大気中での高周波誘導加熱による Ti-6Al-4V 合金の高速酸窒化処理†

田村 和暉* 武末 翔吾** 森田 辰郎** Elia Marin***

小茂鳥 潤**** 三阪 佳孝***** 熊谷 正夫*****

Rapid Oxynitriding of Ti-6Al-4V Alloy by Induction Heating in Air

by

Kazuki TAMURA*, Shogo TAKESUE**, Tatsuro MORITA**, Elia MARIN***,

Jun KOMOTORI****, Yoshitaka MISAKA***** and Masao KUMAGAI*****

In this study, a rapid oxynitriding technique based on induction heating was developed for the titanium alloy Ti-6Al-4V, and its effects on surface characteristics of the alloy were investigated. The surface microstructures of the alloy were characterized by employing a scanning electron microscope, electron back-scatter diffraction, X-ray diffraction and nano-indentation tests. Induction-heating in air for 60 s caused the formation of a hardened layer on the Ti-6Al-4V alloy surface, which can be attributed to the diffusion of oxygen and nitrogen atoms. When water quenching was performed after heating, transformation to an acicular martensitic α' phase occurred, resulting in increased in substrate hardness. However, cracks were initiated at the surface of the oxynitrided alloy. The cracks were eliminated through fine particle bombarding treatment, whereas the hardened layer formed by the oxynitriding treatment remained. The obtained results thus indicate that the oxynitriding technique developed in this study can enhance the wear resistance and tensile strength of the Ti-6Al-4V alloy within a short period of time.

Key words:

Titanium alloy, Oxynitriding, Induction heating, Microstructure, Hardness

1 緒 言

Ti-6Al-4V は代表的な $\alpha+\beta$ 型チタン合金であり、高い比強度や優れた耐食性に加え、生体適合性を有するため、航空宇宙や医療分野で利用されている。しかしながら、耐摩耗性には劣るという欠点を有する。この点を改善するため、チタンに対して窒化や酸化、酸窒化等の表面硬化処理が施され、その効果について検討されている。^{1)~9)}しかし、これらの処理は一般的に数時間の長い処理時間を要する。この時間を短縮できれば、チタン合金のより広い分野での適用や生産性の向上が実現されると考えられる。

本研究では、チタン合金の表面に短時間で硬化層を形成するために、高周波誘導加熱の適用に着目した。この加熱方法は、短時間で大きなエネルギーを投入できるため、高速・高温加熱が可能である。著者らはこれまでに、窒素雰囲気中に置換されたチャンバ内において、純チタンやチタン合金を高周波誘導により加熱することで、3 分程度で表面に窒化層が形成できることを報告している。^{10)~12)}すなわち、高周波誘導によりチタンを高温に加熱することで、周囲の雰囲気成分を高速で拡散させることができるものと考えられる。そこで本研究では、チャンバを

用いずに、大気中においてチタン合金を高周波誘導により加熱し、大気中の酸素と窒素を高速で拡散させる、極短時間での酸窒化処理手法を開発することとした。

また、著者らはこれまでにチタン合金を高周波誘導により加熱した後、急冷することで、 α' マルテンサイト相が形成され、硬さが増加し、引張強さが上昇することを明らかにしている。^{13), 14)}この結果から、大気中での高周波誘導加熱後に急冷することにより、表面に硬化層を形成させつつ、内部に α' 相を形成させることで、チタン合金の耐摩耗性と引張強さを同時に向上できる可能性が考えられる。

以上より本研究では、大気中において高周波誘導によりチタン合金を高温に加熱することで、酸素および窒素を高速で拡散させつつ、その後の急冷により内部を組織変態させ高硬度化させる、極短時間での酸窒化処理の開発を試みた。提案した処理を施したチタン合金の微視組織の観察や硬さの測定を行い、この処理による耐摩耗性や引張強さ向上の可能性について検討・考察を加えた。

2 実験方法

2・1 試験片の作製

供試材として、Table 1 に示す化学組成を有する

† 原稿受理 令和元年 9 月 4 日 Received Sep. 4, 2019 ©2020 The Society of Materials Science, Japan

