

微粒子ピーニングによる SCr420 浸炭焼入れ鋼表面の ナノ結晶化

高木 眞一*・熊谷 正夫*・伊藤 裕子*²・小沼 誠司*²・下平 英二*³

Surface Nonocrystallization of Carburized Steel JIS-SCr420 by Fine Particle Peening

Shin-ichi TAKAGI, Masao KUMAGAI, Yuko ITO, Seiji KONUMA and Eiji SHIMODAIRA

Synopsis : The fine particle peening process, which makes particles of several tens microns in diameter impact at high speed, has been adapted industrially to auto motive steel parts or tool steels because the fatigue property is superior to that of a conventional shot peening process. However, microstructural changes obtained from this process have not been fully understood.

In this study, microstructural change of JIS-SCr420 carburized steel (HV 7.55 GPa) by the fine particle peening process was investigated comparing with cases of a conventional shot peening and of softer steels. In SEM observation of the carburized steel, although plastic flow was observed in the region from the surface to a depth about 2 μm , nanocrystalline structure was not detected. TEM observation revealed that nanocrystalline layer with about 0.5 μm in thickness was produced continuously along the surface. In softer steels which hardness below HV 3.72 GPa in this study, nanocrystalline structure was observed as the folded and layered deformation region, which existed locally and discontinuously along the surface. Morphological difference of these nanocrystalline structures is considered to result from surface deformation modes by particles impact. In softer steels, the convex part in considerable uneven surface formed by the impact is folded and imposed into interior region by the repeated impact and developed to nanocrystalline structure. In carburized steel, owing to absence of the considerable unevenness, throughout surface area deformed during the impact and nanocrystalline structure is developed homogeneously and continuously along the surface. In a conventional shot peening condition, nanocrystalline structures were not formed.

Key words: nanostructure; shot peening; carburized steel; recrystallization; plastic deformation.

1. 緒言

ショットピーニング加工は、材料表面に圧縮残留応力を付与することにより疲労強度を向上させる技術として、機械構造用鋼で構成される駆動系部品などに広く普及している。これに対して最近、これまで一般的に実施されてきたショットピーニング加工の条件よりも格段に細かい直径数十 μm 程度の微粒子を用いて約 200 m/s の高速で衝突させるショットピーニング（以下、微粒子ピーニングと略記する）が注目されている。微粒子ピーニングは材料表面に圧縮残留応力を付与するだけでなく、微粒子を用いるために表面粗さをより細かく制御できること、あるいは微粒子の材質を選択することによって材料表面に異種物質をコーティングできること、材料表面のミクロ組織を微細化できることなどが報告されており¹⁻⁴⁾、新しいタイプの表面改質法と位置づけられている。しかし、微粒子ピーニングによる材料表面の組織変化についてはこれまで詳細な報告例がなく不明な点が多かった。

一方、この 10 年あまりの間に鉄鋼材料の高強度化を目

的とした結晶粒微細化技術が大いに進歩し、結晶粒径が 100 nm 未満であるナノ結晶組織の創製方法やその形成機構について活発な研究がなされている⁵⁻¹⁷⁾。ショットピーニングもナノ結晶化を実現するプロセスの一つであることが報告¹³⁻¹⁸⁾されて以来、簡便かつ安価な結晶粒微細化法として注目されている。しかし、ショットピーニングによる材料表面での組織変化やナノ結晶組織の形成メカニズムについては、必ずしも十分に解明されていない。

本研究では、代表的な肌焼き鋼として知られる SCr420 鋼について、従来のショットピーニングと比較しながら微粒子ピーニングによる組織変化の詳細を捉えることを目的とする。ショットピーニングによる組織変化は、衝突させる粒子の硬さや直径、重量、衝突時の速度、単位時間および単位面積当たりの投射量など多くの因子の複合的な影響を受けると考えられ、単に粒子の大きさのみに依存するものではない。しかし、これらの因子を独立して制御することは容易でない。本研究においては、実用的見地からこれまでに工業的に実施されてきた典型的なショットピーニングと微粒子ピーニングとを比較することに主眼を置く。

平成 17 年 9 月 28 日受付 平成 17 年 12 月 27 日受理 (Received on Sep. 28, 2005; Accepted on Dec. 27, 2005)

* 神奈川県産業技術総合研究所材料技術部 (Kanagawa Industrial Technology Research Institute, 705-1 Shimo-imaizumi Ebina 243-0435)

* 2 (財) 神奈川科学技術アカデミー高度計測センター (Kanagawa Academy of Science and Technology)

* 3 (株) 不二 WPC (Fuji WPC Co. Ltd.)

Table 1. Chemical compositions and properties of specimens.

Chemical composition (mass%)	JIS type	Heat treatment	Microstructure	Vickers hardness (GPa)
Fe-0.1C	SS400	Annealing	Ferrite + Cementite	1.20
Fe-0.45C-0.2Si-0.7Mn	S45C	Annealing	Ferrite + Pearlite	1.71
Fe-0.2C-0.2Si-0.7Mn-1.1Cr-0.2Mo	SCM420	QT*1	Tempered martensite	2.69
		OQ*2	Martensite	5.87
Fe-0.4C-0.2Si-0.7Mn-1.1Cr-0.2Mo	SCM440	QT*1	Tempered martensite	3.72
Fe-0.2C-0.2Si-0.7Mn-1.0Cr	SCr420	Carburizing +QT*1	Tempered martensite	7.55

*1 Quench and tempering, *2 Oil quench

Table 2. Conditions of shot peening.

