

# イオン窒化処理に関する研究

機械金属室 比嘉 眞嗣 ・羽地 龍志

手登根 功\* ・真喜志 隆\*\*

## 1. 緒言

機械部品は、種々の環境に適応しなければならないため、材料のみの強度特性では、不十分であり使用環境に応じて種々の表面処理が行われている。このうち、窒化処理技術は、材料内部に窒素を拡散浸透させ、きわめて硬い窒化物を生成させることで、材料の高温強度を高める目的で開発された表面硬化法の一つである。窒化処理は、一般に熱処理による硬化より、更に数段硬い処理を要求されるもので、ピッカース硬度で1000以上の高温強度を要求されている鍛造や、高温押し出し等のダイスに多用されている。

窒化処理は、窒化浴での浸漬処理によるものが一般的であるが、浴組成に有害であるシアン化合物を使用するなど、環境問題、健康問題等、管理面での問題が指摘されている。従ってそれに代わる処理として、イオン窒化処理方法が最近注目を浴びてきている。

イオン窒化処理は、真空中のグロー放電を介する窒素ガスによる窒化処理であり環境的にも安全なクリーンな処理方法である。しかしながら、放電による窒化処理のため狭い隙間を持ったスリット形状の内部は放電域が覆い込むため、窒素ガスの隙間内部への浸透が妨げられ窒化しにくいといわれている。

ところで、県内において窒化処理を必要とする施設として、アルミサッシの押し出し工程があげられる。押し出しダイスはアルミの押し出し温度である500℃近傍の高温域、および高圧のもとで作業が行われておりきわめて過酷な条件である。現在、窒化浴処理による方法で実施されているが、将来的に他方法の検討がなされている。アルミサッシの肉厚は、通常、数mmの厚さであり中には1mmレベルの板厚も少なくない、従って、必要な形状を作成するには、1mm以下の隙間を要する押し出し金型が必要とされている。

以上のような背景から、今回行った研究は、イオン窒化処理において、従来難点とされていた、スリット形状を有する金型への適用を図ることを目的として、窒化処理条件である、温度、時間、圧力、及び、窒化源である、窒素ガス及び、アンモニアガスを、対象鋼種をSKD61のダイス鋼に限定し、スリット形状を種々変え、これらの影響について、検討したものである。

## 2. 実験方法

### 2.1 実験装置

実験装置は、日本電子工業製JIS1S型機(内筒500mmφ)を利用して行った。装置概要を図1に示す。温度はパイロメーター(放射温度計)により測定し温調した。

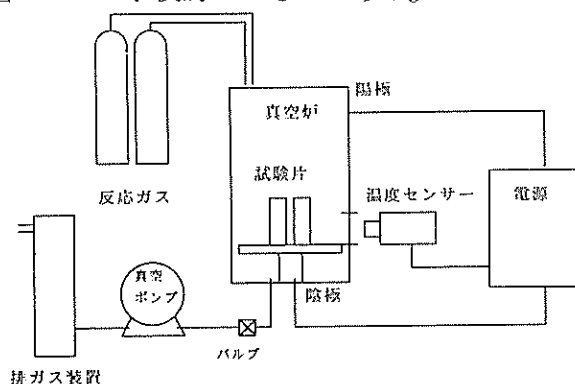


図1 イオン窒化装置概略図

\* 琉球大学工学部機械システム工学科学生 \*\* 琉球大学工学部機械システム工学科

## 2.2 実験材料

供試材は代表的鋼種であるSKD61を使用した。試料の分析値を表1に示す。

試験片形状は、板厚10mmで20×30mmに加工した直方体を用いた。窒化処理前には、供試品の表面状態を一定にするためエメリーペーパー#1500で研磨後、アセトンで油分を除去し実験に供した。

表1 熱間金型用合金工具鋼化学成分値 (Wt%)

