

# 表面ナノ複合組織制御を用いたアルミニウム合金の 機械的性質の向上

神奈川県産業技術センター 機械・材料技術部  
技師 中村紀夫  
(平成 23 年度一般研究開発助成 AF-2010016)

キーワード：微粒子ピーニング，アルミニウム合金，疲労強度，加工熱処理，金属間化合物

## 1. 研究の目的と背景

低炭素社会の構築が急務となる中、輸送機器の軽量化のために、鉄鋼材料より比重の小さいアルミニウム合金等の軽金属が再び注目されている。しかし、アルミニウム合金は比強度に優れるものの、鉄鋼材料に比べて疲労強度や耐熱性に劣ることから適用範囲に限界があり、さらなる特性の向上が求められている。

筆者らは、アルミニウム合金に微粒子ピーニングを施すと、粒子の高速での衝突による多段、多方向、非同期の超強加工により、母相のアルミニウム結晶粒径が 100nm 未満に微細化し、かつ投射粒子の一部が表面に凝着し、練り込まれるようにして数十 nm～数  $\mu\text{m}$  の投射金属が微細に分散した「ナノ複合組織」が表面近傍に形成されることを見出した<sup>1)</sup>。この微粒子ピーニングは、従来よりも格段に微細な数十  $\mu\text{m}$  以下の金属微粒子を 100m/s 以上の高速で投射する一種のショットピーニングである。アルミニウム合金の結晶粒径を 100nm 未満にまで微細化する超強加工法はこれまでに報告例が無いことや、この「ナノ複合組織」が HV200 以上の超々ジュラルミンを凌駕する硬さを示すことから、新しいアルミニウム合金の高強度化手法として有望と考えている。たとえばアルミニウム合金は表面の傷あるいは表面近傍の介在物等をき裂の起点として疲労破壊を起こすため、表面の組織形態や硬さ、粗さ、残留応力に著しい影響を受ける。したがって、微粒子ピーニングにより高強度かつ微細な「ナノ複合組織」を付与することによって疲労強度が飛躍的に向上する可能性がある。そこで、本研究ではアルミニウム合金の疲労強度におよぼす「ナノ複合組織」の影響を明らかにすることを第一の目的とする。

また、微粒子ピーニングは、投射金属の一部を表面近

傍に「ナノ複合組織」として微細に分散できることから、新しい合金元素の添加手法としても機能を有する。たとえば、Fe や Ni などアルミニウムと金属間化合物を形成しやすい粒子を投射し、その後に熱処理を加えることで、表面近傍にのみ高い体積率で金属間化合物を分散させることが可能と考えられる。これにより、耐熱性や耐摩耗性の飛躍的な向上が期待される。そこで、本研究では微粒子ピーニングによる超強加工と熱処理を組み合わせ、耐熱性や耐摩耗性向上のための組織制御技術の開発を第二の目的とする。

## 2. 実験方法

### 2. 1 供試材および試験片

供試材はアルミニウム合金 A2024-T4 (溶体化後自然時効) である。供試材から  $\phi 15 \times 5\text{mm}$  の円盤状に切り出し、表面を耐水研磨紙を用いて #1500 まで研磨したものを組織観察用試験片とした。また疲労試験片は図 1 に示す形状とし、平行部は機械加工ままとした。

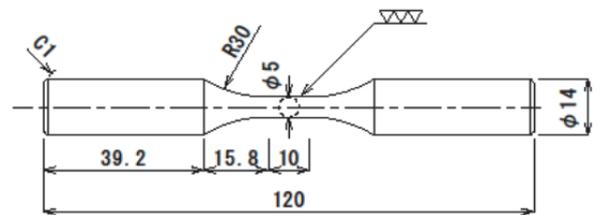


図 1 疲労試験片の形状

### 2. 2 微粒子ピーニング条件および熱処理条件

微粒子ピーニングにはエアープラスト式ショットピーニング装置を使用し、投射材に 1.0%C 炭素鋼、純 Ni および SUS304 の粒子を使用した。いずれの粒径も 53 $\mu\text{m}$  以下である。事前に処理条件の違いにより形成される組織

