

株式会社 不二 WPC 殿

平成 2 8 年度  
共同研究成果報告書

平成 2 9 年 3 月 7 日

京都工芸繊維大学  
機械工学系

森 田 辰 郎

## 共同研究の概要

本共同研究は、平成 27 年度に開始され、引き続き平成 28 年度に株式会社 不二 WPC 社長 下平 英二 様並びに技術部長 熊谷 正夫 様のご協力の下で、京都工芸繊維大学 森田 辰郎 を責任者として、本学学部 4 年 宮谷 厚志 により実施された。御社は、微粒子衝突処理（以後、FPB 処理）およびショットピーニング（SP 処理）を担当された。京都工芸繊維大学は、表面粗さが異なる Ti-6Al-4V 合金に FPB 処理および SP 処理を施した際の疲労特性の相違について調査した。当該報告書では、本年度に得られた研究結果を総括する。

## 1. 緒 言

Ti-6Al-4V 合金は、高い比強度と優れた耐食性を有する代表的な  $\alpha + \beta$  型チタン合金である。チタン合金の疲労特性を他の特性に影響を及ぼすことなく向上させるためには、母材組織に影響を及ぼさない FPB 処理や SP 処理などのピーニング処理が有効である。しかしながら、ピーニング処理を施した Ti-6Al-4V 合金に関する系統的な研究は少なく、実験データの蓄積が望まれている。特に、処理前の表面状態の相違が処理後の疲労特性に及ぼす影響については、工学的に重要である。以上の背景から、本研究では表面粗さが異なる Ti-6Al-4V 合金に FPB 処理および SP 処理を施し、疲労特性に及ぼす影響について詳細に調査した。

## 2. 供試材および実験方法

### 2.1 供試材および処理条件

Table 1 に、本研究で用いた Ti-6Al-4V 合金圧延丸棒（直径 10 mm）の化学成分を示す。同材には、1023 K, 3.6 ks, 空冷の条件で焼鈍処理を施した後、Fig. 1 に示す試験片形状に機械加工した。以後、この材料を AN 材と記述する。AN 材の試験片表面は鏡面に仕上げた。また、加工後 AN 材の表面を #80 のエメリ紙で研磨した材料（AN#80 材）を別に用意した。

AN 材および AN#80 材の試験片試験部には、後述する条件（Table 2）で FPB 処理および SP 処理を施した。以後、AN 材にこれらの処理を施した材料を FPB 材および SP 材、また AN#80 材にこれらの処理を施した材料を FPB#80 材および SP#80 材とそれぞれ記述する。

Table 2 に、各処理の条件をまとめて示す。参考のため、Table 3 には代表的な条件で処理を施した場合のアーキアイトをノズル径と併せて示す。Table 2 において、第 1 段目のハイス鋼粒子による処理は、表面への硬化層の形成および圧縮残留応力の付与を目

的として施した。第 2 段目の  $\text{SiO}_2$  粒子による処理は、表面粗さを低減するための仕上げ処理として施した。FPB 処理には重力吸引式装置を、また SP 処理には直圧式装置をそれぞれ使用した。全処理において、ノズル先端から材料表面までの距離は 70 mm とした。ボタン型試験片では、各処理を試験部（平面部）に 10 s 間施した。引張試験片および疲労試験片は軸対象であることから、ボタン型試験片と同じ効果を与えるため、各処理を試験片を回転させながら 30 s 間施した。

## 2.2 実験方法

表面粗さおよび表面うねりは、ボタン型試験片の試験部でレーザ顕微鏡を用いて測定した。具体的には、傾斜補正後にカットオフ値 $\lambda_s$ のフィルタを用いて断面曲線を得た後、カットオフ値 $\lambda_c$ のフィルタを適用し、低域側を粗さ曲線、高域側をうねり曲線として取得した。最終的に、基準長さ $l_r$ で算術平均粗さ $R_a$ および算術平均うねり $W_a$ を求めた。上記の測定では、JIS B 0651 および JIS B 0633 に基づき、カットオフ値を $\lambda_s=2.5 \mu\text{m}$ 、 $\lambda_c=0.08 \text{ mm}$ とした。また、基準長さを AN 材では $l_r=0.25 \text{ mm}$ 、AN#80 材および各処理材では $l_r=2.5 \text{ mm}$ とした。

Table 1 Chemical compositions of Ti-6Al-4V alloy (mass %).

Al	V	Fe	O	H	C	N	Ti
6.14	4.17	0.220	0.200	0.0043	0.004	0.003	Bal.

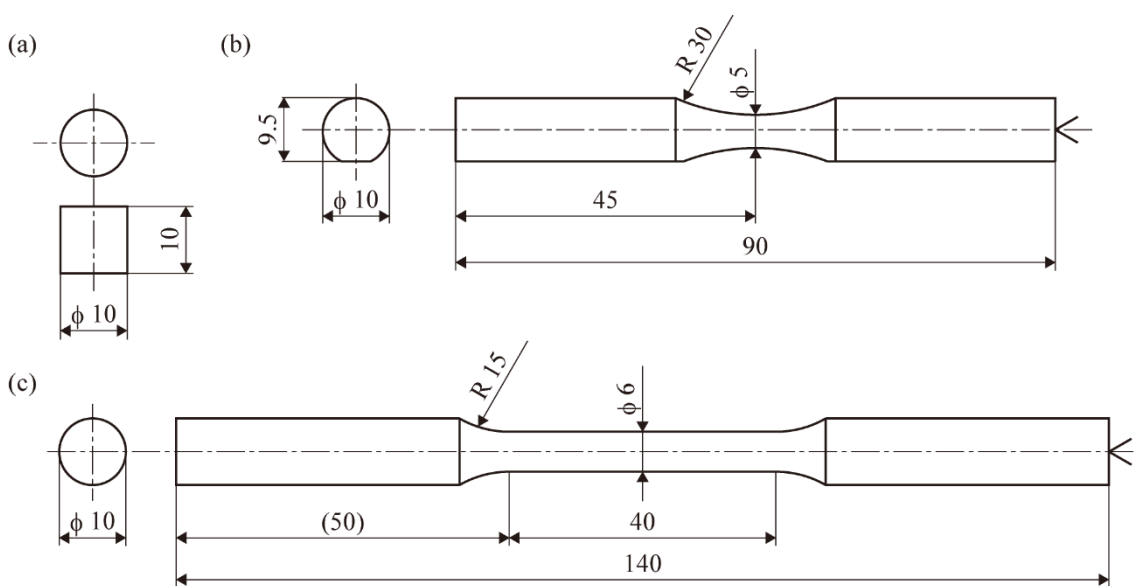


Fig. 1 Configurations of the specimens (mm): (a) button shape specimen; (b) fatigue specimen (JIS Z 2274, No. 2); (c) tensile specimen (JIS Z 2241, No. 14).

表面様相および断面様相は、SEMにより観察した。断面観察には、ボタン型試験片を平行部と垂直に切断し、切断面を鏡面に仕上げた後、クロール氏液により腐食した試料を用いた。また、元素分布を試験片表面および断面上でEDS分析により調べた。表面近傍の組織形態は、断面上でEBSD分析により調べた。この分析により、IQマップ、IPFマップおよびPhaseマップを取得した。

表面硬さおよび硬さ分布の測定は、ナノインデントを用いて試験力30 mNの条件で行った。表面硬さは、10箇所測定した値の平均値とした。硬さ分布は、鏡面に仕上げた断面上で表面から深さ5~50 μmの範囲で測定した。その際、各深さで5回測定し、平均値を測定値とした。

各材2本の試験片について引張試験を行い、機械的性質を調べた。測定値は2本の試験片から得られた値の平均値とした。引張試験は、試験速度250 N/s、室温・大気中の条件で行った。試験後、破面をSEMにより観察した。

X線残留応力測定は、ボタン型試験片の試験部で行った。測定条件は、管球：Cu Kα、回折面：(213)、回折角：142.0°、ψ角：10、20、30、35、40°、揺動±3°、応力定数：-258.2 MPa° の条件で行った。

Table 2 Treatment conditions.

