

| | |
|--------------|---|
| Title | 高硬度・長寿命を有する新規微粒子ショットピーニング用投射材の創製と評価 |
| Author(s) | 澤田, 俊之 |
| Citation | 大阪大学, 2013, 博士論文 |
| Version Type | VoR |
| URL | https://doi.org/10.18910/26198 |
| rights | |
| Note | |

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

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

Osaka University

博士学位論文

高硬度・長寿命を有する新規微粒子ショットピーニング用投射材の
創製と評価

澤 田 俊 之

2013年6月

大阪大学大学院工学研究科

目次

| | |
|--|----|
| 第1章 序論 | 1 |
| 1.1 本研究の背景 | 1 |
| 1.2 ショットピーニングの概要 | 3 |
| 1.2.1 ショットピーニングの歴史と種類 | 3 |
| 1.2.2 ショットピーニングによる圧縮残留応力付与に関する 理論および過去の実験 | 5 |
| 1.3 ガスアトマイズ法の概要 | 8 |
| 1.3.1 ガスアトマイズ法の原理とガス噴霧ノズル形状 | 8 |
| 1.3.2 溶解雰囲気 | 9 |
| 1.3.3 噴霧ガス | 9 |
| 1.3.4 平均粒径 | 10 |
| 1.3.5 液滴の冷却速度 | 11 |
| 1.3.6 液滴の冷却過程 | 13 |
| 1.4 高硬度投射材の開発に関する従来の研究 | 15 |
| 1.4.1 超硬製微粒子投射材 | 15 |
| 1.4.2 アモルファス製微粒子投射材 | 16 |
| 1.4.3 SUJ-2 製投射材 | 17 |
| 1.5 本論文の目的と構成 | 18 |
| 参考文献 | 20 |

第2章 Fe-8mass%Cr-xmass%B ガスアトマイズ粉末の諸特性に及ぼす B 量の影響および

高硬度，高密度，高靱性を有する Fe-8mass%Cr-6.5mass%B 微粒子投射材の開発

| | |
|---|----|
| | 24 |
| 2.1 緒言 | 24 |
| 2.2 新規微粒子投射材の製法 | 25 |
| 2.3 新規微粒子投射材の合金設計指針 | 27 |
| 2.3.1 ガスアトマイズ法で作製可能な高硬度セラミックス | 27 |

| | | |
|-------|--|----|
| 2.3.2 | 靱性の向上 | 27 |
| 2.3.3 | アーク溶解材による予備実験 | 28 |
| 2.3.4 | Cr 添加量の調整 | 30 |
| 2.4 | Fe-8%Cr-x%B ガスアトマイズ粉末の諸特性に及ぼす B 量の影響 | 31 |
| 2.4.1 | 実験方法 | 31 |
| 1) | Fe-8%Cr-x%B ガスアトマイズ粉末の作製 | 31 |
| 2) | Fe-8%Cr-x%B ガスアトマイズ粉末の諸特性評価 | 32 |
| 2.4.2 | 実験結果および考察 | 33 |
| 1) | Fe-8%Cr-x%B ガスアトマイズ粉末の外観, 構成相およびマイクロ組織 | 33 |
| 2) | ショットピーニング効果に及ぼす諸特性 | 37 |
| 3) | 靱性評価に関する考察 | 38 |
| 2.5 | 新規微粒子投射材 Fe-8%Cr-6.5%B の諸特性 | 40 |
| 2.6 | 結言 | 42 |
| | 参考文献 | 43 |

第 3 章 FeCrB 投射材によるショットピーニング効果に及ぼす投射圧の影響

| | | |
|-------|---|----|
| 3.1 | 緒言 | 45 |
| 3.2 | 実験方法 | 46 |
| 3.2.1 | FeCrB 投射材の作製 | 46 |
| 3.2.2 | 微粒子ショットピーニング | 47 |
| 3.2.3 | アークハイト値の評価 | 47 |
| 3.2.4 | SCM420 ガス浸炭材の残留応力測定 | 48 |
| 3.3 | 実験結果 | 50 |
| 3.3.1 | アークハイト値に及ぼす投射圧および投射材種類の影響 | 50 |
| 3.3.2 | SCM420 ガス浸炭材の残留応力分布に及ぼす 投射圧および投射材種類の影響 | 51 |
| 3.4 | 考察 | 54 |
| 3.5 | 結言 | 56 |
| | 参考文献 | 57 |

第4章 SCM420 ガス浸炭材の表面性状および疲労特性に及ぼす FeCrB 投射材を

| | | |
|-------|------------------------------------|----|
| | 用いた一段ショットピーニングの影響 | 58 |
| 4.1 | 緒言 | 58 |
| 4.2 | 実験方法 | 59 |
| 4.2.1 | 投射材, 被加工材および微粒子ショットピーニング | 59 |
| 4.2.2 | 被加工材の評価 | 60 |
| 4.3 | 実験結果 | 61 |
| 4.3.1 | 被加工材の表面分析 | 61 |
| 4.3.2 | 被加工材の疲労特性 | 64 |
| 4.4 | 疲労強度向上に関する考察 | 64 |
| 4.5 | 結言 | 66 |
| | 参考文献 | 67 |

第5章 SCM420 ガス浸炭材の疲労特性に及ぼす FeCrB 投射材を用いた

| | | |
|-------|--|----|
| | 二段ショットピーニングの影響 | 68 |
| 5.1 | 緒言 | 68 |
| 5.2 | 実験方法 | 70 |
| 5.2.1 | 投射材および被加工材 | 70 |
| 5.2.2 | 通常ショットピーニング(HSP)および微粒子ショットピーニング(FSP) | 71 |
| 5.2.3 | 被加工材の残留応力分布および疲労特性の評価 | 72 |
| 5.3 | 実験結果 | 72 |
| 5.3.1 | 一段ショットピーニング材の表面残留応力分布 | 72 |
| 5.3.2 | 二段ショットピーニング材の表面残留応力分布 | 73 |
| 5.3.3 | 二段ショットピーニング材の疲労特性 | 74 |
| 5.4 | 疲労強度と残留応力分布の相関に関する考察 | 75 |
| 5.5 | 結言 | 80 |
| | 参考文献 | 81 |

第 6 章 冷間工具鋼 (SKD11 焼入焼戻材) の諸特性に及ぼす FeCrB 投射材を用いた

| | |
|---|----|
| 微粒子ショットピーニングの影響 | 82 |
| 6.1 緒言 | 82 |
| 6.2 実験方法 | 83 |
| 6.2.1 投射材, 被加工材および微粒子ショットピーニング | 83 |
| 6.2.2 被加工材の評価 | 83 |
| 6.3 実験結果および考察 | 85 |
| 6.3.1 表面観察, 表面粗さおよび表面硬さ分布 | 85 |
| 6.3.2 残留応力分布 | 87 |
| 6.3.3 疲労特性 | 88 |
| 1) Non-SP 材の疲労特性 | 88 |
| 2) HSSP-SP 材および FCB-SP 材の疲労特性比較 | 91 |
| 6.3.4 シャルピー衝撃値および耐摩耗性 | 92 |
| 6.4 結言 | 93 |
| 参考文献 | 94 |

第 7 章 FeCrB 投射材の投射材寿命特性 95

| | |
|--------------------------------------|-----|
| 7.1 緒言 | 95 |
| 7.2 実験方法 | 97 |
| 7.2.1 投射材寿命の評価 | 97 |
| 7.2.2 ショットピーニングによる投射材の特性変化 | 98 |
| 7.3 実験結果 | 99 |
| 7.3.1 寿命特性 | 99 |
| 7.3.2 ショットピーニングによる投射材の特性変化 | 100 |
| 1) 投射材の外観および断面観察 | 100 |
| 2) 投射材のビッカース硬さおよび構成相変化 | 101 |
| 7.4 考察 | 103 |
| 7.5 結言 | 104 |
| 参考文献 | 104 |

| | |
|---|-----|
| 第 8 章 Cu を添加した硬質微粒子投射材を用いたショットピーニングによる表面改質 | 105 |
| 8.1 緒言 | 105 |
| 8.2 実験方法 | 107 |
| 8.2.1 Cu を添加した FeCrB 投射材 | 107 |
| 8.2.2 微粒子ショットピーニング | 109 |
| 8.2.3 ショットピーニング処理面の評価 | 109 |
| 8.3 実験結果および考察 | 110 |
| 8.3.1 ショットピーニング効果 | 110 |
| 8.3.2 試験片表面への Cu の移着 | 113 |
| 8.3.3 移着した Cu の形態 | 116 |
| 8.3.4 ナノ結晶粒化および Cu の過飽和固溶に関する考察 | 119 |
| 8.4 結言 | 121 |
| 参考文献 | 123 |
| 第 9 章 総括 | 124 |
| 資料 | 129 |
| 謝辞 | 133 |

第1章

序論

1.1 本研究の背景

自動車の燃費向上ならびに CO₂ 排出量削減の高い要求のために、自動車用部品のさらなる小型化、軽量化は極めて重要な技術課題である。このような課題を解決するためには、部品に用いる材料の高強度化が重要である。そのため、鋼材の成分調整、浸炭、窒化処理や焼入れ、焼戻しなどの熱処理、ならびにショットピーニングによる表面処理が盛んに研究され、様々な部品に実用化もされている¹⁻³⁾。特に本研究の主題であるショットピーニングは簡便な方法でありながら部品の強度を大幅に向上できることから、近年の日本では、ほぼ全ての自動車用トランスミッションギヤに適用されている状況にある⁴⁾。

ショットピーニングとは、被加工材の表面に投射材と呼ばれる金属やセラミックスの粒子を噴射、衝突させ、被加工材に加工硬化や圧縮残留応力を付与することにより疲労強度を向上させる処理である。また、ショットピーニングは使用する投射材の粒径により、通常のショットピーニングと微粒子ショットピーニングに分類される。粒子径の小さい投射材を用いる微粒子ショットピーニングは、被加工材の表面の過度な荒れを抑制できるため、今後さらに用途が拡大すると見込まれている⁵⁾。

一般に、より高いショットピーニング効果を得るためには、高い表面硬度を有する被加工材に、高い硬度を有する投射材をショットピーニングすることが有効であるとされている^{6,7)}。そのため、近年ではサブゼロ処理や高濃度浸炭処理を施した肌焼鋼⁸⁾ならび

に焼入焼戻し処理を施した各種工具鋼⁹⁾など高い表面硬度を有する材料を被加工材としたショットピーニングの研究も盛んに行なわれている。

これらの過去の研究によると、高い硬度を有する被加工材に、広く汎用的に用いられている鑄鋼や粉末ハイス製の微粒子投射材をショットピーニングした場合には、衝突により投射材が塑性変形するため被加工材に十分な圧縮残留応力を付与することが出来ないことが報告されている。したがって、使用される被加工材が高硬度となる業界の動向に対し、従来の微粒子投射材の硬さでは十分なショットピーニング効果が得られないことから、微粒子投射材にも高い硬度が要請されるようになってきている¹⁰⁻¹²⁾。

また、近年、微粒子ショットピーニングを応用した新たな技術として、ショットピーニングされた被加工材の表面改質が注目されている。すなわち、Sn, Zn, Cu, Ni, Alなどの軟質投射材をショットピーニングすると、投射材が被加工材表面に移着し被膜が形成されることにより、様々な機能性を被加工材の表面に付与することができる¹³⁻¹⁵⁾。例えば、SnやCuなど軸受鋼や構造用鋼の主元素であるFeと凝着摩耗を起こしにくい元素を成膜することにより、転がり軸受などの摩擦部品の摺動性改善が期待できる¹⁵⁾。しかしながら、このような軟質投射材では被加工材表面へ大きな圧縮残留応力を付与することは困難であり、高強度の被加工材は得られない状況にある。

以上に述べてきた背景から、従来よりも高いショットピーニング効果が得られる新規微粒子投射材の開発は、自動車部品の小型・軽量化を実現できるため、環境問題の改善にも関わる重要な課題であると位置付けられる。そこで本研究では、高硬度を有する新規微粒子投射材を開発することを目的とした。また、被加工材の強化と同時に被加工材表面にCuを移着させる新たな技術についても検討することとした。

なお、本研究では微粒子投射材の製法として、 $\phi 0.1\text{mm}$ 前後の金属粉末を効率的に製造でき、かつ生産性に優れ、工業的価値の高いガスアトマイズ法¹⁶⁻¹⁹⁾に着目した。

以下では、ショットピーニングとガスアトマイズ法について概説するとともに、従来の高硬度投射材に関する研究開発の経緯について概説する。その後、本論文で目的とす

る開発微粒子投射材の方向性と、本論文の構成を示す。

1.2 ショットピーニングの概要

1.2.1 ショットピーニングの歴史と種類

ショットピーニングは、1870年にアメリカの B.C.Tilghman がコランダムを砂で切る方法として紹介したのが起源とされる²⁰⁾。続いて、1926年に E.P.Zimmerli がショットピーニングを施したばねを試作²¹⁾、1927年に E.G.Herbert が鋼球の落下による表面硬化について発表²²⁾、1935年に E.E.Weibel がショットピーニングした弁ばねの疲労強度向上を発表した²³⁾。その後、アメリカの自動車産業を中心として、急速にこの技術は採用されていくこととなった。

日本でも、1936年に Y.Nagasawa が鋼球の噴射による表面硬化法について発表²⁴⁾しており、その後、1950年に軍用車用懸架ばねの修繕にこの噴射法が用いられたのが工業的な利用の始まりとされている²⁰⁾。

ショットピーニングに用いられる投射材の径は数十 μm から数 mm まであり、ショットピーニングはこれら投射材を高圧エアの噴射(エア式)や羽根車の遠心力(インペラ式)を利用して高速で噴射し、被加工材に衝突させる技術である。噴射された投射材が衝突した被加工材は、その表面が叩き伸ばされ、冷間加工を受ける。このように、被加工材表面は降伏点以上の加工を受けるため塑性変形が起こり、投射材による圧痕が生成される²⁵⁾。また、その圧痕の直下には Fig. 1.1 に示すようにひずみが導入された降伏領域が生成し、この領域が加工硬化されると同時に、さらに深部まで圧縮残留応力が付与される²⁶⁾。

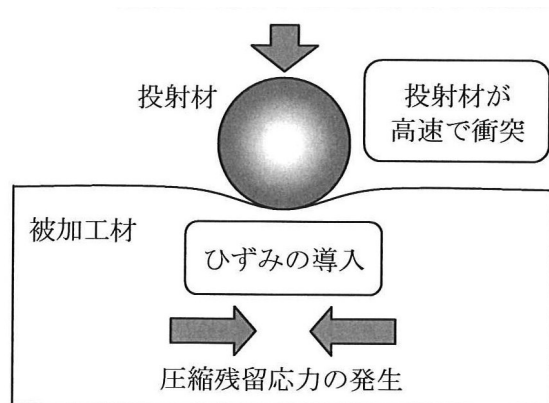


Fig. 1.1 Schematic diagram of the principle of shot peening.

ショットピーニングに用いる投射装置²⁷⁾の模式図を Fig. 1.2 に示す。一般に、インペラ式は投射材が広範囲に投射されるとともに連続稼働の条件下で使用されることが多く、大型部品や大量生産部品への加工に適している。一方、エア式は投射材が比較的狭い範囲に集中して投射され、投射の方向性も良好であることから複雑形状であるギヤや小物軸類に適用されることが多い。

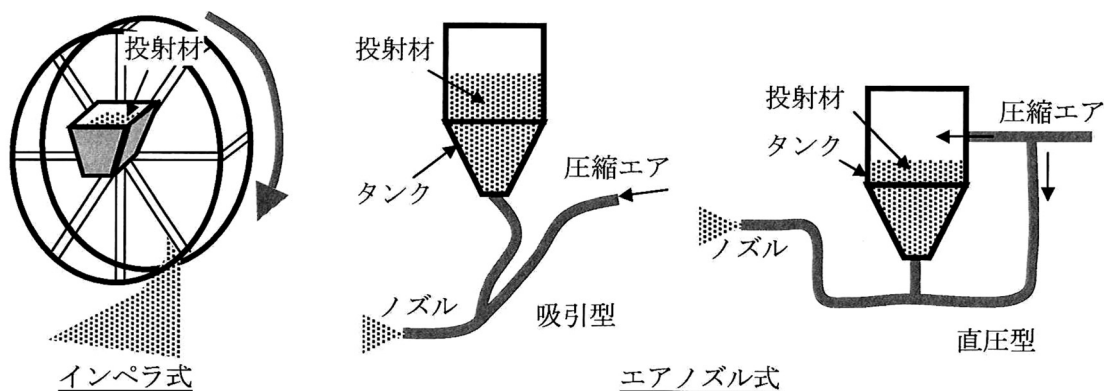


Fig. 1.2 Schematic diagram of shot peening machine²⁷⁾.

ショットピーニングは用いる投射材の粒度により 2 種類に大別される²⁸⁾。すなわち、粒径が 0.6~1.0 mm 程度の比較的大きな投射材を用いるショットピーニング(以下、通常のショットピーニングと記す)と、粒径が 0.1 mm 以下程度の比較的小さな投射材を用い

る微粒子ショットピーニングとに分類される。微粒子ショットピーニングは、被加工材の表面粗さを小さく抑えることで切欠き効果抑制が可能である²⁸⁾とともに、通常のショットピーニングと比較し、圧縮残留応力を被加工材表面の近傍に付与することができる²⁸⁾。

一般に、ショットピーニングで付与される圧縮残留応力は被加工材の表面から深さ方向に分布を持つ。圧縮残留応力が最大となる被加工材表面からの深さは、微粒子ショットピーニングで $10\mu\text{m}$ 程度と浅く、通常のショットピーニングでは数十～百 μm 程度と深い。これは、粒径の小さい投射材を用いる微粒子ショットピーニングのほうが、衝突による被加工材表面の影響層が浅いためである。このように、微粒子ショットピーニングは、付与される圧縮残留応力が通常のショットピーニングより被加工材の表面に近く、これにより次のような利点がある。

一般に鋼材の疲労破壊の初期過程における微小き裂の発生と進展は、鋼材表面の結晶粒サイズ程度のオーダーで起こるとされている^{29,30)}。したがって、浸炭材など数 μm 程度の結晶粒を有する被加工材において、微粒子ショットピーニングで付与される深さ $10\mu\text{m}$ 程度の位置の高い圧縮残留応力は、被加工材表面における疲労破壊の初期過程で微小き裂の発生および進展の抵抗となるため、大きな疲労強度改善効果が得られるとされる³¹⁾。このような特徴から、今後も微粒子ショットピーニングの適用分野は大きく広がると予測されている⁵⁾。また、表面近傍から深部までの広い範囲に圧縮残留応力を付与したい場合は、通常のショットピーニングの後に微粒子ショットピーニングを施す二段ショットピーニングが用いられる^{2,3)}。

1.2.2 ショットピーニングによる圧縮残留応力付与に関する理論および過去の実験

ショットピーニングにより被加工材表面に付与される圧縮残留応力に関する理論や予測式が過去に提案されている³²⁻³⁴⁾。投射材と被加工材の衝突現象を、粒子の運動方程式、

Hertz の弾性接触論³⁵⁾および Ilyunshin の弾塑性理論³⁶⁾を組み合わせ解析した Ogawa らの研究^{32,33)}によると、被加工材との衝突により投射材が塑性変形する場合としない場合では、投射材が塑性変形しない場合に、より大きな最大圧縮残留応力が被加工材表面に与えられるとされる。Ogawa らの理論により導出されたショットピーニングにより被加工材に与えられる最大圧縮残留応力値は、被加工材との衝突により投射材が塑性変形しない場合は式(1-1)、塑性変形する場合は式(1-2)で示される³³⁾。これらの式は、投射材の塑性変形について考慮されており、浸炭焼入焼戻した肌焼鋼を被加工材とし、種々の硬さの投射材をショットピーニングした実験における被加工材の最大圧縮残留応力の結果ともよく一致することが報告されている⁸⁾。

$$\sigma_{r\max}^{\text{th}} = (0.333 + 0.286\alpha\beta)(1 - \alpha\beta) [(2\alpha\beta - 1)\sigma_s - 1.038\alpha\beta\rho^{1/5} E^{*4/5} V^{2/5}] \quad (1-1)$$

$$\sigma_{r\max}^{\text{th}} = (0.333 + 0.286\alpha\beta)(1 - \alpha\beta) [(2\alpha\beta - 1)\sigma_s - 40.69\alpha\beta\rho^{0.1489} E^{*0.5958} V^{0.2978} H^{0.2553}] \quad (1-2)$$

ここで、 $\sigma_{r\max}^{\text{th}}$ は被加工材に与える最大圧縮残留応力値、 α は被加工材の塑性変形域における弾性率に対するひずみ硬化割合、 β は被加工材のみかけの弾性ひずみに対する塑性ひずみの比、 σ_s は被加工材の降伏応力、 ρ は投射材の密度、 E^* は等価弾性率、 V は投射速度、 H は投射材の硬度である。また、浸炭材など表面と内部で降伏応力の異なる材料における表面部の σ_s は、硬さと降伏応力の換算式を用い、被加工材表面のビッカース硬度 H_{sur} から式(1-3)により算出できる⁸⁾。さらに、 E^* は式(1-4)により求められる³²⁾。

$$\sigma_s = \frac{1}{3} \times H_{\text{sur}} \times 9.81 \quad (1-3)$$

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_1^2}{E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{E_2} \quad (1-4)$$

なお、 ν はポアソン比、 E はヤング率で、それぞれ添字 1 が被加工材、2 が投射材である。

式(1-2)から、被加工材との衝突により投射材が塑性変形する場合の、被加工材に与える最大圧縮残留応力に影響する諸因子は、投射材の密度、ヤング率、硬さ、ならびに、被加工材の降伏応力である。

このように、ショットピーニングにより得られる被加工材表面の最大圧縮残留応力には投射材と被加工材の両者の物性が影響する。実際、熱処理条件を変化させた 177～705HV の範囲の硬さを有する SAE5160 の被加工材に、21.2～726HV の範囲の硬さを有する各種投射材をショットピーニングした Uchiyama らの実験において、高硬度被加工材に高硬度投射材を投射する組み合わせで、被加工材に高い最大圧縮残留応力が付与されている⁶⁾。また、浸炭処理を施した肌焼鋼に 2 水準の硬さの投射材をショットピーニングした Ishikura らの実験において、投射材の硬さが被加工材の硬さより高い条件下で、より硬度の高い被加工材を用いることで被加工材に大きな最大圧縮残留応力が付与されている³⁷⁾。さらに、Omiya らの実験により、「投射材硬さ/被加工材硬さ」の比により被加工材に付与される最大圧縮残留応力は増加し、この比が十分に大きい組み合わせにおいて、被加工材に付与される最大圧縮残留応力が被加工材の降伏応力の 80～90%に達し、飽和することが報告されている³⁸⁾。

これら Ogawa らの理論や過去の実験をまとめると以下の 3 点がわかる。①高硬度投射材を用いることで被加工材に付与される最大圧縮残留応力は大きくなる。しかしながら、②被加工材に対し投射材の硬さが十分大きくなると付与される最大圧縮残留応力が飽和する傾向がある。さらに、③その最大圧縮残留応力の飽和値は被加工材の表面部の降伏応力により決まり、高い降伏応力(すなわち高硬度)の表面を有する被加工材を用いることで高い飽和値が得られる。したがって、使用される被加工材が高硬度化する業界動向に対応し、それ以上の硬さを有する投射材を開発することは工業的に非常に重要である。

1.3 ガスアトマイズ法の概要

1.3.1 ガスアトマイズ法の原理とガス噴霧ノズル形状

ガスアトマイズ法は、アルミナなどの耐火物坩堝に装入した原料を誘導加熱により溶解し、この溶湯を細孔から出湯した直後にガスを噴霧し、溶湯を分断、凝固させ、金属粉末を得る方法である。ガス噴霧ノズルの種類として自由落下型やコンファイン型などが知られている³⁹⁾。ガスアトマイズ装置の模式図を Fig. 1.3, 自由落下型とコンファイン型ノズルの模式図を Fig.1.4 に示す。

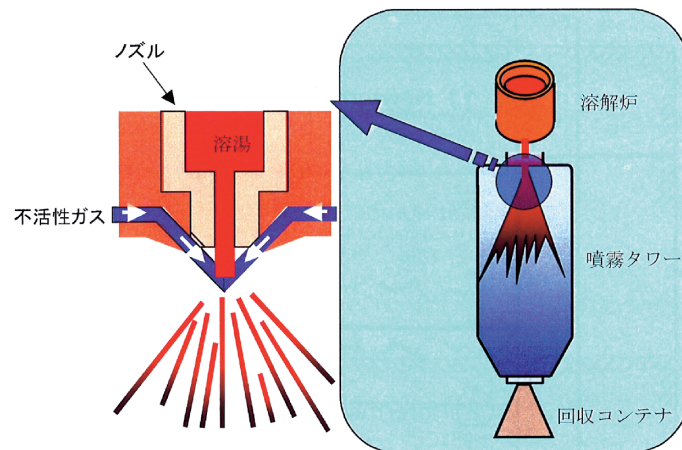


Fig. 1.3 Schematic diagram of gas atomizer.

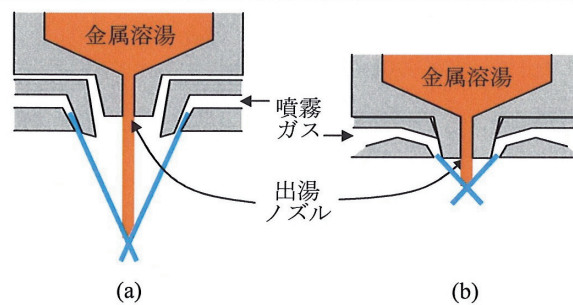


Fig. 1.4 Schematic diagram of (a) free fall and (b) confined type nozzle.

自由落下型は溶湯出湯ノズルとガス噴霧ノズルが離れており，噴霧ガスによる出湯ノズルの冷却がないため出湯ノズル内での溶湯の凝固，閉塞が起こりにくい．一方，コンファイン型は出湯ノズルと噴霧ノズルが近接しており，溶湯とガスの衝突部でガス速度とガス密度が最大となるため，自由落下型より微粉末を製造する場合に適している．

1.3.2 溶解雰囲気

ガスアトマイズ法における誘導溶解には，大気雰囲気で行なう方式と，真空もしくは不活性ガス雰囲気で行なう方式がある．希土類，Al，Ti のような活性元素は溶解中に酸素と反応し，酸化物として溶湯上部に浮上しやすく，溶湯中の濃度が低下しやすい．このような合金を粉末化する場合には，真空もしくは不活性ガス雰囲気での溶解のほうが溶湯中の合金成分が安定しやすい．したがって，真空もしくは不活性ガス雰囲気での溶解し不活性ガスで噴霧する方式は，製造できる合金粉末の成分をコントロールしやすいと言える¹⁸⁾．

1.3.3 噴霧ガス

ガスアトマイズ法における噴霧ガスには，空気を用いる方式と，N₂ や Ar のような不活性ガスを用いる方式がある．ガスアトマイズ法では，ガスとの衝突により分断された溶湯が微細な液滴となり，これが噴霧ガスにより冷却，凝固し金属粉末となる．したがって，不活性ガスを噴霧ガスとして用いると，凝固中の液滴表面において液滴の合金成分と噴霧ガスとの反応物が生成しにくく，得られる合金粉末が液滴の表面張力により球状化した球状粒子となりやすい⁴⁰⁾．

1.3.4 平均粒径

自由落下型のガスアトマイズ法により製造される合金粉末の平均粒径は、Lubanska により報告された実験式(1-5)で示される⁴¹⁾。

$$d_m = K d_{ms} \left[\frac{v_m}{v_g W} \left(1 + \frac{M}{A} \right) \right]^{1/2} \quad (1-5)$$

$$W = \frac{\rho_g V_g^2 d_{ms}}{\sigma}$$

- | | | | |
|----------|-------------|----------|-------------|
| d_m | : 合金粒子の平均粒径 | V_g | : 冷媒の速度 |
| d_{ms} | : 合金溶湯の粒径 | σ | : 合金溶湯の表面張力 |
| v_m | : 合金溶湯の動粘度 | M | : 合金溶湯の質量流量 |
| v_g | : 冷媒の動粘度 | A | : 冷媒の流量 |
| W | : Weber 数 | K | : 定数 |
| ρ_g | : 冷媒の密度 | | |

この式(1-5)より、ガスアトマイズの条件として、合金溶湯の出湯ノズル径ならびに合金溶湯の質量流量を小さくすること、および、冷媒の流量ならびに冷媒の速度を大きくすることで、平均粒径の小さい合金粒子が得られることがわかる。しかしながら実際には、出湯ノズルの閉塞や噴霧ガスの吹き上がりを回避するため、上述したガスアトマイズの条件には一定の制限がある。したがって、一般的なガスアトマイズ条件で作製される合金粉末は概ね 20~300 μm の粒度範囲となる⁴²⁾。

1.3.5 液滴の冷却速度

ガスアトマイズ法における液滴の冷却速度は、液滴が球形状で冷却媒体(噴霧ガス)によって強制対流冷却されると仮定すると、式(1-6)で示されることが知られている⁴³⁾。

$$\frac{dT}{dt} = -\frac{Sq}{\rho_m C_p V} = -\frac{Sh(T - T_w)}{\rho_m C_p V} \quad (1-6)$$

$$h = \frac{\lambda_f Nu}{D}$$

$$Nu = 0.664 Re^{0.5} Pr^{0.33}$$

$$Re = \frac{vD}{\nu_g}$$

$$Pr = \frac{\nu_g}{\alpha_f}$$

| | | | | | |
|----------|-----------|---|-------------|--------------|--|
| ρ_m | : 合金溶湯密度 | ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$) | λ_f | : 冷媒の熱伝導率 | ($\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$) |
| C_p | : 合金溶湯比熱 | ($\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$) | Nu | : Nusselt 数 | |
| V | : 粒子体積 | (m^3) | D | : 粒子径 | (m) |
| S | : 粒子表面積 | (m^2) | Re | : Reynolds 数 | |
| q | : 熱流束 | ($\text{W} \cdot \text{m}^{-2}$) | v | : 粒子と冷媒の相対速度 | ($\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$) |
| h | : 熱伝達率 | ($\text{W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$) | Pr | : Prandtl 数 | |
| T | : 粒子高温面温度 | (K) | ν_g | : 冷媒の動粘度 | ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) |
| T_w | : 冷媒温度 | (K) | α_f | : 冷媒の熱拡散率 | ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$) |

式(1-6)から、 S/V の増加とともに冷却速度が大きくなることがわかる。すなわち、粒径の小さい粉末において、より大きな冷却速度が得られる。

ガスアトマイズ法による液滴の冷却速度に関する具体例を以下に示す。融点(1809K)におけるFeの物性値^{44,45)}をTable 1.1, 常温常圧(300K,0.1MPa)における N_2 ガスの物性値

⁴⁶⁾を Table 1.2 に示す. これらの物性値と式(1-6)から, 融点における $100\ \mu\text{m}$ の Fe 液滴が 常温の流動 N_2 により冷却され凝固する場合の冷却速度を算出したものを Fig. 1.5 に示す.

Table 1.1 Thermophysical properties of iron at 1809K ^{44,45)}.

| Melting point (K) | Specific heat ($\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) | Density ($\text{Mg}\cdot\text{m}^{-3}$) | Thermal conductivity ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) |
|----------------------|--|--|--|
| 1809 | 7.95×10^2 | 7.02 | 38.7 |

Table 1.2 Thermophysical properties of nitrogen at 300K and 0.1MPa ⁴⁶⁾.

| Thermal conductivity ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) | Kinematic viscosity ($\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$) | Thermal diffusivity ($\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$) |
|--|---|---|
| 2.60×10^{-2} | 1.59×10^{-5} | 2.22×10^{-5} |

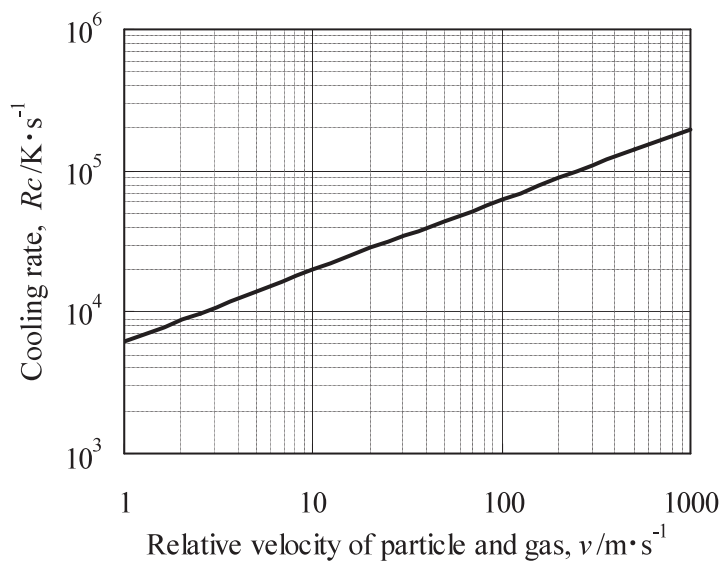


Fig. 1.5 Effect of relative velocity of particle and atomizing gas on cooling rate.

ここで, ガスアトマイズ法において溶融金属と衝突する部分での噴霧ガスの流速は自由落下型の場合で $50\sim 150\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ 程度 ⁴²⁾とされる. しかし, 実際には液滴がガスにより加

速されるため、液滴の粒子径が小さくなるほど液滴とガスの相対速度を大きくすることが困難となる⁴⁷⁾。したがって Fig. 1.5 のように、液滴とガスの相対速度が $100\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ においては $10^4\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$ の冷却速度が予想されるが、現実には約 $10^2\sim 10^3\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$ と見積もられることが多い⁴⁸⁾。なお、この冷却速度は一般的な鑄造法と比較すると 1~2 桁程度大きい値である。このように、ガスアトマイズ法により製造される合金粉末は、一般的な鑄造法による合金より大きな冷却速度で凝固しており、微細なマイクロ組織となる特徴を有している。

1.3.6 液滴の冷却過程

ガスアトマイズ法による液滴の冷却過程は式(1-7)に示す Biot 数により理解される。

$$\text{Bi} = \frac{hd}{k} \quad (1-7)$$

Bi : Biot 数, **h** : 熱伝達率 ($\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$)

d : 代表長さ (m), **k** : 高温物体の熱伝導率 ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$)

この Biot 数は高温物体内部における熱伝導抵抗($\frac{d}{k}$)と、高温物体表面から低温流体への熱接触抵抗($\frac{1}{h}$)の比であり、前者が後者に対し十分に小さい場合に、高温物体表面の拔熱による局所的な温度低下を内部からの熱拡散で十分に補うことができるため、結果として高温物体内部に温度勾配がなく冷却されることを意味する。Biot 数と冷却型の関係^{49,50)}を Fig.1.6 に示す。

$$\text{Biot number} = hdk^{-1}$$

h: Heat transfer coefficient

d: Particle size

k: Conductivity of liquid

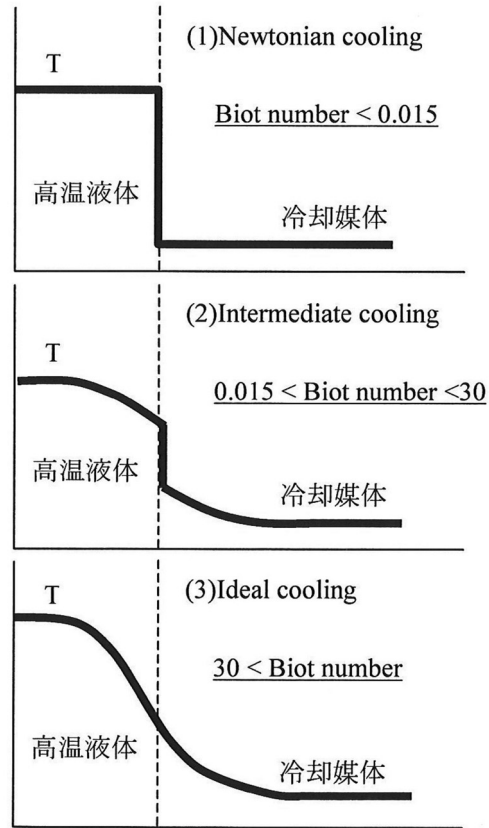


Fig. 1.6 Cooling behaviors with various Biot numbers ^{49,50}).

