

液中パルス放電による工具鋼の局所表面硬化法の開発

大同大学 機械システム工学科
准教授 吉田 昌史
(平成 27 年度 一般研究開発助成 AF-2015015)

キーワード：工具鋼，放電，表面硬化，窒化

1. 研究の目的と背景

塑性加工用の金型と供試体との接触部には繰り返しの荷重が加えられるため、耐摩耗性を向上させる必要がある。現在では超ハイテン材の適用が増えており、成形時に金型へかかる負荷が高くなってきていることから、型寿命の大幅な向上が望まれている¹⁾。工具鋼に要求される特性は、冷間工具鋼には耐摩耗性、静的強度、疲労強度、じん性などが要求され、熱間工具鋼には、高温硬さ、耐熱性、耐酸化性などが要求される²⁾。これらの特性を引き出すために、焼入れ焼き戻し処理やプラズマ処理による硬質皮膜の生成などの表面硬化が行われている³⁻⁴⁾。焼入れ焼き戻し処理は、高温で処理を行うことから、ひずみが大きく処理品寸法の緻密な制御を行うことは困難とされている。一方、PVD 法（物理的蒸着法）による成膜法は高温焼戻し温度以下である 500℃以下で処理できるため、金型の熱変形が小さい。そのため、成膜後の金型寸法の修正等が不要であるという利点があるが、皮膜は被加工材と十分な密着力が得られにくく、耐久性に乏しいという問題がある。以上のように、熱変形の抑制と高い耐久性を両立させることができる金型の表面硬化法の開発が望まれる。金型の熱変形を大幅に低減させる方法の一つとして、局所硬化処理の適用が考えられる⁵⁻⁷⁾。金型全体を加熱・急冷するのではなく、部分的に負荷がかかる箇所のみを硬化させることが可能となれば、熱変形の大幅な低減が実現する。

工具鋼の表面硬化法の一つとして窒化処理がある。熱間鍛造用金型の摩耗寿命の向上やダイカスト金型の溶損を押さえる目的で古くから適用されてきた。しかし、窒化処理で生成される硬質皮膜は化合物層（窒化鉄： ϵ 相・ $\text{Fe}_2\text{-}_3\text{N}$ 、 γ 相・ Fe_4N ）であり、この層が表層に生成された場合は、表面は高硬度になるものの耐久性が乏しくなるという問題がある⁷⁾。高い耐久性を得るためには、表層にじん性のある窒素拡散層のみを生成させる必要がある。

局所的に窒素拡散層を生成できる技術の開発が可能となれば、低熱変形・高耐久性を有する金型が実現可能となる。これに応える一つの方法として、放電加工技術を応用する方法が考えられる。そこで、本研究では液中放電を利用し、工具鋼の表面硬化法の実証を試み、局所的に硬化させる新しい表面硬化法を提案することを最終目的としている。

