

微粒子ピーニングを利用したオースフォーム処理による鋼の高強度化

慶應義塾大学 理工学部機械工学科

教授 小茂鳥潤

(平成 23 年度一般研究開発助成 AF-2011022)

キーワード: 微粒子ピーニング, 表面改質, 高強度化, オースフォーム処理

1. 緒言

表面処理は構造用鋼の機械的性質を向上させるために、工業的にしばしば用いられる。そのなかでも微粒子ピーニング (Fine Particle Peening: FPP) は簡便な処理でありながら、高い改質効果が得られる¹⁾⁻³⁾ため注目されている。同処理は粒径 200 μm 以下の微粒子を被処理材表面に高速で投射し、塑性変形を与える処理である。そのため、表面には加工硬化が生じ、さらに高い圧縮残留応力が生起することから疲労特性改善手法として用いられる。

近年、高周波誘導加熱 (Induction Heating: IH) を利用して鋼を加熱し、一定の温度に保持しながら FPP を施すことが可能な高周波誘導加熱微粒子ピーニング (IH-FPP) 処理システムが開発された⁴⁾。同処理システムを用いて鋼を加熱した状態で Cr 粒子を投射した場合、表面に Cr 移着層が形成されることが報告されている。また、その効果により鋼の耐食性が改善されることが報告されている。また、伊藤ら^{5),6)}は同処理システムの雰囲気を Ar に制御した状態で同様の処理を施すことができる AIH-FPP 処理システムを構築した。これにより、表面に形成される酸化スケールを抑制できるため、Cr の移着を促進させることができ、さらに拡散層が形成されることを報告している。また、同処理システムを用いて Cr 同様に固溶体形成能に優れる元素を投射材として用いることで表面のマテリアルデザイン^{7),8)}が可能である。天野らは Si を投射すると表面に鉄ケイ化合物が形成されることが、また Cr と Si を投射すると Cr を固溶する鉄ケイ化合物が形成されることを報告している。

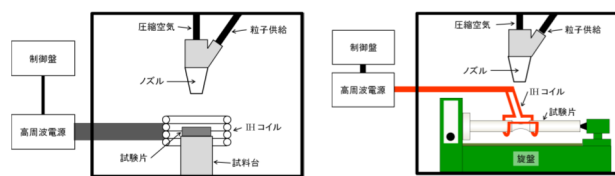
IH-FPP 処理システムは高温に加熱した鋼に対して粒子投射が可能である点に注目すると、室温で FPP を施す場合と比較して多量の転位を導入できるものと考えられる。さらに粒子投射時に噴出する圧縮気体を利用することで急速冷却が可能である。以上のような特徴を活かし、処理条件を適切に制御すれば表面のみに加工熱処理⁹⁾と同様の改質効果を付与できるものと考えられる。原田ら¹⁰⁾はこの点に注目し、一度オーステナイト化させた鋼に対して FPP を施す γ -FPP を提案している。供試材に SCM435H を使い、同処理を 700 $^{\circ}\text{C}$ で施した場合、オースフォーム¹¹⁾と同様の改質効果を得ることができ、高硬さかつ微細粒を有する表面を創製可能であることを報告している。しかしながら、オースフォームは Cr や Mo 等の焼入れ性向上に有効な合金元素を含有する鋼に対して有効

な処理である。このことから、IH-FPP 処理システムを用いて炭素鋼のような比較的単純組成の鋼の疲労特性を改善できれば工業的な実用化が期待される。そこで本研究では、IH-FPP 処理システムを利用し、機械構造用炭素鋼の高疲労強度化を試みた。まず、 γ -FPP によりオーステナイトからの拡散変態・動的再結晶を積極的に利用することにより結晶粒微細化を目指した。次に、回転曲げ疲労試験を行い、創製された微視組織が同材の疲労特性に及ぼす影響について検討を加えた。

