

長寿命化に向けた金型への表面処理技術の開発 (第1報)

細野 幸太、原 民夫*、大川 香織、大津 崇

Surface modification of hard metal dies for long-life

Kota Hosono, Tamio Hara*, Kaori Okawa, Takashi Otsu

コバルト量の異なる2種類の超硬合金材料への窒素原子拡散による表面処理を試みた。550℃、650℃ならびに700℃の処理温度で、それぞれ6時間表面処理を試みたところ、すべての処理温度で、窒素が表面から内部へ拡散していることが分かった。さらに、窒素拡散領域は、処理温度が高くなるほど深くなり、700℃の処理条件における拡散深さは約80nmであることが分かった。また、拡散した窒素は化合物層を形成していないと評価された。

1. はじめに

金型の長寿命化はコストダウンに直結する部分であり、様々な材料改質ならびに表面処理が行われている。その中で特に重要視される機能の1つが、耐摩耗性の向上である。超硬合金製の金型は、ダイス鋼やハイス鋼よりも耐摩耗性が期待できる材料の1つであり、難加工性材料であるチタン合金やマグネシウム合金の成形加工に用いられている。さらなる耐摩耗性向上を目的に、金型表面に例えば窒化チタン系の被膜をPVD (Physical Vapor Deposition) 法¹⁾やCVD (Chemical Vapor Deposition) 法²⁾で形成することが行われている。そのほかの表面処理では窒化処理³⁾等が行われている。窒化処理については、WC-Co系超硬合金へのイオン窒化が行われ、メカニズムの詳細は明らかになっていないが、硬度向上によるパンチ寿命の向上が報告されている。一方、我々は、イオン窒化と異なる原理により窒素原子を拡散させる窒化処理方法によってステンレス材 (SUS420J2) の硬度ならびに耐摩耗性を向上できることを見出した⁴⁾。また、本手法では、素材表面の形状を変化させない特徴を持っていることから、寸法精度が厳しく求められる金型においても鉄の窒化被膜層を形成せず、硬度向上が期待できるため、耐摩耗性向上に有効な手法の1つであると考えられる。そこで、本研究では、WC-Co系超硬合金材料への窒素原子拡散による表面処理を試み、その効果について検討した。

2. 実験

2.1 供試材

(株)シルバーロイ製の20×20mm角(厚さ2mm)のCo添加量の異なる2種類のWC-Co超硬合金(G5、G7)を試料として使用した。試料の組成、比重、硬度ならびに抗折力を表1に示す。また、同試料の平均表面粗さ

(Ra)ならびに最大高さ粗さ(Rz)は、(株)キーエンス製のレーザー顕微鏡(VK9700/9710)で測定したところ、G5 (Ra) = 0.5μm, G5 (Rz) = 7.7μm, G7 (Ra) = 0.4μm, G7 (Rz) = 8.1μmであった。

表1 超硬材料の特性

種類	WC (wt%)	Co (wt%)	比重 (g/cm ³)	硬度 (HRA)	抗折力 (kg/mm ²)
G5	87	13	14.2	87.5	300
G7	80~82	18~20	13.5	84.0	330

2.2 表面処理装置

本研究で用いた表面処理装置の概略図を図1に示す。被表面処理物を装置内に導入したのち真空排気を行い(10⁻³Pa程度)、放電領域に不活性ガス(アルゴン)を導入し、アルゴンプラズマを生成する。その後アルゴンプラズマから電子ビームを引き出し、窒素ガスを励起させることで高濃度の窒素原子を生成させ、被表面処理物の表面から窒素原子を拡散させる方法である。また、被表面処理物を設置する石英ガラス製真空容器の外部には放射型ヒーターが設置されており、処理中は一定の試料温度に保たれている。本研究では、保持温度を550℃、650℃、ならびに700℃とし、処理時間は6時間とした。