を調べ、最適と考えられる条件として、重力式による投射圧力は 0.4MPa、投射時間は約 30s で被覆率は 200%以上となるように処理した。

微粒子ピーニング後の熱処理は大気炉を使用し、773K で 24h 保持後、炉から取出し空冷する処理とした。

### 2. 3 ナノ複合組織および熱処理後に形成される組織の観察および耐軟化性の評価

各組織の観察には電子線プローブマイクロアナライザ(EPMA; JEOL JXA-8500F)を用いた。また、耐軟化性を評価するため、前述の 773K での熱処理後に 573K にて 100h まで保持し、表面の硬さの経時変化を断面方向からマイクロビッカース硬度計(Akashi MVK-H2-V32)を用いて荷重 0.098N にて測定した。

### 2. 4 疲労試験および破面観察

疲労試験は油圧サーボ型疲労試験機(Instron 8502)を用いて実施した。正弦波形の単軸引張圧縮応力を繰り返し付与して S-N 線図を得た。応力比  $R=-1$ 、周波数は 16~24Hz である。繰り返し数が  $10^6$  回を超えて破断しなかったものについては適宜、試験を中止した。

疲労試験後の破面は走査型電子顕微鏡(SEM; JEOL JSM-6510LV)を用いて観察した。

## 3. 結果および考察

### 3. 1 微粒子ピーニング後に形成されるナノ複合組織および熱処理による組織変化

図 2 に微粒子ピーニング後に形成されるナノ複合組織を断面方向から観察した反射電子像を示す。表面に白いコントラストで観察される粒子が投射材由来の粒子である。またその複合組織内部のアルミニウム母相の結晶粒径は 100nm 以下に微細化されていることがこれまでに明らかとなっており、この組織を我々はナノ複合組織と呼んでいる<sup>1)</sup>。

一例として図 2 の炭素鋼を用いた微粒子ピーニングにより形成されるナノ複合組織の EPMA による元素分布を図 3 に示す。母相に含まれる Al、Cu、Mg のほかに投射材から Fe が混入しており、さらにピーニング時に O がナノ複合組織内に含まれることが分かる。

次にこのナノ複合組織の熱処理による組織変化を図 2 と同様に断面方向から観察した反射電子像を図 4 に示す。

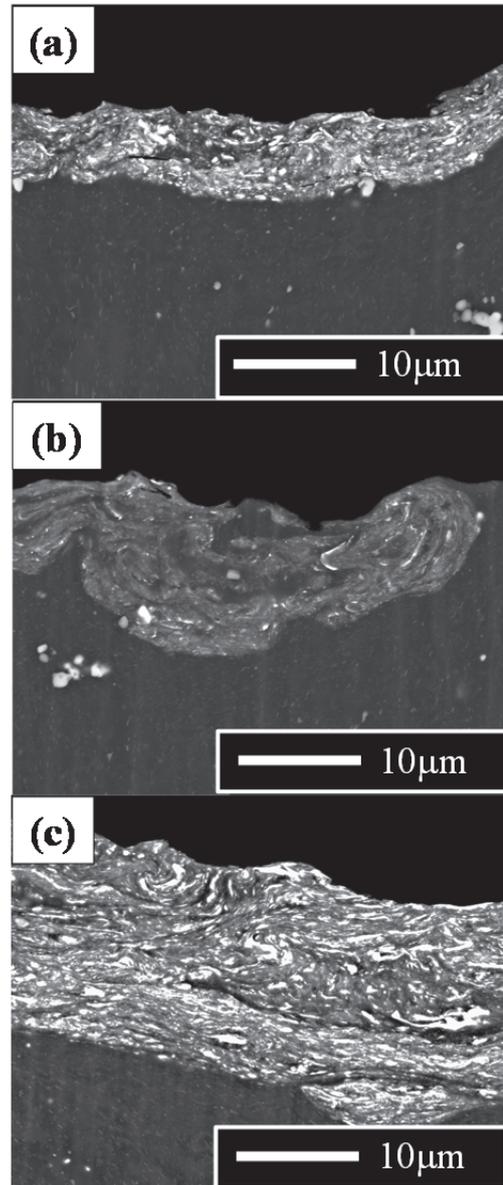


図 2 微粒子ピーニング後に形成されるナノ複合組織 (a:炭素鋼 b:純Ni c:SUS304 各投射材名)

