金属微粒子による塑性加工を援用した
金属拡散層形成と高機能金属材料の創製

広島大学大学院　先進理工系科学研究科
教授　曙　紘之
（2020 年度 一般研究開発助成 AF-2020005-B2）

キーワード：微粒子加工，拡散層，耐食性，耐摩耗性

１．研究の目的と背景

自動車や航空機などの輸送機器をはじめ，機械装置，構造物，電力インフラ等多くの機械・装置類の構成部品は，長期間の実用に伴い，腐食，摩耗，疲労など様々な損傷を受ける．その多くの初期損傷は材料表面で発生することが知られているため，短時間・低コストで材料極表層のみ高機能化することが可能な革新的な加工技術が求められている．

ここで一般によく知られる表面処理の一つであるショットピーニング処理[1)]は，微粒子を材料表面に高速で衝突させることにより，材料表層に塑性加工を加え，材料表層に高硬さ・高圧縮残留応力を有する表面硬化層を形成する加工方法である．しかしながら，同処理は，主に材料の強度向上を狙った表面加工[2)]であり，耐食性や摩擦摩耗特性などのその他諸特性を改善することはできない．申請者は，図 1 に装置概略を示す通り，緻密に制御された不活性ガス雰囲気中で，材料を高周波誘導加熱により加熱しながら微粒子衝突による塑性加工を加えることにより，材料表層に投射粒子元素から成る安定金属拡散層が形成可能であることを見出した．例えば，純チタンに対し，N（窒素）化合物から成る投射粒子を用い，同加工を施すことにより，加工時間 3 分という極めて短時間で，純チタン表層に安定した窒素拡散層が形成可能であることが明らかとなっている（図 2）．

上述したように申請者が独自に開発した「微粒子衝突による塑性加工」は，投射粒子元素から成る安定金属拡散層を材料表層に形成可能である．本研究では，材料の耐食性，耐摩耗性向上を主目的とし，投射粒子に Cr（クロム）粒子を選定する．これにより，材料表層に高硬さ・高耐食性を有する Cr 金属拡散層を形成することを第一の目的とする．なお，優れた諸特性を長期間の実用においても安定して持続するためには，極力厚い金属拡散層の形成が必要となる．そのため，「微粒子衝突による塑性加工」を施す際の「投射圧力」と「加熱保持時間」に注目し，それぞれ 3 水準，合計 9 水準の異なる加工条件にて実施することにより，材料表層に形成される Cr 金属拡散層厚さにおよぼす加工条件の影響について検討を行う．次に，「微粒子衝突による塑性加工」により Cr 金属拡散層を形成した試験片に対し，塩水噴霧試験による耐食性評価試験，およびボールオンディスク型摩擦摩耗試験による耐摩耗性評価試験を実施することにより，その優れた諸特性を実験的に実証し，本研究で提案する「Cr 微粒子衝突による塑性加工」技術の有用性･優位性を示すことが本研究の最終目的である．

