

令和 4 年 5 月 23 日現在

機関番号：10101

研究種目：若手研究

研究期間：2019～2021

課題番号：19K14835

研究課題名（和文）表面改質技術Scanning Cyclic Pressによる金属の疲労特性改善

研究課題名（英文）Improvement of fatigue properties of metallic material by using surface modification technique Scanning Cyclic Press

研究代表者

藤村 奈央 (Fujimura, Nao)

北海道大学・工学研究院・助教

研究者番号：40732988

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,100,000円

研究成果の概要（和文）：金属表面に振動圧縮負荷を走査することで表層を改質する技術Scanning cyclic press: SCPにおいて、加工パラメータが本手法による疲労特性改善効果や組織の変化に及ぼす影響を明らかにするため、圧縮負荷の大きさと繰返し数を変化させてマグネシウム合金AZ31に表面改質実験を行った。その結果、SCPによってAZ31表層に微細粒を含む改質層が形成され、疲労特性が未処理材に比べ大幅に向上した。改質層の深さや微細粒の大きさ等は加工パラメータによって異なり、例えば圧縮負荷の大きさが大きい方が、微細な粒を含む組織を短時間で深くまで形成し、疲労特性改善効果を得ることができた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

SCPは金属表面に振動圧縮負荷を走査することで表層を改質する新しい表面改質技術である。本手法では圧縮負荷の大きさ、繰返し数、走査速度など種々の加工パラメータを調整することで改質組織や疲労特性改善等の効果を得るが、これらが改質機構や組織、諸特性に及ぼす影響は十分に明らかになっていない。SCPは高精度に制御された加工を表面に施すことで材料の諸特性を改善することができるため、機構に基づいて合理的に加工条件を設定し効果を得ることができれば、例えば新材料導入の期間短縮や、強度に関しては弱点がある機能材料を導入できるようになるなど、材料の適用範囲を拡大し、優れた特性を有する機器・構造物の実現が期待できる。

研究成果の概要（英文）：A new surface modification technique, termed a scanning cyclic press (SCP), has been recently developed. In this process, a metal surface is scanned with a vibrating indenter using a servo control method, which can cyclically apply a variable and precise compressive load. This study applied an SCP to magnesium alloy AZ31 to investigate the effects of the SCP processing parameters, such as the magnitude of the compressive load and the number of cyclic loading, on the alloy's fatigue property and the changes in the microstructure. The SCP created the surface layer whose microstructure included nanocrystallized grains, and it improved the fatigue properties of AZ31. The grain size and the depth of the nanocrystalline surface layer were different due to SCP processing parameters: for example, the larger compressive load created the deep nanocrystalline layer in a short time.

研究分野：材料強度学

キーワード：表面改質 疲労特性改善 組織の微細化 マグネシウム合金

## 1. 研究開始当初の背景

近年、CO<sub>2</sub>を始めとする地球温暖化ガスの削減や省エネルギー化の観点から、産業界では機器・構造物の高効率化や軽量化が求められており、自動車・航空宇宙分野を始めとする先端分野では軽量の軽金属の需要が高まっている。例えば、実用金属で最も軽いマグネシウムは、鋼やチタン、アルミニウムなど他の軽金属よりも優れた比強度を有し、資源も豊富で環境にも優しくリサイクル性にも優れていることから、次世代の構造用材料として活躍が期待されている。しかし、軽金属は強度、硬さ、疲労特性などが低く、耐食性・耐磨耗性等にも難があるためその用途が制限され、本来の優れた特性を活かしきれていない。材料の損傷は表面で生じることが多いため、諸特性を改善する手段には表面改質が用いられるが、これらの短所を格段に改善する表面改質技術が開発されれば、その適用範囲を拡大し、優れた特性を有する軽量機器・構造物を実現することができる。一方、軽金属の疲労特性に関するデータは鋼に比べて少ないことから、構造用材料として用途を拡大したときに備えて疲労特性に関するメカニズムを把握することは、今後の軽金属の信頼性・安全性を確保するために重要なことである。

