

ガス軟窒化処理の研究

根川 博、羽地龍志、棚原 靖、吉山 仁¹

アルミニウム押出金型の窒化層は、押出工程中に高温・高圧力を受けて変形、摩耗を繰り返しながら、寿命が短くなっていくが、数回の再窒化処理によって製品の品質許容値まで寿命を延長することができる。しかし、母材の熱処理不良や窒化不良等によって一回目から、剥離、カジリ等の欠陥が発生して、極端な寿命の低下を引き起こすこともある。その原因を追求し金型の寿命延長を図るために、窒化処理条件（ヒートパターンの変更：ガス濃度、処理量の影響等）および窒化層の評価に関する研究の結果、剥離と関係が深いと考えられる一要因が分かった。

1 はじめに

アルミニウム押出金型（以下、「金型」という）の表面硬化処理の方法としては、従来塩浴窒化が主流であったが、最近では環境保全の観点から、ガス（軟）窒化へと変わってきている。ベアリング面に発生する欠陥は製品品質の低下のみならず、金型の寿命低下に繋がる重大な問題である。欠陥の一つに剥離という現象がある。これは、鋼種、熱処理、金型の形状、窒化条件および押出条件等の不適切さに起因すると考えられている¹⁾。

金型用鋼材には、熱間金型鋼が一般的に使用されており、SKD61が主流である。最近では押出材の薄肉化、大型化、形状の複雑化や高品質化など種々の要因から金型の寿命が短くなっている。従って、金型に要する費用低減のためにも長寿命化が強く望まれている。

このような要望に対して、熱間工具鋼の重要な特性としては、高温強度、熱疲労性、靱性が挙げられる。アルミ押出の場合、加熱温度が比較的低いので大きな問題にはならないが、前述のように時代の要求に呼応して、SKD61の改良鋼としてKDAなる鋼種が開発された²⁾。この鋼材は金型の必要特性である優れた窒化特性による耐摩耗性の向上、高温変形抵抗の改善による押出製品の寸法精度の向上および靱性も高いため硬さをHRC48以上に上げて高温強度を保持出来る。しかしながら硬さがHRC52を超えると、鋼材の靱性が劣化し、割れやすくなる。逆にHRC45未満だと軟らかいため押出時の圧力で金型が変形し易くなる。これらのことにより材料に起因する問題は大幅に減少した。

一方、金型のベアリング面の窒化層に発生する欠陥は重要な問題である。中でも剥離不良は発生原因が複雑で、生産の現場で対応に非常に苦慮している。従来の研究では、金型の熱処理過程における焼入・焼戻し時にベアリング面に生成する酸化物、また押出の予熱過程における

同様の酸化物が剥離の一要因と考えられている。それらの検証方法について特許も公開されている³⁾。

また、雰囲気ガスの濃度バランスやヒートパターンが適切でないと、窒化層組織が不均一になり、剥離やカジリが発生し易くなる傾向がある。特に他のガスに比べて、アンモニアの濃度が高いとその傾向が顕著になる。しかし、バランスやヒートパターンが適切であっても、突然に剥離が起こることがある。それらの仕上がり状態を観察すると、表面の色が灰白色になっている。通常青みがかった黒灰色とは大きな差である。この色はガス窒化の色に酷似している。この時の条件を調べてみると、一回に処理する金型の個数に大きな差があることが分かった。金型の個数即ち金型の表面積に着目し、単位表面積当たりの雰囲気ガス濃度の影響について、詳細に研究した報告もある⁴⁾。

現場における最大の悩みは窒化処理した金型の窒化層の定性的評価法がないことである。そこでロックウェル硬さ試験器の圧痕の金属顕微鏡（以下、「顕微鏡」という）による組織観察および走査型電子顕微鏡（以下、「SEM」という）観察によって評価することにした⁴⁾。それらの結果を参考にして、剥離との関係を研究し、有効な結果が得られたので報告する。

