

鉄鋼材料の表層超強加工による組織と特性変化

梅本 実*・戸高 義一*・LI JINGUO*²

Change in Microstructure and Mechanical Properties of Steel Components Surface Layer
by Severe Plastic Deformation

Minoru UMEMOTO, Yoshikazu TODAKA and Jinguo LI

Synopsis : The change in microstructure and mechanical properties of machined steel surface was reviewed. Nanocrystalline ferrite structure layer can be produced by high energy shot peening. Nanocrystalline layer consists of equiaxed grains of about 20 nm and distinguished from the adjacent heavily deformed region with a clear boundary. Nanocrystalline ferrite structure showed extremely high hardness and substantially slow grain growth. White etching layer can be produced by drilling, hard-turning and sliding wear. The white etching layer thus produced was re-austenitized region due to the deformation heat. White etching layer has clear boundary (transformation boundary) between the matrix. White etching layer consist of submicron grained martensite which is much finer than conventional martensite. The white etching layer produced by drilling and sliding contains nanocrystalline layer at the top surface. The thickness of nanocrystalline layer is about 20% of whole white etching layer. The thickness of white etching layer and also nanocrystalline layer increases with the increase in drilling or cutting speed and feed rate. The formation mechanism of white etching layer and nanocrystalline layer were discussed. The thermal and mechanical influence for such layer formation was presented. The influence of white etching layer on the mechanical properties of machined components was introduced.

Key words: steel; heavy deformation; white etching layer; nanocrystalline structure; drilling; hard turning; machining; shot peening; microstructure; mechanical properties.

1. 緒言

ECAP¹⁾, ARB²⁾, HPT³⁾など形状不変加工と呼ばれる新しい加工方法の出現によって、従来の圧延や伸線加工における加工量の限界を超える大きな歪をバルク材に与えることが可能となり、超強加工の分野が注目を浴びている。形状不変加工法を使った研究により、真歪4以上の超強加工（巨大ひずみ加工とも呼ばれる）を施された金属材料は、従来と異なる特異な組織や機械的性質を示すことが明らかになってきている⁴⁻⁷⁾。超強加工が注目されている別の理由は、省資源やリサイクルの観点から合金元素を極力使わず、加工による材質制御が期待されているからである。

超強加工の研究は形状不変加工法の出現によって大きく進展しているが、超強加工そのものは工作物の表層において生産ラインや使用現場では意図的であるなしにかかわらず日常的に起こっている。ショットピーニング、ドリル加工、リーマ加工、切削加工、研削加工などの加工を施した材料表面は多くの場合超強加工を受けている。一方使用中に摩擦・摩耗が起こるレールや繰り返しの転動疲労を受ける軸受け部分でも超強加工が不可避免的に起こる。

本稿では機械加工による部品表層の超強加工に焦点を絞り、超強加工によって形成される鉄鋼材料の組織と特性に

ついて解説する。

2. 加工変質層と加工による白層

機械加工によって工作物の表面には母材と性質の異なる層が形成される。この層は一般に加工変質層と呼ばれている⁸⁾。加工変質層については古くは1921年にG. Beilby⁹⁾によって非晶質相であるとの説が出された。その後、1943年にRaether等¹⁰⁾によって加工変質層は非晶質ではなく結晶質であり、表面に近いほど大きな加工を受けた結果、表層程結晶粒が微細化しているというモデルが示され、現在でも広く受け入れられている。

加工変質層は機械加工（切削、研削、研磨、切断、摩擦、摩耗など）によって物理的・化学的に影響（硬さ変化、残留応力変化、組織変化、集合組織の変化、異物の巻き込み、酸化など）を受けた表層のことである。加工変質層は金属材料、半導体、セラミックス等機械加工されるほとんどすべての材料に現われる¹⁰⁾。鉄鋼材料では他の材料と共通する一般的な加工変質層に加えて、白層(WEL: White Etching Layer)と呼ばれる特異な加工変質層が現れる場合がある¹¹⁾。白層とはナイター等で腐食後、光学顕微鏡で観察すると白く見える表層のことで、基地よりも腐食されにく

平成20年7月7日受付 平成20年8月29日受理 (Received on July 7, 2008; Accepted on Aug. 29, 2008)

* 豊橋技術科学大学生産システム工学系 (Department of Production Systems Engineering, Toyohashi University of Technology, Tenpaku-cho 1-1 Toyohashi 441-8580)

* 2 Superalloy Division, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Science

いため白く観察される。白層は加工を伴わない熱的要因のみでも生成する。パルスレーザー¹²⁾等によって、鋼材の表面が急速に加熱されると、 A_{c1} 点以上に加熱された領域で γ 化が起こり、加熱後の熱伝導による急冷でマルテンサイトが生成する。このような局部加熱で生成した新生マルテンサイト部分が、腐食によって白層として現れる。機械加工で生成する白層の一部はこのような熱的要因で生成する白層と類似している。加工による影響が大きくなると、静的・動的再結晶や動的変態が起こるため組織は微細になる。また特定の条件下では等軸ナノ結晶フェライトが生成する¹³⁻¹⁵⁾。ナノ結晶フェライト組織は10–20 nmの等軸フェライトより構成され、通常の焼入れマルテンサイトよりも高い硬度を示す。本稿ではナノ結晶フェライト組織に注目して表層超強加工に伴う現象を紹介する。

3. ショットピーニングによる表層超強加工

ショットピーニングとは、直径50 μm –1 mmの鋼やセラミックスでできた硬質の粒子をガスや遠心力で加速して、金属部品表面に当てる操作を言う¹⁶⁾。この技術は当初は切断等で発生するバリや、酸化皮膜の除去等を目的として利用されてきたが、近年では部品表層の硬化と圧縮残留応力の付与による疲労強度の向上を目的として、歯車、バネなどにも応用されている。

ショットピーニングにおけるショット時間を従来より長くしたり、ショット粒子をより高速にしたり、エリアカバレッジ（ショットで塑性変形した部品表面の面積率。50%以上のカバレッジの場合は50%になる投射時間などを使って、比例計算する。）をより大きくする（このようなショットピーニングをここでは‘高エネルギー・ショットピーニング’と呼ぶ）と、鉄鋼材料表面では塑性変形だけでなく、特異な組織変化が起こる。

Fig. 1は珪素鋼(Fe–3.3%Si)鋼に高エネルギーショットピーニングを施した試料表面のSEM写真である。表層から10 μm 程度の厚さで内部と異なった組織が形成されている。Fig. 2は珪素鋼(Fe–3.3%Si)に高エネルギーショットピーニングを行った試料の表面部のTEM写真（暗視野）である¹⁷⁾。粒径20 nm以下の等軸ナノ結晶フェライト組織が観察される。制限視野（絞り ϕ 1.2 μm ）回折のリングがほぼ連続的であることから、それぞれの結晶粒はランダムな方位であることがわかる。

Fig. 3は低炭素鋼(Fe–0.03%C)に高エネルギー・ショットピーニングした試料のTEM写真である。試料はFIBで加工して表層から表面に垂直に切り出している。写真から試料表面から5 μm 程度の範囲ではナノ結晶フェライトであるため写真では組織はほとんど判別できないのに対して、試料の内部では層状の加工組織が観察される。両者の境界は極めて明瞭で組織形態の遷移領域は認められない。

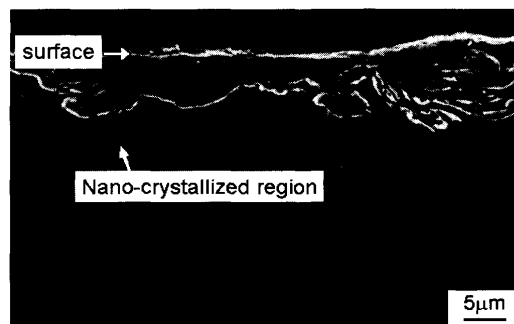


Fig. 1. SEM micrograph of shot peened (<50 μm in shot diameter, 190 m/s in shot speed, shot period of 60 s, 6000% in coverage) Fe–3.3Si steel.

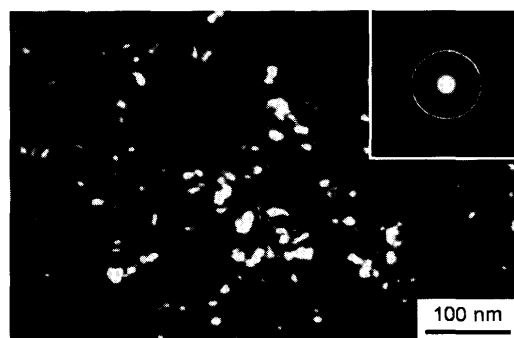


Fig. 2. TEM micrograph of shot peened (<50 μm in shot diameter, 190 m/s in shot speed, shot period of 60 s, 6000% in coverage) Fe–3.3Si steel.

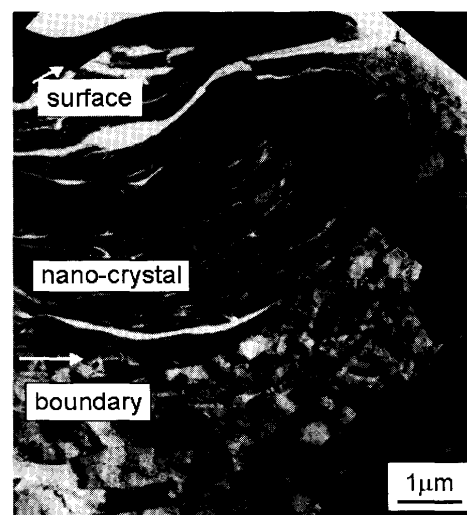


Fig. 3. Cross sectional TEM micrograph of shot peened (<50 μm in shot diameter, 190 m/s in shot speed, shot period of 20 s, 2000% in coverage) Fe–0.03C steel.