表面改質には、塑性変形を材料に導入する強加工を原理とする方法があり、例えば、ショットピーニングや Surface mechanical attrition treatment: SMAT、超音波振動を利用した Ultrasonic impact treatment: UIT や Ultrasonic nanocrystalline surface modification: UNSM など様々な技術が研究・開発され、疲労強度や硬さ、耐磨耗性など材料の諸特性の改善に実用されている。一方、研究代表者が所属する研究室では、新たな表面改質技術 Scanning cyclic press: SCP を開発した。本手法では、被加工物表面に振動するインデントを走査して低圧縮荷重を加えることで、表層に微細組織を形成する。これまでに低炭素鋼 S25C に対して SCP を適用したところ、表層にナノメートルオーダーの微細粒を含む微細組織が形成され、疲労寿命や疲労強度が向上した。また、同様の結果は、マグネシウム合金に適用した場合にも得られた。このことから、本手法は、金属材料の表層組織を微細化し、疲労特性を改善させる有用な表面改質技術として期待できる。

SCP では、インデントで加える圧縮荷重の大きさや付与する周波数、繰返し数、走査する速度などを加工時のパラメータとして設定する。しかし、これらを調整してどの程度表層を改質すれば材料の疲労特性(寿命・強度)が変化・改善するのか、これら加工パラメータのどれが組織の微細化に最も効くのか、などについては未だ不明な点が多い。最適な加工パラメータを設定して表層を合理的に改質し、疲労特性を効果的に改善するためには、SCP を用いた表面改質における加工パラメータの影響を明らかにする必要がある。

## 2. 研究の目的

上記の背景を踏まえ、本研究では、表面改質技術 SCP を施した金属材料における疲労特性の改善効果とその改善効果に及ぼす加工パラメータの影響を明らかにすることを目的とし、種々の加工条件で SCP を施したマグネシウム合金に対して疲労試験を行った。また、改質した材料の断面組織等を観察・分析し、加工パラメータによる組織や諸特性の変化の違いを調査した。これらの結果に基づいて本手法で処理した金属の疲労特性改善のメカニズムを検討した。

## 3. 研究の方法

### (1) 供試材および試験片

供試材には、展伸用マグネシウム合金 AZ31 を用いた。素材は、押出温度 673K、押出速度 5m/min の条件で押し出した直径 16mm の丸棒である。押出後の組織は、粗大粒と微細粒が混在しており、平均粒径は 45 $\mu$ m である。棒材から、切削加工により、中央に直径 4mm、長さ 2mm の平行部を持つ砂時計型試験片を作製した。試験片表面は、エメリー紙による機械研磨とアルミナを用いたバフ研磨により鏡面仕上げとした。

### (2) 表面改質実験

本研究では、図 1 に示す SCP 表面改質装置を用いて、AZ31 の試験片を改質した。本装置では、DC モーターとステッピングモーターを駆動させて試験片に回転と軸方向への送りを与えることで、サーボ弁を採用した油圧アクチュエータで振動させたインデントを材料表面に走査する。このとき、試験片に付与される圧縮荷重を反力受けにつながったロードセルで検出し、これをコントローラにフィードバックすることで精密な荷重制御の下、改質を行うことができる。

本改質実験では、SCP の加工パラメータの内、インデントによる圧縮荷重の大きさとその繰返し数に注目し、これらを変化させて処理を施した。具体的には、室温・大気中において、試験片表面に最大圧縮荷重 29.4 N、最小圧縮荷重 0 N の正弦波軸荷重を振動周波数 200Hz で付与した。繰返し数は 3.2 $\times 10^5$  回と 8.0 $\times 10^6$  回の 2 条件とした。これら負荷繰返し数は、試験片の回転数を 2rpm、軸方向への送り速度を 0.01mm/sec としたとき、振動するインデントが平行部を含む試験片中央部の改質範囲(軸方向 8mm)をそれぞれ 1 往復または 25 往復するのに相当する。また、繰返し数 3.2 $\times 10^5$  回での試験については、最大圧縮荷重 58.8 N でも実施した。以降、各

SCP 処理材をそれぞれ ,SCP(29.4N ,3.2 × 10<sup>5</sup> 回) ,SCP(29.4N ,8.0 × 10<sup>6</sup> 回) ,SCP(58.8N ,3.2 × 10<sup>5</sup> 回)と呼ぶ。

