

イオン窒化処理に関する研究 (第2報)

機械金属室 比嘉 真嗣・

玉元 旭*・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、クリーンで安全な処理方法である。

しかしながら、放電による窒化のため狭い隙間を持ったスリット形状の内部には放電域が覆い込むため、窒素ガスの隙間内部への浸入が難しく窒化しにくいといわれている。

前年度は、上記の問題点を改善する目的で、窒素源を窒素ガスのみでなくアンモニアガスを使用することと、種々の窒化処理条件について検討し一定の成果を得た。本年度は、窒化条件をさらに検討し、処理圧力を高め更に放電域を狭めることでの隙間への窒化の改善とアンモニアガス混合でなく水素窒素混合比の窒素を高めた場合について検討した。

さらに、実際の金型に応用するため、隙間加工に必要なワイヤーカット放電加工機で作製した、スリット面への窒化処理についても影響を調べた。

2. 実験方法

2.1 実験装置

実験装置は、前報同様日本電子工業製 J I S 1 S 型機 (内筒500mm φ) を用いた。

装置写真を図1に示す。

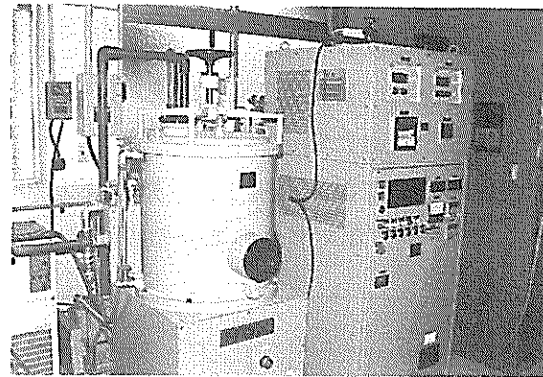


図1 イオン窒化装置

2.2 実験材料

供試材は前報同様 S K D 61 を使用した。

試験片は2種類の形状を用いた。試験片形状1は、前報同様板厚10mmで20×30mmに加工した直方体を用い、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。

ワイヤーカット用試験片形状2は、図2の寸法で加工し窒化処理前には、加工による錆を除錆剤 (K C 20) で10分間超音波洗浄器で除錆し、アセトンで油分を除去し実験に供した。

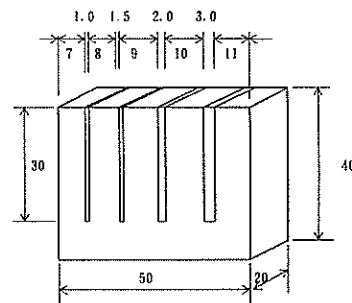


図2 イオン窒化試験片
スリット寸法 1.0, 1.5, 2.0, 3.0, 4段階
(加工方法; ワイヤーカット)

* 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. 3 実験方法

試験片形状1の場合は、前回の追加実験でありアンモニア混合と処理圧力20torr、の条件と、各処理圧力と水素、窒素の混合比を変えた条件での窒化をおこなった。実験条件は表1のとおりである。

ワイヤーカット試験片の場合は、①水素窒素比は一定で処理圧力とアンモニアガス量を変化させた場合、②窒素混合比を変えた場合、③ワイヤーカット加工面の影響をみるためファーストカット、セカンドカット面の影響について実験した。実験条件は表2のとおりである。窒化処理後、各試験片の表面硬さをマイクロビッカース硬度計で測定し、窒化状態を調べ、必要に応じて顕微鏡観察、粗さ測定およびSEM観察を行った。

