

学位論文 博士（工学）

微粒子ピーニングを利用した複合表面改質による鋼の疲労特性改善とそのメカニズム

2009 年度

慶應義塾大学大学院理工学研究科

菊池 将一

目次

第1章 序論	… 1
1.1 序文	… 1
1.2 金属疲労に関する研究の歴史および本研究の意義	… 4
1.3 微粒子ピーニングにより得られる改質効果とその発現メカニズム	… 9
1.4 金属材料の疲労特性改善を目的とした表面改質に関する研究の動向	… 16
1.5 本研究の目的	… 23
1.6 本論文の構成	… 25
第2章 微粒子ピーニングによる鋼の微視組織変化	… 26
2.1 緒言	… 26
2.2 実験方法	… 28
2.2.1 試験片の作製	… 28
2.2.2 観察および分析方法	… 31
2.3 実験結果および考察	… 32
2.3.1 鋼の微視組織変化に及ぼす投射粒子寸法の影響	… 32
2.3.2 粒子衝突回数の増加に伴う鋼の微視組織変化	… 48
2.3.3 鋼の微視組織変化に及ぼす被処理材および投射粒子硬さの影響	… 54
2.4 結言	… 59
第3章 微粒子ピーニングを前処理として利用した 複合表面改質による鋼の微視組織変化	… 60
3.1 緒言	… 60
3.2 実験方法	… 62
3.3 実験結果および考察	… 65
3.3.1 複合表面改質による鋼の微視組織変化に及ぼす処理温度の影響	… 65
3.3.2 複合表面改質による鋼の微視組織変化に及ぼす処理時間の影響	… 77
3.3.3 複合表面改質による鋼の微視組織変化に及ぼす被処理材組織の影響	… 83
3.4 結言	… 91

第4章 微粒子ピーニングによる微視組織変化を利用した 高強度窒素化合物層の創製	…	92
4.1 緒言	…	92
4.2 実験方法	…	94
4.2.1 試験片の作製	…	94
4.2.2 分析および試験方法	…	97
4.3 実験結果および考察	…	99
4.3.1 微粒子ピーニングを施した鋼に形成される窒化層の分析	…	99
4.3.2 複合表面改質を施した鋼の疲労特性を支配する因子の解明	…	106
4.3.3 複合表面改質により形成される化合物層が 鋼の摺動特性に及ぼす影響	…	115
4.4 結言	…	121
第5章 保護性皮膜を有する鋼の窒素拡散挙動に及ぼす 微粒子ピーニングの影響と窒化層による鋼の疲労特性改善	…	122
5.1 緒言	…	122
5.2 実験方法	…	124
5.2.1 試験片の作製	…	124
5.2.2 分析および試験方法	…	126
5.3 実験結果および考察	…	127
5.3.1 微粒子ピーニングを施した鋼の窒素拡散挙動を支配する因子の解明	…	127
5.3.2 複合表面改質により形成される窒化層が鋼の疲労特性に及ぼす影響	…	144
5.4 結言	…	150
第6章 鋼の相変態を目的とした高温微粒子ピーニングの提案と それが鋼の疲労特性に及ぼす影響	…	151
6.1 緒言	…	151
6.2 実験方法	…	153
6.2.1 高周波誘導加熱を利用した高温微粒子ピーニング装置	…	153
6.2.2 試験片の作製	…	155
6.2.3 分析および試験方法	…	159
6.3 実験結果および考察	…	160
6.3.1 高温微粒子ピーニングによる高硬度改質層の創製	…	160
6.3.2 鋼の疲労特性に及ぼす高温微粒子ピーニングの効果	…	166
6.4 結言	…	172

第7章 結論	… 173
謝辞	… 177
参考文献	… 180
著者の業績一覧	… 191

第1章

序論

1.1 序文

第二次世界大戦において敗戦を喫した我が国は、旧通商産業省の掲げる政策のもと科学技術を基盤として国内産業を発展させることにより、僅か10年余りで目覚ましい復興を遂げた。この「東洋の奇跡」と謳われる驚異的な経済成長により国民の生活水準は飛躍的に向上した一方で、地球環境汚染やエネルギー危機等の新たな問題を生み出す社会システムが構築されてしまったのも事実である。国外に目を向けても、NIESやBRICsを中心とする新興国の台頭により、資源・環境問題の深刻化が進行している。したがって、人類の「豊かさ」、「利便性」を第一に追求する社会システムは、大きな変革期を迎えているといえる。

このような背景をうけ、近年ではエネルギー効率の向上を目的とした様々な取り組みが地球規模で行われ始めている。例えば、地球温暖化の進行を防止するため、日本を含む先進国に対しては、IPCC報告書等の科学的知見に裏打ちされた長期的視点に基づき、1990年比25～40%の温室効果ガス排出量の削減が課せられている。しかしながら、現状の科学技術力においてこの数値目標を達成するためには、国内経済情勢の衰退は免れず、近い将来、低炭素化を実現する技術力が国家の経済発展に必要不可欠となるものと考えられる。米国発の世界金融危機による金融単独資本主義が崩壊した今、我が国は科学技術力を基盤とした低炭素経済資本主義への政策転換を行うべきである。

現在、我が国は経済産業省主導の3R（Reduce, Reuse, Recycle）政策のもと、工業界と政財界が一丸となって省エネルギー化の実現に力を注いでいる。例えば、温室効果ガスの排出量を“Reduce”させる観点からは、自動車産業界において石油代替エネルギーの開発、エンジンの燃焼効率向上、走行抵抗の低減、車両重量の軽量化等の様々

な取り組みが行われている。なかでも、安全規制への対応や居住性の改善を目的として車両重量は増加傾向にあるため、欧州自動車メーカーも車体軽量化に関する取り組みを本格化させているのが現状である。図1-1⁽¹⁾は、車両重量と1km走行当たりのCO₂排出量の関係を示したものである。同図より、車両重量が軽いほどCO₂の排出量は少なく、車体軽量化は温室効果ガス排出量の低減に有効であることがわかる。

工業分野では、車両重量の低減を目的として、車両構造の合理化、高強度材料の創製や軽量材料の適用が行われている。図1-2⁽²⁾は、累積コストと車体軽量化効果の関係を概念的に表したものである。同図の左から、(1)車両構造の合理化、(2)高強度材料の創製、(3)軽量材料の適用を実践した際の車体軽量化効果を示している。同図に示すように、車両構造の合理化や高強度材料の創製は、コストを下げながら車体軽量化を達成することができる。これは、材料使用量の削減に伴う製造エネルギー、製品の運用・物流エネルギーの削減が可能となるためである。一方で、軽量材料の適用はコスト面で大きな課題が残されている。車両重量を低減させるためには、「適材適所」の考えのもと、これらの取り組みを融合させることが必要であることから、軽量材料適用のコスト低減のための技術開発とともに、材料の高強度化技術の適用拡大を図ることが急務である。

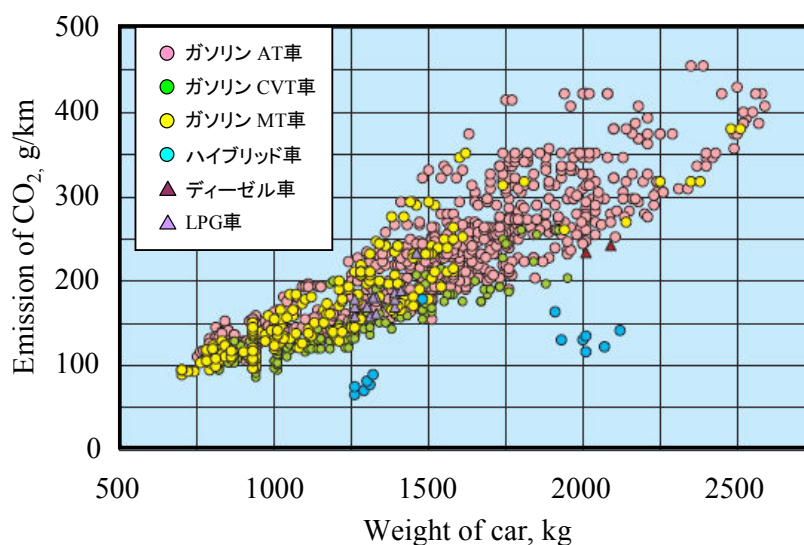


Fig.1-1 Relationship between emission of CO₂ and weight of car⁽¹⁾

材料の高強度化は機械構造物の破壊防止に寄与するのは勿論のこと、「地球環境破壊の防止」という新たな価値体系の確立により、「車体軽量化」の観点からも材料の高強度化が求められることとなった。このように、新しい価値体系が生み出された場合、工業界においては機械構造物の高性能化の要求が高まるため、それを支える技術力の向上が必要不可欠となる。ここで述べた「性能」、「技術力」には、実に様々なものが存在するが、本論文で注目した鉄鋼材料は製造業において強度部材としての役割を果たしていることから、高強度な鋼の創製や、その指針を示すことが求められているといえる。

本論文では、このような観点に基づき、高強度な鋼を創製するための指針を示すこととする。具体的には、材料の疲労特性に大きな影響を及ぼす微視組織を積極的に改質することにより、鉄鋼材料の高疲労強度化を図るものである。本章では、鋼を含めた金属材料の高疲労強度化に関する周辺研究について調べることにより、本研究の意義ならびに目的を明確にする。

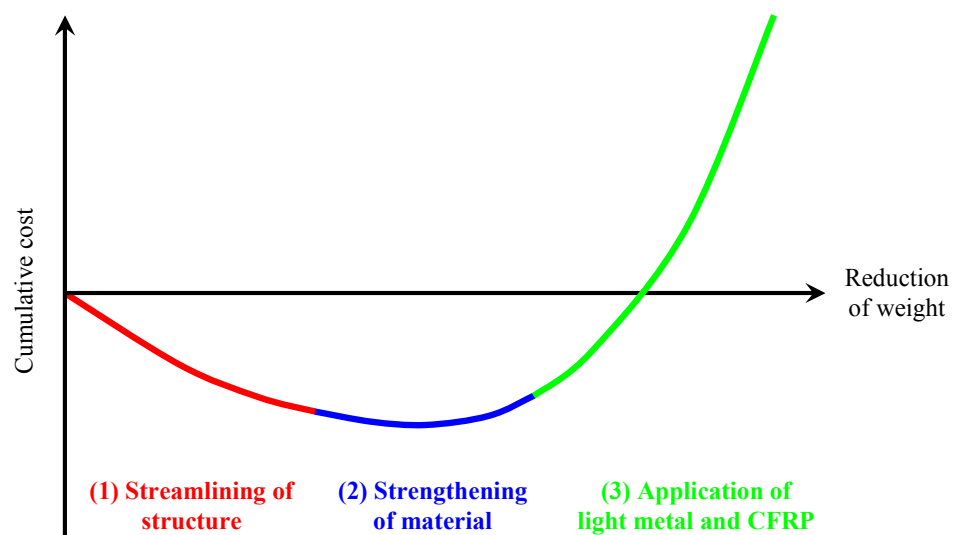


Fig.1-2 Relationship between cumulative cost and reduction of car weight⁽²⁾

1.2 金属疲労に関する研究の歴史および本研究の意義

「疲労」という語は、広辞苑において「疲れること、くたびれること」と定義されており、日常的には我々人間を対象として使用されるものである。一方で、この語は「金属」や「破壊」等の言葉と結びつくと、工学的な意味を呈する。具体的には、1回の負荷では破壊に至らない荷重を繰返し作用させることにより生じる破壊現象のことを、疲労破壊または金属疲労と呼ぶ。破壊機構の詳細については後述するが、疲労破壊は延性材料においても顕著な変形や前兆もなく突如として生じるという特徴を有している。1985年の日本航空ジャンボジェット旅客機墜落事故が疲労破壊により起こったことをマスメディアが報じたこともあり、現在は世間にも金属疲労や疲労破壊という言葉は浸透している。

金属疲労に関する歴史は古く、金属疲労が原因となった最初の破壊事例は1829年にまで遡る。ドイツ人鉱山技師のAlbert⁽³⁾は、鉱山用巻き上げ機に使用している鉄製チェーンが破壊した要因を調べるため、水車を利用してチェーンに繰返し負荷を与える試験を行った。その結果、静的な破断応力よりも低い応力を繰返し負荷させることにより、材料が破壊に至ることを突き止めた。当時、金属疲労という言葉はまだ用いられていなかったものの、関係者は疲労破壊に対する認識を持ち合わせていたようである。

また当時は、産業革命による機械部品の大型化が進み、それらを構成する構造部材の疲労破壊が深刻な社会問題となっていた。そこで、ドイツ人鉄道技師Wöhlerは、1852年から69年にかけて金属疲労に関する系統的な研究に着手した。Wöhlerは、*S-N*曲線（別名、ヴェーラー曲線）とともに、疲労限度よりも低い応力値を繰返し負荷させた場合には疲労破壊が生じないという概念を確立させ、今日の疲労研究の礎を築いた。*S-N*曲線は、応力振幅 σ_a (Stress amplitude) と破断までの繰返し数 N_f (Number of cycles to failure) の関係を表した図であり、このデータに基づいて機械構造物の設計が行われている。以後150年以上経過した現在に至るまで、金属材料の疲労破壊メカニズムや疲労破壊の防止を目的として数多くの研究が行われている。

金属材料の疲労破壊過程は、き裂の発生過程と進展過程に大別される。図1-3は、局所的な塑性変形が繰返し生じることにより、入り込み（凹部）、突き出し（凸部）が発生するまでの過程を模式的に示したものである。材料に負荷が加わった場合、結晶粒の特定のすべり面においてすべり変形が生じる（同図(a)）。次に、逆方向の負荷が作用した場合には、近接したすべり面上において(a)とは逆方向のすべり変形が生じる（同図(b)）。このような一連のすべり変形が繰返し生じることにより、累積したすべり変形の集中域において、入り込み、突き出しが形成されることとなる（同図(c), (d)）。Forsythら⁽⁴⁾⁻⁽⁹⁾は、純アルミニウムおよびアルミニウム合金における疲労き裂の発生や進展機構について詳細な検討を加えており、疲労の初期段階において主応力方向45度の面ですべりが生じ、材料表面のすべり面に沿って微小き裂が発生することを明らかとしている。また、このように発生したき裂は、すべり面に沿って2~3結晶粒程度進展する。このき裂進展の段階は、第I段階（Stage I）と呼ばれるものである。

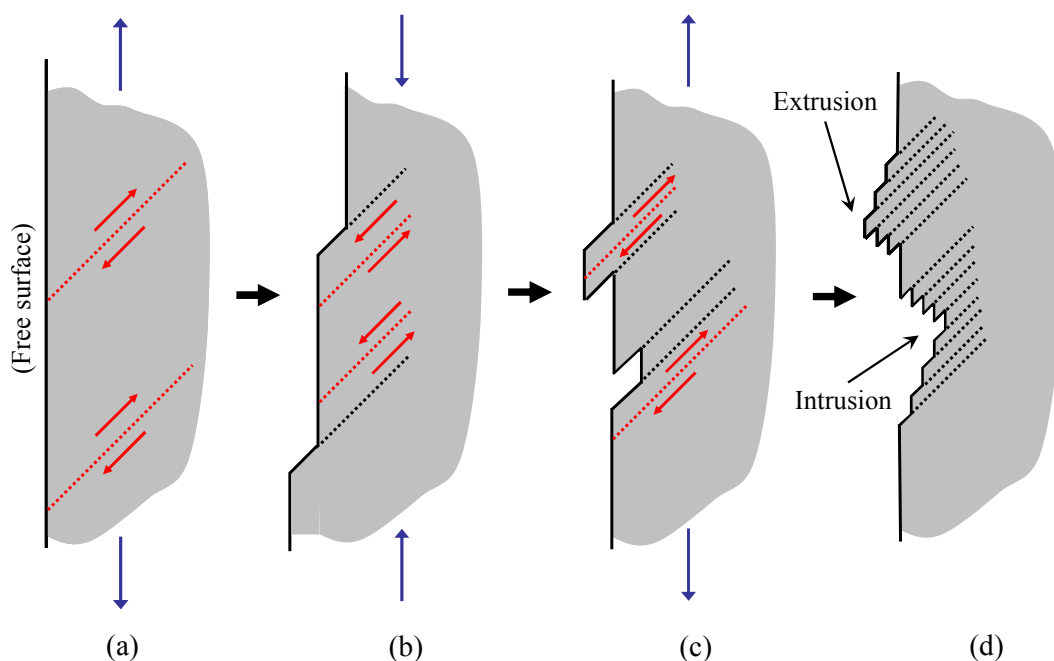


Fig.1-3 Schematic illustration explaining the mechanism of generating intrusion and extrusion

その後、き裂は主応力に垂直な方向に進展する。図1-4は、負荷状態とその際のき裂先端の縦断面形状を模式的に示したものである。ここでは、紙面の右方向にき裂が進展していく過程を説明することとする。まず、引張応力が上昇する過程（1→2→3→4）について述べる。この過程では、き裂先端において微視的なすべり変形が生じることにより、き裂は進展し、やがて進展したき裂の先端は鈍化する。次に圧縮過程（4→5）では、き裂周辺の基材が変形することにより、鈍化したき裂は押しつぶされ、再び鋭い形状となる（再鋭化）。ここまでのサイクル（1→2→3→4→5）が終了した時点で、疲労き裂の先端は Δa 進展することになる。その後の負荷過程（5→6→7）においても、同様の機構でき裂は Δa だけ進展する。このように、き裂の進展は、引張過程におけるき裂先端の塑性鈍化と、圧縮過程におけるき裂先端の再鋭化が繰返し生じることによって起因するものである⁽¹⁰⁾。このき裂進展過程は、第II段階（Stage II）と呼ばれるものであり、その際の進展速度は、応力拡大係数により決まることが知られている⁽¹¹⁾。

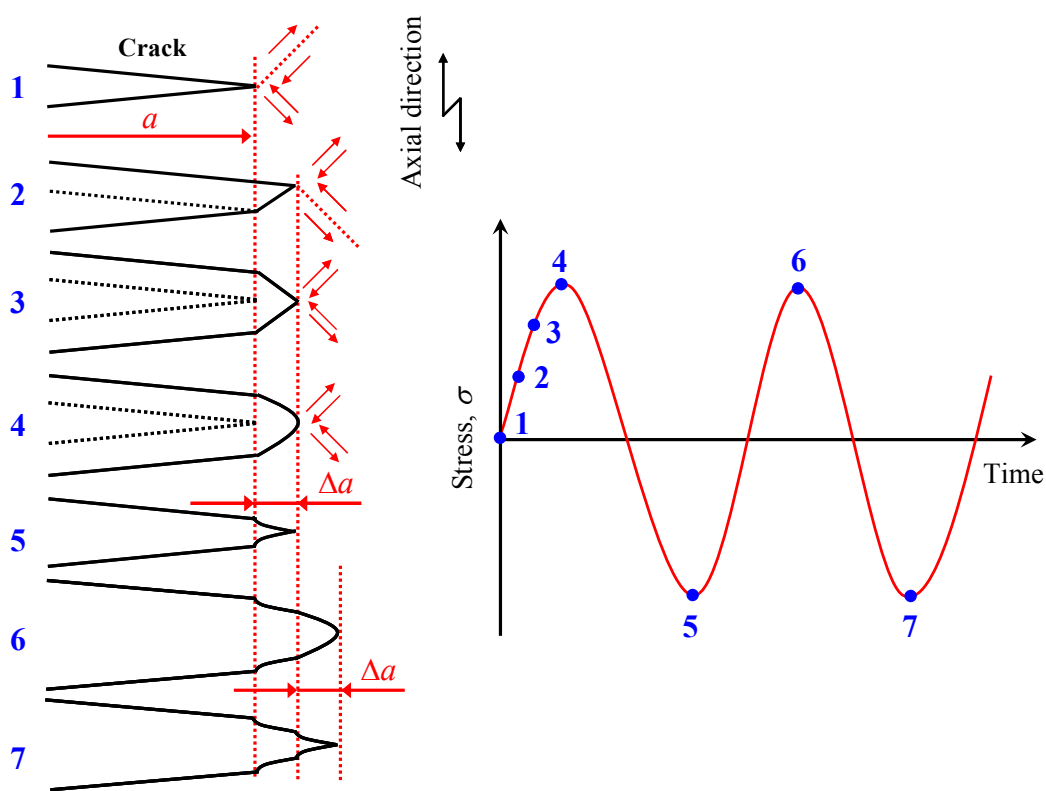


Fig.1-4 Schematic illustration explaining the mechanism of crack propagation

これまで述べた疲労過程から明らかなように、多数の結晶粒においてすべり変形が生じる必要のある降伏現象と比較して、疲労現象は低い応力値で生じる。したがって、金属材料の破壊を防ぐためには、その表面を強化することにより疲労き裂の発生および進展を防ぐことが有効である。実際に工業分野では、材料表面に施す物理的・化学的な処理の総称である表面改質プロセスが広く用いられている。表面改質プロセスによる強化機構は、主に硬さの上昇、圧縮残留応力の付与、微細結晶粒の創製である。

従来の疲労に関する基礎研究により、材料の疲労強度はその硬さや引張強度と良い相関があることが知られている⁽¹²⁾⁻⁽¹⁴⁾。図1-5⁽¹⁴⁾は、材料の硬さと回転曲げ疲労強度の関係を表した図である。なお、同図の“N”は焼なまし (Normalizing) 材，“Q.T”は焼入れ・焼戻し (Quenching and Tempering) 材を表している。同図より、プロットはほぼ同一バンド内に位置しており、基材硬さの上昇に伴い疲労強度は増加していることがわかる。また、疲労強度は結晶粒サイズのマイナス1/2乗に比例して上昇^{(15), (16)}、すなわち材料の結晶粒が微細なほど高い強度を示すことが経験的に明らかとされている。したがって、表面改質プロセスを施すことにより材料の微視組織を変化させてやれば、材料の疲労特性を改善させることができる。

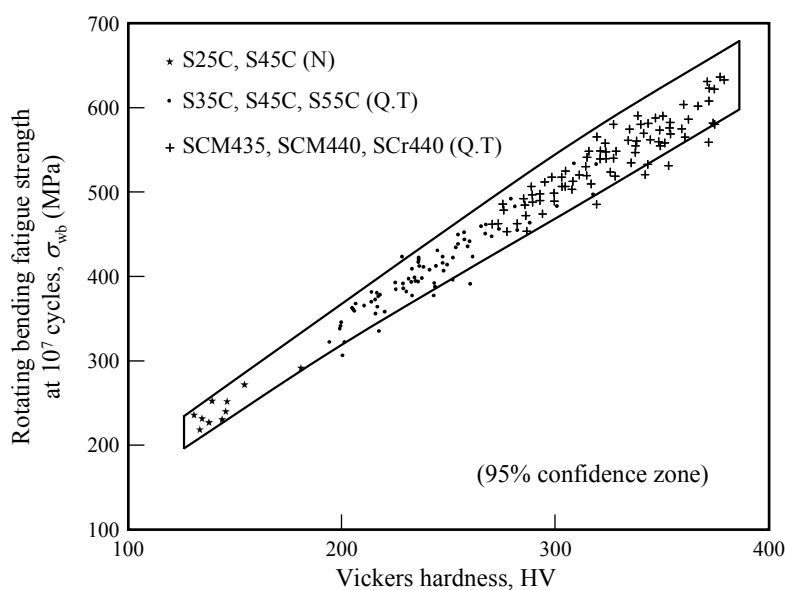


Fig.1-5 Relationship between hardness and rotating bending fatigue strength⁽¹⁴⁾

表面改質プロセスは、実用的観点からも疲労強度向上に有効である。具体的には、外部環境との接触によって材料表面には応力集中部が形成されることが多いため、材料の表面を改質させることによりき裂の発生を抑制することができる。また、詳細は次節で述べるが、材料の表面のみを改質させた場合には、改質部と非改質部における変形量の差に起因して圧縮残留応力が生起する。圧縮残留応力は、き裂の進展を抑制する効果を有しているため、材料表面を改質することにより疲労特性を改善することが可能である。さらに、非改質部の存在により、表面改質プロセスはじん性を低下させることなく材料を高疲労強度化させることができる。複数の特性が求められる機械部品を想定した場合、このような特徴は大きな利点である。

したがって、学術的、工学的な両観点から、表面改質プロセスにより材料の高疲労強度化を達成することは極めて重要な事項である。

1.3 微粒子ピーニングにより得られる改質効果とその発現メカニズム

1870年、アメリカ人技術者Tilghman⁽¹⁷⁾は、船舶用の錆取りを目的として金剛砂を噴射する装置を考案し、この処理を「サンドブラスト」と命名した。現代のピーニング技術のルーツは、彼の考案したサンドブラストとされている。

数ある表面改質技術の中で、ショットピーニングは噴射加工法に分類される。噴射加工とは、高速度で投射した粒子を材料表面に衝突させる処理技術全般を指す。噴射加工は、主に「材料の塑性変形」と「削食作用による表面層の除去」を目的とした処理に大別され、ショットピーニングは前者に該当する。ショットピーニングは、被処理材の硬度上昇、微細結晶粒の創製、圧縮残留応力の生起などの改質効果を有しているため、工業分野では材料の疲労特性改善を目的として使用されることが多い。

また、ショットピーニングは、室温、大気中での施工が可能であるという利便性を有しているため、ショットピーニングから派生した新しい表面改質技術も数多く生み出されている。本研究で注目する微粒子ピーニング (Fine Particle Peening: FPP) も、その一つにあたる。微粒子ピーニングは国内で開発された表面改質技術であり、文字通り「微細な粒子を用いたピーニング」である。微粒子ピーニングは、FPB (Fine Particle Bombardment) やWPC (Wide Peening and Cleaning) と表記される場合もあるが、本論文ではFPPと呼ぶこととする。投射粒子に関しては、いかなる寸法が微細であるかという厳密な線引きは行われていないが、特許⁽¹⁸⁾を基準とするならば直径200 μm 以下の投射粒子を使用したピーニングを、微粒子ピーニングと定義することができる。本論文でも、粒径200 μm 以下の投射粒子を用いたピーニングを微粒子ピーニング、粒径200 μm 以上の粒子を用いた処理をショットピーニングと呼ぶこととする。

微粒子ピーニングは、投射粒子の寸法が異なる点を除けばショットピーニングと相違ないため、両プロセスの用途や改質メカニズムは基本的に同じである。しかしながら、微粒子ピーニングはショットピーニングと比較して材料の疲労特性改善に有効であるとされている⁽¹⁹⁾⁻⁽²³⁾。これは、投射粒子寸法が変化することにより、生起する圧縮残留応力、被処理面の性状、被処理材の結晶粒サイズが変化するためである。本節では、投射粒子の小径化に伴うピーニングの改質効果の変化について述べることにより、微粒子ピーニングが材料の疲労特性改善に有効であることを示すこととする。

(1) 生起する圧縮残留応力に及ぼす投射粒子寸法の影響

ここでは、図1-6に示すばねモデルを用いて、投射粒子寸法を変化させることにより材料に生起する圧縮残留応力の値が変化する要因について述べることにする。なお同図は、残留応力が生起するモデル図の一例であり、表面改質プロセスにより圧縮残留応力が生起するメカニズムを考える場合に頻繁に用いられるものである。このモデルは、表面改質プロセスを施した試験片の縦断面において、材料の体積を長手方向へのばねの長さで表したものである。

同図(a)は、ピーニングを施した試験片の硬化層において、変形の拘束がないと仮定した場合の模式図である。ここで、赤いばねは、ピーニングにより形成される硬化層を示しており、ピーニング処理面近傍の体積膨張を表現するため、点Cから点Aまで伸長している。同図(b)は、硬化層に変形の拘束を与えた場合の模式図である。硬化層と非硬化部では体積が異なるため、同図のAC間に位置する点Bにおいて釣合いの状態となる。したがって、赤いばねは押し縮められた状態となり、硬化層には圧縮の力が生起することとなる。このように発生した内部応力が圧縮残留応力である。一方、材料内部の非硬化部は、硬化層に引張られるため、表面の圧縮残留応力と釣り合うように引張りの残留応力が生起することとなる。

圧縮残留応力の発生機構から明らかのように、硬化層の厚さが変化すれば生起する圧縮残留応力の値も変化する。同図(c)は、(a)と比較して赤いばねが多く、硬化層が厚いことを模式的に示している。このモデルに対して変形の拘束を与えた場合、点Bよりも上部に位置する点B'で釣合いの状態となる。したがって、生起する圧縮残留応力は、硬化層が薄い場合((b))と比較して低い値を示すこととなる。

ショットピーニングは微粒子ピーニングと比較して投射粒子寸法が大きいため、硬化層は厚くなる。したがって、微粒子ピーニングはショットピーニングと比較して材料表面に高い圧縮残留応力を生起することができる^{(19), (24)-(26)}ことから、材料の疲労特性改善に有効であるとされている。実際にこの点に注目した研究は行われており、例えば米倉ら⁽¹⁹⁾は、微粒子ピーニングにより高い圧縮残留応力が生起すること、さらにその圧縮残留応力は疲労負荷に対して安定であるため、微粒子ピーニングはショットピーニングと比較して疲労特性を改善させる効果が高いことを報告している。

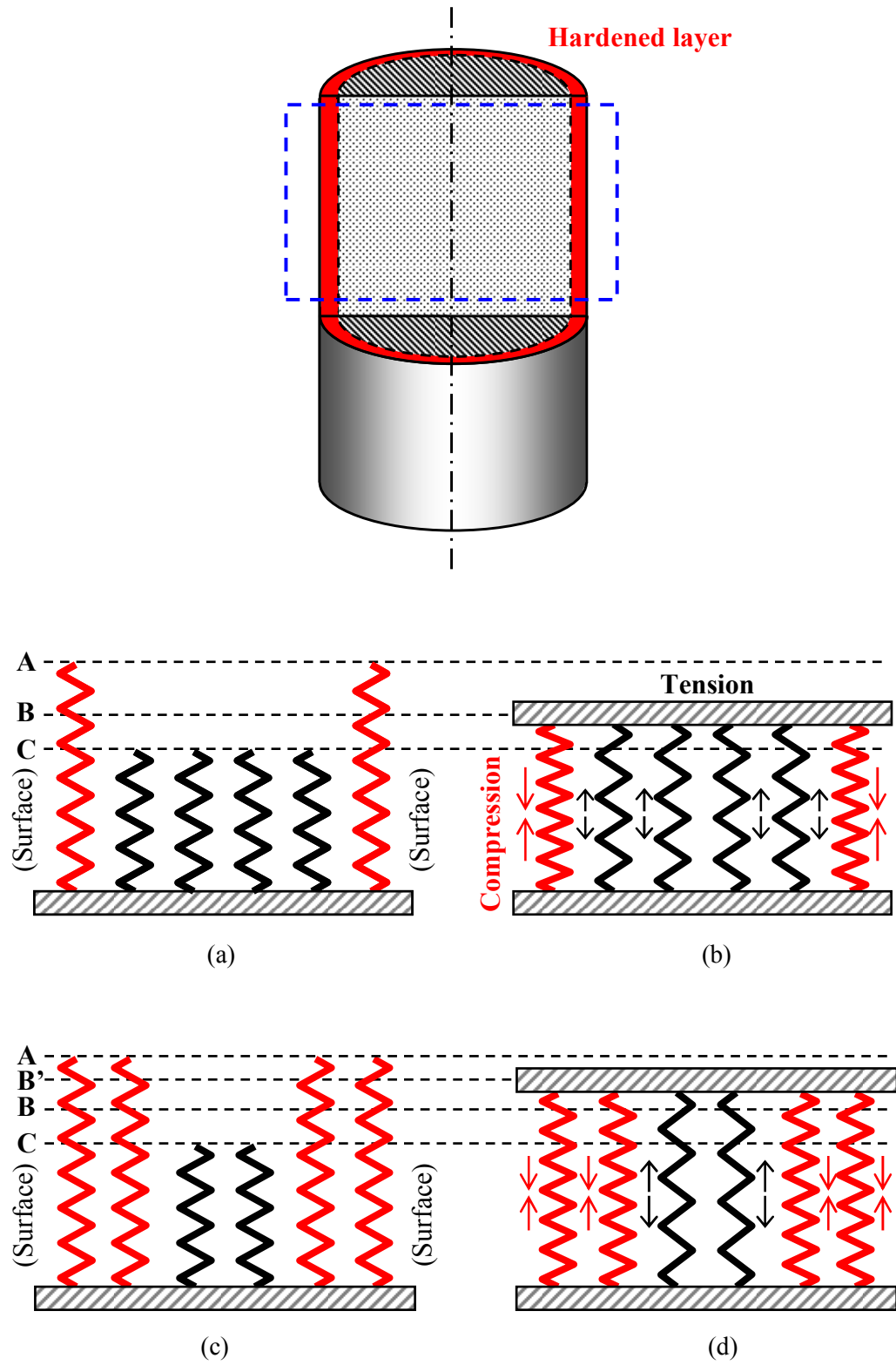


Fig.1-6 Model explaining the mechanism of generating residual stress

(2) 被処理面性状に及ぼす投射粒子寸法の影響

ピーニングを施した際、被処理材の塑性変形は投射粒子の衝突により生じるため、投射粒子の寸法が変化すれば被処理面の性状も変化する。したがって、微細な投射粒子を用いる微粒子ピーニングは、ショットピーニングと比較して小さい衝突痕を被処理面に形成させることができる。このことは、ピーニングにより材料の疲労特性を改善させることを想定した場合、極めて有益である。この理由について、以下に述べることとする。

疲労き裂は、繰返し負荷による材料の塑性変形に起因して発生するため、材料に応力集中部が存在する場合、き裂の発生は容易に生じる。ここで、応力集中の程度を表すパラメータとして応力集中係数があるが、これは切欠きの幾何学的な形状（切欠半径、切欠深さ等）により一義的に決定されるパラメータである。応力集中係数が増加すれば材料の疲労強度は低下するが、材料の疲労強度を支配する最重要因子は応力集中係数ではなく、応力集中係数を決定する切欠半径の寸法である。これは、材料の疲労強度が「き裂の発生限界応力」ではなく、「き裂の伝播停止限界応力」であることと関連が深い。

この点に注目し、村上ら⁽²⁷⁾は、種々の寸法を有する欠陥を導入した試験片の疲労特性について検討を加え、停留き裂よりも小さい寸法の欠陥は疲労強度の低下を導かないことを明らかとしている。したがって、微粒子ピーニングおよびショットピーニングにより形成される衝突痕が同形状、すなわち応力集中係数が同じ値であっても、粒子寸法の小さい微粒子ピーニングの場合には、被処理面の衝突痕による疲労特性の減少幅は小さいものと考えられる。実際に、村上ら^{(28), (29)}は、疲労強度に及ぼす表面粗さの影響について定量的に検討を加えており、表面粗さプロファイルの深さおよびピッチの大きさが疲労特性に影響を及ぼすことを明らかとしている。

したがって、微粒子ピーニングは、被処理面に形成される衝突痕による疲労特性の低下幅は小さいため、ショットピーニングと比較して疲労特性の改善に有効であると考えられている。

(3) 被処理材の結晶粒サイズに及ぼす投射粒子寸法の影響

冷間加工を施した場合、転位の蓄積と、転位の再配列および対消滅（回復）が繰り返されることにより結晶粒が微細化する⁽³⁰⁾⁻⁽³²⁾。したがって、投射粒子寸法の違いにより被処理材の塑性変形量が異なれば、形成される結晶粒の大きさも変化する。ここでは、図1-7⁽³²⁾に示す模式図を用いて冷間加工による結晶粒微細化機構を説明した後、被処理材の結晶粒径に及ぼす投射粒子寸法の影響について述べることにする。

材料に塑性変形が生じた場合、結晶粒は方位差の小さい3次元的な転位セル壁によって分断される（図1-7(a)）。このように分断された組織は、セル組織と呼ばれるものである。さらに材料の塑性変形量が増加すると、セル組織の微細化が進行するとともに転位セル壁の厚さが減少し、高密度転位壁（Dense Dislocation Wall: DDW）が形成される。このDDWにより囲まれた領域はセルブロックと呼ばれるもので、その内部には多数のセル組織が存在している。さらに塑性変形量が増加すると、セルブロックの微細化およびブロック間の方位差の増大が生じる。その際、隣接領域ごとに結晶方位回転が異なることに起因して生じる方位差を担うため、幾何学的に必要な境界（Geometrically Necessary Boundaries: GNBs）が形成される。このように、材料の塑性変形が進行するとともに結晶粒はセルブロックに分断され、GNBsはやがて方位差の大きな大傾角粒界となる。したがって、冷間加工を施した場合、分断されたセルブロック間の方位差が徐々に高角度化し、亜粒界を経て大傾角粒界が形成されることとなる（図1-7(b)~(d)）。

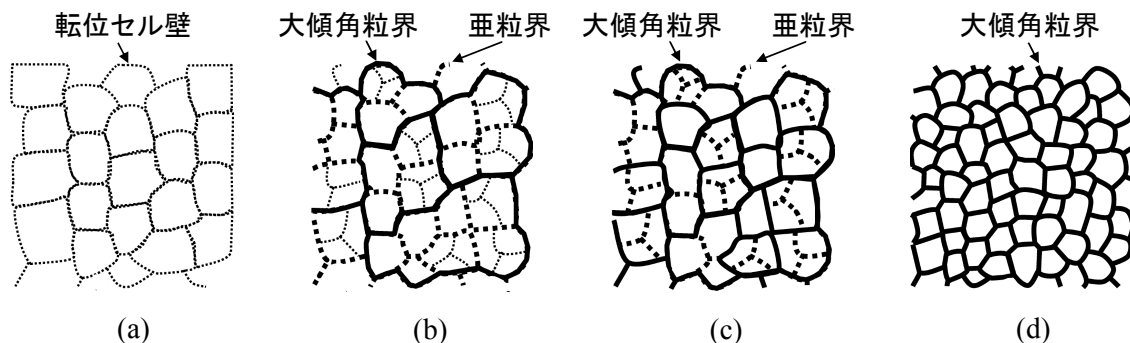


Fig.1-7 Schematic illustration explaining the mechanism of grain refinement by cold working process⁽³²⁾

このような結晶粒形成機構から考えると、投射粒子寸法の違いによってピーニング時に被処理材に生じるひずみやひずみ速度が変化すれば、形成される結晶粒サイズも変化することとなる。この点に注目して、Liuら⁽³³⁾は、低炭素鋼の微視組織変化に及ぼすピーニング条件の影響について検討を加え、投射粒子寸法が小さいほど処理時のひずみ速度が高いため、結晶粒を微細させる効果が高いことを報告している。また、加賀谷ら⁽³⁴⁾は、単位面積当たりの投射重量が一定の条件下において、微粒子ピーニングの飛翔粒子の個数はショットピーニングの場合と比較して数千倍のオーダーであること、またこのことが被処理材の結晶粒微細化に有効であると述べている。このことから、微粒子ピーニングは、通常のショットピーニングと比較して材料の結晶粒を微細化させる効果が高いため、材料の疲労特性改善に有効であるものと考えられる。

これまで述べたように、投射粒子の寸法は、生起する圧縮残留応力の値、被処理面に形成される衝突痕の大きさ、被処理材の結晶粒サイズに影響を及ぼす。そのため、微粒子ピーニングは、通常のショットピーニングと比較して、高い疲労特性改善効果を有しているものと考えられる。

さらに、微粒子ピーニングは、疲労特性のみならず摺動特性の改善にも寄与することが報告⁽³⁵⁾⁻⁽³⁷⁾されている。石渡ら⁽³⁷⁾は、微粒子ピーニングにより形成される微細凹凸は金属部品の油潤滑環境において油溜りとなるため、油膜形成が促進され、潤滑状態が維持されることを報告している。また、Wangら⁽³⁸⁾は、冷間加工により形成される微細結晶粒は、低炭素鋼の摺動特性を改善させることを報告している。したがって、微粒子ピーニングの場合にも、同様の機構で被処理材の摺動特性を改善させているものと考えられる。

また、Kameyamaら⁽³⁹⁾⁻⁽⁴²⁾は、微粒子ピーニングを施した際、投射粒子の一部が被処理面へ残存することを実験的に見出し、この現象を利用した新しい表面改質法の提案も行っている。このような現象は、投射粒子の「移着」に起因して生じているものと考えられているが、その機構についてはいまだ完全には明らかとされていない。元来、微粒子ピーニングは、投射粒子を小径化させることにより粒子の飛翔速度を上昇させ、ショットピーニングと熱処理の両者の改質効果を得ることを目的として開発さ

れたものである⁽¹⁸⁾。したがって、このような効果が本当に存在するのであれば、投射粒子の被処理材への移着現象は、衝突面近傍において生じた局所的な温度上昇に起因して促進されたものと推察される。

これまで、微細な粒子を用いる微粒子ピーニングは、高い改質効果を有するのみならず、通常のショットピーニングでは認められない改質効果を有していることを示した。したがって、両プロセスにより生じる現象は相似形であるものの、微粒子ピーニングは、単なる「投射粒子を小径化したショットピーニング」ではないことを認識すべきである。材料の疲労特性はピーニングにより形成される改質層の様々な「寸法」因子に影響されるため、微細な投射粒子を用いる微粒子ピーニングは、材料の疲労特性改善に有効である。また、投射粒子寸法が小さければ鋭い切欠きを有する機械部品への適用も可能であため、工業的観点からも微粒子ピーニングは被処理材の疲労特性改善に有効であるものと考えられる。

1.4 金属材料の疲労特性改善を目的とした表面改質に関する研究の動向

工業分野では、構造部材の疲労特性改善を目的として表面改質プロセスが広く用いられている。1.3節で述べた通り、金属材料を高疲労強度化する機構は、(1)き裂の発生を防ぐ、(2)発生したき裂の進展を防ぐことを基本原理としている。具体的には、材料の微視組織を改質し、高硬度層や微細結晶粒の創製により転位運動を抑制すること、圧縮残留応力によりき裂の開口現象を抑制することが有効である。そこで本節では、表面改質プロセスによる金属材料の微視組織変化とそれによる疲労特性改善に関する研究動向について調べ、本論文の目的である「鉄鋼材料を対象とした高強度化技術の適用拡大」への道標を明確にする。

(1)微細結晶粒の創製に関する研究動向

材料の結晶粒径が微細となれば材料の降伏強度は上昇する^{(15), (16)}ことから、近年では冷間加工によりナノ結晶材料や超細粒鋼 (Surface layer with ultra fine grain microstructure: SUF鋼) を創製する試みが行われている。図1-8⁽³¹⁾は、ナノ結晶粒創製のための強加工法の一例を示しており、本研究で注目する微粒子ピーニングは同図の「エア式ショットピーニング」に分類される。ナノ結晶を有する材料は、通常の結晶粒サイズを有する材料と比較して降伏強度が著しく高いことに加え、特異な機械的性質を示すことが報告されている^{(31), (32)}。なお高木⁽³²⁾は、結晶粒径が100nm以下となれば結晶粒界の存在が材料の機械的特性に著しく影響を及ぼすため、100nm以下の結晶粒を「ナノ結晶」と定義している。

冷間加工による微視組織形成機構に関しては、中国のLuの研究グループにおいて研究が盛んに行われている。Luら^{(30), (38), (43)-(45)}は、SMAT (Surface Mechanical Attrition Treatment) 処理により形成される微視組織について、透過型電子顕微鏡を用いた詳細な分析および観察を行っている。図1-8の「超音波式ショットピーニング」に分類されるSMAT処理は、硬質粒子を含む密閉されたチャンバーを加振することにより、チャンバーの壁面に固定された被処理材に粒子を衝突させ、被処理材に塑性変形を生じさせるものである。このSMAT処理は、炭素鋼、アルミニウム合金、チタン合金等の様々な金属材料の結晶粒径を50nm程度にまで微細化することが可能である。

ピーニングにより形成されるナノ結晶組織に関しては，間野ら⁽⁴⁶⁾⁻⁽⁴⁸⁾，高木ら⁽⁴⁹⁾，⁽⁵⁰⁾，梅本ら⁽³¹⁾，⁽³³⁾，⁽⁵¹⁾⁻⁽⁵³⁾，Wangら⁽⁵⁴⁾によって研究が行われている．なお材料種によっては，ショットピーニングを施すことによりアモルファス組織が形成される場合もある⁽⁵³⁾，⁽⁵⁵⁾．間野ら⁽⁴⁶⁾⁻⁽⁴⁸⁾は，ショットピーニングを施すことにより形成される，「白層」と呼ばれるナノフェライト相が炭素鋼の疲労特性に及ぼす影響について検討を加えている．その結果，ショットピーニングにより形成される白層は，疲労初期過程においてき裂の発生を抑制する効果を有していることを報告している．一方で，Schwachら⁽⁵⁶⁾は，この白層が接触疲労強度に悪影響を及ぼす場合があることを報告している．また，平岡⁽⁵⁷⁾は，この白層をWB（White band）型，バタフライ型，WEA（White etching area）型の3種類に分類し，とくにWEA型白層においては水素に起因して初期き裂の生成が生じること，Warrenら⁽⁵⁸⁾は計算機シミュレーションを用いた解析手法により接触疲労特性に及ぼす白層の影響を明らかとしており，白層に関する研究は盛んに行われている．

また，梅本らは，周囲の加工硬化領域と比較してナノ結晶粒は著しく硬度が高いこと，また粒内には転位が少ないことを報告している．そのため，ショットピーニングにより形成されるナノ結晶は，疲労特性の向上に寄与する可能性があることを指摘している．しかしながら，兼城ら⁽⁵⁹⁾は，転位の存在しない窒化化合物層において疲労現象は生じないものの，その層直下において疲労き裂が発生することを報告している．

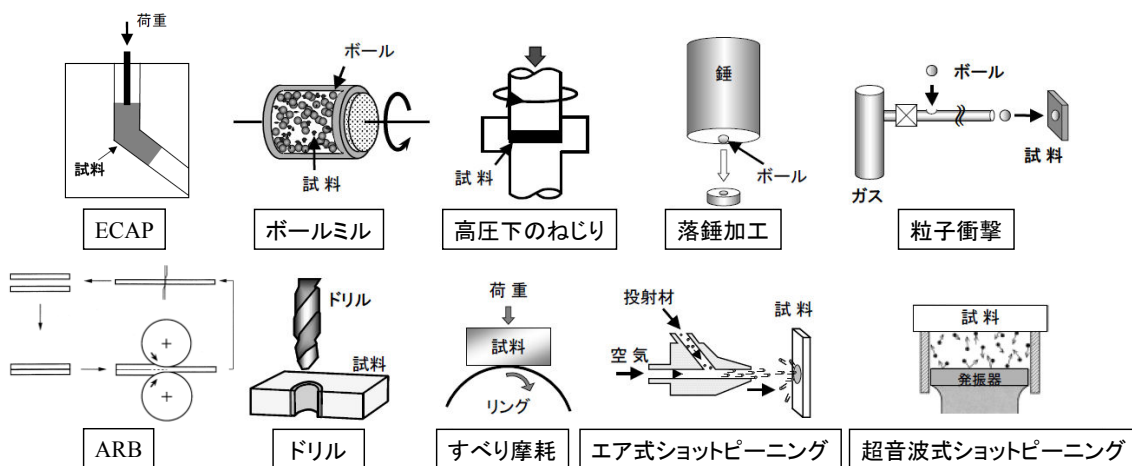


Fig.1-8 Schematic illustration of processing technology⁽³¹⁾

したがって、ピーニングにより転位の少ないナノ結晶が形成された場合にも、その直下の組織を起点として疲労破壊が生じる可能性がある。

一方で、Meyerら⁽⁶⁰⁾は、等径角度付き押し出し (Equal Channel Angular Pressing: ECAP) 法により作製した微細結晶粒を有するアルミニウム合金の疲労特性について検討を加え、ECAP材は未処理材と比較してき裂の成長速度が高く、疲労強度が低いことを報告している。さらに、ECAP後に熱処理を施し、材料の延性を向上させることにより疲労特性の低下を抑制できる^{(61), (62)}ことが報告されていることから、微細結晶粒の示す特異な機械的特性が材料の疲労特性に悪影響を及ぼしているものと考えられる。また、Chokshiら⁽⁶³⁾は、粒径が微細な場合、ホールペッチの傾きが負となる、いわゆる逆ホールペッチの関係が成り立つことを報告している。この要因については、ナノ結晶材料においては結晶粒界が転位の発生サイトになること、また材料の塑性変形は粒界すべりが支配的であることと考えられており、一般に結晶粒径が約100nm以下である材料において逆ホールペッチ現象が生じるとされている。

さらに、冷間加工により形成される微細結晶粒が、疲労過程においてどのように変化するかという点に注目した研究⁽⁶⁴⁾⁻⁽⁶⁷⁾も行われている。Martinら⁽⁶⁴⁾は、ショットピーニングを施した炭素鋼の疲労過程における微視組織変化について検討を加え、高応力を負荷した場合にはショットピーニングにより導入された転位が消失し、圧縮残留応力が解放されることを報告している。また、木村ら⁽⁶⁵⁾⁻⁽⁶⁷⁾は、ECAP法により作製した微細結晶粒を有する銅のき裂進展挙動について検討を加えている。その結果、疲労過程において、せん断変形により微細結晶粒が粗大化すること、また回転が生じることにより粗大粒と同様のすべり挙動を呈することを明らかとしている。したがって、微細結晶粒の創製は材料の高疲労強度化に寄与するものの、疲労過程における結晶粒のすべり挙動や転位発生形態が変化するため、材料の疲労特性改善が阻害されてしまうのが現状である。

(2) 圧縮残留応力の付与による金属材料の疲労特性改善に関する研究動向

圧縮残留応力は、き裂の進展を抑制するため、材料の疲労特性改善に寄与する。そのため、材料表面に高い圧縮残留応力を生起させることを目的として、ピーニングを

改良した新しい手法の開発が行われている。その一つに、被処理材を温間域に加熱した状態でピーニングを施す、温間ピーニングがある⁽⁶⁸⁾⁻⁽⁷¹⁾。この手法は、被処理材の塑性変形抵抗を低下させた状態でピーニングを施すことができるため、高い改質効果を得ることができる。Wickら⁽⁶⁸⁾は、温間ピーニングを施した材料において、ひずみ時効によって固溶した炭素原子に転位が固着することにより、疲労過程における圧縮残留応力の解放が抑制されるため、疲労強度が改善されることを報告している。また、寸法の異なる複数の投射粒子を用いたダブルショットピーニング^{(21), (71)-(73)}や、被処理材に負荷を与えた状態でピーニングを施すストレスショットピーニング^{(72), (73)}に関する研究も行われており、いずれの処理も通常のショットピーニングと比較して高い圧縮残留応力を付与できることが報告されている。

ショットピーニング以外の手法についても、高い圧縮残留応力を付与することにより材料の高疲労強度化を図る研究が行われている。1.3節で述べた通り、薄い硬化層を形成させることにより、材料表面に高い圧縮残留応力を生起させることができる。このような観点から、超急速短時間焼入れにより硬化層厚さを制御し、その際に生起する圧縮残留応力や被処理材の疲労特性について検討を加えた研究^{(74), (75)}が報告されている。Komotoriら⁽⁷⁴⁾は、材料表面にのみ焼入層を導入することにより、高い圧縮残留応力を生起させることに成功している。しかしながら、硬化層が薄い場合には、表面ではなく材料内部を起点として破壊が生じるため、高い疲労強度を得ることはできないことを報告している。これは、表面強度が上昇したことにより、材料の最弱部が内部の非硬化部に遷移したためである。

したがって、内部破壊の抑制には、厚い硬化層を導入することが有効である。Alsaranら⁽⁷⁶⁾は、窒化処理時間を変化させることにより種々の窒化層厚さを有する試験片を作製し、それらの疲労特性について検討を加えている。その結果、窒化層を厚くすることにより内部破壊が抑制され、鋼の疲労強度が上昇することを報告している。しかしながら、硬化層厚さの増加は、材料に生起する圧縮残留応力を低下させることとなる。三阪ら⁽⁷⁵⁾は、超急速短時間加熱焼入れを施した炭素鋼について、硬化層厚さと圧縮残留応力、および疲労強度の関係について検討を加えている。図1-9⁽⁷⁵⁾に示すように、硬化層厚さが0.8mm以上の場合には、その厚さの増加に伴い生起する圧縮残留応力が低下し、それに伴い疲労強度も低下していることがわかる。

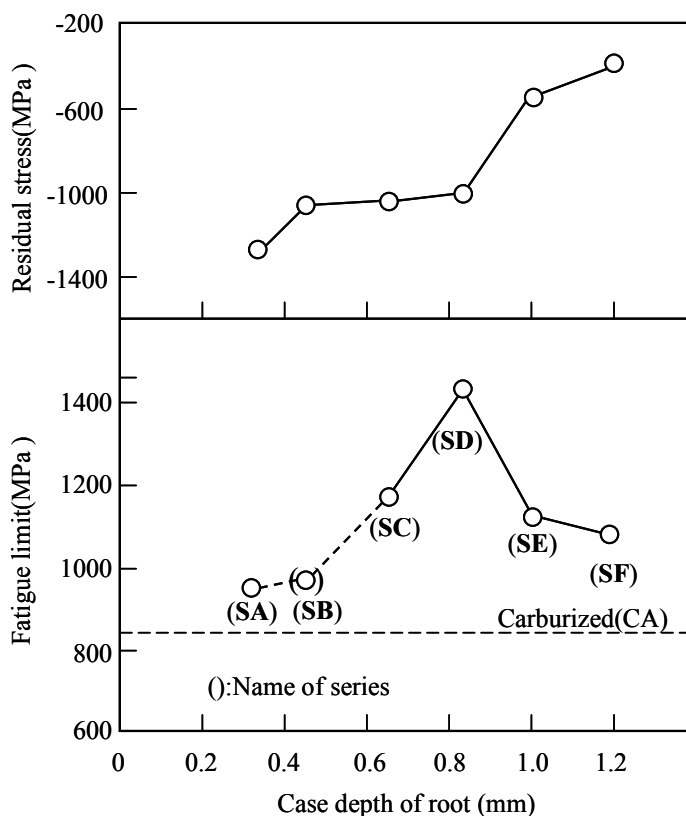


Fig.1-9 Relationship between case depth and fatigue limit, residual stress⁽⁷⁵⁾

これまで述べた硬化層厚さによる疲労特性の変化については、図1-10の模式図を用いて説明することができる。同図は、表面硬化層を有する鋼の疲労強度分布と曲げ応力分布の関係図である。同図の黒線は負荷応力分布、赤線は疲労強度分布を示しており、疲労強度分布は硬さと残留応力から決定されると仮定している。同図において、表面硬化層が薄い部材から、順に(a), (b), (c)としている。硬化層が薄い場合（同図(a)）、硬化層直下の非硬化部において疲労破壊が生じるため、高い疲労強度は得られない。次に、硬化層が厚い場合には（同図(b)）、硬化層厚さの増加により表面の圧縮残留応力は低下するものの、内部破壊が抑制されるため、高い疲労強度を示す。しかしながら、硬化層がさらに厚くなると（同図(c)）、(b)の場合と比較して圧縮残留応力値はさらに低下するため、表面の強度は低下する。すなわち、硬化層厚さの増加は、内部破壊の抑制に寄与する一方で、圧縮残留応力の低下を導く。したがって、材料の疲労強度は、表面改質層の強度のみならず、深さ方向における強度分布により決定される。

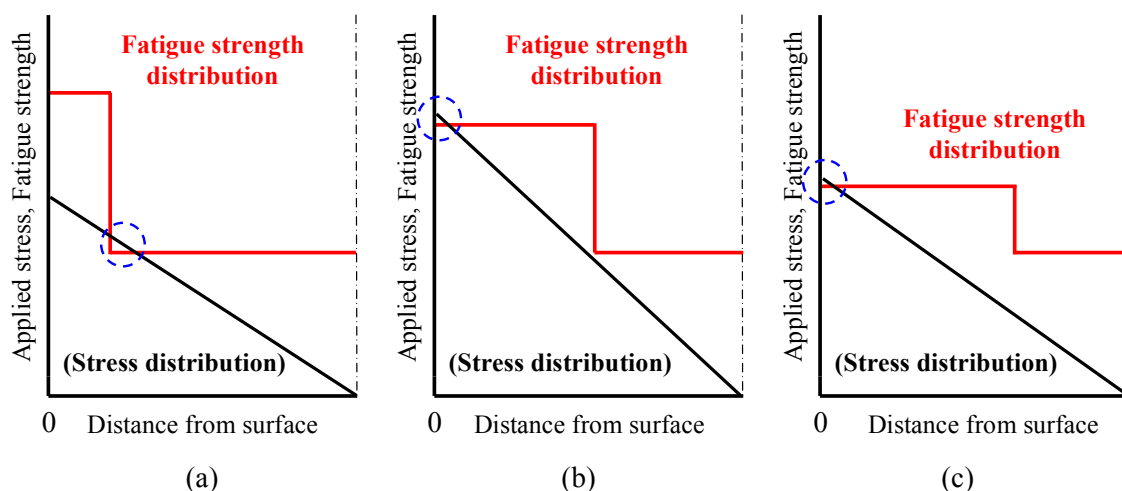


Fig.1-10 Schematic illustration of fracture mode transition with hardened layer depth

(3) 複合表面改質プロセスによる疲労特性改善に関する研究動向

これまで述べた表面改質プロセスによる強度向上メカニズムやその問題点を受け、近年では表面改質プロセスを複合化させる立場から金属材料の高疲労強度化を図る試みが行われている。とくにショットピーニングは、冷間で簡便に材料を改質することが可能なため、他の表面改質プロセスとの複合化は比較的盛んである。

材料の疲労特性改善を目的とした複合表面改質プロセスについては、ピーニングと熱処理を組み合わせたものが一般的である^{(23), (26), (77)-(85)}。例えば、米倉ら⁽⁸⁰⁾は、浸炭焼入れ後に微粒子ピーニングを施す複合表面改質プロセスを提案している。この手法は、未処理材に対して微粒子ピーニングを施す場合と比較して、高い圧縮残留応力を生起させることが可能である。さらに、この要因が、微粒子ピーニングによる加工硬化のみならず、浸炭焼入れ時に生じた残留オーステナイトの加工誘起マルテンサイト変態であることを報告している。また、Parienteら⁽⁸⁴⁾は、窒化後にピーニングを施す複合表面改質プロセスによっても鋼の疲労特性が改善されることを報告している。

関連研究を調べた結果、ピーニングは複合表面改質プロセスにおいて後処理として用いられることが多いようである。これは、ピーニングが圧縮残留応力を生起させることに加え、熱処理により形成される強度弱部層の除去⁽⁷⁷⁾や欠陥の無害化⁽⁸⁶⁾の役割を担っているためと考えられる。

ここで、1.3節で述べた微粒子ピーニングにより得られる改質効果に立ち返ると、従来とは異なる観点から、鋼の高疲労強度化を目的とした複合表面改質が提案できるものと考えられる。具体的には、微粒子ピーニングによる微細結晶粒を形成させる効果を利用することにより、二段目の処理プロセス工程において原子の高速拡散現象を生じさせること、また熱処理プロセス工程における相変態挙動を変化させることが可能になるものと考えられる。すなわち、組み合わせる他方の表面改質プロセスの改質効果を高める役割を微粒子ピーニングが果たすことにより、高強度改質層の形成が可能になるものと考えられる。

近年では、冷間加工を他の表面改質プロセスの前処理とする複合表面改質に関する研究^{(43)-(45), (87)-(94)}も行われている。例えば、Luら^{(43)-(45), (87), (88)}は、SMAT処理により形成されるナノ結晶を利用することにより、クロムや窒素原子の拡散速度が上昇することを報告している。このような現象は、Wroblewskiら⁽⁹²⁾によるショットピーニングを用いた研究でも報告されている。また、Wangら⁽⁹³⁾は、SMAT処理を施した材料の窒化挙動を調べるためにシミュレーションを行い、窒素の拡散挙動において基材の結晶粒径は重要な影響因子であることを報告している。したがって、従来の複合表面改質プロセスのように、微粒子ピーニングは後処理として圧縮残留応力を生起させる役割を果たすのみならず、その微視組織変化機構を利用することにより、高濃度元素拡散層や微細結晶粒組織の形成に寄与するものと考えられる。

これまで述べた研究報告を踏まえ、本研究では、微粒子ピーニングによる鋼の微視組織変化を利用した複合表面改質プロセスにより、鋼の疲労特性改善を試みることにする。このような考えのもと高疲労強度化手法を提案することにより、鋼の高強度化技術の適用拡大が達成できるものと考えられる。なお、本研究において、複合表面改質は「複数の表面改質プロセスを同一基材に対して施す手法」と定義することとする。

1.5 本研究の目的

表面改質により、構造部材の疲労特性を改善させることは工業的に極めて重要である。なかでも、微粒子ピーニングは、冷間で簡便に施工することが可能であることに加え、通常のショットピーニングと比較して高い疲労特性改善効果を有しているため、工業分野において広く用いられている。近年では、微粒子ピーニングと他の表面改質プロセスとの複合化も行われており、微粒子ピーニングは複合表面改質プロセスの二段目処理としての役割を果たしている。一方で、微粒子ピーニングの改質効果に立ち返ると、これまでの手法とは異なる観点から新しい高強度化手法を提案できるものと考えられる。すなわち、高硬度化させた材料に高い圧縮残留応力を生起させる目的以外にも、組み合わせる他方の表面改質プロセスによる改質効果を高める目的で微粒子ピーニングを導入することにより、鋼の疲労特性を改善させることができるものと考えられる。

そこで本研究では、微粒子ピーニングによる微視組織変化を利用した複合表面改質が、鋼の疲労特性に及ぼす影響について検討を加えることとする。その際、提案手法による改質層形成機構と関連付けながら、鋼の疲労特性改善要因を明らかとすることを目的とする。最終的には、鋼の疲労特性改善を目的とした表面改質プロセスの複合化の指針を提案することを目指し、微粒子ピーニングの新たな可能性や有用性について示すこととする。

このような点を踏まえ、以下に本研究の目的を示す。

本研究ではまず、微粒子ピーニングを施すことにより生じる鋼の微視組織変化について検討を加える。その際、通常のショットピーニングによる改質効果との比較を行いながら、微粒子ピーニングによる鋼の微視組織変化機構を支配する因子の解明を行う。次に、微粒子ピーニングを利用した複合表面改質により生じる微視組織変化について検討を加える。その際、処理条件によっては、各処理が他方の改質効果を消失することにより、複合化する両プロセスの改質効果は必ずしも重畳されない可能性が考えられる。このような観点から、複合表面改質によりいかに高い改質効果を得ることを目的として、表面改質プロセスを複合化させた際に生じる物理現象を支配する影響因子を明らかにすることを試みる。

また、微粒子ピーニングを利用した複合表面改質が鋼の疲労特性に及ぼす影響について検討を加え、複合表面改質により形成される改質層の微視組織形態と関連付けながら、鋼の疲労特性改善要因を明らかとする。最終的には、複合表面改質による鋼の高疲労強度化の指針を示すことを目的とする。

1.6 本論文の構成

本論文は、以下の通り7章から構成される。

第1章では、微粒子ピーニングや複合表面改質の定義を明確にした上で、金属疲労や表面改質に関連する研究動向を概説し、本研究の目的を示す。

第2章では、微粒子ピーニングによる工業用純鉄およびSCM435H鋼の微視組織変化を支配する因子の特定を行うことにより、その改質層形成機構について実験的に検討を加える。その際、通常のショットピーニングにより得られる改質効果との比較を行うことにより、微粒子ピーニングの有用性について述べる。

第3章では、微粒子ピーニングを前処理として利用した複合表面改質の効果発現メカニズムについて、第2章で述べた微粒子ピーニングによる鋼の微視組織変化と関連付けて検討を加える。また、複合表面改質プロセス工程において生じる物理現象を支配する因子を抽出し、それらが改質層形成過程において果たす役割を明らかとすることを目的とする。

第4章では、第3章で述べた微粒子ピーニングを前処理として利用する複合表面改質プロセスがSCM435H鋼の疲労特性に及ぼす影響について検討を加える。また、その疲労特性改善要因について、形成された表面改質層の微視組織形態と関連付けて検討を加える。

第5章では、第3章で述べた複合表面改質が保護性皮膜を有する鋼の改質層形成機構に及ぼす影響について検討を加える。元素拡散を阻害する不動態皮膜を有するSUS316鋼の疲労特性改善を図る手法を提案し、その効果を実証する。

第6章では、SCM435H鋼の相変態を目的とした高温微粒子ピーニングを提案する。被処理材を加熱しながら微粒子ピーニングを施すことが可能な、高温微粒子ピーニングによる改質効果や有用性について検討・考察を加える。

第7章では、本研究で得られた内容を統括し、結論を述べる。

第2章

微粒子ピーニングによる鋼の微視組織変化

2.1 諸言

微粒子ピーニングは、被処理材の硬度上昇、圧縮残留応力の生起、微細結晶粒の創製などの改質効果を有しているため、工業分野において主に構造部材の疲労特性改善を目的として利用されている。前章で述べたように、本論文は、微粒子ピーニングを利用した複合表面改質により鋼の高疲労強度化を試み、その要因を解明することを目的としている。具体的には、微粒子ピーニングによる結晶粒微細化機構を利用することにより、組み合わせる他方の表面改質プロセス工程において原子の反応拡散現象や相変態挙動を変化させる観点から鋼の高疲労強度化を図るものである。したがって、本論文で提案する複合表面改質の効果発現メカニズムを明らかにするためには、微粒子ピーニングによる鋼の微視組織変化挙動について検討を加えることが必要である。そこで本章では、提案する複合表面改質により形成される改質層について検討を加える前に、微粒子ピーニングを施した鋼の微視組織がどのように変化するかという点について検討を加えることとする。

微粒子ピーニングを施した鋼に形成される微視組織は、様々な処理条件により変化する。そのため、実際の機械部品に対して微粒子ピーニングを施す場合には、その使用環境で求められる特性を効果的に改善させるため、適切な微粒子ピーニング条件の選定が行われている。この処理条件とは、投射圧力^{(95), (96)}、投射時間⁽⁴⁶⁾⁻⁽⁴⁸⁾、投射角度⁽⁹⁷⁾等の処理装置環境に関わるものや、投射粒子寸法^{(19)-(23), (33), (95)}、投射粒子硬さ⁽⁷⁰⁾、被処理材硬さ⁽⁷²⁾等の材料種に関わるものである。しかしながら、工業分野では、これらの因子が複合的に作用しており、各因子が鋼の微視組織変化に及ぼす影響を完全に把握できていないのが現状である。

鋼の微視組織変化に及ぼすピーニング処理条件の影響について調べた研究報告^{(33), (46)-(48), (52)}に注目すると、例えばLiuら⁽³³⁾は、低炭素鋼の微視組織変化に及ぼす投射粒

子寸法の影響について検討を加えており、その寸法が小さいほど被処理面におけるひずみ速度が高いため、形成される結晶粒が微細となること、またそのような微細結晶粒領域は、処理時間の増加に伴い厚くなることを報告している。また、梅本ら⁽³¹⁾は、微粒子ピーニングを数十秒間施すことによりナノ結晶組織が形成されることを報告しているが、これは間野ら⁽⁴⁶⁾⁻⁽⁴⁸⁾のショットピーニングに関する実験報告と比較して、極めて短時間である。以上の報告より、投射粒子寸法は被処理材の微視組織に影響を及ぼす重要な因子であるものと考えられる。これまで、ピーニング条件が被処理材に生起する圧縮残留応力に及ぼす影響について検討を加えている研究^{(70), (72), (95)-(97)}は報告されているものの、ピーニング条件と被処理材の微視組織変化の関係について調べた報告は少ない。

そこで本章では、微粒子ピーニングにより生じる鋼の微視組織変化について検討を加えることを目的とする。その際、改質層形成機構と関連が深いと思われるパラメータを抽出し、それらが鋼の微視組織変化に及ぼす影響について検討を加えることとする。また、投射粒子の有する運動エネルギーに注目し、通常のショットピーニングによる改質効果との比較を行うことにより、微粒子ピーニングの改質層形成機構について検討を加える。

2.2 実験方法

2.2.1 試験片の作製

供試材としては、異種元素の含有量が少ない工業用純鉄、および表2-1に示す化学成分を有するクロムモリブデン鋼（SCM435H）の丸棒（ $\phi = 16\text{mm}$ ）を用いた。なお、SCM435H鋼には、855℃で30分間保持後に水冷の焼入れ、および580℃で1時間保持の焼戻しを施している。これらの材料を、直径15mm、厚さ4mmの円盤型試験片に機械加工した後、耐水研磨紙（#320-1200）およびコロイダルシリカ懸濁液を用いて、一方の端面を鏡面状態に仕上げた。その後、鋼材作製や機械加工、研磨による組織変化の影響を除去するため、試験片に対して真空焼なまし（1000℃、2時間）を施した（以下、Polishedシリーズと称する）。図2-1に、各供試材の縦断面組織を光学顕微鏡により観察した結果を示す。同図に示すように、純鉄はフェライト単相組織、SCM435H鋼はフェライト・パーライト混合組織である。

Table 2-1 Chemical composition of SCM435H steel (mass%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	Al	Fe
0.34	0.24	0.81	0.011	0.018	0.02	1.11	0.16	0.01	0.026	Bal.

