

# 金属材料への表面処理技術に関する研究（第1報）

## — 低温窒化 —

小寺将也\*、大川香織\*\*

### Study on surface treatment for metal (I)

#### - Low temperature nitriding -

KODERA Masaya\*, OKAWA Kaori\*\*

金属製品の機能向上のためには熱処理が広く用いられているが、高温により製品にひずみが発生するという課題があり、より低温で行う熱処理が求められている。本研究では、低温による熱処理の効果について検討するため、試験片に通常用いられる温度よりも低温で窒素拡散処理を行い、外観、表面の残留応力、硬度等について評価した。また、製品に窒素拡散処理を低温にて施し耐久試験を行った。そして、焼付きの進行について確認し製品寿命が延びるか検討した。

## 1. はじめに

金属材料を高機能化させるためには、表面処理が非常に有効な手法である。例えば鉄鋼材料の表面を硬化させる方法として挙げられる浸炭は、鉄鋼の表面に炭素を拡散浸透させ表面層のみを硬化させる処理である。しかし、900～950°Cに加熱する必要があるためひずみが大きくなる短所がある。これに対し窒化とは窒素を拡散浸透させる方法であり、処理温度も通常 450～600°C<sup>1)</sup> であるため浸炭と比較して処理品のひずみが少ない。

金型用治具にはクロムモリブデン鋼等の合金鋼が使用されることがあり、より低ひずみで長寿命化できる処理が求められている。そこで本研究では、通常の窒化に用いられる温度より低温で窒素拡散処理<sup>2)</sup> を試験片に施す可能性について評価を行った。そして、実際に使用している金型用治具製品（以下、実製品）に窒素拡散処理を施して耐久試験を行い、実製品の長寿命化について検討した。

## 2. 実験

20mm 角×6mm の SCM440 調質材の試験片に表 1 に示す 2 つの条件で表面処理を行った。また、実製品に条件 2 を施し、耐久試験を行った。試験片は調質のみであり、実製品は試験片と同材質で高周波焼入れされている。条件 1 の温度、時間は窒化で広く利用される条件であり、条件 2 との比較のために処理をした。条件 2 の温度は、通常使用されている温度より 100°C以上低温でも窒素拡散により硬化するかを確認するために 350°Cと設定した。実製品に焼付きが発生したときの焼付き深さ以上の窒化深さにするため、窒素拡散の狙い深さを約 80μm とし、処理時間を 20 時間と設定した。

残留応力は微小部 X 線応力測定装置（（株）リガク

製、AutoMATEII）を用いて測定した。X 線源は Cr であり、管電圧 40kV、管電流 40mA とした。

硬さ分布については、深さ 0.01～0.40mm までをマイクロビッカース硬度計（Struers 製、DuraScan）を用いて HV0.01（加重 0.098N）で測定した。測定の不確かさを考慮するため、3 回測定し平均値をとった。試験片の断面作成は、試験片を樹脂包埋した後 #2400 までの湿式研磨を行い、さらに粒径 3μm および 0.1 μm のアルミナでバフ研磨を行った。

耐久試験は、実製品をシリンダ型部品と接触させ、負荷をかけ繰り返し摺動させた。試験の動作回数 10 万回ごとに実製品の外観を評価し、100 万回繰り返し試験した。実製品に生じる焼付きは窪みを生じ、表面から窪みの底までの深さを最大焼付き深さとして測定した。そして窒素拡散深さが最大焼付き深さより深くなっているかどうか確認した。最大焼付き深さの測定には表面形状・粗さ測定機（Taylor Hobson 製、フォームタリサーフ® PGI NOVUS）を用いた。

表1 処理条件

	処理方法	温度[°C]	時間[h]
条件1	イオン窒化	480	6
条件2	窒素拡散処理	350	20

## 3. 結果及び考察

図 1 にそれぞれ (a) 未処理、(b) イオン窒化、(c) 窒素拡散処理の試験片を示す。イオン窒化は、エッジ効果により放電が角の部分に集中するために生じる窒化ムラが観察された。これに対し窒素拡散処理を施した試験片には見られなかった。また、試験片 (a)、(b)、および (c) について残留応力を測定した結果を図 2 に示す。未処理材は -259 MPa、イオン窒化は -363 MPa、窒素拡散処理は -372 MPa の圧縮残留応力が生じており、いずれの処理条件も未処理材に比べ約 1.4 倍の増加が認

