



室蘭工業大学

学術資源アーカイブ

Muroran Institute of Technology Academic Resources Archive



表面改質処理層における非破壊評価手法の適用基礎研究

メタデータ	言語: jpn 出版者: 室蘭工業大学地域共同研究開発センター 公開日: 2019-03-14 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: 西川, 詠二, 朴, 峻秀, 岸本, 弘立, 神田, 千智 メールアドレス: 所属:
URL	http://hdl.handle.net/10258/00009772

表面改質処理層における非破壊評価手法の適用基礎研究

西川詠二*1, 朴峻秀*2, 岸本弘立*2, 神田千智*2

1 はじめに

プレス用金型の長寿命化のために PVD や窒化処理等による金型表面の高硬度化による耐久性向上が行われている。特に、窒素の浸透拡散による窒化処理は幅広く実用化されており、ウメトク株式会社（以後、ウメトク社）においても製品の熱処理・表面処理プロセスとして大いに活用されており、当社は最先端の設備と共に長年のノウハウと技術力を有している。しかしながら、プレス用金型の長寿命化には素材・表面処理工程を含む高度な品質管理が必要であるが、素材・表面処理層の深さ及び特性と表面処理条件との相関に関する定量的な評価結果に基づく理解は十分とは言えず、品質評価も未だテストピースによる破壊試験に依存しており、品質向上・コスト低減の観点から改善が求められる。

本研究は表面改質処理層における非破壊評価手法の適用基礎研究として、窒化処理したダイス鋼の表面改質処理層における詳細な微細組織評価を行い、プレス用金型の長寿命化及び非破壊的手法による簡便な表面処理層の深さ及び特性の判定手法開発に向けた基礎データの取得を目的としており、以下に検討結果を述べる。

2 実験方法

母材としてダイス鋼と呼ばれる SKD-61 を用い、表面にプラズマ窒化処理（ユニコート X10）を行った。

*1：ウメトク株式会社 北海道加工センター

*2：環境・エネルギーシステム材料研究機構

窒化処理は窒化層深さ 50 μm および窒化層深さ 100 μm の 2 条件で行っており、サンプルは大きさ 12~13 \times 10 \times 30mm 程度の角柱であり、それぞれの処理深さについて 3 種類ずつである。以下の表 1 にサンプル一覧を、表 2 に SKD-61 の成分表を示す。

表 1 受理サンプル一覧

窒化層深さ	サンプル ID
50 μm	A,B,C
100 μm	D,E,F

表 2 SKD-61（ダイス鋼）の成分表 ⁽¹⁾

化学成分 (Mass%)		
C	0.35~0.42	
Si	0.80~1.20	
Mn	0.25~0.50	
P	< 0.030	
S	<0.020	
Ni	-	
Cr	4.80~5.50	
Mo	1.00~1.50	
W	-	
V	0.80~1.15	
Co	-	

窒化層の微細組織評価のために、窒化処理面の断面を電解放出型走査型電子顕微鏡（FE-SEM, JSM-6700F, JEOL 社）ならびに電解放出型透過型電子顕微鏡（FE-TEM, JEM2100F, JEOL 社）を用いて観察を行った。FE-SEM の観察試料作成方法を、以下の図 1 に示す。精密切断機を用いてスライスしたサンプルをアクリル系樹脂に埋める冷間埋込を行った後、鏡面研磨を行った。FE-TEM の試料は、収束イオンビーム（FIB, SMI3050, 株式会社日立ハイテクサ

