

ショットピーニングを駆使した 金属材料表面における結晶方位制御技術の構築

名古屋工業大学 大学院工学研究科
教授 佐藤 尚
(2022 年度 一般研究開発助成 AF-2022018-B2)

キーワード：ショットピーニング、結晶方位分布、集合組織

1. 研究の目的と背景

ショットピーニング(SP)は、金属材料表面に硬質粒子である投射材を投射することで、材料の疲労強度や表面硬さを改善するために行う塑性加工技術の一つである。これは SP によって加工表面近傍に巨大な塑性変形や圧縮残留応力が生じるためである。それゆえ、SP は、疲労特性の改善、組織微細化および表面の高硬度化を目的に学術的および工業的に多用されてきた¹⁻⁵⁾。

過去の研究において、我々は、金属材料に SP を施すことで、結晶方位が配向分布した結晶学的集合組織が加工表面近傍に形成することを見出した⁶⁻⁸⁾。例えば、純 Cu 圧延板に SP を施すと、Cu の結晶の<110>方向と投射材の投射方向が平行になるように結晶方位が分布した{110}纖維集合組織が形成する(図 1)⁷⁾。一方、純 Fe 圧延板に SP を施すと Fe の結晶の<001>方向および<111>方向が投射材の投射方向と平行になるように結晶方位が分布した{001}+{111}二重纖維集合組織が形成する(図 2)⁶⁾。これらの纖維集合組織は、単軸圧縮変形によって形成する集合組織と同じ集合組織であり、単軸圧縮変形下で最大となる Taylor 因子によってその形成要因を説明できる。すなわち、我々は、SP を用いることで変形様式に依存した集合組織を加工表面に持たせることができることを発見した。これは、SP にて生じる変形様式を考慮して SP を施せば、加工表面の結晶方位分布を制御できることを示唆している。

しかし、これまでの研究では、投射材が加工表面に垂直に投射される SP(以降、垂直投射ピーニング)で形成する集合組織のみ調査してきた。そのため、加工表面に対して斜めから投射材を投射する SP(以降、斜投射ピーニング)で形成する集合組織は分かっていない。垂直投射ピーニングの変形様式は単軸圧縮変形であったが、斜投射ピーニングの変形様式はせん断変形も含まれた変形様式のはずである。それゆえ、斜投射ピーニングでは、垂直投射ピーニングと異なる集合組織が形成するといえる。もし、斜投射ピーニングの投射角度と得られる集合組織を明らかに出来れば、SP を金属表面の結晶方位分布制御技術として利用できることが期待する。

さらに、fcc の結晶構造を持つ金属材料の塑性変形挙動は、材料の積層欠陥エネルギー(SFE)にも依存している。これは、材料の SFE によって転位の交差すべりのしやすさが変わるためである。そのため、同じ変形様式で SP を

施しても、材料の SFE が異なる場合、SFE に依存して得られる集合組織が異なるであろう。

そこで、本研究では、SP による表面結晶方位分布制御技術の構築を目指し、「投射材の投射角度が加工表面の集合組織に及ぼす影響」および「材料の SFE が SP で形成する集合組織に及ぼす影響」⁹⁾を明らかにすることを目的とした。

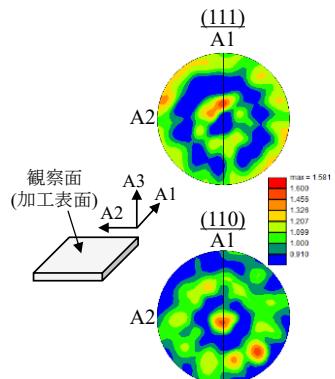


図 1 投射圧力 0.6 MPa および投射時間 45 min にて SP を施した純 Cu 圧延板の加工表面における(111)および(110)極点図。Cu の結晶の<011>方向と投射材の投射方向(A3 方向)が平行になった{011}纖維集合組織が形成している⁷⁾。

