

微粒子ショットピーニング用投射材および軟磁性粉末へのディスクアトマイズ法の適用可能性

Micro Shot Peening Media and Soft Magnetic Powder by Using the Centrifugal Disc Atomizing Process

山本 隆久*1 澤田 俊之*2

YAMAMOTO Takahisa and SAWADA Toshiyuki

1. 背景

金属粉末を活用したモノづくりは、構造材の軽量化やエネルギーロス低減等に繋がるため、カーボンニュートラルや持続可能な社会の実現への対応として様々な検討がなされている。このような検討における金属粉末への要求特性のひとつに粒子形状があり、例えば、圧粉成形品では成形性および圧粉強度が必要なことから、不定形状粉末が望まれる¹⁾。一方で、溶射や積層造形等では粒子の流動性や充填密度が必要であるため、球状粉末が望まれる^{2,3)}。一般に、球状粉末を得る手法としてガスアトマイズ（以下、GA）法やディスクアトマイズ（以下、DA）法があるが、GA法と比較しDA法はより球形度の高い粉末が得られる。しかし、DA法は使用するディスクの耐熱性に課題があり^{4,5)}、高融点金属粉末の作製は困難であった。これに対し著者らは高耐熱ディスクを開発し、DA法でFe基、Ni基、Co基粉末を作製可能とした。また、DA法で得られたこれら粉末のCarrの指数（流動性と充填性に関する指数）は「最も良好」であることも報告した⁶⁾。

本報では、DA法で作製した粉末における流動性および充填性以外の特長を抽出することを目的とし、第2章で被処理材の表面に及ぼすショットピーニング投射材の形状因子の影響、第3章で軟磁性粉末の磁気特性に及ぼすDA粉末の製造因子の影響を報告する。

2. DA法で作製したFeCrB投射材のショットピーニング効果

2.1 本章の目的

ショットピーニングは投射材と呼ばれる微粒子を被処理材の表面に高速で衝突させることにより、被処理材の表面に圧縮残留応力を付与し疲労強度を改善する方法であり、高強度部品に広く適用されている。一般に、高硬度な投射

材を用いることで大きい圧縮残留応力が付与できるが、被処理材の表面粗さを増加させる傾向がある^{7,8)}。被処理材の表面粗さは摩擦係数にも影響するため、使用環境によっては低く抑えることが好ましい。また、被処理材の表面粗さには使用する投射材の硬度とともに形状が影響することが知られており、グリッドやカットワイヤのような角のある投射材より、角を丸めたコンディションカットワイヤやGA法で作製された球状投射材が表面粗さ低減に有利である⁹⁾。

本章では、商用で多く利用されているGA法による球状投射材以上の球形度を有するDA法の投射材について、被処理材の表面粗さおよびショットピーニング効果に及ぼす形状の影響を検討することを目的とした。

2.2 実験方法

投射材の材質として、当社が開発したFeCrB¹⁰⁾を選定した。GA法で作製した商用のFeCrB投射材（以下、GA投射材）と、さらに球形度の高いDA法によるFeCrB投射材（以下、DA投射材）を用いてショットピーニングを行った。両投射材の比較を図1に示す。GA投射材は球状を呈しており、DA投射材はさらに球形度が高い。その他の因子は同等である。なお、被処理材の表面粗さには、投射材の硬さ、形状のほか、比重、粒径も影響すると考えられるが、本実験では形状以外の因子を同等にすることで、

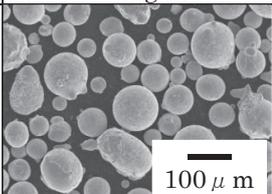
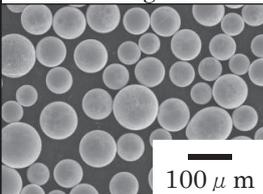
	GA 投射材	DA 投射材
粒径	45~125 μm	45~125 μm
硬さ	1200HV	1150HV
比重	7.4 Mg/m ³	7.5 Mg/m ³
外観		

図1 実験に用いた投射材(硬さ測定試験力:2.94N)

*1 粉末事業部 粉末技術部 技術3グループ 技術士(金属部門)

*2 粉末事業部 粉末技術部 技術2グループ長 博士(工学)