Table 1.1 および Table 1.2 に示した各種物性値と式(1-7)より，上記で冷却速度を算出した具体例と同様の条件で，ガスアトマイズ法により Fe 液滴が凝固する場合の Biot 数を算出すると 10^{-3} 程度となる．なお計算において， d は液滴の半径と見なして $50 \mu\text{m}$ とし，粒子と冷媒の相対速度を $100\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ とした．Fig.1.6 より，Biot 数が 10^{-3} となる冷却型は高温物体内部に温度勾配のないニュートン冷却(Fig.1.6(1))の領域であることがわかる．したがって，ガスアトマイズ法により作製される合金粉末は内部に温度勾配がなく凝固する特徴を有している ¹⁷⁾．

1.4 高硬度投射材の開発に関する従来の研究

微粒子ショットピーニングに用いられる投射材は一般に金属系の鋳鋼製や粉末ハイス製であり、その硬さは 900HV 程度が限界である¹¹⁾。これより高硬度な微粒子投射材としてジルコニアやアルミナのような酸化物系セラミックス投射材がある。しかしながら、これらは金属系投射材に対し密度が低く、ショットピーニングにより投射された粒子個々の運動エネルギーが小さいため、被加工材表面に付与される圧縮残留応力が小さい^{25,32,33)}。また、金属投射材と比較し極端に脆性であるため、被加工材との衝突による破砕が著しく⁵¹⁾、ランニングコストを押し上げるとともに、ショットピーニング装置内で循環して繰り返し使用される投射材の粒径コントロールが難しい課題がある。したがって、微粒子投射材において 900HV を大きく上回る硬さと、鋳鋼製や粉末ハイス製レベルの高密度と高靱性を兼備するもので、汎用的に使用されているものは現在のところ皆無である。

このような背景から、近年、高硬度、高密度、高靱性を兼備する微粒子投射材の開発が活発に行なわれるようになってきた。その結果、超硬製、アモルファス製、SUJ-2 製の微粒子投射材が開発されてきた。以下に、それぞれの特徴を示す。

1.4.1 超硬製微粒子投射材¹⁰⁾

1994年に超硬合金に超硬製微粒子投射材をショットピーニングした研究が報告されている⁵¹⁾。この微粒子投射材は WC 粉末と Co 粉末を、造粒、焼結することにより製造されるものであり、1400HV の高硬度と、 $14\text{Mg}\cdot\text{m}^{-3}$ の高密度を有する球状粒子である。また、一般に超硬合金は微細な高硬度炭化物である WC を金属相である Co が結合しており、セラミックスなどと比較し高い靱性を有している。このような特徴から、超硬製微粒子投射材を超硬合金のような極めて高い硬度を有する被加工材にショットピーニング

することで、高い圧縮残留応力が被加工材に付与されることが報告されている。さらに、この微粒子投射材を用いると高強度ばねの疲労強度改善や冷間鍛造用成形パンチの寿命改善がなされることも報告されている⁵²⁾。

1.4.2 アモルファス製微粒子投射材⁵⁾

2003年には $\text{Fe}_{44}\text{Co}_5\text{Ni}_{24}\text{Mo}_2\text{B}_{17}\text{Si}_8(\text{at}\%)$ を代表組成とするアモルファス製の微粒子投射材が開発された⁵³⁾。この微粒子投射材はアモルファス合金が高強度と低ヤング率を有することから、高硬度と高靱性(高弾性ひずみエネルギー)が期待できることに着眼されたものである。

従来のアモルファス合金におけるアモルファス相形成には、著しく高い冷却速度が必要とされ、真空蒸着法やスパッタ法による薄膜や、単ロールや双ロール法による薄帯に形状が限定されていた。実際、このアモルファス製微粒子投射材の合金組成開発において基本組成とされた $\text{Fe}_{75}\text{Si}_8\text{B}_{17}(\text{at}\%)$ 合金は、アモルファス単相を得るために $10^5\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$ 程度の冷却速度が必要と見積もられている⁵⁴⁾。しかし、近年、Inoueらにより数多く見出されているバルク金属ガラスは大きなアモルファス形成能を有し、従来のアモルファス合金より小さい冷却速度でアモルファス単相となることが知られている。そこで $\text{Fe}_{75}\text{Si}_8\text{B}_{17}(\text{at}\%)$ を基本組成とし、さらに多元素化を検討することでアモルファス形成能を高めたものが、 $\text{Fe}_{44}\text{Co}_5\text{Ni}_{24}\text{Mo}_2\text{B}_{17}\text{Si}_8(\text{at}\%)$ を代表組成とするアモルファス製微粒子投射材である。(なお、このアモルファス製微粒子投射材は上述の基本組成に、Ni, Co, Moを置換、添加し、微粒子投射材として用いる50~200 μm 程度の粒子サイズにおいて、工業的に実現可能な冷却速度でもアモルファス単相を得られるよう成分改良されている。)

このように開発されたアモルファス製微粒子投射材は、900~950HVの高硬度と、 $7.4\text{Mg}\cdot\text{m}^{-3}$ の密度を有する球状粒子で、汎用の鋳鋼製投射材や粉末ハイス製投射材より投射材寿命に優れることも確認されている。また、真空浸炭材の被加工材にショットピー

ニングすることにより、曲げ疲労強度⁵⁾および転動疲労寿命⁵⁵⁾が改善することが報告されている。

なお、このアモルファス製微粒子投射材の製法について、実験レベルでは「回転水中液体急冷装置により作製」とされているが、工業レベルでは「開発した水アトマイズ装置により作製」と記載されているのみで、詳細は開示されていない⁵⁾。球形状の粒子を得ることと、アモルファス単相を確保する高い冷却速度を得ることを目的に開発された製法であることが推測される。

1.4.3 SUJ-2 製投射材²⁶⁾

ショットピーニング用投射材の製法による分類のひとつとして、成分調整された溶製材を細線まで冷間加工した後、概ね線径と同じ長さに切断し、これを剛壁に投射しエッジを丸め、さらに研磨するなどして球形状に仕上げる Conditioned cut wire (CCW)がある。この製法で製造される投射材の硬さは、C 量や加工硬化で調整することが出来るが、従来の CCW の硬さは 800HV 程度である。

2008 年にこの方法を用いて製造された SUJ-2 製投射材を浸炭肌焼鋼にショットピーニングした研究が報告された⁸⁾。その結果によると、SUJ-2 製投射材は 950HV の高硬度と $7.6\text{Mg}\cdot\text{m}^{-3}$ の密度を有し、汎用の 700HV の CCW を用いた場合より被加工材に高い圧縮残留応力が付与できる。また、2010 年には 930HV を有する SUJ-2 製の CCW を各種浸炭材にショットピーニングし、従来の CCW より被加工材に高い圧縮残留応力が付与できることも報告されている²⁶⁾。さらに、この SUJ-2 製 CCW は高硬度であるため、汎用の CCW と比較して、より小さい投射速度でショットピーニングしても被加工材に同等の圧縮残留応力を付与できる。このように SUJ-2 製 CCW は、同等の圧縮残留応力を被加工材に付与する場合、汎用の CCW より投射速度を小さく出来るため、その投射条件では投射材が破砕しにくく、投射材寿命に優れるとされている。

通常、SUJ-2のようにC量の高い材料は硬度が高く、延性が低いため、CCW 製造工程における伸線加工中に断線を起こし、生産効率が低くなってしまふ。そこで、このSUJ-2製CCWは、酸素、Si、Mn、Sなどの上限を、JIS G4805の高炭素クロム軸受鋼(SUJ-2)に規定される上限よりも低くし、断線を抑制するなど成分が工夫されている。さらに、焼入れ、焼戻し熱処理と空打ちと呼ばれる予備投射による加工硬化により930HVの高硬度を実現している⁵⁶⁾。一般にCCWは製造過程の冷間伸線加工における断線などの問題により、 $\phi 0.2\sim 0.3\text{mm}$ の粒度が限界²⁶⁾であり、これより微粒のものは製造が困難である。したがって、微粒子投射材としては比較的粗大な粒子を必要とする場合に用いられることが多い。

1.5 本論文の目的と構成

以上に述べたように、従来より高いショットピーニング効果が得られる高硬度微粒子投射材の開発は重要な技術課題であり、一般的な微粒子投射材の硬さの上限である900HV程度より高硬度を有する微粒子投射材の開発が活発に行なわれている。事実、超硬製、アモルファス製、SUJ-2製の微粒子投射材が創出されており、優れたショットピーニング効果が得られているが、コストや製造可能な粒度範囲に課題もある。すなわち、超硬製やアモルファス製の微粒子投射材は、Co、W、Ni、Moのような高価な元素を必要とし、SUJ-2製CCWは $\phi 0.3\text{mm}$ 以下の粒径を製造することが困難である。また、アモルファス製微粒子投射材およびSUJ-2製CCWの硬さは950HV程度である。

そこで本研究では、1000HVを超える硬さと、高密度、高靱性を兼備し、通常の使用環境で発錆しない程度の耐候性、さらに量産性にも優れる低コスト微粒子投射材の開発を目的とした。

本論文では、従来の高硬度投射材の開発において利用されていなかった硬質硼化合物に着目するとともに、合金成分やマイクロ組織を検討することにより低コストで靱性にも優

れる新規微粒子投射材を開発した。また、新規微粒子投射材を用いて得られるショットピーニング効果と投射材としての寿命特性を明らかにした。さらに、この新規微粒子投射材に Cu を添加し、被加工材表面の加工硬化と圧縮残留応力付与といった通常のショットピーニング効果の他に Cu の移着を狙ったハイブリッド処理についても検討を加えた。

以下では、新規微粒子投射材に関する合金設計とこれを用いたショットピーニング効果、および高強度化と表面改質のハイブリッド処理に関する本論文の構成と各章の概要を示す。

第 1 章の序論では、研究の背景、ショットピーニングおよびガスアトマイズ法の概要、さらに従来の高硬度微粒子投射材に関する研究から抽出した課題を整理して、本論文の目的と章構成を示している。

第 2 章では新規微粒子投射材の合金設計について述べる。ガスアトマイズ法により製造できる低融点硬質相として Fe_2B に着目し、靱性と耐候性を高めるための合金組成を検討した。Cr を 8mass% 添加した Fe- Fe_2B 系の過共晶組成域において B 量を変化させたガスアトマイズ粉末を作製し、その諸特性を評価した。

第 3 章では新規微粒子投射材を用い、投射圧を変化させてショットピーニングした場合に被加工材に付与される圧縮残留応力について検討する。アルメンストリップ N 片によるアークハイト値を測定するとともに、SCM420 ガス浸炭材を被加工材として圧縮残留応力を評価した。

第 4 章では新規微粒子投射材を SCM420 ガス浸炭材にショットピーニングし、被加工材表面へのショットピーニング効果と被加工材の疲労特性を検討する。

第 5 章では新規微粒子投射材を二段ショットピーニングに用いた場合の被加工材表面へのショットピーニング効果と被加工材の疲労特性を検討する。被加工材には SCM420 ガス浸炭材を用いた。この被加工材に、一段目として $\phi 0.8\text{mm}$ の鋳鋼製投射材をショットピーニングし、二段目として新規微粒子投射材をショットピーニングした。

第 6 章では冷間工具鋼への新規微粒子投射材のショットピーニング効果を検討する。

被加工材には SKD11 焼入焼戻材を用いた。

第 7 章では新規微粒子投射材のショットピーニングによる投射材寿命を検討する。従来、投射材寿命は投射材の硬さとトレードオフの関係にあると考えられてきた。すなわち投射材は、高硬度となるにしたがい靱性が著しく低下し、被加工材との衝突による破砕が顕著になると考えられているからである。この点について、新規微粒子投射材と汎用の粉末ハイス投射材の破砕挙動を比較検討した。

第 8 章では通常のショットピーニング効果とともに、軟質元素移着による表面改質を同時にともなう新たなハイブリッド処理について検討する。用いた投射材は、第 7 章までに使用した新規微粒子投射材にさらに Cu を添加し、ガスアトマイズ法により作製したものである。

第 9 章では、本論文で研究した一連の検討結果について総括を行なう。

参考文献

- 1) M. Mitsubayashi, T. Miyata and H. Aihara: Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A 61(1995) 1172-1178.
- 2) M. Yoshizaki: Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series C 75(2009) 2191-2199.
- 3) K. Matsui, H. Eto, K. Yukitake, Y. Misaka and K. Ando: Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A 66(2000) 1878-1885.
- 4) Y. Kobayashi: Proceedings of JSSE Conference on Springs and Restitution Effect (2012.11), 19-22.
- 5) K. Okumura: Function Materials 29(2009) 16-24.
- 6) M. Uchiyama and K. Kamishohara: Tetsu-to-Haganē 42(1956) 569-573.
- 7) N. Hamasaka: Journal of The Japan Society for Heat Treatment 39(1999) 264-270.

- 8) R. Ishikura, T. Kano, Y. Kobayashi and S. Ujihashi: *Electric Furnace Steel* 79(2008) 25-35.
- 9) Y. Harada, K. Fukaura and S. Kohamada: *J. Mater. Process. Technol.* 201(2008) 319-324.
- 10) T. Ito, E. Nagashima, Y. Ishikawa and Y. Izawa: *Trans. of JSSE* 43(1998) 23-30.
- 11) K. Okumura, K. Kajita, J. Kurosaki, H. Kimura and A. Inoue: *J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy* 54(2007) 778-783.
- 12) D. Gowa, T. Ito, Y. Kobayashi and T. Tuji: *Shot Peening Technology* 23(2011) 66-67.
- 13) C. Kagaya and N. Egami: *Electric Furnace Steel* 71(2000) 51-58.
- 14) O. Kato, T. Nakatsuka and H. Kubota: *Die and Mould Technology* 26(2011) 100-101.
- 15) H. Uchida, S. Fujita and T. Saito: *Proceedings of JAST Tribology Conference (2007)* 123-124.
- 16) Y. Tanaka: *Doctoral Dissertation (The University of Tokyo) (1999)*.
- 17) A. Yanagitani: *Doctoral Dissertation (Tohoku University) (1995)*.
- 18) K. Yanagimoto: *Doctoral Dissertation (University of Toyama) (2005)*.
- 19) Y. Aikawa: *Doctoral Dissertation (Osaka University) (2010)*.
- 20) 廣瀬正吉ら: ショットピーニング技術協会編, ショットピーニングの方法と効果 日刊工業新聞社 (1997) iii.
- 21) H. Kato: *The journal of the Metal Finishing Society of Japan* 16(1965) 116-122.
- 22) E. G. Herbert: *J. Iron and Steel Inst.*, 116(1927) 256.
- 23) E. E. Weibel: *Trans. ASME.* 57(1935) 501.
- 24) 長沢雄次: 中島飛行機製作所研究報告 1(1936-8).
- 25) K. Toshi: *J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy* 59(2012) 63-66.
- 26) D. Gowa, T. Tsuji, Y. Kobayashi and T. Ito: *Sinto Technical Report* 28(2010) 46-50.
- 27) C. Kagaya: *J. Jpn. Soc. Precision Engineering* 72(2006) 1067-1070.
- 28) Y. Harada, H. Uesugi, K. Mori, M. Umemura, N. Tsuchida and K. Fukaura: *Journal of the JSTP* 47(2006) 216-220.

- 29)K. Tanaka, Y. Nakai and Y. Akiniwa: Tetsu-to-Haganē 79(1993) 908-919.
- 30)T. Hoshide and Y. Uematsu: J. Soc. Mat. Sci., Japan 59(2010) 89-95.
- 31)N. Egami, C. Kagaya, N. Inoue, H. Takeshita and H. Mizutani: Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A 66(2000) 1936-1942.
- 32)K. Ogawa and T. Asano: J. Soc. Mat. Sci., Japan 48(1999) 1360-1366.
- 33)K. Ogawa and T. Asano: Trans. of JSSR 48(2003) 31-38.
- 34)Y. Watanabe, N. Hasegawa and Y. Matsumura: J. Soc. Mat. Sci., Japan 44(1995) 110-115.
- 35)K. L. Johnson: Contact Mechanics, Cambridge Univ. Press, Cambridge (1985) 84.
- 36)A. A. Ilyushin and V. S. Lensky: Strength of Materials, Pergamon Press, Oxford (1967) 197.
- 37)R. Ishikura, T. Kano, Y. Kobayashi, S. Ujihashi and K. Okumura: Shot Peening Technology 22(2010) 1-8.
- 38)M. Omiya, S. Kikuchi, Y. Hirota and J. Komotori: Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering 4(2010) 1585-1594.
- 39)三浦秀士ら: 粉体粉末冶金協会編, 粉体粉末冶金便覧 内田老鶴圃 (2010) 16.
- 40)T. Sawada and K. Yanagimoto: Sanyo Technical Report 9(2002) 64-69.
- 41)H. Lubanska: J. Metals 22[2](1970) 45-49.
- 42)三浦秀士ら: 粉体粉末冶金協会編, 粉体粉末冶金便覧 内田老鶴圃 (2010) 17.
- 43)M. Yoshino, T. Aoki, F. Kasai and K. Kobiki: Kubota Technical Report 29(1995) 7-13.
- 44)早稲田嘉夫ら: 日本金属学会編, 金属データブック 丸善 (2004) 11-16.
- 45)K. Sugie, H. Kobatake, H. Fukuyama, Y. Baba, K. Sugioka and T. Tsukada: Tetsu-to-Haganē 96(2010) 673-682.
- 46)内田秀雄ら: 日本機械学会編, 技術資料 流体の熱物性値集 (1983) 141-143.
- 47)S. Nishio, R. Akiyoshi and I. Tanasawa: Monthly journal of the Institute of Industrial Science, University of Tokyo 42(1990) 347-352.
- 48)A. Lawley: Atomization, Metal Powder Industries Federation (1992).

- 49)R. C. Ruhl: Mat. Sci. Eng. 1(1967) 313.
- 50)A. Moriyama: Materials science & technology 47(1977) 27-29.
- 51)M. Ohkubo, T. Sadahiro, M. Sato and H. Sasaki: Shot Peening Technology 6(1994) 10-11.
- 52)T. Ito: Journal of The Japan Society for Heat Treatment 39(1999) 128-134.
- 53)A. Inoue, I. Yoshii, H. Kimura, K. Okumura and J. Kurosaki: Mater. Trans. 44(2003)
2391-2395.
- 54)増本健ら: アモルファス金属の基礎 オーム社 (1982) 23.
- 55)Y. Kobayashi and M. Seki: Sinto Technical Report 29(2011) 31-35.
- 56)Patent No. 4386152 (in Japan).

第 2 章

Fe-8mass%Cr-xmass%B ガスアトマイズ粉末の諸特性に及ぼす B 量の影響 および
高硬度，高密度，高靱性を有する Fe-8mass%Cr-6.5mass%B 微粒子投射材の開発

2.1 緒言

高硬度を有する投射材をショットピーニングに用いることで，被加工材の表面に大きな圧縮残留応力を付与できることが知られている．特に表面硬度の高い被加工材へショットピーニングする場合，低硬度の投射材を用いると投射材が被加工材との衝突時に塑性変形し，その結果，被加工材に大きな圧縮残留応力が与えられないため，高硬度の投射材を用いることが有効であると考えられる^{1,2)}．自動車部品に使用される部材は，燃費向上や CO₂ 排出量削減等の環境対応を背景に小型化・軽量化の要求が強いため，浸炭焼入れや窒化処理が施され表面硬度が高くなっている．近年では，高濃度浸炭やサブゼロ処理により表面硬度が 900 HV にもなる被加工材へのショットピーニングも研究されており³⁾，今後の被加工材表面の高硬度化に対応するため，投射材にもさらなる高硬度化が求められると予測される．また今後，ショットピーニング面の過度な表面荒れが抑制できる微粒子ショットピーニングの適用範囲が拡大すると予測されている⁴⁾．

一方で，投射材には高硬度に加え，高密度，高靱性といった特性とのバランスが求められている⁵⁾．密度は噴射された投射材の運動エネルギーに影響し，高密度の投射材を用いることで大きな圧縮残留応力を被加工材に付与することができる．また，投射材はショットピーニング中に繰り返し被加工材と衝突するため，その衝撃により破砕し消耗する．このため，投射材には高靱性も要求される．すなわち，高靱性を有する投射材は

ショットピーニング中の破砕が抑えられるため、消耗量が少なく長寿命である。

通常、ショットピーニング用の投射材は常温常湿の室内で使用、保管される。汎用の鋳鋼製投射材は高温多湿となる時期に長時間保管されることにより発錆することが多い。このような錆は被加工材表面への着色の原因ともなる⁵⁾。したがって、通常の使用環境下で発錆しない耐候性を有することも重要である。

そこで本章では、高硬度、高密度、高靱性を有し、通常の使用環境でも発錆しない耐候性も兼備する新規微粒子投射材の開発に取り組んだ。Omiya らの実験⁶⁾によると、被加工材に十分な最大圧縮残留応力を与えるためには、少なくとも被加工材表面の 1.25 倍以上の硬さの投射材を用いることが必要とされている。自動車部品などに適用されている浸炭材の表面硬度は 700~800HV 程度である。したがって、新規微粒子投射材の硬さの目標は、800HV の 1.25 倍以上、すなわち 1000HV 以上とした。

また、従来の開発投射材と異なり、高価な原料を用いることなく高硬度を実現できる合金設計に取り組んだ。

2.2 新規微粒子投射材の製法

本研究では新規微粒子投射材の製法として、不活性ガス雰囲気中で原料を溶解し、不活性ガスを噴霧ガスに用いるガスアトマイズ法を選定した。その理由を以下に述べる。

第 1 章の 1.3 項においてガスアトマイズ法の概要について述べた。この合金粉末製造方法の特徴は次の通りである。

- 1)真空もしくは不活性ガス雰囲気中で原料を溶解することにより、希土類、Al、Ti のような活性元素を安定的に添加できるため、合金設計の自由度が高い。
- 2)噴霧ガスとして不活性ガスを用いることで、液滴と噴霧ガスとの反応物の生成が抑制され表面張力による球状化が阻害されにくく、球形状の合金粉末が得られる。

- 3)合金溶湯の出湯ノズル径，質量流速を小さくし，冷媒の流量，速度を大きくすることで微粒子が得られ，安定した操業条件の範囲内において， $20\sim 300\ \mu\text{m}$ 程度のサイズの粒子が得られる．
- 4)一般的な操業条件において，合金液滴は約 $10^2\sim 10^3\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$ で冷却され凝固する．この冷却速度は汎用の鑄造法と比較し1～2桁大きい．したがって，製造される合金粉末は微細なマイクロ組織を有する．
- 5)一般的な操業条件において，合金液滴の冷却過程における Biot 数は 10^{-3} 程度であり，液滴の冷却型は内部に温度勾配のないニュートン冷却となる．

本研究の開発対象である微粒子投射材の粒径は 0.1mm 程度である．また，ショットピーニングされた被加工材の表面粗さは，投射材の硬さや粒径にもよるが，投射材の粒子形状にも大きく影響される⁵⁾．すなわち，不定形状の投射材は被加工材表面を過度に粗くし，疲労破壊の起点となる可能性がある，したがって，球形状の粒子を投射材とすることが好ましい．このような， $0.1\text{mm}(100\ \mu\text{m})$ 程度の粒子径と球形状は，不活性ガスを噴霧ガスに用いるガスアトマイズ法により得られる合金粒子の特徴と一致する⁷⁾．

また， 1000HV 以上の高硬度を安価な元素のみで実現するため，合金設計において利用できる元素の自由度を大きくしておきたいと考えた．この点から，ガスアトマイズ法における合金の溶解雰囲気として不活性ガスを選択することが最適であると考えられる．

さらにガスアトマイズ法では，液滴の冷却過程における大きな冷却速度とニュートン冷却により，微細かつ均一なマイクロ組織を有する合金粉末が得られると考えられる⁸⁾．このようなマイクロ組織は，微粒子投射材に高い靱性を与え，長寿命投射材の実現に適していると考えられる．

なお，ガスアトマイズ法は量産性に優れる点からも工業的価値が高く，主要な粉末製造法のひとつとして広く実用化が進んでいる工法でもある⁸⁻¹¹⁾．

以上のような理由から、本研究における新規微粒子投射材の製法として、不活性ガス雰囲気溶解、不活性ガス噴霧のガスアトマイズ法を選択した。

2.3 新規微粒子投射材の合金設計指針

2.3.1 ガスアトマイズ法で作製可能な高硬度セラミックス

鉄鋼分野では高硬度な物質として、TiC, WC, VC などの炭化物が広く知られているが、これら高硬度炭化物の多くは 2273K を超える高融点を有している¹²⁾。したがって、原材料を耐火物中で溶解するガスアトマイズ法で、このような高硬度、高融点炭化物の粉末を製造することは困難である。そこで、融点がガスアトマイズ法で製造可能な程度に低い、高硬度セラミックスとして、Fe 系, Co 系, Ni 系硼化物に着目し、合金を設計することとした。

また硼素(以下, B とする)は、主に溶射法に用いられる自溶性合金で利用される元素であり、ガスバーナーなどによる再加熱、溶融処理中に脱酸元素として作用する¹³⁾。このように B は、大気雰囲気では酸素との反応が起りやすいと考えられることから、本研究におけるガスアトマイズ法の溶解雰囲気は、不活性雰囲気であることが好ましいと考えられる。

2.3.2 靱性の向上

しかしながら、単に Fe 系, Co 系, Ni 系硼化物粉末をガスアトマイズ法で作製した場合、高硬度ではあるが、やはり脆性な粉末となってしまうものと推測される。そこで、靱性を向上させる方法として、Fe, Co, Ni 金属相と硼化物の 2 相領域における過共晶組成の合金を設計することとした。本研究では、過共晶組成領域をベースとした合金をガ

スアトマイズ法によって急冷凝固することにより，初晶となる高硬度な硼化物微細粒子を最終凝固組成となる高延性な金属相－硼化物共晶組織が結合したマイクロ組織¹⁴⁾になることで，高硬度と高靱性を両立できる可能性を検討した¹⁵⁾。

代表として，Fe-B の 2 元系状態図¹⁶⁾の Fe 側を Fig. 2.1 に示す。

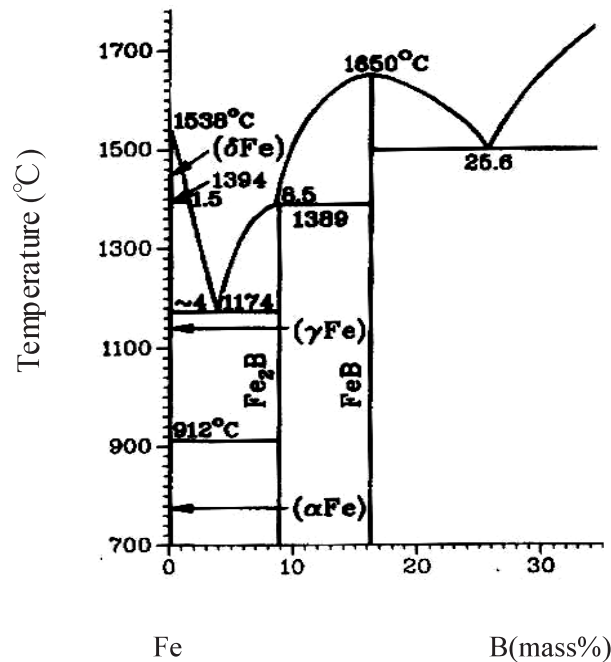


Fig. 2.1 Fe-B Binary phase diagram (Fe-rich side)¹⁶⁾.

2.3.3 アーク溶解材による予備実験

Fe, Co, Ni-B の各 2 元系状態図の金属相側は，いずれも 4mass%B 前後(以下，特に断りのない限り%は mass%を示す)で金属相と硼化物の共晶組成となり，各系において金属相と平衡する硼化物はそれぞれ Fe₂B, Co₃B, Ni₃B である．これら硼化物の融点¹⁷⁾と微小硬度(H_μ)¹⁸⁾を Table 2.1 に示す。

ガスアトマイズ法による粉末作製に先立ち，耐候性改善を視野に入れ Cr を添加した Fe-Fe₂B 系，および，Ni-Ni₃B 系の過共晶組成において，アーク溶解材を試作し，諸特性

を評価した。Ni は Fe より標準電極電位が高く耐食性に優れるため¹⁹⁾、Ni-Ni₃B 系は Cr 無添加とした。Co-Co₃B 系については原料が高価であることから本検討からは除外した。

Table 2.1 Melting point¹⁷⁾ and H_μ¹⁸⁾ of various boride.

| | Melting point (K) | H _μ (kg·mm ⁻²) |
|-------------------|-------------------|---------------------------------------|
| Fe ₂ B | 1683 | 1340±50 |
| Co ₃ B | 1383 | 1150 |
| Ni ₃ B | 1448 | 1190 |

水冷銅鑄型内で Fe-16.2%Cr-7.1%B および Ni-4.6%B に秤量した原料 100g を減圧 Ar 雰囲気下でアークにより溶解し、そのまま水冷鑄型内で凝固させた。B 量については、B が Cr の影響を考慮せず全て Fe₂B、もしくは、Ni₃B になると仮定した場合に、Fe 相と Fe₂B 相、もしくは、Ni 相と Ni₃B の体積率が 20:80 となるように設定した。この試料を用い、ビッカース硬さ(荷重 2.94N,n=10)、抗折力(試験片寸法：1.8×1.8×20mm、支点間距離 10mm,n=2)を評価した。その結果、Fe-16.2%Cr-7.1%B 合金はビッカース硬さが 1120HV、抗折力が 560MPa であり、Ni-4.6%B 合金はビッカース硬さが 840HV、抗折力が 260MPa であった。なお Ni-4.6%B 合金は、試料調整時のエメリー切断により欠けが発生するなど、Fe-16.2%Cr-7.1%B 合金より明らかに脆性であった。

このように、Fe-16.2%Cr-7.1%B 合金と Ni-4.6%B 合金を比較すると、ビッカース硬さ、抗折力ともに Fe-16.2%Cr-7.1%B 合金のほうが高く、試料調整の際に欠けることもなかった。Fig. 2.2 に両合金のマイクロ組織を示す。両合金ともに初晶である粗大な硼化物と微細な共晶組織からなっていることが確認できる。ここで、Fe-16.2%Cr-7.1%B 合金の共晶組織は、Fe が連続相になり、Fe₂B が不連続相となっている部位が多いことが確認できた。一方、Ni-4.6%B 合金の共晶組織は、Ni₃B が連続相、Ni が不連続相となっている。したがって、Fe-16.2%Cr-7.1%B 合金の共晶組織は延性の高い Fe が連続相となっているが、

Ni-4.6%B 合金の共晶組織は脆性な Ni_3B が連続相となっており、この差異が両合金の靱性、抗折力に大きく影響したと推測される。

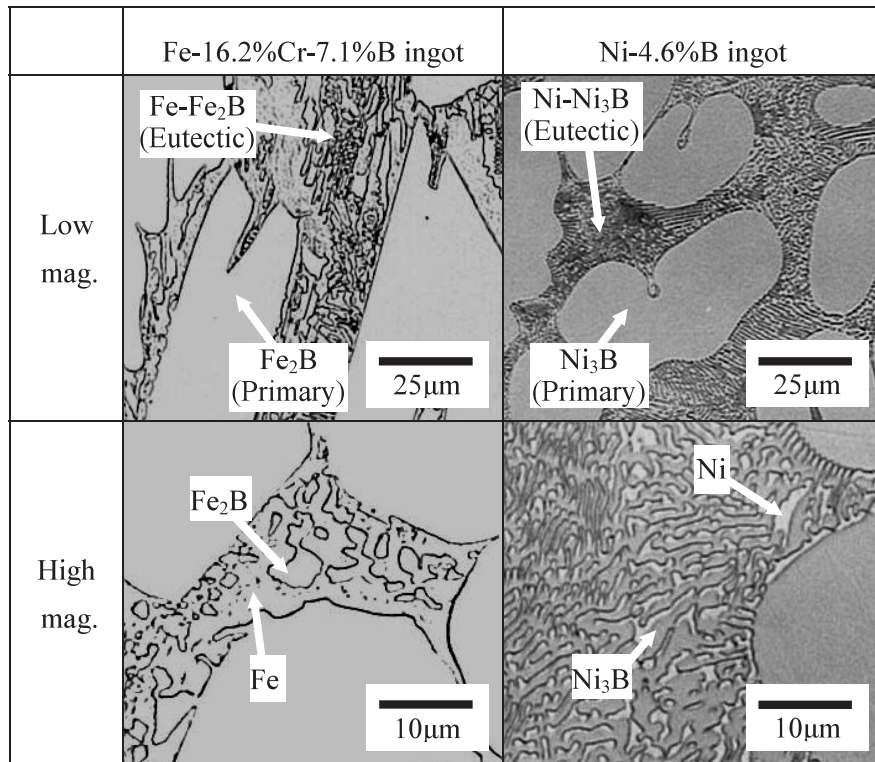


Fig. 2.2 Microstructures of Fe-16.2%Cr-7.1%B and Ni-4.6%B arc cast ingots.

2.3.4 Cr 添加量の調整

以上の予備実験より、高硬度と高靱性の両立が期待できる合金系として、Fe-Fe₂B 系過共晶合金を選択し、ガスアトマイズ法により粉末を試作することとした。

また、一般的にショットピーニングで使用される投射材は大気中で取り扱われるため、耐候性改善を目的として Cr を添加することとした。Fe-B 系に Cr を添加した過共晶領域では、初晶は Cr 無添加と同様の Fe₂B であるが Cr 添加量の増加にともない共晶温度の上昇と共晶組成の低 B 濃度化が見られる^{20,21)}。このことから、予備実験でも Cr を添加していたが本過共晶領域において過度な Cr 添加は液相線を上昇させガスアトマイズを困難

にしてしまうことが懸念されたため、添加量は通常の使用環境で発錆しない最低限量とするのが好ましいと考えられた。

13%Cr ステンレス鋼や 18%Cr ステンレス鋼が用いられる厳しい腐食環境ではなく、投射材の使用環境に近い空気中や、水中浸漬程度の軽度の腐食環境において、7%の Cr を添加した電磁ステンレス鋼が使用されている^{22,23)}。このような環境においても、純鉄や珪素鋼(Fe-3%Si)では腐食が避けられないが、7%程度の少量の Cr 添加で大きく耐食性が改善している。また、投射材の使用環境より著しく厳しい塩水噴霧試験において、少量の Al との同時添加ではあるが、10%Cr 添加で 13%Cr ステンレス鋼と同等の耐食性も得られている²⁴⁾。これらの知見を参考に、本研究における新規微粒子投射材には、使用環境における最低限の耐候性を付与するため 8%Cr を添加することとした。

2.4 Fe-8%Cr-x%B ガスアトマイズ粉末の諸特性に及ぼす B 量の影響

前 2 項の指針にしたがい本研究で開発する新規微粒子投射材について、製法は不活性ガス雰囲気溶解、不活性ガス噴霧によるガスアトマイズ法、合金組成は Fe-8%Cr-x%B における Fe-Fe₂B 系の過共晶組成域とした。以下では、Fe-8%Cr-x%B ガスアトマイズ粉末の諸特性を検討する。

2.4.1 実験方法

1) Fe-8%Cr-x%B ガスアトマイズ粉末の作製

本章に用いた供試粉末はいずれもガスアトマイズ法により作製した。Fe 系合金換算で公称溶解量 2kg のアルミナ製坩堝に所定組成に秤量した原料を装入し、誘導溶解法により Ar 雰囲気下で溶解後、溶解温度よりさらに 100~200K 程度高温まで加熱した。その

後、この合金溶湯を内径 2~3mm のアルミナ製ノズルより出湯し、N₂ ガスを噴霧することにより合金粉末を得た。

なお、B 量は 4~9.5mass% に変化させた(以下、本章における供試粉末は B 量により、4B, 6B 等と記す)。本章の供試粉末の組成範囲内において、Fe-8%Cr-x%B 合金はガスアトマイズ法によりノズル閉塞を起こすこともなく製造することが可能であった。

2) Fe-8%Cr-x%B ガスアトマイズ粉末の諸特性評価

作製した Fe-8%Cr-x%B ガスアトマイズ粉末は 45~125 μm および 500 μm 以下に分級し諸評価に用いた。走査型電子顕微鏡(SEM, 日本電子製 JSM-6490LV)により粉末の外観を観察し、樹脂埋め研磨した試料をエッチングしマイクロ組織を観察した。同様に研磨試料を用いエネルギー分散型 X 線分析(EDX, 上記 SEM に付属)により、金属 Fe 相および Fe 系硼化物を微小領域分析した。構成相の同定は X 線回折(リガク製 RINT-2500, 管球は Cu K α)により行なった。硬さについては、研磨試料を用いビッカース硬度計にて測定した。測定時にかけた荷重は 2.94N であるが、9.5B 粉末には圧痕の角からクラックが発生したため、9.5B 粉末のみ荷重 0.98N で測定した。圧痕の対角は荷重 2.94N の測定で 20~27 μm, 荷重 0.98N の測定で約 10 μm であった。密度はガス置換法により評価した。靱性は、研磨試料にビッカース硬度計にて、荷重 9.81N で圧痕を 5 点打ち、圧痕からクラックが発生する確率により評価した。このように、研磨試料に圧痕を打ち発生するクラックを評価する方法としては、クラックの長さから式(2-1)により破壊靱性を算出する Niihara らの方法²⁵⁾がある。

$$K_{IC} = \beta(H \cdot W)^{\frac{1}{2}} \quad (2-1)$$

K_{IC} : 破壊靱性値, H : 平均圧力, W : Palmqvist crack resistance, β : 比例定数

しかしながら、本報告では粉末試料を用いているためクラックの多くは粉末内に留まらず粉末の端部にまで達し、長さでの評価が不可能であった。そのため、クラックの発生確率を評価することとした。各評価を行なった粉末の粒度は、密度が $500\ \mu\text{m}$ 以下に分級した粉末で、その他評価は $45\sim 125\ \mu\text{m}$ に分級した粉末を使用した。

微粒子投射材として用いる場合、 $100\ \mu\text{m}$ 前後の粒度を使用することが多い。そのため、 $45\sim 125\ \mu\text{m}$ に分級した粉末を主たる評価対象とした。ただし、密度評価については測定に必要な粉末の量が多く、十分な重量を確保するために $500\ \mu\text{m}$ 以下に分級した粉末を用いた。

2.4.2 実験結果および考察

1) Fe-8%Cr-x%B ガスアトマイズ粉末の外観、構成相およびマイクロ組織

Fe-8%Cr-x%B ガスアトマイズ粉末の外観の例を Fig. 2.3 に示す。いずれの粉末も概ね球形状を有し、B 量の影響がないことが確認された。これらの粉末の X 線回折パターンを Fig. 2.4 に示す。B 量が $4\sim 7.5\%$ においては αFe 相が認められ、 9.5% では確認されなかった。また、Fe 系硼化物の構造は B 量により変化し、 4B において Fe_2B とわずかに非平衡相である $\text{Fe}_3\text{B}^{26)}$ と考えられる相が確認でき、 6B および 7.5B においては Fe_2B 、 9.5B においては Fe_2B とわずかに FeB がそれぞれ確認された。なお、 Fe_3B は同様に非平衡相である $\text{Fe}_{3.5}\text{B}^{27)}$ と構造が類似しているため X 線回折ピークの差異はわずかである。本論文では 39° 付近に明瞭なピークが見られることから Fe_3B であると推定し、扱うこととする。

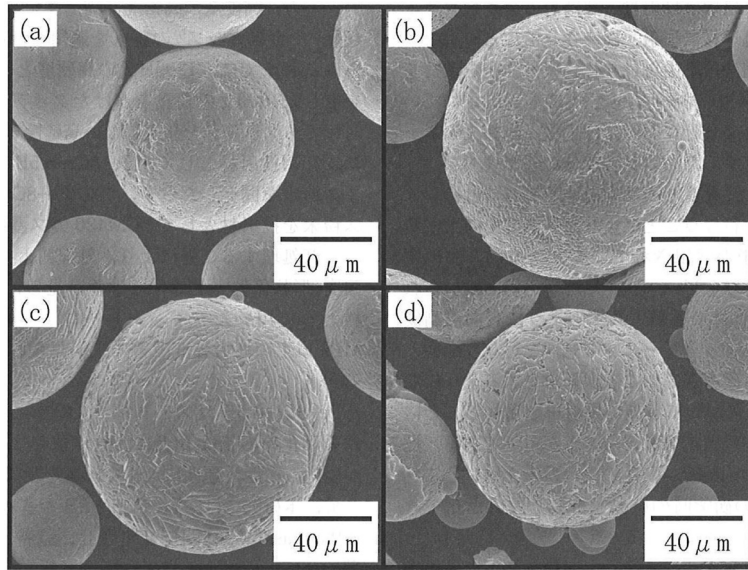


Fig. 2.3 SEM images of Fe-8%Cr- x %B gas atomized powders; (a)4B, (b)6B, (c)7.5B, (d)9.5B.

