



Title	摩擦攪拌プロセスによる鋳鉄の表面硬化法の開発とそのメカニズムの解明
Author(s)	今川, 浩一
Citation	大阪大学, 2013, 博士論文
Version Type	VoR
URL	<a href="https://hdl.handle.net/11094/27537">https://hdl.handle.net/11094/27537</a>
rights	
Note	

*The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA*

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

博士学位論文

摩擦攪拌プロセスによる  
鋳鉄の表面硬化法の開発とそのメカニズムの解明

今川浩一

2012年12月

大阪大学大学院工学研究科

博士学位論文

摩擦攪拌プロセスによる  
鋳鉄の表面硬化法の開発とそのメカニズムの解明

今川浩一

2012年12月

大阪大学大学院工学研究科

# 目次

## 第 1 章 序論

1.1 本研究の目的	1
1.2 本論文の構成	3
第 1 章 参考文献	5

## 第 2 章 研究背景

2.1 鋳鉄の特性	7
2.1.1 黒鉛形状	8
2.1.2 機械的性質	11
2.1.3 焼入硬化性	13
2.2 摩擦攪拌プロセスおよび摩擦攪拌接合の原理	15
2.2.1 摩擦攪拌接合	15
2.2.2 摩擦攪拌プロセス	18
2.2.3 プロセス条件	19
2.3 摩擦攪拌接合および摩擦攪拌プロセスの現状	20
2.3.1 鉄鋼材料の摩擦攪拌接合	20
2.3.2 鉄鋼材料の摩擦攪拌プロセス	20
2.3.3 摩擦攪拌粉末プロセス	21
第 2 章 参考文献	22

## 第 3 章 摩擦攪拌プロセスによるパーライト系鋳鉄の表面効果

3.1 緒論	26
3.2 実験方法	27
3.2.1 実験装置	27
3.2.2 供試材料	29
3.2.3 FSP 条件	30
3.2.4 組織観察	30

3.2.5	ビッカース硬度評価	31
3.3	実験結果	32
3.3.1	試料外観	32
3.3.2	ビッカース硬度	36
3.3.3	組織観察	41
3.3.4	回転ピッチ	41
3.4	結論	43
第 3 章	参考文献	44

#### 第 4 章 摩擦攪拌プロセスによるフェライト系鋳鉄の表面硬化

4.1	摩擦攪拌プロセスによるフェライト系球状黒鉛鋳鉄の表面硬化	45
4.1.1	緒論	45
4.1.2	実験方法	46
4.1.2.1	実験装置	46
4.1.2.2	供試材料	46
4.1.2.3	FSP 条件	47
4.1.2.4	組織観察	47
4.1.2.5	ビッカース硬度評価	47
4.1.3	実験結果	47
4.1.3.1	試料外観	47
4.1.3.2	試料断面	50
4.1.3.3	ビッカース硬度	52
4.1.3.4	組織観察	55
4.1.3.5	回転ピッチ	56
4.2	摩擦攪拌プロセスによるフェライト系片状黒鉛鋳鉄の表面硬化	58
4.2.1	緒論	58
4.2.2	実験方法	58
4.2.2.1	実験装置	58

4.2.2.2 供試材料	60
4.2.2.3 FSP 条件	61
4.2.2.4 組織観察	61
4.2.2.5 ビッカース硬度評価	61
4.2.2.6 温度測定	61
4.2.3 実験結果	62
4.2.3.1 試料外観	62
4.2.3.2 ビッカース硬度	64
4.2.3.3 微細組織	66
4.2.3.4 回転ピッチ	67
4.3 結論	70
第 4 章 参考文献	71

## 第 5 章 摩擦攪拌プロセスによる鋳鉄の表面硬化に及ぼす諸因子の影響

5.1 基地組織および黒鉛形状の影響	72
5.1.1 緒論	72
5.1.2 ばりの抑制	72
5.1.3 適正条件範囲の比較	74
5.2 ツール前進角の影響	78
5.2.1 緒論	78
5.2.2 実験方法	79
5.2.2.1 実験装置	79
5.2.2.2 供試材料	79
5.2.2.3 FSP 条件	80
5.2.2.4 組織観察	80
5.2.2.5 ビッカース硬度評価	80
5.2.2.6 温度測定	80
5.2.3 実験結果	81

5.2.3.1 試料外観	81
5.2.3.2 ビッカース硬度	84
5.2.3.4 組織観察および温度測定	87
5.2.3.5 材料による前進角の影響の違い	88
5.3 ツール形状の影響	90
5.3.1 緒論	90
5.3.2 実験方法	90
5.3.2.1 実験装置	90
5.3.2.2 供試材料	90
5.3.2.3 FSP 条件	91
5.3.2.4 評価方法	92
5.3.3 実験結果	92
5.3.3.1 試料断面	92
5.3.3.2 硬度分布	94
5.4 結論	98
第 5 章 参考文献	100
第 6 章 摩擦攪拌粉末プロセスによる低炭素鋼の表面硬化	
6.1 緒論	101
6.2 摩擦攪拌粉末プロセス (FSPP)	101
6.3 炭素粉末の分散プロセスの最適化	103
6.4 炭素の拡散および表面硬化プロセスの最適化	109
6.5 結論	113
第 6 章 参考文献	114
第 7 章 総括	115
研究業績	120
謝辞	123

## 第 1 章 序論

### 1.1 本研究の目的

鑄造技術は、1940 年代に発明された接種技術を基本とした高強度鑄鉄の製造方法の開発以来、飛躍的に発展し、戦後日本においても、諸外国の技術を取り入れ、改良することで、自動車産業の躍進と共に目覚ましい向上を遂げてきた。

鑄鉄は、Fe-C 系の合金であり、C 含有量がオーステナイトの炭素固溶限 (2.11 %)以上の 3~4 %程度であるため、基地組織中に黒鉛が晶出する。この黒鉛の存在により、耐摩耗性・耐食性・耐酸化性・切削性・振動吸収能などに大変優れた特性を有している。鑄鉄の基地組織と黒鉛組織は C 量や、添加元素によって様々に変化するが、基地組織はパーライトとフェライトに、黒鉛組織は球状黒鉛と片状黒鉛に大別することができ、鑄鉄の物理的、機械的性質(引張強度、伸び)は、この両組織の組み合わせによって決定される<sup>[1-3]</sup>。工業的には、C 含有量が高いため融点が鋼と比較して低い、流動性が良い、黒鉛の晶出により体積膨張が起こるため凝固の際に収縮が少ないなど、鑄造に適した特徴を持つ。そのため、1~2 kg の小物から 100 トンを超える大型鑄物、また複雑形状の製品を製造することが可能であり、自動車部品から重工業用製品まで広範囲に使用されている材料である<sup>[4]</sup>。

鑄鉄材料の表面の硬さを増し、耐摩耗性などの機械的特性を向上させる目的で、材料の表面に窒素 (N) を浸み込ませて硬化させる窒化処理<sup>[5]</sup>、材料の表面に炭素 (C) を浸み込ませ、その後焼入れ処理を行う浸炭処理<sup>[6]</sup>、ガス火炎によってワークの表面を加熱・熔融し、硬化させる火焰焼入れ処理<sup>[7]</sup>、高周波による表皮効果 (スキン・エフェクト) によって、材料の表面だけを加熱し、急熱・急冷により焼入れ硬化するプロセスである高周波焼入れ処理<sup>[8]</sup>、レーザ・ビームを使用し材料の表面を螺旋状あるいは縦線状に加熱焼入れするレーザ焼入れ処理<sup>[9]</sup>などの表面硬化処理が施されている。部材の寿命延長という点からは、こういった処理は不可欠である。しかし、これらの手法には、硬化層が浅い、硬度の上昇が不十分である、熟練工を必要とする、熱変形が

大きい、エネルギー効率が悪いなどの問題点が存在する。

上記表面硬化処理の中でも、現場で簡便に行えることから、バーナー等で表面を加熱する火焰焼入処理が多く用いられている。しかし、この手法は、作業者の熟練を必要とし、品質が安定しないことも多い。そのため、機械加工的な手法による安定した表面改質法が求められている。

近年、摩擦攪拌プロセス（Friction Stir Processing：FSP）と呼ばれる表面加工法が新たな表面加工法として注目されている<sup>[10]</sup>。摩擦攪拌プロセスとは、摩擦攪拌接合（Friction Stir Welding：FSW）の原理を使用し<sup>[11]</sup>、ツールと呼ばれる円柱状の回転工具の底面を高速で回転させながら材料に押しあて、そのときに発生する摩擦熱によって表面を改質する技術である。熱が局所的に発生し、周囲の温度上昇が抑えられるため、大きな冷却速度が得られる。さらに、プロセスにおける入熱量は従来の方法と比べ小さいため、材料の変形が抑えられ、後処理が不要または極めて少ないことが利点である。FSW/FSPは、これまでも低融点金属であるアルミニウム系合金およびマグネシウム合金などに関して活発に研究が行われており<sup>[12-19]</sup>、高融点材料である鉄鋼材料に関する研究も行われ始めている<sup>[20-24]</sup>。鋳鉄への適用に関しては、他の鉄鋼材料との異材接合の報告が主となっているが<sup>[25-28]</sup>、組織改質についても、黒鉛組織を攪拌により分散させ強靱化させる手法<sup>[29]</sup>や、ツールを動かさないスポット法により部分的に組織を改質するという報告がある<sup>[30]</sup>。しかし、鋳鉄の基地組織中に存在する黒鉛が攪拌中に破碎・分散されてしまい、機械的特性が劣化してしまうという問題が報告されている。

そこで、本研究では FSP を用いた安定した鋳鉄材の表面硬化手法を確立するとともに、材料の基地組織および黒鉛形状に対応した最適なプロセス条件範囲ならびに硬化メカニズムを明らかにすることを目的とした。

## 1.2 本論文の構成

本論文の構成を Fig. 1.1 に示す。これに基づき、各章の論旨と章間のつながりについて説明する。本論文は 6 章から構成されている。

第 1 章は緒論であり、本論文の目的について述べた。

第 2 章は研究背景であり、鑄鉄材の特徴を述べ、焼入れ硬化性を検討した。また、FSW/FSP の原理、特徴について述べ、鉄鋼材料への適用例を調査し、微細組織および相変態に与えるプロセス条件の影響を研究する必要性を論じた。

第 3 章では、基地組織がパーライトである 2 種類の鑄鉄に対して、適正プロセス条件を支配する主な因子であるツール回転速度、ツール移動速度、およびツール押込み荷重に着目し、FSP を施し、それらが組織および硬度分布に及ぼす影響について調査した。

第 4 章では、他の表面改質法では硬化が困難であるフェライト基地組織を持つ 2 種類の鑄鉄材に対して、FSP を施し、種々の FSP 条件が組織および硬度分布に及ぼす影響について調査するとともに、その硬化メカニズムについて考察した。

第 5 章では、第 3 章および、第 4 章で得られた知見を基に、新たな入熱指標を考案し、適正プロセス範囲を明確にするとともに、FSP 適正条件に影響を及ぼす他の因子であるツール前進角およびツール形状が、組織および硬度分布に及ぼす影響について調査した。

第 6 章では、第 4 章で得られたフェライト系鑄鉄の表面硬化の結果を基に、粉末を用いて基材を合金化させるプロセスである摩擦攪拌粉末プロセス (Friction Stir Powder Processing : FSPP) を用いて、低炭素鋼に炭素粉末を添加することで、焼入れ性の向上を試みた。

第 7 章では本論文で得られた知見について総括した。



Fig. 1.1 Flow chart of this study.

## 第 1 章 参考文献

- [1]中江秀雄：鑄造工学（産業図書株式会社）（1995）29
- [2]中江秀雄：金属 55（1985）3, 2
- [3]中江秀雄：新版 鑄鉄の材質，日本鑄造工学会（2012）29
- [4]鑄鉄の生産技術教本編集部会：鑄鉄の生産技術（素形材センター）（1993）
- [5]森崇：鑄造工学 76（2004）517-523
- [6]土居滋，池田秀男，上坂修治郎，光永公一：日本機械学会論文集 64（1998）2333-2338
- [7]小川喜代一：精密機械 30 卷 10 号（1964）794-802
- [8]J.D.Kim, J.K.Ji：Journal of Materials Processing Technology 176（1-3）（2006）
- [9]M.Bielawski, A.Furmanek：Vacuum 41（7-9）（1990）
- [10]摩擦攪拌接合-FSW のすべて- 社会法人溶接学会編 産報出版（2006）
- [11]W.M.Thomas：International Patent Appl.No.PCT/GB92/02203 and GB Patent Appl. No.9125978.8 19919U.S.Patent No.5,460,317
- [12]S.R.Sharma, Z.Y.Ma, R.S.Mishra：Scr. Mater. 51（2004）237-241
- [13]Z.Y.Ma, S.R.Sharma, R.S.Mishra：Scr. Mater. 54（2006）1623-1626
- [14]H.J.Liu, H.Fujii, K.Nogi：Mater. Sci. Technol. Vol.20（2004）399-402
- [15]C.Zhou, X.Yang, G.Luan：Scripta Materialia 54（2006）1515-1520
- [16]Y.S.Sato, H.Takauchi, S.Hwan, C.Park, H.Kokawa：Mater. Sci. Eng. A 405（2005）333-338
- [17]D.Zhang, M.Suzuki, K.Maruyama：Scr. Mater. 52（2005）899-903
- [18]M.B.Kannan, W.Dietzel, R.Zenga, R.Zettler, J.F.dos Santos：Mater. Sci. Eng. A 460-461（2007）243-250
- [19]C.H.Chuang, J.C.Huang, P.J.Hsieh：Scr. Mater. 53（2005）1455-1460
- [20]H.Fujii, L.Cui, N.Tsuji, M.Maeda, K.Nakata, K.Nogi：Mater. Sci. Eng. A 429（2006）50-57
- [21]L.Cui, H.Fujii, N.Tsuji, K.Nogi：Scr. Mater. 56（2007）637-640
- [22]R.Ueji, H.Fujii, L.Cui, A.Nishioka, K.Kunishige, K.Nogi：Mater. Sci. Eng. A

423 (2006) 324–330

[23]Y.S.Sato, H.Yamanoi, H.Kokawa, T.Furuhara : *Scr. Mater.* 57 (2007) 557–560

[24]S.Mironov, Y.S.Sato, H.Kokawa, H Inoue, S.Tsuge : *Acta Mater.* 59 (2011) 5472–5481

[25]Radosław Winiczenko, Mieczysław Kaczorowski : *Materials and Design* 34 (2012) 444–451

[26]S.H.Aldajaha, O.O.Ajayi, G.R.Fenske, S. David : *Wear* 267 (2009) 350–355.

[27]河内美穂子, 晴山巧, 中村満, 澤田祐貴 : *鑄造工学* 82 (2010), 337-

[28]澤田祐貴, 中村満 : *溶接学会論文集* 27 3 (2009) 176-182

[29]辻川正人, 森重大樹, 本咲利幸, 岡正徳 : *日本鑄造工学会関西支部講演大会* (2010) 1-5

[30]水谷予志生、戸崎康成 : *岐阜県機械材料研究所研究報告 No.4* (2011)

## 第2章 研究背景

### 2.1 鑄鉄の特性

鑄鉄は、Fe-C系の合金であり、Fig. 2.1に示すFe-C系の状態図上において、炭素量が2.11%以上のものを指す[1]。この炭素量2.11%はオーステナイト中に固溶し得る最大のC量であり、これを超えると基地組織中に黒鉛が晶出しやすい。実用鑄鉄のC含有量は3~4%と高く、Siが1~3%程度含有されているため、融点が低く、流動性が良い。さらに、凝固時に黒鉛が晶出し、体積膨張が起こるため、鑄造欠陥が発生しにくい利点がある。また、黒鉛の存在により、振動吸収能・切削性・耐摩耗性・熱伝導性・耐食性・耐酸化性などの工業的に優れた特性を有している[2-6]。

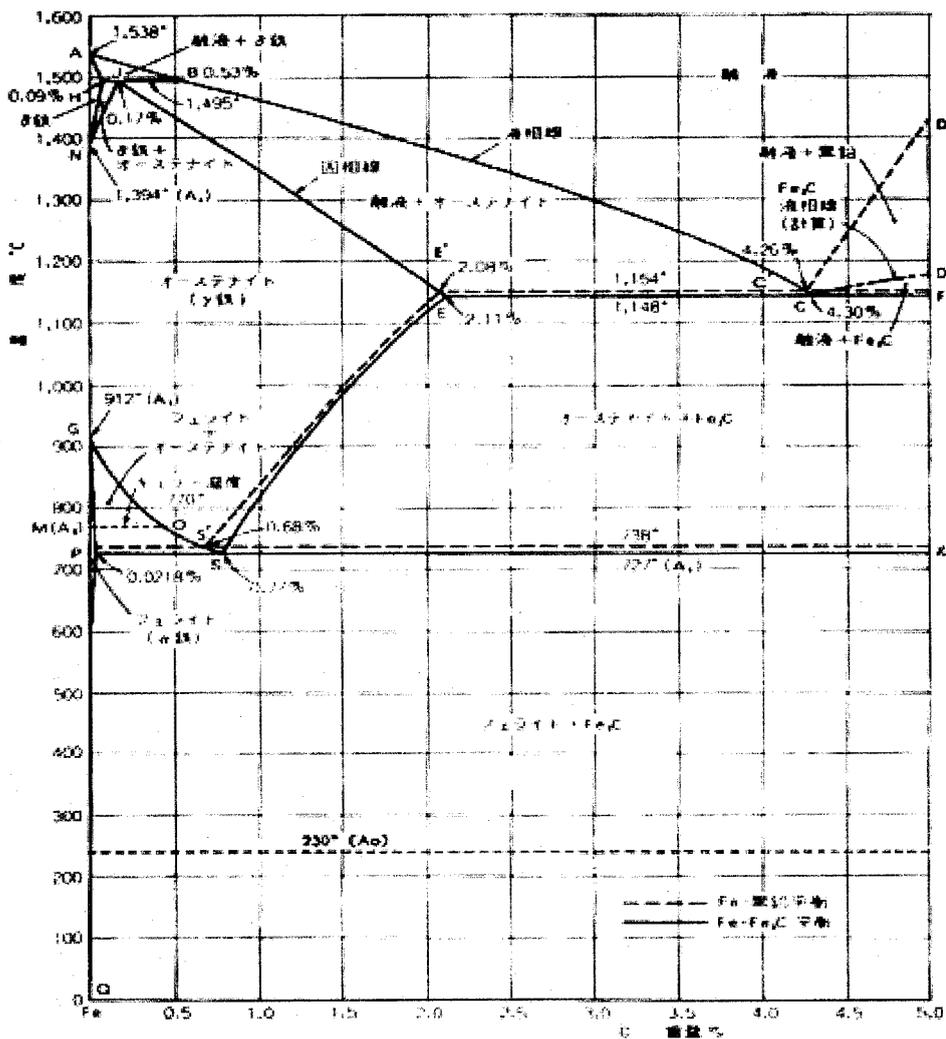


Fig. 2.1 Fe-C phase diagram.

### 2.1.1 黒鉛形状

黒鉛形状により鑄鉄を大別した場合、片状黒鉛・球状黒鉛・CV黒鉛に分類される[4,7-10]。Fig. 2.2 にそれぞれの黒鉛形状を示す。

片状黒鉛を持つ鑄鉄は、減衰能が高い（振動を吸収する能力が大きい）、熱伝導率が高い、耐摩耗性が良い、切削性が良く加工しやすいという特徴を持っている。また、黒鉛の形態および分布によって、その諸性質、特に機械的性質に大きく影響することから、Fig. 2.3 に示すように、ISO945-1975 では A 型から E 型まで 5 種類に分類されている[11]。A は無秩序均一分布と呼ばれ、基地組織に黒鉛が均一に分布しており、方向性を持っていない。機械的性質のバランスが良く片状黒鉛鑄鉄における良好な黒鉛分布とされている。B はバラ状黒鉛と呼ばれる形態で、中心部に細かな黒鉛組織が存在し、そこから放射状に大きな片状黒鉛が分布する。中心部にフェライトが析出しやすく、高強度が求められる場合においては、良好な分布ではないとされる。C は高炭素組成で出やすい形態で、粗大な初晶黒鉛と細かな片状黒鉛が混在する。低強度で脆く、切削時等の破面が非常に粗い。D はデンドライト間に細い黒鉛が晶出する共晶状と呼ばれる形態で、比較的高 Si の組成で急冷却された場合にあらわれやすい。フェライトが生成しやすくなるため、切削性は良好であるが、強度と耐摩耗性は低下する。E は樹枝状間隙黒鉛と呼ばれる黒鉛分布で、黒鉛が方向性を持っており、強度は高いがたわみが少ないという特徴

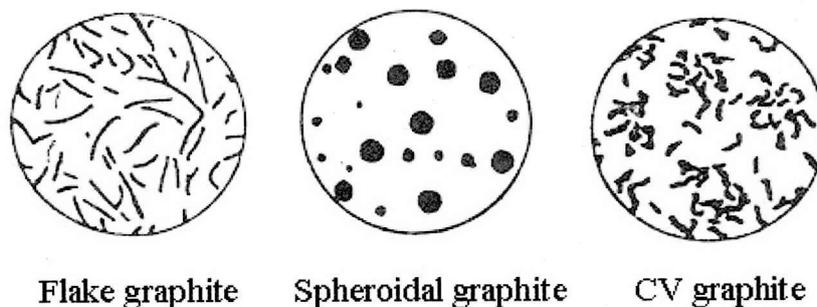


Fig. 2.2 Classification of graphite shapes.

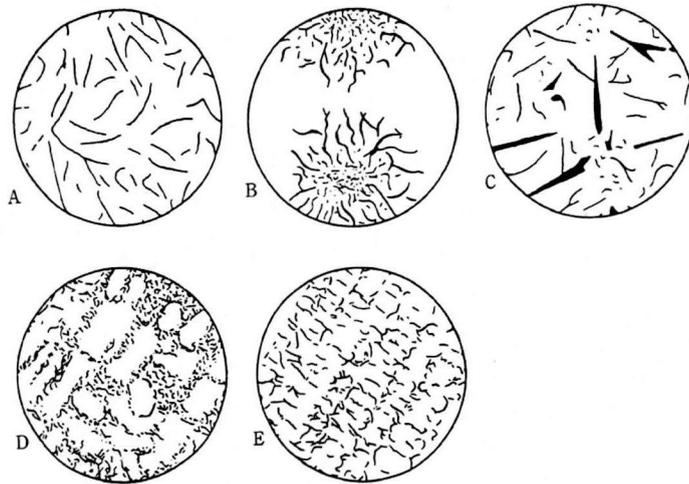


Fig. 2.3 Classification of flake graphite distribution (ISO945) .

を持つ<sup>[12]</sup>。また、片状黒鉛の大きさについては Fig.2.4 に示すように、ISO によって、100 mm 以上から 1.5 mm 以下まで詳細に分類がされている<sup>[11]</sup>。一般に C および Si の量が多い場合は粗大化し、少ない場合は微細化するとされており、黒鉛組織が大きい場合には強度が低下する傾向にある。

球状黒鉛を持つ鉄は、片状黒鉛鉄と比較してはるかに強度が高く、延

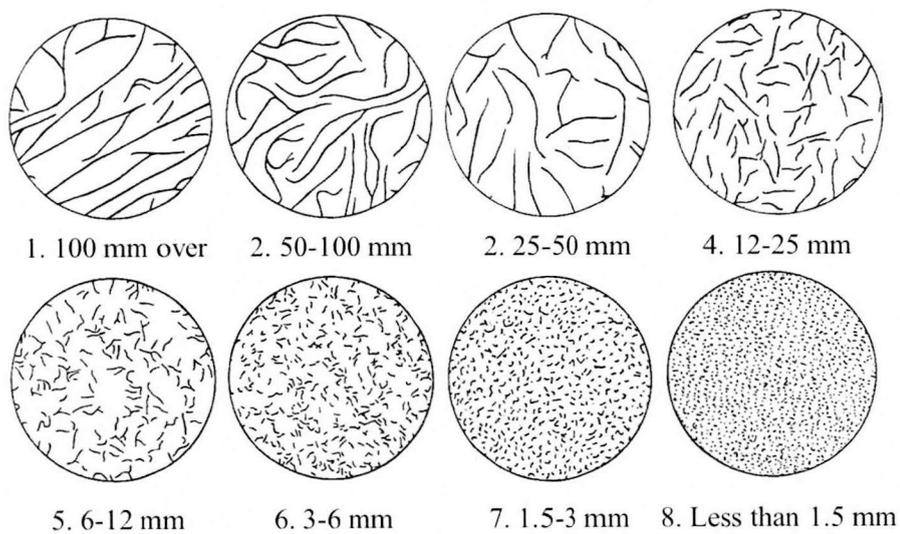


Fig.2.4 The classification of flake graphite shape.

性があり、高温特性が良い。また、片状黒鉛には劣るものの減衰能・熱伝導率が高い。強度に関しては基地組織に依存する割合が大きいが、黒鉛組織については、Fig. 2.5 に示す鑄鉄の黒鉛形状により評価される。形状Ⅰは前述の片状黒鉛、形状Ⅱは黒鉛球状化剤が過剰な場合に出やすい先端が尖った黒鉛、形状Ⅲは黒鉛球状化剤が不足な場合に出やすい擬片状黒鉛であり、後述するCV黒鉛はこれにあたる。形状Ⅳは塊状黒鉛と呼ばれ、Crなので特殊元素を少量添加した可鍛鑄鉄にあらわれる。形状Ⅴは擬球状黒鉛であり、球状黒鉛とほぼ同等のはたらきをする。形状Ⅵは完全な球状黒鉛と分類されている<sup>[12,13]</sup>。この形状Ⅴ、Ⅵの黒鉛粒数の全黒鉛粒数に対する割合(%)「黒鉛球状化率」により球状黒鉛は評価され、この割合が大きいほど強度は高くなる。工業的には、黒鉛球状化率 80%を超えるものを合格品としている<sup>[13]</sup>。例として、Fig. 2.6 に黒鉛球状化率により分類された球状黒鉛鑄鉄を示す。

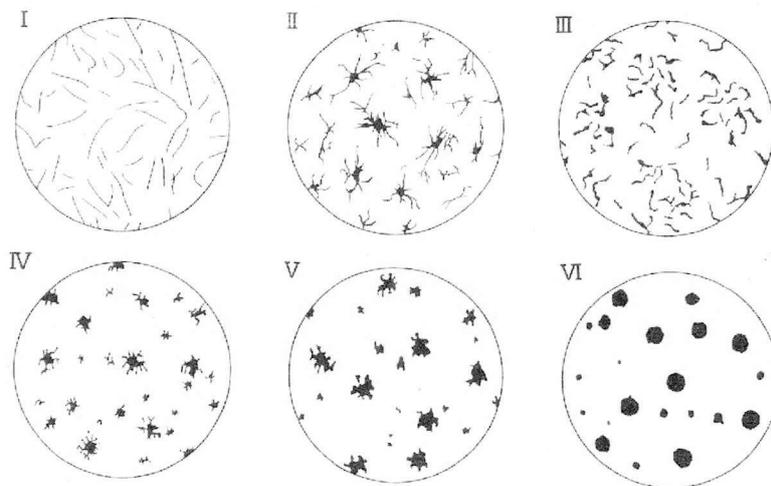


Fig. 2.5 The classification of graphite shape.

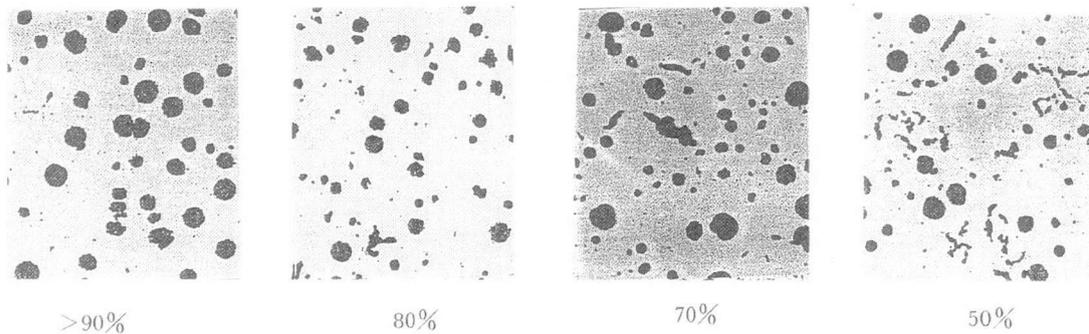


Fig. 2.6 Graphite spheroidicity.

CV 黒鉛を持つ鑄鉄の特性は、片状黒鉛鑄鉄と球状黒鉛鑄鉄との中間となる<sup>[4,10]</sup>。特性の優れた CV 黒鉛鑄鉄は、黒鉛球状化率が約 20%以下（20 %が球状黒鉛、80 %が CV 黒鉛）、さらに言えば 10%以下が理想となる。球状化率をこの範囲に制御することで、熱伝導率、減衰能が片状黒鉛鑄鉄に近く、強度（引張り、ヤング率等）が球状黒鉛鑄鉄に近くなる<sup>[14]</sup>。

### 2.1.2 機械的性質

各種鑄鉄の機械的性質を比較すると Fig. 2.7 からわかるように、片状黒鉛鑄鉄の引張強さおよび伸びは、球状黒鉛鑄鉄に比べてはるかに劣っている<sup>[6]</sup>。これは、片状黒鉛鑄鉄と球状黒鉛鑄鉄に内在する黒鉛の形状の違いによるものである。球状黒鉛の場合には、黒鉛はすべて孤立して存在するため、単純に鋼の中に体積率で 10%程度の球状黒鉛が点在した組織としての機械的性質を示す。黒鉛組織の引張強さは  $30 \text{ N/mm}^2$  と非常に低いため、同一組織の鋼と比較した場合には、引張強さが 20%程度劣る。また、伸びも引張強さと反比例し、強度が高くなるほど減少する。これに対して片状黒鉛鑄鉄の場合は、球状黒鉛鑄鉄に比べて C 含有量が少なく、黒鉛の体積率は球状黒鉛鑄鉄よりも少ないにもかかわらず、機械的性質は、球状黒鉛鑄鉄や鋼と比べて著しく劣り、その引張強さはわずか  $100 \sim 350 \text{ MPa}$  であり、伸びも著しく低い値を示す。これは片状黒鉛鑄鉄の黒鉛組織がその形状からつながりやすく、その破壊が主として黒鉛を伝播し進行するためである<sup>[15,16]</sup>。また、CV 黒鉛鑄鉄は

片状黒鉛鑄鉄と球状黒鉛鑄鉄の中間の機械的性質を示しており、黒鉛球状化率によってある程度の範囲で引張強さと伸びの値が変化し、黒鉛球状化率が大きいほど球状黒鉛鑄鉄の値に近づいていく[14]。

片状黒鉛鑄鉄の強度が低い理由として、その形状から黒鉛先端における応力集中が起こりやすいことが挙げられる。Fig. 2.8は、鑄鉄中の黒鉛を内部切欠きとして扱い、鑄鉄に外部応力が加わったときに、種々の形状の黒鉛先端に集中する応力の割合の変化を示したものである[17]。同一の大きさの黒鉛でも、黒鉛の形状によって応力の集中割合が異なることがわかる。球状から片状に近づくほど黒鉛の先端にかかる応力は大きくなり、鑄鉄の強度は低下する。また、球状以外の黒鉛では、黒鉛が大きいほど応力集中が大きいので不利となる。このように、鑄鉄では黒鉛形状が強度も含めた鑄鉄の種々の性質に大きな影響を与えている。

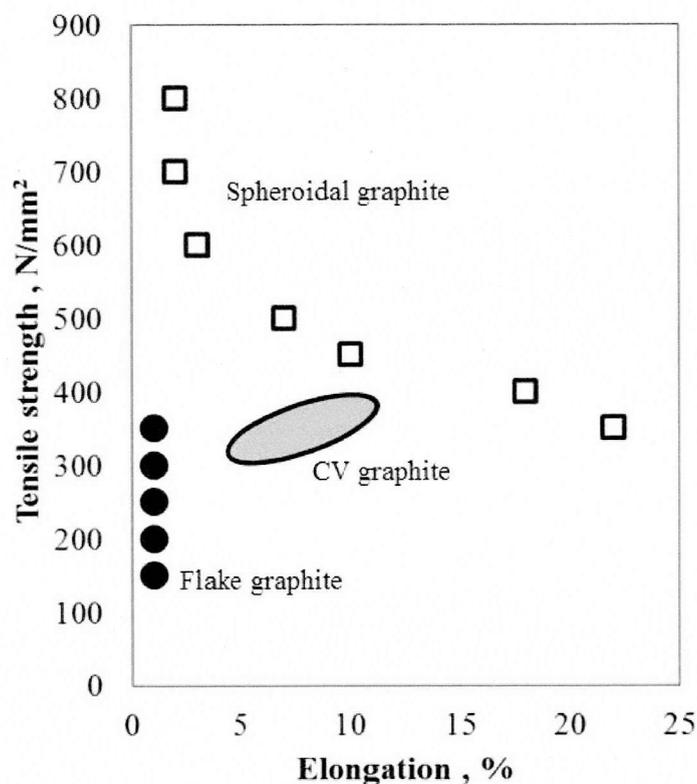


Fig. 2.7 Tensile properties of cast iron.

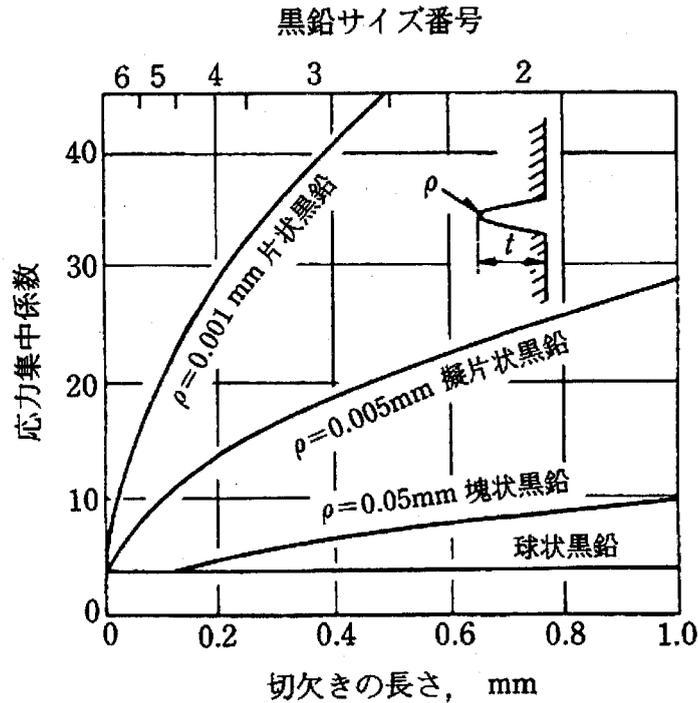


Fig. 2.8 Relationship of graphite shape and stress concentration.

