(Doctoral Qualification by coursework)

**Outline of Thesis** 

Course : Design Science

Name: Yoshihiro Kubota

Title of Thesis : Research on Strength Improvement of A7050 Aluminum Alloy Bolt by Thermo-mechanical Treatment

Outline :

Recycle and weight saving of transport vehicles are very important for global environment conservation. An aluminum space frame (ASF) is a construction made of aluminum alloy for the weight saving. The joining technology of the ASF has been an important key problem. A bolted joint is superior to a welding joint because the bolted joint has a high strength and can also be disassemble. Therefore, it is suitable for recycling of transport vehicles.

In the present paper, it has been confirmed that the aluminum alloy bolt can be suitable for joining aluminum frames than steel bolt because the internal force ratio is reduced and the electrical corrosion doesn't occur. Such aluminum alloy bolts are required high strength.

A high strength aluminum alloy bolt (A7050, T7 temper treatment) has been developed by the authors. The bolt has a small grain size in the whole area of the bolt because of the large equivalent strain followed by a thermo-mechanical treatment. Moreover, the ductility and the stress corrosion cracking resistance has been improved by an over aging treatment, namely T73 temper treatment.

The nano-indentation hardness at the grain inside with different grain size was measured by a nano-indentation hardness tester using some cylindrical specimens and A7050 alloy bolt developed. It has been confirmed that there is a linear relationship between the nano-indentation hardness HN and the equivalent strain. Namely, a grain inside will be strengthened when large equivalent strain can be given.

It has been concluded that the manufacturing process developed is effective for the improvement of the stress corrosion cracking resistance and the toughness of the high strength aluminum alloy bolt.

| 理工学研究科;久     | GD  |
|--------------|-----|
|              | K   |
| 0003503521 R | 350 |

## 静岡大学 博士論文

# アルミニウム合金 A7050 製ボルトの 加工熱処理による強度向上に関する研究

平成 14 年 12 月

大学院理工学研究科 設計科学専攻

久保田義弘



| 1.  | 緒論      | 1   |   |
|-----|---------|---|---|
| 1.1 | アルミニ    | ニウム合金ボルトの動向と本研究の目的                        | 1 |
| 1.2 | 本論文0    | 0構成 2                                     | • |
| 〔参  | 考文献〕    |   | , |
|     |         |   |   |
| 2.  | アルミニ    | ウム合金製ボルトのねじ締結特性4                          | ļ |
| 2.  | 1 はじ    | こめに4                                      | ŀ |
| 2.  | 2 アル    | ~ミニウム合金製ねじ締結体の内力係数5                       |   |
| 2.  | 3 ねじ    | に締結体の熱応力の影響9                              | ) |
| 2.  | 4 異種    | 金属接触による電気化学的な腐食                           | ) |
| 2.  | 5 アル    | ~ミニウム合金製ボルトの締付けと緩みの特性10                   | ) |
|     | 2.5.1 は | tじめに10                                    | ) |
|     | 2.5.2 緕 | 新付けの力学1                                   | 1 |
|     | 2.5.3 A | 7050 合金製ボルトの座面角の最適化12                     | 2 |
|     | 2.5.4 ま | ことめ1′                                     | 7 |
| 2.  | 6 アル    | ~ミニウム合金製ボルトの機械的性質18                       | 8 |
| 2.  | 7 まと    | : め                                       | 0 |
| 〔参  | 考文献〕    | 2   | 1 |
|     |         |   |   |
| 3   | A7050   | 合金ボルトの製造プロセス22                            | 2 |
| 3.  | 1 はじ    | こめに22                                     | 2 |
| 3.  | .2 A70  | )50 合金熱間圧延コイル材23                          | 3 |
| 3.  | .3 多段   | 25 26 26 26 26 26 26 26 26 26 26 26 26 26 | 5 |
|     | 3.3.1 従 | を来の多段冷間鍛造                                 | ; |
|     | 3.3.2 紀 | 5晶粒微細化プロセスの多段冷間鍛造26                       | 5 |
| 3.  | .4 溶体   | ×化処理および時効硬化処理28                           | 3 |
| 3.  | .5 A70  | 50 合金の再結晶特性と析出硬化による相分解過程                  | 9 |
| 3.  | .6 表面   | ī処理31                                     |   |
| 3.  | .7 まと   | : め32                                     | 2 |

|    | 〔参考文  | 献   |                               |   |
|----|-------|-----|-------------------------------|---|
|    |       |     |                               |   |
| 4  | A7    | 70: | 50 合金ボルトの加工熱処理による結晶粒微細化製造プロセス |   |
|    | 4.1   | は   | じめに                           | j |
|    | 4.2   | 逐   | 次圧縮加工による再結晶粒径の変化37            | ' |
|    | 4.2.1 |     | 実験方法                          | ' |
|    | 4.2.2 | 2   | 実験結果40                        | ) |
|    | 4.3   | 前   | 方押出しによる再結晶粒径の変化46             | ) |
|    | 4.3.1 |     | 実験方法51                        |   |
|    | 4.3.2 | 2   | 実験結果                          | , |
|    | 4.4   | EC  | CAP 鍛造による再結晶粒径の変化55           | , |
|    | 4.4.1 |     | 実験方法                          | ) |
|    | 4.4.2 | 2   | 実験結果64                        | ŀ |
|    | 4.5   | A   | 7050 合金製ボルトの相当ひずみと再結晶粒径の関係64  |   |
|    | 4.5.1 |     | はじめに64                        | ŀ |
|    | 4.5.2 | 2   | 実験方法                          | , |
|    | 4.5.3 | }   | 実験結果69                        | ) |
|    | 4.6   | ま   | とめ                            | ) |
|    | 〔参考文  | 献   |                               | ) |
|    |       |     |                               |   |
| 5. | 7050  | 合   | 金の時効硬化に与える冷間鍛造の相当ひずみの影響       | ) |
|    | 5.1   | は   | じめに                           | ) |
|    | 5.2   | 実   | 験方法                           | ý |
|    | 5.2.1 |     | 実験装置                          | ) |
|    | 5.2.2 | 2   | 材料                            | ý |
|    | 5.2.3 | 5   | 圧縮加工によるナノ硬さ評価76               | , |
|    | 5.2.4 | ŀ   | ECAPによるナノ硬さ評価                 | , |
|    | 5.3   | 実   | 験結果および考察                      | , |
|    | 5.4   | ま   | とめ                            | ) |

| 〔参考文献〕  |
|---|
| 6. A7050 合金製ボルトの Nano-indentation hardness test による硬さ評価84 |
| 6.1 はじめに84  |
| 6.2 実験方法  |
| 6.3 実験結果  |
| 6.3.1 ボルトねじ山の硬さ分布87                                       |
| 6.3.2 超微小硬さと鍛造シミュレーションによる相当ひずみの対応関係88                     |
| 6.3.3 結晶粒径と超微小硬さの関係92                                     |
| 6.4 まとめ   |
| 〔参考文献〕92  |
| 7. 結論   |
| 謝辞95  |
| 論文概要96  |
| 論文要旨97  |
| 関連論文目録  |

1.1 アルミニウム合金ボルトの動向と本研究の目的

自動車の省エネルギを目的に、車体の軽量化の研究開発が盛んに行われている.車 体の軽量化には、鋼等のように現在使われている素材の強度を高めて極限まで薄肉 化する手法と、比重の小さい軽量合金に置換し、最適化を行う手法があるが<sup>10</sup>、革 新的な軽量化をもたらすものはおそらく後者であろう.軽量合金を使用した車体と しては、Aluminum space frames(ASF)が有望であろう<sup>20</sup>. ASF とは図 1.1 に示すよう なアルミニウムフレームで構成される中空筐体を指す.しかし、ASF の量産化の実 現にはさまざまな技術的な課題が山積し、その中でも接合技術が大きな課題とされ ている<sup>30</sup>. そこで、アルミニウム合金の特性を考慮した MIG・YAG レーザーなど、 さまざまな溶接技術が開発されてきているが、スチールモノコックボディーで主と して使用されてきた金属の溶融凝固を利用した各種溶接は ASF では必ずしも容易 ではない<sup>40</sup>. アルミニウム合金の溶接の問題点は、強固な酸化皮膜や低い電気抵抗 と高い熱伝導率の克服にある.今日では、スチールモノコックボディーなみの溶接 性能に近づきつつあるといわれるが、溶接割れや組織的な欠陥の信頼性の問題から 欧米を中心に、接着接合、機械的接合もしくはこれらの併用も盛んに研究されてき ている<sup>50</sup>.

このような溶接を中心とする恒久的な接合方法に対し、ボルト締結は古典的であ るが、高強度、かつ分離が可能という点では、最近の地球環境保護を背景とする資 源保護のためのリサイクルの観点から、特に有望な締結方法となるであろう、鋼製 ボルトによる締結は、ASF などのアルミニウム合金製機械構造物の接合手段とし ても有効であり、実用されている。しかし、鋼製ボルトを使用したアルミニウムフ レームのボルト締結では材料間の物理的性質の相異から、力学的特性と電気化学的 な腐食の問題が発生する恐れがあるため、被締付け部材と同系材であるアルミニウ ム合金製ボルトは、鋼製ボルトを用いた締結より優れた点が多い<sup>6)</sup>.そこで、本研 究ではアルミニウムフレーム締結用の高強度アルミニウム合金 A7050 製ボルトの開 発を試みた.ただし、A7050 合金は時効硬化によって高強度が得られるが、応力腐 食割れ(Stress corrosion cracking SCC)の危険性を伴う<sup>7)</sup>.そのために、A7050 合金

ボルトの静的強度, 靱性, および SCC 抵抗の向上を目的に, ボルト全域が微細結晶 粒となるような, 多段冷間鍛造と組み合わせた加工熱処理プロセスを開発した. 特 に, 結晶粒界依存性の高い SCC(応力腐食割れ)抵抗の向上を図るため, 結晶粒内を 強化する考え方を提案する.

1.2 本論分の構成

本論文は、全7章より構成されている.第1章は緒論であり、アルミニウム合金 ボルトの動向および本研究の目的について述べている.

2章では、ASF のようなアルミニウム合金製機械構造物の接合方法として、アル ミニウム合金製ボルトを使用したボルト締結を取り上げ、鋼製ボルトを使用したボ ルト締結との力学的特性の相異と電気化学的な腐食の防止の観点から、高強度アル ミニウム合金ボルトの優位性について考察する.また、アルミニウム合金製ボルト の締結特性を向上させるため、アルミニウム合金製ボルトの締付けと緩みの特性に 付いて検討し、最適なボルト形状について提案する.

3 章では、A7050 合金ボルトの結晶粒微細化プロセスとされる、多段冷間鍛造と 組合せた加工熱処理プロセスについて述べ、特に A7050 合金の回復・再結晶過程 と、その強化機構である時効硬化機構について考察する.

4 章では,提案する結晶粒微細化プロセスにおいて,据込みと押出し,および ECAP(Equal Channel Angular Process)法<sup>80</sup>の異なる加工法によって変形を与えた場合 の 7050 合金の回復・再結晶による結晶粒径と相当ひずみの関係を求め,実際のボ ルトの多段冷間鍛造の場合と比較検討し,相当ひずみを指標とする多段冷間鍛造工 程設計の妥当性について考察する.

5 章では,A7050 合金の粒界依存性の高い靭性や SCC(応力腐食割れ)抵抗の改善 を目的に,結晶粒内を強化する考え方を提案し,A7050 合金の結晶粒界析出に与え る冷間鍛造の相当ひずみの影響について調査し述べる.

6章では、A7050 合金ボルトを Nano-indentation hardness test を用いて硬さ評価を 行うことにより、結晶粒微細化プロセスにおける粒内硬さについて検討し、相当ひ ずみの大きなねじ山の粒内強度が増加することを明らかにする.

以上のように、本論文では、A7050 合金の締結性能を向上させるための最適なボ

ルト形状を提案すると共に,開発した結晶粒内強化プロセスの冷間鍛造プロセスに おける強加工が結晶粒内析出を促進させ,粒界強度依存性を緩和することによって, 静的強度だけでなく,疲労強度,靭性,耐 SCC 抵抗性を向上させる可能性につい て明らかにする.



図 1.1 自動車の ASF(Aluminum Space frame)構造<sup>2)</sup>

〔参考文献〕

- <sup>1)</sup> 中村保:塑性と加工, vol.41, no.468(2000-1), 18-23.
- <sup>2)</sup> T.A.Barnes & I.R.Pashby:J.Mater.Process.Technol., vol.99(2000), 62-71
- 3)(社)日本アルミニウム協会ホームページ,自動車アルミ化委員会
- <sup>4)</sup> T.A.Barnes & I.R.Pashby:J.Mater.Process.Technol., vol.99(2000), 62-71
- <sup>5)</sup> T.A.Barnes & I.R.Pashby:J.Mater.Process.Technol., vol.99(2000), 72-79
- <sup>6)</sup> 久保田義弘・中村保:塑性と加工, vol.43, No.486(2001-7), 642-647.
- <sup>7)</sup>大西忠一:日本ねじ研究協会誌, vol.25, No.9(1994), 273-286.
- <sup>8)</sup> V.M.Segal, V.I.Reznikov, A.e.Drobyshevskiy and V.I.Kopylov:Russian Metall., vol.1(1981),99.

第2章 アルミニウム合金製ボルトのねじ締結特性

2.1 はじめに

本章では、まず、Aluminum Space Frame(ASF)のようなアルミニウム合金製の機 械構造物の接合方法として、アルミニウム合金ボルトを使用したボルト締結を取り 上げ、鋼製ボルトを使用したボルト締結との力学的特性の相違、および電気化学的 な腐食の観点からアルミニウム合金ボルトの優位性を述べる.

次に、ボルトの締付けの力学による解析によって、ボルトの座面形状が締付け特 性、ゆるみ特性に与える影響が極めて大きいことに触れ、アルミニウム合金ボルト の締結特性を向上させるためのアルミニウム合金ボルトの最適なボルト形状を提案 する.

次に、ボルト締結はボルトの強度を利用した弾性締結体である観点から、ASF のボルト締結のように高強度締結を必要とする場合は、高強度アルミニウム合金製 ボルトの開発が必要であることを述べる.

