

生産用金型の高度化・高精度化技術の開発 (第2報) *1

—窒化処理した放電加工面の熱疲労挙動—

日原 政彦・萩原 茂・八代 浩二・佐野 正明

Development of High Quality and High Accuracy Technologies of Various Dies (2nd report)

—Thermal Fatigue Characteristics on EDMed Surface Treated by Gas-Nitriding Process—

Masahiko HIHARA, Shigeru HAGIHARA, Koji YATSUSHIRO and Masaaki SANŌ

要 約

本研究は放電加工後に存在する変質層の改善を目的として実施した。評価はこの素材が熱間金型用工具鋼であり、金型の使用過程において熱サイクルが繰り返し負荷されることを想定し、実機に類似した熱疲労試験により行った。クラックの進展は放電加工後窒化処理を行うと遅延し、熱疲労特性が改善された。熱疲労試験後の断面に存在した最大クラック長さは放電加工後のそれに比較し短くなった。試験後の窒化処理層の分析において、窒素化合物は試験過程で分解するが、拡散層は残存した。クラックの進展の抑制効果はこの拡散層の存在が大きな役割を果たしている。

Abstract

In this study, the thermal fatigue characteristics on an EDMed hot die steel samples treated by gas-nitriding process were investigated. Evaluation of the effect was made by using thermal fatigue apparatus. Cracks prevented from growing by the nitride layer formed by the process. Total cracks seen on the section of the die steel were considerably fewer in number than EDMed one after a thermal fatigue test. It is suggested that the treatment to EDMed surfaces improves the life of die steels. Furthermore, a nitrided layer was decomposed by the thermal fatigue test and turned into a diffusion one that reduce the growth of the cracks.

Key word: EDM, gas-nitriding, thermal fatigue, improving EDMed surface.

1. 緒 言

金型加工において、形彫り放電加工法は有効な加工手段となっている。しかし、放電加工後の表面には加工変質層と呼ばれる浸炭された溶融再凝固層が存在し、この層の存在は金型の品質や寿命を著しく左右させる要因となる。

特に、金型表面に加熱-冷却の熱サイクルが負荷されるダイカスト金型、熱間鍛造金型、押し出し金型およびガラス金型等の場合、放電加工後の表面の健全性維持と後処理により金型の寿命や安定性が著しく異なることが知られている。

また、熱疲労試験により加熱-冷却の熱サイクルを放電加工面に負荷すると、加工面からの残留応力分布形態は加工後に存在した引張残留応力の残存と、その直下に新たな圧縮残留応力の存在が認められた¹⁾。

この応力分布形態は放電加工後の変質層近傍に存在した応力と加熱-冷却の繰返し熱サイクル過程で発生した熱応力との相互作用に起因した挙動であることを明らかにした。

また、放電加工面の引張残留応力は熱疲労試験過程でクラックの発生を誘発させる原因となり、クラック内の酸化物形成に伴うクラック近傍の生地の脱元素による耐熱疲労特性の低下ならびに試験過程での生地の軟化との相乗作用により大きなクラックに成長する機構をとる²⁾。

ダイカスト金型の場合、放電加工面の改善には変質層を除去した後、熱処理等³⁾により焼戻しマルテンサイト組織とし、加工部の健全化を図っているが、磨き作業の不完全性や工数の増加等で有効な改善策は見いだされていない状況である。

近年、ダイカスト金型の寿命向上を目的としてガス窒化処理が金型に行われているが、処理面の熱疲労特性の検討を行うと、表面近傍に存在する拡散層がクラックの進展を阻止し、熱疲労特性の向上に有効であることが認められて

* 1 本報告書は平成5年度から3カ年計画で行っている「国庫、技術開発研究費補助事業、広域共同研究」により得られた研究成果の一部である。

いる⁴⁾。

また、ガス窒化処理は処理温度が550℃程度のため、金型の変形が少なく、加工部の焼戻し処理を併用できる利点があり、金型の健全化には有効な表面処理および放電加工面の改質手法となっている⁵⁾。

