

平成 30 年 5 月 29 日現在

機関番号：32612

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2016～2017

課題番号：16K14121

研究課題名（和文）大気圧プラズマと高周波誘導加熱を利用したチタン合金の超短時間窒化プロセスの開発

研究課題名（英文）Development of super rapid nitriding process for titanium alloys

研究代表者

小茂鳥 潤（KOMOTORI, JUN）

慶應義塾大学・理工学部（矢上）・教授

研究者番号：30225586

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 2,800,000円

研究成果の概要（和文）：チタン合金の耐摩耗性を改善する手法としては、窒化が最も一般的であるが、長時間要することや加熱により素材の強度が低下することなどが問題視されている。本申請では、数分オーダーの超短時間処理により、チタンの耐摩耗性を改善する手法の構築にチャレンジした。その結果、高周波誘導により基材を加熱した状態で窒素ガスをブローすることにより、わずか3分の処理で、数時間のガス窒化より深い効果層を得ることに成功した。

研究成果の概要（英文）：The effects of gas blow velocity on the surface properties of a Ti-6Al-4V alloy treated by gas blow IH nitriding were studied. The surface microstructure of the treated specimens was characterized using SEM and XRD. Vickers hardness and nanohardness were measured and reciprocating wear tests were carried out. The results showed that the nitriding of a specimen was facilitated by using a smaller gas blow nozzle. Incorporating the smaller nozzle resulted in an increase in gas blow velocity, which in turn increased the IH power and the temperature inside a specimen, thus accelerating the nitrogen diffusion. Moreover, nitriding at a lower treatment temperature (973 K) was achieved by increasing gas blow velocity. The specimen nitrided at a lower temperature with a high gas blow velocity exhibited better wear resistance than the untreated specimen. This process also inhibited trans-formation to an acicular phase, which involves apparent grain coarsening.

研究分野：材料工学

キーワード：大気圧プラズマ 高周波誘導加熱 チタン合金 超短時間窒化プロセス

1. 研究開始当初の背景

航空宇宙分野や医療分野をはじめとして多くの産業分野で幅広く実用化されているチタン合金の最大の弱点は、耐摩耗性に劣るといえる点がある。これを完全するために、硬質薄膜の被覆や窒化処理等の表面処理が施されるが、炉内での加熱を伴うため、素材の結晶粒が粗大化し、その結果として母材強度の低下を招くという難点がある。とくに疲労強度を対象とした場合には、大幅な低下を招くため、実用的観点から問題視されている。当該申請は、この点に着目し、チタン合金の性能を改善させることを目的として実施したものである。

これまでに独自に構築した雰囲気制御高周波誘導加熱微粒子ピーニング処理システム (Fig.1) を用いて、窒素雰囲気中により 1173K に加熱したチタンに対して、180 秒間窒素ガスをブローすることで (以下 GBIH 窒化)、被処理面には 1123K で 8 時間のガス窒化を施した場合よりも深い硬化層が形成されることを明らかにしている。しかし、素材が高温にさらされるため、結晶粒が粗大化し、強度低下、とくに疲労強度の低下を招くことが懸念されている。

2. 研究の目的

前述した事柄を改善するために、本研究では、前処理として微粒子ピーニングを施し、転位を導入することにより、比較的低温で、しかも短時間に窒化することができるプロセスの構築にチャレンジした。

3. 研究の方法

供試材として Ti-6Al-4V 合金を用いた。この合金の直径 15 mm の棒材を厚さ 4 mm に切断し、一方の端面を耐水研磨紙 (#240-#1200) により研磨した。GBIH 窒化の前に、Table 1 に示す条件で室温、窒素雰囲気中において、FPP を施した処理温度の 923 K は従来の研究 (1173 K) と比較して低い値である。