2 実験方法

2-1 試料

本実験に使用した鋼材は熱間金型工具鋼（SKD61の改良鋼KDA材）で、焼き入れ、焼き戻し処理を行い、硬さをHRC48に調整した。

表1 雰囲気ガスの組成

種類	実施例1	実施例2
N ₂	1.2m ³ /hr	2.6m ³ /hr
NH ₃	2.1m ³ /hr	0.6m ³ /hr
CO ₂	0.1m ³ /hr	0.1m ³ /hr

1 金秀アルミ工業（株）

試料形状は10mm×10mm×20mmとした。ガス軟室化処理は処理温度540 で、保持時間6h除冷とし、N₂-NH₃-CO₂の所定濃度の雰囲気ガス中で処理した。雰囲気ガスの組成を表1に示す。

2-2 窒化層組織に及ぼす雰囲気ガス濃度の影響

ガス難室化処理を導入する以前に使用していた塩浴室化法による考え方は、「窒化層は厚く」、「硬さは出来るだけ硬い方が良い」というのが通念であった。塩浴室化時に生成する脆い化合物層は紙ヤスリで磨いて除去して使用していた。新たに導入したガス軟室化法で剥離やカジリが起るのは、この考えに起因すると考えられるので、これを二つの実施例について、ピッカース硬さと顕微鏡観察で確かめた。このとき同一のヒートパターンを使用した。

2-3 ロックウェル硬さ試験器による窒化層の剥離

前節の実施例2の条件で処理した窒化試料（以下、「通常試料」と呼ぶ）と、何らかの理由で時々発生する灰白色の試料を白色試料（以下、「白色試料」と呼ぶ）をロックウェル硬さ試験器で、1,480Nの負荷を硬球(1/16")により加え剥離させた後、圧痕周辺部および断面の状態をSEMおよび顕微鏡で観察して、窒化層の違いによる相違を比較した²⁾。

3 実験結果および考察

3-1 窒化層組織に及ぼす雰囲気ガス濃度の影響

(1) ピッカース硬度の測定

実施例1および実施例2の硬度分布を図1に示す。

図1の硬度曲線から分かるように、同一のヒートパターンであっても雰囲気ガスの濃度の違いによって、窒化層の硬さや深さが異なっている。塩浴室化法でも硬すぎ(Hv1100以上)たり、厚すぎ(200μ以上)た場合には剥離やカジリが起ることがあった。現在のガス軟室化法も同様な事が起っている。

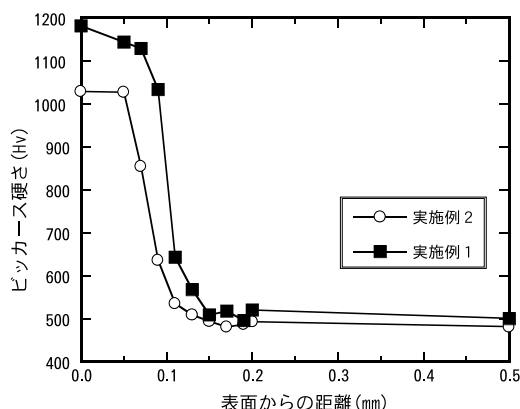


図1 硬度分布

ちなみに金秀アルミ工業においてガス軟室化処理の導入初期から現在までの剥離欠陥の発生データの推移を図2に示す。2002年にガス軟室化法を導入、2003年に実施例2のパターンに変更した。剥離発生数は減少傾向にある。

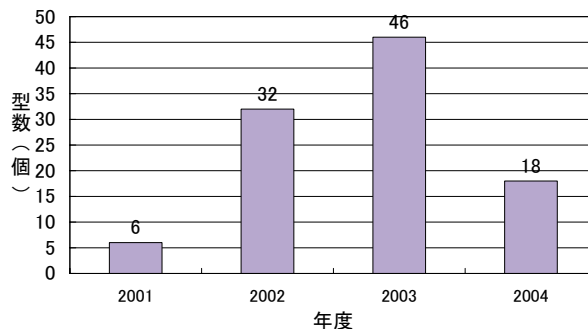


図2 金型剥離発生件数の推移

(2) 顕微鏡による組織観察

図3に示す組織写真から、最表面に白層と呼ばれる非常に硬くて厚い化合物層があり、その下に拡散層があることがわかる。拡散層と母材との境界は一線を画し、不均一な組織でカモメマークと呼ばれる炭化物の発生が確認できる。発生原因は未だ解明されていない²⁾が、これが発生することは望ましくないとされている。従って、図3に示す実施例1の状態の押出金型は耐摩耗性は向上するが、靱性の点で問題があり、ベアリング面の欠陥が発生し易い状態と考えられる。

