

## 鉄鋼材料のショットピーニング等による表面ナノ結晶化

梅本 実

### 1 はじめに

金属材料に強加工を加えることにより、結晶粒径が 100nm 以下のナノ結晶材料を得ることができる。図 1 にナノ結晶材料作製の種々の強加工方法 (ボールミル<sup>1)</sup>, 高圧下のねじり<sup>2)</sup>, すべり摩擦<sup>3)</sup>, 落錘試験<sup>4)</sup>, 超音波ショットピーニング<sup>5)</sup>, 空気式ショットピーニング<sup>6-8)</sup>) を示す。ナノ結晶組織を生成させるためには室温で真歪 7 以上の大きな歪みを与える必要があると想定される<sup>8)</sup>。引張や圧延などの通常の加工では、このような大きな歪が加わる前に破断が起きるが、材料に大きな静水圧応力がかかった状態で加工すると、破断が阻止され、大きな歪みを与えることが可能となる。強加工によるナノ結晶化は、材料に導入された多数の転位から、粒界構造が高密度に作られることによって達成される。

図 1 に示した加工方法の中で、ショットピーニング法はすでに工業的に利用されている方法である。ショットピーニング法は硬い粒子を金属表面に衝突させ、表面を加工硬化させるとともに圧縮残留応力を付与する処理で、疲労強度が向上することが知られている<sup>9)</sup>。ショットピーニング加

工は、材料依存性が少なく、安価で生産性が良いなど優れた加工法であり、バネや自動車の歯車などに適用されている。従来、ショットピーニング加工における歪量は相当歪で 1 程度であった。しかし、ピーニング時間を長くしたり、ショット粒の速度を速くすることにより、材料表面にナノ結晶層を形成させることが可能である<sup>6-8)</sup>。ナノ結晶層形成はピーニング機械の種類 (遠心式, 空気式, 超音波式) に依らず、また投射材の種類や大きさに依らず達成できる。ここでは、ショットピーニングにより形成された表面ナノ結晶層の組織とその特性について最近の研究を紹介する。

### 2 ショットピーニングにより形成されたナノ結晶組織

写真 1 に共析鋼試料(Fe-0.80%C, 球状セメンタイト組織, 84%冷間加工)にショットピーニング (投射材粒径 < 50 μm, 投射速度 190m/s, 投射時間 10 秒) を施した試料断面の SEM 写真<sup>8)</sup>を示す。写真 1 (a) はショットピーニングした状態の組織であり、表面からおよそ 5 μm の厚さの明るい均一なコントラストの部分ナノ結晶層である。ナノ結晶層の下の暗いコントラストの部分は転位

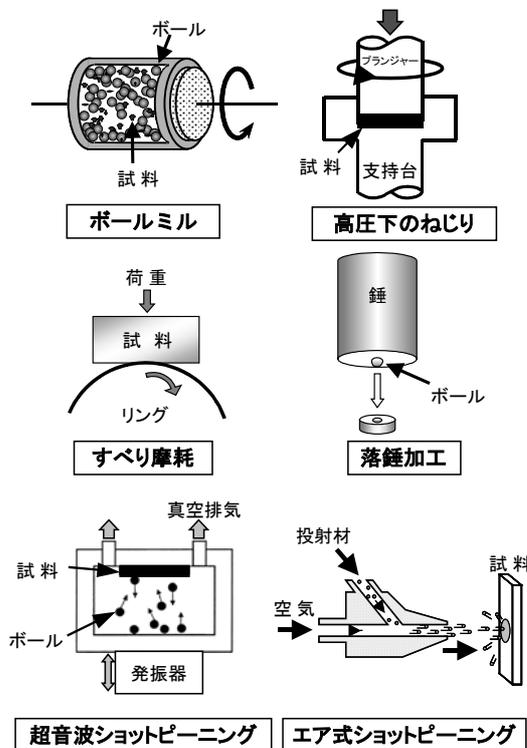


図 1 ナノ結晶材料作製の種々の強加工方法 (ボールミル, 高圧下のねじり, すべり摩擦, 落錘試験, 超音波ショットピーニング, エアブラストショットピーニング)。

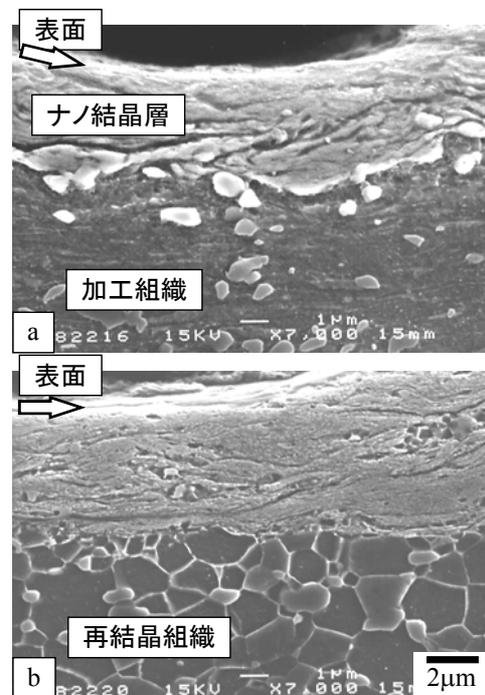


写真 1 共析鋼試料(Fe-0.80%C, 球状セメンタイト組織, 84%冷間加工)にショットピーニング (投射材粒径 < 50 μm, 投射速度 190m/s, 投射時間 10 秒) を施した試料断面の SEM 写真. (a)ショットまま, (b)ショット後 600°Cで 1 時間焼鈍.

