

## 表層巨大ひずみ加工に伴う特異逆変態発現要因の組織学的究明

研究代表者 名古屋工業大学 物理工学専攻 准教授 佐藤尚

共同研究者 名古屋工業大学 物理工学専攻 助教 知場三周

### 1. 緒言

表層巨大ひずみ加工の一つであるショットピーニングを金属材料に施すと加工表面近傍に圧縮残留応力が生じるため、材料の疲労強度が向上することが知られている[1-3]。同時に、ショットピーニングを施した試料の加工表面では、加工によって導入された巨大なひずみによって組織が微細化し、微細粒で構成された加工変質層が形成する[2, 4-6, 9, 10]。

我々は、過去の研究において、初期組織が異なる Fe-33%Ni 合金にショットピーニングを施し、加工表面で生じる相変態挙動について調べた[6]。Fig. 1 は、Fe-33%Ni 合金への加工時間とオーステナイト( $\gamma$ )相体積分率の関係を示すグラフである。初期組織が $\gamma$ 相単相である Fe-33%Ni 合金にショットピーニングを施すと、加工時間の増加に伴い $\gamma$ 相体積分率が低下している。つまり、ショットピーニングによって $\gamma$ 相からマルテンサイト( $\alpha'$ )相への加工誘起マルテンサイト変態が発生している。一方、サブゼロ処理によって初期組織に $\alpha'$ 相を多く有する Fe-33%Ni 合金ではショットピーニングによって $\gamma$ 相体積分率が増加しており、 $\alpha'$ 相から $\gamma$ 相への逆変態が生じていることが分かる。ショットピーニングによって加工誘起マルテンサイト変態が生じることは良く知られているが[7, 8]、後者のような加工に伴う逆変態に関する報告は少ない。また、著者らは、加工誘起 $\alpha'$ 相を多く持つ SUS304 [9]および SUS410S [10] へのショットピーニングにおいても同様の現象が発生することも見出している。ここで、ショットピーニングに伴う逆変態の発生要因について考えてみた場合、主な発生要因としてショットピーニング中に生じる加工発熱が考えられる。しかし、既に述べたように $\gamma$ 相単相である Fe-33%Ni 合金にショットピーニングを施すことで加工誘起マルテンサイト変態が発生している。そのため、加工発熱はショットピーニングによる逆変態発生の

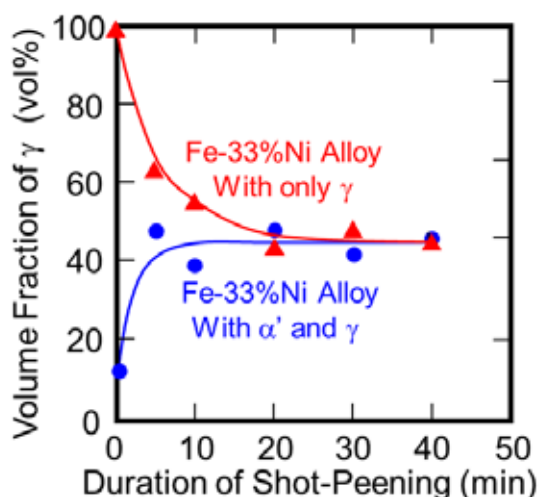


Fig. 1 Volume fractions of  $\gamma$  around peened surface as a function of duration of shot-peening. [6]

主要因でないといえる。よって、このショットピーニングで生じる特異な逆変態の発現要因については、不明な点が多い。

本研究では、 $\alpha'$ 相を多く有する初期組織を持った Fe-30%Ni 合金および Fe-33%Ni 合金にショットピーニングを施し、それによって形成した加工表面近傍の微細組織について調べた。そして、①ショットピーニングに伴う逆変態の発現要因および②ショットピーニングにて形成した加工変質層の熱安定性について検討した。

## 2. 実験方法

### 2. 1. ショットピーニング試料の作製

供試材として、Fe-30%Ni 合金インゴットおよび Fe-33%Ni 合金インゴットを用いた。これらの Fe-Ni 合金インゴットより、15 mm×15 mm×3 mm のショットピーニング試料を切り出した。その後、切り出した試料に対し、1100°Cで 0.5 h のオーステナイト化処理を施した。オーステナイト化処理を施した試料に対して液体窒素中で 0.5 h のサブゼロ処理を施し、マルテンサイト変態を生じさせた。そして、試料に機械研磨およびコロイダルシリカ懸濁液による腐食研磨を施し、ショットピーニング試料とした。

