

キャビテーション噴流式ハイブリッド表面改質法の開発

東北大学 大学院工学研究科 機械知能工学専攻
助教授 祖山均
(平成 10 年度研究開発助成 AF-98003)

キーワード：表面改質，キャビテーション，ピーニング

1. 研究の目的と背景

キャビテーションにより金属材料に塑性加工を与えることにより、機械的強度と耐食性を同時に向上させるハイブリッド表面改質が可能である。

キャビテーションは、流体機械に致命的損傷を与える「害悪」である。筆者らの逆転発想的な研究により、キャビテーションを伴う高速水中水噴流（以下では単にキャビテーション噴流^{(1)~(3)}と呼ぶ）を用いてキャビテーションを制御することにより表面改質が可能である。キャビテーション気泡の崩壊衝撃力を活用したピーニングによる圧縮残留応力の導入や疲労強度などの機械的強度向上ばかりでなく、炭素鋼の耐食性向上が発見され^{(11),(12)}、機械材料の表面改質へのキャビテーション噴流の有効利用が注目されている^{(13),(14)}。

周知のようにキャビテーション気泡は気泡崩壊時に数 GPa に及ぶ局所的高衝撃圧を生じる^{(15)~(17)}ばかりでなく、高温スポットを生じる⁽¹⁸⁾。超音波によって発生させたキャビテーションの高温スポットにより鉄粉末表面にアモルファス層を生成したという報告がある⁽¹⁹⁾。

工業的利用を目的としてキャビテーションを発生させる方法には、超音波による方法とキャビテーション噴流による方法が考えられる。キャビテーション噴流を用いる利点は以下の通りである。

- i) 任意の被加工面にキャビテーションを発生できる。
- ii) 噴流の噴射圧力やキャビテーション数によりキャビテーションの崩壊衝撃力を制御できる^{(14),(17)}。
- iii) キャビテーション気泡の崩壊衝撃圧を有効利用するので、ポンプの吐出し圧力以上の加工能力を得ることができる。
- iv) キャビテーション噴流では、金属粉末ばかりでなく、金属材料母材の表面改質が可能である。

なお金属材料をキャビテーションにさらした場合に、重量欠損を生じないで塑性変形のみが繰り返される潜伏期が存在する⁽²⁰⁾ので、キャビテーションの崩壊衝撃力の大きさとキャビテーションにさらす時間を考慮することにより、材料表面に損傷を与えずに表面改質することが可能である。

本研究では、キャビテーション噴流による機械強度と耐食性を同時に向上するハイブリッド表面改質の可能性の検討を目的として、キャビテーション噴流にさらした

炭素鋼 S45C 表面の残留応力、腐食電位および分極曲線を計測した。またキャビテーション噴流にさらしたばね材の回転曲げ疲労試験を行った。さらにキャビテーション噴流による耐食性向上の機構の解明を目的として、キャビテーション噴流を噴射中の衝突面の腐食電位を計測した。

2. 実験装置および方法

2・1 キャビテーション噴流試験装置

図 1 には、実験に使用したキャビテーション噴流試験装置の概要を示す。試料水はタンクに貯留し、これをプランジャポンプで加圧し、供試ノズルを通して試験部に設置した試験片に噴射する。供試ノズルには、シリンドリカルノズルを用いた。なお圧力計によりノズル上流側圧力 p_1 と下流側圧力 p_2 を測定した。スタンドオフ距離 s は、ノズルスロート部上流側角部から試験片表面までの距離と定義した。

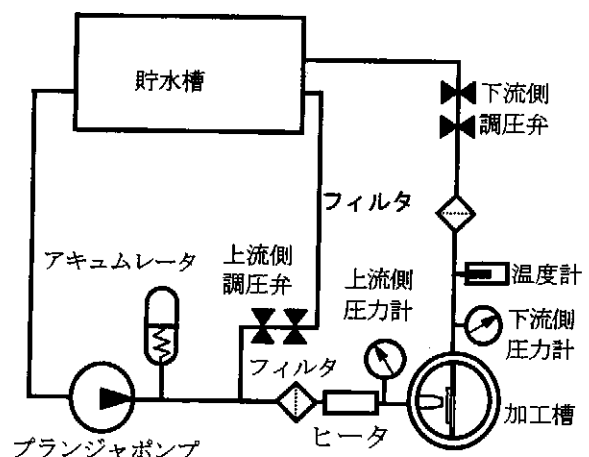


図 1 キャビテーション噴流試験装置の概要

2・2 残留応力の計測

材料表面の残留応力は X 線回折式応力測定装置を用いた。キャビテーション噴流によるピーニングは局所的な塑性変形を与えることによって生じる効果であるので、必要に応じて、以下のように残留応力について 3 方向の垂直応力成分 σ_x , σ_y , σ_z を計測し、式(1)により σ_x , σ_y , τ_{xy} を求めて、式(2)から主応力 σ_1 , σ_2 を算出した。

