

鉄鋼材料における強ひずみ加工・熱処理による 表層ナノ組織化制御に基づく転動疲労高特性化

High Performance of Rolling Contact Fatigue in Steels Based on Surface-nanostructure Control through Heavy Plastic Deformation Processing and Heat Treatment

戸高 義一*¹ 足立 望*²

TODAKA Yoshikazu and ADACHI Nozomu

Synopsis: The effects of lattice defects on the tribological and rolling contact fatigue behaviors were investigated in the nanostructured steels. In the nanostructured steels with high-density lattice defects (grain boundary, dislocation, etc.) produced by heavy plastic deformation processing, the stable tribological behavior with low friction coefficient was observed in the ball-on-disk tests under oil lubrication with ester oil, in comparison with the non-deformed steels having coarse grains. This phenomenon was enhanced by using the lubricants with polar molecules. This reason seems that the polar lubricant molecules strongly interacted with the lattice defects and the thick physisorbed film formed on the nanostructured surface. The rolling contact fatigue life was extended in the steels with the nanostructure layer produced by surface-nanostructured wearing (SNW) and induction heating and quenching (IHQ). It is presumable that the improvement of rolling contact fatigue property is owing to not only the high hardness but also the reduction of friction coefficient during the roller pitting test followed by the suppression of dynamic tempering softening and the variation of stress distribution. These results indicate that the surface-nanostructure control of steels by heavy plastic deformation processing and heat treatment is highly effective in improving the tribological and rolling contact fatigue properties.

Keywords: steel; lattice defect; nanostructure; grain refinement; severe plastic deformation (SPD); high-pressure torsion (HPT); induction heating and quenching (IHQ); tribology; friction coefficient; rolling contact fatigue.

1. はじめに

鉄鋼材料に望まれる特性は多様で用途によって異なり、目的に応じた組織制御が必要となる。力学的高機能化・高強度化は、鉄鋼材料における特性の中でも重要度が特に高い。高強度化を目的とする組織制御手法として、固溶強化、析出強化、転位強化、結晶粒微細化強化などがある。それぞれに長所・短所はあるが、Life Cycle Assessment (LCA) および Closed-loop recycling (Circular economy) の観点から、近年、結晶粒微細化強化が特に注目され研究が進められている。その理由は、合金元素の節減ならびにリサイクル性の向上にある。固溶強化や析出強化に用いられる合金元素の一部はトランプエレメント（循環性元素）と呼ばれ、鉄鋼材料を再生利用する際の精錬過程で除去するこ

とができず、鉄鋼材料中に蓄積される。これらの元素によって鉄鋼材料の加工性や溶接性などが損なわれることがあるため、スクラップの使用において問題視されている。一方、結晶粒微細化強化は、基本的には合金元素の添加に頼らない手法であることから、持続可能性 (Sustainability) の面で優れた強化手法である。

著者らは近年、鉄鋼材料の結晶粒微細化（組織微細化）制御に基づいて、力学的高機能化・高強度化と共に、トライボロジー特性（摩擦、摩耗、転動疲労特性）の高度化を進めている。著者らによる研究¹⁻⁸⁾において、鉄鋼材料の組織微細化制御により油潤滑環境下における摩擦係数 μ を、低 μ 化^{1-6,8)}および高 μ 化^{7,8)}できることを明らかにした。これは、組織微細化に伴う結晶粒界などの格子欠陥導入により結晶性が低下して原子変位の自由度が増すこと

原稿受付日：2022年5月12日

*1 豊橋技術科学大学 大学院工学研究科 機械工学系 教授

*2 豊橋技術科学大学 大学院工学研究科 機械工学系 助教

で、潤滑油・添加剤分子の鉄鋼材料表面への吸着の促進が起源の一つと考えられる。^{9,10)} また、転動疲労環境下において μ がせん断応力分布に与える影響についても調査し、低 μ 化が平均応力の減少をもたらすことで転動疲労の高寿命化に寄与することを明らかにした。^{6,11)} 本稿では、強ひずみ加工・熱処理により鉄鋼材料表層をナノ組織化し、それに伴う高密度格子欠陥の導入による低 μ 化と、低 μ 化による転動疲労の高特性化について、著者らの研究を紹介する。

Prof. Peter Jost は、英国教育科学省の要請を受けて“潤滑に起因する経済損失の調査とその必要性を産業界へ提案するための報告書”（通称：JOST レポート）を1966年にまとめた。その中で「トライボロジー」の用語が初めて使われ、「相対運動する互いに作用を及ぼし合う表面およびこれに付随する問題と事象に関する科学と技術」と定義されている。JOST レポートにおいて、トライボロジーによる経済損失は国民総生産（GNP）の1%にも達すると報告された。我が国におけるその後の見積りでは、トライボロジーの適正化はGNPの3%（17.3兆円、2011年）に相当する経済効果があるとされている。¹²⁾ 例えば自動車の全エネルギー損失の1/3が摩擦・摩耗に起因すると報告されているように、工業製品のエネルギー損失の多くはトライボロジーに関連する現象が原因である。このことから、トライボロジーの適正化、すなわち相対運動する互いに作用を及ぼし合う表面の適切な設計・制御は工業上極めて重要な課題である。鉄鋼材料の組織微細化制御に基づいてトライボロジー特性（摩擦、摩耗、転動疲労特性）を高度化できれば、エネルギー損失の大幅な低減となり、我が国において喫緊の課題である低炭素・カーボンニュートラル社会構築の実現に大いに貢献できる。

2. 鉄鋼材料の組織制御

2.1 表層ナノ組織化摩擦（SNW）加工

強ひずみ加工（巨大ひずみ加工）による組織微細化制御に関する研究は近年盛んに行なわれており、被加工材の表層のみを強ひずみ加工する方法が簡便さなどの観点から注目されている。表層を局部的に塑性変形させることで、必要箇所を効率よく組織微細化・ナノ組織化できる特長をもつ。鉄鋼材料表層のナノ組織化については、切削、研削などの機械加工後や軸受、レールなどの使用後において、古くから観察されている。形成したナノ組織は、光学顕微鏡観察において白く観察されることから白色組織と呼ばれることがある。白色組織が部分的に形成すると破壊の起点になることから問題視されてきた。しかしながら、表層に白色組織（ナノ組織）を均一に形成することができれば、疲労特性などの力学特性の向上が期待できる。このことから、高品位な表層ナノ組織の形成について研究が行なわれ、既

存技術の改良および加工条件の最適化により、例えばドリル加工^{13,14)} やショットピーニング¹⁵⁻²¹⁾、バニシング^{22,23)}、ディプローリング^{15,24)}などの加工法で報告されている。これらの加工法は、ものづくりにおいて広く適用される切削加工と同時にしくは同工程にて、あるいは同程度の生産スピードにて実施できることから、インライン化が可能である。本研究では、鉄鋼材料の表層組織微細化制御のために、著者らが開発した表層ナノ組織化摩擦（SNW: Surface-Nanostructured Wearing）加工^{1,3,25)}を行なった。SNW加工は、一般的な仕上げ加工として知られるバニシングと類似した加工法である。バニシングは、被加工表面に工具を押しつけながら滑らせ、表層のわずかな塑性変形により表面の平滑化と表層の加工硬化・圧縮残留応力の付与を目的とする。一方、SNW加工は、積極的に試料表層を塑性変形させ、組織をナノメートルサイズにまで微細化（ナノ組織化）することを目的とする。その目的から加工発熱を利用して被加工部である表層を軟化させ、高ひずみ速度で大きなひずみ量をその軟化領域に付与することでナノ組織化を促進する。加工発熱により被加工部を軟化させるため、例えば焼入れままの高硬度な鉄鋼材料においてもナノ組織を形成できる。

