

1200HV級ショットピーニング用ガスアトマイズ粉末の開発

Development of 1200HV-class gas atomized powder for shot peening

澤田俊之*1, 柳谷彰彦*2

Toshiyuki Sawada, Akihiko Yanagitani

Synopsis: Shot peening is a surface treatment effective to obtain compressive residual stress on shot peened surface and to improve fatigue strength, and it is applied to automobile parts such as springs and gears. Based on recent trend for further reduction of automobile parts weight, high hardness of automobile parts will be required more and more through various treatments such as carburizing.

In this study to develop gas atomized powder for shot peening with high hardness, high density, high ductility and relatively low cost, Fe-8Cr-6.5B alloy was made by gas atomizing and its various properties were examined.

The resultant micro-Vickers hardness was 1260HV, density was 7.4Mg/m³, and no crack initiated near indentation by 1000g load. No rust was observed in the condition of 70°C-95%RH-96h.

Key words: shot peening, steel shot, hard shot, boride, hardness, high hardness, ductility, alumina, zirconia, fatigue strength

1. 緒言

ショットピーニングは被処理材の表面に圧縮残留応力を付与し、疲労強度を改善できる有効な表面処理方法であり、ばね¹⁾⁻³⁾ やギヤ⁴⁾ 等の自動車用部材⁵⁾ にも適用されている。自動車用部材においては小型化、軽量化に対応するため、鋼材の成分調整だけでなく、浸炭焼入れ材のような高硬度な表面を有する被処理材にも高い圧縮残留応力を付与し、疲労強度を向上するショットピーニング⁶⁾ 処理が重要な技術となっている。また、高硬度な各種工具鋼にもショットピーニング処理が適用検討されている⁷⁾⁻⁹⁾。このような表面硬度の高い被処理材にショットピーニング処理する場合、投射材にも高硬度が要求される^{10),11)}。すなわち、低硬度な投射材を用い、表面硬度の高い被処理材にショットピーニング処理した場合、投射材が被処理材と衝突した際に変形し、衝撃を吸収してしまうために、被処理材に高い圧縮残留応力が付与できないためと考えられる。また、一方で投射材には高密度、高延性^{12),13)} といった特性とのバランスが求められている。密度はエアにより投射された投射材の運動エネルギーに影響し、高密度の投射材を用いることで大きな圧縮残留応力を付与することができる。延性は、投射材の寿命に影響する特性であり脆性な粉末を投射材として使用した場合、ショットピーニング処理の際に被処理材との衝突により、粉碎されることで投射材の重量減

が大きくなってしまい、ショットピーニング処理のランニングコストを押し上げる要因となる。

一般の汎用合金粉末では900HV程度の硬度が限界であり、更に高硬度なものとしてはアルミナなどのセラミックスがあるが、金属系の投射材と比較すると密度、延性が低い。

そこで本研究では、高硬度、高密度、高延性を有する低コストな投射材の開発を目的として、量産性の高いガスアトマイズ法で作製可能なショットピーニング用高硬度合金を開発¹⁴⁾ し、その基礎特性を評価したので報告する。ガスアトマイズ法により製造される粉末は概ね球形状を有する特徴があり、ショットピーニング処理の際に被処理材の表面に粉末が残留することや、被処理材の表面粗度を過度に大きくすることを抑制する効果も期待できる。

2. 合金設計

2.1 ガスアトマイズ法で作製可能な高硬度セラミックス

鉄鋼分野では高硬度な物質として、TiC、WC、VCなどの炭化物が広く知られているが、これら高硬度炭化物の多くは2273Kを超える高融点を有している。したがって、原材料を耐火物中で溶解するガスアトマイズ法で、このような高硬度、高融点炭化物の粉末を製造することは困難である。そこで、融点がガスアトマイズ法で製造可能な程度

*1 粉末事業部開発営業部開発グループ

*2 粉末事業部開発営業部長、工博

に低い、高硬度セラミックスとして、Fe系、Co系、Ni系硼化物に着目し、合金を設計することとした。

2.2 延性の向上

しかしながら、単にFe系、Co系、Ni系硼化物粉末をガスアトマイズ法で作製した場合、高硬度ではあるが、やはり延性の低い粉末となってしまうものと推測される。そこで、延性を向上させる方法として、Fe、Co、Ni金属相と硼化物の2相領域における過共晶組成の合金を設計することとした。本研究では、過共晶組成領域をベースとした合金をガスアトマイズ法によって急冷凝固することにより、初晶となる高硬度な硼化物微細粒子を最終凝固組成となる高延性な金属相-硼化物共晶組織が結合したミクロ組織になることで、高硬度と高延性を両立できる可能性を検討した。