形状による影響を比較する。

被処理材には SCM822 真空浸炭材を用いた。φ 60 × 5mm の片側の平面を鏡面研磨し、真空浸炭、焼入焼戻しの後、この面に垂直にショットピーニングした。ショットピーニング前の最表面の硬さは 810HV で、表面粗さは、算術平均粗さ (Ra)、最大高さ粗さ (Rz) がそれぞれ 0.15、1.06 μ m であった。ショットピーニングには吸引式エアタイプ投射装置を用い、投射圧 0.6MPa で 10s 施工した。

被処理材の表面性状として、Ra、Rz および粗さ曲線要素の平均長さ (RSm) を測定した。また、被処理材の表層の残留応力を X 線回折、硬さをピッカースにより評価した。残留応力は電解研磨により表層を段階的に除去することで深さ方向の分布を測定した。ピッカース硬さについて、最表面はショットピーニング面に垂直に圧子を直打ちし、深さ方向は断面研磨試料により測定した。試験力はいずれも 0.98N とした。

被処理材の表層の微細組織評価のため、FIB 装置により薄膜を切り出し TEM 観察した。さらに、表面から約 2 μ m 深さの位置において約 700nm のスポット径で電子線回折を実施した。

2.3 実験結果

被処理材の表面性状パラメータを表 1 に示す。DA 投射材を用いることで、表面粗さを示す Ra および Rz を同粒径の GA 投射材より小さくできることがわかった。なお、表 1 には参考として、GA 投射材の微粉 (45 μ m 以下) と粗粉 (125 ~ 180 μ m) を用いた結果もあわせて示す。一般に使用する投射材の粒径とともに表面粗さ (Ra, Rz) は増加するが、DA 投射材 (45 ~ 125 μ m) は GA 投射材の同粒径と微粉の中間の値であった。

表1 被処理材の表面性状(単位: μ m)

投射材 (μ m)	Ra	Rz	RSm	
GA	45 以下	0.39	2.99	49.37
	45~125	0.69	5.48	71.10
	125~180	0.99	7.02	103.25
DA	45 ~ 125	0.55	3.75	88.59

図 2 に残留応力分布を示す。最表面において GA 投射材を用いることで、わずかに大きな圧縮残留応力が得られ、最大圧縮残留応力値および深さ方向の分布については大きな差異は認められなかった。

図 3 にピッカース硬さ分布を示す。いずれの投射材を用いた場合でも、最表面に硬化が認められ、DA 投射材と比較し、GA 投射材を用いることで、さらに約 200HV 大きい硬化が認められた。20 μ m 以上の深さ分布において大きな差異は認められなかった。

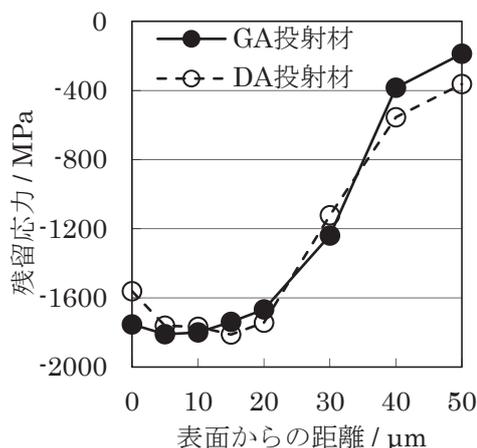


図2 被処理材の表面の残留応力分布

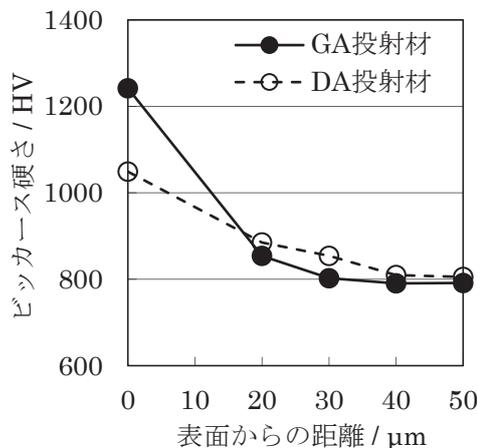


図3 被処理材の表面ピッカース硬さ分布

2.4 考察

GA 投射材と比較し、さらに球形度の高い DA 投射材を用いることで、被処理材の最表面の粗さ、圧縮残留応力、硬さが小さくなることがわかった。これらについて、以下に考察する。

