摩擦攪拌プロセスを利用した超微細結晶粒 アルミニウム合金の作製

権 湧 宰   重 松 一 典   斎 藤 尚 文

独立行政法人 産業技術総合研究所基礎素材研究部門

J. Japan Inst. Metals, Vol. 66, No. 12 (2002), pp. 1325-1332
© 2002 The Japan Institute of Metals

Production of Ultra-Fine Grained Aluminum Alloy by Friction Stir Process

Yong-Jai Kwon, Ichinori Shigematsu and Naobumi Saito

*Institute for Structural and Engineering Materials, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST),
Nagoya 463-8560*

Commercially pure aluminum alloy (A1050) with an ultra-fine grain size was produced by a friction stir process (FSP). The influences of a tool rotation speed on the temperature profile, microstructure and mechanical properties of a friction stir processed (FSPed) zone were also experimentally investigated. FSP was carried out at tool rotation speeds of 560~1840 min⁻¹. Although the maximum temperature in the FSPed zone increased almost linearly with the tool rotation speed, it was lower than the melting point of the starting material in every condition. The cooling rate of the FSPed zone increased from about 341 to 1473°C·min⁻¹ with the tool rotation speed. In the FSPed zone, a dislocation density was very low and fine equiaxed grains were observed. This grain size increased with the tool rotation speed. It seems that these fine grains resulted from the inhibition of the growth of recrystallized grain, which was formed in the FSPed zone, by the high cooling rate after FSP. It is noteworthy that, for 560 min⁻¹, the grain size decreased to even the submicron level with only a 'single pass' of FSP. Although, for 560 min⁻¹, the average hardness of the FSPed zone increased up to about 37% as compared with the unprocessed zone, it decreased with the increase in the tool rotation speed. The tensile specimens, which were processed at 560, 980 and 1350 min⁻¹, were fractured in the unprocessed zone. This result confirms that the tensile strength of the FSPed zone increased with the decrease in its grain size. From these results, it is concluded that FSP is very effective in producing ultra-fine grained materials with excellent mechanical properties. In addition, it is possible to control mechanical properties by varying the maximum temperature and grain size of the FSPed zone with the tool rotation speed.

(Received July 31, 2002; Accepted October 10, 2002)

Keywords: *friction stir process, grain refinement, ultrafine grained material, 1050 aluminum alloy, severe plastic deformation, dynamic recrystallization, Vickers microhardness test, tensile test*

1. 緒 言

近年、サブミクロンあるいはナノサイズの結晶粒径を有する超微細結晶粒材料が、多くの産業分野で注目されている。これらの材料には、多量の結晶粒界が存在しており、これに起因する様々な有益な特性を示すことが知られている^{1,2)}。例えば、古くからよく知られている Hall-Petch の関係式³⁾から解るように、結晶粒を微細化することにより材料組成の変化を伴わず強度や硬さ等の機械的特性の向上が可能となる。さらに超微細結晶粒材料では超塑性現象が発現することが知られており、複雑形状を有する構造部材等の成形に非常に有効である。なお、超塑性現象は、通常約 10 μm 以下の結晶粒径を持つ材料で発現するが⁴⁾、結晶粒径が小さくなるほど高ひずみ速度および低温での発現が可能となる⁵⁾。

このような超微細結晶粒材料の作製方法としては、機械的合金化法 (Mechanical Alloying; MA)⁶⁾、非晶質材料の結晶化法 (Crystallization of Amorphous Precursors)⁷⁾ および高ひずみ加工法 (Severe Plastic Deformation; SPD)⁸⁻¹²⁾ 等が用いら

れている。特に、近年注目されている ECAP (Equal Channel Angular Pressing)⁸⁻¹⁰⁾、HPT (High-Pressure Torsion)¹¹⁾ および ARB (Accumulative Roll Bonding)¹²⁾ 等の強ひずみ加工法は、材料に強ひずみを加えることにより多量の転位を導入し、この転位の再配列を伴う動的な回復・再結晶過程により結晶粒微細化を起こすものである⁹⁾。

