ホーンを介した水中超音波照射による高硬度材料表面への 圧縮残留応力の付与*

－液中超音波照射による材料の表面改質－

中川 昌幸**, 渡辺 健彦***

Introducing Compressive Residual Stress on Hard Materials Surface by Irradiating Ultrasonic Wave with a Horn in Water*

—Surface Modification by Irradiating Ultrasonic Wave in Liquid—

by NAKAGAWA Masayuki** and WATANABE Takehiko***

Cavitation bubble activity caused by ultrasonic irradiation in water was applied to the hard surface such as carburized steel and TiN-coated on WC-super hard alloy to investigate whether it is possible or not to introduce residual compressive stress on the hard surface. The main results obtained in this study are as follows.

In the case of carburized steel with hardness of 700HV, the large residual compressive stress of approximately 820MPa was successfully introduced on the surface by the ultrasonic irradiation in water. Furthermore, it was revealed that the ultrasonic irradiation in water successfully introduced the large residual compressive stress of approximately 2400MPa on the surface of TiN-ceramic coated on WC-super hard alloy of which the initial surface residual compressive stress was about 1800MPa. The redundant application of the ultrasonic irradiation on the TiN ceramic surface after the residual stress reached the maximum caused not the variation in the surface roughness and micro-hardness but a little damage such as very small pits on the surface.

Key Words: Ultrasonic irradiation, Cavitation in water, Compressive residual stress, Carburized steel, Coated TiN-ceramic, Full width at maximum value

1. 緒 言

著者らは、前報¹⁾において、ホーンを介した水中超音波照射によって、金属材料表面に塑性変形が誘起され、圧縮残留応力が導入されることを示した。付与される圧縮応力は材料の弾性パラメータである降伏強さと塑性パラメータである加工硬化指数と相関があることを見出した。また、この手法は、水中におけるキャビテーション現象を利用していることから、表面の壊食についても検討し、超音波照射時間とともに材料表面の圧縮残留応力が増加していき、ある極大値を示した後に壊食が著しく進行することを示した。そして、この方法による圧縮残留応力の付与機構を次のように考えた。すなわち、液中に伝わる周期的な超音波振動により生じる圧力変動によって気泡の発生と崩壊が繰り返され、崩壊時に生じる衝撃圧が金属材料表面に作用し²⁾、塑性変形が誘起されて圧縮残留応力が付与される。

本手法の特徴は、衝撃圧が個々の気泡によって発生するため、境界要素法による数値解析³⁾によれば、強い衝撃圧の

作用する範囲は気泡半径 R とすると $0.2R$ の範囲内であり非常に狭く、その結果、前報で示したとおり、ショットピーニング法とは異なる効果を金属材料表面に与える。すなわち、表面粗さに関しては、ショットピーニング法におけるショットによるディンプルのような打痕は形成されず、表面の形状変化が非常に小さい。また、付与される圧縮残留応力はほぼ表面で最大値をとり、深さ方向に減少する応力分布となる。つまり、材料の疲労で特に問題となる最表面における圧縮残留応力を効果的に付与でき、亀裂などの起点となりうる表面のディンプル形成を抑えることができることが本手法の特徴であり利点である。

また、キャビテーション気泡の衝撃圧によって誘起される材料表面の塑性変形とショットピーニング法におけるショットとの物理的衝突による塑性変形とを比較すると、本手法のプロセスで生じる塑性変形量は非常に小さいことが処理後の表面状態から推測され、この点も本手法の特長である。

さて、ショットピーニング法では、熱処理等で硬化させた鋼に対しても、より硬い硬球もしくはセラミックス製ショットを用いて有効に応力を付与できるが、液体気泡の崩壊時に生じる衝撃圧を用いる本手法においても、硬度の高い材料に対して圧縮応力付与の効果が得られるか否かは検討すべき課題である。

