

工具鋼への複合表面処理効果についての研究（第2報）

細野 幸太、大川 香織、小寺 将也

Compound surface treatment effect of alloy tool steel (II)

Kota Hosono, Kaori Okawa and Masaya Kodera

高硬度転造ネジを作製する転造ダイスには、高硬度工具鋼が使用されている。この高硬度工具鋼に耐疲労特性の向上が期待できるショットピーニング処置を最初に行い、その次に耐久性の向上が期待できる窒素をキャリアとする2種類の表面処理をそれぞれ行う複合表面処理を試み、その効果について検討した。

1. はじめに

近年の自動車産業分野において各種部材等の軽量化が進められ、ネジやボルト類においてもダウンサイズ化と低コスト化が求められている。ダウンサイズ化に伴い、品質精度の観点から熱処理済みの高硬度ネジ素材及び高硬度転造ネジダイス（ダイスと記す）が不可欠となっている。しかし、高硬度ネジによりダイスの耐久性が低下し、ダイスの取り換え、生産ライン停止等が問題となっている。そこで現在の対応策としては、ダイス表面にイオン窒化等の表面処理¹⁾を施し、表面硬度を高くしている。しかし、イオン窒化は、処理面がスパッタリング作用によりマイクロクラックなどの亀裂の起点が発生しやすく、表面層に脆い化合物層が生成される等の問題があり、さらなる耐久性の向上が求められている。前報では脆い化合物層を抑制するイオン窒化処理（IN）と脆い化合物層を生成しない窒素拡散処理（DN）を試みネジ転造数を評価したところ、DNのほうがINよりネジ転造数が向上することがわかった²⁾。また、耐疲労特性向上が期待できる高硬度工具鋼へのショットピーニング処理（SP）により、残留圧縮応力が未処理材よりも大幅に向上した²⁾。本研究では、最初に疲労強度向上が期待できる高硬度工具鋼へのSPを行い、次に耐久性向上が期待できる2種類の表面処理（IN並びにDN）をそれぞれ施した。これらの複合表面処理（SP+IN及びSP+DN）について表面形状、窒素拡散層、硬さ並びに残留応力等の効果について検討した。

2. 実験

2.1 ショットピーニング処理

平面研削した20mm角×4mm厚の高硬度工具鋼板材（870HV）について、硬さの異なる平均粒径 ϕ 50 μ mの2種類のスチール材（A：800HVとB：900HV）と平均粒径 ϕ 50 μ mの超硬材（C：1400HV）によるエア式ショットピーニングを行った。それぞれのショットピーニング

処理についてSP（A）、SP（B）、SP（C）と表記する。ショットピーニング処理条件としては、投射材噴出ノズルから試験片までの距離を200mmとし、試験片の送り速度を33.3mm/sとした。

2.2 複合表面処理

2.1で3種類のSP（SP（A）、SP（B）、SP（C））を施した各種工具鋼について、2種類の表面処理（IN並びにDN）をそれぞれ施した。6種類の複合表面処理について、SP（A）+IN、SP（B）+IN、SP（C）+IN、SP（A）+DN、SP（B）+DN、SP（C）+DNと表記する。なお、IN並びにDNは、前報と同じ処理条件で行った²⁾。

3. 分析・評価

SP後並びに複合表面処理後の最大高さ粗さ（Rz）をレーザー顕微鏡（VK9700/9710：（株）キーエンス製）で測定した。また、樹脂包埋した断面についてマイクロ組織の観察、硬さ分布、窒素分布状態、X線回折装置による表面層の構造解析を行った。マイクロ組織の観察は、鏡面研磨後、5%ナイトールで腐食し光学顕微鏡で行った。硬さ分布については、深さ10 μ mから200 μ mまでをマイクロビッカース硬度計（HM-124：Akashi製）を用いて荷重0.49Nで測定した。窒素分布は、電子線マイクロアナライザ（EPMA：JXA-8530F：日本電子（株）製）を用い、窒素分布状態を面分析した。表面層の構造解析は、X線回折装置（SmartLab：（株）リガク製）を用い、X線源をCu、管電圧40kV、管電流30mAで測定した。残留応力は、残留応力測定装置（ μ -X360s：パルステック工業（株））を用いて、Cr-K α 線によりFe211回折を傾斜角35°で測定した。深さ方向の残留応力測定は、表面層を電解研磨により逐次除去して行った。

