

Cyclic Press による金型鋼表層のナノ結晶窒化制御

北海道大学 大学院工学研究院
北海道大学 大学院工学研究院

中村 孝
藤村 奈央

1. はじめに

自動車や家電など多方面に渡る機械部品の製造に用いられる金型には、高い耐久性や耐摩耗性、強度、硬さなどの特性が求められる。しかし、近年、工業製品の小型・精密化に伴って欠けや割れなどの損傷による寿命の低下が問題となっている。このような耐摩耗性の向上や金型の寿命を延ばす措置として、窒化やショットピーニング等の表面改質技術が適用されている^{(1),(2)}。

一方、研究代表者らは、低荷重の振動圧縮負荷を材料表面に繰返し付与することで表層組織を改質する Cyclic Press (CP) および Scanning Cyclic Press (SCP) という新たな表面改質技術を開発した。CP は、精密な荷重制御の下、振動するインデンタで数〜数十 N 程度の圧縮負荷を被加工物表面の一点に対して繰返し加えその表層組織を微細化させる技術であり、SCP は被加工物に対し相対的にインデンタを走査させることで表面の広い範囲に CP を適用する、実用化に向けた技術である。これまでに種々の金属に対して本手法を適用し、その有用性を検討してきた⁽³⁻⁶⁾。例えば、低炭素鋼 S25C を対象として大気や窒素などの雰囲気中で CP を行った結果、その表層にナノ結晶を含む微細化層が形成され、これらは大気中では Fe_2O_3 、窒素中では $\zeta\text{-Fe}_2\text{N}$ であることが確認された。すなわち、常温にも関わらず、酸素や窒素の雰囲気ガスが表面から侵入し、表層の母材との間で新たな化合物を形成することがわかった⁽⁶⁾。このことから、本手法は組織の微細化だけでなく、常温で窒化層を形成できる新しい技術として期待できる。

2. 目的

上記の結果を踏まえ、本研究では、CP を窒素環境中で金型鋼に適用し、表層を硬化する新たな表面改質法を開発する。

3. 実用的な価値、実用化の見込など

本手法では、被加工物周辺の雰囲気を変換する任意のガスで満たすことで改質時の環境を変えることができるため、窒素環境中で CP を施すことで金型鋼表層に周囲の窒素を導入できる可能性がある。通常、窒化処理には高温下で長時間の処理を必要とするが、本手法ではこれを常温で実現できることがこれまでの成果でも示されており、実用化されれば、処理時のコスト削減や熱ひずみの影響を軽減できるなどの実用的な価値が期待できる。

4. 研究内容の詳細

4.1 供試材および試験片

供試材には、冷間工具鋼 SKD11 を用いた。熱処理として、真空焼入れ ($1030\text{ }^\circ\text{C}$, 1 h 保持後、窒素ガス冷却) と、 $180\text{ }^\circ\text{C}$ での低温焼もどしを施した。試験片形状は直径 4 mm、長さ 52 mm の丸棒である。試験片表面を #240-#2000 のエメリー紙で直径 100 μm ほど研磨し、平滑に仕上げた。この試験片に対し、4.2 節で示す条件で表面改質を行った。

4.2 CP および SCP による表面改質試験

4.2.1 表面改質装置

表面改質試験には、本研究室で開発した表面改質装置を用いた。図 1 に装置の外観を、図 2 に加工原理をそれぞれ示す。本装置は、試験片に圧縮負荷を付与するインデンタ、試験片を支える反力受け、インデンタを駆動させる油圧アクチュエータ、インデンタによって試験片に付与される荷重を検知するロードセル、試験片に回転および軸方向の送りを与える 2 種のモーター、各種制御系などからなる。また、真空チャンバを備えており、これによって試験片周囲の雰囲気を変えることができる。本装置では、振動するインデンタで試験片に付与される荷重を対面にある反力受けにつながったロードセルで検出し、これをフィードバックすることによって、精密な荷重制御の下、材料に対し一定の荷重を与えることができる。CP は、DC モーター・ステッピングモーターを駆動させず、試験片表面の定点に対し改質を行う手法であるが、これらモーターを駆動させ試験片に回転と送りを与えれば、試験片表面全体に相対的にインデンタを走査させる SCP になる。