Fig.2 処理中の熱履歴を示す。処理温度は試験片表面中心に溶接した熱電対により測定し、IH の出力を調節することにより制御した。IH コイルの内径は 30 mm、巻き数は 1 である。また、加熱中の周波数は 200 kHz、出力は 20 kW である。過熱を防ぐため、コイル内に冷却水を流している。Fig.3 に試験片作製工程のフローチャートを示す。異なる表面改質層を有する 5 種類の試験片を作製した。比較のため、アルゴン雰囲気中で処理した試験片も作製している。

4. 研究成果 (抜粋)

(1) 前処理の導入による GBIH 窒化の低温化：Fig.3 に示した手順で作製した試験片の分析結果に基づき、GBIH 窒化した Ti-6Al-4V 合金の表面特性に及ぼす前処理 FPP の影響について検討する。Fig.4 に N923、F、F+N923、F+Ar923 材の縦断面でのピッカース硬さ測定結果を示す。同図より、N923 材の表面には硬化層が形成されていないことがわかる。これは処理温度が低いため、窒素拡散が生じな

ったためと考えられる。また同図より、F+Ar923 材にも形成されていないことがわかる。これは F 材の表面近傍の硬さを上昇させている FPP 中に生じた転位が IH 中に回復したためと考えられる。純鉄の場合、FPP された表面の元素拡散速度は再結晶速度より速いことは報告されており、本研究で得られた結果と一致するものである。さらに Fig.4 より、F+N923 材の表面には硬化層が形成されていることが認められる。F+Ar923 材の結果を考慮すると、N923 材の表面の高硬化は FPP 中の加工硬化ではなく、GBIH 窒化中の窒素拡散に起因すると考えられる。さらに、これらの結果は前処理として FPP を施すことにより、チタンへの窒素拡散が促進されることを示すものである。これは FPP による高転位密度かつ微細結晶粒を含有する表面層の形成に起因する。

Fig.5 に N923 材と F+N923 材の XRD 分析結果を示す。N923 材から得られたプロファイルには、基材由来の回折ピークが存在しているが、窒素化合物のピークは検出されていない。一方、F+N923 材からは TiN と Ti₂N のピークが検出されている。Fig.6 に N923 材と F+N923 材の縦断面の SEM 観察結果を示す。同図には、相変態と結晶粒粗大化により疲労強度が低下した、1173 K で GBIH 窒化した試験片の観察結果も示している。F+N923 材の表面には厚さ約 1 μm の窒素化合物層が形成している (Fig.6(b))。一方、この層は N923 材の表面には観察されない (Fig.6(a))。これらの結果は XRD 分析の結果と一致するものである。また同図より、N923 材と F+N923 材の内部の微視組織は同様であり、比較的微細な等軸 α 相と β 粒で構成されていることがわかる。一方、1173 K で処理された Ti-6Al-4V 合金は針状 α 相が形成され、結晶粒が粗大化している (Fig.6(c))。これらの結果は前処理として FPP を施すことで、相変態や結晶粒粗大化が抑制される温度で GBIH 窒化により窒素化合物層を形成できることを示すものである。

(2) 耐摩耗性の検討：摩耗特性はボールオンディスク式往復摺動摩擦摩耗試験により調べた。Fig.7 にそれぞれの試験片の削食量を示す。同図より、P 材と N923 材の削食量はほぼ等しいこと、F 材の削食量はそれらの試験片よりわずかに少ないことがわかる。また、F+N923 材の削食量は他の試験片のものと比較して少ないことが認められる。Fig.8 にそれぞれの試験片に形成された摩耗痕の断面プロファイルを示す。同図より、P 材 (Fig.8(a)) と N923 材 (Fig.8(c)) の摩耗痕はおおむね同じ大きさであること、それらと比較して F 材 (Fig.8(b)) の摩耗痕はわずかに小さいことがわかる。また、F+N923 材に形成された摩耗痕は作製した試験片の中で最も小さいことがわかる。これらの結果は試験中の削食量の算出結果と同様の傾向にある。

