

MECHANICAL 表面改質&表面試験・評価の技術情報誌

# SURFACE TECH

隔月誌  
メカニカル  
サーフェス・テック

2018

4

<http://surface.mechanical-tech.jp>

No.043

特集

工具・金型の表面改質

キーテク特集

熱処理

# ICBP<sup>®</sup> NANO

コンパクト・セル型低圧浸炭設備



パーカー熱処理工業株式会社  
PARKER NETSUSHORI KOGYO CO.,LTD.

# 微粒子衝突法の 工具・金型への新しい展開

(株)不二WPC取締役 技術部 部長 熊谷 正夫



## 1. はじめに

微粒子衝突法はショットピーニングの一種で、数10 $\mu$ m程度の微粒子を高速(100m/s程度)で鉄鋼材料など金属基材(製品)表面に投射する表面改質法である。投射粒径が小さいことにより、容易に被投射部材表面に塑性変形をもたらす。表面の塑性変形は材料表面に転位などの結晶欠陥をもたらす。また、塑性変形による表面形状(凹凸)は、摺動部品の油保持などの効果により、摺動性を向上させるなどの効果が得られる。商用的にはWPC処理と呼ばれ、各種歯車、シャフトなどの自動車関連部品、金型や刃物などの加工用治具、バネなどに用いられている。また、複合処理が容易なため硬質膜の下地にも用いられている。

微粒子衝突法は、塑性変形を利用する改質手法のため、対象となる材料は鉄鋼材料をはじめとした金属材料が主体であり、塑性変形の起きにくい超硬材を含むサーメットやセラミックスへは積極的な適応は多くない。また、鉄鋼材料などでは転位などの結晶欠陥は温度上昇に伴い回復するため、通常は熱処理等の前に実施される。

本稿では、超硬合金への微粒子衝突法の適応例と熱処理前に処理を施し、窒化層の摺動性向上を図った例について紹介する。

## 2. 超硬合金への 微粒子衝突法の適応

超硬合金(サーメットも含む)は、耐摩耗材料として金型や切削・成形加工用工具に用いられている。金型や切削工具に求められている材料特性として、硬度(変形し難さ)、耐摩耗性が挙げられる。塑性加工は金型の転写であるために、金型の変形が小さいこと、摩耗が少ないことが製品精度の向上につながる。また、切削・成形加工用工具でも同様に製品精度や製品外観の向上をもたらす。そのため、高硬度・高耐摩耗性の材料である超硬合金やサーメットは金型や工具に適した材料である。しかし、超硬合金は加工が難しい、脆性材料であるために欠け易い、値段的に高価である、といった問題点がある。

一方、放電加工の技術的な進歩や機械加工用工具、加工機の開発の進展もあり、超硬合金の加工が以前より容易になったこと、製品精度の向上の要求が強くなったことなど、超硬合金の金型や刃物の使用が拡大すると考えられる。とりわけ自動車関連では、車載リチウムイオン電池の大容量化に伴う電極(Cu,Alなど)の薄型化に対応した切断性能の高度化要求をはじめ、電池用ケース加工用金型など車載用部品加工への超硬合金の必要性は高まっている。また、超硬合金そのものにおいても超微細粒超硬、結合相(Co,Niなど)の変更やDLCをはじめとした硬質薄膜との複合など進歩が著しい。

超硬材料の硬度、靱性などの物性は主としてバインダーの成分、量ならびにタングステンカーバイドの粒径で制御されている。また、機械的な特性は硬度、抗折力(折れやすさ)、破壊靱性(亀裂の進みやすさ)で示される。一般に鉄鋼材料などと同様に、硬度と破壊靱性、抗折力などは相反する関係にあるため、耐摩耗性を向上させると壊れやすくなる。前述のように超硬合金の課題は高価であり、欠け易いことにあり、硬度を維持したまま抗折力や破壊靱性が向上すれば、格段に使用範囲の拡大が望める。

