増大に伴い減少する傾向が示された。スタート材と比較すると 8 パスの ECAP 加工材における X、Y および Z 面の平均断面積はそれぞれ 11%、33% および 17% 程度減少しており、Y 面における断面積の低下が最も大きかった。共晶 Si 粒子の断面積変化をより詳細に検討するために、スタート材ならびに各パス数で ECAP 加工を施した試料の共晶 Si 粒子の断面積分布を調べた。結果を図 3.5.2 から図 3.5.4 に示す。始めに X 面(図 3.5.2)に関して述べる。スタート材では  $1\mu\text{m}^2$  以下の粒子数が最も多い状況であったが、ECAP 加工を 2 パス施した試料において  $1\mu\text{m}^2$  以下の粒子数が減少し、その後は ECAP 加工パス数に起因する顕著な差異は確認されなかった。一方 Y 面(図 3.5.3)においては、スタート材から 4 パスの ECAP 加工材にかけては  $1\mu\text{m}^2$  より大きく  $2\mu\text{m}^2$  以下の粒子数が最も多いが、6 パス以上ではパス数の増大に伴い  $1\mu\text{m}^2$  以下ならびに  $1\mu\text{m}^2$  より大きく  $2\mu\text{m}^2$  以下の粒子数が顕著に増大する状況が示された。8 パスの ECAP 加工材における  $1\mu\text{m}^2$  以下および  $1\mu\text{m}^2$  より大きく  $2\mu\text{m}^2$  以下の粒子数はスタート材と比較するとそれぞれ 225% および 33% 程度増大した。以上のような  $2\mu\text{m}^2$  以下の粒子数の著しい増大が、前述した平均断面積の減少をもたらした要因と考えられる。また、ECAP 加工が 8 パスにおける Y 面の粒子数は顕著に増大しており、スタート材と比較すると約 1.3 倍であった。Z 面(図 3.5.4)では断面積分布の変化は軽微であり、ECAP 加工に起因した明瞭な差異は示されなかった。以上の結果から、ECAP 加工パス数の増大に伴い試験片各面における共晶 Si 粒子の平均断面積は低下する状況が明らかとなったが、断面積分布の変化の挙動は観察面の間に差異が生じており、特に Y 面では 6 パス以降において  $2\mu\text{m}^2$  以下の粒子数が著しく増大し、加えて 8 パス目では観察される粒子数が顕著に増大する状況が特徴的であった。一方、共晶 Si 粒子のアスペクト比に関しては、試験片のいずれの面においても ECAP 加工に起因した明瞭な変化は確認されなかった。

試験片各面において観察される共晶 Si 粒子の断面積変化の挙動が異なった理由としては、ECAP 加工時のせん断変形の異方性が考えられる。図 3.5.5 には ECAP 加工時(Route A)のせん断変形が試験片中の共晶 Si 粒子の断面積変化に及ぼす影響を模式的に示した。ここでは、試験片の Y および Z 面に対して長軸が平行する楕円体の共晶 Si 粒子が試験片中に存在した場合を想定している。図 3.5.5(a)には ECAP 金型の溝に上述した形状の共晶 Si 粒子を含む板状試験片を設置したときの様子を示しており、このときの各面における共晶 Si 粒子の断面形状は、X 面(図中の破線)では円形、Y 面(図中の実線)および Z 面(図中の一点鎖線)では楕円形に観察される。この試験片を溝に沿って押し出し、角度の付いた部分で試験片中の共晶 Si 粒子がせん断変形を受ける様子を示したのが図 3.5.5(b) および (c) である。本研究で実施した ECAP 加工では、図中の線で示したように Y 面と直交する面で矢印方向にせん断変形が導入される。図中では、上述のせん断変形を受けて試験片中の共晶 Si 粒子が破壊する場合を示した。このとき破壊した共晶 Si 粒子の破片は、せん断方向に沿って Y 面に対して水平方向に移動することで破片同士に間隔が生じると想定される。またここで注目したいのは、上述のせん断方向では共晶 Si 粒子の破片は Y 面に対して垂直方向に移動しない点である。

図 3.5.5(d)では、1 パスを終えた試験片を図 3.5.5(a)の位置に再配置したときの様子を示した。このとき試験片各面の断面を観察すると、X 面(図中の破線)および Z 面(図中の一点鎖線)では破壊した共晶 Si 粒子の任意の破片の断面が、Y 面(図中の実線)では破壊した破片の全ての断面が観察される。試験片を溝に通す前(図 3.5.5(a))と通した後(図 3.5.5(d))を比較すると、X 面では顕著な差異は確認されないが、Y 面では1つの粒子が破壊し複数個に分断したことに起因して共晶 Si 粒子の断面積は減少するとともに観察される粒子数が増大する状況が示される。また、Z 面では共晶 Si 粒子の断面積の減少のみが確認される。以上のように考えることで、図 3.5.3 に示された Y 面における微細粒子の著しい増大が説明可能と思われる。しかしながら、図 3.5.5 では試験片の Y 面および Z 面に対して長軸が平行する楕円体の共晶 Si 粒子がせん断変形により破壊する状況を想定したが、実際は①試験片中の共晶 Si 粒子性状(大きさ、形状、配列)ならびに②破壊の発生は無作為であると考えられるため、図 3.5.5 を用いた説明は極めて限定的な条件にのみ適用される。ECAP 加工時のせん断変形に伴う共晶 Si 粒子の断面積変化を適切に説明するためには、試験片中の共晶 Si 粒子性状(大きさ、形状、配列)やせん断変形による粒子の破壊条件などをより詳細に検討・把握する必要がある。この点は今後の課題である。加えて、今回示されたような ECAP 加工に伴う共晶 Si 粒子の大きさの変化は引張特性に対して影響を及ぼすと考えられ、前述したように共晶 Si 粒子の大きさ、分散状態さらには引け巣といった空隙などの影響因子が引張特性に及ぼす寄与度も検討する必要があると考えられる。

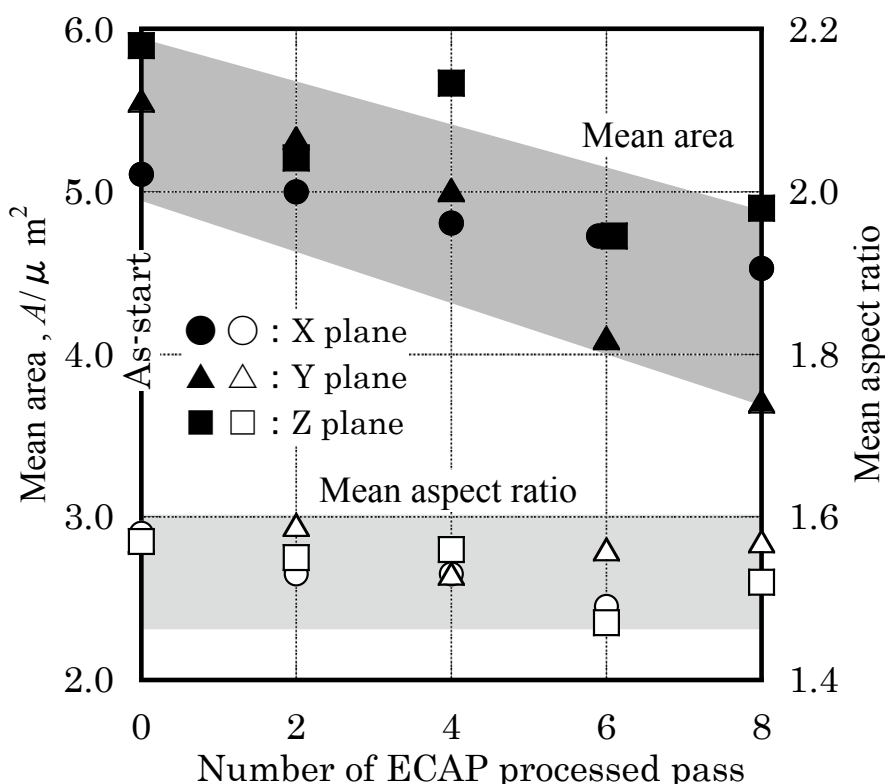


図 3.5.1 ECAP 加工が試験片各面における共晶 Si 粒子の平均断面積および平均アスペクト比に及ぼす影響

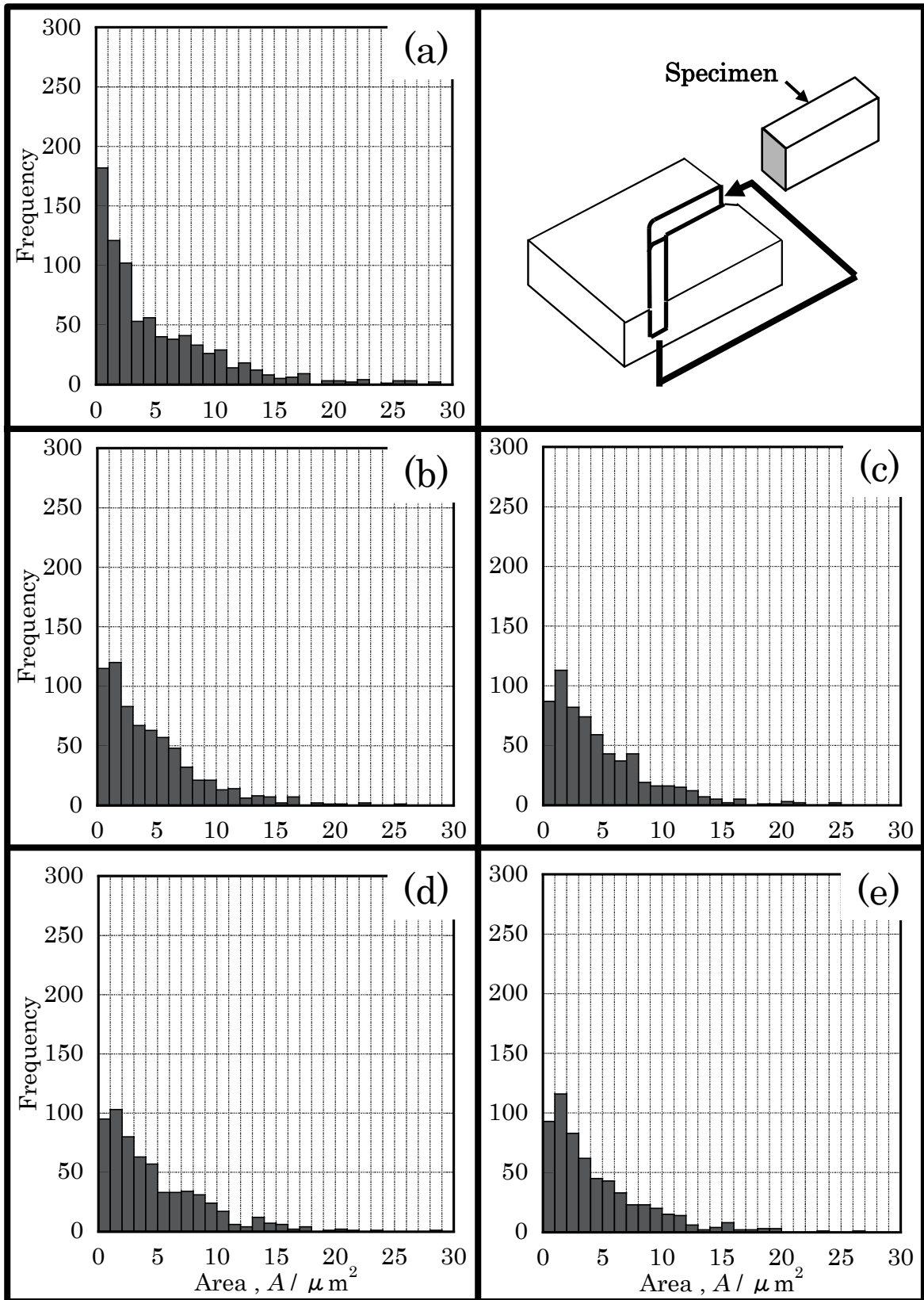


図 3.5.2 X 面における共晶 Si 粒子の断面積分布。(a) : スタート材および ECAP 加工材 (b) : 2 パス, (c) : 4 パス, (d) : 6 パス, (e) : 8 パス。



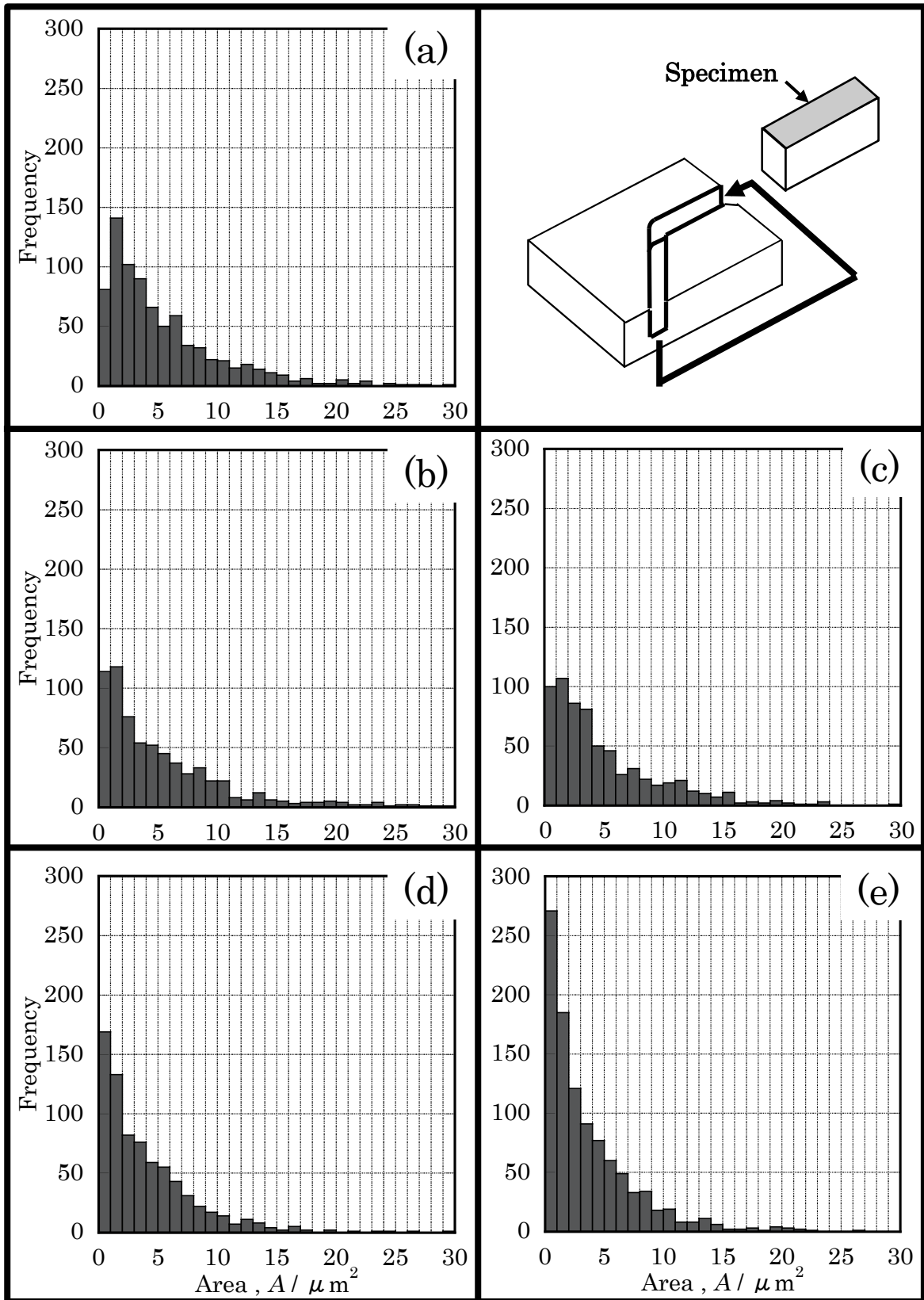


図 3.5.3 Y 面における共晶 Si 粒子の断面積分布。(a) : スタート材および ECAP 加工材 (b) : 2 パス, (c) : 4 パス, (d) : 6 パス, (e) : 8 パス。

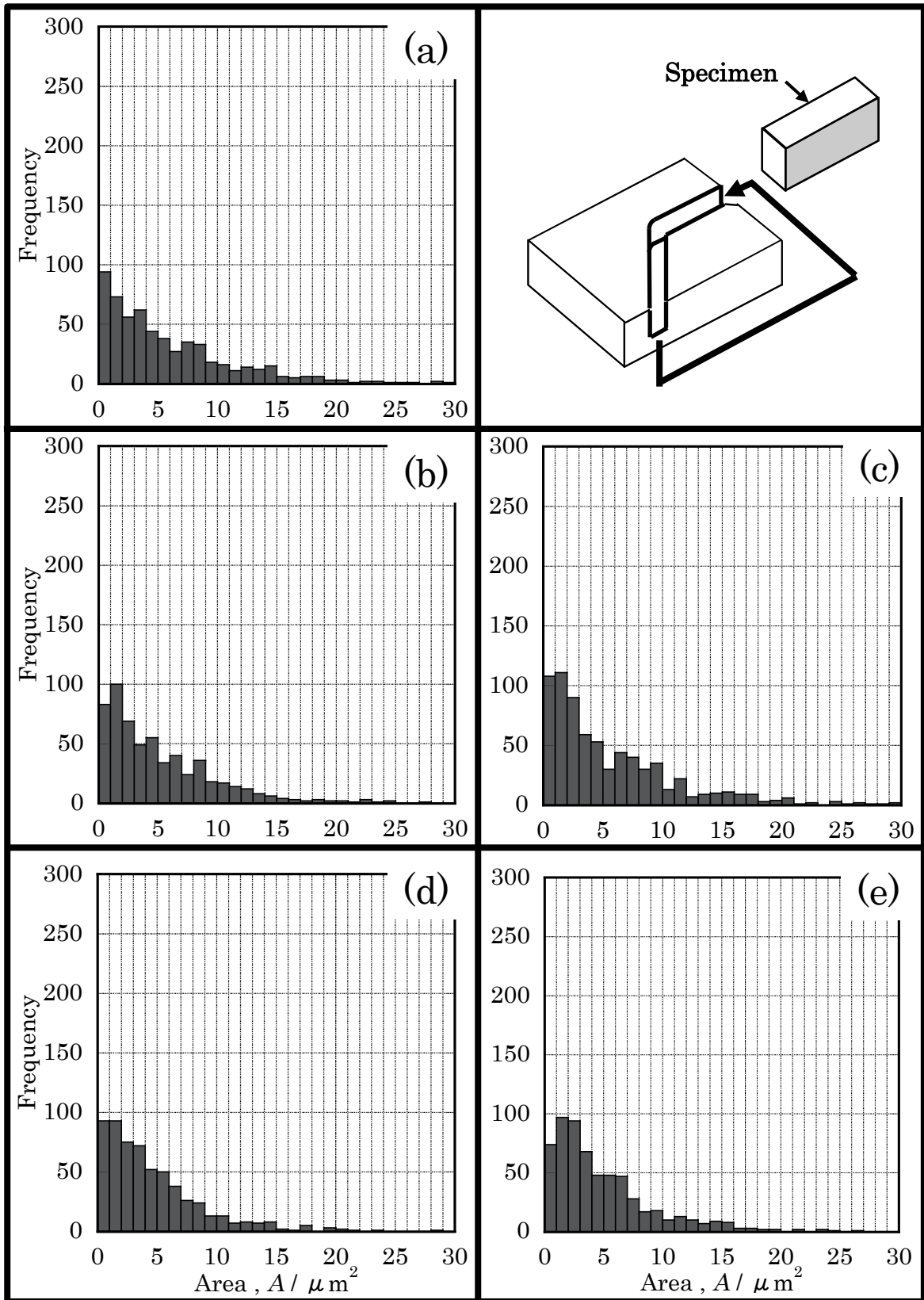


図 3.5.4 Z 面における共晶 Si 粒子の断面積分布。(a) : スタート材および ECAP 加工材 (b) : 2 パス, (c) : 4 パス, (d) : 6 パス, (e) : 8 パス。

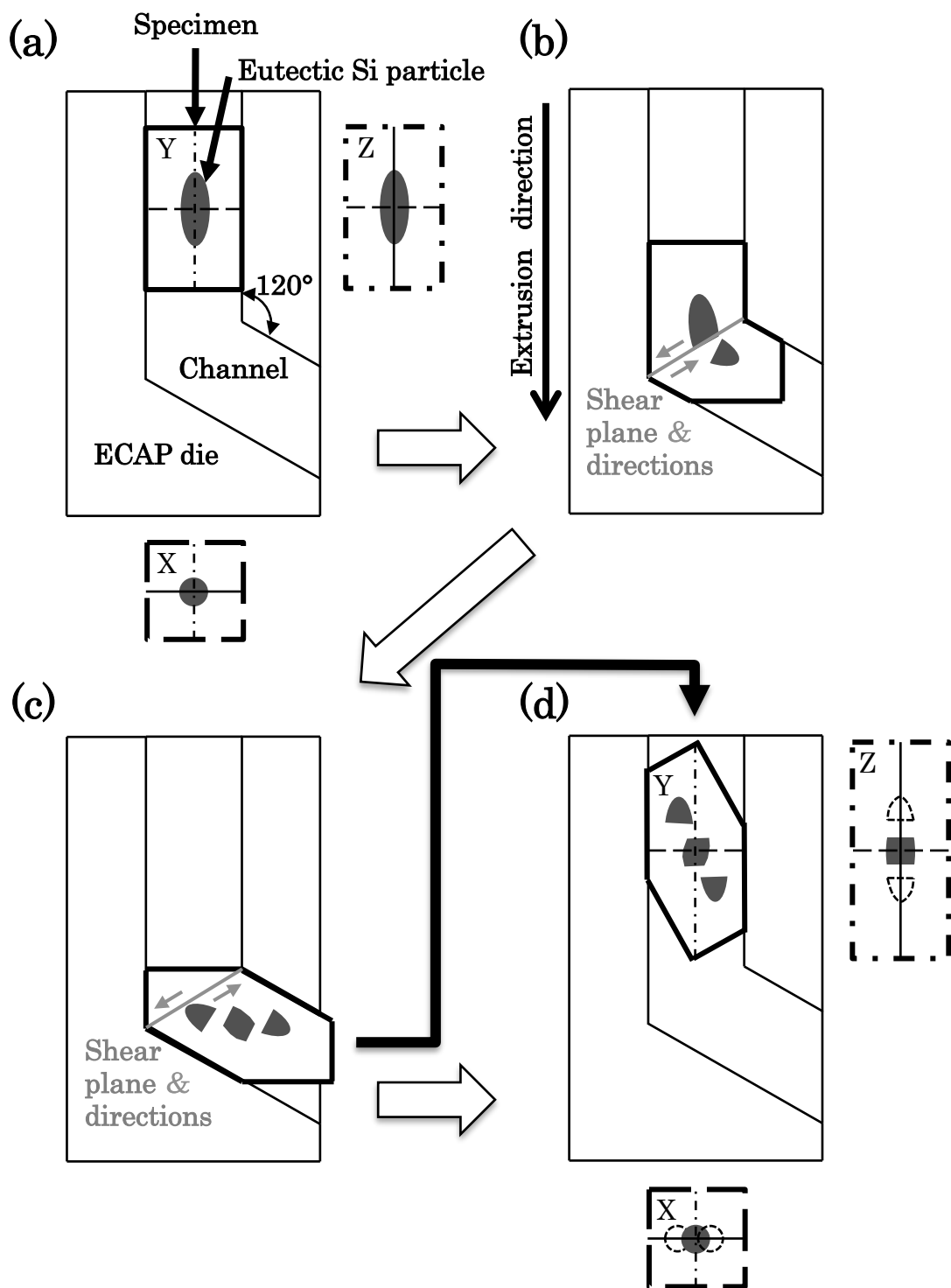


図 3.5.5 ECAP 加工時のせん断変形が共晶 Si 粒子の断面積変化に及ぼす影響

## 参考文献

- 1) Y.Nakayama, T.Miyazaki : Mater. Trans., Vol.51, No.5 (2010), pp.918-924.
- 2) M.Furukawa, Y.Iwahashi, Z.Horita, M.Nemoto, T.G.Langdon : Mater. Sci. Eng., A257 (1998), pp.328-332.
- 3) Y.Iwahashi, J.Wang, Z.Horita, M.Nemoto : Scripta Mater., Vol.35, No.2 (1996), pp.143-146.
- 4) Y.Wu, I.Baker : Scripta Mater., Vol.37, No.4 (1997), pp.437-442.
- 5) 佐久間健人 : 軽金属, Vol.49, No.12 (1999), pp.621-630.

## 第4章 摩擦攪拌プロセス時の摩擦による温度履歴が材料特性に及ぼす影響

### 4.1 緒言

#### 4.1.1 研究目的

本研究では、FSP時に発生する摩擦による温度履歴を積極的に制御して溶体化処理として利用することで、攪拌に伴う塑性流動に起因した組織制御と摩擦熱による溶体化処理の複合効果により機械的性質の飛躍的な向上を目指した。この一連の研究において本章では、FSP時に付与される温度履歴が材料特性に及ぼす影響を調べ、温度履歴を溶体化処理として利用する可能性を検討した。

これまでの研究により、FSP時に発生する摩擦熱は固相線直下の高温にまで達し、溶質元素の拡散・固溶を促進させる状況が明らかとなっている<sup>1)</sup>。このことから、FSP時の摩擦熱を積極的に制御することが可能であれば、摩擦熱を溶体化処理として利用することが可能であると推測される。一般的に実施されるFSPでは、回転するツールを供試材に押し当てながら移動させることで広範囲にわたって組織制御を図るが、ツールの移動に伴い供試材の温度は時々刻々と変化する。一方、摩擦熱を溶体化処理として利用することを考えた場合、供試材に対して溶体化処理の効果が得られるような温度履歴(2.5節の結果を参照すると、昇温速度が40°C/s、温度が560°C、保持時間が3min)を摩擦熱によって供試材に付与する必要がある。それと同時に攪拌による組織制御の効果をj得るためには、溶体化処理の効果が得られる温度履歴の付与後に攪拌を行うことが最も効果的であると予想される。以上の状況を勘案すると、温度履歴の付与と攪拌を独立して制御するFSP装置が必要となる。

そこで、本章では始めに温度履歴の付与と攪拌による組織制御を独立して制御可能なFSP装置の製作を行った。製作したFSP装置を用いて、FSPを実施した際の温度履歴の付与状況の確認した。加えて、FSPに伴うマイクロ組織変化や機械的性質の調査を通じて、FSPに伴うマイクロ組織や機械的性質の変化に関する基礎データを収集した(4.2節)。その後、FSP時の温度履歴を様々に変化させた際のマイクロ組織、特にMgやSiの存在状態や機械的性質(硬さ)を調べることで、FSP時の温度履歴を溶体化処理として利用する可能性を検討した(4.3節)。また最後に、本研究を通じて明らかとなった課題および展望に関して述べる。

### 4.2 FSP装置の製作および予備検討

本節では、始めに攪拌による組織制御と摩擦熱の付与を独立して制御可能なFSP装置の製作について検

討した。その後、製作した FSP 装置を用いて FSP を実施した場合における摩擦熱による試験片への温度履歴の付与状況を調べた。加えて、FSP 後の試験片のマイクロ組織観察および機械的性質の調査を通じて、FSP に伴うマイクロ組織や機械的性質の変化に関する基礎データを収集した。また、FSP 時の摩擦熱を溶体化処理として利用するためには、高温保持後の急冷が必須である。そのため、本研究では FSP 後の試験片を水冷することで急冷を実現し、その際のマイクロ組織や機械的性質の調査を通じて、急冷の効果に関して検討を加えた。

#### 4.2.1 FSP 装置の製作

FSW(FSP)装置は、現在までに多くの企業により開発・実用されている<sup>2)</sup>。しかしながら、第1章で述べたように FSW(FSP)は、回転するツールを試験片に押し当てながら所定の範囲を移動させるという作業により実現されるため、FSW(FSP)を実験室レベルで実施する場合は、汎用の縦型フライス盤やマシニングセンターが流用される傾向にある<sup>3),4)</sup>。縦型フライス盤やマシニングセンターを流用した場合、①工具チャック部に試験片を攪拌するツールをセットする、②ツールを回転させた状態で試験片に押し当てる、③試験片を固定したステージを移動させるという比較的簡単な作業により FSP が実現可能である。一方本研究では、FSP 時の摩擦熱を溶体化処理として利用することで、組織制御と溶体化処理の複合効果により機械的性質の飛躍的な向上を目指している。この目標を達成するためには、FSP 時に発生する摩擦熱を意図的に制御する必要があり、FSP を実施する上で以下の項目が要求されると考えた。

##### 1. 温度履歴の付与

FSP 時の摩擦熱によって溶体化処理の効果が得られる温度履歴を試験片に付与する必要があり、具体的には第3章で明らかにした 560°C で 3min 保持するという温度履歴(正確には、昇温速度: 40.0°C/s の場合)が指標である。前述のように、一般的に実施される FSP では組織制御範囲を拡大するためにツールの移動を伴うが、ツールの移動は試験片の温度に対して顕著に影響し、摩擦熱の発生部位であるツールと試験片の接触部からの距離が増大することに伴いその位置の温度は明瞭に低下する<sup>5)</sup>。つまり、FSP 時に試験片を任意の温度で保持するためには、ツールは試験片に対して移動させない状況が望ましいと言える。加えて、溶体化処理の効果をj得るためには高温保持直後の急冷が必須である状況を勘案しても、ツールは移動させず試料が高温である状態で急冷する方が望ましい。

