

金型材SKD61材の窒化処理に関する研究

機械金属室 比嘉敏勝・長山純朗・安座間修*

1. 緒言

アルミニウム押し出し工程で発生するストリーク欠陥の問題に、前回^{1) 2)}は型材の正常部と欠陥部との間の表面あらさ、硬さ及び金属組織の差を比較検討したが、硬さ及び金属組織の差は観測されなかった。しかし、アルミニウム型材の表面粗さの間には差があることが判ったので、型材と直接接する押出金型の窒化層について研究を進めることにした。

現在、生産工場の押出金型の窒化処理は自社内で行っているが、金型のベアリング部分に窒化層の生成むらがあることが判った。そこで、今回は、窒化処理の改善を研究の目的とし、窒化条件の浴温度、浸漬時間及びOCN濃度の3因子と窒化表面硬さ、化合物層の厚さ、窒化層厚さ及び実用窒化厚さの4特性値との関係を $L_8(2^7)$ の直交配列表に割り付けて実験を行い検討を加えた。

2. 実験方法

2.1 実験計画

実験計画は表1のような3因子2水準を図1の線点図を用いて、表2のように、 $L_8(2^7)$ に要因割り付けを行なった。因子の水準は、工場における実用温度550℃、浸漬時間3.5時間及びOCN濃度10%を考慮して決めた。

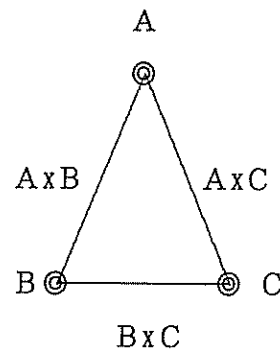


図1 $L_8(2^7)$ 線点図

表1 3因子2水準の内容

因子 \ 水準	水準		備考
	1	2	
A : 温度℃	530	570	熱電対 全窒素分析装置
B : 時間H	3	4	
C : OCN%	6	13	

表2 要因割り付け $L_8(2^7)$

列番	1	2	3	4	5	6	7
因子	A	B	AxB	C	CxA	BxC	E

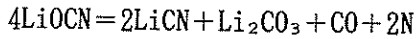
2.2 窒化処理条件

実験は表2の割り付け表に従い表3のように8種条件で各試験片の処理を行った。

*金秀アルミ工業株式会社

2. 3 窒化処理剤

工場で使用されている窒化処理剤はシアヌル酸 $[(\text{HOCN})_3]$ 、またはイソシアヌル酸 $[(\text{HNCO})_3]$ に酸化リチウム $[\text{Li}_2\text{O}]$ を化成してできるシアン酸リチウム $[\text{LiOCN}]$ を主成分とする窒化剤を使用している。その反応式は



組成変化に關与するCOとNの70%は鋼材表面に浸透拡散して、浸炭及び窒化に役立ち、残余は気化され、炭酸リチウムの増量とシアン化リチウムが副成される。副成された $(\text{LiCN}, \text{Li}_2\text{CO}_3)$ を復元するために、シアヌル酸 $[(\text{HOCN})_3]$ 、またはイソシアヌル酸 $[(\text{HNCO})_3]$ を添加して、復元する方式を取っているこの反応式は



であり、組成比率の保持ができるようになっている³⁾。

このような窒化処理剤を用いて、OCN濃度調整を行い、さらにOCN濃度確認の分析も行った。OCN濃度の分析は試料8gを 1dm^3 のメスフラスコに秤量し、この溶液 25cm^3 を分取し 140cm^3 の水を加え、さらに 4cm^3 の50%硫酸溶液を添加して、15分ほど放置して、全窒素分析装置（三菱化成工業(株)製TNO2型）で電量測定した。

2. 4 窒化処理方法

生産工場の窒化処理炉（ 1m^3 浴層）を使い、金型材（試料：SKD61、寸法： $10 \times 10 \times 20\text{mm}$ ）の試験片を、酸洗い→水洗→アルカリ洗→水洗→予熱乾燥→窒化→水洗→乾燥の順で窒化処理を実施した。

2. 5 特性値の測定

窒化処理後の試験片断面の光学顕微鏡写真を図1に示した。ここで、上部に薄く白く見えているのが化合物層で、その下に黒っぽい部分が窒化層である。化合物層はアルミニウム型材に接する所で製品の品質に係わると同時に金型の耐摩耗性を、窒化層は金型表面の硬さと靱性を保持するのに重要である。