### 2. 2. Fe-Ni 試料へのショットピーニング

サブゼロ処理を施した Fe-30%Ni 試料および Fe-33%Ni 試料に対し、室温にてショットピーニングを施した。ショットピーニングで用いた投射材は、粒径 210  $\mu\text{m}$ ~300  $\mu\text{m}$  のジルコン粒子である。また、投射ノズルと試料表面との距離は 100mm あるいは 300mm とし、投射圧力および投射時間はそれぞれ 0.6MPa および 2s~2400s とした。

### 2. 3. Fe-30%Ni 試料に形成した加工変質層における熱安定性の評価

ショットピーニングを施した Fe-30%Ni 試料の加工表面には、微細な結晶粒で構成された加工変質層が形成している。そこで、本研究では、加工変質層の熱安定性を評価するため、ショットピーニング後の Fe-30%Ni 試料に形成した加工変質層内部のマルテンサイト変態開始温度( $M_s$ )および逆変態開始温度( $A_s$ )について調べた。

$M_s$  点の測定方法は以下の通りである。まず、ショットピーニング後の試料に対し、冷却アルコールあるいは液体窒素を用いて任意の温度での再冷却処理を施した。その後、X 線回折(XRD)装置を用いて、5 ピーク法にて $\gamma$ 相体積分率を測定した。なお、本測定では、加工変質層内部のみの $\gamma$ 相体積分率を測定するために Cu-K $\alpha$ の管球を用いている。本研究では、一つの試料に対して種々の温度での再冷却処理と $\gamma$ 相体積分率測定を繰り返す、 $\gamma$ 相体積分率が減少し始める温度を  $M_s$  点とした。一方、 $A_s$  点は、ショットピーニング後の試料に対して任意の温度での加熱処理と XRD による $\gamma$ 相体積分率測定を繰り返す、 $\gamma$ 相体積分率が増加し始める温度とした。

## 2. 4. ショットピーニングにて形成した加工組織の断面組織観察

本研究では、ショットピーニングを施した試料に対し、加工表面近傍における断面組織観察を行った。観察面はエメリー紙およびダイヤモンドリキッドによる機械研磨後、コロイダルシリカを用いて腐食研磨を行った。その後、走査型電子顕微鏡(FE-SEM)および電子線後方散乱回折(EBSD)法にて、加工表面近傍における断面微細組織の観察を行った。さらに、本研究では、Cu-K $\alpha$ 管球を用いた XRD にて加工表面近傍の $\gamma$ 相体積分率も測定した。

## 3. 結果および考察

### 3. 1. Fe-33%Ni 合金へのショットピーニングに形成した加工変質層の微細組織に基づく逆変態発現要因の検討

Fig. 2 は、サブゼロ処理を施した Fe-33%Ni 試料の初期組織を示す光学顕微鏡写真である。加工前の Fe-33%Ni 試料には多くのレンズ状 $\alpha'$ 相が存在していた。また、XRD にて $\gamma$ 相体積分率を測定した結果、 $\gamma$ 相体積分率は 36 vol%であった。

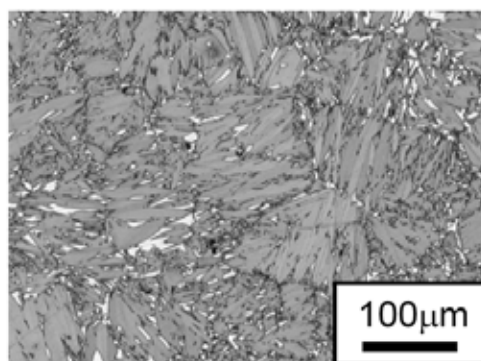


Fig. 2 Microstructure of subzero-treated Fe-33%Ni alloy.