2.2 高圧下ねじり（HPT）加工

組織微細化により導入される結晶粒界や転位などの格子欠陥の影響を系統的に調査するため、本研究では、形状不変巨大ひずみ加工（SPD: Severe Plastic Deformation）²⁶⁾の一つである高圧下ねじり（HPT: High-Pressure Torsion）加工²⁷⁻²⁹⁾を行なった。HPT加工は加工の前で試料の断面形状が変化しないことから、原理的には無限に塑性ひずみ（高密度格子欠陥）をバルク状態のまま付与することができる。HPT加工は、円板試料を数GPaの擬静水圧力下でねじり変形する加工法である。円板試料には円周方向に大きな単純せん断変形が加えられる。ただし、単純せん断ひずみ量は円板の半径方向の位置により異なり、中心からの距離 r に比例して増加する。組織制御（結晶粒径の制御）を目的に、Monotonic-HPT（mHPT）加工とCyclic-HPT（cHPT）加工を行なった。mHPT加工では、単一回転方向に連続して、ねじり回転回数 $N=10$ のHPT加工を行なった。cHPT加工では、一定量（ $N=1/8$ ）回転した後、逆方向に同量回転し、総ねじり回転回数が所定の値（ $N=10$ ）になるまでこれを繰り返した。また、転位密度の制御を目的に、HPT加工（ $N=10$ ）後低温焼鈍（200℃、1h）を行なった（HPT+A材）。著しい結晶粒成長を抑制しつつ転位密度を調整するため、200℃の焼鈍温度を選択した。

3. 摩擦特性および転動疲労特性

3.1 ボールオンディスク型摩擦 (BonD) 試験

摩擦特性 (摩擦係数 μ) に及ぼすナノ組織化・組織微細化の影響を調査するため、ボールオンディスク型摩擦 (BonD: Ball-on-Disk) 試験を行なった。油潤滑環境下 BonD 試験は、試料を潤滑油に浸漬後直ちに摺動を開始した。本研究では、試験後、いずれの試料においても摩耗が認められた。

表層ナノ組織化した SUJ2(low-C,Cr) 鋼 (JIS SUJ2 組成を基本とした低 C (0.80 mass% C), 低 Cr (0.89 mass% Cr) の鋼) における無潤滑 (油潤滑なし) 環境下での摩擦特性を調査した。図 1 に、SNW 加工により表層ナノ組織化した SUJ2(low-C,Cr) 鋼の断面組織を示す。図 1(a-1) において、特徴のない組織が試料表層約 $10 \mu\text{m}$ に観られる。この領域は、SNW 加工により A_c1 以上の温度で強ひずみ加工され、ナノ・サブミクロン組織化したことが組織観察などから明らかとなった。最表層部では数十 nm のナノ結晶粒組織が観察できる (図 1(a-2),(b))。制限視野回折のスポットがリング状に連なっていること

から、それぞれの結晶粒はランダムな方位であることが分かる。最表層部では初期組織 (試料内部) に観られる $1 \mu\text{m}$ 程度のセメンタイトは観察されず、それに変わって A_c1 以上の加工発熱と強ひずみ加工により分解したセメンタイトが再び析出した微細なセメンタイトが観察される。最表層部のピッカース硬さ HV は $HV 10\text{GPa}$ を超える高硬度を示した (図 2)。ナノ・サブミクロン組織層直下には、SNW 加工の発熱により形成した焼戻し軟化層が認められた。この試料を供試材として、無潤滑 (油潤滑なし) 環境下での摩擦特性 (摩擦係数 μ) に及ぼすナノ組織化の影響を、BonD 試験にて調査した結果を図 3 に示す。無加工材に比べて SNW 材の μ は、いずれの相対湿度 (30%, 50%, 90%) であっても試験開始から低く、その程度は相対湿度が高いほど大きかった。相対湿度 50%, 90% では無加工材, SNW 材ともに最終的に同程度の μ となったが、相対湿度 30% では無加工材に比べて SNW 材の μ は低い値を保った。これらの現象は、SNW 加工による表面粗さの増加や高硬度化の影響のみでは説明できず、表層ナノ組織化が H_2O 分子の吸着挙動に影響を与えたことを示唆する結果である。

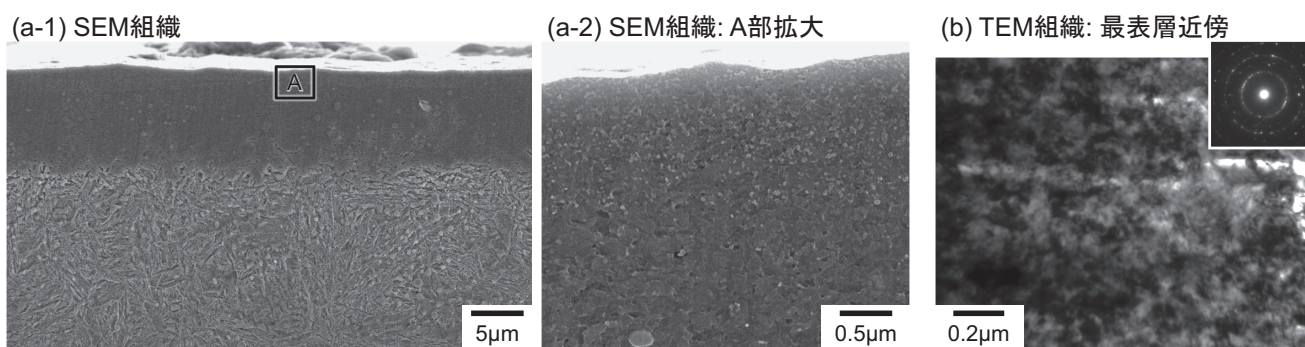


図 1 表層ナノ組織化摩擦 (SNW: Surface-Nanostructured Wearing) 加工した SUJ2(low-C,Cr) 鋼 (JIS SUJ2 組成を基本とした低 C (0.80 mass% C), 低 Cr (0.89 mass% Cr) の鋼) の断面組織。(a) SEM 組織 (ナイタル腐食), (b) TEM 組織 (制限視野径: 直径 $1.6 \mu\text{m}$)。[SNW 加工条件] 押当荷重: 1000N, 周速: 2.20m/s, 送り速度: 0.01mm/rev, 押当時間: 20s, 超硬チップ, 試料形状: 直径 60mm 円板, 被加工面: 円板平面。