一方、摩擦攪拌接合法 (Friction Stir Welding; FSW) は、1991 年英国の TWI (The Welding Institute) により開発されて以来¹³⁾、アルミニウム合金を中心とした金属材料の新たな固相接合法として研究が盛んに行われてきている¹⁴⁻²⁰⁾。Sanderson らは、この接合法を多くのアルミニウム合金に適用可能であると報告している¹⁶⁾。また、摩擦攪拌接合法の組織に関する研究では、摩擦攪拌接合中に材料に加わる強ひずみにより接合部で動的再結晶が起こり、微細な再結晶粒が形成されることが報告されている^{17,18,21)}。そこで当研究グループでは、このプロセスにより材料に強いひずみエネルギーを加えることが可能であることに着目し、このプロセスを接合法ではなく新たな強加工結晶粒微細化法として提案し、研究を行っている²³⁾。本研究における摩擦攪拌プロセ

ス(Friction Stir Process; FSP)の原理を Fig. 1 に示す. 本プロセスでは, 高速回転している摩擦攪拌用工具のヘッドピン部分を材料の内部に挿入し, 水平方向に移動させる. その際, 工具のヘッドピンおよびショルダー部分と材料との間で発生する摩擦熱により材料の温度が上昇し, 降伏応力が低下する. これと同時に, 材料内部に挿入され高速回転しているヘッドピンにより材料が機械的に攪拌され, 材料に強ひずみが加えられる. その結果, 材料内部で動的再結晶が起こり, 結晶粒が微細化する^{17,18,21)}.

本研究では, 摩擦攪拌プロセスを利用して超微細結晶粒を有する工業用純アルミニウム合金(A1050)を作製し, 工具の回転速度が摩擦攪拌部の温度変化, 微細組織および機械的特性に及ぼす影響を調べた.

2. 実験方法

供試材料には, 長さ 100 mm × 幅 45 mm × 厚さ 5 mm の工業用純アルミニウム合金(A1050)の冷間圧延材を用いた. 本研究で用いた摩擦攪拌用工具の形状およびプロセス中の摩擦攪拌部の温度測定方法を Fig. 2 に示す. 摩擦攪拌用工具の材質は焼き入れした工具鋼 SKD61 である. 工具のショル

Fig. 1 Schematic illustration of the basic principle of the friction stir process (FSP) in the present research. The friction stir processed (FSPed) zone is hatched and labeled FZ and rolling, transverse and normal directions of the workpiece are labeled RD, TD and ND, respectively.

Fig. 2 Schematic illustrations of the temperature measurement method of the FSPed zone and the specially designed tool used in the present research. FSPed and unprocessed zones are labeled FZ and UZ, respectively.

ダー部の直径は 7 mm, ヘッドピンは円錐状で, 高さと同直径は共に 3 mm である. 摩擦攪拌プロセスは, 工具の移動速度を $155 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ で固定, 回転速度を 560 から 1840 min^{-1} まで変化させ, すべての実験において 1 回のみ行われた. 工具の回転方向は右回りで, 移動方向は試料の圧延方向に垂直方向, すなわち試料の長手方向と一致させ, 工具の回転軸は試料表面に垂直とした. また, 摩擦攪拌部のプロセス中の温度変化を測定するため, Fig. 2 に示すように, 高速回転しながら移動するヘッドピンの先端付近(試料中央の底面から 2 mm)に熱電対(シース径 0.5 mm, K 型)の先端が位置するように設置した.

摩擦攪拌プロセス後に, 作製した試料の組織観察, ビッカース微小硬さ試験および引張試験を行った. 組織観察は, 工具の移動方向に垂直な切断面を観察面とし, 光学顕微鏡および透過電子顕微鏡(TEM)を用いて行われた. 硬さ試験は, 0.98 N の試験荷重で, 工具の回転軸を中心に左右 10 mm の範囲を 0.5 mm 間隔で行われた. 引張試験は, 室温で, $1.0 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ のクロスヘッド速度で行われた. 用いた引張試験片の形状を Fig. 3 に示す. 引張試験片は, 摩擦攪拌部が平行部の中心に位置するように工具の移動方向に垂直に切り出された. すなわち引張試験片の平行部には, 摩擦攪拌部とともに未加工部も含まれている. また, 引張特性に及ぼす表面形状の影響を除去するために, 引張試験片の表面を切削加工し, 厚さを 2 mm とした.