そこで、本報では、浸炭後焼入れ焼き戻し（以下浸炭と

*受付日 平成19年8月1日 受理日 平成19年10月9日

**学生員 新潟大学大学院 Student member, Graduate school, Niigata University

***正 員 新潟大学工学部 Member, Faculty of Engineering, Niigata University

表記)を施した SCM420 鋼を用い、熱処理等で硬化した鋼表面に対する本手法による残留応力付与効果を検討した。さらに、硬度が高く、ショットピーニング法では表面の破壊が支配的で残留応力付与が難しい硬脆性材であるセラミックスに対する効果についても調べた。セラミックスは金属と比較して、非常に塑性変形しにくく、脆性的に破壊することから、もし、熱プロセス等を用いない方法でその表面に圧縮残留応力が付与できれば、画期的といえる。本報では、切削工具などの表面コーティングとして用いられるセラミックス膜である TiN 膜に対し、本手法の適用を試みた。

2. 供試材および実験方法

2.1 供試材

供試材には、浸炭により表面を硬化させた SCM420 鋼を用いた。(以下 SCM と表記) 表面の硬さの違いによる効果の違いを検討するため、熱処理条件を変えて表面の硬さが 300 HV 0.2 と 700 HV 0.2 の 2 水準の供試材を準備した。(以下、本報では供試材の区別には 300 HV、700 HV と表記する。) 供試材の板厚は 10 mm、超音波を照射する面はおおよそ 30 mm 角の平面とした。300 HV と 700 HV の供試材の表面から深さ方向への硬さプロファイルを図 1 に示す。

また、コーティングされたセラミックス TiN 膜は、アーク式イオンプレATINGによって、板厚 5 mm で 10 mm × 10 mm 正方形の WC 超硬合金上におおよそ 3 μm 製膜された。その皮膜硬度は約 2000 HV 0.1 である。

2.2 実験方法

実験装置の構成は前報と同様である。Fig. 2 と 3 にホーン形状、実験装置の概略図をそれぞれ示す。

超音波トランスデューサ(振動周波数: 19.5 kHz)により発振させた超音波振動は、ステップ型ホーンを介して増幅され、水中に置かれた供試材に照射された。ホーン先端の

Fig. 1 Depth profile of Vickers hardness from surface measured on cross section.

振幅は両振幅で約 45 μm である。

超音波加振による縦振動が鉛直方向になるように超音波トランスデューサとホーンを固定した。供試材は十分な重量のある治具に固定し、ホーン直下の水中に配置した。振動媒体として水温 15℃ の水道水を使用した。前報⁹⁾でホーン先端と供試材表面との距離を変えたときのキャビテーション気泡衝撃力をロードセルで測定したが、この距離が 1 mm 程度以下では、衝撃力の大きさ、頻度ともにあまり変化が見られないが、3 mm 程度以上離れると、比較的大きな衝撃力の頻度が顕著に減少する傾向があった。このため、ホーン先端と供試材表面との位置決め誤差の影響を抑え、なおかつ効果的に衝撃力を作用させるため、ホーン先端と供試材表面との距離を 1 mm とした。

2.3 評価方法

2.3.1 残留応力測定

試験片表面の残留応力の測定は、X 線応力測定法 ($\sin^2 \psi$ 法)¹⁰⁾により行い、回折強度曲線のピーク位置の決定には半価幅法を用いた。本研究で利用した X 線応力測定条件を Table 1 に示す。

2.3.2 表面硬さの評価

超音波照射による材料表面の硬さの変化を詳細に調べる

Fig. 2 Shape and size of a horn.

Fig. 3 Schematic of an apparatus for ultrasonic wave irradiation.

Table 1 Conditions for X-ray residual stress measurement.

Material	Target	Diffraction Plane	Counter	Stress Constant
Carburized Steel	Cr-K α	α -Fe(211)	PSPC	-318MPa
TiN (Coated)	Cu-K α	TiN(220)	SC	-590GPa

Table 2 Conditions for micro-hardness measurement.

