

摩擦攪拌接合した析出強化型アルミニウム合金の時効析出強化に及ぼす加工条件の影響

室蘭工業大学 もの創造系領域

准教授 安藤 哲也

(2022 年度 一般研究開発助成 AF-2022013-B2)

キーワード：摩擦攪拌接合，時効析出強化，アルミニウム合金

1. 研究の目的と背景

2000 系アルミニウム (Al-Cu 系) 合金は、高強度かつ軽量で、切削加工性に優れるなどの特長を有するため航空機材料などに利用されている。近年、CO₂ 排出量削減の観点から材料のさらなる軽量化、高強度化が求められている。本合金は熱処理型合金であり、適切な温度で溶体化処理及び時効処理を行うことで、微細な金属間化合物を析出させ、強度を向上させることができる。一方で、低融点共晶化合物の融解や、高融点の酸化被膜を有するためプローホールを生じやすいことなどから難溶接材であることが知られている。

摩擦攪拌接合(friction stir welding: FSW)は、ショルダーとプローブからなる回転ツールを材料に押し付け、生じた摩擦熱により軟化した材料を攪拌することで塑性流動を起こし接合する固相接合である。接合部では、ツール回転方向と進行方向が一致する前進側(advancing side: AS), 正対する後退側(retreating side: RS)があることから左右非対称な接合法と言われている¹⁾。また、試料断面には、攪拌部(stir zone: SZ), 熱加工影響部(thermomechanically affected zone: TMAZ), 热影響部(heat affected zone: HAZ), 母材部(base metal: BM)の 4 つの領域が存在する。FSW は酸化被膜を破壊しながらの接合が可能であり、材料の融点以下で接合する固相接合法のため溶融溶接と比較して接合歪が小さく、欠陥が発生しにくい。以上の特性からアルミニウム合金に適用可能である。一方で、時効処理後の材料に FSW を適用する場合、SZ で粗大化した析出物により強度低下が発生する。また、FSW 後に溶体化処理、時効処理を行うと歪の発生が避けられない²⁾。さらに溶体化処理は非常に高温で行うため多量の CO₂ が排出される。

本研究では、FSW 中に材料が高温に加熱されることによって合金中の元素が固溶し、冷却条件次第で焼入れによって過飽和固溶体が形成される可能性に着目した。FSW によって過飽和固溶体が形成されるのであれば、溶体化処理をせずに時効析出強化できる可能性がある。よって本研究では、FSW した A2024 アルミニウム合金の焼入れ性を明らかにすることを目的とし、FSW 後の冷却の影響および工具形状の影響を時効特性評価により調査した。

2. 実験方法

本研究では 100 mm × 150 mm × 5 mm の A2024 アルミニウム合金を供試材として用いた。送り速度 50 mm/min, ツールの回転数 3000 rpm, ツールの傾斜角 3° の条件で摩擦攪拌接合を行った。また、試料に熱電対を取り付け FSW 中の温度変化を測定した。熱電対取り付け位置は FSW に巻き込まれることを防ぐため、試料付け合せ部から 10 mm の位置とした。これらの試料に対し 463 K で等温時効処理を行い、ロックウェル硬さ試験及び電気伝導度測定を行うことで時効特性を調査した。電気伝導度測定には、渦流式導電率計を使用して実施した。

次に冷却条件の影響を評価するため、FSW 直後にエマルジョンを噴射することで急冷を行い(以後、RC と表記する)，上記と同様の条件で時効処理および時効特性の評価を行った。また、断面深さ方向の時効特性を評価するため、図 1 に示す測定位置でビックアース硬さ測定を行った。また、断面深さ方向への時効特性へ及ぼすプローブ長さの影響を調査するため、ツール形状をショルダー径 20 mm, プローブ長 2.5, 3.5 mm, プローブ径 5 mm とし、送り速度 50 mm/min, ツールの回転数 3000 rpm, ツールの傾斜角 3°, 冷却急冷の条件で摩擦攪拌接合を行った。接合後にこれらの試料に対し 463 K で等温時効処理を行い、断面へのビックアース硬さ試験を行うことで深さ方向の時効特性を調査した。さらに示差走査熱量(Differential scanning calorimetry: DSC)測定を行った。