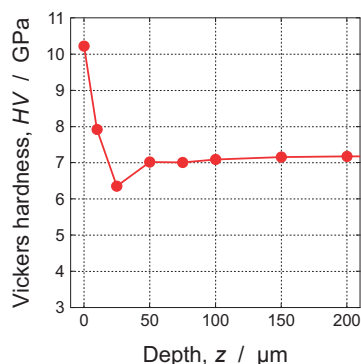


図 2 SNW 加工した SUJ2(low-C,Cr) 鋼 (初期硬さ: $HV 7.3\text{GPa}$) におけるピッカース硬さ HV の深さ分布。

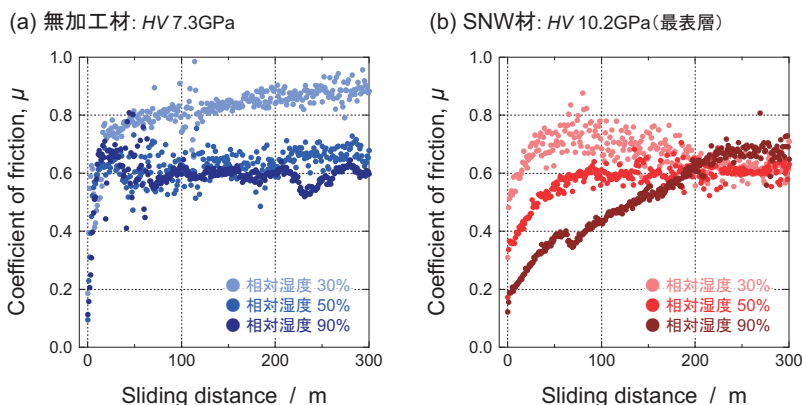


図 3 SNW 加工により表層ナノ組織化した SUJ2(low-C,Cr) 鋼のボールオンディスク型摩擦 (BonD: Ball-on-Disk) 試験における摩擦係数 μ 変化に及ぼす相対湿度の影響。[BonD 試験条件] ボール材: Al_2O_3 (直径 3/16inch), 荷重: 200g, 摺動速度: 10mm/s, 摺動半径: 5mm, 潤滑油なし, 室温。

同様の調査を油潤滑環境下 BonD 試験においても行った。SNW 加工により表層ナノ組織化制御した JIS SUJ2 高炭素クロム鋼（最表層硬さ HV 9.3GPa）を供試材とし、

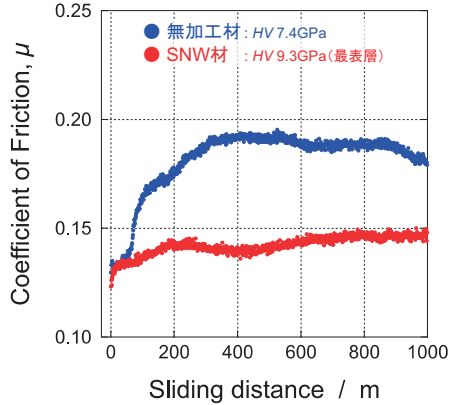


図4 SNW加工により表層ナノ組織化制御したJIS SUJ2高炭素クロム鋼の油潤滑環境下BonD試験における μ 変化。
[SNW加工条件] 押当荷重: 500N, 回転速度: 1600rpm, 送り速度: 0.01mm/rev, 押当時間: 20s, 冷却: 水溶性エマルジョン, 超硬チップ。
[BonD試験条件] ボール材: Al_2O_3 (直径3/16inch), 荷重: 200g, 摺動速度: 10mm/s, 摺動半径: 5mm, 潤滑油: エステル油 (主成分: アジピン酸ジイソデシル, 極性あり), 室温, 試料形状: 直径60mm円板, 被加工面: 円板平面。

エステル油 (主成分: アジピン酸ジイソデシル, 極性あり) 中における BonD 試験の結果を図 4^{1,8)} に示す。前述の無潤滑環境下における BonD 試験と同様に, 無加工材に比べて SNW 材は低 μ 化した。無加工材, SNW 材ともに初期の μ は同程度であった。SNW 材の μ は試験終了まで初期の値を概ね保ったのに対して, 無加工材の μ は試験開始から徐々に上昇し, SNW 材の μ に比べて高い値で定常化した。これは, 形成した吸着油膜の性状に表層ナノ組織化が影響を与えたことを示唆する結果である。

これらのことを踏まえて, ナノ組織化・組織微細化により導入される結晶粒界や転位などの格子欠陥の影響を系統的に調査するため, HPT 加工および低温焼鈍により格子欠陥密度を調整した極低炭素鋼 (Fe - 11 mass ppm C, ULC 鋼) について, 油潤滑環境下での摩擦特性を調査した。

図 5^{7,8)} に, HPT 加工および低温焼鈍した ULC 鋼の SEM/EBSD 観察による結晶方位像を示す。BonD 試験における摺動位置である $r = 5\text{mm}$ の領域を, HPT 加工の回転軸に平行な方向から観察した。結晶方位像より, 平均結晶粒径 d_{avg} を円相当直径として算出した。また, 結晶粒界の体積割合 f_{GB} は次の方法にて算出した。任意形状の結晶粒組織における単位体積あたりの粒界面積 S_v は, 3次元的な平均切片長さ L との間に $S_v [\text{m}^2/\text{m}^3] = 2 / L [\text{m}]$ の関係が, また, d_{avg} と L との間には $d_{\text{avg}} = C L$ (C : 結晶粒の形状に依存する定数) の関係が成り立つことが知られている。これより f_{GB} は, $d_{\text{avg}} \approx L$, 結晶粒界厚さを 1nm と仮定して算出した。さらに, HPT 材における焼鈍前後の転位密度 ρ を XRD プロファイル解析より算出した。

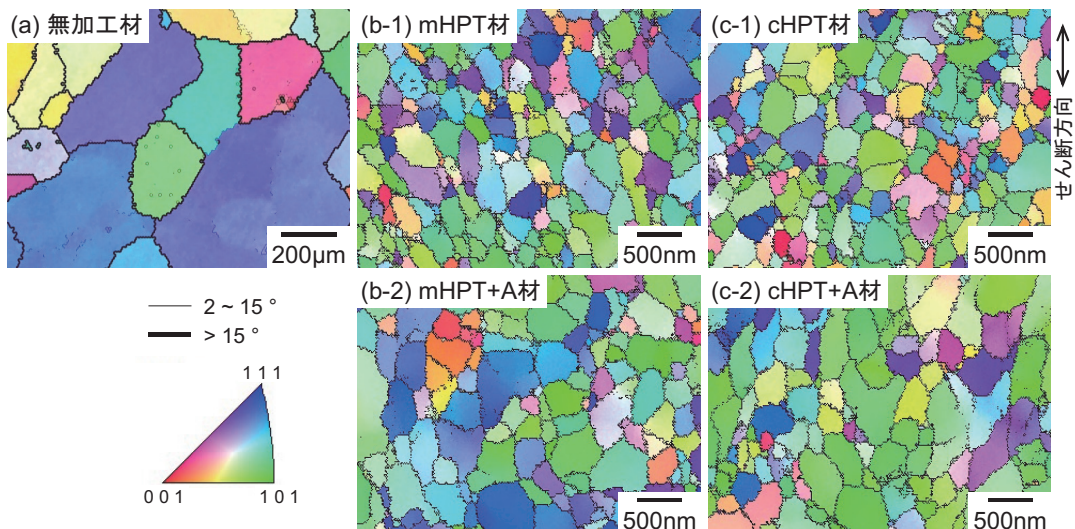


図5 高圧下ねじり (HPT: High-Pressure Torsion) 加工および低温焼鈍 (200 $^{\circ}\text{C}$, 1h) した極低炭素鋼 (Fe - 11 mass ppm C, ULC 鋼) の SEM/EBSD 観察による結晶方位像。(a) 無加工材, (b) mHPT 材, (c) cHPT 材。(1) HPT 加工のまま, (2) HPT 加工後低温焼鈍あり。
[HPT 加工条件] 圧縮応力: 5GPa, 回転速度: 0.2rpm, ねじり回転回数 N : 10 (cHPT: $N 1/8 \times 80$), 室温, 試料形状: 直径 20mm, 厚さ 0.85mm。