成分値 (%)	C	Si	Mn	S	Cr	Mo	V	Fe
SKD61	0.36	0.41	0.02	0.002	5.03	1.15	0.97	bal

表2 実験条件

項目	試験片 1枚	試験片 2枚 (スリット間隔)					
窒化温度 °C	400~500, 540, 570, ~650	540					
窒化時間 hr	1, 3, 9	3					
真空度 torr	6	6, 10, 15					
NH <sub>3</sub> 混合比 %	0	0	25	50	75	100	
H <sub>2</sub> SCCM	150	150	113	75	38	0	
H <sub>2</sub> SCCM	150	150	113	75	38	0	
NH <sub>3</sub> SCCM	0	0	75	150	225	300	

## 2.3 実験方法

実験条件は表2の通りである。

試験片1枚の場合は、窒素と水素の混合比は1:1 (150:150sccm)とし、圧力6 torrと一定に保つように排気バルブを調整した。処理温度は、500、540、570°Cの3水準で行い、処理時間を1、3、9時間の3水準とした。また、温度の影響を更にもるため、3時間で、処理温度を400~650°Cまでと範囲を広げて実験した。

スリットの影響の検討では、同様な形状の試験片をスリット間隔1、2、3、4、5、10mmの6水準とし処理条件として、6 torr、540°C、3時間でガス比は同様に1:1として行った。更に、アンモニアガスの影響では、処理条件はほぼ同一で、ガス総量を300sccmと一定とし窒素、水素の混合比は1:1で、アンモニアガス添加量を0、25、50、75、100%の混合比となるように調整した。

更に、条件は同じく、今度は、圧力を6、10、15torrと変化させスリット間隔1、2、3 mm、混合比0、50、100%で実験した。

## 2.4 窒化処理観察および硬さ測定

窒化処理後、図2の箇所の表面硬さをマイクロビッカース硬度計で測定し、かつ中央部を切断後断面の顕微鏡観察および硬さ測定を行い、窒化状態を調べた。

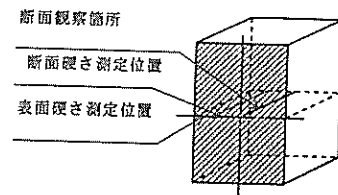


図2 硬さ測定位置

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 試験片1枚の場合

窒化処理した試験片の表面硬度の測定結果を図3に示す。500~570°Cまでは表面硬度に関しては、HV1100~1200の範囲で十分に窒化されている形態を示し時間による差もあまりみられない。窒化温度が400~650°Cと広い範囲でみると、処理温度が高いほど硬度は低下する傾向である。

同試験片の、断面硬度分布を、処理時間500~570°Cの場

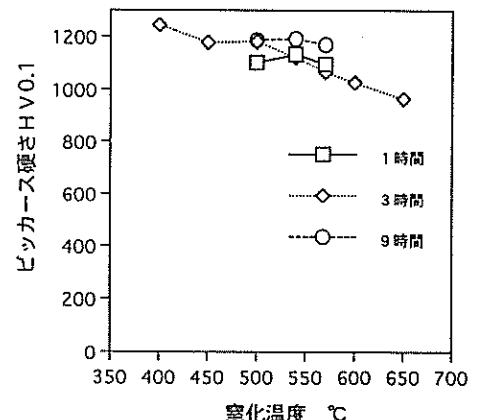


図3 表面硬さへの温度、時間の影響

合を時間毎に整理したのを図4～図6に示す。表面硬度からも推定できたが、処理温度が高いと内部の窒化処理部の硬度も処理温度が低い場合に比べて、若干低めであることがわかる。しかし窒化層の深さすなわち窒化厚に関しては温度が高いほど、かつ処理時間が長いほど、厚くなることが明瞭である。

処理時間1時間で20～30 μm、3時間で50 μm近く、9時間で50 μm以上およそ100 μm相当である。

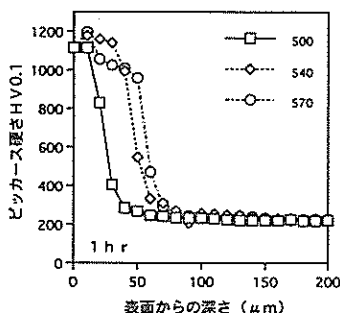


図4 断面硬さ(1時間)