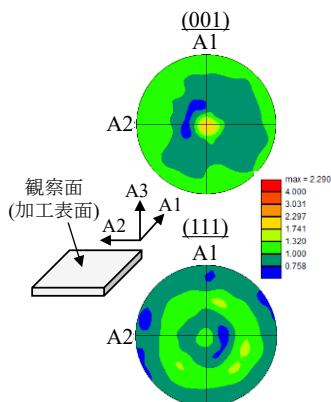


図 2 投射圧力 0.6 MPa および投射時間 15 min にて SP を施した純 Fe 圧延板の加工表面における(001)および(111)極点図。Fe の<001>方向および<111>方向と投射材の投射方向(A3 方向)が平行になった{001}+{111}二重纖維集合組織が形成している⁶⁾。

2. 実験方法

2・1 SP で形成した加工表面の結晶学的集合組織に及ぼす投射材投射角度の影響

本研究では、供試材として厚さ 1.5 mm の純 Fe 圧延板（純度: 99.5%）を用いた。この圧延板より、25 mm×25 mm×厚さ 1.5 mm の試料を切り出した。その後、試料の加工面に対して機械研磨および腐食研磨を施した。

作製した試料に対し、エアノズル式ショットピーニング加工装置（不二製作所、ニューマブスターSF2型）を用いて SP を施した。本研究における SP の構成を図 3 に示す。投射圧力および投射ノズル先端と試料表面の距離は、それぞれ 0.6 MPa および 150 mm とした。また、本研究では、投射方向と加工表面のなす角度を投射角度とし、投射角度 90°（垂直投射ピーニング）および 45°となるように SP を施した。なお、投射時間は、投射角度が 90°での試験で 1200 s および投射角度が 45°の試験で 180 s, 360 s および 1690 s とした。この時、投射角度が 90°で 1200 s の SP を施した時と投射角度が 45°で 1690 s の SP を施した時は同じ投射量となる。

SP を施した後、加工表面に対し、白色共焦点顕微鏡にて表面起伏を調査した。その後、加工表面を機械研磨および腐食研磨に供し、表面から約 10 μm だけ研磨した。そして、加工表面の結晶方位分布を電界放出型走査電子顕微鏡（FE-SEM, JSM-7001F）に付随した電子線後方散乱回折装置（EBSD, Orion）にて観察し、加工表面の結晶粒径および集合組織を調査した。EBSD におけるステップサイズは 0.5 μm である。なお、SP で形成した加工表面は、巨大なひずみが生じているため、EBSD パターンが生じにくい。そのため、巨大なひずみを有する観察面の測定が可能な Spherical Index 法にて指数付けをした。また、本項目では、測定データの信頼性を担保するために、Confidence Index (CI)が $\text{CI} > 0.1$ の測定点のみを用いて結晶方位解析を行った。

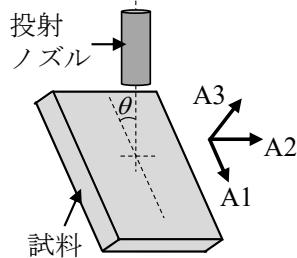


図 3 SP における投射ノズルと試料の関係を示す模式図。左の座標系は組織観察における試料座標系を示す。

2・2 SP で形成した加工表面の結晶学的集合組織に及ぼす積層欠陥エネルギーの影響⁹⁾

Al-Mg 合金における Mg 濃度が高くなると、Al-Mg 合金の SFE が低下する¹⁰⁾。本研究では、純 Al, Al-3 mass% Mg 合金および Al-10 mass% Mg 合金圧延板を供試材として用

