平成22年度 戦略的基盤技術高度化支援事業

「多機能な微細球状粒子を用いた金型の新しい表面改質技術と、

その微細球状粒子を量産化する技術の確立」

研究開発成果報告書概要版

平成23年 9月

委託者 中部経済産業局

委託先 財団法人名古屋産業科学研究所

目 次

第1章 研究開発の概要	1
1-1 研究開発の背景・研究の目的・目標	
1-2 研究体制（研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者）	
1-3 成果概要	
1-4 該当プロジェクト連絡窓口	
第2章 微細球状粒子による表面改質技術の開発とその特性評価および実環境を 想定した摩擦摩耗特性評価	8
2-1-1 微細球状粒子を使用したショットピーニングによる表面改質技術の 開発	8
2-1-1-1 研究目的および目標	
2-1-1-2 実験方法	
2-1-1-3 研究成果と考察	
2-1-1-4 まとめ	
2-1-1-5 参考文献	
2-1-2 微粒子ピーニングによる金属表面の傾斜組成とその機械的性質に 関する研究	12
2-1-2-1 研究目的および目標	
2-1-2-2 実験方法	
2-1-2-3 研究成果と考察	
2-1-2-4 まとめ	
2-1-2-5 参考文献	
2-1-3 微粒子ピーニングによって誘起された組織構造変化とその機械的 特性評価	22
2-1-3-1 研究目的および目標	
2-1-3-2 実験方法	
2-1-3-3 研究成果と考察	
2-1-3-4 まとめ	

2-1-3-5	参考文献	
2-2	改質面の特性評価（摩擦摩耗を含む）	33
2-2-1	研究目的および目標	
2-2-2	実験方法	
2-2-3	研究成果	
2-2-4	まとめ	
2-3	実環境を想定した摩擦摩耗特性評価	39
2-3-1	研究目的および目標	
2-3-3	研究成果	
第3章	微細球粒子投射装置を開発しその機能検証	42
3-1	研究目的および目標	
3-2	実験方法	
3-3	研究成果	
第4章	多機能な微細球状粒子を量産する技術の確立	62
4-1	研究目的および目標	
4-2	実験方法	
4-3	研究成果	
第5章	全体評価	64
5-1	成果の総括	
5-2	工業所有権の取得状況及び対外発表等の状況	
5-3	今後の事業化に向けた取り組み	

第1章 研究開発の概要

表面改質分野で、“微細球状粒子を用いたマイクロショットピーニング”による新機能発現が注目されている。本研究開発

では、各種金型の耐久性を向上する新しい表面改質技術（テクスチャリング、傾斜組成材料）と最適な投射装置を開発する。さらに、事業化に必須の合目的サイズの微細球状粒子の安定供給と低コスト化のため、プラズマトーチを利用して研磨スラッジ等廃棄鉄粉から微細球状粒子を量産化する技術確立する。

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

自動車産業等においては、低コスト化、短納期化、環境配慮などのニーズがあり円高の現状の経済環境においてはその達成が急務の課題である。

そこで本研究では、金型の低コスト化や短納期製造等を可能とする新素材・新製造技術の

構築を目指して以下の事項について取り組む。

- 低コスト表面処理技術である新しいショットピーニングとテクスチャリングに焦点を絞り、耐摩耗性向上のための表面改質技術として確立する。
- コーティングや精密熱処理より格段に安価かつ簡便で、さらに従来のピーニング処理よりも安価で摩擦摩耗特性に優れた金型の処理技術を具現化する。
- 具体的な目標値は油潤滑環境で0.001以下の摩擦係数（従来比1/10以下）、アブレシブ摩耗状態において従来比1/100以下の低摩耗特性を実現する。
- これに使用する多機能な微細球状粒子を産業廃棄鉄粉等から量産化する技術確立する。

具体的には次の7つの項目に細分化して研究開発を推進する。

- ① 微細球状粒子を使用したショットピーニングによる表面改質技術の開発
学校法人名城大学、アイケイケイ・ショット株式会社及び伊藤機工株式会社が担当。

微粒子を用いた低流量ピーニング装置を用いて、テクスチャリングと金型材料の傾斜組成化などを行い、低摩擦低摩耗の最適条件を把握する。

- ② 改質面の特性評価（摩擦摩耗を含む）

学校法人名城大学および

アイケイケイ・ショット株式会社が担当。

上記①にて創成した金型材料表面の摩擦摩耗特性を各種摩擦摩耗試験（すべり、転がり、凝着）、超微小硬さ試験で評価し摩擦摩耗特性発現機構を明確にする。

【目標値】摩擦係数：油潤滑環境で0.01以下（従来比1/10以下）

摩耗量：従来比1/100以下

硬さ1500Hv以下の範囲で制御

剛性120-400GPaで制御

③ 実環境を想定した摩擦摩耗特性評価

学校法人名城大学およびアイケイケイ・ショット株式会社が担当。

実環境に対応した摩擦摩耗試験を実施し、既存の機械要素との性能比較試験を実施する。ここで、本摩擦摩耗試験を行う試験機を設計製作する。

【目標値】 耐久性従来比2倍以上

④ 投射装置の機能検証

アイケイケイ・ショット株式会社、学校法人名城大学および伊藤機工株式会社が担当。

粒子が凝集した2次粒子を形成しない実用投射装置（特許登録番号4612095 平成22年10月22日登録：別途、伊藤機工株式会社が開発・製造）を用い、機能検証を行う。

具体的には、アドバイザーである小島産業株式会社の実用金型を用い、金型の欠けと減耗に対する金型の耐久性向上の検証を行う。

⑤ 多機能な微細球状粒子を量産する技術の確立：ステップ1

アイケイケイ・ショット株式会社および伊藤機工株式会社が担当。

産業廃棄鉄粉を球状化し、53μm以下の微細球状粒子を量産する技術を確立する。具体的には、産業廃棄鉄粉等から必要なサイズのみを分級し、これまでの研究開発成果をもとに、本実施計画で新たに導入するプラズマ球状化処理装置で量産化技術を確立する。

【目標値】 従来比1/10=300円/Kg

⑥ 多機能な微細球状粒子を量産する技術の確立；ステップ2

アイケイケイ・ショット株式会社および伊藤機工株式会社が担当。

産業廃棄物として処分されている研磨スラッジ等をリサイクルする技術を確立する。具体的には、上記高エネルギー効率のプラズマ球状化装置にて連続的に製造する条件を確立する。

【目標値】 ニーズの高い53μm以下のJIS規格篩の単一サイズが90%以上と高収率な製造方法と25Kg/Hrの生産性を確保する。

⑦ プロジェクトの管理・運営

財団法人名古屋産業科学研究所が担当。

実施計画に基づく進捗確認、研究開発委員会の開催、事業化に向けた検討等プロジェクトの管理・運営を行う。

1-2 研究体制（研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者）

1) 研究組織（全体）

総括研究代表者（PL）

所属・アイケイケイ・ショット株式会社

役職・イノベーションチームリーダー

氏名・遠藤敏光

副総括研究代表者（SL）

所属・学校法人名城大学

役職・理工学部材料機能工学科教授

氏名・宇佐美初彦

2) 管理体制

① 事業管理者

財団法人名古屋産業科学研究所

② 再委託先

アイケイケイ・ショット株式会社

伊藤機工株式会社

学校法人名城大学

(2) 管理員及び研究員

【事業管理者】 財団法人名古屋産業科学研究所

管理員

氏名	所属・役職
古川 俊治	中部ハイテクセンター 産学連携支援部門 担当部長
藤根 道彦	中部ハイテクセンター 産学連携支援部長
松田 清美	中部ハイテクセンター 産学連携支援部門
浅田 節子	中部ハイテクセンター 産学連携支援部門
森加 なつ美	中部ハイテクセンター 産学連携支援部門

【再委託先】

研究員

アイケイケイ・ショット株式会社

氏名	所属・役職
遠藤 敏光	イノベーションチームリーダー
安藤 正文	イノベーションチーム係長
加藤 雅昭	生産技術課長

伊藤機工株式会社

氏名	所属・役職
山田 徳吉	特品事業部長
押方 廣之	機械事業部技術室設計グループリーダー（課長）

学校法人名城大学

氏名	所属・役職
宇佐美 初彦	理工学部材料機能工学科教授

協力者

氏名	所属・役職
平佐 顕之	豊通マテリアル株式会社 課長補佐
岡田 好正	小島産業株式会社 鋼板工場長

(3) 経理担当者及び業務管理者の所属、氏名

(事業管理者)

財団法人名古屋産業科学研究所

(経理担当者) 中部ハイテクセンター 事務局長 坪内 秀樹

(業務管理者) 中部ハイテクセンター 産学連携支援部門 担当部長 古川 俊治

(再委託先)

アイケイケイ・ショット株式会社

(経理担当者) 財務・経理部 荒川 文雄

(業務管理者) イノベーションチームリーダー 遠藤 敏光

伊藤機工株式会社

(経理担当者) 管理部 経理室長 山本 隆司

(業務管理者) 取締役管理部長 伊藤 誠治

私立大学法人 名城大学

(経理担当者) 学術研究支援センター 課長 中山 秀治

(業務管理者) 学長 下山 宏

1-3 成果概要

- ① 微細球状粒子を使用したショットピーニングによる表面改質技術の開発
テクスチャリングについて；

開発した低流量ピーニング装置を用いることで、粒径 10mm 程度の粒子を、凝集を抑制した状態での投射を確認した。この結果、個々の衝突痕から形成されるディンプルが摩擦特性の低減に有効であることを明らかにした。