4. 結果及び考察

4.1 表面形状

図1にそれぞれ未処理材、ショットピーニング後 (SP (A)、SP (B)、SP (C)) の走査型電子顕微鏡 (SEM) 像並びにレーザー顕微鏡で測定した Rz を示す。転造ネジダイスでは、Rz が小さすぎるとネジ転造が困難になるため、Rz を把握し制御することが必要となる。同図より SP (A)、SP (B) 後の Rz は、未処理材よりも約半分程度になった。これらは投射粒子の衝突により被処理材が塑性変形したためであると考えられる^{3,4)}。また SP (C) 後では、未処理材よりも2倍以上 Rz が大きくなり、SP (C) 後の表面は灰色を呈していた。そこで SEM を用いた元素分析 (エネルギー分散型 X 線分析 : EDX) を行うと、投射材である超硬に含まれるタングステン (W) 並びに炭素 (C) が表面に存在していることがわかった。このことは、投射材の一部が被処理材の表面及びその近傍に移着することが報告されており^{3,4)}、SP (C) においても超硬投射材の一部が表面に移着していると推察される。また、複合表面処理後の Rz は、IN 処置後において、SP (A) +IN : 2.5 μ m、SP (B) +IN : 1.8 μ m、SP (C) +IN : 9.7 μ m となり SP のみの場合とほぼ同程度の Rz であることがわかった。しかし、DN 処置後の Rz は、SP (A) +DN : 1.4 μ m、SP (B) +DN : 1.6 μ m、SP (C) +DN : 7.9 μ m となり、SP のみの場合より Rz が小さくなることがわかった。

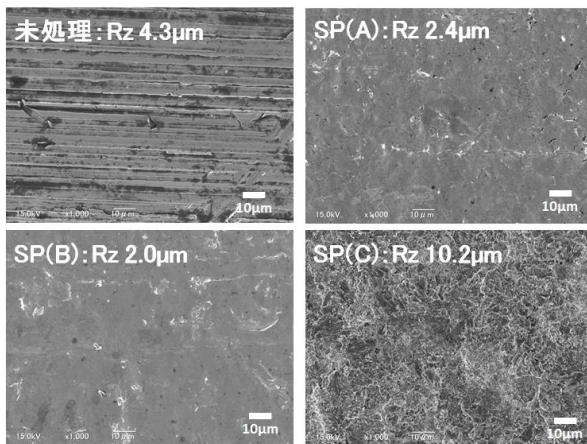


図1 未処理材並びに各種ショットピーニング処理後 (SP (A)、SP (B)、SP (C)) の表面 SEM 像

4. 2 断面組織・窒素分布状態・硬さ分布・表面層構造解析

図2に複合表面処理後 (SP (A) +IN、SP (B) +IN、SP (C) +IN) の断面組織観察像並びに EPMA による窒素分布像を示す。表面から 20 μ m~30 μ m 程度まで素地のマルテンサイト組織とは異なる組織が確認できた (図2 (a) ~ (c))。これらの異なる組織は、窒素分布領域にほぼ対応していることから窒素拡散層が主であると考えられる (図2 (d) ~ (f))。同図2 (d) ~ (f) から窒素拡散層はそれぞれ、SP (A) +IN : 35 μ m > SP (B) +IN : 29 μ m > SP (C) +IN : 23 μ m と算出した。IN

のみにおける窒素拡散層は 50 μ m 程度であり²⁾、SP+IN の複合表面処理では 15 μ m~27 μ m 窒素拡散層が減少することから、SP 後の IN は、窒素拡散を阻害すると考えられる。特に SP (C) は超硬投射材が表面に存在し、SP (C) +IN における EPMA による断面分析から W が表面から 2~3 μ m 程度分布していることがわかった (図3)。したがって、超硬投射材の存在が窒素拡散を阻害している一因であると推測している。

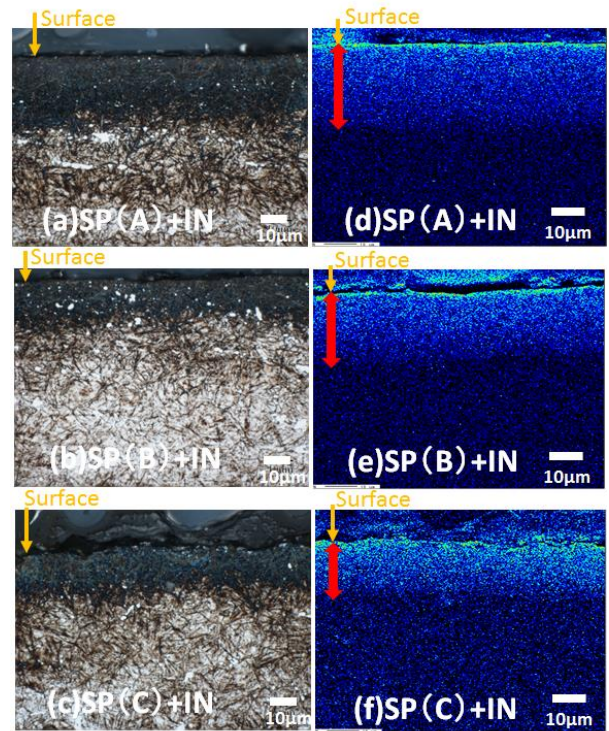


図2 各種複合表面処理材 (SP+IN) の断面組織観察像 ((a)、(b)、(c)) 並びに窒素分布像 ((d)、(e)、(f))

