

工具鋼への複合表面処理効果についての研究（第3報）

細野 幸太、大川 香織、小寺 将也

Compound surface treatment effect of alloy tool steel (III)

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久性の向上が期待できる窒素をキャリアーとする2種類の表面処理を最初に行い、その次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。また、各種表面処理を施した転造ダイスを用いて実機による高硬度ネジ転造数の比較評価を行った。その結果、複合表面処理は、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、向上できる技術であることが分かった。さらに、複合表面処理を施した転造ダイスは、従来法であるイオン窒素処理のみを施した転造ダイスよりも2倍高硬度ネジを転造できることが分かった。

1. はじめに

高硬度ネジ素材を作製するためには高硬度転造ネジダイス（ダイスと記す）が必要となり、ダイスの耐久性向上が求められている。その改善策の一つとして、複合表面処理を前報¹⁾で試みた。すなわち、ダイス材への疲労強度向上が期待できるショットピーニング処理（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（脆い化合物層をできる限り抑制するイオン窒素処理（IN）並びに脆い化合物層を生成しない窒素拡散処理（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）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向上させることが可能な技術であることが分かった。そこで本研究では、IN 及び DN 後に SP を行う複合表面処理（IN+ SP 及び DN +SP）を行い、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（複合表面処理）

平面研削した 20mm 角×4mm 厚の高硬度工具鋼板材（870HV）について、2種類の表面処理（IN 並びに DN）をそれぞれ施した。その後、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：1400 HV）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/sec とした。6種類の複合表面処理について、IN + SP（A）、IN + SP（B）、IN + SP（C）、DN + SP（A）、DN + SP（B）、DN + SP（C）と表記する。

3. 分析・評価

複合表面処理後の表面形状並びに最大高さ粗さ（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。さらに、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にレーザー顕微鏡で観察した複合表面処理後（IN + SP（A）、IN + SP（B）、IN + SP（C）、DN + SP（A）、DN + SP（B）、DN + SP（C））の表面像並びに Rz を示す。同図より IN + SP（A）、IN + SP（B）、DN + SP（A）、DN + SP（B）後の Rz は、3~4 μ m 程度であるが、超硬投射材を用いた IN + SP（C）、DN + SP（C）後では、スチール投射材を用いた複合表面処理よりも3倍程度 Rz が大きくなることが分かった。さらに、前報¹⁾同様、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）が表面に数 μ m 程度存在していることを試料断面の EPMA による面分析で確認した。