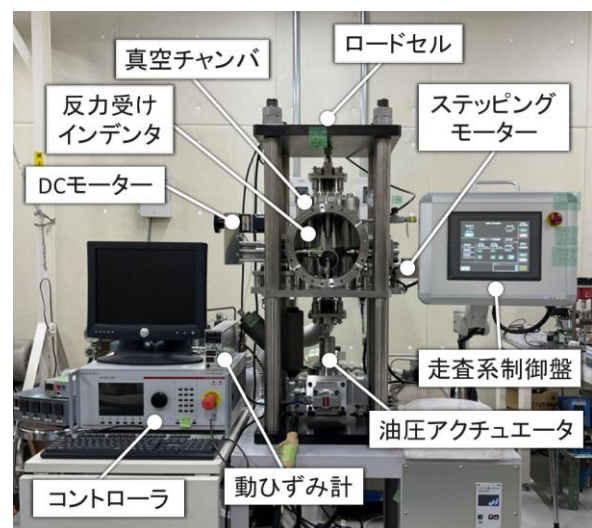


図 1 表面改質装置の外観

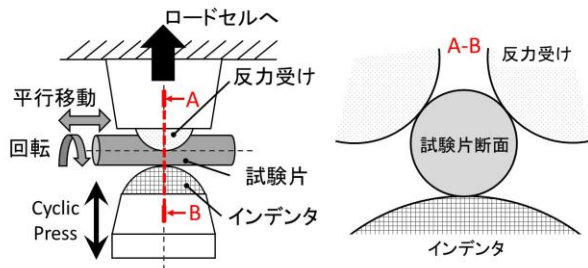


図2 CP/SCPの加工原理

4.2.2 試験条件

表1に試験条件を示す。本試験では、室温・窒素環境において、2種類の荷重条件の下、周波数100 Hzで試験片に対し繰返し圧縮負荷を加えるCPを行った。

表1 CPによる表面改質条件

試験片番号	CP-200	CP-50
最大圧縮荷重	1962 N (200 kgf)	490 N (50 kgf)
最小圧縮荷重	0 N	
負荷繰返し数	5.0×10 ⁷ 回	
周波数	100 Hz	
負荷方式	軸荷重(正弦波)	
試験環境	室温・窒素環境	

4.3 CP前後における表層の観察・分析方法

図2に示したように、本装置でCPを行うと、試験後の試験片表面にはインデンタ接触部に圧痕が1つ、2つの反力受け接触部に圧痕がそれぞれ1つ形成される。インデンタの試験片との当たり方は反力受けのそれとは異なるため、それぞれの接触部の横断面(試験片軸方向に垂直な面)に対し、SIM(走査イオン顕微鏡)およびSEM(走査型電子顕微鏡)による観察と元素分析を行った。観察の前処理として、ファインカッターでインデンタ・反力受けとの接触部を通るように試験片を軸方向に対して垂直に切断し、その切断面を#1000-#2000のエメリー紙で研磨した後、0.1 μm アルミナ懸濁液を用いてバフ研磨で鏡面状に仕上げた。観察・元素分析では、SEM/COMPO像観察から選定した分析箇所に対し、CP-200では波長分散型X線分光法(WDS: Wavelength Dispersive X-ray Spectroscopy)、CP-50ではエネルギー分散型X線分光法(EDS: Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)による元素分析を行った。分析結果はSKD11の主要な成分であるFe, Cr, C元素と本試験環境であるNの4元素で整理した。

4.4 観察・分析結果

本節では、CPを施していない未改質のSKD11の断面組織における観察結果、元素分析結果と

もに、CPを施したCP-200, CP-50の観察・元素分析結果を示し、CPによる表層の変化を比較する。

4.4.1 未改質材

図3に未改質材の断面組織のSIM像を示す。表面改質を行う前の組織には微細なマルテンサイト組織と炭化物が確認できる。旧オーステナイト粒の平均粒径は約7.4 μm、炭化物の平均粒径は約15.4 μmであった。

同図中の黄点におけるEDSによる元素分析の結果を表2に示す。基地組織であるマルテンサイト(③, ④)には、Fe元素の他、10%前後のCr元素とC元素が認められた。一方、炭化物(①, ②)では約30%のFe元素とC元素および約40%のCr元素が検出された。基地組織、炭化物ともにN元素は検出されなかった。