2.4.1 被処理材の表面粗さ

北村らは、被処理材の表面への球状スチールショット、不定形状スチールグリッドの衝突現象を、鋼球を部材表面に押し付けた応力分布と、衝突させた運動方程式から解析している¹¹⁾。静的に鋼球を押し付けたくぼみ表面付近の応力分布を与える Helz の理論式に、くぼみ表面からの塑性域寸法を与える Shaw の式を代入することで、塑性変形を起こすための最小応力を算出し、これがトレスカの降伏条件に一致するとして式 (1) を得ている¹¹⁾。

$$\bar{p} = 2.82\sigma_Y \tag{1}$$

\bar{p} は接触面における平均圧力、 σ_Y は部材の降伏応力である。さらに、鋼球が初速度 v で部材に衝突し、くぼみ深さ c で終速度 0 となる場合の運動方程式から式 (2) を得ている¹¹⁾。

$$\bar{p} = \frac{Mv^2}{2\pi a^2 c}$$

式 (2)

M は鋼球の質量、 v は鋼球の初速度、 a はくぼみの半径、 c はくぼみの深さである。

ここで、式 (1) に式 (2) を代入して得られる式 (3) において、右辺は実験条件からなり、左辺はくぼみ形状 (くぼみ面積 (πa^2) \times くぼみ深さ (c)) からなる。本実験条件における右辺は、投射材一粒子の質量 (M)、投射速度 (v)、被処理材の降伏応力 (σ_Y) から算出でき、GA 投射材と DA 投射材の比重と粒径が同等 (図1) で、同じ投射圧、同じ被処理材であることから、両投射材の条件で同等値となる。したがって、左辺の $\pi a^2 c$ も同等値になると考えられる。

$$\pi a^2 c = \frac{Mv^2}{5.64\sigma_Y}$$

式 (3)

実際、被処理材の表面における投射材の衝突痕の形状を表す指標として、表 1 における RSm をくぼみ半径 a 、Ra あるいは Rz をくぼみ深さ c に相関すると仮定し、これらを代入すると、GA 投射材に対する DA 投射材の $\pi a^2 c$ の比は Ra を用いると 1.2、Rz を用いると 1.1 であり、両投射材で概ね同等値となることが確認できる。したがって、衝突痕の形状において表 1 に示したとおり RSm が大きく、Ra、Rz が小さい DA 投射材は、くぼみが大面积 (大きい πa^2) のため浅い深さ (小さい c) で終速度 0 となり停止し、GA 投射材はその逆であることを意味する。この差異が両投射材の形状に起因すると考えると、GA 投射材は外観 (図 1)

にわずかに認められる小突起が局所的に半径の小さい小面積のくぼみを形成し、これを停止させるために、より深くまで投射材を侵入させる必要があることを示唆している。

2.4.2 被処理材の最表面の圧縮残留応力およびビッカース硬さ

被処理材の表面から採取した薄膜の TEM 暗視野像および電子線回折パターンを、ショットピーニング前の試料とともに図 4 に示す。ショットピーニング後の両表面には、投射材の衝突による大きなひずみに起因するナノ結晶粒層が認められ、GA 投射材を用いることで、より深いナノ結晶粒層が生成することがわかった。これは、前項の解析のとおり、GA 投射材による衝突痕は DA 投射材より深くまで到達していることから、局所的な塑性ひずみ量が大きくなったためと考えられる。またその結果、被処理材の最表面における圧縮残留応力およびビッカース硬さが DA 投射材を用いた場合よりも高くなったものと推察される。

2.5 小括

FeCrB 投射材において、GA 法による商用の球状投射材と比較し、より球形度の高い DA 法の投射材は、同等の最大圧縮残留応力が得られるとともに、被処理材の表面粗さを小さく抑えることができた。一方、最表面における圧縮残留応力およびビッカース硬さは GA 法による投射材のほうが高い値となった。より球形度の高い DA 投射材を使用することで、衝突痕の形状が大面积かつ浅くなったことが影響したと考えられる。

