

摩擦攪拌プロセス (FSP) による金属材料の表面改質



特集 2

金属向け表面処理技術として最近注目を浴びている摩擦攪拌プロセス (FSP) について紹介させていただきます。初めに FSP の基本原理と特長を簡単に解説した後、我々がこれまでに取り組んできた FSP を用いた材料開発の実例をいくつか紹介したいと思います。

●摩擦攪拌接合の特長

今から 20 年前の 1991 年に、英国の TWI という国立研究所で摩擦攪拌接合 (FSW) という新規な金属接合方法が生み出されました。これは先端にピンの付いた工具を高速で回転させながら接合部に押し込み、発生する摩擦熱と攪拌力を利用して強固な接合を行うという接合方法です。特長としては、①固相で接合できる ②変形が小さいため仕上がりがきれい ③接合中にヒューム、スパッタ、紫外線等の発生がない。このように非常にクリーンな接合方法であるという特長を持っています。そして現在、航空機や電車、船舶、一部の自動車などの分野で急速に用途分野を拡大しています。主にアルミ合金の接合に使われています。

●FSW の基本原理

もう少し FSW の接合原理についてみますと、まず回転工具の摩擦熱で接合箇所が局部的に加熱されます。そのため材料が軟化します。回転工具の先にはピンが付いており、ピンが材料中に挿入されます。高速で回転していますので、その動きに引っ張られてピンの周りの材料がかき回され、結果として非常に激しい塑性流動が接合部で行われるため、固相状態でも非常に強固な接合ができるというのがこの技術の特長であります。さらに接合部の金属組織と母材の金属組織を見ると、接合部に非常に大きなひずみが加わっていますので、再結晶が促進され組織が微細化し、接合部の方が強固になります。従来の方法ですと、接合部の方が弱くなるのですが、この技術は逆に強くなるという大きな特長を持っています。

(地独) 大阪市立工業研究所 加工技術研究部長

福角 真男

●軽金属材料への FSP 適用例

今説明した FSW の原理を金属材料の表面改質に応用したのが摩擦攪拌プロセス、FSP という技術です。これまで FSP は軽金属材料の材質改善に用いられてきました。例えば鋳物の欠陥、巣やブローホールなどを無くす技術として用いられ、あるいはアルミニウムの鋳物や加工品の結晶粒を微細化して、必要な部分の強度を強くするといった使われ方が行われてきました。私たちはこの FSP の強力な攪拌効果を、もっと他の目的で利用できるのではないかと考えました。

●FSP による部分複合化の原理

その 1 つとして、FSP を用いて複合材料を作ろうという発想で取り組みましたので、その内容について紹介させていただきます。私たちが考えたのは非常に簡単な方法で、複合化したい部分の表面にあらかじめ機械加工で溝を掘り、溝の中にセラミックスの強化粒子を詰める。その上から回転プローブを押し付けて FSP を行うという手法です。結果として、このような簡単な手法で、金属材料表面の任意の場所に複合材料を形成することに成功しております。



講師 福角 真男 氏

●マグネシウム合金の部分複合化 1

複合化の3つの事例を紹介します。1つ目はAZ31というマグネシウム合金にSiC粒子を添加した場合です。これは複合化した箇所を縦に切断した写真です。この白い点がSiCの粒子ですが、非常に均一にSiC粒子が分散した複合材料が得られています。実際に複合化領域の硬さを測ってみました。グラフの横軸が表面からの深さです。このグラフを見ていただきますと、一番下が何も手を加えない場合の硬さ。その上が粒子を添加せず、FSPだけを行った硬さ。一番上がSiC粒子を添加してFSPを行った、いわゆる部分複合化を行った材料のデータです。このグラフで分かるように、FSPだけではさほど硬さの上昇は見られないものの、SiC粒子を伴ってFSPを行うと、その添加効果によって材料が著しく硬くなっていることが分かります。