XRD 測定は、 $r = 5\text{mm}$ の位置を中心とした直径 8mm 円板（最終表面仕上げ：電解研磨）にて行なった。表 1^{7,8)} に、各試料における組織因子をまとめた。HPT 加工によって d_{avg} が 1/1000 倍程度にまで微細化し、それに伴って f_{GB} が無加工材に比べて 1000 倍近い値となった。cHPT 材、mHPT 材とともに、低温焼鈍による著しい結晶粒成長および軟化は認められず、一方で ρ については焼鈍により 1/10 倍程度に低下した。これらを供試材として BonD 試験を行なった。試料（ディスク材）は、表面粗さを揃えるために耐水研磨紙 #800 により最終仕上げを行なった。

図 6^{2,7)} に、格子欠陥密度の最も異なる無加工材と mHPT 材における Poly- α -Olefin 17 (PAO 油、(主成分：デセン-1 の三量体，極性なし)) 中 BonD 試験の結果を示す。両試料において、 μ の変化に大きな差異は認められなかった。図 7^{1,2,8)} に、極性をもつ分子からなるエステル油中にて BonD 試験した、格子欠陥密度を調整した各種試料における μ の変化を示す。同程度の ρ である mHPT 材および cHPT 材は、 d_{avg} の小さい mHPT 材において低く安定した μ を示した。(図 7(a)) mHPT 材と cHPT 材の摩擦特性に及ぼす結晶配向の影響が考えられる

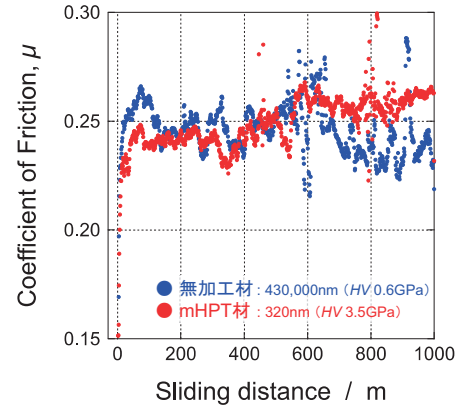


図6 mHPT加工により組織微細化制御したULC鋼の油潤滑環境下BonD試験における μ 変化。
[BonD試験条件] ボール材: Al_2O_3 (直径3/16inch), 荷重: 200g, 摺動速度: 10mm/s, 摺動半径: 5mm, 潤滑油: Poly- α -Olefin 17 (PAO油, (主成分: デセン-1の三量体, 極性なし)), 室温。

表1 HPT加工および低温焼鈍により組織制御したULC鋼の組織因子。

試料	ピッカース硬さ ($r = 5\text{mm}$)	平均結晶粒径 ($r = 5\text{mm}$)	結晶粒界の 体積割合	転位密度 ($r = 5\text{mm}$)
	HV [GPa]	d_{avg} [nm]	f_{GB} [%]	ρ [m^{-2}]
無加工材	0.6	430,000	0.00047	—
cHPT材	3.1	550	0.36	5.0×10^{15}
mHPT材	3.5	320	0.63	4.3×10^{15}
cHPT+A材	2.9	590	0.34	4.5×10^{14}
mHPT+A材	3.4	360	0.56	7.9×10^{14}

※ r : HPT試料円板中心からの距離

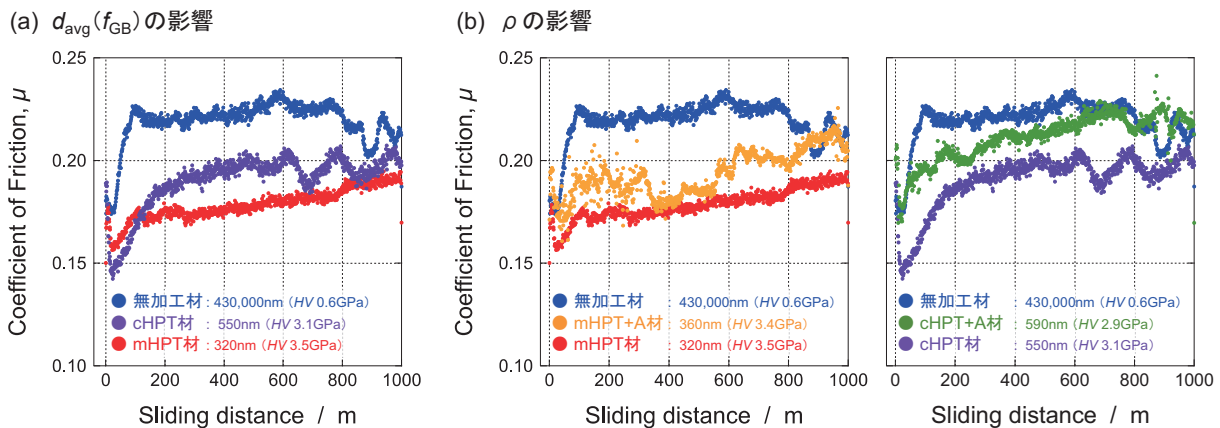


図7 HPT加工および低温焼鈍により格子欠陥密度制御したULC鋼の油潤滑環境下BonD試験における μ 変化。(a) 平均結晶粒径 d_{avg} (結晶粒界の体積割合 f_{GB})、(b) 転位密度 ρ の影響。
[BonD試験条件] ボール材: Al_2O_3 (直径3/16inch), 荷重: 200g, 摺動速度: 10mm/s, 摺動半径: 5mm, 潤滑油: エステル油, 室温。

が、XRD 測定の結果、それらの試料における XRD ピークの強度比に大きな違いは認められず、両試料とも円板面に平行に {110} 結晶面が同程度配向していた。図 7(b) に、低温焼鈍により HPT 材の d_{avg} と HV を大きく変えず、 ρ を 1/10 倍程度に低下させた mHPT+A 材および cHPT+A 材における BonD 試験の結果を示す。HPT+A 材は、HPT 加工のままの試料と比べて μ が増加した。特に mHPT+A 材では、HPT 加工のままの mHPT 材と比べて不安定な μ の変化を示した。図 8⁸⁾ に、 d_{avg} と f_{GB} に着目した μ との関係を示す。 d_{avg} が 1~10 μm 以下になると著しく低 μ 化することが分かった。また、 f_{GB} と μ は直線的な良い相関を示した。 d_{avg} が無加工材のように数百 μm の場合には f_{GB} は極めて小さく結晶粒界の存在は無視できる程度であるが、1~10 μm 以下になると f_{GB} は急激に上昇する。原子配列が乱れた結晶性の低い結晶粒界がエステル油分子の吸着サイトとして働くと考えられることから、 d_{avg} の減少および f_{GB} の増加と μ の低下との間に相関が認められたことは矛盾しない。ただし、図 8 では格子欠陥として結晶