Test load (mN) : F_l	98.1
Normal load (mN): F_0	9.81
Indentation depth(μ m)	0.6-0.7
Indentation speed (μ m/s)	0.2
Holding time of F_l (s)	10
Unloading time (s)	10

ために微小荷重で圧子を押し込み、その押し込み深さを測定することによって評価した。付与した荷重パターンはロックウェル硬さ測定と同様である。すなわち、基準荷重 F_0 の押し込み荷重を付与した後に試験荷重 F_l を与え、基準荷重 F_0 負荷時における押し込み深さと最大押し込み深さとの差 h を測定するものである。個々の測定における硬さは、式 (1) によって算定⁴⁾し、初期状態の硬さにより正規化した値（以下、微小押し込み硬さと表記する）として、硬さの変化を評価した。各測定条件を Table 2 に示す。

$$\text{Hardness} = K \frac{(\sqrt{F_l} - \sqrt{F_0})^2}{h^2} \quad (1)$$

ただし K は、圧子の押し込みによるくぼみの表面積 S を用いて、 $K = \frac{h^2}{S}$ である。

3. 実験結果および考察

3.1 高硬度鋼に対する適用結果

3.1.1 超音波照射時間と圧縮残留応力

Fig. 4 に、SCM 供試材に水中超音波照射を行ったときの照射時間と圧縮残留応力との関係を示す。300 HV、700 HV いずれの供試材でも照射時間とともに圧縮残留応力が増大する傾向がみられる。300 HV の供試材では、圧縮残留応力の最大値は約 450 MPa であるのに対し、表面硬度の高い 700 HV の供試材ではおよそ 820 MPa という大きな値を示した。これは、前報で述べたように、降伏強さの大きな材料ほど大きな圧縮残留応力を付与できることから、降伏強さがより大きいと考えられる 700 HV 供試材において、より大きな圧縮残留応力を付与できたと考えられる。

以上のように、本手法によって、浸炭によって硬化させた表面硬化鋼に対しても圧縮残留応力を付与することができ、その応力値は、硬度の高い材料においてより大きな圧縮残留応力が付与できることが明らかとなった。

Fig. 4 Relation between compressive residual stress of carburized steel surface and irradiation time.

Fig. 5 Relation between compressive residual stress of TiN surface coated and irradiation time.

3.2 TiN 膜への適用結果

セラミックスに対してショットピーニング法などのピーニングプロセスを適用することはあまり好ましくないと考えられる。なぜなら、セラミックスは非常に硬くて脆い材料であり、機械的性質に影響する表面欠陥の感度が大きく、金属材料では問題にならないような微小な表面欠陥がセラミックスの機械的性質に大きな影響を及ぼすことがあるからである。硬度の高い固体と表面との衝突を主なプロセスとするショットピーニング法では、表面の破壊が顕著となり、有効に圧縮残留応力を付与することは困難である。

そこで、個々の液体気泡で生じる衝撃圧を材料表面に周期的に作用させる本手法を TiN セラミックス膜に対して適用して、その表面に圧縮残留応力を付与できるか否かを検討した。

3.2.1 超音波照射時間と圧縮残留応力

Fig. 5 に TiN 膜に水中超音波照射を行ったときの照射時間と圧縮残留応力との関係を示す。アーク式のイオンプレ

ーティングによる製膜では、イオン化した粒子がバイアス電圧により加速されて表面に衝突するため、製膜時に初期応力として圧縮残留応力が付与されることが知られている⁵⁾。Fig. 5において、照射時間 0 min における 1800 MPa の圧縮残留応力がこの初期応力に相当する。

Fig. 5 に示すように、超音波照射時間とともに圧縮残留応力が増加し、約 30 min 間の照射で 2300 MPa の最大値を示し、その後、若干の減少がみられるだけで、ほとんど一定値となった。