Fig. 4は590 MPa級ハイテン(Fe–0.05C–1.29Mn)に高エネルギー・ショットピーニングした試料に観察された表面付近の組織と硬さ（荷重0.1 kg、負荷時間15秒）を示している¹⁸⁾。試料内部では硬さが2.6 GPaであるのに対して、表面付近の組織が異なる領域では6.8 GPaとナノ結晶組織でしか得られない高い硬さ¹⁹⁾を示している。

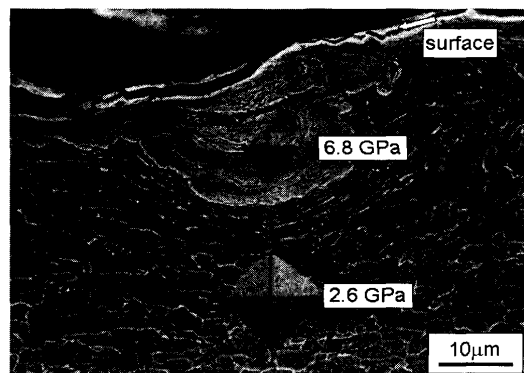


Fig. 4. SEM micrographs of Fe-0.05C-1.29Mn high tensile strength steel after shot peened (800 μ m in shot diameter, 100 m/s in shot speed, shot period of 10 s).

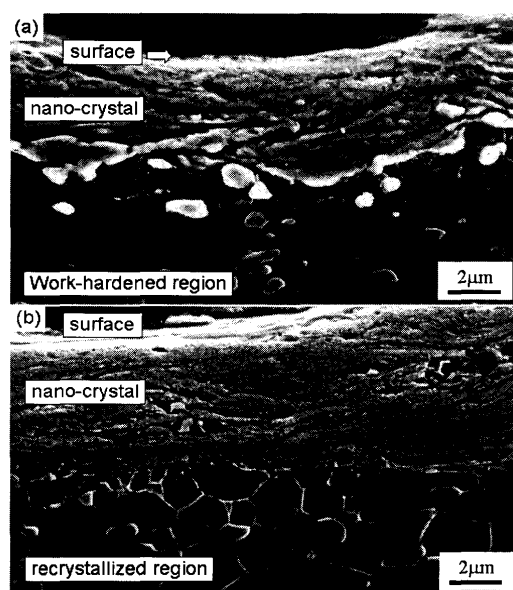


Fig. 5. SEM micrographs of the nanocrystalline regions formed in prestrained (82 cold rolling) Fe-0.80C specimen with spheroidite structure by shot peened for 10 s. (a) As shot peened and (b) annealed at 873K for 3.6 ks after shot peening.

Fig. 5は球状セメンタイト組織の共析鋼(Fe-0.80%C)に高エネルギー・ショットピーニングを施した試料表面部のSEM写真である¹⁸⁾。Fig. 5(a)はショットピーニングしたままの試料で、表面からおよそ5 μ mの深さまでナノ結晶層が生成しており、この領域では球状セメンタイトは分解している。Fig. 5(b)は(a)の試料を600°Cで1時間加熱したものである。表面から離れた試料内部では再結晶(または粒成長)が起こっており、粒径2 μ m程度のフェライト粒とセメンタイト粒子が観察されるのに対して、表面部のナノ結晶層では加熱による組織変化はほとんど認められない。このことはナノ結晶組織は熱的に安定で、粒成長が遅いことを示している。

高エネルギー・ショットピーニングによって形成されるナノ結晶フェライト層の厚さはショット条件に依存す

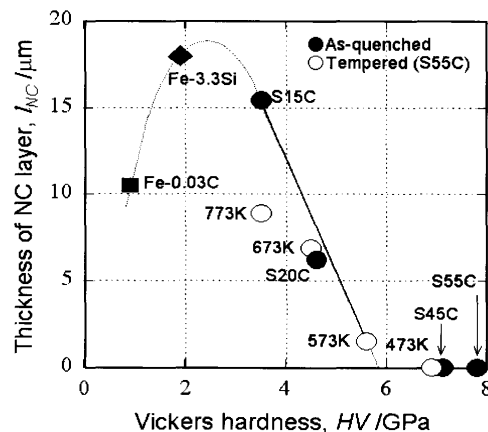


Fig. 6. The thickness of nanocrystalline layers formed in various specimens after air blast shot peening as a function of initial hardness of specimen.

る²⁰⁻²²⁾。エリアカバレッジが大きくなるほど、投射速度が高くなるほどナノ結晶フェライト層の厚さは厚くなる。さらにナノ結晶フェライト層の厚さは基材の初期硬さにも敏感である。Fig. 6に同一条件でショットピーニングした場合の基材の初期硬さ(荷重0.1 kg, 負荷時間15秒)とナノ結晶フェライト層厚さの関係を示す²¹⁾。基材の硬さが増加するにつれナノ結晶層厚さは増加し、基材硬さ2 GPa付近でピークを示した後減少し、基材硬さが6 GPa付近でナノ結晶層が生成しなくなる。つまり基材が柔らかい場合は塑性変形が内部でも起こり、表面に集中しにくく、ナノ結晶層は生成しにくい。ショット粒子により基材が表層付近で集中的に加工を受ける時、ナノ結晶層が生成しやすい。一方基材がショット粒子の硬さである6.9 GPaより硬くなると基材で大きな変形が起こらなくなって、ナノ結晶層が生成しなくなるためと解釈される。

ショットピーニングによる白層の生成メカニズムに関しては、強加工による転位の増加により粒界が作り込まれていくと考えられている²³⁾。しかし、Fig. 1に示すような白層がその下の塑性流動層と明瞭な境界が存在する原因がこれでは説明できない。明瞭な境界が存在する理由の一つとして相変態が考えられる。常圧ではFe-3%Siは融点までbcc構造が安定であるが、静水圧下ではfcc安定温度領域が出現し、圧力の増加とともに、bcc/fccの相境界温度が低下する。このことからショットピーニングによる圧力誘起マルテンサイト変態が関与している可能性が考えられる。

ショットピーニングによるナノ結晶組織の形成に関する論文が近年増加している。これらの論文では被加工材として純鉄²³⁻²⁶⁾、低炭素鋼^{27,28)}、浸炭材²⁹⁾、ステンレス鋼³⁰⁻³⁴⁾などがあり幅広い鋼種でナノ結晶の生成が報告されている。表層にナノ結晶組織が生成すると表面からの拡散速度が速くなり、純鉄における窒化が従来よりも低温(300°C)でできるという報告²⁴⁾や、Crの拡散が速くなるとする報告²⁵⁾がある。また低炭素鋼の表面をナノ結晶組織にすると

摩擦係数が低下し、耐摩耗性が向上するという報告²⁸⁾がある。

高エネルギー・ショットピーニングによるナノ結晶層の形成は疲労強度の向上をもたらすことが報告されている。間野ら³⁵⁾はSi-Cr鋼のオイルテンパー線を使って疲労強度に対するナノ結晶層の有無の影響を調査した。2段ピーニングにより、残留応力分布と表面粗さを一定にし、ナノ結晶層を有するバネとナノ結晶層の無いバネを作製し、疲労試験を行った。その結果、表面に1~2 μm の厚さのナノ結晶層を持ったバネは、それが無い塑性流動層のみのバネと比較して疲労強度 (1×10^7 回) が8%向上するのを認めた。この疲労強度の向上はガス窒化に相当する高強度化であった。疲労強度向上の原因としてナノ結晶層がき裂の発生と微小なき裂の進展を抑制するためとしている。Rolandら³⁴⁾は316Lオーステナイト系ステンレス鋼に超音波ショットピーニングを施すことにより、表面にナノ結晶層を形成させた。この試料での疲労限はショットをしなかった場合の疲労限 (300 MPa) と比較して21%向上したことを報告している。さらにショットピーニング後400°Cで焼なましすると疲労限はさらに5%程度向上した。疲労強度の向上の理由として、彼ら³⁴⁾は加工硬化、加工誘起マルテンサイト変態とナノ結晶層をあげている。

以上のようにショットピーニングによる部品表面でのナノ結晶層の形成は部品特性の向上をもたらす場合がある。

4. ドリル加工

近年セラミックスドリル工具の進歩により、焼入れ焼戻しの熱処理後にドリル孔を開けることが普及している。ドリル孔は応力が集中するので、き裂の発生場所となる。そのためドリル孔の表面強化が望まれるが、ショットピーニングなどは適用しにくい場所である。そこで、ドリル加工条件を制御することによって孔表面の強化が期待されている。

ドリル加工を高速で行うと孔表面に内部と組織が大きく異なった層が形成される³⁶⁻⁴³⁾。Fig. 7は焼入れままのS55C (Fe-0.56%C) 鋼にドリル加工 (周速 80 m/s) した孔の表面

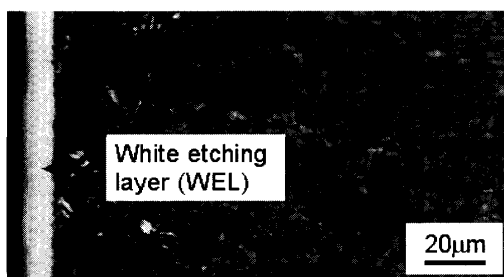


Fig. 7. Optical micrograph of drilled hole (longitudinal section) surface in Fe-0.56C steel with martensite structure (cutting speed: 80 m/min, feed rate: 0.05 mm/rev, drill diameter: 5 mm).