### 2.1.3 焼入硬化性

鑄鉄は、組織をマルテンサイトとすることで、硬さを増し、耐摩耗性を向上させることができる。そのため、変態点以上の温度から焼入れ処理をする必要がある。また、焼入れを効果的に行うために、あらかじめ各種元素を添加しておくことにより焼入れ性を向上させる場合がある。

Fig. 2.9 は焼入硬化性に及ぼす各種元素の影響を示す。P は鋼の場合と異なり、焼入れ性を低下させる。Si は 3%までは焼入れ性を高めるが、それ以上では低下させる。Mn や Cr などは焼入れ性を向上させる。一般的に鉄鋼材料においては、炭素量が大きいほど焼入れ性が良くなる傾向にあるが、鑄鉄においては、炭素が黒鉛として晶出しているため、基地組織中の炭素含有量に着目する必要がある。また、鑄鉄の焼入れの際には、溶融・凝固を起こさないようにする必要がある。これは、鑄鉄が溶融・凝固する際に、黒鉛として晶出するはずの炭素がセメンタイトとしてあらわれるためである。この現象はチル化と呼ばれ、硬度は上昇するが、鑄鉄組織を脆くしてしまう。

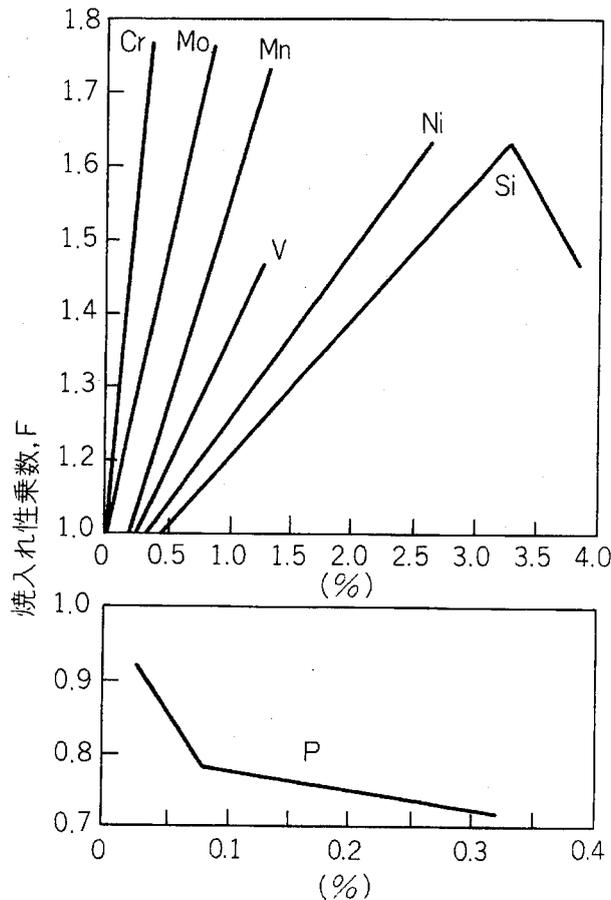


Fig. 2.9 Effect of alloy elements on hardenability

表面を硬化させる処理法としては、火焰焼入れ<sup>[18]</sup>、高周波焼入れ<sup>[19]</sup>、窒化・浸炭焼入れ<sup>[20,21]</sup>などがあるが、工業的には、一般に火焰焼入れが用いられている。

火焰焼入れ法は、ガスバーナーから噴出させた燃焼炎によって鋼表面を急速加熱して焼き入れ硬化させる方法で、簡便に行えるという利点がある。しかし、表面の温度制御が困難であるため、均一な硬化層を得るには熟練を要する。さらに、プロセス中に材料が高温にさらされるため変形がおこってしまうという欠点がある。したがって工作機械摺動部のような単純形状の被焼き入れ材や肉薄部品の局所焼入れに対しては、非効率で不適とされている。

高周波焼入れは、円筒状に巻いた高周波コイルに通電し、鋼の表面を急速加熱して焼入れを行う方法で、周波数を高くすると鋼の表面の硬化層を薄く、

周波数を低くすると硬化層を厚くするというように、硬化層の制御も可能である。鋳鉄への適用した場合、片状黒鉛鋳鉄では 40 HRC 程度、球状黒鉛鋳鉄では 60 HRC 程度となり、短時間加熱でも表面硬さが向上できる<sup>[22]</sup>。しかし、結晶粒界等の部分的熔融が生じやすく、特に、片状黒鉛鋳鉄では焼割れが生じやすい。加えて、大きな材料への適用に際しては、コイルも大型化し、出力が小さな電源ではそれに見合う磁場を発生させられないため、焼入れが困難である。高出力な電源であれば、強力な磁界を発生させられるため、大型のものでも焼入れ可能であるが、そのような電源は一般に高価である。また、複雑な形状への適用に際しても、内部の渦電流が一定にならないため、場所によって温度差が生じてしまう。

レーザー焼入れは<sup>[23]</sup>、炭酸ガスレーザーなどのレーザー光の高密度のエネルギーを局部的に集中させ、極表面の焼入れが可能な手法である。局所的な焼入れで短時間で処理が可能であり、熱歪みが少なく、後加工が省かれる。また、自然冷却（自己冷却）を用いるため、水や油などの冷媒を必要とせず、環境にやさしく、焼入れ硬化領域や深さに関しても、機械側で容易に制御可能である。その反面、他の焼入れ法に比較してランニングコストが高い。薄肉材や小型材に適用する場合、熱容量が少ないため、自然冷却に限界があり焼入れが困難である。また、レーザービームの反射を防止し、吸収率を上げる表面処理が必要となる場合がある。といった欠点が存在する。

## 2.2 摩擦攪拌プロセスおよび摩擦攪拌接合の原理

### 2.2.1 摩擦攪拌接合

FSP<sup>[23]</sup>は FSW<sup>[24]</sup>の原理を使用しているため、まず、FSW について説明する。FSW は、1991 年に英国の The Welding Institute (TWI) により発明された比較的新しい接合法であり、現在、世界各国で精力的に研究・開発が進められている。初期においては、アルミニウム合金、マグネシウム合金、銅合金等における様々な接合プロセスの開発や接合部の機械的特性、組織的变化に関する研究が盛んに行われた<sup>[25-32]</sup>。現在では、アルミニウム合金をはじめ

とする融点の低い軽金属についてはすでに実用化されており、これまで接合が困難とされた軽金属の鋳物材・複合材・異材接合、さらに鉄鋼材料を中心とする高融点材料や、FSW のメカニズムについての研究に展開されている [33-37]。

Fig. 2.10 に FSW の模式図を示す。FSW は、ツールと呼ばれる工具を回転させながら材料と接触させることで摩擦熱を発生させ、所定の位置までツールを材料に圧入させた後、被接合物の流動を伴いつつツールを接合方向に向けて移動することにより接合を行なう方法である。一般的に接合中の材料は融点以下で流動し、固相状態で接合が完了する固相プロセスであるといわれている。このため、接合部および熱影響部では、他の熔融接合法に比べて強度低下が小さく、場合によっては接合部の強度が母材よりも上昇することもある。

接合部断面は Fig. 2.11 に示すようになり、接合部近傍では、大きく分けて 3 つの特徴ある領域が存在する。中央にあるのが攪拌部 (Stir Zone : SZ) であり、最も入熱量が多い領域である。その外側には、塑性変形により結晶粒が伸びた形状をもつ熱加工影響部 (Thermo-Mechanically Affected Zone : TMAZ) があり、さらに外側には塑性変形を受けておらず熱の影響のみを受けている熱影響部 (Heat Affected Zone : HAZ) が存在する。また、左右非対称な接合となることも他の接合法と異なる特徴である。ツールの回転方向と接合方向が一致する側は前進側 (Advancing Side : AS)、ツールの回転方向と接合方向が逆向きになる側は後退側 (Retreating side : RS) と称されている。

一般的に使用されるツール形状は Fig. 2.12 に示すように小径部のプローブ、および大径部のショルダで構成されている。接合時にプローブ部分により材料の攪拌をおこない、ショルダ部分で塑性流動によって押し出される材料がばりとなることを抑制し、さらに、摩擦により熱を発生している。また、ツール形状によっても接合の状態が大きく変わることが良く知られており様々な形状のツールが開発されている<sup>[38-40]</sup>。さらに、終端部に穴が残る問題を解決するために、プローブとショルダの同軸制御方式 (複動式) や材料の両面

からショルダで挟み込むボビンツールなど様々な研究が行われている [41-43]。

鉄系材料に対する実用化を考えた際には、応力集中を抑え、ツール寿命を向上させるため、ツールの形状の単純化が必要とされる。単純な構造で強度があり、流動に適しているツール形状が所望されている。

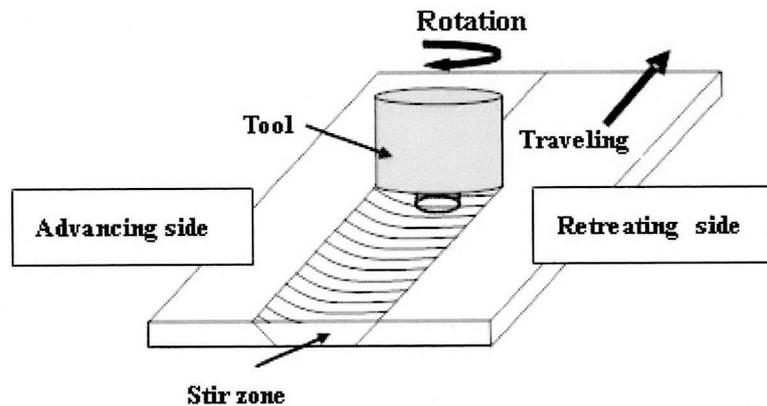


Fig. 2.10 Schematic illustration of Friction Stir Welding(FSW).

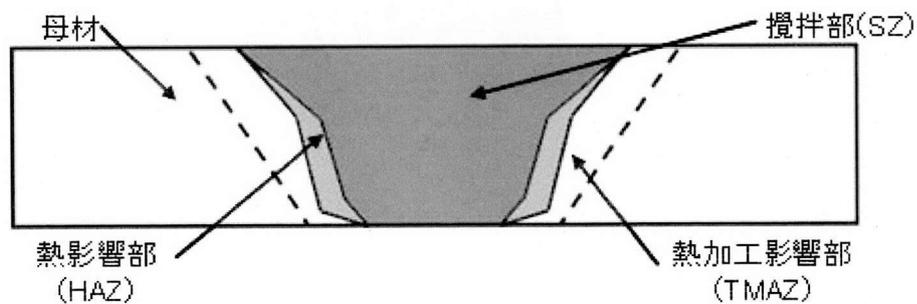


Fig. 2.11 Schematic illustration of cross-section.

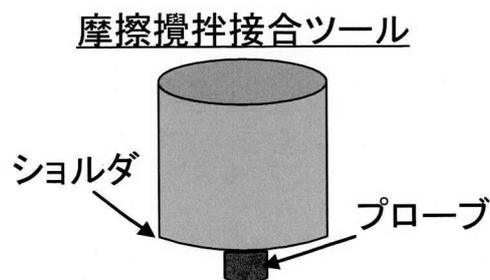


Fig. 2.12 Schematic illustration of tool shape.

### 2.2.2 摩擦攪拌プロセス

一般に摩擦攪拌接合部における攪拌部の組織は、母材に比べて微細な再結晶粒から構成されている。この現象を材料組織制御法の観点から見ると、FSWによって材料の結晶粒微細化が可能であると考えられる。この考え方をを用いて、FSWによる微細結晶粒組織形成を材料組織制御法として積極的に利用しようという研究が行われている<sup>[44-47]</sup>。また、FSW中に発生する摩擦熱を利用し、表面を改質するというアプローチもある<sup>[48]</sup>。この場合、FSWを新しい材料制御法として捉えるという意味で、「摩擦攪拌プロセス (FSP)」と呼んでいる。FSPは、FSWと同様に、熱が局所的に発生し、周囲の温度上昇が抑えられるため、安定かつ大きな冷却速度が得られる。また、固相状態で行われるため、回転工具による攪拌効果により、動的再結晶が生じ、組織の微細化が期待できる。プロセスにおける入熱量は従来の方法と比べ小さいため、材料の変形が抑えられ、後処理が不要または極めて少ないとされている。

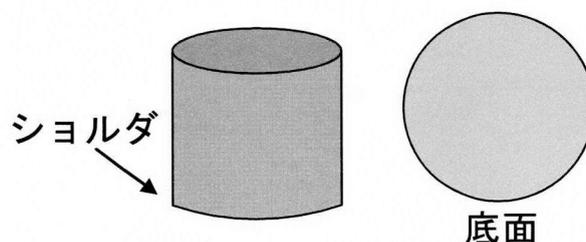


Fig. 2.13 Flat bottom FSP tool.

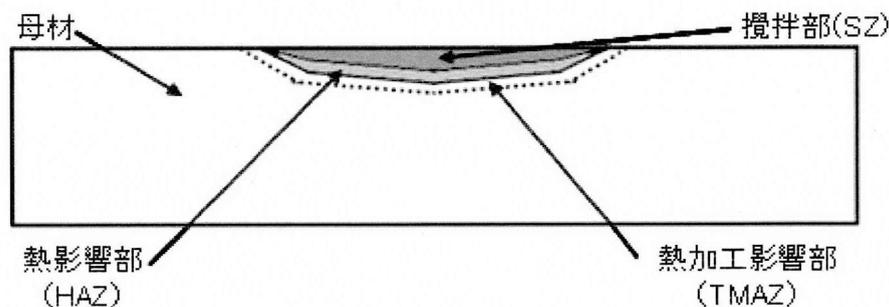


Fig. 2.14 Schematic illustration of cross-section formed by a flat tool.

る。ツールは、一般的に Fig. 2.12 に示した形状と同様のツールを用いるが、摩擦熱を利用し表面改質を行う場合、実験的に Fig. 2.13 に示すような平坦底面を有するツールが用いられている。その際の改質部断面の熱影響部は Fig. 2.14 に示すように表面近傍のみとなり、試料内側はほぼ母材のままとなる。

### 2.2.3 プロセス条件

FSP における適正プロセス条件を支配する主な因子として、次に示す三項目が挙げられる。

○ツール回転速度

○ツール移動速度

○ツール押し込み荷重

この他にも、被プロセス材の特性・形状およびツールの材質・形状・寸法によっても適正プロセス条件は左右される。

ツール回転速度またはツール押し込み荷重が小さい場合、あるいはツール移動速度が大きい場合には入熱量が不足し、断面に連続して欠陥が発生するトンネル状欠陥や、被プロセス材表面に溝状欠陥があらわれる。また、被プロセス材が十分に軟化していないためツールの破損が起こりやすい。一方、ツール回転速度またはツール押し込み荷重が大きい場合、あるいはツール移動速度が小さい場合には入熱量が過剰となり、被プロセス材表面に多量のバリが発生する。このように、入熱量の多少が適正プロセス条件に非常に密接に関係しており、一般的に入熱量  $Q(W)$  は以下に示す Frigaad の式で表される<sup>[49]</sup>。

$$Q=4/3\pi^2\mu PNR^3 =16/3\pi\mu LNR\cdots\cdots\cdots(2.1)$$

$Q$ : 入熱 (W),  $\mu$ : 摩擦係数,  $P$ : 攪拌部の圧力( $N/m^3$ ),

$L$ : 荷重(N),  $N$ : ツール回転速度( $s^{-1}$ ),  $R$ : ショルダ径(m)

この式では、ツールのショルダ部と被接合金属間のみで発熱すると仮定して求められている。式 (2.1) より、発熱量  $Q$  は荷重  $L$ 、ツール回転速度  $N$  およびショルダ径  $R$  に比例する。これは、回転ツールが界面に沿って移動しない場合の計算式であり、ツールが移動する場合には次に示す式 (2.2)、ツ

ル接合速度  $V$  をツール回転速度  $N$  で割った回転ピッチ(Revolutionary Pitch)がひとつの指標となる<sup>[50]</sup>。

$$\text{回転ピッチ} = V/N \cdots \cdots \cdots (2.2)$$

回転ピッチとはツールが1回転する間に移動する距離であり、この値が大きいと1回転する間の距離が大きい、すなわち入熱量が減少するといえる。

## 2.3 摩擦攪拌接合および摩擦攪拌プロセスの現状

### 2.3.1 鉄鋼材料の摩擦攪拌接合

鉄鋼材料のFSWは、1999年にThomasらが低炭素鋼をFSWすることに成功して以来<sup>[25]</sup>、ツール強度の向上に伴い、IF鋼(極低炭素鋼)<sup>[51]</sup>、炭素鋼<sup>[33,52-54]</sup>、ステンレス鋼<sup>[55-57]</sup>などの研究が報告されている。しかし、高炭素鋼などの材料ではAl合金や、オーステナイト系ステンレス鋼などと異なり、固相接合であるFSWの温度領域においても、変態による機械的特性の低下が問題とされている。例えばSatoらは炭素含有量1.0 wt%以上の高炭素鋼を用いた場合には、機械的特性を向上させるための熱処理が必要であると報告している<sup>[58]</sup>。そういった問題の解決策としてFujiiらはプロセス条件の選定によりFSW中の温度を変態点以下とすることで組織制御をする手法<sup>[59]</sup>や、CO<sub>2</sub>ガスにより冷却速度を制御することにより変態を伴わずにFSWを行う手法を開発した<sup>[60]</sup>。このように、鉄鋼材料のFSWにおいては、組織制御に着目されることが多く、鉄鋼材料のFSPについても発展が期待されている。

### 2.3.2 鉄鋼材料の摩擦攪拌プロセス

2.2.2項でも述べたように、一般的にFSPは結晶粒微細化法として捉えられており、Al合金やMg合金を中心に活発に研究が行われてきた<sup>[44-47]</sup>。鉄鋼材料のFSPについても、低炭素鋼、IF鋼、オーステナイト系ステンレス鋼などにおいては、結晶粒微細化による機械的特性の向上が多数報告されている

[35,61,62]。また、炭素含有量の大きい高炭素鋼においても、動的再結晶により、得られるオーステナイト粒が微細になるとともに、局所的な加熱と急冷却によって極めて微細なマルテンサイト組織が形成するため、従来法と比較してより大きな強度上昇が得られることが報告されている[34]。また、鑄鉄材料への適用に関しては、他の鉄鋼材料との異材接合の報告が主となっているが[63-65]、組織改質についても、黒鉛組織を攪拌により分散させ強靱化させる手法[66]やツールを動かさないスポット法により部分的に組織を改質するという報告がある[67]。

### 2.3.3 摩擦攪拌粉末プロセス

FSP については、結晶粒微細化法としての研究報告が中心として行われているが、近年では、FSP によって金属中にセラミックス粒子を分散させた複合材料を作製するといった FSP を新しい材料製造法として捉えた研究も行われている。Inada らは、接合部に発生したギャップに被接合材と同種の粉末を充填することで、欠陥を抑制する摩擦攪拌粉末プロセス (FSPP) を考案した[68]。粉末を用いることで、複雑形状のギャップが発生した場合においても適用可能である。また、この手法は被接合材と異種の粉末を使用することで、板材と粉末を組み合わせた複合材料製造法としても捉えることができる。これにより、組成の調整が容易に行うことが可能であり、材料を部分合金化する手法としての応用が期待されている。

## 第 2 章 参考文献

- [1]田中良平：鉄と鋼 53 14 (1967) 1586-1604.
- [2]趙柏榮，上野勝司，阿部隆之，中江秀雄：鑄造工学 76 (2004) 303-308
- [3]田中重芳，松井正己：精密機械 18 (1952) 281-287
- [4]菅野利猛，丸山善久：鑄造工学 77 (2005) 833-840
- [5]野口徹，松本泰郎，長岡金吾：北海道大學工學部研究報告 87 (1978) 57-66
- [6]池永明，新田康寬，川本信：鑄造工学 68 (1996) 585-591
- [7]江原隆一郎，石橋保博，木村四郎，増尾義信，塩田俊雄，小松真一郎：材料 32(355), 360-365, 1983.
- [8]増尾義信，江原隆一郎，石橋保博，塩田俊雄，小松真一郎：材料 34(380), 568-573, 1985.
- [9]M.Hatate, T.Shiota, N.Takahashi, K.Shimizu：Wear 251 (2001) 885-889
- [10]木口昭二，中島元輝，黒澤太一，炭本治喜：鑄造工学 76 1 (2004) 20-25.
- [11]ISO945 Cast iron - Designation of. Microstructure of Graphite.：國際規格
- [12]森中真行，奥園強：鑄造工学 73 (2001) 512-516
- [13]ISO 1083 Spheroidal graphite cast iron-Classification：國際規格
- [14]栗熊勉，牧村征雄，多田雅之，小林俊郎：鑄造工学 68 (1996) 876-882
- [15]中江秀雄，清祐 等：鑄物 52 (1980) 481.
- [16]中江秀雄：金屬 55 3 (1985) 2.
- [17]宮川大海：金属材料通論 (朝倉書店) (1987)
- [18]小川喜代一：精密機械 30 卷 10 号 (1964) 794-802.
- [19]J.D.Kim, J.K.Ji：Journal of Materials Processing Technology 176 (2006) 1-3 .
- [20]森崇：鑄造工学 76 (2004) 517-523
- [21]土居滋，池田秀男，上坂修治郎，光永公一：日本機械學會論文集 64 (1998) 2333-2338
- [22]若本 洋之助，岡林 邦夫：日本金属学会誌 16 (1952) 574-578
- [22]M.Bielawski, A.Furmanek：Vacuum 41 (1990) 7-9.

- [23]摩擦攪拌接合-FSW のすべて- 社会法人溶接学会編 産報出版 (2006) .
- [24]W.M.Thomas : Interntational Patent Appl.No.PCT/GB92/02203 and GB Patent Appl. No.9125978.8 19919U.S.Patent No.5,460,317.
- [25]S.R.Sharma, Z.Y.Ma, R.S.Mishra : Scr. Mater. 51 (2004) 237-241
- [26]Z.Y.Ma, S.R.Sharma, R.S.Mishra : Scr. Mater. 54 (2006) 1623-1626
- [27]H.J.Liu, H.Fujii, K.Nogi : Mater. Sci. Technol. Vol.20 (2004) 399-402
- [28]C.Zhou, X.Yang, G.Luan : Scr. Mater. 54 (2006) 1515-1520
- [29]Y.S.Sato, H.Takauchi, S.Hwan, C.Park, H.Kokawa : Mater. Sci. Eng. A 405 (2005) 333-338
- [30]D.Zhang, M.Suzuki, K.Maruyama : Scr. Mater. 52 (2005) 899-903
- [31]M.B.Kannan, W.Dietzel, R.Zenga, R.Zettler, J.F.dos Santos : Mater. Sci. Eng. A 460-461 (2007) 243-250
- [32]C.H.Chuang, J.C.Huang, P.J.Hsieh : Scr. Mater. 53 (2005) 1455-1460
- [33]H.Fujii, L.Cui, N.Tsuji, M.Maeda, K.Nakata, K.Nogi : Mater. Sci. Eng. A 429 (2006) 50-57
- [34]L.Cui, H.Fujii, N.Tsuji, K.Nogi : Scr. Mater. 56 (2007) 637-640
- [35]R.Ueji , H.Fujii, L.Cui, A.Nishioka, K.Kunishige, K.Nogi : Mater. Sci. Eng. A 423 (2006) 324-330
- [36]Y.S.Sato, H.Yamanoi, H.Kokawa, T.Furuhara : Scr. Mater. 57 (2007) 557-560
- [37]S.Mironov, Y.S.Sato, H.Kokawa, H Inoue, S.Tsuge : Acta Mater. 59 (2011) 5472-5481
- [38]H.Fujii, L.Cui, M.Maeda, K.Nogi : Mater. Sci. Eng. A 419 (2006) 25-31.
- [39]R.S. Mishra, Z.Y. Ma : Mater. Sci. Eng. R 50 (2005) 1-78.
- [40]O.Lorrain, V.Favier, H.Zahrouni D.Lawrjaniec : Journal of Materials Processing Technology 210 (2010) 603-609.
- [41]Inner.R.L.Edwards, G.Adams, Z.Li: Proc. 4th Int. Symp. Friction Stir Welding, TWI, Utah, USA,(2003) CD-ROM.
- [42]古賀信次 : 溶接技術 2004 年 9 月号.

- [43]I.M.Norris, W.M.Thomas, J.Martin, D.J.Staines : 10th Int. Aachen Welding Conference, Eurogress, Aachen, 24-25 Oct.2007.
- [44]Z.Y.Ma, A.L.Pilchak, M.C.Juhas, J.C.Williams : Scr. Mater. 58 (2008) 361-366
- [45]J.Q.Su, T.W. Nelson, C.J. Sterling : Scr. Mater. 52 (2005) 135-140
- [46]B.M.Darras, M.K.Khraisheh, F.K.Abu-Farha, M.A.Omar : Journal of Materials Processing Technology 191 (200) 77-81
- [47]K.Nakata, Y.G.Kim, H.Fujii, T.Tsumura, T. omazaki : Mater. Sci. Eng. A 437 (2006) 274-280
- [48]T.Shinoda et al : Proc.Int. Conf. Surface Modification Technorogy XI (1997) 908.
- [49]Frigaard et al.,Proc.1st Int. Symp. FSW, Thousand Oaks, USA, 14-16 June, (1999), CD-ROM.
- [50]T.Hashimoto,S.jyogan,K.Nakata,Y.G.Kim and M.Ushio,Proc. 1st Int.FSW Symp., Thousand Oaks,USA,14-16June,1999,CD-ROM.
- [51]M.Thomas, P.L.Threadgill, E.D.Nicholas : Sci.Technol.Weld.Join. 4 (1999) 365.
- [52]H.Fujii, R.Ueji, Y.Tanaka, H.Kitahara, N.Tsuji, K.Nakata, K.Nogi : Mater.Trans. 47 (2006) 239-242.
- [53]C.J. Dawes : Weld. Met. Fab.63 (1995) 13-16.
- [54]C.J. Dawes, W.M. Thomas : Weld. J. 75 (1996) 41-45.
- [55]Y.S.Sato, T.W.Nelson, C.J.Sterling, R.J.Steel, C.O.Pettersson : Mater. Sci. Eng. A 397 (2005) 376-384.
- [56]T.Miyazawa, Y.Iwamoto, T.Maruko, H.Fujii : Sci. Technol. Weld. Join. 17 3 (2012). 207-212.
- [57]T.Ishikawa, H.Fujii, K.Genchi, S.Iwaki, S.Matsuoka, K.Nogi : ISIJ Int. 49 6 (2009) 897-901.
- [58]Y.S.Sato, H.Yamanoi, H.Kokawa, T.Furuhara : ISIJ International Vol. 48 1 (2008) 71-76.

- [59] Y.D.Chung, H.Fujii, R.Ueji, K.Nogi : Sci. Technol. Weld. Join. 14. (2009) 233-238
- [60]鄭永東 : 2010 年度大阪大学博士論文 (2010) .
- [61]Y.C.Chen, H.Fujii, T.Tsumura, Y.Kitagawa, K.Nakata, K.Ikeuchi; K.Matsubayashi, Y.Michishita, Y.Fujiya, J.Katoh : Sci. Technol. Weld. Join. 14 3 (2009) 197-201.
- [62]A. Chabok, K. Dehghani : Mate. Sci. Eng. A 528 (2010) 309-313.
- [63]S.H.Aldajaha, O.O.Ajayi, G.R.Fenske, S. David : Wear 267 (2009) 350-355.
- [64]河内美穂子, 晴山巧, 中村満, 澤田祐貴 : 鑄造工学 82 (2010), 337-
- [65]澤田祐貴, 中村満 : 溶接学会論文集 27 3 (2009) 176-182
- [66]辻川正人, 森重大樹, 本咲利幸, 岡正徳 : 日本鑄造工学会関西支部講演大会 (2010) 1-5
- [67]水谷予志生、戸崎康成 : 岐阜県機械材料研究所研究報告 No.4 (2011 )
- [68]K.Inada, H.Fujii, Y.S.Ji, Y.F.Sun, Y.Morisada : Sci.Technol.Weld.Join. 15 2 (2010) 131-136.

## 第3章 摩擦攪拌プロセスによるパーライト系鋳鉄の表面効果

### 3.1 緒論

鋳鉄とはCおよびSiを主成分とした合金で、Cの含有量が2.1 mass%以上のものを指しており、一般に鋳物の製造に用いられるものである。普通はこれらの元素のほかにMn、PおよびSなどが不純物として含まれている。また、特殊な用途の目的のために、Cr、Cu、Ni、Mo、V、Tiなどが合金元素として添加されることがある。鋳鉄は、黒鉛の形状により、片状黒鉛鋳鉄(ねずみ鋳鉄)、球状黒鉛鋳鉄、CV鋳鉄などに分類されている。

片状黒鉛鋳鉄は、振動吸収能に優れており、黒鉛が潤滑剂的な役割を果たすため摩擦熱が起こりにくく、さらに熱伝導が良いため摩擦熱を逃がしやすい。また、弾性係数があまり高くなく耐摩耗性が良いという特性がある。これらの特性を生かし、工作機械の摺動部、軸受、歯車、ブレーキシュー等に使用されている<sup>[1]</sup>。球状黒鉛鋳鉄は、黒鉛の形状が球状に近いほど機械的性質(引張強度、伸び)が優れ、鋼に匹敵する強度を持ち、靱性に優れていることから、プレス金型や自動車のエンジンに使用されている<sup>[1]</sup>。

これらの部品には寿命延長を目的として表面硬化処理を施されることが多く、硬さ、耐摩耗性等の機械的性質の向上が図られている。表面硬化処理としてはフレイム・ハードニング(炎焼入れ)法、高周波焼入れ法、電子ビーム焼入れ法、固体浸炭法、液体浸炭法などの手法がある<sup>[2-7]</sup>。しかしながら、これらの方法にはそれぞれ以下のような欠点がある。フレイム・ハードニング法は、正確な加熱温度の制御が困難で、均一な硬化層を得るには熟練を要する上に、プロセス中に材料が高温にさらされるため変形がおこってしまう。したがって、工作機械摺動部のような単純形状の被焼き入れ材や肉薄部品の局所焼入れに対しては、非効率で不適とされている。高周波焼入れ法は、被焼き入れ材に応じて条件を適切に組み合わせることによって焼入れ特性の調整を効率よく行うことができるが、汎用性に乏しいという欠点がある。電子ビーム焼入れ法は、真空を用いる不便さはあるが、酸化や脱炭などが無く良好な結果を得ることができ、レーザー焼入れ法は、短時間に小さい面積で局

所焼入れができ、ひずみの発生も少ないという特徴があるが、一旦熔融してしまうとチル化が起こり、割れが発生する。加えて、電子ビーム焼入れ法およびレーザー焼入れ法では自動化が可能であるという利点があるが、1億円を超える高価な設備を必要とし、中小企業における幅広い普及は困難である。

このような状況から、自動化が可能で、低コスト、熱変形が少ない新たな表面処理技術が求められている。そこで本研究では、摩擦攪拌接合(FSW)の原理を応用した摩擦攪拌プロセス(FSP)に注目した。摩擦攪拌プロセスとは、ツールと呼ばれる円柱状の工具の底面を高速で回転させながら材料に押しあて、そのときに発生する摩擦熱によって表面を改質する技術である。熱が局部的に発生し、周囲の温度上昇が抑えられるため、安定かつ大きな冷却速度が得られる。また、固相状態で処理が行われ、工具による攪拌効果により動的再結晶を生じ、組織の微細化も期待できる。プロセスにおける入熱量は従来の方法と比べ極めて小さいため、材料の変形が抑えられ、後処理が不要または極めて少ないと考えられる。

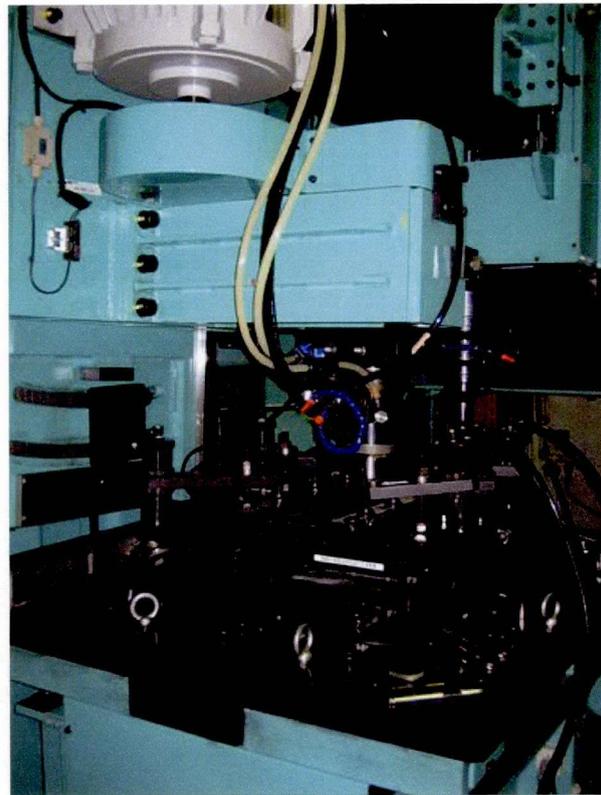
そこで、本研究では、FSPをパーライト系鋳鉄に施すことで、表面硬化を達成するとともに、FSPのツール移動速度・ツール回転速度・荷重等の種々のパラメーターがパーライト系鋳鉄の組織および硬さに及ぼす影響を明確にし、適切な処理条件を検証する。

## 3.2 実験方法

### 3.2.1 実験装置

Fig.3.1.1 に示す光陽産業株式会社製の FSW-JWRI-III,IV型を用いて実験を行った。本装置は、ツール回転速度を 25~1750 rpm、ツール移動速度 10~2000 mm/min の範囲で変化させることが可能であり、プロセス中のツール押込み荷重が一定となるように制御されている。なお、最大ツール押込み荷重は 5000kg となっている。また、冷却水を循環させることによる装置の冷却、アルゴンシールドガスによる摩擦攪拌プロセス中の雰囲気制御が可能である。摩擦攪拌プロセスは Fig.3.1.2 に示すように、ツールと呼ばれる円柱状

の工具を高速で回転させながらその底面を材料に押しあて、その際に発生する摩擦熱を利用して行われる。



20 cm

Fig.3.1.1 FSW/FSP Machine.

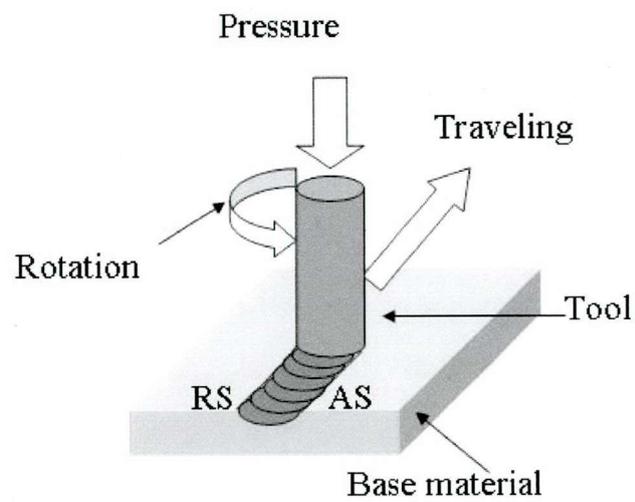


Fig.3.1.2 Schematic illustration of Friction Stir Processing(FSP).

### 3.2.2 供試材料

本研究ではパーライト系片状黒鉛鑄鉄 (FC300) および、パーライト系球状黒鉛鑄鉄 (FCD700) を用いた。寸法は共に、 $300 \times 100 \times 5 \text{ mm}$  となっている。供試材料の化学分析値を Table3.1.1 に示す。FCD700 には黒鉛球状化のために Mg が、パーライト安定化元素として Cu がそれぞれ添加されているが、その他の特殊な元素は添加しておらず、一般的な普通鑄鉄となっている。機械的性質は、ビッカース硬度がそれぞれ、 $180 \sim 200 \text{ Hv}$ 、 $220 \sim 240 \text{ Hv}$  であり、引張強さが  $300 \text{ N/m}^2$ 、 $700 \text{ N/m}^2$  以上の規格となっている。3 %ナイタールによって腐食させた供試材料 FC300 と FCD700 の顕微鏡組織を Fig.3.1.3 に示す。基地組織は、全てパーライト組織である。

Table3.1.1 Chemical compositions of base material. (mass %)

	C	Si	Mn	P	S	Mg	Cu
FC300	3.07	1.65	0.75	0.07	0.05	-	-
FCD700	3.60	2.25	0.35	0.02	0.008	0.045	0.70

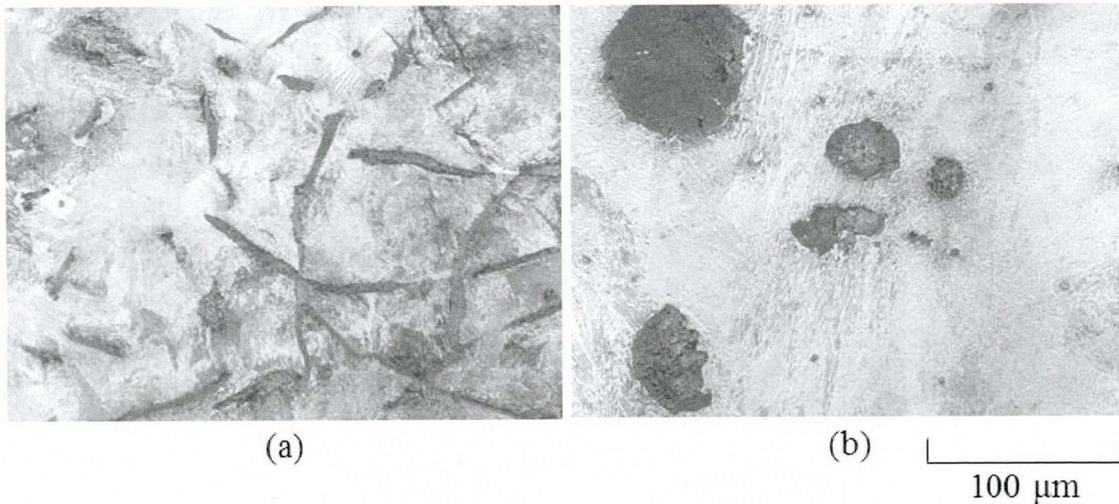


Fig.3.1.3 Microstructure of base material. (a)FC300 (b)FCD700.

### 3.2.3 FSP 条件

使用したツールの材質は超硬合金(WC-6 %Co)で、形状は Fig.3.1.4 に示すように、一般的に FSW/FSP で用いられるショルダおよびプローブで構成されたツールではなく、ショルダのみで構成されたツールを用いた。これは、過剰な攪拌により黒鉛組織が破碎・分散されることを抑制するためである<sup>[8,9]</sup>。ショルダ径  $\phi 25$  mm、ツール前進角を  $3^\circ$  として実験を行った。FSP 中の入熱量を支配する 3 つの因子である、ツール回転速度、ツール移動速度、ツール押し込み荷重については、それぞれ 1000~1500 rpm, 50~1000 mm/min, 3000~5000 kg の範囲で変化させた。

### 3.2.4 組織観察

試料を切断後、熱間樹脂で樹脂埋めし、研磨、バフ研磨を行った後、3% ナイタル液によって腐食させ、光学顕微鏡による組織観察と共に、投影機による硬化層厚さの測定を行った。試料の切断はビード中央部を処理部と垂直に切断した。樹脂埋めは、Fig.3.1.5 のように、ツールの回転方向がツールの移動方向と一致する前進側が右側に、ツールの回転方向がツールの移動方向と逆となる後退側が左側になるようにして行った。試料の研磨法は、上記のように試料を切断し、熱間樹脂埋めを行った後、手研磨により、エメリー紙 #400、#600、#800、#1000、#1500 で研磨し、さらに粒度  $6\mu\text{m}$  のダイヤモンドペーストを用いて、バフ研磨を行った。研磨布は Struers 製 Code: # 101、研磨液は Struers 製 DP-ループリカントとした。

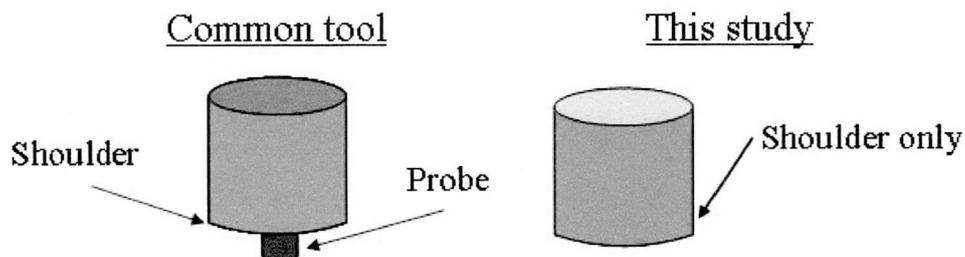


Fig.3.1.4 Tool shapes.

