

# 金属多結晶体のマクロ・マイクロ歪の計測と制御

研究代表者 東北大学大学院工学研究科 教授 祖山 均

## 1. 緒 言

金属疲労強度向上は、疲労き裂の進展抑止、あるいは、疲労き裂の発生抑止により可能である。本研究では、結晶粒よりも広範囲にわたって一様に存在する残留応力などに関わる歪を「マクロ歪」、結晶粒オーダーまたは結晶粒内の歪を「マイクロ歪」と呼ぶ。圧縮のマクロ歪を金属材料に導入できれば疲労き裂の進展を抑止できると考えられる。また、マイクロ歪が疲労き裂の発生源となる危険性があるので、このマイクロ歪を低減できれば、き裂の発生を遅延させることができる可能性がある。本研究では、金属多結晶体のマクロ歪ならびにマイクロ歪を計測する方法を構築し、マクロ・マイクロ歪を制御する方法を構築して、疲労強度向上を図った。

一般には、マクロ歪である残留応力は、X線回折を用いて  $\sin^2\psi$  法で計測する方法が一般的である<sup>(1),(2)</sup>。近年、X線回折を用いた応力測定法として、2次元検出器を用いてデバイリングのゆがみから応力テンソルを計測する 2D 法が開発され、実用に供されている<sup>(3)</sup>。2D 法では、せん断応力成分も含む応力テンソル 6 成分を求めることができ、また X 線の侵入深さを制御して極表面近傍の残留応力を計測できるなどの利点がある<sup>(4)</sup>。

マイクロ歪評価法としては、回折 X 線の半価幅から求める方法などが提案され、金属疲労に伴い、半価幅が変化することが報告されている<sup>(5),(6)</sup>。しかしながら、これまでマイクロ歪評価法は確立されておらず、金属疲労とマイクロ歪の関係も不明である。最近、ナノ粒子の結晶粒径と歪の評価に用いられているファンダメンタルパラメータ法<sup>(7),(8)</sup>により、機械加工や熱処理により導入されたマイクロ歪を評価できることが報告されている<sup>(9)</sup>。

祖山により、キャビテーション気泡の崩壊衝撃力を、ショットピーニングのごとく、金属材料の疲労強度向上などの金属材料の表面改質に有効利用するキャビテーションピーニング CP (あるいはショットを用いないことからキャビテーション・ショットレス・ピーニング CSP と呼ばれている) が提案され<sup>(10),(11)</sup>、歯車などの疲労強度向上<sup>(12)</sup>や、CVT 用金属ベルトの元素の疲労強度向上<sup>(13)</sup>などが実証されている。キャビテーションピーニングにより、圧縮残留応力を導入しながら、回折 X 線の半価幅が減少するという興味深い報告<sup>(14)</sup>があり、キャビテーションピーニングにより、疲労き裂の進展を抑制するマクロ歪を導入しながら、疲労き裂の源になる危険性があるマイクロ歪を低減できる可能性がある。

よって、本研究では、マクロ歪の計測法として  $\sin^2\psi$  法と 2D 法を取り上げ、計測結果を比較検討してマクロ歪計測法を構築した。また疲労試験に供した試験片のマイクロ歪をファンダメンタルパラメータ法により評価し、金属疲労によりマイクロ歪が変化することを検証した。さらに、マクロ・マイクロ歪の制御として、キャビテーションピーニングを取り上げ、疲労き裂の源となるマイクロ歪を低減しながら、疲労き裂の進展を抑制するマクロ歪を導入する方法を構築した。