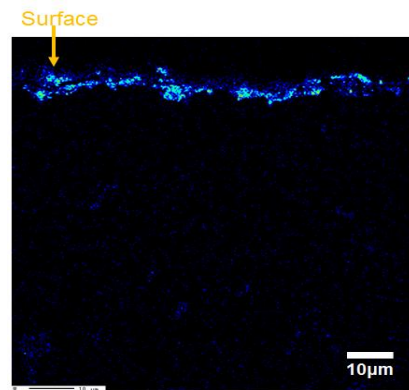


図3 複合表面処理材 (SP (C) +IN) の断面 EPMA 分析 (W)

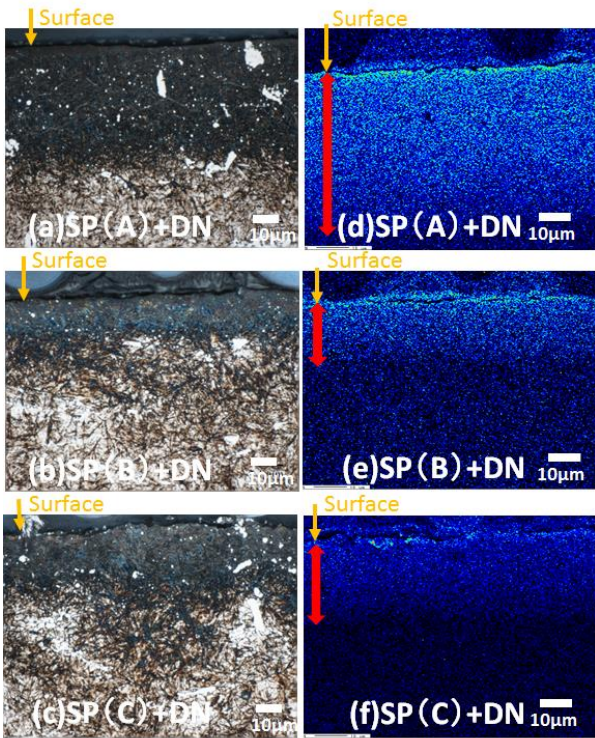


図4 各種複合表面処理材 (SP+DN) の断面組織観察像 (a)、 (b)、 (c) 並びに窒素分布像 (d)、 (e)、 (f)

また、図4に複合表面処理後 (SP (A) +DN、SP (B) +DN、SP (C) +DN) の断面組織観察像並びに EPMA による窒素分布像を示す。図4 (a) ~ (c) において、表面から 20µm~50µm 程度まで素地のマルテンサイト組織とは異なる組織が確認でき、図4 (d) ~ (f) の窒素分布領域に対応していることから、表層は窒素拡散層が主であると考えられる。同図から窒素拡散層はそれぞれ、SP (A) +DN : 62µm > SP (C) +DN : 29µm > SP (B) +DN : 24µm と算出した。DN 単独処理における窒素拡散層は 50µm 程度であることから²⁾、SP (A) +DN では 12µm 窒素拡散層が増加し、それ以外の複合表面処理では 21µm~26µm 窒素拡散層が減少した。よって SP +IN 処理とは異なり、SP (A) +DN は窒素拡散を促進し、それ以外の SP (B) +DN、SP (C) +DN では SP +IN 処理と同様に窒素拡散を阻害することがわかった。

図5 (a)、(b)に複合表面処理材の表面からの硬さ分布結果を示す。すべての複合表面処理において表面側が未処理材よりも硬くなり、SP (A) +DN の表面が最も硬いことがわかった。硬化深さは、図2及び図4の窒素分布像から算出した窒素拡散層に対応しており、窒素拡散層が大きい程より内部まで硬くなることがわかった。

そこで各種複合表面処理について X 線回折装置による表面層の構造解析を行った (図6 (a)、(b))。本測定により表面から数 µm 程度の結晶構造がわかる。同図 (a) より、SP+IN では窒素化合物 ($\epsilon\text{-Fe}_2\text{N}$) の存在