窒化の特性値として窒化表面の硬さ、化合物層の厚さ、窒化層の厚さ及び実用窒化層

表3 実験条件

列番	1	2	4
因子	温度 ℃	時間 H	OCN濃度 %
NO			
1	530	3	6
2	530	3	13
3	530	4	6
4	530	4	13
5	570	3	6
6	570	3	13
7	570	4	6
8	570	4	13

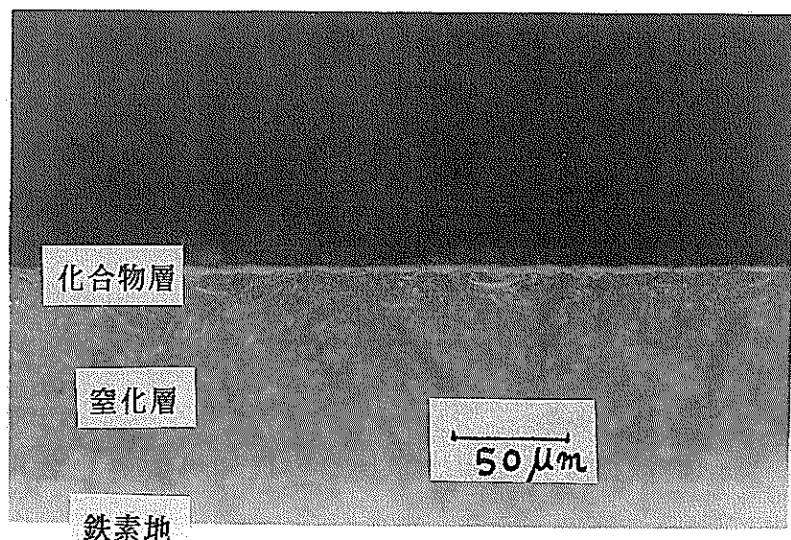


図2 窒化層の断面

の厚さの4特性値を測定した。その測定方法は、窒化層厚さと化合物層の厚さは図1のような写真から実測した。窒化表面の硬さは、硬さ試験機(明石製作所製MVK-D型)によって、荷重200gで測定した。

また、実用窒化層は窒化層の断面を10 μ m間隔で200 μ mまで測定し、図3のような窒化層断面の深さと硬さの関係を求め、図から硬さが急激に低下する1000HV0.2の深さを読み取って、実用窒化層とした。

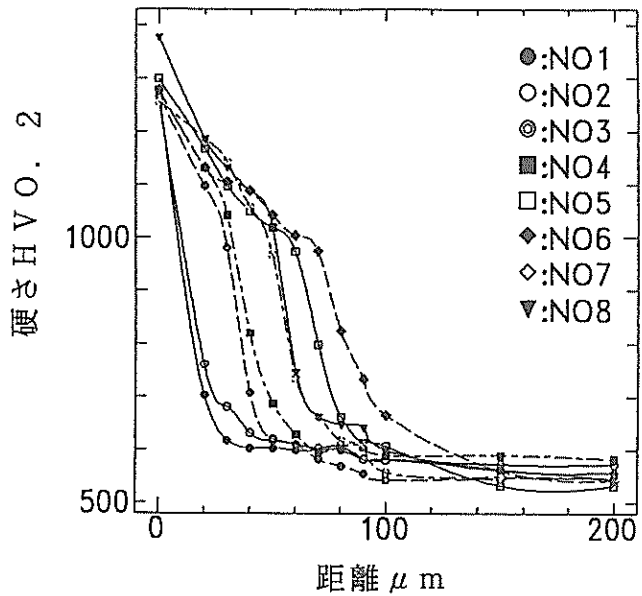


図3 窒化深さと硬さ

3. 結果と考察

3.1 各試験片の特性値

各試験片の特性値を表4に示した。これらの特性値をそれぞれ分散分析して、考察を加えた。

3.2 窒化層表面硬さの分散分析

窒化層表面硬さと各因子の分散分析結果を表5に示した。その結果各因子とも有意な関係はなく、表面硬さは浴温度、浸漬時間及びOCN濃度の3因子に依存しないことを示している。

表4 各試験片の特性値

特性値 NO	表面硬さ HV0.2	化合物層厚 μ m	窒化層厚 μ m	実用窒化層厚 μ m
1	1278	0.5	10	19.0
2	1257	0.5	10	20.4
3	1267	3	30	38.1
4	1278	2	50	43.1
5	1299	4	80	66.7
6	1278	5	100	74.1
7	1257	7.5	60	58.7
8	1378	7.5	60	61.0