\* 金属部

\*\* 技術支援部

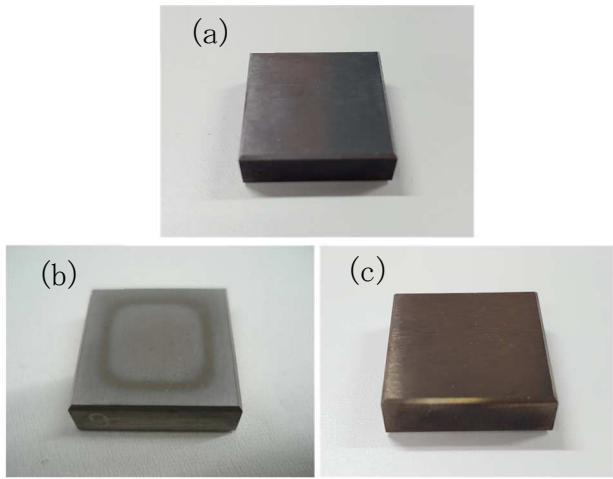


図1 処理前後の外観図

(a) 未処理、(b) イオン窒化、(c) 窒素拡散処理

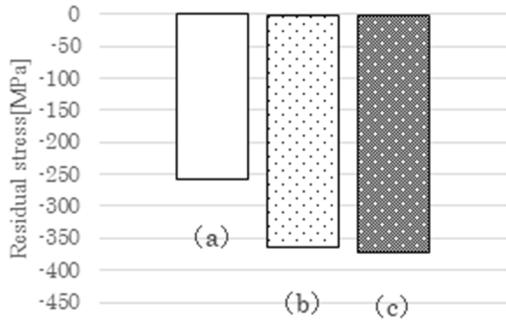


図2 処理による残留応力

(a) 未処理、(b) イオン窒化、(c) 窒素拡散処理

められた。圧縮の残留応力は疲労強度を向上させることが知られており<sup>3)</sup>、イオン窒化、窒素拡散処理のいずれも疲労強度は向上していることが分かった。

図3に試験片の硬さ分布の結果を示す。(b)では表面から約100μm、(c)では約80μmの硬化が認められ、(c)の実用窒化層深さ<sup>4)</sup>は約80μmであった。(a)、(b)、および(c)の断面深さ0.2~0.4mmまでの平均硬度はそれぞれ308、309、301であった。(a)に対する(b)、(c)の平均硬度の変化量はそれぞれ0.3%と-2.3%であるため、処理による母材の硬度変化はないと考えられる。

実製品に窒素拡散処理を施し、耐久試験をした結果を図4に示す。実製品は高周波焼入れのみの場合、試験回数60万回時点での焼き付を確認したが、窒素拡散処理を施した場合は90万回時点での焼き付が確認され、耐久性は1.5倍向上したことが分かった。また、試験後の最大焼き付深さを測定したところ、現行品は約30μmであったのに対し、窒素拡散処理を施した実製品は約15μmであった。窒素拡散処理により、表層が窒素拡散層により硬化され、焼き付深さが低減し、耐久性が向上したと考えられる。

#### 4.まとめ

(1) 試験片に2種類の処理を施したところ、イオン窒化ではエッジ効果による外観の変化が生じたが、窒素拡

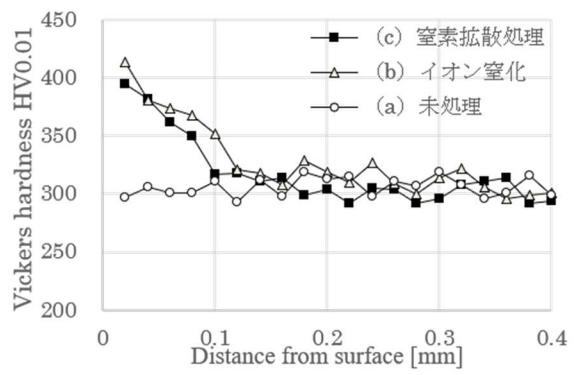


図3 硬さ分布

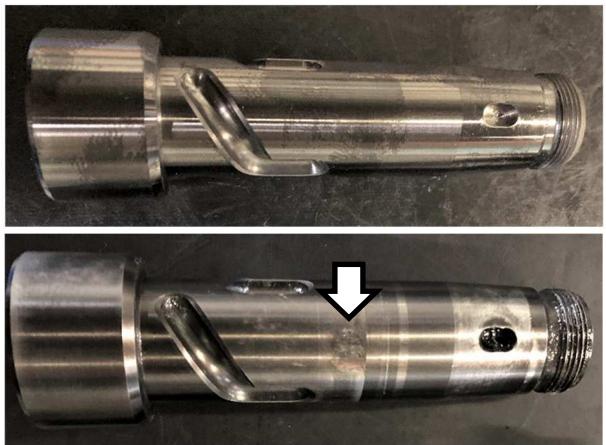


図4 耐久試験結果（窒素拡散処理）

(上：試験前 下：試験後（焼き付き発生））

散処理では見られなかった。

(2) 圧縮残留応力がイオン窒化、窒素拡散処理とともに未処理材の約1.4倍に増加し、疲労強度が向上していることが分かった。

(3) イオン窒化と同様に窒素拡散処理においても硬化層の増加が認められ、窒素拡散処理の実用窒化層深さは約80μmであった。また、処理による母材の硬度低下は確認されなかった。

(4) 実製品に窒素拡散処理を施したところ、焼き付で生じる窪みの深さが低減し、現行品と比較して1.5倍の耐久性向上が認められた。

#### 【謝 辞】

本研究を遂行するに当たり、株式会社岡本様にご協力頂きました。深く感謝の意を表します。

#### 【参考文献】

- 1) 河田一喜, 本当にわかる窒化・浸炭・プラズマCVD, 日刊工業新聞社
- 2) 細野ら, 岐阜県工業技術研究所研究報告第7号, pp27-31, 2019
- 3) 田中啓介ら, 残留応力のX線評価, 養賢堂
- 4) JIS 0562-1993 : 鉄鋼の窒化層深さ測定方法