摩擦攪拌処理を施した 5083 アルミニウム合金の組織とその高温安定性

柴柳 敏哉*・前田 将克**・奈賀 正明*

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 56, No. 7 (2006), pp. 347-353

Microstructure and its high temperature stability in a friction stir processed 5083 aluminum alloy

Toshiya SHIBAYANAGI*, Masakatsu MAEDA** and Masaaki NAKA*

5083 aluminum alloy plate of 3 mm thickness was friction stir processed under processing conditions of various rotation speeds and travelling speeds from 300 to 2000 rpm and 100 to 500 mm/min, respectively. Microstructure on cross section of the friction stir processed plate was observed by means of an optical microscopy and SEM-EBSP method. High temperature stability of microstructure in stir zone was evaluated by annealing the specimens at temperatures ranging from 523 to 823 K in a salt bath. Grain refinement was effectively achieved in the stir zone by friction stir processing and grain size was decreased as the rotation speed and/or the travelling speed decreased. Minimum grain size of 1.76 μm was obtained when processed with a rotation speed of 300 rpm and a travelling speed of 100 mm/min. Abnormal grain growth appeared in every specimen when annealed at 823 K regardless of the processing conditions. Critical temperatures of the occurrence of abnormal grain growth tended to decrease as the rotation speed was decreased. No significant change in microstructure was observed at these high temperatures in the specimen when the region that was contacted to shoulder of the tool was removed by mechanically. Possibility of a residual strain in stir zone given by the tool was discussed regarding to the high temperature stability of microstructure fabricated by friction stir processing.

(Received November 28, 2005 Accepted April 4, 2006)

Keywords: 5083 aluminum alloy, friction stir processing, grain size, abnormal grain growth

1. 緒 言

摩擦攪拌接合法はアルミニウム合金の固相状態での接合法^{1)~4)}として開発されて以来多くの金属材料へ適用例が拡大してきている^{5)~11)}。本接合法は高速で回転する接合ツールを材料へ圧入し、発生する摩擦熱により金属を軟化させて塑性流動を引き起こし被接合材の接触部近傍を互いに混合一体化させるというプロセスを基本としている。

接合部組織は接合中に形成されたとされる微細結晶粒組織領域 (stir zone: SZ) と高温変形の影響を受けて塑性流動模様を反映した伸張結晶粒を主体とする領域 (thermo-mechanically affected zone: TMAZ) と熱影響部 (heat affected zone: HAZ) に大別される。これら各領域の組織状態は継手の力学特性に支配的な影響を及ぼすので接合部組織の最適化・制御が重要な課題となる。

また、本法では回転ツール近傍に限定して組織が形成されることから、局所組織制御法としての応用展開が期待できる。この場合、本接合法の最大の特徴である結晶粒微細化効果の利用がまず考えられる。接合条件と形成される組織状態との関係は材料により様々であるが、共通事項としては入熱量が少ないほど組織がより微細になるということが多くの材料で

実験的に明らかにされてきている。

ところで、微細結晶粒組織は、結晶粒界エネルギーの総和を考慮に入れると、非常に大きな蓄積エネルギーを内在しているために本来的に不安定な組織状態であるとも考えられる。したがって、摩擦攪拌処理により創り出された組織は高温組織安定性の観点からも評価されなければならない。高温組織変化は時効硬化合金の場合には析出物の再固溶・析出現象と粒成長の2つの重要現象の競合関係を取り扱うことになり、それぞれの本質を把握することが困難な場合がある。摩擦攪拌処理により創出された微細結晶粒組織の本来的な特徴を調べるには純金属あるいは非熱処理型合金が適している。

本研究では、非熱処理型合金である 5083 アルミニウム合金板材にスターインプレート型の摩擦攪拌処理を施して得られる組織を結晶粒微細化効果と高温安定性の二つの観点から詳細に評価し、本接合法を組織制御へ応用するための基礎的知見を得ることを目的とする。

2. 実験方法

2.1 供試材

本研究では Table 1 に示す化学組成を有する 5083 アルミニウム合金 O 材を摩擦攪拌処理実験に供した。受理材の寸法

* 大阪大学接合科学研究所 (〒567-0047 大阪府茨木市美穂ヶ丘 11-1)。Joining and Welding Research Institute, Osaka University (11-1, Mihogaoka, Ibaraki-shi, Osaka 567-0047). E-mail: toshiya@jwri.osaka-u.ac.jp

** 大阪大学先端科学イノベーションセンター (茨木市)。Center for Advanced Science and Innovation, Osaka University (Ibaraki-shi, Osaka).

Table 1 Chemical composition of specimen

Alloy	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
A5083-O	0.07	0.19	0.10	0.62	4.5	0.06	0.02	0.01	bal.