いた。これらの圧延板より、25 mm×25 mm×厚さ 1 mm の試料を切り出した。その後、加工面に対して機械研磨および腐食研磨を施した。

作製した試料に対して SP を施した。本項の実験における SP は垂直投射ピーニングである。投射圧力および投射時間は、それぞれ 0.2 MPa および 14 min とした。また、投射ノズルの先端と試料加工表面の距離は 300 mm である。SP を施した後、加工表面を機械研磨および腐食研磨に供し、表面から約 10 μm だけ研磨した。表面研磨後、EBSD を用いて、加工表面の結晶方位分布を調査した。なお、EBSD におけるステップサイズは、0.5 μm （純 Al）、0.15 μm （Al-3 mass% Mg 合金）および 0.05 μm （Al-10 mass% Mg 合金）である。また、測定データの信頼性を担保するため、 $\text{CI} > 0.05$ の測定点のみを用いて結晶方位解析を行った。

3. 結果および考察

3・1 SP で形成する加工表面の結晶学的集合組織に及ぼす投射材投射角度の影響

図 4 は、SP 前の純 Fe 圧延板における表面組織を示す逆極点図(IPF)マップおよび結晶方位分布を示す $j_2 = 45^\circ$ の結晶方位分布関数(ODF)である。SP 前の表面組織は比較的大きく、その平均結晶粒径は 73 μm であった。さらに、この試料が持つ集合組織は、 $\{100\} < \bar{1}\bar{1}0 >$ であり、再結晶集合組織を有していた。本研究では、このような表面組織を有する純 Fe 圧延板に SP を施した。

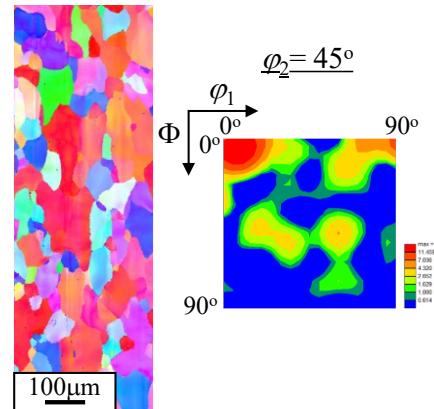


図 4 SP 前の純 Fe 圧延板における表面組織を示す IPF マップ(左)および $\phi_2 = 45^\circ$ の ODF(右)。

図 5(a), (b)および(c)は、それぞれ投射角度が 45°で 180 s, 360 s および 1690 s の SP を施した試料における加工表面の起伏を表す白色共焦点顕微鏡像である。赤が最も高い部分であり、青が最も低い部分を示している。この凹凸像から、180 s の投射を行った試料は、表面の起伏がまばらに形成していた。さらに SP 続けると、加工表面にうね状の起伏が周期的に形成した。このうねの高低差は投射時間が長くなるにつれて大きくなり、且つうねの周期は投射時間の経過に伴い大きくなつた。鈴木らは、純チタンに斜投

射微粒子ピーニングを施し、それによって形成した加工表面の起伏を調査した¹¹⁾。その結果、粒径および質量が大きい粒子を斜投射することで周期的なうね状構造が得られることを報告している。本研究で得られた結果は、この報告と一致しており、本研究で得られた周期的なうね状構造は斜投射によって得られたことがいえる。そこで、本研究では、これらの試料を用いて、加工表面の結晶方位分布を調べた。

図6(a)は、比較材として、投射角度90°でSPを施した試料の加工表面の微細組織を示すIPFマップである。この写真から、SPによって結晶粒が微細化していることが分かる。また、この試料の加工表面近傍における平均結晶粒径は1.4 μmであった。一方、図6(b)は、投射角度90°でSPを施した試料の加工表面における結晶方位分布を示す $\varphi_2=45^\circ$ のODFである。また、各集合組織の理想的なピー