これらの状況から、放電加工面の改善を目的にガス窒化処理した金型鋼の熱疲労特性の検討は、ダイカスト金型の品質安定化にとって意義あるものと考えられる。

そこで、形彫り放電加工後、ガス窒化処理を施し、その熱疲労特性について、残留応力、クラック発生数等の測定ならびに表面の窒化物・炭化物の挙動およびクラックの進展挙動等の観察から、放電加工した金型鋼の品質安定性に及ぼすガス窒化処理の影響について検討したので、得られた結果について報告する。

2. 実験方法

2-1 素 材

本実験に用いた素材は熱間金型用工具鋼 (SKD61¹⁾)であり、棒状素材から直径58x厚さ20および23mmの円筒形状に機械加工した後、焼入れ (1030℃, 1hガス冷却) - 焼戻し処理 (560℃, 6h-600℃, 6h空冷の2段処理) を行い、表

Table 1 Working conditions for EDM

Electrode	Cu
Polarity	DCRP
Dielectric fluid	Kerosene
Discharge current(I _p)	12.4, 4.2 A
Pulse duration(τ _{on})	20.0, 6.0 μs
Duty factor(%)	50 %
Working Method	Repetition

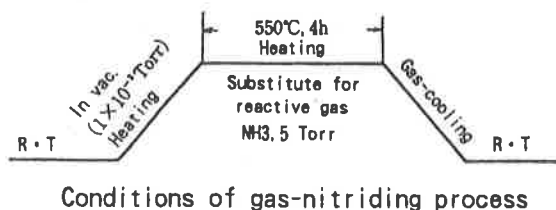
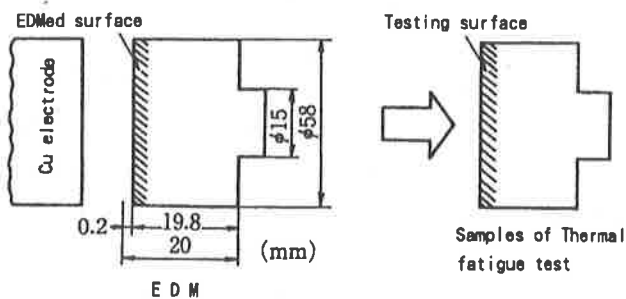


Fig.1 Shapes of test sample and conditions of thermal cycles for gas-nitriding process.

面硬さを45HRCとした。

2-2 放電加工条件および加工方法

形彫り放電加工はTable1に示す加工条件で行った。形彫り放電加工機は、DIAX,DE-90TF,DM-250Nを用い、試験片の試験面 (直径58mm) と同一寸法の銅電極を対向させ放電加工を行い、表面を0.2mm除去した。

なお、加工は放電電流ピーク値 (I_p) とパルス幅 (τ_{on}) を変化させ、他の条件は一定として加工を行い試験片を準備した。また、ガス窒化処理⁶⁾はNH₃を主成分とする反応促進ガスを真空炉内に送入し、Fig.1に示す熱履歴により放電加工した試験材の表面に処理した。

2-3 熱疲労試験

形彫り放電加工後、ガス窒化処理した試験片は、Fig.2に示す山梨県工業技術センター方式の熱疲労試験機により加熱-冷却の繰返し熱サイクルを負荷した。熱疲労試験は加熱ブロック (570℃) に試験片を160秒接触・加熱、保持後、急冷 (100℃, 15秒) する熱サイクルを所定の試験サイクル行う方法である⁷⁾。

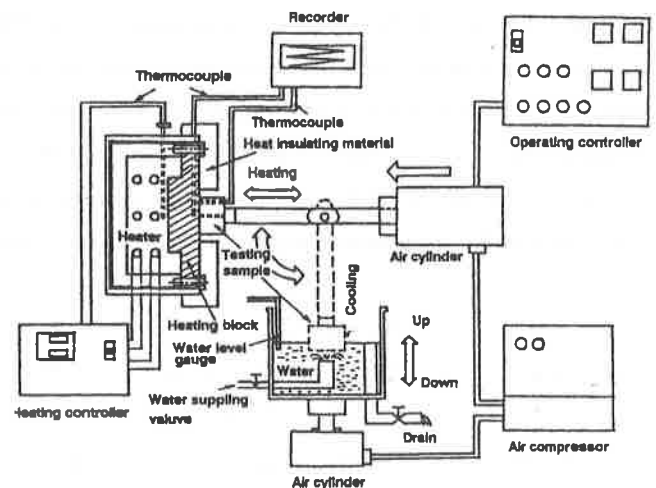


Fig.2 Schematic view of thermal fatigue testing apparatus. (Developed by Yamanashi industrial technology center)

