

摩擦攪拌成形 (FSF) を用いたチタン合金と光ファイバの 機械的接合による新規スマート複合材料開発の試み

国士舘大学 理工学部理工学科機械工学系
准教授 Mofidi Tabatabaei Hamed

(2019 年度 奨励研究助成 (若手研究者枠) AF-2019044-C2)

キーワード：摩擦攪拌成形，機械的接合，新機能複合材料

1. 研究の背景と目的

ファイブラッググレーティング (FBG) センサの開発は、航空機のスマートパーツの軽量化とインテリジェントな航空管制を実現するために不可欠である。FBG センサの開発では、部品の基材に光ファイバセンサ (FOS) を埋め込む技術が必要となるが、チタン系材料のような高融点合金に繊維を欠陥なく埋め込むことは困難である。世界中の航空会社が航空機の保守、修理、およびオーバーホールに費やす金額は、2015 年には約 500 億ドルであり、2020 年には 6250 億ドルに増加すると予想されていた¹⁾。航空機システムがより複雑で高性能になるにつれ航空機の軽量化と低燃費化のニーズは継続的に高まり、それに伴って航空機の品質、信頼性およびヘルスモニタリングシステムの予測能力を向上させる革新的技術の開発が重要となった。FBG センサは光の反射波長のずれを介して変形、歪み、圧力および温度などの異なるパラメータを同時に測定する能力を有する、非常に魅力的な特殊タイプの FOS であり、非常に正確な測定や構造物の内部状態の監視への応用が期待されている。FBG センサの研究としては、航空機のフレーム、風車の羽根、高性能自動車などに使用されている炭素繊維強化複合材料などの複合材料内部に光ファイバを埋め込む研究が多く、金属への FOS の埋め込みに関する研究は極めて少ない。チタンのような高融点金属はセンサを過酷な環境から保護することができるが、金属への埋め込み工程中には厳しい条件が存在し、キャストイングやホットプレスのような方法も容易に使用することはできない。

Ti-4.5Al-3V-2Mo-2Fe (商品名 SP-700)²⁾ は、航空宇宙産業用に開発された微細構造を持つβリッチな超塑性チタン合金であり、加工性に優れ、超塑性特性を持つため、複雑な航空機・航空宇宙用部品の成形に適している。フォイルゲージに基づく従来法は、電気接点によって生じる故障に対処するために冗長性を必要とするため、金属の内部で正常状態の監視を実行することはできない。従来の技術においては通常、埋め込みプロセスによるダメージを防ぐため、FOS は金属コーティングされている。さらに、金属保護コーティングの材料と多孔度は、埋め込まれる繊維の接着に影響し、滑りやコーティングの剥離を引き起こし、それを堆積技術を使用して解決しようとする、FOS を保護するために大きな金属コーティング (2 mm) が必要となるとい

う課題が残されている³⁾。別法として超音波溶接が知られているが、プロセスの温度が低いためセンサの用途が制限される⁴⁾。真空ろう付け技術は FOS を用いた操作にある程度の柔軟性を与えるが、真空チャンバーを必要とするため複雑で高価である⁵⁾。また、セレクトィブレーザー溶融 (SLM) も FOS を埋め込む方法として有望であるが、金属用の 3D プリンタは高価で入手しやすいものではない。近頃、摩擦攪拌接合 (FSW)⁶⁾ の原理を用いた金属の新しい成形方法として、「摩擦攪拌成形 (Friction Stir Forming; FSF)」⁷⁾ が異種材接合分野で注目を集めている⁸⁾。本法の開発者である国士舘大学の西原公教授は Fig. 1 に示すように、被加工材を金型の上に置いて、被加工材裏面に摩擦攪拌を施すことで、金型形状を被加工材に転写することを提案した。本研究では、この FSF を用いることでチタン合金と光ファイバを機械的に接合させる新規の異種材接合手法を提案するが、これは前述の要求を効果的に満たすものである。本研究は、FSF を用いて光ファイバをその特性を損なうことなくチタン合金内部に埋め込んだ、新規機能を持つ複合材料の開発についての実験的検討を目的とする。この新規複合材料をスマート構造の基礎材料として導入することにより、ホストチタンの内部状態 (温度と歪み) を検出するためのセンサとして機能することが期待できる。これにより、光ファイバの適用範囲は航空機用途に限定されず、回転機械、車両構造、およびリアルタイムの状態監視システムを必要とする航空宇宙産業や人工知能システムにおける用途にまで拡大することが期待される。

