

令和 5 年 6 月 2 日現在

機関番号：14303

研究種目：若手研究

研究期間：2020～2022

課題番号：20K14609

研究課題名（和文）高周波誘導加熱と微粒子ピーニングを援用した極短時間窒化手法の開発

研究課題名（英文）Development of super rapid nitriding technique using induction heating and fine particle peening

研究代表者

武末 翔吾（Takesue, Shogo）

京都工芸繊維大学・機械工学系・助教

研究者番号：00846058

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,200,000円

研究成果の概要（和文）：窒素雰囲気下で高周波誘導により加熱された低合金鋼SCM415に対して、純チタン微粒子を用いた微粒子ピーニングを施した。その結果、1373 Kで10 s間微粒子ピーニングを施した後、1373 Kで120 s間加熱保持を施すことにより、厚さ100～200 μmのチタン窒化物からなる硬質膜が形成された。これは、チタン粒子が被処理面に移着し、移着したチタンが処理雰囲気中の窒素と反応したためである。形成した被膜は高硬さを有するため、低合金鋼の耐摩耗性を向上させた。この耐摩耗性改善効果は高温でより顕著となった。また形成した被膜はチタン酸化物からなる保護被膜を形成するため、低合金鋼の耐食性も向上させた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

機械システムの高機能化に伴い、使用される部材にもより優れた特性が求められている。本研究では、数分の極短時間で金属材料の摺動特性や耐食性を向上できる表面改質法を提案・開発し、その効果について検討した。本研究で得られた成果は、種々の機械システムの機能性、安全性の向上に寄与できるものである。また、本研究で明らかにした高周波誘導加熱により生じる高速での元素拡散現象は、今後更なる革新的な表面改質法を開発するうえで、学術的にも有意義なものである。

研究成果の概要（英文）：Atmospheric-controlled induction-heating fine particle peening using fine particles of pure titanium was conducted for low-alloy steel SCM415 in a nitrogen atmosphere. The formation of hard titanium nitride coatings with a thickness of 100-200 micrometers was achieved by peening at 1373 K for 10 s and subsequent heating at 1373 K for 120 s. This is because titanium particles adhered to the treated surfaces during peening at the high temperature, which reacted with nitrogen in the atmosphere during the heating after peening. The created coating improved the wear resistance of the steel owing to its high hardness. The improvement was more significant at high testing temperatures because the high testing temperature and frictional heat caused oxygen in the air to react with titanium in the coating during the wear test. The coating created also improved corrosion resistance of the steel due to the formation of titanium oxide layer, which act as protective films.

研究分野：材料強度学

キーワード：表面改質 高周波誘導加熱 微粒子ピーニング

1. 研究開始当初の背景

近年、機械構造物の高性能化に伴い、使用される金属部材にもより優れた特性が要求されている。金属を高機能化する方法の1つとして表面改質が挙げられる。すでに実用化されている表面改質法も多くあるが、より高機能な部材を低コストで創成できる改質法の開発に関する研究も広く実施されている。その中で著者らは、従来の手法(ガス窒化など、数時間を要する)よりも極短時間(数分)で窒化が実現できる手法として、ガスブロー-高周波誘導加熱(Induction heating: IH)窒化を提案している。この処理は、高周波誘導により加熱された金属に対して、窒素雰囲気下で窒素ガスを噴射するものである。しかしながら、現状ではこの手法により短時間で窒化が可能な金属はチタンに限られており、チタン以外の金属の表面を短時間で高硬化する方法は確立されていない。機械システムには様々な金属が使用されていることから、ガスブロー-IH窒化による短時間での表面硬化をチタン以外の金属でも実現させることは極めて重要である。

2. 研究の目的

以上のような背景から、本研究ではチタン以外の金属の表面を短時間で高硬化化するプロセスを開発することを目的とし、その方法として、微粒子ピーニング(Fine particle peening: FPP)を援用することに着目した。具体的には、FPPにおいて生じる投射粒子成分の移着に着目し、チタン粒子を用いたFPPを施した後にガスブロー-IH窒化を施し、FPPにより被処理面に移着したチタンを窒化させる。このような方法の場合、FPPの投射粒子としてチタンを用いることで、あらゆる金属の表面を短時間で高硬化できるものと考えられる。