粒界のみを考えているが、図 7(b) において明らかなように、転位などの他の格子欠陥が低 μ 化に及ぼす影響についても考慮する必要がある。

ナノ組織化・組織微細化により高密度に格子欠陥を導入することで低 μ 化することが明らかとなった。ここでは、エステル油分子が形成する物理吸着膜に注目し、物理吸着膜の性状と格子欠陥密度および μ との関係について述べる。図 9^{2,8)} に、周波数変調方式原子間力顕微鏡法 (FM-AFM, Frequency Modulation - Atomic Force Microscopy) による、試料表面近傍のエステル油浸漬状態における観察結果を示す。共振周波数のシフト量 Δf のマッピング像において、無加工材に比べて mHPT 材では試料表面から高さ方向に 10 倍程度の領域で共振周波数のシフトが認められた。この領域がエステル油分子による物理吸着膜と考えられ、無加工材に比べて格子欠陥密度の高い mHPT 材では厚く物理吸着膜が形成したことが分かった。加えて、無加工材の浸漬時間 (4 日間) に比べて短い時間 (2 日間) で mHPT 材では物理吸着膜が形成したことが

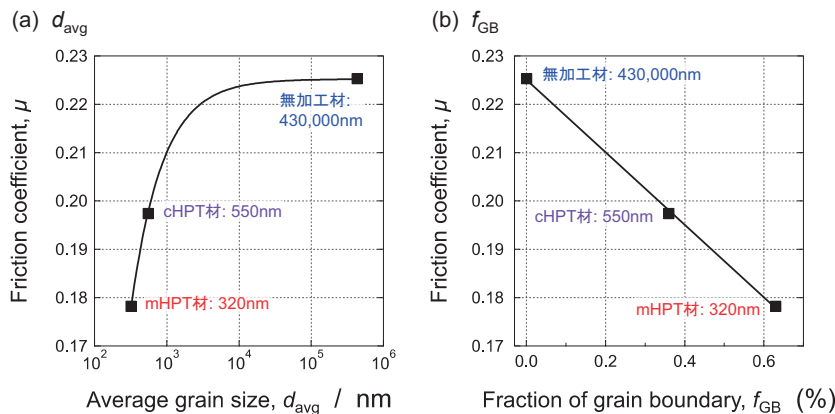


図8 HPT加工により組織微細化制御したULC鋼の油潤滑環境下BonD試験における μ と(a) d_{avg} および (b) f_{GB} との関係。(BonD試験条件) ボール材: Al_2O_3 (直径3/16inch), 荷重: 200g, 摺動速度: 10mm/s, 摺動半径: 5mm, 潤滑油: エステル油, 室温。

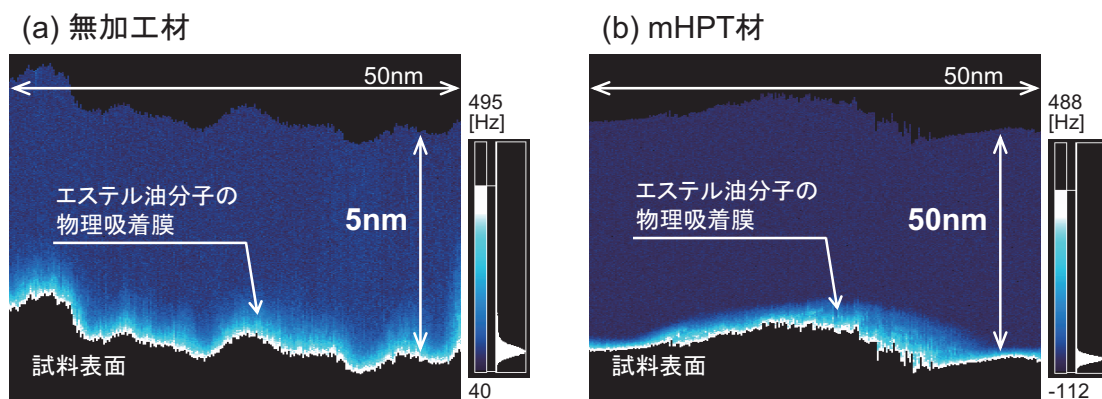


図9 mHPT加工により組織微細化制御したULC鋼表面近傍の周波数変調方式原子間力顕微鏡 (FM-AFM, Frequency Modulation - Atomic Force Microscope) 観察 (エステル油浸漬状態) における共振周波数のシフト量 Δf のマッピング像。(a) 無加工材 (浸漬時間: 4 days), (b) mHPT材 (浸漬時間: 2 days)。

ら、格子欠陥の導入により物理吸着が促進されたことが分かった。また、フーリエ変換型赤外分光 (FT-IR, Fourier Transform Infrared Spectroscopy (ATR 法)) 分析により、エステル油の物理吸着膜と試料表面との結合強さを評価した結果を図 10 に示す。試料をエステル油に浸漬後、エステル油から取り出した試料をアセトンに所定の時間浸漬することで洗浄し、試料表面に残留した物理吸着膜を分析した。アセトン洗浄時間 10s では、無加工材, mHPT 材ともに、エステル油に起因する C=O 基の伸縮振動を示すピークが波数 1740cm^{-1} 付近に認められた。アセトン洗浄時間 60s では、無加工材においてはそのピークは消滅したが、mHPT 材では認められた。これらのことから、ナノ組織化・組織微細化により結晶粒界や転位などの格子欠陥を高密度に導入することで、 H_2O 分子やエステル油分子の物理吸着が促進され、物理吸着膜が強く厚く試料表面に吸着・形成することで低 μ 化すると考えられる。

3.2 リングオンリング型トラクション (RonR) 試験およびローラーピッチング型転動疲労 (RP) 試験

ローラーピッチング型転動疲労 (RP: Roller Pitting) 試

験と同様の試験片形状にて摩擦特性を評価できるリングオンリング型トラクション (RonR: Ring-on-Ring) 試験を用いて、トラクション係数 (摩擦係数) μ_T に及ぼすナノ組織化の影響を調査した。SNW 加工の発熱により形成する焼戻し軟化層については、RonR 試験での評価への悪影響を考え、SNW 加工後に高周波焼入れ (IHQ: Induction Heating and Quenching) 処理を施して焼入れ硬化層とした。図 11 に、SNW 加工および IHQ 処理により組織制御した JIS S55C 炭素鋼の断面 SEM 組織 (ピクリン酸腐食) を示す。IHQ 材では、マイクロメートルサイズの旧オーステナイト (γ) 粒径からなる組織が観られる。一方、SNW 加工後に IHQ 処理した SNW+IHQ 材では、ナノ・サブマイクロメートルサイズにまで微細化した旧 γ 粒組織が試料表面層約 $8\ \mu\text{m}$ に観察される。加熱温度 900°C の IHQ 処理においてもナノ・サブミクロン組織が保たれており、最表層部では HV 9GPa を超える高硬度を示した (図 12)。SNW 加工で形成した組織は熱的安定性に優れており、このような熱的安定性はドリル加工^{13,14)} やショットピーニング^{16,17)} により形成するナノ組織においても認められる。これは、被加工材に含まれる C などの軽元素