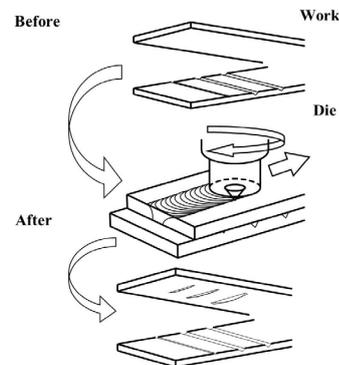


Fig. 1 Schematic Drawing of FSF⁷⁾.

2. 研究方法

2.1 FSFの実施

Fig. 2 に示すようにガイドスリットをチタン合金板に設け、そこに光ファイバを配置し、チタン合金の表面にFSFを行う。スリット内で材料の塑性流動が起こり、チタン合金内部に光ファイバが機械的に接合される。これによって得られるチタンに埋め込まれたファイバセンサは、非常に高温かつ過酷な環境で確実に動作できることが期待できる。

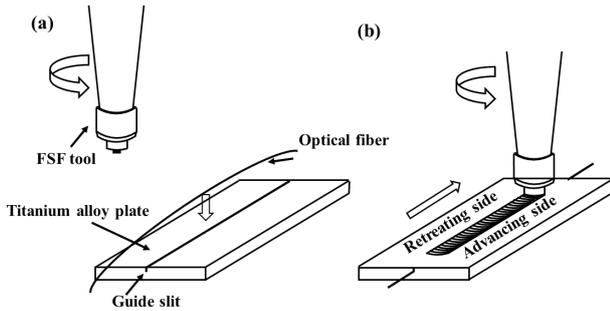


Fig. 2 Schematic of the experimental procedure for embedding optical fiber inside titanium alloy. (Slit width: 0.5~1 mm, slit depth: 1.7 mm)

本実験ではThorlabsのコア径200~600 μ mの光ファイバ(UM22-200~600)を使用し、供試材には厚さ2mmから3mmのSP-700チタン合金およびTi-6Al-4Vチタン合金を用いた。FSFツールは、Fig. 3の外形状図に示した ϕd をショルダ径として、 $\phi 8$ mm, $\phi 10$ mm, $\phi 12$ mm, $\phi 15$ mmの4種類のツールを使用した。

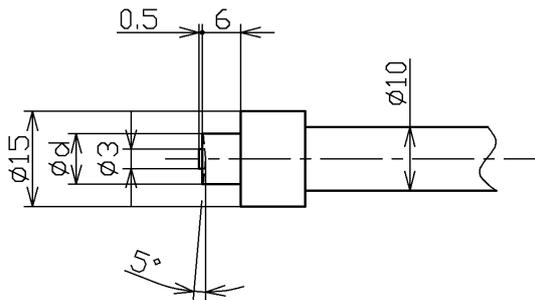


Fig. 3 Dimension of the FSF tool.

2.2 FSFによるインターロックの形成

チタン合金のような高強度合金の摩擦攪拌プロセスを行う際に課題となるのはFSFツールの寿命である。本実験では3種類の材質(タングステンカーバイドの超硬ツール, TZMツール, 純タンスステンツール)を用い、それぞれの耐摩耗性を観察しながら最も本実験に適した純タンスステンツールを選択してFSF実験を行った。Table 1に実験のプロセスパラメータを示し、Fig. 4に実際に行ったFSF

後の供試材を示す。プローブ中心をスリットの真上に設置しFSFを行うと、光ファイバが入熱の影響で脆くなり、折れてしまうケースがほとんどであった。これまでの研究結果より、摩擦攪拌時には材料が前進側(advancing side)と比べ、後退側(retreating side)の方に流動することが明らかになっているため、本実験ではプローブ中心をスリットの中心から2 mm ずらし、前進側にオフセットしながらFSFを行った。