●マグネシウム合金の部分複合化 2

次はAZ31合金にカーボンナノチューブを添加した結果について紹介します。カーボンナノチューブは非常に凝集しやすいので、なかなか解けないというか、分散させることが難しいのですが、FSPを使って複合化すると割とうまくいきます。ここに示した100 mm/min、50 mm/min、25 mm/minというのは、回転工具の移動速度です。移動速度を小さくするとカーボンナノチューブのような分散が悪い粒子でも、非常に均一に分散することができました。その硬さ（ビッカース硬度）を測ってみました。左側の何も処理をしていない材料ではHV = 41ですが、カーボンナノチューブを入れて複合化した材

料ではHV = 78。大体2倍程度に上昇しています。また、金属組織に注目していただきたいのですが、カーボンナノチューブを入れて複合化した部分では、母材の結晶粒が非常に小さくなっていて、1ミクロンを切るほどの微細な組織が得られています。

●マグネシウム合金の部分複合化 3

3つ目の事例は、フラーレンを添加した材料です。フラーレンは分子状態ではダイヤモンドに匹敵するような非常に硬い特性を持っているのですが、通常は結晶状態で存在します。結晶状態ですと全然硬くないので、むしろこうしたものを複合化してしまうと、逆に材料が弱くなってしまいます。だから結晶状態にあるフラーレンを徹底的に潰して、できれば単一分子に近い状態で分散させて複合化してやれば、強度はかなり上がることが期待できるわけです。これをFSPで狙ったわけですが、これはAZ31合金にフラーレンを分散させた結果できた複合化領域をTEMで写真撮影した結果です。境界領域にあたるので、上がAZ31、下はフラーレンが入った複合化した領域ですが、よく見るとフラーレンが数ナノメートルくらいの大きさで、単一分子状態とまではいかないものの、かなり細かい状態で分散している状況が分かります。同時に母材の結晶粒も非常に微細化しています。大きさを測ってみると、100ナノメートル程度に微細化しています。このように、非常にナノサイズ化した複合材料を得ることができました。硬さを測ってみると、フラーレンを入れて複合化した材料は、先程のカーボンナノチューブを用いた場合よりも、もっと高い硬度上昇が得られて



います。これはフラーレン分子がダイヤモンドに相当する硬さを持っているということ、それが活かされて硬いということになります。

●摩擦攪拌による部分複合化の特長

まとめてみると、FSPによる部分複合化を行うと、回転ツールによる強力な攪拌効果を利用できます。だから、従来の手法では均一分散が困難であったようなカーボンナノチューブやフラーレンなどの強化材を使って複合化できる。あるいは強化粒子を添加してFSPを行いますと、結晶粒の微細化がさらに促進する。粒子を添加しないでFSPを行った場合よりも、もっと結晶粒が細くなる効果が得られています。もう1つ、高温環境下における結晶粒の粗大化を抑制することができる。これは何かといえば、粒子を添加せずにFSPだけを行った材料は高温環境におくと結晶粒が大きくなってしまいます。粒子添加をしてFSPを行った、部分複合化をした領域については、添加した強化粒子が結晶粒の移動を防ぐピン止め効果をもたらし、高温の環境下での粒成長が起こらないことが判明しています。ですから、粒子添加でFSPを行った材料については、高温での安定性にも優れているということになります。

●部分複合化のアプリケーション

こうしたFSPによる部分複合化技術がどんな所



に使えるのかという事ですが、構造物や部材の部分強化、例えば摺動部を硬くしたいといった場合などにも効果的で、様々な用途に利用できるのではないかと考えています。

●FSPによる工具鋼の組織制御

FSPを鉄鋼材料に応用できないかといいますと、例えば回転プローブの材質や加工条件によっては可能です。装置の剛性はもう少ししっかりしたものが必要になりますが、そうしたものを選べば鉄鋼材料にも適用できます。その一例として、FSPによる工具鋼の組織制御について紹介します。

