

# 摩擦攪拌表面改質による リサイクル CF 強化金属基複合材料の創製

岐阜大学 機械工学科

教授 植松 美彦

(2019 年度 一般研究開発助成 AF-2019008-B2)

キーワード：摩擦攪拌表面改質，リサイクル CF，金属基複合材料，表面硬化

## 1. 研究の目的と背景

環境問題の深刻化にともない、省エネルギー化のため機械構造材料には軽量、高強度かつリサイクル性に優れた材料が求められている。その中でアルミニウム (Al) 合金は代表的な軽量構造材料であり、機械構造への使用量が増加している。しかし Al 合金の絶対的な強度は、一般的には鋼材よりも低いため、ショットピーニング (SP) などの表面処理によって表面を硬化して利用することが多い。SP は比較的簡単な処理ではあるが、ショット材を用いるために利用環境に限られる。したがって Al 合金をより広範に利用するために、高強度化を目指した種々の表面改質手法が提案されている。本申請課題では、表面改質手法として摩擦攪拌改質 (FSP: Friction Stir Processing) を利用した摩擦攪拌表面改質 (FSSP: Friction Stir Surface Processing) を提案するものである。この手法は、回転ツールを材料に挿入したときに発生する強い塑性流動によって組織改質するものであるが、近年、塑性流動によって SiC 粒子などの強化粒子を同時に練り込むことで金属基複合材料化する手法も試みられている<sup>1),2)</sup>。

一方、省エネルギー化につながる軽量構造材料として炭素繊維強化複合材料 (CFRP) の利用も拡大している。しかし CFRP についてはそのリサイクル性が課題となっている。例えば、廃棄した CFRP の樹脂部を熱エネルギーとして回収しても、CF (Carbon Fiber) は残存して廃棄される。このような CF の有効利用法に対する目処は立っていない。

そこで本研究では、リサイクル CF を強化材とし<sup>2)</sup>、FSSP によって展伸 Al 合金 A5083 の表面を金属基複合材料化する

ることで高強度化することを試みた。

## 2. 実験方法

### 2・1 供試材料

供試材は、板厚 5 mm の展伸 Al 合金 A5083-O 材である。その化学成分と機械的性質を表 1 に示す。強化材として用いたリサイクル CF は、温度 500°C の窒素封入環境下で炭化させ、さらに 400 °C の焼成空気下で焼成する二段階熱処理を施したものである。A5083 板材には放電加工によって幅 2 mm、深さ 1 mm の溝を導入し、長さ 1 mm と 5 mm に切断した CF を 80 mg 充填した。CF が充填された溝上にエポキシ樹脂と硬化剤を塗布し、FSSP による材料攪拌時に CF が飛散しないよう固着した。

### 2・2 FSSP 条件

FSSP は 2 回にわけて行った。そのプロセスは、図 1 に模式的に示すように通常の FSP ツールが有する径 8 mm のプローブ先端部分のみを CF を充填した溝に沿って 0.4 mm 押し込んで回転させながら移動させ、溝に蓋をすることで CF を Al 内に封入した。次に、図 1 最下部の CF が封入された状態に対し、図 2 に示す渦溝ツールを利用して攪拌を行い、Al 基材内への CF の分散を行った。同ツールの渦巻き溝深さは 0.5 mm、シヨルダー直径  $\phi$  は 10 mm である。ツール挿入深さは 0.5 mm であり、前進角 3°、送り速度 100 mm/min、回転数 1000 rpm とした。

### 2・3 Multi-Pass FSSP

FSSP を施す際、CF を改質部全体により均一に分散させるために、同一のパスに対して複数回にわけて FSSP を施す Multi-Pass FSP も実施した。FSSP の条件を表 2 に示す。ここで、パス数が奇数の時の FSSP 進行方向に対し、パス数が偶数の場合は進行方向を逆としている。1 パス目の FSSP は全て、押込み量を 0.5 mm で統一した。また、2 パス目以降の条件は、最終パスの押込み量が 0.6 mm となる

表 2 マルチパス FSSP 条件.