2. 実験方法

2.1 実験装置の概要と実験条件

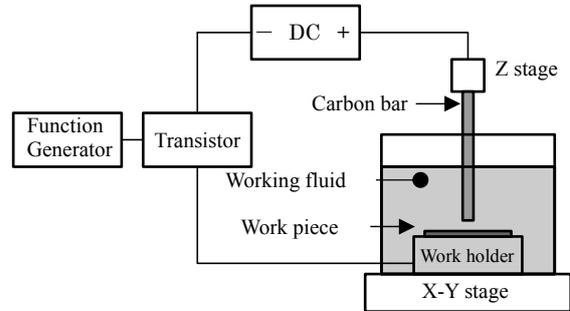


図1 表面改質装置の概略

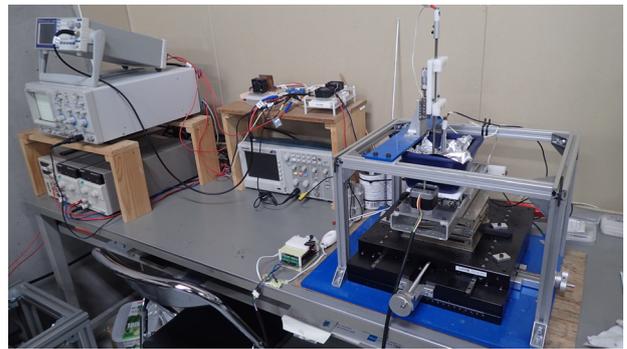


図2 表面改質装置の外観

本研究で使用した表面改質装置の概略を図1に示し、図2に外観を示している。この装置は電極、直流安定化電源、ファンクションジェネレーター、加工槽で構成されている。電極には、陽極に $\phi 5\text{mm}$ の炭素棒、陰極には供試体とした。電極間に 50V～350V の電圧を印加し、炭素と供試体の間で放電を発生させた。図1に示すように、ファンクションジェネレーターでトランジスタを駆動させ、放電をパルス化した。パルス条件は周波数 1kHz、デューティー比 0.5 とし、液体窒素中で 20 min～180 min の間放電を維持させた。放電条件の影響について検討するため、バイポーラパルス電源（栗田製作所社製）を用いて、表面改質を行った。

表面処理方法は、最初に陽極を供試体から数 cm 離れた状態で、所定の電圧に設定する。その後、Y 方向モーターを作動させた。放電が起こる極間距離まで陽極を Z 軸ステージで移動し、放電を発生させた。所定の処理時間後、電源を切り、Y 方向モーターを停止した。供試体を供試体固定台ごと取り出した後、冷水で常温に戻した。バイポーラパルス電源を用いたときは、電極を固定した状態で放電

を行った。放電条件は、無負荷電圧 600 V、電流値 3~5.5 A、周波数 1~30 kHz とした。

2・2 供試体

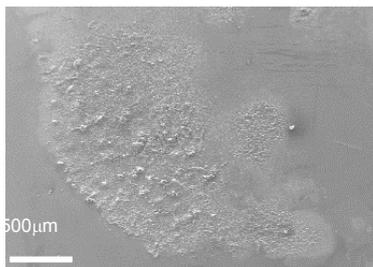
20 mm × 10 mm × 5 mm の SKD61 を用いた。供試体は焼入れ・焼戻し処理を施し、熱処理後のビッカース硬さは 490 HV0.01 であった。熱処理した供試体は耐水研磨紙およびアルミナ懸濁液を用いて研磨することにより、鏡面 ($R_a = 0.014 \mu\text{m}$) に仕上げた。なお、予備実験として 20 mm × 10 mm × 3 mm の S50C も用いた。

3. 実験結果および考察

3・1 S50C の処理後の表面分析結果

図 3 は S50C に対して無負荷電圧 350 V、約 20 分間させた後の表面状態 (上図) と窒素の元素分布結果 (下図) を示している。図 3 の上図を見ると、放電後は放電前の表面状態よりも凹凸が確認でき、火花放電により熱的な影響を受けたものと考えられる。下図の窒素分布結果から、放電を行った箇所に窒素が分布していることが確認された。次に、グロー放電発光分析 (GD-OES) を用いて、窒素の浸入深さを調査した。図 4 は放電処理前後の深さ方向の窒素、酸素、炭素の分布を示している。未処理のときは、表層には窒素がほとんど侵入していないことが分かる。また、極表層で僅かに酸素が検出されているが、これは表層の酸化物や付着物などが原因と思われる。処理後の結果を見ると、C、N、O ともに表層の濃度は高く、深さ方向に徐々に濃度が低下している。未処理の結果と比べても、明らかに C、N、O はバルク側に浸入していることが分かる。このこと

SEM image



EPMA map for nitrogen

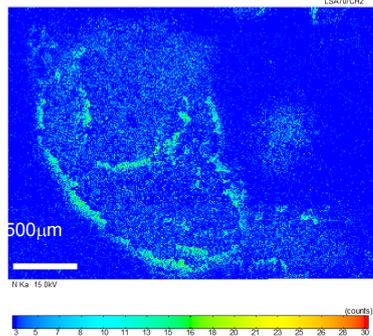


図 3 放電処理後の供試体表面と窒素分布

から、液体窒素中放電でも窒素の拡散が可能であるということが分かる。N 以外に C や O が拡散していることについて検討する。電極に炭素棒を使用しており、この炭素が被加工材に付着し、それが分析結果に影響を与えたものと考えられる。酸素も未処理に比べ僅かにバルク側に浸入しているが、これは液体窒素中に存在する微量酸素や表層に付着した酸素成分が供給源と思われる。