付近の光学顕微鏡写真である。写真左端の孔の表面から約10 μm の厚さの部分は白く、それより内側は黒く腐食されており、内部になるに従って腐食が弱くなっている。Fig. 8は白層の厚さに対するドリル速度の影響を示すSEM写真である⁴²⁾。SEM写真では光学顕微鏡で白層に見える部分は黒くスムーズなコントラストを示す。白層より内部はマルテンサイト組織である。白層はドリル速度40 m/min以上で出現し、Fig. 8に示すように、ドリル速度の増加とともに白層の厚さは増加する。Fig. 9は白層を含むドリル孔付近の深さ方向の硬さ (荷重 10 g, 負荷時間 10 秒) 分布を示す⁴³⁾。Fig. 9(a)にSEM写真でピッカースの圧痕を、Fig. 9(b)に孔表面からの距離に対する硬さ分布を示す。硬さは

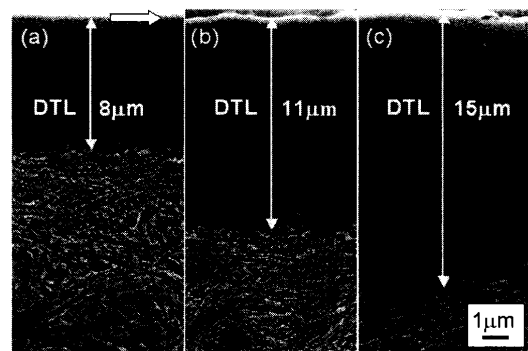


Fig. 8. SEM micrographs near the hole surface after drilling at different feed rates (cutting speed: 80 m/min, drill diameter: 5.0 mm). (a) 0.01 mm/rev, (b) 0.05 mm/rev and (c) 100 mm/rev.

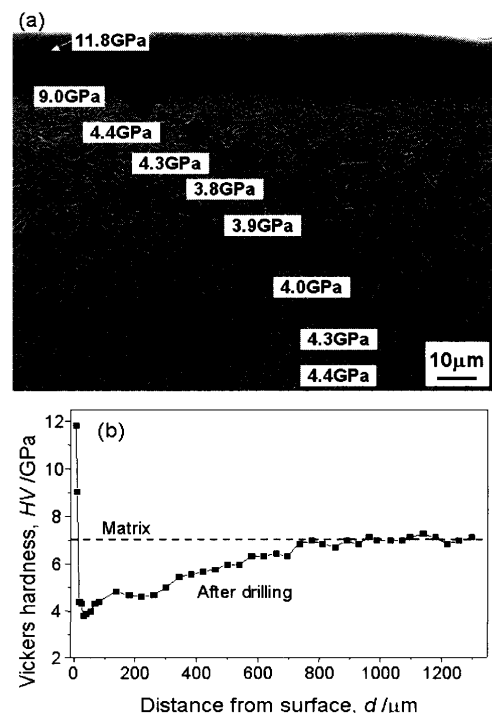


Fig. 9. Microstructure and hardness of a drill hole in hardened Fe-0.56C steel. Drill diameter 5.0 mm, cutting speed: 80 m/min and feeding rate: 0.05 mm/rev. (a) SEM micrograph of a section parallel to hole axis. (b) corresponding hardness distribution along depth.

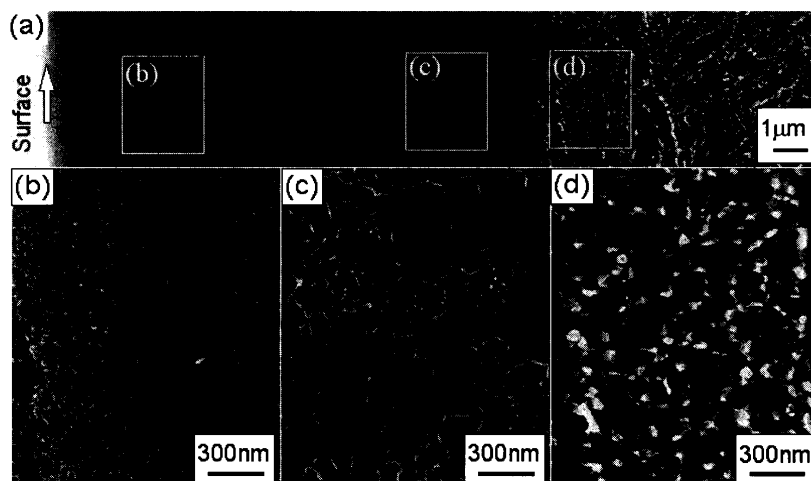


Fig. 10. SEM micrographs of a drill hole (section parallel to hole axis) in hardened Fe-0.56C steel. Drill diameter 5.0 mm, cutting speed 80 m/min and feeding rate 0.05 mm/rev. (a) Low magnification, (b) high magnification of the featureless layer, (c) island structure layer and (d) equiaxed ferrite layer.

表層で最高値 11.8 GPa を示し、内部に向かって急激に低下し、深さ 30 μm 付近で最小値 3.8 GPa となり、その後は緩やかに増加して、加工前の硬さの 7 GPa に漸近している。白層と基地の境界付近で硬さが低下しているのは、後述するように加工発熱による過剰焼戻しの効果である。

Fig.10はドリル孔付近の組織をSEMで詳しく観察したものである⁴³⁾。Fig.10(a)に低倍率の写真を、Fig. 10(b), (c), (d)にFig.10(a)に(b), (c), (d)の印をした部分の高倍率写真を示す。Fig.10(b)は最表面のコントラストの無い領域である。Fig.10(c)はコントラストの無い領域の内側の島状組織の部分である。この領域は深く腐食された島状の部分とほとんど腐食されていないマトリックスから構成されている。島状組織の面積率は孔表面から内部に向かって増えることから、マトリックス部分は一旦 γ 化した後冷却中にマルテンサイトに変態した部分で、深く腐食された島状の部分は、 γ 化が起こらず、フェライトのままで残った部分と理解できる。Fig.10(d)は孔表面から15~20 μm 内部の組織である。0.2~0.3 μm の等軸フェライトと直径20~30 nmのセメンタイト粒子が粒界に析出しているのが観察される。組織から判断してこの領域は大きな加工を受けて、 A_{c1} 点直下まで加熱され、初期組織のマルテンサイトが等軸フェライトに再結晶し、セメンタイトが粒界に析出したものと判断できる。孔表面から20 μm 以上内部では、初期のマルテンサイト組織が無加工のままで残っており、小さなセメンタイト粒子が析出している。これは表層での加工発熱による熱の影響を受けて、マルテンサイトが焼戻しされ、セメンタイトが析出したと理解される。内部に行く程セメンタイトが小さくなり数が少なくなっていくのは、表層での加工発熱による、熱の影響が小さくなるからである。Fig.11はドリル孔表面付近のTEM写真である⁴³⁾。孔最表面ではFig.11(a)に示すようにランダム方位の粒径20 nm程度の等軸フェライトとなっている。その内側 (Fig.11(b)) では粒径

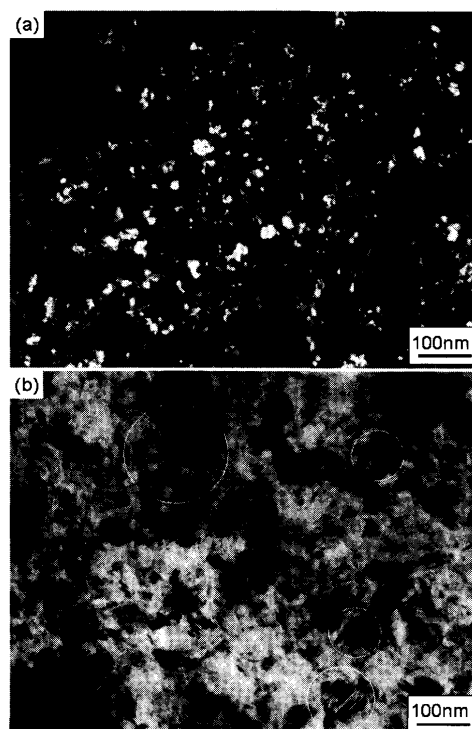


Fig. 11. TEM micrographs of a drill hole in hardened Fe-0.56C steel. Drill diameter 5.0 mm, cutting speed 80 m/min and feeding rate 0.05 mm/rev. (a) Top surface nanocrystalline structure layer and (b) submicron size ferrite and twinned martensite (marked by circles) region.

100~200 nmの超微細フェライト粒と、双晶マルテンサイト (写真中の○印) から構成されている。Fig.12はドリル孔付近から取ったX線回折パターンである⁴⁰⁾。ドリル加工によって回折ピークはブロードになり、フェライトの集合組織が発達しているのがわかる。残留 γ の量がドリル加工で増加しているが、このことはドリル孔付近が加工発熱で一旦 γ 化した事を示している。

ドリル加工後に焼なましを施すとドリル孔付近の組織変

化がより鮮明に現れる。Fig.13はそれぞれ673K (a), 773K (b), 873K (c)で1時間焼なまし後のSEM写真である⁴³⁾。673Kで焼なましした場合、表面から約5 μ m厚さのナノ結晶層はコントラストの無い状態で残っている。ナノ結晶層に接した内部では約8 μ m厚さに渡って粒径100~200 nmの等軸の超微細フェライト粒が現れ、粒界に微細なセメンタイト粒子が観察される。この領域は加工発熱で一旦 γ 化した領域である。この領域は焼なまし前はFig.10に示すよう

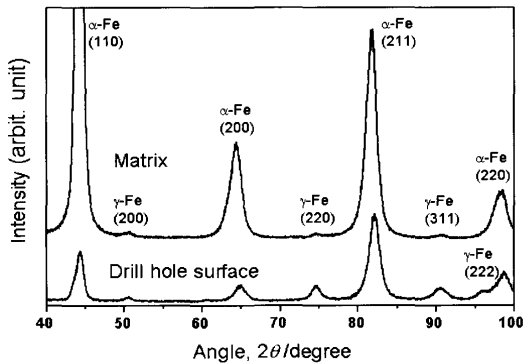


Fig. 12. X-ray diffraction patterns taken from a drill hole and matrix of hardened Fe-0.56C steel. Drill diameter 5.0 mm, cutting speed 80 m/min and feeding rate 0.05 mm/rev.