Table 1 Process parameters of FSF

Rotation speed [rpm]	Travel speed [mm/min]	Plunge depth [mm]	Tilt angle [°]
440~1750	25~800	0.8~1.4	3

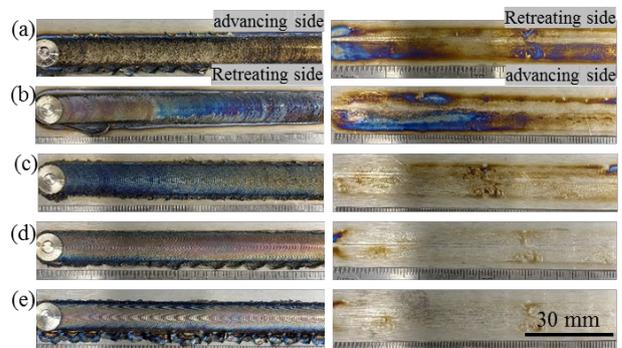


Fig. 4 Appearance of friction stir formed SP-700 titanium alloy showing surface and back side condition for travel speeds of (a) 50 mm/min (b) 100 mm/min (c) 200 mm/min (d) 400 mm/min (e) 800 mm/min (rotation speed is set to 1240 rpm)

回転数を固定し、ツールの送り速度を変化させたFSF後の表面(Fig. 4写真左)を比較すると、色が変わっていることがわかる。これは送り速度によって入熱が変化するためであると考えられる。また裏面の写真(右)からわかるように、送り速度が速くなると入熱が低下し、特に速度200および400 mm/minでは、摩擦熱が供試材の裏まで伝わっていないことが確認できる。しかし、断面組織観察の結果によると、送り速度の早いパラメータにおいても材料がスリット内に十分充満していることが確認できた。FSF中の材料流動には入熱の他、圧力も関係していると考えられ、送り速度が早いと圧力が上昇し、材料流動が影響を受けると思われる。また、送り速度が低い50 mm/minあるいは早い800 mm/minの時にバリが発生しやすく、表面が粗くなっていることが確認できる。

Fig. 5に送り速度が低い条件の断面組織観察の結果を示す。送り速度が低下し入熱が上昇するため、軟化する材料体積が増え、空洞の部分が減少していることが確認できる。Fig. 6(left)は、入熱を上昇させるために、回転数

を高くした場合の断面写真である。材料の流動によってスリットが完全に充填されていることが確認できる。しかし、入熱をさらに上昇させるためショルダ径を大きくした結果、光ファイバが破損したことが確認できた (Fig. 6 (right))。これは光ファイバが熱の影響を受け脆くなったためであると考えられる。

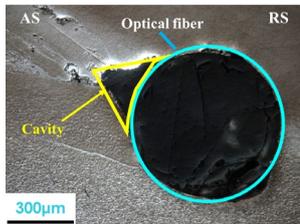


Fig. 5 Cross-section after FSF showing interlocked fiber within titanium (Shoulder diameter: 10 mm, rotation speed 1750 rpm, travel speed: 25 mm/min, plunge depth: 0.8 mm)

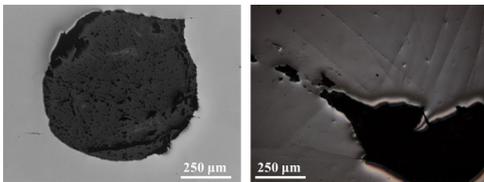


Fig. 6 Cross-section after FSF (left) Shoulder diameter of 10 mm, (right) Shoulder diameter of 15 mm. (rotation speed: 1750 rpm, travel speed: 25 mm/min, plunge depth: 0.8 mm)

3. 研究結果および考察

3.1 SEMによる組織観察

FSFを行った後の断面マクロ写真を Fig. 7 に示す。FSFによってチタンが軟化され、スリットに流動していることが確認できる。Fig. 7 (b)に示されているようにチタン合金の流れが不十分なため、空洞が発生していることが確認できるが、これは入熱が不十分であるためであると考えられる。