は長さ、横幅、板厚がそれぞれ、300 mm、100 mm および 3 mm で、長手方向が圧延方向と一致している。

2.2 摩擦攪拌処理

摩擦攪拌接合装置（日立製 H2130 型）を用いて摩擦攪拌処理を施した。本研究で使用した接合ツールは工具鋼製（SKD61）で、ショルダとプローブからなる。ショルダは直径 12 mm で、プローブは長さ 2.7 mm、直径 4 mm の正ねじ付きである。摩擦攪拌条件はツール前進角が 3 度、ツール回転速度を 300~2000 rpm の範囲、送り速度を 100~500 mm/min の範囲とし、合計 40 条件とした。裏当板には厚さ 10 mm の SUS304 板を用い、純アルミニウム板（10 mm）を用いた予熱処理を施した後に合金板への摩擦攪拌処理を施した。当該実験は室温大気中にて行い、シールドガスは用いていない。

2.3 摩擦攪拌処理材の評価

各摩擦攪拌処理材から組織観察用の試験片を放電加工機にて切出し、エメリー紙ならびにパフを用いた機械研磨法に続いて電解研磨を施して観察面を鏡面に仕上げた。本実験では摩擦攪拌処理材における送り方向（WD 方向）に垂直な断面（WD 面）を観察対象とした。研磨材に対してケラー液によりエッチング処理を施し、光学顕微鏡ならびに走査電子顕微鏡による組織観察に供した。結晶粒径の評価指標は平均切片長さを採用した。結晶方位分布ならびに粒界性格分布の評価には SEM-EBSP 法¹²⁾を用いた。高温組織安定性の評価にはソルトバス中での等時焼なまし法を採用した。焼なまし温度範囲は 523 K から 823 K までの種々の温度である。

3. 実験結果および考察

3.1 摩擦攪拌部の組織と結晶サイズの変化

摩擦攪拌処理材の断面組織の一例を Fig. 1 に示す。摩擦攪拌処理条件は 1000 rpm-100 mm/min である。ボイドやクラックは存在していない。なお、300 rpm-100 mm/min 以外のすべての実験条件において欠陥を含まない組織が得られた。(a) のマクロ組織の中央部にオニオンリングと呼ばれる層状の組織状態を呈する攪拌領域が認められる。この領域の板厚中央部での横幅は 5.4 mm であり、プローブの直径に対して 35% 大きい。すなわち、この位置での攪拌領域は 0.7 mm の薄板状領域となる。

マクロ組織中の特徴的な領域を拡大して (b) から (d) に示した。(b) は SZ の外側にある TMAZ 領域で摩擦攪拌処理時の塑性流動に沿って伸張した結晶粒が存在している。(c) は SZ 端部領域の組織であるが、微細な等軸粒で構成されているのがわかる。(d) は SZ 中央部の組織で、SZ 端部とほぼ同じ大きさの結晶粒組織が認められた。この領域の結晶粒の平均切片長さは $5.6 \mu\text{m}$ であった。

Fig. 2 に送り速度が 100 mm/min の場合の結晶粒組織と回転数との関係を示した。(a)~(d) はそれぞれ回転速度が 300, 800, 1200 および 2000 rpm の場合の光学顕微鏡組織である。回転数が増加するにつれて、整粒状態のままで結晶粒径が大き

Fig. 1 Cross section of 5083 aluminum plate friction stir processed with a rotation speed of 1000 rpm and a traveling speed of 100 mm/min. (a) macroscopic view, (b) TMAZ, (c) an edge region in SZ, (d) central region in SZ

Fig. 2 Effect of rotation speed on the microstructure of SZ in friction stir processed 5083 aluminum alloy. (a) 300 rpm, (b) 800 rpm, (c) 1200 rpm, (d) 2000 rpm

Fig. 3 Changes of average grain size in SZ as a function of rotation speed.