熱疲労試験後の表面から深さ方向の残留応力は、X線応力測定法⁸⁾により測定し、表面は電解研磨法 (氷酢酸: 過塩素酸=4:1) により段階的に除去し、そのつど残留応力を測定した。

クラック発生数の測定は、Fig.3に示すように所定回数の熱疲労試験終了後、試験片を中心から切断し、端面から15mmの位置を中心10mmの範囲の断面に存在するクラック長さを各々測定し、クラック分布を求めた。なお、最大クラック長さは、クラック測定範囲内に存在した最大のクラックとした。

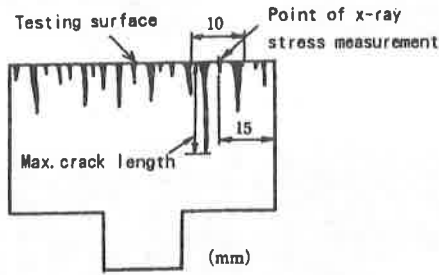


Fig.3 Measurement methods of residual stress and crack length for tested sample.

3. 実験結果及び考察

3-1 硬さ分布

Fig.4 は形彫り放電加工後、ガス窒化処理を施した試験片における熱疲労試験前および試験後の硬さ分布曲線（測定荷重,0.98N(100gf)）を示す。

ガス窒化処理後の表面には、放電加工時に形成した炭化物および窒化処理により形成した窒化物との複合層の存在から硬さは高く、約200 μ m程度まで硬化層領域が存在する分布形態を示した。

また、生地との境界近傍に硬さの低下する領域（100 μ m）が認められた。この低下は、ガス窒化処理時に放電加工変質層内に存在した引張応力と窒素の拡散による拡散層形成時の圧縮応力との相互作用による影響と考えられる。

一方、この試験片に15000サイクルの熱疲労試験を行うと、表面硬さは低下し、800Hv程度となる。この値は主に熱疲労試験過程での加熱に伴う窒化物の分解に起因した挙動と考えられるが、このガス窒化処理方法で処理した金型鋼の熱疲労試験後の硬さは約600Hvとなることが認められ

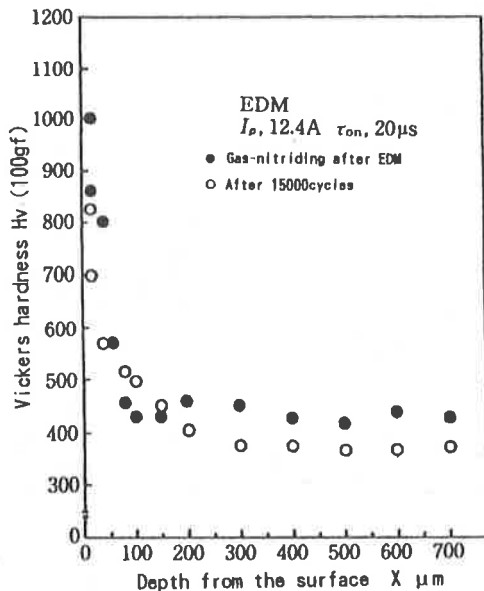


Fig.4 Hardness distribution curves before and after thermal fatigue testing.