3. 実験結果および考察

3.1 摩擦攪拌プロセス中の温度変化

工具の回転速度を(a) 560, (b) 980, (c) 1350 および(d) 1840 min^{-1} とし, プロセス中の摩擦攪拌部における温度変化を測定した結果を Fig. 4 に示す. いずれの条件においても, 摩擦攪拌部の温度は, 高速回転している工具と試料が接触するとはほぼ同時に急激に上昇し, 工具が熱電対の上を通過する時最高温度に達した. また, 工具が熱電対から離れるに伴い摩擦攪拌部の温度は自己冷却により急激に降下した. こ

Fig. 3 Morphology and dimensions of the tensile test specimen. The FSPed zone is hatched and labeled FZ.

のことから、摩擦攪拌プロセスでは試料の加熱および加工は工具のごく近傍に限られることが分かった。また、プロセス中に摩擦攪拌部が到達する最高温度は、工具の回転速度が 560 から 1840 min^{-1} まで増加するに従って約 190 から 310°C までほぼ直線的に上昇した。すなわち、プロセス中の摩擦攪拌部の最高到達温度は、工具の回転速度に大きく依存した。本研究では、摩擦攪拌プロセス中に外部からの加熱を行わなかったため、工具の回転速度の増加に伴う試料と工具間の摩擦熱の増加によって、このように摩擦攪拌部の最高到達温度が上昇したと考えられる。従って工具の移動速度が一定である場合には、工具の回転速度を制御することによりプロセス中の摩擦攪拌部の最高到達温度を制御可能である。なお、いずれの条件においても、摩擦攪拌部の最高到達温度は供試材料である 1050 アルミニウム合金の融点 (646°C) 以下であったことから、本研究における摩擦攪拌プロセスは固相状態で行われたといえる。

Fig. 5 に、それぞれの回転速度における摩擦攪拌部の加熱速度および冷却速度を示す。本研究では、加熱速度および冷却速度を式 (1) のように定義した。すなわち加熱速度および冷却速度は、摩擦攪拌部の最高到達温度と (最高到達温度 - 100°C) 間の温度変化から求めた。これは、加熱速度およ

び冷却速度が最高到達温度と (最高到達温度 - 100°C) の間でほぼ直線的に変化したためである。

$$HR \text{ or } CR = \frac{T_{\max} - 100^{\circ}\text{C}}{|t_{T_{\max}} - t_{(T_{\max} - 100^{\circ}\text{C})}|} \quad (1)$$

ここで、 HR および CR は摩擦攪拌部の加熱速度および冷却速度 ($^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$)、 $T_{\max}$ は摩擦攪拌部の最高到達温度 ($^{\circ}\text{C}$)、 $t_{T_{\max}}$ および $t_{(T_{\max} - 100^{\circ}\text{C})}$ は摩擦攪拌部の最高到達温度および (最高到達温度 - 100°C) における時刻 (min) をそれぞれ示す。摩擦攪拌部の加熱速度は、工具の回転速度が 560 から 980 min^{-1} に増加するに伴って 1220 から 2273 $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ に急激に増加したが、980 min^{-1} 以上では飽和する傾向を示した。一方冷却速度は、加熱速度とは異なり、工具の回転速度の増加とともに 341 から 1473 $^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ までほぼ直線的に増加した。

一般に、強ひずみ加工法による結晶粒微細化プロセスは、材料が比較的高温にさらされる時間が長いため、動的再結晶粒が粒成長を起こす可能性がある。一方、摩擦攪拌プロセスでは、Fig. 4 および Fig. 5 に示すように、高い冷却速度により摩擦攪拌部の高温での露出時間が短くなり、摩擦攪拌部で形成される微細な動的再結晶粒の高温での成長が抑制されるため、微細な結晶粒が摩擦攪拌部に残留すると考えられる。