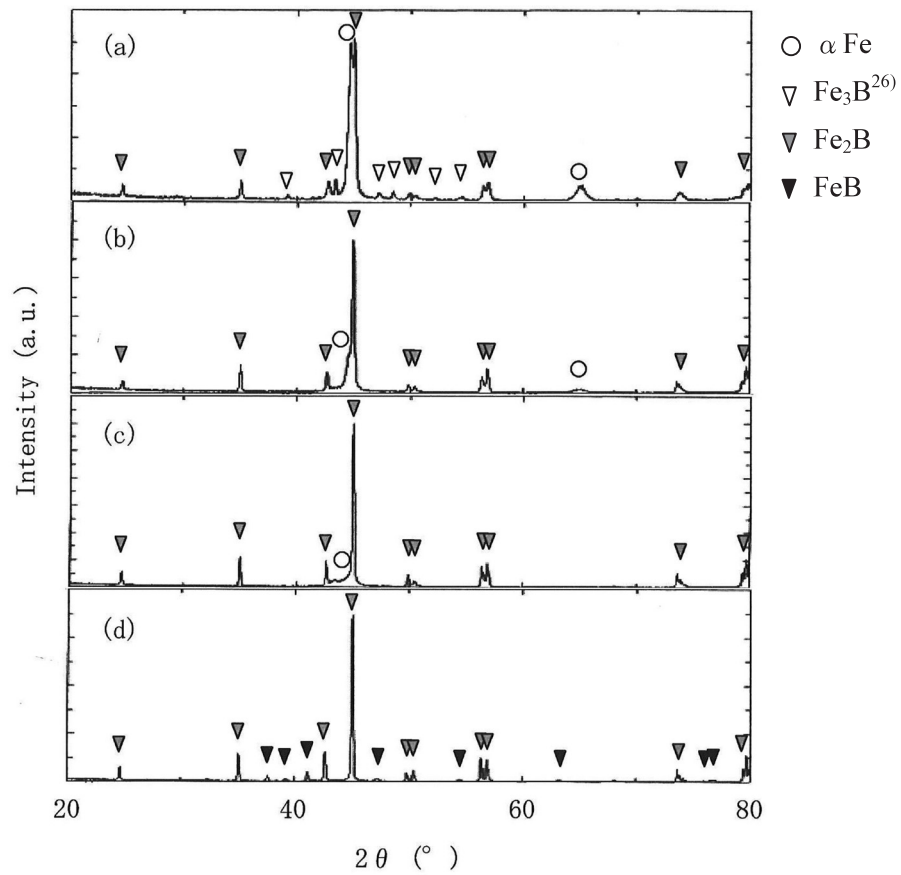


Fig. 2.4 XRD patterns of Fe-8%Cr- x %B gas atomized powders; (a)4B, (b)6B, (c)7.5B, (d)9.5B.

ミクロ組織を Fig. 2.5 に示す。B 量が 4~7.5%の範囲の粉末は、 α Fe 相(黒色部)および Fe 系硼化物(白色部)からなることがわかる。Fe-B 系 2 元平衡状態図において、共晶組成に近い 4B においては、ほぼ全面が α Fe 相と Fe 系硼化物が微細に分散した共晶組織であり、過共晶組成となる 6B および 7.5B においては、B 量の増加にともない Fe 系硼化物の面積率が増加するとともに初晶である Fe 系硼化物のサイズも大きくなっていることがわかる。これは、B 量の増加に伴い、最終凝固組織である共晶組織の生成が遅れることによって、初晶である Fe 系硼化物が成長するものと考えられる。一方、Fe-B 系 2 元平衡状態図において完全に Fe 系硼化物となる 9.5B については、 α Fe 相は観察されず、エッチングにより濃淡差のある 2 種類の Fe 系硼化物が確認された。この 2 種類の Fe 系硼化物は、X 線回折により同定された Fe_2B および FeB と考えられ、Fig. 2.5 において濃い灰色の相が FeB(Boride-B)、淡い灰色の相が Fe_2B (Boride-A)であると考えられる。

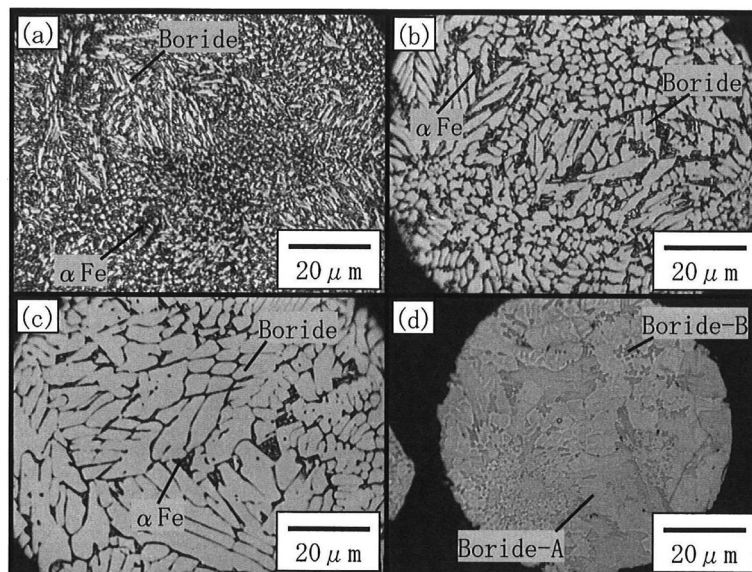


Fig. 2.5 Microstructures of Fe-8%Cr- x %B gas atomized powders;

(a)4B, (b)6B, (c)7.5B, (d)9.5B.

Fe-8%Cr-x%B ガスアトマイズ粉末中の Cr の分散状態を調べるため、EDX および高周波誘導結合プラズマ(ICP)発光分光分析を行なった。Table 2.2 に EDX の微小領域分析から算出した α Fe 相と Fe 系硼化物の Cr/Fe 比および ICP による粉末全体の Cr/Fe 比を示す。いずれの B 量においても Fe 系硼化物中の Cr/Fe 比は、粉末全体の Cr/Fe 比よりも大きく、Cr が Fe 系硼化物に濃縮していることがわかった。Fe 系硼化物への Cr の濃縮については、Fe-Cr-0.2%B 溶製材において、鋼中の Cr 濃度に対し、Fe₂B 相中の Cr 濃度が高い例などが報告されている²⁸⁾。4B において X 線回折で見られた Fe₃B と考えられる相はマイクロ観察、EDX 分析では明確には確認できなかった。また、9.5B における 2 種類の Fe 系硼化物の Cr/Fe 比は、Fe₂B が 0.11、FeB が 0.27 と、FeB においてさらに Cr の濃縮が顕著であった。なお、FeB の周囲には境界が明確ではないが、Cr 濃度の低い相(Cr/Fe=0.04)がわずかに見られた。

Table 2.2 EDX analysis of α Fe and Fe-base boride phases
of Fe-8%Cr-x%B gas atomized powders. (mass%)

| Sample | EDX analysis of each phase | | | ICP analysis of powders |
|--------|----------------------------|----|----|-------------------------|
| | Phase | Fe | Cr | Cr/Fe |
| 4B | α Fe | 95 | 5 | 0.05 |
| | Boride | 84 | 16 | 0.19 |
| 6B | α Fe | 97 | 3 | 0.03 |
| | Boride | 87 | 13 | 0.15 |
| 7.5B | α Fe | 97 | 3 | 0.03 |
| | Boride | 88 | 12 | 0.14 |
| 9.5B | Boride-A | 90 | 10 | 0.11 |
| | Boride-B | 79 | 21 | 0.27 |

2) ショットピーニング効果に影響する諸特性

Fe-8%Cr-x%B ガスアトマイズ粉末の硬さを Fig. 2.6 に示す. 4B の硬さは 810HV であり, 汎用の粉末ハイスの硬さレベル(700~900HV)であった. B 量の硬さへの影響は, 添加量の増加とともに単調に高硬度化する傾向が見られ, 9.5%B 添加で 1550HV に達することが確認できた. これは, B 量とともに硬質な Fe 系硼化物の面積率が增大したことが一因として考えられる. なお, 本研究にて目標とした 1000HV の硬さは 6%以上の B 量で得られることがわかった.

ガス置換法による密度を Fig. 2.7 に示す. 密度は 4B の $7.52\text{Mg}\cdot\text{m}^{-3}$ から, B 量の増加とともに減少する傾向が見られ, 9.5%の添加量において $7.14\text{Mg}\cdot\text{m}^{-3}$ となることがわかった. 高硬度投射材であるジルコニアショット(約 $6.0\text{Mg}\cdot\text{m}^{-3}$)と比較すると, いずれの B 量においても高い密度を有している.

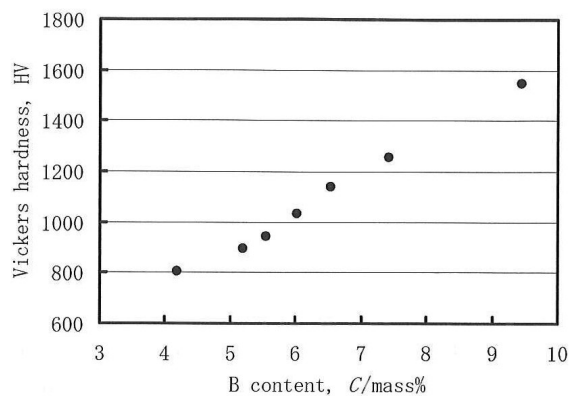


Fig. 2.6 Relationship between B content and Vickers hardness of Fe-8%Cr-x%B powders.

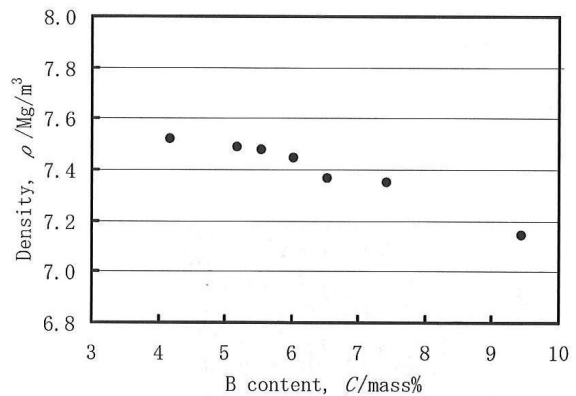


Fig. 2.7 Relationship between B content and density of Fe-8%Cr-x%B powders.

靱性評価結果を Fig. 2.8 に示す. 9.5B では測定した 5 点いずれの圧痕にもクラックが発生した. また, B 量を 9.5%から減少させるとともに, クラック発生率は減少し, 6.5%でクラックは発生しなくなった. これは, B 量の減少とともに延性の高い α Fe 相が生成し, クラックの発生を抑制したものと考えられる. さらに, B 量を減少させると, 5%以下において再びクラックが発生した.

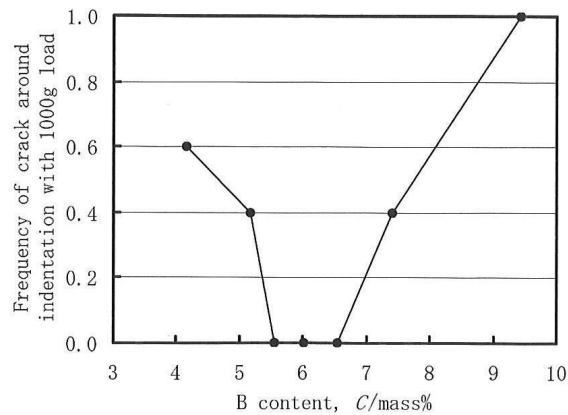


Fig. 2.8 Relationship between B content and frequency of crack

around indentation with 9.81N load of Fe-8%Cr-x%B gas atomized powders.

3)靱性評価に関する考察

Fig. 2.9 に靱性評価時に打った圧痕の光学顕微鏡像を示す. 4~7.5B については荷重 9.81N, 9.5B については荷重 1.96N での圧痕を示している. 低 B 組成の 4B に荷重 9.81N で打った圧痕サイズは対角で約 $55 \mu\text{m}$ あり, 6B および 7.5B に同じ荷重 9.81N で打った圧痕サイズの対角 $40\sim 43 \mu\text{m}$ と比較し顕著に大きいことがわかる. すなわち, 4B は硬さが 810HV と低いため, 同じ 9.81N の荷重に対してもひずみ量が大きくなり, 結果として延性の高い α Fe 相の面積率が高いにもかかわらず, 粉末が破断したのと考えられる. 一方, 高 B 組成の 9.5B については, 荷重 1.96N で打った圧痕の角からも微細なクラックが発生していることがわかる. これは, 9.5B にはマイクロ組織観察, X 線回折の結果から,

延性の高い α Fe相が確認できなかったように、全面が脆性で硬質なFe系硼化物からなっているため、粉末の靱性が低いものと考えられ、低い荷重での圧痕においてもクラックが発生したのと考えられる。このように、低B、高B組成においてそれぞれクラックが発生したのに対し、B量が5.5~6.5%の粉末においてはクラックが全く発生しておらず、高い靱性を有していると考えられる。6Bのマイクロ組織はFig. 2.5(b)に示した通り、数 μm の高硬度なFe系硼化物を、1 μm 程度の高延性な α Fe相が結合した組織を有していることから、硬さと靱性において優れたバランスを有し、荷重9.81Nに対してクラックが発生しなかったものと推察される。

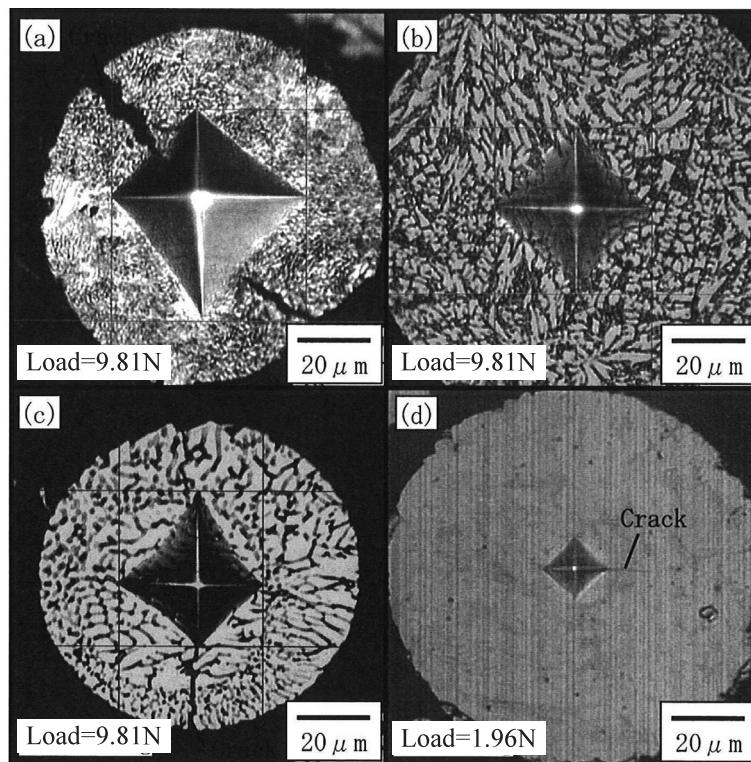


Fig. 2.9 Optical microscope images of Fe-8%Cr-x%B gas atomized powders around indentation; (a)4B, (b)6B, (c)7.5B, (d)9.5B.

2.5 新規微粒子投射材 Fe-8%Cr-6.5%B の諸特性

前項における検討の結果，Fe-8%Cr-6.5%B ガスアトマイズ粉末は，硬さ，密度，韌性に優れるとともに，高価な原料を用いることなく，量産性に優れるガスアトマイズ法での製造も可能であることから，本研究における開発目的である新規微粒子投射材とした．以下，Fe-8%Cr-6.5%B ガスアトマイズ粉末を，FeCrB 粉末もしくは FeCrB 投射材と記す．

開発した FeCrB 投射材の外観，ミクロ組織を Fig. 2.10，Fig. 2.11 に示す．FeCrB 投射材の外観は球形状であり，硬質な Fe_2B を延性の高い αFe が結合した微細なミクロ組織を有している．また，FeCrB 投射材および他の微粒子投射材の硬さ，密度を Fig. 2.12 に示す．FeCrB 投射材は目標とした 1000HV を超え，1200HV 級の硬さと $7.4Mg \cdot m^{-3}$ の密度を有している．

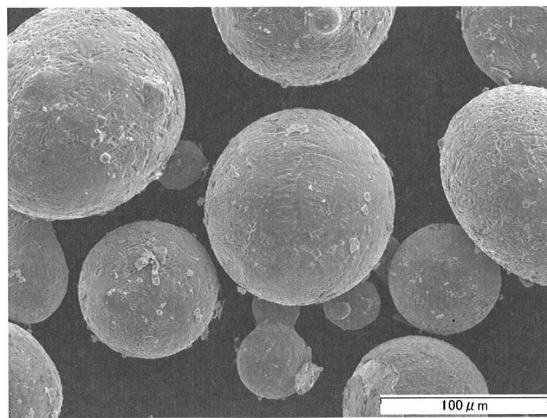


Fig. 2.10 SEM image of Fe-8%Cr-6.5%B shot peening media.

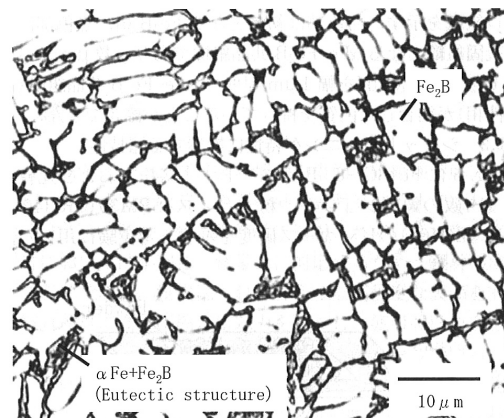


Fig. 2.11 Microstructure of Fe-8%Cr-6.5%B shot peening media.

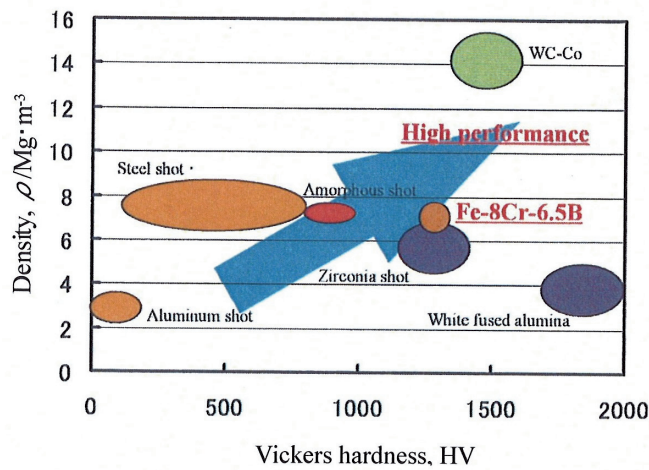


Fig. 2.12 Properties of various shot peening media.

次に、FeCrB および Cr を無添加とした Fe-6.5%B 粉末について耐候性を評価した。ガラス板に両面テープにて両粉末を貼り付け、343K-95%RH の高温高湿環境に 96h 暴露し、発錆の有無を観察した。両粉末を貼り付けたガラス板の試験後の外観写真を Fig. 2.13 に示す。Cr 無添加の Fe-6.5%B 粉末は全面が褐色に変色しているのに対し、8%Cr を添加した FeCrB 粉末は耐食試験前と同様の金属光沢を有していた。このことから、8%Cr 添加による耐候性改善の効果が確認された。

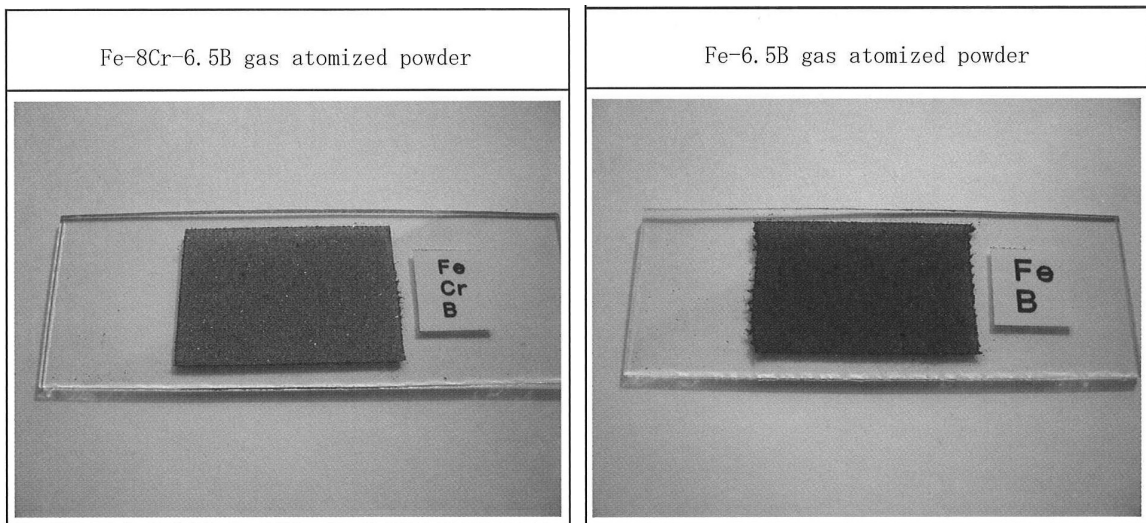


Fig. 2.13 Rust observation of corrosion tested powder.

2.6 結言

本章では、1000HV を超える高硬度と、高密度、高靱性を有し、常温常湿環境で発錆しない耐候性も兼備する、新規微粒子投射材の開発を目的とした。なお、Co, W, Ni, Mo のような高価な元素を使用せず、優れた量産性を有するガスアトマイズ法により製造可能な合金成分を前提とした。

ガスアトマイズ法で製造可能な高硬度セラミックスである Fe_2B と、高い靱性を有する Fe- Fe_2B 共晶組織に着目し、 Fe_2B を Fe- Fe_2B 共晶組織が結合するマイクロ組織の実現を狙った Fe- Fe_2B 系過共晶組成域のガスアトマイズ粉末を作製、評価した。本章で作製した供試粉末は Fe-8%Cr-x%B の組成であり、B 量は 4~9.5% の範囲である。その結果、以下の知見が得られた。なお Cr 添加量は、軽度な腐食環境で使用される電磁ステンレスの合金成分²²⁻²⁴⁾を参考に 8%としている。

- 1)形状はガスアトマイズ法による粉末の特徴である球状を有する。構成相は、B 量が 4~7.5%の範囲において α Fe 相と Fe 系硼化物からなり、9.5%において α Fe 相が認められず Fe 系硼化物のみとなる。
- 2)マイクロ組織は、4B において全面が微細な共晶組織であり、7.5B までは B 量の増加とともに初晶の Fe_2B がわずかに粗大化するとともに、 Fe_2B の生成量も増加する。9.5B には α Fe 相が認められず Fe_2B と FeB の 2 相組織となる。また、Cr 濃度は α Fe 相より Fe 系硼化物中で高い。
- 3)B 量とともに、硬さは単調増加し、密度は単調減少する。本研究で目標とした 1000HV 以上の硬さは 6%以上の B 量で得られ、密度はいずれの B 量においてもジルコニアやアルミナのようなセラミックス系投射材より高い。
- 4)靱性は B 量が 5.5~6.5%の範囲において優れており、荷重 9.81N の圧痕の周囲にもクラ

ックは発生しない。これは、粉末内質における平均的な高硬度と、延性の高い α Fe 相生成量とのバランスによると推察される。

これらの知見から、目的とする特性を満足する Fe-8%Cr-6.5%B 新規微粒子投射材 (FeCrB 投射材)を開発した。この FeCrB 投射材は、球形状であるとともに、1200HV 級の硬さ、 $7.4\text{Mg}\cdot\text{m}^{-3}$ の密度を有し、靱性、耐候性にも優れる。また、数 μm の微細な Fe_2B を $1\mu\text{m}$ 程度の幅の α Fe 相が結合したマイクロ組織を有している。さらに、比較的安価な原材料からなる。

このような FeCrB 投射材の優れた特性は、本研究で採用したガスアトマイズ法における、液滴の表面酸化抑制、急冷凝固作用、ニュートン冷却型などの特徴を最大限に活かすとともに、高硬度、低融点を有する Fe_2B に着目し B, Cr 量を最適化することで実現したものである。

参考文献

- 1) M. Uchiyama and K. Kamishohara: Tetsu-to-Haganē 42(1956) 569-573.
- 2) N. Hamasaka: Journal of The Japan Society for Heat Treatment 39(1999) 264-270.
- 3) R. Ishikura, T. Kano, Y. Kobayashi and S. Ujihashi: Electric Furnace Steel 79(2008) 25-35.
- 4) K. Okumura: Function Materials 29(2009) 16-24.
- 5) K. Tosha: J. Jpn. Soc. Powder Powder Metallurgy 59(2012) 63-66.
- 6) M. Omiya, S. Kikuchi, Y. Hirota and J. Komotori: Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering 4(2010) 1585-1594.
- 7) T. Sawada and K. Yanagimoto: Sanyo Technical Report 9(2002) 64-69.
- 8) A. Yanagitani: Doctoral Dissertation (Tohoku University) (1995).
- 9) Y. Tanaka: Doctoral Dissertation (Tokyo University) (1999).

- 10) K. Yanagimoto: Doctoral Dissertation (Toyama University) (2005).
- 11) Y. Aikawa: Doctoral Dissertation (Osaka University) (2010).
- 12) ゲ・ヴェ・サムソフ, イ・エム・ヴィニツキー: データブック 高融点化合物便覧 日・ソ通信社 (1976) 172.
- 13) 伊佐重照ら: 日本溶射協会編, 溶射技術ハンドブック 新技術開発センター (2004) 208.
- 14) 吉岡正三: 金属組織学 コロナ社 (1960) 108.
- 15) T. Watanabe, H. Okayama, M. Komai, K. Takagi and Y. Kondo: J. Jpn. Soc. Powder Metallurgy 38(1991) 621-626.
- 16) O. A. Bannykh, K. Enami, S. Nagasaki and A. Nishiwaki: Tetsugokinjotaizushu (AGNE Gijutsu Center, Tokyo, 2001) 9.
- 17) ゲ・ヴェ・サムソフ, イ・エム・ヴィニツキー: データブック 高融点化合物便覧 日・ソ通信社 (1976) 171.
- 18) ゲ・ヴェ・サムソフ, イ・エム・ヴィニツキー: データブック 高融点化合物便覧 日・ソ通信社 (1976) 302.
- 19) 横井康夫ら: 日本材料学会編, 腐食防食の理論と応用 晃洋書房 (1999) 360-361.
- 20) S. Aso and K. Ogi: J. Japan Inst. Metals 55(1991) 316-323.
- 21) S. Aso, M. Tagami and S. Goto: J. Japan Inst. Metals 58(1994) 1-7.
- 22) Y. Tanaka: The Special Steel 35(1986)5 32-34.
- 23) A. Yanagitani and S. Ohi: The Special Steel 40(1991) 22-25.
- 24) A. Yanagitani, T. Masuda, A. Takata, H. Nakasato and Y. Tanaka: Materia Japan 34(1995) 632-634.
- 25) K. Niihara, R. Morena and D. P. H. Hasselman: J. Mater. Sci. Lett. 1(1982) 13-16.
- 26) T. Nakajima, E. Kita and H. Ino: J. Japan Inst. Metals 51(1987) 263-270.
- 27) U. Herold and U. Köster: Z. Metallkd. 69(1978) 326.
- 28) H. Kaneko, T. Nishizawa and A. Chiba: J. Japan Inst. Metals 30(1966) 157-163.

第3章

FeCrB 投射材によるショットピーニング効果に及ぼす投射圧の影響

3.1 緒言

ショットピーニングにより被加工材に与えられる圧縮残留応力とショットピーニングにおける投射圧の相関については過去に多くの実験があり，一般に投射圧の増加とともに圧縮残留応力も増加する¹⁻³⁾．これは，高い投射圧で噴射されることにより，投射材の速度が上昇することで高い運動エネルギーを持ち，被加工材との衝突エネルギーが増大するためと理解される．また，式(1-1)および(1-2)に示した Ogawa らの理論^{1,2)}において，被加工材に付与される最大圧縮残留応力と投射材の速度の相関が定量的に表されている．

一方，1000HV を超える高硬度を有する微粒子投射材に関し，ショットピーニングの投射圧と被加工材に付与される圧縮残留応力の相関について過去に報告された例は未だ少ない⁴⁾．しかしながら，以下に示すように，特に，高硬度投射材を低い投射圧でショットピーニングすることには工業的に大きな意義がある．

一般に高硬度投射材を用いると被加工材に高い圧縮残留応力を与えやすいことから，低い投射圧でも低硬度投射材と同等以上の圧縮残留応力が付与できると予想される．このことから，通常の投射材で被加工材に付与される程度の圧縮残留応力でも使用に耐える部品の場合，高硬度投射材を用いると，より低い投射圧でのショットピーニングでも十分な圧縮残留応力が付与できる．この場合，投射圧を低く設定することが可能であるため，電力消費や投射材の消耗を抑えることができ，ランニングコスト低減に寄与でき

る^{4,5)}.

そこで本章では、第2章において開発した FeCrB 投射材を用いた微粒子ショットピーニングによる、アークハイト値⁶⁾および被加工材に与える圧縮残留応力に及ぼすショットピーニング投射圧の影響について検討する。

3.2 実験方法

3.2.1 FeCrB 投射材の作製

Fe 系合金換算で公称溶解量 30kg のアルミナ製坩堝に、Fe-8%Cr-6.5%B 組成に秤量した原料を装入し、誘導溶解法により Ar 雰囲気下で溶解後、溶解温度よりさらに 100~200K 程度高温まで加熱した。その後、この合金溶湯を内径 5~7mm のアルミナ製ノズルより出湯し、N₂ ガスを噴霧することにより FeCrB 粉末を得た。これを 45~125 μm に分級し、FeCrB 投射材として用いた。レーザー回折法により測定した平均粒径(D50)は約 80 μm であった。

比較として、市販の粉末ハイス製微粒子投射材(SKH40 相当)を用いた。粒径は FeCrB 投射材と同様に 45~125 μm に分級したものである。両投射材のビッカース硬さ、密度を Table 3.1 に示す。

Table 3.1 Properties of shot peening media.

| | Vickers hardness (HV) | Density (Mg·m ⁻³) |
|------------------|--------------------------|----------------------------------|
| FeCrB | 1130 | 7.4 |
| High speed steel | 740 | 8.1 |

3.2.2 微粒子ショットピーニング

微粒子ショットピーニングには、投射材循環型の吸引式エアタイプ投射装置(不二製作所製 PNEUMA BLASTER)を用いた。投射圧は、0.15, 0.40, 0.60MPa に変化させた。投射時間は 120s, 被加工材と投射ノズル先端の距離は 100mm とし、サイズは後述するが被加工材は長手方向を軸としターンテーブルにより 10rpm で回転させた。また、均一に投射するため、ノズルは上下動させ、被加工面に垂直に配置した。

3.2.3 アークハイト値の評価⁶⁾

アークハイト値はショットピーニングの強さを示す指標の 1 つであり、保持具で固定されたアルメンストリップと呼ばれる試験板にショットピーニングし、その試験板の湾曲高さを測定した値である。試験板の片面のみにショットピーニングすることにより、加工面が一様に叩き延ばされ円弧状に変形する現象を利用したものである。その保持具および試験板の模式図を Fig. 3.1 に示す。

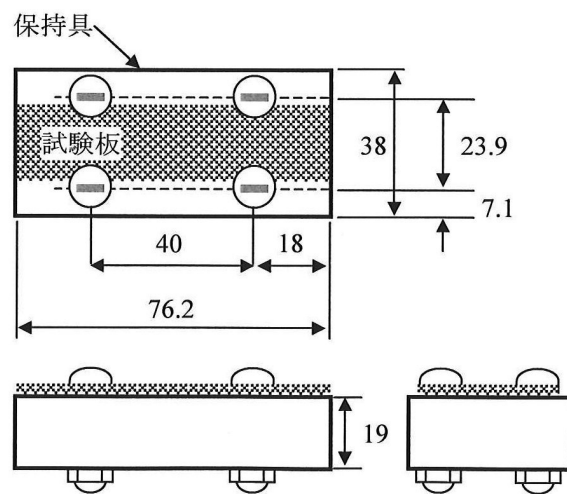


Fig. 3.1 Holder and test piece for archeight measurement.

本実験では、アルメンストリップ N 片を使用した。この試験板は、 $76 \times 19 \times 0.8\text{mm}$ 程度の SUP3 相当の板であり、焼入れ焼戻しにより 46~50HRC に調整されたものである。所定のショットピーニングの後、アークハイト値を測定した。

3.2.4 SCM420 ガス浸炭材の残留応力測定

市販の SCM420 を $\phi 12 \times 48\text{mm}$ に機械加工し、1203K で 10.8ks のガス浸炭処理と 9.0ks の拡散処理を実施した後、1103K(1.8ks 保持)から油焼入れ、焼戻し(453K \times 5.4ks)を行なった。この試験片の表面のマイクロ組織を Fig.3.2, ビッカース硬さ分布を Fig. 3.3 に示す。この試験片の外周部をショットピーニングの被加工面として用いた。なおビッカース硬さの測定について、表層付近は小さい圧痕で評価するため 0.98N, 深部は 2.94N で測定した。

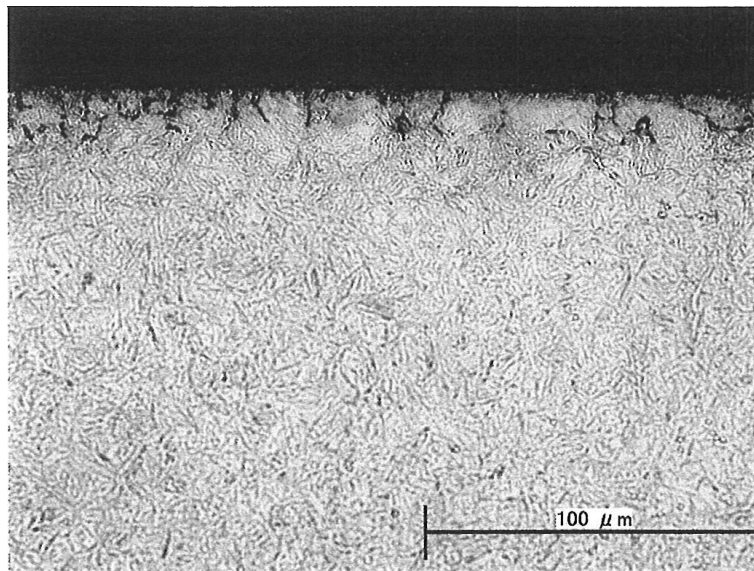


Fig. 3.2 Cross-sectional microstructure of carburized JIS-SCM420 workpiece.