#### 2.2 アルミニウム合金製ねじ締結体の内力係数

ねじ締結体の強度設計では、ボルトの疲労破壊を防止するために、ボルト締結体 に作用する外力負荷特性として、内力係数 $\Phi$ (Verspannungsfaktor)が重要となる. 今, 図 2.1 のようなアルミニウム合金平板に立てためくらめねじに、厚さ $\ell_f$ のアルミニ ウム合金平板を呼び径dのフランジボルトで締結しているボルト締結体を考える. このボルト締結体に、外力 $W_a$ が、図の矢印方向に作用した場合の力学的な釣合い 状態を表す締付け三角形は、図 2.1 のようになり、内力係数 $\Phi$ はねじ締結体に作 用する外力 $W_a$ とそれによってボルトに追加される軸力 $F_i$ の比として、(1)式で表さ れる<sup>1)</sup>.

$$\Phi = \frac{F_t}{W_a} = \frac{K_t}{K_t + K_c} \tag{1}$$

ここに、 $K_t$ はボルトの引張りばね定数であり、 $K_c$ は被締付け部材の圧縮ばね定数である.ボルトの疲労破壊は、ボルトに追加される軸力 $F_t$ によってもたらされるため、内力係数 $\Phi$ は一般に小さいほうが望ましい. $K_c$ としては、被締付け部材の形状によって数種の計算式が提案されている.図2.1のようなアルミニウム合金平板にたてためくらめねじに、厚さ $\ell_f$ のアルミニウム合金平板を呼び径dのフランジボルトで締結している場合は、レッチェルの等価円筒の考えに基づいて次式で計算することができる<sup>2)</sup>.

$$K_{c} = \frac{E_{c}}{l_{f}} \cdot \frac{\pi}{4} \left\{ \left( B + \frac{1}{5} l_{f} \right)^{2} - D_{i}^{2} \right\}$$

$$\tag{2}$$

ここに,  $E_c$  は被締付け部材の縦弾性係数, B は座面径,  $D_i$  はボルト穴径である. また, 使われるボルトが普通ボルトの場合,  $K_i$  は次式によって計算される<sup>3)</sup>.

$$K_{t} = E_{b} \frac{\frac{\pi}{4} d^{2}}{\left(l_{f} + 1.12d\right)}$$
(3)

式(2)において *B* = 1.8*d* , *D<sub>i</sub>* = 1.05*d* と仮定し,式(1)に式(2),式(3)を代入すると,次 式が求まる.

$$\Phi = \frac{K_t}{K_t + K_c} = \frac{E_b}{E_b + E_c \left\{ 2.9439 + 0.04 \left(\frac{\ell_f}{d}\right)^2 + 0.7648 \left(\frac{\ell_f}{d}\right) + \frac{2.3940}{\left(\frac{\ell_f}{d}\right)} \right\}}$$
(4)

式(4)は、内力係数 $\Phi$ がボルト及び被締付け部材の縦弾性係数 $E_b$ ,  $E_c \geq (\ell_f/d)$ によって決定されることを表している. 図 2.2 は、図 2.1 のようなアルミニウム合金製の被締付け部材を、鋼製ボルト、チタニウム合金ボルト、及びアルミニウム合金ボルトによって締結した場合の( $\ell_f/d$ )に対する内力係数 $\Phi$ の計算値を示したものである。 ASF のねじ締結体を想定し、( $\ell_f/d$ )は1程度であるとすれば、内力係数 $\Phi$ はアルミニウム合金ボルトの場合 $\Phi = 0.14$ となり、鋼製ボルトと比べると半分以下となる. ただし、式(4)は外力 $W_a$ がボルト軸を含む平面上のボルト座面直下に作用する場合の最大値であり、実際は、外力の着力点によって次式のように $\Phi_n$ は変動する.

$$\Phi_n = n\Phi, (n \le 1) \tag{5}$$

図 2.1 のように外力の着力点が $n \cdot \ell_f$ の場合, n = 0.5とすれば,内力係数 $\Phi_n$ はさら に半分となるだろう.しかし,式(5)は一本ねじ締結体の内力係数 $\Phi_n$ の計算値で あり,多くの場合,機械構造物は多数ねじ締結体構造である.したがって,外力  $W_a$ の分布に対し適切なボルトのレイアウトが施された場合は,ボルトに追加され る軸力 $F_i$ が複数のボルトに分散されて,さらに小さくなり,外力の大半は被締付 け部材が負担することになるであろう.ただし,多数ねじ締結体の各ボルトに,適 切な軸力が導入されていることが前提となる.したがって,多数ねじ締結体の締付 け管理が重要となる.多数ボルトの締付けは製造現場でよく行われているが,多数 ボルトの締付けを評価し,最適な多数ボルトの締付け管理法を提案した研究例は少 ない<sup>4)5)</sup>.

以上のように、アルミニウム合金製構造物のボルト締結では、内力係数 $\Phi_n$ の観 点より、アルミニウム合金製ボルトが鋼製ボルトより優れているといえる.



図 2.1 アルミニウム合金平板のねじ締結体





図 2.3 アルミニウム合金製平板における各種ボルトの内力係数

#### 2.3 ねじ締結体の熱応力の影響

図 2.1 におけるねじ締結体に温度差Δt が生じた場合,ボルトには,被締付け部材との線膨張係数の違いによって,次式で与えられる追加軸力ΔF(追加軸力とは,初期の締付け軸力に対し,さらに追加される軸力である)が負荷される.

$$\Delta F = Z\ell_f \Delta t(\alpha_t - \alpha_c) \tag{6}$$

ここに $\alpha_{t}$ ,  $\alpha_{c}$ はそれぞれボルトと被締付け部材の線膨張係数である. Zはへたり 係数と呼ばれ、次式で表される.

$$Z = \frac{K_t K_c}{K_t + K_c} \tag{7}$$

これも,前述の内力係数のように,ねじ締結体の構成要素の形状と寸法が決まると, ボルトと被締結部材の素材の物理的性質によって定まる.機械構造物の熱応力によ る軸力変動は,一般にくり返し数が比較的少ないため,ボルトの疲労強度に与える 影響は小さいと考えられるが, $\ell_f$ の増加に伴い追加軸力 $\Delta F$ は大きくなると共に, 温度上昇による被締付け部材の限界面圧<sup>6</sup>が低下し,座面陥没によるゆるみが発生 しやすくなると考えられる。アルミニウム合金ボルトを使用すれば,ほぼ $\alpha_f = \alpha_c$ となるため,熱応力による追加軸力はほとんど生じない.

#### 2.4 異種金属接触による電気化学的な腐食

異種金属接触の電気化学的な要因による腐食は,工業製品の価値を低下させるだ けでなくその機能を損なう恐れがある。異種金属の接合部が電解質と接触するよう な恐れがある場合は異種金属の接合面を絶縁するなり,電解質と完全に隔離しなけ ればならない.湿気雰囲気中の結露しやすい環境において,アルミニウム合金の被 締付け部材にステンレス鋼製ボルトを使用すると,被締付け部材であるアルミニウ ム合金側が選択的に腐食される.それを防止するためには接合面をコーティングす るなどの絶縁処理が必要となる.しかし,ボルトの締付けによって皮膜が破壊され ると効果を失うため,抜本的な対策とはならない.これに対し,アルミニウム合金 ボルトを使用した場合は同系金属となるため,金属間の電極電位の差が減少し,電 食は発生しない. 2.5.1 はじめに

締結用機械要素であるボルトなどのねじ部品は、当然ながら、締結に使用されて 初めて意味を持つ.ねじ締結は、ボルトの軸部に引張り応力(軸力)を作用させるこ とにより、被締付け部材を圧縮固定することから"thread clamping"とも呼ばれる. したがって、ねじ締結はボルトの弾性を利用したばね締結と言えるだろう.

ボルトに軸力を導入する手段には,JIS で規格標準化されているトルク法・回転 角法・トルク勾配法をはじめ,大径ボルトに用いられる張力法・熱膨張法がある. 回転角法・トルク勾配法は,図2.3に示すように<sup>7)</sup>,ボルトの降伏締付け軸力以上 の領域において軸力を管理する塑性域締付けに使われる.アルミニウム合金ボルト は鋼製ボルトに比べ伸びが小さく,塑性域締付けに使用するにはボルト自体の靭性 を向上させる研究が必要であった.後述のように,本研究において開発したA7050 合金製ボルトはボルト全域における結晶粒が微細かつ均一であり,基本的には過時 効組織であるため,その両者の効果によって高い伸びが確保されている.

本研究では、A7050 合金製ボルトの締付け特性において、特に、弾性域締付けの 締結特性を向上させるための最適な座面形状を、開発したねじ締付け試験機を用い て明らかにする.



図 2.4 ボルトの締付けにおけるボルトの 伸びと締付け軸力の関係

2.5.2 締付けの力学

図 2.1 のようなねじ締結体におけるねじの締付けを考える. 締付けトルク $T_f$ は, ねじ部トルク $T_s$ と座面トルク $T_w$ の和であり, 締付け軸力 $F_f$ との関係は, 一般に, 次式で表される.

$$T_{f} = T_{s} + T_{w} = \frac{F_{f}}{2} \left(\frac{P}{\pi} + \mu_{s} d_{2} \sec \alpha'\right) + \frac{F_{f}}{2} \mu_{w} D_{w}$$
(8)

ここに P はピッチ,  $\mu_s$ および $\mu_w$ はねじ面及び座面摩擦係数,  $d_2$ は有効径,  $\alpha'$ はねじ山の山直角断面におけるフランク角である.  $D_w$ は座面における摩擦トルクの等価直径であり, ボルト座面における接触面が円管状かつ均一な面圧と仮定できる場合は, 次式で表される.

$$D_{w} = \frac{2}{3} \cdot \frac{B^{3} - D_{i}^{3}}{B^{2} - D_{i}^{2}}$$
(9)

また,式(8)において, $\mu_s \ge \mu_w$ が一定と仮定すれば,締付けトルク $T_f$ と締付け軸 力 $F_f$ は線形関係となり,一般にトルク係数Kを用いて次式のように表される.

$$T_f = T_S + T_W = KF_f d \tag{10}$$

さらに、式(8)と式(10)からトルク係数Kは次式のように表される<sup>8)</sup>.

$$K = \frac{1}{2d} \left( \frac{P}{\pi} + \mu_s d_2 \sec \alpha' + \mu_w D_w \right) = \frac{1}{2d} \frac{P}{\pi} + \mu_s \frac{d_2}{2d} \sec \alpha' + \mu_w \frac{D_w}{2d}$$
(11)

式(11)の第2式目における第1項はねじのリードに関する成分(軸力 $F_f$ に関する成分),第2項はねじ面に関する成分(ねじ部トルク $T_s$ に関する成分),第3項は座面に関する成分(座面トルク $T_w$ に関する成分)であり,締付けトルク $T_f$ における仕事の配分を示している.呼び径dが決定され, $\mu_s \ge \mu_w$ を一定と仮定した場合は第1項と第2項は一定となる.それに対し,第3項は座面径Bが大きくなれば,式(9)より等価直径 $D_w$ が大きくなるため,第3項の締付けに対する影響度は増加する.すなわち,ボルト座面形状はボルトの締付け特性に大きく左右する.アルミニウム合金のように,限界面圧が比較的低い被締付け部材を締める場合には,座面圧の緩和を目的に座面径Bの大きなフランジなどが使用される.しかし,等価直径 $D_w$ の増加は座面トルク $T_w$ を増加させるため,締付けトルク $T_f$ は結果的に増大する.締付け

トルク*T<sub>f</sub>*が大きいと,硬さに限界があるアルミニウム合金ボルトが負けて破損し やすくなるが,逆に,ボルト強度が十分高い高強度アルミニウム合金製ボルトを開 発すれば高い締付けトルクを負荷できるため,ゆるみ止め効果が期待できるであろ う.本研究では,開発した締付け試験機を用いて,A7050 合金製ボルトの締付け特 性およびゆるみ止め特性を向上させるための最適な座面形状を明らかにする.

2.5.3 A7050 合金製ボルトの座面角の最適化

図 2.4 は図 2.1 のようなねじ締結体において,アルミニウム合金 A7075 の平板を 呼び径 d = 10 の A7050 合金製ボルトで締付けた場合のトルク法締付け試験の実験 結果であり,締付け回転角 $\theta_f$ に対する締付け軸力 $F_f$ ,締付けトルク $T_f$ ,ねじ部ト ルク $T_s$ ,および座面トルク $T_w$ の関係を示している.トルク法締付けの設定トルク は 88Nm である.締付け条件は締付け速度が 20rpm,被締付け部材の材料が A7075-T6,潤滑条件はねじ面摩擦係数を緩和するために,ねじ部にアクリル系接 着剤を塗布している.ボルト座面と被締付け部材間の摩擦面は乾燥状態である.図 2.6 は本実験に使用するために,筆者らが開発したねじ締付け試験装置 <sup>5)</sup>の写真で ある.

図 2.5 によると、ねじ部トルクT<sub>s</sub>は締付け回転角θ<sub>f</sub>の増加に伴いほぼ直線的に増加するが、締付けトルクT<sub>f</sub>は座面トルクT<sub>w</sub>の影響を受けて、非線形な増加を示している. 鋼製ボルトでは線形関係が得られることが多いため、この非線形特性はアルミニウム合金製ボルトの特徴でもある. 締付け軸力F<sub>f</sub>と締付けトルクT<sub>f</sub>の関係が非線形であると、式(10)のトルク係数Kが一意に定まらず、締付けによる軸力制御の障害となるので好ましくない. また、締付け終了後のボルト座面と被締付け部材の回転摩擦接触面は無潤滑状態であるため、ボルト軸部側に凝着痕が観察され、凝着痕は外周部に向かって減少傾向にあった.



図 2.5 アルミニウム合金ボルトの締付け試験結果



図 2.6 ねじ締付け試験装置

図 2.6 は図 2.1 のようなボルト締結体において、ボルトの座面角(concavity)が  $\theta = 0 \deg(7 = \gamma) \exp(3)$ の場合の各締付け軸力 $F_f$ に対するボルト座面と被締付け部 材間の接触面圧分布の解析結果を示している.図中の↑矢印は接触面の両端の位置 を示している.面圧分布は同図に示す要素分割モデルにおいて、2 体の接触問題と して軸対称弾塑性有限要素法により求めた.座面角 $\theta = 0 \deg$ の場合、ボルト軸部側 に面圧が集中している.その傾向は軸力が増加しても同様であるが、座面の外周部 側への面圧の負担も大きくなる傾向がみられた.このような現象はボルト頭部が軸 力によって引張られ、弾性変形することによって引き起こされる.座面トルク $T_f$ の非線形増加現象はボルトの締付けによって軸力が増加したためと推察される. 鋼製フランジボルトの締付けでは、図 2.1 に示すような座面角 $\theta$ が鋭角側の場合を 正とすると、座面角 $\theta = 0.5 \deg$ 程度にすれば、均一な面圧分布が得られると報告さ れている<sup>9</sup>.



図 2.7 ボルト座面における面圧分布

図 2.7 は, 締付け軸力 $F_f = 15$  kN における座面角 $\theta$ に対する座面圧pの計算結果である.計算方法は図 2.7 と同様である.座面角 $\theta = 0.33$  deg(20')の場合,比較的均一な面圧分布を示した.座面圧が均一であれば,座面圧が緩和され,先述の座面のへたりによるゆるみの防止となるため好ましい.

この解析結果を検証するために、ボルトの座面角 $\theta$ を(-1.0deg  $\leq \theta \leq 1.0$ deg)の範囲 において系統的に変化させた A7050 合金製ボルトを試作し、その試作ボルトを用 いた締付け実験を行った. 図 2.9 は締付け実験の結果であり、締付け軸力 $F_f$ と座 面トルク $T_w$ の関係を示している. 締付け条件は図 2.5 の条件と同様とした.

座面角 $\theta \ge 0.5 \deg$ において、座面トルク $T_w$ と締付け軸力 $F_f$ は線形関係が得られ、

その座面摩擦係数 $\mu_w$ は約 0.59 で一定となる. この結果は,図 2.8 における面圧が 平均化する座面角の条件 $\theta = 0.33 \deg(20')$ とほぼ一致する. すなわち,座面摩擦係 数 $\mu_w$ が一定となる条件はボルトの座面圧が一様な場合である.