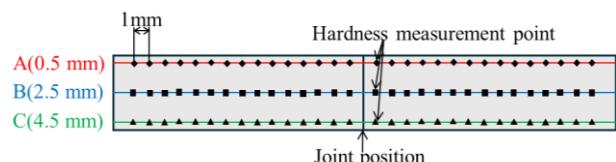


図 1 断面ビックアース硬さ測定位置。

3. 実験結果および考察

3.1 温度測定

FSW 中の温度変化を測定した結果、FSW 中は最高で 673 K 近くまで温度が上昇したことが確認された。試料付け合せ部から 10 mm の位置としたことを考慮すると、一般的な溶体化処理温度近くまで加熱されていたことが推測された。

3.2 硬さ試験・電気伝導度測定

時効硬化曲線および電気伝導度測定結果を図 2³⁾に示す。463 K 等温時効処理によって最大で 10.4 HRA の硬さの上昇が確認された。また、導電率も硬さの増加に伴い増加していたことが確認された。このことから時効析出強化が生じたと推測された。すなわち前述のように、一般的な溶体化処理温度近くまで加熱されたことを示すものである。

エマルジョンにより冷却した場合における時効硬化曲線および導電率変化曲線を図 3⁴⁾に示す。いずれの回転数においても急冷の方が放冷と比較して最大硬さ、時効硬化量が増大していることが確認された。これは、接合時に固溶した合金成分が、急冷をすることにより冷却中の析出が抑制され、接合部近傍での添加元素の過飽和固溶度が上昇したためと推測された。この推測は、冷却直後の導電率が低下したことからも合理的と考えられる。急冷した場合における時効処理後の最大硬さが、3000, 4000, 5000 rpm でそれぞれ 48.4, 47.1, 47.8 HRA であり、また母材平均硬さが 48.6 HRA であることから、回転数に関わらず等温時効処理によって母材に近い強度まで接合部の強度を向上させることができると示された。また、放冷材に比べて急冷材ではピーク硬さにおける導電率が低かったが、これは放冷材と急冷材で析出物の形態や量に違いが生じたことが原因と推測された。

回転数 5000 rpm における時効処理前の断面ビッカース硬さ試験結果を図 4(a)に、時効処理後の硬さ試験結果を図 4(b)に示す⁵⁾。接合断面上部では時効処理によって硬さが増大したのに対して、継手底部に近づくにつれて時効硬化量が減少した。SEM-EBSD による微細組織観察の結果を図 5 に示す。図 5 より、硬さの大きく上昇した領域は母材部と比較して結晶粒が著しく微細化していることから攪拌部(熱加工影響部)と考えられ、硬さの上昇が小さい領域は熱影響部であることが示された。

プローブ長 2.5 mm および 3.5 mm の場合における、断面ビッカース硬さ試験結果を図 6 に示す⁶⁾。(a)がプローブ長 2.5 mm の時効前、(b)がプローブ長 2.5 mm の 16 h 時効後、(c)がプローブ長 3.5 mm の時効前、(d)がプローブ長 3.5 mm の 16 h 時効後の断面ビッカース硬さをそれぞれ示している。

プローブ長 2.5 mm の工具において、接合直後では接合表面近傍である A と比較して、より深い位置の B, C では硬さが大きく低下した。また、時効後においても A では母材と同程度の硬さであったのに対して、B, C の位置では硬さが上昇しなかった。

プローブ長 3.5 mm の工具において、接合直後では A, B での硬さの低下は小さいが C では硬さが大きく低下した。しかしながら、時効後においては A, B では母材と同程度まで硬さが上昇し、C でも A, B には及ばないながらも硬さが上昇していた。以上の結果より、プローブ長を伸ばすことによって摩擦による入熱量が増大し、よ

