

あいちシンクロtron光センター成果発表会
(於 ミッドランドホール)

2016年 3月 9日

アトム窒化処理を施した鋼表面の状態分析

豊田工業大学
特任教授 原 民夫

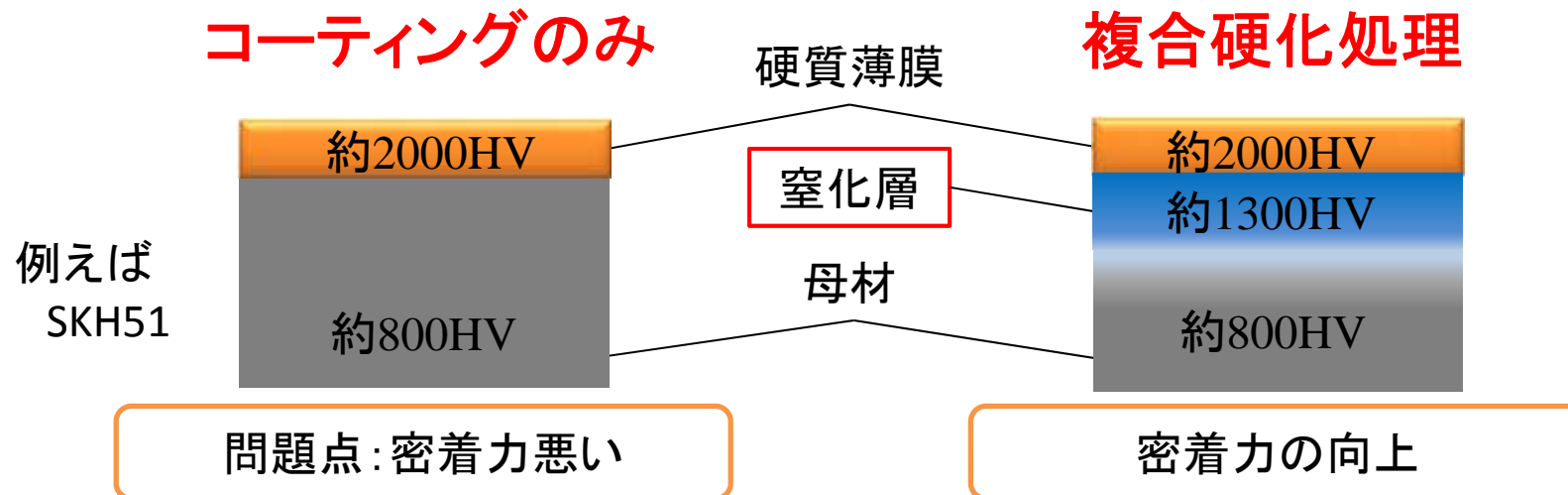
窒化処理と複合硬化処理

現在の工具・金型への要求

- 硬度
- 耐摩耗性
- 疲労強度
- 靱性

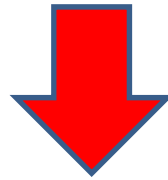


工具



研究の目的

ものづくり産業では生産コスト低減及び生産効率向上を目指して、表面改質技術による工具金型の使用寿命の延長が望まれている。



アトム窒化処理を利用して、工具・金型を大気に曝すことなく硬質膜コーティングを連続処理できる理想的な複合硬化処理装置を開発する。

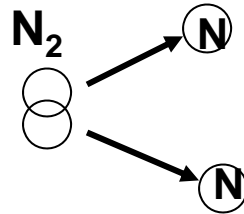
アトム窒化の原理

高濃度の窒素原子雰囲気の中で行う窒化

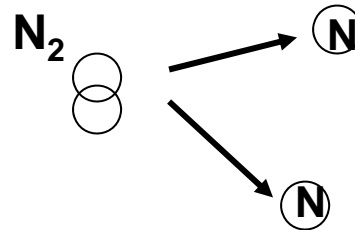
大電流電子ビーム