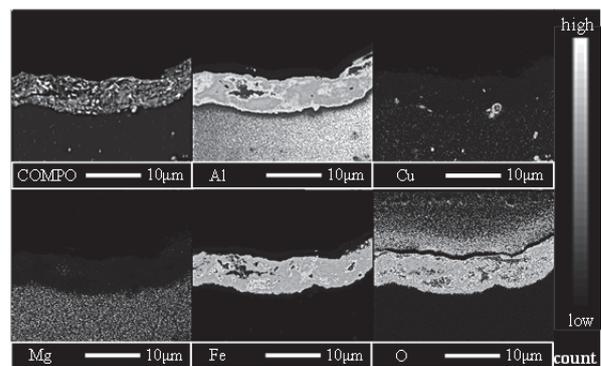


図 3 炭素鋼を用いた微粒子ピーニングにより形成されるナノ複合組織の元素分布

微粒子ピーニングのままの場合には練り込まれた組織形態であったが、熱処理後には明らかに異なる組織に変化している。炭素鋼および SUS304 を用いた場合の熱処理後には層状の組織となっていることが分かる(図4の a と c 参照)。しかしながら、純 Ni を用いた場合には粒状に分布した組織となっており、一部軽元素で構成されると考えられる黒いコントラストで観察される部分が存在する。この純 Ni を用いた場合の熱処理後の組織を図3と同様に EPMA による元素分布を行った結果を図5に示す。黒いコントラストで観察された部分は Mg と O が濃化しており MgO が形成していると考えられる。炭素鋼や SUS304 を用いた場合にはそのような領域が観察されなかったことから、MgO が形成する現象および形成される金属間化合物が一樣な層状ではなく粒状になる現象は純 Ni を用いた場合に特有であると推察される。

これら熱処理後に表面層に形成される組織を EPMA ならびに X 線回折で解析した結果、炭素鋼を用いた場合には Al、Cu、Mg、Fe、O を含有し、また、SUS304 を用いた場合には Al、Cu、Mg、Fe、Cr、Ni、O を含有する、正方晶の  $Al_7Cu_2Fe$  型金属間化合物が主たる構成相であると判定されたが、純 Ni を用いた場合には、多数の回折ピークが検出され構成相の同定が困難であった。すなわち、Fe を含む投射材の場合には MgO の形成が抑制されるとともに層状の金属間化合物が形成するが、その生成メカニズムについては更なる検討が必要である。

### 3. 2 熱処理後に形成された金属間化合物層の耐軟化性

微粒子ピーニング後に熱処理で形成される金属間化合物の耐軟化性を評価した。573K で保持後のビッカース硬さの経時変化を図6に、573K-100h 保持後の金属間化合物層の反射電子像を図7に示す。微粒子ピーニング未処理材(以下未処理材と呼ぶ)は保持時間初期段階から硬さが急激に低下し、そのままの硬さで推移している。これは  $Al_2Cu$  ( $\theta$  相) の析出によって過時効となり、硬さが低下するためと考えられる。各金属間化合物層を有する試験片では保持初期に硬さが一旦低下するが、その後硬さは増加し、時間経過に伴っての軟化は見られない。図7は 100h 経過後の金属間化合物層の様子で、2 相に分離した組織形態を呈している。573K 保持初期においても金