ている⁹⁾。

よって、この硬さの違いは、形彫り放電加工変質層内の浸炭層が熱疲労試験過程においても、一部残存していることを示唆している。なお、熱疲労試験後の生地硬さの低下は、長時間の加熱過程における累積から素材が焼戻し効果と同様な挙動を示すためと考えられる。

3-2 X線回折図形の観察

Fig.5は形彫り放電加工後、ガス窒化処理を施し、熱疲労試験を15000サイクル行った表面のX線回折図形を示す。

形彫り放電加工エネルギーの低下に伴い、表面の回折図形は α Fe、 Fe_3C および γ Feの各回折線が認められるが、なかでも、 α Fe回折線の積分強度は増加する傾向を示した。また、ガス窒化処理した表面は α Feおよび $Fe_{2-3}N$ の各回折線が明確に認められたが、この試験片に熱疲労試験を行うと、 Fe_3O_4 、 Me_2O_3 、 Me_7C_3 ($Me=Fe, Cr$, 等)、 α Fe、 γ Feおよび $Fe_{2-3}N$ 等の複数の回折線が認められた。

これらの結果から、形彫り放電加工時に形成した炭化物は、本熱疲労試験過程では分解しないが、表面には、加熱-冷却熱サイクルの影響から酸化物が形成される。しかし、試験後の α Fe回折線は積分強度が増加し、存在が明確となった。

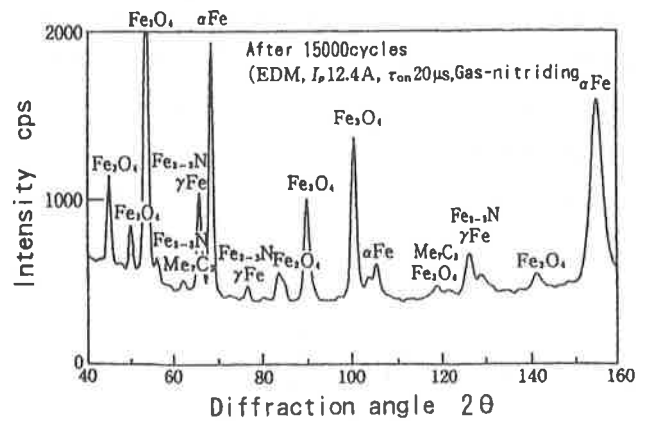
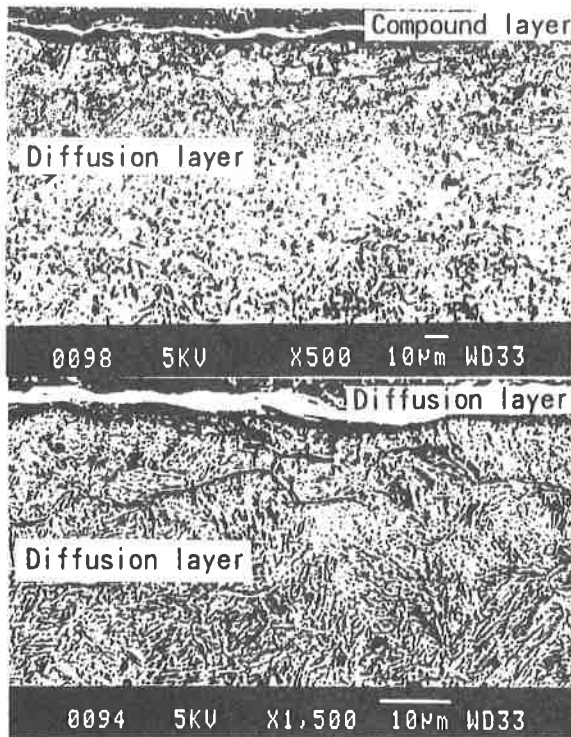