Sample	Indentation depth (mm)
1Pass	0.5
4Pass	0.5→0.53→0.56→0.6
8Pass	0.5→0.52→0.54→0.55→0.56→0.57→0.58→0.6

表 1 供試材 (A5083-O) の化学組成と機械的性質.

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
0.13	0.23	0.02	0.63	4.63	0.12	0.01	0.01	Bal.
0.2% proof stress $\sigma_{0.2}$ [MPa]		Tensile strength $\sigma$ [MPa]		Elongation $d$ [%]		Vickers hardness $HV$		
136		311		26		85		

よう、徐々に押し込み深さを増やして FSSP を施した (表 2)。種々のパス数について検討したが、本報告では、1 パス材と、マルチパスのパス数が 8 の場合 (8 パス材) の結果を主として示す。

## 2・4 実験方法

組織観察はエメリー紙で 2000 番まで順次研磨を行い、バフ研磨によって鏡面に仕上げ、光学顕微鏡、もしくは走査型電子顕微鏡 (SEM) によって観察した。硬さ測定にはマイクロビッカース硬さ測定器を用い、試験荷重 0.98 N、保持時間 15 秒で測定した。疲労試験は島津製油圧 5t サー

ボ疲労試験機を用い、平板の 3 点曲げ疲労試験を行った。疲労試験片は、長手方向が FSP 方向と一致するように採取している。荷重波形は、周波数  $f=20$  Hz、応力比  $R=0.05$  の正弦波であり、室温大気中にて試験を行った。また摩擦試験は、自作摩擦試験機を用い、回転数 229 rpm、試験半径 1.5 mm、室温大気中で行った。

## 3. 実験結果および考察

### 3・1 組織様相

組織様相については、代表的な例として 1 パス材および 8 パス材の横断面様相を図 3、4 にそれぞれ示す。1 パス材については図 3 上図が巨視的な様相であり、表面から深さ約 0.6 mm 程度の領域が FSSP によって組織改質されていることが判明した。この領域では、材料の動的再結晶により、結晶粒が微細化していることが確認された。図 3 (a)、(b) に攪拌部の拡大図を示すが、同図より攪拌部 (Stir Zone: SZ) では CF が分散しているが、均一な分布ではないことがわかる。また、図 3 (c) で示すように 1 パスでは攪拌が十分でないため、空洞状の欠陥が表面下に残存していることが確認された。一方 8 パス材では、図 4 上図で示すように深さ 1.2mm までが攪拌されており、改質深さが 1 パス材よりも深くなった。また、図 4 (a)、(b)、(c) では、1 パス材よりも均一に CF が分散されていることがわかる。また、図 4 (d) は攪拌部をさらに拡大したものであるが、CF が Al 中に均一に分散していることがわかる。このようにパス数を増加させることで、空洞状欠陥を除去するとともに、CF の分散を均一化させることに成功した。

### 3・2 ビッカース硬さの向上

図 5 (a)、(b) にそれぞれ、1 パス材と 8 パス材の攪拌部において、表面から 0.1mm、0.2mm の深さで測定した硬さ分布を示す。同図には母材硬さを実線で示すとともに、CF を利用していない単純な FSSP 材 (1 パス) の硬さも併記している。リサイクル CF を用いていない FSSP 材の硬さは 90~100 HV 程度である。1 パス材では SZ 中央部にピーク硬さが存在しているが、組織観察の結果これは凝集した CF にビッカース圧痕が打たれたためであり、CF 分散の不均一性に起因している。しかし 8 パス材では、CF の分布が均一化するため、SZ 全体でほぼ同程度の硬さとなっている。また硬さは母材よりも向上しているが、CF を用いていない FSSP 材とほぼ同程度となった。これは硬さが向上するほどは CF 密度が十分でないためと考えられ、さら