Fig. 4 Orientation distribution in SZ of 5083 aluminum alloy friction stir processed with a rotation speed and a travelling speed of 1000rpm and 100mm/min, respectively. (a) Inverse pole figure map on WD, (b) 111 pole figure

くなっていることがわかる。すなわち、従来報告されてきているように、入熱を小さくする摩擦攪拌条件においてより小さな結晶粒組織が出現する。

Fig. 3 に結晶粒径と回転速度の関係を送り速度ごとにまとめて示した。全体の傾向として、送り速度が大きくなるにつれて結晶粒径は小さくなり、また、送り速度を固定した場合には回転速度の増加に伴って結晶粒径が増大することがわかる。しかしながら、結晶粒径は回転数に対して単調な変化を示すのではなく、特に 100 mm/min の条件について明瞭に示されているように、600rpm 以下の低回転速度側と 1600rpm 以上の高回転速度側で傾きが大きくなっている。最小粒径は 300 rpm–100 mm/min の条件のときに得られ、 $1.76\mu\text{m}$ であった。ただし、この条件では advancing 側に接合欠陥が存在していた。

Fig. 4 に 1000rpm–100mm/min の場合の EBSD 解析結果の一例を示す。(a) は WD 面の Inverse Pole Figure Map で結晶方位の空間的分布状態を示している。個々の結晶粒の方位は参照用の標準三角形に示された色で表現されている。また、隣接結晶粒間の方位差が 2 度から 15 度までの粒界を白色で、15 度以上の粒界を黒色で示している。種々の結晶方位が混在しており強い集合組織状態ではないが、例えば赤色で示される (001)/WD 方位グループに属する結晶粒などはクラスタを形成している領域がある。しかしながら、これら同一方位粒群において小角粒界の偏在は必ずしも認められていない。(b) は 111 正極点図であるが、(a) で赤色系の結晶粒が目立って存在していたことを反映して、cube 方位がいくつかの軸の周りに回転したような方位分布となっている。しかしながら集積度の最大値は 2.8 程度で強い方位集積ではない。

3.2 結晶粒微細化と摩擦攪拌条件因子

摩擦攪拌部の結晶粒径は回転速度ならびに送り速度といった攪拌条件により制御できることが本実験でも明らかになった。これら攪拌条件は摩擦発熱量ならびにその素材への投入量に密接に関係しているので、本法による組織制御の基礎指針として入熱制御が第一の検討項目になる。本節では摩擦攪拌部の組織形成過程を入熱制御の観点から考察する。

摩擦攪拌時のツールと素材との摩擦熱を考慮に入れた入熱 (Q) の式として Frigaard による関係式が知られている¹³⁾。

Fig. 5 Changes of microstructure in SZ with the same N/v value of 2. (a) 300rpm, (b) 600rpm, (c) 900rpm, (d) 1200 rpm

Fig. 6 Relationship between average grain size and N/v value in 5083 aluminum alloy friction stir processed with various conditions.

$$Q = (3/4)\pi R^3 P \mu \cdot N \quad (1)$$

ここで、 R はショルダ径、 P は押付け荷重、 μ は摩擦係数、 N は回転速度である。単位時間あたりの入熱を考慮する場合には送り速度（接合速度）を v として Q/v 値で評価される。本研究では、回転速度と送り速度を変化させているので、回転速度を送り速度で除した値 (N/v) により入熱量を規格化することで各種接合条件における入熱の大小関係を表現でき、組織制御のための指標となり得る可能性がある。

Fig. 5 は N/v 値を 2 と固定して回転速度と送り速度を種々変化させた場合の摩擦攪拌部組織を示したものである。(a)~(d) は回転速度が 300, 600, 900 および 1200rpm の場合である。回転速度が 300rpm の場合、結晶粒径は $2\mu\text{m}$ 以下まで微細化されているのに対して、回転速度が大きくなると明らかに結晶粒は粗大化しており、同じ N/v 値でも得られる組織状態は異なることを明確に示している。他の条件についても回転速度の増大は結晶粒径の増大をもたらす、かつ整粒組織を保っていることが明らかになった。

Fig. 7 A schematic illustration showing five zones around the travelling tool during friction stir processing.