代表として、Fe-Bの2元系状態図のFe側をFig.1¹⁵⁾に示す。

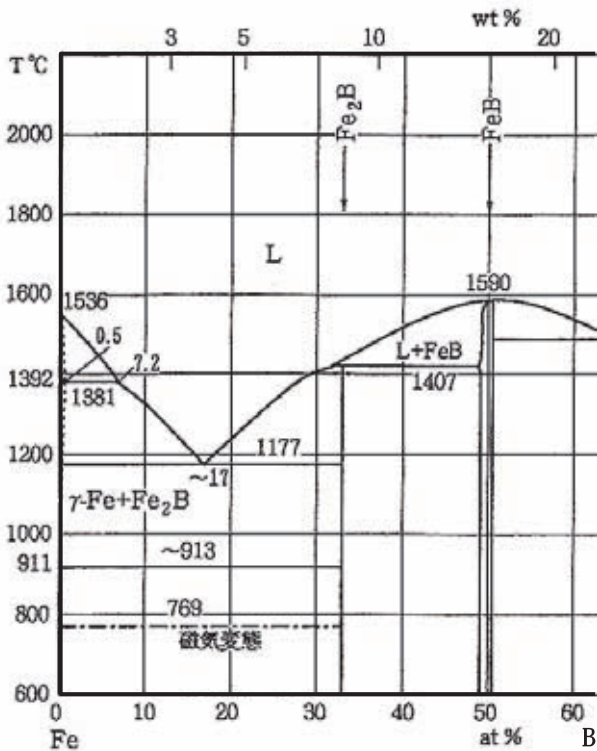


Fig.1 Fe-B Binary phase diagram (Fe-rich side)¹⁵⁾

2.3 アーク溶解インゴットによる予備実験

Fe、Co、Ni-Bの各2元系状態図の金属相側は、いずれも4mass%B前後で金属相と硼化物の共晶組成となり、各系において金属相と平衡する硼化物はそれぞれFe₂B、Co₃B、Ni₃Bである。これら硼化物の融点と微小硬度 (H_{μ}) をTable1に示す¹⁶⁾。ガスアトマイズ法による粉末作製に先立ち、Ni-Ni₃B系およびFe-Fe₂B系 (Cr添加) の過共晶組成において、アーク溶解インゴットを試作し、諸特性を評価した。Co-Co₃B系については、原料が高価であることから今回の検討からは除外している。

Table 1. Melting point and H_{μ} of various boride¹⁶⁾

	melting point (K)	H_{μ} (kg/mm ²)
Fe ₂ B	1683	1340±50
Co ₃ B	1383	1150
Ni ₃ B	1448	1190

2.3.1 Ni-Ni₃B系過共晶合金の諸特性

水冷銅鑄型内でNi-4.6Bに秤量した原料100gを減圧Ar雰囲気下でアークにより溶解し、そのまま水冷鑄型内で凝固させた。B量については、Bが全てNi₃Bとなると仮定した場合に、Ni相とNi₃Bの体積率が20:80となるように設定した。この試料を用い、マイクロピッカース硬度 (荷重300g)、抗折力 (試験片寸法: 1.8×1.8×20、支点間距離10mm) を評価した。その結果、マイクロピッカース硬度は平均840HV (n=10) であり、期待したほどの高硬度は得られなかった。また、抗折力も260MPaと低く、試料調整時のエメリー切断によりインゴットが欠けるなど、延性も低い結果となった。

2.3.2 Fe-Fe₂B系過共晶合金 (Cr添加) の諸特性

次に、Fe-16.2Cr-7.1B組成について、Ni-4.6B合金と同様の方法にて、マイクロピッカース硬度および抗折力を評価した。B量についてはCrの影響を考慮せず、Fe-B系2元合金において、Fe相とFe₂Bの体積率が20:80となるように設定した。その結果、マイクロピッカース硬度は平均1120HV、抗折力は560MPaであった。