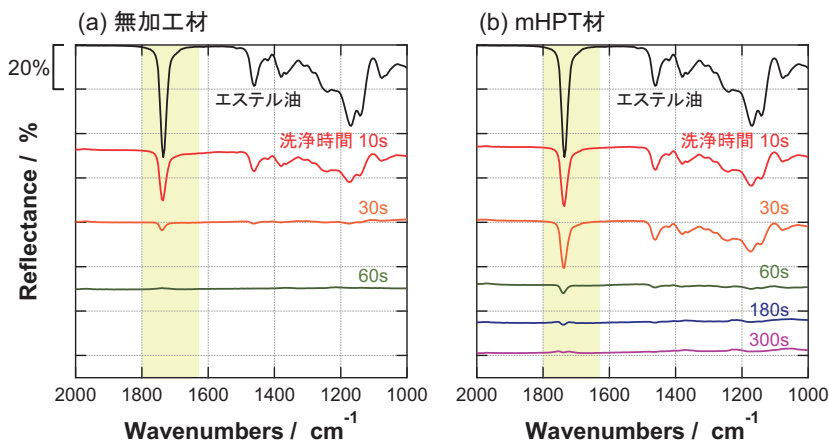


図 10 mHPT加工により組織微細化制御したULC鋼表面においてアセトン洗浄後に残留するエステル油 (物理吸着膜) 起因のフーリエ変換型赤外分光 (FT-IR, Fourier Transform Infrared Spectroscopy (ATR法)) 分析におけるピーク (波数 1740cm^{-1} 付近: C=O基の伸縮振動) 変化。

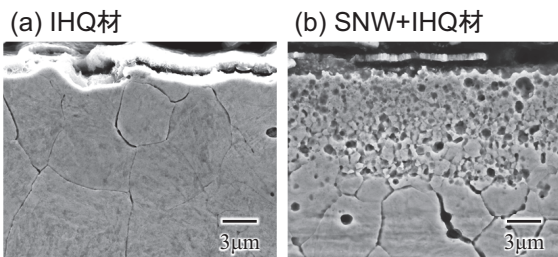


図 11 SNW加工および高周波焼入れ (IHQ: Induction Heating and Quenching) 処理したJIS S55C炭素鋼の断面SEM組織 (ピクリン酸腐食)。 (a) IHQ処理のみ, (b) SNW加工後IHQ処理あり。 [SNW加工条件] 押当荷重: 1575N, 回転速度: 1600rpm, 送り速度: 0.05mm/rev, 押当時間: 60s, 冷却: 切削油 (150ml/min), サーマットチップ, 試料形状: 直径26mm丸棒, 被加工面: 丸棒曲面。 [IHQ処理条件] 加熱温度: 900°C , 昇温時間: 0.6s, 水焼入れ。

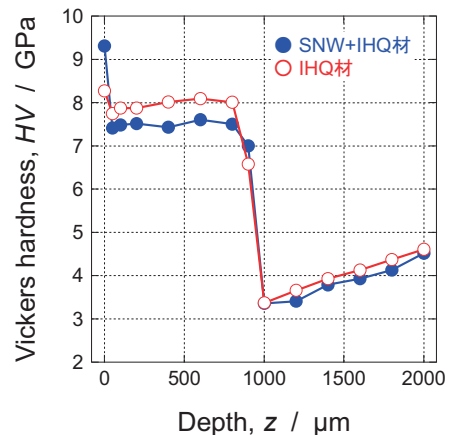


図 12 SNW加工およびIHQ処理したS55C鋼におけるHVの深さ分布。

や加工によって巻き込まれる加工雰囲気ガスが粒界に偏析することで、粒成長が抑制されることに起因すると考えられる。³⁰⁾ これらの試料を供試材として、油潤滑環境下 RonR 試験における μ_T に及ぼすナノ組織化の影響を調査した結果を図 13⁶⁾に示す。IHQ 材に比べて、表層にナノ・サブミクロン組織を有する SNW+IHQ 材において、より低い μ_T を示した。本試験条件では、試験後の両試料において摩耗が認められた。

表層ナノ組織化した JIS S45C 炭素鋼において、転動疲労特性を調査した。SNW 加工および IHQ 処理により組織制御した試料断面の SEM 組織（ナイタル腐食）を図 14⁶⁾に、また、HV の深さ分布を図 15⁶⁾に示す。SNW 加工により表層にナノ・サブミクロン組織が形成しており、その後の IHQ 処理においても微細組織と高い硬さ (HV 8.8GPa (最表層部)) が保たれていることが分かる。SNW 加工の発熱により焼戻し軟化層が形成したが、SNW 加工後の IHQ 処理により焼入れ硬化層 (層厚 800 μ m) とした。これらの試料を供試材として、油潤滑環境下 RP 試験における転動疲労特性に及ぼすナノ組織化の影響を調査した結果を図 16⁶⁾に示す。SNW 加工により表層をナノ組織化することで、面圧に依らず、一桁弱長寿命化した。IHQ 材において、RP 試験後の断面観察により、深さ 85 μ m, 200 μ m で内部き裂が認められた。一方、SNW+IHQ 材においては、内部き裂は観察されなかった。このことから、表層の微細組織が、内部き裂の形成を抑制したと推察される。しかしながら、表層の微細組織の厚さは数 μ m であり、微細組織が有する高い硬さが直接的に内部き裂を抑制したとは考えづらい。RP 試験は高面圧・高回転速度で試験を行なうため、摩擦・摩耗 (塑性変形) により表層温度は上昇し、RP 試験中に試料表層は動的焼

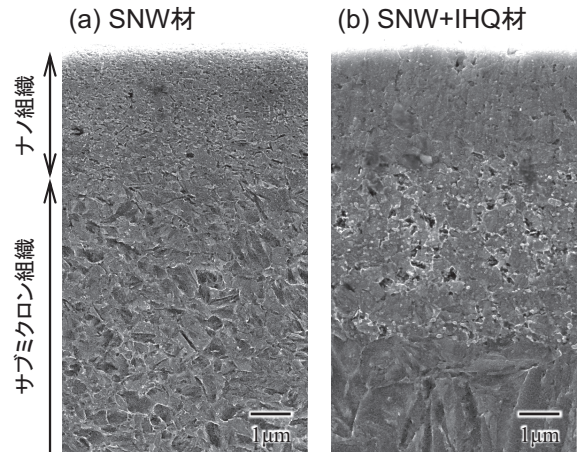


図 14 SNW加工およびIHQ処理したJIS S45C炭素鋼の断面SEM組織(ナイタル腐食)。(a) SNW加工のみ、(b) SNW加工後IHQ処理あり。[SNW加工条件] 押当荷重: 1500N, 回転速度: 1600rpm, 送り速度: 0.03mm/rev, 押当時間: なし, 冷却: なし, 超硬チップ, 試料形状: 直径26mm丸棒, 被加工面: 丸棒曲面。[IHQ処理条件] 加熱温度: 950℃, 昇温時間: 0.3s, 水焼入れ。