以上の結果より、N923 材の耐摩耗性は向上

していないことが明らかとなった。これは表面に硬化層が形成されていないためと考えられる。また、F 材は加工硬化により表面硬さが上昇したため、P 材と比較しわずかに耐摩耗性が向上することが明らかとなった。F+N923 材は作製した試験片の中で最も優れた耐摩耗性を有することが示された。

試験片の摩耗挙動をより詳細に検討するため、摩耗痕を SEM により観察した。Fig.9 にその結果を示す。同図より、F+N923 材 (Fig.9(d)) に形成された摩耗痕は他のものと比較して狭いことがわかる。さらに、それを高倍率で観察した結果 (Fig.9(e)) から、F+N923 材の摩耗痕内部には FPP により形成されたくぼみが存在していることが認められる。これは、F+N923 材の摩耗は FPP により形成された凹凸の先端から開始し、徐々に進行したためと考えられる。また摩耗痕内のくぼみの存在より、試験後も F+N923 材の摩耗痕内には硬質な窒素化合物層が一部で残存している可能性が考えられる。この点について検討するため、摩耗痕表面の硬さをナノインデントーション法により測定した。三角錐 (パーコピッチ型) の圧子を用い、負荷荷重を 10 mN、荷重保持時間を 5 s とした。その結果、F+N923 材の摩耗痕表面の硬さは 5.8 ± 1.3 GPa ($n=5$, mean \pm SD) であった。ばらつきは大きいものの、これは基材 (3.4 ± 0.3 GPa, $n=5$, mean \pm SD) より大きい値であった。このことは、硬化層は試験終了まで表面に残存していることを示すものであり、それにより F+N923 材の摩耗は抑制されたと考えられる。

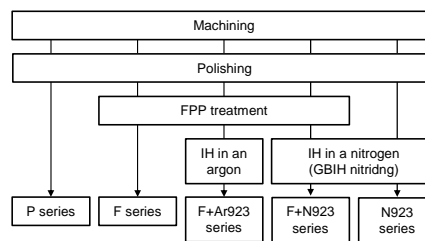


Fig.3 Flowchart illustrating specimen preparation procedures.

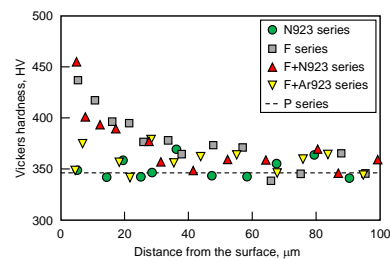


Fig. 4 Cross-sectional distributions of Vickers hardness values

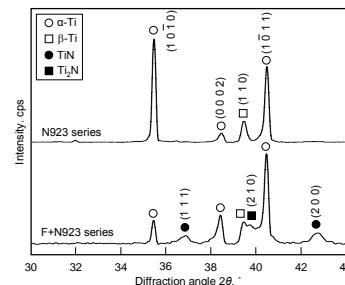


Fig. 5 XRD patterns acquired from GBIH nitrided specimens

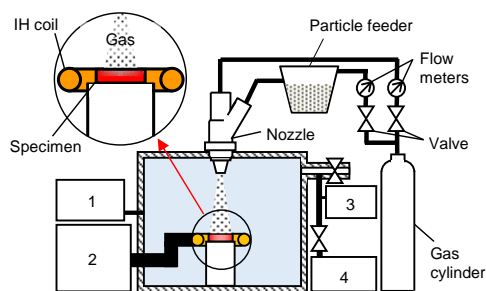


Fig. 1 Experimental apparatus (Legend: 1. vacuum gauge, 2. induction heating inverter, 3. oxygen analyzer, 4. vacuum pump).

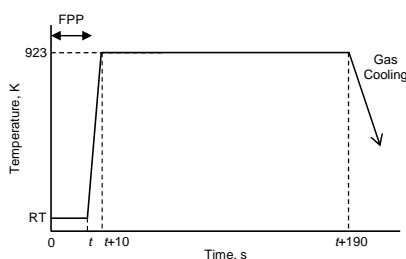


Fig. 2 Thermal history during the FPP/nitriding process.