表5 表面硬度の分散分析

列	要因名	S	ϕ	V	F	プール	F'	寄与率%	
1	A	2178	1	2178	1.44	②— ③— ④— ⑤— ⑦—プール	2.22	11	
2	B	578	1	578	0.38				
3	A B	288	1	288	0.19				
4	C	1012	1	1012	0.66				
5	A C	1512	1	1512	1				
6	B C	3784	1	3784	2.5			3.85	25.8
7	誤差	1512	1	1512					63.2

**危険率1%有意

3. 3 化合物層の分散分析

表6 化合物層の分散分析結果

列	要因名	S	ϕ	V	F	プ ール	F'	寄与率%
1	A	40.5	1	40.5		④ — ⑤ — ⑥ — ⑦ — プール	**162	73.9
2	B	12.5	1	12.5			**50	22.5
3	A B	0.5	1	0.5			2	0.5
4	C		1					
5	A C		1					
6	B C		1					
7	誤差	1	1	0.2				

**危険率1%有意

化合物層の厚さについては浴温度及び浸漬時間が危険率1%で有意となった。化合物層厚さと浴温度及び浸漬時間の関係は図4のとおりである。浴温度は高く、浸漬時間は長いほど、化合物層は厚くなる傾向を示した。

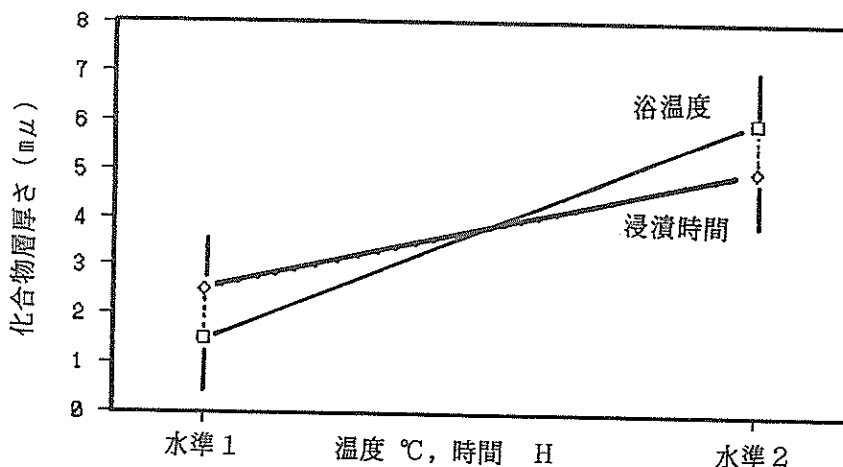


図4 化合物層厚さと温度、時間

3. 4 窒化層厚さの分散分析

窒化層厚さと各因子の解析結果を表7に示した。その結果から窒化層厚さに与える因子として浴温度及び浴温度と浸漬時間の交互作用が危険率1%で有意となった。

表7 窒化層厚さの分散分析

列	要因名	S	ϕ	V	F	プ ール	F'	寄与率%
1	A	5000	1	5000	25	② — ⑤ — ⑥ — ⑦ — プール	**100	68.8
2	B		1					
3	A B	1800	1	1800	9		**36	24.3
4	C	200	1	200	1		4	
5	A C		1					
6	B C		1					3.85
7	誤差	200	1	200				