##### 2. 攪拌と温度履歴の付与の独立制御

組織制御が実現される FSP 時間(ツールと試験片が接触している時間)と溶体化処理の効果が得られる FSP 時間は、一致しないと予想される。その理由としては、A356 合金に対する FSP に関する Ma ら<sup>6)</sup>の報告ではツール回転速度が 900rpm、ツール移動速度が 102~203mm/min の条件下で FSP を施した場合でも、ツールが通過した箇所は十分な組織制御が実現されているのに対して、溶体化処理の効果をj得るためには

560°C-3min の温度履歴が必要と予想される。つまり、組織制御に要する FSP 施工時間は数秒であることに對して、溶体化処理は数分程度を要すると解釈される。560°C-3min の温度履歴を与える FSP (具体的には、摩擦熱により試験片を 560°C まで加熱し、同温度で 3min 間保持されるように攪拌を継続する) を施した場合、攪拌初期に塑性流動により微細化した  $\alpha$ -Al 相や共晶 Si 粒子は高温における滞留時間の増大に伴い粗大化し、組織制御の効果が薄れる状況が懸念される。組織制御と溶体化処理の効果を同時並行的に取得するためには、目標温度履歴の付与後に攪拌を行うことが最も効果的であると予想され、温度履歴の付与と攪拌を独立して行う機構を備えた FSP 装置が必要となる。

以上に述べた要求、特に 2.攪拌と摩擦熱の付与の独立制御を満たすためには、縦型フライス盤を流用することは困難であると判断し、本研究では FSP 装置の自作を検討した。装置製作に関しては、①ツールの移動機構は設けない、②主に攪拌を行うプローブがツールから出入りする機構を備えた装置の実現を目指した。ツールの移動を伴わない FSP では組織制御領域が狭い範囲に限定されるが、鋳物のねじ部や他部品との結合部など局所的に強度が必要な箇所に対しては、本 FSP の適用が有効であると考えられる。本研究では、上述のような箇所に対する局所的な改質を当面の目標として設定した。

## 4.2.2 FSP 装置の構成および仕様

図 4.2.1 に製作した FSP 装置の構成の概要、表 4.2.1 に各機器の仕様を示す。本 FSP 装置は、ツールが付属したメインシャフトを回転させるモータ、モータの回転数を制御するインバータ、FSP 中の試験片に負荷される荷重を測定するロードセル、ロードセルからの出力を増幅させる動ひずみ計および FSP 中の試験片に対する負荷荷重ならびに試験片温度を記録するデータロガーから構成される。図 4.2.2 に FSP 装置本体を示す。FSP 装置本体にはモータが設置されており、モータの回転を V ベルトとプーリーを用いてツールが付属したメインシャフトに伝達する。ツールの直下には、試験片を固定するジグが設置されている(図 4.2.2(a))。ジグにより固定された試験片は、試験片昇降ユニット下部のねじをハンドルにより手で回転させることで上下動する(図 4.2.2(b))。本 FSP 装置では、ツールを回転させた状態で試験片昇降ユニットを上昇させて、試験片をツールに押し当てる方式で FSP を実施した。FSP 中の試験片温度は熱電対を用いて測定しており、測定した温度はデータロガーでリアルタイム表示および記録を行った。試験片の下にはロードセルを設置しており、ロードセルからの電気信号を動ひずみ計により増幅した後にデータロガーに記録した。データロガーに記録した電気信号は PC に抽出した後に荷重に変換した。なお、データロガーのサンプリング間隔は 0.2s に設定した。

図 4.2.3 にはツール内部の断面の様子を模式的に示した。ツールとプローブは独立した部品であるが、回転が同期する構造となっている。プローブ上部にはサブシャフトが付属しており、サブシャフトはベアリングを介して回転を遮断している。またサブシャフトは、メインシャフト内部を通っており(メインシャフトは

中空軸), 装置上部に固定されている. 装置上部側のサブシャフトの端部にはレバーが設置されており(図 4.2.2 参照), このレバーを回転させることでサブシャフトは上下動し, それに連動してプローブも上下動する(図 4.2.2(a)参照). この機構により, 回転するツールからプローブを出入りさせることが可能である. また, ツール材やツールおよびプローブ形状は様々な適用例が報告されているが<sup>7)</sup>, 本研究では Al 合金に対する適用例が多い SKD61 をツール材として採用し, ツールホルダー径は 15mm に設定した. また, プローブには M6 のねじを切った SKD61 を用いた.

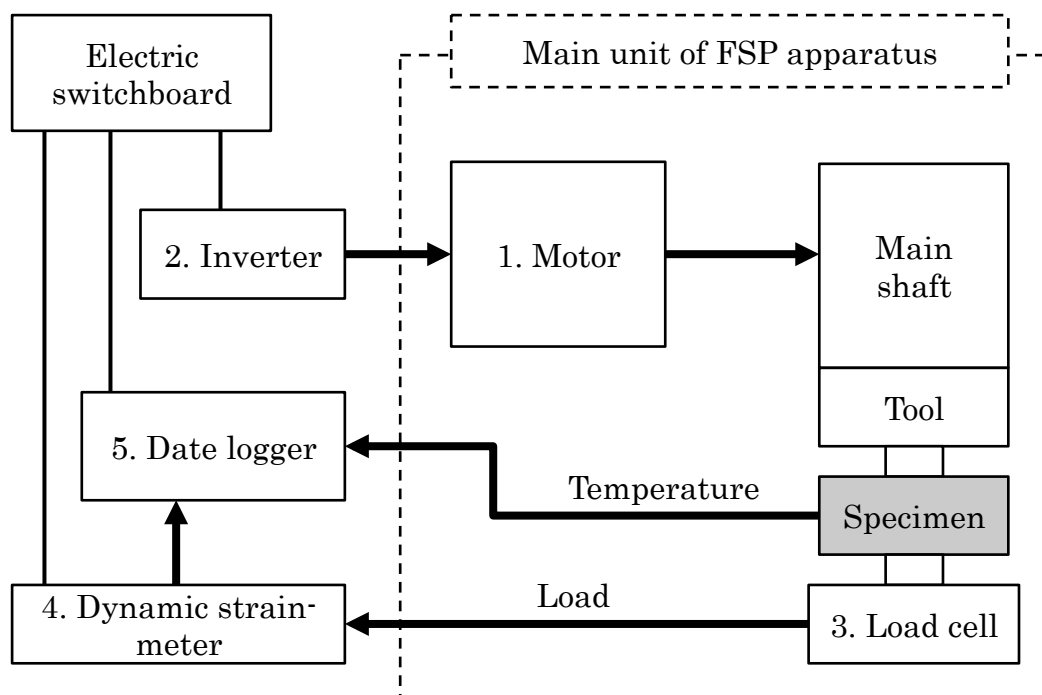


図 4.2.1 FSP 装置の構成の概要

表 4.2.1 FSP 装置の仕様

No.	機器	メーカー / 型番
1	モータ	東芝産業機器システム(株) / 東芝モートル(2.2kW)
2	インバータ	東芝産業機器システム(株) / VF-S15
3	ロードセル	(株)エー・アンド・デイ / CMX-500L
4	動ひずみ計	共和電業(株) / DPM-600
5	データロガー	(株)チノー / CR2010



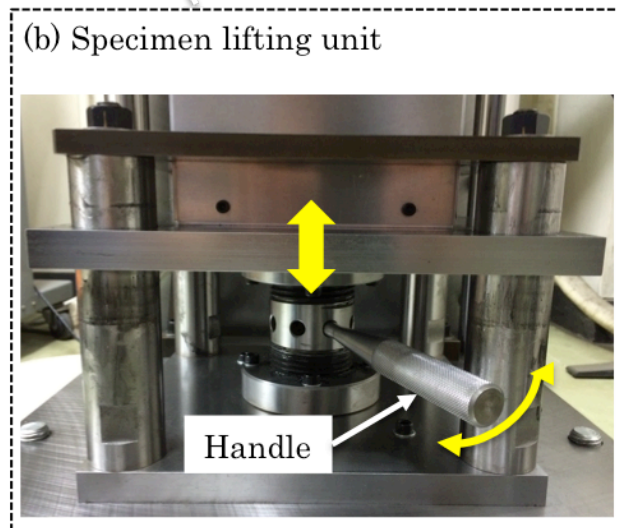
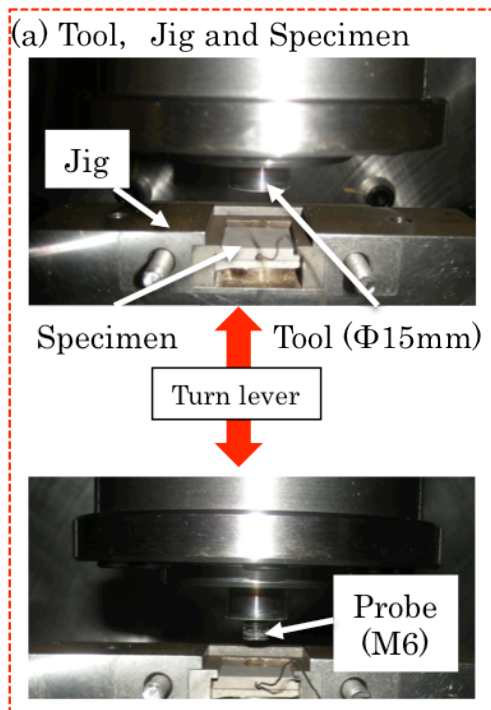
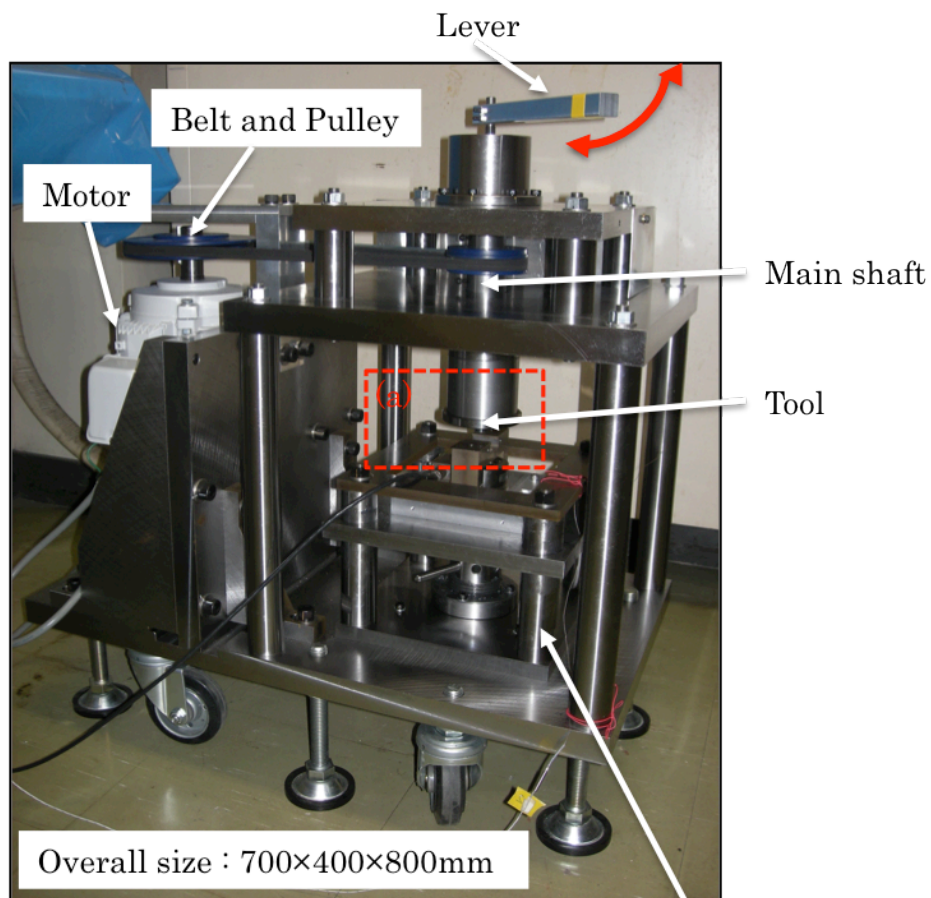


图 4.2.2 FSP 装置本体

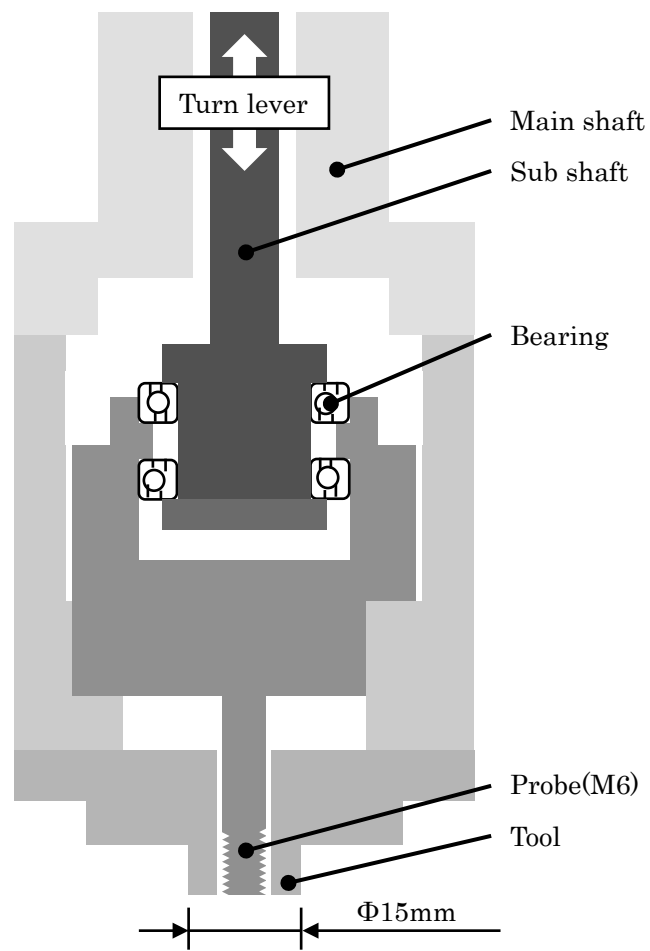


図 4.2.3 ツールの内部構造

### 4.2.3 温度履歴付与状況の調査

本項では、製作した装置を用いて FSP を実施した際の摩擦による試験片への温度履歴の付与状況を調べた。加えて、FSP 後の試験片のマイクロ組織観察および機械的性質の調査を通じて、FSP に伴うマイクロ組織や機械的性質の変化に関する基礎データを収集した。

#### 4.2.3.1 実験試料および方法

実験試料は、AC4CH 合金(JIS 舟金型鋳造材)を使用した。鋳造に先立ち、Ar ガスによる脱ガス処理が施された。同時に Sr 添加により共晶 Si 粒子の改良処理が施された。その化学組成の分析結果(平均値)を表 4.2.2 に示す。図 4.2.4 に示すように、インゴットから 20mm×20mm×3mm の板状試験片を機械切削およびワイヤー放電加工により採取し、20mm×3mm の面の中央に熱電対を挿入するための穴(直径が 0.6mm、深さが 5mm)を設けた。

図 4.2.5 に試験片を試験片固定ジグに設置した様子を示す。試験片の断熱を図るために、試験片の側面は SUS304 製のジグにより固定し、底面には断熱シートを設置した。FSP は、ツール回転速度を 2280rpm に設定して、プローブはツールに収納した状態(ツールの試験片接触面とプローブの先端面がほぼ同一の高さ)で実施した。試験片の 20mm×3mm の面の中央に熱電対(K-type, シース径: 0.5mm)を深さ 5mm の位置まで挿入し、FSP 中の試験片温度を測定した。試験片下部に設置したロードセルにより、試験片をツールに押し付ける荷重(以降、押付荷重と称す)を測定して、FSP 中の試験片温度と押付荷重の対応関係を調べた。また本項では試験片に付与する目標温度履歴として、①昇温速度が 40°C/s 程度(第 2 章の誘導加熱を用いた模擬試験における昇温速度)、②500°C 以上に昇温、③500°C 以上の温度で 20s 程度の保持の 3 条件を設定した。なお、本装置を用いた FSP では、データロガーにリアルタイム表示される熱電対の温度(試験片温度)を確認しながら、押付荷重を逐次調節することで、試験片の昇温ならびに高温保持を行った。また、高温保持に際しては装置の安全性(具体的には、本装置では最大押付荷重を 100kgf に設定して設計を行ったため、押付荷重が 100kgf を超えないよう)に配慮しつつ、保持中の温度を可能な限り上昇させることを意識して押付荷重を負荷した。

図 4.2.6 に実験工程の概略を示す。試料の固溶・析出状態を推定するために、FSP 後に室温で 48 時間放置した後に導電率測定を行った。導電率測定には、日本ホッキング株式会社製のデジタル導電率計 AutoSigma2000 を用いて、#1200 のエメリー紙で研磨した試験片底面のおよそ中心部を測定した。導電率の測定後は図のように試験片を分割し、その断面について光学顕微鏡を用いたマイクロ組織観察および硬さ試験を実施した。硬さ試験には、株式会社明石製作所のマイクロビッカース高度計を使用して、押し込み荷重が 0.98N (100gf)、保持時間が 15s の条件下で実施した。

表 4.2.2 AC4CH 合金の化学組成 (mass%)

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	Sr(ppm)	Al
Sample	7.4	0.11	<0.01	0.01	0.34	<0.01	0.12	104	bal.

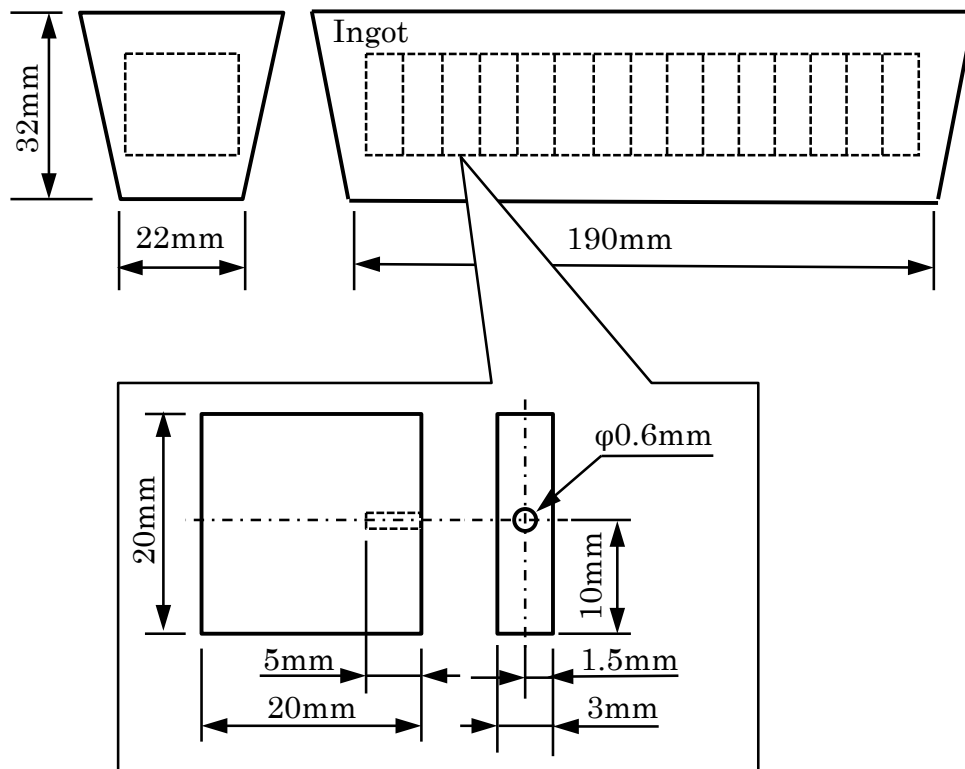


図 4.2.4 試験片採取の概略図

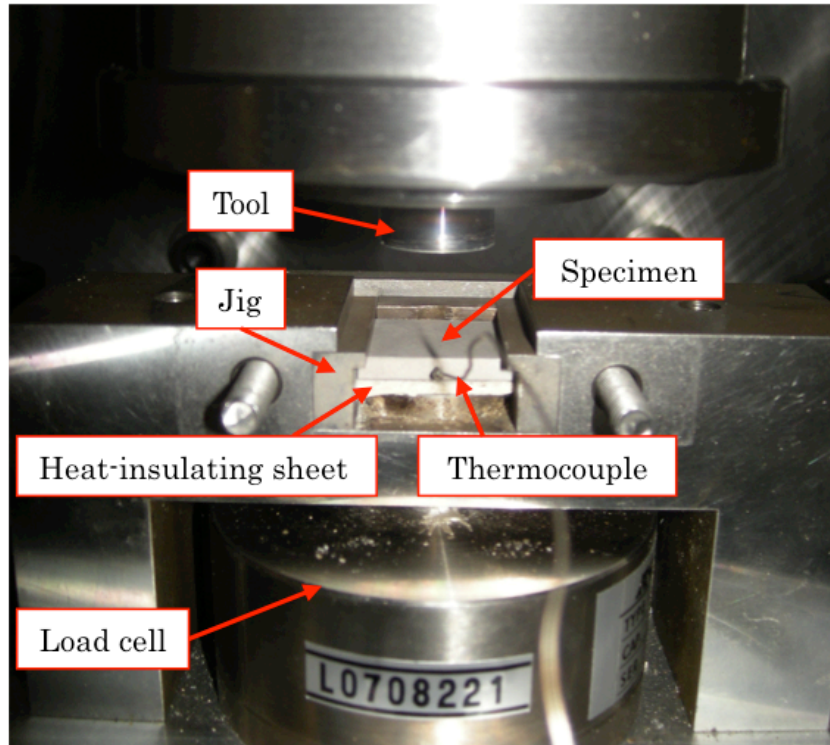


図 4.2.5 試験片設置の様子

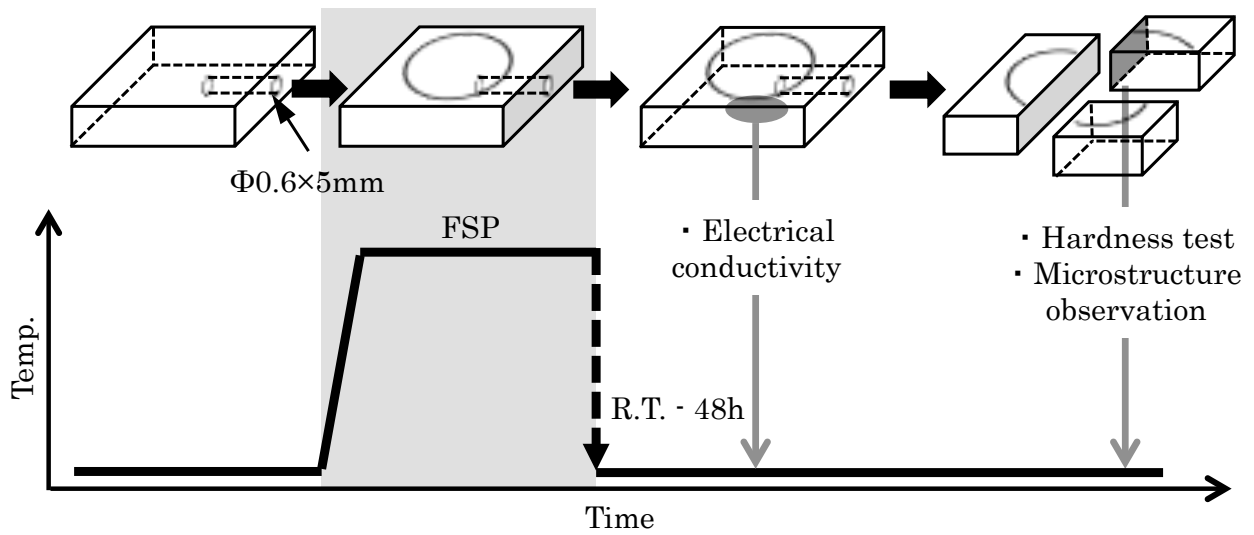


図 4.2.6 実験工程の概略図

#### 4.2.3.2 実験結果および考察

##### ● 温度履歴

FSP 時の試験片温度ならびに押付荷重の履歴を図 4.2.7 に示す。試験片をツールに押付けると同時に試験片温度は上昇し、押付荷重の増大に伴い試験片温度が上昇する状況が確認された。50℃から 500℃に至るまでの間の昇温速度を算出した結果、およそ 39℃/s であり目標の 40℃/s に極めて近い昇温速度が得られた。試験片温度が 500℃に到達した時点から、温度が一定なるように押付荷重の負荷を調節した結果、顕著な温度変動は確認されず比較的安定した高温保持が実現された。このときの負荷荷重はおよそ 70~80kgf であった。押付荷重の除荷後は、試験片が空冷されることに起因して温度が指数関数的に低下した。また、除荷後の荷重が負の値を示しているが、これはロードセルの温度上昇に起因した現象と判断している。FSP 時の温度履歴の再現性を確認するために、同様の実験を 6 回実施した際の試験片の温度履歴を図 4.2.8 に示す。なお、図では試験片温度が 50℃に達した時点を X 軸の原点(0s)とするように各データを X 軸に対してオフセット表示している。昇温過程に注目すると、6 回の実験を通して昇温速度の差異が顕著に示され、各データの 50℃から 500℃の間の昇温速度を算出した結果、27~47℃/s 程度と変動が大きい状況が確認された。図 4.2.8 で示した温度履歴の昇温過程を拡大した図を図 4.2.9 に示す。No.2 および No.6 では、試験片温度が 50℃に達した後 5s 以内に 400℃以上まで上昇するのに対して、No.1 および No.5 では 5s の時点で試験片温度は 200℃以下であった。各データの昇温曲線の平均値を算出し、その平均値と各データの差分を求めた結果を図 4.2.10 に示す。5s に至るまでは、平均値と各データの温度差が+側と-側に拡大し、5s 以降では温度差が縮小する傾向が確認された。また、6 回の実験の最大温度差は、4.8s の時点で約 272℃であった。以上を示された昇温過程における顕著な温度差は押付荷重に関連する現象と考えられた。図 4.2.11 には、昇温過程における押付荷重の履歴を示した。試験片温度が早期に急上昇する No.2 および No.6 では、昇温過程の早期において押付荷重が突発的に急上昇する状況が確認された。また、図 4.2.12 には昇温過程における押付荷重と試験片温度の時間微分値の変化を示した。図から明らかなように、押付荷重の変動と試験片温度の変動は対応しており、急激な荷重変動の直後に温度上昇が生じる様子が確認された。以上の検討から、昇温過程における試験片温度と押付荷重の間には密接な対応関係が存在することが確かめられ、荷重の急激な増大に連動して試験片温度が上昇する状況が明らかとなった。また図 4.2.12 から理解できるように、急激な荷重変動の規模や発生するタイミングは実験ごとに異なっており、その再現性は低いと言える。この点に関して検討するために、急激な荷重変動の原因を推察した。図 4.2.13 には、FSP 後の試験片およびツールの表面状態を示した。試験片表面には、回転するツールが押付けられたことによって生成した円形の摩耗痕が観察された。また、ツール表面には試験片の素材が溶着した様子が観察された。これらの様子から、FSP 中では試験片素材がツールに溶着し、その溶着物がツールから剥離するという工程を繰り返す状況が推測される。溶着物が剥離した際には、ツールと試験片の間にかみ込む状況が発生すると考えられ、その場合、押付荷重の急激な増大をもたらすと考えられる。同時に、溶着物のかみ込みは試験片に対して瞬間的に巨大な

塑性変形を与える状況が示唆され、塑性変形する部位では急激な温度上昇が生じると推測される。以上のようであれば、急激な荷重の増大と試験片温度の上昇との対応関係が説明可能と思われる。また、ツール溶着物の剥離が生じるタイミングは試験片やツールの表面状態に依存すると考えられ、これらの表面状態が実験の都度異なるため、急激な荷重変動の発生タイミングに再現性が得られないと推測される。実験を行う上では昇温過程の再現性は確保される状況が望ましいが、上記の原因で生じる急激な荷重増大は抑制もしくは制御することが困難であると判断した。次に、保持過程に関して述べる。図 4.2.8 に示した温度履歴の保持過程を拡大した様子を図 4.2.14 に示す。各実験における保持中の試験片の最大到達温度は 518~530℃であった。今回の実験では、保持中の試験片温度を可能な限り上昇させることを意識して押付荷重を負荷したが、試験片を 530℃以上に昇温させることは困難であった。その理由としては、次のことが考えられる。図 4.2.13 に示したように、試験片素材のツールへの溶着が発生するという事は、摩擦熱の発生部近傍では試験片温度は固相線温度(本供試材の場合、約 570℃)程度にまで昇温していると考えられる。しかしながら、固相線温度程度まで昇温した箇所は著しく軟化するため、ツールによって削り取られると推測される。つまり、試験片とツールの接触面では、発熱と同時に熱源が奪われるような状況となる。そのため、試験片温度はある一定の温度(今回の実験では 530℃)以上に昇温させることが困難だったと考えられる。第 2 章において明らかにしたように、数分程度の短時間の保持で溶体化処理の効果を得るためには、試験片温度が 560℃で保持する必要があるが、この温度が FSP における指標であったが、熱電対を挿入した位置の温度は最大で 530℃程度と指標と比較して 30℃程度低かった。しかしながら、上述のように摩擦熱の発生部近傍では固相線温度程度の温度が得られていると考えられ、その領域においては溶体化処理の効果が期待される。また、図 4.2.15 には、保持過程(試験片温度が 500℃以上の範囲)における試験片温度と押付荷重の時間積分値の関係を示した。図から明らかなように、試験片温度と押付荷重の時間積分値の間には比較的良好な相関関係が認められた。つまり、大きな荷重を長時間負荷するほど試験片は高温で保持される状況が示唆される。