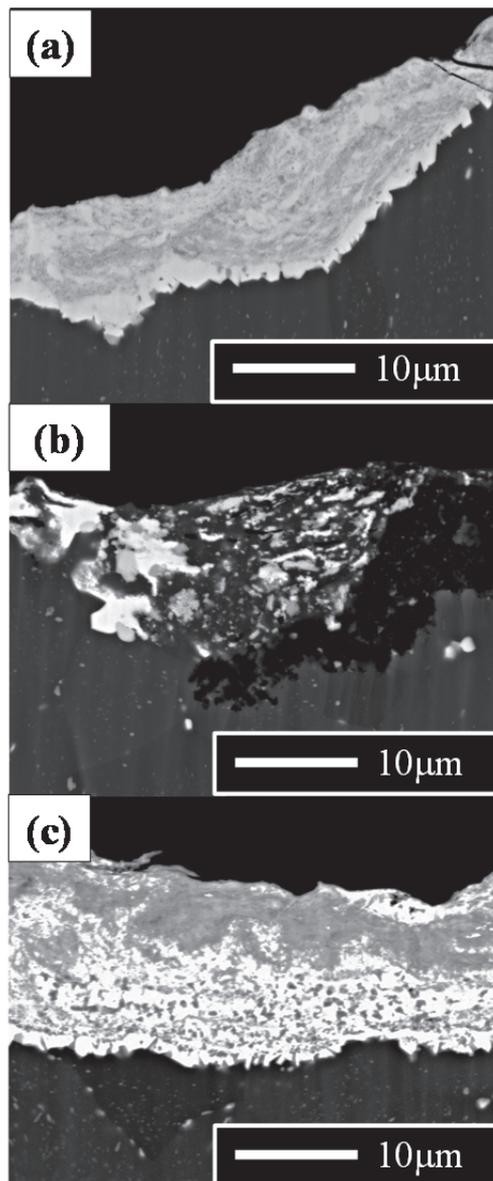


図4 微粒子ピーニング後に熱処理を施した場合に形成される組織

(a:炭素鋼 b:純Ni c:SUS304 各投射材名)

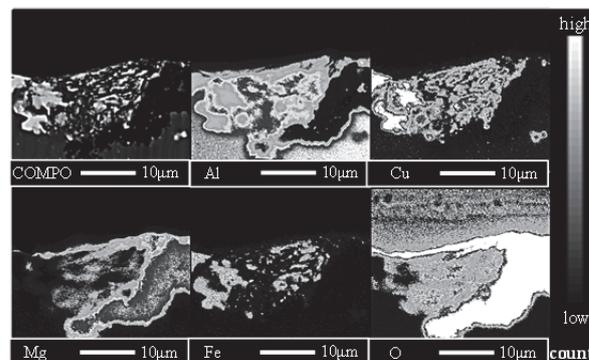


図5 純Niを用いた微粒子ピーニング後の熱処理により形成される金属間化合物の元素分布

属間化合物層はすでに図 7 と同様な 2 相構造になっており、100h 経過後も大きな変化はなかった。そのため、初期の硬さの低下と組織変化との対応については明らかではなく、更なる検討が必要である。

各投射材の違いによる金属間化合物の硬さの違いでは、SUS304 > 炭素鋼 > 純 Ni の順に高い。SUS304 と炭素鋼では前述のように、形成される金属間化合物の結晶構造は同じであるが、含まれる成分の違いにより硬さの違いが生じたものと推察される。純 Ni に関しては前述のように MgO が形成するが、密ではなく気孔の多い MgO のために金属間化合物近傍の硬さが低下すること、ならびに粒状に金属間化合物が分布していることから平均硬さが低くなっていると考えられる。

### 3. 3 微粒子ピーニングおよびその後の熱処理により金属間化合物を有するアルミニウム合金の疲労強度

図 8 に炭素鋼を用いた微粒子ピーニングのままの硬さと残留応力の深さ方向の分布を示す。表面のナノ複合組織は HV220 程度を示しており、圧縮残留応力は約 20 $\mu$ m 深さで -300MPa 程度である。次に疲労試験から得られた S-N 線図を図 9 に示す。未処理材に比べ微粒子ピーニングを施すことにより疲労強度が大きく向上していることが分かる。一般に微粒子ピーニングを施すことにより表面近傍に高い圧縮残留応力が付与でき、疲労強度が向上することが知られている<sup>2)</sup>。本研究のナノ複合組織を有する場合についても同様に表面近傍に高い圧縮残留応力が付与でき、これにより疲労強度が向上したものと考えられる。図 10 に未処理材と炭素鋼を用いた微粒子ピーニング材の疲労破面の一例を示す。未処理材は表面に結晶状ファセットが観察され<sup>3)</sup>、突出しと入り込みによる表面起点の疲労破面を呈している（図 10 の c を参照）。一方、疲労強度が向上した微粒子ピーニング材では表面直下の内部が疲労起点になっており、圧縮残留応力の効果が表れているものと考えられる。またナノ複合組織は高硬度であるため、表面への亀裂進展を抑制する効果も考えられる<sup>4)</sup>。図 9 の疲労試験結果において、一部 SUS304 を用いた場合の試験結果が未処理材と同等程度のもも存在しており、この試験片の疲労破面を観察すると未処理材と同様に表面起点となっているが、未処理材とは異なりファセットは観察されなかった。そのため、微粒子