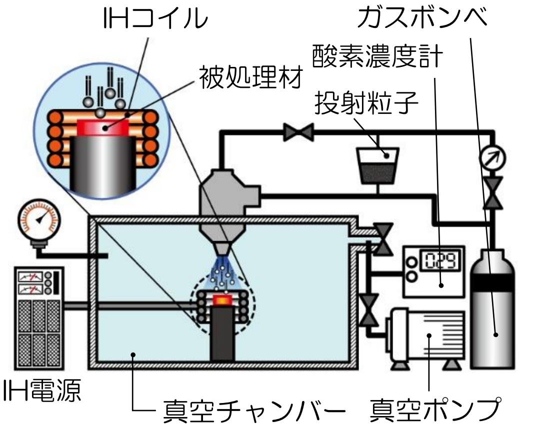


図1 微粒子衝突による塑性加工装置概略図

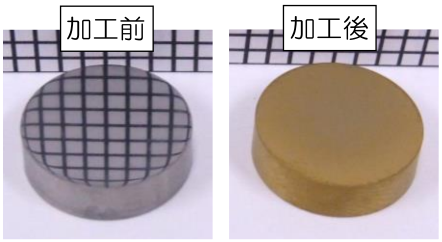


図2 微粒子衝突による塑性加工を施した
純チタン外観

２．実験方法

２・１　試験片および微粒子衝突による塑性加工

供試材には，一般炭素鋼 S45C（調質材）を用いる．同材を円柱型試験片（直径 30 mm，厚さ 5 mm）に機械加工した後，エメリー紙（#180～#2000）およびダイヤモンド砥粒（φ1.0，φ0.2，φ0.1）により鏡面状に研磨し一定の表面性状を得る．その後，研磨面に対し，図 3 に示す Cr 微粒子（直径 30～50 μm）を用いた微粒子衝突による塑性加工を行い，Cr 金属拡散層の形成を行う．その際，表 1 に示す通り，投射圧力（0.1MPa，0.3MPa．0.6MPa），加熱保持時間（60 秒，120 秒，300 秒）の異なる合計 9 種類の加工条件にて実施する．

表1 微粒子衝突による塑性加工　加工条件

		加熱保持時間		
		60 秒	120 秒	300 秒
投射圧力	0.1 MPa	***series 1***	***series 4***	***series 7***
	0.3 MPa	***series 2***	***series 5***	***series 8***
	0.6 MPa	***series 3***	***series 6***	***series 9***

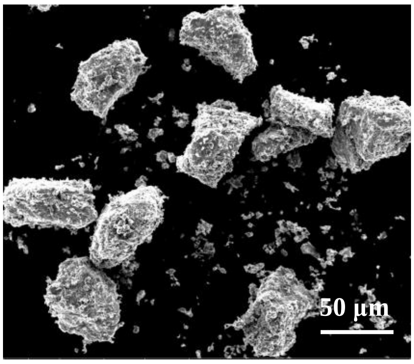


図3 微粒子衝突に用いたCr粒子

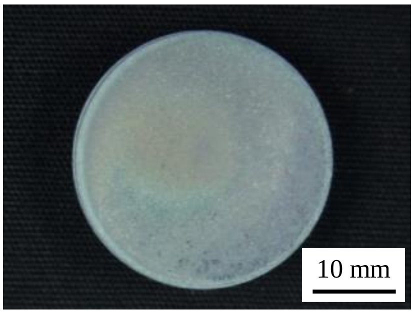


図4　微粒子衝突による塑性加工を施した試験片外観

2・2　金属拡散層の分析

作成した 9 種類の試験片表層に形成された Cr 金属拡散層について, 走査型電子顕微鏡 SEM, エネルギー分散型 X 線分光法 EDX，X 線回折装置 XRD，ラマン分光法を用い詳細観察することにより，Cr 金属拡散層の様相，拡散層厚さ，Cr 拡散濃度を定量的に分析し，材料表層に形成される金属拡散層と微粒子衝突による塑性加工条件との関係性を定量的に評価する．合わせて，諸特性評価試験の実験結果との関連付けのための基礎的データを得る．

2・3　耐食性評価試験＆耐摩耗性評価試験

前述した 9 種類の試験片の中から，最も厚い Cr 金属拡散層を有する試験片を選定し，これに対し，耐食性評価試験，および耐摩耗性評価試験を実施する．耐食性評価試験には塩水噴霧試験を採用し, 対象試験片に対し噴霧ノズルから霧状の塩水を散布し, 噴霧時間と試験片の質量変化から耐食性の評価を行った. 耐摩耗性評価にはピンオンディスク型摩擦摩耗試験機を用い, 摺動距離と摩擦係数の関係を実験的に求める．相手材（Ball 材）には SUJ2 を用い，最大摺動距離 1000 m の長期間の摺動特性について実験データを得る．なお，両試験とも，通常の S45C 鋼に対しても同様の実験を行い，比較・検討を行った.

３．実験結果

3・1　試験片外観および金属拡散層の分析

微粒子衝突による塑性加工を施した試験片の外観の代表例として，図 4 に *series 9*（投射圧力 0.6MPa，加熱保持時間 300 秒）の外観写真を示す．同図より，微粒子衝突により微小な凹凸が形成されたため, 処理前の鏡面状態は認められないことがわかる．

次に, 微粒子衝突により試験片表面の表面粗さ変化について測定を行った．同じ加熱保持時間 60 秒で，投射圧力のみ異なる *series1*（0.1 MPa），*series 2* (0.3 MPa), *series 3* (0.6 MPa)に対し, 触針式粗さ計により測定した算術平均粗さ *Ra* を図 5 に示す.