にコントラストの無い組織と深く腐食された島状組織として観察されており、焼なまし前のSEM観察ではナノ結晶層との識別は困難である。焼なましによってナノ結晶層とその内部の超微細等軸フェライト粒組織層との境界が明瞭に現れるのは非常に興味深い。焼なまし温度を高くするとフェライト粒径やセメンタイト粒子のサイズは大きくなるが、ナノ結晶層では873K焼なましによってもコントラストの無い状態に保たれている。このことはナノ結晶層での粒成長が極めて遅い事を示している。

Fig.14は873Kで焼なまし後のドリル孔最表面付近の高倍率のSEM写真である¹⁴⁾。表面から5 μ mのナノ結晶領域ではフェライト粒の成長は100 nm程度に留まっている。その下の領域ではフェライト粒径は0.4 μ mにまで成長しており、両者の間には明瞭な境界が存在している。Fig.15は873K焼なまし後のドリル孔最表面付近のTEM写真である。粒径約100 nmの等軸フェライト粒が観察される。

以上のように焼なましを施すことによって、ドリル加工状態でナノ結晶組織であった領域と100~200 nmの等軸フェライト組織であった領域との境界を現出させることができる。ナノ結晶層とその直下の超微細フェライト組織の領域の境界を「ナノ結晶境界」、加工発熱で γ 化が起こった領域と γ 化が起こらず初期組織を維持している領域との

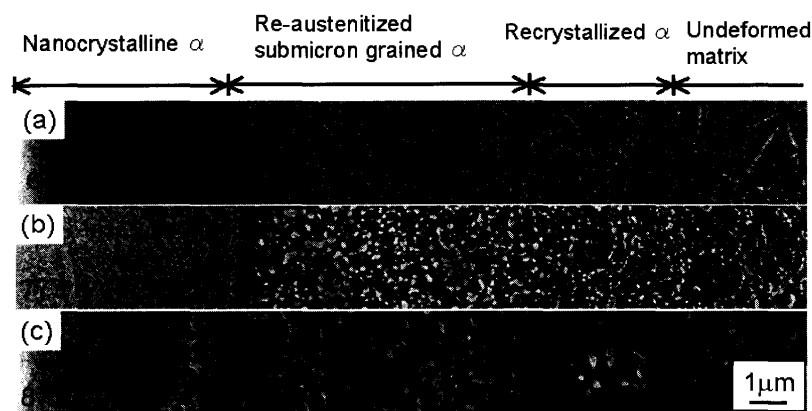


Fig. 13. SEM micrographs of drill holes in hardened Fe-0.56C steel after annealed at various temperatures for 3.6 ks. Drill diameter 5.0 mm, cutting speed 80 m/min and feeding rate 0.05 mm/rev. Annealed at (a) 673K, (b) 773K and (c) 873K.

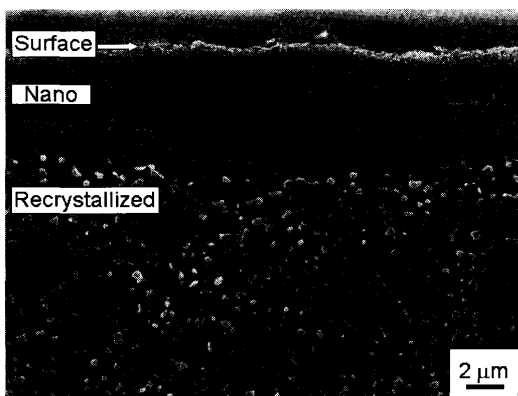


Fig. 14. SEM micrograph of drilled hole surface of Fe-0.56C steel after annealed at 873K for 3.6 ks.

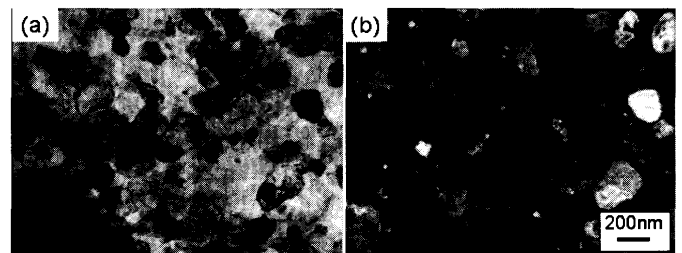


Fig. 15. TEM micrographs of the topmost surface of drill hole after annealing at 873K for 3.6 ks in Fe-0.56C steel with as-quenched martensite matrix drilled at cutting speed of 80 m/min. (a) Bright field image, (b) dark field image.

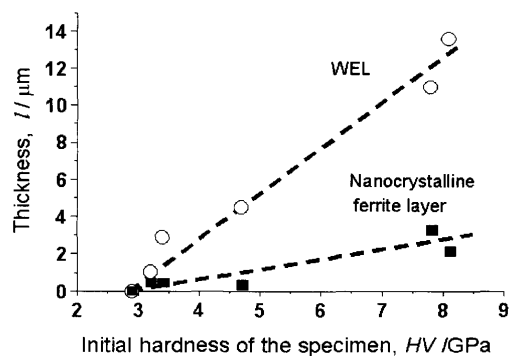


Fig. 16. Relationship of the thickness of WEL, nanocrystalline layer and matrix hardness of the specimen in carbon steels (cutting speed: 80 m/min, feeding rate: 0.05 mm/rev, drill diameter: 5.0 mm).

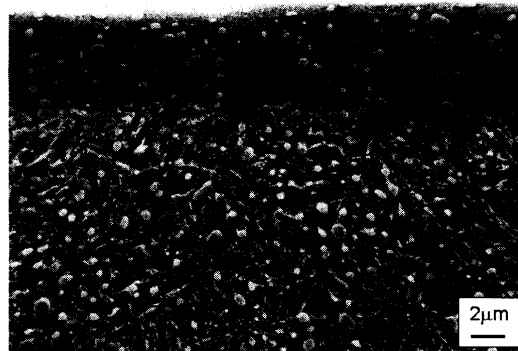


Fig. 17. Longitudinal section SEM image near the drilled hole surface in a commercial bearing steel SUJ2 (cutting speed: 80 m/min; feed rate: 0.05 mm/rev; drill diameter: 5.0 mm).

境界を「相変態境界」と呼ぶことにする。白層厚さとナノ結晶層厚さは基材硬さに大きく依存する。Fig.16⁴²⁾は白層厚さとナノ結晶層厚さを基材硬さ（荷重0.1 kg，負荷時間15秒）に対してプロットとしたものである。ドリル周速が80 m/minの場合，白層は基材硬さが3 GPa以上になって現れ，白層，ナノ結晶層とも基材硬さの増加とともに直線的に増加する。白層の中でナノ結晶層の占める割合は基材硬さに依らずほぼ一定で約20%である。

以上のようにドリル加工を施した孔の表面付近では，加工と加工発熱により大きな組織変化が生じる。特にドリル速度が速い場合には加工発熱で γ 化が起こり白層が出現する。最表層を除く白層の組織は主として新生マルテンサイトであるが，加熱中に大きな加工を受けているので， γ 粒径が0.2 μ m程度に微細になっており，マルテンサイトのパッケージやブロックも小さい。白層のうち最表面の20%程度の厚さの層はナノ結晶フェライト組織となっており，非常に高硬度で粒成長が極めて遅い。白層の中でナノ結晶層とそれ以外の部分には明瞭な境界が存在する。

ナノ結晶層が生成する場合，ドリル孔表面では温度はどの程度になっているのだろうか。これを直接測定することは非常に困難であるが，組織変化からある程度推定することができる。軸受け鋼であるSUJ2 (1.1C–1.6Cr)のドリル加工後の組織をFig.17に示す。試料は軸受け鋼の一般的な熱処理により，マルテンサイト基地に球状セメンタイトが分散した組織としている。孔の表層5 μ m程度に白層が生成しているが，白層には球状のセメンタイト粒子が残留している。セメンタイト粒子の大きさは白層と基地，白層の上と下を比較してほとんど変化していない。このことから白層部分の温度は場所によらずほぼ一定で，最高到達温度はAcmを超えることなく，焼入れ温度の830 $^{\circ}$ C程度である事がわかる。これは加工発熱量が変形抵抗に依存し，高温になると材料が軟化するので発熱量が少なくなるためと考えられる。

X線回折により測定したドリル孔の残留応力の焼なまし

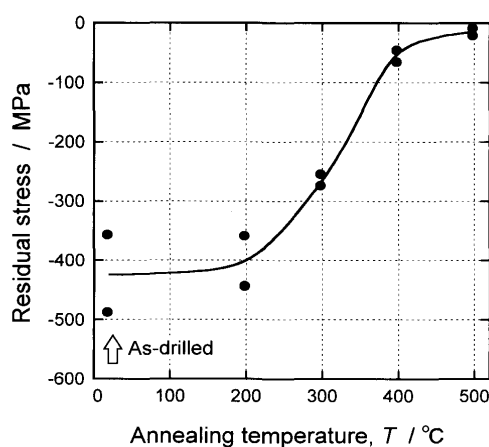


Fig. 18. Residual stress of drill hole surface (SNM439, cutting speed: 120 m/min; feed rate: 0.1 mm/rev) as a function of annealing temperature.