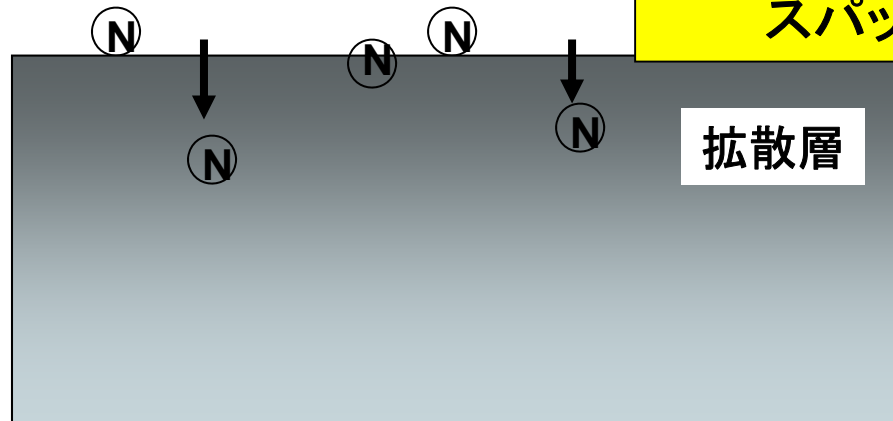
ガス圧力: 約0.2Pa



電子ビームにより効率良く
窒素分子を解離する



イオン衝撃を必要としないので
化合物層の生成や
スパッタリングはない



アトム窒化後の試料表面

材質:SKD61



(a) 未処理



(b) 化合物層あり



(c) アトム窒化

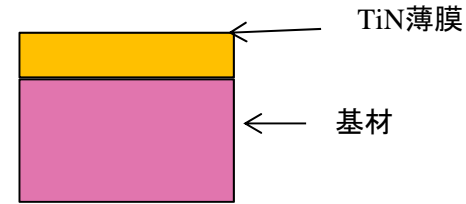
化合物層を形成しない条件(c)で窒化処理した試料は光沢を保っている。

アトム窒化の特徴

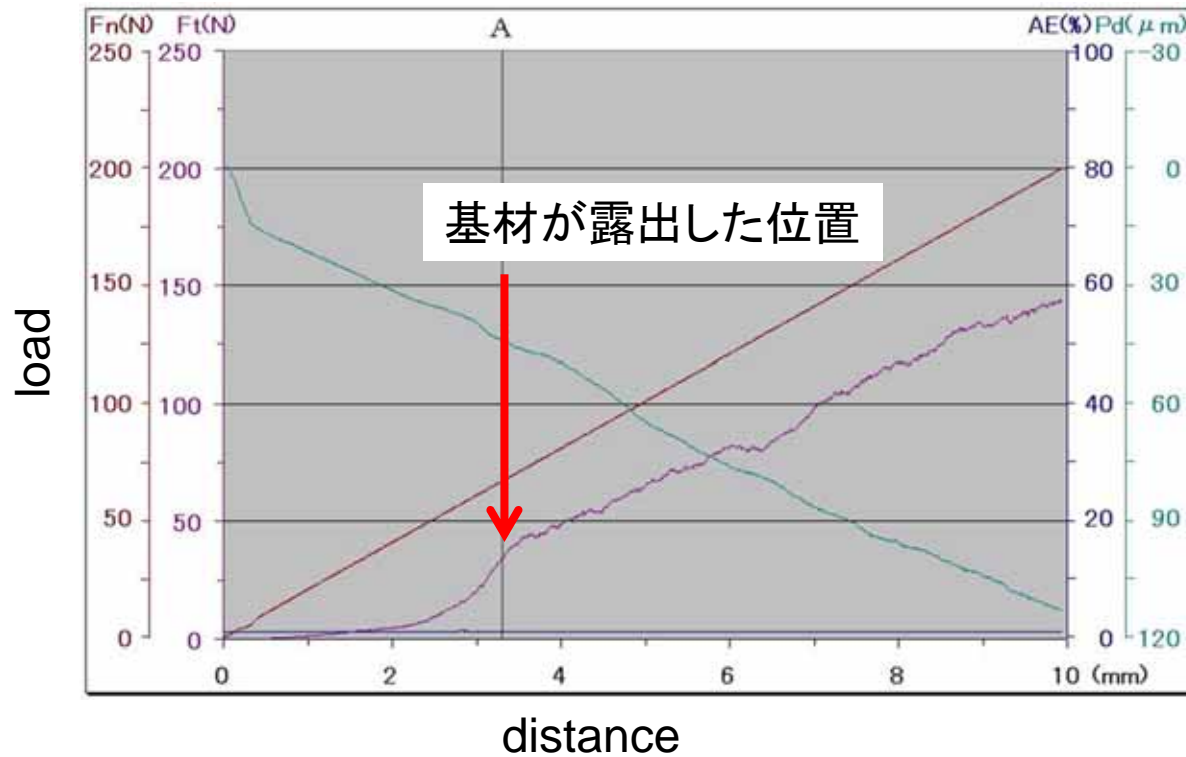
- ◎ 化合物層を形成しない。
- ◎ 高アスペクト比の狭いスリットや孔の内面の窒化が可能である。
- ◎ 鋭い刃先の窒化処理が可能である。

臨界剥離荷重の評価(1)

アトム窒化なし

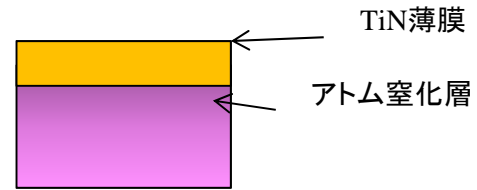


基材: SKD61

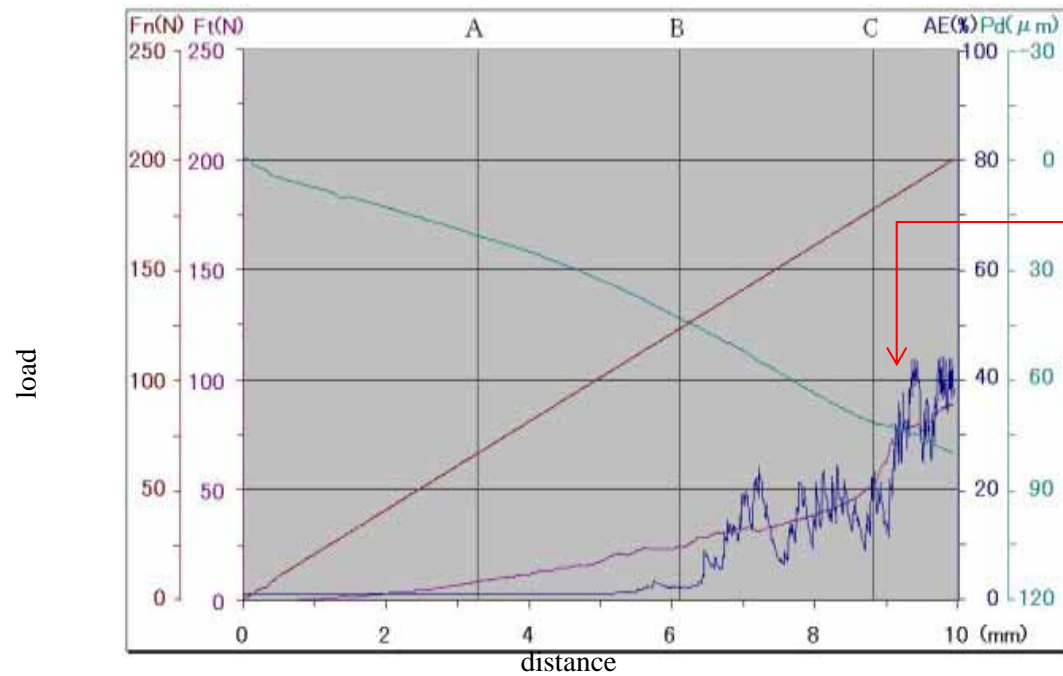


臨界剥離荷重の評価(2)