一方,ねじ面摩擦係数 $\mu_s$ は,雄ねじと雌ねじのはめあい精度が良好であり,図 2.5 に示すように適当な潤滑剤によって摩擦係数を制御すれば,ねじ面トルク $T_s$ と締付け軸力 $F_r$ は線形関係が得られやすい.

したがって,座面摩擦係数µ<sub>w</sub>が一定となればトルク係数Kが安定するため,トル ク法締付けによる軸力管理がしやすくなり,ねじ締結体の信頼性が向上する.

座面摩擦係数 $\mu_w = 0.59$ は非常に高い数値であり、その結果、締付けトルク $T_f$ が増大する. アルミニウム合金製ボルトは、鋼製ボルトと比較すると硬さが劣るため、大きな締付けトルク $T_f$ によって破壊されやすい. しかし、大きな締付けトルク $T_f$ に耐えることが可能な、高強度 A7050 合金製ボルトの開発が可能となれば、締付けの安定性と共に高いゆるみ止め効果が期待できるであろう.

また,ボルト座面と被締結部材の回転接触面では,無潤滑な場合,局所的な塑性変 形を伴なう凝着を発生しながら締付けが進行すると考えられ,その凝着効果によっ ても,ゆるみ止め効果が期待できると考えられる.



図 2.9 座面角 $\theta$ に対する座面トルク $T_{\rm ff}$ と締付け軸力 $F_f$ の関係

2.5.4 まとめ

ISO, JIS などの鋼製ボルト規格で採用されている,ボルトの座面角 $\theta$ =0degの 形状設計は,アルミニウム合金ボルトの場合では座面圧分布の移動によって座面摩 擦係数 $\mu_w$ が不規則に変動するため,トルク係数*K*が変動をきたし,締付け特性に 支障をきたす.したがって,ボルトの座面圧の均一化,ゆるみ止め,および締付け による軸力管理の見地から,アルミニウム合金ボルトの座面角は $\theta$ =0.5deg 程度が 最適であることを明らかにした.

また,ボルトの座面角 $\theta \leq 0 \deg$ および $\theta \geq 0.5 \deg$ の領域では,ボルト座面の接触 面圧が内周部および外周部側に偏り,座面圧緩和の効果が期待できないだけでなく, 凝着による焼付き現象,および座面陥没に起因するゆるみを誘発させるため好まし くない.

また,アルミニウム合金ボルトによる高強度締結を可能にするためには,軸力導入の見地から,高い締付けトルクに耐えられる頭部強度が求められるため,素材強度が工業用合金の中で最も強度が高い A7050 合金製高強度ボルトの開発が必要であることを明らかにした.

アルミニウム合金製ボルトの機械的性質

アルミニウム合金製ボルトの機械的性質は, JIS B 1057-1994「非鉄金属製ねじ部 品の機械的性質」によると,材質区分別(AL1~AL6)に定められている.表 2.1 はこ の JIS 規格からの抜粋であり,材質区分別の機械的性質と規定する材料および推奨 する質別(熱処理等)を示し,ボルト締結体の設計の要求強度に合わせて適切なアル ミニウム合金製ボルトを選択することができる.

ASF などの自動車ボディ<sup>10</sup>(例えば図 2.2 Audi A8 Honsel, 図 2.3 Ferrari 360 Modena Alcoa など)では 5000 系・6000 系のアルミニウム合金が多用されて いるため,自動車部品のリサイクルを考慮した同一材料による設計思想(Uni-Alloy-Concept)では同種材料である AL2, AL3 アルミニウム合金ボルトが適してい る.しかし, ASF のボルト締結のように,高強度締結が必要な場合は高い締付け力 が必要となるため,呼び径 d はより太くする必要があるが,それは,軽量化を阻害 し,内力係数 Φ やへたり係数 2 の増加をまねくため好ましくない.また,硬さの期 待できない中強度のアルミニウム合金では,ボルト頭部やソケットが締付けトルク に耐えられず,塑性変形して潰れやすい.したがって,強度が最も高い AL6 アルミ ニウム合金製ボルトが実用に適している.

|      |              | 機                    | 戒的性質 |      |      |         |  |
|------|--------------|----------------------|------|------|------|---------|--|
| 材質区分 | サイズ区分        | 引張強さ/MPa 耐力/MPa 伸び/% |      | 規定材料 | 質別   |         |  |
|      |              | 最小                   | 最小   | 最小   |      |         |  |
| AI 2 | M1.6以上 M14以下 | 310                  | 205  | 6    | 5056 |         |  |
|      | M14を超え M36以下 | 280                  | 200  | 6    | 0000 | HI4~HI0 |  |
| ΔΙ3  | M1.6以上 M6以下  | 320                  | 250  | 7    | 6061 | ΤĆ      |  |
| ALU  | M6を超え M39以下  | 310                  | 260  | 10   | 0001 | 10      |  |
| AL6  | M1.6以上 M39以下 | 510                  | 440  | 7    | 7075 | Т6      |  |

表 2.1 アルミニウム合金ボルトの機械的性質(JIS B 1057より抜粋)

表 2.1 によると、AL6 の規定材料と推奨する質別は A7075 - T6 である. 7000 系合 金を使用するアルミニウム合金ボルトの強化機構は、主に溶体化後の時効硬化に支 配される.本論文において、A7075 合金の改良合金である A7050 合金冷間引抜き丸 棒を多段冷間鍛造とねじ転造によってボルト成形し、溶体化処理後、T6 時効熱処 理を施したアルミニウム合金ボルトの引張強さと耐力は、それぞれ 600MPa、 540MPa を超える高い強度が得られる. アルミニウム合金の密度は鋼の約 1/3 であ るため、形状が等しく、等重量の鋼製ボルトと比較すれば、1784MPa、1609MPa に 匹敵する強さを持つことになる.

しかし、ボルトは、通常高い引張り応力下で使用され、特に首下フィレットやねじ 山の谷底は3軸応力状態の高い応力集中が生じる.つまり、多数の切欠きが存在す る丸棒をねじりながら引張り応力を付加している状態と等しい.そのため、首下 R 部や不完全ねじ部の谷底の半径を最大限大きくとり、応力集中を緩和させる機械要 素設計と、ボルト素材である 7000 系合金の強度および靭性・応力腐食割れ抵抗性 の改善は実用上不可欠な課題である.



図 2.10 Audi A8 スペースフレーム<sup>10)</sup>



図 11 Ferrari 360 Modena スペースフレーム(Alcoa)<sup>10)</sup>

まとめ

ASF のようなアルミニウム合金製機械構造物の接合方法として,アルミニウム合金ボルトを使用したボルト締結を取り上げ,鋼製ボルトを使用したボルト締結との力学的特性の相異と電気化学的な腐食の防止の観点から,アルミニウム合金ボルトの優位性を示した.

次に,アルミニウム合金製ボルトの締付け,およびゆるみ特性について検討し, 最適な締結特性を得るためのボルトの形状を提案した.

また、ボルト締結はボルトの強度を利用しているため、高強度締結が必要である 場合は高強度 A7050 合金ボルトの開発が必要であることを示した.

そして、ボルト形状による応力集中の緩和と、A7050 合金の材料特性として靭性 や応力腐食割れ抵抗性の向上が必要不可欠であることについて述べた.

- 1) 山本晃:ねじ締結の理論と計算, (1988-15), 養賢堂, 52-53.
- 2)山本晃:ねじ締結の理論と計算,(1988 15),養賢堂,65-68.
- 3) 山本晃:ねじ締結の理論と計算, (1988 15), 養賢堂, 66.
- 4) 福岡俊道·高木知弘:機講論 B,No.98-5(1998),257-258.
- <sup>5)</sup> 久保田義弘:自動車技術, vol<u>52, No.</u>12(1998), 69-75.
- 6) 酒井智次:ねじ締結概論, (2000-1), 養賢堂, 59-63.
- <sup>7)</sup> JIS B 1083-1990, ねじの締付け通則, 日本規格協会.
- <sup>8)</sup> 大橋宣俊・賀勢晋司・丸山一男:ねじ締結ガイドブック締結偏, (1993-1), 日本ねじ研 究協会, 4-6.
- <sup>9)</sup> 酒井智次・南田雅裕・岩永麻:機論 A, No.95-2(1995), 149-150.
- <sup>10)</sup> 平成 12 年度 欧州における自動車のアルミ化調査報告, (2001), 社団法人 日本 アルミニウム協会.

#### 第3章 A7050 合金製ボルトの製造プロセスの開発

3.1 はじめに

従来,アルミニウム合金ボルトの用途は装飾あるいは防錆を目的としたボルト締結に限られていたが,わが国では 1989 年の JIS B 1057(非鉄金属性ねじ部品の機械的性質)の制定によってアルミニウム合金ボルトの規格が制定された時期より, 高強度合金に属する 7000 系および 2000 系合金を使用した高強度アルミニウム合金 ボルトが製造されるようになった.しかし,靭性の欠如や応力腐食割れ(SCC)が発 生しやすかったため,試用期間の短い,極限の軽量化を必要とするモータースポー ツの筐体などのボルト締結に使用に限られた.

前章で述べたように,強度的優位性があり,実用に耐えうるアルミニウム合金製 ボルトの素材は工業用アルミニウム合金の中で最も強度が高い 7000 系合金が最適 であるといえる.特に A7050 合金は,超々ジュラルミンとして知られる A7075 合金 に含まれる靭性を阻害する Fe, Si などの不純物元素を低減し,Zr 添加によって焼 入れ感受性を改善した改良合金であり,工業用材料として流動する 7000 系合金の 中で最もボルト材として優れていると考えられる.

本章では、靭性、および応力腐食割れ(SCC)抵抗性の向上を目的に考案した、結 晶粒微細化プロセスとされる多段冷間鍛造と加工熱処理を組合せた製造プロセスに ついて述べる.図3.1は、そのA7050合金製ボルトの基本的な製造プロセスである. 多段冷間鍛造とねじ山の転造加工によってボルト形状を成形し、溶体化処理後の T73 過時効処理によってAL6の強度を満たす引張強さと降伏点の強度を得る.

次に,意匠設計による美観,および耐食性を向上させるため,化学研磨処理後, アルマイト(陽極酸化)処理を行う.各工程の詳細は次節で述べる.



図 3.1 A7050 合金ボルトの製造プロセス

3.2 A7050 合金熱間圧延コイル材

本研究では、ボルト素材として4元合金(Al-Zn-Mg-Cu)である A7050 合金を使用 する.この系の合金は時効硬化によって強化する高強度合金に分類されている. A7050 合金は、超超ジュラルミンとして知られる A7075 合金の不純物原子である Fe, Siを極力低減し、分散相を形成する Zr を添加することによって、再結晶抑制と 焼入れ性を改善した合金である.

表 3.1 は, A7050 合金の化学成分と素材の製造プロセスである. 溶解・鋳造によって作成された φ 120, 長さ 4000mm のビレットを合金元素の均質化を図るため, 470℃-10h の均熱処理を行う. その後, 熱間圧延と中間焼鈍を繰り返し, 線形 φ 17 のコイル材を製造する. 最後に, 引抜きによる冷間伸線・シェービングを経て φ 13.2-H13 のコイル材を得る.

冷間成形性の向上,および後述する,加工熱処理における冷間加工によって再結 晶核を多数発生させることを目的に,A7050 合金のコイル材は,予め 350℃,2hの 焼鈍を行う.その際,硬さは HV80 程度まで軟化する.

図 3.2 は,そのコイル材の圧延方向である軸断面(L面),および軸直角断面(LT-ST面)の結晶粒組織である.熱間圧延による伸張されたアスペクト比の大きな粗粒 化組織を呈している.

3.3 多段帝間鍛造とねじ転遣

### 表 3.1 A7050 合金の化学成分と基本的な製造工程

Aluminium Alloy Wire A7050B-N Dimensions: \u03c613.2 \times 1000

| Chemical compositions of A7050 Alloy |        |        |              |       |              |        |              |        | (mass          | %)JIS    | 1.1.3   | B.L.L  |
|--------------------------------------|--------|--------|--------------|-------|--------------|--------|--------------|--------|----------------|----------|---------|--------|
| 化学組成<br>(%)                          | Si     | Fe     | Cu           | Mn    | Mg           | Cr     | Zn           | Ti     | Zr             | そ0<br>個々 | D他<br>計 | Al     |
| 規格値                                  | < 0.12 | < 0.15 | 2.0<<br><2.6 | <0.10 | 1.9<<br><2.6 | < 0.04 | 5.7<<br><6.7 | < 0.06 | 0.08<<br><0.25 | < 0.05   | < 0.15  | 残部     |
| 実測値                                  | 0.03   | 0.02   | 2.0          | 0.02  | 2.2          | 0.02   | 6.0          | 0.03   | 0.12           | の銀道      | 工程      | C12, 1 |

化領域と重なる可能性が高いため、

Manufacturing processes

Billet  $\phi$ 120×4000mm

Hot lolling ( $\phi$ 17×Coil)

Cold drawing and Cold peeling (\u03c613.2 \u228 Coil)



(a) 含軸軸断面(L面) (b) 軸直角断面(LT-ST)面

図 3.2 A7050 合金の結晶粒組織 (a)L 面 (b)LT-ST 面

#### 3.3 多段冷間鍛造とねじ転造

3.3.1 従来の多段冷間鍛造工程

図 3.3 は、一般的な M8 ボタンボルトの多段冷間鍛造の工程設計例を示す.第1工 程ではコイル材のせん断加工によってボルトの体積を調整する.第2工程は頭部の 予備成形であり、中間形状である.第3工程では転造下径までの前方押出しと同時 に頭部成形を行っている.第4工程はねじ転造である.この一連の鍛造工程では、 ボルトの最終形状における軸部、およびねじ山の谷底のひずみが、本共試材料であ る A7050 合金コイル材の再結晶における粗粒化領域と重なる可能性が高いため、 粗大粒が発生し、靭性や SCC 抵抗性を阻害する危険性を秘めている.



図 3.3 M8 ボタンボルトの一般的な工程設計例

3.3.2 結晶粒微細化プロセスによる多段冷間鍛造工程

ボルトのねじ山は、多数の螺旋状の切欠きが存在する丸棒に等しい.図 3.1 は、 鋼製ボルトのねじ山の谷底の丸み半径が疲れ限度におよぼす影響を表している<sup>1)</sup>. 谷底の丸み半径が増加するに従い疲れ限度が増加している.谷底の丸み半径が大き くなると応力集中係数は小さくなるが、切欠き係数は必ずしも小さくならず、疲れ 限度は谷底の丸み半径が 0.218P で最大となる.谷底の丸み半径が大きすぎると疲 れ限度がかえって低下するのは、ねじ山の剛性が増すためであるとされている.ま た、ボルト頭部の首下フィレット、および図 3.2<sup>20</sup>の矢印で示す不完全ねじ山部の 鋭い谷底は、ねじ山の谷底と同様に応力が集中するため、ボルトの要素設計におけ る危険断面として取り扱われる.応力集中係数と切欠き係数は必ずしも比例関係で はないが、通常、応力集中を緩和するために、丸み半径を出来るだけ大きく設計す ることが求められる.A7050 合金ボルトの場合、疲労強度に加え、応力腐食割れ抑 制の観点から、形状的効果による応力集中の緩和、および材料自体の強度向上が求 められる.結晶粒微細化が材料特性を改善させることが知られている.応力が集中 するボルトの危険断面に位置する結晶粒は、特に微細である必要があるであろう.