* 学生会員 京都工芸繊維大学工学部機械設計学専攻 〒606-8585 京都市左京区松ヶ崎御所海道町, Dept. Mech. Eng., Kyoto Inst. of Tech., Sakyo-ku Kyoto, 606-8585

** 正会員 京都工芸繊維大学機械工学系 〒606-8585 京都市左京区松ヶ崎御所海道町, Dept. Mech. Eng., Kyoto Inst. of Tech., Sakyo-ku Kyoto, 606-8585

*** 京都工芸繊維大学材料化学系 〒606-8585 京都市左京区松ヶ崎御所海道町, Dept. Mater. Sci. Eng., Kyoto Inst. of Tech., Sakyo-ku Kyoto, 606-8585

**** 正会員 慶應義塾大学理工学部 〒223-8522 横浜市港北区日吉, Dept. Mech. Eng., Keio Univ., Kohoku-ku Yokohama, 223-8522

***** 高周波熱錬㈱ 〒254-0013 平塚市田村, Neturen Co., Ltd., Tamura, Hiratsuka, 254-0013

***** ㈱不二WPC 〒252-0331 相模原市南区大野台, Fuji WPC Co., Ltd., Minami-ku, Sagami-hara, 252-0331

Ti-6Al-4V 合金の圧延丸棒を用いた。同材を直径 10 mm, 長さ 40 mm に機械加工した後, 表面をエメリ紙およびコロイダルシリカ懸濁液を用いて鏡面状に仕上げた。これを W 材と呼ぶ。W 材に対して, Table 2 に示した条件で高周波誘導加熱を施した。その際, 処理温度と冷却方法を変化させ, これらが被処理材の微視組織に及ぼす影響について検討した。なお, 加熱時間は従来の研究¹³⁾で Ti-6Al-4V 合金の短時間熱処理による高強度化が実現された条件を参考に, 処理温度は Ti-6Al-4V 合金の β 変態点 (1268 K) の上下で設定した。以後, 急冷材は Q 材, 空冷材は A 材とし, それぞれの試験片は Q, A の前に処理温度を付して呼称する。

2・2 分析方法

W 材, Q 材, A 材について, 丸棒試験片の中央部で長さ 5 mm のボタン型試験片を機械加工により作製し, 以下の分析を行った。

微視組織は, ボタン型試験片の被処理面近傍において,

Table 1 Chemical composition of Ti-6Al-4V alloy, mass %.

Al	V	Fe	O	H	C	N	Ti
6.4	4.2	0.22	0.20	0.004	0.004	0.003	Bal.

Table 2 Conditions of induction heating.

Treatment temperature, K	1173, 1323, 1423
Treatment atmosphere	Air
Frequency, kHz	200
Heating time, s	60
Cooling	Water Quenching Air Cooling

走査型電子顕微鏡 (Scanning electron microscope : SEM) に付属する電子線後方散乱回析 (Electron back-scatter diffraction : EBSD) 装置を用いて, IPF (Inverse pole figure) マップ, IQ (Image quality) マップ, Phase マップを取得することにより分析した。

被処理面に形成された化合物は, X 線回折装置を用いて同定した。その際, X 線 : CuK α 線, 回折角 2θ : $20^\circ \sim 60^\circ$, 測定刻み : 0.01° , 走査速度 : $0.25^\circ/\text{min}$ とした。

被処理材の硬さ分布は, ナノインデンテーション法により測定した。圧子には稜間角 115° の Berkovich 型のもを用い, 試験力は 45 mN, 測定範囲はボタン型試験片の半径方向に表面から深さ $10 \sim 510 \mu\text{m}$ とした。各深さで 3 回測定し, その平均を測定値とした。なお本研究では, 硬さの表記として以下の式(1)で定義されるくぼみ読み取り硬さ HT115 を用いた。

$$\text{HT115} = 160.07 \times F/L^2 \quad (1)$$

ここで, F は試験力, L は三角形の圧痕の高さである。この硬さは, ビッカース硬さと同様に三角形の圧痕の寸法を測定し, 試験力を圧痕の表面積で割ったものである。

3 実験結果および考察

3・1 大気中での高周波誘導加熱がチタン合金の微視組織に及ぼす影響

Fig. 1 に W 材, Q 材および A 材の EBSD 分析結果を示す。同図より, W 材は大部分が等軸 α 相から構成されており, 表面近傍と母材部で同様の微視組織を有していることがわかる。1323Q 材および 1423Q 材では, 表面近傍は柱状 α 相から構成されており, 処理温度が上昇するとその領域は深くなる。本処理においてチタン合金に拡散

Fig. 1 Results of EBSD analysis (IPF, phase, and IQ maps) of W, Q and A materials.