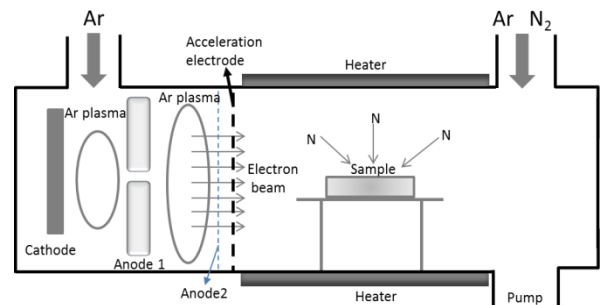


図1 表面処理装置概略図

2.3 オージェ電子分光分析

窒素が被表面処理物内に存在するのか、存在するなら

* 豊田工業大学

ば窒素拡散層の深さはどの程度かを調べるために、各処理温度で作製した試験片を、アルバック・ファイ株式会社 (PHI700Xi) のオージェ電子分光装置を用いて分析した。

2. 4 電子プローブマイクロアナライザー (EPMA)

試料中の窒素拡散の様子を調べるために、日本電子株式会社 (JXA-8530F) の EPMA による元素分析を行った。

2. 5 自動 X 線回折測定 (薄膜法)

窒素拡散層が化合物層等を形成しているか否かを調べるために、株式会社リガク製 (SmartLab) の自動 X 線回折 (XRD) による薄膜測定を行った。X 線源は Cu であり、 $2\theta = 20^\circ \sim 90^\circ$ とした。

3. 結果及び考察

図 2 (a), (b) は、それぞれ G5 未処理材と表面処理材 (700°C) のオージェ電子分光装置による元素分析結果である。未処理材においてはカーボン (C)、酸素 (O) ならびにタングステン (W) が検出されたが、窒素 (N) は検出されなかった。表面処理材 (700°C) では、C、O ならびに N を検出した。したがって、本研究で用いた表面処理装置により、G5 材の窒化処理を行った結果、最表面には窒素が存在していることが分かった。また、

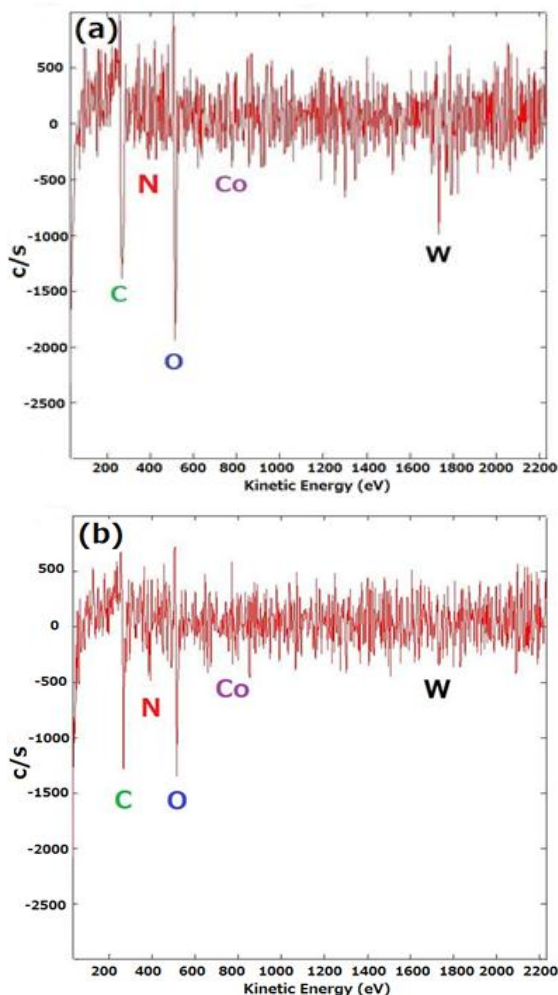


図 2 オージェ電子分光装置による元素分析 (G5)