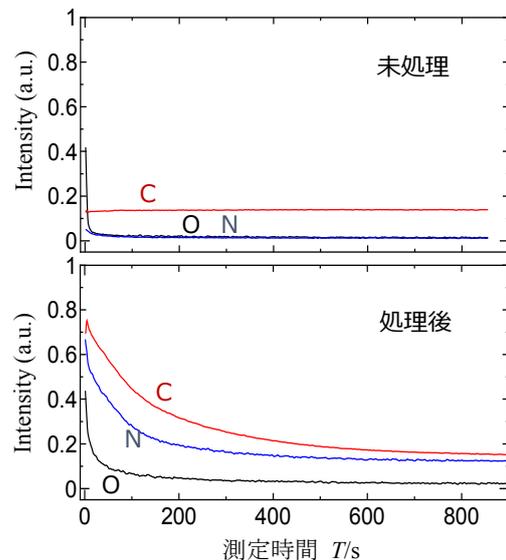


図 4 処理前後の元素分布

3・2 工具鋼の断面組織と元素分布

工具鋼である SKD61 に対して無負荷電圧 200 V として液体窒素中で放電処理を 2 時間行った。図 5 は放電後の断面組織結果である。表層には母材とは異なる層が観察され、放電により材料が除去された痕跡などは見られなかった。この層に対して EPMA を用いて元素分布を確認した結果、図 6 に示すように表層から数 μm で窒素濃度が高いことが分かり、SKD61 においても液体窒素中での放電により、被処理材の形状を維持したまま窒素を浸入させることが分かった。一般に放電加工では加工後に、母材とは異なる層が生成されることが広く知られている。この層

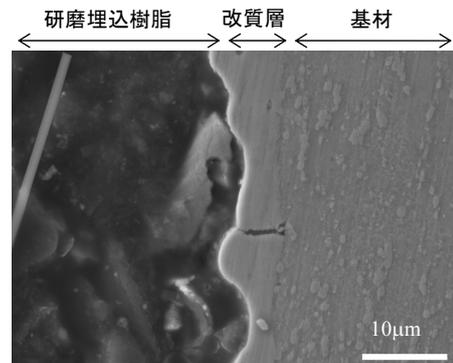


図 5 放電処理後の被処理材断面

は、母材が溶融し再凝固したものであり、再凝固後は引張残留応力が働いていると考えられている⁸⁾。図5に示すように改質層にクラックが確認できたことから、改質層は放電により溶融し再凝固したものと考えられる。さらに、窒化反応は溶融し再凝固するわずかな時間で起こったものと考えられる。

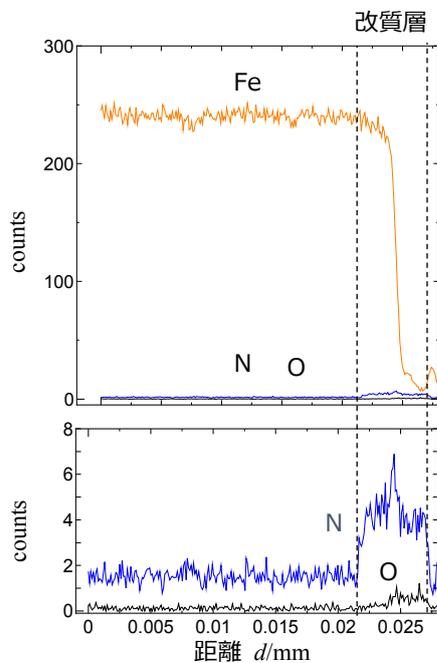


図6 SKD61の放電処理後の元素分布

3・3 液体窒素中放電で形成された改質層の構成相

X線回折を用いて改質層の構成相を調べた。この結果、母材の α -Feとともに $\text{FeN}_{0.076}$ のピークが検出された。ガス窒化法やイオン窒化法で生成される窒化層は ϵ 相(Fe_{2-3}N)や γ' 相(Fe_4N)で構成されている。液体窒素中放電で生成される相は、これまで報告されている ϵ 相や γ' 相とは異なる相が生成されることが分かった。