Condition No.	Shots			Peening	
	JIS type or composition (mass%)	Vickers hardness (GPa)	Mean diameter (μm)	Time (sec)	Pressure (MPa)
1-1	JIS-SKH59	9.8	45	30	0.5
1-2	JIS-SKH59	9.8	45	10	0.5
2-1	Fe-1.0C-0.7Si-0.6Mn	6.8	800	30	0.35
2-2	Fe-1.0C-0.7Si-0.6Mn	6.8	800	30	0.65

SCr420鋼は、浸炭および焼入れ、焼戻し処理後にショットピーニングを施して歯車などの機械部品に多用されていることから、従来から実施されてきたショットピーニングと微粒子ピーニングとの差異を実用的見地から比較するのに好適な鋼種である。また、これまでに報告されたショットピーニングによるナノ結晶化の例は、試料の硬さが比較的柔らかい鋼種についてであり、浸炭焼入れ鋼や工具鋼などといった硬質の鋼種に対しても同様のナノ結晶組織が生成するか否かについては自明でない。これらの鋼種では、表面での摩耗損失や疲労による微小き裂の生成が製品としての寿命を決定づける場合が多く、表面のナノ結晶化が製品寿命の顕著な向上をもたらす可能性がある。

以上を踏まえて、本研究では、SCr420鋼を中心としてマイクロ組織と硬さの異なるいくつかの鋼種について、微粒子ピーニングによるマイクロ組織の変化を詳細に観察し、その過程について考察した結果を報告する。

2. 実験方法

2.1 供試材

浸炭焼入れ処理したSCr420鋼に加えて、比較材としてマイクロ組織と硬さの異なる6鋼種を準備した。Table 1に各鋼種の化学組成、熱処理条件、マイクロ組織形態および硬さを示す。各供試材の寸法は、SS400鋼が30 mm×30 mm×5 mm、SCr420浸炭焼入れ鋼が20 mm×30 mm×7 mmの板状であり、その他の供試材は直径20 mm×5 mmの円盤状である。SCr420浸炭焼入れ鋼については、浸炭処理時に生成する表面近傍の粒界酸化層を除去するために

20 mm×30 mmの面を機械研磨した後、パフ研磨により鏡面に仕上げてショットピーニングに供した。その他の供試材は1200番の耐水研磨紙を用いて板面を研磨した後、ショットピーニングに供した。

2.2 ショットピーニング条件

Table 2に本研究におけるショットピーニングの条件を示す。いずれも空気噴射式ショットピーニング装置を用いて実施した。微粒子ピーニング条件として平均粒径が45 μm の高速度鋼SKH59製微粒子を圧力0.5 MPaで投射した。投射時間は10 sと30 sの2水準とした (Table 2, No. 1-1, 1-2)。また、比較のために、従来からSCr420浸炭焼入れ鋼製の機械部品等に工業的に適用されている典型的なショットピーニング条件として、平均粒径800 μm の炭素鋼製ショットを圧力0.35 MPaおよび0.65 MPaで30 s投射した (Table 2, No. 2-1, 2-2)。

2.3 ミクロ組織の評価

ショットピーニングを施した試料の断面についてマイクロ組織を走査型電子顕微鏡 (SEM, FEI社製Sirion) および透過型電子顕微鏡 (TEM, トプコン製EM-002B) を用いて詳細に観察した。SEM観察は試料の断面を機械研磨により鏡面に仕上げた後、3%硝酸アルコール溶液を用いて化学腐食して実施した。TEM観察は集束イオンビーム (FIB: Focused Ion Beam, FEI社製FIB2000) 加工装置を用いてFig. 1に模式的に示す手順で薄膜を作製して実施した。まず、ショットピーニングを施した面と平行に厚さ約0.8 mm、幅約数 μm の小片を切り出して (Fig. 1(a)), イオンビームによる試料表面の損傷を防ぐためにショットピーニングを施した面にカーボンとプラチナを順に蒸着した後

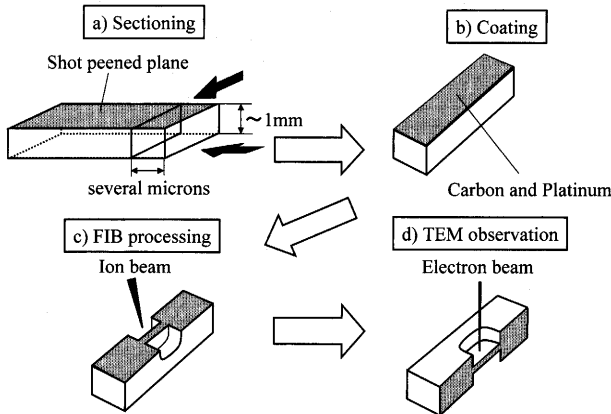


Fig. 1. Schematic illustration of preparation procedure of thin foils for TEM observation by using Focused Ion Beam (FIB) processing apparatus.

(Fig. 1(b)), FIB加工装置を用いて表面近傍を薄膜化した (Fig. 1(c))。この小片をそのままTEM内部に導入して観察に供した (Fig. 1(d))。ただし、後述するように、この小片の形状に起因して、電子線が曲げられて像が歪む問題が生じたため、一部の試料についてはFIB加工装置によって薄膜化した領域のみを取りだしてTEM観察に供した。また、断面の硬さはマイクロピッカース硬度計 (アカシ製, MVK-H2) を用いて荷重0.245Nで計測した。

3. 実験結果

3.1 SS400鋼の微粒子ピーニングによる組織変化

まず初めに、比較材である軟質のSS400鋼 (初期硬さHV1.20GPa) の微粒子ピーニングによる組織変化について述べる。Fig. 2にSKH59製粒子を30s投射した (Table 2, No. 1-1) 場合の表面近傍の二次電子像を示す。表面近傍には数 μm の深さに達する層状の加工組織 (以下、層状加工組織と略記する) が観察され、周囲の加工硬化した粗大粒からなるフェライト組織 (以下、加工硬化領域と略記する) とは明瞭に区別される。高倍率で観察すると (Fig. 2(b)), 層状加工組織は大きく湾曲しており多方向から加工を受けて形成されたものと推測される。層状加工組織とこれに隣接する加工硬化領域の硬さを測定した結果、層状加工組織はHV6.1GPaであり、周囲の加工硬化領域 (HV2.2GPa) よりも格段に高い値を示した。また、層状加工組織は試料の表面に添って連続的に分布するわけではなく、Fig. 2(a)の左上方に認められるように加工硬化領域が表面に露出している場合も多く観察された。さらに、層状加工組織の内部にはFig. 2(b)に示すように層と平行にしばしば割れが観察された。