傾斜組成化について；

粒径 1mm 程度の極微細粒子は、数 10mm 程度の粒子（粗大粒子）周囲に付着した状態で投射することで、粗大粒子の質量的作用によって投射面に埋没し、投射面が傾斜組成化することを確認した。

- ② 改質面の特性評価（摩擦摩耗を含む）

上記、項目②に記載の実験結果において、油潤滑環境での摩擦係数は 0.002 程度、摩耗量については測定不可能なほどの低減の結果を得た。傾斜組成相については、2500HV 程度の硬さを有する WC(炭化タグステン)粒子の埋め込み量を制御することで、母材の硬さから 1500HV 程度の範囲で、剛性（＝平面歪状態でのヤング率）も同様に 400GP の範囲で制御可能である知見を得た。

③ 実環境を想定した摩擦摩耗特性評価

出来たこと；

下記に記載のとおり、摩擦試験装置を開発した。

出来なかったこと；

東日本大震災の影響で一部備品の入手ができず、設計変更を余儀なくされ目標値の耐久性従来比2倍以上の比較試験結果を得るには至らなかった。

④ 投射装置の機能検証；微細球状粒子投射装置を開発しその機能検証

出来たこと；

1) オンザマシンで金型を処理するための重要部分を試作できた。

出来なかったこと；

1) 今回の実証試験金型では上下の金型の隙間がほとんどなく、上記試作オンザマシン装置で金型を処理するまでに至らなかった。

2) 東日本大震災の影響で機能検証期間が十分取れなく、金型損傷に至るまでの試験をできなかった。

⑤ 多機能な微細球状粒子を量産する技術の確立：ステップ1

【目標値】従来比 $1 / 10 = 300$ 円 / Kg

出来たこと；

1) $< 53 \mu\text{m}$ の粒子を現状のアトマイズ品より球状度を高く製造できる

出来なかったこと；

1) 東日本大震災の影響他で装置の導入が2カ月以上遅れたため、十分な実験回数を出来なかった。

2) 消耗品の電極を試作するに1カ月以上かかることがあり、各種の条件での試作を繰り返せず、最適条件を見つけるには至らなかった。

⑥ 多機能な微細球状粒子を量産する技術の確立；ステップ2

【目標値】ニーズの高い $53 \mu\text{m}$ 以下のJIS規格篩の単一サイズが90%以上と高収率な製造方法と $25 \text{Kg} / \text{Hr}$ の生産性を確保する。

出来たこと；

1) 本プラズマ球状化装置を利用し、ガスアトマイズ法よりも球状度の高い粒子が得られた。

2) ガストーチでは酸化してしまい球状化できなかった $< 53 \mu\text{m}$ の鉄粉を球状化できた。

出来なかったこと；

1) $< 53 \mu\text{m}$ の単一サイズの粒子に関して球状化実験が出来なかった。

2) 本プラズマ球状化装置への原料鉄粉の供給方法が確定できず、 $25 \text{Kg} / \text{Hr}$ を供給できなかった。

1-4 当該プロジェクト連絡窓口

財団法人名古屋産業科学研究所
中部ハイテクセンター 産学連携支援部門
担当部長 古川 俊治
TEL ; 052-223-5694
FAX ; 052-211-6224
E-mail ; furukawa@nisri.jp

第2章 微細球状粒子による表面改質技術の開発とその特性評価および実環境を想定した摩擦摩耗特性評価

2-1-1 微細球状粒子を使用したショットピーニングによる表面改質技術の開発

2-1-1-1 「粒子投射処理による表面改質」研究目的および目標

これまでのショットピーニングでは、粒子衝突に伴う塑性変形によって投射面近傍には圧縮残留応力が付与されることで、見かけ上の強度特性が向上するので、機械構造部材の強度特性の改善手法として広く応用されてきた。また、鋳造品の砂落としやプレス成型部材のバリ取りにも適用されてきた。

近年、粒径 100・ μm 以下の微細粒子の投射技術が確立された。同手法は微粒子ピーニング手法と呼ばれ、従来のショットピーニングとは区別されているようである。この微粒子ピーニングでは、より表面に近接した領域に残留応力が印加できるのでねじりや圧縮荷重を受ける部材には有効な手法である。加えて、投射面のあらさの増加も抑制されるので、しゅう動面への応用も期待できる。微粒子ピーニングでは、これまで適用の対象外であった微細粒子を用いることで新しい表面機能付与も期待できる。石炭灰は石炭微粉体を燃料とした火力発電所から排出される燃焼廃棄物であるが、形状が球形であることや、成分として酸化カルシウムやアルミナを含み、カルシウム快削鋼と同様な機能を投射面に付与できる可能性がある。また、産業廃棄物である石炭灰を投射材として活用することで、有効利用手法として適用範囲の拡大も期待できる。

本章では、粒径 100mm 以下の粒子を用いた微粒子ピーニングにおける表面改質状態の基礎的な知見および石炭灰の適用可能性について検討することを目的として、比較的軟質な構造材料であるアルミニウム合金を被投射材として検討した結果を報告する。

2-1-1-2 実験方法

表面改質処理としてコンプレッサーからの圧縮空気を利用し、試験材に微粒子を様々な投射条件で処理した。試験材にはアルミニウム合金 A6063 を用い、直径 56 mm、厚さ 9 mm のディスク状に加工し、研磨紙（＃240～＃2000）を用いて表面を研磨した後バフ仕上げを施し、鏡面状態としたものを粒子投射用試験片とした。

投射粒子には、ガラスビーズ（GB）、ジルコニア（Zr）、石炭灰（FA）、鉄（Fe）を用い、各粒子の特性および SEM（Scanning Electron Microscope）像をそれぞれ表 2-1、2-1 で示す。各種微粒子を投射した試験片を、マイクロビッカース硬さ試験機により 2~0.001 N の印加荷重で硬さを測定した。

表 2.1 投射粒子の特性

材種	ガラスビーズ	ジルコニア	石炭灰	鉄
記号	GB	Zr	FA	Fe
粒径, μm	50	60	32-45	32-45
密度, gr/cm^3	2.4	6.0	1.7	7.8
ヤング率, GPa	72	240	----	206
硬さ, Hv	550	1200	1000	850

図 2-1 各種投射材の SEM 像（記号は表 2-1 に対応）

2-1-1-3 研究成果と考察

FA を投射した表面硬さの投射時間依存性を図 2-2 に示す。投射時間が長く投射圧力が高いほど硬さが増加しているものの、0.5MPa 以上の投射圧力や 30sec 以上の投射時間では、硬さの増加はほとんどない。投射処理前の表面硬さが 100HV であることから、FA 粒子を投射した場合、約 4 倍の硬質化が確認された。

図 2-3 は Fe 粒子の結果である。FA 粒子と同様に、硬さは投射時間や投射圧力の増加に増大するがものの、その大きさには上限が存在するようである。しかしながら、得られた最大硬さは焼入れ鋼並の 700HV 以上であり、非常に高い硬質化が達成された。

図 2-2 石炭灰投射面の硬さの投射時間依存性

図 2-3 鉄粒子投射面の硬さの投射時間依存性

投射粒子の密度および投射圧力から、粒子の運動エネルギーを算出し、硬さとの関係を得た。その結果が図 2-4 である。図示のごとく、いずれの投射粒子においても運動エネルギーの増加とともに上昇している。GB、ZrO₂ 粒子では硬質化の割合は小さく、最大でも母材の 3 倍程度であった。同一の運動エネルギーで比較した場合、FA や Fe 粒子投射面では、はるかに高い硬質化が達成されている。

図 2-4 投射粒子の運動エネルギーと硬さの関係

FA および Fe 粒子による大きな硬質化の機構を解析するために、SEM-EDX による投射面の分析を行った。その結果が図 2-5 と図 2-6 である。いずれの結果においても投射粒子成分の転写が検出されたが、他の粒子 (GB、ZrO₂) では確認されなかったことから、FA や Fe 粒子投射によって得られる高い硬質化は、この転写に起因すると判断できる。さらに、FA 粒子投射面では、Si 濃度の分布は不均質であり、その一部を拡大した結果、微細な FA 粒子の埋没が確認された。一方、Fe 粒子投射面では測定領域全般に渡り Fe が検出され、粒子の埋没はみられなかった。以上から、Fe と FA 粒子投射面では、硬質化の機構は異なるといえる。

図 2-5 石炭灰投射面の SEM 像および EDX (Si-K α) 像

図 2-6 鉄粒子投射面の SEM 像および EDX (Fe-K α) 像

2-1-1-4 まとめ

各種微粒子の高速投射処理をアルミニウム合金表面に施し、微小硬さ硬さの測定および分析から、硬質化の機構を考察したところ、下記の結果が得られた。

- (1) 粒子投射後の硬度上昇は、投射粒子の有する運動エネルギーに比例して増加する。
- (2) 石炭灰を投射した場合、埋没した微細粒子が硬質化を促進する。
- (3) 鉄粒子を投射した場合、粒子成分の転写が硬質化に大きく影響する。