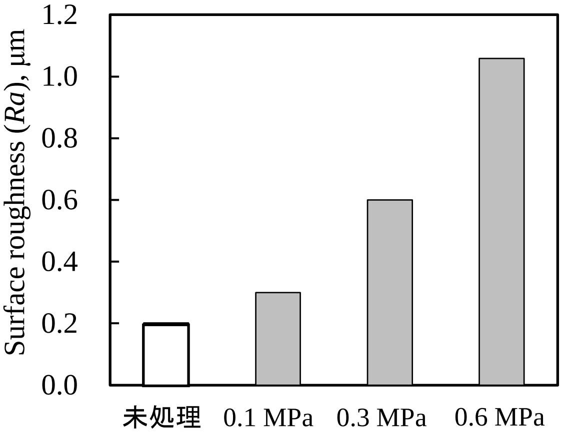


図5　微粒子衝突による表面粗さ測定結果

同図より, 微粒子衝突による塑性加工を行う際の投射圧力の増大に伴い, 試験片表面粗さは増加する傾向にあることがわかる．

次に，微粒子衝突による塑性加工により，S45C 表層に Cr 拡散層が形成されているか確認するため，断面の SEM 観察およびエネルギー分散型 X 線分光法 EDX による元素分析を行った．結果の代表例として同じ加熱保持時間 300 秒で投射圧力のみ異なる *series7*（0.1 MPa）, *series 8* (0.3 MPa), *series 9* (0.6 MPa)の結果を図 6 に示す.

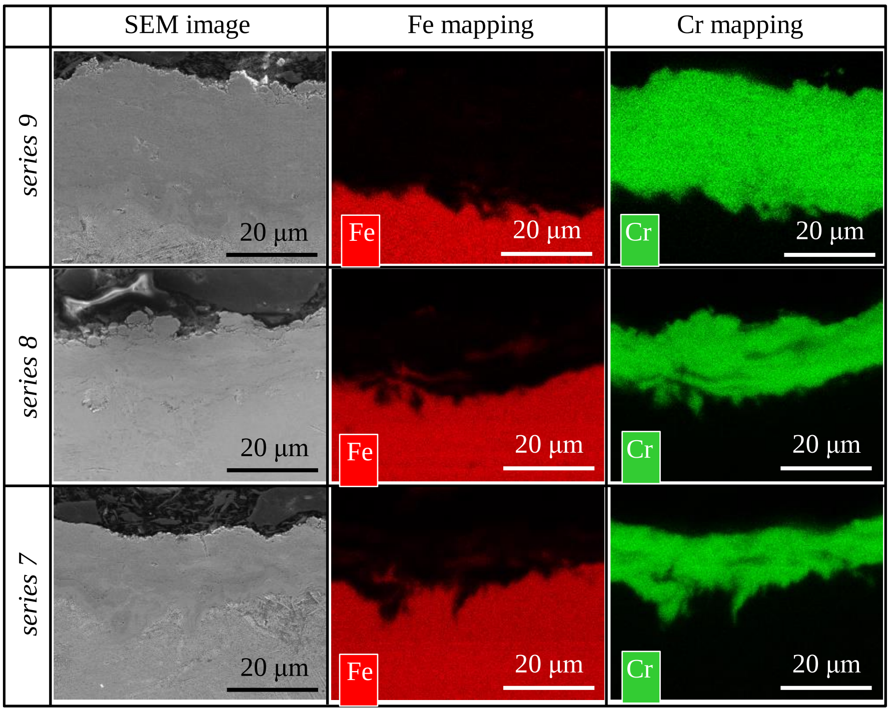


図6 断面のSEM観察画像およびEDX元素マッピング結果

同図 SEM 画像より，微粒子衝突により試験片表面は大きく荒れていること，さらに表層に黒い領域が形成されていることがわかる．また同図 EDX 分析結果より，SEM 画像にて黒く認められる領域には Cr 元素が検出されており，それよりも奥では Fe 元素が検出されていることがわかる．このことから，Cr 微粒子を試験片表層に衝突させる塑性変形により，試験片表層には Cr 元素の拡散層が形成可能であること，さらに投射圧力の増大に伴い形成される Cr 拡散層は厚くなることが明らかとなった．なお，他の加熱保持時間（60 秒，120 秒）のサンプルについても同様の観察を行ったが，投射圧力の増大に伴い形成される Cr 拡散層は厚くなる傾向に違いは認められなかったものの，加熱保持時間が長いほど，試験片表層に形成される Cr 拡散層は厚くなることが明らかとなった．