4. 2 断面組織・窒素分布状態・硬さ分布・表面層構造解析

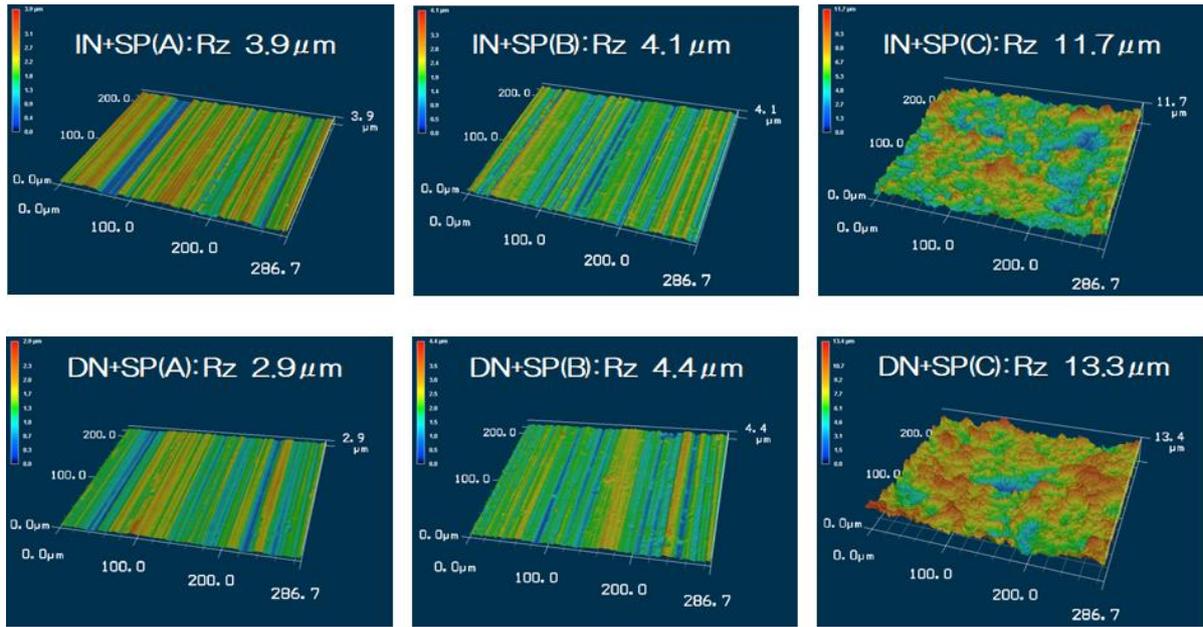


図1 各種複合表面処理後の表面像（レーザー顕微鏡像）

図2に複合表面処理後（IN+SP（A）、IN+SP（B）、IN+SP（C））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30μm~40μm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。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た。また、かも

めマーク²⁾をすべての複合表面処理で確認した（図2（a）~（c））。かもめマークは、クロム（Cr）の炭化物が窒素により窒化物に変化し、押し出された炭素が母材の結晶粒界に鉄系炭化物（Fe₃C）として析出したものだと考えられている。したがって、かもめマークの存在は耐久性を減少させる原因の一つであると推測されるため制