すると考えられる酸素および窒素は α 相安定化元素であるため、それらの拡散により表面近傍に α ケース層が形成された¹⁵⁾ものと考えられる。また、 α ケース層の厚さは酸素および窒素が拡散した深さとおおむね一致すると考えられるため、処理温度の上昇に伴い、これらの元素がより深くまで拡散したと推測される。これらの試験片のPhase mapに注目すると、 α ケース層の直下に β 相が存在していることがわかる。これは、合金内に均一に拡散していた β 相安定化元素であるVが酸素および窒素の拡散により α ケース層の直下に集中したためと考えている。次に、1323Q材および1423Q材の母材部に注目すると、針状 α' 相が形成していることがわかる。これは、急冷によるマルテンサイト変態が生じたためと考えられる。なお、著者らは従来の研究¹⁶⁾で、Phase mapにおいて黒色で示されている領域には、微細な β 相が存在している可能性を示している。すなわち、急冷により形成された微細な針状 α' 相中に β 相が形成されたものと推察される。一方、1173Q材については、表面近傍における α ケース層の形成や一様な針状 α' 相の形成は認められない。これは、処理温度が低いため、酸素、窒素の拡散や均一なマルテンサイト変態が生じなかったためと考えられる。

A材に注目すると、1173A材はW材と同様の微視組織を有しており、熱処理の影響は認められない。1323A材および1423A材では、表面近傍は柱状 α 相が存在している。これは、冷却方法によらず処理温度が同じ場合は、同程度の酸素、窒素が拡散したためと考えられる。1323Q材、1323A材、1423Q材、1423A材の表面近傍の柱状 α 相について線分法により結晶粒径を測定した結果、それぞれ5.0 μm 、8.0 μm 、9.7 μm 、24.3 μm であった。この結果から、同じ処理温度の場合、空冷を施したA材の方が急冷を施したQ材よりも結晶粒が粗大化していることが明らかになった。これは空冷の方が冷却速度が小さく、被処理材が高温である時間が長いためと考えられる。一方、母材部は柱状 α 相および少量の針状 α' 相から構成されており、Q材の微視組織と異なることがわかる。なおFig. 1において、表面近傍の柱状 α 相と母材部の界面を破線で示している。空冷の冷却速度は急冷と比較的小さいため、 α' 相に完全に変態せず、大部分が柱状 α 相となり、一部のみ針状 α' 相が形成したものと考えられる。

Fig. 2にW材、Q材およびA材のX線回折結果を示す。同図より、1173Q材と1173A材の回折プロファイルからはTiO₂の回折ピークが検出されていることがわかる。しかしながら、1423Q材のプロファイルからTiNの微弱なピークが検出されているものの、より高い温度で処理を施した試験片からはチタンの酸素または窒素の化合物の顕著なピークは検出されていない。このことから、冷却速度に関わらず、1173 Kで処理を施した試験片の表面にのみ、化合物層が形成されていることが明らかになった。これは、酸素および窒素の拡散速度がTiと化合物を形成するよりも速く、化合物を形成せずに内部まで拡散したためと考えられる。Ti α の回折ピークを詳細に分析した

Fig. 2 X-ray diffraction profiles of W, Q and A materials.