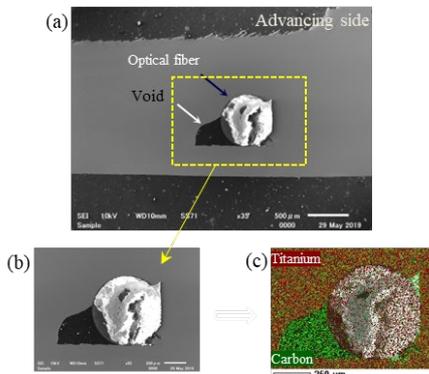


Fig. 7 SEM photos of mechanical interlocked optical fiber after FSF showing (a) cross-section perpendicular to the direction of processing, (b) interlocked fiber within titanium, (c) map analysis showing that titanium has not filled the slit.

また、今回チタン合金に破損なく埋め込むことができたと考えられた光ファイバにおいて、供試材に埋め込まれているファイバにレーザーを照射したところ、入射光と出射光を確認できたが、光ファイバ損失の詳細については今後調査する必要がある。

Fig. 8 に FSF 後の断面組織観察を行った結果を示す。攪拌部において結晶粒が微細化していることがわかる。走査型電子顕微鏡により結晶を観察し、攪拌の影響を受けていない部分 (Fig. 8 (a)) の平均結晶粒 $2\mu\text{m}$ が攪拌部 (Fig. 8 (c)) においては $0.8\mu\text{m}$ まで微細化している結果が確認できた。またスリットの中に流れ込んでいる材料の結晶状態を Fig. 8 (d) に示す。Fig. 8 (d) においては結晶粒が細かくなっていることから、Fig. 8 (b) に示した熱機械的影響部 (TMAZ) の一部が溝に流れ込んでいる可能性が十分あると考えられる。

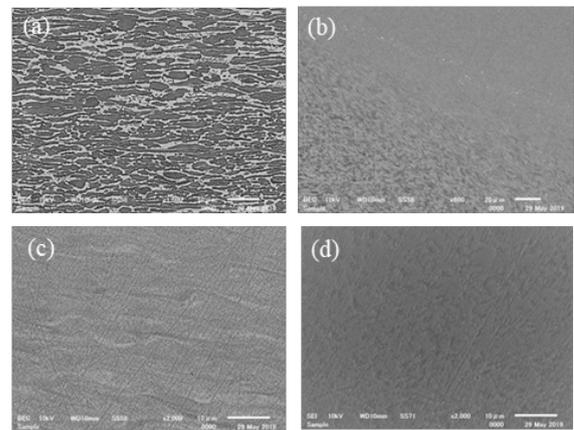


Fig. 8 SEM photo showing (a) un-affected zone, (b) Thermo-mechanically affected zone (TMAZ), (c) Stir zone and (d) plastically deformed and flowed material.

3.2 摩擦攪拌成形後の機械的性質の評価

3.2.1 光ファイバ周辺の材料流動および硬さ分布

ここまで述べてきたように、本研究ではツールショルダ径を変更してFSFを行い、材料流動について調査した。FSF時のプロセスパラメータによって、温度が安定しなかったため、FSF後に4つの部分で供試材を切断し、金属顕微鏡による断面組織観察を行った。Fig. 9の①から確認できるように、光ファイバは破損することなく存在しているが、空洞が見られ、材料が光ファイバの周りで完全に流動していないことがわかった。また、プロセスのスタート直後では入熱が安定していないため、入熱不足により材料の流れが不十分で、スリットが残されていた。さらに、硬さ試験を行った結果、光ファイバ近くの攪拌部の硬さ値が母材よりも大きく上昇していること、また光ファイバ近くの母材の硬さ値は元の母材の硬さと同等であることが確認できた。この結果により、攪拌部はスリット内で流動していると言え、攪拌部以外はFSF時の熱の影響を受けていないことがわかる。Fig. 9の②~④では材料の流れ

が均一であることが確認でき、硬さ値についても大きな変化がないことが確認できる。これはプロセス中の入熱が安定しているためであると考えられる。しかし、送り速度が 50 mm/min 以下および 800 mm/min 以上ではプロセス中に温度が不安定となり、材料流動が不均質となる結果も確認された。また、Fig. 10 はツールショルダ径 8 mm のものを FSF 実験に用いた時のファイバ周辺の硬さ値を示す写真であり、ツールショルダ径 10 mm の時と比較すると大きな変化はみられなかった。ただし、ショルダ径が小さくなると熱機械的影響部 (TMAZ) および熱影響部 (HAZ) の領域が小さくなり、ショルダ下の組織の変化が少なくなることが確認された。