り深い領域でも添加元素の固溶を促進させることができると推測された。一方、接合中心から約 8mm 離れた位置では、AS, RS に関係なく時効処理後においても接合直後とほぼ同等の硬さとなっており、時効硬化現象が発生しなかった。この現象は、プローブ長を増大しても解消されなかった。

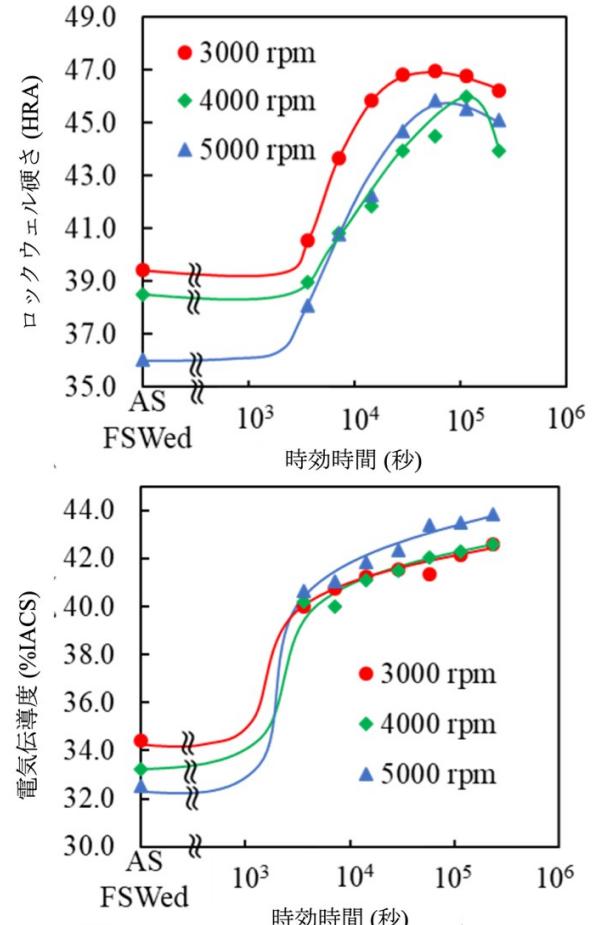


図 2 時効硬化曲線および導電率変化曲線。

3.3 DSC 測定

DSC 測定の結果を図 7 に示す⁷⁾。いずれの冷却条件においても、回転数の増加に伴い 550 K 付近の発熱ピーク III が増大した。このピークは、S' 相あるいは S 相の形成に由来すると報告されている⁸⁾。さらに、冷却条件を急冷とした場合では、450 K 付近にピーク I が確認された。この発熱ピークは GPB ゾーンの形成であると報告されている⁸⁾。放冷材では、ピーク I は存在せず GPB ゾーンの消失ピーク(ピーク II)のみが存在していたことから、冷却過程において GPB ゾーンが形成したことが示唆された。

以上の結果から、回転数の増加に伴い合金元素固溶量が増大し、それに伴って析出量も増大したと推測された。さらに、放冷材では時効処理によって S' 相あるいは S 相が析出物として形成し強化に寄与したのに対して、急冷材では時効処理により GPB ゾーンの形成から析出物へ