2. 実験方法

2. 1 IH-FPP 処理システム

図 1 に IH-FPP 処理システムの模式図を示す。同図(a)は円盤型試験片の処理に用いるものであり、円筒状のコイルの中心部に試験片を設置し、加熱・温度保持を行う。また、同図(b)は砂時計型疲労試験片の処理に用いるものである。同試験片への処理には半円筒状のコイルを用い、被処理部を下方から覆うように設置し、試験片を加熱する。IH 装置は、加熱部分のコイルの他に、高周波電源と出力制御装置から構成されている。出力制御装置は on/off や出力を調節することで試験片の加熱あるいは温度保持を制御することが可能である。疲労試験片に処理を施す際は、旋盤により試験片を回転させることで、被処理面を均一に加熱し、最小径部全域に粒子が衝突するよう留意した。



(a) 円盤型試験片処理時 (b) 砂時計型試験片処理時

図 1 IH-FPP 処理システムの模式図

2. 2 試験片の作製および評価方法

供試材には、表 1 に示す化学組成を有する機械構造用炭素鋼 S45C を用いた。同材に 900 $^{\circ}\text{C}$ 、2h の焼なましを施した後、種々の試験片形状へ機械加工した (Annealed シリーズ)。作製した試験片は直径 15mm、厚さ 4mm の円盤型試験片および

び図2に示す砂時計型疲労試験片(Kt=1.06)である。円盤型試験片の端面および砂時計型試験片の最小径部にはそれぞれ研磨を施した後、種々の条件で処理を施した。作製した試験片には、それぞれ後に示す項目について評価を行った。

図3に本研究で用いる γ -FPPの熱履歴を示す。被処理部をIHにより1000℃まで急速に加熱し、均一にオーステナイト化させた後、粒子投射時に噴出する圧縮空気を利用し、所定の処理温度T₁まで冷却した。その温度を保持しながら所定の時間粒子投射を行い、粒子投射後は、再び圧縮空気を利用して速やかに室温まで冷却した。 γ -FPPの処理条件は表2に示す条件で行った。なお作製した試験片のシリーズ名は γ -FPPに続き、処理温度-投射圧力-処理時間-粒子供給量-旋盤回転速度を付して表すこととした。なお、比較対象に同じ条件が含まれる場合や条件が議論の対象とならない場合はシリーズ名から省略し、略記した。

改質層の評価は作製した試験片の縦断面および最小径部断面で行った。組織や結晶粒の観察はナイタルによりそれらを現出し、光学顕微鏡や走査型電子顕微鏡を用いて行った。なお、結晶粒径の測定は疲労き裂の発生起点となるフェライトについて行い、線解析法を用いて測定した。また、硬さ分布はマイクロピッカース硬さ計を用い、表面から深さ方向にその分布を測定した。疲労試験は小野式回転曲げ疲労試験機を用い、2000rpmの条件のもと室温・大気中で行った。その際、10⁷回繰返し負荷のもとで破断に至らなかった最大の応力を疲労強度と定義した。

表1 S45Cの化学組成

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	Ti	Al	Fe
0.45	0.20	0.71	0.018	0.026	0.04	0.13	0.01	0.09	0.002	0.002	Bal.