$$\begin{Bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ 2\tau_{xy} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos^2 \theta_a & \sin^2 \theta_a & \sin \theta_a \cos \theta_a \\ \cos^2 \theta_b & \sin^2 \theta_b & \sin \theta_b \cos \theta_b \\ \cos^2 \theta_c & \sin^2 \theta_c & \sin \theta_c \cos \theta_c \end{bmatrix}^{-1} \begin{Bmatrix} \sigma_a \\ \sigma_b \\ \sigma_c \end{Bmatrix} \quad (1)$$

$$\begin{Bmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \end{Bmatrix} = \frac{1}{2}(\sigma_x + \sigma_y) \pm \frac{1}{2} \sqrt{(\sigma_x - \sigma_y)^2 + 4\tau_{xy}^2} \quad (2)$$

本実験では、 $\theta_a=0\text{deg}$ 、 $\theta_b=60\text{deg}$ 、 $\theta_c=120\text{deg}$ とした。測定条件は以下の通りである。X線管球はCrK α を使用した。各入射角 $\psi_0=-20, -10, 0, 10, 20\text{deg}$ において、20kV、10mAのX線を照射し、各条件において位置敏感型検出器PSPCで30秒間測定した。 ϕ を入力して、入射角 ψ_0 一定法で計測した。回折面は(-Fe)の(211)面を用い、回折角は半価幅法により決定し、 $\sin^2\phi$ 法を用いて $2\theta - \sin^2\phi$ 線図から最小二乗法により残留応力を求めた。なお残留応力の算定に用いたX線応力定数は、応力定数表の値から、-318MPa/degを使用した。

2・3 回転曲げ式疲労試験

キャビテーション噴流を用いた表面改質による疲労強度向上を実証するために、H_{RC}52のSUP7を供試材とし、回転曲げ疲労試験を行った。実験に使用した試験片形状はJIS Z2274、2号試験片である。試験片にはシリコンマンガン鋼SUP7に熱処理を施したものを使用した。回転曲げは回転曲げ試験機FTO-10(100Nm, 2900rpm)を用いて疲労試験を行った。

2・4 電気化学的計測

耐食性の評価法は、キャビテーション噴流噴射後のS45Cの腐食電位⁽²⁾、およびアノード分極曲線とした。噴射時間を t_m とし、噴流停止後の時間を t とする。センサには、キャビテーション噴流による衝撃圧が生じる噴流の中心から3mmの位置に、絶縁体であるテフロンを介して直径2mmの供試材S45Cを埋め込んだ。腐食電位の測定は、内径4mmのステンレスチューブをセンサ表面付近に固定し、これを経路として外部の塩橋まで液絡し、塩化銀電極を照合電極として行った。なお電位 E の表示はSHE(標準水素電極)で表示した。分極曲線の測定は、先端部を半透膜であるセロハンで覆った内径6mmの塩橋をセンサ表面付近に固定し、塩化銀電極を照合電極とした電解槽を用いて行った。試験溶液にはキャビテーション噴流装置と同じイオン交換水を使用した。電位掃引速度は0.5mV/sとした。

2・5 キャビテーション数

キャビテーション噴流の支配パラメータであるキャビテーション数 σ は、ノズル上流側圧力 p_1 、下流側圧力 p_2 および試料水の飽和蒸気圧 p_v から定義し、 $p_1 \gg p_2 \gg p_v$ なので、以下のように簡略化して用いた。

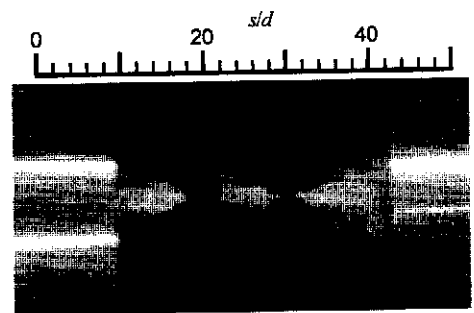
$$\sigma = \frac{p_2 - p_v}{p_1 - p_2} \cong \frac{p_2}{p_1} \quad (3)$$