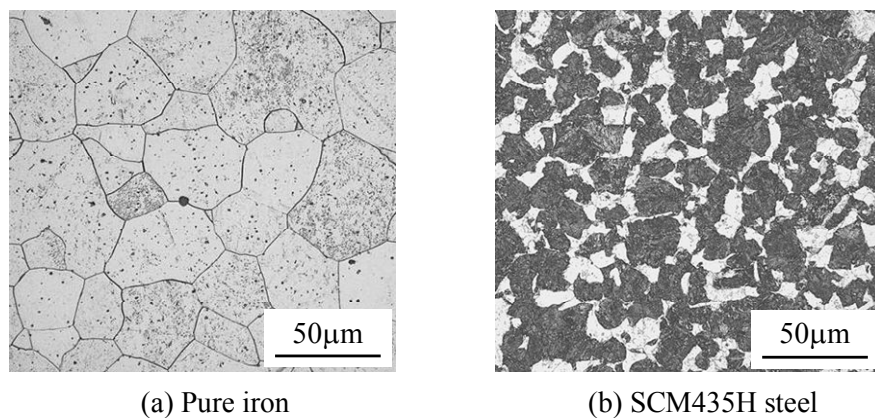


Fig.2-1 Microstructure of pure iron and SCM435H steel

このように作製したPolishedシリーズに対して、表2-2に示す条件のもと、(株)不二製作所製空気吸引式投射装置 (SKF-2S型) を用いて微粒子ピーニングを施した。図2-2は、本論文で使用した微粒子ピーニング装置の構造を模式的に示した図である。この装置は、コンプレッサより供給された圧縮気体と投射粒子を噴射ノズル内で混合し、ノズル噴射口から圧縮気体により粒子を加速させる仕組みとなっている。処理の開始と停止は、圧縮気体供給経路に設置された電磁弁を開閉させることにより、制御することができる。なお、Fritche社製電磁振とう式粉末試料供給装置を用いて投射粒子の供給を行うことにより、単位時間あたりに投射する粒子の量 (以下、粒子供給量と呼ぶ) を調整することが可能である。

投射粒子には、表2-3に示す化学成分を有する高速度工具鋼 (SKH59) 製硬質粒子 (876HV) を用いた。なお、SKH59製投射粒子の平均粒径は63 μm である。また、比較として、平均粒径800 μm の鋳鋼製ラウンドカットワイヤ粒子 (750HV) も用いた。図2-3は、両粒子を走査型電子顕微鏡 (Scanning electron microscope: SEM) により観察した結果である。なお、本章では、SKH59製投射粒子を用いて微粒子ピーニング (Fine particle peening) を施した試験片をFシリーズ、ラウンドカットワイヤ粒子を用いてショットピーニング (Shot peening) を施したものをSPシリーズと称することとする。

Table 2-2 Peening particulars

Treatment apparatus	Suction type
Peening pressure, MPa	0.1~0.6
Peening time, s	0.5~100
Particle supply rate, g/s	2
Nozzle distance, mm	100

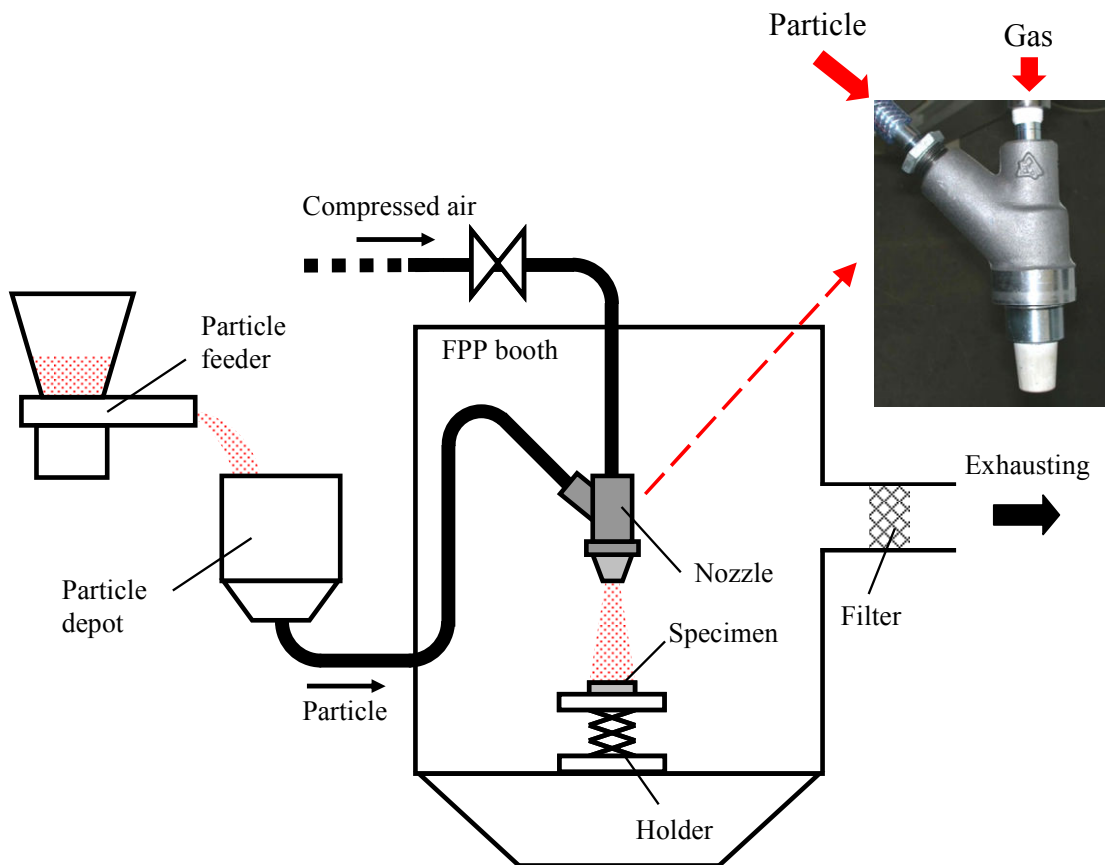
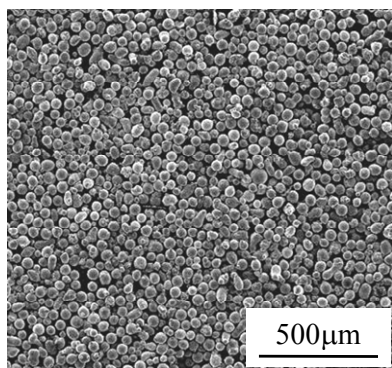


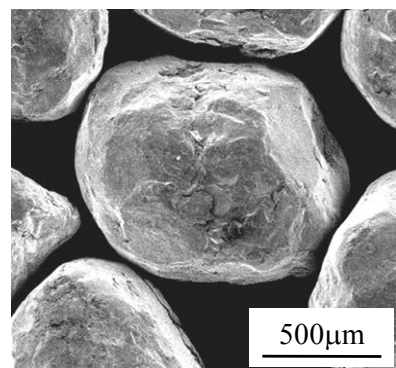
Fig.2-2 Schematic illustration of FPP treatment apparatus

Table 2-3 Chemical composition of SKH59 steel (mass%)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	V	W	Co	Fe
2.2	<0.5	<0.5	<0.05	<0.05	4	7.5	5.5	8	10	Bal.



(a) SKH59 steel for Fine particle peening



(b) Round Cut Wire for Shot peening

Fig.2-3 SEM observation of shot particles

2.2.2 観察および分析方法

ピーニングを施した表面の性状について検討を加えるため、SEMによる被処理面の観察、および走査型レーザー顕微鏡を用いた算術表面粗さ Ra の測定を行った。

被処理材の結晶構造の分析には、X線回折 (X-ray diffraction: XRD) 装置を用いた。分析は、X線入射角度 10° 、X線源 $\text{CuK}\alpha$ (波長 0.154nm)、電圧 40kV 、電流 40mA 、 $2\theta = 20\sim 90^\circ$ の条件のもとで行った。また、得られた回折プロファイルより半価幅*を測定し、結晶粒の大きさを算出した。なお、本論文で定義する結晶粒は冷間加工により形成される大傾角粒であり、光学顕微鏡による観察が困難であるため、下記の方法により結晶粒径を算出することとした。

被処理材の結晶粒径は、XRD分析により得られた半価幅を(2-1)式に示すScherrerの式を用いて算出した。一般に、X線回折ピークの半価幅は、転位や格子欠陥の量、結晶粒の大きさ、内部応力の値により変化する。具体的には、分析対象基材の結晶粒が粗大な場合、X線照射範囲に存在する結晶粒の数は少ないため、特定の角度からの反射X線強度は高い値を示す。その結果、半価幅は小さくなる。これに対して、基材の結晶粒が微細な場合には、異なる方位を有する結晶粒がX線照射範囲に多数存在しているため、特定の角度におけるX線の回折強度は低下し、半価幅は大きい値を示すこととなる。

$$D = \frac{0.9\lambda}{\sqrt{B^2 - B_0^2} \cos \theta} \quad \dots (2-1)$$

ここで、 D は結晶粒径(\AA)、 λ はX線の波長(\AA)、 B は半価幅(rad)、 B_0 は基準試験片の半価幅(rad)、 θ はX線の回折角(rad)である。また、基準試験片はPolishedシリーズとした。

*半価幅 (Full Width at Half Maximum: FWHM) : 回折強度曲線のピーク強度の1/2の強度における回折強度曲線の幅のこと。別名、半値幅ともいう。

2.3 実験結果および考察

2.3.1 鋼の微視組織変化に及ぼす投射粒子寸法の影響

本項では、鋼の微視組織変化に及ぼす微粒子ピーニング条件の影響について検討を加える。その際、とくに投射粒子寸法に注目し、飛翔する投射粒子の有する運動エネルギーの総和 ΣE_p が一定となる条件のもとでピーニングを施すこととした。そこで本項では、微粒子ピーニングによる改質効果について検討を加える前に、処理条件の選定を行うこととした。

飛翔する粒子1個体の有する運動エネルギー E_p は、(2-2)式により表される。(ここで、添え字pは‘particle’を表している。)

$$\begin{aligned} E_p &= \frac{1}{2} m_p v_p^2 \\ &= \frac{1}{12} \pi \rho_p d_p^3 v_p^2 \end{aligned} \quad \dots (2-2)$$

ここで、 m_p は粒子の質量(kg)、 v_p は粒子飛翔速度(m/s)、 ρ_p は粒子の密度(kg/m³)、 d_p は投射粒子直径(m)である。なお、投射粒子は真球と仮定した。

したがって、処理中に投射される粒子の総運動エネルギー ΣE_p は、 E_p に飛翔粒子数を乗じた値であるため、(2-3)式により表される。

$$\begin{aligned} \Sigma E_p &= E_p \frac{qt}{m_p} \\ &= \frac{1}{2} v_p^2 qt \end{aligned} \quad \dots (2-3)$$

ここで、 q は粒子供給量(kg/s)、 t は粒子投射時間(s)である。

投射粒子の飛翔速度は、高速度カメラ（フォトン製FASTCAM SA1.1）を用いて測定した。図2-4は、高速度カメラを用いた粒子速度測定系の模式図である。同図に示すように、粒子投射ノズルの直下100mmの位置に試験片を設置し、その平面上に高速度カメラを設置した。観察領域1mm×3mm、撮影速度100000fpsの条件のもとで撮影を行った後、観察画像から1/270000sごとの粒子移動距離を測定することにより、粒子飛翔速度を算出した。

図2-5に、粒子飛翔速度を測定した結果を示す。同図(a)は試験片に衝突する前の粒子飛翔速度 v_p 、同図(b)は衝突後の速度 v'_p 、また同図のエラーバーは、標準偏差(Standard deviation: S.D.)を示している。同図より、投射圧力の増加に伴い飛翔速度は増加していること、またFPP投射粒子の飛翔速度はSP投射粒子のそれと比較して高いことがわかる。

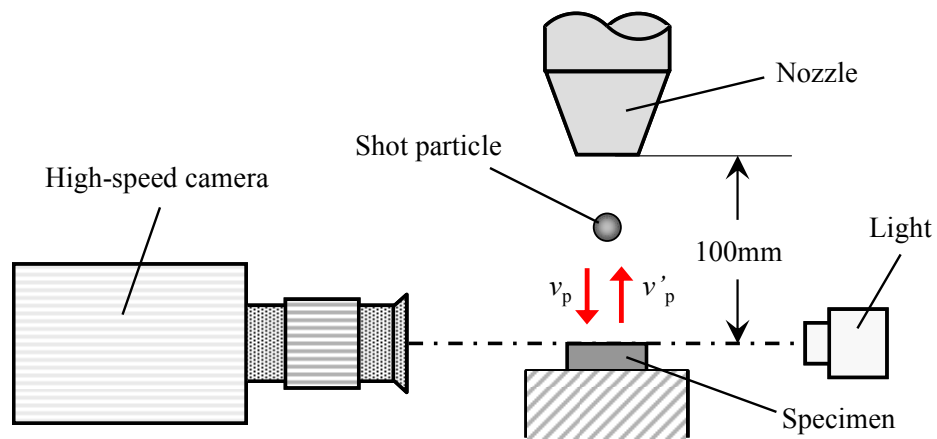


Fig.2-4 Schematic illustration of measuring the velocity of shot particle

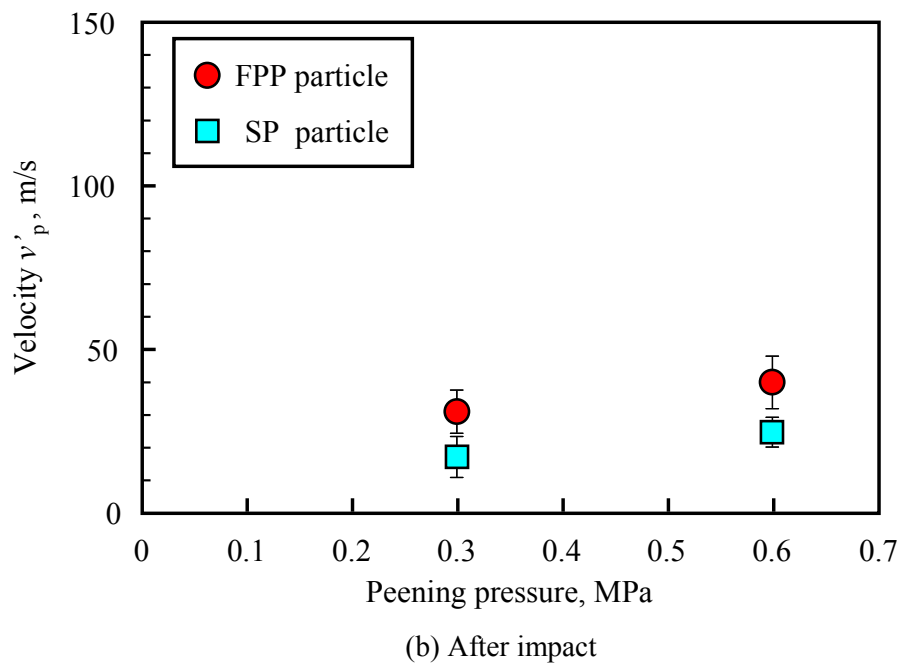
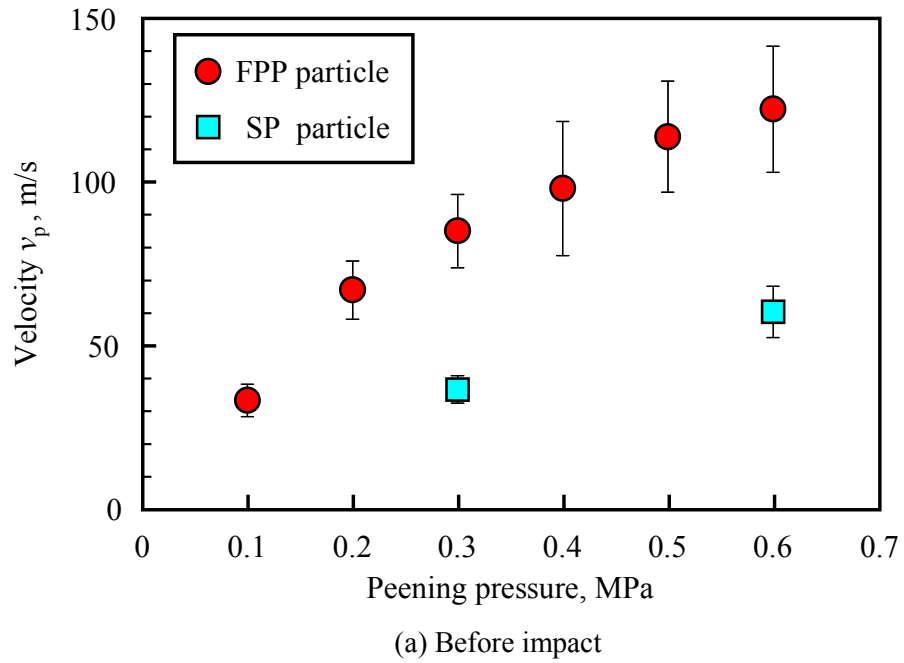


Fig.2-5 Relationship between velocity of shot particle and peening pressure
(mean \pm S.D., $n=100$)

本項では、投射粒子の総運動エネルギー ΣE_p が一定となる条件のもと、鋼の微視組織変化に及ぼす投射粒子寸法の影響について検討を加える。そのため、測定した粒子飛翔速度 v_p および(2-3)式を用いて、 ΣE_p が一定となる条件を決定した。表2-4に、投射粒子の総運動エネルギー $\Sigma E_p=450J$ となる投射条件を示す（以下、条件A~D）。なお同表において、条件A, BはFPP投射粒子を、条件C, DはSP投射粒子を用いたピーニング条件である。また図2-6は、(2-2)式を用いて条件A~Dにおける粒子1個体の運動エネルギー E_p を算出した結果である。同図より、単一の投射粒子に注目した場合、各条件において運動エネルギーの値は異なっていること、またFPP処理時の投射粒子の運動エネルギーはSP処理時の1000分の1程度であり極めて小さいことがわかる。

Table 2-4 Peening conditions ($\Sigma E_p=450J$)

Condition	Pressure, MPa	Time, s	
A	0.2	100	F series
B	0.6	30	($d_p=63\mu m$)
C	0.3	300	SP series
D	0.6	100	($d_p=800\mu m$)

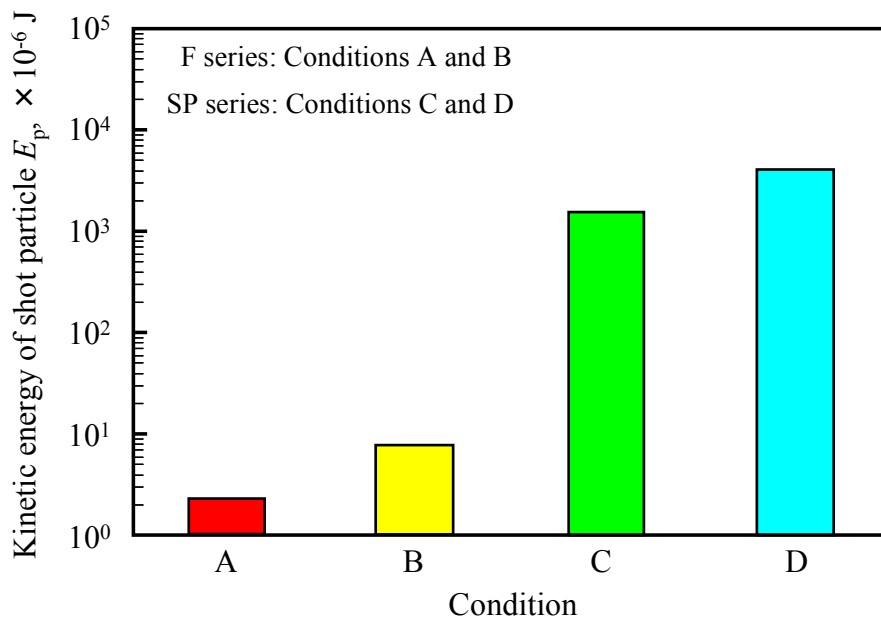


Fig.2-6 Kinetic energy of shot particle (Treated material: Pure iron)

表2-4に示す条件のもと，工業用純鉄に対してFPP処理，ショットピーニングを施した試験片について，種々の観察および分析を行った．図2-7に，45度傾けた試験片の表面をSEMにより観察した結果を示す．同図より，被処理面には凹凸が形成されているが，同一 ΣE_p 条件のもとでピーニングを施しているにもかかわらず，形成される痕の大きさは各シリーズにおいて異なっていること，とくにFPPシリーズに形成される衝突痕はSPシリーズと比較して小さいことがわかる．また図2-8は，被処理面の算術平均粗さ Ra を測定した結果であるが， Ra は一定値を示していないこと，FシリーズはSPシリーズと比較して小さい値を示していることがわかる．

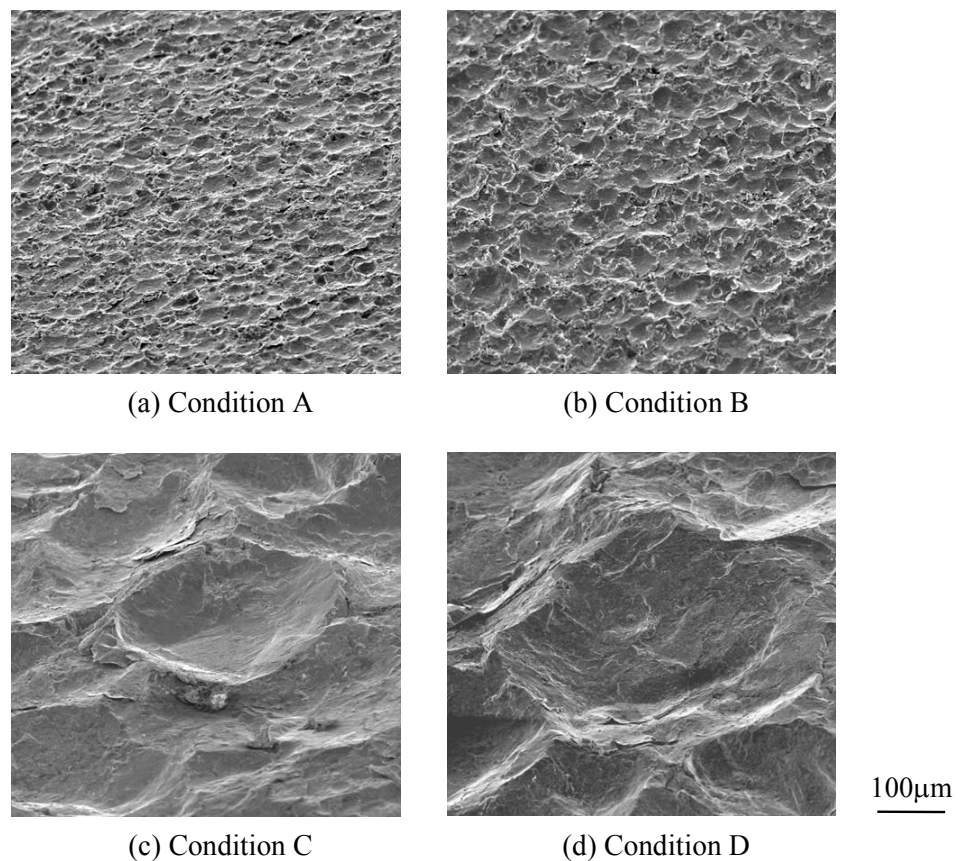


Fig.2-7 SEM observation of peened surface

(Treated material: Pure iron, FPP series: Conditions A and B, SP series: Conditions C and D)

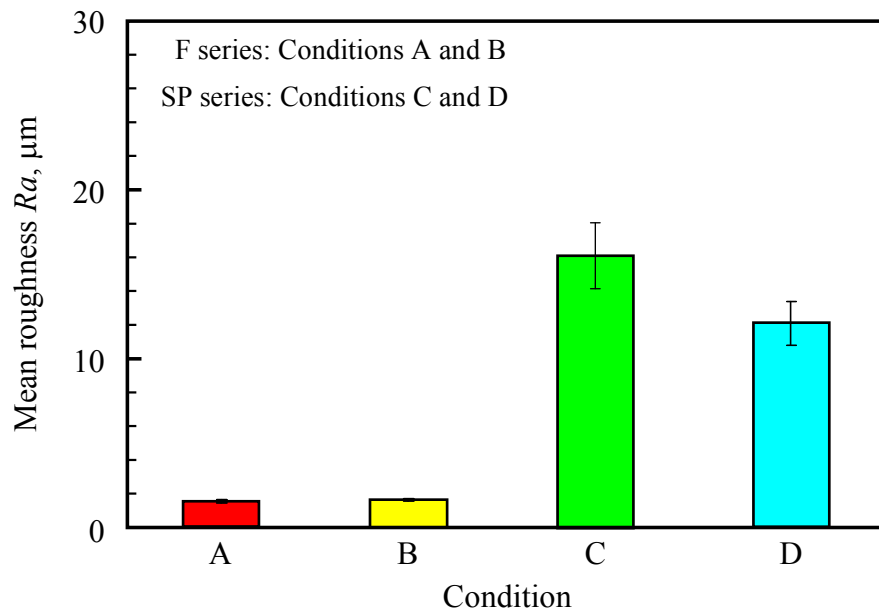


Fig.2-8 Mean roughness at peened surface

(Treated material: Pure iron, mean \pm S.D., $n=10$)

図2-9は、形成された衝突痕の大きさを被処理面直上より測定した結果である。なお測定結果は、SEMによる表面観察結果をもとに20点測定した値の平均値である。同図より、FPPシリーズの衝突痕はSPシリーズと比較して小さいことがわかる。この結果は、図2-7, 2-8で示した結果と一致するものである。また、同じ投射粒子寸法を用いて処理を施した場合には、投射圧力が高いほど衝突痕が大きいことがわかる。この要因について検討を加えるため、Hertz理論式を用いて、粒子衝突時の撃力および接触圧を算出することとした。

$$F = \frac{2E'a^3}{3R} = \frac{2Ea^3}{3R(1-\nu^2)} \quad \dots (2-4)$$

$$P_{\max} = \frac{3F}{2\pi a^2} \quad \dots (2-5)$$

$$P_{\text{mean}} = \frac{2}{3}P_{\max} \quad \dots (2-6)$$

ここで、 F は粒子衝突時の撃力(N)、 a は接触円半径(m)、 R は等価曲率半径(m)、 ν はポアソン比、 E は縦弾性係数(Pa)、 P_{\max} は最大接触圧力(Pa)、 P_{mean} は平均接触圧力(Pa)である。

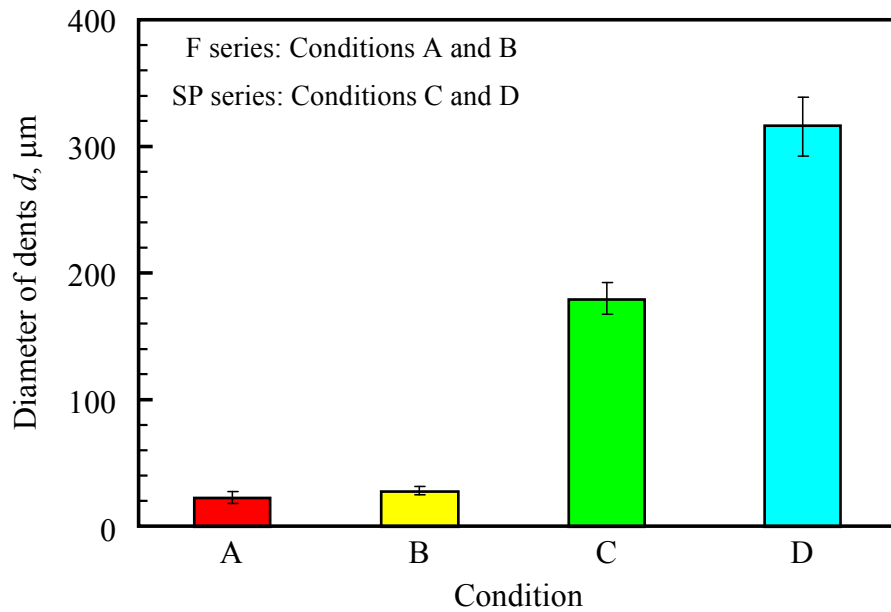


Fig.2-9 Size of surface dents formed by peening
(Treated material: Pure iron, mean \pm S.D., $n=20$)

図2-10に、(2-4)式から算出した撃力 F の値を示す。同図より、SPシリーズの撃力は、FPPシリーズと比較して高く、およそ 10^2 倍程度の値を示していることがわかる。これは、SP粒子の質量が大きく、接触円半径が大きくなったためと考えられる。しかしながら、図2-11に示す接触圧の算出結果に注目すると、その値はFPPシリーズの方が高い値を示していることがわかる。これは、基材と投射粒子との衝突時に形成される衝突痕の大きさが異なること、またFPP粒子の飛翔速度が高いことに起因しているものと考えられる。

したがって、投射粒子の有する総運動エネルギー ΣE_p を統一させた投射条件のもとでピーニングを施した場合にも、投射圧力や投射粒子寸法により、被処理材の塑性変形量が異なることが実験的に明らかとなった。

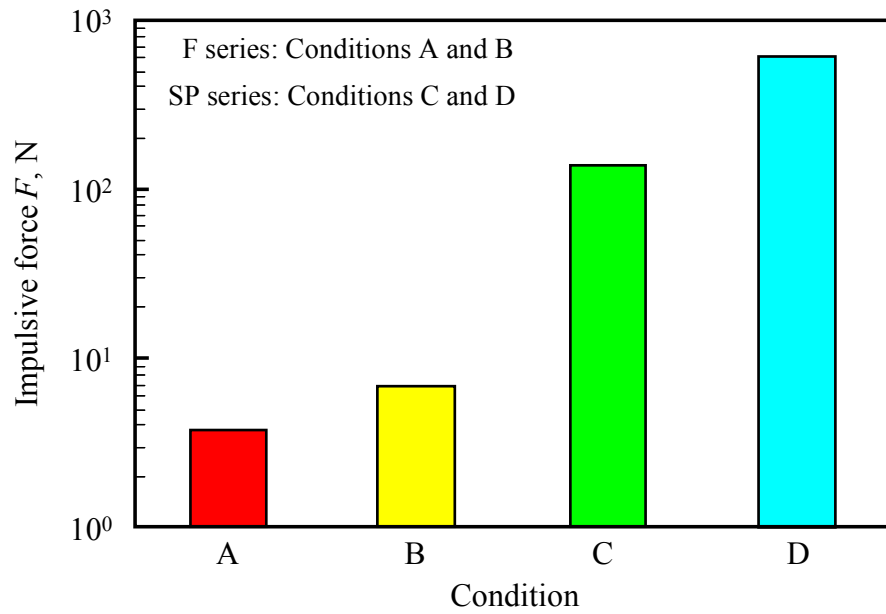


Fig.2-10 Impulsive force (Treated material: Pure iron)

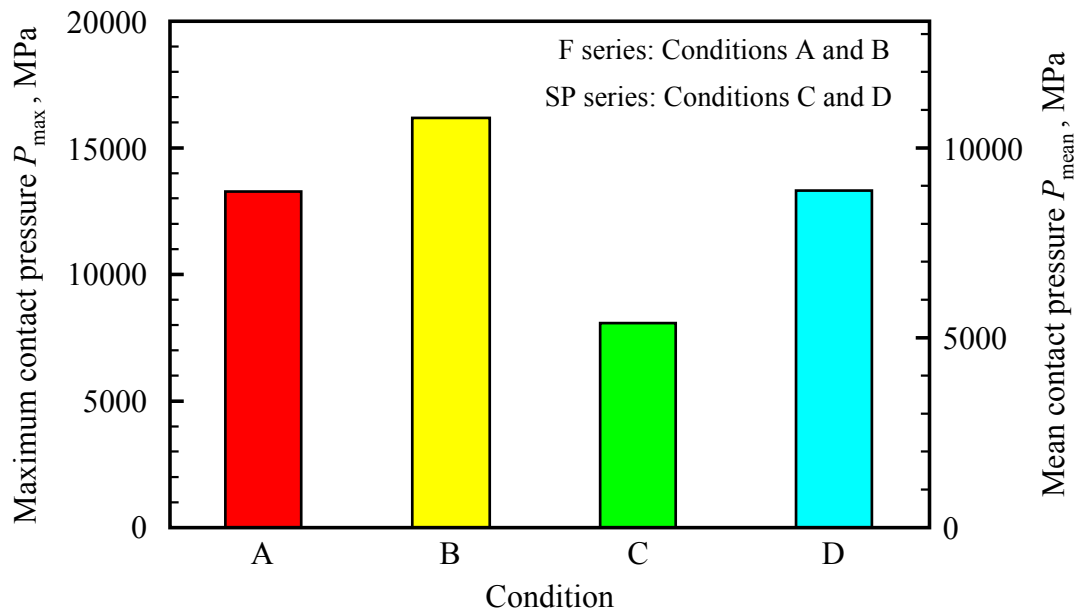


Fig.2-11 Contact pressure (Treated material: Pure iron)

次に、試験片断面において生じる鋼の微視組織変化について検討を加える。図2-12に、ピーニングを施した鋼の縦断面組織をSEMにより観察した結果を示す。なお同図には、2%ナイトール溶液を用いて現出させた組織を観察した結果も示している。同図より、投射粒子の総運動エネルギー ΣE_p は一定であるにも関わらず、処理条件により断面組織の形態は異なっていることがわかる。とくにエッチングを施していない試験片の観察結果に注目すると（同図左列）、FPPシリーズの表面近傍において、特異な様相を呈する組織が形成されていることがわかる。さらに、FPPシリーズの場合には、エッチングを施すことにより、その特異組織が現出されていることがわかる（同図右列）。これに対して、ショットピーニングを施したC, Dシリーズの場合には、そのような組織は認められない。純鉄をナイトール溶液によりエッチングさせた場合、粒界や転位を多量に含む部位が優先的に腐食されることから、A, Bシリーズの表面近傍に観察された特異組織は、FPP粒子の衝突により生じた粒界および転位を多量に有する組織であるものと考えられる。

高木ら^{(49), (50)}は、このような特異組織は微粒子の衝突により生じた基材表面の凹凸や割れが、断続的な粒子の衝突によって繰返し折畳まれることにより形成されることを報告している。組織観察結果から判断すると、本研究においても高木らの報告と同様の現象が生じているものと推察される。そこで、この点を確かめるため、詳細な組織観察を行うこととした。

図2-13は、FPP処理を施した試験片の縦断面をグロー放電によりエッチングした後、高分解能FE-SEM（Carl Zeiss Ultra55）を用いて組織観察を行った結果である。なお同図(a)は通常のSE像、同図(b)はエネルギーおよび角度選択性を有する反射電子検出器を用いて観察を行った結果である。すなわち、同図(b)に示した結果は、観察面から深さ数nmの組成および結晶構造に関する情報を示しており、透過型電子顕微鏡（TEM）の観察像に相当する情報を有している。まず同図(a)から、エッチングにより現出する組織に加え、被処理面近傍において基材が複雑に折り重なったことを示す線（図中、矢印部）が観察される。このような線は表面近傍において複数認められることから、粒子の繰返し衝突により基材が幾重にも折り重なったものと考えられる。この結果は、高木らの報告する微視組織形成メカニズムと一致するものである。

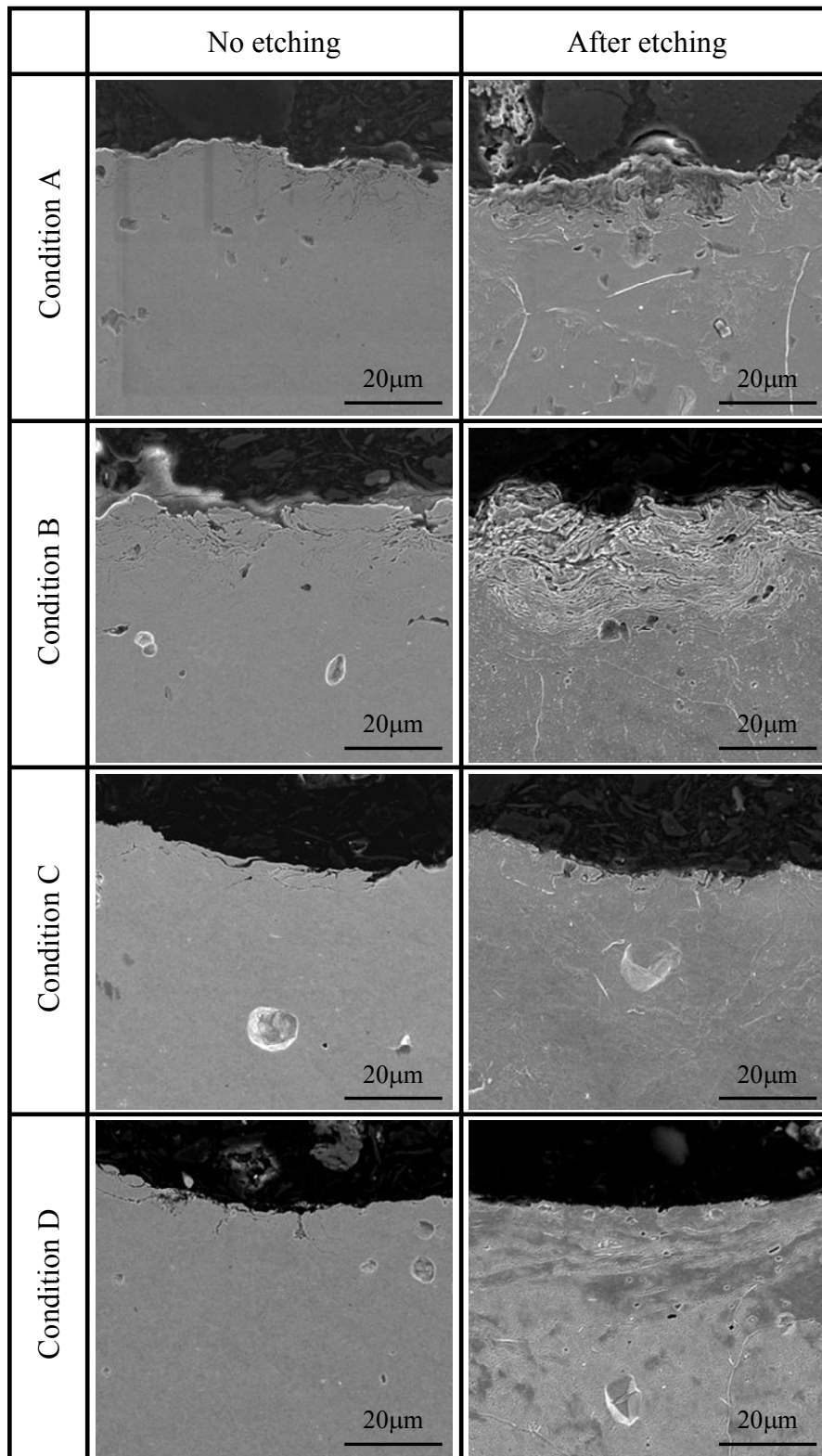


Fig.2-12 Longitudinal-microstructure of peened specimen

(Treated material: Pure iron, FPP series: Conditions A and B, SP series: Conditions C and D)

次に、同図(b)に注目すると、特異組織の周囲では明瞭に結晶粒が観察されるのに対して、その内部において結晶粒界は極めて不明瞭であることがわかる。同図のコントラストの違いは、粒の有する結晶方位に起因することから、特異組織内には極めて微細な結晶粒が存在しているものと考えられる。なお、この点については、EBSDを用いた結晶方位分析を行うことが必要であると考えている。

図2-14は、特異組織とその外側との界面近傍をさらに高倍率で観察した結果である。同図より、特異組織の内部において結晶粒界は極めて不明瞭であるものの、観察結果から判断する限り数十nmオーダーの結晶粒が形成されているものと考えられる。ここで、鉄鋼材料をナイトールでエッチングした場合、粒界や転位を多量に含む箇所が優先的に腐食されることを考えると、微細結晶粒を有する組織とその外側領域との境界線がエッチングにより現出されるものと考えられる。これに対して、基材の折り畳み変形により生じる線は、エッチングを施さない場合にも観察されるものであり、図2-12に示したエッチングを施す前の基材断面組織に相当するものである。したがって、FPP処理により形成された特異組織は、折り畳み変形により形成された物理的な重なり部位と、エッチングにより現出した微細結晶組織から構成されるものと考えられる。すなわち、エッチングを施した鋼に認められる特異組織は、微細結晶粒を有する組織と考えることができる。

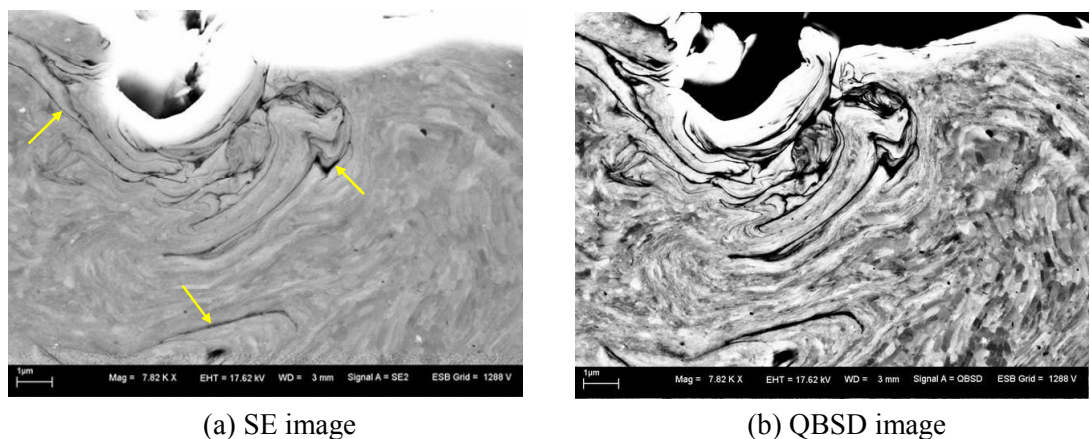


Fig.2-13 Longitudinal-microstructure of FPP treated specimen

(Treated material: SCM435H, Peening pressure: 0.6MPa, Peening time: 10s)

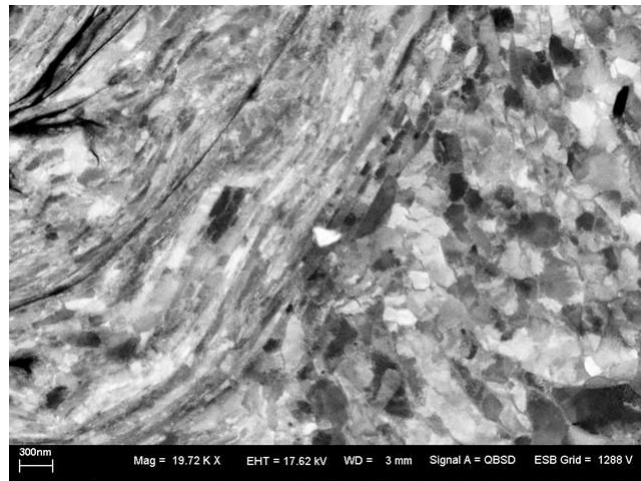


Fig.2-14 Longitudinal-microstructure of FPP treated specimen
(Treated material: SCM435H, Peening pressure: 0.6MPa, Peening time: 10s)

以上より，被処理面近傍に観察された特異組織は，微細な結晶粒から構成されていることが明らかとなった．本論文では，エッチングを施した試験片の断面において観察される特異組織を，「微細結晶粒組織 (*Fine-grain structure*) 」と名づけることとする．

この微細結晶粒組織についてさらなる検討を加えるため，XRDを用いて被処理面の結晶構造分析を行った．図2-15は， α -Fe (110) 面における回折ピークの半価幅をもとに，(2-1)式を用いて結晶粒径を算出した結果である．同図より，同一投射エネルギー下においてピーニングを施しているにも関わらず，FPPシリーズに形成された結晶粒の大きさは，SPシリーズのそれと比較して小さいことがわかる．このことは，通常のショットピーニングと比較してFPP処理が鋼の結晶粒を微細化させる効果が高いことを示すものである．

これまで述べた，投射粒子の総運動エネルギー ΣE_p が一定のもとでピーニングを施しているにも関わらず，投射粒子寸法により基材に形成される微視組織形態が異なる要因について検討を加えることとする．噴射ノズルから投射された粒子の有する運動エネルギーは，被処理材と粒子の衝突時において被処理材の塑性変形に消費されることを考えると，ピーニングによる基材の塑性変形体積 V_s 当たりに消費される投射粒子の運動エネルギーを算出することが必要であるものと考えられる．そこで，(2-7)，

(2-8)式を用いて、基材の塑性変形体積 V_s および基材の塑性変形に費やされるエネルギー W_p を算出した。(ここで、添え字のsは'specimen'を表している。)

$$V_s = \frac{\pi}{4} d^2 h \quad \dots (2-7)$$

$$W_p = \frac{1}{2} m_p v_p^2 - \frac{1}{2} m_p v_p'^2 \quad \dots (2-8)$$

ここで、 d は衝突痕直径(m)、 h は塑性変形深さ(m)である。また、 h については、Shawら⁽⁹⁸⁾の算出した値($h = 1.816d$)を用いた。

図2-16に、単位塑性変形体積に消費される単一投射粒子の運動エネルギー W_p / V_s を算出した結果を示す。同図より、FPPシリーズはSPシリーズと比較して低い値を示していることがわかる。しかしながら、図2-6に示した E_p 算出結果と比較して、両シリーズの差は小さくなっていることがわかる。これは、FPPシリーズの塑性変形体積 V_s がSPシリーズと比較して極めて小さいためと考えられる。

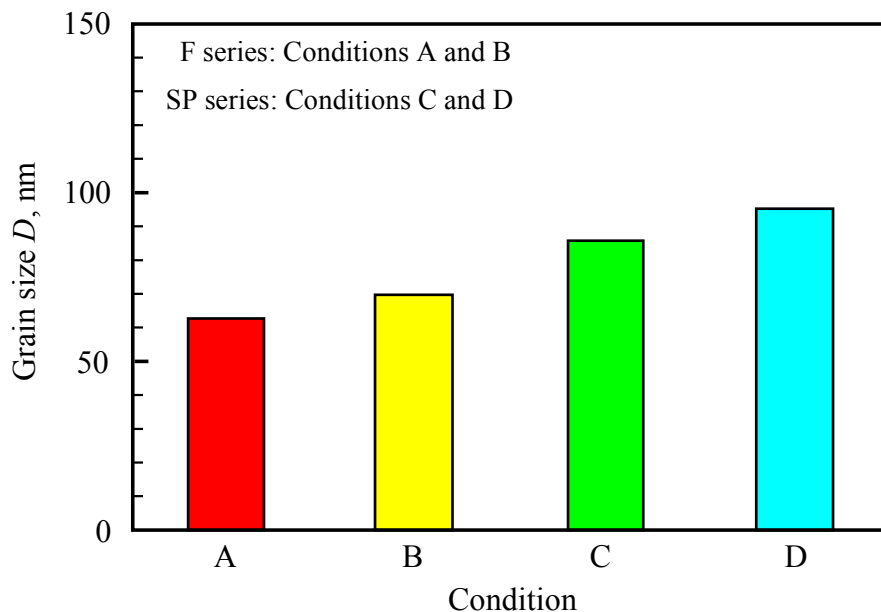


Fig.2-15 Grain size calculated by scherrer equation
(Treated material: Pure iron)

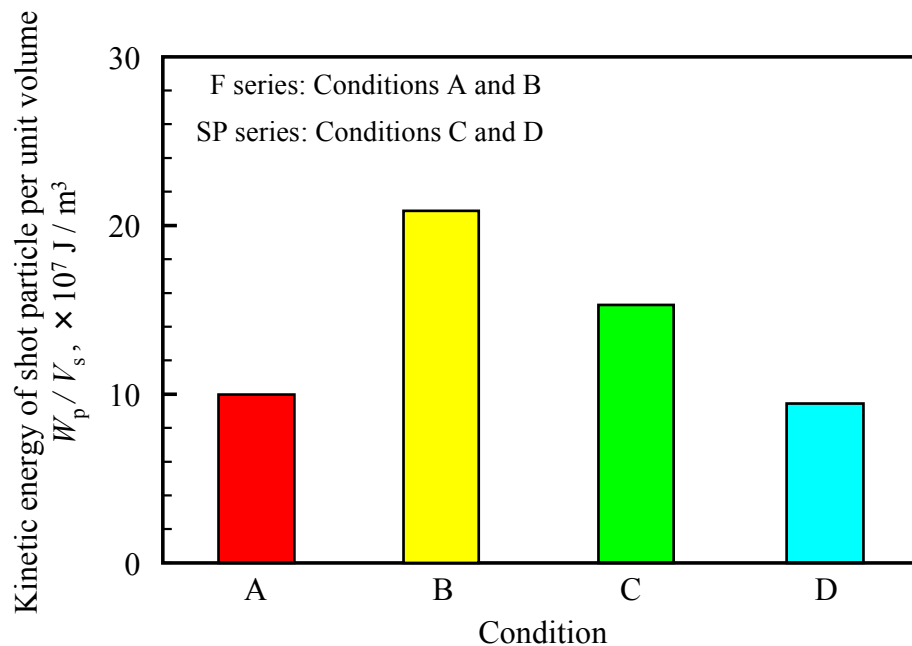


Fig.2-16 Kinetic energy of shot particle per unit plastic deformation volume
(Treated material: Pure iron)

次に、単位塑性変形体積に消費される投射粒子の総運動エネルギー $\Sigma W_p / V_s$ を算出した。図2-17に、その結果を示す。同図から、FPPシリーズの値はSPシリーズのそれと比較して極めて大きいことがわかる。本項では、同一 ΣE_p のもとでピーニングを施しているため、塑性変形体積 V_s の小さいFPPシリーズが高い値を示したものと考えられる。また、同図に示す $\Sigma W_p / V_s$ 値は、単位塑性変形体積に消費される単一投射粒子の運動エネルギー(W_p / V_s)に、投射される粒子数を乗じたものである。このような観点から考えると、同一 ΣE_p のもとでピーニングを施したにも関わらず $\Sigma W_p / V_s$ 値に顕著な差が生じた要因は、両処理において投射される粒子の絶対数の相違であるものと考えられる。さらに、この値と(2-1)式により算出した結晶粒径の関係を調べた結果(図2-18)、ピーニングにより形成される被処理材の結晶粒径は、 $\Sigma W_p / V_s$ の対数値と線形関係にあり、 $\Sigma W_p / V_s$ の値が高いほど結晶粒径が微細となることが明らかとなった。

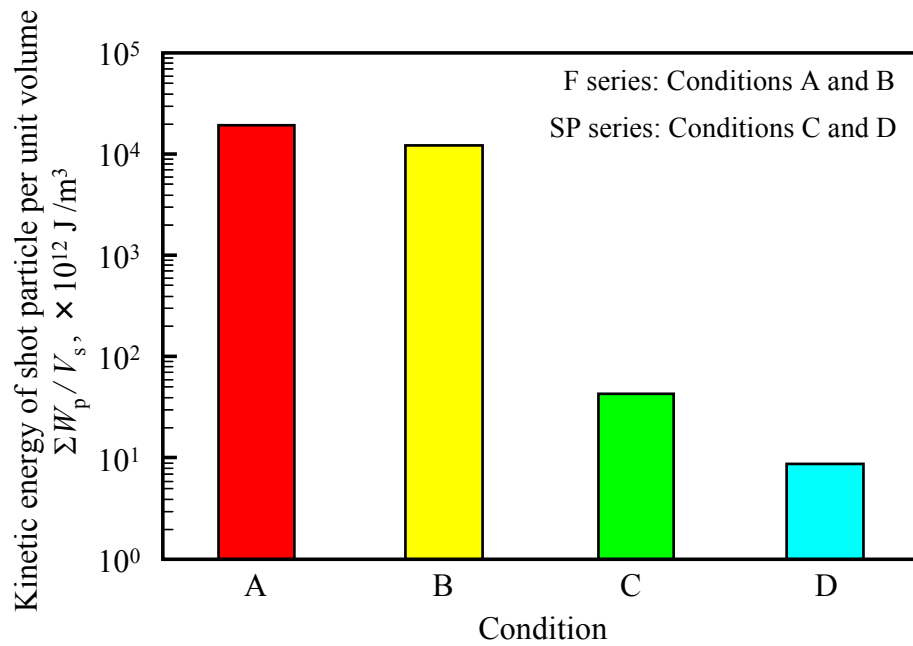


Fig.2-17 Kinetic energy of shot particle per unit plastic deformation volume
(Treated material: Pure iron)

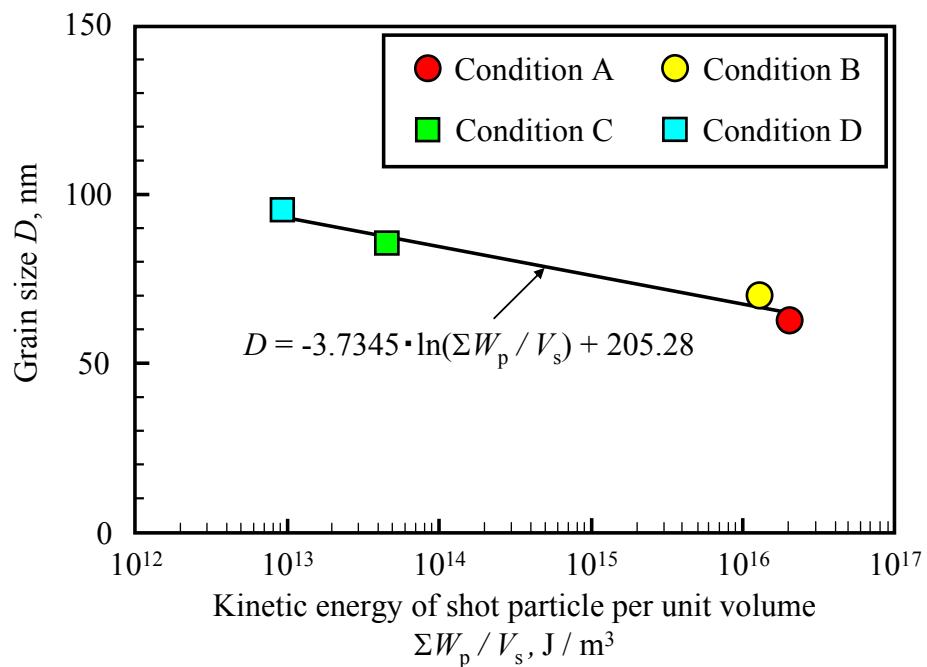


Fig.2-18 Relationship between grain size and kinetic energy of shot particle per unit plastic deformation volume (Treated material: Pure iron)

以上より、ショットピーニングと比較して微細な投射粒子を用いる微粒子ピーニングは、鋼の結晶粒を微細化させる効果が高いことが明らかとなった。これは、寸法の小さい投射粒子を用いてピーニングを施した場合、粒子1個体の有する運動エネルギーは低いものの、塑性変形体積当たりの運動エネルギーが大径粒子の場合と比較して同オーダーとなること、さらに被処理材と投射粒子の衝突回数が極めて多いためと考えられる。

2.3.2 粒子衝突回数の増加に伴う鋼の微視組織変化

前項において、ピーニングを施した鋼に形成される結晶粒の大きさは、投射粒子の有する総運動エネルギー (ΣE_p) ではなく、単位塑性変形体積当たりに消費される運動エネルギーの総和 ($\Sigma W_p / V_s$) に支配されていることを明らかとした。さらに、このような事実から、微細な投射粒子を用いる微粒子ピーニングは、通常のショットピーニングと比較して基材と投射粒子の衝突回数が多いため、結晶粒を微細化させる効果が高いと結論づけた。今述べた結晶粒微細化機構と関連の深い因子を考えると、微粒子ピーニングにおいて基材と投射粒子の衝突回数を変化させた際、被処理材の微視組織は逐次変化していくものと考えられる。そこで本項では、処理時間を増加させた場合において、微粒子ピーニングを施した鋼の微視組織変化がどのように生じるのかという点について検討を加えることとする。

図2-19に、FPP処理を施した試験片表面の算術平均粗さ Ra を測定した結果を示す。同図より、同投射圧力でFPP処理を施したシリーズの算術平均粗さ Ra は、投射時間によらず同程度の値を示していることがわかる。このことは、0.5秒以前においてFPP処

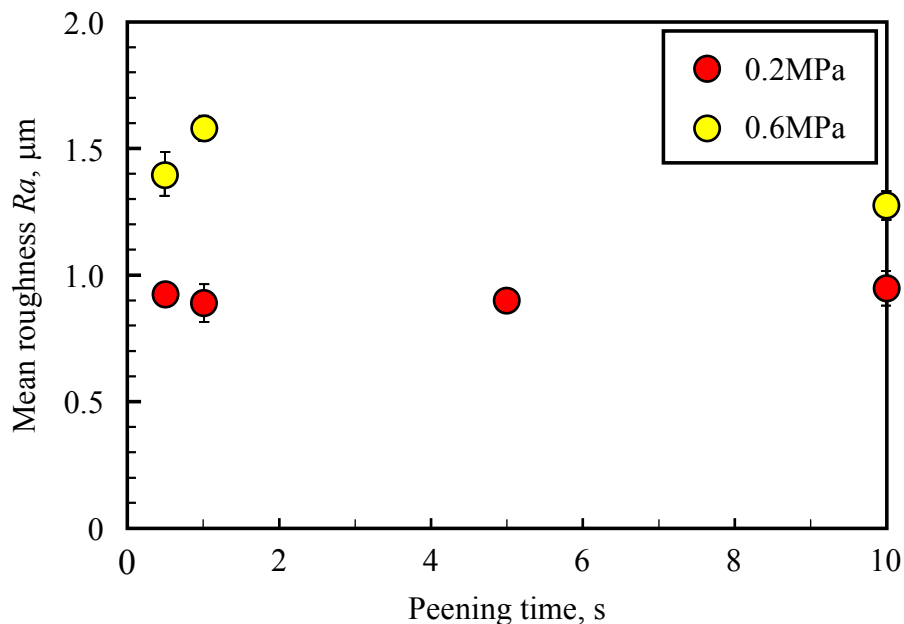


Fig.2-19 Surface roughness at FPP treated surface

(Treated material: Pure iron, mean \pm S.D., $n=10$)

理面のエリアカバレッジが100%に達することを示しており、被処理面においては均一に凹凸が形成されているものと考えられる。また、投射圧力0.6MPaでFPP処理を施した試験片の表面粗さは、0.2MPaのそれと比較して高い値を示していることがわかる。これは、図2-10で示したように、投射圧力が高いほど粒子の衝突により生起する撃力 F が高いためと考えられる。

次に、FPP処理による表面近傍の微視組織変化について検討を加えるため、粒子投射時間と基材の結晶粒径の関係について調べることにした。図2-20に、 α -Fe (110)面回折ピークの半価幅より結晶粒径を算出した結果を示す。なお、同図にはSPシリーズの結果も示している。同図より、被処理材の結晶粒径は、粒子投射時間の増加に伴い微細となる傾向が認められる。この結果は、ピーニングを施すことにより基材の塑性変形が繰り返し生じることに起因して、結晶粒の微細化現象が時系列に進行していくことを示すものである。また、同時間ピーニングを施した試験片に注目すると、FPPシリーズはSPシリーズと比較して結晶粒径が小さいことがわかる。これは、FPP処理の場合、通常のショットピーニングと比較して、基材と投射粒子の衝突回数が多いた

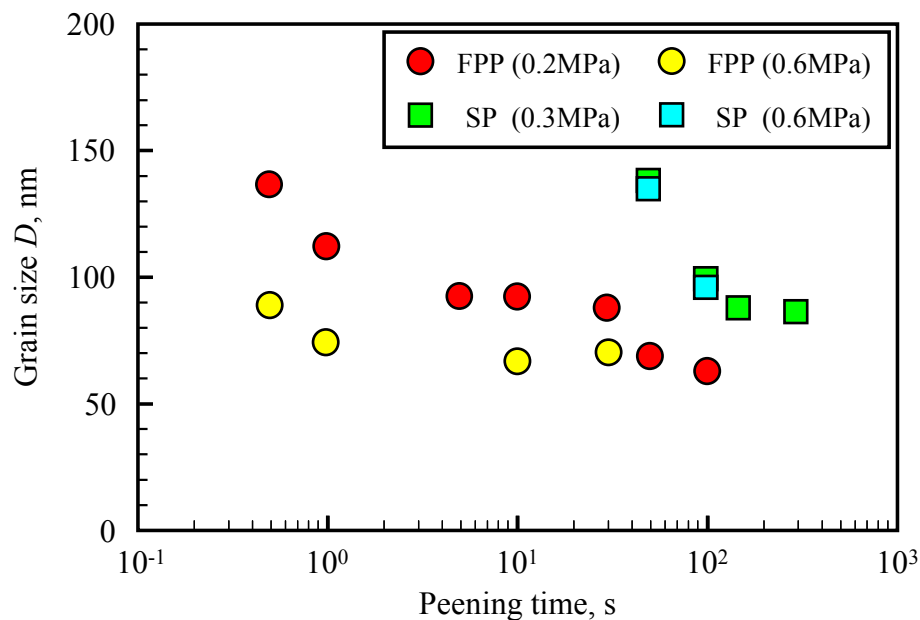


Fig.2-20 Relationship between grain size and peening time
(Treated material: Pure iron)

めと考えられる。さらに、投射圧力が高いほど基材の結晶粒径が小さいことがわかる。微粒子ピーニングのような冷間加工を施した場合には、動的連続再結晶が生じることにより被処理材の結晶粒は微細化する。具体的には、加工により基材の転位密度がある値まで増加すると、それ以上転位の蓄積は困難となるため、転位の導入と回復現象が繰返し生じることとなる。その結果、亜粒界が形成され、さらに加工を施すことにより微細な結晶粒（大傾角粒）が形成される。このような機構を考えると、FPP処理の場合にも、粒子1個体によって生じた転位が多数回にわたる粒子衝突の過程において蓄積されることにより、微細結晶粒が形成されるものと考えられる。そのため、投射圧力が高いほど衝突時の撃力が高いため、結晶粒微細化効果が顕著に認められたものと考えられる。