温度変化をFig.18に示す。室温では400 MPa程度の圧縮の残留応力であるが，残留応力は焼なまし温度が高くなると小さくなり，400 $^{\circ}$ Cの焼なましでほぼゼロになる。ドリル加工で生じる圧縮残留応力はショットピーニングと比較して決して大きくは無いが，孔の表面はショットピーニングを施しにくいことから，ドリル加工条件を上手く制御することによって孔加工を伴う部品の機械的特性の向上が期待できる。

ドリル加工により生成した白層の研究は少ない。FieldとKahles³⁶⁾はドリル孔を光学顕微鏡で観察し，加工条件がきびしくなるとドリル孔付近には基材より硬い新生（未焼戻し）マルテンサイト層 (untempered martensitic layer: UTM)と基材より柔らかい過剰焼戻しマルテンサイト層 (over tempered martensitic layer) が生成すると報告している。このUTM層は組織や硬さの類似性から見て白層である。Griffith³⁷⁾は焼ならしした0.4C鋼に深孔ドリル加工をし，白層を見いだしている。白層の硬さは基材 (300 Hv) よりも遙かに硬く，最高1300 HVであった。ドリル穴付近で測定した温度は500 $^{\circ}$ C程度であり， γ 化が起こるには低すぎる。

しかし、彼らは加工中は高い静水圧が作用していると考え、常圧よりも低温で γ 化が起こったと想定している。

5. 切削加工

切削加工においても、近年セラミックス工具の発達により、焼入れ・焼戻しを行った後の加工（ハードターニングと呼ばれる）が行われるようになってきているので加工変質層は部品の特性にとって重要な問題となっている。Fig.19は焼入れままの0.56% C鋼を精密旋盤を使って長手

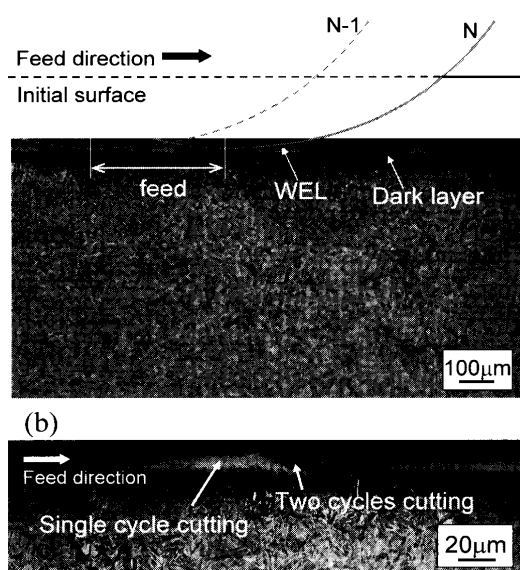


Fig. 19. Optical micrographs of hard turned surface in longitudinal section in Fe-0.56C steel with as-quenched martensite matrix (cutting speed: 200 m/min, feed rate: 0.15 mm/rev, depth of cut: 0.4 mm). (a) Showing copy of tool edge and feed mark modulation and (b) high magnification of white etching layer.

加工を行った後の鋼材表面の光学顕微鏡写真（長手断面）である。試料表面に約10 μ m厚の白層が観察される。低倍率のFig.19(a)からわかるように白層の厚さは5~10 μ mで送りの周期に対応して厚さが変化しており、白層の形状は切削工具の形状に対応している。表面部を拡大したFig.19(b)から、白層の山から工具の送り方向に反対の側では内部は均一であるが、工具の送り方向側では途中に黒い模様が見える。これは送りの逆方向の側は一度の切削加工の影響（1サイクル）で生成した白層であるが、右側は白層が生成した後に次の加工の影響（2サイクル）を受けている。Fig.20に切削加工で生成した白層部分のSEM写真を示す。bは1サイクルの加工の影響を受けた部分でcは2サイクルの加工の影響を受けた部分である。2サイクルの影響を受けたcの部分の方が1サイクルのbの部分よりも粒径が小さい。Fig.21は切削加工後に400℃で焼なましした場合の白層部分の組織である。等軸フェライト粒と粒界に

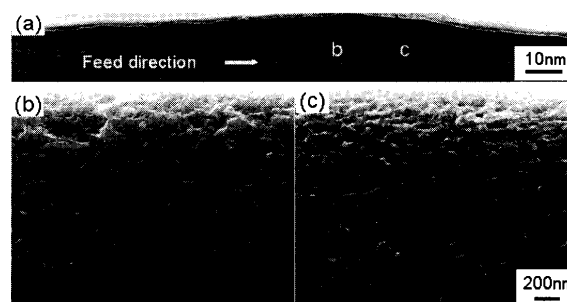


Fig. 20. SEM micrographs of hard turned surface in Fe-0.56C steel with martensite matrix (cutting speed: 200 m/min, feed rate: 0.15 mm/rev, depth of cut: 0.4 mm). (a) longitudinal section, (b) and (c) high magnification cross sectional typical images at topmost surface as marked by b and c in (a), respectively.

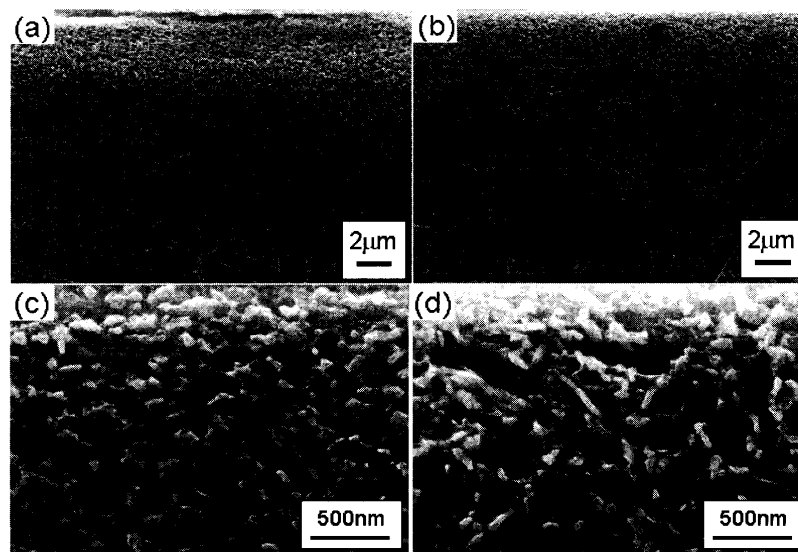


Fig. 21. SEM micrographs of hard turned surface in Fe-0.56C steel with as-quenched martensite matrix after annealing at 673K for 3.6 ks. (a) near the tail cutting edge, (b) near the lead cutting edge, (c) and (d) are high magnification of SEM images on the topmost surface of (a) and (b), respectively.

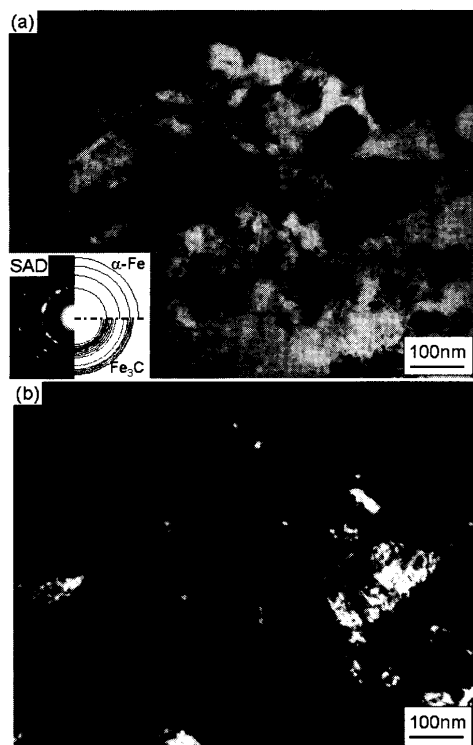


Fig. 22. TEM micrographs of the topmost hard turned surface in an Fe-0.56C steel with martensite matrix (cutting speed: 200 m/min, feed rate: 0.15 mm/rev, depth of cut: 0.4 mm). (a) Bright field image and corresponding SADP, (b) dark field image.

セメント粒子が観察される。白層の山の両側を比較すると2サイクルの加工の影響を受けた側では粒径は約150 nmで、1サイクルの加工の影響を受けた側の約300 nmよりも小さいことがわかる。ただし、両方ともドリル加工で観察されたナノ結晶層の存在は認められない。Fig.22は0.56% C鋼の切削加工後のTEM写真である。切削加工では最も細かい粒径でもサブミクロンであり、ドリル加工の場合に観察された10~20 nmのナノサイズの等軸粒の生成は認められなかった。

切削に関しては焼入れ後の鋼材を加工するハードターニング^{11,44-58)}と焼なまし材を加工する従来タイプの加工⁵⁹⁾があり、両者とも白層の生成が報告されている。

白層を有する鋼材の力学特性に関してはいくつかの報告がある。Griffithsら⁴⁴⁾はハードターニングで生成した白層が耐摩耗性を向上させる事を報告している。疲労強度に関してもいくつかの報告がある。一般に疲労強度には表面粗さ、残留応力、表面強度など種々の因子が影響を与える。またこれらの因子は白層を形成する加工条件に大きく依存するので、疲労強度に対する白層の影響については相反する結果が報告されている。Königら⁴⁵⁾はハードターニングした材料における白層は、転がり接触疲労強度を向上させる事を報告している。Tönshoff^{46,47)}らはハードターニングした材料の回転曲げ疲労強度は、工具の摩耗が進むと減少することを示した。この特性劣化は工具摩耗の増加に伴っ

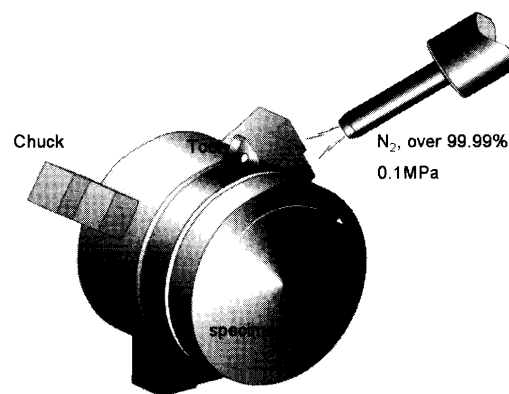


Fig. 23. Schematic illustrations of sliding wear experiment.