2.3.3 Ni-Ni₃B系過共晶合金とFe-Fe₂B系過共晶合金 (Cr添加) の比較

上述のように、Ni-4.6B合金とFe-16.2Cr-7.1B合金を比較すると、マイクロピッカース硬度、抗折力ともにFe-16.2Cr-7.1B合金のほうが高く、試料調整の際に欠けることもなく、優れた延性を有していた。Fig.2に両合金のミクロ組織を示す。両合金共に初晶である粗大な硼化物と微細な共晶組織からなっていることが確認できる。Ni-4.6B合金における初晶は丸みを帯びているが、Fe-16.2Cr-7.1B合金の初晶は角張った形状をしている。また、共晶組織については、Ni-4.6B合金はNi₃Bが連続相、Niが不連続相となっている。一方、Fe-16.2Cr-7.1B合金の共晶組織は、Feが連続相になり、Fe₂Bが不連続相となっている部位が多いことが確認できた。したがって、Ni-4.6B合金の共晶組織は、延性が低いと考えられるNi₃Bが連続相となり、Fe-16.2Cr-7.1B合金の共晶組織は、延性の高いFeが連続相となっていることが、両合金の延性に大きく影響したのではないかと推測される。

2.4 Cr添加量

以上の予備実験より、高硬度と高延性の両立が期待でき

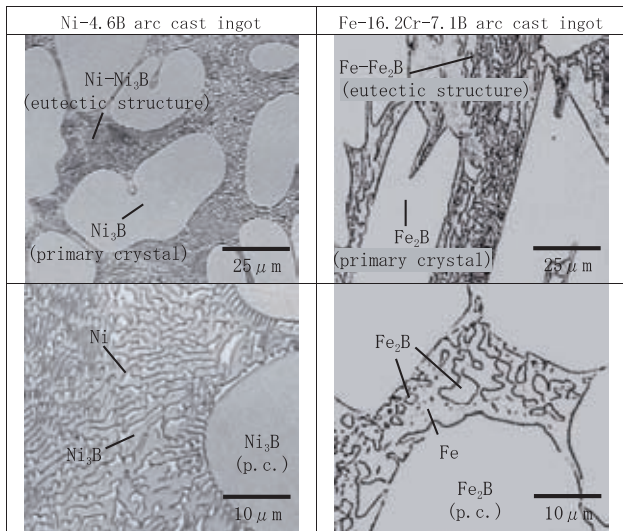


Fig.2 Microstructures of Ni-4.6B and Fe-16.2Cr-7.1B arc cast ingot.

る合金系として、Fe-Fe₂B系過共晶合金を選択し、ガスアトマイズ法により粉末を試作することとした。

また、一般的にショットピーニングで使用される投射材は大気中で取り扱われるため、耐食性改善を目的としてCrを添加することとした。予備実験でもCrを添加していたが、過度なCr添加は融点を上昇させ、ガスアトマイズを困難にしてしまうことが懸念されたため、添加量は8mass%Crとした。

3. 実験方法

2項に示した合金設計に従い、狙い組成をFe-8Cr-6.5Bとしガスアトマイズ法にて粉末試作を試みた。B量はFe₂Bの体積率75%狙いとした。本合金は、アルミナ製耐火物坩堝（溶解量1kg）を用い、減圧Ar雰囲気中で溶解可能であり、窒素ガスでアトマイズすることによりノズル閉塞を起こすこともなく粉末を製造することが可能であった。試作した粉末の成分分析値をTable2に示す。Cr量、B量ともほぼ狙い通りであった。この粉末を-125/+45μmに分級し、粉末の基礎特性として、外観（SEM像）、X線回折、マイクロ組織、Compo像について評価し、ショットピーニング特性に影響する特性として、マイクロピッカース硬度、密度（ガス置換法）、耐クラック性、耐食性について評価した。耐クラック性については、粉末埋め込み研磨試料にマイクロピッカース硬度計にて、200g~1000gまで荷重を変化させて圧痕を打ち、クラック発生の有無を観察した。耐食性については、得られた粉末をガラス板上に両面テープで貼り付け、70℃-95%RHの湿潤環境中に96h保持し発錆の有無を観察した。耐食性試験の模式図をFig.3に示す。

Table 2. Chemical composition of Fe-8Cr-6.5B gas atomized powder (mass%, O,N:ppm)