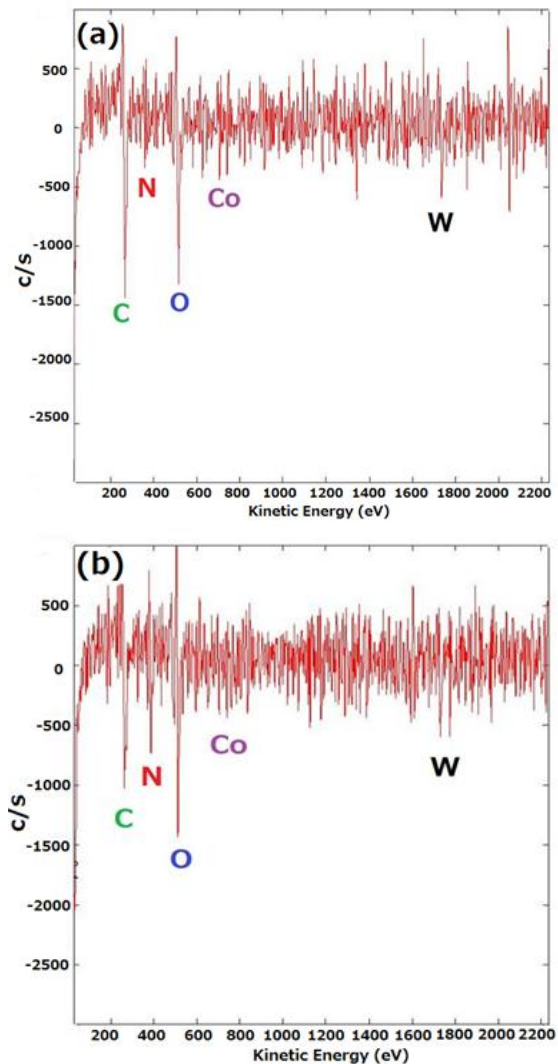


図 3 オージェ電子分光装置による元素分析 (G7)

図 3(a), (b) は、それぞれ G7 未処理材と表面処理材 (700°C) のオージェ電子分光装置による元素分析結果である。図 2 同様、未処理材においては、窒素が検出されていないが、表面処理材 (700°C) では窒素が検出された。さらに、G5, G7 の 550°C ならびに 650°C の表面処理材においてもともに窒素が検出されることを確認した。これらの結果は、超硬合金が本装置により窒化されたことを示している。

次に EPMA 分析装置で表面処理材 (700°C) の元素分析を試みた結果を図 4 に示す。オージェ電子分光装置は最表面から深さ数 nm 程度までの元素分析であるのに対して、EPMA 分析では表面から数 μm 程度の深さまでの元素分析を行っている。同図に示されるように、窒素が明確に検出されていることから窒素が表面からある程度深く拡散していると期待される。

そこで、どの程度の試料深さまで窒素が拡散しているのかを評価するために、アルゴンイオンスパッタリング機能を持つオージェ電子分光装置による深さ分析を試みた。図 5 は各処理温度で窒化を行った G5 試験片の深さ

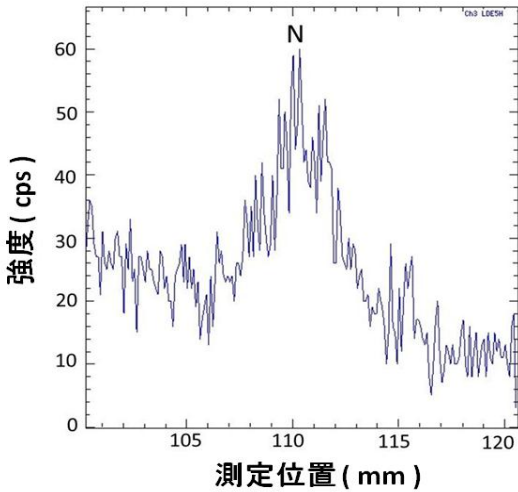


図4 EPMAによる元素分析 (G5,700°C)

分析結果である。ただし、横軸の深さについては、シリカのアルゴンガスによるエッチング量である 5.8nm/min で換算した。窒素拡散深さは、550°Cでは約 10nm、650°Cでは約 40nm、700°Cでは約 80nm であると評価された。同じように図 6 に各処理温度で表面処理を行った G7 の深さ分析結果を示した。窒素拡散深さは、550°Cでは約 20nm、650°Cでは約 40nm、700°Cでは約 70nm であると考えられる。以上のことから Co 量に関係なく、処理温度を高くすることにより窒素拡散領域が増加し、最大で約 80nm であると評価された。