本研究で開発した結晶粒微細化プロセスによる多段冷間鍛造プロセスを図 3.3 に 示す.この加工プロセスの特徴は、ボルトの相当ひずみが供給素材の加工熱処理に よる再結晶粒粗大化領域の相当ひずみと重ならないように配慮して、多段冷間鍛造 のプロセス設計を行っていることにある.図 3.3 の第1工程である切断工程の後に、 ボルトのネットシェイプとは直接関連の薄い、大きな断面減少率の前方押出し工程 を付与している.この工程を追加することによって、先述の再結晶の粗粒化領域を 避け、等軸な微細結晶粒となる可能性が高い加工プロセスとなっている.



図 3.4 谷底の丸みが疲れ限度に及ぼす影響<sup>1)</sup>



図 3.5 転造ねじ不完全ねじ部に生じる谷底の鋭い隅<sup>2)</sup>



図 3.6 A7050 合金の結晶粒微細化プロセス

#### 3.4 溶体化および時効硬化処理

7000 系合金の強化機構は,溶体化水焼入れで得られる過飽和固容体の固溶元素 の析出による硬化である.図 3.4 は溶体化水焼入れおよびその後の T73 過時効の処 理条件と,それに対応する時効硬化曲線の模式図を示している.また,図 3.8 は実 験によって求めた A7050 合金コイル材の時効硬化曲線である.冷間加工で生じた 加工硬化は溶体化水焼入れによる回復・再結晶によって,一旦,硬度 70HV まで降 下し,その後,2 段時効処理を経て過時効組織とし,硬度 HV180 程度に調整され る. この硬さは,ピーク時効 T6 の硬度 HV205 の 10%程度低い値であり,その時 の引張強さは 540MPa である.また,破断伸びは 7%(min)確保され,ボルトの機械 的性質としては理想的な組織状態であると考えられる.



図 3.7 A7050 合金の溶体化と時効処理の模式図



図 3.8 A7050 合金の時効硬化曲線

3.5 A7050 合金の再結晶特性と析出硬化による相分解過程

溶体化処理時の回復・再結晶による結晶粒径に与える影響因子は,経験則によれ ば,加工度,加工の速度,温度,およびその保持時間とされている.加工熱処理に よる回復・再結晶によって微細結晶粒を得るためには,基本的に大きなひずみを蓄 積し,再結晶核を多数発生させる必要がある.しかし,積層欠陥エネルギーの高い アルミニウムは変形に伴う動的回復が生じやすいため,常温では転移などの格子欠 陥が有効に蓄積されないとされている<sup>3)</sup>.しかし,A7050合金は4元系多相合金で あるため,ひずみと再結晶粒径の関係に不明な点が多い.

また,主溶質の存在状態が,溶体化処理時の回復・再結晶にとって重要であること が分かっている.粗大な安定η相を多数発生させた状態で加工すると,安定η相と 母相との界面が大きくひずみ,核生成サイトとなり,結果的に微細な再結晶粒組織 が得られる報告がある.<sup>4)</sup>図 3.6 は,粗大  $\eta$ 相に近傍して再結晶粒が発生している 様子の例である.<sup>5)</sup>したがって,加工熱処理により微細結晶粒を得るための組織的 な材料条件として,本研究を通じ,実験で用いられる A7050 合金コイル材には, 350℃,2hの焼鈍しを施し,粗大な安定 $\eta$ 相が多数発生させた組織状態とする.

4 元系 Al-Zn-Mg-Cu 合金(A7050 合金)における時効硬化の相分解過程は,複雑で まだ良く分かっていない点も多い. 図 3.1 は 4 元系の相分解過程の模式図を示して いる. 同図では粒界と粒内での析出過程に違いがあり,粒界は粒内より析出が先行 することを表している.

この系の硬化は,主に GP ゾーンと $\eta'$ 相が析出する状態で最も硬化(T6 処理)する と言われている<sup>6)78)</sup>. Al-Zn2 元系合金は GP ゾーンが生じている場合に最も硬化 する. GP ゾーンによる硬化機構は整合ひずみによる内部応力の存在が主であると いわれている<sup>9)</sup>. これに対し,4元系 Al-Zn-Mg-Cu 合金の時効硬化の強化機構も, 整合ひずみによる内部応力に基づくと推定されている<sup>10)</sup>.



図 3.9 A7075 合金を溶体化処理後 400℃で 8hr 過時効処理し 粗大η相を析出させた後,55%冷間圧延し 470℃で 3s の再結晶処理を施した後の TEM 組織<sup>5)</sup>



図 3.10 3 元系および 4 元系合金の相分解過程と硬化の関係

3.6 表面処理

7000 系合金は高強度であるが、応力腐食割れ(SCC)発生の確率が非常に高いため、 安全性を要求される締結用機械要素のボルトとしては使用が困難な材料である. 7000 系合金の応力腐食割れ(SCC)は粒界割れであり、その発生機構は粒界と粒内の 電位差に基づく陽極溶解によってき裂が発生し、き裂の伝播は水素脆性によるとの 考えが最近では受け入れられているようである<sup>11)</sup>. したがって、SCC の基点とな る粒界の腐食ピットの発生を抑制することによって、SCC 抵抗を向上させること が出来る.

錆対策として,結晶粒微細化は粒界腐食を分散化し,粒界における腐食ピットの 発生を緩和させると考えられている.また,合金成分である Cu の粒界偏析を抑制 するなど,金属組織学的な種々の抑制法が存在する.しかしながら,いずれも抜本 的な対策とはなりえず,現状においてボルト表面の鍍金処理や,アルマイト(陽極 酸化)などの表面被覆処理によって,全体の耐食性を向上させ,粒界腐食を防止し ている.
## 3.7 まとめ

靭性,および応力腐食割れ(SCC)抵抗性の向上を目的に考案した結晶粒微細化プロセスとされる多段冷間鍛造と加工熱処理を組合せた製造プロセスについて提案した.ボルト強度を阻害する結晶粒粗大化を防止するためには,従来の製造工程にない大きなひずみの導入が必要であることを示した.

参考文献

- <sup>1)</sup> A.I.Yakushev: 〔山本 晃:ねじ隋説(32)-ソビエトおよび東欧の旅から(3)-機械の研 究, vol.19-11(1967-11), 77. に紹介されている〕.
- 2)山本晃:ねじ締結の理論と計算,(1988-15),養賢堂,119.
- <sup>3)</sup>小林勝:極低温金属加工:日刊工業新聞社, (1998), 77.
- <sup>4)</sup> J.A.Wert, N.E.Paton, C.h.Hamilton and M.W.Mahoney:Met Trans., vol.12A, (1981), 1267.
- <sup>5)</sup> 鈴木壽, 菅野幹宏, 齋藤洋:軽金属, vol.33, (1983), 683.
- <sup>6)</sup> J.K.Park and A.J.Ardell:Met.Trans., vol.14A(1983), 1957.
- <sup>7)</sup> I.Kovacs, J. Lendvai, T.Ungar, G.Groma and J.Lakner: Acta Met., vol.28(1980), 1621.
- <sup>8)</sup> 長村光造, 落合庄次郎, 上原利弘:軽金属, vol.34(1984), 517.
- <sup>9)</sup> V.Gerold and H.Haberkorn:Phys.Status Solidi, vol.16(1966),675.
- 10) アルミニウムの組織と性質:軽金属学会, (1991-1), 301-303.
- <sup>11)</sup>村上陽太郎:軽金属, vol.31(1981), 748.

第4章 A7050 合金製ボルトの加工熱処理による結晶粒微細化製造プロセス

4.1 はじめに

ねじ締結はボルトの弾性回復力を利用したばね締結といえる.ボルトには、通常、 初期締付け力を始め、曲げ、ねじり、せん断などの複合された応力が、静的、動的、 衝撃的に絶え間なく負荷されるため、高い強度、靭性、および疲労強度が要求され る.そのように、高い強度を要求されるアルミニウム合金製ボルトの素材としては、 通常、工業用アルミニウム合金の中で最も強度が高い 7000 系合金が使用される. ただし、この系の合金は高強度であるが、一般に結晶粒界に応力集中を生じ、粒界 破壊が生じやすい<sup>1)2)</sup>.その要因としては、合金組成、不溶性の化合物(晶出相、分 散相),結晶粒組織,粒内と粒界の析出物の状態などが考えられるが,工業用 7000 系合金を材料とする鍛造部品としては、結晶粒組織(溶体化後の回復・再結晶組 織)の形状と大きさ、および時効硬化熱処理における粒内・粒界析出物の影響が支 配的な要因となるであろう.図 4.1 は、7075 系合金の破壊靭性に及ぼす結晶粒の形 状.大きさの影響<sup>3)</sup>を示したものである.これによれば、繊維状非再結晶組織が最 も優れ、微細再結晶組織、粗大再結晶組織の順に低下する、この原因は、非再結晶 組織を構成する亜結晶粒界では傾角が小さいため、亜粒界上の析出物が小さく<sup>4)</sup>、 かつ亜粒界には転移が堆積しにくいために粒界破壊が起こりにくくなるためである と考えられている.

アルミニウム合金製ボルトの加工熱処理による製造プロセスでは、冷間の多段鍛造とねじ転造によってボルト形状を成形するために、ボルト内部に転移などの格子 ケ陥が多数発生し、その後の溶体化処理によって回復・再結晶する.結晶粒径は主に冷間加工によるひずみの程度に支配され、ボルトの形状的な危険断面となる首下 R、不完全ねじ山の谷底などに面する領域に粗大な結晶粒が生じると、静的強度だけでなく応力腐食割れ発生の原因となると言われている.したがって、材料の異方性の緩和とホール・ペッチの関係による耐力向上を期待して、ボルト全域が微細かつ一様な組織状態を狙う.

図 4.2 は,純度 99.6%の純アルミニウムの再結晶図 <sup>5)</sup>である.加工度が相対的に 低いと再結晶は生じず,再結晶が起こる臨界の加工度は加熱温度を高くすると低加

工度側にずれ,再結晶粒の大きさは大きくなることを示している.微細結晶粒を得るには,加工度を高く,且つ加熱温度を低くすればよいが,時効硬化型合金である A7050 合金は,合金成分の Zn, Mg, Cu を溶体化処理によって完全に再固溶する 必要があるため,最適な処理温度と保持時間は狭い条件範囲に制限される.したが って,微細結晶粒を得るための選択肢は,冷間加工を行う限り,唯一,加工度,お よび加工速度のみとなろう.

図 4.3 は、一般的なアルミニウム合金ボルトの冷間鍛造工程図である.ボルト形状は前方押出し、据込み、後方押出し、転造加工の組合せにより成形されていることが分かる.また、供給される材料のコンディションにおいて、供給素材の製造工程の加工履歴を含めて、アルミニウム合金ボルトの加工による変形挙動は複雑となる.4元合金 Al-Mg-Zn-Cu である A7050 合金は複雑な多相組織を持つこと、また冷間加工による内部ひずみの組織状態において、不均一変形であるせん断帯の形成などによって、溶体化処理によるボルト全域の結晶粒径制御は必ずしも容易ではない.

本章では、ボルト素材である A7050 合金コイル材の結晶方向に対し、加工法の 異なる数種の冷間鍛造を行い、それによる相当ひずみと溶体化後の回復・再結晶に よる結晶粒径との関係を調査する.そして、ボルトの多段鍛造シミュレーションの 計算によるボルト内部の相当ひずみの分布と、結晶粒微細化プロセスとされる加工 熱処理によって開発・製作した A7050 合金製ボルトの結晶粒径の関係と比較検討 する.



図 4.1 7075 系合金の破壊靭性に及ぼす結晶粒の形状 大きさの影響<sup>3)</sup>



図 4.2 純アルミニウムの再結晶図<sup>5)</sup>



図4.3 ボルトの多段冷間鍛造工程

# 4.2.1 実験方法

ボルト素材である A7050 合金コイル材に対して,一様変形させた場合の相当ひ ずみ*ε*<sub>eq</sub>と再結晶粒径*d*の関係を求める.端面摩擦係数*μ*をほぼ 0 にした状態によ って,A7050 合金製円柱試験片の逐次圧縮加工を行う.端面摩擦係数*μ*が 0 の場合, 円柱試験片と圧縮ダイスの接触面の面圧分布が一様となり,材料が一様変形する. 本実験で使用した A7050 合金製円柱試験片は,熱間圧延一冷間引抜コイル材 (A7050-H13)を矯正機を用いて棒材とし,機械加工によって円柱試験片形状に加工 する.その後,トルエン洗浄し,350℃-2 時間の焼鈍しを行い,安定した過時効 の組織状態とした.図 4.4 は,A7050 合金製円柱試験片の含軸断面(L面)の光学顕 微鏡写真であり,圧延方向に伸張したアスペクト比の大きな粗粒化組織を呈してい る.図 4.5 は,端面摩擦係数*μ*をほぼ 0 とした逐次圧縮加工の状態の模式図を示し ている.逐次圧縮加工の潤滑条件は,ダイス面と試験片の接触面の境界に VG1000 を塗布したテフロンシートを挟み込み,圧下量を1mm ずつで圧縮する毎にテフロ ンシートを交換することによって,圧縮ダイス面の端面摩擦係数*μ*を,ほぼ 0 の状 態に保つ.圧縮率は 0%から 10%刻みで,80%までとした.圧縮加工速度は 0.1mm/sとした.

図 4.6 は溶体化処理に用いた電気炉である.溶体化処理条件は 748K-60min 炉中 保持後,298Kの水中において急冷した.その後,均一な析出核の発生を促進させ るために,2 段階時効,すなわち 24hの自然時効に引続き,393K-24hの人工時効 を行う.図 4.7 は結晶粒の観察に用いた光学顕微鏡である.図 4.8 は A7050 合金円 柱試験片の観察面を示している.観察面は軸断面のL面,および軸直角断面のLT-ST 面であり,再結晶粒径の同定には切断法を用いた.







(a) L面 (b) LT-ST面



図4.5 端面摩擦をほぼ0とした逐次圧縮加工の模式図

図.4.6 溶体化と時効処理に用いた電気



図 4.7 光学顕微鏡



図 4.8 円柱試験片の測定面

実験結果

図 4.9 は, 逐次圧縮加工後の A7050 合金製円柱試験片の写真である. 円柱試験片 は側面が垂直に保持され, 一様変形していることが分かる.

図 4.10 は, 圧縮前の素材と圧縮率 10%~80%の圧縮試験を行った後の円柱試験 片各面の結晶粒組織写真である.また,表 4.1 は圧縮率,相当ひずみ,平均結晶粒 径の測定結果である.図 4.11 は,表 4.1 の結果をグラフに示した相当ひずみ $\varepsilon_{eq}$ と 平均再結晶粒径 $d_{ave}$ との関係である.図 4.11(a)の軸直角断面では $0 < \overline{\varepsilon} < 0.25$ におい て,一旦 $d_{ave}$ が粗大化するが,その後減少し $\varepsilon_{ave} > 0.5$ の領域では,ほぼ $d_{ave} = 15 \mu m$ 程度になる.(b)の含軸断面では,もともと軸方向に伸長した結晶粒が $0 < \varepsilon_{eq} < 0.25$ の領域において急激に微細化し,相当ひずみ $\varepsilon_{eq} > 0.5$ の領域において繊維状組織の 痕跡が消失し,ほぼ $d_{ave} = 15 \mu m$ となっている.