Fe	Cr	B	C	S	O	N
bal.	8.11	6.44	0.102	0.001	80	48

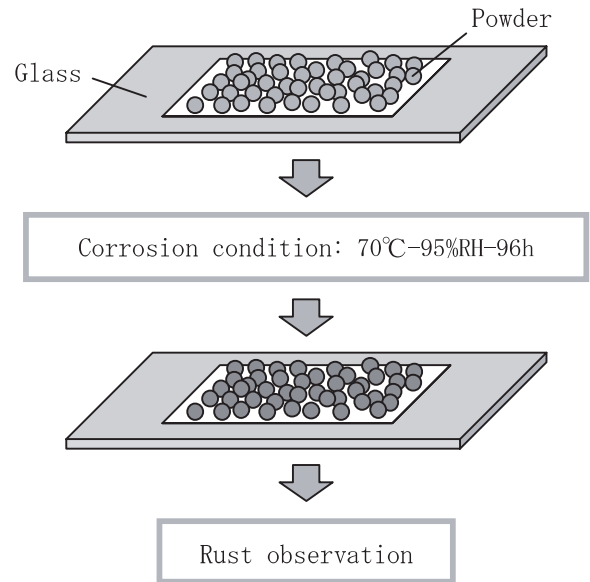


Fig.3 Schematic diagram of corrosion resistance test.

4. 実験結果

4.1 基礎特性（外観、X線回折、マイクロ組織）

Fe-8Cr-6.5Bガスアトマイズ粉末の外観はFig.4に示す通り、概ね球形状を有していることがわかる。X線回折パターン（Fig.5）からはαFeおよびFe₂Bのピークが同定され、これはFe-Bの2元系状態図から予想される構成相であり、Cr添加による第3相の生成は見られない。Fig.6にマイクロ組織を示す。白色部は初晶となるFe₂B相、黒色部は最終凝固組織となるαFe-Fe₂B共晶組織であり、数μmレ

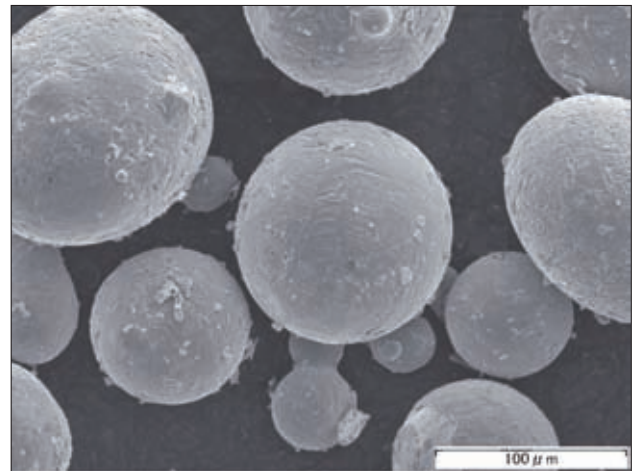


Fig.4 SEM image of Fe-8Cr-6.5B gas atomized powder.

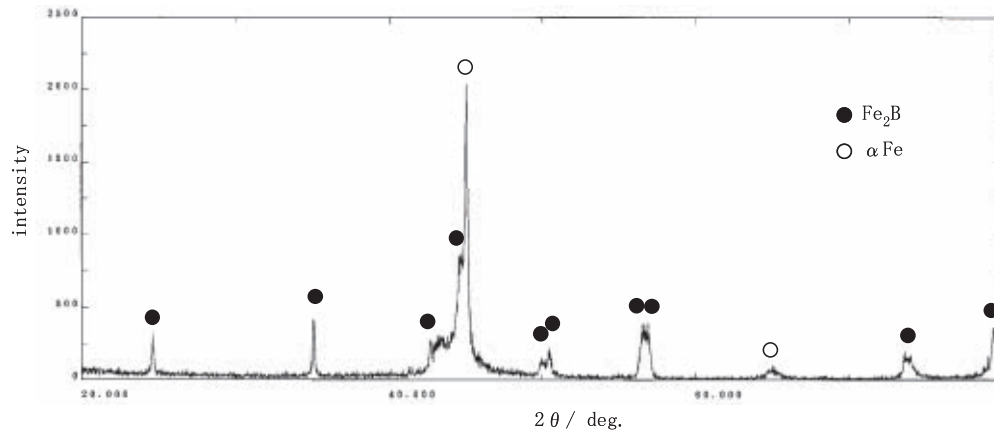


Fig.5 XRD pattern of Fe-8Cr-6.5B gas atomized powder.

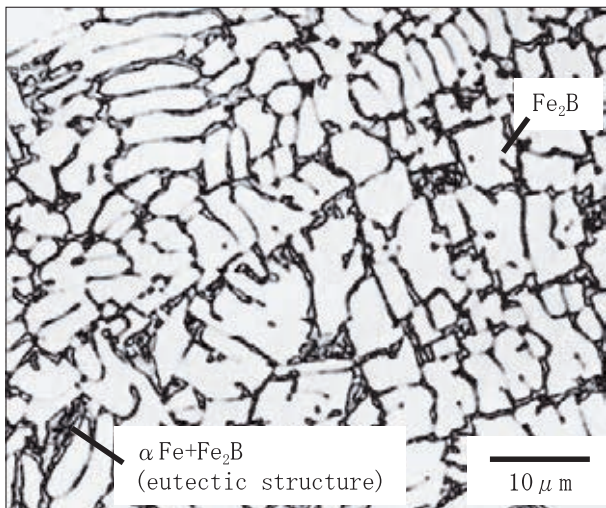


Fig.6 Microstructure of Fe-8Cr-6.5B gas atomized powder.

