

平成23年度 戦略的基盤技術高度化支援事業
「熱処理後の後工程における変寸のばらつきを
低減する熱処理技術の開発」

研究開発成果報告書

平成24年3月

委託者 北海道経済産業局

委託先 財団法人 室蘭テクノセンター

目 次

第1章 研究開発の概要

1-1	研究開発の背景・研究目的及び目標	1
1-2	研究体制（研究組織、管理体制、研究者氏名）	2
1-3	成果概要	4
1-4	当該プロジェクト連絡窓口	6

第2章 本論—1：大きさ・形状違いによる変寸の分析

2-1	実験に使用する供試体	7
2-2	熱処理工程に関する調査	8
2-2-1	研究目的	8
2-2-2	実験方法及び実験条件	8
2-2-3	実験結果及び考察	10
2-3	熱処理後の後工程における変寸調査	13
2-3-1	研究目的	13
2-3-2	実験方法及び実験条件	13
2-3-3	実験結果及び考察	13
2-4	テストピースによる変寸確認	14
2-4-1	研究目的	14
2-4-2	実験方法及び実験条件	14
2-4-3	実験結果及び考察	15
2-5	仕上げ加工に関する調査	16
2-5-1	研究目的	16
2-5-2	実験方法及び実験条件	16
2-5-3	実験結果及び考察	16
2-6	焼入れ冷却時の伝熱シミュレーション	16
2-6-1	研究目的	16
2-6-2	実験方法及び実験条件	16
2-3-3	実験結果及び考察	17

第3章 本論-2：サブゼロ処理に関する研究

3-1	サブゼロ処理による残留オーステナイト量低減の調査	20
3-1-1	研究目的	20
3-1-2	実験方法及び実験条件	20
3-1-3	実験結果及び考察	20
3-2	サブゼロ処理方法の研究	21
3-2-1	研究目的	21
3-2-2	実験方法及び実験条件	21
3-2-3	実験結果及び考察	22

第4章 本論-3：PVD処理時の被加工材温度測定の研究

4-1	テストピースによる温度測定の研究	24
4-1-1	研究目的	24
4-1-2	実験方法及び実験条件	24
4-1-3	実験結果及び考察	24
4-2	温度測定用テストピースの信頼性確認	25
4-2-1	研究目的	25
4-2-2	実験方法及び実験条件	25
4-2-3	実験結果及び考察	26
4-3	温度測定用テストピースの実用性確認	26
4-3-1	研究目的	26
4-3-2	実験方法及び実験条件	26
4-3-3	実験結果及び考察	27

第5章 本論-4：安定化処理の研究

5-1	安定化処理温度による変化量の調査	29
5-1-1	研究目的	29
5-1-2	実験方法及び実験条件	29
5-1-3	実験結果及び考察	29

5-2	経年変化における安定化処理の効果	30
5-2-1	研究目的	30
5-2-2	実験方法及び実験条件	30
5-2-3	実験結果及び考察	31

第6章 本論-5：熱処理の研究

6-1	焼入れ条件と残留オーステナイト量の調査	32
6-1-1	研究目的	32
6-1-2	実験方法及び実験条件	32
6-1-3	実験結果及び考察	32
6-2	焼戻し条件の違いによる変寸の調査	33
6-2-1	研究目的	33
6-2-2	実験方法及び実験条件	33
6-2-3	実験結果及び考察	34
6-3	供試体による変寸調査	36
6-3-1	研究目的	36
6-3-2	実験方法及び実験条件	36
6-3-3	実験結果及び考察	36
6-4	サブゼロ処理の検討	38
6-4-1	研究目的	38
6-4-2	実験方法及び実験条件	38
6-4-3	実験結果及び考察	39
6-5	焼戻し温度の確認	40
6-5-1	研究目的	40
6-5-2	実験方法及び実験条件	40
6-5-3	実験結果及び考察	41

第7章 本論-6：仕上げ方法の検証

7-1	仕上げ方法の違いによる残留応力	43
7-1-1	研究目的	43

7-1-2	実験方法及び実験条件	43
7-1-3	実験結果及び考察	43
7-2	残留応力の変寸への影響	44
7-2-1	研究目的	44
7-2-2	実験方法及び実験条件	44
7-2-3	実験結果及び考察	45

第8章 本論-7：熱処理とPVD処理後変寸の研究

8-1	実型刃物による変寸確認	47
8-1-1	研究目的	47
8-1-2	実験方法及び実験条件	47
8-1-3	実験結果及び考察	47
8-2	変寸を抑えた熱処理技術の確立	49
8-2-1	研究目的	49
8-2-2	実験方法及び実験条件	49
8-2-3	実験結果及び考察	49
8-3	材料表面評価システムによる母材硬度の確認	50
8-3-1	研究目的	50
8-3-2	実験方法及び実験条件	50
8-3-3	実験結果及び考察	52
8-4	熱処理とPVD処理被膜の効果確認	53
8-4-1	研究目的	53
8-4-2	実験方法及び実験条件	54
8-4-3	実験結果及び考察	54
8-5	実用金型刃物への展開	58
8-5-1	研究目的	58
8-5-2	実験方法及び実験条件	58
8-5-3	実験結果及び考察	58

第9章 全体総括

9-1	研究開発成果	60
9-1-1	大きさ・形状違いによる変寸の分析	60
9-1-2	サブゼロ処理に関する研究	60
9-1-3	PVD処理時の被加工材温度測定の研究	60
9-1-4	安定化処理の研究	61
9-1-5	熱処理の研究	61
9-1-6	仕上げ方法の検証	61
9-1-7	熱処理とPVD処理後変寸の研究	62
9-2	研究開発後の課題・事業化展開	62

第1章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

自動車等の機能部品は高精度化、高品質、低コスト化が常に要求されており、それに伴い、部品加工に使用する金属プレス金型にも高精度化と金型の寿命向上を強く求められている。

自動車産業分野では地球環境への配慮から部品の軽量化が進められ、その一環としてハイテンション鋼や変態誘起塑性を利用した TRIP 鋼等の利用が多くなっているが、現行材料に比べて高硬度のため金型刃物の寿命が悪く、製造コストがアップするため、低コスト化が課題となっている。部品の低コスト化のため金型刃物の寿命向上が要求されており、プレス金型の刃物寿命向上対策として耐摩耗性の被膜を形成する表面処理が使われおり、被加工材質にもよるが、実績としておよそ20%～50%の寿命向上の効果がある。

処理面に高硬度被膜を形成するPVD処理は、熱処理の焼戻し温度以下で処理すれば、処理前後での変寸はないといわれており、金型部品の寿命向上策として有効な手段と注目され、今後積極的な活用が期待されている。しかし、部品の寸法が大きくなるとPVD処理前後において変寸は多々発生しているのが実情であり、製品品質の観点からも使用不可能な場合は、多額の金型刃物が不良品として破棄されるといわれている。また、金型刃物の変寸により適正クリアランスが維持できないことにより刃物寿命向上の効果も薄れ、期待していたコストダウンにはならないという隠れた損失金額も大きい。

熱処理後の工程で変寸不具合が発生した場合、熱処理がその後の刃物の金属組織及び機械的性質を決定するため、不具合要因として熱処理が挙げられることが多い。一方、表面処理の一つであるPVD処理は熱処理の焼戻し温度以下で処理すると変寸はないと言われるため、変寸の要因とは判断されにくい。そのため現状は、熱処理後における経年変化発生の主要因である残留オーステナイトを少なくするサブゼロ処理や安定化処理をすることで対応しているが、後工程での加熱に対する変寸の低減に有効であるかは明確な解答を得ていない。

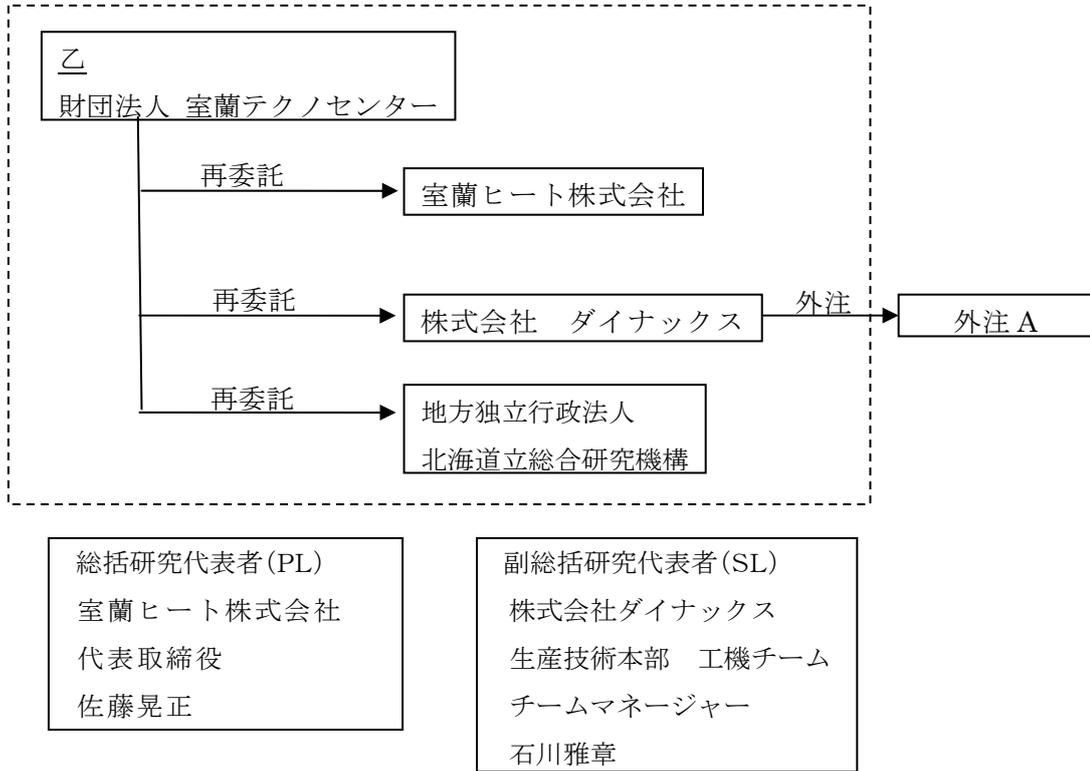
本研究では変寸発生に関して熱処理と後工程を連携し、実物に近いテストピースを製作し、材料成分の分析、熱処理中の実体温度測定及び各変化点での残留オーステナイトの測定等のデータ収集及び分析を詳細に実施し、熱処理と後工程で発生する変寸の現象とメカニズムを解明する。また、変寸に対する炉内温度分布の影響や刃物形状や大きさの違いによる熱伝導の影響を確認する。

1-2 研究体制

1. 研究体制

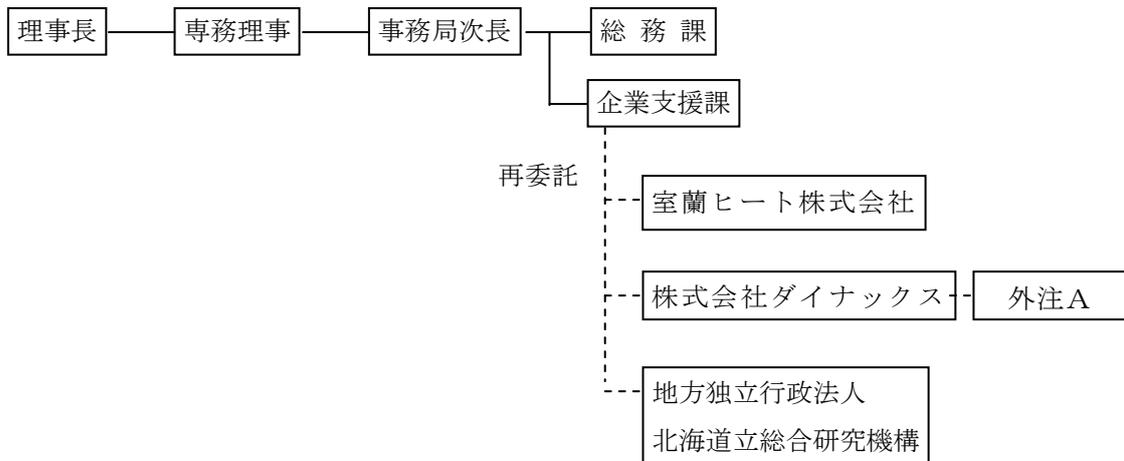
(1) 研究組織及び管理体制

1) 研究組織 (全体)



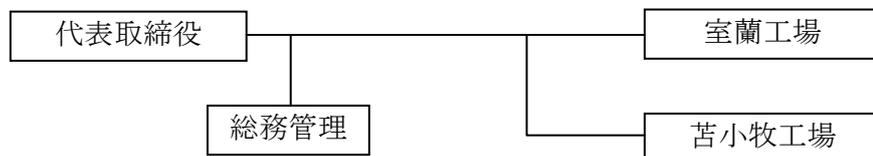
2) 管理体制

①事業管理者 (財団法人 室蘭テクノセンター)



②(再委託先)

室蘭ヒート株式会社

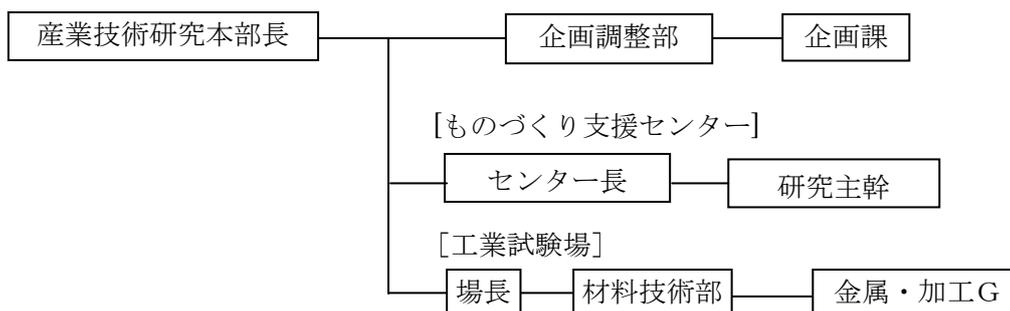


株式会社ダイナックス



地方独立行政法人 北海道立総合研究機構

[産業技術研究本部]



2. 研究者氏名及びプロジェクト管理員

(1) 管理員及び研究員

【事業管理者】 財団法人室蘭テクノセンター

① 管理者

氏名	所属・役職
伊東肇	事務局次長
小笠原光敏	企業支援課主幹
岩田亨	企業支援課長

【再委託先】

室蘭ヒート株式会社

氏名	所属・役職
佐藤晃正	代表取締役
佐久間晋二	室蘭工場長
大良竜也	苫小牧工場長
早坂尚人	室蘭工場
西村大輔	苫小牧工場

株式会社ダイナックス

氏名	所属・役職
石川雅章	工機チーム マネージャー
靱山英教	工機チーム スペシャリスト
鈴木雅人	工機チーム 主任
中垣内健士	工機チーム 主任
我妻得雄	工機チーム 主任
荒木和博	工機チーム 主任
松井政樹	工機チーム

地方独立行政法人北海道立総合研究機構

氏名	所属・役職
田中大之	産業技術研究本部 ものづくり支援センター 研究主幹
宮腰康樹	材料技術部 金属・加工グループ 主査
中嶋快雄	材料技術部 金属・加工グループ 研究主任

1-3 成果概要

大きさ・形状違いによる変寸の分析では、本研究開発で使用する材料の成分分析を実施し、1C-8Cr系のSKD11改良材であることを確認した。実型と同じ大きさと形状のテストピース（以下供試体という）を製作し、従来の条件で熱処理加工した時の各種データを収集した結果、保持温度、保持時間、焼入れ時の半冷時間、熱処理後の硬度については適正な状態であった。熱処理の各段階で採取した供試体の残留オーステナイト量の測定を行った結果、残留オーステナイト量は焼入れ直後に比べ、熱処理完了後は大幅に低減していた。伝熱シミュレーションの結果、供試体の冷却は形状やボルト穴の影響を受け一様ではないが、供試体の実体温度とシミュレーション結果の温度はほぼ同じであった。また、熱処理の後工程であるPVD処理前後における供試体の寸法変化

のデータを収集した。その結果、多くの供試体の寸法変化は小さかったが、特定の供試体においてPVD処理後に大きな寸法変化と硬度低下があった。しかし、発生原因を究明し対策を実施することでこれらの問題は解決した。

サブゼロ処理に関する研究では、供試体と同じ材料を用いてテストピースを製作し、従来熱処理を行ない残留オーステナイト量の測定を実施した結果、サブゼロ処理後の残留オーステナイト量は焼入れ直後と比べて低減することが確認できた。サブゼロ処理温度を変えて熱処理し、残留オーステナイト量や硬度の測定及び後工程における寸法変化の測定を行った結果、サブゼロ処理温度、処理方法の組合せにより、変化量が0.003%以下となる結果も得ることができ、サブゼロ処理の最適条件を求めることが出来た。

PVD 処置時の被加工材温度測定の研究では、温度確認用のテストピースとして二次硬化のない材料を熱処理して使う方法を検討した。実体温度が測定可能な加熱炉で温度を測定した結果と、温度測定用テストピースの処理後の硬度から求めた温度はほぼ等しく、この方法による温度測定には信頼性があることが確認できた。この温度確認方法を実際のPVD処理にて実施した結果、供試体の加熱温度は熱処理の焼戻し温度以下であることを確認した。また、PVD処理において特定の供試体の実体温度が炉内設定温度以上になっていることがこの方法で明らかにすることができ、リアルタイムで温度を確認することはできないが、熱電対等で測定不可能な場合の実体温度を確認する方法として有効であることが確認できた。

安定化処理の研究では、変寸確認用テストピースを製作し、安定化処理の温度及び時間を変えた条件で熱処理してPVD処理前後の変寸を測定した結果、安定化処理の効果をj確認した温度領域の低温度もしくは高温領域で変化量が少なく、中温度の領域では変化量が多かった。また、熱処理の仕方によっては安定化処理をすることで経年変化を大幅に低減できることを確認した。PVD処理後の変寸においては安定化処理温度の違いによる変寸差異を確認し、最適条件を求めることが出来た。