ところで、梅本らはショットピーニングによって鉄鋼材料の表面にナノ結晶組織が生成することを見出し¹⁶⁻¹⁸⁾、その特徴について詳細に報告している。それによると、

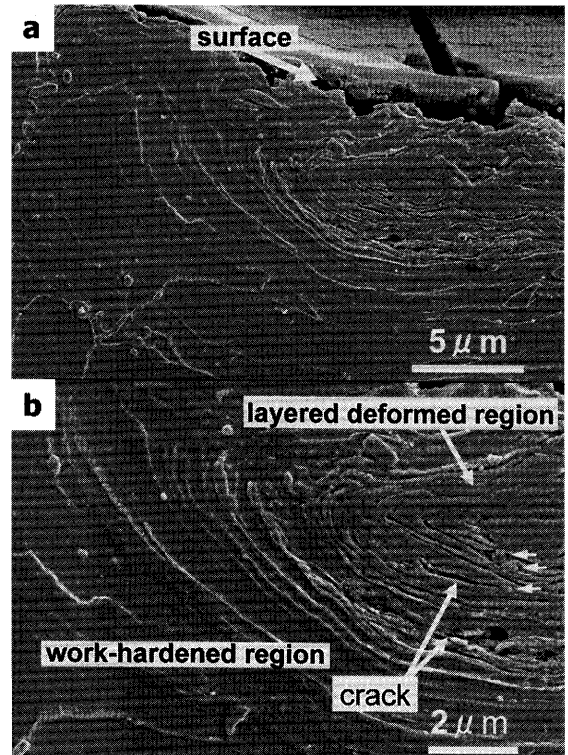


Fig. 2. Cross sectional SEM micrographs at near surface region of JIS-SS400 steel after fine particle peening (condition No. 1-1 in Table 2). (a) Low magnification, (b) high magnification. Small arrows indicate cementite particles existed in the layered deformed region.

ショットピーニングにより生成するナノ結晶組織の特徴として、① 周囲の加工硬化領域と明瞭な境界が存在し、硬さはこの境界を挟んでナノ結晶組織側で不連続にかつ急激に上昇すること、② ナノ結晶組織内部では炭化物が消失して観察されないこと、③ 焼鈍すると周囲の加工硬化領域は再結晶して粗大な等軸組織となるのに対して、ナノ結晶組織はほとんど粒成長することなく焼鈍後も周囲と明瞭な境界を維持して安定に存在することを報告している。本研究において観察された層状加工組織も周囲の加工硬化した粗大フェライト領域とは明瞭な境界を有し、かつ、極めて高い硬度を示すことから①の特徴を示している。また、層状加工組織の内部ではFig. 2に矢印で示すような微細なセメンタイトと思われる粒子が観察される場合もあるが、その頻度は少なく②に類似した特徴を示している。さらに、Fig. 3に示すように873Kで1hの焼鈍を施しても層状加工組織は周囲と明瞭な境界を維持して安定に存在し、この領域はHV6.0GPaの高い硬さを維持していることも判明した。以上のことから、この層状加工組織の内部に、これまで報告されているものと同様のナノ結晶組織が生成していると結論づけられる。Fig. 2(b)において矢印で示した微細なセメンタイトは、層状加工組織の内部にわずかに残留したナノ結晶化していない加工硬化領域に存在するものと推測される。なお、従来からSCr420浸炭焼入れ鋼製部

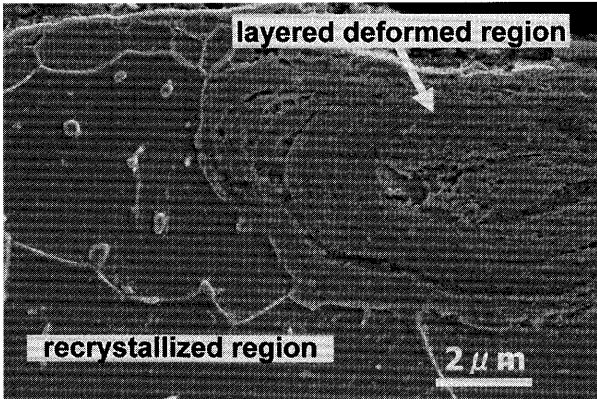


Fig. 3. Cross sectional SEM micrograph of fine particle shot peened (condition No. 1-1 in Table 2) and annealed (at 873K for 1 h) JIS-SS400 steel.

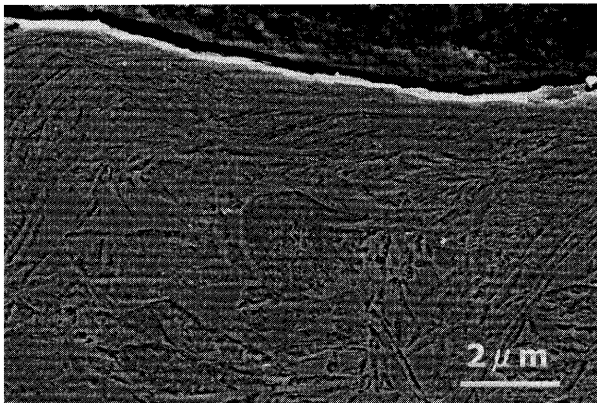


Fig. 4. Cross sectional SEM micrograph at near surface region of JIS-SCr420 carburized steel after fine particle peening (condition No. 1-1 in Table 2).