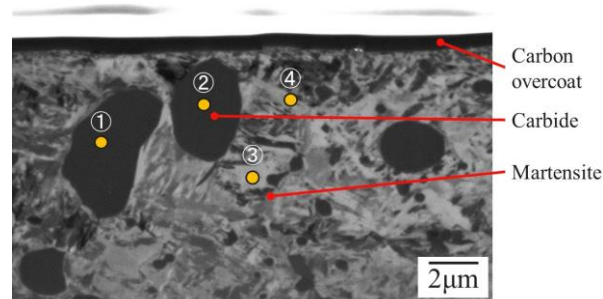


図3 未改質材における断面組織のSIM像

表2 未改質材におけるEDSによる元素分析結果 [mol%]

	①	②	③	④
Fe	28.47	28.62	72.24	83.47
Cr	39.72	39.68	12.23	6.87
C	27.36	27.47	15.53	9.66
N	0	0	0	0

4.4.2 CP-200

図4に、CP-200のインデンタ接触部断面のCOMPO像を示す。なお、COMPO像では、組織中の元素の原子番号差によってコントラストが生じるため、視野内の組成の違いを観察することができる。図4より、インデンタ接触部では炭化物以外にコントラストが異なる組織は観察されなかった。また、接触部断面一帯に元素分析を行ったが、表2に示した未改質材と同様の結果が得られ、Nは検出されなかった。

一方、反力受け接触部断面では、その表層の一部に炭化物とは異なるサイズ・形状の層が確認された。図5に、この層のCOMPO像、図6に、図5赤破線枠中の拡大図を示す。この層は表面に沿って約500 μmの範囲に形成されており、その厚さは最も厚いところでおおよそ10 μm程度であった。この層の成分を知るために、まず、図6中黄色の点で示した18点においてWDSによる元素分析を行った。

表 3 に、分析結果を示す. 表 3 より、どの分析点においても N が 20 mol%以上検出されたことから、この層は CP 試験中に形成された改質層であり、試験片周囲の N が侵入していることがわかった. 次に、改質層に存在する N 元素の試料半径(深さ)方向の分布を調べるため、図 6 に示した各 Line において試料表面から中心に向かって 2 μm 間隔で点分析を行った. 図 7 に分析結果を示す. 同図より、N の検出量は改質層と母材の境界(深さ 8–10 μm)で大きく異なり、母材からは N 元素は検出されなかった. 以上から、CP によって反力受け接触部には、表層 8 μm 程度の深さまで窒素が導入されたことが明らかになった. この改質層を SIM で観察したところ、図 8 に示すように、改質層(図中黄色実線・破線で挟まれた層)内には母材に見られるようなマルテンサイト組織は確認できなかった. つまりこの層は基地組織と異なる構造に改質された可能性が高い. また改質層はインデント接触部には認められず、反力受け接触部のみに形成されている. 反力受けは試験片に対して斜め方向から接触している(図 2)ことを考えると、加工時に接触面に生じる摩擦力が N 元素リッチな改質層形成の要因になったと考えられる.

表 3 CP-200 の改質層における
元素分析結果 [mol%]

元素	N	Fe	Cr	C
最大値	27.18	60.83	9.69	10.74
最小値	20.15	55.48	8.70	2.13
平均値	24.87	57.93	9.31	5.02
標準偏差	1.49	1.14	0.26	2.35

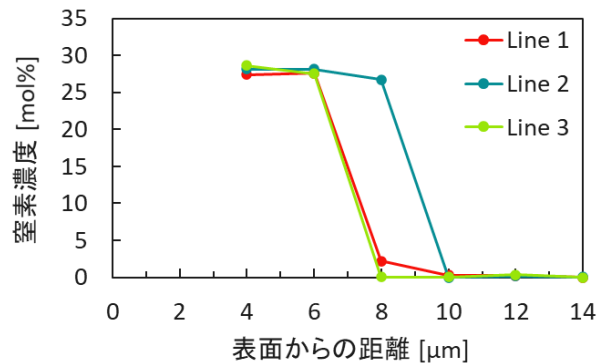


図 7 CP-200 の反力受け部における
N 元素の半径方向分布

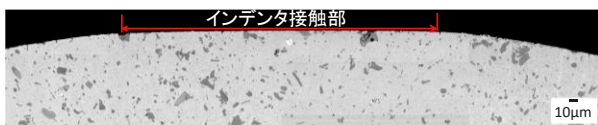


図 4 インデント接触部断面の COMPO 像
(CP-200)