本研究では、ガスブロー-IH窒化により、あらゆる金属の表面を極短時間で高硬化できるプロセスを開発することを最終目的とする中で、その第1段階として、ガスブロー-IH窒化とFPPを組み合わせることで、鉄鋼材料の表面を極短時間で高硬化させること、それにより鉄鋼材料の耐摩耗性を向上させることを目的とする。

3. 研究の方法

被処理材として、直径15mm、厚さ4mmの低合金鋼SCM415を用いた。使用した表面改質装置の模式図を図1に示す。この装置には、密閉されたチャンバ内にFPP用ノズルとIHコイルが具備されている。またチャンバ内の雰囲気は、接続されているポンプを用いて排気した後、ポンベから窒素ガスを導入することにより置換できる。FPPの投射粒子には、粒径45 μm 以下の純チタン粒子を用いた。この粒子を走査型電子顕微鏡(Scanning electron microscope: SEM)により観察した結果を図2に示す。IHによる試験片の加熱温度は、円盤型試験片の一方の端面に溶接されたK熱電対により測定された温度からIHの出力を調整することにより決定した。

作製した試験片の表面特性は、SEM、エネルギー分散型X線分析装置(Energy dispersive X-ray spectroscopy: EDX)、X線回折装置(X-ray diffraction: XRD)、ナノインデンテーション装置を用いて分析した。また、試験片の耐摩耗性を検討するため、ボールオンディスク式摩擦摩耗試験を行った。この試験は大気中、無潤滑下で行い、試験温度は室温と473Kとした。形成された摩耗痕の断面プロファイルをレーザ顕微鏡により測定した。さらに、被処理面の耐食性を検討するため、358Kの1%塩化ナトリウム水溶液中に試験片を浸漬し、質量変化を測定した。

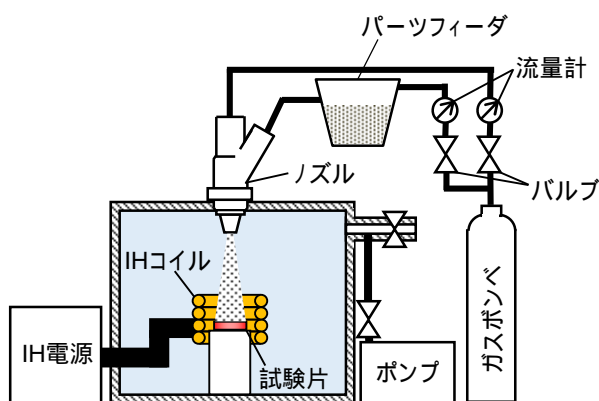


図1 処理システムの模式図

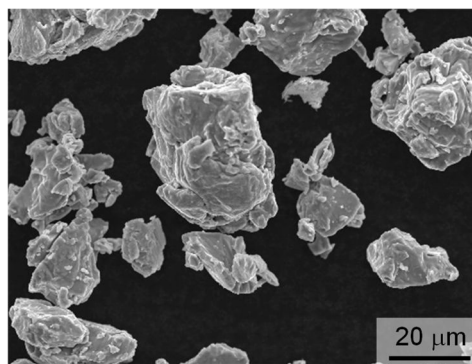


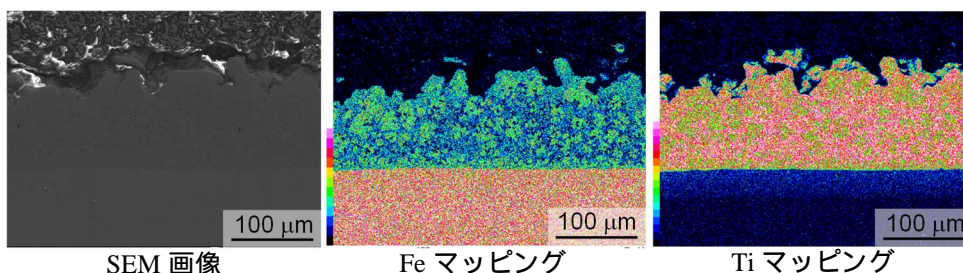
図2 投射粒子のSEM観察結果

4. 研究成果

SCM415鋼に対して、1373Kで10s間チタン粒子を用いたFPPを施した後、1373Kで120s間加熱保持を施した試験片の縦断面をSEMとEDXにより分析した結果を図3に示す。同図より、被処理材(Fe)の表面に投射粒子成分のTiが100~200 μm 程度の厚さで検出されているこ