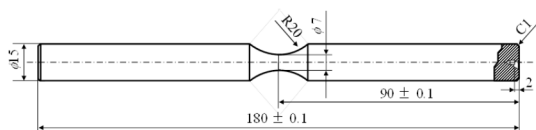


図2 砂時計型疲労試験片

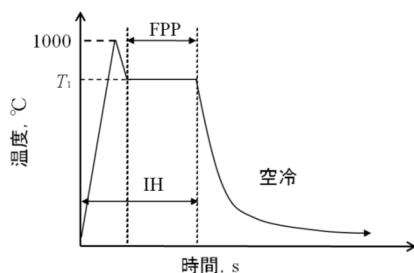


図3 γ -FPPの熱履歴

3. 実験結果および考察

3. 1 表面の微視組織変化に及ぼす γ -FPPの影響

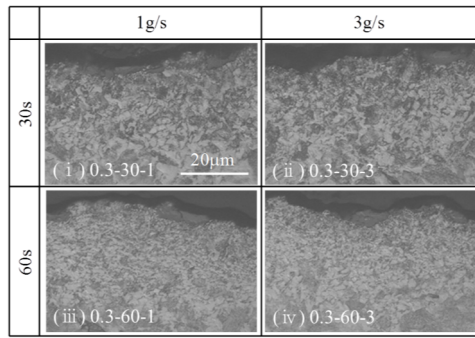
図4に処理温度700℃で γ -FPPを施した円盤型試験片の縦断面においてナイタルにより組織を現出し、光学顕微鏡により観察した結果を示す。なお、図中にはシリーズ名の投射圧力以降の条件を記した。同図より、 γ -FPP後の組織はフェライト、パーライトであることがわかる。本研究で用いる γ -FPPは基材をオーステナイト化して粒子投射を施すものである。冷却後の組織がマルテンサイト変態していないことを考慮すると、オーステナイトは粒子投射中もしくは冷却中に変態が生じているものと考えられる。炭素鋼は単純組成であるため等温変態曲線のノーズが非常に短時間側に存在する。そのため、 γ -FPPの粒子投射中にフェライト、パーライトへの変態が生じたものと考えられる。

次に、図4(a)-(iv)に示す γ -FPP700-0.3-60-3シリーズのような結晶粒が微細化した試験片の組織に注目すると、フェライトが組織の大半を占め、パーライトが減少している様子が確認できる。同処理は高温域で処理を施しているため、表面において脱炭が生じていることが考えられる。しかしながら、詳細に表面を観察したところパーライト組織が確認されたことからその可能性は低いものと考えられる。Songら¹²⁾は、強ひずみ加工と熱処理を複合させた処理により、低炭素鋼の結晶粒を微細化できることを報告している。また、その際パーライトは分散され、フェライト粒界にセメンタイト粒子として存在することを報告している。このことから、粒子投射により表面のパーライトが分散され、セメンタイト粒子となったためパーライト割合が減少したものと考えられる。

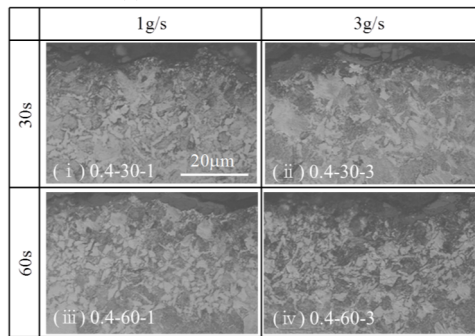
図5には表面から10 μ m程度の領域で平均粒径を測定した結果を示す。同図より、処理時間の増加に伴い結晶粒が微細化していることがわかる。また、処理時間が30sの場合には投射圧力ごとに結晶粒径にばらつきが生じており、投射圧力0.3MPaの場合に顕著に微細化する傾向が認められた。この要因として、投射圧力が高い場合には被処理面に衝突した粒子の跳ね返りが考えられる。その粒子が衝突前の粒子に干渉することで転位導入量が抑制されたものと考えられる。処理時間が60sの場合には投射圧力、粒子供給量によらず1~1.5 μ mの結晶粒が創製されていることがわかる。これは、処理時間の増加により動的再結晶が飽和したものと考えられる。

表2 FPP処理条件

処理温度,℃	600, 700
投射圧力,MPa	0.3, 0.4
処理時間,s	30, 60, 120
粒子供給量,g/s	1.3
旋盤回転速度,rpm	280, 780
投射間距離,mm	100
投射粒子	SKH59