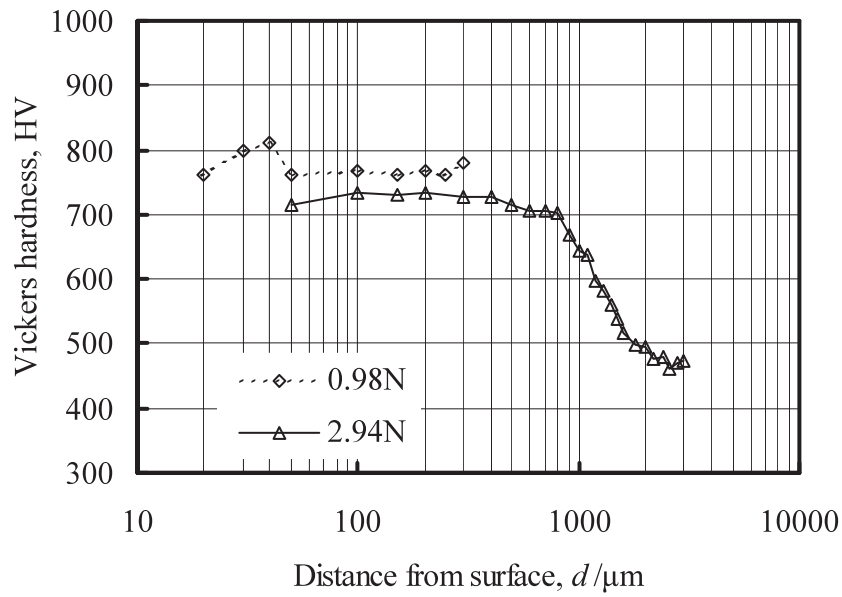


Fig. 3.3 Vickers hardness distribution of workpiece surface in thickness direction.

ショットピーニング後の被加工材の中心高さ部で残留応力を測定した。残留応力の測定は、X線回折による並傾法(Ψ 一定法)により実施した。特性X線をCrK α 線とし、測定方向は試験片の軸方向とした。測定面積は約7×7mmで他の部位はビニールテープでマスクングした。また、電解研磨により表層を除去し、ショットピーニングした最表面から深さ方向の残留応力分布を測定した。

3.3 実験結果

3.3.1 アークハイト値に及ぼす投射圧および投射材種類の影響

FeCrB および粉末ハイスを投射材とし、3水準の投射圧で測定したアークハイト値を Fig. 3.4 に示す。両投射材ともに投射圧の増加にともないアークハイト値も増加する傾向が見られるが、いずれの投射圧においても粉末ハイスと比較し、FeCrB 投射材をショットピーニングしたものが高いアークハイト値を示している。このように、広い投射圧範囲にわたり、高硬度を有する FeCrB 投射材は粉末ハイス製投射材よりショットピーニング強度が高いことが明らかとなった。

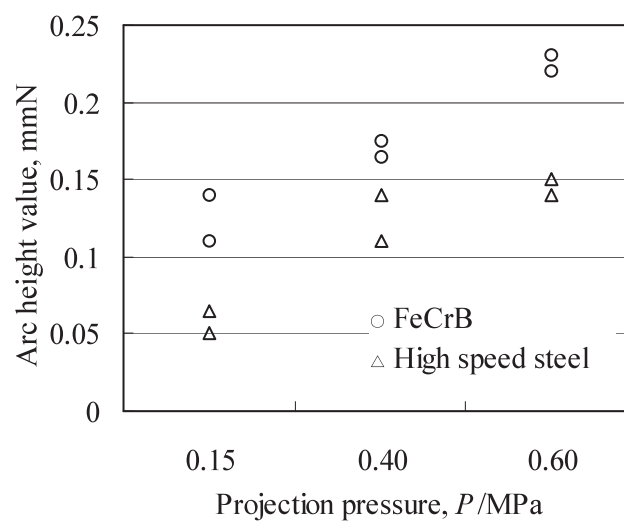


Fig. 3.4 Effect of projection pressure and shot peening media on arc height value.

3.3.2 SCM420 ガス浸炭材の残留応力分布に及ぼす投射圧および投射材種類の影響

3 水準の投射圧でショットピーニングした SCM420 ガス浸炭材の表面残留応力分布を Fig. 3.5(a)~(c)に示す。いずれの投射圧においても、FeCrB 投射材をショットピーニングした試験片は大きい最大圧縮残留応力が得られるとともに、深い分布が得られた。FeCrB 投射材は 0.15MPa の低い投射圧でも 1300 MPa の最大圧縮残留応力が試験片に付与できしており、0.40, 0.60MPa の投射での最大圧縮残留応力はさらに高い値となった。なお、0.60MPa の投射では 0.40MPa での投射よりも深い残留応力分布が得られている。一方、粉末ハイス投射材を用いた試験片の最大圧縮残留応力は、0.15MPa の投射で 1050 MPa, 0.60MPa の投射でも 1220 MPa に留まった。

Fig. 3.6 に FeCrB を 0.15MPa で投射した試験片と粉末ハイスを 0.60MPa で投射した試験片の残留応力分布の比較を示す。最大圧縮残留応力値および分布の深さともに 0.15MPa で FeCrB 投射材をショットピーニングした試験片のほうが大きいことがわかる。このように、高硬度を有する FeCrB 投射材を用いることにより、投射圧を下げたショットピーニングでも、従来の投射材と同等以上の残留応力分布を試験片に与えられることが明らかとなった。また、両投射材を用い各投射圧でのショットピーニングで付与できた最大圧縮残留応力値の比較を Fig. 3.7 に示す。

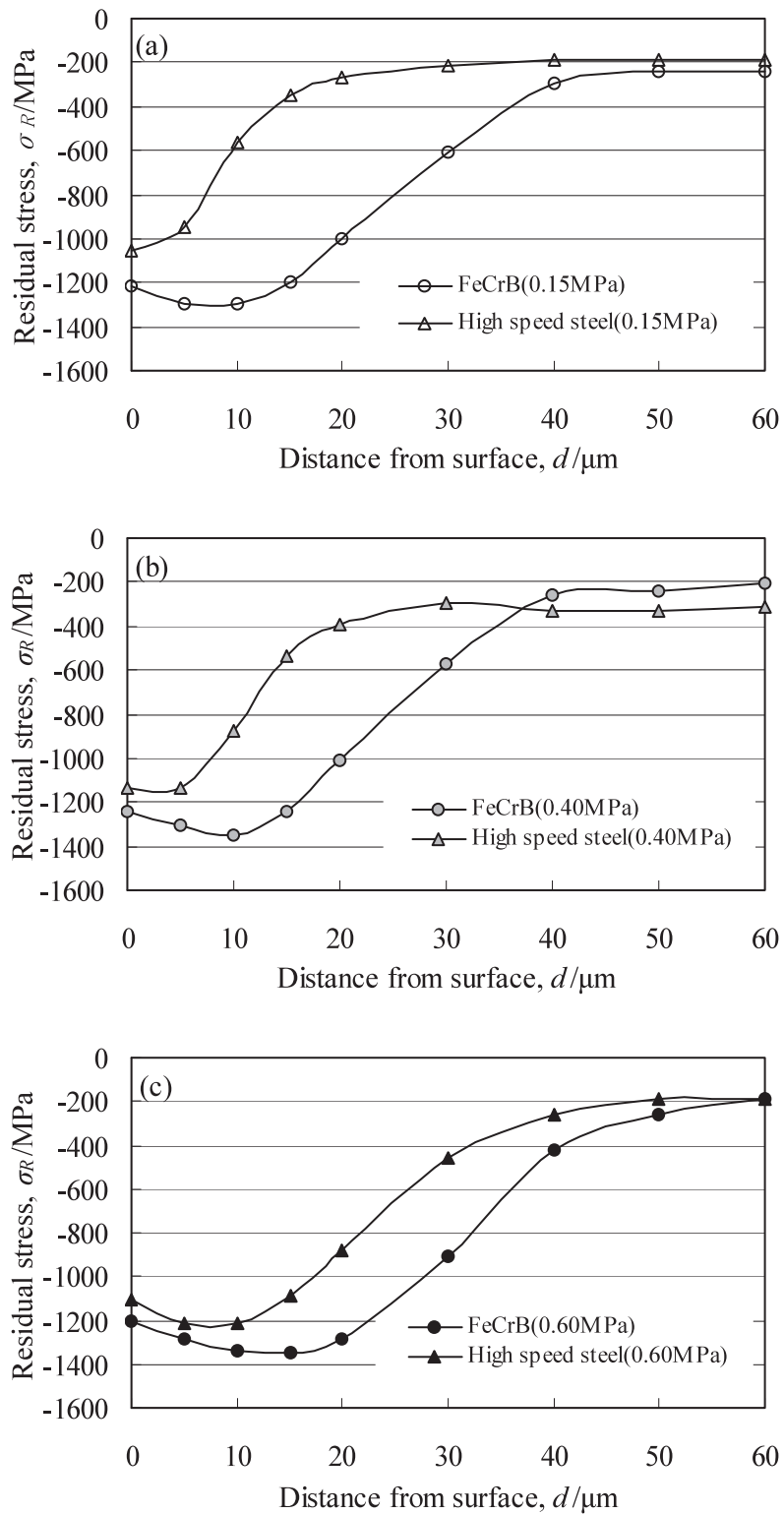


Fig. 3.5 Residual stress distribution in thickness direction of workpiece surface peened with various pressure. Projection pressure are (a)0.15MPa, (b)0.40MPa and (c)0.60MPa.

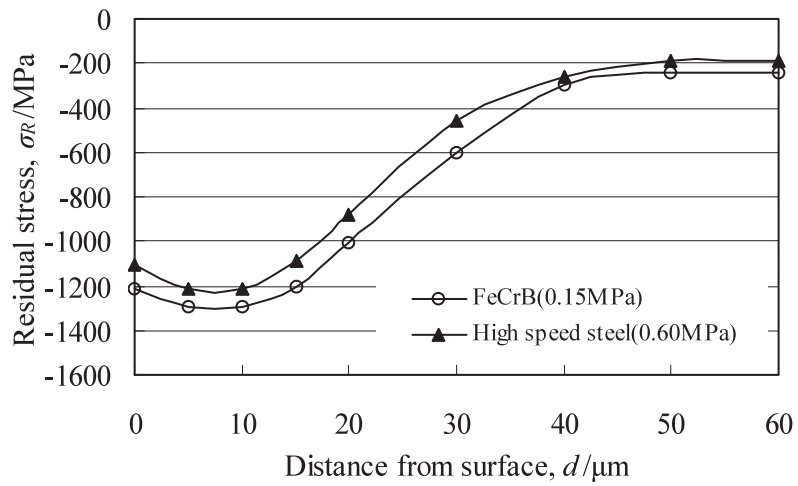


Fig. 3.6 Residual stress distribution of workpiece surface peened by FeCrB media with low projection pressure and by high speed steel media with high projection pressure.

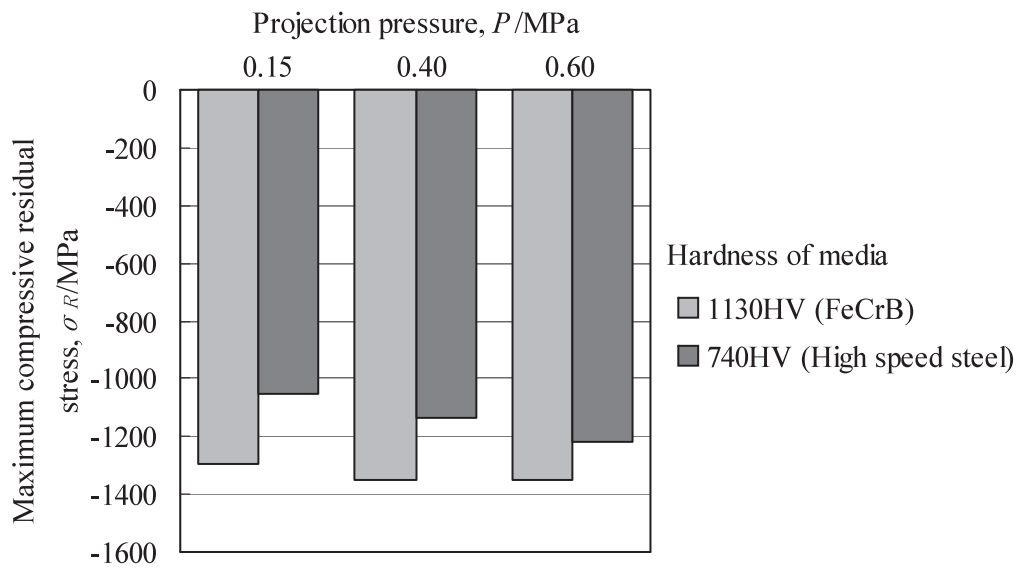


Fig. 3.7 Maximum compressive residual stress by using FeCrB or high speed steel media with various projection pressures.

3.4 考察

投射圧を3水準に変化させ、被加工材にSCM420ガス浸炭材を用いた本実験において、高硬度を有するFeCrB投射材は粉末ハイス製投射材より高い圧縮残留応力が被加工材に付与できた。以下では、本実験条件を用いOgawaらの理論²⁾から予測される最大圧縮残留応力値と実験値を比較し検討する。

Ogawaらの報告と同様に、 $\alpha = 0.15$ 、 $\beta = 1.0$ 、 $\nu_1 = \nu_2 = 0.3$ および $E_1 = 206000$ と仮定し、 ρ および H は測定値を用いた。FeCrB投射材の E_2 には熱間静水圧プレス(HIP)により固化成形し測定した値(290000MPa)、粉末ハイス製投射材の E_2 には汎用のSKH40の粉末冶金材の値(227000MPa)を用いた。被加工材の降伏応力 σ_s は、表面硬さ H_{sur} (760HV)から式(1-3)により算出した。また本予測には、投射材が塑性変形することを考慮した式(1-2)を用いる。

予測式には投射速度が必要であるが、本実験で用いたショットピーニング装置には投射速度計は付属されていない。そこでOgawaらにより提案⁷⁾されている、吸引式エアタイプ投射装置において投射圧から投射速度を予測する式(3-1)により、投射速度を見積もることとした。

$$V = K \cdot D^{-0.34} \cdot \rho^{-0.48} \cdot (p + p_b)^{0.69} \quad (3-1)$$

ここで、 K は定数、 V は投射速度($m \cdot s^{-1}$)、 D は投射粒子径(mm)、 ρ は投射材密度($Mg \cdot m^{-3}$)、 p は投射圧(MPa)、 p_b は大気圧(MPa)である。これらの因子を用いOgawaらの予測式(1-2)より被加工材に与えられる最大圧縮残留応力を算出した。

Fig. 3.8 に最大圧縮残留応力の予測値と実験値の比較を示す。図中の点線は、Ogawa らの報告⁷⁾で用いられている $K = 20.9$ を用いた予測値であり、絶対値に差異はあるものの実験値と傾きは同等である。一方、図中の実線は $K = 40$ と仮定したものであり、実験値とよく一致する。ここで、 K はショットピーニング装置に固有の定数であることが示唆されており、本実験に用いた装置では 40 に相当するものと考えられる。

以上のように、予測値と実験値にはよい一致が認められており、FeCrB 投射材により試験片に高い圧縮残留応力が与えられた要因は主に高硬度によるものと推察される。

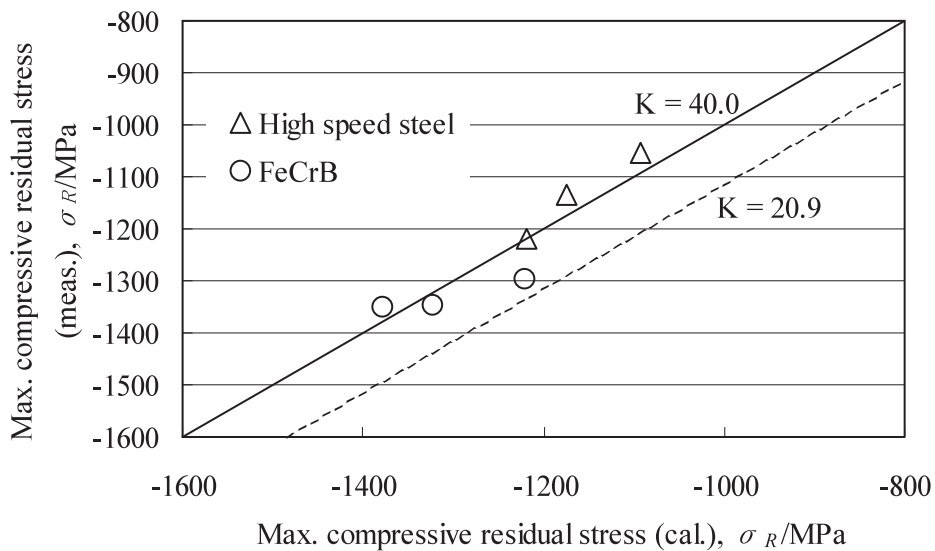


Fig. 3.8 Comparison of maximum compressive residual stress between measured value and calculated value by formula (1-2).

3.5 結言

本章では、1200HV 級の高硬度を有する FeCrB 投射材によるショットピーニング効果に及ぼす投射圧の影響を評価することを目的に、3 水準に投射圧を変化させ、アルメンストリップN片によるアークハイト値評価およびSCM420 ガス浸炭材へ付与される圧縮残留応力評価を行なった。また、粉末ハイス製投射材を比較とし、得られた実験値をOgawaらの理論により考察した。その結果、以下の知見が得られた。

- 1) FeCrB 投射材を用いることで、0.15～0.60MPa の範囲の投射圧において粉末ハイス製投射材より高いアークハイト値が得られる。
- 2) 0.15～0.60MPa の範囲の投射圧において、FeCrB 投射材は粉末ハイス製投射材よりSCM420 ガス浸炭材表面に大きな最大圧縮残留応力が付与できる。FeCrB 投射材を0.15MPa の低圧でショットピーニングした場合に被加工材に与えられる最大圧縮残留応力は、粉末ハイス製投射材を0.60MPa の高圧でショットピーニングした場合と同等以上であった。このことから、FeCrB 投射材を用いることで投射圧を下げる事が可能であり、ランニング使用時の電力消費を低く抑えることが可能であると考えられる。
- 3) FeCrB および粉末ハイス製投射材により得られたSCM420 ガス浸炭材表面の最大圧縮残留応力はOgawaらの式による予測値とよく一致する。このことから、FeCrB 投射材による高いショットピーニング効果は、主に投射材の高硬度によるものと考えられる。

参考文献

- 1) K. Ogawa and T. Asano: J. Soc. Mat. Sci., Japan 48(1999) 1360-1366.
- 2) K. Ogawa and T. Asano: Trans. of JSSR 48(2003) 31-38.
- 3) Y. Watanabe, N. Hasegawa and Y. Matsumura: J. Soc. Mat. Sci., Japan 44(1995) 110-115.
- 4) T. Ito, E. Nagashima, Y. Ishikawa and Y. Izawa: Trans. of JSSE 43(1998) 23-30.
- 5) D. Gowa, T. Tsuji, Y. Kobayashi and T. Ito: Sinto Technical Report 28(2010) 46-50.
- 6) 廣瀬正吉ら: ショットピーニング技術協会編, ショットピーニングの方法と効果 日刊工業新聞社 (1997) 112.
- 7) K. Ogawa, T. Asano, A. Saito, K. Kawamura, M. Ogino and H. Aihara: Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series C 60(1994) 1120-1125.

第4章

SCM420 ガス浸炭材の表面性状および疲労特性に及ぼす FeCrB 投射材を用いた一段ショットピーニングの影響

4.1 緒言

ショットピーニングにより得られる最も重要な効果のひとつは疲労強度の向上である。疲労強度には様々な材料因子が影響するが、Ando は疲労強度の高い材料を得るために以下の3つの指針を提案している¹⁾。

- 1) 材料の硬さは可能な限り大きくする
- 2) 可能な限り大きく、かつ深い圧縮残留応力を導入する
- 3) 結晶粒径を可能な限り小さくする

ショットピーニングは、上記1)および2)が簡便に得られる手法であり、ショットピーニング後の被加工材表面硬さや残留応力分布により疲労強度を予測する方法も過去に多く提案されている²⁻⁴⁾。式(4-1)²⁾および式(4-2)³⁾はその一例である。これらの予測式は実験条件によるものの、基本的に被加工材表面に高硬度、高圧縮残留応力を与えるショットピーニング条件により、高い疲労強度が得られることを示唆している。

$$\sigma_w = 0.3891 \times (\sigma_Y + \sigma_{r_{\max}}) \quad (4-1)$$

σ_w : 疲労強度, σ_Y : 被加工材の降伏応力, $\sigma_{r_{\max}}$: 被加工材の最大圧縮残留応力

$$\sigma_{w1} = 22.6 + 0.348HV_s + \frac{61.3}{\sqrt{Dan + R_{\max}}} + 3.79 \Sigma^{50} \quad (4-2)$$

σ_{w1} : 表面破壊する条件における疲労強度, HV_s : 被加工材の表面硬さ

Dan : 浸炭異常層深さ, R_{\max} : 被加工材の表面粗さ

Σ^{50} : 被加工材表面の $50 \mu m$ までの圧縮残留応力の積分値

第3章において、1200HV級の高硬度を有するFeCrB投射材を用いることで、被加工材に大きな最大圧縮残留応力が付与できるを明らかにした。また高硬度投射材を用いることで、被加工材表面は大きく塑性変形することが予想され、加工硬化量も大きくなると考えられる。これらのことから、FeCrB投射材を用いることで、大きな疲労強度向上が期待される。そこで本章では、SCM420ガス浸炭材にFeCrB投射材をショットピーニングし、その表面性状と疲労特性を明らかにすることを目的とした。

4.2 実験方法

4.2.1 投射材、被加工材および微粒子ショットピーニング

FeCrB投射材と比較として用いた粉末ハイス製投射材、および被加工材として用いたSCM420ガス浸炭材の熱処理条件は第3章で用いたものと同様である。また、投射装置および投射圧以外のショットピーニング条件も第3章と同様であり、投射圧は0.60MPaで実施した。

4.2.2 被加工材の評価

被加工材の表面観察，表面粗さ測定，硬さ分布測定，残留応力分布測定は，Fig. 4.1 に示す平行部が $\phi 8\text{mm}$ の回転曲げ疲労試験片の中央部で行なった．表面観察には SEM(日本電子製 JSM-6490LV)を用いた．表面粗さは粗さ計(東京精密製 Surfcom)で軸方向に測定した算術平均粗さ(Ra,粗さ曲線からの算出法を式(4-3)に示す)により評価した．硬さ分布は試験片の断面を樹脂埋め，研磨し，ビッカース硬さ計にて測定荷重 0.98 および 2.94N にて測定した．残留応力分布は第 3 章と同様の方法で実施した．

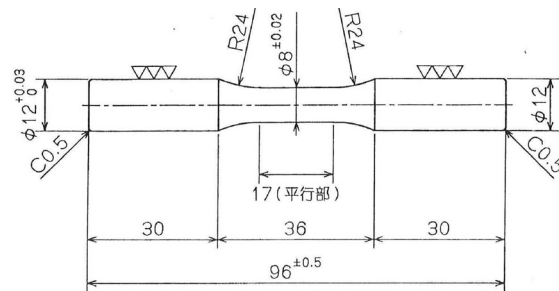


Fig. 4.1 Test specimen of peened surface evaluation.

$$\text{Ra} = \frac{1}{l} \int_0^l |f(x)| dx \quad (4-3)$$

Ra : 算術平均粗さ， l : 基準長さ， **f(x)** : 粗さ曲線(基準長さ間の平均値がゼロ)

被加工材の疲労特性は，Fig. 4.2 に示す形状係数 $\alpha=1.96$ の試験片を用い，小野式回転曲げ疲労試験にて実施した．また，試験後の破面を SEM にて観察した．

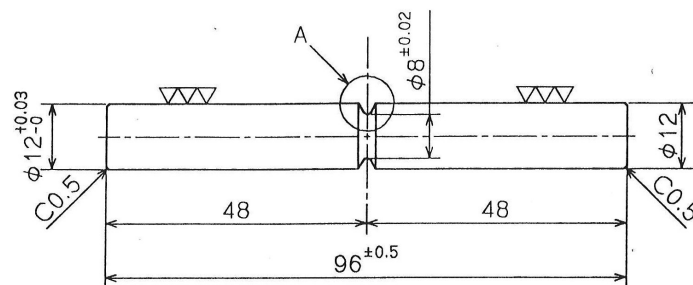


Fig. 4.2 Shape of Ono-type rotating bending test specimen.

4.3 実験結果

4.3.1 被加工材の表面分析

FeCrB 投射材, 粉末ハイス製投射材をショットピーニングした被加工材(本章では FCB-SP 材, HSSP-SP 材とする)およびショットピーニング前の被加工材(本章では Non-SP 材とする)の表面性状を Fig. 4.3 に示す. Non-SP 材の表面が比較的滑らかであるのに対し, ショットピーニング後の被加工材の表面には直径が数十 μm 程度の窪みが見られる. FCB-SP 材の表面粗さは Ra(算術平均粗さ)= $0.7\mu\text{m}$, HSSP-SP 材は Ra= $0.4\mu\text{m}$ であった. Fig. 4.4 に被加工材表面の圧縮残留応力分布を示す. Non-SP 材に対し, ショットピーニング後の被加工材は表面に圧縮残留応力が付与され, FCB-SP 材は HSSP-SP 材と比較し, 最表面の圧縮残留応力の絶対値が 110MPa , 最大圧縮残留応力の絶対値が 40MPa 大きくなった. また, FCB-SP 材の圧縮残留応力は HSSP-SP 材より約 $10\mu\text{m}$ 深く付与されていることがわかった. Fig. 4.5 に表面硬さ分布を示す. Non-SP 材と比較し, ショットピーニング後の被加工材は表面硬化していることが確認できた. FCB-SP 材の最表面近傍における硬度は, HSSP-SP 材と比較し 60HV の向上が認められた.

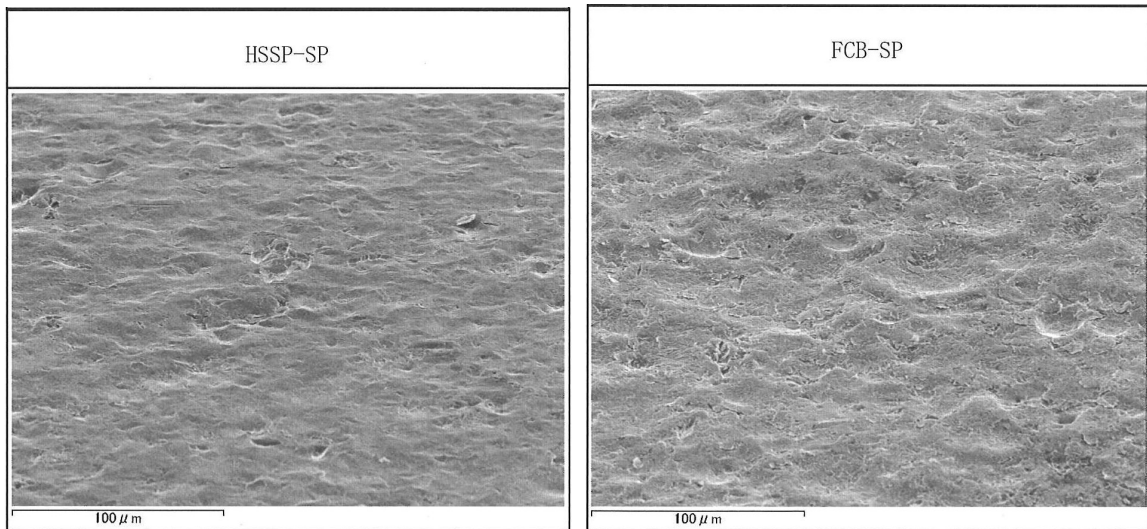
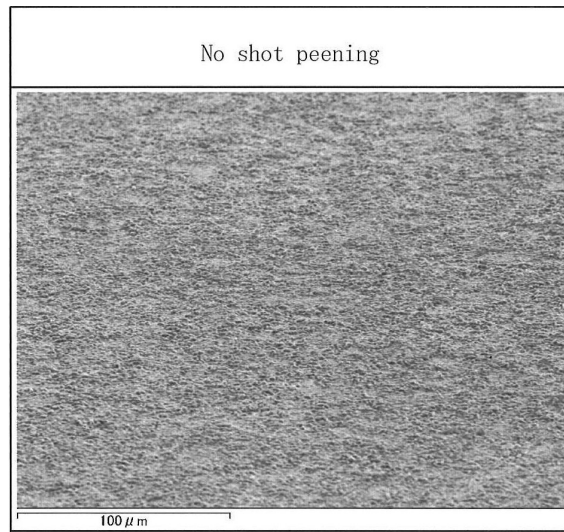


Fig. 4.3 SEM images of carburized JIS-SCM420 surface with and without shot peening.

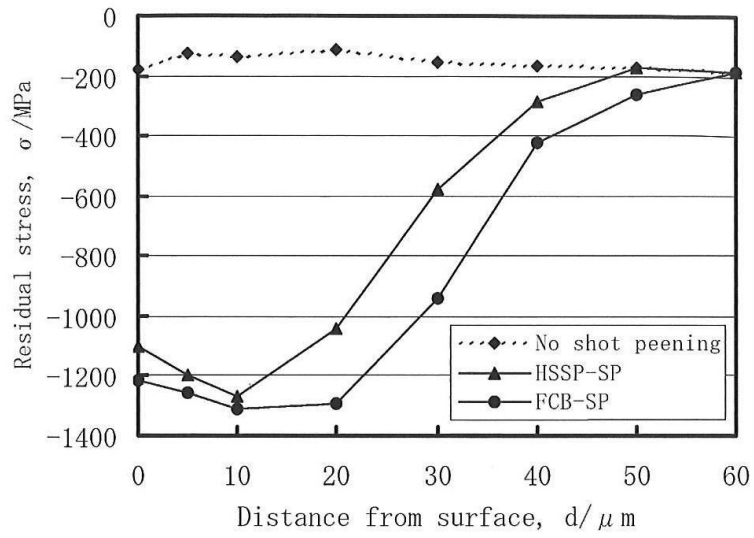


Fig. 4.4 Distribution of residual stress on specimen surfaces in thickness direction.

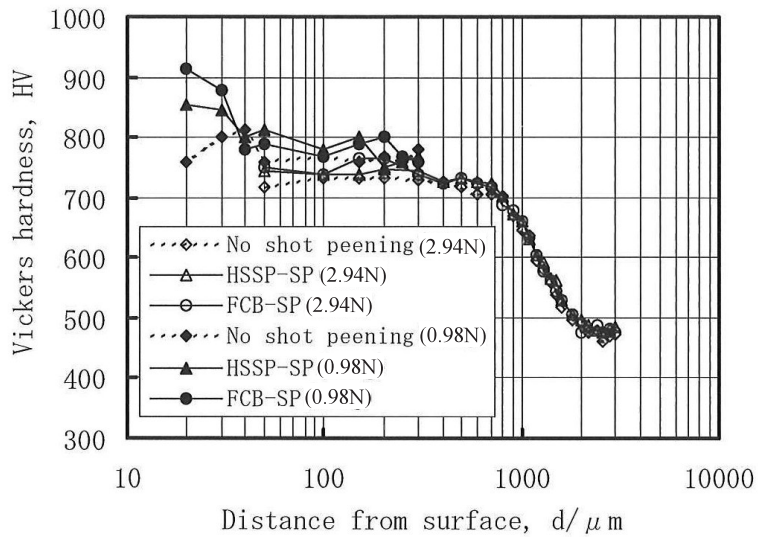


Fig. 4.5 Distribution of Vickers hardness in thickness direction.

() means load in hardness measurement.

4.3.2 被加工材の疲労特性

Fig. 4.6 に回転曲げ疲労試験結果を示す. Non-SP 材に対し, ショットピーニング後の被加工材は疲労強度の向上が認められ, FCB-SP 材の疲労強度は, HSSP-SP 材より約 100MPa 向上することがわかった.

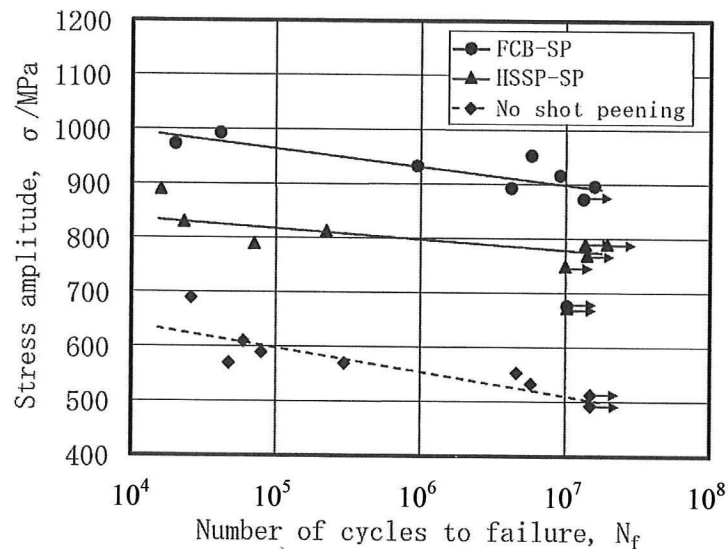


Fig. 4.6 Effect of shot peening on fatigue strength.

4.4 疲労強度向上に関する考察

Fig. 4.7 に FCB-SP 材, HSSP-SP 材および Non-SP 材の高サイクル, 低サイクルで破断した回転曲げ疲労試験後の試験片破面を示す. HSSP-SP 材および Non-SP 材の起点は高サイクル, 低サイクルともに表面であり, 起点部に介在物は認められなかった. FCB-SP 材は最も低サイクルで破断した負荷応力 975MPa の試験片の起点は表面であり, 起点部に介在物は認められなかった. 一方, 他の負荷応力の試験片の大半は内部起点であり, いずれも表面から 30~60 μm の位置に認められた. これら起点部には, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MgO-CaO}$ 系介在物が認められるものもあった. このように FCB-SP 材は, 高硬度, 高密度を有す

る FeCrB 投射材でショットピーニングされたことにより，最表面部が著しく強化され破壊起点が最表面から内部へ移ったものと推察される．このように，FCB-SP 材は大きな表面圧縮残留応力が付与され，高い表面硬さとなり，最表面が著しく強化された結果，疲労強度が大きく向上したものと考えられる．

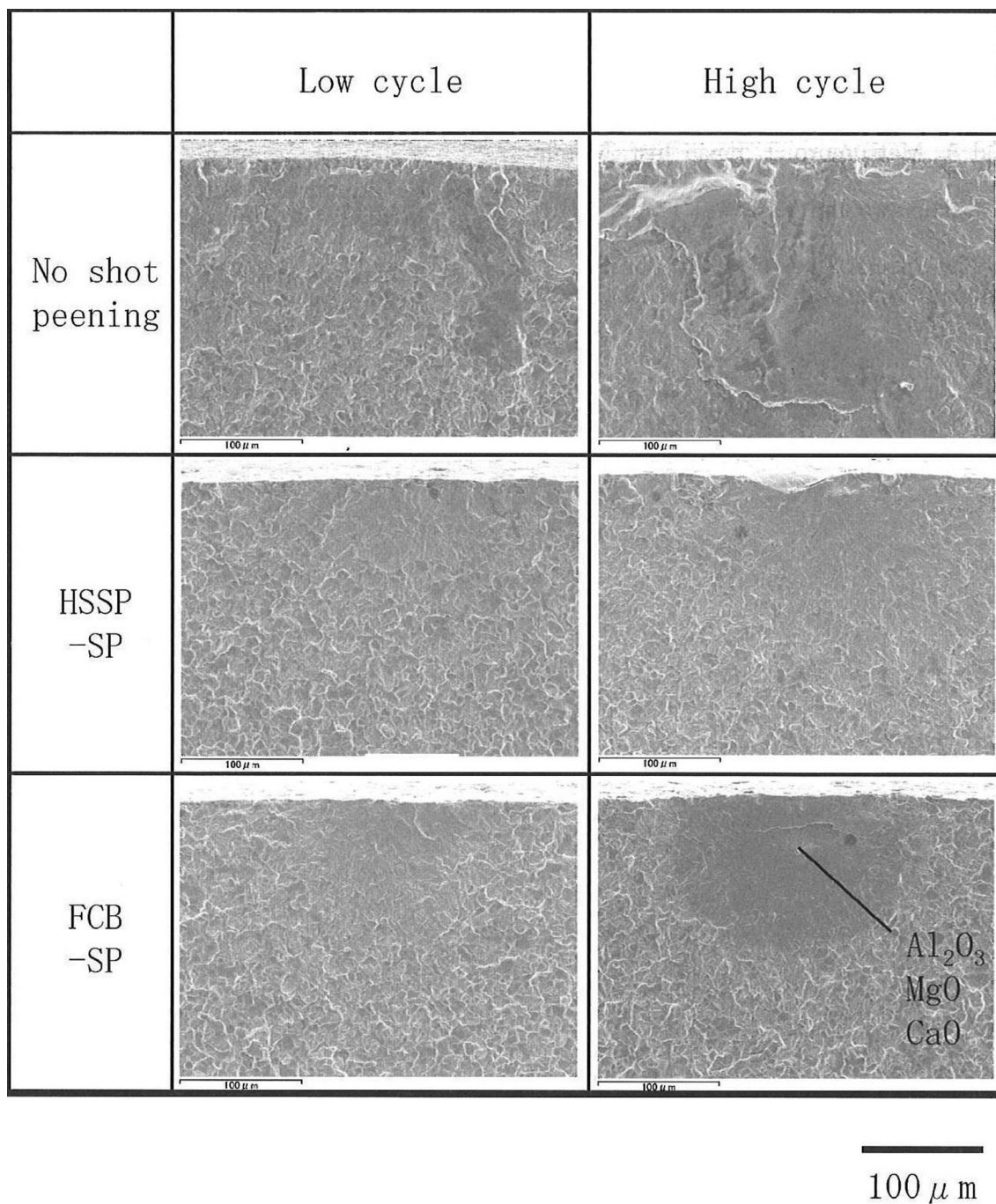


Fig. 4.7 Fracture origins of rotating bending fatigue specimens.