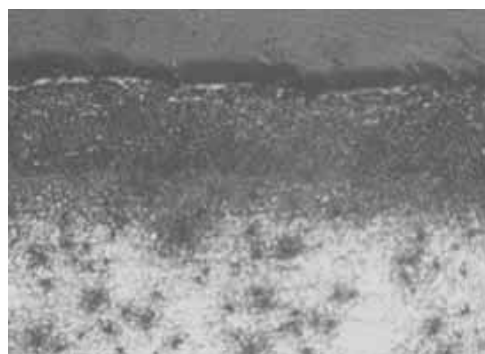


図3 処理層写真(実施例1)

一方、図4に示す通常試料の場合、硬さも深さも小さい。また、化合物層は生成されず拡散層のみであることがわかる。従来の考え方からすると、耐摩耗性や剥離性が悪い組織と考えられるが、現在は化合物層の発生は極力抑えて拡散層のみで押出をする試みがなされている。その理由は表1のデータからも頷ける。

また、図5に示す白色試料については3-2項で述べるように、現場で問題が指摘されている。



図4 処理層写真 (通常試料)

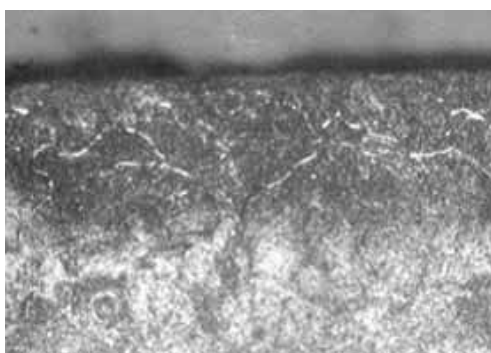


図5 処理層写真 (白色試料)

3 - 2 ロックウェル硬さ試験器による剥離の評価

前節で述べたように、窒化処理欠陥を減少させることを目的に拡散層のみを生成させる方法で処理しているが、金型の外観が白色に仕上がって出てくる場合があり、このときの金型の色は一般のガス窒化処理にて処理された金型の外観に酷似している。両者の違いを確認するために、硬さの測定、組織観察およびSEM観察を行い以下の結果から考察を試みた。

(1) ピッカース硬度の測定

図6に金型表面付近の硬度分布を示す。硬度については顕著な相違は認められない⁵⁾。

通常試料は目的通り拡散層のみの組織で母材との境界

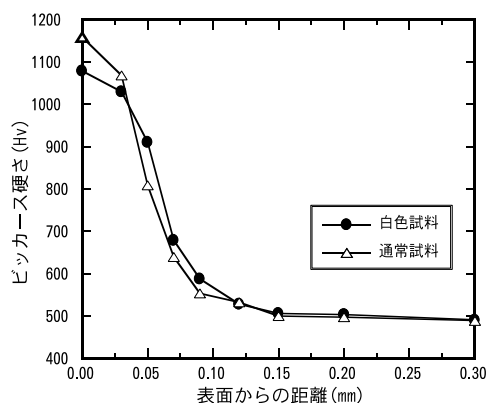


図6 硬度分布

も均一である。反対に白色試料はカモメマークが発生し母材との境界も不均一である。ヒートパターンや雰囲気ガスの組成などは同じ条件で処理していることから、一回に処理する金型の数量に大きく影響されると考えられる。ある文献によると、同じ大きさのピストンロッドを窒化処理する場合、処理材の単位表面積 m^2 当たりの CO_2 の量によって適切な化合物層の厚さと拡散層が形成されると記されている⁴⁾。前述の大きな相違はこの考えで説明出来ると考える。