	First treatment			Second treatment		
	Particle	Air pressure (MPa)	Treatment time (s)	Particle	Air pressure (MPa)	Treatment time (s)
FPB	High speed steel (55 μm)	0.6*	10, 30	SiO <sub>2</sub> (45 μm)	0.4*	10, 30
FPB#80						
SP	High speed steel (500 μm)	0.1**				
SP#80						

\*: Gravity suction type, \*\*: Direct pressure type

Table 3 Arc-height obtained under typical treatment conditions and used nozzle diameter.

Particle	Air pressure (MPa)	Treatment time (s)	Type of Almen strip	Arc-height (mm)	Nozzle diameter (mm)
High speed steel (55 μm)	0.6*	20	N	0.20	7.0
High speed steel (500 μm)	0.2**		A	0.19	
SiO <sub>2</sub> (45 μm)	0.4*		N	0.10	9.0

\*: Gravity suction type, \*\*: Direct pressure type.

疲労試験は平面曲げ疲労試験機を用いて、繰返し速度 25 Hz, 応力比  $R = -1$ , 室温・大気中の条件で行った。試験後、破面を SEM により観察した。

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 表面粗さおよび表面うねり

Fig. 2 に、各材の表面で測定した算術平均粗さ  $R_a$  および算術平均うねり  $W_a$  をまとめて示す。Fig. 3 には、表面様相の観察結果を示す。

Fig. 2 から理解されるように、鏡面に仕上げた AN 材と比較して、#80 のエメリ紙で研磨した AN#80 材では  $R_a$  および  $W_a$  値が顕著に高い値となった。FPB 材の  $R_a$  および  $W_a$  値は、FPB#80 材よりも若干低かったが、両材間の差は小さかった。SP 材の  $R_a$  および  $W_a$  値は、SP#80 材とほぼ同じであった。以上の事柄は、Fig. 3 に示す表面様相からも明らかである。上述のように、FPB 処理および SP 処理を施した材料では、処理前の表面粗さが処理後の表面状態に与える影響は小さかった。

AN 材、FPB 材および SP 材の間で比較すると、FPB 処理により  $R_a$  および  $W_a$  値は上昇し、SP 処理により値はさらに上昇することがわかる。このことは、表面が平滑な被処理材に FPB 処理あるいは SP 処理を施した場合には、表面状態が悪化する方向に向かうことを意味した。

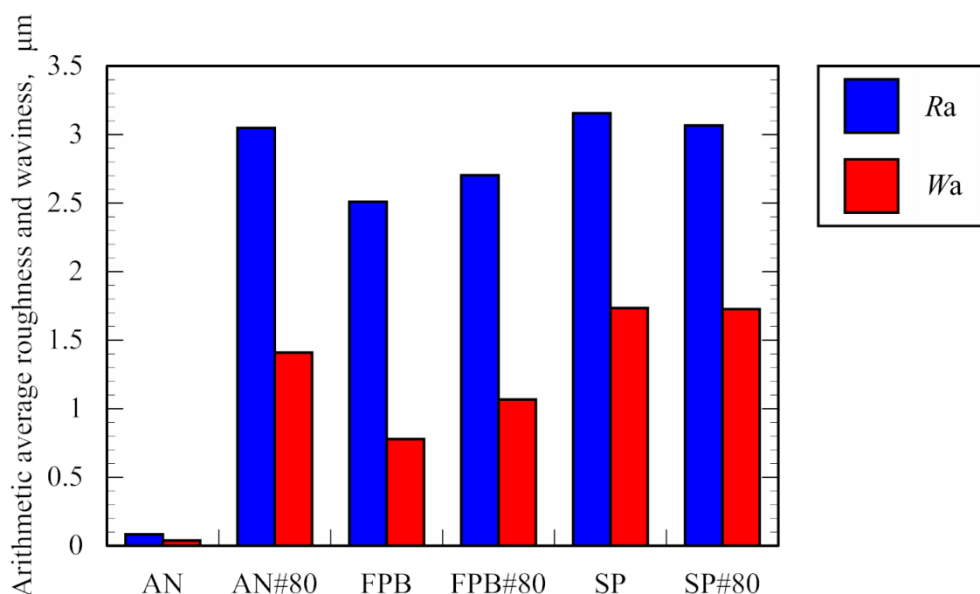


Fig. 2 Arithmetic average roughness and waviness.

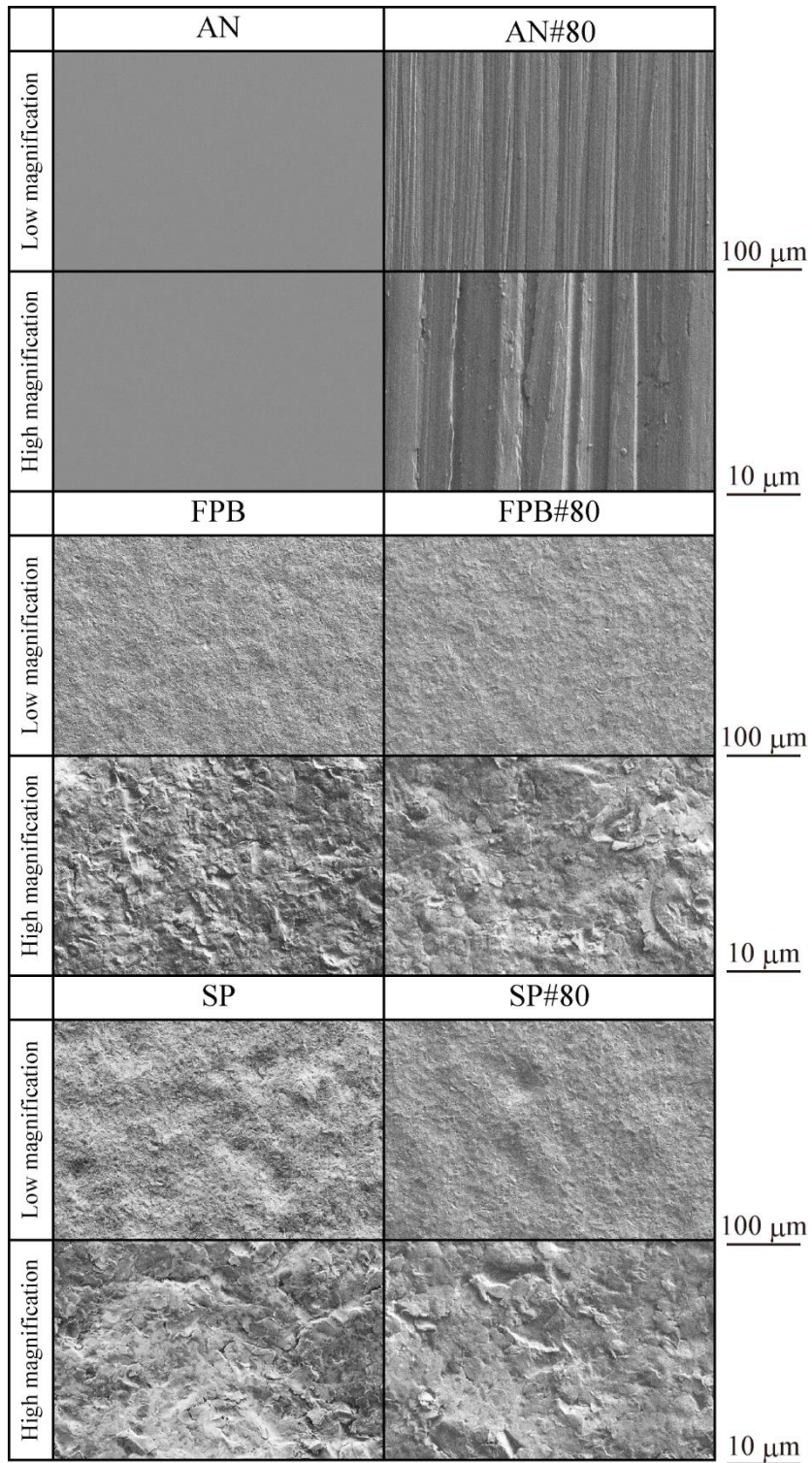


Fig. 3 Surface features.