の成長過程のいずれかの段階が強化に寄与したと推測された。この強化相の種類の違いが硬さに影響したと推測された。

接合中心から約 8 mm 離れた位置において DSC 分析をおこなった結果、ピーク I, II および III のいずれも観察することができなかった。

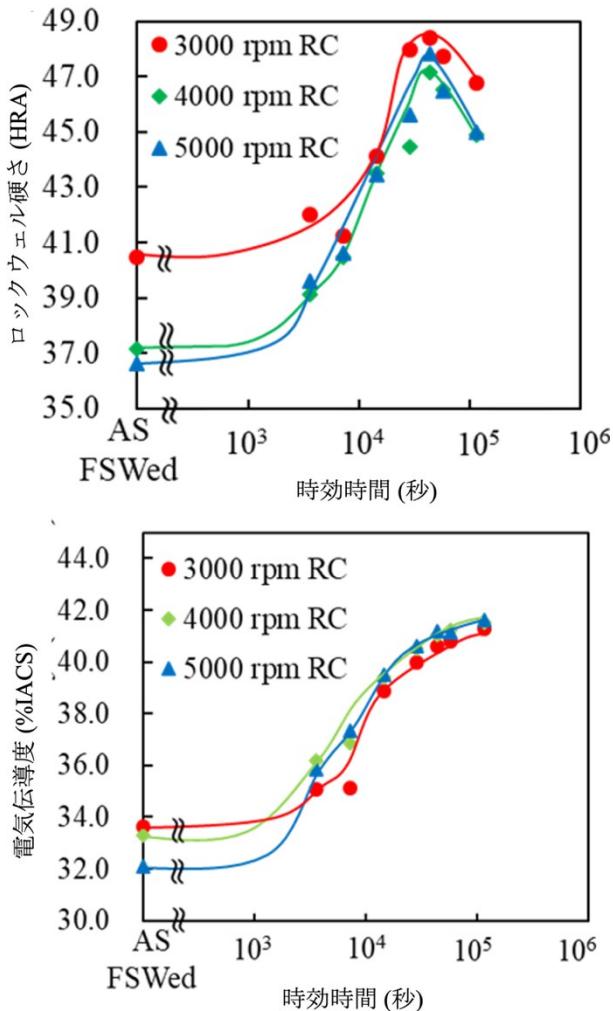


図 3 時効硬化曲線および導電率変化曲線。

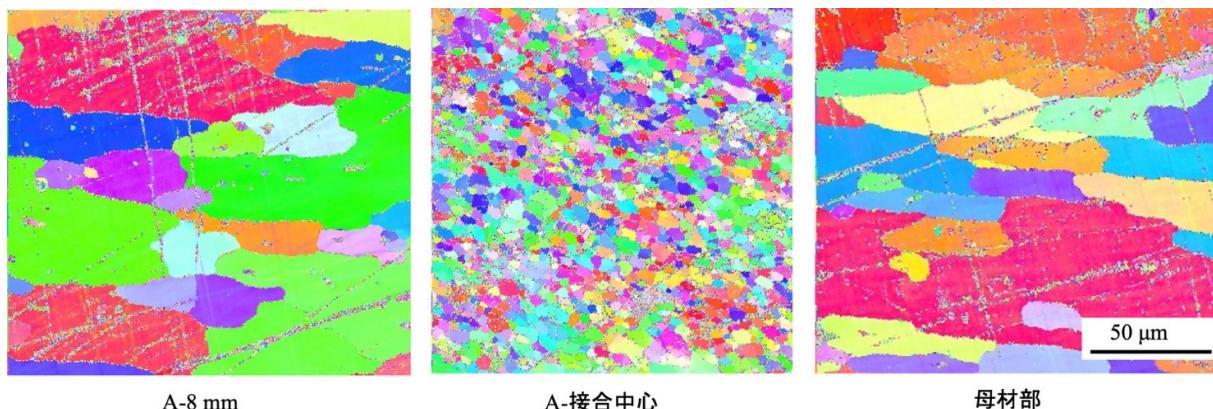


図 5 摩擦攪拌接合後の SEM-EBSD による微細組織観察結果。

以上の結果より、当該部分では FSW 直後の状態において過時効となっている可能性が示唆された。

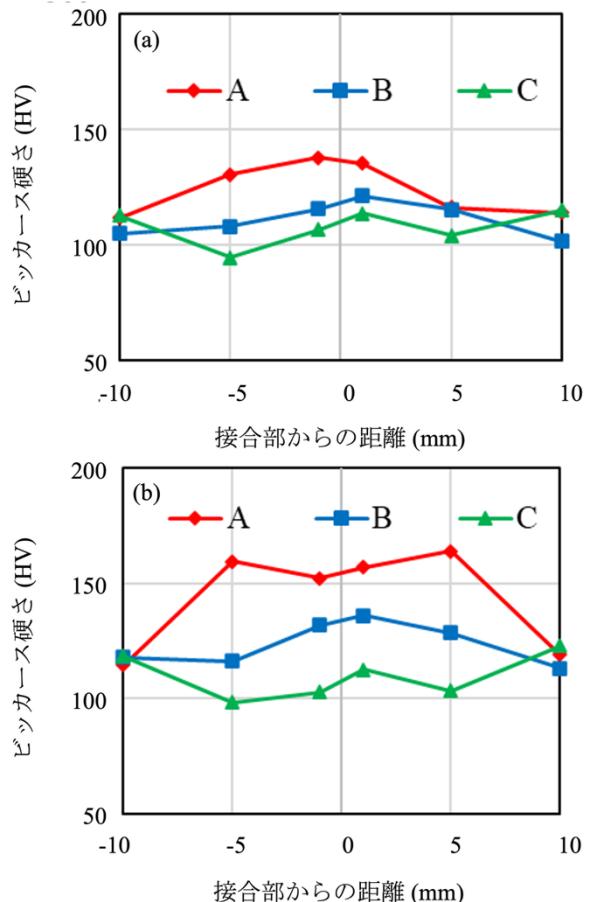


図 4 摩擦攪拌接合条件 5000 rpm のときの断面硬さ分布。
(a)時効処理前, (b)時効処理後。

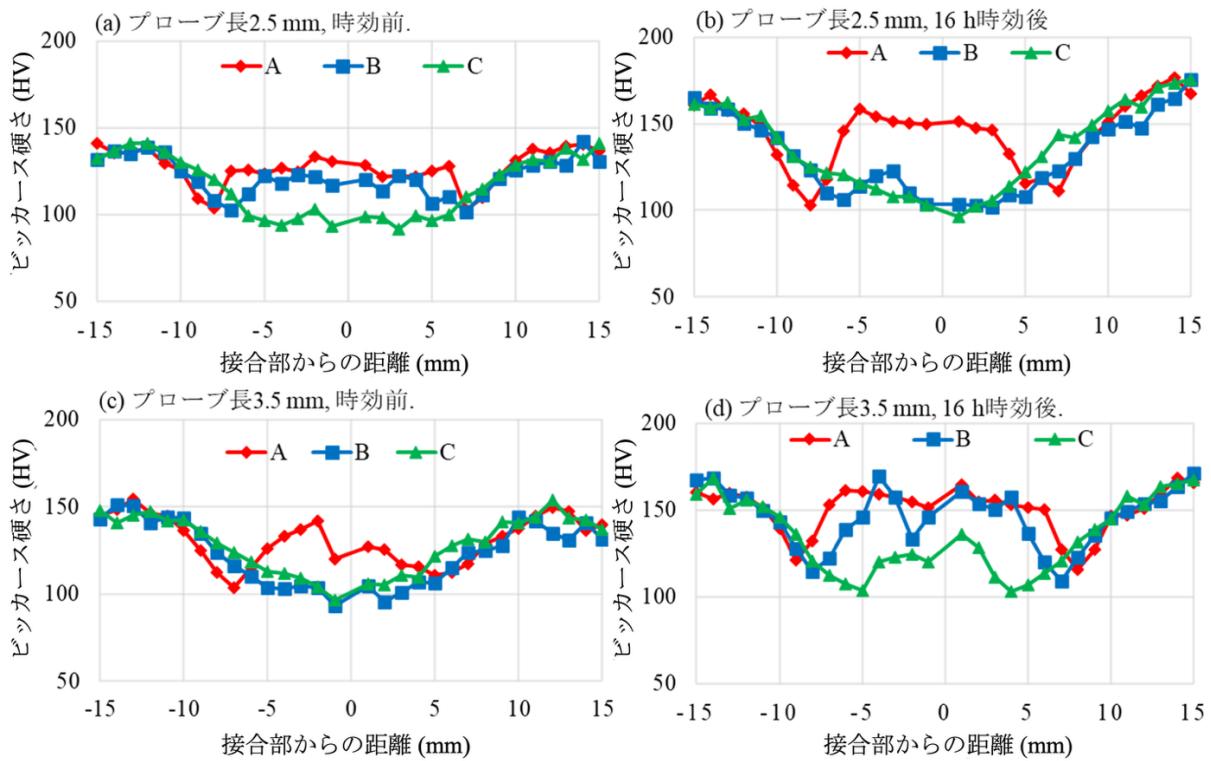