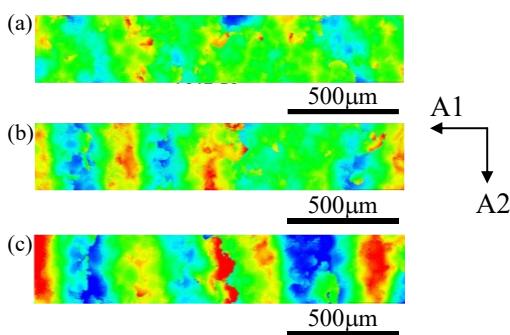


図5 投射角度45°でSPを施した試料における加工表面の起伏を表す白色共焦点顕微鏡像: (a)投射時間180 s, (b)投射時間360 s, (c)投射時間1690 s。図のカラーコードは、赤が高い部分であり、青が低い部分に相当する。

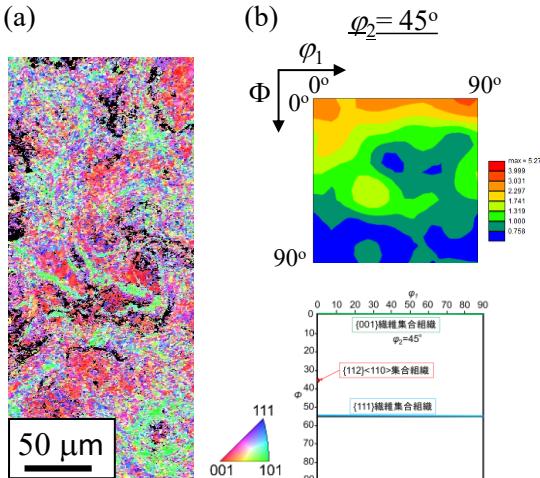


図6 投射角度90°でSPを施した純Fe圧延板の加工表面における(a)IPFマップおよび(b) $\varphi_2=45^\circ$ のODF、また、各集合組織の理想的なピーク位置を示す $\varphi_2=45^\circ$ のODFの模式図も下に示す。

ク位置を示す $\varphi_2=45^\circ$ のODFの模式図も下に示している。投射角度90°でSPを施した試料の加工表面には、bcc金属への単軸圧縮で形成する{001}+{111}二重纖維集合組織が形成していた。この垂直投射のSPで形成した二重纖維集合組織は、過去の研究結果と一致する^{6,8)}。

一方、45°の投射角度で180 s, 360 sおよび1690 sのSPを施した試料における加工表面のIPFマップを、それぞれ図7(a), (b)および(c)に示す。投射時間に関わらず、加工表面近傍の組織は微細であった。また、これらの試料の加工表面における結晶粒径は、すべての試料において約1 μmであった。この結晶粒径は、垂直投射でSPを施した試料の結晶粒径(1.4 μm)に比べて小さい。これは、単軸圧縮変形が生じる垂直投射でのSPに比べて、斜投射でのSPがせん断変形も導入できるためと考えられる。図8(a), (b)および(c)は、それぞれ投射時間が180 s, 360 sおよび1690 s