3. 実験結果および考察

2. 1 処理圧力（真空度）およびアンモニア混合比を変化させた場合

試験片形状1で隙間間隔1mm、処理圧力20torrでアンモニアガス混合の場合の表面硬さの結果を図3に示す。

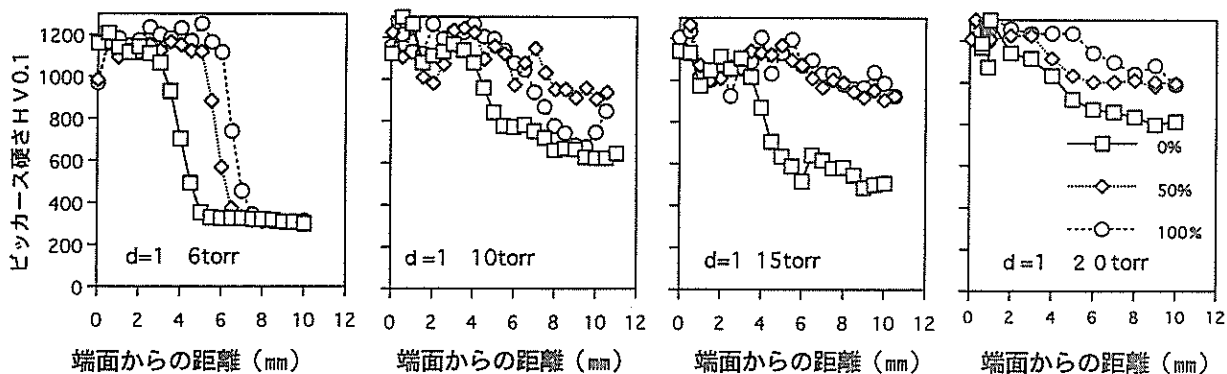


図3 表面硬さ（6～20torr）

比較検討のため、前報の6～15torrの結果も併せて示す。

前報では、15torrまでしか実験していなかったため処理圧力が20torrでは真空度が弱いため放電がスムーズに行われないのではないかと考えていた。しかし、20torrでも充分窒化が行えることが確認できた。15torrと比較しても窒化の侵入距離も深くなり、窒化の改善は十分であることが改めて確認できた。

表1 実験条件（試験片形状1：機械加工片2対）

試験No	圧力 Pa	N ₂ :H ₂	NH ₃ 混合率%	スリット間隔mm
1	2700(20torr)	1:1	0	1,2,3
2	"	"	50	"
3	"	"	100	"
4	800(6torr)	9:1	0	"
5	"	4:1	0	"
6	2700(20torr)	9:1	0	"
7	"	4:1	0	"

備考：窒化温度：540℃、窒化時間：3hr

表2 実験条件（ワイヤーカット試験片）

試験No	圧力 Pa	N ₂ :H ₂	NH ₃ 混合率%	除錆
1	800(6torr)	1:1	0	×
2	"	"	0	○
3	"	"	50	○
4	"	"	100	○
5	1300(10torr)	"	0	○
6	"	"	50	○
7	"	"	100	○
8	2000(15torr)	"	0	○
9	"	"	50	○
10	"	"	100	○
11	2700(20torr)	"	0	○
12	"	"	50	○
13	"	"	100	○
14	800	9:1	0	○
15	1300	"	0	○
16	2000	"	0	○
17	2700	"	0	○
18	800	1:1	0	1st ○
19	"	"	0	1st ×
20	"	"	0	2nd ○
21	"	"	0	2nd ×

備考：No1～17：隙間試験片、No18～21：単独試験片
備考：窒化温度：540℃、窒化時間：3hr

3. 2 処理圧力および窒素水素混合比を変化させた場合

次に、同試験片でアンモニア混合でなく、窒素、水素の混合比のみを変化させた場合の表面硬さの結果を図4に示す。

6 torrと20 torrを比較して示すが、処理圧力が低い場合は、混合比の影響、効果はみられないが、圧力があがるとアンモニアガス混合と同様に硬さが硬くなり侵入距離も深くなり窒化改善効果がみられることがわかる。