3.2 微細組織

Fig. 6 に、工具の回転速度を 560 min^{-1} として作製した試料において、工具の移動方向に垂直な切断面の光学顕微鏡組織を示す。Fig. 6(a) より分かるように、未加工部では典型的な圧延組織、すなわち供試材料の圧延方向に伸長した結晶粒が観察された。また、摩擦攪拌部の形状は、工具、すなわちヘッドピンおよびショルダー部の形状を反映していた。一方摩擦攪拌部では、Fig. 6(c) に示すように、未加工部での組織とは異なり、摩擦攪拌プロセスにより結晶粒微細化が起こった。

また、Fig. 6(b) に示すように、切断面の retreating side (RS)、すなわち工具の回転方向と移動方向が逆になる側では、摩擦攪拌部と未加工部との間で明瞭な境界は観察されず、組織が徐々に変化する比較的大い遷移領域が観察された。一方、Fig. 6(d) に示すように、advancing side (AS)、すなわち工具の回転方向と移動方向が一致する側では、摩擦攪拌部と未加工部との間で比較的大い境界が観察されるとともに、組織がこの境界を中心に狭い範囲で急激に変化した。このように、retreating side と advancing side における組織が異なる原因はまだ明確になっていないが、高速回転するヘッドピンの機械攪拌による材料の塑性流動の形態が両側で異なるためと考えられる。

Fig. 7 に、(a) 未加工部、および工具の回転速度を (b) 560, (c) 980 および (d) 1840 min^{-1} として作製した試料の、摩擦攪拌部中心の透過電子顕微鏡組織を示す。Fig. 7(a) に示すように、供試材料が冷間圧延材であるため、未加工部では転位密度が非常に高く、圧延方向に伸長した結晶粒およびサブグレインが観察された。一方、Fig. 7(b) ~ (d) に示すように、摩擦攪拌部ではいずれの条件においても未加工部の組織とは異なり、転位密度が非常に低く、微細な等軸粒からな

Fig. 4 Temperature profiles of the FSPed zone during processing at each tool rotation speed; (a) 560, (b) 980, (c) 1350 and (d) 1840 min^{-1} . The solid circle is the maximum temperature at each tool rotation speed.

Fig. 5 Heating and cooling rates of the FSPed zone during processing at each tool rotation speed.

Fig. 6 Optical micrographs of the cross-section perpendicular to the tool traverse direction of the specimen processed at the tool rotation speed of 560 min^{-1} ; (a) overall morphology of the FSPed zone, (b) transition zone on the retreating side, (c) central region of the FSPed zone and (d) transition zone on the advancing side. FSPed and unprocessed zones, retreating and advancing sides and the rolling direction of the workpiece are labeled FZ, UZ, RS, AS and RD, respectively.

る組織が観察された。特に、 560 min^{-1} の場合には、摩擦攪拌プロセスを 1 回しか行わなかったにもかかわらず、結晶粒径約 $0.5 \mu\text{m}$ のサブミクロンサイズまで結晶粒が微細化してきた (Fig. 7(b))。通常、ECAP や ARB は結晶粒のサブミクロンサイズまでの微細化に数回の繰返しを必要とすることから、この摩擦攪拌プロセスは効率的な新しい結晶粒微細化法であるといえる。

一方、摩擦攪拌部の結晶粒径は、工具の回転速度が 960 および 1840 min^{-1} に増加するに伴って $1\sim 2$ および $3\sim 4 \mu\text{m}$ に増大した。一般に、動的再結晶粒の粒径はひずみ量およびひずみ速度の増加に従って減少する²⁴⁻²⁶⁾。しかしながら本研究では、工具の回転速度の増加とともにひずみ量およびひずみ速度が増加すると推測されるにもかかわらず、摩擦攪拌部の結晶粒径が増大した。この原因は、Fig. 4 に示したように、工具の回転速度の増加とともにプロセス中に摩擦攪拌部が到達する最高温度が上昇し、工具通過後の冷却過程における静的な粒成長が促進されたためと考えられる。従って、摩擦攪拌プロセス中の摩擦攪拌部の最高到達温度も、工具の回転速度と同様に、摩擦攪拌部の組織に影響を及ぼす重要な因子であると考えられる。