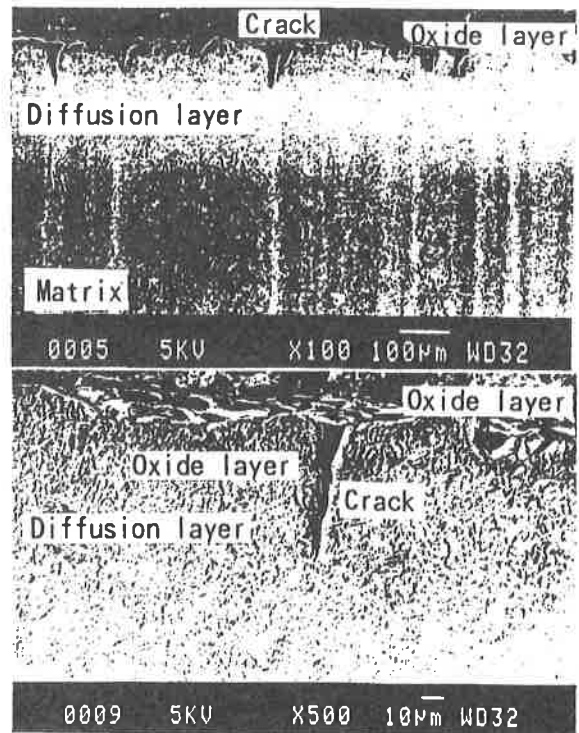
Fig.5 X-ray diffraction profiles after thermal fatigue testing of gas-nitriding sample for 15000 cycles.(CrK α radiation)

よって、熱疲労試験後には各種の化合物（酸化物、炭化物および窒化物など）が認められ、金型鋼の熱疲労特性に大きな影響を及ぼすことが明らかとなった。

なお、図には示さないがEPMAにより熱疲労試験後の表面近傍のFe、Cr、NおよびCの各元素の線分析による結果では表面近傍にCおよびN成分がわずかに認められるが、Nとの化合物に比べ、Cとの化合物の存在が明確に認められ、表面にはCr化合物の存在が多く、Fe化合物は少ない傾向を示した。



(a) Gas-nitriding after EDM (I_p 12.4A, τ_{on} 20 μ s)



(b) After thermal fatigue tested for 150000 cycles

Fig.6 SEM observations of sectional area each testing sample.

また、N成分は表面から約50 μ m~150 μ m程度に生地濃度に比べ、高濃度の領域が認められた。この領域は、ガス窒化処理により形成した拡散層が熱疲労試験過程で分解せずに残存したものと考えられ、この現象は、他の窒化処理の場合に認められた挙動⁴⁾ともよい一致を示した。

3-3 断面観察

Fig.6(a), (b)はガス窒化処理後およびその試験片における熱疲労試験後の各断面観察写真を示す。(a, 上段)は形彫り放電加工後 (I_p 12.4A, τ_{on} 20 μ s), ガス窒化処理した試験片の表面近傍のSEM写真である。

表面には形彫り放電加工による浸炭層と、ガス窒化処理による窒化物層の複合化した化合物層が認められ、その直下に拡散層の存在する状態を示した。

また、表面近傍の拡大写真(下段)では、拡散層内の結晶粒界に窒化物の析出が認められ、SKD61金型鋼の窒化処理時に認められる特長ある粒界窒化物であることが明らかとなった。

(b, 上段)はa試験片に15000サイクルの熱疲労試験を行った後の断面観察写真を示す。化合物領域は表面に一部残存しているが、酸化物の存在も認められ、その直下には拡散層(白色部, SEM観察では、拡散層は「白色」を呈するが、これらを金属顕微鏡で観察すると、色調が逆転し、「黒色」となる。)が残存している。

また、熱疲労試験過程で発生したクラックは、拡散層内で進展が阻止されており、金型鋼にガス窒化処理した試験

片の熱疲労試験後の観察結果と同様な挙動を示した¹⁰⁾。

なお、クラックの拡大写真(下段)では、クラック内に酸化物が形成され、熱疲労試験過程での表面は加熱-冷却熱サイクルの繰返しでクラックは開口し、徐々に酸化物が形成するものと考えられる。