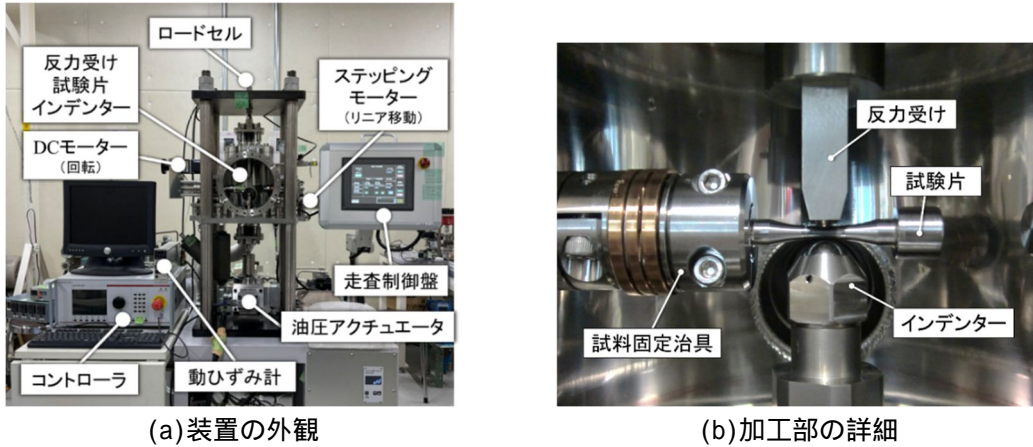


図 1 SCP 表面改質装置

## (2) 疲労試験および破面観察

電気油圧サーボ式疲労試験機を用い、室温・大気中において、未処理材および各種 SCP 処理材に軸荷重疲労試験を実施した。負荷条件は、応力比  $R=-1$ 、周波数は  $f=120\text{Hz}$  の正弦波とした。未処理材と SCP(29.4N ,8.0 × 10<sup>6</sup> 回)については、応力振幅  $\sigma_a=80\text{--}150\text{MPa}$  の範囲で疲労寿命  $N_f$  を得た。SCP(29.4N ,3.2 × 10<sup>5</sup> 回)と SCP(58.8N ,3.2 × 10<sup>5</sup> 回)については応力振幅  $\sigma_a=120\text{MPa}$  で疲労寿命  $N_f$  を取得し、未処理材および SCP(29.4N ,8.0 × 10<sup>6</sup> 回)のそれと比較した。

疲労試験後、破断した試験片の破面を走査型電子顕微鏡 SEM (VE-9800, KEYENCE) で観察し、各試験片における破壊形態を調査した。

## (3) 断面組織の観察・分析

改質後、電界放射型走査電子顕微鏡 FE-SEM (JSM-7001FA, JEOL) を用い、EBSD (後方散乱電子回折) 法で試験片の軸方向に垂直な断面の組織を観察・分析した。観察用試料は、インデーターを走査したことで表面に暗い光沢を有する条痕が形成された試験片中央部(改質部)からファイナカッターで円柱を切り出し、その切断面を #5000 のエメリー紙とアルミナで研磨した後、イオンミリング装置 (IB-09010CP, JEOL) で Cross-section Polisher 加工を施して作製した。

## 4. 研究成果

### (1) 疲労試験結果

図 2 に未処理材と各種 SCP 処理材の  $S-N$  線図を示す。同図において未処理材の疲労寿命を○印、SCP 処理材の疲労寿命をそれぞれ●印: SCP(29.4N ,3.2 × 10<sup>5</sup> 回)、●印: SCP(29.4N ,8.0 × 10<sup>6</sup> 回)、●印: SCP(58.8N ,3.2 × 10<sup>5</sup> 回)で表示。矢印は、疲労試験での繰返し数が 10<sup>8</sup> 回を超えても試験片が破断せず、試験を打ち切ったことを示す。図 2 において、SCP(29.4N ,8.0 × 10<sup>6</sup> 回)の疲労寿命(●印)は、未処理材の疲労寿命(○印)よりも長寿命側に分布した。SCP(29.4N ,3.2 × 10<sup>5</sup> 回)(●印)と SCP(58.8N ,3.2 × 10<sup>5</sup> 回)(●印)の疲労寿命についても、応力振幅  $\sigma_a=120\text{MPa}$  に着目すると、未処理材と比較して明らかに長かった。以上のことから、SCP によって AZ31 の疲労寿命が改善されたことが示された。加工パラメータの違いに注目すると、SCP(58.8N ,3.2 × 10<sup>5</sup> 回)の疲労寿命は SCP(29.4N ,8.0 × 10<sup>6</sup> 回)とほぼ同じであり、負荷の繰返し数が同じ SCP(29.4N ,3.2 × 10<sup>5</sup> 回)と比較すると 1.7 倍程度長かった。