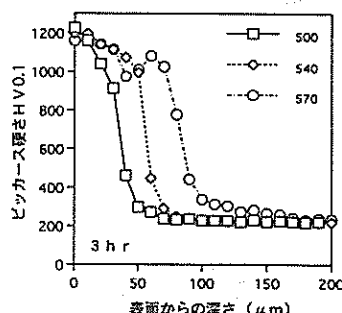


図5 断面硬さ(3時間)

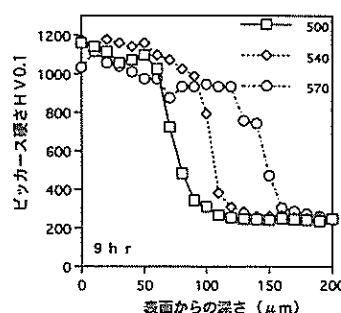


図6 断面硬さ(9時間)

処理温度を400～650°Cでの範囲で実験した場合の断面の硬度分布も同様に表示すると図7のようになり温度が高いと内部においても硬度は低下していることがはっきり観察される。

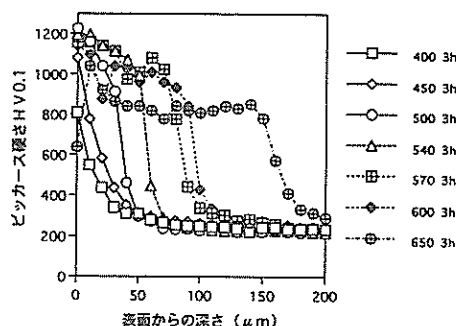


図7 断面硬さ(3時間)

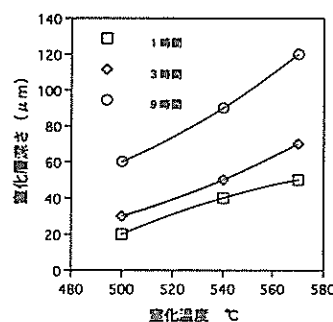


図8 窒化層の時間と温度の関係

そこで、処理温度500～570°Cの間で硬化層深さ

(HV800以上)で整理すると、図8のようになり処理条件下での窒化層深さを推定することが可能である。

次に実際に窒化層の断面状態はどうなっているか各条件毎に整理し図9と図10に示す。

これからみると、処理温度が低い場合は表面に白色の化合物層の生成がみられないが540°C以上から化合物層が2、3 μm観察され、処理時間が長くなるほどその厚みも厚くなり570°C9時間では10 μmの厚さになることが観察される。また、窒化処理で硬度が向上した組織は母材と明瞭に区別され、識別が容易である。

### 3.2 試験片2枚で隙間を変化させた場合

図11と図12にスリット間隔を変化させたときの表面及び断面の硬さ結果を示す。

スリット間隔(d)を1, 2, 3, 4, 5, 10と変化させた場合は、間隔が2 mm以上ではスリット間隔にほとんど影響されず窒化が中心部まで行われており。断面の硬度も50 μm近くまで窒化されていることがわかる。これより、通常の窒素、水素のみのイオン窒化処理ではスリット間隔が2 mm以上で窒化が可能であり、それより狭い場合は、十分な窒化が施されないことが確認された。