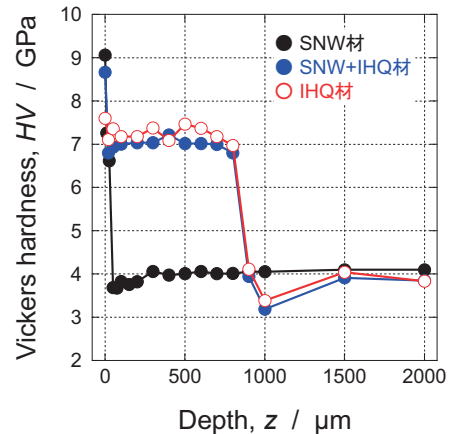


図 15 SNW加工およびIHQ処理したS45C鋼におけるHVの深さ分布。

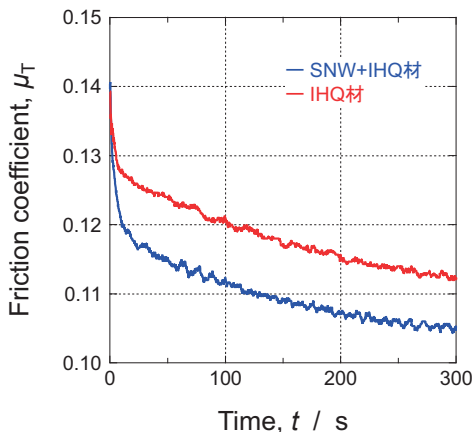


図 13 SNW加工およびIHQ処理により表層ナノ組織化制御したS55C鋼の油潤滑環境下リングオンリング型トラクション (RonR: Ring-on-Ring) 試験における μ_T 変化。[RonR試験条件] 相手材: JIS SCM420H (浸炭処理材, 表面硬さ: HV 7.5GPa), 荷重: 300N, 回転速度: 1500rpm, 滑り率: -40%, 潤滑油: Nissan Automatic Fluid D, 油温: 80℃。

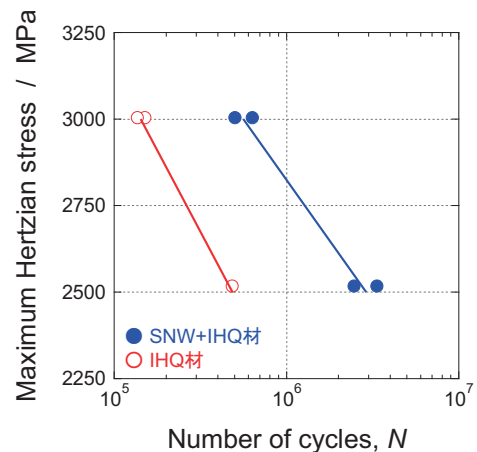


図 16 SNW加工およびIHQ処理により表層ナノ組織化制御したS45C鋼の油潤滑環境下ローラーピッチング型転動疲労 (RP: Roller Pitting) 試験における転動疲労特性。[RP試験条件] 相手材: JIS SCM420H (浸炭処理材, 表面硬さ: HV 7.5GPa), 回転速度: 1500rpm, 滑り率: -40%, 潤滑油: Nissan Automatic Fluid D, 油温: 80℃。

戻し軟化することが知られている。RP 試験前後の HV 変化を図 17⁶⁾ に示す。IHQ 材の軟化の程度は SNW+IHQ 材よりも大きかった。電気炉で焼鈍した SNW+IHQ 材の硬さと比較した結果、IHQ 材で亀裂が観察された 200 μ m 深さの位置では、SNW+IHQ 材は 200 $^{\circ}$ C の電気炉焼鈍の硬さ (HV 6GPa) と、また、IHQ 材は 250 $^{\circ}$ C 焼鈍の硬さ (HV 5.5GPa) と、RP 試験後では同等であった。IHQ 材に比べて、SNW+IHQ 材は RP 試験環境に長寿命化により長時間晒されていたにも関わらず、軟化の程度が低かった。これは、組織微細化によって μ が低減したことで RP 試験中の温度上昇が抑制されたことを示しており、表層微細組織による転動疲労の高特性化の一因であると考えられる。また、転動疲労環境下において μ がせん断応力分布に与える影響を有限要素解析などにより調査した結果、低 μ 化が平均応力の減少をもたらし、転動疲労の高寿命化に寄与することが示された。^{6,11)} 図 18 に、S45C 鋼の焼戻し軟化抵抗を高めた鋼種である S45C(high-Si,B) 鋼 (JIS S45C 組成を基本とした高 Si (1.87 mass%Si), 高 B (0.0014 mass%B) の鋼) を供試材として、同様に油潤滑環境下 RP 試験を行なった結果を示す。S45C(high-Si,B) 鋼においても、表層組織微細化により転動疲労寿命を向上できた。注目すべき点は、S45C(Si+B) 鋼の IHQ 材に比べて S45C 鋼の SNW+IHQ 材の転動疲労寿命が長いことである。このことは、SNW 加工 (組織微細化) の効果が鋼種の変更に比べて高いこと、すなわち、合金元素の添加に頼らずとも組織微細化によって同等以上に転動疲労の高特性化が可能であることを示す。

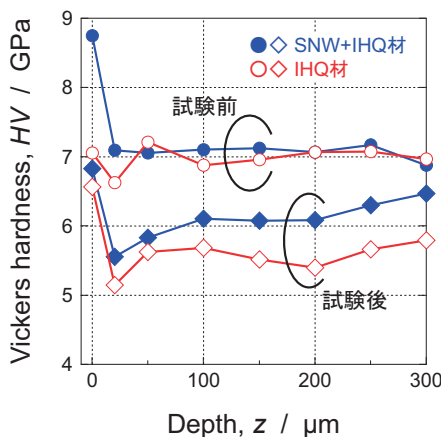


図17 SNW加工およびIHQ処理により表層ナノ組織化制御したS45C鋼の油潤滑環境下RP試験前後におけるHV変化。

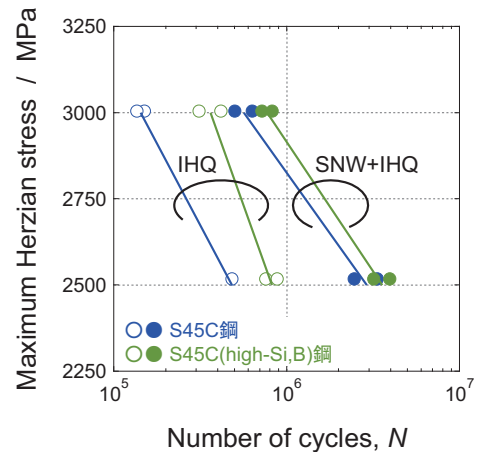


図18 SNW加工およびIHQ処理により表層ナノ組織化制御したS45C鋼 (図16) およびS45C(high-Si,B)鋼 (JIS S45C組成を基本とした高Si (1.87 mass%Si), 高B (0.0014 mass%B) の鋼) の油潤滑環境下RP試験における転動疲労特性の比較。
 [SNW加工条件 (S45C(high-Si,B)鋼)] 押当荷重: 1500N, 回転速度: 1600rpm, 送り速度: 0.05mm/rev, 押当時間: なし, 冷却: なし, 超硬チップ, 試料形状: 直径26mm丸棒, 被加工面: 丸棒曲面。
 [IHQ処理条件 (S45C(high-Si,B)鋼)] 加熱温度: 1000 $^{\circ}$ C, 昇温時間: 0.3s, 水焼入れ。
 [RP試験条件] 相手材: JIS SCM420H (浸炭処理材, 表面硬さ: HV 7.5GPa), 回転速度: 1500rpm, 滑り率: - 40%, 潤滑油: Nissan Automatic Fluid D, 油温: 80 $^{\circ}$ C。