耐食性試験のキャビテーションの噴射条件は条件A~Bの3種類について行った。条件Aは、センサにキャビテーションがあたっている場合、条件Bはセンサにキャビテーションがあたっていない場合、条件Cは噴流を噴射しない場合である。なお条件Aのスタンドオフ距離はA1050製試験片を用いて質量欠損が極大となる位置とした。条件AとBはキャビテーションの発生領域はそれぞれ異なるが、噴流の流量および流速は等しい。また試料水中の溶存酸素濃度 α_{O_2} の影響を調べるために、窒素をイオン交換水に吹き込んで低溶存酸素濃度にした試料水と、酸素をイオン交換水に吹き込み高溶存酸素濃度にした試料水も供試した。

3. 実験装置および方法

3・1 キャビテーション噴流の様相

図2には、せん光時間1.1 μ sのフラッシュランプを用いて撮影した条件A、Bのキャビテーション噴流の様相を示す。噴流の流れ方向は左から右である。図中、白く見えているのがキャビテーションである。高圧水はノズルに連続的に流入しているが、キャビテーションは図のようにノズル下流で気泡雲を形成する。なお気泡雲の流出は周期的である⁽¹⁾。キャビテーションの発生領域は非定常的なので、図2にはそれぞれの条件においてキャビテーションが最も下流側まで発達している写真を選んだ。条件Aでは、キャビテーション気泡雲がセンサ表面に達し、衝突面がキャビテーション気泡で覆われている。一方、条件Bにおいてはキャビテーション気泡雲はセンサ表面に達する前に崩壊し、キャビテーションは衝突面に達していない。



(a) 条件 A ($\sigma=0.014$, $p_1=15\text{MPa}$, $p_2=0.21\text{MPa}$, $s/d=42$)



(b) 条件 B ($\sigma=0.04$, $p_1=15\text{MPa}$, $p_2=0.6\text{MPa}$, $s/d=42$)

図2 キャビテーション噴流の様相

3・2 圧縮残留応力の導入

図3には、炭素鋼 S45C に $p_1=15\text{MPa}$, $\phi=0.014$ のキャビテーション噴流を噴射した場合の残留応力の経時変化を示す。キャビテーション噴流を噴射前の残留応力の主応力は -201MPa と -263MPa であったが、キャビテーション噴流を噴射した後は -342MPa と -403MPa になっていることから、キャビテーション噴流により残留応力が 140MPa 程度圧縮になったと言える。このとき、キャビテーション噴流の吐出し圧力は、僅か 15MPa であることは注目に値する。またキャビテーション衝撃力は、噴流衝突面のリング状領域に作用するので、図3において、 $|r|=2$ 程度の領域が最も圧縮になっている。

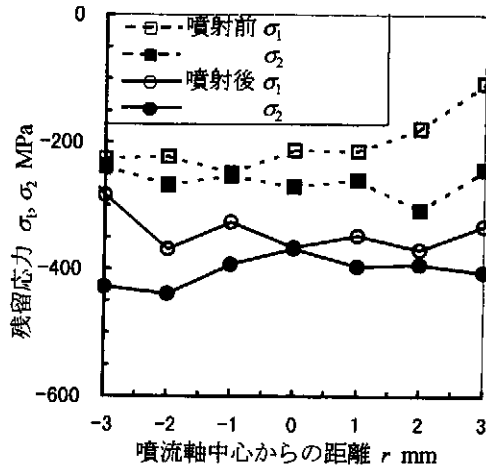


図3 キャビテーション噴流による圧縮残留応力の導入

図4には、キャビテーション噴流の噴射時間による残留応力の経時変化を示す。図3に示したように、噴流軸中心からの距離により、残留応力の値が異なるので、各時間において、 $-3 \leq r \leq 3$ の範囲の主応力の平均値を示す。噴射時間とともに圧縮残留応力が増大し、やがて飽和している。キャビテーション噴流に長時間さらすと損傷を生じるので、最適加工時間が存在することが判明している。