図 4.9 逐次圧縮加工後の A7050 円柱試験片

34.10 逐次圧縮加工後のA7050円柱試験片の結晶粒組織













ST-LT 面







| 圧縮率(%) | ひずみ   | L 面 µm | LT-ST 面 µm |
|--------|-------|--------|------------|
| 0      | 0     | 300    | 150        |
| 10     | 0.081 | 730    | 425        |
| 20     | 0.191 | 59.88  | 56.7       |
| 30     | 0.321 | 33.72  | 36.84      |
| 40     | 0.466 | 27.87  | 27.26      |
| 50     | 0.634 | 20.56  | 20.64      |
| 60     | 0.832 | 17.73  | 18.79      |
| 70     | 1.072 | 17.36  | 17.58      |
| 80     | 1.374 | 15.57  | 16.48      |

表 4.1 A7050 円柱試験片の相当ひずみと平均再結晶粒径

.



図 4.11 逐次圧縮加工後の A7050 円柱試験片の L 面, LT-ST 面の相当ひずみと平均再結晶粒径の関係

### 4.3.1 実験方法

ボルトの多段鍛造工程において,頭部は基本的に据込みによって成形されるが, ボルト軸部は基本的に前方押出しによって成形される.本実験では,前方押出しに よってひずみを与えた A7050 合金製円柱試験片の相当ひずみと再結晶粒径の関係 を求めることを目的とする.

前方押出しによる円柱試験片の内部のひずみの分布は、テーパーダイス形状とダ イス面の摩擦係数µの影響によって不均一になりやすい.そこで、軸対称剛塑性有 限要素法の鍛造シミュレーションを用いて、押出された円柱試験片の軸部のひずみ 分布が均一となるような前方押出しダイスの形状とテーパーダイス面の摩擦係数µ の最適値を求める.

前方押出しによる断面減少率を 40%, 80%とする. 接触面の摩擦係数は, フッ 化カルシウム皮膜処理した A7075 合金製の円柱試験片の押出し摩擦試験結果より  $\mu = 0.05$ とする<sup>6</sup>. また,前節の実験結果より得られた応力-ひずみの関係から,前 方押出しの FEM 鍛造シミュレーションに用いる材料の変形抵抗式は,  $\sigma = 347.1 \epsilon^{0.13}$ とする.

図 4.12(a)および(b)は断面減小率 40%,および 80%の場合のテーパーダイス角度  $\alpha$  を段階的に増加させた場合の円柱試験片の相当ひずみ  $\varepsilon_{eq}$ の分布である. 同様に, 図 4.13 はテーパーダイスのフィレット R 寸法を段階的に増加させた場合の相当ひ ずみ  $\varepsilon_{eq}$ の分布である. 計算の結果,テーパー面の角度は小さいほど,テーパー面 のフィレット R は大きいほど,均一な相当ひずみの分布をとることが分かる. テ ーパーダイス面の角度およびフィレット R 寸法は実際のボルトの鍛造工程を考慮 し,それぞれ 30°および r=3mm とする.

図 4.14, 図 4.15 は, それぞれ断面減小率が 40%と 80%のテーパーダイス形状を示 す. 図 4.16 は製作した前方押出し試験装置の断面図であり, 図 4.17 はその写真で ある.



図 4.12 テーパーダイス角度αと円柱試験片の相当ひずみε<sub>eq</sub>の分布 (a) 断面減少率 40%、(b) 断面減少率 80%



図 4.13 テーパーダイスのフィレット R 寸法と円柱試験片の相当ひず み *ε*<sub>eq</sub>の分布 (a) 断面減少率 40%、(b) 断面減少率 80%



図 4.14 断面減少率 40%のテーパーダイ



図 4.15 断面減少率 80%のテーパーダイス

4.3.2 実験結果



## 図 4.16 前方押出し装置



図 4.17 前方押出し装置のダイス部

### 4.3.2 実験結果

図 4.18 は前方押出し後の円柱試験片の写真である. 固体潤滑皮膜であるフッ化 カルシウム皮膜層は材料の変形に追随し,良好な潤滑状態を示している. また,図 4.19 は前方押出し試験片の相当ひずみ $\varepsilon_{eq}$ の分布を示している. 図 4.20 は押出され た前方押出し試験片中心部の軸直角断面の結晶粒組織である. 相当ひずみが大きく なると,部分的に再結晶集合組織が形成される傾向がある. 表 4.2 に示すように, 断面縮小率が 40%,80%の試験片の平均結晶粒径 $d_{ave}$ は,それぞれ 22.08µm, 21.82µm となり,粗粒化することなく微細な等軸晶となる. 図 4.21 は,その結果を 図 4.11 と同じグラフにプロットした結果である. 前方押出しによる再結晶粒径 $d_{ave}$ は同じ相当ひずみにおいて据込みの場合とほほ同じとなる.



図 4.18 前方押出し後の A7050 合金製円柱試験片



断面減少率 40%

断面減少率 80%

図 4.19 断面減少率 40%,および 80%の前方押出し 後の円柱試験片の相当ひずみ分布



断面減少率 40%

断面減少率 80%

Fig.4.20 前方押出し部中央付近の軸断面の結晶組織

表 4.2 A7050 円柱試験片の相当ひずみと平均再結晶粒径

| 圧縮率(%) | ひずみ | LT-ST面 µm |
|--------|-----|-----------|
| 40     | 0.5 | 22.08     |
| 80     | 1.7 | 21.82     |



相当塑性ひずみと

(b) 含軸断面(L面)

図 4.21 逐次圧縮加工および前方押出し加工後の A7050 円柱試験片の L 面, LT-ST 面の相当ひずみと平均再結晶粒径の関係



図 4.21 逐次圧縮加工および前方押出し加工後のA7050円柱試験片のL面,LT-ST面の相当ひずみと平均再結晶粒径の関係

4.4.1 実験方法

ボルトねじ山はねじの転造加工によって成形される.ねじ山が成形されるボルト 軸部は既に前方押出しにおいてひずみが蓄積されており,ねじ転造によってさらに 大きなひずみの蓄積が発生している.極めて大きなひずみが導入された A7050 合 金の再結晶挙動を調査するためには,さらなる大きなひずみの蓄積が可能な加工法 の開発が必要となる.

最近,極めて大きなひずみを与える方法として ECAP(Equal channel angular process)が注目されている. ECAP は 1981 年,旧ソ連の Segal ら<sup>7)</sup>によって考案され,1991 年に同じくロシアの Valiev ら<sup>8)</sup>によってサブミクロンレベルの結晶粒微細化に利用できることが示された.近年,この手法を用いて結晶粒をサブミクロン化することによる Hall-Petch の関係による強度の向上,あるいは超塑性現象などを目的とした研究が数多くなされている<sup>9)</sup>.

図 4.22 は 2 軸複動油圧プレスに,開発した ECAP 鍛造ダイスを設置した写真である.図 4.23 はその内部構造を示している. ECAP 鍛造法は屈曲した等断面のダイス 溝穴に材料を押出すことによって,屈曲部において材料にせん断ひずみを導入する 加工法である.加工前後で材料の断面積が変わらないため,同材料を繰り返し押出 すことによって,原理的には無限にひずみを堆積させることができる.この装置は, 側方に押出された資料に背圧を負荷し,屈曲部において高い静水圧を発生させるこ とによって,材料の破壊を抑制することも可能にしている.



図 4.22 二軸複動油圧プレスに設置された ECAP 鍛造装置



図 4.23 ECAP 鍛造ダイスの内部構造

ECAP 鍛造による相当ひずみ $\varepsilon_{eq}$ と再結晶粒径 $d_{ave}$ の関係を求めるためには、ECAP ダイスの屈曲部において材料に均一なせん断を導入することが必要である.しかし、 材料とダイス面の摩擦係数 $\mu$ によって材料内部の相当ひずみ $\varepsilon_{eq}$ が、不均一となる ことが予想される.

図 4.24 は、平面ひずみ問題に近似した ECAP 鍛造シミュレーションの結果であ る.境界の摩擦せん断係数 $m \ em \ = 0.2, \ m \ = 0.5, \ m \ = 0.8$ として計算したときの相当 ひずみ $\epsilon_{eq}$ の分布を示している.これによると、摩擦が低いほど材料中心部の相当 ひずみ $\epsilon_{eq}$ の分布が均一となり、摩擦が高くなると相当ひずみ $\epsilon_{eq}$ の分布が不均一と なることがわかる.したがって、ECAP 鍛造によって材料に均一なせん断ひずみを 導入するためには、ECAP ダイス面の適切な潤滑処理が重要となる.実験に使用し た ECAP 試験片寸法は $\phi \ 10 \times 75$ 、先端 r は 5mm である.試験片素材は前節と同じ A7050 合金であり、潤滑には VG1000 どテフロンシートを使用した.ECAP 鍛造の 繰り返し数は 4 パスとし、材料が同じ方向のせん断変形を受けるように ECAP 試験 片をパス毎に反転させた.



(a)摩擦せん断係数 m=0.2



Title : ECAP\_r2\_f02

(b)摩擦せん断係数 m=0.5

(c)摩擦せん断係数 m=0.8



4.4.2 実験結果

図 4.25 は ECAP 鍛造後の ECAP 試験片である. 鍛造回数ごとに試験片が短くなっているのは試験片形状を修正する機械加工のためである. 試験片表面にはき裂は認められず, ECAP ダイス面に凝着は認められない. したがって, 摩擦係数 µ が低い良好な潤滑状態である.

図 4.26 は、ECAP 鍛造後の ECAP 試験片の中心部付近の L 面,および LT-ST 面の 結晶粒組織である.結晶粒はほぼ等軸な微細結晶粒組織となっている. 表 4.3 は ECAP 鍛造による平均再結晶粒径である.また、図 4.27 は、前節の図 4.21 に今回 の ECAP 鍛造で得られた相当ひずみ $\epsilon_{eq}$ と再結晶粒径 $d_{eq}$ の関係を追記したものであ る.パス回数が増加し相当ひずみ $\epsilon_{eq}$ が増加すると結晶粒径 $d_{eq}$ は減少している.  $\epsilon_{eq} > 0.5$ の領域では、いずれの加工法においても結晶粒は粗粒化することがなく、  $d_{ave} = 15 \mu m$ 程度の均一な等軸再結晶粒組織が得られる.



(a) 正面図 原寸大



図 4.25 ECAP 鍛造後の試験片形状 (a)正面図 (b)立面図 ST-LT 面







図 4.26 ECAP 鍛造後の結晶粒組織 (a)正面図 (b)立面図



L面

ST-LT 面

表 4.3 A7050ECAP 試験片の相当ひずみと平均再結晶粒径

| ECAP パス数 | ひずみ | L面 µm | LT-ST面 µm |
|----------|-----|-------|-----------|
| 1        | 1.1 | 19.43 | 19.39     |
| 2        | 2.2 | 20.72 | 16.73     |
| 3        | 3.3 | 15.25 | 15.12     |
| 4        | 4.4 | 14.95 | 13.65     |



相当塑性ひずみを

(b) 含軸断面(L面)

14.27 各種競造法による相当ひずみと 平均再結晶粒径との関係



### 4.5.1 はじめに

鋼製ボルトの多段冷間鍛造の設計では、出来るだけ小さな変形量でボルト形状を 成形できるような工程設計の最適化が図られる.変形量が最低に抑えられることで 金型の面圧が減少し、その結果、金型寿命が改善される.しかし、アルミニウム合 金ボルトの場合、鋼製ボルトと同じ工程設計を行うと材料の変形量、すなわち相当 ひずみ $\varepsilon_{eq}$ が小さな領域で結晶粒が著しく粗大化する傾向があり、その結果、材料 強度が不均一となり、靭性、SCC 抵抗性を損ねる.前節において、相当ひずみ $\varepsilon_{eq}$ が $\varepsilon_{eq} > 0.5$ の領域では、いずれの加工法によっても結晶粒は粗大化することなく、  $d_{ave} = 15 \mu m$ 程度の比較的均一な等軸再結晶粒が得られることが分かった.したが って、A7050 合金製ボルトの多段鍛造プロセスでは結晶粒微細化の一つの指標とし て、ボルト内部の相当ひずみ $\varepsilon_{eq}$  が $\varepsilon_{eq} > 0.5$ となるような鍛造設計が必要であると考 えられる.

本研究では、結晶粒微細化プロセスとされる加工熱処理と相当ひずみを指標とした多段冷間鍛造工程によって製作した A7050 合金ボルトの結晶粒組織の観察を行い、前節における一様変形させた各種鍛造法による結晶粒組織と比較検討する.

## 実験方法

図 4.28 は、3 章において提案した A7050 合金ボルトの結晶粒微細化プロセスに おける多段冷間鍛造工程の解析モデルである.第1工程はボルト軸部の前方押出し であり、ボルト軸部に大きなひずみを蓄積することによって粗粒化を抑制している. 第2工程はボルト軸部の前方押出しおよびボルト頭部の据込みと後方押出しである. 第3工程はねじ転造であり、測方からボルト軸部に転造ダイスを押しつける形で計 算を行っている.この解析の第1工程および第2工程における素材とパンチ工具の 摩擦係数は 0.1、素材とダイスの摩擦係数は 0.05、第3工程におけるブランク(素 材)と転造ダイスの摩擦係数は 0.05、材料定数のn値は 0.1、降伏点は 250MPaとし て計算している.各摩擦係数は、アルミニウム合金鍛造のトライボシュミレータに よる実験値から推測した値を用いている.また、材料定数は 4.2節の A7050 合金の 逐次圧縮加工によって求めている.解析の結果,第2工程の段階でボルト全域にお ける相当ひずみ $\varepsilon_{eq}$ が 0.5以上となり,ボルト全域が $d_{ave} = 15 \mu m$ 程度の等軸微細結 晶粒になると考えられる.結晶粒観察は,ボルト軸断面を光学顕微鏡を用いて実施 する.

4.5.3 実験結果

図 4.29(a), (b), (c), (d)は A7050 合金製ボルトの各部の結晶粒組織である. 図 4.11 において発生する 100µm を超えるような粗粒化領域がなく, 比較的均一な等 軸微細結晶粒となっていることがわかる. (a)ボルト頭部のパンチ下部, (b)ボルト 首下 R 部, (c)不完全ねじ山部近辺のボルト軸部では, 図 4.27 の相当ひずみと再結 晶粒径の関係と整合性がある結晶粒径となっている. しかし, (d)ボルトねじ部で は相当ひずみ(2.000 <  $\epsilon_{eq}$  < 2.833)が大きいにもかかわらず, 結晶粒はやや大きくな る傾向にある. 相当ひずみ $\epsilon_{eq}$ の大きなねじ山の結晶粒は 60µm を超えるような結 晶粒もあり, 必ずしも相当ひずみ $\epsilon_{eq}$ だけで予測が出来ない. ねじ山の転造による 材料の変形挙動は複雑であり, ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_{eq}$ , ダイス面の摩擦や材料の変形抵抗 による熱の影響を考慮する必要があると考えられる. また, ねじ山は相当ひずみが 大きいため, 再結晶集合組織が形成されている可能性がある. 集合組織のような小 頃角粒界の光学顕微鏡観察は困難となる. また, 転移が表面に逃げることによって, 再結晶核発生サイトが減少し, 粗粒化するのではないかと考えられる.