て白層が生成することと、表面粗さが増加することが原因であるとしている。Matsumotoら⁴⁸⁾はハードターニングした部品は切削した部品よりも転がり疲労寿命が長い事を示した。彼らはこの2つの加工方法による違いは残留応力の分布にあるとしている。Guoと共同研究者ら^{52,53)}はハードターニング加工した部品で白層のある場合と無い場合を比較して、白層がある場合の方が疲労寿命が短いことを示した。Smithら⁵⁵⁾は焼入れたAISI52100鋼をハードターニングし、疲労強度は白層のある場合と無い場合とで同等であることを示した。この結果から彼らは疲労強度には残留応力分布が最も重要であると結論している。つまり、疲労寿命は表面の圧縮残留応力の値と部品内部の最大圧縮応力の値に比例することを見出している。

6. 摩擦加工

摩擦加工によっても白層やナノ結晶層が生成する。Fig.23は著者らが行った摩擦加工の方法を示したものである。切削工具チップ(TNGA160416)の側面を直径80 mmの棒状試料表面に荷重1000 Nで押し当て、試料を高速(400 m/min)または低速(4 m/min)で回転させた。ガス冷却を一部で実施したが、その場合は窒素ガス(0.1 MPa)を摩擦面に吹付けた。試料は0.56% C鋼でフェライト+パーライト組織、またはマルテンサイト組織とした。

Fig.24は摩擦試験後の試料表面付近の光学顕微鏡写真である。試料の初期組織はフェライト+パーライトで、(a)は低速摩擦(4 m/min)、(b)は高速摩擦(400 m/min)の場合である。低速摩擦の場合には最表層まで塑性流動組織が観察されるが、白層は生成していない。一方、高速摩擦では表面に白層が観察され、白層より内部の組織には加工の影響はほとんど認められない。

Fig.25は摩擦試験した試料表面から得たX線回折パターンXRDである。低速摩耗(4 m/min)ではα相のみの回折ピークであるが、高速摩擦(400 m/min)の場合にはα相以外にγ相が17%存在している(高速摩耗では表層は部分的

に酸化しており、 FeO 、 Fe_3O_4 も観察される)。高い体積率の γ 相が観察されることから、高速摩擦においては表層は γ 化温度まで加熱され、その後の冷却でマルテンサイト変態が起こり、 γ が一部残留したものと判断される。

Fig.26は高速摩擦（窒素ガス冷却）したフェライト＋パーライト試料の表面部のSEM写真である。表層から13 μm の厚さで白層が観察される。それより内部ではパーライト組織が観察される。パーライトのラメラは表層近

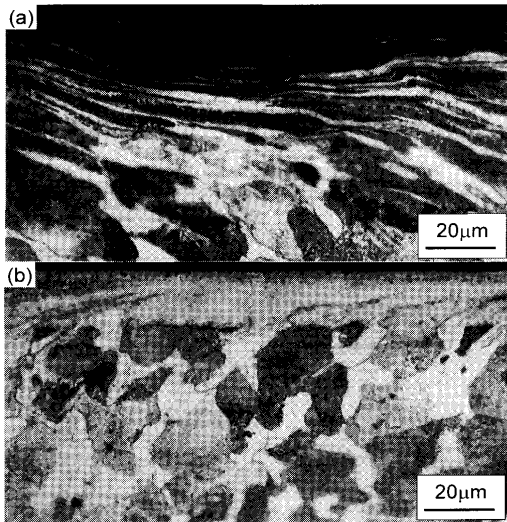


Fig. 24. Cross sectional optical micrographs near the sliding surfaces under different sliding conditions (with N_2 cooling) in Fe-0.56 steel with pearlite structure. (a) 4 m/min for 3.6 ks and (b) 400 m/min for 5 s.

くで摩擦方向に多少傾いているが、大きな変形は受けていない。Fig.27に最表面部のTEM写真を示すが、粒径が20 nm程度の極めて微細な等軸粒になっている。回折リングが連続的であることから結晶粒はランダムな方位であることがわかる。

Fig.28は表面付近の組織の600 $^{\circ}\text{C}$ 焼なましによる変化を示している。試料は0.56% C鋼で焼入れままのマルテンサ

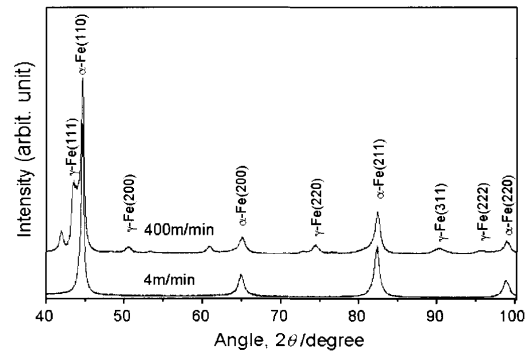


Fig. 25. XRD spectra of sliding surfaces fabricated by different sliding condition in an Fe-0.56C steel.

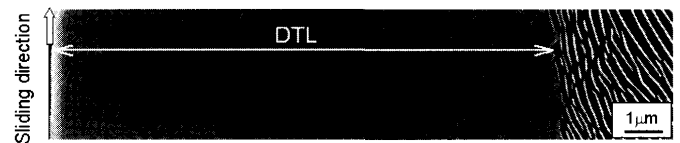


Fig. 26. Cross sectional SEM micrographs near the sliding surface prepared at high sliding speed with N_2 coolant in Fe-0.56C steel with pearlite structure.

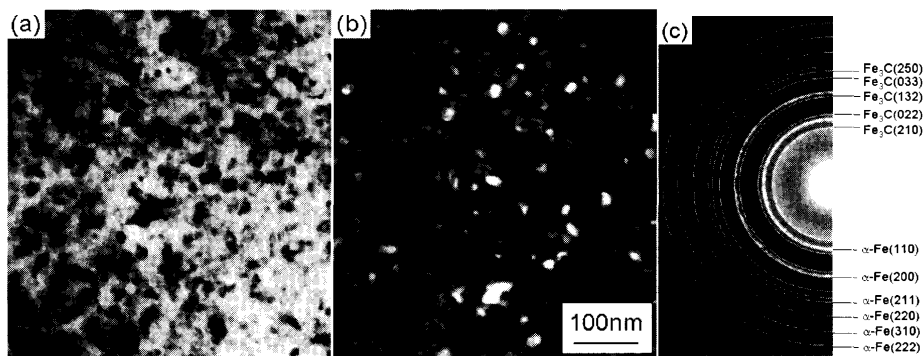


Fig. 27. TEM Micrographs taken from the top most surface fabricated at high sliding speed with N_2 cooling in Fe-0.56C steel with pearlite structure. (a) Bright field image, (b) dark filed image, (c) corresponding SADP.

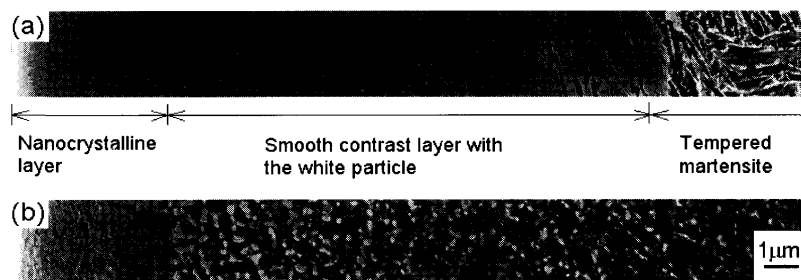


Fig. 28. Cross section SEM micrographs near the sliding surface in Fe-0.56C steel with martensite matrix. (a) As-prepared sliding surface, (b) after annealing at 873K for 3.6 ks.

イト組織である。摩擦ままでは摩擦発熱により γ 化が起こった領域と γ 化しなかった部分との明瞭な境界（相変態境界）が観察される。873Kに加熱すると γ 化が起こった部分のうち最表層以外では等軸フェライト組織となり、表面に近いほどフェライト粒径が小さく(0.5 μm)なっており、粒界には球状のセメンタイトが析出している。最表面から約5 μm の範囲では焼なましによる組織変化は認められない。この組織の特徴はドリル加工の場合と非常によく似ている。その下の層との間には明瞭な境界（ナノ結晶境界）が存在している。

摩擦による白層の生成に関する研究は非常に少ない。EyreとBater⁶⁰⁾は0.24% C鋼ピンオンディスク摩擦で白層が生成することを報告している。彼らによると白層は700～1200 HVと非常に高硬度であり、組織は非常に微細で焼なましによる硬さの低下はマルテンサイトの焼戻しと比較すると緩やかであった。彼らは白層部分は γ 化温度に達して、急冷中にマルテンサイト変態したと考えている。

7. 考察

7・1 加工変質層とその分類

本稿では鉄鋼材料における表層の超強加工、特に機械加工で鋼材部品の表層に超強加工が施された場合の表層の組織と特性の変化について紹介した。鉄鋼材料における加工変質層は大きく次の3つの場合に分類される。1)塑性流動組織となる場合、2) γ 化によって白層となる場合、3)ナノ結晶層となる場合である。1)の塑性流動組織となる場合は加工量と、加工発熱量が少なく、最高到達温度が A_1 点以下の場合である。2)の白層は加工量が多く、加工速度が高い場合に多く見られる。出発組織のフェライト+パーライトやマルテンサイトから加工発熱によって γ 相に静的または動的に変態する。加工終了後は表層の熱が熱伝導により内部に拡散するので、表層では急冷が起こり、マルテンサイトに変態する。白層として観察されるのは、炭素が過飽和に固溶された均一なマルテンサイト組織であり、フェライト+セメンタイトの組織より腐食されにくいからである。この組織を焼なましすると、粒径約0.2 μm の微細な等軸フェライト粒とその粒界にセメンタイトが析出した組織を呈する。3番目がナノ結晶組織である。ナノ結晶層の生成形態は加工条件により2通り存在する。一つはショットピーニングやボールミルの場合のように塑性流動組織の表層側にナノ結晶層が塑性流動組織とシャープな境界を持って生成する。もう一つはドリルや摩耗の場合のように、加工発熱により γ 化で生成した白層の最表面にナノ結晶層が存在する場合である。ショットピーニングの場合、ナノ結晶層とそれより内部の塑性流動組織の境界付近にマルテンサイトの焼戻しなどのような加工発熱により組織が変化した部分が認められないことから、加工による温度上昇は

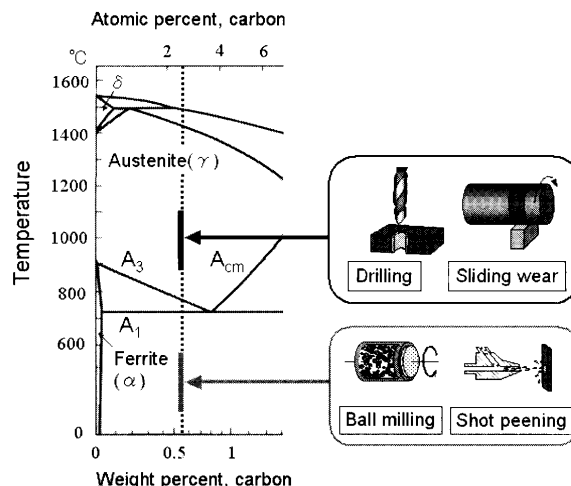


Fig. 29. Expected deformation temperature range of various nanocrystalline structure producing process for steels indicated on Fe-C phase diagram.