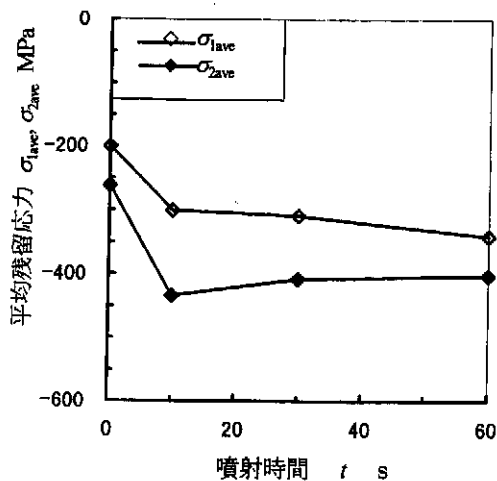


図4 残留応力の経時変化 (炭素鋼 S45C)

3・3 疲労強度向上

疲労強度向上の実証を目的として、ばね材を取り上げて、キャビテーション噴流によりピーニング処理した試験片と、未処理の試験片を用いて回転曲げ式疲労試験を行った。

まず加工時間を決めるために、残留応力の経時変化を計測した。なおキャビテーション噴流によるピーニング処理は、試験片を $v=2.0\text{mm/s}$ でキャビテーション噴流内を移動させ、それを n 回行い試験片に圧縮残留応力を導入した。このときの加工時間 t_s は次式で定義した。

$$t_s = n/v \quad (4)$$

図5には試験片をキャビテーション噴流にさらした時間と試験片長手方向の残留応力の関係を示す。キャビテーション噴流にさらすことにより、圧縮残留応力は -470MPa から -690MPa へと移行している。また加工時間が増大するに伴って、圧縮残留応力は増大するが、キャビテーション噴流に過剰にさらすことにより圧縮残留応力は低減し、やがて材料表面に損傷を生じるようになる⁽⁶⁾。よって本報では残留応力が圧縮へと移行し飽和した加工時間 $t_s = 15\text{s/mm}$ より 4mm/min を最適加工速度として以下の実験を行った。

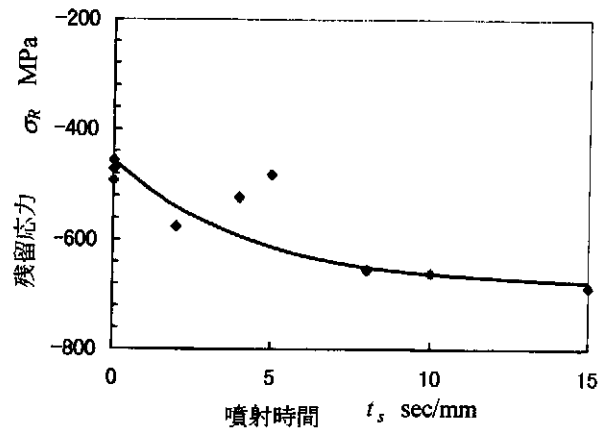


図5 残留応力の経時変化 (ばね材 SUP7)

図6には回転曲げ疲労試験による応力振幅 σ_a と破断に至る回数 N の関係 ($S-N$ 線図) を示す。試験片の破断は全て最小肉厚部で試験片外周より発生した。キャビテーション噴流にさらしていない試験片は $\sigma_a = 820\text{MPa}$ において $N = 1.61 \times 10^6$ で破断したが、キャビテーション噴流で加工した試験片は $\sigma_a = 940\text{MPa}$ において $N > 1.14 \times 10^7$ においても破断していない。すなわちキャビテーション噴流による加工により、SUP7 の回転曲げ疲労強度が約 120MPa 向上したといえる。また本実験では、未加工の試験片は $\sigma_a = 957\text{MPa}$ で $N = 1.83 \times 10^5$ で破断したのに対し、キャビテーション噴流により加工した試験片は $\sigma_a = 956\text{MPa}$ で $N = 7.13 \times 10^5$, 3.47×10^6 で破断した。すなわち疲労寿

命が4倍以上延びた。よって前報⁽¹⁰⁾においては疲労限より大きな曲げ応力下ではキャビテーション噴流による加工の差が認められなかったが、本実験から疲労限より大きな曲げ応力を負荷した場合でも、キャビテーション噴流による加工においても、通常のショットピーニングと同様に、疲労寿命の向上が認められることがわかる。