2-1-1-5 参考文献

- 1) 福田 連、ブラストピーニングとショットピーニング、32(1953)
- 2) 広瀬 正吉、ショットピーニング、141(1955)

2-1-2 「微粒子ピーニングによる金属表面の傾斜組成とその機械的性質に関する研究」

2-1-2-1 研究目的および目標

微細粒子を高速投射することによって、固体表面には圧縮残留応力が付与され、結果として表面近傍は硬質化し部材としての疲労強度を向上させることが知られている¹⁾。また、衝突により形成される微小ディンプルには油溜として機能が期待できるので、凹凸の形状を適正化することによって潤滑環境下の摩擦抵抗を低減できる可能性もある。

一般的に、表面の硬質化は粒子衝突による表面近傍への応力付与に起因することから、粒子の比重や形状によって衝突エネルギーを増大させることにより高い効果が得られると予測されるが、反面、エロージョンによる表面損傷の影響が大きくなる。

一方、近年では極微細粒子の高速投射によって、投射粒子の一部が衝突面に転写されることも確認されており、これについてはAl合金で表面に粒子が移着することによって損傷を抑制した状態で大きな硬度上昇の発現を確認した²⁾。同様な手法が鉄系合金に適用できれば、さらなる機械部品への適用拡大が十分に期待できる。そこで、微粒子ピーニング処理によって、極微細粒子が転写あるいは埋没した表面を創成し、その硬さ分布や表面あらしと投射条件の関係を実験的に評価すると共にその摩擦特性についても検討した結果を報告

する。

2-1-2-2 実験方法

粒子投射処理には、自作の直圧式ピーニング装置を使用した。投射粒子は予めふるい振動機によって粒径を揃えたガラスビーズ(以下、GB)、鉄(Fe)粒子にそれぞれ粒径 1・m 以下の炭化タングステン (WC) 粒子を混合したものをを用いた。投射装置はコンプレッサーからの圧縮空気が加速源であり、各種微粒子を 0.5 MPa で 30 sec 試験片に投射した。なお、投射距離は 30 mm、角度は 90° (垂直方向)である。

投射粒子の SEM 像および諸特性を図 3-1 と表 3-1 に示す。粒子はいずれも球形であり、混入された WC 粒子は各粒子の周りを覆うように凝集する。また、密度は GB に比べ Fe 粒子が高いため、同一ガス圧で比較すると衝突エネルギーは Fe の方が大きくなる。試験片は SK3 材であり、ディスク状(φ47×φ30×h4 mm)で一端面を鏡面状態(<0.01・m Ra)に加工し投射表面とした。投射後表面の微小硬度計による硬さと、表面あらさの測定および後述する 3次元アブレシブ摩耗試験を行った。

表 3-1 各種粒子の諸特性⁵⁾

Material	GB	Fe	WC
Particle size, μm	20, 60, 100	50	< 1
Density, g/cm ³	2.4	7.8	19.3
Young' s modulus, GPa	71.3	210	700

図 3-1 各種粒子の SEM 像

2-1-2-3 研究成果と考察

WC 混合粒子投射について

本研究で、炭素鋼表面に WC 粒子を移着させた表面を創成するにあたり、まず始めに粒径が $7.8\ \mu\text{m}$ 、 $10.6\ \mu\text{m}$ の WC 微粒子を様々な条件で炭素鋼表面に投射を試みた。しかし WC 粒子投射面は、従来のショットピーニング処理に起因する無数の凹凸と、表面近傍層の硬度上昇を確認したが、WC 微粒子の転写や埋没といった効果は確認できなかった。また、粒径が $1\ \mu\text{m}$ 程度の WC 極微細粒子の投射処理も試みたが、粒子同士の凝集および、湿度等の影響を受け安定した状態で投射できなかった。そこで、WC 極微細粒子を投射させる方法として、FA が投射表面に埋没するメカニズム²⁾に着目し、WC 極微細粒子に粒径の異なる他粒子を混合した。その結果、WC 混合粒子は図 3-2 に示すとおり、WC 極微細粒子同士の凝集を防ぎ、安定した投射の実現に成功した。

図 3-2 石炭灰および WC を付着させたガラスビーズの SEM 像

表面改質について

各条件で得られた最大硬さと表面あらしの関係を図 3-3 に示す。硬さは概ね 500 Hv 以下であるが、粒子単体で投射したものに比べ、WC を混合し投射した方が高い値を示した。一方、表面あらしは WC を混合した場合において、他より小さい傾向を示した。

次に、WC 混合粒子による大きな硬質化と低い表面あらさの発現機構を解析するために、SEM / EDX による分析を行った(図 3-4)。その結果、W - M・像より投射面全域に渡り投射粒子成分が検出された。さらに、その一部を拡大した結果が図 3-5 であるが、WC 混合粒子投射面において、極微細粒子の埋没が確認された。したがって、WC 粒子の埋没が表面あらさを低減させたと考えられる。

次に、各投射面の剛性率を測定し、得られた値と測定印加荷重の関係を図 3- 6 および図 3-7 に示す。図 3-6 より、未処理状態の鏡面状態の SK3 材の剛性率は 180 GPa 程度であった。これは一般的な炭素鋼の値³⁾と同程度である。図 3-7 は WC 混合粒子投射面の結果であるが、2000 mN の荷重では 220 前後の値が得られており、未処理状態に比べ 40 GPa 程度の剛性率の上昇した。また、500 mN では、さらに高い剛性率が得られ、母材と比較して約 1.5 倍も上昇した。剛性率の上昇は、500 mN の低荷重でより明らかなことから、硬さの結果と同様に投射最表面で起きていることが分かる。これらの結果を踏まえ WC 混合投射は、表面層の硬さだけでなく剛性も上昇させることが明らかとなった。

3-3 投射面の硬さと表面あらさの関係

SEM 像

EDX 像

図 3-4 混合粒子投射面の SEM 像および EDX-W-Mα) 像

図 3-5 単一粒子 (GB) および混合粒子投射面の SEM 像

図 3-6 投射面のヤング率と印加荷重の関係

摩耗特性について

摩擦摩耗特性は面接触方式の試験装置で評価した。試験は、粒子投射処理されたディスク試験片に対し、A6063 材リング ($\phi 40 \times \phi 32 \times h14$ mm) 試験片を組み合わせ実施した。実験条件は負荷荷重 50 N、摩擦速度 0.1 m/s であり、試験前にマシン油をマイクロシリンジにて 35 $\cdot$ 1 接触面に供給した。

また、摩耗試験は 3 元アブレシブ摩耗状況下での摩耗特性を調べるため、予め角状 WA 粒子を懸濁させたマシン油を用いた実験も行った。なお、試験雰囲気は室温大気中であり試験時間は 10 min、摩擦距離に換算すると 60 m である。試験後の摩耗面は、エタノールで洗浄後、光学顕微鏡および表面あらさ計を用いて評価した。

図 3-8 摩擦係数のすべり距離依存性

図 3-9 摩耗面の光学顕微鏡像と表面あらさ

WA 粒子を含まない場合、すなわち潤滑状態での摩擦特性を図 3-8 に、摩擦面の光学顕微鏡像を図 3-9 に示す。未処理ディスクの場合、試験開始時の摩擦係数は 0.1 程度であるが、その直後に振幅の小さい安定した挙動を示し、その値は最小値と最大値が 0.05 から 0.09 で、平均値は 0.07 程度である。試験後の摩擦面には、摺動面に明確な摩耗痕が見られた。GB 100 μm を投射した場合、試験開始時の摩擦係数は 0.1 程度であり、その後安定した摩擦係数が得られているが、摩擦距離 48 m 付近で摩擦係数は低下した。摩擦面は、摺動面に摩耗痕がほとんど見られず、損傷は未処理状態に比べ非常に小さい。

GB100 μm に WC を混合投射した場合、試験開始時の摩擦係数は 0.1 程度であり、その後明確な変化はないが、終始不安定な摩擦挙動を示した。摩擦面は、GB 100 μm と同様摺動面に摩耗痕がほとんど見られない。Fe 50 μm を投射した場合、0.1 程度の摩擦係数から始まりその後、不安定な摩擦挙動であった。また、摩擦面は摩耗痕がほとんど見られなかった。Fe 50 μm に WC 粒子を混合投射した場合、試験開始後の摩擦係数は 0.08 程度と他と比較して若干低い。摩擦面は、摺動面に摩耗痕がほとんど見られなかった。

図 3-10 摩擦係数のすべり距離依存性 (3次元アブレーション状態)

図 3-11 摩耗面の光学顕微鏡像と表面あらさ（3次元アブレイブ状態）

次に、3元アブレイブ摩耗試験後の摩擦係数の経時変化を図 3-10 に、摩耗面の光学顕微鏡像を図 3-11 に示す。未処理ディスクの場合、摩擦係数は試験開始時で 0.17 程度と前節の結果と比較して高い値であるが、その後摩擦距離 15 m の間で徐々に減少し、安定した挙動を示した。摩擦係数の値は、最小値と最大値が 0.08 から 0.12 で、その平均値は 0.1 程度である。GB 100 μm を投射した場合、摩擦係数は未処理ディスクと比べ、定常状態時の抵抗が僅かに減少したものの、殆ど変化のない波形を示した。GB 100 μm に WC を混合投射した場合も、摩擦係数は未処理ディスクおよび GB100 μm と同様な挙動を示した。