(2) 圧痕の顕微鏡観察

ロックウェル硬さ試験器の圧痕の観察写真を図7および図8に示す。それぞれ通常試料の圧痕平面部と孔の周辺部の状態である。縁の亀裂は大きいが平面部への放射状の亀裂は左端に一個しか認められない。

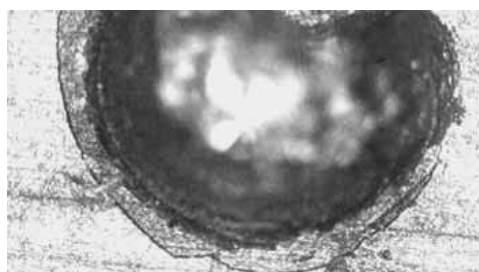


図7 圧痕の顕微鏡写真 (通常試料)

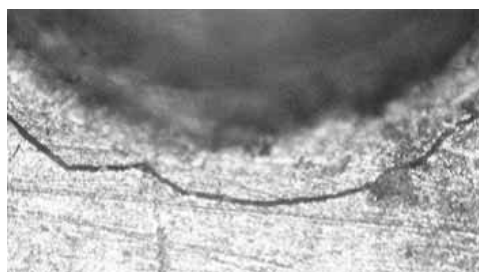


図8 図7の拡大写真 (通常試料)

他方、図9および図10に示す白色試料は縁の部分の亀裂は小さいが、周辺の平面部への亀裂は波状および放射状で非常に多い。この2種の試料の定性的な違いから、直ぐに機械的な特性まで結論づけることは出来ないが、明らかに何らかの違いがあることは推測できる。即ち、白色試料は通常試料に比べて、横方向からの力に対して抵抗性が弱いと考えられる。

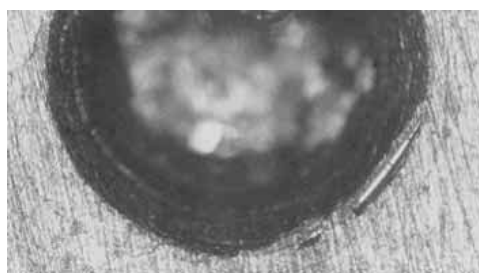


図9 圧痕の顕微鏡写真 (白色試料)