Fig. 3 は、加工前(加工時間を 0 s と表記)、2 s および 300 s だけショットピーニングを施した試料における加工表面近傍の $\gamma$ 相体積分率を示すグラフである。このグラフより、加工時間が 2 s および 300 s の試料とも、 $\gamma$ 相体積分率は加工前の試料に比べて高い。よって、両試料ともショットピーニングにて逆変態が生じている。さらに、加工時間が 2 s および 300 s である試料の加工表面近傍における微細組織をそれぞれ Fig. 4 (a)および(b)に示す。なお、この図に示す写真は、反射電子組成像、EBSD にて得られた逆極点図(IPF)マップおよび相分布マップである。加工時間が 2 s の試料は、比較的大きな組織を有しており、明確な加工変質層が形成していなかった。一方、加工時間

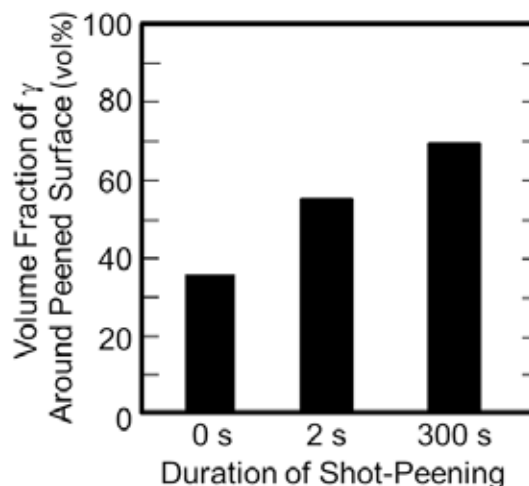


Fig. 3 Volume fractions of  $\gamma$  around peened surface as a function of duration of shot-peening.

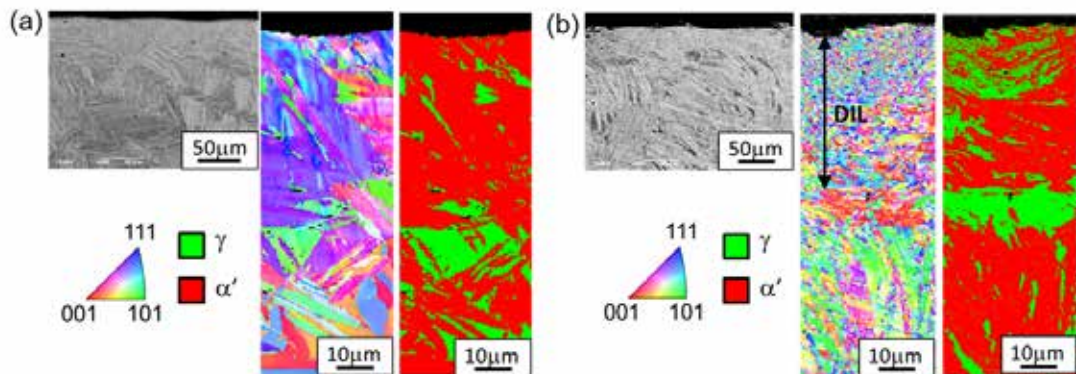


Fig. 4 Cross-sectional microstructures around peened-surface in specimens peened for (a) 2 s and (b) 300 s. In each figure, left, center and right images are SEM compositional image, inverse pole figure (IPF) map and phase map, respectively. In specimen peened for 300 s shown in (b), deformation-induced layer (DIL) is clearly observed.

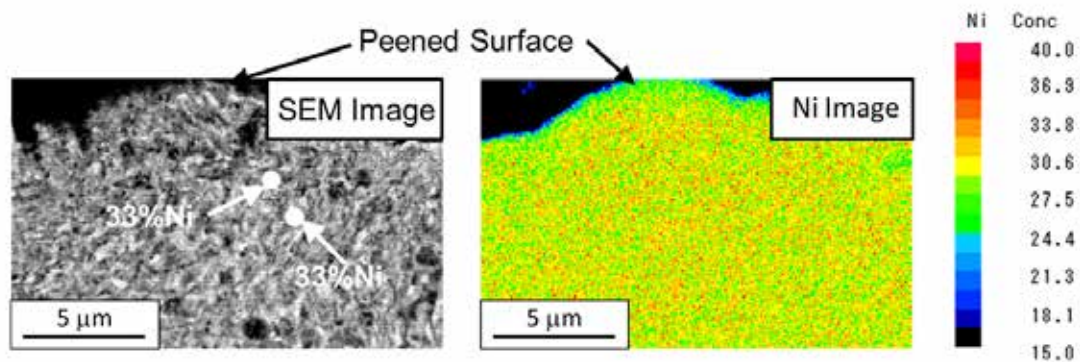


Fig. 5 Ni distribution inside DIL in specimen peened for 300 s. In SEM image, Ni concentrations obtained by spot analysis are presented. Ni is homogeneously distributed in the DIL.

