

浸炭・窒化による鋼材の超精密切削特性改善

関西大学 システム理工学部 機械工学科 古城 直道
関西大学 システム理工学部 機械工学科 山口 智実

1. はじめに

研究代表者らはこれまで、鋼と反応しない超微粒子 cBN 切削工具の開発(特許)、鋼と反応する砥粒を含むダイヤモンド砥石の開発¹⁾、ダイヤモンドと鋼間の反応性の熱力学的検討²⁾を行った。続いて、鋼材の表面改質による摩耗抑制(浸炭³⁾、窒化⁴⁾を行った。以上の研究から、鋼材の表面改質がダイヤモンド工具摩耗抑制および仕上げ特性改善に最も効果が高いことが分かった。一方、そのメカニズムについては、データも少なく未だ明らかではなかった。

2. 目的

鉄系工作物(鋼材)の精密切削加工において、ダイヤモンド工具は摩耗が激しいため、従来使用ができなかった。本研究ではこの課題を解決すべく、鋼材に対して表面改質(浸炭、窒化)を行い、鋼材析出物の種類、量、形態、組織内分布などが及ぼすダイヤモンド工具の摩耗性、および鋼材の被削性に対する影響を詳細に調べ、そのメカニズムを解明することにより、鋼材の表面改質による超精密ダイヤモンド切削の基本技術を確立することを目的とする。

3. 実用的な価値、実用化の見込など

超精密切削には単結晶ダイヤモンド工具が用いられる。現在、焼入れ鋼を金型としてダイヤモンド切削する要求が高まっている。

①工具側の改善として、ナノ多結晶ダイヤモンド工具が開発されたが、鋼材には適用されていない。②工具-工作物間の改善として、超音波(楕円)振動切削が一般に用いられているが、切削速度と工具軌跡に制限がある。③工作物側の改善として、無電解ニッケルリンメッキが一般に用いられているが、耐熱性が低い。本研究で用いる鋼の浸炭・窒化による表面改質は、耐熱性の向上とともに、金型寿命の向上が期待できる。

4. 研究内容の詳細

以下の3つの課題に取り組んだ。

課題1 浸炭した鋼のダイヤモンド切削においてマイクロ組織が超精密切削特性に及ぼす影響

課題2 窒化された鋼のダイヤモンド切削においてマイクロ組織が超精密切削特性に及ぼす影響

課題3 窒化された鋼の超精密切削における工具摩耗機構の熱力学的解析

以下に、各課題の詳細について報告する。

課題1 浸炭した鋼のダイヤモンド切削においてマイクロ組織が超精密切削特性に及ぼす影響

筆者らは浸炭した鋼のダイヤモンド切削において、 α 相に析出した炭化物の定量分析を行った。過去に重回帰分析³⁾、主成分分析⁵⁾、決定木⁶⁾を用いて、浸炭鋼の硬さ、炭素濃度、炭化物の面積率、円形度、個数等と工具摩耗の関係性を調査した。その結果、工具摩耗を抑制及び促進する共通のマイクロ組織の要素が得られた。これらの結果を基に、工具摩耗の抑制が期待される鋼材の熱処理について検討を行った。

本課題では熱間ダイス鋼 SKD61 に浸炭処理を施し試料を作製した。FE-SEMを用いて組織観察を行った後に EDS による分析を行い、鋼材表面に析出した Cr の元素マッピングを行う。その後、2 値化処理を施すことで、各 Cr の面積率、円形度、個数等を測定した。本課題における鋼材の組織の評価は EDS を用いて分析した各元素濃度、前述の Cr 炭化物、ビッカース硬さを基に行った。切削実験による評価は既報³⁾と同様の条件で行った。切削に用いるダイヤモンド工具は単結晶ダイヤモンド工具であり、刃先角 130°、すくい角 0°、逃げ角 7°、すくい面(100)である。

炭化物の定量化として面積、円形度に区分を定め、各範囲内の炭化物の平均面積、面積率、円形度、個数を調査した。また、浸炭処理によって鋼材は深さ方向に組織、硬さ、炭化物の析出状況が異なるため、組織観察及び切削実験は深さ方向に段階的に行った。

過去に重回帰分析³⁾、主成分分析⁵⁾、決定木⁶⁾を用いてマイクロ組織が工具摩耗抑制に及ぼす影響を調査した。主成分分析については 550HV 以上の組織を有効硬化層、550HV 未満の組織を母相とし、それぞれについて分析を行った。その結果、それぞれの手法において、以下の事が明らかとなった。