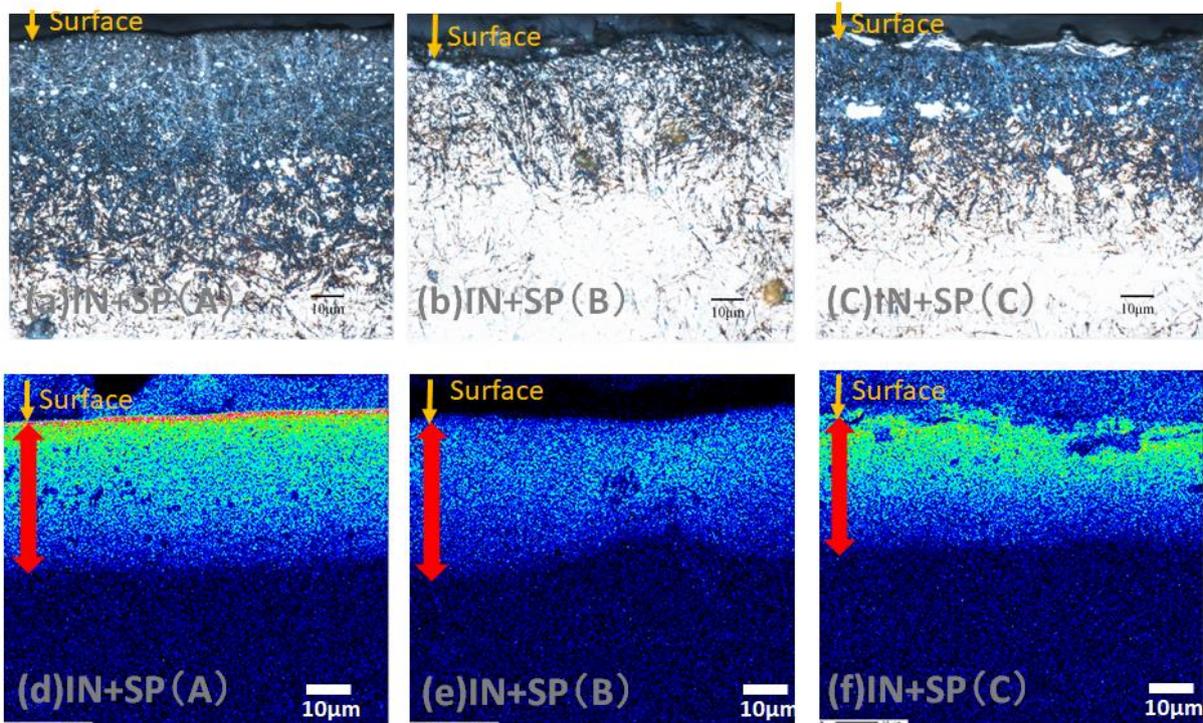


図2 各種複合表面処理剤（IN+sp）の断面組織間撮像（（a）、（b）、（c））並びに窒素分布増（（d）、（e）、（f））

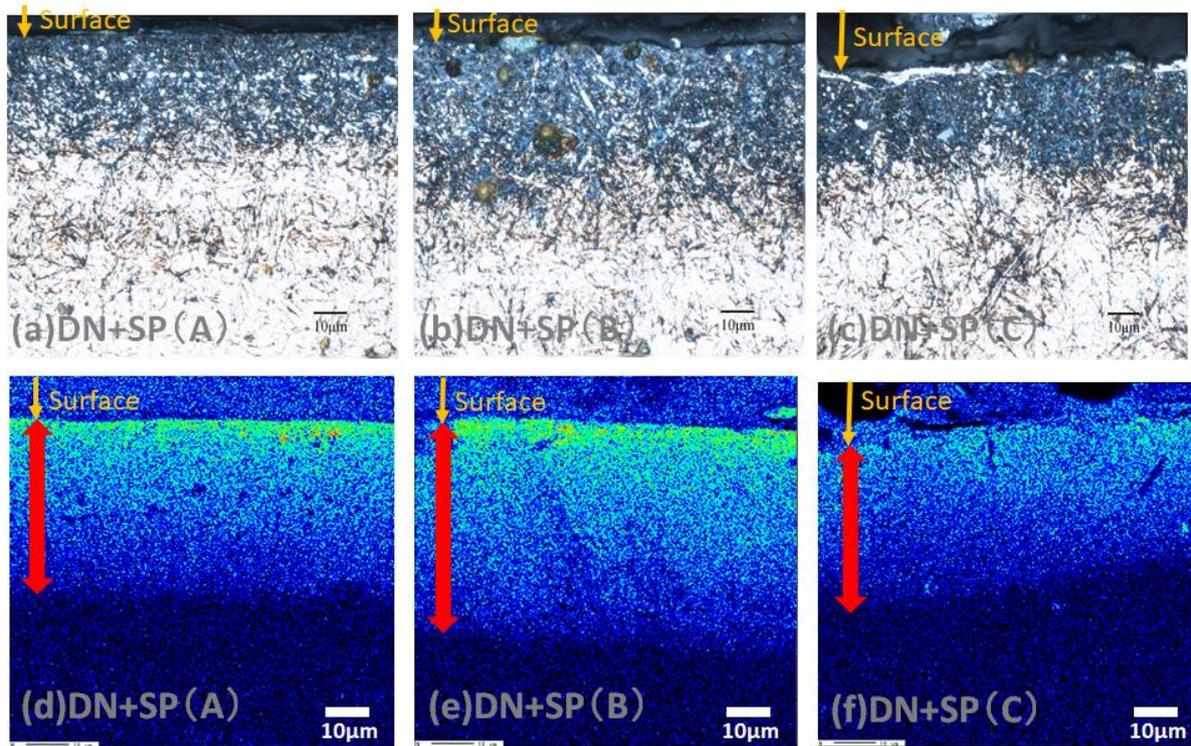


図3 各種複合表面処理材 (DN+SP) の断面組織観察像 (a)、 (b)、 (c) 並びに窒素分布像 (d)、 (e)、 (f)

御することが必要である。また、同図 2 (d) ~ (f) から窒素拡散層はそれぞれ、39 μ m (IN +SP (A))、38 μ m (IN +SP (B))、33 μ m (IN +SP (C)) と算出した。したがって、すべての投射材で拡散層の厚みはほぼ同じであることが分かった。

また、図 3 に複合表面処理後 (DN + SP (A)、DN + SP (B)、DN + SP (C)) の断面組織観察像並びに EPMA による窒素分布像を示す。図 3 (a) ~ (c) において、表面から 30 μ m ~ 45 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、図 3 (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。IN +SP より小さなかめマークが、DN+SP (B) においてわずかに確認できたが、DN+SP (A) 並びに DN +SP (C) では確認できなかった。また、同図 (d) ~ (f) から窒素拡散層はそれぞれ、39 μ m (DN +SP (A))、53 μ m (DN +SP (B))、38 μ m (DN +SP (C)) と算出した。

図 4 (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硬くなり、IN +SP (A) の表面が最も硬いことが分かった。硬化深さは、図 2 及び図 3 の窒素分布像から算出した窒素拡散層にほぼ対応し、数十 μ m 内部まで硬くなることが分かった。

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 5 (a)、 (b))。本測定により表面から数 μ m 程度の結晶構造が分かる。同