超硬合金やサーメットへの微粒子衝突法の適応では、超硬合金金型の寿命延長、サーメットのチッピングから摩耗への故障要因の変化や超微粒超硬の凝着性材料(銅、アルミニウムなど)に対する摩耗の低減などの結果が得られているが、メカニズムや処理条件についてはあまり明確になっていない。その理由は、微粒子衝突法が表面の塑性変形による残留応力や形状形成を目的としているために、塑性変形が小さい超硬合金(サーメット)やセラミックスへの系統的な検討があまりなされていないことによるものである。

超硬合金への微粒子衝突法の適応の基礎的なデータとして破壊靱性、抗折力ならびに残留応力を測定した結果を示す。投射粒子として、通常のショットピーニング粒子(鉄鋼系)、鉄鋼系粒子(圧力を変化させた2条件の(a)と(b))、セラミックス粒子(c)を用いた。基材としてWC-Coの通常の超硬合金(タングロイ製TH10)ならびにバインダレス超硬合金を用いた。破壊靱性試験は圧子圧入(IF)法で行った。IF法は、試験片の表面にピッカース硬さ計で圧痕をつ

け、圧痕の端からの亀裂の長さを観察して計算式で破壊靱性を求める方法である。抗折力試験は処理による欠陥導入が想定されるため4点曲げ試験で評価した。4点曲げ試験は下部支点間で引張応力が一様になる領域が大きく、微粒子衝突法により導入される表面欠陥に鋭敏である。通常超硬合金 (TH10) の破壊靱性 (KIC) ならびに抗折力 ( $\sigma$ ) の結果を図1に示す。バインダレス超硬合金もほぼ同様の結果となっている。

通常のショットピーニングでは破壊靱性、抗折力ともほとんど効果がないばかりか、抗折力の低下が見られ、微粒子衝突法ではいずれも破壊靱性の向上が見られる。残留応力の測定結果と破壊靱性の相関を図2に示す。残留応力と破壊靱性の間には良好な相関関係が見られる。破壊靱性値の向上は、超硬合金のチップニングなどに対して有効である。また現在、靱性、硬度や加工精度の向上を目的とした、超硬合金の微粒子、超微粒子化が進んでいるが、微細化はWC粒子の保持力の低下をもたらし、銅やアルミニウムなどの凝着性金属に対してはWC粒子の脱落による摩耗の進行などをもたらし、WC粒子の保持力に対しては圧縮残留応力の付与は有効に働くと考えられる。一方、抗折力に関しては相関性は高くなく、処理条件により低下する場合もある。処理前後の表面の走査電子顕微鏡の結果を図3に示す。処理により粒子の脱落やバインダーの除去などの損傷が観察され、抗折力の低下の要因と考えられる。この抗折力の低下は、残留応力の付与による抗折力の向上と、投射によって導入される表面欠陥による抗折力の低下が拮抗する過程と考えられる。従って、表面損傷をもたらすことなく圧縮残留応力の付与ができれば、超硬合金の特性改善が大幅に向上すると考えられる。現在、投射粒子の選択や処理条件の最適化によって、上記課題に関して有効に機能する処理を開発中である。

### 3. 微粒子衝突法による潤滑性窒化層の形成

微粒子衝突法を金属系材料 (主として鉄鋼材料) に適応した場合、圧縮残留応力の付与による疲労強度の向上が主要な目的となる。圧縮残留応力は被投射材表面の塑性変形による結晶欠陥(点欠陥、

転位など) に起因して生成する。それら結晶欠陥は熱により回復するため、付与した残留応力は解放される。従って、微粒子衝突法は熱処理工程以前に実施するのではなく、最終的処理として実施されることが一般的である。