図2-21に、各処理条件のもとでFPP処理を施した試験片の縦断面組織をSEMにより観察した結果を示す。なお同図は、ナイタールによりエッチングを施した試験片の組織を観察した結果である。同図より、投射時間が1秒の場合には、処理面近傍において凹凸とともに微小な割れが形成されていることがわかる。これに対して10秒、30秒の処理を施した場合には、微細結晶粒組織が形成されていることがわかる。図2-22は、これらの観察領域（ $5 \times 10^3 \mu\text{m}^2$ ）における微細結晶粒組織の占める面積を算出した結果である。同図より、微細結晶粒組織の面積は投射圧力が高いほど大きいことがわかる。さらに、30秒までの領域においては処理時間の増加に伴い、微細結晶粒組織の面積は増加する傾向が認められるものの、それ以降ではその面積値が飽和していることがわかる。これは、FPP処理工程において加工硬化が生じ、処理時間の経過に伴い基材の塑性変形抵抗が増大するため、FPP処理による基材の塑性変形量が小さくなり、塑性変形が生じにくくなったためと推察される。

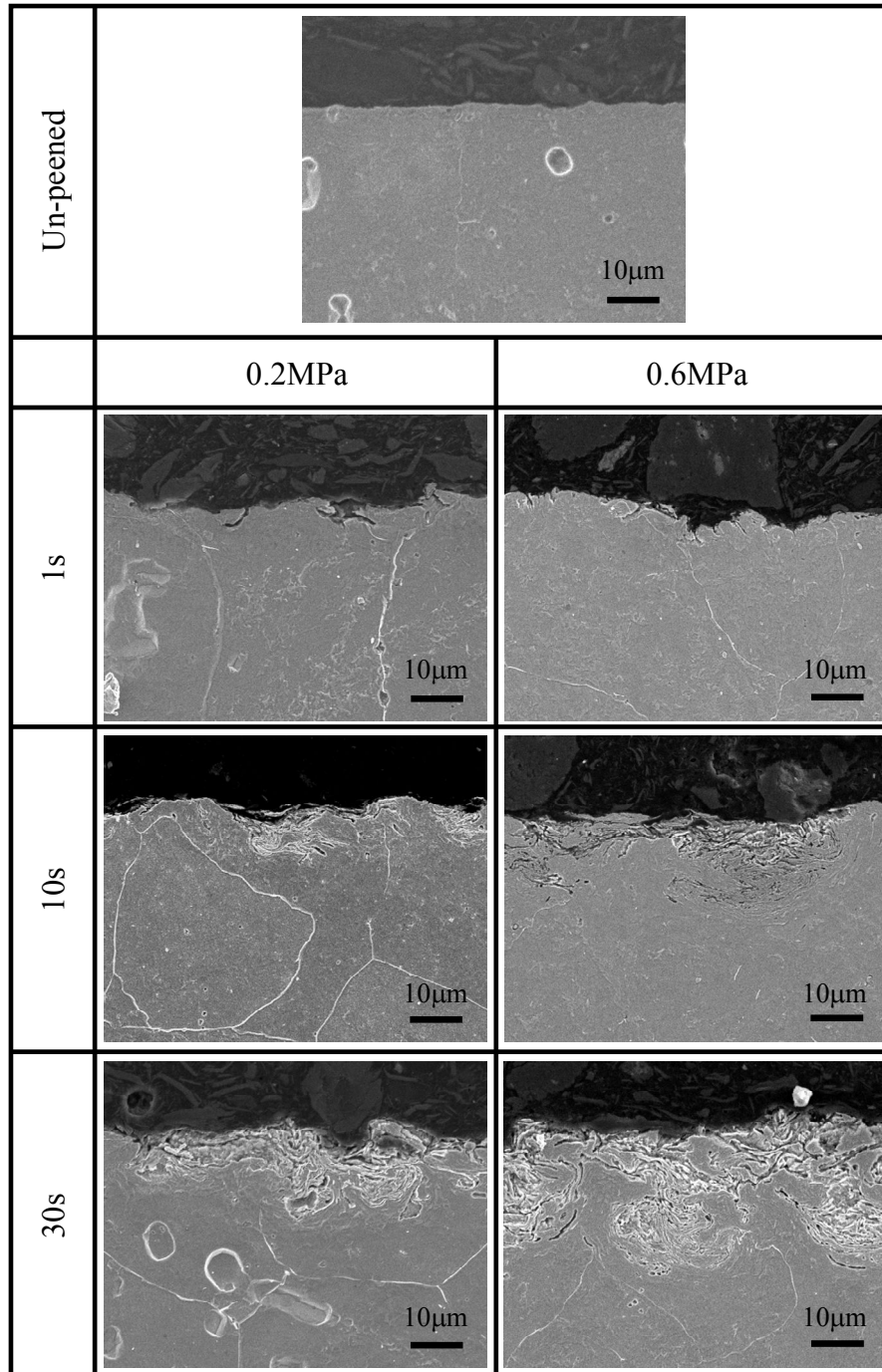


Fig.2-21 Longitudinal-microstructure of FPP treated specimens etched with Nital
(Treated material: Pure iron)

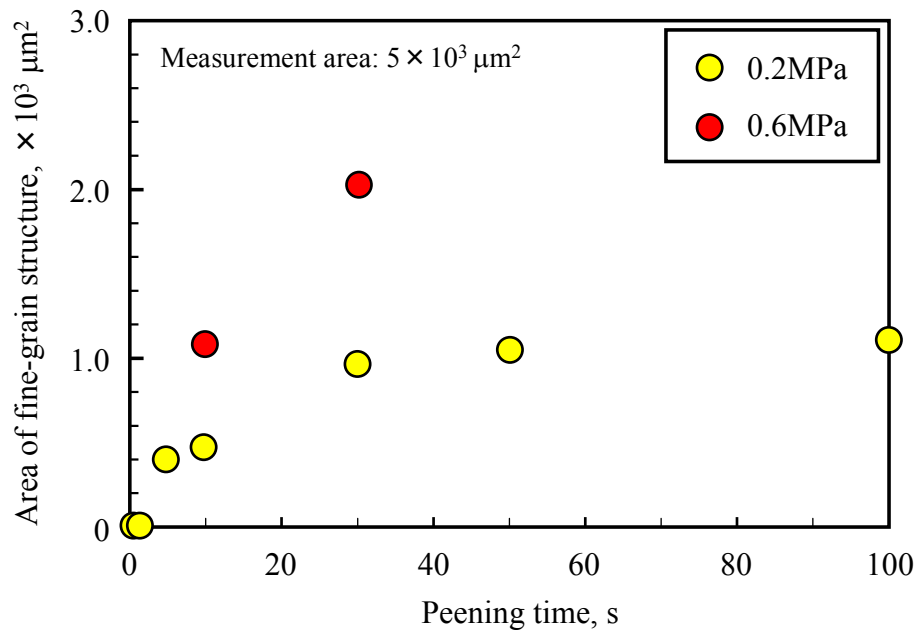


Fig.2-22 Relationship between area of fine-grain structure and peening time
(Treated material: Pure iron)

本研究で観察されたFPP処理表面近傍の特異な組織は、図2-23に示すように、FPP処理時間の増加に伴い「折り畳み変形」が繰返し生じることに起因して形成されるものと考えられる。その機構は、処理の初期段階において表面に形成された凸部が多方向かつ多数回の粒子衝突により折り畳まれ、材料内部に向かって侵入していくことにより形成されるものである。その際、FPP処理による強加工により塑性ひずみが基材表面近傍に蓄積され、転位密度がある値を超えると動的連続再結晶により結晶粒の微細化現象が生じることとなる。

また、特異組織の厚さは、処理時間の増加に伴い増加することから、微細結晶粒組織の形成は、基材と粒子の衝突回数に起因しているものと考えられる。このことは、冷間圧延において被処理材に生じるひずみの総量が、被処理材の結晶粒の大きさを決定する重要な因子であるという事実と一致するものである。そのため、投射粒子数の多い微粒子ピーニングの場合には、ショットピーニングと比較して短時間で特異組織を形成することが可能であると考えられる。以上から、投射粒子の小径化により、低投射エネルギーで微細結晶粒を有する特異組織が形成されることが明らかとなった。

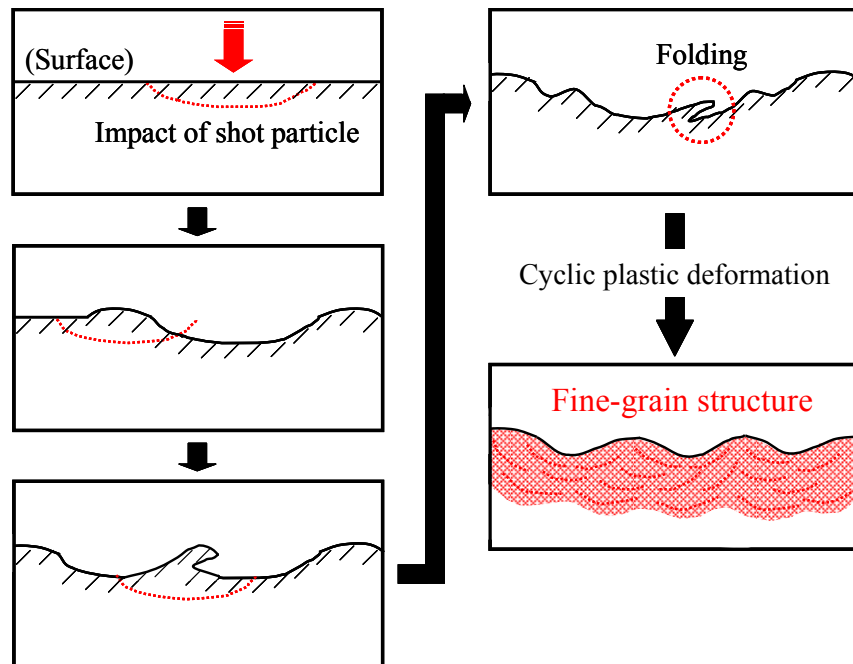


Fig.2-23 Schematic illustration explaining the mechanism of generating a fine-grain structure by FPP treatment

2.3.3 鋼の微視組織変化に及ぼす被処理材および投射粒子硬さの影響

前項までは、FPP処理を施した際に生じる鋼の微視組織変化について、投射粒子の運動エネルギーに注目して検討を加え、粒子寸法の小さい微粒子ピーニングは多数回の衝突に伴う基材の折り畳み変形により微細結晶粒を形成できることを明らかとした。このような機構から、高硬さ基材に対して微粒子ピーニングを施す場合には、基材の塑性変形抵抗が高いため折り畳み変形は生じないことや、処理工程中において投射粒子の塑性変形に投射エネルギーが消費されることが考えられ、微細な結晶粒が形成されない可能性がある。そのため本項では、投射粒子の総運動エネルギー ΣE_p を一定とした条件のもと、被処理材と投射粒子の硬さを系統的に変化させることにより、FPP処理を施した際に被処理材の微視組織がどのように変化するかという点について検討を加えることとする。

基材にはクロムモリブデン鋼 (SCM435H) を用い、焼入れおよび焼戻しを施すことにより基材の硬さを変化させた。同材を砂時計型試験片に機械加工した後、最小径部に対して高周波焼入れを施し (Qシリーズ) , その一部に対して、処理温度を300°C, 600°C, 処理時間を1時間の条件のもとで焼戻しを施した (それぞれQT300, QT600シリーズと称する) 。なお、これら3シリーズのビッカース硬さは、それぞれ649HV, 506HV, 328HVである。

本項では、形状、寸法を統一させた硬さの異なる投射粒子を作製するため、納入した未使用粒子 (778HV) の一部を軟化および硬化させた。具体的には、未使用の粒子に対して850°C, 1時間の焼なましを施すことにより軟化させた粒子 (Soft粒子; 408HV) , およびFPP処理に複数回使用することにより加工硬化させた粒子 (Hard粒子; 946HV) を作製し、硬さの異なる3種類の投射粒子を準備した。また、未使用の粒子はMiddle粒子と呼ぶ。

FPP処理は、投射圧力0.6MPa, 投射時間30秒の条件のもとで行った。なおFPP処理を行う際には、小型旋盤を用いて試験片を回転させることにより、最小径部の全周にわたり均等に処理が施されるよう留意した。

本項では、基材硬さで投射粒子硬さを除し無次元化した値を「硬さ比 (*Hardness Ratio*) 」と定義し、それをパラメータとしてFPP処理材に形成される微視組織について検討を加えることとする。図2-24に、基材に対する投射粒子の硬さ比とFPP処理面の算術平均粗さ*Ra*との関係を示す。同図より、破線で示す硬さ比を境としてFPP処理材の*Ra*の値は大きく異なっていること、また硬さ比が小さい場合（以下、領域I），*Ra*は低い値を示していることがわかる。これに対して、破線より大きい硬さ比の場合（以下、領域II）には、*Ra*は約0.5 μm の値を示しており、その値は硬さ比によらず同程度であることがわかる。

図2-25に、2%ナイトール溶液を用いて現出させた横断面組織および被処理面をSEMにより観察した結果を示す。なお、シリーズ名とともに記載した数値は硬さ比を示している。同図より、領域IIの試験片の場合には、被処理面に凹凸が形成されており、また表面近傍において特異組織が形成されていることがわかる。これに対して、領域IのSoft-Qシリーズの場合にはそのような組織は認められず、また凹凸も形成され

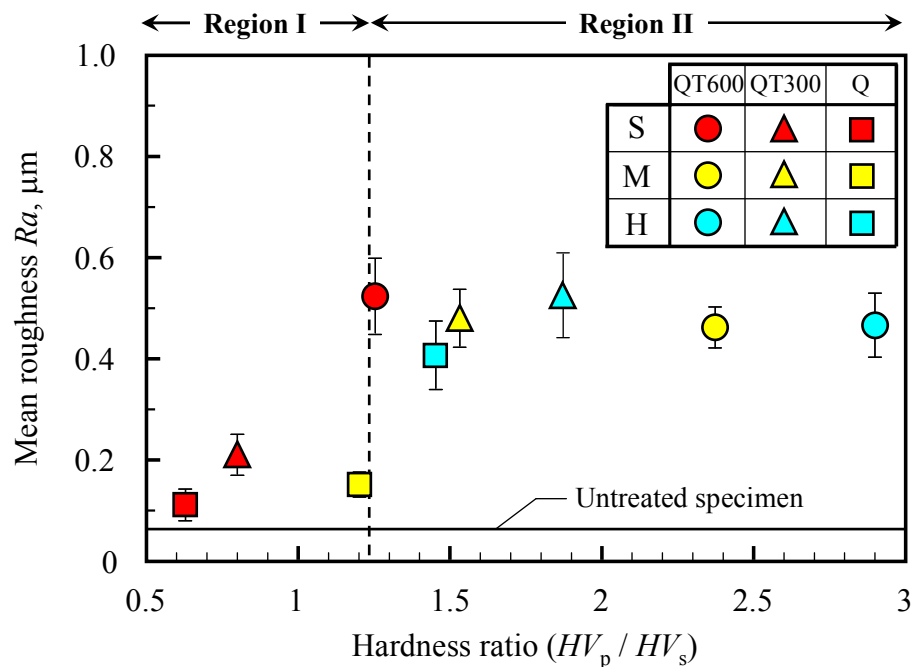


Fig.2-24 Relationship between surface roughness and the ratio of shot particle hardness against specimen hardness (Treated material: SCM435H, Peening pressure: 0.6MPa, Peening time: 30s, mean \pm S.D., $n=10$)

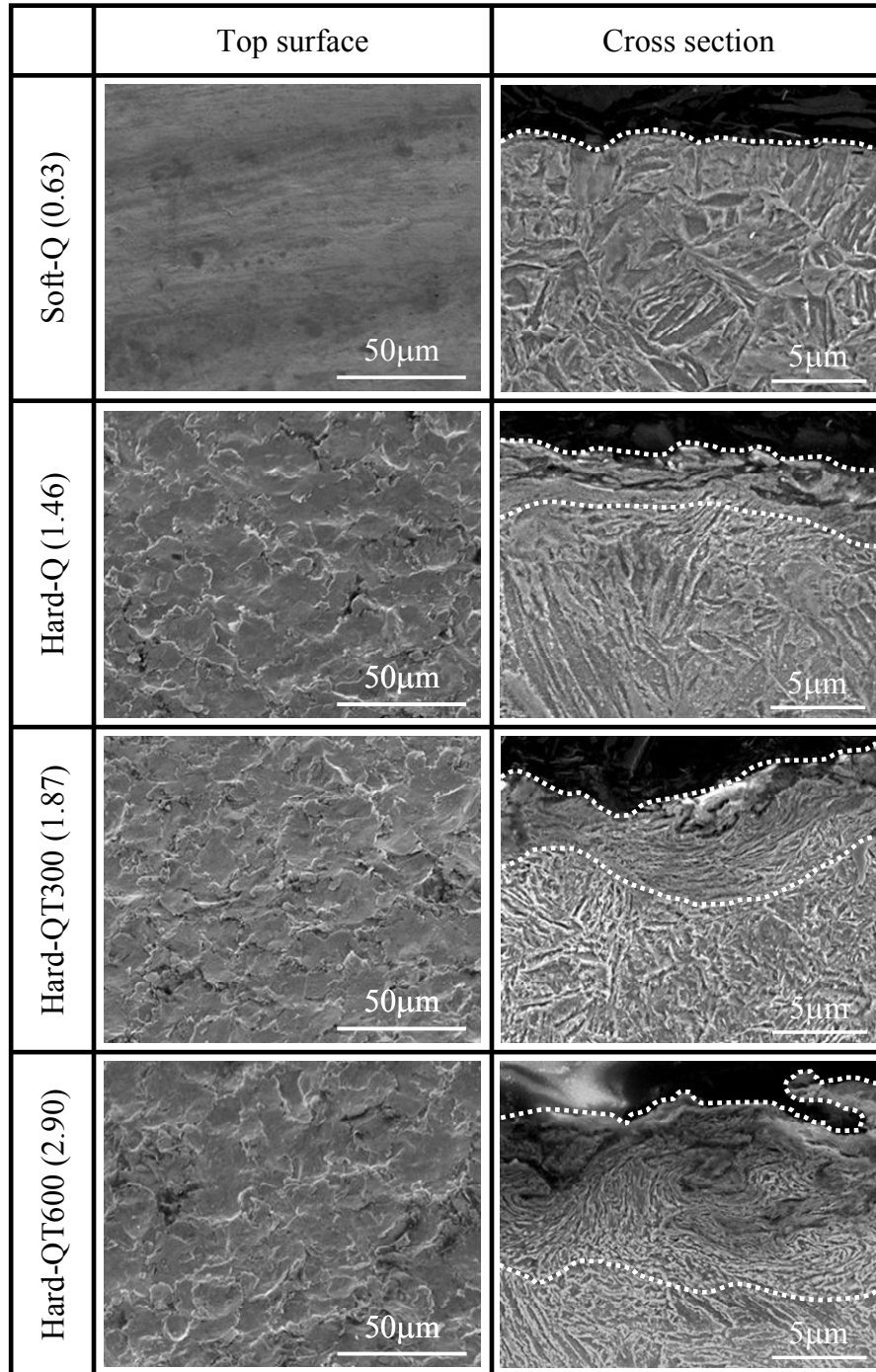


Fig.2-25 SEM observation of longitudinal-microstructure
and top surface of FPP treated specimens

(Treated material: SCM435H, Peening pressure: 0.6MPa, Peening time: 30s)

ていないことがわかる。この特異組織は、強加工を施した際に形成される微細結晶粒組織であることから、本項で定義した硬さ比は加工の強度を表すパラメータと考えることができる。図2-26は、SEM観察結果から算出した特異組織の面積と硬さ比の関係を示している。同図から、硬さ比が小さい場合には特異組織は形成されていないのに対して、領域IIにおいては硬さ比の増加に伴い特異組織の面積が増加していることがわかる。このことから、硬さ比を増加させた場合には、深さ方向に組織変化が進行していくものと考えられる。この結果は、前項で述べたFPP処理時間を増加させた場合と同じ傾向である。

以上から、FPP処理による基材の塑性変形量は、基材硬さと投射粒子硬さの両者により決定されることが実験的に示された。ここで、領域I, IIにおいてFPP処理による塑性変形量が大きく異なる要因は、処理時における投射粒子の変形量が異なるためと考えられる。そこで、FPP処理の際に生じる投射粒子の微視的ひずみを調べるため、X線回折（XRD）を用いて回折ピークの半価幅を測定することとした。

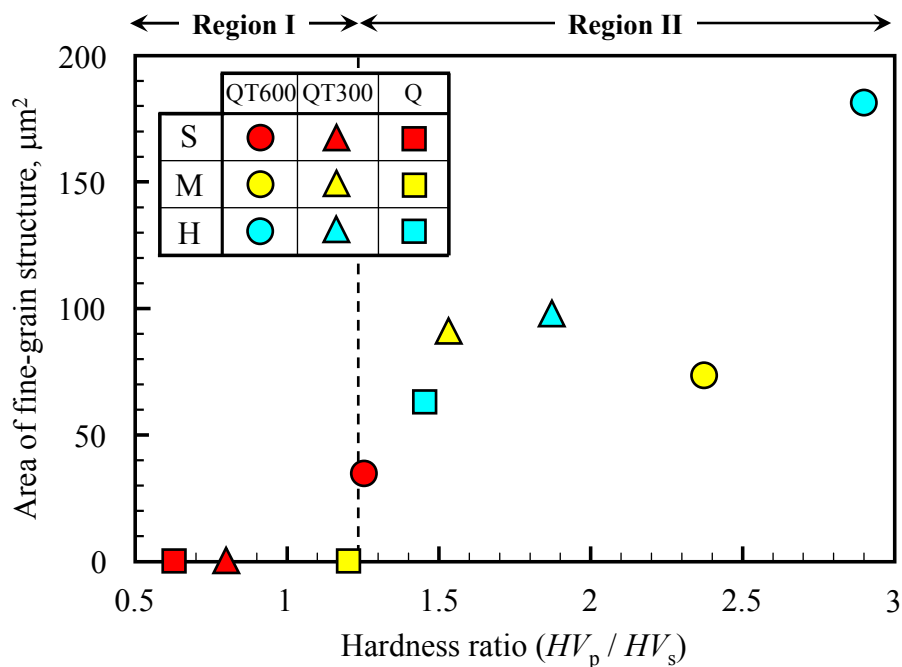


Fig.2-26 Relationship between area of fine-grain structure and the ratio of shot particle hardness against specimen hardness

(Treated material: SCM435H, Peening pressure: 0.6MPa, Peening time: 30s)

図2-27に、FPP処理後の投射粒子に対して α -Fe (110) 面回折ピークの半価幅を測定した結果を示す。なお同図には、Qシリーズに投射したSoft粒子およびMiddle粒子、すなわち領域IのもとでFPP処理を施した投射粒子の半価幅を測定した結果を示している。同図より、FPP処理後の粒子は、処理前と比較して半価幅が増加していることがわかる。このことは、FPP処理時において投射粒子が塑性変形していることを示すものである。すなわち、領域Iにおいて投射粒子の有する運動エネルギーは基材の変形のみならず、基材との衝突時における投射粒子の変形にも消費されたものと考えられる。これに対して、領域IIのHard粒子の場合には、処理の前後において半価幅の変化はほとんど認められなかったことから、領域I, IIにおける基材の塑性変形量の差は投射粒子の変形量に起因して生じたものと考えられる。

以上から、投射粒子の総運動エネルギー ΣE_p が同一の条件下で処理を施した場合においても、被処理材および投射粒子の硬さ値により、形成される微視組織が異なることが明らかとなった。

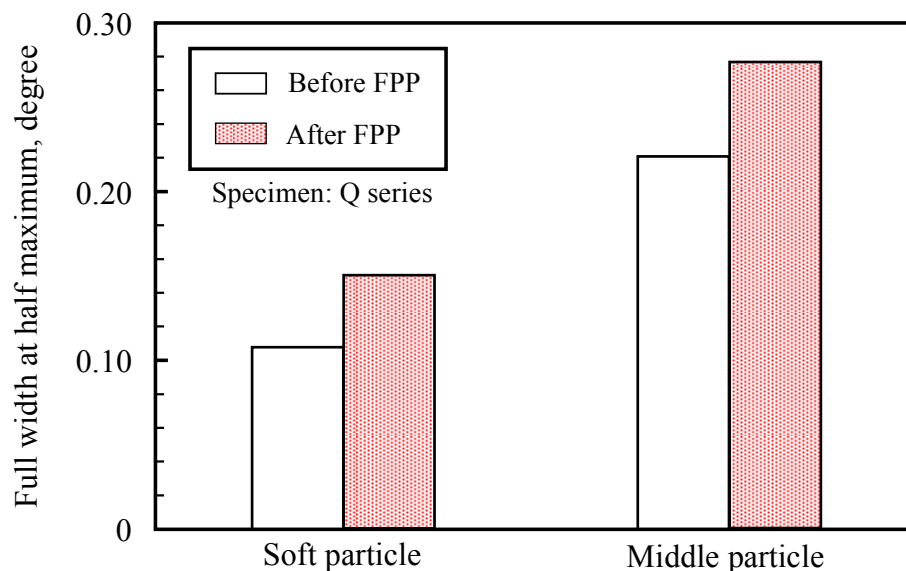


Fig.2-27 Full Width at Half Maximum of shot particle at α -Fe (110) plane
(Analyzed material: SKH59)

2.4 結言

本章では、微粒子ピーニングを施した鋼の微視組織がどのように変化するかという点について検討を加えるため、種々の条件のもとでピーニングを施した鋼の微視組織について、詳細な観察および分析を行った。その結果、寸法の小さい投射粒子を用いる微粒子ピーニングの場合には、通常のショットピーニングと比較して鋼の結晶粒を微細化させる効果が高いことを明らかとした。その要因について飛翔する粒子の運動エネルギーに注目して考察を行った結果、微粒子ピーニング粒子1個体の有する運動エネルギーは小さいものの、被処理材の単位塑性変形体積に消費される投射粒子の総運動エネルギーが大径粒子のそれと比較して高いことに起因していることを明らかとした。

また、このような微粒子ピーニングによる微細結晶粒の形成は、処理の初期段階において被処理面に形成された凸部が粒子衝突により多重に折り畳まれることにより生じるものである。そのため、被処理材の結晶粒の大きさは、被処理材と投射粒子の衝突回数に支配されており、その回数の増加に伴い「折り畳み変形」は材料内部に進行する。その結果、微粒子ピーニング処理時間の増加に伴い、微細結晶粒を有する特異組織の厚さは増加することとなる。

一方で、基材硬さが高い場合には、基材の塑性変形抵抗が高いため折り畳み変形が生じにくくなること、また微粒子ピーニング処理時において投射エネルギーが投射粒子の塑性変形に消費されることに起因して、微細な結晶粒が形成されない場合がある。

以上に示した知見は、微粒子ピーニングによる鋼の微視組織変化が、基材塑性変形体積当たりに消費される運動エネルギー、および基材と粒子の衝突回数に支配されることを示すものである。また、これらの因子は投射粒子の小径化により増加するため、微粒子ピーニングは、通常のショットピーニングと比較して低投射エネルギー、すなわち短時間で鋼の結晶粒を微細化させることが可能である。本章で得られた結果は、微粒子ピーニングにより微細結晶粒を形成するための実用的な指針を示すものである。

第3章

微粒子ピーニングを前処理として利用した 複合表面改質による鋼の微視組織変化

3.1 諸言

第2章では、微粒子ピーニングによる鋼の微視組織変化に影響を及ぼす因子を抽出し、それらが果たす役割を明確にするとともに、微細な投射粒子を用いる微粒子ピーニングは、通常のショットピーニングと比較して高い結晶粒微細化効果を有していることを明らかとした。したがって、微粒子ピーニングは、被処理材の疲労特性や摩耗特性の改善に寄与するのみならず、他の表面改質プロセスと複合化させた場合にも高い改質効果を得ることができるものと考えられる。具体的には、あらかじめ微粒子ピーニングを施すことにより鋼の結晶粒を微細化させておけば、二段目の熱処理工程において原子の高速拡散を生じさせることが可能になる^{(44), (94), (99)}ものと期待される。そこで本章では、高強度改質層の形成による鋼の疲労特性改善を目的として、微粒子ピーニングを前処理として利用する複合表面改質プロセスに注目し、その改質層形成機構について微視組織学的観点から検討を加えることとする。

本章では、鋼中に元素を拡散させる熱処理プロセスと微粒子ピーニングを組み合わせた複合表面改質プロセスに注目しているが、二段目の熱処理工程中では、原子の移動（拡散）と化合物形成という2つの物理現象、すなわち反応拡散が生じることとなる。ここで、反応拡散挙動に影響を及ぼす因子は数多く存在し、それらは表面改質が行われる環境に関わる因子と、被処理材の微視組織に関わる因子に大別することができる。前者は、処理温度、時間、雰囲気元素種やその分圧等、後者は拡散経路となる基材の欠陥量や結晶粒の大きさ等である。

ここで、後者の因子は、微粒子ピーニング条件により決定されるものである。原子の移動は空孔機構により生じるため、空孔濃度が増加するほど拡散は容易に生じ、と

くに転位や粒界に沿った原子の拡散速度は高いことが知られている。そのため、微粒子ピーニングを施すことにより、二段目の熱処理工程において元素の拡散が促進され、被処理材には高濃度の元素を有する改質層が形成されるものと考えられる。一方で、二段目の熱処理工程において、微粒子ピーニングにより形成される微細結晶粒の再結晶化や、添加された合金元素の存在により鋼表面に保護層が形成される場合には、高強度改質層の形成が阻害される可能性がある。したがって、表面改質プロセス条件によっては、必ずしも処理の複合化による改質効果の向上は認められないものと考えられる。

そこで本章では、微粒子ピーニングを施した鋼における元素拡散挙動と関連が深いと考えられるパラメータを抽出し、各々が果たす役割について検討を加える。その際、第2章で述べた微粒子ピーニングによる鋼の微視組織変化と関連付けながら、提案する複合表面改質の改質層形成機構を明らかとすることを目的とする。

3.2 実験方法

第2章と同様の方法で準備した供試材（工業用純鉄およびクロムモリブデン鋼（SCM435鋼））に対して、表3-1に示す条件のもと微粒子ピーニングを施した（Fシリーズ）。本章では、微粒子ピーニングを施した鋼の反応拡散挙動について検討を加えるため、FPP処理を施した試験片に対して、窒化処理および大気酸化処理を施した（それぞれ、FN、FOシリーズと称する）。

ガス窒化は、図3-1に示す条件のもとで行った。具体的には、まず窒化炉内を真空引きした後、流量200 l/hのもとNH₃を添加しながら550℃まで昇温させた。その後、流量150 l/hでN₂を添加し、N₂とNH₃混合雰囲気下で6時間保持した後、N₂雰囲気下において室温になるまで炉冷した。また、窒化処理時間の影響について検討を加えるため、表3-2に示す条件のもと、2種類の処理時間でプラズマ窒化を施した試験片（純鉄）を準備した。

大気酸化処理は、図3-2に示す条件のもとで行った。その際、流量16 ml/minでN₂を、流量4 ml/minでO₂を添加した雰囲気中で30分間保持した後、室温になるまで炉冷した。なお、保持温度は300, 500, 700℃とした。

Table 3-1 FPP treatment particulars

Treatment apparatus	Suction type
Shot particles	SKH59
Peening pressure, MPa	0.2, 0.6
Peening time, s	0.1~30
Particle supply rate, g/s	2, 5
Nozzle distance, mm	100

さらに、微粒子ピーニングにより形成される微視組織の熱安定性について検討を加えるため、図3-3に示す条件のもとで真空加熱処理を施した試験片（VAシリーズ）を準備した。その際、保持温度は300, 500, 700, 950℃とした。

なお、試験片シリーズ名のF, N, O, VAはそれぞれ微粒子ピーニング（Fine particle peening）、窒化処理（Nitriding）、大気酸化処理（Oxidation）、真空加熱処理（Vacuum annealing）を表しており、その順序は処理の施行順序を示している。

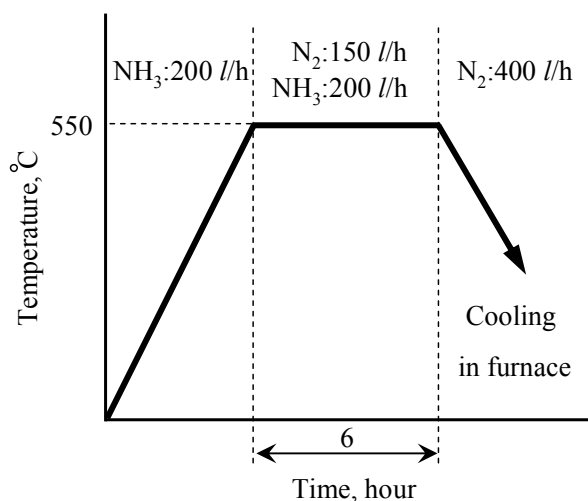


Fig.3-1 Condition of gas nitriding

Table 3-2 Condition of plasma nitriding

Temperature, °C	500
Holding time, hour	8, 24
Gas ratio (H ₂ : N ₂)	3:2
Pressure, kPa	0.62

作製した試験片に対しては、光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡（Scanning electron microscope: SEM）、X線回折装置（X-ray diffraction: XRD）、X線光電子分光装置（X-ray photoelectron spectroscopy: XPS）を用いて微視組織の観察および分析を行った。また、被処理面から深さ方向の元素拡散量を調べるため、グロー放電発光分光分析装置（Glow discharge optical emission spectrometry: GD-OES）およびエネルギー分散型蛍光X線分光装置（Energy dispersive X-ray fluorescence spectrometer: EDS）を用いて分析を行った。

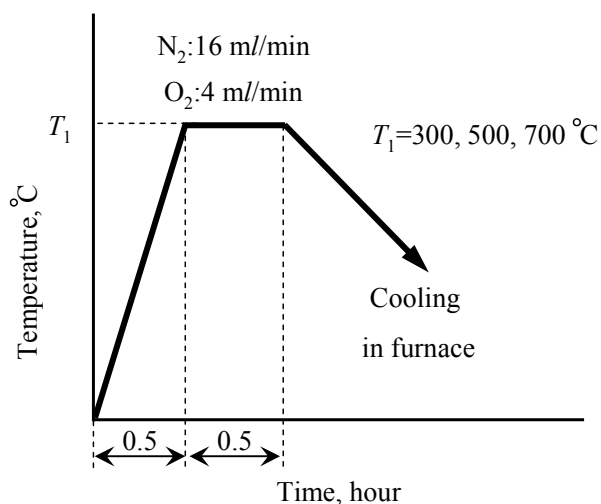


Fig.3-2 Condition of oxidation

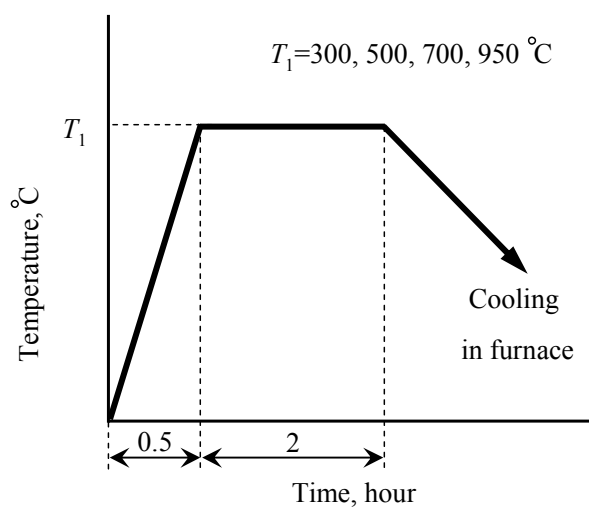


Fig.3-3 Condition of vacuum annealing

3.3 実験結果および考察

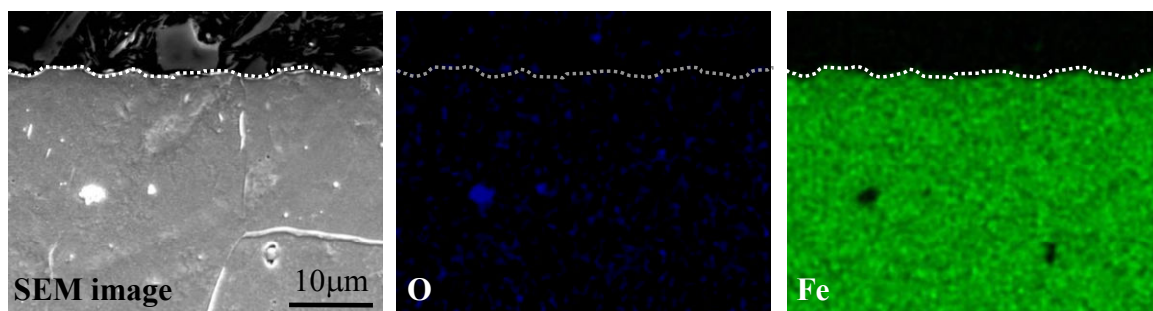
3.3.1 複合表面改質による鋼の微視組織変化に及ぼす処理温度の影響

本項では、複合表面改質プロセスにおける二段目の熱処理温度が、鋼の微視組織変化に及ぼす影響について検討を加えることとする。図3-4は、300°Cで大気酸化処理を施した試験片（純鉄）のマクロ観察結果である。同図より、Polishedシリーズに対して大気酸化を施したO-300シリーズの表面は光沢があり、青い色を呈していることがわかる。これに対して、FPP処理後に大気酸化を施したFOシリーズの場合には、そのような光沢は認められないこと、またその色はOシリーズと異なっていることがわかる。このことから、FPP処理を施すことにより、大気酸化処理工程で形成される酸化層の厚さが変化するものと推察される。

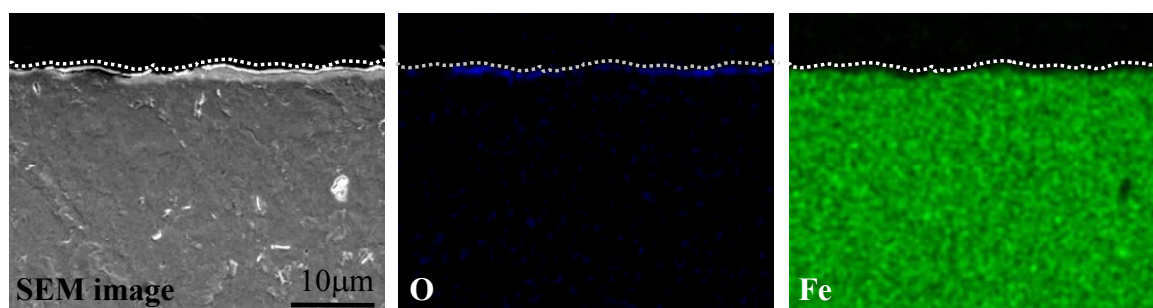
この点について検討を加えるため、各温度で大気酸化処理を施した純鉄の縦断面において、SEMによる組織観察およびEDSによる元素分析を行った。図3-5および図3-6は、それぞれO、FOシリーズの結果である。なお、同図において、左から、SEMによる組織観察結果、EDSによる酸素元素分析結果、鉄元素分析結果を表しており、図中の白線は試験片の最表面を示している。まず、大気酸化処理のみを施したOシリーズに注目すると（図3-5）、300°Cシリーズには酸化層は認められないものの、500°Cおよび700°Cで処理を施した試験片の表面には酸化層が形成されていることがわかる。また、その厚さは処理温度の上昇に伴い増加する傾向が認められる。



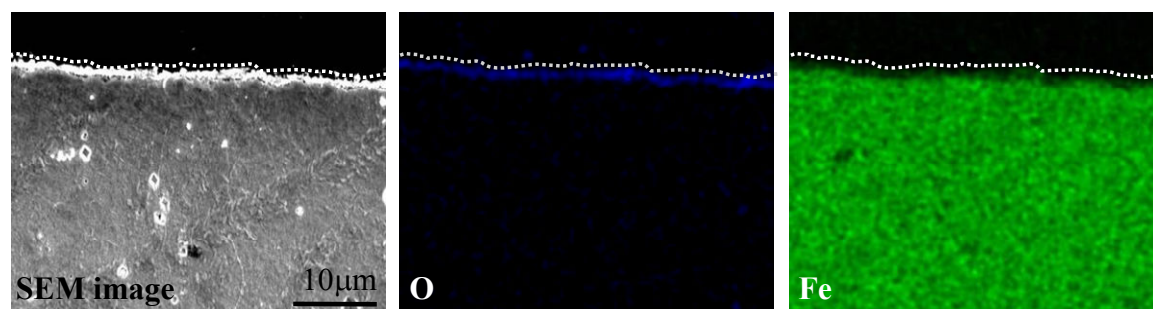
Fig.3-4 Features of oxidized specimen (Treated material: Pure iron, Peening pressure: 0.6MPa, Peening time: 30s, Oxidation temperature: 300°C)



(a) Oxidized at 300°C

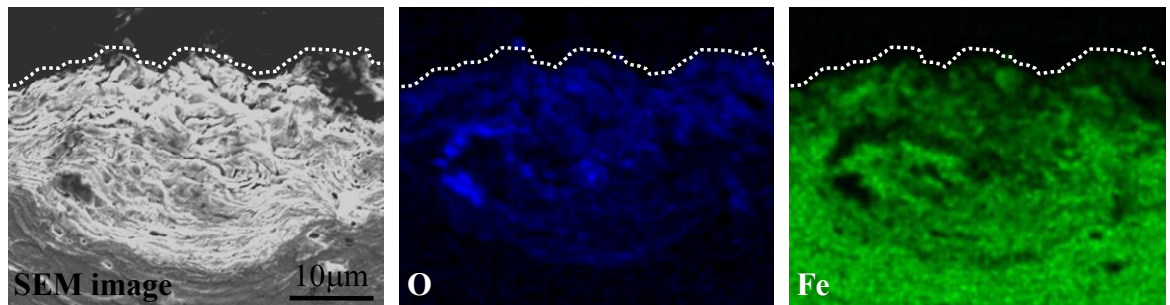


(b) Oxidized at 500°C

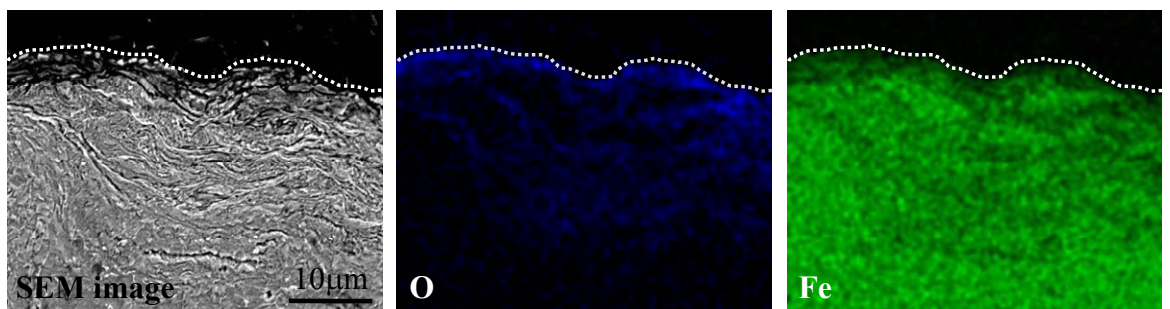


(c) Oxidized at 700°C

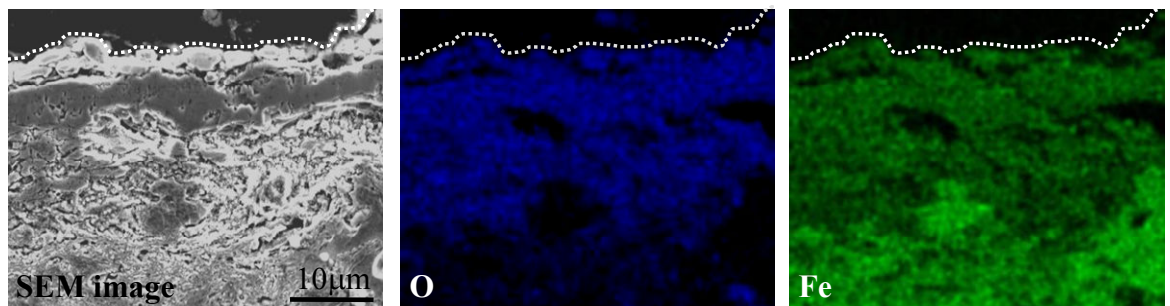
Fig.3-5 Longitudinal SEM micrographs and EDS results of the O series
(Treated material: Pure iron)



(a) Oxidized at 300°C



(b) Oxidized at 500°C



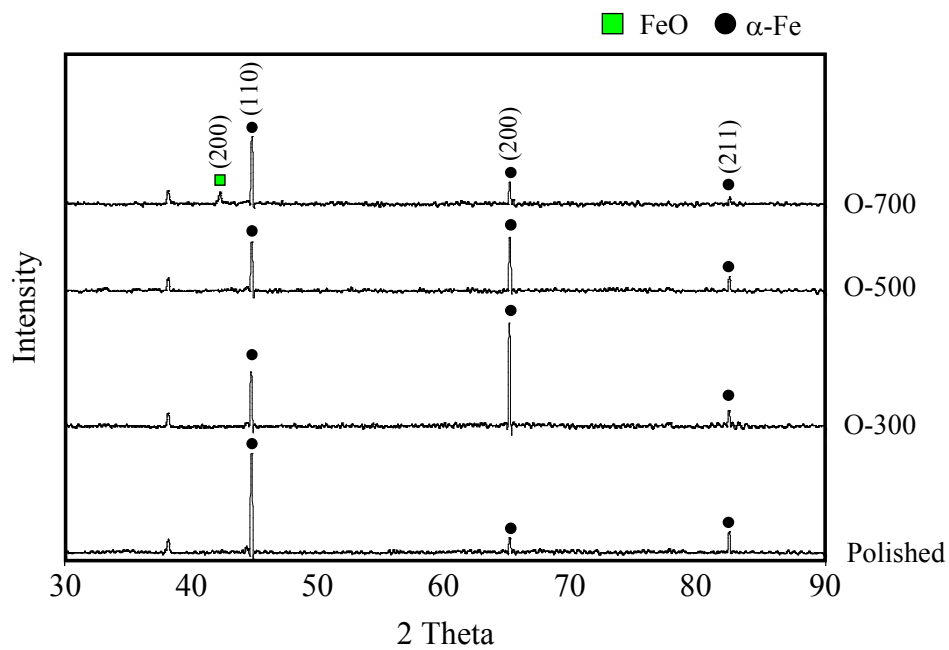
(c) Oxidized at 700°C

Fig.3-6 Longitudinal SEM micrographs and EDS results of the FO series
(Treated material: Pure iron, Peening pressure: 0.6MPa, Peening time: 30s)

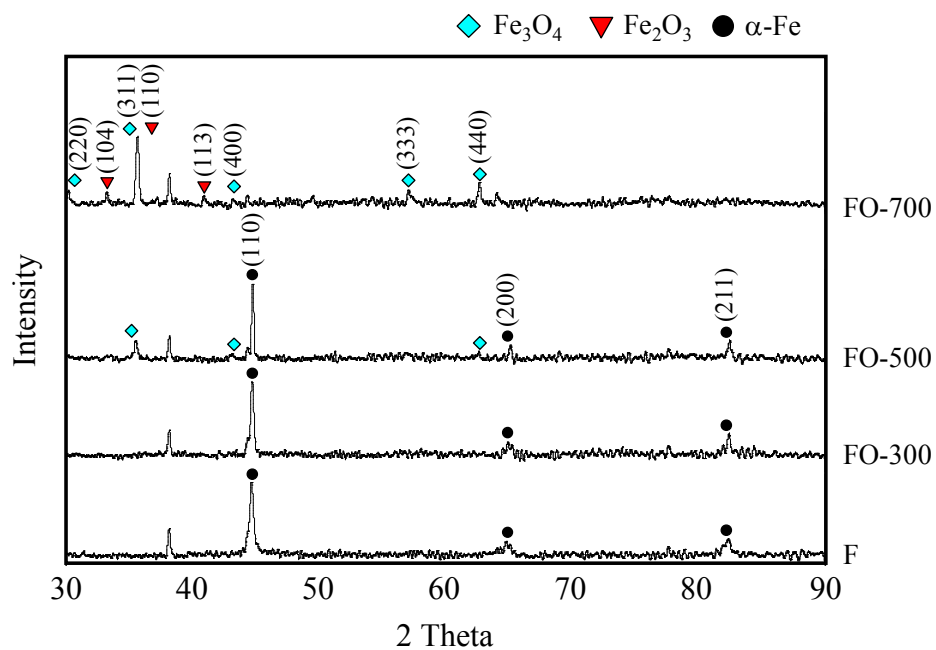
これに対して、FPP処理後に大気酸化処理を施したFOシリーズの場合（図3-6），300℃で処理を施した試験片においても酸素が検出され、酸化層が形成されていることがわかる。また、酸素が検出された箇所は、FPP処理により形成された特異組織とほぼ一致していることがわかる。これは、第2章で述べたように、この組織内には結晶粒界が多量に存在していること、さらに「折り畳み変形」により多数の空隙が形成されていることに起因して、酸素の拡散が促進されたためと考えられる。このような傾向は、500, 700℃で処理を施したFOシリーズにも認められたことから、複合表面改質プロセスは大気酸化処理温度によらず酸化層厚さを増加させる効果を有しているものと考えられる。

次に、改質層の結晶構造について検討を加えるため、XRDを用いた分析を行った。図3-7に、XRDにより得られた回折プロファイルを示す。なお、同図には、Polishedシリーズ、Fシリーズの結果も示している。まずOシリーズに注目すると（同図(a)），300, 500℃で処理を施した試験片の場合には、大気酸化処理を施しているにも関わらず鉄酸化物に起因する回折ピークが認められないことがわかる。また、700℃で処理を施した試験片にはFeOの回折ピークが検出されたものの、回折ピークの大部分は基材の α -Feに起因するものであることがわかる。一般に、鉄の酸化物は材料表面から内部に向かって Fe_2O_3 , Fe_3O_4 , FeOという組成を有しており、それらの体積比はそれぞれ1:4:95である⁽¹⁰⁰⁾。このことから、O-700シリーズにおいてFeOの回折ピークのみが検出されたのは、Oシリーズ表面に形成された酸化層が薄く、 Fe_2O_3 および Fe_3O_4 の回折ピーク強度が著しく低かったためと考えられる。

これに対して、FOシリーズの場合には（同図(b)），500℃シリーズにおいても鉄酸化物の回折ピークが検出されていること、さらには700℃シリーズにおいて Fe_2O_3 および Fe_3O_4 の回折ピークが検出されていることがわかる。これらの結果は、FPP処理を前処理として施すことにより、二段目の大気酸化処理工程により形成される酸化層の厚さが増加することを示すものである。



(a) O series



(b) FO series

Fig.3-7 XRD analysis

(Treated material: Pure iron, Peening pressure: 0.6MPa, Peening time: 30s)

今述べた点について検討を加えるため、GD-OESを用いて深さ方向における酸素元素の分析を行った。図3-8に、300, 500°Cで大気酸化処理を施した試験片について、酸素元素を分析した結果を示す。なお、同図の縦軸は検出強度を示しており、その強度が高いほど酸素濃度が高いことを示している。同図において、まず被処理面近傍の酸素検出強度に注目すると、Oシリーズの場合には処理温度が高いほど高強度であることがわかる。これは、処理温度の増加に伴い、酸素の拡散速度が上昇したためと考えられる。

次に、FOシリーズに注目すると、表面近傍において処理温度による酸素量の差は認められないこと、またその検出強度はOシリーズのそれと比較して高いことがわかる。XRDによる分析結果と併せて考えると、これはFOシリーズの表面近傍において酸素比率の高い鉄酸化物 (Fe_2O_3 および Fe_3O_4) が多量に形成されているためと考えられる。

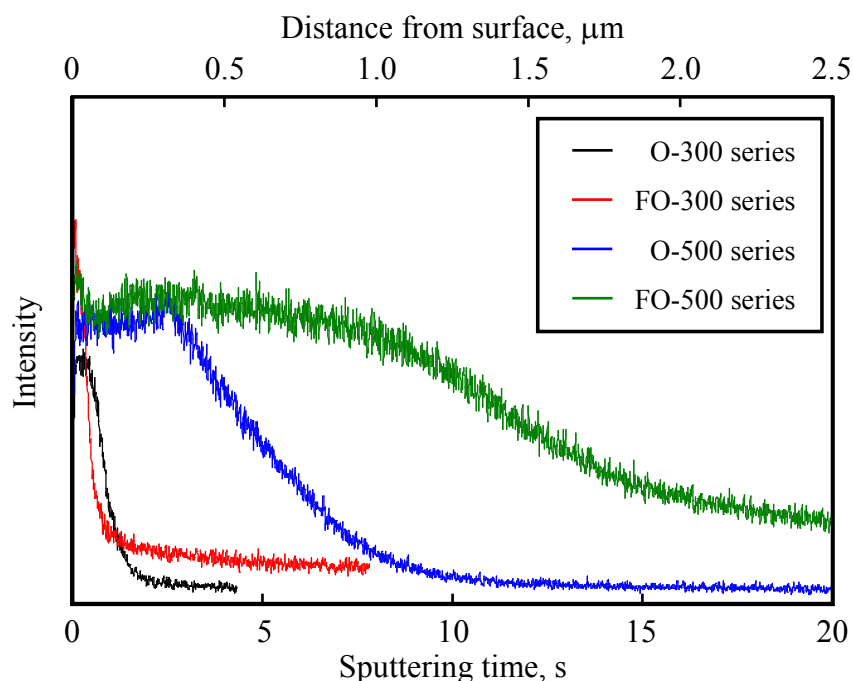


Fig.3-8 Oxygen analysis of the oxidized specimen using GD-OES
(Treated material: Pure iron, Peening pressure: 0.6MPa, Peening time: 30s)

しかしながら、各シリーズに認められた酸素拡散領域に注目すると、FPP処理の有無によらず処理温度が高いほど厚いことがわかる。このことは、FPP処理材においても酸化層の厚さは大気酸化処理温度により決定されること、すなわち大気酸化処理温度が拡散挙動を支配していることを示すものである。

以上より、FPP処理を前処理として利用する複合表面改質プロセスは、被処理面近傍における酸素の拡散量を増加させるため、厚い改質層を形成させることが可能であることが明らかとなった。しかしながら、その際に形成される酸素拡散領域は、大気酸化処理温度により決定されることから、FPP処理により形成される微細結晶粒は拡散挙動を支配する最重要因子ではないことも同時に明らかとなった。

さらに、本章で提案する複合表面改質プロセスの改質効果発現メカニズムについて検討を加えるため、二段目の熱処理工程における微細結晶粒の再結晶挙動について調べることとした。図3-9は、Fシリーズに対して、種々の温度で真空加熱処理を施した試験片（F+VAシリーズ）の縦断面を2%ナイトール溶液によりエッチングした後、現出した組織をSEMにより観察した結果である。同図より、真空加熱処理温度の上昇に伴い、FPP処理により形成された特異組織の形態が変化、あるいは消失する傾向が認められる。とくに、950°Cで真空加熱処理を施した試験片の場合には、特異組織は完全に消失していることがわかる。前章でも述べた通り、多量の粒界や転位等の腐食サイトを有する特異組織は、ナイトール溶液を用いてエッチングすることにより現出する。このことから、特異組織の消失は、二段目の熱処理工程において再結晶が生じていることを示しているものと考えられる。

この点について検討を加えるため、FPP処理後に真空加熱処理を施した試験片に対してXRDによる結晶構造分析を行った。図3-10は、各試験片の α -Fe (110) 面における回折ピークの半価幅を測定した結果である。同図より、半価幅の値は真空加熱処理温度の上昇とともに減少していること、とくに500°C以上の温度で真空加熱処理を施した試験片の場合には、Polishedシリーズと同程度の半価幅を示していることがわかる。このことから、FPP処理により形成された微細結晶粒は、二段目の熱処理工程において再結晶化していることが明らかとなった。

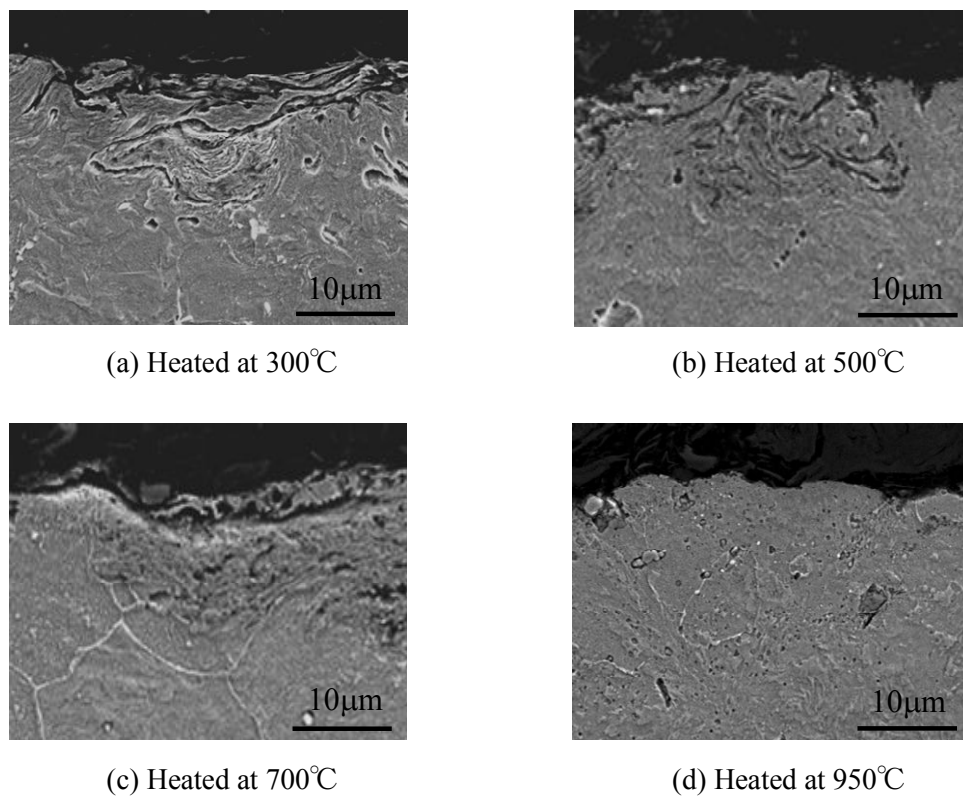


Fig.3-9 Longitudinal SEM micrographs of the F+VA series

(Treated material: Pure iron, Peening pressure: 0.6MPa, Peening time: 30s)

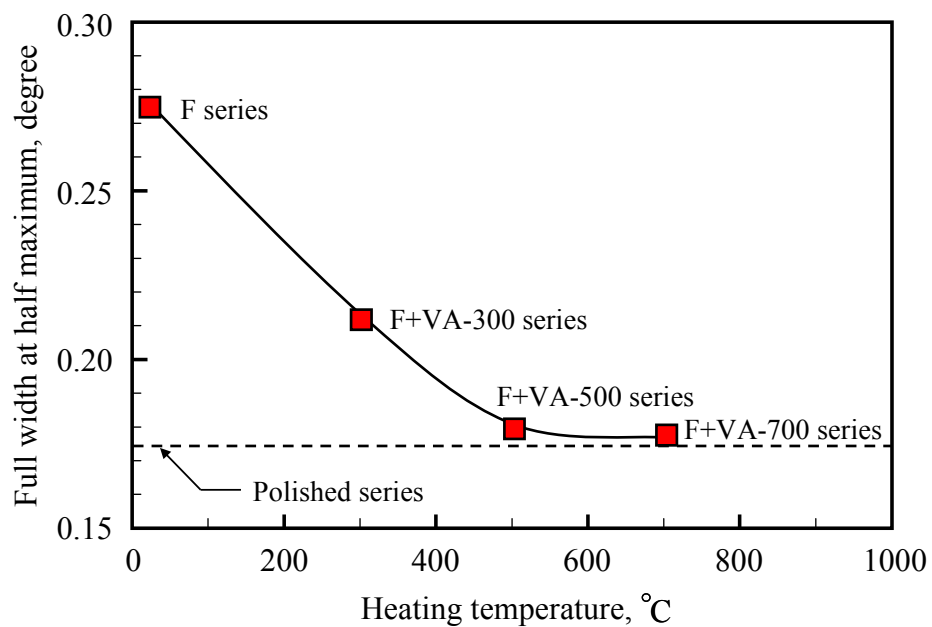


Fig.3-10 Full width at half maximum at α -Fe (110) plane

(Treated material: Pure iron, Peening pressure: 0.6MPa, Peening time: 30s)

しかしながら、半価幅がPolishedシリーズと同程度まで減少する500°C以上の温度域においても、微粒子ピーニングを施した試験片は焼なまし材と比較して厚い酸化層が形成されることを図3-8で述べた。この点について、元素の拡散と微細結晶粒の再結晶が生じる速度に着目した研究を引用することにより、2つの現象について速度論的な議論を試みることにする。

純鉄の再結晶は、基材の主成分である鉄原子の拡散により生じる現象である。また、元素の拡散速度は、拡散係数が大きいほど高い値を示すことから、酸素の拡散と材料の再結晶について速度論的な議論を行うためには、酸素原子と鉄原子の拡散係数を比較することが必要であるものと考えられる。500°Cにおいて、 α -Fe中の酸素原子の拡散係数は約 $10^{-14} \sim 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$ の値を示す⁽¹⁰¹⁾。FPP処理を施した鋼には微細結晶粒が形成されているため、この値と比較して高い拡散係数を示すものと推測される。これに対して、純鉄の回復速度と関連が深いとされる α -Feの拡散係数は、粒界拡散の場合には約 $10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$ と高い値を示すものの、転位拡散および格子拡散については約 $10^{-15} \text{ m}^2/\text{s}$ 以下の値を示す⁽¹⁰²⁾。Taoら⁽³⁰⁾は、SMAT処理により形成される微細結晶粒はエネルギー的に安定であるため再結晶化しにくいこと、またWangら⁽¹⁰³⁾は、ショットピーニングにより形成されるナノ結晶粒は、熱処理を施しても粗大化しないことを報告している。これは、冷間加工により形成されるナノ結晶粒が、臨界核半径よりも小さいためと推察される。これらの研究で使用された表面改質プロセスは、いずれも冷間加工であり、本論文のFPP処理とこれらの改質機構に大差はない。したがって、FPP処理を施した鋼の場合にも、結晶粒の再結晶速度は低いものと推察される。

これらの値を考慮すると、FPP処理を施した鋼に対して大気酸化処理を施した場合には、酸素原子の拡散係数は鉄原子のそれと比較して高い値を示すものと考えられる。また、大気酸化により形成される酸化物は高い空孔濃度を有しているため、高温下では微細結晶粒中の鉄原子が酸化物の有する空孔を介して外部方向に拡散するものと考えられる。したがって、FPP処理を施すことにより酸化層の厚さが増加したことは、鉄原子の外方拡散速度が微細結晶粒の再結晶速度よりも高いことに起因しているものと考えられる。そのため、二段目の大気酸化処理工程の初期段階において、元素の拡散が促進され、厚い酸化層が形成されたものと考えられる。

実際に、Fシリーズに対して真空加熱処理（950℃，2時間）を施すことにより、Polishedシリーズと同程度まで半価幅を減少させたF+VAシリーズの大気酸化挙動について調べた。図3-11に、F+VAシリーズに対して大気酸化処理を施した試験片（F+VA+Oシリーズ）について、EDSによる元素分析を行った結果を示す。同図より、再結晶化させた試験片においては酸化層が形成されていないことがわかる。このことは、再結晶化させたFPP処理材の拡散速度は焼なまし材と同程度であること、すなわち鉄原子の外方拡散速度が微細結晶粒の再結晶速度よりも高いことを裏付ける結果である。

以上より、FPP処理を前処理として利用する複合表面改質プロセスは、二段目の熱処理工程において元素の拡散を促進させるため、厚い改質層を形成可能であることが明らかとなった。