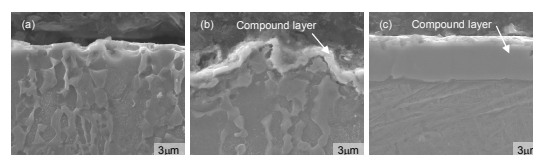


Fig. 6 Cross-sectional SEM micrographs of (a) GBIH nitrided at 923 K (N923 series), (b) GBIH nitrided following pre-treatment with FPP (F+N923 series), and (c) GBIH nitrided at 1173 K specimens.

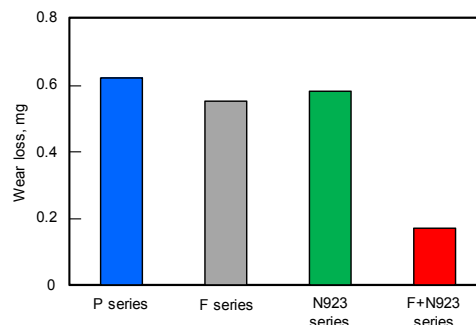


Fig. 7 Wear losses of polished (P series), treated with FPP for a peening time of 30 s (F series), GBIH nitrided (N923 series), and GBIH nitrided following pre-treatment with FPP (F+N923 series) specimens.

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19、CK - 19 (共通)

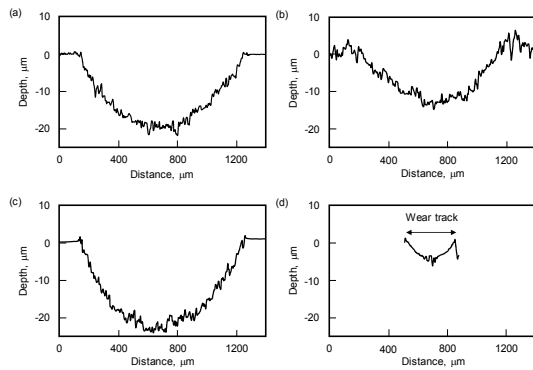


Fig. 8 Cross-sectional profiles of wear tracks formed on (a) polished (P series), (b) treated with FPP for a peening time of 30 s (F series), (c) GBIH nitrided (N923 series), and (d) GBIH nitrided following pre-treatment with FPP (F+N923 series) specimens.

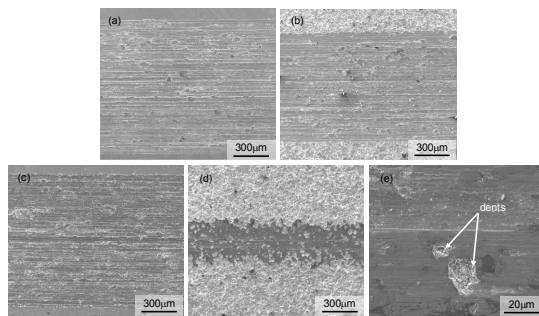


Fig. 9 SEM micrographs of wear tracks formed on (a) polished (P series), (b) treated with FPP for a peening time of 30 s (F series), (c) GBIH nitrided (N923 series) and (d) GBIH nitrided following pre-treatment with FPP (F+N923 series) specimens, and (e) a detailed micrograph of the wear track formed on an F+N923 series.

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

〔雑誌論文〕(計 3 件)

武末翔吾, 菊池将一, 曙紘之, 小茂鳥潤, 深沢剣吾, 三阪佳孝, ガスブローIH 窒化を施した Ti-6Al-4V 合金の表面特性に及ぼすガス流速の影響, 日本金属学会誌, 査読有, Vol.81, No.5, 2017, pp.288-293, 10.2320/jinstmet.JBW201605

S.Takesue, S.Kikuchi, H.Akebono, J.Komotori, K.Fukazawa, Y.Misaka, Effects of Gas Blow Velocity on the Surface Properties of Ti-6Al-4V Alloy Treated by Gas Blow IH Nitriding, Materials Transactions, 査読有, Vol.58, No.8, 2017, pp.1155-1160 10.2320/matertrans.M2017111