熱処理の研究では、焼入れと焼戻しについて実験を行った結果、焼入れ温度の違いで硬度には大きな差異はなかったが、焼入れ温度を高くすると残留オーステナイト量は増える傾向にあった。焼戻し温度と時間の実験においては、焼戻し温度が高温になると低温に比べ残留オーステナイト量は1/10以下となり、時間を長くすると残留オーステナイト量はさらに減少した。しかし、焼戻し温度の高温・長時間とした場合は残留オーステナイト量が最小値となるが、母材硬度が低いため現段階では実用不可の結果となった。また、熱処理の仕方によっては残留オーステナイト量や後工程処理後の変寸に差異があり、熱処理後に残留オーステナイト量が多いにも関わらず、後工程処理後の変寸が少ないことも確認できた。焼入れ、焼戻し、サブゼロ処理、安定化処理の各実験のデータから、最適な熱処理条件を設定し、変寸を確認した結果、本研究が目標としている0.005%を概ねクリアしているが、変化量にばらつきがあり0.005%を超える場合も散見された。

さらに変寸を低減するため、最適熱処理条件においてサブゼロ処理条件の温度と時間を変えて実験を行った結果、変寸は本研究における現状のサブゼロ処理方法が一番少なかった。焼戻し温度の検討では硬度低下を考慮して最適条件の焼戻し温度よりも5度上げて実験をした結果、残留オーステナイト量は若干改善したが、変化量は変わらなかった。しかし、焼入れ焼戻し硬度は約2ポイント低下したため、実用化の観点から焼戻し温度は現状の条件を最適条件として決定した。

仕上げ方法の検証では、仕上げ方法により残留応力に違いのあることをテストピースで確認した。さらに供試体で確認した結果、残留応力は仕上げ方法によって圧縮応力、引張応力の場合があるが、PVD処理における変寸には影響がないことを確認した。

熱処理とPVD処理後変寸の研究では、本研究で得られた最適熱処理条件で形状や大きさが供試体と異なる実型刃物を加工し変寸を確認した結果、同じ熱処理条件でも供試体に比べ変寸が大きくなる刃物もあったが、焼戻し温度を適正にすることで変寸を抑えることが出来た。熱処理後の後工程での変寸を低減するためには、熱処理をする物体の形状や大きさ、量により温度と時間のきめ細かなコントロールが必要と考えられる。

本研究の熱処理条件は研究前の従来熱処理に比べPVD処理における変寸を大幅に低減することができた。しかしながら、開発熱処理をして表面処理した金型刃物が従来熱処理に表面処理をした場合に比べて密着性や耐摩耗性が低減し、刃物の寿命が低下してはならない。そこで、表面材料評価試験システムを使い、試料表面に微細な擦り傷を与える簡易的な方法等で確認した。その結果、開発熱処理は従来熱処理と比べてもPVD処理被膜の密着性や耐摩耗性に差異がないことを確認した。

本研究で開発した熱処理は、研究前の従来熱処理に比べ後工程での変寸が大幅に低減し、実用化には問題のない範囲となったため、実際に金型刃物を製作し、寿命を確認中である。今後は実用化を進めるのと同時に品質を維持し省資源・省エネルギー化を図る。

1-4 当該プロジェクト連絡窓口

財団法人 室蘭テクノセンター (担当; 小笠原)

連絡先 電話 0143-45-1188

FAX 0143-45-6636

第2章 本論－1：大きさ・形状違いによる変寸の分析

2－1 実験に使用する供試体

自動車部品用冷間プレス金型の打ち抜き刃物には主に冷間金型用鋼が多く利用されている。金型材料は、金型が長期に渡って使用されるため経年変化の少ない材料や耐摩耗性のよい材料が求められ、SKD 1 1系の改良材が冷間金型用鋼の主流となりつつある。本研究で使用する材料は、切削性が良好であり、高温焼戻しでもSKD 1 1に比べ硬度が高いこと、経年変化が少ないことなどを考慮して、SKD 1 1系の改良材を選定した。

供試体に使用する材料の化学成分を分析した結果を表2－1－1に示す。

表2－1－1 材料分析結果（1）

試料	化学成分（%）								
	C	Si	Mn	P	S	Cr	W	Mo	V
試料①	1.04	0.98	0.440	0.024	0.068	8.XX	0.38	0.82	0.09
試料②	1.03	0.98	0.440	0.024	0.066	8.XX	0.38	0.81	0.09
試料③	1.03	0.98	0.440	0.025	0.066	8.XX	0.38	0.82	0.09

分析の結果、本研究で使用する材料、SKD 1 1改良材は1 C－8 C r系に相当することを確認した。

PVD処理前後における変寸を確認するため、川下企業で使用している現状の金型刃物の代表的な大きさと形状から、今回の研究実験に使用する供試体を6種類選定し、各種実験に使用した。なお、熱処理で得る目標硬度は従来どおりとし、58HRC以上とした。表2－1－2に供試体概要の一覧を示す。各供試体の写真を図2－1－1（1）～（6）に示す。

表2－1－2 供試体概要一覧表（単位：mm）

供試体名	外径(mm)	内径(mm)	厚さ(mm)	重量(kgw)
100-PD	200	—	60	10.6
100-CL	200	60	60	5.2
200-PD	360	80	50	31.4
200-CL	360	160	60	16.4
300-PD	450	100	50	48.0
300-CL	314	210	50	16.0

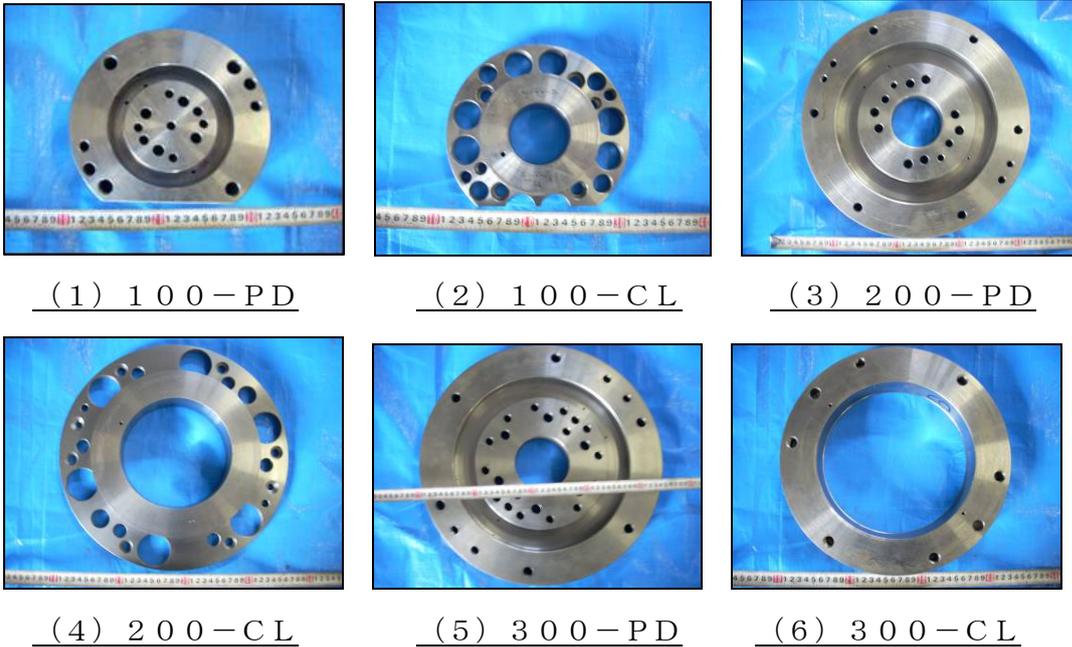


図2-1-1 各供試体写真

2-2 熱処理工程に関する調査

2-2-1 研究目的

通常、熱処理加工時は被加工材の温度を測定することはしない。本研究では従来の熱処理条件における供試体の温度、均熱時間、焼き入れ時の半冷時間及び硬度を測定し、熱処理時の供試体の保持温度と保持時間が目的とする熱処理条件と一致していることの確認、熱処理後の供試体が目標とする硬度に達しているかどうかを確認する。

2-2-2 実験方法及び実験条件

供試体を従来の標準熱処理条件で熱処理する。その時の供試体の温度、均熱時間及び硬度を測定し、変寸の分析に必要なデータを取得する。また、熱処理後の残留応力と残留オーステナイト量についても調査する。

1) 熱処理中の供試体温度の調査

熱処理中の供試体温度測定に使用する熱処理用温度測定装置は、最大10チャンネルの温度を測定することができ、かつリアルタイムで熱処理炉内の供試体温度をモニタリングすることができる。また、JISやAMSに準拠した温度管理要求を満たす装置である。本実験で使用する熱処理炉を図2-2-1に示す。サブゼロ処理装置を図2-2-2に示す。安定化処理に使用した電気炉を図2-2-3に示す。熱処理用温度測定装置を図2-2-4に示す。

熱処理した供試体を切断して硬度測定用の試料を製作し、供試体内部の硬度を測定す

る。硬度の測定はアカシ製の型式AR-10のロックウェル硬度試験機を使用する。



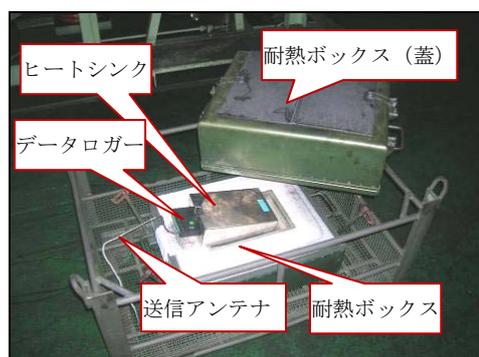
図 2-2-1 熱処理炉



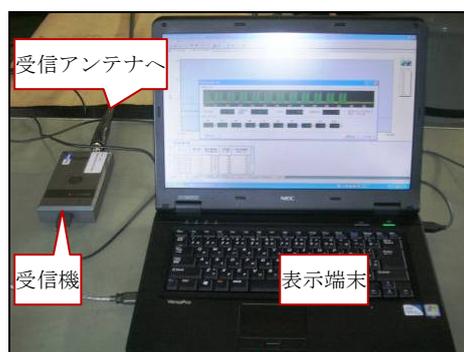
図 2-2-2 サブゼロ装置



図 2-2-3 電気炉



(1) 耐熱ボックスとデータロガー



(2) 受信機と表示端末

図 2-2-4 熱処理用温度測定装置

また、熱処理後のひずみが後工程における変寸に關与している可能性もあり、熱処理後における供試体のひずみを調査する。供試体寸法の測定にはミツトヨ製の三次元測定機CRYSTA-APEX-C7106を使用する。

今回の実験の熱処理条件は供試体材料の標準熱処理条件とする。熱処理パターンを図2-2-5に示す。

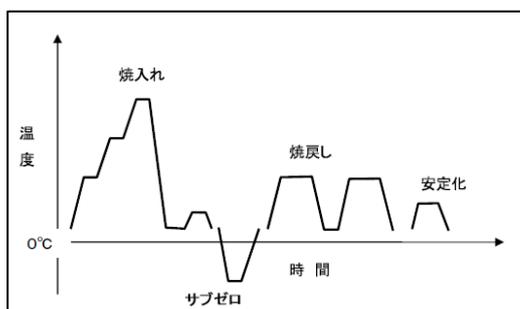
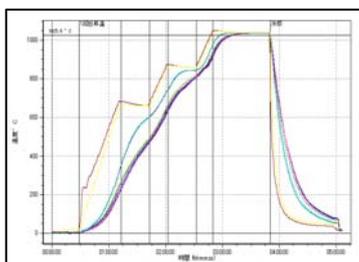


図 2-2-5 熱処理パターン

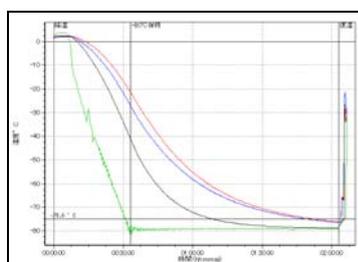
2-3-3 実験結果及び考察

1) 熱処理中の供試体温度の調査

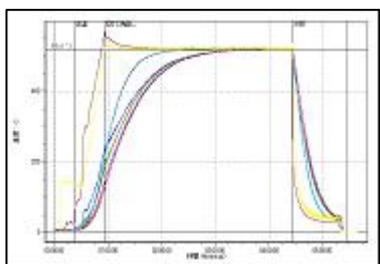
熱処理中の供試体温度を測定した結果を図2-2-6(1)～(4)に示す。供試体温度測定の結果、供試体の保持温度は熱処理の目的温度と同じであり、保持時間は標準とした必要な時間を満足していた。また、焼入れ時の半冷時間は適正だった。



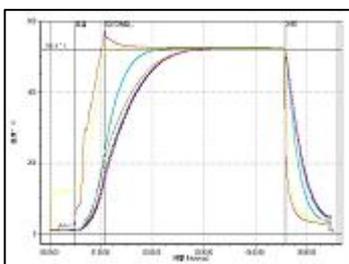
(1) 焼入れ



(2) サブゼロ処理

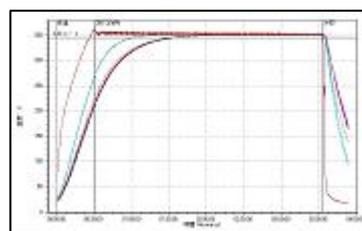


焼き戻し 1 回目



焼き戻し 2 回目

(3) 焼き戻し



(4) 安定化処理

図 2-2-6 供試体温度測定結果

2) 硬度の測定及び金属組織の観察

熱処理の各工程で採取した供試体の硬度を図2-2-7に示す。焼入れ後の硬度はどの供試体も目標硬度以上の硬度があった。硬度は焼入れ後、サブゼロ処理をすることによって上がった。これは残留オーステナイトがマルテンサイト組織に変態したため硬度が上がったと推定される。

熱処理後、200-CLの供試体を切断した写真を図2-2-8に示す。内部の硬度を測定した位置を図2-2-9に示す。結果を表2-2-1に示す。硬度の最小と最大の差異は1.0HRC以下とばらつきは少なかった。また、他の供試体も同様の硬度差だった。

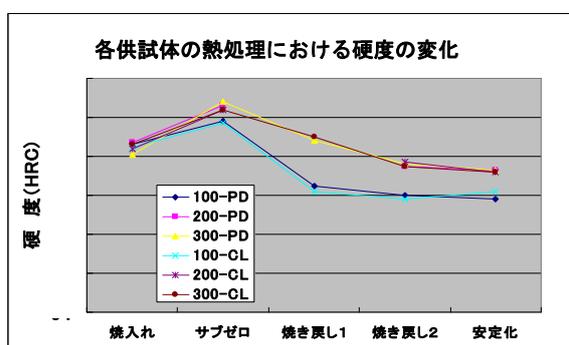


図2-2-7 各供試体の熱処理における硬度の変化



図2-2-8 供試体切断写真

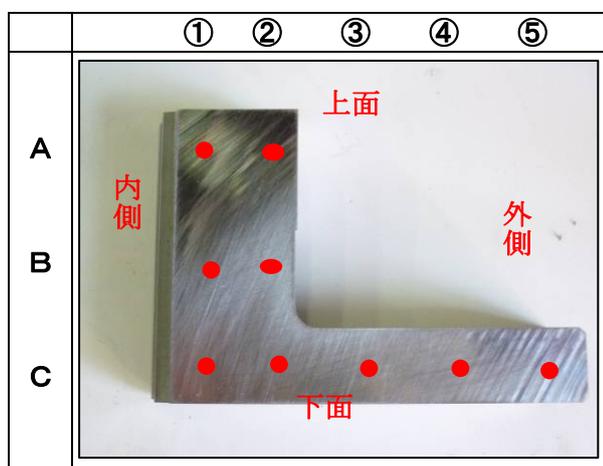


図2-2-9 硬度測定位置

表2-2-1 熱処理後の供試体の内部硬度

	硬 度 (単位: HRC)				
	①	②	③	④	⑤
A	59.6	59.5	/	/	/
B	59.7	59.6	/	/	/
C	59.6	59.6	60.1	60.2	60.1

供試体の硬度差は J I S B 6 9 1 3 鉄鋼の焼入れ焼戻し加工の品質区分によると品質区分：1号（2HRC 以下）同一ロット内：1号（3HRC 以下）を満足している。

焼入れ時、サブゼロ処理時及び熱処理完了後における供試体の金属組織観察結果を図 2-2-10 に示す。

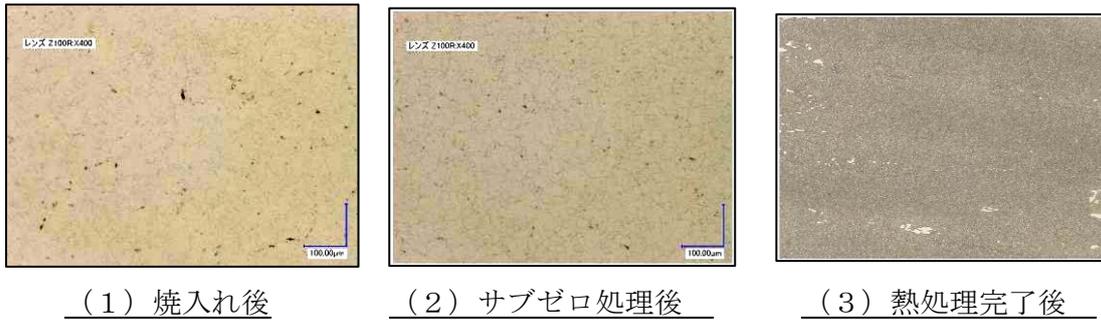


図 2-2-10 熱処理時の金属組織の変化

3) 残留オーステナイト量及び残留応力の調査

今回の熱処理方法では焼入れ時に比べ、熱処理完了後の残留オーステナイト量は 1/3 ~ 1/5 に減少し、各供試体とも焼戻しで残留オーステナイト量は低減した。また、熱処理条件のわずかな違いで残留オーステナイト量が増減することもわかった。