が 300 s の試料では、加工表面近傍の組織が微細化し、かつ加工変質層が形成している。すなわち、加工時間が 2 s では加工表面近傍に導入されるひずみ量は小さいが、300 s になると加工表面組織が微細化するほどの大きなひずみが導入されていることが分かる。しかし、既に述べたように、ショットピーニングによる逆変態は加工時間が 2 s および 300 s の両試料において生じていたことから、この逆変態はショットピーニングによって導入されたひずみに起因する現象でないことがいえる。

そこで、本研究では、このショットピーニングに伴う逆変態が拡散型か無拡散型かについて調べるため、加工時間が 300 s の試料に形成した加工変質層内部の Ni 分布を電子線マイクロアナライザ (FE-EPMA) にて測定した。その結果を Fig. 5 に示す。この図から加工変質層内部の Ni 濃度は、すべての場所において 33% であった。そのため、このショットピーニングに伴う逆変態は無拡散によって生じると考えられる。牧らは、

高 Ni 濃度を持つ Fe-Ni 合金に生じる逆変態は無拡散型であることを報告している [11]. よって, 本研究の結果は, 牧らの研究結果と一致しており, ショットピーニングによる逆変態も無拡散で生じるといえる.

Patel と Cohen は, 静水圧圧縮応力が付与された環境下での Fe-Ni 合金における Ms 点を測定した [12]. その中で, Fe-30%Ni 合金に静水圧圧縮応力が付与された場合における Ms 点の変化量を示す式を提案している.

$$\frac{dM_s}{d\sigma} = -0.055 \text{ } ^\circ\text{C} / \text{MPa} \quad (1)$$

ここで,  $\sigma$  は圧縮の静水圧応力である. 式(1)より, Fe-30%Ni 合金に静水圧圧縮応力が付与されると相変態温度が低下することが分かる. すでに述べたが, 金属材料にショットピーニングを施すと圧縮残留応力が付与されることは良く知られている. そのため, もしショットピーニングで生じる圧縮残留応力が静水圧圧縮応力とするならば, ショットピーニングを施すことで加工表面近傍の相変態温度は低下するであろう. そこで, 本研究では, 300s でショットピーニングを施した試料に対して, X 線を用いて加工表面近傍の残留応力を測定した. その結果, 加工表面近傍に存在する  $\alpha'$  相内部には -733MPa の圧縮残留応力が存在していることが分かった. この圧縮残留応力を式(1)に代入し, ショットピーニングに伴う相変態温度の低下量を算出した結果, 相変態温度の変化量は -40.3 $^\circ\text{C}$  と推算された. 本研究で用いた加工を施していない Fe-30%Ni 試料の Ms 点および As 点は, それぞれ -80 $^\circ\text{C}$  および 190 $^\circ\text{C}$  であった. また, この試料の  $T_0$  点は 55 $^\circ\text{C}$  である. そこで, ショットピーニングに伴う  $T_0$  点の変化を計算すると,  $T_0$  点はショットピーニングによって 55 $^\circ\text{C}$  から 14.7 $^\circ\text{C}$  まで低下することがいえる. 本研究のショットピーニングは室温で実施しているが, 加工表面温度は加工発熱によって室温よりも高い温度になっていると考えられる. よって, 本研究のショットピーニングは,  $T_0$  点よりも高い温度で加工をしているであろう. それゆえ, 本研究のショットピーニングによる逆変態は, 圧縮残留応力による相変態温度の低下に起因した加工誘起逆変態によって生じると考えられる.

### 3. 2. Fe-30%Ni 合金へのショットピーニングにて形成した加工変質層の熱安定性

本項目では, サブゼロ処理を施した Fe-30%Ni 合金に任意の加工時間でショットピーニングを施し, 加工表面近傍に

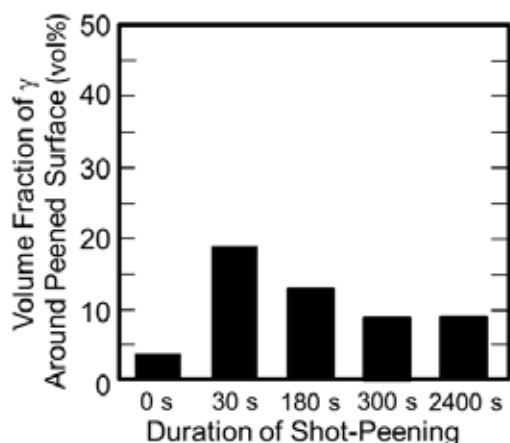


Fig. 6 Volume fractions of  $\gamma$  around peened surface as a function of duration of shot-peening.