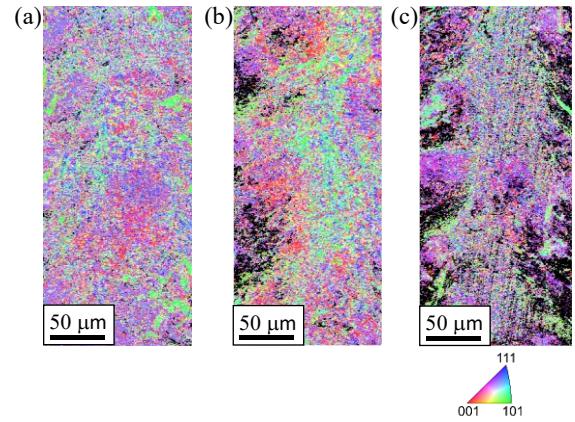


図7 投射角度45°でSPを施した試料における加工表面のIPFマップ: (a)投射時間180s, (b)投射時間360sおよび(c)投射時間1690s。

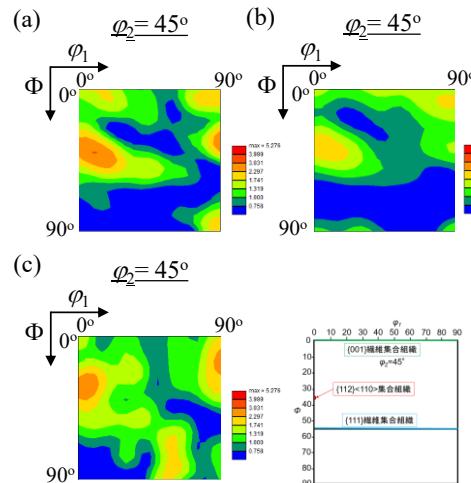


図8 投射角度45°でSPを施した純Fe圧延板の加工表面におけるODF($\varphi_2=45^\circ$): (a)投射時間180s, (b)投射時間360sおよび(c)投射時間1690s。なお、右下に集合組織の理想的なピーク位置を示すODF($\varphi_2=45^\circ$)の模式図を示す。

である試料の加工表面における ODF($\varphi=45^\circ$)である。これらの ODF を見てみると、投射角度 45° で SP を施した試料には $\{112\}<110>$ 集合組織が形成していた。また、この $\{112\}<110>$ 集合組織は、投射時間が長くなるにつれて顕著になっている。この $\{112\}<110>$ 集合組織は、bcc 金属の圧延集合組織であることが知られている¹²⁾。それゆえ、投射角度 45° の SP における変形様式は、せん断変形が生じる圧延に近い変形様式といえるであろう。これは、投射材と加工表面との間に生じる摩擦に起因すると考えられる。以上の結果から、垂直投射である投射角度 90° で SP を施したときは単軸圧縮変形が支配的であるが、投射角度が変化した斜投射ピーニングは圧延に近い変形様式になることが明らかとなった。

3・2 SP で形成した加工表面の結晶学的集合組織に及ぼす積層欠陥エネルギーの影響⁹⁾

Al-Mg 合金中の Mg 濃度が増加すると、その合金中の SFE が低下する¹⁰⁾。純 Al は、SFE が高く、塑性変形中に転位の交差すべりが生じる。一方、Mg 濃度が高く SFE が低い Al-Mg 合金では、塑性変形中に転位の交差すべりが生じにくく。そのため、異なる Mg 濃度を持つ Al-Mg 合金に SP を施した場合、加工表面に形成する集合組織も異なることが期待できる。そこで、本項目では、純 Al、Al-3 mass% Mg 合金および Al-10 mass% Mg 合金圧延板に対して SP を施し、SP にて形成する集合組織に及ぼす SFE の影響について調べた。

図を示していないが、すべての圧延板は、圧延方向に結晶粒が伸長した圧延組織および圧延集合組織を有していた。本研究では、SP 中に生じる湾曲を防ぐために、圧延組織を持つこれらの圧延材に対し、直接 SP を施した。

図 9(a), (b) および (c) は、それぞれ SP 後の加工表面の微細組織を示す純 Al、Al-3 mass% Mg 合金および Al-10 mass% Mg 合金の IPF マップである。SP 後の加工表面は、非常に微細な結晶粒で構成されていた。また、純 Al、Al-3 mass% Mg 合金および Al-10 mass% Mg 合金の加工表面における平均結晶粒径は、それぞれ $1.35\ \mu\text{m}$ 、 $1.28\ \mu\text{m}$ および $0.43\ \mu\text{m}$ であった。よって、SFE が小さな試料ほど、SP によって結晶粒径がより微細化されるといえる。一般的に、SFE が小さいほど、転位の交差すべりが生じにくく、塑性変形によって転位密度がより高くなると考えられる。そのため、SFE が小さな Al-10 mass% Mg 合金の結晶粒が最も微細化されたといえる。

図 10(a), (b) および (c) は、それぞれ純 Al、Al-3 mass% Mg 合金および Al-10 mass% Mg 合金における加工表面の結晶方位分布を示す(001), (111) および (110) 極点図である。すべての試料の加工表面に、強い集合組織が形成していた。図 10(a) に示す純 Al の場合、(001) 極点図の中心点にピークが観察され、それを囲むように他のピークが連続的に分布している。よって、Al の結晶の <001> 方向と投射材の投射方向が平行で、かつ他の <001> 方向が板面内でランダムに