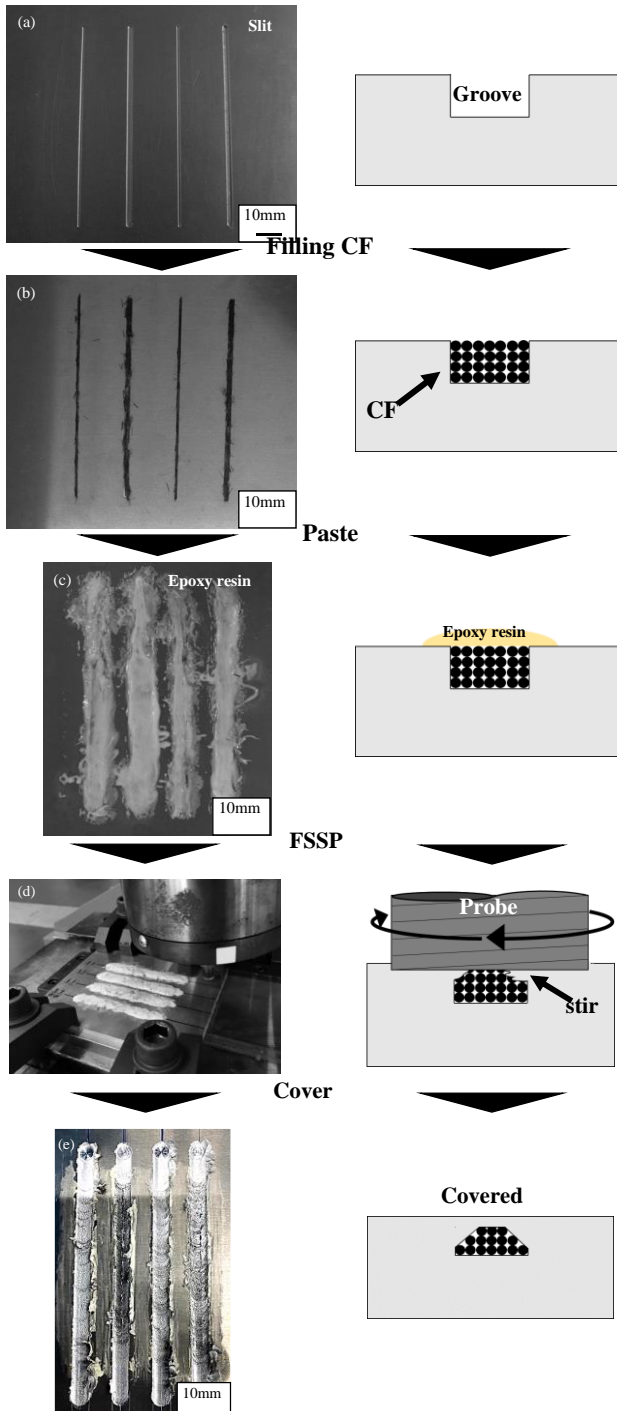


図 1 CF 封入模式図.

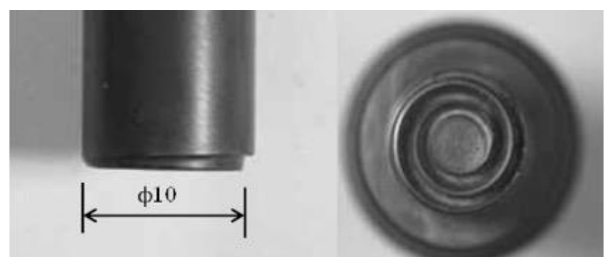


図 2 FSSP 用渦溝ツール.