図 4.30 は A7050 合金ボルトの各部の相当ひずみと平均の再結晶粒径の関係を図 4.27 に追記したものである. 各部の再結晶粒径は, ねじ山および軸部表面の一部を 省き, 一様変形させる一連の加工法の場合と整合性が取れている.



図 4.28 A7050 合金製ボルトの多段冷間鍛造プロセス



(a)ボルト頭部のパンチ下部

(b)ボルト首下フィレット部





(c)不完全ねじ山部近辺のボルト軸部 (d)ボルトねじ山部
図 4.29 A7050 合金製ボルトの結晶粒組織 (a)ボルト頭部のパンチ下部,(b)ボルト首下フィレット部,(c)不完全ねじ山部近辺のボルト軸部,(d)ボルト

) 含軸断面(L面)

図 4.30 A7050 合金製ポルトの相当ひずみと平均の再結晶粒径
4.6 まとめ

ST-LT 面, L 面の再結晶粒微細化過程に若干の違いはあるが,いずれの加工法に おいても相当ひずみ ε<sub>w</sub> > 0.5 の領域において,A7050 合金素材の熱間圧延による扁 平化した和粒化組織の痕跡が消失し、比較的均一な球状化組織が得られることが分





68

4.6 まとめ

ST-LT 面,L 面の再結晶粒微細化過程に若干の違いはあるが、いずれの加工法に おいても相当ひずみ $\varepsilon_{eq} > 0.5$ の領域において、A7050 合金素材の熱間圧延による扁 平化した粗粒化組織の痕跡が消失し、比較的均一な球状化組織が得られることが分 かった.

A7050 合金製ボルトの多段冷間鍛造プロセスの工程設計では、ボルト内部の相当 ひずみ $\epsilon_{eq}$ が $\epsilon_{eq}$ >0.5 となるように設計すれば、ボルト全域にわたり均一微細な球状 化組織が得られる.また、加工履歴の異なる供給素材に対しては、圧縮加工などを 行うことによって結晶粒粗大化領域に相当する相当ひずみ $\epsilon_{eq}$ を導き、鍛造シミュ レーションを用いることによって相当ひずみ $\epsilon_{eq}$ の結晶粒の粗大化領域を避けるよ うな鍛造プロセス設計が重要となる.

参考文献

- 1)川畑 武:軽金属,33(1983),38.
- <sup>2)</sup>馬場義雄,吉田英雄:日本金属学会会報,vol.22(1983),115.
- <sup>3)</sup> D.S.Thompson:Met.Trans., vol.6A(1975), 671.
- <sup>4)</sup> J.K.Park and A.J.<sup>Ardell</sup>:Aata Met., vol.34(1986),2399.
- <sup>5)</sup> dahl, O. and Pawlek, F, :Z.Metallk.vol.28(1936), 266
- <sup>6)</sup> Zhang, Z.L., Nakamura, T., and Kimura, H., :WIRE, vol.40, No.5(1997), pp.40-48.
- <sup>7)</sup> Segal, V.M., Reznikov, V.I., Drobyshevsky, A.E. and Kopylov, V.I. : Russian Metallurgy, vol.1, (1981), p.99.
- <sup>8)</sup> Valiev, R.Z., Krasilnikov, N.A. and Tsenev, N.K. : Mater.Sci.Eng. A, 137, .35(1991).
- <sup>9)</sup> Acta mater. Vol.46, No.5, pp.1589-1599, 1998.

5.1 はじめに

高強度,高靭性を併せ持つ高強度アルミニウム合金製ボルトを開発するためには 結晶粒を微細化することが重要であると考えられる.3章において提案した結晶粒 微細化プロセスは,A7050 合金ボルト全域の結晶粒が粗粒化することがなく,微細 な結晶粒組織となることが明らかとなった.このボルトの強化機構は,ホール・ペ ッチの関係による降伏点の向上と溶体化処理後の回復・再結晶後(加工熱処理)の時 効硬化に依存している.しかし,一般に 7000 系合金は高強度であるが応力腐食割 れ(SCC)抵抗性が劣るため,これまで強度と SCC 抵抗性の両立を可能とする加工プ ロセスが考案されてきている.SCC とは引張りの静的負荷や残留応力と腐食性環 境が共存するときに,き裂の発生と伝播を伴って起きる時間依存型破壊である.一 般に SCC に関わる要因は図 5.1<sup>11</sup> に示すような,材料,環境,応力,形状,温度, 時間の6個に大別することができ,これらの相互作用の結果として早期破壊が生じ るとされ,その割れ感受性は一般に 7000 系合金のような高強度材ほど顕著に現れ る.



図 5.1 SCC を支配する 6 要因<sup>1)</sup>

図 5.2<sup>2)</sup>は、疲労予き裂を導入した CTS 試験片の SCC き裂進展の模式図である. 図中の-0m は、CTS 試験片を任意の方向に引張り応力を負荷した場合のき裂先端前 方の弾塑性境界上に発生する最大静水圧場の方向を示し、黒点の集まりはその領域 の結晶粒界に水素が集積している様子を示している.SCC は、主に水素が集積し ている結晶粒界で発生し、粒界き裂にはさまれた結晶粒は激しいせん断変形を受け て粒内割れあるいはすべり帯の溶解を伴って破断し、粒界き裂と連結する.したが って SCC き裂は巨視的に-0 方向に進展する.このように SCC き裂進展は結晶粒界 上を進行するため、結晶粒界構造が SCC 抵抗性に深く関係していると考えられる. これまで SCC 発生要因として結晶傾角の影響<sup>11)</sup>、双結晶ねじれ角の影響<sup>12)</sup>、PFZ 幅の影響<sup>13)</sup>、粒界上析出物の寸法の影響<sup>14)</sup>,結晶粒形状の影響<sup>15)</sup>,結晶粒サイズの影 響<sup>16)</sup>など、数多くの研究がなされてきている.



図 5.2 CTS 試験片のき裂進展の模式図<sup>2)</sup>

SCC 感受性は表 5.1<sup>3)</sup>に示すように、一般に最高強度を与える T6 処理(ピーク時 効)よりやや亜時効側で最大となり, T7 処理(過時効)では非鋭敏化する. その観点 より、T7 処理や復元・再時効処理として知られる RRA 処理は熱処理だけで SCC 抵抗性を高めることができるため、今日では工業的に広く行われている、これらの 熱処理による SCC 抑制効果のメカニズムは図 5.3<sup>5)</sup>に示すように、7000 系合金の粒 界(G.b.)における析出と、その析出物の拡散速度が粒内(Mx.)より絶えず先行する性 質を利用し, 粒内強度をさほど阻害することなく結晶粒界上の連続的な微細な析出 物を凝集させ、粒界における水素拡散を抑制することにあると現在考えられている. すなわち, SCC 抵抗性を向上させるためには、結晶粒界上の析出物が断続的な分 布であることが望ましい. 図 5.4(a), (b)はその T6 および RRA 処理(結晶粒界析出 物の状態は基本的に T7 と同様)の結晶粒界における TEM 像 <sup>6</sup>である.しかし,粒 界上の粗大な偏析や PFZ(無析出帯)の存在は材料強度の連続性を阻害すると考えら れるため,その程度によらず好ましくないと考えられている<sup>7)899</sup>. また PFZ は母 相に近い低い強度であるため、変形の集中を受けやすく、ひずみ誘起活性経路 (Strain-induced Active path corrosion)の形成に伴うアノード溶解による SCC 発生の原 因とされる報告がある<sup>10)</sup>.

| ミクロ組織 | SCC感受性 |
|-------|--------|
| 溶体化状態 | 不感     |
| 亜時効   | 最も鋭敏   |
| ピーク時効 | 鋭敏     |
| 過時効   | 非鋭敏化   |

表 5.1 SCC 感受性と時効条件<sup>3)</sup>

一方,回復・再結晶後の時効処理では図 5.4(a)に示すように,粒界は粒内より先 行して析出する傾向があるため,ピーク強度が得られる T6 より前の亜時効領域で は粒界強度が粒内強度よりも高いと予想される.その程度は把握できていないが, 粒界に応力が集中する一つの要因であると考えている.したがって,このような組 織構造に起因する材料強度の均一性を改善する手段として,粒内析出を促進させる ことによって粒内強度を高めることが可能であれば,相対的に粒界析出物や粒界近 辺の領域への応力集中が緩和されるため,SCC 抵抗が向上するのではないかと考 えられる.



(a) T6 処理における結晶粒界析出物



(b) RRA 処理における結晶粒界析出物

図 5.3 T6(a), RRA(b)の結晶粒界における TEM 像 T6 処理条件: 120℃-24h RRA 処理条件: T6+200℃-30min+T6<sup>6)</sup>



図 5.4 Al-Zn-Mg-Cu 合金の時効硬化組織の模式図 (a) 従来の過時効処理の場合 (b) 理想的な RRA 処理の場合 (c)現実の RRA 処理の場合<sup>5)</sup>

図 5.3 は、本章で提案する結晶粒内を強化する加工プロセスの基本的な考え方を 示す模式図である.上段の加工プロセスは、先述の溶体化による回復・再結晶後の T6 および T7 過時効処理の組織状態を示している.3.3.1 節における図 3.3 の一般的 な多段鍛造工程によって作成されたボルト軸部に発生する粗大粒の状態に相当する. T6 の結晶粒組織の模式図は、結晶粒界が微細な析出物で覆われた状態を表してい る.T7 組織に移行すると粒界近辺の微細な析出物が凝集・粗大化し、断続的な分 布状態を示すとともに粗大な析出物周辺の析出密度が低下することによって、PFZ が形成されている状態を示している.したがってこのような組織状態は、先述のよ うに結晶粒界に応力が集中しやすい組織状態であるため、SCC 抵抗性を低下させ ると考えられる. それに対し,同図下段の結晶粒内強化プロセスは焼鈍された過時効組織状態にある 材料または過飽和固容体の状態にある材料に大きなひずみを導入し,結晶粒を微細 化するとともに結晶粒内に堆積した転移などの格子欠陥に析出を促進させることに よって粒内を強化する加工プロセスである.すなわち結晶粒内の析出を促進させ強 化させることができれば,相対的に結晶粒界への応力集中が緩和されるため,SCC 抵抗性が改善されると考えている.

本章では、まず3章における結晶粒微細化プロセスとされる加工熱処理によって 製作された A7050 合金ボルトの強度評価における基礎的な研究として、加工熱処 理における一様変形させた据込みおよび ECAP の2種類の冷間加工によるひずみの 大きさが結晶粒内の析出硬化に与える影響を Nano-indentation Hardness Test によっ て調査検討する.

(溶体化→時効処理)



 (結晶粒界強化プロセス)

 過飽和固容体または過時効組織
 大きなひずみの堆積
 T6 または T7



図 5.5 加工熱処理による T6, T7 による粒界、粒内の析出状態(上段) 結晶粒内強化プロセスによる析出状態(下段)

5.2 実験方法

#### 実験装置 5.2.1

図 5.6 は、本実験で使用する超微小硬さ試験機(Nano-indentation hardness tester エ リオニクス製: ENT1100)である. この装置では, 圧子(通常ではダイヤモンド三角 錐圧子)を超微小荷重で試験片に押し込み、その時の押し込み深さを高分解能変位 計(分解能: 0.3nm)により, 直接測定することによって押し込み荷重と圧子の侵入 深さ(押し込み深さ)との関係を連続的に測定し、試料表面の押し込み硬さ特性を評 価するものである.本実験で使用した圧子は稜間角 θ=115°のダイヤモンド三角錐 圧子で,押し込み荷重は 500mgf,環境温度は室温 25±1℃である.設定荷重Pと圧 子の押し込み深さhとの関係から設定荷重押し込み時の三角錐圧子の最大押し込み 深さを測定し、次式から超微小硬さHNを求める.

 $HN_{115} = 3.8584 \, P/h^2 \tag{1}$ ここでPは押し込み荷重(mN), hは最大押し込み深さ(um)である. また添え字の 115はダイヤモンド三角錐圧子の稜間角度が115°である事を示している.

なお、くぼみの形状解析には走査型電子顕微鏡(エリオニクス製: ERA-8000)を用い た.図 5.7 にくぼみの SEM 写真を示し、図 5.7 に押し込み荷重と押し込み深さとの 関係の一例を示す.この場合の押し込み荷重は 500mgf で、荷重負荷除荷時間は負 荷・除荷荷重に対して 10s, 荷重保持時間は 1s である.



図5.6 Nano-indentation hardness tester ENT1100 (ERIONIKUS Inc.)



図5.7 圧痕のSEM像



図5.8 圧子の押込み荷重と押込み深さ

#### 5.2.2 材料

本実験で共通に使用される材料は, A7050 合金(Al-6.0Zn-2.2Mg-2.0Cu-0.12Zr)熱間圧延-冷間引抜コイル材である.表1は製造工程である.

表 5.2 Manufacturing processes of A7050 alloy Coil

| Stage                      | Condition                               |  |  |
|----------------------------|---|--|--|
| Casting                    | Billet $\phi 120 \times 4000 \text{mm}$ |  |  |
| Hot lolling                | Coil ø17                                |  |  |
| Cold drawing, Cold peeling | Coil <i>φ</i> 13.2                      |  |  |

5.2.3 圧縮加工によるナノ硬さ評価

圧縮端面の摩擦係数をほぼ0とした逐次圧縮加工によって一様変形を与えた円柱 試験片を溶体化処理(748k×1h)後、水焼入れし、24hの常温時効を経て T6 時効処理 (393k×24h)を行う.引張強さは 590Mpa である.各試験片の圧縮率は 10~80%とし た.式(1)は圧縮試験によって求めた応力-ひずみ関係式であり,剛塑性有限要素法 による鍛造シミュレーションの材料特性値に用いる.

各圧縮率の円柱試験片の含軸断面中央付近の結晶粒内の硬さを Nano-Indentation Hardness Tester を用いて測定する. 三角錐圧子の稜間角は 115deg, 押込み荷重は 500mgf, 測定回数は N=5 である.

5.2.4 ECAPによるナノ硬さ評価

ECAP は材料を繰返し押出すことにより、極めて大きなひずみの堆積が可能な鍛造法である.本実験では、ECAP による一様なせん断ひずみが材料の同じ方向に与えられるように、試験片をパス毎 180°反転させる. ECAP ダイスは第4章で開発した実験装置を用いる. ECAP 後の熱処理は前節の圧縮加工の場合と同じである.ナノ硬さは材料の含軸断面中心部の結晶粒内を測定する.また結晶粒組織は、細粒と粗粒の混在組織となるため、結晶粒径 10µm 以上、10µm 以下の場合に分けて測定する. 測定回数は各結晶粒に対して N=3 とする.