4.5 結言

本章では、1200HV 級の高硬度を有する FeCrB 投射材を用いたショットピーニングによる、被加工材の表面性状および疲労特性を明らかにすることを目的に、SCM420 ガス浸炭材へのショットピーニングを実施し、その試験片について評価した。その結果、以下の知見が得られた。

- 1) FeCrB 投射材をショットピーニングした被加工材の表面粗さは $Ra=0.7\mu\text{m}$ であり、粉末ハイス製投射材をショットピーニングした場合の $0.4\mu\text{m}$ よりわずかに大きい値となった。
- 2) FeCrB 投射材をショットピーニングすることにより、粉末ハイス製投射材をショットピーニングした被加工材より、最表面で 110MPa、最大値で 40MPa 大きい圧縮残留応力が得られた。さらに、FeCrB 投射材をショットピーニングした被加工材のほうが、 $10\mu\text{m}$ 程度深い残留応力分布となった。
- 3) FeCrB 投射材をショットピーニングした被加工材の最表面近傍のビッカース硬さは、粉末ハイス製投射材をショットピーニングした場合より 60HV 大きい値となった。
- 4) FeCrB 投射材をショットピーニングした被加工材は、粉末ハイス製投射材をショットピーニングした場合より、約 100MPa 高い疲労強度を示した。試験後の破面観察の結果、FeCrB 投射材をショットピーニングした被加工材の多くは破壊起点が最表面ではなく内部となっていた。このことから、高硬度を有する FeCrB 投射材によるショットピーニングにより、被加工材の最表面が著しく強化され疲労強度が向上したと考えられる。

参考文献

- 1) K. Ando: Materials science & technology 75(2005) 980-983.
- 2) K. Matsui, M. Koshimune, K. Takahashi and K. Ando: Trans. of JSSE 55(2010) 7-12.
- 3) S. Hisamatsu, T. Kanazawa and J. Kawasaki: Shot Peening Technology 4(1992) 39-44.
- 4) M. Mitsubayashi, T. Miyata and H. Aihara: Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A 61(1995) 1172-1178.

第 5 章

SCM420 ガス浸炭材の疲労特性に及ぼす FeCrB 投射材を用いた二段ショットピーニングの影響

5.1 緒言

φ 0.1mm 程度の比較的小さい投射材を用いる微粒子ショットピーニング(本章では FPB(Fine Particle Bombarding Process)とする)の重要な利用法のひとつとして、二段ショットピーニング(本章では DSP(Double Shot Peening)とする)がある。これは、φ 1mm 程度の比較的大きな投射材を用いる通常のショットピーニング(本章では HSP(Heavy Particle Shot Peening)とする)を施した後、さらに FPB を施す処理であり、自動車用部品などにも適用されている^{1,2)}。一般にショットピーニングに用いる投射材の粒径は、主に被加工材に付与される圧縮残留応力分布の深さに影響することが知られており、過去に多くの実験結果や最大圧縮残留応力が付与される深さに関する予測式が報告されている^{3,4)}。

Y.F.Al-Obaid らの報告³⁾では Fig. 5.1 に模式図を示すように、鋼球が母材に接触した際に及ぼす塑性変形領域の深さが、鋼球の半径と圧痕の窪み深さにより、式(5-1)で示されるとしている。したがって、ショットピーニングに用いる投射材の粒径が大きい場合、被加工材表面における塑性変形領域が深くなると考えられ、その直下の領域に導入される圧縮残留応力も深くなると予想される。

また、Y.F.Al-Obaid らの方法から、速度をもつ粒子の衝突に拡張するとともにカバレッジ(投射材の衝突による圧痕の被加工材表面の被覆率)を考慮した実験結果と合わせた Watanabe らの報告⁴⁾では、塑性変形領域の深さは式(5-2)で示される。

さらに、Ogawa らは Hertz の弾性接触論から計算される相当応力が最大になる深さにおいて最大圧縮残留応力が得られると考え、式(5-3)を提案³⁾している。

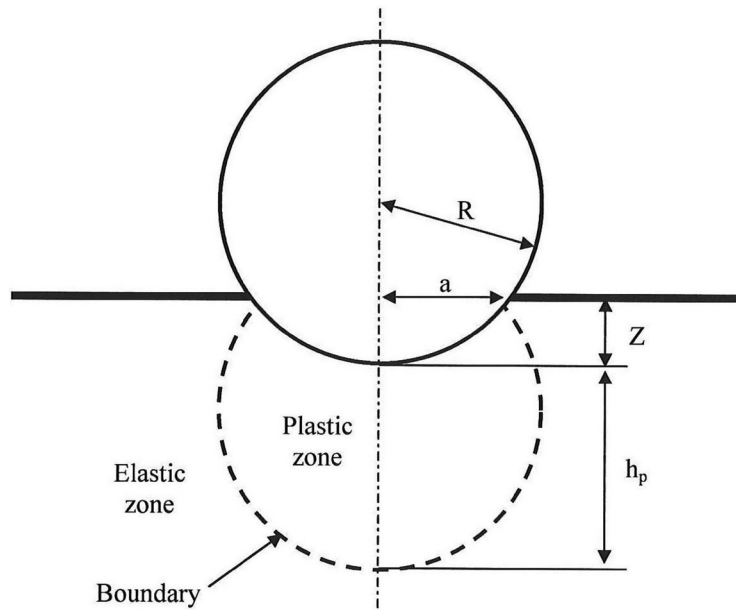


Fig. 5.1 Schematic diagram of elastic-plastic boundary below the contact zone⁵⁾.

$$\frac{h_p}{R} = k \sqrt{\frac{Z}{R}} \quad (5-1)$$

h_p : 塑性変形領域の深さ, R : 鋼球半径, Z : 圧痕の窪み深さ, k : 定数

$$\frac{h_p}{R} = \left\{ 24.68 \left(\frac{\rho v^2}{\bar{P}} \right)^{\frac{3}{4}} - 16.0 \left(\frac{\rho v^2}{\bar{P}} \right)^{\frac{2}{4}} + 4.58 \left(\frac{\rho v^2}{\bar{P}} \right)^{\frac{1}{4}} \right\} (C \times 10^{-2})^{\frac{3}{10}} \quad (5-2)$$

h_p : 塑性変形領域の深さ, R : 投射材半径, ρ : 投射材密度

v : 投射材の衝突前の速度, \bar{P} : 投射材に対する抵抗として働く平均圧力

C : カバレッジ

$$d_{r\max}^{\text{th}} = 0.316\rho^{\frac{1}{5}}DE^{*\frac{-1}{5}}V^{\frac{2}{5}} \quad (5-3)$$

$d_{r\max}^{\text{th}}$: 圧縮残留応力が最大となる深さ, ρ : 投射材密度, D : 投射材直径

E^* : 等価弾性率, V : 投射材速度

これらの式は全て、投射材の粒径が大きくなるにしたがい、付与される圧縮残留応力がショットピーニング面から深い部位になることを示している。したがって、粒径の異なる投射材を連続してショットピーニングする DSP は、ショットピーニング面直下の浅い部位から、比較的深い部位まで広い深さ範囲にわたり圧縮残留応力が付与することができる。

式(4-2)に示したように、被加工材の最大圧縮残留応力だけでなく圧縮残留応力の深さ方向の積分値の増加により疲労強度が向上することが示唆されている⁶⁾。したがって、DSP による深い残留応力分布は疲労強度の改善に大きく寄与すると考えられる。しかしながら、DSP の二段目に高硬度な微粒子投射材を用いる場合の被加工材の圧縮残留応力や疲労強度への影響に関する研究は十分ではない。そこで本章では、SCM420 ガス浸炭材の被加工材に、一段目として $\phi 0.8\text{mm}$ の鋳鋼製投射材を HSP した後、二段目として $\phi 0.1\text{mm}$ の FeCrB 投射材を FPB する DSP を実施し、その表面性状と疲労特性を明らかにすることを目的とした。

5.2 実験方法

5.2.1 投射材および被加工材

HSP 用投射材として市販の $\phi 0.8\text{mm}$ 鋳鋼製投射材を用いた。FPB 用投射材には第 4 章と同様の方法で作製した FeCrB 投射材($\phi 0.1\text{mm}$)と市販の粉末ハイス製投射材(SKH40 相

当, $\phi 0.1\text{mm}$, 比較投射材)を用いた. これら投射材の平均粒径, ビッカース硬さおよびガス置換法による密度を Table 5.1 に示す. なお, $\phi 0.8\text{mm}$ 鋳鋼製投射材の平均粒径はデジタルノギス, $\phi 0.1\text{mmFeCrB}$ 投射材および粉末ハイス製投射材の平均粒径はレーザー回折法によりそれぞれ測定した. $\phi 0.1\text{mmFeCrB}$ 投射材のビッカース硬さは 1130 HV であり, $\phi 0.8\text{mm}$ 鋳鋼製投射材の 720 HV および $\phi 0.1\text{mm}$ 粉末ハイス製投射材の 740 HV と比較し高い硬さを有している.

被加工材には第 4 章と同様の SCM420 ガス浸炭材を用いた.

Table 5.1 Mean diameter, Vickers hardness and density of shot peening media.

| Material | Mean diameter, d/mm | Vickers hardness, HV | Density, $\rho/\text{Mg}\cdot\text{m}^{-3}$ |
|------------------|---------------------------------|---------------------------|--|
| Cast steel | 0.75 | 720 | 7.8 |
| FeCrB | 0.08 | 1130 | 7.4 |
| High speed steel | 0.08 | 740 | 8.1 |

5.2.2 通常ショットピーニング(HSP)および微粒子ショットピーニング(FPB)

HSP には投射材循環型の吸引式エアタイプ投射装置(新東工業製 ABTI-STI)を用いた. 投射圧は 0.67MPa, 投射時間は 30s, 被加工材と投射ノズル先端の距離は 100mm とし, 被加工材はターンテーブルにより 15rpm で長手方向を軸とし回転させた. またノズルは被加工面に垂直に配置した.

FPB は, 投射装置および投射条件ともに, 第 4 章と同様で行なった.

まず, 各投射材により一段のみのショットピーニングを行い, 単独のショットピーニング効果を評価した. 次に, $\phi 0.8\text{mm}$ 鋳鋼製投射材による HSP を一段目, $\phi 0.1\text{mmFeCrB}$ 投射材および $\phi 0.1\text{mm}$ 粉末ハイス製投射材による FPB を二段目として DSP の効果を評価した. それぞれの試験片名と用いた投射材を Table 5.2 に示す.

Table 5.2 Sample code and media used for shot peening.

| Sample code | Primary media | Secondary media |
|-------------|------------------|------------------|
| Non-SP | — | — |
| FCB-FPB | FeCrB | — |
| HSSP-FPB | High speed steel | — |
| CS-HSP | Cast steel | — |
| FCB-DSP | Cast steel | FeCrB |
| HSSP-DSP | Cast steel | High speed steel |

5.2.3 被加工材の残留応力分布および疲労特性の評価

被加工材の表面残留応力分布および疲労特性を評価した。また，疲労試験後の破面を SEM にて観察した。いずれも第 4 章と同様の方法で実施した。

5.3 実験結果

5.3.1 一段ショットピーニング材の表面残留応力分布

Fig. 5.2 に各投射材を単独にショットピーニングした，FCB-FPB 材，HSSP-FPB 材および CS-HSP 材の表面残留応力分布を示す。φ 0.8 mm の粗粒子投射材を用いた CS-HSP 材の圧縮残留応力のピークは表面から約 100 μm の深さに見られた。これに対し，φ 0.1 mm の微粒子投射材を用いた FCB-FPB 材および HSSP-FPB 材はいずれも表面直下の約 10 μm の深さに圧縮残留応力のピークが見られた。また，2 種類の FPB 材を比較すると，HSSP-FPB 材より FCB-FPB 材は大きい最大圧縮残留応力値を示した。

ショットピーニングにより付与される残留応力分布に関するシミュレーションが過去に報告されているが^{3,4)}，これら報告では投射材の粒径が大きくなるに従い，圧縮残留応

力のピーク位置が深部になるとされており，本実験において，FPB 材の圧縮残留応力ピーク位置が HSP 材より浅くなった結果はこれらと一致する。

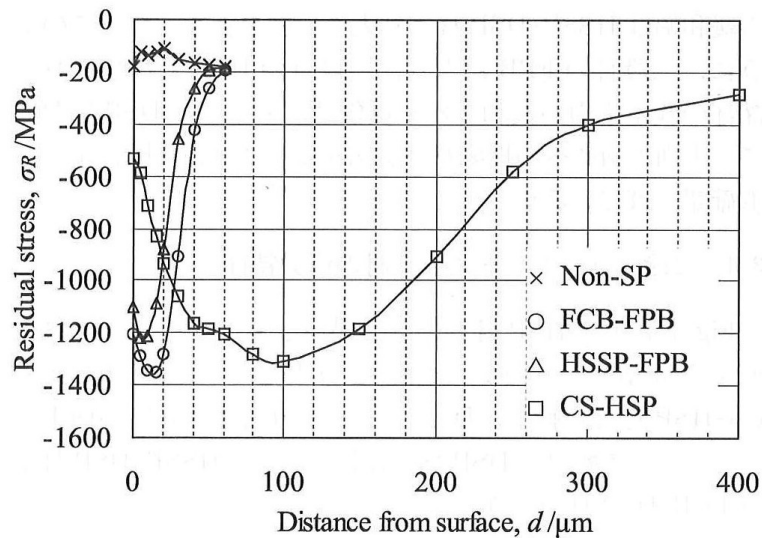


Fig. 5.2 Distribution of residual stress of JIS-SCM420

without shot peening and with single shot peening in thickness direction.

5.3.2 二段ショットピーニング材の表面残留応力分布

Fig. 5.3 に CS-HSP 材と二段ショットピーニングした FCB-DSP 材および HSSP-DSP 材の表面残留応力分布を示す。DSP 材はいずれも表面直下と深部の 2 つの位置に圧縮残留応力のピークが見られた。それぞれのピーク深さは，表面から約 $10 \mu\text{m}$ および約 $100 \mu\text{m}$ であり，FPB および HSP の単独処理により付与されるピーク位置とほぼ一致した。また，DSP 材の表面直下に見られる圧縮残留応力のピーク値は，HSSP-DSP 材と比較し，FCB-DSP 材のほうが約 170MPa 大きい値を示した。

第 3 章および第 4 章において，高硬度を有する FeCrB 投射材を SCM420 ガス浸炭材にショットピーニングすることにより高い最大圧縮残留応力が付与されることを明らかにしたが，本実験により二段ショットピーニングとして用いても表面直下に高い圧縮残留

応力が付与されることが確認された。

表面から $100\ \mu\text{m}$ よりも深部における圧縮残留応力は、主に一段目の HSP により付与されるが、二段目の FPB によりわずかに緩和される現象が見られた。更に、FCB-DSP 材の緩和幅は HSSP-DSP 材より大きい結果となった。このように、二段目の FPB により、一段目の HSP で付与された深部の残留応力が緩和される現象は、歯車への DSP において、歯面と歯底への投射バランスを変化させた実験によっても確認されている¹⁾。

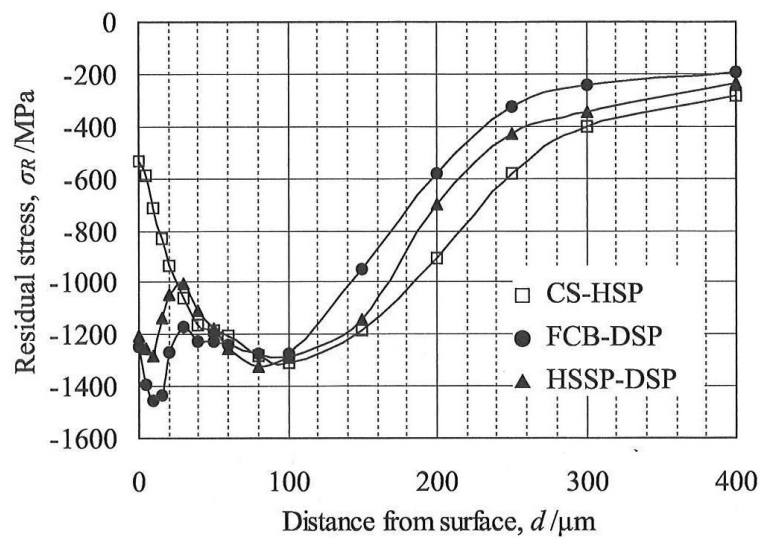


Fig. 5.3 Distribution of residual stress of JIS-SCM420

with heavy shot peening and double shot peening in thickness direction.

5.3.3 二段ショットピーニング材の疲労特性

Fig. 5.4 に CS-HSP 材および二段ショットピーニング材の疲労試験結果を示す。一段ショットピーニング材である CS-HSP 材と比較し、DSP 材はいずれも疲労強度が向上した。また、2 種類の DSP 材を比較すると、HSSP-DSP 材より FCB-DSP 材のほうが大きい疲労強度を示した。

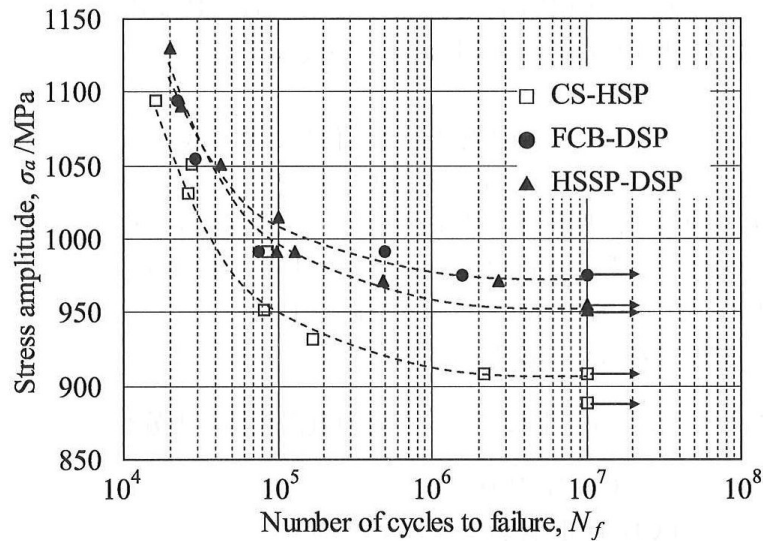


Fig. 5.4 Fatigue test results of JIS-SCM420 with heavy shot peening and double shot peening.

5.4 疲労強度と残留応力分布の相関に関する考察

ショットピーニング材の疲労強度は、表面の残留応力分布の積分値と相関があると報告されている^{6,7)}。これは、材料表面に結晶粒オーダーの微小き裂が発生、進展する疲労破壊の初期過程において、圧縮残留応力がき裂進展の抵抗となるためと考えられている。

Fig. 5.5 に各試験片の代表的な破面を示す。なお、Non-SP 材および一段ショットピーニング材についても併せて示す。FCB-FPB 材は表面から $60 \mu\text{m}$ 以下の内部起点、他は表面起点で破壊しており、いずれも表面もしくは表面直下に疲労破壊部が認められる。したがって、本実験においても疲労強度と残留応力分布の積分値には相関があると予測される。そこで、Fig. 5.6 に模式図を示すように各試験条件における残留応力積分値(S_T)を算出し、疲労強度との相関を検討した。この残留応力積分値は、各深さで測定した残留応力値に、測定した深さ間隔を乗じ合計したものをを用いた。なお、Non-SP 材においても、約 200MPa の圧縮残留応力が検出されたため、 200MPa 分の積分値は差し引いた。また、最表面から深さ $400 \mu\text{m}$ の位置で全ての試験片の圧縮残留応力値は約 200MPa と

なったため、積分範囲は最表面から深さ 400 μm までとした。なお、疲労強度には表面硬さ、表面粗度も影響することが報告されているが⁶⁾、本実験においてはこれらの影響は明確ではなかったため、以下では残留応力分布の積分値に着目し考察した。

S_T と疲労強度の関係を Fig. 5.7 に示す。 S_T と疲労強度には明確な相関は見られないが、FPB のみの試験片と、 $\phi 0.8\text{mm}$ 鋳鋼製投射材によるショットピーニングを施した HSP および DSP の試験片では挙動が異なり、粗粒子投射材と微粒子投射材により付与される圧縮残留応力では、疲労強度に及ぼす影響度が異なることが示唆される。

そこで次に、FPB と HSP の差異を明確にするため、Fig. 5.8 に模式図を示すように、主に FPB により付与される最表面から深さ 30 μm までの積分値(S_S)と、主に HSP により付与される表面からの深さ 30~400 μm の積分値(S_D)に分割し、それぞれを因子とし、疲労強度(σ_w)を重回帰分析した。その結果、式(5-4)に示す回帰式を得た。

$$\sigma_w = 10.59 \times S_S + 0.71 \times S_D + 507.2 \quad (5-4)$$

式(5-4)による計算値と実測した疲労強度は Fig. 5.9 に示すようによく一致する。ここで、 S_D の係数 0.71 に対し、 S_S の係数は 10.59 であり約 15 倍の差異がある。このことから、FPB により付与される表面直下の領域における圧縮残留応力は、HSP により付与される深部の圧縮残留応力より、疲労強度に及ぼす影響が著しく大きいと考えられる。

ショットピーニングにより付与された極表面層の圧縮残留応力は、き裂発生寿命を向上させる効果が高いと報告されている⁸⁾。疲労破壊の初期過程における微小き裂の発生と進展は、結晶粒サイズ程度のオーダーで起こるとされており^{9,10)}、本実験に用いた被加工材の結晶粒は、Fig. 5.10 に疲労試験後の粒界破面部を示すように数 μm 程度であることから、この過程は表面から数 μm 程度のオーダーの領域で起こるものと見積もられる。したがって、本実験でも FPB により付与された表面直下の圧縮残留応力は、微小き裂発生および進展の抵抗になったと考えられる。一方、HSP により付与された深部の圧縮残

留応力は主にき裂進展の抵抗となったと考えられる。このように、付与される圧縮残留応力の深さの差異により、疲労破壊に抵抗する効果が異なり、 S_s と S_D の係数が大きく異なったと推察される。

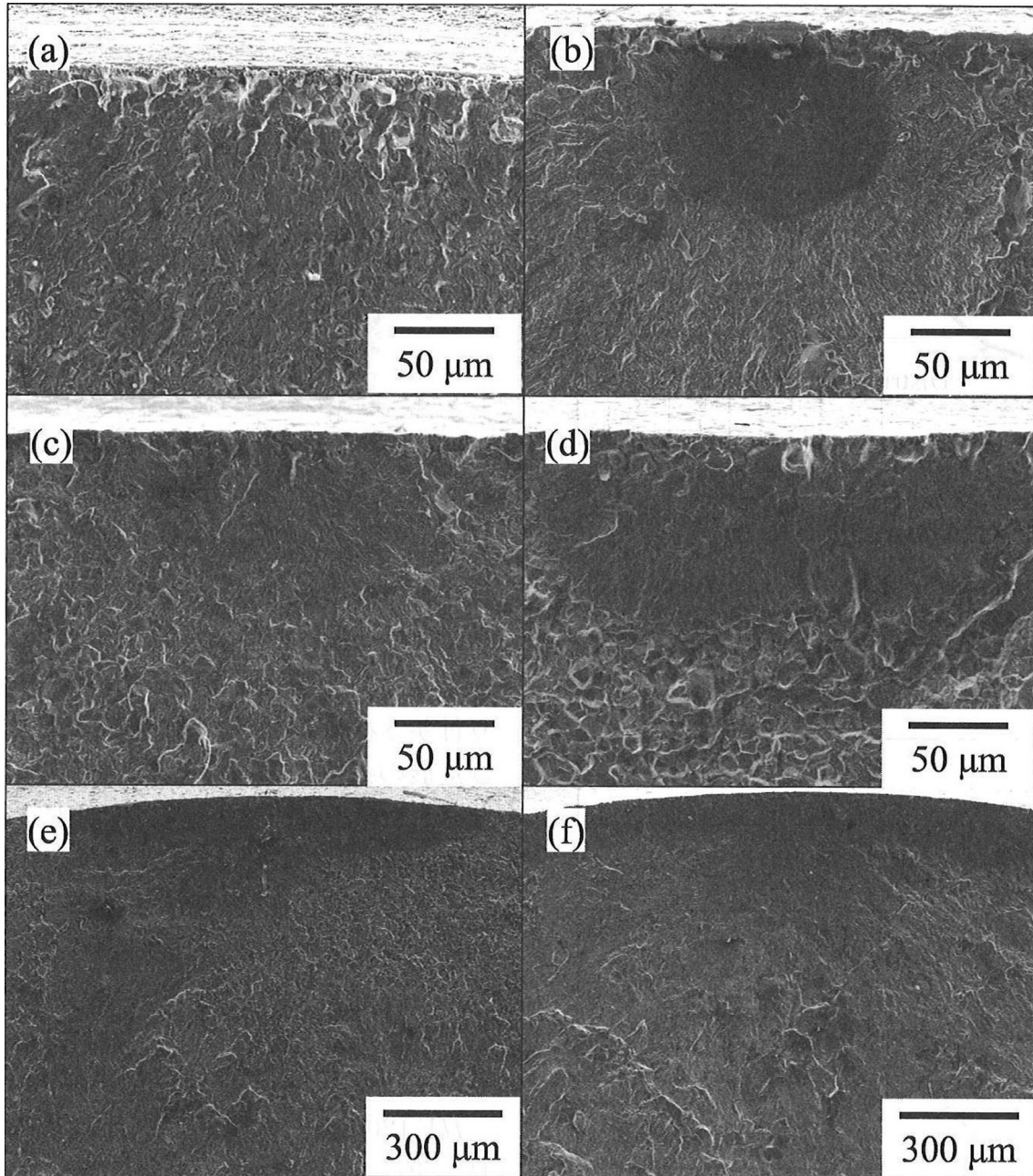


Fig. 5.5 Typical fracture origins after fatigue test of (a)Non-SP, (b)FCB-FPB, (c)HSSP-FPB, (d)CS-HSP, (e)FCB-DSP and (f)HSSP-DSP.

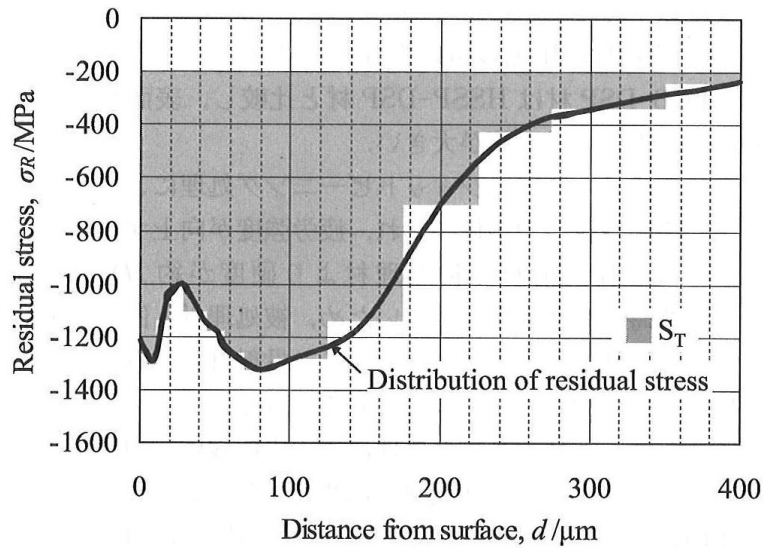


Fig. 5.6 Schematic diagram of S_T . S_T stands for integral value of compressive residual stress in the range from surface to 400 μm in depth.

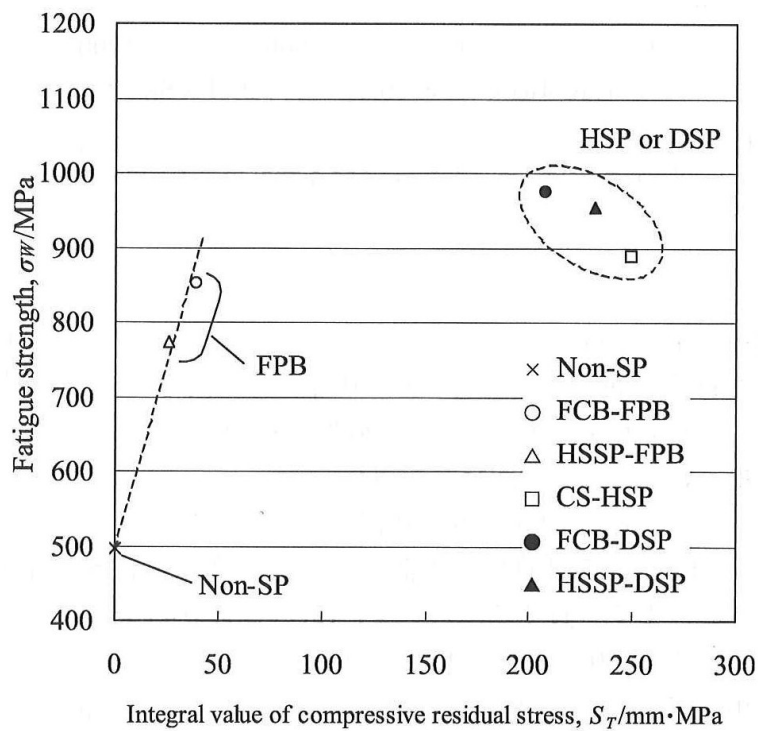


Fig. 5.7 Relationship between S_T and fatigue strength.

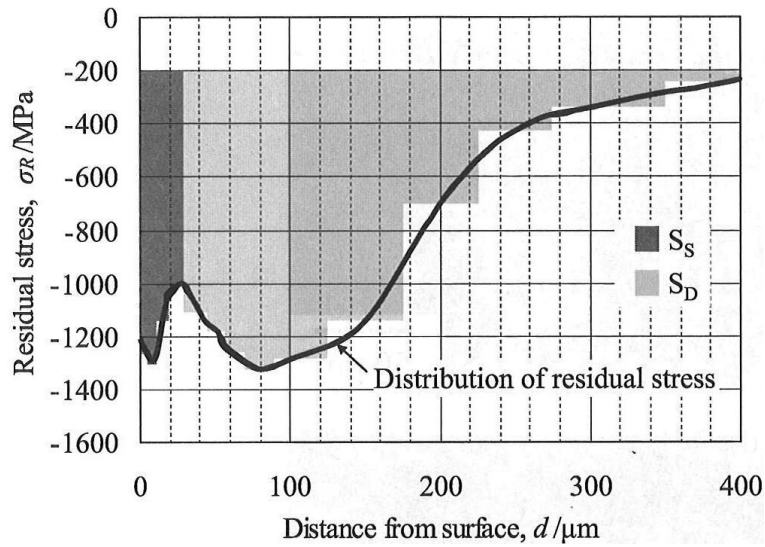


Fig. 5.8 Schematic diagram of S_S and S_D . S_S and S_D stand for integral value of compressive residual stress in the range from surface to 30 μm and from 30 to 400 μm in depth, respectively.

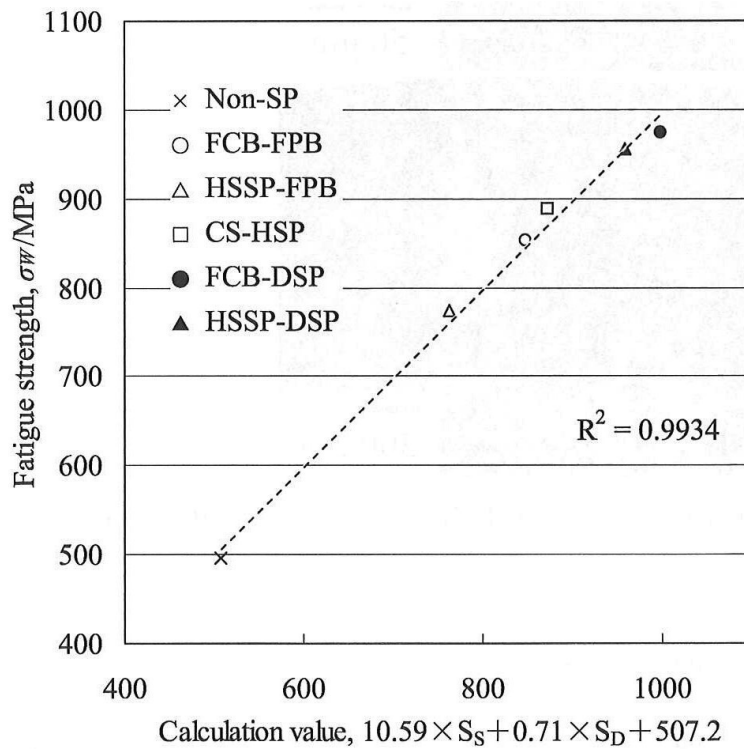


Fig. 5.9 Relationship between calculation value by linear multiple regression equation (5-4) and actual measurement value of fatigue strength by Ono-type rotating bending test.

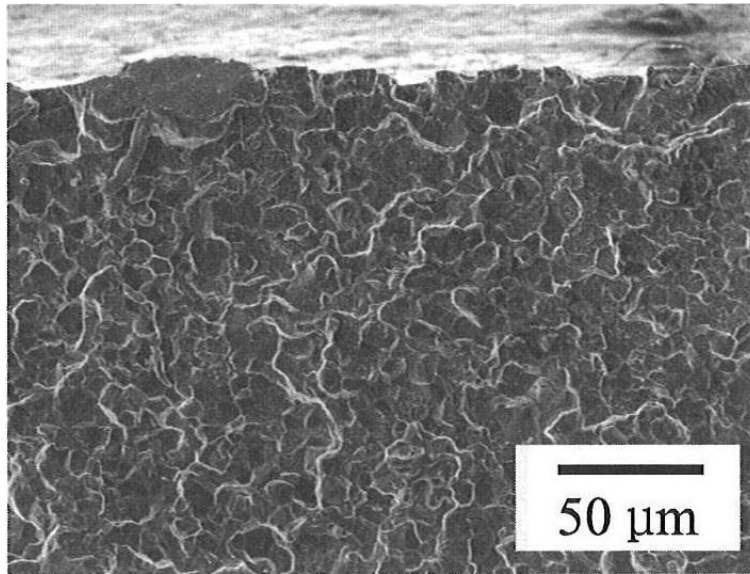


Fig. 5.10 Intergranular fracture surface in fatigue test specimen.