## 2. 実験装置および方法

マクロ歪の評価には、2次元位置敏感型PSPC検出器を有するX線回折装置を使用し、図1(a)に示す方向に座標を取って計測した。X線の発生にはCr管を用い、管電圧35 kV、管電流40 mAとした。 $\sin^2\psi$ 法と2D法の比較をするために、ねじりを負荷したパイプのせん断応力を計測した。 $\sin^2\psi$ 法によるせん断応力 $\tau_{xy}$ の評価は、 $\phi = 0, 45, 90 \text{ deg.}$ の三方向の垂直応力 $\sigma_0, \sigma_{45}, \sigma_{90}$ を $\sin^2\psi$ 法で計測し、式(1)によりせん断応力 $\tau_{xy}$ を求めた。

$$\begin{Bmatrix} \sigma_x \\ \sigma_y \\ 2\tau_{xy} \end{Bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos^2 \phi_a & \sin^2 \phi_a & \sin \phi_a \cos \phi_a \\ \cos^2 \phi_b & \sin^2 \phi_b & \sin \phi_b \cos \phi_b \\ \cos^2 \phi_c & \sin^2 \phi_c & \sin \phi_c \cos \phi_c \end{bmatrix}^{-1} \begin{Bmatrix} \sigma_0 \\ \sigma_{45} \\ \sigma_{90} \end{Bmatrix} \quad (1)$$

ここで $\phi_a, \phi_b, \phi_c$ はそれぞれ0, 45, 90 deg.である。なお $\psi$ スプリットを考慮し、それぞれの $\phi$ において $\psi = 0.0, \pm 20.3, \pm 29.3, \pm 36.9, \pm 43.9, \pm 50.8 \text{ deg.}$ で計測した。なお、 $\sin^2\psi$ 法では2次元PSPCにより各 $\psi$ で1分間ずつ計測した2次元データから、 $\psi$ と垂直方向に $\pm 5 \text{ deg.}$ の領域を積分して1次元データにして解析に使用した。

2D法によるせん断応力 $\tau_{xy}$ の評価は、21通りの $\chi$ と $\phi$ から2次元の回折データを取得し(座標は図1(b)参照)、式(2)を満足するようにひずみテンソルを算出する2D法により求めた。

$$f_{xx}\varepsilon_{xx} + f_{xy}\varepsilon_{xy} + f_{yy}\varepsilon_{yy} + f_{xz}\varepsilon_{xz} + f_{yz}\varepsilon_{yz} + f_{zz}\varepsilon_{zz} = \ln\left(\frac{\sin\theta_0}{\sin\theta}\right) \quad (2)$$

ここで $\theta_0$ は無歪時の回折角で、各係数は以下の通りである。

$$\begin{aligned} f_{xx} &= A^2 & a &= \sin\theta \cos\omega + \sin\chi \cos\theta \sin\omega \\ f_{xy} &= 2AB & b &= -\cos\chi \cos\theta \\ f_{yy} &= B^2 & c &= \sin\theta \sin\omega - \sin\chi \cos\theta \cos\omega \\ f_{xz} &= 2AC & A &= a \cos\phi - b \cos\psi \sin\phi + c \sin\psi \sin\phi \\ f_{yz} &= 2BC & B &= a \sin\phi + b \cos\psi \cos\phi - c \sin\psi \cos\phi \\ f_{zz} &= C^2 & C &= b \sin\psi + c \cos\psi \end{aligned} \quad (3)$$

2D法による計測時には、各( $\chi, \phi$ )において高精度化を目的として $\omega$ 方向に走査しながら回折データを取得して解析に使用した。

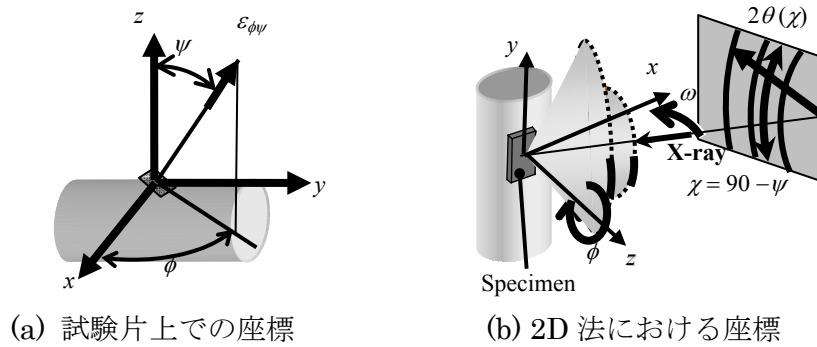


図1 座標の定義

マイクロ歪は、回折 X 線のピークプロファイルからファンダメンタルパラメータ法を用いて評価した。計測に使用した X 線源は  $\text{Cu K}\alpha$ 、管電圧 40 kV、管電流 40 mA とし、Bragg Brentano 集中光学系を用いて計測した。発散スリットおよび散乱防止スリットはそれぞれ 0.5 deg、受光スリットは 0.1 mm、ソーラースリットは 2.5 deg を使用した。