(a) 投射圧力: 0.3MPa



(b) 投射圧力: 0.4MPa

図 4 組織観察結果

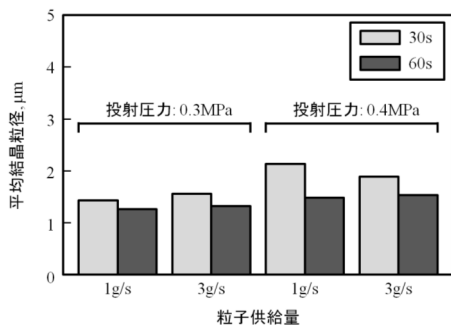


図 5 結晶粒径測定結果

図 6 に試験片縦断面において硬さを測定した結果を示す。同図より、投射圧力 0.4MPa で粒子投射を行った試験片の表面には高硬さ層が形成されていることがわかる。これは粒子 1 つあたりの衝突エネルギーが増加したことで転位導入量が増加したためと考えられる。また、処理時間 30s では内部の硬さにばらつきが認められ、600HV 程度の硬さを示す箇所が存在した。このような硬さを示す組織はマルテンサイトである。このことから、処理時間 30s では準安定オーステナイトが残存しているために、局所的にマルテンサイト変態が生じたものと考えられる。処理時間 60s では内部の硬さのばらつきは抑制され、表面の加工硬化層のみが形成されていることがわかる。このことから、700℃で処理を施した場合には 60s で等温変態がほぼ完了するものと考えられる。

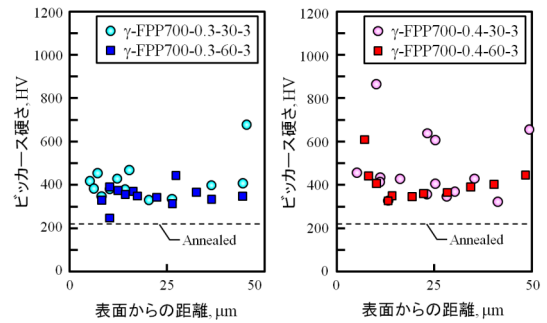
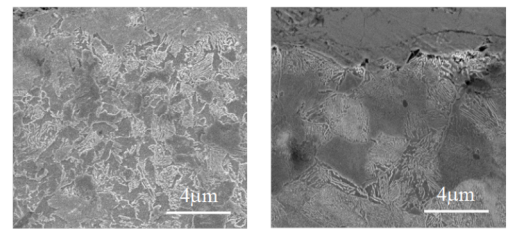


図 6 硬さ測定結果



(a) 円盤型試験片 (b) 疲労試験片

図 7 組織観察結果

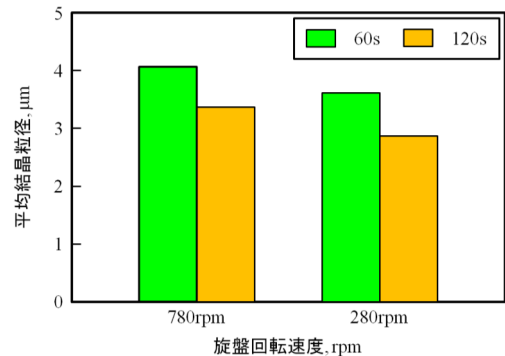


図 8 条件変更後の結晶粒径比較

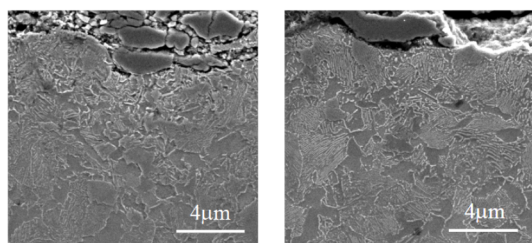
3. 2 結晶粒微細化に及ぼすγ-FPP 処理条件の影響

図 7 にγ-FPP700-0.4-60-3 シリーズの組織観察結果を示す。なお、砂時計型疲労試験片は 780rpm で回転させて処理を施した試験片である。同図より砂時計型疲労試験片では円盤型試験片程の微細化は認められず、平均粒径は 4.06μm であった。両者で大きく異なる点は、前者は旋盤により回転させながら処理を施している点である。そのため、転位導入量が減少し、動的再結晶が抑制されたものと考えられる。