3.3 機械的特性

3.3.1 硬さ特性

Fig. 8 に、工具の回転速度 560 から 1840 min^{-1} まで変化

させた場合の (a) 工具の移動方向に垂直な切断面の硬さ分布および (b) 焼鈍材、未加工部および摩擦攪拌部の平均硬さを示す。なお、(a) の硬さ分布は、工具の回転軸に垂直な中心線に沿って測定した。この図から分かるように本研究では、回転速度 $560, 960$ および 1350 min^{-1} の場合と 1840 min^{-1} の場合において摩擦攪拌部の硬さ分布が異なった傾向を示した。

まず、回転速度 $560, 960$ および 1350 min^{-1} の場合には、摩擦攪拌部の硬さが未加工部より顕著に上昇した。特に回転速度 560 min^{-1} の場合には、摩擦攪拌部の平均硬さが未加工部に比べて約 37% 上昇した。アルミニウム合金系を対象とする多くの研究で、摩擦攪拌部の硬さは未加工部より低い未加工部と同程度であると報告されている¹⁹⁻²²⁾。本研究で供試材料として用いた 1050 アルミニウム合金は、アルミニウムと不純物からなる第 2 相を含んでいるがその量は非常に少なく、熱処理を行っても時効現象が起こらない非熱処理型合金である。このような合金系において、硬さに影響を及ぼす主要な因子は転位密度と結晶粒径である。本研究で工具の回転速度を $560, 980$ および 1350 min^{-1} として作製した試料の場合には、未加工部に比べて摩擦攪拌部の転位密度は低かったが、結晶粒径は小さかった。従って、摩擦攪拌部が高い硬さを示す原因は、転位密度の減少による硬さの低下より、結晶粒微細化による硬さの上昇の効果が大きいためと考えられる。なお、摩擦攪拌部の平均硬さは工具の回転速度の

Fig. 7 Transmission electron micrographs of (a) the unprocessed zone (as cold-rolled 1050 aluminum alloy) and the central region within the FSPed of the specimen processed at each tool rotation speed; (b) 560, (c) 980 and (d) 1840 min^{-1} . The rolling direction of the workpiece is labeled RD.

Fig. 8 (a) Vickers microhardness profiles along the centerline extending into the unprocessed zone across the FSPed zone on the cross-section perpendicular to the tool traverse direction of specimens processed at each tool rotation speed. (b) Average Vickers microhardness of the annealed 1050 aluminum alloy and unprocessed and FSPed zones. FSPed and unprocessed zones and retreating and advancing sides are labeled FZ, UZ, RS and AS, respectively.

増加に伴って低下したが、Fig. 7 に示すように、工具の回転速度の増加とともに摩擦攪拌部の結晶粒径が増大したためと考えられる。

一方、1840 min^{-1} の場合には、摩擦攪拌部の結晶粒径が未加工部より小さいにもかかわらず未加工部より低い硬さを示した。従って、この場合は粒径のみからでは、摩擦攪拌部と未加工部の硬さの相違は説明ができない。すなわち、転位

密度も考慮しなくてはならないと考えられる。そこで、冷間圧延材である供試材料を 420°C で 5 h 焼鈍して摩擦攪拌部と同様に転位密度を減少させた後、組織観察および硬さ試験を行った。その結果、焼鈍材では、冷間圧延により導入された転位は消滅し、摩擦攪拌部と同様に転位密度が非常に低くなるとともに、結晶粒径が約 30~40 μm である等軸の再結晶粒組織が観察された。また硬さ試験の結果、焼鈍材の平均硬

さは、Fig. 8 に示すように、回転速度を 1840 min^{-1} として作製した摩擦攪拌部の硬さより低い約 $25\text{HV}0.1$ を示した。両方の材料ともに転位密度が圧延材より非常に低く、転位が硬さにほとんど寄与していないことから、硬さの相違の原因は焼鈍材の結晶粒径が摩擦攪拌部より大きいためと考えられる。従ってこれらの結果から、 1840 min^{-1} 回転速度で作製した摩擦攪拌部の場合、結晶粒径が冷間圧延材である未加工部より小さいにもかかわらず低い硬さを示す原因は、未加工部では転位による硬さへの寄与の方が摩擦攪拌部での結晶粒微細化の硬さへの寄与よりも大きいためと考えられる。