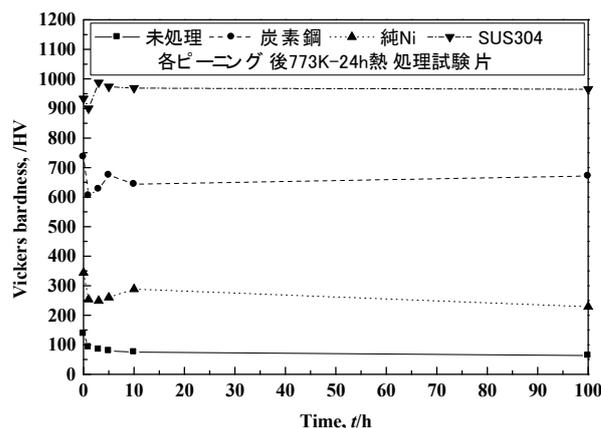


図 6 573K における熱処理後に形成された金属間化合物層のビッカース硬さの経時変化

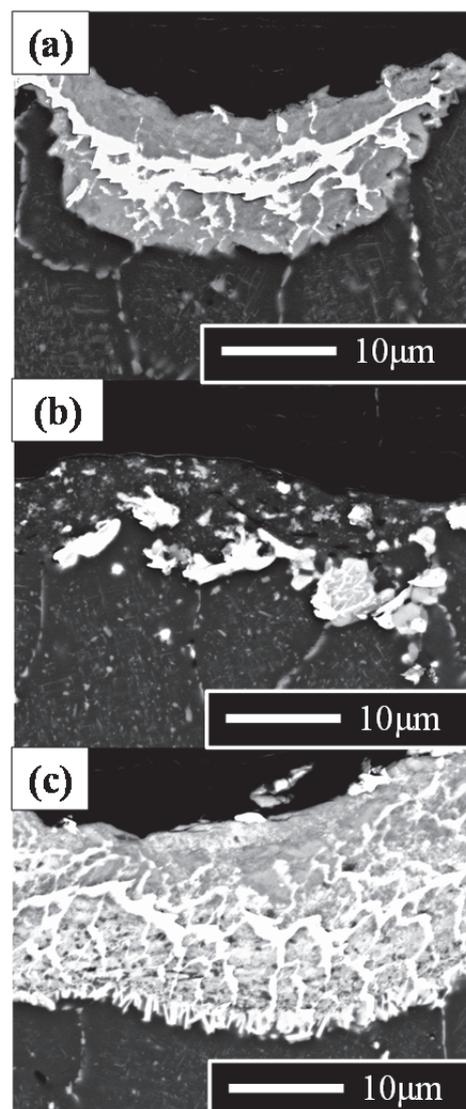


図 7 573K-100h 保持後の金属間化合物層の組織 (a:炭素鋼 b:純Ni c:SUS304 各投射材名)

ピーニングにより形成されるナノ複合組織に微小な割れや未接合部分が存在し、これらが疲労起点になったものと推察される。

次に微粒子ピーニング後に熱処理を施し、金属間化合物を形成させた試験片の疲労試験結果を図 11 に、疲労破面の一例を図 12 に示す。金属間化合物を形成させた場合には未処理材と同等程度あるいは若干の疲労強度の低下が起こっている。疲労起点はすべて表面となっており、表面の硬度が大幅に向上しても疲労強度に影響がないことが明らかとなった。これは微粒子ピーニングした際に導入された圧縮残留応力がその後の熱処理の際に解放されることにより、圧縮残留応力の効果がなくなることで疲労強度が向上しなかったと考えられる。疲労破面からも表面の金属間化合物層にも多数の割れが見られ（図 12 の b 参照）、金属間化合物層は高硬度であるが脆く、疲労起点になりやすいものと推察される。以上のことから疲労強度には表面の硬度よりむしろ圧縮残留応力の影響が大きく寄与しているものと考えられる。そのため、高硬度な金属間化合物を形成させた場合には疲労強度より耐熱性（耐軟化性）や耐摩耗性に大きな効果を示すと推察される。