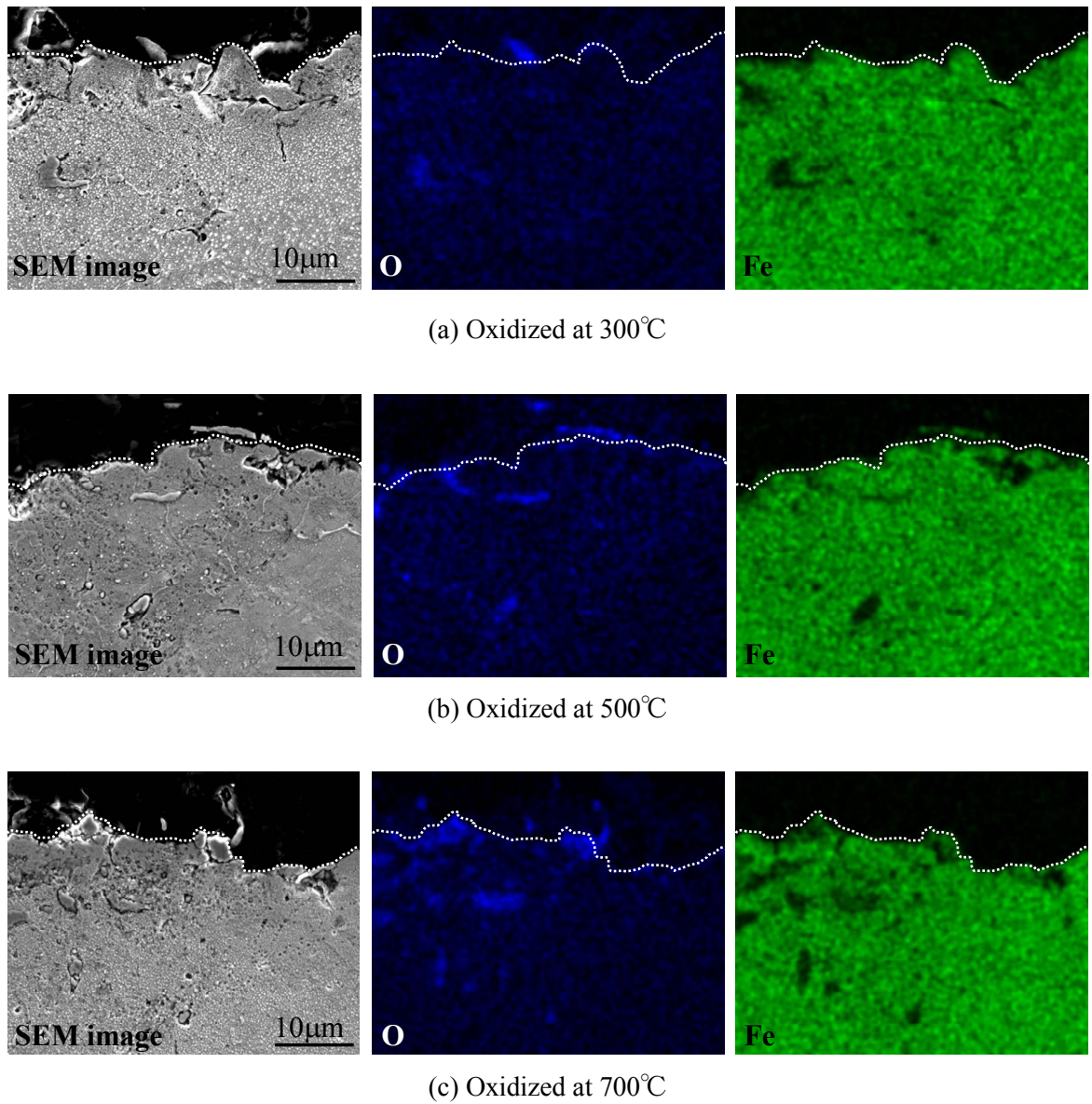


Fig.3-11 Longitudinal SEM micrographs and EDS maps of the F+VA+O series
(Treated material: Pure iron, Peening pressure: 0.6MPa, Peening time: 30s)

ここで、本プロセスの効果発現メカニズムを考慮すると、被処理面に形成される改質層が保護性皮膜である場合には、改質層の増加は生じないものと考えられる。そこで、この点について検証を加えるため、表面に不動態皮膜を有するオーステナイト系ステンレス鋼（SUS316鋼）に対して、これまでと同様の処理を施した試験片の酸素拡散挙動について検討を加えた。図3-12は、GD-OESにより深さ方向の酸素を分析した結果である。同図より、処理温度やFPP処理の有無によらず、酸素プロファイルは全てのシリーズにおいて同程度であり、純鉄とは異なる傾向を示していることがわかる。Liら⁽¹⁰⁴⁾は、ショットブラストを施すことにより、熱処理工程においてSUS304鋼に含まれるクロム元素の拡散が促進することを報告している。Liuら⁽¹⁰⁵⁾やWangら⁽¹⁰⁶⁾も、同様の内容を報告している。したがって、FPP処理を施したSUS316鋼の場合には、大気酸化処理工程においてクロム元素の拡散が促進され、鋼表面に緻密なクロム酸化物層が形成されたため、酸化層厚さに差が認められなかったものと考えられる。

以上より、FPP処理を前処理として利用する複合表面改質プロセスは、雰囲気元素の拡散が促進されるため、被処理面に形成される改質層において元素の拡散が容易に生じる場合にのみ改質層の厚さが増加することが明らかとなった。

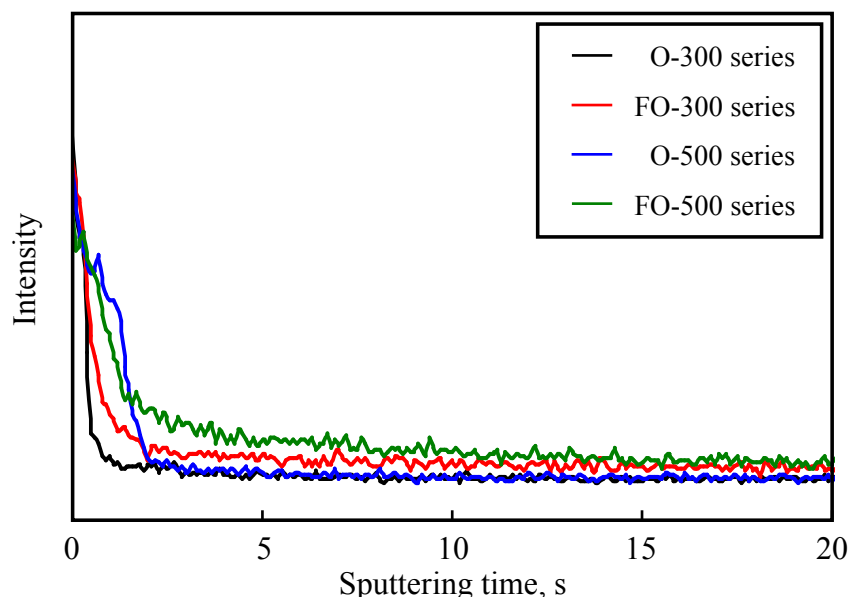


Fig.3-12 Oxygen analysis of the oxidized specimen using GD-OES
(Treated material: SUS316, Peening pressure: 0.6MPa, Peening time: 30s)

3.3.2 複合表面改質による鋼の微視組織変化に及ぼす処理時間の影響

前項では、FPP処理を施すことにより、二段目の熱処理工程において形成される改質層の厚さが増加することを明らかとした。本項では、熱処理時間の影響に注目し、FPP処理とプラズマ窒化を複合化させた際に形成される改質層について調べることで、提案する複合表面改質プロセスの効果発現メカニズムについて検討を加えることとする。

図3-13に、2%ナイトール溶液を用いて現出させた試験片の縦断面組織をSEMにより観察した結果を示す。同図より、全てのシリーズにおいて、表面近傍には化合物層が存在していること、またその直下には針状の鉄窒化物 (γ' -Fe₄N) が形成されていることがわかる。また、窒化処理時間が長いほど化合物層は厚いことがわかる。これは、処理時間の増加に伴い、窒素の拡散量が増加したためと考えられる。

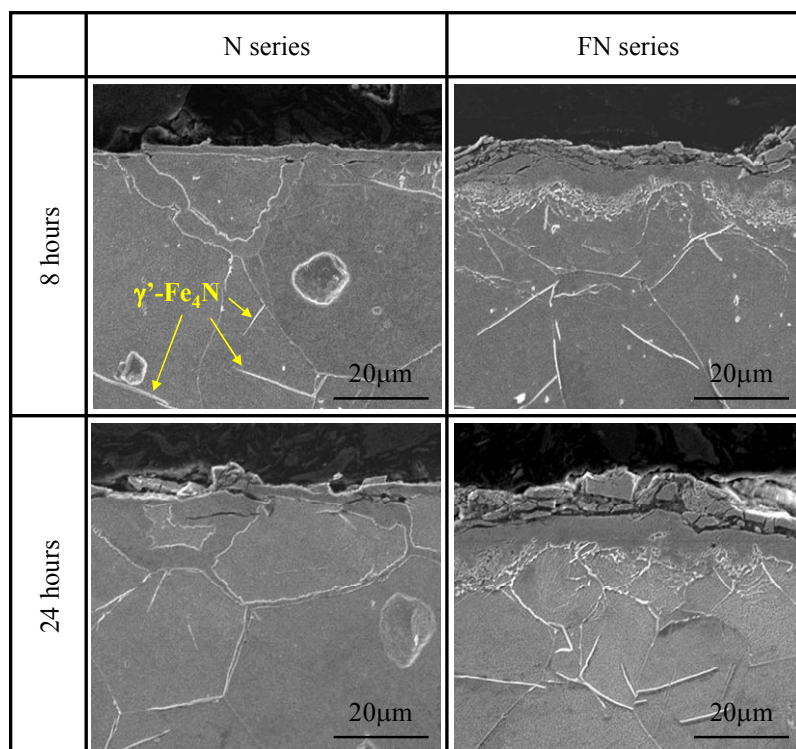
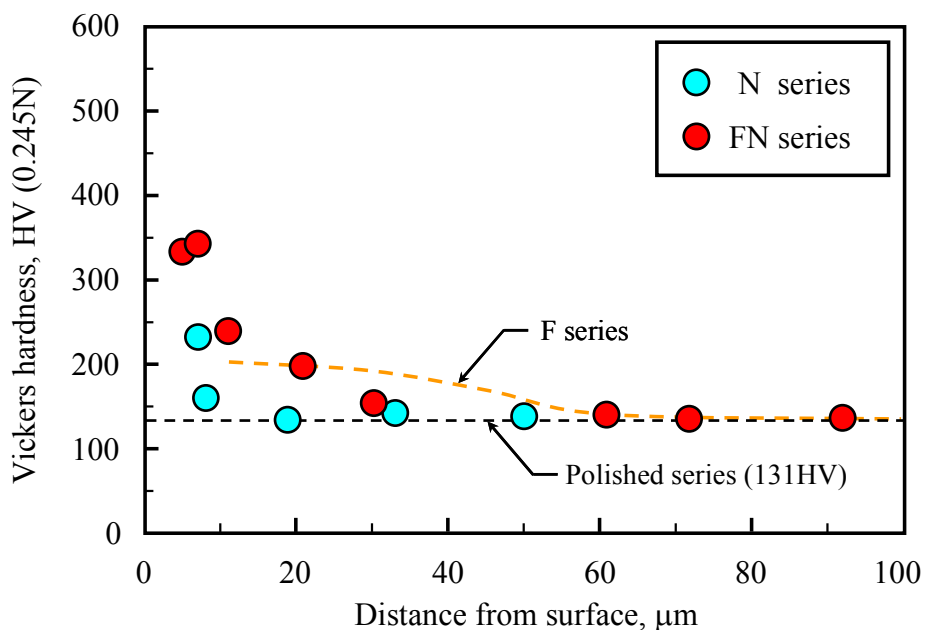


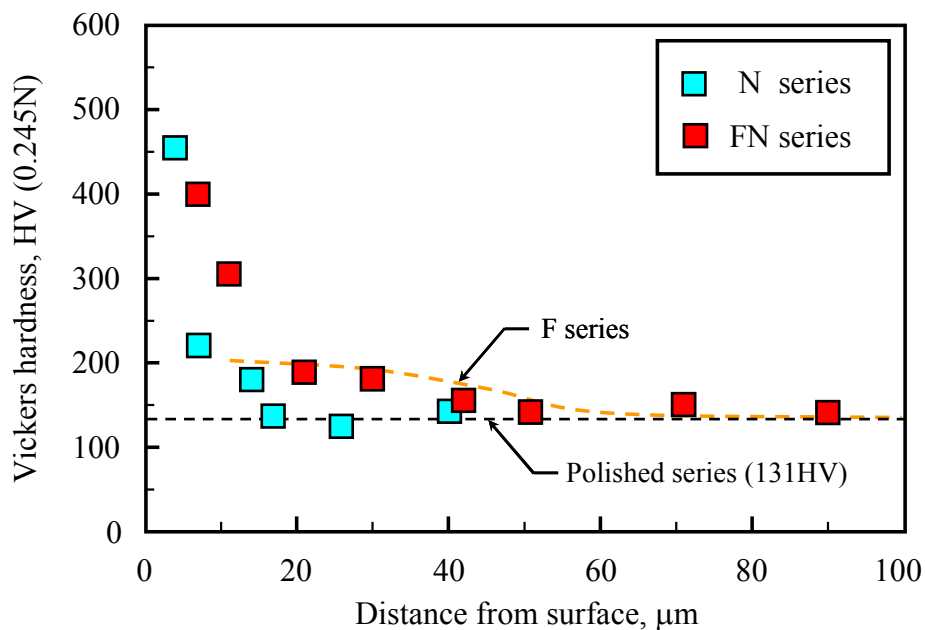
Fig.3-13 SEM micrographs of plasma nitrided specimen
(Treated material: Pure iron, Peening pressure: 0.6MPa, Peening time: 10s)

次に、Polishedシリーズに対して窒化を施したNシリーズに注目すると、結晶粒界に沿って化合物層が形成されていることがわかる。これは、粒界における窒素の拡散速度が粒内と比較して高いためと考えられる⁽⁴⁴⁾。また、FNシリーズの化合物層はNシリーズと比較して厚いことがわかる。これは、FPP処理により形成された微細結晶粒が窒素の拡散を促進させたためと考えられる。

形成された窒化層の厚さを調べるため、試験片の縦断面において硬さの測定を行った。図3-14に、負荷荷重0.245Nで硬さ分布を測定した結果を示す。なお図中の破線は、Fシリーズの測定結果を示している。同図より、両シリーズともに、窒化処理時間が長いほど窒化層厚さが増加していることがわかる。これは窒化時間の増加により、基材への窒素拡散量が増加したためと考えられる。次に、FPP処理の影響に注目すると、FNシリーズはNシリーズと比較して窒化層の厚さが増加していることがわかる。これは、前項の結果と併せて考えると、FNシリーズの場合には、FPP処理により窒素の拡散速度が上昇したためと考えられる。しかしながら、表面近傍の化合物層の硬さはほぼ同程度の値を示し、顕著な差は認められないことがわかる。したがって、両シリーズに形成された窒化層の結晶構造に差は認められないものと推察される。



(a) Nitriding time 8hr



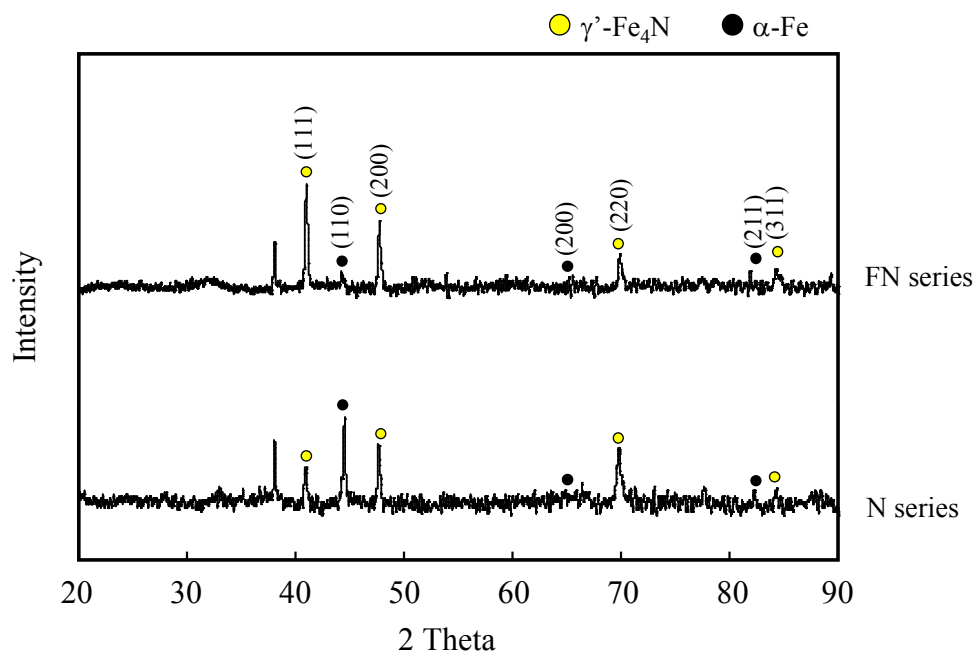
(b) Nitriding time 24hr

Fig.3-14 Distribution of Vickers hardness of plasma nitrided specimen
(Treated material: Pure iron, Peening pressure: 0.6MPa, Peening time: 10s)

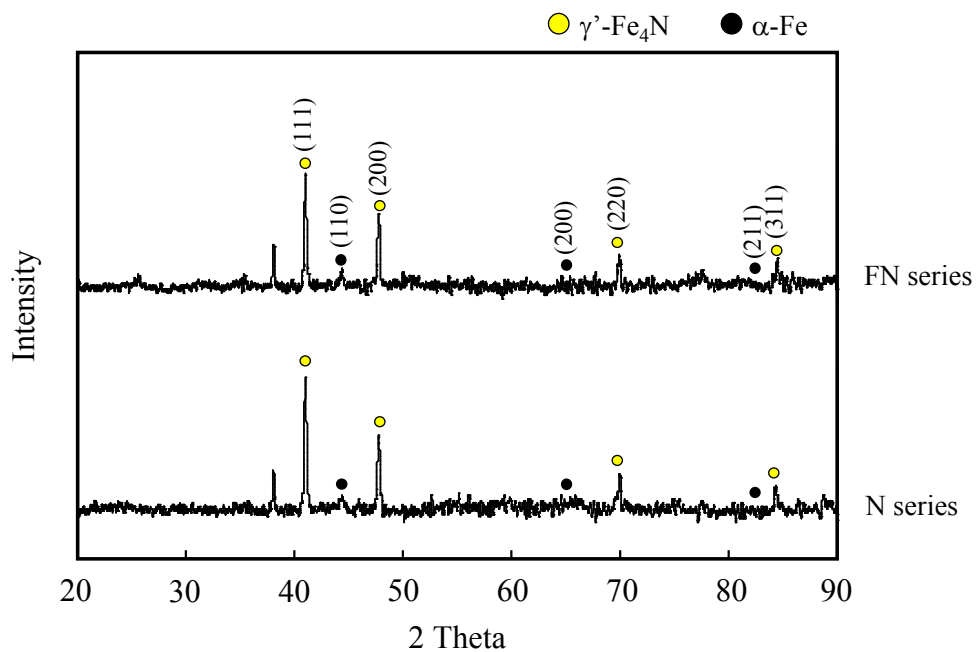
この点について検討を加えるため、XRDを用いて窒化層の結晶構造分析を行った。図3-15にその結果を示す。同図より、プラズマ窒化を施した試験片には、 γ' -Fe₄Nが形成されていることがわかる。この結果は、図3-13に示した組織観察結果と一致するものである。次に8hrシリーズに注目すると（図3-15(a)）、Nシリーズの場合には γ' -Fe₄Nの回折ピークが検出されているものの、 α -Fe(110)の回折ピーク強度が最も高いことがわかる。これに対してFNシリーズの場合には、 α -Fe(110)の回折ピーク強度は極めて低いことがわかる。このことは、窒化処理前にFPP処理を施すことにより、窒化反応が促進されることを示すものである。

次に24hrシリーズに注目すると（図3-15(b)）、N, FNシリーズともに α -Feの回折ピーク強度は極めて低く、 γ' -Fe₄Nの回折ピーク強度が高いことがわかる。このことは、両シリーズの被処理面において鉄窒化物が一樣に形成され、窒化反応が完了していることを示すものである。また、両シリーズに形成される窒化層の結晶構造に差は認められないことから、前処理として施すFPP処理は、窒化層の形成速度を上昇させる効果を有しているが、窒化層の結晶構造には影響を及ぼさないものと考えられる。

これまで述べた一連の結果について、図3-16に示す図を用いて説明する。同図は、硬さ分布より算出した窒化層厚さと窒化処理時間の平方根との関係を示した図である。すなわち、同図の直線の傾きは、窒化層の形成速度を示すものである。まずNシリーズに注目すると、窒化時間の平方根と窒化層厚さは比例関係にあることがわかる。この結果は、窒素拡散層の深さが放物線則に従うという従来の報告と一致するものである。次に、FNシリーズに注目すると、その窒化層はNシリーズと比較して厚く、FPP処理により形成された微細結晶粒が窒素の拡散を促進させていることがわかる。しかしながら、FNシリーズのプロットは同一直線上に存在しておらず、通常の単独窒化材とは異なり窒化層の形成速度が一定でないこと、またFNシリーズのプロットを結ぶ曲線は、Nシリーズの直線と平行な線（破線）に漸近していることがわかる。このことは、FNシリーズの窒化層形成速度は、処理時間が増加するに伴い低下し、やがてNシリーズと同程度の値となることを意味している。これは、被処理材の結晶粒が深さ方向に進むにしたがい粗大となること、また前項で述べたように熱処理工程において結晶粒の再結晶化が生じるためと考えられる。



(a) Nitriding time 8hr



(b) Nitriding time 24hr

Fig.3-15 XRD analysis of plasma nitrided specimen

(Treated material: Pure iron, Peening pressure: 0.6MPa, Peening time: 10s)

以上より，純鉄に対してFPP処理を施すことにより窒素の拡散速度が上昇するため，厚い改質層が形成されることが明らかとなった．その際，処理時間が増加するに伴い窒素拡散速度は徐々に低下し，やがては窒化単独材と同程度の拡散速度に収束することから，とくに熱処理の初期段階においてFPP処理による微視組織変化が窒素拡散挙動に影響を及ぼすものと考えられる．

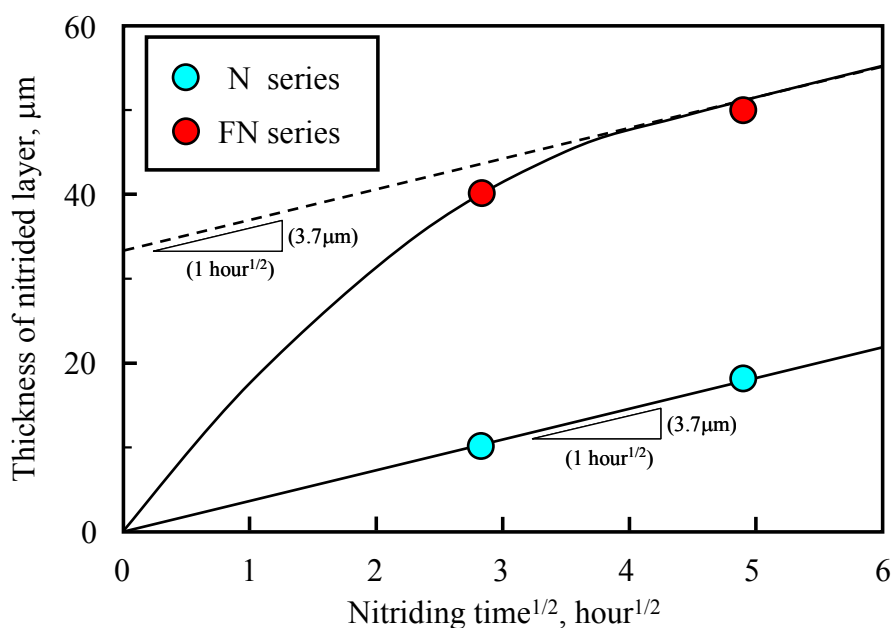


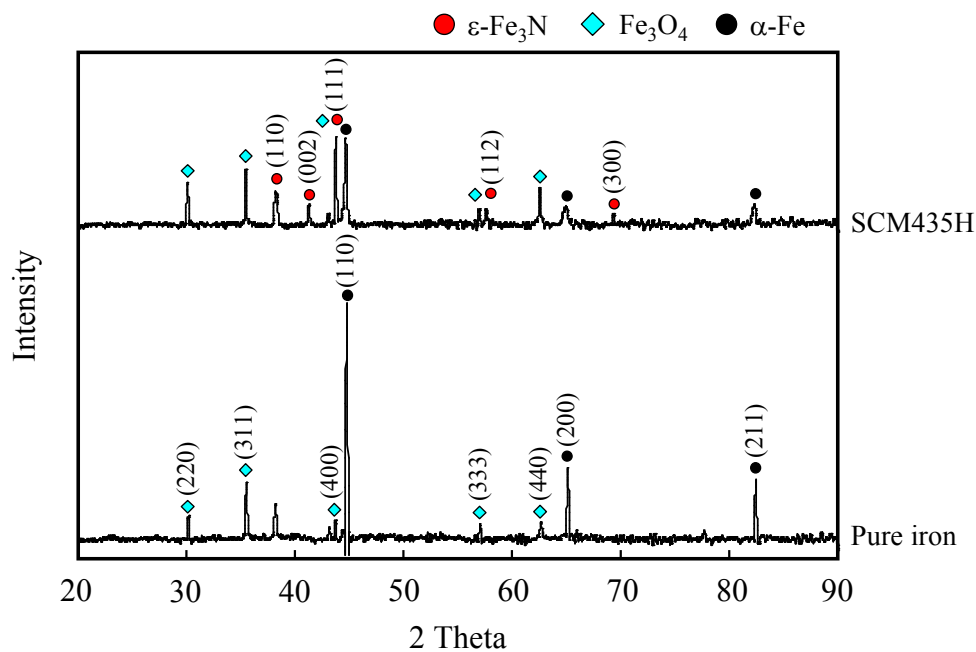
Fig.3-16 Relationship between thickness of nitrided layer and the square of nitriding time
(Treated material: Pure iron, Peening pressure: 0.6MPa, Peening time: 10s)

3.3.3 複合表面改質による鋼の微視組織変化に及ぼす被処理材組織の影響

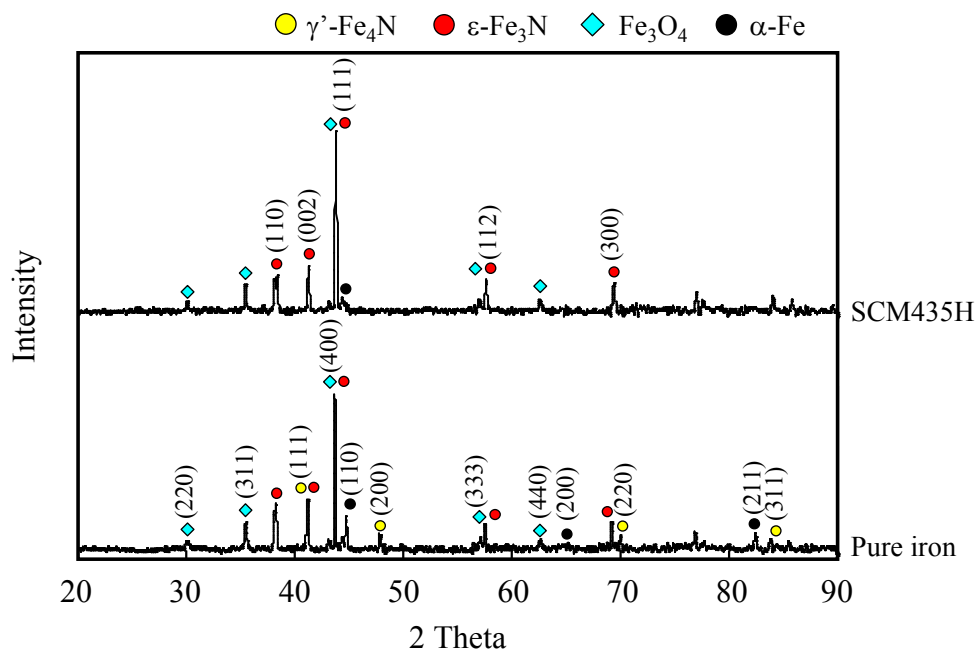
前項までは、二段目の表面改質プロセスに関わる因子が純鉄の改質層形成機構に及ぼす影響について検討を加え、それらが果たす役割を明確にした。本項では、被処理材の微視組織に関わる因子、すなわち材料に添加される合金元素や結晶粒径が、複合表面改質による改質層形成機構に及ぼす影響について検討を加えることとする。

窒素が合金鋼に拡散侵入する際、クロムやアルミニウムが基材に含まれていれば、窒素はこれらの合金元素と結合することにより高硬度な窒化層を形成する。そこで、窒素の反応拡散挙動に及ぼす合金元素の影響について検討を加えるため、本項ではクロムモリブデン鋼 (SCM435H) を用いることとする。図3-17に、ガス窒化を施したSCM435H鋼についてXRDによる結晶構造分析を行った結果を、純鉄の結果と併せて示す。まず同図(a)より、Nシリーズに注目すると、SCM435H鋼には ϵ -Fe₃Nの回折ピークが検出されているのに対して、純鉄にはそのような回折ピークは認められず、窒化物が形成されていないことがわかる。これは、SCM435H鋼には窒素と親和性の高いクロム元素が含有されているため、純鉄と比較して窒化反応が顕著に生じるためと考えられる。

次に、FNシリーズに注目すると(同図(b))、両鋼種ともに窒化物が形成されていることがわかる。これは、前述したようにFPP処理を施すことにより窒素の拡散現象が促進され、厚い窒化層が形成されたためと考えられる。しかしながら、形成された窒化物に注目すると、SCM435H鋼には ϵ -Fe₃N、純鉄には ϵ -Fe₃Nと γ' -Fe₄Nの両者が混在しており、両シリーズに形成される窒化物は異なっていることがわかる。一般に、窒化過程において γ' -Fe₄Nが生成した後に ϵ -Fe₃Nが生成されること⁽¹⁰⁷⁾、また窒素ポテンシャルが低い場合には γ' -Fe₄N量が増加すること⁽¹⁰⁸⁾、⁽¹⁰⁹⁾が報告されている。このことから、FPP処理を施した試験片の場合にも、SCM435H鋼は純鉄と比較して窒化反応が促進されるものと考えられる。



(a) N series



(b) FN series

Fig.3-17 XRD analysis of gas nitrided specimen
(Treated material: SCM435H and Pure iron, Peening time: 10s)

SCM435H鋼の窒化挙動について検討を加えるため、硬さの測定を行った。図3-18に、その結果を示す。同図より、表面近傍においてFNシリーズはNシリーズと比較して硬さが上昇していることがわかる。これは、FPP処理により形成された化合物層の構造が変化したためと考えられる。一方、図3-14に示した純鉄の硬さ分布では、FPP処理による化合物層の硬さ上昇は認められなかったことから、FPP処理を施した鋼においては、添加合金元素が窒化挙動に影響を及ぼしているものと考えられる。

この点について検討を加えるため、GD-OESを用いて深さ方向における元素分析を行った。図3-19に、その結果を示す。同図(a)より、FNシリーズはNシリーズと比較して窒素の存在領域が深いことがわかる。これは、FPP処理を施すことにより厚い化合物層が形成されたためである。次に、クロム元素に注目すると(同図(b))、FNシリーズはNシリーズと比較して検出強度が低いことがわかる。一方、鉄元素の場合にはその検出強度は逆転しており、FNシリーズの方が高い検出強度であることがわかる(同図(c))。このことから、クロムを含む合金鋼に対してFPP処理を施した場合には、窒素化合物層の組成が変化するものと考えられる。具体的には、FNシリーズの化合物層においては、鉄窒化物の割合が多いものと考えられる。

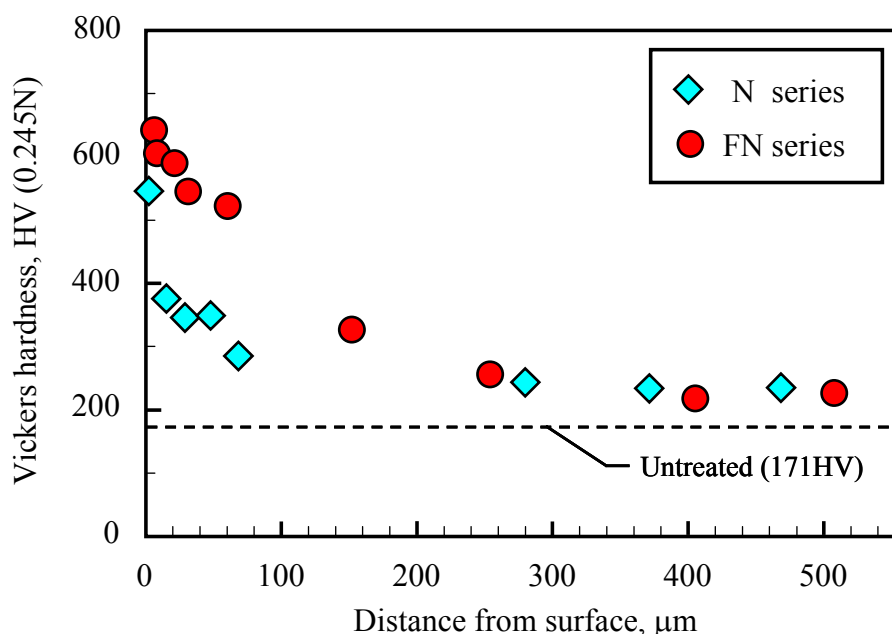
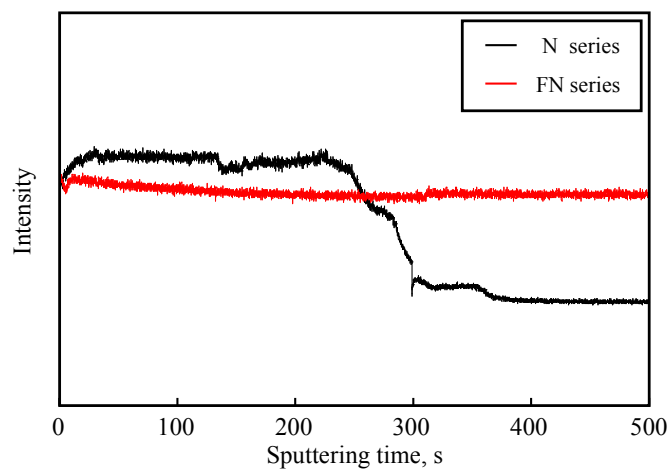
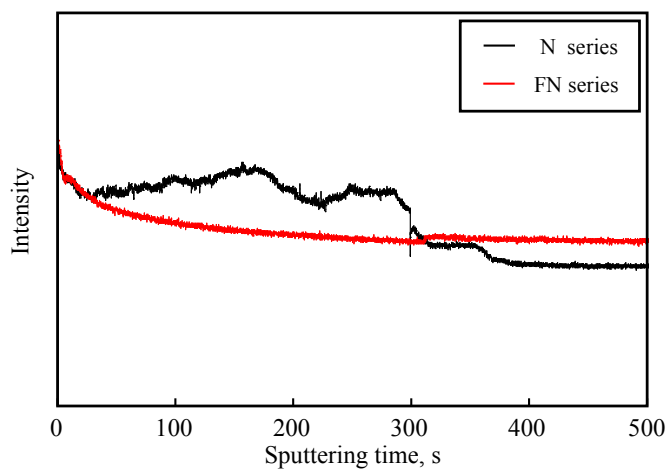


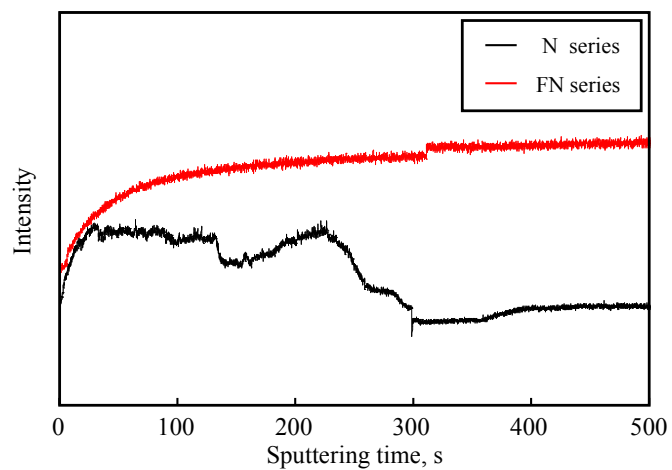
Fig.3-18 Distribution of Vickers hardness of gas nitrided specimen
(Treated material: SCM435H, Peening pressure: 0.6MPa, Peening time: 10s)



(a) Nitrogen



(b) Chromium



(c) Iron

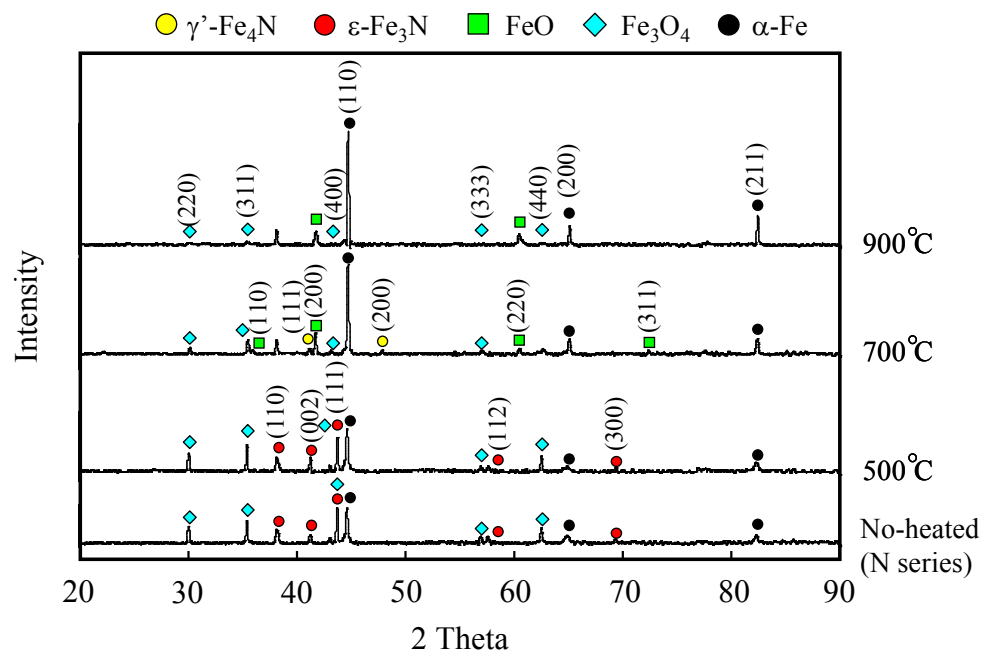
Fig.3-19 GD-OES analysis of N, Cr and Fe

(Treated material: SCM435H, Peening pressure: 0.6MPa, Peening time: 10s)

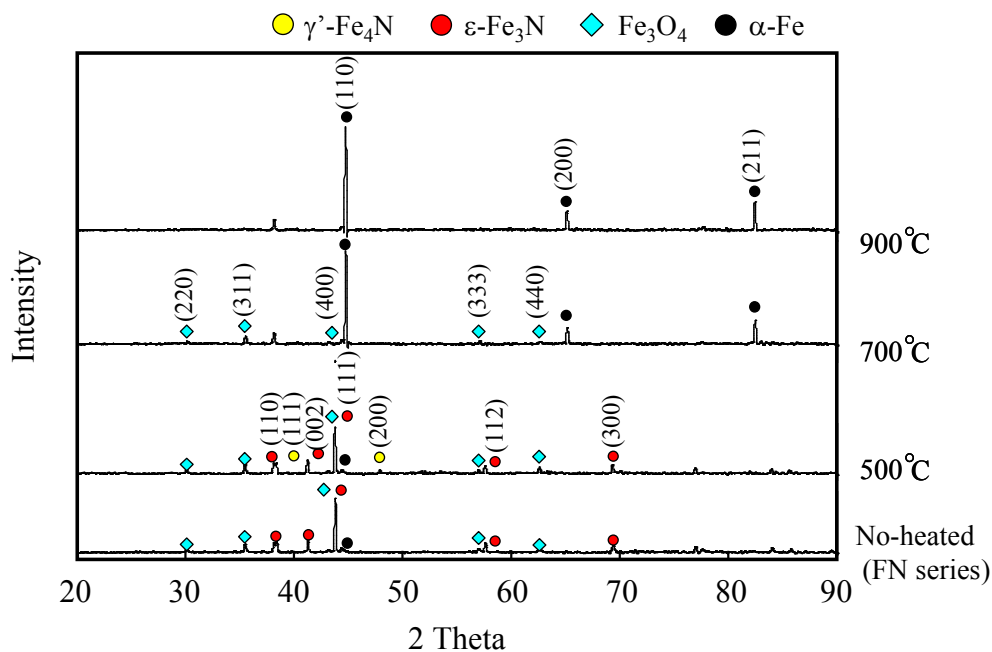
ここで、合金鋼に対して窒化を施した場合には、とくに置換型原子が数原子距離しか移動できない条件下で窒化したときに硬化するといわれている。これは、鋼中に進入した窒素とクロム元素の僅かな移動により形成されるGuinier-Preston zone (GPゾーン)の存在によって、大きな内部歪が生じるためである。Driverら⁽¹¹⁰⁾は、Moを添加した鋼を窒化した場合、置換原子-侵入原子型中間層であるGPゾーンが形成されることを報告しており、このGPゾーンは窒化工程が進行することによりやがては安定相へと変化する。このようなメカニズムから考えると、GPゾーンを有する窒化層に対して加熱することにより、本来の平衡窒化析出物に変化し、窒化層の性状が変化するものと考えられる。そこで、SCM435H鋼に形成された窒化層の熱安定性について検討を加えることを通して、提案する複合表面改質プロセスにより形成される改質層の結晶構造について検討を加えることとする。

図3-20に、XRDを用いて分析を行った結果を示す。同図(a)より、Nシリーズに対して500°Cの再加熱を施した試験片(N+500VAシリーズ)は、再加熱を施していないNシリーズと比較して回折プロファイルに差は認められないことがわかる。これに対して、700°Cで再加熱を施した試験片の場合には、 ϵ -Fe₃Nが消失し、 γ' -Fe₄Nが生じていること、さらに900°Cで処理を施した試験片の場合には、窒化物の回折ピークは検出されず、 α -Feの回折ピーク強度が増加していることがわかる。これは、加熱により化合物層が分解したためと考えられる⁽¹¹¹⁾。窒化を施した鋼に対して焼入れを施した場合、化合物層の分解により生じた窒素が材料内部に拡散することが報告されているが、本研究では再加熱による拡散層の硬さの上昇は認められなかった。このことから、分解された窒素は材料外部に放出されたものと考えられる。

次に、FN+VAシリーズに注目すると(同図(b))、500°Cで再加熱を施した試験片には γ' -Fe₄Nの回折ピークが検出され、Nシリーズと比較して低い温度で γ' -Fe₄Nが析出していることがわかる。このことは、FNシリーズの化合物層が分解しやすいことを示すものである。これは、FNシリーズの化合物層には鉄窒化物の量が多いことに起因しているものと考えられる。以上より、合金鋼に対してFPP処理を施した場合には、二段目の窒化工程において形成される窒化層の構造が変化することが明らかとなった。



(a) N series



(b) FN series

Fig.3-20 XRD analysis of gas nitrided specimen

(Treated material: SCM435H, Peening pressure: 0.6MPa, Peening time: 10s)

次に、鋼の窒化挙動に及ぼす基材結晶粒径の影響について検討を加えるため、種々の時間でFPP処理を施した後にガス窒化を施したSCM435H鋼に対して、XRDによる分析を行った。図3-21に、その結果を示す。同図より、全ての試験片には、鉄窒化物である ϵ -Fe₃Nの回折ピークが検出されていることがわかる。しかしながら、その回折ピーク強度はFPP処理時間により異なっており、FPP処理時間の増加に伴い窒化物の回折ピーク強度が増加していることがわかる。これは、FPP処理条件、すなわちFPP処理により形成された微細結晶粒が二段目の窒化挙動に影響を及ぼしているものと考えられる。

この点について検討を加えるため、窒化を施す前の基材の結晶粒径と、その試験片に対してガス窒化を施した試験片の窒化割合との関係を調べることにした。図3-22は、種々の条件でFPP処理を施した試験片について調べた結果である。なお、窒化割合は、 α -Fe(110)の回折ピーク強度と ϵ -Fe₃N(111)面の回折ピーク強度の比とした。同図から、FPP処理を施すことにより、単独窒化材と比較して窒化割合が増加してい

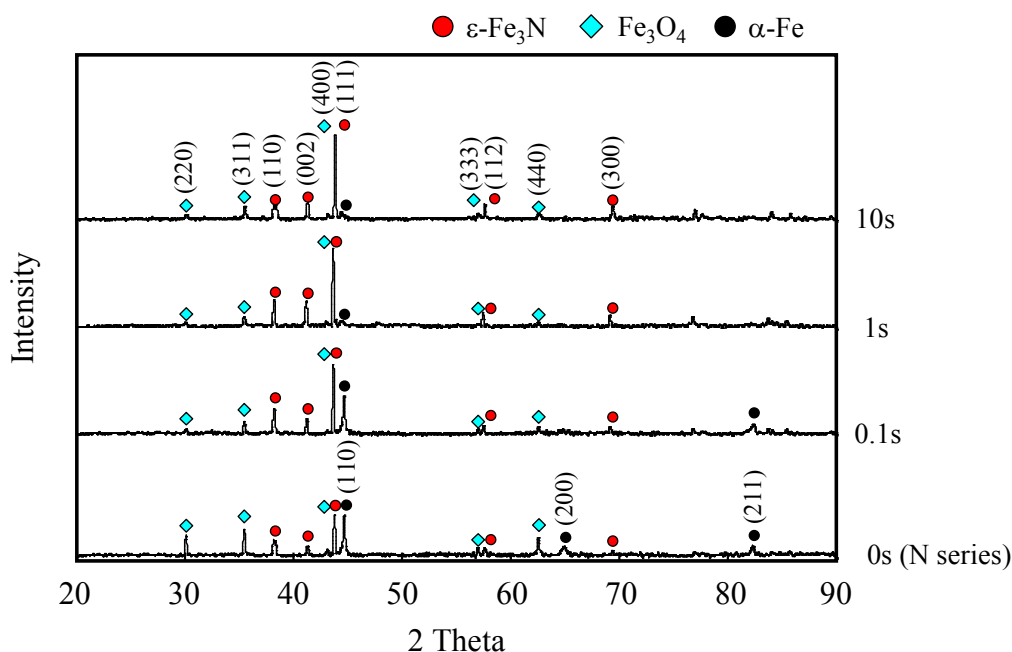


Fig.3-21 XRD analysis of gas nitrided specimen
(Treated material: SCM435H, Peening pressure: 0.6MPa)

ることがわかる。また、基材結晶粒径が小さいほど、窒化割合は高い値を示していることがわかる。このことは、FPP処理により形成された結晶粒の大きさが窒化反応に影響を及ぼしていること、すなわち形成された結晶粒径が窒化速度を決定することを示すものである。

以上から、添加合金元素や基材結晶粒径は、複合表面改質により形成される窒化層の結晶構造に及ぼすことが明らかとなった。

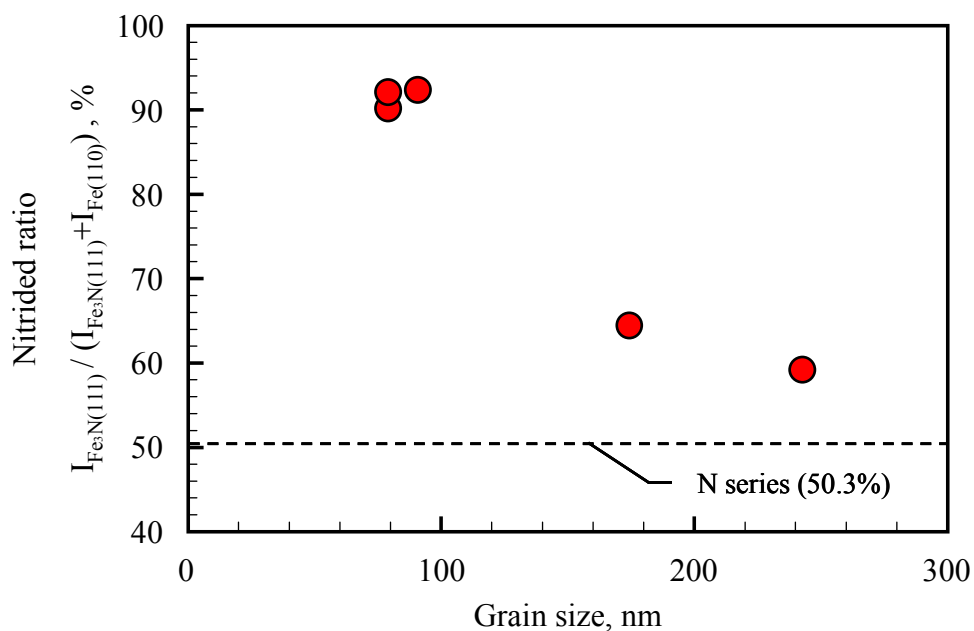


Fig.3-22 Relationship between grain size and nitrided ratio
(Treated material: SCM435H)

3.4 結言

本章では、微粒子ピーニングを前処理として利用した複合表面改質プロセスによる改質層形成メカニズムに対して影響を及ぼす因子を抽出し、それらが果たす役割について検討を加えた。その際、二段目の表面改質プロセスが行われる環境に関わる因子（処理温度、処理時間）や基材の微視組織に関わる因子（結晶粒径、添加合金元素）に注目して、複合表面改質プロセスを施した鋼における元素の反応拡散挙動について検討を加えた。

微粒子ピーニングを施した鋼は、焼なまし鋼と比較して改質層の形成速度が高いこと、またそれにより改質層の厚さが増加することを明らかとした。これは、微粒子ピーニングにより形成される微細結晶粒が元素の拡散を促進させるためである。その際、二段目の熱処理工程においては、微粒子ピーニングにより形成された微視組織の再結晶が生じるものの、元素の拡散促進効果を妨げることはない。なお、合金元素が添加された鋼に対して微粒子ピーニングを施した場合には、形成される改質層厚さが増加することに加え、その結晶構造が変化する。また、表面に保護性皮膜が形成されるような元素種や鋼種を選択した場合には、本プロセスによる改質層厚さの増加は生じない。

さらに、本プロセスにおいて形成される元素拡散領域は、二段目の処理プロセス温度が支配的であったことから、微粒子ピーニングにより形成される微細結晶粒は熱処理の改質効果を高めるものの、複合表面改質プロセス工程において生じる物理現象を支配する最重要因子ではないことも同時に明らかとした。

以上のように本章では、微粒子ピーニングを施した鋼の元素拡散挙動を支配する因子を特定し、その役割を明らかとした。本章で得られた知見は、微粒子ピーニングを利用した複合表面改質プロセスを行うための処理条件の設定に対する実用上の指針となりうるものである。

第4章

微粒子ピーニングによる微視組織変化を利用した 高強度窒素化合物層の創製

4.1 諸言

第3章では、微粒子ピーニングを前処理として利用する複合表面改質プロセス工程において生じる物理現象について一連の検討・考察を加え、微粒子ピーニングを施した鋼に対して熱処理を施した場合には、微細結晶粒の再結晶よりも元素の拡散が支配的に生じるため、焼なまし鋼と比較して元素の拡散速度が高いことを明らかとした。これらの基礎的な知見を踏まえ、本章ではガス窒化を例に挙げ、微粒子ピーニングを前処理として利用する複合表面改質が鉄鋼材料の疲労特性に及ぼす影響について検討を加えることとする。

元素拡散法の一つである窒化処理は、鉄鋼材料を NH_3 雰囲気中で加熱することにより、被処理材の表面に高硬度層を形成させることが可能である⁽¹¹²⁾⁻⁽¹¹⁵⁾。この高硬度層は、化合物層とその直下に存在する窒素固溶層（拡散層）から構成されており、金属材料の疲労特性および摩耗特性の改善に寄与することが知られている。しかしながら、被処理面に形成される化合物層が脆弱である場合には、被処理材の引張強度や疲労強度が低下することが報告されている^{(116),(117)}。

化合物層の形成メカニズムについては様々な観点から研究⁽¹¹⁸⁾⁻⁽¹²²⁾が行われており、例えば高山ら⁽¹¹⁸⁾は、孔を多く含む化合物層には酸素が濃化していること、また塩谷ら⁽¹¹⁹⁾は窒化処理中の酸素分圧の増加に伴い、形成される化合物層が厚くなることを報告しており、化合物層の成長機構と酸素元素には密接な関係がある⁽¹²⁰⁾と考えられている。Hosmaniら^{(121),(122)}は、クロムを添加した合金鋼と純鉄における化合物層の孔形成メカニズムについて検討を加えており、孔の形成は窒素原子の再結合によって発生した窒素ガスが材料外部に放出することにより生じることを報告している。

また、金属材料の疲労特性に及ぼす化合物層の影響について検討を加えている研究報告^{(59), (77), (82), (117), (123)-(125)}に注目すると、例えばPellizzariら⁽¹²⁴⁾は、破壊力学的観点から鋼の疲労特性に及ぼす化合物層厚さの影響について検討を加え、疲労き裂が停留する臨界化合物層厚さが存在することを明らかとしている。一方で、森野ら⁽¹²⁵⁾は、化合物層は疲労き裂の発生を抑制するため、疲労破壊の起点が表面から内部に遷移し、被処理材の疲労寿命が大幅に増加することを報告している。以上の報告より、窒化処理条件や材料種によって材料の疲労特性に及ぼす化合物層の影響は様々であるが、化合物層の性状が窒化材の疲労特性に影響を及ぼしていることは明らかである。そのため、化合物層による疲労強度の低下を防ぐため、実用的観点からは破壊起点となりうる孔を含む層の厚さが化合物層全体の3分の1以下である場合を良品とする判定法が経験的に用いられており、それ以上の厚さである場合には窒化後に研削やブラスト処理等を施すことが多いようである。

しかしながら、窒化材の疲労特性改善を目的として、耐摩耗性や耐食性に優れる化合物層を除去することは機械部品にとって必ずしも有益なことではない。したがって、窒化工程における窒素の反応拡散挙動を変化させることにより疲労強度の低下を導かない化合物層を形成させることができれば、元来化合物層の有する特性を維持しつつ窒化後の仕上げ工程の省略が可能となるため、工業的にも極めて有用な改質手法が確立されるものと考えられる。これまで、熱処理後にピーニングを施すことにより金属材料の疲労特性を改善させる研究⁽⁷⁷⁾⁻⁽⁸⁵⁾は報告されているものの、ピーニングを前処理として利用する複合表面改質プロセスにより鋼の疲労特性を改善させる研究は見当たらない。

このような背景を踏まえ、本章では微粒子ピーニングを窒化の前処理として利用することにより、窒化処理によって形成される化合物層の性状を変化させることを試みることとした。また、提案する複合表面改質プロセスにより形成される化合物層について微視組織学的観点から調べるとともに、それが鋼の疲労特性に及ぼす影響について検討を加えた。

4.2 実験方法

4.2.1 試験片の作製

供試材としては、表4-1に示す化学成分を有するクロムモリブデン鋼 (SCM435H) の丸棒 ($\phi = 16\text{mm}$) を用いた。同材に、 855°C で30分間保持後に水冷の焼入れ、および 580°C で1時間保持の焼戻しを施した。図4-1に、同材の横断面組織を光学顕微鏡により観察した結果を、表4-2に同材の機械的特性を示す。同材を、図4-2(a)に示す平滑材 ($K_t = 1.06$) , および同図(b)に示す切欠きを有する砂時計型の試験片 ($K_t = 2.36$) に機械加工した後、試験片の最小径部に対して電解研磨を施した (以下、未処理材と呼ぶ)。本研究では、未処理材に対して微粒子ピーニングを施した後にガス窒化を施した複合表面改質材 (FNシリーズ) , 微粒子ピーニングおよびガス窒化をそれぞれ単独で施した試験片 (以下、FシリーズおよびNシリーズ) を準備した。これらの表面処理順序とその呼称については、図4-3のフローチャートにまとめて示す。また、

Table 4-1 Chemical composition of SCM435H steel (mass%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	V	Cu	Al	Fe
0.37	0.21	0.82	0.011	0.013	0.09	1.10	0.15	0.01	0.10	0.017	Bal.

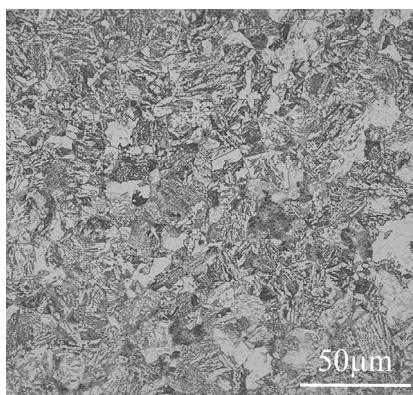
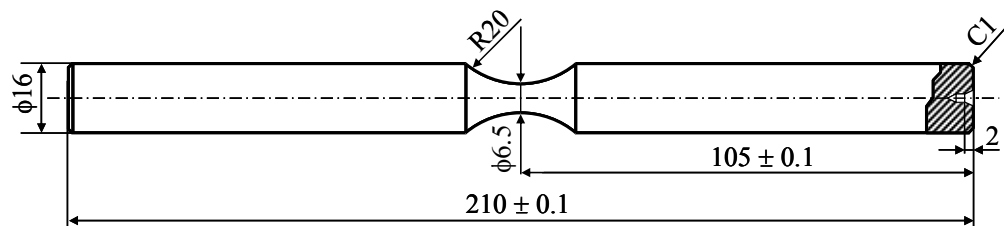


Fig.4-1 Microstructure of SCM435H steel

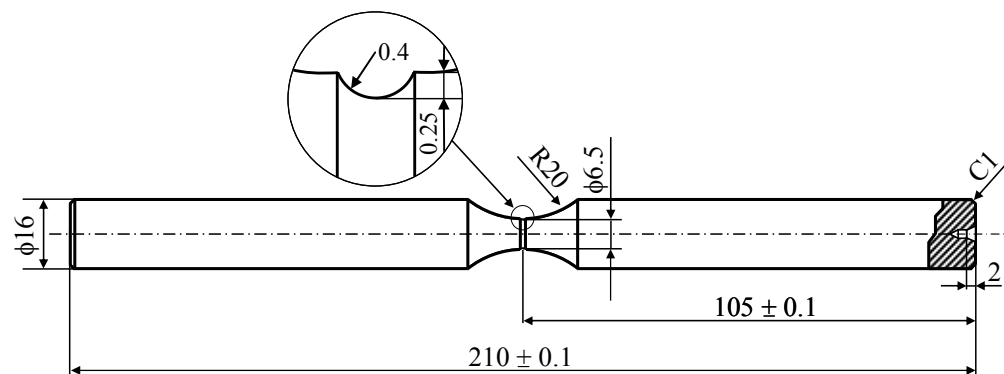
導入理由については後述するが、ガス窒化後に微粒子ピーニングを施した試験片（NFシリーズ）、NおよびFNシリーズに電解研磨を施した試験片（NP, FNPシリーズ）も準備した。なお、シリーズ名のF, N, Pはそれぞれ微粒子ピーニング（Fine particle peening）、窒化処理（Nitriding）、研磨（Polishing）を表しており、その順序は処理の施行順序を示している。

Table 4-2 Mechanical properties of SCM435H

0.2% proof strength	Tensile strength	Elongation	Reduction of area
898MPa	1006MPa	20%	62



(a) Smooth specimen



(b) Notched specimen

Fig.4-2 Specimen configurations

FPP処理は、表4-3の条件下で、吸引式投射装置を用いて行った。その際、投射粒子には、平均粒径55 μ mの高速工具鋼（SKH59）製硬質粒子（876HV）を用いた。FPP処理を行う際には、小型旋盤を用いて試験片を回転させることにより、最小径部の全周にわたり均等に処理が施されるよう留意した。また、ガス窒化処理は、第3章と同様の条件のもとで行った。

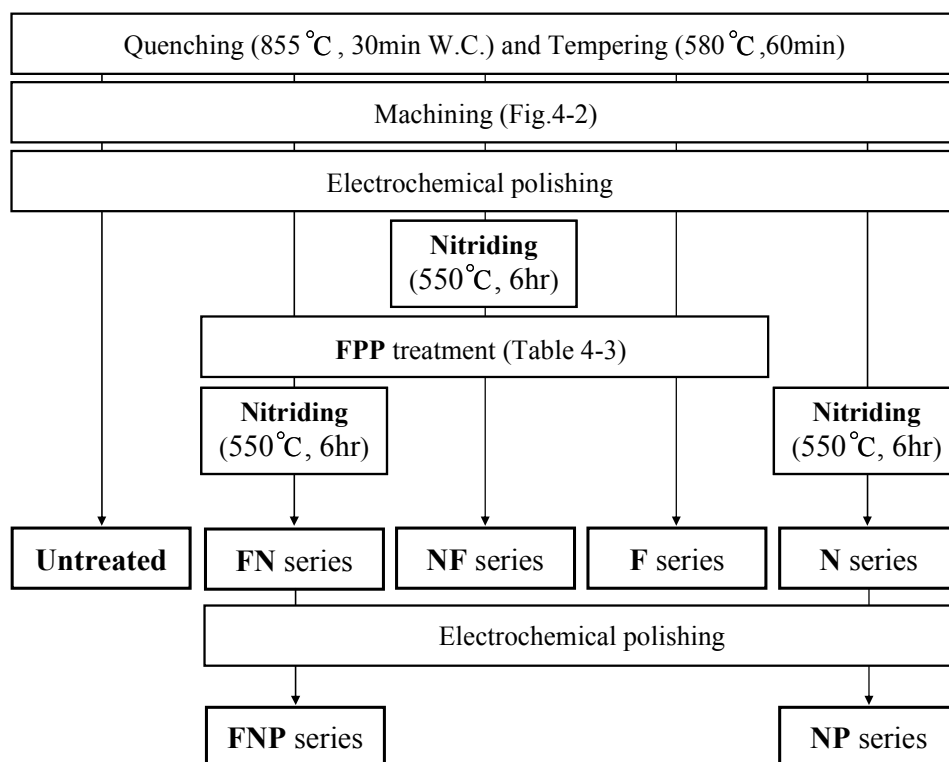


Fig.4-3 Flowchart illustrating the specimen preparation processes

Table 4-3 FPP treatment particulars

Treatment apparatus	Suction type
Shot particles	SKH59
Peening pressure, MPa	0.6
Peening time, s	60
Nozzle distance, mm	100

4.2.2 分析および試験方法

作製した試験片に対しては、光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡（Scanning electron microscope: SEM）、電子線プローブマイクロアナライザー（Electron probe micro analyzer: EPMA）、エネルギー分散型蛍光 X 線分光装置（Energy dispersive spectroscopy: EDS）を用いて、微視組織の観察および分析を行った。

残留応力の測定には、微小部X線応力測定装置（リガク製・PSPCシステム）を用いた。表4-4に測定条件を示す。なお、測定はCr-K α 線211回折線を利用して試験片最小径部において行い、X線検出器の走査線方向は試験片軸と一致するようにした。その際、切欠底における残留応力の測定は困難であるため、表面改質プロセスを施した平滑材（図4-2(a)）を用いて行った。

また、深さ方向の残留応力分布の測定は以下のような手順により行った。まず、試験片最小径部の5mm四方を残してマスキングし、その状態で表面における残留応力を測定した。次に、露出している部分を電解法により研磨した後、同条件のもとで残留応力測定を行った。なお、残留応力の値は、 $\sin^2\psi$ 法により算出した。

Table 4-4 Residual stress measurement particulars

Tube voltage, kV	40
Tube current, mA	30
Diffraction angle 2θ , deg	156.4
Incident angle, deg	10, 20, 30, 35, 40
Beam diameter, mm	$\phi 2$
Stress constant, MPa / deg	-317.91

疲労試験は、小野式回転曲げ疲れ試験機を用いて、応力比 $R = -1$ の条件のもと室温・大気中において行った。その際、繰返し速度は3000rpmとし、試験には切欠材（図4-2(b)）を用いた。なお、本研究では、 10^7 回の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。破断後の試験片については、実体顕微鏡およびSEMを用いて破面の観察を行った。

また、鋼の摺動特性に及ぼす複合表面改質プロセスの影響について検討を加えるため、直径15mm、厚さ4mmの円盤型試験片に対して、表4-5に示す条件のもと摩擦・摩耗試験を行った。なお試験には、ボールオンディスク往復摺動形式の摩擦・摩耗試験機を用い、室温・大気中において無潤滑下で試験を行った。また、(2-5)式より、この条件において、アルミナボールと基材との接触部における最大接触圧 P_{\max} は約750MPaである。

Table 4-5 Condition of ball-on-disk reciprocating tribological tests

Load, N	9.8
Reciprocating ball	Alumina
Ball diameter, mm	10
Sliding speed, mm/s	5
Stroke, mm	8
Test cycles	2000

4.3 実験結果および考察

4.3.1 微粒子ピーニングを施した鋼に形成される窒化層の分析

図4-4に、疲労試験片最小径部の横断面上において、深さ方向に硬さ分布を測定した結果を示す。同図から、FPP処理後に窒化を施したFNシリーズおよび窒化のみを施したNシリーズは、表面から約300 μm の領域において未処理材(310HV)と比較して硬さが上昇していることがわかる。この硬化層は窒素の拡散により形成されたものであり、内部に向かって傾斜的に硬さが変化していることがわかる。また、表面近傍において、FNシリーズはNシリーズと比較して高硬さであることがわかる。

次に、図4-5は被処理面から深さ約10 μm の位置において、測定荷重0.245NのもとFNシリーズおよびNシリーズの硬さを測定した結果である。同図より、両シリーズの硬さには有意な差が認められ、FNシリーズはNシリーズと比較して高硬さであることがわかる。図4-4より、このような窒化層の硬さ上昇領域は表面から約50 μm であり、これはFPP処理のみを施したFシリーズの硬化層とほぼ同程度の深さである。このことから、被処理面近傍におけるFNシリーズの硬度上昇は、一段目に施したFPP処理により窒素の拡散挙動が変化したこと起因しているものと考えられる。