結果、高周波熱処理を施した試験片のものはW材のものと比較して、低角側にシフトしていることが確認された。この結果は、チタンに酸素や窒素原子が拡散したことを支持するものである。また、生成される化合物が主にTiO₂であったことから、今回の処理では酸化が優先的に生じたものと考えられる。これは、973 K~1273 Kにおいて、Tiに対する酸素の拡散速度は窒素よりも極めて高いという従来の報告¹⁷⁾とも矛盾しない結果である。

Fig. 3に各試験片の縦断面において硬さ分布を測定した結果を示す。図中の破線はW材の硬さを測定した結果(334.8 $\pm$ 7.2 HT115, $n=63$, mean $\pm$ S.D.)を示している。同図より、Q材、A材ともに、表面近傍が高硬度化していることがわかる。これは、加熱中に酸素および窒素が拡散したためと考えられる。また、処理温度の上昇に伴い、硬化層の厚さが厚くなり、最表面の硬さは増加することもわかる。これは、処理温度の上昇により、酸素、窒素の拡散が促進されたためと考えられる。さらに最表面の硬さは、冷却方法によらず各処理温度において同程度であることが認められる。これは、最表面の硬さは加熱の際に生じる元素拡散の程度に支配されるためと考えられる。次に、表面直下に着目すると、両材とも表面から数十 μm の範囲で急激な硬さの低下が認められる。この範囲は、Fig. 1のEBSD分析結果で示された α ケース層の厚さに対応しており、酸素および窒素の濃度低下と

Fig. 3 Hardness distributions measured from surface for W, Q and A materials.

もに硬さが低下したものと考えられる。また、さらに内部の硬化層においては、硬さは Q 材と A 材との間で差異が認められ、処理温度の上昇に伴い、その差は顕著となる。この原因として、急冷により Q 材の微視組織が α' 相に変態したことが挙げられる。硬さがおおむね一定の値となる母材部においても同様に、Q 材、A 材ともに針状 α' 相の形成により、W 材と比較して高硬化化している。この傾向はボタン型試験片の中心付近まで認められた。

Takahashi ら⁹⁾は、Ti-6Al-4V 合金を大気中において、973 K で 18 ks 加熱することにより、厚さ 20 μm 程度の硬化層が形成されることを明らかにしている。本研究で提案した手法の方が処理温度が高いものの、60 s で最大で厚さ約 200 μm の硬化層が形成されており、大気中における高周波誘導加熱は、チタン合金の極短時間での表面硬化処理として有効であるものと考えられる。

以上に示した結果から、チタン合金に対して大気中で高周波誘導加熱を施すことにより、高速で硬化層が形成できること、また加熱後に急冷することにより、内部に α' 相が形成され硬さが上昇することが明らかになった。しかしながら、この処理を施した試験片の被処理面近傍

を SEM により観察した結果、き裂の発生が確認された。

Fig. 4 に観察されたき裂の例を示す。同図より、Q 材、A 材ともに処理温度の上昇に伴い、き裂長さが増加したことがわかる。このき裂の発生は冷却時の表面近傍と内部でのひずみ差によるものであり、その差が大きいほどき裂が長くなると考えられる。そのため、処理温度の上昇に伴い、き裂長さが増加したと推測される。急冷よりも空冷の方が冷却速度が小さいため、表面と内部のひずみ差が緩和され、Q 材と比較して A 材の方がき裂の発生が抑制されると予想されたが、A 材においても Q 材と同程度の長さのき裂が観察された。このことから、冷却方法を急冷から空冷に変化させても、き裂の発生は抑制されないことが明らかになった。

以上の結果から、本研究で提案した高速酸窒化処理を実用化するためには、疲労強度低下の原因となるき裂の発生の抑制もしくは発生したき裂の除去が必要であることが明らかになった。

3・2 微粒子衝突処理によるき裂の除去

本研究では、高速酸窒化の被処理面に発生したき裂を除去する手法として、微粒子衝突 (Fine particle bombarding : FPB) 処理を適用することとした。FPB 処理は、直径 200 μm 以下の微粒子を圧縮空気により加速し、材料表面に投射するものである。従来の研究^{18)~21)}において、窒化などの元素拡散処理を施した後に FPB 処理を施すことにより、最表面に形成された化合物層の除去や圧縮残留応力の付与が可能であることが報告されている。この結果から、本研究においても FPB 処理を施すことで、表面層の除去や圧縮残留応力の付与により、発生したき裂を無害化できる可能性が考えられる。