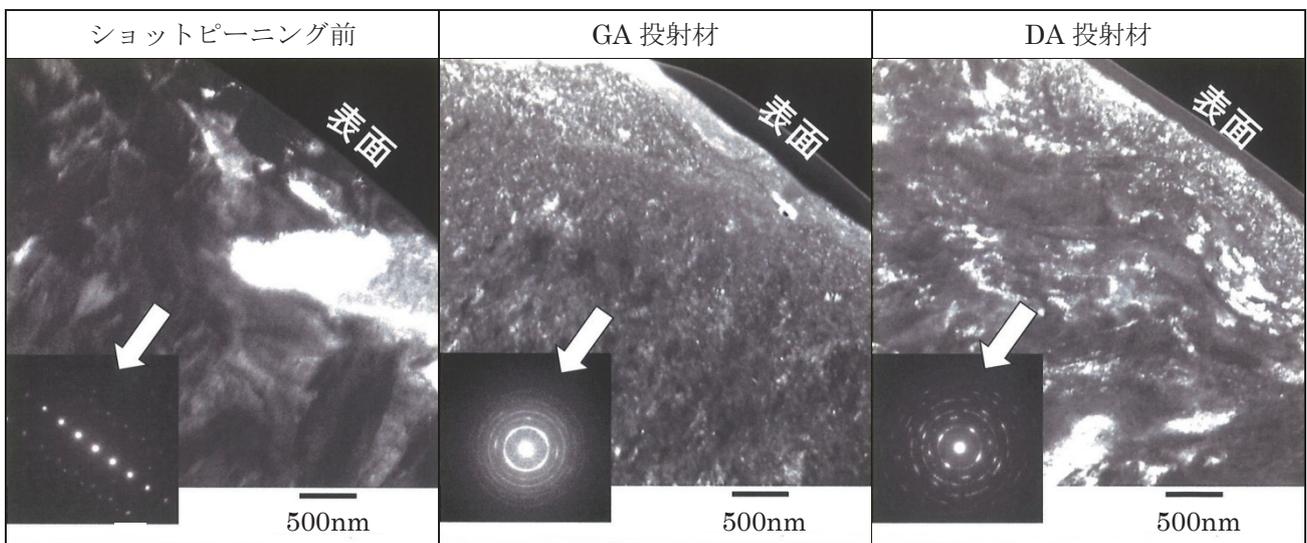


図4 ショットピーニング前後における被処理材の表層のTEM 観察(暗視野像と電子線回折)

3. DA法で作製したFeSiAl軟磁性粉末の磁気特性

3.1 本章の目的

軟磁性材料は高い飽和磁化と、低い保磁力を有し、モーターやトランス等の電子機器で用いられている。その中でも軟磁性粉末を用いた圧粉コアやノイズフィルタは、3次元磁気特性に特長があり活用されている。一般に、優れた軟磁性粉末は低損失であり、その特性には成分や熱処理が影響する。また、粉末作製法の影響は藤田らによる報告例があり¹²⁾、製法の選択も重要な因子と考えられる。しかし、DA法による軟磁性粉末の作製は融点が高くこれまで困難であったため、評価の報告例はない。

本章では商用で利用されるFeSiAl(センダスト®)合金をGA法およびDA法で作製し、比較評価することで軟磁気特性に与えるDA法の製造因子の影響を検討することを目的とした。

3.2 実験方法

評価用の軟磁性合金としてFe-9Si-6Al(mass%)を選定した。GA法およびDA法で作製した本合金粉末の不純物分析値を表2に、外観SEM写真を図5に示す。第2章で示した投射材と同様にGA粉末は球状を呈しており、DA粉末はさらに球形度が高い。一方で、不純物は特性に影響を与えるが本実験においては同等である。

表2 実験に用いたFeSiAl粉末の不純物分析結果

	(mass%)						
	C	Mn	S	Ni	Co	O	N
GA	0.01	0.03	<0.001	0.02	<0.01	60ppm	29ppm
DA	0.03	0.04	0.001	0.04	<0.01	70ppm	12ppm