Fig. 6は横軸に N/v 値をとり、結晶粒径との関係をグラフにしたものである。ここでは N/v 値が2, 3および4の場合を示している。図より、 N/v 値が大きくなるといずれの送り速度の場合も結晶粒径が増大することがわかる。しかしながら、同じ N/v 値の場合についてみると、送り速度が大きくなるほど、すなわち回転速度が増大するほど、結晶粒径は必ず大きくなっている。この結果は、結晶粒径と接合条件の間には他の因子が存在すべきであることを示唆する。

結晶粒組織が形成される過程がツール各部による摩擦熱と素材の複雑な塑性流動¹⁴⁾により理解されると考えれば、上述の他の影響因子として高温塑性流動を起こしている材料自体が次の検討課題となってくる。すなわち、上述の議論は熱エネルギーの大小だけで組織変化を考えたことに欠点があり、発生した熱がどのようにして材料内に分配され、実質的な組織形成過程へと使われたのかを材料内で生じる組織変化と関連づけて議論する必要がある。

高速回転するプローブやショルダの近傍領域における高温変形問題を考える場合には、ひずみ速度と温度の双方の観点から組織形成過程を考察することになる。本研究で得られた N/v 値と粒サイズの関係では回転速度の増大は温度以外にひずみ速度の増加ももたらすので、同じ N/v 値であっても低回転速度の場合に生じる低ひずみ速度領域での変形挙動ならびに動的復旧過程は高回転速度の場合とは異なると考えられる。本研究では摩擦攪拌処理中の1mm以下の攪拌領域での温度や変形速度の測定ができていないのでこの議論は今後の課題として残る。

次に、ショルダやプローブによる入熱の影響を接合時のツール移動を考慮に入れて考察を加える。ここでは、摩擦攪拌時の材料の受ける熱影響ならびに攪拌による塑性流動の影響領域をFig. 7のようにモデル化してみる。

Zone 1では素材が攪拌に先立って予熱される領域であり、組成流動は起きていない。Zone 2になるとショルダによる摩擦熱とそれに伴う攪拌作用が生じ、板上部領域が流動状態に入る。Zone 3ではプローブによる攪拌作用を受けるため、素材は最も強く攪拌され、この領域において動的復旧過程による微細結晶粒組織が形成される。Zone 4になるとプローブ通過後のショルダによる攪拌ならびに摩擦熱の供給が続き、一部攪拌はあるものの主として熱影響を受ける領域になる。この領域ではzone 3において形成された組織の粗大化が生じる

Fig. 8 Abnormal grain growth appeared after annealing at 823K in 5083 aluminum alloy friction stir processed with a rotation speed and a travelling speed of 1600rpm and 100 mm/min, respectively. (a) 30 s, (b) 32.5 s

可能性がある。最後にzone 5になると遠ざかるツールからの熱拡散による熱影響を受けるのみとなり、次第に熱伝導による冷却状態に移行する。

これら5つの領域それぞれにおいて組織はツールから異なるモードの影響を受けて変化していくが、 N/v 値で与えられる熱エネルギーは必ずしも攪拌時の組織形成のみに使われるのではなく、結晶粒成長のためにも不可避免的に使われてしまう。したがって、より高温状態となる高回転速度の条件において同じ N/v 値であったとしても結晶粒径が大きくなる一因となり得る。さらに、zone 4においてショルダによりもたらされる塑性変形が接合後の攪拌部組織に影響を及ぼす可能性もある。

3.3 高温組織安定性

Fig. 8に1600rpm-100mm/minの条件で摩擦攪拌処理を施した後に823Kで焼なましを施した場合の断面組織の一例を示す。(a)は30s焼なまし材の組織であるが、図中試験片上部領域において粗大化した結晶粒群が試料下面に向かって成長している様子がわかる。これとは異なる採取位置の試験片を同温度で32.5s焼なましした場合を(b)に示すが、さらに異常粒成長が進行しつつある様子がわかる。また、それぞれの図中白線で囲んだ領域には孤立した異常成長粒の存在も確認された。すなわち、異常粒成長現象はショルダが接触していた上部領域と、板厚中央部領域の2領域で発現したことになる。

摩擦攪拌部における結晶粒粗大化は、Frigaardらにより、6082-T6ならびに7108-T79の2種類のアルミニウム合金について報告されており^{13),15)}、これらの場合でも2領域で異常粒成長の発現が認められた。ただし、ショルダ直下領域よりもプローブ先端部領域での異常粒成長が顕著に観察されており、本研究で見られた異常粒成長とは優先発現領域が異なっている。