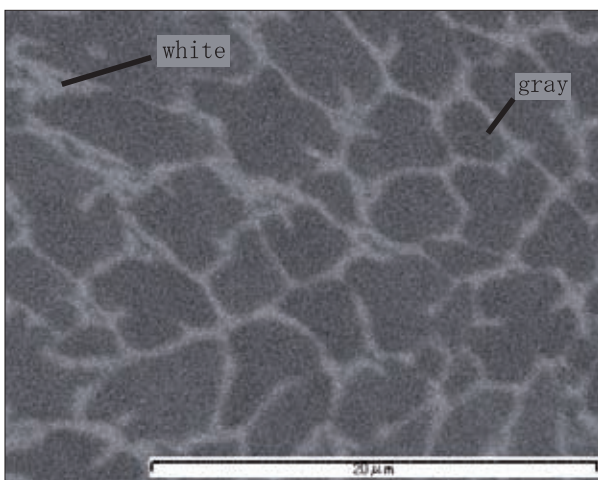


Fig.7 Compo image of Fe-8Cr-6.5B gas atomized powder.

ベルの Fe_2B （高硬度相）を幅 $1\ \mu\text{m}$ 程度の $\alpha\text{Fe}-\text{Fe}_2\text{B}$ 共晶組織（高延性相）が結合した内質を持っていることが確認できた。また、Compo像とEDX分析値をFig.7、Table3に示す。Compo像において灰色部の Fe_2B 相は、EDX分析より $\text{Cr}/\text{Fe}=0.15$ であり、粉末トータル組成の $\text{Cr}/\text{Fe}=0.09$ より高く、添加したCrは Fe_2B 相に濃縮されていることがわかった。一方、共晶組織の αFe においては $\text{Cr}/\text{Fe}=0.03$ であった。

Table 3. EDX analysis of each phase (mass%)

	Fe	Cr	Cr/Fe
gray	87.0	13.0	0.15
white	96.9	3.1	0.03

4.2 ショットピーニング特性に影響する諸特性（マイクロビッカース硬度、密度、耐クラック性）

Fig.8にFe-8Cr-6.5Bガスアトマイズ粉末および比較として市販の鋳鋼ショット、当社粉末ハイス（SPM30（SKH40相当）、SPM60）のマイクロビッカース硬度を示す。本実験に用いた鋳鋼ショットの成分分析値および当社粉末ハイスの代表的な成分をTable4に示す。汎用のスチールショットである鋳鋼ショットの硬度は670HV、高硬度ショットである粉末ハイスの硬度が750HV、850HVであるのに対し、Fe-8Cr-6.5Bガスアトマイズ粉末の硬度は1260HVと極めて高い。密度は $7.4\text{Mg}/\text{m}^3$ （Fig.9）であり、ガラスビーズ（約 $2.5\text{Mg}/\text{m}^3$ ）、アルミナ（ $3\sim 4\text{Mg}/\text{m}^3$ ）、ジルコニア（約 $6.0\text{Mg}/\text{m}^3$ ）などの低密度なセラミックスと比較し高い密度を有し、鋳鋼ショットとほぼ同等であることがわかった。耐クラック性についてはFig.10に樹脂埋め研磨したFe-8Cr-6.5Bガスアトマイズ粉末に、マイクロビッカース計にて荷重1000gfで打った圧

痕の光学顕微鏡写真を示すように、クラックなどを発生していないことがわかる。比較として、同様の方法で白色アルミナ粉末に荷重200~1000gfで打った圧痕、ジルコニアビーズに荷重200gfで打った圧痕の光学顕微鏡を示す。白色アルミナおよびジルコニアビーズには、荷重200gfの圧痕においてもクラックの発生が認められた。