次に、その改善策である、窒化ガスにアンモニアガスを混合した場合の効果であるが、結果を図13と図14にスリット間隔1, 2 mmの場合の表面硬度分布を示す。

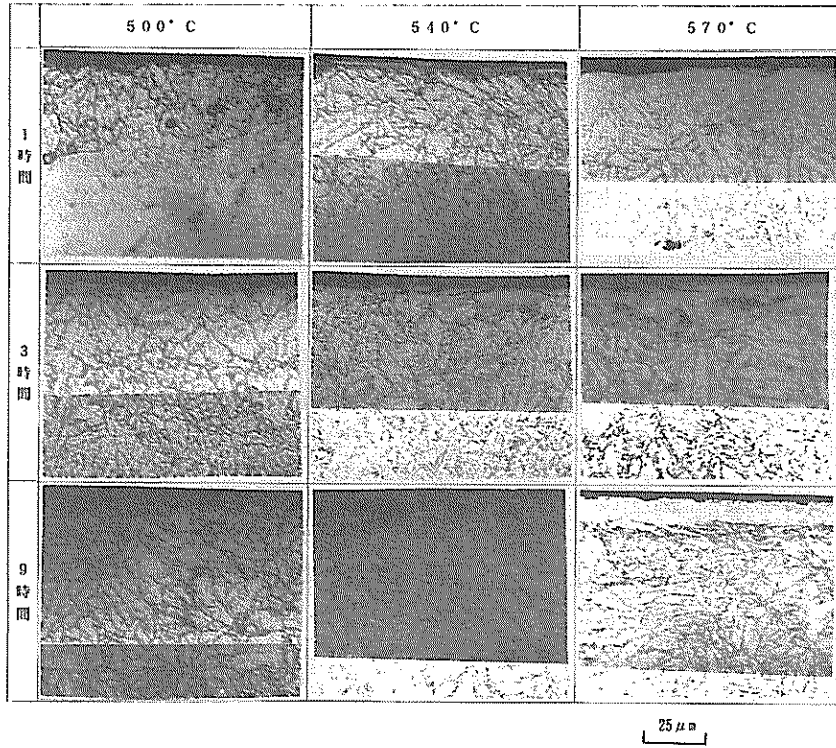


図9 断面組織写真（窒化時間、窒化温度の影響）

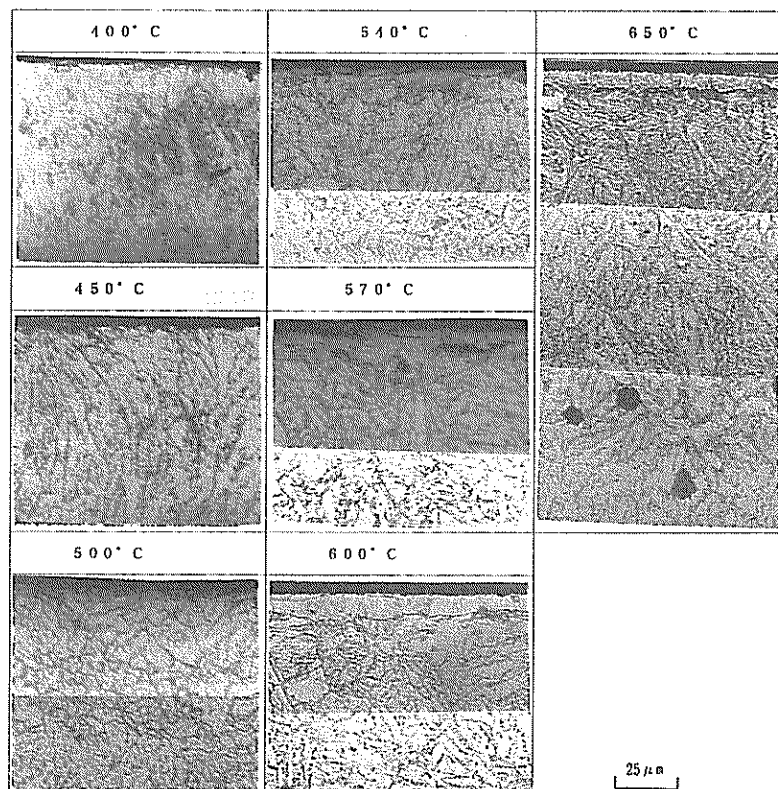


図10 断面組織写真（窒化温度400° ~650°C、3時間）

1 mmの場合はアンモニア混合比が低い場合は端面から2, 3 mmまでしか窒化されないが、2 mmの場合はほぼ中央部10 mm近傍まで一定して窒化されている。

1 mmの場合、0%と25%で窒化進入距離に差があるが、その他の割合ではアンモニア量が増せば窒化の進入距離が長くなる。また、断面の硬度変化では、スリット間隔1, 2, 3 mmのデータを図15~図17に示すが窒化深さもアンモニア量の増加とともに増すことがわかる。すなわち、アンモニアガス混合の効果はかなりあることが伺いしれる。