以上の検討を通じて、製作した FSP 装置を用いて FSP を実施した際の試験片に付与される温度履歴が明らかとなり、具体的には、①昇温速度は 27~47℃/s 程度、②500℃以上で温度保持が可能、③最大到達温度は 518~530℃程度であった。押付荷重と試験片温度の対応関係を調べた結果、両者の間には密接な関係があり、昇温過程では、急激な押付荷重の増大に伴い試験片温度が著しく上昇する傾向が確認された。これは、剥離したツール溶着物のかみ込みに起因する現象と推測された。剥離したツール溶着物のかみ込みは、発生の規模やタイミングが実験の都度異なるために、昇温過程の再現性が得られないと判断された。保持過程においては、試験片温度の時間積分値と押付荷重の時間積分値の間に較的良好な相関関係が確認され、試験片に対して大きな荷重を長時間負荷するほど大きな発熱量が得られる状況が示唆された。

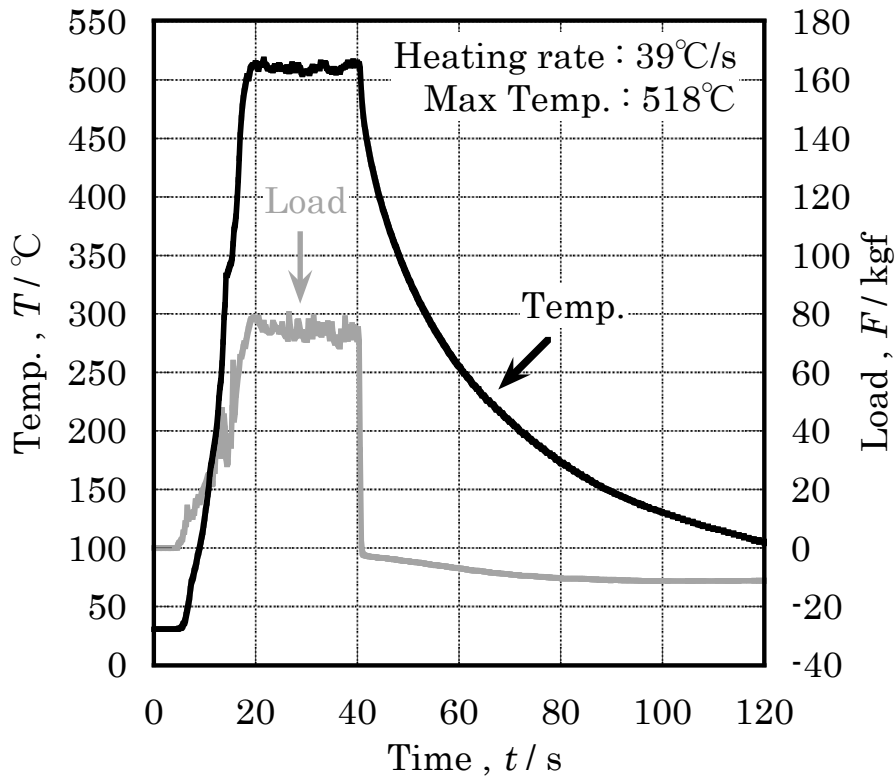


図 4.2.7 FSP 時の試験片温度および押付荷重の履歴

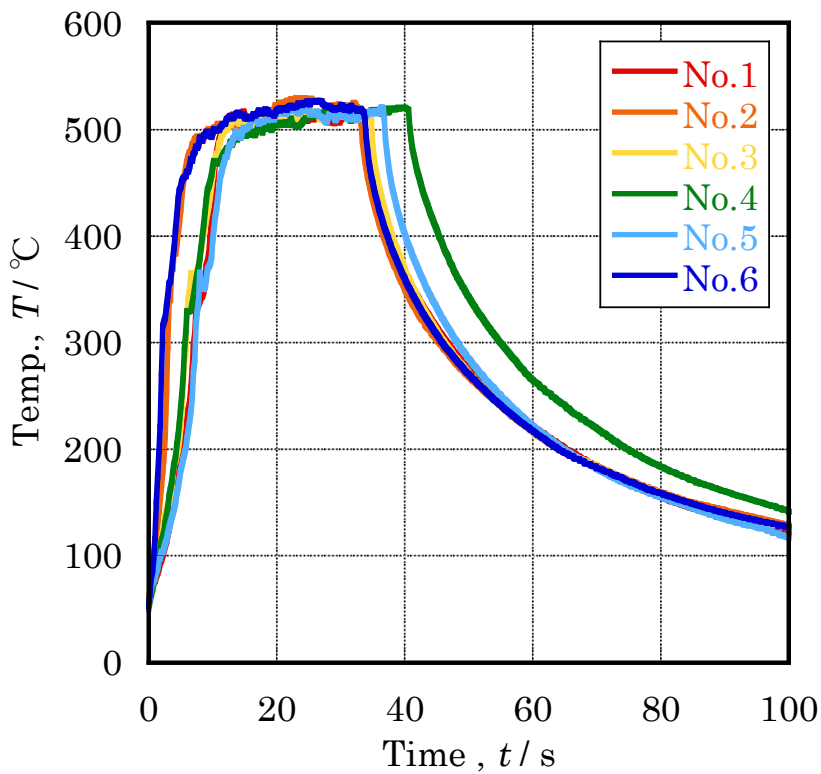


図 4.2.8 FSP 時の試験片の温度履歴



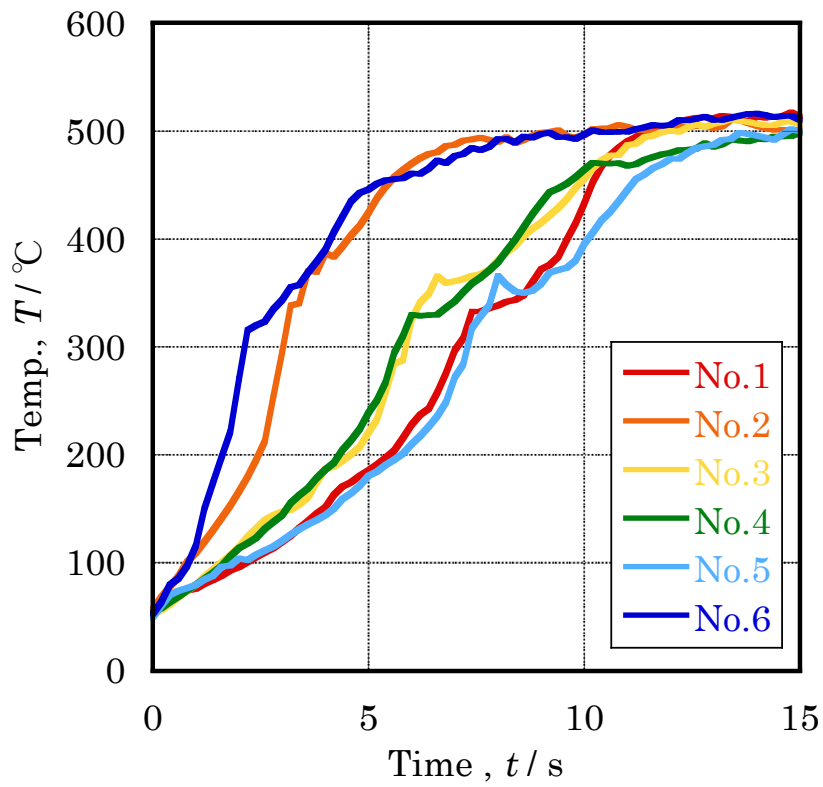


図 4.2.9 昇温過程の温度履歴

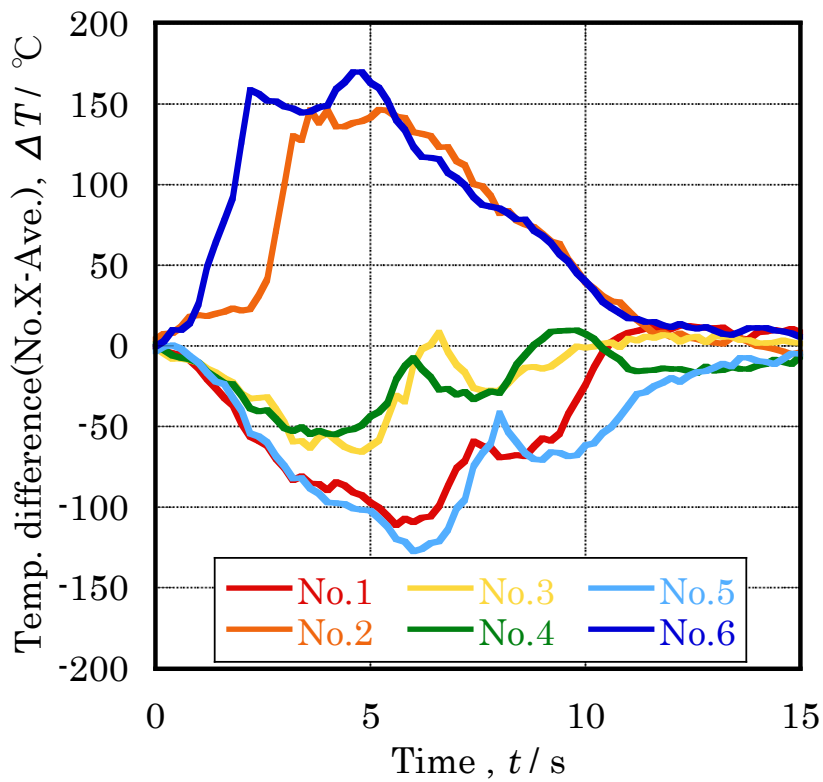


図 4.2.10 昇温過程における試験片間の温度差

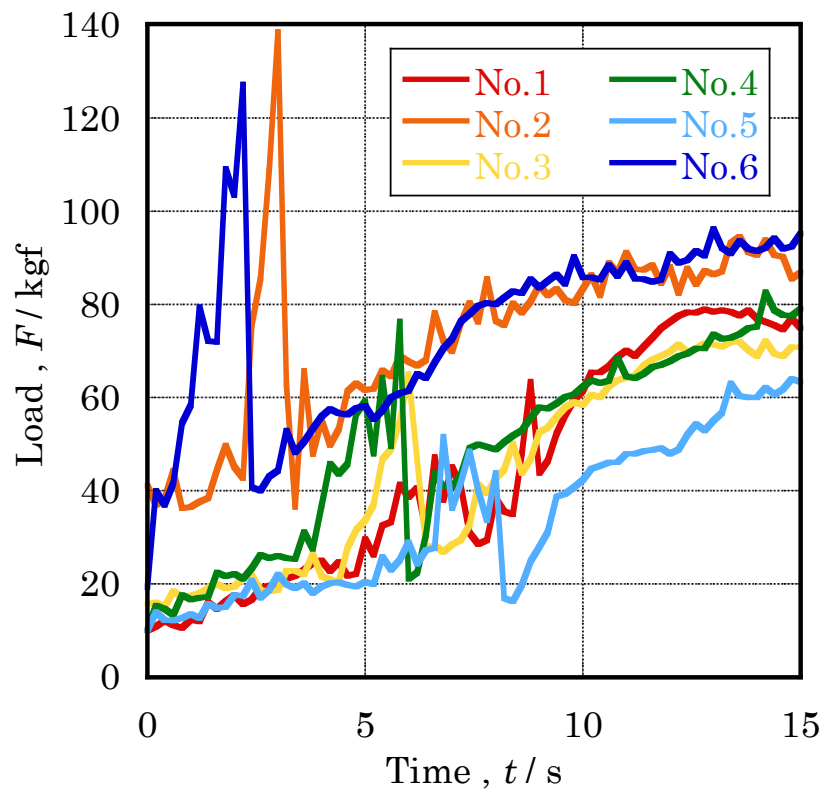


図 4.2.11 昇温過程における押付荷重の履歴

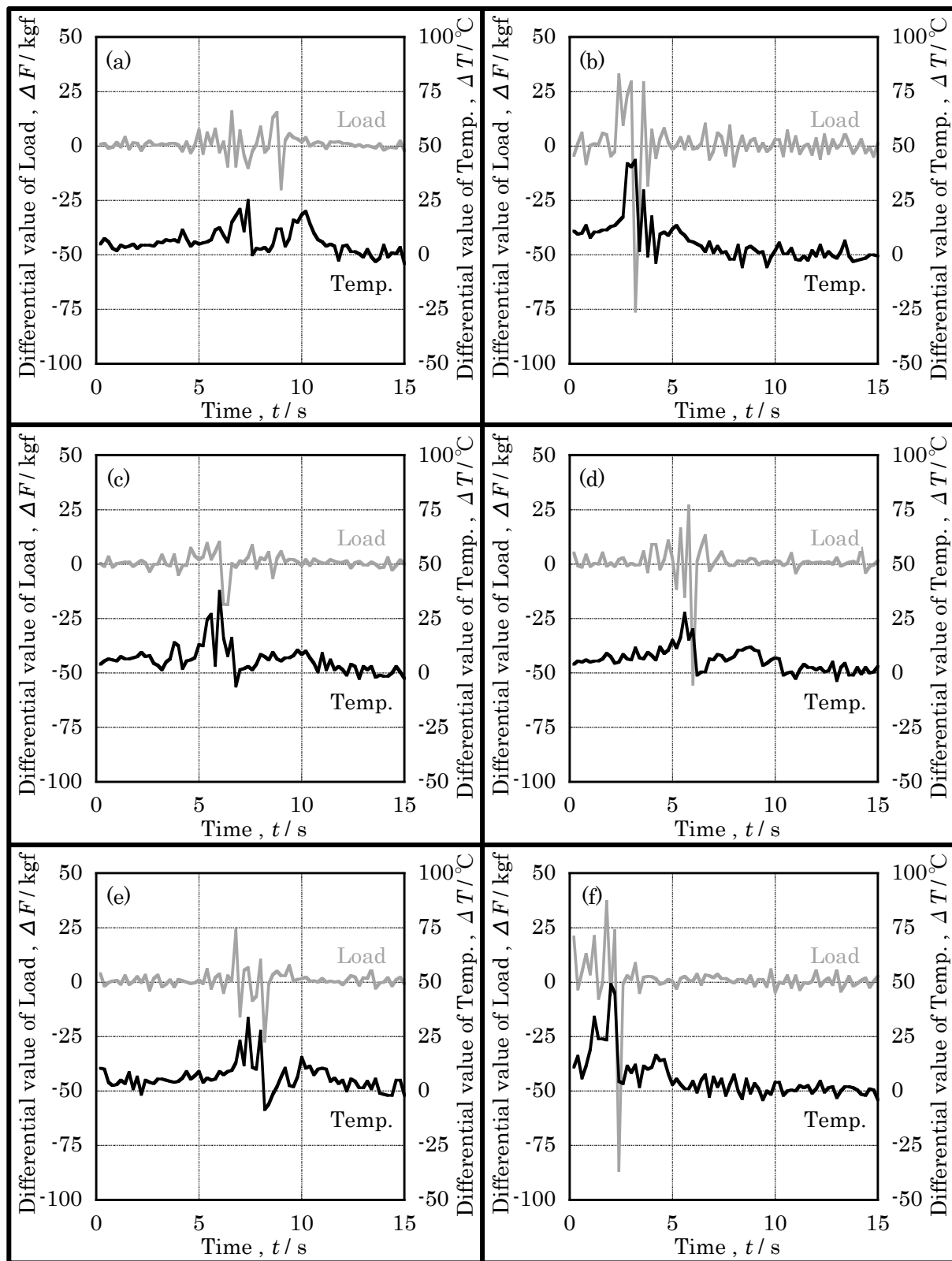
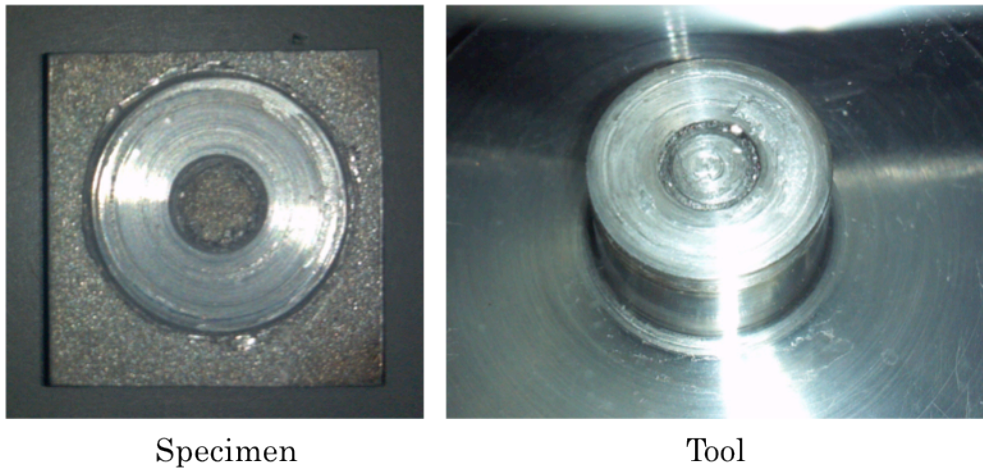


図 4.2.12 昇温過程における押付荷重と試験片温度の微分値. (a) : No.1, (b) : No.2, (c) : No.3, (d) : No.4, (e) : No.5 および (f) : No.6.



Specimen

Tool

図 4.2.13 試験片およびツールの表面状態

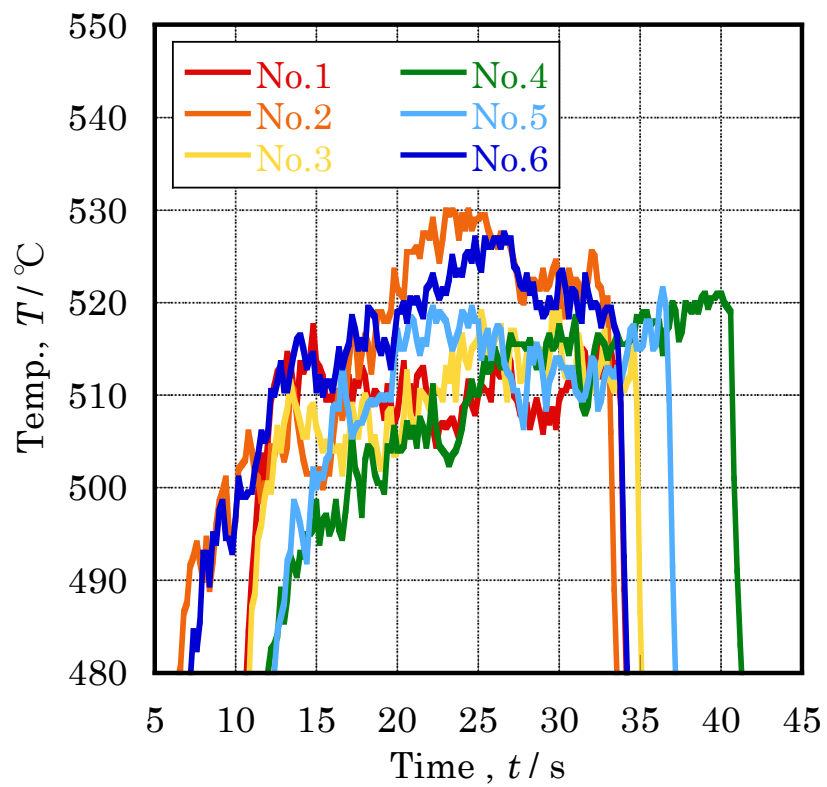


図 4.2.14 保持過程における温度履歴

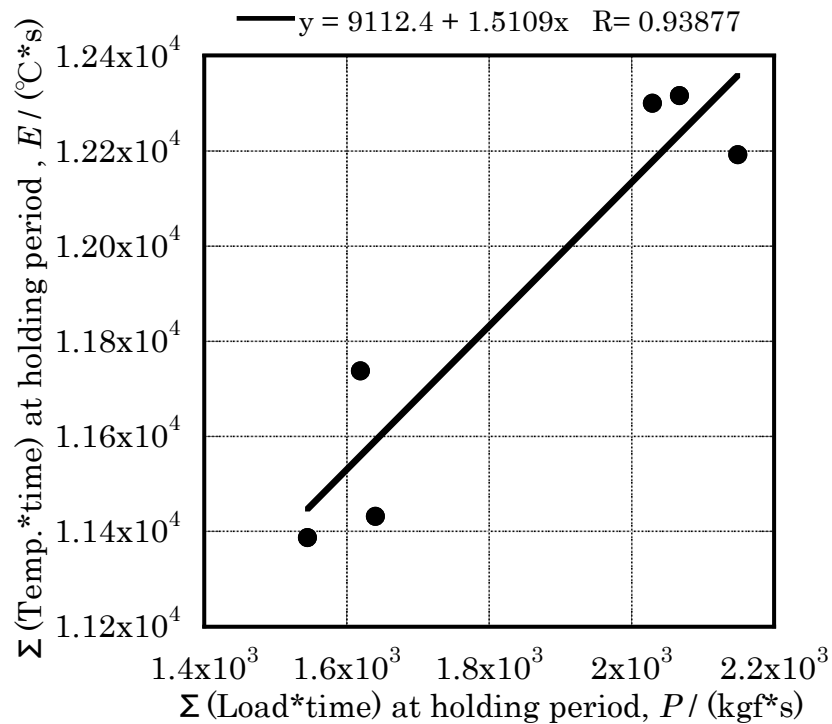


図 4.2.15 保持過程における試験片温度と押付荷重の時間積分値の関係

- FSP がマイクロ組織および機械的性質に及ぼす影響

ここでは、FSP による攪拌や温度履歴がマイクロ組織および機械的性質に及ぼす影響を調べた。具体的には、攪拌組織の観察、導電率測定、硬さ試験を通じて FSP に伴うマイクロ組織および機械的性質の変化に関する基礎データの取得を行った。なお、マイクロ組織観察や機械的性質の評価は、基本的には図 4.2.8 に示した温度履歴が得られた試験片について実施した(一部に異なる試験片のデータも参考として示すが、詳細はその都度説明する)。

はじめに、マイクロ組織に関して述べる。図 4.2.16 には FSP 後の試験片(No.1)の断面組織を示した。巨視的に見ると、ツールとの接触部は僅かに陥没しており、試験片が摩耗した状況が確認される。また、ツール外周部ではバリが発生していた。微視的に観察すると、図中に示したように FSP 後の試験片のマイクロ組織は 4 つの領域に大別され、本研究ではそれぞれ①攪拌部(SZ)、②熱加工影響部(TMAZ)、③熱影響部(HAZ)および④黒色部(Dark Zone : DZ)と定義した(①~③は第 1 章で述べた一般的な定義に従った)。①の攪拌部では攪拌に伴う塑性流動に起因して初晶  $\alpha$ -Al 相のデンドライト形状は完全に消滅し、共晶 Si 粒子が組織中に均一に分散する状況が確認された。また、攪拌部は試験片の板厚方向に対して周期的に波打つように存在しており、ツール内部に収納していたプローブの直下においても塑性流動の影響が確認された。②の熱加工影響部では、塑性流動によって初晶  $\alpha$ -Al 相が伸長したような状態を示しており、共晶 Si 粒子が疎密に分布

する状況が観察された。また熱加工影響部は、攪拌部と連動するように試験片の板厚方向に対して周期的に波打つように存在した。③の熱影響部では、初晶  $\alpha$ -Al 相はデンドライト形状を示しており、共晶 Si 粒子の大きさおよび形状も鑄放し材と同等であった。④の黒色部は、ツール外周部のみに存在しており初晶  $\alpha$ -Al 相のデンドライト形状は完全に消滅し、著しく微細な粒子が高密度に存在する状況が確認された。また、以上に述べた FSP に伴うマイクロ組織変化は、篠田ら<sup>8)</sup>の報告するアルミニウム合金鑄物(AC2B)に対してプローブを付属しないツールで実施した FTMP(Friction Thermomechanical Process, FSP に類似した表面改質方法)におけるマイクロ組織変化と良く合致していた。また、FSP により得られたマイクロ組織各部に関して、画像処理を用いて共晶 Si 粒子の大きさや形状の定量的評価を試みたが、攪拌部では粒子が極めて微細であるために、これまで実施してきた光学顕微鏡画像に対する画像処理では粒子を適切に評価することができなかった。この点に関しては、攪拌部で確認されるような極めて微細な粒子の性状(大きさ、形状および分散状態)を定量的評価する手法の確立が今後の課題と考えている。(ちなみに、SEM(日本電子：JSM-6500F, 加速電圧：15kV)を用いて共晶 Si 粒子を観察した結果を図 4.2.17 に示す。なお観察した試料は、後述の 4.3 節における FSP 条件が 520°C-3min の試料であり、機械研磨により鏡面に仕上げた試験片を HCl：15ml, HF：10ml および蒸留水：90ml の試薬に 15 分間浸し、Al 母相を選択腐食した状態で観察した。攪拌の影響を受けていない熱影響部(③HAZ)では、共晶 Si 粒子は細長い多面体の形状を有している。攪拌の影響を多少受けた熱加工影響部(②TMAZ)では、粒子は多面体形状を有するが熱影響部と比較するとアスペクト比が低い粒子が多い状況であった。攪拌の影響を顕著に受けた攪拌部(①SZ)では、熱加工影響部および熱影響部と比較すると粒子は著しく微細粒状であり、その直径は $\sim 5\mu\text{m}$  程度であった。また黒色部(④DZ)では、攪拌部よりも粒子は微細粒状(直径が $\sim 3\mu\text{m}$  程度)であり、粒子の数密度が極めて大きい状況であった。)

図 4.2.16 では、FSP 後の試験片の 1 つしか例示しなかったが、その他の試験片についても同様にマイクロ組織観察を実施しており、試験片とツール接触面からの攪拌部および熱加工影響部の到達深さは試験片ごとに差異が生じる状況が確認された。これは押付荷重に関連する現象と考えられた。この点を確認するために、攪拌部および熱加工影響部の深さと押付荷重の相互関係を調べた。図 4.2.18 に、試験片とツール接触面からの攪拌部(SZ)および熱加工影響部(TMAZ)の到達深さを測定した結果を示す。図中に模式的に示すように、攪拌部(SZ)および熱加工影響部(TMAZ)の到達深さの測定は 1 つの試験片について 4 ヶ所実施し、それぞれ試験片側面(ジグで固定される面)から、2.5mm(ツール外周部に相当)、4.75mm(ツール接触面の中心に相当)、7mm(ツール接触面の内周に相当)および 9mm(プローブ直下に相当)を測定した。いずれの試験片においても、ツールの軸方向に向かって攪拌部および熱加工影響部の深さが増大する傾向が確認された。各試験片における攪拌部(SZ)および熱加工影響部(TMAZ)の深さの測定した 4 ヶ所の平均値と FSP 時の最大押付荷重との関係を図 4.2.19 に示す。最大押付荷重の増大に伴い攪拌部(SZ)および熱加工影響部(TMAZ)の深さの平均値は増大する傾向が確認され、特に最大押付荷重と熱加工影響部の深さとの間に優れた相関関係が示された。このことから、押付荷重の増大に伴い塑性流動を生じる範囲が拡大する状況が示唆される。以上の検討から、