品に適用されているショットピーニング条件(Table 2, No. 2-1, 2-2)では、加工硬化領域が生成するのみで、このようなナノ結晶組織は観察されなかった。

3・2 SCr420 浸炭焼入れ鋼の微粒子ピーニングによる組織変化

次に、本研究で着目する SCr420 浸炭焼入れ鋼 (初期硬さ HV7.55GPa) の組織変化について示す。Fig. 4 は、SKH59 製粒子を 30s 投射した (Table 2, No. 1-1) 時の表面近傍のマイクロ組織である。表面から約 2 μm の深さに亘って粒子の衝突による塑性流動領域が明瞭に観察される。また、この領域は試料表面に添って連続的かつ均一に生成していた。しかし、少なくとも SEM 観察の結果からは、SS400 鋼に観察されたような周囲と明瞭な境界を持った特徴的なナノ結晶組織は全く観察されず、マイクロ組織は表面から内部に向かって連続的に変化しているように見える。すなわち SCr420 浸炭焼入れ鋼では、これまでの報告にあるようなショットピーニングによるナノ結晶化を裏付ける組織的特徴を見出せなかった。そこで、さらに詳細な微細構造を評価するために TEM によるマイクロ組織観察を実施した。

Fig. 5 は同じ試料の表面近傍を TEM により観察した結果

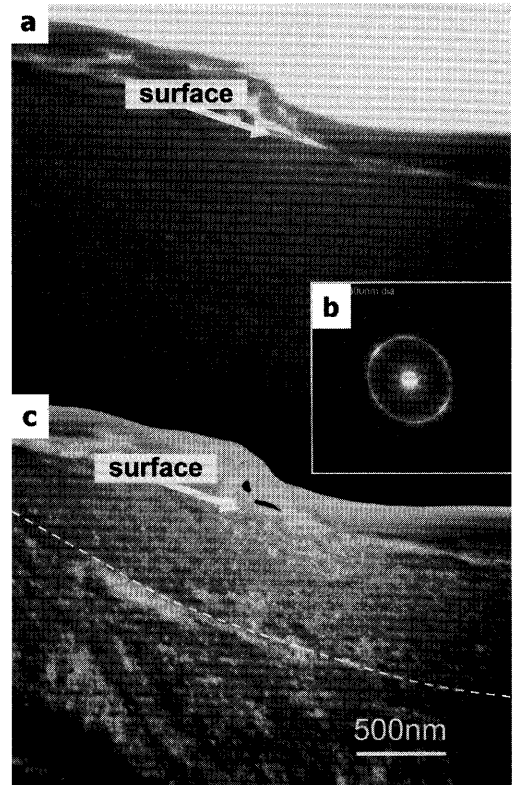


Fig. 5. Cross sectional TEM micrographs at near surface region of JIS-SCr420 carburized steel after fine particle peening (condition No. 1-1 in Table 2). (a) Bright field image, (b) SAD pattern taken from the area of $\phi 800$ nm, (c) dark field image. Dashed line indicates the boundary between nanocrystallized region and work-hardened region.

である。明視野像 (Fig. 5(a)) の左下部には SEM による観察結果と同様に塑性流動した組織が観察される。明視野像の中央付近から直径 0.8 μm の制限視野絞りをを用いて制限視野回折図形を観察した結果 (Fig. 5(b))、リング状の回折図形を示すことから、この領域がランダムな結晶方位を持った多数の結晶粒で構成されていることがわかる。さらに、Fig. 5(c)、Fig. 6 に示した暗視野像の観察結果から、表面近傍に結晶粒径が 100 nm 未満のナノ結晶組織が生成していることが判明した。注目すべき点は、表面から深さ約 0.5 μm の位置にナノ結晶組織と塑性流動した更に内部の組織との境界が明瞭に観察されることである。Fig. 7 に直径 0.3 μm の制限視野絞りをを用いて観察した表面からの制限視野回折図形の変化を示す。表面から深さ約 0.5 μm まではリング状の電子線回折図形を示すのに対して、それよりも内部側ではスポット状の回折図形に変化している。以上のことから、微粒子ピーニングによって表面から約 0.5 μm の深さに亘って、より下層の塑性流動領域とは明瞭な境界を伴ったナノ結晶組織が生成していると結論づけられる。なお、この試料では制限視野回折図形が完全な円状ではなく、若干歪んだ楕円形に観察される。この現象は 2・3 節で述べたように、FIB 加工装置により薄膜化した領域の片側に比較的大きな体積で塊状の試料が存在することに起因

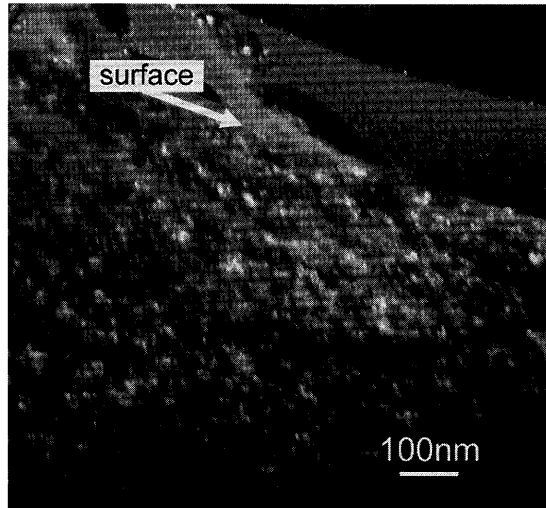


Fig. 6. Dark field image of nanocrystallized region formed in JIS-SCr420 carburized steel after fine particle peening (condition No. 1-1 in Table 2).

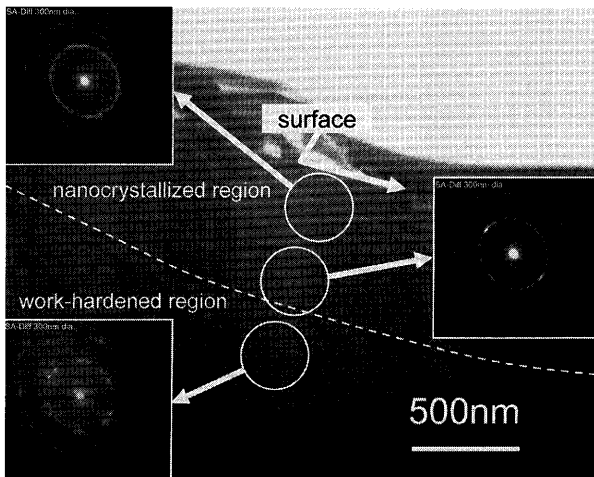


Fig. 7. Change of SAD pattern at near surface region of JIS-SCr420 carburized steel after fine particle peening (condition No. 1-1 in Table 2). Dashed line indicates boundary between nanocrystallized region and work-hardened region.