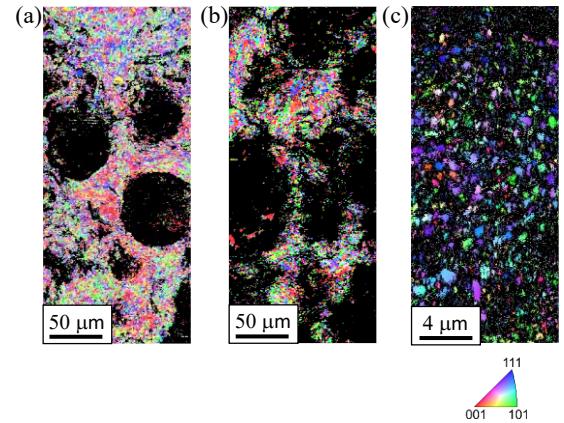


図 9 投射圧力 $0.2\ \text{MPa}$ および投射時間 $14\ \text{min}$ で SP を施した Al および Al-Mg 合金の加工表面の IPF マップ:(a) 純 Al, (b)Al-3 mass% Mg 合金および(c)Al-10 mass% Mg 合金。

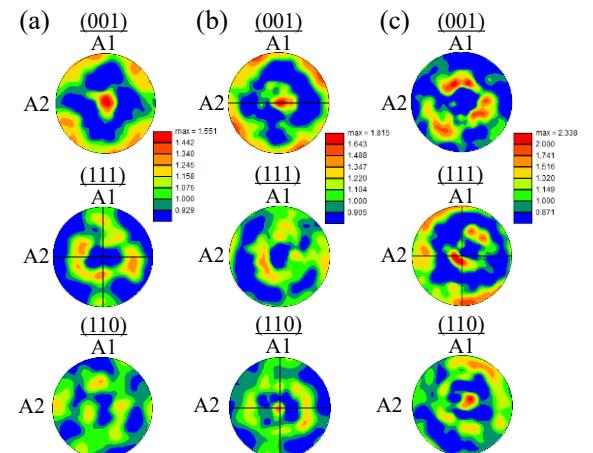


図 10 投射圧力 $0.2\ \text{MPa}$ および投射時間 $14\ \text{min}$ で SP を施した Al および Al-Mg 合金の加工表面における(001), (111) および (110) 極点図:(a) 純 Al, (b)Al-3 mass% Mg 合金および(c)Al-10 mass% Mg 合金。

分布した $\{001\}$ 繊維集合組織が純 Al の加工表面に形成している。一方、純 Al に比べて SFE が少し低い Al-3 mass% Mg 合金の極点図では、(001) および (110) 極点図の中心点にピークが存在し、かつ他のピークがそれを囲むように分布している。それゆえ、Al-3 mass% Mg 合金の場合は、Al の結晶の <001> 方向と <110> 方向が投射材の投射方向と平行になった $\{001\} + \{110\}$ 二重繊維集合組織が形成しているといえる。このとき、 $\{001\}$ のピークは $\{110\}$ のピークに比べて高いため、 $\{001\}$ が主方位で $\{110\}$ が副方位となる。さらに、SFE が高い Al-10 mass% Mg 合金の極点図を見ると、Al 結晶の <110> 方向が投射材の投射方向と平行になった $\{110\}$ 繊維集合組織が加工表面に形成していた。これらの結果から、SP で形成する加工表面の集合組織は、SFE が低くなるにつれて、 $\{001\}$ 繊維集合組織から $\{001\} + \{110\}$ 二