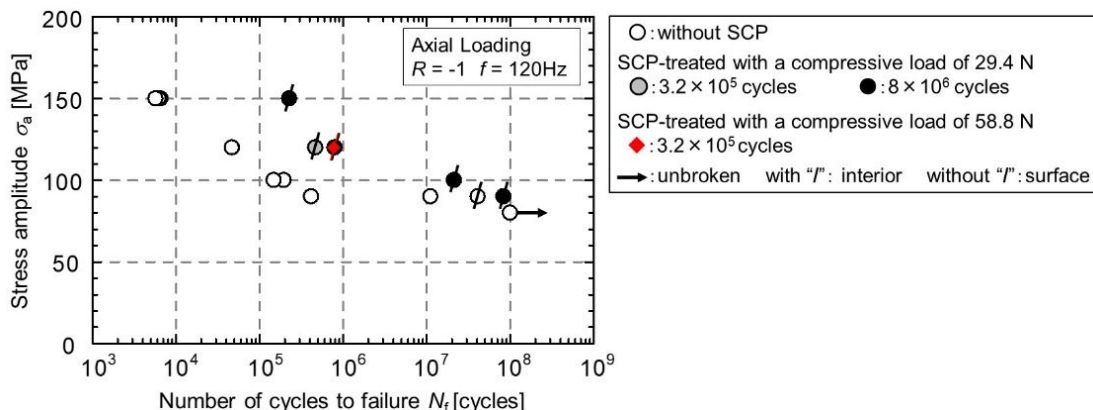


図 2 未処理材ならびに SCP 処理材の疲労試験結果

図 3(a)-(d)に応力振幅  $\sigma_a=120\text{MPa}$  で破断した未処理材と各種 SCP 処理材の破面観察結果を示す。未処理材では、表面に接する平坦な面（ファセット）が認められ（図 3(a)中黒矢印）、これを起点として破壊が生じていた（表面破壊）。その他の応力についても、90MPa で内部破壊した一例（図 2 中/付○印）を除いてすべて表面破壊であり、90MPa では両方の破壊形態が確認された。このことから、この付近に未処理材の表面破壊の疲労限度があると考えられる。一方、3 種類の SCP 処理材では、破面に見られる凹凸の特徴から、図 3(b)-(d)中の白矢印で示した付近、すなわち材料内部を起点としてき裂が発生・進展し、破壊に至った（内部破壊、図 2 中/付○印）。また、SCP 処理材では、表面に沿って深さ数十  $\mu\text{m}$  程度の帯状の領域が確認された（図 3(b)-(d)中黒矢印）。これは未処理材では見られなかった特徴であることから SCP に由来すると考えられる。SCP(29.4N,  $8.0 \times 10^6$  回)では、他の応力振幅でも材料内部に破壊起点が確認されたことから、SCP によって破壊形態が内部起点型に変化したことが明らかとなった。以上のことから、SCP によって表面破壊の疲労限度も向上し、AZ31 の疲労特性が改善されたことが示された。