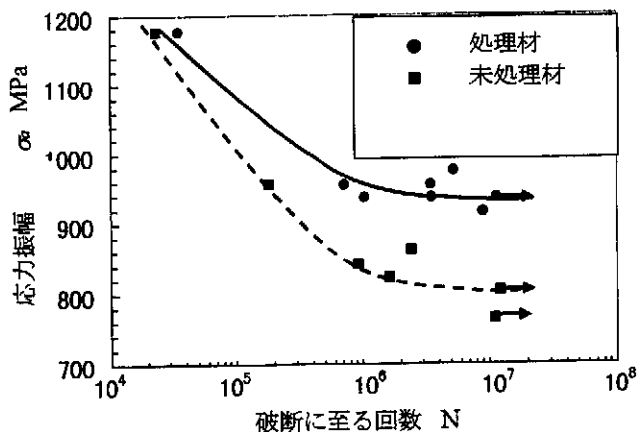


図6 S-N線図

3・4 耐食性向上

図7には、キャビテーション噴流にさらした直後からのセンサより得られた腐食電位の経時変化を条件A~Cについてそれぞれ2例ずつ示す。条件A, Bともに噴流停止後、腐食電位が急激に卑から貴へ変わり、1~2分間で飽和する。Fig.5より飽和した腐食電位をみると、条件Aの場合が他の二つの条件に比べて最も貴な値を示した。なお腐食電位が貴な値を示すほど、S45C表面がより安定していることを意味する。Fig.4に示したように、条件Aの場合のみキャビテーションがセンサ表面に達している。キャビテーションがセンサに達していない条件Bよりも条件Aの方が、明らかに腐食電位が貴であることから、この腐食電位の貴へのシフトは水噴流によるものでなく、キャビテーションによる影響が大であることがわかる。

図8には、イオン交換水中の供試材S45Cの分極曲線を示す。パフ研磨したのみでキャビテーション噴流にさらさない場合よりも、キャビテーション噴流にさらした後の場合の方が、腐食電位が貴方向にシフトする量だけ、アノード分極曲線が低電流側に位置する。分極曲線が同様な傾向を示す場合、アノード分極曲線が同じ電位において腐食電流が小さくなることは、供試材表面から金属イオンが溶出しにくいことを意味し⁽²³⁾、耐食性向上を明示している。すなわち、図7と8より、炭素鋼の腐食電位が貴にシフト、およびアノード分極曲線が低電流側に位置することから、キャビテーション噴流により炭素鋼S45Cの耐食性が向上するといえる。なお本実験結果は、前報⁽¹¹⁾と腐食電位のシフトおよび分極曲線の傾向が異なる。この原因は、前報⁽¹¹⁾では腐食電位および分極

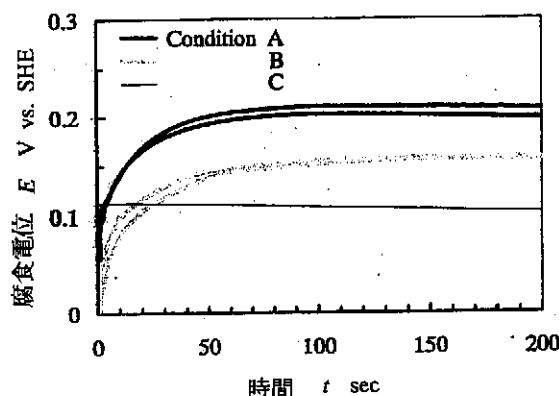


図7 腐食電位の経時変化

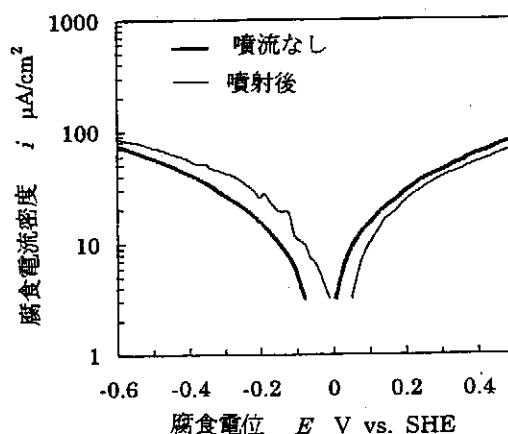


図8 分極曲線 ($p_1=15\text{MPa}$, $p_2=0.21\text{MPa}$, $\sigma=0.014$, $t_{ca}=5\text{min}$)

線を Na_2SO_4 溶液内で計測するために、溶液中の SO_4^{2-} が不動態層を溶かしてしまい、炭素鋼表面の Na_2SO_4 溶液内における腐食電位および分極曲線の結果であり、本実験結果は、不動態層を評価しているためである。