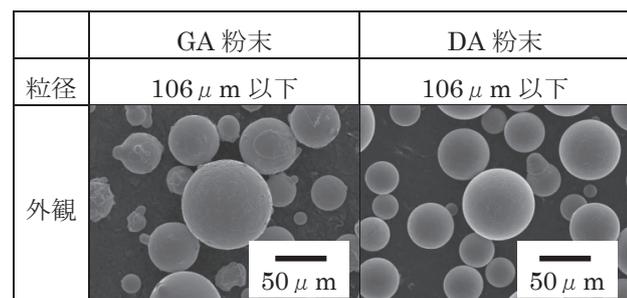


図5 実験に用いたFeSiAl粉末

磁気特性として飽和磁化と保磁力を測定した。飽和磁化を測定する粉末粒度はGA粉末およびDA粉末ともに106 μm以下とし、保磁力を測定する粉末粒度は、106 μm以下、106 ~ 75 μm、75 ~ 38 μm、38 μm以下とした。なお、粒度106 μm以下においては、1073KのAr雰囲気中で3.6ksの条件で熱処理を行った粉末の保磁力も測定し、粉末作製時の急冷凝固によるひずみの影響を確認した。

粉末の内質調査として結晶粒径、二次デンドライトアーム

間隔を測定した。GA粉末およびDA粉末ともに、106 ~ 75 μm、75 ~ 38 μm、38 μm以下に分級し、粉末を樹脂埋め、研磨し、観察用試料とした。結晶粒径は試料をフラットミリング処理後、光学顕微鏡で各粒度の最大粒径となる粉末を写真撮影し、交線法(8交線/粉)で計測した。また、二次デンドライトアーム間隔は試料を水酸化ナトリウムとフェリシアン化カリウム混合水溶液で腐食後、光学顕微鏡で各粒度の最大粒径となる粉末を写真撮影し、結晶粒径と同様に交線法(8交線/粉)で計測した。

3.3 実験結果

図6に飽和磁化を示す。GA粉末およびDA粉末ともに飽和磁化は約0.95Tを示し、同等であった。

図7に粉末粒度と保磁力の相関を示す。GA粉末の保磁力は、いずれの粉末粒度でもDA粉末と比較し高い値となった。

図8に熱処理前後の保磁力比較結果を示す。GA粉末の保磁力は熱処理前(アトマイズまま)で141.7A/m、1073Kの熱処理後で27.4A/mであった。これに対し、DA粉末の保磁力は熱処理前(アトマイズまま)で71.8A/m、1073Kの熱処理後で15.7A/mと低い値となった。

図9に粉末粒度と結晶粒径の相関、図10に粉末粒度と二次デンドライトアーム間隔の相関を示す。GA粉末の結晶粒径および二次デンドライトアーム間隔は、いずれの粉末粒度でもDA粉末と比較し小さい値となった。

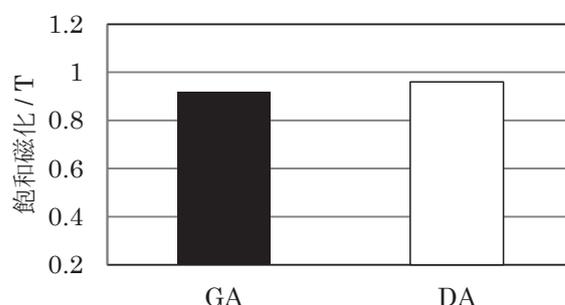


図6 GAおよびDA法で作製したFeSiAl粉末の飽和磁化(106 μm以下)

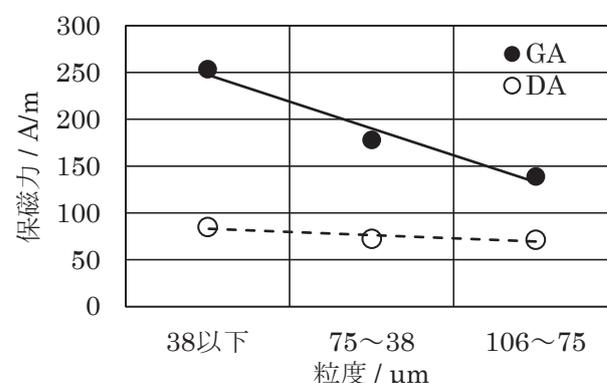


図7 GAおよびDA法で作製したFeSiAl粉末の粉末粒度と保磁力の相関(熱処理前)