そこで、転位導入量増加を図るために処理時間や旋盤の回転速度を変更した。具体的には処理時間を 120s、旋盤の回転速度を 280rpm とし、それらが結晶粒微細化に及ぼす影響について検討した。図 8 に条件変更後の試験片において平均粒径を測定した結果を示す。まず、回転速度 780rpm において処理時間を増加させることで結晶粒が 4.06μm から

3.37 μm まで微細化することがわかった。これは衝突する粒子総数が増加することで転位導入量が増加したためと考えられる。また、回転速度を減少させた場合、それは 3.61 μm まで微細化することがわかった。これは、衝突面の水平方向の速度が減少することで、より静止状態に近付いたため、垂直方向への転位導入量が増加したことに起因するものと考えられる。両方の条件を変更した場合、結晶粒は 2.87 μm まで微細化し、1.19 μm の減少幅があることがわかった。ここで、結晶粒径の減少幅について注目すると、処理時間の増加による減少幅は 0.69 μm であり、回転速度減少によるそれは 0.45 μm であった。両者の和は 1.14 μm となり、2 つの条件を同時に変更した場合の微細化幅とおおむね一致する。このことから、結晶粒微細化にはそれぞれの条件が独立して影響を及ぼすものと考えられる。以上の結果から、転位導入量を増加させることで砂時計型試験片の結晶粒が微細化することが明らかとなった。しかしながら、円盤型試験片ほどの微細化が認められなかったことから、さらなる微細化の可能性が示唆された。

ここで、動的再結晶における最終的な結晶粒を決定づける因子として転位導入量の他に処理温度が挙げられる。そこで処理温度を 700 $^{\circ}\text{C}$ から 600 $^{\circ}\text{C}$ に変更して γ -FPP を施した。その他の条件は、投射圧力:0.3MPa、投射時間:120s、粒子供給量:3g/s とした。図 9(a) に作製した γ -FPP600 シリーズの組織観察結果を示す。同図より表面近傍において微細なフェライトが形成されていることがわかる。結晶粒径を測定したところ平均 0.76 μm のフェライトが形成されていることが明らかとなった。以上の結果より、 γ -FPP を利用した結晶粒微細化には転位導入量よりも処理温度の影響が大きいことが明らかとなった。



(a) γ -FPP600 (b) γ -FPP600+Annealed

図 9 組織観察結果

3. 3 疲労特性に及ぼす γ -FPP の影響

γ -FPP は表面の加工熱処理であるため、塑性変形により加工硬化が生じ、残留応力が生起する。本研究では結晶粒微細化が疲労特性に及ぼす影響について検討するため、 γ -FPP を施した試験片に加え、 γ -FPP 後に 500 $^{\circ}\text{C}$ 、1h の応力除去焼なましを施した試験片を用意した。 γ -FPP600 シリーズにおける同処理後の組織を図 9(b) に示す。同図より、応力除去焼なましによる組織変化は認められなかった。これは、同処理の温度が再結晶温度域よりも低い温度のためである。

図 10 に硬さ測定を行った結果を示す。同図より応力除去焼

なましを施すことにより表面の硬さが減少していることがわかる。これは結晶粒内に蓄積された転位が消滅し、転位密度が減少したことを示す結果である。また、表面の硬さ低下幅は γ -FPP700 シリーズの方が大きいことがわかる。これは、処理温度の上昇に伴い転位導入量が増加したために、粒内に蓄積されている転位量が多いためである。以上の結果より、応力除去焼なましを施すことで γ -FPP により結晶粒内に蓄積された転位を除去することができ、転位密度の低い微細粒を有する試験片を作製できることが示された。