図 5 反力受け接触部断面の COMPO 像
(CP-200)

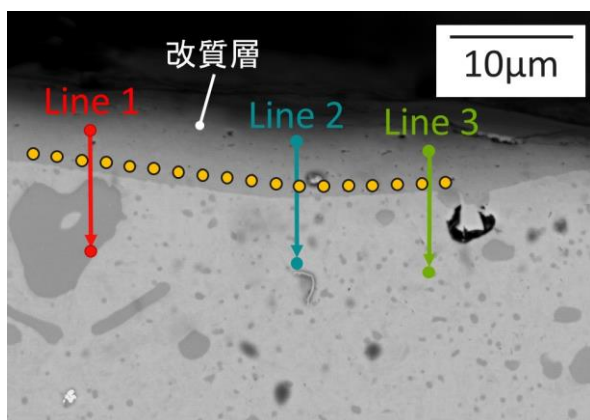


図 6 図 5 中赤破線枠部の拡大図

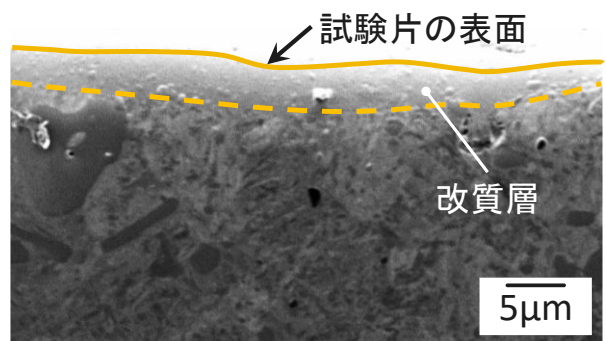


図 8 CP-200 における改質層の SIM 像

4. 4. 3 CP-50

CP-50 においても、インデント接触部断面の SEM/COMPO 像観察ならびに元素分析を行ったが、CP-200 と同様に改質層は確認できなかった. 一方、反力受け接触部断面には改質層と考えられる薄層を確認することができた. 図 9 に、薄層を撮影した COMPO 像を示す. この層の詳細を調べるため、同図中に黄色点で示した 5 点において EDS による元素分析を行った. その結果を表 4 に示す. 同表において、各分析点で検出された元素の濃度が CP-200 で観察された改質層(表 3)とほぼ同じであることから、CP-50 で観察された薄層は CP-200 にて観察された改質層と同じものであると考えられる. また、図 9 に示した各 Line において試料表面から中心に向かって元素分析を行い、半径方向の N 元素の分布を調べた. この結果を図 10 に示す. 同図より、いずれの Line においても改質層上の分析では N が 20 mol%ほど検出されたが、改質層と母材の境界では検出量が大きく減少し、母材では N が検出されないことが確認できた. この傾向も

CP-200 で確認された改質層と同様である。以上のことから、図 9 で確認されたこの薄層は、試験片周囲の N 元素が導入された CP による改質層であると考えられる。

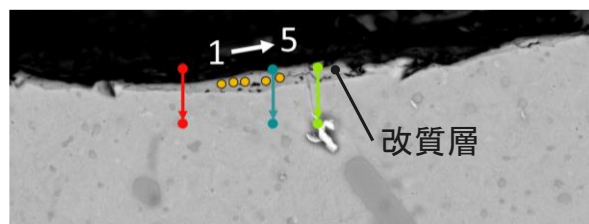


図 9 CP-50 の反力受け接触部の COMPO 像

表 4 CP-50 の改質層における
元素分析結果 [mol%]

元素	N	Fe	Cr	C
Point 1	23.24	61.31	10.98	4.47
Point 2	25.11	57.74	10.75	6.40
Point 3	24.20	57.12	10.72	7.96
Point 4	23.41	59.28	10.77	6.54
Point 5	22.74	59.67	10.93	6.66