図6 摩擦攪拌接合条件3000 rpmのときの断面硬さ分布. (a) プローブ長2.5 mm:時効処理前, (b) プローブ長2.5 mm:時効処理後, (c) プローブ長3.5 mm:時効処理前, (d) プローブ長3.5 mm:時効処理後.

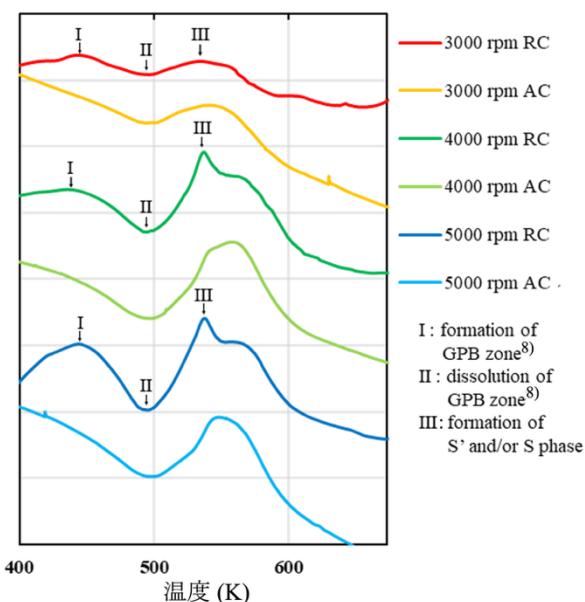


図7 DSC分析結果.

4. 結言

本研究では、FSWしたA2024アルミニウム合金の焼入れ性を明らかにすることを目的とし、FSW後の冷却の影響および工具形状の影響を時効特性評価により調査し、

以下の結果を得た.

- (1) 接合後の冷却条件を急冷することで、放冷と比較して最大硬さ、時効硬化量が増大していることが確認された。
- (2) プローブ長を3.5 mmに伸ばすことによって、摩擦による入熱量が増大し、より深い領域でも添加元素の固溶を促進させることができることが示された。
- (3) 接合中心から約8 mm離れた位置では、AS、RSに関係なく時効処理後においても接合直後とほぼ同等の硬さとなっており、時効硬化現象が発生しなかった。

参考文献

- 1) 佐藤裕, 粉川博之, まつりあ, 42 (2003), 214-220.
- 2) 田中直, 軽金属, 55 (2005), 63-67.
- 3) 遠藤柊翔, 安藤哲也, 小野寺邦之, 櫻庭洋平, 日本金属学会 2023年度秋期講演大会概要集, (2023), 249.
- 4) 遠藤柊翔, 安藤哲也, 小野寺邦之, 櫻庭洋平, 軽金属学会第145回秋期大会講演概要, (2023), 439-440.
- 5) 遠藤柊翔, 安藤哲也, 小野寺邦之, 櫻庭洋平, 日本金属学会 2024年度春期講演大会概要集, (2024), 249.
- 6) 遠藤柊翔, 安藤哲也, 辻晃大, 田湯善章, 小野寺邦之, 櫻庭洋平, 植竹亮太, 川上諒大, 軽金属学会第147回秋期大会講演概要, (2024), 165-166.

7) 遠藤柊翔, 安藤哲也, 田湯善章, 小野寺邦之, 櫻庭洋平, 軽金属学会第 146 回春期大会講演概要, (2024), 423-424.

8) 鈴木太一, 八太秀周, 吉田英雄, 軽金属, 68 (2018), 333-33