本研究のキャビテーションピーニングには、大気中に直接的にキャビテーション噴流を形成できる気中キャビテーション噴流試験装置<sup>(14),(15)</sup>や伴水噴流式キャビテーション噴流試験装置<sup>(16)</sup>を用いた。試験片を  $v$  で移動して処理し、これを  $n$  回行い、単位長さあたりの加工時間  $t$  を式(4)で定義した。

$$t = \frac{n}{v} \tag{4}$$

### 3. 実験結果

#### 3.1 2D 法によるマクロ歪の計測法の構築

図2には、ねじり負荷を付与したパイプ表面のせん断応力を、 $\sin^2\psi$ 法と 2D 法で計測した結果を示す。2D 法では三軸応力状態として解析した。 $\sin^2\psi$ 法と 2D 法のいずれの場合も、試験片にねじり負荷によりせん断応力が大となるにつれてせん断応力の評価値が大きくなっている。図2の直線は、無負荷時のせん断応力値を 0 と仮定した近似線である。近似直線の傾きは、2D 法の場合には 0.73 であるのに対し、 $\sin^2\psi$ 法の場合には 0.45 となっている。 $\sin^2\psi$ 法の結果は、歪ゲージによる計測値の半分以下であり、また 2D 法に比べても 6 割程度となっている。また 2D 法の信頼限界は数 MPa 程度であるが、 $\sin^2\psi$ 法の場合には、垂直応力成分の計測時の信頼限界が大きいこともあり、数十 MPa となっている。

表1にはパイプを旋盤で加工した条件を示し、図3には、それぞれの

表1 パイプの加工条件

Symbol	Heat treatment	Turning speed $v_t$ rpm	Depth of cut $d_c$ mm	Feed speed $v_f$ mm/rev.
(A)	None	450	0.025	0.097
(B)	None	450	0.050	0.097
(C)	None	450	0.100	0.097
(D)	None	450	0.200	0.097
(E)	Annealed	450	0.050	0.097
(F)	Annealed	450	0.100	0.097