攪拌部および熱加工影響部の深さと FSP 時の最大押付荷重との間には密接な関係があることが明らかとなった。

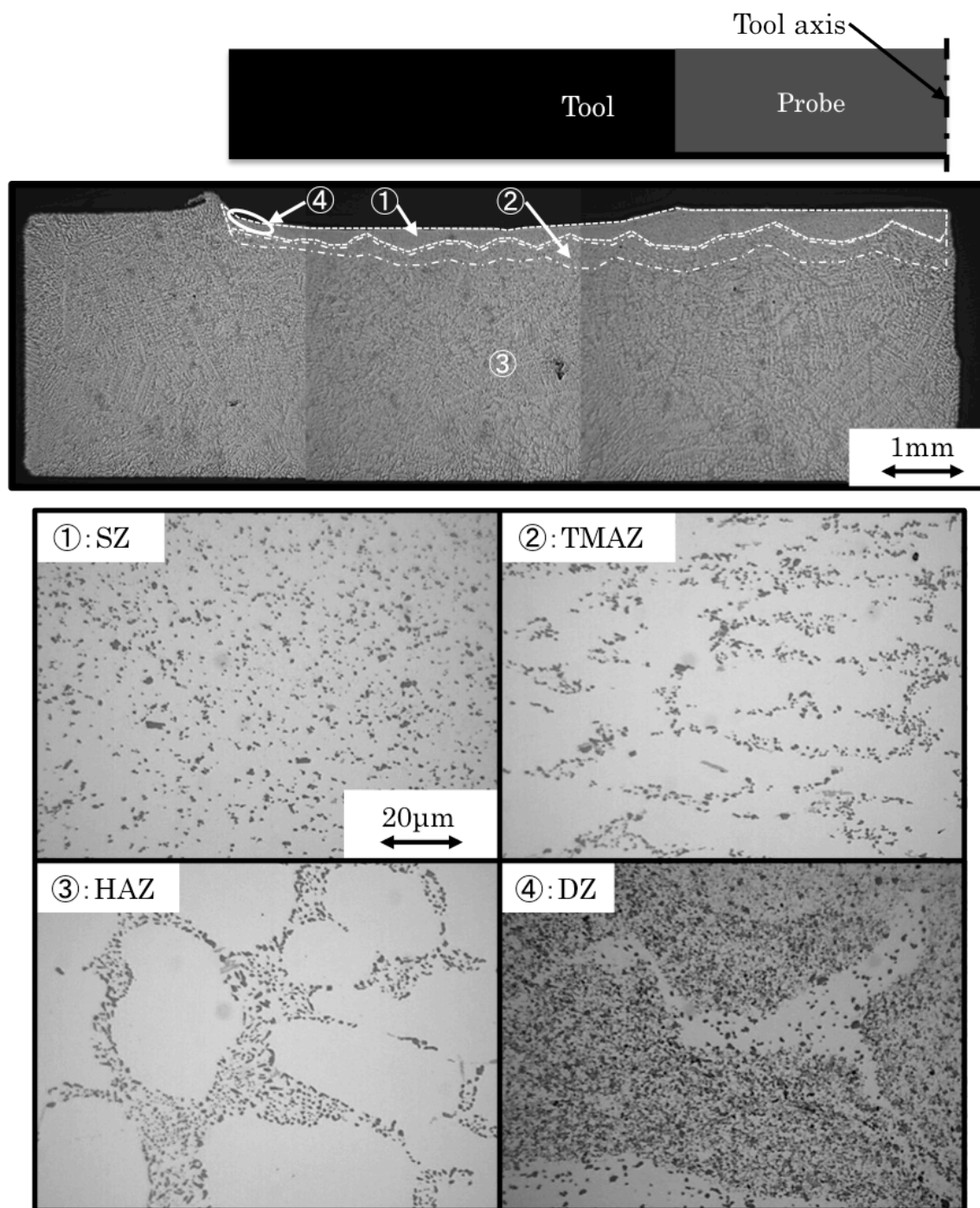


図 4.2.16 FSP 後の試験片断面におけるマイクロ組織

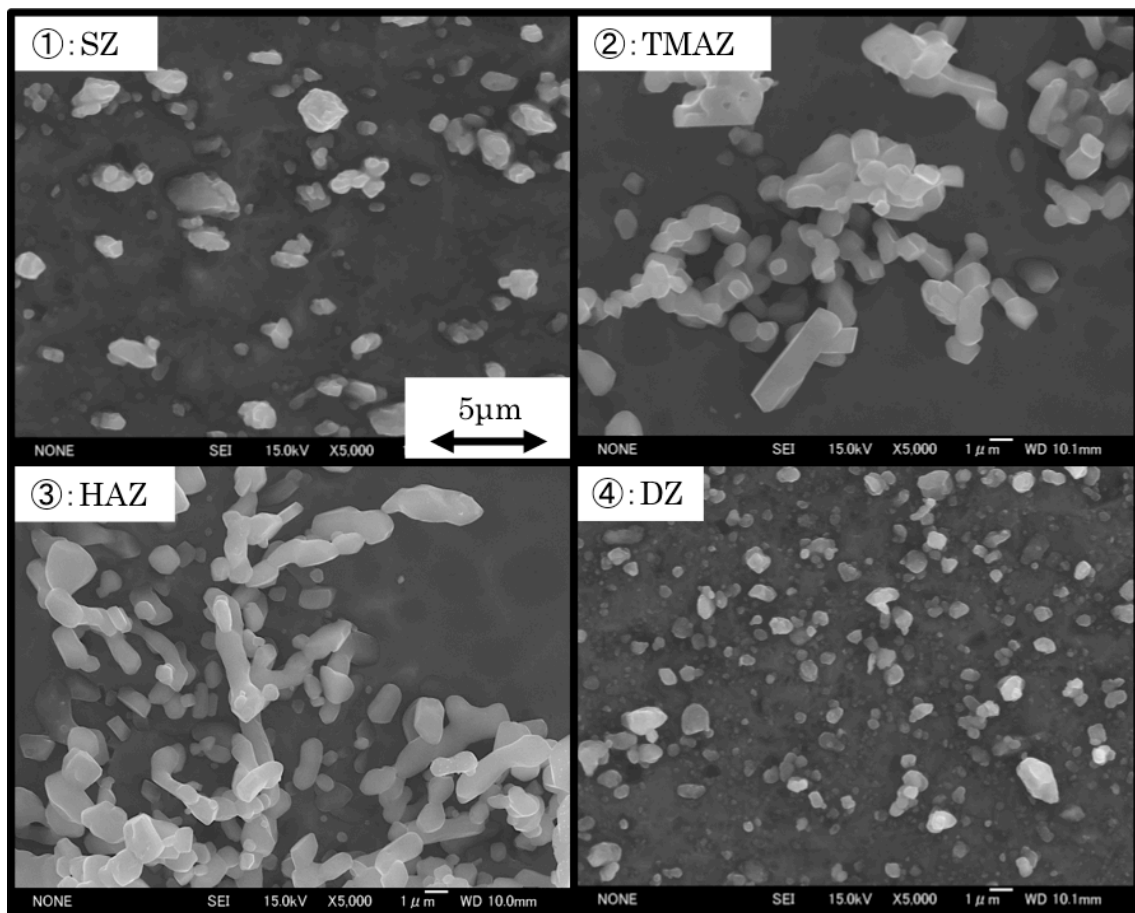


図 4.2.17 FSP 後の試料の共晶 Si 粒子形態



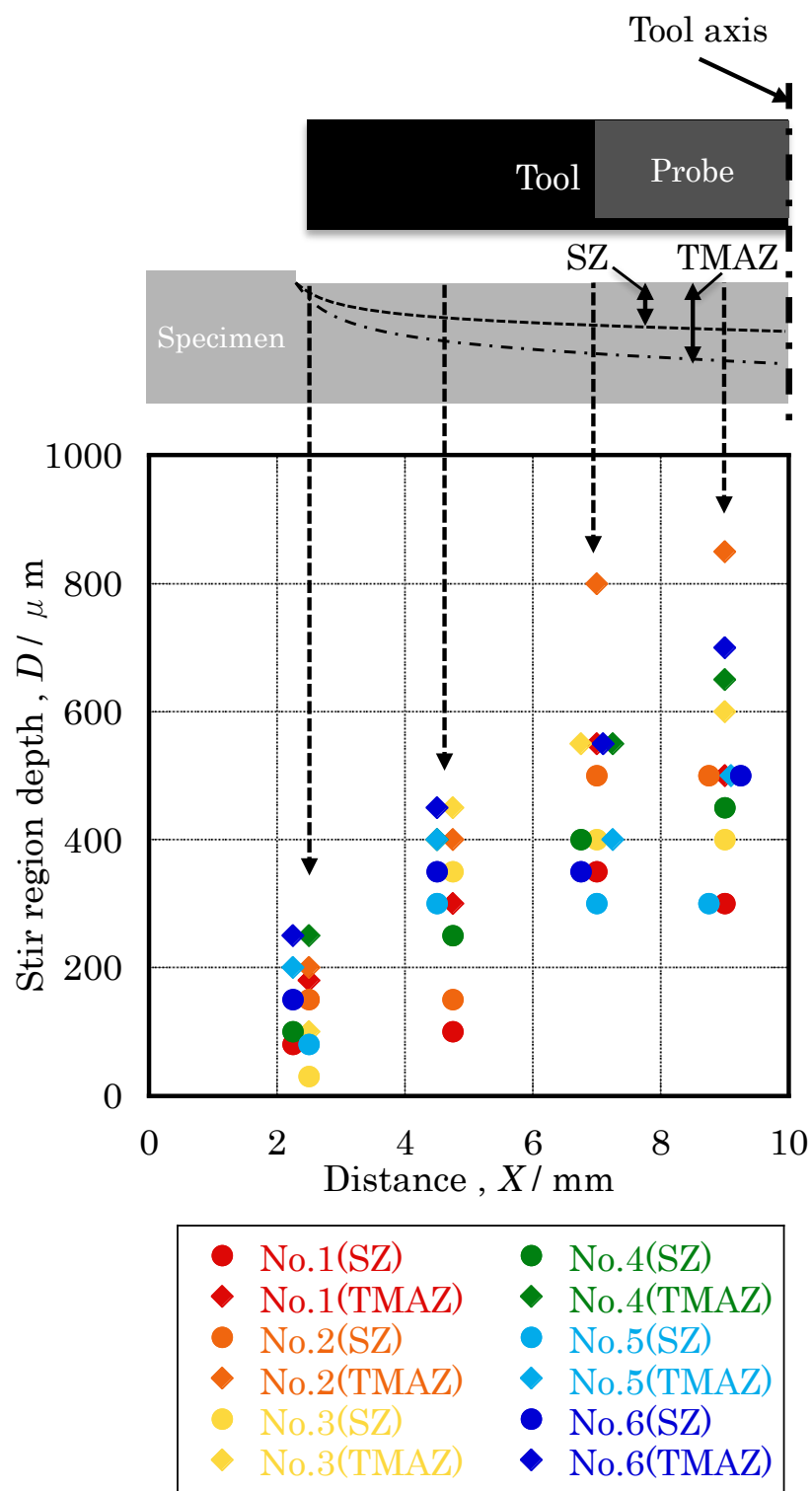


図 4.2.18 ツール接触面からの攪拌部(SZ)および熱加工影響部(TMAZ)の到達深さ

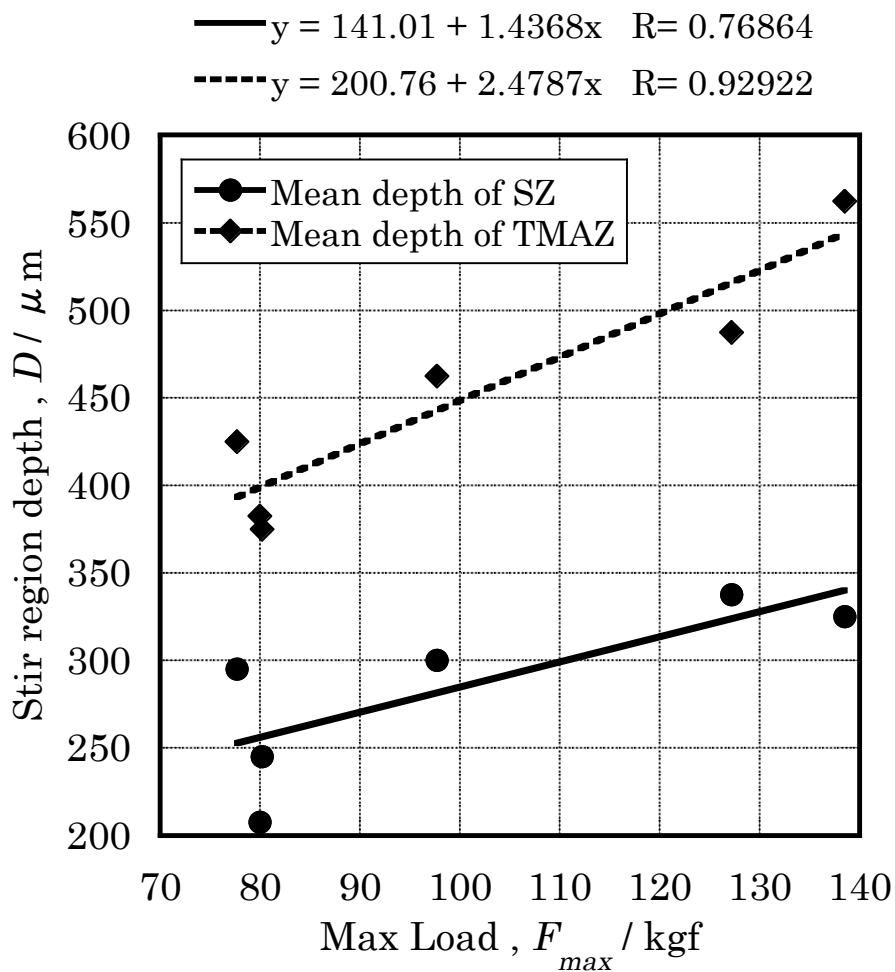


図 4.2.19 最大押付荷重が攪拌部(SZ)および熱加工影響部(TMAZ)の深さに及ぼす影響

FSP 時に付与される温度履歴は、試料の固溶・析出状態に変化をもたらすと考えられた。そこで、導電率測定を通じて固溶・析出状態の変化を推定した。図 4.2.20 に FSP 後の試験片の導電率測定結果を示す。鑄放し材と比較すると、いずれの試験片においても FSP 後は導電率が低下する状況が確認され、Al 母相に対する Mg や Si 原子の固溶の進展が示唆された。また各試験片の導電率は変動しており、最大と最小の差分は約 0.7(%IACS)であった。この導電率の差異は FSP 時に付与される温度履歴に関連すると考えられた。そこで、FSP 中の温度履歴と導電率の関係を調べた。図 4.2.21 には、FSP 中の試験片温度が 470°C 以上における温度の時間積分値と導電率の関係を示した。なお、470°C 以上の温度範囲を選択した理由は、本供試材に含有する Mg 原子が全て  $\text{Mg}_2\text{Si}$  相を構成したと仮定した場合の  $\text{Mg}_2\text{Si}$  相当量は約 0.55% であり、Al- $\text{Mg}_2\text{Si}$  擬 2 元系平衡状態図を参照すると  $\text{Mg}_2\text{Si}$  量が約 0.55% のときのソルバス温度が約 470°C であることに由来する。つまり、470°C 以上では鑄造後の自然時効により生成した微細な  $\text{Mg}_2\text{Si}$  析出相が分解・再固

溶する状況が想定され、この組織変化は導電率の変化をもたらすと考えられる。図から、試験片温度が 470°C 以上における温度の時間積分値の増大に伴い導電率が低下する傾向が確認され、その相関関係も良好である状況が確認された。

以上に述べた、FSP に伴う導電率の変化、つまり、固溶・析出状態の変化は試験片の機械的性質に対して影響すると考えられた。そこで硬さを測定した。結果を図 4.2.22 に示す。図中に模式的に示すように、硬さは 1 個の試験片について 3 カ所測定しており、それぞれ A：熱電対による温度測定位置(試験片板厚の中心かつ試験片側面(ジグで固定される面)から 5mm の位置)、B：温度の影響を顕著に受けると考えられるツール外周部直下の攪拌領域、C：温度の影響をあまり受けていないと考えられる試験片底面ならびに試験片側面(ジグで固定される面)から 0.5mm 以内の位置である。なお、硬さ試験の結果は、図 4.2.8 に示した温度履歴が得られた試験片のうちの No.2~5 について示しており、図中のプロットは 7 点測定した際の上下 2 点を除いた 5 点の平均値であり、変動幅は算出に用いた 5 点の上限と下限をそれぞれ示している。測定点 A に関しては、いずれの試験片において 65HV 程度を示しており、鑄放し材(約 60HV)と比較すると硬さの若干の増大が確認された。測定点 B では、測定点 A と同様に試験片間の平均値は 65HV 程度であるが、測定点 A と比較すると試験片間ならびに試験片内での変動が大きい状況であった。一方、測定点 C では、いずれの試験片において 55HV 程度を示しており、鑄放し材(約 60HV)と比較すると硬さが若干小さい状況が示された。導電率の測定結果から、測定点 A ならび B における鑄放し材に対する軽微な硬さの増大は、初晶  $\alpha$ -Al 相に対する Mg ならびに Si 元素の固溶量の増大に伴う固溶強化に起因する現象と推察される。一方、測定点 C における鑄放し材に対する硬さの低下は、鑄造後の自然時効により生成した微細な  $Mg_2Si$  析出相が分解・再固溶したことに起因すると推察される<sup>1)</sup>。

以上の検討から、FSP による攪拌や温度履歴がマイクロ組織および機械的性質に及ぼす影響に関する基礎的な知見が得られた。具体的には、FSP 後の試験片のマイクロ組織は 4 つの領域に大別され、本研究ではそれぞれ①攪拌部(SZ)、②熱加工影響部(TMAZ)、③熱影響部(HAZ)および④黒色部(SZ)と定義した。また、試験片とツール接触面からの攪拌部および熱加工影響部の到達深さは試験片ごとに差異が生じており、最大押付荷重の増大に伴い攪拌部および熱加工影響部の深さが増大する状況が明らかとなった。FSP 後では試験片の導電率は低下しており、試験片温度が 470°C 以上における温度の時間積分値の増大と導電率の低下量との間に良好な相関関係が確認された。このことから、試験片が高温に長時間滞留することで固溶量が増大する状況が示唆された。FSP 後の試験片の硬さを調べた結果、測定点 A ならび B では鑄放し材に対して硬さが若干増大するものの、測定点 C では鑄放し材と比較して硬さが低下した。

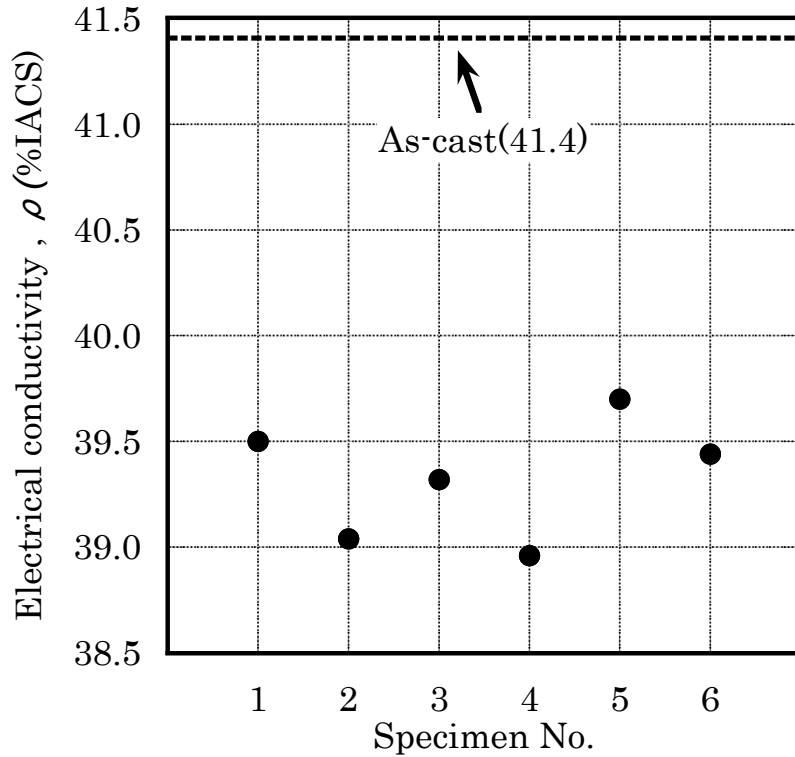


図 4.2.20 FSP 後の試験片の導電率

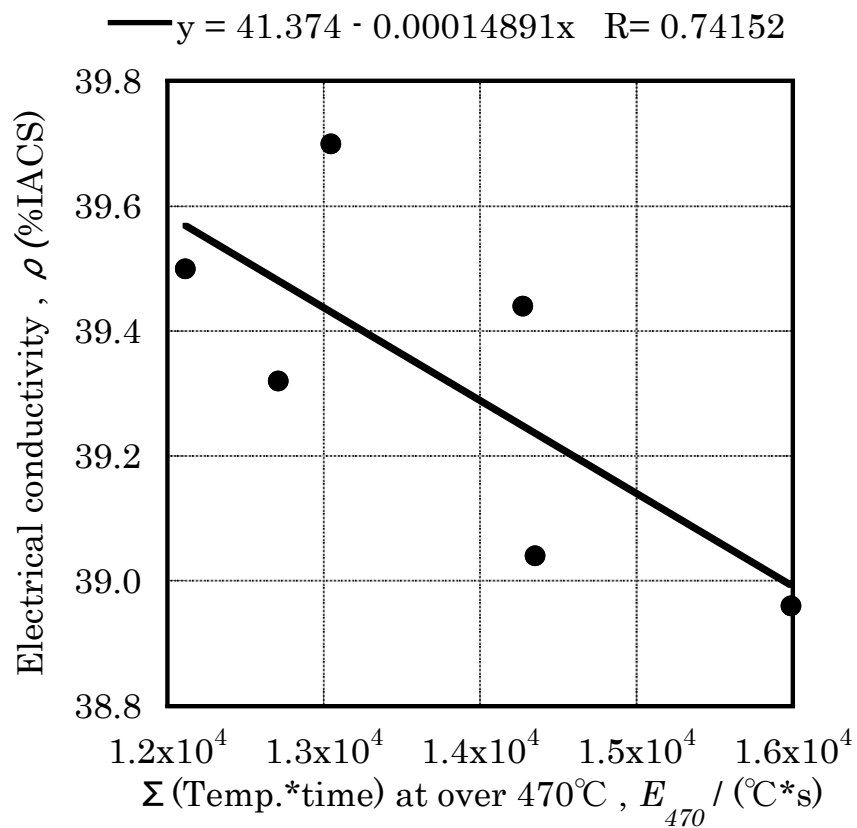


図 4.2.21 試験片温度が 470°C以上の範囲の積分値と導電率の関係

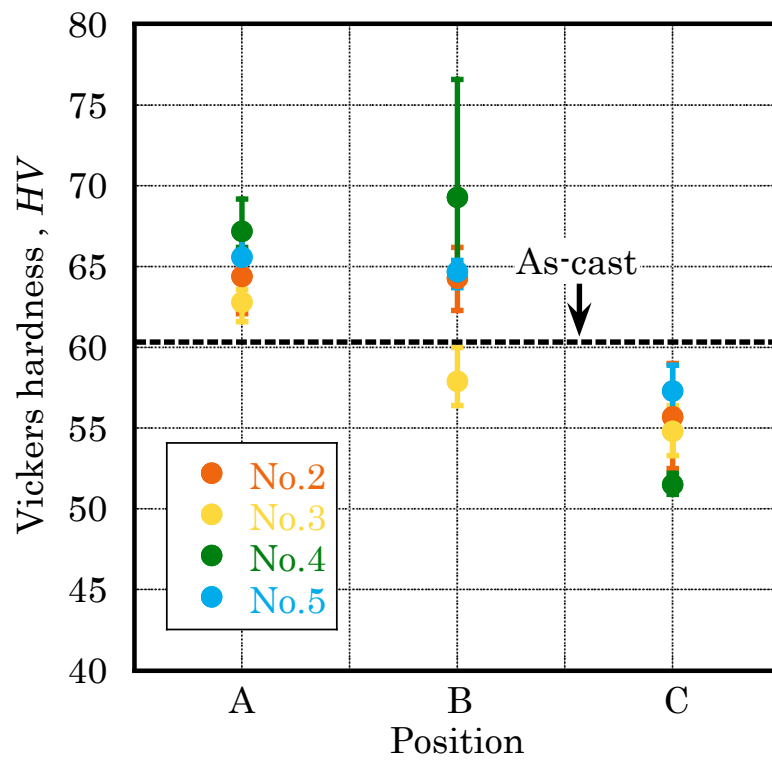
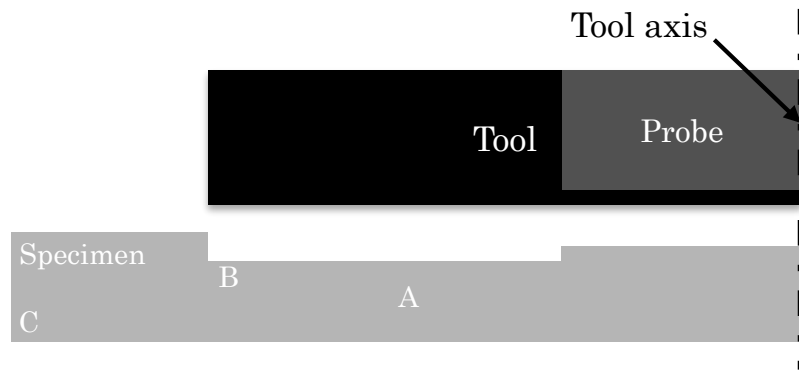


図 4.2.22 FSP 後の試験片の硬さ

## 4.2.4 冷却状況の調査

4.2.1 項で述べたように、溶体化処理の効果を得るためには、FSP 直後の試験片を急冷する必要がある。そこで、本研究における FSP では、FSP 直後の試験片に対して水をかけて水冷することを検討した。その際の冷却状況がマイクロ組織および機械的性質に及ぼす影響に関して検討を加えた。

### 4.2.4.1 実験試料および方法

実験試料は前項(4.2.3 項)と同様である。FSP 条件に関しても、前項(4.2.3 項)とほぼ同様である(ツール回転速度：2280rpm，試験片温度が 500℃以上に到達後，20s 程度保持)が，FSP 直後に試験片に水をかけて水冷した。このとき図 4.2.23 に示したように，水冷方法を①試験片を降下させずに水をかける(以降，パターン 1 と称す)，②試験片を降下させた状態で水をかける(以降，パターン 2 と称す)の 2 種類に設定して水冷を行った。また，両者ともに洗浄ボトルを用いて手で試験片に水をかけた。パターン 1 では，試験片が高温である状態で水をかけることが可能であるために急冷が可能という利点がある一方で，ツールが試験片を覆っている状態で水をかけるために試験片が均一に冷却されないという欠点が存在する。他方パターン 2 では，試験片を降下させてツールが試験片から離れた状態で水をかけることから，試験片に対して的確に水をかけられることが利点である。一方で，試験片降下にある程度の時間を要するために，降下の中に試験片温度が低下する状況が想定され，水をかけても急冷にならない状況が懸念される。そのため，両者の冷却方法の差異がマイクロ組織や機械的性質に及ぼす影響の調査を通じて冷却方法の妥当性を検証した。

図 4.2.24 に実験工程を示す。基本的には，前項(4.2.3 項)と同様の工程で実験を実施したが，本項では，FSP に伴う固溶状態の変化を詳細に検討するために，FSP 前後に導電率測定を実施した。加えて，FSP 後の 48 時間室温放置後に電気炉を用いて温度が 200℃，時間が 100min の人工時効処理を施した試料に関して，導電率測定および硬さ試験を実施した。導電率測定には，日本ホッキング株式会社製のデジタル導電率計 AutoSigma2000 を用いた。FSP 前ならびに FSP 後に 48 時間室温放置した試験片では，#1200 のエメリー紙で研磨した試験片の底面のおよそ中心部について導電率を測定した。導電率の測定後，図のように試験片を分割し，1/4 に切断した試験片の一方の断面について硬さ試験を実施した。硬さ試験には，株式会社明石製作所のマイクロビッカース高度計を使用して，押し込み荷重が 0.98N (100gf)，保持時間が 15s の条件下で実施した。1/4 に切断した試験片のもう一方は，底面について導電率測定を実施した後に，上記の時効処理を施し，導電率測定および硬さ試験を実施した。