熱処理後、供試体 100-PD 及び 100-CL について供試体表面と裏面の残留応力を測定した結果を表 2-2-2 に示す。熱処理後の供試体表面の残留応力は全体的に小さな値ではあるが、供試体の形状や位置で変わっている。

表 2-2-2 供試体の熱処理後の残留応力（単位：MPa）

供試体	表／裏	残留応力	熱処理条件
100-PD①	表	-43~22	標準+10
	裏	44~67	
100-PD②	表	-2~68	標準
	裏	110~128	
100-CL①	表	-304~-143	標準
	裏	79~104	
100-CL②	表	-125~-90	標準
	裏	95~102	

4) 熱処理後のひずみ測定

各供試体の熱処理前後の寸法を測定した結果から求めた変化量を表 2-2-3 に示す。熱処理後のひずみは径方向で 0.07%~0.10% で、軸方向では 0.10%~0.15% であり、これは材料メーカーの熱処理資料と比較してもほぼ同等の値である。

表 2-2-3 熱処理における変寸

供試体	外径寸法		内径寸法		厚さ	
	変寸(mm)	変寸(%)	変寸(mm)	変寸(%)	変寸(mm)	変寸(%)
100-PD③	0.144	0.072	0.064	0.070	0.087	0.143
100-CL③	0.086	0.073	0.044	0.073	0.064	0.106
200-PD③	0.238	0.066	0.050	0.063	0.042	0.083
200-CL③	0.209	0.086	0.152	0.095	0.064	0.106
300-PD③	0.319	0.071	0.062	0.062	0.054	0.107
300-CL③	0.230	0.073	0.136	0.065	0.064	0.127

2-3 熱処理後の後工程における変寸調査

2-3-1 研究目的

後工程で発生する変寸をコントロールできる最適な熱処理条件の決定に反映するため、従来と同じ条件で供試体を熱処理し、残留オーステナイト量や、後工程の加工前後における変寸データ等を取得し、処理条件の再現性を確認する。

2-3-2 実験方法及び実験条件

供試体 6 種類から 3 種を選定し、処理条件の再現性を確認した。従来と同じ熱処理条件、仕上げ条件で加工し、熱処理後における残留オーステナイト量や後工程処理における変寸および硬度を確認する。また、仕上げ加工後、後工程処理前後での変寸を確認するため、PVD 処理を行い、処理前後の変寸を確認する。

PVD 処理条件は、前処理温度：4XX℃、膜種：B 種、膜厚：3±1μm、処理温度：500℃以下である。

2-3-3 実験結果及び考察

熱処理後の残留オーステナイト量と硬度の測定結果を表 2-3-1 に示す。残留オーステナイト量は昨年度が 1.07%~2.03% であり、大きな差異はなかった。また、硬度についても同様に差異はなかった。

表 2-3-1 残留オーステナイト量の測定結果

供試体	残留オーステナイト量 (%)	硬度 (HRC)
A	1.48	58.6
B	1.81	58.0
C	1.21	59.1

後工程処理後の寸法測定結果を表 2-3-2 に示す。後工程処理前後における変寸は同等であったが、特定の供試体 D-1、D-2 では PVD 前処理前後においてロックウェル硬度で 10 ポイントを超える硬度低下と 0.015% を超える変寸が発生した。この硬度低下と変寸は再現テストでも同様の結果がみられた。このときの材料ロット、熱処理条件、仕上げ方法等は全て同じなので、この変化は形状の違いにより発生したものと推定する。

表 2-3-2 後工程処理後の変寸率と硬度変化

供試体	D-1	D-2	E-1	E-2	F-1	F-2
大径変寸率 (%)	-0.015	-0.045	0.003	0.003	0.004	0.004
小径変寸率 (%)	-0.017	-0.047	0.003	0.004	0.004	0.002
外径変寸率 (%)	—	—	—	—	0.004	0.005
処理前硬度 (HRC)	59.8	59.0	62.0	59	61.2	61.0
処理前硬度 (HRC)	49.5	43.5	59.5	58.5	57.8	58.7

2-4 テストピースによる変寸確認

2-4-1 研究目的

PVD 処理前後における大きな変寸は一部の特定した供試体に発生しているため、形状の影響を受けていることが考えられる。その影響を排除するため、別途テストピースを製作して現状の熱処理条件で加工し、PVD 処理前後での変寸を確認する。

2-4-2 実験方法及び実験条件

外径の違うテストピースを製作し、熱処理後の後工程での変寸を確認する。熱処理後のテストピースの仕上げ加工は研磨加工とする。後工程処理は PVD 処理とし、処理後の変寸を確認する。実験に使用したテストピースの仕様を表 2-4-1 に示す。図 2-

4-1にテストピースの概要を示す。熱処理パターンを図2-4-2に示す。熱処理条件は従来と同じ標準熱処理条件とした。

表2-4-1 テストピースの寸法 (単位: mm)

記号	外径	内径	板厚
I	100	20	25
II	200	120	
III	320	220	



図2-4-1 テストピース概要

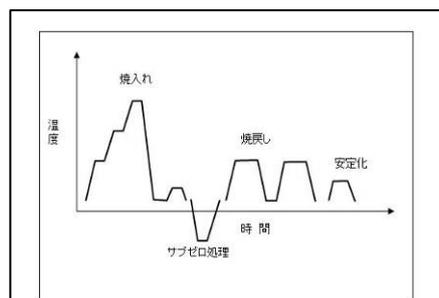


図2-4-2 熱処理条件

2-4-3 実験結果及び考察

実験結果を図2-4-3に示す。テストピースでPVD処理後の変寸を確認した結果、テストピースの変寸は0.002%~0.007%であり、0.015%を超える変寸と硬度変化はなかった。これより、前項の特定の供試体で発生している異常な変寸と硬度低下は後工程処理における供試体形状に原因があると考えられる。また、現状の標準熱処理条件でも大きさによっては変寸低減の目標ラインから外れる場合があることが確認できた。なおここでいう目標ラインとは本研究の目標である変化量が0.005%のラインである。

目標をクリアするにはサブゼロ処理条件、焼戻し条件、安定化処理条件を変えることで変寸を抑制する必要がある。

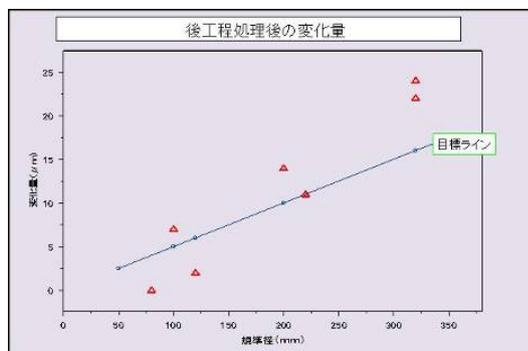


図2-4-3 変寸測定結果

2-5 仕上げ加工に関する調査

2-5-1 研究目的

金型部品の加工では熱処理後、一般に研磨加工や放電加工により仕上げ加工を行うが、仕上げ加工における残留応力は少ないとされ、後工程における変寸には影響がないといわれている。本研究では、供試体と同じ材料を用いて製作し、同じ熱処理の後、仕上げ加工の違うテストピースを製作し、加工の違いによる残留応力を調査する。

2-5-2 実験方法及び実験条件

仕上げ加工の違いにより、どの程度の残留応力があるかを調査するため、本研究の供試体材料と同じ材料を使用してテストピースを製作し、従来の熱処理条件で熱処理加工する。仕上げ加工はワイヤー放電加工1回、ワイヤー放電加工3回、ワイヤー放電加工3回+磨き、研磨の4種類について取得し、加工後の残留応力をリガク社製の試料水平型多目的X線回折装置 RINT-UltimaIIIにより測定する。

2-5-3 測定結果および考察

テストピースでの測定結果を表2-5-1に示す。仕上げ加工による残留応力は15MPa~900MPaであり、仕上げ加工の違いにより表面の残留応力に差異があることが確認できた。残留応力は最大で約900MPaだった。

表2-5-1 残留応力測定結果(単位:MPa)

仕上げ加工方法	応力値	信頼限界値
①ワイヤー放電加工 1回加工	873.36	±114.14
② 同 3回加工	440.81	±26.82
③ 同 3回加工+磨き	52.69	±36.23
④ 研磨加工	15.18	±34.98

2-6 焼入れ冷却時の伝熱シミュレーション

2-6-1 研究目的

実験で使用する熱処理炉における焼入れ冷却時の熱伝達係数を求め、供試体の伝熱シミュレーションを行い、実体温度測定結果とシミュレーションの結果が同等である事を確認する。

2-6-2 実験方法及び実験条件

実験で熱伝達係数を求め、供試体の焼入れ冷却時の伝熱シミュレーションを行なう。シミュレーションに使用した解析ソフト、ハード、OSは以下のとおりである。

1) 解析ソフト LS-DYNA Ver.971 R5.0 倍精度版

2) ハード

- ・HP xw6600 workstation (1CPU-2CORE)
- ・CPU: intel(R) Xeon (R) X5260 3.33GHz
- ・RAM: 4GB

3) OS

- ・Microsoft windows XP
Professional x64 Edition
Version 2003 SP2

物性値は鋼材メーカーのカタログ値をもとにし、シミュレーションに必要な各温度の物性値は近似して求めた。熱伝達係数を求めるために使用するテストピースを図2-6-1に示す。このテストピースの実体温度と整合性をとるためシミュレーションを繰り返しながら熱伝達係数を求める。



図2-6-1 テストピース

次に供試体の実体温度測定と、求めた熱伝達係数を使って供試体の伝熱シミュレーションを行なう。シミュレーションに用いる供試体概要を図2-6-2に示す。



1) 供試体A



2) 供試体B



3) 供試体C

図2-6-2 供試体概要

2-6-3 実験結果及び考察

初めに図2-6-1に示すテストピースの焼入れ時の実体温度を測定した。実体温度と整合性をとるため、シミュレーションを繰り返しながら熱伝達係数を求めた。熱伝達

係数を決定するための解析モデルは二次元軸対象モデルとした。初期条件は初期状態の接点温度として焼入れ温度を定義した。

実験の結果、求めた熱伝達係数を表 2-6-1 に示す。

表 2-6-1 熱伝達係数

時間 (sec)	減伝達係数 ($W/m^2 \cdot ^\circ C$)
0	650
1500	450
2500	100
3500	70
4500	50

次に求めた熱伝達係数を使い、シミュレーションを行なった。図 2-6-2 に示す供試体のモデルはボルト穴等も考慮して 3 次元モデルを用いた。シミュレーションモデルを図 2-6-3 に示す。メッシュサイズは 3mm で作成した。



図 2-6-3 シミュレーションモデル

シミュレーションにおける各供試体の半冷時の温度分布を図 2-6-4 に示す。形状やボルト穴の影響を受け温度分布が一様ではないことがうかがえる。シミュレーションの結果と実体温度の比較を図 2-6-5～7 に示す。実体温度の変化とシミュレーションにおける温度変化はほぼ一致しており、供試体の冷却がほぼ理論どおりに進んでいることがわかる。焼入れ時の半冷時間も約 20 分と規定の 30 分以内にあった。

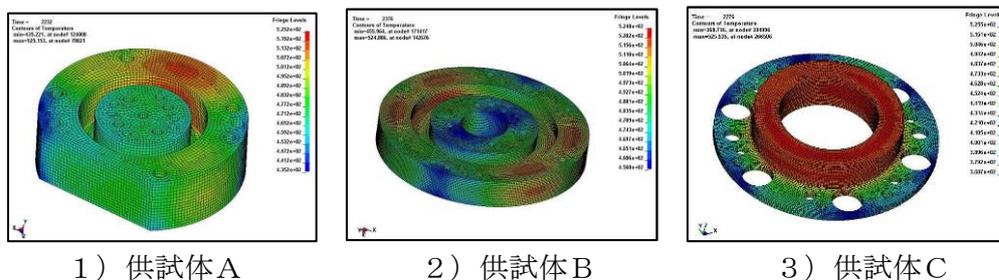


図 2-6-4 シミュレーション結果 (1)

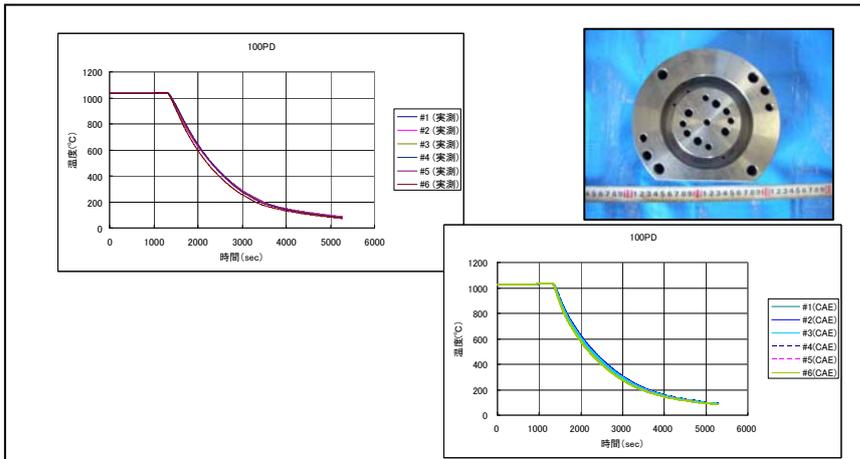


図 2-6-5 供試体A シミュレーション結果 (2)

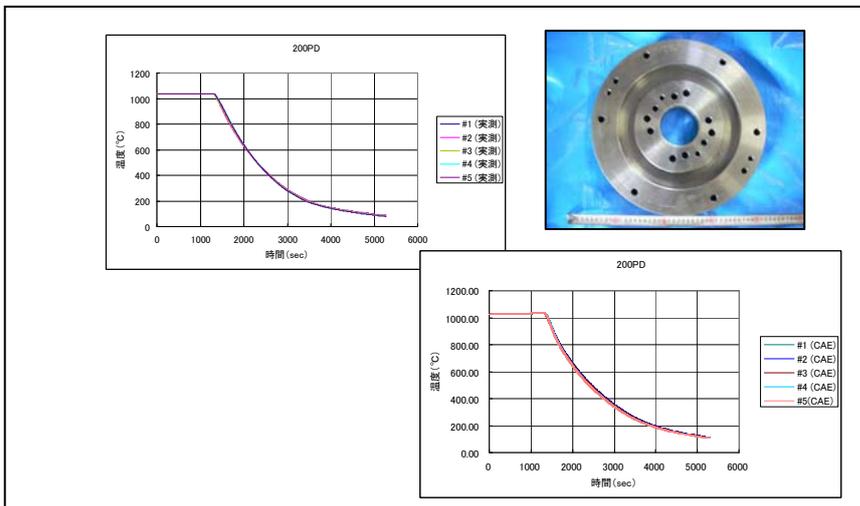


図 2-6-6 供試体B シミュレーション結果 (2)

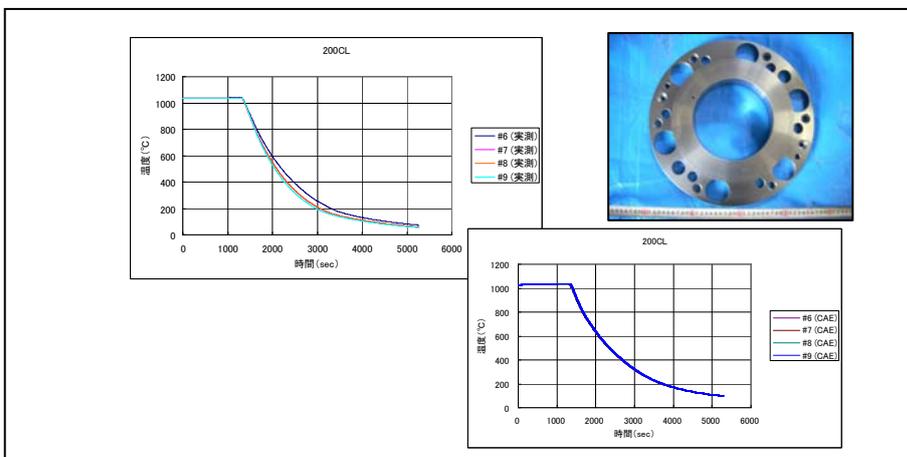


図 2-6-7 供試体C シミュレーション結果 (2)

第3章 本論-2：サブゼロ処理に関する研究

3-1 サブゼロ処理による残留オーステナイト量低減の調査

3-1-1 研究目的

焼入れした時に残留するオーステナイト組織は軟質で不安定な組織であり、変寸、変形を引き起こす要因のひとつであり、PVD処理前後の変寸においても残留オーステナイトが要因の一つではないかと推測している。この残留したオーステナイトをマルテンサイトに変態させる方法として、サブゼロ（深冷）処理がある。

ここでは、使用している材料について種々の温度でサブゼロ処理した場合の残留オーステナイト量を確認し、変寸低減に適切なサブゼロ処理温度について検証する。

3-1-2 実験方法及び実験条件

熱処理のサブゼロ処理温度を変えて処理した試験片の残留オーステナイト量（%）をX線回折装置で測定する。試験片の大きさは15mm×15mm×50mmとし、熱処理条件は焼入れ温度を通常より高くし、サブゼロ処理なしで残留オーステナイト量が多くなる条件を設定した。焼戻しは低温焼戻しとした。残留オーステナイト量はX線回折装置で測定する。

3-1-3 実験結果及び考察

図3-1-1に実験結果を示す。残留オーステナイト量は処理温度の低下に伴って減少し、-XX°C前後ではほぼ一定となる。今回の実験では-1YY°Cで最大の低減を示し、およそ32%（サブゼロ処理前）から10%（サブゼロ処理後）以下へ減少していることが確認できた。