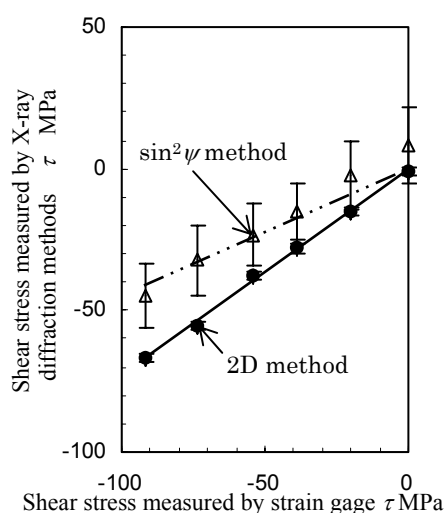


図2  $\sin^2\psi$ 法と 2D 法の比較

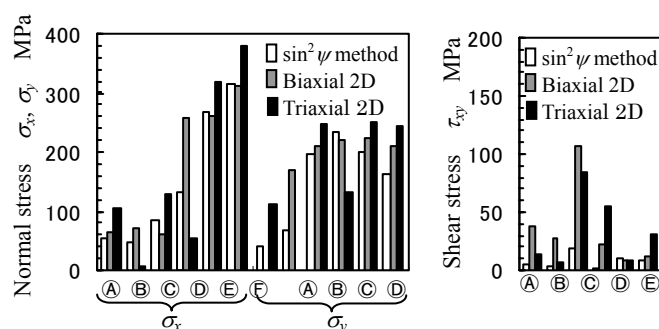


図3 種々の加工条件で生じたパイプの残留応力

試験片を  $\sin^2\psi$  法と 2D 法で計測した結果を示す。図 3 では、平面応力状態と仮定して解析した 2D 法の結果も併せて示す。旋盤加工の条件により残留応力の状態が大きく異なることがわかる。 $\sigma_x$ ,  $\sigma_y$  は、大略的には  $\sin^2\psi$  法と 2D 法ではほぼ同様な結果を得られるが、 $\sin^2\psi$  法で評価した  $\tau_{xy}$  は 2D 法の  $\tau_{xy}$  と比べて極端に小さくなっている。ねじり負荷を付与したパイプ状の試験片のせん断応力の評価結果から、機械加工などの三軸状態のマクロ歪の評価には、 $\sin^2\psi$  法よりも 2D 法による評価が妥当であることが明らかになった。

### 3.2 ファンダメンタルパラメータ法によるマイクロ歪の計測法の構築

図4には、ステンレス鋼を供試材とし、調質材、調質材に研削加工を施した試験片、調質材に研削加工を施した後にキャビテーションピーニングした試験片、調質材に研削加工を施した後に CNS で研磨した試験片、調質材に研削加工を施した後にディスクグラインダで研磨した試験片、調質材に研削加工を施した後にエメリ紙で研磨した試験片について、ファンダメンタルパラメータ法でマイクロ歪を計測した結果を示す。それぞれ(111)面、(200)面、(220)面について解析した。調質材の(111)面のマイクロ歪は  $0.165 \pm 0.003$ 、(200)面のマイクロ歪は  $0.203 \pm 0.002$ 、(220)面のマイクロ歪は  $0.132 \pm 0.001$  であるが、研削加工によりそれぞれ  $0.715 \pm 0.006$ 、 $0.900 \pm 0.007$ 、 $0.748 \pm 0.010$  とマイクロ歪が 4~5 倍に増えている。研削加工後にキャビテーションピーニングで処理すると、(111)面のマイクロ歪は  $0.583 \pm 0.004$ 、(200)面のマイクロ歪は  $0.790 \pm 0.005$ 、(220)面のマイクロ歪は  $0.517 \pm 0.006$  となり、キャビテーションピーニングにより 1 割から 4 割程度マイクロ歪が減少することがわかる。CNS やディスクグラインダで研磨すると、結晶方位により若干傾向が異なるが、マイクロ歪が増大する傾向が見られる。エメリ紙で研磨した場合には、キャビテーションピーニングで処理した場合と同様に、マイクロ歪が減少する。

図5には、合金工具鋼を気中キャビテーション噴流を用いたキャビテーションピーニングで処理し、処理時間と残留応力の関係を示す<sup>9)</sup>。キャビテーションピーニングにより圧縮残留応力、すなわち圧縮のマクロ歪が導入される。このとき処理前の(111)面のマイクロ歪は  $0.064 \pm 0.003$ 、(200)面のマイクロ歪は  $0.106 \pm 0.009$ 、(220)面のマイクロ歪は  $0.424 \pm 0.005$  であっ