に硬さを向上させるには充填密度を増す必要がある。その手法については今後の検討課題である。

### 3・3 疲労試験結果

図6にFSSP材(CF無し)と8パス材の曲げ疲労試験結果を示す。まずCF無しのFSSP材については、図5で示したようにFSSPによって表面硬さが向上しているにもかかわらず、母材とFSP材は同程度の疲労強度となった。これ

は曲げ疲労試験における負荷応力が比較的高く、表面で塑性変形が生じたためである。1パス材については、母材、FSSP材よりも大きく強度が低下した。これは、図3で示したように1パス材の表面下に空洞状欠陥が存在し、この欠陥が疲労き裂の発起点となるためである。一方8パス材は、CFの分布が均一化し、空洞状欠陥も消失するため1パス材に比べて疲労強度は大幅に向上した。しかし母

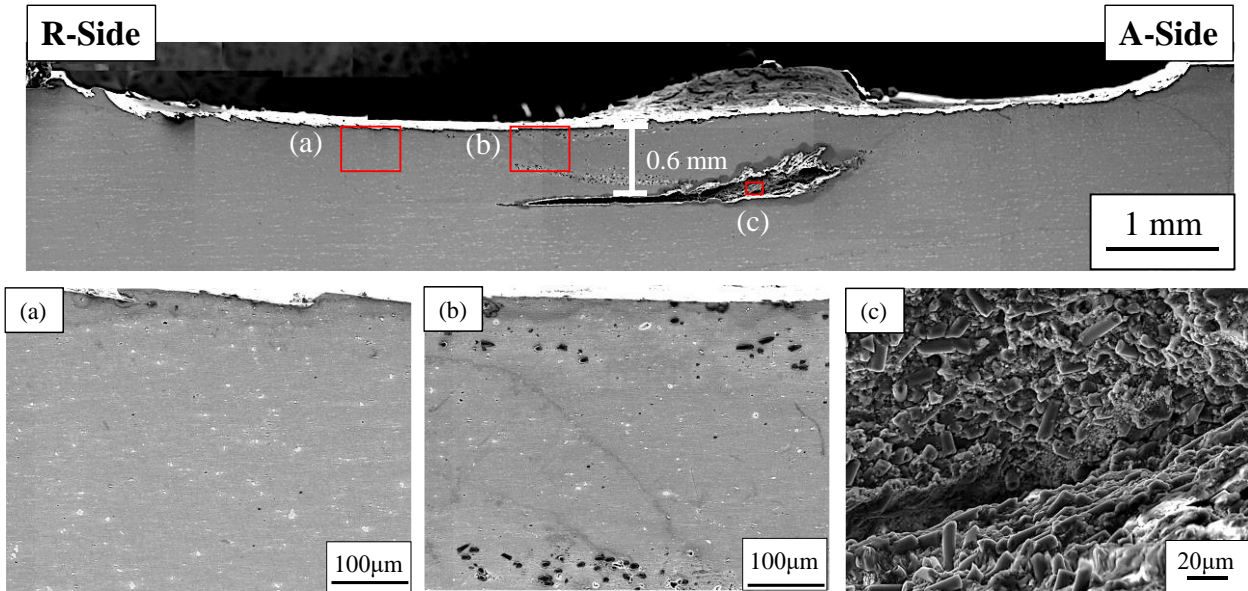


図3 1パス材の断面組織様相。

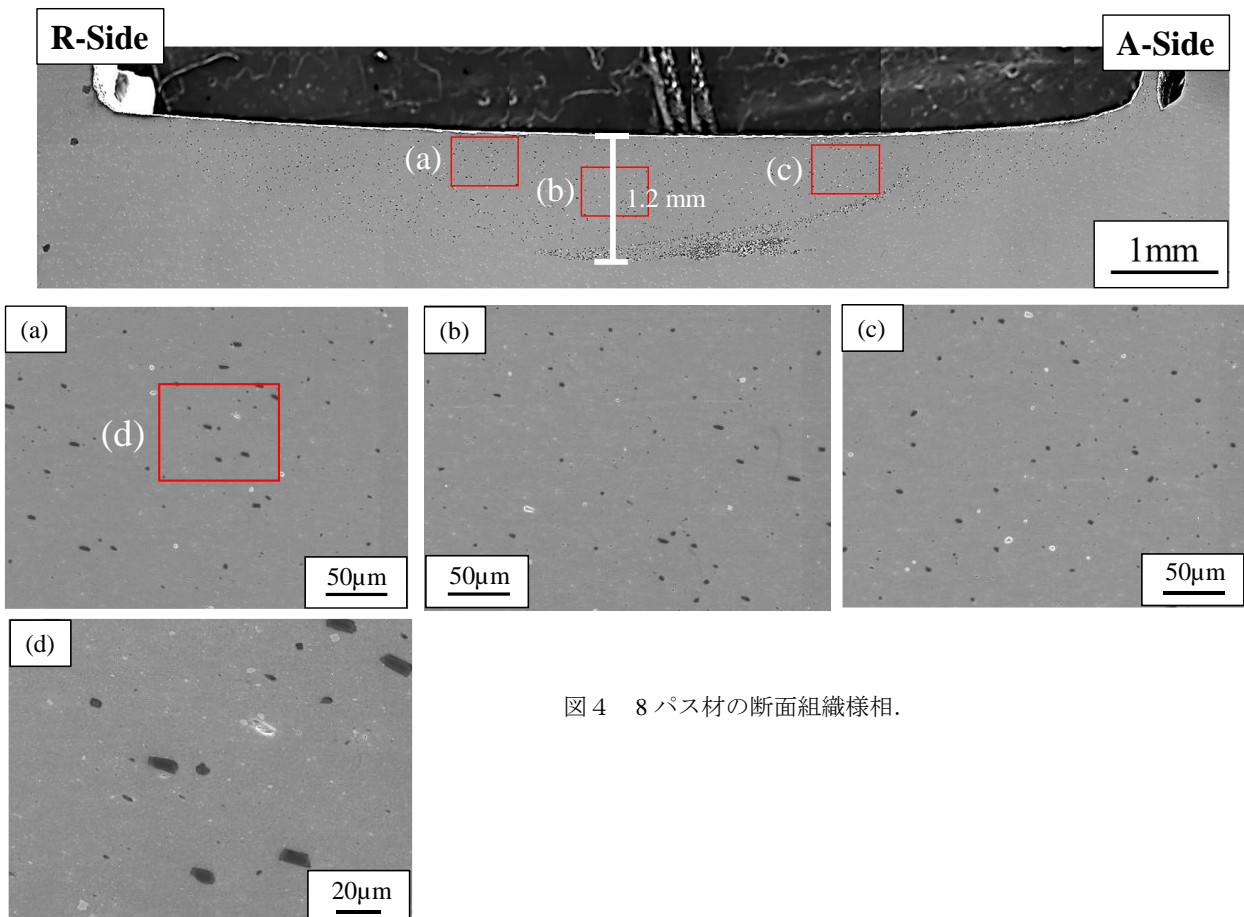


図4 8パス材の断面組織様相。

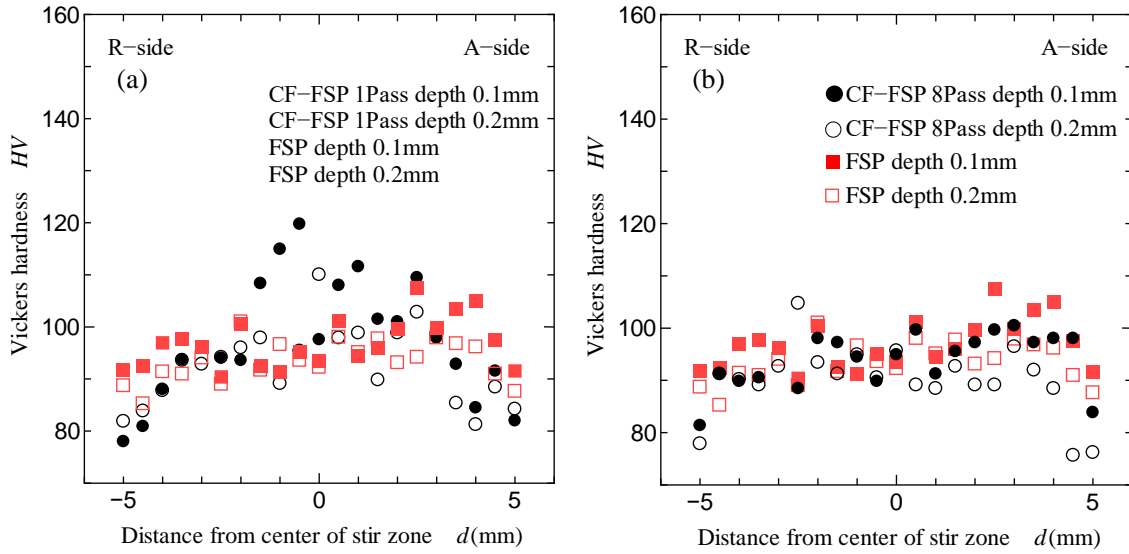


図5 ビッカース硬さ分布, (a) 1パス材, (b) 8パス材.

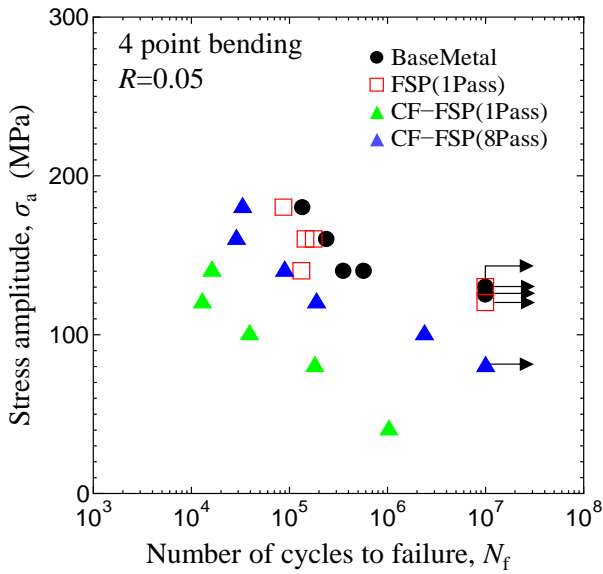


図6 S-N 曲線.

材, FSSP 材よりも若干低強度となった. 破面観察から, 図4で示した塑性流動域と非流動域の境界にリサイクルCFの凝集(クラスター)が発生しているのが認められ, 疲労き裂の発生起点となったためと考えられる.

### 3・4 摩耗試験結果

図7は母材, FSSP材(CF無し)および8パス材の摩耗試験の結果を示す. それぞれの試料について3回試験を行って平均値を取得したところ, 摩擦係数は母材, FSSP材, 8パス材でそれぞれ0.511, 0.543, 0.500となった. 差はわずかであるが, CFの添加により摩擦係数が減少することが判明した.