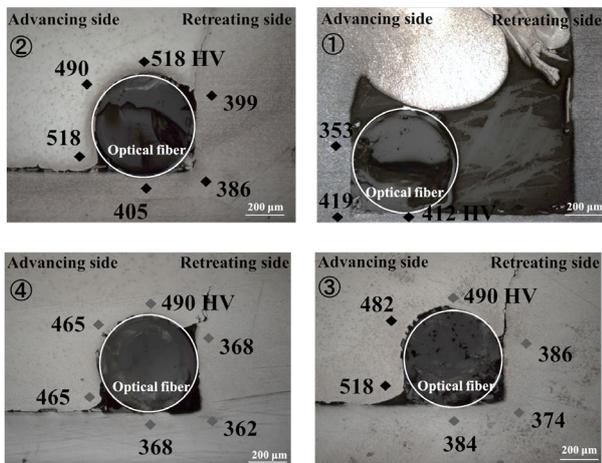


Fig. 9 Cross section of embedded fiber for ① starting region, ② and ③ middle region, ④ finishing region (Tool shoulder diameter: 10 mm)

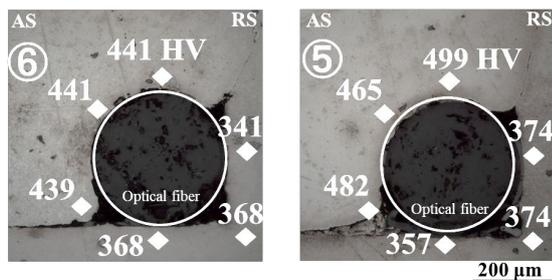


Fig. 10 cross section observation of embedded fiber within the middle zone (Tool shoulder diameter: 8 mm)

3.2.2 FSF 後の引張強度の評価

幅 1.0 mm、深さ 1.7 mm のスリット内部に光ファイバを設置して FSF を行う実験においては、材料の流動不足により、特に送り方向に対する直角方向の引張強度が低下する可能性が考えられる。そのため、ツールのプロセスパラメータを変化させた FSF 後の送り方向に対して直角な引張試験片を作成し、引張試験を行った。引張試験片の作成には ASTM E 646-98 を参考にした。その結果を Fig. 11 に示す。すべてのパラメータにおいて母材の強度より低い強度

(母材の 67%から 55%) が得られ、Fig. 12 から確認できるように、ガイドスリットの部分から破断されていた。これはマルチパスを行うことにより改善できると考えられるが、今後さらに調査する必要がある。また、Fig. 12 (right) に示すように、FSF ツールが入熱量の大きいパラメータにおいて破損し、プローブ部分が摩耗することがわかった。

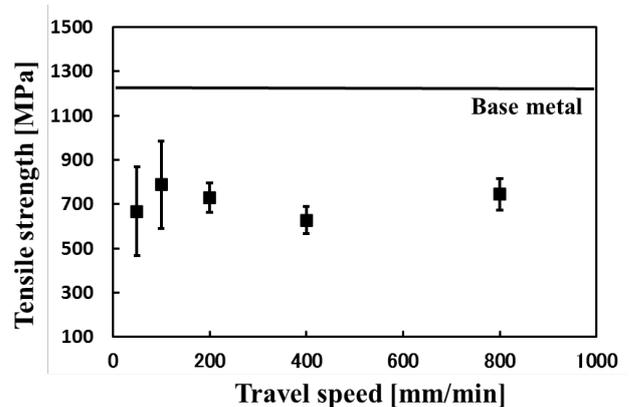


Fig. 11 Relation between tensile strength and FSF tool travel speed (Perpendicular to the direction of processing)