5.5 結言

1200HV 級の高硬度を有する微粒子 FeCrB 投射材を二段目に用いた DSP の効果を明らかにすることを目的とし、一段目に $\phi 0.8$ mm の鋳鋼製投射材、二段目に $\phi 0.1$ mm の FeCrB 投射材をショットピーニングした SCM420 ガス浸炭材の表面残留応力分布および疲労特性を評価、考察した結果、以下の知見が得られた。

- 1) DSP 材の圧縮残留応力分布には 2 つのピークが存在し、高硬度を有する FeCrB 投射材を二段目に用いた FCB-DSP 材は HSSP-DSP 材と比較し表面直下の圧縮残留応力のピーク値が大きい。
- 2) 二段目の FPB により表面直下に圧縮残留応力が付与され疲労強度が向上する。
- 3) ショットピーニングによる圧縮残留応力は、付与される位置により疲労強度向上に及ぼす効果が異なると考えられる。これは FPB により付与される表面直下の圧縮残留応力が、疲労破壊初期の微小き裂発生の抵抗となることが影響していると推察される。

したがって、二段目のFPBに高硬度 FeCrB 投射材を用いることは、疲労強度の大幅な向上に有効であることがわかった。

参考文献

- 1) M. Yoshizaki: Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series C 75(2009) 2191-2199.
- 2) K. Matsui, H. Eto, K. Yukitake, Y. Misaka and K. Ando: Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A 66(2000) 1878-1885.
- 3) K. Ogawa and T. Asano: J. Soc. Mat. Sci., Japan 48(1999) 1360-1366.
- 4) Y. Watanabe, N. Hasegawa and Y. Matsumura: J. Soc. Mat. Sci., Japan 44(1995) 110-115.
- 5) Y. F. Al-Obaid: J. Applied Mechanics 57(1990) 307.
- 6) S. Hisamatsu, T. Kanazawa and J. Kawasaki: Shot Peening Technology 4(1992) 39-44.
- 7) M. Mitsubayashi, T. Miyata and H. Aihara: Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A 61(1995) 1172-1178.
- 8) N. Egami, C. Kagaya, N. Inoue, H. Takeshita and H. Mizutani: Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A 66(2000) 1936-1942.
- 9) K. Tanaka, Y. Nakai and Y. Akiniwa: Tetsu-to-Haganē 79(1993) 908-919.
- 10) T. Hoshide and Y. Uematsu: J. Soc. Mat. Sci., Japan 59(2010) 89-95.

第6章

冷間工具鋼(SKD11 焼入焼戻材)の諸特性に及ぼす FeCrB 投射材を用いた微粒子ショットピーニングの影響

6.1 緒言

第3章から第5章では SCM420 ガス浸炭材を被加工材とした微粒子ショットピーニングについて検討してきた。これは、主に自動車に用いられるギヤやシャフトなどの高強度肌焼鋼を想定したものである。一方、微粒子ショットピーニングにおいて、高強度部品用肌焼鋼以外への重要な用途として各種の工具鋼への適用¹⁻³⁾がある。

各種工具鋼への微粒子ショットピーニングは既に多くの適用事例があり、様々な用途の金型寿命の改善が報告されている³⁾。工具鋼には熱間および冷間の2種類の用途があるが、特にC量の高い冷間工具鋼は高硬度を有していることから、十分なショットピーニング効果を得るためには、高硬度投射材を用いることが必要であると考えられる。また、冷間工具鋼では $10^3 \sim 10^5$ の低サイクル域における金型寿命の改善が大きな課題⁴⁾であるとともに、シャルピー衝撃値や耐摩耗性も必要とされる。

しかしながら、このような多様な必要特性に対し、高硬度投射材を用いた微粒子ショットピーニングの影響についての検討は十分ではない。そこで本章では、冷間工具鋼の諸特性に及ぼす FeCrB 投射材による微粒子ショットピーニングの影響を明らかにすることを目的とした。

6.2 実験方法

6.2.1 投射材，被加工材および微粒子ショットピーニング

FeCrB 投射材と比較として用いた粉末ハイス製投射材は第 4 章と同様である。被加工材には市販の SKD11 を用いた。1303K で 1.8ks 保持した後，空冷し焼入れを行なった。その後，773K×3.6ks(空冷)の焼戻しを 2 回実施した。ロックウェル硬さを測定したところ 61HRC であった。なお，表面近傍で測定したビッカース硬さは 770HV であった。

この SKD11 に FeCrB 投射材および粉末ハイス製投射材を微粒子ショットピーニングし諸特性の評価に用いた。投射装置および投射条件は第 4 章と同様である。

なお本章では，FeCrB 投射材および粉末ハイス製投射材を微粒子ショットピーニングした被加工材をそれぞれ FCB-SP 材および HSSP-SP 材とし，ショットピーニング前の被加工材を Non-SP 材とする。

6.2.2 被加工材の評価

被加工材の表面観察，表面粗さ測定，硬さ分布測定，残留応力分布測定は，Fig. 4.1 に示した平行部が $\phi 8\text{mm}$ の回転曲げ疲労試験片の中央部で行なった。評価条件は第 4 章と同様である。

被加工材の疲労特性は Fig. 4.1 に示した平行部が $\phi 8\text{mm}$ の回転曲げ疲労試験片を用い，小野式回転曲げ疲労試験にて実施した。また，試験後の破面を SEM にて観察した。

シャルピー衝撃値は 10R-C ノッチとし，ノッチ面にショットピーニングを行った試験片を用いて評価した。Fig. 6.1 にシャルピー衝撃試験片の模式図を示す。

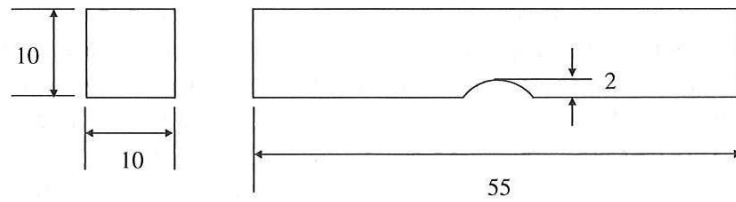


Fig. 6.1 Shape of 10R-C notched specimen for Charpy impact test.

耐摩耗性は大越式摩耗試験機(東京試験機製作所製 OAT-U)にて実施した。試験の模式図を Fig. 6.2⁵⁾に示す。この試験では Fig. 6.2 に示すように直径 $2r$ 、厚さ B の相手リングを平面試験片に押し付けて摩擦する。相手リングが表面より h の深さまで摩耗したときの摩耗痕の幅を b 、荷重を P とし、その時の接触面積を S 、接触圧力を p とした場合、Fig. 6.2 に斜線の半月形で示す摩耗体積 W は、 $b \ll 2r$ の条件において式(6-1)で算出される。また、一般に二つの固体が圧力 p 、面積 S で接触し微小距離 $d\ell$ だけ滑るときの微小摩耗量 dW は式(6-2)で表される。ここで、 W_s は被摩耗材料の相手材料に対する摩耗特性を表す比例定数であり比摩耗量と呼ばれ、大越式摩耗試験における評価項目となる。大越式摩耗試験において、最終荷重 P_0 、摩擦距離 ℓ_0 、摩耗痕幅 b_0 における比摩耗量は式(6-3)により算出される⁵⁾。

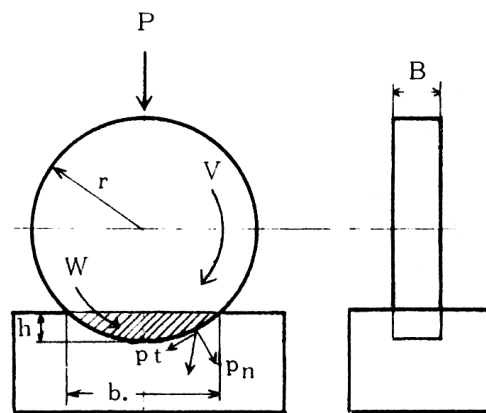


Fig. 6.2 Schematic diagram of Ohgoshi-type abrasion test.

本実験では相手リングとして 90HRB の SCM420 を用い、最終荷重 61.8 N、摩擦距離 200 m、摩擦速度を $0.054\sim 2.38 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ の範囲で変化させて比摩耗量を評価した。

$$W \approx \frac{Bb^3}{12r} \quad (6-1)$$

$$dW = W_s \cdot p \cdot Sdl \quad (6-2)$$

$$W_s = \frac{Bbo^3}{8r \cdot Po \cdot lo} \quad (6-3)$$

6.3 実験結果および考察

6.3.1 表面観察，表面粗さおよび表面硬さ分布

被加工材表面の SEM 像を Fig. 6.3 に示す。研磨仕上げした Non-SP 材の表面は滑らかであり、研磨方向に浅い線状の研磨痕が見られる程度である。これに対し、ショットピーニングした被加工材の表面には投射材との衝突によりできた微細なディンプルが見られる。Non-SP 材，HSSP-SP 材，FCB-SP 材の表面粗さ(Ra)はそれぞれ 0.1, 0.4, 0.6 μm であった。

表面硬さ分布を Fig. 6.4 に示す。最表面から 50 μm までは荷重 0.25N、60~100 μm の範囲は 0.49N で測定した。最表面から 10 μm の位置におけるビッカース硬度は、Non-SP 材が 770 HV、HSSP-SP 材が 830 HV、FCB-SP 材が 930 HV であった。ショットピーニングにより表面硬さの上昇が見られ、さらに、1130 HV の高硬度を有する FeCrB 投射材をショットピーニングした FCB-SP 材の表面硬さは、HSSP-SP 材の表面硬さより 100 HV 大きくなった。

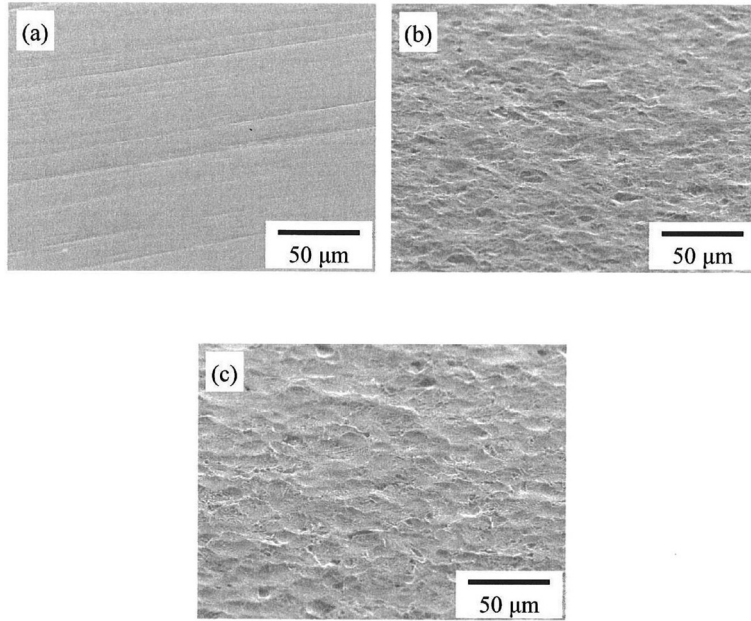


Fig. 6.3 Surface observations of (a)Non-SP, (b)HSSP-SP and (c)FCB-SP by SEM.

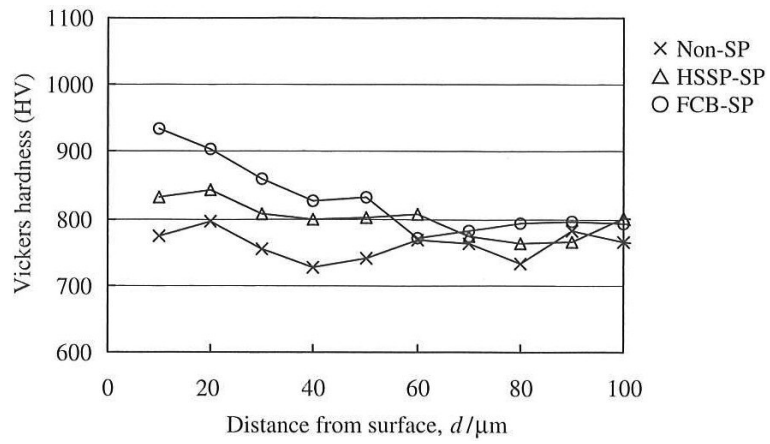


Fig. 6.4 Distribution of Vickers hardness in depth.

6.3.2 残留応力分布

被加工材の表面残留応力分布を Fig. 6.5 に示す. Non-SP 材の最表面には 600 MPa の浅い圧縮残留応力が確認されたが, これは仕上げ研磨の影響であると考えられる. 一方, ショットピーニングした被加工材には最表面から約 30 μm の深さにかけて圧縮残留応力が見られた. FCB-SP 材の最表面の圧縮残留応力は 1270 MPa であり, HSSP-SP の最表面の圧縮残留応力 1080 MPa と比較し 190 MPa 大きくなった. これは, FeCrB 投射材の硬さが 1130 HV と被加工材の表面硬さ 770 HV と比較し大幅に高いことから, ショットピーニングにおける両者の衝突時に FeCrB 投射材が塑性変形しにくく, 粉末ハイス製投射材を用いた場合と比較し大きな圧縮残留応力が被加工材に付与できたものと考えられる. また, 残留応力が 1000 MPa となる表面からの距離は, HSSP-SP 材と比較し, FCB-SP 材は約 15 μm 深くなった.

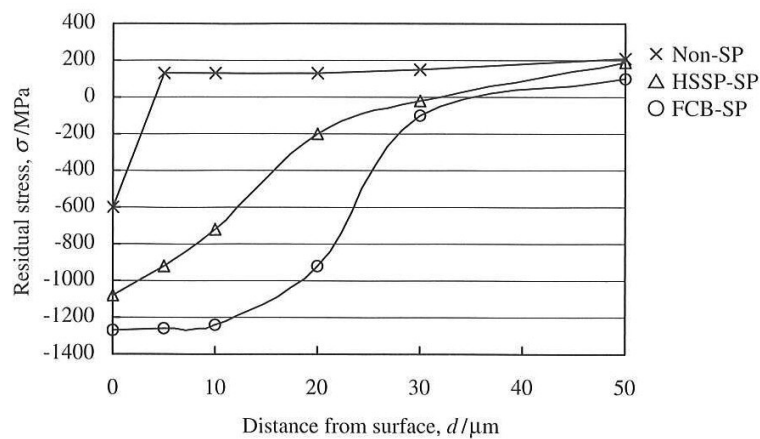


Fig. 6.5 Distribution of residual stress in depth.

6.3.3 疲労特性

1) Non-SP 材の疲労特性

疲労試験結果を Fig. 6.6 に示す. 800 MPa 以下の低い負荷条件における破断までの繰返し数は, いずれの被加工材でも大きな差異は見られず, 疲労強度もほぼ同等であったが, 900 MPa 以上の負荷条件においては, Non-SP 材のサイクル数が, ショットピーニングした被加工材の約 1/10 に減少した. Non-SP 材の起点の位置と負荷応力の関係を Fig. 6.7 に示す. 800 MPa 以下の負荷応力条件では, 負荷応力の減少と共に起点の位置が急激に深くなる傾向が見られた. また, 900 MPa 以上では表面から約 10 μm の位置でほぼ一定となった.

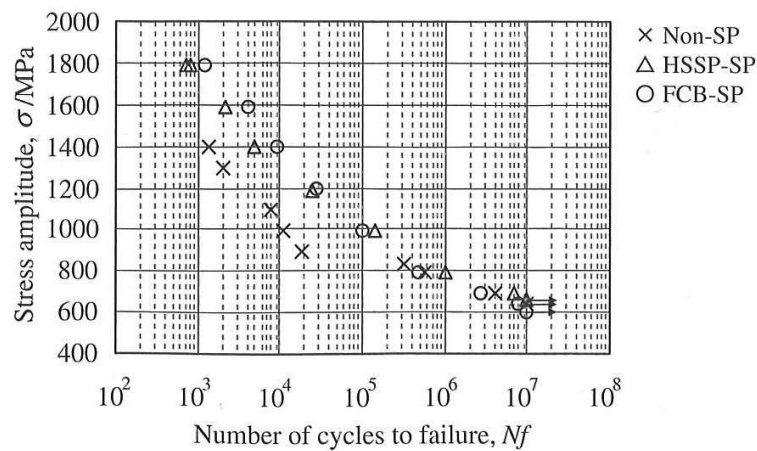


Fig. 6.6 Fatigue test results of JIS-SKD11 before and after shot peening.

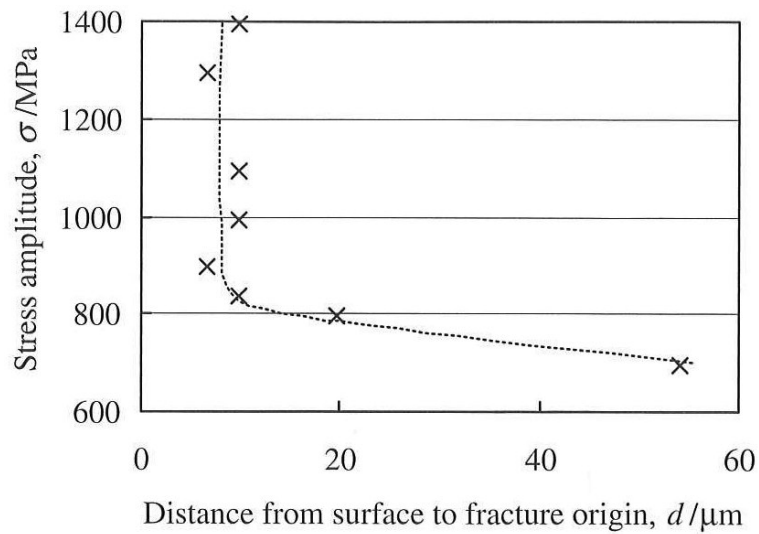


Fig. 6.7 Relationship between the distance from the surface to fracture origins of Non-SP and stress amplitude.

Non-SP 材の表面には Fig. 6.5 に示した通り，最表面の極めて浅い部位にのみ残留応力が付与されているため，比較的低い 900 MPa 以上の負荷条件で表面近傍が疲労破壊の起点となったと考えられる．なお，今回使用した被加工材である SKD11 には，マイクロ組織を Fig. 6.8 に示す通り，大きいもので約 20 μm の炭化物が存在しており，Non-SP 材の 900 MPa 以上の負荷条件における起点は，主に表面直下に存在するこの約 20 μm の炭化物であった．例として負荷条件が 700 および 1400 MPa における破断試験片の破壊起点を Fig. 6.9 に示す．このように，Non-SP 材における 900 MPa 以上の負荷条件でのサイクル数の極端な減少は，表層の圧縮残留応力が浅く，小さいため，負荷応力の増加に伴い起点発生位置が表面直下へ変化することによるものと考えられる．

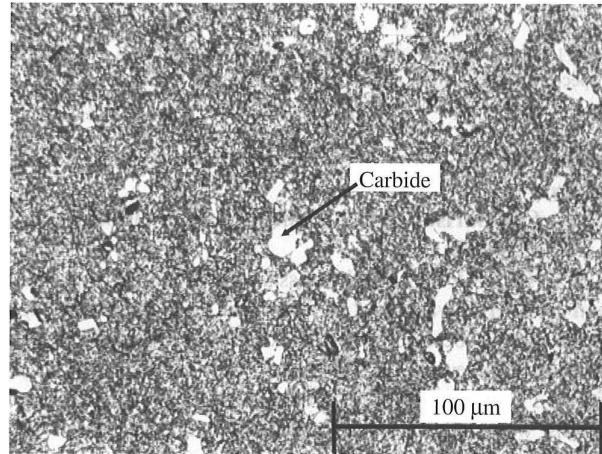


Fig. 6.8 Microstructure of JIS-SKD11 as workpiece.

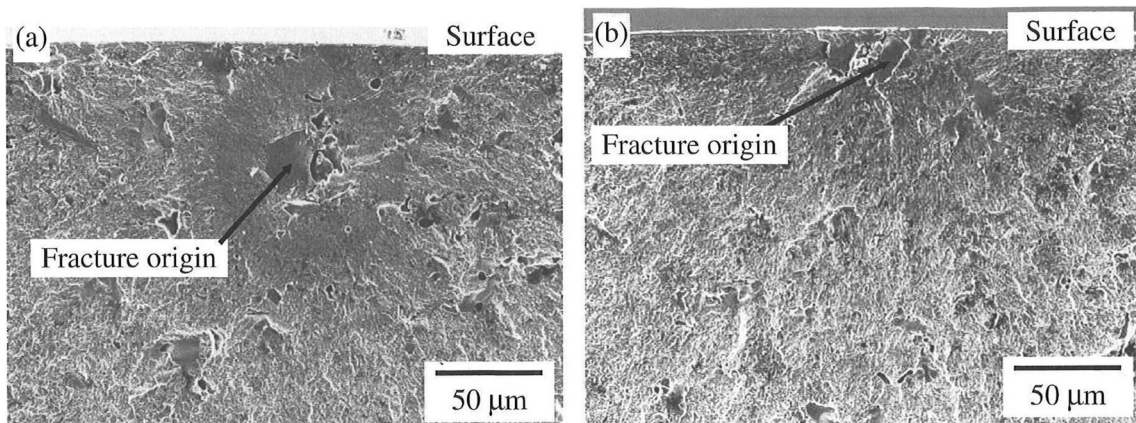


Fig. 6.9 Fracture origins of Non-SP after fatigue test
in stress amplitude with (a)700 and (b)1400 MPa.

2)HSSP-SP 材および FCB-SP 材の疲労特性比較

HSSP-SP 材と FCB-SP 材を比較すると、1200 MPa 以下の負荷条件では大きな差異は見られないが、1400 MPa 以上の高負荷条件では、FCB-SP 材のサイクル数は HSSP-SP 材の約 2 倍となった。疲労試験後の破面において、起点が認められた深さの範囲を Fig. 6.10 に示す。HSSP-SP 材の起点位置は 20 μm 、FCB-SP 材の起点位置は 30 μm より深い位置でそれぞれ発生していることがわかる。これは、Fig. 6.5 に示した残留応力分布において、HSSP-SP 材と FCB-SP 材の圧縮残留応力が 200 MPa となる位置にほぼ一致する。したがって、ショットピーニングによる表面近傍の 200 MPa 以上の圧縮残留応力が起点発生への抵抗となっていることが示唆される。

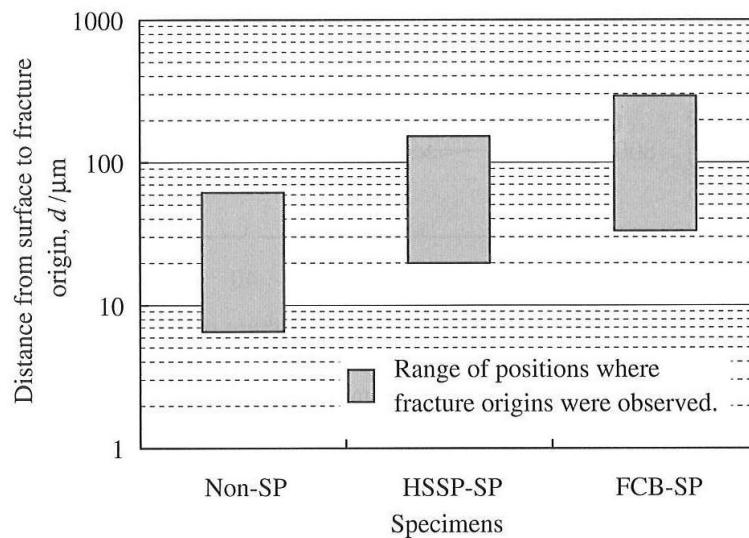


Fig. 6.10 Ranges of positions where fracture origins were observed in specimens after fatigue test.

6.3.4 シャルピー衝撃値および耐摩耗性

シャルピー衝撃値を Fig. 6.11 に示す. 試験は $n=3$ で実施した. ショットピーニングした被加工材は Non-SP 材より高いシャルピー衝撃値を示した. さらに, FCB-SP 材のシャルピー衝撃値は最も高い値となり, Non-SP 材より 8.6%, HSSP-SP 材より 5.2%向上した.

次に大越式摩耗試験結果を Fig. 6.12 に示す. 摩擦速度 $0.1 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ 以上の条件では, いずれの被加工材とも比摩耗量に大きな差異は見られないが, 本実験において最も低い摩擦速度である $0.054 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ においては, Non-SP 材よりもショットピーニングを施した被加工材の比摩耗量が低い値となった. さらに, FCB-SP 材は HSSP-SP 材より低い比摩耗量となり, 最も耐摩耗性に優れた.

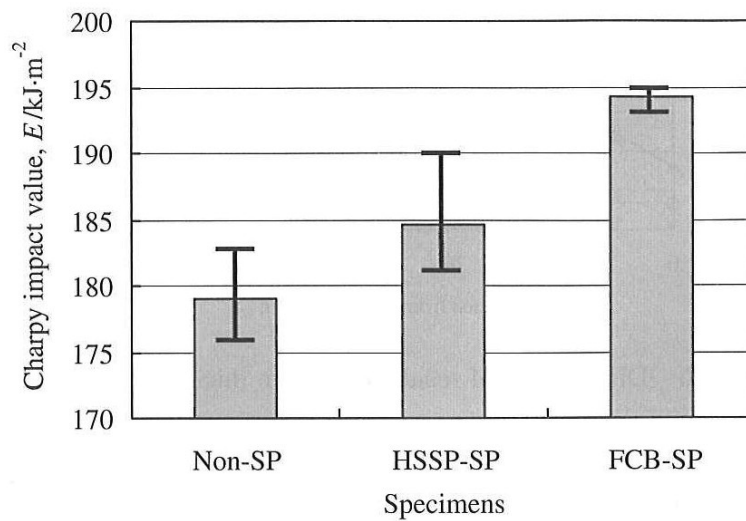


Fig. 6.11 Charpy impact values of specimens before and after shot peening.

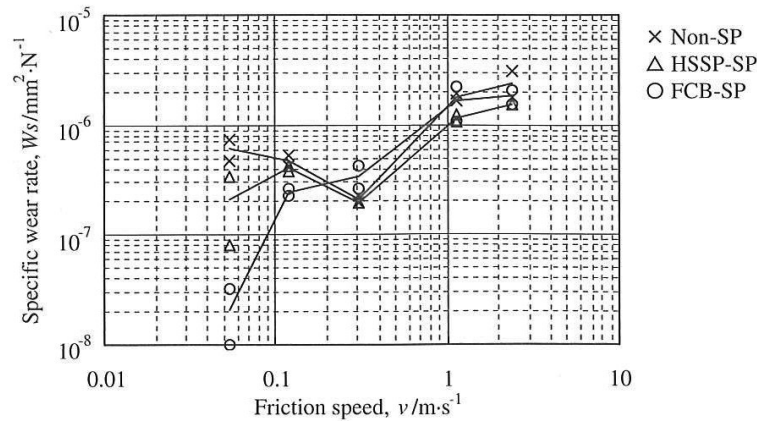


Fig. 6.12 Results of wear resistance test.

6.4 結言

冷間工具鋼SKD11焼入焼戻材に高硬度を有するFeCrB投射材および粉末ハイス製投射材をショットピーニングし諸特性を評価した結果、以下の知見が得られた。

- 1)FCB-SP材はHSSP-SP材より表面硬さが100HV高く、最表面における圧縮残留応力は190MPa大きくなり、約15 μ m深くまで圧縮残留応力が付与された。これらは、被加工材であるSKD11の硬さよりも、400HV近く硬さの高いFeCrB投射材をショットピーニングすることにより、粉末ハイス製投射材を用いた場合より、大きなショットピーニング効果が得られたものと考えられる。
- 2)FCB-SP材の疲労特性は、900MPa以上の負荷応力条件でNon-SPより優れ、1400MPa以上の高い負荷応力条件における低サイクル疲労の領域でHSSP-SP材よりも優れた。疲労破壊起点の位置を観察した結果、ショットピーニングによる圧縮残留応力が、起点発生の抵抗となったことが示唆された。
- 3)FCB-SP材のシャルピー衝撃値はNon-SP材より8.6%、HSSP-SP材より5.2%向上した。また、FCB-SP材の耐摩耗性は、低摩擦速度の条件下において、Non-SP材およびHSSP-SP材より優れた。

参考文献

- 1) Y. Harada, K. Fukaura and S. Kohamada: J. Mater. Process. Technol. 201(2008) 319-324.
- 2) Shih-Hsien Chang, Shih-Chin Lee and Tzu-Piao Tang: Mater. Trans. 49(2008) 619-623.
- 3) Y. Miyasaka: The Special Steel 45(1996) 35-37.
- 4) D. Yokoi: Doctoral Dissertation (University of Hyogo) (2004).
- 5) 大越式[型式 OAT-U]迅速摩耗試験機 取扱説明書 東京試験機製作所.

第7章

FeCrB 投射材の投射材寿命特性

7.1 緒言

第3章から第6章において、高硬度を有する FeCrB 投射材を微粒子ショットピーニングに用いることで、被加工材に大きな圧縮残留応力を付与し、高い疲労特性が得られることを明らかにしてきた。このようなショットピーニング効果のほかに、ショットピーニング用投射材に求められる特性として投射材寿命がある。この投射材寿命はショットピーニングのランニングコストに大きく影響する重要な特性である¹⁾。

一般に使用されているショットピーニング装置は投射材が循環するタイプであり、タンクに投入された投射材は被加工材に投射された後、加工チャンバーの下に配置された配管を通り再びタンクに集められ繰り返し投射される。このように繰り返し被加工材と衝突することにより投射材は破砕し、微粉化する。

第5章において式(5-1)から(5-3)などで概説したとおり、投射材の粒径は被加工材に与える圧縮残留応力分布の深さに影響する因子であり、疲労強度にも大きく影響する。

さらに、ショットピーニング効果に及ぼす投射材形状に関する Kitamura らの研究²⁾において、投射材と被加工材との接触面における平均応力 \bar{p} は式(7-1)で表されている。この研究において、大きな曲率半径を持つ球状投射材に対し、小さな先端半径を持つ多角形状投射材は、被加工材のショットピーニング面における窪み半径 a の2乗と窪み深さ c の比 $\frac{a^2}{c}$ が約20分の1となっている。このように、多角形状投射材による窪みは、窪み

面積に対する窪み深さが大きいと考えられる。このことから、式(7-1)において同等の圧縮残留応力を付与するために同等の平均圧力 \bar{p} が必要であると仮定した場合、多角形状投射材を用いると半径が小さく深さが大きい窪みとなることが示唆される。すなわち、被加工材の表面粗さが増大するとともに、このような形状の窪みは切り欠き効果が高く疲労強度を低下させる可能性も考えられる。なお、 M は粒子質量、 v は粒子速度である。

$$\bar{p} = \frac{Mv^2}{2\pi a^2 c} \quad (7-1)$$

以上に述べたように、被加工材との繰り返し衝突により破砕した投射材は、粒径が小さくなり形状が多角形となるため被加工材表面の残留応力の深さ分布が変化するとともにショットピーニング面に切り欠き効果を与えてしまう可能性¹⁾もあり、安定した品質の高強度部品の製造を困難にする。そのため、一般的なショットピーニング装置では投射材が循環する経路において、気流や篩により破砕し微粉となった投射材が装置外へ排出されるよう設計されている¹⁾。

このように、使用中の投射材の粒径はショットピーニング加工において重要な管理項目であり、投射材は破砕すると装置外へ排出され減量する。また、減量分に応じ新品の投射材をタンクから投入することで投射材の粒径を一定に維持し、製品の品質を管理する。したがって、破砕しやすい投射材すなわち寿命の短い投射材はランニングコストを押し上げる要因となる。

従来、結晶材料の投射材は硬さが高くなるにしたがい靱性が低下するため、投射材寿命が著しく短くなると考えられてきた³⁾。特にジルコニア製やアルミナ製のようなセラミックス系投射材は、鋳鋼製や粉末ハイス製のような金属系投射材と比較し、硬度は高いが靱性が著しく低く寿命が短い⁴⁾。これに対し、FeCrB 投射材はサーメットである超硬製投射材を除くと 1200HV 級という従来にない高硬度を有しながら、Fig. 2.11 に示し

たように延性の高い α Feを構成相に含む金属系投射材であり高い靱性を兼備するよう合金設計されている。このような投射材における寿命特性に関する報告は過去には見られない。そこで本章では、FeCrB 投射材の寿命特性を明らかにすることを目的とし、汎用の金属系投射材である粉末ハイス製投射材との比較を行なった。

7.2 実験方法

7.2.1 投射材寿命の評価

FeCrB 投射材と比較として用いた粉末ハイス製投射材は第 4 章で用いたものと同様である。Fig. 7.1 に寿命評価に用いたショットピーニング装置の模式図を示す。投射材はノズルから噴射され、ターゲットに衝突した後、チャンバー下の配管を通り、サイクロンに回収される。回収された投射材は循環し、再びターゲットへ噴射される。これを繰り返すことにより投射材は破碎し、微粉化する。微粉化した投射材は、サイクロン内で集塵され、装置外へ排出されることにより減量する。投射装置は第 3 章と同様の装置を用いた。ターゲットは表面硬度 700~800 HV、有効硬化層深さ 1.4 mm の SCM420 ガス浸炭材を用い、4 h 毎に取り替えた。ノズルとターゲットとの距離は 50mm とした。試験前の投射材投入量を 20 kg とし、 $2 \text{ kg} \cdot \text{min}^{-1}$ の投射量(初期条件)で投射した。また、約 25 μm 以下に破碎された投射材がサイクロンから排出されるように設定した。投射材の寿命特性として、24 h 投射した後に投射材を回収し重量測定し減量を評価した。

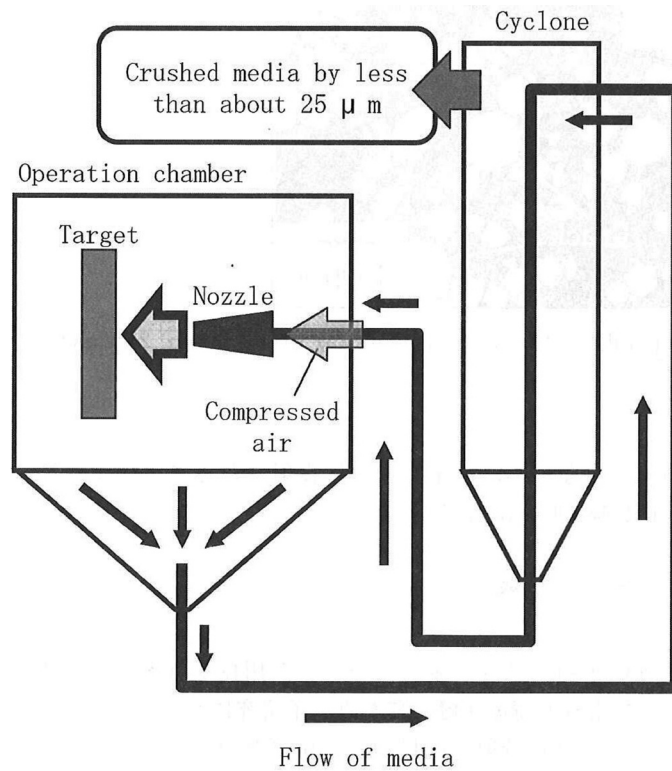


Fig. 7.1 Schematic diagram of air type shot peening equipment to evaluate shot peening media life properties in this study.

7.2.2 ショットピーニングによる投射材の特性変化

ショットピーニング処理中に投射材は繰り返しターゲットと衝突することにより応力を受ける。この応力による投射材の外観および内質の変化を評価した。投射材の外観および内部を走査型電子顕微鏡にて観察した。投射材内部の観察には樹脂埋め研磨試料を用いた。ビッカース硬度は荷重 2.94N で測定した。構成相の評価は X 線回折により実施した。評価装置は第 4 章と同様である。

7.3 実験結果

7.3.1 寿命特性

Fig. 7.2 に 24 h 投射後における投射材の重量変化を示す。FeCrB 投射材は、初期の投入量である 20 kg から、24 h 投射後は 17.7 kg となっていた。一方、粉末ハイス製投射材は同様の条件での投射において、20 kg から 11.5 kg へと大幅に減少していた。したがって、両粉末の消耗量はそれぞれ 2.3 kg および 8.5 kg であり、FeCrB 投射材の消耗量は粉末ハイス製投射材と比較し、約 4 分の 1 に抑えられた。このように、FeCrB 投射材は粉末ハイスよりも寿命が優れていることがわかった。

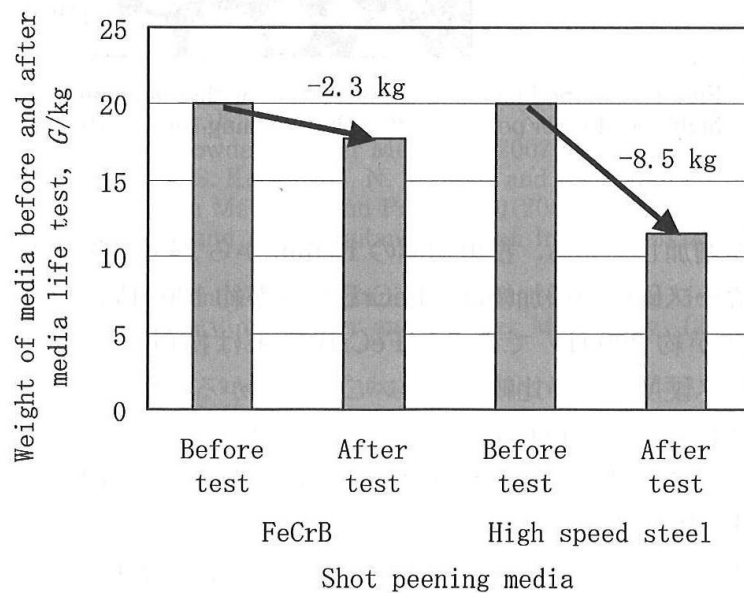


Fig. 7.2 Variation of media weight before and after shot peening for 24 h.