セル構造をした加工硬化状態の部分である。写真 1 (b) に焼鈍 (600°C, 1 時間) 後の組織を示す。ナノ結晶層の下の加工硬化状態にあった領域では再結晶が起こり、粒径 2 μm 程度の等軸粒になっているのに対して、表面部のナノ結晶層では焼鈍により組織はほとんど変化していない。このようにナノ結晶領域では再結晶が起こらず、粒成長も極めて遅い<sup>10,11)</sup>。この主な理由は加工によって生成したナノ結晶組織は粒内に転位をほとんど含んでいないからである。写真 2 は珪素鋼 (Fe-3.3%Si) にショットピーニング (投射材粒径 < 50 μm, 投射速度 190m/s) を行った試料の SEM 写真 (写真 2 (a)) (投射時間 10 秒) と TEM 写真 (暗視野) (写真 2 (b)) (投射時間 60 秒) である。試料表面のナノ結晶層の厚さは 5 μm 程度であり、ナノ結晶層では粒径 20nm 以下の等軸ナノ結晶組織となっている。

ショットピーニング、摩擦、切削等の強加工により鉄鋼材料の表面に形成される異常組織は、「白色 (異常) 層」や「加工変質層」などと呼ばれており、これまでしばしばマルテンサイト変態がその生成原因とされてきた<sup>12)</sup>。この考えでは、鉄鋼材料を高歪速度で強加工した場合、加工発熱により加工部分の温度が上昇し、一旦オーステナイト相に変態する。加工終了後、加工部分が急冷されると、冷却中にマルテンサイトに変態し異常組織となって現れる。しかし、ここで紹介したナノ結晶層は組織がマルテンサイトとは基本的に異なっており、マルテンサイト変態が起こらない純鉄や Fe-3%Si 鋼においても生成すること、液体

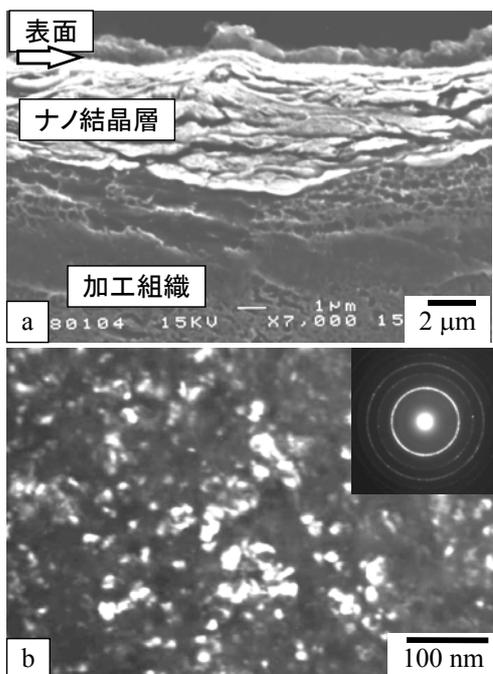


写真 2 珪素鋼 (Fe-3.3%Si) にショットピーニング (投射材粒径 < 50 μm, 投射速度 190m/s) を行った試料。(a) SEM 写真 (投射時間 10 秒), (b) TEM 写真 (暗視野) (投射時間 60 秒)。

窒素温度の方が室温より生成しやすいこと、硬さがマルテンサイト組織よりもはるかに高いことなどから<sup>13,14)</sup>、マルテンサイトではなく、強加工だけの効果で生成する組織である。