多結晶の集合体である材料に全体として単軸応力が作用する場合でも、個々の結晶粒には非常に複雑な力が作用すると考えられる。一般に、個々の結晶粒に作用する力によるひずみは微視的ひずみとして捉えられ、一方、結晶粒の集合体である材料全体に生じるひずみは巨視的ひずみとして捉えられる。X 線回折ピークの広がりには結晶粒サイズの微細化、或いは、微視的ひずみの不均一性による結晶格子面間隔のばらつきにより起こる⁶⁾。例えば、焼き鈍しされた金属材料が冷間加工されると回折線が広がることは実験的にもよく知られている。これは、結晶粒の破壊による微細化と、巨視的ひずみに伴う、微視的ひずみの不均一性が生じるためである。一方、X 線回折ピークのピークシフト量の測定は、X 線応力測定に利用されているが、巨視的ひずみによる格子面間隔の変化に由来する。つまり、微視的ひずみの不均一性、巨視的ひずみはそれぞれ回折ピークの広がり、ピークシフトとして現れると考えられる。

そこで本報では、X 線回折ピークの半価幅値 (FWHM) とピークシフトに着目した。

Fig. 6 に、超音波照射時間による X 線回折ピークの半価幅値 (FWHM) の変化を示す。約 10 min の超音波照射で半価幅値は未照射状態より増大し、照射時間 10 min から 30 min までは減少傾向を示し、30 min 以降は若干の減少がみられるだけで、ほとんど一定値となった。

照射時間 10 min 程度までの半価幅値の増加は、衝撃圧による結晶粒の破壊より起こる微細化も一因と考えられるが、

Fig. 6 Variation of full width at half maximum on TiN surface with irradiation time.

結晶粒径が変化するような熱プロセスを与えていない本研究のプロセスにおいて、半価幅値が、照射時間 10 min 以降減少し、約 30 min 以上の照射では未照射の初期状態よりも小さい値を示したことは、半価幅値の変化の原因として、結晶粒サイズの変化よりも微視的ひずみの不均一性の変化が支配的であることを示唆している。

この半価幅値の変化と圧縮残留応力の変化を模式的に Fig. 7 に示す。照射時間約 15 min までの段階、つまり Fig. 7 における (I) の段階での半価幅値の増大、及びピークシフトは、水中超音波照射時に生じたキャビテーション気泡の作用によって、表面に微視的ひずみが導入されていることを示しており、同時に、巨視的ひずみによる平面圧縮応力状態が導入されていることを示唆している。

さらに超音波照射時間が長くなり、Fig. 5 に示すように、圧縮残留応力が最大値を示す照射時間約 30 min (Fig. 7 における (II) の段階) まで超音波が照射されると、不均一な微視的ひずみが重畳された結果、格子ひずみの均一化が進み、半価幅値がある一定値まで低下し、ピークシフトもほとんど起こらなくなる。つまり、圧縮残留応力がそれ以上付与されなくなったと考えられる。

3.2.2 TiN 膜における表面損傷の評価

前報¹⁾および 3.1 節で示したように、金属材料表面に超音波照射を行うと、照射時間とともに圧縮残留応力が増大して極大値に達した後、その増加率が非常に小さくなるか、

Fig. 7 Schematic illustration explaining the relation between irradiation time, surface compressive residual stress and strain behavior on TiN surface.

Fig. 8 Irradiation time vs. surface roughness on TiN surface.

Fig. 9 Irradiation time vs. micro-hardness on TiN surface.

或いは低下傾向を示した。これは、発生したキャビテーションによって表面に壊食等の損傷が生じているためであり、表面粗さの増加あるいは表面の微小押し込み硬さ等に影響を与えると考えられる。

脆性材料である TiN 膜においても、金属材料の場合と同様に壊食による表面損傷が懸念される。Fig. 8 と 9 に超音波照射時間による表面粗さ（中心線平均粗さ Ra と最大高さ $Rmax$ ）の変化と表面の押し込み硬さの変化をそれぞれ示す。

表面粗さは、圧縮残留応力が最大となる 30 min 以上の照射時間においても、顕著な変化はみられなかった。また、表面の微小押し込み硬さについても、ばらつきはあるもののほとんど変化がみられなかった。