7.3.2 ショットピーニングによる投射材の特性変化

1) 投射材の外観および断面観察

Fig. 7.3 に投射初期(10 min 投射後)および 24 h 投射後における投射材の外観を示す。FeCrB 投射材の 24 h 投射後は、破碎されている粒子も見られるが、概ね投射初期と同様の球形状を維持しており、変形量が少ないことがわかる。これに対し、粉末ハイス製投射材の 24 h 投射後は、破碎しているだけでなく、投射初期に確認できる粒子表面の凝固組織が見られなくなり、表面が塑性流動していると考えられる。Fig. 7.4 に投射初期および 24 h 投射後における投射材の断面観察結果を示す。投射初期における両投射材にはクラックは発生していないが、24 h 投射後は内部にクラックが発生していることがわかる。特に、24 h 投射後の粉末ハイス製投射材は、FeCrB 投射材と比較しクラックを発生している粒子の頻度が高いことがわかる。

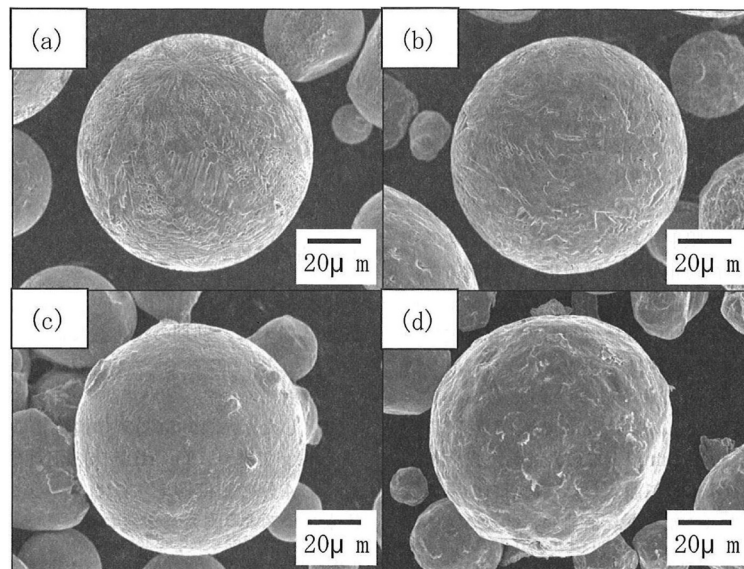


Fig. 7.3 SEM images of particle appearance after media life test; FeCrB particles after shot peening for (a)10 min and (b)24 h, and high speed steel particles after shot peening for (c)10 min and (d)24 h.

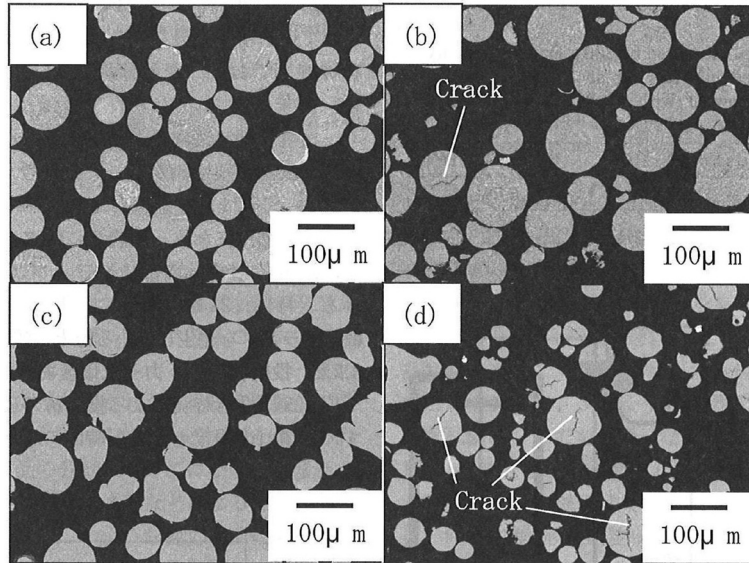


Fig. 7.4 Back scattered electron images of cross-section of shot peening media; FeCrB powders after shot peening for (a)10 min and (b)24 h, and high speed steel powders after shot peening for (c)10 min and (d)24 h.

2) 投射材のビッカース硬さおよび構成相の変化

Fig. 7.5 に投射時間による投射材のビッカース硬さ変化を示す。両投射材とも、投射時間の増加とともにビッカース硬さが増加している。投射初期の 10 min から 24 h 投射後のビッカース硬さの増加幅は、FeCrB 投射材が約 100 HV、粉末ハイス製投射材が約 200 HV であり、FeCrB 投射材は投射によるビッカース硬さ変化が比較的小さいことがわかる。

Fig. 7.6 に投射前後における、FeCrB 投射材および粉末ハイス製投射材の X 線回折パターンを示す。投射前の FeCrB 投射材の構成相は、 α Fe および Fe_2B の 2 相からなり、これは 24 h 投射した後も大きな変化は見られない。一方、粉末ハイス製投射材の構成相は主にマルテンサイト (α' Fe) と残留オーステナイト (γ Fe) からなるが、投射前後において、両相の比率が大きく変化していることがわかる。すなわち、粉末ハイス製投射材は投射されることによって、 γ Fe が減少し、 α' Fe が増加している。

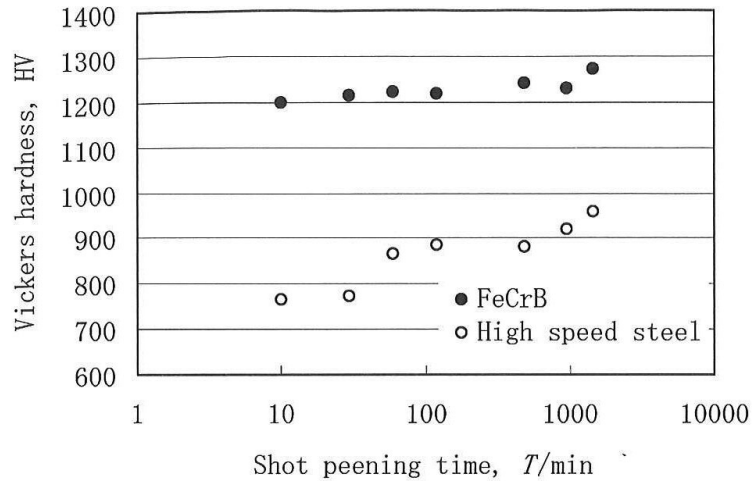


Fig. 7.5 Variation of hardness of shot peening media with shot peening time.

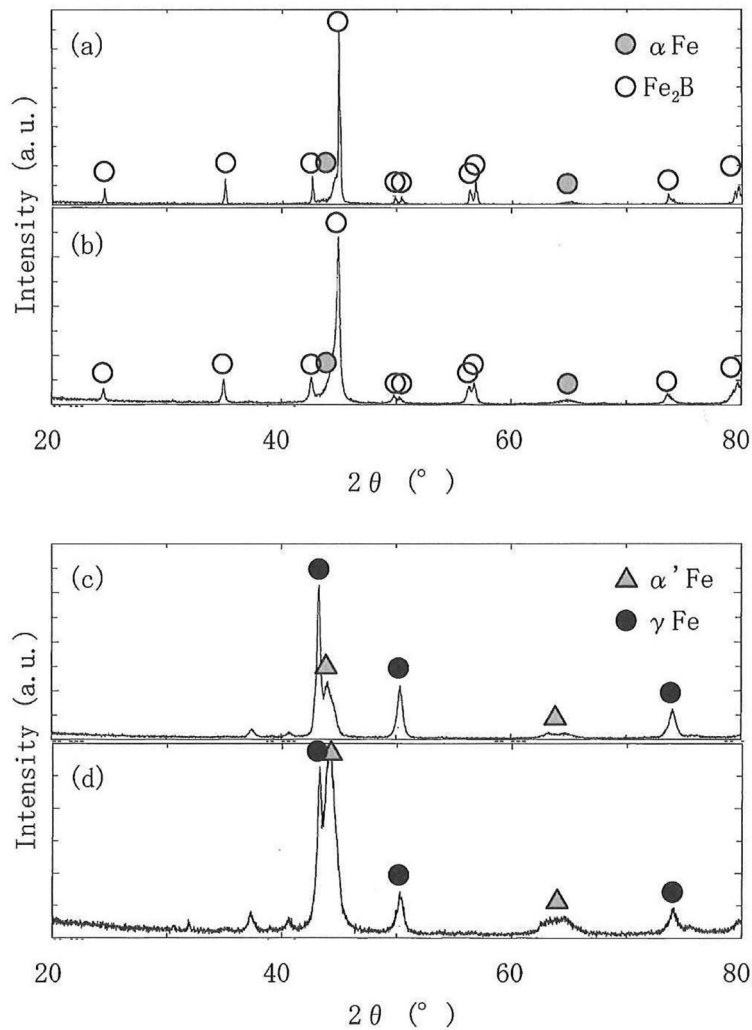


Fig. 7.6 X-ray diffraction patterns of shot peening media; FeCrB powders (a) before and (b) after shot peening for 24 h, and high speed steel powders (c) before and (d) after shot peening for 24 h.

7.4 考察

FeCrB 投射材は粉末ハイス製投射材よりも寿命が優れており、本実験における寿命評価において、24 h 投射後の投射材の減量は粉末ハイス製投射材の約 4 分の 1 であった。硬さが 740 HV である粉末ハイス製投射材がターゲットとの衝突により、塑性流動をともなう変形を起こし、これが繰り返されることによって粒子内部にクラックを発生し破碎するのに対し、1130 HV の高硬度を有する FeCrB 投射材はターゲットとの衝突による変形量が少なく、粒子内部のクラック発生および破碎が抑えられると推察される。

Fig. 7.5 に示したように、FeCrB 投射材は投射中の硬さ変化が、粉末ハイス製投射材と比較して小さい。B を 6.5% 含んでいる FeCrB 投射材の構成相は、Fe-B 系 2 元平衡状態図⁵⁾において、6.5%B 組成の常温での平衡相である α Fe および Fe_2B と一致する。また、実験により示された 973 K⁶⁾ および計算により示された 1173 K⁷⁾ における Fe-Cr-B 系 3 元状態図では、6.5%B において、約 10% 以下の Cr 量で生成する硼化物は Fe_2B のみであり、さらに Cr 量を増加させることにより Cr_2B が生成するとされている。したがって、8%Cr, 6.5%B からなる FeCrB 投射材は、常温における平衡相から構成されていると推察される。一方、粉末ハイスは主に α' Fe および γ Fe から構成され、いずれも常温で平衡相ではない不安定な相である。したがって、ターゲットとの衝突による応力により、 γ Fe から硬度の高い α' Fe が誘起されると考えられる。このように、構成相の安定性により、投射中に構成相が変化しない FeCrB 投射材と、マルテンサイト変態が誘発される粉末ハイス製投射材では、硬さ変化の幅に大きく差異が出たと推察される。また、応力によって誘起される α' Fe は脆性であることから、この変態は投射材の寿命にも影響すると考えられる。

7.5 結言

高硬度を有する FeCrB 投射材の寿命特性を評価することを目的とし、SCM420 ガス浸炭材へ 24 h 投射した後の投射材の減量および投射後粉末の諸特性を評価した結果、以下の知見が得られた。

- 1) FeCrB 投射材は、24 h 投射後の投射材減量が粉末ハイス製投射材と比較し、約 4 分の 1 であり、優れた寿命を有している。
- 2) 高硬度を有する FeCrB 投射材は、粉末ハイス製投射材と比較し、ターゲットとの衝突による変形量が少なく、内部のクラック発生が少ない。
- 3) FeCrB 投射材はターゲットとの衝突による構成相の変化がなく、粉末ハイス製投射材と比較し、投射時間の増加によるビッカース硬さの変化が小さい。

参考文献

- 1) K. Tosha: J. Jpn. Soc. Powder Metallurgy 59(2012) 63-66.
- 2) T. Kitamura, T. Terasaki and T. Akiyama: J. Soc. Mat. Sci., Japan 49(2000) 651-654.
- 3) K. Okumura: Function Materials 29(2009) 16-24.
- 4) M. Ohkubo, T. Sadahiro, M. Sato and H. Sasaki: Shot Peening Technology 6(1994) 10-11.
- 5) O. A. Bannykh, K. Enami, S. Nagasaki and A. Nishiwaki: Tetsugokinjotaizushu (AGNE Gijutsu Center, Tokyo, 2001) 9.
- 6) H. Kaneko, T. Nishizawa and A. Chiba: J. Japan Inst. Metals 30(1966) 157-163.
- 7) K. Yamada, H. Ohtani and M. Hasebe: CAMP-ISIJ 20(2007) 1263.

第 8 章

Cu を添加した硬質微粒子投射材を用いたショットピーニングによる表面改質

8.1 緒言

近年、微粒子ショットピーニングの新たな応用技術として、軟質微粒子を投射し、これを被加工材表面に移着させる技術が開発され、Sn, Zn, Cu, Ni, Al などの微粒子を用いることにより、被加工材表面にこれらの被膜が形成されることが知られている¹⁻³⁾。これらの被膜により潤滑性、耐摩耗性、耐食性向上などの効果が期待されている。Uchidaらは境界潤滑下で使用される転がり軸受において、Sn や Zn の投射材を SUJ-2 浸炭窒化材にショットピーニングし形成された被膜が凝着を低減することにより転がり疲労寿命が向上することを報告している³⁾。この研究によると Sn や Zn 被膜を形成した試験片からの凝着摩耗粉が著しく小さくなっている。

凝着摩耗に関する理論には Holm⁴⁾や Archard⁵⁾の理論があり、摩耗体積はそれぞれ式(8-1)、(8-2)により表される。Holm の理論は二固体が相対的に滑り運動をする時、界面における一方の原子がある確率で他方へ脱離するモデルを想定し、Archard の理論は原子ではなく表面の突起が脱離するモデルを想定したものである。脱離する素子に違いはあるものの式(8-1)と式(8-2)は式形が類似しており、いずれも摩耗体積 \mathbf{W} が、接触荷重 \mathbf{P} 、摩擦距離 l に比例し、二固体における軟質な材料の塑性流動圧力 \mathbf{p}_m すなわち硬さに反比例することを示している。さらに、式(8-1)における \mathbf{Z} と式(8-2)における \mathbf{K} は素子の脱離する確率を表しており、凝着の程度に関係するパラメータであると考えられる。

$$W = Z \frac{P}{p_m} \ell \quad (8-1)$$

$$W = \frac{KP}{3p_m} \ell \quad (8-2)$$

なお、Holm および Archard の理論では説明が困難な問題もあり、これらは凝着摩耗現象を大まかに表現していると考えられている⁶⁾。

Sasada らは、異なる相互溶解度を有する二固体の組合せのピンとディスクにより摩擦試験を行い、同種金属同士や二成分系状態図で相互溶解度の高い Cu と Ni などの組合せにおいて凝着摩耗が著しく、金属間化合物を生成する組合せや相互溶解度の低い組合せにおいて凝着摩耗が抑制されることを報告している⁷⁾。このように、二固体の金相学的な要因により凝着の程度に関係するパラメータは変化する。したがって、Sn, Cu などは軸受鋼や構造用鋼の主元素である Fe との相互溶解度が低いことから、機械摩擦部品において凝着を低減する潤滑作用の高い被膜となることが期待される^{2,3)}。しかしながら、このような被膜を生成するために過去に検討されてきた軟質微粒子投射材では、被加工材表面の高硬度化や大きな圧縮残留応力の付与は困難である。

そこで本章では、被加工材表面を高硬度化し大きな圧縮残留応力を付与すると同時に高い潤滑効果が期待される Cu を移着できる微粒子ショットピーニング技術の開発を目的とした。高硬度を有する FeCrB に Cu を添加した投射材を作製し、この投射材をショットピーニングした軸受鋼の表面改質挙動を評価した結果を報告する。

8.2 実験方法

8.2.1 Cu を添加した FeCrB 投射材

高硬度を有する FeCrB に Cu を添加した微粒子投射材をガスアトマイズ法により作製した(以下, FeCrBCu 投射材と記す). ガスアトマイズの条件は第 2 章と同様である. FeCrBCu 投射材の外観は Fig. 8.1 に示すとおり球状である. 断面の組成像を Fig. 8.2 に示すように, FeCrB 投射材の主相である Fe_2B と αFe の他に, 微細な球状の白色相が確認される. この白色相は EDX 分析の結果, 90%以上の Cu 濃度であった. また, Fig. 8.3 に FeCrBCu 投射材の X 線回折パターンを示す. Fe_2B および αFe の他に, Cu 相(F.C.C.)のピークが認められる. したがって, Fig. 8.2 における白色部が Cu 相であると考えられる.

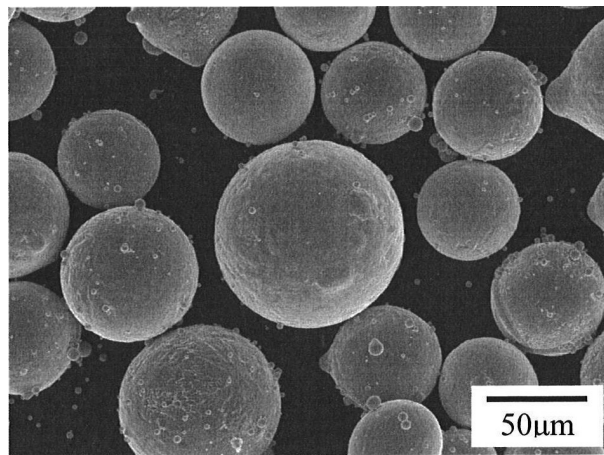


Fig. 8.1 Appearance of FeCrBCu media.

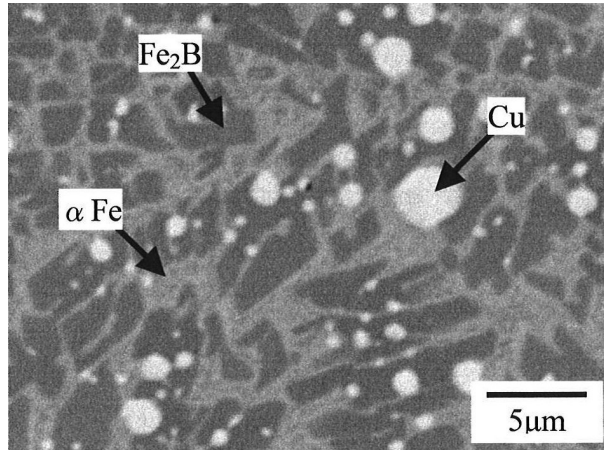


Fig. 8.2 Cross-sectional back scattered electron image of FeCrBCu media.

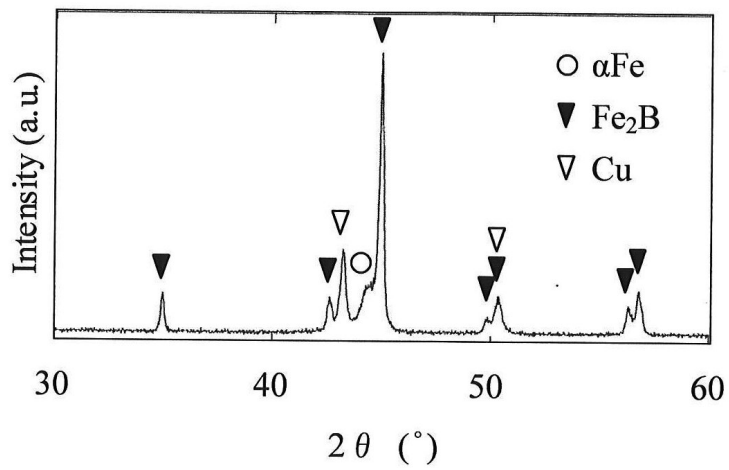


Fig. 8.3 X-ray diffraction pattern of FeCrBCu media.

8.2.2 微粒子ショットピーニング

FeCrBCu 投射材および比較として FeCrB 投射材を $45\ \mu\text{m}$ 以下に分級し, 微粒子ショットピーニングに用いた. なお, 両投射材のビッカース硬さ(試験荷重 0.245N)および密度(ガス置換法)を Table 8.1 に示す. 被加工材は直径 5mm , 高さ 12mm の円柱状の市販の SUJ-2 焼鈍材(86.5HRB)で, 平面研磨した直径 5mm の面にショットピーニングした.

投射装置は第 4 章と同様のものを用いた. 投射圧は 0.60MPa , 投射時間は 10s , 被加工材と投射ノズル先端の距離は 50mm とした. また, 被加工材および投射ノズルは固定とし, 被加工面に垂直に投射した.

Table 8.1 Vickers hardness and density of shot peening media.

| Media | Vickers hardness, HV | Density, $\rho / \text{Mg}\cdot\text{m}^{-3}$ |
|---------|-------------------------|--|
| FeCrBCu | 1220 | 7.6 |
| FeCrB | 1320 | 7.4 |

8.2.3 ショットピーニング処理面の評価

ショットピーニング前後の表面について, 走査型電子顕微鏡(SEM)観察, エネルギー分散型 X 線(EDX)分析および X 線回折法による残留応力測定を実施した. また, ビッカース硬さの深さ方向への分布を評価した. 最表面の測定はショットピーニングした表面に圧子を垂直に直打ちした. 最表面硬さ測定の荷重は, ショットピーニング前の試験片を 0.98N , ショットピーニング後の試験片を 2.94N とした. 他の深さは断面の研磨試料により測定した(測定荷重 0.25N). ショットピーニング面の構成相は X 線回折($\text{Cu-K}\alpha$ 線)により評価した. X 線入射角は, 式(8-3)より有効深さ x が約 840nm となる 10° で実施した. なお, G_x は 0.90 , 線吸収係数 μ は被加工材を αFe と仮定し $2.38 \times 10^5 (1\cdot\text{m}^{-1})$ として

算出した。

$$x = \frac{-\ln(1-G_x) \sin \theta}{2\mu} \quad (8-3)$$

さらに、ショットピーニング表面近傍のマイクロ組織を評価するため、FE-SEM(日立製作所製 S-4800)および透過型電子顕微鏡(TEM, 日立製作所製 HF-2000)観察を実施した。SEM 観察にはイオンミリングした断面の研磨試料, TEM 観察には表面から収束イオンビーム(FIB)装置(日立製作所製 FB-2100)により切り出した薄膜を用いた。

本章では、ショットピーニング前の試験片を Non-SP 材, FeCrBCu および FeCrB 投射材をショットピーニングした試験片をそれぞれ FCBCu-SP 材, FCB-SP 材と記す。

8.3 実験結果および考察

8.3.1 ショットピーニング効果

通常ショットピーニングの効果として、試験片表面の残留応力および深さ方向のビッカース硬さ分布を評価した。Fig. 8.4 に残留応力を示すように、Non-SP 材の表面残留応力は仕上げ加工に用いた平面研磨による -180MPa であるが、FCBCu-SP 材および FCB-SP 材の表面には約-440MPa の圧縮残留応力が付与されていることが確認された。ビッカース硬さ分布を Fig. 8.5 に示す。ショットピーニングした試験片は、表面から深さ 15 μ m 程度までに硬化が認められ、最表面の硬さは Non-SP 材の 240HV と比較し、FCBCu-SP 材が 350HV, FCB-SP 材が 490HV に上昇した。

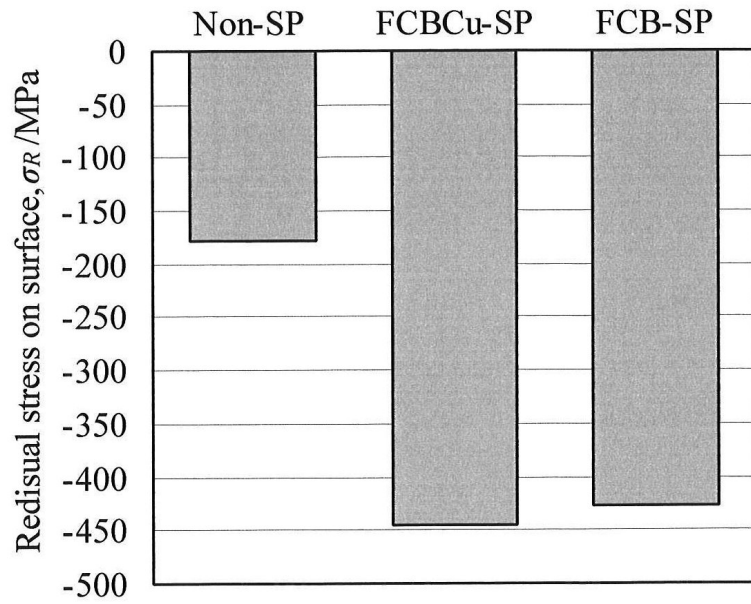


Fig. 8.4 Residual stress on workpiece surface.

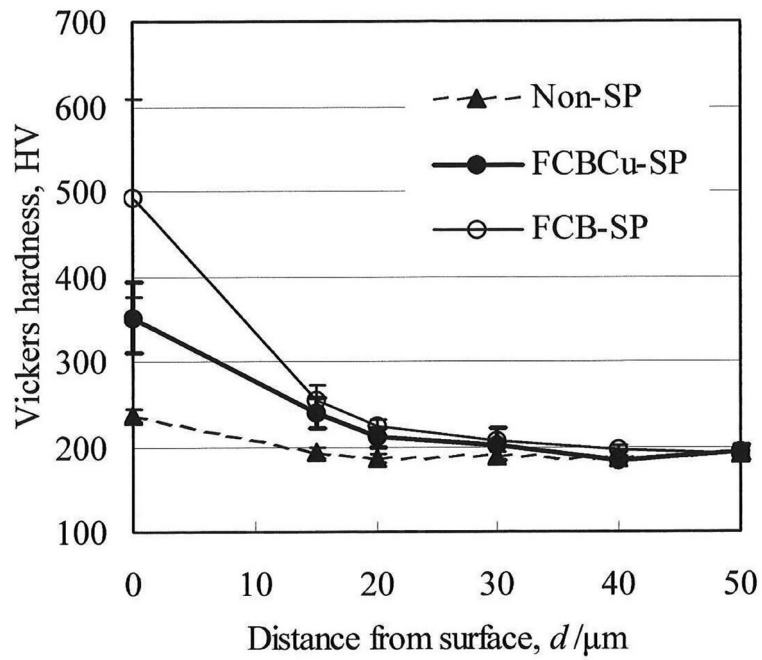


Fig. 8.5 Distribution of Vickers hardness in depth.

一般に、ショットピーニングによる試験片表面の硬さ上昇は、加工硬化および結晶粒微細化の影響であると考えられる。特に微粒子ショットピーニングにおいては試験片の表層に高硬度を有する加工変質層が生成されることが知られている⁸⁾。Fig. 8.6 に試験片表層の断面 SEM 像を示す。FCBCu-SP 材には約 $3\ \mu\text{m}$ 、FCB-SP 材には約 $10\ \mu\text{m}$ の厚さの加工変質層が認められる。Fig. 8.5 に示した最表面のビッカース硬さは、試験片表面に圧子を垂直に直打ちした圧痕の対角線長さから式(8-4)により算出したものであり、本実験条件である試験荷重 2.94N 、圧子の対面角 136° で $350, 490\text{HV}$ を測定した場合の圧痕の対角線長さは $40, 34\ \mu\text{m}$ である。また、圧痕の深さは式(8-5)⁹⁾より $5\ \mu\text{m}$ 程度である。

$$\text{HV} = 0.102 \frac{F}{S} = 0.102 \frac{2F \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)}{d^2} \quad (8-4)$$

$$t = \frac{d}{2\sqrt{2} \tan\left(\frac{\theta}{2}\right)} \quad (8-5)$$

ここで、**HV** はビッカース硬さ、**F** は試験荷重(N)、**S** は圧痕の面積(mm^2)、 **θ** は圧子の対面角($^\circ$)、**d** は圧痕の対角線長さ(mm)、**t** は圧痕深さ(mm)である。

したがって、最表面のビッカース硬さを測定した圧痕は、FCBCu-SP 材においては加工変質層直下の母相まで到達し、FCB-SP 材においては加工変質層内で留まったと考えられ、両試験片の最表面ビッカース硬さが大きく異なった要因と推測される。なお、投射材の種類により加工変質層の厚さに差異が生じた原因については現段階では不明であり、今後の検討課題である。

これらのことから、本実験で用いた Cu を添加した硬質微粒子投射材によって、通常のショットピーニング効果である被加工材表面の圧縮残留応力の増加とビッカース硬さの増加が確認された。

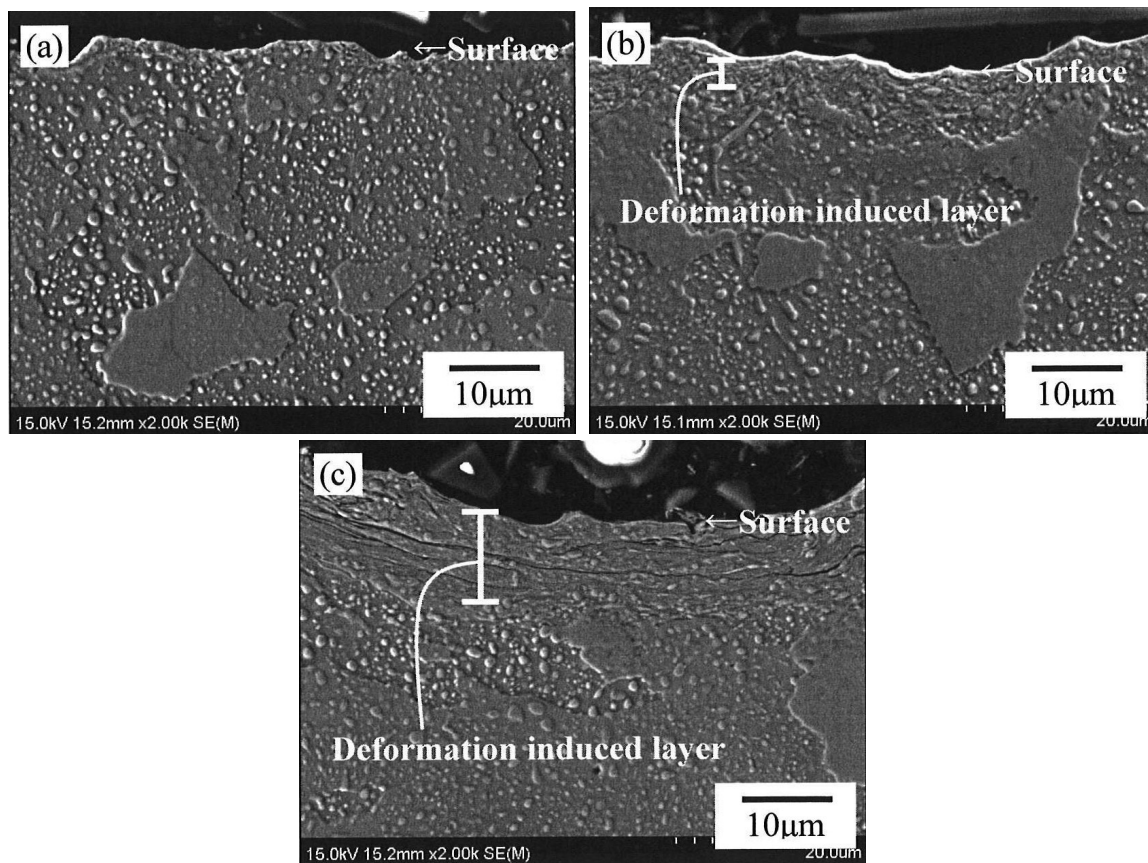


Fig. 8.6 Cross-sectional observation near the surface of (a)Non-SP, (b)FCBCu-SP and (c)FCB-SP by SEM.

8.3.2 試験片表面へのCuの移着

Cuの移着挙動を評価するため、試験片表面のSEM観察、EDX分析および表層の断面FE-SEM観察を実施した。Fig. 8.7にSEM像を示すように、FCBCu-SP材およびFCB-SP材の表面ともに投射材の衝突による $20\mu\text{m}$ 以下程度の窪みが多数観察される。Non-SP材の表面に見られる直線状の疵は仕上げ平面研磨によるものである。試験片表面の算術平均粗さ R_a は、Non-SP材が $0.6\mu\text{m}$ であり、FCBCu-SP材およびFCB-SP材は約 $2\mu\text{m}$ で同等であった。なお、Non-SP材の R_a は平面研磨と直角方向で測定している。Fig. 8.8にFig. 8.7と同じ部位の組成像を示す。全ての試験片において表面の凹凸以外の明確なコントラストは認められず、FCBCu-SP材においても局所的なCuの移着はないと考えられ

る。一方, Fig. 8.8 の視野において, $120 \times 75 \mu\text{m}$ 程度の面積で行った EDX 分析の結果を Table 8.2 に示す。Non-SP 材および FCB-SP 材の表面からは, 試験片の母材成分である Fe および Cr のみが検出された。これに対し FCBCu-SP 材の表面からは 29%の Cu が検出され, さらに Fig. 8.8(b)に 3箇所 の矢印で示した微小領域における EDX 分析の結果, 全ての部位で 27~33%の Cu が検出された。

Fig. 8.9 に試験片表層の断面 SEM 像を示す。なお, この像は Fig. 8.6 の表面近傍を高倍率で撮影したものである。EDX 分析の結果, FCBCu-SP 材の表面における $2 \mu\text{m}$ 程度の領域(Fig. 8.9(b)に矢印で示す 2箇所)から Cu は検出された。

これらのことから, FCBCu-SP 材の表層における, 表面から深さ $2 \mu\text{m}$ 程度までの領域に, Cu が存在していることが確認された。

Table 8.2 EDX analysis on workpiece surface in mass%.

| | Fe | Cr | Cu |
|----------|----|----|----|
| Non-SP | 98 | 2 | - |
| FCBCu-SP | 70 | 1 | 29 |
| FCB-SP | 98 | 2 | - |

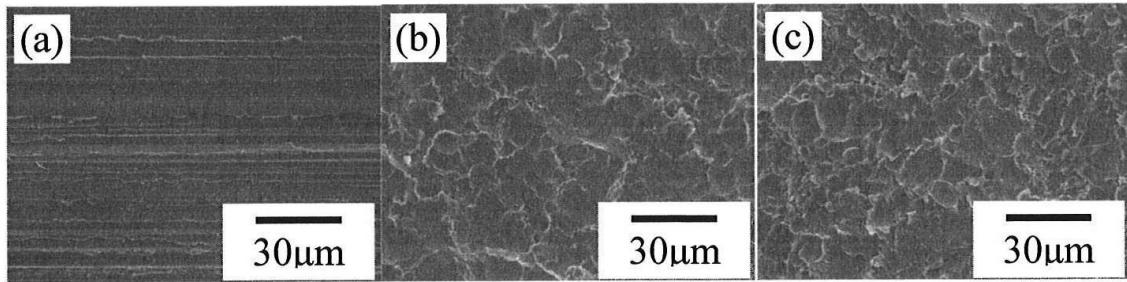


Fig. 8.7 Surface observations of (a)Non-SP, (b)FCBCu-SP and (c)FCB-SP by SEM.

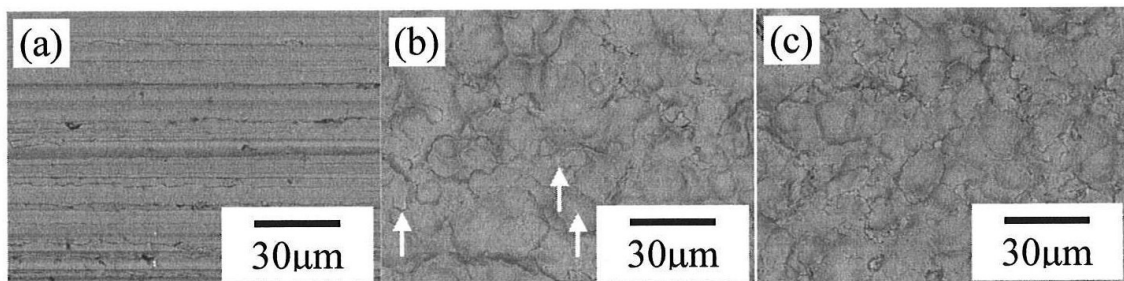


Fig. 8.8 Back scattered electron images on the surfaces of (a)Non-SP, (b)FCBCu-SP and (c) FCB-SP. White arrow heads in Fig. 8(b) mean the points containing 27-33% Cu by EDX microanalysis.