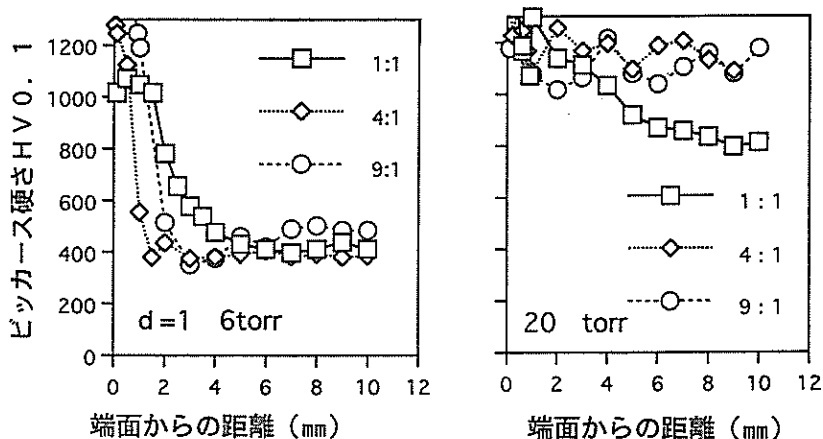


図4 表面硬さ（窒素増加）

ところで、アンモニアガスは強い刺激臭があり、その利用には排ガス処理の必要があるため取り扱いが幾分面倒である。そこで、アンモニアガスなしでも窒素、水素の混合比でもって改善できないか検討したものであり、結果から判断すると窒素ガスの混合比を高めることでもアンモニアガスを混合することと同様に窒化改善がなされることがわかった。

しかし、アンモニアガス使用の場合も同様であったが、20 torr近辺では、窒化状態コントロールの上で電流値の変動が大きく放電状態が不安定となりそれにつれ圧力も不安定になるため、これ以上の圧力上昇は難しいのではないかとと思われる。

3. 3 ワイヤークット放電加工試験片の場合

図5に隙間間隔1 mmで処理圧力、アンモニア混合比を変えた場合の表面硬さの結果を示す。

処理圧力は6~20 torrと試験片1の場合と同様の設定であったが、結果から判断すると、窒化が充分に行われなかった結果となった。15、20 torrの場合でも処理圧力、アンモニアガスを増加させても、それほど顕著な影響はなく窒化侵入深さを見ても1 mmの深さも生じない結果となった。

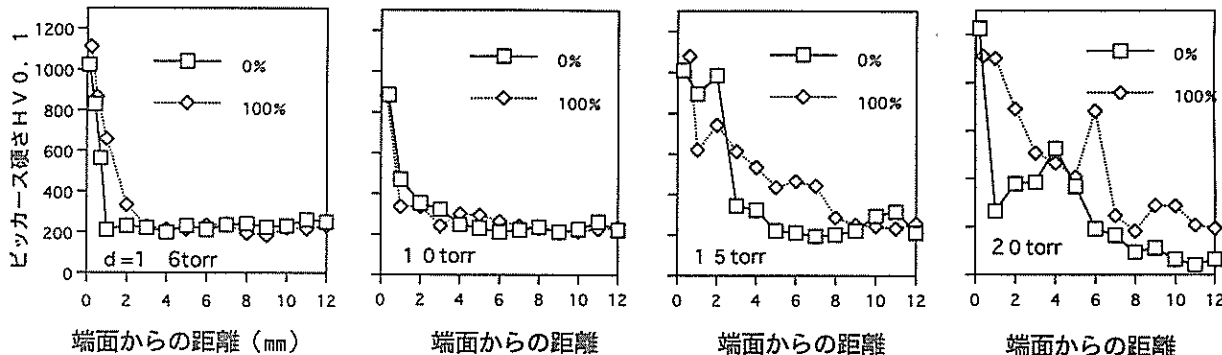


図5 表面硬さ（6~20 torr、d = 1 mm）

そこで、隙間の影響の少ない3 mmの結果も同様に図6に示すが、前報（機械加工試験片）においては十分に窒化された隙間ではあるが、図からみるとおり、3 mmの隙間でさえ窒化は十分にな