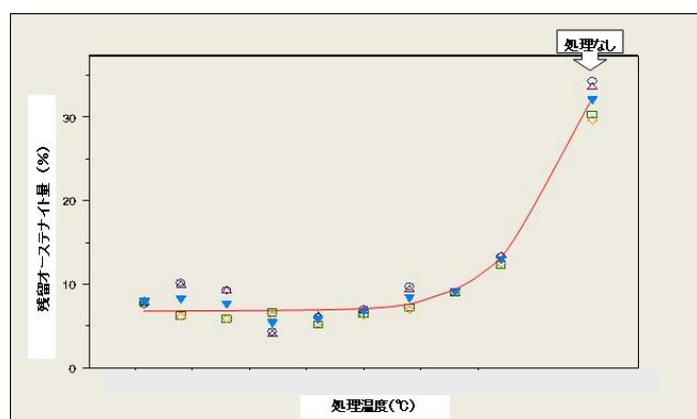


図3-1-1 サブゼロ処理による残留オーステナイト量の減少

3-2 サブゼロ処理方法の研究

3-2-1 研究目的

前項での試験片の結果をもとに変寸確認用テストピースを用い、サブゼロ処理方法によって後工程処理後の変寸がどの程度なのかを調査確認する。

熱処理後の後工程におけるテストピースの変寸や硬度を測定、および残留オーステナイト量の測定や金属組織の観察を実施し、後工程処理前後における変寸低減に最適な熱処理条件の確立に反映する。

3-2-2 実験方法及び実験条件

本実験で用いたテストピースの大きさを表3-2-1、概要を図3-2-1に示す。熱処理条件(1)を表3-2-2に示す。サブゼロ処理はA、B、Cと工程を変え、サブゼロ処理がない場合と比較する。サブゼロ処理温度はA、B、C共に同じとする。テストピースは各熱処理工程を経て、研磨にて仕上げ加工する。研磨後、各テストピースの寸法を測定し、後工程処理後、さらに寸法を測定して変化量を確認する。熱処理完了後の金属組織の観察にはデジタルマイクロスコープを使用する。

また、サブゼロ処理方法を変えて後工程処理における変化量を確認する。サブゼロ処理方法を変えた熱処理条件はそれぞれA、D、E、Fおよびサブゼロなしを設定する。サブゼロ処理温度は同じである。熱処理条件(2)を表3-2-3に示す。

表3-2-1 テストピースの形状

記号	外径	内径	板厚
I	100	20	25
II	200	120	
III	320	220	

(単位：mm)



図3-2-1 テストピースの概要

表3-2-2 熱処理条件(1)

条件	サブゼロ処理		焼入れ温度	焼戻し温度
	処理温度	処理工程		
サブゼロ処理なし	—	—	10XX℃	5YY℃
A	-CC℃	A	10XX℃	5YY℃
B	-CC℃	B	10XX℃	5YY℃
C	-CC℃	C	10XX℃	5YY℃

表 3-2-3 熱処理条件 (2)

条 件	処理温度	処理方法	焼入れ温度	焼戻し温度
サブゼロ処理なし	—	—	10XX°C	5YY°C
A	-CC°C	A	10XX°C	5YY°C
D	-CC°C	D	10XX°C	5WW°C
E	-CC°C	E	10XX°C	5WW°C
F	-CC°C	F	10XX°C	5WW°C

3-2-3 実験結果及び考察

後工程処理前後の変化量測定結果を図 3-2-2 に示す。サブゼロ処理がない場合の変化量は一番大きく、サブゼロ処理ありの場合の変化は条件 B > 条件 C > 条件 A と少なくなっている。従来の標準熱処理条件である条件 A は条件の中で一番目標ラインに近い状態であるが、目標をクリアできていないことがわかる。なお、目標ラインとは本研究の目標としている変化量が 0.005% のラインである。このときの残留オーステナイト量 (%) と硬度の測定結果を表 3-2-3 に示す。今回の熱処理条件では変化量が多いと残留オーステナイト量 (%) は多く、変化量が少ないと残留オーステナイト量も少ないという結果になった。硬度はほとんど変わらないが、条件 A の場合、若干硬度が低い結果となった。

金属組織の観察結果を図 3-2-3 に示す。条件 B の写真は一次炭化物が多いが金属組織はほとんど変わらない結果となった。

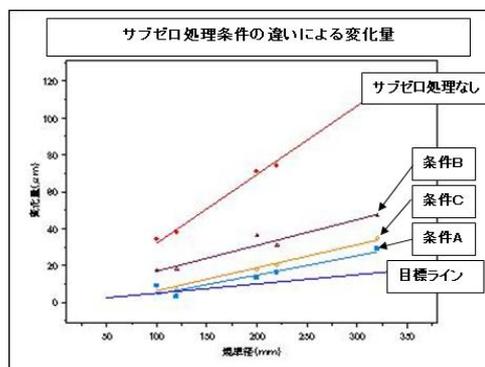


図 3-2-2 サブゼロ処理条件による変化量

表 3-2-3 残留オーステナイト量

条 件	硬度(HRC)	変化量 (%)	残留オーステナイト量 (%)
処理なし	60.4~60.7	0.032~0.036	3.52
A	59.6~60.3	0.002~0.009	1.22
B	60.2~61.0	0.014~0.018	1.94
C	61.3~61.5	0.006~0.011	1.00



(1) 条件A (2) 条件B (3) 条件C
 図3-2-3 金属組織写真 (倍率: ×400 腐食液: 5%ナイトール)

後工程処理サブゼロ処理方法を変えたときの実験結果を図3-3-1に示す。また、このときの残留オーステナイト量 (%) を表3-3-2に示す。後工程処理前後の変化量は熱処理条件D、Eはサブゼロ処理があるにも関わらず、サブゼロ処理がない状態とほとんど変わらない変化量であった。残留オーステナイト量も5%から7%とサブゼロ処理なしよりも多かった。熱処理条件Fは前項の条件Aよりも残留オーステナイト量 (%) が多かったが、後工程処理前後ではほとんど変寸のない状態であり、目標ラインをクリアしていた。

これより後工程の変寸を抑制するには熱処理条件Fのサブゼロ処理方法が最適な熱処理条件として有効であることが確認できた。

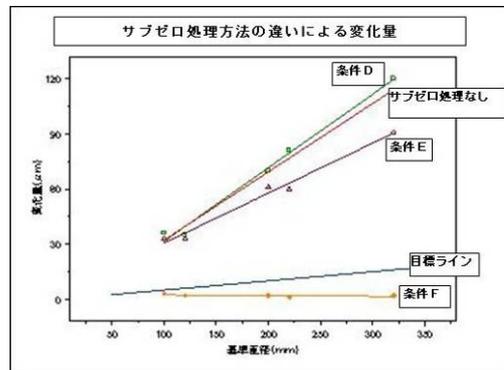


図3-3-1 サブゼロ処理方法の違いによる変化量

表3-3-2 サブゼロ方法による残留オーステナイト量 (%)

条 件	硬度(HRC)	変化量 (μm)	残留オーステナイト量 (%)
処理なし	60.4~60.7	0.032~0.036	3.52
A	59.6~60.3	0.002~0.009	1.22
D	61.0~62.0	0.029~0.037	5.31
E	61.5~62.0	0.027~0.033	7.26
F	60.0~62.0	0.000~0.003	1.72

第4章 本論－3：PVD処理時の被加工材温度測定の研究

4-1 テストピースによる温度測定の研究

4-1-1 研究目的

PVD 処理では被加工材に通電して処理するため、また、被加工材は炉中心を軸に公転及び自転しており、熱電対での温度測定は難しく、放射温度計による測定でも正確な温度を把握できない。PVD処理の設定温度もPVD処理メーカーにとってはノウハウであり、一般には知ることはできない。このような熱電対を使えない処理装置において被加工材温度の確認方法を確立するため、加熱温度の違いによるテストピースの硬度データを取得し、硬度と加熱温度の関係を求め、被加工材とテストピースをPVD処理炉に投入し、処理後、テストピースの硬度から被加工材の加熱温度を推測する方法を確認する。

4-1-2 実験方法及び実験条件

本研究に使用するテストピースは二次硬化のしない材料を用いて製作し、テストピースの目標硬度を62HRC以上として熱処理する。熱処理したテストピースを200℃から600℃の範囲で50℃毎に電気炉で加熱した後に硬度の測定を行い、それぞれの加熱温度と硬度のデータから近似式を求める。

テストピースの材料は二次硬化のしない材料で、JIS G4404のSKS3相当材を使用する。大きさはΦ25mm×20mmとする。テストピースの概要を図4-1-1に示す。



図4-1-1 テストピース

4-1-3 実験結果および考察

テストピースを各温度につき5個を200℃から600℃において50℃間隔で加熱し、加熱前後のテストピースの硬度を測定した。

テストピースの硬度と加熱温度から以下の近似式を得た。

$$Y = a \times X^2 + b \times X + c$$

ただし、Y=温度(℃)、X=硬度(HRC)、a, b, c=定数

硬度と温度の関係を図4-1-2に示す。

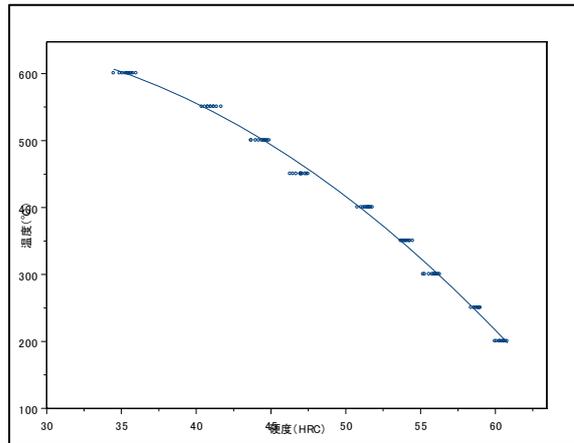


図 4-1-2 硬度と温度の関係

4-2 温度測定用テストピースの信頼性確認

4-2-1 研究目的

ここでは実際に加熱中の温度と加熱後のテストピースの硬度からの換算温度を比較して本方法の信頼性を確認する。

4-2-2 実験方法及び実験条件

PVD前処理炉や電気炉等にて温度測定用のテストピースを加熱し、加熱後のテストピースの硬度から換算した温度と実体温度と比較する。加熱炉として用いた PVD 前処理炉、電気炉、光輝焼戻し炉を図 4-2-1 に示す。加熱温度は 450°C、470°C、490°C とする。



A : PVD前処理炉



B : 電気炉



C : 光輝焼戻し炉

図 4-2-1 実験に使用した加熱炉

4-2-3 実験結果及び考察

実験結果を表4-2-1に示す。設備AはPVD前処理炉、設備Bは電気炉、設備Cは光輝焼戻し炉である。換算温度は実体温度に対し±10℃の範囲であり、熱処理の焼戻し温度と熱電対で温度の測定が不可能な熱処理後の後工程における加熱温度の差を確認する方法として信頼性があり、有効な手段である。

表4-2-1 実体温度と硬度換算温度

設備	加熱温度 (℃)	実体温度 (℃)	No.	換算温度 (℃)	処理後硬度 (HRC)
A	450	450~455	1	445	48.3
			2	448	48.1
			3	453	47.7
A	470	470~475	1	468	46.8
			2	472	46.5
			3	474	46.4
A	490	490~495	1	492	45.1
			2	492	45.1
			3	495	44.9
B	450	445~455	1	446	48.2
			2	453	47.7
			3	457	47.5
C	490	487~493	1	494	45.0
			2	496	44.8
			3	499	44.6

4-3 温度測定用テストピースの実用性確認

4-3-1 研究目的

2章において特定の供試体で発生した著しい硬度低下と変寸について、供試体温度がどの程度になっているか、温度測定用テストピースを用いて確認し、被加工物の最大加熱温度を推測する本方法を検証する。

4-3-2 実験方法及び実験条件

2章において後工程処理後に著しい硬度低下と変寸がみられたものと材料ロットが同じ供試体を使い、標準熱処理条件で熱処理し、仕上げ加工する。後工程加熱処理時の

供試体の温度を測るため、供試体に取り付ける温度測定用のテストピースを製作し、供試体に取り付けて処理を実施して、処理後のテストピースの硬度から温度を算出する。

温度測定のために使用したテストピースを図4-3-1に示す。写真左の2個は供試体に取り付けるためのもので大きさを変更している。右端のテストピースは処理時に供試体の近くにおいて雰囲気温度を測定するために使用した。



図4-3-1 温度測定用テストピース

4-3-3 実験結果及び考察

表4-3-1に実験結果を示す。このときの制御用熱電対から得た炉内温度は490℃～495℃、炉内温度測定用テストピースから得た温度は496℃であり、ほぼ一致した。供試体に挿入したテストピースからの換算温度は653℃、658℃となり、炉内温度と大きな違いがあった。また、このときの供試体硬度はロックウェル硬度で20ポイント以上低下していた。

表4-3-1 温度測定結果

	温度 (°C)	硬度 (HRC)
温度測定用TP小 (供試体)	658	-
温度測定用TP大 (供試体)	653	-
温度測定用TP (炉内)	496	-
炉内温度 (装置)	490~495	-
供試体	-	58.0⇒33.3

供試体に使用した材料の焼き入れ焼戻し曲線を図4-3-2に示す。この図には硬度がおよそ52HRCまでの曲線しかないので、30HRC前後までの曲線を500℃以降の曲線から近似で求めたものを図4-3-3に示す。この図から供試体硬度の33.3HRCから求められる温度は約650℃で温度測定用テストピースから求めた温度とほぼ一致した。これらの結果から供試体の温度は炉内温度よりもはるかに高い650℃になっていたことがわかる。以上から温度測定用テストピースの信頼性と有効性が確認できる。

本実験から供試体の温度が炉内温度よりも高温になっていたことが明確になったので、その要因究明と対策実施を別途進めた。推定される要因から対策を実施し、本テストピースにて温度を測定した結果、前述のような著しい硬度の低下と変寸は認められなかった。

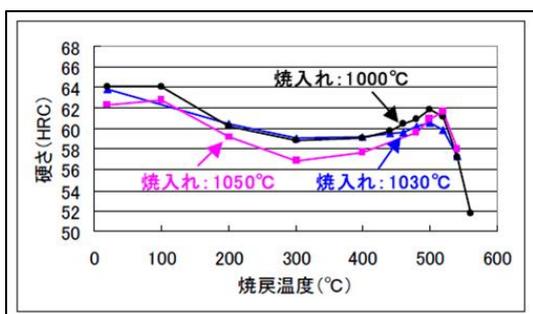


図 4-3-2 焼入れ焼戻し温度曲線
(材料メーカーのカタログより)

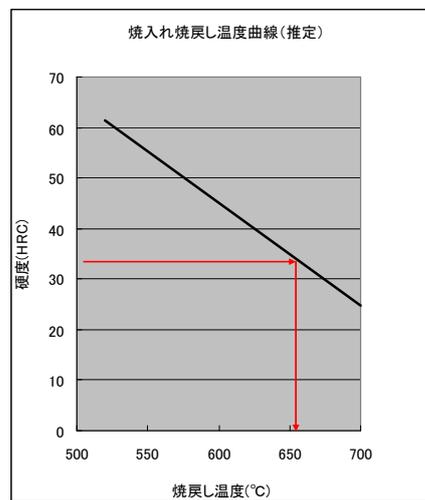


図 4-3-3 焼入れ焼戻し温度曲線
(推定)

第5章 本論－4：安定化処理の研究

5-1 安定化処理温度による変化量の調査

5-1-1 研究目的

高温焼戻しで熱処理した鉄鋼製品等は、長時間常温に放置して置くと、寸法が変化する事があり、これを経年変化と呼んでいる。この現象は、焼入れ焼戻し後に残った少量のオーステナイトがマルテンサイトへ変態しようと膨張しているため、寸法精度が要求される金型刃物等には、サブゼロ処理、繰り返し焼戻し処理を行なっている。それでも極少量のオーステナイトがのこってしまうため、最終工程として安定化処理をして、変態を抑えている。ここでは安定化処理温度を変えた場合、PVD処理前後の変寸に対してどの程度効果があるか調査確認する。

5-1-2 実験方法及び実験条件

変寸確認用テストピースの大きさは $\Phi 320\text{mm} \times \Phi 80\text{mm} \times 25\text{mm}$ である。ここでは安定化処理の効果を確認するため、安定化処理温度の低温度PPP $^{\circ}\text{C}$ から高温度QQQ $^{\circ}\text{C}$ の範囲を7段階に分けて熱処理し、仕上げ加工後、PVD処理後の外径と内径の寸法変化を測定して効果を確認する。このときの熱処理パターンを図5-1-1に示す。

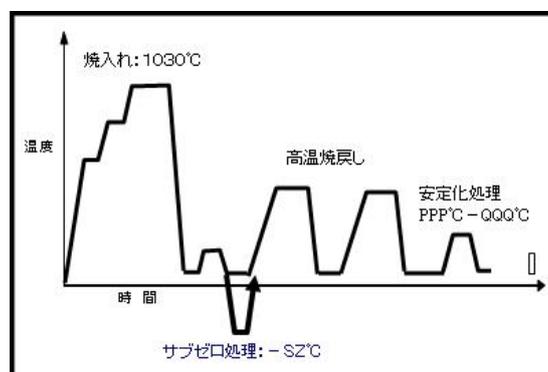


図5-1-1 熱処理条件

5-1-3 実験結果及び考察

各種安定化処理温度におけるPVD処理後の変化量を図5-1-2に示す。横軸が安定化処理温度で左から右に温度が高く、縦軸が変化量(mm)を示す。○印が外径の変化量を示し、△印は内径の変化量を示す。それぞれの目標とする変化量は外径を赤い線、内径を青い線で示す。

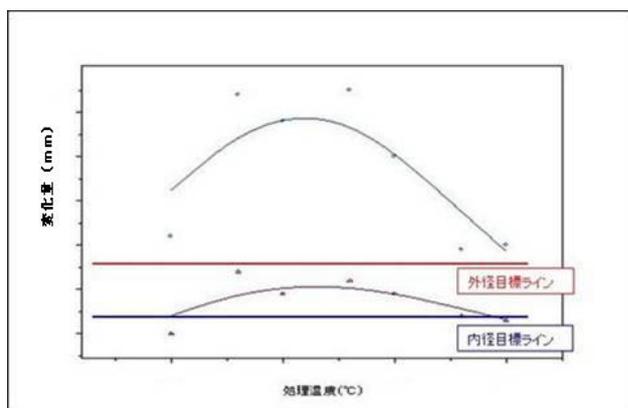


図 5-1-2 各種安定化処理温度における PVD 処理後の変化量

この結果から、PVD 処理前後の変寸は実験した温度領域においては安定化処理温度が低温度もしくは高温度の領域で変化量が少なく、中温度の領域では変化量が多かった。安定化処理温度によっては後工程処理における変寸低減には逆効果の場合があることが解った。高温度域で変化量が少なかったのは焼戻し効果となって現れた結果と思われる。