小さいと思われる。ドリル加工や摩擦の場合、ナノ結晶層の下側部分が γ 化温度に達していることから、ナノ結晶層部分は加工によって A_1 点以上の高温に達していると思われる。これら2種類のナノ結晶層形成における加工中の最高到達温度を状態図の上で示すとFig.29のようである。ショットピーニングやボールミルでは A_1 点以下での加工でナノ結晶層が生成しており、ドリル加工や摩擦では加工で A_1 点以上の温度に達している。

7・2 白層の特徴とその生成原因

白層は鉄鋼材料の工作物表層に種々の加工方法で生成し、しかも幅広い加工条件で生成する。従って、「白層」と報告されているものには、加工方法、加工条件、材料の化学組成、などによって厚さ、形状、特性などに大きな幅がある。例えば白層の厚さは0.1～200 μm の広い範囲のものが報告されている。同じ加工方法・条件であっても、工具の摩耗状況で白層の生成状況が異なる。また、白層は被加工物の深さ方向でもその性質は大きく変化している。これらの理由で白層の特性、生成原因については多くの異なる報告がある。

白層に共通した特性は、加工した材料を腐食すると、光学顕微鏡で白く見えることである。組織はSEM観察では微細すぎて観察できず、しばしばfeature lessと表現される。TEM観察では粒径はサブミクロンからナノサイズまで種々の大きさが報告されている。硬さは多くの場合、焼入れままのマルテンサイトよりも硬い。

白層の生成原因として最もしばしば挙げられているのは、加工発熱による γ 化と、その後の急冷によって生成した新生マルテンサイトとする説^{12,49,56,59)}である。パルスレーザで鉄鋼材料の表面を加熱すると、表層が加工で見られるのと非常によく似た白層となる。また加工によって生成する白層は残留 γ を含んでいる場合が多く、加工によってセメンタイトが分解していることが多い。これらの理由

で、機械加工で観察される白層は加工発熱による γ 化後の新生マルテンサイトであると考えられる研究者は多い。しかし、通常の新生マルテンサイトと比較すると硬度は異常に高く、組織は微細である。そこでこれらの相違は熱的要因だけでなく、加工の影響が加わるからだとされている。熱的な影響が大きい場合、粒径や硬さは従来のマルテンサイトに近い。加工の影響が大きくなると、フェライトの静的および動的再結晶、オーステナイトの静的および動的再結晶、マルテンサイト（動的）変態が関与する。そのため、微細組織になると同時に、硬さも通常のマルテンサイトよりも硬くなる。

一方、新生マルテンサイトでないナノ結晶組織の白層が機械加工で生成する場合があるという報告がある。マルテンサイトでない理由として、白層の組織が等軸のナノ結晶組織でマルテンサイトと大きく異なること、硬さがマルテンサイトよりも硬いこと、加工中の温度が γ 化温度より低い事が挙げられている。このようなナノ結晶フェライト組織の生成原因としては純粋に強加工の影響であると考えている場合が多い^{29,51,62,63,66,68)}。

超強加工でナノ結晶組織を得るための加工条件は未だに明らかでないが、歪量、歪速度、歪勾配、が重要な条件と考えられる¹³⁾。表層の超強加工では加工度は表層から内部に向かって急激に低下している。つまり深さ方向に大きな歪勾配が生じている^{22,38,41,43)}。均一変形では材料内部に蓄えられる転位は統計的に蓄積される転位（SS転位：Statistically stored dislocation⁶⁹⁾）である。SS転位の場合、異符号の転位の数は等しい。従って、転位密度が増加すると、異符号の転位間距離が短くなり、転位の合体消滅の速度、つまり回復の速度が速くなる。一方、歪勾配が存在する部分には、幾何学的に必要な転位（GN転位：Geometrically necessary dislocation）が存在する⁶⁹⁾。GN転位は同符号の転位であり、互いに合体消滅することはできない。GN転位密度は歪勾配の大きさに比例するので、歪勾配が大きい程GN転位が蓄積される。従って、表層の超強加工ではSS転位だけでなくGN転位が加工硬化や組織の微細化に寄与すると考えられる。事実、歪勾配を伴うHPT加工では圧延やARB、ECAPと比較して、加工硬化がより高い硬度まで達することが示されている^{22,70)}。

大きな歪量と大きな歪勾配を伴う加工以外に、高い歪速度もナノ結晶組織形成の重要な因子と考えられる。上で紹介したショットピーニング、ドリル、摩耗、それにナノ結晶が生成することが知られているボールミルなどの加工に共通しているのは、高い歪速度である。歪速度が高いと転位の蓄積も促進され、多数のすべり系も働きやすいので、結晶粒の方位回転が起こりやすいなど、結晶粒の微細化に好都合である。

ナノ結晶組織形成に対する別の因子としては不純物が考えられる。ショットピーニングでは、ショット粒子と大気

からの不純物の混入が、ドリルや摩耗の場合は、工具、冷却剤、大気からの不純物の混入が考えられる。また、ボールミルでは容器やボットからの金属元素の混入と、雰囲気からのガス原子の混入が考えられる。大気から酸素が混入した場合、酸素原子は固溶状態や酸化鉄として存在し、回復と粒成長を遅らせて、結晶粒の微細化に寄与する。Heilmannら⁷¹⁾は純Cuの摩耗試験で相手材が混入している部分でナノ結晶組織が形成される事を報告している。彼らによるTEM観察では、ナノ結晶領域の組織とその下の加工組織と大きく異なり、両者の境界は直線的で明瞭である。しかし、不純物の種類や量は個々の実験で大きく異なり、ナノ結晶の形成に不純物の寄与が本質的であるかどうか疑問である。

加工によりナノ結晶層が形成された場合、それより内部の組織との間に明瞭な境界が存在する。ショットピーニングの場合はナノ結晶層は加工硬化組織と直接接しており、ドリルや摩耗の場合はナノ結晶層の下は加工中に γ 化を経た新生マルテンサイト組織である。ナノ結晶層境界が明瞭であることから、ナノ結晶の生成に相変態が関与している可能性が考えられる。 γ 粒がすでにナノ結晶粒となっているのか、冷却中にできた α 粒だけがナノ結晶なのかは不明である。いずれにしても非常に高温で加工を受けてナノ結晶粒になっていることは事実である。ナノ結晶粒は粒成長が遅いため、高温で生成したナノ結晶が室温まで保たれたと理解できる。加工中にbccからfccに変態したことが微細粒が形成された一因であろう。ナノ結晶層に接した内部では約 $0.2\mu\text{m}$ の粒径であり、表層から遠くなるほど粒径は大きくなる。従って、加工度が大きい工作物の表面に近い程結晶粒が微細になっている。しかし、突然ナノ結晶層が形成されるメカニズムは未解決の問題である。

8. まとめ

鉄鋼材料の表層に超強加工を施すと、組織と特性が変化する。本稿では表層の超強加工の例として、ショットピーニング、ドリル加工、切削、摩耗を取りあげ、組織と特性の変化について述べた。ドリル加工や切削は従来熱処理の前に行われていたので、加工による組織変化はその後の熱処理で消されていた。しかし、近年工具の発達で、部品の熱処理後にドリル加工や切削加工が行われるようになってきた。この場合、仕上げ加工で生じた組織変化は部品の特性に直接影響することから、加工変質層が工作物特性に与える影響の理解がより重要となってきた。鉄鋼材料の加工による表層の変化として、加工硬化や白層はすでにいくつかの報告がある。しかし、ナノ結晶の生成に関しての報告は極めて少ない。その主な原因は加工条件が従来の場合よりもより高速（ショットピーニングでは粒子の飛行速度、ドリルではドリル速度）である場合にナノ結晶が生成

するからである。またナノ結晶層の存在が見逃されていた可能性も高い。ショットピーニングではより大きな圧縮残留応力を得るために、また切削やドリル加工では生産速度を上げるために加工速度が高くなる傾向にある。このことから、今後ナノ結晶層の生成はより頻繁に起こることが予想される。

ナノ結晶層の生成メカニズムについては未だ不明な点が多い。またその特性についても、研究が始まったところである。将来、表層ナノ結晶層が工業部品に有効に利用されることが期待される。

最後に、本研究の費用の一部は鉄鋼協会「超強加工の材料科学」研究会費、科学研究費補助金特定領域研究「巨大ひずみが開拓する高密度格子欠陥新材料」、科学研究費補助金基盤研究(A), (B), によって行われました。心から謝意を表します。