イエン) で窒化処理面から深さ方向に掘り出し、マイクロピックアップにより FE-TEM 観察用の試験片を取得・作製した。

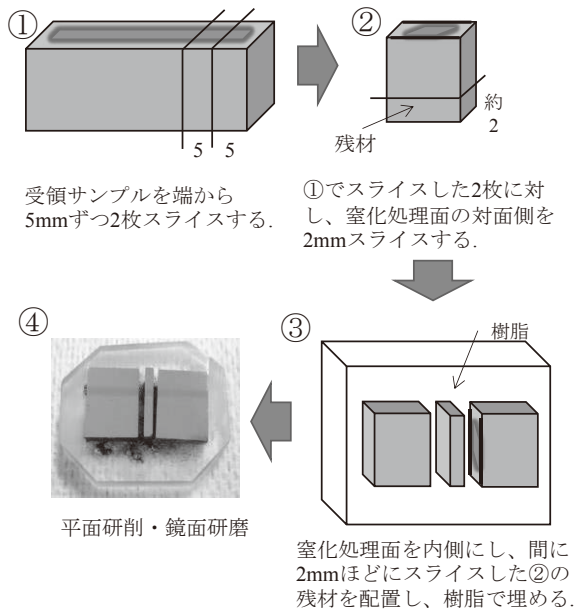


図1 微細組織観察用試験片の作製手順

3 実験結果及び考察

3.1 薄窒化層サンプル (50 μm) の観察結果

以下の図2に、窒化処理を行った試験片の外観および窒化層の FE-SEM (組成像) 観察結果を示す。サンプル B およびサンプル C では10 μm 前後の結晶およびごく小さな軽元素によるスポットと、最表面深さ1~2 μm までの周辺組織より軽い元素からなる表面層の存在が確認された。一方、サンプル A では最表面での表面層は確認できておらず、拡散層において、数 μm サイズの第二相が見られる事から、サンプル B およびサンプル C と材質又は処理条件の異なるサンプルである。

窒化処理層深さ50 μm サンプルの内、サンプル C

についてより詳細な検討を実施した。FE-SEM による詳細な観察結果を図3に示す。SKD-61 を含む熱間工具鋼で耐磨耗性の確保を目的として分散されている炭化物だと考えられるサブミクロンサイズの黒いスポットが組織全体で確認された。表面から約20 μm までの領域では結晶境界が黒く見える事から、粒界における組成の違いが伺える。

	外観	表面微細組織
A		表面層確認できず 5 μm
B		表面層厚さ： 約1.0 μm 5 μm
C		表面層厚さ： 約2.1 μm 5 μm

図2 窒化処理層深さ50 μm サンプルの外観と断面観察結果

3.2 深窒化層サンプル (100 μm) の観察結果

以下の図4に、サンプルの外観およびFE-SEM (組成像) 観察結果を示す。数値にばらつきは見られるが、いずれのサンプルにおいても表面層、結晶粒および炭化物のスポットが確認された。

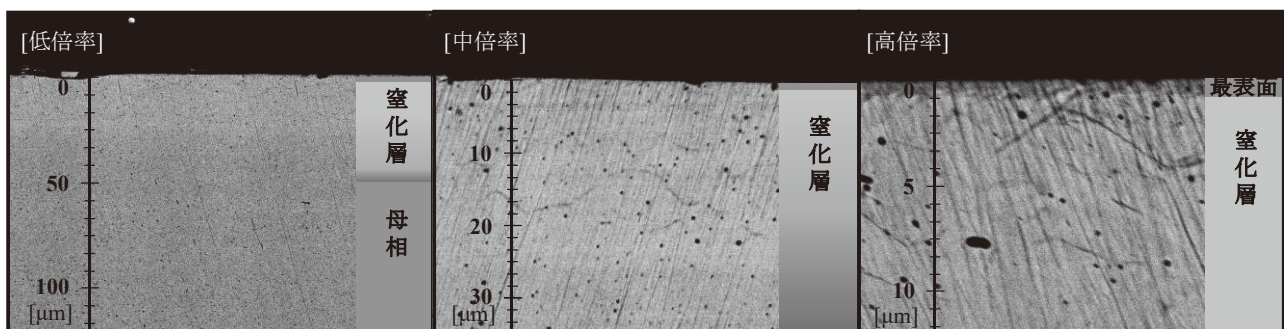


図3 サンプル C の微細組織観察写真


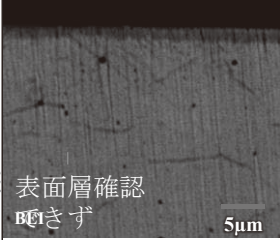
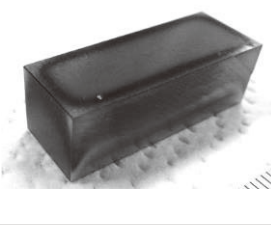
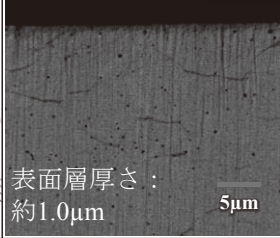
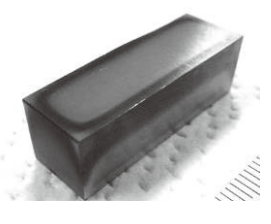
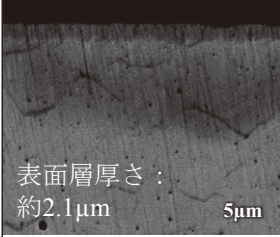
	外観	表面微細組織
D		
E		
F		