以上の結果から、工具の回転速度を利用して摩擦攪拌部の最高到達温度を制御し、より微細な結晶粒を持つ摩擦攪拌部を作製することにより、1050 アルミニウム合金の結晶粒微細化とともに硬さの向上も可能であることが明らかとなった。

また、回転速度 $560, 960$ および 1350 min^{-1} の場合において摩擦攪拌部と未加工部の境界付近における硬さは、retreating side より advancing side において狭い範囲で急激に変化した。これは、Fig. 6 で前述したように、retreating side に比べて advancing side では摩擦攪拌部と未加工部の境界が比較的明瞭であり、組織がこの境界を中心に狭い範囲で急激に変化するという組織観察結果と一致する。

3.3.2 引張特性

工具の回転速度を 560 から 1840 min^{-1} まで変化させて作製した試料の引張強度および伸びを Fig. 9 に示す。工具の回転速度 $560, 980$ および 1350 min^{-1} の場合には、引張強度および伸びに大きな差はなく同程度、すなわち約 103 MPa の引張強度および約 36% の伸びを示した。一方 1840 min^{-1} の場合には、引張強度が 98 MPa に若干低下するとともに伸びが 41% に若干増加した。Fig. 10 に引張試験後の試料の外観写真を示す。いずれの試料においても、引張試験片の平行部の中央、すなわち摩擦攪拌部の中央ではなく、中央から離れた所で破断が起こった。そこで破断が起こった位置を特定するため、引張試験後の試料の中央を長さ方向、すなわち工具の移動方向に垂直な方向に切断し、その切断面の組織観察を行った。Fig. 11 にその結果を示す。工具の回転速度 (a) 560 , (b) 980 および (c) 1350 min^{-1} の場合には、破断部付近で圧延組織のみが観察されたため、未加工部で破断が起こったことが明らかである。これらの場合、摩擦攪拌部では、

Fig. 8 に示したように、結晶粒微細化による硬さの上昇とともに引張強度が上昇したため、硬さおよび引張強度が相対的に低い未加工部で破断が起こったと考えられる。一方 (d) および (e) の 1840 min^{-1} の場合には、破断部付近で圧延組織とともに引張方向に伸長した微細な結晶粒の領域も観察されたため、破断が摩擦攪拌部と未加工部の境界付近で起こったことが明らかである。この場合には、摩擦攪拌部における結晶粒径の増大および転位密度の減少により、硬さおよび引張強度が未加工部より低くなったため、摩擦攪拌部と未加工部の境界付近で破断が起こったと考えられる。

Fig. 12 に、引張試験前後の摩擦攪拌部における断面収縮率を測定した結果を示す。工具の回転速度 560 および 980 min^{-1} の場合には、断面収縮率が 1% 以下であったため、引張試験による摩擦攪拌部における断面収縮、すなわち塑性変形はほとんど起こらなかったことが分かる。また、工具の回転速度が 1350 および 1840 min^{-1} に増加するに伴って断面収縮率が増加し、それぞれ 3 および 18% を示した。すなわち、摩擦攪拌部でより大きな変形が起きたことを示している。従ってこれらの引張試験の結果から、摩擦攪拌部の結晶粒微細化により引張強度ならびに変形抵抗が硬さとともに上昇し、未加工部より高くなったことが分かる。

本研究では、摩擦攪拌部の強度は引張試験により測定できなかったが、板状のアルミニウム合金の場合には式 (2) を

Fig. 9 Tensile strength and elongation of the tensile tested specimen processed at each tool rotation speed.

Fig. 10 Appearances of the tensile tested specimens processed at each tool rotation speed; (a) 560 , (b) 980 , (c) 1350 and (d) 1840 min^{-1} .

Fig. 11 Optical micrographs of the cross-sections of the tensile tested specimens processed at each tool rotation speed; (a) 560, (b) 980, (c) 1350, (d) 1840 min^{-1} and (e) enlarged (d). FSPed and unprocessed zones are labeled FZ and UZ, respectively.

Fig. 12 Area reduction of the FSPed zone of the tensile tested specimen processed at each tool rotation speed.