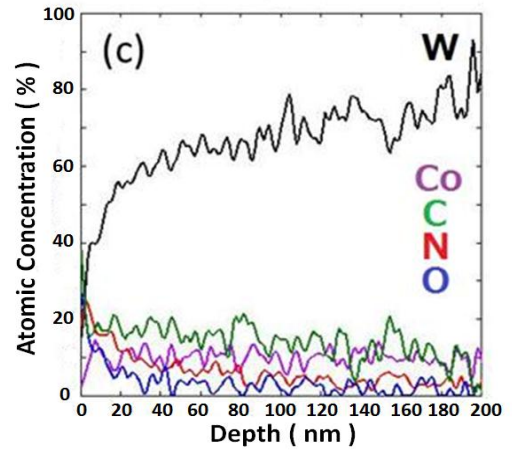
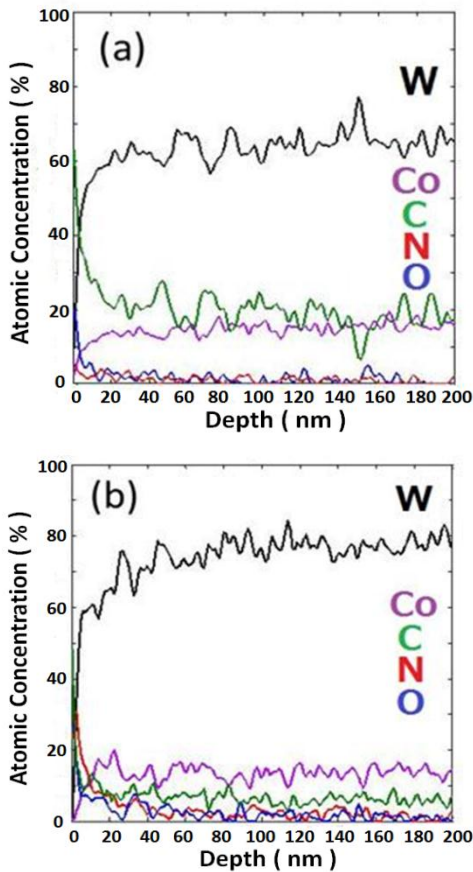