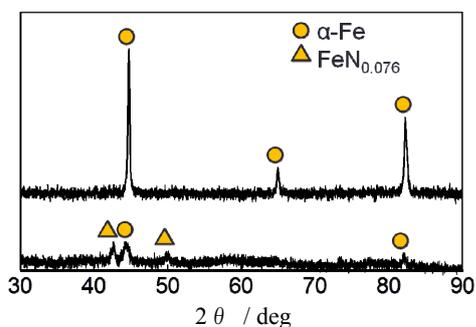


図7 処理前後のX線回折結果

3・4 加工液の影響

加工液に液体窒素および尿素水を用いて、電圧200V、

処理時間1hで放電処理を行った後の断面硬さ分布を測定した結果を図8に示す。液体窒素は表層部では700HV近くまで硬くなった。これに対し、尿素水を用いた場合は、最表層が最も低く材料深部に向かって硬さが増加する傾向となった。放電加工で発生する火花の温度は瞬時ではあるが数千度といわれている。この熱の影響により、加工液の温度は上昇しているものと考えられる。尿素水は導電率が高いため、通電による温度上昇が寄与し、冷却作用が低下したのと考えられる。したがって、尿素水で加工した場合は、熱の影響により表層で硬さが低下したのと考えられる。

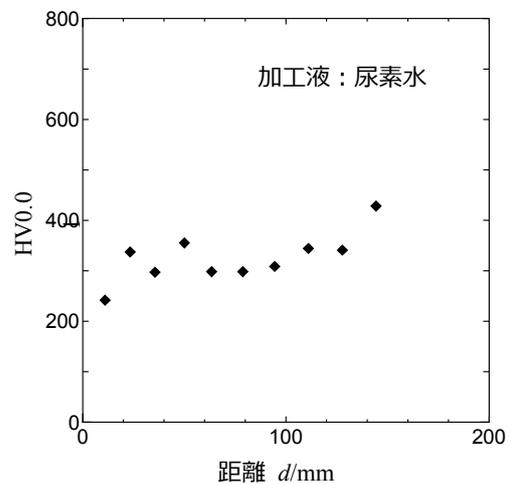
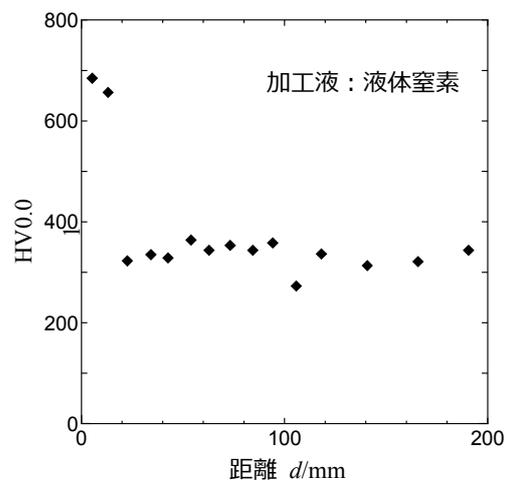


図8 硬さ分布

3・5 電極材質の影響

電圧200V、処理時間1hの放電条件で、電極に炭素および純鉄を用いて処理を行った。改質層厚さについてまとめたものを図10に示す。電極に炭素を用いたときよりも純鉄を用いたときの方が、僅かに改質層厚さは増加する結果となった。放電処理中は電極が崩壊し、供試体表面に電極材が付着することがあることから、改質層厚さが僅かに

増加したものと考えられる。

3・6 極性の影響

電極に純鉄を用いて、逆極性および正極性で放電処理を行った。電圧 200V、処理時間 1h とし、改質層厚さを測定した。なお、供試体をマイナス、電極をプラスとする場合を逆極性、供試体をプラス、電極をマイナスとする場合を正極性と呼ぶ。図 11 に改質層厚さに及ぼす極性の影響の結果を示す。逆極性よりも正極性の方が改質層厚さは明らかに増加している。供試体を正極性として放電を行うと、電極材料が加工物表面に移行されることが既に報告されている⁹⁾。本研究においても電極材質の純鉄が崩壊し、供試体表面に移行したことにより改質層厚さが正極性の方が増加したと考えられる。