Fig. 13 Predicted Tensile strength of the annealed 1050 aluminum alloy, the unprocessed zone and the FSPed zone of the specimen processed at each tool rotation speed, which was calculated from the average Vickers microhardness shown in Fig. 8(b).

用いるとビッカース硬さから引張強度が予測できる²⁷⁾.

$$TS = 3.24HV \quad (2)$$

ここで、 TS および HV はそれぞれ引張強度 (MPa) およびビッカース硬さを示す。Fig. 13 に、式 (2) を用いて焼鈍材、未加工部および摩擦攪拌部の引張強度を Fig. 8 に示した平均硬さから求めた結果を示す。工具の回転速度 560 および 980 min^{-1} の場合には、引張試験の結果、摩擦攪拌部ではほとんど変形せず未加工部で破断が起こったことから、Fig. 9 に示したこれらの試料の引張強度約 103 MPa は未加工部の強度とみなせる。一方、未加工部の平均硬さから予測した引張強度は約 113 MPa で、Fig. 9 の値 (約 103 MPa) と比べて大きな差はないので、式 (2) を適用して強度を予測することは妥当であると考えられる。そこで式 (2) を最も硬さが上昇した回転速度 560 min^{-1} で作製した試料の場合に適用

すると、摩擦攪拌部の引張強度は約 155 MPa まで上昇したと予測できる。従って、このような平均硬さから予測できる引張強度からも、摩擦攪拌プロセスを利用して材料の結晶粒を微細化することにより、硬さとともに引張強度の改善が可能であることが明らかである。

4. 結 言

摩擦攪拌プロセスを利用して超微細結晶粒の工業用純アルミニウム合金 (A1050) を作製し、工具の回転速度を 560 から 1840 min^{-1} まで変化させて、工具の回転速度が摩擦攪拌部の温度変化、微細組織および機械的特性に及ぼす影響を調

べた。以下に主な結果を示す。

(1) 摩擦攪拌プロセス中に摩擦攪拌部が到達する最高温度は、工具の回転速度の増加とともにほぼ直線的に上昇したが、いずれの回転速度においても供試材料である 1050 アルミニウム合金の融点以下であった。従って本研究における摩擦攪拌プロセスは、固相状態で行われたことが明らかであった。

(2) 工具の回転速度の増加に伴って、摩擦攪拌部の加熱速度は急激に増加した後飽和する傾向を示したが、冷却速度は 341 から $1473^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ まではほぼ直線的に増加した。このような高い冷却速度のため、プロセス中に摩擦攪拌部で形成される微細な再結晶粒の成長が抑制されると考えられる。

(3) 摩擦攪拌部では転位密度が非常に低く、微細な等軸粒からなる組織が観察された。摩擦攪拌部の結晶粒径は工具の回転速度の増加に伴って増大したが、 560 min^{-1} の場合には 1 回だけの摩擦攪拌プロセスによりサブミクロンサイズの超微細結晶粒材料の作製が可能であった。また retreating side に比べて、advancing side では摩擦攪拌部と未加工部の境界が比較的明瞭であり、組織がこの境界を中心に狭い範囲で急激に変化した。

(4) 摩擦攪拌部の平均硬さは、結晶粒微細化により最大約 37% 上昇した。しかし、工具の回転速度の増加に伴って低下する傾向がみられた。また摩擦攪拌部と未加工部の境界付近における硬さは、組織観察の結果と同様に、retreating side より advancing side で狭い範囲で急激に変化した。

(5) 引張試験の結果、工具の回転速度を 560 から 1350 min^{-1} まで変化させた場合には未加工部で破断が起こった。特に、560 および 980 min^{-1} で作製した試料の場合には、引張試験による摩擦攪拌部における断面収縮、すなわち塑性変形がほとんど起こらなかった。従って摩擦攪拌部の引張強度ならびに変形抵抗が、結晶粒微細化により硬さとともに上昇したことが明らかであった。