Fig. 9に焼なまし温度と異常粒出現の関係を調べた結果を示す。摩擦攪拌条件は1000rpm-100mm/minである。焼なまし時間は30sである。焼なまし温度が723Kの場合は(a)に示すように組織の粗大化は認められない。これに対して(b)に示すように773K焼なまし時には試験片上部領域に粗大結晶粒組織領域が現れている。さらに焼なまし温度が高くなって823Kになると(c)に示したようにSZ部全域にわたって異常粒成長の進行が確認できる。すなわち、この摩擦攪拌処

理条件では、773 K 以上の温度域で異常粒が現れることがわかった。

このような異常粒の発生状況と摩擦攪拌条件との関係を Table 2 にまとめた。本実験では、低入熱条件ほどより低い焼なまし温度から異常粒成長が生じること、ならびにショルダ近傍からの粗大化はより低温で開始することがわかった。また、823 K 以上ではいずれの摩擦攪拌条件においても異常粒の出現が観察された。

3.4 異常粒成長現象における残留ひずみの可能性

本節では、本研究で見られた異常粒成長現象について材料組織学的観点から考察を進めることにする。考慮すべき実験事実は結晶粒の異常成長現象が不均一に発現・進行するという組織観察結果である。

いくつかの結晶粒が周囲の結晶粒を侵食して数千倍に及ぶ体積に成長する現象が異常粒成長であるが、この主たる原因は結晶粒界の移動速度が極端に異なるような局所的な組織状態の継続的な存在に求められる。粒界移動速度に影響を及ぼす組織学的な因子としては、結晶粒径の違い¹⁶⁾、組成勾配¹⁷⁾、析出物のピン留め¹⁸⁾、粒界構造¹⁹⁾、転位密度の差²⁰⁾などが考えられる。

Fig. 9 Effect of annealing temperature on microstructure of 5083 aluminum alloy friction stir processed with a rotation speed and a travelling speed of 1000 rpm and 100 mm/min, respectively. The annealing time is 30 s. (a) 723 K, (b) 773 K, (c) 823 K

大角粒界で評価した場合の結晶粒径の違いはサイズ効果という形で不均一な粒成長現象の原因となりうる。ショルダ直下の領域は攪拌中央部よりも結晶粒はやや大きいものの、この領域において極端に異なる結晶粒径を有する結晶粒は確認できなかった。組成勾配や析出物の影響は本合金では当てはまらない。介在物は存在するので、攪拌時に粉碎されるなどして微粒化した介在物の分布状態が異常粒成長の引き金となる可能性は否定できない。

粒界構造の局所分布状態はけい素鋼板の2次再結晶現象の主因であるとされており²¹⁾、最近では高エネルギー粒界の偏在もその重要性が指摘されている²²⁾。6082-T6 ならびに 7108-T79 の2種類のアルミニウム合金摩擦攪拌接合材について観察された結晶粒粗大化現象の原因として、接合完了時での亜粒界の存在量すなわち亜結晶粒径の違いが指摘されている^{13),15)}。粗大化を生じた領域では亜結晶粒径が粗大化しなかった領域に比べて小さいことが示され、接合時にひずみが蓄積されたまま開放されないで残存していることが後熱処理時の結晶粒粗大化の原因となったと結論されている。これは転位密度の差が引き金となって発現する粗大化現象としてとらえることができる。この考え方は本研究での組織変化現象の一因として考慮すべきである。ただし、彼らの考察ではひずみが蓄積されたと考えられる亜結晶粒径の小さな領域が正常粒成長ではなく異常粒成長を示した原因については明らかにはされていない。

粒界性格に関しては、低エネルギー粒界の偏在により形成される方位クラスタの存在が優先粒成長の原因となることも報告されている²³⁾。本研究で行ったEBSP解析では低エネルギー粒界が偏在するクラスタが異常粒成長に影響する事実は見つかっていない。ただし、より広範囲の方位測定を行うことが粒界構造の影響を明らかにすることになる。

このように、高温組織不安定性を引き起こす因子としては複数存在し、それらが重畳して寄与している可能性がある。各因子の寄与の度合いは接合方法、ツール形状ならびに材料特性により変化するであろう。

さらなる組織学的な影響因子として、前節において考察したショルダの影響を考慮に入れた摩擦攪拌組織における残留ひずみについて以下に検討する。本研究では直接的にひずみ量の測定ができないため、以下に述べる間接的な実験によりこの可能性を検証してみた。

Fig. 10 は摩擦攪拌処理材をショルダ接触部側から所定の

Table 2 Relationship between rotation speeds and annealing conditions for the appearance of abnormal grain growth in 5083 aluminum alloy friction stir processed