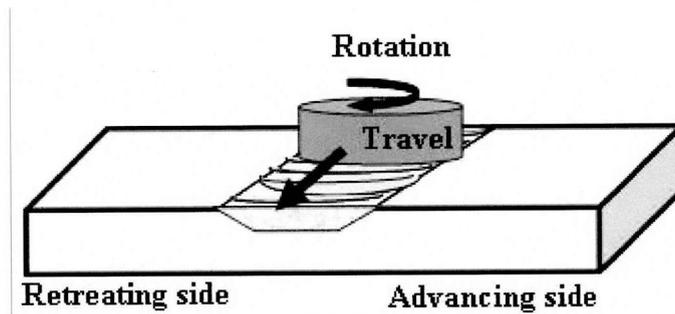


Fig.3.1.5 Advancing side and Retreating side.

### 3.2.5 ビッカース硬度評価

FSP 後の試料にビッカース硬さ試験（明石製作所製 AAV-500）を行った。試料表面において、ツールが最も深く入った点を原点と定め、圧痕間隔は試料表面より 0.1mm 毎とした。また、ツール径 25mm を使用しているが実際の硬化部はショルダ径である 25 mm より狭いと考えられるため、中心から左右それぞれ 12 mm の地点までを 2.0 mm 毎に、荷重を 1.961 N、圧子保持時間を 15 秒として測定した。また、原点より浅い箇所に関しても同様の圧痕間隔で測定を行った。ただし、圧子が試料基地組織中の黒鉛を測定していた場合は、左右方向に 0.15 mm 程度測定部分をずらし、再測定を行った。

### 3.3 実験結果

#### 3.3.1 試料外観

ツール荷重 3000 kg で FSP を行った後の FC300 試料表面の外観一覧を Fig.3.1.6 に示す。回転速度 1000~1200 rpm、移動速度 100~300 mm/min の条件では平滑な処理面が得られている。一方、その他の多くの条件で、表面の毛羽立ち・荒れが観察される。移動速度 50 mm/min の条件においては、ビード縁に多量のばりがみられることから、過剰な入熱量によって温度が上昇したため、ばりが多量に発生し、表面状態が悪くなったものと考えられる。それに対して、移動速度 400 mm/min 以上の条件においては、入熱量の不足により、試料が十分に軟化していない状態で攪拌が行われたため、鋳鉄中の黒鉛を起点として破断が生じ、試料表面が毛羽立ち、状態が悪くなったと考えられる。また、移動速度が大きくなる、すなわち、入熱量が小さくなるほど、ツール荷重による押込みが不十分となり、ビード幅が狭くなっている。

次に、ツール荷重 5000 kg で FSP を行った後の FC300 試料表面の外観一覧を Fig.3.1.7 に示す。当該ツール荷重条件では、金属光沢をもった平滑な処理面を得ることはできなかった。これは、大きなツール押込み荷重によって、試料のより深くまでツールが挿入されることとなり、十分に軟化していない部分において、黒鉛を起点とした破断が起こったためであると考えられる。一方、移動速度を大きくした場合のビード幅は、ツール荷重 3000 kg 時と比較すると広がっている。

このように、片状黒鉛鋳鉄は、その切削性の良さから、FSP を施す際にばりの発生が問題となる。そこで実験終了後に発生したばりを採取し、その総量を図ることで、プロセス条件とばりの発生量の関係を調査した。Fig.3.1.8 に FSP 条件と発生するばり量の関係を示す。低移動速度条件であるほど、ばりの総量が多くなっている。これは、一般的な FSW/FSP と同様に、入熱量過剰、すなわち過剰加熱によるものである。また、3000 kg と 5000 kg を比較すると前述の試料外観と同様に、5000 kg の条件のほうが発生するばりの量が多いことがわかる。これは、前述のように、大きなツール押込み荷重に

よって、わずかではあるものの試料内部まで攪拌が起こり、黒鉛を起点とした破断により、試料の一部がぼりとなって排出された結果である。一方、ツール移動速度が大きい条件側ではぼりの量が少ないが、これはビード幅の狭さに起因するものである。

以上のことから、FC300にFSPを施す場合、良好な処理面を得たうえで、ぼりの発生量を抑制するためには、ツール移動速度を300 mm/min程度とすることが望ましいといえる。

Rotation speed \ Traveling speed	1000 rpm	1200 rpm	1500 rpm
50 mm/min			
100 mm/min			
150 mm/min			
200 mm/min			
300 mm/min			
400 mm/min			
450 mm/min			
500 mm/min			
600 mm/min			
800 mm/min			
1000 mm/min			

Fig.3.1.6 Effect of process conditions on surface appearance of FSPed FC300.

(Load : 3000 kg)

Rotation speed \ Traveling speed	Rotation speed		
	1000 rpm	1200 rpm	1500 rpm
50 mm/min			
100 mm/min			
150 mm/min			
200 mm/min			
300 mm/min			
400 mm/min			
450 mm/min			
500 mm/min			
600 mm/min			
800 mm/min			
1000 mm/min			

Fig.3.1.7 Effect of process conditions on surface appearance of FSPed FC300.

(Load : 5000 kg)

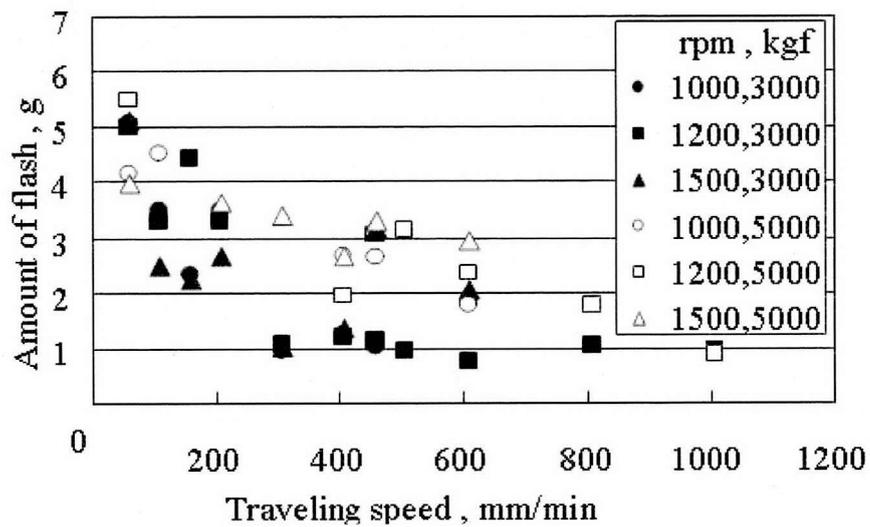
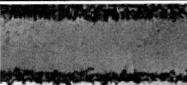
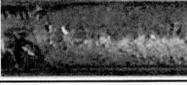
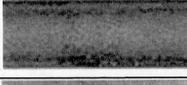
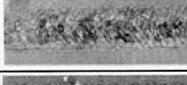
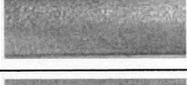
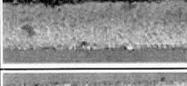


Fig.3.1.8 Dependence of process conditions on amount of flash.

Fig.3.1.9 にツール荷重 5000 kg で FSP を行った後の FC300 と FCD700 の試料表面外観比較を示す。同じプロセス条件でも FCD700 の処理面の方が表面の荒れが少ないことがわかる。これは、黒鉛の形状および、黒鉛の分布の違いに起因する。片状黒鉛は細長い形状であり、大きな力を加えると黒鉛を起点とした破断が発生しやすい。さらに、鑄鉄中の片状黒鉛は連続しており、簡単にき裂が伝播しやすい。これに対して、球状黒鉛はその名の通り、黒鉛が球状であり、破断の起点とはなるものの、他の黒鉛とはつながっておらず、き裂の伝播は起こり難い。当該特性の相違により、処理面に差異が生じたものと考えられる。また、Fig.3.1.10 に示すように、ばりの発生量についても同様であり、FCD700 の方がばりの発生量が少なくなっている。

Rotation speed 1200 rpm Traveling speed	FC300	FCD700
50 mm/min		
100 mm/min		
200 mm/min		
300 mm/min		
400 mm/min		
600 mm/min		
800 mm/min		
1000 mm/min		

50 mm

Fig.3.1.9 Comparison of FSPed appearance between FC300 and FCD750.

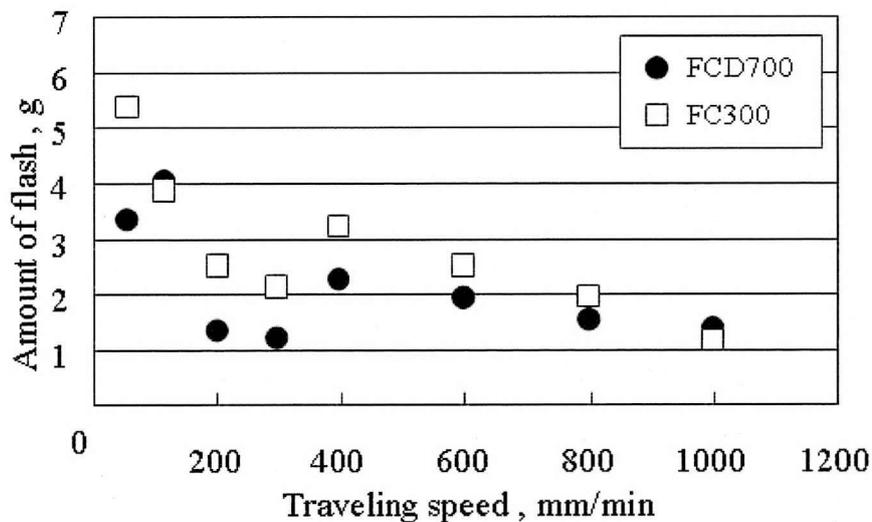


Fig.3.1.10 Comparison of flash between FC300 and FCD750.

### 3.3.2 ビッカース硬度

Fig.3.1.11 に回転速度 1000~1500 rpm、移動速度 50~150 mm/min、荷重 3000 kg でプロセスを行った試料のビッカース硬度分布を示す。当該図は、色が赤に近くなるほど硬度が高いことを示しており、反対に色が青に近くなるほど硬度が低いことを示している。本研究では、硬度の分布が均一に 700 Hv 以上かつ深さ方向に 1 mm 以上の硬化が得られた条件を適正と判断することとする。

この条件範囲においては、いずれの条件においても広範囲・均一に 700 Hv 以上の硬化を示し、かつ 1 mm 以上の硬化深さが得られていることがわかる。これは、FSP による局所加熱と、それに伴う大きな冷却速度によって、マルテンサイトが形成したためだと思われる。ただし、移動速度 50 mm/min の条件においては、表面近傍付近に 400~500 Hv と硬度の上昇が小さい領域が存在する。これは、当該条件では入熱量が大きくなりすぎたため、冷却速度が十分に得られず、安定してマルテンサイトが形成されなかったためであると考えられる。

Fig.3.1.12 に、荷重を 5000 kg としてプロセスを行った試料のビッカース硬度分布を示す。荷重を大きくしたことで、入熱量が増加したため、移動速

度 50 mm/min の条件における硬度上昇の小さい領域がより顕著に現れている。また、回転速度 1500 rpm、移動速度 100 mm/min の条件においても硬化層形成が不安定となっており、過剰な入熱は、硬度上昇を不安定とすることが明確となった。また、安定して硬化層が得られるその他の条件においては、荷重 3000 kg と 5000 kg を比較した場合、硬度・硬化範囲ともに差異は無く、装置にかかる負荷や試料外観を考えると荷重 3000 kg でプロセスを行うことが望ましいと言える。

硬度分布に及ぼす移動速度すなわち入熱量の影響を Fig.3.1.13 に示す。当該条件範囲の全ての条件においても、表面近傍では 700 HV 以上の硬度が得られていることから、マルテンサイト形成による表面硬化が十分に生じていることがわかる。また、移動速度の増加に伴って、左右方向への硬化範囲が狭くなっており、荷重 3000 kg と 5000 kg を比較した場合には、荷重 5000 kg の方が左右方向への硬化範囲は広くなる。これは、前述の試料外観のビード幅とも一致している。ただし、移動速度 600 mm/min 以上の条件については、硬化深さが 0.8 mm 程度となり、本研究の定義においては、適正条件ではないと判定される。以上のことから、FC300 における FSP 適正条件範囲は回転速度 1000~1500 rpm、移動速度 100~400 mm/min となる。

Fig.3.1.14 に FCD700 と FC300 のビッカース硬度分布の比較を示す。FCD700 においても、FC300 の場合と同様に、ツール移動速度 50 mm/min の条件で、入熱過多に起因する硬度上昇不足が確認される。また、FCD700 の硬化層領域は、FC300 のそれよりも狭くなっており、移動速度 400 mm/min 以上の条件では深さ 1 mm 以上の硬化層は得られていない。これは、黒鉛の形状と分布の違いに起因すると考えられる。黒鉛が球状化することにより、黒鉛同士のつながりが乏しくなり、熱伝導率が小さくなる<sup>[10]</sup>。このため、試料深部における温度上昇が抑えられ深さ方向への硬化範囲が得にくくなると考えられる。以上より、FCD700 における FSP 適正条件範囲は、FC300 と比較すると狭まり、回転速度 1200 rpm、移動速度 100~300 mm/min となる。

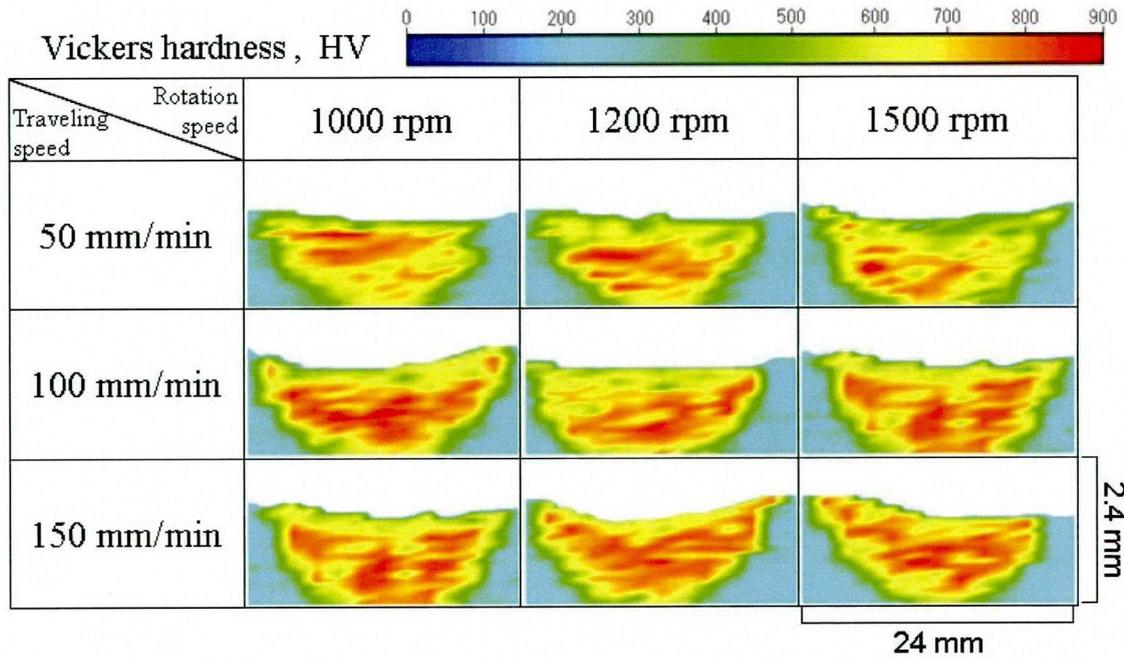


Fig.3.1.11 Effect of processing conditions on Vickers hardness.(Load : 3000 kg)

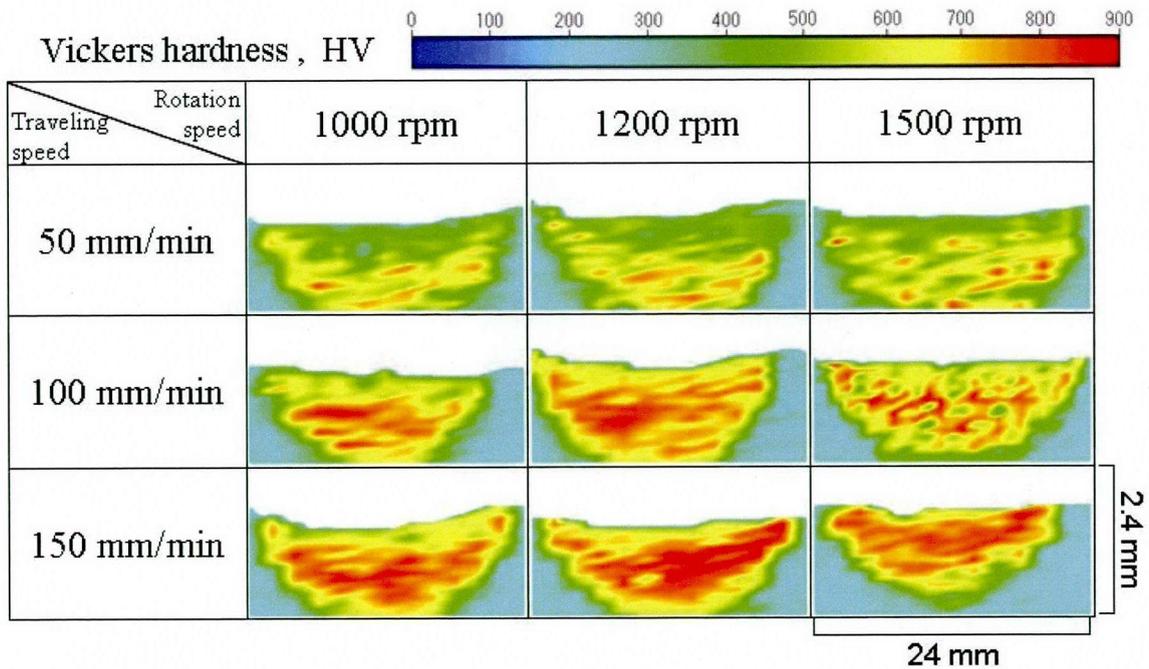


Fig.3.1.12 Effect of processing conditions on Vickers hardness.(Load : 5000 kg)

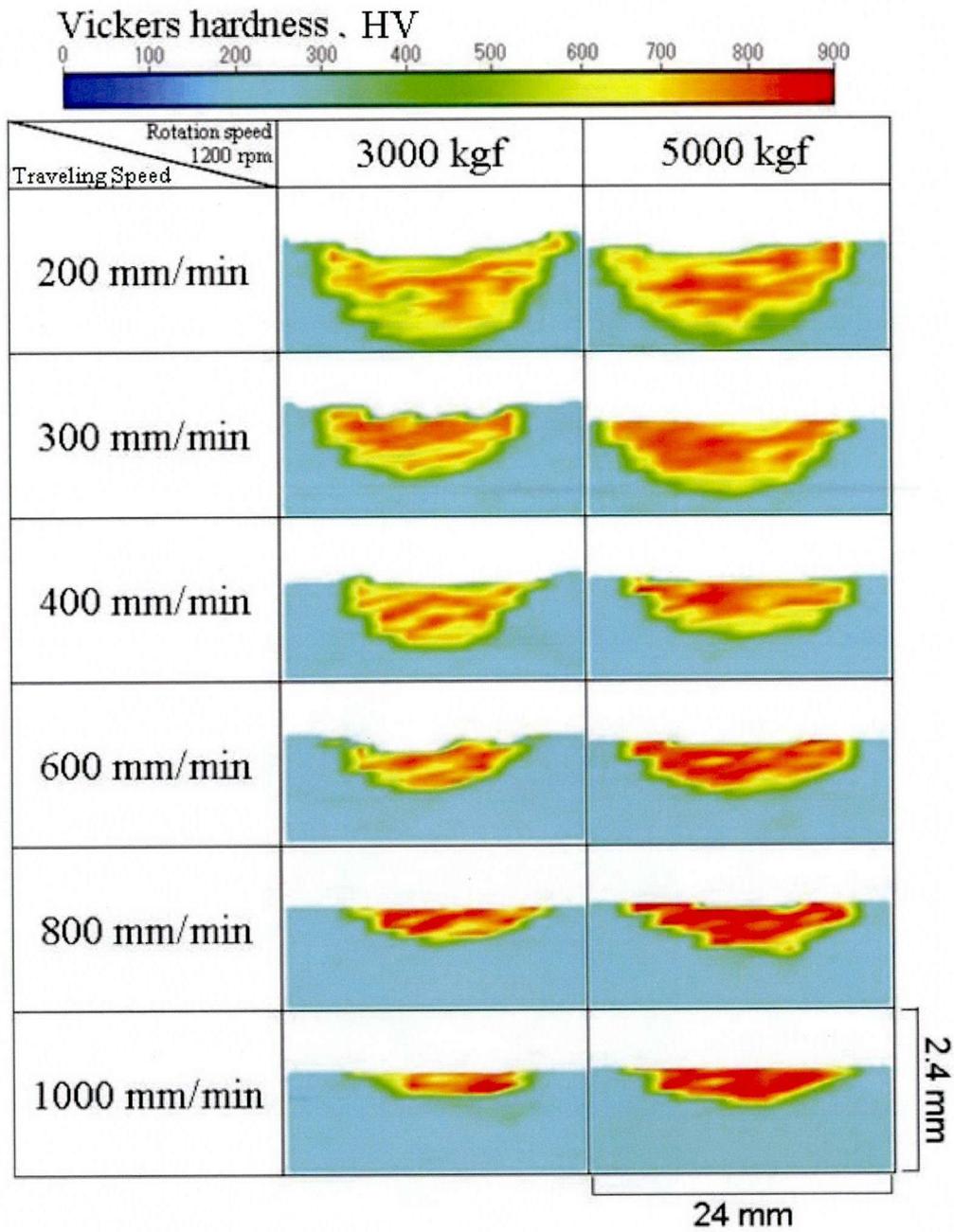


Fig.3.1.13 Effect of travelling speed on Vickers hardness.

(Rotation speed : 1200 rpm)

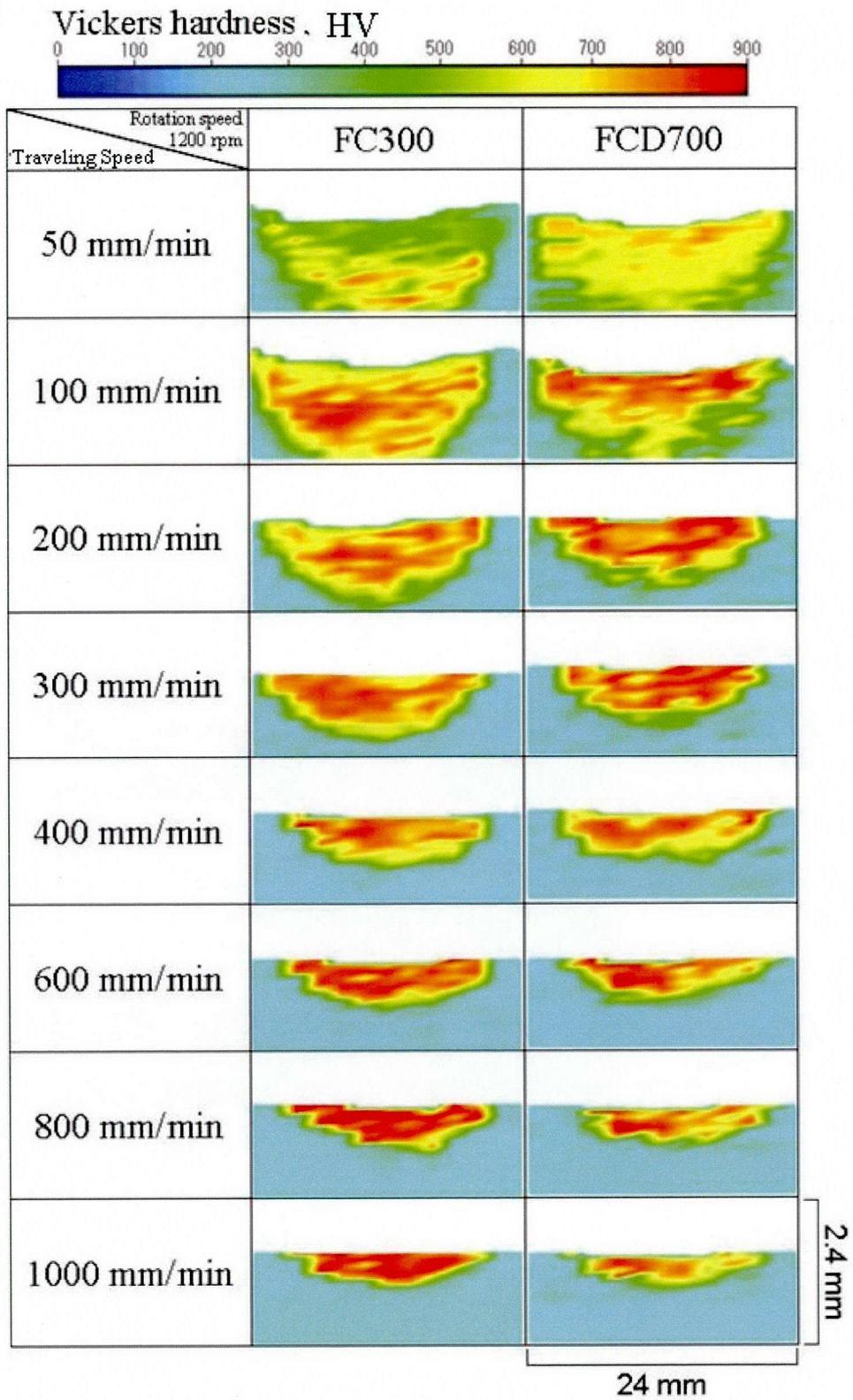


Fig.3.1.14 Comparison of Vickers hardness (FCD700 and FC300).

(Rotation speed : 1200 rpm)

### 3.3.3 組織観察

Fig.3.1.15 に前項のビッカース硬度試験結果から、十分に硬化していた部分と入熱過剰により十分な硬化が得られなかった部分の光学顕微鏡組織を示す。(a)、(b)、(c)は十分に硬化が得られた条件であるが、FC300、FCD700ともに組織は微細なマルテンサイトとなっており、これにより 700 Hv 以上の高い硬度が得られたものと思われる。一方、(d)、(e)、(f)は、入熱過剰により十分な硬化が得られなかった条件であるが、それぞれ、入熱量の差異によって、異なる組織が得られた。

(d)は FC300 に対して、荷重 3000 kg で FSP を施した組織であり、粗大なマルテンサイトと少量のパーライトの混合組織となっている。(e)は(d)よりも入熱量が大きくなる条件である荷重 5000 kg で FSP を施した組織であるが、パーライトとマルテンサイトの混合組織が得られている。入熱量の増加に伴い、冷却速度が低下したことから、パーライト量が増大し、硬度も 430 Hv 程度と低くなっている。次に、(f)は FCD700 に対して、荷重 5000 kg で FSP を施した組織であるが、ほぼパーライトの組織が得られている。硬度は 340 Hv となっており、母材と比較するとわずかに上昇している。FC300 と FCD700 を比較した場合、FCD700 の方が冷却速度が小さいため、マルテンサイトが生成するのに十分な冷却速度が得られなかったと考えられる。

### 3.3.4 回転ピッチ

これまで論じてきたように、FSP を FC300 および FCD700 に適用して広範囲・均一に硬化層を得るには、適切な入熱量の範囲が存在する。この範囲をより明確にするために回転ピッチを用いて整理する。回転ピッチとはツールが 1 回転する間に移動する距離であり、この値が大きいと 1 回転する間の距離が大きい、すなわち入熱量が減少するといえる。Fig.3.1.16 に投影機によって測定した組織変態範囲とビッカース硬度試験結果を基にし、回転ピッチで硬化層の範囲を整理したグラフを示す。回転ピッチが 0.05 mm/rpm を下回る条件においては、入熱量過剰となり、冷却速度が十分に得られないため、

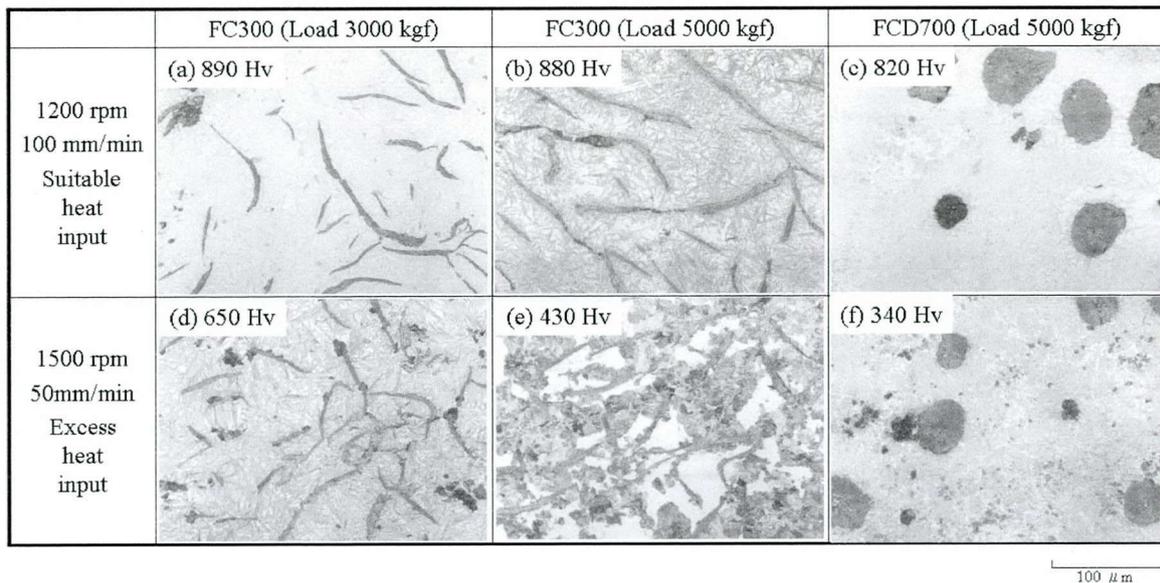


Fig.3.1.15 Microstructures of cast irons FSPed under various conditions.

十分な硬度の上昇は得られない。このことから、荷重 3000 kg の場合の FC300 の適正条件は回転ピッチが 0.08~0.33 mm/rpm、荷重 5000 kg の場合の FC300 の適正条件は 0.07~0.30 mm/rpm となる。このように、荷重 3000kg と荷重 5000 kg を比較すると、わずかではあるが荷重 3000 kg の方が入熱量は小さいために入熱過多が起こりにくい。一方、回転ピッチが大きく、荷重が小さい場合には、わずかに適正範囲は狭くなる。また、適正条件の判定からは除外しているが、荷重が小さい場合、すなわち入熱の少ない条件では、左右方向の硬化層の幅が小さくなる。

FCD700 に荷重 5000 kg で FSP を施す場合の適正条件は 0.08~0.33 mm/rpm となり、回転ピッチが大きい側で FC300 と比較して適正範囲が狭くなっているが、これは前述の通り、黒鉛形状に起因する熱伝導率の違いによるものである。

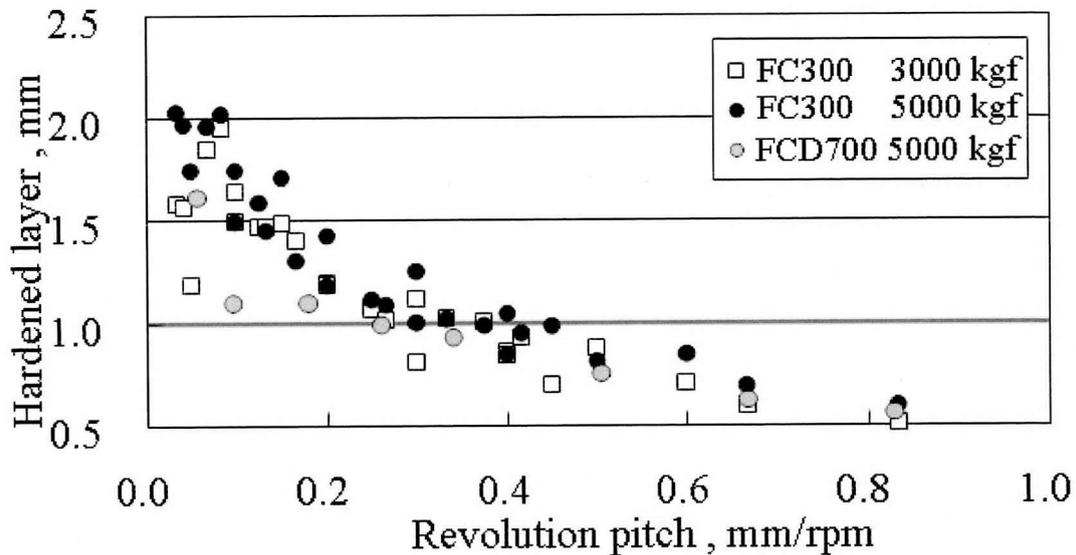


Fig.3.1.16 Effect of revolution pitch on depth of hardened layer

### 3.4 結論

パーライト系片状黒鉛鑄鉄(FC300)及び、パーライト系球状黒鉛鑄鉄(FCD700)に対して、FSPを施した後、ビッカース硬さ試験、組織観察、硬化層厚さ測定、ばり量測定を行い、以下のことを明らかにした。

1. FSPによってFC300及び、FCD700の表面を1mm以上硬化することが可能である。広範囲に硬化層を得るためには、適切な入熱による変態点以上の温度上昇とマルテンサイト組織を形成可能な冷却速度が必要である。
2. ツール移動速度100 mm/min~200 mm/minの場合、3000 kg以上の荷重では硬化層厚さに及ぼす荷重の影響性は小さい。一方、ツール移動速度300 mm/min以上では、ツールが材料へと押込まれる深さの違いが顕著にあらわれるため、硬化層厚さおよび硬化範囲は荷重5000 kgの方が大きい。
3. 黒鉛の形状と分布は鑄鉄のFSPに大きく影響する。黒鉛が片状で連続的に分布する片状黒鉛鑄鉄の方がばりが発生しやすい。また、熱伝達率も高いため、硬化範囲が大きい。

### 第3章 参考文献

- [1]中江秀雄：新版 鑄鉄の材質，日本鑄造工学会（2012）181-216
- [2]小川喜代一：精密機械 30 卷 10 号（1964）794-802.
- [3]J.D.Kim, J.K.Ji：Journal of Materials Processing Technology 176（2006）1-3 .
- [4]M.Bielawski, A.Furmanek：Vacuum 41（1990）7-9.
- [5]森崇：鑄造工学 76（2004）517-523
- [6]土居滋，池田秀男，上坂修治郎，光永公一：日本機械学会論文集 64（1998）2333-2338
- [7]若本 洋之助，岡林 邦夫：日本金属学会誌 16（1952）574-578
- [8]山口泰文,藤井英俊,木口昭二,野城清：鑄造工学 80（2008）15-21
- [9]Y.Yamaguchi, H.Fujii：Mater. Trans. Vol.49 No.12（2008）2837-2843
- [10]W.L.Guesser, I.Masiero, E.Melleras, C.S.Cabezas：Revista Matéria, Vol.10, No.2(2005), 265-272

## 第4章 摩擦攪拌プロセスによるフェライト系鋳鉄の表面硬化

### 4.1 摩擦攪拌プロセスによるフェライト系球状黒鉛鋳鉄の表面硬化

#### 4.1.1 緒論

第3章において、パーライト系鋳鉄に対してFSPを施し、微細なマルテンサイトの析出により、ビッカース硬度が700HV以上となることを明らかにした。フレーム・ハードニング法では得られる硬度は500HV程度であることから、FSPは極めて有効な表面硬化処理法であるといえる。そこで、本章では、従来法で硬化が困難であるFSPによるフェライト系球状黒鉛鋳鉄に対してFSPによる表面硬化を試みた。

フェライト系球状黒鉛鋳鉄は、基地組織中に内在する黒鉛により、化学組成上は多量の炭素を含むものの、基地組織はフェライトであることから、焼入れ性が非常に悪い。そのため、従来の表面硬化法であるフレーム・ハードニング法、高周波焼入れ法、電子ビーム焼入れ法、レーザ焼入れ法などの手法を用いた場合には、硬度の不足、硬化層が不安定といった問題がある。そういった現状から、表面硬度を要する部材には、パーライト基地組織の鋳鉄が使用されている。フェライト系鋳鉄に表面硬化処理を施す場合には、基地組織をマルテンサイト化するのではなく基地組織中の黒鉛周辺にのみ、炭素を拡散させることで、硬い環状マルテンサイト層を生成し、耐摩耗性を向上させるという報告がある<sup>[1-4]</sup>が、表面硬化としては十分ではない。

FSPは、前述してきたように熱を局所的に発生させ、大きな冷却速度を得ることができる手法である。そのため、基地組織中の黒鉛から十分に炭素を拡散させた上でも、マルテンサイトが析出可能な冷却速度を維持することができると考えられる。

そこで、本節では他の表面硬化法では硬化が困難であるフェライト球状黒鉛鋳鉄(FCD450)におけるツール移動速度・ツール回転速度・荷重の最適な条件の選定を行い、適正条件範囲を明らかにするとともに、組織および硬さに及ぼす摩擦攪拌プロセスの影響について報告する。

#### 4.1.2 実験方法

##### 4.1.2.1 実験装置

光陽産業株式会社作製の FSW-JWRI-II 型を用いて硬化実験を行った。本装置は、冷却水を循環させることによる装置の冷却、アルゴンシールドガスによる摩擦攪拌プロセス中の雰囲気制御が可能である。また、摩擦攪拌プロセス中に回転速度、荷重のパラメータを変化させることが可能である。

##### 4.1.2.2 供試材料

300×100×5 mm のフェライト系球状黒鉛鑄鉄 (FCD450) 板材を用いた。供試材料の化学分析値を Table 4.1.1 に示す。黒鉛球状化のために Mg が添加されているが、その他の特殊な元素は添加しておらず、一般的な普通鑄鉄となっている。機械的性質は、ビッカース硬度は 180~200 HV、ブリネル硬度は 149 HB であり、引張強さに換算すると 450 N/mm<sup>2</sup> である。3 % ナイタールによって腐食させた供試材料の顕微鏡組織を Fig. 4.2.1 に示す。基地組織は、全てフェライト組織となっている。

Table 4.1.1 Chemical compositions of FCD450. (mass %)

C	Si	Mn	P	S	Mg
3.86	2.35	0.3	0.016	0.015	0.041

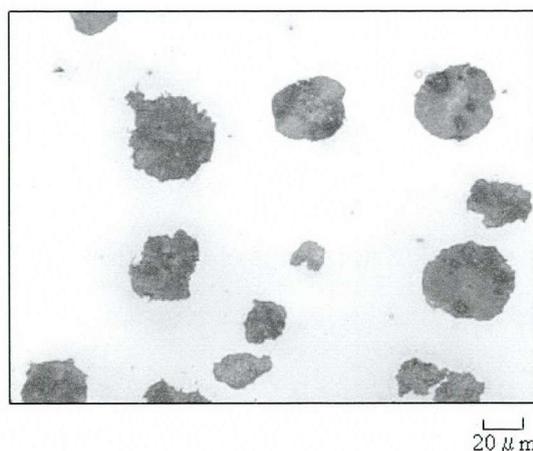


Fig. 4.1.1 Microstructure of FCD450.