図5 オージェ電子分光装置による深さ分析 (G5) (a)550°C, (b)650°C, および(c)700°C

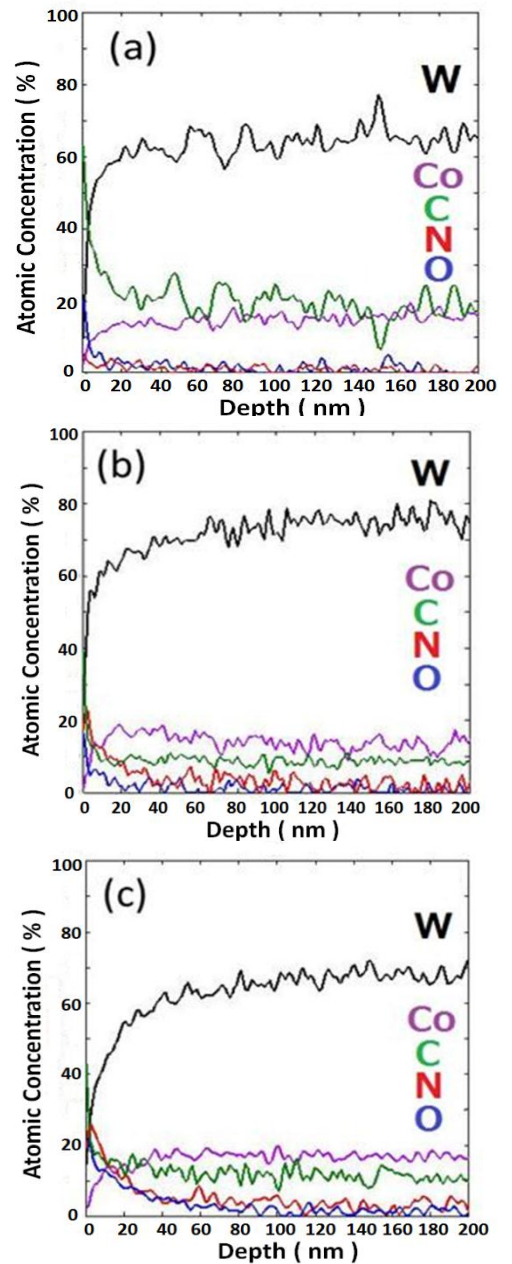


図6 オージェ電子分光装置による深さ分析 (G7) (a)550°C, (b)650°C, および(c)700°C

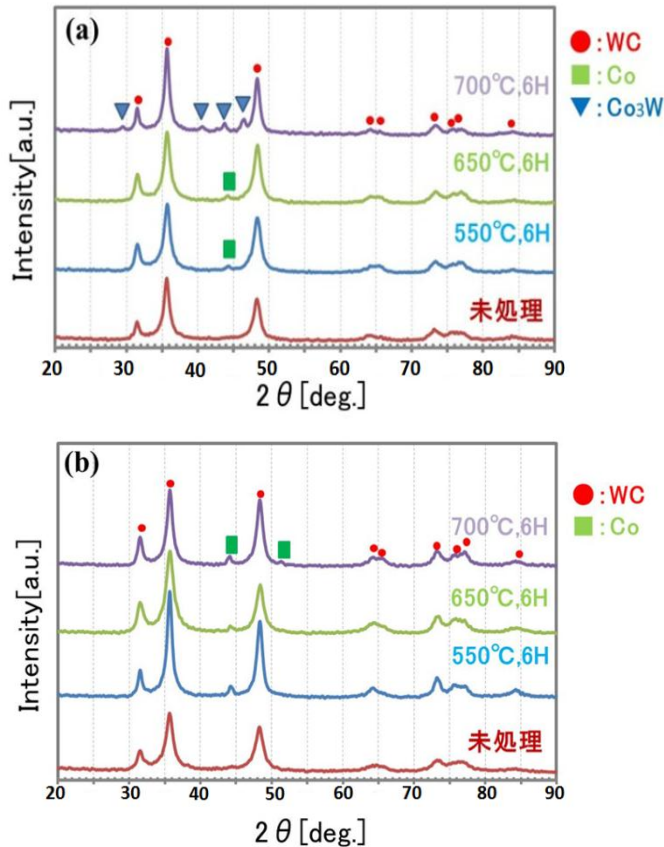


図7 自動 X 線回折測定 ((a)G5, (b)G7)

そこで、次に窒素拡散領域で窒素化合物層等の有無を調べるために XRD による薄膜測定を試みた。G5 に関するその結果を図 7(a)に示す。この図より、窒化処理温度 550°C、650°Cでは、未処理材と比較すると Co に対応する回折線が目立つようになったが、W や Co との窒素化合物に対応する回折線は確認できなかった。また、700°Cにおいては Co_3W に対応する回折線が確認できた。この結果は、結合層である Co の析出硬化が進行したことによると考えられる。しかし、700°Cにおいても窒素化合物層に対応する回折線は確認できなかった。また、図 7(b)で示されるように Co 量の多い G7 においてもす

べての処理温度において窒素化合物層に対応する回折線は確認できなかった。ただし、G5 で見られた結合層の析出硬化は見られないことが分かった。

窒素が WC 結晶中へ拡散しているならば残留応力値が変化すると考えられるため、自動 X 線回折装置を用いて残留応力を測定した。X 線源はコバルト (Co) を使い、回折面、回折角度はそれぞれ、WC(112)、123.8°で行った。G5 未処理材の残留応力値は-1.36MPa であり、ほとんど応力が存在していないことが分かった。また、700°Cで表面処理した G5 の残留応力値は-0.08MPa であり、未処理材の値と大差なく、窒素拡散による残留応力変化は確認できなかった。残留応力測定の実験領域(深さ方向)は、表面から 5μm 程度の深さまでであり、測定値はこの領域の平均応力値であると考えられる。オージェ電子分光装置による深さ分析結果によると、700°Cで表面処理した G5 の窒素拡散領域は 0.1μm 未満であり、本測定の影響域に比べてわずかであるために残留応力値に変化が見られない可能性も考えられる。

4. まとめ

Co 量の異なる超硬合金材への窒素原子拡散による表面処理を 550°C~700°Cの温度範囲で変化させて行ったところ以下の結果を得た。1) 窒素は、すべての処理温度で拡散していることが分かった。2) 窒素拡散領域は、処理温度が高くなるにつれて深くなることが分かった。3) 窒素拡散層では、窒素の化合物層は形成していないと考えられた。

【参考文献】

- 1) 鈴木寿ら,日本金属学会誌 第 48 巻, 第 2 号, pp214-219,1984
- 2) 高原一樹ら,R&D 神戸製鋼技法 Vol.55, No.2, pp100-104,2005
- 3) 特開 2002-210525 (株デンソー, 株カナック)
- 4) 特開 2013-82976 (学校法人トヨタ学園, 岐阜県, フェザー安全剃刀(株))