Fe 50・m の場合、摩擦係数の振幅は小さく 10 から 20 m の摩擦距離で一旦上昇することを除けば、未処理ディスクと同様な安定した波形をとる。Fe 50・m に WC 粒子を混合投射した場合、試験開始時の摩擦係数は 0.12 程度であり、その後明確な変化はなく振幅の小さい波形であるが、終始不安定な摩擦挙動を示した。摩耗面は、未処理ディスクと GB 投射面を比較した場合、両者の摩擦面には摩耗痕が明確に見られるが、GB 投射面において摩耗の低減が確認できる。さらに、WC 混合粒子を投射したものには摩耗痕がほとんど見られないことから、前述の WC 埋没による高い硬質化と、低い摩擦係数が優れた耐摩耗性を発現したと考えられる。即ち、WC 微粒子を混合し投射することで、WC 粒子の埋込により表面は著しく高剛性化し、耐アブレシブ摩耗特性も向上することを確認した。

2-1-2-4 まとめ

微粒子ピーニング処理によって、極微細粒子が転写あるいは埋没した表面を創成し、その硬さ分布や表面あらさと投射条件の関係を実験的に整理すると共にその摩擦特性についても検討した結果、下記の結果が得られた。

- (1) WC 粒子を混合し投射することにより、投射面
全域に渡り WC 粒子を埋没させることが可能となり、硬さ及びヤング率は大幅に改善される。
- (2) WC 微細粒子を混合投射し硬質化した表面は、アルミナ粒子に対する 3 元アブレシブ条件での耐摩耗性も向上する。
- (3) WC 混合粒子面の優れた耐摩耗性は、埋没した WC による高い硬質化と、3 元アブレシブ摩耗モデルにおける押し込み傷が抑制される効果によるものと推測される。

2-1-2-5 参考文献

- (1) M. Hirose, “Shotpeening”, pp. 141 (1955)
Seibundoushinkousya,
- (2) H. Kitano, “Hardening of Aluminum alloy modified by fine particle peening”,
Mechanical Engineering Congress, Vol. 4, No. 7, pp.109-110(2007).
- (3) The japan institute of metals, “Kinzokudatebook”,
pp. 138-140(2004) Maruzen

2-1-3 「微粒子ピーニングによって誘起された組織構造変化とその機械的特性評価」

2-1-3-1 研究目的および目標

ショットピーニングは、金属の冷間加工の一種であり、無数の鉄、非鉄金属などの粒子(100 μm ~数 mm)を高速度で投射する処理である。この粒子の衝突により、投射面にはひずみが加わり、圧縮残留応力が付与され、また、加工硬化により投射面近傍の硬さが向上する。そのため、疲労強度向上や応力腐食割れを抑制することができ、近年では、自動車部品、航空機部品、機械部品などに広く応用されている。

ショットピーニングは疲労破壊抑制に有効であるが、投射面の表面粗さが増大するため、その投射条件によっては、疲労強度に悪影響を及ぼすこともある。また、その粗さの大きさにより摺動部材に適用する事は困難であるため、摺動部材には投射粒子径 100 μm 以下を投射する微粒子ピーニングの適用が望ましいとされている。微粒子ピーニングは、通常のショットピーニングに比べ、表面近傍の圧縮残留応力が高く、マイクロサイズの粒子を使用するため、表面粗さも細かく制御することができる。さらに、特定の金属材料に施すと結晶粒がサブミクロンからナノレベルまで微細した微細化層を形成することができることから、新しい表面改質法と位置付けられている。従来、この微細化層は、切削加工やドリル加工などの機械加工面において形成されていたが、その厚さは非常に薄いため、その特性の評価はこれまで制約を受けてきた。

しかし、微粒子ピーニング処理が確立された現在では、微細化層を厚く作製する事ができるようになり、その特性の評価も可能になった。既報より、オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 に微粒子ピーニングを施すと、厚さ 10~15 μm の微細化層を形成することができると判明した。微細化層の特性は様々な研究がなされているが、未だ明らかになっていない部分が多く、さらなる研究が必要とされている。

本研究では、微細化層のトライボロジー特性を評価するために、SUS304 に各処理条件で微粒子ピーニングを施し、微細化層の転がり疲労試験を行った。そして、試験後の微細化層の損傷状態を表面粗さと硬さの観点から検討し、考察を行った結果を報告する。

2-1-3-2 実験方法

試験片および表面改質方法

試験片は、オーステナイト系ステンレス SUS304 材の丸鋼より $\phi 42\text{mm} \times \phi 25\text{mm} \times t4\text{mm}$ の円板を旋削にて作製した。その一端面をダイヤモンドスラリーにより鏡面仕上げした後に、微粒子ピーニング処理を行い、さらに投射による凹凸を平滑化するために、バニシング加工を行った。微粒子ピーニングは低流量エアピーニング装置(伊藤機工製: IAB-U1 型)を使用した。同装置は直圧式で、凝集する微粒子を解砕できる砥粒タンクと、流量と投射速度を個々に制御できる二重管構造を有した投射ノズルで構成されていることを特徴としている。投射粒子は、SB50(スチールビーズ:50 μm)、SB10(スチールビーズ:10 μm)、AB5(アルミナビーズ:5 μm)を用いた。その投射粒子を図4-1に示す。投射圧力は、粒子加速圧力を0.6MPa

とし、流量制御圧力はSB50を0.5MPa、SB10とAB5は0.2MPaで行った。バニシング加工は試験片を旋盤に固定し、SKDローラーを150Nで押しつけ、回転数500rpmの条件で3回実施した。

処理条件は、上記の投射粒子で一段ピーニングと二段ピーニングを行ったものとさらに、バニシング加工を施した場合の計12条件である(表4-1)。

図 4-1 投射粒子のSEM像

表 4-1 表面改質条件 (ショットピーニングおよびバニシング)

未処理材 (NP)	ピーニング条件 (粒子径)	
	1 段ピーニング	2 段ピーニング
未処理材+バニシング加工 (NP+V)	SB50 (V)	SB50+SB10 (V)
	SB10 (V)	SB50+AB5 (V)
	AB5 (V)	

転がり疲労試験

転がり疲労挙動は、スラスト軸受 51105 の一軌道面に試験片を組み込んで評価した。試験装置の概略を図 4-2 に示す。転動体は $\phi 6.35\text{mm}$ の窒化ケイ素球を 3 個使用した。これまでの結果より、微細化層を形成した SUS304 は、SUJ2 球ですべり摩擦試験を行うと非常に凝着が激しく、高摩擦になることを確認した。本研究は、微細化層の転がり疲労強度を評価する事を目的としているので、凝着を防ぐために窒化ケイ素球を使用した。試験条件は、雰囲気は室温大気中、潤滑油にマシン油を使用し、負荷荷重 450N、回転数 500rpm、試験時間を 3h とした。荷重を負荷した際、一つの球体より加わる最大接触面圧は、3.72GPa で、接触の繰り返し数は 3×10^4 回である。

図 4-2 転がり疲労試験装置の概要

2-1-3-3 研究成果と考察

組織観察

図 4-3 (a)は、SUS304 に微粒子ピーニング(スチールビーズ:50 μ m)とショットピーニング(スチールショット:0.8mm)を施した試験片断面の SEM 像である。観察に際して試験片は王水で腐食した。微粒子ピーニングでは、投射面から 10~15 $\cdot$ m の深さに微細化層が形成されていたが、ショットピーニングでは、投射表面から内部にかけて転位が生じている様子を確認する事ができるが、微細化層は形成されていなかった。この試験片の投射面を硬さ試験機により押し込み荷重 0.25N で測定した結果、微粒子ピーニングが施した試験片では 800HV、ショットピーニングを施したものは 500HV となっており、微細化層が形成されると非常に高い値を示す事がわかった。

図 4-3 (a)の微粒子ピーニングを施した試験片の断面を AFM (原子間力顕微鏡) で観察した結果を図 4-3 (b)に示す。試験片には、腐食の影響により、投射面近傍に無数の空孔が生成されていた。また、投射面に近づくにつれて、その空孔が微細になっている様子を確認する事ができた。通常、腐食は粒界部分から選択的に行われるため、腐食の影響により生成された空孔が微細になっている現象は、結晶粒が微細化されていることにつながる。この場合では、結晶粒は、100nm 程度まで微細化されている様子であった。さらに、この微細化層の組織を詳しく調べるため、X 線回折を行った結果を図 4-4 に示す。

NP では 75 度付近に γ 相 (220) のピーク値があるが、SP では γ 相 (220) のピーク値がなくなり、45 度付近の α' 相 (310) のピーク値が強くなることが確認された。この結果からオーステナイト組織が微粒子ピーニングにより、マルテンサイトに加工誘起変態したことがわかる。これらのことから、微細化層は、非常に微細なマルテンサイト組織であると判明したが、この微細化が単なる加工誘起変態によるものかどうかは、不明な点である。

ショットピーニング

微粒子ピーニング

(a) 投射断面の SEM 像

(b) 投射断面の AFM 像.