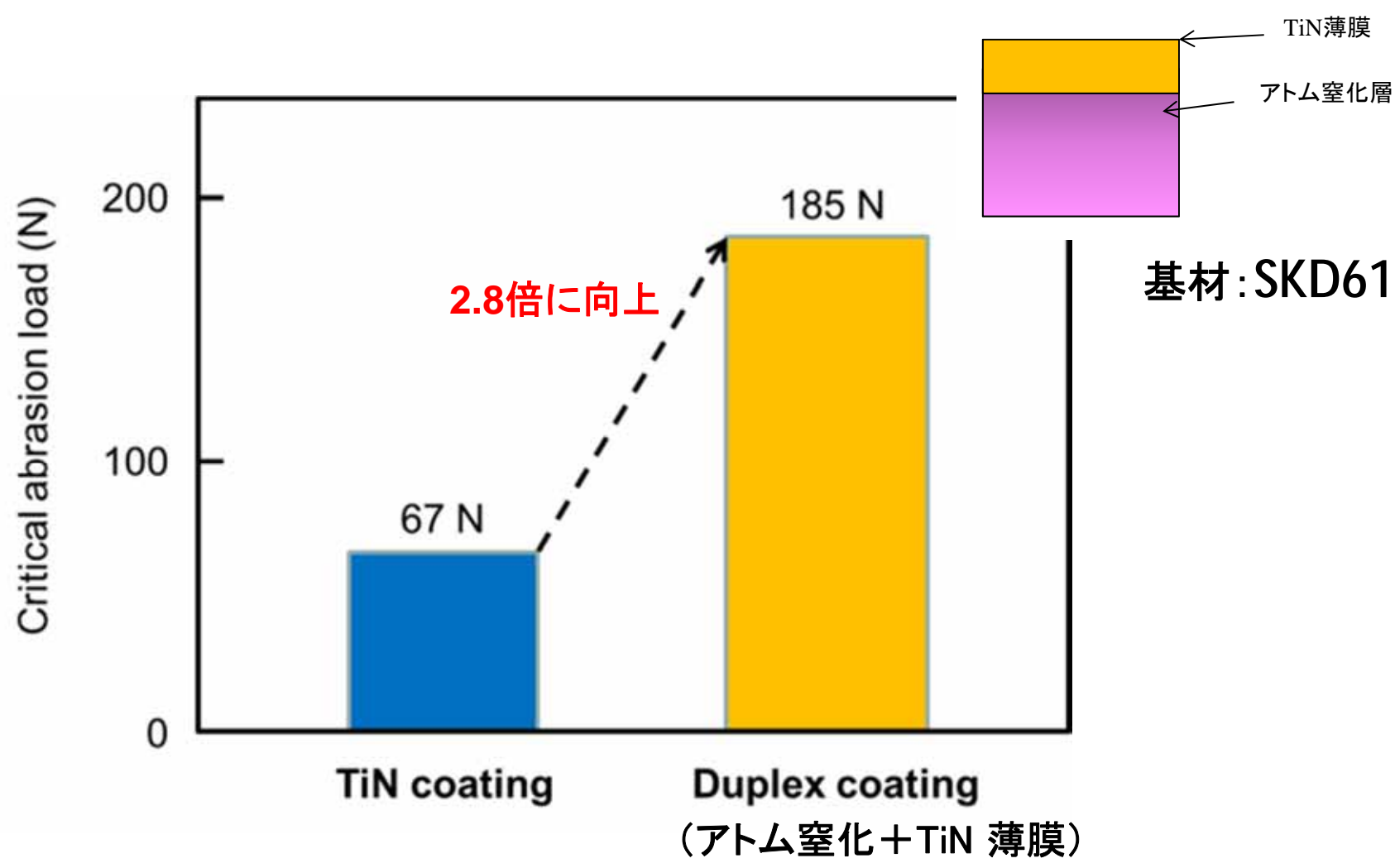
アトム窒化あり



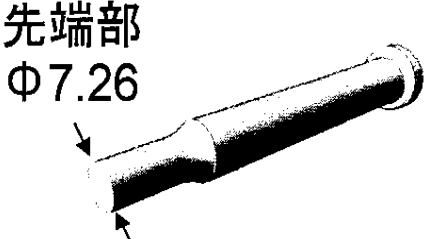
基材: SKD61



複合硬化処理による臨界剥離荷重の向上

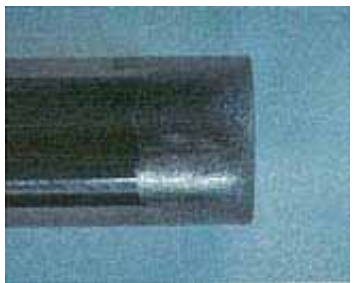







複合硬化処理の実施例

工具	SKH51 Φ7.26, L80 
被加工物	S55C t2.6板材を別工程で絞り, t4程度となった所を 本工具にて打抜き

工具(SKH51、パンチ用)の窒化

使用寿命の評価

	× 20	× 50	× 200	寿命
通常パンチ TiC (CVD)				60,000 ショット
	53,794ショット時の工具外観			
アトム窒化 + TiCN (PVD)				300,000 ショット
	46,928ショット時の工具外観			

アトム窒化+TiCN 処理を施すと **寿命が通常の5倍** に延びる

試料及び試験条件

- 試験目的 :
アトム窒化についてのMSE評価。

- 試料 :

試作	窒化未処理	アトム-1	アトム-2
被膜	—	窒化処理	
成膜条件	—	500、5hr	450、5hr
ビッカース硬さHv	—	1000(荷重:1kg)、 1157(荷重:50g)	1288(荷重:25g)
全膜厚	70μm程度		
基材	SKD61		

- サンプルの写真 :



- 試験方法:

- 試験条件

1/1摩耗力 SK85HRC20の摩耗率 = $0.96 \pm 10\% \mu\text{m/g}$ に設定 試験回数 N=1回
(参考:比較としてプラズマ窒化の計測データを追加記入)

- テスト装置・装置条件:

使用機種 MSE-A
 粒子 球形ジルコニア D50 =10-30μm
 スラリー濃度 3wt%
 分散剤濃度 0.2wt%
 ノズルサイズ □1mm

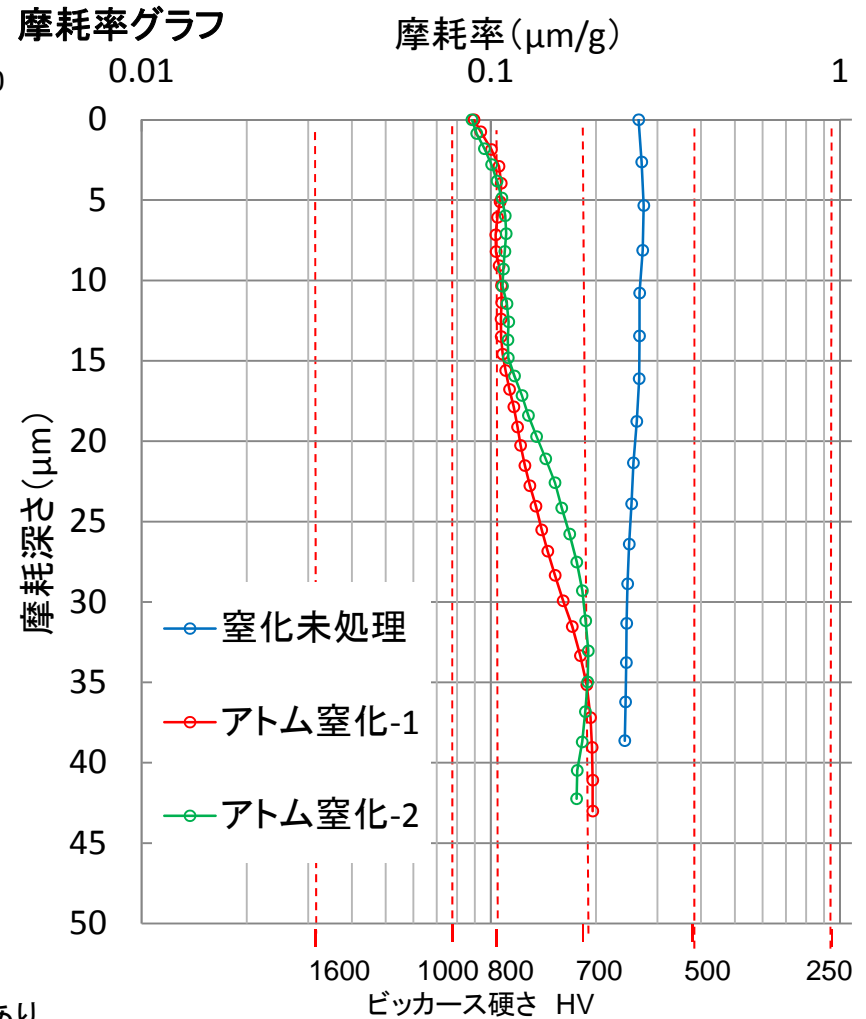
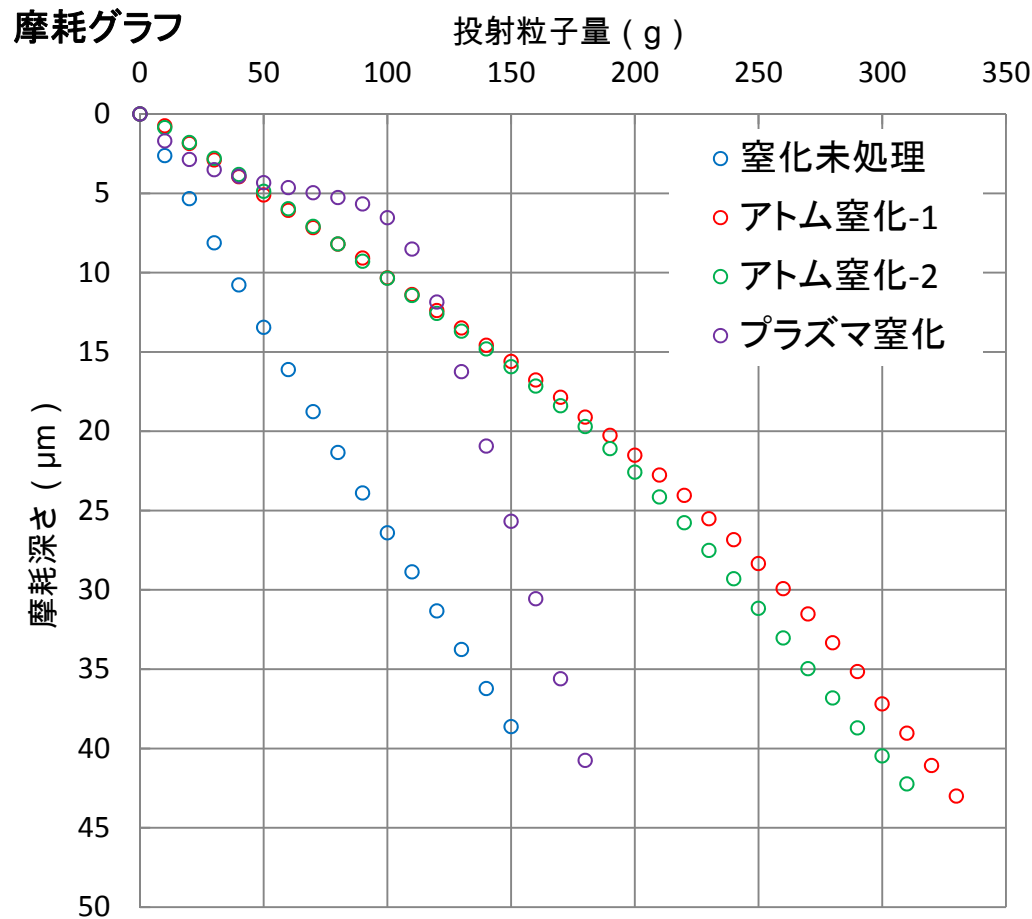
- 評価機器・測定条件:

使用機種 白色光干渉法
 表面形状測定機 SP-500
 (東レエンジニアリング社製)
 レンズ 対物5倍
 走査速度 7.2μm/sec
 測定レンジ -5~+45μm
 水平分解能 $1.28 \times 1.28 \mu\text{m}/\text{pix}$

マイクロスラリーエロージョン(MSE)試験結果 (深さ40 μm まで)

投射粒子量を10gピッチで試験した結果です。深さは40 μm までとしました。

摩耗率グラフ下部に参考ビッカース硬さを表示



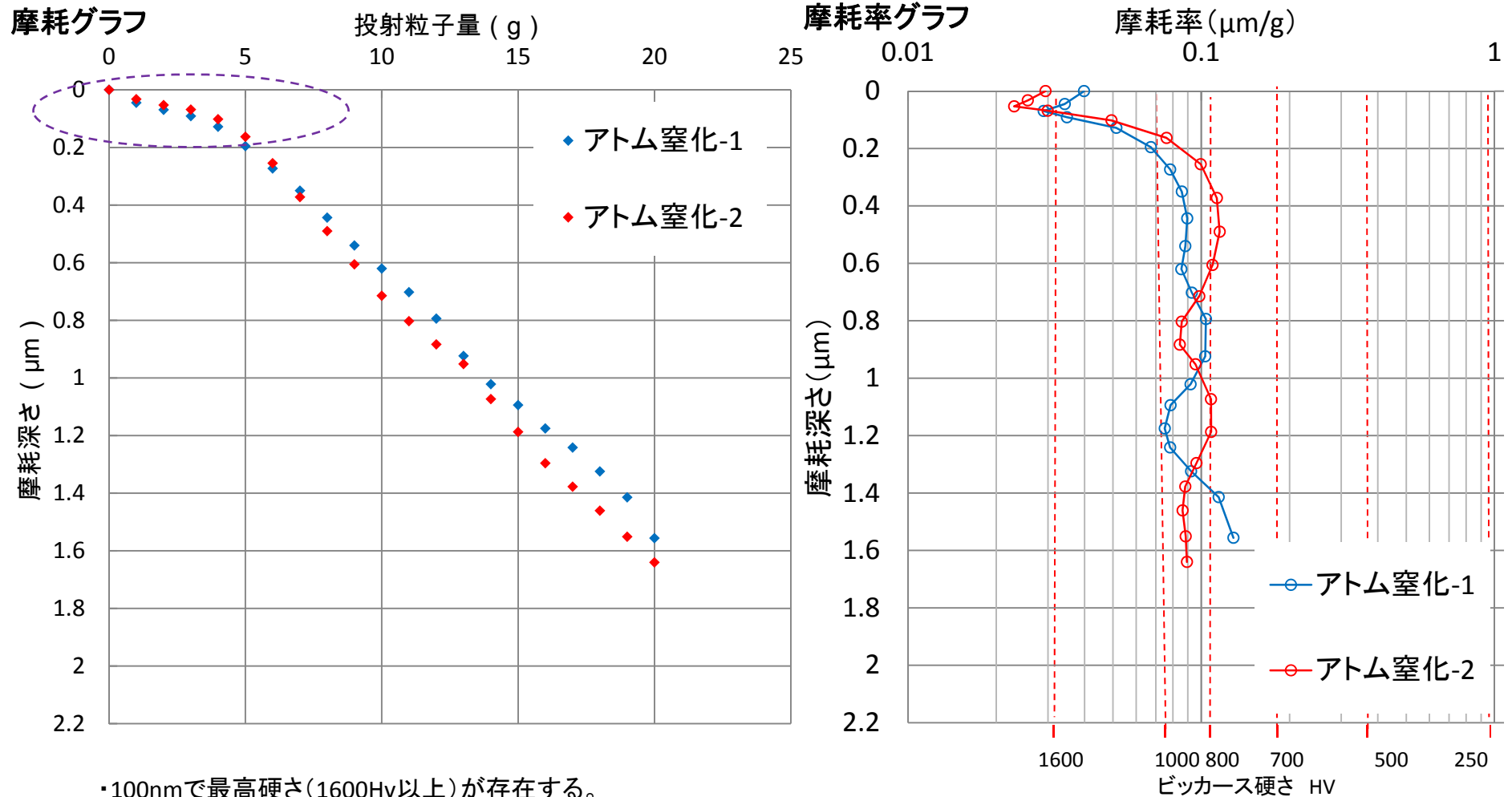
- ・プラズマ窒化処理の試験データは参考比較用として挿入。
- ・アトム窒化は5 μm 以下に硬い・強い層があり、5~15 μm に一定の硬い層があり、15 μm 以降に徐々に弱くなり焼き入れ硬さに収束する層がある。