重回帰分析:粒界に析出する粗大な炭化物の平均面積、円形度が低い。

主成分分析:母相において $1\mu\text{m}^2$ 未満の炭化物が多く、炭素濃度が高い。有効硬化層において $1.87\mu\text{m}^2$ 以上の炭化物の平均面積、平均円形度が低い

決定木:面積 $1\sim 3\mu\text{m}^2$ 、円形度 0.5 未満の Cr 炭化物が見られる。面積 $0.07\sim 1\mu\text{m}^2$ 、円形度 0.5 未満の Cr 炭化物の面積率が 1.60%以上

また、どの手法においても炭素濃度が高い鋼材が摩耗を抑制する傾向にあった。これらの結果から、工具摩耗を抑制及び促進する共通のマイクロ組織の要素が得られた。そこで、以下の条件を満たす鋼材が工具の摩耗を抑制することが出来ると考えた。

- (1) $0.07\sim 1\mu\text{m}^2$ 、円形度 0.5 未満の炭化物が多く析出している
- (2) $1\mu\text{m}^2$ 以上の炭化物は面積が小さく、円形度が低い
- (3) 炭素濃度が高い

上記の条件を満たすように結晶粒内には微細で円形度の低い棒状の炭化物が多く析出し、結晶粒界に沿って析出する炭化物は粗大になり過ぎないように鋼材の作製を試みた。

この結果を基に条件を満たす炭化物の析出が期待されるように熱処理の変更を行った。その結果、微細で円形度の低い炭化物が多く見られ、粗大な炭化物は円形度が低くなっていることが明らかとなった。

課題2 窒化された鋼のダイヤモンド切削においてマイクロ組織が超精密切削特性に及ぼす影響

我々は過去の研究で浸炭した鋼において、析出した炭化物の面積と形状が工具摩耗に影響を及ぼすことを示した³⁾。また、窒化前の熱処理が窒化された鋼のマイクロ組織に影響を及ぼすことを示した⁷⁾。本課題は窒化された鋼をダイヤモンド切削した際の工具摩耗抑制にマイクロ組織が及ぼす影響を明らかにすることを目的とした。

窒化は鋼の表面に窒化層を形成し、表面は硬くなる。しかし、硬さ、窒化層の深さは組成によって異なる。鋼の組成が窒化後のマイクロ組織に及ぼす影響を調査するため、組成の異なる 9 種の鋼 (5 種のステンレス鋼、耐熱鋼、熱間ダイス鋼、炭素工具鋼、窒化専用鋼) と純鉄を調質後に窒化し、マイクロ組織を分析した。表 1 に鋼種と調質条件を示す。ガス窒化は温度 $500\sim 570^\circ\text{C}$ 、40~70 時間行った。

窒化層の断面に対し、深さ方向に硬さ試験を行った結果を図 1 に示す。Cr の多い鋼には、薄く硬い窒化層が形成された。一方、Cr の少ない鋼は、厚く硬さの低い窒化層が形成された。例外として、熱間ダイス鋼 SKD61 がある。SKD61 では、Cr 窒化物だけではなく V 窒化物が生成することでマトリクスが高い硬度となる。

Table 1 Quenching and tempering conditions.

Type of steel	JIS	Quenching	Tempering
Stainless steel	SUS310S	1080°C , W.C.	$650^\circ\text{C}\times 5\text{h}$, O.C.
	SUS430	790°C , F.C.	$650^\circ\text{C}\times 5\text{h}$, O.C.
	SUS630	1050°C , W.C.	$650^\circ\text{C}\times 5\text{h}$, O.C.
	SUS316L	1080°C , W.C.	$650^\circ\text{C}\times 5\text{h}$, O.C.
Heat resisting steel	SUS420J2	950°C , W.C.	$650^\circ\text{C}\times 5\text{h}$, O.C.
	SUH3	$1000^\circ\text{C}\times 1.5\text{h}$, N ₂ C.	$600^\circ\text{C}\times 5\text{h}$, O.C.
Alloy tool steel for hot working mould	SKD61	$1035^\circ\text{C}\times 1\text{h}$, N ₂ C.	$560^\circ\text{C}\times 4\text{h}$, N ₂ C.
Carbon tool steel	SK105	$780^\circ\text{C}\times 1\text{h}$, W.C.	$550^\circ\text{C}\times 4\text{h}$, O.C.
Steel for nitriding	SACM645	$905^\circ\text{C}\times 1\text{h}$, O.C.	$680^\circ\text{C}\times 3\text{h}$, O.C.
C. P. Fe	-	$780^\circ\text{C}\times 1\text{h}$, O.C.	$550^\circ\text{C}\times 4\text{h}$, O.C.