**危険率1%有意

浴温度と窒化層厚さの関係を図5に示す。

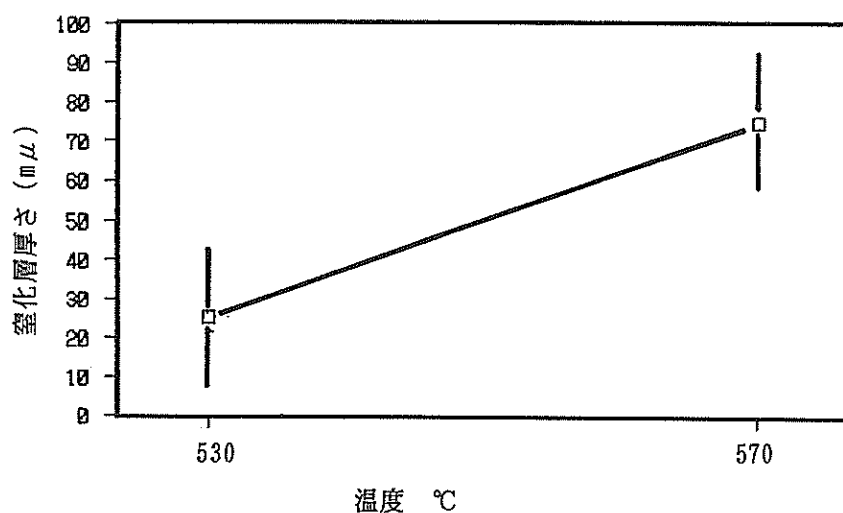


図5 窒化層厚さと温度

浴温度が高いと窒化層は厚くなる傾向である。窒化層厚さと浴温度と浸漬時間の交互作用の関係を図6に示した。ここで、第1水準の浴温度530°Cでは浸漬時間が長くなると窒化層は厚くなるが、第2水準の浴温度570°Cでは浸漬時間が長くなると、逆に窒化層は薄くなる傾向を示している。

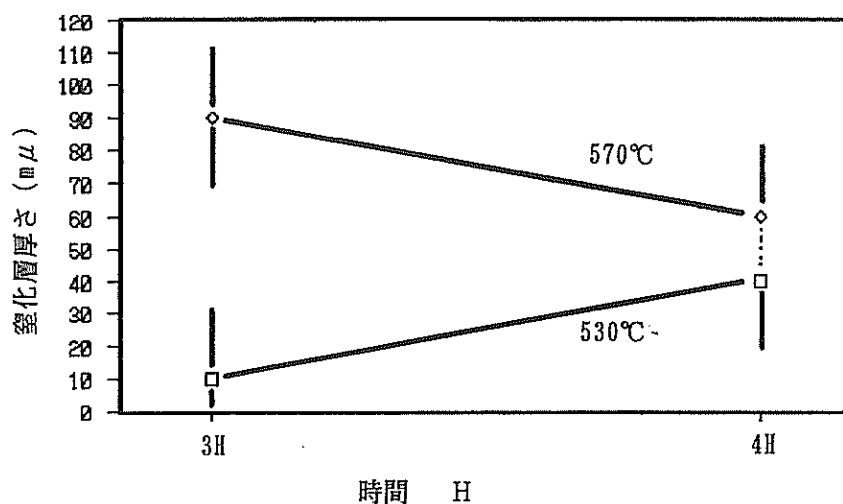


図6 窒化層厚さと温度と時間の交互作用

3. 5 実用窒化層の分散分析

実用窒化層厚さと各因子の解析結果を表8に示した。浴温度及び浴温度と浸漬時間の交互作用が危険率1%で有意となった。

実用窒化層厚さと浴温度の関係を図7に示した。浴温度の上昇より実用窒化層厚さも厚くなる傾向を示した。

表8 実用窒化層の分散分析

列	要因名	S	ϕ	V	F	プ ール	F'	寄与率%
1	A	2363	1	2363	**3025		**148	79.5
2	B	63	1	63	81	②		
3	A B	510	1	510	*.653		** 32	16.7
4	C	14	1	14	19	④		
5	A C	0.7	1	0.7	1	⑤		
6	B C	0.1	1	0.1	0.1	⑥		
7	誤差	0.7	1	0.7		⑦ プール		

**危険率1%有意

実用窒化層厚さと浴温度と浸漬時間の交互作用の関係を図8に示した。図から第1水準の浴温度530℃では浸漬時間が長くなると実用窒化層は厚くなるが、第2水準の浴温度570℃では浸漬時間が長くなると、逆に実用窒化層は薄くなる傾向であることがわかった。