FPB は、従来の研究^{18)~21)}を参考に、最初に表面層を除去するための SiC 粒子を用いた処理、次に圧縮残留応力を付与するための SKH51 粒子を用いた処理、最後に被処理面の粗さを低減するための SiO₂ 粒子を用いた処理の 3 段階で行った。各段階の処理において、投射圧力は 0.4 MPa、投射時間は 10 s で同一とし、粒子のメッシュサイズは SiC と SiO₂ 粒子が 400、SKH51 粒子が 300 とした。以降、酸窒化処理後に FPB 処理を施した試験片は酸窒化材の後に F を付して、1173AF 材などと呼称する。

Fig. 5 に W 材、QF 材および AF 材の EBSD 分析結果を示す。なお、図中の破線は試験片の表面を示している。FPB 処理の効果が及ぶのは表面から数 μm 程度の範囲²²⁾

Fig. 4 SEM micrographs of the surfaces of Q and A materials.

Fig. 5 Results of EBSD analysis (IPF, phase, and IQ maps) of W, QF and AF materials.

であるため、FPB 処理を施した試験片の母材部の微視組織は、Fig.1 に示した Q 材および A 材と同様であることがわかる。一方、表面近傍では、FPB 処理により結晶粒が微細化²⁰⁾したため、EBSD 分析結果が適切に得られず、黒色で示されている領域が存在している。しかしながら、FPB 処理後も酸素および窒素が拡散していると考えられる α ケース層は残存していることは確認できる。

Fig. 6 に各試験片の X 線回折結果を示す。同図より、1173QF 材および 1173AF 材の回折プロファイルからは、1173Q 材、1173A 材で認められた TiO_2 のピーク (Fig. 2) が認められないことがわかる。このことは、FPB 処理により化合物層が除去されたことを示すものである。また、FPB 処理を施した試験片から検出されたピークは、Fig. 2 に示した FPB 未処理の試験片のものと比較して、ブロード化していることがわかる。これは表面近傍の結晶粒の微細化や残留応力の生起に起因すると考えられる。なお、一部の試験片で Fe_2O_3 の回折ピークが検出されているが、これは FPB 処理で使用した SKH51 粒子に含有される Fe の酸化物が被処理面に移着²³⁾したためと考えられる。

Fig. 7 に FPB 処理を施した試験片の縦断面において硬さ分布を測定した結果を示す。同図より、FPB 処理前の Q 材、A 材 (Fig. 3) と比較して、FPB 処理後の QF 材、AF 材の最表面の硬さは低下していることがわかる。これは、FPB 処理により硬化層が除去されたためと考えられる。FPB 処理による除去厚さは、Fig. 3 と Fig. 7 に示した処理前後の硬さ分布の比較から、20~30 μm 程度と推定される。しかしながら、1323 K および 1423 K で処理を施した試験片では、FPB 処理後も硬化層が残存している。このことは、FPB 処理を施した場合でも、硬化層形成による耐摩耗性の改善効果が得られる可能性を示すものである。なお、母材部の硬さはいずれの試験片においても

Fig. 6 X-ray diffraction profiles of W, QF and AF materials.

FPB 処理前後で同程度の値であり、QF 材では α' 相が形成したため、W 材や AF 材よりも高い硬さを示した。

Fig. 8 に、FPB 処理後の各試験片で観察されたき裂の

Fig. 7 Hardness distributions measured from surface for W, QF and AF materials.

例を示す。同図より、FPB 処理前 (Fig. 4) と比較し、FPB 処理後は発生したき裂の長さが低減し、き裂が閉口している様子が定性的に認められる。これは、FPB 処理によりき裂を含有する表面層が除去されたことと圧縮残留応力が付与されたことに起因すると考えられる。被処理材のき裂長さに及ぼす FPB 処理の影響を定量的に検討するため、SEM を用いてき裂長さを測定した。測定範囲は、試験片周囲の 1 mm の範囲とし、その範囲の最大のき裂の長さを測定した。Fig. 9 にその結果を示す。同図より、すべての処理条件において、FPB 処理を施すことにより、被処理面に含有される最大のき裂長さが低減したことがわかる。なお最大き裂長さの低減率が各試験片で異なるが、この要因は明らかにできておらず、き裂を完全に除去できる FPB 処理条件の検討も含め、今後の課題である。

以上に示した結果から、本研究で提案した酸素化後に FPB を施す処理により、被処理材の表面近傍と内部を高硬化させつつ、疲労強度を低下させると予想されるき裂の長さを低減できることが明らかになった。このことは、提案した処理がチタン合金の耐摩耗性と引張強さを

Fig. 9 Maximum crack depth formed at the surfaces of the specimens before and after FPB treatment.