(6) 工具の回転速度およびプロセス中の摩擦攪拌部の最高到達温度は、摩擦攪拌部の組織および機械的特性に大きな影響を及ぼす重要な因子であることが分かった。

(7) 摩擦攪拌プロセスは、材料の新たな結晶粒微細化法として非常に有効かつ効率的であり、このプロセスにより材料

の機械的特性の改善も可能であることが明らかとなった。

文 献

- 1) H. Gleiter: Prog. Mater. Sci. **33**(1989) 223-315.
- 2) R. Birringer: Mater. Sci. Eng. A **117**(1989) 33-43.
- 3) H. Kuhn and D. Medin: *ASM Handbook Volume 08: Mechanical Testing and Evaluation*, (ASM, Ohio, 2000) p. 7.
- 4) O. D. Sherby and J. Wadsworth: Prog. Mater. Sci. **33**(1989) 169-221.
- 5) F. A. Mohamed, M. M. I. Ahmed and T. G. Langdon: Metall. Trans. A **8**(1977) 933-938.
- 6) E. Y. Ivanov, C. Suryanarayana and B. D. Bryskin: Mater. Sci. Eng. A **251**(1998) 255-261.
- 7) M. L. Trudeau: Mater. Sci. Eng. A **204**(1995) 233-239.
- 8) Y. Iwahashi, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon: Metall. Mater. Trans. A **29**(1998) 2245-2252.
- 9) T. G. Langdon, M. Furukawa, M. Nemoto and Z. Horita: JOM **52**(2000) 30-33.
- 10) Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto and T. G. Langdon: The Heat Treatment **41**(2001) 68-74.
- 11) I. V. Alexandrov, Y. T. Zhu, T. C. Lowe, R. K. Islamgaliev and R. Z. Valiev: Nanostruct. Mater. **10**(1998) 45-54.
- 12) Y. Saito, N. Tsuji, H. Utsunomiya, T. Sakai and R. G. Hong: Scr. Mater. **39**(1998) 1221-1227.
- 13) W. M. Thomas, E. D. Nicholas, J. C. Needham, M. G. Murch, P. Templesmith and C. J. Dawes: GB Patent Application No. 9125978.8, Dec. 1991, US Patent No. 5460317, Oct. 1995.
- 14) W. M. Thomas and E. D. Nicholas: Materials & Design **18**(1997) 269-273.
- 15) C. J. Dawes and W. M. Thomas: Weld. J. **75**(1996) 41-45.
- 16) A. Sanderson, C. S. Punshon and J. D. Russell: Fusion Engineering and Design **49-50**(2000) 77-87.
- 17) C. G. Rhodes, M. W. Mahoney, W. H. Bingel, R. A. Spurling and C. C. Bampton: Scr. Mater. **36**(1997) 69-75.
- 18) G. Liu, L. E. Murr, C. S. Niou, J. C. McClure and F. R. Vega: Scr. Mater. **37**(1997) 355-361.
- 19) Y. Li, L. E. Murr and J. C. McClure: Mater. Sci. Eng. A **271**(1999) 213-223.
- 20) O. V. Flores, C. Kennedy, L. E. Murr, D. Brown, S. Pappu, B. M. Nowak and J. C. McClure: Scr. Mater. **38**(1998) 703-708.
- 21) L. E. Murr, G. Liu and J. C. McClure: J. Mater. Sci. Lett. **16**(1997) 1801-1803.
- 22) S. Benavides, Y. Li, L. E. Murr, D. Brown and J. C. McClure: Scr. Mater. **41**(1999) 809-815.
- 23) N. Saito, I. Shigematsu, T. Komaya, T. Tamaki, G. Yamauchi and M. Nakamura: J. Mater. Sci. Lett. **20**(2001) 1913-1915.
- 24) H. Y. Kim, W. H. Sohn and S. H. Hong: Mater. Sci. Eng. A **251**(1998) 216-225.
- 25) T. Furu, H. R. Shercliff, G. J. Baxter and C. M. Sellars: Acta Mater. **47**(1999) 2377-2389.
- 26) S. I. Kim and Y. C. Yoo: Mater. Sci. Eng. A **311**(2001) 108-113.
- 27) H. Kuhn and D. Medin: *ASM Handbook Volume 08: Mechanical Testing and Evaluation*, (ASM, Ohio, 2000) pp. 274-276.