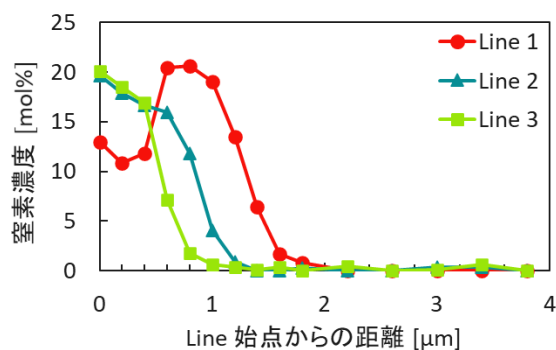


図 10 CP-50 の反力受け部における
N 元素の半径方向分布

4.5 ナノインデンテーション試験による硬さ測定

4.3 節で述べたように、CP-200 および CP-50 の反力受け接触部では、未改質材では確認されなかった改質層が形成されており、そこからは周囲の気体元素である N 元素が検出された。前述したように、これまでに本手法を S25C に適用した成果から、この N 元素は CP によって材料内部に侵入し、母材との間で新たな化合物層、すなわち窒化層を形成すると考えられ、これによって表面を母材よりも硬化させることが期待できる。そこで、本研究において比較的厚い改質層が得られた CP-200 に対してナノインデンテーション試験を行い、改質層とその周囲組織の深さ方向の硬さ分布を取得した。ナノ硬さ測定には、超微小押し込み硬さ試験機 (ENT-NEXUS, 株式会社エリオニクス) を用いた。図 11 にナノ硬さ測定を行った CP-200 の断面を示す。同

図に示した 2 本の Line に沿ってナノインデンタを試験力 10 mN で試料に押し込み、ナノ硬さを取得した。なお、Line 1 の始点は図 6 に示した改質層上に設定した。図 12 にナノ硬さ測定結果を示す。同図において、黒破線は、試料中央で測定した本試料のナノ硬さの平均値を表す。同図より、改質層 (表層から深さ 10 μm 程度) とその近傍の硬さが最も高く、材料内部の硬さと比較すると、表層の硬さは 30% 程度上昇していた。一方、ナノ硬さは試料中心に向かっていくに従って低下していき、試料表面から深さ 100 μm 以降は試料中央と同様の硬さとなった。すなわち、表層の窒素が導入された層だけでなく、試料表面から 100 μm ほどの深さまでは硬さが向上していることが確認できた。以上のことから、CP によって SKD11 表層の硬さを向上させることができたといえる。

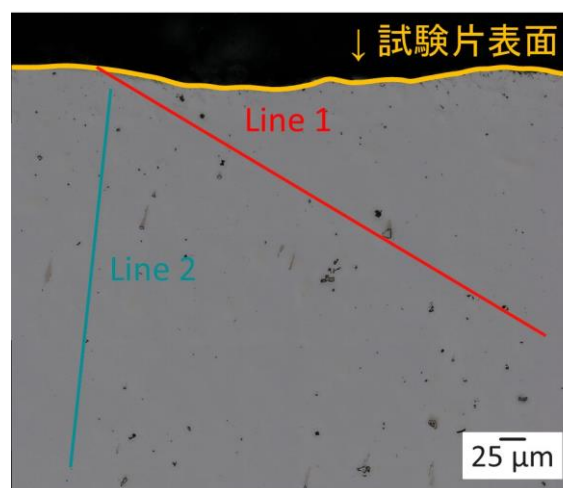


図 11 ナノインデンテーション試験位置

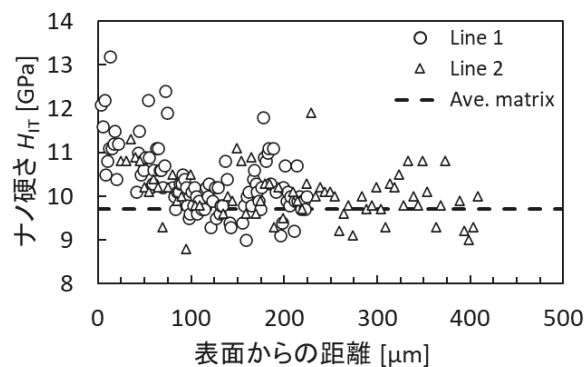


図 12 深さ方向のナノ硬さ分布

4.6 SCP への応用

以上の結果から、窒素環境中で CP を金型鋼に適用することで表層に窒素が侵入して窒化層が形成されたと考えられ、これによって表層を硬化させることができることが示された。一方、CP は表面の一点のみを改質する基礎技術であり、そのままでは機械部品一般に適用することができない。そのため、実用化を見据え、インデンタを走査する SCP の適用も試みた。