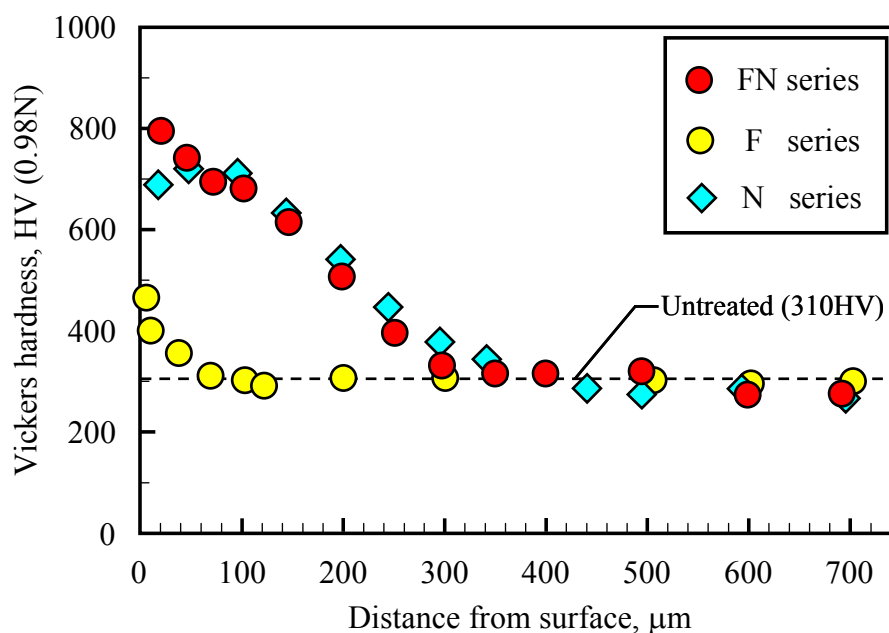


Fig.4-4 Distribution of Vickers hardness

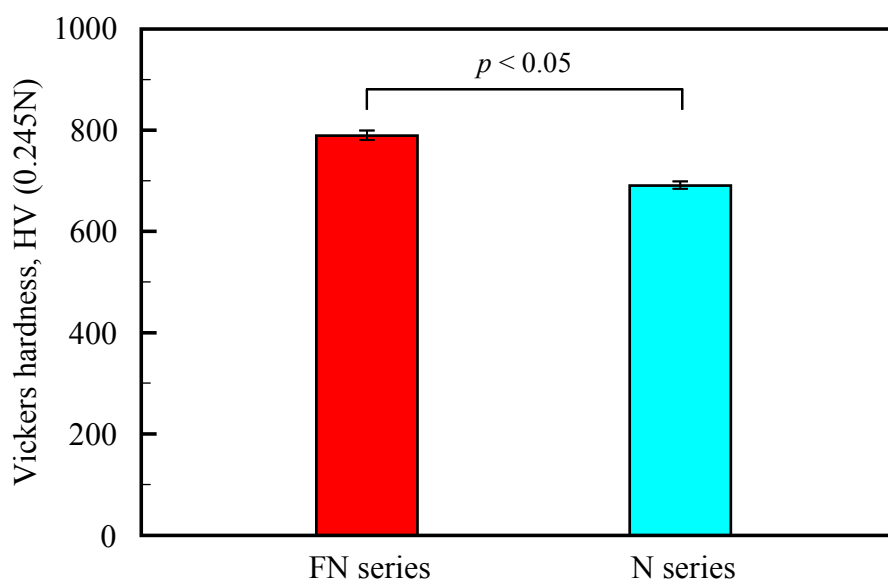


Fig.4-5 Vickers hardness near the treated surface (mean \pm 95% C.I., $n=10$)

今述べた点について検討を加えるため、窒化層に存在する窒素元素の分析を行った。図4-6に、試験片横断面においてEPMAにより窒素の分析を行った結果を示す。なお、同図の白色部は、検出された窒素を示している。まず同図より、両シリーズともに表面近傍の窒素濃度は、材料内部のそれと比較して高いことがわかる。この高窒素濃度を示す組織は、窒化により形成された化合物層である。次に、化合物層の窒素濃度に注目すると、FNシリーズの濃度はNシリーズと比較して高いことがわかる。このことは、FPP処理を施すことにより、窒化工程において窒素の拡散が促進されることを示すものである。Tongら⁽⁴⁴⁾は結晶粒の微細化により窒素の拡散速度が高くなること、またManovaら⁽⁹⁹⁾は基材の結晶粒径が小さいほど窒化時に形成される窒化層が厚くなることを明らかとしている。したがって、FPP処理により形成される微細結晶粒は、二段目の窒化工程において窒素の拡散を促進させたものと考えられる。

図4-7に、2%ナイトール溶液を用いて現出させた横断面組織を、SEMおよび光学顕微鏡により観察した結果を示す。まず光学顕微鏡による組織観察結果に注目すると、両シリーズの表面近傍には、白色を呈する層が認められる。この層は、窒化により形成される化合物層である。XRDにより結晶構造分析を行った結果、化合物層は ϵ -Fe₃Nと γ' -Fe₄Nの混合層であることが明らかとなった。次に、SEMによる組織観察結果に

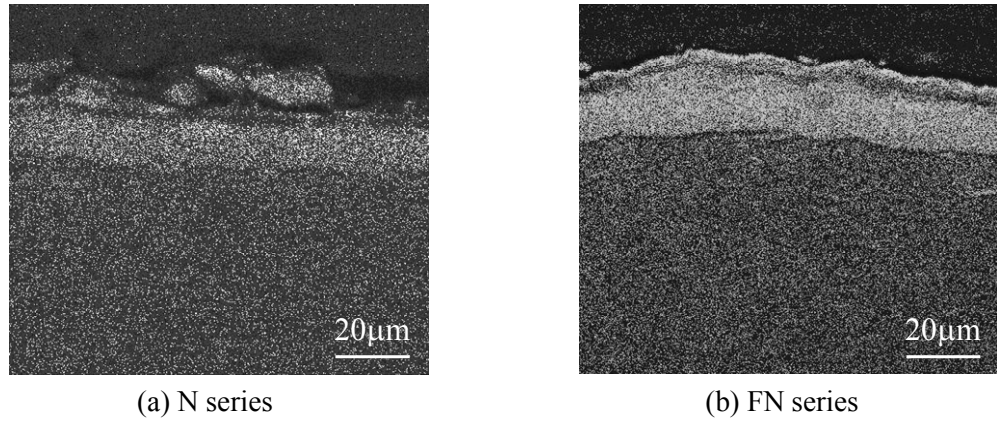


Fig.4-6 Nitrogen analysis by EPMA

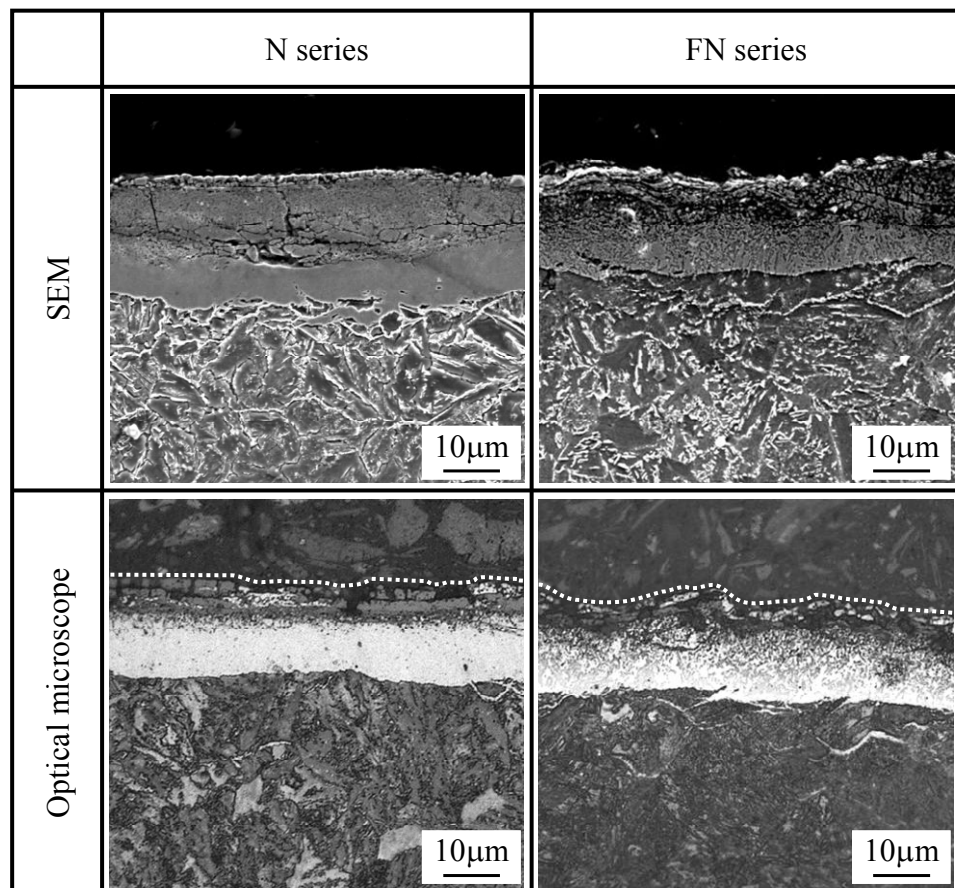


Fig.4-7 Cross-sectional micrographs of the N and FN series

注目すると、Nシリーズの表面近傍には多数の割れが存在していることがわかる。これに対して、FPP処理後に窒化を施したFNシリーズの場合には、そのような割れは認められず、表面近傍は緻密な様相を呈していることがわかる。さらに高倍率で横断面組織を観察した結果、FNシリーズの化合物層には、ピーニングにより強加工された際に生じる特異な組織が認められた(図4-8(b))。このような組織はNシリーズには認められないことから(図4-8(a))、FPP処理による基材の微視組織変化が、二段目の窒化工程における化合物層形成機構に影響を及ぼしているものと推察される。

FPP処理後に窒化を施すことにより、割れの少ない高硬度な化合物層が形成される要因について検討を加えるため、EDSを用いて元素分析を行った。図4-9に、横断面において元素分析を行った結果を示す。なお、同図の縦軸は鉄元素とクロム元素の濃度比である。まずNシリーズの場合には(同図(a))、表面近傍においてクロムの濃度が高く、とくに化合物層の厚さに対応する領域(表面から約20 μm)において、クロム元素が多量に存在していることがわかる。これは、窒素と親和性の高いクロム元素が、窒化工程において外方に拡散したためと考えられる。これに対して、FNシリーズの場合には、Nシリーズと比較してクロム濃度は低く、鉄元素が多量に存在していることがわかる。また、その値は深さ方向においてほぼ一定の値を示しているため、FNシリーズの場合にはクロム元素の選択的窒化反応は生じていないものと考え

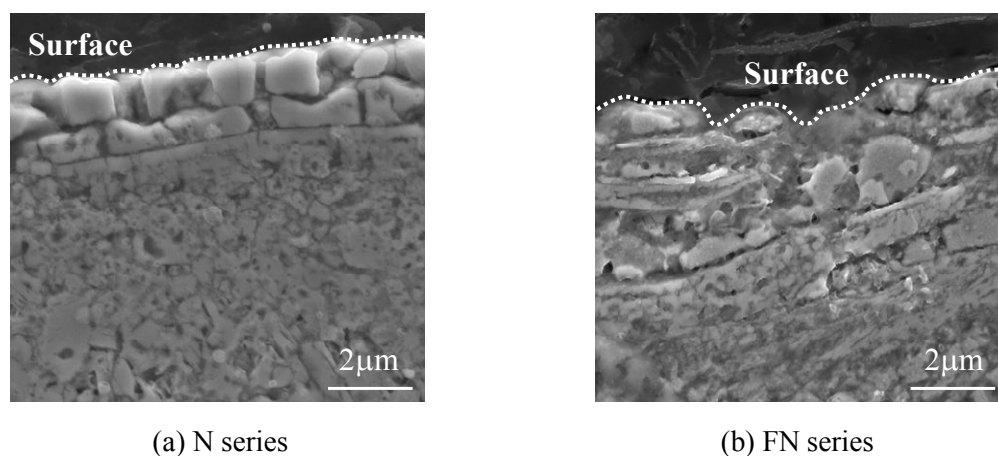
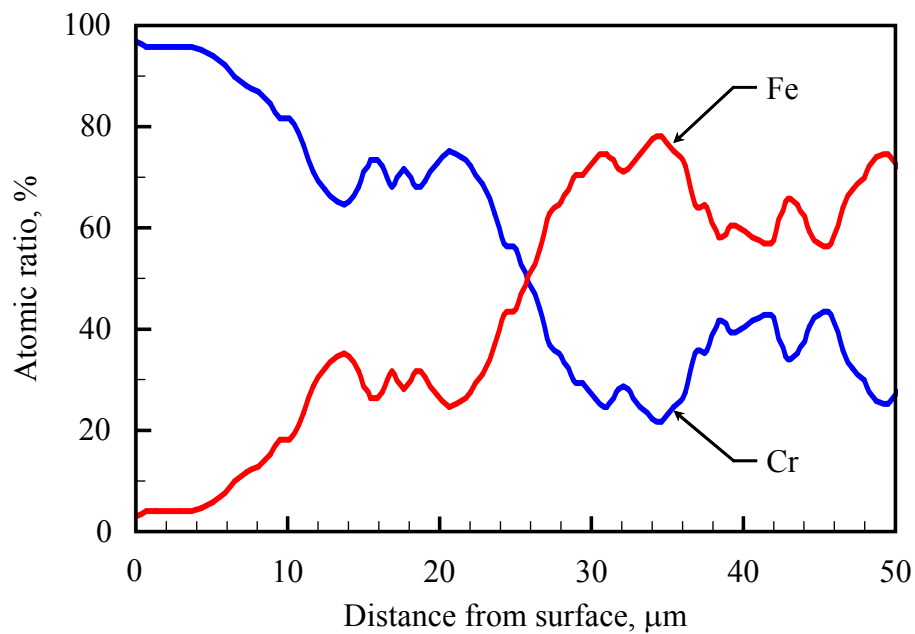
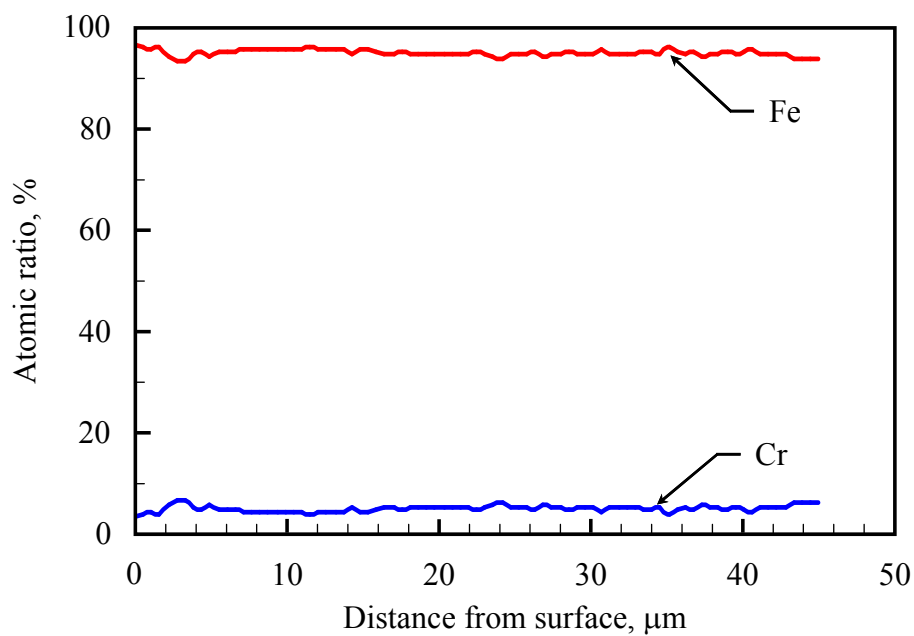


Fig.4-8 Cross-sectional micrographs of the N and FN series at high magnification



(a) N series



(b) FN series

Fig.4-9 EDS analysis

られる。この結果は、第3章で示した結果と一致するものである。Hosmaniら^{(121), (122)}は、窒化を施した鋼において、添加元素であるクロムは鋼中において全てクロム窒化物として存在していること、またそのクロム窒化物の周辺において窒素原子の再結合が生じた後、材料外部へ N_2 が逸脱することにより孔が発生することを報告している。したがって、一段目にFPP処理を施したFNシリーズの場合には、窒化工程における窒素の反応拡散挙動が変化するため、孔の少ない化合物層が形成されたものと考えられる。

次に、圧縮残留応力の測定を行った。図4-10に、深さ方向の残留応力分布を測定した結果を示す。同図から、表面改質プロセスを施した3シリーズには、圧縮残留応力が生起していることがわかる。また、FNシリーズの表面に生起した圧縮残留応力の大きさは、窒化を単独に施したNシリーズとほぼ同程度の値を示していることがわかる。これは、一段目のFPP処理によって導入された残留応力が、二段目の窒化工程における熱影響により解放されたためと考えられる。実際にこの点を確認するために、Fシリーズの試験片に対して、本研究の窒化条件と同様の熱履歴（550°C，6時間）のもとで真空加熱処理を施した試験片（FHシリーズ）を準備し、残留応力の測定を

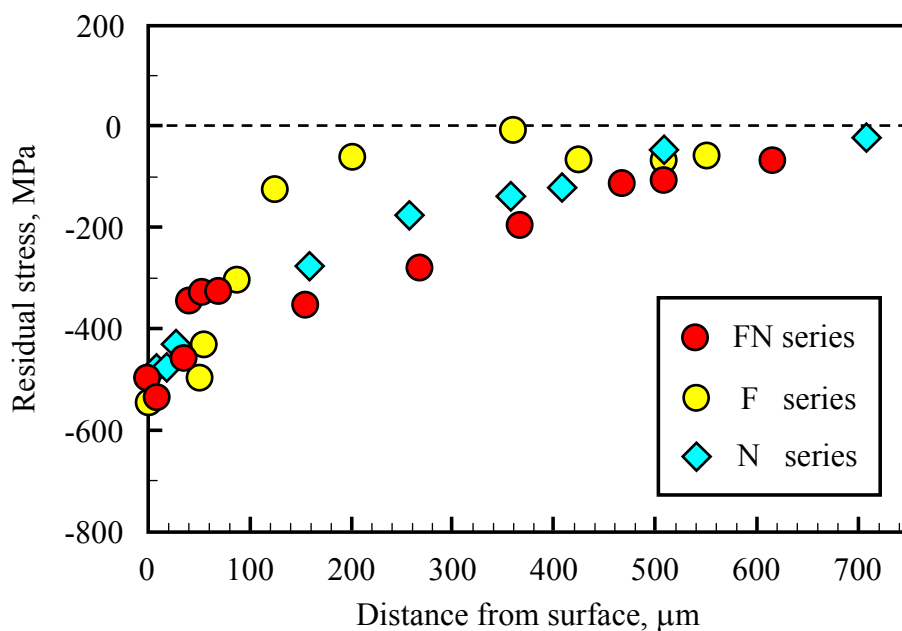


Fig.4-10 Distribution of residual stress

行った。その結果、FHシリーズ表面に存在する圧縮残留応力は、Fシリーズと比較して低い値(82MPa)を示すことが明らかとなった。このことから、FNシリーズの場合には、二段目の窒化工程において圧縮残留応力が生起すると同時に、一段目のFPP処理により生起した圧縮残留応力が窒化時の熱影響により解放されるものと考えられる。したがって、残留応力の観点からはFPP処理と窒化処理を複合化させることによる相乗効果は認められないことが明らかとなった。

4.3.2 複合表面改質を施した鋼の疲労特性を支配する因子の解明

図4-11に、窒化のみを施したNシリーズとFPP処理後に窒化を施したFNシリーズの疲労試験結果を、Fシリーズおよび未処理材の結果とともに示す。ここで、同図の縦軸は、改質層の最表面に負荷される応力振幅 σ_t を示している。なお、 σ_t は応力集中係数と窒化層の縦弾性係数を考慮に入れた(4-1)式を用いて算出した。

$$\sigma_t = K_t \cdot \frac{32 E_n M d_n}{\pi (E_m d_m^4 + E_n (d_n^4 - d_m^4))} \quad \dots (4-1)$$

ここで、 K_t は応力集中係数、 M は曲げモーメント、 E_m 、 E_n は基材および化合物層の縦弾性係数、 d_m 、 d_n は基材および化合物層の直径である。また、 E_m は206GPa、 E_n はナノインデントによる測定値232GPaとした。

同図から、表面改質プロセスを施した3シリーズの疲労強度は未処理材と比較して高いこと、さらにFNシリーズの疲労強度はNシリーズのそれと比較しても高いことが

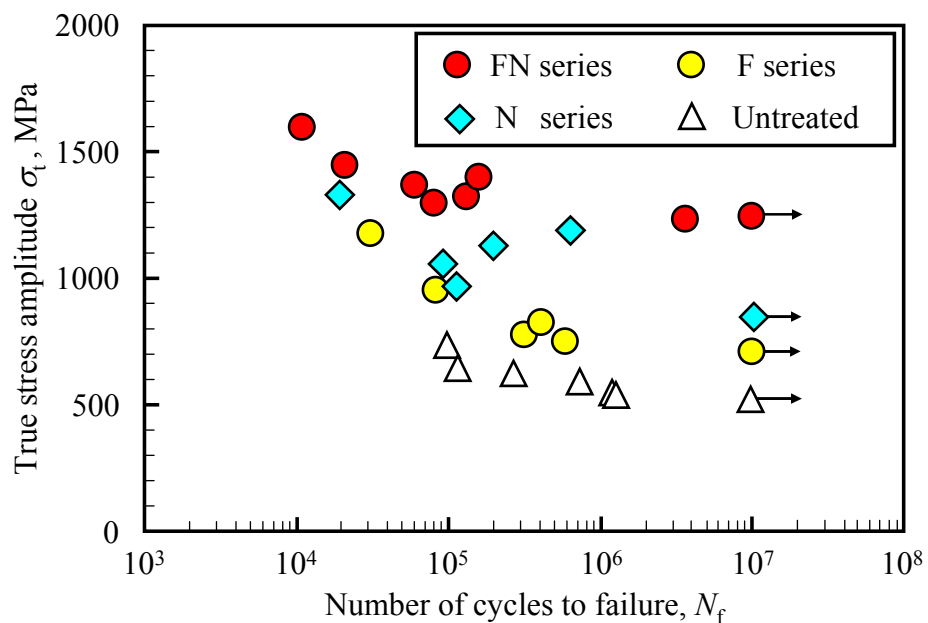


Fig.4-11 Results of fatigue tests

わかる。4.3.1項で述べたように、FNシリーズの場合、一段目のFPP処理により生じた圧縮残留応力は二段目の窒化工程において解放されるため、FNシリーズの表面にはNシリーズと同程度の圧縮残留応力が生起していることを述べた。したがって、両シリーズに生じた疲労強度差は、化合物層の性状に起因しているものと考えられる。

そこで、鋼の疲労特性に及ぼす化合物層の影響について検討を加えるため、NおよびFNシリーズに対して電解研磨を施した試験片（それぞれNP、FNPシリーズ）を準備した。図4-12に、NPとFNPシリーズの横断面をSEMおよび光学顕微鏡により観察した結果を示す。同図より、電解研磨を施したNP、FNPシリーズの化合物層は、図4-7に示したN、FNシリーズと比較して薄いことがわかる。このことは、電解研磨により化合物層の一部が除去されたことを示すものである。とくに、NPシリーズの化合物層に割れは認められず、Nシリーズとは異なる様相を呈していることがわかる。

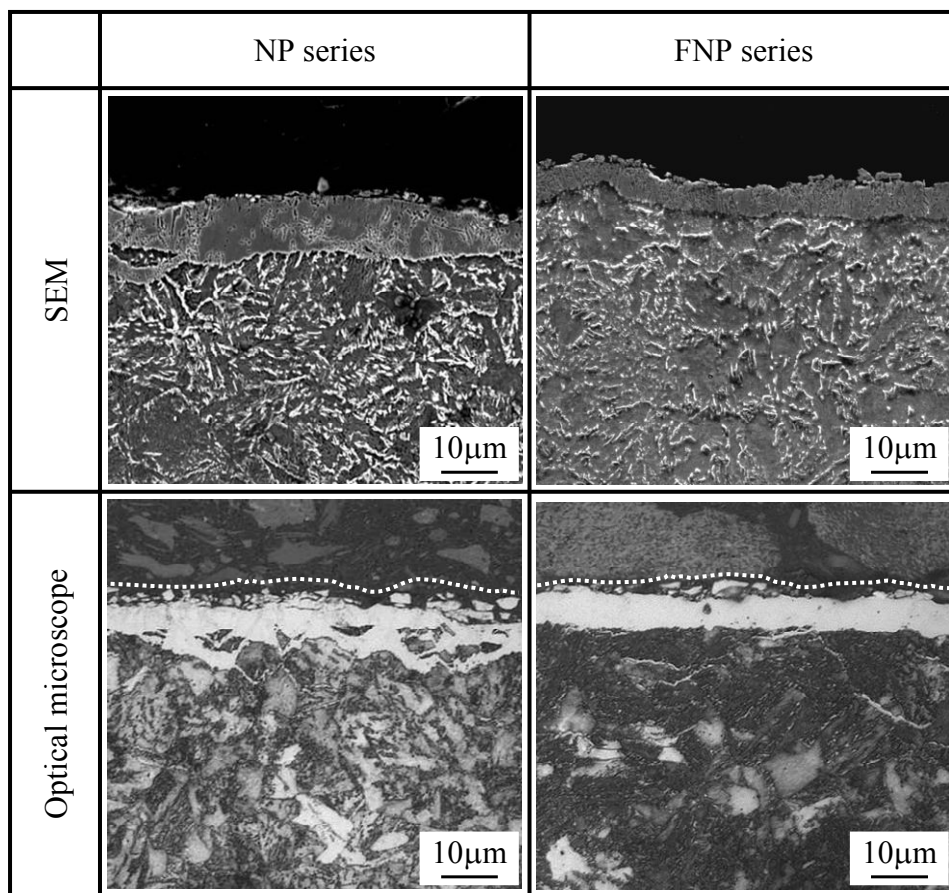


Fig.4-12 Cross-sectional micrographs of the NP and FNP series

図4-13に、電解研磨を施したNPおよびFNPシリーズの疲労試験結果を示す。なお、同図の破線は、図4-11に示したNおよびFNシリーズの疲労試験結果を示している。同図より、NPシリーズはNシリーズと比較して高い疲労強度を示していることがわかる。このことは、Nシリーズの化合物層表面を除去することにより疲労強度が大幅に上昇すること、すなわち、化合物層に存在する割れは疲労強度を低下させることを示すものである。これに対して、FNシリーズの場合には、電解研磨を施すことによる疲労強度の上昇はほとんど認められないことがわかる。この結果は、FNシリーズの表面に形成される化合物層が疲労強度の低下を導いていないことを意味している。

さらに、鋼の疲労特性に及ぼす化合物層の影響について検討を加えるため、小林ら⁽¹¹⁷⁾の提案する窒化材の疲労強度予測法を導入することとした。この手法は、ガス軟窒化およびイオン窒化により生成した化合物層を欠陥とみなし、Murakamiら⁽¹²⁶⁾の提案する疲労強度予測式を用いて疲労強度の予測を行うものである。図4-14に、小林らの提案する疲労強度予測法を用いて算出した疲労強度と、本実験で得られた 10^7 回疲

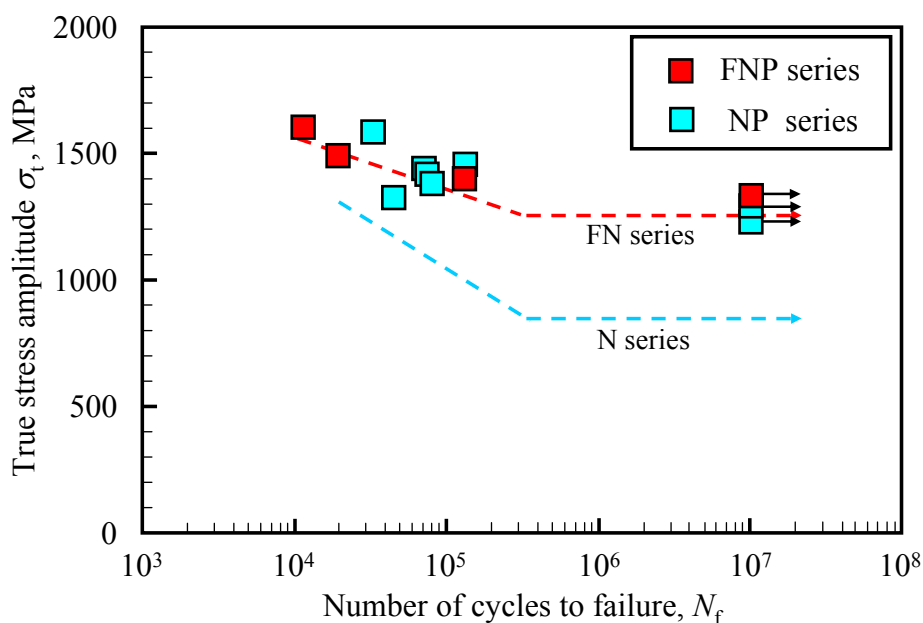


Fig.4-13 Results of fatigue tests

疲労強度の値をまとめて示す。同図より、Nシリーズの場合には、実験値と予測値はほぼ同程度の値を示していることがわかる。これに対して、FNシリーズの実験値は予測値と比較して高く、小林らの提案手法を用いて疲労強度を予測することはできなかった。このことは、複合表面改質プロセスにより形成される化合物層は、窒化を単独で施した場合とは異なり、疲労負荷過程において欠陥として作用しないことを裏付ける結果である。

田中ら⁽¹²⁷⁾は、4点曲げ負荷試験を行うことにより窒化層の静的破壊応力を算出することを試みており、化合物層内に存在する孔は窒化材の強度を低下させること、また、村上ら⁽¹²⁸⁾は、改質層の静的割れ強度以下の応力振幅値においては、改質層の存在により疲労寿命の増加が認められることを報告している。したがって、本研究の窒化材の疲労強度は、被処理面に形成された化合物層の強度に支配されているものと考えられる。

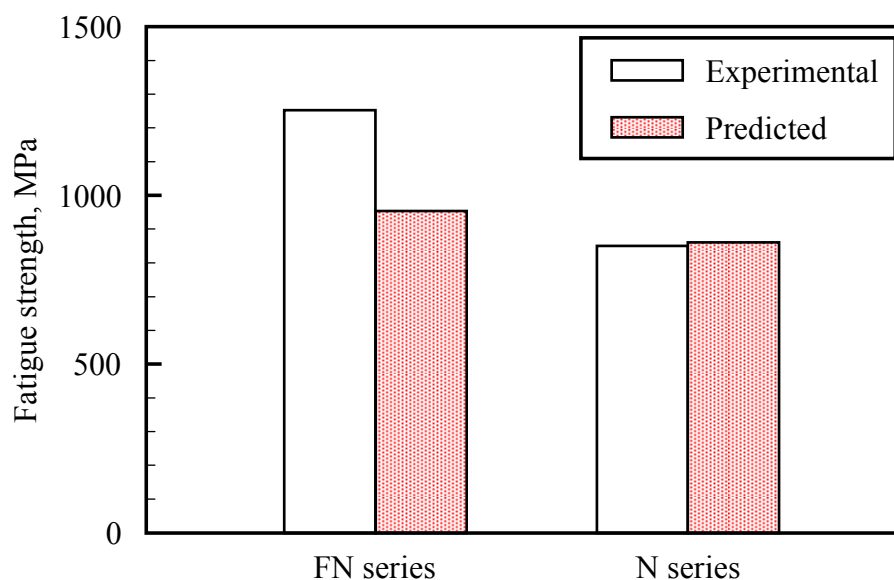
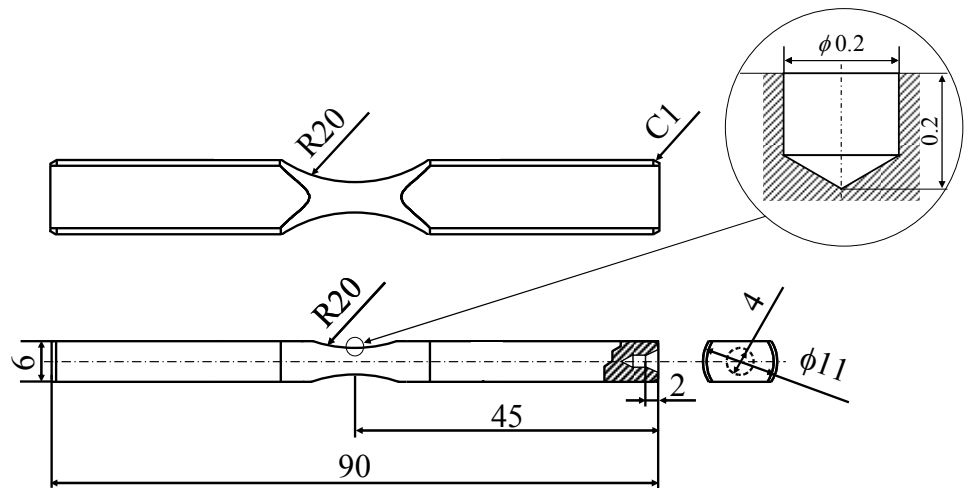
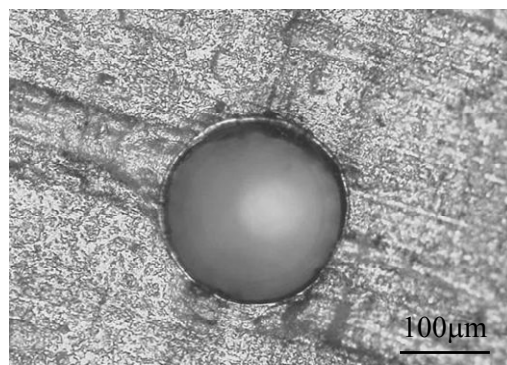


Fig.4-14 Relationship between experimental and predicted fatigue strength

さらに、複合表面改質により形成された化合物層が鋼の疲労特性に及ぼす影響について検討を加えるため、FNおよびNシリーズの疲労き裂進展挙動について調べることとした。き裂進展挙動の観察には、図4-15(a)に示す形状・寸法を有する平面曲げ試験片を用いた。なお疲労き裂の発生箇所を限定させるため、表面改質を施した後、試験片最小径部の最大応力が作用する箇所に直径200 μm 、深さ200 μm の微小ドリル穴を機械加工した。図4-15(b)は、機械加工したドリル穴をビデオマイクロスコープにより観察した結果である。



(a) Specimen configuration



(b) Micro-hole machined at specimen surface

Fig.4-15 Specimen for observing a crack propagation behavior

図4-16に、公称応力振幅700MPaのもと、レプリカ法を用いて所定の繰返し数におけるき裂長さを測定した結果を示す。なお同図の縦軸は、ドリル穴寸法とその縁から発生したき裂の全長の和を表面から測定した値である。同図より、FNシリーズはNシリーズと比較してき裂の発生寿命が増加し、その値は約1.5倍となっていることがわかる。これは、FPP処理を施すことにより、割れの少ない緻密な化合物層が形成されたためと考えられる。

図4-17に、き裂進展曲線から算出したき裂進展速度 da/dN と応力拡大係数範囲 ΔK の関係を示す。なお、深さ方向におけるき裂前縁の応力拡大係数範囲 ΔK は、白鳥ら⁽¹²⁹⁾の解析により得られた補正係数を用いて算出している。同図より、両シリーズのき裂進展速度に顕著な差は認められないことがわかる。このことは、FNシリーズに形成された緻密な化合物層がき裂進展の遅延に寄与しないことを示すものである。これは、図4-10に示したように両シリーズの圧縮残留応力が同程度の値を示したためと考えられる。

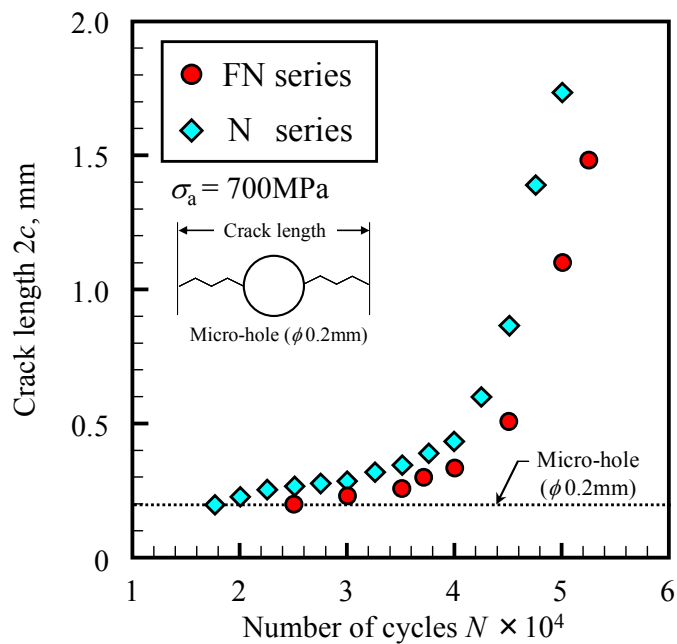


Fig.4-16 Crack propagation curve

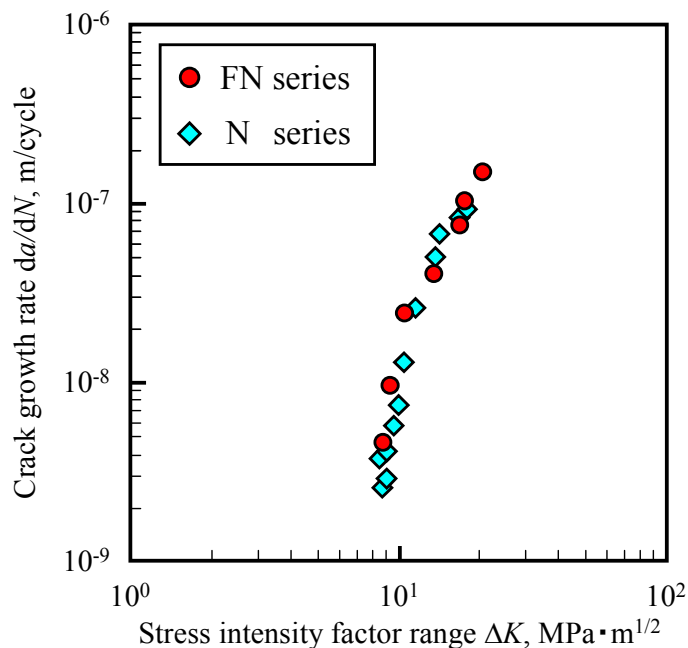


Fig.4-17 Relationship between crack growth rate and stress intensity factor range

次に、両シリーズの疲労破壊メカニズムについて検討を加えるため、破面観察を行った。図4-18は、回転曲げ疲労試験片の破断面を観察した結果である。同図より、Nシリーズの破面には、複数の疲労き裂が進展した際に形成される段差が複数存在している。これは、Nシリーズの場合、複数の箇所を起点（図中、矢印部）として疲労破壊が生じているものと考えられる。したがって、Nシリーズの場合には、化合物層内に存在する割れを起点として発生したき裂が、疲労過程において深さ方向に進展するものと考えられる。化合物層に存在する割れが材料内部に進展することにより、材料が破壊に至ることはPellizariら⁽¹²⁴⁾や森田ら⁽¹³⁰⁾によっても報告されている。

これに対して、緻密な化合物層を有するFNシリーズの破面には、Nシリーズに認められるような段差は観察されず、破壊起点部を特定することはできなかった。また、FNシリーズの破面の表面近傍は平坦であり、Nシリーズのそれとは異なる様相を呈していることがわかる。したがって、FNシリーズとNシリーズの破壊形態は異なっているものと考えられる。組織観察結果と疲労試験結果を併せて考えると、破壊メカニズムの相異は、化合物層の性状に起因しているものと考えられる。

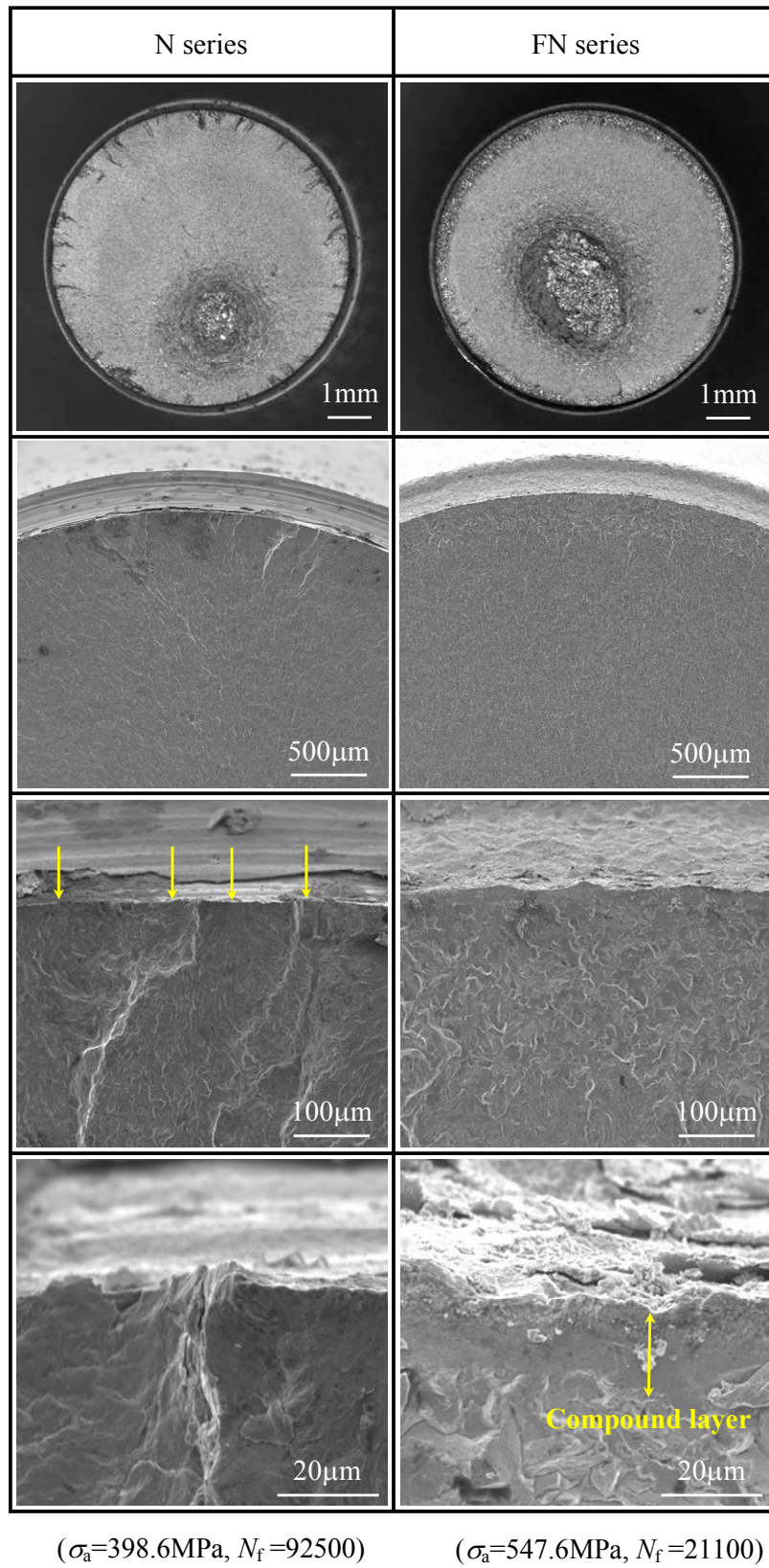


Fig.4-18 Typical feature of fracture surface

図4-19は、NとFNシリーズの破面観察結果を模式図としてまとめたものである。Nシリーズの場合には（同図(a)），化合物層の割れを起点としてき裂が発生する。その際、化合物層には多数の割れが存在しているため、複数のき裂が内部に進展する。その結果、Nシリーズの破面には多数の段差が生じることとなる。これに対して、FNシリーズの場合には（同図(b)），緻密な化合物層が形成されているため、Nシリーズとは異なる破壊形態を呈する。具体的には、表面で発生したき裂が窒化層を優先的に進展した後、材料内部に進展する⁽¹³¹⁾ものと考えられる。この点については、き裂のアスペクト比を求めることにより、さらなる検討が必要と考えている。

したがって、本章で提案する複合表面改質プロセスは、割れの少ない窒素化合物層を形成させることにより、鋼の疲労特性を改善させることが明らかとなった。このことは、化合物層に割れが存在しないNP、FNPシリーズが、FNシリーズと同程度の疲労強度を示すことから裏付けられる。

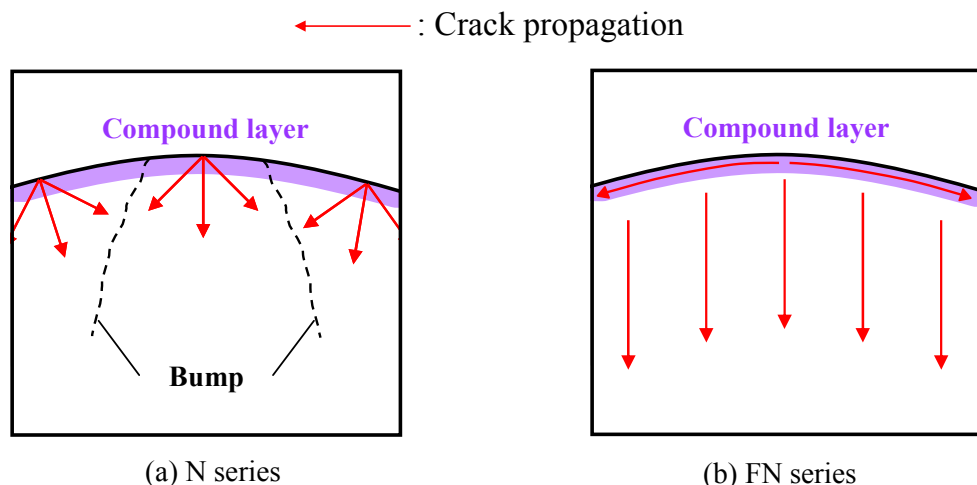


Fig.4-19 Schematic illustration explaining the fracture mechanism of the N and FN series

4.3.3 複合表面改質により形成される化合物層が鋼の摺動特性に及ぼす影響

前項までにおいて、FPP処理後に窒化を施した試験片の表面には、孔の少ない緻密な化合物層が形成され、それにより鋼の疲労特性が改善されることを明らかとした。複合表面改質により形成された緻密な化合物層は、鋼の疲労特性のみならず摺動特性の改善にも寄与するものと期待される。そこで本項では、FPP処理を前処理として利用した複合表面改質プロセスにより形成される化合物層が鋼の摺動特性に及ぼす影響について検討を加えることとする。その際、FPP処理を前処理として利用する有用性について検討を加えるため、窒化後にFPP処理を施した試験片（NFシリーズ）を準備し、その両者について比較・検討を行うこととした。

まず、摩擦・摩耗試験の実施に先立ち、NFシリーズの表面性状について調べることにした。図4-20に、NFシリーズの被処理面をSEMにより観察した結果を示す。なお同図には、FおよびFNシリーズの結果も示している。同図より、F、FNシリーズは、FPP処理により形成された微小な凹凸面が認められるのに対して、NFシリーズの場合には前者と比較して平滑な様相を呈していることがわかる。これらの試験片について触針式粗さ計を用いて算術表面粗さ Ra の測定を行った結果、NFシリーズの表面粗さはFNシリーズのそれと比較して低い値であった（図4-21）。これは、NFシリーズの場合、窒化により硬化した基材に対してFPP処理を施しているため、FPP処理による基材の塑性変形量が低下したためと考えられる。これに対して、窒化処理前にFPP処理を施すFNシリーズの場合には、FPP処理を施す基材の変形抵抗は小さいた

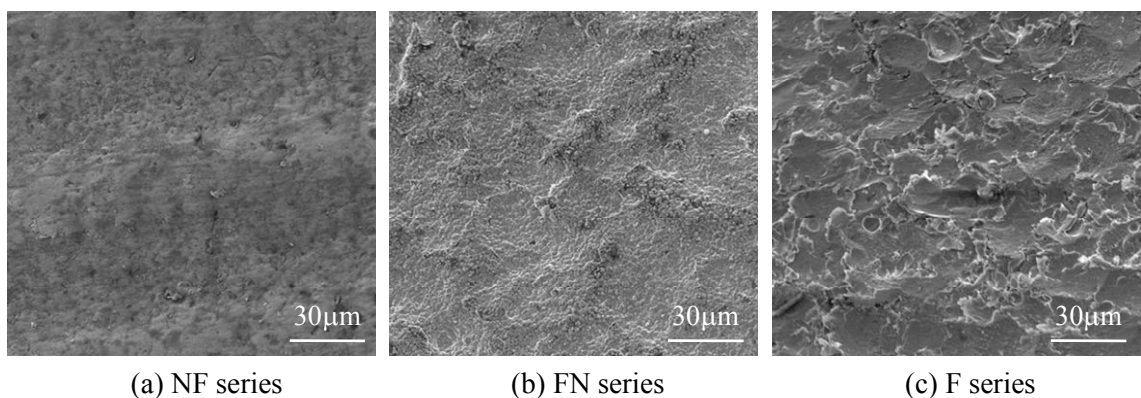


Fig.4-20 SEM observation of the top surface

め、比較的粗さの大きい表面が形成されたものと考えられる。また、FNシリーズはFPP処理のみを施したFシリーズと同程度の粗さ値であったことから、表面粗さに及ぼす窒化処理の影響は小さいものと考えられる。

図4-22は、SEMおよび光学顕微鏡を用いてNFシリーズの横断面組織を観察した結果である。同図より、NFシリーズの表面近傍には、図4-7のNシリーズに認められた割れは存在してないことがわかる。これは、二段目のFPP処理により化合物層の一部が除去されたためと考えられる。

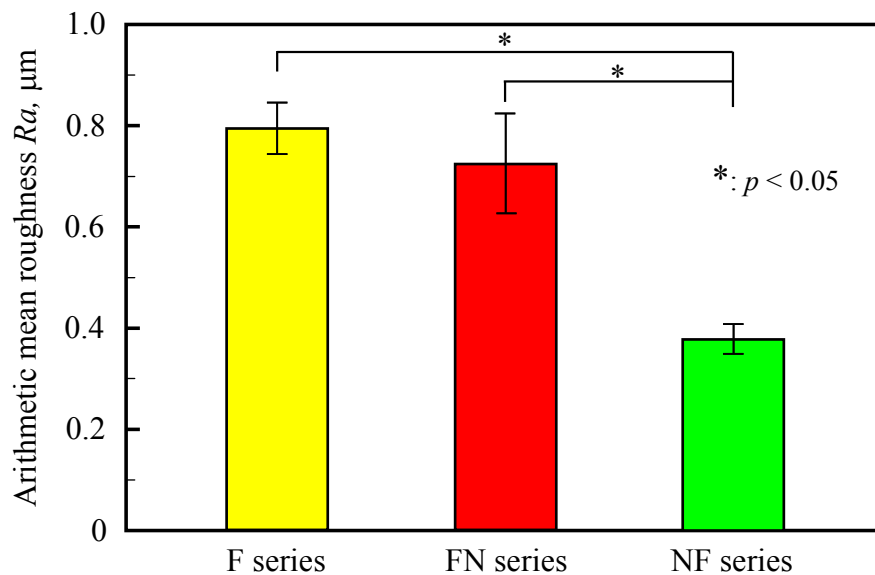


Fig.4-21 Results of surface roughness measurement (mean \pm 95% C.I., $n=10$)

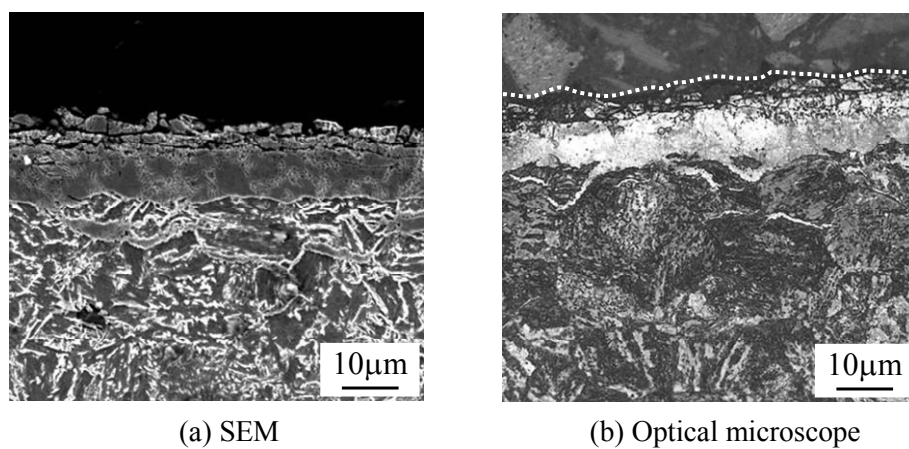


Fig.4-22 Cross-sectional micrographs of the NF series

実際にこの点を確認するため、高速度カメラを用いてFPP処理により化合物層が除去される過程を観察することとした。図4-23は、第2章と同様の撮影条件のもと、Nシリーズに対してFPP処理を施した際に化合物層の表層が除去される様子を観察したものである。なお、同図の矢印は、投射粒子の飛翔方向を示している。同図より、投射粒子が基材に衝突することにより、被処理面近傍において化合物層が破壊され、その破片が空中に舞っていることがわかる。この様子を模式的に示したものが図4-24である。同図は、FPP処理を施した際、粒子の衝突部近傍において化合物層が局所的に破壊され、脱落する様子を示している。その後、多重回にわたる粒子衝突により、徐々に化合物層が除去され、最終的には割れの存在する化合物層が除去されることとなる。

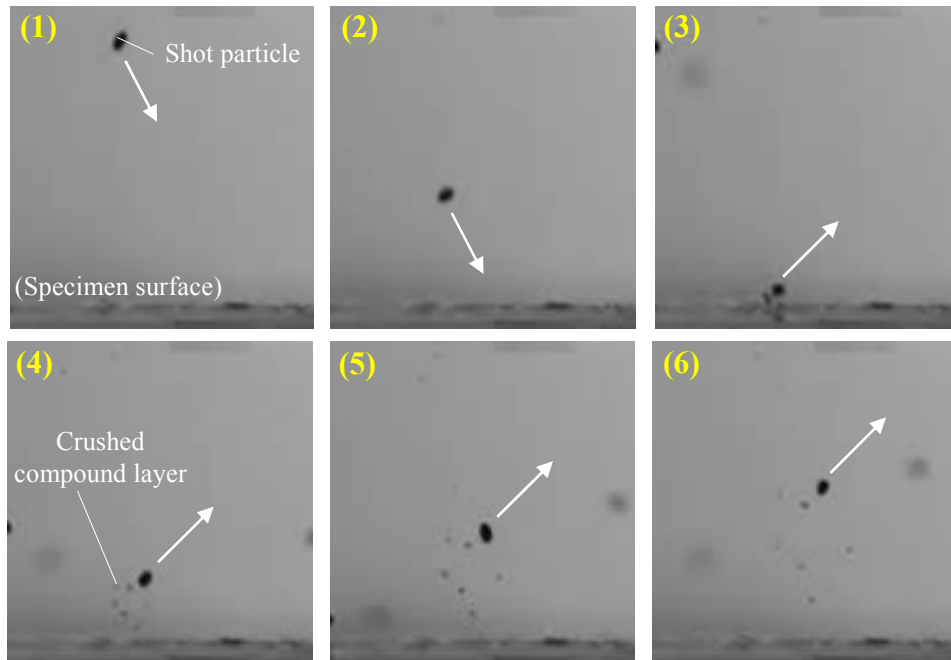


Fig.4-23 Observation of removing the compound layer by FPP treatment

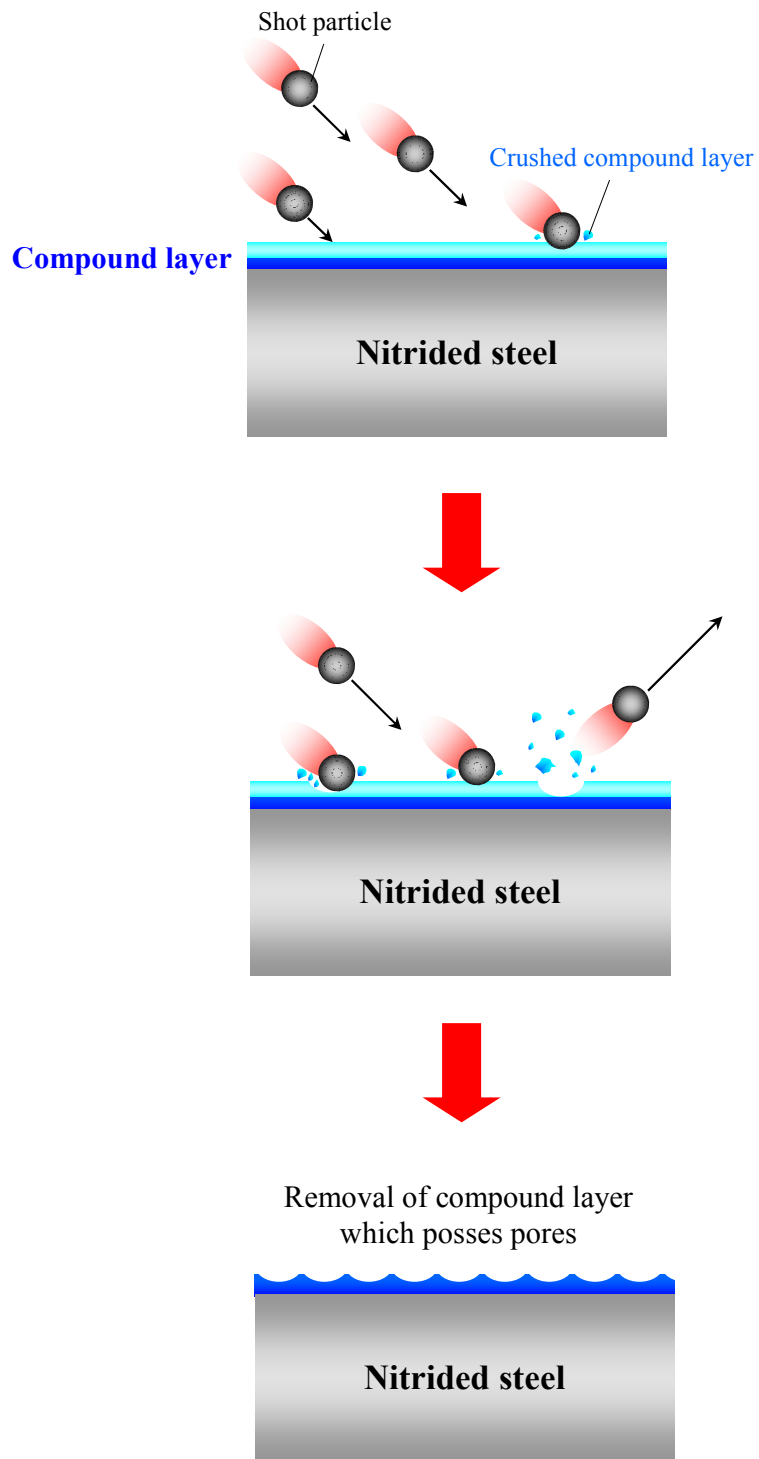


Fig.4-24 Schematic illustration of removing the compound layer by FPP treatment

次に、試験荷重9.8Nのもとで摩擦・摩耗試験を行い、摩擦係数の経時変化を調べた。図4-25にその結果を示す。同図において、まずNシリーズに注目すると、試験初期において急激に摩擦係数の値が上昇していることがわかる。これは、試験の初期段階において、Nシリーズの化合物層が破壊されたためと考えられる。次に、FNシリーズの場合には、そのような摩擦係数の急激な上昇傾向は認められないこと、また試験終了の時点ではFNシリーズの摩擦係数の値は約0.4であり、NシリーズやNFシリーズの摩擦係数と比較して低いことがわかる。

この要因について検討を加えるため、試験後の相手材の観察を行った。図4-26に、アセトンで超音波洗浄した相手材をSEMにより観察した結果を示す。同図より、アルミナボールの表面において、両シリーズともに基材の凝着が生じていることがわかる。しかしながら、NFシリーズの相手材の摺動面には一様に基材の凝着が生じているものの、FNシリーズの場合には、凝着が生じている箇所は局所的であることがわかる。したがって、FNシリーズの場合には、相手材への基材の凝着が抑制されたため、低摩擦係数が維持できたものと考えられる。

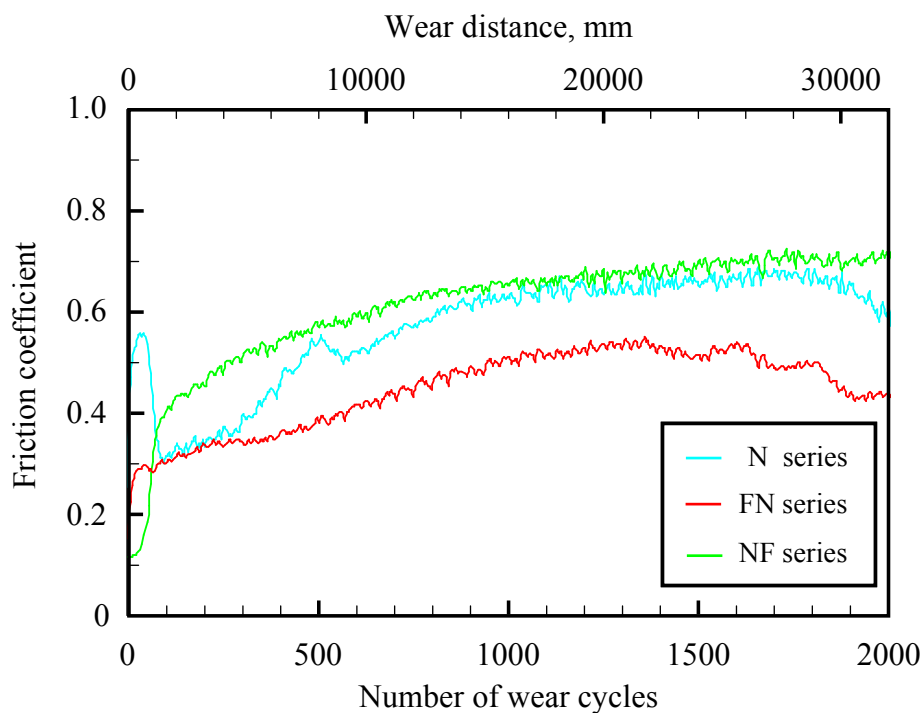


Fig.4-25 Results of reciprocating tribological tests

さらに、試験前後の試験片重量を測定することにより、摩耗損失量を調べることにした。図4-27にその結果を示す。同図より、FNシリーズはNFシリーズと比較して摩耗量が少ないことがわかる。以上の結果は、FPP処理後に窒化を施す複合表面改質は、鋼の疲労特性のみならず摺動特性の改善にも寄与することを意味している。

以上より、本章で提案する微粒子ピーニングを前処理として利用する複合表面改質は、実用的観点から有用であるものと考えられる。

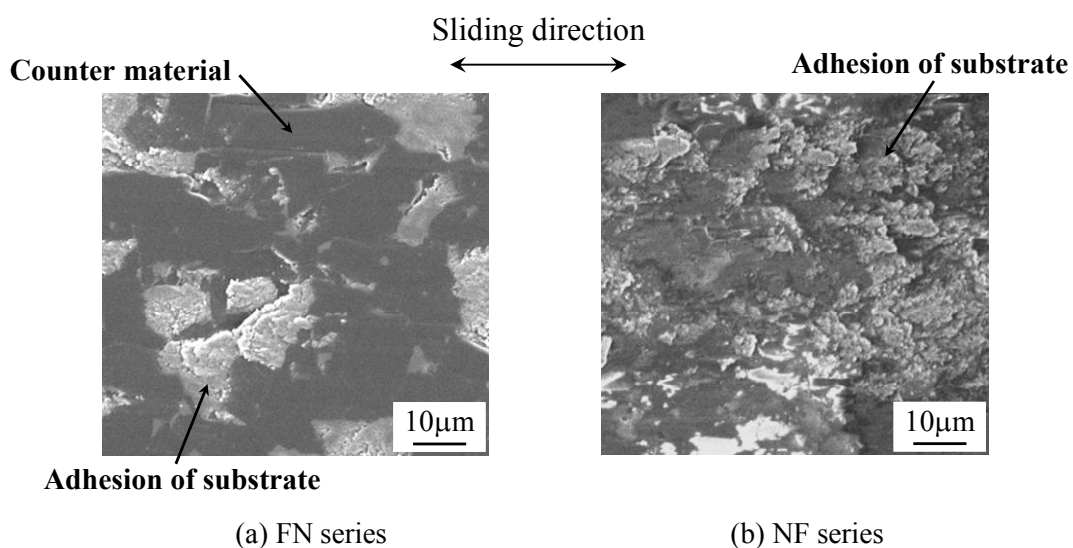


Fig.4-26 SEM observation of counter material after wear tests

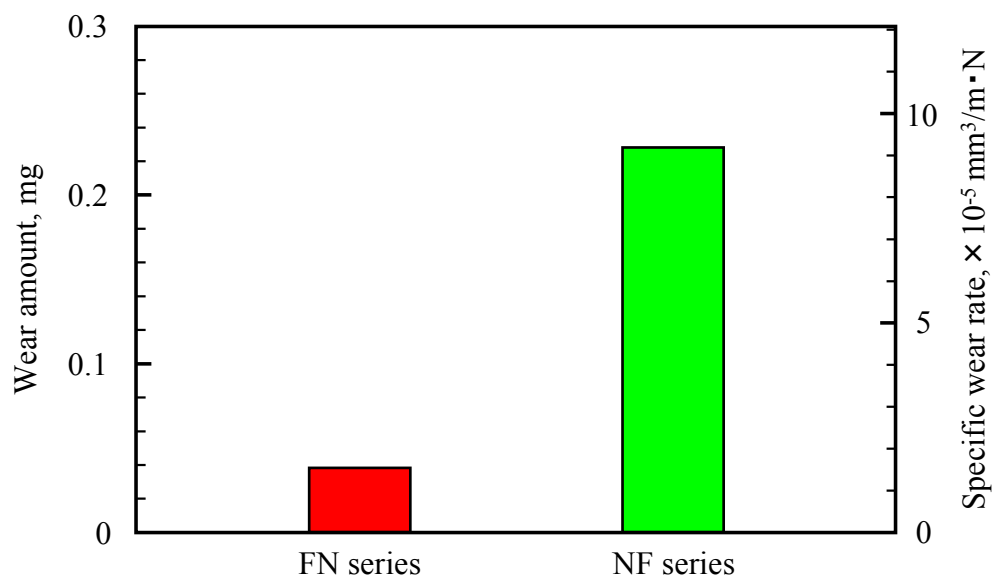


Fig.4-27 Wear amount

4.4 結言

本章では、微粒子ピーニングによる被処理材の微視組織変化を利用して、鋼の疲労特性を改善させる新しい複合表面改質プロセスを提案するとともに、その効果発現メカニズムについて検討を加えた。具体的には、クロムモリブデン鋼（SCM435H）に対して微粒子ピーニングを施した後にガス窒化を施し、その際に形成される化合物層の性状について微視組織学的観点から詳細な観察・分析を行った。

微粒子ピーニングを施した後にガス窒化を施した鋼の場合には、単独窒化処理と比較して窒素の拡散量が増加するとともに、窒化工程において窒素の反応拡散挙動が変化することにより、割れの少ない高濃度の窒素を有する高硬度化合物層が形成されることとなる。このような緻密な化合物層の形成により、化合物層の割れを起点とした疲労き裂の発生が抑制されるため、窒化単独材と比較して鋼の疲労特性が改善されることを明らかとした。さらに、複合表面改質により形成される化合物層は鋼の摺動特性改善にも寄与することを明らかとした。

以上の一連の研究を通して、微粒子ピーニングを前処理として利用する複合表面改質プロセスにより、実用的観点から表面改質効果を発現できる可能性を示し、その有用性を明らかとした。

第5章

保護性皮膜を有する鋼の窒素拡散挙動に及ぼす

微粒子ピーニングの影響と窒化層による鋼の疲労特性改善

5.1 諸言

前章では、微粒子ピーニングを施した構造用鋼（SCM435H）のガス窒化挙動について検討を加え、クロムと窒素の反応拡散挙動が変化することに起因して緻密な化合物層が形成されること、またそれにより疲労特性が改善されることを明らかとした。このように、窒素と親和性の高いクロム元素は鋼の窒化反応に影響を及ぼし、鋼に含まれるクロム量の上昇に伴い窒素固溶量は増加することが報告されている⁽¹³²⁾。そのため、鋼に添加されるクロム量が多い場合には、窒化により極めて高硬度な改質層が形成するため、疲労特性の改善に有効であるものと考えられる。しかしながら、クロム元素を13%以上含むオーステナイト系ステンレス鋼の場合には、表面に存在する不動態皮膜により逆に窒素の拡散が阻害される。そこで本章では、窒素の拡散を阻害する保護性皮膜を有する鋼に対して微粒子ピーニングを施した場合、クロムを含む構造用鋼と同様に窒素の拡散現象が促進されるかという点に注目して検討を加えることとする。

オーステナイト系ステンレス鋼は、表面に存在する不動態皮膜により優れた耐食性を示すものの、摩耗特性に乏しく、炭素鋼や構造用鋼と比較して低強度であるという欠点を有している。そのため、この材料を機械部品として使用する場合には、その疲労特性および摩耗特性の改善を目的として、窒化処理が施されることが多い。なかでも、ガス窒化は量産性に優れているため、工業分野において広く用いられている。しかしながら、オーステナイト系ステンレス鋼に対してガス窒化を施す場合には、窒素拡散を阻害する不動態皮膜の除去が必要不可欠である。工業的には、ガス窒化を施す前に酸洗処理等を施す手法や、 NH_3 とともに還元ガスを窒化炉に混入することにより

窒化工程中に不動態皮膜を還元させる手法が用いられている。前者の手法について、浜石ら⁽¹³³⁾⁻⁽¹³⁵⁾は、オーステナイト系ステンレス鋼に大気酸化処理を施すことによって、被処理面に鉄酸化物層を形成させることにより、ガス窒化の改質効果が得られることを明らかとしている。後者としては、Gemmaら⁽¹³⁶⁾は、酸窒化ガスを用いた窒化法⁽¹³⁷⁾に関する知見をもとに、NOガスの還元力を利用することによりオーステナイト系ステンレス鋼において窒素の拡散が生じることを明らかとしている。

また、オーステナイト系ステンレス鋼に対して冷間加工を施すことにより、その後の窒化工程において窒素の拡散が促進されることが報告されている^{(90), (91), (94), (138)}。これは、微細結晶粒の創製や基材表面近傍の転位密度の増加により、元素の拡散速度が上昇⁽⁹¹⁾するためである。しかしながら、これらの報告はいずれも鋼表面の不動態皮膜をスパッタリングで除去するプラズマ窒化を用いたものであり、冷間加工を施した鋼におけるガス窒化の核生成機構については議論されていない。源馬ら⁽¹³⁹⁾は、オーステナイト系ステンレス鋼に対してショットピーニングを施すことによりガス窒化の改質効果が得られる要因について持論を述べているものの、確たる実験的裏付けは示されていない。

このような背景を踏まえ本章では、保護性皮膜を有するオーステナイト系ステンレス鋼のガス窒化挙動に注目した。具体的には、SUS316鋼に対して微粒子ピーニングを施した場合に、通常では生じない窒素元素の拡散が生じるか否かという点について検討を加えることとする。その際、微粒子ピーニングにより生じる鋼の微視組織変化と関連付けながら窒素の拡散挙動について検討を加えるとともに、それにより形成される窒化層がSUS316鋼の疲労特性に及ぼす影響について調べることにした。

5.2 実験方法

5.2.1 試験片の作製

供試材としては、表5-1に示す化学成分を有するオーステナイト系ステンレス鋼 (SUS316) の丸棒 ($\phi = 16\text{mm}$) を用いた。図5-1は、 1080°C 水冷の溶体化処理を施したSUS316の横断面組織を光学顕微鏡により観察した結果である。同材の機械的特性は表5-2に示す通りである。同材を、図5-2に示す切欠きを有する砂時計型の試験片 ($K_t = 2.36$)、および直径15mm、厚さ4mmの円盤型試験片に機械加工した。その後、円盤型試験片の一方の端面に対してエメリー紙 (#320-1200) およびコロイダルシリカ懸濁液を用いた研磨を、砂時計型試験片の最小径部に対しては電解研磨を施した (以下、未処理材と呼ぶ)。

本研究では、未処理材に対して微粒子ピーニングを施した後にガス窒化を施した複合表面改質材 (FNシリーズ)、微粒子ピーニングおよびガス窒化をそれぞれ単独で施した試験片 (以下、FシリーズおよびNシリーズ) を準備した。これらの処理順序とその呼称については、図5-3のフローチャートにまとめて示す。なお、シリーズ名のF, Nはそれぞれ微粒子ピーニング (Fine particle peening)、窒化処理 (Nitriding) を表しており、その順序は処理の施行順序を示している。

Table 5-1 Chemical composition of SUS316 steel (mass%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	V	Cu	Ti	Al	Fe
0.04	0.33	1.31	0.039	0.019	11.06	16.01	2.09	0.05	0.45	0.002	0.073	Bal.