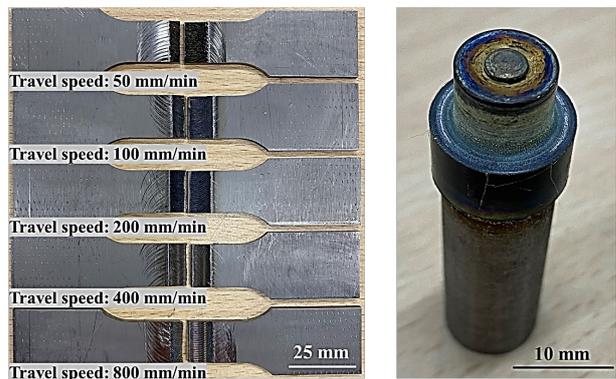


Fig. 12 Tensile tested specimens (left) and tungsten tool after FSF (right)

Fig. 13 に引張強さとツール回転数の関係 (FSF プロセス方向に対し垂直の引張試験結果) を示す。グラフから確認できるように、回転数が上昇すると引張強さが上昇している傾向がみられた。これは FSF 中の入熱と関係していると考えられる。回転数が低いと材料の流動が不十分でスリットの空洞が残ってしまい、それが引張強度の低下につながると思われる。

Fig. 14 に引張強さとツールの送り速度の関係 (FSF プロセス方向に対し平行の引張試験結果) を示す。Fig. 11 のプロセス方向に垂直の引張試験結果と比較すると、引張強さが大きく上昇していることがわかる。送り速度の違いによる強度変化には、スリット内の材料の塑性流動および

FSF 中のプローブ部の攪拌による攪拌部の結晶粒微細化が関係していると考えられる。また、Ti-6Al-4V チタン合金の FSF 後の引張試験において、SP-700 合金より比較的低い引張強度が得られた。これは材料の塑性流動が不十分であり、SP700 チタン合金と比較して、スリット内への材料の流れが不足していたためであると考えられる。

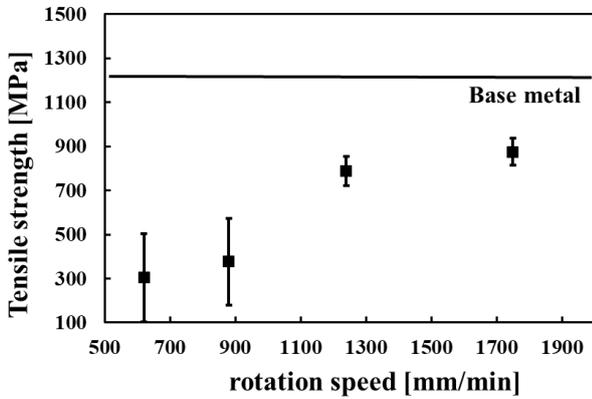


Fig. 13 Relation between tensile strength and FSF tool rotation speed (Perpendicular to the direction of processing)

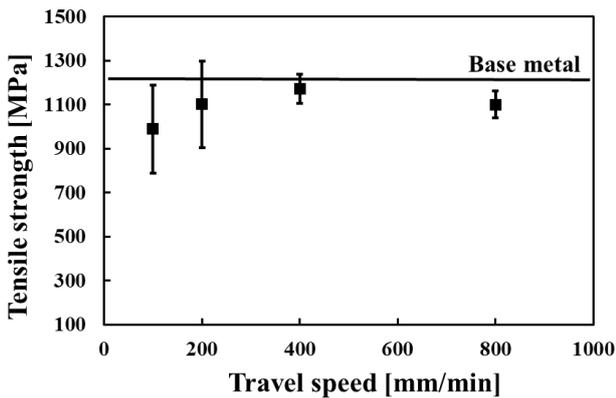


Fig. 14 Relation between tensile strength and FSF tool travel speed (Parallel to the direction of processing)

3. 2. 3 FSF 後の断面の硬度分布

Fig. 15 に送り速度別の断面硬さ分布を示す。送り速度の違いによって入熱が変化し、表面の結晶粒のサイズに影響を及ぼし、これが硬さ値の変化として現れると考えられる（ホール・ペッチの関係で結晶粒が微細化することによって硬さ値が上昇することが知られている⁹⁻¹⁰⁾）。また、Fig. 16 に回転数別の断面硬さ分布を示す。グラフから確認できるように、低い回転数において攪拌不足による硬さ値の変化はみられなかった。回転数が 1240 rpm では結晶粒が微細化することによって硬さ値が上昇する結果となり、回転数 1750 rpm では入熱が上昇することによって結晶粒が粗大化したと考えられ、硬さ値が回転数 1240 rpm より低下する結果となったと思われる。