3-4 クラック分布

Fig.7は形彫り放電加工後熱疲労試験および形彫り放電加工後、ガス窒化処理を施し熱疲労試験を各々行った試験片の断面に存在したクラック数の測定結果を示す。

放電加工後熱疲労試験を行った試験片のクラック発生数の測定は、微細なクラックから成長した大きなクラックま

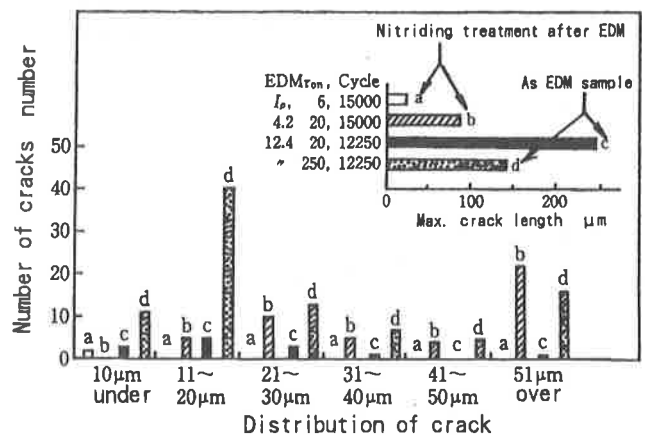


Fig.7 Comparisons with crack distribution and crack length for various tested samples.

で分布しているが、放電加工後、ガス窒化処理した試験片の熱疲労試験後の結果は、微細なクラックの発生が多く、前者の傾向に比べクラックの発生数は少ない。

各試験片の最大クラック長さを比較すると、放電加工後、熱疲労試験を行った試験片がガス窒化処理後のそれに比べ最大クラック長さは大きく、同一放電加工条件 (Ip,12.4A, $\tau_{on},20\mu s$) の試験片においても、熱疲労試験サイクル数が増加しているにもかかわらず、最大クラック長さはガス窒化処理の場合約1/2.5程度となった。

また、ガス窒化処理後、熱疲労試験を行った試験片においては、放電加工エネルギーの小さい試験片 (Ip,4.2A, $\tau_{on},6\mu s$) の場合が大きい条件 (Ip,12.4A, $\tau_{on},20\mu s$) のそれに比べ、クラックの成長が著しく阻止される。

このことは、ガス窒化処理過程で窒素の拡散が放電加工変質層厚さの低下により促進されたこと、および浸炭層の形成厚さの低下が加熱-冷却熱サイクルの繰返しによる応力集中を緩和させることなどから、クラックの発生数および最大クラック長さが低下したものと考えられる。

3-5 残留応力測定

Fig.6(b)の試験片について、電解研磨により段階的に表面を除去した時の残留応力の測定結果をFig.8に示す。

この結果は、形彫り放電加工を表1に示す各条件 (Ip,4.2A, $\tau_{on},6\mu s$ およびIp,12.4A, $\tau_{on},20\mu s$) で行い、その表面にガス窒化処理を施した後、15000サイクルの熱疲労試験を行ったものである。

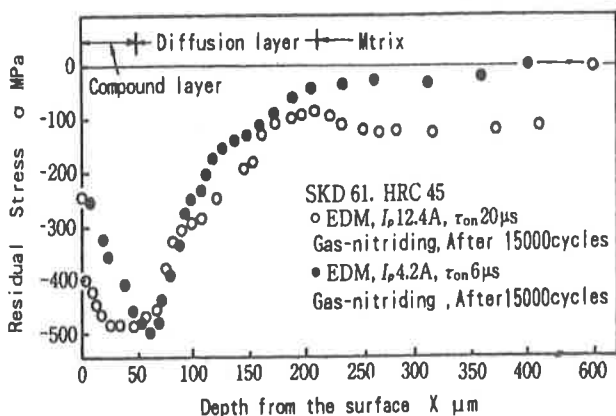


Fig.8 Residual stress distribution curves for EDMed and gas-nitriding after EDMed samples.

表面から硬化層深さ (拡散層) 近傍までは、各試験片ともに大きな圧縮残留応力が存在し、その後、生地の応力に収れんする応力分布形態を示した。また、圧縮応力値は表面近傍が加熱による窒素の分解により低下し、約 50 μm 程度の領域で最大値をとる分布形態となった。

このことから、形彫り放電加工後に認められる引張残留応力は、ガス窒化処理により消失し、圧縮応力になることが明らかとなった。また、本実験による各放電加工条件の範囲では、拡散層の形成深さに明確な違いは認められなかった。