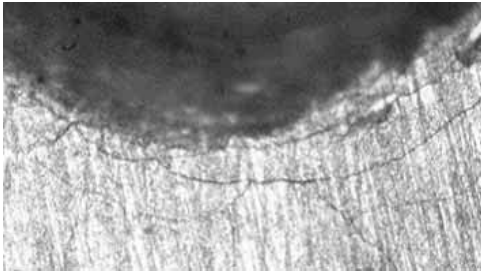


図10 図9の拡大写真（白色試料）

(4) 圧痕表面のSEM観察

図11から図14に通常試料における圧痕の平面部のSEM写真を示す。顕微鏡写真に比べて非常に鮮明にわかる。特に白色試料においては亀裂の全体像が良く分かる。

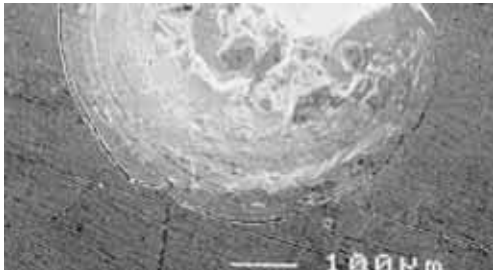


図11 圧痕のSEM写真（通常試料）

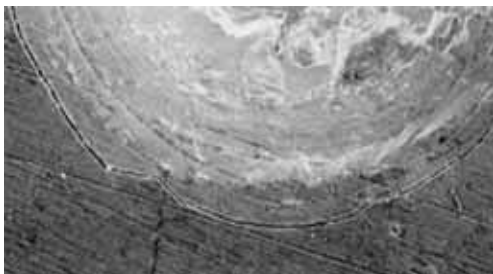


図12 図11の拡大写真（通常試料）

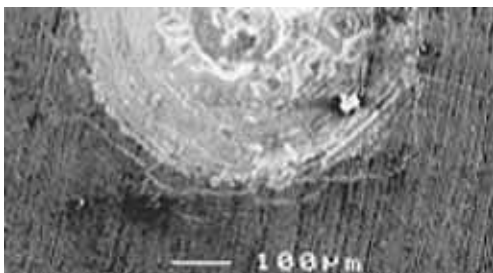


図13 圧痕のSEM写真（白色試料）

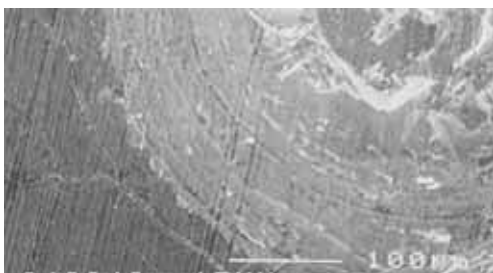


図14 図13の拡大写真（白色試料）

(5) ロックウェル圧痕の断面観察

図7～図14に示したロックウェル圧痕の顕微鏡およびSEM観察から分かったことを、再確認するために、圧痕の断面写真を撮って検証した。



図15 圧痕の断面写真：底部（通常試料）



図16 圧痕の断面写真：テーパ部（通常試料）



図17 圧痕の断面写真：底部（白色試料）

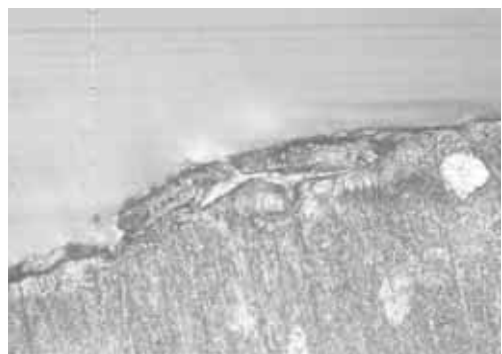


図18 圧痕の断面写真：テーパ部（白色試料）

図15は圧痕の底部を示し、図16は圧痕のテーパ部近傍を示す。2枚の写真から分かるように、全体に亀裂が少なく、縁の部分に大きな亀裂があって検鏡用の樹脂が入りこんでいる。

図16および図17は、白色試料における圧痕の断面写真である。全体に亀裂が発生し、特にテーパ部や縁の周辺部は大きく剥離していることがわかる。

これらからロックウェル試験器による圧痕試験は、ガス軟窒化層の欠陥評価に適用出来ることが分かった。

4 まとめ

アルミ押出金型の窒化層の剥離欠陥を改善するために、ガス軟窒化処理の研究を行い、次のような結果が得られた。

- (1) 現在のヒートパターンでは、雰囲気ガスのアンモニア濃度は20%位が適切である。それ以上になると窒化層の欠陥が発生し易い。
- (2) 窒化層の組織は化合物層のない拡散層だけの物が多い(カモメマークの発生しない組織であること)。
- (3) ガス軟窒化処理において、処理量は出来るだけ一定量がよい。処理量を極端に少なくすると、窒化層の欠陥が発生し易くなるためである。
- (4) 窒化層の欠陥を評価する方法として、ロックウェル試験器による圧痕の観察が有効であることがわかった。但し、これは金属顕微鏡写真やSEM観察との組み合わせが必須である。

謝 辞

本研究を遂行するにあたり、試料の処理や金型の処理状況の情報提供およびその他の現場作業について快く協力して頂いた金秀アルミ工業株式会社の呉屋部長、上江洲係長をはじめダイス修正室の皆様に対し、心から感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 特開平8 - 06672
- 2) 「熱間用金型の寿命対策」 型技術協会 熱間金型の寿命改善委員会編 日刊工業新聞社刊
- 3) 特開平9 - 85333
宮長文吾 鈴木健司「熱処理技術の選択」39('99)
- 4) 特開2002-302756
- 5) 坂本 卓著「金属材料入門」 日刊工業新聞社発行
P - 98

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。