以上の結果より，微粒子衝突による塑性変形にて形成される Cr 拡散層は，投射圧力が高いほど，また加熱保持時間が長いほどより厚く形成されることが明らかとなった．そのため，以後の実験においては，最も厚い Cr 拡散層が形成された *series 9*（投射圧力 0.6MPa，加熱保持時間 300 秒）について実験を行った．

3・2 耐食性評価試験

微粒子衝突による塑性加工を施した試験片の中で最も厚い Cr 拡散層を形成した *series 9*（投射圧力 0.6MPa，加熱保持時間 300 秒）に対し，塩水噴霧試験を行い耐食性試験を行った．噴霧時間と質量変化量の関係を図 7 に示す．

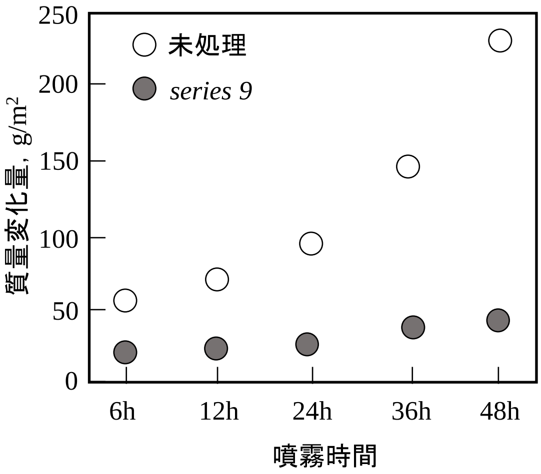


図7 塩水噴霧試験による質量変化

同図より，微粒子衝突による塑性加工を施していない未処理材は，噴霧時間の増大に伴い質量変化量が大きく増加しているのに対し，微粒子衝突による塑性加工を施した *series 9* は質量変化量が低く抑制されていることがわかる．一般に表面粗さの増大は耐食性には負の効果があることが知られているが，本結果から，微粒子衝突による表面粗さ増加の影響よりも，Cr 拡散層を形成したことがプラスの効果として発現されたものと考えることができる．以上の結果より，微粒子衝突による塑性加工により材料表層に耐食性の優れた Cr 元素から成る拡散層を形成することにより，材料表層に優れた耐食性を付与することが可能であることが明らかとなった．

3・3　耐摩耗性評価試験

微粒子衝突による塑性加工を施した試験片の中で最も厚い Cr 拡散層を形成した *series 9*（投射圧力 0.6MPa，加熱保持時間 300 秒）に対し，ピンオンディスク型摩擦摩耗試験機により摺動負荷を与え，その耐摩耗性評価を行った．また比較のため，鏡面状に研磨した S45C についても同様の摩擦摩耗試験を行い，その結果を比較している．なお相手材(ボール材)には SUJ2 を用いた．結果を図 8 に示す．

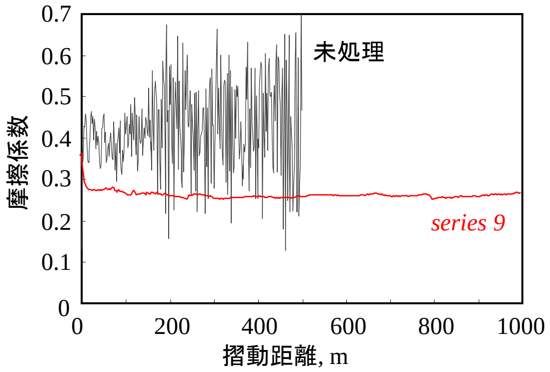
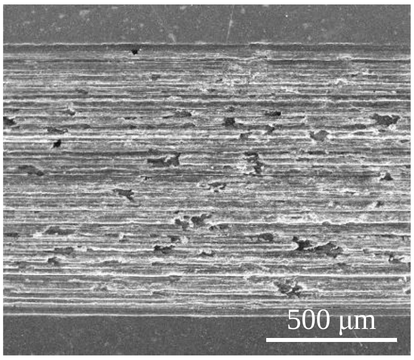