図 4-3 投射断面の SEM および AFM 像

図 4-4 投射断面の X 線回折結果

図 4-5 (a) 投射面の硬さ分布 (バニシ加工前)

図 4-5 (b) 投射面の硬さ分布 (バニシ加工後)

図 4-5 に各投射条件における試験片の硬さ分布を示す。投射面より、押し込み荷重を 0.25 N、0.5 N、1 N、2 N、3 N、5 N、10 N、20 N と変化させ、各荷重による硬さと圧痕の深さで硬さ分布を表した。微粒子ピーニングを施したものは、いずれの条件においても NP に比して表面近傍の硬さが上昇していることがわかる。特に SB50、SB50+SB10、SB50+AB5 の硬さは 800 程度の高い値を示していた。投射後にバニシング加工を施すといずれの投射条件においても表面近傍の硬さが低下している事がわかる。

表面あらさ

微粒子ピーニングを施した試験片の表面形状を図 4-6 に示す。粒子の衝突により試験片の表面形状が凹凸になっている様子を確認する事ができる。バニシング加工を施すと凹凸の凸部が選択的につぶされた表面形状を形成する事ができ、この表面形状は、凹部が油だまりの役割を果たすので摺動面において有効な処理面とされている。図 4-7 の光学顕微鏡像からもその様子を確認することができ、バニシング加工後では、平坦な部分が非常に多く見られる。

図 4-6 投射面の表面あらさ（上段：バニシ加工前、下段：バニシ加工後）

図 4-7 バニシ加工前後の投射面の光学顕微鏡像

図. 4-8 は、各処理条件における投射粒子径と表面粗さの関係を示したものであり。SP は一段ピーニング、DP は二段ピーニングを表している。尚、DP の場合、投射粒子径は、二段目に投射した粒子径とした。

表面粗さは投射粒子径が大きいほど増加する傾向にあった。DP の場合、二段目の粒子投射により表面粗さは若干ながら低減する。バニシング加工を施すと表面粗さは低減されるが、転がり疲労試験後の表面粗さはバニシング加工の有無に関わらず、低下していた。

投射粒子径と硬さの関係を図. 4-9 に示す。SP の場合、投射粒子径の増加とともに硬さが向上していることがわかる。これは、投射粒子径の変化に伴う質量の増減が影響しており、投射する粒子の質量が大きいほど、粒子衝突によるエネルギーが増し、より大きなひずみを加えることができるからである。結晶粒微細化に伴う硬質化の

メカニズムは、このひずみが繰り返し加えることにより、複雑な組織変化を起こすためと考えられている²⁾。

図 4-8 投射粒子と投射面あらかさの関係

投射粒子径と硬さの関係を図 4-9 に示す。SP の場合、投射粒子径の増加とともに硬さが向上していることがわかる。これは、投射粒子径の変化に伴う質量の増減が影響しており、投射する粒子の質量が大きいほど、粒子衝突によるエネルギーが増しより大きなひずみを加えることができるからである。結晶粒微細化に伴う硬質化のメカニズムは、このひずみが繰り返し加えることにより、複雑な組織変化を起こすためと考えられている²⁾。

図 4-9 投射粒子と投射面硬さの関係

転がり疲労特性

転がり疲労特性は、転がり疲労試験後の軌道面を光学顕微鏡で観察し、(はく離の総面積/軌道面の面積)で評価した。また、はく離が非常に小さい場合は、粒子投射によるディンプルと見分ける事が困難なため、 $100 \cdot \mu\text{m}^2$ 以上のものをはく離と見なすことにした。

各処理条件におけるはく離の面積率と表面粗さの関係を図 4-10 に示す。はく離の面積率は、いずれの処理条件においても NP に比して減少していることが確認された。特に二段ピーニングを施したものでは、その減少は著しい。

はく離の面積率は、表面粗さが大きくなるとともに増加する傾向にあり、一段ピーニングでは、パニング加工でその粗さを平坦化させることではく離の面積率を低減する事ができる。発生したはく離を観察した結果、未処理材のはく離の形状は不規則であり、また、そのサイズは大きいことがわかった。一方、二段ピーニングの SB50+AB5 は、半球状のはく離がほとんどであり、そのサイズは非常に小さかった(図. 4-11)。未処理材や各処理条件でも、発生するはく離の深さは、 $1 \cdot \mu\text{m}$ 程度であり、またはく離の面積率が表面粗さに依存する事から、はく離の起点は表面からと予想する事ができる。

図 4-10 表面あらさとはいく離面積率の関係

図 4-11 はく離部分の光学顕微鏡像（上部）とその3次元鳥瞰図（下部）
3次元鳥瞰図は光学顕微鏡像より取得

微小硬さ測定

はく離の面積率低下が著しい、SB50+AB5 試験片の断面を王水で腐食し、SEMにより組織観察を行った結果を図 4-12 に示す。二段ピーニングを施す事により、微細化層を二層に形成することができ、母材を含め三層の組織構造になっていた。この各層の特性を評価するため、微小硬さ試験機を用い、印加荷重 10mN で圧子を押し込んだ際の荷重-変位曲線を図 4-13 に示す。各層で圧痕の深さが異なる事より、それぞれの層で硬さが異なることがわかる。

微小硬さ試験では、圧痕が小さいため、その対角線長さからビッカース硬さを測定することは困難であるが、微小硬さ試験機からビッカース硬さに近い値を示すマルテンズ硬さを得る事ができる。そのマルテンズ硬さは、一層目：880HM、2層目：540HM、三層目：380HM となっており、一層目では、非常に高い値を示す事がわかった。

図 4-12 2 段ピーニング処理された断面の SEM 像

図 4-13 最表面 (Layer1)、中間層 (Layer2) および下地部分 (Layer3) の微小硬さ試験での荷重—変位曲線

2-1-3-4 まとめ

微粒子ピーニングによって改質処理された SUS304 について、微小硬さ試験および転がり疲労試験を実施し、表面特性を評価した。以下に得られた結果の要約を記す。

- 1) 微粒子ピーニングを施すことにより、SUS304 の硬さは 800HV 程度に達する。組織はマルテンサイト変態しており、非常に微細である。
- 2) 投射面の表面粗さ投射粒子径の増加に依存する。バニシング加工の適用によって、表面粗さは平滑化されるものの、試験後にはさらに平滑化されることが確認された。
- 3) 転がり疲労試験後のはく離の面積率は、表面粗さの影響を受ける。特に二段ピーニングを施したものでは、その低下率は著しいことがわかった。

2-1-3-5 文献

- 1) ショットピーニング技術協会：金属疲労とショットピーニング, (2004), pp. 1-4
- 2) 梅本実：鉄鋼材料の強加工によるナノ結晶化—穴表面をナノ結晶化するドリル加工, 機械と工具, 48, No. 6, (2004), pp. 75-80
- 3) 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, No. 54, (2004), pp. 69-89
- 4) 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
- 5) Y. Kameyama, J. Komotori : Effect of fine particle peening (FPP) conditions on microstructural characteristics of Ti-6Al-4V alloy, Journal of Solid Mechanics and materials Engineering, 2, No. 10, (2008), 1338
- 6) 原田泰典・森謙一郎・牧清二郎・中村雅勇：熱間ショットピーニング加工を用いた金属表面の結晶粒微細化, 日本機械学会論文集, 65, 635, (1997), pp. 319-324
- 7) 大場宏明・松山晋作・山本隆司：オーステンパ球状黒鉛鑄鉄の転がり疲れに及ぼすショットピーニングの効果, トライボロジスト, 48, 10, (2003), pp. 808-813
- 8) 瓜田龍実・中村貞行・岡田義夫・吉田誠：浸炭鋼の転動疲労寿命におよぼすショットピーニングと熱処理の影響, 電気製鋼, 65, 1, (1994), pp. 41-49
石川勝規・宇佐美初彦・安藤正文：微粒子ピーニングにより改質処理されたステンレス鋼のトライボロジー特性, トライボロジー会議 2010 秋 福井予稿集, C23, (2010), 217

2-2 改質面の特性評価（摩擦摩耗を含む）

2-2-1 「微粒子ピーニングによって付与されたテクスチャの摩擦低減効果」研究目的および目標

二十一世紀に入った現在、資源不足や地球温暖化の影響のため、全世界的に省エネルギー、減炭等のエコロジー制度が提唱されている。このため、生活に不可欠な自

自動車や冷蔵庫などの家電用品をいかにして長寿命化、エネルギー損失を減少させるかが重要な課題である。これらの課題を解消させる有効な方法の一つに軸受や案内面等のしゅう動面の摩擦損失低減が挙げられる。摩擦抵抗の安定化や低減のために、これまで摩擦面には高い平滑性が要求されてきたが、近年の加工技術の進歩により原子レベルで平坦な表面の創成が可能となっている。このような平滑面では油剤停留や摩耗粉収納のための空間は期待できず、通常の機械しゅう動面の動作環境では逆に摩擦特性の劣化を招く場合もある。さらに、材料特性や加工原理の観点からも、平滑化には限界が存在することも実状である。

