ノート

超音波キャビテーション処理により形成される表面加工層の評価法に関する研究

中川　昌幸*，林　成実**

Investigation of Evaluation Procedures of Microscopic Strain Induced by Ultrasonic Cavitaion in the Surface Layer

NAKAGAWA Masayuki*and HAYASHI Narumi**

1. 緒　　言

水中におけるキャビテーション崩壊圧を金属材料表面に作用させることにより，表面の塑性変形を引き起こし，圧縮残留応力を付与できることが示されている [1)]。類似したプロセスとしてショットピーニングなど，固体粒子を表面に衝突させ，表面に塑性変形を与える方法がある。固体衝突による著しい塑性変形により形成された結晶粒破壊を伴う組織変化と比較すると，キャビテーション処理では，個々の気泡の衝撃圧は強力であるが，気泡サイズがショットに比べて非常に微細なため，金属顕微鏡観察では塑性流動層のような顕著な変形が認められず，表面残留応力付与や断面硬さ測定で間接的に評価されるにとどまっている。顕微鏡的に塑性変形のメカニズムが明らかでない一方で，SUS304 圧延薄板に対し超音波キャビテーション処理を施すことにより引張疲労強度を向上させる効果が実験的に示されている [2)]。

そこで，静的な強度向上に寄与するような結晶粒の微細化など組織変化ではなく，繰り返し動的負荷における疲労特性向上の効果が認められる微視的なひずみ状態の評価方法を検討した。

このような微視的なひずみは，動的再結晶などによる結晶粒の微細化の前段階である転位の増殖から 2 次すべり系の活動による転位の絡み合い，さらには亜粒界などサブストラクチャー形成の段階と考えられ [3)4)]，結晶粒内における微視的なひずみ領域の評価法が必要となる。

このような評価は TEM を用いることで可能と考えられるが，試料片の作製など観察に熟練が必要なこと，高分解能な反面，極微細な領域しか評価できないことから，より汎用的な方法が望まれる。

本研究では，このような微視ひずみ領域の評価法として，結晶塑性の初期段階である転位の増殖，すべり変形，サブストラクチャー形成に伴って起こる結晶方位の回転を捉えることが有効であると考えた。結晶方位の測定法として EBSD による方位測定が挙げられるが，近年普及は進んでいるものの，まだ汎用的な分析方法とは言い難い。そこで， SEM の COMPO 像，FIB の SIM 像による方位コントラスト観察と EBSD 解析を比較し，より簡便で汎用的な微視的加工層評価方法を検討した。

2. 供試材およびキャビテーション処理

供試材には比較的方位コントラストが強いとされる Cu 板を用いた。試料サイズは板厚 1 mm，30x30mm の表面のφ25mm の範囲に超音波キャビテーション処理を施した。評価断面はφ25mm の処理部のおよそ中央部を切り出し，イオンポリッシャーにより断面を仕上げ，観察面の酸化層，変質層を除去した。超音波発振周波数は 19.5kHz であり，ホーン先端における振

*　県央技術支援センター
**　研究開発センター

幅が 45μmp-p となるよう電力を加えた。キャビテーション液体には水道水を用いた。

3. 評価法

3.1 結晶方位コントラスト

結晶方位コントラストは，金属組織などの結晶方位の違いにより観測されるコントラストの差である。表面における結晶面の稠密度によりプローブの侵入深さが変わるためコントラストが得られる。

本研究では，SEM による COMPO 像観察と集束イオンビームによる SIM 像観察を検討した。さらに，結晶粒内における方位差を確認するため EBSD による方位測定を行い比較した。

4. 結果と考察

4.1 COMPO 像観察

SEM 観察において組成像と呼ばれる反射電子像が COMPO 像である。元素成分の違いがコントラストとなる。一方，均一組成の材料の場合，結晶方位差に起因する電子チャンネリングのコントラストを観察することができる。

図 1，2 に表面に超音波キャビテーション処理を施した表面の断面 SEI 像と COMPO 像を示す。SEI 像では結晶粒がわずかに確認できる程度であるが，COMPO 像では個々の結晶粒を明確なコントラストの違いで確認することができる。また，最もひずみ付与されている最表面付近では塑性流動のようなコントラストが確認できる。

図 3 に図 2 における最表面付近の断面拡大写真を示す。最表面付近およそ 10μm の深さの領域では，塑性流動または結晶粒微細化領域と考えられるが，その下の 10～20μm 領域には同一結晶粒内で，コントラストがグラデーション状に徐々に変化する領域が見てとれる。成分は同一と考えて差し支えないので，このパターンも方位コントラストであると推測される。この点は，4.3 EBSD 解析の項で述べる。