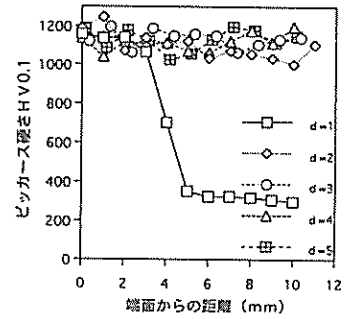


図11 スリット間隔別表面硬さ

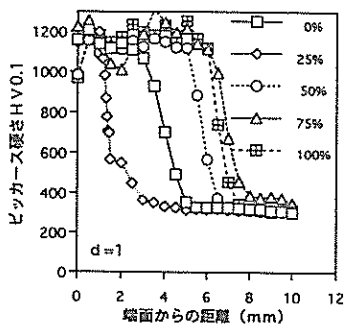


図13 表面硬さ (d=1)

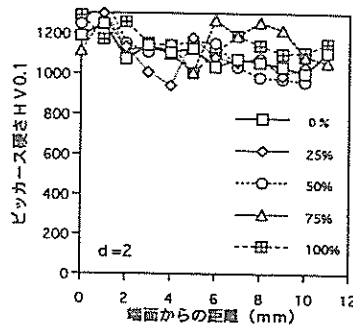


図14 表面硬さ (d=2)

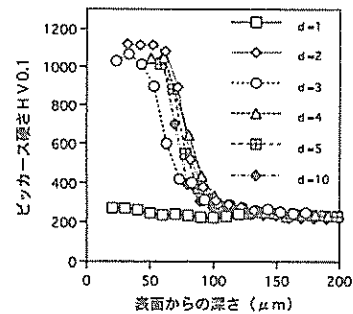


図12 スリット間隔別表面硬さ

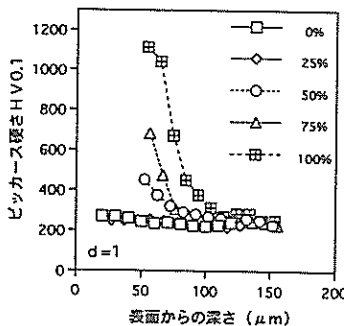


図15 断面硬さ (d=1)

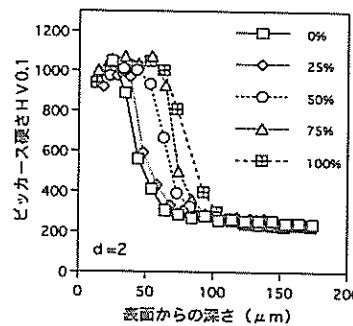


図16 断面硬さ (d=2)

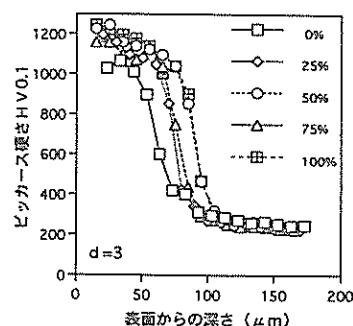


図17 断面硬さ (d=3)

次に、スリット対策として、圧力を高くすると、グロー放電域が狭められるため狭いスリット内にも放電域が発生し、よって、窒化処理が改善されると考えられるので、圧力を6 torrから10, 15と高くして同様な実験を行った。結果を図18~図23に示す。図は、スリット間隔1 mmの場合の結果であるが、図からわかるように圧力を高くすることで窒化の進入度は向上することが明瞭であり、アンモニアガス混合よりも効果が大きいのではないかと考える。また、同時にアンモニアガスを混合した場合は両者の効果で更に窒化の改善がなされることが確認される。しかし、断面の窒化深さでは圧力を変化させても、それほど大きな差はなく50 μmの窒化深さを呈している。また、断面の組織観察結果を図24、図25に示すが、試験片中央部付近では窒化層はきわめて薄く30 μm程度とみられるが、端部においては充分な窒化層を形成しており、今後展開しようとしている、金型の深さ方向すなわち窒化進入深さ5 mm程度を目安としているため、充分適用可能ではないかと考えられる。

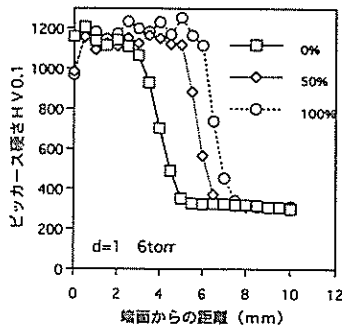


図18 表面硬さ (6 torr)