		Rotation speed/rpm									
		300	400	600	800	1000	1200	1400	1600	1800	2000
Annealing temperature, 7/K	523	×									
	573	○	×								
	623	◎	○								
	673		◎	×							
	723			○	×	×	×	×	×	×	×
	773			◎	◎	○	○	○	○	○	○
	823					◎	◎	◎	◎	◎	◎

×: not observed, ○: observed in the region near the shoulder, ◎: observed

Fig. 10 Microstructures of specimen annealed at 823 K for 35 s. after removing the surface region by electro-polishing. (a) removed by 0.5 mm, (b) removed by 1.0 mm

Fig. 11 A cross-sectional view of tensile specimen after annealing at 823 K for 1 ks. The specimen was tensile strained by 20% at room temperature prior to the annealing.

厚みだけ電解研磨を施して 823 K で 35 s の焼なましを施した場合の断面組織を示したものである。研磨量が 0.5 mm の場合、図 (a) に示したように、板の上部と advancing 側の SZ 内部にそれぞれ一つ異常粒が現れている。上部領域の異常粒の成長は先に示した未研磨材に比べて顕著ではない。さらに研磨量を増やして 1.0 mm とした場合には (b) に示すように異常粒成長が認められなくなった。

この結果はショルダによる摩擦効果が接合部組織に結晶粒微細化以外の効果を及ぼしていることを示唆している。すなわち、本研究で取り上げている異常粒成長現象はショルダの影響を強く受けて発現したと考えるのが妥当であり、ショルダに接していた上部領域に優先的にひずみが導入されるなどして不均一な異常粒成長の発現に至ったと考えている。試みにショルダにより残留ひずみが試料内にもたらされると仮定して、同合金に塑性変形を与えて同じ温度で焼なましした場合の組織変化を観察してみた。

結果を Fig. 11 に示す。この実験では室温で 20% の引張変形を与えた後に 823 K で 1 ks の焼なましを施した。図より並行部の多くの場所で結晶粒の粗大化あるいは異常粒成長と思われる組織変化が進行しつつあることがわかる。同じ変形モードが摩擦攪拌処理時に生じたとは考えにくい、材料内にある程度のひずみが蓄えられた場合にこの合金は正常粒成長を示さないことは事実である。この原因を本研究で特定するには至っていないが、摩擦攪拌処理材が高温で異常粒成長現象を示す原因としてショルダによりもたらされた残留ひずみの影響は重要な可能性の一つであると考えている。そして、ショルダによる組織不安定要因の摩擦攪拌部への導入は Fig. 7 における zone 4 においてなされたものと考えられる。したがって、高温組織安定性を高めるためには zone 4 での摩擦ならびに塑性変形挙動の制御が重要検討課題の一つとなる。

また、板厚中央部領域において孤立した粗大結晶粒の存在が確認できているが、この事実は、ショルダ以外にプローブ

による塑性流動によっても異常粒成長発現の引き金を引く組織状態がもたらされたことを示唆し、その一因として残留ひずみの効果もその可能性は否定できない。この残留ひずみは先に述べた Frigaard らの解釈も適用可能であろう。摩擦攪拌処理により造り出された微細結晶粒組織の高温安定性に影響する因子については、方位分布、粒界性格分布や残留ひずみなどの観点から今後さらなる検討を必要とする。

摩擦攪拌接合・処理法は任意の局所領域に限定的に微細結晶粒組織あるいは粗大結晶粒組織を造り込むことができる組織制御法としての可能性がある。

4. 結 言

本研究では 5083 アルミニウム合金板に種々の条件で摩擦攪拌処理を施し、摩擦攪拌処理後と焼なまし後のそれぞれについて攪拌部の組織を光学顕微鏡ならびに走査電子顕微鏡法にて観察した。得られた結果は以下のようにまとめられる。

(1) 摩擦攪拌処理材は 300 rpm–100 mm/min の条件を除いてすべて欠陥のない組織であり、母材組織に続いて TMAZ が現れ、攪拌中央部にはオニオンリングが存在していた。

(2) 摩擦攪拌部の組織は母材よりも微細な等軸多結晶組織となっており、平均結晶粒径は回転数ならびに送り速度が低下すると減少した。本実験での最小結晶粒径は $1.76 \mu\text{m}$ であり、この値は 300 rpm–100 mm/min の条件で得られた。