#### 4.1.2.3 FSP 条件

使用したツールの材質は超硬合金(WC-6%Co)、形状は第3章と同様に、一般的にFSW・FSPで用いられるショルダおよびプローブで構成されたツールではなく、ショルダのみで構成されたツールを用いた。ショルダ径 $\phi 25$  mm、ツール前進角を3度として実験を行った。FSP中の入熱量を支配する3つの因子であるツール回転速度・ツール移動速度・ツール押込み荷重については、それぞれ900~1500 rpm、50~150 mm/min、2000~5000 kgの範囲で変化させた。

#### 4.1.2.4 組織観察

3.2.4と同様の方法で試料を作製後、光学顕微鏡によって組織観察し、投影機による硬化層厚さ測定を行った。

#### 4.1.2.5 ビッカース硬度評価

圧痕間隔は試料表面より深さ方向には3.2.5と同様に0.1mm毎とした。また、フェライト系鋳鉄はパーライト系鋳鉄と比較して硬化が困難であると考えられるため、3.2.5では左右方向に2.0 mm毎としていた間隔を、中心からそれぞれ12 mmの地点まで1.0 mm毎に、荷重を1.961 N、圧子保持時間を15秒として測定した。また、原点より浅い箇所、圧子が試料基地組織中の黒鉛を測定していた場合については、3.2.5と同様に再測定を行った。

### 4.1.3 実験結果

#### 4.1.3.1 試料外観

試料中央に溝状欠陥が発生した場合、もしくは試料表面がツールに付着し剥がれた場合は欠陥であるとみなし、摩擦攪拌プロセスの最適な条件を検討した。Fig. 4.1.2に回転速度900 rpmで、荷重をプロセス中に増加させながら摩擦攪拌プロセスを行った試料の表面外観を示す。左側から右側にツールが移動し、回転速度、移動速度を一定にして、荷重を約2000 kgから5000 kg

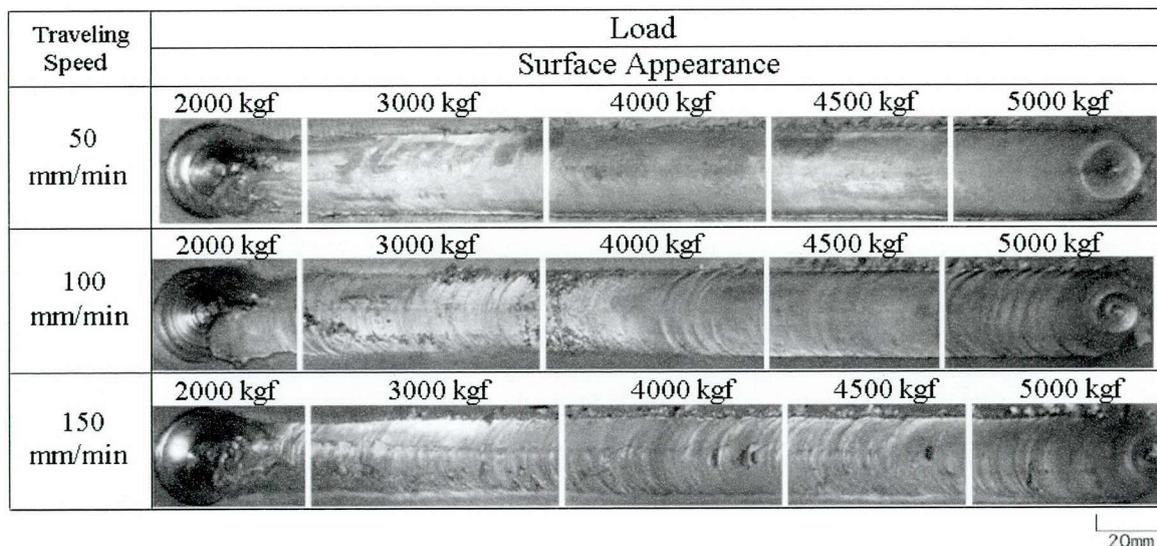


Fig. 4.1.2 Effect of traveling speed and applied load on the appearance of FSPed FCD450. (Rotation Speed : 900 rpm)

まで増加させた。いずれの試料においても、初期段階において削れたような欠陥が発生した。これは入熱量の不足により母材が軟化せず、切削されたようにバリが生成するためである。また、全ての試料において、荷重が 2000 kg から 3000 kg となるプロセス初期の領域において、荷重不足により、処理部分の横幅が 20~23 mm 程度とツール径に比べて狭くなっている。また、移動速度が速くなるにしたがって、処理範囲が狭くなる傾向が確認される。これは、熱源であるツールの移動速度が速すぎる場合においても入熱量の不足が生じ、ツールの前方部が浮いてしまうことが原因であると考えられる。特に 150 mm/min の試料においては、全体的に中央に溝状の欠陥が目立っている。以上より、欠陥の発生を抑制するためには、大きな入熱量が必要であり、広い改質部を得るには、ツール前方部が浮かない程度の荷重が必要であることが明らかとなった。以上の結果を受けて、後の実験では高い入熱量を得ることと、ツール前方部の浮き上がりを抑制するために、開始時から荷重を 5000 kg に固定し摩擦攪拌プロセスを行った。当該試料の表面外観を Fig. 4.1.3 に示す。回転速度 1500 rpm、移動速度 50 mm/min の試料については、入熱量の過剰により大きなバリが発生していることがわかる。回転速度 1200 rpm、移

動速度 150 mm/min の試料の前半部、および回転速度 1500 rpm で移動速度 150 mm/min の試料後半部では、入熱量の不足による試料中央のはがれや多量のバリの発生が顕著である。回転速度 1200 rpm、移動速度 50 mm/min、および回転速度 1500 rpm、移動速度 100mm/min の試料においては、初期段階に多少の欠陥は見られるが、おおむね良好な処理範囲を得ることができた。

また、プロセス終了部では、いずれの試料においても中央部分に凹部が見られる。これは試料表面の一部がツールに付着したためであると考えられる。試料中央部に欠陥が見られた条件は、比較的入熱量が小さい条件であった。つまり、入熱量が大きい条件では、たとえプロセス中にツールに試料が付着しても、塑性流動により影響は無いが、入熱量が小さい条件ではツール中央部に試料が付着すると、塑性流動を十分に伴わないため、それがあたかもツールのように働き、欠陥が発生したと考えられる。以上より、摩擦攪拌プロセスを行う上で、処理面の欠陥の発生を防ぐためには、適切な入熱量を得る

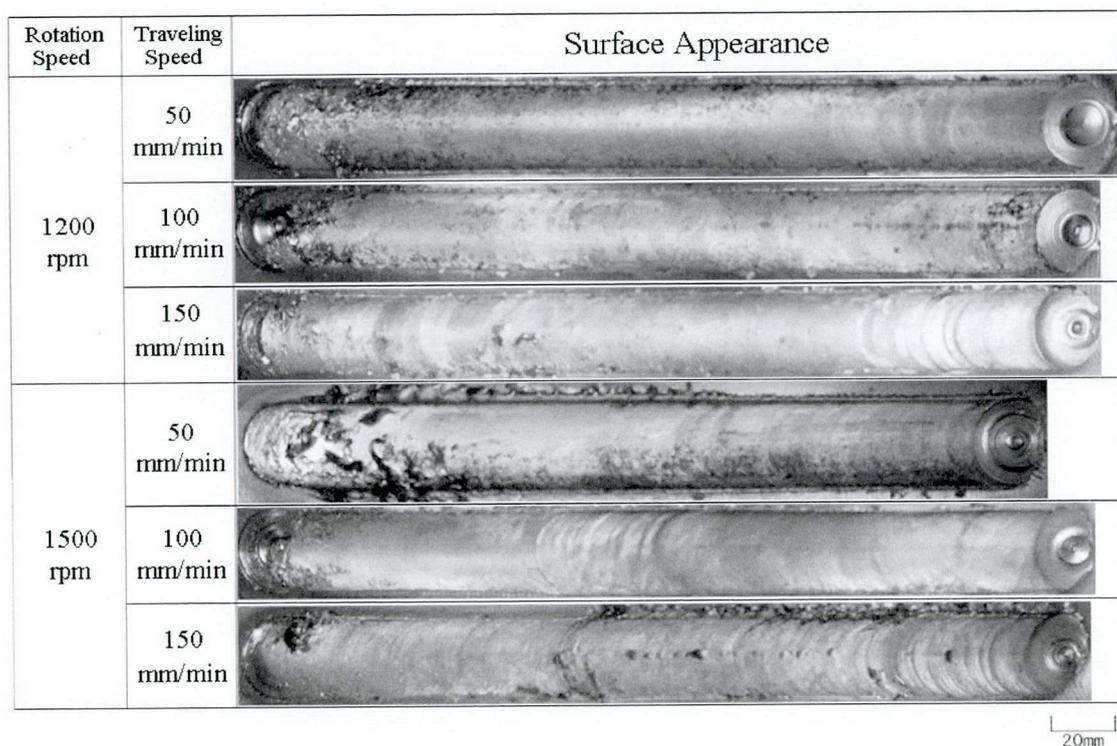


Fig. 4.1.3 Appearance of FSPed under various conditions. (Rotation Speed : 1200rpm and 1500rpm, Load : 5000 kg)

ことが必要である。適切な入熱量を与えることにより、表面における切削や剥離が抑制され、良好な処理面を得ることができる。

#### 4.1.3.2 試料断面

ツール回転速度 900 rpm、荷重 5000 kg で FSP を行った試料の断面を Fig. 4.1.4 に示す。全ての試料断面において、左右両端部が少し変形し、中央部にはへこみがみられる。試料断面の変形についてはツール前進角度を  $3^\circ$  としていることが要因と考えられる。ツールの傾斜により、ツール後方は前方と比べて約 1.3mm 深く試料中に押し込まれている。このことにより、中央部から両端部に押し出されるような態様で変形が生じたものと考えられる。また、ツール移動速度が増加するに従って、その変形量は小さくなっていく傾向にあることから、入熱量による材料軟化の程度が、荷重によるツールの押し込み量を変化させることも、変形の要因であると考えられる。特に、移動速度 150 mm/min の試料断面では後退側のみに変形が認められる。後退側のみが押し込まれているということは、入熱量が少ない条件では、プロセス中にツールの前進側がわずかではあるが浮いてしまっているということが推察される。

また、試料表面外観でみられた、入熱量の小さい条件で起こる中央部での欠陥領域では、試料断面の観察結果から塑性流動が大きいことがわかる。その拡大図および元素分析結果を Fig. 4.1.5 に示す。表面付近に層状の組織が観察されるが、元素分析の結果から、これは鑄鉄中の球状黒鉛組織が微細に破壊されたものであることがわかる。プローブを有するツールを用いた場合には、より広範囲にわたってこのような鑄鉄中の黒鉛の破壊が起こることが報告されている<sup>[5,6]</sup>。前述のとおり、入熱量の小さい条件では、ツール中心部に試料のばりが付着し、プローブのような役割を果たす。その結果、攪拌力が大きくなり、黒鉛の破壊に至ったと考えられる。1500 rpm の条件では、塑性流動が顕著な点はみられなかったことから、回転速度がある程度大きい条件になると、ツール中心部にばりがたまらず、外側に排出されるのではないかと考えられる。

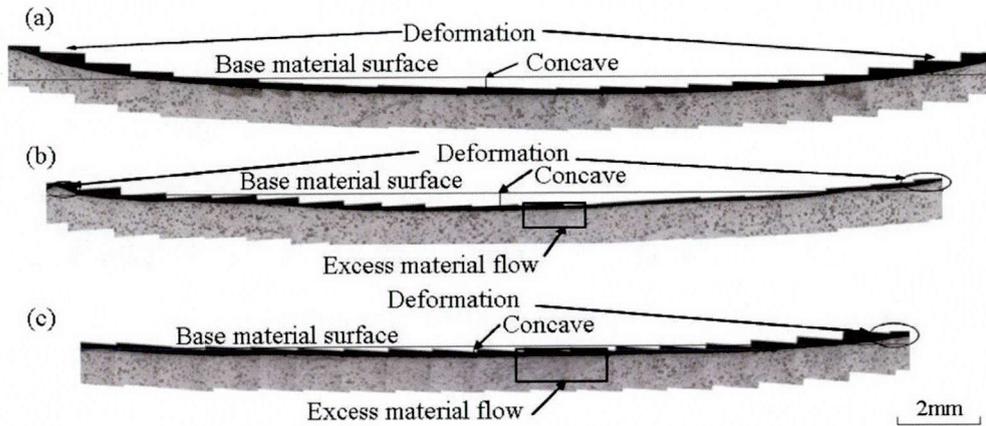


Fig. 4.1.4 Cross-sectional macrostructure of FSPed FCD450. (Rotation speed : 900 rpm traveling speed : (a)50 mm/min, (b)100 mm/min, (c)150 mm/min)

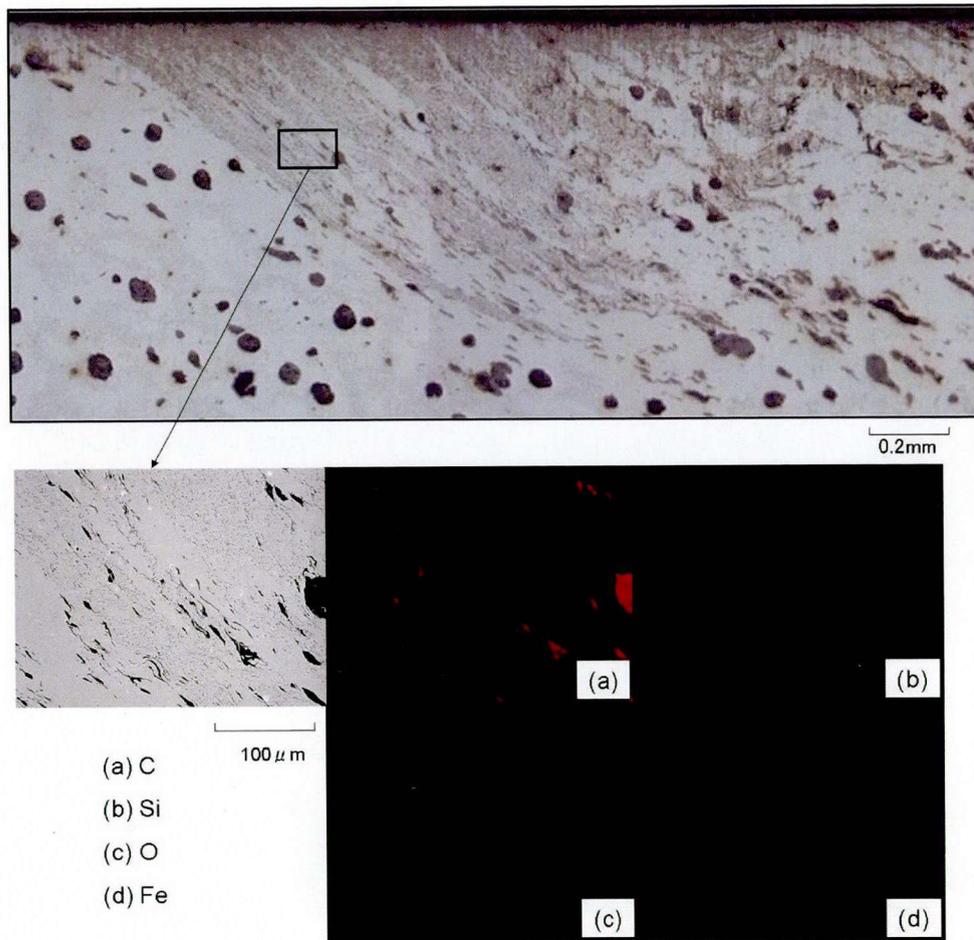


Fig. 4.1.5 Cross-sectional microstructure and EDX mappings of FSPed FCD450 near the center surface. (900 rpm, 100 mm/min)

#### 4.1.3.3 ビッカース硬度

Fig. 4.1.6 に断面のビッカース硬さ分布に及ぼす接合速度及び回転速度の影響を示す。ツール回転速度 900 rpm の条件下でツール移動速度を変化させた場合について検討すると、ツール移動速度 50 mm/min の場合に試料中心から左右 12 mm、深さ方向に最大 1.2 mm と広範囲、均一に 700 HV 以上に硬化している。しかし、ツール移動速度を 100 mm/min に増加、すなわち入熱量を減少させると、表面付近では 700 HV 以上に硬化しているものの、深さ方向への硬化範囲が狭くなる。また、試料中央から後退側(Retreating Side)に、硬化がみられない点が存在する。さらにツール移動速度を増加させ、入熱量を本実験中で最も小さくした 150 mm/min の条件でも、100 mm/min と同様に試料中央から後退側に硬化がみられない点が存在した。これは前節で示した球状黒鉛組織が微細に破壊された箇所と一致し、黒鉛の破壊が生じると、当該領域での硬度上昇は得られないことがわかる。次に、ツール移動速度 50 mm/min の条件下でツール回転速度を変化させた場合の結果について検討すると、ツール回転速度 900 rpm の条件では、広範囲、均一に硬化しているのに対し、ツール回転速度を 1200rpm に増加、つまり入熱量を増加させると、より深い位置まで広範囲に硬化した。ただし、この条件では、表面付近に硬度の上昇が小さい部分が見られた。さらにツール回転速度を増加させ、入熱量を本実験中で最も大きくした 1500 rpm の条件では、摩擦攪拌プロセスの影響が広範囲に広がっているが、全体的に硬度の上昇が 400~600Hv と硬度の上昇が不十分な結果となった。これは、入熱量が大きすぎることにより、安定した冷却速度を得ることができなかつたためである。

さらに詳しく各試料を比較するために、各試料の中心および左右 6.0 mm の 15 点の硬さの平均値を Fig. 4.1.7 に、各試料の深さ 0.2 mm、0.7 mm および 1.2 mm の硬さの 25 点の平均値を Fig. 4.1.8 に示す。Fig. 4.1.7 より、試料中心部に近いほど、硬化の度合いが大きい傾向にあることがわかる。また、移動速度が増加するにつれて後退側の硬化の度合いは小さくなっていく。これは、FSP が左右非対称なプロセスであることに起因する。一般的に、RS 側

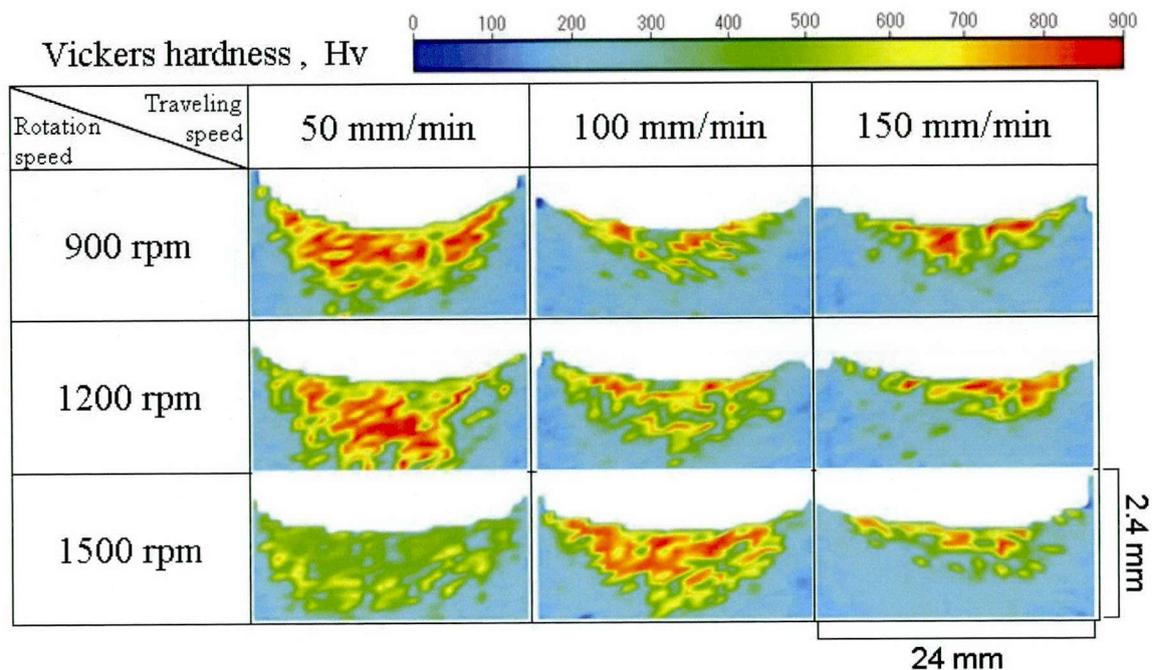


Fig. 4.1.6 Effect of processing conditions on Vickers hardness.

のプロセス中の温度は AS 側と比較して低いことが知られている<sup>[7]</sup>。この温度の差異により、移動速度の大きい条件において RS 側の昇温不足を引き起こし、硬化の度合いが小さくなったと考えられる。回転速度 900 rpm、移動速度 50 mm/min の条件および回転速度 1500 rpm、移動速度 50 mm/min の条件では、硬化のばらつきは少ない。ただし、回転速度 1500 rpm、移動速度 50 mm/min の試料は硬度の上昇が小さい。したがって、最も安定して、広範囲に改質できる条件は回転速度 900 rpm、移動速度 50 mm/min であるといえる。Fig. 4.1.8 より、試料表面に近いほど硬度の上昇が大きくなっていく傾向にあることがわかる。表面から 0.2mm で最も高い数値を得たのは、回転速度 900 rpm、移動速度 50 mm/min の条件である。しかしながら、回転速度 1200 rpm、移動速度 50 mm/min の試料では深さ 0.7 mm でも十分に硬化し、ばらつきが少ない。回転速度 1200 rpm、移動速度 50 mm/min の条件では、表面付近はやや硬化の度合いが小さいが、より深くまで試料を改質できるという特徴がある。

以上より、硬さに関しても入熱量の大きさが非常に大きく関わっていることが明らかになった。回転速度 1500 rpm、移動速度 50 mm/min の条件を除いて、移動速度が小さい（＝入熱量が大きい）ほど硬化の範囲は広く、深くなる。ただし、回転速度 1500 rpm、移動速度 50 mm/min の条件のように、過剰な入熱量により十分な冷却速度が得られなければ、700 HV 以上の硬化は得られない。

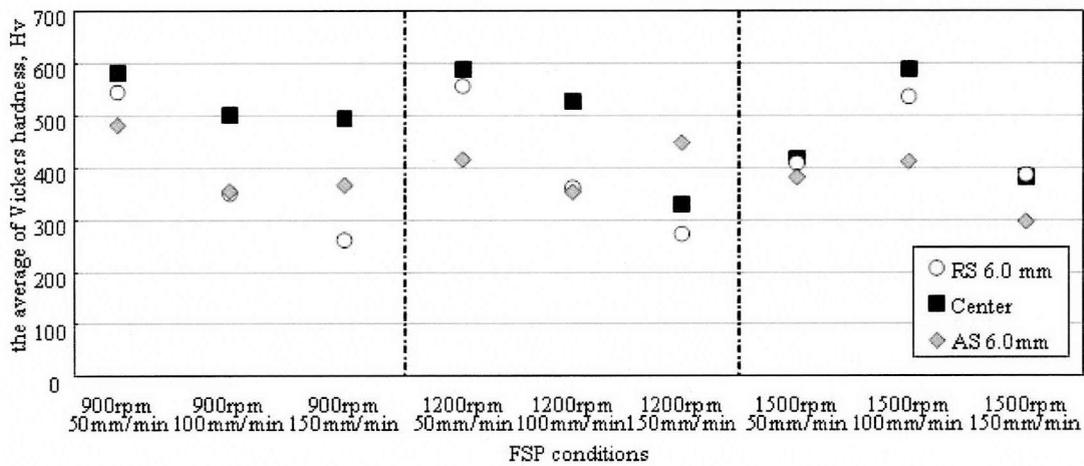


Fig. 4.1.7 Average value of the hardness in the depth direction.

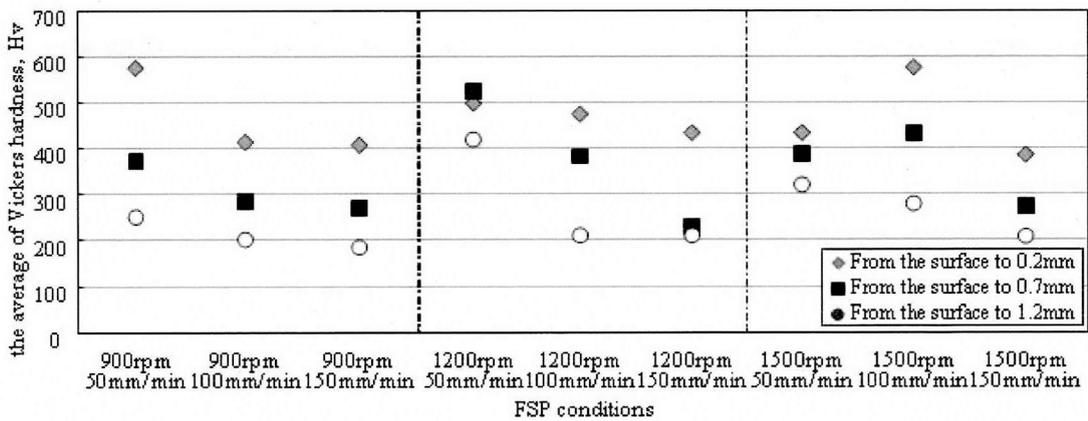


Fig. 4.1.8 Average value of the hardness in the horizontal direction.

#### 4.1.3.4 組織観察

硬化範囲・硬度上昇ともに十分な結果が得られた 900 rpm、50 mm/min と、硬化範囲は広範囲であるものの硬度上昇が不十分であった 1500 rpm、50 mm/min の条件でプロセスを行った試料の微細組織の比較を Fig. 4.1.9 に示す。900 rpm、50 mm/min の 700 HV 以上の硬化した点の組織は Fig. 4.1.9(a) に示すように、極めて微細なマルテンサイト組織が形成しているのがわかる。これにより硬度が大幅に上昇したと考えられる。一方、Fig. 4.1.9(b) に示すように、1500rpm、50mm/min の組織は高回転速度による大きな入熱量および低移動速度による低冷却速度により、パーライト状の組織となっている。このため硬度上昇が十分に得られなかったといえる。

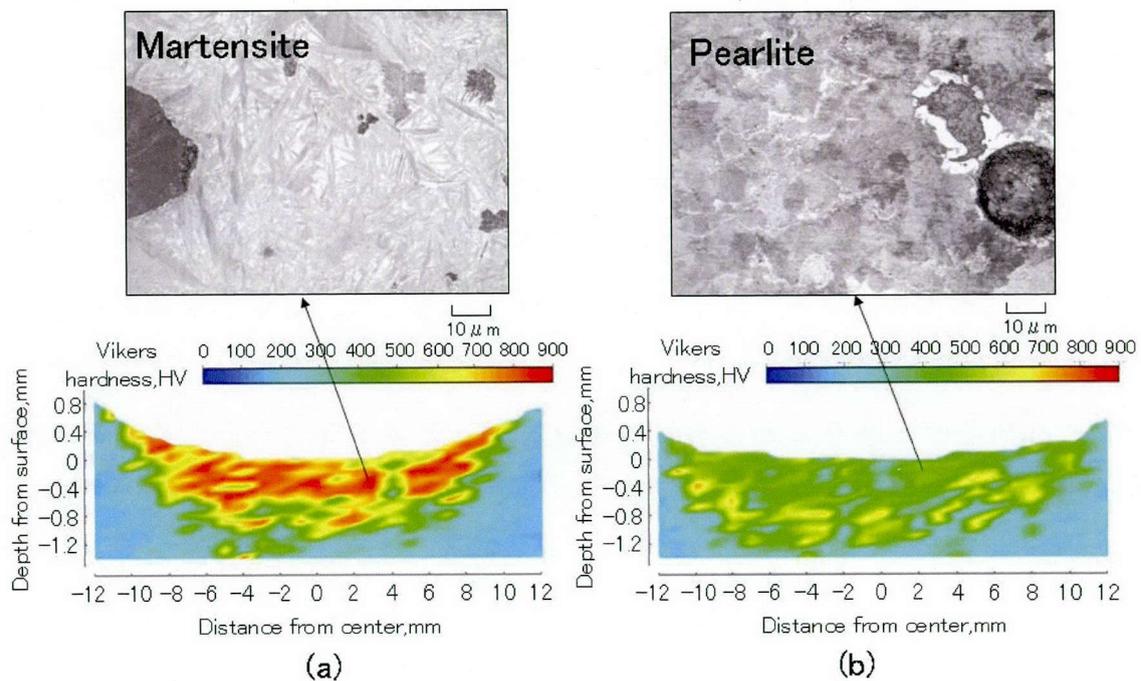


Fig. 4.1.9 Microstructures of FSPed FCD450.

(a) Rotation speed : 900rpm, Traveling speed : 50mm/min

(b) Rotation speed : 1500rpm, Traveling speed : 50mm/min

#### 4.1.3.5 回転ピッチ

前述の通り、FCD450 に摩擦攪拌プロセスを適用するには、適切な入熱量の範囲が存在する。この範囲を明確にするため、第3章と同様に、ツール移動速度  $V$  を回転速度  $N$  で割った回転ピッチ<sup>[8]</sup>を用いて整理した。回転ピッチと適正条件範囲の関係を Table 4.1.2 に示す。ビッカース硬さ試験結果より、深さ 1 mm 以上の硬化がみられた条件を適正と判断した。FCD450 においては、回転ピッチが 0.04~0.07 mm/r の範囲において適正な結果が得られた。パーライト系鋳鉄においては、回転ピッチ 0.06~0.30 mm/r の条件で 1 mm 以上の硬化層が得られることがわかっており、フェライト系鋳鉄とパーライト系鋳鉄の適正範囲を比較すると、フェライト系鋳鉄の適正範囲はかなり狭く、かつ高入熱条件に偏っている。

これについては、Fig. 4.1.10 に示すように基地組織であるフェライトの炭素含有量が少ないため(a)、FSP により温度を  $A_1$  変態点以上にして基地組織をオーステナイト化させ(b)、炭素の最大固溶限を増加させた上で基地組織中に存在する球状黒鉛からオーステナイト基地への炭素の供給を行った上で(c)、マルテンサイト変態を可能にする大きな冷却速度が必要であるためだと考えられる(d)。つまり、フェライト系鋳鉄を硬化するには、炭素を基地組織に供給するために十分に温度を上げることと、マルテンサイト変態を可能にする十分な冷却速度を得ることを同時に達成することが必要となるために適正範囲が狭くなったと考えられる。しかしながら、摩擦攪拌プロセスは、局所的

Table 4.1.2 Relationship between revolution pitch and optimal process range.

Rotation speed [rpm]	Traveling speed [mm/min]	Revolution pitch [mm/r]	Heat input for hardness
1500	50	0.033	Excess heat input
1200	50	0.042	Optimal heat input
900	50	0.056	
1500	100	0.067	
1200	100	0.083	Insufficient heat input
1500	150	0.100	
900	100	0.111	
1200	150	0.125	
900	150	0.167	

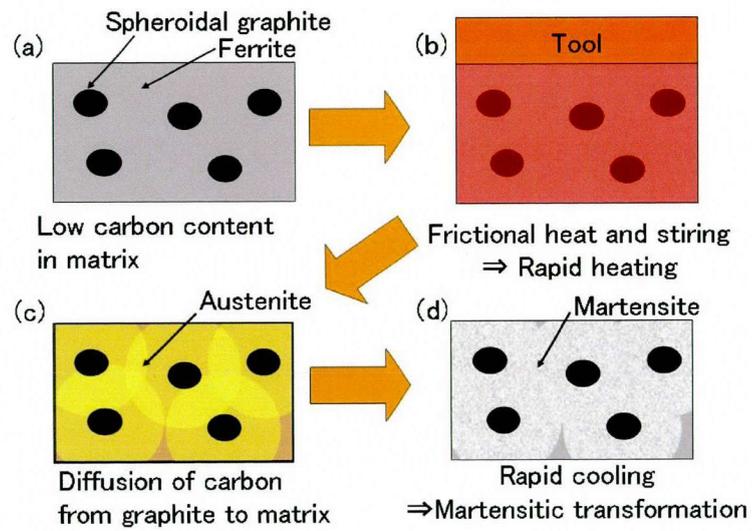


Fig. 4.1.10 Processes required for hardening of ferrite-based cast irons in FSP.

な加熱が可能であるため、冷却速度も大きく、フェライト系鋳鉄の焼入れ処理を実現できるといえる。

## 4.2 摩擦攪拌プロセスによるフェライト系片状黒鉛鑄鉄の表面硬化

### 4.2.1 緒論

4.1 において、基地組織中の炭素含有量が乏しく、焼入れが困難であるフェライト系球状黒鉛鑄鉄に対して FSP を施すことで、基地組織に内在する黒鉛から炭素を供給し、微細なマルテンサイトを生成させることにより、ビッカース硬度が 700 HV 以上とすることが可能であると明らかにした。他の表面硬化処理法では、パーライト化等の熱処理を施すことでしか表面硬化が不可能であったことを考えると、FSP はフェライト系鑄鉄に対して極めて有効な表面硬化処理法であるといえる。そこで本節では、異なる黒鉛形状を有するフェライト系片状黒鉛鑄鉄に対して FSP を施し、表面硬化を試みた。

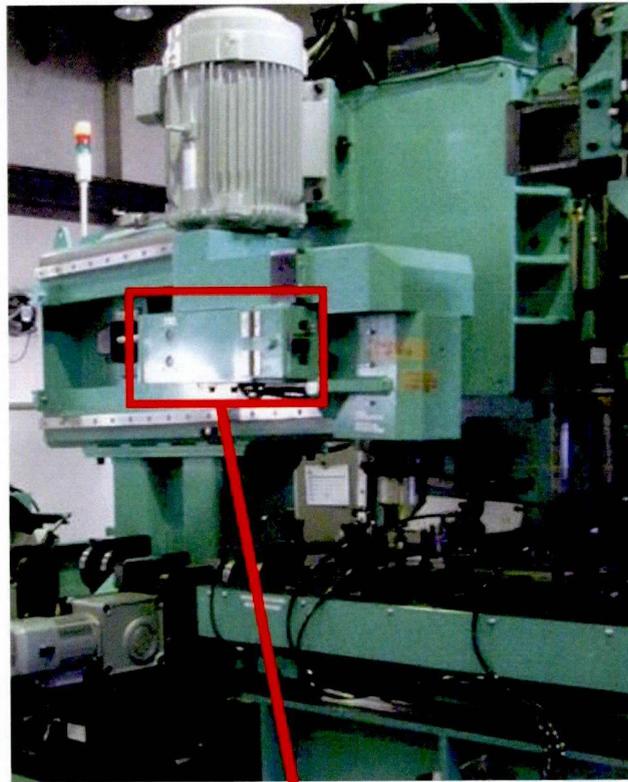
本節で用いる基地組織がフェライト、黒鉛組織が片状黒鉛であるフェライト系片状黒鉛鑄鉄は、非常に機械的性質が乏しい材料であるため、現状として市場にはほとんど出回っていない鑄鉄である。しかしながら、このような鑄鉄は安価に製造できる可能性があり、何らかの方法で十分に機械的特性を向上させることが可能となれば、幅広い用途が考えられる。

そこで本節では、フェライト系片状黒鉛鑄鉄に FSP を適用し、他の鑄鉄と同様に表面硬化が可能であるかを調査するとともに、フェライト系片状黒鉛鑄鉄における FSP の最適条件を詳細に検討した。

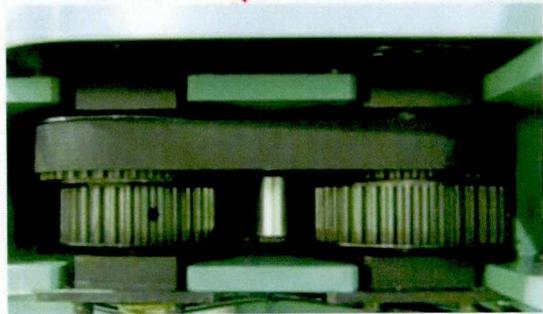
### 4.2.2 実験方法

#### 4.2.2.1 実験装置

Fig. 4.2.1 に示す光陽産業株式会社作製の FSW-JWRI-III、IV 型型を用いて実験を行った。本装置は、冷却水を循環させることによる装置の冷却、アルゴンシールドガスによる摩擦攪拌プロセス中の雰囲気制御が可能である。また、フェライト系片状黒鉛鑄鉄では高回転速度による大きな入熱の付与が必要となったため、Fig. 4.2.1 の四角部に位置する回転ベルトの付け替えをすることによって回転速度を 100~3500 rpm と広範囲に変化させることが可能となるよう装置の改造を行った。



40 cm



10 cm

Fig. 4.2.1 FSP machine.