2013年9月26日

報告書No.00268-01

マイクロスラリーエロージョン(MSE)試験結果 (最表面2μm以下)

投射粒子量を1gピッチと分解能を上げた試験



- ・100nmで最高硬さ(1600HV以上)が存在する。
- ・その後200nm過ぎた深さまで急速に下がり900HVになり安定した硬さになっている。

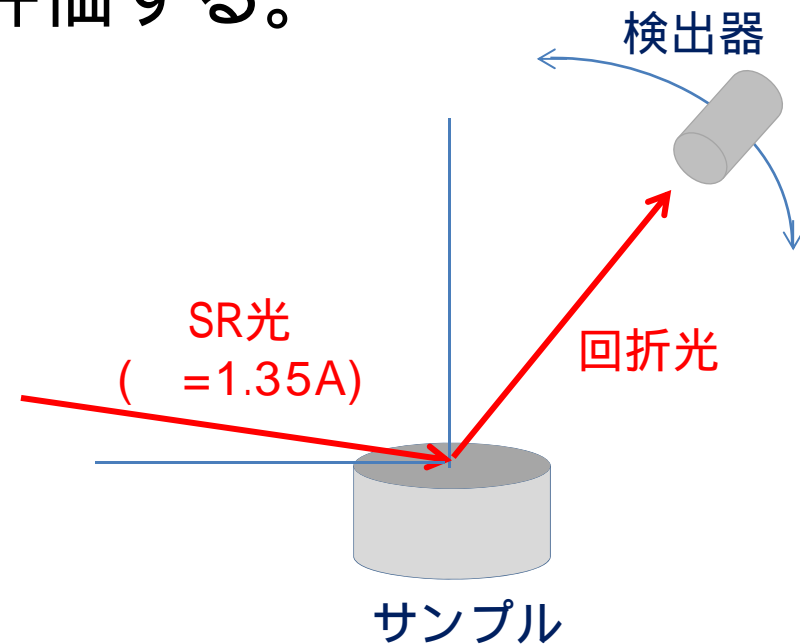
各種窒化処理した鋼表面のX線結晶構造解析

(目的)

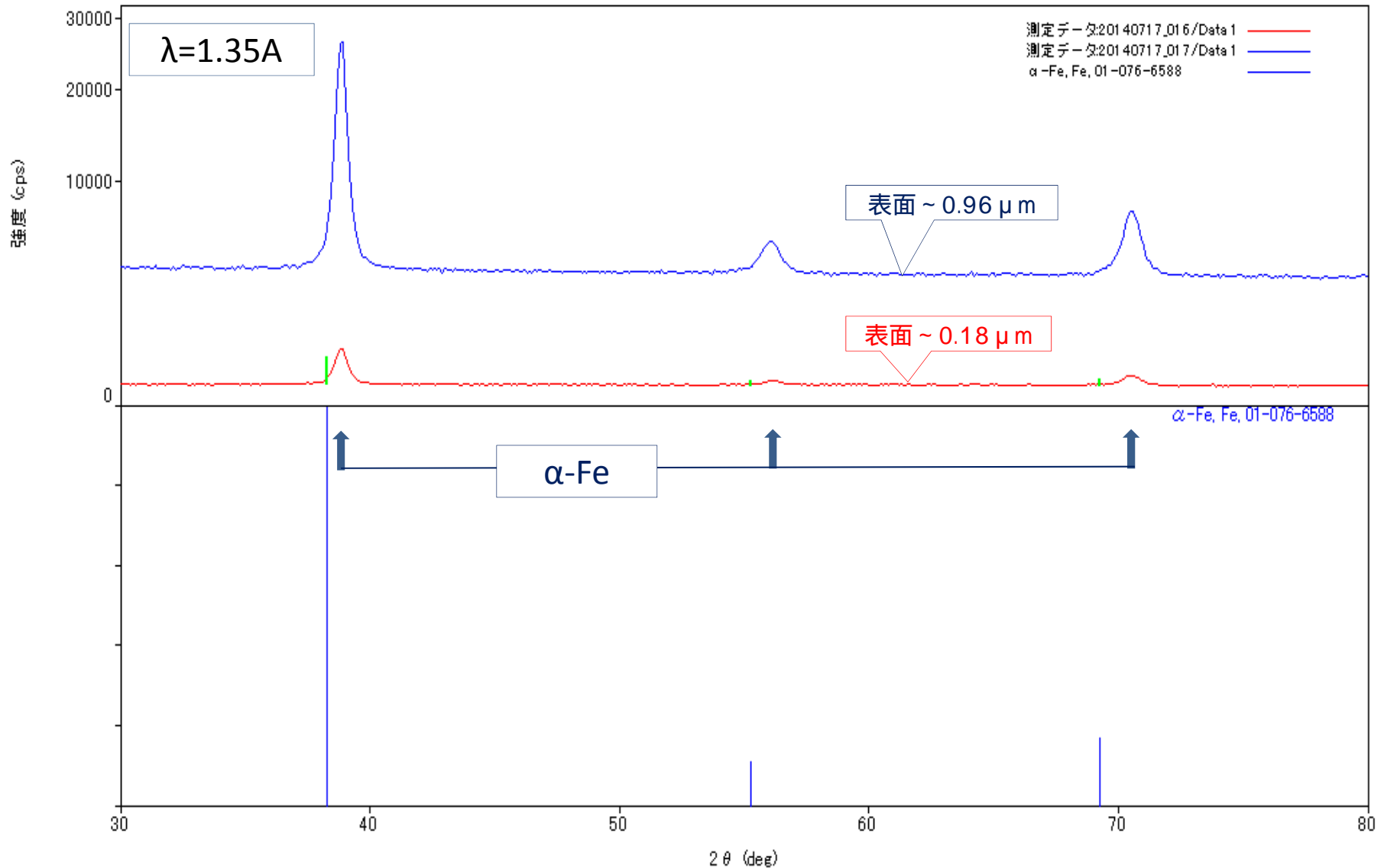
アトム窒化およびイオン窒化処理した鋼表面の結晶に形成された物質を評価する。

(方法)