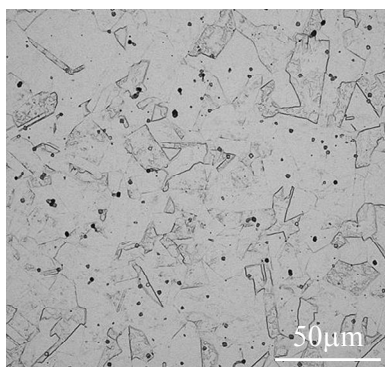


Fig.5-1 Microstructure of SUS316 steel

FPP処理は、表5-3の条件下で、吸引式投射装置を用いて行った。その際、投射粒子には、平均粒径63 μm の高速工具鋼 (SKH59) 製硬質粒子 (876HV) を用い、円盤型試験片に対しては10, 300秒間、砂時計型試験片に対しては30秒間処理を行った。なお、砂時計型試験片に対してFPP処理を行う際には、小型旋盤を用いて試験片を回転させることにより、最小径部の全周にわたり均等に処理が施されるよう留意した。また、ガス窒化処理は、第3, 4章と同様の条件のもとで行った。

Table 5-2 Mechanical properties of SUS316 steel

0.2% proof strength	Tensile strength	Elongation	Reduction of area
357MPa	632MPa	60%	64

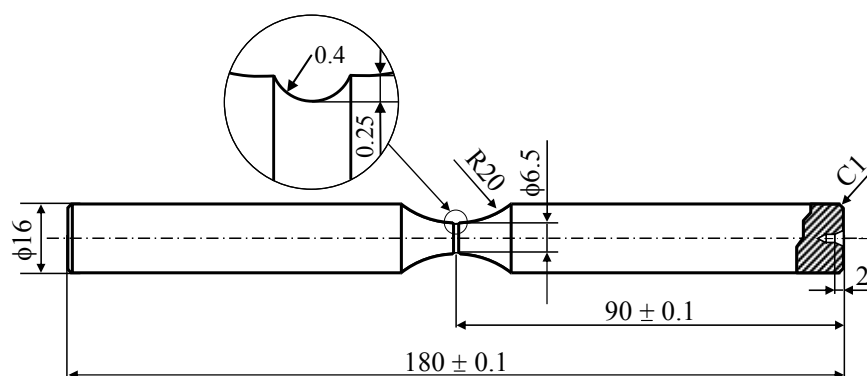


Fig.5-2 Specimen configuration

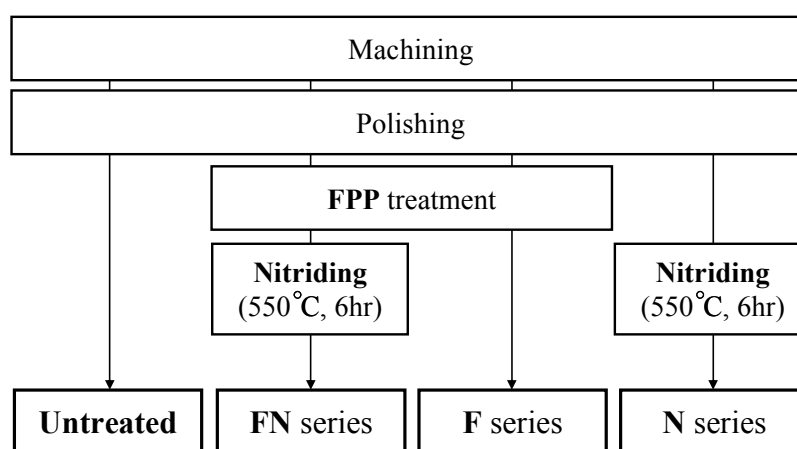


Fig.5-3 Flowchart illustrating the specimen preparation processes

5.2.2 分析および試験方法

作製した試験片に対しては、光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡 (Scanning electron microscope: SEM) , 電子線プローブマイクロアナライザー (Electron probe micro analyzer: EPMA) , X線光電子分光装置 (X-ray photoelectron spectroscopy: XPS) , グロー放電発光分光分析装置 (Glow discharge optical emission spectrometry: GD-OES) を用いて、微視組織の観察および分析を行った。

疲労試験は、小野式回転曲げ疲れ試験機を用いて、応力比 $R = -1$ の条件のもと室温・大気中において行った。その際、試験片の発熱を防ぐため、繰返し速度は1500rpmとした。なお、本研究では、 10^7 回の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。破断後の試験片については、実体顕微鏡およびSEMを用いて破面観察を行い、破壊起点部を特定した。

Table 5-3 FPP treatment particulars

Treatment apparatus	Suction type
Shot particles	SKH59
Peening pressure, MPa	0.1~0.6
Particle supply rate, g/s	5
Nozzle distance, mm	100

5.3 実験結果および考察

5.3.1 微粒子ピーニングを施した鋼の窒素拡散挙動を支配する因子の解明

図5-4に、円盤型試験片の縦断面上において、負荷荷重0.245Nで硬さ分布を測定した結果を示す。同図より、Nシリーズはガス窒化を施しているにも関わらず、未処理材と同程度の硬さ値を示しており、硬さの上昇が認められないこと、すなわちガス窒化による改質効果が得られていないことがわかる。この結果は、表面に不動態皮膜を有するオーステナイト系ステンレス鋼に対してガス窒化が適用できないという従来の報告と一致するものである。これに対して、FPP処理を施した後にガス窒化を施したFNシリーズの場合には、表面近傍において硬さが大幅に上昇していることがわかる。また、その硬さ値はFシリーズと比較して高いことから、FNシリーズに認められた著しい硬さの上昇は、FPP処理による加工硬化のみに起因するものではないと考えられる。

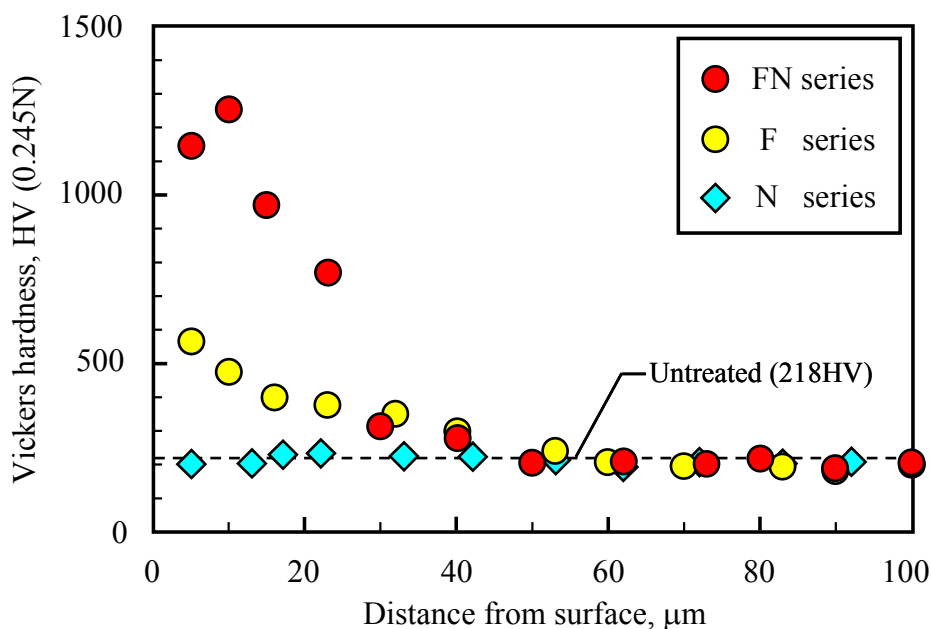


Fig.5-4 Distribution of Vickers hardness (Peening Pressure: 0.6MPa, Peening time: 10s)

この点について検討を加えるため、ガス窒化を施した試験片に対してEPMAを用いた元素分析を行った。図5-5は、円盤型試験片の縦断面において、窒素、クロム、鉄元素を分析した結果である。なお同図において、暖色に近いほど分析対象の元素濃度が高いことを意味している。同図より、FNシリーズの表面近傍には、窒素が存在していることがわかる。また、窒素の存在箇所と対応するようにクロム濃度は高い値を示していること、また鉄元素の濃度が低いことがわかる。これは、被処理材に拡散した窒素が、鋼中に存在するクロム元素と結合したためと考えられる。これに対して、ガス窒化のみを施したNシリーズの表面には、窒素は認められないことがわかる。したがって、FNシリーズの表面近傍において認められた硬さの上昇は、FPP処理を施すことにより二段目のガス窒化工程において窒素の拡散が生じたことに起因するものと考えられる。

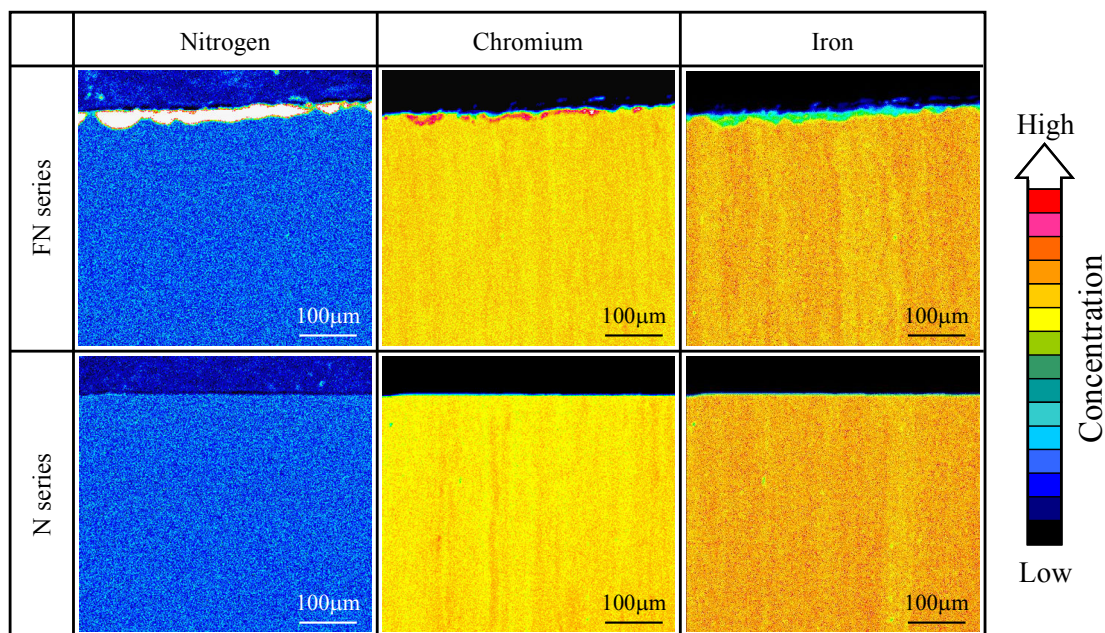


Fig.5-5 EPMA analysis of N, Cr and Fe elements
(Peening pressure: 0.6MPa, Peening time: 10s)

さらに、FNシリーズに存在する窒素の結合状態を調べるため、XPSを用いて結合エネルギーの測定を行った。図5-6に、その結果を示す。なお、XPSによる分析は、被処理面をアルゴンイオンスパッタリングにより逐次除去しながら深さ方向に行っており、図中のエッチング時間は被処理面からの深さに対応するものである。同図(a)はFNシリーズ、同図(b)はNシリーズについて、窒素(1s)およびクロム($2p_{3/2}$)を検出対象として分析を行った結果である。まず同図の上段に示す窒素(1s)の分析結果に注目すると、Nシリーズには窒素の結合エネルギーに起因するピークが検出されていないのに対して、FNシリーズの場合にはクロム窒化物であるCrN、 Cr_2N に起因するピークが検出されていることがわかる。これらの結果は、図5-5に示したEPMAによる元素分析結果と一致するものである。

次に、同図下段に示すクロム元素($2p_{3/2}$)の分析結果に注目すると、窒素の拡散が生じていないNシリーズの場合には、表面近傍において Cr_2O_3 の結合エネルギーに起因するピークが認められる。また、エッチング時間50秒以上の深さでは、 Cr_2O_3 のピークに替わって単体クロムのピークが現れていることがわかる。このことは、Nシリーズの場合、ガス窒化を施しているにも関わらず窒素の拡散は生じず、基材表面には依然として不動態皮膜が存在していることを示すものである。これに対して、FNシリーズの場合には、前述したようにクロム窒化物(CrN、 Cr_2N)の結合エネルギーに起因するピークが認められる。これは、鋼中に窒素と親和性の高いクロム元素が含まれているため、材料内部に拡散した窒素がクロム元素と結合したものと考えられる。一般に、プラズマ窒化を施したオーステナイト系ステンレス鋼の場合にもクロム窒化物が形成されることから、FPP処理とガス窒化を施した試験片に形成される窒化層は、通常の窒化材と相違ないものと考えられる。

以上から、SUS316鋼に対してFPP処理を施すことにより、通常では認められないガス窒化による改質効果が得られることが明らかとなった。

次に、この要因について検討を加えることとする。浜石ら⁽¹⁴⁰⁾は、種々の前処理加工を施したオーステナイト系ステンレス鋼のガス窒化挙動について検討を加えており、ガス窒化反応を支配する因子が被処理面の粗さと加工誘起マルテンサイト変態量であると結論付けている。しかしながら、鋼表面に存在する不動態皮膜が窒素の拡散

第5章 保護性皮膜を有する鋼の窒素拡散挙動に及ぼす微粒子ピーニングの影響と
窒化層による鋼の疲労特性改善

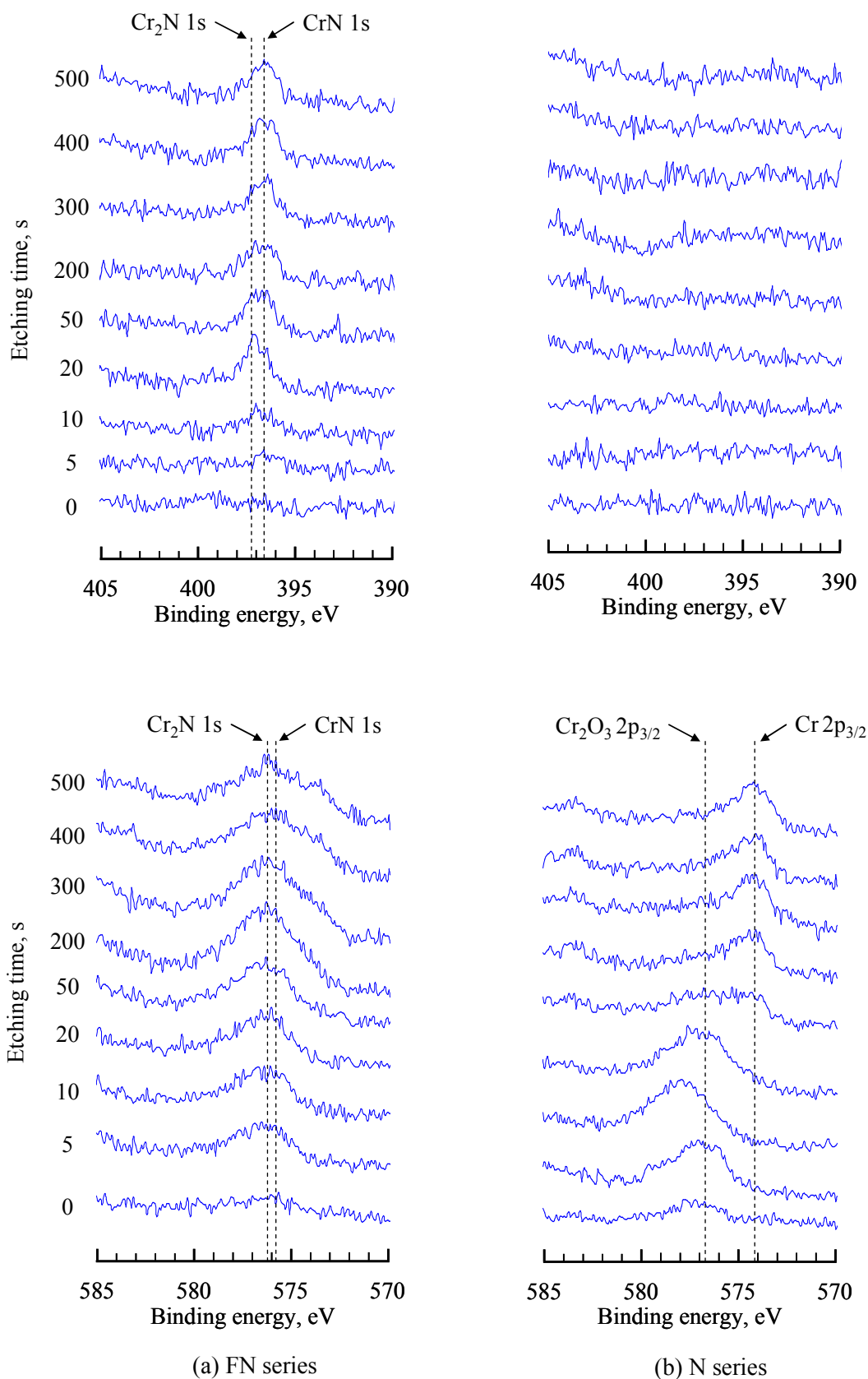


Fig.5-6 XPS results for the N and FN series (Peening pressure: 0.6MPa, Peening time: 300s)

を阻害する機構を考慮すると、被処理面の粗さはオーステナイト系ステンレス鋼における窒素拡散挙動に直接影響を及ぼしていないものと考えられる。すなわち、被処理面の粗さが著しく増大する条件で前処理加工を施した場合には、被処理材の微視組織変化も顕著に生じているものと考えられ、これが窒素の拡散が可能となった主要因であるものと推察される。

このような観点から、本研究では、窒化の核生成機構と窒素の拡散挙動の両者について検討を加えることにより、FPP処理を施したSUS316鋼のガス窒化挙動を支配する因子の解明を行うこととする。

(1) 窒素の拡散挙動に及ぼす微粒子ピーニングの影響

窒素の拡散挙動に及ぼすFPP処理の影響について検討を加えるため、FPP処理のみを施したFシリーズの断面組織を観察することとした。図5-7に、Fシリーズの組織観察結果を示す。なお、これらは円盤型試験片の縦断面を研磨した後、10%シュウ酸溶液を用いて現出させた組織をSEMおよび光学顕微鏡により観察したものである。同図より、Fシリーズの表面近傍には結晶粒界が不明瞭な特異組織が形成されていること、またその厚さはFPP処理時間の増加に伴い増加していることがわかる。これは、第2章で示した結果と同様の傾向である。

次に、これらの試験片に対してガス窒化を施したFNシリーズの縦断面組織の観察を行った。図5-8にその結果を示す。同図から、表面近傍において黒くエッチングされた組織が形成されていることがわかる。この組織の厚さは、図5-5に示したEPMAによる窒素検出領域と一致していること、また、この黒色組織は表面から同深さに位置する外側の領域と比較して高硬さであったことから、この組織は窒化層であるものと考えられる。

さらに、この窒化層の形状は、図5-7に示したFシリーズの特異組織と類似していることがわかる。図5-9に、窒化層厚さの頻度分布を示す。同図より、FPP処理時間の増加に伴い窒化層の厚さが増加していること、また窒化層厚さは大きくばらついており不均一であることがわかる。図5-8の組織観察結果と併せて考えると、FPP処理により形成された不均一な特異組織に、窒素が優先的に拡散しているものと推察される。

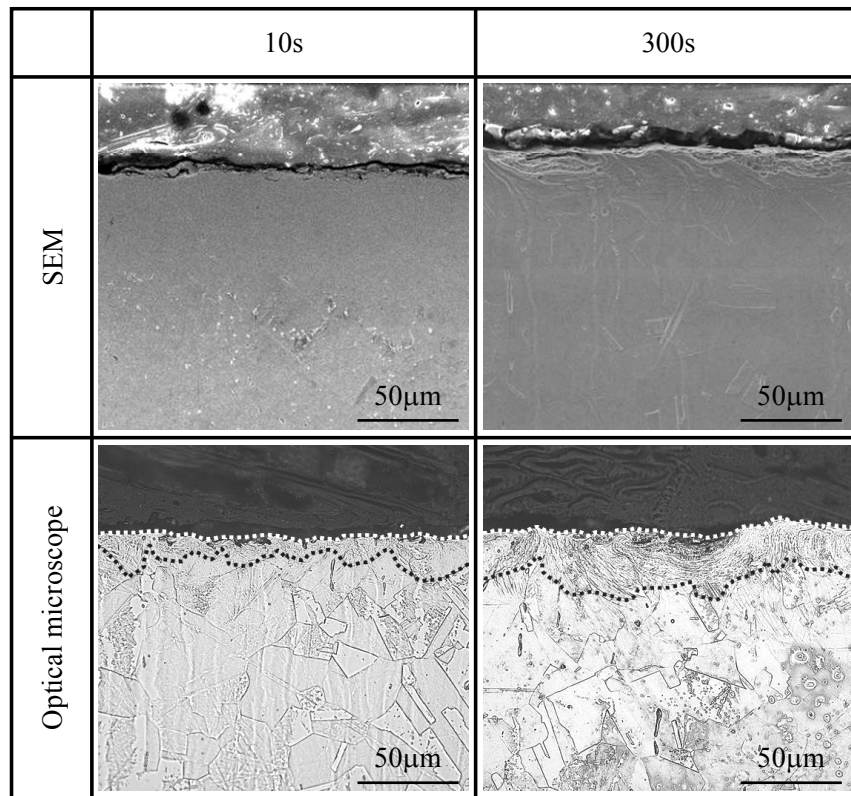


Fig.5-7 Microstructure of the F series (Peening pressure: 0.6MPa)

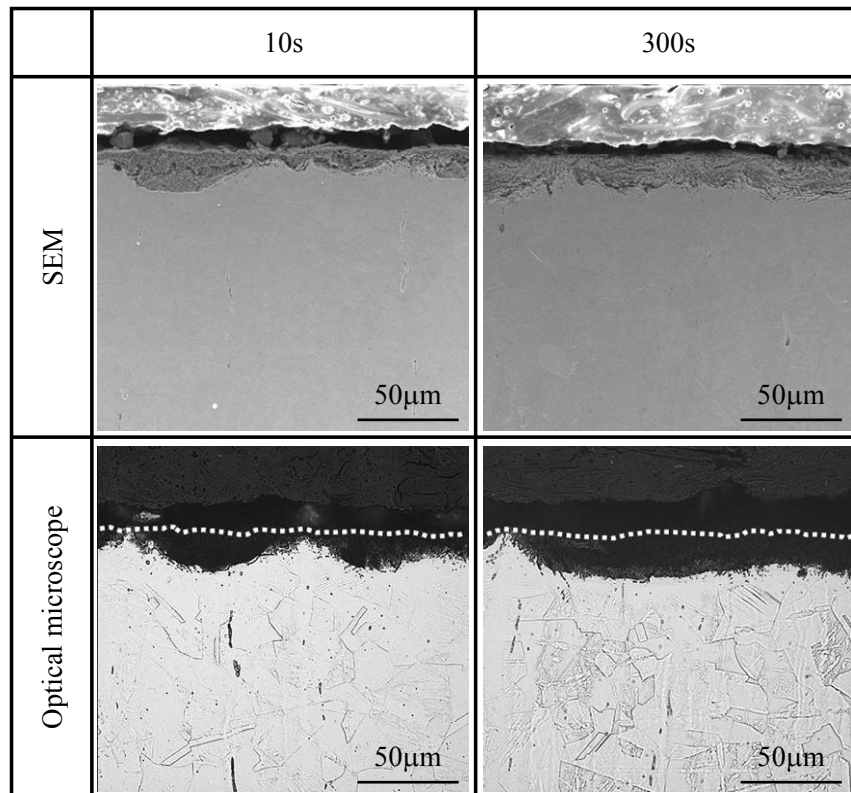
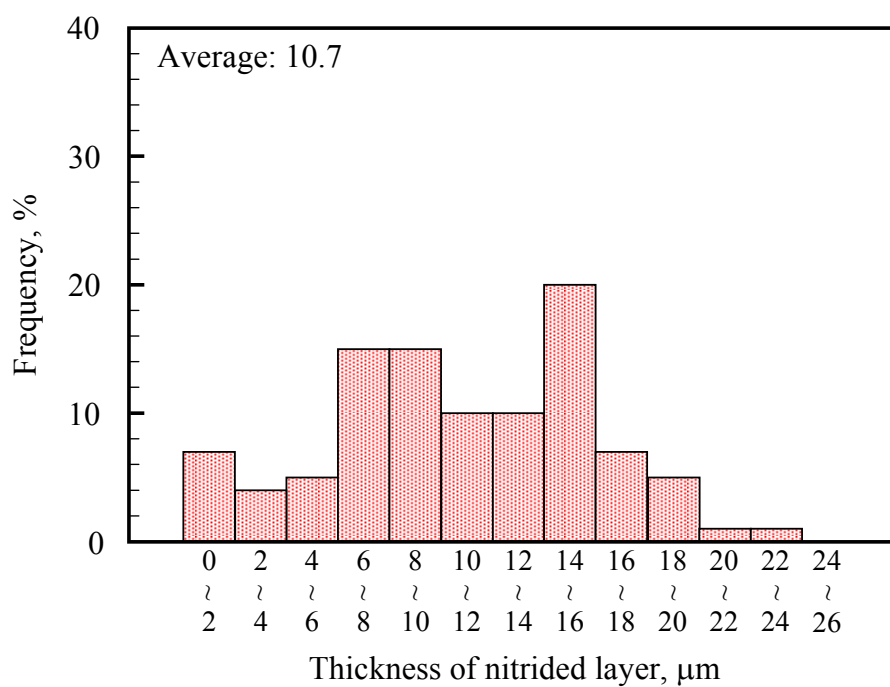
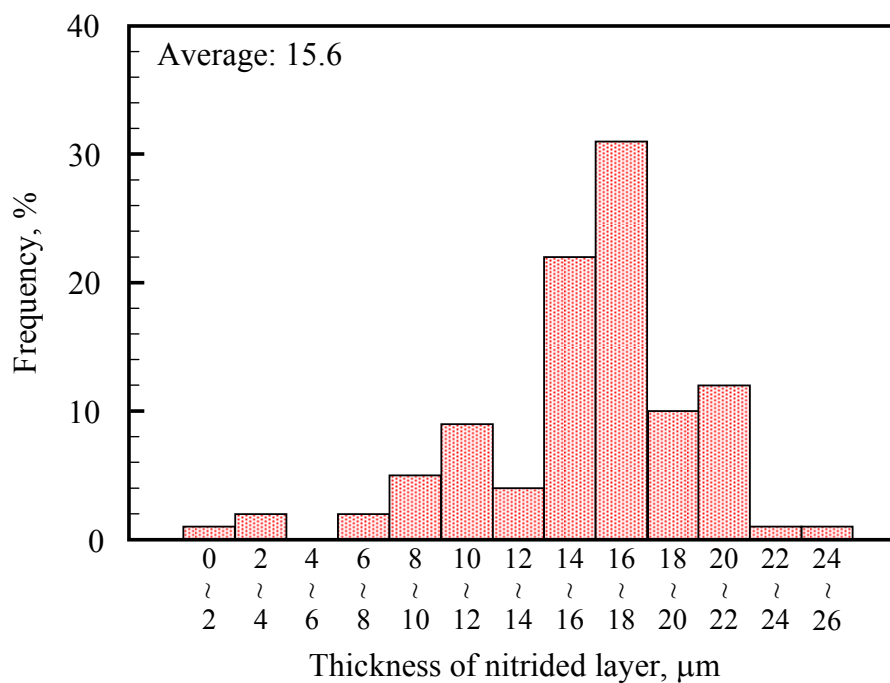


Fig.5-8 Microstructure of the FN series (Peening pressure: 0.6MPa)



(a) 10s



(b) 300s

Fig.5-9 Frequency distribution of thickness of nitrided layer

(Peening pressure: 0.6MPa, $n=100$)

この点を確認するため、種々の投射圧力でFPP処理を施したFシリーズの特異組織厚さと、それらに対してガス窒化を施したFNシリーズの窒化層厚さの比較を行うこととした。図5-10に、その結果を示す。同図より、同投射圧力で処理を施したFとFNシリーズを比較すると、特異組織厚さと窒化層厚さに有意差は認められないことがわかる。また、投射圧力が高いほど形成される窒化層厚さも増加しているが、これはFPP処理により形成される特異組織が厚くなったためと考えられる。以上から、FPP処理により形成される特異組織は窒素の拡散を促進させるものと考えられる。

以上の考えに従うならば、特異組織が形成されない処理条件のもとでFPP処理を施した場合、基材への窒素の拡散は生じないものと推測される。この点を確認するため、低投射圧力(0.1MPa)でFPP処理を施した試験片の窒素拡散挙動について検討を加えることとした。図5-11は、投射圧力0.1MPaのもとで10秒間FPP処理を施した試験片、およびその試験片に対してガス窒化を施した試験片縦断面を光学顕微鏡により観察した結果である。まず同図(a)より、図5-11で認められた特異組織は形成されてい

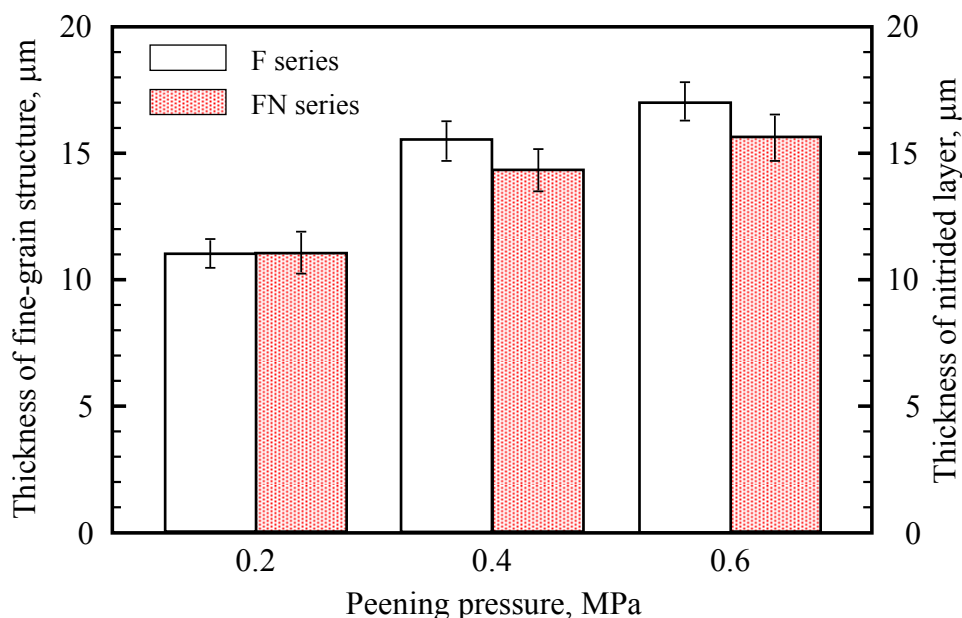


Fig.5-10 Relationship between thickness of fine-grain structure and of nitrided layer

(Peening time: 300s, mean \pm 95% C.I., $n=100$)

ないことがわかる。また特異組織が形成されていないFシリーズに対してガス窒化を施した試験片には（図5-11(b)），黒色を呈する組織が認められないことがわかる。さらにこの試験片に対して，XPSを用いて詳細な分析を行った結果，低投射圧力0.1MPaでFPP処理を施したFNシリーズの場合には，窒化物に起因する結合エネルギーは検出されず，ガス窒化の改質効果が認められなかった。これらの結果は，FPP処理により形成される特異組織が窒素の拡散を促進させることを裏付けるものである。

以上より，FPP処理を施したSUS316鋼において窒素の拡散挙動を支配する因子は，FPP処理によって形成された特異組織であることが明らかとなった。これは，特異組織を構成する微細結晶粒の存在により，窒素の拡散速度が上昇したためと考えられる。

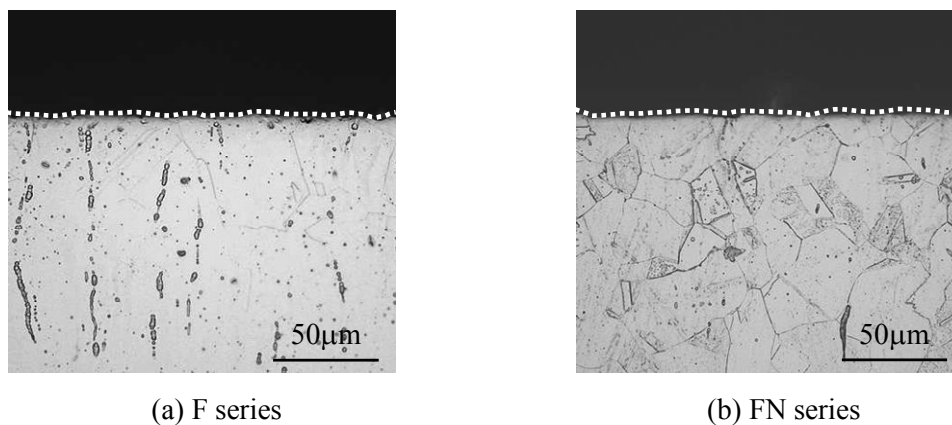


Fig.5-11 Optical micrographs of the F and FN series

(Peening pressure: 0.1MPa, Peening time: 10 s)

(2) 窒化の核生成機構に及ぼす微粒子ピーニングの影響

これまで述べたのは、窒化工程における窒素の拡散挙動、すなわち窒化層の成長機構についてであった。しかしながら、窒素の拡散は被処理面全体において生じるのではなく、局所的な核生成が生じた後、その核を起点として窒素が拡散していくことが知られている⁽¹³⁵⁾。したがって、FPP処理を施すことにより窒素の拡散が生じる要因を解明するためには、FPP処理を施した鋼における窒化の核生成機構について検討を加えることが必要である。とくに、オーステナイト系ステンレス鋼の表面には窒素の侵入を阻害する不動態皮膜が存在していることから、本論文では電気化学試験を行うことによりFPP処理を施した鋼の不動態皮膜の状態について調べることにした。

図5-12に、電気化学試験の測定系の模式図を示す。電気化学特性の評価は、ポテンシostat（北斗電工製 HZ-3000）を用いて動電位分極試験を行うことにより行った。その際、対極には白金電極、参照電極には飽和カロメル電極（Saturated calomel electrode: SCE）を用いた。なお、電解液は25℃に保持した3%NaCl溶液とし、掃引速度40mV/minで貴方向に電位を走査した。

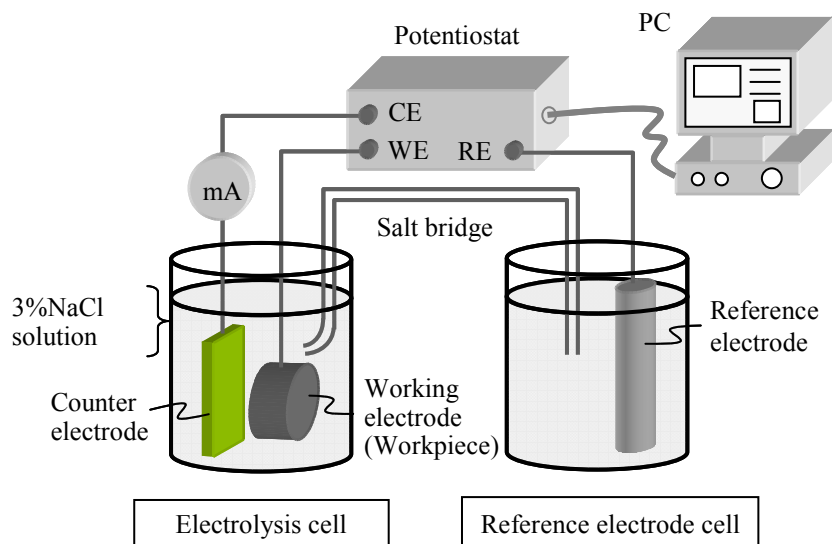


Fig.5-12 Schematic illustration of electrochemical corrosion tests

図5-13に、動電位分極試験結果を示す。まず同図(a)より、Polishedシリーズは明瞭な不動態保持領域が存在していることがわかる。これは、基材表面に不動態皮膜が存在しているためと考えられる。次に、FPP処理を施した試験片に注目すると(同図(b), (c)), 自然電位はPolishedシリーズと比較して卑側にシフトしており、とくに投射圧力0.6MPaでFPP処理を施した試験片の場合には、そのシフト幅は大きいことがわかる。さらに、0.6MPaでFPP処理を施した試験片の不動態保持領域は明瞭ではなく、不安定な分極挙動を示していることがわかる。FPP処理を施した鋼についてXPSによる分析を行った結果、表面には Cr_2O_3 の結合エネルギーに起因するピークが認められたことから、FPP処理面には不動態皮膜が存在しているものの、その特性には何らかの変化が生じているものと考えられる。

ここで、ピーニングを施したオーステナイト系ステンレス鋼の耐食性に関する研究報告^{(54), (141)-(145)}に注目すると、例えばPeyreら⁽¹⁴⁴⁾は、ショットピーニングおよびレーザーピーニングを施すことにより、SUS鋼の耐食性が向上することを報告している。また、榊原ら⁽¹⁴²⁾は、ピーニングによるSUS鋼の耐食性改善は粒界近傍の不純物を分散させることに起因していること、その際投射粒子寸法が小さいほどその効果が高いことを報告している。これらの報告は、いずれも本論文の結果とは異なるものであり、本論文で実施したFPP処理は、通常のピーニングと異なる改質効果を有しているものと推察される。

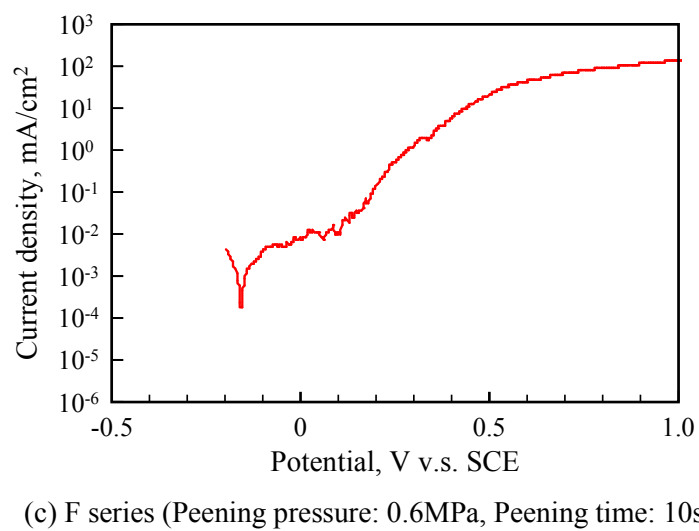
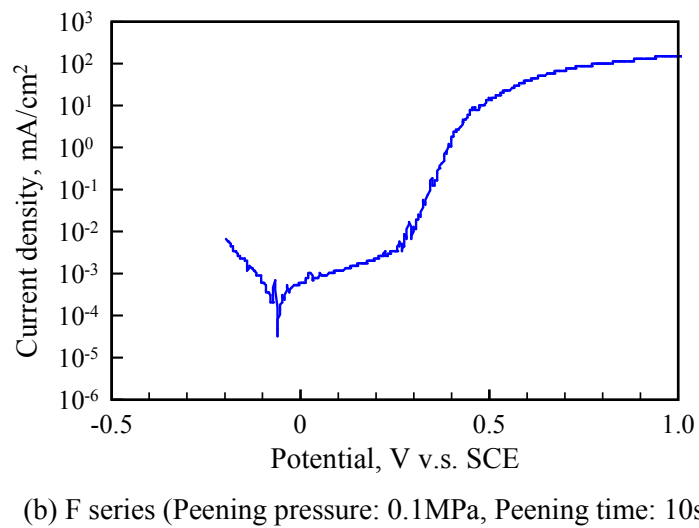
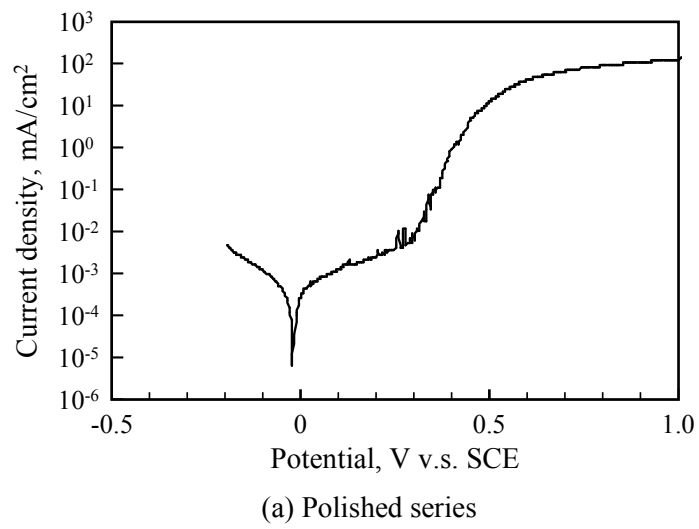
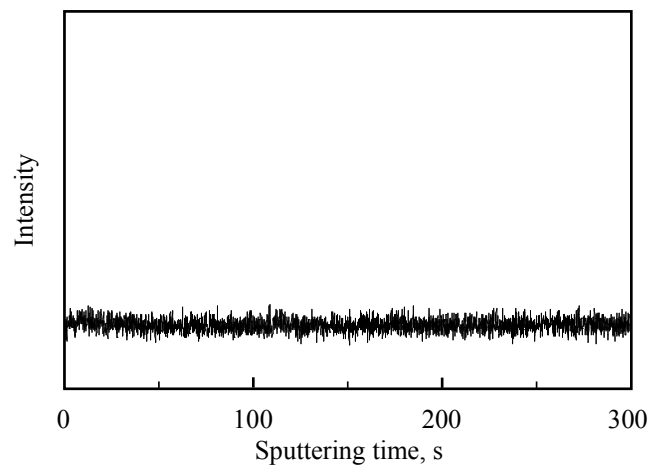
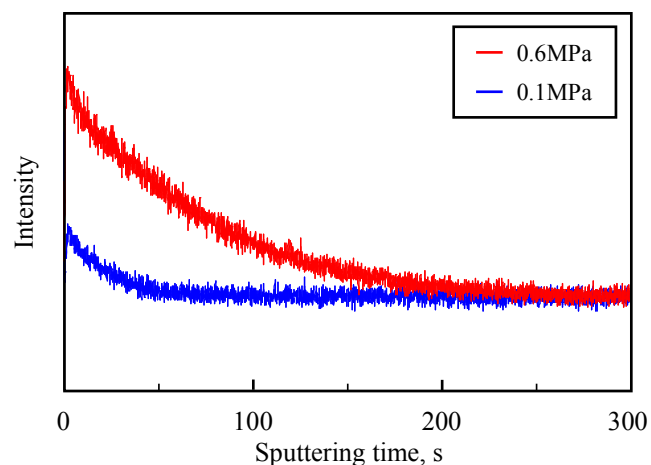


Fig.5-13 Anodic polarization curves

Kameyamaら⁽³⁹⁾⁻⁽⁴²⁾は、FPP処理を施すことにより、被処理面に投射粒子の構成元素が移着することを報告している。本論文の場合にも、このような現象が生じているものと考え、GD-OESによる深さ方向の元素分析を行った。図5-14に、投射粒子に含有されているタングステン元素について分析を行った結果を示す。同図より、FPP処理を施した試験片はPolishedシリーズと比較して、表面近傍においてタングステンの検出強度が高いことがわかる。このことは、FPP処理により投射粒子が被処理面に移着していることを示すものである。とくに、投射圧力が高いほどその検出強度は高い値を示していることがわかる。本研究で使用する投射粒子は、鉄を主成分とするSKH59鋼であるため、移着した粒子は被処理材の電気化学特性を低下させるものと考えられ



(a) Polished series



(b) F series (Peening time: 10s)

Fig.5-14 Tungsten analysis of the FPP treated specimen using GD-OES

る。そのため、移着量の多い0.6MPaシリーズは電気化学特性の低下が顕著に生じたものと考えられる。

さらに、このような鉄製粒子の移着は、ガス窒化工程におけるNH₃ガスの解離挙動にも影響を及ぼすものと考えられる。ガス窒化工程において、鋼の表面に吸着したNH₃ガスは鉄原子を触媒として窒素原子と水素原子に解離し、窒素が鋼中に拡散することとなる。そのため、被処理面に鉄製の投射粒子が存在するFシリーズの場合には、ガス窒化の初期段階において窒化物の核が生成し、そこを起点として窒化層が内部方向に成長する現象が生じるものと考えられる。

この点について検証を行うため、Fシリーズ (0.6MPa, 10s) に対してアルミナ粉末を用いて研磨を行った試験片 (FPシリーズ) を作製し、この試験片のガス窒化挙動について検討を加えることとした。図5-15は、FPシリーズに対してGD-OESを用いてタングステン元素の量を分析した結果である。同図より、タングステンの検出強度は一定値を示しており、表面にはSKH59鋼が存在していないことがわかる。また、図5-16は、FPシリーズの表面を光学顕微鏡により観察した結果である。同図より、FPシリーズの結晶粒界は不明瞭であり、Pシリーズとは異なる様相を呈していることがわかる。以上より、FPシリーズは特異組織を有しつつ、被処理面に投射粒子移着層が存在しない試験片であることが確認できた。

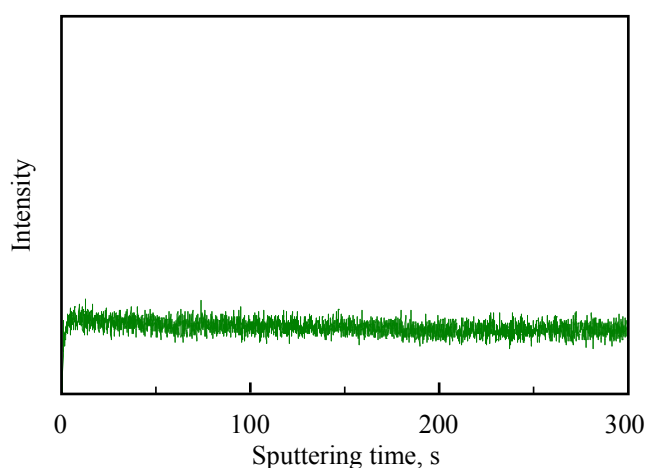


Fig.5-15 Tungsten analysis of the FP series using GD-OES
(Peening pressure:0.6MPa, Peening time:10s)

このように準備したFPシリーズに対してガス窒化を施した試験片（FPNシリーズ）について、XPSを用いて窒素分析を行った。図5-17に、その結果を示す。同図より、窒素は検出されず、窒素の拡散は認められないことがわかる。この結果は、FPP処理により形成された特異組織は窒化の核生成機構に影響を及ぼさないこと、さらに被処理面の投射粒子が窒化の核生成機構に影響を及ぼすことを裏付けるものである。

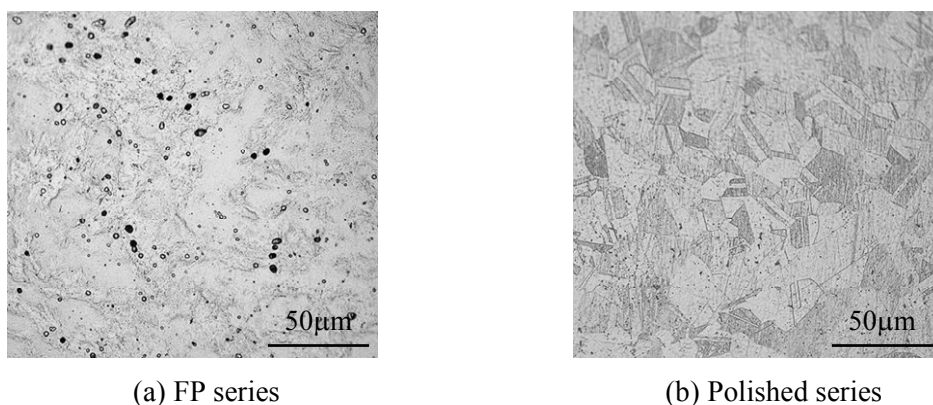


Fig.5-16 Optical micrographs of the FP and Polished series
(Peening pressure: 0.6MPa, Peening time: 10 s)

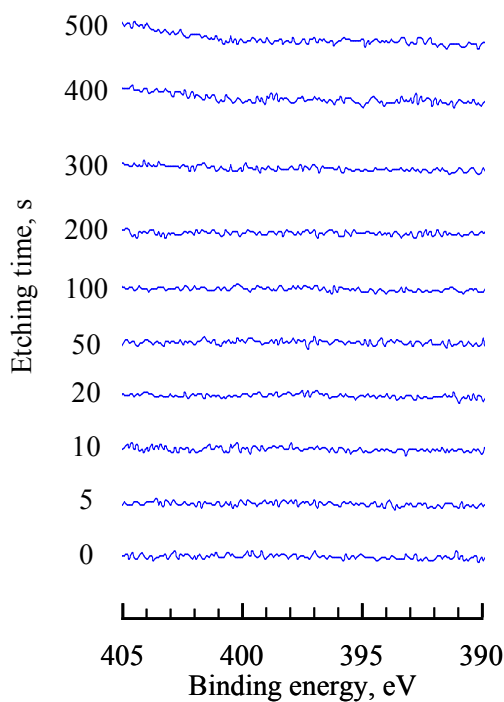
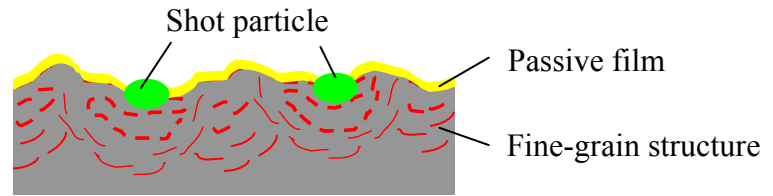


Fig.5-17 XPS results for analysis of nitrogen (FPN series)

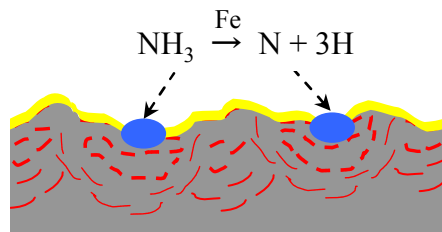
これまで述べた実験結果やガス窒化のメカニズムをもとに、FPP処理を施した鋼における窒素拡散メカニズムを模式的に示したものが図5-18である。まず同図(a)は、FPP処理を施すことにより鋼表面において投射粒子が移着すること、および被処理面近傍において微細結晶粒が形成されることを示している。同図(b)～(d)は、FPP処理を施した試験片に対してガス窒化を施した際の窒素拡散挙動を模式的に示したものである。同図(b)において、窒化炉内の NH_3 ガスは、被処理面に存在する鉄製の投射粒子表面に吸着し、鉄元素を触媒としてNに解離する。これが窒化の核となる。このように形成された核を起点として、窒素が鋼に侵入固溶することにより窒化層が深さ方向に成長する(同図(c))。その際、FPP処理により形成された微細結晶粒の存在により窒素の拡散速度は上昇するため、形成される窒化層は不均一な様相を呈することとなる(同図(d))。

以上から、FPP処理を施したSUS316鋼に対してガス窒化を施した場合には、FPP処理面のSKH59鋼の付着によって窒素の解離現象が生じること、またそのように形成された窒化核を起点としてFPP処理により形成された特異組織を介して窒化層が成長することが明らかとなった。

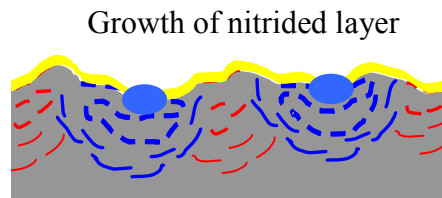
第5章 保護性皮膜を有する鋼の窒素拡散挙動に及ぼす微粒子ピーニングの影響と
窒化層による鋼の疲労特性改善



(a)



(b)



(c)

Generation of inhomogeneous nitrated layer



(d)

Fig.5-18 Schematic illustration explaining the mechanism of generating nitrated layer

5.3.2 複合表面改質により形成される窒化層が鋼の疲労特性に及ぼす影響

図5-19に、回転曲げ疲労試験結果を示す。同図の縦軸は、応力集中係数と改質層の縦弾性係数を考慮に入れた真の最大応力振幅 σ_t を示している。なお、基材の縦弾性係数は190GPa、窒化層の縦弾性係数はMarotら⁽¹⁴⁶⁾が算出した値を用いた。同図から、Nシリーズは、未処理材と同程度の疲労強度値を示しており、ガス窒化を施すことによる疲労強度の上昇は認められないことがわかる。これは、Nシリーズには窒化層が形成されていないためと考えられる。これに対して、複合表面改質を施したFNシリーズは、未処理材や単独表面改質材（F、Nシリーズ）と比較して疲労強度の上昇が認められ、試験片シリーズの中で最も高い強度を示していることがわかる。この結果は、提案する複合表面改質により形成される窒化層が、SUS316鋼の疲労強度の改善に寄与することを示すものである。

しかしながら、FNシリーズの表面には窒化層が形成されているにも関わらず、Fシリーズに対するFNシリーズの強度上昇は僅かであり、顕著な疲労強度の改善は認められないことがわかる。この要因について検討を加えるため、破断面の観察を行った。図5-20に、FNシリーズの破面を観察した結果を、Fシリーズの観察結果と併せて

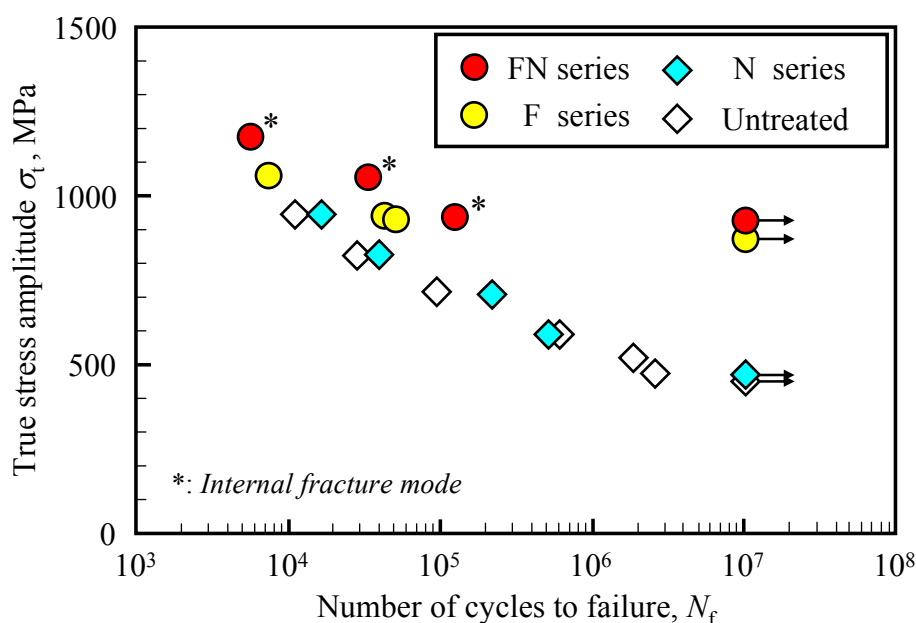


Fig.5-19 Results of fatigue tests

示す。同図より、両シリーズの破面には多数の段差やプラトーが形成されていることがわかる。観察されたプラトーの様相より、FNシリーズの場合には、試験片表面から約20 μm の位置、すなわち窒化層直下から発生したき裂状の欠陥を起点として、破壊に至ったことが推測される。これに対して、Fシリーズの場合には、最表面を起点として破壊が生じていることがわかる。これらの破面観察結果を模式図としてまとめたものが図5-21である。

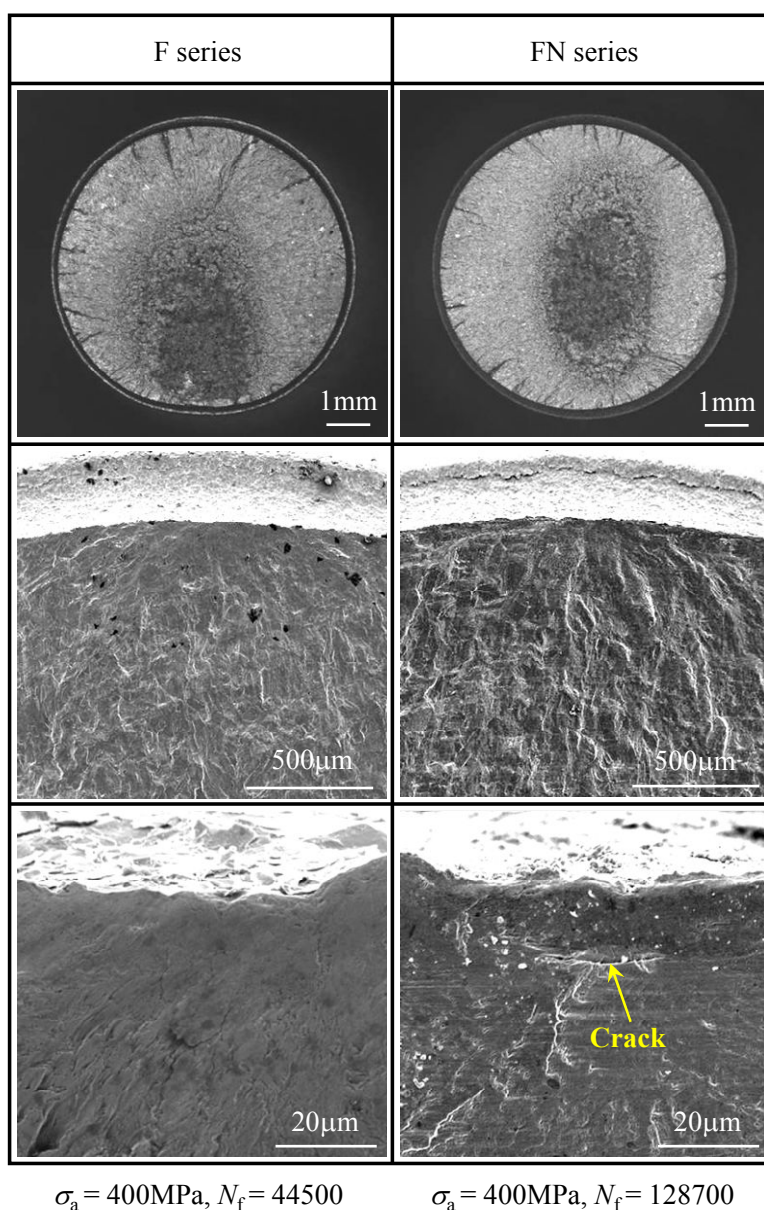


Fig.5-20 Typical feature of the fracture surface

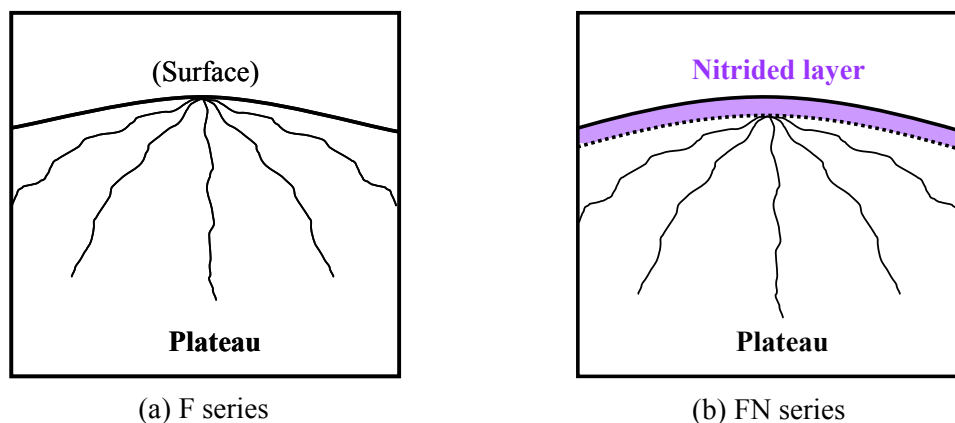


Fig.5-21 Schematic illustration of fracture surfaces of the F series and the FN series