図4 窒化処理層深さ 100 μm サンプルの外観と断面観察結果

このうち、サンプル F について、より詳細な検討を実施した。FE-SEM による詳細な観察結果を図 5 に示す。母材よりも軽い元素から構成されている最表面層の下には結晶粒が確認できる層がおよそ 106 μm 深さまでみられた。さらに、窒化層 50 μm サンプル C とは異なり、サブミクロンサイズの炭化物と見られるスポットは表面から約 150 μm で密に存在している事がわかった。さらに拡大すると、サブミ

クロンサイズの炭化物と見られるスポットは、粒内・粒界を問わず視野全体に万遍なく存在していた。

図 6 は窒化層厚み 100 μm サンプルの表面近傍の断面組織を透過電子顕微鏡により観察し、EDX 装置を用いて組成分析を行った結果である。FIB で製作した試料の膜厚が厚かったために微細組織の詳細までは十分に把握できないが、極表面にクロム及びびに酸素濃度の高い領域が存在しており、Cr 酸化膜層が形成されていると思われる。表面近傍のおよそ 1 μm の深さまで組織の異なる領域が観察され、窒素濃度の高い領域となっている。これが図 4 などでも観察される軽元素番号の元素からなる表面層に対応していると思われる。また同様に観察された析出物は炭化バナジウム (VC) であると考えられるが、Cr, Mo も同様の部分に確認できる事から MX 型炭窒化物 (M = Cr, Mo : X = C, N) の可能性も否定できない。EDX 分析で明瞭に認められる析出物の大きさは 100nm から 500nm 程度と粗大であり、少なくとも析出強化には寄与しないと推察される。

図 7 は表面から深さ方向に取った、酸素、窒素、炭素の線分析結果である。Cr 酸化物相の直下で窒素濃度が最高となり、深さ方向に従って減少する。表面近傍の高窒素濃度領域での窒素濃度は 5~10at%程度であり、表面から深さ 5 μm の領域では 3at%程度まで減少する。EDX 分析における軽元素濃度の絶対値に関する信頼は乏しいが、表面近傍の窒素濃度が高く、また深さ方向に行くに従って低下する傾向があることが確認できる。