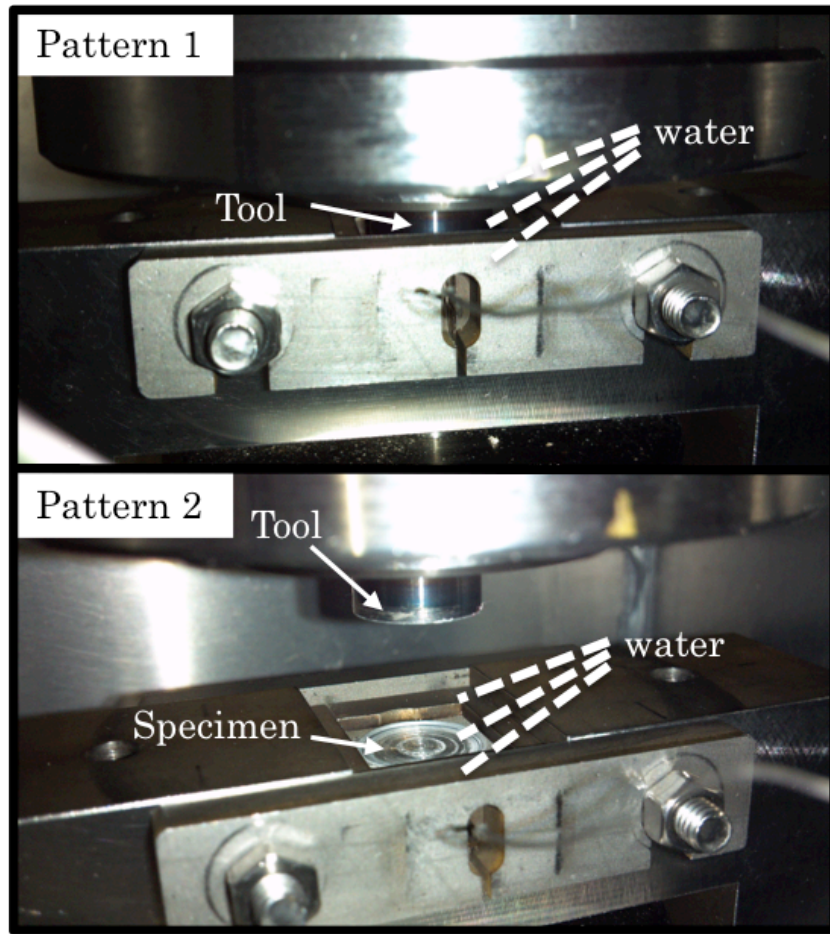


图 4.2.23 水冷方法

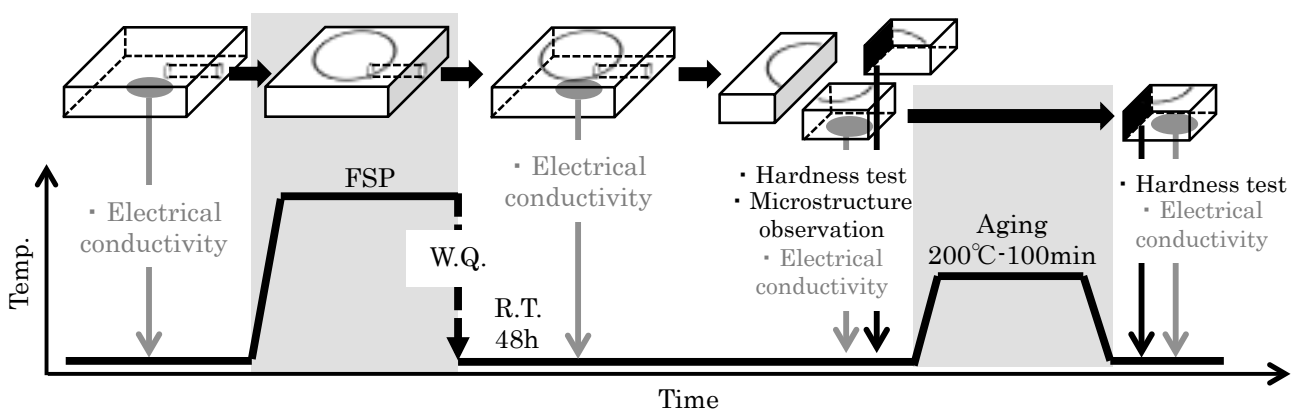


图 4.2.24 实验工程

#### 4.2.4.2 実験結果および考察

##### ● 温度履歴

所定の条件で FSP を施した後に、パターン 1 ならびにパターン 2 の方法で水冷した際の試験片の温度履歴を図 4.2.25 に示す。パターン 1 ならびにパターン 2 とともに実験は 3 回実施しており、図中ではパターン 1 を No.1~3, パターン 2 を No.4~6 と表示している。また、図では試験片温度が 50°C に達した点を X 軸の原点(0s)とするように各データを X 軸に対してオフセット表示した。昇温過程に関しては、前項と同様にツール付着物のかみ込みに起因すると考えられる昇温曲線の変動が存在していた。ちなみに、6 回の実験における昇温速度は、37~60°C/s であり、前項の実験と比較する昇温速度が大きい状況であった。また、保持過程においては比較的安定した保持が実現されていた。冷却過程では、パターン 1 ならびにパターン 2 の方法で冷却したいずれの試験片においても、保持終了直後から指数関数的な温度低下を示した後に直線的な温度低下が確認された。図 4.2.26 には、図 4.2.25 に示した温度履歴の冷却過程を拡大した様子を示した。なお、図では FSP 保持過程の押付荷重を除荷した時点を X 軸の原点(0s)とするように各データを X 軸に対してオフセット表示した。始めに、パターン 1(No.1~3)に関して述べる。押付荷重の除荷後、約 400°C~320°C (時間にして約 3.6s~6.2s)に至るまでは指数関数的な温度低下を示す状況が確認される。なお、図中には空冷試験片の冷却曲線も合わせて示しており、押付荷重の除荷後の指数関数的な温度低下は空冷試験片の冷却曲線とほぼ一致することから、この間は水をかけるまでの空冷期間と判断される。その後は、試験片に水がかかることに起因すると考えられる急激な温度低下が確認されるが、急激な温度低下が始まる時間は試験片間に最大で 3s 程度の差異を生じており、加えて、温度の低下速度も試験片間に差異を生じていた。これは、パターン 1 では、ツールが試験片を覆っている状態で水をかけることでツールが水の到達を妨害し、水が試験片に到達する時間が一定にできなかったこと、ツールに接触して温度が上昇した水が試験片にかかることで試験片が安定して冷却されなかったことに起因する現象と推察される。一方、パターン 2(No.4~6)では、押付荷重の除荷後、約 350°C(時間にして約 6.5s)に至るまでは指数関数的な温度低下を示し、この間は試験片の降下工程であり、試験片は降下の際に空冷されたと考えられる。その後は、水冷に起因した急激な温度低下が確認され、およそ 1.5s で試験片温度が約 350°C から 100°C 程度にまで低下した。パターン 2 では、パターン 1 と比較して水冷に起因した温度低下が開始される時間は遅いものの、3 回の実験を通じて冷却過程に良好な再現性が得られており、試験片を降下させることで試験片に対して的確に水をかけられた状況が急激な冷却をもたらしたと判断している。



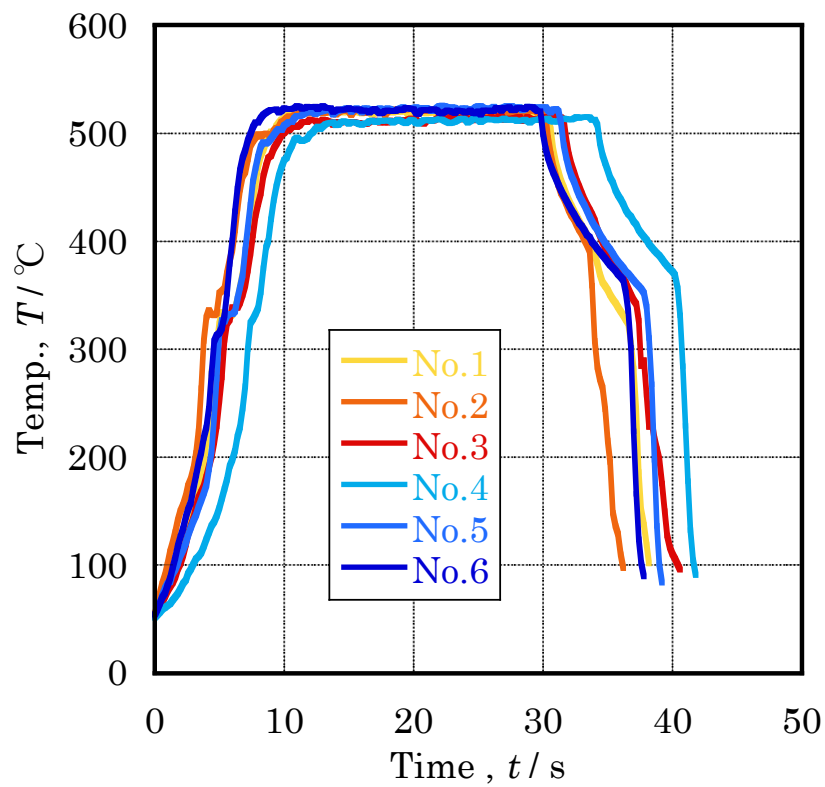


図 4.2.25 温度履歴

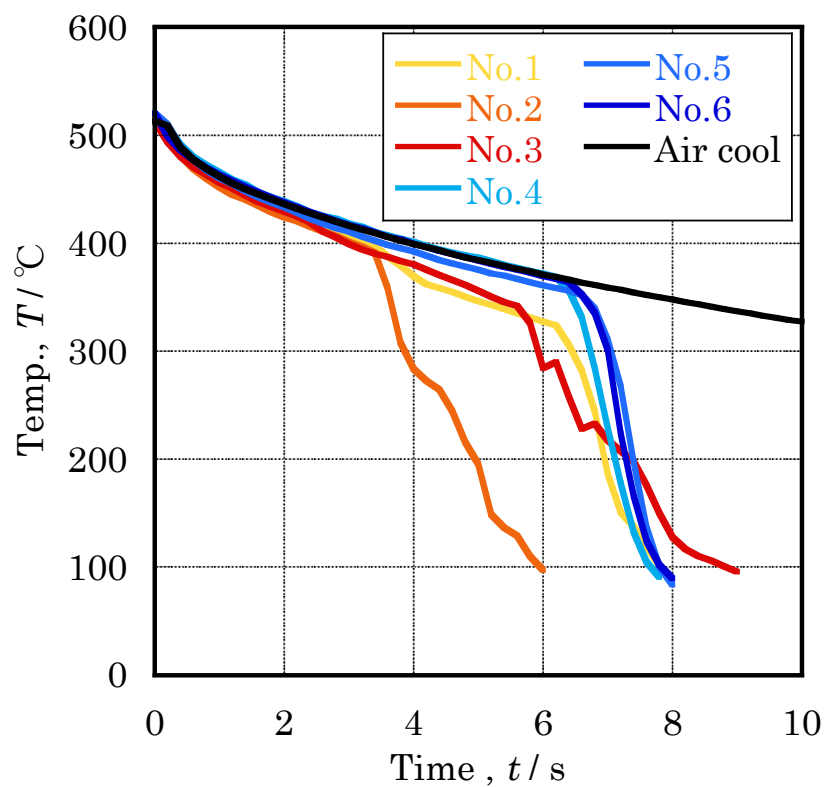


図 4.2.26 冷却過程における温度履歴

## ● 冷却方法の差異が導電率および硬さに及ぼす影響

前述した水冷方法に起因する冷却工程の差異が導電率や硬さに及ぼす影響を調べた。始めに、導電率に関して述べる。図 4.2.27 には、パターン 1(No.1~3)ならびにパターン 2(No.4~6)の方法で冷却した試験片の FSP 前後における導電率測定結果を示す。いずれの試験片においても FSP 後は導電率が低下しており、FSP 時の高温保持に伴い初晶  $\alpha$ -Al 相に対する Mg ならびに Si 元素の固溶の進展が示唆される。図 4.2.28 には、FSP 後の導電率の低下量を示したが、冷却方法に起因した導電率の低下量の明瞭な差異は確認されない。また、鑄放し状態に対する導電率の低下割合、つまり固溶の進展度合いを算出したところ、パターン 1(No.1~3)では 3 回の実験における平均値は約 5.8%、パターン 2(No.4~6)では約 6.1%であり有意差は確認できなかった。ちなみに、前項(空冷)における鑄放し状態に対する導電率の低下割合を算出したところ約 5.0%であり、空冷と比較すると水冷した試験片の方が 1%程度導電率の低下割合が大きくなるが、前項では FSP 前後の導電率の差分を正確に測定していない状況を勘案すると有意差とは断言し難い。

次に、FSP 後の試験片の硬さに関して述べる。硬さ試験の結果を図 4.2.29 に示す。なお、測定箇所や結果の表示方法は前項(4.2.3)と同様である。測定点 A に関しては、いずれの試験片において 60HV 前後を示しており冷却方法に起因した明瞭な差異は確認されず、また鑄放し材(約 60HV)と同等である状況が示された。測定点 B では、測定点 A と同様に 60HV 程度の硬さを示すが、測定点 A と比較すると試験片内での変動が大きい状況であった。一方、測定点 C の硬さは約 50~55HV を示しており、冷却方法に起因した明瞭な差異は確認されないものの、鑄放し材(約 60HV)と比較すると硬さがやや低下する状況が示された。また、前項で述べた空冷材(図 4.2.22 参照)と比較すると、測定点 A と B は同等の硬さを示し、両者に対して測定点 C では低い硬さを示すという測定位置に関する相対的な傾向は一致するものの、いずれの測定位置においても水冷材は空冷材と比較して 5HV 程度硬さが小さい状況が明らかとなった。5HV 程度の硬さの差異は極めて軽微であり測定誤差と判断されるものの、空冷材では緩やかな温度低下に起因して、温度低下中に Mg や Si 原子のクラスタならびに G.P.ゾーンが形成し、これらが硬さの増大をもたらす状況も想定される。

つづいて、FSP 後の時効処理前後における導電率の測定結果を図 4.2.30 に示す。いずれの試験片においても時効処理後は導電率が增大することから、FSP 時の高温保持に伴い Al 母相に固溶した Mg ならびに Si 原子が  $Mg_2Si$  相などとして析出する状況が示唆される。一方、時効処理前後の導電率変化に冷却方法に起因した明瞭な差異は確認されない。図 4.2.31 には、時効処理前後における硬さの変化を示した。なお、硬さの測定点は熱電対による温度測定位置に相当する測定点 A である。図から明らかなように、時効処理後は 17%~33%程度の硬さの増加が確認されるが、冷却方法に起因した明瞭な差異は確認されない。時効処理後における硬さの増大は、前述の導電率の測定結果から判断されるように、 $Mg_2Si$  相などの析出物の形成に起因する析出硬化と推察される。なお、図中には鑄放し材ならびに鑄放し材に対して時効処理を施した試験片の硬さも合わせて示してあるが、FSP 後に時効処理を施した試験片の方が硬さの増大量が大きい状況であった。このことから、FSP 中の高温保持に起因した Al 母相中の Mg ならびに Si 原子量の増大が、その後の時

効処理における  $Mg_2Si$  相の析出量の増大をもたらす状況が示唆された。ちなみに、本供試材に対して  $540^{\circ}C$  で  $120min$  の溶体化処理を施した後に、 $200^{\circ}C$  で  $100min$  の時効処理(ピーク時効に相当する熱処理)を施した試料の硬さは約  $95HV$  であり、ピーク時効材と比較すると FSP 後に時効処理を施した試験片の硬さは低い。

以上の検討から、冷却方法に起因した冷却過程の温度履歴の差異は生じるものの、導電率や硬さに関しては冷却方法に起因した明瞭な差異は確認されなかった。そのため、以降の実験では冷却過程の温度履歴に良好な再現性が得られるパターン 2(試験片を降下させた状態で水をかける)の冷却方法で冷却を実施することとした。

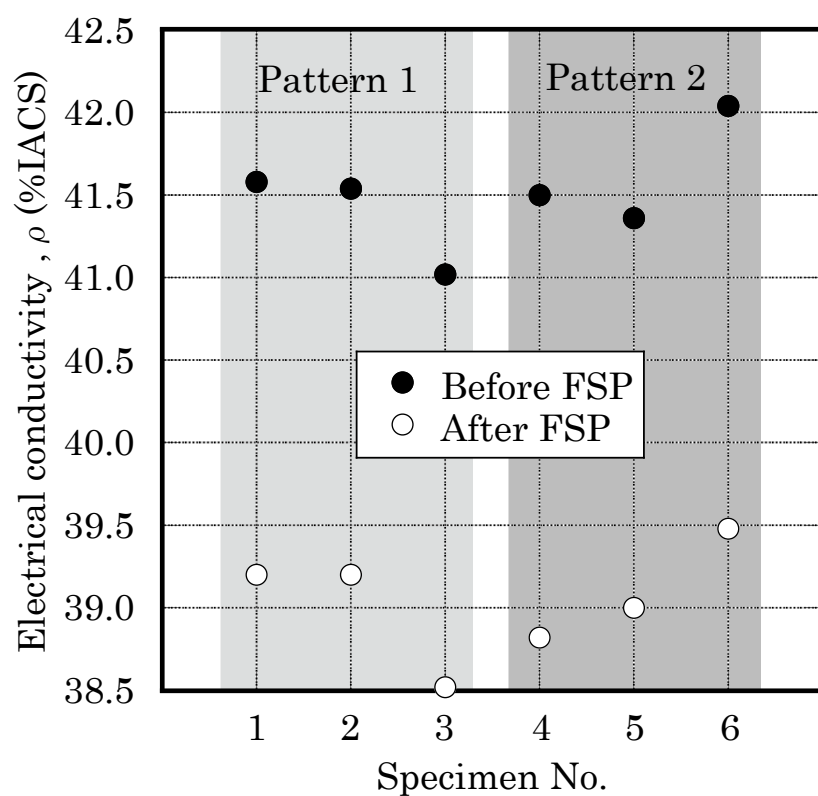


図 4.2.27 水冷方法の差異が FSP 前後における導電率変化に及ぼす影響

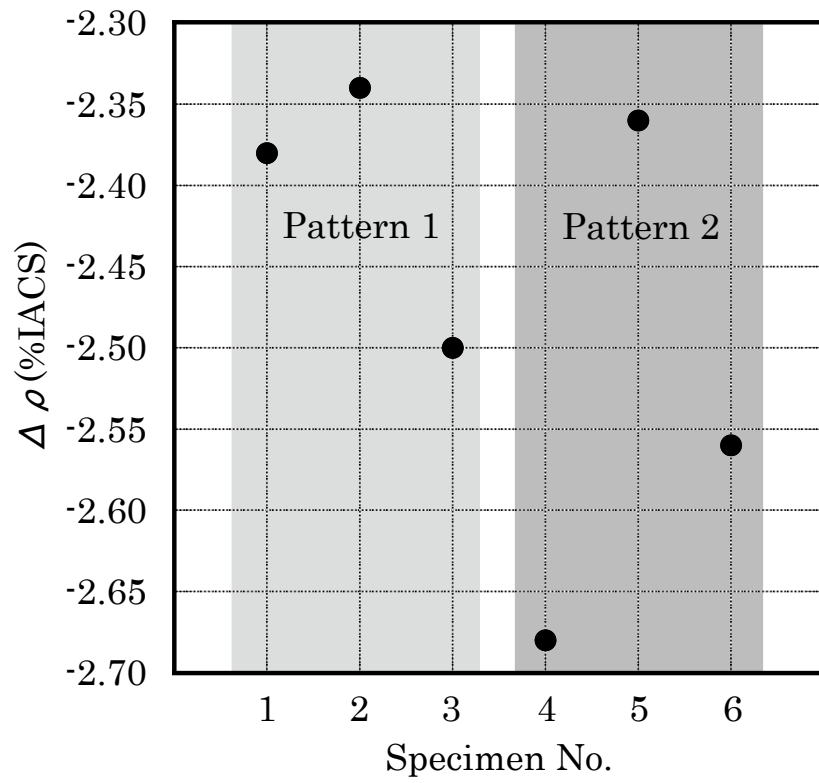


図 4.2.28 水冷方法の差異が FSP 後の導電率低下量に及ぼす影響

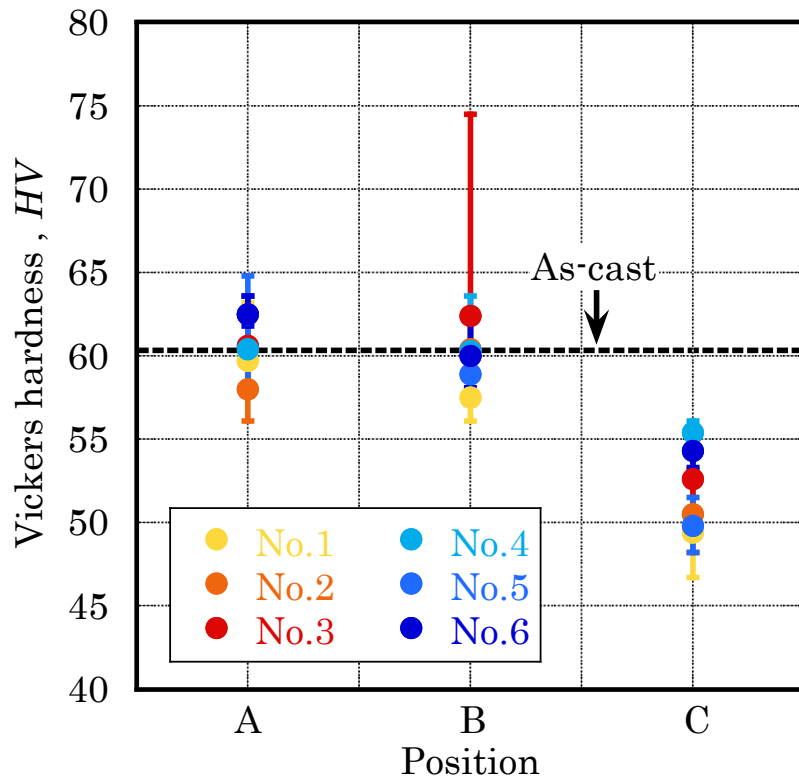


図 4.2.29 FSP 後の試験片の硬さ

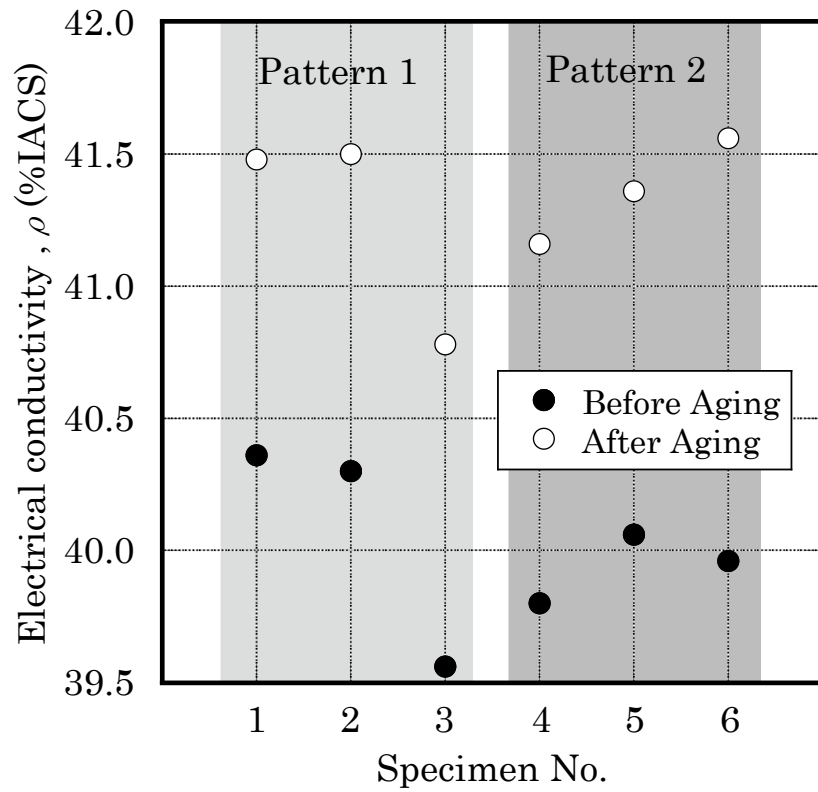


図 4.2.30 時効処理前後における導電率の変化

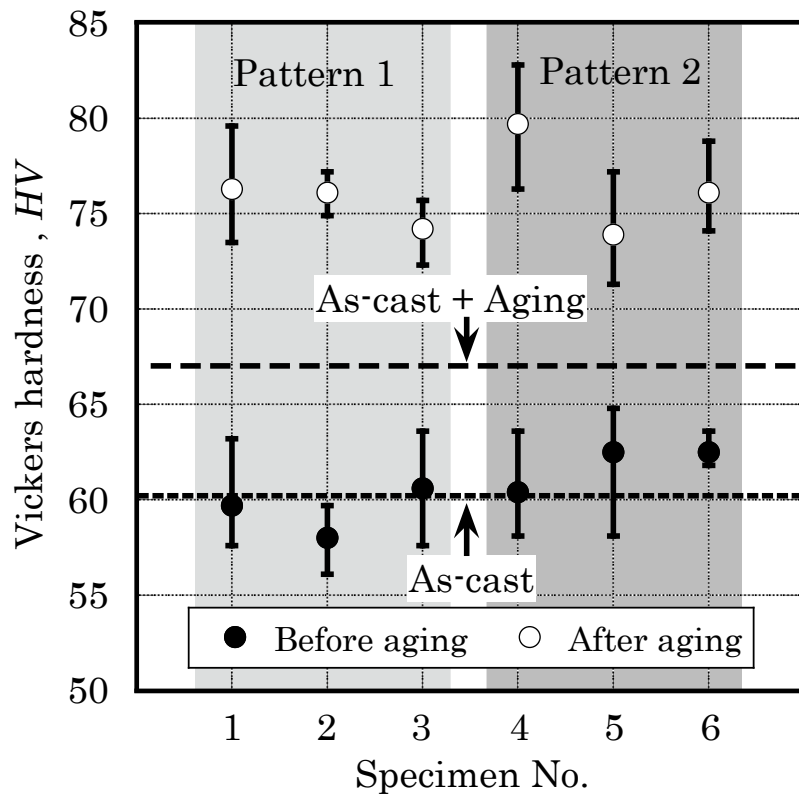


図 4.2.31 時効処理前後における硬さの変化(測定点 A)

## 4.2.5 小活

本節では、始めに攪拌による組織制御と摩擦熱の付与を独立して制御可能な FSP 装置の製作について検討した。その後、製作した FSP 装置を用いて FSP を実施した場合における摩擦熱による試験片への温度履歴の付与状況を調べた。加えて、FSP 後の試験片のマイクロ組織観察および機械的性質の調査を通じて、FSP に伴うマイクロ組織や機械的性質の変化に関する基礎データを収集した。さらに、本研究では FSP 後の試験片を水冷することで溶体化処理において必須である急冷を実現し、その際のマイクロ組織や機械的性質の調査を通じて、水冷の効果に関して検討した。その結果を以下に記す。

1. 本研究では①ツールの移動機構は設けない、②主に攪拌を行うプローブがツールから出入りする機構を備えた FSP 装置を自作した。ツールを移動させない FSP では組織制御領域が狭い範囲に限定されるが、鋳物のねじ部や他部品との結合部など局所的に強度が必要な箇所に対しては、本 FSP の適用が有効であると考えられる。本研究では、上述のような箇所に対する局所的な改質を当面の目標として設定した。
2. 製作した FSP 装置を用いて FSP を実施した際の試験片に付与される温度履歴は、6 回の実験を通じて、①昇温速度は 27~47°C/s 程度、500°C 以上において比較的安定に保持が可能、③最大到達温度は 518~530°C 程度であった。押付荷重と試験片温度の対応関係を調べた結果、両者の間には密接な関係があり、昇温過程では、急激な押付荷重の増大に伴い試験片温度が著しく上昇する傾向が確認された。これは、剥離したツール溶着物のかみ込みに起因する現象と推測された。剥離したツール溶着物のかみ込みは、発生規模やタイミングが実験の都度異なるために、昇温過程の再現性が得られないと推測された。保持過程においては、試験片温度の時間積分値と押付荷重の時間積分値の間に較的良好な相関関係が確認され、大きな荷重を長時間負荷するほど試験片は高温で保持される状況が示唆された。FSP 後の試験片のマイクロ組織は、4 つの領域に大別され本研究ではそれぞれ①攪拌部(SZ)、②熱加工影響部(TMAZ)、③熱影響部(HAZ)および④黒色部(DZ)と定義した。また、試験片とツール接触面からの攪拌部および熱加工影響部の到達深さは試験片ごとに差異が生じており、最大押付荷重の増大に伴い攪拌部および熱加工影響部の深さが増大する状況が明らかとなった。FSP 後では試験片の導電率は低下しており、試験片温度が 470°C 以上における温度の時間積分値の増大と導電率の低下量との間に良好な相関関係が確認された。このことから、試験片が高温に長時間滞留することで固溶量が増大する状況が示唆された。FSP 後の試験片の硬さを調べた結果、測定点 A ならび B では鋳放し材に対して硬さが軽微に増大するものの、測定点 C では鋳放し材と比較して硬さが低下した。
3. FSP の高温保持過程直後の水冷を 2 種類の方法(パターン 1: 試験片を降下させずに水をかける、パターン 2: 試験片を降下させた状態で水をかける)で検討した結果、冷却方法に起因した冷却過程の温度履歴の差異は生じるものの、導電率や硬さに明瞭な差異は確認されなかった。さらに、空冷の場合と比較し

でも導電率や硬さに明瞭な差異は確認されなかった。以降の実験では冷却過程の温度履歴に良好な再現性が得られるパターン 2 の冷却方法で冷却を実施することとした。

### 4.3 FSP 時の温度履歴が材料特性に及ぼす影響

本節では、FSP 時に試験片に与える温度履歴を変化させた。具体的には、FSP 中の高温保持の時間を 20s ~180s の範囲内で変化させた際のマイクロ組織、特に Mg や Si 原子の固溶状態や機械的性質(硬さ)の調査を通じて、FSP 時に発生する摩擦熱の溶体化処理としての効果に関して検討した。