一方、AN#80 材と FPB#80 材の間で比較すると、FPB 処理により  $R_a$  および  $W_a$  値は低下することがわかる。また、AN#80 材と SP#80 材の間で比較すると、 $R_a$  および  $W_a$  値はほぼ同じであり、SP 処理の影響が小さいことがわかる。以上から、表面粗さが大きい被処理材の場合には、FPB 処理および SP 処理は返って表面状態を改善するか、あるいは大きな影響を及ぼさないことが理解される。

### 3.2 表面近傍の組織形態および元素分布

Fig. 4 に、各材の断面上で観察した表面近傍の様相を示す。Fig. 5 には、表面近傍で取得した EBSD 分析の結果を示す。

Fig. 4 から理解されるように、AN 材では表面が平滑である一方、AN#80 材の表面に

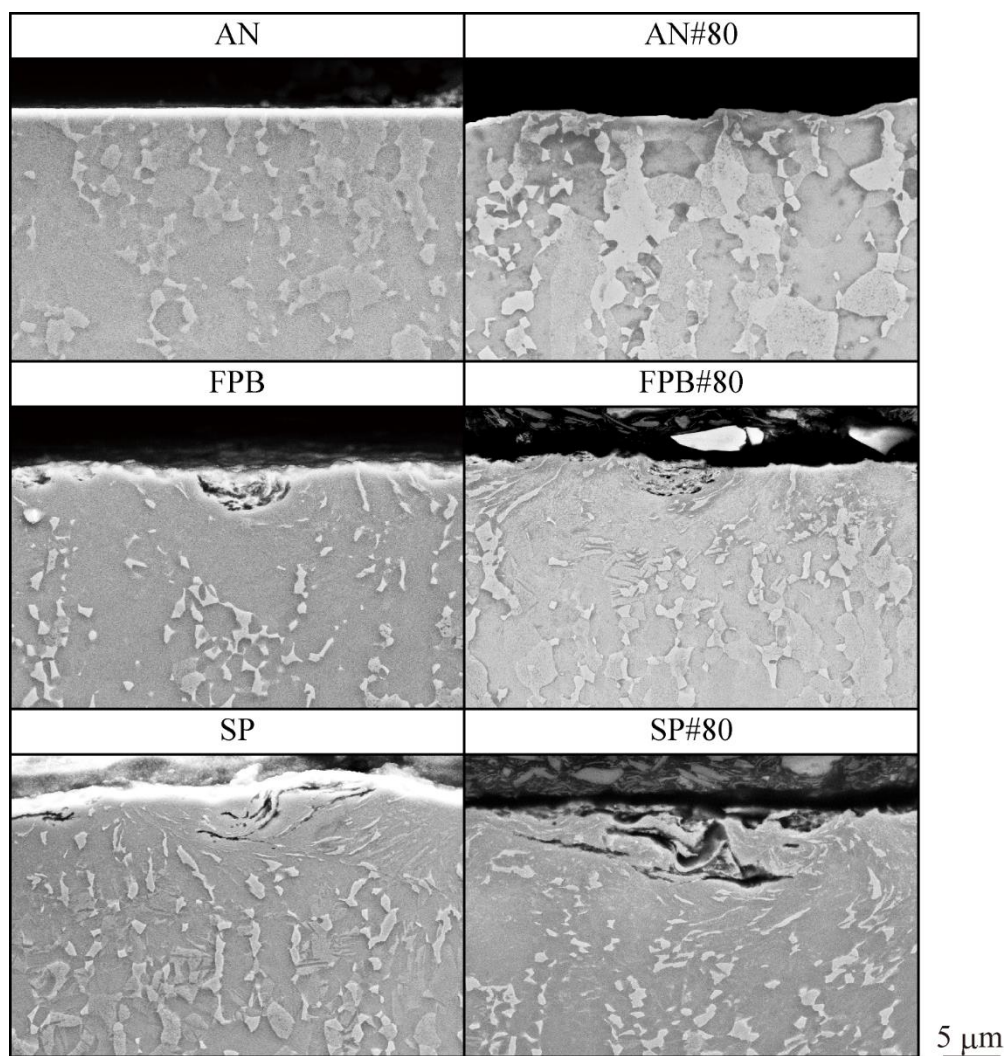


Fig. 4 Microstructures near surfaces observed on cross sections.

はエメリ研磨の痕跡が認められる。全処理材において、表面近傍には塑性流動が生じた痕跡が認められ、また局所的に折畳み組織が観察された。しかしながら、FPB 材と FPB#80 材あるいは SP 材と SP#80 材の間には、それぞれ表面近傍の様相に顕著な相違は認められなかった。このように、ピーニング処理を施した場合には、処理前の表面粗さが処理後の塑性流動域の形態に与える影響は小さかった。

塑性流動域は、FPB 処理を施した材料よりも SP 処理を施した材料の方が深くにまで達していた。しかしながら、Ti-6Al-4V 合金では、鉄鋼材料<sup>1)2)</sup>や純チタン<sup>3)</sup>の場合よりも塑性流動域の厚さの差は小さかった。これは、結晶構造あるいは構成元素の相違に起因すると考えられるが、本研究の範囲で原因は特定できなかった。

Fig. 5 において、AN#80 材および各処理材の表面近傍に認められる黒色領域は、EBSD データを取得できなかった領域である。AN#80 材の表面では、エメリ研磨時に転位密度が上昇したため、EBSD データを取得できなかった。また、各処理材の表面では、転位密度の上昇だけでなく、各処理にともなう動的再結晶により顕著な組織の微細化が生じたため、EBSD データを取得できなかったと考えられる。