図 11 に種々の条件で処理を施した試験片に対して室温・大気中で回転曲げ疲労試験を行った結果を示す。同図より、 γ -FPP を施したシリーズの疲労強度は 500MPa 程度の値を示し、Annealed シリーズの 283MPa と比較して上昇していることがわかる。これは、表面に創製された加工硬化層や微細粒に起因するものと考えられる。なお、破断した試験片の破面観察を行ったところ、破断形態は表面起点の破壊を呈していた。

疲労強度上昇要因について詳細な検討を加えるため、まず、表面に生起した残留応力分布を測定した。図 12 にその結果を示す。同図より、 γ -FPP は処理温度により生起する残留応力分布が異なることがわかる。 γ -FPP600 シリーズに注目すると、表面には 398MPa の圧縮残留応力が生起している。これは基材の変形抵抗の減少に伴い、多量の転位が導入されたことに起因するものと考えられる。また、同シリーズに応力除去焼なましを施した γ -FPP600+Annealed シリーズは γ -FPP により生起した残留応力が完全に解放されていることがわかる。

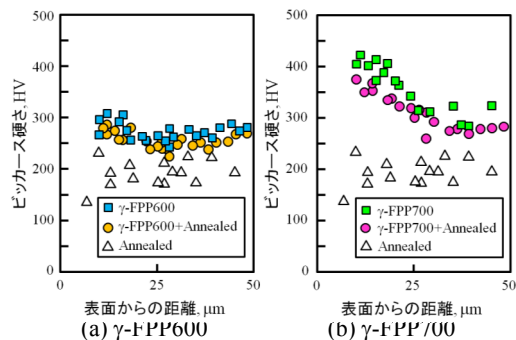


図 10 硬さ測定結果

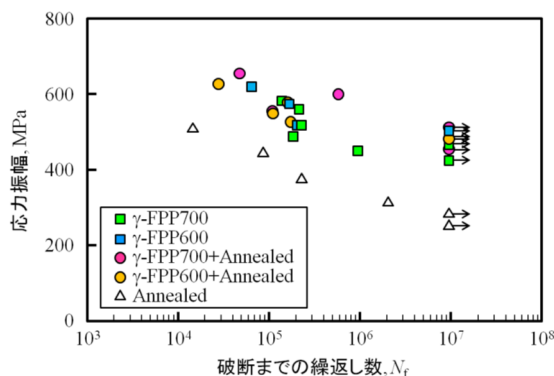


図 11 疲労試験結果

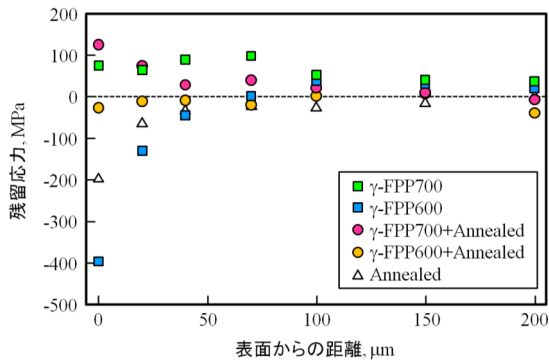


図 12 残留応力測定結果

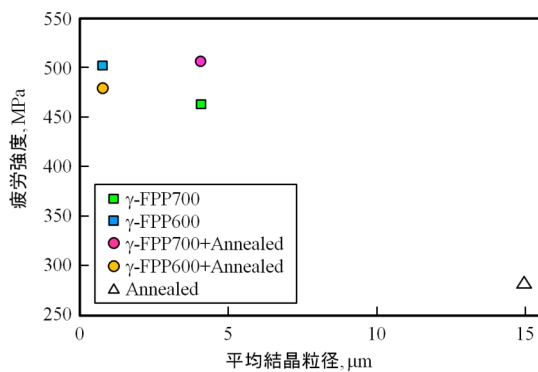


図 13 平均結晶粒径と疲労強度の関係

一方で γ -FPP700 シリーズは表面から 100 μm 程度の領域で引張残留応力が生起していることがわかる。一般に FPP を施すことで表面には圧縮残留応力が生起するが、高温域で行うことでそれに反する結果を得た。このことから、表面に生起した圧縮残留応力は処理中に熱の影響により解放されたものと考えられる。さらに、表面に引張残留応力が生起したのは、冷却過程において表面と内部で冷却速度の差が生じたことに起因するものと考えられる。 γ -FPP700+Annealed シリーズに注目すると、表面の引張残留応力は残存するが、内部の残留応力はおおむね解放されることがわかった。

図 13 に種々の条件で作製した試験片の平均結晶粒径と疲労強度の関係を示す。同図より、結晶粒の微細化に伴い疲労強度が上昇していることがわかる。ここで、 γ -FPP700+Annealed シリーズに注目すると応力除去焼なましを施すことによりさらに疲労強度が上昇していることがわかる。図 12 の残留応力測定結果より、内部の引張残留応力が解放されていることから、同領域においてき裂の進展速度が減少したことが考えられる。そのため、疲労強度が上昇したものと考えられる。また、古谷ら¹³⁾は炭素鋼を強ひずみ加工により結晶粒を微細化した後に 500 $^{\circ}\text{C}$ で焼なましを施すことによりセメンタイト粒子が析出することを報告している。さらに、それにより析出強化が生じる