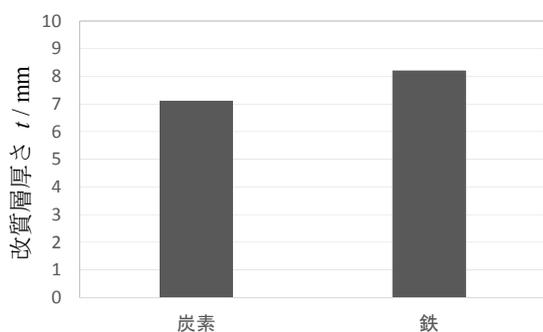


図 9 電極材質の影響

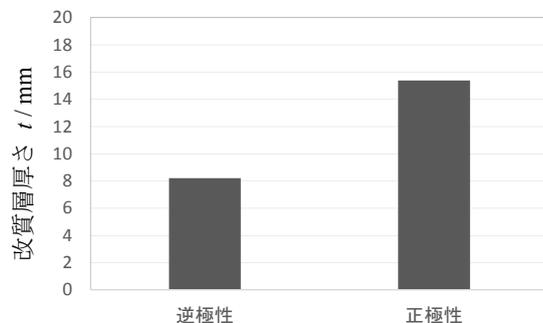


図 10 極性の影響

3・7 放電条件の影響

バイポーラパルス電源を用いて処理を行った試料に対して、X線回折を行った。この結果を図 12 に示す。バイポーラパルス電源を用いたときも、図 7 と同様に FeN_{0.076} の窒化物が生成されており、生成される窒化物は放電条件には大きく影響を受けないと思われる。

図 13 は改質層厚さと処理時間の関係を示している。放電条件は、電流 5.5A、周波数 30kHz とし、処理時間を 1 分～60 分で変化させ、改質層厚さを確認した。処理時間の増加にともない、化合物層厚さは急激に減少しており、30 分以降では厚さの減少が緩やかになる傾向にある。このことから、化合物層の生成に及ぼす処理時間の影響は、数分以内で顕著に表れることが明らかとなった。放電による生

成熱は数千℃といわれている。また、放電時には衝撃圧力が発生し、表層溶融部の飛散除去が行われる¹⁰⁾。このため、処理時間の増加とともに改質層厚さが減少したと考えられる。なお、改質層の厚さに及ぼす周波数の影響について検討したが、改質層厚さと周波数との関係に明確な傾向は認められなかった。

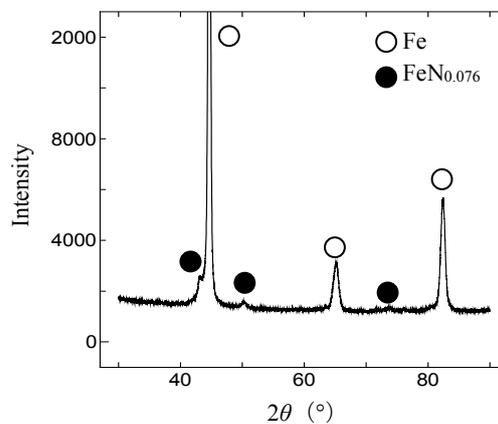


図 11 X線回折結果

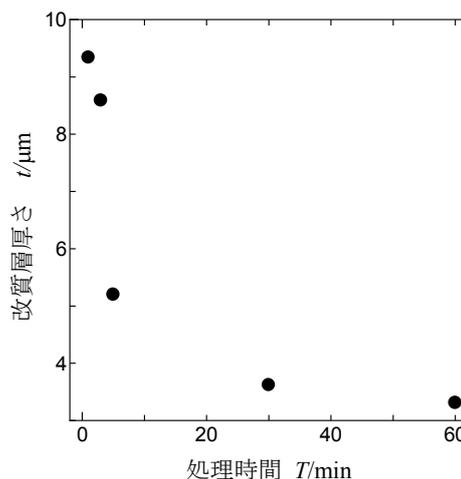


図 12 化合物層厚さと処理時間の関係

3・8 皮膜密着性の評価

加工液に液体窒素を用いて放電を行ったときに生成された改質層に対し、ロックウェル硬さ試験を行い、改質層の密着性の評価を行った。電圧 200V と 300V とし、処理時間 2h で処理をしたものに対し、試験を行った。この結果を図 12 に示す。200V、300V で処理したものは未処理のもの比較すると表面が大きく荒れているが、いずれも明瞭な円形の圧痕が形成されている。200V の結果を見ると、改質層に亀裂あるいははく離などは認められない。