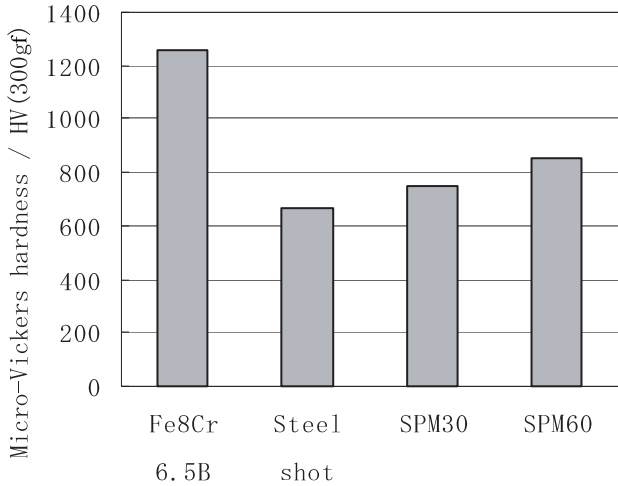


Fig.8 Micro-Vickers hardness of various powders.

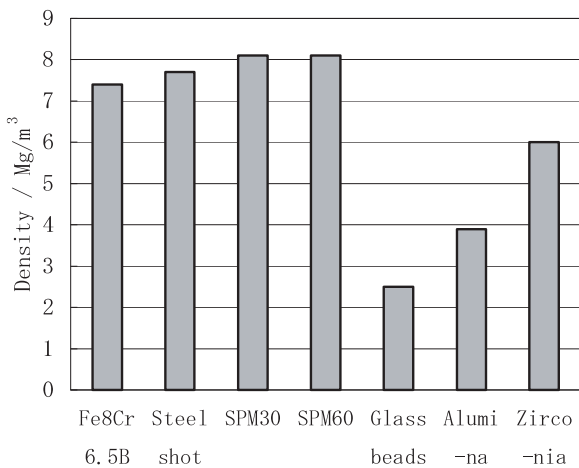


Fig.9 Density of various powders.

Table 4. Chemical composition of steel shot and typical composition of SPM30 and SPM60 (mass%)

	Fe	C	Cr	Si	Mn
Steel shot	bal.	0.974	0.45	0.78	0.97
SPM30	Fe(bal.)-1.3C-4Cr-5Mo-3V-6W-8Co				
SPM60	Fe(bal.)-2.3C-4Cr-7Mo-6.5V-6.5W-10Co				

4.3 耐食性

Fig.11に耐食試験後のガラス板上に貼り付けた粉末の外観写真を示す。比較として、Crを添加していないFe-6.5Bガスアトマイズ粉末において同様の耐食試験を行なった後の外観写真を併せて示す。Fe-6.5Bガスアトマイズ粉末は全体的に褐色に変色し、全面に発錆が見られた。これに対し、Fe-8Cr-6.5Bガスアトマイズ粉末は耐食試験前と同様の金属光沢を有していた。このことから、8Cr添加による耐食性改善の効果が確認できた。

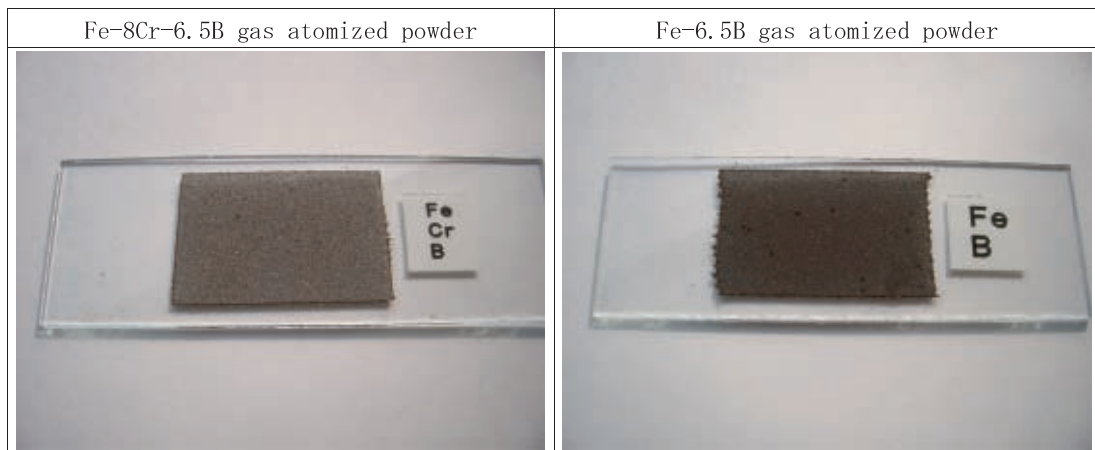


Fig.11 Rust observation of corrosion resistance tested powder.