5.3 実験結果および考察

表 5.3 に圧縮加工による実験結果を示す. 平均結晶粒径は, 光学顕微鏡を用いて 切断法によって算出した. 図 5.9 は圧縮加工における平均再結晶粒径とナノ硬さの 関係である. 結晶粒が微細化され粒界面積が増加すれば, 粒界上析出物の量が増加 し相対的に粒内析出物が減少すると考えられたが, 結晶粒内のナノ硬さは結晶粒径 が小さくなるに従い増加する傾向を示した. 特に 25μm 程度から 15μm にかけて顕 著に増加する.

| 圧縮率 | ひずみ    | 再結晶粒径 mm | HN Average | 標準偏差   | HN max | HN min |
|-----|--------|----------|------------|--------|--------|--------|
| 0.1 | 0.081  | 730      | 237        | 8.117  | 251.3  | 227.8  |
| 0.2 | 0. 191 | 59.88    | 241.5      | 10.27  | 259.5  | 231.5  |
| 0.3 | 0.321  | 33.72    | 246.4      | 6.53   | 257.7  | 239.7  |
| 0.4 | 0.466  | 27.87    | 244        | 3. 529 | 249.1  | 240    |
| 0.5 | 0.634  | 20. 56   | 253.4      | 18.19  | 288    | 237.1  |
| 0.6 | 0.832  | 17.73    | 237.8      | 12.72  | 257.8  | 219. 1 |
| 0.7 | 1.072  | 17.36    | 256.7      | 10.63  | 269.3  | 241.7  |
| 0.8 | 1.374  | 15.57    | 266. 2     | 26.56  | 304.8  | 230    |

表 5.3 圧縮加工による実験結果



and Nano indentation Hardness after T6 by Upsetting

図 5.10 は圧縮加工による相当ひずみとナノ硬さの関係である.相当ひずみの増加に伴い,粒内のナノ硬さが一部のデータを除くとほぼ直線的に増加する傾向を示している.加工熱処理における冷間鍛造によるひずみの大きさが,結晶粒径および再結晶後の粒内の析出硬化に影響を及ぼすと考えられる.



Fig.5.10 Relationship between Equivalent Strain and Nanoindentation Hardness after T6 by Upsetting

表 5.4 に ECAP による実験結果を示す. 図 5.11 は ECAP による平均再結晶粒径と ナノ硬さの関係である. 図中の数字は ECAP パス回数を示している. ECAP による きわめてひずみが大きな領域では,粒径 10µm 以上の場合,粒内のナノ硬さは平均 結晶粒径が小さくなるとともに増加傾向を示す. 粒径 21µm 程度から 15µm にかけ て硬さが増加しているのは,図 5.9 と同じである. 一方,粒径 10µm 以下の結晶粒 では,粒内のナノ硬さと平均結晶粒径に明確な相関があるとは認められない. また, 10 粒径 10µm 以下の粒内硬さは,粒径 10µm 以上の結晶粒と比べるとより硬くなっ ているが, ECAP4 パスでは両者のナノ硬さが等しくなっている. これは, ECAP 回数の増加に伴いひずみが均一化し,各結晶粒の大きさも均一化したためであると 考えられる.

図 5.12 は ECAP による相当ひずみとナノ硬さの関係である.ナノ硬さは粒径が 10µm 以上および 10µm 以下の結晶粒において,両者とも相当ひずみの増加に伴い 増加傾向が認められる。これは図 5.10 と同じ傾向である. ECAP による極めて大き なひずみが結晶粒内のナノ硬さおよび結晶粒径の絶対値に与える影響は少ないと考 えられるが,冷間加工によるひずみの大きさが,結晶粒を微細化するとともに結晶 粒内の析出を促進させている可能性がある.粒径 10µm 以下の粒内硬さは、粒径 10µm 以上の結晶粒と比べるとより硬くなっている.これは,せん断帯などの影響 によって微細な結晶粒ほどひずみが大きいためであると考えられる.また,相当ひ ずみ 4(ECAP4 パス)の場合、両者のナノ硬さが等しくなるが、それはパス回数の増 加に伴い,ひずみが均一化したためであると考えられる.

ひずみ 圧縮率 平均再結晶粒径 mm HN Average 標準偏差 HN max HN min ECAP1 19.43 255.3 1 10.76 228.8 298.4 2 20.72 ECAP2 263.3 7.31 272.7 254.9 ECAP3 3 15.25 282.4 6.74 318.9 255.6 4 ECAP4 14.95 252.4 7.41 262.8 246.0

表 5.4 ECAP による実験結果

(結晶粒径 10 µ m 以下)

(結晶粒径 10 µ m 以上)

| 圧縮率   | ひずみ | 平均再結晶粒径 mm | HN Average | 標準偏差  | HN max | HN min |
|-------|-----|------------|------------|-------|--------|--------|
| ECAP1 | 1   | 19.43      | 241.7      | 10.43 | 255.7  | 230.6  |
| ECAP2 | 2   | 20.72      | 240.8      | 4.43  | 246    | 235.2  |
| ECAP3 | 3   | 15.25      | 248.1      | 3.95  | 252.8  | 243.1  |
| ECAP4 | 4   | 14.95      | 253.8      | 7.44  | 259.7  | 243.3  |



Fig.5.11 Relationship between recrystallized Avarage Grain size and Nano-indentation Hardness after T6 by ECAP



Fig.5.12 Relationship between Equivalent Strain and Nanoindentation Hardness after T6 by ECAP

5.4 まとめ

本章で得られた結果を以下に示す.

- 1. A7050 合金の析出硬化に対する冷間鍛造の相当ひずみの影響を調査した結果、 結晶粒内の硬さは、相当ひずみと比例関係にあることが明らかになった.
- 2. 加工熱処理における冷間加工のひずみは,結晶粒を微細化するとともに析出を 促進させ,結晶粒内を強化する.
- 3. 圧縮加工によって与えられる比較的ひずみの小さな領域では、平均結晶粒径と 粒内の硬さは相関が認められ、平均結晶粒径が小さくなるに従い粒内硬さが増 加する.
- 4. ECAP によって与えられるひずみの極めて大きな領域では、必ずしも平均結晶 粒径と粒内硬さには相関が認められない.
- 5. ECAP による極めてひずみの大きな領域における粒内硬さは相当ひずみが支配 的となる.

参考文献

- <sup>1)</sup> R.W.Staehle:Proc.1<sup>st</sup> Int.Conf.Environment-Induced Craking in Metals, ed.R.P.Grangloff and M.B.Ives, NACE, (1988), 561.
- <sup>2)</sup>大崎修平,飯野牧夫,打江正樹:軽金属, vol.47, No.7,(1997), 370-377.
- <sup>3)</sup> B.F.Brown:Stress Corrosion Cracking of Metals-A State of the Art-, ASTM STP vol.518(1972), 3.
- <sup>4)</sup> W.H.Hunt, Jr. and J.T.Staley:Light-Weight Alloys for Aerospace Applications, Ed.by E.W.Lee, C.H.China and N.J.Kim, TMS, (1989), 111.
- <sup>5)</sup>大西忠一, 久米秀樹:軽金属, vol.41, No.9(1991), 582-589.
- <sup>6)</sup> Kanno et al:Materials Science and Technology, Vol.10, 599-603.
- <sup>7)</sup> T.Kawabata and O.Izumi:Acta.Met., vol.29(1981), 229.
- <sup>8)</sup> E.Hornbogen and M.Gräf:Acta.Met., vol25(197711119, 877.
- <sup>9)</sup> J.D.Embury and E.Nes:Z.Metallk., vol/65(1974), 45.
- <sup>10)</sup> Burleigh, T.D.:Corr., vol.47, No.2(1991), 89-98.
- <sup>11)</sup> J.K.Park and A.J.Ardell:Acta Met., vol.34(1986), 2399.
- <sup>12)</sup> T.Asahi F.Yabusaki, K, Osamura and Y.Murakami:Proc.6<sup>th</sup> Int.Conf. on Light Metals, (1975), 64.
- <sup>13)</sup>川畑武:軽金属, vol.33(1983), 38.
- <sup>14)</sup> 宮木学, 村上陽太郎:日本金属学会誌, vol.37(1973), 394.
- <sup>15)</sup> Geschwind, G., Soltz, G.C. & Adleer P.N.:Corrosion, vol.26, No.7(1970), 165-168.
- <sup>16)</sup> Tsai, T.C. & Chuang, T.H.:Mater.Sci. and Eng., vol.A225A(1997), 135-144.

第6章 A7050 合金製ボルトの Nano-indentation hardness test による硬さ評価

6.1 はじめに

5 章において,A7050 合金の加工熱処理における冷間加工のひずみは結晶粒を微細化するとともに析出を促進させ,結晶粒内を強化すると結論付けた.しかし,その性質はA7050 合金円柱試験片に対し,鍛造面の摩擦係数をほぼ0にすることによって一様変形させた圧縮加工とECAPの場合であるため,3章において提案した結晶粒微細化プロセスによって作製されたボルト全域が微細結晶粒組織を持つA7050 合金ボルトに対し,同様な評価を行う必要がある.

一方,製品強度の評価方法として,強度と硬さの関係が良い対応を示すことから 硬さ試験が利用されているが,近年局所的な微小部分の評価方法として超微小硬さ 試験(Nano-indentation hardness test)が利用され,微細なものでは結晶粒単位の超微 小硬さを求めて局所的な材料学的特性を明らかにしたり<sup>1)</sup>,比較的大きなもので はナットねじ山の強度特性を明らかにするなど,利用範囲が拡大して多くの研究成 果を上げている<sup>2)</sup>.

本章では、結晶粒微細化プロセスによって一様な微細結晶粒組織を持つ A7050 合金ボルトの強度評価として、ボルト全体の硬さ分布および締結用機械要素として 重要であるねじ山の硬さ分布を超微小硬さ試験によって求め、その硬さ分布とボル トの鍛造 FEM シミュレーションから求める相当ひずみ、および結晶粒径との関係 を調査検討する.

#### 6.1 実験方法

図 6.1は、評価対象である A7050 合金製ボルトの写真であり、3 章の結晶粒微細 化プロセスによって製作されている.このボルトは強度と伸び、靭性および SCC 抵抗性を両立させるため、T73 過時効処理を行っている.引張強さおよび降伏点は それぞれ 540MPa、486MPa である.形状寸法は、呼び径 M10(首下長さ 1=30mm, ねじ部長さ s=20mm)であり、ねじ精度は JIS2 級相当である.図 6.2 は、ボルトの 軸断面であり、硬さはこの断面に対し測定する.





図 6.1 開発した A7050 合金製ボルト 図 6.2 ボルトの硬さ測定面

図 6.3(a)はボルトの軸断面であり、(b)はねじ部中央のねじ山 b 部、(c)はその SEM 写真(100 倍)である.図中の黒点は硬さの測定個所を示している.測定箇所は、 ボルトねじ部の先から 2 つ目の完全ねじ山の点 a、ボルトねじ部の中間にある完全 ねじ山の点 b、不完全ねじ部の手前の完全ねじ山の点 c、不完全ねじ山の点 d、ボ ルト頭部直下の点 e、ボルト頭部の首下先端の点 f の 6 点、また、図 6.3(b)のよう に先端から A 方向に 50µm の位置を A1 として 100µm おきに 9 点(ねじ部谷底位置ま で)、さらに 500µm 毎に 7 点(ボルト中心位置まで)の測定を、また、ねじ山谷底の 50µm 内部から B 方向にねじ山の稜線に沿って先端 A1 へ 6 点(B1~B6)である.なお、 測定面は、ポリシングと9µm シートでラッピングによって鏡面に仕上げている.



(c) SEM image of thread b





図 6.4 ねじ山 A 方向の硬さ分布

6.3 実験結果

6.3.1 ボルトねじ山の硬さ分布

図 6.3 のねじ山の一つ(b 部)について,超微小硬さ試験で求めたねじ山先端 A1 から中心の軸線に向かい A 方向の硬さ分布を図 6.4 に示す.ここで,図の横軸 1mm 近辺までがねじ山に,それ以上が軸部に対応している.全体的に比較的ばらつきの少ない硬さ分布を示し,この場合の硬さの平均値は  $HN_{115} = 202$ ,標準偏差は  $\sigma = 4.52$  である.ねじ部と軸部の硬さを比較すると,ねじ部の硬さの平均値及び標準偏差が  $HN_{115} = 203.5$ ,  $\sigma = 4.30$  であり,軸部の硬さの平均値及び標準偏差が  $HN_{115} = 200.6$ ,  $\sigma = 4.72$  となり,ひずみの大きなねじ部の方がより硬くなっていて,そのばらつきも小さいことが分かる.

また,図 6.5 にねじ山の谷底(B1~B6 の●印)からねじ山の先端(A1 の◎印)までの, ねじ山の稜線に沿う超微小硬さ分布を示す.図より,硬さの平均値及び標準偏差は  $HN_{115} = 208.0, \sigma = 3.07$ であり,A方向のねじ山内部より表面に近い方の硬さが大 きくねじ転造の影響が表れていることが分かる.



図 6.4 ねじ山 A 方向の硬さ分布



図 6.5 ねじ山 B 方向の硬さ分布

6.3.2 超微小硬さと鍛造シミュレーションによる相当ひずみの関係

図 6.6(a)は、第4章の図 4.28 の A7050 合金の結晶粒微細化プロセスによる FEM 鍛造シミュレーションによって求めたボルト頭部の相当ひずみの分布図である.また、矢印で示す点 e, 点 f は硬さの測定箇所を示している.図 6.6(b)はボルト頭部 首下の点 e を中心とした結晶粒組織写真である.図 6.7(a)および(b)は、ねじ山 b の 相当ひずみ分布とその結晶粒組織写真である.このような相当ひずみ分布と結晶粒 組織写真により、点 a, 点 c, 点 d を含め、各点の相当ひずみと結晶粒径の当ては めが可能となる.





図 6.9 は、相当ひずみ *ε*<sub>eq</sub> と超微小硬さ HN の関係を示している. 両者は、比較的 良い対応関係を示し、相当ひずみが増加するに従い硬くなっている. この傾向は、 第 5 章における図 5.10 および図 5.12 の相当ひずみと硬さの関係と良く一致してい る. また、図 6.4 では A 方向に向けて硬さが減少する傾向があり、これは図 6.7(a) のねじ山の谷底に向けて相当ひずみが小さくなる傾向と一致する. したがって、ね じ山のような微小領域を含め、加工熱処理における冷間鍛造のひずみの大きさが析 出を促進させ、結晶粒内を強化すると考えられる.



6.3.3 結晶粒径と超微小硬さの関係

図 6.10 は、A7050 合金ボルトの結晶粒径と超微小硬さを比較したものであるが、 両者には明瞭な相関関係は認められない.また、図 6.4 ではねじ山の硬さが大きい が、図 6.7(b)に示すねじ山の結晶粒は逆に粗粒化する傾向が認められる.したがっ て、ひずみの大きな領域における結晶粒内の硬さは結晶粒径の影響は低く、ひずみ が支配的となると考えられる.これは第5章の結果とも一致する.相当ひずみと結 晶粒内の超微小硬さに相関関係が認められるのは、溶体化処理前の冷間加工による 大きなひずみの堆積が、結晶粒内への転移等への析出を促進させているためと考え られる.大きなひずみの堆積により,結晶粒内強度が強化されれば, 靭性や SCC 抵抗性の向上が期待できる.