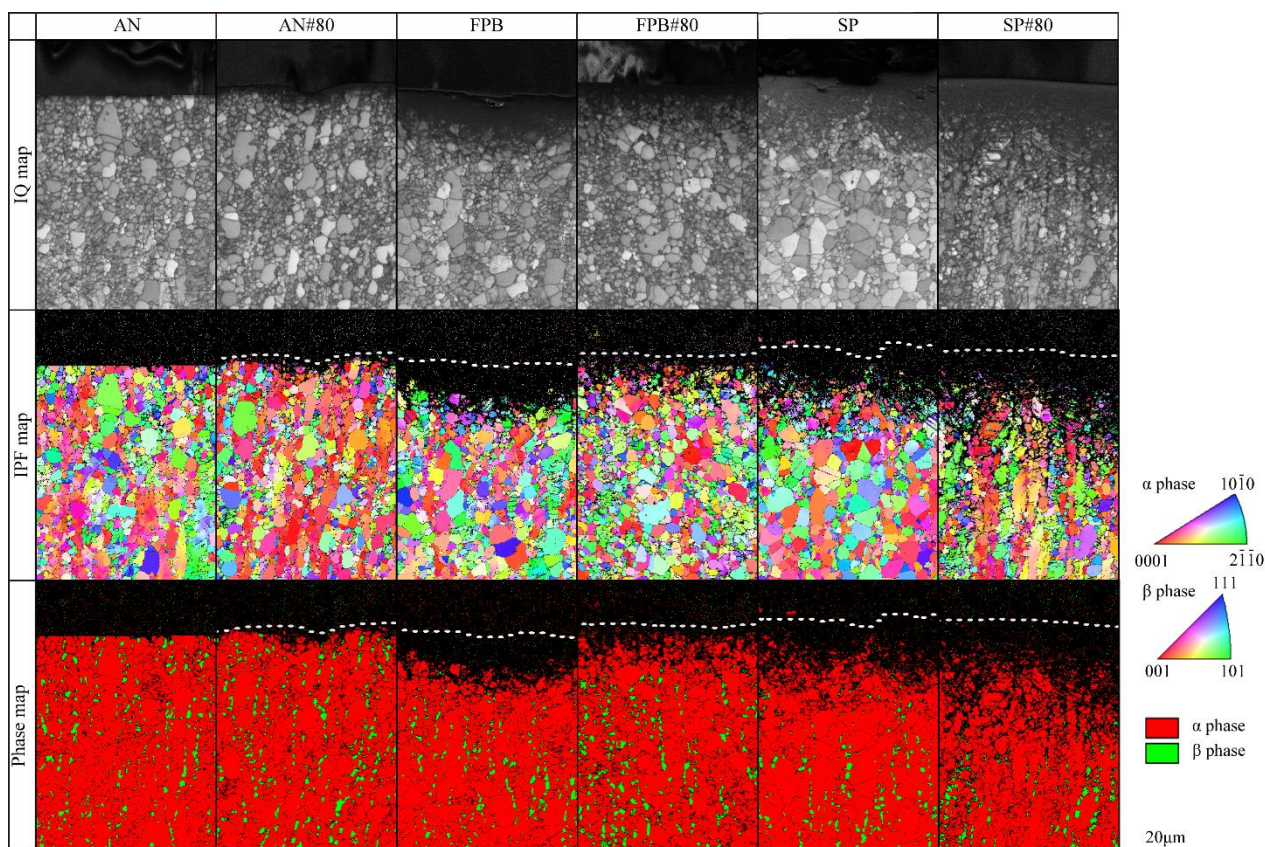
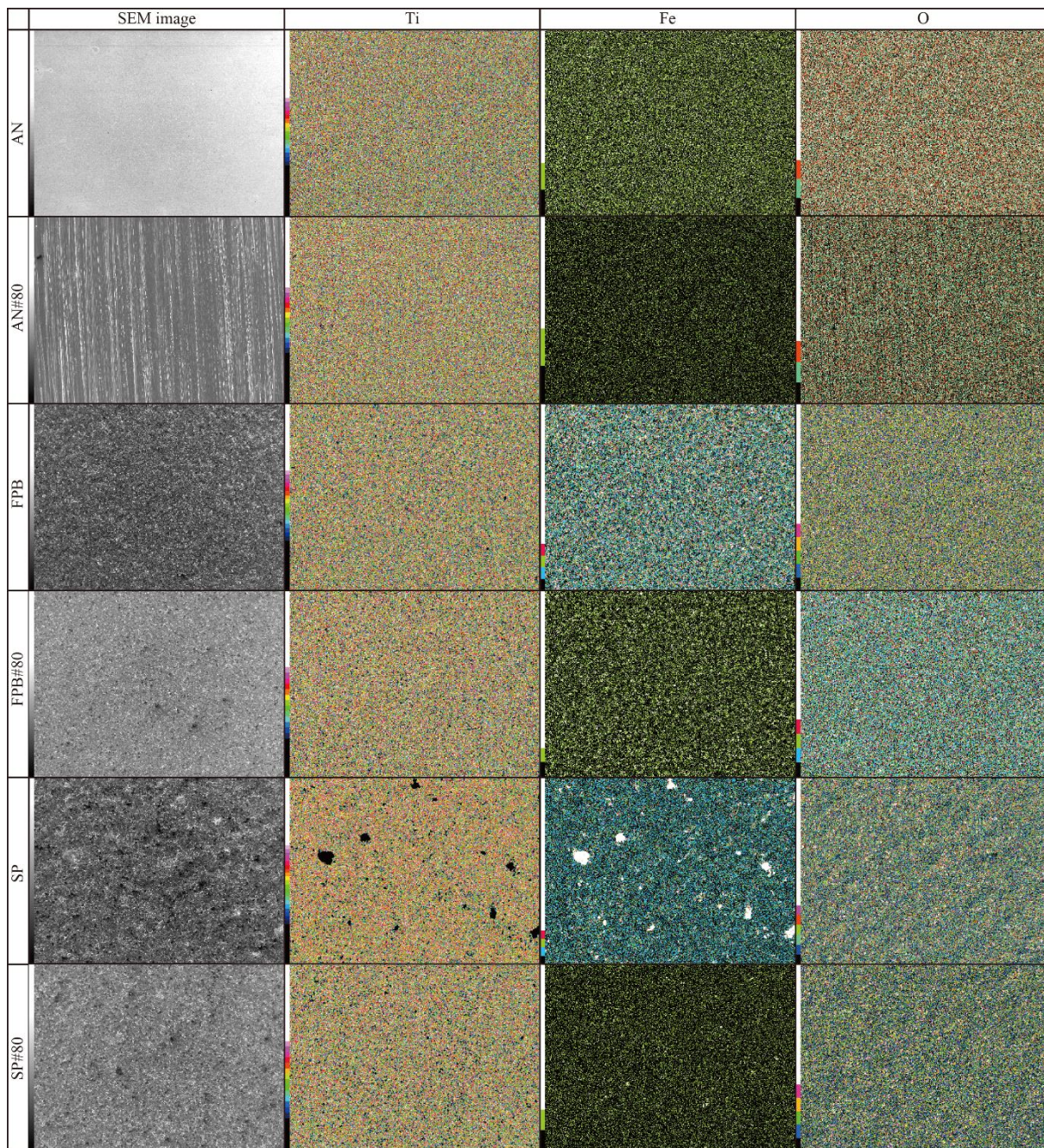


Fig. 5 Results of EBSD analysis on cross sections.



Fig. 6 に、各材の表面上で行った EDS 分析の結果を示す。Fig. 7 には、断面上で行った EDS 分析の結果を示す。

両図から理解されるように、表面近傍の Fe 濃度は FPB 材の方が FPB#80 材よりも、



500  $\mu\text{m}$

Fig. 6 Results of EDS analysis conducted on surfaces.

また SP 材の方が SP#80 材よりも高かった。前述のように、処理前の表面粗さは処理後の表面状態に影響を及ぼさなかった。しかしながら、上記の結果は、処理前の表面粗さが衝突粒子を構成する元素の移着や拡散状態に若干の差異をもたらすことを示唆した。