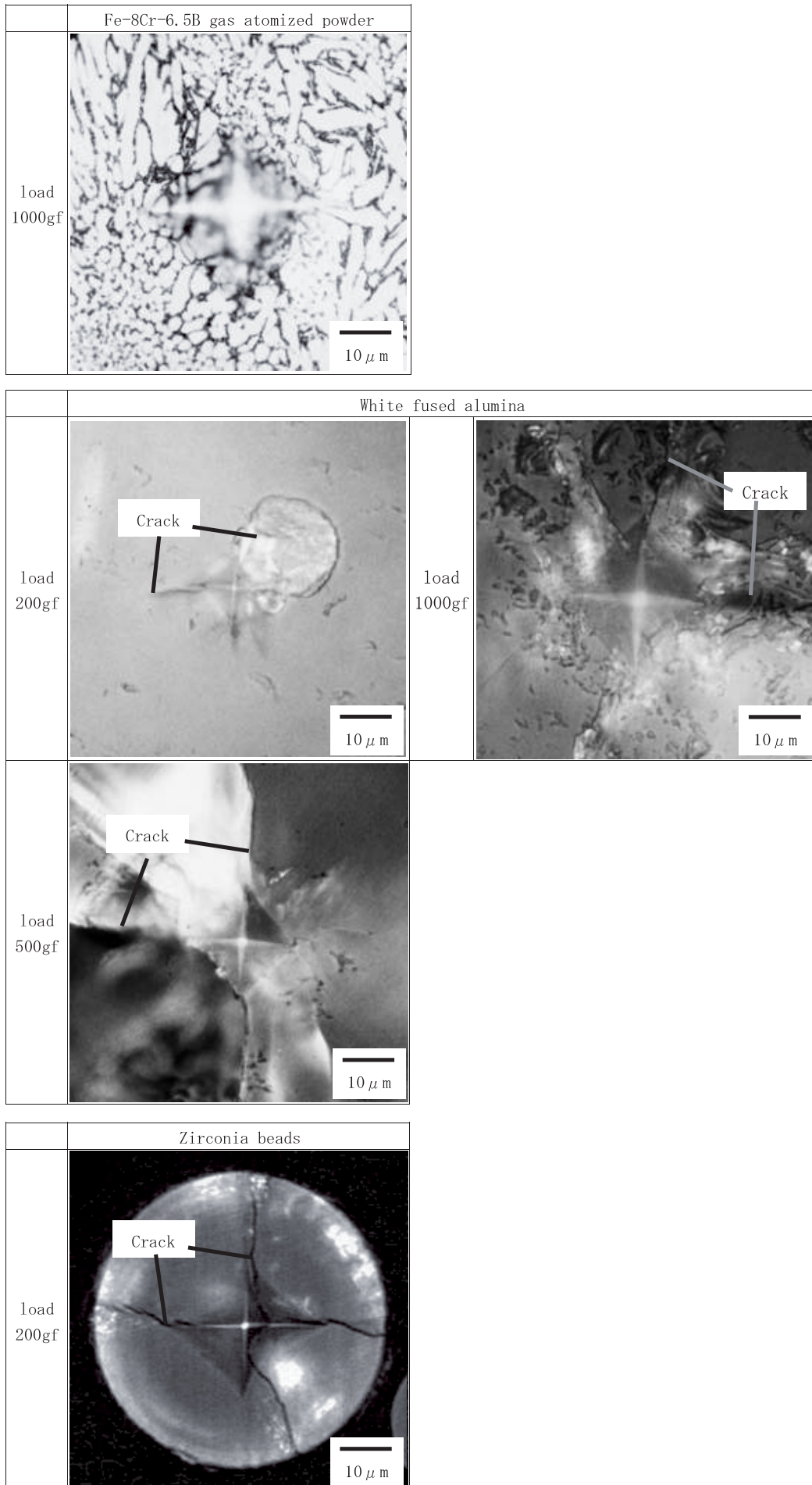


Fig.10 Optical microscope images of indentation.