極短時間で向上するのに有効である可能性を示すものである。今後は電子線マイクロアナライザ等を用いた酸素、窒素の定量分析、摩擦摩耗試験および引張試験を行うことで、より詳細な効果の検証を行うことを考えている。

4 結 言

本研究では、Ti-6Al-4V 合金に対して大気中で高周波誘導加熱を施し、酸素および窒素を拡散させることにより表面に高速で硬化層を形成させつつ、同時に組織の変態により内部を高硬度化できる、新たな酸素窒素処理の開発を試みた。以下に得られた結論を示す。

(1) 大気中において、Ti-6Al-4V 合金を高周波誘導により 1173 K 以上の高温に加熱することで、60 s の短時間で被処理面に硬化層が形成される。この処理において、処理温度を上昇させると表面硬さや硬化層厚さが増加する。

(2) 同様の処理において、加熱後に急冷することにより、被処理材内部の硬さも上昇する。これは、微視組織が α' マルテンサイト相に変態するためである。

(3) 加熱後に急冷した被処理材の表面には、き裂が発生する。処理温度を上昇させるとき裂長さが増加し、冷却速度を低下させた空冷を施す場合もき裂の発生はほとんど抑制されない。

(4) 大気中における高周波誘導加熱後に FPB 処理を施すことにより、形成された硬化層を残存させつつ、き裂長さを低減させ、き裂を閉口させることができる。これは、粒子衝突によりき裂を含有する層が除去されることが一因である。

Fig. 8 SEM micrographs of the surfaces of QF and AF materials.

本研究は、JSPS 科研費 19H02027 の補助により行われた。また本研究を遂行する上で、京都工芸繊維大学の森川真帆氏に実験等のご協力を頂いた。記して謝意を示す。