5-2 経年変化における安定化処理の効果

5-2-1 研究目的

一般的に熱処理後の経年変化には安定化処理は有効といわれている。そこでここでは、後工程処理における変寸とは別に、経年変化における安定化処理の効果を確認する。

5-2-2 実験方法及び実験条件

ここで使用するテストピースの大きさは $\Phi 320\text{mm} \times \Phi 80\text{mm} \times 25\text{mm}$ である。熱処理条件の概要を表 5-2-1 に示す。焼戻し温度 $5XX^\circ\text{C}$ と焼戻し温度 $5YY^\circ\text{C}$ ($5XX^\circ\text{C} < 5YY^\circ\text{C}$) にて安定化処理有り無しの 4 個のテストピースを加工し、研磨にて仕上げ加工して経年変化を測定する。なお、サブゼロ処理温度、安定化処理温度は標準の温度とする。

表 5-2-1 熱処理条件

供試体	焼入れ温度	サブゼロ処理	焼戻し温度	安定化処理
A	10XX $^\circ\text{C}$	-EE $^\circ\text{C}$	5XX $^\circ\text{C}$	あり
B				なし
C			5YY $^\circ\text{C}$	あり
D				なし

(※安定化処理温度：DDD $^\circ\text{C}$)

5-2-3 実験結果及び考察

テストピースの外径と内径について熱処理後およそ 60 日間から 70 日間の経年変化を測定した。結果を図 5-2-1、図 5-2-2 に示す。

焼戻し温度 $5XX^{\circ}\text{C}$ のときは、安定化処理がない場合、70 日後の外径の経年変化は約 $70\mu\text{m}$ 、内径は約 $20\mu\text{m}$ を示しているが、安定化処理を施した場合の経年変化は外径、内径ともに $5\mu\text{m}$ 以下であった。

焼戻し温度が $5YY^{\circ}\text{C}$ のときは、外径は安定化処理ありの場合もなしの場合も外径が増加傾向にあるものの $5\mu\text{m}$ 以下であり大きな経年変化は少なかった。内径は安定化処理ありの場合もなしの場合もおよそ 5μ 以下であった。このことより、経年変化に対して安定化処理は有効であり、焼戻し温度 $5XX^{\circ}\text{C}$ の場合のように、焼戻し温度によっては非常に効果のあることがわかった。

以上より、安定化処理温度 $DDD^{\circ}\text{C}$ の場合、PVD 処理において安定化処理は経年変化の場合ほど効果はなく、PVD 処理における変寸低減のための安定化処理と経年変化低減のための安定化処理の最適条件には違いがあると推定される。ただし、仕上げ加工後の寸法測定から PVD 処理までの待ち日数での経年変化を考慮すると前項の焼戻し温度 $5XX^{\circ}\text{C}$ の結果から安定化処理は必要である。

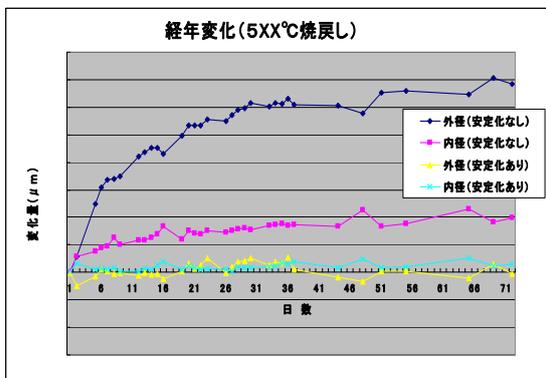


図 5-2-1 経年変化測定結果 (1)
(焼戻し温度: $5XX^{\circ}\text{C}$)

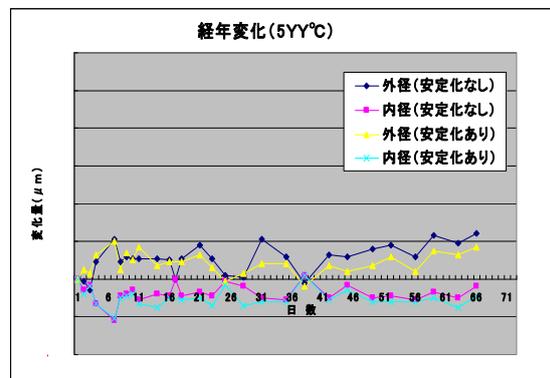


図 5-2-2 経年変化測定結果 (2)
(焼戻し温度: $5YY^{\circ}\text{C}$)

第6章 本論－5：熱処理の研究

6－1 焼入れ条件と残留オーステナイト量の調査

6－1－1 研究目的

熱処理加工は焼入れ、焼戻し、サブゼロ処理及び安定化处理から成り立ち、各工程の温度と時間の組合せによって変寸を少なくすることが出来る。焼入れはオーステナイト状態を急冷して硬い組織であるマルテンサイト組織を得るために行う。冷間工具鋼の冷却の場合、現在は空冷が一般的で、焼入れ温度が高いと硬度は高いが残留オーステナイト量が多くなり、焼入れ温度が低いと残留オーステナイト量は少ないが硬度が低い傾向にある。ここでは後工程での変寸を低減する熱処理の最適化に向けて、焼入れにおける温度と硬度及び残留オーステナイト量の調査を行う。

6－1－2 実験方法及び実験条件

はじめに、焼入れ時の硬度と残留オーステナイト量を調査する。測定には 15mm×15mm×50mm の試験片を用いる。焼入れ温度は 1000℃から 1050℃の範囲とし、焼入れ後、仮戻しを実施する。硬度の測定にはロックウェル硬度試験機を使用する。残留オーステナイト量はX線回折装置にて測定する。

6－1－3 実験結果及び考察

焼入れ時の硬度と残留オーステナイト量を測定した結果を表6－1－1に示す。硬度は、条件Aを除き、どの焼入れ温度でもほぼ同じという結果を得た。残留オーステナイト量(%)は焼入れ温度が低いほど少ないという結果を得た。条件Aは残留オーステナイト量(%)が一番少なく、変寸への影響が一番少ないと思われるが、最適な焼入れ温度は熱処理後に必要とする硬度と焼戻しやサブゼロ処理の条件を見ながら決定する。

表6－1－1 焼入れ時の硬度と残留オーステナイト量

条 件	焼入れ温度	硬度 (HRC)	残留オーステナイト量 (%)
A	10AA℃	60.6	18.21
B	10BB℃	63.8	22.77
C	10CC℃	63.8	27.31
D	10DD℃	63.7	35.33

6-2 焼戻し条件の違いによる変寸の調査

6-2-1 研究目的

焼戻し工程は焼入れした鋼を A_1 変態点以下の適当な温度に過熱したあと冷却し、靱性を増すために行う処理である。鋼は焼入れしたままでは内部応力が残っているために置割れや使用中に欠けたり割れたりすることが多いので必ず焼戻しをして使用しなければならない。ここでは焼戻し温度と回数の違いにより残留オーステナイト量、硬度及び PVD 前後の変寸がどのように違うか調査する。

6-2-2 実験方法及び実験条件

テストピースは変寸調査に $\Phi 200\text{mm} \times \Phi 100\text{mm} \times 25\text{mm}$ を用いる。概要を図 6-2-1 に示す。残留オーステナイト量の測定には $15\text{mm} \times 15\text{mm} \times 50\text{mm}$ の試験片を用いる。熱処理条件は焼戻しのみ効果を確認するため、サブゼロ処理なしで実施する。熱処理条件を表 6-2-1 に示す。焼入れ温度は $10XX^\circ\text{C}$ 、安定化処理温度は $CC^\circ\text{C}$ とする。焼戻し温度は低い $< 5WW < 5XX < 5YY < 5ZZ <$ 高いとなっている。残留オーステナイト量は X 線回折装置にて測定する。テストピースは焼入れ後、仕上げ加工して後工程における変寸を確認する。

次に焼戻し時間を長くした場合の効果を確認する。テストピース概要を図 6-2-2 に示す。熱処理条件は焼入れ温度を $10XX^\circ\text{C}$ 、サブゼロ処理温度を $-FF^\circ\text{C}$ 、焼戻し温度を $5XX^\circ\text{C}$ 、安定化処理温度を $CCC^\circ\text{C}$ とする。また、サブゼロ処理のない場合についても測定する。



図 6-2-1 テストピース概要



図 6-2-2 テストピース概要
(焼戻し時間の効果確認用)

表6-2-1 熱処理条件

条 件	焼入れ温度	焼戻し温度	焼戻し回数	安定化処理
A-1	10XX°C	5XX°C	2回	CCC°C
A-2		5XX°C	3回	
B-1		5YY°C	2回	
B-2		5YY°C	3回	
C-1		5ZZ°C	2回	
C-2		5ZZ°C	3回	
D-1		5WW°C	2回	
D-2		5WW°C	3回	

(サブゼロ処理：なし)

6-2-3 実験結果及び考察

焼戻し条件の実験結果を表6-2-2に示す。試験片での測定結果では焼戻し温度が高いほど残留オーステナイト量は少ないが、硬度は低いという一般的な熱処理の理論と同様の結果となった。また、焼戻し回数が2回から3回に増えると残留オーステナイト量は少なくなり、硬度は低くなる傾向が見られたが、焼戻し温度が5WW°Cの場合は硬度の変化はなかった。最適な条件としては残留オーステナイト量の低減を優先する場合は5ZZ°Cがよく、硬度を優先する場合は5WW°C、5XX°C、5YY°Cとなる。

表6-2-2 焼戻し処理温度の効果

条 件	焼戻し温度	焼戻し回数	硬度 (HRC)	残留オーステナイト量 (%)
A-1	5XX°C	2回	60.5	2.90
A-2	5XX°C	3回	57.5	1.09
B-1	5YY°C	2回	58.9	1.68
B-2	5YY°C	3回	57.3	1.32
C-1	5ZZ°C	2回	56.6	0.52
C-2	5ZZ°C	3回	55.8	0.67
D-1	5WW°C	2回	62.3	14.49
D-2	5WW°C	3回	62.7	10.34

上記の結果から焼戻し条件を6種類選択し、テストピースを使った各焼戻し温度における外径と内径及び板厚の変化量を測定した。結果を表6-2-3に示す。条件D-2を除き大きな差異はなかった。条件D-2は前項での残留オーステナイト(量)が他の条件と比べ10.34%と大きく、オーステナイトの残存が大きな要因と考えられる。

表6-2-3 各焼戻し温度での変化量

条件	硬度(HRC)	外径変化量(μm)	内径変化量(μm)	板厚変化量(μm)
A-1	57.4	9	2	4
A-2	57.5	8	3	0
B-1	57.6	5	1	5
B-2	55.4	6	2	0
C-1	54.8	8	1	4
D-2	62.3	74	33	12

次に焼戻し時間を長くした場合の実験結果を表6-2-4に示す。焼戻し時間を2倍にした結果、サブゼロ処理がある場合は焼戻し時間が通常でも変化量は少ない。焼戻し時間を長くした場合はさらに少なくなる傾向を示した。サブゼロ処理がない場合は、焼戻し時間を長くすることで大幅に変化量が減少した。

表6-2-5に各条件の硬度と残留オーステナイト量の測定結果を示す。サブゼロ処理なしの場合もありの場合も、硬度は焼戻し時間を長くすると通常の場合よりも約3ポイント(HRC)低下した。同様に、残留オーステナイト量は焼戻し時間を長くすることで約1/3少なくなった。

以上より、焼戻し時間を長くすることで変化量は少なくなるが、硬度の低下がみられる。硬度の低下は一般に刃物寿命を低下することにつながる。実用化には硬度低下を抑えた条件の検討が必要であると同時に、後工程処理を含めた耐摩耗性や寿命の確認も必要である。

表6-2-4 焼戻し時間の効果

サブゼロ処理		あり					なし	
テストピース基準径(mm)		320	220	200	120	100	200	100
変化量 (μm)	焼戻し時間:通常	6	7	4	7	2	71	38
	焼戻し時間:長い	4	2	5	2	2	9	2

表6-2-5 硬度と残留オーステナイト量の測定結果

条 件		硬度 (HRC)	残留オーステナイト量 (%)
サブゼロ処理	焼戻し時間		
あり	通常	59.8~60.2	1.45
	長い	57.1~57.3	0.52
なし	通常	60.6	3.52
	長い	57.4	1.09

6-3 供試体による変寸調査

6-3-1 研究目的

後工程における変寸を抑制可能な熱処理条件として、焼戻し温度が高くて保持時間が長く、サブゼロ処理温度が低い条件が効果的である。ここでは最適と判断された熱処理条件で熱処理を行って仕上げ加工を行い、PVD処理を行って熱処理のロットによって変化量や硬度および残留オーステナイト量に違いがないかを確認する。

6-3-2 実験方法及び実験条件

実験で使用した熱処理パターンを図6-3-1に示す。焼入れ温度は1,030℃、焼戻しは高温焼戻しとし、サブゼロ処理及び安定化処理も行う。熱処理後、平面研磨加工、ワイヤー放電加工で形状加工を行い、最後に仕上げ加工としてラッピング加工を行う。

残留オーステナイト量測定用のテストピースは供試体から切り取り、測定面を電解研磨して製作する。母材硬度は熱処理後とPVD処理後に測定する。また、熱処理後の金属組織の観察と残留オーステナイト量の測定を行なう。PVD処理は処理温度を470℃以下とし、膜厚は $3\mu\text{m} \pm 1\mu\text{m}$ に設定する。被膜はTiN被膜である。PVD処理前後の供試体の寸法変化量を確認するため、供試体寸法を調査する。

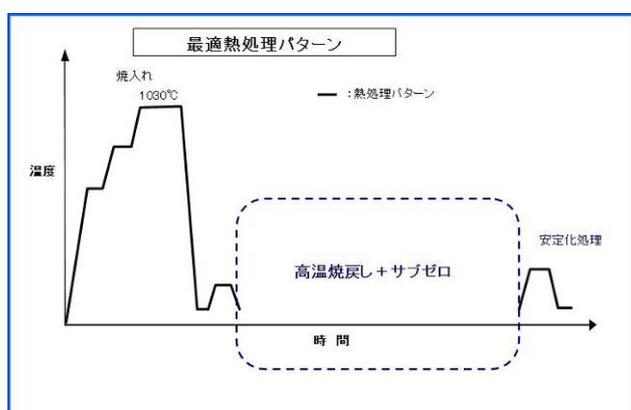


図6-3-1 熱処理パターン

6-3-3 実験結果及び考察

熱処理後の金属組織写真を図6-3-2、供試体断面の硬度分布を図6-3-3に示す。金属組織を観察した結果、従来と同等の組織を示し、特に異常は見られなかった。また、供試体Cにおける断面の硬度分布の測定結果は、60.2HRC~60.5HRCであり、大きな硬度のばらつきは見られなかった。

残留オーステナイト量及びPVD処理前後の変化量の測定結果を表6-3-1に示す。処理前硬度とは熱処理後の母材硬度であり、処理後硬度とはPVD処理後の母材硬度である。各測定部位の変化量はPVD処理の膜厚を差し引きしてPVD処理後の寸法

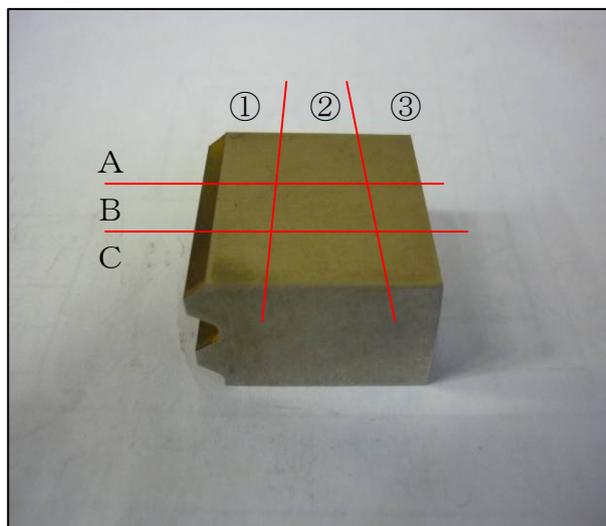
測定結果と P V D 処理前の寸法測定結果との差を求めたものである。

熱処理後の母材硬度は前回熱処理ロットの 59HRC～61HRC と同等であり差異はなかった。残留オーステナイト量については前回ロットの 1.0%～7.7% に対し、最大で 2.4% と少ない傾向であった。P V D 処理前後の変化量は最大で 0.009% の場合があったが、平均すると 0.005% 以下であり前回の熱処理ロットとの差異はなかった。

この結果から、供試体と異なる形状の実型刃物について同じ熱処理条件で変化量を確認することにした。また、サブゼロ条件の温度と時間のくみあわせについてもばらつきの低減を目的としてこの熱処理条件をベースに確認することにした。



図 6 - 3 - 2 金属組織写真



	①	②	③	
A	60.5	60.3	60.4	HRC
B	60.4	60.3	60.3	HRC
C	60.5	60.2	60.4	HRC

図 6 - 3 - 3 供試体の硬度分布

表 6-3-1 後工程処理後の変化量と硬度

供試体	残留オーステナイト量 (%)	測定部位	基準径 (mm)	変化量 (μm)	変化量 (%)	処理前硬度 (HRC)	処理後硬度 (HRC)
供試体 A	1.9 \pm 0.55	歯大径	97	4	0.003	59.5	59.2
		歯小径	94	1	0.001		
		外径	117	2	0.002		
供試体 B	2.3 \pm 0.58	歯大径	191	14	0.007	60.3	59.2
		歯小径	185	8	0.004		
		外径	242	16	0.007		
供試体 C	2.0 \pm 0.05	歯大径	251	14	0.006	60.4	59.1
		歯小径	245	8	0.003		
		外径	314	5	0.002		
供試体 D	2.0 \pm 0.24	歯大径	98	5	0.005	59.3	58.2
		歯小径	94	5	0.005		
		外径	116	10	0.009		
供試体 E	1.7 \pm 0.18	歯大径	192	8	0.004	59.6	59.0
		歯小径	185	3	0.002		
		外径	242	8	0.003		
供試体 F	2.4 \pm 0.25	歯大径	252	6	0.002	59.7	58.7
		歯小径	246	1	0.000		
		外径	314	8	0.003		