N₂ C.: Nitrogen cooling, O.C.: Oil cooling, W.C.: Water cooling, F.C.: Furnace cooling

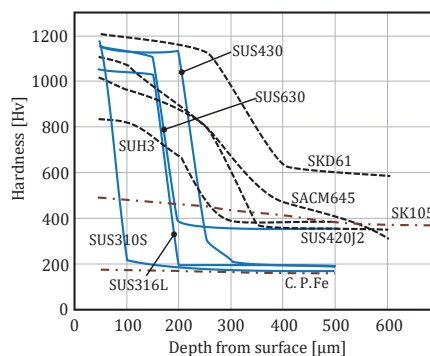


Fig. 1 Cross-sectional hardness of nitrided steels.

調質鋼、窒化鋼を X 線回折し、構成相を同定した。表 2 に各鋼の構成相を示す。参考として、Cr 含有量を表に示す。ただし、窒化鋼は最表層の化合物層を除去した拡散層での構成相を示す。表から調質鋼は α 、 $\alpha+\gamma$ 、 γ 相であり、数種に炭化物が析出し、窒化層は α 、 γ 相であり、全鋼種に鉄窒化物が析出した。Cr の多い鋼では、窒化層に CrN が析出した。

上述の調質鋼、窒化鋼を超精密旋削し、コーナ摩耗幅と工具刃先形状の運動転写性を調査した。切削実験による評価は既報³⁾と同様の条件で行った。 $10\times 5\times t5\text{mm}$ の試料に対し切削距離 16m の乾式正面旋削を行った。化合物層は硬く脆弱であるため、金型材としては適していない。そのため、窒化鋼は化合物層を深さ $100\mu\text{m}$ まで正面旋削によって除去した拡散層を切削した。

調質鋼と窒化鋼を切削した際に工具先端に生じるコーナ摩耗幅 VBc を計測した。調質鋼の切削では、激しい摩耗が観察され、VBc は 16m の切削で $5\mu\text{m}$ 以上にまで増加した。一方、窒化鋼の切削では、はるかに少ない摩耗が観察された。図 2 に調質鋼と窒化鋼のコーナ摩耗幅の比較を示す。全種の工具摩耗が窒化で抑制された。摩耗が特に少ないのはステンレス鋼である。

次に、純鉄を除く 9 種の鋼の組成と摩耗の関係調べた。その結果、Cr の増加に伴って工具摩耗が抑制された。Cr と C の指数近似曲線の R² 値はそれぞれ 0.84、0.65 と高く、既報⁸⁾で述べた窒化前の Cr 炭化物の影響を示唆している。

Table 2 Constituent phases of quenched and tempered steels and nitrided steels.

Type of steel	JIS	Chromium content [at%]	Quenched and tempered steel	Nitrided steel
Stainless steel	SUS310S	25.5	γ -Fe	γ' -Fe ₄ N, CrN, γ -Fe
	SUS430	18.9	α -Fe, Fe ₃ C	γ' -Fe ₄ N, CrN, α -Fe
	SUS630	18.3	α -Fe, γ -Fe	γ' -Fe ₄ N, CrN, α -Fe
	SUS316L	16.8	γ -Fe	γ' -Fe ₄ N, CrN, γ -Fe
	SUS420J2	12.8	α -Fe, Cr ₂₃ C ₆	ϵ , γ' -Fe ₄ N, CrN, α -Fe
Heat resisting steel	SUH3	11.3	α -Fe, Cr ₂₃ C ₆	ϵ , γ' -Fe ₄ N, CrN, α -Fe
Alloy tool steel for hot working mould	SKD61	5.4	α -Fe	ϵ , γ' -Fe ₄ N, CrN, α -Fe
Carbon tool steel	SK105	0.42	α -Fe, Fe ₃ C	ϵ , γ' -Fe ₄ N, Fe ₃ C, α -Fe
Steel for nitriding	SACM645	1.63	α -Fe	ϵ , γ' -Fe ₄ N, α -Fe
C. P. Fe	-	-	α -Fe	ϵ , γ' -Fe ₄ N, α -Fe

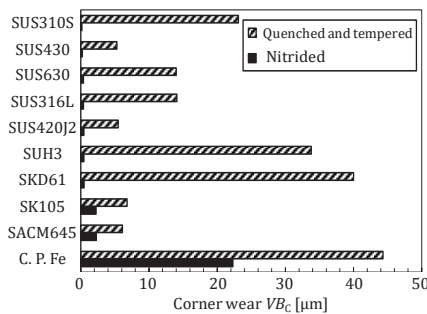


Fig. 2 Comparison of wear mitigating effect of nitriding for different type of steels.