4. まとめ

局所的に窒素拡散層を生成できる技術の開発を目的とし、液中放電を用いた表面改質法について検討した。得ら

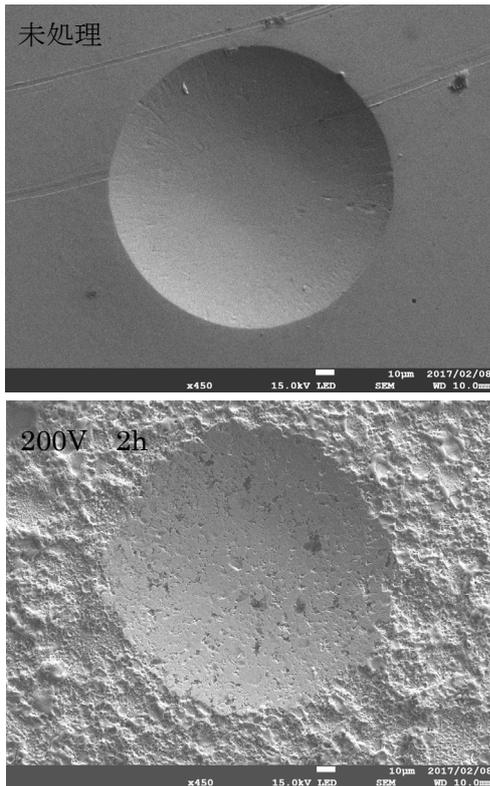


図 13 圧痕の観察 (SEM 像)

れた結果を以下に示す。

1. 液体窒素中放電により、窒素拡散層および窒素化合物層を生成できる。生成された窒素化合物層は $\text{FeN}_{0.076}$ である。
2. 改質層は放電により溶解し再凝固したものと考えられる。さらに、窒化反応は溶解し再凝固するわずかな時間で起こったものと考えられる。
3. 液体窒素は表層部では 700 HV 近くまで硬くなった。これに対し、尿素水を用いた場合は、最表層が最も低く材料深部に向かって硬さが増加する傾向となった。

4. 電極材質の影響について検討した結果、炭素電極より純鉄を用いたときの方が、僅かに改質層厚さは増加した。放電処理中の電極崩壊が増加原因と考えられる。
5. 極性の影響について検討した結果、逆極性よりも正極性の方が改質層厚さは増加することがわかった。電極材質材料の加工物表面への移行によるものと考えられる。
6. バイポーラパルス電源を用いて処理を行った結果、 $\text{FeN}_{0.076}$ の窒化物が生成された。また、処理時間の増加にともない改質層厚さは減少した。これは、放電時の衝撃圧力による表層溶解部の飛散除去によるものと考えられる。
7. 改質層の密着性を評価した結果、圧痕周囲に大きな亀裂が認められなかった。

謝 辞

本研究は公益財団法人天田財団の一般研究開発助成 (AF-2015015) によって実施されました。ここに深く感謝の意を表します

参考文献

- 1) 横井大円・清水敬介・春名靖志: Sanyo Technical Report, 15-1 (2008), 53.
- 2) 河田一善, SOKEIZI, 52-6 (2011), 7.
- 3) 藤波泰志・檜原真司・岡崎尚登・大原久典・今井 修: 日新電機技報, 57-2 (2012), 32.
- 4) 辻井信博: Sanyo Technical Report, 7-1 (2000), 65.
- 5) 牧 清二郎: 天田財団助成研究成果報告書, 29 (2013), 17.
- 6) 清水禎樹: 天田財団助成研究成果報告書, 23 (2010), 199.
- 7) 市來龍大, 永松寛和, 井上貴史, 山本宏文, 赤峰修一, 金澤誠司: 大分大学工学部研究報告, 61-2 (2014), 1.
- 8) 増井清徳, 曾根 匠: 精密工学会誌, 57-6 (1991), 945.
- 9) 恒川好樹, 毛利尚武: 表面技術, 51-4 (2000), 342.
- 10) 毛利, 精密工学会誌, 71-5 (2005), 537.