齋藤周也, 鈴木広野, 小茂鳥潤, 深沢剣吾, 三阪佳孝, 川寄一博, AIH-FPP 処理による Ni-Al 金属間化合物被膜の創製, 日本金属学会誌, 査読有, Vol.80, No.9, 2016, pp.562-569

10.2320/jinstmet.J2016005

〔学会発表〕(計 10 件)

武末翔吾, 菊池将一, 曙紘之, 小茂鳥潤, 三阪佳孝, 微粒子ピーニングを援用したチタン合金のガスブローIH 窒化処理の低温化, 日本金属学会春期講演大会, 2018

武末翔吾, 菊池将一, 曙紘之, 小茂鳥潤, チタン合金の疲労特性と耐摩耗性に及ぼすガスブローIH 窒化の効果 (処理温度の影響), 日本材料学会第 66 期学術講演会, 2017

武末翔吾, 菊池将一, 曙紘之, 大宮正毅, 小茂鳥潤, 深沢剣吾, 三阪佳孝, 短時間ガスブローIH 窒化メカニズムの検討 (窒素ガスブローと高周波電流の効果), 日本金属学会春期講演大会, 2017

Shogo Takesue, Shoichi Kikuchi,

Hiroiyuki Akebono and Jun Komotori,

Fatigue properties of gas blow IH

nitrided titanium alloy under four-point bending,

The 4th China-Japan Joint Symposium on Fracture of Engineering Materials and Structures, 2017

Shogo Takesue, Shoichi Kikuchi,

Hiroiyuki Akebono and Jun Komotori,

Effects of treatment temperature of gas blow IH nitriding on surface

characteristics and fatigue properties of titanium alloy,

14th International Conference on Fracture, 2017

Shogo Takesue, Shoichi Kikuchi,

Hiroiyuki Akebono, Kengo Fukazawa

and Jun Komotori

Effects of treatment temperature and gas blow velocity of IH nitriding on microstructure of titanium alloy

44th International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films, 2017

武末翔吾, 岩前翔太, 亀山雄高, 深沢剣吾, 三阪佳孝, 川寄一博, 小茂鳥潤, Cr と Ni 粒子を用いて AIH-FPP 処理を施した S45C 鋼の耐高温酸化性, 日本機械学会, 2016 年

古瀬亜斗睦, 田中一光, 武末翔吾,

菊池将一, 小茂鳥潤, 松本圭司

AIH-FPP 処理を用いた Fe-Cr 合金の表面の結晶粒微細化, 日本材料学会, 2016

湯朝直仁, 武末翔吾, 小茂鳥潤, 深沢剣吾, 炭素鋼表面の微視組織形態に及ぼす超急速加熱高周波 2 回焼入れの影響,

日本材料学会, 2016 年

武末翔吾, 菊池将一, 曙紘之, 深沢剣吾, 小茂鳥潤,

ガスブローIH 窒化を施した Ti-6Al-4V 合金の表面特性に及ぼすガス流速の影響, 日本金属学会, 2016 年

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕

出願状況(計 0 件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
出願年月日：
国内外の別：

取得状況(計 0 件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
取得年月日：
国内外の別：

〔その他〕

ホームページ
Komotori Lab
<http://komotori.mech.keio.ac.jp/>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

小茂鳥 潤 (KOMOTORI Jun)
慶應義塾大学・理工学部・教授
研究者番号：30225586

(2) 研究分担者

曙 紘之 (AKEBONO Hiroyuki)
広島大学・工学研究科・准教授
研究者番号：50447215

菊池 将一 (KIKUCHI Shoichi)
静岡大学・工学部・准教授
研究者番号：80581579

森田 辰郎 (MORITA Tatsuro)
京都工芸繊維大学・機械工学系・教授
研究者番号：90239658

(3) 連携研究者

()

研究者番号：

(4) 研究協力者

()