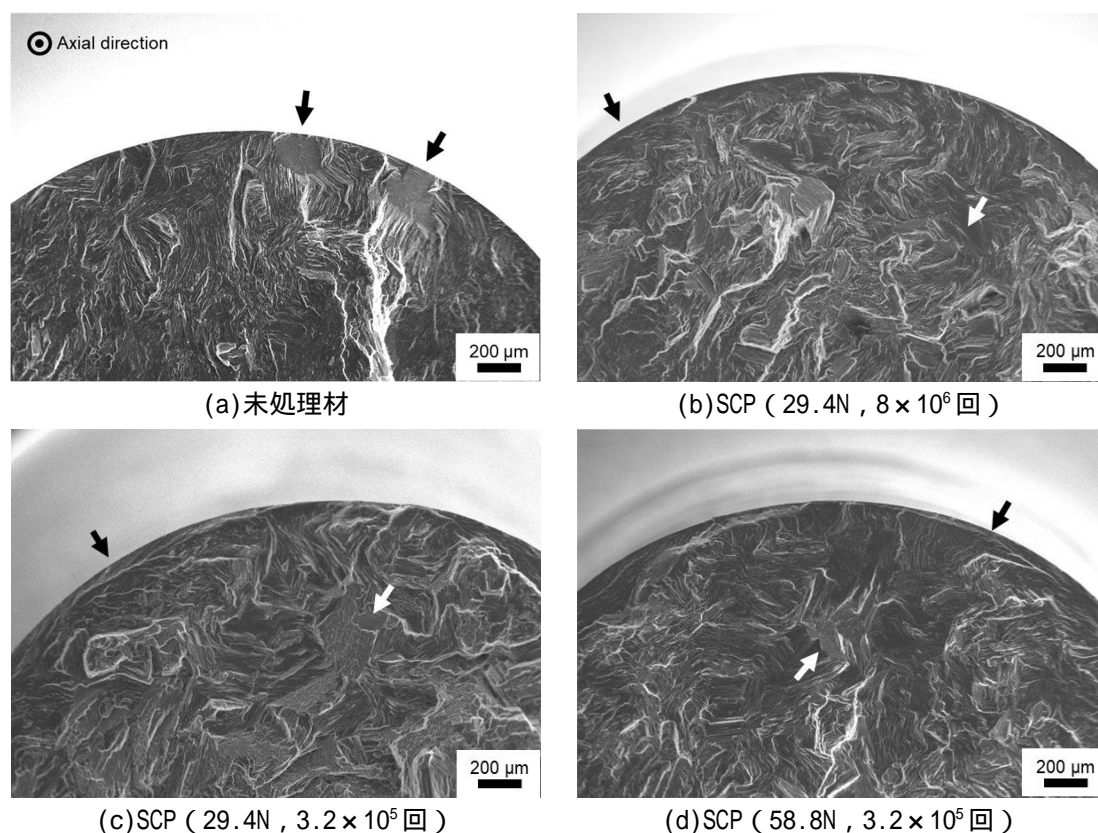


図 3 SEM による破面観察 ( $\sigma_a=120\text{MPa}$ )

## (2) 断面組織観察結果

図 4 に未処理材および各種 SCP 処理材の断面組織を示す。同図は電子線の走査間隔を  $0.5\mu\text{m}$  として SEM/EBSD で取得した IPF (Inverse pole figure) マップであり、各結晶粒の結晶方位が逆極点図の色と対応している。未処理材の断面組織は粒径  $100\mu\text{m}$  程度の粗大な結晶粒から成り、観察面を研磨した際に生じた双晶が部分的に確認された（図 4(a)）。一方、SCP 処理材では表層に結晶性の有無が不明確なノイズ領域があり、その直下には網目状の双晶が確認された。この双晶は未処理材で確認されたものとは方位が異なることから、SCP によって形成されたと考えられる。加工パラメータの違いに着目すると、SCP(29.4N,  $8.0 \times 10^6$  回)では、ノイズ領域が表面から深さ  $50\text{-}60\mu\text{m}$  程度まで、その直下から網目のような双晶が深さ  $200\mu\text{m}$  程度までそれぞれ形成されていた（図 4(b)）。このノイズ領域を含む表層組織を拡大観察したところ、ここには数  $\mu\text{m}$  オーダーの細かな結晶粒が含まれていることが明らかになった。SCP(29.4N,  $8.0 \times 10^6$  回)よりも負荷の繰返し数が少ない SCP(29.4N,  $3.2 \times 10^5$  回)でも、ノイズ領域は同程度の深さまで観察され、網目状の双晶も確認された（図 4(c)）。すなわち、改質層の深さに繰返し数の違いによる差は認められなかった。これは、付与される圧縮負荷の条件が等しいことが理由であると考えられる。しかし、繰返し数が多い材料ほどノイズの密度は高く、より微細な組織が形成されていたことから（図 4(b), (c)）、負荷繰返し数は、組織の微細化の程度に影響を及ぼすと考えられる。一方、SCP(58.8N,  $3.2 \times 10^5$  回)でも、微細粒を含むノイズ領域や双晶から成る改質層の形成が確認されたが、その深さは繰返し数が等しい SCP(29.4N,  $3.2 \times 10^5$  回)よりも深く、ノイズの密度は長時間加工した SCP(29.4N,  $8.0 \times 10^6$  回)と同じくらい高かった（図 4(d)）。また、ノイズ領域に含まれる微細粒の大きさは SCP(29.4N,  $3.2 \times 10^5$  回)と比較して小さかったことから、圧縮負荷の大きさは形成される改質層の深さや組織の微細化の程度に影響を及ぼすと考えられる。