形彫り放電加工後の金型鋼の耐熱疲労特性は、ガス窒化処理により形成した拡散層中の圧縮残留応力が大きな影響を及ぼしていることが明らかとなった。

なお、放電加工したダイカスト金型に前述と同様な処理 (窒化処理は軟窒化処理) を行い、約10000ショット後の表面からの残留応力分布形態をFig.9に示す。

最表面には、引張残留応力が認められ、同一の金型ではないが、無処理の状態と同様な挙動を示した¹³⁾。しかし、その直下の拡散層の領域には圧縮残留応力が存在した。この挙動は、本実験結果とよく一致した傾向となったが、その後の領域に引張残留応力が存在し、生地の応力となる分布形態をとることが認められた。

また、Fig.10(a), (b)は使用後の金型表面の残留応力測定近傍の断面観察写真 (SEM) を示す。

この引張残留応力の存在はダイカスト金型の容積の影響による冷却速度が表面近傍と内部とで異なること、および拡散層内の圧縮残留応力が生地との釣合を保つために引張残留応力が発生することの2要因が考えられる。

これらの状況は、Fig.6(b)に認められた結果と同様、表面に化合物が存在し、その直下に拡散層の存在する形態を示し、クラックの発生が少ないことが明らかとなった。

ダイカスト金型等の場合、溶融アルミニウムの射出時の加熱と離型剤塗布時の冷却による繰返しから、放電加工変質層の残存および引張残留応力の存在は、金型の寿命ならびに表面品質を著しく低下させることが多い。

しかし、上述したように、最終仕上げ放電加工時の変質

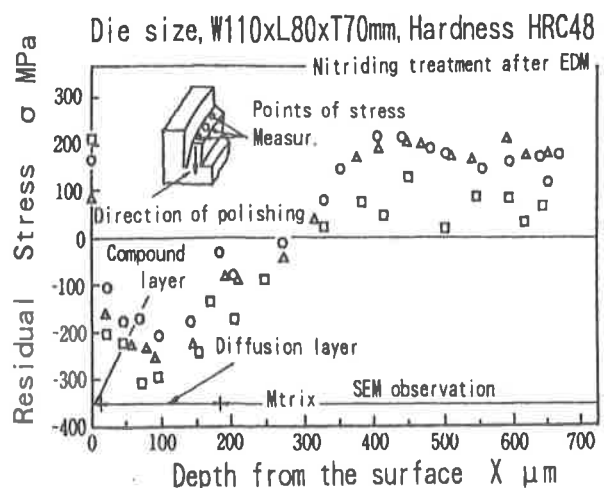
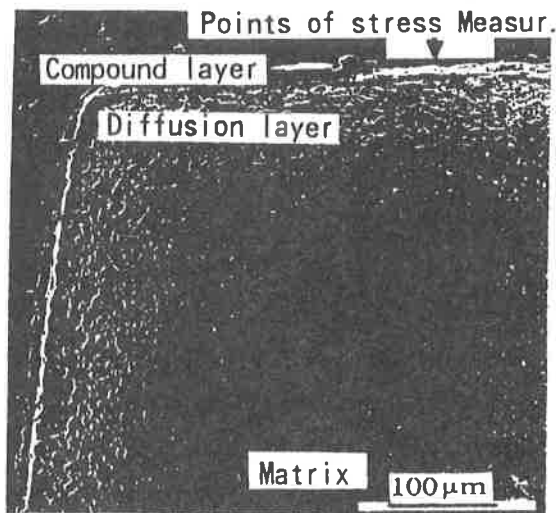
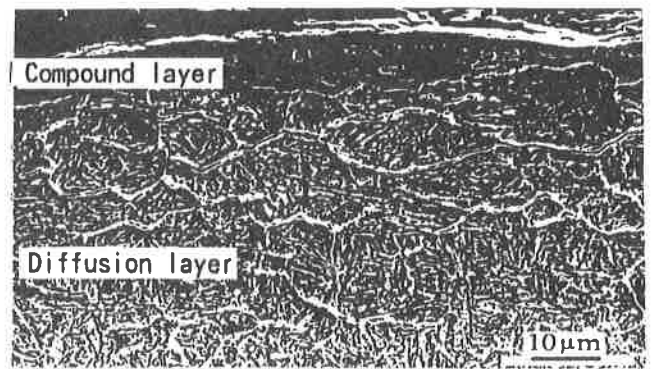


Fig.9 Residual stress distribution curves for Al die casting die.