図8　摩擦摩耗試験結果

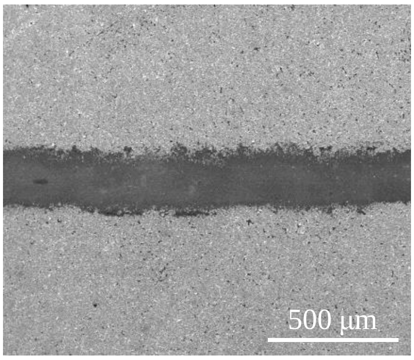
同図より，微粒子衝突による塑性加工を施していない母材のみの試験片の摩擦係数は，摺動開始から大きく変動する不安定な摩擦係数を示し，その平均値も 0.5 程度と極めて高いことが明らかとなった．本実験は潤滑油を使用しない無潤滑下で実施しており，一般的な鉄鋼材料の場合，無潤滑下で摺動試験を実施した場合，摩擦によって発生した発熱によって相手材が融着し，さらにそれが剥がされることによって生じる凝着現象が繰返し発生し，摩擦係数が上下に変動する不安定な挙動を示すことが知られており，本実験でも同様の現象が起こったものと推察される．これに対して，微粒子衝突による塑性加工を施した *series 9* は，摺動開始から摩擦係数 0.3 程度と非常に優れた摩擦係数を安定的に示し，さらに，往復摺動距離 1,000 m までこの傾向は続き，摩擦係数の急激な上昇は認められず，未処理材に見られた凝着現象は生じていないことが明らかとなった．

最後に摺動距離 1,000 m 摺動後の摺動部を走査型電子顕微鏡にて観察した結果を図 9 に示す．同図(a)に示す通り，微粒子衝突による塑性加工を施していない母材のみの試験片の摺動部は摺動により大きく削られ，目視でも明らかな溝形状が形成されているのに対し，同図(b)に示す通り微粒子衝突による塑性加工を施した *series 9* の摺動部には，摺動に伴う痕は認められるものの，未処理材に見られたような大きく削られた溝等は確認されず，摺動幅も極めて狭いことがわかる．

以上の実験結果より，微粒子衝突による塑性加工を施し材料表層に Cr 拡散層を形成することにより，摺動負荷に対して高い耐久性を発現可能であることが明らかとなった．



(a) 未処理



(b) *series 9*
(噴射圧0.6MPa，加熱保持時間300秒）

図9　摩擦摩耗試験後の摺動部観察結果

4．結論

本研究では，微粒子衝突による塑性加工に注目し，Cr 微粒子を用いた微粒子衝突により，材料表層に Cr 元素から成る拡散層を形成し，その耐食性，耐摩耗性を改善することを目指した．また微粒子衝突による塑性加工を施す際の処理条件を種々変更することにより，より厚い Cr 拡散層を形成可能となる処理条件についても合わせて検討を行った．その結果，微粒子衝突による塑性変形にて形成される Cr 拡散層は，投射圧力が高いほど，また加熱保持時間が高いほどより厚く形成されることが明らかとなった．また，耐食性評価試験，耐摩耗性評価試験から，微粒子衝突による塑性加工を施し材料表層に Cr 拡散層を形成することにより，その耐食性および耐摩耗性は向上することが明らかとなり，本研究で採用した Cr 微粒子による微粒子衝突処理の有効性が明らかとなった．

謝　辞

本研究の遂行をご支援いただきました公益財団法人天田財団に深く謝意を表します．

参考文献

1）　総説ショットピーニング，原田泰典，表面技術, 67-1 (2016), 2-7.
2）　ショットピーニング材の疲労強度推定と最適処理条件の検討，三林雅彦ほか，日本機械学会論文集，61-586(1995)，1172-1178.