切欠底に応力集中が生じているにも関わらず、FNシリーズが内部破壊を呈した要因について検討を加えるため、破壊起点部に負荷された応力値を計算し、疲労寿命との関係を調べることにした。図5-22に、FNシリーズの疲労試験結果を破壊起点部の応力振幅で整理した図を示す。なお同図には、表面破壊を呈したFシリーズの結果も示している。同図より、FNシリーズのプロットはFシリーズとほぼ同一線上に重なっていることがわかる。この結果は、FNシリーズの疲労強度が窒化層直下の強度レベルに支配されていることを示すものである。

この点について検討を加えるため、深さ方向における疲労強度分布の算出を試みた。具体的には、硬さと疲労強度の経験則⁽¹²⁾、および圧縮残留応力が疲労過程において平均応力として作用する⁽¹⁴⁷⁾ことを考慮し、以下のような疲労強度予測式を用いることとした。

$$\sigma_w = 1.6HV - \frac{1}{2}\sigma_r \quad \dots (5-1)$$

ここで、式中の σ_w は予測疲労強度値(MPa)、 HV はビッカース硬さ、 σ_r は残留応力値(MPa)である。

図5-23に、(5-1)式を用いて疲労強度分布を算出した結果を示す。なお、同図の値は、疲労過程における圧縮残留応力の解放は考慮していない。同図から、FNシリーズの疲労強度はFシリーズのそれと比較して高い値を示していること、また表面から

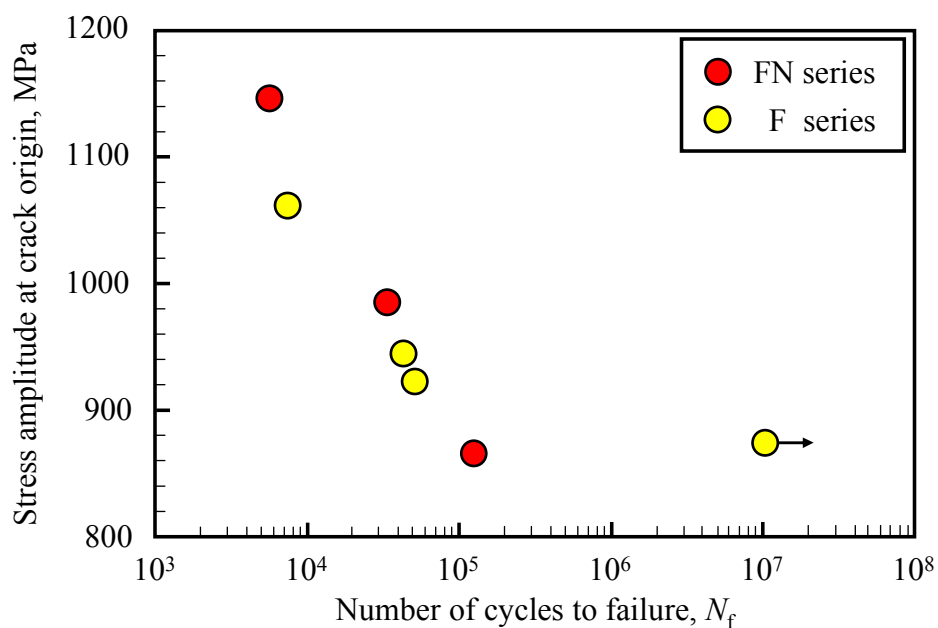


Fig.5-22 Results of fatigue tests in terms of the true stress amplitude applied at crack origin

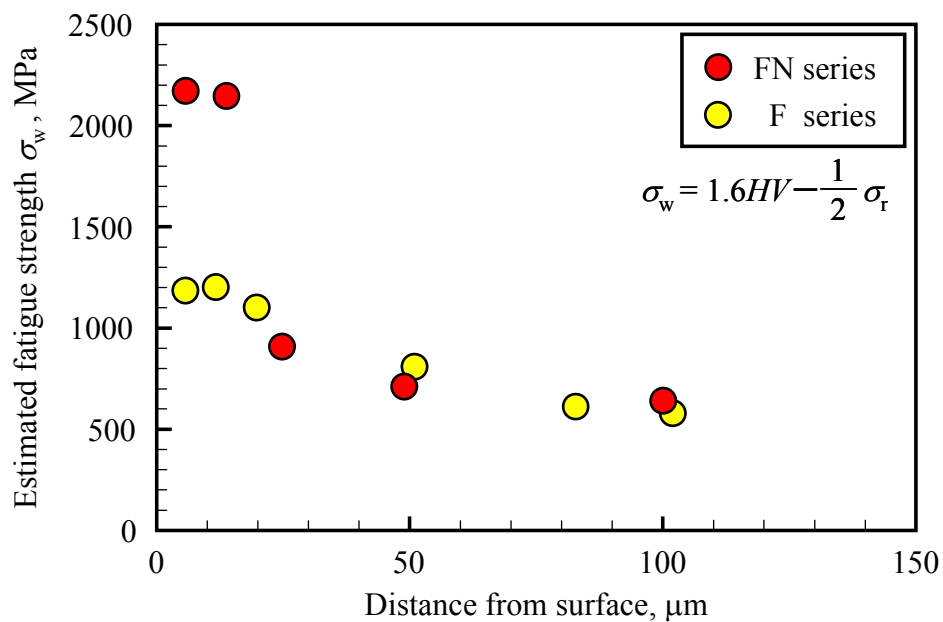


Fig.5-23 Distribution of estimated fatigue strength

20 μm より内部ではFシリーズと同程度の値を示していることがわかる。したがって、FNシリーズの場合、窒化層の直下の低強度部を起点として破壊が生じたため、複合表面改質による疲労特性の改善は顕著に認められなかったものと考えられる。

さらに、FNシリーズの内部破壊要因について検討を加えるため、深さ方向におけるFNシリーズの荷重応力分布の算出を行った。図5-24は、公称応力400MPaを荷重したFNシリーズの深さ方向における荷重応力分布を示している。同図より、表面近傍の荷重応力値に注目すると、その値は基材の降伏応力(357MPa)と比較して高いことがわかる。したがって、FNシリーズの場合には、窒化層の直下において局所的な塑性変形が生じた後、窒化層が破壊に至ったものと考えられる。ここで、Tokajiら⁽¹⁴⁸⁾、⁽¹⁴⁹⁾の報告に注目すると、窒化層と基材の縦弾性係数の差が大きい純チタン、チタン合金の場合には、母材の強度が高いほど窒化による疲労特性改善効果は小さいとされている。これに対して、複合表面改質を施したSUS316鋼の場合、窒化層と基材の縦弾性係数の差は比較的小さい。これらのことを考慮すると、窒化層における荷重応力上昇効果が小さいことも内部破壊が生じた一因であるものと考えられる。

これまで述べた強度向上要因や破壊モードの差に関しては、図5-25に示す模式図を用いて説明することができる。同図は、表面硬化層を有する鋼について、荷重された

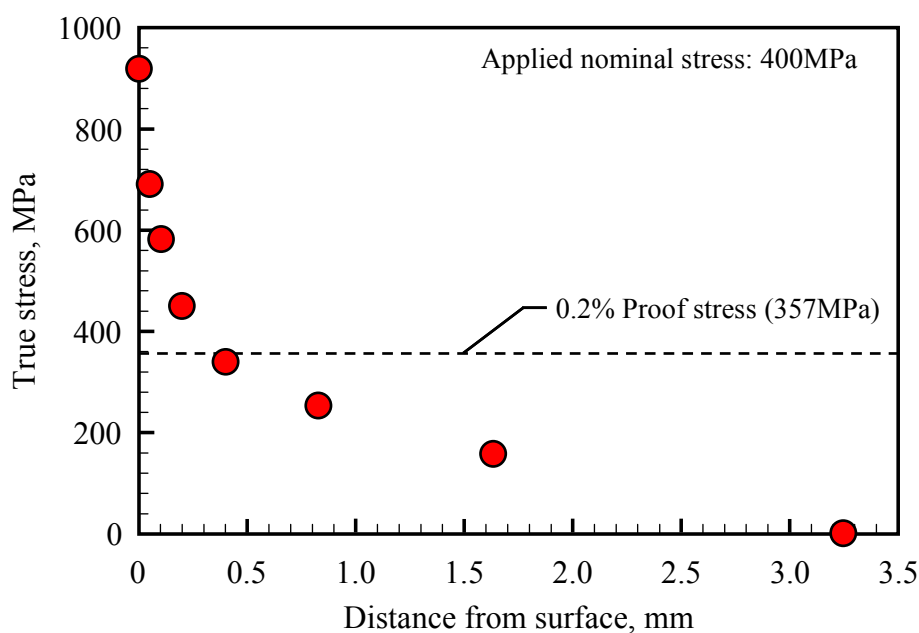


Fig.5-24 Distribution of bending stress distribution of the FN series

曲げ応力分布（実線）と試験片縦断面上における疲労強度分布（赤破線）を模式的に表したものである。なお、疲労強度分布は、図5-23の結果と対応させたものである。

Fシリーズにおいて曲げ応力Aが負荷された場合（同図(a)），負荷応力の大きさは材料表面において疲労強度値を超えるため、表面破壊が生じる。これに対して、FNシリーズに曲げ応力Aが負荷された場合には（同図(b)），表面近傍に窒化層が形成されていること、さらに窒化層における負荷応力上昇効果が小さいことに起因して破壊は生じず、応力がBに達した時にはじめて窒化層直下の位置において破壊条件を満たすことになる。その際、窒化層直下においては降伏応力より高い応力が負荷されるため、局所的な塑性変形が生じた後、窒化層が破壊に至る。その結果、SUS316鋼の場合、複合表面改質による顕著な疲労特性改善は認められない。

以上より、複合表面改質を施したSUS316鋼の疲労破壊機構を解明し、単独表面改質材と比較して顕著な疲労特性の改善が認められない要因を明らかとした。また、実用部材への適用を想定した場合には、複合表面改質によるステンレス鋼の耐食性の劣化について検討を加えることが必要であるものと考えている。この点に関しては、クロム窒化物を形成させることなく高硬度な窒化層を形成させること、すなわち窒化温度の低温化を図ることにより耐食性を維持しながらステンレス鋼の高疲労強度化を達成することが可能であると考えている。

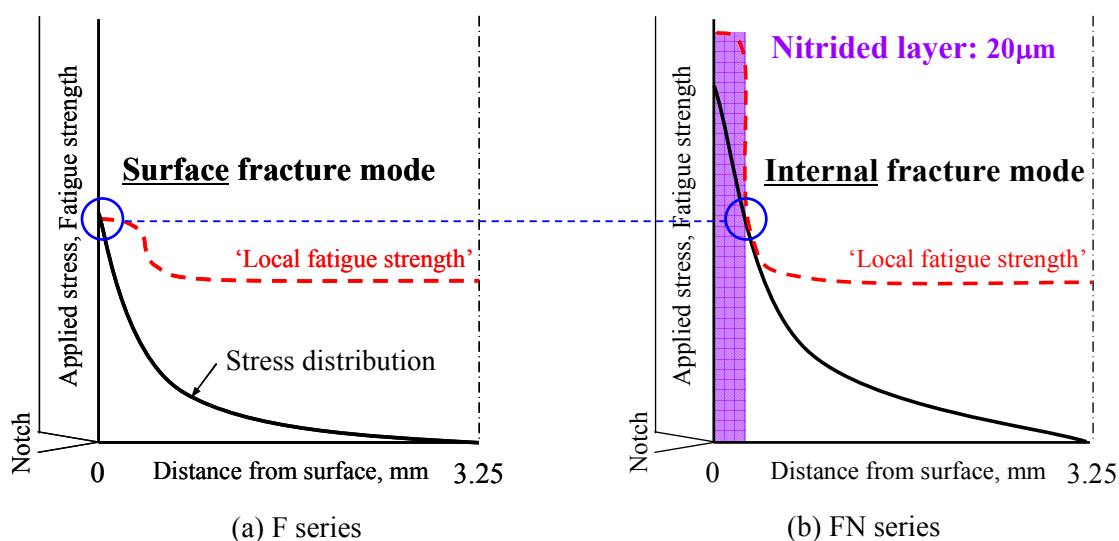


Fig.5-25 Relationship between local fatigue strength and applied stress distribution

5.4 結言

本章では、通常窒素の拡散が認められないオーステナイト系ステンレス鋼（SUS316）を例として取り上げ、保護性皮膜を有する鋼に対して微粒子ピーニングを施すことにより二段目のガス窒化工程において窒素の拡散が生じるか否かに注目し、微粒子ピーニングを前処理として利用する複合表面改質プロセスの効果発現メカニズムについて検討を加えた。

その結果、被処理面には不動態皮膜が存在するにも関わらず、微粒子ピーニングを施すことにより二段目のガス窒化工程において窒素の拡散が生じることが明らかとなった。これは、微粒子ピーニングを施すことにより、被処理面に残存した鉄製の投射粒子を触媒として窒素の解離現象が生じ、窒化核が生成するためである。さらに、この窒化核を起点として、微粒子ピーニングにより形成された微細結晶粒を介した窒素の高速拡散が生じる。このような窒素の現象は、高い投射圧力で微粒子ピーニングを生じた場合において生じるものである。すなわち、投射粒子の付着量が少なく、微細結晶粒が形成されない低投射圧力条件のもとで微粒子ピーニングを施した場合には、窒素の拡散は生じない。

このように形成された窒化層は、SUS316鋼の疲労特性改善に寄与する。しかしながら、母材の強度が低いオーステナイト系ステンレス鋼の場合には、窒化層直下において降伏強度を超える応力が負荷されるため、複合表面改質プロセスによる著しい疲労強度の改善は認められない。したがって、提案する複合表面改質は、母材強度の高い材料の疲労特性改善に有効であるものと考えられる。

以上の結果は、微粒子ピーニングを前処理として利用する複合表面改質プロセスが実用的観点から表面改質効果を発現させる可能性を有していることを示すものである。第4章で導いた結論と合わせて、本章で明らかにした知見は産業上有用であるものと考えられる。

第6章

鋼の相変態を目的とした高温微粒子ピーニングの提案とそれが鋼の疲労特性に及ぼす影響

6.1 緒言

これまでは、微粒子ピーニングを前処理として利用する複合表面改質により生じる一連の物理現象について検討を加えた。その結果、微粒子ピーニングによって形成される微細結晶粒は、二段目の表面改質プロセス工程において元素の拡散現象を促進させるため、形成される改質層の厚さや結晶構造が変化することを明らかとした。一方で、微粒子ピーニングによる微視組織変化機構を考えると、微粒子ピーニングを複合表面改質プロセスにおいて前処理として利用する以外にも、組み合わせる他方のプロセス工程において導入することにより高強度改質層が形成されるものと考えられる。具体的には、被処理材を変態点以上に加熱した状態で微粒子ピーニングを施すことにより、鋼の相変態挙動を変化させることができるものと考えられる。そこで本章では、鋼の疲労特性改善を目的として高温微粒子ピーニングを提案し、その効果発現メカニズムについて検討を加えることとした。

第2章で述べたように、本研究で使用する微粒子ピーニング装置は、圧縮気体により粒子を加速させる仕組みである。したがって、被処理材を高温に加熱した状態で微粒子ピーニングを施すことにより、粒子投射時に噴射される圧縮気体を利用して被処理材をオーステナイト温度域から急冷させ、焼入れの効果を得ることが可能であるものと考えられる。そのため、被処理材を高温に加熱した状態で微粒子ピーニングを施すことにより、変形中に生じる再結晶に起因して微細な旧オーステナイト結晶粒を創製することが可能であるものと考えられる。ここで、鋼の疲労特性に及ぼす旧オーステナイト粒径の影響について調べた研究報告⁽¹⁵⁰⁾⁻⁽¹⁵²⁾に注目すると、泉田ら⁽¹⁵⁰⁾は、旧オーステナイト粒の微細化に伴い疲労強度が増加することを報告している。したがって、本章で提

案する改質プロセスは、微粒子ピーニング装置を用いて鋼の相変態を生じさせるとともに、微細な旧オーステナイト粒を創製させることにより、鋼の疲労特性を改善させることができるものと期待される。これまで、室温より高い温度域まで被処理材を加熱し、塑性変形抵抗を低下させた^{(153),(154)}状態でピーニングを行う温間ピーニングに関する研究⁽⁶⁸⁾⁻⁽⁷¹⁾は多数行われているものの、鋼のマルテンサイト変態による高硬度層の創製、および微細な旧オーステナイト粒の創製を目的とした複合表面改質プロセスに関する研究は見当たらない。

そこで本章では、高硬度改質層および微細結晶粒の創製を目的として、高周波誘導加熱装置と微粒子ピーニング装置を組み合わせた、高温微粒子ピーニングを提案することとする。その際、高温微粒子ピーニングを施すことにより形成される鋼の微視組織形態に注目し、提案手法が鋼の疲労特性に及ぼす影響について検討を加えることとする。

6.2 実験方法

6.2.1 高周波誘導加熱を利用した高温微粒子ピーニング装置

高温下での微粒子ピーニングは、高周波誘導加熱装置、加熱コイルおよび制御盤を微粒子ピーニング装置と組み合わせた装置を用いることにより行った。図6-1に、この装置の概観を示す。以後、この装置を用いた高温微粒子ピーニングを、高周波誘導加熱微粒子ピーニング (Induction Heating-Fine Particle Peening: IH-FPP) 処理と称することとする。

図6-2に示すように、加熱コイルは微粒子ピーニング装置のブース内に設置した。なお、同図(a)は円盤型試験片、同図(b)は丸棒試験片に対してIH-FPP処理を施す際に使用

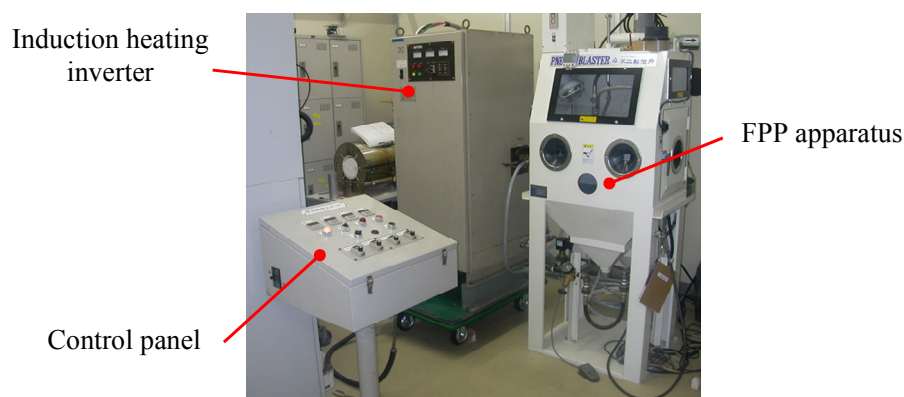


Fig.6-1 Over view of IH-FPP treatment system

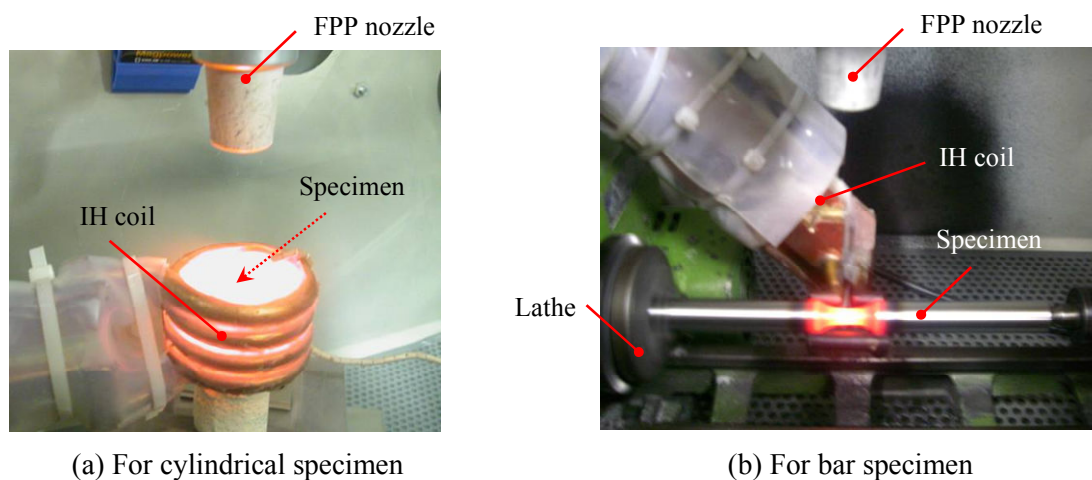


Fig.6-2 Over view in FPP booth

する加熱コイルを示している。ここで、円盤型試験片に対してIH-FPP処理を施す際には、円筒形状を有するコイル直径の中心、コイル幅方向中央部の耐火煉瓦上に被処理材を設置した。丸棒試験片の場合には、円筒型の加熱コイルを用いてIH-FPP処理を施すことが困難であるため、図6-3の模式図に示すような、丸棒試験片の下半分を覆う形状を有する加熱コイルを使用した。

加熱条件は、以下の手順により決定した。スポット溶接によりK熱伝対を取り付けた試験片を種々の出力で加熱し、その際の試験片温度の経時変化をデータロガーに記録することによりIH-FPP処理時の昇温速度、最高到達温度および冷却速度を算出し、加熱出力条件を決定した。また、IH-FPP処理の詳細については次項で述べるが、特定の温度に保持した状態でIH-FPP処理を実施する際には、試験片を種々の出力で加熱しながら処理時と同圧力の圧縮気体を試験片表面に吹き付けた際の温度を測定した。なお、熱伝対は円盤型試験片の裏面中心部に1対、丸棒試験片の最小径部において中心角45度間隔に8対取り付けた。なお、丸棒試験片については、8箇所の測定温度の平均値をIH-FPP処理温度と定義した。

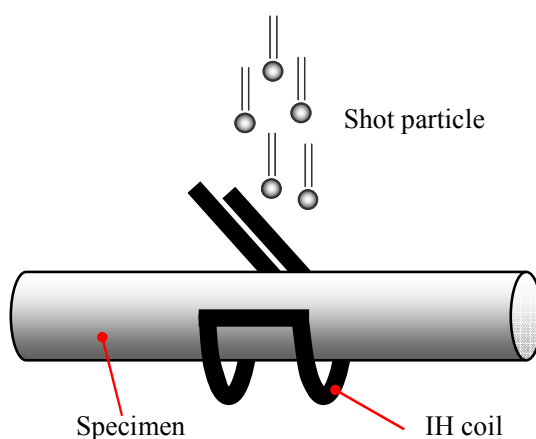


Fig.6-3 Schematic illustration of the IH-FPP treatment for bar specimen

6.2.2 試験片の作製

供試材としては、表6-1および表6-2に示す化学成分を有するマルテンサイト系ステンレス鋼 (SUS440C) およびクロムモリブデン鋼 (SCM435H) の丸棒 ($\phi = 16\text{mm}$) を用いた。SUS440C鋼に対しては、1050°Cで15分保持後の油冷による焼入れ、および150°Cで60分保持の焼戻しを施した後、直径15mm、厚さ4mmの円盤型試験片に機械加工した。その後、耐水研磨紙 (#320-1200) およびコロイダルシリカ懸濁液を用いて、その一方の端面を鏡面状に仕上げた (Polishedシリーズ)。

SCM435H鋼に対しては、855°Cで30分間保持後に水冷の焼入れ、および580°Cで1時間保持の焼戻しを施した。表6-3に、SCM435H鋼の機械的特性を示す。その後、同材を図6-4(a)に示す平滑材 ($K_t = 1.06$)、および同図(b)に示す切欠きを有する砂時計型の試験片 ($K_t = 2.36$) に機械加工した後、1000°C、2時間の真空焼なましを施した。その後、試験片の最小径部に対して電解研磨を施した (Annealedシリーズ)。図6-5は、SUS440C鋼の縦断面組織およびSCM435H鋼の横断面組織を光学顕微鏡により観察した結果である。

Table 6-1 Chemical composition of SUS440C steel (mass%)

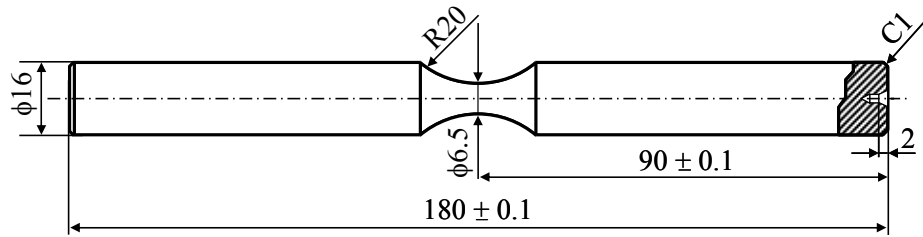
C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Fe
0.99	0.37	0.39	0.24	<0.001	0.11	16.49	0.43	Bal.

Table 6-2 Chemical composition of SCM435H steel (mass%)

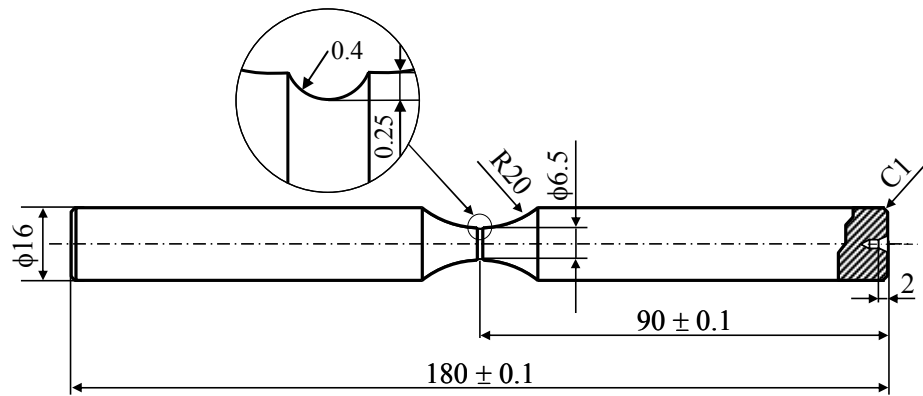
C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	Al	Fe
0.34	0.24	0.81	0.011	0.018	0.02	1.11	0.16	0.01	0.026	Bal.

Table 6-3 Mechanical properties of SCM435H steel

0.2% proof strength	Tensile strength	Elongation	Reduction of area
807MPa	941MPa	21%	65

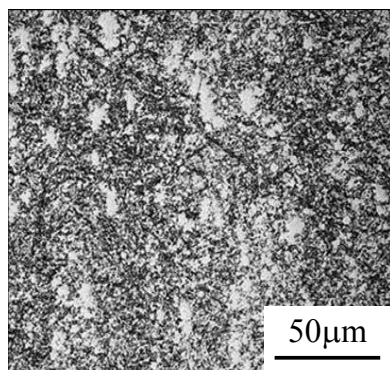


(a) Smooth specimen

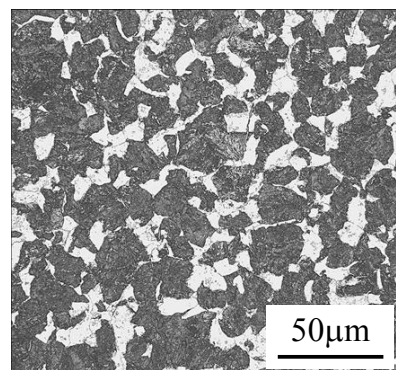


(b) Notched specimen

Fig.6-4 Specimen configuration of SCM435H steel



(a) SUS440C



(b) SCM435H

Fig.6-5 Microstructure of SUS440C and SCM435H steel

IH-FPP処理は、図6-6および図6-7に示す条件のもとで行った。SUS440C鋼の場合には、試験片を1050°Cに加熱した後、IH装置の電源を切った状態で粒子投射を行った（図6-6）。その際、粒子投射の開始時刻を変化させることにより、粒子衝突時の基材温度を変化させた（表6-4）。以下、これらの試験片を、IH-FPP処理温度の高い順に、High, Middle, Lowシリーズと呼ぶ。なお、圧縮気体による冷却時間は全てのシリーズで合計30秒となるようにした。すなわち、例えばMiddleシリーズの場合には、10秒圧縮気体のみを投射し、次の10秒は粒子を混入させて投射し、さらに10秒間圧縮気体のみを投射している。また、比較のために、IH装置により1050°Cに加熱した後、圧縮気体により冷却した試験片（IHAirシリーズ）、IHAirシリーズに対して室温でFPP処理を10秒施した試験片（IHAir-RTシリーズ）、およびPolishedシリーズに対して室温でFPP処理を施した試験片（Fシリーズ）を準備した。なお、FPP処理は、投射圧力0.6MPa、投射間距離100mmのもと、平均直径63μmの高速度工具鋼（SKH59）を用いて行った。

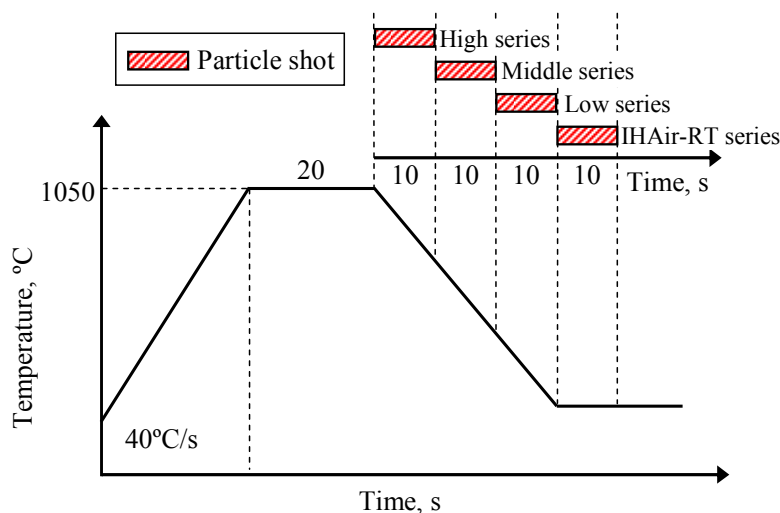


Fig.6-6 Condition of IH-FPP treatment for SUS440C

Table 6-4 IH-FPP treatment temperature (°C)

High series	Middle series	Low series	IHAir-RT series
1050~480	480~250	250~180	R. T.

SCM435H鋼の場合には、1000℃まで加熱しオーステナイト化させた後、圧縮気体を噴射することにより種々の温度 T_1 まで冷却し、その温度を保持した状態で粒子投射を30秒間行った(図6-7)。その際、噴射された圧縮気体による試験片の温度低下を防ぐため、IHコイルによる加熱も同時に行っている。なお、IH-FPP処理温度 T_1 は、800℃、500℃、200℃とした(IHFシリーズ)。また、比較のために、Annealedシリーズに対して室温でFPP処理を施した試験片(Fシリーズ)、1000℃まで加熱した後に圧縮気体により急冷した試験片(IHAirシリーズ)を準備した。また詳細は後述するが、第2章で述べた、高周波焼入れおよび焼戻し後に室温でFPP処理を施した試験片(Hard-Qシリーズ、Middle-Qシリーズ、Hard-QT600シリーズ)も準備した。

FPP処理は、投射圧力0.6MPa、粒子投射時間30秒、投射間距離100mmのもと、平均直径63 μm の高速度工具鋼(SKH59)を用いて行った。なお、IH-FPP処理を行う際には、小型旋盤を用いて試験片を回転させることにより、最小径部にわたり均等に処理が施されるように留意した。

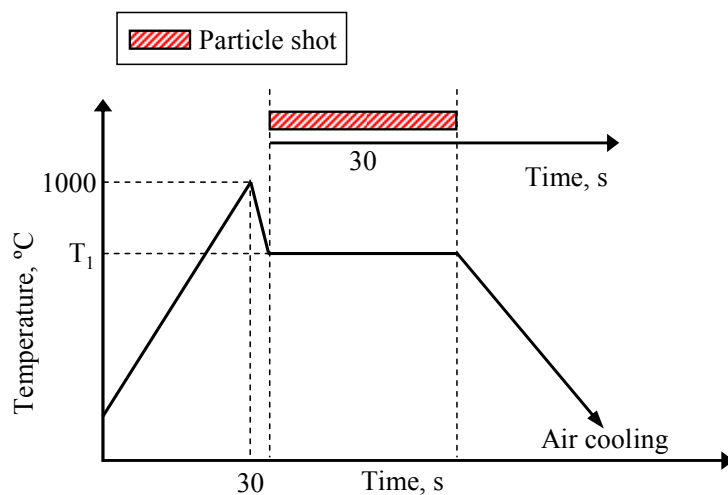


Fig.6-7 Condition of IH-FPP treatment for SCM435H

6.2.3 分析および試験方法

作製した試験片に対しては、光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡（Scanning electron microscope: SEM）を用いて微視組織の観察を行った。

残留応力の測定には、微小部X線応力測定装置（リガク製・PSPCシステム）を用いた。表6-5に測定条件を示す。なお、測定はCr-K α 線211回折線を利用して試験片最小径部において行い、X線検出器の走査線方向は試験片軸と一致するようにした。その際、測定には平滑材（図6-4(a)）を用いて行った。また、IH-FPP処理による加工誘起マルテンサイト変態量について検討を加えるため、 α -Fe(211)面($2\theta = 156.4$)と γ -Fe(220)面($2\theta = 128.8$)における回折ピークの強度比より残留オーステナイト量の算出を行った。

深さ方向の残留応力分布の測定は、以下の手順により行った。まず、試験片最小径部の5mm四方を残してマスキングし、その状態で表面における残留応力を測定した。次に、露出している部分を電解法により研磨した後、同条件のもとで残留応力測定を行った。なお、残留応力の値は、 $\sin^2\psi$ 法により算出した。

疲労試験は、小野式回転曲げ疲れ試験機を用いて、応力比 $R = -1$ の条件のもと室温・大気中において行った。その際、繰返し速度は3000rpmとし、疲労試験には切欠材（図6-4(b)）を用いた。

Table 6-5 Residual stress measurement particulars

Tube voltage, kV	40
Tube current, mA	30
Diffraction angle 2θ , deg	156.4
Incident angle, deg	10, 20, 30, 35, 40
Beam diameter, mm	$\phi 2$
Stress constant, MPa / deg	-317.91

6.3 実験結果および考察

6.3.1 高温微粒子ピーニングによる高硬度改質層の創製

図6-8に、SUS440C試験片の縦断面を研磨した後、20%塩酸を用いて現出させた組織を光学顕微鏡により観察した結果を示す。同図(a)より、最も高い温度でIH-FPP処理を施したHighシリーズの場合には、表面からおよそ30 μm の深さにおいて黒くエッチングされた領域が認められ、結晶粒界が不明瞭であることがわかる。これに対して、Highシリーズと比較して処理温度の低いMiddle, LowシリーズおよびIHAir-RTシリーズにおいては、そのような組織は認められないことがわかる。また、これら3シリーズにおいて、結晶粒の大きさは表面と内部で差は認められないことから、IH-FPP処理による結晶粒の微細化は生じていないものと考えられる。

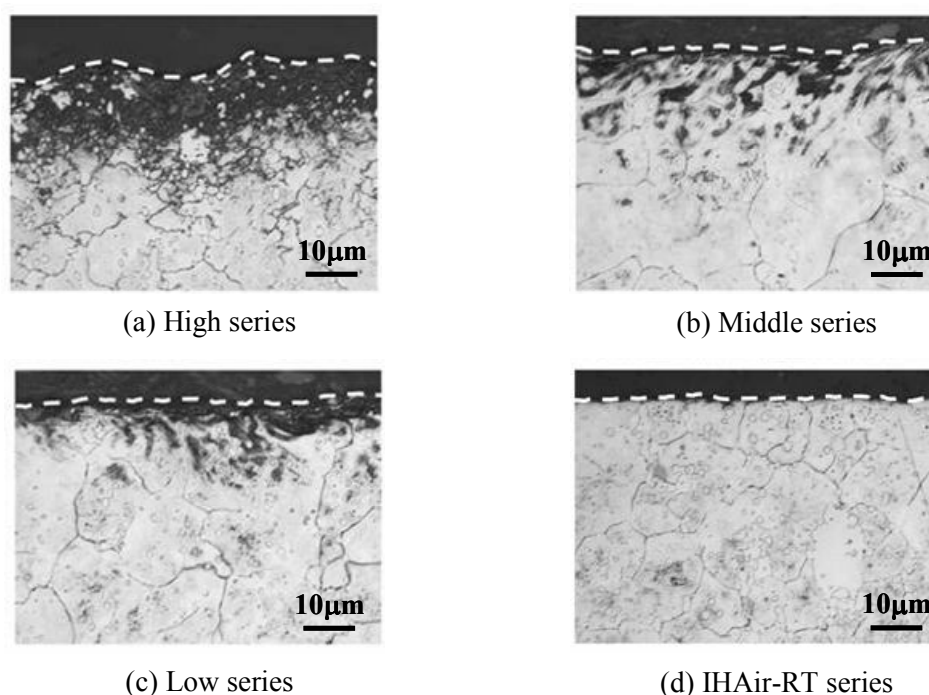


Fig.6-8 Optical micrographs of microstructures etched with 20 % hydrochloric acid at the longitudinal section (Treated material: SUS440C)

Highシリーズの微視組織について検討を加えるため、SEMを用いて詳細な観察を行った。図6-9に、その結果を示す。同図より、Highシリーズには数 μm オーダーの極めて微細な結晶粒が形成されていることが明らかとなった。また、図6-10は、深さ方向においてHighシリーズの結晶粒径を測定した結果であるが、Highシリーズの表面近傍に形成された結晶粒径は、内部のそれと比較して微細であることがわかる。このことから、高温でIH-FPP処理を施すことにより、被処理面近傍において微細結晶粒を創製できることが明らかとなった。

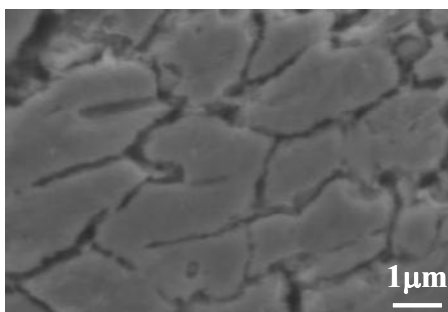


Fig.6-9 SEM micrographs of the High series at the longitudinal section
(Treated material: SUS440C)

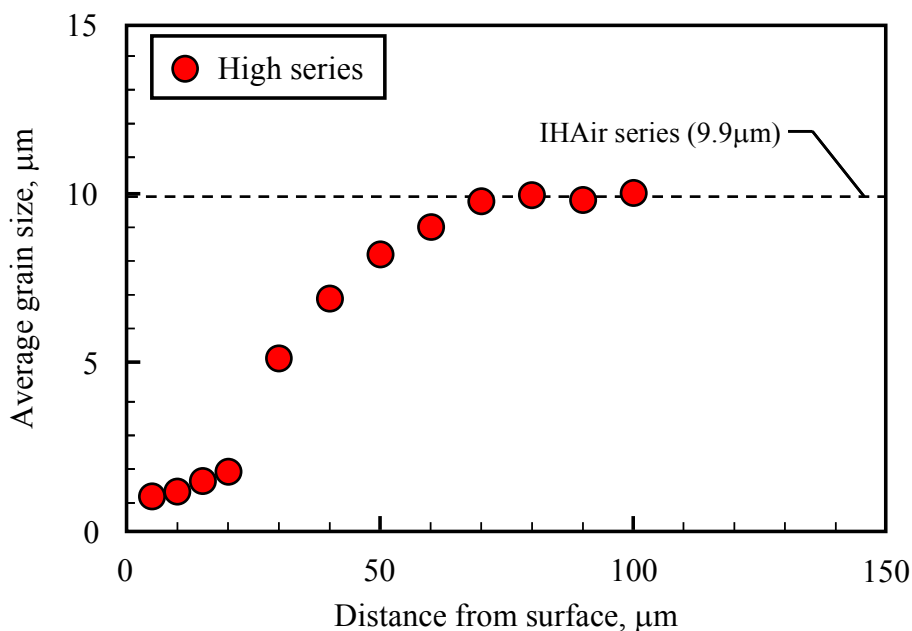


Fig.6-10 Distribution of grain size of the High series at the longitudinal section
(Treated material: SUS440C)

図6-11に、試験片中心部の縦断面において、被処理面から深さ方向に硬さ分布を測定した結果を示す。同図から、IH-FPP処理を施すことにより、表面近傍のみならず材料内部においても硬さが上昇していることがわかる。これは、粒子投射ノズルから噴射される圧縮気体によって被処理材が急冷されることにより、焼入れの効果が得られたためと考えられる。また、IH-FPP処理による表面近傍の硬さ上昇幅に注目すると、その幅は粒子衝突時の基材温度が低いほど大きいことがわかる。さらに、HighシリーズはIHAirシリーズとほぼ同程度の硬さを示しており、Middle, Lowシリーズとは異なり、加工硬化が生じていないものと考えられる。

次に、IH-FPP処理による加工誘起マルテンサイト変態について検討を加えるため、残留オーステナイト量の測定を行った。図6-12に、深さ方向に測定した残留オーステナイト分布を示す。なお、同図の破線はIHAirシリーズの結果を示している。同図より、Middle, Lowシリーズは、圧縮気体のみを噴射したIHAirシリーズと同程度の残留オーステナイト量を示していることがわかる。これに対して、Highシリーズの場合には、被処理面近傍において、IHAirシリーズと比較して低い残留オーステナイト

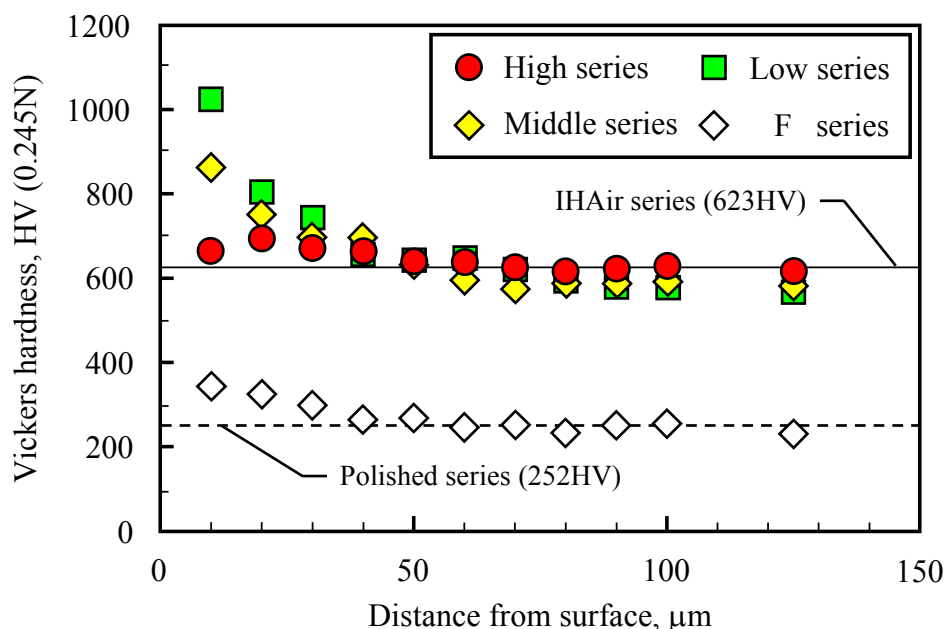


Fig.6-11 Distribution of Vickers hardness at the longitudinal section
(Treated material: SUS440C)

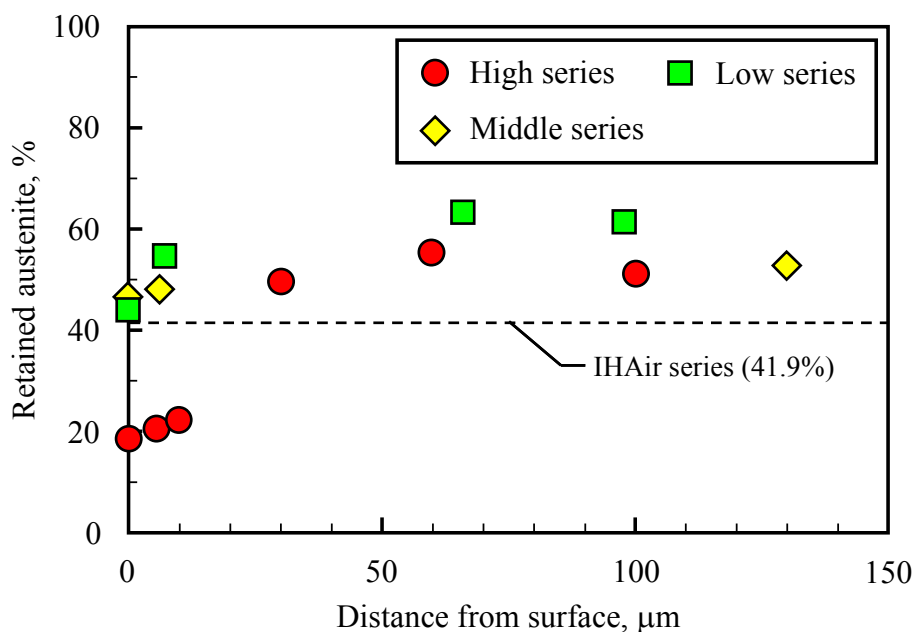


Fig.6-12 Distribution of retained austenite at the longitudinal section
(Treated material: SUS440C)

量を示している。このことは、高温でIH-FPP処理を施すことにより加工誘起マルテンサイト変態が顕著に生じることを示すものである。しかしながら、Highシリーズの表面硬さは、Middle, Lowシリーズの値と比較して低いことを図6-11で述べた。したがって、組織観察結果と併せて考えると、高温でIH-FPP処理を施したHighシリーズの場合には、変形中に生じる再結晶、すなわち動的再結晶に起因して表面近傍の転位密度が減少したものと考えられる。

静的再結晶粒径は、加工度、加工温度、初期粒径の関数であるのに対して、動的再結晶粒径 D は以下に示すZener-Hollomonパラメータ Z により決定されることが知られている⁽¹⁵⁵⁾。

$$Z = \dot{\epsilon} \exp \left(\frac{Q}{RT} \right) \quad \dots (6-1)$$

$$D = AZ^{-n} \quad \dots (6-2)$$

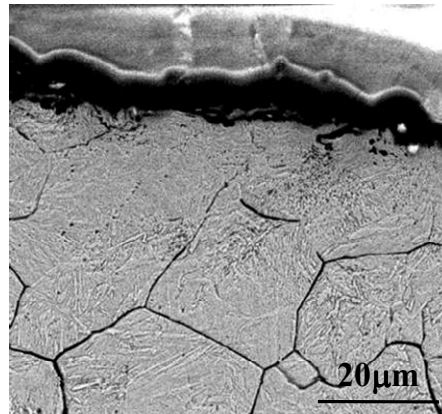
ここで、 $\dot{\epsilon}$ はひずみ速度 (m/s)、 Q は活性化エネルギー (J)、 R は気体定数 (J/K mol)、 T は絶対温度 (K)、 A および n は定数である。

(6-1), (6-2)式より, 動的再結晶粒径 D は, ひずみ速度と処理温度により決定されることがわかる. また, 動的再結晶が生じるためには, ある臨界のひずみ量 ε_c 以上の加工を施すことが必要であるが, ε_c は Z の関数であり, Z が高い値ほど大きくなることが知られている. すなわち, 本章では粒子投射条件を統一しているため, IH-FPP処理温度が高いほど動的再結晶が生じやすくなるものと考えられる. したがって, 処理温度の高いHighシリーズにおいてのみ, 動的再結晶が生じたものと考えられる.

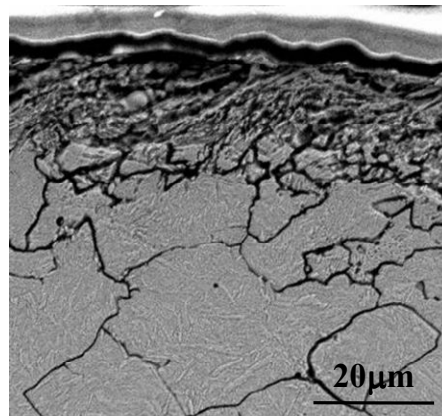
被処理材の微視組織に及ぼすIH-FPP処理温度の影響についてさらなる検討を加えるため, 温度を保持した状態でIH-FPP処理を施した試験片を作製した. 図6-13に, 種々の温度に保持した状態でIH-FPP処理を施したSCM435H鋼の旧オーステナイト粒をSEMにより観察した結果を示す. 同図より, 500°CでIH-FPP処理を施したIHF500シリーズにおいては, 被処理面近傍に微細な結晶粒が形成されているのに対して(同図(b)), IHF200, 800シリーズにはそのような微細結晶粒は認められないことがわかる(同図(a), (c)). この結果は, SUS440C鋼の組織観察結果や, (6-1), (6-2)式に示した理論とは異なるものである.

先に述べたように, IH-FPP処理により形成される結晶粒の大きさは, 処理温度に依存しており, 処理温度が低いほど形成される結晶粒径は微細となる一方, 動的再結晶が生じにくくなる. これまで述べた理論とIHF500シリーズに微細な結晶粒が認められた事実から考えると, IHF800シリーズにおいても動的再結晶が生じているものと考えられる. 牧ら⁽¹⁵⁶⁾は, 動的再結晶組織の場合, 潜伏期が存在せず直ちに粒成長が進行する, メタダイナミック再結晶⁽¹⁵⁷⁾が生じること, またOuchiら⁽¹⁵⁸⁾は, 熱間加工により形成された組織が静的再結晶を生じた場合, その結晶粒の大きさは数十 μm のオーダーであり, それほど微細ではないことを報告している. このことから, IHF800シリーズにおいても動的再結晶は生じているものの, 粒子投射が完了した後に被処理材が高温であることに起因して, 結晶粒が成長したものと推察される.

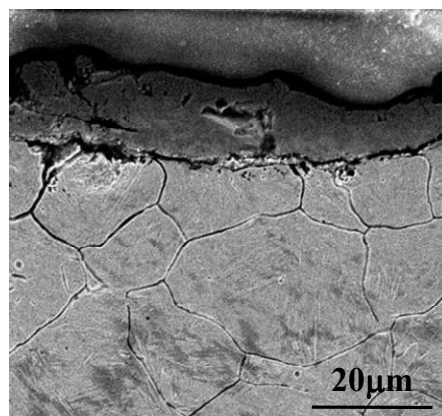
以上より, IH-FPP処理は, FPP処理のみならず焼入れの改質効果を得ることができるため, 高硬度層を形成させることが可能であることが明らかとなった. さらに, IH-FPP処理は微細結晶粒を創製することが可能である. このような改質効果は, 焼入れ後にFPP処理を施す従来の複合表面改質プロセスでは得られないものである.



(a) IHF200 series



(b) IHF500 series



(c) IHF800 series

Fig.6-13 Cross-sectional SEM micrographs etched by Picking acid
(Treated material: SCM435H)

6.3.2 鋼の疲労特性に及ぼす高温微粒子ピーニングの効果

図6-14に、被処理材に生じた圧縮残留応力の測定結果を示す。同図より、IH-FPP処理温度が低いほど生起する圧縮残留応力が高いことがわかる。これは、IH-FPP処理温度が高い場合には、粒子投射が完了した後の熱影響により圧縮残留応力が解放するためと考えられる。原田ら^{(69), (70)}は、温間ピーニングの処理温度が高い場合には、熱影響により圧縮残留応力の解放が顕著に生じることを報告している。

さらに、IH-FPP処理温度により生起する残留応力の値が異なる要因については、以下のことと考えられる。図6-15は、IH-FPP処理温度と、 A_1 変態点および M_s 点（約340℃）を比較した図である。IHF200シリーズの場合には（同図(a)）、粒子を投射する温度が M_s 点以下であるため、相変態が完了した後にFPP処理を施すこととなる。したがって、試験片中心部までのマルテンサイト変態に起因して表面には引張残留応力が生起すると考えられるが、その後のFPP処理により圧縮残留応力が生起するものと考えられる。これに対して、IHF500, 800シリーズの場合には（同図(b), (c)）、IH-FPP処理温度が M_s 点よりも高いため、粒子投射後にマルテンサイト変態が生じることとなる。そのため、FPP処理により生起した圧縮残留応力の一部が、焼入れ工程において解放したのと考えられる。

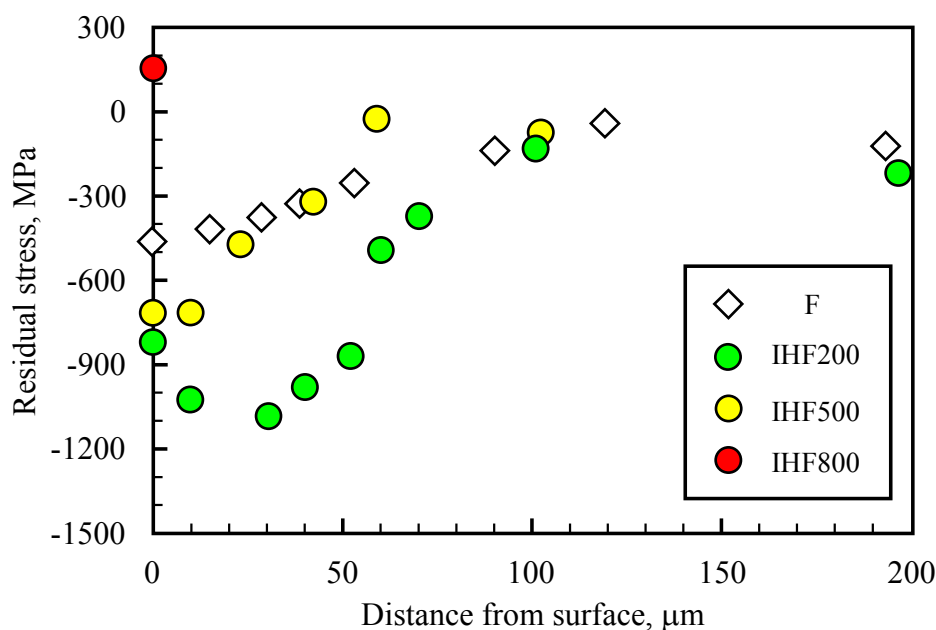
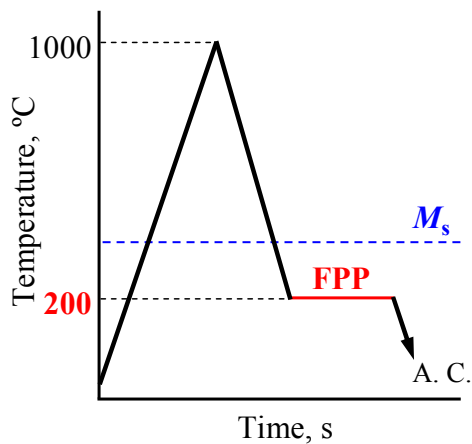
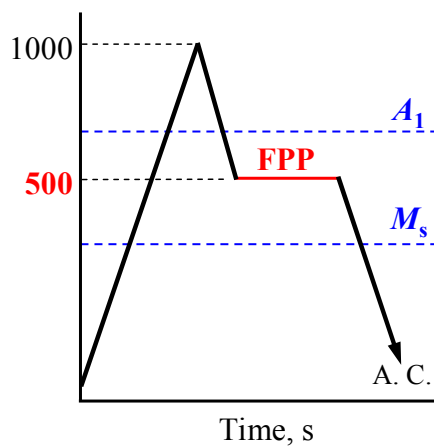


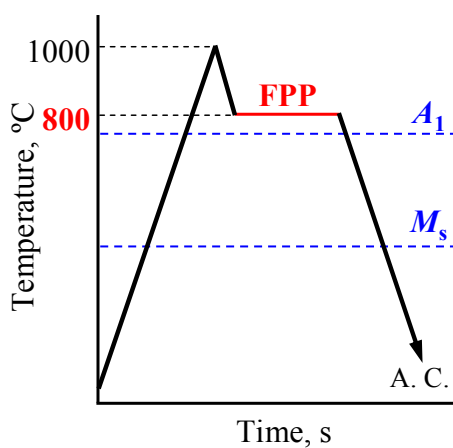
Fig.6-14 Distribution of residual stress (Treated material: SCM435H)



(a) IHF200 series



(b) IHF500 series



(c) IHF800 series

Fig.6-15 Comparison of IH-FPP treatment temperature with A_1 and M_s temperature

この点を確認するため、高周波焼入れ後に室温でFPP処理を施した試験片について残留応力の測定を行った。図6-16は、第2章で述べたMiddle粒子（778HV）、Hard粒子（946HV）を用いて焼入材に室温でFPP処理を施した試験片（Middle-Q、Hard-Qシリーズ）の残留応力を測定した結果である。なお同図の破線は、図6-14に示したIHF200シリーズの測定結果を示している。同図より、表面近傍の圧縮残留応力値に注目すると、全てのシリーズにおいてその値はほぼ同程度であることがわかる。これは、全てのシリーズが M_s 点以下の温度でFPP処理が施されているためと考えられる。また、IHF200シリーズはMiddle-Q、Hard-Qシリーズと比較して、圧縮残留応力発生層が厚いが、これは室温でFPP処理を施したMiddle-Q、Hard-Qシリーズと比較して、IH-FPP処理時には被処理材の塑性変形抵抗が低いためと考えられる。

以上から、 M_s 点以下の温度で行うIH-FPP処理は、焼入れ後にFPP処理を施す従来の複合表面改質プロセスと同じ機構で材料表面を改質しているものと考えられる。

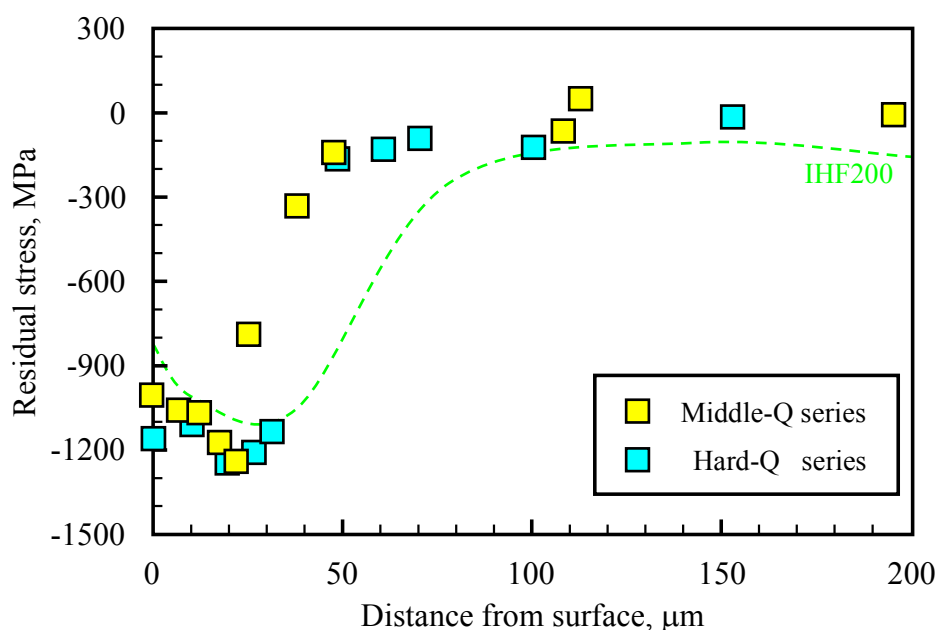


Fig.6-16 Distribution of residual stress (Treated material: SCM435H)

図6-17に、回転曲げ疲労試験結果を示す。なお、同図の縦軸は、応力集中係数と改質層の縦弾性係数を考慮に入れた真の応力振幅 σ_t を示している。まず同図から、表面改質を施した5シリーズの疲労強度は未処理材と比較して高いこと、さらにIH-FPP処理材は単独表面改質材（FおよびIHAirシリーズ）と比較して高い疲労強度値を示していることがわかる。このことは、IH-FPP処理は鋼の疲労特性改善に寄与することを示すものである。また、その際の疲労強度上昇幅はIH-FPP処理温度により異なり、温度が低いほどその幅は大きいことがわかる。6.3.1項で述べたように、IHF500シリーズには極めて微細な結晶粒が形成されているにも関わらず、結晶粒の微細化が認められないIHF200シリーズと比較して低い疲労強度値を示している。これは、IH-FPP処理材の場合、圧縮残留応力値が疲労特性を支配する最重要因子であったためと考えられる。

ここで、高温でFPP処理を施すIH-FPP処理の有用性を示すためには、室温でFPP処理を施した試験片との比較を行うことが必要である。そのため、焼入れ後にIH-FPP処理と同程度の温度で保持した後、室温でFPP処理を施した試験片を比較材として準備し、これらに対して回転曲げ疲労試験を行うこととした。

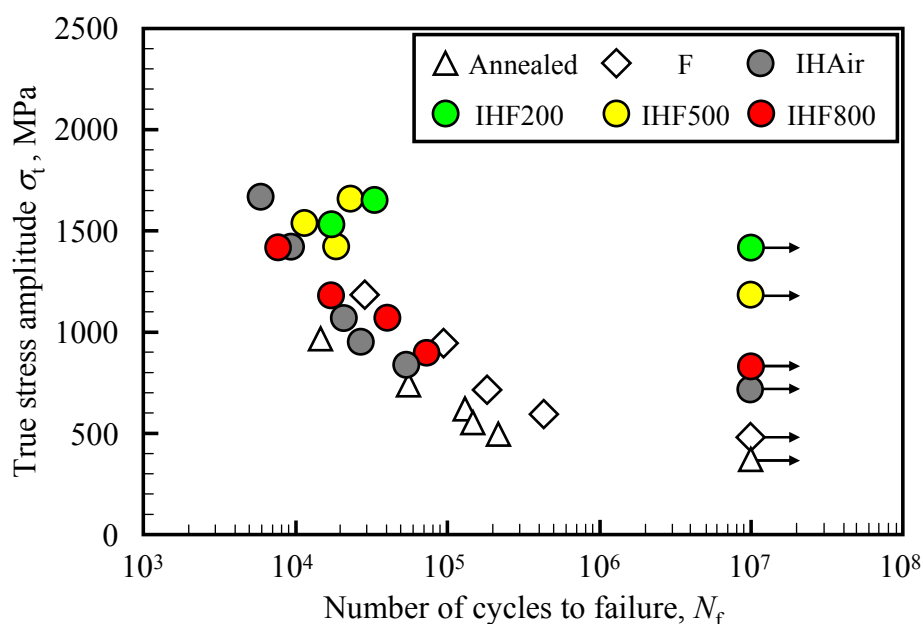


Fig.6-17 Results of fatigue tests (Treated material: SCM435H)

図6-18に、室温FPP処理材の 10^7 回疲労強度を、IH-FPP処理材の結果と併せて示す。ここで比較材は、焼入れ後に室温でFPP処理を施した試験片（第2章：Hard-Qシリーズ）、焼入れ、600℃焼戻し後にFPP処理を施した試験片（第2章：Hard-QT600シリーズ）、本章のFシリーズである。なお、IHF200, IHF500, IHF800シリーズの比較対象は、それぞれHard-Q, Hard-QT600, Fシリーズである。まず同図より、IHF200シリーズに注目すると、その疲労強度はHard-Qシリーズのそれと同程度であることがわかる。これは、前述したように、IH-FPP処理温度が M_s 点以下であるため、従来の複合表面改質プロセスと同じ機構で改質されているためと考えられる。したがって、従来の複合表面改質プロセスに対するIH-FPP処理の有用性は、処理工程の減少という工業的観点からは認められるものの、鋼の高疲労強度化の観点からは認められないものと考えられる。これに対して、IHF500, IHF800シリーズは、室温でFPP処理を施した比較材よりも高い疲労強度値を示していることがわかる。したがって、室温FPP処理材に対するIH-FPP処理材の強度上昇幅は、処理温度によって異なることが明らかとなった。

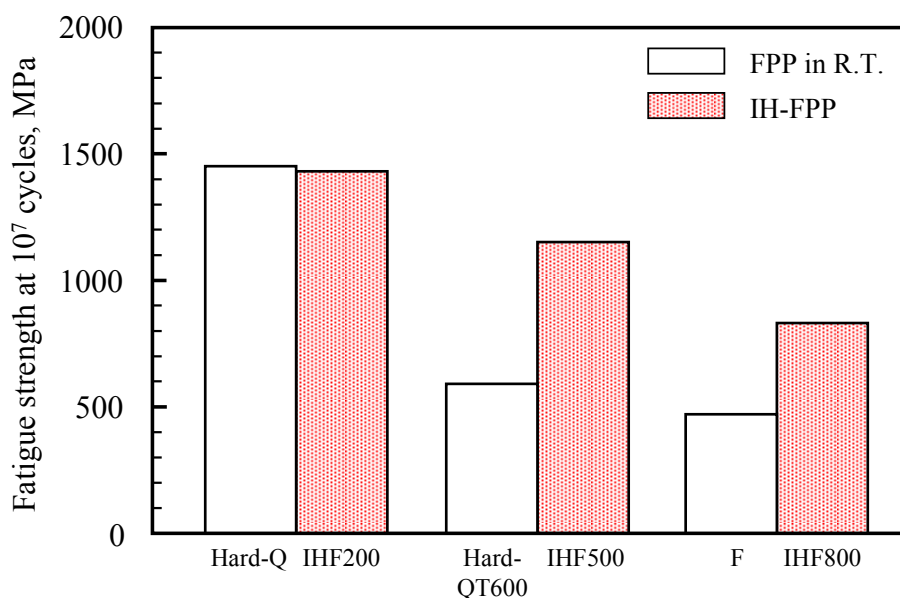


Fig.6-18 Results of fatigue tests (Treated material: SCM435H)

以下に、この要因について述べることにする。Hard-QT600, Fシリーズの場合、焼入れにより高硬度化した基材は、二段目の焼戻し、焼なまし工程において軟化する。これに対して、IH-FPP処理材の場合には、オーステナイト温度域から種々の温度まで冷却し、その温度で保持されている。すなわち、比較材とは異なりオーステナイトおよび準安定オーステナイト組織の状態温度で保持されているため、基材の軟化は生じない。そのため、IH-FPP処理により形成される組織は、高硬度なマルテンサイトである。したがって、IH-FPP処理を施した場合には、比較材と同程度の温度で保持を行っているにも関わらず、基材の軟化が生じないため、高い疲労強度を示したものと考えられる。

以上より、被処理材を高温に加熱した状態で粒子投射を行うIH-FPP処理は、鋼の疲労特性改善に対して有効であることが明らかとなった。しかしながら、本研究において最も高い疲労強度を示したIHF200シリーズは、Hard-Qシリーズと同程度の疲労強度を示した。したがって、より高い疲労強度を有する部材を作製するためには、鋼の微視組織変化に及ぼすIH-FPP処理パラメータの影響についてさらなる検討が必要であるものと考えている。例えば、高速連続熱間圧延のような連続的に加工が施される場合には、加工温度が低い場合にも動的再結晶が生じることが報告されており⁽¹⁵⁹⁾、粒子投射時間や粒子投射量などのパラメータを変化させることにより、さらに微細な結晶粒が創製されるものと考えられる。

また、Wickら⁽⁶⁸⁾は、温間ピーニングを施すことにより、固溶している炭素原子や炭化物が転位を安定化させ、繰返し負荷に対して残留応力の安定性が向上することを報告している。このことから、IH-FPP処理を施した場合にも、疲労過程における残留応力の解放が抑制されている可能性があり、この点についても検討を加える必要があると考えている。

6.4 結言

本章では、高周波誘導加熱装置と微粒子ピーニング装置を組み合わせた装置を用いることにより、被処理材を高温に加熱した状態で微粒子ピーニングを施す高温微粒子ピーニングの提案を行った。この高温微粒子ピーニングは、粒子投射時に噴射される圧縮気体を利用して被処理材をオーステナイト温度域から急冷させることにより焼入れの改質効果を得るとともに、変形中における再結晶を利用することにより微細結晶粒を創製すること、その効果により鋼の疲労強度を改善させることを目的としている。

鋼に対して本プロセスを施した場合、粒子投射時に噴射される圧縮気体を利用して被処理材をオーステナイト温度域から急冷させることにより、マルテンサイト変態が生じることが明らかとなった。さらに、微粒子ピーニング温度が高い場合には、微細な旧オーステナイト結晶粒が形成されることを明らかとした。このような結晶粒微細化効果は、焼入れ後に微粒子ピーニングを施す従来の複合表面改質プロセスでは得られない。このような改質効果に起因して、高温微粒子ピーニングは鋼の疲労特性を改善させる一方で、微粒子ピーニング温度が低い場合には、微細な結晶粒は形成されないため、鋼の高疲労強度化を達成するには処理温度を適切に選定する必要があることを示した。

以上のように、被処理材を高温に加熱した状態で微粒子ピーニングを施すことにより、鋼の相変態を生じさせること、また適切な微粒子ピーニング温度を選定することにより微細な旧オーステナイト結晶粒を形成できる可能性について示した。

第 7 章

結 論

工業分野では、構造部材の疲労特性改善を目的として、微粒子ピーニングが広く利用されているが、近年さらなる高疲労強度化が求められている。この要望に応えるため、微粒子ピーニングを他の表面改質プロセスと組み合わせる複合表面改質プロセスの開発と実用化への期待が高まりつつある。現在、微粒子ピーニングは、複合表面改質プロセスにおいて主に圧縮残留応力を生起する役割を担っているが、微粒子ピーニングにより得られる改質効果に立ち返ると、これまでとは異なる観点から高疲労強度化手法の提案ができるものと考えられる。

このような背景を踏まえ、本研究では、組み合わせる他方の表面改質プロセスの改質効果を高める観点から微粒子ピーニングを導入し、鋼の疲労特性を改善させることを試みた。その際、微粒子ピーニングによる鋼の微視組織変化、ならびにそれが複合表面改質プロセス工程における改質層形成過程においてどのような役割を果たすかという点に焦点を当てて研究を行った。また、これらを応用した複合表面改質プロセスの提案を行い、鋼の高疲労強度化を実現するための基礎的な指針を示すことを試みた。

以下に本研究で得られた結論を示す。

(1) 微粒子ピーニングによる鋼の微視組織変化を支配する因子の解明

微粒子ピーニングを施した際に生じる鋼の微視組織変化について検討を加えた。小径の投射粒子を用いる微粒子ピーニングは、通常のショットピーニングと比較して粒子1個体の有する運動エネルギーは低いものの、被処理材の単位塑性変形体積に消費される投射粒子の総運動エネルギーが高いため、鋼の結晶粒を微細化させる効果が高い。

また、このような微細結晶粒は、被処理材の「折り畳み変形」が繰返し生じることに起因して形成される。そのため、被処理材と投射粒子の衝突回数が増加するに伴い、微細結晶粒を有する組織の形成は材料内部方向に進行し、被処理面で生じる塑性変形が多いほどその傾向は顕著に認められることとなる。すなわち、微粒子ピーニングの場

合, 投射粒子と被処理材の衝突回数が極めて多いことが, 低投射エネルギーで微細な結晶粒を創製できる主要因である. その際, 微粒子ピーニングにより形成される微細結晶粒組織は, 被処理材の硬度, すなわち塑性変形抵抗に影響を受ける. そのため, 被処理材の塑性変形抵抗が高い場合には, 微粒子ピーニング時に投射粒子の塑性変形にも投射エネルギーが消費されるため, 微細な結晶粒は形成されにくくなる.