Fig. 10 (a), (b) に超音波照射前および 45 min 間照射後の TiN 膜表面の SEM による拡大写真の一例をそれぞれ示す。Fig. 10 (a) に示す未照射部には、製膜時にできたと考えられる小さなピットのような形状（矢印）が僅かに見られるだけである。照射時間が増加するにつれて徐々に Fig. 10 (b) にみられるような壊食によるピットと思われるくぼみがわずかに見られたが、45 min の長時間照射を行うとピットの数が増加した。このように、TiN セラミックス膜においても、超音波照射による表面損傷は、表面粗さや押し込み深さの変化としては現れないが、小さなピットのような表面損傷が超音波照射時間とともに徐々に起こっている可能性がある。

このように水中超音波照射によるキャビテーション気泡の衝撃圧は硬脆性材である TiN 膜に対しても、X 線回折の半価幅変化から推測されるように、塑性変形が誘起されて、圧縮残留応力が付与されることを示した。本手法は、ピーニングプロセスでありながら、脆性材料である TiN 膜表面の破壊を誘起せずに塑性変形を引き起こし、圧縮残留応力を付与することができた理由として、このプロセス特有の衝撃圧の特性が考えられる。気泡の崩壊時に発生する衝撃圧は数 GPa にまで及ぶとされる²⁾が、その作用面積は非常に小さく、個々の気泡により付与される塑性変形量が非常に

Fig. 10 TiN surface observation by SEM

小さいため直接破壊には至らず、微視的ひずみの付与と重畳により徐々に圧縮残留応力が付与されていくメカニズムであるためと考えられる。

4. 結 言

本研究では、前報¹⁾で対象とした金属材料よりも硬度が高く塑性変形し難い浸炭鋼表面、また、さらに高硬度で脆い TiN セラミックス膜表面に水中超音波照射を行い、表面圧縮残留応力付与効果について検討を行った。得られた結果は大要次のようである。

- 1) 水中超音波照射により発生するキャビテーション気泡による衝撃圧を用いて、表面を浸炭硬化させた SCM420 に対して、圧縮残留応力を付与することができた。表面硬度が 300 HV と 700 HV の SCM420 では、硬度の高い 700 HV の表面に 820 MPa の大きな圧縮応力が付与された。これは、前報における降伏応力が大きい材料ほど大きな圧縮残留応力が付与された結果と同様であった。
- 2) アーク式のイオンプレーティングにより製膜したセラミックス膜である TiN 膜表面に水中超音波照射することによって、大きな圧縮残留応力を付与することに成功した。すなわち、製膜時に表面に発生する初期圧縮残留応力 1800 MPa を約 2400 MPa まで増大させることができた。
- 3) TiN 膜では、圧縮残留応力が最大値に達した後に超音波を照射し続けても、表面粗さや微小押し込み硬さの変化はほとんどみられないが、不要の長時間の超音波照射は表面に小さなピット状の壊食損傷を招いた。

謝 辞

本研究を行うにあたり、TiN 膜の供試材をご提供いただいた(株)ユニオンツール佐藤彰氏、大堀鉄太郎氏に深く感謝いたします。

参 考 文 献

- 1) M. Nakagawa, T. Watanabe: Introducing Compressive Residual Stress on Metal Surfaces by Irradiating Ultrasonic Wave with a Horn in Water, Quarterly Journal of The Japan Welding Society, Vol. 22, No. 4 (2004), 587-594. (in Japanese)
- 2) H. Kato et al.: Cavitation (Revised edition), Makishoten Publishing (2003), 189-243. (in Japanese)
- 3) Society of Materials Science, Japan: Stress measuring method with

- X-ray, Yokendo (1966), 84-105. (in Japanese)
- 4) S. Iwasaki: Some Problems in Microhardness Testing, The Material Testing Research, Vol. 34, No. 2 (1989) 130-135. (in Japanese)
- 5) H. Ichimura, M. Ienaga: Fundamental and application of thin film by plasma processing, Nikkankougyoushinbun Publishing (2005), 87-89. (in Japanese)
- 6) B. D. Cullity: X-ray diffraction, Agune (1961), 265-271. (in Japanese)