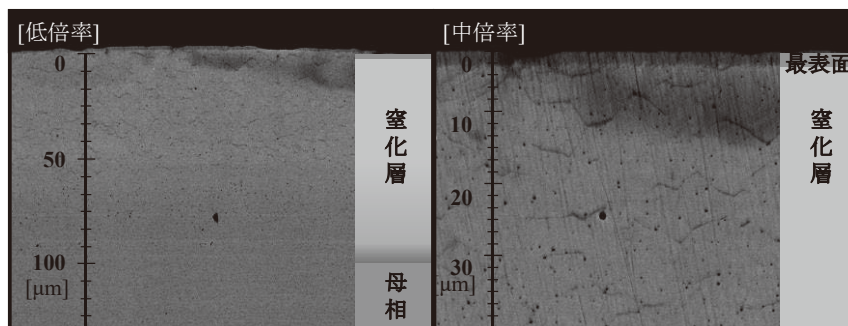


図5 窒化層厚み 100 μm サンプル F の観察結果

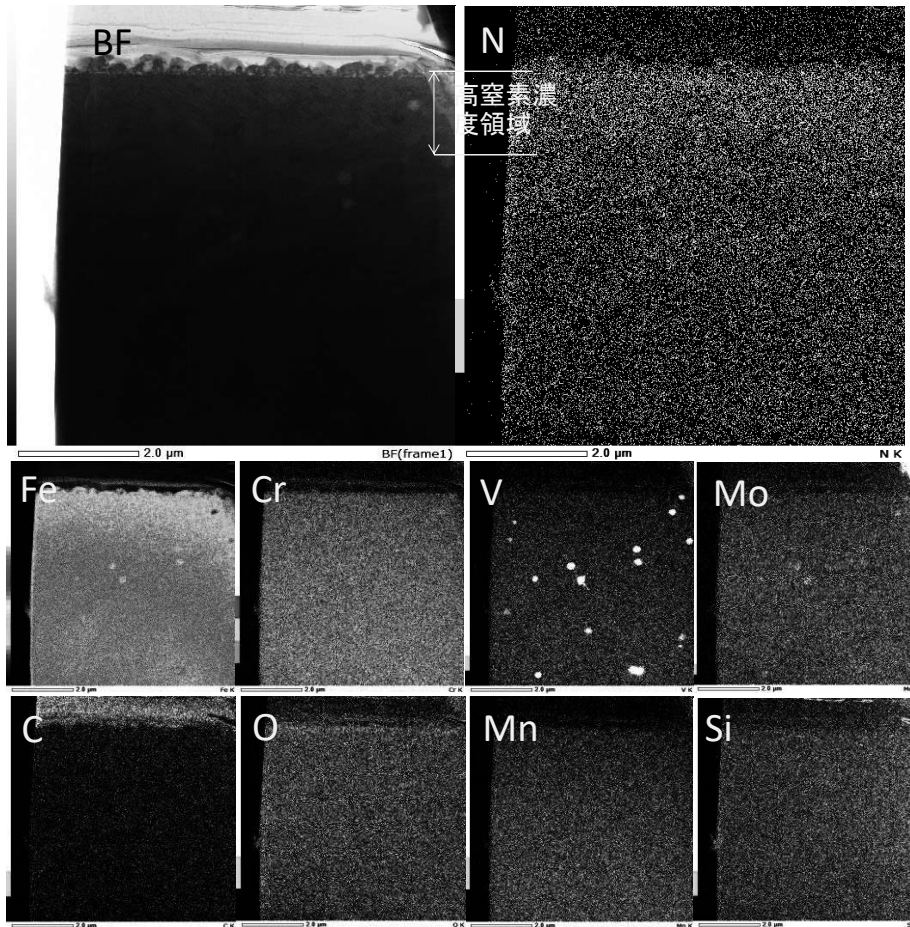


図6 FE-TEMを用いた100μmサンプル表面の断面組織とEDX分析結果

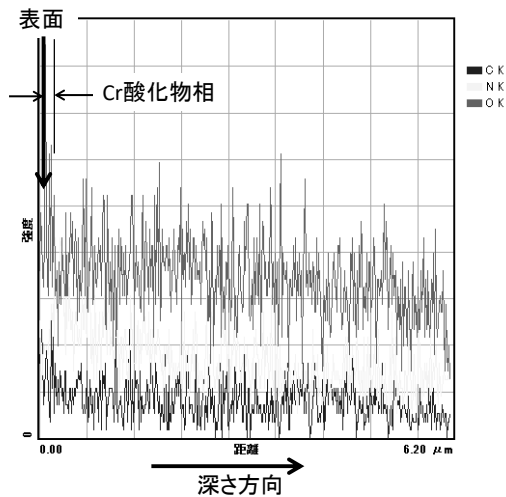


図7 表面から深さ方向の酸素,窒素,炭素濃度の線分析結果

4 まとめ

プレス用金型の長寿命化を目的とし,プラズマ窒化処理プロセスの高度化及び表面改質処理層にお

文献

る非破壊評価手法の開発が求められており,本研究は表面改質処理層における非破壊評価手法の適用基礎研究として,窒化処理したダイス鋼の表面改質処理層における詳細な微細組織的評価を行った.

プラズマ窒化処理を行ったSKD-61サンプルにおいて,FE-TEMとEDX分析により表面近傍の窒素濃度が高まっている事を確認した.窒化域にはサブミクロンのVC(もしくはMX)と思われる粗大な析出物が多数出現し,また窒化域は粒界観察が容易になることから結晶粒界上に析出物もしくは第2相が出現しているものと推定できる.以後,微細組織及び物性データベースを構築し,処理条件との相関関係からプラズマ窒化処理プロセスの高度化及び表面改質処理層における非破壊評価手法の開発を進めて行きたい.

(1)日本工業規格 JIS4404:2206 合金工具鋼鋼材