#### 4.2.2.2 供試材料

供試材は  $300\text{ mm}^L \times 100\text{ mm}^W \times 5\text{ mm}^T$  のフェライト系片状黒鉛鑄鉄 (FC100) を用いた。この供試材の組織は、パーライト組織の片状黒鉛鑄鉄を Fig. 4.2.2 に示す条件で焼なまし処理することによって作製した。Table 4.2.1 に化学組成を、Fig. 4.2.3 に顕微鏡組織を示す。基地組織はオールフェライト組織となっており、ビッカース硬度は 130 ~ 180 HV であった。

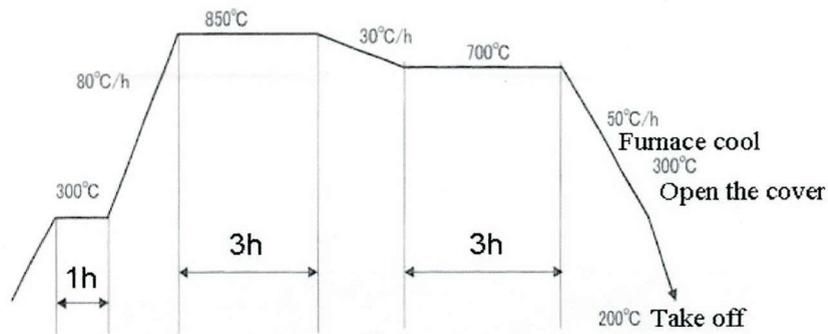


Fig. 4.2.2 Thermal curve for anneal heat treatment.

Table 4.2.1 Chemical compositions of base material. (mass %)

C	Si	Mn	P	S
3.02	1.60	0.75	0.07	0.04

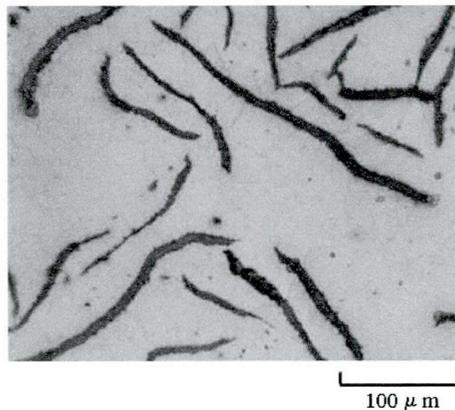


Fig. 4.2.3 Microstructure of base material.

#### 4.2.2.3 FSP 条件

使用したツールの材質は超硬合金(WC-6%Co)、形状は第3章と同様に、一般的にFSW・FSPで用いられるショルダおよびプローブで構成されたツールではなく、ショルダのみで構成されたツールを用いた。ショルダ径 $\phi 25$  mm、ツール前進角を $3^\circ$ として実験を行った。FSP中の入熱量を支配する3つの因子であるツール回転速度・ツール移動速度・ツール押込み荷重については、荷重3000 kg一定とし、回転速度と移動速度を900~3300 rpm、50~150 mm/minの範囲でそれぞれ変化させた。

#### 4.2.2.4 組織観察

3.2.4と同様の方法で試料を作製後、光学顕微鏡によって組織観察し、投影機による硬化層厚さ測定を行った。

#### 4.2.2.5 ビッカース硬度評価

3.2.5と同様の方法でビッカース硬度試験を行い、得られたデータより硬度分布図を作成した。

#### 4.2.2.6 温度測定

キーエンス製GR-3000シリーズを用いて摩擦攪拌プロセス時の試料の温度測定を行った。Fig. 4.2.5のように試料の底からボール盤で穴をあけ、表面から0.5mmの位置に熱電対を設置し、表面に摩擦攪拌プロセスを施した。そのときの温度履歴を記録した。

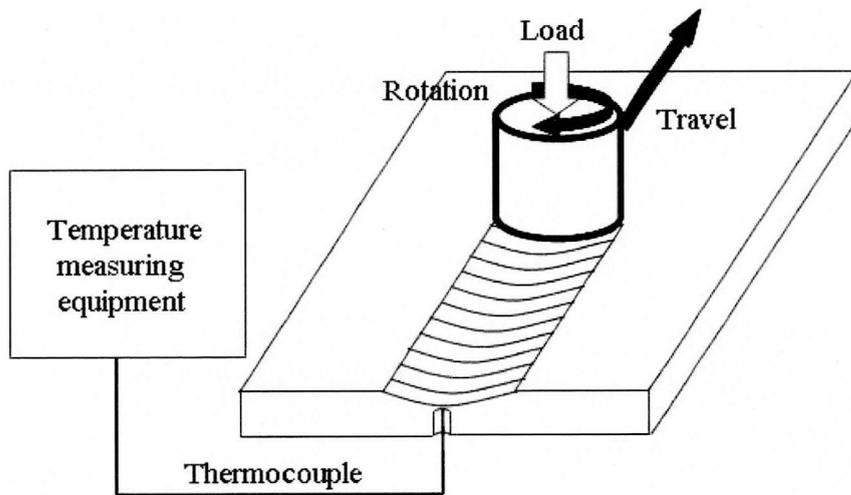


Fig. 4.2.5 Temperature measurement method

### 4.2.3 実験結果

#### 4.2.3.1 試料外観

Fig. 4.2.6 に FSP を施したフェライト系片状黒鉛鋳鉄の表面外観を示す。FSP 後の処理面は、一般的に表面状態が平滑であり、後処理を省けることが好ましい。しかし、回転速度 900 rpm ~ 2400 rpm の条件範囲では、いずれの移動速度においても試料の一部がはがれ、表面が毛羽立ち、荒れてしまい、平滑な処理面を得ることはできなかった。これに対し、フェライト系球状黒鉛鋳鉄では、処理部の縁にばりの発生がみられるものの、処理表面においては、このような表面の荒れはみられなかった。

鋳鉄は黒鉛形状によってその破断形態が大きく変化する。フェライト系片状黒鉛鋳鉄の場合は、その黒鉛形状から、球状黒鉛鋳鉄と比較して、黒鉛間のき裂の伝播が起こりやすい。そのため、FSP による塑性変形によって、分離破断が生じやすく、表面に荒れが発生しやすいと思われる。一方、回転速度を 2700 rpm、3000 rpm、3300 rpm と大きくしていくと、移動速度 50 mm/min の条件においては表面状態が次第に良好になっていき、平滑な処理面が得られた。これは、回転速度の増加に伴って、入熱量が増加し、材料が軟化したためだと考えられる。このように、フェライト系片状黒鉛鋳鉄において、平

滑な処理面を得るには、材料の軟化に十分な入熱を供給し、局部破断の集積による表面の分離破断を抑制する必要がある。

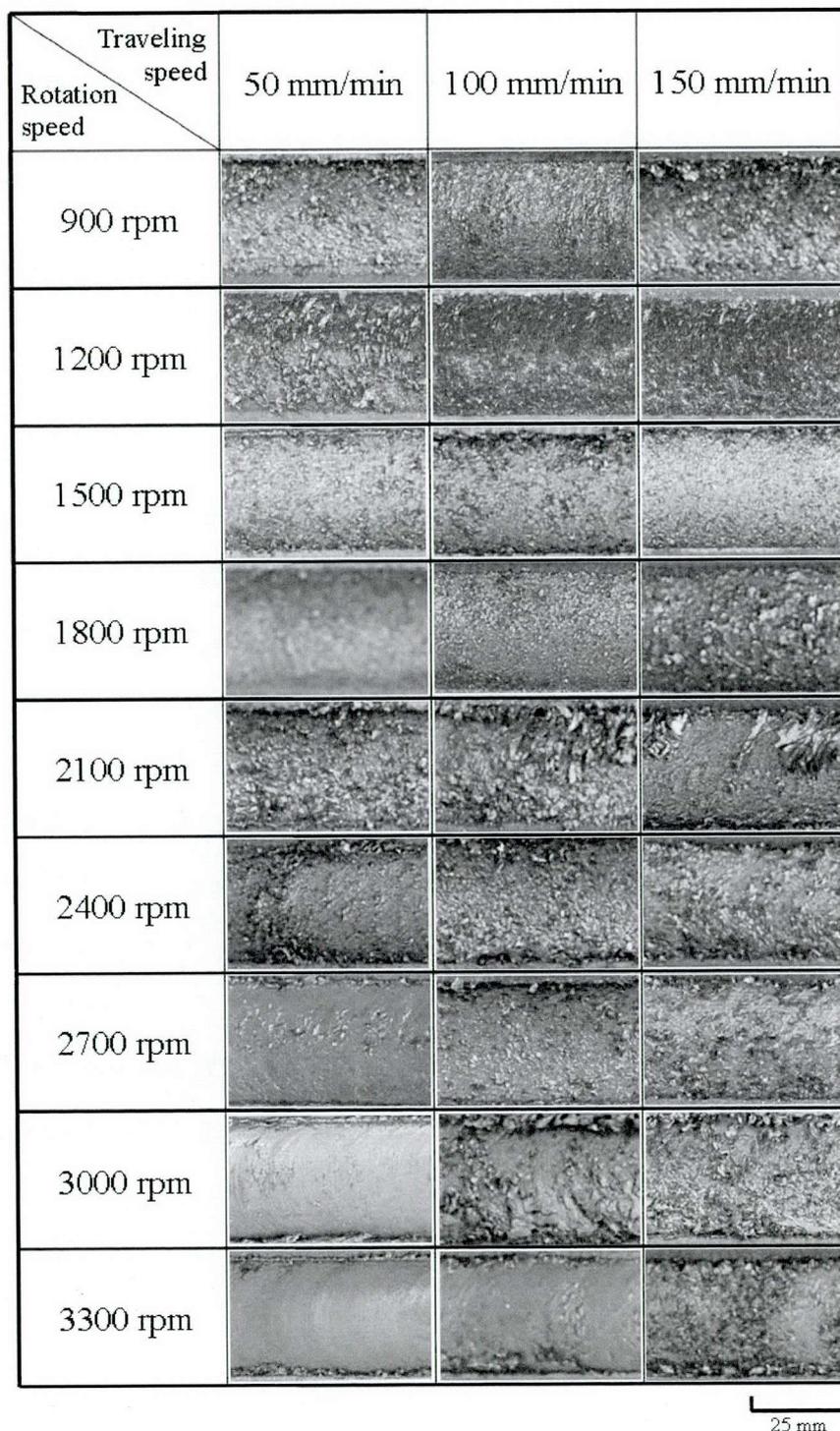


Fig. 4.2.6 Surface appearances of the FSPed ferritic flake graphite cast iron.

#### 4.2.3.2 ビッカース硬度

3.2 節で示したように、フェライト系球状黒鉛鋳鉄の表面を適切に硬化するには、基地組織中の黒鉛から炭素を基地組織に拡散するために必要な温度と、マルテンサイト変態を可能にするために十分な冷却速度を同時に達成することが必要となる。そのため、フェライト系片状黒鉛鋳鉄の硬化に関しても、Fig. 4.2.7 に示すように基地組織中の黒鉛からの炭素供給、および十分な冷却速度が必要であると考えられる。

Fig. 4.2.8 に断面のビッカース硬さ分布に及ぼすツール移動速度および回転速度の影響を示す。回転速度 1200 rpm までの低入熱条件においては、700 HV 程度の硬化がみられる領域が存在するものの、全体的な硬度上昇は 600 HV 程度となった。これは、プロセス中の温度が  $A_{c1}$  変態点を超えてはいるが、黒鉛からの炭素の拡散が不十分であったためであると考えられる。回転速度 1500 rpm から 2400 rpm までの条件においては、表面近傍では 700 HV 以上の硬度上昇がみられた。しかし、表面から深い位置では硬度上昇の分布はまばらであり、この条件範囲においても炭素の拡散が十分ではないことが示唆される。回転速度が 2700 rpm の条件においては、入熱量が小さい移動速度 150 mm/min では表面から深い領域になると硬度が低くなるが、入熱量の大きい移動速度 50 mm/min、100 mm/min では、広範囲かつ均一に硬化がみられた。これは当該条件が、炭素拡散に十分な温度上昇とマルテンサイト変態に必要な冷却速度を同時に実現できる条件であることを示している。回転速度 3000rpm および 3300 rpm の条件においては、移動速度 100 mm/min では広範囲均一に硬化がみられたが、入熱量がさらに大きい移動速度 50 mm/min では、表面近傍では十分な硬度上昇が得られなかった。これは、炭素の拡散は十分に得られたが、硬化に必要な冷却速度が得られなかったためであると考えられる。

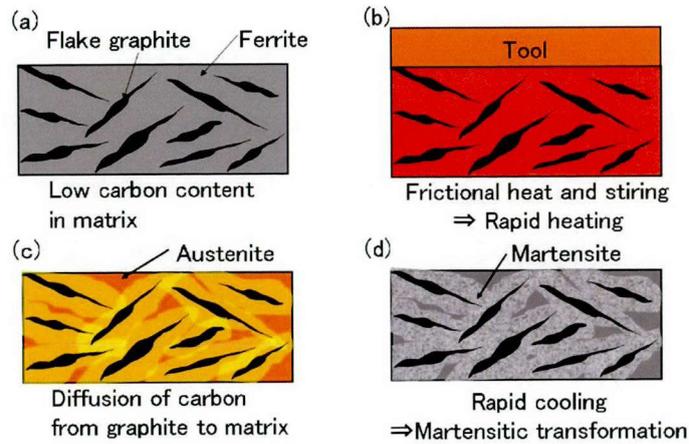


Fig. 4.2.7 Processes required for the hardening of the ferritic cast irons during FSP.

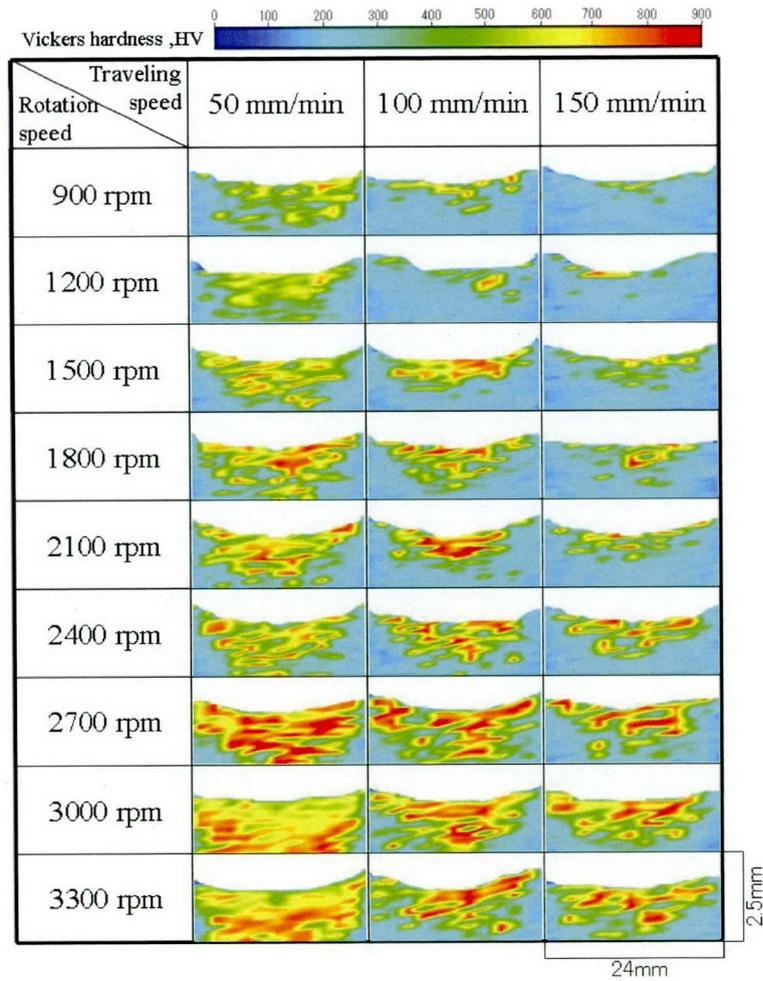


Fig. 4.2.8 Effect of processing conditions on Vickers hardness.

#### 4.2.3.3 微細組織

表面近傍において硬化がみられた回転速度 1500 rpm、移動速度 50 mm/min、広範囲で均一に硬化がみられた回転速度 3000 rpm、移動速度 100 mm/min、および表面近傍においては十分な硬度が得られなかった回転速度 3000 rpm、移動速度 50 mm/min の各条件で得られた試料の表面中央部の組織を Fig. 4.2.9 に示す。Fig. 4.2.9 (a) から、当該条件においては母材であるフェライト基地組織が無変態の割合が多いことがわかる (ferrite + martensite (含有量の順に記載))。一方、Fig. 4.2.9 (d) をみると、黒鉛近傍の領域では微細なマルテンサイト組織が形成され、これにより 700 HV 以上の硬度が得られた。次に、Fig. 4.2.9 (b) をみると、表面近傍においては、広範囲にマルテンサイトが生成され、フェライト基地組織が変態せずに残った部分はわずかであることがわかる (martensite + ferrite)。これは、回転速度上昇によるプロセス温度の上昇が、炭素の拡散を促進させたためである。また、得られたマルテンサイト組織は Fig. 4.2.9 (e) に示すように、FSP による局所加熱に伴う大きな冷却速度のため、Fig. 4.2.9 (d) と同様に微細であった。このように、基地組織への炭素の拡散具合によって、得られる硬化層の領域が左右される。

ここで、オーステナイト中の炭素の拡散係数は以下の式であらわされる<sup>[9]</sup>。

$$D = 2.3 \times 10^{-5} \exp^{(-148/RT)} \dots \dots \dots (4.1)$$

この (4.1) 式より得られた  $D$  を用い、炭素拡散距離を  $\sqrt{Dt}$  ( $t=0.1$ ) として計算した。広範囲で均一に硬化がみられた回転速度 3000 rpm、移動速度 100 mm/min の条件におけるプロセス中の温度履歴を Fig. 4.2.10(a) に、オーステナイト温度領域における炭素拡散距離を Fig. 4.2.10(b) にそれぞれ示す。

本研究で用いた鋳鉄の黒鉛間距離は 50~100  $\mu\text{m}$  程度であり、Fig. 4.2.10(b) より当該プロセス条件においては約 111  $\mu\text{m}$  の炭素拡散距離が得られ、十分に基地組織中に炭素が拡散していると考えられる。このように、プロセス中の温度上昇が炭素の拡散に十分である場合、広範囲に硬化領域を得ることがで

きる。

また、Fig. 4.2.9 (c)および(g)からは、パーライトとマルテンサイトが混在している組織が観察された (pearlite + martensite)。この条件においては、3000 rpm という大きな回転速度に対して移動速度が小さすぎたため、入熱過多となり、十分な冷却速度が得られなかったと考えられる。これにより、当該条件では表面近傍において硬度の上昇が不十分な結果となった。一方で、Fig. 4.2.9(f)に示すように、表面から深い領域では、十分な冷却速度が得られたために微細なマルテンサイトが生成している。このような場合、最表面は軟らかく、そのやや内側が最も硬いため、実施工において後処理時に表面を削って使用することを想定すると、良好な硬度分布であるとも言える。以上のようにより、組織観察の結果は硬度分布と非常によく一致した。

#### 4.2.3.4 回転ピッチ

前述の通り、FC1000 に FSP を適用するには、適切な入熱量の範囲が存在する。この範囲を明確にするため、第 3 章および 4.1 節と同様に、ツール移動速度  $V$  を回転速度  $N$  で割った回転ピッチ<sup>[8]</sup>を用いて整理した。ビッカース硬さ試験結果より、深さ 1 mm 以上に 700 HV 以上の硬化がみられた条件を適正と判断した。その結果、フェライト系片状黒鉛鋳鉄の適正条件範囲は 0.02～0.03 mm/r となり、フェライト系球状黒鉛の適正条件範囲である 0.04～0.07mm/r に増して、高入熱側に偏り、狭い範囲となった。これは、Fig. 4.2.7 に示したように、表面硬化を行うためには、炭素を基地組織に供給するために十分に温度を上げることと、マルテンサイト変態を可能にする十分な冷却速度を得ることを同時に達成することが必要となるが、黒鉛形状が片状の場合、熱伝導率が非常に良好であり、温度上昇に多大な熱量を要するためであると考えられる。

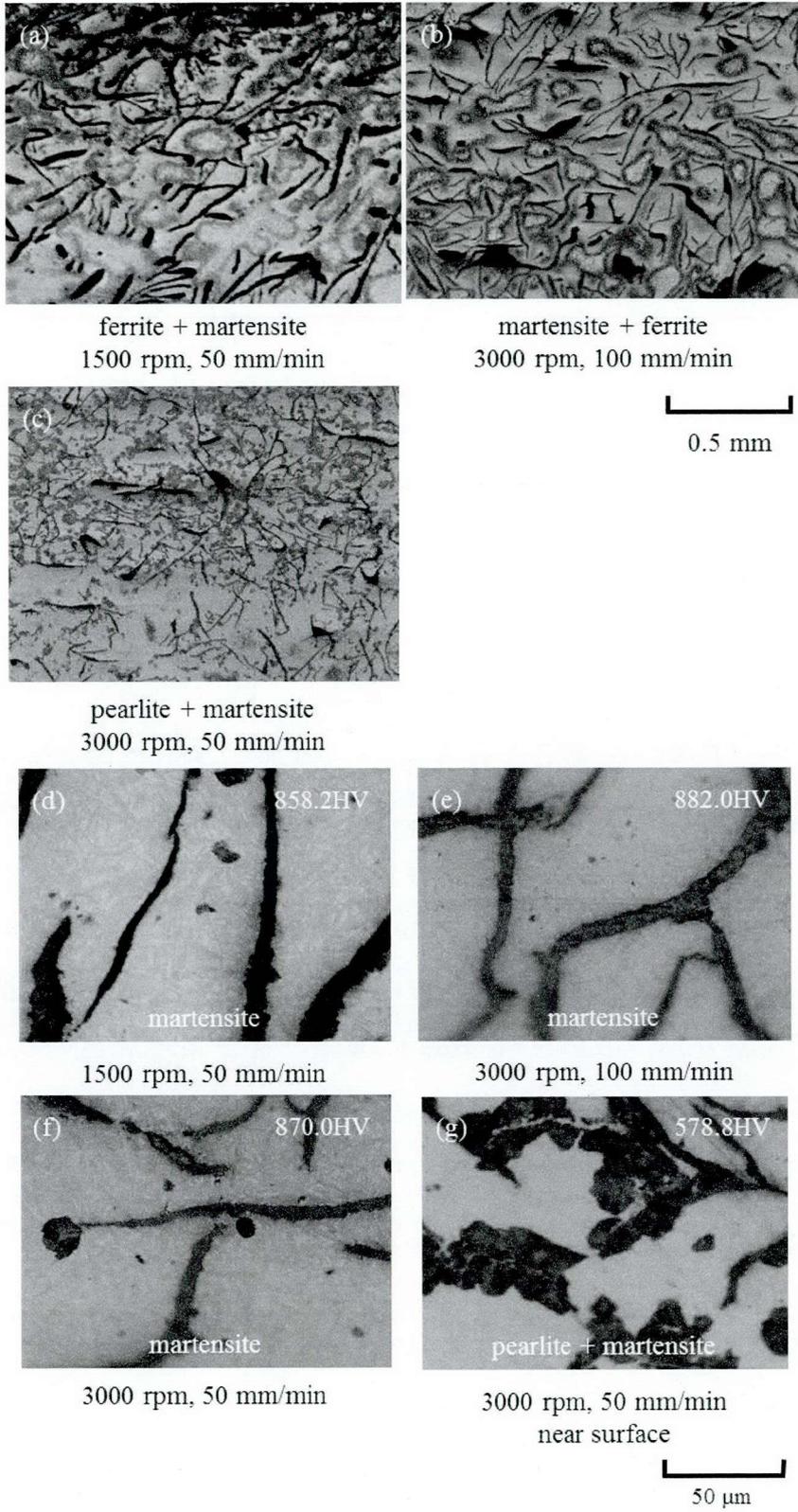


Fig. 4.2.9 Microstructure of the FSPed ferritic flake graphite cast iron.

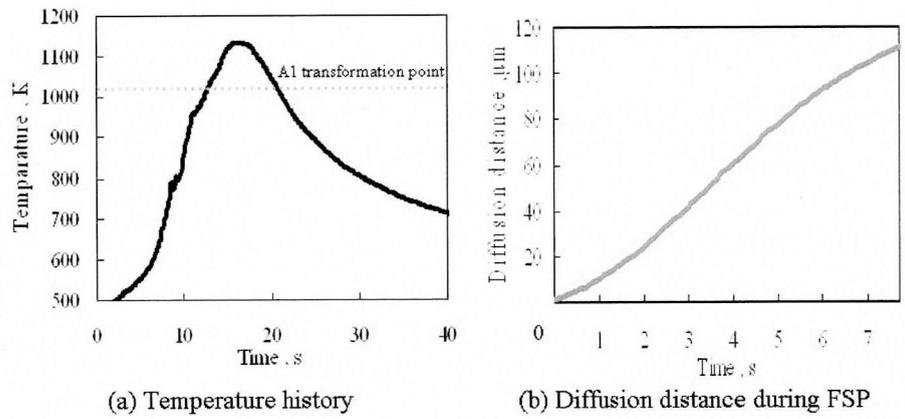


Fig. 4.2.10 Temperature history and diffusion distance during FSP

### 4.3 結論

フェライト系球状黒鉛鑄鉄（FCD450）およびフェライト系片状黒鉛鑄鉄（FC100）に対して FSP を施した後、ビッカース硬さ試験、組織観察を行い、以下のことを明らかにした。

1. FSP は局所的な加熱が可能であるため、十分に温度を上げた場合においても冷却速度を大きく維持することができる。そのため、焼入れ硬化性の劣るフェライト基地組織である FCD450、FC100 においても基地組織をマルテンサイト化することで表面硬化が可能であり、ビッカース硬さが母材の 4 倍以上である 700 HV 以上の値を広範囲に得ることができる。
2. ただし、基地組織であるフェライトの炭素含有量が少ないため、フェライト系鑄鉄を適切に硬化するには炭素を基地組織に供給するため十分に温度を上げることと、マルテンサイト変態を可能にする十分な冷却速度を得ることを同時に達成することが必要となるため、パーライト基地組織である FC300、FCD700 と比べると、適正条件範囲は狭く、かつ高入熱条件に偏る。
3. フェライト系片状黒鉛鑄鉄である FC100 は、その黒鉛形状からき裂進展が起きやすく、良好な表面状態を得ることが困難であるが、母材をある程度軟化させることで平滑な処理面を得ることができる。
4. フェライト系片状黒鉛鑄鉄である FC100 は、熱伝導率の良さから、炭素の拡散により大きな入熱が必要となる。一方、マルテンサイト変態に十分な冷却速度は維持しやすい。

#### 第4章 参考文献

- [1]M.Tsujikawa, M.Hino, M.Kawamoto, K.Okabayashi : IMONO 64 (1992) 613-618
- [2]M.Tsujikawa, T.Mori, A.Ikenaga, K.Okabayashi : IMONO 52 (1992) 400-404
- [3]J.H.Hong, M.Tsujikawa, A.Ikenaga, M.Kawamoto, K.Okabayashi : IMONO 57 (1985) 767-772
- [4]松山秀信, 柴田公博 : 日本機械学会論文集 58 (1992) 661-667
- [5]山口泰文, 藤井英俊, 木口昭二, 野城清 : 鑄造工学 80 (2008) 15-21
- [6]Y.Yamaguchi, H.Fujii : Mater. Trans. Vol.49 No.12 (2008) 2837-2843
- [7]W.Xu, J.Liu, G.Luan, C.Dong : Materials & Design 30 (2009) 1886-1893
- [8]T.Hashimoto, S.Jyogan, K.Nakata, Y.G.Kim, M.Ushio, Proc. 1st Int.FSW Symp., Thousand Oaks, USA, 14-16 June, 1999, CD-ROM.
- [9]日本金属学会編 : 金属データブック 丸善出版 (2004) 22

## 第 5 章 摩擦攪拌プロセスによる鋳鉄の表面硬化に及ぼす諸因子の影響

### 5.1 基地組織および黒鉛形状の影響

#### 5.1.1 緒論

第 3 章および第 4 章において、4 種類の鋳鉄（基地組織がパーライト・フェライト、黒鉛形状が片状・球状）に対して FSP を施し、安定した表面硬化を可能とし、各鋳鉄の適正プロセス条件範囲について明らかにしてきた。FSP の適正条件範囲は、主として、ツール回転速度・ツール移動速度・ツール押付け荷重による入熱量によって左右される。鋳鉄の適正条件範囲についても、これまで明らかにしてきたように、この 3 つの条件で決定される。これを、定量化する際には、Frigaad の式<sup>[1]</sup>や回転ピッチ<sup>[2]</sup>によって表記されることが多いが、Frigaad の式においてはツールの移動が、回転ピッチにおいてはツール押込み荷重がそれぞれ考慮されていない。そこで、本節では、Frigaad の式や回転ピッチを基にして得られる新たな指標によって、それぞれの鋳鉄材の適正プロセス条件範囲を明確にするとともに、機械的特性、熱物性の違いから生じる適正プロセス条件範囲の差異について論じる。

#### 5.1.2 ばりの抑制

鋳鉄の FSP の大きな問題点として、ばりの発生量の多さが挙げられる。特に片状黒鉛鋳鉄については、その量が球状黒鉛鋳鉄と比較して多い。この差は黒鉛形状による鋳鉄の破断形態の違いによるものである<sup>[3]</sup>。片状、球状それぞれの破断形態を Fig. 5.1.1 に示す。図に示すように、いずれの鋳鉄においても、大きなせん断力による破断の際には、内部空孔と同義とみなされる黒鉛を起点としている。しかし、片状黒鉛においては、細長い形状をしているため、その先端において応力集中が発生しやすい。また、黒鉛が連続してつながっているため、き裂の伝播がより容易に発生する。そのため、ツールの回転速度をある程度小さくし、移動速度を大きくすることでツールによる材料への負荷を小さくし、切削を抑制する必要がある。しかし、表面硬化を達成するためには、マルテンサイト形成に十分な昇温と冷却速度を得る必要

があるため、入熱量を極端に減少させることは望ましくない。そのため、前述してきたように、ある程度大きな入熱を供給し、母材を軟化させることにより、負荷の低減を目指すことが現状では最良の策である。

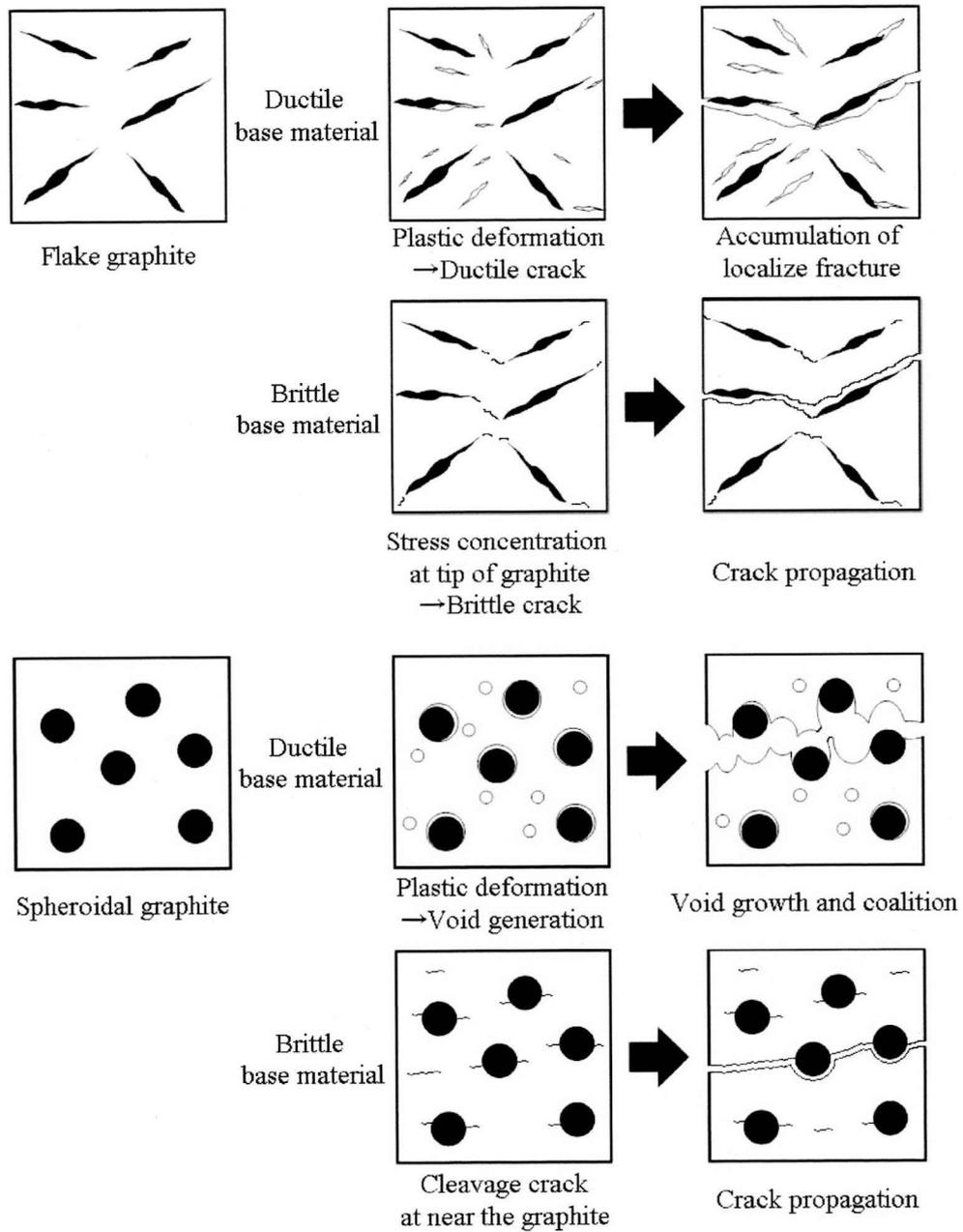


Fig. 5.1.1 Difference in fracture morphology due to the graphite shape.

### 5.1.3 適正条件範囲の比較

通常 FSP および FSW においては入熱量の目安を知るために、Frigaard の式 (5.1) や、移動速度  $V$  を回転速度  $N$  で割った「回転ピッチ」(5.2) という値を用いるが、

$$Q=4/3\pi^2\mu PNR^3=16/3\pi\mu LNR \quad (5.1)$$

$Q$ :入熱(W),  $\mu$ :摩擦係数, $P$ :圧力 (N/m<sup>3</sup>)  $L$ :荷重(N) , $N$ :回転速度 (rad/s) , $R$ :シヨルダ径(m)

$$\text{回転ピッチ} = V/N \quad (5.2)$$

本研究では、これらの式を基に、変数として使用した回転速度  $N$ 、移動速度  $V$  および荷重  $L$  を用いて入熱量指数  $q$  (5.3) を目安とした。

$$q = LN/V \quad (5.3)$$

摩擦熱の基となるツール回転速度  $N$  とツール荷重  $L$  の積を、ツール移動速度  $V$  で除しているため、この値が大きいほど単位長さあたりの入熱量が大きいと言える。

回転ピッチ (5.2) を用いて、4 種類の鋳鉄それぞれの適正条件範囲を表すと Table 5.1.1 のようになる。フェライト系鋳鉄とパーライト系鋳鉄の値が大きく離れていることから、フェライト系鋳鉄がより大きな入熱量を必要とすることがわかる。しかし、この値においては、ツール押込み荷重が考慮されていない。

次に、Table 5.1.2 にツール押込み荷重を考慮した新たな指標  $q$  (5.3) による 4 種類の鋳鉄それぞれの適正条件範囲を示す。また、この数値を数直線上にまとめたものを Fig. 5.1.2 に示す。フェライト系鋳鉄同士の適正条件を比較した場合、片状黒鉛鋳鉄の高温側の範囲が非常に大きいことがわかる。また、パーライト系鋳鉄同士の比較では、片状黒鉛鋳鉄の適正条件範囲内に球状黒鉛鋳鉄の適正条件範囲が収まっており、回転ピッチによる値と差異が生じた。この指標は、FSP を支配する主な因子であるツール回転速度・ツール移動速度・ツール押付け荷重を全て考慮しているため、より正確な適正範囲を示していると考えられる。

Table 5.1.1 Optimal rotation pitch range for various cast irons.

	min , mm/r	max , mm/r
Ferrite-Flake	0.02	0.03
Ferrite-Spheroidal	0.04	0.07
Pearlite-Flake	0.30	0.07
Pearlite-Spheroidal	0.33	0.08

Table 5.1.2 Optimal  $q$  range for various cast irons.

	Min , rev·kg/mm	Max , rev·kg/mm
Ferrite-Flake	$90 \times 10^3$	$162 \times 10^3$
Ferrite-Spheroidal	$75 \times 10^3$	$120 \times 10^3$
Pearlite-Flake	$7.2 \times 10^3$	$75 \times 10^3$
Pearlite-Spheroidal	$15 \times 10^3$	$60 \times 10^3$

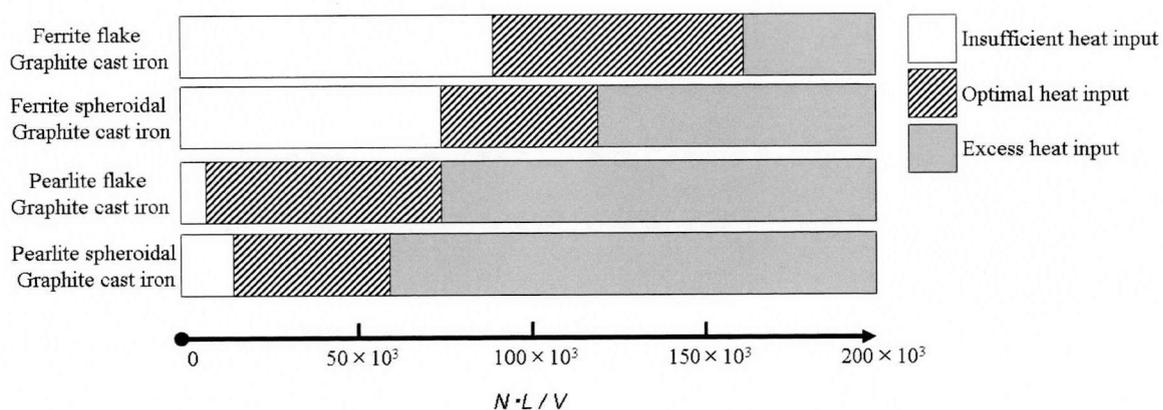


Fig. 5.1.2 Optimal process range of various cast iron by  $LN/V$ .