#### 4.3.1 実験試料および方法

- 実験試料

実験試料は前節と同様であるため、ここでは割愛する。

- 実験方法

図 4.3.1 に実験工程を示す。本実験における FSP では、高温保持時の目標温度を 520°C に設定して、520°C における保持時間を 20s, 60s, 120s および 180s の 4 条件とした。目標温度を 520°C に設定した理由は、前節における温度履歴の検討において最大到達温度が約 530°C である状況ならびにその際の温度変動を考慮した場合、安定的な温度制御が可能な温度は 520°C であると判断したためである。また、2.5 節で明らかにした、溶体化処理の効果が得られる温度履歴(昇温速度が 40°C/s, 温度が 560°C, 保持時間が 3min(180s))を指標とすると、温度が低いため保持時間は 180s より延長することが望ましいが、保持時間を 180s 以内に設定した理由は、別途実施した FSP の高温長時間保持に関する予備実験において、180s 以上保持すると FSP 時の押付荷重に起因した試験片の変形ならびに摩耗により挿入した熱電対が抜去できなくなり破損する状況が発生したためである。FSP を所定の時間施した後は、試験片を降下させた状態で水をかけて水冷した(前節のパターン 2 に準じた冷却方法)。FSP 後の試験片は、室温で 48 時間放置した後に図中に示すように 3 分割し、1/4 の大きさに切断した試験片の一方に対して、電気炉を用いて温度が 200°C, 時間が 100min の人工時効処理を施した。試験片の固溶・析出状態を推定するために導電率測定を実施した。導電率測定は FSP 前、FSP 後に試験片を室温で 48 時間放置した時点および時効処理前後の 4 時点に実施して、各時点における固溶・析出状態を推定した。測定には、日本ホッキング株式会社製のデジタル導電率計 AutoSigma2000 を用いて、測定箇所を #1200 のエメリー紙で研磨した後に測定を行った。FSP に伴うマイクロ組織変化を観察するために、光学顕微鏡を用いた組織観察を実施した。FSP に伴う初晶  $\alpha$ -Al 相中の Mg

および Si 濃度の変化を調べるために、EPMA(日本電子：JXM-8200，加速電圧：20kV)による定量分析を実施した。機械的性質を調べるために、硬さ試験を実施した。装置は、株式会社明石製作所のマイクロピッカース高度計を使用して、押し込み荷重が 0.98N (100gf)，保持時間が 15s の条件下で実施した。硬さ試験は、1/4 の大きさに切断した試験片の機械研磨を施した断面について実施し、FSP 後に 48 時間室温放置した試料と時効処理後の試料の両者を測定した。

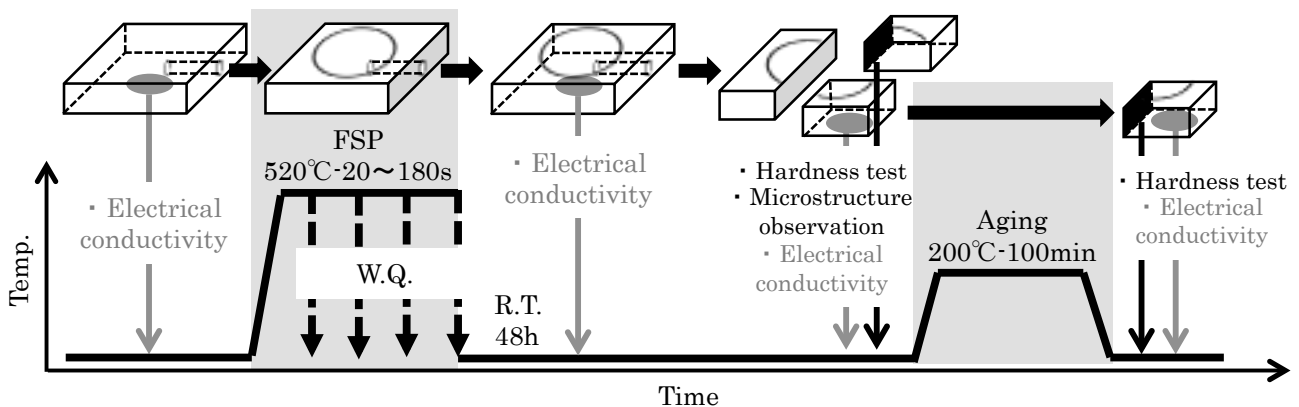


図 4.3.1 実験工程

## 4.3.2 実験結果および考察

### 4.3.2.1 温度履歴

FSP を各保持時間施した試験片の温度履歴を図 4.3.2 に示す。なお、図では試験片温度が 50°C に達した点を X 軸の原点(0s)とするように各データを X 軸に対してオフセット表示している。FSP は、20s~120s の保持はそれぞれ 3 回、180s の保持は 2 回実施した。なお、180s 保持の実験を 2 回しか行わなかった理由は、前述した熱電対の破損に対して配慮したためである。また、20s 保持の 1 つの試験片では実験を通して目標である 520°C まで昇温させることが出来なかったため、評価の対象外とした。図 4.3.2 から、同一保持時間の試料の温度履歴は、極めて類似しており比較的良好な再現性が確認できる。図 4.3.2 に示した温度履歴の昇温過程を拡大した様子を図 4.3.3 に示す。昇温過程では、前節と同様にツール溶着物のかみ込みに起因すると考えられる昇温曲線の変動が確認されるが、いずれの試験片においても温度が 50°C に達した時点からおよそ 13s 以内に、目標保持温度の 520°C に達した。ちなみに、50°C から 500°C の範囲における昇温速度は 37~65°C/s であった。図 4.3.4 には、各データの保持過程における温度変動をまとめた。図中のプロットは、保持過程の平均温度であり、変動幅は保持過程における最大ならびに最小温度である。平均温度(ブ



ロット)に着目すると、目標の 520°C に極めて近い温度が得られており、平均温度の変動幅は 520°C ± 3 以内であった。温度変動に関しては、保持時間が短い 20s では平均温度に対して ± 3 ~ 5°C 程度であるが、保持時間が 60s 以上では平均温度に対して ± 5 ~ 13°C であり長時間保持した方が温度変動は大きい状況であった。

図 4.3.5 には、各データの冷却過程の温度履歴を示した。なお、図では FSP 保持過程の押付荷重を除荷した時点を X 軸の原点(0s)とするように各データを X 軸に対してオフセット表示している。60s 保持の(3)以外では押付荷重の除荷直後から約 6s までは、空冷による緩やかな温度低下が確認できる。また空冷期間の低下温度は、保持時間が 20s の試験片では約 150°C であるのに対して 180s では約 120°C と、長時間保持した試験片の方が温度低下が小さい状況が示された。これは保持時間の延長に伴い試験片周辺ジグの温度が上昇したため、空冷時に試験片の抜熱量が小さくなったことに起因する現象と考えられる。押付荷重の除荷直後からおよそ 6s 以降では、水冷による急激な温度低下が示されており水冷開始から約 2s 以内に 100°C 以下まで試験片温度は低下した。

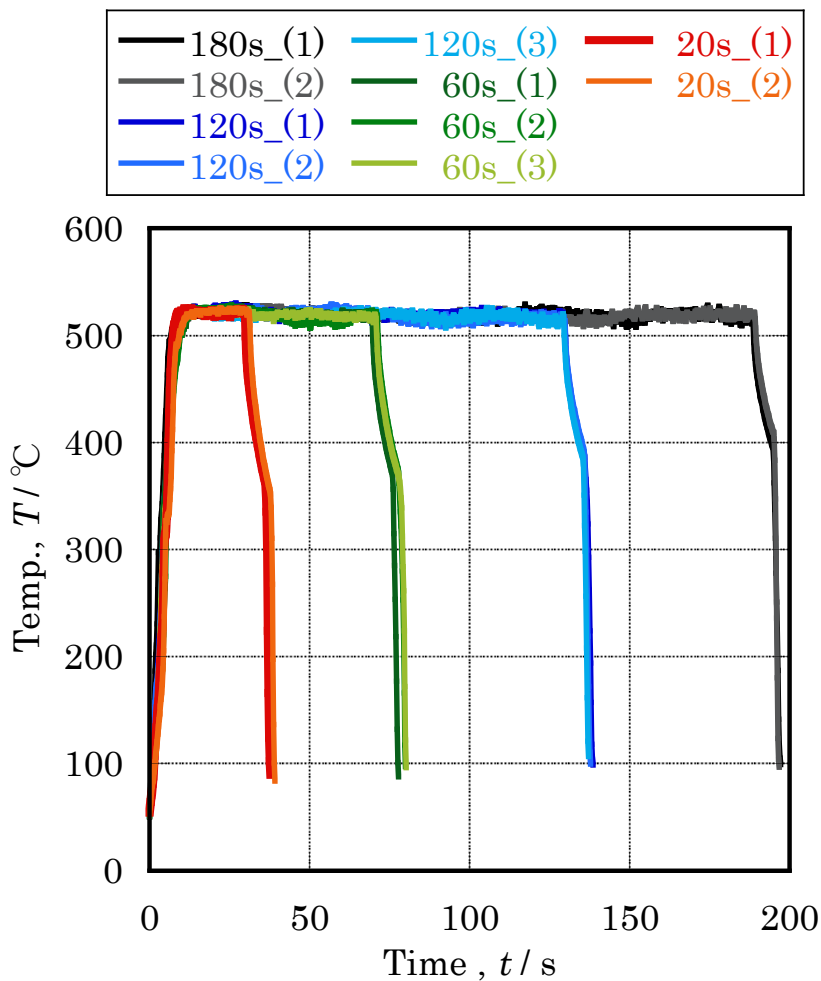


図 4.3.2 温度履歴

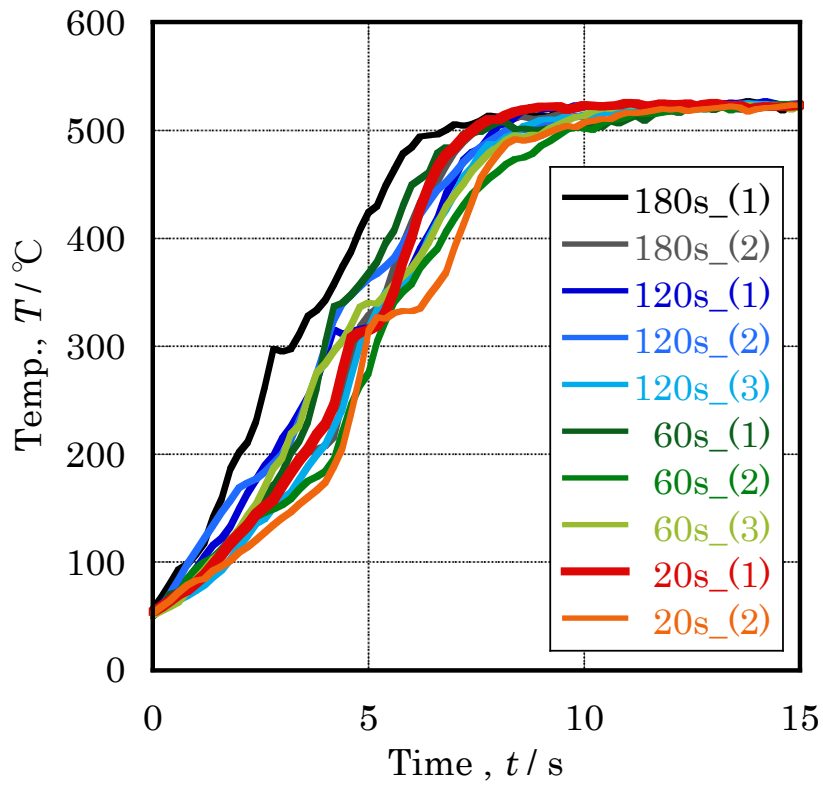


図 4.3.3 昇温過程の温度履歴

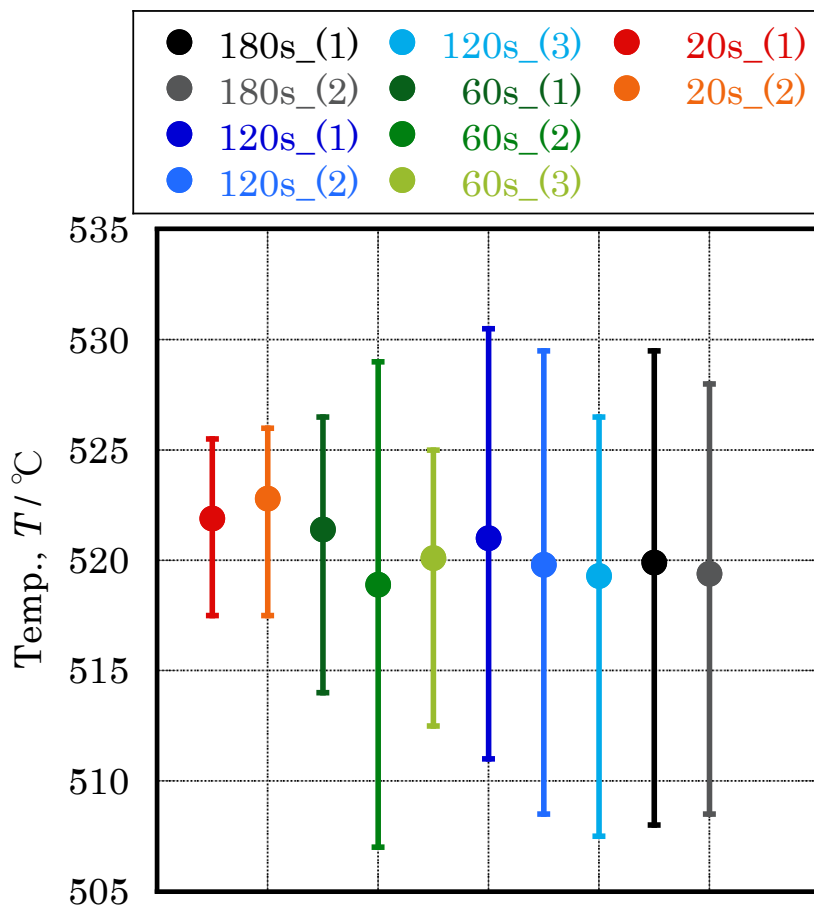


図 4.3.4 保持過程における平均，最大および最小温度

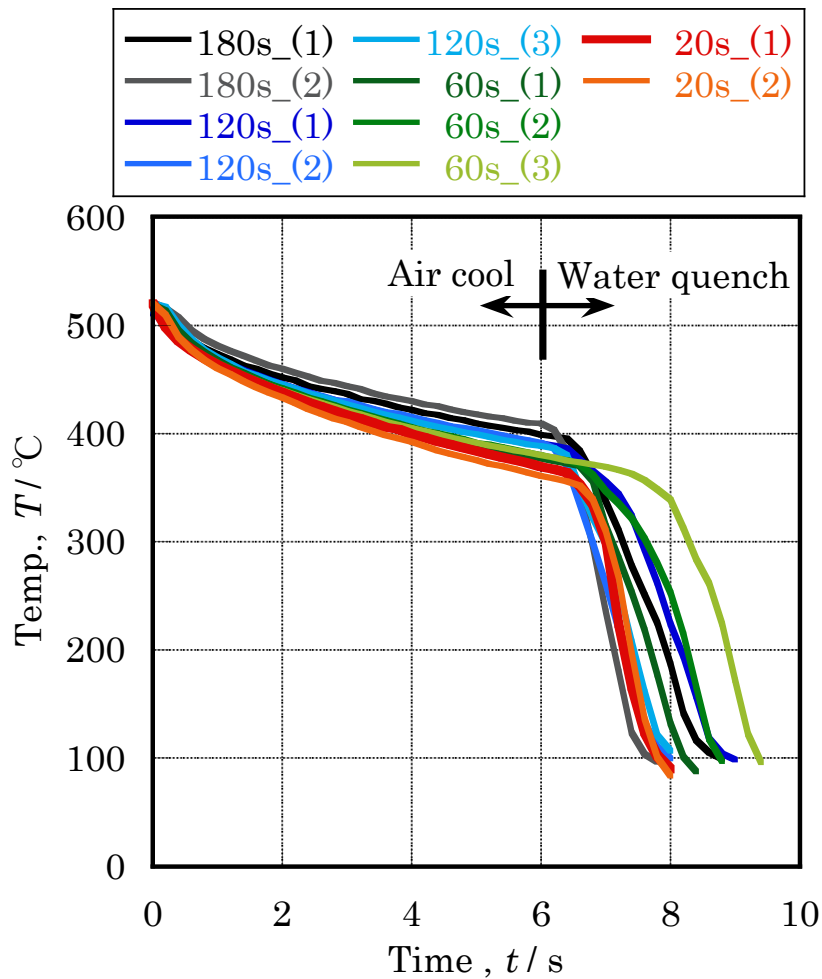


図 4.3.5 冷却過程の温度履歴

#### 4.3.2.2 ミクロ組織および機械的性質

##### ● 導電率

FSP 時の高温保持時間が固溶・析出状態に及ぼす影響を調べるために導電率を測定した。図 4.3.6 に各保持時間における FSP 前後の導電率を示す。FSP 前(鑄放し状態)では 41.0~42.1%IACS であった導電率は、FSP 後では 38.8~39.5%IACS まで低下した。この結果から、FSP 中の高温保持において Al 母相に対する Mg 原子や Si 原子の固溶が進展した状況が示唆される。一方、図 4.3.7 には各保持時間における FSP 前後の導電率の差分を示したが、同一保持時間の間で変動が大きく保持時間に起因する明瞭な差異は確認されなかった。つづいて、FSP 後の時効処理前後における導電率の測定結果を図 4.3.8 に示す。図から明らかのように、いずれの保持時間においても時効処理後は導電率が增大する状況が確認された。この結果から、FSP 中の高温保持により固溶した Mg 原子や Si 原子が  $Mg_2Si$  相などの析出物を形成した状況が示唆される。また、図 4.3.9 には時効処理前後の導電率の差分を示したが、同一保持時間の間で変動が大きく保持時間に起因する明瞭な差異は確認されなかった。

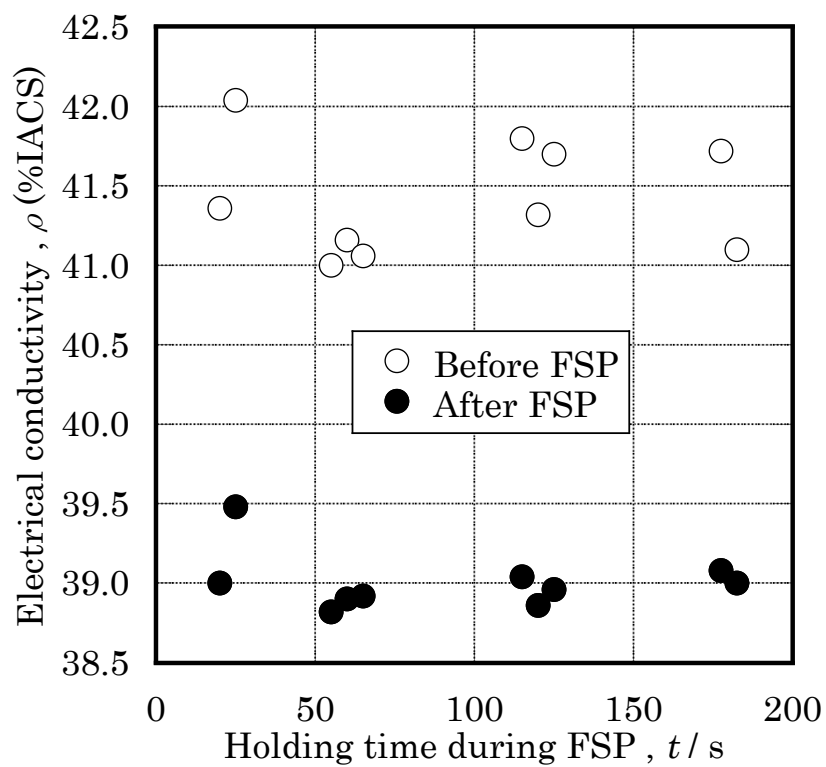


図 4.3.6 FSP 前後における導電率の変化

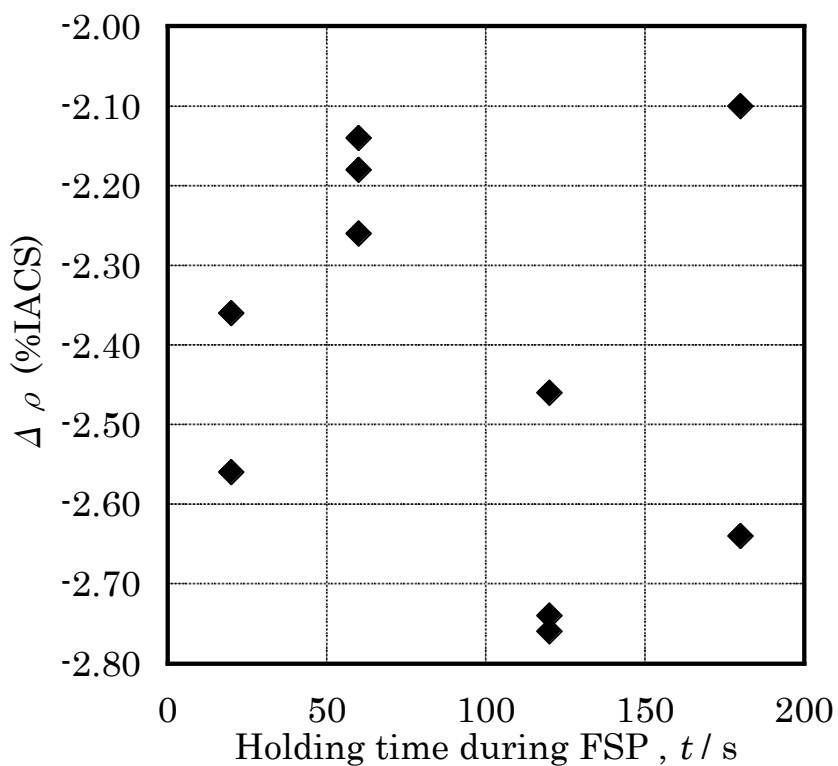


図 4.3.7 FSP 前後における導電率の差分

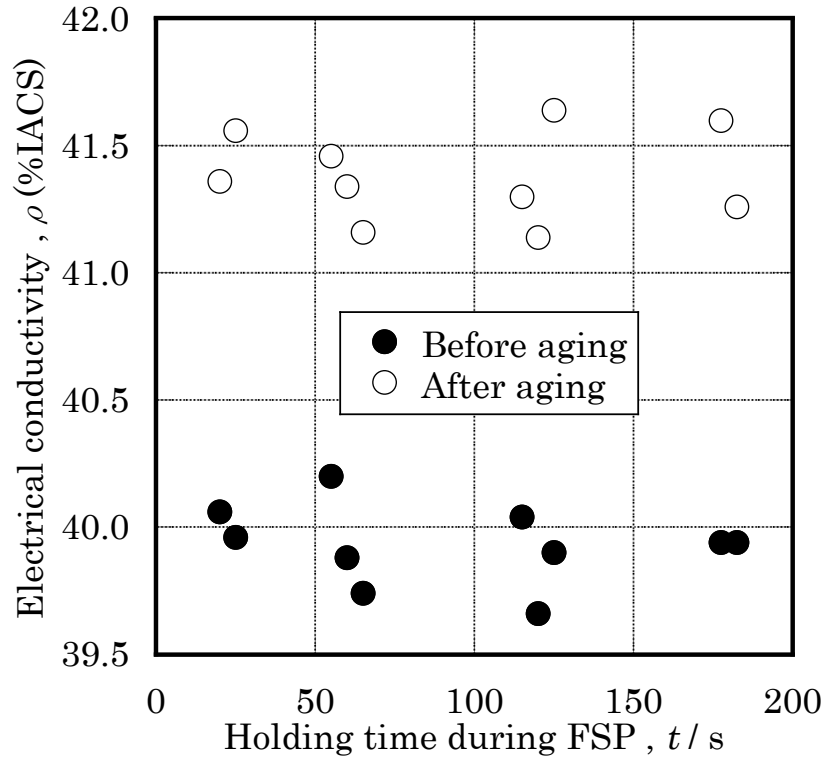


図 4.3.8 時効処理前後における導電率変化

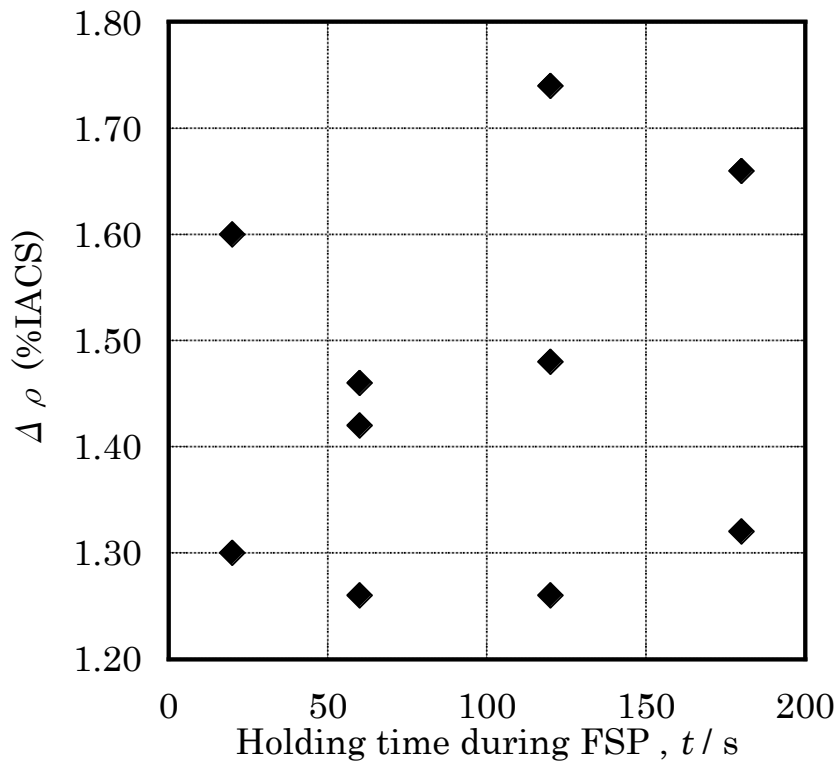


図 4.3.9 時効処理前後における導電率の差分

## ● 硬さ

上述した導電率の変化から、FSP 後では固溶の進展に伴う固溶強化が、時効処理後では析出物の形成に伴う析出硬化が生じると考えられた。この点を確認するために硬さ試験を実施した。硬さ試験は、前節における測定点 A(熱電対による温度測定位置に相当する位置)ならびに測定点 C(試験片底面ならびに試験片側面(ジグで固定される面)から 0.5mm 以内の位置)の 2 点について実施した。この 2 点を選択した理由としては、FSP 後の試験片断面のマイクロ組織を観察した結果、前節と同様にツール接触面近傍では攪拌部(SZ)、熱加工影響部(TMAZ)および黒色部(DZ)が確認されたが、本節では温度履歴の影響に着目しているため、攪拌、つまり塑性流動の影響を受けていない熱影響部を評価対象としたためである。測定点 A および C について硬さを測定した結果を図 4.3.10 および図 4.3.11 にそれぞれ示す。図中では FSP 後および FSP 後に時効処理を施した試料の硬さを示しており、プロットは 7 点測定した際の上下 2 点を除いた 5 点の平均値であり、変動幅は算出に用いた 5 点の上限と下限をそれぞれ示している。はじめに、測定点 A(図 4.3.10)に関して述べる。FSP 後の試料では、保持時間に関わらず硬さ(平均値)は 60HV $\pm$ 3HV 程度を示し、鋳放し材とほぼ同等であった。一方 FSP 後に時効処理を施した試料では、FSP 後の試料および鋳放し材と比較すると硬さは著しく増大しており、保持時間が 60s 以内では 75HV 程度、120s 以上ではデータがやや変動しているものの 80HV 前後を示した。時効処理後の硬さの増大は、析出強化に起因する現象と考えられる。測定点 C(図 4.3.11)に関しては、FSP 後の試料では保持時間に起因した硬さの明瞭な差異は確認されず、いずれの保持時間においても硬さは 55HV 前後であり測定点 A(FSP 後の試料)ならびに鋳放し材と比較して低い硬さを示した。測定点 C における硬さの低下は、鋳造後の自然時効により生成した Mg<sub>2</sub>Si 析出相が分解・再固溶したことに起因する現象と推測される<sup>1)</sup>。一方 FSP 後に時効処理を施した試料では、FSP の保持時間が 20s および 60s の試料の硬さは 60HV 程度を示すのに対して、120s 以上では硬さが 70HV 程度まで増大した。なお、図中には鋳放し材に対して時効処理を施した試料の硬さを測定した結果も合わせて示しているが、鋳放し材における時効処理に起因した硬さの増大量( $\Delta HV_a$ )は約 12%であった。それに対して、測定点 A における時効処理に起因した硬さの増大量( $\Delta HV_A$ )は保持時間が 60s 以内では約 18%、120s 以上では約 31%であった。同様に、測定点 C における時効処理に起因した硬さの増大量( $\Delta HV_C$ )は、保持時間が 60s 以内では約 15%、120s 以上では約 32%であった。以上の検討から、両測定点ともに時効処理に起因した硬さの増大量が鋳放し材と比較して顕著に増加する状況が確認され、特に FSP 保持時間が 120s 以上では時効処理に起因する硬さの増大量は、鋳放し材と比較して 2 倍以上であった。FSP 後の試料の硬さ試験結果からは固溶強化は確認できなかったが、FSP 中の高温保持に伴い  $\Delta HV_a$  と  $\Delta HV_A$  ならびに  $\Delta HV_C$  の差分を生じさせるだけの固溶量の増大が生じたと推測される。ちなみに、本供試材に対して 540°C で 120min の溶体化処理を施した後に、200°C で 100min の時効処理(ピーク時効に相当する熱処理)を施した試料の硬さは約 95HV であった。一方、今回の実験において最も高い硬さを示した FSP 保持時間が 120s 以上の測定点 A では 80HV 程度であり、ピーク時効材の硬さの 84%程度であった。また、導電率測定の結果から、FSP 後では固溶の