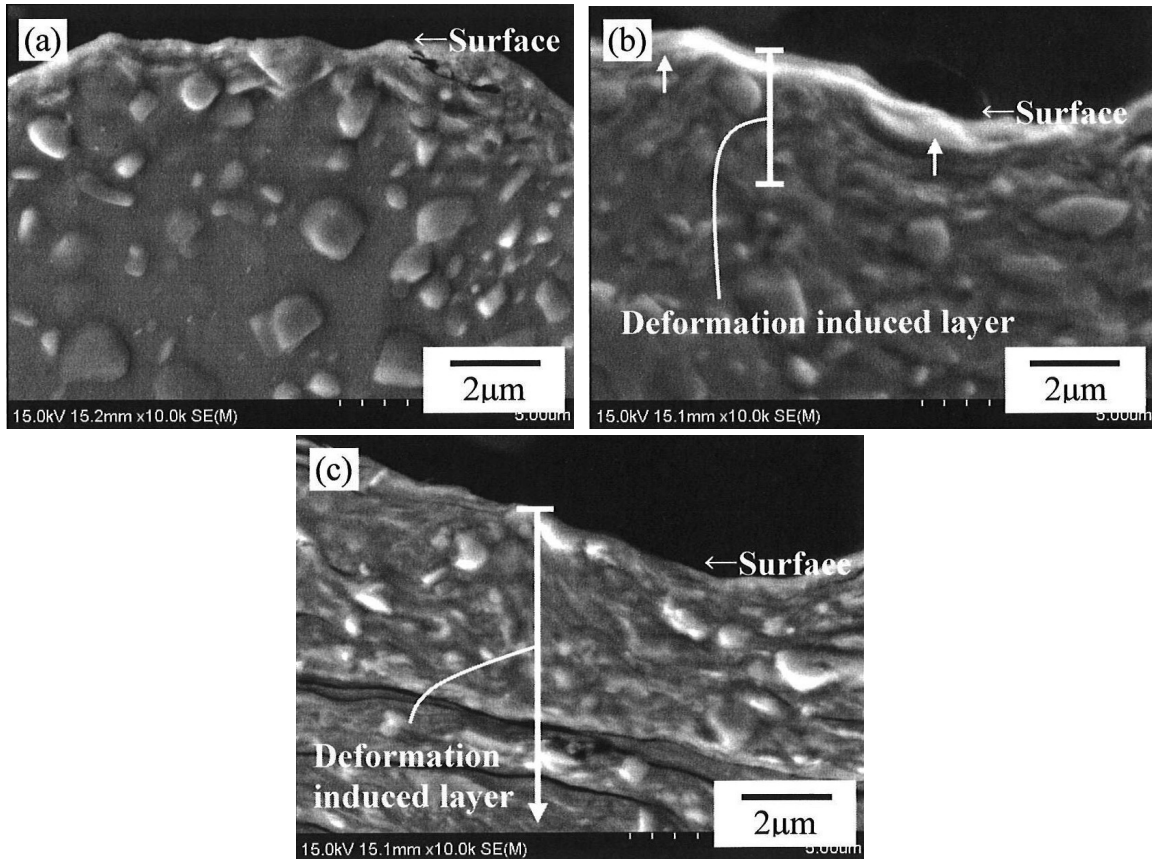


Fig. 8.9 Cross-sectional observation near the surface of (a)Non-SP, (b)FCBCu-SP and (c)FCB-SP by SEM. Cu was detected at the points indicated by white arrow heads in Fig. 9(b) by EDX microanalysis.

8.3.3 移着した Cu の形態

FCBCu-SP 材の表面に移着した Cu の形態を評価するため、X 線回折による構造解析を実施した。式(8-3)による有効深さは約 840nm であり、FCBCu-SP 材の結果は概ね Fig. 8.9(b)において Cu が検出された領域からの回折であると考えられる。Fig. 8.10 に試験片表層からの X 線回折パターンを示す。全ての試験片において、母材の SUJ-2 焼鈍材の構成相である α Fe および Fe_3C のみが確認され、FCBCu-SP 材には移着した Cu に起因する相は認められなかった。

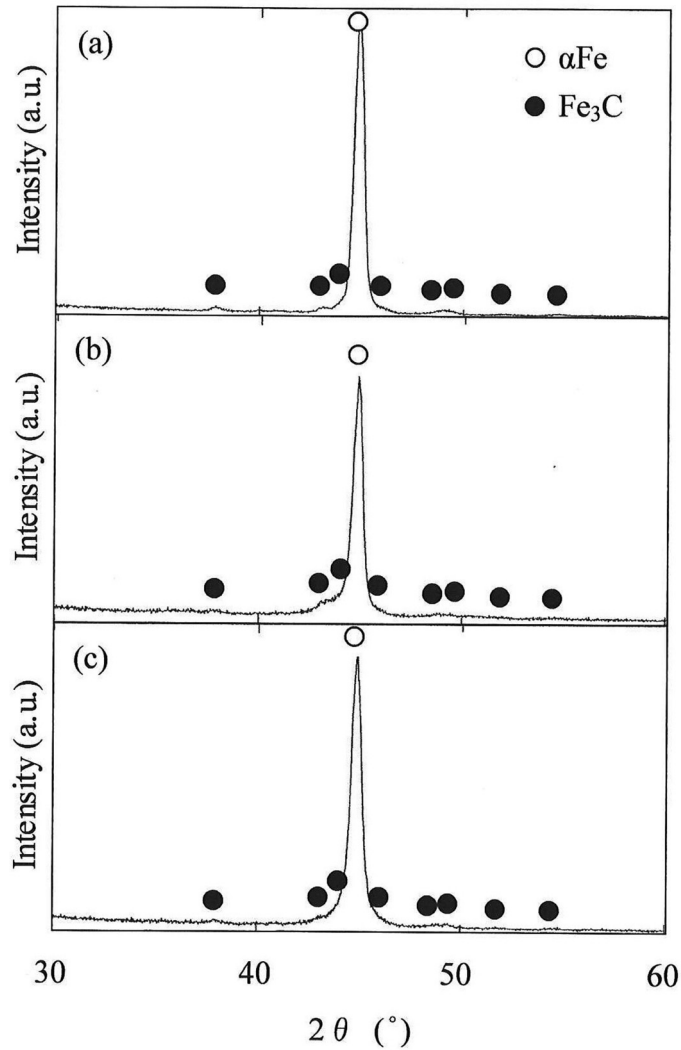


Fig. 8.10 X-ray diffraction patterns from the surfaces of (a)Non-SP, (b)FCBCu-SP and (c)FCB-SP.

さらに詳細を検討するため、試験片の最表面から FIB で採取した薄膜による TEM 観察を実施した。TEM による明視野像および暗視野像を Fig. 8.11 に示す。暗視野像による観察から、Non-SP 材の表層は数百 nm の結晶粒からなることが確認される。Fig. 8.6(a)に示した断面の SEM 像では内部の結晶粒径は $10\ \mu\text{m}$ 程度であることから、Non-SP 材の表面は仕上げ平面研磨により結晶粒が微細化していると考えられる。一方、FCBCu-SP 材および FCB-SP 材の表面近傍にはナノ結晶粒を有する領域が認められる。Fig. 8.11 に電子線回折パターン(絞り径 700nm)を併せて示すように、FCBCu-SP 材および FCB-SP 材の回折

パターンはリング状であり，リング径の解析から α Fe のナノ結晶であることが確認された．ここで，FCBCu-SP 材におけるナノ結晶領域は最表面から $1\ \mu\text{m}$ 程度内部に観察された．Takagi らの報告⁸⁾によると，軟質な被加工材に微粒子ショットピーニングすると，表面の凹凸が折り畳まれて材料内部に侵入し，不連続なナノ結晶組織が形成されると考えられている．したがって，本実験における FCBCu-SP 材の TEM 試料は Takagi らに指摘されている材料内部にナノ結晶組織が折り込まれた部位であったと推測される．

Fig. 8.11(e)における α Fe ナノ結晶部(矢印 A)， α Fe 粗粒部(矢印 B)および炭化物(矢印 C)の TEM-EDX 分析によるスペクトルを Fig. 8.12 に示す．Ni のピークは薄膜試料を作製するための Ni メッシュから検出されたものである．Cu は α Fe 粗粒部，炭化物からは検出されず， α Fe ナノ結晶部にのみ検出された．

以上の結果より，微粒子ショットピーニングにより FeCrBCu 投射材から移着した Cu は，試験片表層でナノ結晶化した α Fe 中に固溶していると考えられる．

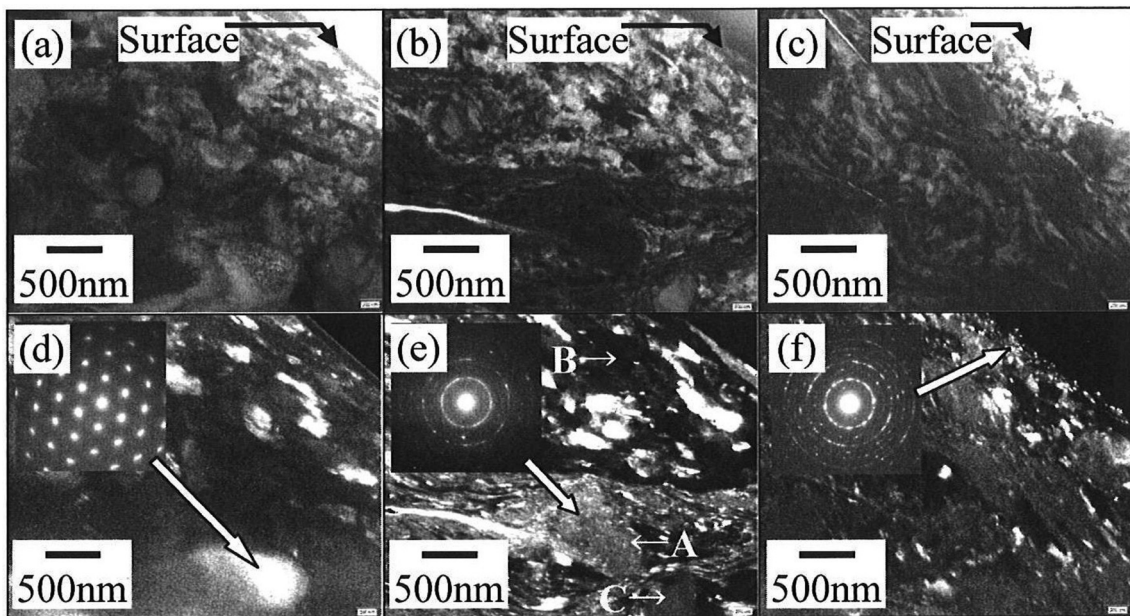


Fig. 8.11 Cross-sectional observation near the surface by TEM. (a), (b) and (c) show bright field images of Non-SP, FCBCu-SP and FCB-SP, respectively. (d), (e) and (f) show dark field images of Non-SP, FCBCu-SP and FCB-SP, respectively.

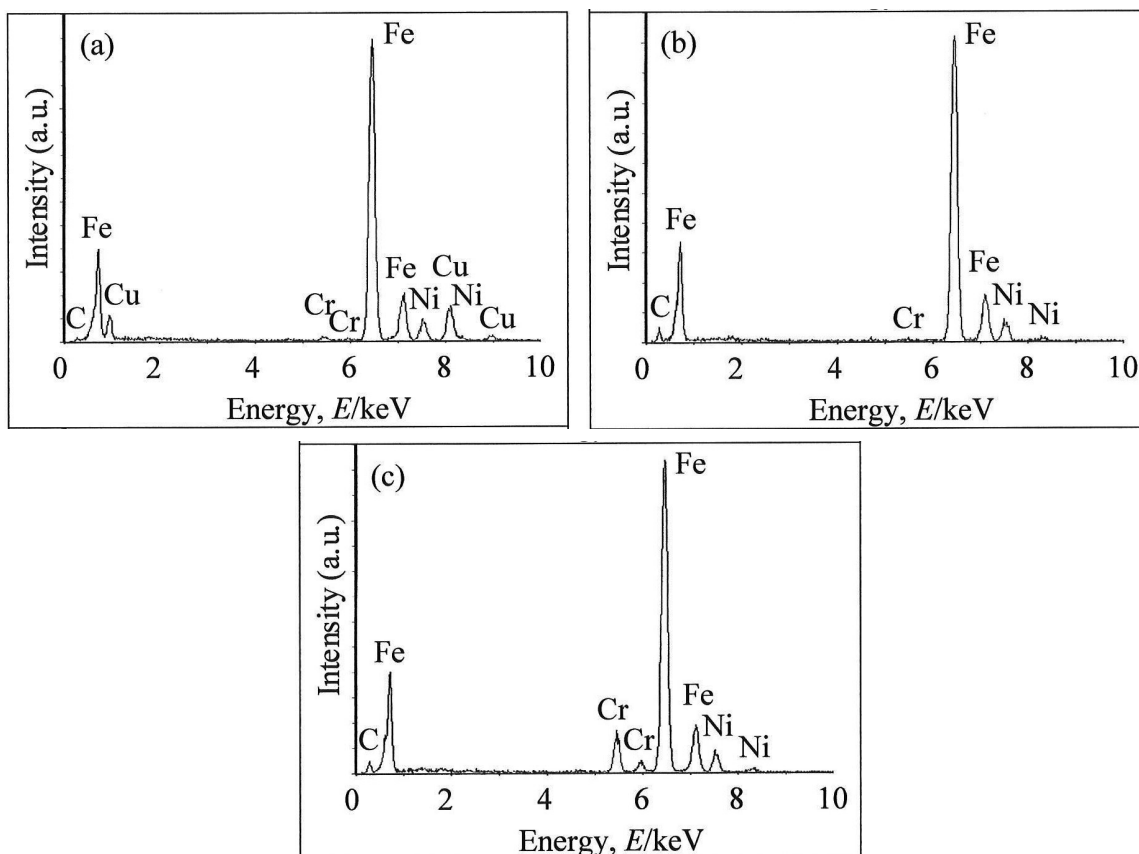


Fig. 8.12 EDX spectrum by TEM at selected area.

(a), (b) and (c) show those at the area A, B and C in Fig. 11(e), respectively.

8.3.4 ナノ結晶化およびCuの過飽和固溶に関する考察

Fe-Cu系二元状態図における α Fe中のCuの固溶限は2.2%である。これに対し、本実験におけるFCBCu-SP材の表面は、EDX分析の結果から29%のCuを含有し、X線回折の結果からCuに起因する相を生成していないことが確認された。さらにTEM観察の結果、このCuは試験片表面のナノ結晶化した α Fe相から検出された。したがって、Cuはナノ結晶の α Fe相中に過飽和に固溶していると推察される。以下では、これらの現象について巨大ひずみ加工の観点から考察を試みた。

Fig. 8.13にFCBCu-SP材表層のナノ結晶領域直下におけるTEM暗視野像を示す。この領域では、ショットピーニングにより試験片表面と概ね平行に扁平状に変形した結晶粒

が多数観察される．試験片表面と垂直の方向に引いた試験線と，結晶粒界の交点数から算出した扁平状結晶粒の厚さは約 109nm であった．一方，本実験で用いた試験片の母材である SUJ-2 焼鈍材の結晶粒径は，光学顕微鏡観察より 11.8 μm であった．したがって，FCBCu-SP 材のナノ結晶領域近傍の結晶粒は，FeCrBCu 投射材を用いた微粒子ショットピーニングにより，11.8 μm のサイズから，厚さ約 109nm まで変形したと考えられる．

ここで，初期の母材中の結晶粒を直径および高さが 11.8 μm の円柱とし，これが微粒子ショットピーニングにより高さ 109nm まで単軸の圧縮により変形されたと仮定すると，その対数ひずみ ϵ は式(8-6)により 4.7 となる．なお， h_0 および h は圧縮前後の円柱の高さである．

$$\epsilon = -\ln\left(\frac{h}{h_0}\right) \quad (8-6)$$

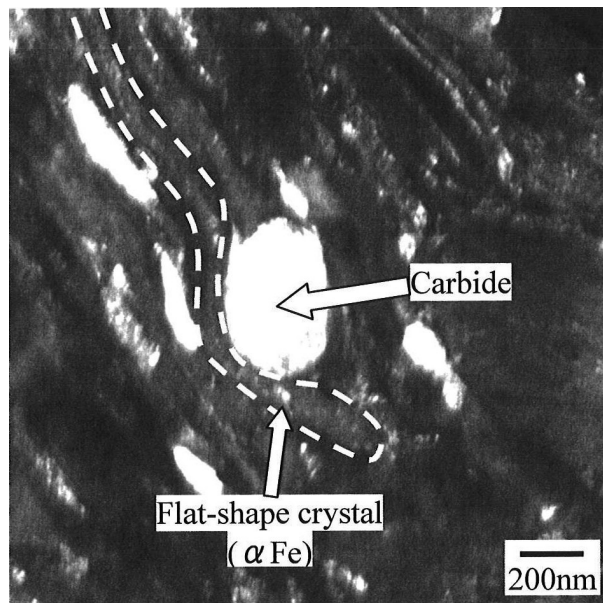


Fig. 8.13 Dark field image directly below nanocrystalline region in surface layer of FCBCu-SP by TEM.

ARB(Accumulative Roll-Bonding)法や HPT(High Pressure Torsion)法に代表される巨大ひずみ加工において、相当ひずみが 4 を超える強加工を加えることで、材料がナノ結晶化する現象が報告されている¹⁰⁾。また、Al-Al₃Ti 傾斜機能材料において、摩擦摩耗により 5 程度の巨大な相当ひずみを加えることにより、Ti が母相である Al に過飽和に固溶する現象も報告されている¹¹⁾。本実験における微粒子ショットピーニングにおいても、試験片表面に巨大なひずみが導入されることにより、ナノ結晶化および α Fe 相への Cu の過飽和固溶の現象が発現したと推察される。

以上の観察および考察の結果、本実験により得られた FCBCu-SP 材の表層の模式図を Fig. 8.14 に示す。

8.4 結言

被加工材表面の高硬度化、圧縮残留応力の付与と Cu の移着を同時に実現できる微粒子ショットピーニング技術の開発を目的とし、Cu を添加した FeCrB 投射材を微粒子ショットピーニングした軸受鋼の表面改質挙動を評価した結果、以下の知見が得られた。

- 1) FeCrBCu 投射材を微粒子ショットピーニングすることにより、被加工材の表面において、圧縮残留応力の付与と、ビッカース硬さの上昇が認められた。ビッカース硬さの上昇には、微粒子ショットピーニングによる表層の加工変質層が影響していると考えられる。
- 2) FCBCu-SP 材の表層からは、母相である α Fe 中の固溶限より著しく高い約 29%の Cu が検出された。また、この表層部の断面観察の結果、厚さ 3 μ m 程度の加工変質層が観察されるとともに、最表面から 2 μ m 程度の領域において Cu が検出された。さらに TEM 観察から、この Cu はナノ結晶となった α Fe 中に過飽和固溶していると考えられる。

3)本実験による微粒子ショットピーニングは，巨大ひずみ加工の領域にあると考えられ，これにより試験片表面において，ナノ結晶粒化およびCuの α Fe中への過飽和固溶の現象が発現したと推察される．

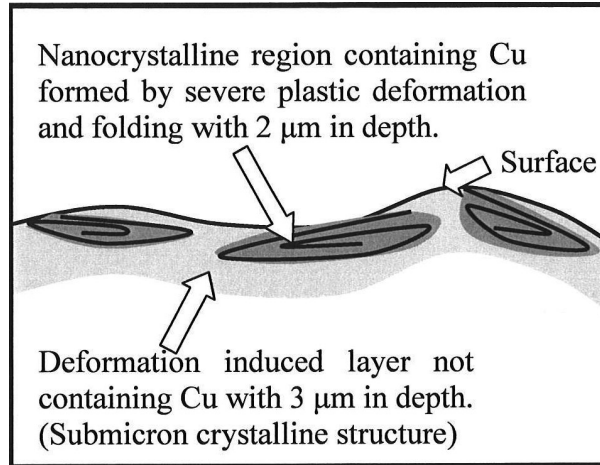


Fig. 8.14 Schematic diagram of shot peened surface structure of FCBCu-SP.

参考文献

- 1) C. Kagaya and N. Egami: Electric Furnace Steel 71(2000) 51-58.
- 2) O. Kato, T. Nakatsuka and H. Kubota: Die and Mould Technology 26(2011) 100-101.
- 3) H. Uchida, S. Fujita and T. Saito: Proceedings of JAST Tribology Conference (2007) 123-124.
- 4) R. Holm: Electric Contact (1946) 214.
- 5) J. F. Archard: J. Appl. Phys. 24(1953) 981.
- 6) 野呂瀬進ら: 摩耗機構の解析と対策 テクノシステム (1992) 13-15.
- 7) T. Sasada, S. Norose and H. Mishina: Journal of Japan Society of Lubrication Engineers 22(1977)169-176.
- 8) S. Takagi, M. Kumagai, Y. Ito, S. Konuma and E. Shimodaira: Tetsu-to-Hagané 92(2006) 318-326.
- 9) S. Sato and K. Watanabe: Journal of Material Testing Research Association of Japan 40(1995) 209-215.
- 10) Y. Todaka, M. Kumagai and M. Umemoto: Journal of The Japan Society for Heat Treatment 50(2010) 275-276.
- 11) H. Sato, E. Miura and Y. Watanabe: Materia Japan 50(2011) 331-338.

第9章

総括

自動車の燃費向上ならびに CO₂ 排出量削減の要求は高く，そのために自動車用部品のさらなる小型化，軽量化は極めて重要な技術課題であり，各種構成部材の高強度化の研究がなされている．このような高強度部品には，SCr420 や SCM420 などの肌焼鋼に浸炭処理，焼入れ・焼戻し処理を行った後，ショットピーニングを施した複合処理材料が広く適用されている．一般に，ショットピーニングによる高強度化において，高い効果を得るためには被加工材と投射材の両者の高硬度化が必要であると考えられている．特に，被加工材に大きな圧縮残留応力を与えるためには，被加工材の表面よりも硬度の高い投射材を用いることが効果的である．そのため，汎用的に使用されている鑄鋼製や粉末ハイス製投射材よりも高硬度を有する投射材が開発され，高いショットピーニング効果が得られることが報告されてきた．しかしながら，これらの投射材でも，さらなる被加工材の高硬度化に対応するためには必ずしも十分な硬度を有していないこと，ならびに高価な原料を必要とすることなどの課題も残されている．そこで本論文では，高硬度・高密度・高靱性を有し，かつ安価な原料と量産性に優れる製造方法により実現可能な微粒子投射材の開発を目的とし検討を行なった．また，微粒子ショットピーニングの新たな応用分野として注目されている，被加工材への投射材成分移着による被加工材の表面改質にも取り組んだ．以下に，各章の主要な成果を示すとともに総括を行なった．

第1章の序論では，研究の背景，ショットピーニングの概要，ガスアトマイズ法の概要を示すとともに，高硬度投射材の開発に関する従来の研究を記述した．これらの過去の研究では利用されなかった硬質相として，硼化物に着目した新規微粒子投射材による

大きなショットピーニング効果の可能性を示した。

第2章では、新規微粒子投射材に適した製造方法および新規微粒子投射材の合金設計を行なった。製造方法として、 $100\mu\text{m}$ 程度の粒径の球形状粒子を効率よく製造できること、製造する粒子の成分自由度を高くできること、さらに微細・均一なマイクロ組織を有する粒子が製造できることに着目し、不活性ガス雰囲気溶解、不活性ガス噴霧によるガスアトマイズ法を採用した。また、合金として、安価な原料からなり高硬度を有しながらガスアトマイズ法で製造可能な程度の低融点を有するFe系硼化物を延性の高い αFe を含む共晶組織で結合するマイクロ組織を狙ったFe-Fe₂B系過共晶組成に着目した。耐候性を考慮し8%Crを添加した本組成域のガスアトマイズ粉末を製造、評価した結果、ビッカース硬さ1200HV級、密度 $7.4\text{Mg}\cdot\text{m}^{-3}$ を有し、かつ靱性にも優れる新規微粒子投射材としてFe-8%Cr-6.5%B投射材を新しく開発した。

第3章ではFeCrB投射材によるショットピーニング効果に及ぼす投射圧の影響を評価した。実部品の量産工程においてショットピーニングの投射圧は消費電力や装置損傷に関わる重要な因子である。3水準の投射圧でショットピーニングを実施した結果、投射圧の増加にともない被加工材表面の最大圧縮残留応力が増加し、また、評価したいずれの投射圧においても比較とした粉末ハイス製投射材の場合よりも高い圧縮残留応力を付与することが出来た。この実験結果はOgawaらにより提案された被加工材に与える最大圧縮残留応力の予測式の傾向とよい一致を示した。これらのことから、開発した高硬度FeCrB投射材を用いることで、優れたショットピーニング効果が得られることを示すとともに、低い投射圧でも十分なショットピーニング効果が得られることから電力消費などのランニングコスト低減にも有効であることを明らかにした。

第4章ではFeCrB投射材をSCM420ガス浸炭材に一段ショットピーニングし、表面性状および疲労特性に及ぼす影響を評価した。SCM420ガス浸炭材は高強度部品に用いられる代表的な肌焼鋼であり、その表面強化ならびに疲労特性の改善は極めて重要な技術課題である。SCM420ガス浸炭材を被加工材としたショットピーニングにおいて、FeCrB

投射材を用いることで粉末ハイス製投射材を用いた場合よりも、被加工材表面に大きな圧縮残留応力と加工硬化を与えることができ、その結果、被加工材の疲労強度が大幅に向上した。FeCrB 投射材をショットピーニングした試験片破面における破壊起点が、試験片表面ではなく内部に見られることから、表面の著しい強化により疲労強度が向上したと考えられた。

第5章ではFeCrB 投射材を二段目として用いたSCM420 ガス浸炭材への二段ショットピーニングの効果を評価した。二段ショットピーニングは、ばねやギヤなど高強度が要求される最も重要な部品においても適用されている処理であり、被加工材表面において、一段ショットピーニングよりも深い圧縮残留応力分布が得られることが特徴である。FeCrB 投射材を二段目として用いることで、被加工材の表面直下の圧縮残留応力を大きくすることができ、疲労強度の大幅な改善が可能であることを明らかにした。また、疲労強度と残留応力分布の相関を検討し、その回帰式から被加工材の表面直下の圧縮残留応力が疲労強度向上に著しく有効であることを示した。

第6章では冷間工具鋼へのFeCrB 投射材を用いたショットピーニング効果を評価した。各種工具鋼への微粒子ショットピーニングも既に多くの適用事例があり金型寿命の改善を実現する技術である。特に高Cを含有し高硬度となる冷間工具鋼へのショットピーニングには高硬度投射材が有効であると予想される。代表的な冷間工具鋼であるSKD11にFeCrB 投射材をショットピーニングすることにより、表面硬度、疲労特性、シャルピー衝撃値ならびに低速での耐摩耗性が改善することを明らかにした。冷間金型においては特に $10^3 \sim 10^6$ の繰り返し負荷における疲労寿命改善が求められるが、FeCrB 投射材を用いることで、この領域の低サイクル疲労寿命の改善効果が認められた。

第7章ではFeCrB 投射材の寿命特性を評価した。投射材寿命は実工程におけるランニングコストに関わる重要な特性である。一般に結晶材料を投射材として用いると、硬度の上昇にともない靱性が低下するため、高硬度投射材は寿命に劣ると考えられてきた。しかしながら、FeCrB 投射材は延性の高い α Feを結合相として持つ投射材であり、高い

靱性も兼備するよう設計した微粒子投射材である。SCM420 ガス浸炭材をターゲットとして実施した投射材寿命評価の結果、FeCrB 投射材は粉末ハイス製投射材よりも寿命特性に優れることを明らかにした。長時間ショットピーニングに用いた後の投射材を観察した結果、FeCrB 投射材は 1200HV 級という従来の結晶系金属投射材にない高硬度を有していることから、ターゲットとの衝突による塑性変形そのものが小さく抑えられ、投射材内部のクラック発生、進展が遅く、投射材寿命に優れることを明らかにした。

第8章ではCuを添加した硬質微粒子投射材を用いたショットピーニングによる被加工材の表面改質について検討した。Cuは軸受鋼などの主元素であるFeと親和性が低く耐凝着性に優れる元素である。このCuを高硬度FeCrB投射材に添加したFeCrBCu投射材を用いることにより、被加工材として用いたSUJ-2焼鈍材表面に残留応力付与のような通常のショットピーニング効果以外に、Cu移着を同時に実現できるハイブリッド効果を検討した。その結果、被加工材表面は加工硬化し圧縮残留応力が導入されるとともに、SUJ-2焼鈍材の母相である α Feの固溶限を大きく上回るCuが移着していた。X線回折、TEM観察の結果、被加工材表面はナノ結晶粒化しており、この領域にCuが過飽和固溶していることを明らかにした。また、本実験における微粒子ショットピーニングにより変形した結晶粒の観察から、この処理が巨大ひずみ加工に匹敵するひずみを被加工材表面に与えていることが示唆された。なお、この処理により得られた表面改質が、実際の耐凝着性に及ぼす効果については今後の検討課題である。

以上に示した一連の研究結果から、開発した高硬度FeCrB投射材は、ショットピーニングにより被加工材に付与できる最大圧縮残留応力値がOgawaらの理論により説明できる一方で、投射材の破砕挙動が従来より考えられてきた高硬度投射材と異なること、さらにCuを添加することでショットピーニング表面にナノ結晶粒化と同時にCuを過飽和固溶させるといった新規知見を見出すことができた。

また工業的な観点からは、開発した高硬度FeCrB投射材をショットピーニングに用いることで、被加工材の表面を強化し、疲労特性改善などの有益な効果が得られることを

示した。また、この投射材は通常の使用環境における十分な耐候性を持ち、さらに量産性、原料コストならびに投射材寿命にも優れており、実用性が高いことを示した。

なお、本研究による新規微粒子投射材である FeCrB 投射材は、ばねや金型を対象に既に実用化されており、部品の高強度化やショットピーニング工程のランニングコスト低減に寄与している。今後、さらなる部品小型化や新規用途展開に合わせた研究、開発により、より一層の適用分野拡大が見込めると予想される。

資料

本論文は主に以下の研究発表をまとめたものである。

【投稿論文】

[1] 著者：澤田俊之，柳谷彰彦，掛下知行

論文名：Cu を添加した硬質微粒子投射材を用いたショットピーニングによる表面改質

論文誌：日本金属学会誌，投稿中。

[2] 著者：澤田俊之，柳谷彰彦

論文名：Fe-Cr-B 系硬質ガスアトマイズ粉末の諸特性に及ぼす粒径の影響

論文誌：日本金属学会誌, 76(2012), 437-442.

[3] 著者：澤田俊之，柳谷彰彦

論文名：Fe-Cr-B 系硬質ガスアトマイズ粉末の諸特性に及ぼす添加元素の影響

論文誌：日本金属学会誌, 75(2011), 274-281.

[4] 著者：澤田俊之，柳谷彰彦

論文名：高硬さ・長寿命を有する FeCrB 投射材の開発

論文誌：ショットピーニング技術, 22(2010), 125-131.

[5] 著者：澤田俊之，柳谷彰彦

論文名：SCM420 ガス浸炭材の表面残留応力および疲労特性に及ぼす HV1200 級

Fe-Cr-B 投射材を用いた二段ショットピーニングの影響

論文誌：日本金属学会誌, 74(2010), 682-687.

[6] 著者：Toshiyuki Sawada and Akihiko Yanagitani

論文名：Properties of Cold Work Tool Steel Shot Peened by 1200HV-Class Fe-Cr-B Gas

Atomized Powder as Shot Peening Media

論文誌：Materials Transactions, 51(2010), 735-739.

[7] 著者：澤田俊之，柳谷彰彦

論文名：ガスアトマイズ法で作製したショットピーニング用 Fe-Cr-B 合金投射材の寿命特性

論文誌：日本金属学会誌, 73(2009), 666-669.

[8] 著者：澤田俊之，柳谷彰彦

論文名：ショットピーニング用 Fe-Cr-B 系ガスアトマイズ粉末の諸特性に及ぼす B 量の影響

論文誌：日本金属学会誌, 73(2009), 401-406.

[9] 著者：澤田俊之，柳谷彰彦

論文名：ショットピーニング用 1200HV 級 Fe-Cr-B 系ガスアトマイズ合金粉末の開発

論文誌：日本金属学会誌, 73(2009), 26-32.

【講演概要集】

1. 国際会議

[1] 発表者：○Toshiyuki Sawada and Akihiko Yanagitani

講演名：Development of 1200HV-Class Gas Atomized Powder for Shot Peening Media

概要集：Proceedings of the PowderMet2011 International Conference on Powder Metallurgy & Particulate Materials, and the 2011 International Conference on Tungsten, Refractory & Hardmaterials, (2011), 11-1 - 11-11.

2. 国内学会

[1] 発表者：○澤田俊之

講演名：ガス浸炭材表面へのショットピーニング効果に及ぼす微粒子投射材の硬度の

影響

概要集：日本金属学会講演概要, Vol.152, 論文 No.173, (2013.03.13).

[2] 発表者：○澤田俊之, 柳谷彰彦, 掛下知行

講演名：真空浸炭材表面へのショットピーニング効果に及ぼす微粒子投射材の硬度の影響

概要集：日本金属学会講演概要, Vol.151, 論文 No.88, (2012.09.03).

[3] 発表者：○澤田俊之, 柳谷彰彦

講演名：ショットピーニング処理による微粒子投射材の消耗挙動

概要集：日本金属学会講演概要, Vol.149, 論文 No.Poster Session, 466(2011.10.20).

[4] 発表者：○澤田俊之, 柳谷彰彦

講演名：高硬度・長寿命を有する微粒子ショットピーニング用 FeCrB 系投射材の開発

概要集：微粒子衝突表面改質研究会, 第9回技術講演会, 講演論文集, 9(2011), 29-36.

[5] 発表者：○澤田俊之, 柳谷彰彦

講演名：ショットピーニング用 HV1200 級ガスアトマイズ合金粉末

概要集：粉体粉末冶金協会講演概要集, (2005 秋季), 241.

【技術報告等】

[1] 著者：澤田俊之, 柳谷彰彦

題目名：ショットピーニング投射材用 1200HV 級 FeCrB ガスアトマイズ粉末の開発

雑誌名：まてりあ, 49(2010), 17-19.

[2] 著者：澤田俊之, 柳谷彰彦

題目名：1200HV 級ショットピーニング用ガスアトマイズ粉末の開発

雑誌名：山陽特殊製鋼技報, 15(2008), 36-42.

受賞歴

[1] 賞名：Outstanding Poster (2002)

Metal Powder Industries Federation, 2002 World Congress on Powder Metallurgy
& Particulate Materials

受賞者：Katsu Yanagimoto, Daisuke Kimura and Toshiyuki Sawada

題目名：Improvement of Electrochemical Properties of AB₅-Type Hydrogen Storage Powder
by N₂ Gas Atomization.

[2] 賞名：技術開発賞 (2010) 社団法人日本金属学会

受賞者：澤田俊之，柳谷彰彦

題目名：ショットピーニング投射材用 1200HV 級 FeCrB ガスアトマイズ粉末の開発

[3] 賞名：優秀講演発表賞 (2012) 社団法人粉体粉末冶金協会

受賞者：澤田俊之

題目名：Ni-Cr-Mo-B 系耐食耐摩耗粉末冶金材の諸特性に及ぼす HIP 温度の影響

謝辞

本研究の遂行ならびに本論文を完成するにあたり，終始懇切なるご指導，ご鞭撻を賜りました大阪大学大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻教授 掛下知行先生に深甚なる感謝の意を表し厚く御礼を申し上げます。

本論文の執筆にあたり，ご多忙中にもかかわらず有益なご教示と懇篤なご校閲を承りました大阪大学大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻教授 荒木秀樹先生，大阪大学大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻教授 宇都宮裕先生に厚く御礼申し上げます。

本論文の執筆にあたり，ご多忙中にも関わらず有益なディスカッションとご指導を賜りました，大阪大学大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻准教授 福田隆先生，大阪大学大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻講師 寺井智之先生に大いなる感謝の意を表し厚く御礼を申し上げます。

本研究に取り組む機会を与えていただき，その遂行にあたりご配慮とご指導をいただきました山陽特殊製鋼株式会社 常務取締役 柳谷彰彦博士に心から感謝いたします。
本研究の遂行にあたりご理解，ご配慮をいただきました山陽特殊製鋼株式会社 粉末事業部長 山名幹也氏，粉末事業部技術グループ長 池田裕樹氏，粉末事業部開発営業グループ長 林亮二氏に深く感謝の意を表します。

本論文をまとめるにあたり貴重なるご助言をいただきました山陽特殊製鋼株式会社 粉末事業部粉末営業部シンガポール事務所長 相川芳和博士，本研究における試料作製や実験の遂行に多大なるご協力をいただきました山陽特殊製鋼株式会社 研究業務課の皆様へ深く感謝の意を表します。

最後に，本研究の遂行を支えてくれるとともに，投射材の脆さ評価について有益なアドバイスをくれた妻 明子に心から感謝します。