(a) Points of residual stress measurement



(b) Surface region

Fig.10 SEM observation of sectional area for operated Al die casting die

層を残存させた場合においても、各種の窒化処理を金型に施すと、表面の残留応力を圧縮応力に変化させることが可能となり¹²⁾、寿命向上にとって有効な処理であると考えられる。

よって、金型に適用した場合においても、このような処理はクラックの発生を遅延させ、進展を阻止する効果を示し、本実験における評価試験の妥当性が検証できた。

4. 結 言

形彫り放電加工後、ガス窒化処理した金型鋼の熱疲労特性について検討を行ったが、得られた結果を要約すると下記のことが明らかとなった。

- 1) 形彫り放電加工後、ガス窒化処理した試験片の表面近傍の分析からは、炭化物および窒化物の存在が認められたが、熱疲労試験後において、窒化物は分解するが炭化物は残存した。
- 2) 形彫り放電加工後、ガス窒化処理を行った時の拡散層は熱疲労試験過程でのクラックの成長を阻止し、金型鋼に窒化処理した場合の熱疲労挙動と同様な結果を示した。
- 3) 形彫り放電加工した面にガス窒化処理を施した後、熱疲労試験を行った試験片のクラック発生数は、形彫り放電加工後、熱疲労試験した場合の結果に比べ、著しく少ない。また、最大クラック長さも同様に小さい値を示した。
- 4) 形彫り放電加工した後、ガス窒化処理の実施は、ダイカスト金型等の加熱-冷却熱サイクルの繰返される操業状況において、寿命向上を図るうえで有効な処理となることが明らかとなった。また、ダイカスト金型と同様な処理を施した場合、本実験結果と同様な傾向を示し、評価試験の妥当性を検証することができた。

参考文献

- 1) 日原政彦, 向山芳世: 熱疲労に基因する放電加工面品質に関する研究(第2報), 電気加工学会誌, Vol.26, No.52 (1992) 16.
- 2) 田所寛明, 菊池政男, 柏木 健, 大野博久: ヒートチェック発生に及ぼす放電加工条件の影響, 日本ダイカスト会議論文集, 10月(1990) JD90-3.
- 3) 佐藤忠雄, 相沢 力: プレス型材料と熱処理, 日刊工業新聞社, 東京(1972) 29.
- 4) 日原政彦: 窒化処理したダイカスト金型鋼の熱疲労挙動, 型技術, Vol.6, No.8 (1991) 170.
- 5) 日原政彦, 向山芳世, 緒方 勳: ダイカスト金型鋼に関する研究(第3報), 精密工学会誌 Vol.56, No.8 (1990) 1507.
- 6) 日原政彦, 堀越康弘: 真空ガス窒化処理による金型の寿命延長, 日本ダイカスト会議論文集, 10月(1990) JD-90-17.
- 7) 日原政彦, 藤原和徳, 向山芳世, 緒方 勳: ダイカスト金型鋼に関する研究(第2報), 精密工学会誌, Vol.56, No.5 (1990) 906.
- 8) X線応力測定標準: 日本材料学会, 材料強度部門委員会編(1977) 84.
- 9) 日原政彦, 向山芳世: ダイカスト金型鋼に関する研究(第7報), 1991年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, 3月(1991) 152.
- 10) 日原政彦, 向山芳世: ダイカスト金型鋼に関する研究(第5報), 精密工学会誌, Vol.57, No.6 (1991) 1869.
- 11) 日原政彦, 藤原和徳, 向山芳世, 緒方勳: ダイカスト金型鋼に関する研究(第1報), 精密工学会誌, Vol.55, No.10 (1989) 1869.
- 12) 日原政彦, 佐野正明, 八代浩二, 萩原 茂, 向山芳世: ダイカスト金型鋼に関する研究(第2報), 1994年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集, 10月(1994) 152.