して、電子線が曲げられるためと考えられる。この現象を回避するために、他の試料ではFIB加工装置内で薄膜化した領域のみを切り出してTEM観察に供した。

Fig. 8に従来からSCr420浸炭焼入れ鋼製部品に適用されているショットピーニング条件 (Table 2, No. 2-1, No. 2-2) で加工した場合の表面近傍のマイクロ組織を示す。表面近傍には平均結晶粒径が100~200nm程度の等軸粒組織が生成しているが、この粒径は微粒子ピーニングによるナノ結晶組織の平均粒径 (Fig. 5, Fig. 6) よりもかなり粗大である。

3.3 ナノ結晶組織の巨視的形態に及ぼす試料の初期硬さの影響

本研究で用いた種々の鋼種について、微粒子ピーニングによる表面近傍での巨視的な組織形態の変化を観察した結果、各鋼の初期硬さによって2種類の形態が観察された。

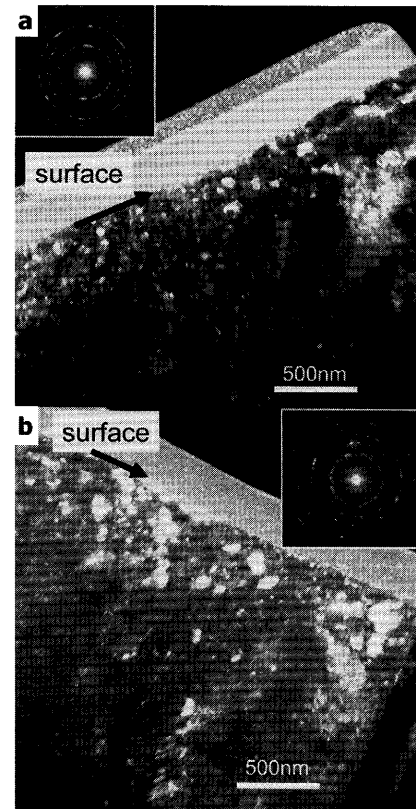


Fig. 8. Dark field images and SAD patterns at near surface region in JIS-SCr420 carburized steel after a conventional shot peening. (a) and (b) are corresponding to shot peening condition No. 2-1 and 2-2 in Table 2 respectively.

すなわち Fig. 9に示すように初期硬さがHV 3.72 GPa以下の鋼種については、すべての微粒子ピーニング条件に対して Fig. 2と同様の層状加工組織を呈した。これらの組織的特徴からナノ結晶組織が形成されたものと考えられる。一方、硬さがHV 5.87 GPa以上の鋼では、表面近傍に塑性流動領域が観察された。これらの鋼種では、SCr420浸炭焼入れ鋼と同様に表面近傍にナノ結晶組織が生成しているものと考えられる。

3.4 熱処理による組織変化

上述のように微粒子ピーニングを施したSCr420浸炭焼入れ鋼の場合、TEM観察によって表面近傍のナノ結晶化を確認できたが、SEM観察によってこれを確認することは困難である。ナノ結晶組織は焼鈍後も顕著な粒成長を起こすことなく安定に存在するという特徴を有することから、熱処理によって周囲の加工硬化領域を相対的に粗大な等軸の再結晶組織にできれば、SEM観察によってナノ結晶化した領域を明瞭に識別できる可能性がある。Fig.10(a)に微粒子ピーニングに加えて873Kで1hの熱処理を施した場合のマイクロ組織を示す。表面近傍には結晶粒径が1 μ m未満の超微細粒再結晶組織が観察されるが、これとは別にさらに表面側に極めて微細な組織を呈した領域が明瞭に観察される。この領域は表面の極近傍に限定して存在してい

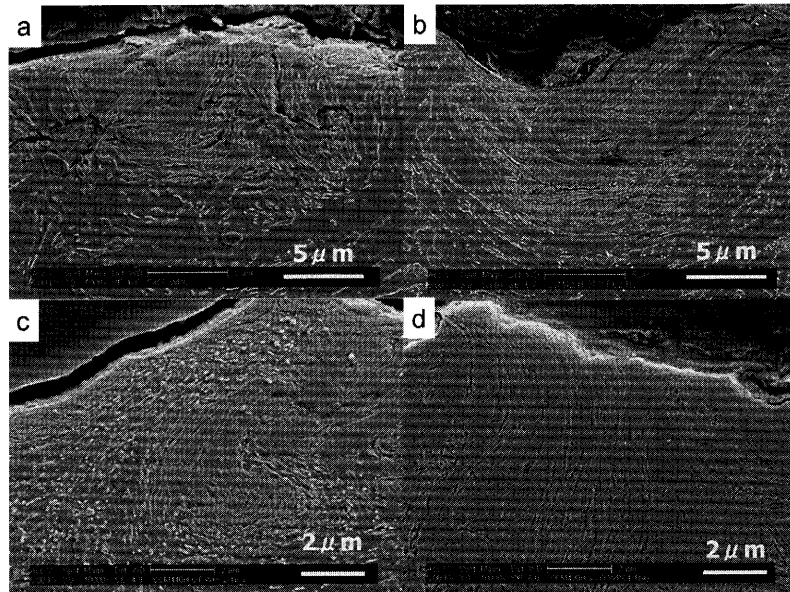


Fig. 9. Effect of initial hardness on microstructural morphology at near surface region after fine particle peening (condition No. 1-1 in Table 2). (a) Annealed JIS-S45C (HV 1.71 GPa), (b) quench and tempered JIS-SCM420 (HV 2.69 GPa), (c) quench and tempered JIS-SCM440 (HV 3.72 GPa), (d) as quenched JIS-SCM420 (HV 5.87 GPa).