5. 結言

表面硬度の高い被処理材に対しショットピーニング効果が高い投射材の開発を目的として、高硬度、高密度、高延性を有する低コストなガスアトマイズ粉末を検討した結果、以下のことがわかった。

- 1) 比較的融点の低い高硬度セラミックスとして Fe_2B に着目し、 $Fe-Fe_2B$ 系における過共晶組成域をベースに、 Cr を添加した $Fe-8Cr-6.5B$ 合金はガスアトマイズ法にて製造可能であり、概ね球形状を有する粉末であった。
- 2) $Fe-8Cr-6.5B$ ガスアトマイズ粉末は数 μm レベルの Fe_2B （高硬度相）を $\alpha Fe-Fe_2B$ 共晶組織（高延性相）が結合したマイクロ組織を有していた。
- 3) $Fe-8Cr-6.5B$ ガスアトマイズ粉末は1260HVの高硬度と $7.4Mg/m^3$ の高密度を有し、荷重1000gfの圧痕に対してもクラックを発生しなかった。また、 $70^\circ C-95\%RH$ の湿潤環境（96h）において発錆しないことがわかった。

本研究において開発した $Fe-8Cr-6.5B$ ガスアトマイズ粉末および市販の投射材の硬度、密度をプロットした図をFig.12に示す。 $Fe-8Cr-6.5B$ ガスアトマイズ粉末は、ジルコニアビーズと同等の高硬度と、鋳鋼ショットを初めとするスチールショットと同等の高密度を有し、表面硬度の高い被処理材に対して高いショットピーニング効果が期待できる。また、白色アルミナ、ジルコニアビーズと比較し、高い延性を有していることから、これらのセラミックス系材料より、投射材として長寿命であると考えられる。さらに、高価な原料を使用していないこと、ガスアトマイズ法により大量に製造できることから、低コスト、高量産性を有している。

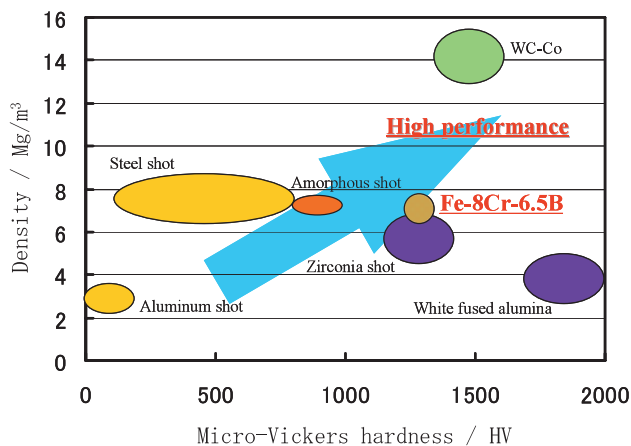


Fig.12 Properties of various shot.

参考文献

- 1) 間野日出男, 近藤覚, 松室昭仁: 日本金属学会誌, 70 (2006), 415.
- 2) 伊藤俊朗, 長島悦一, 石川裕二, 伊沢佳伸: ばね論文集, 43 (1998), 23.
- 3) 天野利彦, 宮本貴正, 高橋宏治, 安藤柱, 高橋文雄: 日本機械学会材料力学部門講演会講演論文集, 2006 (2006), 623.
- 4) 青木洋二, 志賀雅治: 特殊鋼, 44 (1995), 35.
- 5) 埜和成佳, 原田泰典: ショットピーニング技術, 18 (2006), 74.
- 6) 吉崎正敏: 日本機械学会論文集 C, 73 (2007), 1923.
- 7) 横井大円, 春名靖志, 原田泰典, 深浦健三: 材料とプロセス, 19 (2006), 981.
- 8) 原田泰典, 小浜田卓, 土田紀之, 深浦健三: 材料とプロセス, 20 (2007), 366.
- 9) 亀島憲一, 水野剛彦, 黒崎順功, 高橋徹, 伊藤俊朗, 富樫崇道: 新東技報, 17 (1997), 32.
- 10) 志賀雅治, 梅村貢, 黒崎順功, 奥村潔, 山口英二: 新東技報, 21 (2003), 42.
- 11) 菊池将一, 亀山雄高, 小茂鳥潤, 深沢剣吾: 日本機械学会材料力学部門講演会講演論文集, 2006 (2006), 235.
- 12) 貞広孟史, 大久保昌和, 青木洋二, 長島悦一, 高橋徹, 伊藤俊朗: ショットピーニング技術協会シンポジウム, 1996 (1996), 1.
- 13) 奥村潔, 梶田浩二, 黒崎順功, 木村久道, 井上明久: 粉体および粉末冶金, 54 (2007), 778.
- 14) 澤田俊之, 柳谷彰彦: 粉体粉末冶金協会講演概要集 (2005 秋季), 241.
- 15) 鉄合金状態図集, アグネ技術センター, (2001).
- 16) 高融点化合物便覧, 日・ソ通信社, (1976).



澤田俊之



柳谷彰彦