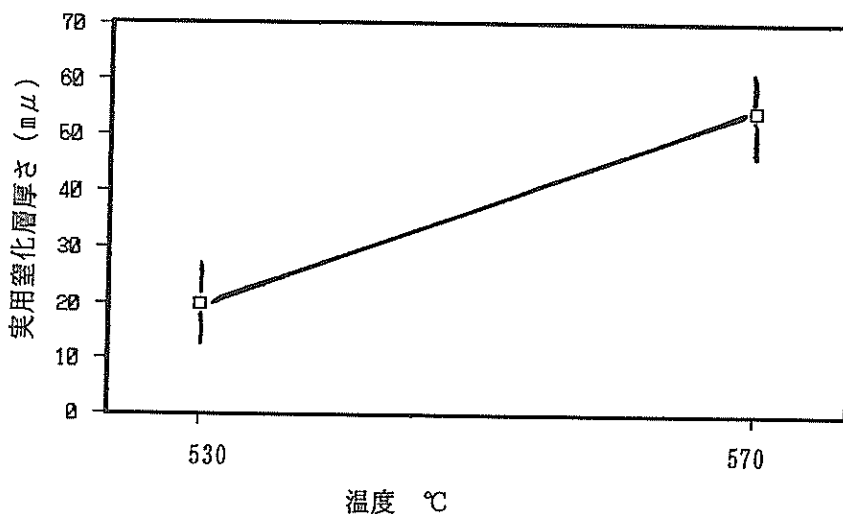


図7 実用窒化層厚さと温度

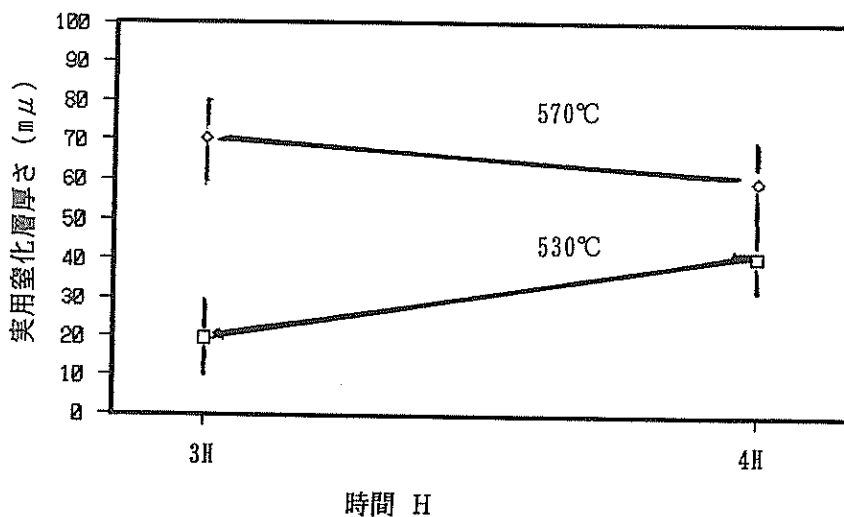


図8 実用窒化層厚さと温度と時間の交互作用

4. まとめ

金型材SKD61の表面硬さ、化合物層厚さ、窒化層厚さ及び実用窒化層厚さの関係を検討するためにL₈(2⁷)の実験計画法により実験を行った結果は以下のとおりであった。

- ①表面硬さは浴温度、浸漬時間及びOCN濃度に依存しない。
- ②窒化層の厚さは、浴温度及び浴温度と浸漬時間の交互作用の影響が大きい、浴温度が上昇すると窒化層は厚くなる傾向を示した。浴温度と浸漬時間の交互作用では、浴温度の570℃で浸漬時間を長くすると窒化層の厚さは薄くなる傾向を示した。
- ③化合物層の厚さは、浴温度及び浸漬時間の影響が大きい。浴温度を上げ、浸漬時間を長くすると化合物層は厚くなる傾向を示した。
- ④実用窒化層厚さは、浴温度及び浴温度と浸漬時間の交互作用の影響が大きい。浴温度が上昇すると実用窒化層は厚くなり、浴温度と浸漬時間の交互作用では浴温度530℃で浸漬時間とともに実用窒化層の厚さは厚くなるが、浴温度570℃では浸漬時間を長くすると実用窒化層の厚さは薄くなる傾向を示した。
- ⑤4特性値に与えるOCN濃度の影響は小さい。

参考文献

- 1) 沖工試業務報告第17号p113~p116(1989)
アルミニウム押出型材のストリーク欠陥の研究 (第I報)
- 2) 沖工試業務報告第17号p113~p116(1989)
アルミニウム押出型材のストリーク欠陥の研究 (第II報)
- 3) NITRIDING 湘南窒化工業(株)発行

編 集 沖縄県工業技術センター

発 行 沖縄県工業技術センター

〒904-2234 沖縄県うるま市字州崎 12 番 2

T E L (098)929-0111

F A X (098)929-0115

U R L <https://www.pref.okinawa.lg.jp/site/shoko/kogyo/>

著作物の一部および全部を転載・翻訳される場合は、当センターに

ご連絡ください。