また,図 6.11 は測定点 a~fにおいて,最も結晶粒が微細となったボルト頭部直下の e 点の結晶粒組織と超微小硬さによる圧子のくぼみの大小関係を示している.図 6.11 右図の矢印のように,圧子のくぼみ直径は2µm であり,ここで測定された超 微小硬さは結晶粒内の硬さを示している.したがって,結晶粒界の変形抵抗を代表 するホール・ペッチの関係とも無関係であるといえる.



図 6.10 A7050 合金ボルトの超微小硬さと再結晶粒径の関係



圧痕の大きさと結晶粒の大きさの比較

6.4 まとめ

本章で得られた結果を以下に示す.

- 1. 相当ひずみが大きいねじ山は、ボルトの軸部と比べると硬く強化される.
- 2. ひずみの大きなねじ山の結晶粒内硬さは結晶粒径とは関係がなく,相当ひずみの大きさが支配的となる.
- 3. 加工熱処理による結晶粒微細化プロセスは、ボルトの結晶粒の粗大化を抑制し、 微細粒を得ると共に、溶体化処理前の冷間鍛造による大きなひずみが、溶体化 処理後の回復・再結晶組織の結晶粒内の析出を促進させ、結晶粒内を強化する. 結晶粒内が強化されれば、結晶粒界への応力の集中が緩和され、粒界構造の依 存性の高い、靱性や応力腐食割れ(SCC)抵抗性を向上させると考えられる.

#### 参考文献

- <sup>1)</sup> 坪井智照,安部武治,多田直哉,清水一郎:日本機械学界,年次大会公演論文集(I), (1995)
- <sup>2)</sup> 小林光男, 福田勝己, 佐々木武三, 植松武彦, 本郷薫:精密工学会, vol.66, No.4(2000).

7. 結論

本研究では、アルミニウムフレーム締結用のアルミニウム合金 A7050 製ボルト の開発を目的として、結晶粒微細化プロセスとされる多段冷間鍛造と組合せた加工 熱処理プロセスを提案した.また、靭性や応力腐食割れ(SCC)の向上を図るための 種々の検討を行い、以下の結論を得た.

93

- アルミニウム合金製機械構造物の接合方法として、アルミニウム合金ボルトを 使用したボルト締結を取り上げ、鋼製ボルトを使用したボルト締結との力学的 特性の相異と電気化学的な腐食の防止の観点から、高強度アルミニウム合金ボ ルトの優位性を示した.
- アルミニウム合金製ボルトの締付け、および緩み特性について検討し、最適な 締結特性を得るためのボルト形状を提案した.
- 3. 多段冷間鍛造と加工熱処理を組合せた結晶粒微細化プロセスを開発し、ボルト 全域が微細な結晶粒を持つ、実用可能な A7050 合金製ボルトの開発に成功した.
- ボルト素材である A7050 合金コイル材の結晶方向に対し、加工法のことなる数 種の冷間鍛造を行った結果、いずれの加工法によっても、相当ひずみ *ε<sub>eq</sub>*が 0.5 以上の領域では、結晶粒は粗粒化することがなく、15 μ m 程度の等軸再結晶組 織が得られることが明らかとなった。
- 5. 結晶粒微細化プロセスにおいて,相当ひずみを指針とする多段冷間鍛造工程設 計が有効であることを示した.
- 6. 7050 合金の靭性や SCC(応力腐食割れ)抵抗性の改善を目的に,結晶粒内を強化 する考え方を提案した.

93

- 8. 開発した A7050 合金ボルトに対し,超微小硬さによる評価を行った結果,相当 ひずみと結晶粒内の硬さは比例関係があり,相当ひずみの大きなボルトねじ山 部の結晶粒内の硬さが高く,強化されていることが明らかになった.
- 9. 結晶粒微細化プロセスによって製作された A7050 合金ボルトは、微細な結晶粒 を持つとともに、結晶粒内が強化されることによって、静的な強度だけでなく、 靭性や、応力腐食割れ抵抗性の向上が図られた.

謝辞

本研究の遂行にあたり,終始懇篤なるご指導およびご鞭撻を賜りました静岡大学 中村 保 教授に心より厚くお礼申し上げます.

また、本研究について常に適切なるご助言とご指導を賜りました静岡大学 田中 繁一 助教授ならびに早川邦夫 助手,今泉晴樹 技官に厚くお礼申し上げます.

さらに、本論文の作成にあたり審査の労をとられ、有益なるご助言を賜りました 静岡大学 鈴木康夫 教授、松田孝 教授、ならびに東郷敬一郎 教授に厚くお礼 申し上げます.

また,本研究について多くの有益なるご助言,ご援助を賜りました工学院大学 小林光男 助教授に心より感謝の意を表します.

さらに,種々の実験を行うにあたり協力頂いた静岡大学卒業生諸君および静岡大 学機械工学科生産システム講座の皆様に感謝の意を表します.

第一工業株式会社鋲螺事業部 川村義有 取締役には,大学院博士後期課程へ在 職留学の形で入学する機会を与えていただくと同時に,多大なご指導,ご助言を与 えていただきました. 謹んでお礼申し上げます.

在職留学の形での入学をご承認いただいた第一工業株式会社 村松与三郎 常務 取締役には多大なご支援,ご協力をいただきました.この場を借りて,厚くお礼申 し上げます.

また,第一工業株式会社鋲螺事業部鋲螺技術課および企画室の方々には,多くの 援助をいただきました.この場を借りて厚くお礼申し上げます.

最後に,長い間影ながら私を応援し,協力してくれた家族に感謝します.

#### (課程博士・様式3)

# 論文概要

専攻:設計科学

氏名: 久保田 義弘

論文題目:アルミニウム合金 A7050 製ボルトの加工熱処理による

強度向上に関する研究

論文概要:

輸送機械の環境負荷低減のために,アルミニウム合金を使用した軽量化ボディーが 注目されている.軽量化ボディーの接合技術として,機械的接合手段であるねじ締結 は,分解可能な高強度接合が可能であるため,地球環境保護を背景とする資源リサイ クルの観点から,特に重要な接合手段であろう.

本研究では、アルミニウムフレーム締結用の高強度アルミニウム合金 A7050 製ボルトの開発を目的として、結晶粒微細化プロセスとされる加工熱処理プロセスを考案し、引張り強さが高く、SCC 抵抗性の高い A7050 合金ボルトの強度向上策について検討した.結晶粒微細化プロセスにおいて、冷間における据込み、押出し、せん断の異なる加工法によって与えた相当ひずみの大きさと、回復・再結晶後の A7050 合金の結晶粒径との関係を求め、実際のボルトの多段冷間鍛造のそれと比較検討した結果、加工法の違いによらず、相当ひずみを指針とした冷間鍛造工程設計が、結晶粒制御に有効であることが明らかになった.

7050 合金の粒界依存性が高い靭性や SCC(応力腐食割れ)抵抗性の改善を目的に,結 晶粒内を強化する考え方を提案し,7050 合金の時効硬化に与える冷間鍛造の相当ひず みの影響を Nano-indentation hardness test を用いて調査した結果,結晶粒内の硬さは, 結晶粒径とは関係がなく,相当ひずみとともに増加することが分かった.さらに,開 発した A7050 合金ボルトに対し, Nano-indentation hardness test を用いて,同様な評価 を行った結果,相当ひずみの大きなボルトねじ山部の結晶粒内の硬さが大きく,強化 されていることが明らかになった.

96

#### (課程博士・様式3)

# 学位論文要旨

専攻:設計科学

氏名: 久保田 義弘

論文題目:アルミニウム合金 A7050 製ボルトの加工熱処理による

強度向上に関する研究

論文要旨:

自動車の省エネルギを目的に車体の軽量化の研究が盛んに行われている.車体の軽量化には、鋼等の現在使われている素材の強度を高めて極限まで薄肉化する手法と、比重の小さい軽量合金に置換し、最適化を行う手法があるが、革新的な軽量化をもたらすものはおそらく後者であろう.軽量合金を使用した車体としては、Aluminum space frames(ASF)が有望であろう.しかし、ASFの量産化の実現には、さまざまな技術的な課題が山積し、その中でも接合技術が大きな課題とされている.

そこで、アルミニウム合金の特性を考慮した MIG・YAG レーザーなど、さまざま な溶接技術が開発されてきているが、スチールモノコックボディーで主として使用さ れてきた金属の溶融凝固を利用した各種溶接は、ASF では必ずしも容易ではない.こ のような溶接を中心とする恒久的な接合方法に対し、ボルト締結は古典的であるが、 高強度、かつ分離が可能という点では、最近の地球環境保護を背景とする資源保護の ためのリサイクルの観点から、特に重要となるであろう.

鋼製ボルトによる締結は、ASF などのアルミニウム合金製機械構造物の接合手段と しても有効であり、実用されている。しかし、被締付け部材と同系材であるアルミニ ウム合金製ボルトは、鋼製ボルトを用いた締結より優れた点が多い. すなわち、鋼製 ボルトを使用したアルミニウムフレームのボルト締結では、材料間の物理的性質の相 異から、力学的特性と電気化学的な腐食の問題が発生するため、アルミニウム合金製 ボルトが必要とされる.

そこで、本研究では、アルミニウムフレーム締結用の高強度アルミニウム合金 A7050 製ボルトの開発を目的として、結晶粒微細化プロセスとされる加工熱処理プロ

97

セスを考案し,引張り強さが高く,SCC 抵抗性の高い A7050 合金ボルトの開発に成功した.

本論文では,まず,ASFのようなアルミニウム合金製機械構造物の接合方法として, アルミニウム合金ボルトを使用したボルト締結を取り上げ,鋼製ボルトを使用したボ ルト締結との力学的特性の相異と電気化学的な腐食の防止の観点から,高強度アルミ ニウム合金ボルトの優位性を示した.また,アルミニウム合金製ボルトの締付け,お よび緩み特性について検討し,最適の締結特性を得るためのボルト形状を提案した.

つづいて、7000 系合金製ボルトの加工熱処理による製造プロセスについて述べ、特 に A7050 合金の回復・再結晶過程とその強化機構である時効硬化機構について考察し た. さらに、開発した結晶粒微細化プロセスにおいて、冷間における据込み、押出し、 せん断の異なる加工法によって与えた相当ひずみの大きさと、回復・再結晶後の A7050 合金の結晶粒径との関係を求め、実際のボルトの多段冷間鍛造のそれと比較検 討した結果、加工法の違いによらず、相当ひずみを指針とした冷間鍛造工程設計が、 結晶粒制御に有効であることが明らかになった.

7050 合金の粒界依存性が高い靭性や SCC(応力腐食割れ)抵抗性の改善を目的に,結 晶粒内を強化する考え方を提案し,7050 合金の時効硬化に与える冷間鍛造の相当ひず みの影響を Nano-indentation hardness test を用いて調査した結果,結晶粒内の硬さは, 結晶粒径とは関係がなく,相当ひずみとともに増加することがわかった。さらに,開 発した A7050 合金ボルトに対し, Nano-indentation hardness test を用いて,同様な評価 を行った結果,相当ひずみの大きなボルトねじ山部の結晶粒内の硬さが大きく,強化 されていることが明らかになった. (課程博士・様式2)

## 論文目録

専攻:設計科学

氏名: 久保田 義弘

### A 論文

- 1) Yoshihiro Kubota, Tamotsu Nakamura: "Strength Evaluation of Aluminum Alloy Bolt by Nano-indentation Test", Acta Physica Universitatis Comenianae,(2002).(accepted)
- 2) Yoshihiro Kubota, Tamotsu Nakamura: "Manufacturing Technology of High Strength Aluminum Alloy Bolt", The Seventh Asia Symposium on Precision Forging, pp.87-90(2000).
- B その他の論文
- Yoshihiro Kubota, Tamotsu Nakamura, Mitsuo Kobayashi, Katsumi Fukuda, Naotake Niwa: "Relation between FEM Analysis and Product Evaluation by Nano-Indentation Hardness of Aluminum Alloy Bolt Developed by Hyperfine Processing", Proceeding of the International Symposium on Advanced Technology (Nanotechnology & its Related Sciences), pp.23(2002).
- Yoshihiro Kubota, Tamotsu Nakamura: "Strength Evaluation of Aluminum Alloy Bolt by Nano-indentation Test", 1<sup>st</sup> International Conference on Global Research and Education, pp123-125(2002).
- 3) 久保田義弘, 中村保: "アルミニウム合金製機械構造物のねじ締結特性とアルミニ ウム合金ボルトの実用化", 日本ねじ研究協会誌, Vol.33,-No.10, pp291-299(2002)
- 4) Mitsuo Kobayashi, Yoshihiro Kubota, Michihiko Tanaka, Minoru Tanaka: "Charpy Impact Strength Test Using Small Test Pieces Machined From Steel Bolt of Small Nominal Tread Diameter", Proceeding of the Second China/Japan International Symposium on Machine Element, pp.64-69(1996).
- 5) 久保田義弘, 中村保: "アルミニウム合金ボルトの締結特性と実用化", 塑性と加工, Vol.42, No.486, pp642-647(2001).
- 6) 久保田義弘, "シリンダーヘッドの締付け技術":自動車技術, Vol.52, No.12, pp69-75(1998).
- 7) 久保田義弘: "多数ボルト締結体の締付け試験方法及び締付け評価試験装置の開発",特許,(1998).

#### C 口頭発表など

- 1) 久保田義弘, 中村保, 小林光男, 福田勝己: "アルミニウム合金ボルトの開発研究(超 微小硬さによる製品評価及び FEM 解析との関係)", 日本機械学会 [No.02-12] 第 2回基礎潤滑設計部門講演会公演論文集, pp233-236(2002).
- 小林光男, 久保田義弘, 丹羽直毅, 田中道彦, 本郷薫: "保証荷重試験によるボルトの評価", (社)日本機械学会 材料力学部門講演会講演論文集(Vol. B), pp.167-188(1998).
- 3) 小林光男,田中道彦,久保田義弘,本郷薫: "圧力円筒ねじ端の荷重分布の解析 修正 Sopwithの式の適合性",(社)日本機械学会 材料力学部門講演会,pp.142-144(1998).
- 4) 小林光男, 久保田義弘, 佐々木武三, 本郷薫: "衝撃によるねじの締付け挙動", (社)
   日本機械学会 関東支部ブロック合同講演会(浦和), pp.182-184 (1998)
- 5) 小林光男, 久保田義弘, 丹羽直毅, 本郷薫: "小型試験片による小径の鋼製ボルトの シャルピー衝撃試験", (社)日本 機械学会第 73 期全国大会講演論文集(IV), pp.129-127, (1995).
- 6) 小林光男,田中稔,本郷薫,久保田義弘: "小型試験片による小径の鋼製ボルトのシャルピー衝撃試験",材料試験技術, Vol.39, No.4, pp52-56(1994).
- 7)小林光男,本郷薫,久保田義弘:ボルトの保証荷重試験(遊びねじ部長さの影響),
   (社)日本機械学会(社)精密工学会共催 北陸信越支部題 30 期総会講演会論文集, No. 937-1, pp161-164(1993).