4. おわりに

鉄鋼材料の組織を微細化 (ナノ組織化) する、すなわち高密度に結晶粒界や転位などの格子欠陥を強ひずみ加工により導入することで、鉄鋼材料表面への H₂O 分子や潤滑油分子の物理吸着を促進し、低摩擦係数化できることを示した。また、低摩擦係数化によって転動疲労の高特性化が可能であることについても紹介した。合金元素の添加に頼らずとも組織微細化によって、鋼種の変更と同等以上に転動疲労特性を高度化できることを明らかにした点は、Life Cycle Assessment (LCA) および Closed-loop recycling (Circular economy) の観点において重要な知見である。組織微細化に伴う高密度格子欠陥の導入による低 μ 化と、低 μ 化による転動疲労の高特性化は、低炭素・カーボンニュートラル社会構築の実現に貢献するものである。

切削や研削などの機械加工において偶発的に形成していた白色組織を意図的に作り込むことができるようになり、新たな組織制御技術として表層ナノ組織化プロセスの活用が進みつつある。表層ナノ組織化プロセスによる高密度格子欠陥導入の観点から組織制御することで、油潤滑環境下における摩擦特性および転動疲労特性の高度化が可能である。機械加工における鉄鋼材料表面の組織微細化 (ナノ組織化) 制御については、既存技術の改良および加工条件の最適化により比較的容易に達成できることから、産業

界における今後の展開に期待する。

本稿では、強ひずみ加工により組織を微細化（ナノ組織化）した研究について紹介したが、組織制御の手法については強ひずみ加工法に限るものではない。物理蒸着法^{2,4)}や熱処理（IHQ 処理）⁵⁾により組織微細化制御した場合においても、同様な効果が認められていることを最後に記しておく。

謝辞

本研究は、日本鉄鋼協会 鉄鋼研究振興助成（第 21 回，第 24 回），日本学術振興会 科学研究費補助金 基盤研究（B）15H04155，基盤研究（A）22H00261，科学技術振興機構 研究成果展開事業 産学共創基礎基盤研究プログラム「ヘテロ構造制御」JPMJSK1511 の支援によって実施した。また、潤滑油についてご助言頂いた出光興産株式会社 成田恵一氏に，FM-AFM 観察にご協力頂いた株式会社島津製作所 粉川良平氏，株式会社島津テクノロジーサーチ 森口志穂氏に，FT-IR 分析にご協力頂いた大阪市立工業研究所 渡瀬星児氏，御田村紘志氏，中村優志氏，豊橋技術科学大学 伊崎昌伸氏に，そして，IHQ 処理，RP 試験にご協力頂いた高周波熱錬株式会社 塚原真宏氏，井戸原修氏，三阪佳孝氏に，厚く御礼申し上げます。ここに記して深甚なる謝意を表します。

参考文献

- 1) 戸高義一，戸田健一，堀井基弘，梅本実：鉄と鋼，101 (2015)，530.
- 2) N. Hyodo, N. Adachi, M. Hino, Y. Todaka and Y. Oba: *Procedia Manuf.*, 15 (2018), 1693.
- 3) 岡田一晃，大林巧治，戸高義一，足立望，光原昌寿：鉄と鋼，106 (2020)，194.
- 4) N. Adachi, Y. Matsuo, Y. Todaka, M. Fujimoto, M. Hino, M. Mitsuhashi, Y. Oba, Y. Shiihara, Y. Umeno and M. Nishida: *Tribol. Int.*, 155 (2021), 106781.
- 5) 宮田航英，戸高義一，足立望，高橋侑也，手島麟太郎，鈴木拓哉，塚原真宏，井戸原修：材料とプロセス，35 (2022)，PS-61.
- 6) N. Adachi, Y. Todaka, T. Masaki, Y. Shiihara, T. Suzuki, M. Tsukahara and O. Idohara: *ISIJ Int.*, in press.
- 7) 殿塚一希，戸高義一，足立望，堀井基弘，戸田健一，光原昌寿，岩崎眞澄，椎原良典，梅野宜崇，西田稔，中島英治：鉄と鋼，105 (2019)，282.
- 8) 戸高義一，足立望：表面技術，71 (2020)，756.
- 9) I. Lobzenko, Y. Shiihara, A. Sakakibara, Y. Uchiyama, Y. Umeno and Y. Todaka: *Appl. Surf. Sci.*, 493 (2019)，1042.
- 10) I. Lobzenko, Y. Shiihara, Y. Umeno and Y. Todaka: *Appl. Surf. Sci.*, 543 (2021)，148604.
- 11) 椎原良典，梅野宜崇，足立望，戸高義一：日本機械学会論文集，86 (2020)，882.
- 12) 長谷亜蘭：精密工学会誌，81 (2015)，643.
- 13) Y. Todaka, M. Umemoto and K. Tsuchiya: *Mater. Trans.*, 45 (2004)，2209.
- 14) 戸高義一，川畑雄士，Jinguo Li，田中修二，小栗和幸，鈴木正，梅本実，土谷浩一：鉄と鋼，96 (2010)，21.
- 15) I. Altenberger, B. Scholtes, U. Martin and H. Oettel: *Mater. Sci. Eng. A*, 264 (1999)，1.
- 16) 戸高義一，梅本実，渡辺幸則，土谷浩一：日本金属学会誌，67 (2003)，690.
- 17) Y. Todaka, M. Umemoto and K. Tsuchiya: *Mater. Trans.*, 45 (2004)，376.
- 18) 間野日出男，近藤寛，井村徹，松室昭仁：日本金属学会誌，69 (2005)，213.
- 19) T. Roland, D. Reirant, K. Lu and J. Lu: *Scr. Mater.*, 54 (2006)，1949.
- 20) Z.B. Wang, N.R. Tao, S. Li, W. Wang, G. Liu, J. Lu and K. Lu: *Mater. Sci. Eng. A*, 352 (2003)，144.
- 21) X.Y. Wang and D.Y. Li: *Wear*, 255 (2003)，836.
- 22) L. Zhou, G. Liu, Z. Han and K. Lu: *Scr. Mater.*, 58 (2008)，445.
- 23) C.M. Suh, G.H. Song, M.S. Suh and Y.S. Pyoun: *Mater. Sci. Eng. A*, 443 (2007)，101.
- 24) P. Chui, K. Sun, C. Sun, C. Wu, H. Wang and Y. Zhao: *Mater. Des.*, 35 (2012)，754.
- 25) 薬師寺輝敏，渡部杏伍，後藤真宏，戸高義一：日本機械学会論文集，80 (2014)，SMM0296.
- 26) R.Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T.G. Langdon, M.J. Zehetbauer and Y.T. Zhu: *JOM*, 58 (2006)，33.
- 27) P.W. Bridgman: *Phys. Rev.*, 48 (1935)，825.
- 28) P.W. Bridgman: *Studies in Large Plastic Flow and Fracture* (McGraw Hill, New York, 1952).
- 29) R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev and I.V. Alexandrov: *Prog. Mater. Sci.*, 45 (2000)，103.
- 30) S. Ohsaki, K. Hono, H. Hidaka and S. Takaki: *Scr. Mater.*, 52 (2005)，271.