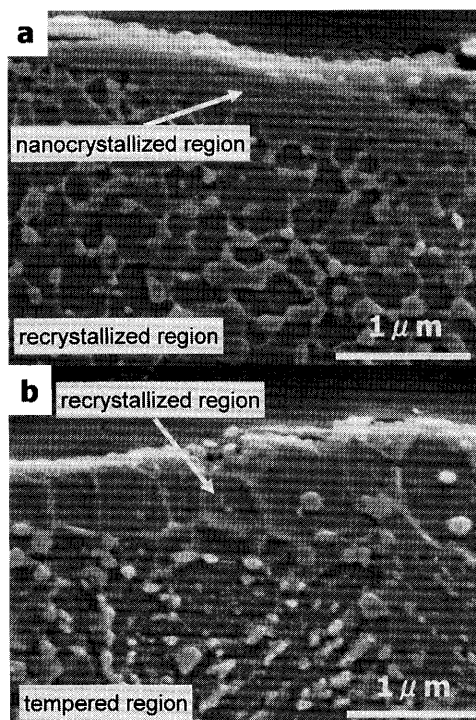


Fig. 10. Cross sectional SEM micrographs of shot peened and annealed (at 873K for 1 h) JIS-SCr420 carburized steel. Peening condition of (a) and (b) are No. 1-1 and No. 2-2 in Table 2 respectively.

るため硬さ測定によってナノ結晶組織であるのか否かを直接判断することは困難であるが、周囲の超微細粒再結晶組織とは明瞭な境界を持って存在することや、表面からの深さが $0.5\ \mu\text{m}$ 程度と熱処理前のTEM観察結果 (Fig. 5, Fig. 6) から判明したナノ結晶化領域の深さと良い一致を示すことから微粒子ピーニングによって生成したナノ結晶組織である

と判断できる。また、ナノ結晶組織の下層に観察される超微細粒再結晶組織は表面から約 $4\ \mu\text{m}$ の深さ (Fig.10(a)ではナノ結晶組織領域より下層全域) に亘って存在しており、それより内部の領域は焼入れ時のマルテンサイト組織の痕跡を残した、いわゆる高温焼戻し組織となっていた。これに対して、従来からSCr420浸炭焼入れ鋼製部品に適用されているショットピーニング条件 (Table 2, No. 2-1, No. 2-2) では、Fig.10(b)に示すように表面近傍に等軸の再結晶組織が観察されるのみであり、それより内部はすでに高温焼戻し組織となっている。したがって、ナノ結晶組織は生成されていないと結論づけられる。また、Fig.10の結果は、本研究の実験条件下では、微粒子ピーニングの方が表面からより深い領域にまで大きな塑性ひずみが付与されていることを示している。

4 考察

4.1 ナノ結晶組織の巨視的形態の特徴とその形成過程

すでに述べたように、微粒子ピーニングによって形成されるナノ結晶組織の巨視的形態には被加工材の初期硬さによって明瞭な差異がある。すなわち、SS400鋼のように初期硬さの低い鋼種では、ナノ結晶組織は多方向からの変形によると推測される湾曲した層状加工組織として、周囲の加工硬化領域とは明瞭な境界を持って表面に沿って不連続に生成する。また、この層状加工組織内にはFig. 2(b)に示すようにしばしば割れが観察される。さらに、Fig.11に示すように、この層状加工組織が加工硬化領域よりもさらに深い位置に浸入している場合 (Fig.11(a)) や、内部に向かって折り畳まれるように侵入する様子 (Fig.11(b)) が観察され

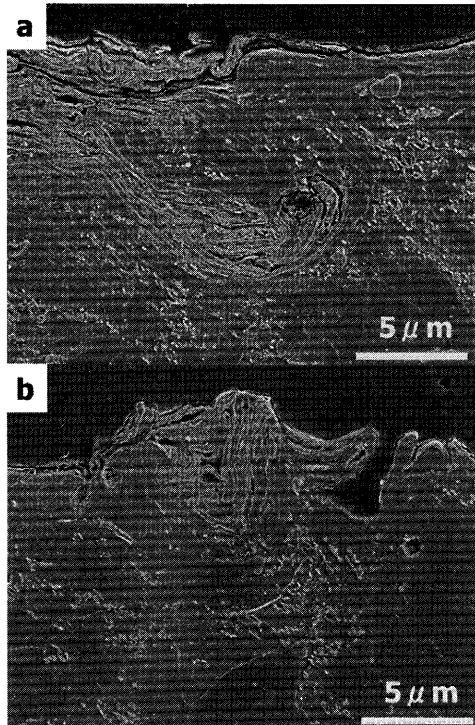


Fig. 11. Morphology of the layered deformation regions (nanocrystallized regions) in JIS-SS400 steel after fine particle peening. (a) and (b) are corresponding to condition No. 1-1 and No. 1-2 in Table 2 respectively.

る。これに対して、SCr420浸炭焼入れ鋼のように初期硬さの高い鋼種では、一定の深さに亘って表面に沿って連続的かつ均一に塑性流動した組織が観察され、さらに、その最表面の領域にナノ結晶組織が生成していた。これらの特徴からナノ結晶組織の巨視的形態の形成過程を被加工材の初期硬さによって区別してまとめるとFig.12のようになる。

まず、初期硬さの低い軟質鋼では、微粒子ピーニングの初期段階において表面に著しい凹凸が形成され、その後の衝突により凸部分が折り畳まれて材料内部に向かって侵入していく。さらに後続の衝突によって凹凸の形成と凸部の折り畳みが繰り返される。こうして繰り返して折り畳みを伴う衝突加工を受けた領域には塑性ひずみが集中して、ついにはナノ結晶化する。このような加工の受け方は、振動ボールミルや遊星ボールミルなどの高エネルギー型ボールミリングにおいて、原料粉末が多方向からの冷間鍛造と圧接を繰り返してナノ結晶化する過程¹⁹⁾と同様と考えられる。超強加工においては、塑性変形による転位密度の増加に伴って転位セルのサイズが微細化し、さらに転位密度がある臨界値を超えると動的連続再結晶 (DCR: Dynamic Continuous Recrystallization) によってナノ結晶組織に至ると考えられている¹⁹⁻²²⁾。上述の層状加工組織内部でも多方向からの繰り返し加工によって転位密度がこの臨界値を超えてナノ結晶組織に至ると考えられる。湾曲した層状加工

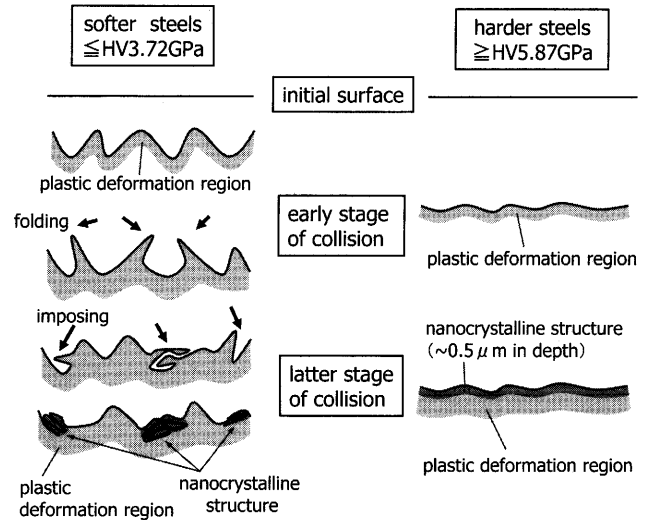


Fig. 12. Schematic illustration of morphological evolution during fine particle peening.