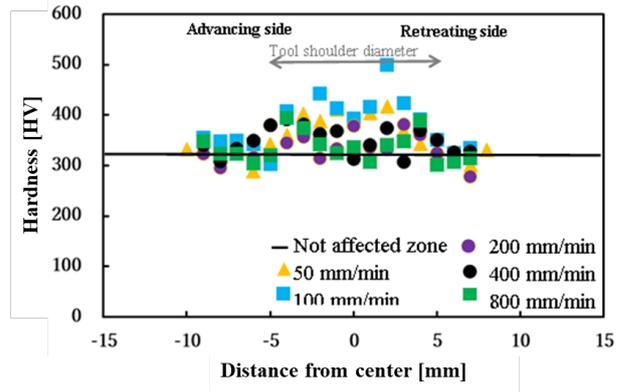


Fig. 15 Hardness distribution of cross section after FSF for different travel speeds (0.5 mm under surface)

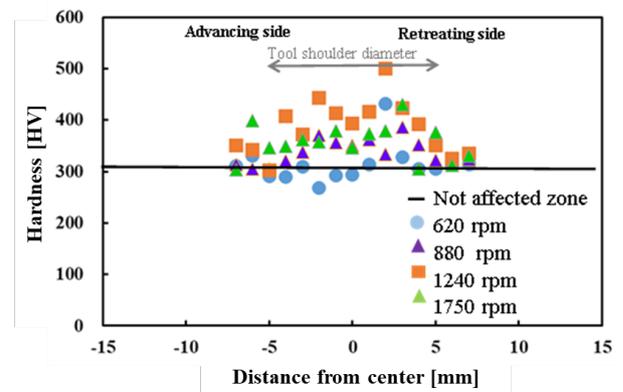


Fig. 16 Hardness distribution of cross section after FSF for different rotation speeds (0.5 mm under surface)

Fig. 17 に表面からの距離別の硬さ値を示す。表面に近づくほど、硬さ値が上昇する傾向がみられ、これは組織写真から確認できるように攪拌による結晶粒微細化の差と関係していると考えられる。

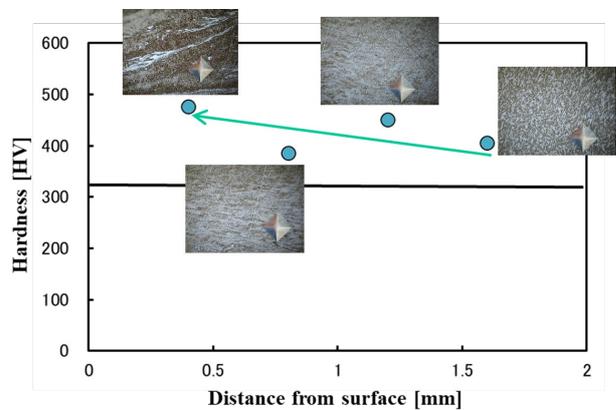


Fig. 17 Hardness distribution for different distances from surface (1240 rpm 100 mm/min)

3.2.4 FSF 時の温度測定

本実験ではkタイプの熱電対を供試材のスリット(深さ1.7mmの部分)に直接設置し、FSF時の材料内部の温度測定ができるシステムを作成して温度測定を試みたが、結果のバラツキが大きく、パラメータの変更による正確な温度変化を測定することはできなかった。SP-700チタン合金の超塑性発現温度は1050K付近であり²⁾、回転数1240rpm、送り速度50mm/minの時の最大温度は512℃と測定されたが、最高温度がチタン合金の超塑性現象を示す温度を満たしていない。FSF時のプロセスパラメータの変化によって入熱量を変化させれば、プロセス中の温度の制御、またそれによる材料流動および組織の制御は可能であると考えられるが、温度測定に関するさらなる調査が必要である。