図9には、試料水中の溶存酸素濃度 α_{O_2} を変えてキャビテーション噴流を噴射した場合の炭素鋼のアノード分極曲線を示す。溶存酸素濃度 α_{O_2} が大なるほど、アノード分極曲線は低電流側に位置する。これは炭素鋼表面がイオン化しにくくなる、すなわち錆びにくくなることを意味する。したがって、試料水中の溶存酸素がキャビテーション噴流による炭素鋼表面の不動態層生成により良い効果をもたらすといえる。すなわちキャビテーション噴流による耐食性向上の主たる要因の一つに酸化不動態層生成が考えられる。

キャビテーション噴流による耐食性向上の機構解明を目的として、噴流衝突時に衝突面でいかに電気化学的反応が生じるかを調べるために、噴流衝突面の腐食電位を調べた。

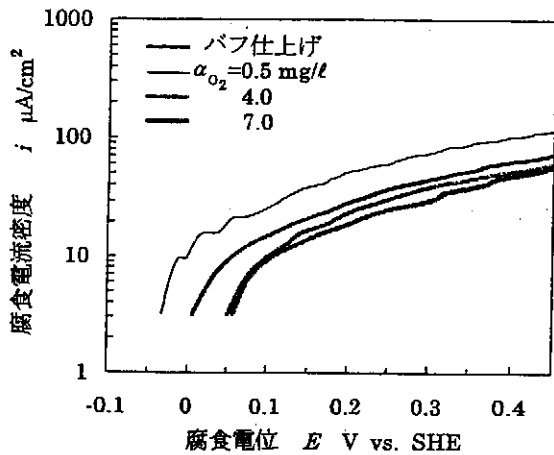


図9 アノード分極曲線における溶存酸素量の影響
($p_1=15\text{MPa}$, $p_2=0.21\text{MPa}$, $\sigma=0.014$, $t_{ex}=5\text{min}$)

図10には、炭素鋼 S45C を埋め込んだセンサにキャビテーション噴流を噴射中の腐食電位を示す。噴流衝突面における金属表面の酸化反応等による腐食電位の影響を避けるために、炭素鋼の代わりに白金を供試材として埋め込んだセンサにキャビテーション噴流を噴射中の腐食

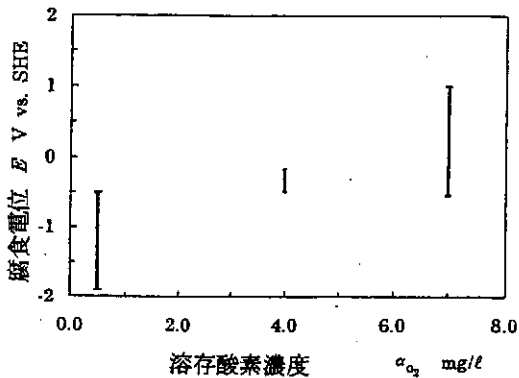


図10 キャビテーション噴射中の炭素鋼の腐食電位
($p_1=15\text{MPa}$, $p_2=0.21\text{MPa}$, $\sigma=0.014$)

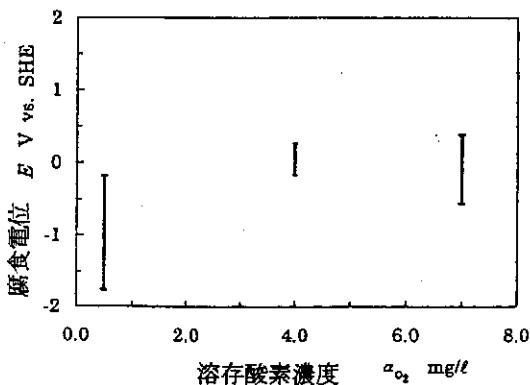


図11 キャビテーション噴射中の白金の腐食電位
($p_1=15\text{MPa}$, $p_2=0.21\text{MPa}$, $\sigma=0.014$)