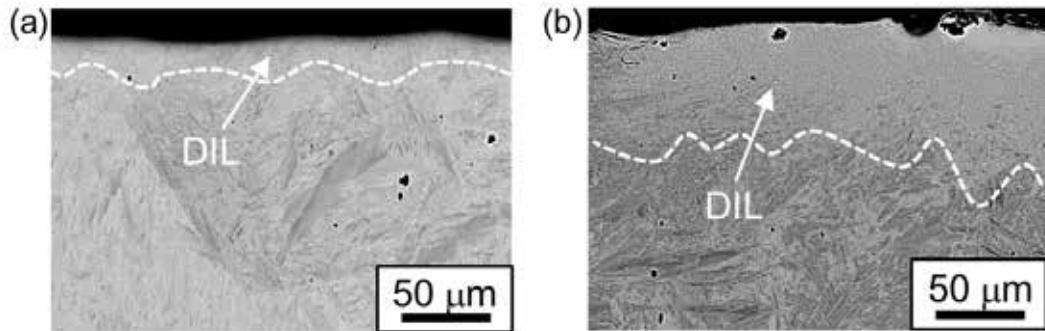


Fig. 7 SEM compositional images showing cross-sectional microstructures of the specimens peened for (a) 30 s and (b) 2400 s.

形成した加工変質層内部における Ms 点および As 点について調べた. それによって, 加工変質層の熱安定性を評価した.

Fig. 6 は, 加工表面近傍における  $\gamma$  相体積分率と加工時間の関係を示すグラフである. このグラフより, サブゼロ処理を施した Fe-30%Ni 合金では, 加工時間が 30 s まで逆変態が発生し, その後, 加工誘起マルテンサイト変態が生じることが分かる. さらに, 加工時間が 300 s を超えると  $\gamma$  相体積分率が飽和することが分かった. そこで, 本研究では, 30 s および 2400 s の加工時間でショットピーニングを施した試料に対して Ms 点および As 点の測定を行った.

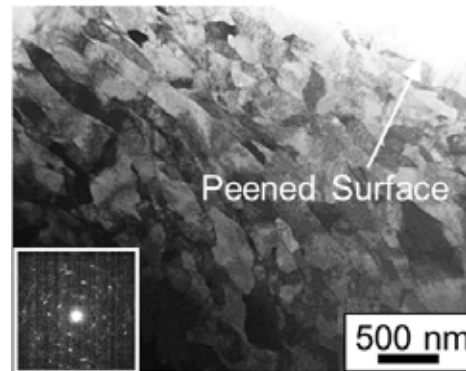


Fig. 8 TEM bright field image showing microstructure inside the DIL in the specimen peened for 2400 s.

Fig. 7 は, 加工時間が 30 s および 2400 s の試料における加工表面近傍の断面組織写真である. この写真から, 両者の試料では, 加工表面近傍に微細な組織を持つ加工変質層が形成していた. また, Fig. 8 は, 加工時間が 2400 s の試料における加工変質層内部の微細組織を透過型電子顕微鏡(TEM)にて観察した TEM 明視野像である. この写真から, 加工変質層は微細な組織で構成されており,  $\alpha'$  相および  $\gamma$  相の結晶粒径はそれぞれ 430 nm および 560 nm であった.

これらの試料に再冷却処理と  $\gamma$  相体積分率の測定を繰り返すことで得られた再冷却温度と  $\gamma$  相体積分率の関係を Fig. 9 に示す. また, 比較材としてサブゼロ処理およびショットピーニングを施していない Fe-30%Ni 試料に対しても同様の測定を行った. Fig. 9 から, サブゼロ処理およびショットピーニングを施していない Fe-30%Ni 試料における  $\gamma$  相体積分率は, 再冷却温度が 20°C 以上でも既に減少していた. よって, 本研究で用いた Fe-30%Ni 試料の Ms 点は 20°C 以上であることがいえる. 一方, ショットピ