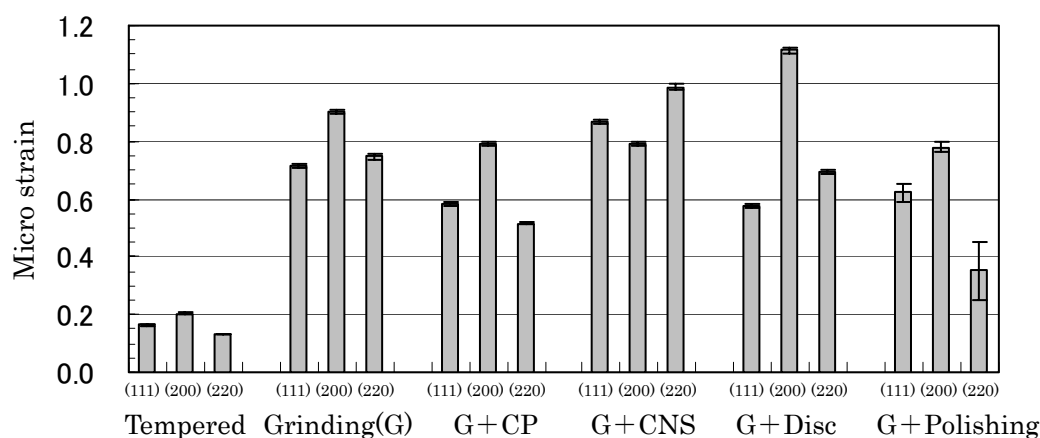


図4 種々の機械加工によって生じたマイクロ歪

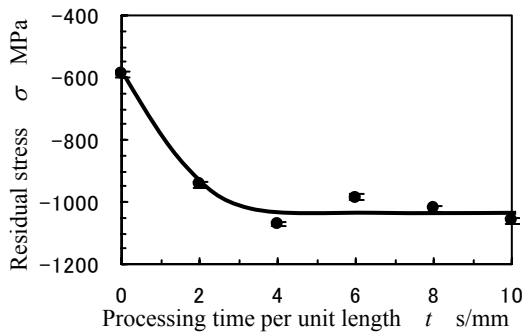
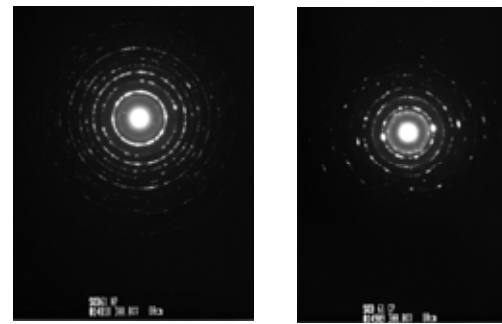


図5 合金工具鋼への圧縮残留応力の導入



(a) 未処理材 (b) CP 処理材

図6 TEM 観察の回折像

た。 $t = 10 \text{ s/mm}$  で処理した後のマイクロ歪は、それぞれ  $0.0007 \pm 0.002$ ,  $0.001 \pm 0.007$ ,  $0.007 \pm 0.004$ と減少していた。これを踏まえて、未処理の試験片と、キャビテーションピーニングで処理した試験片から、透過型電子顕微鏡 TEM 観察用の試料を作製して TEM 観察を行った結果を図6に示す。明らかにキャビテーションピーニングで処理した回折像は、スポット状になっており、キャビテーションピーニングにより転位に由来する歪、すなわちマイクロ歪が低減すること、ならびにファンダメンタルパラメータ法によるマイクロ歪評価の妥当性が検証された。

### 3.3 ミクロ歪と疲労強度の相関の解明

図7には、調質したステンレス鋼を平面曲げ試験に供した際の疲労試験前、疲労試験中、疲労試験後のマイクロ歪を示す。X線回折装置ならびに疲労試験機の制約から、それぞれ平面曲げ試験用試験片を切断して計測した。したがって、試験前、試験中、試験後(破断後)のマイクロ歪は別々の試験片を用いて計測した。

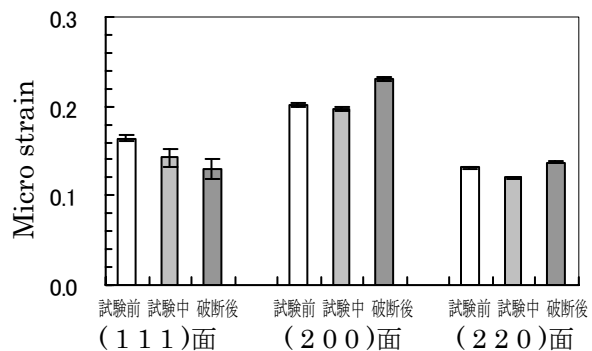


図7 疲労試験におけるマイクロ歪の変化

図7中の試験中は、破断に至るまでの回数

の約半分の試験時間の疲労試験を行った試験片のマイクロ歪を評価した。図7より疲労試験によりマイクロ歪がいったん減少した後、(200)面と(220)面のマイクロ歪が増大している。なお、調質したステンレス鋼に研削加工を施して疲労試験に供した場合も疲労試験によりマイクロ歪は若干減少するが、このマイクロ歪の減少は、キャビテーションピーニングで処理した場合ほどマイクロ歪は減少しない。