工具刃先形状の運動転写性を定量的に比較するため、理論粗さと表面粗さRzの比である粗さ係数を用いた。一般に、理論粗さは当初の工具形状から算出する。本課題では、切削後の摩耗した工具形状をRバイトに近似し、理論粗さR'thを、刃先後退量 δ 、近似コーナ半径 r 、一刃送り f から算出した。粗さ係数は1に近いほど転写性が良い。結果から工具コーナ摩耗が抑制されるほど粗さ係数が小さかった。窒化鋼は粗さ係数が1に近いので工具刃先形状の転写性が大きく改善された。

課題3 窒化された鋼の超精密切削における工具摩耗機構の熱力学的解析

本課題では既報⁸⁾で示した工具摩耗について熱力学的な観点から摩耗の原因となる被削材に含まれる物質をGibbsの標準自由エネルギーを用いて考察した。

窒化前のSUS430調質材に熱処理を施した鋼材に対しダイヤモンド切削を行い、コーナ摩耗幅VBc、境界摩耗幅VB_Nを調べた。切削実験による評価は既報³⁾と同様の条件である。切削試験は、試料の表面から深さ50~150 μ mの窒化層で行った。

切削距離とコーナ摩耗幅の関係を図3に示す。図より250m付近から定常摩耗状態となり工具刃先の摩耗(VBc)の上昇が抑制されていたが、切削距離L=544mの時点で工具に欠損が生じた。

一方、切削距離が長くなるにつれて、前切れ刃境界摩耗幅も増加していく傾向があり、最終的にコーナ摩耗幅よりも大きくなるという結果となった。

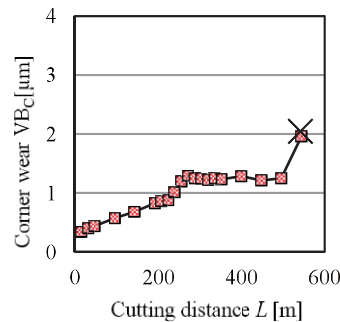


Fig. 3 Change in corner wear with cutting distance.

切削後の工具いずれにも前切れ刃境界摩耗が顕著に見られた。前切れ刃境界摩耗は仕上面性状に悪影響を与えるため、原因を明らかとする必要がある。そこで、摩耗のメカニズムを熱化学的摩耗の観点から調査した。

本課題ではダイヤモンドと被削材が接触する際に生じ得る現象をGibbsの標準自由エネルギーを用いて求めた。

本課題ではSUS430窒化材を使用するため主成分であるFeとFeやFe炭化物が窒化されて生成したFe₄N、Cr炭化物が窒化されて生成したCrNに注目して計算を行った。ここでの計算は全てダイヤモンドを1mol、酸素を1molとして計算を行うこととした。

計算によってGibbsの標準自由エネルギーの変化と温度の関係を求めた。境界部では(A)~(D)の反応が生じると考える。ただし、切削温度域を873~973K⁹⁾と仮定した。

- (A) Fe酸化物とダイヤモンドとの反応
- (B) FeおよびFe₄Nと酸素との反応
- (C) Cr酸化物とダイヤモンドとの反応
- (D) CrNと酸素との反応

(A)より、Feの酸化物であるFe₂O₃はダイヤモンドと831K以上、Fe₃O₄は945K以上、FeOは951K以上で反応する⁵⁾。これらは全て切削温度域であるため起こり得る。これらの酸化物が実際に切削の過程で生成し得るかを(B)から求める。Feの酸化反応では842K以下でFe₃O₄が生成され、843K以上ではFeOが生成される。Fe₄Nの酸化反応では372K以下でFeOが生成され、373K以上ではFe₂O₃が生成される。

FeやFe₄Nが酸化され工具を摩耗させるまでの過程を示した模式図を図4に示す。切削時に切削熱と空気によって酸化された被削材表面が前切れ刃側の境界部と接触する際に、切削熱によるダイヤモンドと還元反応を起こし工具を摩耗さ

せる。切削時の切りくずが切削熱と空気によって酸化され、前切れ刃側の境界部で圧縮する際に、切削熱によるダイヤモンドと還元反応を起こし工具が摩耗する。摩耗の原因となった Fe_4N は SUS430 に含まれる Fe や Fe_3C が窒化されることによって析出したので、境界摩耗の原因となっているのは SUS430 に含まれる Fe と Fe_3C であると考えられる。