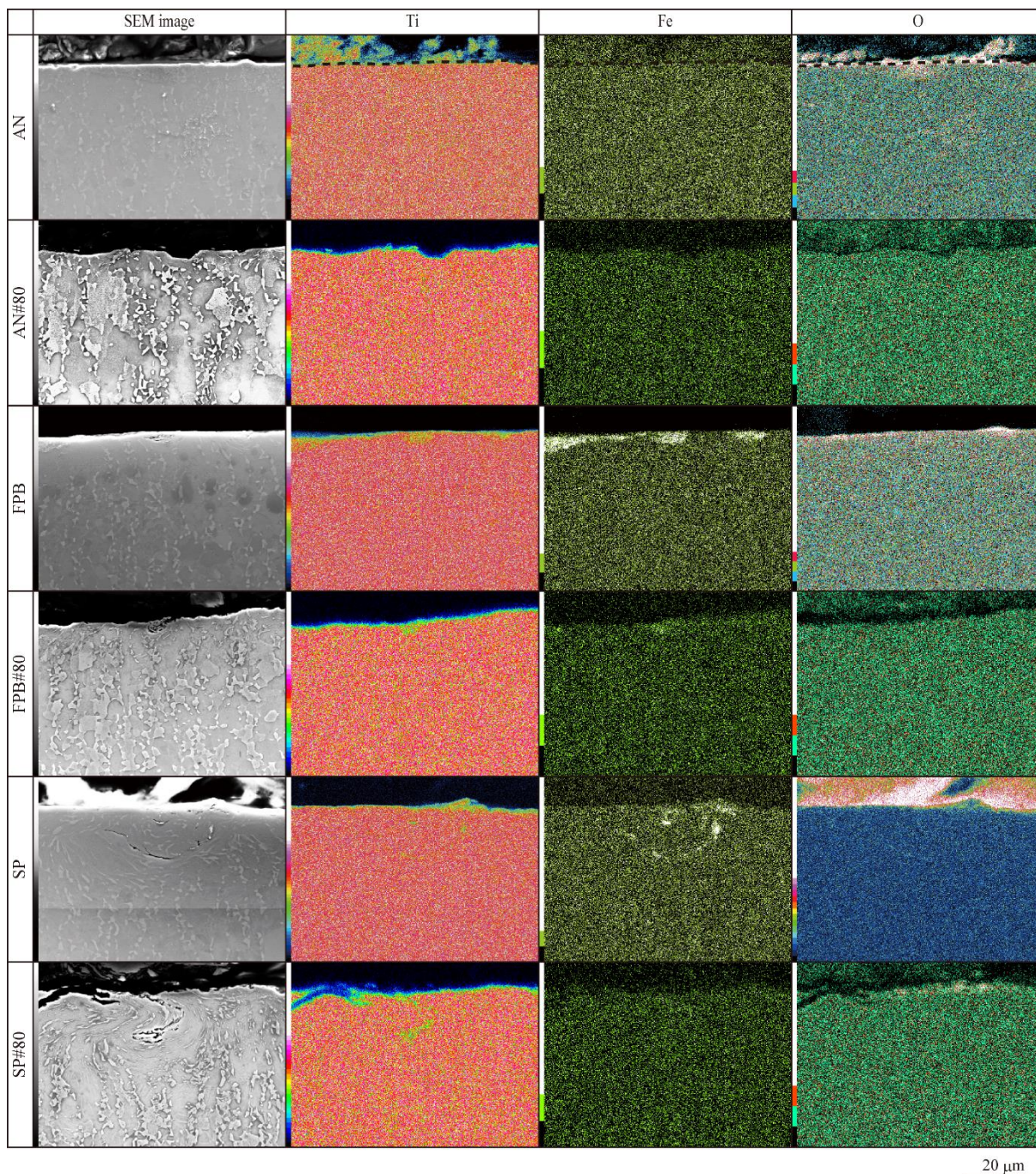


Fig. 7 Results of EDS analysis conducted on cross sections.

### 3.3 硬さ分布

Fig. 8 に、各材の表面硬さと断面上で調べた硬さ分布をまとめて示す。なお、表面近傍の硬さ分布をマイクロビッカース硬さ計では測定できなかったため、測定にはナノインデントを用いた。その結果、通常のマイクロビッカース硬さ計で測定した値よりも、測定値は 40 HV 程度高い値となっている。

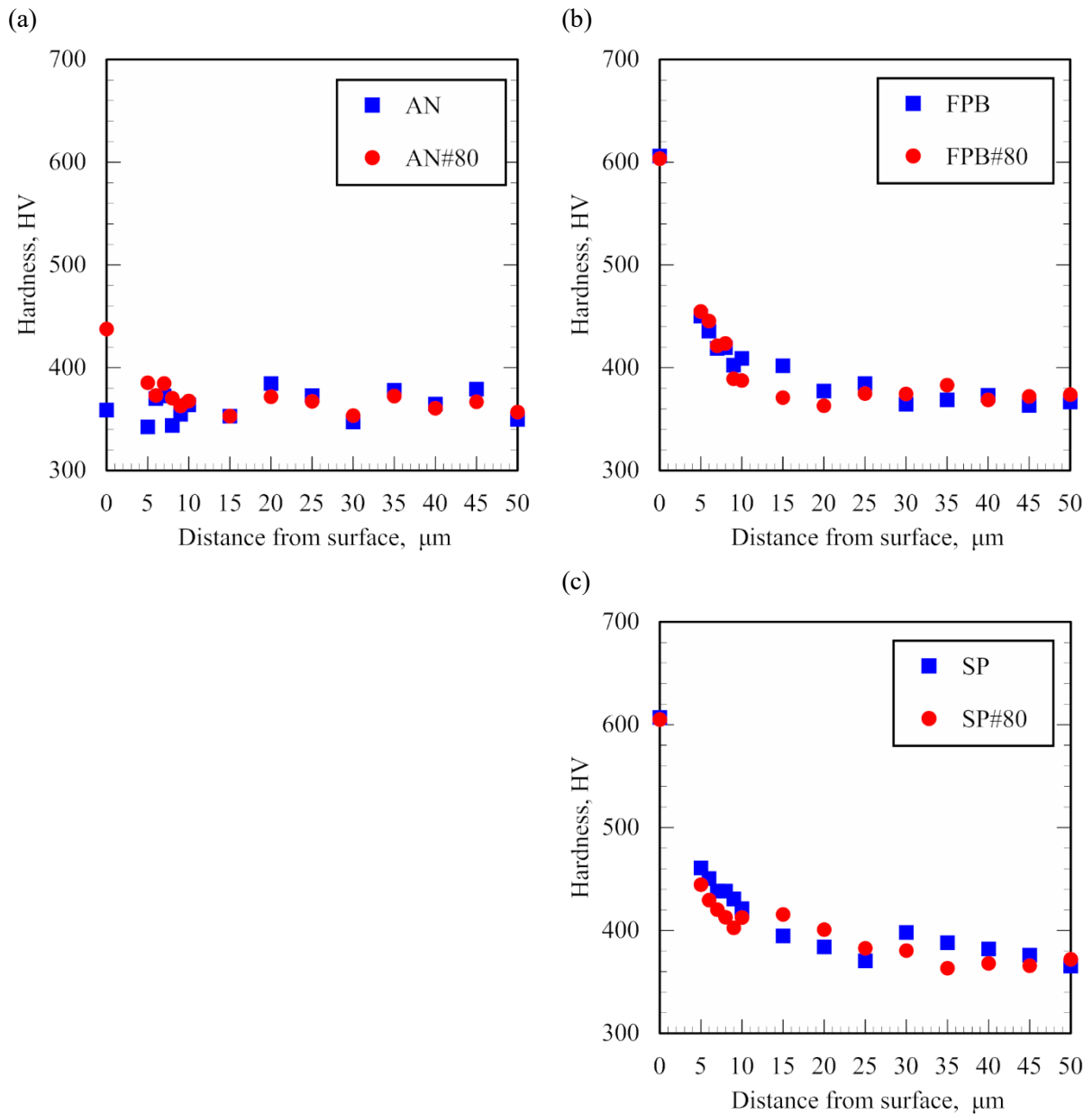


Fig. 8 Hardness distributions: (a) AN and AN#80 materials; (b) FPB and FPB#80 materials; (c) SP and SP#80 materials.