表面形状を制御する方法をテクスチャリングと呼び、摩擦面に制御された形状を付与することによって、油溜りや摩耗粉捕集機能を図ることができ、摩擦抵抗を低減することが可能である。これまでに、テクスチャリングに関しては種々の加工法が適用されており、摩擦低減に関連する文献がいくつも報告されている¹⁻⁶⁾。古くから、テクスチャリングを摩擦面に付与する左右された技能者の経験で行われていたが、自動化が困難であり且つ技能者は年々減少しているため、定量化、標準化の必要性がある。

そのため、新しいテクスチャリング手法の提案が期待されている。様々なテクスチャ加工法の中でもショットピーニングは簡便な手法の一つであり、テクスチャを付与できる加工技術である。ショットピーニングは本来圧縮残留応力によって材料硬化させるための技術であるが、マイクロメートルレベルの微小粒子を摩擦面に投射することで、マイクロディンプルを付与すると同時に材料硬化させ、疲労強度や耐摩耗性を向上させる相乗効果がある⁷⁾。同手法では摩擦面にマイクロスケールのディンプルを安価で付与でき、また大面積処理できることはテクスチャリングとしての応用が期待できる。他にも投射粒子が回収可能であるため、コストや汚染を低減することも可能である。さらに、組成や形状の異なる粒子を配合し投射粒子とすることで、粒子成分を転写でき表面に撥油性や硬質高剛性層といった機能性も付与可能である。

そこで本研究では、微粒子ピーニングによりテクスチャを摩擦面に付与し平行溝を付与した表面を相手材とした場合の摩擦特性の低減に関して実験的に評価するとともに、油剤の濡れ性との摩擦係数の関係を検討し、平行溝とディンプルといった形状の異なるテクスチャの組み合わせ優位性に関して考察した。

2-2-2 実験方法

試験片

2 種類の硬さの異なる超硬合金 (G3 : 8%Co、ZN01 : 10%Co) ディスク

($\phi 50 \times \cdot 30 \times h14$ mm) を使用した。これらの一端面をダイヤモンドスラリーで予め鏡面仕上げした後に、低流量ピーニング装置（伊藤機工(株)製、形式：IAB-U1）を用いて平均粒径 $50 \mu\text{m}$ の球状アルミナを投射し、個々の衝突痕（マイクロディンプル）から構成されるテクスチャを付与した。さらにディンプル周囲の盛り部を除去するために、ダイヤモンドスラリーで追加研磨を施した。テクスチャ付与後のディスク試験片の光学顕微鏡像および表面粗さが 図 5-1 である。マイクロディンプルが離散的に付与されているが、これらの直径と深さは G3、ZN01 共に $15 \mu\text{m}$ 、 $0.4 \mu\text{m}$ 程度であり、表面あらさは $0.03 \mu\text{m Ra}$ であった。また、ディンプルの面積率は約 30% である。

比較のためのクロム軸受鋼（SUJ2）ディスク（ $\phi 56 \times \cdot 30 \times h9$ mm）を用いたが、この場合にはアルミナに替えてガラスビーズ $60 \mu\text{m}$ を用いて同様な表面形状を作製した（ $D = 15 \mu\text{m}$ 、 $Ra = 0.04 \mu\text{m}$ ）。

相手材は片状黒鉛鋳鉄リング（FC250、 $\phi 40 \times \cdot 32 \times h14$ mm）であり、この一端面にはショットピーニングあるいは機械加工によってマイクロディンプルや平行溝を付与した。リング試験片の光学顕微鏡像および表面粗さが 図 5-2 である。なお、試験片の硬さはそれぞれ、700Hv（SUJ2）、1400Hv（G3）、2000Hv（ZN01）、250Hv（FC250）である。同心円状の平行溝を付与したのは、既報⁸⁻⁹⁾のように、マイクロディンプルを付与した試験片と組み合わせた場合に比較的広範囲なしゅう動条件で低い摩擦係数を示すためである。

試験片のテクスチャの組合せはそれぞれ 表 5-1 のようである。実験 1（下略 F-F）は鏡面同士で、実験 2（下略 SP-SP）はショットピーニング同士である。実験 3（下略 SP-TG）は既報⁸⁻⁹⁾を参考にしてショットピーニングと加工条痕の組み合わせでも実験を行った。

図 5-1 ピーニング処理された材料表面の光学顕微鏡像

図 5-2 相手材の光学顕微鏡像

表 5-1 試験片の組み合わせ

	実験 1	実験 2	実験 3
ディスク	鏡面仕上	ディンプル	ディンプル
リング	鏡面仕上	ディンプル	加工条痕
記号	F-F	SP-SP	SP-TG

摩擦試験

摩擦特性の評価には、リングオンディスク型摩擦試験機を使用した。基本的な構造は既報¹⁰⁾ のとおりであり、ディスク試験片をモータにより回転させ、リング試験片に荷重を印加し摩擦させる方式である。実験中の摩擦トルクを歪ゲージにより検出し摩擦力を算出した。

予め潤滑油 ($\eta = 5, 22, 40, 50\text{cSt @}40^\circ\text{C}$) を $50\mu\text{l}$ 程度接触面に滴下した後に試験片を接触させ、所定の回転速度で実験を開始した。実験条件は摩擦速度 ($V = 0.1\text{m/s}$) で、5min. 毎 (摩擦距離換算で 30m 毎) に垂直荷重を $P = 10\text{N} \sim 1200\text{N}$ まで増加させた。軸受定数 ($\eta V / P$) を計算し、ストライベック曲線を表示した。荷重を増加する地点で一旦接触を切り離し、試験片を洗浄し摩耗粉を除去した。なお、摩擦係数が 0.05 を超えた場合、荷重により摩擦試験機が回転出来ない場合、あるいは接触面からの異音が発生した時点で実験を中止した。

2-2-3 研究成果

摩擦実験

図 5-3、5-4、5-5 は材種を分け、それぞれ F-F、SP-SP、SP-TG の摩擦実験結果である。ストライベック曲線を作成するため、四種類の潤滑油を使用し、それぞれ四色で分けた。

図 5-3 には、三つ材種とも軸受定数 $\eta V / P < 10^{-2}$ に摩擦係数が段々下がり、軸受定数 $> 10^{-2}$ から、再び上昇する傾向がある。摩擦係数が低い領域には、材種によって摩擦係数の差が小さいであるが、軸受定数 $> 10^{-2}$ で、明らかに硬い材種の方が、摩擦係数が低減した。図 5-4 の SP-SP に、F-F と同様な傾向を現したが、軸受定数 $> 10^{-2}$ に F-F より摩擦係数が低減した。特に摩擦係数が低い領域では、この現象が顕著である。よって、摩擦表面形状を制御することで、摩擦低減効果がある。

図 5-3 ストライベック曲線 (F-F) 図 5-4 ストライベック曲線 (SP-SP)

図 5-5 ストライベック曲線 (SP-TG)

もう一つ注目的なことは、図 5-5 の SP-TG は $10^0 \sim 10^{-2}$ で摩擦係数の差異が小さいであるが、摩擦係数が F-F と SP-SP に比してより速いスピードで下がり、特に超硬合金材の摩擦係数が 2/1000 程度に下がった。そして、摩擦係数軸受定数による摩擦係数が低い領域の停留範囲が延びた。よって、SP-TG は摩擦低減効果だけでなく、摩擦係数を安定し維持することも可能である

潤滑油の濡れ性評価

工作機械のしゅう動初期は潤滑油がまだ均一に摩擦面に散布していないため、摩擦面に対する損傷が大きい。しゅう動初期の損傷を出来る限り抑えるため、潤滑油の広がりやすさや油膜の形成速度が重要な鍵になる。尚、潤滑油の広がりにも、最適な油膜厚さの形成に大きく影響している。

図 5-6 は FC250 材で鏡面 (F)、ショットピーニング (SP)、加工条痕 (TG) を施した試験片に粘度 10 のスピノックスを使って、時間推移によるの 1s の油膜面積に対する 5s ごとに油膜面積の変化率を表すグラフである。潤滑油の広がりやすさは、

TG → SP → F の順である。SP と F の差が小さいのに対し、TG の方は明らかに潤滑油が拡散しやすいことが分かった。

図 5-6 重勝油剤の濡れ性に及ぼすテクスチャの効果

2-2-4 まとめ

微細粒子投射によって付与されるマイクロディンプルに着目し、これを用いてテクスチャを付与した表面と、摩擦方向に平行な溝を有する相手材を組み合わせ、広範囲な条件で摩擦特性を評価した。また、接触状態を評価するための直流電圧を印加した摩擦実験と油剤の濡れ性実験の結果を考慮し、摩擦特性に及ぼすテクスチャの効果を考察した。下記は得られた結果の要約である。

- 1) マイクロディンプルの付与による摩擦係数の低減も確認された。
- 2) 螺旋状の加工溝あるいはディンプルとディンプルの組み合わせによって (SP-SP, SP-TG)、摩擦係数が減少した。
- 3) 炭化タングステンの場合、硬さだけでなく、その高い濡れ性も摩擦係数低減に寄与する可能性が示唆された。