表 5 に SCP 試験条件を示す。荷重条件は CP で採用した条件の内、小さい方とした。また、加工領域は試験片中央から 4 mm の範囲とした。インデントの振動による総負荷繰返し数が 5.0×10^7 回であることから、これは加工領域において単位面積当たり 1.0×10^6 回の負荷を加えることに相当する。

図 13 に SCP 後の試験片外観を示す。試験片表面には、図中赤破線枠部において周囲と比べて明暗の異なる領域が確認された。SCP 試験では試験片に対して回転と送りが与えられるため、表面のある一定領域に CP 処理を施すことができた。今後、この領域において CP-200 や CP-50 と同様の分析を行い、表層への窒素導入の有無や改質層の形成について調べる予定である。

表 5 SCP による表面改質条件

試験片	SCP-50
最大圧縮荷重	490 N (50 kgf)
最小圧縮荷重	0 N
負荷繰返し数	5.0×10^7 回
周波数	100 Hz
負荷方式	軸荷重(正弦波)
回転速度	2 rpm
送り速度	0.01 mm/sec
試験環境	室温・窒素環境



図 13 SCP 後の試験片外観

5. まとめ(結言)

本研究では、冷間工具鋼 SKD11 に対して室温・窒素環境下で Cyclic Press (CP) を適用し、表面を硬化させる新たな表面改質技術の開発に取り組んだ。得られた主な結果を以下に示す。

- (1) SKD11 に CP を施すことで、反力受けとの接触部に母材とは様相の異なる、厚さ 10 μm 程度の改質層が形成された。

- (2) 元素分析の結果、この改質層から試験環境である窒素の元素が検出された。
- (3) ナノ硬さ測定の結果、改質層は母材と比較して約 30% 硬度が高かった。硬度は、表面から深さ方向に離れるに従って低下し、深さ約 100 μm 以深は母材と同程度の硬さを示した。すなわち、CP を適用することで表層の硬さを 30% 程度向上させることができた。
- (4) 改質層から窒素が検出されたことと硬度が高くなっていたことから、窒素環境中で CP を適用することで、常温で表面に窒化層が形成されたと考えられる。
- (5) 試験片に回転と送りを与えてその表面にインデントを相対的に走査させる Scanning Cyclic Press を適用した。これによって表面のある一定領域に CP 処理を施すことができた。

6. 参考文献等

- (1) 山中久彦, 「金型の熱処理と表面処理」, 表面技術, Vol.14, No.16 (1990), pp.603–608.
- (2) 松本良, 甲斐信宏, 富田雄人, 梶岡彰, 森章司, 宇都宮裕, 「ショットピーニング処理された超硬合金金型の表面性状の特徴と冷間リング圧縮における潤滑特性」, 塑性と加工, Vol. 56, No. 656 (2015), pp. 793–797.
- (3) 中村孝, 中谷建太朗, 宮崎数則, 藤村奈央, 柴山環樹, 和島達希, 「Cyclic Press による低炭素鋼のナノ微細化表面改質」, 日本機械学会 2016 年度年次大会, J1610202 (2016).
- (4) N. Fujimura, T. Nakamura, M. Ueno, “Nano-structural refinement of metallic surfaces by using low-compression cyclical loading”, Mechanical Engineering Letters, Vol. 4, (2018), Paper No. 18-00437.
- (5) 藤村奈央, 中村孝, 高橋航圭, 和島達希, 「Scanning Cyclic Press によるマグネシウム合金 AZ31 の表面改質と疲労特性改善効果」, 材料, Vol. 66, No. 12 (2017), pp. 906–912.
- (6) N. Fujimura, K. Ooga, K. Takahashi, T. Nakamura, T. Wajima, “”, Mechanical Engineering Journal, Vol. 7, No. 4 (2020), Paper No. 20-00007.