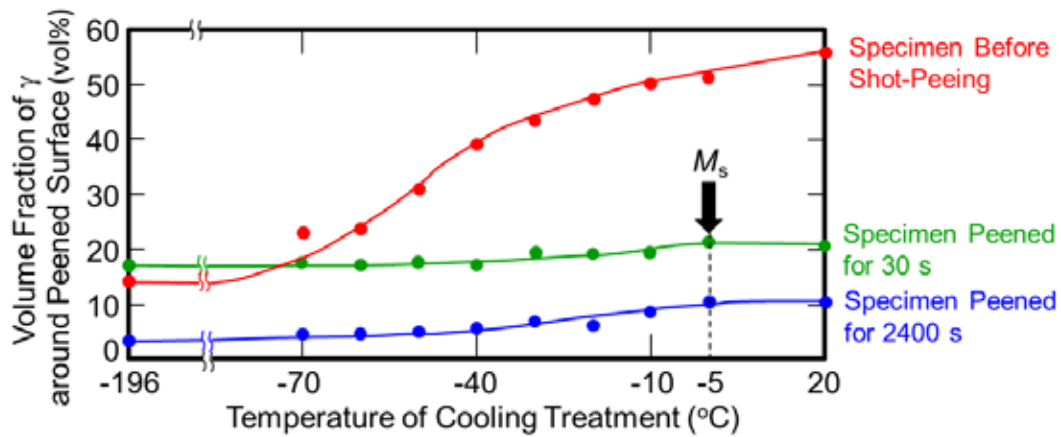


Fig. 9 Volume fractions of  $\gamma$  around peened surface as a function of the temperature of the cooling treatment.

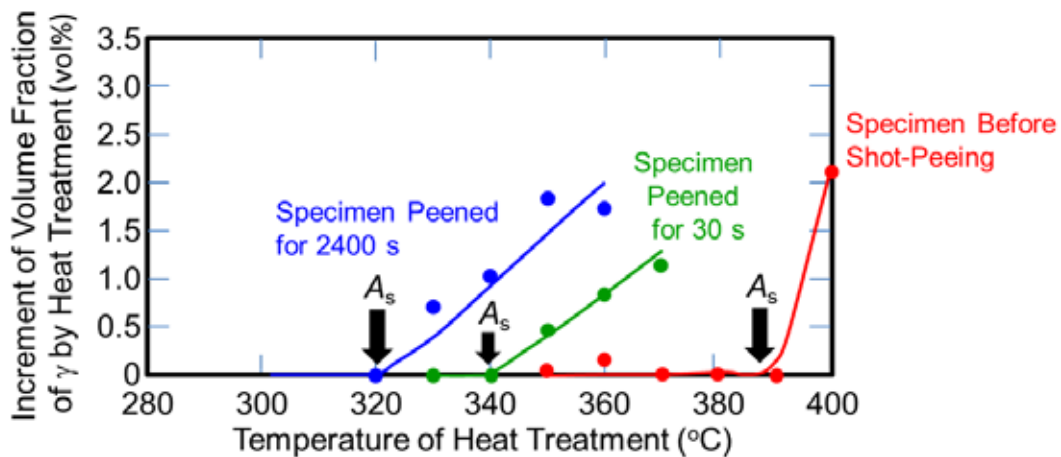


Fig. 10 Increment of volume fractions of  $\gamma$  by heat treatment as a function of the temperature of the heat treatment.

ーニングを施した試料は、再冷却温度が $-5^{\circ}\text{C}$ で $\gamma$ 相体積分率が減少し始めた。すなわち、ショットピーニングにて形成した加工変質層の $M_s$ 点は、約 $-5^{\circ}\text{C}$ であり、サブゼロ処理やショットピーニングを施していない試料に比べて低いことが分かる。

Fig. 10は、加熱処理と $\gamma$ 相体積分率測定を繰り返すことで得られた加熱温度と $\gamma$ 相体積分率の変化量の関係を示すグラフである。このグラフには、比較材としてサブゼロ処理のみを施した試料に対する測定結果も示している。このグラフから、サブゼロ処理のみを施した試料の $\gamma$ 相体積分率は、 $390^{\circ}\text{C}$ で増加が開始した。よって、本研究で用いたFe-30%Ni試料の $A_s$ 点は $390^{\circ}\text{C}$ であることが分かる。一方、ショットピーニングを施した試料において、 $\gamma$ 相体積分率が増加し始める温度は $390^{\circ}\text{C}$ よりも低い。これは、ショットピーニングにて形成した加工変質層の $A_s$ 点は未加工材に比べて低いこと