2-2-5 参考文献

- 1) N. P. Suh et al., Wear 175, 1-2 (1984) 151-158
- 2) M. Wakuda, Wear, 254 (2003) 356-363
- 3) L. Zhou et al., Tribology international, 36 (2003) 269-277
- 4) M. Nakano et al., Tribology letter, 28 (2007) 13-137
- 5) 佐藤誠ら、アルミディスク用テープテクスチャリング加工液の性状と加工性能、砥粒加工学会誌、11 (2005) 626-631
- 6) 是永敦ら、すべり案内面のしゅう動特性に及ぼす表面テクスチャの影響、トライボロジー会議予稿集、C23 (2008) 177-178
- 7) ショットピーニング技術協会、金属疲労とショットピーニング、現代工学社(2004)、1-12

- 8) 曾宇安、機能性とテクスチャリングの相互作用による摩擦低減に関する研究、日本機械学会 2009 年第 17 回機械材料・材料加工技術講演論文集、No. 09-28 (2009) 330
- 9) 曾宇安、コンダクタンス測定によるテクスチャ面のトライボロジー特性評価、日本機械学会 2010 年第 10 回機素潤滑設計部門講演論文集、No. 10-10 (2010) 41
- 10) 星野靖、日本材料学会 2008 年第 2 回学術講演会講演論文集、No. 201 (2008) 35

2-3 実環境を想定した摩擦摩耗特性評価

2-3-1 「摩擦試験装置の開発」目的および目標

プレス成型時の金型表面の摩擦摩耗特性を適正に評価するための摩擦試験装置の開発を試みた。プレス成型時の金型接触面には非常に大きな接触荷重が負荷されるものの、摩擦速度は切削加工や研削加工に比して小さい。また、金型表面は比較的平滑であり、定常状態での摩擦力はそれほど大きくない場合が部位によっては想定される。このような環境を模擬し、微粒子ピーニングで改質された表面の特性を評価するためには、装置剛性が高く敏感な摩擦力検出機構を具備した摩擦試験装置が必要となる。また、汎用性を富むように、卓上型で 100V 電源駆動とした。その他の仕様は以下のとおりである。

2-3-3 研究成果

錘による荷重負荷 (10-1000N を想定)

DC モータによる速度可変 (80-800rpm)

空気軸受支持による高感度摩擦測定

接触形式は面接触とし、上部側を回転する方式である。装置の摩擦試験部の概要が図 6-1 である。荷重負荷方向 (スラスト方向) には大荷重を支持できるように専用のスラスト玉軸受を配置した。

図 6-1 摩擦試験装置試験部概要

また、高感度な摩擦測定を実現すべく、下側（固定側）試験片は空気軸受支持とした。試験片固定部の概要が図 6-2 である。この空気軸受は、半球と受部から構成され、受部表面を多孔質材料として空気を導入し、半球を浮上させる構造である。半球形状とすることでラジアルおよびスラスト荷重支持能力を具備する。

図 6-2 試験片固定側の概要

装置の全体像が図 6-3 である。市販の機械要素や定尺材を各部品に用いることで、卓上型（幅 500mm、高さ 300mm 以下、奥行 300mm、重量 50kg 以下）とした。

- ① DC モーター
- ② 上部回転試験片固定ユニット
- ③ 上部回転試験片 ($\phi 40 \times \phi 28 \times t15$)
- ④ 下部固定試験片 ($\phi 56 \times \phi 26 \times t10$)
- ⑤ 下部試験片固定部 (空気軸受支持)

図 6-3 摩擦試験装置の全体像

第3章 微細球状粒子投射装置を開発しその機能検証

3-1 研究目的及び目標

本研究では、大気中の湿気等を含むことで、二次凝集しやすい微細球状粒子を個々に解砕され、低流量かつ高速で圧縮された空気の力を利用してノズルより排出し、被加工面に排出された微細球状粒子を衝突させる投射装置（装置モデル図を図7-1に表示）、いわゆるショットピーニング装置を実用化し、その実用化された投射装置によって実用金型を表面処理することを目的とする。

図7-1 投射装置の模式図

また、具体的な目標は、研究開発された実用投射装置を用い、投射材には鉄粒子（ファインスチールショット）と石炭灰粒子が混合された混合粒子（図7-2）を投射することで、鉄粒子の周囲に付着している石炭灰粒子を金型表面に埋没させ、従来のショットピーニング効果の特徴である疲労強度の向上に加えて、埋没した石炭灰粒子の持つしゅう動性の機能を金型表面に付与し、実用レベルでの金型耐久試験を実施して、その金型に生じる損傷（具体的には欠けや摩耗など）を低減することで耐久性を向上させる。

図7-2 混合粒子の外観と模式図

3-2 実験方法

3-2-1 実用投射装置の開発

自動車フレーム用金型の大きさは、自動車の使用部位によって異なるものの、窓枠、トランク部のフレームなど大型部品をプレスする金型はL2, 500×1, 500mm程度となる。(図7-3)

図7-3 プレス機 概観写真

プレス金型の一部に焼付き、損傷が生じた場合、従来手法としてサンドペーパーなどの研磨工具で補修作業を行っていた。ショットピーニングも表面処理方法の一つではあるが、図7-4に示す従来の投射装置では表面改質が主たる目的のため、大流量による部品形状への影響や粒子の飛散などがほとんど考慮されていない。そこで、本研究開発によって実用低流量微細球状粒子投射装置を開発し、その投射装置

を用いて金型の補修を検討する。具体的な開発項目としては、投射粒子の周囲への飛散を防ぐことである。

図 7-4 従来投射装置での粒子飛散

図 7-5 開発投射装置の模式図

図 7-5 に微細球状粒子を投射し材料に衝突した後に投射粒子が飛散を防止あるいは抑制が可能となる投射ノズルの模式図をしめす。ノズルの先端部にはスポンジなどフレキシブルに変形が可能となる材料でシールすることにより、材料形状に左右されことなく投射粒子の飛散を抑制し、同時に集塵機能を付与することで投射粒子の堆積も防止することが可能となる。

本研究開発によって開発された実用低流量微細粒子投射装置によって金型表面を表面処理する様子を図 7-6 に示す。

図 7-6 開発投射装置による金型表面の処理

3-2-2 実用金型への表面処理

(1) 表面処理方法

本実験に用いる実用金型の全体および表面処理対象となるT字金型を図7-7に示す。

図7-7 金型概観図 ((a)全体、(b)処理対象T字金型))

本実用金型によって材料を打ち抜く場合、損傷が生じやすい部位を特定するため、岩手大学の金型研究センターを訪問し知見を得たところ、図7-8に示す部位に比較的損傷が発生しやすいとのことから、この部位に表面処理を実施した。

図 7 - 8 実用金型への表面処理部分

その実用金型への粒子投射による表面処理条件を表 7 - 1 に示す。

表 7 - 1 粒子投射条件

項目	条件
投射粒子	鉄粒子 (50 μm) と石炭灰 (5 μm未満) を 5 : 1 で混合した混合粒子
内側ノズル圧力 (粒子搬送圧力)	0.3 MPa
外側ノズル圧力 (粒子加速圧力)	0.5 MPa
投射距離 (ノズル-被加工面の距離)	20 mm
投射角度 (被加工面に対するノズルの角度)	90°
投射時間	930 秒 (上面 : 480 秒、側面 450 秒)

(2) 実用試験後の評価方法

実用試験前後において、金型に生じる欠けや摩耗などの損傷を評価するため、図 7 - 9 に示す部分の表面粗さの測定、外観観察を行う。また、摩耗が生じると想定さ

れる金型側面の微小な変化は表面粗さの測定によって得られる断面曲線から検討する。表面粗さの測定には図7-10に示す表面粗さ測定機を用い、外観観察には図7-11に示す走査型電子顕微鏡（SEM：Scanning Electron Microscope）を用いる。

図7-9 各種測定条件

図7-10 表面粗さ測定機

図 7 - 1 1 走査型電子顕微鏡

3 - 3 研究成果

3 - 3 - 1 混合粒子投射結果

開発した実用粒子投射装置を用いて、鉄粒子と石炭灰粒子が混合された混合粒子を投射したところ、金型表面には石炭灰粒子の埋没が様々な観察場所で見られた。(図 7 - 1 2 (a)、(b))

このことから、従来投射が困難でかつ埋没させるための運動エネルギーが得られにくい極微細粒子を金型表面に埋没させることが可能となった。

図 7 - 1 2 表面処理後の金型表面

3 - 3 - 2 実用試験の結果

実用試験に際しては、表 7 - 2 に示す条件にて材料を打ち抜いた。

表 7-2 実用試験条件

項目	条件
試験期間	9月3日～14日 } 9月3日～9月7日を期間① } 9月3日～7日+9月10日～14日を期間②
材料	SS400 (板厚1.2mm)
打ち抜き荷重	20 ton
打ち抜きショット数	4000ショット/日
打ち抜き個数	2個/ショット

この条件で実用試験を行うことで、試験期間中の合計で40000ショットの繰り返しの試験を実施することが可能となる。

以上の条件で実用試験を行った金型をそれぞれの評価項目に対して時系列で調査した。

(1) 外観観察

図7-13に金型A(処理なし)と図7-14に金型B(ショットピーニング処理)の実用試験前の外観観察した結果を示す。

これを見ると、処理前の金型(金型A)には目視程度のマクロ観察ではほとんど確認することができないような損傷が生じている。いくつか生じていた。

一方、ショットピーニング処理された金型(金型B)にも処理前には同様のミクロレベルでの損傷は確認されたが、ショットピーニング処理することで損傷の修復を行うことはできないが、ショットピーニングの塑性変形効果によって損傷を特定することが困難なほどに改善されている。