●工具鋼の組織微細化について

多様化・高度化する工具鋼への要求として、レアメタル対策、低コスト化、高性能化への要求が厳しくなっています。我々はこうした問題に対し工具鋼にFSPを行うことで、その組織をナノ組織化してやる、それによって工具鋼の性能をもっと高強度化、高靱性化することができるのではないかと研究を進めてきました。工具鋼の組織には大きな炭化物ができていて、工具鋼のナノ組織化というのは炭化物を微細化（ナノサイズ化）することと、結晶粒をナノサイズ化することの2つをしなければなりません。研究の結果、FSPの処理を行うと母材結晶粒の微細化はある程度できました。ところが炭化物の微細化が難しく、ナノサイズ化まで細かくすることはできませんでした。そこで我々は、炭化物の微細化を行うためにレーザ処理の利用を検討しました。

●レーザ照射の効果

実験ではレアメタルの含有量が比較的小さいSKD11という材料を用いて、ここに示した条件でのレーザ処理、FSP処理を順次行いました。これはそれぞれの処理によるSKD11の組織変化の状況を図式的に表したものです。まず摩擦攪拌を行うと、先ほど話したように母材の結晶粒の微細化はある程度まではできます。しかし、炭化物はナノサイズ化ができなくて、大きなサイズで残ってしまう。レーザ照射ではどうかというと、この場合、炭化物はナノサイズ化できましたが、結晶粒内に均一に分散できない。そうすると材料的にもろくなって、よくない。さらに母材の結晶粒についてはほとんど微細化

できませんでした。

●工具鋼に適用可能なナノ組織化手法

いろいろ検討を重ねた結果、レーザ照射をした後、その部分にさらに摩擦攪拌プロセスを加えるという方法で、ナノ炭化物が均一分散し、母材結晶粒もナノサイズ化した。全体としてナノ組織を有する材料を創生することができました。これは各プロセスで得られた硬さを比較しているのですが、レーザ処理をしてから FSP 処理をした材料は、表面から 700 ミクロン程度の深さで高い硬さが得られています。しかもこの深さまでは割と硬さの値が一定という状態の材料が得られています。これは複合化処理をした材料の断面を顕微鏡で見たところですが、母材の部分には大きい炭化物がごろごろしているのですが、複合化処理を行った部分の組織を見ると、超微細化された金属の組織が得られています。このように工具鋼に適用可能なナノ組織化手法を今回開発できたので、これを使えば工具鋼にとっては理想的な金属組織をつくることができます。この一連の技術につきましては、新規複合熱処理技術として既に特許出願を行っています。

●溶射超硬合金皮膜への FSP の適用

最後に、FSP による溶射超硬合金皮膜の改質技術について紹介します。超硬合金は切削工具などに広く利用されていますが、工具鋼と同様にレアメタルを多く使用する点に課題があります。また、超硬合金は一般的に適用できる製品の形状や大きさに制限があります。こうした問題に対しての方策として、超硬合金を溶射皮膜で使う方法があります。しかし、溶射皮膜はどうしても皮膜中に欠陥が存在し、あるいは基材との密着性に問題があるといった、いくつかの問題点を抱えています。そこで我々は、溶射超硬合金皮膜の適用範囲を拡大するため、FSP を用い



た皮膜の改質技術について検討しました。

これはタングステン・カーバイドとコバルトから成る溶射皮膜に FSP を行った時の写真で、板全体に溶射がかかっているのですが、一部分を FSP 処理したものです。これは処理を行った後の溶射皮膜の金属組織を TEM で観察した結果です。左側が FSP を行う前、右側が FSP 処理を行った後の試料です。ご覧のように FSP を行うことで、皮膜中の大きな欠陥がなくなるだけでなく、組織の微細化も進行しています。バインダ部は非常に小さな結晶粒で、100 nm くらいの大きさになっています。タングステン・カーバイドも当初より砕かれています。皮膜欠陥の除去と、組織の微細化に対し、ともに FSP は有効であるということです。結果として硬さを測ってみると、FSP を行うと非常に大きな硬度上昇が得られています。グラフの下側が FSP を行っていない溶射皮膜で、上側が FSP を行った超硬合金の溶射皮膜で、1.5 倍～2 倍程度の硬度上昇が見られます。

ご覧のように FSP は単に金属のバルク材の表面改質だけでなく、こうした溶射皮膜の改質にも有効であると考えております。本日は摩擦攪拌プロセスによる金属材料の表面改質について紹介させていただきました。