とがわかる。この結果から、投射した純チタン粒子が SCM415 鋼表面に移着し、チタン移着層を形成したことがわかる。この試験片の表面を XRD により分析した結果を図 4 に示す。同図より、被処理材表面からは TiN 、 Ti_2N の回折ピークが検出されていることがわかる。このことから、移着したチタンは高温での加熱保持中に雰囲気成分の窒素と反応し、チタン窒化物を形成したことが明らかになった。また、チタンと鉄の金属間化合物である TiFe_2 の回折ピークも検出されていることから、移着したチタンと基材の鉄も加熱保持中に反応したものと考えられる。ナノインデンテーション法により、この試験片の縦断面において硬さ分布を測定した結果を図 5 に示す。同図より、創成した被膜は使用した SCM415 鋼や純チタン粒子よりも高硬さを有することがわかる。これは、XRD による分析で明らかになった通り、移着したチタンと処理雰囲気中の窒素が反応し、高硬さを有するチタン窒化物が形成したためと考えられる。また、被処理材の基材部分も処理前の SCM415 鋼より高硬さとなっているが、これは加熱後のガス噴射による冷却により、微視組織がフェライト・パーライト組織からベイナイト組織に変化したためと考えられる。

以上に示した結果から、提案した処理プロセスにより、数分の極短時間で SCM415 鋼の表面にチタン窒化物から成る硬質膜を形成できることが明らかになった。



SEM 画像 Fe マッピング Ti マッピング
図 3 被処理材縦断面における SEM 観察および EDX 分析結果

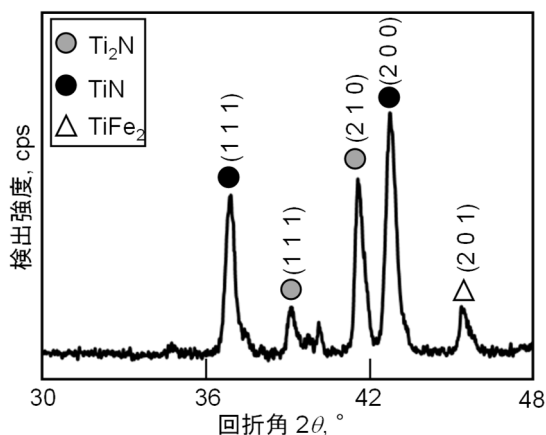


図 4 被処理面の XRD 分析結果

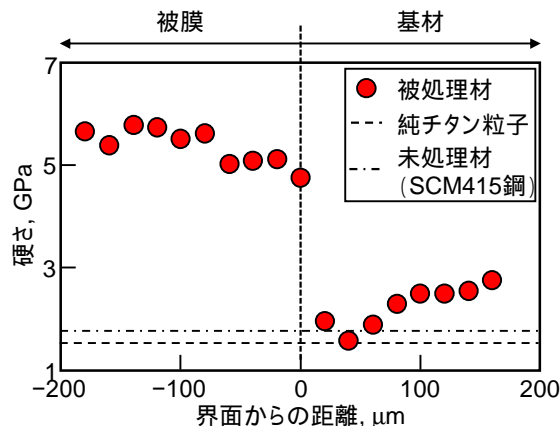


図 5 被処理材縦断面における硬さ分布測定結果

以上に示した硬質膜が SCM415 鋼の耐摩耗性に及ぼす影響を検討するため、ボールオンディスク式摩擦摩耗試験を行った。レーザ顕微鏡により測定された摩耗痕の断面プロファイル、試験力 (3 N)、摺動距離 (100 m)、回転半径 (6 mm) から、室温と 473 K で試験した際の未処理材および被処理材の比摩耗率を算出した結果を図 6 に示す。同図より、試験温度に関わらず、被処理材の比摩耗率は未処理材より低いことがわかる。この結果は、提案した処理により硬質膜を創成することで、SCM415 鋼の耐摩耗性を向上できることを示すものである。硬質膜創成による比摩耗率の低減効果は、室温で約 35%、473 K で約 55% であり、高温において低減効果がより高かった。これは、形成された摩耗痕の EDX による元素分析の結果、高温での試験で形成された摩耗痕の内部からは酸素が強く検出されたことから、摩擦熱と高い試験温度のため試験中に摩耗面が高温化し、大気中の酸素が試験中に拡散し、より表面が高硬さ化したためと考えられる。