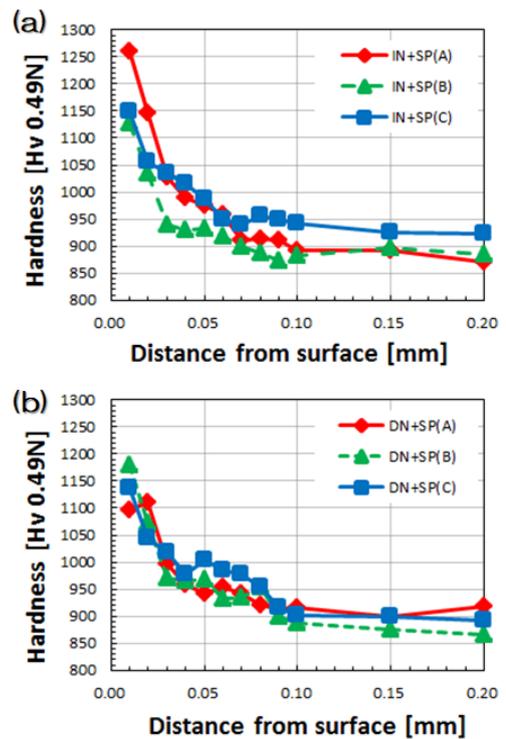


図4 各種複合表面処理材の硬さ分布

図 (a) より、IN +SP (A) 及び IN +SP (B) では窒素化合物 (ϵ -Fe₂3N、 γ '-Fe₄N) の存在を示す回折ピークが存在し、IN +SP (C) では窒素化合物に対応する回折ピークは存在せず、元素分析で確認したタングステンカーバイド (WC) の存在を示す回折ピークがあることが分かった。図 5 (b) より DN +SP では、すべての複合処理条件で窒素化合物に対応する回折ピークは存在しないことが分かった。また、DN+ SP (C) では、WC の存在を示す回折ピークがあることが分かった。

4. 3 残留応力分布

図 6 (a) に未処理材 (Non-SP)、IN のみ、IN +SP (A)、IN +SP (B)、IN +SP (C)、図 6 (b) に未処理材 (Non-SP)、DN のみ、DN +SP (A)、DN +SP (B)、DN +SP (C) の表面近傍における残留応力分布を示す。IN+SP (C)、DN+SP (C) 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 10 μ m 以上の深さにおける残留応力分布を示している。同図 (a) より、表面の圧縮残留応力は、-1802MPa (IN +SP (B)) > -1746MPa (IN +SP (A)) > -1382MPa (IN) となり、10 μ m 付近における IN +SP (C) の圧縮残留応力は、-2089MPa であることから IN+SP 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、投射材が固いほど圧縮残留応力が大きくなることが分かった。さらに、内部圧縮残留応力は徐々に減少することが分かった。同図 (b) より、表面の圧縮残留応力は、-1793MPa (DN +SP (B)) > -1735MPa (DN +SP (A)) > -1302MPa (DN) となり、10 μ m 付近における DN +SP (C) の圧縮残留応力は、-2037MPa であることから DN+SP の複合表面処理においても、表面側の圧縮残留応力が DN のみより付与でき、投射材が固いほど圧縮残留応力が高くなることが分かった。さらに、内部圧縮残留応力は徐々に減少することが分かった。

4. 4 耐久性評価

実機を用いた耐久試験は、M6 の高硬度ネジ (442HV) の転造数について各種表面処理を行ったダイスを用いて評価した。転造数については、ネジゲージを用いてひっかかり等がないことの確認及び拡大鏡による傷の有無を確認し、評価した。また、表面処理は、IN のみ、SP (A) +IN、SP (A) +DN、IN+SP (A)、DN+SP (A) の5種類を行った。ネジ転造数は、26,000本 (DN +SP (A)) > 13,000本 (IN) > 11,000本 (SP (A) +IN) > 6,000本 (SP (A) +DN) > 5,000本 (IN+SP (A)) となった。したがって、IN 単独処理より、複合表面処理 (DN+SP (A)) を行うことで、転造数が 2 倍向上することが分かった。したがって、ダイスには、かもめマーク並びに窒素化合物が存在しない硬い窒素拡散層を形成させ、高い表面圧縮残留応力を付与することが高硬度ネジを転造するために有効であることを示唆している。