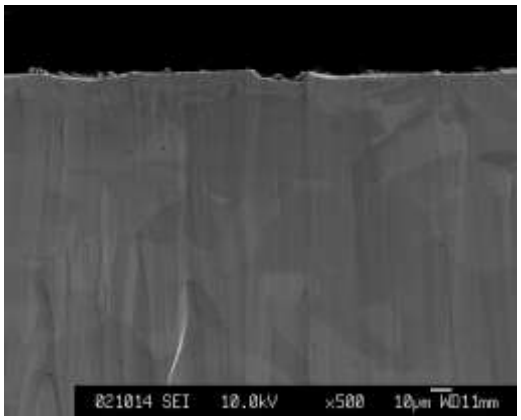


図 1 キャビテーション処理面の断面 SEI 像(写真上方が表面)

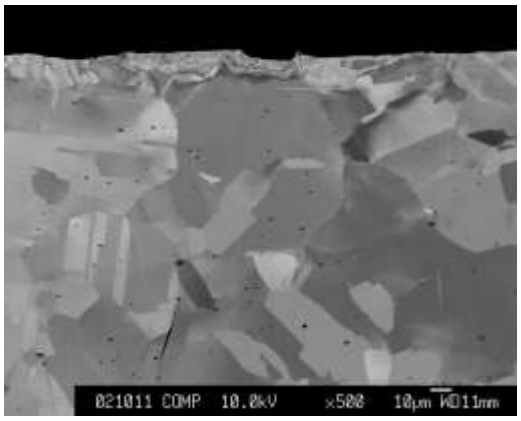


図 2 キャビテーション処理面の断面 COMPO 像（写真上方が表面）

4.2 SIM 像観察

集束イオンビームによる二次電子像が SIM 像である。COMPO 像と同様，組成コントラスト，方位コントラストが得られる。図 4 に超音波キャビテーション処理を施した表面の断面の SIM 像を示す。図 3 の COMPO 像と同様，結晶粒ごとに明確なコントラストの違いを確認できる。しかし，COMPO 像で見られた，最表面における加工変質層のような部分を確認することができない。また，その下方に見られたグラデーション状のコントラストも COMPO 像と比較すると不明瞭である。これらは，SEM の電子ビームと比較すると FIB のイオンビーム径が大きいため分解能が低いことに起因すると考えられる。

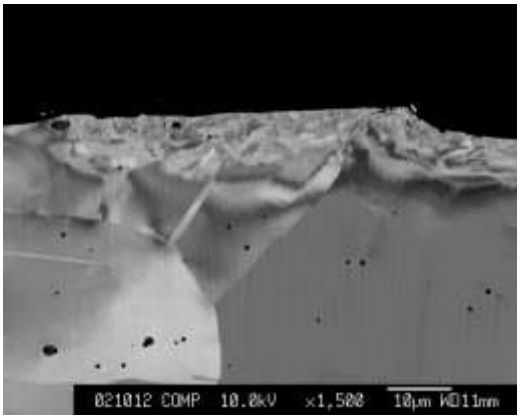


図 3　キャビテーション処理面の
断面 COMPO 像（写真上方が表面）

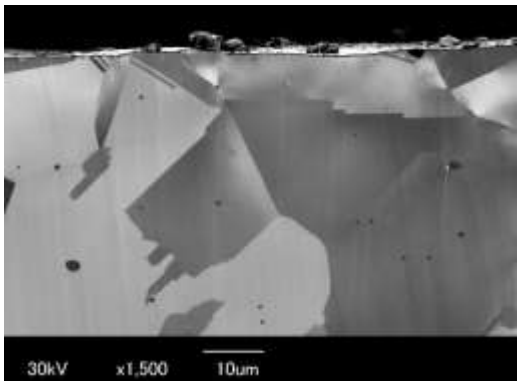
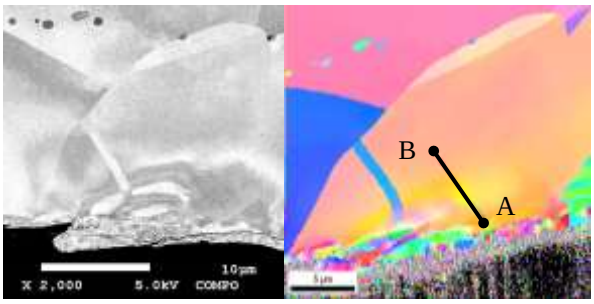


図 4　キャビテーション処理面の
断面 SIM 像（写真上方が表面）

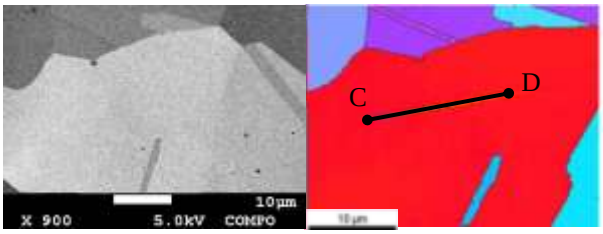
4.3　EBSD による結晶粒内ミスオリエンテーションの確認

COMPO 像で明確に確認されたグラデーション状のコントラストの変化について，結晶方位の変化との関連を調べるため EBSD による方位測定を行った。図 5 に加工層断面の最表面付近における(a)COMPO 像と(b)EBSD による ND 方向の IPF 像を示す。図 5(b)中の A-B の黒線は図 5(a)COMPO 像においてコントラスト変化がグラデーション状に認められた位置であり，EBSD データからミスオリエンテーション(方位差)データを取得した位置を示している。