重纖維集合組織および{110}纖維集合組織の順に変化することが明らかである。

過去の研究において、純 Cu 圧延板に SP を施すと{110}纖維集合組織が形成することが報告されている⁷⁾。このとき、純 Cu も SFE が低いことから、Al-10 mass%Mg 合金への SP によって{110}纖維集合組織が形成する結果は過去の研究結果と一致している。しかしながら、高い SFE を持つ純 Al への SP で形成した{001}纖維集合組織は、fcc 金属の引張変形で得られることが知られている。それゆえ、純 Al への SP で{001}纖維集合組織が加工表面に形成する理由については未だに究明に至っていない。SP の場合、投射材が高速に試料表面に衝突すると、衝突後に跳ね返りが生じる。もし、SP において投射材と加工表面との間で移着が発生するならば、その移着によって加工表面の変形様式が引張になり、{001}纖維集合組織が形成するであろう。今後、この要因については検討をしていく。いずれにせよ、本研究結果から、材料の SFE が変化した場合、SP によって加工表面に形成する集合組織は変化することが明らかとなった。

4. まとめ

本研究では、SP による金属材料の表面結晶方位分布制御技術の構築を目指し、「投射材の投射角度が加工表面の集合組織に及ぼす影響」および「材料の SFE が SP で形成する集合組織に及ぼす影響」について調査した。その結果、以下の主な知見を得た。

(1) 加工表面に対して斜めから SP を施す斜投射ピーニングでは、せん断変形を伴う圧延に近い変形様式となり、圧延集合組織が加工表面に形成する。さらに、斜投射ピーニングによって、加工表面に周期的なうね状構造の起伏が形成する。

(2) fcc 金属材料への SP で加工表面に形成する集合組織は、材料の SFE に依存する。

上記の結果は、SP で表面結晶方位分布を制御する方法として、投射角度および材料の SFE を利用することがで

きることを示唆している。今後、これらの知見をより体系化することで、SP による金属材料の表面結晶方位分布を制御するための技術の構築を目指していく。

謝 辞

本研究は、公益財団法人天田財団 2022 年度一般研究開発助成 AF-2022018-B2 の支援を受けて遂行された。また、結晶方位解析は、名古屋工業大学産学官金連携機構設備共用部門における共用設備を利用した。これらの支援に対し、御礼を申し上げる。

参考文献

- 1) G. S. Was • R. M. Pelloux: Metall. Mater. Trans., A 10 (1979), 656.
- 2) 石上英征・松井勝幸・神泰行・安藤柱: 日本機械学会論文集 A 編, 66 (2000), 1547.
- 3) H. Kovacı • Y. B. Bozkurt • A. F. Yetim • M. Aslan • A. Çelik: Surf. Coat. Technol., 360 (2019), 78.
- 4) M. Umemoto • Y. Todaka • K. Tsuchiya: Mater. Trans., 44 (2003), 1488.
- 5) H. Sato • T. Nishiura • T. Moritani • Y. Watanabe: Surf. Coat. Technol., 462 (2023), 129470 (11 pages).
- 6) 佐藤尚・本塚智: 次世代 EV/HEV 用モータの高出力化と関連材料の開発, (2021), 241, (株)技術情報協会.
- 7) H. Sato • Y. Ito • G. Kalita • Y. Watanabe: Phys. Status Solidi b, 259 (2022), 2100550 (10 pages).
- 8) 佐藤尚: 熱処理, 65-1 (2025), 20.
- 9) H. Sato • M. Mihara-Narita • Y. Watanabe • S. Motozuka: Mater. Sci. Forum, 1106 (2023) 41.
- 10) Y. Liu • M. Liu • X. Chen • Y. Cao • H. J. Roven • M. Murashkin • R. Z. Valiev • H. Zhou: Script. Mater., 159 (2019), 137.
- 11) 鈴木李奈・桃沢愛・照月大悟・亀山雄高・遠山沙良・高橋玄宇: 砥粒加工学会誌, 64-10 (2020), 527
- 12) 関根和喜: 軽金属, 52-11(2002), 500.