フェライト系鋳鉄の適正範囲が高入熱側に偏っていることについては、基地組織に炭素量が少なく、黒鉛組織からの炭素の供給をより多く必要とする

ためである。一方、パーライト鑄鉄は、基地組織中に炭素を十分に含んでいることから、黒鉛組織からの炭素の供給は必要なく、小さな入熱量でも硬化が可能である。パーライト系鑄鉄の入熱過剰となる条件がフェライト系鑄鉄のそれと比べて非常に低いのは、Table 5.1.3 に示すフェライトとパーライトの熱伝導率が関連していると考えられる<sup>[4,5]</sup>。フェライト片状黒鉛鑄鉄は、パーライト系片状黒鉛鑄鉄よりも熱伝導性が良く、大きな入熱量を与えた場合でも、硬化に必要な冷却速度を実現することが可能であると思われる。次に、フェライト系同士で比較した場合、片状黒鉛鑄鉄の方がより大きな入熱量を必要とし、さらに、入熱過剰となるまでの範囲も広いことがわかる。Fig. 5.1.3 および Table 5.1.4 に示すように、与えられた熱が伝わる際に、鋼の場合は基地組織のみ、鑄鉄の場合は基地組織と黒鉛により伝わる。また、球状黒鉛は基地組織と黒鉛を介しているのに対して、片状黒鉛は黒鉛同士がつながっており黒鉛組織を主として熱が伝わっていく<sup>[4,5]</sup>。このように、鑄鉄は黒鉛形状により熱伝導性が大きく異なり、片状の方が球状よりも熱伝導率が高い。フェライト系片状黒鉛鑄鉄は FSP によって導入された熱を放熱しやすいため、十分な炭素の拡散には大きな入熱量を要する。一方、大きな入熱量を与えた場合でも、冷却速度を大きく維持することが可能であり、マルテンサイトを生成させることが可能である。そのため、入熱過剰による硬度不足が起こりにくい。また、パーライト同士を比較すると、片状黒鉛鑄鉄の方が、入熱過剰側・入熱不足側の両方で適正範囲が広い。入熱過剰側については、フェライト系と同様に、熱伝導率の良さから、冷却速度を大きく維持することが可能なためであると考えられる。一方、入熱不足側については、今回の適正条件の定義を「深さ 1 mm 以上の硬化層が得られていること」と定義したことが関係している。片状黒鉛では  $q$  が小さい条件においても、深さ 1 mm の領域まで、温度が  $A_1$  変態点以上になっており、入熱不足側においても、適正範囲が広がったと考えられる。

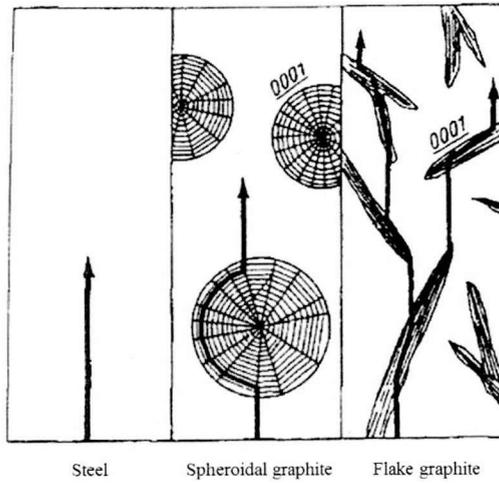


Fig. 5.1.3 Heat conduction of materials<sup>[4,5]</sup>.

Table 5.1.3 Thermal conductivity of base structure<sup>[4,5]</sup>.

Microstructure	Thermal conductivity W/m · k
Ferrite	71 ~ 80
Pearlite	50

Table 5.1.4 Effect of graphite shape on thermal conductivity<sup>[4,5]</sup>.

Material	Thermal conductivity W/m · k
Flake graphite cast iron	47.5
Spherical graphite cast iron	29.0

## 5.2 ツール前進角の影響

### 5.2.1 緒論

これまで、摩擦攪拌プロセスにおける適正プロセス条件を支配する主な因子である、ツール回転速度、ツール移動速度、ツール押込み荷重について検討を行ってきた。本節では、その他の因子であるツール前進角が鋳鉄の FSP に及ぼす影響について検討を行う。通常、FSW および FSP を施す際には、欠陥の発生を抑制する目的で、ツール前進角を付ける。ツール前進角を付けることで材料の流動が変化し、溝状欠陥やトンネル状欠陥が抑制できるという報告が多数ある<sup>[6-7]</sup>。しかし、鋳鉄の FSP においては、過剰な塑性流動は硬度低下を引き起こすため、材料への摩擦熱による温度上昇により焼入れを行い、表面を硬化させる手法を採用してきた。そのため、ツール前進角は必要なく、Fig. 5.2.1 に示すように、 $0^\circ$ にすることでツールと材料の接地面積を増加させ、効率良く摩擦熱を発生できると考えた。

そこで、本節では、ツール前進角を一般的に用いられる  $3^\circ$  から  $0^\circ$  に変化させ FSP を施す。それにより、適正条件範囲および得られる硬度分布に及ぼすツール前進角の影響を報告する。

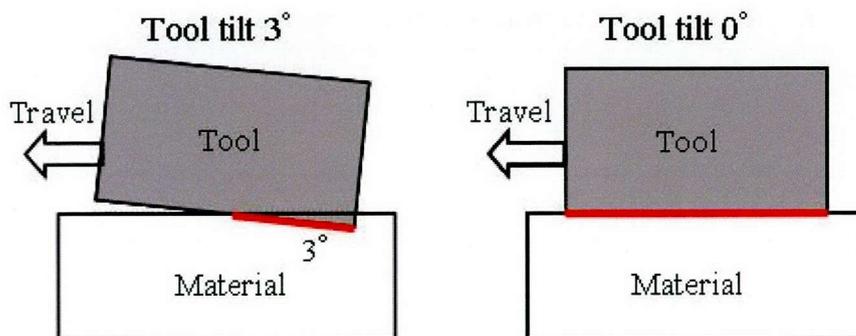


Fig. 5.2.1 Relationship between tool tilt angle and contact area.

## 5.2.2 実験方法

### 5.2.2.1 実験装置

光陽産業株式会社作製の FSW-JWRI-II 型を用いて実験を行った。本装置は、冷却水を循環させることによる装置の冷却、アルゴンシールドガスによる摩擦攪拌プロセス中の雰囲気制御が可能である。また、ツール前進角を  $-7^{\circ}$  ~  $7^{\circ}$  まで調整可能である。

### 5.2.2.2 供試材料

前進角を  $0^{\circ}$  に変化させた場合に、入熱量の増加がより顕著にあらわれると考え、2 種類のフェライト系鋳鉄を用いた。寸法はどちらも  $300 \times 100 \times 5$  mm となっている。それぞれの供試材料の化学分析値を Table 5.2.1 に示す。これまでと同様、FCD450 には黒鉛球状化のために Mg が添加されているが、その他の特殊な元素は添加しておらず、一般的な普通鋳鉄となっている。ビッカース硬度は FC100 が  $130 \sim 180$  HV、FCD450 が  $180 \sim 200$  HV、ブリネル硬度は 149 HB である。3 % ナイタルによって腐食させた供試材料の顕微鏡組織を Fig. 5.2.2 に示す。基地組織は全てフェライトとなっている。

Table 5.2.1 Chemical compositions of base material. (mass %)

	C	Si	Mn	P	S	Mg
FC100	3.02	1.60	0.75	0.07	0.04	-
FCD450	3.86	2.35	0.3	0.016	0.015	0.041

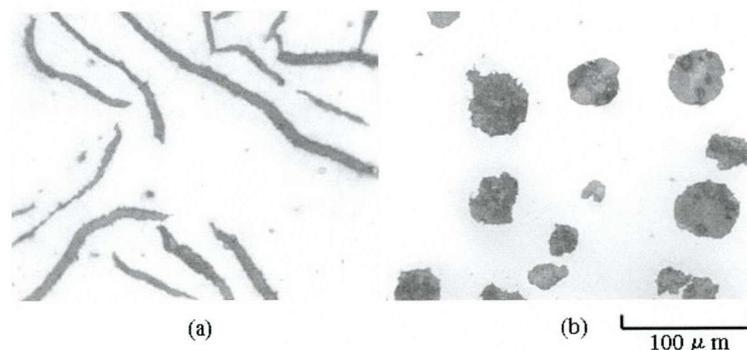


Fig. 5.2.2 Microstructure of base material. (a)FC100, (b)FCD450

#### 5.2.2.3 FSP 条件

使用したツールの材質は超合金(WC-6%Co)、形状はこれまでと同様に一般的に FSW・FSP で用いられるショルダおよびプローブで構成されたツールではなく、ショルダのみで構成されたツールを用いた。ショルダ径を  $\phi 25$  mm、ツールと母材の接地面積の増大を目的とし、ツール前進角を  $0^\circ$  とした。ツール回転速度・ツール移動速度・ツール押込み荷重については、それぞれ 600 ~ 1500 rpm、50 ~ 100 mm/min、3000, 5000 kg の範囲で変化させた。

#### 5.2.2.4 組織観察

3.1.2.4 と同様の方法で試料を作製後、光学顕微鏡によって組織観察し、投影機による硬化層厚さ測定を行った。

#### 5.2.2.5 ビッカース硬度評価

3.1.2.5 と同様の方法でビッカース硬度試験を行い、得られたデータより硬度分布図を作成した。

#### 5.2.2.6 温度測定

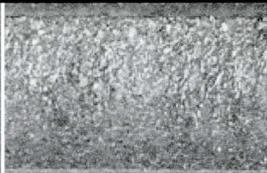
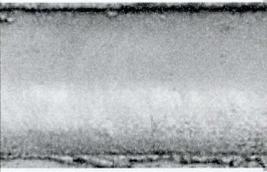
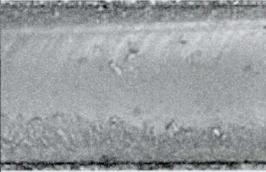
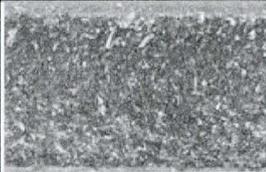
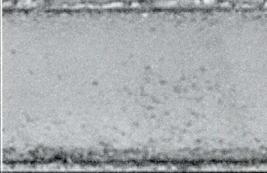
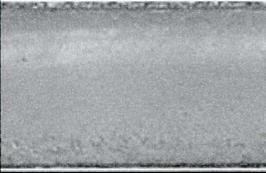
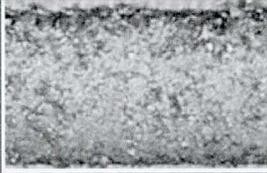
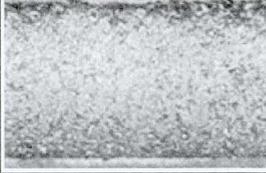
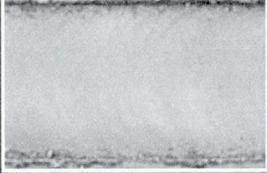
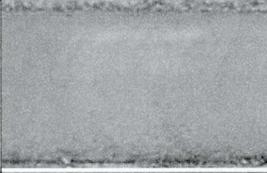
4.3.2.6 と同様に、試料の底からボール盤で穴をあけ、表面から 0.5mm の位置に熱電対を設置し、その際の温度履歴を測定した。

## 5.2.3 実験結果

### 5.2.3.1 試料外観

前進角を  $0^\circ$  とし、接触面積を増加させることにより、入熱量を増加させることを試みた。FC100 に対して、ツール回転速度を  $900\sim 1500$  rpm、ツール移動速度を  $50\sim 150$  mm/min と変化させて FSP を施した。前進角  $0^\circ$  で得られた試料表面外観と前進角  $3^\circ$  の場合で得られた外観の比較を Fig. 5.2.3 に示す。前進角の違いにより、表面に明らかな変化がみられた。前述のように、前進角  $3^\circ$  の場合においては、表面にばりの付着が目立ち、表面の状態が良好ではない。一方、前進角が  $0^\circ$  の場合には、表面のばりの付着がほとんど無く、表面状態が良好であり平滑な面が得られた。これについては、前進角を変化させたことにより、材料に加わる力が均一化したことが要因だと考えられる。片状黒鉛鑄鉄は、激しく枝分かれしている黒鉛形状を有しているため、力を加えると黒鉛を起点にクラックを生じる。また、鑄物中の黒鉛が連続しているので簡単にき裂が伝播しやすい特徴を持つ。前進角を  $3^\circ$  とした場合は、材料を攪拌する力が増加し、連続している黒鉛にクラックを生じさせ、そこを起点に亀裂が伝播し、表面状態が悪くなったものと思われる。一方、前進角  $0^\circ$  では、上からの荷重で黒鉛を押さえつけるため、攪拌により表面が荒れるような力は働かず、き裂が入りにくくなったと考えられる。

FCD450 に対して、ツール回転速度を  $600\sim 1500$  rpm、ツール移動速度を  $50\sim 100$  mm/min と変化させて FSP を施した。前進角  $0^\circ$  と前進角  $3^\circ$  で得られた外観の比較を Fig. 5.2.4 に示す。ツール前進角  $0^\circ$  では、回転速度  $1500$  rpm の条件においては、プロセススタート位置で材料が軟化しすぎ、ツールが埋まっていく現象が生じたため、改質領域は得られなかった。一方、前進角  $3^\circ$  の条件においては、このような現象は起こらなかった。しかし、FCD450 においては、FC100 の場合のような、外観の著しい変化はみられなかった。これは、FCD450 が、FC100 ほど切削性の良い材料ではなく、前進角  $3^\circ$  の場合においても平滑な処理面が得られていたためである。

Rotation speed \ Traveling speed	Traveling speed		
	50 mm/min	100 mm/min	150 mm/min
900 rpm 3°			
900 rpm 0°			
1200 rpm 3°			
1200 rpm 0°			
1500 rpm 3°			
1500 rpm 0°			

25 mm

Fig. 5.2.3 Surface appearance of FSPed FC100.

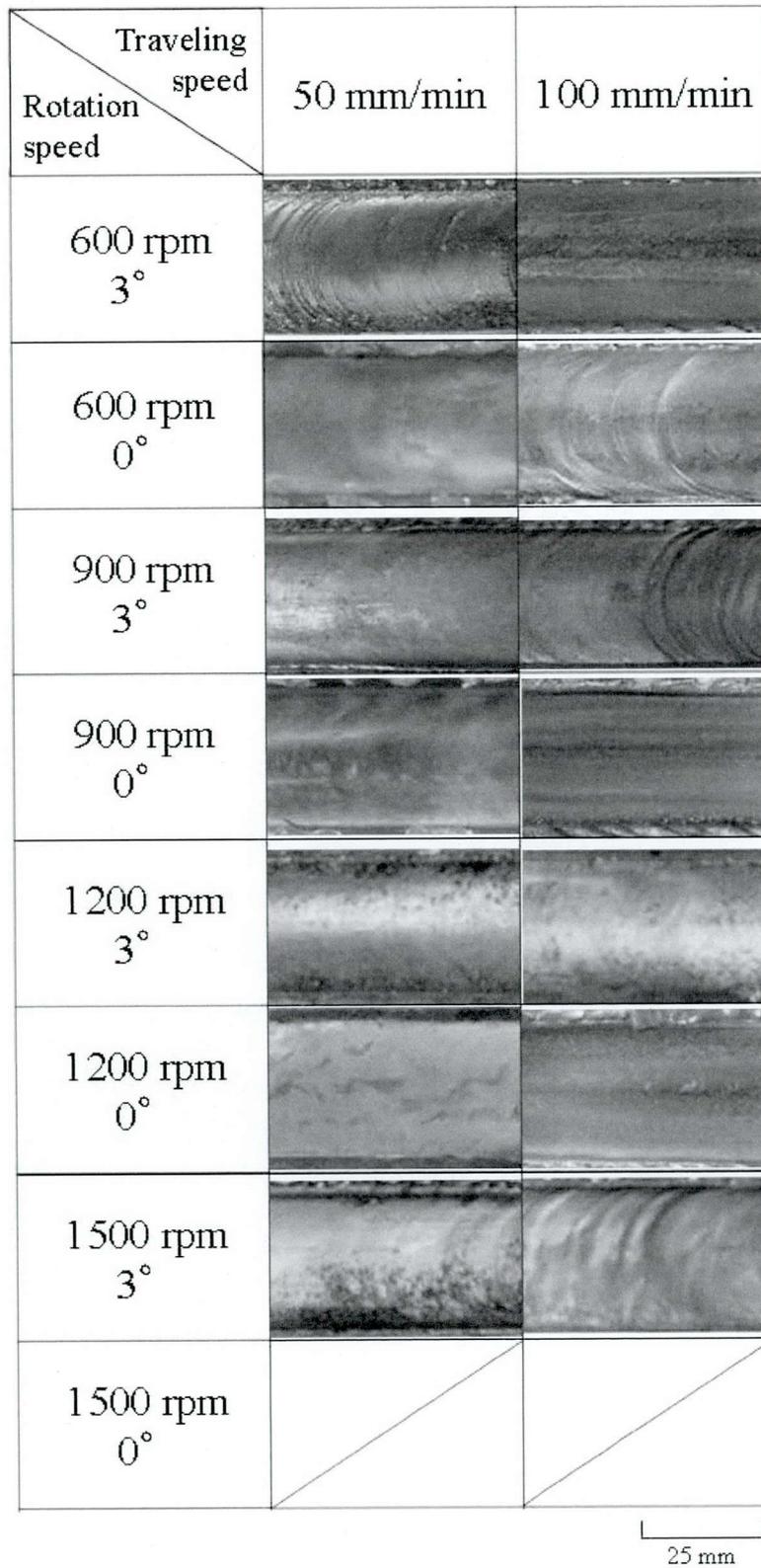


Fig. 5.2.4 Appearance of FSPed FCD450.

### 5.2.3.2 ビッカース硬度

Fig. 5.2.5 に、FC100 に対して前進角  $0^\circ$  および  $3^\circ$  で FSP を施した後のビッカース硬度分布の比較を示す。前項の試料外観と同様に、ビッカース硬度分布においても顕著な違いが見られた。前進角  $3^\circ$  では、一部のみに分布する 800 Hv 以上の領域が、前進角を  $0^\circ$  にすることで、その分布が広範囲・均一に得られている。この硬度上昇分布の範囲は、3.3 節において回転速度 2700 rpm、移動速度 50mm/min で得られたものよりも広範囲であり、さらに、均一さも向上している。これにより、高回転速度を要していた条件が、回転速度を半分以下に抑えられ、装置への負荷が大きく軽減できる。

Fig. 5.2.6 に、FCD450 に対して前進角  $0^\circ$  および  $3^\circ$  で FSP を施した後のビッカース硬度分布の比較を示す。FC100 ほど顕著ではないが、前進角  $0^\circ$  の方が、硬度分布範囲がわずかに広がっている。また、この図においては硬化深度を明確にするために縦方向が強調されているが、それを考慮しても、表面近傍における試料の形状変化が小さくなっていることがわかる。これは、Fig. 5.2.1 で示したように、前進角が  $3^\circ$  の場合では、ツールが材料に深く押し込まれていることに起因する。このように、前進角を  $0^\circ$  とすることで、入熱量を増加させるとともに、試料の変形も抑制が可能である。

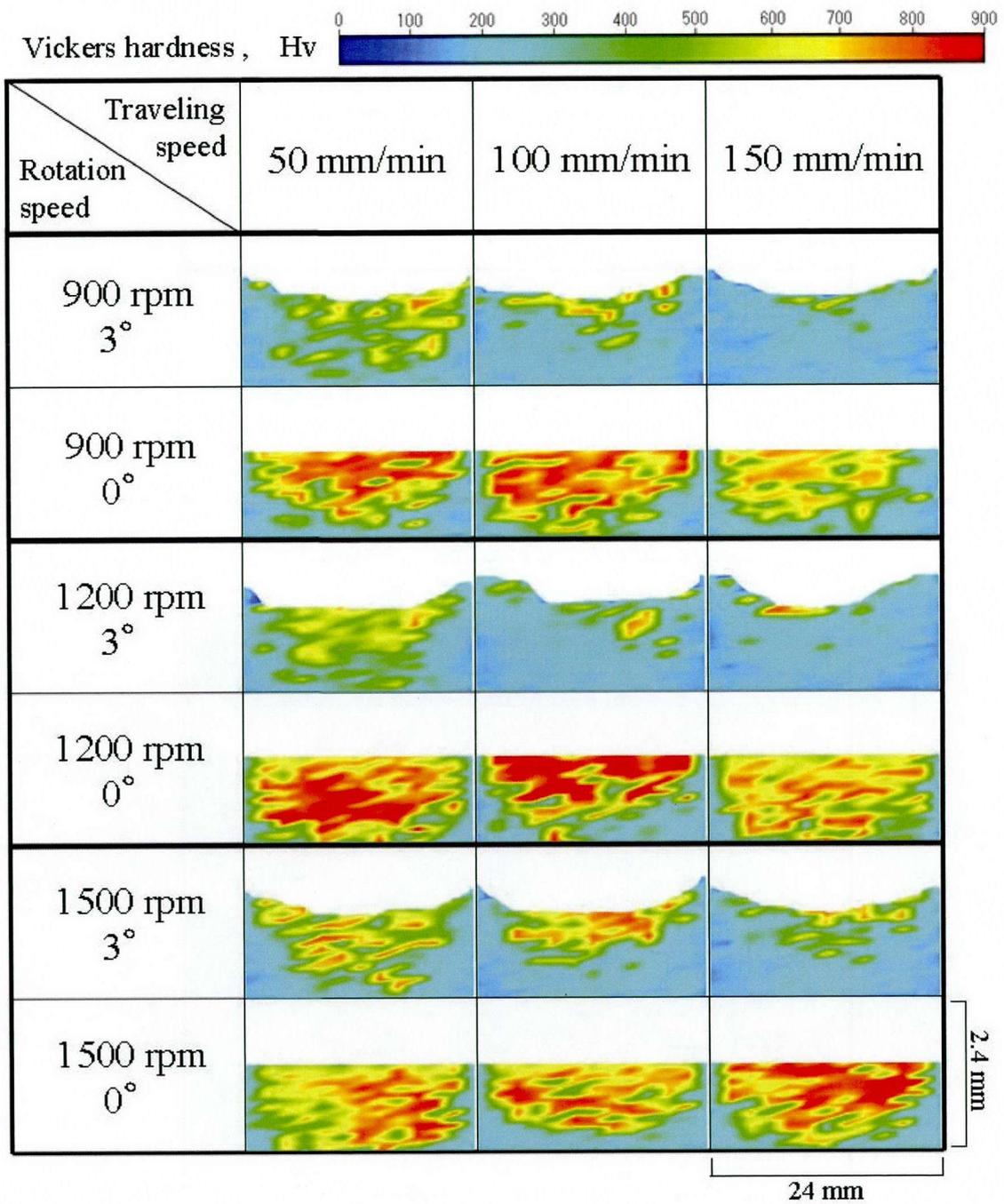


Fig. 5.2.5 Vickers hardness of FSPed FC300.

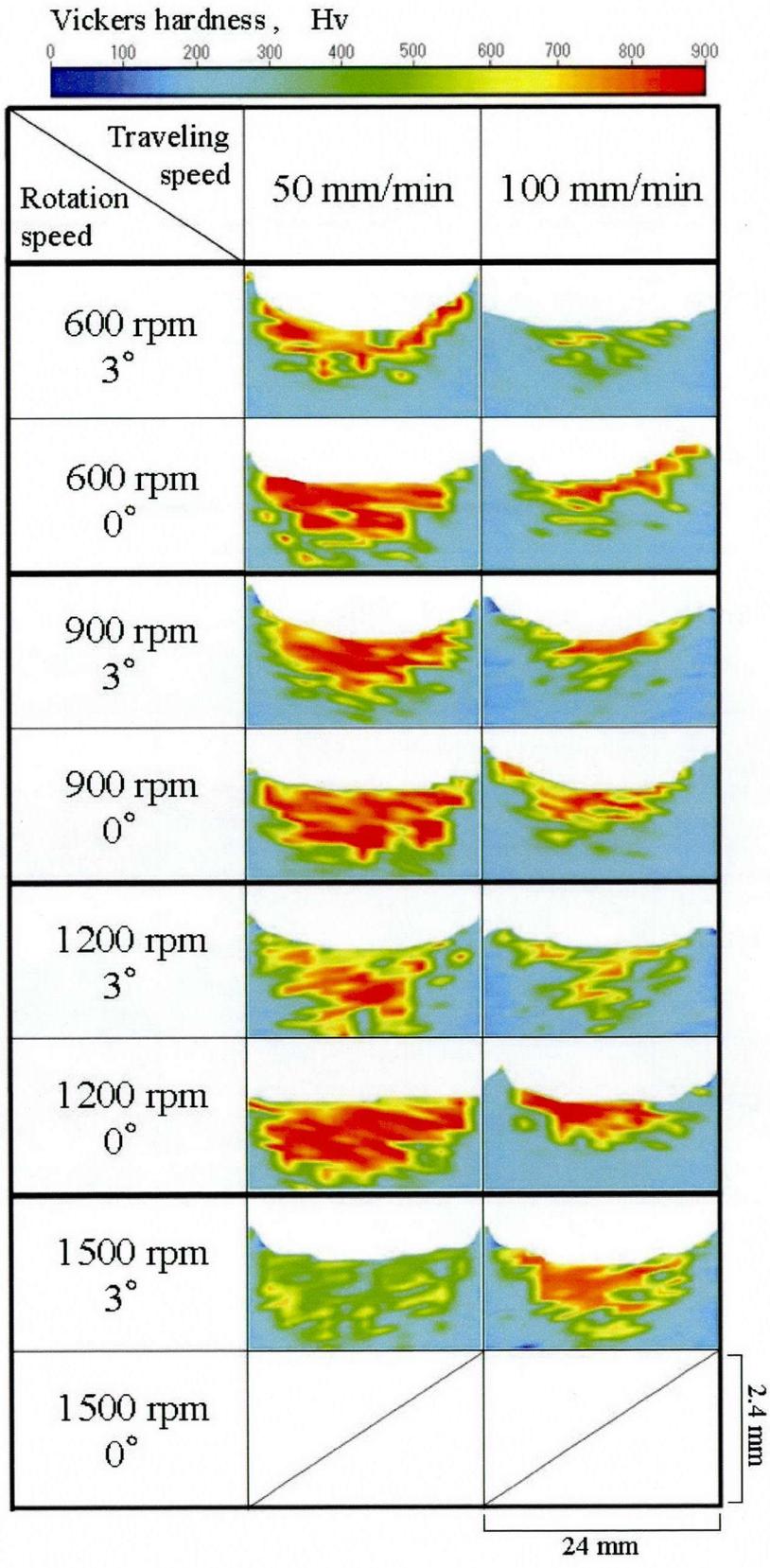


Fig. 5.2.6 Vickers hardness of FSPed FCD450.

#### 5.2.3.4 組織観察および温度測定

Fig. 5.2.7 に、最も均一に硬度分布が得られていたツール前進角  $0^\circ$ 、回転速度 1200 rpm、移動速度 100 mm/min で FSP を施した試料における表面近傍の組織を示す。広範囲にマルテンサイト組織が得られており、わずかにフェライトが残っている状態であることがわかる。図に示すように、黒鉛が密集して存在している領域においては、炭素の供給がそれぞれの黒鉛組織から起こるため、均一にマルテンサイト化している。一方、黒鉛がまばらに存在する領域では、拡散領域が重なり合わない領域ができるため、母材であるフェライト組織がそのまま残ることになる。このように、前進角を  $0^\circ$  にした場合でも、これまでの結果と同様に、炭素の拡散によりマルテンサイト組織を得ることが可能である。

次に、ツール前進角がプロセス温度に及ぼす影響について検討した。回転速度 1200 rpm、移動速度 100 mm/min で、前進角を  $3^\circ$  および  $0^\circ$  として温度測定を行った。この条件の温度測定点における硬度は Fig. 5.2.5 に示すように、 $0^\circ$  の場合には大幅な硬度上昇が認められるのに対して、 $3^\circ$  の場合にはほとんど硬度の変化が認められない。Fig. 5.2.8 に時間と温度変化の関係を、Table 5.2.2 に最高到達温度を示す。前進角  $3^\circ$  では最高到達温度が  $570^\circ\text{C}$  となり、 $A_1$  変態点 ( $723^\circ\text{C}$ ) まで到達することはなかった。一方、前進角  $0^\circ$  では、最高到達温度は  $870^\circ\text{C}$  となり、 $A_1$  変態点以上まで温度が上昇したことがわかる。また、 $A_1$  変態点を超えている時間も 15 s 以上であり、十分な炭素拡散時間が得られている。その結果、組織観察でみられたように、広範囲にマルテンサイトに変態した領域が得られたと考えられる。

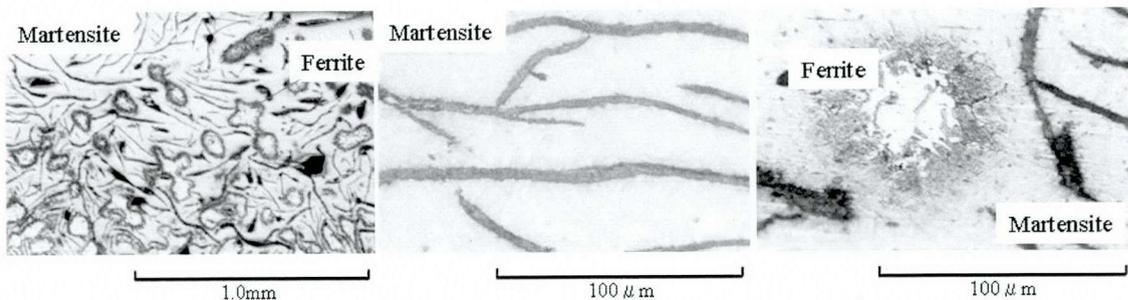


Fig. 5.2.7 Microstructures of the FSPed cast iron.

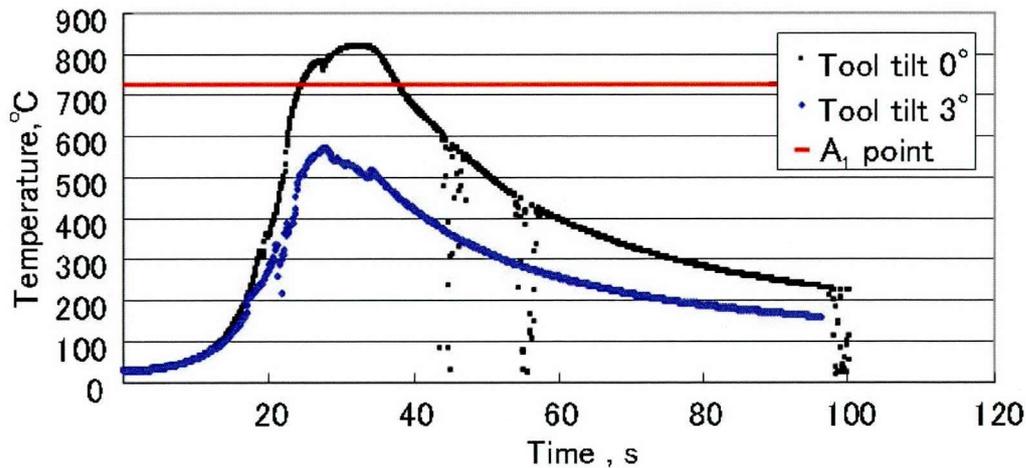


Fig. 5.2.8 Temperature history during the FSP.

Table 5. 2. 3 Peak temperature during the FSP.

Tool tilt	Peak temperature , °C
3°	570.6
0°	870.0

#### 5.2.3.5 材料による前進角の影響の違い

これまでの結果から、FC100 と FCD450 を比較すると、片状黒鉛鋳鉄である FC100 において、前進角を変化させたことによる影響が顕著にあらわれていた。本節の目的は、前進角を変化させることにより、ツールと材料の接地面積を増加させることである。そこで、試料外観のプロセス終了位置からツールと材料の接地面積の推察を行った。Fig. 5.2.9 に FC100 および FCD450 のプロセス終了位置一覧を示す。FC100 においては、前進角 3° の場合、ツールの 50 %程度しか材料に接触していないのに対し、前進角 0° の場合には、ツールの底面全体が接触していることがわかる。一方、FCD450 では、前進角 0° の場合では FC100 と同様にツール底面全体が材料に接触しているが、前進角 3° の場合でもツールの 75 %程度が材料と接触している。この接触

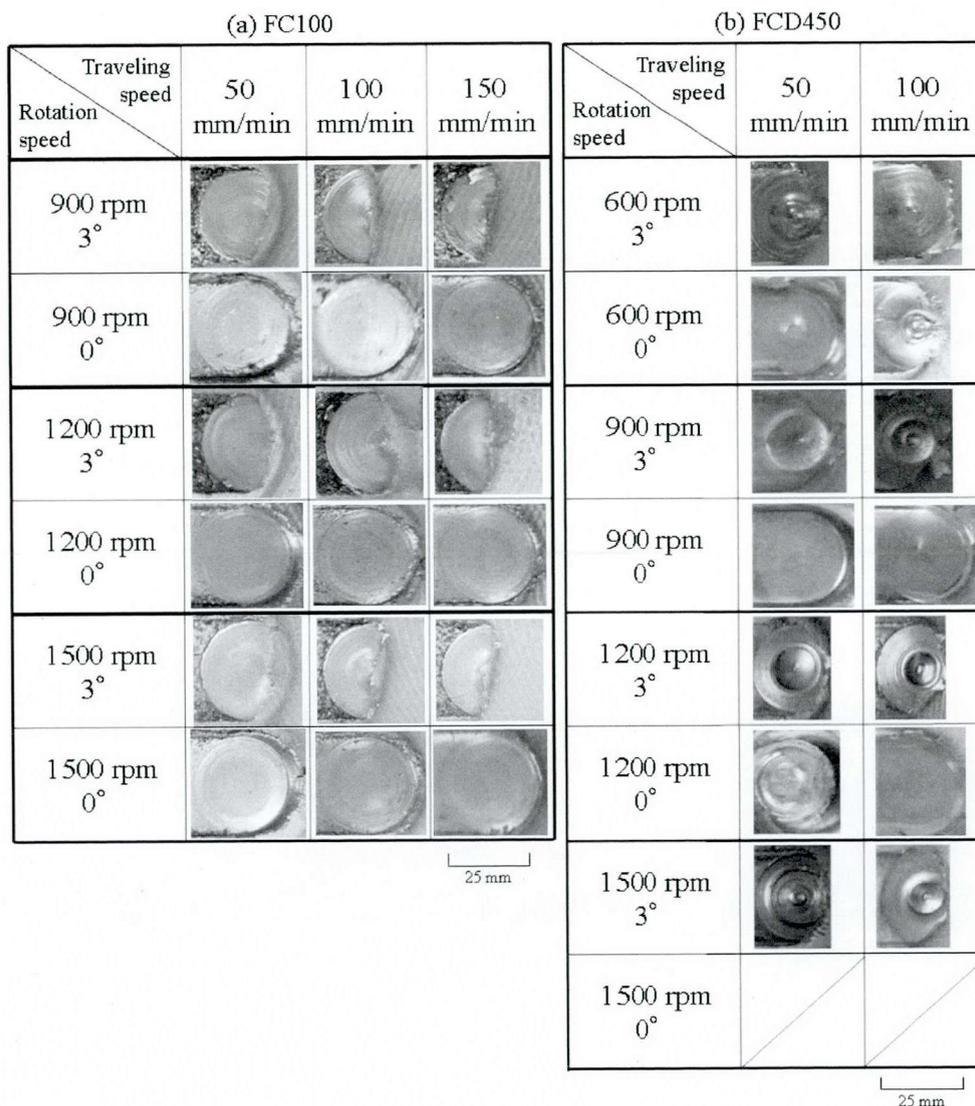


Fig. 5.2.9 Appearance of FSP end position.

面積の変化の差が、前進角の影響につながったと考えられる。

ツール前進角 3° においては、押し込み荷重により前後するが、ツールが材料に約 1.3 mm 押し込まれる。このとき、脆性破壊する傾向が強い FC100 では、ツールが押し込まれた分の材料が攪拌中にばりとなって排出されてしまう。これに対して、FCD450 はある程度延性が有るため、ツールが押し込まれた分の材料が攪拌によってばりとなって排出されることは無く、摩擦熱発生に寄与していると考えられる。これらのことから、前進角を 0° にする影響が FC100 の FSP に対してより効果的に働いたものと考えられる。

### 5.3 ツール形状の影響

#### 5.3.1 緒論

前節では、鋳鉄の FSP にツール前進角の及ぼす影響について検討を行った。その結果、ツールと材料の接地面積が増加することで、効率良く摩擦熱を発生できることが明らかとなった。

本節では、プロセス中の荷重低減を目的とし、ツール形状がツール荷重および硬化層に及ぼす影響について検討した。ツール形状については、ショルダ径、プローブ径、プローブ形状に関する研究が行われているが<sup>[8-16]</sup>、本研究では、ショルダ底面の表面積に着目した。具体的には、ショルダの中央に種々のくぼみを設けることでショルダ底面の表面積を変化させ、一定の圧力を得るために必要な荷重の低減を試みた。

#### 5.3.2 実験方法

##### 5.3.2.1 実験装置

光陽産業株式会社作製の FSW-JWRI-III、IV型を用いた。本装置は、冷却水を循環させることによる装置の冷却、アルゴンシールドガスによる摩擦攪拌プロセス中の霧囲気制御が可能である。

##### 5.3.2.2 供試材料

供試材料として、 $300\text{ mm}^L \times 100\text{ mm}^W \times 5\text{ mm}^T$  のパーライト系片状黒鉛鋳鉄 (FC300) 板材を用いた。供試材の化学分析値を Table 5.3.1 に示す。供試材の基地組織は、全てパーライト組織となっており、ビッカース硬度は 220~250 HV であった。3 %ナイトールによって腐食させた供試材料の顕微鏡組織を Fig. 5.3.1 に示す。

Table 5.3.1 Chemical compositions of base material. (mass %)

	C	Si	Mn	P	S
FC300	3.07	1.65	0.75	0.07	0.05

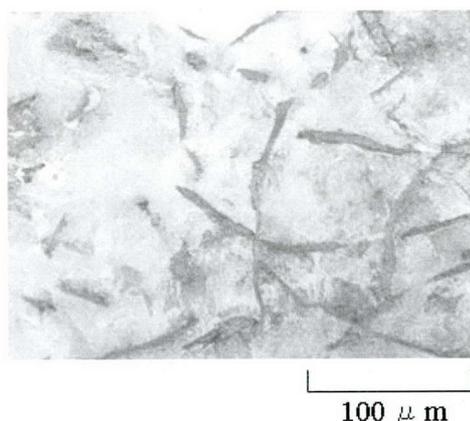


Fig. 5.3.1 Microstructure of base material.