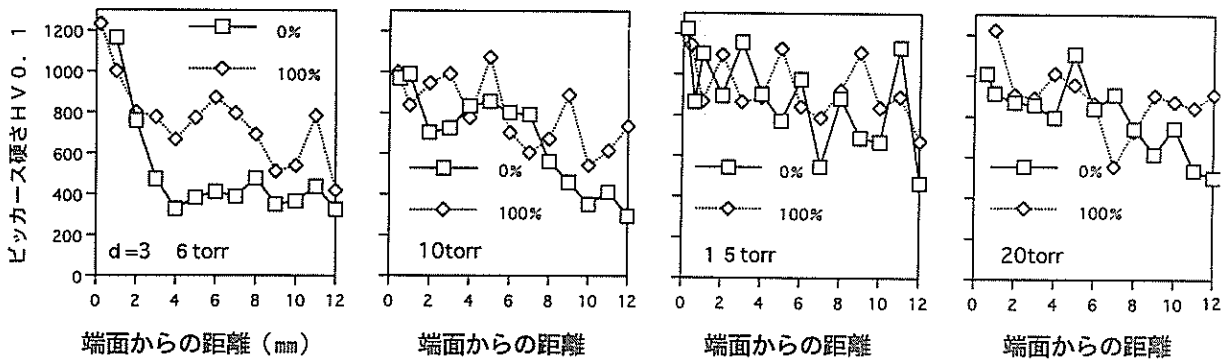


図6 表面硬さ (6~20torr, d=3mm)

されない結果となった。加工条件による影響がこのように大きく出るのか、それともその他の条件が影響しているのか検討する必要があると考える。

ところで、表2の試験片ナンバー18~21は加工面の状況により窒化にどう影響を及ぼすか検討するために行った実験であり、隙間のない試験片で処理条件も通常6のtorrで行ったものである。試験片はそれぞれ、ファーストカットとセカンドカットで加工したまま(加工錆が残っている状態)と除錆を実施し表面が清浄な試験片の比較である。表面硬さの

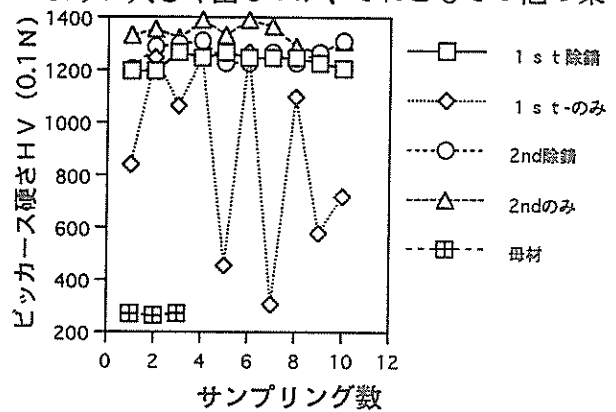


図7 除錆の影響

結果を図7に示す。これからみると表面状態の影響が出ているのはファーストカットのみの場合でありセカンドカットを行うと、加工後は初期錆が削られファーストカットと比較して少なくなるため、特に除錆を施さなくても錆の影響は少ないことがわかる。またこの結果から考察できることは、ワイヤーカット加工面であっても除錆を行えば、十分に窒化が行えることも逆に示していると考えられる。

したがって、先の実験結果の試験片形状1と比較して、今回のワイヤーカット試験片での結果が除錆を施したにも関わらず、かつ、十分な隙間(3mm以上)にも関わらず窒化されないというのはこれまでのところ原因がはっきりせず、今後の検討が必要であると考えている。

表3 表面粗さ

窒化の有無	窒化前				窒化後			
	ファーストカット		セカンドカット		ファーストカット		セカンドカット	
除錆の有無○×	×	○	×	○	×	○	×	○
表面粗さ Ra 平均	2.79	2.53	3.00	2.58	2.72	2.61	3.16	2.68
標準偏差	0.10	0.10	0.18	0.04	0.07	0.16	0.14	0.10
表面粗さ Rz 平均	20.5	18.6	21.0	18.1	19.2	19.2	21.6	19.3
標準偏差	1.2	0.1	0.7	0.8	0.2	0.9	0.8	1.3
表面粗さ Ry 平均	25.0	22.0	23.1	19.7	22.0	21.8	24.0	22.3
標準偏差	1.5	1.3	1.2	0.6	0.8	1.3	0.4	1.6