組織は折り畳みを伴う繰り返し加工の痕跡と考えられる。周囲の加工硬化領域と明瞭な界面を形成するのは、塑性ひずみの集中した層状加工組織が折り畳まれて内部に侵入する際に塑性ひずみの少ない加工硬化領域と接合して新たに界面を形成するためであり、層状加工組織の内部にしばしば観察される割れは、折り畳みの際の接合が十分でない箇所に生ずるものと考えれば上述の巨視的な組織形態の特徴を矛盾なく説明できる。このように局所的な塑性ひずみの集中が成因となるので、ナノ結晶組織は表面に沿って不連続に分布する形態になる。したがって、Fig. 2(a)に示したように加工硬化領域が表面に露出する場合も起こり得るし、凸部の折り畳みと内部への侵入の度合いによっては、ナノ結晶組織がFig.11のように表面から深い位置に存在する場合もあり得る。

ところで、ナノ結晶組織と周囲の加工硬化領域の間に明瞭な界面が存在し、この界面のナノ結晶組織側で硬さが不連続に上昇することは、ショットピーニングに限らず、メカニカルミリングや落錘試験など複数の超強加工プロセスにおいて報告されている²²⁾。この界面はナノ結晶化過程で転位セル組織からナノ結晶組織へと遷移する境界であると理解されている。すなわち、この考え方においては、付与される塑性ひずみがこの界面を横切って連続的に変化することを前提とし、転位密度が上述した臨界値に達して動的連続再結晶によって転位セル組織からナノ結晶組織へと遷移することに起因するマイクロ組織の見かけ上の不連続な変化が界面として観察されると解釈される。これに対して、上述の軟質鋼に観察されたナノ結晶組織と加工硬化領域との界面は、その巨視的形態の特徴からみて、元々、別々の場所に存在し付与された塑性ひずみ量の異なる領域が、凸部の折り畳みと内部への侵入の際に偶発的に接合した結果形成された界面であって、界面を挟んで付与される塑性ひ

ずみに連続性がないと考えるのが妥当と思われる。この点に関して、著者らは軟質鋼に生成したナノ結晶組織と加工硬化領域との界面には、動的連続再結晶の過程で形成される転位セル組織とナノ結晶組織との境界としての界面と、凸部の折り畳みによる接合によって生じる界面の両者が存在し、後者の界面の形成が特徴的な形態のナノ結晶組織を形成した一因であると考えている。

次に、SCr420浸炭焼入れ鋼のように初期硬さの高い鋼種では変形抵抗が高いために、微粒子ピーニングによって材料表面の凹凸が形成され難い。したがって、凸部の折り畳みに起因する湾曲した層状加工組織も形成されず、表面全域の一定の深さに亘って均一に塑性流動した領域が形成される。この場合、付与される塑性ひずみは試料の表面が最も大きく内部に向かって連続的に小さくなり、表面近傍において塑性ひずみがある臨界値を超えた領域が動的連続再結晶によってナノ結晶組織に至ると考えられる。その結果、表面に沿って一定の深さで連続的かつ均一にナノ結晶組織が形成される。この場合にも Fig. 5 および Fig. 6 に示したように表面近傍のナノ結晶化した領域とそれより内部の加工硬化したマルテンサイト組織との間に明瞭な境界が存在している点は興味深い。この境界は、軟質鋼において考察したように異なる場所に存在した領域が凸部の折り畳みによって接合されて生成した界面とは考え難く、界面を挟んでひずみの連続性が確保された、転位セル組織とナノ結晶組織との境界としての界面であると考えられる。

ナノ結晶組織化の成否は微粒子の衝突時に表面近傍に付与される塑性ひずみ量に依存すると考えられるが、軟質鋼に観察された層状加工組織のように多方向からの繰り返し加工による塑性ひずみの集中が期待できないことや、初期硬さが高く変形抵抗が大きいことを考えると、表面近傍に付与される塑性ひずみ量は軟質鋼におけるナノ結晶組織よりも小さいと考えられる。それにもかかわらずナノ結晶組織が生成する原因は、初期組織が高密度の欠陥を含むマルテンサイト組織であるため、軟質の鋼種と比較してナノ結晶化に必要な塑性ひずみ量がより少なく済むのではないかと推測している。

4.2 組織変化に及ぼすショットピーニング条件の影響

従来からSCr420浸炭焼入れ鋼製部品に適用されているショットピーニング条件 (Table 2, No. 2-1, 2-2) では、いずれの鋼種に対してもナノ結晶組織の生成は認められなかった。初期硬さの低い軟質鋼においては加工硬化領域が形成されるのみである。また、硬質のSCr420浸炭焼入れ鋼 (HV 7.55 GPa) では Fig. 8 に示したように表面近傍に粒径100~200 nm程度の等軸粒が生成するが、微粒子ピーニングによって生成するナノ結晶組織 (Fig. 6) の粒径と比較して格段に粗大であるし、Fig.10(b) に示したように熱処理後にこの等軸粒組織は粒径1 μm 程度の粗大粒へと変化しており、超強加工によるナノ結晶組織に共通の組織的特徴を