### 3.4 ミクロ歪低減による高強度化機序解明

図8には疲労強度と残留応力、すなわちマクロ歪の関係を、図9には疲労強度とマイクロ歪の関係を示す。いずれも、調質材に研削加工を施した試験片と、それにキャビテーションピーニングで処理した試験片である。従来いわれているように、圧縮残留応力(圧縮のマクロ歪)が導

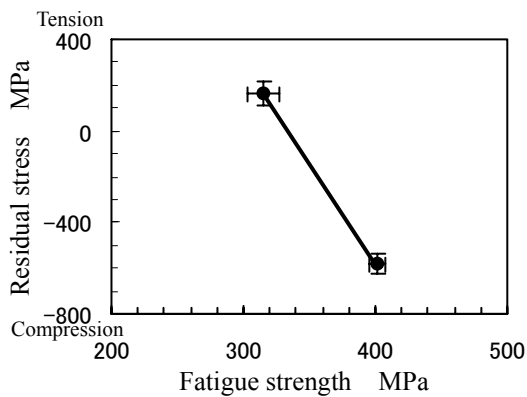


図8 疲労強度と残留応力

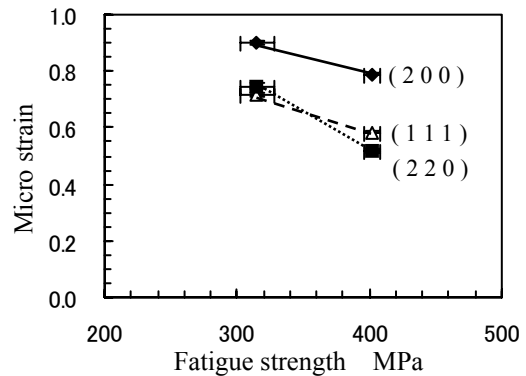


図9 疲労強度とマイクロ歪

入されると、疲労強度が向上している。なおキャビテーションピーニングで処理すると、圧縮のマクロ歪を導入できるばかりでなく、疲労き裂の源となり得るマイクロ歪を低減でき、その結果、疲労強度を向上できる。

従来の加工法では、金属多結晶体に圧縮のマクロ歪を導入する際には、塑性変形を伴うために結晶に転位が導入され、その結果として、疲労き裂の源となり得るマイクロ歪も増大してしまう。しかし、キャビテーション気泡の崩壊衝撃力を活用するキャビテーションピーニングでは、圧縮のマクロ歪を導入しながら、マイクロ歪を低減できることが検証された。キャビテーションピーニングでも、圧縮のマクロ歪を導入している以上、塑性変形を伴っている。しかし、キャビテーションピーニングでは、従来技術のショットピーニングと異なり、固体接触を伴わないので、固体接触による表面の変形は少ない。一方では、超音波により転位を移動できるとの報告<sup>(17)</sup>もあり、キャビテーション気泡の崩壊に伴う衝撃波による高周波の振動が、可動な転位を動かしていると考えられる。図10には、キャビテーションピーニングによるマイクロ歪の低減と圧縮残留応力導入の模式図を示す。図中の実線の丸印は金属原子を示し、点線の丸印は転位を示す。

従来の加工法で、圧縮残留応力を導入する際には、塑性変形により転位が増え、その結果として疲労き裂の源となり得る転位に由来するマイクロ歪も増大する。しかし、キャビテーションピーニングで圧縮残留応力を導入する場合には、固体接触を生じないので、表面近傍の塑性変形はショットピーニングなどと比べると少ない。また前述したように、キャビテーション気泡崩壊時の衝撃波による