を意味する。Chen *et al.*は、高圧ねじり(HPT)加工を施した Fe-Ni-C 合金の As 点は HPT 加工にて導入されるひずみ量の増加に伴い低下することを見出した [13]。この現象は本研究で得られた現象と一致している。すでに述べたが、加工変質層は HPT 加工された試料と同様に微細な結晶粒にて構成されている。さらに、加工変質層内部には、ショットピーニングにて導入された圧縮残留応力が存在しているであろう。よって、加工変質層内部における相変態温度の低下は、加工変質層内部の微細な結晶粒およびショットピーニングによる圧縮残留応力の付与に起因して生じると考えられる。

#### 4. 結言

サブゼロ処理を施した Fe-30%Ni 合金および Fe-33%Ni 合金に対して、種々の条件にてショットピーニングを施し、ショットピーニングにて生じる逆変態の発現要因および加工表面近傍に形成する加工変質層の熱安定性について組織学の観点から検討を行った。得られた主な結果は、下記の通りである。

- (1) サブゼロ処理を施した Fe-33%Ni 合金にショットピーニングを施すと加工表面近傍に微細な組織を持つ加工変質層が形成し、 $\alpha'$ 相から $\gamma$ 相への逆変態が生じた。加工変質層内部の Ni 濃度分布を調べた結果、Ni は均一に分布していた。それゆえ、ショットピーニングにて生じる逆変態は無拡散で生じることが分かった。
- (2) ショットピーニングを施した Fe-33%Ni 合金における加工変質層内部の $\alpha'$ 相には -733MPa の圧縮残留応力が存在していた。ショットピーニングにて生じる圧縮残留応力が静水圧応力であると仮定した場合、加工表面近傍における相変態温度の低下量は-40.3°C と推算される。よって、ショットピーニング中の加工表面温度は  $T_0$  点に比べて高くなるため、加工誘起マルテンサイト変態が生じやすい。そのため、ショットピーニングにて生じる逆変態は、圧縮残留応力による相変態温度の低下に起因して生じる加工誘起逆変態にて発生すると考えられる。
- (3) ショットピーニングにて形成した加工変質層の Ms 点および As 点は、ショットピーニングを施していない試料に比べて低いことが分かった。この相変態温度の低減は、加工変質層内部の微細な結晶粒およびショットピーニングによる圧縮残留応力の付与に起因して生じると考えられる。

#### 謝辞

本研究の一部は、公益財団法人 JFE21 世紀財団 2016 年度技術研究助成の支援によって行われたものであることを記し、ここに御礼を申し上げる。

#### 参考文献

- [1] M. Kobayashi, T. Matsui and Y. Murakami, *Int. J. Fatigue*, 20 (1998) 351–357.
- [2] 間野日出男, 近藤覚, 松室昭仁, *日本金属学会誌*, 70 (2006) 415-419.



- [3] M. Frija, T. Hassine, R. Fathallah, C. Bouraoui, A. Dogui and Laboratoire de Génie Mécanique, *Mater. Sci. Eng. A*, 426 (2006) 173-180.
- [4] M. Umemoto, Y. Todaka and K. Tsuchiya, *Mater. Trans.*, 44 (2003) 1488-1493.
- [5] Y. Todaka, M. Umemoto and K. Tsuchiya, *Mater. Trans.*, 45 (2004) 376-379.
- [6] H. Sato, T. Nishiura, E. Miura-Fujiwara and Y. Watanabe, *Mater. Sci. Forum*, 706-709 (2012) 1996–2001.
- [7] G. Fargas, J. J. Roa and A. Mateo, *Mater. Sci. Eng. A*, 641 (2015) 290-296.
- [8] R. Guiheux, S. Berveiller, R. Kubler, D. Bouscaud, E. Patoor and Q. Puydt, *J. Mater. Process. Technol.*, 249 (2017) 339-349.
- [9] H. Sato, A. Namba, M. Okada and Y. Watanabe, *Materials Today: Proceedings*, 2S (2015) S707-S710.
- [10] N. Tsuboi, S. Higa, H. Sato and Y. Watanabe, *Mater. Sci. Forum*, 879 (2016) 2003-2007.
- [11] 牧正志, 狭間徳一, 下岡貞正, 田村今男, *材料*, 24 (1974) 296-300.
- [12] J. R. Patel and M. Cohen, *Acta Metall.*, 1 (1953) 531-538.
- [13] S. Chen, A. Shibata, S. Gao and N. Tsuji, *Mater. Trans.*, 55 (2014) 223-226.