さらに、実用試験期間ごとに金型を取り外し、その金型の外観を観察した様子を図7-15から図7-18に示す。

これを見ると、処理がされていない金型Aには実用試験によって生じた摩耗粉の凝着が多く観察された。この凝着物は試験期間がさらに長期に及ぶことで凝着摩耗の原因となりうる可能性が示唆される。一方で、ショットピーニングされた金型Bには試験期間①では若干の凝着物が確認されたが、その程度は金型Aに比べて非常に少なく、実用試験前に金型表面に埋め込まれた石炭灰粒子を多数確認することができる。さらに試験期間②となってもほとんど凝着物が確認されないことから、ショットピーニングによって埋め込まれた石炭灰粒子の持つしゅう動性の効果によるものと推定される。

図 7 - 1 3 金型 A (処理なし) の外観

図7-14 金型B (ショットピーニング処理) の外観

図 7 - 1 5 金型 A の外観 (期間①)

図 7 - 1 6 金型Aの外観 (期間②)

図7-17 金型Bの外観（期間①）

図 7 - 1 8 金型Bの外観 (期間②)

表面粗さ

図7-19には金型Aと金型Bの処理前の表面粗さを示す。

金型Aおよび金型Bのいずれも金型製作時の機械加工の影響があるため、測定箇所によって表面粗さに違いは生じるものの、同じ測定箇所であれば大きな違いがないことが確認された。

図7-19 処理前金型の表面粗さ

その金型Bにショットピーニング処理した時の表面粗さCB-①～③を図7-20に示すが、ショットピーニングされた表面はショットピーニング効果の一つである塑性変形によって表面粗さが大きく改善されている。

図 7-20 ショットピーニング後の金型Bの表面粗さ

また、それぞれの測定部位の時系列での表面粗さは図 7-21～図 7-26 に示すとおりであるが、試験を実施することでそれぞれの部位の表面粗さは増大する傾向にある。

大きな差は認められないものの、多少ではあるが処理が施されていない金型Aの方が金型Bと比較して表面粗さの増加が大きくなった。

図 7-21 金型A、測定部位①の時系列表面粗さ

試験前

期間①

期間②

図 7 - 2 2 金型 A、測定部位②の時系列表面粗さ

図 7 - 2 3 金型 A、測定部位③の時系列表面粗さ

図 7 - 2 4 金型 B、測定部位①の時系列表面粗さ

図 7 - 2 5 金型 B、測定部位②の時系列表面粗さ

図 7 - 2 6 金型 B、測定部位③の時系列表面粗さ

第4章 多機能な微細球状粒子を量産する技術の確立

4-1 研究目的及び目標

微細球状粒子を用いた新しい表面改質技術は、1) 表面改質条件と それに使用する 2) 低流量ピーニング装置 および3) 微細球状粒子の三位一体での開発が進まなければ、コストと品質重視の自動車産業他には採用されない。

「現状の粒子製造における問題点」

現在市販される微細球状粒子は、ほとんどが窒素ガスなどによるガスアトマイズ方で生産される。このガスアトマイズ方で生産される粒子の分布は“下図1”の如く非常に幅広く、たとえば53 μ m粒子のみの需要が非常に高いと、高コストとなり、自動車産業他での本技術の採用には大きな支障が生じる。

そこで本研究者らは、直流プラズマ装置を用い、産業廃棄物鉄粉から金型の表面改質用に有用な微細球状粒子を量産する共同研究を1年間にわたり実施してきた。この研究結果からは量産化に寄与する様な知見は得られなかった。し

かし、装置メーカーとの技術検討を繰り返し、次のような目標を達成可能なものとして掲げた。

ステップ1；多機能な微細球状粒子を量産する技術の確立

担当；アイケイケイ・ショット株式会社および伊藤機工株式会社

産業廃棄鉄粉を球状化し、金型の表面改質にニーズの高い $5.3\mu\text{m}$ 以下の微細球状粒子を量産する技術を確立する。具体的には、産業廃棄鉄粉等から必要なサイズのみを分級し、これまでの研究開発成果をもとに、本実施計画で新たに導入するプラズマ球状化処理装置での量産化技術を確立する。

【目標値】従来比 $1/10=300\text{円/Kg}$

ステップ2；多機能な微細球状粒子を量産する技術の確立

担当；アイケイケイ・ショット株式会社および伊藤機工株式会社

産業廃棄物として処分されている研磨スラッジ等をリサイクルする技術を確立する。具体的には、上記高エネルギー効率のプラズマ球状化装置にて連続的に製造する条件を確立する。

【目標値】ニーズの高い $5.3\mu\text{m}$ 以下のJIS規格篩の単一サイズが90%以上と高収率な製造方法と 25Kg/Hr の生産性を確保する。

4-2 実験方法

- 1) 装置メーカーと検討を重ねた結果、量産試作型の直流プラズマ球状化装置とそれに使用するトーチを試作した。
- 2) 球状化性能を向上するために今回計画した内容；
 - －1 トーチの電気容量を大きくした。
 - －2 プラズマ発生形式を変更した。
 - －3 材料供給方式を各種調整した。
- 3) 生産コストを維持するために固定する条件
 - －1 コストに占める割合の高いArガスの使用量は $6\text{m}^3/\text{Hr}$ とする
 - －2 原料鉄粉は当初の最低目標であり、かつニーズの高い $<5.3\mu\text{m}$ 粒子に固定。

粒度 μm	6.3	5.3	4.5	3.8	PAN
%	0.1	0.4	2.6	9.9	87.0

排出工程からの原料は $<5.3\mu\text{m}$ と言うより $<3.8\mu\text{m}$ と言う粒度であった。

球状化前の硬さ調査結果； 936.1Hv

C%；0.74% S；0.018%

4-3 研究成果

- 1) 上記原料鉄粉をプラズマ球状化装置で球状化した微細球状粒子の品質調査結果は下記の如くになった。

球状化後の粒度分布

粒度 μm	63	53	45	38	25	PAN
%	0.4	0.8	5.5	19.3	28.4	45.6

- 2) 球状化後の硬さ調査結果

球状化後の硬さ調査結果 ; 838.4 HV 50 g 測定時

C% ; 0.63% S ; 0.018

第5章 全体総括

5-1 成果の総括

研究開発計画の①～⑦の内④～⑥の実証試験と球状粒子の量産試験は、東日本大震災の影響で、大幅な遅延を招いた。その後の休日出勤、夏休み返上で研究を実施したが、自動車関連の休日振替と球状化装置の加工業者の日程が合わず、実証試験はさらなる遅延を余儀なくされた。

しかしながら、①～③の微細球状粒子を使用したショットピーニングによる表面改質技術の開発。② 改質面の特性評価（摩擦摩耗を含む）および③ 実環境を想定した摩擦摩耗特性評価に関しては、数年来の継続的な研究ができ、これまで以上に簡便な方法で大幅な性能改善を期待できることが判明し、大きな成果が得られた。

5-2 工業所有権の取得状況及び対外発表等の状況

特許取得状況 ; 本研究期間中に申請したものは無い。

対外発表状況 ;

機械学会 ; 2010年4月19～20日、2010年11月28～29日

トライボロジー学会 ; 2010年5月17～19日、2011年5月23～25日

ショットピーニング技術協会 ; 2010年5月20日、2011年5月19日

砥粒加工学会 ; 平成23年9月7日

機械要素展東京ビックサイト ; 平成23年6月21～23日

5-3 今後の事業化に向けた取組み

- 1) 各種展示会、学会および学会誌での技術紹介を繰り返し、新しい表面改質技術“COP”の知名度を向上すると共に多くの実証試験にて、その価値を周知させる。これまでの技術PR活動結果でも大きな反響があり、共同研究開発契約、実証試験を希望する企業も多い。
- 2) オープンイノベーションを確実に実行するため、名城大学、伊藤機工株式会

社とアイケイケイ・ショット株式会社の三社で研究開発組合を結成するべく現在具体的な内容を調整中で2012年初には、当初計画として3年～5年計画での組合発足ができると考える。

- 3) より広範に技術を広めるために、公的研究機関（たとえば岩手大学金型研究センター）との共同研究を推進し、その結果を公表しつつ開発技術の展開を急ぐ。
- 4) 実証試験のための粒子試作が可能なように、人員配置、装置の配置を平成23年度中に完了する。名城大学博士課程の学生を、伊藤機工株式会社が1名雇用することを内定した。アイケイケイ・ショット株式会社においても、より開発速度を上げるために大学卒業者を1名急遽雇用した。
- 5) 事業化に向けては、本金型産業界にとどまらず幅広い産業界での技術展開も計画し、愛知県の推進する“知の拠点”（2011～2015年計画）での難切削材用工具へ技術の展開を図るべく、本プロジェクトへのメンバー加入が承認され現在活動中。
- 6) 今後の課題としては、
 - 1－基礎研究は進んでおり、今後は実証試験を繰り返し、実績を積みあげることがさらなる展開に繋がる。
 - 2－金型の分野ではオンザマシンで処理できることが重要である。
 - 3－粒子製造に関しては、よりコストダウンと生産性向上。