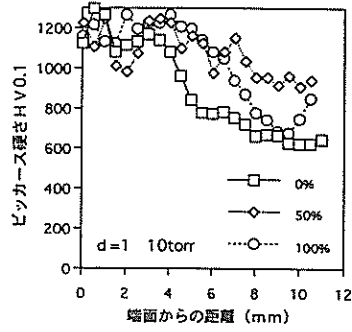


図19 表面硬さ (10 torr)

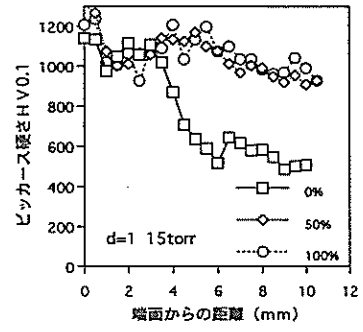


図20 表面硬さ (15 torr)

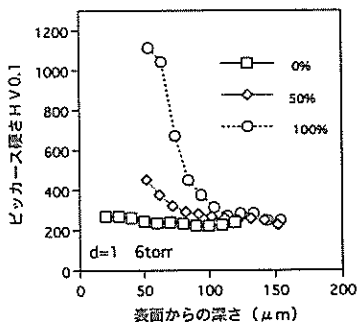


図21 断面硬さ (6 torr)

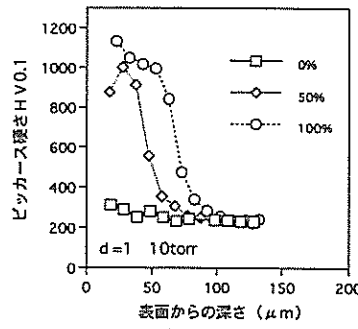


図22 断面硬さ (10 torr)

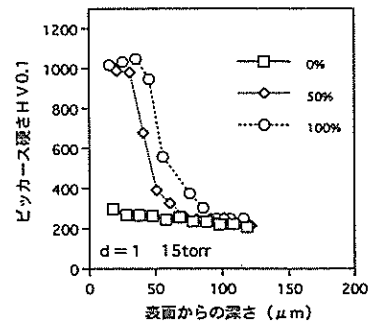


図23 断面硬さ (15 torr)