また，比較のために，図 6 に同じ試料の板厚方向のおよそ中央部の加工の影響がほとんどないと考えられる位置における(a)COMPO 像，(b)EBSD による ND 方向の IPF 像を示す。C-D



(a) COMPO 像　　(b) IPF 像 (ND 方向)
図 5　キャビテーション処理断面
（写真下方が表面）



(a) COMPO 像　　(b) IPF 像 (ND 方向)
図 6　母材断面

の黒線はミスオリエンテーション(方位差)データを取得した位置である。

図 7 に A-B 間(Deformed)，C-D 間(Annealed)におけるミスオリエンテーション(方位差)プロファイルを示す。

C-D 間は同一結晶粒内で基本的に方位差は生じておらず，その値は 1° 未満である。通常の結晶粒はこのような状態であると考えられる。COMPO 像でも特にコントラストの変化は認められない。COMPO 像のコントラスト，IPF 像

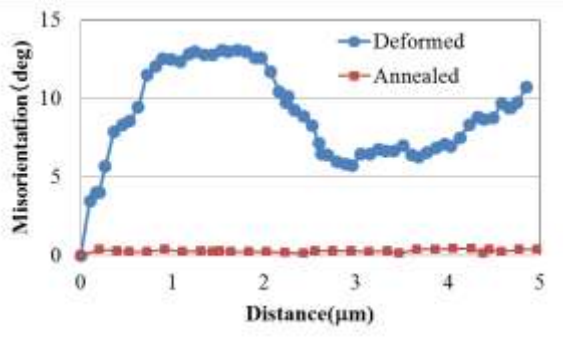


図 7 A-B 間(Deformed)，C-D 間(Annealed)
におけるミスオリエンテーション(方位差)
プロファイル

のカラーマップの変化のいずれも顕著な領域である A-B 間は方位差が最大で 12°～13°程度になっており，非常に大きい。一般的には立方晶において、方位差 15°以上で大傾角粒界とみなされることを考えると，同一結晶粒内での方位差としては極めて大きいと考えられる。

このように，EBSD におけるミスオリエンテーションプロファイルから，COMPO 像で見られるコントラストの変化は結晶方位差によるものであると考えられる。そして，キャビテーション処理面の表面から 30～40μm 程度までの深さに見られる同一結晶粒内における方位コントラストの変化は，結晶粒破壊を伴う塑性流動や動的再結晶による結晶の微細化ではなく，結晶粒界の生成を伴わない結晶方位変化であり，超音波キャビテーション処理により生じたひずみ領域を示していると考えられる。

COMPO 像では結晶の方位差を定量的に求めることはできないが，ひずみ状態，ひずみ領域を簡便かつ迅速に、また比較的高分解能で評価できる有効な方法であると考えられる。

5. 結　　言

本研究では，超音波キャビテーション処理による加工層の顕微鏡的な評価方法を検討し，微視的なひずみに起因する結晶方位コントラストの変化を観察する方法を提案した。得られた結果は以下のようにまとめられる。

(1) 顕微鏡的なひずみ領域評価法として，SEM を用いた COMPO 像，FIB を用いた SIM 像を比較した結果，分解能の点で COMPO 像の方がより明確に方位コントラストの変化を捉えることができた。

(2) COMPO 像における同一結晶内での方位コントラストのグラデーション状の変化は EBSD 測定のミスオリエンテーションプロファイルより，12°～13°程度までの連続的な方位差によるものであることが確認された。

(3) 超音波キャビテーション処理による加工は，結晶粒内における方位変化を引き起こし，その領域は COMPO 像観察をはじめとする方位コントラストにより評価できることが明らかとなった。

本研究で提案する方法を用いて超音波キャビテーション処理による塑性変形，ひずみ付与のメカニズムを微視的な観点から明らかにしていくことによって，今後，強圧延加工された金属薄板の超音波キャビテーション処理による疲労特性向上のメカニズム解明と有効な処理条件の検討を進めたい。

参考文献

1) 中川昌幸, 渡辺健彦, “ホーンを介した水中超音波照射による金属材料表面への圧縮残留応力の付与”, 溶接学会論文集, 22, 4, 2004, p.587-594.

2) 小平知弘，中川昌幸, 渡辺健彦, 佐々木朋裕, 柳沢敦，“オーステナイト系ステンレス鋼薄板に対する超音波キャビテーションピーニング”，日本金属学会講演大会概要，2011.

3) 牧正志，田村今男，“動的再結晶の組織的特徴および静的再結晶との比較”，鐵と鋼, 70, 15, 1984, p.2073-2080.

4) M.Sato et al.，“Formation of nanocrystalline surface layers in various metallic materials by near surface severe plastic deformation”, *Science and Technology of Advanced Materials*, no. 5, 2004, pp.145-152.