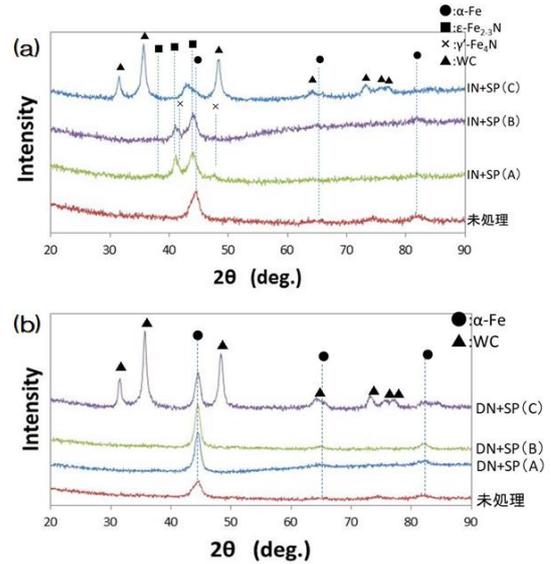


図5 未処理材及び各種複合表面処理材の表面構造

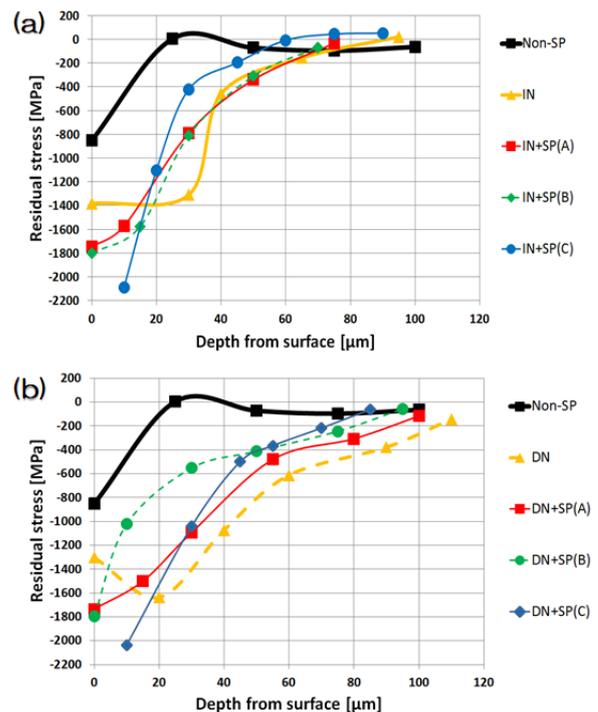


図6 未処理材及び各種表面処理材の残留応力分布

5. まとめ

- (1) スチール投射材を用いた複合表面処理の最大高さ粗さは、3~4 μ m 程度であり、超硬投射材を用いた複合表面処理の場合は、スチール投射材より 3 倍程度粗くなることが分かった。
- (2) スチール投射材を用いた複合表面処理 (IN +SP (A)、IN +SP (B)) では、窒素化合物 (ϵ -Fe₂3N、

γ' -Fe₄N) 並びにかもめマークを含んだ窒素拡散層が40 μ m程度存在し、硬くなることが分かった。また、超硬投射材を用いた複合表面処理 (IN+SP (C)) では、窒素化合物は存在しないが、かもめマークを含んだ窒素拡散層が30 μ m程度存在し、硬くなることが分かった。さらに、表面圧縮残留応力は、すべての複合表面処理 (IN+SP (A)、IN +SP (B)、IN+SP (C)) で INのみより付与できることが分かった。

(3) 複合表面処理 (DN+SP (A)、DN +SP (B)、DN+SP (C)) では、窒素化合物のない窒素拡散層が40 μ m~50 μ m程度存在し、硬くなることが分かった。ただし、DN +SP (B) のみ、わずかに窒素拡散層にかもめマークが存在することが分かった。また、表面圧縮残留応力は、すべての複合表面処理 (DN+SP (A)、DN +SP (B)、DN+SP (C)) で DNのみより付与できることが分かった。

本研究により、複合表面処理 (IN +SP、DN+SP)

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分かった。また、実機による高硬度ネジ転造数評価により、複合表面処理 (DN+SP (A)) は、従来法である INのみよりも2倍ネジ転造数を向上できる技術であることが分かった。

【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) 細野ら, 岐阜県工業技術研究所研究報告第6号, pp23-26, 2018
- 2) 河田, 素形材, 38(7), pp15, 1997