電位を図11に示す。なお図10, 11ともに、図9と同様にキャビテーション噴流の試料水中の溶存酸素濃度を变化させて、キャビテーション噴流噴射中の供試材の腐食電位を計測した。図中のIは、炭素鋼、白金ともに、噴射中の供試材の腐食電位の変動が著しく大きいので、その変動幅を示す。炭素鋼、白金ともに変動幅が大きいものの腐食電位が 0V vs.SHE 近傍から、SHE に対して卑の電位であることが見て取れる。炭素鋼、白金自身のイオン交換水中の腐食電位と比較すると、これは著しく卑の電位である。供試材に白金を用いても、このように卑の電位を示す事実は、白金は電気化学的に安定な金属材料なので、供試材表面におけるイオン化傾向などの金属の反応だけでは説明できない。すなわち、キャビテーション噴流が衝突面を卑の電位とするなんらかの原因を生み出している」と推察される。

前述のごとくキャビテーション噴流噴射中の衝突面が卑の電位を示すならば、噴射中衝突面で局所的に水素が発生しているはずである。図12には、キャビテーション噴流噴射中に生じるキャビテーション気泡崩壊後の残存気泡を集めてガスクロマトグラフィにより分析した結果を示す。図13には、比較のために、実験室より採取した空気の水素分析結果も併せて示す。検出された H_2 のピークをそれぞれ図中に示す。明らかに、大気中の H_2 よりもキャビテーション気泡崩壊後の残存気泡中の H_2 が多い。すなわちキャビテーション気泡の崩壊時に H_2 が発生しているといえる。

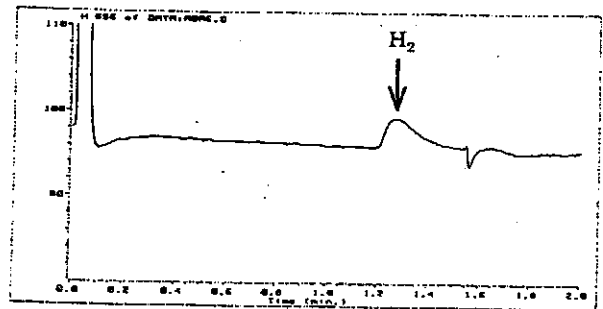


図12 ガスクロマトグラフによるキャビテーション気泡崩壊後の残存気泡中の水素分析

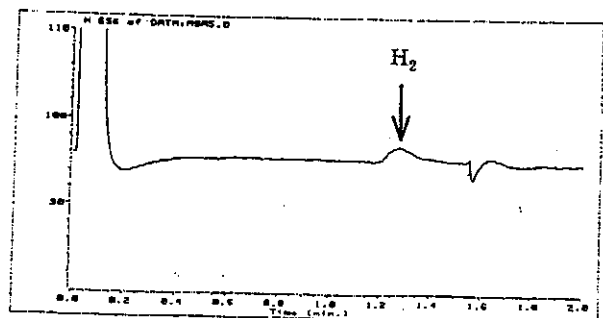


図13 ガスクロマトグラフによる大気中の水素分析

図10と11中、炭素鋼と白金の両方において、 $\alpha_{O_2}=0.05$ mg/lの場合の腐食電位が最も卑の電位を示すことから、キャビテーション気泡の崩壊に伴うキャビテーションの強さが溶存酸素濃度により異なるのではないかと推測して、キャビテーション気泡の崩壊に係わる衝撃力をPVDFセンサ⁽¹⁷⁾を用いて計測した。図14には、衝撃力の強さと発生頻度の関係を示す。明らかに、 $\alpha_{O_2}=0.05$ mg/lの場合が、他の2条件に比べて衝撃力および発生頻度が大きくなっている。すなわち、キャビテーション気泡の図14と図10、11より、キャビテーション気泡の崩壊衝撃力が大なるほど、噴流衝突面の腐食電位が卑になるといえる。したがって、キャビテーション気泡の崩壊が衝突面の腐食電位を卑の電位とする作用をもたらしているといえる。なおキャビテーション噴流は気液混相流であるが、本実験ではキャビテーション気泡の発生量と腐食電位には相関がないこと、単なる気泡は腐食電位を極端に卑にしないことを確認している。