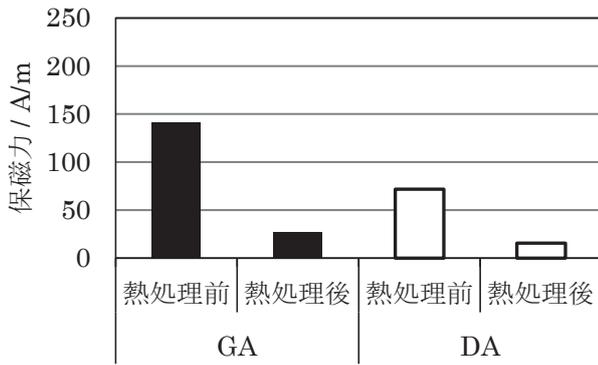


図8 GA およびDA 法で作製したFeSiAl 粉末の保磁力(熱処理前後の比較、106μm 以下)

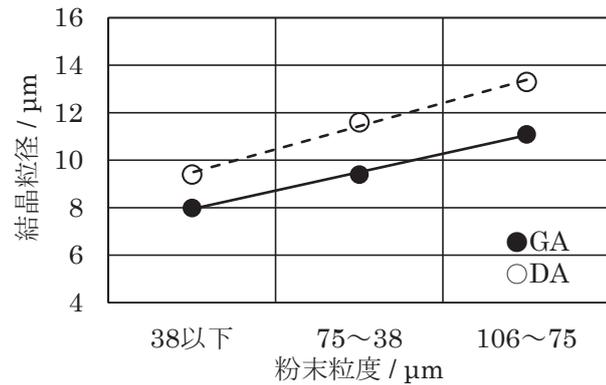


図9 GA およびDA 法で作製したFeSiAl 粉末の粉末粒度と結晶粒径の相関(熱処理前)

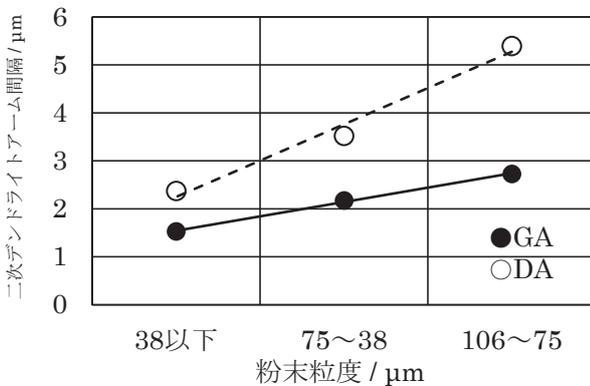


図10 GA およびDA 法で作製したFeSiAl 粉末の粉末粒度と二次デンドライトアーム間隔の相関(熱処理前)

3.4 考察

GA 粉末と比較し、DA 粉末は、飽和磁化が同等で、低い保磁力を示し、軟磁気特性に優れることがわかった。また、熱処理を行っても優れた軟磁気特性を維持することも分かった。これらについて、以下に考察する。

3.4.1 保磁力

一般に結晶粒界は磁壁移動の障害(ピンニングサイト)となるため、保磁力は結晶粒径と逆比例の関係とされる¹³⁾。図9より、GA 粉末の結晶粒径は、いずれの粉末粒度範囲でも DA 粉末と比較し小さく、結晶粒径の違いが保磁力の

差異の一因と考えられた。また、図10よりGA 粉末の二次デンドライトアーム間隔は DA 粉末と比較して小さく、冷却速度が DA 粉末より大きいいため、結晶粒径に差が生じたと示唆される。

なお、図8より DA 粉末は熱処理後も低い保磁力が維持される特長がある。佐藤ら¹⁴⁾によると、製造法起因で粉末粒内に形成された空孔(ポア)が磁壁のピンニングサイトになると報告されている。熱処理後もこの空孔が残存し、ピンニングサイトになると考えられ、保磁力の差異の一因となった可能性があるが、詳細は今後の検討課題としたい。

3.4.2 冷却速度

上述のとおり、GA 粉末と DA 粉末では冷却速度の差から結晶粒径が異なり、軟磁気特性に影響を及ぼしていると考えられた。そこで、GA 法と DA 法で冷却速度に差が生じる要因を考察した。

一般に直径 d の高温の液滴1粒の温度変化 ΔT は Newton の熱移動の式より式(4)で表現される。

$$\frac{4}{3}\pi\left(\frac{d}{2}\right)^3\rho C\Delta T = 4\pi h\left(\frac{d}{2}\right)^2(T - T_a)\Delta t$$

式(4)