### 5.3.2.3 FSP 条件

ツールの材質はこれまでと同様に超硬合金とした。また、Fig. 5.3.2 に示すように、ツール底面の形状は直径 25 mm の平坦状、およびツールの中心部にそれぞれ  $\phi 10$  mm、 $\phi 15$  mm、 $\phi 20$  mm で深さ 5 mm のくぼみをつけた凹状となっている。FSP に用いるツール荷重に関しては、ショルダ底面の面積を考慮し、ショルダ底面に印加される圧力が同等となるように設定した。FSP 条件および各ツールにおけるショルダ底面の面積を Table 5.3.2 に示す。

なお、平坦ツールにおける最大荷重条件（圧力：117.6 MPa）については、装置上設定できる荷重を超えているため、実験を行っていない。ツール回転速度、ツール移動速度、およびツール前進角は、それぞれ 1000 rpm、100 mm/min、および  $3^\circ$  とした。

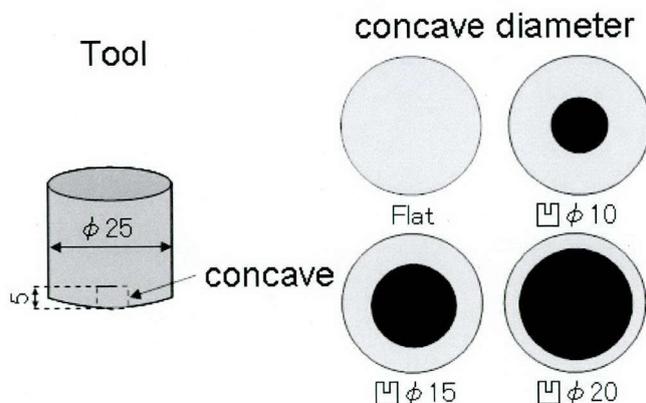


Fig. 5.3.2 Schematic illustration of tool shapes.

Table 5.3.2 Relationship between pressure and load for various tool shapes..

Tool Shape	Flat	凹 φ10	凹 φ15	凹 φ20
Surface area ,mm <sup>2</sup>	490.9 mm <sup>2</sup>	412.3 mm <sup>2</sup>	314.2 mm <sup>2</sup>	176.7 mm <sup>2</sup>
Relative to flat tool	100 %	84 %	64 %	36 %
Pressure 19.6MPa	981 kg	825 kg	628 kg	353 kg
Pressure 39.2MPa	1963 kg	1649 kg	1257 kg	707 kg
Pressure 58.8MPa	2944 kg	2474 kg	1886 kg	1060 kg
Pressure 78.4 MPa	3925 kg	3299 kg	2513 kg	1414 kg
Pressure 98.0 MPa	4906 kg	4123 kg	3142 kg	1767 kg
Pressure 117.6 MPa	-	4948 kg	3770 kg	2121 kg

### 5.3.2.3 評価方法

FSP 後、試料中心部をプロセス方向に対して垂直な断面で切断・熱間樹脂埋めし、#400～#1500 のエメリー紙およびバフを用いて研磨後、光学顕微鏡による断面観察、投影機による硬化層厚さ測定、およびビッカース硬度を測定した。圧痕間隔については、横方向は試料中央から 1.0 mm ごとにそれぞれ 12 mm まで、深さ方向には試料表面から 0.1 mm ごとに 1.4 mm まで測定し、得られた値を基に硬度分布図を作成した。

### 5.3.3 実験結果

#### 5.3.3.1 試料断面

各種ツールを用いて FSP を行った試料における改質領域の形状を、ツール底面にかかる圧力で整理したものを Fig. 5.3.3 に示す。エッチングによりやや黒くなった試料表面付近の領域が FSP による改質領域である。圧力の計算においては、前進角の影響は無視し、ツール底面全体が試料と接触していると仮定した。各写真の下に記載の値が実際にツールに加えた荷重である。凹 φ10 ツールを用いた場合はいずれの条件においても、凹 φ15 ツールを用いた

場合は圧力 9.8 MPa の条件を除いて、平坦ツールを用いた場合と同程度の FSP 改質領域を得るために必要な荷重が減少している。

しかし、凹 φ20 ツールを用いた場合には、すべての条件において平坦ツールと比べて FSP による改質深さが浅くなっている。また、凹 φ20 で 117.6 MPa の条件と平坦ツールで 39.2 MPa の条件では荷重が同程度であるが、凹 φ20 ツールを用いた場合の方が平坦ツールを用いた場合よりも FSP による改質領域が浅くなっている。

次に、FSP による試料厚さの変化を調査した。投影機によって測定した FSP 後の試料中央の厚さと未処理部の厚さを比較し、その差の圧力依存性を示したものが Fig. 5.3.4 である。凹 φ20 ツールの場合では、他のツールの場合と比較して、厚さの変化が非常に大きい。これは、凹 φ20 ツールはツール径に対する凹み径の割合が大きく、試料表面を切削する傾向が強いためであると考えられる。また、凹 φ20 ツール以外のツールの場合には、低圧力条件でいずれの凹形ツールを用いた場合でも、平坦ツールと比較して試料厚さ変化量が大きいことがわかる。

Tool Shape Pressure	Flat(490.87mm <sup>2</sup> ) Load,kg	凹10(412.33mm <sup>2</sup> ) Load,kg	凹15(314.16mm <sup>2</sup> ) Load,kg	凹20(176.71mm <sup>2</sup> ) Load,kg
19.6 MPa	981kg	825kg	628kg	353kg
39.2 MPa	1963kg	1649kg	1257kg	707kg
58.8 MPa	2944kg	2474kg	1886kg	1060kg
78.4 MPa	3925kg	3299kg	2513kg	1414kg
98.0 MPa	4906kg	4123kg	3142kg	1767kg
117.6 MPa		4948kg	3770kg	2121kg

25mm

Fig. 5.3.3 Cross section of the FSPed specimens.

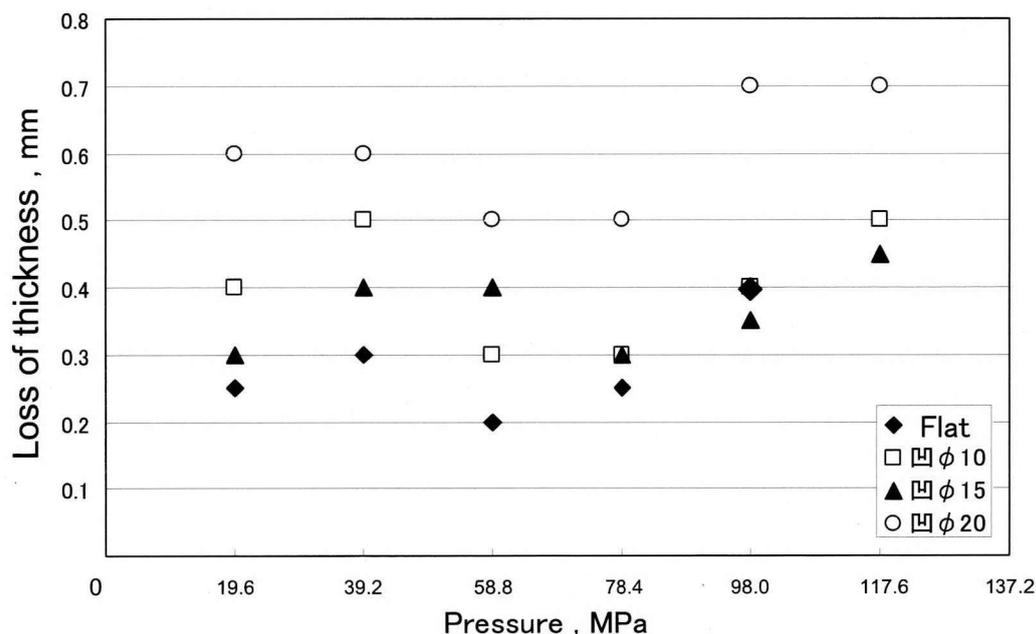


Fig. 5.3.4 Relationship between specimen thickness and process pressure.

一方、ツール圧力を大きくしていくと、試料厚さ変化量が小さくなる領域が存在し、その後、平坦ツールと凹形ツールの試料厚さ変化量の差が小さくなる。これは、試料表面を切削する傾向が強い凹  $\phi 20$  ツールを除外して考えると、一定以上の入熱量を与えることで試料が軟化し、凹形ツールのエッジ部による切削が抑制されるためである。この結果、高圧力条件においては、凹形ツールを用いた場合の試料厚さ変化量は平坦ツールの値に近づいていく。

### 5.3.3.2 硬度分布

FSP 後のビッカース硬度分布図を Fig. 5.3.5 に示す。凹  $\phi 20$  ツールを用いた場合、硬化層の幅は他と同程度であるものの、硬化深さが浅くなっている。これは、前述の通り、ツール形状に起因して試料表面を切削する傾向が強いためである。一方、その他のツールを用いた場合においては、圧力 39.2 MPa 以上の条件で深さ 1 mm 以上の硬化層を均一に得ることができた。このように、凹形ツールを用いることで、ツール荷重を凹  $\phi 10$  ツールでは 16 %、凹

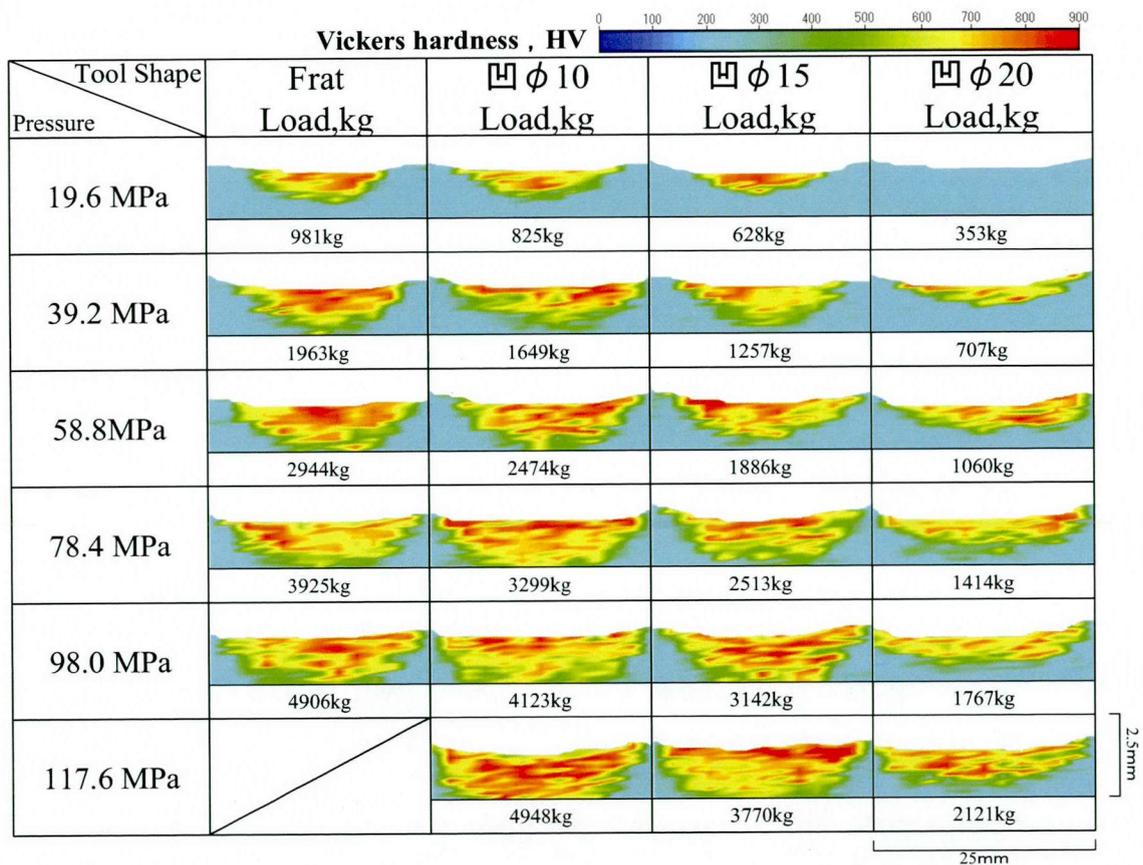


Fig. 5.3.5 Vickers hardness distribution of the FSPed specimens

φ15 ツールでは 36 %低減させた条件においても、十分に硬化層が得られることが明らかとなった。しかし、平坦ツールと比較すると、凹 φ10 ツールでは圧力 39.2 MPa 以下の条件において、凹 φ15 ツールでは圧力 58.8 MPa 以下の条件において、硬化深さがわずかに浅くなっている。これは、凹み径毎に安定した入熱を得られる条件が若干異なることが原因であると考えられる。

そこで、Fig. 5.3.5 において約 700 Hv の硬度を得られた深さに関し、圧力および荷重の依存性を調査した。Fig. 5.3.6 に圧力依存性、Fig. 5.3.7 に荷重依存性のグラフをそれぞれ示す。圧力依存性のグラフおよび前述のビッカース硬度分布より、平坦ツールと比較すると凹 φ10 ツールでは圧力 39.2 MPa 以下で、凹 φ15 ツールでは圧力 58.8 MPa 以下で硬化層が浅くなっている。また、荷重依存性のグラフに関し、低圧力条件にあたる荷重 2000 kg 付近にお

いて、硬化層の深さが荷重に依存する傾向が強いように思われる。この原因を調査するために、プロセス後の接合ツールの外観写真を Fig. 5.3.8 に示す。Fig. 5.3.8 (b) に示すように低圧力条件では、細かなばりが凹部全体を塞いでいる。これは、入熱量の不足により発生したばりが凹部に進入した場合に、凹部内で十分に流動することができないためである。その結果、平坦ツールと同様な形状となるため、硬化層深さが荷重に依存すると考えられる。これに対し、Fig. 5.3.8 (c) に示すように、高圧力条件においては、凹部の底部分には母材が進入しているが、低圧力条件の場合とは異なり、凹部全体をばりが塞ぐことはなかった。これは、鋳鉄の塑性流動に十分な入熱量を得ることができるため、プロセス中に発生したばりが凹部に進入した場合でも、凹部内で流動することができるためである。この結果、凹部を塞ぐことなく本来の凹形ツールの形状が有効に機能することから、硬化層深さは圧力に依存するものと考えられる。

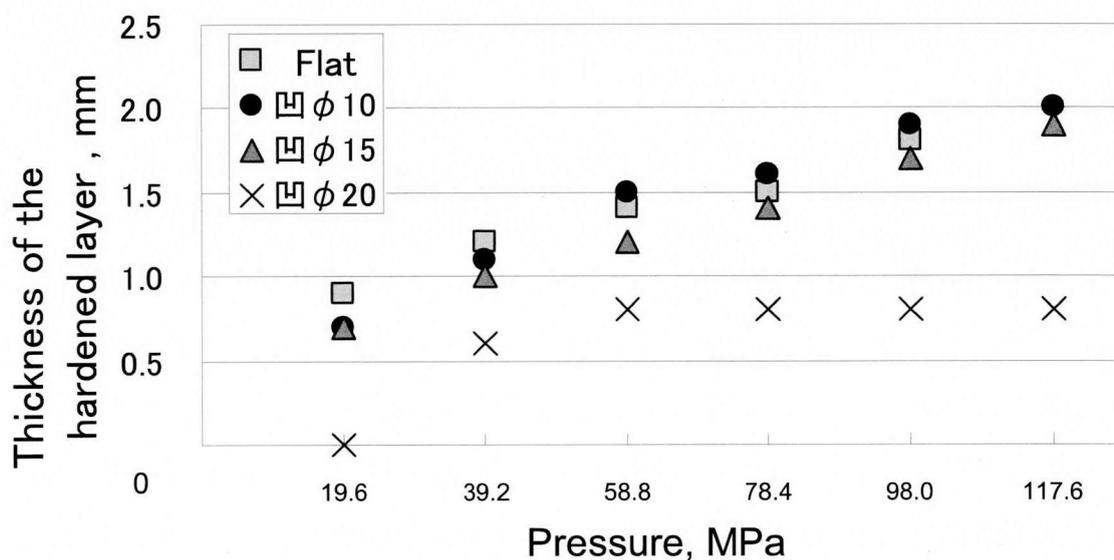


Fig. 5.3.6 Dependence of process pressure on depth of hardened layer

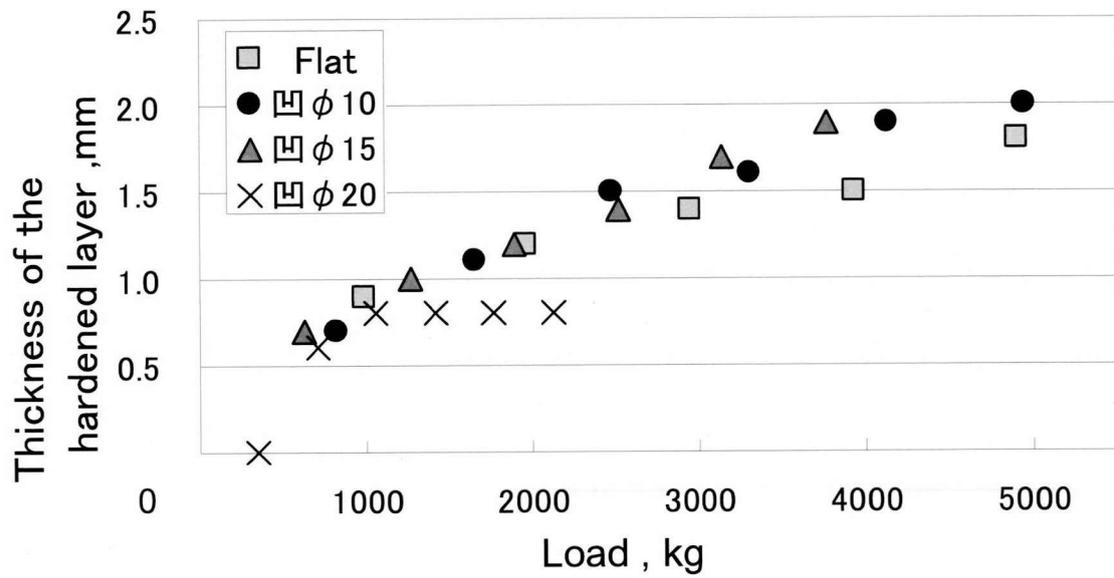
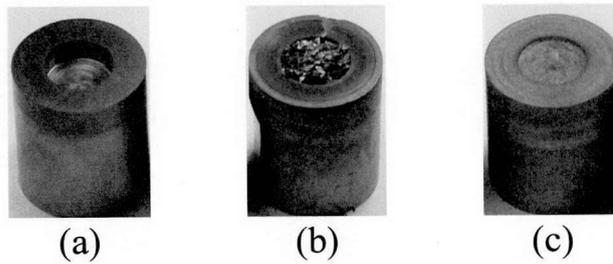


Fig. 5.3.7 Dependence of process load on depth of hardened layer.



(a) unused tool (b) the tool used by 1257 kg load  
(c) the tool used by 3142 kg load

Fig. 5.3.8 Appearance of tools after the FSP.

#### 5.4 結論

Frigaad の式や回転ピッチを基にした指標  $q$  によって、各種鋳鉄材の適正プロセス条件範囲を比較・考察した。また、ツール前進角を一般的に用いられる  $3^\circ$  から  $0^\circ$  に変化させること、およびツール底面に凹みを設けることでツールと材料が接触する面積を変化させて FSP を施した。得られた知見を以下に示す。

1. ばりの発生は黒鉛形状に依存し、片状の場合の方が球状の場合よりも発生量が多くなる。本プロセスにおいては、入熱量を極端に減少させることは望ましくないため、ある程度大きな入熱を供給し、母材を軟化させることにより、材料の切削の低減を目指すことがばり発生の抑制につながる。
2. 基地組織に炭素量が少なく、黒鉛組織からの炭素の供給を必要とするため、フェライト系鋳鉄の適正範囲は高入熱側に偏る。一方、パーライト鋳鉄は、基地組織中に炭素を十分に含んでいることから、黒鉛組織からの炭素の供給は必要なく、小さな入熱量でも硬化が可能である。また、フェライト系同士で比較した場合、黒鉛形状の違いにより熱伝導性が異なるため、片状黒鉛鋳鉄の方がより大きな入熱量を必要とするが、大きな入熱を与えた場合でも、入熱過剰による硬度不足が起こりにくい。
3. ツール前進角を  $0^\circ$  とすることで、ツールと材料の接地面積が増加し、入熱量が増加する。それにより、プロセス条件による装置への負荷が大幅に低減できる。さらに、ツール前進角  $3^\circ$  の場合と比較して、平滑な処理面が得られ、試料外観は良好になる。さらに、表面部分の変形も抑制することができ、後処理工程の削減が可能である。
4. 片状黒鉛鋳鉄と球状黒鉛鋳鉄では、片状黒鉛鋳鉄の方がツール前進角の影響を大きく受ける。これは、黒鉛形状に起因する切削性の差異によるものである。
5. ツール底面に凹みを設けた凹形ツールを用いることで、低荷重のプロセス条件(平坦ツールと比較して凹  $\phi 10$  ツールでは 16 %、凹  $\phi 15$  ツールで

は 36 %の荷重減)でも、平坦ツールを用いた場合と同等の硬化層を得ることができる。

6. ツール圧力が小さすぎる条件では、凹形ツールを用いた場合でも、硬化層形成に必要なツール荷重を低減することができない。これは、入熱量の不足により、ツール凹部に進入したばかりが完全に流動せず、凹部を塞ぐためである。
7. ツール径  $\phi 25$  に対して凹み径  $\phi 20$  という凹みの割合が大きいツールを用いると、ツールが材料に接触する面積が極端に小さくなる。この場合、ツールが切削工具のような働きをするため、平坦ツールを用いた場合と同等の硬化層を得ることができない。

## 第 5 章 参考文献

- [1]Frigaard et al. : Proc.1st Int. Symp. FSW, Thousand Oaks, USA, 14-16 June, 1999, CD-ROM.
- [2]T.Hashimoto, S.Jyogan, K.Nakata, Y.G.Kim, M.Ushio: Proc. 1st Int. FSW Symp., Thousand Oaks,USA,14-16June,1999,CD-ROM.
- [3]中江秀雄 : 金属 55 (1985) 3, 2
- [4]中村幸吉 他: 鑄鉄の科学 日本鑄物工業会 (2005) 53
- [5]W.L.Guesser, I.Masiero, E.Melleras, C.S.Cabezas :Revista Matéria, Vol.10, No.2(2005), 265-272
- [6] RS Mishra, ZY Ma : Mater. Sci. Eng. 50 (2005) 1-78
- [7]Y.Bozkurt : Materials and Design 35 (2012) 440-445
- [8]H.Fujii, L.Cui, M.Maeda, K.Nogi : Mater. Sci. Eng. A 419 (2006) 25-31
- [9]R.S. Mishra, Z.Y. Ma / Materials Science and Engineering R 50 (2005) 1-78
- [10]O.Lorraina,, V.Favierb, H.Zahrounic and D.Lawrjaniec d : Journal of Materials Processing Technology 210 (2010) 603-609
- [11]D.G.Hattingh, C.Blignault, T.I.vanNiekerk, M.N.James:journal of materials processing technology 203 (2008) 46-57
- [12] P.A.Colegrove, H.R.Shercliff : Sci. Technol. Weld. Join. 9 (2004) 483-492
- [13]G. Buffa et al. : Mater. Sci. Eng. A 419 (2006) 381-388
- [14]K. Colligan : Weld. J. 78 (1999) 229-237.
- [15]Y.H.Zhao, S.B.Lin, F.X.Qu, L.Wu : Mater. Sci. Technol. 22 1 (2006) 45-50
- [16]T.U.Seidel, A.P.Reynolds : Metal. Mater. Trans. A 32(2001) 2879-2884

## 第 6 章 摩擦攪拌粉末プロセスによる低炭素鋼の表面硬化

### 6.1 緒論

プレス金型や工作機械の摺動部に用いられる材料は、表面の硬さを増し、耐摩耗性等の機械的特性を向上させ、部材の寿命を延長させる目的により、各種表面硬化処理が施されている。しかし、鉄鋼材料の焼入れ硬さは、炭素量によって変化し、炭素量が低い材料では十分な硬度は得られない<sup>[1]</sup>。

第 4 章において、他の表面処理法では硬化が困難であったフェライト系鋳鉄に FSP を施すことにより、母材で 200 HV 程度であったビッカース硬さが、基地組織をマルテンサイト化することで 700 HV から最大 900 HV と非常に高い値になることを示した。これは、鋳鉄に内在する黒鉛から基地組織への炭素供給が行われたためである。すなわち、炭素量が低い材料においても、他因子から炭素を補うことができれば、部分表面硬化が可能であるということが明らかとなった。そこで本章では、焼入れ性の乏しい低炭素鋼に対して、炭素粉末を添加し、摩擦攪拌粉末プロセス (FSPP)<sup>[2]</sup>を行うことで、炭素含有量を増加させ、焼入れ性の向上を図った。

また、ツール移動速度、ツール回転速度などの各種プロセス条件およびツール形状が炭素の攪拌および炭素の拡散に及ぼす影響について調査を行った。

### 6.2 摩擦攪拌粉末プロセス (FSPP)

FSPP とは Inada らによって考案された手法<sup>[2]</sup>で、Fig. 6.1 に示すように、接合部に発生したギャップに被接合材と同種の粉末を充填することで材料の不足を補いながら FSW を行い、ギャップによる欠陥発生を抑止する手法である。FSPP における粉末は溶融溶接のフィラーと同じ位置づけであり、粉末を選定することで、曲線形状や複雑形状のギャップにも対応可能である。

また、欠陥発生抑止だけでなく、ギャップに被接合材と異種の粉末を充填し FSP を施すことで合金化が行えるため、粉末と板材を組み合わせた新しい表面改質法として捉えることもできる。この場合、ギャップに基材と異種の粉末を充填するだけなので、予備処理が不要かつ、組成の調整が容易であり、

合金のその場形成法としての応用が期待できる。

本実験では、基材に低炭素鋼、粉末に炭素粉末を用い、表面改質法としてFSPPを施した。Fig. 6.2にFSPPによる低炭素鋼の部分硬化のイメージを示す。基材に粉末を充填し(a)、FSPを行うことで広範囲に粉末を分散させる(b)。その後、硬化を可能とするためには、フェライト系鋳鉄と同様に分散した炭素粉末から炭素を基地組織へ供給し(c)、マルテンサイト変態が可能な程度の冷却速度を得る必要がある(d)。

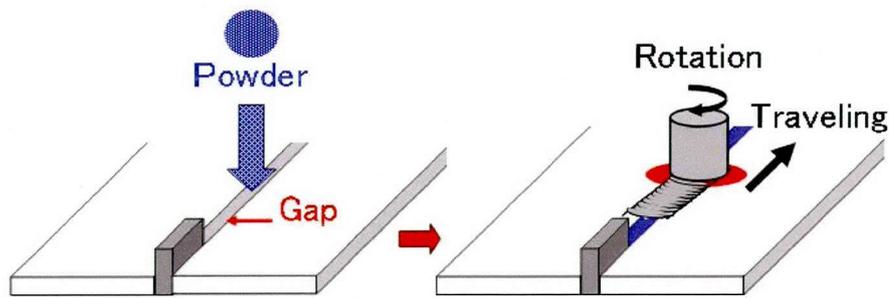


Fig. 6.1 Schematic illustration of friction stir powder processing.

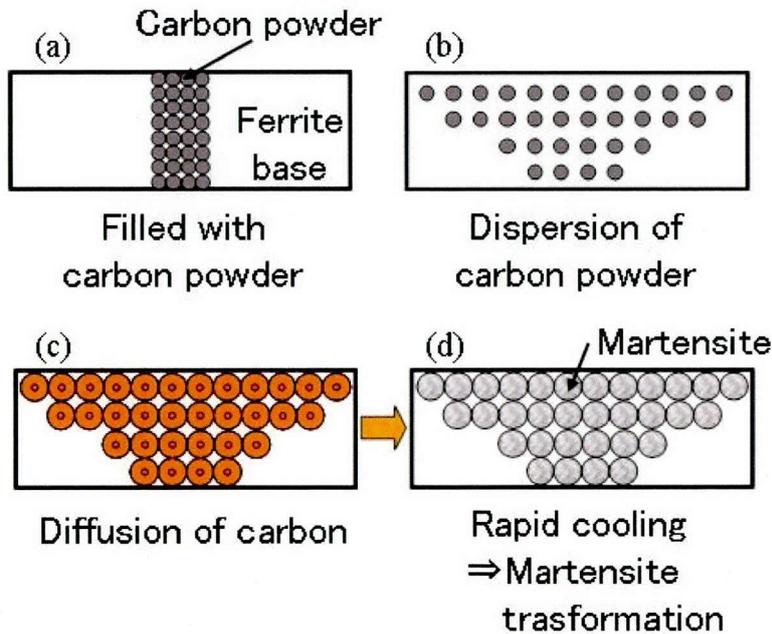


Fig. 6.2 Mechanism of surface hardening by the FSPP.

### 6.3 炭素粉末の分散プロセスの最適化

基材として低炭素鋼 SPCC(300 mm×100 mm×3.2 mm)、分散させる粉末として炭素粉末（純度>99.9 %、粒径 20 μm）を用いた。低炭素鋼 SPCC の化学組成を Table 6.1 に示す。突合せ部に 1 mm のプレートを挟んだ状態で供試材を固定し、それによりできたギャップに粉末を充填して FSP を行った。

ツールはショルダ径 15 mm、プローブ径 6 mm、プローブ長 3.15 mm の形状で、プロセス条件は、移動速度を 100 mm/min に一定とし、回転速度を 250 ~ 3000 rpm まで変化させる手法と、回転速度を 500 rpm に一定とし、移動速度を 25 ~ 200 mm/min まで変化させる手法を検討した。また、プロセス条件だけではなく、ツール形状により材料流動に変化が生じ<sup>[3-11]</sup>、粉末分散状況に影響を及ぼすことが考えられるため、ツールのプローブ形状を Fig. 6.3 に示すように、テーパ状に変化させた 2 種のツールを用い、ツール移動速度を 100 mm/min 一定とし、ツール回転速度 250 ~ 1000 rpm まで変化させ実験を行った。その後、得られた試験片の中心部をマイクロカッターにより切断し、熱間樹脂埋めを行った後、研磨およびバフ研磨を行い、4% ナイタール液によって腐食させ、炭素粉末分散領域を観察した。

Fig. 6.4 に移動速度を 100 mm/min 一定とし、回転速度を変化させた場合の試料表面および断面写真を示す。回転速度 1000 rpm 以上の条件の表面において溝状欠陥が発生しており、回転速度 750 rpm 以下の条件の表面においては

Table 6.1 Chemical compositions of base material.(mass%)

C	Si	Mn	P	S
0.04	0.10	0.25	0.014	0.007

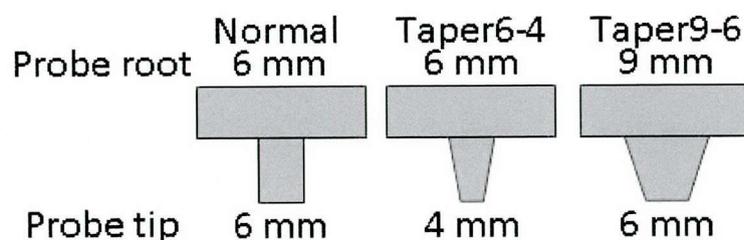


Fig. 6.3 Tool shapes.

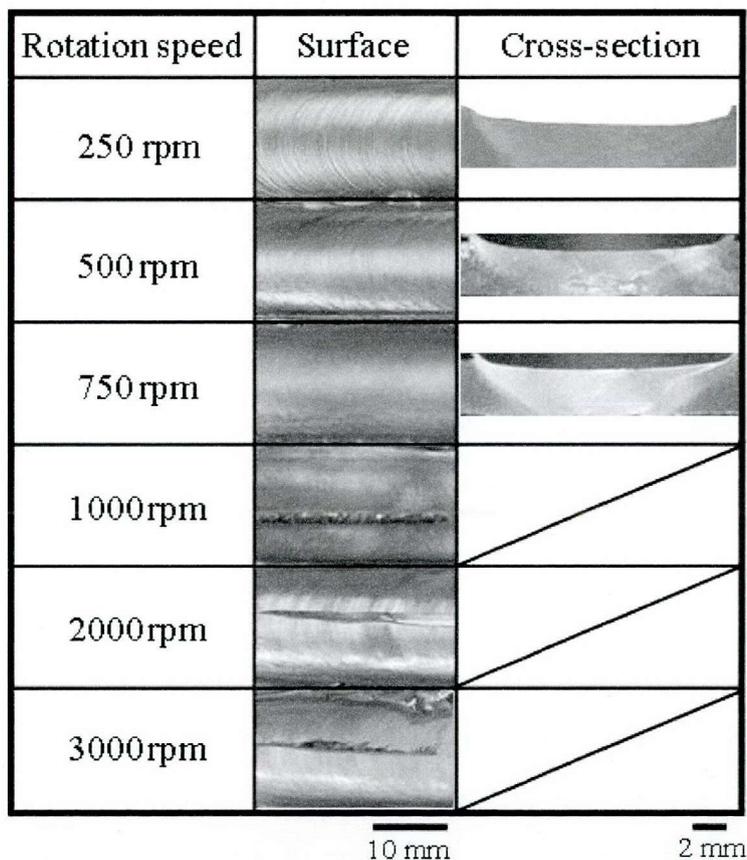


Fig. 6.4 Surface and cross-sections of the FSPPed samples.

(Traveling speed of 100mm/min)

平滑な処理面が得られた。この結果から、高回転速度条件において溝状欠陥が発生したことについては、ツールの回転に材料が追随することができず、ギャップを埋められなかったためであると考えられる。接合が可能であった回転速度 250~750 rpm の炭素粉末分散状態については、回転速度 500 rpm の条件で、最も広範囲に分散がみられた。そこで、回転速度を 500 rpm 一定として、移動速度を変化させ、分散範囲の違いを比較した。Fig. 6.5 に、移動速度を変化させた場合の試料表面および断面写真を示す。断面をみると、移動速度が小さくなるにつれて組織中に取り込まれる炭素粉末量が増加し、広範囲に分散していることがわかる。これは、移動速度が 100 mm/min を超えると、ギャップに充填していた粉末の多くがツールの移動時に、基材中に

攪拌される前に排出されてしまうためであると考えられる。十分に基材中に炭素粉末を分散させるには、50 mm/min 以下の低移動速度でプロセスを行う必要がある。

続いて、プロセス後の試料外観および炭素粉末分散状態に及ぼすツール形状の影響を調査した。Fig. 6.6 に 3 種類のツールを用い、移動速度を 100 mm/min 一定とし、回転速度を変化させた場合の試料表面を示す。一般的な円柱状のプローブを持つツールでは、前述したように、1000 rpm 以上の条件で溝状欠陥が発生している。根元が 6 mm、先端が 4 mm のプローブを持つツール(以下 6-4 プローブと表記)では、1250 rpm 以上で、根元が 9 mm、先端が 6 mm のプローブを持つツール(以下 9-6 プローブと表記)では、750 rpm 以上

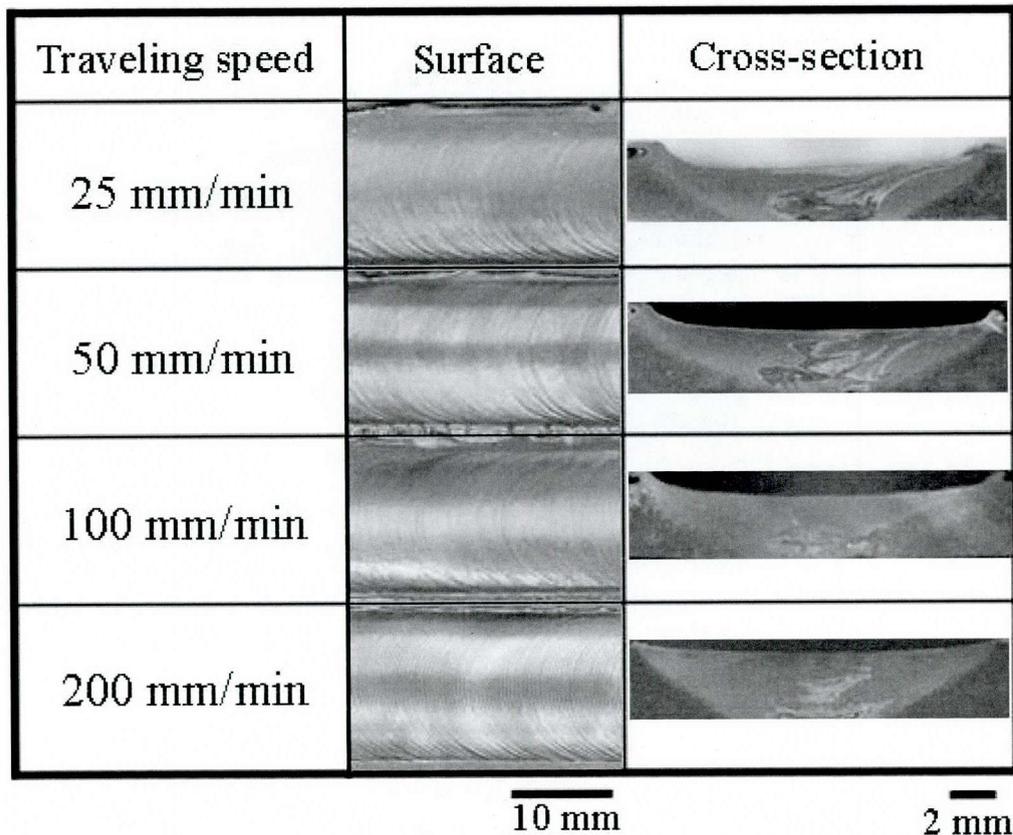


Fig. 6.5 Surface and cross-sections of the FSPPed samples.