進展に伴う固溶強化が、時効処理後では析出物の形成に伴う析出硬化が生じると考えられたが、硬さ試験の結果では FSP 後の試料に関しては測定点 A では鑄放し材と同等、測定点 C では鑄放し材に対して小さい硬さを示しており、固溶強化は確認されなかった。時効処理後は、いずれの試料においても FSP 後の試料に対して硬さが増大し、析出強化が示唆されるがその増大量は測定位置ならびに保持時間によって差異を生じていた。導電率と硬さの間に対応関係が確認されなかった主な理由としては、測定位置の差異の影響が考えられる。具体的には、導電率は試験片底面を測定しており、また導電率計のプローブ径が約 6mm であることから導電率の値はプローブ径に相当した範囲の情報を平均化したものと判断される。一方、硬さ試験は試験片断面について行っており、また導電率と比較すると極めて局所的な範囲を測定している。この測定箇所の違いによって導電率と硬さの間に対応関係が示されなかったと考えられる。

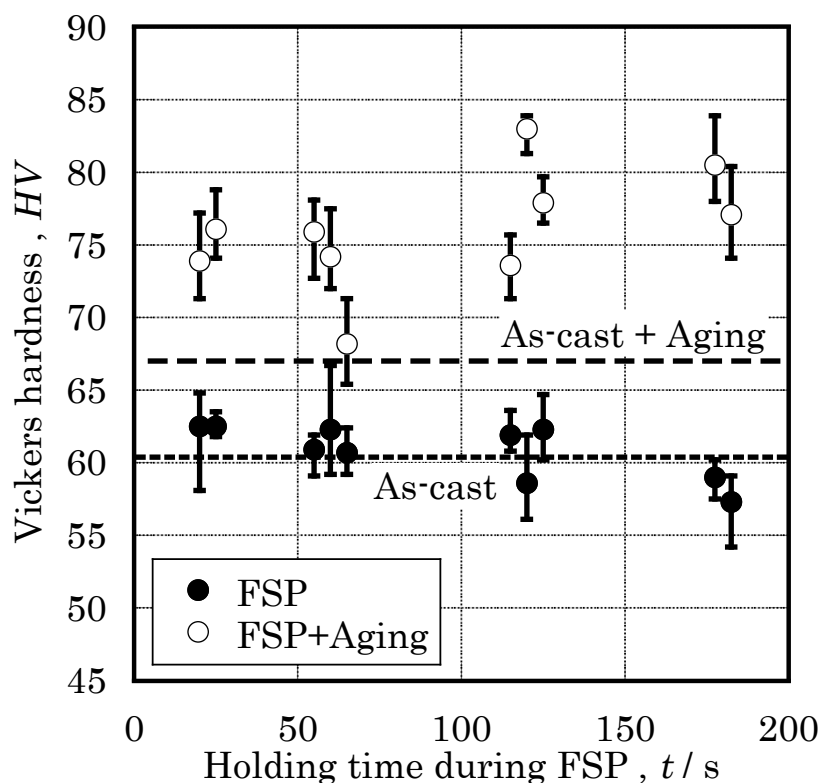


図 4.3.10 FSP 保持時間が FSP 後および時効処理後の硬さに及ぼす影響(測定点 A)

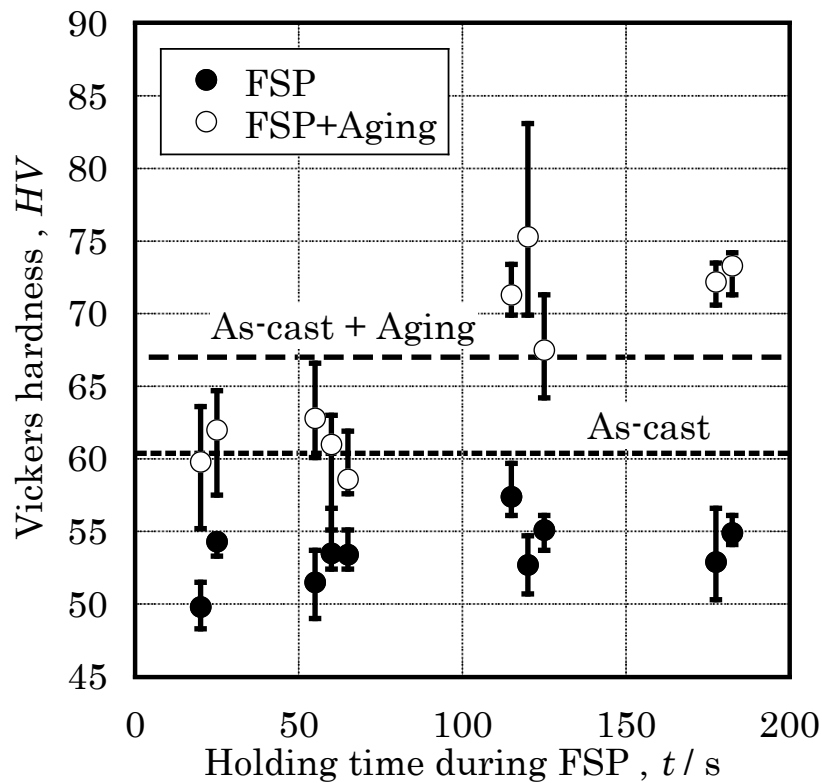


図 4.3.11 FSP 保持時間が FSP 後および時効処理後の硬さに及ぼす影響(測定点 C)

● 初晶  $\alpha$ -Al 相中の Mg および Si 濃度

以上に述べたように、導電率測定からは測定位置の差異に起因して硬さとの対応関係は示されず、硬さ変化の挙動を説明できなかったが、時効処理前後における硬さの挙動を勘案すると、FSP 中の高温保持により固容量の増大が示唆される。具体的には、測定点 A および C ともに FSP 保持時間が 60s 以下では、時効処理後における硬さの増大量が鋳放し材に時効処理を施した場合とほぼ同等であるため鋳放し材と比較して固容量の明瞭な差異は存在しないと推測される。一方、120s 以上では時効処理後における硬さの増大量が鋳放し材に時効処理を施した場合と比較して顕著に増大している状況から、鋳放し材と比較すると固容量が増大、つまり、第 2 章で明らかにしたように初晶  $\alpha$ -Al 相に対して  $\pi$  相からの Mg 原子の供給や共晶 Si 粒子からの Si 原子の供給が行われたと推測される。この点を確認するために、硬さ試験を実施した測定点 A ならびに C に関して EPMA を用いて定量分析を行い、初晶  $\alpha$ -Al 相中の Mg および Si 濃度を調べた。結果を図 4.3.12 および図 4.3.13 に示す。測定は鋳放し材、FSP 保持時間が 20s および 180s の試料について実施し、図中のプロットは初晶  $\alpha$ -Al 相の中心部を 10 点分析した際の平均値を示しており、変動幅は 10 点分析した際の最大値および最小値をそれぞれ示している。平均値を用いて議論すると、測定点 A(図 4.3.12) に関しては、Si 濃度は FSP 保持時間に関わらずほぼ一定であり、なおかつ鋳放し材とも同等であった。一



方 Mg 濃度は、鑄放し材と FSP 保持時間が 20s の試料の間に明瞭な差異は確認されないが、180s 保持した試料では鑄放し材に対して 35%程度増大した。測定点 C(図 4.3.13)に関しては、Si 濃度は FSP を施した試料において、鑄放し材と比較して 35%程度低下した。一方 Mg 濃度は、鑄放し材に対して FSP 保持時間が 20s の試料では 60%程度低下したが、180s 保持した試料では鑄放し材に対して 10%程度低下した。測定点 C における初晶  $\alpha$ -Al 相中の添加元素濃度低下は、前述した析出相の再固溶と同じように硬さの低下をもたらす要因と考えられるが、濃度低下の原因は現時点では不明である。前述した時効処理前後における硬さ変化の挙動から、両測定点ともに FSP 保持時間が 20s では鑄放し材に対して固容量の差異は存在しないと推測された。測定点 A では推測通りの結果であったが、測定点 C では Mg ならびに Si 濃度ともに鑄放し材と比較して低下する結果が得られた。また、FSP 保持時間が 180s では鑄放し材に対して固容量が増大すると推測された。測定点 A では Mg 濃度の増大が確認され推測通りの結果であったが、測定点 C では Mg ならびに Si 濃度ともに鑄放し材と比較して低下する結果が得られた。ちなみに、第 2 章第 5 節で明らかにしたように、誘導加熱装置を用いて昇温速度が 40°C/s の条件下で温度が 560°C、保持時間が 3min の溶体化処理 (FSP 時に試験片に付与する温度履歴の指標)を施した場合には、初晶  $\alpha$ -Al 相中の Mg 濃度は 0.37%(供試材の含有量と同等)、Si 濃度は 1.50%程度であった。一方、今回の実験において最も高い硬さを示した FSP 保持時間が 120s 以上の測定点 A における初晶  $\alpha$ -Al 相中の Mg 濃度は 0.27%、Si 濃度は 1.07%程度であり、指標の誘導加熱材に対して Mg 濃度は約 73%、Si 濃度は 71%程度であった。このことから、FSP 中に試験片に付与される温度履歴では、指標の溶体化処理材に相当する固容量は得られないものの、鑄放し材と比較すると固容量は増大する状況が明らかとなり、FSP 時の温度履歴を溶体化処理として使用する可能性が示されたと判断される。また以上の検討から、測定点 A における時効処理に伴う硬さの増大は、FSP 時の高温保持に伴う固容量の増大に起因した現象と理解できるが、測定点 C の硬さの変化は固容量の変化からは説明できない状況であった。その理由としては、FSP ならびに時効処理に伴う析出物の形態変化の影響が考えられる。つまり、固容量は変化しなくとも FSP ならびに時効処理時の温度変化によって、析出物形態やその数密度が変化して硬さに対して影響を及ぼすと推測され、硬さの変化には固容量の増大と析出物形態変化の両者が複雑に関与していると考えられる。また、測定点 A と C の間で硬さの変化挙動に差異を生じたのは、FSP 中の試験片内部に温度分布が生じており、両測定点の間に温度履歴の差異が生じていたためと考えられる。これらの点を精査するためには、透過型電子顕微鏡を用いた析出物の直接的な観察や試験片の温度分布測定を通じて、温度履歴が析出物形態に及ぼす影響を調べる必要があると考えている。

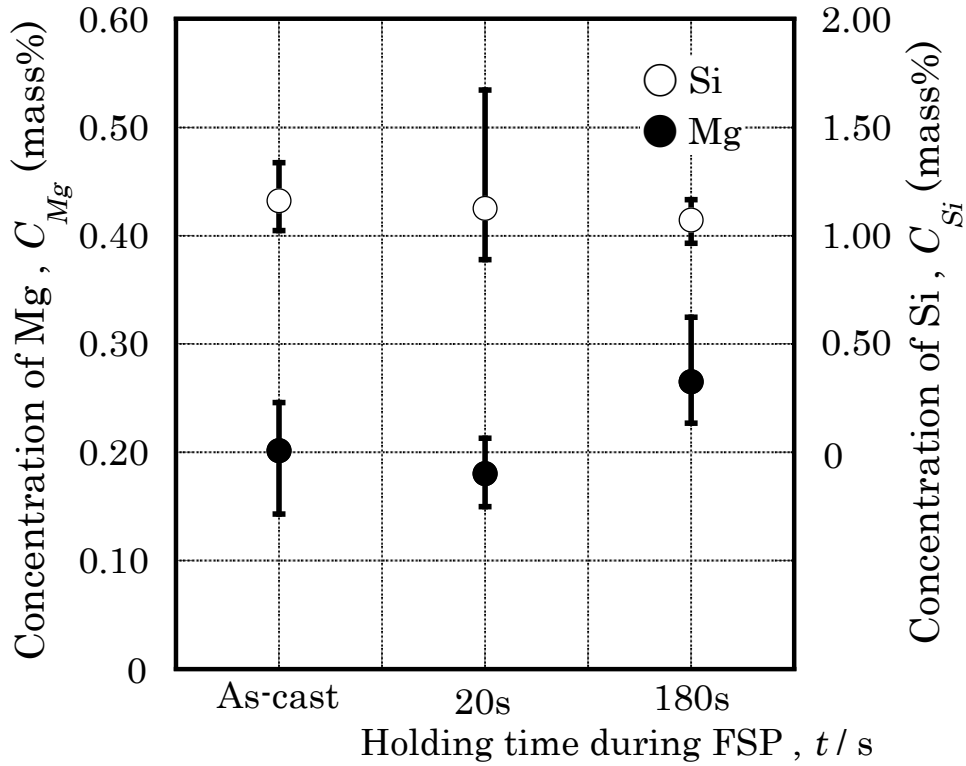


図 4.3.12 FSP 保持時間が初晶  $\alpha$ -Al 相中の Mg および Si 濃度に及ぼす影響(測定点 A)

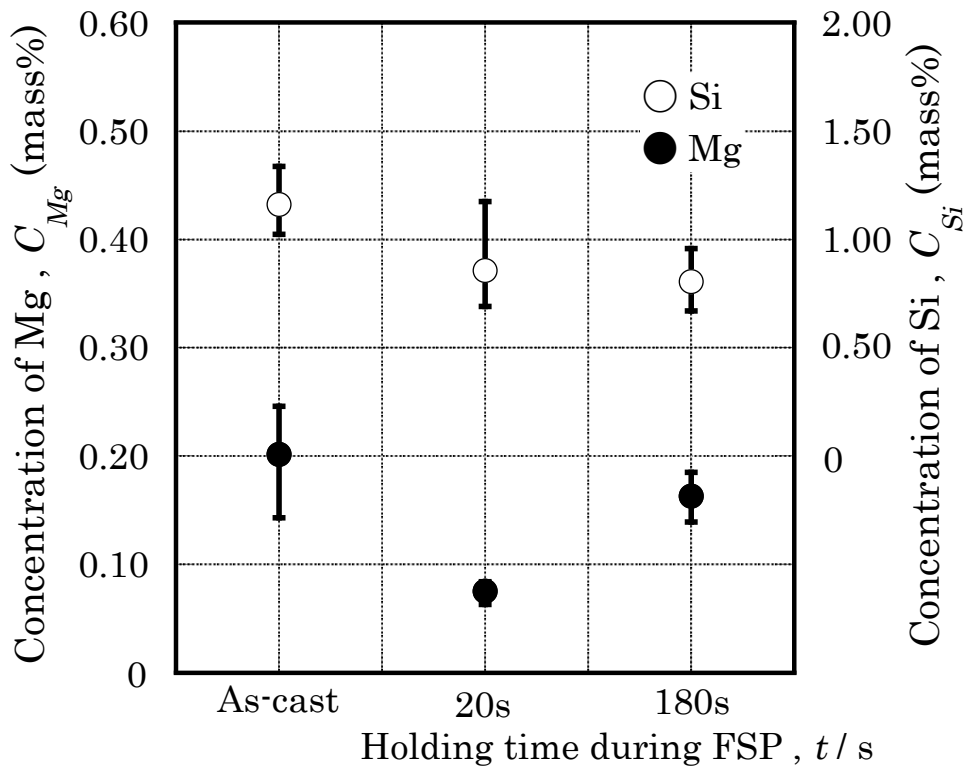


図 4.3.13 FSP 保持時間が初晶  $\alpha$ -Al 相中の Mg および Si 濃度に及ぼす影響(測定点 C)

### 4.3.3 小活

本節では、FSP 中の高温保持の時間を 20s~180s の範囲内で変化させた際のマイクロ組織、特に Mg や Si 原子の固溶状態や機械的性質(硬さ)の調査を通じて、FSP 時に発生する摩擦熱の溶体化処理としての効果に関して検討した。その結果を以下に記す。

1. 実験により得られた温度履歴は、昇温過程では 50°C から 500°C の範囲における昇温速度は 37~65°C/s であり、この昇温速度の変動はツール溶着物のかみ込みに起因する現象と考えられた。保持過程では、平均温度の変動幅は目標の 520°C に対して ±3 以内であったが、温度変動は保持時間が短い 20s では平均温度に対して ±3~5°C 程度、保持時間が 60s 以上では平均温度に対して ±5~13°C であり長時間保持した方が温度変動は大きい状況であった。冷却過程では、押付荷重の除荷直後から約 6s までは、空冷による緩やかな温度低下が確認され、6s 以降では水冷により約 2s 以内に 100°C 以下まで試験片温度が急激に低下した。
2. FSP に伴う固溶・析出状態を推定するために導電率測定を実施した結果、FSP 時後の試料では導電率の低下が確認され、FSP 中の高温保持において添加元素の固溶が進展した状況が示唆された。しかしながら、保持時間に起因する明瞭な差異は確認されなかった。FSP 後に時効処理を施した試料では、いずれの保持時間においても時効処理後は導電率が増大し、析出物の形成が示唆されたが保持時間に起因する明瞭な差異は確認されなかった。
3. FSP に伴う固溶・析出状態の変化が機械的性質に及ぼす影響を調べるために硬さ試験を実施した。測定点 A では、FSP 後の試料の硬さは保持時間に関わらず硬さ(平均値)は 60HV ± 3HV 程度を示し、鑄放し材とほぼ同等であったが、時効処理を施した試料では析出強化に起因した硬さの増大が確認され、保持時間が 60s 以内では 75HV 程度、120s 以上では 80HV 前後を示した。測定点 C では、FSP 後の試料の硬さはいずれの保持時間においても硬さは 55HV 前後であったが、時効処理を施した試料では保持時間が 20s および 60s の試料では 60HV 程度、120s 以上では 70HV 程度まで硬さが増大した。また、両測定点ともに時効処理に起因した硬さの増大量が鑄放し材と比較して顕著に増加する状況が確認され、特に FSP 保持時間が 120s 以上では時効処理に起因する硬さの増大量は、鑄放し材と比較して 2 倍以上であった。このことから、FSP 後の試料の硬さ試験結果からは固溶強化は確認されないものの FSP 中の高温保持に伴い固溶量の増大が生じたと推察された。なお、今回の実験において最も高い硬さを示した FSP 保持時間が 120s 以上の測定点 A では、ピーク時効材の硬さの 84% 程度であった。
4. 硬さ測定位置における初晶 α-Al 相中の Mg および Si 濃度を調べるために、EPMA を用いた定量分析を行った。測定点 A では、Si 濃度は FSP 保持時間に関わらずほぼ一定であり、なおかつ鑄放し材とも同等であった。一方 Mg 濃度は、鑄放し材と FSP 保持時間が 20s の試料の間に明瞭な差異は確認されないが、180s 保持した試料では鑄放し材に対して 35% 程度増大した。測定点 C では、Si 濃度はいずれの FSP

保持時間においても鋳放し材と比較して 35%程度低下し、Mg 濃度は鋳放し材に対して保持時間が 20s の試料では 60%程度、180s では 10%程度低下した。FSP 保持時間が 120s 以上の測定点 A における初晶  $\alpha$ -Al 相中の Mg 濃度は 0.27%、Si 濃度は 1.07%程度であり、指標の誘導加熱材に対して Mg 濃度は約 73%、Si 濃度は 71%程度であった。このことから、FSP 中に試験片に付与される温度履歴では、指標の溶体化処理材に相当する固溶量は得られないものの、鋳放し材と比較すると固溶量は増大する状況が明らかとなり、FSP 時の温度履歴を溶体化処理として利用する可能性が示されたと判断された。測定点 C の硬さの変化は固溶量からは説明できない状況であったが、その理由としては、FSP ならびに時効処理に伴う析出物形態の変化が考えられた。この点を精査するためには、透過型電子顕微鏡を用いた析出物の直接的な観察や試験片の温度分布測定を通じて、温度履歴が析出物形態に及ぼす影響を調べる必要があり、今後の課題と考える。

## 4.4 今後の課題と展望

本研究では、FSP 時に発生する摩擦による温度履歴を積極的に制御して溶体化処理として利用することで、攪拌に伴う塑性流動に起因した組織制御と摩擦熱による溶体化処理の複合効果により機械的性質の飛躍的な向上を目指しており、本研究を遂行する上での課題と今後の展望を以下に記す。

### 1. FSP 時の温度履歴付与状況の改善

本研究では、2.5 節で得られた溶体化処理の効果が得られる温度履歴(昇温速度が 40°C/s、温度が 560°C、保持時間が 3min)を指標とし FSP 時に試験片に付与することを試みた。しかしながら、実際に FSP を実施した結果では昇温速度は指標と極めて近い状態が得られたが、温度測定を行った箇所の最大到達温度は 530°C程度であり、指標と比較して 30°C程度低かった。また到達温度が低いため、保持時間を延長することが望まれたが、FSP 中の試験片の変形ならびに摩耗状況から保持時間は 3min が限度であると判断された。以上の状況から、指標の温度履歴を試験片に付与することは叶わなかった。この点に関しては、ツールや試験片形状や温度測定方法の改良を行い、さらに検討を進める必要がある。

### 2. 試験片内部の温度分布の把握

上述のように、今回の実験においては温度測定箇所の最大到達温度は 530°Cであったが、ツールに試験片素材が溶着する状況を勘案すると、試験片とツールの接触部近傍ではさらに温度が高い状況が推察される。また、4.3 節で述べたように FSP を施した試料の硬さには、固溶量のみならず析出物の形態が大きく関与していると推察される。FSP に伴う析出物の形態変化に起因した硬さの変化を詳しく調べるためには、透過型電子顕微鏡を用いた観察ならびに試験片の温度分布の把握が必須である。

### 3. 組織制御の効果の検討

本研究の最終目標に対して、現時点では FSP 時の温度履歴の溶体化処理の効果に関して検証した段階である。今後はプローブを試験片に挿入した状態で FSP を実施して、塑性流動に起因した組織制御が材料特性に及ぼす影響を精査する必要がある。加えて、その際の温度履歴との相互関係についても検討する必要がある。

## 4.5 結言

本章では、FSP 時の摩擦による温度履歴が材料特性に及ぼす影響の調査を通じて、温度履歴を溶体化処理として利用可能か否かを検討した。始めに、温度履歴の付与と攪拌による組織制御を独立して制御可能な FSP 装置の製作を行った。製作した FSP 装置を用いて、FSP を実施した際の温度履歴の付与状況の確認した。加えて、FSP に伴うマイクロ組織変化や機械的性質の調査を通じて、FSP に伴うマイクロ組織や機械的性質の変化に関する基礎データを収集した(4.2 節)。その後、FSP 時の温度履歴を様々に変化させた際のマイクロ組織、特に Mg や Si の存在状態や機械的性質(硬さ)を調べることで、FSP 時の温度履歴を溶体化処理として利用する可能性を検討した。

1. 4.2 節では、攪拌による組織制御と摩擦熱の付与を独立して制御可能な FSP 装置の製作について検討した後、製作した FSP 装置を用いて FSP を実施した場合における摩擦熱による試験片への温度履歴の付与状況を調べた。加えて、FSP 後の試験片のマイクロ組織観察および機械的性質の調査を通じて、FSP に伴うマイクロ組織や機械的性質の変化に関する基礎データを収集した。さらに、FSP 後の試験片を水冷し、その水冷の効果に関して検討した。

本研究では、試験片に対してツールは移動させず、主に攪拌を行うプローブがツールから出入りする機構を備えた FSP 装置を自作した。ツールを移動させない FSP では組織制御領域が狭い範囲に限定されるが、鋳物のねじ部や他部品との結合部など局所的に強度が必要な箇所に対しては、本 FSP の適用が有効であると考えられる。本研究では、上述のような箇所に対する局所的な改質を当面の目標として設定した。

製作した FSP 装置を用いて FSP を実施した際の試験片に付与される温度履歴は、①昇温速度は 27～47°C/s 程度、500°C 以上において比較的安定に保持が可能、③最大到達温度は 518～530°C 程度であった。押付荷重と試験片温度の対応関係を調べたところ両者の間には密接な関係があり、昇温過程ではツール付着物のかみ込みに起因した急激な押付荷重の増大に伴い試験片温度が著しく上昇する状況が確認された。保持過程においては、試験片温度の時間積分値と押付荷重の時間積分値の間に較的良好な相関関係が確認され、大きな荷重を長時間負荷するほど試験片は高温で保持される状況が示唆された。FSP 後の試験片のマイクロ組織では、①攪拌部(SZ)、②熱加工影響部(TMAZ)、③熱影響部(HAZ)および④黒色部(DZ)

の4領域が確認された。マイクロ組織観察から、最大押付荷重の増大に伴い攪拌部および熱加工影響部の深さが増大する状況が明らかとなった。FSP後では試験片の導電率は低下しており、試験片温度が470℃以上における温度の時間積分値の増大と導電率の低下量との間に良好な相関関係が確認された。FSP後の試験片の硬さを調べた結果、測定点AならびBでは鑄放し材に対して硬さが軽微に増大するものの、測定点Cでは鑄放し材と比較して硬さが低下した。

FSPの高温保持過程直後の水冷を2種類の方法(パターン1:試験片を降下させずに水をかける、パターン2:試験片を降下させた状態で水をかける)で検討した結果、冷却方法に起因した冷却過程の温度履歴の差異は生じるものの、導電率や硬さに明瞭な差異は確認されなかった。さらに、空冷の場合と比較しても導電率や硬さに明瞭な差異は確認されなかった。

2. 4.3節では、FSP中の高温保持の時間を20s~180sの範囲内で変化させた際のマイクロ組織、特にMgやSi原子の固溶状態や機械的性質(硬さ)の調査を通じて、FSP時の温度履歴の溶体化処理としての効果に関して検討した。

実験により得られた温度履歴は、昇温過程では50℃から500℃の範囲における昇温速度は37~65℃/sであり、この昇温速度の変動はツール溶着物のかみ込みに起因する現象と考えられた。保持過程では、平均温度の変動幅は目標の520℃に対して±3以内であったが、温度変動は保持時間が短い20sでは平均温度に対して±3~5℃程度、保持時間が60s以上では平均温度に対して±5~13℃であり長時間保持の方が温度変動は大きい状況であった。冷却過程では、押付荷重の除荷直後から約6sまでは、空冷による緩やかな温度低下が確認され、6s以降では水冷により約2s以内に100℃以下まで試験片温度が急激に低下した。

FSPに伴う固溶・析出状態を推定するために導電率測定を実施した結果、FSP時後の試料では鑄放し材に対して導電率の低下が確認され、FSP中の高温保持において添加元素の固溶が進展した状況が示唆されたが、保持時間に起因する明瞭な差異は確認されなかった。FSP後に時効処理を施した試料では、いずれの保持時間においても時効処理後は導電率が増大する状況が確認され析出物の形成が示唆されたが、保持時間に起因する明瞭な差異は確認されなかった。

FSPに伴う固溶・析出状態の変化が機械的性質に及ぼす影響を調べるために硬さ試験を実施した。測定点Aでは、FSP後の試料の硬さは保持時間に関わらず硬さは鑄放し材とほぼ同等であったが、時効処理を施した試料では析出強化に起因した硬さの増大が確認され、保持時間が60s以内では75HV程度、120s以上では80HV前後を示した。測定点Cでは、FSP後の試料の硬さはいずれの保持時間においても硬さは55HV前後であり鑄放し材と比較して低下したが、時効処理を施した試料では保持時間が20sおよび60sの試料では60HV程度、120s以上では70HV程度まで硬さが増大した。また、両測定点ともに時効処理に起因した硬さの増大量が鑄放し材と比較して顕著に増加する状況が確認され、特にFSP

保持時間が 120s 以上では時効処理に起因する硬さの増大量は、鋳放し材と比較して 2 倍以上であった。このことから、FSP 後の試料の硬さ試験結果からは固溶強化は確認されないものの FSP 中の高温保持に伴い固溶量の増大が生じたと推察された。なお、今回の実験において最も高い硬さを示した FSP 保持時間が 120s 以上の測定点 A では、ピーク時効材の硬さの 84%程度であった。また、硬さ試験の結果と導電率測定の結果が対応していないが、これは測定位置の差異に起因する現象と考えられた。

硬さ測定位置における初晶  $\alpha$ -Al 相中の Mg および Si 濃度を調べるために、EPMA を用いた定量分析を行った。測定点 A では、Si 濃度は FSP 保持時間に関わらずほぼ一定であり、なおかつ鋳放し材とも同等であった。一方 Mg 濃度は、鋳放し材と FSP 保持時間が 20s の試料の間に明瞭な差異は確認されないが、180s 保持した試料では鋳放し材に対して 35%程度増大した。測定点 C では、Si 濃度はいずれの FSP 保持時間においても鋳放し材と比較して 35%程度低下し、Mg 濃度は鋳放し材に対して保持時間が 20s の試料では 60%程度、180s では 10%程度低下した。FSP 保持時間が 120s 以上の測定点 A における初晶  $\alpha$ -Al 相中の Mg 濃度は 0.27%、Si 濃度は 1.07%程度であり、指標の誘導加熱材に対して Mg 濃度は約 73%、Si 濃度は 71%程度であった。このことから、FSP 中に試験片に付与される温度履歴では、指標の溶体化処理材に相当する固溶量は得られないものの、鋳放し材と比較すると固溶量は増大する状況が明らかとなり、FSP 時の温度履歴を溶体化処理として使用する可能性が示された。測定点 C の硬さの変化は固溶量からは説明できない状況であったが、その理由としては FSP ならびに時効処理に伴う析出物形態の変化が考えられた。この点を精査するためには、透過型電子顕微鏡を用いた析出物の直接的な観察や試験片の温度分布測定を通じて、温度履歴が析出物形態に及ぼす影響を調べる必要があり、今後の課題と考える。

## 参考文献

- 1) Y.S.Sato, H.Kokawa, M.Enomoto, S.Jogan: Metal. Mater. Trans. A, Vol.30A, (1999), pp.2429-2437.
- 2) 社団法人溶接学会 編：摩擦攪拌接合-FSW のすべて- , (産報出版), (2006), pp.41.
- 3) 熊井真次, 佐藤宏昌, 鈴木健太, 大川武士, 李光鎮, 渡邊満洋: 軽金属, Vol.57, No.11 (2007), pp.529-535.
- 4) 福本昌宏, 椿正己, 下田陽一郎, 安井利明: 溶接学会論文集, Vol.22, No.2 (2004), pp.309-314.
- 5) 社団法人溶接学会 編：摩擦攪拌接合-FSW のすべて- , (産報出版), (2006), pp.74.
- 6) Z.Y.Ma, S.R.Sharma, R.S.Mishra: Mater. Sci. Eng. A433, (2006), pp.269-278.
- 7) 社団法人溶接学会 編：摩擦攪拌接合-FSW のすべて- , (産報出版), (2006), pp.37.
- 8) 篠田剛, 李錦旗, 吉沢亮: 軽金属, Vol.49, No.12 (1999), pp.607-612.