4. 結言

本研究ではFSFによる光ファイバとチタン合金の機械的接合方法を提案し、新機能複合合金の形成の可能性を実験的に調べた。本研究での課題は、FSFのプロセスパラメータによって材料の流れが不十分であるケース、また入熱量が多く光ファイバが破損してしまうケースがみられたことであった。今後、FSF時の材料の温度分布を正確に測定できるシステムの開発が必要とされるが、FSFによるチタン合金と光ファイバの機械的接合によるスマートマテリアル開発の可能性が示された。また、FSFプロセスパラメータとチタン合金の機械的性質の関係についても検討し、以下の知見が得られた。

1) チタン合金の表面状態、組織および機械的性質がプロセスパラメータに依存していることが明らかとなり、送り速度は50mm/min以下および800mm/min以上ではプロセス中に温度が不安定となり、材料流動が不均質となる結果が確認された。

2) 硬さ試験を行った結果、光ファイバ近くの攪拌部の硬さ値が母材よりも大きく上昇していること、また光ファイバ近くの母材の硬さ値が元の母材の硬さ値と同等であることが確認できた。この結果により、攪拌部はスリット内で流動していると言え、攪拌部以外はFSF時の熱の影響を受けないことがわかった。

3) ツールの送り方向に関する引張試験結果により、すべてのパラメータにおいて母材の強度より低い強度(母材の67%から55%)が得られた。

4) 送り速度の変化による強度の大きな変化はみられなかったが、回転数が低下することにより強度が低下する傾向が確認できた。これは材料の結晶粒微細化に関係していると考えられる。

5) マルチパスを行うことにより、材料流動の不足による強度の低下に関する課題点を改善できると考えられるが、今後さらに調査する必要がある。

6) 高い送り速度における材料流動の結果により、入熱の影響以外に、FSF時の圧力および超塑性チタン合金の速度依存性も材料流動に影響していることが考えられ、プロ

セス中に超塑性が生じている可能性が考えられる。

7) 純タングステンのFSFツールが入熱量の大きいパラメータにおいて破損し、特にプローブ部分が摩耗したことから、チタン合金のFSF時のツール材質の検討が必要であると考えられる。

謝辞

本研究は天田財団「2019年度奨励研究助成」(若手研究者枠)(AF-2019044-C2)により行われたことを記し、感謝の意を表します。

参考文献

- 1) The Ohio State University, Rajendra Singh, 614.292.9044.
- 2) A. Ogawa, M. Niikura, C. Ouchi, K. Minikawa, and M. Yamada, "Development and Applications of Titanium Alloy SP-700 with High Formability," *Journal of Testing and Evaluation* 24, no. 2 (1996): 100-109.
- 3) X. Li, "Embedded Sensors in Layered Manufacturing," PhD, Mechanical Engineering, Stanford University, 2001.
- 4) Y. Li, W. Liu, Y. Feng, and H. Zhang, "Ultrasonic embedding of nickel-coated fiber Bragg grating in aluminum and associated sensing characteristics," *Opt. Fiber Technol.*, vol. 18, no. 1, pp. 7-13, 2012.
- 5) S. Sandlin, T. Kosonen, A. Hokkanen, L. Heikinheimo, Use of brazing technique for manufacturing of high temperature fibre optical temperature and displacement transducer, *Materials Science and Technology*, Vol. 23, Iss. 10, 2007.
- 6) W.M. Thomas et al. "Friction Stir Welding", International Patent Application No. PCT/GB92/02203.
- 7) T. Nishihara, "Development of Friction Stir Forming", *Mater. Sci. Forum*, 426-432 (2003) 2971-2978.
- 8) H. M. Tabatabaei et al., "Friction Stir Forming for Mechanical Interlocking of Ultra-Thin Stainless Steel Strands and Aluminum Alloys", *Defect and Diffusion Forum*, 382, pp.114-119, 2018.
- 9) Hall E.O., "The deformation and ageing of mild steel: III Discussion of results," *Proceedings of the Physical Society* 64 (1951) 747-753.
- 10) Petch N.J., "The cleavage strength of polycrystals," *J. Iron and Steel Inst.* 174 (1953) 25-28.