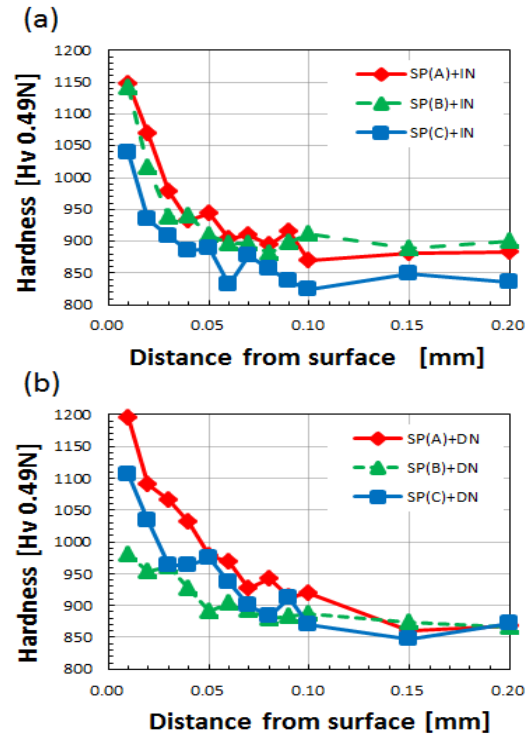


図5 各種複合表面処理材の硬さ分布

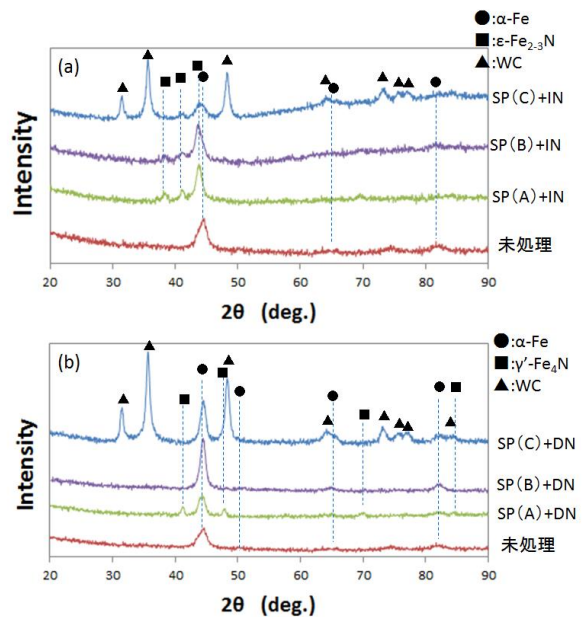


図6 各種複合表面処理材の表面構造

を示す回折ピークがすべての複合表面処理で存在していることがわかった。また、SP (C) +IN では、元素分析で確認した WC の存在を示す回折ピークがあることがわかった。さらに、 $\epsilon\text{-Fe}_2\text{N}$ の回折強度が超硬投射材を用いた SP (C) +IN では、SP (A) +IN、SP (B) +IN より小さくなっている。したがって、SP (C) +IN の表面側の硬さが SP (A) +IN、SP (B) +IN より小さくなったのは、表面側の $\epsilon\text{-Fe}_2\text{N}$ が少なくなった影響で

あると考えられる。図 6 (b) より SP (A) +DN では、窒素化合物 ($\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$) に対応する回折ピークが存在し、それ以外の複合表面処理については、窒素化合物に対応する回折ピークは存在しないことがわかった。また、SP (C) +DN においても WC の存在を示す回折ピークがあることがわかった。SP (A) +DN において表面硬さが最も硬くなったのは、表層に存在する $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$ の影響であると考えられる。同図 (b) より $\alpha\text{-Fe}$ の半価幅は、SP (B) +DN が最も小さいことが分かる。このことは表面の結晶粒が大きくなったことを示唆し、SP (B) +DN の表面硬さが小さくなった原因であると推測される。