(3) 摩擦攪拌処理条件を、回転数を送り速度で除した値により規格化した場合、この値が小さくなるほど組織はより微細になる傾向にあったが、同じ値であっても回転数が大きくなるほど大きな結晶粒組織となり、組織形成過程は入熱の大小以外の因子の影響を受けることが示唆された。

(4) 摩擦攪拌処理材はすべての攪拌条件において 823 K 以上での等温焼なまし時に異常粒成長を示した。異常粒が現れ始める焼なまし温度は攪拌条件によって変化し、攪拌時の入熱が小さい条件ほどより低い温度で異常粒成長が生じた。

(5) 摩擦攪拌部のショルダ接触部を機械研磨により取り除いた場合、異常粒成長が生じにくくなった。また、母材組織に対して室温で 20% の一軸引張変形を与えた後に 823 K で焼なましを施すと異常粒成長が現れた。これらの結果より、本合金の摩擦攪拌処理においてショルダにより与えられた塑性ひずみが残留することが攪拌部の異常粒成長に関与する可能性がある。

謝 辞

本研究は科学研究費補助金研究（基盤研究 B、課題番号：17360353）ならびに文部科学省「全国共同利用附置研究所連携事業（金属ガラス・無機材料接合技術開発拠点）」の一環として行われた。

参 考 文 献

- 1) C. J. Dawes: *Welding Met. Fabrication*, **63** (1995), 13–16.
- 2) 佐藤 裕, 粉川博之: まてりあ, **42** (2003), 214–220.
- 3) 時末 光 編著: *FSW の基礎と応用*, 日刊工業新聞社, (2005).
- 4) R. S. Mishra and Z. Y. Ma: *Metall. Mater. Trans.*, **R50** (2005), 1–78.
- 5) 熊井真次, 二木秀幸, 朱 洪: *軽金属*, **55** (2005), 507–512.
- 6) Y. S. Sato, H. Kokawa, M. Enomoto and S. Jogan: *Metall. Mater. Trans.*, **30A** (1999), 2429–2437.
- 7) 田中 直, 熊谷正樹, 吉田英雄: *軽金属*, **55** (2005), 479–482.

- 8) 中田一博, 居軒征吾, 長野喜隆, 橋本武典, 成願茂利, 牛尾誠夫: 軽金属, **51** (2001), 528-533.
- 9) 加藤数良, 時末 光, 北原孝施: 軽金属, **55** (2005), 259-264.
- 10) H. S. Park, T. Kimura, T. Murakami, Y. Nagano, K. Nakata and M. Ushio: Mater. Sci. Eng., A371 (2004), 160-169.
- 11) A. Elrefaey, M. Takahashi and K. Ikeuchi: Quarterly J. Japan Welding Soc., **23** (2005), 186-193.
- 12) 柴柳敏哉: 高温学会誌, **29** (2003), 123-132.
- 13) O. Frigaard, O. Grong and O. T. Mildling: Metall. Mater. Trans., **32A** (2001), 1189-1200.
- 14) O. Frigaard, O. Grong, J. Hjelen, S. Gulbrandesen-Dahl and O. T. Mildling: Proc. 1st FSW Symposium, TWI, June 14-16, (1999), CD-ROM, paper No. 32.
- 15) W. J. Arbegast: Hot Deformation of Aluminum Alloys 3, Z. Jin et al eds., TMS, Warrendale, PA, USA, (2003), 313.
- 16) D. Rollet, D. J. Srolovitz and M. P. Anderson: Acta Metall., **37** (1989), 1227-1240.
- 17) M. Hillert and G. R. Purdy: Acta Metall., **26** (1978), 333.
- 18) P. R. Rios: Grain Growth in Polycrystalline Materials 3, H. Weiland et al. eds, TMS, (1998), 35-44.
- 19) H. Honma and W. B. Hutchinson: Acta. Mater., **51** (2003), 3795.
- 20) K. Murakami, J. Tarasiuk, H. Regle and B. Bacroix: Mater. Sci. Forum, **467-470** (2004), 893-898.
- 21) Y. Hayakawa, M. Muraki and J. A. Szpunar: Acta Mater., **46** (1998), 1063-1069.
- 22) X. Huang, N. Tsuji, N. Hansen and Y. Minamino: Mat. Sci. Eng., A340 (2003), 265-271.
- 23) K. Matsumoto, T. Shibayanagi and Y. Umakoshi: Acta Mater., **54** (1997), 431-451.