6-4 サブゼロ処理の検討

6-4-1 研究目的

第3章では従来熱処理条件をベースにサブゼロ処理の温度と位置の最適化を行った。その結果、サブゼロ処理は従来より一般的に用いられる温度に比べ大幅に処理温度を下げた。本年度は前項で確認した熱処理条件の焼戻し温度において、さらに変寸のばらつきを低減するため、サブゼロ処理条件の温度と時間を変えて実験を行い最適条件の確認を行う。

6-4-2 実験方法及び実験条件

サブゼロ処理の温度と時間を変えたときのPVD処理後の変化量を確認するため、表6-4-1に形状寸法を示すテストピースを用いる。

表 6-4-1 テストピース形状寸法

テストピース	外径 (mm)	内径 (mm)	板厚 (mm)
1	320	220	25
2	200	120	
3	100	20	

サブゼロ処理条件は温度と時間の組合せから4種類にて試験する。表6-4-2に処理条件を示す。サブゼロ処理温度は標準的な温度をX1としその約2倍をX2とする。条件Dは現状の最適条件である。焼入れ温度は1030℃、焼戻しは高温焼戻し、安定化処理も最適条件を元に行う。

PVD処理は被膜をTiN被膜とし、処理温度を470℃以下、膜厚を $2\mu\text{m}\pm 1\mu\text{m}$ を条件として実験する。

PVD処理前後の供試体の寸法変化量を確認するため、ミットヨ製の三次元測定機CRYSTA-APEX-C7106を使用して寸法測定を行う。

表6-4-2 サブゼロ処理条件

条件	
A	非公開
B	
C	
D	

6-4-3 実験結果及び考察

実験結果を表6-4-3に示す。処理前硬度(HRC)とは熱処理後の母材硬度であり、処理後硬度(HRC)とはPVD処理後の母材硬度である。変化量はPVD処理の膜厚を差し引きしてPVD処理後の寸法測定結果とPVD処理前の寸法測定結果との差を求めたものである。最適な条件の焼戻し温度でも基準温度X1では変化量が多かった。条件Dでは残留オーステナイト量が一番少なく、PVD処理前後の変化量も一番少なかった。同じ温度でも時間の短い条件Cでは条件Dに比べ、残留オーステナイト量が多く、変化量も多かった。PVD処理前後の硬度変化は条件Aが一番少なかった。

以上から、変化量の一番少ない条件Dを今後もサブゼロ処理の最適条件として採用することとした。

表 6-4-3 後工程処理後の変化量と硬度

処理条件	残留オーステナイト量 (%)	基準径 (mm)	変化量 (μm)	変化量 (%)	処理前硬度(HRC)	処理後硬度 (HRC)
A	3.5 \pm 4.0	320	45	0.014	59.7	59.3
		220	19	0.009		
		200	23	0.011		
		120	4	0.003		
		100	17	0.017		
B	2.6 \pm 3.4	320	25	0.008	58.7	57.7
		220	8	0.004		
		200	18	0.009		
		120	3	0.002		
		100	13	0.013		
C	3.6 \pm 1.3	320	24	0.007	60.3	59.3
		220	14	0.006		
		200	14	0.007		
		120	7	0.006		
		100	9	0.009		
D	0.6 \pm 0.01	320	7	0.002	61.0	59.3
		220	3	0.001		
		200	3	0.001		
		120	1	0.001		
		100	3	0.003		

6-5 焼戻し温度の確認

6-5-1 研究目的

後工程における変化量は、従来熱処理の場合の最大 0.080%から、最適条件では 0.010%と大幅に変寸は少なくなった。しかし、目標とする 0.005%以下とはなっていない。一般に冷間工具鋼は焼戻し温度を上げることで残留オーステナイト量を低減できることが知られている。ここでは残留オーステナイト量を低減し、変化量をさらに少なくすることを目的とし、本研究の最適条件の焼戻し温度に対し、設定温度を上げたときの母材硬度と残留オーステナイト量及び変化量を確認する。

6-5-2 実験方法および実験条件

6-4項で使用した同様のテストピースを熱処理後、仕上げ加工を行う。寸法測定後、PVD処理し、前後の変化量を測定して最適熱処理条件との差異を確認する。熱処理は焼入れ温度、サブゼロ処理、安定化処理は最適条件と同じとし、焼戻し温度は母材硬度の低下を考慮して 5°C上げて実験する。熱処理条件を表 6-5-1 に示す。熱処理後、残留オーステナイト量を測定する。PVD処理は被膜をTiNとし、処理温度は 470°C

以下で実施する。膜厚は $3\pm 1\mu\text{m}$ とする。

表6-5-1 熱処理条件

条件	焼入れ温度(°C)	サブゼロ処理	焼戻し	安定化处理
A	1030	最適条件	高温焼戻し	最適条件
B	1030	最適条件	高温焼戻し+5°C	最適条件

6-5-3 実験結果及び考察

実験結果を表6-5-2に示す。条件Aは最適条件で熱処理した場合で、条件Bが焼戻し温度を5°C上げて処理した結果である。処理前硬度(HRC)とは熱処理後の母材硬度であり、処理後硬度(HRC)とはPVD処理後の母材硬度である。変化量はPVD処理の膜厚を差し引きしてPVD処理後の寸法測定結果とPVD処理前の寸法測定結果との差を求めたものである。

表6-5-2 焼戻し温度の確認結果

処理条件	残留オーステナイト量(%)	基準径(mm)	変化量(μm)	変化量(%)	処理前硬度(HRC)	処理後硬度(HRC)
A	2.4 ± 0.8	320	8	0.002	60.6	59.8
		220	3	0.001		
		200	8	0.004		
		120	1	0.001		
		100	3	0.003		
B	1.9 ± 0.9	320	14	0.004	58.7	58.4
		220	5	0.002		
		200	5	0.002		
		120	2	0.002		
		100	2	0.002		

実験結果によると条件Bの場合では残留オーステナイト量は若干改善されたが、変化量は条件Aに比べても変わらず、0.005%以下と目標値をクリアした。しかし、母材硬度は最適条件の60.6HRCに対し、58.7HRCと約2ポイント低下した。

この結果、条件Bの変化量も目標の0.005%を満足しているが、母材硬度低下が大きいことから、焼戻し温度は変更せず、従来の最適条件である条件Aを採用した。

今までの熱処理に関する実験結果をまとめると以下のとおりである。

- 1) 15mm×15mm×50mm 試験片では焼入れ温度10AA°Cから10DD°Cでは硬度の大きな変化はなかったが、残留オーステナイト量(%)は焼入れ温度が低いほど少ない結果となった。

- 2) サブゼロ処理においては処理温度が低くなると残留オーステナイト量 (%) は少なくなるが、 $-XXX^{\circ}\text{C}$ 以降はほぼ横ばいの低下にとどまる傾向があった。本実験では $-YYY^{\circ}\text{C}$ の処理温度で残留オーステナイト量が一番少ない傾向を示した。
- 3) 同じ処理温度でもサブゼロ処理の方法によって残留オーステナイト量 (%) も変化量も増減する。
- 4) 焼戻しでは処理温度が高いほど残留オーステナイト量 (%) は少ないが、硬度が低くなり、後工程処理における変化量も少ない。また、焼戻し回数を2回から3回にすると同様残留オーステナイト量 (%) も硬度も低下し、後工程処理における変化量も少なくなる傾向がある。
- 5) 焼戻し温度 $5\text{ WW}^{\circ}\text{C}$ では焼戻し回数を増やしても硬度の低下は微量であるが、残留オーステナイト量 (%) は大きく、変化量も多かったが、適切なサブゼロ処理と安定化処理を組み合わせると残留オーステナイト量 (%) も少なくなり、後工程処理前後の変化量も少なくなった。
- 6) 安定化処理は経年変化には有効であるが、加熱処理である後工程処理前後の変寸低減には経年変化ほど効果は現れない。しかし、仕上げ加工とその後の処理工程の間の待ち日数等を考慮すると、安定化処理は必要な工程である。
- 7) 後工程処理前後の変寸低減には安定化処理温度が低い場合と高い場合が有効であり、中間温度では変化量が多かった。
- 8) 安定化処理前後での残留オーステナイト量 (%) は本研究で使用了材料の場合は少なくなる傾向を示した。

第7章 本論－6：仕上げ方法の検証

7-1 仕上げ方法の違いによる残留応力

7-1-1 研究目的

熱処理の後工程で発生する変寸は熱処理後の仕上げ加工によって発生する残留応力にも左右されると言われている。ここでは仕上げ加工における残留応力の違いを確認するため、熱処理後、各種条件で仕上げ加工を行った後の残留応力を調査する。

7-1-2 実験方法及び実験条件

ここで使用した試験片の大きさは $20\text{mm} \times 20\text{mm} \times 50\text{mm}$ で、従来の標準熱処理条件で熱処理した後、放電加工や研磨加工等の方法で仕上げ加工してその表面の残留応力と面粗度を測定する。仕上げ加工は各種仕上げ条件の中から6種類選択して加工する。試料は $20\text{mm} \times 20\text{mm} \times 5\text{mm}$ の大きさにワイヤー放電加工で切断する。残留応力の測定に使用したX線応力測定装置の概要を表7-1-1に示す。なお、母材の残留応力と比較するため、熱処理面と電解研磨で $50\mu\text{m}$ 研磨した面も測定する。

表7-1-1 X線応力測定装置の概要

試験装置	リガク製 X線応力測定装置
型式	P S P C - M S F / 3 M
X線源	C r - K α 30 k V / 8 mA
波長	2.28962 Å
コリメーター	2mm × 2mm
応力定数	-318 MP a / deg

7-1-3 実験結果及び考察

表7-1-2に残留応力の測定結果を示す。熱処理表面は圧縮応力が残留応力として残っており、周方向が軸方向よりも高い値となっている。熱処理後の表面(①)と $50\mu\text{m}$ 電解研磨(②)で研磨した面の残留応力は圧縮応力から引張応力に変わっている。ワイヤー放電加工面(③、④)は熱処理時よりも軸方向、周方向ともに高い引張残留応力を示している。これは放電加工面が急加熱、急冷による加工のため加工表面に引張応力が残り、研磨や切削加工のように方向性のない加工なので軸方向と周方向で応力に大きな差異が発生しないという特徴を示している。現状の仕上げ加工方法(⑥、⑦、⑧)の面に圧縮応力が働いているのは、ラッピング加工やミラーマシン仕上げは圧縮応力がかかる加工方法で、ワイヤー放電加工による引張り応力をもった加工変質層がラッピング加工により除去され、圧縮応力になったものと推定される。

本研究の各章で使用した各種テストピースの仕上げ方法は研磨仕上げ(⑤)加工をしたあとにPVD処理等の後工程処理をしている。各章の結果からはこの仕上げ方法では

残留応力の影響と思われる変寸は発生していない。現状の仕上げ加工方法（⑥、⑦、⑧）の残留応力は、研磨仕上げ（⑤）加工よりも軸方向応力、円周方向応力ともに低い値であることから、後工程における変寸には仕上げ加工方法の違いによる残留応力の影響はないと推定される。

表 7-1-2 残留応力の測定結果

仕上げ加工方法	面粗度 (Rz)	軸方向 (MPa)	周方向 (MPa)
①熱処理表面	5.38	-45.57	-331.13
②深さ：50 μm（電解研磨）	4.25	70.73	40.15
③ワイヤー放電加工1回仕上げ	14.19	732.98	722.10
④同3回加工仕上げ	5.23	453.03	439.85
⑤研磨	1.54	-342.37	-735.10
⑥ワイヤー放電加工1回+ラッピング	2.33	-154.54	-197.17
⑦同3回加工仕上げ+ラッピング	1.57	-168.54	-260.71
⑧同3回加工仕上げ+ミラー仕上げ	1.60	-185.15	-207.81

（※マイナス（-）は圧縮応力を示す。）

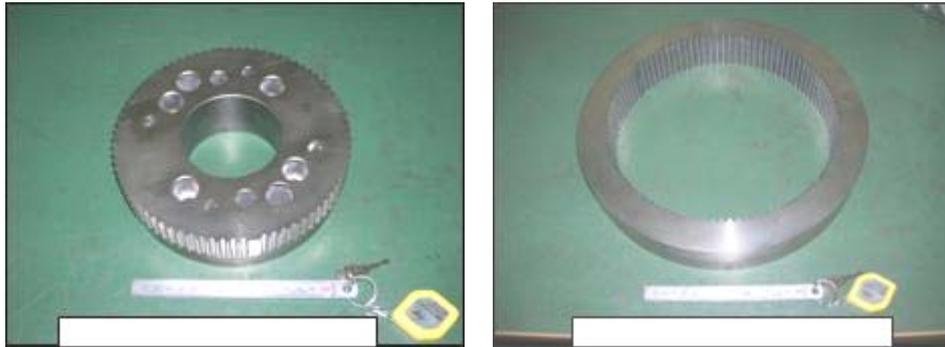
7-2 残留応力の変寸への影響

7-2-1 研究目的

前項では各種仕上げ方法の残留応力の調査を実施し、現状の仕上げ方法では後工程における変寸への影響はないと推定した。ここでは実際に供試体を製作して熱処理後に放電加工や研磨加工等の方法で仕上げ加工を行い、残留応力とPVD処理前後の寸法測定を行って仕上げ加工方法の違いによる変寸への影響を調査確認する。

7-2-2 実験方法及び実験条件

ここで用いた供試体を図7-2-1に示す。熱処理は従来の標準熱処理条件で処理する。仕上げ方法はワイヤー放電加工後ラッピング仕上げを行い、その後、X線応力測定装置にて残留応力の測定を行う。残留応力測定後PVD処理を行い、処理前後の寸法測定を実施して変寸（変化量）を求める。



(1) 供試体G

(2) 供試体H

図 7-2-1 供試体の概要

7-2-3 実験結果及び考察

残留応力の測定結果を表 7-2-1 に示す。供試体Gについては仕上げ方法を 2 種類について実験した。供試体G①は、ワイヤー放電加工+ラッピング仕上げ面（仕上げA）と熱処理面について軸方向及び円周方向各 4 箇所測定した。供試体G②はワイヤー放電加工+ラッピング仕上げ面（仕上げB）の軸方向及び円周方向各 4 箇所測定した。供試体Hの仕上げAはワイヤー放電加工+ラッピング仕上げ、仕上げCは研磨仕上げである。

表 7-2-1 供試体の残留応力測定結果

供試体	仕上げ方法 と測定位置	面粗度 (Rz)	残留応力 軸方向(MPa)	残留応力 円周方向(MPa)
供試体G①	仕上げA 1	8.9	770.40	755.31
	仕上げA 2	7.6	752.49	693.96
	仕上げA 3	8.1	726.47	661.97
	仕上げA 4	8.3	785.00	573.36
	熱処理面 1	7.7	-22.20	-210.29
	熱処理面 2		5.45	-180.27
	熱処理面 3		-25.23	-189.24
	熱処理面 4		-40.15	-205.40
供試体G②	仕上げB 1	3.9	141.86	201.54
	仕上げB 2	2.3	284.63	201.23
	仕上げB 3	2.8	413.28	321.94
	仕上げB 4	4.5	329.70	238.87
供試体H	仕上げA	3.0	66.42	34.38
	仕上げC	2.1	-296.09	-632.79

今回のラッピング仕上げ加工面は残留応力を多くするため、ワイヤー放電加工変質層の引張り残留応力が残る状態となるように加工時間を短くした。その結果、面粗度が通常の仕上げ面の 2 倍となった。

PVD処理後の変化量を表7-2-2に示す。残留応力は円周方向の応力を記した。供試体G①と供試体G②の値は平均値を記した。供試体G（現）は過去のデータから抜粋した。

表7-2-2 PVD処理後の変化量

供試体	供試体G（現）	供試体G①	供試体G②	供試体H
残留応力 (MPa)	-280.16	671.15	240.9	34.38
外径変化量 (μm)	12	9	11	15
内径変化量 (μm)	7	7	6	11
外径変化量 (%)	0.006	0.005	0.006	0.005
内径変化量 (%)	0.004	0.004	0.003	0.004

(※マイナス (-) は圧縮応力を示す。)

過去のデータは圧縮応力だったが、今回の残留応力は仕上げ加工時間を短くしたため引張応力となったが、供試体G②の実験結果からPVD処理における変寸には残留応力の方向は影響がないと思われる。また、供試体G①の結果から残留応力の値が2倍以上になってもPVD処理前後における変寸(変化量)は同等であった。

これより、仕上げ加工における700MPa程度の残留応力は応力方向に関わらずPVD処理等の後工程処理における変寸には影響がないといえる。

第8章 本論－7：熱処理とPVD処理後変寸の研究

8－1 実型刃物による変寸確認

8－1－1 研究目的

熱処理の後工程であるPVD処理工程で発生する変化量を抑制する熱処理条件を確認することができた。ここでは供試体と異なる形状の実型刃物における変化量が供試体と同様であり、実用化可能なことを確認する。

8－1－2 実験方法及び実験条件

実型刃物形状による変寸を確認するため、川下企業で使用している金型用刃物A、B、2種類を選択して製作する。金型刃物材料は供試体と同じSKD11改良材を使用する。熱処理条件は本研究で得られた条件を使用する。熱処理後、仕上げ加工を行い、PVD処理を行う。PVD処理は従来どおり、金型刃物AはTiCN処理、金型刃物BはTiN処理とする。PVD処理後、刃物形状寸法を測定し、変化量を確認する。

8－1－3 実験結果及び考察

各刃物の母材硬度と残留オーステナイト量及びPVD処理前後の変化量を表8－1－1、表8－1－2に示す。硬度(HRC)は熱処理後の母材硬度であり、各測定部位の変化量はPVD処理の膜厚を差し引きしてPVD処理後の寸法測定結果とPVD処理前の寸法測定結果との差を求めたものである。