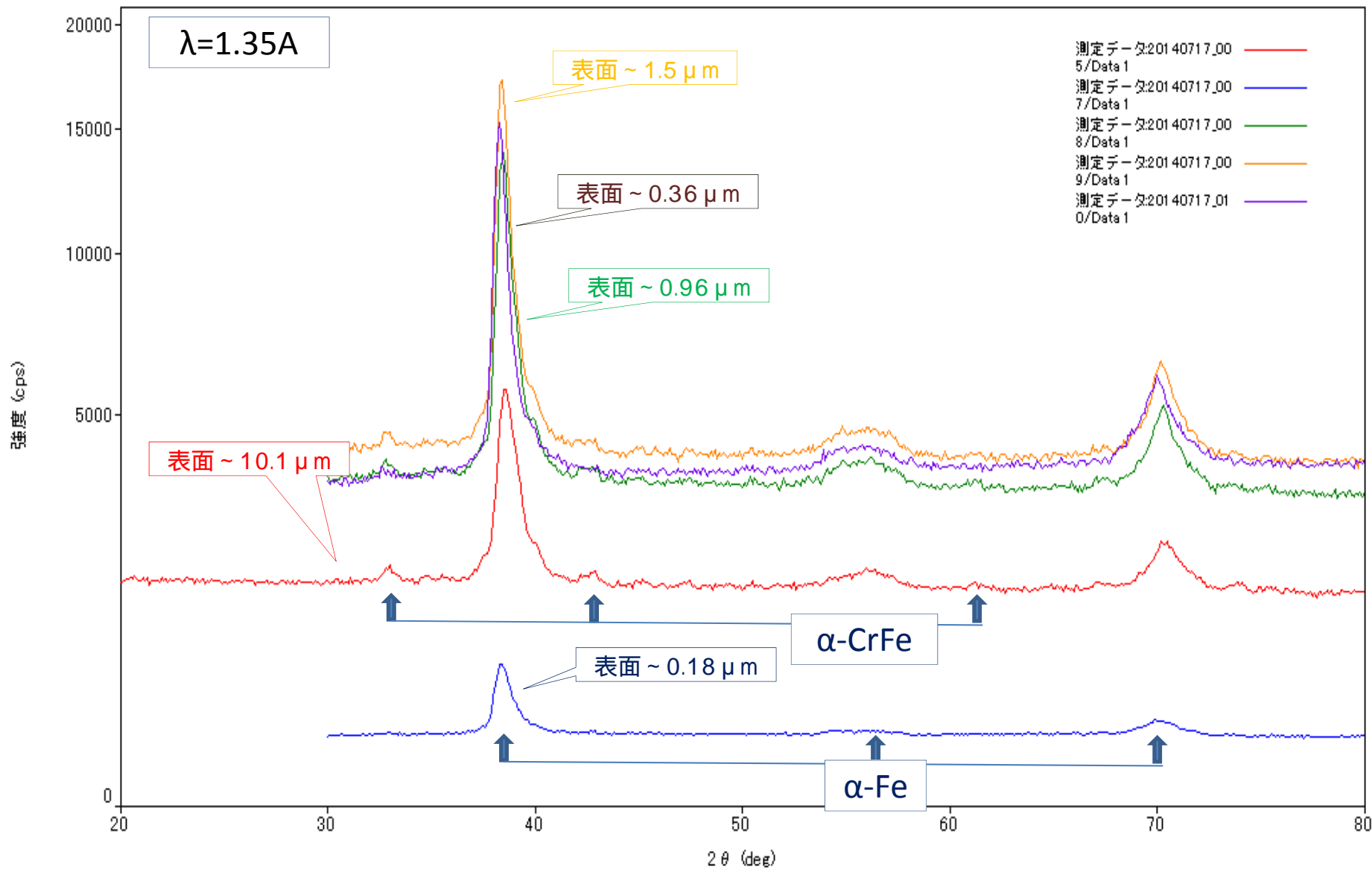
窒化処理した鋼表面にシンクロトロン光を入射角度 $0.075^\circ \sim 10^\circ$ で入射させ、表面の結晶構造解析を行う。



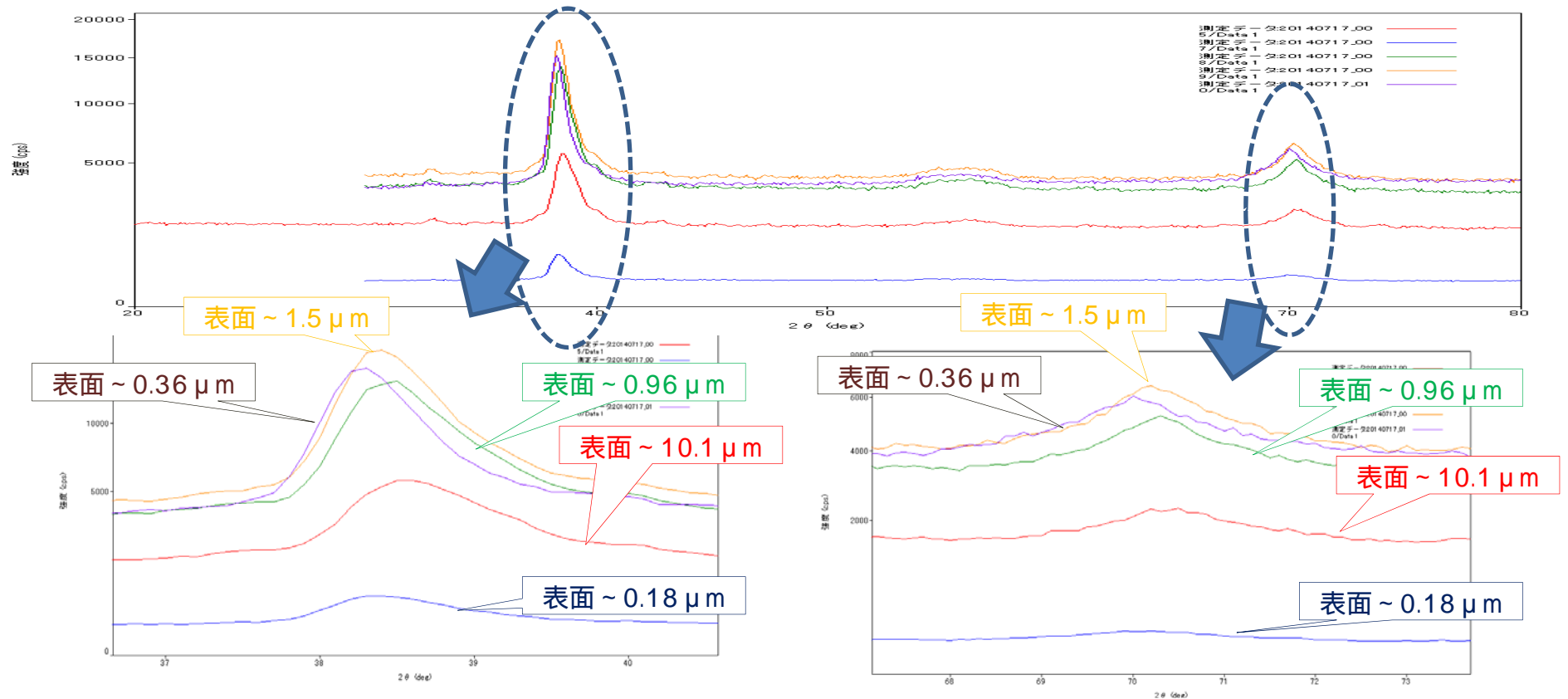
未処理サンプルのXRD解析



アトム窒化サンプルのXRDスペクトル (あいちシンクロトロン光を使用)