以上に示した知見は, 投射粒子の小径化に伴うピーニング改質効果の変化を明確に示すとともに, 微粒子ピーニングは低投射エネルギー, すなわち短時間で鋼の結晶粒を微細化可能であるという実用的な指針を示すものである.

(2) 複合表面改質プロセスの改質層形成機構を支配する因子の解明

微粒子ピーニングを前処理として利用する複合表面改質は, 微粒子ピーニングによって形成される微細結晶粒の存在により, 単独熱処理と比較して元素の拡散を促進させる効果を有する. このような元素拡散促進効果は, 通常では窒素の拡散が生じない保護性皮膜を有する鋼においても認められる. その際, 二段目の処理プロセス工程においては, 一段目の微粒子ピーニングにより形成された微細結晶粒組織の再結晶化が生じるものの, 元素の拡散促進現象を妨げることはない. したがって, 単独熱処理を施した場合と比較して, 表面元素濃度の増加や, 厚い改質層の形成が可能となる. しかしながら, 被処理面に保護性皮膜が形成される拡散元素種と被処理材の組合せの場合には, 改質層厚さの増加は生じない.

合金元素が添加された鋼に対して複合表面改質を施した場合には, 単独熱処理を施した場合と比較して形成される改質層の厚さが増加するのみならず, 反応拡散挙動が変化するため改質層の結晶構造が変化する. また, 本プロセスにおいて形成される元素拡散領域は, 二段目の処理プロセス温度が支配的であるため, 微粒子ピーニングにより形成される微細結晶粒組織は, 複合表面改質プロセス工程で生じる物理現象を支配する最重要因子ではない.

以上に示した知見は, 微粒子ピーニングを施した鋼における元素拡散挙動を支配する因子の特定, およびその役割を明らかとすることを通して, 微粒子ピーニングを前処理として利用する複合表面改質を行うための処理条件の設定に対する実用上の指針を示すものである.

(3) 微粒子ピーニングを利用した複合表面改質の疲労強度改善手法への応用

微粒子ピーニングによる微視組織変化を利用した複合表面改質は、鋼の疲労特性改善手法への応用が可能である。クロムモリブデン鋼に対して微粒子ピーニングを施した後にガス窒化を施した場合、単独窒化処理と比較して窒素の拡散量が増加するとともに、窒化工程において窒素の反応拡散挙動が変化することにより、割れの少ない高濃度窒素を有する高強度窒素化合物層が形成される。このような高強度改質層が形成されることにより、き裂の発生寿命が遅延されるため、鋼の疲労特性は著しく改善されることとなる。

また、複合表面改質により形成される改質層は、オーステナイト系ステンレス鋼の疲労特性改善にも寄与する。しかしながら、その疲労強度改善幅はクロムモリブデン鋼の場合と比較して小さい。これは、複合表面改質を施したオーステナイト系ステンレス鋼の場合には、高強度改質層の直下において降伏強度を超える応力が負荷されることから、非改質部の強度に支配されるためである。

以上より、提案する複合表面改質は、母材強度の高い鋼の疲労特性改善にとくに有効である。これらの知見は、結論(2)で得られた知見とあわせ、微粒子ピーニングを前処理として利用する複合表面改質の有用性を実用的観点から実証したものである。

(4) 鋼の相変態を目的とした高温微粒子ピーニングの提案とその改質効果

高周波誘導加熱装置と微粒子ピーニング装置を組み合わせた高温微粒子ピーニングは、粒子投射時に噴射される圧縮気体を利用した急冷によりマルテンサイト変態を生じさせるとともに、変形中に生じる再結晶を利用して微細結晶粒を創製することが可能である。このような結晶粒微細化効果は、焼入れ後に微粒子ピーニングを施す従来の複合表面改質では得られない。これらの改質効果により、高温微粒子ピーニングは鋼の疲労特性改善に寄与する。一方で、微粒子ピーニング温度が低い場合には、微細結晶粒は形成されないため、微細結晶粒と高硬度層の両者を創製するためには処理温度を適切に選定する必要がある。

以上に示した知見は、学術的、工業的な観点から、高温で微粒子ピーニングを施すことの有効性について示したものである。

今後の課題

工業分野では機械構造物の高性能化の要求が高まっており、強度部材としての役割を担う鉄鋼材料に対しては、さらなる高疲労強度化が求められている。本研究は、鋼の高疲労強度化技術の適用拡大を目的として、微粒子ピーニングによる微視組織変化を利用した複合表面改質により、鋼の疲労特性改善を目指したものである。

本研究では、形成された表面改質層の微視組織形態と関連付けて、複合表面改質による鋼の疲労特性改善要因について明らかとした。しかしながら、第5章において、複合表面改質によるオーステナイト系ステンレス鋼の耐食性劣化については考慮しておらず、実用的観点から考えた場合には、腐食疲労や応力腐食割れが生じることが懸念される。そのため、ステンレス鋼の耐食性を損なわない高疲労強度化プロセスの確立を目的として、窒素の反応拡散挙動に及ぼす窒化処理温度の影響に関する系統的な検証が必要であると考えている。また、第6章において、提案する複合表面改質は単独の表面改質と比較して高い疲労特性改善効果を有しているものの、従来の複合表面改質プロセスに対する優位性は認められなかった。そのため、疲労負荷過程における改質層の微視組織変化について原子レベルの視点から詳細な観察を行うとともに、破壊力学的観点から検討を行うことにより、改質層の微視組織形態と疲労強度の関係を定量的に評価した上で、さらなる高疲労強度部材作製への応用展開を行うことが必要であると考えている。

謝 辞

本研究は、著者が慶應義塾大学大学院理工学研究科在学中に、本塾大学理工学部小茂鳥潤教授のもとで行ったものであり、同教授より賜りました御指導、御鞭撻に対して、厚く御礼申し上げます。また、研究者ならびに社会人としての心構えを御教示賜りました。ここに感謝の意を表します。

本塾大学理工学部 清水真佐男名誉教授（現 財団法人慶應工学会）には、研究室配属当初から研究遂行に関して数多くの御指導、御助言を賜りました。厚く御礼申し上げます。

本塾大学理工学部 志澤一之教授、松岡由幸教授、大宮正毅専任講師、青山学院大学理工学部 小川武史教授には、本論文の執筆にあたり、数多くの貴重な御指導、御査読を賜りました。深く感謝の意を表します。

また、本塾大学理工学部 総合デザイン工学専攻 ライフデザイン工学専修の諸先生方、本塾大学システムデザインマネジメント研究科 前野隆司教授、ならびに電気通信大学 越智保雄教授には、ドクターフォーラムや公聴会において、本論文の構成から内容に至るまで、ご親身なる御意見、御助言を賜りました。厚く御礼申し上げます。

高周波熱錬株式会社 川寄一博博士、三阪佳孝博士、深沢剣吾博士には、著者が本研究テーマに取り組んだ当初より、貴重な御意見を数多く賜りました。また、各種分析装置の借用をご快諾いただくとともに、処理装置の作製にご尽力を賜りました。心から御礼申し上げます。

上智大学理工学部 久森紀之助教には、学会や小茂鳥研究室主催の研究発表会にて、叱咤激励を賜りました。また、著者の修了後の進路についても、日頃よりお気遣いを頂きました。ここに感謝の意を表します。

独立行政法人理化学研究所 片平和俊博士には、小茂鳥研究室主催の研究発表会にて、貴重な御意見、御助言を賜りましたことに深く感謝致します。

本塾大学経済学部化学教室 清水健一教授には、試料の分析に際し、多大なる御協力と適切な御意見を賜りましたことに対し、感謝の意を表します。

本塾大学理工学部 中央試験所技術職員 三谷智明氏には、各種分析にあたり、御指導、御協力を賜りましたことに心より御礼申し上げます。

本塾大学理工学部機械工学科実習室 相原今朝雄氏、大岩久峰氏、斉田尚彦氏、高野朋幸氏、吉田久展氏には、試料作製の際に、御協力を賜りましたことに対し、厚く御礼申し上げます。

野田淳二助教（現 山口大学）、曙紘之助教（現 広島大学）、亀山雄高博士（現 独立行政法人理化学研究所）、水谷正義博士（現 独立行政法人理化学研究所）には、博士課程を修了された経験から数多くの貴重な御助言を賜りました。また、博士課程に在籍するにあたり心がけること、研究への取り組み方等について、ご親身に御指導賜りました。厚く御礼申し上げます。

本論文に記載した内容は、笹子敦司氏（現 日産自動車株式会社）、廣田遙氏（現 トヨタ自動車株式会社）、伊藤達也君、中原康仁君、原田翼君、安武祐次郎君（本塾大学大学院修士課程）、土橋孝治君（本塾大学理工学部）と共同で行った研究に基づくものです。君達の創造力、行動力、学問への探究心なくして本論文は完成しませんでした。ここに感謝の意を表します。

また、石井啓太氏（現 トヨタ自動車株式会社）、吉村秀人氏（現 本田技研工業株式会社）、南部紘志君、天野有規君、伊土智裕君（本塾大学大学院修士課程）、杉山信彦君、原田暁君、福岡隆弘君（本塾大学理工学部）とは、機械構造班として共に研究に取り組む機会に恵まれたことに感謝致します。

九州大学大学院博士課程 松尾孟君、立命館大学大学院博士課程 中村裕紀君、京都大学大学院博士課程 横田耕一君、同志社大学大学院修士課程 郡司海氏（現 旭硝子株式会社）、岐阜大学大学院修士課程 竹川英明氏（現 日産自動車株式会社）、丸地克弥君、広島大学大学院修士課程 東方田康祐氏（現 三菱電機エンジニアリング株式会社）、松崎俊二氏（現 住友金属工業株式会社）、岩田太一君とは、学会の場で活発な議論を行う機会に恵まれたことに感謝致します。また、同年代の研究者として、時には友人として公私共にお付き合いさせていただき、著者を応援してくださいました。厚く御礼申し上げます。

謝 辞

修士課程修了後、博士課程に進学した著者を心より応援してくれた同輩、一条光司氏（現 株式会社デンソー）、海宝寿実雄氏（現 JFEスチール株式会社）、川村浩史氏（現 新日本石油株式会社）、土師正聖氏（現 東京ガス株式会社）、山木直氏（現 トヨタ自動車株式会社）、飯泉智氏（現 東京電力株式会社）、伊藤治郎氏（現 キヤノン株式会社）、菅原博勝氏（現 花王株式会社）、神尾翼氏（現 富士ゼロックス株式会社）、岩村晋吾氏（現 パナソニック株式会社）、川上啓助氏（現 ファイザー製薬株式会社）、川村陽二郎氏（現 日本放送協会）、竹田雅彦氏（現 あいおい損害保険株式会社）、速水悠人氏（現 日本生命保険相互会社）に深く感謝致します。君達と学部・修士時代に切磋琢磨した経験、ならびに君達の社会での活躍に刺激を受けたことが、著者の研究活動を行っていく大きな原動力となりました。

著者と共に本塾大学グローバルCOEプログラムに参画した、本塾大学理工学研究科博士課程 高井北斗君、永島壮君、三浦啓晶君とは、同世代の博士課程在籍者として刺激を受けました。感謝の意を表するとともに、理工学研究に従事する者同士、今後も切磋琢磨する関係を継続できるよう願っています。

本塾大学理工学研究科修士課程 福本直也君、宮川隼輔君には、著者の研究に対して貴重な御助言を賜りました。厚く御礼申し上げます。

本塾大学理工学部小茂鳥研究室、ならびに清水研究室の諸先輩方、同輩、後輩諸君には、公私共に深いお付き合いをさせていただきました。厚く御礼申し上げます。また、秘書の皆様には様々な面でサポートしていただき、ありがとうございました。

最後に、本研究を遂行するにあたり、著者の生き方を理解し支えてくれた父、いつも著者の健康を気遣ってくれた母、祖母、明るく応援してくれた妹、親戚の皆様にご心より御礼申し上げます。

2010年 2月

菊池 将一

参考文献

- (1) 国土交通省自動車燃費一覧H19, (2007), 12.
- (2) 日経BP社編, 日経Automotive Techonology 5月号, (2008), 84.
- (3) W. A. J. Albert, Uber Treibseile am Harz, Archive fur Mineralogie Geognosie Bergbau und Huttenkunde, 10, (1838), 215-34.
- (4) P. J. E. Forsyth, Some further observations on the fatigue process in pure aluminium, Journal of the Institute of Metals, 82, (1954), 449-455.
- (5) P. J. E. Forsyth and C. A. Stubbington, The influence of sub-structure on the slip observed in pure aluminium and some aluminium alloys when subjected to fatigue stresses, Journal of the Institute of Metals, 83, 1, (1955), 173-175.
- (6) P. J. E. Forsyth and C. A. Stubbington, The slip-band extrusion effect observed in some aluminium alloys subjected to cyclic stresses, Journal of the Institute of Metals, 83, 2, (1955), 395-399.
- (7) P. J. E. Forsyth, Slip-band damage and extrusion, Proceedings of the Royal Society A, 242, (1957), 198-202.
- (8) P. J. E. Forsyth, A two stage process of fatigue crack growth, Proceedings of the Crack Propagation Symposium, 1, (1962), 76-94.
- (9) P. J. E. Forsyth, Fatigue damage and crack growth in aluminium alloys, Acta Metallurgica, 11, 7, (1963), 703-715.
- (10) C. Laird, The influence of metallurgical structure on the mechanisms of fatigue crack propagation, American Society for Testing and Materials Special Technical Publication, 415, (1967), 131-168.
- (11) P. Paris and F. Erdogan, A critical analysis of crack propagation laws, Transactions of the ASME Journal of Basic Engineering, 85, 2, (1963), 528-534.
- (12) M. F. Garwood, H. H. Zurburg and M. A. Erickson, Correlation of laboratory tests and service performance, Interpretation of Tests and Correlation with Service, American Society for Metals, (1951), 1-77.
- (13) J. D. Morrow, G. R. Halford and J. F. Millan, Optimum hardness for maximum fatigue strength of steel, Proceedings of the First International Conference on Fracture, 2, (1966), 1611-1635.
- (14) 西島敏, 疲労試験データの統計的整理, 材料, 29, 316, (1979), 24-29.
- (15) E. O. Hall, The deformation and ageing of mild steel: III Discussion of results, Proceedings of the Physical Society Section B, 64, (1951), 747-753.
- (16) N. J. Petch, The cleavage strength of polycrystals, Journal of the Iron and Steel Institute, 174, (1953), 25-28.

- (17) U.S.. Patent No.104408, Sandblasting, (1870).
- (18) 特開昭62-278224, 金属製品の表面加工熱処理法, (1987).
- (19) 米倉大介, 野田淳二, 小茂鳥潤, 清水真佐男, 清水博美, WPC処理を施したフェライト・パーライト鋼の疲労破壊特性, 日本機械学会論文集, A67, 659, (2001), 1155-1161.
- (20) 森山三千彦, 永野茂憲, 皮籠石紀雄, 高木節雄, ショットピーニングしたマルエージング鋼の疲労強度に及ぼす逆変態オーステナイトの影響, 材料, 50, 10, (2001), 1126-1132.
- (21) 森山三千彦, 永野茂憲, 皮籠石紀雄, 高木節雄, 長島悦一, 超硬微粒子球を用いたダブルショットピーニングによる18%Niマルエージング鋼の疲労強度, 日本機械学会論文集, A67, 656, (2001), 711-718.
- (22) 高行男, 井藤賀久岳, 長谷川達也, 加賀谷忠治, 戸梶恵郎, 中島正貴, 微粒子衝突処理を施した高炭素クロム軸受鋼の疲労挙動, 日本機械学会論文集, A68, 667, (2002), 484-490.
- (23) 吉崎正敏, 浸炭焼入れ歯車の歯面性状と歯面強度に及ぼす微粒子ピーニングの影響 (第2報, 歯面強度に及ぼす効果とその要因), 日本機械学会論文集, C73, 731, (2007), 1931-1939.
- (24) 当舎勝次, 末次卓央, 疲れ強さに対するピーニング効果 - 残留応力, 硬さ, 表面粗さ -, 砥粒加工学会誌, 46, 8, (2002), 413-418.
- (25) M. Benedetti, T. Bortolamedi and V. Fontanari, Bending fatigue behavior of differently shot peened AI 6082 T5 alloy, International Journal of Fatigue, 26, 8, (2004), 889-897.
- (26) 吉崎正敏, 浸炭焼入れ歯車の歯面性状と歯面強度に及ぼす微粒子ピーニングの影響 (第1報, 歯面性状に及ぼす影響), 日本機械学会論文集, C73, 731, (2007), 1923-1930.
- (27) 村上敬宜, 福田四郎, 遠藤達夫, 疲労強度に及ぼす微小欠陥の影響 (第1報, S10CおよびS45C焼きなまし材の疲労強度に及ぼす直径40-200 μm の微小穴の影響), 日本機械学会論文集, A44, 388, (1978), 4003-4013.
- (28) 村上敬宜, 堤一也, 藤嶋正博, 疲労強度に及ぼす表面粗さの定量的評価, 日本機械学会論文集, A62, 597, (1996), 1124-1131.
- (29) 村上敬宜, 高橋宏治, 山下晃生, 疲労強度に及ぼす表面粗さの影響の定量的評価 (粗さの深さとピッチの影響), 日本機械学会論文集, A63, 612, (1997), 1612-1619.
- (30) N. R. Tao, Z. B. Wang, W. P. Tong, M. L. Sui, J. Lu and K. Lu, An investigation of surface nanocrystallization mechanism in Fe induced by surface mechanical attrition treatment, Acta Materialia, 50, (2002), 4603-4616.

- (31) 梅本実, 強加工によるナノ結晶鉄鋼材料の開発, 白石記念講座, 53-54, (2004), 69-89.
- (32) 高木節雄, 鉄鋼材料におけるナノ組織制御技術, 軽金属, 56, 11, (2006), 609-614.
- (33) J. L. Liu, M. Umemoto, Y. Todaka and K. Tsuchiya, Formation of a nanocrystalline surface layer on steels by air blast shot peening, *Journal of Materials Science*, 42, (2007), 7716-7720.
- (34) 加賀谷忠治, 微粒子ボンバーディング表面創製技術, 最新の微粒子衝突による表面技術, (2001), 27-37.
- (35) 杉下潤二, 微粒子衝突によって改質された金属表面の摩擦摩耗特性, 表面技術, 52, 2, (2001), 177-180.
- (36) Y. Kameyama, J. Komotori and E. Shimodaira, Effect of fine particle bombardment (FPB) conditions on tribological properties of Ti-6Al-4V alloy, *Proceedings of Indo Japan Conference on Damage Tolerant Design and Materials*, (2004), 240-243.
- (37) 石渡正人, 原田高行, 「微細粒子周辺技術の進歩」微粒子噴射による表面改質及び精密ブラスト加工, 素形材, 46, 3, (2005), 12-17.
- (38) Z. B. Wang, N. R. Tao, S. Li, W. Wang, G. Liu, J. Lu, and K. Lu, Effect of surface nanocrystallization on friction and wear properties in low carbon steel, *Materials Science and Engineering*. A352, (2003), 144-149.
- (39) Y. Kameyama, J. Komotori and E. Shimodaira, Diffusion induced by fine particle bombardment (FPB) treatment, *Journal of Material Testing Research Association of Japan*, 48, 4, (2003), 241-244.
- (40) Y. Kameyama, A. Sasago and J. Komotori, Material transfer and diffusion in peening process on Ti-6Al-4V alloy, *Ti-2007 Science and Technology*, (2007), 1719-1722.
- (41) 亀山雄高, 丹羽章文, 小茂鳥潤, 鉄鋼材料に被覆したDLC膜の摩擦・摩耗挙動および密着性に及ぼす微粒子ピーニング処理の効果, 材料, 56, 5, (2007), 453-459.
- (42) Y. Kameyama and J. Komotori, Tribological properties of structural steel modified by fine particle bombardment (FPB) and diamond-like carbon hybrid surface treatment, *Wear*, 263, (2007), 1354-1363.
- (43) G. Liu, S. C. Wang, X. F. Lou, J. Lu and K. Lu, Low carbon steel with nanostructured surface layer induced by high-energy shot peening, *Scripta Metallurgica et Materialia*, 44, (2001), 1791-1795.
- (44) W. P. Tong, N. R. Tao, Z. B. Wang, J. Lu and K. Lu, Nitriding iron at lower temperatures, *Science*, 299, (2003), 686-688.
- (45) Z. B. Wang, N. R. Tao, W. P. Tong, J. Lu and K. Lu, Diffusion of chromium in nanocrystalline iron produced by surface mechanical attrition treatment, *Acta Materialia*, 51, (2003), 4319-4329.

- (46) 間野日出男, 近藤覚, 近田和明, 井村徹, ショットピーニングによって発生するナノ結晶層の調査と疲労強度に及ぼす影響, ばね論文集, 50, (2005), 11-17.
- (47) 間野日出男, 近藤覚, 松室昭仁, ショットピーニングにより生じる表面組織と疲労強度の関係, ばね論文集, 51, (2006), 17-20.
- (48) 間野日出男, 近藤覚, 松室昭仁, ショットピーニングによる表層組織の変化と疲労強度の関係, 日本金属学会誌, 70, 5, (2006), 415-419.
- (49) 高木眞一, 熊谷正夫, 伊藤裕子, 小沼誠司, 下平英二, 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, 鉄と鋼, 92, 5, (2006), 318-326.
- (50) 高木眞一, 微粒子ピーニング (FPB) 技術の現状と可能性, 熱処理, 47, 3, (2007), 107-113.
- (51) M. Umemoto, B. Huang, K. Tsuchiya and N. Suzuki, Formation of nanocrystalline structure in steels by ball drop test, Scripta metallurgica et materiali, 46, (2002), 383-388.
- (52) 戸高義一, 梅本実, 渡辺幸則, 土谷浩一, ショットピーニングによる鉄鋼材料表面のナノ結晶化, 日本金属学会誌, 67, 12, (2003), 690-696.
- (53) K. Tsuchiya, H. Nakayama, Y. Toyoda, M. Umemoto and K. Morii, Surface amorphization of TiNi shape memory alloy by shot peening, Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials, 24-25, (2005), 615-618.
- (54) T. Wang, J. Yu and B. Dong, Surface nanocrystallization induced by shot peening and its effect on corrosion resistance of 1Cr18Ni9Ti stainless steel, Surface and Coatings Technology, 200, (2006), 4777-4781.
- (55) D. M. Grant, S. M. Green and J. V. Wood, The surface performance of shot peened and ion implanted NiTi shape memory alloy, Acta Metallurgica et Materialia, 43, 3, (1995), 1045-1051.
- (56) D. W. Schwach and Y. B. Guo, A fundamental study on the impact of surface integrity by hard turning on rolling contact fatigue, International Journal of Fatigue, 28, (2006), 1838-1844.
- (57) 平岡和彦, 強ひずみ現象として見た転がり疲れによる白色型組織変化, 鉄と鋼, 94,12, (2008), 636-643.
- (58) A. W. Warren and Y. B. Guo, Numerical investigation on the effects of machining-induced white layer during rolling contact, Tribology Transactions, 48, 3, (2005), 436-441.
- (59) 兼城英夫, 下地義光, 真壁朝敏, 真喜志隆, 片桐一宗, 窒化したSS400の疲労特性と転位組織, 日本機械学会論文集, A65, 632, (1999), 808-815.
- (60) L. W. Meyer, K. Sommer, T. Halle and M. Hockauf, Crack growth in ultrafine-grained AA6063 produced by equal-channel angular pressing, Journal of Materials Science, 43, (2008), 7426-7431.

- (61) H. W. Hoepfel, M. Kautz, H. Mughrabi, C. Xu, T. G. Langdon, M. Murashikin and R. Z. Valiev, An overview: Fatigue behaviour of ultrafine-grained metals and alloys, *International Journal of Fatigue*, 8, 9, (2006), 1001-1010.
- (62) W. J. Kim and J. Y. Wang, Microstructure of the post-ECAP aging processed 6061 Al alloys, *Materials Science and Engineering*, A464, 1-2, (2007), 23-27.
- (63) A. H. Chokshi, A. Rosen, J. Karch and H. Gleiter, On the validity of the hall-petch relationship in nanocrystalline materials, *Scripta Metallurgica*, 23, 10, (1989), 1679-1683.
- (64) U. Martin, I. Altenberger, B. Scholtes, K. Kremmer and H. Oettel, Cyclic deformation and near surface microstructures of normalized shot peened steel SAE 1045, *Materials Science and Engineering*, A246, (1998), 69-80.
- (65) 木村英彦, 秋庭義明, 田中啓介, 小島由梨, 石田崇昭, 超細粒ECAP銅における疲労き裂発生挙動のEBSD解析, 疲労シンポジウム講演論文集, 28, (2006), 140-143.
- (66) 木村英彦, 秋庭義明, 田中啓介, 石田崇昭, 辻清仁, ECAP加工されたサブミクロン結晶銅における疲労き裂伝ばのEBSD解析, 日本機械学会材料力学部門講演会講演論文集, (2006), 309-310.
- (67) 木村英彦, 細粒材料の疲労, *金属*, 79, 7, (2009), 595-600.
- (68) A. Wick, V. Schulze and O. Vohringer, Effects of warm peening of fatigue life and relaxation behaviour of residual stress in AISI 4140 steel, *Materials Science and Engineering*, A293, (2000), 191-197.
- (69) 原田泰典, 森謙一郎, 福岡義晃, 牧清二郎, ばね鋼の温間ショットピーニングにおける加工温度の影響, *塑性と加工*, 41, 470, (2000), 260-264.
- (70) 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), 216-220.
- (71) A. Tange and K. Ando, Improvement of spring fatigue strength by new warm stress double shot peening process, *Materials Science and Technology*, 18, (2002), 642-648.
- (72) 岡田秀樹, 丹下彰, 安藤柱, ショットピーニング方法の違いによる材料硬さと残留応力分布と降伏応力の関係, *圧力技術*, 41, 5, (2003), 233-242.
- (73) 石上英征, 松井勝幸, 安藤柱, 自動車部品の複合表面改質による疲労強度向上 反射応力二段ショットピーニングについて, *金属*, 75, 10, (2005), 990-995
- (74) J. Komotori, M. Shimizu, Y. Misaka. and K. Kawasaki, Fatigue strength and fracture mechanism of steel modified by super-rapid induction heating and quenching. *International Journal of Fatigue*, 23, (2001), 225-230.
- (75) 三阪佳孝, 堤邦彦, 川寄一博, 山崎隆雄, 超急速短時間加熱焼入れした歯車の

- 曲げ疲労強度に及ぼす硬化層深さの影響, 熱処理, 43, 3, (2003), 155-160.
- (76) A. Alsaran, M. Karakan and A. Celik, The investigation of mechanical properties of ion-nitrided AISI 5140 low-alloy steel, *Materials Characterization*, 48, (2002), 323-327.
- (77) 近藤覚, 伊沢佳伸, 中野修, 内田尚志, 小野田光芳, ガス窒化したばねの疲労強度に及ぼす化合物層の影響, 熱処理, 36, 1, (1996), 34-40.
- (78) 安田茂, 中野修, 伊澤佳伸, 近藤覚, 小野田光芳, 鎗田博, 子安善郎, 内田尚志, Si-Cr-Mo-V鋼の窒化处理およびショットピーニングによる高疲労強度ばねの開発, 42, (1997), 1-13.
- (79) 江上登, 加賀谷忠治, 井上宣之, 竹下弘秋, 水谷肇, 微粒子ピーニングを施したSCM415真空浸炭材のハイブリッド表面改質効果, 日本機械学会論文集, A66, 650, (2000), 1936-1942.
- (80) 米倉大介, 小茂鳥潤, 清水真佐男, 清水博美, 浸炭焼入れとWPC処理を組合わせたハイブリッド表面処理による鋼の疲労強度の改善, 日本機械学会論文集, A68, 667, (2002), 509-514.
- (81) D. Crococolo, L. Cristofolini, A. Freddi and M. Bandini, Fatigue strength of shot-peened nitrided steel: Optimization of process parameters by means of design of the experiment, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 25, 7, (2002), 695-707.
- (82) 衛藤洋仁, 松井勝幸, 安藤柱, 軟窒化处理材におけるショットピーニング効果に関する研究, 日本機械学会論文集, A69, 688, (2003), 1746-1752.
- (83) 松井勝幸, 石上英征, 福田晋作, 安藤柱, キャビテーションピーニングによる軟窒化材の曲げ疲労強度向上, ショットピーニング技術, 18, 1, (2006), 1-7.
- (84) I. F. Pariente and M. Guagliano, About the role of residual stresses and surface work hardening on fatigue ΔK_{th} of a nitrided and shot peened low-alloy steel, 202, (2008), 3072-3080.
- (85) 森田辰郎, 大友隆行, 加賀谷忠治, 田中信一, 辻宣佳, プラズマ浸炭およびFPB処理によるTi-6Al-4V合金の高疲労強度化, 材料, 57, 8, (2008), 838-845.
- (86) F. Takahashi, A. Tange and K. Ando, Effect of shot peening on fatigue limit surface flawed samples, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 31, (2008), 242-250.
- (87) Z. B. Wang, J. Lu and K. Lu, Chromizing behaviors of a low carbon steel processed by means of surface mechanical attrition treatment, *Acta Materialia*, 53, 7, (2005), 2081-2089.

- (88) Z. B. Wang, K. Lu and J. Lu, Wear and corrosion properties of a low carbon steel processed by means of SMAT followed by lower temperature chromizing treatment, *Surface and Coatings Technology*, 201, 6, (2006), 2796-2801.
- (89) Y. Lin, J. Lu, L. Wang, T. Xu and Q. Xue, Surface nanocrystallization by surface mechanical attrition treatment and its effect on structure and properties of Plasma nitrided AISI321 stainless steel, *Acta Materialia*, 54, 20, (2006), 5599-5605.
- (90) H. Ferkel, M. Glatzer, Y. Estrin and R. Z. Valiev, RF plasma nitriding of a severely deformed high alloyed steel, *Scripta Materialia*, 46, (2002), 623-628.
- (91) S. J. Ji, L. Wang, J. C. Sun and Z. K. Hei, The effects of severe surface deformation of plasma nitriding of austenitic stainless steel, *Surface and Coatings Technology*, 19, 5, (2005), 81-84.
- (92) G. Wroblewski and K. Skalski, Properties of surface layer generated by new combined process of burnishing and nitriding, *Surface Engineering*, 22, 2, (2006), 138-146.
- (93) H. Wang and W. Yang, Nitriding simulation for polycrystals of grain size gradient, *Scripta Materialia*, 50, 4, (2004), 529-532.
- (94) W. P. Tong, C. Z. Liu, W. Wang, N. R. Tao, Z. B. Wang, L. Zuo and J.C. He, Gaseous nitriding of iron with a nanostructured surface layer, *Scripta Materialia*, 57, (2007), 533-536.
- (95) 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), 214-218.
- (96) M. A. S. Torres and H. J. C. Voorwald, An evaluation of shot peening, residual stress and stress relaxation on the fatigue life of AISI 4340 steel, *International Journal of Fatigue*, 24, 8, (2002), 877-886.
- (97) 石神英征, 松井勝幸, 神泰行, 安藤柱, 応力二段ショットピーニングに関する研究 (残留応力分布に及ぼす負荷応力と投射角度の影響), *日本機械学会論文集*, A66, 648, (2000), 1547-1554.
- (98) M. C. Shaw and G. J. Desalvo, A new approach to plasticity and its application to blunt two dimensional indenters, *Journal of Engineering for Industry*, 92, (1970), 469-479.
- (99) D. Manova, S. Mandl, H. Neumann and B. Rauschenbach, Influence of grain size on nitrogen diffusivity in austenitic stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 201, (2007), 6686-6689.
- (100) (社) 日本熱処理技術協会/日本金属熱処理工業会編, 熱処理技術入門, (2004), 184.
- (101) T. Heumann and H. Mehrer, *Diffusion in Metallen*, (2005), 293-296, Springer-Verlag Tokyo.
- (102) Y. Ijima, "Current all studies related to solid diffusion" What has been recently clarified from the studies of diffusion, *KINZOKU Materials Science and Technology*,

- 74, 9, (2004), 874-875.
- (103) X. Y. Wang and D. Y. Li, Mechanical and electrochemical behavior of nanocrystalline surface of 304 stainless steel, *Electrochimica Acta*, 47, (2002), 3939-3947.
- (104) X. Li and J. He, Effect of shot blasting on oxidation behavior of TP304H steel at 610-770°C, *Materials Letters*, 60, 3, (2006), 339-344.
- (105) Z. Liu, Y. He and W. Gao, Surface nanocrystallization of 310S stainless steel and its effect on oxidation behavior, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 7, 1, (1998), 88-92.
- (106) X. Y. Wang and D. Y. Li, Mechanical, electrochemical and tribological properties of nano-crystalline surface of 304 stainless steel, *Wear*, 255, Pt.2, (2003), 836-845.
- (107) E. Lehrer, *Z. Für Elektrochemie*, 36 (1930), 383-392.
- (108) S. S. Hosmani, R. E. Schacherl and E. J. Mittemeijer, Compound layer formation on iron-based alloys upon nitriding; phase constitution and pore formation, *Haerterei Tech Mitt*, 63, 3, (2008), 139-146.
- (109) 石川信行, 白神哲夫, 佐藤馨, 石黒守幸, 梶澤均, 桑原美博, 窒化用鋼のガス窒化特性に及ぼす処理温度の影響, *鉄と鋼*, 82, 2, (1996), 164-169.
- (110) J. H. Driver, D. C. Unthank and K. H. Jack, Substitutional-Institutional GP zone in Fe-Mo alloys, *Philosophical Magazine*, 26, 5, (1972), 1227-1231.
- (111) 鈴木信一, 内藤賢一郎, 鋼の窒化層の特性におよぼすCrおよびAlの影響, *鉄と鋼*, 81, 6, (1995), 655-660.
- (112) K. Genel, M. Demirkol and M. Capa, Effect of ion nitriding on fatigue behaviour of AISI 4140 steel, *Materials Science and Engineering*, A279, (2000), 207-216.
- (113) C. M. Suh, J. K. Hwang, K. S. Son and H. K. Jang, Fatigue characteristics of nitrided SACM 645 according to the nitriding condition and notch, 392, (2005), 31-37.
- (114) A. Celik and S. Karadeniz, Improvement of fatigue strength of AISI 4140 steel by an ion nitriding process, *Surface and Coatings Technology*, 72, (1995), 169-173.
- (115) N. Limodin, Y. Verreman and T. N. Tafra, Axial fatigue of a gas-nitrided quenched and tempered AISI 4140 steel: effect of nitriding depth, *Fatigue Fracture Engineering and Materials Structure*, 26, (2003), 811-820.
- (116) 戸梶恵郎, 高橋進, 低合金鋼SCM435窒化材の疲労強度とfish-eyeを伴う内部破壊過程, *日本機械学会論文集*, A67, 653, (2001), 86-93.
- (117) 小林幹和, 桜田徹, 岡部功, ガス軟窒化およびイオン窒化材の疲労強度予測法, *日本機械学会論文集*, A62, 597, (1996), 1132-1139.
- (118) 高山透, 日野谷重晴, 和泉康治, 鎌田芳彦, 近藤正顕, 森元秀, 軟窒化処理鋼の微視的組織と深さ方向結晶構造解析, *鉄と鋼*, 82, 7, (1996), 611-616.

- (119) 塩谷恩, 塩浴室化層に及ぼす酸素の影響, 熱処理, 19, 4, (1979), 225-229.
- (120) 宮田武, 伏見慎二, 空気を添加したアンモニアガス窒化法, 熱処理, 16, 3, (1976), 140-145.
- (121) S. S. Hosmani, R. E. Schacherl and E. J. Mittemeijer, Compound layer formation on iron-based alloys upon nitriding; phase constitution and pore formation, *Haertere Tech Mitt*, 63, 3, (2008), 139-146.
- (122) S. S. Hosmani, R. E. Schacherl and E. J. Mittemeijer, Microstructure of the "white layer" formed on nitrided Fe-7wt.% Cr alloys, *International Journal of Materials Research*, 97, 11, (2006), 1545-1549.
- (123) 兼城英夫, 我那覇簾, 真喜志隆, 真壁朝敏, 窒化した圧延鋼の疲労特性と転位組織, 日本機械学会論文集, A67, 653, (2001), 94-101.
- (124) M. Pellizzari, A. Molinari and G. Straffelini, Thermal fatigue resistance of gas and plasma nitrided 41CrAlMo7 steel, *Materials Science and Engineering*, A352, (2003), 186-194.
- (125) 森野数博, 皮籠石紀雄, 深田一徳, 王清遠, 近藤英二, ラジカル窒化した SNCM439鋼の疲労強度に及ぼす化合物層の影響, 日本機械学会論文集, A69, 686, (2003), 1490-1496.
- (126) Y. Murakami and M. Endo, Effects of defects, inclusions and inhomogeneities on fatigue strength, *International Journal of Fatigue*, 16, (1994), 163-182.
- (127) 田中啓介, 顧青坪, 御厨照明, 秋庭義明, ガス軟窒化鋼のX線残留応力測定, 日本機械学会論文集, A62, 604, (1996), 2734-2740.
- (128) 村上理一, 野須敬弘, 近藤正春, W.G. Ferguson, 高張力鋼の疲労き裂発生と初期き裂成長挙動に及ぼす窒素イオン注入の影響, 日本機械学会論文集, A65, 640, (1999), 2511-2517.
- (129) 白鳥正樹, 三好俊郎, 酒井義明, 張光荣, 任意分布力を受ける表面き裂の応力拡大係数の解析 (第3報, 丸棒中の半だ円表面き裂に対する影響係数の解析とその応用), 日本機械学会論文集, A53, 488, (1987), 779-785.
- (130) 森田辰郎, 加藤慶太郎, 清水真佐男, 川寄一博, 窒化により表面改質した純鉄と純チタンの疲労特性の比較, 日本機械学会論文集, A63, 605, (1997), 1-6.
- (131) 森田辰郎, 清水真佐男, 川寄一博, 千葉貴世, 窒化処理を施したTi-6Al-4V合金の疲労挙動, 日本機械学会論文集, A56, 529, (1990), 1915-1919.

- (132) 細野博志, 茶園和博, 桑原秀行, 市井一男, 大石敏雄, プラズマ窒化した鉄-クロム合金中の固溶窒素濃度に関する研究, 日本金属学会誌, 69, 8, (2005), 775-779.
- (133) 浜石和人, 末吉秀一, 門松繁, 塩水孝幸, 大園義久, SUS304のガス窒化挙動に及ぼす大気中予加熱の影響, 日本金属学会誌, 60, 6, (1996), 616-623.
- (134) 浜石和人, 末吉秀一, 塩水孝幸, 大園義久, オーステナイト系ステンレス鋼のガス窒化挙動に及ぼす大気中予加熱の影響, 日本金属学会誌, 61, 11, (1997), 1198-1205.
- (135) 浜石和人, 末吉秀一, 塩水孝幸, オーステナイト系ステンレス鋼のガス窒化挙動に及ぼすプロセス条件の影響, 日本金属学会誌, 62, 4, (1998), 310-316.
- (136) K. Gemma, H. Kawakami and M. Hagiwara, *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, 24, 10, (2004), 378-383.
- (137) 田口道一, 宮田武, 伏見慎二, 榎並豊一郎, 酸窒化処理の自動車部品と金型への適用, 熱処理, 21, 4, (1981), 197-203.
- (138) 山内尚彦, 上田順弘, 岡本明, 出水敬, プラズマ窒化したSUS304におけるS相の生成に及ぼすピーニングの効果, 大阪府立産業技術総合研究所報告, 15, (2001), 70-75.
- (139) 源馬國恭, オーステナイト系ステンレス鋼のガス窒化および窒化層成長促進機構, 表面技術, 54, 3, (2003), 193-199.
- (140) 浜石和人, 末吉秀一, 清藤純一, 中村祐三, オーステナイト系ステンレス鋼のガス窒化挙動に及ぼす前処理加工の影響, 日本金属学会誌, 59, 2, (1995), 133-139.
- (141) 砂田聡, 真島一彦, 石田修一, 菅野光輝, 武田義信, 焼結SUS304鋼, SUS316鋼の耐食性に及ぼすショットピーニングの影響, 粉体および粉末冶金, 52, 7, (2005), 544-550.
- (142) 榊原和利, 金子稔, 岩永弘之, ばね用高炭素鋼S60Cの腐食挙動に与えるショットピーニング加工の効果, ばね論文集, 41, (1996), 47-52.
- (143) 岩永弘之, 金子稔, 松葉隆志, ショットピーニング加工を施した高炭素鋼S60Cの隙間腐食挙動(隙間のモデル化と電気化学的試験法との関連), ばね論文集, 45, (2000), 35-39.
- (144) P. Peyre, X. Scherpereel, L. Berthe, C. Carboni, R. Fabbro, G. Beranger and C. Lemaitre, Surface modifications induced in 316L steel by laser peening and shot peening. Influence on pitting corrosion resistance, *Materials Science and Engineering*, A280, (2000), 294-302.
- (145) 飯田喜介, 大島祐義, ショットピーニングによる残留応力と加工誘起変態のステンレス鋼の耐食性に及ぼす影響, ショットピーニング技術, 10, 1, (1998), 1-7.

- (146) L. Marot, E. Le Bourhis and A. Straboni, Improved nitridation efficiency and mechanical property of stainless steel surface after N₂-H₂ plasma nitridation at low temperature, *Materials Letters*, 56, (2002), 76-79.
- (147) 松本和明, 三瓶哲也, 豊田武史, 金沢孝, ショットピーニングした浸炭歯車用鋼の回転曲げ疲労強度に及ぼす介在物の影響, 日本機械学会材料力学講演会講演論文集, 900, 86, (1990), 275-277.
- (148) H. Shibata, K. Tokaji, T. Ogawa and C. Hori, The effect on gas nitriding on fatigue behaviour in titanium alloys, *International Journal of Fatigue*, 16, 6, (1994), 370-376.
- (149) K. Tokaji, T. Ogawa and H. Shibata, The effects of gas nitriding on fatigue behavior in titanium and titanium alloys, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 8, 2, (1999), 159-167.
- (150) 泉田寛, 河部望, 山尾憲人, 村井照幸, 高Si鋼オイルテンパー線の疲れ強さへの旧オーステナイト結晶粒径の影響, ばね論文集, 49, (2004), 21-26.
- (151) 川寄一博, 千葉高世, 古賀久喜, 山崎隆雄, 誘導加熱焼入れ焼もどしたばね鋼の機械的性質におよぼすオーステナイト結晶粒径の影響, 鉄と鋼, 73, 16, (1987), 2298-2305.
- (152) 深沢剣吾, 三阪佳孝, 川寄一博, 高周波焼入れしたSCM440鋼の疲労特性に及ぼす結晶粒微細化効果, 第65回日本熱処理技術協会講演大会講演概要集, (2007), 27-28.
- (153) 富永敏文, 今津好昭, 炭素鋼の高温硬さ (第1報) -炭素鋼の高温硬さ曲線-, 材料試験技術, 31, 3, (1986), 201-207.
- (154) 富永敏文, 今津好昭, 炭素鋼の高温硬さ (第2報) -焼戻し炭素鋼の高温硬さの推定-, 材料試験技術, 38, 4, (1993), 255-259.
- (155) C. Zener and J.H. Hollomon, Effect of strain rate upon plastic flow of steel, *Journal of Applied Physics*, 15 (1944), 22-32.
- (156) 牧正志, 田村今男, 動的再結晶の組織的特徴および静的再結晶との比較, 鉄と鋼, 70, 5, (1984), 2073-2080.
- (157) R. A. P. Djaic and J. J. Jonas, Recrystallization of high carbon steel between intervals of high temperature deformation, *Metallurgical and Materials Transactions B*, 4, 2, (1973), 621-624.
- (158) C. Ouchi and T. Okita, Austenitic grain refinement through static recrystallization immediately after hot rolling, *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*, 24, 9, (1984), 726-733.
- (159) J. J. Jonas, Dynamic recrystallization-scientific curiosity or industrial tool?, *Materials Science and Engineering*, A184, (1994), 155-165.

著者の業績一覧

1. 学位論文に関連する内容の原著論文

- (1) S. Kikuchi, Y. Nakahara and J. Komotori, Fatigue properties of gas nitrated austenitic stainless steel pre-treated with fine particle peening, International Journal of Fatigue, 32, 2, (2010), 403-410. (第5章)
- (2) S. Kikuchi, A. Sasago and J. Komotori, Effect of simultaneous surface modification process on wear resistance of martensitic stainless steel, Journal of Materials Processing Technology, 209, 20, (2009), 6156-6160. (第6章)
- (3) S. Kikuchi and J. Komotori, Effect of fine particle peening treatment prior to nitriding on fatigue properties of AISI 4135 steel, Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering, 2, 11, (2008), 1444-1450. (第4章)
- (4) Y. Hirota, S. Kikuchi and J. Komotori, Microstructural change induced by fine particle peening and its effect on elemental diffusion, Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering, 2, 10, (2008), 1330-1337. (第2章, 第3章)
- (5) 菊池将一, 亀山雄高, 深沢剣吾, 小茂鳥潤, SCM435H鋼の疲労特性に及ぼす微粒子ピーニング/窒化複合表面処理の影響, 砥粒加工学会誌, 50, 3, (2006), 134-137. (第4章)

2. その他の論文, 解説記事

- (1) H. Nanbu, S. Kikuchi, Y. Kameyama and J. Komotori, Wear resistance of AISI316L steel modified by pre-FPP treated DLC coating, Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering, 3, 2, (2009), 328-335.
- (2) 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), 347-352.
- (3) 小茂鳥潤, 菊池将一, 笹子敦司, 高温微粒子ピーニング処理による構造用鋼の表面改質加工, 金属, 78, 4, (2008), 354-358.
- (4) S. Kikuchi, K. Fukazawa, J. Komotori and M. Shimizu, Fatigue properties of hybrid surface modified SCM435H steel, International Journal of Modern Physics B, 20, 25-27, (2006), 3646-3651.

3. 国際会議発表（査読制度あり）

- (1) T. Ito*, S. Kikuchi, Y. Hirota, A. Sasago and J. Komotori, Analysis of pneumatic fine particle peening process by using a high-speed-camera, Advanced Materials Development & Performance Conference 2008, Beijing, CHINA, (2008-10).
- (2) H. Nanbu*, S. Kikuchi, Y. Kameyama and J. Komotori, Wear resistance of AISI316L steel modified by pre-FPP treated DLC coating, 3rd JSME/ASME International Conference on Materials and Processing, Evanston, Illinois, USA, (2008-10). （その他の論文(1)と同一内容）
- (3) S. Kikuchi*, Y. Nakahara and J. Komotori, Fatigue properties of pre-FPP (fine particle peening) treated and gas nitrided austenitic stainless steel, Materials Science & Technology 2008 conference and exhibition, Pittsburgh, Pennsylvania, USA, (2008-10). （原著論文(1)と同一内容）
- (4) S. Kikuchi*, A. Sasago and J. Komotori, Effect of simultaneous surface modification process on wear resistance of martensitic stainless steel, 1st International Conference on Abrasive Processes, Cambridge, UK, (2008-10). （原著論文(2)と同一内容）
- (5) S. Kikuchi* and J. Komotori, Effect of pre-FPP (fine particle peening) on fatigue properties of nitrided AISI 4135 steel, 2008 M&M international symposium for young researchers, Wakayama, JAPAN, (2008-3). （原著論文(3)と同一内容）
- (6) Y. Hirota*, S. Kikuchi and J. Komotori, Microstructural change induced by fine particle peening and its effect on elemental diffusion, 2008 M&M international symposium for young researchers, Wakayama, JAPAN, (2008-3). （原著論文(4)と同一内容）
- (7) S. Kikuchi*, Y. Kameyama, J. Komotori and K. Fukazawa, The effect of hybrid surface modification; combination of Fine Particle Bombardment treatment and Nitriding, on fatigue properties of steel, 2006 Asian Pacific Conference for Fracture and Strength, Sanya, CHINA, (2006-11).
- (8) S. Kikuchi*, K. Fukazawa, J. Komotori and M. Shimizu, Fatigue properties of hybrid surface modified SCM435H steel, Advanced Materials Development & Performance Conference 2005, Auckland, NEWZEELAND, (2005-7) （その他の論文(4)と同一内容）

4. 国際会議発表（査読制度なし）

- (1) Y. Kameyama*, J. Komotori and S. Kikuchi, Characteristics and bio-compatibility of Ni-Ti shape memory alloy modified with the combination of fine particle peening and thermal oxidation, 11th Japan International SAMPE Symposium & Exhibition, Tokyo, JAPAN, (2009-11).
- (2) H. Nanbu*, S. Kikuchi, Y. Kameyama and J. Komotori, The effect of fine particle peening

- (FPP) treatment on adhesion of DLC coatings on aluminum alloy, World Tribology Congress 2009, Kyoto, JAPAN, (2009-9).
- (3) S. Kikuchi*, Y. Nakahara and J. Komotori, The effect of hybrid surface treatment; combination of fine particle peening (FPP) and gas nitriding on tribological behavior of AISI 316 stainless steel, World Tribology Congress 2009, Kyoto, JAPAN, (2009-9).
 - (4) Y. Yasutake*, Y. Hirota, S. Kikuchi and J. Komotori, Tribological properties of atmospheric oxidized Ti-6Al-4V alloy pre-treated with fine particle peening (FPP), World Tribology Congress 2009, Kyoto, JAPAN, (2009-9).
 - (5) H. Kotani*, T. Saito, S. Kikuchi, J. Komotori, T. Naruse, K. Katahira and H. Ohmori, Development of titanium/zirconia composites by spark plasma sintering (SPS) method for artificial hip joint, 6th Asia-Australasian Conference on Composite Materials, Kumamoto, JAPAN, (2008-9).
 - (6) S. Kikuchi*, K. Ishii and J. Komotori, Influence of pre-FPP (Fine Particle Peening) on fatigue fracture mechanism of nitrided AISI 4135 steel, 17th European Conference on Fracture, Brno, CZECH REPUBLIC, (2008-9).
 - (7) Y. Hirota*, S. Kikuchi and J. Komotori, Effect of fine particle peening on fatigue properties of AISI 4135 steel with different hardness, 17th European Conference on Fracture, Brno, CZECH REPUBLIC, (2008-9).
 - (8) S. Kikuchi*, Y. Hirota and J. Komotori, Effect of fine particle bombardment conditions on generation of residual stress and fatigue properties of steel, Eighth International Conference on Computer Methods and Experimental Measurements for Surface and Contact Mechanics, The New Forest, UK, (2007-5)
 - (9) S. Kikuchi*, K. Fukazawa, J. Komotori and M. Shimizu, Fatigue properties of nitrided and induction hardened AISI 4135 steel, 9th International Fatigue Congress 2006, Atlanta, Georgia, USA, (2006-5).

5. 国内学会発表

- (1) 菊池将一*, 小茂鳥潤, 微粒子ピーニングを利用した複合表面改質による鋼の疲労特性改善とその要因, 第80回組織構造分科会, 京都, (2010-1).
- (2) 亀山雄高*, 菊池将一, 廣田遥, 松村有希子, 水谷正義, 小茂鳥潤, 微粒子ピーニング・大気酸化複合処理を施したNi-Ti形状記憶合金に形成される改質層とその生体適合性, 2009年度砥粒加工学会学術講演会, 埼玉, (2009-9).
- (3) 菊池将一*, 原田翼, 小茂鳥潤, 深沢剣吾, 三阪佳孝, 川寄一博, 高周波誘導加熱微粒子ピーニング (IH-FPP) 処理による微視組織変化を利用したSCM435H鋼の高疲労強度化, 日本材料学会第58期学術講演会, 松山, (2009-5).
- (4) 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処理システムを利用したS45C鋼の表面改質，第67回（平成21年春）日本熱処理技術協会講演大会，東京，(2009-5).
- (5) 菊池将一*，廣田遥，松村有希子，水谷正義，小茂鳥潤，微粒子ピーニングにより非晶化したNi-Ti形状記憶合金の生体適合性，JCOM38－材料・構造の複合化と機能化に関するシンポジウム，京都，(2009-3).
 - (6) 菊池将一*，小茂鳥潤，微粒子ピーニングを利用した新しい複合表面処理の提案，第78回組織構造分科会，京都，(2009-3).
 - (7) 菊池将一*，中原康仁，小茂鳥潤，オーステナイト系ステンレス鋼のガス窒化挙動と疲労特性に及ぼすPre-FPP処理の効果，第29回疲労シンポジウム，京都，(2008-11).
 - (8) 安武祐次郎*，廣田遥，菊池将一，小茂鳥潤，微粒子ピーニング（FPP）を施した工業用純チタンの酸素拡散挙動の評価，日本材料学会関東支部学生研究交流会，調布，(2008-10).
 - (9) 廣田遥*，松村有希子，菊池将一，Ni-Ti形状記憶合金の生体適合性に及ぼす微粒子ピーニングの効果，日本機械学会M&M2008材料力学カンファレンス，滋賀，(2008-9).
 - (10) 伊藤達也*，菊池将一，廣田遥，笹子敦司，小茂鳥潤，FPP処理における粒子飛翔挙動の解析とそれによる表面改質効果の検討，日本機械学会2008年度年次大会，横浜，(2008-8).
 - (11) 廣田遥*，菊池将一，小茂鳥潤，微粒子ピーニングを施した工業用純鉄の元素拡散能の評価，日本材料学会第57期学術講演会，鹿児島，(2008-5).
 - (12) 菊池将一*，笹子敦司，小茂鳥潤，深沢剣吾，三阪佳孝，川寄一博，高周波誘導加熱微粒子ピーニング（IH-FPP）処理を施したSUS440C鋼の表面改質，日本材料学会第57期学術講演会，鹿児島，(2008-5).
 - (13) 中原康仁*，菊池将一，小茂鳥潤，オーステナイト系ステンレス鋼のガス窒化挙動に及ぼすPre-FPP処理の影響，日本材料学会第57期学術講演会，鹿児島，(2008-5).
 - (14) 南部紘志*，菊池将一，亀山雄高，小茂鳥潤，SUS316L鋼に被覆したDLC膜の密着性に及ぼすPre-FPP処理の効果，日本材料学会第57期学術講演会，鹿児島，(2008-5).
 - (15) 小谷拓嗣*，齋藤智之，菊池将一，小茂鳥潤，成瀬哲也，片平和俊，大森整，放電プラズマ焼結法によるチタン/ジルコニア複合材料の開発，JCOM-37－材料・構造の複合化と機能化に関するシンポジウム，京都，(2008-3).
 - (16) 伊藤達也*，笹子敦司，菊池将一，小茂鳥潤，円板回転装置を用いたFPP投射粒子の飛翔速度計測法の提案，日本材料学会関東支部学生研究交流会，東京，(2007-10).

- (17) 菊池将一*, 中原康仁, 石井啓太, 小茂鳥潤, 深沢剣吾, 三阪佳孝, 川寄一博, Pre-FPPした鋼の窒化層の微視組織と疲労特性, 第65回(平成19年秋季)日本熱処理技術協会講演大会, 室蘭, (2007-10).
- (18) 廣田遥*, 菊池将一, 小茂鳥潤, 深沢剣吾, 硬さの異なるSCM435H鋼の疲労特性に及ぼす微粒子ピーニングの影響, 日本機械学会2007年度年次大会, 大阪, (2007-9).
- (19) 菊池将一*, 笹子敦司, 亀山雄高, 小茂鳥潤, 深沢剣吾, 三阪佳孝, 川寄一博, 高周波誘導加熱微粒子ピーニング(IH-FSP)処理によるSUS440C鋼の表面硬化, 日本機械学会2007年度年次大会, 大阪, (2007-9).
- (20) 菊池将一, 廣田遥*, 小茂鳥潤, FPB処理を施したSCM435H鋼の疲労特性に及ぼす表面粗さと残留応力の影響, 日本材料学会第56期学術講演会, 名古屋, (2007-5).
- (21) 廣田遥*, 菊池将一, 小茂鳥潤, FPB処理の投射条件が残留応力と鋼の組織変化に及ぼす影響, 日本材料学会第56期学術講演会, 名古屋, (2007-5).
- (22) 菊池将一*, 小茂鳥潤, 亀山雄高, 深沢剣吾, 微粒子ピーニングに用いる投射粒子と基材硬さが残留応力の生成挙動に及ぼす影響, 日本機械学会M&M2006材料力学カンファレンス, 浜松, (2006-8).
- (23) 菊池将一*, 亀山雄高, 小茂鳥潤, 深沢剣吾, FPB/窒化複合表面処理を施した切欠き付きSCM435H鋼の疲労過程における内部破壊発生要因, 日本材料学会第55期学術講演会, 長岡, (2006-5).
- (24) 菊池将一*, 亀山雄高, 深沢剣吾, 小茂鳥潤, SCM435H鋼の疲労特性におよぼすFPB/窒化複合表面処理の影響, 2005年度砥粒加工学会学術講演会, 仙台, (2005-9). (原著論文(5)と同一内容)
- (25) 菊池将一*, 小茂鳥潤, 清水真佐男, 深沢剣吾, 窒化/高周波焼入れハイブリッド表面改質処理を施した鋼の疲労破壊挙動, 第49回日本学術会議材料研究連合講演会, 京都, (2006-5).

6. 特許

- (1) 伊藤達也, 亀山雄高, 菊池将一, 小茂鳥潤, 深沢剣吾, 三阪佳孝, 川寄一博, 表面処理装置及び表面処理方法, 特願2008-322985号, (2008-12).
- (2) 伊藤達也, 亀山雄高, 菊池将一, 小茂鳥潤, 深沢剣吾, 三阪佳孝, 川寄一博, 表面処理装置, 特願2008-281703号, (2008-12).
- (3) 廣田遥, 松村有希子, 菊池将一, 小茂鳥潤, 形状記憶合金の表面処理方法, 特願2008-318304号, (2008-10).

7. 受賞

- (1) 小茂鳥潤, 伊藤達也, 菊池将一, 亀山雄高, 川寄一博, 三阪佳孝, 深沢剣吾, 岩木トライボコーティングネットワークアワード特別賞, (2010-2).
- (2) 菊池将一, 日本材料学会第58期学術講演会優秀講演発表賞, (2009-6).
- (3) 菊池将一, 第29回疲労シンポジウム優秀研究発表賞, (2009-3).
- (4) 菊池将一, 慶應義塾大学大学院理工学研究科国際会議論文発表奨励賞, (2008-12).
- (5) S. Kikuchi, Awarded for Poster Session One (1st International Conference on Abrasive Processes), (2008-9).
- (6) 小谷拓嗣, 齋藤智之, 菊池将一, 小茂鳥潤, 成瀬哲也, 片平和俊, 大森整, JCOM-37ー材料・構造の複合化と機能化に関するシンポジウムー優秀ポスター賞, (2008-3).
- (7) 菊池将一, 第65回日本熱処理技術協会講演大会研究発表奨励賞優秀賞, (2007-10).
- (8) 菊池将一, 日本機械学会三浦賞, (2007-3).