一方、微粒子衝突法は材料表面に大きな結晶欠陥層を形成する処理であり、

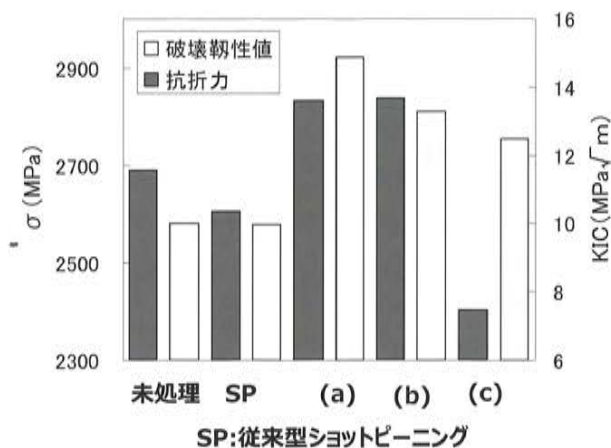


図1 超硬合金 (TH10) の破壊靱性値と抗折力 (a) 鉄鋼 (強)、(b) 鉄鋼 (弱)、(c) セラミックス

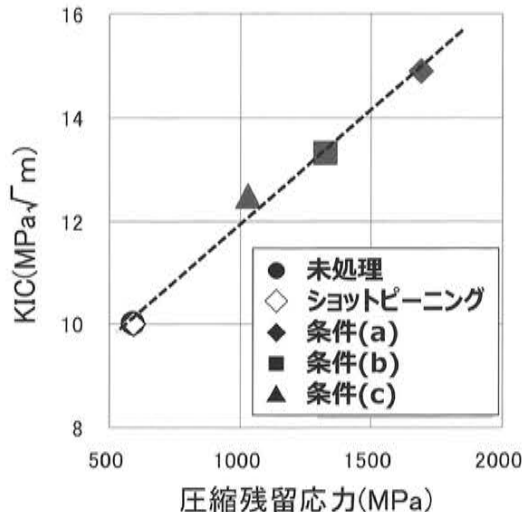
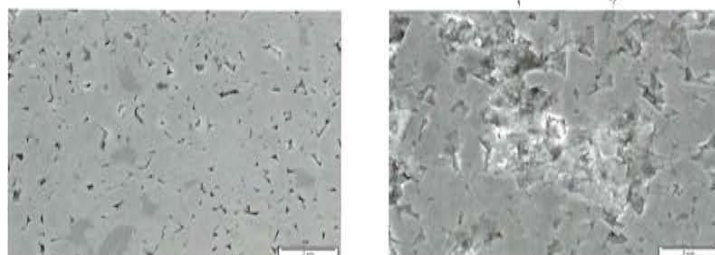


図2 超硬合金 (TH10) の破壊靱性値と残留応力の関係 (a) 鉄鋼 (強)、(b) 鉄鋼 (弱)、(c) セラミックス



(a) 処理前 (b) 処理後: 鉄鋼 (強)

図3 超硬合金 (TH10) の処理前後の走査電子顕微鏡写真

窒化など表面熱処理などにおける表層の結晶成長を制御することが可能である。

窒化、軟窒化では窒素拡散層の上部に白層と呼ばれる化合物層が形成される。化合物層は鉄窒化物を主体とした窒化物・炭化物・炭窒化の複合層であり、 $\epsilon$ 相 ( $\epsilon$ -Fe<sub>2-3</sub>N)、 $\gamma$ 相 ( $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N) などが形成される。化合物層 (特に  $\epsilon$  相) との扱いは高硬度のため耐摩耗性、耐かじり性、耐焼付き性を有するために積極的に利用する場合、あるいは  $\epsilon$  相が脆性的なため疲労破壊の要因となるために除去する場合、窒化ポテンシャルなど窒化のパラメータを制御し延性的な  $\gamma$  相を用いる場合など様々であり、完全に確立しているとは言い難いのが現実である。

ここでは、熱間鍛造用金型 (SKD61) に微粒子衝突法後にガス軟窒化を施し摺動性向上を図った結果を紹介する。通常、ガス軟窒化によって約 10 $\mu$ m 程度の化合物層を形成し熱処理前の微粒子衝突法の有無による摺動特性の違い、ならびに化合物層の TEM による構造解析を行った結果を示す。形成された化合物層は X 線回折 (XRD) の結果では、いずれも  $\epsilon$  相で結晶構造的には同一と考えられる。各試料のボール・オン・ディスク摩擦試験の結果を図 4 に示す。微粒子衝突法により化合物層の摩擦係数が低下し摺動特性が向上していることが確認される。各試料の TEM-EDX の結果を図 5 に示す。試料は FIB により切り出し化合物層の基板近くについて観察した。処理試料は化合物層内のクロム窒化物 (Cr-N) が微細化していることが確認される。化合物層下部は微粒子衝突法による圧縮残留応力の最大部であり、転位による歪エネルギーの蓄積している部分であり、結晶成長の核生成が起きやすく微細結晶が生成したと考えられる。窒化層中のクロム窒化物等や結晶サイズと摺動特性などに関しての知見はあまりないために摺動特性向上の機構に関しては不明であるが、実験結果からは上記の微細構造が摺動特性に関与していると考えられる。