参考文献

- 1) T. Yashiki and F. Kamikubo, "Surface treatment technology for titanium", *Journal of the Japan Institute of Light Metals*, Vol.50, No.11, pp.577-583 (2000).
- 2) J. R. Cuthill, W. D. Hayes and R. E. Seebold, "Nitriding Phenomena in titanium and the Ti-6Al-4V titanium alloy", *Journal of Research of the National Bureau of Standards, A. Physics and Chemistry*, 64A-1, pp.119-125 (1960).
- 3) M. Rahman, I. Reid, P. Duggan, D. P. Dowling, G. Hughes and M. S. J. Hashmi, "Structural and tribological properties of the plasma nitrided Ti-alloys biomaterials: influence of the treatment temperature", *Surface and Coatings Technology*, Vol.201, No.9-11, pp.4865-4872 (2007).
- 4) A. F. Yetim, F. Yildiz, Y. Vangolu, A. Alsaran and A. Celik, "Several plasma diffusion processes for improving wear properties of Ti6Al4V alloy", *Wear*, Vol.267, No.12, pp.2179-2185 (2009).
- 5) A. R. Ebrahimi, F. Zarei and R. A. Khosroshahi, "Effect of thermal oxidation process on fatigue behavior of Ti-4Al-2V alloy", *Surface and Coatings Technology*, Vol.203, No.3-4, pp.199-203 (2008).
- 6) K. Takahashi and E. Sato, "Influence of surface treatments on fatigue strength of Ti6Al4V alloy", *Materials Transactions*, Vol.51, No.4, pp.694-698 (2010).
- 7) S. Banfield, J. C. A. Wilson, G. Cassar, A. Leyland, A. Matthews and J. Housden, "An investigation into the effect of Triode Plasma Oxidation (TPO) on the tribological properties of Ti6Al4V", *Surface and Coatings Technology*, Vol.206, No.7, pp.1955-1962 (2011).
- 8) T. Wierchoń, E. Czarnowska, J. Grzonka, A. Sowińska, M. Tarnowski, J. Kamiński, K. Kulikowski, T. Borowski and K. J. Kurzydłowski, "Glow discharge assisted oxynitriding process of titanium for medical application", *Applied Surface Science*, Vol.334, pp.74-79 (2015).
- 9) O. I. Yaskiv, I. M. Pohrelyuk, V. M. Fedirko, D. B. Lee and O. V. Tkachuk, "Formation of oxynitrides on titanium alloys by gas diffusion treatment", *Thin Solid Films*, Vol.519, No.19, pp.6508-6514 (2011).
- 10) S. Ota, S. Kikuchi, H. Akebono, M. Omiya, J. Komotori, K. Fukazawa, Y. Misaka and K. Kawasaki, "Surface properties of commercially pure titanium treated with surface nitriding using a vacuum AIH-FPP treatment system", *Journal of the Japan Society for Abrasive Technology*, Vol.59, No.11, pp.643-648 (2015).
- 11) S. Takesue, S. Kikuchi, H. Akebono, J. Komotori, K. Fukuzawa and Y. Misaka, "Effects of gas blow velocity on the surface properties of Ti-6Al-4V alloy treated by gas blow IH nitriding", *Materials Transactions*, Vol.58, No.8, pp.1155-1160 (2017).
- 12) S. Takesue, S. Kikuchi, H. Akebono, Y. Misaka and J. Komotori, "Effect of pre-treatment with fine particle peening on surface properties and wear resistance of gas blow induction heating nitride titanium alloy", *Surface and Coatings Technology*, Vol.359, pp.476-484 (2019).
- 13) T. Morita, W. Niwayama, K. Kawasaki and Y. Misaka, "Strengthening of Ti-6Al-4V alloy by induction heat treatment", *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineering, series A*, Vol.64, No.624, pp.2115-2120 (1998).
- 14) T. Morita, Y. Misaka, K. Kawasaki and T. Iizuka, "Strengthening of Ti-6Al-4V alloy by short-time 2-stage induction heat treatment", *Journal of the Japan Institute of Metals*, Vol.68, No.10, pp.862-867 (2004).
- 15) K. Farokhzadeh and A. Edrissy, "Fatigue improvement in low temperature plasma nitrided Ti-6Al-4V alloy", *Materials Science & Engineering A*, Vol.620, pp.435-444 (2015).
- 16) T. Morita, C. Tsuda, H. Sakai and N. Higuchi, "Fundamental properties of Ti-6Al-4V alloy produced by selective laser melting", *Materials Transactions*, Vol.58, No.10, pp.1397-1403 (2017).
- 17) M. Yanagisawa, M. Nakamura and T. Hibino, "Protecting of titanium from oxidation by spinel compound coating", *Journal of the Japan Institute of Light Metals*, Vol.1955, No.16, pp.154-159 (1955).
- 18) T. Morita, T. Ohtomo, C. Kagaya, S. Tanaka and N. Tsuji, "Effect of compound-layer elimination and introducing compressive residual stress by FPB treatment on fatigue properties of plasma-carburized Ti-6Al-4V alloy", *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.56, No.9, pp.872-879 (2007).
- 19) T. Morita, T. Ohtomo, C. Kagaya, S. Tanaka and N. Tsuji, "Improvement of fatigue strength of Ti-6Al-4V alloy by plasma carburizing and FPB treatment", *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol.57 No.8, pp.838-845 (2008).
- 20) T. Morita, N. Uehigashi and C. Kagaya, "Improvement of fatigue strength of Ti-6Al-4V alloy by hybrid surface treatment composed of plasma nitriding and fine-particle bombarding", *Materials Transactions*, Vol.54, No.9, pp.1719-1724 (2013).
- 21) T. Morita, K. Asakura and C. Kagaya, "Effect of combination treatment on wear resistance and strength of Ti-6Al-4V alloy", *Materials Science & Engineering A*, Vol.618, pp.438-446 (2014).
- 22) S. Takagi, M. Kumagai, Y. Ito, S. Konuma and E. Shimodaira, "Surface nanocrystallization of carburized steel JIS-SCr420 by fine particle peening", *Tetsu-to-Hagané*, Vol.92, No.5, pp.318-326 (2006).
- 23) Y. Kameyama and J. Komotori, "Effect of ploughing during fine particle peening process on the microstructure of metallic material", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol.209, No.20, pp.6146-6155 (2009).