金型刃物Aのダイは内径寸法が数 μm ほど小さくなる傾向がある。この傾向は従来熱処理においても発生しており、刃物形状の要因と思われる。パンチは変化量が供試体に比べ若干多いものの、寸法変化のばらつきは少なかった。パンチダイは供試体に比べ変化量が大きく、外径が大きくなり、内径が小さくなるという特異な例を示したが、これは厚さ約70mmに比べて外径と内径差が20mmで肉厚が10mmという形状の要因によるものと思われる。母材硬度および残留オーステナイト量に関しては供試体と差異はなかった。

金型刃物BのPVD処理後の変化は総じて寸法が大きくなる傾向を示し、最大で0.012%、平均でも0.007%と供試体に比べると大きな値となった。母材硬度は60.0HRC～60.2HRCとばらつきは少なく、PVD処理後の硬度変化も1ポイント以下であった。残留オーステナイト量は供試体に比べ1%～2%大きな値となった。

以上の結果から、実用には差し支えない範囲の変化量の金型刃物があるが、更なる変化量の低減を図るため要因を分析することとした。

熱処理の良否は温度と時間に左右されるため、初めに温度制御プログラムを確認したが、焼入れ、サブゼロ処理、焼戻し及び安定化処理ともに温度制御パターンは一致していた。供試体及び金型刃物の実態温度は焼入れ、サブゼロ処理、安定化処理には大きな

差異はなかった。しかし、焼戻し温度については金型刃物の上昇温度が供試体の時と異なることが判明した。よって、供試体のときと同等に実体温度のコントロールが出来るように熱処理パターンを変更して確認することとした。

表 8-1-1 金型刃物 A の変化量

刃物種類	硬 度 (HRC)	測定部位	基準径 (mm)	変化量 (μm)	変化量 (%)	残留オーステナイト量 (%)
ダ イ	61.0	内径 1	105	-3	0.003	1.1 \pm 1.3
		内径 2		-3	0.003	
		内径 3		-3	0.003	
		内径 4		-2	0.002	
		内径 5		-1	0.001	
		内径 6		0	0.000	
パンチ 1	60.0~ 60.3	外径	85	4	0.005	3.3 \pm 1.0
パンチ 2		外径		5	0.006	
パンチ 3		外径		4	0.005	
パンチ 4		外径		5	0.006	
パンチ 5		外径		5	0.006	
パンチ 6		外径		5	0.006	
パンチダイ 1	60.0~ 60.7	外径	105	7	0.007	2.4 \pm 0.82
パンチダイ 2		内径	85	-5	0.006	
		外径	105	10	0.010	
パンチダイ 3		内径	85	-4	0.005	
		外径	105	9	0.009	
パンチダイ 4		内径	85	-5	0.006	
		外径	105	6	0.006	
パンチダイ 5		内径	85	-5	0.006	
		外径	105	8	0.008	
パンチダイ 6		内径	85	-5	0.006	
		外径	105	8	0.008	

表 8-1-2 金型刃物 B の変化量

刃物種類	硬 度 (HRC)	測定部位	基準径 (mm)	変化量 (μm)	変化量 (%)	残留オーステナイト量 (%)
ダ イ①	60.2	内径	172	7	0.004	4.3 \pm 2.6
ダ イ②	60.1	内径	172	7	0.004	3.7 \pm 2.3
パンチ①	60.1	歯大径	144	13	0.009	4.3 \pm 2.6
		歯小径	137	5	0.004	
パンチ②	60.2	歯大径	144	10	0.007	3.7 \pm 2.3
		歯小径	137	2	0.001	
パンチダ イ①	60.0	外径	144	13	0.009	3.0 \pm 3.4
		外径	137	7	0.005	
		外径	172	16	0.009	
パンチダ イ②	60.2	外径	144	17	0.012	2.9 \pm 2.0
		外径	137	11	0.008	
		外径	172	15	0.009	

8-2 変寸を抑えた熱処理技術の確立

8-2-1 研究目的

前項の結果では金型刃物 B の PVD 処理後の変化が、供試体の場合よりも大きな変化がみられた。ここでは供試体と金型刃物 B の熱処理の実体を調査した結果を踏まえて最適熱処理条件を変更し、変寸を抑制する熱処理技術の確認を行う。

8-2-2 実験方法及び実験条件

ここでは熱処理の焼入れ、サブゼロ処理、安定化処理を今までと同じとし、焼戻し条件のみを前項で検討したパターンに変更して供試体を加工し、PVD 処理前後の変寸を確認する。また熱処理後の硬度と残留オーステナイト量を確認する。

8-2-3 実験結果及び考察

熱処理後の母材硬度及び残留オーステナイト量の測定結果と PVD 処理前後の変化量の測定結果を表 8-2-1 に示す。

実験の結果、母材の焼入れ焼戻し硬度は 60HRC 前後であり従来の開発熱処理と変わらない。残留オーステナイト量は従来に比べて多くなったが、変化量は 1 点を除き目標の 0.005% を満足し、従来の開発熱処理と変わらない状態となった。PVD 処理後の硬度変化はロックウェル硬度で 1 ポイント前後であった。

表 8-2-1 後工程処理後の変寸率と硬度変化

供試体	硬 度 (HRC)	測定部位	基準径 (mm)	変化量 (μ m)	変化量 (%)	残留オーステナイト量 (%)
供試体 C-P	60.2	歯大径	251	6	0.002	3.6 \pm 2.4
		歯小径	245	1	0.000	
供試体 C-D	60.2	外径	314	18	0.006	3.6 \pm 2.4
供試体 D	60.3	歯大径	98	3	0.003	6.5 \pm 2.0
		歯小径	94	0	0.000	
		外 径	116	4	0.003	
供試体 E	59.7	歯大径	192	7	0.004	5.8 \pm 1.1
		歯小径	185	4	0.002	
		外 径	242	8	0.003	
供試体 F ①	59.8	歯大径	252	8	0.003	7.0 \pm 1.3
		歯小径	246	5	0.002	
		外 径	314	8	0.003	
供試体 F ②	60.0	歯大径	252	9	0.004	6.16 \pm 2.2
		歯小径	246	5	0.002	
		外 径	314	10	0.003	

以上より、熱処理後の後工程での変寸を低減するためには、従来よりも熱処理をする形状や大きさ、量により温度と時間のきめ細かなコントロールが必要と考えられる。

本研究開発の結果、熱処理後の後工程で発生する変化量は目標の 0.005%をほぼクリアでき、実用化には問題のない範囲まで変化量は少なくなった。今後は変化量のばらつき低減を進めると同時に、量産金型刃物による変寸確認及び量産金型への展開が必要である。

8-3 材料表面評価試験システムによる母材硬度の確認

8-3-1 研究目的

本研究で得られた熱処理条件で PVD 処理後の変寸は低減されることが前項までの研究結果で確認された。ここでは PVD 処理の皮膜の密着性や耐摩耗性が熱処理によって得られる母材の硬度によっても変化するため、材料表面評価試験システムを使い、計装化押し込み試験によって従来の熱処理と本研究で得られた熱処理の母材硬度と表面硬度の相関を確認する。

8-3-2 実験方法及び実験条件

計装化押し込み試験で使用する材料表面評価試験システムの概要を図 8-3-1 に示す。本試験システムは試験機本体、操作部、制御装置からなる。また、試験機本体の概要を図 8-3-2 に示す。試験システムの仕様を表 8-3-1 に示す。

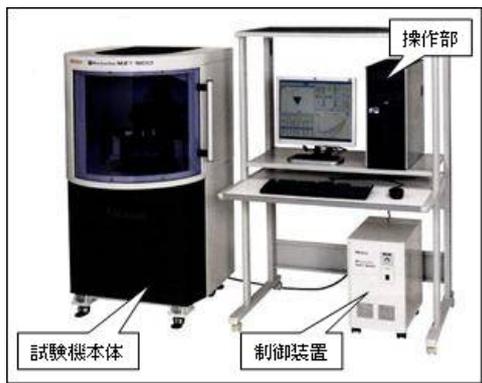


図 8-3-1 材料表面評価試験システム



図 8-3-2 試験機本体

表 8-3-1 材料表面評価試験機仕様

項目		仕様	備考
試験力	試験力	(室蘭ヒート仕様)	
	制御最小単位	1 μ N	
	負荷速度設定範囲	(室蘭ヒート仕様)	
押し込み深さ	計測範囲	0~20 μ m	
	計測最小単位	0.1 n m	
圧子	種類	ベルコピッチ三角錐圧子 (軸心に対する面角 65.03°)	標準、その他圧子使用可能
表面観察装置	対物レンズ (モニタ倍率)	100倍 (約 2500倍) 40倍 (約 1000倍) 10倍 (約 250倍)	
試料台	上下可動範囲	0~70mm	
	駆動最小単位	約 0.2 μ m	
	XY自動ステージ	50mm×50mm	
	駆動最小単位	約 1 μ m	
	面積	130mm×130mm	
	試料最大高さ	(室蘭ヒート仕様)	
	駆動範囲	(室蘭ヒート仕様)	
防振機能		対策済	
外径寸法		約 720×840×1250mm	
質量		約 100 k g	

試験機本体は試料表面観察装置、荷重装置とシフトXYZ自動装置からなる。荷重装置には圧子を取り付けられており、試験力の発生と押し込み深さの計測を行う。試料表面観察装置は試験位置の決定とくぼみの観察を行う。シフトXYZ自動装置は試料表面監察装置と荷重装置間の試料の移動(シフト部)、試験観察位置の走査(XY部)及び試料表面のピント合せ(Z部)を行う。試験機本体は特殊試験が出来るように一部改造を加えている。本試験機ではISO 14577に規定されているマルテンス硬さ(HM)、平均マルテンス硬さ(HMs)押し込み硬さ(H_{IT})等のパラメータが獲られるほか、

本試験機独自のマルテンズ硬さのビッカース単位系換算値、塑性変形量（ I_p ）、クリープ変形量（ I_c ）、弾性変形量（ I_e ）なども得ることが出来る。

本研究開発で得られた最適熱処理と従来熱処理のテストピースからロックウェル硬度試験機で母材硬度を求める。表面材料評価試験システムでマルテンズ硬さ（HM）と平均マルテンズ硬さ（HM_s）を求める。HMV700 硬さ基準片及びHMV900 硬さ基準片を比較用試料として用いる。試験条件を表8-2-2に示す。計測面は研磨加工後バフ研磨した試料を用いる。圧子は標準のベルコビッチ三角錐圧子を使用した。

表8-3-2 試験条件

項目	条件
圧子	ベルコビッチ（軸芯に対する対面角：65.03°）
試験モード	Bモード（初試験力なし）
試験力	2000mN
負荷時間	10 秒
保持時間	10 秒
除荷時間	10 秒

8-3-3 実験結果及び考察

試験結果を押し込み深さ-試験力グラフを図8-3-3に示す。くぼみの写真を図8-3-4に示す。また、母材硬度と表面硬度の比較を表8-3-3に示す。従来熱処理の母材硬度は 58.6HRC、開発熱処理の母材硬度は 59.4HRC であった。表面硬度のマルテンズ硬さ(HM)、平均マルテンズ硬さ(HM_s)は母材硬度と同様に開発熱処理の表面硬度が高い硬度を示した。マルテンズ硬さ(HM)については開発熱処理のテストピースが HMV900 硬さ基準片に近く、従来熱処理は HMV900 硬さ基準片と HMV700 硬さ基準片のほぼ中央の値であった。平均マルテンズ硬さ(HM_s)については、開発熱処理は HMV900 硬さ基準片と HMV700 硬さ基準片のほぼ中央の値であり、従来熱処理のテストピースが HMV700 硬さ基準片に近い値を示した。

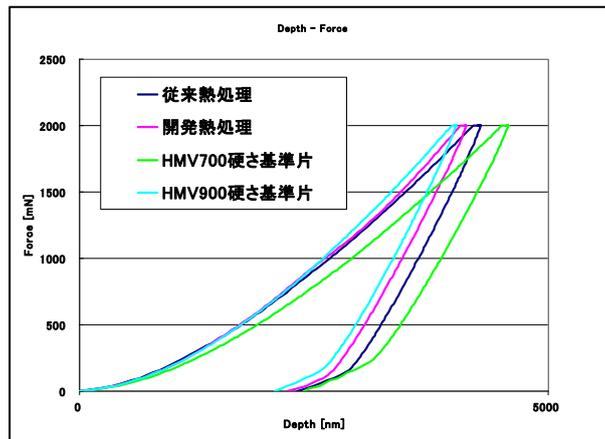
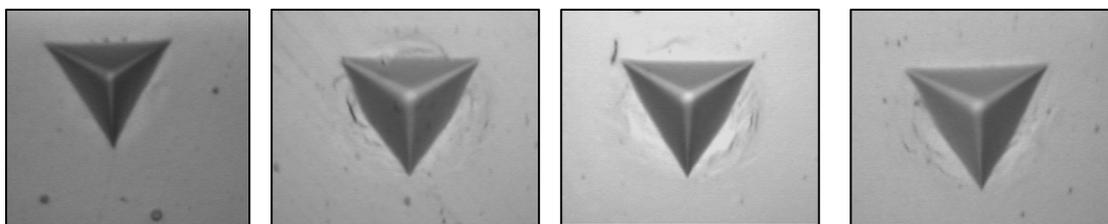


図 8-3-3 押し込み深さ-試験力グラフ



(HMV900)

(開発熱処理)

(従来熱処理)

(HMV700)

図 8-3-4 各試料のくぼみ写真

表 8-3-3 母材硬度と表面硬度

試料	母材硬度 (HRC)	最大押し込み深さ (nm)	マルテンス硬さ (HM)	平均マルテンス硬さ (HM s)
硬さ基準片 (HMV900)	67.0	4017	4690	2716
開発熱処理	59.3	XX	4451	2296
従来熱処理	58.6	YY	4141	1942
硬さ基準片 (HMV700)	60.1	4571	3622	1871

8-4 熱処理と PVD 処理被膜の効果確認

8-4-1 研究目的

本研究で開発された熱処理は従来熱処理に比べ PVD 処理における変寸を大幅に低下させることができる。しかしながら、開発熱処理をして表面処理した金型刃物が、従来熱処理をして表面処理した金型刃物に比べて耐摩耗性が低下し、刃物の寿命が低減してはならない。

ここでは、表面材料評価試験システムを使った微細な擦り傷を試料表面に与える簡易的な方法で PVD 処理被膜の密着性や耐摩耗性が従来熱処理に PVD 処理をした場合と比べ

て差異のないことを確認する。

8-4-2 実験方法及び実験条件

本実験では軸心との対面角が 45° の三角錐圧子を使った繰返し試験とベルコビッチ圧子を使う特殊試験を採用した。それぞれの試験条件を表8-4-1、表8-4-2に示す。繰返し試験は試験位置を変えずに1試験あたり10回の試験を3回繰り返す。

試料は従来熱処理をしたものと本研究で得た熱処理をしたものを製作し、試料表面は熱処理による加工変質層を研磨で除去したあとバフ研磨する。PVD処理はTiN処理とTiCN処理を施す。

表8-4-1 試験条件

項目	条件
圧子	軸芯に対する対面角 45° の三角錐圧子
試験モード	繰返し試験 (10回/試験×3試験)
試験力	2000mN
負荷時間	10秒
保持時間	なし
除荷時間	10秒

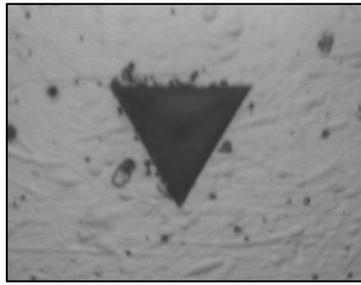
表8-4-2 特殊試験条件

項目	条件
圧子	ベルコビッチ圧子
試験モード	MM
試験力	F
負荷速度	S
保持時間	なし
移動距離	L

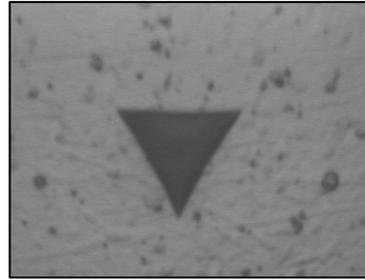
8-4-3 実験結果及び考察

従来熱処理とTiN処理を施した試料の繰返し試験結果では、試験中に押し込み深さが大きく変化することはなかった。本研究で得られた開発熱処理とTiN処理を施した試料の繰返し試験結果も同様に押し込み深さが大きく変化することはなかった。

繰返し試験30回目後のくぼみの写真を図8-4-1に示す。くぼみの大きさは開発熱処理のほうが小さいが、くぼみ周囲の状況から密着性や耐摩耗性に影響のある状態は観察されなかった。以上よりTiN処理の場合は耐摩耗性および密着性において開発熱処理と従来熱処理には大きな差異はないと考えられる。



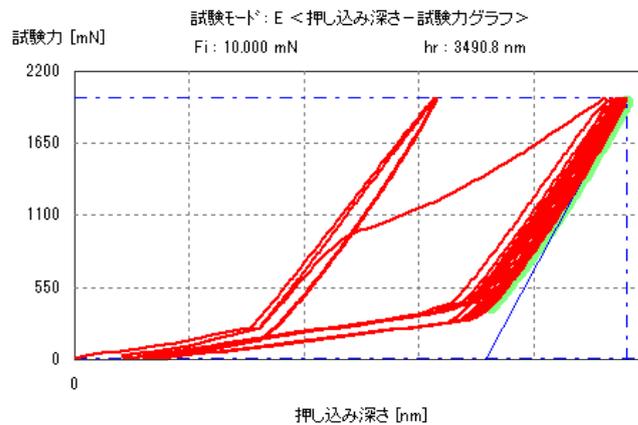
(従来熱処理+TiN)



(開発熱処理+TiCN)