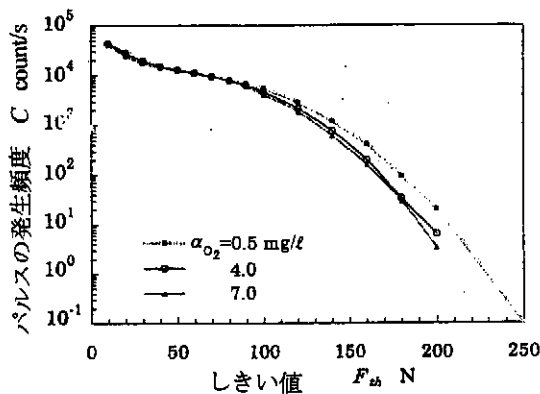


図14 衝撃力パルスの波高分布

4. 結 言

キャビテーション噴流による機械強度および耐食性の向上の実証とその最適化を目的として、供試材として炭素鋼 S45C やばね材 SUP7 を取り上げ、キャビテーション噴流によるピーニング後の供試材 S45C の残留応力、腐食電位や分極曲線を計測した。また回転曲げ疲労試験に供した。さらにキャビテーション噴流噴射中の炭素鋼および白金の腐食電位や、ガスクロマトグラフィによるキャビテーション気泡崩壊後に残存する気泡中の水素濃度の分析を行った。得たる結果を要約すると以下の通りである。

- (1) キャビテーション噴流を疲労強度向上や圧縮残留応力導入のためのピーニング処理に使用できる。
- (2) キャビテーション噴流により炭素鋼 S45C の腐食電位は貴にシフトする。またアノード分極曲線がキャビテーション噴流により低電流密度側に移動する。すなわちキャビテーション噴流により炭素鋼 S45C の耐食性が向上する。
- (3) 耐食性向上に及ぼすキャビテーション噴流中の溶存

酸素濃度の影響から、耐食性向上には酸化不動態層が関わっているといえる。

- (4) キャビテーション噴流衝突面は、水素が生成するような卑の電位を生じる特殊な環境である。

最後に、電気化学的計測法についてアドバイスを頂いた東北大学・庄子哲雄教授、渡辺豊助教授、ならびに X線回折式応力測定装置を提供して下さった東北大学・林一夫教授、伊藤高敏助教授に感謝の意を表す。また本研究の一部は、財団法人天田金属加工機械技術振興財団研究助成ならびに文部省科学研究費補助金 [基盤研究(B)(2)10555025, 11694118] によったことを記す。

参考文献

- (1) 祖山・ほか5名, 機論, 59-562, B(1993), 1919.
- (2) Soyama, H. et al., *Proc. Fluid Eng. Div. Summer Meeting, ASME, FED-236* (1996), 415.
- (3) Soyama, H. and Lichtarowicz, A., 噴流工学, 13-2, (1996), 9.
- (4) 祖山・ほか6名, 噴流工学, 13-1 (1996), 25.
- (5) 平野・ほか3名, 材料, 45-7 (1996), 740.
- (6) Park, J.D. et al., *Proc. 4th Far East Conf. on NDT*, (1997), 501.
- (7) 祖山・ほか3名, 材料, 47-8 (1998), 808.
- (8) 祖山・ほか3名, 機講論, 981-1(1998), 123.
- (9) 祖山・ほか2名, 機講論, 98-3, I (1998), 605.
- (10) 祖山・ほか2名, ショットピーニング技術, 11-2(1998), 60.
- (11) 祖山・ほか3名, 第9回キャビテーションに関するシンポジウム講演論文集, (1997), 27.
- (12) Soyama, H. and Asahara, M., Improvement of the Corrosion Resistance of a Carbon Steel Surface by a Cavitating Jet, *J. Mater. Sci. Lett.*, 18(1999), in Press.
- (13) 祖山, 材料, 47-4 (1998), 381.
- (14) 祖山, 噴流工学, 15-2(1998), 31.
- (15) Jones, I.R. and Edward, D.N., *J. Fluid Mech.*, 7(1960), 596.
- (16) Momma, T. and Lichtarowicz, A., *Wear*, 186-187(1995), 425.
- (17) Soyama, H. et al., *J. Fluid Eng., Trans. ASME*, 120-4(1998), 712.
- (18) Suslik, K. S. and Flint, E. B., *Nature*, 330(1987), 553.
- (19) Suslick, K.S., et al., *Nature*, 353 (1991), 414.
- (20) Thiruvengadam, A. and Preiser H. S., *J. Ship Research*, 8-3 (1964), 39.
- (21) ASTM Designation G134-95, *Annual Book of ASTM Standards*, 03.02 (1997), 537.
- (22) 祖山・ほか2名, 機講論, 991-1(1999), 211.
- (23) Uhlig, H.H. and Revie, R.W., *Corrosion and Corrosion Control*, John Wiley & Sons, Inc., (1985).