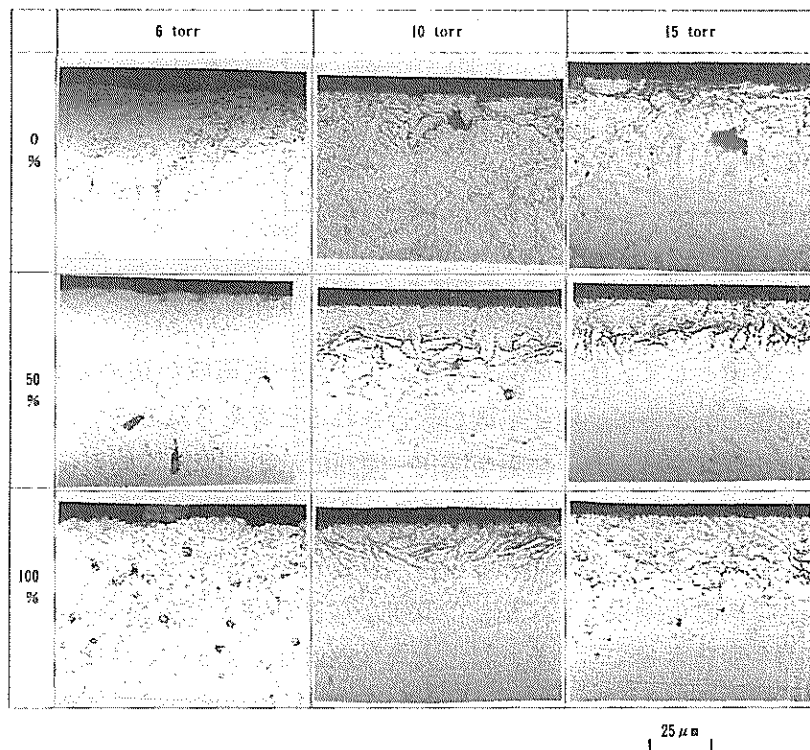


図24 断面組織写真 (隙間 1 mm 中央部) 真空度、アンモニア量の影響

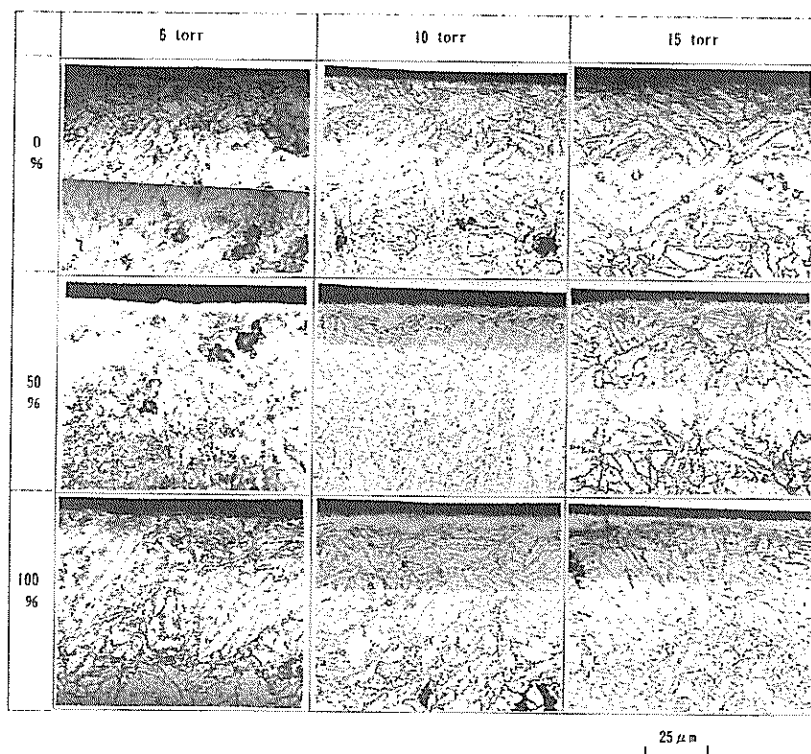


図25 断面組織写真(隙間1mm 端部)真空度、アンモニア量の影響

#### 4. 結言

本研究では、スリット形状を有する熱間金型用合金工具鋼へのイオン窒化処理の適応を検討するために、窒化処理条件を種々変え、実験を行った。要約すると、以下のようにまとめられる。

①、一般的な窒化処理条件である温度、時間の関係を、試験片1枚の場合で調べた結果、窒化処理温度を高くした場合、表面硬度は若干低下する傾向を示した。

また、窒化時間は窒化層の厚さに大きく影響し、時間とともに増加した。処理温度に関しても若干の増加傾向である。

②、試験片2枚をあわせスリット間隔を変えた実験では、試験片間隔1mmではスリットの中央部は窒化されず、一般的なイオン窒化処理では、1mm以下のスリットは窒化されないことが確認できた。

一方、2mm以上の間隔であればイオン窒化は充分可能であることもわかった。

③、アンモニアガスを混合した場合は、間隔が1mmでも、窒化処理の進入距離は向上した。且つ、混合割合は、高ければ高いほど効果があり50%以上から明瞭であった。一方、表面硬度に関してはその差はないが、窒化層の深さに対しては効果は高かった。

④、圧力を高くするとスリット間隔が1mmでも窒化が可能であるが硬度的には若干低めであった。また、圧力と、アンモニアガスを混合した場合は更にその改善効果は高まることがわかった。

#### 参考文献

- 1) イオン窒化研究会「イオン/プラズマ窒化法」1992 日本電子工業株式会社
- 2) イオン窒化処理におけるアンモニアガス添加の効果—第1報—  
—化合物層厚さ、硬化層深さに対する影響— 日本電子工業株式会社
- 3) イオン窒化処理におけるアンモニアガス添加の効果—第2報—  
—スリット、小径処理への効果— 日本電子工業株式会社

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。