ρ は溶湯の密度、 C は比熱、 h は熱伝達係数、 T は溶湯温度、 T_a は雰囲気温度、 Δt は冷却時間である。

生成された液滴は熱伝達係数 h で表面から冷却され、金属粉末が得られる。なお、液滴から雰囲気中の気体への熱移動は Ranz-Marshall の式¹⁵⁾より式(5)で表現される。

$$\frac{dh}{\kappa} = 2 + 0.6\left(\frac{d\varepsilon\rho}{\mu}\right)^{0.6}\left(\frac{C_g\mu}{\kappa}\right)^{0.33}$$

式(5)

μ は液滴(溶湯)の粘性係数、 C_g は雰囲気ガスの比熱、 κ は溶湯の熱伝導率、 ε は溶湯と雰囲気ガスとの相対速度である。

したがって、式(5)を変形すると式(4)中の熱伝達係数 h は式(6)となる。

$$h = \left\{ 2 + 0.6\left(\frac{d\varepsilon\rho}{\mu}\right)^{0.6}\left(\frac{C_g\mu}{\kappa}\right)^{0.33} \right\} \cdot \frac{\kappa}{d}$$

式(6)

安藤によると GA 法で作製される液滴はガスにより加速されるが、抗力により減衰し、 ε は大きい値になると報告されている¹⁶⁾。一方で、DA 法における ε は原田らの報告によると極めて小さく、0で近似できると報告されてい

る¹⁵⁾。したがって、式(6)に示す各因子においてGA法とDA法で、溶湯と雰囲気ガスとの相対速度 ε が大きく異なると考えられ、DA法は熱伝達係数が小さく冷却速度が遅いと考えられる。これにより、二次デンドライトアーム間隔、結晶粒径が大きく、低い保磁力が得られたと考えられる。

3.5小括

FeSiAl軟磁性粉末においてGA粉末と比較し、DA粉末は熱処理の有無によらず、優れた軟磁気特性を示した。製法による液滴とガスとの相対速度の差異が熱伝達係数および冷却速度に影響を与え、DA粉末は結晶粒径や二次デンドライトアーム間隔がGA粉末と比べ大きくなるためと考えられた。

4. 結言

DA法で作製した粉末における流動性、充填性以外の特長を抽出することを目的とし、第2章で被処理材の表面に及ぼすショットピーニング投射材の形状因子の影響、第3章で軟磁性粉末の磁気特性に及ぼすDA粉末の製造因子の影響を検討した。検討の結果、DA法で作製した粉末は投射材、軟磁性粉末として優れた特性を示し、流動性や充填性以外にも特長を有することが分かった。投射材の特長は疲労強度の改善、軟磁性粉末の特長はエネルギーロス低減に寄与するものであり、カーボンニュートラルや持続可能な社会の実現への貢献が期待される。

参考文献

- 1) 木藤茂：型技術，32-12(2017)，84-87.
- 2) 菊池茂：溶射，52(2015)，1-6.
- 3) 金安力：溶射技術，34(2014)，69-74.
- 4) 奥村鉄平，関本光一郎：電気製鋼，89(2018)，13-16.
- 5) 草加勝司，清水孝純，洞田亮，中村清，大河内敬雄：電気製鋼，62-2(1991)，89.
- 6) 山本隆久：山陽特殊製鋼技報，23(2016)1，27-30.
- 7) 澤田俊之：日本金属学会誌，78(2014)6，211-217.
- 8) 澤田俊之：日本金属学会誌，78(2014)10，388-394.
- 9) 当舎勝次：粉体および粉末冶金，59(2012)2，63-66.
- 10) 澤田俊之，柳谷彰彦：山陽特殊製鋼技報，15(2008)1，36-42.
- 11) 北村貴典，寺崎俊夫，秋山哲也：材料，49(2000)6，651-654.
- 12) 藤田雄一郎，斉藤貴伸：電気製鋼，79-2(2008)，109-117.
- 13) 坂田昌之：神戸製鋼技報，66(2017)，31-35.
- 14) 佐藤誉将，深瀬美紀子，竹澤昌晃：電気製鋼，91-1

(2020)，13-18.

- 15) 原田幸明，菅広雄，皆川和己：粉体および粉末冶金，40(1993)，1154-1159.
- 16) 安藤禎一：軽金属，58(2008)，305-311.