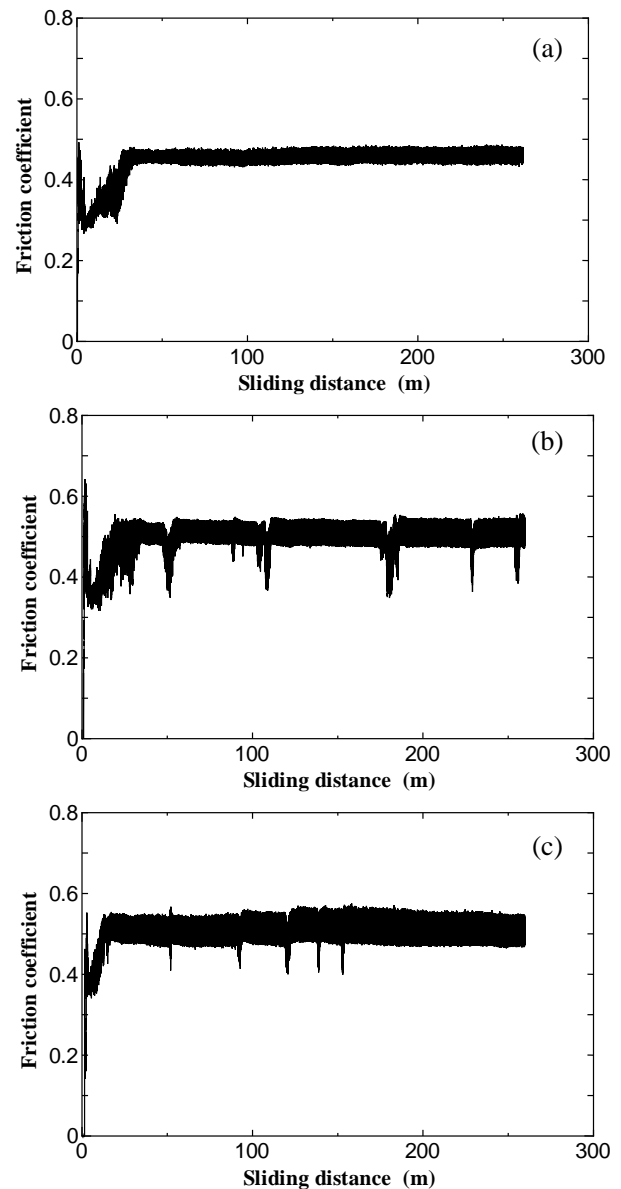


図7 摩擦係数と摩耗距離の関係; (a) 母材, (b) 1パス材, (c) 8パス材.

#### 4. 結び

本研究では、摩擦攪拌表面改質 (FSSP) によって展伸 Al 合金 A5083-0 材中にリサイクル CF を強化材として分散させ、強度向上を試みた。FSSP についてはパス数を変更し、主に 1 パス材と 8 パス材での相違について検討した。その結果、FSSP によって母材中に CF を分散させることに成功したが、パス数が 1 回では塑性流動が十分ではなく、空洞状欠陥が形成されるとともに、CF の分布にも不均一性が認められた。パス数を増加させた 8 パス材では、塑性流動が十分となり、1 パス材で存在していた空洞状欠陥が消失するとともに、CF の分布も均一化した。ビッカース硬さは改質によって向上したが、CF 添加の有無による相違は認められなかった。これは CF の充填量が十分でないためであり、充填量の増加については今後の検討課題である。また、疲労強度は 1 パス材よりも 8 パス材で高強度となり、パス数の増加が疲労強度向上に有効であることを示した。しかし、CF を充填していない FSSP 材よりも低疲労強度となり、その主因は一部で CF の凝集 (クラスター)

が発生していることであると判明した。摩耗特性については、CF 添加によって摩擦係数を減少させることに成功した。

#### 謝 辞

本研究を遂行するにあたり、2019 年度の公益財団法人天田財団による研究助成を受けた。ここに記して謝意を表する。

#### 参考文献

- 1) H. Izadia, A. Nolting, C. Munro, D.P. Bishop, K.P. Plucknett, A.P.Gerlich: Journal of Materials Processing Technology 213 (2013), 1900.
- 2) R. Beygi, M. Zarezadeh Mehrizi, G. Eisaabadi B: Journal of Materials Engineering and Performance 26 (2017), 1455.
- 3) A. Afrinaldi, T. Kakiuchi, S. Nakagawa, H. Moritomi, K. Kumabe, A. Nakai, A. Ohtani, Y. Mizutani, Y. Uematsu: Materials Transactions 59 (2018), 475.