Fig. 8(a)に示すように、表面から深さ 10  $\mu\text{m}$  までの硬さは、AN 材よりもエメリ研磨により加工硬化が生じた AN#80 材において高かった。一方、Fig. 8(b)および(c)から理解されるように、FPB 処理および SP 処理は表面硬さを顕著に高めた。また、ピーニング処理の影響が勝っていたため、FPB 材と FPB#80 材、また SP 材と SP#80 材で表面硬さおよび硬さ分布は同じであった。ただし、硬化層厚さは FPB 処理を施した材料よりも SP 処理を施した材料の方が大であった。

上述のように、Ti-6Al-4V 合金では FPB 処理より SP 処理の方がより内部まで硬さを高めた。しかしながら、塑性流動域の厚さの差が小さかったことと対応して、鉄鋼材料<sup>1)</sup>や純チタン<sup>3)</sup>の場合よりも両処理材間の硬化層厚さの差は小さかった。

### 3.4 機械的性質

Table 4 に各材の機械的性質を、また Fig. 9 に引張破面を示す。FPB 処理および SP 処理ともに、被処理材に与える影響は表面近傍に限定され、材料内部には全く影響を及ぼさなかった。そのため、Table 4 から理解されるように、処理の有無に係りなく全材料の機械的性質はほぼ同じであった。また、全材料の引張破面はディンプルから構成される延性的な様相を呈していた。

### 3.5 残留応力

Fig. 10 に、各材の表面で測定した残留応力値を示す。同図から理解されるように、AN 材では残留応力値は低かったが、AN#80 材ではエメリ研磨により比較的高い圧縮残留応力が発生した。

FPB 材の圧縮残留応力値は、FPB#80 材のそれよりも高かった。ピーニング処理による圧縮残留応力の発生は、材料表面と内部での変形差により生じる。FPB 材と FPB#80 材では、先述のように表面硬さは同じであった。しかしながら、両材料間の圧縮残留応力の差は、被処理材表面がエメリ研磨により加工硬化すると、FPB 処理時に若干、表面

Table 4 Mechanical properties.

	Young's modulus (GPa)	Yield strength (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Reduction in area (%)
AN	107	983	1033	14	44
AN#80	114	962	1025	16	49
FPB	112	986	1039	14	50
FPB#80	116	961	1034	16	48
SP	109	973	1044	13	42
SP#80	119	957	1039	15	43

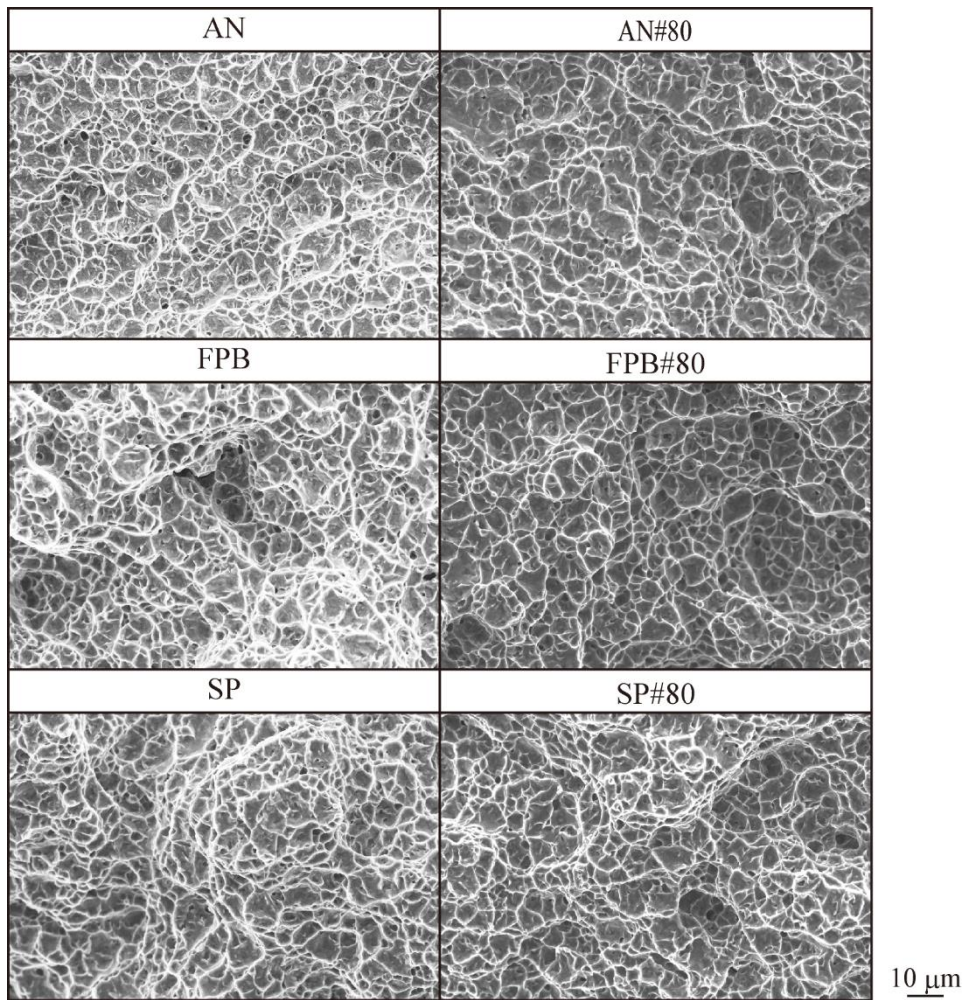


Fig. 9 Features of tensile fracture surfaces.

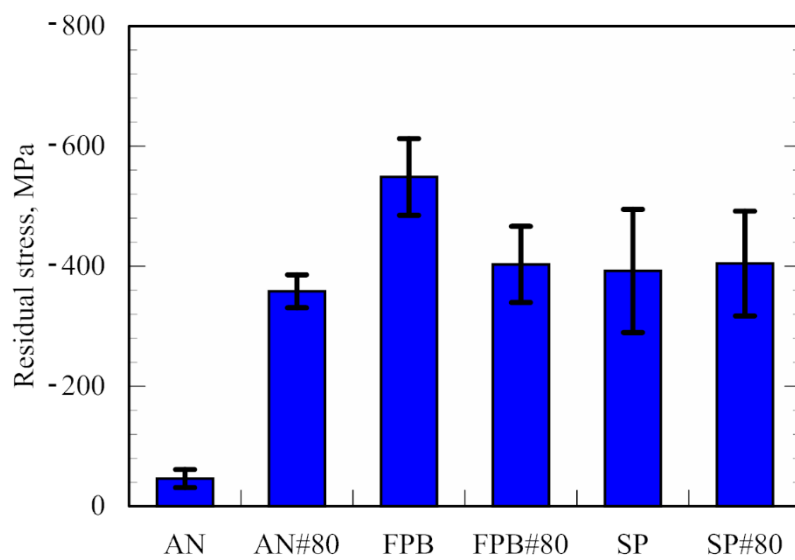


Fig. 10 Residual stress measured on surfaces.

の塑性変形が抑制されることを示唆した。

一方、SP材とSP#80材で圧縮残留応力値は同じであった。これは、SP処理では衝突粒子1個当たりの運動エネルギーが十分に高いため、エメリ研磨により形成された硬化層が塑性変形量に影響を及ぼさなかったためと考えられる。

### 3.5 疲労特性

Fig. 11に各材のS-N曲線を、Fig.12に疲労破面を示す。AN材よりもAN#80材では表面硬さが高く、またエメリ研磨時に比較的高い圧縮残留応力が付与されたが、表面粗さおよび表面うねりは顕著に大であった。チタンでは、一度発生したき裂は停留することなく最終破壊をもたらす。そのため、チタンの疲労強度はき裂発生を促進する表面粗さや表面うねりに対して非常に敏感である。

実際、Fig. 12(a)から理解されるように、AN材では表面に接する1結晶粒から発生したき裂が内部に向かって放射状に進展したのに対して、AN#80材では比較大きなうねり底からき裂が発生・進展していた。その結果、疲労強度はAN材よりもAN#80材において顕著に低くなった (Fig. 11(a))。