### 3 ナノ結晶材料の特徴

図 2 は炭素鋼におけるボールミルによって作製したナノ結晶組織の硬さの炭素濃度変化<sup>13,14)</sup>を示している。ナノ結晶組織の硬さはボールミル時間と共に増加し飽和値に達する。これはボールミルによる組織の微細化が飽和するからである。また、初期組織にセメンタイトが存在する場合、ナノ結晶化とともにセメンタイトは分解し、フェライトに強制固溶される<sup>11)</sup>。従って、ナノ結晶組織の飽和硬さは初期組織には依存しない。図では各炭素濃度での飽和硬さを示している。純鉄では通常の粒径 (10-20 μm) では硬さは 1GPa 程度であるが、ナノ結晶組織になると 7GPa 程度の硬さとなる。炭素鋼のナノ結晶組織の硬さは炭素濃度とともに増加する。この増加に対しては炭素の固溶強化の寄与もあるが、その主原因はフェライト粒径が炭素濃度の増加に伴いより微細になるためである。図にはボールミルで得られたナノ結晶組織を 600°C で焼鈍 (1 時間) した試料の硬さも示してある。焼鈍によりナノ結晶組織の硬さが減少するが、なお 4-8GPa の範囲の硬さを維持している。図中には文献<sup>15)</sup>による焼入れままのマルテンサイトの硬さと 540°C で焼き戻したマルテンサイトの硬さも示している。600°C で焼鈍したナノ結晶組織は焼入れ状態のマルテンサイトに近い硬さである。また 540°C で焼き戻したマルテンサイトでは 2GPa 程度の硬さであり、マルテンサイトと比較してナノ結晶組織が熱的に極めて安定であることがわかる。

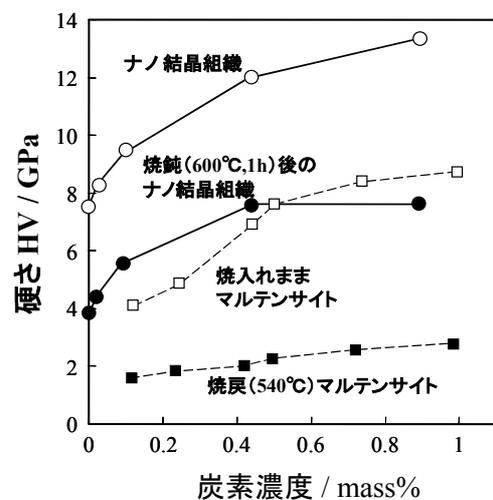


図 2 ボールミルによって作製した炭素鋼のナノ結晶組織の硬さの炭素濃度変化。マルテンサイトの硬さ 15) (焼入れままと 540°C 焼戻し) を比較のために示している。

以上、ナノ結晶の硬さを示したが、金属材料の表面をナノ結晶化させることの硬さ以外のメリットとしては、1) 耐磨耗性の向上、2) 耐食性の向上、3) 疲労強度の向上、4) 拡散速度の増加、などが挙げられる<sup>5-7)</sup>。

#### 4 おわりに

近年、ナノ結晶材料を作製する方法として強加工法が注目され、ボールミル、高圧下のねじり、ショットピーニングなどの種々の加工方法が開発され、多くの研究が行われている。その結果、ナノ結晶組織の形成には真歪み7以上の大きな歪みを与えることが必要であることが明らかになってきた。ナノ結晶材料の工業的な作製方法として既に広く普及した技術であるショットピーニング法が注目されている。ショットピーニング加工は、生産性が高く、ほとんど全ての材料に適用可能であることから、表面ナノ結晶層形成の有力な手段として期待される。今後、表面ナノ結晶層形成のためのショットピーニング条件の解明が必要であり、また、表面ナノ結晶層形成による材料特性の向上に関する詳細な研究が必要である。いずれにしてもショットピーニングを初めとした強加工法による表面ナノ結晶化は、既存の工業材料をアップグレードする有効な方法であり、将来の発展が期待される。

#### 文献

1. C. Suryanarayana, " Non-equilibrium Processing of Materials", *Pergamon Press*, 49,(1999).
2. R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, I. V. Alexandrov, *Prog. Materials Science* **45**, 103(2000).
3. P. Heilmann, J. Don, T. C. Sun, D. A. Rigney, *Wear*, **91**, 171 (1983).
4. M. Umemoto, B. Haung, K. Tsuchiya and N. Suzuki, *Script Mater.*, **46**, 383 (2002),
5. K. Lu and J. Lu, *Mater. Sci. and Eng. A*, (2003) in press.
6. I. Altenberger, B. Scholtes, U. Martin, H. Oettel, *Mater. Sci. Eng. A*, **264**, 1 (1999).
7. X. Y. Wang, D. Y. Li, *Wear*, **254**, (2003) in press.
8. M. Umemoto, Y. Todaka, K. Tsuchiya, *Mater. Trans.* **44**, (2003) in press.
9. 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)
10. J. Yin, M. Umemoto, Z. G. Liu and K. Tsuchiya, *ISIJ Int.* **41**, 1391 (2001).
11. Y. Xu, Z. G. Liu, M. Umemoto, K. Tsuchiya, *Met. Mater. Trans.*, **33A**, 2195(2002).
12. W. E. Litterman and J. Wulff, *Trans. ASM*, **47**, 692 (1955).
13. 梅本 実, 土谷浩一, Z. G. Liu, 粉体および粉

末冶金 **50**, 189 (2003).

14. 梅本 実, 素形材, **43**, No.9, 1 (2002).

15. G. Krauss, "Steel: Heat Treatment and Processing Principles", ASM Int., (1990).