創製した被膜が SCM415 鋼の耐食性に及ぼす影響を検討するため、358 K の 1% 塩化ナトリウム水溶液中に試験片を浸漬し、試験片の質量を測定することにより、被処理面と未処理面の単位面積当たりの質量減少量を算出した。その結果を図 7 に示す。同図より、未処理面の単位面積当たりの質量減少量は浸漬時間の増加に伴い増加する一方、被処理面の減少量は浸漬時間 28 日までは増加するが、それ以降はほとんど変化しないことがわかる。この結果から、提案した処理により SCM415 鋼の耐食性を向上できることが明らかになった。これは、試験後の試験片の縦断面を EDX により元素分析した結果から、被処理面では被膜に含有されるチタンが表面でチタン酸化物を形成し、それが保護被膜として作用したためと考えられる。

以上に示した結果から、提案した処理により形成した被膜は SCM415 鋼の耐摩耗性と耐食性を向上させることが明らかになった。

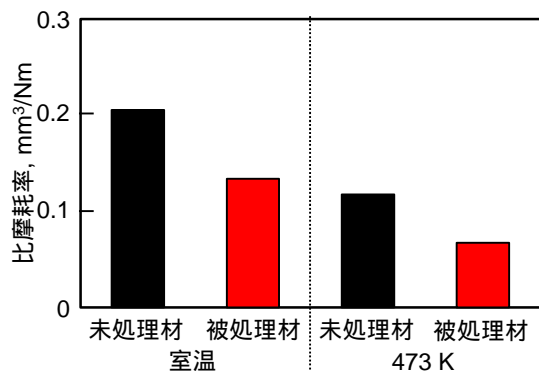


図6 比摩耗率の算出結果

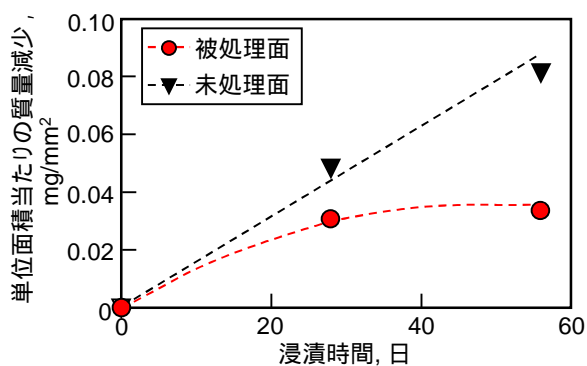


図7 単位面積当たりの質量減少量算出結果

本研究で得られた成果は、雰囲気制御，IH，FPP を組合せた表面改質システムを用いることにより、従来手法と比較して極短時間の数分で金属表面に硬質膜が創成され、低合金鋼の耐摩耗性や耐食性を向上できることを示すものであり、部材の高機能化による機械システムの安全性・信頼性向上に寄与できる。また、本研究で生じた短時間での表面改質は、IH の電気的効果により生じる高速での元素拡散を利用したものである。これまでにこの現象を利用した表面改質法の開発は行われておらず、今後の更なる革新的な表面改質法の開発に繋がるものと予想される。今後はこの短時間での表面改質メカニズムをより詳細に明らかにするとともに、鉄鋼材料以外の金属に対して処理を施した場合の効果について検討する必要があると考えている。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計5件（うち査読付論文 5件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 3件）