次に(C)より、切削温度域において Cr 酸化物である CrO_3 は負の領域であるため反応し、 Cr_2O_3 は正の領域にあるため反応しない。最後に(D)より、 CrN の酸化反応はどちらも負の値を示しているため、反応は起こり得るが、Gibbs エネルギーが負に大きい Cr_2O_3 の生成が主であると考えられるため CrO_3 は生成されにくい。これらのことを踏まえると CrN が酸化されて Cr_2O_3 が生成されるが、 Cr_2O_3 はダイヤモンドと切削温度域では反応しないため工具を摩耗させない。 Cr_2O_3 の元となる CrN は SUS430 に含まれる Cr 炭化物が窒化されて生じたものである。

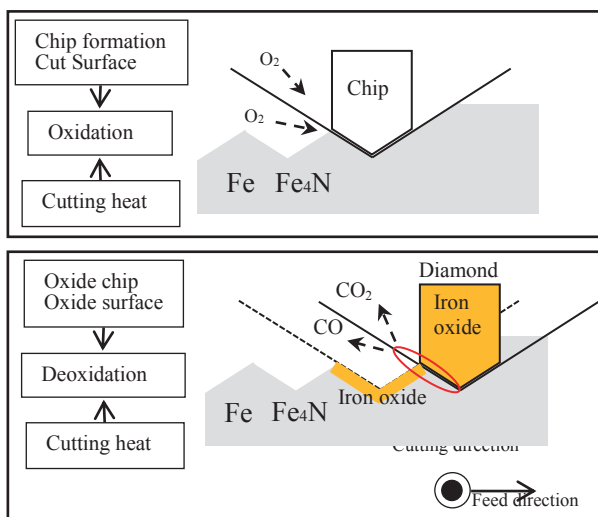


Fig.4 Wear model of diamond tool based on oxidation-deoxidation reaction

5. 結言

課題1

過去に浸炭鋼のマイクロ組織と工具摩耗の関係性を調査した。その結果を比較し、以下のマイクロ組織が工具摩耗を抑制することが明らかとなった。

- (1) 微細な炭化物の析出が多く見られる。
- (2) 粒界に析出する炭化物は面積が小さく、円形度が低い。
- (3) 炭素濃度が高い

この結果を基に条件を満たす炭化物の析出が期待されるように熱処理の変更を行った結果、微細で円形度の低い炭化物が多く見られ、粗大な

炭化物は円形度が低くなっていることが明らかとなった。

課題2

窒化された鋼をダイヤモンド切削した際の工具摩耗抑制にマイクロ組織が及ぼす影響を明らかにするため、種々の鋼材に窒化を施し、超精密切削特性を調査した。その結果、以下のことが明らかとなった。

- (1) 種々の鋼材に窒化することで、工具摩耗が抑制されるとともに工具刃先形状の転写性が改善された。
- (2) Cr 濃度が上がると、窒化したときの拡散層の窒素濃度が上がり、鉄濃度が減少するため、鉄に対して鉄窒化物が生成される割合が増える。
- (3) 拡散層の鉄窒化物とダイヤモンドは反応するが、純鉄に比べて大幅に相互作用が小さい。

課題3

工具摩耗の発生箇所について熱力学的な観点からギブスの標準エネルギーを用いて摩耗の原因となる被削材に含まれる物質を調査した。その結果、以下のことが明らかとなった。

- (1) ダイヤモンドと酸化鉄は 831K 以上で酸化還元反応を起こすため、加工中に高温となる境界部で摩耗が生じる。
- (2) 鋼中の Cr 炭化物から変化した CrN 及び Cr_2O_3 は切削温度域でダイヤモンドと反応せず、工具を摩耗させない。

6. 参考文献等

- 1) N. Furushiro et al., Precision Engineering, 34, 3 (2010), 419-424.
- 2) 寺内俊太郎他, 鉄と鋼, 97, 12 (2011), 631-636.
- 3) 辻野元大他, 日本機械学会論文集, 83, 856 (2017), 17-00161.
- 4) N. Furushiro et al., Precision Engineering, 54 (2018), 388-395.
- 5) 辻野元大他, 2017 年度精密工学会春季大会 学術講演会講演論文集 (2017) 17-18.
- 6) S. Inoue et al., Proceedings of 9th LEM21, (2017) C15.
- 7) 白川将也他, 2018 年度精密工学会春季大会 学術講演会講演論文集 (2018) 359-360.
- 8) 白川将也他, 2017 年度精密工学会秋季大会 学術講演会講演論文集 (2017) 77-78.
- 9) 佐藤昌彦他, 2009 年度精密工学会秋季大会 学術講演会講演論文集 (2009) 633-634.