ために疲労強度が上昇することを報告している。この点を考慮すると、 γ -FPP700+Annealed は組織観察結果ではセメンタイト粒子を確認することはできなかったが、微小なセメンタイト粒子が均一に析出した組織が形成されているものと考えられる。このことから、同シリーズの疲労強度上昇は、引張残留応力が解放されたことと析出強化が生じたことに起因するものと考えられる。

次に、 γ -FPP600 シリーズに注目する。同シリーズの疲労強度は 503MPa を示した。図 10(a)より、同シリーズにおいては表面の加工硬化層はほとんど認められない。このことから、疲労強度上昇は表面に生起した圧縮残留応力と微細粒に起因するものと考えられる。応力除去焼なましを施した γ -FPP600+Annealed シリーズは、 γ -FPP600 シリーズからさらに残留応力が解放されている状態にもかかわらず、480MPa と高い疲労強度を示した。このことから、 γ -FPP による疲労強度上昇は結晶粒微細化によりもたらされたものであることが明らかとなった。

4. 結言

本研究では IH-FPP 処理システムを利用し、機械構造用炭素鋼 S45C の表面の結晶粒を微細化することで高疲労強度化を試みた。その際、オーステナイト域で FPP を施す γ -FPP が結晶粒微細化に及ぼす影響について検討を加えた。さらに、それにより創製された微細粒が鋼の疲労特性に及ぼす影響について検討を加えた。以下に得られた結論を示す。

- (1) 高温に加熱した鋼に対し、 γ -FPP を施した結果、いずれの条件においても表面から 25 μm 程度の領域で動的再結晶の効果により結晶粒微細化が認められた。特に表面から 10 μm 程度の領域ではその効果は顕著になり、適切な条件を選択した場合、1~1.5 μm の結晶粒が創製されることが明らかとなった。
- (2) 疲労特性を評価するために試験片形状を円盤型試験片から砂時計型疲労試験片に変更し、 γ -FPP を施した結果、円盤型試験片程の結晶粒微細化は認められなかった。これは試験片を回転させているために転位導入量が減少したことに起因するものである。
- (3) γ -FPP の転位導入量および処理温度、それぞれが結晶粒微細化に及ぼす影響について検討を加えたところ、本研究の場合には後者の方がその影響は大きいことが明らかとなった。処理温度 600 $^{\circ}\text{C}$ で γ -FPP を施した結果、表面には平均 0.76 μm の結晶粒が創製された。
- (4) γ -FPP を施した試験片は焼なまし材と比較して疲労強度が 220MPa 上昇することがわかった。また、 γ -FPP 後に応力除去焼なましを施した試験片に対して同様に疲労試験を行った結果、疲労強度の低下はほとんど認められなかった。このことから、疲労強度の上昇は結晶粒微細化に起因することが明らかとなった。