#### 4. 結言

A2024 アルミニウム合金に各種微粒子ピーニング処理し、熱処理を加えることで形成される組織の耐軟化性ならびに疲労強度を評価した結果、以下の知見を得た。

1. 微粒子ピーニング後に熱処理を施すことにより金属間化合物が生成するが、投射材の違いにより形成される金属間化合物は層状あるいは粒状と組織形態に違いが起こる。また、純 Ni の場合にのみ Mg の酸化が顕著に起こる。
2. 形成される金属間化合物は 573K-100h 保持後も軟化が見られず耐軟化性（耐熱性）が高い。超強加工と熱処理を組み合わせることで耐熱性の向上のための組織制御が可能であることが明らかとなった。
3. 微粒子ピーニングままの場合には疲労強度が大きく向上するが、ナノ複合組織に割れや未接合部分が存在する場合には疲労起点となり疲労強度は向上しない。特に SUS304 を用いた場合にその傾向が顕

著であった。

4. 微粒子ピーニング後に熱処理を施し、金属間化合物を形成させた場合には疲労強度の向上は認められなかった。この原因として熱処理時に圧縮残留応力が解放されること、ならびに金属間化合物は高硬度であるが脆いため表面起点となるためと考えられる。
5. 微粒子ピーニング後に熱処理することで形成される金属間化合物は疲労強度の向上に対してではなく、耐軟化性（耐熱性）や耐摩耗性に有効であると考えられる。

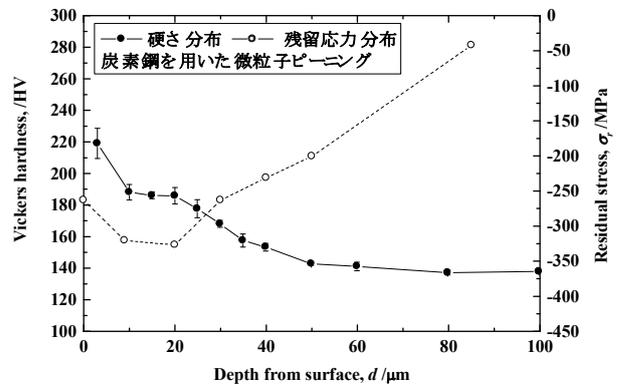


図 8 微粒子ピーニングのままの硬さと残留応力の深さ方向の分布

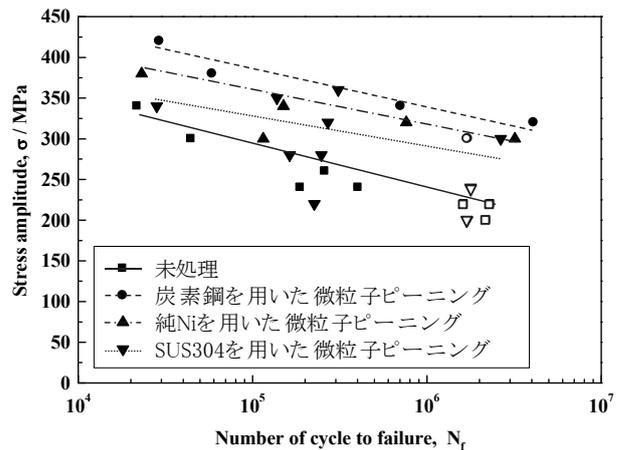


図 9 各投射材を用いた微粒子ピーニング後の疲労試験結果（白抜きは未破断試験片結果）

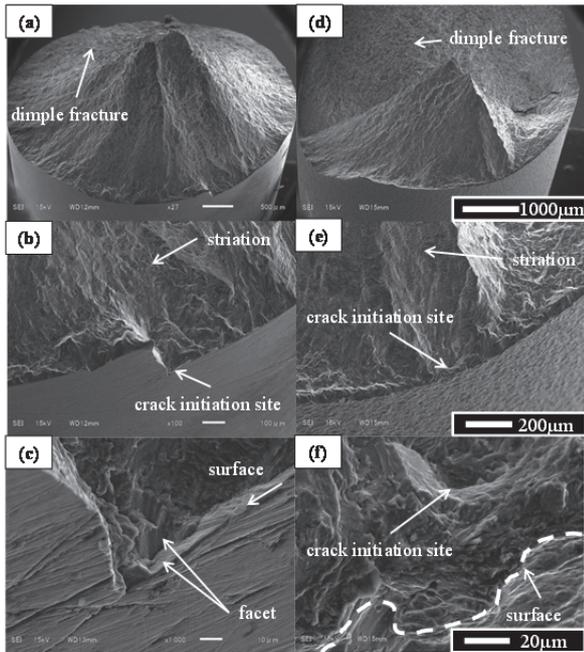


図10 疲労試験後の破面のSEM像  
(a~c:未処理材-応力振幅 300MPa d~f:炭素鋼を用いた微粒子ピーニング処理材-応力振幅 380MPa)