4. 3 残留応力分布

図 7 に未処理材 (Non-SP)、SP (A)、SP (B)、SP (C)、SP (A) +IN、SP (B) +IN、SP (C) +IN、SP (A) +DN、SP (B) +DN、SP (C) +DN、IN、DN の表面近傍における残留応力分布を示す。SP (C)、SP (C) +IN、SP (C) +DN における表面の残留応力は超硬投射材が存在しているため測定できなかった。したがって、表面から 20 μm 以上の深さにおける残留応力分布を示している。SP のみを行った被処理材は、表面から 20 μm 程度の浅い深さにおいて圧縮残留応力が最大となり、20 μm 付近における最大値は、使用する投射材の硬度とともに大きくなっている。SP (A) +IN、SP (B) +IN、SP (C) +IN においては、SP 単独処理よりも表面から 40 μm 以上まで圧縮残留応力が緩やかに減少している。同図より、IN のみの 40 μm での圧縮残留応力が -460MPa であることから、IN の圧縮残留応力が寄与しているためであると推測している。また、表面の圧縮残留応力は、SP (A) +IN : -1692MPa > SP (B) +IN : -1509MPa > IN : -1382MPa となり、20 μm 付近における IN のみ、SP (C) +IN の圧縮残留応力はそれぞれ、-1310MPa、-1966MPa であることから SP +IN の複合表面処理により表面側の圧縮残留応力が IN のみより付与できることがわかった。すなわち SP による圧縮残留応力付与の効果が表面側で維持されていると考えられる。SP (A) +DN 表面の圧縮残留応力は、DN のみより減少したが、DN のみと同じように 20 μm で最大となり、内部圧縮残留応力 (20 μm ~110 μm) が最も大きく推移した。内部圧縮残留応力が最も大きく推移したのは、窒素拡散層が DN のみより増加したためであると考えられる。SP (B) +DN 表面の圧縮残留応力は DN のみより大きくなった。内部圧縮残留応力は、DN のみより小さくなり SP (B) +IN と同様な傾向で緩やかに減少していくことがわかった。また、SP (C) +DN の圧縮残留応力は、30 μm で -1824MPa となり DN のみより大きくなるが、40 μm より内部では DN のみより小さくなることわかった。したがって、SP (B) +DN、SP (C) +DN では、SP による圧縮残留応力付与の効果が表面側で維持され、窒素拡散層が DN のみより減少したために、内部圧縮残留応力が DN のみより減少したと考えられる。

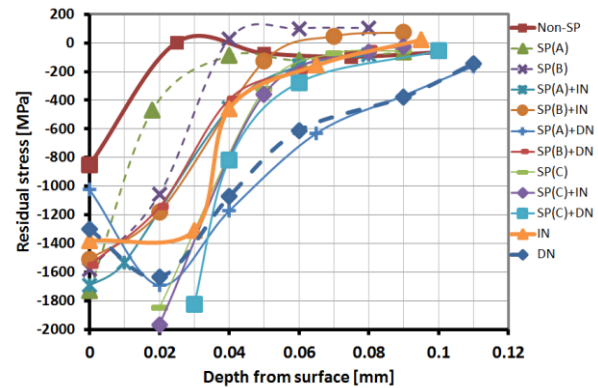


図 7 残留応力分布

5. まとめ

- (1) 表面の最大高さ粗さは、SP+IN では、SP のみとほぼ同程度であり、SP+DN では小さくなった。
 - (2) SP+IN では、IN のみより、 $\epsilon\text{-Fe}_2\text{3N}$ を含んだ窒素拡散層が 15 μm ~27 μm 減少することがわかった。また、スチール投射材を用いた SP+IN により表面硬さ並びに表面の圧縮残留応力を IN のみより付与できることがわかった。超硬投射材を用いた SP+IN では、内部圧縮残留応力を IN のみより付与できるが表面硬さは IN のみより小さくなることわかった。
 - (3) 800 HV のスチール投射材を用いた SP+DN では、DN のみより $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$ を含んだ窒素拡散層が 12 μm 増加し、表面硬さ並びに内部圧縮残留応力が付与できることがわかった。また、900 HV のスチール投射材を用いた SP+DN では、DN のみより窒化物層を含まない窒素拡散層が 26 μm 減少し、表面硬さ並びに内部圧縮残留応力が DN のみより小さくなることわかった。さらに、1400 HV の超硬投射材を用いた SP+DN では、DN のみより窒化物層を含まない窒素拡散層が 21 μm 減少し、表面硬さは DN のみと同程度であり、内部圧縮残留応力が DN のみより小さくなることわかった。
- 本研究により、複合表面処理 (SP+IN、SP+DN) は、高硬度工具鋼の耐疲労特性に影響する圧縮残留応力や耐久性に影響する表面硬さを制御し、向上することも可能な技術であることがわかった。

【謝 辞】

本研究を遂行するにあたり、株式会社岡本並びにパルテック工業株式会社にご協力頂きました。深く感謝の意を表します。

【参考文献】

- 1) 横井ら, Sanyo Technical Report, 15(1), pp53-61, 2008
- 2) 細野ら, 岐阜県工業技術研究所研究報告第 5 号, pp20-22, 2017
- 3) 片山ら, 砥粒加工学会誌, 60(7), pp386-392, 2016
- 4) 横井ら, 日本金属学会誌, 80(2), pp114-120, 2016