1. 著者名 Shogo Takesue, Yoshitaka Misaka, Jun Komotori	4. 巻 61
2. 論文標題 Formation of Fe-Al Intermetallic Compound Layer by AIH-FPP and its Effect on Tribological Properties of Stainless Steel	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 ISIJ International	6. 最初と最後の頁 1946-1954
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2020-753	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -
1. 著者名 Shogo Takesue, Shoichi Kikuchi, Yoshitaka Misaka, Tatsuro Morita, Jun Komotori	4. 巻 62
2. 論文標題 Combined Effect of Gas Blow Induction Heating Nitriding and Post-Treatment with Fine Particle Peening on Surface Properties and Wear Resistance of Titanium Alloy	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Materials Transactions	6. 最初と最後の頁 1502-1509
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.2320/matertrans.Z-M2021845	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -
1. 著者名 Shogo Takesue, Shoichi Kikuchi, Yoshitaka Misaka, Tatsuro Morita, Jun Komotori	4. 巻 399
2. 論文標題 Rapid nitriding mechanism of titanium alloy by gas blow induction heating	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Surface and Coatings Technology	6. 最初と最後の頁 126160
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.surfcoat.2020.126160	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 武末翔吾, 塚原真宏, 三阪佳孝, 小茂鳥潤	4. 巻 60
2. 論文標題 窒素雰囲気下での高周波誘導加熱によるチタン合金の極短時間窒化	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 熱処理	6. 最初と最後の頁 233-238
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Shogo Takesue, Tatsuro Morita, Yoshitaka Misaka, Jun Komotori	4. 巻 11
2. 論文標題 Rapid formation of titanium nitride coating by atmospheric-controlled induction-heating fine particle peening and investigation of its wear and corrosion resistance	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Results in Surfaces and Interfaces	6. 最初と最後の頁 100121
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.rsurfi.2023.100121	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている(また、その予定である)	国際共著 -

〔学会発表〕 計6件(うち招待講演 0件/うち国際学会 0件)

1. 発表者名 辻井優成, 武末翔吾, 森田辰郎, 小茂鳥潤
2. 発表標題 高周波誘導加熱と微粒子ピーニングによるチタン合金の高速酸化および耐摩耗性改善
3. 学会等名 日本材料学会関西支部 第17回若手シンポジウム
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 武末翔吾, 森田辰郎, 小茂鳥潤
2. 発表標題 高温加熱によるチタンへの高速元素拡散を利用した表面改質法の開発
3. 学会等名 第2回日本チタン学会 講演大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 刈崎郁, 武末翔吾, 森田辰郎, 小茂鳥潤
2. 発表標題 窒素雰囲気下でのIHと微粒子ピーニングによるSCM415の耐摩耗性の改善
3. 学会等名 日本材料学会 材料シンポジウム 若手学生研究発表会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 辻井優成, 瀧崎郁, 武末翔吾, 森田辰郎, 小茂鳥潤
2. 発表標題 窒素雰囲気したでのIHと微粒子ピーニングによるSCM415の耐食性の改善
3. 学会等名 砥粒加工学会 先進テクノフェア(ATF2022)卒業研究発表会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 瀧崎郁, 武末翔吾, 森田辰郎, 小茂鳥潤
2. 発表標題 雰囲気制御下でのIHと微粒子衝突処理を併用したSCM415表面での高硬度被膜の創成
3. 学会等名 日本材料学会関西支部第15回若手シンポジウム
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 武末翔吾, 齋藤周也, 三阪佳孝, 小茂鳥潤
2. 発表標題 AlH-FPP処理によるFe-Al金属間化合物層の創成とステンレス鋼の耐摩耗性に及ぼすその効果
3. 学会等名 日本鉄鋼協会第180回秋季講演大会
4. 発表年 2020年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

<p>京都工芸繊維大学 研究者総覧 https://www.hyokadb.jim.kit.ac.jp/profile/ja.7fa0df662b348aee2986f1c5edc63b29.html Researchmap https://researchmap.jp/stakesue Google Scholar https://scholar.google.com/citations?user=9Bjm_kIAAAAJ&hl=ja Scopus https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=56091819500 ORCID https://orcid.org/0000-0002-4292-8750</p>
--

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
--	---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------