FPB処理およびSP処理は、①表面粗さおよび表面うねりを増加させるが、②表面組織を微細化させ、同時に表面硬さを上昇させる。上記①による影響を上記②の効果が上回るため、結局、疲労強度は著しく改善される。特にチタンでは、FPB処理およびSP処理が疲労強度の改善上、優れた効果を示すことが知られている。

Fig. 11から理解されるように、本研究においてもFPB処理およびSP処理は、疲労強度を著しく改善した。ただし、FPB処理を施した材料の表面粗さおよび表面うねりがSP処理を施した材料よりも小さいことから、疲労強度の改善効果はFPB処理の方が顕著であった。

Fig. 12(b)および(c)に示すように、FPB材とFPB#80材あるいはSP材とSP#80材の疲労き裂の発生形態は同じであった。これと対応して、FPB材とFPB#80材あるいはSP材とSP#80材で疲労強度は同水準となった。すなわち、処理前の表面粗さは処理後の疲労強度に影響を及ぼさなかった。

AN材の値に対する疲労強度の改善率は、FPB材で32%、SP材で19%であった。一方、AN#80材の値に対する疲労強度の改善率は、FPB#80材で75%、SP#80材で58%であった。以上の結果は、表面粗さや表面うねりが大きな被処理材では、疲労強度の改善上、ピーニング処理を施す意義が高いことを示している。

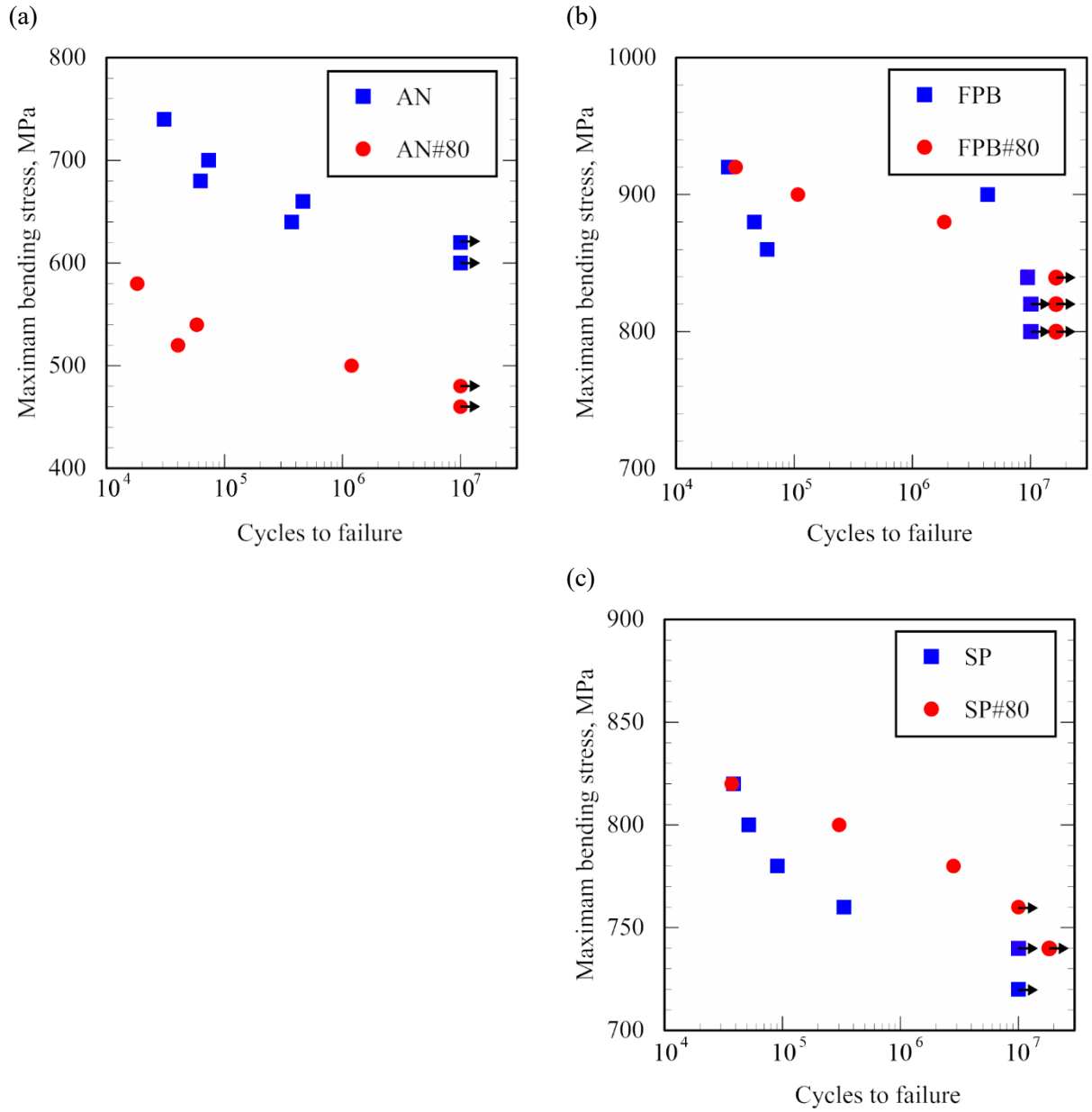
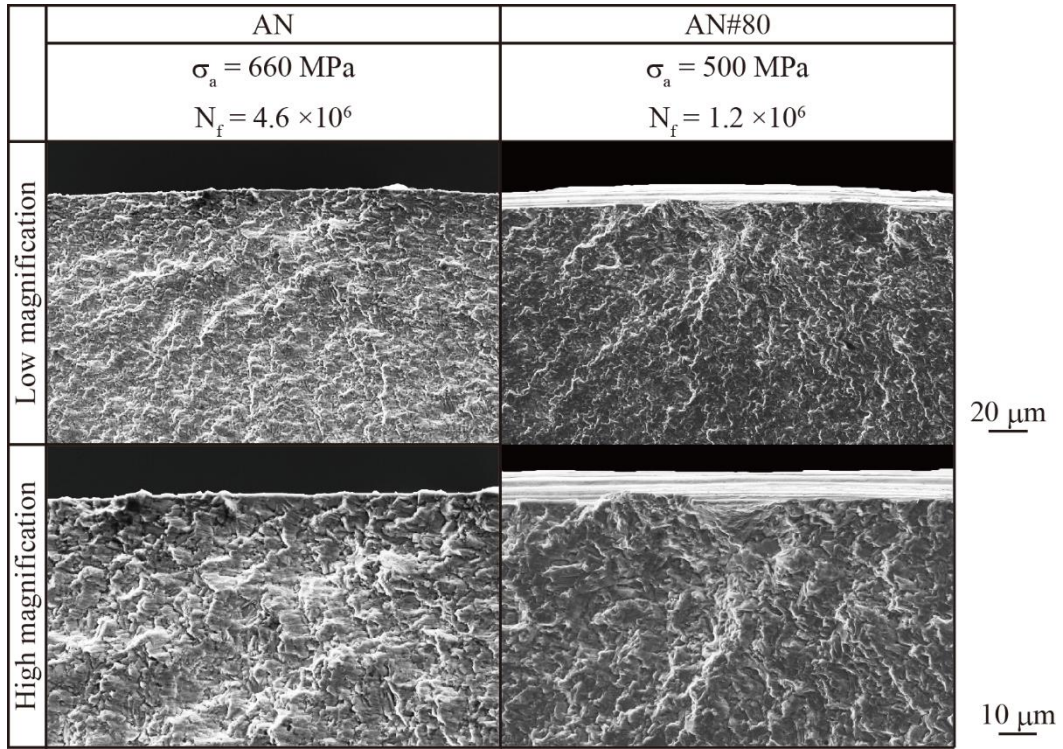
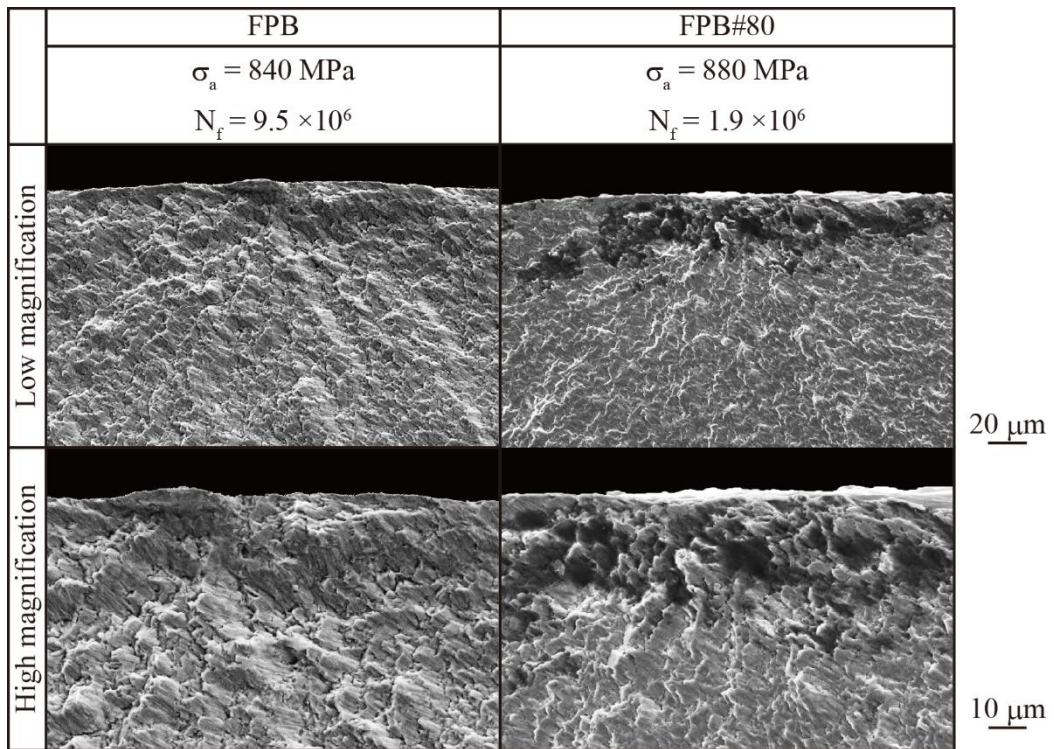