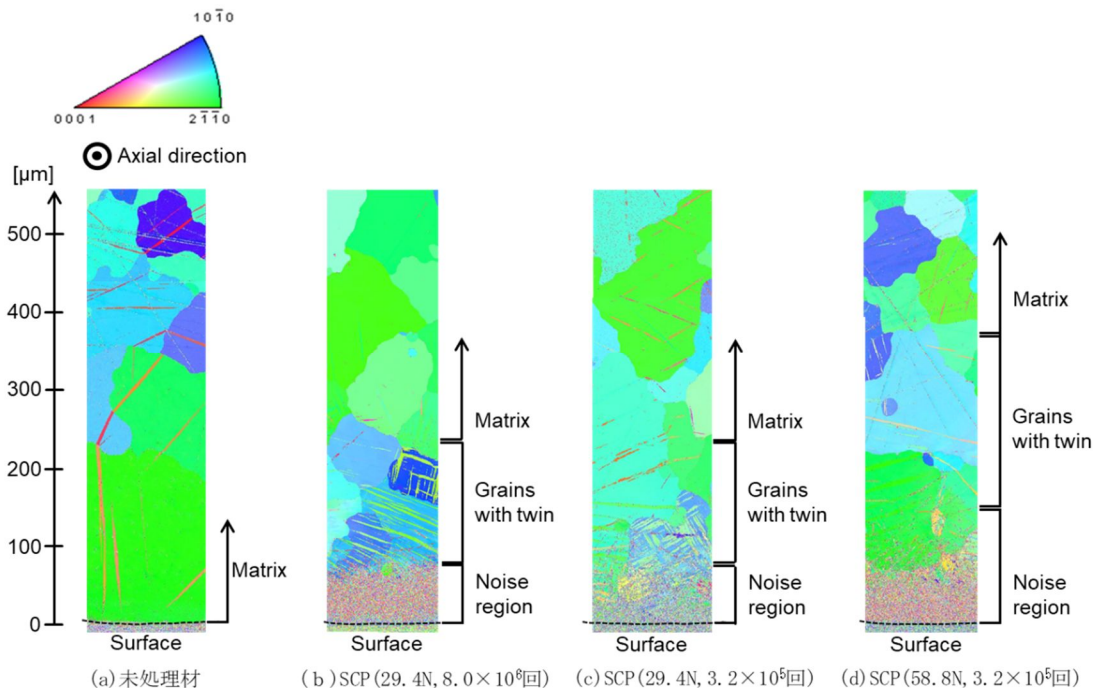


図 4 断面組織観察結果

### (3) 疲労特性改善効果と加工パラメータの影響

(1), (2)より, AZ31 に SCP を施すことで破壊形態が表面起点型から内部起点型へと変化し, 疲労特性が改善されることが明らかとなった. これは SCP によって表層の組織が改質されたためである. SCP 後の表層には, 微細粒を含む結晶性が不明確なノイズ領域と網目のような双晶が数百  $\mu\text{m}$  の深さまで形成された. ノイズ領域は, 先述したように, 微細な結晶粒を含んでいたが, ノイズは IPF マップの作成時に結晶方位を判定するために必要な菊池パターンが鮮明に得られないほどひずみが存在していることも示している. このひずみによって SCP 処理材の表層の硬さが未処理材よりも向上していると考えられることから, 未処理材と SCP(29.4N,  $8.0 \times 10^6$  回)において, 表面から圧子を押し込み, ビッカース硬さを測定した. その結果, SCP(29.4N,  $8.0 \times 10^6$  回)の表面硬さは未処理材に対して約 2 倍であった. このことから, SCP 処理材において疲労特性が改善した理由は, 改質によって表面から深さ数百  $\mu\text{m}$  ほどの表層にひずみが導入され, 特に表面直下には微細粒を含む硬い層が形成され, これが材料表面からのき裂発生を抑制したためであると考えられる.