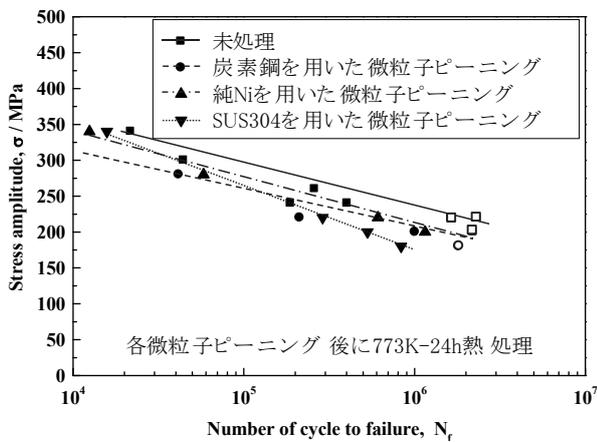


図11 各投射材を用いた微粒子ピーニング後に熱処理を施し、金属間化合物を形成させた試験片の疲労試験結果 (白抜きは未破断試験片結果)

### 謝辞

本研究は公益財団法人天田財団（天田金属加工機械技術振興財団）平成22年度一般研究開発助成にて実施したものである。ここに付記し、深く謝辞を表します。

また、微粒子ピーニング技術に協力いただいた株式会社不二WPCに感謝いたします。

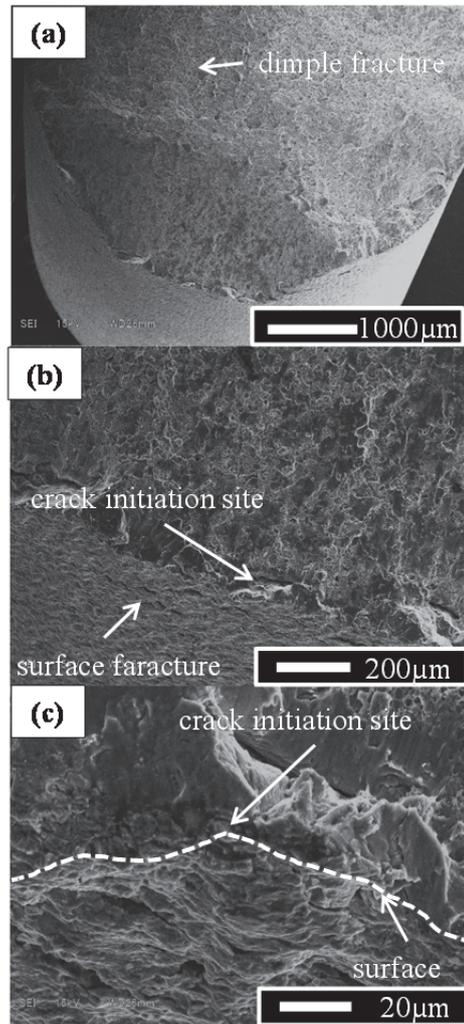


図12 金属間化合物を形成させた試験片の疲労試験後の破面のSEM像  
(a~c:炭素鋼を用いた微粒子ピーニング後に773K-24h熱処理-応力振幅 300MPa)

### 参考文献

- 1) Norio Nakamura and Shin-ichi Takagi; Mater. Trans, 52,380-385, (2011)
- 2) Akiko Inoue, Takahiro Sekigawa, Kazuaki Oguri, Tetsuya Tagawa and Takahashi Ishikawa: J. JIM, 74, 370-377, (2010)
- 3) 小林俊郎；“アルミニウム合金の強度”，内田老鶴圃，p.130, (2001)
- 4) Norio Nakamura Shin-ichi Takagi and Yasuyuki Tonozuka: Kenkyu Hokoku—Kanagawa-ken Sangyo Gijutsu Senta, 18, 5-8, (2012)