アトム窒化サンプルのピークシフト



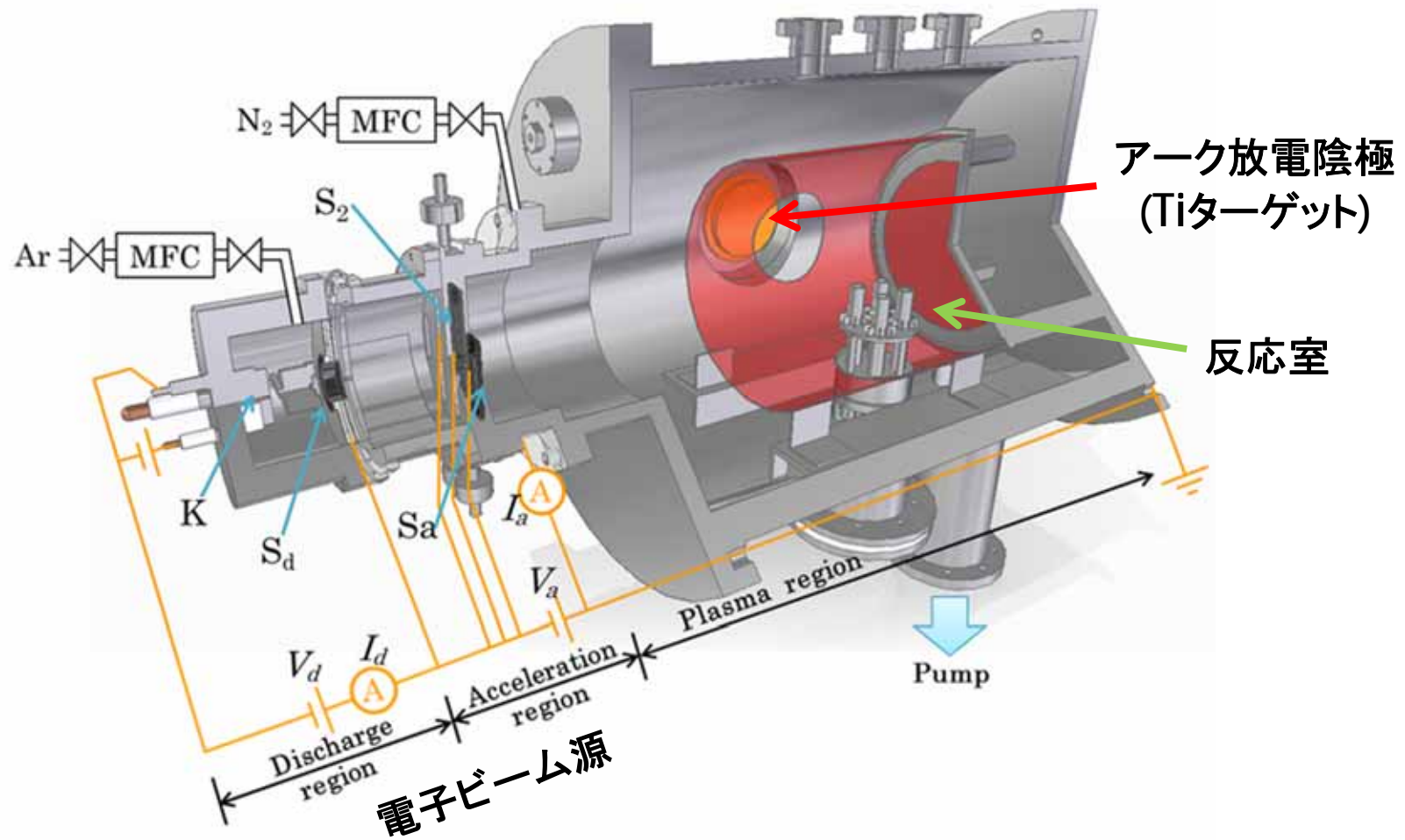
測定位置	2	D値	
表面 ~ 0.18 μm	38.34	1.992	-0.026 / 1.966
表面 ~ 0.36 μm	38.38	1.989	-0.023 / 1.966
表面 ~ 0.96 μm	38.49	1.984	-0.018 / 1.966
表面 ~ 1.5 μm	38.49	1.984	-0.018 / 1.966
表面 ~ 10.1 μm	38.49	1.984	-0.018 / 1.966

測定位置	2	D値	
表面 ~ 0.18 μm	70.00	1.140	-0.008 / 1.132
表面 ~ 0.36 μm	70.12	1.138	-0.006 / 1.132
表面 ~ 0.96 μm	70.32	1.136	-0.004 / 1.132
表面 ~ 1.5 μm	70.24	1.137	-0.005 / 1.132
表面 ~ 10.1 μm	70.32	1.136	-0.004 / 1.132