文 献

- 1) R.Z.Valiev, N.A.Krasilnikov and N.K.Tsenev: *Mater. Sci. Eng. A*, **A137** (1991), 35.
- 2) Y.Saito, H.Utsunomiya, N.Tsuji and T.Sakai: *Acta Mater.*, **47** (1999), 579.
- 3) R.Z.Valiev, Y.V.Ivanisenko, E.F.Rauch and B.Baudelet: *Acta Mater.*, **44** (1996), 4705.
- 4) A.V.Sergueeva, V.V.Stolyarov, R.Z.Valiev and A.K.Mukherjee: *Scr. Mater.*, **45** (2001), 747.
- 5) R.Z.Valiev and I.V.Alexandrov: *J. Mater. Res.*, **17** (2002), 5.
- 6) Y.T.Zhu and X.Liao: *Nat. Mater.*, **3** (2004), 351.
- 7) X.Huang, N.Hansen and N.Tsuji: *Science*, **312** (2006), 249.
- 8) M.Matsunaga: *J. JSME*, **75** (1972), 15.
- 9) G.Beilby: *Aggregation and flow of Solids*, (1921), McMillan.
- 10) W.Kranert and H.Raether: *Ann. Phys.*, **43** (1943), 520.
- 11) M.Field and J.F.Kahles: *Ann. CIRP*, **20** (1971), 153.
- 12) W.Österle, H.Rooch, A.Pyzalla and L.Wang: *Mater. Sci. Eng. A*, **A303** (2001), 150.
- 13) M.Umemoto: *Mater. Trans.*, **44** (2003), 1900.
- 14) M.Umemoto and Y.Todaka: *Severe Plastic Deformation: Towards Bulk Production of Nanostructured Materials*, Chap. 7.2, ed. by B.S.Altan, NOVA Science Publishers, NY, (2006), 509.
- 15) M.Umemoto: *Bull. Iron Steel Inst. Jpn.*, **12** (2007), 43.
- 16) K.Tosha: *Materia Jpn.*, **47** (2008), 134.
- 17) Y.Todaka, M.Umemoto, Y.Watanabe and K.Tsuchiya: *J. Jpn. Inst. Met.*, **67** (2003), 690.
- 18) M.Umemoto, Y.Todaka and K.Tsuchiya: *Mater. Trans.*, **44** (2003), 1488.
- 19) M.Umemoto, Z.G.Liu, K.Masuyama, X.J.Hao and K.Tsuchiya: *Scr. Mater.*, **44** (2001), 1741.
- 20) Y.Todaka, M.Umemoto and K.Tsuchiya: *Mater. Trans.*, **45** (2004), 376.
- 21) Y.Todaka, M.Umemoto, Y.Watanabe and K.Tsuchiya: *Mater. Sci. Forum*, **503–504** (2006), 669.
- 22) Y.Todaka, M.Umemoto, Y.Watanabe, A.Yamazaki, C.Wang and K.Tsuchiya: *ISIJ Int.*, **47** (2007), 157.
- 23) N.R.Tao, Z.B.Wang, W.P.Tong, M.L.Sui, J.Liu and K.Lu: *Acta Mater.*, **50** (2002), 4603.
- 24) W.P.Tong, N.R.Tao, Z.B.Wang, J.Lu and K.Lu: *Science*, **299** (2003), 686.
- 25) Z.B.Wang, N.R.Tao, W.P.Tong, J.Lu and K.Lu: *Acta Mater.*, **51** (2003), 4319.
- 26) X.Wang, J.Wang, P.Wu and H.Zhang: *Mater. Sci. Eng. A*, **A370** (2004), 158.
- 27) G.Liu, S.C.Wang, X.F.Lou, J.Lu and K.Lu: *Scr. Mater.*, **44** (2001), 1791.
- 28) Z.B.Wang, N.R. Tao, S.Li, W.Wang, G.Liu, J.Lu and K.Lu: *Mater. Sci. Eng. A*, **A352** (2003), 144.
- 29) S.Takagi, M.Kumagai, Y.Ito, S.Konuma and E.Shimodaira: *Tetsu-to-Hagane*, **92** (2006), 24.
- 30) I.Altenerberger, B.Scholtes, U.Martin and H.Oettel: *Mater. Sci. Eng. A*, **A264** (1999), 1.
- 31) X.Y.Wang and D.Y.Li: *Electrochim. Acta*, **47** (2002), 3939.
- 32) X.Y.Wang and D.Y.Li: *Wear*, **255** (2003), 836.
- 33) Z.Ni, X.Wang, J.Wang and E.Wu: *Physica*, **B334** (2003), 221.
- 34) T.Roland, D.Retraint, K.Lu and J.Lu: *Scr. Mater.*, **54** (2006), 1949.
- 35) H.Mano, S.Kondo and A.Matsumuro: *J. Jpn. Inst. Met.*, **70** (2006), 415.
- 36) M.Field and J.F.Kahles: *Ann. CIRP*, **20** (1971), 153.
- 37) B.J.Griffiths: *J. Tribol.*, **107** (1985), 165.
- 38) Y.Todaka, M.Umemoto, S.Tanaka and K.Tsuchiya: *Mater. Trans.*, **45** (2004), 2209.
- 39) Y.Todaka, M.Umemoto, J.Li and K.Tsuchiya: *J. Metastable Nanocrystalline Mater.*, **24–25** (2005), 601.
- 40) J.G.Li, M.Umemoto, Y.Todaka and K.Tsuchiya: *Mater. Sci. Eng. A*, **A435–436** (2006), 383.
- 41) J.G.Li, M.Umemoto, Y.Todaka and K.Tsuchiya: *J. Alloys Comp.*, **434–435** (2007), 290.
- 42) J.G.Li, M.Umemoto, Y.Todaka and K.Tsuchiya: *Acta Mater.*, **55** (2007), 1397.
- 43) M.Umemoto, Y.Todaka, J.Li and K.Tsuchiya: *Mater. Sci. Forum*, **503–504** (2006), 11.
- 44) B.J.Griffiths and D.C.Furze: *J. Tribol.*, **109** (1987), 338.
- 45) W.König, A.Berkold and K.F.Koch: *Ann. CIRP*, **42** (1993), 39.
- 46) H.K.Tönshoff, H.-G.Wöbker and D.Brandt: *Trans. NAMRI/SME*, **XXIII** (1995), 215.
- 47) H.K.Tönshoff, H.-G.Wöbker and D.Brandt: *SME Tech. Paper*, **MR95–215** (1995).
- 48) Y.Matsumoto, F.Hashimoto and G.Lahoti: *Ann. CIRP*, **48** (1999), 59.
- 49) Y.K.Chou and C.J.Evans: *Int. J. Mach. Tools Manufact.*, **39** (1999), 1863.
- 50) J.Barry and G.Byrne: *Mater. Sci. Eng. A*, **A325** (2002), 356.
- 51) S.Akcan, S.Shah, S.P.Moylan, S.N.Chhabra, S.Chandrasekar and H.T.Yang: *Metall. Mater. Trans. A*, **33A** (2002), 1245.
- 52) Y.B.Guo and J.Sahni: *Int. J. Mach. Tools Manufact.*, **44** (2004), 135.
- 53) D.W.Schwach and Y.B.Guo: *Trans. NAMRI/SME*, **33** (2005), 541.
- 54) D.W.Schwach and Y.B.Guo: *Int. J. Fatigue*, **27** (2005), 1051.
- 55) S.Smith, S.N.Melkote, E.Lara-Curzio, T.R.Watkins, L.Allard and L.Riester: *Mater. Sci. Eng. A*, **A395** (2005), 116.
- 56) A.Ramesh, S.N.Melkote, L.F.Allard, L.Riester and T.R.Watkins: *Mater. Sci. Eng. A*, **A390** (2005), 88.
- 57) D.W.Schwach and Y.B.Guo: *Int. J. Fatigue*, **28** (2006), 1838.
- 58) S.S.Bosheh and P.T.Mativenga: *Int. J. Mach. Tools Manufact.*, **46** (2006), 225.
- 59) S.Han, S.N.Melkote, M.S.Haluska and T.R.Watkins: *Mater. Sci. Eng. A*, **A488** (2008), 195.
- 60) T.S.Eyre and A.Baxter: *Tribology*, **5** (1972), 256.
- 61) B.J.Griffiths: *J. Tribol.*, **107** (1985), 165.
- 62) W.J.Tomlinson, L.A.Blunt and S.Spraggett: *J. Mater. Process. Technol.*, **25** (1991), 105.
- 63) R.Bulpett, T.S.Eyre and B.Ralph: *Wear*, **162–164** (1993), 1059.
- 64) G.Baumann, H.J.Fecht and S.Liebelt: *Wear*, **191** (1996), 133.
- 65) G.Baumann, K.Knothe and H.J.Fecht: *Nanostruct. Mater.*, **9** (1997), 751.
- 66) W.Lojkowski, M.Djahanbakhsh, G.Burkle, S.Gierlotka, W.Zielinski and H.J.Fecht: *Mater. Sci. Eng. A*, **A303** (2001), 197.
- 67) W.Lojkowski, Y.Millman, S.I.Chugunova, I.V.Goncharova, M.Djahanbakhsh, G.Burkle and H.-J.Fecht: *Mater. Sci. Eng. A*, **A303** (2001), 209.
- 68) Y.Xu, L.Fang, Q.Cen and J.Zhu: *Wear*, **258** (2005), 537.
- 69) M.F.Ashby: *Philos. Mag.*, **21** (1970), 399.
- 70) M.Umemoto, Y.Todaka, J.Li and K.Tsuchiya: *Mater. Sci. Forum*, **539–543** (2007), 2787.
- 71) P.Heilmann, W.A.T.Clark and D.A.Rigney: *Acta Metall.*, **31** (1983), 1293.