(Rotation speed of 500rpm)

でそれぞれ溝状欠陥が発生した。また、6-4プローブでは、250 rpm において入熱不足による溝状欠陥が発生している。このように、ツール形状により、欠陥が生じない条件範囲が異なることがわかった。これは、各ツールの周速度に関連すると考えられる。各ツールのプローブ周速度と欠陥の有無をまとめた表を Table 6.2 に示す。周速度が 3.0 m/s 以上の条件において溝状欠陥が発生しやすくなっている。このように、大きな周速度による攪拌では、ツールの回転に対して材料の流動が追従することができず、欠陥が形成する。な

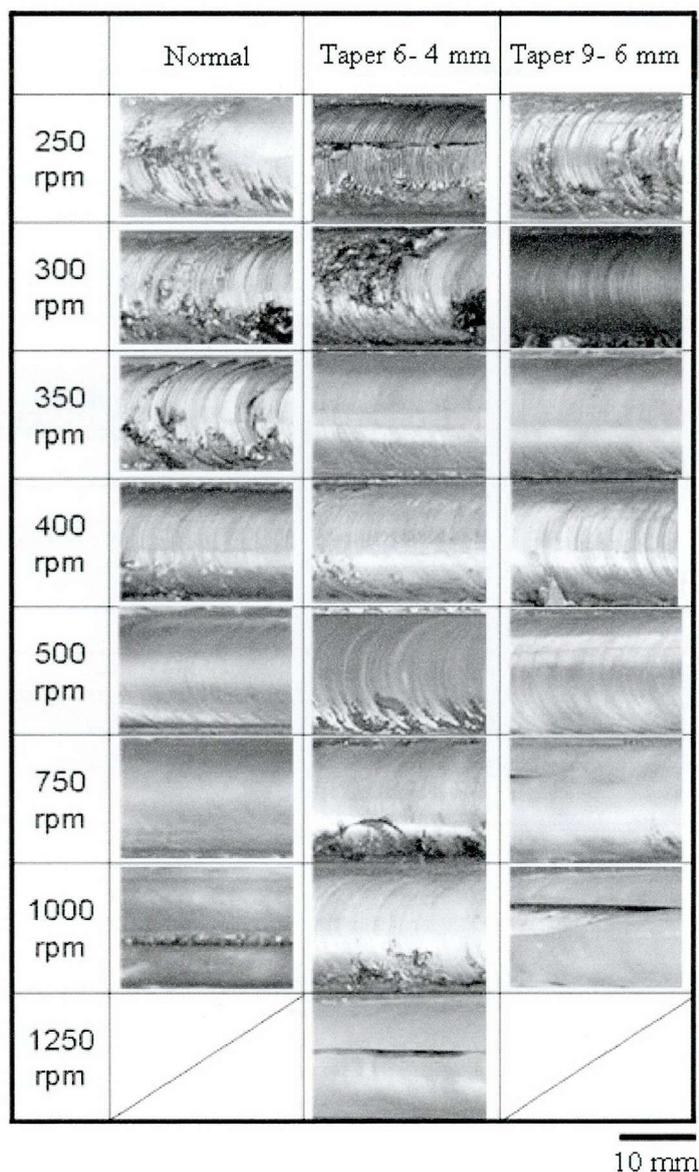


Fig. 6.6 Appearance of the FSPPed samples.

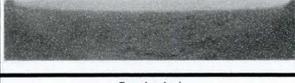
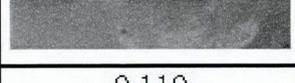
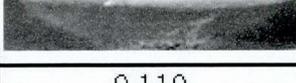
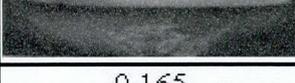
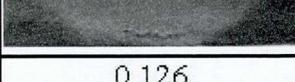
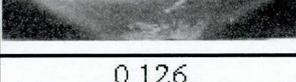
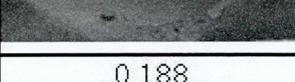
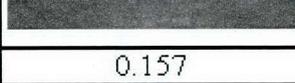
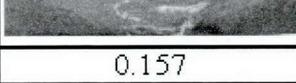
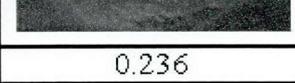
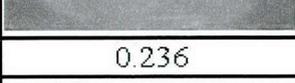
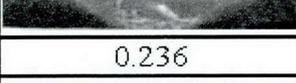
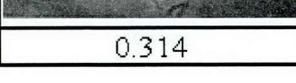
Table 6.2 Effect of peripheral speed on surface appearance.

Normal			Taper 6- 4 mm			Taper 9- 6 mm		
			Probe tip			Probe tip		
rpm	6 mm		rpm	6 mm		rpm	9 mm	
1250	0.393 m/s	×	1250	0.393 m/s	×	1250	0.589 m/s	×
1000	0.314 m/s	×	1000	0.314 m/s	○	1000	0.471 m/s	×
750	0.236 m/s	○	750	0.236 m/s	○	750	0.353 m/s	×
500	0.157 m/s	○	500	0.157 m/s	○	500	0.236 m/s	○
400	0.126 m/s	○	400	0.126 m/s	○	400	0.188 m/s	○
350	0.110 m/s	○	350	0.110 m/s	○	350	0.165 m/s	○
300	0.094 m/s	○	300	0.094 m/s	○	300	0.141 m/s	○
250	0.079 m/s	○	250	0.079 m/s	×	250	0.118 m/s	○
			Probe root			Probe root		
rpm	4 mm		rpm	6 mm		rpm	6 mm	
1250	0.262 m/s	×	1250	0.393 m/s	×	1250	0.393 m/s	×
1000	0.209 m/s	○	1000	0.314 m/s	×	1000	0.314 m/s	×
750	0.157 m/s	○	750	0.236 m/s	×	750	0.236 m/s	×
500	0.105 m/s	○	500	0.157 m/s	○	500	0.157 m/s	○
400	0.084 m/s	○	400	0.126 m/s	○	400	0.126 m/s	○
350	0.073 m/s	○	350	0.110 m/s	○	350	0.110 m/s	○
300	0.063 m/s	○	300	0.094 m/s	○	300	0.094 m/s	○
250	0.052 m/s	×	250	0.079 m/s	○	250	0.079 m/s	○

お、9-6プローブの回転速度 750 rpm の条件では、先端部分の周速度は 0.236 m/s であるが、根元部分で 0.353 m/s であるため欠陥が発生している。一方、6-4プローブの回転速度 1000 rpm では、根元部分の周速度は 0.3 m/s を超えているが欠陥は発生していない。これは、先端部分の周速度が 0.209 m/s であり、材料流動が正常に行われるため、欠陥は発生しなかったと考えられる。

続いて、3種類のツールを用いた場合の試料断面を観察し、粉末分散領域について検討した。Fig. 6.7 に試料断面一覧を示す（各断面の下に周速度の値を記載している。）。円柱プローブとテーパプローブを比較すると、テーパプローブである 6-4 プローブ、9-6 プローブの方が広範囲に分散領域が得られていることがわかる。これは、プローブをテーパ形状としたことで、プロセス中の塑性流動が変化し、上下方向の流動が生じ、攪拌部内を均一に塑性流動させることが可能となったためであると考えられる<sup>[8]</sup>。また、テーパプローブ同士を比較すると、9-6 プローブの方が分散領域が広い。これについては、9-6 ツールの方がテーパの角度が大きく、塑性流動に与える影響がより顕著になったためである<sup>[8]</sup>。次に、周速度に着目すると、周速度が

0.1 m/s 付近の条件で広い分散が得られていることがわかる。周速度が小さい方が粉末分散領域が大きい傾向がみられ、大きな周速度では炭素粉末が排出されていることが示唆される。そこで、周速度と粉末排出量の関係を調査するために 0.3 g の炭素粉末を充填した試料に FSPP を行い、試料上に残った粉末の測定を行った。その結果を Table 6.3 に示す。飛散した粉末が存在するため、実際の排出量はこの値より大きいと考えられるものの、周速度が 0.157 m/s になると充填した粉末の排出が起りやすくなることがわかった。周速度を小さくし、当該排出を抑制することで、広範囲に粉末分散領域を得ることができる。

	Normal	Taper 6-4	Taper 9-6
250 rpm		Defect	
Peripheral speed	0.079	0.079	0.118
300 rpm			
Peripheral speed	0.094	0.094	0.141
350 rpm			
Peripheral speed	0.110	0.110	0.165
400 rpm			
Peripheral speed	0.126	0.126	0.188
500 rpm			
Peripheral speed	0.157	0.157	0.236
750 rpm			Defect
Peripheral speed	0.236	0.236	0.353
1000 rpm	Defect		Defect
Peripheral speed	0.314	0.314	0.471

5mm

Fig. 6.7 Cross-section of the sample after FSPP

Table 6.3 Effect of peripheral speed on amount of powder discharged.

Rotation speed ; rpm	Peripheral speed ; m/s	Amount of powder discharged ; g
750	0.236	0.078
500	0.157	0.047
400	0.126	0.020
350	0.110	0.029

以上の結果から、ギャップ 1mm で欠陥なく接合を行いたい場合には周速度を 0.3m/s 以下に、粉末の分散領域を広範囲に得たい場合は周速度を 0.15m/s 以下にした上で、入熱不足が起こらない程度に周速度を小さくすることが望ましい。

#### 6.4 炭素の拡散および表面硬化プロセスの最適化

前節で最も炭素粉末分散が得られた 9-6 プローブ、回転速度 250 rpm、移動速度 100 mm/min でプロセスを行った試料を出発材料とし、ツール形状、プロセス条件を変化させて 2 パス目となるプロセスを施した。ツール形状は、ショルダ径  $\phi$  25 mm、プローブ径  $\phi$  6 mm、プローブ長 3.15 mm のものと、ショルダ径  $\phi$  25 mm、プローブなしのものを使用した。前節で使用したツールと比較してショルダ径を大きくしているが、これは、第 4 章および 5.1 節より、基地組織への炭素の拡散に大きな入熱量を要することがわかっているためである。ツール回転速度は 500、1000、1500 rpm、ツール移動速度は 50、100 mm/min とそれぞれ変化させた。

その後、試料中心部をプロセス方向に対して垂直な断面で切断・熱間樹脂埋めし、#400～#1500 のエメリー紙およびバフを用いて研磨後、光学顕微鏡による断面観察、投影機による硬化層厚さ測定、およびビッカース硬度を測定した。圧痕間隔については、横方向は試料中央から 1.0 mm ごとにそれぞれ 12 mm まで、縦方向には試料表面から 0.3 mm ごとに測定し、得られた

値を用いて硬度分布図を作成した。

2パス目終了後の試料外観を Fig. 6.8 に示す。プローブのあるツールを用いた場合、いずれの条件においてもクラックが生じた。これは、分散させた炭素粉末が原因であると考えられる。基地組織中に黒鉛が内在する鋳鉄は、その黒鉛の存在が内部空孔と同義であるとみなされ、破断の起点となりやすいことが広く知られている<sup>[12]</sup>。それと同様に、プローブにより攪拌される際に炭素粉末が内在している部分から破断が生じ、クラックとなっている。一方、プローブの無いツールではクラックは発生せず、平滑な処理面が得られている。これは、プローブの無いツールは攪拌力がほとんど無く、主に摩擦熱のみを与えることを示唆している。

Fig. 6.9 にプローブの無いツールで2パス目を行った試料の断面を示す。攪拌力がほとんど無いため、試料内部は1パス目で得られた炭素の分散がその

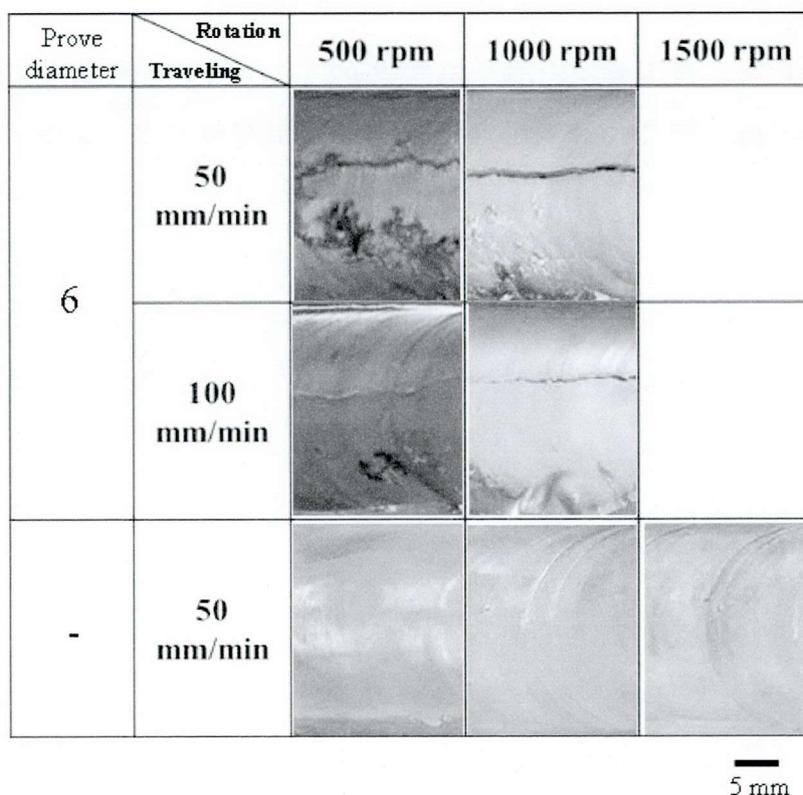


Fig. 6.8 Surface appearance of the sample after 2nd path.

まま残っている。また、回転速度 1000 rpm および 1500 rpm の試料では、表面近傍に組織変態している部分が見られる。次に、炭素拡散状況を調べるために、分散した炭素粉末周辺の組織を観察した。Fig. 6.10 に炭素拡散距離と炭素粉末周辺の組織を示す。回転速度が大きくなる、すなわち入熱量が増加するに伴って、炭素拡散距離が大きくなることがわかる。その結果、回転速度 1500 rpm においては、ほぼ全面に炭素が拡散していた。続いて、最も長い炭素拡散距離が得られていた回転速度 1500 rpm の試料に対してビッカース硬度試験を行った。その結果を硬度分布図にしたものを Fig. 6.11 に示す。700 HV 以上の硬化がみられたのは表面近傍のみであり、試料内部では 200~500 HV 程度の硬度上昇に留まった。Fig. 6.10 から、基地組織への炭素の拡散は十分に行われていたことから、冷却速度が不十分であったため、マルテンサイトが形成されなかったと考えられる。Fig. 6.1 に FSPP による低炭素鋼の部分硬化の模式図を示したが、本実験においては、FSPP 後に得られる組織は、冷却速度の大きい表面近傍においてはマルテンサイト、試料内部では冷却速度の不足によりパーライトとなった。

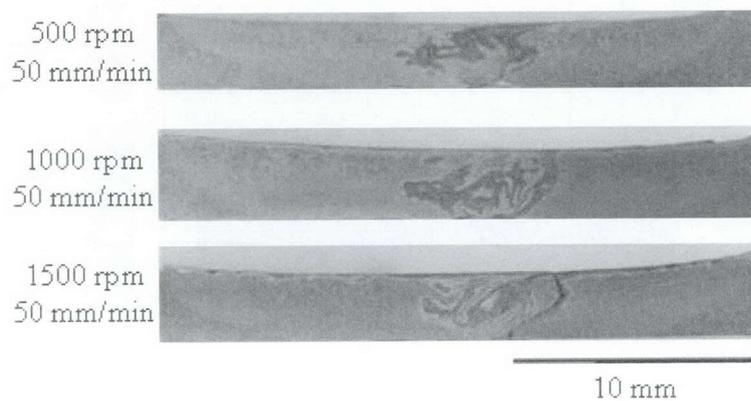


Fig. 6.9 Cross-section of the sample after 2nd path.

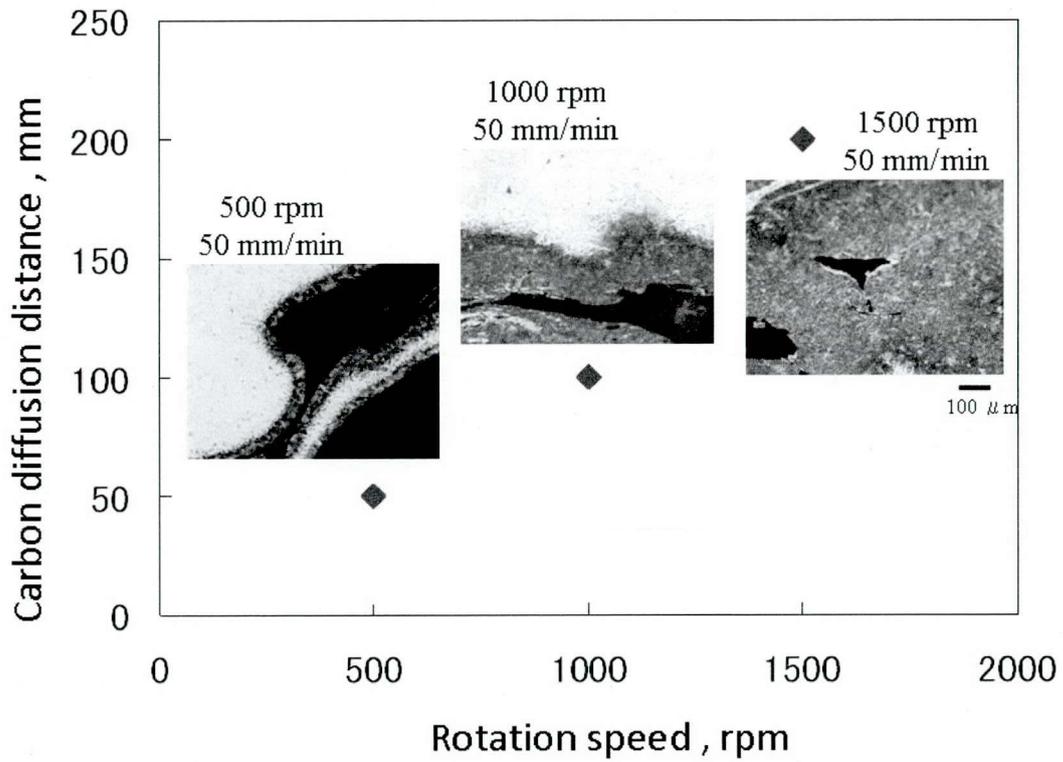


Fig. 6.10 Relationship between carbon diffusion distance and the rotation speed.

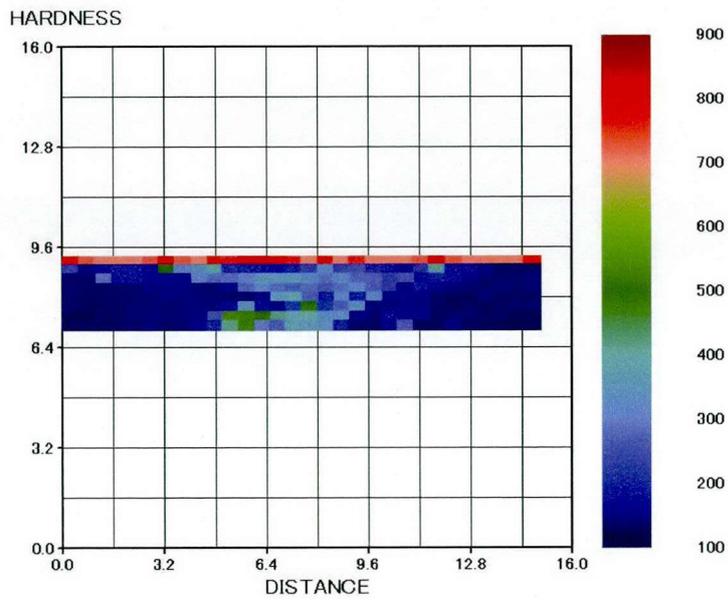


Fig. 6.11 Vickers hardness distribution.

## 6.5 結論

低炭素鋼の摩擦攪拌粉末プロセス (FSPP) において、ツール形状およびプロセス条件が炭素の攪拌・分散・拡散および表面硬度に及ぼす影響について調査した。本実験では、炭素粉末分散を目的とする 1 パス目と、炭素拡散による硬度上昇を目的とする 2 パス目の複合プロセスとした。得られた知見を以下に示す。

1. 1 パス目にテーパーツールを使用することで広範囲に炭素粉末を分散させることが可能である。
2. ツールの周速度を用いてプロセス条件を整理することで、ビード表面に溝状欠陥が発生する条件(0.3 m/s 以上)、粉末が排出されやすい条件(0.15 m/s~0.3 m/s)、広範囲に粉末を分散させることができる条件(0.1 m/s 付近)の範囲が明らかとなった。
3. 1 パス目により分散した粉末から炭素を拡散させ、基地組織中の炭素量を増加させることで、2 パス目に冷却速度の大きい表面近傍においてマルテンサイト組織を得ることができる。その結果、大幅な硬度上昇に成功した。
4. 2 パス目によって攪拌部においては、炭素の拡散は十分に得られたが、大きな冷却速度が得られなかったため、パーライト組織となった。この結果から、冷却速度の増加が可能なプロセス条件の検討を行うことで、広範囲における硬化層形成の可能性が示唆された。

## 第 6 章 参考文献

- [1] 糟谷正, 橋場裕治 : 新日鉄技報 385 (2006) 48-55
- [2] K.Inada, H.Fujii, Y.S.Ji, Y.F.Sun, Y.Morisada : Sci.Technol.Weld.Join. 15 2 (2010) 131-136.
- [3]H.Fujii, L.Cui, M.Maeda, K.Nogi : Materials Science and Engineering A 419 (2006) 25-31
- [4]R.S. Mishra, Z.Y. Ma / Materials Science and Engineering R 50 (2005) 1-78
- [5]O.Lorraina,, V.Favierb, H.Zahrounic and D.Lawrjaniecd : Journal of Materials Processing Technology 210 (2010) 603-609
- [6]D.G.Hattingh, C.Blignault, T.I.vanNiekerk, M.N.James :journal of materials processing technology 203 (2008) 46-57
- [7] P.A.Colegrove, H.R.Shercliff: Science and Technology of Welding & Joining, 9 (2004) 483-492
- [8]G. Buffa et al. : Mater. Sci. Eng. A 419 (2006) 381-388
- [9]K. Colligan : Weld. J. 78 (1999) 229-237.
- [10]Y.H.Zhao, S.B.Lin, F.X.Qu, L.Wu : Mater. Sci. Technol. 22 1 (2006) 45-50
- [11]T.U.Seidel, A.P.Reynolds : Metallurgical and Material Transaction A 32(2001) 2879-2884
- [12]中江秀雄 : 金属 55 3 (1985) 2.

## 第7章 総括

本研究では、基地組織および黒鉛形状の異なる4種の鋳鉄材にFSPを適用し、安定した鋳鉄材の表面硬化手法を確立するとともに、最適なプロセス条件範囲ならびに硬化メカニズムを明らかにすることを目的とした。またその硬化メカニズムを基に、粉末を用いて基材を合金化させるプロセスである摩擦攪拌粉末プロセス(FSPP)により、低炭素鋼に炭素粉末を添加することで、焼入れ性の向上を試みた。

第1章は、緒論であり、研究目的について述べた。

第2章では、研究背景として鋳鉄材の特徴およびFSW/FSPの原理、特徴について述べ、鉄鋼材料への適用例を調査することにより、FSPが微細組織および相変態に与えるプロセス条件の影響に関する研究の必要性を明確にした。

第3章では、パーライト系片状黒鉛鋳鉄(FC300)およびパーライト系球状黒鉛鋳鉄(FCD700)に対してFSPを施した後、ビッカース硬さ試験、硬化層厚さ測定、ばり量測定、組織観察を行った。得られた知見を以下に示す。

1. FSPによってFC300及び、FCD700の表面を1mm以上硬化することが可能である。広範囲に硬化層を得るためには、適切な入熱による変態点以上の温度上昇およびマルテンサイト組織を形成可能な冷却速度が必要である。
2. ツール移動速度100 mm/min~200 mm/minの場合、3000 kg以上の荷重では硬化層厚さに及ぼす荷重の影響性は小さい。一方、ツール移動速度300 mm/min以上では、ツールが材料へと押込まれる深さの違いが顕著にあらわれるため、硬化層厚さおよび硬化範囲は荷重3000 kgと比較して荷重5000 kgの方が大きい。
3. 黒鉛の形状と分布は鋳鉄のFSPに大きく影響する。黒鉛が片状で連続的に分布する片状黒鉛鋳鉄の方がばりが発生しやすい。また、熱伝達率も

高いため、硬化範囲が大きい。

第4章では、フェライト系球状黒鉛鋳鉄（FCD450）およびフェライト系片状黒鉛鋳鉄（FC100）に対して FSP を施した後、ビッカース硬さ試験、組織観察を行った。得られた知見を以下に示す。

1. FSP は、局所的な加熱が可能であるため、十分に温度を上げた場合においても冷却速度を大きく維持することができる。そのため、焼入れ硬化性の劣るフェライト基地組織である FCD450 および FC100 においても、基地組織をマルテンサイト化することで、硬度を広範囲・均一に 700 HV 以上に向上させることが可能である。
2. ただし、基地組織であるフェライトの炭素含有量が少ないため、フェライト系鋳鉄を適切に硬化するには炭素を基地組織に供給するための十分な昇温と、マルテンサイト変態を可能にする十分な冷却速度を同時に達成することが必要となるため、パーライト基地組織である FC300、FCD700 と比べると、適正条件範囲は狭く、かつ高入熱条件に偏る。
3. FC100 は、その黒鉛形状からき裂進展が生じやすく、良好な表面状態を得ることが困難であるが、母材をある程度軟化させることで平滑な処理面を得ることができる。
4. FC100 は、熱伝導率の良さから、炭素の拡散に大きな入熱が必要となる一方で、マルテンサイト変態に十分な冷却速度は維持しやすい。

第5章では、FSP の主なプロセス因子であるツール回転速度・ツール移動速度・ツール押付け荷重に加え、ツール前進角、ツール形状が鋳鉄の表面硬化の適正条件および得られる組織に及ぼす影響について検討した。

第5章1節では、Frigaad の式や回転ピッチを基にした指標  $q$  によって、各種鋳鉄材の適正プロセス条件範囲を比較・考察した。得られた知見を以下に示す。

1. ばりの発生は黒鉛形状に依存し、片状の場合の方が球状の場合よりも発生量が多くなる。本プロセスにおいては、入熱量を極端に減少させることは望ましくないため、ある程度大きな入熱を供給し、母材を軟化させることにより、材料の切削の低減を目指すことがばり発生抑制につながる。
2. 基地組織に炭素量が少なく、黒鉛組織からの炭素の供給を必要とするため、フェライト系鋳鉄の適正範囲は高入熱側に偏る。一方、パーライト鋳鉄は、基地組織中に炭素を十分に含んでいることから、黒鉛組織からの炭素の供給は必要なく、小さな入熱量でも硬化が可能である。
3. フェライト系同士で比較した場合、黒鉛形状の違いにより熱伝導性が異なるため、片状黒鉛鋳鉄の方がより大きな入熱量を必要とするが、大きな入熱を与えた場合でも、入熱過剰による硬度不足が起こりにくい。

第5章2節では、ツール前進角が適正条件範囲および得られる硬度分布に及ぼす影響を調査するため、フェライト系鋳鉄材 FC100 および FCD450 に対して、ツール前進角を一般的に用いられる  $3^\circ$  から、 $0^\circ$  に変化させて FSP を施した。得られた知見を以下に示す。

1. ツール前進角を  $0^\circ$  とすることで、ツールと材料の接地面積が増加し、入熱量が増加する。それにより、プロセス条件による装置への負荷が大幅に低減できる。
2. ツール前進角  $3^\circ$  の場合と比較して、平滑な処理面が得られ、試料外観は良好になる。さらに、表面部分の変形も抑制することができ、後処理工程の削減が可能である。
3. ツール前進角  $3^\circ$  のときと同様に、プロセス後の組織は微細なマルテンサイトが得られた。前進角を変化させた場合でも、炭素の拡散に十分な昇温と大きな冷却速度を達成することができる。
4. FC100 と FCD450 では、片状黒鉛鋳鉄である FC100 の方がツール前進角の影響を大きく受ける。これは、黒鉛形状に起因する切削性の差異により、

ツールと材料の接触面積の変化の程度が異なるためである。

第5章3節では、ツール底面に凹みを設けることで、ツールと材料が接触する面積を変化させ、ツール形状がツール荷重および硬化層に及ぼす影響について検討した。得られた知見を以下に示す。

1. ツール底面に凹みを設けた凹形ツールを用いることで、低荷重のプロセス条件(平坦ツールと比較して凹 $\phi$ 10ツールでは16%、凹 $\phi$ 15ツールでは36%の荷重減)でも、平坦ツールを用いた場合と同等の硬化層を得ることができる。
2. ツール圧力が小さすぎる条件では、凹形ツールを用いた場合でも硬化層形成に必要なツール荷重を低減することができない。これは、入熱量の不足により、ツール凹部に進入したばかりが完全に流動せず、凹部を塞ぐためである。
3. ツール径 $\phi$ 25に対して凹み径 $\phi$ 20という凹みの割合が大きいツールを用いると、ツールが材料に接触する面積が極端に小さくなる。この場合、ツールが切削工具のような働きをするため、平坦ツールを用いた場合と同等の硬化層を得ることができない。

第6章では、低炭素鋼の摩擦攪拌粉末プロセス(FSPP)において、ツール形状およびプロセス条件が炭素の攪拌・分散・拡散および表面硬度に及ぼす影響について調査した。本研究では、炭素粉末分散を目的とする1パス目と、炭素拡散による硬度上昇を目的とする2パス目の複合プロセスとした。得られた知見を以下に示す。

1. 1パス目にテーパーツールを使用することで、広範囲に炭素粉末を分散させることが可能である。
2. ツールの周速度を用いてプロセス条件を整理することで、ビード表面に溝状欠陥が発生する条件(0.3 m/s以上)、粉末が排出されやすい条件(0.15

m/s $\sim$ 0.3 m/s)、広範囲に粉末を分散させることができる条件(0.1 m/s 付近)の範囲が明らかとなった。

3. 1 パス目により分散した粉末から炭素を拡散させ、基地組織中の炭素量を増加させることで、2 パス目に冷却速度の大きい表面近傍においてマルテンサイト組織を得ることができる。その結果、大幅な硬度上昇に成功した。
4. 2 パス目により、攪拌部においては、炭素の拡散は十分に得られたが、大きな冷却速度が得られなかったため、パーライト組織となった。この結果から、冷却速度の増加が可能なプロセス条件の検討による、広範囲における硬化層形成の可能性が示唆された。

研究業績

雑誌掲載論文

[1]今川浩一、藤井英俊、山口泰文、木口昭二

摩擦攪拌プロセスによるフェライト系球状黒鉛鑄鉄の表面硬化

鑄造工学 第 82 卷 第 11 号 674-679 (2010)

[2]今川浩一、藤井英俊、森貞好昭、山口泰文、木口昭二

摩擦攪拌プロセスを用いた鑄鉄の硬化層に及ぼすツール形状の影響

鑄造工学 第 83 卷 第 11 号 733-737 (2011)

[3]K. Imagawa, H. Fujii, Y. Morisada, Y. Yamaguchi, S. Kiguchi

Surface Hardening of Ferritic Spheroidal Graphite Cast Iron by Friction Stir Processing

Materials Transactions Vol.53 No.8 (2012) 1456-1460

[4]Y.F.Sun, H.Fujii, K.Imagawa, Y.Yokoyama, H.Kimura, A.Inoue,

Interface Microstructure and Mechanical Properties of Dissimilar Friction Stir Welded Joints between Zr55Cu30Ni5Al10 Bulk Metallic Glass and Pure Al,

Materials Transactions Vol.53, No.6 (2012) 1106-1112.

[5]K. Imagawa, H. Fujii, Y. Morisada, Y. Yamaguchi, S. Kiguchi

Effects of Tool Geometry on Hardened Layer of Friction Stir Processed Cast Iron

Materials Transactions Vol.53 No.11 (2012) 1952-1955

[6]K. Imagawa, Y. Morisada, and H. Fujii

Partial Surface Hardening of Low Carbon Steel by Friction Stir Powder Processing

The 9th international Friction Stir Welding Symposium, CD-ROM (2012)

[7]今川浩一、藤井英俊、森貞好昭、橋本俊幸、山口泰文、木口昭二

摩擦攪拌プロセスによるフェライト基地片状黒鉛鑄鉄の表面硬化

鑄造工学 第 85 卷 第 1 号 掲載予定 (2013)

[8] K.Imagawa, H.Fujii, Y.Morisada, T.Hashimoto, Y.Yamaguchi, S.Kiguchi

Surface Hardening of Ferritic Flake Graphite Cast Iron by Friction Stir Processing

Materials Transactions 投稿中

#### 学会発表等

[1]藤井英俊、今川浩一、野城清、山口泰文、木口昭二

摩擦攪拌処理した鋳鉄の表面特性に及ぼすツール角度の影響

溶接学会 東京 60-61(2008.4)

[2]今川浩一、藤井英俊、野城清、山口泰文、木口昭二

摩擦攪拌プロセスによるフェライト系球状黒鉛鋳鉄 FCD450 の表面硬化

鋳造工学会 石川 101(2008.10)

[3]藤井英俊、今川浩一、野城清、山口泰文、木口昭二、菊池俊史

摩擦攪拌プロセスによるフェライト系球状黒鉛鋳鉄 FCD450 の表面硬化

溶接学会 東京 64-65 (2009.4)

[4]菊池俊史、藤井英俊、今川浩一、池田将人、木口昭二、福田葉椰、菅野利猛

摩擦攪拌プロセスを利用した鋳鉄材の表面硬化

鋳造工学会 東京 109(2009.6)

[5] K. Imagawa, H. Fujii, Y. Morisada, Y. Yamaguchi, S. Kiguchi

Surface Modification of Ferritic Spheroidal Graphite Cast Iron by Friction Stir Processing

ICCCI-2009 Kurashiki (2009.9)

[6]今川浩一、藤井英俊、木口昭二

鋳鉄の摩擦攪拌プロセスに及ぼすツール形状の影響

鋳造工学会 長崎 21 (2009.10)

[7]今川浩一、藤井英俊、木口昭二

鑄鉄の摩擦攪拌プロセスに及ぼすツール形状の影響

日本鑄造工学会関西支部 大阪 20 (2009.11)

[8]今川浩一、藤井英俊、山口泰文、木口昭二

摩擦攪拌プロセスによる鑄鉄の表面硬化

日本鑄造工学会 大阪 (2010.5)

[9]今川浩一、藤井英俊

摩擦攪拌プロセスによる鑄鉄の表面硬化

溶接工学会表面改質技術研究委員会 大阪 (2010.6)

[10]今川浩一、藤井英俊、木口昭二

摩擦攪拌プロセスによるフェライト系鑄鉄の表面改質

日本金属学会 札幌 311 (2010.9)

[11]今川浩一、藤井英俊

摩擦攪拌粉末プロセスによる低炭素鋼の部分表面硬化

溶接学会 東京 (2011.4)

[12]今川浩一、森貞好昭、藤井英俊

摩擦攪拌粉末プロセスによる低炭素鋼の部分表面硬化

溶接学会全国大会,東京 (2011.4)

[13]今川浩一、森貞好昭、藤井英俊

摩擦攪拌粉末プロセス中の粉末分散に及ぼすツール形状の影響

溶接学会全国大会,三重 (2011.9)

[14]K. Imagawa, Y. Morisada, H. Fujii

Partial Surface Hardening of Low Carbon steel by Friction Stir Powder Processing

ECO MATES2011,Osaka (2011.11)

[15] 今川浩一、森貞好昭、藤井英俊

表面硬化層の形成に及ぼす摩擦攪拌粉末プロセス (FSPP) 条件の影響

溶接学会全国大会,大阪 (2012.4)

## 謝辞

本研究を遂行するにあたり、熱心な御指導、御指示をいただきました大阪大学接合科学研究所藤井英俊教授に対して深甚なる謝意を表します。

審査の際に種々の有益な御示唆、御指導を賜りました大阪大学工学研究科荒木秀樹教授、大阪大学接合科学研究所中田一博教授に厚くお礼申し上げます。

本研究の指針、論文作成、日々の研究における熱心な御指導をいただきました大阪大学接合科学研究所森貞好昭特任講師に深く感謝の意を表します。

本研究に御協力をいただきました近畿大学理工学部木口昭二教授、株式会社小松製作所山口泰文博士、株式会社木村鑄造所菊池俊史さん、小林洋平さん、笹谷工業株式会社片岡仁志さん、近畿大学木口研究室卒業生池田将人君、橋本俊幸君には大変お世話になりました。

様々な装置における御指導、多くの御助言、ご協力をいただいた大阪大学接合科学研究所釜井正善技術専門職員に深く感謝いたします。

大阪大学機能性診断学分野の孫玉峰博士、石井裕子秘書、北村優介研究員、鄒瑩研究員、D3 陳娟さん、D1 橋倉弘樹君、許楠君、M2 北村健太君、西田裕亮君、三浦拓也君、M1 今泉拓也君、呉碩君、太平知佳さん、玉城光輝君、近畿大学木口研究室 B4 河隅海君、渡部真史君には大阪大学での研究室生活を過ごす上で、いろいろとお世話になりました。

これ以外にも、様々な面で御協力頂いた大阪大学接合科学研究所、大阪大学工学研究科マテリアル生産科学専攻および COE プログラムの関係者の皆様に心から感謝いたします。