加工パラメータを変化させると, 上述の改質組織におけるノイズの密度やノイズ領域・双晶の形成される深さが変わった. これを踏まえて, 疲労特性改善効果を効率的に得るための加工パラメータ設定方針について検討する. SCP 処理材の疲労寿命を比較した結果, 圧縮負荷の大きさは小さいが繰返し数が多い SCP(29.4N,  $8.0 \times 10^6$  回)と負荷の繰返し数は少ないが大きさは 2 倍である SCP(58.8N,  $3.2 \times 10^5$  回)の疲労寿命はほぼ同じであった. これら 2 種類の SCP 処理材において, 表層に形成されたノイズ領域におけるノイズ密度は同程度であったが, 深さについては SCP(58.8N,  $3.2 \times 10^5$  回)のほうが数  $\mu\text{m}$  程度深い部分もあった. 以上の結果から, SCP において圧縮負荷を大きく設定することで, 短時間で表層深くまで微細組織を形成することができ, これによって少ない加工時間で疲労特性改善効果を得られる可能性が示めされた. 一方, 圧縮負荷の大きさが小さく, 繰返し数も少ない SCP(29.4N,  $3.2 \times 10^5$  回)は他の 2 種よりもノイズ領域の密度は低く, 疲労寿命は若干短かった. 断面組織の観察結果から, 負荷の繰返し数は, 表層に形成される微細粒の大きさやひずみの量に影響すると考えられるが, SCP(29.4N,  $3.2 \times 10^5$  回)ではこれが疲労寿命の改善効果の差として表れた可能性が示唆される. ただし, 未処理材と比べると十分な疲労特性改善効果が得られた.

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計1件（うち査読付論文 1件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 1件）

1. 著者名 FUJIMURA Nao, OOGA Koyo, TAKAHASHI Kosuke, NAKAMURA Takashi, WAJIMA Tatsuki	4. 巻 7
2. 論文標題 Surface modification of machine-finished magnesium alloy AZ31 using a scanning cyclic press	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Mechanical Engineering Journal	6. 最初と最後の頁 -
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1299/mej.20-00007	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8件（うち招待講演 0件/うち国際学会 1件）

1. 発表者名 Nao Fujimura, Suzuka Abe, Koyo Ooga, Takashi Nakamura, Kosuke Takahashi, Tatsuki Wajima
2. 発表標題 Improvement of the fatigue property of magnesium alloy AZ31 through a new surface modification technique: scanning cyclic press
3. 学会等名 Eighth International Conference on Very High Cycle Fatigue (VHCF8)（国際学会）
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 安部直輝, 阿部すずか, 藤村奈央, 中村孝, 高橋航主
2. 発表標題 Scanning Cyclic Pressを用いたマグネシウム合金AZ31の表面改質における圧縮荷重の影響
3. 学会等名 日本機械学会 北海道学生会 第51回学生員卒業研究発表講演会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 藤村奈央, 丹野椋子, 宮崎数則, 中村孝, 高橋航主, 和島達希
2. 発表標題 表面改質技術Scanning Cyclic Pressを施した低炭素鋼S25Cの疲労特性
3. 学会等名 日本材料学会 第69期学術講演会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 阿部すすか, 藤村奈央, 大賀向陽, 高橋航圭, 中村孝, 和島達希
2. 発表標題 Scanning Cyclic Pressを用いたマグネシウム合金の表面改質に及ぼす負荷繰返し数の影響
3. 学会等名 日本機械学会 2020年度年次大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 藤村奈央, 大賀向陽, 大久保賢二, 中村孝, 高橋航圭, 和島達希
2. 発表標題 Scanning Cyclic Pressを施したマグネシウム合金の疲労特性と表層組織観察
3. 学会等名 日本材料学会 第68期学術講演会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 藤村奈央, 大賀向陽, 中村孝, 高橋航圭, 和島達希
2. 発表標題 Scanning Cyclic Pressによるマグネシウム合金AZ31の表面改質
3. 学会等名 日本機械学会 M&M若手シンポジウム2019
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 丹野棕子, 藤村奈央, 中村孝, 高橋航圭
2. 発表標題 表面改質技術Scanning Cyclic Pressによる低炭素鋼S25Cの疲労特性改善効果
3. 学会等名 日本機械学会M&M2019材料力学カンファレンス
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 阿部すすか, 藤村奈央, 中村孝, 高橋航圭
2. 発表標題 Scanning Cyclic Pressを施したマグネシウム合金の組織における加工パラメータの影響
3. 学会等名 日本機械学会北海道学生会 第49回学生員卒業研究発表講演会
4. 発表年 2020年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

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