図 8-4-1 繰返し試験後のくぼみ

TiCN コーティングにおける従来熱処理の場合の押し込み深さ-試験力グラフを図 8-4-2 に、試験終了後のくぼみの写真を図 8-4-3 に示す。従来熱処理の場合は押し込み深さ-試験力グラフにおいて繰返し試験の 13 回目の試験力負荷時に剥離と思われる押し込み深さの大きな変化が見られた。図 8-4-3 の写真からわかるようにくぼみの 2 辺に剥離と思われる大きな盛り上がりが見られた。



(繰返し試験 2 回目)

図 8-4-2 従来熱処理と TiCN 処理の押し込み深さ試験力グラフ

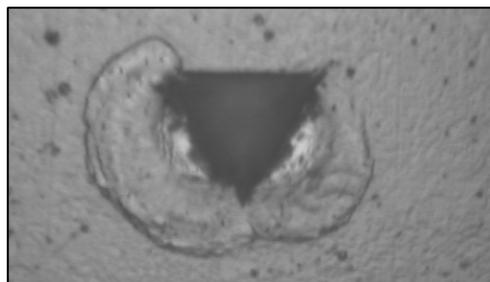
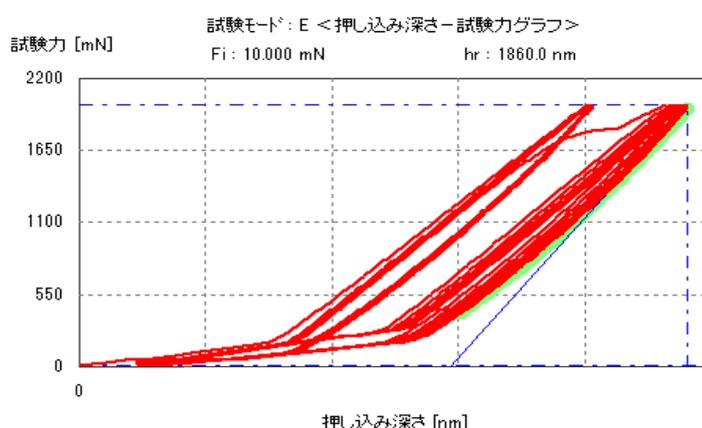


図 3-4-3 繰返し試験後のくぼみの写真 (従来熱処理の場合)

開発熱処理の場合の押し込み深さ－試験力グラフを図 8－4－4 に、試験終了後のくぼみの写真を図 8－4－5 に示す。開発熱処理の場合は押し込み深さ－試験力グラフにおいて繰返し試験の 23 回目の試験力負荷時に剥離と思われる押し込み深さの変化が見られた。試験終了後のくぼみの写真からはくぼみの 1 辺に剥離と思われる盛り上がりが見られたが、盛り上がり大きさは開発熱処理の場合よりも従来熱処理のほうが大きい。これより、TiCN の場合は従来熱処理に比べ開発熱処理の場合が密着性に優位であると考えられる。



(繰返し試験 3 回目)

図 8－4－4 開発熱処理と TiCN 処理の押し込み深さ試験力グラフ

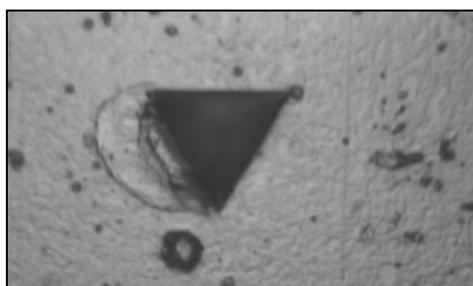


図 8－4－5 繰返し試験後のくぼみの写真 (開発熱処理の場合)

次にベルコピッチ圧子を用いた特殊試験の結果について述べる。TiN 処理の場合の結果を図 8－4－6 に示す。開発熱処理よりも従来熱処理の場合が低試験力からキズが発生しているように見える。また、双方共に剥離と思われる痕跡があった。

次に TiCN 処理の場合の結果を図 8－4－7 に示す。TiN 処理の場合と同様に開発熱処理よりも従来熱処理の場合が低試験力からキズが発生しており、双方に剥離と思われる痕跡もあった。以上より密着性は剥離現象が双方に見られるため、同等と思われるが、耐摩耗性は従来熱処理よりも開発熱処理のほうが有効と思われる。

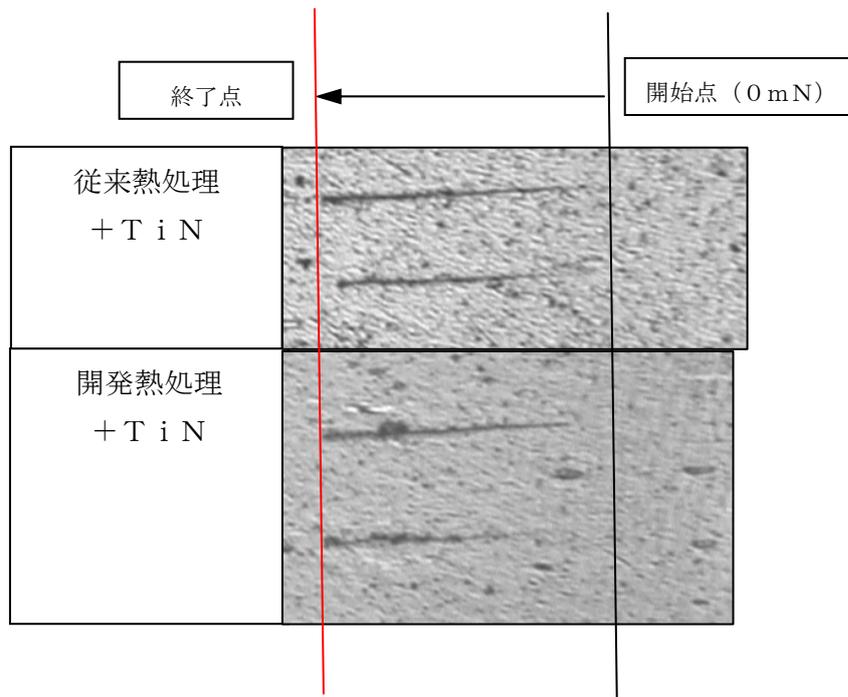


図 8-4-6 TiN 処理の場合の特殊試験結果

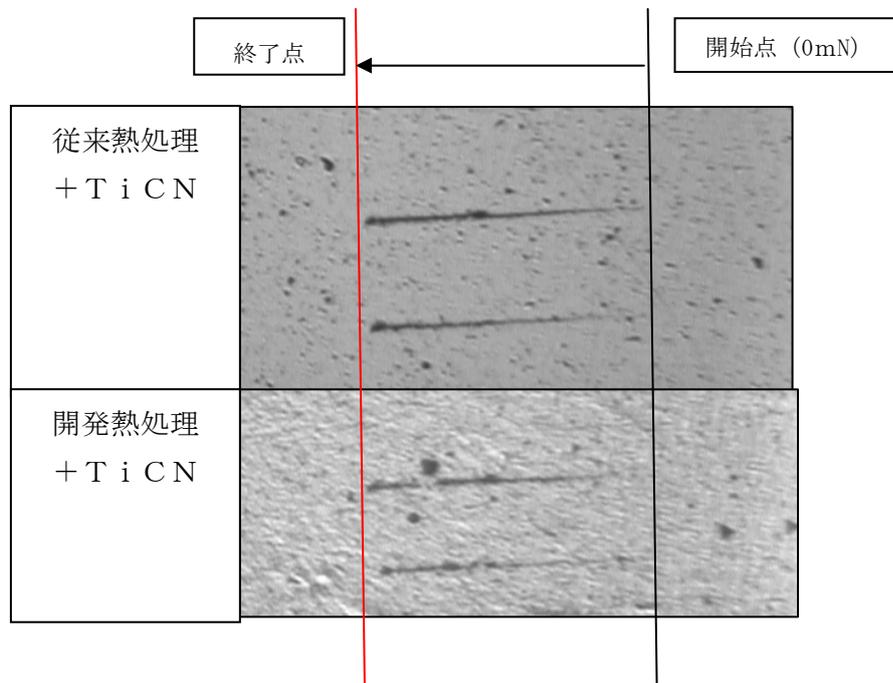


図 8-4-7 TiCN 処理の場合の特殊試験結果

8-5 実用金型刃物への展開

8-5-1 研究目的

後工程での変寸を低減する熱処理技術の研究成果を、8-1項で変寸を確認した刃物と同様の金型刃物を製作し、量産金型に組み込み、従来熱処理品と同等の寿命を有することを確認し、開発熱処理の量産金型への展開を図る。

8-5-2 実験方法及び実験条件

金型刃物の耐久性を確認する金型の製品形状は外径が約105mm、内径が約85mmのリング状になっている。金型刃物の材料はSKD11改良材を使用する。熱処理は本研究で得た開発熱処理の条件で処理する。PVD処理はTiCN処理とし、PVD処理前後で寸法を測定し、変化量や金型刃物のクリアランスを求める。製作した刃物は金型に組み込み使用し、ストローク数を記録して刃物寿命（耐久性）を確認する。

8-5-3 実験結果及び考察

PVD処理前後の寸法変化量を表8-5-1に示す。熱処理後の母材硬度は60HRC～61HRCだった。PVD処理温度は実体温度測定用のテストピースの硬度測定結果から480°以下で、膜厚は2μm～3μmであった。PVD処理前後の寸法測定の結果、変化量は0.005%以内であり、開発熱処理が後工程における変寸低減に対して有効であることが確認できた。また、刃物のクリアランスは基準に対し±10μm以内であり、使用には問題のない範囲であった。

刃物寿命の確認試験は現在進行中であり、従来熱処理品と同等以上の総ストローク数が期待でき、本研究で開発された熱処理は金型刃物のPVD処理後の変寸低減だけではなく、耐摩耗性にも従来どおりの効果が期待でき、川下企業では実用化段階へと検討を進めている。

表 8-5-1 寸法変化量測定結果

刃物種類	硬 度 (HRC)	測定部位	基準径 (mm)	変化量 (μm)	変化量(%)
ダ イ	60.7	内径 1	105	-3	-0.003
		内径 2		-5	-0.005
		内径 3		-4	-0.004
		内径 4		-4	-0.004
		内径 5		-5	-0.005
		内径 6		-4	-0.004
パンチ 1	60.0~ 60.6	外径	85	3	0.004
パンチ 2		外径		1	0.001
パンチ 3		外径		0	0.000
パンチ 4		外径		0	0.000
パンチ 5		外径		2	0.002
パンチ 6		外径		2	0.002
パンチダイ 1	60.0~ 60.9	外径	105	0	0.000
パンチダイ 2		内径	85	-2	-0.002
		外径	105	0	0.000
パンチダイ 3		内径	85	-4	-0.005
		外径	105	4	0.004
パンチダイ 4		内径	85	-4	-0.005
		外径	105	2	0.002
パンチダイ 5		内径	85	-1	-0.001
		外径	105	0	0.000
パンチダイ 6		内径	85	-1	-0.001
		外径	105	2	0.002
パンチダイ 7		内径	85	-3	-0.003
		外径	105	2	0.002

第9章 全体総括

9-1 研究開発成果

9-1-1 大きさ・形状違いによる変寸の分析

本研究開発で使用する材料の成分分析を実施し、1C-8Cr系のSKD11改良材であることを確認した。実型と同じ大きさと形状のテストピース（以下供試体という）を製作し、従来の条件で熱処理加工して各種データを収集した結果、保持温度、保持時間、焼入れ時の半冷時間、熱処理後の硬度については適正な状態であった。熱処理の各段階で採取した供試体の残留オーステナイト量の測定を行った結果、残留オーステナイト量は焼入れ直後に比べ、熱処理完了後において大幅に低減していた。伝熱シミュレーションの結果、焼入れ工程における供試体の冷却は形状やボルト穴の影響を受け一様ではないが、供試体の実体温度とシミュレーション結果の温度はほぼ同じであった。また、熱処理の後工程であるPVD処理前後における供試体の寸法変化のデータを収集した。その結果、特定の供試体においてPVD処理後の寸法が約0.020%~0.050%小さくなるという寸法変化とロックウェル硬度で10ポイントを越える硬度低下があったが、発生原因を究明し対策を実施することでこれらの問題は解決した。

9-1-2 サブゼロ処理に関する研究

供試体と同じ材料を用いてテストピースを製作し、従来熱処理を行ない残留オーステナイト量の測定を実施した結果、サブゼロ処理後の残留オーステナイト量は焼入れ直後に比べ低減していることが確認できた。サブゼロ処理温度を変えて熱処理し、残留オーステナイト量や硬度の測定及び後工程における寸法変化の測定を行った結果、サブゼロ処理温度、処理方法の組合せにより、変化量が0.003%以下となる結果も得ることができ、サブゼロ処理の最適条件を求めることが出来た。

9-1-3 PVD処理時の被加工材温度測定の研究

PVD処理時の被加工材の温度を確認する方法として二次硬化のない材料を熱処理して使う方法を検討した。実体温度が測定可能な加熱炉で温度を測定した結果と、温度測定用テストピースの処理後の硬度から求めた温度はほぼ等しく、この方法による温度測定には信頼性があることが確認できた。この温度確認方法を実際のPVD処理にて実施した結果、供試体の加熱温度は熱処理の焼戻し温度以下であることを確認した。また、後工程処理において特定の供試体温度が炉内設定温度以上になっていることがこの方法で確認することができ、リアルタイムで温度を確認することはできないが、熱電対等で測定不可能な場合に実体温度を確認する方法として有効であることが確認できた。

9-1-4 安定化処理の研究

安定化処理の効果を確かめるための変寸確認用テストピースを製作し、安定化処理の温度及び時間を変えた条件で熱処理してPVD処理前後の変寸を測定した結果、安定化処理の効果を確かめた温度領域の低温度もしくは高温の領域で変化量が少なく、中温度の領域では変化量が多かった。また、熱処理の仕方によっては安定化処理をすることで経年変化を大幅に低減できることを確かめた。PVD処理後の変寸においては安定化処理温度の違いによる変寸差異を確かめ、最適条件を求めることが出来た。

9-1-5 熱処理の研究

焼入れの温度と焼戻しの温度と時間を変えて実験を行った結果、硬度には焼入れ温度の違いで大きな差異はなかったが、焼入れ温度を高くすると残留オーステナイト量は増える傾向にあった。焼戻し温度と時間の実験においては、焼戻し温度が高温になると低温に比べ残留オーステナイト量は1/10以下となり、時間を長くすると残留オーステナイト量はさらに減少した。しかし、焼戻し温度の高温・長時間とした場合は残留オーステナイト量が最小値となり、変寸も少ないが、母材硬度が低いため現段階では実用不可の結果となった。また、熱処理の仕方によっては残留オーステナイト量や後工程処理後の変寸に変化があり、熱処理後に残留オーステナイト量が多いにも関わらず、後工程処理後の変寸が少ないことも確かめた。焼入れ、焼戻し、サブゼロ処理、安定化処理の各実験のデータから、最適な熱処理条件を設定し、変寸を確かめた結果、本研究が目標としている0.005%を概ねクリアしているが、変化量にばらつきがあり0.007%の場合も散見された。

さらに変寸を低減するため、最適熱処理条件において、サブゼロ処理条件の温度と時間を変えて実験を行った結果、変寸は本研究における現状のサブゼロ処理方法が一番少なかった。焼戻し温度の検討では硬度低下を考慮して最適条件の焼戻し温度よりも5度上げて実験をした結果、残留オーステナイト量は若干改善したが、変化量は変わらなかった。しかし、焼入れ焼戻し硬度はロックウェル硬度で約2ポイント低下したため、実用化の観点から焼戻し温度は現状の条件を最適条件として決定した。

9-1-6 仕上げ方法の検証

仕上げ加工方法の検証では、テストピースによってではあるが、仕上げ方法により残留応力に違いのあることを確かめた。さらに供試体で確かめた結果、仕上げ方法によって加工残留応力は圧縮応力、引張応力の場合があるが、熱処置の後工程であるPVD処理における変寸には影響がないことを確かめた。

9-1-7 熱処理と PVD 処理後変寸の研究

本研究で得られた最適熱処理条件で形状や大きさが供試体と異なる実型刃物による変寸を確認した結果、同じ熱処理条件でも供試体に比べ変寸が大きくなる刃物もあったが、焼戻し温度を適正にすることで変寸を抑えることが出来た。熱処理後の後工程での変寸を低減するためには、熱処理をする物体の形状や大きさ、量により温度と時間のきめ細かなコントロールが必要と考えられる。

本研究の熱処理条件は研究前の従来熱処理に比べ PVD 処理における変寸を大幅に低減することができた。しかしながら、開発熱処理をして表面処理した金型刃物が従来熱処理をして表面処理をした金型刃物に比べて密着性や耐摩耗性が低減し、刃物の寿命が低下してはならない。そこで、表面材料評価試験システムを使い、試料表面に微細な擦り傷を与えて確認する簡易的な方法等で密着性や耐摩耗性を確認した。その結果、開発熱処理は従来熱処理と比べても PVD 処理被膜の密着性や耐摩耗性に差異がないことを確認した。

また、川下企業では実際に PVD 処理を行った金型刃物を製作し、寿命確認を行っているが、本研究で開発された熱処理は PVD 処理後の変寸低減だけではなく、密着性や耐摩耗性も従来どおりの効果が期待できる。

9-2 研究開発後の課題・事業化展開

後工程における変寸を最大 0.005%以下にするという目標は概ね達成し、川下企業では実用化段階へと検討を進めている。課題としては顧客が要求する品質・コストに対応することが挙げられる。品質に関しては現状の成果を維持することが求められ、熱処理の温度や硬度等のデータを蓄積し、適正な熱処理条件で対応することが必要であるが、場合によっては新たな課題が生まれることも考えられる。コストに関しては従来熱処理よりも工程が増えることによって液化ガス・電力等の費用が増え、コスト増となっている。今後は品質や費用対効果等について川下企業と情報を交換しながら、適正な品質を維持しつつ省資源・省エネルギー化を図る。

また、ゲージや精密部品、他産業への営業展開を進めるためにも本研究で得たデータ・ノウハウを生かし、本研究で使用した材料と異なる冷間金型用鋼への応用、空冷鋼以外の材料への応用を図る。