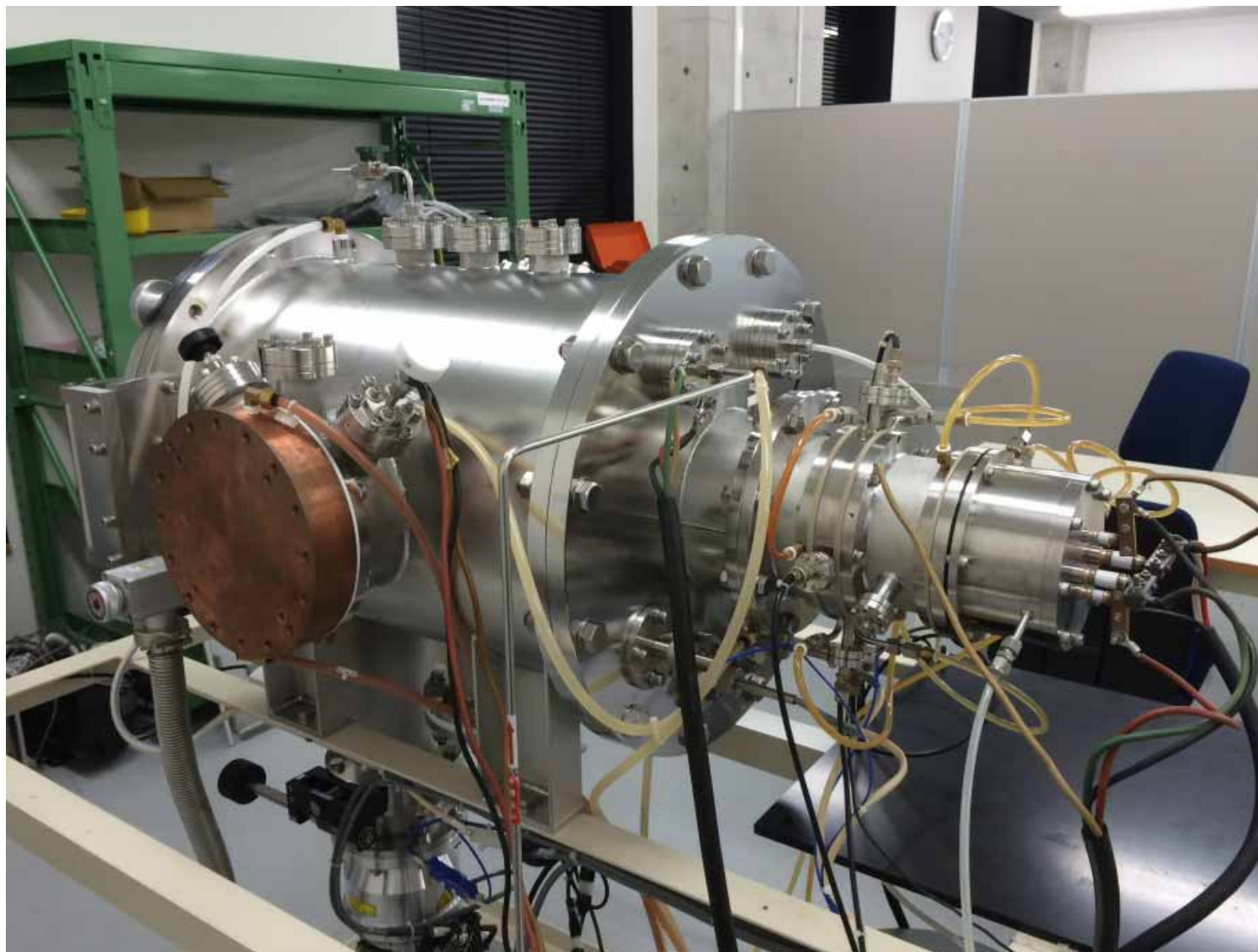
各種窒化処理鋼のXRD測定結果

- (1) 未処理材、アトム窒化材、イオン窒化材のすべてのXRDスペクトルには、鉄の3本のピークが観察されるが、特に、未処理材とアトム窒化材のピークは広角側に少しシフトしていた。
- (2) アトム窒化材には鉄以外に鉄クロム(γ -CrFe)の化合物が観察された。
- (3) アトム窒化材の表面から0.96 μm までは、未処理材と比べると圧縮応力が負荷されている。
- (4) イオン窒化材には鉄以外に鉄の窒化物(Fe_2N , Fe_3N)による比較的大きなピークが観察された。

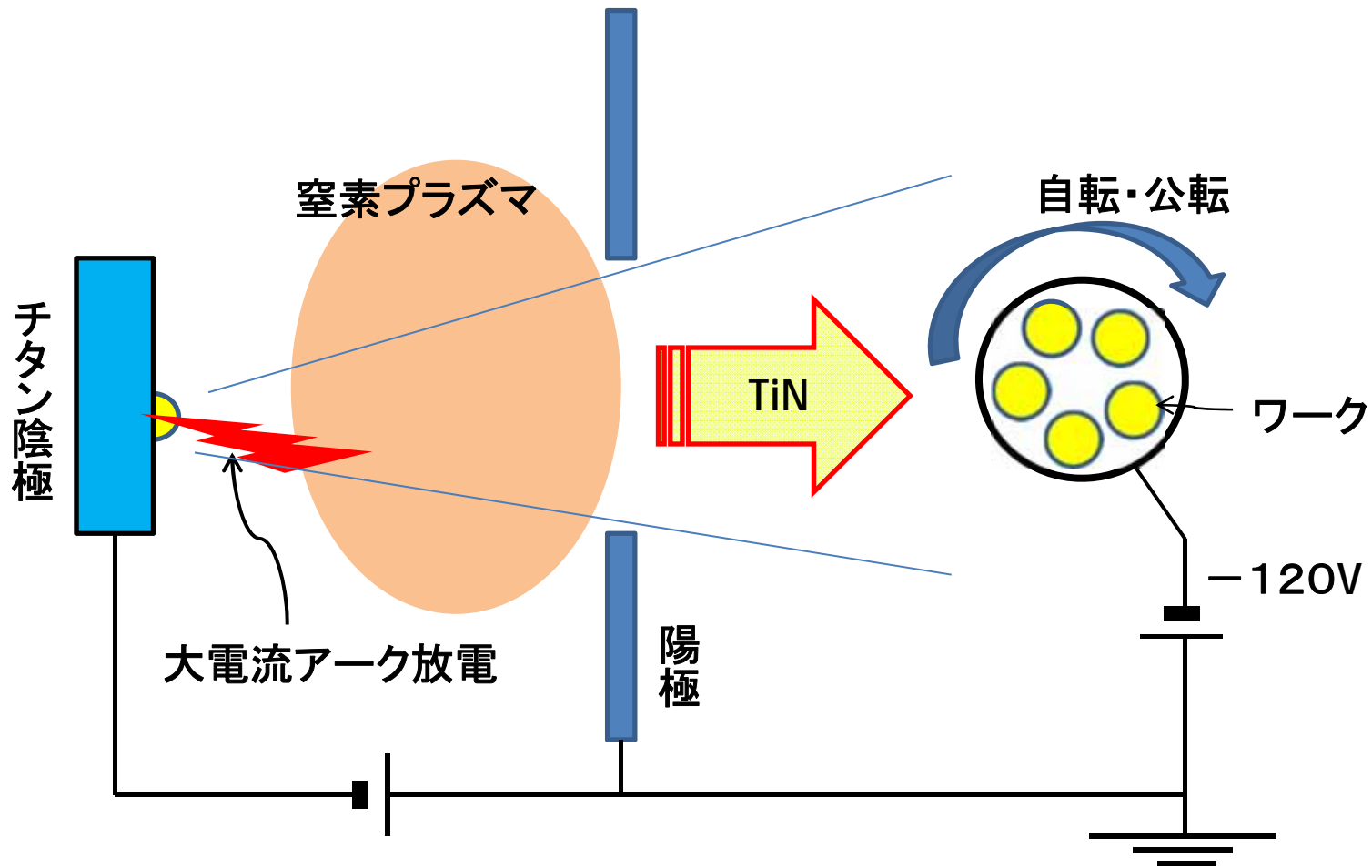
開発した複合硬化処理装置の構造



複合硬化處理裝置



アークイオンプレーティング成膜の原理



複合硬化処理を行ったタップの写真



複合硬化処理: アトム窒化処理(5時間) + イオンプレーティング(0.5時間)