示していない。3・4節において述べたように、熱処理後の組織を比較すると微粒子ピーニングの方が表面からより深い領域にまで大きな塑性ひずみが付与されており、この差が従来からSCr420浸炭焼入れ鋼製部品に適用されている条件では、ナノ結晶組織が生成しない原因であると考えられる。しかし、表面近傍に付与される塑性ひずみ量は単に衝突させる粒子の直径にのみ依存するものではなく、硬さや重量、衝突時の速度、単位時間および単位面積当たりの投射量など種々の因子に依存すると考えられる。実際に粒子径の大小に拘わらずナノ結晶組織が生成することが報告されている^{17,18)}。本研究で実施したショットピーニング条件では、これらの因子が同時に変化しており、付与される塑性ひずみ量に対して各因子の影響を分離して議論することは困難だが、SCr420浸炭焼入れ鋼のような硬質の鋼に対して、従来から工業的に適用されてきたショットピーニング条件では得られなかったナノ結晶組織が、微粒子ピーニングによって創製可能であることを確認できた点は工業的な見地から有益であると考えている。

5. 結言

SCr420浸炭焼入れ鋼および初期硬さの異なる種々の鉄鋼材料に微粒子ピーニングを施し、表面近傍のマイクロ組織を観察した結果以下の知見を得た。

(1) 初期硬さの低い鋼種 (本実験ではHV 3.72 GPa以下) では、これまでの報告にあるようなナノ結晶組織が観察された。ナノ結晶組織は多方向からの塑性変形による湾曲した層状加工組織として、周囲の加工硬化領域とは明瞭な境界を持って表面に沿って不連続に生成していた。

(2) これらの軟質鋼では、微粒子ピーニングの初期段階において表面に著しい凹凸が形成され、その後の衝突により凸部分が折り畳まれて材料内部に向かって侵入していく。さらに後続の衝突によって凹凸の形成と凸部の折り畳みが繰り返される。こうして繰り返して折り畳みを伴う塑性加工を受けた領域に塑性ひずみが集中して動的連続再結晶によってナノ結晶組織が形成されると考えられる。

(3) 本研究で着目するSCr420浸炭焼入れ鋼 (HV 7.55 GPa) では、微粒子ピーニングによって表面から約2 μm の深さに亘って、塑性流動領域が連続的かつ均一に生成された。さらに表面の極近傍の深さ約0.5 μm の領域がナノ結晶化していた。また、ナノ結晶化した領域とそれより内部の塑性流動領域の間には明瞭な境界が存在していた。

(4) このような硬質鋼では、微粒子ピーニングによって付与される塑性ひずみ量は表面から内部に向かって連続的に変化し、表面近傍において塑性ひずみがナノ結晶化に必要な臨界値を超えた領域が動的連続再結晶によってナノ結晶組織へと変化すると考えられる。

(5) 従来から SCr420 浸炭焼入れ鋼製部品に適用されているショットピーニング条件では、いずれの鋼種に対してもナノ結晶組織は生成されなかった。これは、表面近傍に付与される塑性ひずみ量がナノ結晶化に必要な臨界値に達し得なかったためと考えられる。

文 献

- 1) N.Egami, C.Kagaya, N.Inoue, H.Takeshita and H.Mizutani: *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng. A*, **A66** (2000), 1936.
- 2) C.Kagaya and N.Egami: *Electr. Furn. Steel*, **71** (2000), No. 1, 51.
- 3) H.Ogihara, T.Kido, H.Yamada, M.Murata and S.Kobayashi: *HONDA R&D Tech. Rev.*, **12** (2000), 93.
- 4) H.Ogihara: *HONDA R&D Tech. Rev.*, **14** (2002), 85.
- 5) J.S.C.Jang and C.C.Koch: *Scr. Metall. Mater.*, **24**, (1990), 1599.
- 6) Y.Kimura and S.Takaki: *Mater. Trans. JIM*, **36** (1995), 289.
- 7) Y.Kimura and S.Takaki: Proc. of 4th Int. Conf. Recrystallization and Related Phenomina, JIM, Sendai, (1999), 339.
- 8) R.Kaibyshev, I.Kazakulov, T.Sakai and A.Belyakov: Proc. of Int. Symp. on Ultrafine Grained Steels, ISIJ, Tokyo, (2001), 152.
- 9) J.Eckert, J.C.Holzer, C.E.Krill III and W.L.Johnson: *J. Appl. Phys.*, **73** (1993), 2794.
- 10) T.Tanaka, S.Nasu, S.Imaoka, K.Ishihara and H.Shingu; *J. Jpn. Soc. Powder Powder Metall.*, **37** (1990), 660.
- 11) M.Umemoto, B.Huang, K.Tsuchiya and N.Suzuki: *Scr. Mater.*, **46** (2002), 383.
- 12) H.Hidaka, T.Tsuchiyama and S.Takaki: *Scr. Mater.*, **44** (2001), 1503.
- 13) N.R.Tao, M.L.Sui, J.Lu and K.Lu: *NanoStructured Mater.*, **11** (1999), 433.
- 14) I.Altenberger, B.Scholtes, U.Martin and H.Oettel: *Mater. Sci. Eng. A*, **A264** (1999), 1.
- 15) X.Y.Wang and D.Y. Li: *Wear*, **255** (2003), 836.
- 16) M.Umemoto, Y.Todaka and K.Tsuchiya; *Mater. Trans.*, **44** (2003), 1488.
- 17) Y.Todaka, M.Umemoto, Y.Watanabe and K.Tsuchiya: *J. Jpn. Inst. Met.*, **67** (2003), 690.
- 18) Y.Todaka, M.Umemoto, Y.Watanabe and K.Tsuchiya: *Mater. Sci. Forum*, **503-504** (2006), 669
- 19) S.Takaki: *Mater. Sci. Forum*, **426-432** (2003), 215.
- 20) Y. Xu, Z. G. Liu, M. Umemoto and K. Tsuchiya: *Metall. Mater. Trans. A*, **33A** (2002), 2195.
- 21) H.Hidaka, K.Kawasaki, T.Tsuchiyama and S.Takaki: *Mater. Trans.*, **44** (2003), 1912.
- 22) M.Umemoto: *Mater. Trans.*, **44** (2003), 1900.