実際、上記処理により熱間鍛造金型、

とりわけ材料流動の大きな箇所では熱負荷、摩擦熱などによる損傷が大幅に低減され金型寿命の延長がなされている。

鉄鋼材料に限っても、微粒子衝突法の処理条件によりナノ結晶化や微結晶化など種々の金属組織の変化が実現できる。また、圧縮残留応力の要因として転位などの結晶欠陥が導入され歪エネルギーが蓄積される。歪エネルギーは熱処理による再結晶化や化合物生成の駆動力となるため、熱処理後の金属組織ならびに特性を制御できる可能性がある。現在、微粒子衝突法により導入される結晶欠陥と熱処理に関する系統的な研究はほとんどなされておらず今後の重要な課題と考えられる。

#### 4. おわりに

微粒子衝突法の超硬材料ならびに窒化時の化合物層の特性制御について紹介した。微粒子衝突法により基材に与える効果としては、投射する粒子 (メディア) の形状の転写 (形状形成、塑性変形)、運動量・エネルギー (転位などの内部歪) や粒子を構成する元素 (複合組織、被覆) など、様々なものがあり通常は複合して付与される。対象とする基材の諸特性によって必要な特性を有効に付与することにより、表面改質法として新たな特性付与の可能性があると考えられる。

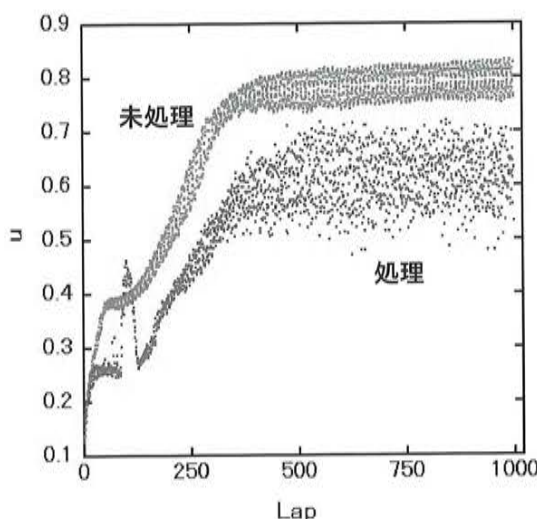
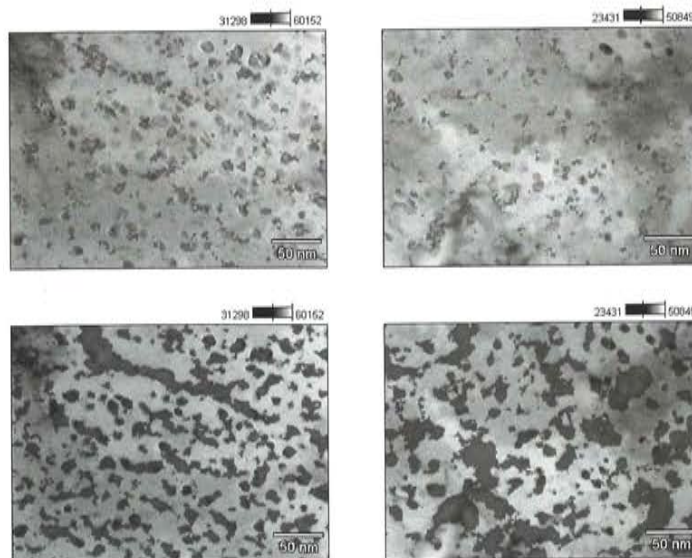


図 4 摩擦試験結果 (処理の有無)



(a) 処理

(b) 未処理

図 5 処理の有無による Cr-N の析出の違い (TEM-EDX)  
TEM 像 (上段)、TEM 像と Cr-X 線像の重ね合わせ