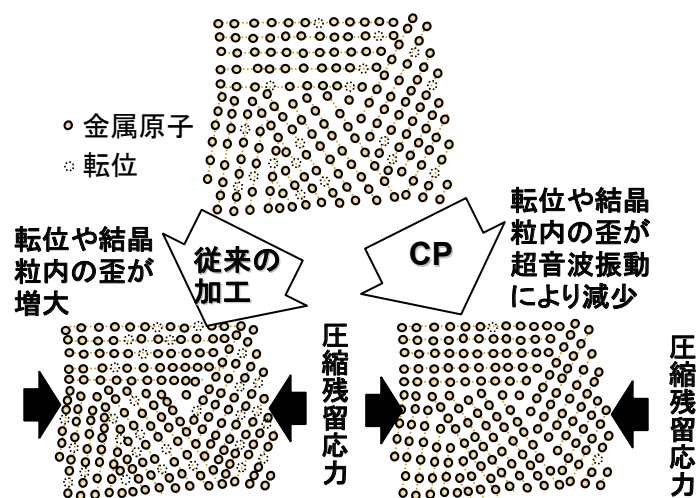


図10 CPによるマクロ歪導入とマイクロ歪低減の模式図

高周波の振動により、転位が結晶粒界に移動したり、合体して消えるなど、転位の移動により転位由来のマイクロ歪が低減すると考えられる。これは、機械加工や焼入れなどの熱処理によって予め転位が導入されている場合である。キャビテーションピーニング処理前の転位が少ない場合には、キャビテーションピーニングで処理した場合でもマイクロ歪は増大する。これまでに、ゲッターリングなどを目的として単結晶シリコンをキャビテーションピーニングで処理した場合には、回折 X 線の半価幅が増大することが確認されている。以上のことから、キャビテーションピーニングは、機械加工や焼入れなどの熱処理などによって導入されたマイクロ歪を低減しながら、圧縮のマクロ歪を導入できるといえる。

#### 4. 結 言

金属疲労の抑制を目途として、疲労き裂の進展を抑制するマクロ歪の導入と、疲労き裂の源になる危険性があるマイクロ歪の低減を行うために、まずマクロ歪ならびにマイクロ歪の計測法を検討した。本研究により、X線回折を用いた2D法によりマクロ歪を評価できることと、ファンダメンタルパラメータ法によりマイクロ歪を評価できることが検証された。また金属疲労によりマイクロ歪が変化することと、キャビテーション気泡の崩壊衝撃力を用いたキャビテーションピーニングにより、マイクロ歪を低減しながらマクロ歪を導入し、疲労強度を向上できることを実証した。

#### 謝 辞

本研究は、JFE21世紀財団の研究助成によるものである。ここに記して謝意を表す。

#### 参考文献

- (1) H.Dölle, *J. Appl. Cryst.*, **12** (1979), 489.
- (2) 日本材料学会, X線応力測定法標準, JSMS-SD-5-02 (2002).
- (3) B.B.He and K.L.Smith, *Proc. ICRS-5*, (1997), 634.
- (4) 祖山, 日本機械学会 M&M2005, (2005), 361.
- (5) S.Taira, *Exper. Mech.*, **13** (1972), 449.
- (6) D.J.Quesnel, M.Meshii and J.B.Cohen, *Mater. Sci. Eng.*, **36** (1978), 207.
- (7) H.P.Klug and L.E.Alexander, *X-ray Diffraction Procedures - 2nd ed.*, (1974).
- (8) A.A.Kern and A.A.Coelho, *A New Fundamental Parameters Approach in Profile Analysis of Powder Data*, (1998), 144.
- (9) H.Soyama and N.Yamada, *Mater. Lett.*, **62** (2008), 3564.
- (10) 祖山, まてりあ, **45** (2006), 657.
- (11) 祖山, 熱処理, **48** (2008), 74.
- (12) 祖山・関根, ショットピーニング技術, **20** (2008), 72.
- (13) H.Soyama, et al., *J. Mater. Sci.*, **43** (2008), 5052.
- (14) H.Soyama, *Trans. ASME, J. Eng. Mater. Technol.*, **126** (2004), 123.

- (15) H.Soyama, Trans. ASME, J. Fluid Eng., **127** (2005), 1095.
- (16) H.Soyama and M.Mikami, Key Eng. Mater., **353-358** (2007), 162.
- (17) I.Ostrovskii et al., IEEE Trans. Nuclear Sci., **52** (2005), 3068 .