Fig. 11 S-N curves: (a) AN and AN#80 materials; (b) FPB and FPB#80 materials; (c) SP and SP#80 materials.

(a)



(b)



(Continued to the next page)



(c)

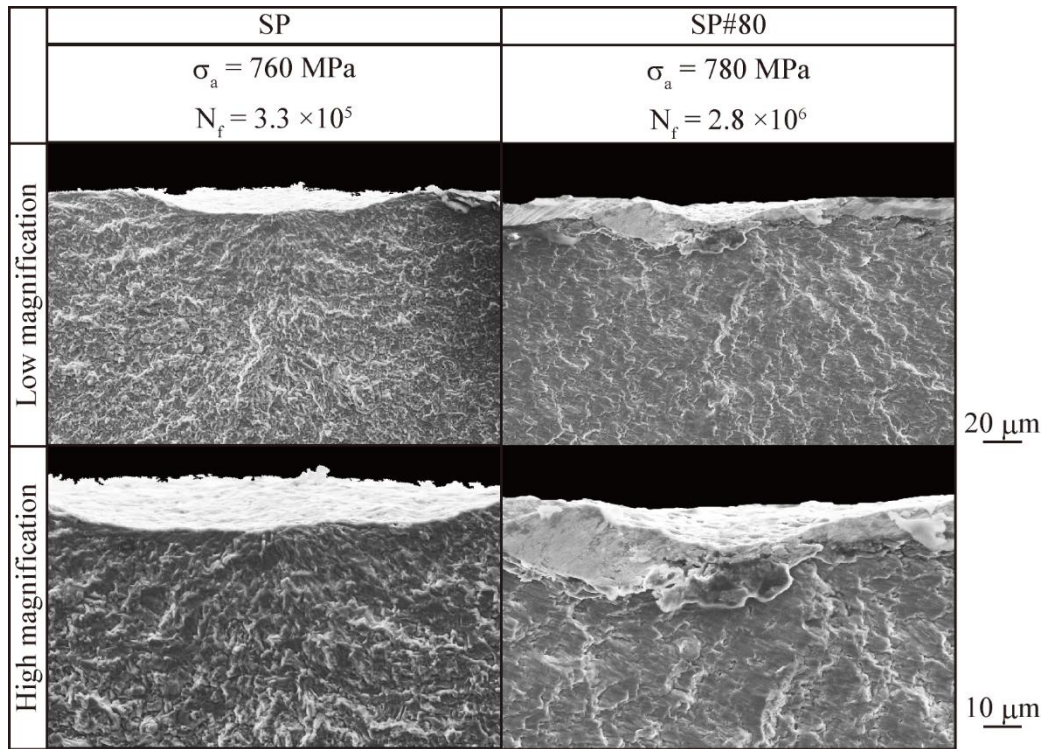


Fig. 12 Features of fatigue fracture surfaces: (a) AN and AN#80 materials; (b) FPB and FPB#80 materials; (c) SP and SP#80 materials.

#### 4. 結 言

本研究では、表面粗さが異なる Ti-6Al-4V 合金に FPB 処理および SP 処理を施し、処理前の表面粗さが処理後の疲労特性に及ぼす影響について詳細に調査した。その結果、以下の結言を得た。

- (1) 鏡面仕上げ後にエメリ研磨した材料では、表面硬さが上昇するとともに圧縮残留応力が付与された一方で、表面粗さおよび表面うねりが顕著に大となった。その結果、鏡面仕上げした材料よりもエメリ研磨した材料で疲労強度が顕著に低くなった。
- (2) FPB 処理および SP 処理は、疲労強度の改善上、優れた効果を示した。ただし、FPB 処理の方が SP 処理よりも改善効果は顕著であった。
- (3) 処理前の表面粗さが異なっても、FPB 処理および SP 処理後の表面粗さ、表面うねり、表面硬さおよび硬さ分布は同等であった。その結果、処理前の表面粗さは

処理後の疲労強度に影響を及ぼさなかった。

- (4) 鏡面仕上げした材料を元材とした場合、疲労強度の改善率は FPB 処理で 32%、SP 処理で 19%であった。これに対して、エメリ研磨により表面粗さを恣意的に高めた材料を元材とした場合、疲労強度の改善率は FPB 処理で 75%、SP 処理で 58%であった。以上の結果は、表面粗さが大きい被処理材の方が、疲労強度の改善上、ピーニング処理を施す意義が高いことを示した。
- (5) ただし、上記 (4) の結果は、チタン合金の疲労強度が表面状態に顕著な影響を受けるため、ピーニング処理前の疲労強度が異なることに起因していることに注意する必要がある。

## 文 献

- 1) T. Morita, S. Noda, C. Kagaya: Influence of hardness of substrates on properties of surface layer formed by fine particle bombarding, *Materials Science & Engineering A*, 574 (2013), 197-204.
- 2) T. Morita, S. Noda, C. Kagaya: Influences of fine particle bombarding and conventional shot peening on surface properties of steel, *Materials Transactions*, 55, 4 (2014), 646-652.
- 3) T. Morita, H. Nakaguchi, S. Noda, C. Kagaya: Effects of fine particle bombarding on surface characteristics and fatigue strength of commercial pure titanium, *Materials Transactions*, 53, 11 (2012), 1938-1945.

以 上