参考までに各加工面のSEM観察結果、および表面粗さ測定結果を図8、表3に示す。ファーストカット面はセカンドカット面と比べて小さな穴形状が多数観察され、それが窒化に悪影響を起しているのではないかと考えられる。また、除錆品とカットのままでは確かにファーストカットのみが全般にざらついているような状態を示している。一方、表面粗さではそれほど極端に差のある数値でもなく加工法に関係なくRzで平均約20 μ m相当のあらさである。

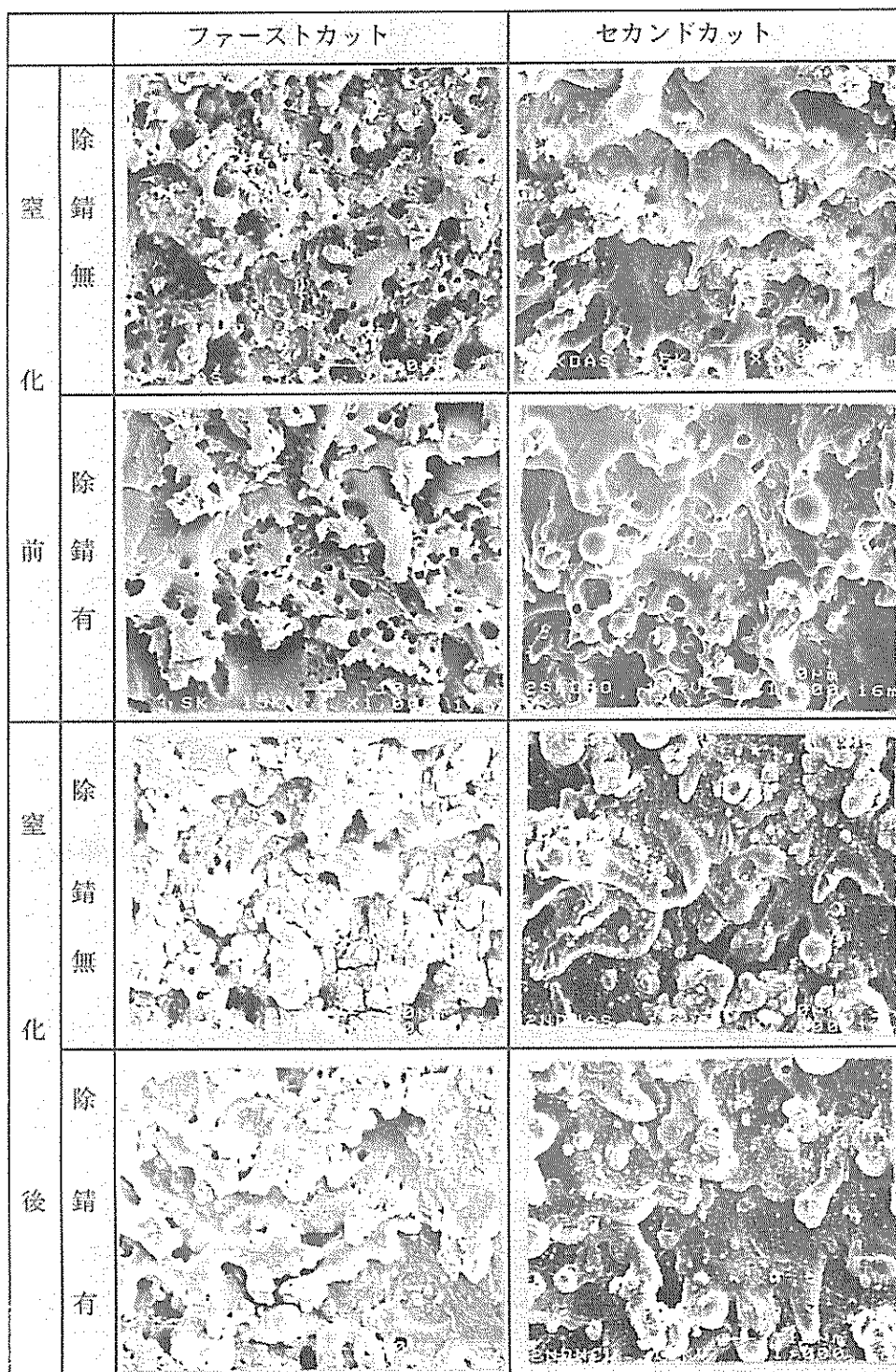


図8 表面観察 (SEM写真)

20 μ m

次に、窒素混合比を増加させた場合の表面硬さの結果を図9に示すが、アンモニア混合と同様な傾向で隙間が3mmの時でも充分な窒化が行われていないことが確認される。

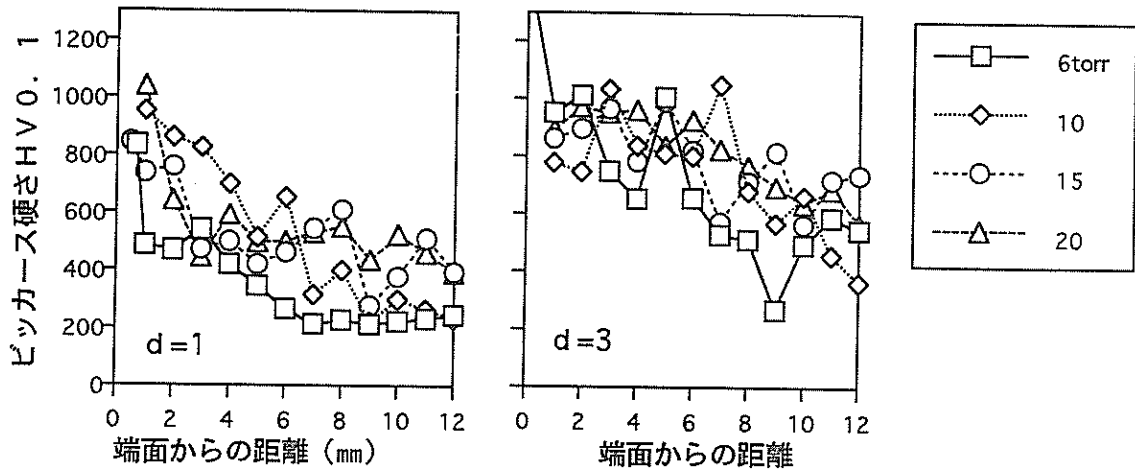


図9 表面硬さ (ワイヤーカット、 $N_2 = 9$)

4. 結言

前回は窒化処理条件を窒化可能間隙と処理圧力およびアンモニアガス混合について検討した。今回はさらに、処理圧力を高め更に窒素混合比についても検討した。

また、実際の金型に適用するためにワイヤーカット加工面での窒化処理についても検討した。結果は以下のとおりである。

・試験片形状1 (機械加工面) での試験片では

- ①処理圧力は20torrまでは窒化処理が可能であることがわかった。且つ、アンモニアガス混合比も50%以上であればイオン窒化に有効であることがわかった。
- ②さらに、窒素ガス混合を増すことによってもアンモニアガス混合と同様の効果をもたらすこともわかった。

・ワイヤーカット加工面の試験片では

- ①ワイヤーカット加工面は加工したままの状態では表面に加工錆があり、イオン窒化には妨げとなる。ことがわかった
- ②ワイヤーカット面の隙間の窒化は、除錆を行っても、その他の影響で、窒化が充分には行えなかった。

以上ワイヤーカット面での窒化が不十分であったので今後、表面状態の検討やワイヤーカット面の加工変質層および窒化状態 (処理温度) の面からの検討が必要かと考えられる。

また、隙間の不揃いによる放電状態の不均一さそれによる部分昇温の影響についても検討が必要かと思われる。

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。