## 第 5 章 結論

本研究では、自動車部品などに多用される代表的な熱処理型アルミニウム合金鋳造材である AC4CH 合金を研究対象に選び、FSP 時の摩擦による温度履歴を制御し溶体化処理として利用することで、攪拌に伴う塑性流動に起因した組織制御と摩擦熱による溶体化処理の効果を同時並行的に得ることにより機械的性質の飛躍的な向上の達成を最終目標に掲げた。この一連の研究において、本論文では、FSP 時における溶体化処理と組織制御の複合効果に関して検討するに当たり、溶体化処理と組織制御を個別に実施した際のそれぞれの効果を把握するための検討を行った(第 2 章および第 3 章)。その後、攪拌による組織制御と摩擦熱による溶体化処理の効果を同時並行的に取得するための FSP 手法を考案し、それを実現する FSP 装置を製作した。製作した FSP 装置において実現される摩擦による温度履歴の調査を行い、その温度履歴がマイクロ組織や機械的性質に及ぼす影響の調査を通じて摩擦熱を溶体化処理として利用可能か否かを検討した(第 4 章)。その結果、以下の結論を得た。

[1] 第 2 章では、FSP 時の摩擦熱を溶体化処理として利用するに当たり、FSP 時に発生すると想定される摩擦熱の温度履歴(急速昇温、固相線直下の高温、分単位の短時間の保持)を高周波誘導加熱装置を用いて模擬した。高周波誘導加熱装置による急速昇温を伴う高温短時間溶体化処理を施した際のマイクロ組織や機械的性質の体系的な精査を通じて、溶体化処理の効果が得られる温度履歴を模索した。その結果、以下のことが明らかとなった。

(1) 2.3 節では、高周波誘導加熱装置をアルミニウム合金鋳造材の加熱に適用するに当たり、試験片の加熱状況を調べた。その結果、長手方向及び幅方向における温度分布の検討結果から、加熱コイルに対して適正な位置( $L=26\text{mm}$ )に試験片を設置すると、極端に大きな温度分布を生じないことが確認された。具体的には、長手方向における温度分布は約  $4^{\circ}\text{C}$ 、幅方向は最大でも約  $4^{\circ}\text{C}$ であった。

(2) 2.4 節では高周波誘導加熱装置特有の他の熱処理装置では実現が困難である大きな昇温速度( $40.0^{\circ}\text{C}/\text{s}$ )を伴う溶体化処理が材料特性に及ぼす影響の概要把握を目的とした。具体的には、急速昇温を伴う溶体化処理における溶体化温度や時間さらには昇温速度がマイクロ組織および機械的性質などの材料特性に及ぼす影響を調べた。

$40.0^{\circ}\text{C}/\text{s}$  に相当する急速昇温に加えて、溶体化温度に達した直後に急冷する溶体化処理では、共晶 Si 粒子の大きさや形状に明瞭な変化は認められないものの、溶体化温度の上昇に伴う固溶



量の増大に関連して、硬さや耐力は増大することが明らかとなった。

溶体化温度を 560°C に設定した溶体化処理(昇温速度 : 40.0°C/s)では、分単位の時間間隔においても、共晶 Si 粒子の形状や機械的性質の変化を明瞭に捉えることができた。具体的には、3min の溶体化時間で共晶 Si 粒子のアスペクト比は低下、硬さや耐力は増大するが、その後はいずれの値も飽和することを確認した。一方、共晶 Si 粒子の断面積は、溶体化時間の延長に伴い単調に増大することを確認した。

昇温速度は共晶 Si 粒子の大きさに対して著しく影響することが確認された。具体的には、昇温速度が 40.0°C/s において最小値(約 1.5 $\mu\text{m}^2$ )を示すのに対して、4.0°C/s では約 168%、0.4°C/s では約 149%の粗大化傾向が確認された。一方、導電率、硬さ及び耐力に対する昇温速度の影響は小さいことが明らかとなった。

(3) 2.5 節では、急速昇温(40°C/s)を伴う固相線直下の高温(560°C)における分単位の保持 0min から 30min)という極めて限定的な高温短時間溶体化処理を施した際のマイクロ組織、特に Mg や Si の存在状態や共晶 Si 粒子の形態変化と機械的性質、特に引張特性との相互関係の精査を通じて、溶体化処理の効果が得られる温度履歴を模索した。

鑄放し状態では、チェーンズクリプト状及び板状の  $\pi$  相や  $\text{Mg}_2\text{Si}$  相として Mg は存在していたが、急速昇温を伴う短時間の溶体化処理を施した場合、 $\text{Mg}_2\text{Si}$  相は 560°C まで昇温した直後に消失した。他方、チェーンズクリプト状の  $\pi$  相は 3min という極めて短い溶体化時間において消失するが、板状の  $\pi$  相は Mg を含まない  $\beta$ -AlFeSi に状態変化を生じることが明らかとなった。この  $\pi$  相の状態変化に伴い Mg は共晶部へ供給され、共晶部を介した Mg の拡散が初晶  $\alpha$  相内部における Mg の増大を律速すると考えれば、初晶  $\alpha$  相内部の Mg 濃度の増大傾向が 3min の溶体化時間で飽和する状況が説明可能と思われた。 $\pi$  相の粗大化に伴い、 $\pi$  相の消失あるいは  $\beta$ -AlFeSi への状態変化に必要な溶体化時間は長時間となることが実験的に確認できた。

40.0°C/s の昇温速度で 560°C まで加熱した後、3min の溶体化処理を施した試料では、初晶  $\alpha$ -Al 相の硬さ及び 0.2%耐力が鑄放し状態と比較してそれぞれ 21%及び 23%程度増大した。3min 以降では硬さ及び 0.2%耐力は飽和傾向を示し、飽和した値は電気炉処理材(535°C-480min)と同等であった。一方、破断伸びは 3min の溶体化時間にかけて顕著に増大し、その後も緩やかに増大する傾向を示した。30min の溶体化処理を施した試料では電気炉処理材と同等の破断伸びを示した。3min の溶体化時間に至る初晶  $\alpha$ -Al 相内部の Mg 及び Si 濃度の増加と硬さ及び 0.2%耐力の増大には良好な対応関係がみられることから、強度向上の主因は固溶強化であると考えられたが、自然時効に伴うクラスタの形成も少なからず関与すると推測さ

れた。また、 $\alpha$ -Al 相に対する Mg や Si 原子の固溶はひずみ増加に伴う転位構造の形成に変化をもたらし、加工硬化能を向上させることが示唆された。共晶 Si 粒子や破断面におけるディンプルの分散状態を調べたところ、3min 以降の溶体化時間における緩やかな破断伸びの増大は共晶 Si 粒子の粒子間距離の増大に起因する現象と考えられた。

以上の検討から、40°C/s の昇温速度で 560°C まで昇温した後、同温度で 3min 程度保持することで、一般的な条件(535°C-480min)で溶体化処理を施した場合と同等の機械的性質が得られることが確認できた。つまり、FSP 時に発生する摩擦熱の温度履歴を 560°C-3min に制御可能であれば、溶体化処理としての効果が得られることが示唆された。

(4) 2.6 節では、前節までより大きな昇温速度の急速昇温を伴う高温短時間溶体化処理における共晶 Si 粒子の形態変化を光学顕微鏡や SEM を用いて詳細に観察した。加えて、溶体化処理時の昇温速度が引張特性に及ぼす影響を調べた。

90.0°C/s の昇温速度で室温から 560°C まで急速昇温を施した試料では、昇温直後(保持時間：0min)において鑄放し材と比較して共晶 Si 粒子の平均断面積が著しく低下した。SEM を用いた観察により、共晶 Si 粒子の平均断面積の低下は 2 次枝の分断に起因する現象と考えられた。560°C における保持時間の延長に伴い共晶 Si 粒子の平均断面積は単調に増大した。昇温速度が 0.9°C/s の場合では、560°C まで昇温した直後に鑄放し材と比較して共晶 Si 粒子の平均断面積の低下が確認されたが、その低下割合は急速昇温を施した場合と比較して小さかった。一方保持時間が 30min の試料では、昇温速度に起因した共晶 Si 粒子の形態(平均断面積、平均アスペクト比および平均粒子間距離)の明瞭な差異は確認されなかった。また、昇温速度の差異に起因した共晶 Si 粒子の形態変化の挙動は Si 原子の拡散機構の観点から説明可能と思われた。

引張試験を用いて測定した耐力は、いずれの昇温速度においても 10min の保持時間に至るまで増大して 10min 以上では飽和する傾向を示したが、急速昇温(90.0°C/s)を施した場合の方が耐力の飽和値が 6%程度高い値を示した。昇温速度に起因した耐力の差異を検討するために、導電率測定により固容量の推定を試みたが導電率は共晶 Si 粒子の形態変化も反映する状況が示唆されたため、単純に固容量のみの観点からの検討は困難であった。この点は、今後の課題である。破断伸びは、平均値を用いて議論すると、①いずれの昇温速度においても保持時間の延長に伴い破断伸びは増大する、②いずれの保持時間においても 90.0°C/s と比較すると 0.9°C/s の方が大きな破断伸びを示す傾向は確認されるものの、同条件の試料内での変動が大きく、伸びの値で 10%以上の変動を示す試料も存在した。破断面の SEM 観察から、破断伸びの変動は鑄造欠陥に起因する現象と判断された。破断面上のディンプルを観察した結果、いずれの昇温速度においても保持時間の延長に伴い平均ディンプル径が増大する傾向が確認され、その大き

さは平均粒子間距離と良好な対応関係を示した。このことから、粒子間距離の増大に伴い変形時に延性の大きい Al 母相の寄与度が增大することが考えられ、破断伸びの増大が示唆された。

[2] 第 3 章では、FSP 時の組織制御の効果を検証する指標を構築するために、共晶 Si 粒子の分散状態と機械的性質、特に引張特性との相互関係を詳細に検討することを目的とした。始めに、共晶 Si 粒子の分散状態の定量評価方法を確立するために、ECAP 加工を用いて様々な共晶 Si 粒子の分散状態を有する試料を作製し、面積格子を用いた分散状態の定量評価を試みた。その後、定量化した共晶 Si 粒子の分散状態と引張特性との相互関係に関して検討を加えた。結果を以下に示す。

(1) スタート材のマイクロ組織を観察した結果では、デンドライト状の初晶  $\alpha$ -Al 相とその間隙をネットワーク状に取り囲む共晶部が存在しており典型的な鑄造組織が確認された。一方 ECAP 加工(Route A)を施した試験片では、2 パスにおいて X 面は Z 面に対して平行方向に、Y 面は Z 面に対して任意の角度を持つように組織が伸長する様子が確認され、この 2 つの面では初晶  $\alpha$ -Al 相のデンドライト形状は消失した。他方、Z 面には顕著な変化は確認されず、スタート材と同様の鑄造組織が確認された。これらの組織変化は、ECAP 加工に伴うせん断変形の導入状況と試験片の形状変化を検討した既報とほぼ一致することから、ECAP 加工時のせん断変形に起因する現象と考えられた。

(2) 本研究では、組織画像上に格子を切り、格子の中に存在する共晶 Si 粒子の個数とその格子の頻度をヒストグラムにまとめた際の CV 値を共晶 Si 粒子の分散状態を示す特性値として定義した。スタート材ならびに ECAP 加工材における試験片各面の CV 値の変化は、組織画像から確認できる共晶 Si 粒子の分散状態の変化と良好な対応関係を示した。このことから、本研究で定義した CV 値は視覚的に認識する共晶 Si 粒子の分散状態を数値としての的確に表現するものと判断され、有用な共晶 Si 粒子の分散状態の定量評価方法を確立したと考えている。

(3) 共晶 Si 粒子の分散状態を示す特性値である CV 値と引張特性の相互関係を調べた。その結果、共晶 Si 粒子の空間的な分散状態の均一化(試験片各面における CV 値の平均値の低下)に伴い、延性(均一伸び、局部伸びおよび破断伸び)が向上することが確かめられた。これは、共晶 Si 粒子の疎密状態が解消され、引張変形時の応力集中が緩和されたことに起因する現象と考えられた。一方、CV 値の変化に対する強度(0.2%耐力および引張強さ)の明瞭な差異は確認されないことから、共晶 Si 粒子の分散状態が強度に及ぼす影響は小さいと考えられた。また、今回の

検討では共晶 Si 粒子の分散状態のみに着目して引張特性との相互関係を検討したが、ECAP 加工に伴う引け巣やガス欠陥など空隙の消滅や共晶 Si 粒子の大きさおよび形状の変化も引張特性を左右する影響因子と考えられるため、これらと共晶 Si 粒子の分散状態の引張特性に対する寄与度を検証することが今後の課題と考えられた。

[3] 第 4 章では、FSP 時の摩擦による温度履歴が材料特性に及ぼす影響の調査を通じて、温度履歴を溶体化処理として利用可能か否かを検討した。始めに、温度履歴の付与と攪拌による組織制御を独立して制御可能な FSP 装置の製作を行った。製作した FSP 装置を用いて、FSP を実施した際の温度履歴の付与状況の確認した。加えて、FSP に伴うマイクロ組織変化や機械的性質の調査を通じて、FSP に伴うマイクロ組織や機械的性質の変化に関する基礎データを収集した(4.2 節)。その後、FSP 時の温度履歴を様々に変化させた際のマイクロ組織、特に Mg や Si の存在状態や機械的性質(硬さ)を調べることで、FSP 時の温度履歴を溶体化処理として利用する可能性を検討した。

(1) 4.2 節では、攪拌による組織制御と摩擦熱の付与を独立して制御可能な FSP 装置の製作について検討した後、製作した FSP 装置を用いて FSP を実施した場合における摩擦熱による試験片への温度履歴の付与状況を調べた。加えて、FSP 後の試験片のマイクロ組織観察および機械的性質の調査を通じて、FSP に伴うマイクロ組織や機械的性質の変化に関する基礎データを収集した。さらに、FSP 後の試験片を水冷し、その水冷の効果に関して検討した。

本研究では、試験片に対してツールは移動させず、主に攪拌を行うプローブがツールから出入りする機構を備えた FSP 装置を自作した。ツールを移動させない FSP では組織制御領域が狭い範囲に限定されるが、鋳物のねじ部や他部品との結合部など局所的に強度が必要な箇所に対しては、本 FSP の適用が有効であると考えられる。本研究では、上述のような箇所に対する局所的な改質を当面の目標として設定した。

製作した FSP 装置を用いて FSP を実施した際の試験片に付与される温度履歴は、①昇温速度は 27~47°C/s 程度、500°C 以上において比較的安定に保持が可能、③最大到達温度は 518~530°C 程度であった。押付荷重と試験片温度の対応関係を調べたところ両者の間には密接な関係があり、昇温過程ではツール付着物のかみ込みに起因した急激な押付荷重の増大に伴い試験片温度が著しく上昇する状況が確認された。保持過程においては、試験片温度の時間積分値と押付荷重の時間積分値の間に較的良好な相関関係が確認され、大きな荷重を長時間負荷するほど試験片は高温で保持される状況が示唆された。FSP 後の試験片のマイクロ組織では、①攪拌部(SZ)、②熱加工影響部(TMAZ)、③熱影響部(HAZ)および④黒色部(DZ)の 4 領域が確認された。

マイクロ組織観察から、最大押付荷重の増大に伴い攪拌部および熱加工影響部の深さが増大する状況が明らかとなった。FSP 後では試験片の導電率は低下しており、試験片温度が 470℃以上における温度の時間積分値の増大と導電率の低下量との間に良好な相関関係が確認された。FSP 後の試験片の硬さを調べた結果、測定点 A ならび B では鑄放し材に対して硬さが軽微に増大するものの、測定点 C では鑄放し材と比較して硬さが低下した。

FSP の高温保持過程直後の水冷を 2 種類の方法(パターン 1: 試験片を降下させずに水をかける、パターン 2: 試験片を降下させた状態で水をかける)で検討した結果、冷却方法に起因した冷却過程の温度履歴の差異は生じるものの、導電率や硬さに明瞭な差異は確認されなかった。さらに、空冷の場合と比較しても導電率や硬さに明瞭な差異は確認されなかった。

(2) 4.3 節では、FSP 中の高温保持の時間を 20s~180s の範囲内で変化させた際のマイクロ組織、特に Mg や Si 原子の固溶状態や機械的性質(硬さ)の調査を通じて、FSP 時の温度履歴の溶体化処理としての効果に関して検討した。

実験により得られた温度履歴は、昇温過程では 50℃から 500℃の範囲における昇温速度は 37~65℃/s であり、この昇温速度の変動はツール溶着物のかみ込みに起因する現象と考えられた。保持過程では、平均温度の変動幅は目標の 520℃に対して±3 以内であったが、温度変動は保持時間が短い 20s では平均温度に対して±3~5℃程度、保持時間が 60s 以上では平均温度に対して±5~13℃であり長時間保持した方が温度変動は大きい状況であった。冷却過程では、押付荷重の除荷直後から約 6s までは、空冷による緩やかな温度低下が確認され、6s 以降では水冷により約 2s 以内に 100℃以下まで試験片温度が急激に低下した。

FSP に伴う固溶・析出状態を推定するために導電率測定を実施した結果、FSP 時後の試料では鑄放し材に対して導電率の低下が確認され、FSP 中の高温保持において添加元素の固溶が進展した状況が示唆されたが、保持時間に起因する明瞭な差異は確認されなかった。FSP 後に時効処理を施した試料では、いずれの保持時間においても時効処理後は導電率が増大する状況が確認され析出物の形成が示唆されたが、保持時間に起因する明瞭な差異は確認されなかった。

FSP に伴う固溶・析出状態の変化が機械的性質に及ぼす影響を調べるために硬さ試験を実施した。測定点 A では、FSP 後の試料の硬さは保持時間に関わらず硬さは鑄放し材とほぼ同等であったが、時効処理を施した試料では析出強化に起因した硬さの増大が確認され、保持時間が 60s 以内では 75HV 程度、120s 以上では 80HV 前後を示した。測定点 C では、FSP 後の試料の硬さはいずれの保持時間においても硬さは 55HV 前後であり鑄放し材と比較して低下したが、時効処理を施した試料では保持時間が 20s および 60s の試料では 60HV 程度、120s 以上では 70HV 程度まで硬さが増大した。また、両測定点ともに時効処理に起因した硬さの増大量が鑄

放し材と比較して顕著に増加する状況が確認され、特に FSP 保持時間が 120s 以上では時効処理に起因する硬さの増大量は、鑄放し材と比較して 2 倍以上であった。このことから、FSP 後の試料の硬さ試験結果からは固溶強化は確認されないものの FSP 中の高温保持に伴い固溶量の増大が生じたと推察された。なお、今回の実験において最も高い硬さを示した FSP 保持時間が 120s 以上の測定点 A では、ピーク時効材の硬さの 84%程度であった。また、硬さ試験の結果と導電率測定の結果が対応していないが、これは測定位置の差異に起因する現象と考えられた。

硬さ測定位置における初晶  $\alpha$ -Al 相中の Mg および Si 濃度を調べるために、EPMA を用いた定量分析を行ったところ、測定点 A では、Si 濃度は FSP 保持時間に関わらずほぼ一定であり、なおかつ鑄放し材とも同等であった。一方 Mg 濃度は、鑄放し材と FSP 保持時間が 20s の試料の間に明瞭な差異は確認されないが、180s 保持した試料では鑄放し材に対して 35%程度増大した。測定点 C では、Si 濃度はいずれの FSP 保持時間においても鑄放し材と比較して 35%程度低下し、Mg 濃度は鑄放し材に対して保持時間が 20s の試料では 60%程度、180s では 10%程度低下した。FSP 保持時間が 120s 以上の測定点 A における初晶  $\alpha$ -Al 相中の Mg 濃度は 0.27%、Si 濃度は 1.07%程度であり、指標の誘導加熱材に対して Mg 濃度は約 73%、Si 濃度は 71%程度であった。このことから、FSP 中に試験片に付与される温度履歴では、指標の溶体化処理材に相当する固溶量は得られないものの、鑄放し材と比較すると固溶量は増大する状況が明らかとなり、FSP 時の温度履歴を溶体化処理として使用する可能性が示されたと判断された。測定点 C の硬さの変化は固溶量からは説明できない状況であったが、その理由としては FSP ならびに時効処理に伴う析出物形態の変化が考えられた。この点を精査するためには、透過型電子顕微鏡を用いた析出物の直接的な観察や試験片の温度分布測定を通じて、温度履歴が析出物形態に及ぼす影響を調べる必要があり、今後の課題と考える。

# 謝辞

博士論文執筆にあたり、熱意の込められたご指導・ご鞭撻を頂きました中山栄浩教授に厚く御礼申し上げます。中山先生には研究活動を通じ、学会発表や論文投稿などの貴重な機会を与えて頂きましたことを心から感謝申し上げます。指導教員グループとしてご指導・ご鞭撻を頂きました園家啓嗣教授、萩原親作教授、吉原正一郎准教授に深甚なる謝意を申し添えます。論文審査を担当して頂き、有意義なご助言を頂きました清水毅准教授、石田和義准教授に厚く御礼申し上げます。

本研究の遂行に当たり、試料の提供および研究内容に関する有意義なご助言を頂きました公益社団法人日本鑄造工学会 軽合金研究部会の先生方ならびに研究者、技術者の方々に厚く御礼申し上げます。

実験試料を提供して頂いた日立金属株式会社山浦秀樹氏に厚く御礼申し上げます。

誘導加熱装置に関する技術支援を頂いたワイエス電子工業株式会社関谷英治氏に心から感謝申し上げます。

微小硬度計を使用させて頂いた有限会社丸眞熱処理工業様に厚く御礼申し上げます。

画像処理に関して有意義なご助言を頂きました清水毅准教授に厚く御礼申し上げます。

FSP 装置や ECAP 金型の製作など多岐にわたり多大なご協力を頂きましたものづくり教育実践センターの皆様心から感謝申し上げます。

最後に、研究活動を支えて頂いた先輩方、卒業生の皆様、現研究室のメンバー、家族に心から感謝申し上げます。

2014年 09月

山梨大学大学院医学工学総合教育部(3年博士課程)

情報機能システム工学専攻 機械デザインシステム分野

G11DM003 猿渡 直洋

# 研究業績

## 学会発表

### ● 口頭発表

- (1) ○猿渡直洋, 関谷英治, 中山栄浩, 「高周波誘導加熱を用いた溶体化処理が AC4CH 合金鋳物の機械的性質に及ぼす影響」, 『日本鋳造工学会 第 155 回全国講演大会』, pp.144, 長崎, 2009 年 10 月.
- (2) ○猿渡直洋, 関谷英治, 中山栄浩, 「溶体化処理時の昇温速度が AC4CH アルミニウム合金鋳物の機械的性質に及ぼす影響」, 『軽金属学会 第 117 回秋期大会』, pp.187-188, 東京, 2009 年 11 月.
- (3) ○猿渡直洋, 関谷英治, 中山栄浩, 「高周波誘導加熱装置を用いた溶体化処理が AC4CH 合金鋳物のミクロ組織と機械的性質に及ぼす影響」, 『日本鋳造工学会 第 156 回全国講演大会』, pp.57, 大阪, 2010 年 05 月.
- (4) ○猿渡直洋, 関谷英治, 中山栄浩, 「誘導加熱装置による高温・短時間の溶体化処理が AC4CH 合金鋳物のミクロ組織に及ぼす影響」, 『日本鋳造工学会 第 157 回全国講演大会』, pp.107, 札幌, 2010 年 10 月.
- (5) ○猿渡直洋, 関谷英治, 中山栄浩, 「高周波誘導加熱装置を用いた溶体化処理が AC4CH 合金鋳物の機械的性質へ及ぼす影響」, 『軽金属学会 第 119 回秋期大会』, pp.249-250, 長岡, 2010 年 11 月.
- (6) ○猿渡直洋, 関谷英治, 中山栄浩, 「高温・短時間溶体化処理による AC4CH 合金鋳物のミクロ組織変化」, 『軽金属学会 第 120 回春期大会』, pp.153-154, 名古屋, 2011 年 5 月.
- (7) ○猿渡直洋, 関谷英治, 中山栄浩, 「急速昇温を伴う溶体化処理が AC4CH 合金鋳物の共晶 Si 粒子の形態変化に及ぼす影響」, 『日本鋳造工学会 第 158 回全国講演大会』, pp.22, 東京, 2011 年 5 月.



- (8) ○猿渡直洋, 関谷英治, 中山栄浩, 「AC4CH アルミニウム合金鋳物における共晶 Si 粒子の形態変化に及ぼす急速加熱の影響」, 『日本鋳造工学会 第 159 回全国講演大会』, pp.135, 松江, 2011 年 10 月.
- (9) ○猿渡直洋, 関谷英治, 中山栄浩, 「溶体化処理時の昇温速度が AC4CH 合金鋳物の共晶 Si 粒子の形態変化に及ぼす影響」, 『軽金属学会 第 121 回秋期大会』, pp.179-180, 東京, 2011 年 11 月.
- (10) ○猿渡直洋, 関谷英治, 中山栄浩, 「高周波誘導加熱装置を用いた AC4CH アルミニウム合金鋳物の急速昇温溶体化処理(受賞記念講演)」, 『日本鋳造工学会 第 160 回全国講演大会』, pp.118, 名古屋, 2012 年 5 月.
- (11) ○猿渡直洋, 関谷英治, 中山栄浩, 「共晶 Si 粒子の分布状態が AC4CH アルミニウム合金鋳造材の機械的性質に及ぼす影響」, 『日本鋳造工学会 第 161 回全国講演大会』, pp.143, 盛岡, 2012 年 10 月.
- (12) ○猿渡直洋, 中山栄浩, 「ECAP 加工が AC4CH アルミニウム合金鋳造材の共晶 Si 粒子に及ぼす影響」, 『日本鋳造工学会 第 162 回全国講演大会』, pp.63, 甲府, 2013 年 5 月.
- (13) ○猿渡直洋, 松野力也, 中山栄浩, 関谷英治, 「摩擦に伴う温度履歴が AC4CH アルミニウム合金鋳造材のミクロ組織に及ぼす影響」, 『日本鋳造工学会 第 163 回全国講演大会』, pp.117, 高岡, 2013 年 10 月.
- (14) ○猿渡直洋, 中山栄浩, 「ECAP 加工を施した AC4CH 合金鋳造材における共晶 Si 粒子の形態変化」, 『軽金属学会 第 125 回秋期大会』, pp.235-236, 横浜, 2013 年 11 月.

● **ポスター発表**

- (1) ○猿渡直洋, 関谷英治, 中山栄浩, 「溶体化処理時の昇温速度が AC4CH 合金鋳物の共晶 Si 粒子形態と機械的性質に及ぼす影響」, 『軽金属学会 第 122 回春期大会』, pp.349-350, 福岡, 2012 年 5 月.
- (2) ○猿渡直洋, 中山栄浩, 「ECAP 加工を施した AC4CH 合金鋳造材における共晶 Si 粒子の分布状

態の評価」, 『軽金属学会 第 124 回春期大会』, pp.397-398, 富山, 2013 年 5 月.

## 学術論文

- (1) 猿渡直洋, 中山栄浩, 関谷英治, 「高周波誘導加熱装置を用いた AC4CH アルミニウム合金鋳物の急速昇温溶体化処理」, 鑄造工学, 第 83 卷, 第 11 号, (2011), pp.622-630.
- (2) 猿渡直洋, 中山栄浩, 関谷英治, 「高温短時間溶体化処理を施した AC4CH アルミニウム合金における金属間化合物の状態変化」, 鑄造工学, 第 85 卷, 第 10 号, (2013), pp.643-650.
- (3) 猿渡直洋, 中山栄浩, 関谷英治, 「誘導加熱装置による高温短時間溶体化処理が AC4CH 合金の機械的性質に及ぼす影響」, 鑄造工学, 第 86 卷, 第 7 号, (2014), pp.523-530.