謝辞

本研究は公益財団法人天田財団の補助のもとに行われた。また、試験片の作製に用いた AIH-FPP 処理システムは高周波熱錬株式会社の協力により作製した。記して謝意を表す。

参考文献

- 1) 原田泰典, 上杉秀人, 森謙一郎, 梅村貢, 土田紀之, 深浦健三: 機械構造用鋼の表面特性に及ぼす微細ショットピーニングの影響, 塑性と加工, 47, 542 (2006) 216
- 2) 米倉大介, 小茂鳥潤, 清水真佐男, 清水博美: 微粒子ショットピーニング処理を施した鋼の疲労特性におよぼす投射条件の影響, 表面技術, 53, 3 (2002) 214
- 3) 猿木勝司: 微粒子ピーニングによる疲労強度向上化, 名城大学理工学部研究報告, 50 (2010) 36
- 4) 笹子敦司, 菊池将一, 亀山雄高, 小茂鳥潤, 深沢剣吾, 三阪佳孝, 川寄一博: 高周波誘導加熱を利用した IH-FPP 処理システムの構築とそれによる S45C 鋼の表面改質, 日本金属学会誌, 72, 5 (2008) 347
- 5) 伊藤達也, 菊池将一, 亀山雄高, 小茂鳥潤, 深沢剣吾, 三阪佳孝, 川寄一博, 雰囲気制御 IH-FPP 処理による構造用鋼 (S45C) の表面改質, 日本金属学会誌, 74, 8 (2010) 533
- 6) T. Fukuoka, Y. Ujiie, J. Komotori, K. Fukazawa, Y. Misaka and K. Kawasaki: Effects of processing parameters on characteristics of surface modified layers generated by atmospheric controlled IH-FPP system, Procedia engineering, 10 (2011) 1503
- 7) 天野有規, 天野悟志, 福岡隆弘, 小茂鳥潤: クロム/高速工具鋼混合粒子を用いて AIH-MFPP を施した炭素鋼表面の組織と耐食性, 材料, 61, 3 (2012) 273
- 8) 亀山雄高, 天野有規, 小茂鳥潤, 深沢剣吾, 三阪佳孝, 川寄一博: 雰囲気制御 IH-FPP (AIH-FPP) を施した鋼表面におけるケイ化物の形成とそれに伴う耐食性の改善, 日本金属学会誌, 77, 1 (2013) 7
- 9) 田村今男: 加工熱処理法 (Thermal-mechanical treatment) による鋼材の強靱化について, 日本金属学会会報, 2 (1963) 426
- 10) 原田翼, 菊池将一, 小茂鳥潤, 深沢剣吾, 三阪佳孝, 川寄一博: IH-FPP 処理システムを利用した微細結晶粒・高硬さ表面の創製と鋼の疲労特性に及ぼすその効果, 材料, 60, 12 (2011) 1091
- 11) 田村今男: 鋼の加工熱処理, 鉄と鋼, 52, 2 (1966) 140
- 12) R. Song, D. Ponge, R. Kasper and D. Raabe: Grain boundary characterization and grain size measurement in an ultrafine-grained steel, Z. Metallkd, 95, 6 (2004) 513
- 13) 古谷佳之, 松岡三郎, 島倉俊輔, 花村年裕, 鳥塚史郎: 超微細フェライト-セメンタイト組織鋼の疲労特性に及ぼす強化機構の影響, 鉄と鋼, 92, 1 (2006) 46